

KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**2017A, 6061 ve 7039 ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ
MİKROARK OKSİDASYON YÜZEY KAPLAMA YÖNTEMİ İLE
SERT SERAMİK KAPLANMASI**

DOKTORA TEZİ

Y.Müh. Aytekin POLAT

Anabilim Dalı: Makine Mühendisliği

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Murat MAKARACI

II. Danışman: Doç. Dr. Metin USTA

KOCAELİ, 2009

**2017A, 6061 ve 7039 ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ
MİKROARK OKSİDASYON YÜZEY KAPLAMA YÖNTEMİ İLE
SERT SERAMİK KAPLANMASI**

DOKTORA TEZİ
Y. Müh. Aytekin POLAT

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 30 Aralık 2008

Tezin Savunulduğu Tarih: 05 Ocak 2009

Tez Danışmanı

Yrd. Doç. Dr. Murat MAKARACI

(.....)

II. Danışman

Doç. Dr. Metin USTA

(.....)

Üye

Prof. İbrahim UZMAN

(.....)

Üye

Doç. Dr. Ali ATA

(.....)

Üye

Yrd. Doç. Dr. Fahrettin ÖZTÜRK

(.....)

Üye

Doç. Dr. Babür ÖZÇELİK

(.....)

Üye

Yrd. Doç. Dr. Hülya YETİŞTİREN

(.....)

KOCAELİ, 2009

ÖNSÖZ

Birlikte çalışmaya başladığımız ilk günden bu güne kadar çalışmalarımın her aşamasında, mesleki ve mesleki olmayan her konuda, fikirlerinden son derece yararlandığım, bilgi ve deneyimleriyle çalışmalarımı daima yönlendiren, her zaman yakın ilgi ve desteğini gördüğüm, görüş ve öneri ile hep yanımda olan çok kıymetli hocam Yrd. Doç. Dr. Murat MAKARACI' ya en içten teşekkürlerimi sunarım.

GYTE'de Alüminyum Alaşımları Laboratuvarı ve Kaplama laboratuvarlarını kurarak çalışmalarımıza en iyi koşullarda yürütmemize olanak veren, her zaman fikir ve önerilerinden büyük fayda gördüğüm, gerek çalışma gerekse doktora yaşamımın önemli dönüm noktalarında verdiği son derece değerli desteğini hep arkamda hissettiğim, yetişmemde büyük katkısı olan değerli hocalarım Doç. Dr. Metin USTA ve Doç. Dr. Ali ATA'ya içtenlikle teşekkür ederim.

Doktora tez çalışmam sırasında çalışmalarımı her zaman destekleyen birçok konuda kendisinden çok şey öğrendiğim, tüm sıkıntılı durumumda beni yalnız bırakmayarak her zaman destekleyen ve bu çalışma süresince de eleştiri ve önerileri ile hep yanımda olan değerli hocamız Yrd. Doç. Dr. Fahrettin ÖZTÜRK'e yürekten teşekkürlerimi sunarım. Bu çalışmanın tez izleme komitesinde yer alarak değerli katkılarını esirgemeyen Makine Mühendisliği Bölüm Başkanı çok kıymetli hocam Prof. İbrahim UZMAN'a teşekkür ederim.

X-Ray analizlerinin yapılmasında büyük katkıları olan Adem ŞEN'e taramalı elektron mikroskopu çalışmalarımda yardımlarını esirgemeyen değerli büyüğümüz Ahmet NAZIM'a çok teşekkür ederim.

Doktora çalışmam sırasında her zaman desteklerini gördüğüm sevgili arkadaşlarım Uzman Ömer Faruk DENİZ, Araş. Gör. Eyüp ŞİMŞEK, Araş. Gör. Ünal ŞEN, Araş. Gör. Furkan DÜNDAR, Araş. Gör. Salim Levent AKTUĞ ve Araş. Gör. Salih DURDU'ya ve diğer arkadaşlarıma en içten teşekkür ve sevgilerimi sunarım.

Yaşamımın en güzel ve en zor günlerini benimle paylaşarak moral ve büyük destek veren, beni sabırla dinleyerek yanımda olan sevgili eşim Dilek POLAT'a, sevgisi ile hep beni zenginleştiren biricik kızım Zeynep Rümeysa POLAT'a ve ne olursa olsun her koşulda sundukları koşulsuz sevgi ve güvenle bugünlere gelmem de büyük katkısı olan aileme çok teşekkür ederim.

ARALIK, 2008

Y.Müh. Aytekin POLAT

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	i
İÇİNDEKİLER	ii
ŞEKİLLER DİZİNİ	v
TABLOLAR DİZİNİ	xii
SİMGELER	xv
ÖZET	xvii
İNGİLİZCE ÖZET	xviii
1. GİRİŞ	1
2. MİKROARK OKSİDASYON KAPLAMA YÖNTEMİ	5
2.1 Mikroark Oksidasyon Kaplama Yönteminin Tarihçesi	5
2.2 Mikroark Oksidasyon Prosesi	6
2.3 Mikroark Oksidasyon İşleminin Fiziksel ve Kimyasal Temelleri	8
2.3.1 Fenomoloji	8
2.3.2 Akım-voltaj karakteristikleri	9
2.3.3 MAO işleminin görüntülenmesi	10
2.3.4 Voltaj zaman karakteristiği	11
2.4 Mikroark Oksidasyon İşleminin Temel Düşünceleri ve Mekanizması	12
2.5 Plazma Deşarj Modelleri	15
2.6 Mikroark Oksidasyonda Deşarjların Rolü	18
2.7 Alternatif Akım Etkisi	20
2.8 Elektrolit Kompozisyonu	20
3. MİKROARK OKSİDASYON KAPLAMALARININ ÖZELLİKLERİ	24
3.1 Mikro Yapı	24
3.2 Gözeneklilik ve Gözenek Yapısı	26
3.3 Yüzey Kompozisyonu	27
3.4 Oksit Kaplama Performansı	27
3.4.1 Mekaniksel özellikler	27
3.4.2 Tribolojik performans	29
3.4.2.1 Aşınma direnci	29
3.4.2.2 Sürtünme davranışı	30
3.4.2.2.1 Yağlamalı sürtünme	30
3.4.2.2.2 Yağsız sürtünme	31
3.5 MAO Kaplamalarında Kalıntı Gerilme Oluşumu	32
3.6 Ara Yüzey Yapışması	34
3.7 Isıl Direnç	35
3.8 Dielektrik Özellikler	35
3.9 Korozyon Koruma	36
4. KAPLAMA KARAKTERİZASYONU VE DEĞERLENDİRİLMESİ	37
4.1 Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü	37
4.2 Kaplama Kalınlığı Ölçümü	40
4.3 Kaplama Sertliği Ölçümü	41
4.4 Yapışma Karakterizasyonu	45
4.4.1 Çekme deneyi	47

4.4.2 Rockwell C indentasyon testi.....	47
4.4.3 Çizik deneyi	48
4.5 Sürtünme ve Aşınma Ölçümü	53
4.5.1 Simülasyon.....	54
4.5.2 Hızlandırma.....	54
4.5.3 Numune hazırlama	55
4.5.4 Sürtünme-aşınma ölçümü.....	55
4.6 Aşınma Deneyleri.....	57
4.6.1 Disk üzerinde pim deneyi	57
4.6.2 Levha üzerinde pim deneyi	58
5. KAPLAMALARIN TRİBOLOJİKSEL ÖZELLİKLERİ VE KAPLANMIŞ YÜZEYLERDEKİ TRİBOLOJİKSEL TEMASLAR	59
5.1 Giriş.....	59
5.2 Kaplamaların Tribolojiksel Özellikleri	67
5.2.1 Yumuşak kaplamalar.....	68
5.2.2 Sert kaplamalar	68
5.3 Kaplama Yüzeyinde Oluşan Tribolojik Temas Mekanizmaları.....	69
5.3.1 Makromekaniksel sürtünme mekanizmaları	72
5.3.1.1 Kaplama sertliği.....	73
5.3.1.2 Kaplama kalınlığı.....	74
5.3.1.3 Yüzey pürüzlülüğü.....	76
5.3.1.4 Ara yüzeydeki birikmiş parçalar	77
5.3.2 Makromekaniksel aşınma mekanizmaları	79
5.3.3 Mikromekaniksel tribolojik mekanizmalar	84
5.3.4 Kaplanmış yüzeylerin tribokimyasal mekanizmaları.....	85
5.2.5 Malzeme transfer mekanizmaları	86
6. KOROZYON	87
6.1 Korozyon ve Mekanizması	87
6.2 Korozyon Hızı.....	88
6.3 Korozyon Hızını Belirleme Yöntemleri.....	88
6.3.1 Kütle kaybı yöntemi.....	88
6.3.3 Potansiyodinamik yöntem.....	90
6.3.4 Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS).....	91
6.4 Alüminyum Yüzeyinde Oluşan Filmlerin İncelenmesinde Kullanılan Elektrokimyasal Yöntemler	91
6.4.1 Potansiyostatik yöntem	91
6.4.2 Galvanostatik yöntem	91
6.4.3 Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS).....	92
7. KONUSU İLE İLGİLİ SON DÖNEM LİTERATÜR ÖZETİ.....	93
8. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	108
8.1 Deneylerin Yapılışı	108
8.1.1 Taban malzemesi seçimi	110
8.1.2 Kaplamaların üretimi	110
8.1.3 Kaplamaların karakterizasyonu.....	112
8.1.3.1 Kaplama kalınlıklarının ölçümü.....	112
8.1.3.2 Kaplama yüzey pürüzlülüğünün ölçümü	112
8.1.3.3 Kaplama sertlik ölçümleri.....	112
8.1.3.4 X-ışınları kırınımı ile faz tayini.....	113
8.1.3.5 Kaplama kompozisyonunun belirlenmesi	113

8.1.3.6 Kaplamanın altlık malzemeye yapışma özelliğinin belirlenmesi.....	113
8.1.4 Aşınma deneyleri	114
8.1.5 Korozyon deneyleri.....	116
8.1.6 Çekme deneyleri.....	118
8.1.7 Çentik darbe deneyleri	118
9. BULGULAR VE TARTIŞMA	119
9.1 MAO Kaplama Kinetiği.....	119
9.2 X-Işınlari Kırınımı Analizi.....	123
9.3 Kaplama Kimyasal Kompozisyonu	135
9.4 Kaplama Mikro Yapısı.....	138
9.4.1 Kaplama yüzey morfolojisi	138
9.4.2 Kaplama kesit alanı	144
9.5 MAO Kaplama Sertliği	149
9.6 Kaplama Yüzey Pürüzlülüğü	157
9.7 Kaplamanın Altlık Malzemeye Yapışması (Adhesion)	163
9.8 Aşınma Deneyleri.....	173
9.8.1 Kuru ortam aşınma deneyleri	173
9.8.2 Yağlı ortam aşınma deneyleri	199
9.9 Kaplama Korozyonu	205
9.10 MAO Kaplamalarının Taban Malzemesinin Çentik Darbe Özelliklerine Etkisi	223
9.11 MAO Kaplamalarının Taban Malzemesinin Çekme Testi Özelliklerine Etkisi.....	225
10. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	234
10.1 Kaplama Kinetiği Sonuçları.....	234
10.2 X-Işınlari Kırınımı Analizi ve Sonuçları	235
10.3 Kaplama Kimyasal Kompozisyonu Sonuçları	236
10.4 Kaplama Mikroyapısı ve Sonuçları.....	237
10.5 MAO Kaplama Sertliği Sonuçları.....	238
10.6 Kaplama Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçları	239
10.7 Kuru Ortam Aşınma Deney Sonuçları	240
10.8 Yağlı Ortam Aşınma Deney Sonuçları	243
10.9 Korozyon Deney Sonuçları	245
10.10 Çentik Darbe Deney Sonuçları.....	245
10.11 Çekme Deneyi Sonuçları	246
11. KİŞİSEL YAYINLAR VE ESERLER	248
KAYNAKLAR	249
ÖZGEÇMİŞ	260

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1: Sıvı çözeltilerin elektrolizindeki elektrot işlemleri	8
Şekil 2.2: Plazma elektrolizi için akım-voltaj diyagramı	9
Şekil 2.3: MAO’da toplam anodik oluşum voltaj eğrisi	11
Şekil 2.4: Anot ve katot arasındaki elektrik alan şiddeti.....	14
Şekil 2.5: Alüminyumun anodik oksidasyonu esnasında yüzey deşarj görünümünü belirten modellerin şematik gösterimi	16
Şekil 3.1: Al alaşımı üzerine yapılan MAO kaplama mikro yapısı	24
Şekil 3.2: Kesit alan TEM görüntüsü (a) Kaplama-altlık ara yüzeyine yakın iç bölge, (b)Orta tabaka ve SAED görüntüleri (c) “1” nolu alttabaka, (d) “2” nolu alt tabaka.....	25
Şekil 3.3: Kaplama kesiti mikro sertlik dağılımı: (1) α -Al ₂ O ₃ ; (2) γ -Al ₂ O ₃ ; (3) mullit	28
Şekil 3.4: Talc’a göre bazı malzemelerin göreceli aşınma direnç (ϵ_w) diyagramı; ..	29
Şekil 3.5: Aşınma derinliği (I), sertlik (H) ve aşınma oranının (dI/dt) zamanla değişimi ve gözenekliliğin (P) kaplama kalınlığı (h) ile değişimi: I. bölgenin (dış gözenekli tabakanın) kalınlığı 30-60 μ m; II. bölgenin (yoğun iç tabaka) kalınlığı 100-170 μ m ve III. bölgenin (difüzyon tabakasının) kalınlığı 3-5 μ m.	30
Şekil 3.6: MAO kaplamaların çeşitli ortamlarda farklı malzemelere karşı disk üzerinde bilye testlerinden elde edilen sürtünme katsayılarının karşılaştırılması	31
Şekil 3.7: Potansiyo dinamik polarizasyon test eğrileri.....	36
Şekil 4.1: Yüzey yapısının şematik gösterimi	38
Şekil 4.2: Yüzey pürüzlülüğünün şematik gösterimi	39
Şekil 4.3: Yüzey profili örneğinin şematik gösterimi	39
Şekil 4.4: Rockwell C indentasyon testinde kaplama yüzeyinde oluşabilecek hasar türlerinin şematik gösterimi	47
Şekil 4.5: Çizik deneyi sırasında normal kuvvetin fonksiyonu olarak sürtünme katsayısının değişimi	49
Şekil 4.6: Çizik deneyi sırasında, akustik emisyon sinyallerinin uygulanan yüke bağlı değişimi	49
Şekil 4.7: Çizik testinde kaplamada oluşabilecek hasar türlerinin şematik gösterimi.....	52
Şekil 4.8: Mekanik profilometre ile elde edilen bir aşınma izi profili örneği	56
Şekil 4.9: Aşınma deneyinde kullanılan aşınma deney cihazı	57
Şekil 5.1: Kayma temaslarında meydana gelen sürtünme mekanizma kademeleri ...	61
Şekil 5.2: Temas halindeki yüzeylerde meydana gelen tribolojik prosesler	70
Şekil 5.3: Bir tribolojik sistemdeki karakteristik aşınma hacmi kayma mesafesi eğrileri.	70
Şekil 5.4: Tribolojik temas mekanizmaları: (a) makromekaniksel, (b) malzeme transferi, (c) mikromekaniksel, (d) tribokimyasal, (e) nano-fiziksel	71
Şekil 5.5: Farklı mekanizmalar için makromekaniksel temas şartları	72

Şekil 5.6: a) Yumuşak bir karşı yüzey üzerinde hareket eden sert bir kayıcı cisim, süpürmeye yol açar b) Süpürme, yumuşak taban malzemesi üzerinde sert bir kaplama kullanılarak önlenabilir, c) Sert kaplamanın üzerindeki yumuşak bir mikrofilm, sürtünmenin azalmasına sebep olur .	73
Şekil 5.7: Yumuşak bir kaplamayla kaplanmış sert, düz bir yüzey üzerinde hareket eden sert bir kayıcı cismin teması a) kalın kaplamalar için süpürülmeyle ve b) ince kaplamalar için yırtılma ile karakterize edilmiştir	74
Şekil 5.8: Sert bir kaplamayla kaplanmış yumuşak, düz bir yüzey üzerinde hareket eden sert bir kayıcı cismin teması a) kalın kaplamalar için kaplamanın yükü taşıması ve b) ince kaplamalar için taban malzemesinin deformasyonu ile karakterize edilmiştir	75
Şekil 5.9: Kaplanmış yüzeylerle temasta bulunan makromekaniksel aşınma mekanizmaları, başlıca dört parametreye bağlıdır : sertlik ilişkisi, film kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, ve temastaki birikmiş parçalar. Karakteristik aşınma prosesleri, şematik olarak a-h alt şekillerinde gösterilmiştir	79
Şekil 5.10: Yumuşak bir taban malzemesi üzerindeki sert, gevrek bir kaplamanın kırılması temas alanında ve temasın çevresindeki malzeme yığılma alanında meydana gelir. Malzeme akışının yönleri, oklarla gösterilmiştir	82
Şekil 5.11: a) Yumuşak bir taban malzemesi üzerindeki ince sert kaplamalar, kaplamada ve kaplama - taban malzemesi ara yüzeyinde b) aynı şekil değişmesi, s'e sahip kalın sert kaplamalara kıyasla daha az eğme gerilmeleri etkisinde kalır	83
Şekil 5.12: Boşlukların yırtılma deformasyonu ile malzemede yüzey yakınında, aşınma partikülü oluşumunun delaminasyon prosesi başlangıç safhası ..	84
Şekil 6.1: Anodik ve katodik polarizasyon eğrileri.....	89
Şekil 8.1: Çalışmada izlenen yolun sistematik akış diyagramı	109
Şekil 8.2: Mikroark oksidasyon kaplama sistemi	110
Şekil 8.3: Aşınma sonrası aşınma iz alanının yüzey profilometresi ile ölçümünün görünümü.	114
Şekil 8.4: Bilyenin aşınan kısmının görünümü	115
Şekil 8.5: Bilye aşınma hacminin hesaplanmasında kullanılan terimlerin şematik gösterimi.....	115
Şekil 8.6: Korozyon deney düzeneği	116
Şekil 8.7: Çentik darbe deney cihazı.....	118
Şekil 9.1: Farklı alüminyum alaşımlarına “1” nolu çözeltide yapılan kaplamaların kaplama kalınlığının kaplama süresi ve akım yoğunluğu ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039	121
Şekil 9.2: Farklı alaşımlara “2” nolu çözeltide 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların kaplama kalınlığının kaplama süresiyle değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	122
Şekil 9.3: Al 2017A alaşımına “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların faz yapısının kaplama süresiyle değişimi: a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	126
Şekil 9.4: Al 6061 alaşımına “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların faz yapısının kaplama süresiyle değişimi: a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	127

Şekil 9.5: Al 7039 alaşımına “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların faz yapısının kaplama süresiyle değişimi: a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ² .	128
Şekil 9.6: Farklı alaşımlara “2” nolu çözeltide 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların faz kompozisyonunun kaplama süresiyle değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039	129
Şekil 9.7: Alüminyum oksit (alumina) için değişik sıcaklıklarda mümkün olabilen oksit-hidroksit termal dönüşüm şeması	132
Şekil 9.8: Kaplamaların kaplama yüzeyi ve ara yüzeyden itibaren farklı kaplama kalınlığı kalacak şekilde parlatıldıktan sonraki iç tabakaların XRD spektrası: a) 2017A, 0,150 A/cm ² , 150 dk; b) 6061, 0,125 A/cm ² , 120 dk; c) 7039, 0,150 A/cm ² , 120 dk	133
Şekil 9.9: Farklı alüminyum alaşımlarına “1” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda 150 dk süre ile yapılan kaplamaların kaplama kompozisyonunun kaplama yüzeyinden taban malzemesine doğru değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	136
Şekil 9.10: Al 2017A alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların yüzeyine ait SEM fotoğrafları: (a) 1 dk; (b) 5 dk; (c) 10 dk (d) 30 dk; (e) 60 dk; (f) 90 dk; (g) 120 dk; (h) 150 dk	140
Şekil 9.11: Al 6061 alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların yüzeyine ait SEM fotoğrafları: (a) 1 dk; (b) 5 dk; (c) 10 dk (d) 30 dk; (e) 60 dk; (f) 90 dk; (g) 120 dk; (h) 150 dk	141
Şekil 9.12: Al 7039 alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların yüzeyine ait SEM fotoğrafları: (a) 1 dk; (b) 5 dk; (c) 10 dk (d) 30 dk; (e) 60 dk; (f) 90 dk; (g) 120 dk; (h) 150 dk	142
Şekil 9.13: Al 2017A, Al 6061 ve Al 7039 alaşımına “2” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların yüzeyine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk	143
Şekil 9.14: Al 7039 alaşımı üzerine yapılan MAO kaplama mikro yapısı (150µm)	144
Şekil 9.15: Al 2017A alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,1 A/cm ² , 0,125 A/cm ² ve 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk	145
Şekil 9.16: Al 6061 alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,1 A/cm ² , 0,125 A/cm ² ve 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk	146
Şekil 9.17: Al 7039 alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,1 A/cm ² , 0,125 A/cm ² ve 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk	147
Şekil 9.18: Al 2017A, Al 6061 ve Al 7039 alaşımına “2” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk	148

Şekil 9.19: Kaplama sertliğinin, kaplama/altlık ara yüzeyinden kaplama yüzeyine doğru değişiminin gösterildiği SEM görüntüsü	150
Şekil 9.20: Farklı alaşımlara “1” nolu çözelti içerisinde, farklı akım yoğunluklarında, 120 dk süre ile yapılan kaplamaların, kaplama sertliklerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine olan uzaklık ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	151
Şekil 9.21: Farklı alaşımlara “1” nolu çözelti içerisinde, farklı akım yoğunluklarında, 150 dk süre ile yapılan kaplamaların, kaplama sertliklerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine olan uzaklık ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	152
Şekil 9.22: Farklı alaşımlara farklı çözelti içerisinde 150 A/cm ² akım yoğunluğunda 120 dk süre ile yapılan kaplamaların, kaplama sertliklerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine olan uzaklık ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	155
Şekil 9.23: Al 7039 alaşımına farklı çözelti içerisinde 150 A/cm ² akım yoğunluğunda 150 dk süre ile yapılan kaplamaların, kaplama sertliklerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine olan uzaklık ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	156
Şekil 9.24: Al 6061 alaşımına “1” nolu çözelti içerisinde 0,125 A/cm ² akım yoğunluğu uygulayarak yapılan kaplamaların yüzey topoğrafisi : a) 60 dk; b) 150 dk	158
Şekil 9.25: Farklı alaşımlara “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların ortalama yüzey pürüzlülüğünün kaplama süresi ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	160
Şekil 9.26: Farklı alaşımlara, farklı çözelti içerisinde, 0,150 A/cm ² akım uygulanarak yapılan kaplamaların ortalama yüzey pürüzlülüğünün kaplama süresi ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	161
Şekil 9.27: Farklı çözelti içerisinde, farklı alaşımlara, 0,150 A/cm ² akım uygulanarak yapılan kaplamaların ortalama yüzey pürüzlülüğünün kaplama süresi ile değişimi: a) 1.nolu çözelti b) 2.nolu çözelti.	162
Şekil 9.28: 6061 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda, 30 dk süre ile yapılan kaplamada farklı kritik yüklerde çizik testi sonucu kaplamada meydana gelen çatlak ve hasarın optik mikroskopta çekilen görüntüleri: a) $L_{c1} = 19,404$ N; b) $L_{c2} = 29,00$ N; c) $L_{c3} = 35,08$ N.	165
Şekil 9.29: 6061 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda, 90 dk süre ile yapılan kaplamada farklı kritik yüklerde çizik testi sonucu kaplamada meydana gelen çatlak ve hasarın optik mikroskopta çekilen görüntüleri: a) $L_{c1} = 89,47$ N; b) $L_{c2} = 103,15$ N; c) $L_{c3} = 120,36$ N.	166
Şekil 9.30: 6061 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda, 150 dk süre ile yapılan kaplamada farklı kritik yüklerde çizik testi sonucu kaplamada meydana gelen çatlak ve hasarın optik mikroskopta çekilen görüntüleri: a) $L_{c1} = 160,445$ N; b) $L_{c2} = 188,004$; c) $L_{c3} = 198,546$ N.	167
Şekil 9.31: 6061 alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların 5N’luk yük altında sürtünme	

katsayısının aşınma mesafesi ile değişimi: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 150 dk.....	175
Şekil 9.32: Farklı sürelerde 2017A alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk.....	177
Şekil 9.33: Farklı sürelerde 2017A alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk	178
Şekil 9.34: Farklı sürelerde 2017A alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk	179
Şekil 9.35: Farklı sürelerde 6061 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk.....	180
Şekil 9.36: Farklı sürelerde 7039 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk.....	181
Şekil 9.37: Farklı alüminyum alaşımları üzerine “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların 5N’luk yük altında sürtünme katsayısının kaplama süresi ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039. 183	183
Şekil 9.38: Farklı alüminyum alaşımları üzerine 1 ve “2” nolu çözeltide, 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların 5N’luk yük altında sürtünme katsayısının kaplama süresi ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.....	186
Şekil 9.39: 2017A alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların yüzey pürüzlüğü ile sürtünme katsayısı arasındaki ilişki a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	187
Şekil 9.40: 6061 alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların yüzey pürüzlüğü ile sürtünme katsayısı arasındaki ilişki a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	188
Şekil 9.41: 7039 alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların yüzey pürüzlüğü ile sürtünme katsayısı arasındaki ilişki a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	189
Şekil 9.42: 2017A alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide 150 dakika ve 0,150 A/cm ² akım yoğunluğu uygulayarak yapılan kaplamanın kaplama altlık ara yüzeyinden farklı uzaklıkta bulunan yüzeylerinin 5N’luk yük altında sürtünme katsayısının aşınma mesafesi ile değişimi.	194
Şekil 9.43: 2017A alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide 150 dakika ve 0,150 A/cm ² akım yoğunluğu uygulayarak yapılan kaplamanın	

kaplama altlık ara yüzeyinden farklı uzaklıkta bulunan yüzeylerinin 5N'luk yük altında aşınma iz profili.	195
Şekil 9.44: Farklı alüminyum alaşımları üzerine "1" nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında yapılan aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5N'luk yük altındaki aşınma izlerinin optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk	197
Şekil 9.45: 7039 altlık malzemesine "1" nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dakika süreyle yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısı içerisinde yapılan aşınma deneylerinde sürtünme katsayısının zamanla değişimi.....	199
Şekil 9.46: 7039 altlık malzemesine "1" nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dakika süreyle yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısı içerisinde yapılan aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin SEM fotoğrafları: a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	201
Şekil 9.47: 7039 altlık malzemesine "1" nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dakika süreyle yapılan kaplamaların yüzeylerinin ve aşınma izlerinin karşılaştırılması: a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	202
Şekil 9.48: 7039 altlık malzemesine "1" nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dakika süreyle yapılan kaplamaların aşınma iz profilleri.....	203
Şekil 9.49: Değişik süre ve akım yoğunluklarında kaplanmış 2017A numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C' de elde edilen Polarizasyon eğrileri): a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	206
Şekil 9.50: Değişik süre ve akım yoğunluklarında kaplanmış 6061 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C' de elde edilen Polarizasyon	208
Şekil 9.51: Değişik süre ve akım yoğunluklarında kaplanmış 7039 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C' de elde edilen Polarizasyon eğrileri): a) 0,1 A/cm ² ; b) 0,125 A/cm ² ; c) 0,150 A/cm ²	210
Şekil 9.52: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda değişik sürelerde "2" nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış farklı alüminyum alaşım numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C' de elde edilen Polarizasyon eğrileri): a) 2017A; b) 6061; c) 7039A/cm ²	212
Şekil 9.53: Kaplanmamış farklı alüminyum alaşımlarının korozyon öncesi (üstteki) ve sonrası (alttaki) yüzey morfolojileri: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.....	216
Şekil 9.54: Al 2017A alaşımının "1" nolu çözeltide 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış numunelerinin korozyondan önceki (sol taraf) ve korozyondan sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki (sağ taraf) optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk	219
Şekil 9.55: Al 6061 alaşımının "1" nolu çözeltide 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış numunelerinin korozyondan önceki (sol taraf) ve korozyondan sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak	

	şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki (sag taraf) optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk	220
Şekil 9.56:	Al 7039 alaşımının “1” nolu çözeltide 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış numunelerinin korozyondan önceki (sol taraf) ve korozyondan sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki.(sag taraf) optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk	221
Şekil 9.57:	Al 2017A alaşımının “2” nolu çözeltide 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış numunelerinin korozyondan önceki (sol taraf) ve korozyondan sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki.(sag taraf) optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk	222
Şekil 9.58:	“1” nolu çözeltide 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda MAO kaplı alüminyum alaşımlarının kırılma tokluğunun kaplama kalınlığı ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.	224
Şekil 9.59:	MAO kaplı 2017A alüminyum alaşımının oda sıcaklığında çekme test özelliklerinin kaplama süresi ile değişimi.	226
Şekil 9.60:	MAO kaplı 6061 alüminyum alaşımının oda sıcaklığında çekme test özelliklerinin kaplama süresi ile değişimi.	226
Şekil 9.61:	MAO kaplı 7039 alüminyum alaşımının oda sıcaklığında çekme test özelliklerinin kaplama süresi ile değişimi.	227
Şekil 9.62:	MAO kaplı 6061 alüminyum alaşımının 250 °C çekme test özelliklerinin kaplama süresi ile değişimi.	227
Şekil 9.63:	MAO kaplı 6061 alüminyum alaşımının oda sıcaklığında çekme test sonrası yüzey morfolojisi: a) 60 dk, b) 90 dk, c) 120 dk, d) 150 dk	230
Şekil 9.64:	MAO kaplı 6061 alüminyum alaşımının oda sıcaklığında çekme test sonrası kırılan numunelerin kesitine ait görüntüler: a) 60 dk, b) 90 dk, c) 120 dk, d) 150 dk	231

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 4.1: Statik indentasyon sertlik deney yük aralıkları.....	42
Tablo 4.2: Çizik deneyini etkileyen parametreler	50
Tablo 8.1: Taban malzemesi olarak seçilen alüminyum alaşımlarının kimyasal kompozisyonu (% ağırlıkça)	110
Tablo 8.2: Kaplama parametreleri.....	111
Tablo 9.1: 2017A alaşımına “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde yapılan kaplamaların X-Işınimleri analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının haritası :	131
Tablo 9.2: 6061 Al alaşımına “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde yapılan kaplamaların X-Işınimleri analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının haritası.	131
Tablo 9.3: 7039 Al alaşımına “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde yapılan kaplamaların X-Işınimleri analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının haritası.	131
Tablo 9.4: 7039 Al alaşımına “2”. çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde yapılan kaplamaların X-Işınimleri analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının haritası.	131
Tablo 9.5: 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 2017A numunelerine ait çizik testi sonuçları.	169
Tablo 9.6: 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 2017A numunelerine ait çizik testi sonuçları.	169
Tablo 9.7: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 2017A numunelerine ait çizik testi sonuçları	169
Tablo 9. 8: 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 6061 numunelerine ait çizik testi sonuçları.	169
Tablo 9.9: 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 6061 numunelerine ait çizik testi sonuçları.	170
Tablo 9.10: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 6061 numunelerine ait çizik testi sonuçları	170
Tablo 9.11: 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 7039 numunelerine ait çizik testi sonuçları.	170
Tablo 9.12: 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 7039 numunelerine ait çizik testi sonuçları.	170
Tablo 9.13: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 7039 numunelerine ait çizik testi sonuçları	171
Tablo 9.14: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda “2” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 2017A numunelerine ait çizik testi sonuçları.	171
Tablo 9.15: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda “2” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 6061 numunelerine ait çizik testi sonuçları.	171
Tablo 9.16: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda “2” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 7039 numunelerine ait çizik testi sonuçları.	171

Tablo 9.17: “1” nolu çözelti içerisinde 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma hızları	191
Tablo 9.18: “1” nolu çözelti içerisinde 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma hızları	191
Tablo 9.19: “1” nolu çözelti içerisinde 0,150A/cm ² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma hızları	191
Tablo 9.20: “2” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma hızları	191
Tablo 9.21: “1” nolu çözelti içerisinde 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında aşınma iz derinliği	193
Tablo 9.22: “1” nolu çözelti içerisinde 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında aşınma iz derinliği	193
Tablo 9.23: “1” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında aşınma iz derinliği	193
Tablo 9.24: “2” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında aşınma iz derinliği	193
Tablo 9. 25: “1” nolu çözelti içerisinde 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5N’luk yük altındaki aşınma hız değerleri.	198
Tablo 9.26: “1” nolu çözelti içerisinde 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5N’luk yük altındaki aşınma hız değerleri.	198
Tablo 9.27: “1” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5N’luk yük altındaki aşınma hız değerleri.	198
Tablo 9.28: “2” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5N’luk yük altındaki aşınma hız değerleri.	198
Tablo 9.29: 7039 altlık malzemesine “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dk süreyle yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısı ortamındaki aşınma iz profilleri.....	204
Tablo 9.30: 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 2017A numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	207
Tablo 9.31: 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 2017A numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	207

Tablo 9.32: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 2017A numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	207
Tablo 9.33: 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 6061 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	209
Tablo 9.34: 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 6061 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	209
Tablo 9.35: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 6061 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	209
Tablo 9.36: 0,1 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 7039 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	211
Tablo 9.37: 0,125 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 7039 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	211
Tablo 9.38: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda kaplanmış 7039 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.	211
Tablo 9.39: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda değişik sürelerde “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış 2017A alaşım numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C’ de elde edilen korozyon parametreleri.	213
Tablo 9.40: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda değişik sürelerde “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış 6061 alaşım numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C’ de elde edilen korozyon parametreleri.	213
Tablo 9.41: 0,150 A/cm ² akım yoğunluğunda değişik sürelerde “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış 7039 alaşım numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C’ de elde edilen korozyon parametreleri.	213
Tablo 9.42: MAO yöntemi ile kaplı 2017A alaşımının oda sıcaklığında çekme testi sonuçları	228
Tablo 9.43: MAO yöntemi ile kaplı 6061 alaşımının oda sıcaklığında çekme testi sonuçları	228
Tablo 9.44: MAO yöntemi ile kaplı 7039 alaşımının oda sıcaklığında çekme testi sonuçları	228
Tablo 9.45: MAO yöntemi ile kaplı 6061 alaşımının 250 °C sıcaklıkta çekme testi sonuçları	228

SİMGELER

Aa	: Anodizasyon alanı
A ⁽⁺⁾	: Anot
Å	: Ankstron
C ⁽⁻⁾	: Katot
°C	: Santigrad derece
e	: Mühendislik birim şekil değişimi
E	: Elastisite modülü
E _{kor}	: Korozyon potansiyeli
F	: Kuvvet
F _S	: Kaymayı başlatmak için gerekli kuvvet
F _K	: Cismin kaymasını muhafaza etmeye yarayan kuvvet
HV	: Vickers mikros sertlik
H	: Malzeme sertliği
i	: Korozyon akımı
I	: Akım
K	: Aşınma katsayısı
°K	: Kelvin derece
L	: Kayma mesafesi
L _c	: Kritik yük
L _{c1}	: Çatlak oluşumuna neden olan kritik yük
L _{c2}	: Kaplamanın kalkmasına neden olan kritik yük
R _a	: Ortalama yüzey pürüzlülüğü
R _t	: En derin ve en yüksek pürüz arasındaki uzaklık
R _p	: Ortalama pürüz yüksekliğinin profil ortalama çizgisine olan uzaklığı
S	: Aşınan kısmın iz alanı
U	: Gerilim
V	: Aşınma hacmi
W	: Aşınma hızı
α	: Isıl genleşme katsayısı
β	: Tafel eğimi
μ	: Sürtünme katsayısı
ε	: Gerçek birim şekil değişimi
ε _w	: Göreceli aşınma direnci
ν	: Poisson oranı
σ	: Gerilmesi
θ	: X-ışını geliş açısı

Alt indisler

a	: Anodik
Al	: Alüminyum

b	: Bilye
k	: Kinetik
kor	: Korozyon
s	: Statik
n	: Numune
N	: Normal
u	: Maksimum
y	: Akma

Kısaltmalar

ASTM	: American Society for Testing Materials
AC, AA	: Alternatif akım
AD	: Ark deşarj alanı
AOT	: Anodik oksit tabakası
CVD	: Kimyasal buhar çöktürme
DC, DA	: Doğru akım
GD-OES	: Glow deşarj-optik yayılım spektrometresi
MAO	: Mikroark oksidasyon
MD	: Mikrodeşarj alanı
PVD	: Fiziksel buhar çöktürme
SD	: Kıvılcım deşarj alanı
SEM	: Taramalı elektron mikroskopu
TEM	: Geçirmeli elektron mikroskopu

2017A, 6061 VE 7039 ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ MİKROARK OKSİDASYON YÜZEY KAPLAMA YÖNTEMİ İLE SERT SERAMİK KAPLANMASI

Aytekin POLAT

Anahtar Kelimeler: Alüminyum Alaşımları, Yüzey Modifikasyonu, Seramik Kaplama, Mikroark Oksidasyon, Aşınma, Triboloji, Korozyon, Sertlik, Yapışma, Yüzey Pürüzlülüğü

Özet: Bu çalışmada Al 2017, Al 6061 ve 7039-T6 alüminyum alaşımı üzerine alkali silikat çözelti içerisinde farklı kaplama parametrelerinde mikroark oksidasyon (MAO) yöntemi ile aşınma ve korozyona dirençli kalın ve sert seramik (alüminyum oksit) kaplamalar yapılmıştır. Kaplama parametrelerinden; kaplama zamanı, akım yoğunluğu ve elektrolit çözelti kompozisyonunun kaplamanın büyüme kinetiğine, faz kompozisyonuna, mikro yapısına, sertliğine, yüzey pürüzlülüğüne, altlık malzemeye yapışmasına, aşınma, korozyon ve alaşımların çentik darbe ve çekme testi özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. MAO kaplama kinetiğinin büyük oranda uygulanan akım yoğunluğuna bağlı olduğu ve kaplama kalınlığının kaplama süresiyle lineer bir şekilde arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca kaplama yüzey pürüzlülüğünün kaplama kalınlığının fonksiyonu olduğu ve artan kaplama kalınlığı ile arttığı belirlenmiştir. XRD analiz sonuçları kaplamaların ekseriyetle α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ ve mulit fazlarından oluştuğunu göstermiştir. Daha sert ve yoğun olan α -Al₂O₃ fazının nispi oranı akım yoğunluğu ve kaplama kalınlığıyla artmıştır. MAO kaplaması en büyük sertlik ara yüzeye yakın ve en düşük sertlik kaplama yüzeyinde olacak şekilde kaplama kalınlığı boyunca mikro sertlik değeri göstermiştir. Kaplama süresi, akım yoğunluğu ve elektrolit konsantrasyonun artırılması ile kaplama yüzey pürüzlülüğü artmıştır. Uygun kaplama parametreleri seçildiğinde MAO işleminin alaşımların mekaniksel özelliklerini fazla düşürmediği ve alaşımların elastisite modülünü kısmen artırdığı belirlenmiştir. Kaplama sonrası 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımının oldukça düşük olan aşınma ve korozyon direncinin önemli bir miktarda arttığı görülmüştür.

HARD CERAMIC COATING OF 2017A, 6061 AND 7039 ALUMINYUM ALLOYS BY MICROARK OKSIDATION SURFACE MODIFICATION METHOD

Aytekin POLAT

Key Words: Aluminum Alloys, Surface Modification Ceramic Coating, Microarc Oxidation, Wear, Hardness, Wear, Tribology, Corrosion, Hardness, Adhesion, Surface Roughness

Abstract: In this study, thick and hard alumina coatings resistant to wear and corrosion were fabricated on 2017A, 6061 and 7039 Al alloy substrates for different coating parameters by using of microarc oxidation (MAO) technique in an alkali-silicate electrolytic solution. The influence of the coating parameters such as the oxidation time, the current density and electrolyte concentration on the kinetic, phase composition, microstructure, hardness, surface roughness, adhesion to substrates, wear, corrosion of the coating and impact and tensile properties of al alloys were investigated. The results show that the kinetic of coating mainly depends on applied current density and, the coating thickness is increased linearly with increasing oxidation time. The surface roughness of coating is a function of coating thickness and increases with increasing coating thickness. The XRD results revealed that the coatings are composed of α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ and mullite phase. The relative ratio of harder and denser α -Al₂O₃ phase was increased with increasing current density and coating thickness. MAO coatings typically exhibit micro hardness gradient across the coating thickness with maximum hardness close to the interface and the lowest hardness at the surface of the coating. The surface roughness of the coatings was increased with increasing the coating time, current density and electrolyte concentration. MAO treatment will not greatly decrease the mechanical properties of the Al-based materials; especially it will enhance elastic modulus to some extend when appropriate coating parameters are selected. The wear and corrosion resistance of the Al alloy substrates are significantly increased after the modification of the microarc oxidation.

1. GİRİŞ

Aşınmaya neden olan mekanik sürtünme, korozyon ve erozyon mekanizma elemanlarını kullanılamaz hale getirerek, pahalı ve özel malzemelerin büyük miktarda kaybına yol açmaktadır. Mekanik olarak meydana gelen aşınma ve bununla beraber korozyon kayıpları hem endüstriyel hem de ekonomik zararların oluşumuna sebep olmaktadır. Ülkelerin aşınma ve korozyon nedeniyle kayıpları gayri safi milli hâsıllarının % 3,5-5'i arasında değişmektedir [1]. Bu kadar yüksek kayıpların oluşu, buna paralel endüstrinin gelişimi, dayanıklı ve kararlı malzemelere olan ihtiyacı artırmıştır. Bu amaçla son yıllarda özellikle seramik esaslı malzemeler büyük ilgi görmektedir, fakat bunlar da tüm mekanik özelliklere, konvansiyonel malzemeler gibi cevap vermemekte, hammadde üretimi ve şekillendirilmelerindeki zorluklar fiyatın yüksek oluşuna sebep olmaktadır.

Bu sebeple mümkün olduğu kadar ucuz, hafif ve gerekli yapısal özellikleri gelişmiş malzemelerin üretilmesi ağırlık kazanmıştır. Hafif malzemelerin bugünün endüstrisinde özellikle otomotiv, deniz, hava ve uzay sanayinde her geçen gün önemli hale gelmesi tasarım mühendislerini alüminyum gibi hafif malzemelerin kullanımını daha da artırmak istemelerine neden olmuştur. Hafif malzemelerden biri olan alüminyum, yeryüzünde en çok bulunan ikinci metal olması, yüksek mukavemet/ağırlık oranı, korozyona karşı dayanımı, alaşımlarının sağlamlık ve yumuşaklık açısından son derece çeşitli olması, kolay işlenebilme ve biçimlendirilebilmesi nedeni ile konvansiyonel malzemelere kıyasla alüminyum alaşımları eşdeğer, kimi zamanda daha üstün performans sergilemektedir. Fakat alüminyum alaşımlarının düşük sertliğe, kötü tribolojik özelliklere sahip olması, akma dayanımlarının çeliklere ve dökme demirlere göre düşük olması bu malzemeleri özellikle kayma ve yuvarlanma temaslı aşınmalarda eleştiriye maruz bırakarak endüstrideki uygulamalarını kısıtlamaktadır. Gerek yüksek mukavemetli malzemelerde gerekse de düşük alaşımlı ve düşük mukavemetli metallerde meydana gelen aşınmayı önlemenin yolu metalin yüzeyini aşınmaya karşı dirençli

olacak şekilde deęiřtirmektir. Bu iki farklı yntemle yapılır; ya yzeyin modifikasyonunu deęiřtirerek, yzeeye eřitli oksit yapıcı elementleri yzeeye deposit etmeyle (seramik kaplama), ya da yzeyi ısıl iřlemle deęiřtirmek suretiyle yapılır [2]. Bunlardan ilki daha yaygındır. Seramik kaplamalar malzemelerin, korozyona, yksek sıcaklıęa ve ařınmaya karřı direncini arttırmak iin uygulanmaktadır. Metallere gre sertlięi daha yksek olan bu ince seramik kaplamalar sayesinde istenen zellikler saęlanabilirken, tokluk ve kolay řekillendirilebilme gibi dięer zellikler de korunabilmektedir. Bylece seramik kaplamalar; metal ve seramik malzemelerin stn zelliklerinin bir arada toplanmasına ve kullanılmasına imkn saęlamaktadır.

Yzeyi ařınmaya dayanıklı, altlık malzemeye daha iyi yapıřan, yzey przllę az, korozyona ve ısıya karřı direnci yksek olacak şekilde deęiřtirilmiř alminyum alařımları bugnn endstrisinde her gn artacak şekilde sayısız uygulamalar bulmaktadır. Bu alıřmada uak sanayinde ve otomotiv ve birok endstride makine paralarının yapımında yaygın bir kullanım alanına sahip olan 2014, 6061, 7039 alminyum alařımlarına belirtilen bu zellikleri kazandıracak dięer mekaniksel zelliklerini dřrmeyecek, daha pahalı ve aęır malzemelerin yerini alacak uygun kompozisyonlu sulu zelti ierisinde mikroark oksidasyon yntemi (MAO) ile yzeyde ařınmaya ve korozyona direnli, tribolojik zellikleri iyi, yk dayanım kapasitesi geliřtirilmiř yoęun Al_2O_3 seramik kaplamalar oluřturulması amalanmıřtır.

Mikroark oksidasyon teknięi ok ynl procestir. Kaplamanın kalitesi, elektrolit kompozisyonu, elektrolit sıcaklıęı, alařım kompozisyonu, voltaj, akım řiddeti ve oksidasyon zamanı gibi parametrelerle kontrol edilir. Mikroark oksidasyon kaplamalarının mikro yapı, faz kompozisyonu, gzeneklik, yoęunluk ve i gerilmelerin yanı sıra kaplama kalınlıęı, yapıřma, yzey przllę, sertlik ve tokluęun kaplamaların tribolojik performansı zerinde gl bir etkisi vardır. Kaplama ve taban malzemesi arasındaki yapıřma mukavemeti ise, eřitli parametreler tarafından etkilenir. Bunlar taban malzemesinin sertlięi, kaplama sertlięi, kaplama kalınlıęı ve taban malzemesinin tr ve kaplamadaki i gerilme miktarı olarak sıralanabilir [1, 2, 3]. Bu zellikler kaplama proses parametrelerine baęlıdır.

Kaplama teknolojisinin geliştirilmesi, yukarıda belirtilen özelliklerin en uygun kombinasyonunun elde edilmesi ve sonuçta da yüksek etkiye sahip yüzeyde aşınmaya ve korozyona dirençli, tribolojik özellikleri iyi, yük dayanım kapasitesi geliştirilmiş kaplamanın üretilmesi için kaplama prosesinin optimize edilmesi gerekmektedir.

Son on yıldır MAO kaplamalarının hazırlanmasında önemli ilerlemeler olmasına rağmen, kaplamanın sistematik şartları henüz çok açık değildir. Endüstriyel olarak çok önemli olan bu kaplamalar için literatürde birçok karakterizasyon çalışmasına rastlanmaktadır. Bu karakterizasyon çalışmaları mikro yapısal, mekanik, aşınma, korozyon ve kalıntı gerilme gibi konuları kapsamaktadır. İşlem parametrelerinden bazılarının kaplamanın faz kompozisyonu, mikro yapı ve mekaniksel özelliklerine olan etkisi bazı araştırmacılar tarafından farklı alaşımlar için çalışılmış olmasına rağmen 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımları için yapılan çalışmalara rastlanılmamıştır.

MAO kaplamalarda kaplamaların tribolojiksel, korozyon ve mekaniksel özelliklerini ve performansını etkilediği bilinen kaplama mikro yapısının, kalınlığının, faz kompozisyonunun, sertliğinin, yüzey pürüzlülüğünün, yapışmasının, proses parametreleri ile nasıl değiştiğinin, taban malzeme özelliklerinin bu değerleri nasıl etkilediği net bir şekilde ortaya çıkarılması ve yorumlanması henüz yeterli miktarda çalışma ile desteklenmemiştir ve endüstriyel olarak bu konulardaki karakterizasyonun önemi büyüktür. Bu ön bilgilerin ışığında bu çalışmanın amaçları şu şekilde sıralanabilir.

[1]Mikroark Oksidasyon tekniği ile 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımı üzerine farklı oksidasyon zamanlarında, farklı akım yoğunluklarında ve farklı elektrolit kompozisyonunda Al_2O_3 seramik kaplama yaparak kaplama oluşum zamanının, uygulanan akım yoğunluğunun ve kullanılan elektrolit çözelti kompozisyonunun kaplama kinetiğine, faz yapısına, mikro yapısına, sertliğine ve yüzey pürüzlülüğüne olan etkisinin incelenmesi.

[2]Farklı kalınlıkta farklı taban malzemesi üzerine yapılan kaplamaların yük taşıma ve altlık malzemeye yapışma kabiliyetlerinin belirlenmesi ve birbiriyle karşılaştırarak sonuçların değerlendirilmesi.

[3]Farklı taban malzemeleri üzerine farklı kaplama proses parametrelerinde yapılan kaplamaların, farklı yükler altında yağlı ve yağsız ortam içerisinde aşınma deneylerinin yapılarak tribolojik özelliklerinin belirlenmesi.

[4]2014, 6061, 7079 alüminyum alaşımları üzerine yapılan kaplamaların korozyon testlerinin yapılarak, korozyon direncinin kaplama proses parametreleriyle nasıl değiştiğinin belirlenmesi.

[5]MAO kaplama yönteminin taban malzemelerinin çekme ve çentik darbe özelliklerine olan etkisinin belirlenmesi.

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesinde deneysel koşullara uyarlanmış standart teknikler ile yüzey karakterizasyonu ve incelenmesi yöntemleri kullanılmıştır. Bunlar; x-ışınları difraksiyonu (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri, kırılcım boşalmalı optik yayılım spektrometresi (GD-OES), yüzey profilometresi, aşınma deneyleri ve elektrokimyasal korozyon deneyler ve mekanik testlerdir.

Yukarıda sayılan amaçlar doğrultusunda bu çalışmanın alt yapısını oluşturmak amacıyla Bölüm 2’de MAO kaplama yöntemi, mekanizması ve elektrolit çözelti kompozisyonu gibi konuların genel anlatımı yer almaktadır. Bölüm 3’de MAO kaplamalarının özellikleri, kalıntı gerilmeler hakkında literatür destekli bilgiler verilmiştir. Bölüm 4’de kaplama karakterizasyonu ve değerlendirilmesi ile ilgili bilgiler verilmiş ve Bölüm 5’de kaplamaların tribolojiksel özellikleri ve kaplama tribolojiksel mekanizmaları hakkında teorik bilgiler sunulmuştur. Bölüm 6’da korozyon ve mekanizması ve korozyon hızı ölçme yöntemleri hakkında teorik bilgiler verilmiştir. Bölüm 7’de konu ile ilgili güncel literatür özetlenmiştir. Bölüm 8’de deneysel çalışmalar hakkında bilgi verilmiştir. Bölüm 9’da bulgular verilmiş ve tartışılmıştır. Son bölümde ise sonuçlar ve öneriler verilmiştir.

2. MİKROARK OKSİDASYON KAPLAMA YÖNTEMİ

2.1 Mikroark Oksidasyon Kaplama Yönteminin Tarihçesi

Mikroark oksidasyon alanında yapılan çalışmaların başlangıç noktası olarak elektroliz işlemi esnasında ışık parlamasının bulunduğu on dokuzuncu yüzyılın sonu kabul edilir. İlk olarak Rus bilim adamı Sluginov elektroliz esnasında iki tür ışık parlaması gözlemlemiştir [4]. İlk ışık parlaması anot yüzeyinde görülmüştür. Bu durumda anoda yakın bir yerde gaz kabarcıklarının olmadığı akışkan damlaları gözlemlenmiştir. İkinci tür ışık parlaması katot yüzeyinde görülmüştür. Bu durumda ise gaz kabarcıklarının eşliğinde kırılma sesleri duyulmuştur. Polarite değiştirildiğinde birinci tür ışık parlaması ikinci tür ışık parlamasına dönüşür veya tersi meydana gelir. Elektrottaki ışık parlaması ile elektrik ark arasında benzerlik olduğu kaydedilmiştir.

Birinci tür ışık parlamasının analizinde elektrolit içerisinde, ilk defa alüminyum üzerine anodik oksit tabaka oluşumu gerçekleştirilmiş ve anodizasyon olarak adlandırılmıştır. Bu araştırmalar alüminyum ve alaşımlarının yüzeylerinin iyileştirilmesinde kullanılacak kaplama teknolojiler için başlangıç olmuştur.

Bu alandaki araştırma ve gelişmelerin ikincisi 1930'lu yıllarda Alman araştırmacıları Günterschultze ve Betz [5] tarafından yapılmıştır. Bu araştırmacılar yüksek voltajlarda yaptıkları anodizasyon esnasında anot yüzeyinde kıvılcımların meydana geldiğini keşfetmişler ve bu esnada meydana gelen yüksek gaz çıkışının Faraday kanununa uymadığını açığa çıkarmışlardır. Ayrıca bu araştırmacılar bu tür kıvılcımların kaplamaların özelliklerine zarar verdiği ve sakınılması gerektiğini belirtmişlerdir. Günterschultze ve Betz'in endişelerine rağmen anodizasyon esnasındaki kıvılcım, magnezyumun kıvılcım anadizasyonun [6, 7] kabul edilir bir parçası olmuş ve Harry A. Evangelides 1955 yılında magnezyum ve alaşımlarının plazma elektrolit kaplamasıyla alakalı patent almıştır [8]. Yoğun kıvılcımlar,

sinterlenmiş seramiğe benzer kalın camsı kaplamaların oluşmasına neden olmuştur. Fakat bu kaplamalar, kaplamanın mekaniksel özelliklerini etkileyen birçok küresel gaz kabarcıklarını içeren çok sayıda gözeneklerden oluşmuştur. Elektrolizle alakalı deşarj olayı Günterschultze ve Betz tarafından detaylı bir şekilde çalışılmış olmasına rağmen, pratiksel faydaları ilk olarak 1960'lı yıllarda, McNiell ve Gruss kadmium niobate'i Nb içerikli elektrolit içerisinde kadmium anoda deposite etmek için kıvılcım deşarjını kullandığında incelenmiştir [9, 10]. Ayrıca 1970 lerde, Markov ve arkadaşları [11, 12] tarafından ark deşarj şartları altında alüminyum anoda oksit depozite işlemi geliştirilmiş ve çalışılmıştır. Daha sonra bu teknik geliştirilerek "Mikroark Oksidasyon" olarak adlandırılmıştır [13]. 1980 li yıllarda Rusya da Shnezhko ve arkadaşları [14, 15], Markow ve arkadaşları [16–18], Fyedorov ve arkadaşları [19], Gordienko ve arkadaşları [20-22] ve Almanyada Kurze ve arkadaşları [23-26] çeşitli metallere üzerine oksit kaplanmasında yüzey deşarjından faydalanma ihtimali üzerine çalışmışlardır. Hem ABD'de hem de Çin'deki araştırmacılarda bu konu içerisine dâhil olmuşlardır. Proses hakkında nispeten yetersiz bilgiye sahip olunması ve farklı (ve fiziksel olarak her zaman doğru olmayan) terminolojinin yukarıda yapılmış çalışmalarda kullanılması özellikle de aynı tekniğin: "Mikro Plazma Oksidasyon", "Plazma Elektrolit Anot İşlemi", "Kıvılcım deşarjı altında anot oksidasyonu" ve "Plazma Elektrolit Oksidasyon" şeklinde adlandırılmasına neden olmuştur.

2.2 Mikroark Oksidasyon Prosesi

Mikroark oksidasyon veya diğer bir deyişle mikro deşarj oksidasyon işlemi yeni bir yöntem olup, metal ve alaşımlarının yüzeylerini kuvvetlendiren yüzey işlemlerinden bir tanesidir. Özellikle MAO elektrolit banyolarında meydana getirilen, elektrokimyasal işlem olan, geleneksel anodizasyon işleminden türetilen elektrolitik plazma işlemidir. MAO işlemi yüksek aşınma dirençli, korozyon dirençli, ısı dirençli elektrik yalıtkanlı ve dekoratif gösterişli çok fonksiyonlu seramik benzeri kaplamalar meydana getirir. Anodizasyonun tersine, MAO zayıf alkali çözelti içerisinde yaklaşık 1000 V ve asimetrik alternatif akım veya darbeleri akımda meydana getirilir. Mikroark oksidasyonu anadizasyondan ayıran en önemli özellik elektrolit içerisinde işlem altında bulunan taban malzemesi yüzeyinde düzensiz olarak hareket eden elektriksel

mikro deşarjların bulunmasıdır. Bu durumda mikro deşarjlar işlem altındaki kaplamada, elektrolit ve taban malzemesinde termal, plazma-kimyasal ve hidrodinamik etkiler meydana getirir. Oluşan kaplamalarının kompozisyon, yapı ve özellikleri geleneksel anodik oksit tabakalarından çok daha iyidir.

MAO metodu anodizasyon ile kıyaslandığında en önemli avantajı zayıf alkali, çevresel olarak uygun, zararsız elektrolitlerin kullanılmasıdır. Taban malzeme yüzeyinin özel olarak ön işleme tabi tutulmasına gerek yoktur. 400 mikrona kadar oldukça kalın kaplamalar elde edilebilir. MAO işlemi üç ana işlemde oluşur. Kaplamadan önce temizleme (yağların giderilmesi), MAO kaplama işlemi ve kaplama sonrası yıkama. Cihaz üç ana komponentten oluşur. Bunlar; güç kaynağı, elektrolit ve yıkama banyosu.

MAO teknolojisi alüminyum ve alaşımlarının kaplanması için geliştirilmiş olup, Mg, Ti, tantalyum, niobiyum, zirkonyum ve berilyum gibi diğer valf metallerinde de kaplanmasında iyi sonuçlar verir. MAO kaplamaları ev eşyasından, uzay sanayine kadar birçok endüstride uygulanmaktadır.

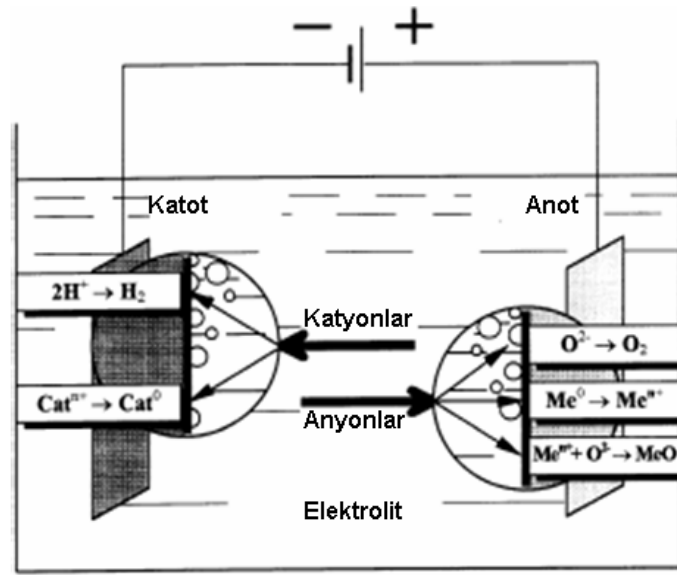
Mikroark oksidasyon işlemi, plazma elektrolitik anodizasyon işlemin de olduğu gibi elektrik deşarjlarının katılımıyla ilerler. Fakat birçok önemli farklılıklar vardır. Bunlar;

1. Her iki elektrot elektrolit içerisine daldırılır ve iletken plazma kanalları sadece elektrotlar arasında değil işlem altındaki metal yüzeyleri arasındaki ince elektrot tabakaları arasında oluşur.
2. Mikroark oksidasyon işlemi altındaki plazma ne buhar-hava ne de elektrolit plazmadır.
3. Mikroark oksidasyon altındaki deşarj normal bir kıvılcım (glow) değildir. Yüksek frekanslı kıvılcım ya da ark olup çok karışık yapıdadır.
4. Mikroark oksidasyon daha çok alternatif akım ve yüksek voltaj kullanılarak (yaklaşık 1000 V) zayıf alkali elektrolit içerisinde gerçekleştirilir.

2.3 Mikroark Oksidasyon İşleminin Fiziksel ve Kimyasal Temelleri

2.3.1 Fenomoloji

Şekil 2.1 de görüldüğü gibi sıvı çözeltilerin elektrolizi özellikle anot yüzeyinde oksijen gazının serbest hale gelmesi ve/veya metal oksitlenmesinin oluşması; katot yüzeyinde hidrojen gazının serbest hale gelmesi ve/veya katot indirgenmesinin oluşması gibi elektrot işlemlerinden oluşur.

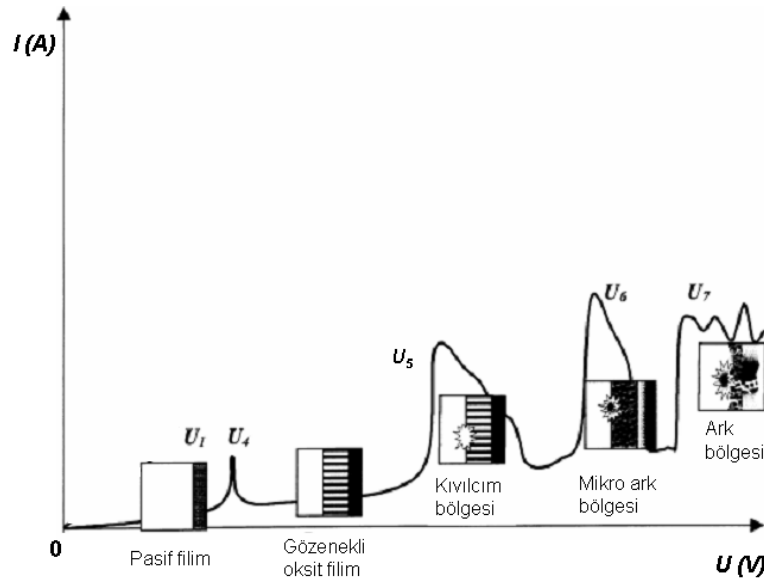


Şekil 2.1: Sıvı çözeltilerin elektrolizindeki elektrot işlemleri [27]

Elektrolit kimyasal aktivitenin metale bağlı olmasından dolayı oksidasyon işlemi, hem yüzeyin çözülmesine hem de oksit filminin oluşmasına neden olabilir. “Geleneksel elektrolit işlemi” (elektrokimyasal kaplama, anodizasyon) çalışıldığı zaman, elektrolit işlemleri genellikle çift-şarjlı tabakadan oluşan tek faz sınırlı iki-fazlı sistem (metal-elektrolit veya oksit-elektrolit çifti) tarafından temsil edilebilen, elektrot-elektrolit ara yüzeylerindeki basitleştirilmiş model çerçevesi içerisinde düşünülür. Aynı zamanda ürün üretim işlemleri (gazın serbest hale geçmesi gibi) ya ihmal edilir ya da “current yield” ve “electrode shielding” gibi özel düzeltme faktörleri kullanılarak hesaba katılır. Fakat bu şekilde basitleştirme her zaman güvenilir değildir. Çünkü belirgin koşullar altında işlem den elde edilen sonuçlar elektrot ve/veya yüzey tabakalarını çevreleyen gazlı ortamda oluşan işlem tarafından dikkate değer bir şekilde etkilenir.

2.3.2 Akım-voltaj karakteristikleri

MAO, pasif hale getirilen metal anot yüzeyinde büyüyen orijinal oksit filmin kırılma voltajından daha yüksek potansiyellerde meydana gelir ve işlem görmüş yüzeyde hızlı bir şekilde hareket eden çok sayıdaki mikroark tarafından karakterize edilir. Şekil 2.2 deki akım-potansiyel grafiği, MAO işlemi esnasında oksit filmin oluştuğu [28–30] elektrokimyasal sistemi temsil eder. MAO işlemi esnasındaki akım-potansiyel karakteristiği A. L. Yerokhin ve arkadaşları [27] tarafından açıklanmıştır.



Şekil 2.2: Plazma elektrolizi için akım-voltaj diyagramı [27]

Elektrolit içerisine daldırılan numuneye oldukça düşük anodik potansiyel ($<U_1$) uygulandığında sistemin elektrot kinetiği Faraday kanununa uyar ve elektrolit hücresinin akım potansiyel karakteristiği Ohm kanununa göre değişir. Yani potansiyeldeki bir artış akımda doğru orantılı bir artışa sebep olur ($0-U_4$ bölgesi). Malzemeler valf malzeme olduğundan pasif hale gelerek metal/elektrolit ara yüzeyinde yalıtkan pasif filmi oluşur. Oluşmuş olan bu pasif film, pratikte malzemenin korozyon potansiyeline tekabül eden U_4 noktasında çözülmeye başlar. Potansiyel daha da artırıldığında (U_4-U_5 bölgesinde) tekrar pasifleşme olur ve gözenekli oksit film tabakası meydana gelir. Potansiyel düşmesinin büyük çoğunluğu bu gözenekli film tabakası boyunca oluşur. U_5 noktasında, oksit film içerisindeki elektrik alan kuvveti çarpma (impact) ve tunneling iyonizasyondan [31,32] dolayı

filmi baştanbaşa kıran kritik değere ulaşır. Bu durumda, küçük parıldayan kıvılcımların oksit film yüzeyi boyunca hızlı bir şekilde hareket ettiği gözlenir.

U₆ noktasında, çarpma iyonizasyon mekanizması termal iyonizasyon işleminin başlamasıyla desteklenir ve daha yavaş, daha büyük ark deşarjı oluşur. U₆-U₇ bölgesinde termal iyonizasyon, kalınlaşan oksit film içerisinde birikmiş negatif yük tarafından kısmen engellenir. Bu altlığı karıncalandıran deşarj bozulmasına sebep olur. Nispeten düşük güç ve düşük süreli ark deşarjıyla sonuçlanan mikro-deşarj “mikroark” olarak adlandırılır [33]. Mikroarktan dolayı film yavaş yavaş eritilir ve elektrolit içerisinde bulunan elementlerle alaşımlandırılır.

U₇ noktasının üzerinde filmin her tarafında oluşan ark mikro-deşarjları bir yönden diğer tarafa nüfuz eder ve filmin termal çatlaması gibi tahrip edici etkilere neden olan güçlü arklara dönüşür [30]. Pratikte yukarıdaki elektrot işlemlerinin birçoğu elektrot yüzeyine komşu bölgelerde (uygun bir şekilde, aynı zamanda) oluşur. Özellikle elektrokimyasal sistemin U₁ ve U₅ kritik voltajlarının üzerinde çalışması düşünüldüğünde normal olarak geleneksel elektrolizde karşılaşılan basit iki-fazlı elektrot-elektrolit model karışık dört-fazlı sistemle (metal-dielektrik-gaz-elektrolit) değiştirilmek zorundadır. Esas voltaj düşmesinin yoğunlaştığı yerde düşük iletkenli iki faz oluşur (dielektrik ve gaz). Bu fazların direnci sürekli olarak değiştiğinden iyonlaşma olayının hangi fazdan başladığını fark etmek oldukça zordur [25]. Bu sebeple, elektrokimyasal sistemlerin iki tipe ayrıldığı fark edilmez.

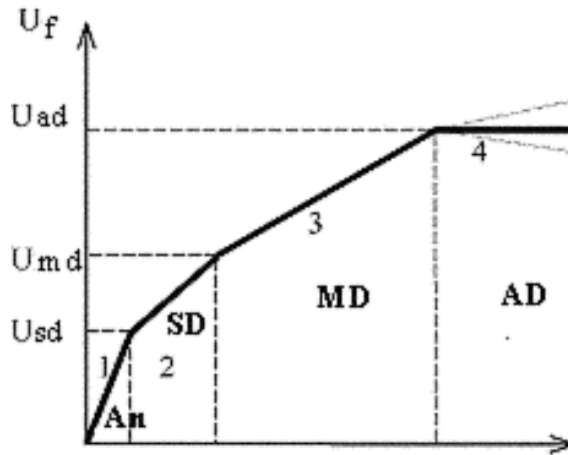
2.3.3 MAO işleminin görüntülenmesi

Akım yoğunluğu rutin plazma işleminde kontrol edilebilen en önemli parametredir. Normalde plazma elektrolizde gerekli şartlara ulaşmak için akım yoğunluğu 0.01-0.3 A/cm² aralığında ayarlanır. Faradayın ilk kanununa göre bu kaplamanın büyüme hızını belirler. Kaplama büyürken voltaj hızlı bir şekilde artar, daha sonra kararlı plazma şartları oluşur oluşmaz yavaşça artar. Voltaj değişiminin kritik hızı, elektrot yüzeyinde kıvılcım deşarjının oluşmasına (U₅) tekabül eder. Bu değer, metal-elektrolit kombonizasyon karakteristiğine kuvvetli bağlı olup tipik olarak 120- 350 V aralığında bulunur. Prosessin ilk aşamasında kıvılcım oluştuğunda elektrodu

homojen beyaz ışık sarıyormuş gibi görülür. Kaplama ilerledikçe bu kıvılcımlar yüzey boyunca hızlı bir şekilde hareket eden birkaç farklı kıvılcımlara dönüşür (U_6). Yavaş yavaş, kıvılcım yoğunluğu düşer fakat şiddeti artar. Sonunda birkaç kırmızı ark spotlarının yüzey boyunca yavaşça hareket ettiği görülebilir (U_7). Zaman zaman güçlü arklar akım salınımına ve kaplamanın zarar görmesine sebep verebilir. Bundan dolayı, genelde güçlü ark tespit edildiğinde proses hemen sonlandırılmalıdır.

2.3.4 Voltaj zaman karakteristiği

Anodizasyon işleminin başlangıç aşamasında kaplama oluşum eğrisindeki ani voltaj yükselmesi (Şekil 2.3) serbest metal yüzeyinin azalması ve anodik oksit tabaka elektrik direncinin büyümesine tekabül eder [34].



Şekil 2.3: MAO'da toplam anodik oluşum voltaj eğrisi

Belli bir tabaka kalınlığında (alüminyum için yaklaşık 0,5-1 mikron) kıvılcım deşarjları eş zamanlı oluşan iki işlemle birlikte gözükür. Bunlar; elektrokimyasal oksidasyon ve oluşum altındaki kaplamanın kıvılcımlar tarafından çözünmesidir. Düşük kalınlıktaki kaplamada yüksek ısı kaybından dolayı sadece kıvılcım deşarjları vardır. Film kalınlığının büyümesi ile (alüminyum için 2 mikron) bu kıvılcım deşarjları mikroarka dönüşür ve daha yüksek kalınlıklarda ark deşarjlarına dönüşür [35]. Altlık malzemenin ve elektrolitin her bir özel kombinasyonu için mikroark deşarjları belirli voltaj ve akım yoğunluklarında oluşur. Daha yüksek değerlerde aniden veya yavaşça ark deşarjlarına dönüşür. Bu durumda görülür deşarjların sayısı azalıp parlaklıkları artar, yüzey boyunca hareketlerinin karakteri değişir ve anot

voltaj oluřum eğrisindeki eğim açısı azalır (Şekil 2.3). Mikroark deřarjlarının arka dönüşüm sınır değeri olarak 30 mA değeri birim deřarj akımı kabul edilmiřtir

Anodik mikroark deřarjları oksit film yüzeyi ve elektrolit arasında oluřur. Bu durumda anot spotundaki film 1000–2000 °C ye kadar ısınır. Anodik oksit tabakası-metal sınırından 5 mikron uzaklıktaki derinlikte spot altında metal sıcaklıđı 300 °C ve sınırda ise 500 °C dir [36]. Oluřan metal-oksit-deřarj-elektrolit sistemi iyonik iletkenliđe sahiptir ve MAO esnasında geęen akım özellikle sadece bu deřarj kanalları boyunca geęer [37].

Mikroark deřarjlarının arka dönüşmesinden sonra sıcaklıđı 5000 °C ye kadar çıkar ve birim deřarj akımı 2-2,5 kat artar. Ark deřarjlarının gücü kaplamanın erimesi için (altlık malzemeye dođru) yeterlidir. Bu deřarjlar kaplama yüzeyinde oluřur ve belirli bir voltaja ulařtıđında kaplamanın tersine tahribi bařlar.

2.4 Mikroark Oksidasyon İşleminin Temel Düşünceleri ve Mekanizması

MAO'nun genel özelliđi elektrokimyasal işlem atında elektrot yüzeyinde parlama ve/veya elektrik deřarjlarının oluřmasıdır. Anodik voltaj eğrisinin (Şekil 2.3) oluřumuna daha yüksek voltajlarda devam edilirse oldukça dar olan 1 numaralı anodizasyon alanı (An) ve 2 numaralı kıvılcım deřarj alanı (SD), MAO kaplamalarının oluřtuđu oldukça geniř olan 3 numaralı mikrobeřarj alanı (MD) ve 4 numaralı ark deřarj alanları (AD) tarafından takip edilir.

Bu alanlarda meydana gelen mikrobeřarj ve ark işlemleri çeřitli işlemler grubu olarak düşünölebilir. Bu işlemler grubunun genel özelliđi, yüksek sıcaklık kimyasal dönüşömlerinin ve iyonik ya da elektrik iletkenli elektrotlar arasında elektrik ark deřarjı ięerisine madde taşıınımlarının olmasıdır.

MAO prosesi, alışılagelmiř elektroliz işleminden ayrı olarak, elektrolit maddelerinin çözeltiden elektrik deřarjı ięerisine taşıınmasını ve elektrik deřarjı ve civarındaki bölgeler ięerisinde elektrot maddelerinin katıldıđı ya da katılmadıđı yüksek sıcaklık kimyasal reaksiyonları ihtiva eder [36]. MAO da ve işlemin farklı aşamalarında

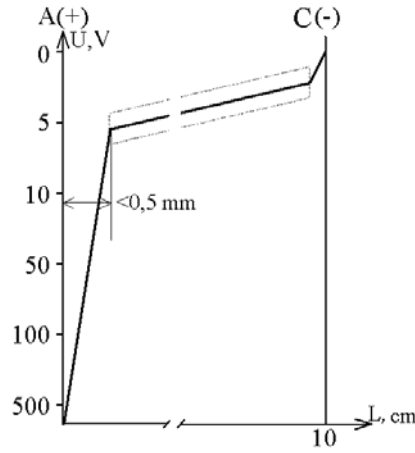
elektrokimyasal işlemiden başka, difüzyon, kimyasal, plazma-kimyasal ve elektro fiziksel işlemler meydana gelir. MAO işleminin tamamı birkaç aşamaya ayrılabilir (şartlı olarak).

1. Altlık malzeme ve oluşum altındaki kaplamanın elektrolitle kimyasal etkileşimi.
2. Elektrik deşarjları başlamadan önce ve elektrik deşarjlarının hemen söndüğü yerlerde oluşan elektrokimyasal işlemler (anodizasyon ve elektroliz işlemleri).
3. Mikroark oksidasyon, parlama ve kıvılcımların kısa süreli başlangıç aşamalarını, mikroark deşarj oluşumunun temel aşamalarını ve son olarak da belirli bir kalınlıktaki kaplama oluşumundan sonra mikroark deşarjlarının arka dönüşümünü içerir.

Alternatif akımda, anodik-katodik mikroark oksidasyon esnasında elektrik deşarjı hem anodik hemde katodik yarı çevrimde oluşur. Katodik deşarj anodik deşarjdan daha parlaktır ve daha iyi elektrik iletkenliğe sahiptir. Sıcaklığı yaklaşık olarak 1000 °C olup anodik deşarjdan daha yüksektir. Anodik- katodik işlemin özelliği, sıcaklık ve iletkenlik tipini muhafaza eden, anodik deşarjlardan oluşmuş kaplamaya göre daha düşük voltajlarda oluşan tek kutuplu iletkenliğe sahip olmasıdır. Anodik deşarjlar katodik deşarjlar tarafından ısıtılmış kaplama üzerinde oluşur. Bütün bunlar, anodik MAO tipli kaplamaların oluşumundan daha kolay bir oluşum hazırlar. Anodik-katodik tipte oluşan MAO kaplamaları üç tabakalı yapıya sahiptir. Bunlar ‘teknolojiksel’ olarak isimlendirilen yumuşak ve gözenekli dış tabaka, bundan başka hemen hemen hiç gözeneği bulunmayan sert çalışma tabakası ve altlık malzeme ile MAO kaplama arasındaki geçiş tabakalarıdır.

Elektrolit içerisinde elektrik deşarjının başlaması için gerekli şart elektrolit ve altlık metal arasında gaz ve buhar-gaz tabakasının bulunmasıdır [38]. Mikroark oksidasyonda deşarj, bariyer tabaka üzerinde bulunan gözenekli tabakanın mikro gözenekleri içerisinde oluşan buhar-gaz kabarcıklarının elektriksel kırılmasından dolayı meydana gelir. Bu kabarcıklar suyun elektrolizinden ve elektrolitin gözenekli kanallar içerisinde kaynamasından dolayı oluşur. Basit heterojen reaksiyonlar,

iyonlaşmış gaz plazma, kaplama malzemesi ve elektrolit arasında oluşur. Mikroarkdeşarjlarının fonksiyonel olduğu alan içerisinde, oluşum eğrisindeki voltaj yükselmesi kaplama kalınlık büyümesiyle ilişkilidir.



Şekil 2.4: Anot ve katot arasındaki elektrik alan şiddeti

MAO altındaki birim mikrodeşarj karakteristikleri şu aralıktadır [38, 39].

Sıcaklık: 2000–8000 °K;

Akım : 1–70 mA;

Ömür : 10–170 μ s;

Güç : 0,2–1 W

Deşarj yoğunluğu : $\sim 10^5$ 1/cm²

Akım yoğunluğu : 1–2 A/cm²

Kıvılcım ya da mikroarkdeşarjı içerisindeki anodizasyon işleminde katottan aşağıdaki herhangi bir noktaya (anottan 0.5 mm uzaklıktaki mesafeye) kadar potansiyel düşüşü 5 V'tı geçmez. Geriye kalan potansiyel düşmesi, anot ve quasi-katod-elektrolit-buhar faz sınırı ve gaz ara yüzeyi (Şekil 2.4) arasındaki dar bölgede yoğunlaşmıştır. Yüksek elektrik alan şiddeti oluşturur. Yüksek elektrik alan şiddeti, ilgili iyonizasyon olayından sonra olayıdeşarja, iyonların ivmelenmesine, iyonik bombardımana ve çarpma iyonizasyon taşıyıcılarının multi tipli katyonuna neden olur [40]. Anot yüzeyi civarında yarı-katod (quasi-kathod) oluşumu karmaşık şekilli iş parçalarının homojen polarizasyonuna, homojen kalınlıklı kaplamaların elde edilmesine neden olur. Bu MAO teknolojisinin avantajlarından birisidir.

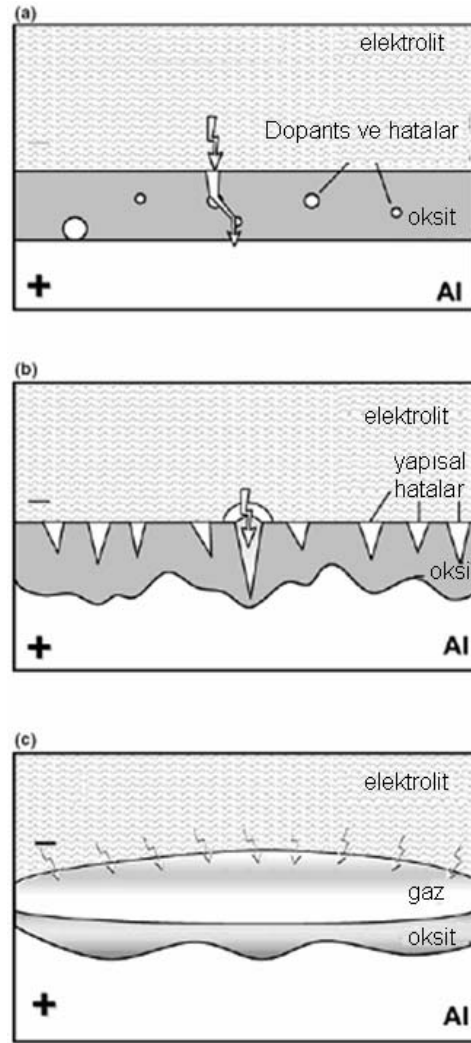
Kaplama işlemi esnasında yüzey boyunca mikroarkdeşarjlarının yer deęiřtirmesini açıklayan iki görüř vardır. İlk görüř; kırılmanın kaplamanın elektriksel olarak en zayıf yerinde olduęu, daha sonra filmin bu yerlerde büyüdüęü ve kırılmanın daha zayıf başka yerlere geçtięi ve devam ettięi şeklindedir [41]. Dięer görüř ise,deşarjın bulunduęu bölgeye bitişik yeri termal olarak aktive etmesi, oradaki kırılma voltajını düşürerek bu yere geçmesi ve böylece kırılma zinciri oluřturmasıdır [42].

2.5 Plazma Deřarj Modelleri

Yüzeydeşarjların plazma kimyası tabiatı itibari ile oldukça karışiktır. Bir taraf, elektronları, su molekülleri ve elektrolit iyonlarını içerirken dięer taraf metal elektrot atom ve iyonlarını içerir. Yüzeydeşarjlarının oluřumunun en önemli sonucu elektron çarpışması sonucu açığa çıkan ısının oluřturduęu oksit tabaka büyümesinde metalürjikselse işlemin meydana gelmesidir. Deřarj kanalına yakın oksit tabaka alanının ani bölgesel ısınma ve soğuma çevrimleri yüzeye biriktirilen (depozite edilen) maddelerin erimesine, soğumasına ve tekrar kristalleřmesine sebep olur. Sonuç olarak alüminyum hidroksitin alüminaya ayrışması, Al-O sistemi esaslı karmaşık komponentlerin oluřumu, alüminanın yüksek sıcaklık dönüşümleri oluřabilir. Bu işlemin yön ve şiddeti kaplama kalınlığı tarafından belirlenendeşarj yoğunluğu ve şiddetine baęlıdır. Kaplama kalınlığı arttıkça daha az sıklıkta daha güçlü ve uzun sürelideşarjlar meydana gelir. Plazma reaksiyonunda en önemli şey mikrodeşarj oluřumudur. Literatürde birkaç mikrodeşarj modeli önerilmiştir.

İlk modele göre [43, 44, 45-47] mikrodeşarj güçlü elektrik alanı içerisinde oksit filminin dielektrik kırılması sonucu olarak görünür Şekil 2.5(a). Kırılma, elektron çarpışma etkilerinden dolayı filmin gözenekleri (deponları) ve yapısal hatalarında meydana gelen ‘yıldırım ilerlemesi’ olarak düşünülür. Dielektrik kırılmanın en önemli sonucu içerisinde yeterli elektrik alanı muhafaza etmek için polarlaşma voltajı film kalınlığıyla orantılı olarak artmalıdır. Bu model güçlü elektrik alanı içerisindeki metal/dielektrik/sıvı sisteminin genel kırılma teorisi esasına dayanır [48]. Kırılma (break-down) işleminde üç önemli aşama belirlenmiştir. İlk aşamada, yüksek iletkenlik bölgesindeki dielektrik kararlılığın kaybedilmesinin neticesinde oksit tabakasının içerisindedeşarj kanalları oluřur. Bu bölge, oluřan elektron çarpışmaları

tarafından 10000 ⁰K kadar ısınır. Güçlü elektrik alanından dolayı elektrolit içerisindeki anyonik bileşimler kanal içerisine çekilir. Bununla birlikte, aynı anda yüksek sıcaklıktan dolayı altlıktaki alüminyum ve alaşım elementleri eriyerek altlıktan dışarı çıkar ve kanal içerisine girer. Böylece, bu işlem neticesinde plazma kanalları oluşur. İkinci aşamada, kanal içerisinde plazma kimyasal reaksiyonları oluşur. Bu kanal içerisinde basıncın yükselmesine yol açar.



Şekil 2.5: Alüminyumun anodik oksidasyonu esnasında yüzey deşarj görünümünü belirten modellerin şematik gösterimi

Plazma kanalları bu basıncı dengelemek için genişler. Aynı zamanda, elektrik alanının varlığından dolayı zıt yüklü iyonların ayrılması meydana gelir. Katyonlar, elektrostatik kuvvetler tarafından kanallardan dışarı elektrolit içerisine itilir. Son aşamada, deşarj kanalları soğur ve reaksiyon ürünleri deşarj kanal duvarlarına çöker.

İkinci grup modeller [49-52] her bir mikro deşarjı oksit filminin mikro gözeneklerinde oluşan gaz deşarjı olarak dikkate alır Şekil 2.5(b). Gözenek içerisinde gaz fazının oluşumu (ve içeride deşarjın başlaması), mikro gözenek tabanındaki bariyer tabakasının ilk dielektrik kırılmasının meydana gelmesinden dolayıdır.

Şekil 2.5(c) de alternatif bir mikro deşarj oluşum modeli önerilmiştir. İlk olarak Hickling ve Ingram [53] tarafından çalışılan kontak deşarj elektrolizine benzer esaslar üzerine kurulmuştur. Çalışmalarında, $U^+ \geq 420$ V da, anot platin tel yüzeyinde oluşan ince buhar örtüsü ve elektrolit ara yüzeyinde kıvılcım deşarj gözlenmiştir. Fakat anodun alüminyum olması durumunda buhar örtüsü rolü oksidasyon işlemi ve deşarj eşliğindeki gaz kabarcıkları tarafından oynanır. Bu nedenle de birbirinden ayrı çok sayıda mikro deşarj gibi görünür. Yinede her iki durumda da deşarj başlamasının genel şartının, büyüyen oksit filminin kırılmasından daha ziyade, elektrolit yüzeyinde (kısmi katot) gazlı faza elektron yayılması olduğunun hatırlanılması önemlidir. Ayrıca serbest elektronların güçlü elektrik alanı içerisinde, oksit-elektrolit ara yüzeyinde, su molekülleri ve anyonların iyonizasyonundan dolayı herhangi gaz/buhar fazının varlığını dikkate almaksızın görülebileceğine de dikkat edilmelidir. Serbest elektronlar daha sonra aniden su ile bir dizi reaksiyonlara girerek gazlı ürünleri (H_2, O_2) oluşturur ve böylece kararlı plazma deşarj ortamı için gerekli şartları sağlar. Alternatif akım (AA) MAO deşarjları için dikkate değer diğer model, yakın zamanda Wagner ve arkadaşları [54] tarafından incelenen dielektrik bariyer deşarj modelidir. MAO'ya benzer olup bariyer deşarjı AA polarizasyonu ve atmosferik basınç şartlarında, ince dielektrik filmle kaplı tek elektrotla çalışır. Bariyer deşarjı genellikle, filamentary modda işler. Olay MAO işlemindeki mikro deşarjlara görüntü itibarı ile benzerdir. Fakat bariyer deşarj hem pozitif hem de negatif yarı çevrimde oluşur. Bireysel filamentlerin süresi çok kısadır ($\sim 10^{-8}$ sn) ve akım yoğunlukları çok yüksektir (10^6 - 10^7). MAO'daki deşarjların aksine, dielektrik bariyer deşarjı basit doğru akım (DA) polarizasyon kullanılarak oluşturulamaz [55].

A.L.Yerokhin ve arkadaşları kendi araştırmalarında yukarıda verilen modellerin (dielektrik kırılma ve gözeneklerdeki deşarj) mikro deşarj olayının genel, zamana ait ve elektriksel karakteristiklerine uymadığını bulmuştur [56]. Bu sebeple kontak deşarj elektrolizine benzer esaslar üzerine kurulmuş olan yeni bir model önermiştir.

Bu model oksit-elektrolit ara yüzeyindeki gazlı ortamda serbest elektron üretimi ve kıvılcım deşarj başlamasının mümkün olabileceğini kabul eder. Bu da oksit tabakasının ısınmasına, erimesine ve soğumasına neden olur.

2.6 Mikroark Oksidasyonda Deşarjların Rolü

Mikroark oksidasyon esnasında deşarjların, deşarj kanallarındaki plazma-kimyasal sentezden başka, elektrolit, oksit kaplama ve altlık malzeme üzerinde önemli termal ve hidrodinamik etkisi vardır. MAO da ki deşarjların kimyasal etkisi, köklü, kararsız iyonlara uyarılmış (yarı kararlı) moleküllerin çözünmesi ve kimyasal reaksiyonların hız sınırlaması değişen sıcaklık artışına bağlıdır. Bu durumda, aluminat tungstate, silikat ve diğer çözeltilerde metallerin üzerine çeşitli oksitlerin ve kompozisyonların sentezi mümkündür. Hidrodinamik etki, deşarjın başlamasıyla mikro gözeneklerde ani sıcaklık ve basınç yükselmesi ve buhar-gaz kabarcıklarının patlaması ile oluşan çukurlar neticesinde oluşur. Bu tür patlamalar belirli şartlarda kaplama kırılmasıyla sonuçlanır.

Fakat en önemli etki mikro deşarjların termal etkisidir. Sonradan mümkün olabilecek termal dihidrasyon ya da ürünlerinin termoliz olmasıyla elektrolit komponentlerinin hidroliz derecesinin artması, kaplamanın ve altlık malzemesinin tekrar erimesi, element kompozisyonunun tekrar dağılması, faz oluşumu (altlık metalin ve elektrolit elemanlarının oksitlerinden, polimorfik faz geçişlerinden), yapı dönüşümleri (tekrar kristalleşme, fazların tekrar büyümesi vs.) mikro deşarjların termal etkisinin sonucudur.

Elektrolit elektrotundaki termal etki, çok yüksek miktarda sıcaklığa bağlı olan (1015 °C'de % 0,034, 1711 °C'de % 0,74; 2215 °C'de % 8,6; 2483 °C'de % 11,1) $2H_2 \rightarrow 2H_2 + O_2$ reaksiyonuna göre oluşan suyun termoliz derecesine (elektrolitlerin çözünüşü) tarafından belirlenir [57]. Termal etki elektrolitin diğer komponentlerinde de oluşturulabilir. Ürünlerin hidroliz derecesi artan sıcaklık ve elektrot civarında su kaynamasının şiddetlenmesinden dolayı artan ürünlerin konsantrasyonunun artmasıyla yükselir. Örneğin sodyum silikat çözeltisinde $Na_2SiO_3 \rightarrow NaHSiO_3 \rightarrow H_2SiO_3$ yüksek sıcaklıklarda ayrıştığından dolayı genellikle silikon asit, silikon

dioksit SiO_2 , α -cristobalite ve α quartz ve su olarak açığa çıkar. Ayrıca alüminyum elektrotta silimanit oluşumu $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 \rightarrow \text{Al}_2\text{SiO}_5$ reaksiyonuna göre mümkündür. Oksit tabakasında termal etki yalnızca ark, kıvılcım ya da anormal ve büzülmüş formdaki kıvılcım deşarjları tarafından ya da katot çukur (hollow) etkisinin şekillenmesiyle oluşur. Çünkü bu gibi deşarjlarda sıcaklık birkaç bin dereceye kadar yükselir. Bu sıcaklıklarda gözenek kanal duvarları erir ve kaplamada polimorfik dönüşümler ve su ile karışmış (hydrated) oksitlerin dihidrasyonundan dolayı oksitin kristal değişimi (yüksek sıcaklığı içeren) vardır. Oysa anodik oksit tabakasında (AOT) çoğunlukla amorf oksit bulunur.

2044 °C ye kadar kararlı olan α - Al_2O_3 (korondum) alüminyum oksit yüksek sertliğe sahiptir. 1200 °C den daha yüksek sıcaklıklarda suni olarak sentezlenebilir. Oldukça higroskopik ve kimyasal olarak reaktif (asitlerin ve alkalilerin sulu çözeltileriyle tepkimeye girer) olan γ - Al_2O_3 oksidinin tersine 1000 °C ye kadar kimyasal olarak inört kalır ve higroskopik değildir. Eğer elektrolit kompozisyonunda silikat var ise, deşarj içerisinde Al_2O_3 ile birlikte ısıtılmalarında silikon oksit ve diğer metallerin oksitleri oluşmuş ise asitlerin çoğu ile ve alkali alüminyum silikatlar ile, örneğin orthoclase $\text{K}[\text{AlSi}_3\text{O}_8]$, albit $\text{Na}[\text{AlSi}_3\text{O}_8]$, nephelin $\text{Na}[\text{AlSi}_3\text{O}_8]$ gibilerle etkileşmeyen yüksek erime ve termal dirençli maddeler üretir.

Mikro deşarjların niteliğinin altlık malzeme üzerindeki etkisi, deşarj kanalları altındaki alan içerisinde metalin bölgesel ısınması tarafından belirlenir. Bu bölgede tahmini sıcaklık 600 °C ve üzeri olup alüminyum, magnezyum gibi MAO işlemiyle oksitlendirilebilen geleneksel metallerin erime sıcaklıklarına yakındır. Bunun doğruluğu yaklaşık % 4 bakır içeren duralüminyum üzerine mikroark oksidasyon ile oluşturulan kaplama altında birkaç mikron derinliğinde bakır pik konsantrasyonunun bulunması tarafından ispatlanır. Gerçek, katılaştıran alaşımın yönlendirilmiş kristal bölgesi ilk etapta boşalır ve sonunda alaşımın erime noktasını düşüren alaşım elementleriyle zenginleştirilir.

Tamamen karmaşık bir işlem olan mikroark oksidasyon işleminin performansı hem dış (kompozisyon komponentleri, konsantrasyon, pH ve elektrolit sıcaklığı; MAO moduna: polarite, frekans–online zamanı (off-duty faktör), genlik ve voltaj şekli ve

akım darbelerine, anodik ve katodik karakteristiklerinin oranına; işlem zamanı vs) hem de iç faktörlere (alaşım kompozisyon ve yapısına, alaşımın ısıl işlemine, yüzey pürüzlülüğüne, malzemenin gözenekliliğine vs) bağlıdır. Bu faktörler kaplamaların kalınlığını, faz kompozisyonunu, yapısını, yoğunluğunu, gözenekliliğini, mikro sertliğini, altlık yapışma mukavemetini, aşınma ve korozyon direncini, elektrik ve ısı iletkenliğini, kırılma voltajını ve diğer özellikleri belirler.

2.7 Alternatif Akım Etkisi.

Numune polaritesinin tersine çevrilmesinin en önemli etkisideşarjın durdurulması olup uzun süreli çok büyük mikrodeşarjların gelişmesini engellemektir [52]. AC rejimi 5–7 ms’ lik pozitif akım darbesi (puls) sağlar ve böylece çok büyük mikrodeşarjların oranı toplam mikrodeşarj sayısının % 4’ni geçmez. Bu ise işlemin iyi bir şekilde kontrol edilebilirliğini gösterir. Deşarj durdurulmasından başka, AC akımının uygulanmasıdeşarj karakteristiğini ve oksit tabaka oluşumunu etkileyen diğer faktörleri de içerir.

1. Aşırı şarj etkisi AC kapasitör esaslı devrelerde bulunan akıma benzer bir akımın metal-oksit-elektrolit sisteminden geçmesine neden olur.

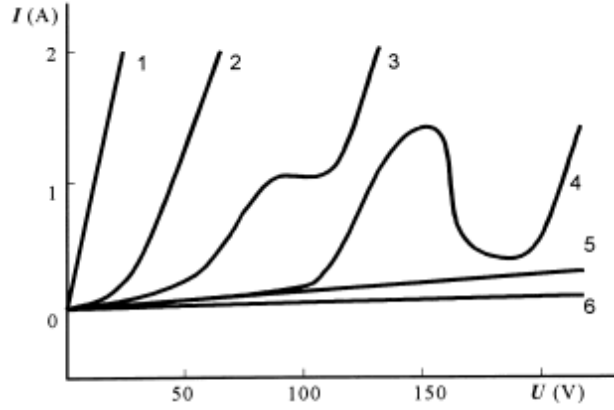
2. Negatif polarite (biasing) esnasında hidrojen gazının açığa çıkma işlemi DC tipi MAO’nun aksine oksidasyon işleminin çok öncesinden itibaren oksit-elektrolit arayüzeyindeki bölge içerisinde plazma destekleyici gaz ortamı sağlar.

Bu 2 nolu kriter gaz kabarcıkları boyunca voltaj düşmesi, pozitif polarite (biasing) esnasındaki kritik kırılma değerine ulaştığı anda oksit yüzeyinde ani gaz fazdeşarjlarının tesis edilmesi için gerekli şartların oluşmasını kolaylaştırır.

2.8 Elektrolit Kompozisyonu

Elektrolit kompozisyonuyla birlikte altlık malzemesi, işlem mod ve zamanı mikroark oksidasyon işlemini belirleyen faktörler olup elde edilen kaplamaların kompozisyon yapı ve özelliklerini etkiler. MAO prosesinin uygun bir şekilde gerçekleşmesi için

metal-elektrolit kompozisyonunun dikkatli bir şekilde eşleştirilmesi gerekir. MAO prosesi için bu genellikle metal pasifleşme çalışmalarında kullanılan polarizasyon test verilerinden elde edilir. Alüminyum alaşımları üzerinde üretilen oksit kaplamalarında kullanılabilen elektrolitler referans [58] de karşılaştırılmıştır. Şekil 2.6 elektrolitlerin altı gruba ayrılabilceğini gösterir.



Anodik polarizasyon (1) Hızlı metal çözülmesi; (2) Yavaş metal çözülmesi; (3) Küçük voltaj aralığında metal pasifleşmesi, (4) Geniş metal pasifleşme aralıklı kompleks davranış; hafif metal pasifleşmesi; (6) Güçlü metal pasifleşmesine neden olur

Şekil 2.6: Çeşitli elektrolitlerde MAO yöntemi ile kaplanan alüminyum için $I=f(U)$ fonksiyonu [58]

1. Tuz çözeltileri alüminyumun hızlı erimesini sağlar. NaCl, NaClO₃, NaOH, HCl, NaNO₃.
2. Yavaş metal erimesi sağlayan elektrolitler H₂SO₄, (NH₄)₂S₂O₈, Na₂SO₄.
3. Yakın voltaj aralıklarında metal pasifleşmesi sağlayan elektrolitler: sodyum asetat ya da fosforik asit.
4. Kompleks davranışıyla karakterize edilen florid elektrolitler KF, NaF.
5. Hafif metal pasifleşme artışı gösteren elektrolitler.
6. Güçlü metal pasifleşme artışı gösteren elektrolitler. Borik asitler, karbonik tuzlar ve fosforik asitler, inorganik polimerler (silikatlar, aluminatlar, tungstates, molydates) ve alkali metal fosfatlar (polimer iyonlarını oluşturma bilen).

Şekil 2.6 dan da görülebileceği gibi (4), (6) gruplarındaki elektrolitler kıvılcımlaşma voltajının kolay bir şekilde ulaşılmasına imkan sağlar. MAO tekniğiyle kaplama üretimi için en fazla yararlı olanıdır. Bu elektrolitler kaplama kompozisyonuna olan katkılarından dolayı dört grupta sınıflandırılır [59].

- a) Yalnızca oksijeni kaplama içerisine dâhil eden çözeltiler.
- b) Anyonik komponentleri içeren elektrolitler diğer elemanları kaplama içerisine dâhil ederler.
- c) Katyonik komponentleri içeren elektrolitler diğer elemanları kaplama içerisine dâhil ederler.
- d) Kaplama kompozisyonuna katkıda bulunan makro partiküllerin kataphoretik taşınmasını sağlayan süspansiyonlar.

b ve c elektrolit gruplarında kaplama hem altlık oksitlenmesi hem de diğer elektrolit maddelerin altlık malzemeye birikmesiyle oluşur. Bu, kaplama kompozisyonu ve özelliklerinin geniş bir aralıkta modife edilmesine imkân verir. Bundan dolayı bu gruplar en fazla ümit verici olarak düşünülür. Koloidal çözelti: sodyum ya da potasyum silikat, silikat esaslı çoklu komponentli elektrolitler kadar MAO prosesinde geniş bir şekilde kullanılır. Silikatlardan başka, çözelti elektrolit iletkenliğini yükselten maddeler [NaF (0,5-20 g/l), NaOH veya KOH (1-50 g/l)] ve/veya oksit tabakası sağlayıcı stabilize elementleri [NaB₄O₇.10H₂O (40 g/l), gliserin (10 g/l), Na₂CO₃) veya K₂O₃ (≤500 g/l)] ve modife edici komponentler [NaAlO₂ (2-20 g/l), Na₆P₆O₁₈ (≤150 g/l)], özel amaçlı sert ince tozlar, yüksek erime noktalı malzemeler ve/veya kuru yağlayıcılar (iyileştirilmiş sürtünme ve aşınma için) ve/veya renklendirici maddeler (optik özellikler ve dekorasyon amaçlı) elektrolit içerisine oksidasyon işlemiyle kataphoretik etkileri birleştirmek için katılabilir.

Elektrolit konsantrasyonunun değiştirilmesi kaplamanın son ölçülerini etkileyebilir. Örneğin, silikat-alkali elektrolitteki cam suyu içeriği 8'den 1-2 ye düşürüldüğünde Al₄ alüminyum alaşımı üzerindeki 250-300 mikron kaplama kalınlığı 50-0 mikrona kadar düşer. Bu durumda pratik olarak dış teknolojiksel tabaka görünmez olup kaplama rengi gri beyazdan koyu kırmızıya değişir. Elektrolitteki cam suyu konsantrasyonunun daha da azaltılmasıyla alkali çözeltideki alüminyumun çözülmesinden dolayı negatif yönde büyüme elde edilmesi mümkün olabilir [33]. Elektrolit hazırlanırken komponentlerin erime ya da karışma sırasını göz önünde bulundurmak gerekir. Bu mikroark deşarjlarının başlama voltajını ve zamanını etkilediği gibi elde edilen kaplamanın kalitesini ve elektrolitin dayanıklılığını belirler. Buradaki sorun MAO için bazı elektrolitlerin içerisindeki zayıf asitli bazlardan dolayı hidrolize

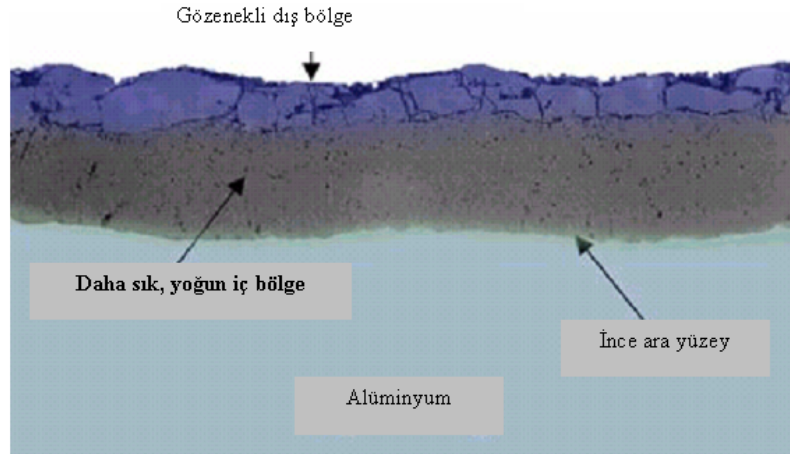
maruz kalmasındandır. MAO da bu zararı artıran faktörler: elektrolit sıcaklığının (özellikle 40–50 °C den yüksek olması) ve çözünürlüğünün artışı, (özellikle elektrolit sıcak ve de alkalizasyon yok ise elektrolit sıcaklığı artmasına rağmen oksidasyon hızı büyür ve başlama (ignition) voltajı düşer. Bu durumda kaplamaların bazı karakteristikleri zarar görebilir. Örneğin kırılma voltajı düşer ve gözeneklilik artar [33].

Elektrolitin çalışma kapasitesi elektrik miktarının saatteki amper miktarının spesifik değeri (bir birim elektrolit hacmi için) tarafından belirlenip MAO kaplamalarının sorunsuz şekilde kaplamasını sağlar. Örneğin silikat alkali elektrotlar içerisinde kaplanan farklı alüminyum alaşımları için bu değer ortalama 6-10 A.saat/lt dir. Bundan sonra banyo bakımı yapılmalıdır (kimyasal analizden sonra yapılması tercih nedenidir). Birkaç banyo bakımından sonra kısmi veya tamamen elektrolit değiştirilmelidir. Elektrolitlerin kullanımı ve nötür hale getirilmesi galvanik üretimde bilinen tekniklerle yapılır. Örneğin silikat-alkkalline elektotlar kullanıldığında konsantrasyona bağlı olarak 5-20 kat su tarafından çözmek yeterlidir. Daha sonra kanalizasyona bırakılır.

3. MİKROARK OKSİDASYON KAPLAMALARININ ÖZELLİKLERİ

3.1 Mikro Yapı

Yapısal çalışmalar MAO tekniğiyle alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamalarda genellikle gözenekli dış bölge ve yoğun iç bölge olarak adlandırılan iki farklı bölgenin oluştuğunu gösterir [61, 62, 63-68]. Bazen yoğun tabakanın altında üçüncü bir tabaka olarak beliren yaklaşık 5 µm kalınlığında ince bir ara yüzey bölgesi oluşur [69]. Bu bölgeler Şekil 3.1 de gösterilmiştir.



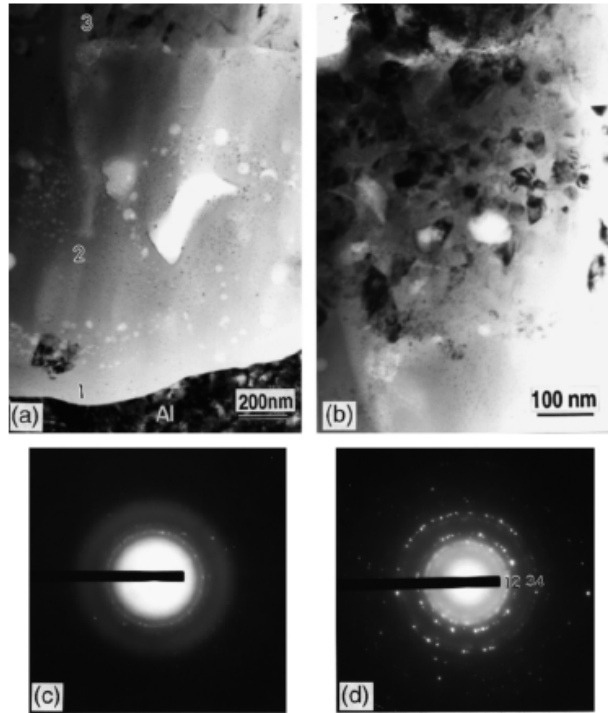
Şekil 3.1: Al alaşımı üzerine yapılan MAO kaplama mikro yapısı

Gözenekli dış bölge ekseriyetle düşük sıcaklık ve x-ray şekilsiz (amorf) fazları içerir. Daha sık, yoğun iç bölge yüksek sıcaklık modifikasyonlarıyla oluşur. Bölgelerin relatif ölçüleri, yapıları ve kompozisyonları esas itibarıyla altlık kompozisyonu, elektrolit kompozisyonu ve işlem rejimi ile etkilenir.

Gözenekli dış bölge kırılgan olup genellikle toplam kaplama kalınlığının % 5-30'unu oluşturur. Bu bölge genellikle yarı kararlı olan γ -Al₂O₃ fazınca zengin ve oldukça pürüzlü bir yüzeye sahiptir [61, 68]. Relatif olarak yumuşak ve kırılgan olan bu bölge alttaki daha yoğun fonksiyonel tabakanın çıkarılması için kolaylıkla parlatılarak uzaklaştırılır. Bu genelde daha çok aşınma direnci ve yüksek sertlik gerektiren

uygulamalarda uygulanır. Şekilde gösterilen yoğun bölge genelde toplam kaplama kalınlığının %70–95’ni içerir. Gerçek oran kaplama şartlarına bağlıdır. Bu bölge relatif olarak sert, aşınmaya dirençli α -Al₂O₃ fazınca daha zengindir [61, 68].

Sınırlı miktarda geçirmeli elektron mikroskop (TEM) çalışması olup kaplama altlık ara yüzeyine odaklanılmıştır [69]. Şekil 3.2’de gösterildiği gibi ara yüzeye yakın bölge üç alt tabakaya ayrılmıştır. 1 numaralı alt tabaka yoğun amorf yapıyı, 2 numaralı alt tabaka yaklaşık 10-100 nm boyutunda gözenekliliğe sahip amorf ve nanokristalli bölgelerden oluşan gözenekli yapıyı, 3 numaralı alt tabaka 50-80 nm aralığında tane boyutuna sahip nano kristalli yapıyı gösterir.



Şekil 3.2: Kesit alan TEM görüntüsü (a) Kaplama-altlık ara yüzeyine yakın iç bölge, (b) Orta tabaka ve SAED görüntüleri, (c) 1 nolu alttabaka, (d) 2 nolu alt tabaka [69]

TEM analizi kaplama ve altlık arasındaki ara yüzeyde (1 nolu alt tabaka) gözenekliliğin olmadığını ve 2 nolu alt tabakadaki gözenekliliğin birbiri ile birleşik (interconnected) olmasından ziyade ayrık (occluded) olduğunu belirtir. 1 nolu yoğun amorf alt tabaka ve daha çok amorf olan 2 nolu alt tabaka kaplamaların korozyon direncini güçlendirmede difüzyon bariyeri olarak görev yaparak kaplamalara mükemmel anti korozyon performansı sağlar. Bununla birlikte alümina kaplamaların nano ölçekli tane boyutuna sahip olması diğer kaplama metotlarına kıyasla önemli

bir şekilde kaplama mukavemetini ve s n kliliđini artırır. Kaplamaların daha y ksek ařınma ve korozyon direncine sahip olması bu i  tabakaların bulunmasına atfedilir [70].

3.2 G zeneklilik ve G zenek Yapısı

Hemen hemen t m arařtırmacılar MAO kaplamalarındaki farklı tabakaları tanımlamak i in “g zenekli” yođun veya “sık” terimlerini kullanmış olmalarına rađmen kaplama g zenekliliđi ile ilgili detaylı ve nicelikli  alıřma olduk a sınırlıdır. Birka  arařtırma ı kaplama yođunluđunu veya g zenek d zeyini aktarma yoluyla s ylemişlerdir. Y zey g zeneklerinin g r n m n n  tesinde g zenek dađılımlarını niceliksel olarak tanımlanması  ok azdır. İlk geliřme ve ticarileřme esnasında MAO kaplamaların g zeneklilik seviyesi tipik anaodizasyon tabakalarının g zeneklilik seviyelerinden (2.4 gr.cm^{-3} yođunluđa tekab l eden % 25 g zeneklilik [71])  ok daha d ř k olmasından dolayı b y k ilgi g rm řt r. 1985’li yıllarda yapılan kaplamalarda %10 dan daha d ř k g zeneklilik (parlatılmış kesitten g r nt  analiz yapılarak) elde edilmiřtir [72]. SEM fotođraflarının g r nt  analizlerinde tipik ticari kaplamaların %3 ten daha az g zenekliliđe sahip olduđu kaydedilmiřtir. Bu g zeneklilik seviyeleri mod l ve sertlik gibi mekaniksel  zellikleri  nemli bir řekilde etkilemediđinden genelde ihmal edilirler.

Kaplamanın yođun olması, iyi ařınma direnci [65, 68, 69], y ksek sertlik [66, 71] veya iyi korozyon direncinin [69, 73] niceliksel a ıklaması olarak kullanılır. Malyshev ve arkadaşlarının [74]  alıřmalarından buyana yalnızca Dearnley ve arkadaşları [75]  l  lm ř g zenek seviyesini mekaniksel  zelliklerle iliřkilendirmeyi teřvik etmişlerdir. Magnezyum ve titanyum  zerinde b y yen MAO kaplamaları i in, g zeneklilik d zeyi genellikle daha fazla olup biraz daha fazla  alıřılmıştır.  rneđin magnezyum altlıklı kaplamalarda g zlenen g zeneklilik Gruss ve McNeil [10]  alıřmasında belirtildiđi gibi kaplamada k resel gaz kabarcıklarının tutulmasıyla iliřkilendirilmektedir [76]. Bonille ve arkadaşları [77] g zenekliliđi magnezyum altlıklı kaplamalarda daha detaylı belirlemiřlerdir. Anadizasyonun ilk ařamalarında film boyunca ince (30-60 nm  aplı) g zeneklerin yayıldıđını g zlemlemiřlerdir. Fakat bunların sonradan daha b y k 5-10 kat, 0,1-3  m  l  s nde g zeneklilik

verdiği belirtilmiştir. Benzer gözlem Han ve arkadaşları [78] tarafından titanyum filimler için de yapılmıştır. Filim yüzeyinde yaklaşık 1 µm çaplı gözeneklerin % 40 seviyesinde makro gözenekli olduğunu belirtmişlerdir. Bununla birlikte çekilen fotoğraflar film içerisinde 100 nm çaplı gözeneklerin olduğunu göstermesine rağmen filmin bunun aksine daha yoğun olduğunu tespit etmişlerdir.

3.3 Yüzey Kompozisyonu

MAO kaplama kompozisyonu uygulanan akım yoğunluğu, voltaj profili gibi işlem parametrelerine bağlı olduğu gibi hem altlık alaşımı hem de elektrolit kompozisyonuna da bağlıdır. Plazma deşarjları hali hazırda bulunan komponentlerin hızlı bir şekilde karışımı ve reaksiyonuna imkân vererek geniş bir komponent aralığı, fazlar ve mikro yapı oluşturur. Yüksek sıcaklık ($\sim 10^4$ °K) ve çok hızlı soğuma hızları (10^8 °Ks⁻¹) kaplamada dengesiz fazların oluşmasına neden olur.

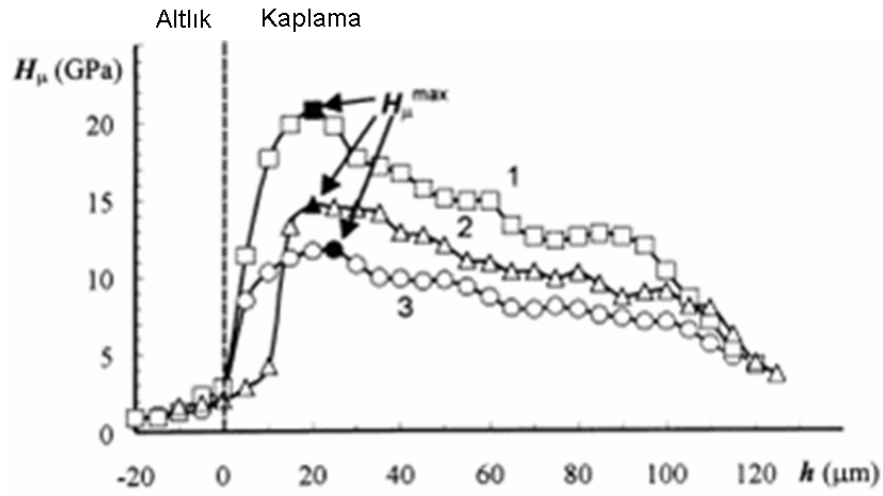
Alüminyum alaşımları üzerine aşınma dirençli kaplamaların oluşturulması için optimize edilmiş kaplama prosesi α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazları meydana getirir. Daha sert olan α fazının nispi oranı akım yoğunluğu artırılarak artırılır. α -alumina içeriği bakır içerikli alüminyum altlıklarında oluşturulan kaplamalarda %60 lara kadar ulaşabilir. Hâlbuki γ -Al₂O₃ fazı ekseriyetle magnezyum içeren alüminyum alaşımlarında oluşur. Mullit faz esaslı kaplamalar silikon-içeren altlık malzemelerinde oluşur [62]. Yüzey kompozisyonu γ -Al₂O₃ fazınca zengin olup belli bir başlangıç noktasından sonra bu fazın bulunduğu yüzeyin tabaka kalınlığı kaplama büyürken sabit kalır.

3.4 Oksit Kaplama Performansı

3.4.1 Mekaniksel özellikler

Oksit kaplamaları alüminyum altlıklarda dikkate değer mukavemetlendirme etkisi sağlayabilir. Bu etki, ince sac altlıklarda efektif Elastisite modülünde % 100-200'lik gözlenen artışla daha belirgin hale gelir. Bu artış, sac kalınlığına ve oksit tabakasının nispi derinliğine bağlıdır. Oksit tabakasının etkili yapışması, mikro indentasyon

testleriyle değerlendirildiği gibi [14, 79, 80], kaplama kalınlığıyla artma eğilimindedir. 200-250 μm kalınlığındaki kaplamalarda yapışma mukavemeti 350-380 GPa olup altlık malzemenin (alüminyumun) çekme limiti ile karşılaştırılabilir değere ulaşabilir. Yapışma artışının bir açıklaması, difüzyon işleminden dolayı kaplamanın iç bölgesindeki yapısal değişimlerdir. Ayrıca, daha kalın bir kaplamanın daha iyi yük taşıma sağlayacağı muhtemeldir. Bundan dolayı ara yüzey bölgesi uygulanan yük altında daha az gerilmeye maruz kalır. Yapısal değişiklikler oksit filmi boyunca homojen olmayan sertliklerin oluşmasına neden olur (Şekil 3.3).



Şekil 3.3: Kaplama kesiti mikro sertlik dağılımı: (1) $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$; (2) $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$; (3) mullit [2]

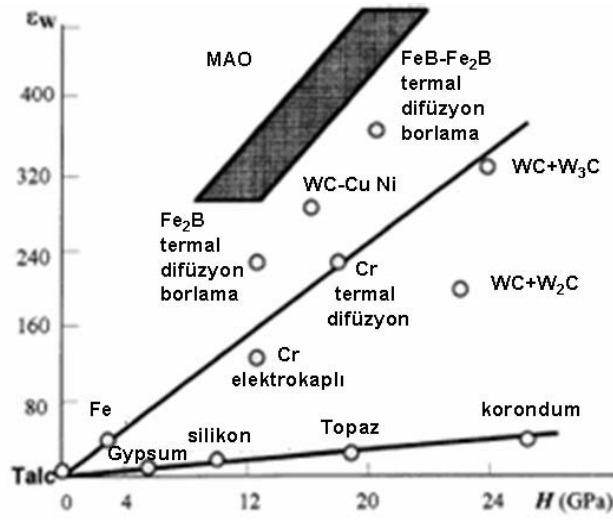
Genelde en sert bölge, kaplama- altlık ara yüzeyinden yaklaşık 20-30 μm uzaklıkta bulunur ve yoğun iç kaplama bölgesinde yüksek sıcaklık fazlarının maksimum içeriği ile alakalıdır. Maksimum sertlik değerleri α -alumina esaslı kaplamalar için 17-22 GPa, γ -fazlı kaplamalar için 10-15 GPa ve mullit esaslı kaplamalar için 4-9 GPa ile uyuşmaktadır. Her bir durumda, kaplamanın gözenekli dış bölgeleri daha düşük sertliğe sahiptirler.

Önceki çalışmaların birçoğu MAO kaplamalarının kaplama kesiti boyunca sertlik gradyanı gösterdiği en büyük sertliğin ara yüzeyden yaklaşık 10 μm uzaklıkta olup kaplama yüzeyine doğru sertlik azaldığını belirtir [68]. Bu sertlik gradyanı kaplamanın dış yüzeyine yakın $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ faz kompozisyonu ve diğer yarı kararlı fazlardan kaplama hacmindeki $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve diğer tavlı (annealed) malzemelerin faz kompozisyon gradyanıyla ilişkilendirilebilir.

3.4.2 Tribolojik performans

3.4.2.1 Aşınma direnci

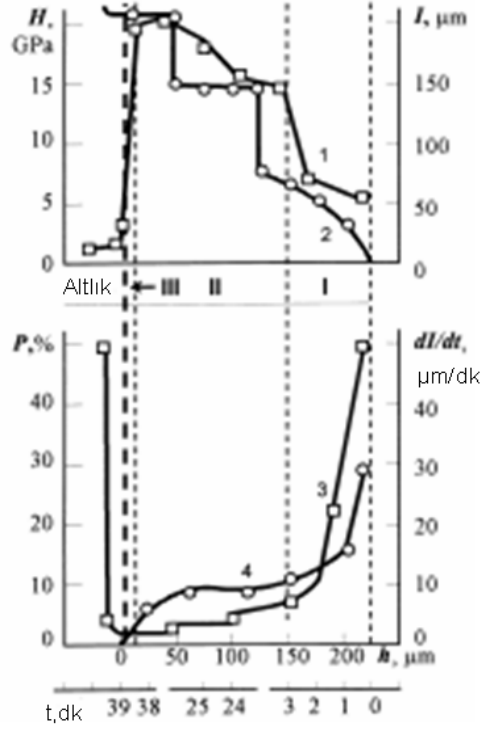
MAO tekniğiyle alüminyum üzerinde oluşturulan kaplamaların abrasif aşınma direnci, WC esaslı kompozitler, termal difüzyon bor kaplamaları ve koronduma göre daha fazladır [81]. Şekil 3.4 çeşitli malzemelerin ve kaplamaların birbirine göre göreceli aşınma dirençlerini ve MAO kaplama potansiyelini gösterir.



Şekil 3.4: Talc'a göre bazı malzemelerin göreceli aşınma direnç (ϵ_w) diyagramı; H: malzeme sertliği [81]

MAO kaplamaların tane boyutu 70 μm den daha küçük SiC tozlu abrazif disk altındaki aşınması testleri yapılmıştır [14]. Şekil 3.5'te belirtilen gözenek değişimini ve kaplama boyunca bir birini izleyen homojen olmayan sertlik dağılımını dikkate alarak aşınma rejimi aşağıdaki gibi farklı bölgelere ayrılabilir.

1. Dış tabakanın (I. bölge) yüksek aşınma hızı, nispeten düşük sertlik ve gözeneklerle alakalıdır.
2. Kaplamanın iç bölgesindeki (II. bölge) minimum aşınma hızı, bu bölgedeki en yüksek sertlik ve en düşük gözenekle alakalıdır.
3. Kaplama-altlık ara yüzeyindeki (III. bölge) aşınma hızının ani artışı, işlem görmemiş yumuşak alüminyum altlık malzemenin açığa çıkmasıyla ani sertlik ve yük taşımasının düşmesinden dolayıdır.



Şekil 3.5: Aşınma derinliği (I), sertlik (H) ve aşınma oranının (dI/dt) zamanla değişimi ve gözenekliliğin (P) kaplama kalınlığı (h) ile değişimi: I. bölgenin (dış gözenekli tabaka) kalınlığı 30-60 μm ; II. bölgenin (yoğun iç tabaka) kalınlığı 100-170 μm ve III. bölgenin (difüzyon tabakası) kalınlığı 3-5 μm . [81]

Korozif ortamlardaki komponentlerin aşınma direnci plazma elektroliz tarafından artırılabilir. Örneğin iyi aşınma direnci özellikleri hidrokarbon ve sülfürik bileşikler içeren ortamlarda bulunmuştur [82]. Burada oksit tabakasının aşınma mekanizması metalin aşınma mekanizmalarından farklıdır. Metallerin mekaniksel işlemleri ve korozyon aynı zamanda oluşabilir. Bunun aksine, oksit yüzeyinde bu işlemler ayrı olarak meydana gelir. Aşınma bir biriyle temas eden elemanlarda oluşur. Oysa korozyon oksit tabakasının gözeneklerinde oluşur.

3.4.2.2 Sürtünme davranışı

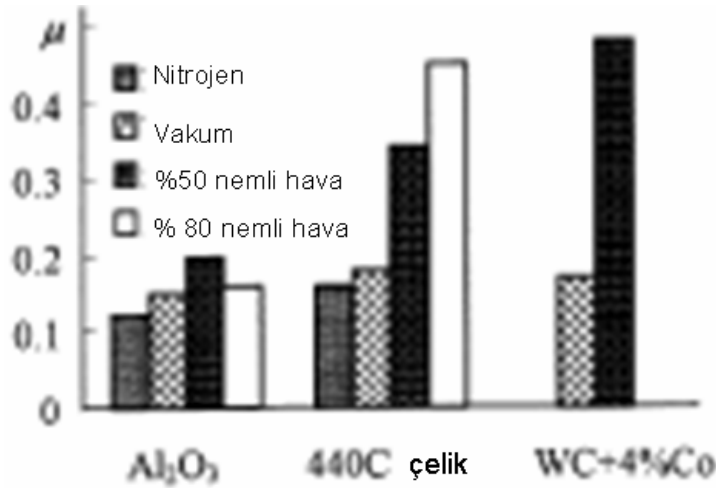
3.5.2.2.1 Yağlamalı sürtünme

Oksit kaplamaların yağlayıcı şartlar altındaki sürtünme performansı hem yağlı hem de sulu ortamlarda çalışılmıştır. Gözenekli oksit filmi yağ ile doyurulduğunda çelik temaslı çiftler için tipik sürtünme katsayısı $\mu=0,4$ 'ten, oksit çelik çiftinde $\mu=0,015$ 'e düştüğü kaydedilmiştir [14].

Alüminyum alaşımları üzerine oluşturulan MAO kaplamalarının birbirine karşı disk üzerinde sürtünme karakteristikleri endüstri ve deniz suyu ortamlarında çalışılmıştır [14, 83]. 16 MPa'la kadar basınçlarda α - Al_2O_3 esaslı kaplamaların sürtünme katsayılarının $\mu=0,023$ - $0,025$ olduğu belirtilmiştir. 8 MPa kritik basınçlarda γ - Al_2O_3 esaslı kaplamalarda ise $\mu=0,005$ - $0,008$ 'lik sürtünme katsayısı göstermişlerdir. Mullit esaslı kaplamalarda sürtünme çiftleri 4 MPa'la kadar kritik basınç sağlayabilir.

3.4.2.2.2 Yağsız sürtünme

Alüminyum oksit kaplamalarının kuru sürtünme şartları altında da sürtünme davranışları çalışılmıştır [79, 83]. Oksit kaplamalarının, Al_2O_3 , çelik ve WC-Co bilyeye karşı olan disk üzerinde bilye testleri vakum altında, nitrojen ve nem kontrollü hava içerisinde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.6: MAO kaplamaların çeşitli ortamlarda farklı malzemelere karşı disk üzerinde bilye testlerinden elde edilen sürtünme katsayılarının karşılaştırılması

Şekil 3.6'da gösterilen sonuçlar sürtünme temasının hem mekaniksel hem de kimyasal unsurları hesaba katılarak açıklanabilir. Benzer mekaniksel özellikli malzemelerin temasındaki, örneğin oksit kaplamaların Al_2O_3 'e karşı ya da kaplamaların kendilerine karşı, sürtünme katsayısı temas eden yüzeyler arasındaki tribo-kimyasal etkileşimler tarafından açıklanmıştır. Bu etkileşim çok güçlü bir şekilde dış ortamın kimyasal kompozisyonuna bağlıdır. Örneğin havanın nemi % 80 artırıldığında, sürtünme katsayısında düşüşe neden olan ince yağlayıcı alüminyum hidroksit filminin oluşmasını sağlar.

Farklı mekaniksel özellikli malzemelerin sürtünmesi (örneğin oksit kaplamaların çeliğe ve WC-Co karşı sürtünmesi) sürtünme temas alanlarının sürekli yenilenmesi eşliğinde olur. Bu sebepten dolayı, sürtünme katsayısının artışıyla sonuçlanan temas alanında kimyasal etkileşim ivmelenir. Bu tip çiftlerde kuru sürtünmeyi azaltmak için oksit kaplamalarının üzerine ince karbon filminin depozite edilmesi düşünülmüştür [84]. Bu, oksit kaplamasının WC-Co bilyeye karşı sürtünmesi, sürtünme katsayısının 0,49–0,62 den 0,17- 0,32 lere düşmesini sağlamıştır.

Son zamanlarda yapılan incelemeler [2] oksit kaplamalarında, kaplama kalınlığının temas rejimine bağlı olarak mekaniksel özellikleri belirlemede önemli bir etkiye sahip olduğunu ortaya çıkarmıştır. Tribolojik performansa göre, kalın MAO kaplamaları kayma, çizme ve çarpma (impact) testlerinde en iyi performansı gösterirken, ince kaplamaların şaşırtıcı bir şekilde hem çarpma hem de düşük-yük kayma aşınmalarında etkilidir. Orta kalınlıktaki MAO kaplamaları ise nispeten daha kötü performans sergilemişlerdir [2]. Belirli bir temas şartlarında kaplamaların performansını optimize etmek için kalınlıkla birlikte kaplamaların mikro yapı ve kompozisyonunda ayarlanması gerekmektedir. MAO alumina kaplamalarının mükemmel yük taşıma kabiliyetine sahip olması, alüminyum alaşımlarını korumak için, yeni çok tabakalı ve hibrit/dubleks kaplama yapılarının geliştirilmesinde PVD veya diğer kaplama yöntemlerinde altlık malzeme olarak kullanılması ümit vaat edici olmuştur.

3.5 MAO Kaplamalarında Kalıntı Gerilme Oluşumu

Mikroark oksidasyon yöntemiyle oluşturulan seramik kaplamalar mükemmel mekaniksel ve fiziksel özelliklerinden dolayı daha çok aşınma ve korozyon dirençli kaplamalar olarak kullanılmakla birlikte difüzyon bariyeri olarak da kullanılır. Bu kaplamaların, sertlik, yapışma, aşınma direnci, yorulma, çatlak ilerlemesi gibi özellikleri kaplama oluşumu esnasında meydana gelen kalıntı gerilmeler tarafından etkilenir [85]. Kalıntı gerilmeler kaplama üretim prosesinde etkili olan bazı parametreler nedeniyle oluşur. Mikroark oksidasyon kaplamalarında iç gerilmeler;

a) Metal yüzeyinde oksit filim oluşumu ve büyümesi

- b) Yüzey mikrodeşarjların termal etkilerinden dolayı [55, 62]
- c) Oksit filimdeki faz dönüşümlerinden kaynaklanmaktadır.

Genellikle oksit, oluştuğu metal hacminden daha fazla hacme sahip olduğundan oksit oluşumu ve büyümesinin sebep olduğu doğal gerilmeler meydana gelir. Eğer oksit filmi alttaki metalle olan kristallografik uyumluluğunu muhafaza ederse, o zaman metal çekme altında iken oksit basınç altındadır [86]. Genelde kaplamadaki basma gerilmelerinin çekme gerilmelerinden daha faydalı olduğu bilinmektedir. Çünkü basma gerilmeleri yorulma hasarlarına karşı direnci artırır. Fakat oldukça yüksek basma gerilmeleri kaplamanın altlık malzemesinden ayrılmasına, kaplama arası ayrılma (intra-coating spallation) veya kaplamada çatlakların oluşmasına sebep olabilir [87]. Taramalı elektron mikroskobu yardımıyla MAO kaplamalarında çatlak ağı gözlenmiştir [88]. Fakat kaplama kalınlığı boyunca karışık gerilme profilinin bulunduğunu belirten alüminyum alaşımları üzerindeki kaplamalarda yapışma hasarı ya da kaplama arası ayrılma rapor edilmemiştir.

Termal gerilmeler i) kaplama ve altlık arasında diferansiyel termal çekmeden dolayı meydana gelen gerilmeler ve ii) kaplama işlemi esnasında kaplama içerisindekideşarj bölgelerinde oluşan sıcaklık gradyanından dolayı meydana gelen gerilmeler olarak sınıflandırılabilir. Kaplama ve altlığın diferansiyel genleşme katsayısından dolayı ortaya çıkan gerilmeler alüminyum alaşımları için $\alpha_{Al} (25 \times 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{C}) > \alpha_{Al_2O_3} (6.7 \times 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{C})$ [89] olduğu için doğal olarak basma gerilmesi olup esasen kaplama oluşum sıcaklığına bağlıdır. Bu sıcaklık MAO işlemi esnasında filimde makro ölçekte gelişen ortalama sıcaklığı temsil eder. Referans kaplama için, bu 200 C yi geçmemelidir [62].

İkinci gerilme türü ise oksit filmi içerisinde özellikledeşarj kanal duvarlarında bulunmakla birlikte metal/oksit ve oksit elektrolit ara yüzeylerinde bulunarak kaplama kesiti boyunca karışık gerilme tipleri meydana getirir. Alüminyum alaşımları üzerindeki MAO kaplamalarındaki faz dönüşümlerinden kaynaklanan gerilme esasen alüminadaki $\gamma \rightarrow \alpha$ dönüşümünden kaynaklanmaktadır [55]. Çünkü $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'ten daha küçük birim hücre hacmine ve daha yüksek yoğunluğa sahiptir ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: $2.55 \text{ \AA}^3$, 3.99 g/cm^3 ve $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ $493 \text{ \AA}^3$, 3.60 g/cm^3) [90].

3.6 Ara Yüzey Yapışması

MAO kaplamalarının altlık malzemesine olan yapışması genellikle mükemmel olarak değerlendirilmiştir. Bu kaplamanın yüzeyde biriktirilme işleminden ziyade kaplamanın altlığın dönüştürülmesiyle elde edilmesinden kaynaklanmaktadır. Yapışmanın kaplamanın kohezyonundan daha büyük olması kaplama yapışmasının ölçümünü zorlaştırır. Birçok araştırmacı kaplamanın ara yüzey yapışmasını ölçtüklerini iddia etsellerde testler genellikle zayıf tasarlanmış ve ara yüzey kırılma enerji ölçümlerinden (ara yüzey tokluğunu daha esaslı ölçümü) ziyade, en iyi, yapışma mukavemeti ölçümleridir. Kaplama yapışmasını ölçmek için çizme testleri, çarpma testleri [63, 65, 91] ve çekme testleri [92, 93] yapılmıştır. Bu deneylerin bazıları kullanılan uca göre kaplamaların yapışmasının mükemmel olduğunu gösterir [46, 50]. Bununla birlikte, yapışma mukavemeti güçlü bir şekilde kaplama kalınlığına bağlı olmasına rağmen, yapışma çalışmaları genellikle MAO kaplamalarının mükemmel yapışma gösterdiği sonucuna varılmıştır. Birçok durumda yapışmanın artan kaplama kalınlığı ile arttığı rapor edilmiştir. Tian ve arkadaşları [65] ve Nie ve arkadaşları [63] da kalın kaplamalarda yapışmanın azaldığını gözlemlemiş olmaları nedeniyle bu kesin değildir. Bu deneyleri destekleyen az veri vardır ve sonuçlar oldukça subjektiftir. Rapor edilen mükemmel arayüzey yapışması kısmen kaplamaların ince taneli arayüzey bölgelerinin sünek modlu hasarına atfedilebilir. Hakikaten, Gnedenkov ve arkadaşları [92] kaplamalarda önemli elastisitenin olduğu ve eğme testlerinde kaplama ayrılmasının olmadığını kaydetmiştir. Kaplama üretimi esnasında kaplama/altlık ara yüzeyine yakın yüksek bölgesel sıcaklıklarında kaplamaların yapışmasına da katkıda bulunabilen önemli iç karışımlara ve iç difüzyon (interdifüzyonal) yapışmaya neden olur. Daha nicel analiz Yerokhin ve arkadaşları [62] tarafından yapılmıştır. Yapılan çalışmalarda ara yüzey yapışmasının belirlenmesi için mikro indentasyon kullanılmış ve kaplama kalınlığı ile yapışmanın arttığı bulunmuştur. Bu, ara yüzey bölgesindeki yapısal değişikliklerle veya daha kalın malzemelerin daha fazla yük taşıyabilmelerinden dolayı olabilir. Kaplama yapışma mukavemeti 350 ila 380 GPa olarak kaydedilmiş olup alüminyum altlık malzemenin çekme limiti ile karşılaştırılabilir. Bu tahminen bir çeşit hatadır (birim MPa olabilir). Fakat bunun kaynağının görülebilmesi için yeterli teferruat yoktur.

Başka bir yapışma mukavemeti gözlemi Xue ve arkadaşları [67] tarafından kaplamaların altlık alaşımlarının çekme özelliklerine etkisini incelerken yapılmıştır. Birkaç deneysel teferruat verilmiş olup sonuçlara nasıl ulaşıldığı tam açık değildir. Bununla birlikte bu yazarlar kaplamaların altlık malzeme üzerinde en alttan 20 mikron kalınlığında yapışık halde kalacak şekilde içten kırıldığını belirtmişlerdir.

3.7 Isıl Direnç

Alümina ve silikanın her ikisi de yüksek erime noktasına sahip olmasından dolayı bu MAO kaplamalarında ısı-koruyucu özelliklerin iyi olması beklenebilir. Fakat bu tabakaların termal genleşme katsayıları altlık malzemenin termal genleşme katsayısına göre önemli farklılık gösterir (10 kata kadar). Bundan dolayı oluşturulan kaplama, örneğin, konsantrasyonu yüksek silikat elektrolit içerisinde, yapışma hasarları olmaksızın kısmen yüksek gözenekliklerinden dolayı başarılı bir şekilde dış ısı akımlarına direnç gösterebilir [68].

Gnedenko ve arkadaşları [94] thermo gravimetric analizler neticesinde tipik aşınma dirençli MAO kaplamalarının 870 °C ye kadar ısı dirençli olduğunu belirtmişlerdir. Bu sıcaklığın üzerinde mikro çatlakların ve altlık alaşımının buharlaşması ve oksitlenmesine sebep olan yapısal değişimler oluşur. Ayrıca 500 °C de kaplama dış bölgesinin kısmi olarak ayrıldığını da bildirmişlerdir. Butyagin ve arkadaşları [95] standart, aşınma dirençli MAO kaplamalarının 300 °C sıcaklığa çıkarılıp ani olarak soğutulmasını içeren sıcaklık çevrimlerine dayanabileceğini fakat bu sıcaklıkların üzerindeki sıcaklık çevrimlerine çıkıldığında çatlakların başlayıp altlık malzemeden kavlayarak ayrılacağını belirtmişlerdir.

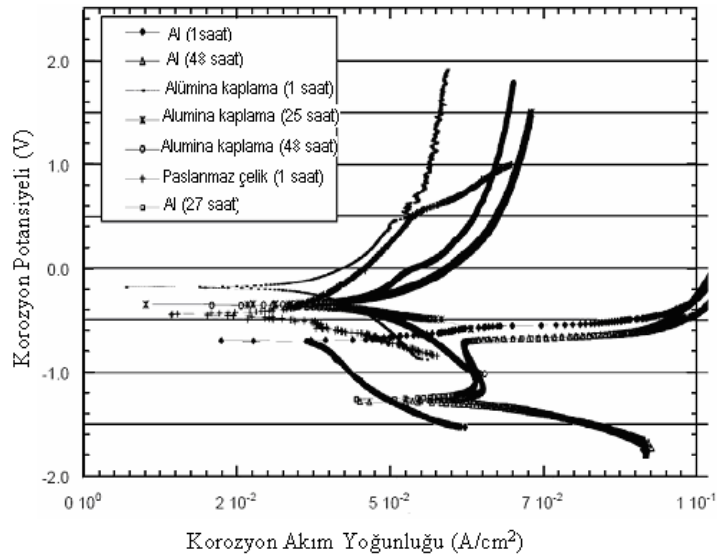
3.8 Dielektrik Özellikler

Silika ve alüminanın yüksek elektrik direnci ve yüksek kırılma dayanımı, MAO kaplamalarında güçlü dielektrik özellikler sağlar. Bu özellikler referans [88, 89] da hesaplanmış olup özgül direnç değerleri $2,7 \times 10^{14}$ - $3,5 \times 10^{13} \Omega \text{m}$ dır. % 1-% 5 arasında çözünmüş silikat çözeltisinden üretilen kaplamalar bu bakımdan en iyi özellik gösterirler. Ayrıca elektriksel direnç plazma elektrolizde bir faktördür. Proses ark

deşarj rejimine geçiş yaptığı zaman bu zayıflar ve daha sonra oksidasyon zamanından bağımsız olarak sabit kalır. Özellikler sodyum camından daha düşük olmasına rağmen [30], bu kaplamalar, uygun işlem yolu seçilmişse, düşük-voltaj dielektrik malzemesi olarak kullanılabilir.

3.9 Korozyon Koruma

MAO kaplı alüminyum alaşımları çoğunlukla mükemmel korozyon direnci gösterirler. Örneğin 0,5 M NaCl çözeltisine batırılan numuneler 316L paslanmaz çeliğe göre daha iyi korozyon direnci gösterirler [69, 91]. Kaplanmış alüminyumlar artan korozyon potansiyeline sahiptir Şekil 3.7 deki potansiyel dinamik polarizasyon eğrisinde görüldüğü kaplamaların korozyon hızları yaklaşık iki kat azaltılmıştır.



Şekil 3.7: Potansiyel dinamik polarizasyon test eğrileri [69]

Kaplamanın etkisi özellikle korucu ince oksit tabakasının delinmesinden sonra (kaplamasız alüminyum da kendiliğinden oluşan) daha dikkate değerdir. Örneğin kaplamasız alüminyumun 27 saat sonraki polarizasyon direnci yalnızca $7,7 \times 10^7 \Omega \text{cm}^2$ iken MAO kaplı alüminyumun polarizasyon direnci $2,77 \times 10^7 \Omega \text{cm}^2$ dir. Şekil 3.2 de verilen TEM görüntüsündeki 1 nolu yoğun amorf alt tabaka ve daha çok amorf olan 2 nolu alt tabaka korozyon direnci güçlendirmede difüzyon bariyeri olarak görev yaparak kaplamaların mükemmel anti korozyon performansına sahip olmasını sağlar. Korozyon koruması gerektiğinde MAO kaplama gözeneklerinin silikat ya da sol gel komponentleri ile kapatılması oldukça yaygındır.

4. KAPLAMA KARAKTERİZASYONU VE DEĞERLENDİRİLMESİ

Kaplamaların karakterizasyon deneyleri, kaplama proses parametrelerinde yapılan çeşitli değişiklikler ve altlık malzemesinin kaplama öncesi özelliklerine bağlı olarak, kaplamaların gösterdiği yüzeysel, metalürjikselsel, mekaniksel ve performansla ilgili özelliklerini belirlemek amacı ile yapılır [96]. Örneğin mikro sertlik ve çizik yapışma deneyleri, yüzeylerin mekaniksel özelliklerini tanımlamada, kontrol etme ve değerlendirilmesinde kullanılmaktadır. Kaplama sertliğini ölçmek için mikro Vickers, yapışmayı belirlemek için çizik deneyi, kaplama kalınlığını ölçmek için eddy akım yöntemi, aşınma ve sürtünme katsayısını belirlemek için disk üzerinde pim deneyleri gibi deneyler, kaplamaların mekaniksel ve tribolojiksel özelliklerini belirlemede kullanılırlar [1]. Bu bölümde kaplamalara uygulanan sertlik, yapışma, yüzey pürüzlülüğü, sürtünme ve aşınma gibi temel karakterizasyon deneylerinin niçin ve nasıl yapıldığı ayrıntılı bir şekilde anlatılacaktır [3].

4.1 Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü

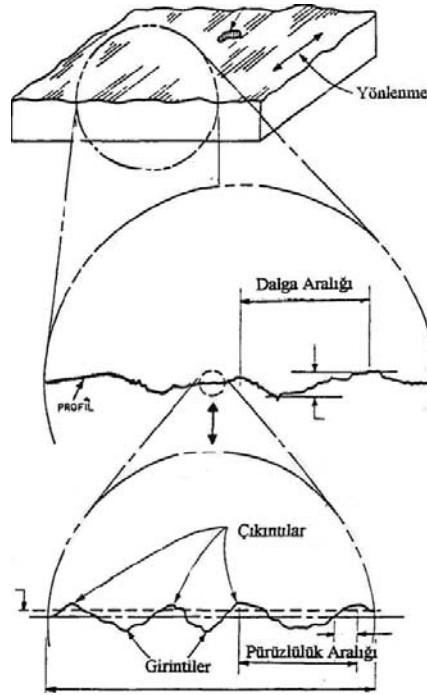
Karşılıklı temas eden yüzeylerin pürüzlülükleri, yüzeyin sürtünme ve aşınma davranışını etkiler. Bu nedenle kaplama işlemi sonrasında, yüzeyin pürüzlülüğünü bilmek gereklidir. Yüzeyin üç boyutlu topografyasını oluşturan yüzeyden tekrarlı veya rastlantısal sapmalar, yüzey yapısını tanımlar. Yüzey yapısı:

- Pürüzlülük (mikro pürüzlülük)
- Dalgalanma (makro pürüzlülük)
- Yüzey paterni
- Çatlaklar

dan oluşur. Şekil 4.1'de tek yönlü bir yüzey paternine sahip bir yüzey yapısı görülmektedir [2]. Mikro pürüzlülük, moleküler boyutlarla karşılaştırıldığında, çeşitli

genlikteki ve büyüklükteki çıkıntılar ve vadilerle karakterize edilen kısa dalga boylarına sahip yüzeydeki değişimlerle oluşur. Mikro pürüzlülük, üretim prosesleriyle ilişkili özellikleri içerir örneğin kaplama parametrelerinden biri olan akım yoğunluğunun artırılması ile mikro pürüzlülüğün azaldığı söylenebilir.

Dalgalanma ya da makro pürüzlülük ise, daha uzun dalga boylu yüzey düzgünsüzlükleridir. Makro pürüzlülük, ısıtma işlemi ya da talaşlı imalat gibi faktörlerin sonucu oluşur. Yüzey paterni ve çatlaklar ise, üretim sistemine bağlı olarak meydana gelir. Bunlardan çatlaklar, yüzey topografyasında kesintilere sebep olan hatalardır [2].

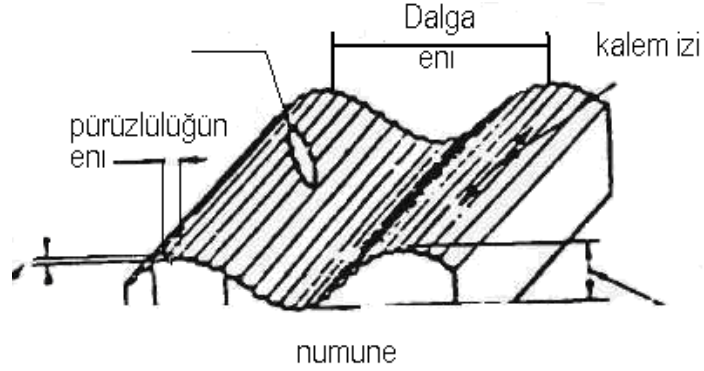


Şekil 4.1: Yüzey yapısının şematik gösterimi [2]

Gerek taban malzemesinin, gerek de kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün düşük olması istenir. Taban malzemesinin yüzey pürüzlülüğünün yüksek olması, kaplama yapısında iç gerilme miktarının fazla olmasına neden olur. Bu ise, kaplamanın taban malzemesine yapışmasını olumsuz yönde etkiler.

Kaplama yüzeyinin yüksek pürüzlülüğe sahip olması, kaplama yapısında makro partikül sayısının fazla olduğu anlamına gelir. Makro partiküller de, kaplamanın kalitesini kötü yönde etkiler [1].

Şekil 4.2’de görüldüğü gibi yüzeylerde, dalga ve pürüzlülük olmak üzere iki tür yüzey sapması görülür.



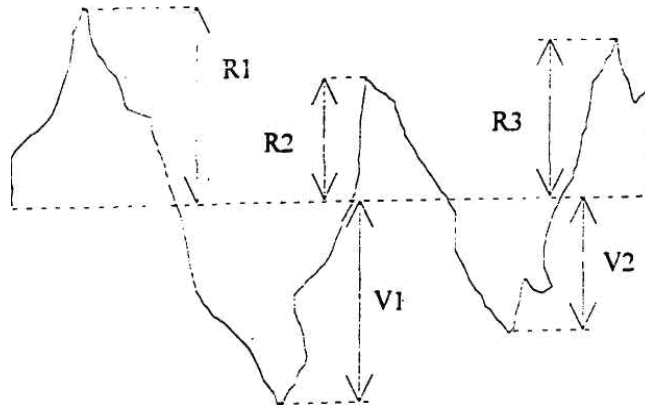
Şekil 4.2: Yüzey pürüzlülüğünün şematik gösterimi [97]

Dalga, geometrik bir sapma olduğu için, yüzey kalitesini esas olarak yüzey pürüzlülüğü belirler. Yüzey pürüzlülüğü esas olarak R_a , R_t , ve R_p parametreleriyle simgelenmektedir. Pürüzler, belli bir mesafe boyunca ve belirli bir profil ortalama çizgisine göre tespit edilir. Profil ortalama çizgisinin üzerindeki ve altındaki pürüz alanları birbirine eşittir. Burada;

R_t : En derin ve en yüksek pürüz arasındaki uzaklık,

R_p : Ortalama pürüz yüksekliğinin profil ortalama çizgisine olan uzaklığı,

R_a : Pürüz yükseklik ve derinliklerinin profil ortalama çizgisinden dikey sapmasının aritmetik ortalama değeri olarak tanımlanabilir [1,97].



Şekil 4.3: Yüzey profili örneğinin şematik gösterimi [1, 97]

Şekil 4.3’te, örnek bir yüzey profili gösterilmiştir. Buna göre R_b , R_p ve R_a değerleri şu şekilde hesaplanabilir.

$$R_t = R_1 - V_1 \quad (4.1)$$

$$R_p = \frac{R_1 + R_2 + R_3}{3} \quad (4.2)$$

$$R_a = \frac{R_1 + R_2 + R_3 + V_1 + V_2}{5} \quad (4.3)$$

Genel olarak iki tip yüzey pürüzlülüğü ölçme cihazı vardır [1, 2]. Bunlar,

- 1) Ölçülen yüzeye temas eden mekanik profilometre
- 2) Ölçülen yüzeye temas etmeyen optik profilometre

Mekanik profilometreler, elmas sivri bir ucun malzeme yüzeyinde gezdirilmesi sırasında sivri ucun malzeme yüzeyindeki girinti ve çıkıntılardan geçirilerek malzemenin yüzey profilinin çıkartılması prensibine dayalı olarak çalışır. Çok yumuşak kaplamaların olması durumunda, mekanik profilometrelerin ucu yüzeyi çizebilir. Uca bağlı bu tip problemlerden kaçınmak için, temassız tipte optik profil değerlendirme yöntemleri geliştirilmiştir.

Optik profilometrede ise, bir lazer diyot tarafından üretilen kızıl ötesi ışın, malzeme yüzeyinde 2 µm çapında bir alana odaklanır. Yüzeye çarpan ışın aynı yolu izleyerek geri döner ve cihaz içinde özel sinyallere dönüştürülerek profil haline getirilir. Optik profilometreler mekanik profilometrelere göre daha küçük odak çapına sahip olduğundan dolayı, daha hassas olarak ölçüm yapılabilir [2]. Diğer profil değerlendirme yöntemleri olarak ise, STM (Taramalı Tünel Mikroskobu) ve AFM (Atomik Kuvvet Mikroskobu) gösterilebilir [2].

4.2 Kaplama Kalınlığı Ölçümü

Kimyasal bileşim, mikro yapı, gözeneklilik, yoğunluk ve iç gerilmenin yanı sıra kaplama kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, sertlik ve tokluğun kaplamaların tribolojik performansı üzerinde güçlü bir etkiye sahiptir. Özellikle kalınlık, kaplamaların sürtünme, korozyon, gözeneklilik ve diğer mekanik özelliklerini tanımlamada etkilidir [1, 2]. Doğru kaplama kalınlığı seçiminde, kaplama içindeki iç gerilmeler,

kaplamanın sertliđi ve kaplama ile taban malzemesi arasındaki yapışma göz önüne alınmalıdır. İnce, sert karbür ve nitrür kaplamalarda kaplama kalınlığının artması, tüm bu faktörleri olumsuz yönde etkiler. Yani kaplama kalınlığının artmasıyla iç gerilme miktarı artar, kaplama sertliđi ve yapışma ise azalır. Eğer kaplama, taban malzemesinin elastikliğini etkileyecek kadar kalınsa, kaplama kırılması ve soyulması meydana gelebilir [1, 3].

Kaplama kalınlığının artmasıyla, tane sınırı miktarı da artar. Tane sınırları hatalı bölgelerdir ve ilave iç gerilmeler meydana getirirler. Ayrıca tane sınırlarının artması, refrakter kaplamalarda sertlik ve mukavemeti de önemli oranda azaltır. Kaplama kalınlığı ölçümü için optik, mekanik, elektriksel, manyetik, elektromanyetik, radyasyon ve kombine teknikler kullanılabilir. Bu teknikler farklı prensiplere dayalıdır.

Hem mat, hem de parlak kaplamalar için kullanılabilen optik yöntemler, daha çok ince, parlak kaplamaların kalınlıklarının ölçümü için kullanılmaktadır. Elektriksel yöntemler, kaplamanın ve taban malzemesinin iletkenliğini ayırt ederek kaplama kalınlığını ölçmektedir. Hızlı ve doğru sonuç veren manyetik/elektromanyetik yöntemler ise, manyetik bir malzemenin üzerindeki manyetik olmayan kaplamanın kalınlığını belirlemede kullanılır. Bu çalışmada kaplama kalınlıkları manyetik/elektromanyetik yöntemlerden biri olan Eddy akım yöntemi ile ölçülmüştür.

4.3 Kaplama Sertliđi Ölçümü

Bir malzemenin sertliđi, o malzemenin plastik deformasyona karşı gösterdiđi direnç olarak tanımlanabilir. Yalnızca malzemenin iç özelliklerine deđil, deformasyon sertleşmesi, akma dayanımı ve elastisite modülü gibi diđer malzeme özelliklerine de bağılıdır [1]. Sertlik ölçümü, üç ana kategoriye göre sınıflandırılabilir:

- 1) Statik indentasyon sertliđi
- 2) Dinamik sertlik
- 3) Çizik sertliđi

Statik sertlik deneylerinde, konik veya piramit elmas uç ile malzemeye kuvvet uygulanır. Toplam yük ile iz derinliği veya alanı arasındaki ilişki, sertlik değerini verir. Dinamik ve çizik sertlik deneyleri ise, statik sertlik deneyi kadar yaygın değildir.

Metalik malzemelerin sertliğini belirlemede yaygın olarak kullanılan statik sertlik deneyi, test edilecek malzemenin yüzeyinde kalıcı plastik iz oluşturmaya dayanır. Sertlik değeri, normal yükün malzeme yüzeyinde batıcı ucun oluşturduğu izin izdüşümü alanına (Meyer sertlik değeri, Knoop sertlik değeri ve Berkovich sertlik değeri) veya izin yüzey alanına (Brinell ve Vickers sertlik değeri) bölünmesiyle belirlenir.

Sertlik deneyleri, yalnızca batıcı ucun şekli (küre, konik veya piramit şekilli olması) değil, kullanılan yük aralığı bakımından da birbirinden ayrılır. Tablo 4.1’de statik sertlik deneyleri, kullanılan yük aralıklarına göre sınıflandırılmıştır [2].

Tablo 4.1: Statik indentasyon sertlik deney yük aralıkları

Ultra Mikro Sertlik	Mikro Sertlik	Makro Sertlik
5 mg 1-2 g	1-2 g- 0.5 kg	1 -10 kg

Büyük yükler malzemenin kütesel sertliğini ölçmek için kullanılırken, düşük yükler yüzeyin, kaplamanın veya mikro yapıda bulunan bir fazın sertliğini ölçmede (mikro sertlik deneyleri) kullanılır. Ultra mikro sertlik yük aralıkları ise, çok ince kaplamaların sertliğini ölçmede başarılı bir şekilde kullanılmaktadır.

Sert, aşınmaya dirençli kaplamaların en önemli özelliklerinden biri, sertlikleridir. Film ve kaplamaların sertlik deneyi, uygulanması oldukça kolay olan bir işlemdir. En yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biri, Vickers sertlik deneyidir. Bu deneyde, 136°'lik bir tepe açısına sahip kare tabanlı bir elmas piramit uç kullanılır. Vickers sertlik değeri (HV), uygulanan yükün oluşan izin yüzey alanına bölünmesiyle elde edilir ve şu şekilde hesaplanır [1, 2, 97]

$$HV = \frac{(2) \cdot \cos 22 \cdot (P)}{l_v^2} = \frac{1,854 P}{l_v^2} \text{ (kg/mm}^2\text{)} \quad (4.4)$$

Burada;

l_v : İzin köşegen uzunluğu,

P : Uygulanan yük

olarak tanımlanmıştır.

İnce sert kaplamaların mikro sertlik deneylerinde, bazı problemlerle karşılaşmaktadır. Kaplamalar çok incedir ve sertlik ölçümü sırasında, kaplamanın sertliğinin taban malzemesinin sertliğinden etkilenmemesi gerekir. Bundan kaçınmak için de ucun batma derinliğinin, kaplama kalınlığının ancak % 10'u kadar olması gereklidir. Örneğin 2 μm kalınlık için, batma derinliği ancak 0,2 μm olabilir. Geleneksel mikro sertlik ölçüm yöntemleriyle, bu kadar küçük batma derinliklerini pratikte elde etmek mümkün değildir [2, 97].

Bunun yanı sıra, sert kaplamalar genellikle çok yüksek bir elastik toparlanma gösterirler. Sadece toparlanma sonrası kalan batma izini değerlendirmek suretiyle, sertlik doğru olarak ölçülemez. Ayrıca geleneksel mikro sertlik ölçümlerinde, malzemeye bağlı olarak iz sınırı boyunca belli bir miktar malzeme yığılması da oluşabilir. Bu durum köşegen uzunluklarını, dolayısıyla da sertliği etkiler.

Bu gibi problemlerin üstesinden gelebilmek amacıyla, ultra mikro sertlik deneyi geliştirilmiştir. Bu cihaz geleneksel mikro sertlik deneyinin tersine, deney yükü altında batma derinliğini ölçer. Deneyde, genel olarak Vickers ucu kullanılır. Bunun sebebi, iz derinliğinin yük artışıyla beraber lineer olarak artmasıdır. Yani homojen bir malzeme için ölçülen sertlik değeri, uygulanan yükten bağımsızdır. Ultra mikro sertlik (HU) değeri, şu şekilde hesaplanabilir:

$$HU = \frac{P}{26,43h^2} \text{ (N / mm}^2\text{)} \quad (4.5)$$

Burada;

P : Uygulanan yük,

h : Yük altında oluşan izin derinliği

olarak tanımlanmaktadır.

Ultra mikro sertlik deneyi, yük altında ölçüm ilkesine dayalı bir yöntemdir. Deney yükü kademeli olarak maksimum yüke kadar arttırılarak, tek bir ölçüm yerine çok noktalı ölçüm elde edilir. Yani, yükün arttığı her zaman dilimi için bir sertlik değeri elde edilir. Böylece tek bir sertlik değeri yerine, numune yüzeyine dik bir sertlik profili elde edilir.

Bu sayede, deney yapılan bölgenin sertliğini değiştiren bilinmeyen etkiler ya da numune hazırlamadan kaynaklanan çeşitli etkiler ortaya çıkartılabilir. Bu sayede, homojen olmayan yüzey sertliği profiline ve yüzey kaplamalarına sahip numuneler ultra mikro sertlik deneyiyle çok kolay bir şekilde test edilebilir.

Bu teknikle elde edilen sertlik değerleri, uygulanan deney yüküne bağlıdır. En yüksek sertlik değerleri, en düşük yüklerin kullanılması halinde elde edilir. Bunun sebebi, yükün azalmasıyla taban malzemesinin sertlik üzerindeki etkisinin en düşük seviyeye indirilmesidir.

Sertlik ölçümü yapılan malzemenin akma mukavemeti ve elastisite modülüne bağlı olarak, yük kaldırıldıktan sonra izde bir miktar elastik toparlanma meydana gelmektedir. Geleneksel mikro sertlik deneylerinde, yük kalktıktan sonra kalan iz üzerinde ölçüm yapılmaktadır; yani, sadece plastik deformasyona uğramış iz göz önüne alınıp değerlendirilmekte ve elastik bileşenler göz ardı edilmektedir. Bu nedenden dolayı da, ölçülen sertlik değeri kaplamanın gerçek sertliğini yansıtmamaktadır [1, 2, 97].

Ultra mikro sertlik deneyinde ise, sertlik ölçümü yük altında yapıldığı için izin hem elastik, hem de plastik bileşenleri beraberce değerlendirilmekte ve ölçümdeki hata payı en aza indirgenerek gerçek sertlik değeri ölçümü yapılmaktadır.

4.4 Yapışma Karkterizasyonu

MAO ile üretilen sert seramik kaplamaların korozyona, aşınmaya veya termal çözünmeye dirençli olabilmesi için birinci kıstas, kaplama ve taban malzemesinin birbirine iyi, kuvvetli bir şekilde yapışmasıdır. Çünkü kaplamanın kimyasal, fiziksel, mekaniksel ve tribolojik özellikleri, kaplamanın yapışma özelliğinden çok önemli düzeylerde etkilenmektedir.

ASTM standartlarına göre yapışma, "Valans kuvvetleri, karşılıklı bağ kuvvetleri veya her ikisinden oluşan ara yüzey kuvvetleri yardımıyla iki yüzeyin birbirine tutturulması" olarak tanımlanabilir. Bu bağ kuvvetleri Van der Walls, elektrostatik veya kimyasal bağ kuvvetleri olabilir. Kovalent veya iyonik bağlanma, elektrostatik veya mekanik bağlanmadan daha büyük yapışma seviyesi sağlar; çünkü bağ başına enerjileri daha fazladır [98].

Yapışmayı belirleme ve sınıflandırma açısından değişik yaklaşımlar ortaya konulmakla birlikte en yaygın kabul görmüş olan Mittal tarafından ortaya konulandır. Mittal yapışmayı iki sınıf olarak katagorize etmekte ve kaplama ve altlık sistemi üzerinde etkili olan kuvvetten kaynaklandığını belirtmektedir. Bu kuvvetler yapışma veya ayrılma sağlayan kuvvetler olarak tanımlanabilmektedir. Eğer bir kaplama-altlık sistemi yapışma kuvvetlerine göre ifade edilirse bu durumda yapışma temel yapışma olarak ifade edilmekte ve moleküller veya atomlar arası etkileşimlerin toplamı olarak belirlenmektedir. Bu nedenle belirli bir sistem için temel yapışma sistemdeki iyonik, kovalent ve Vander Walls kuvvetlerinin toplanması ile hesaplanabilmektedir. Pratikte böyle bir hesaplama ara yüzeyin kimyasal ve atomik yapısının kesin olarak bilinmesi gerekliliğini ortaya koyduğundan oldukça zordur. Bu nedenle bu tür hesaplamalar genellikle kabul veya belli modellere göre yapılabilmektedir. İkinci sınıf yapışma ise sisteme dışardan bir yük uygulayarak kaplamada değişik düzeylerde hasar oluşumuna olanak sağlayan ayrılma kuvvetleridir ve kuvvetler deneysel veya pratik yapışmayı belirlemektedir. Deneysel yapışma, uygulanan test yöntemi, kaplamada bulunan kalıntı gerilme düzeyi ve ara yüzeyde meydana gelen deformasyonlar gibi birçok faktörden etkilendiğinden kaplama ve altlık malzemesi arasındaki yapışma düzeyini belirleme açısından daha

çok önemli olmaktadır [99]. Kaplama ve taban malzemesi arasındaki yapışma mukavemeti, çeşitli parametreler tarafından etkilenir. Bunlar, taban malzemesinin yüzey pürüzlülüğü, taban malzemesinin sertliği, kaplama sertliği, kaplama kalınlığı, kaplama ve taban malzemesinin türü, biriktirme işlemi sırasında taban malzemesinin sıcaklığı, kaplama öncesi taban malzemesinin yüzey temizliği ve kaplamadaki iç gerilme miktarı olarak sıralanabilir [1, 2, 3, 97].

Kaplama bünyesindeki iç gerilme miktarının artması, yapışmayı olumsuz yönde etkiler. Dolayısıyla iç gerilme miktarında artışa sebep olan parametreler, yapışmayı da azaltır. Başka bir deyişle, taban malzemesinin yüzey pürüzlülüğünün ve kaplama kalınlığının artmasıyla, kaplama ile taban malzemesi arasındaki yapışma azalmaktadır.

Aslında, kaplama kalınlığının artmasıyla yapışmanın hangi yönde etkileneceği kesin olarak açıklanamamaktadır. Kaplama kalınlığının artması halinde, ara yüzeyde aynı kayma gerilmesinin oluşması için daha yüksek kuvvetlere ihtiyaç duyulur; yani yapışmanın artması beklenir. Bununla beraber kaplama kalınlığının artması, kaplama içindeki iç gerilmeleri de arttırır ve bu iç gerilmeler, ara yüzey bağları üzerinde ön yükleme etkisi gösterebilir. Oluşan ilave kuvvet ise, yapışmayı azaltıcı yönde bir etki yapar. Genel olarak bu iki etkenden hangisi daha baskın olursa, kaplama kalınlığının artması da yapışmayı o yönde etkiler [1, 2, 3].

Kaplamanın taban malzemesine yapışmasını etkileyen diğer faktörler, kaplama ve taban malzemesinin türü, kaplama işlemi sırasında taban malzemesinin sıcaklığı ve kaplama öncesi taban malzemesinin yüzey pürüzlülüğüdür. Kaplama ve taban malzemesi birbirleriyle uygun bir çift oluşturlarsa, ara yüzeyde istenen türde reaksiyonlar gerçekleşir ve uygun bir ara yüzey bağı oluşur.

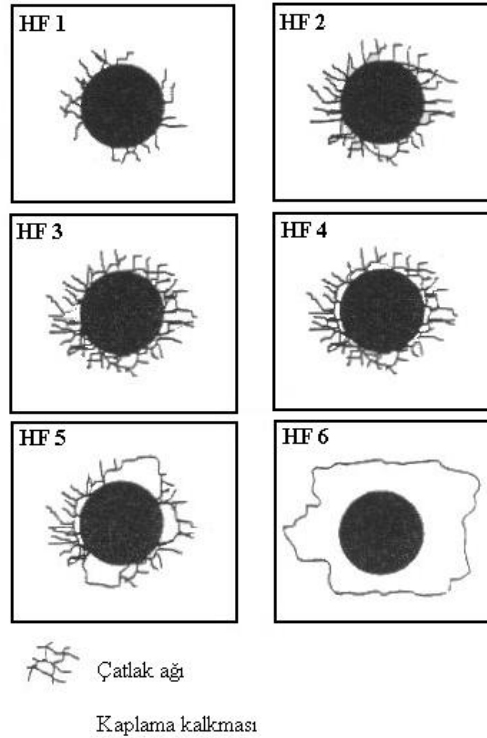
Kaplamanın taban malzemesine yapışmasını değerlendirmek için kullanılan mekaniksel yöntemler arasında özellikle çekme, indentasyon ve çizik deneyleri yaygın bir kullanıma sahiptir. Bu çalışmada kaplamaların taban malzemelerine yapışmalarını değerlendirmek için kullanılan mekaniksel yöntemlerden biri olan çizik yapışma testi biraz daha geniş anlatılacaktır.

4.4.1 Çekme deneyi

Bu deneyde kaplanmış yapı, iki silindirik çelik çubuk arasına yerleştirilir ve silindirik çubuklar epoksi çimentoyla veya yüksek mukavemetli diğer yapıştırıcılarla yapıştırılır. Daha sonra, çekme yükü uygulanır. Kaplama ile taban malzemesinin birbirinden ayrıldığı yük, yapışmanın bir ölçüsü olarak kabul edilir.

4.4.2 Rockwell C indentasyon testi

Rockwell C testi kaplamaların altlık malzemesine yapışma özelliğinin incelenmesi için en yaygın ve pratik olarak uygulama imkânı olan yöntemlerden birisidir. Kaplanmış numunelere 150 kg' lık normal yük kullanılarak standart Rockwell C sertlik izi testi uygulanır. Rockwell C testi Almanlar tarafından geliştirilmiş ve standartlaştırılmıştır [100, 101]. Yapışmanın değerlendirilebilmesi için HF1 ile HF6 arasında değişen ve yapışmanın kalitesini belirten niteleyici bir sınıflandırma yapılmıştır. Rockwell C yöntemi ile kaplama ile altlık malzemesi arasındaki yapışmanın değerlendirilmesi ile ilgili sınıflandırma Şekil 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.4: Rockwell C indentasyon testinde kaplama yüzeyinde oluşabilecek hasar türlerinin şematik gösterimi [100, 101].

İz bölgesinde yapılan optik mikroskop incelemeleri sonucunda kaplama malzemesinin altlık malzemesinden büyük tabakalar şeklinde ayrılması kaplamanın iyi yapışmadığının bir göstergesi olarak kabul edilmektedir. Yapışma mukavemetini gösteren kısaltmanın (almanca kısaltma-HF) numarası arttıkça yapışmanın kötüleştiği belirtilmektedir. Diğer durumlarda ise yine kaplamada oluşturulan Rockwell C izi ve çevresinde yapılan optik mikroskop incelemesinde, iz etrafında oluşan çatlaklar, bu çatlakların miktarları ve büyüklükleri ve aynı zamanda kaplamanın altlık malzemesinden ayrılıp ayrılmadığı incelenerek kaplamaların altlık malzemesine yapışmalarının kabul edilebilir düzeylerde olup olmadığı karşılaştırılmalı olarak belirlenmektedir.

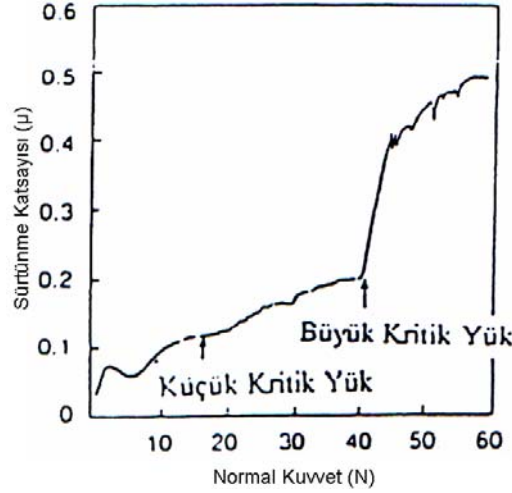
4.4.3 Çizik deneyi

Çizik deneyi yönteminde, genellikle Rockwell-C profiline sahip elmas bir uç kullanılarak, deney yapılacak numune üzerinde boydan boya kaplama kalkana kadar çizikler oluşturulur. Bu çizikler ya sabit hızla artan, ya da kademeli olarak artan yük altında meydana getirilir. Belirli bir yük değerine ulaşıldığında, çizik bölgesinde hasar oluşur. Pratikte kaplama, çizik boyunca nadiren tam olarak kalkar. Çizik deneyinde bu kayda değer hasar olayının meydana geldiği ve yük taşıma kapasitesinin kaybolduğu en küçük yüke, "Kritik Yük, (Lc)" adı verilir. Kaplamanın taban malzemesine yapışma mukavemeti, Lc kritik yüküyle karakterize edilir. Lc değeri ne kadar yüksek ise, yapışma mukavemetinin de o kadar yüksek olduğu söylenebilir.

Çizik deneyi, temel olarak yapışma mukavemeti hakkında karşılaştırmalı bilgi verir. Yapışma ile ilgili sayısal bir model oluşturmak son derece zordur. Çünkü kritik yük, deney koşulları ve kaplama-taban malzemesi sistemi tarafından etkilenen çeşitli parametrelere bağlıdır [1, 2, 97, 102].

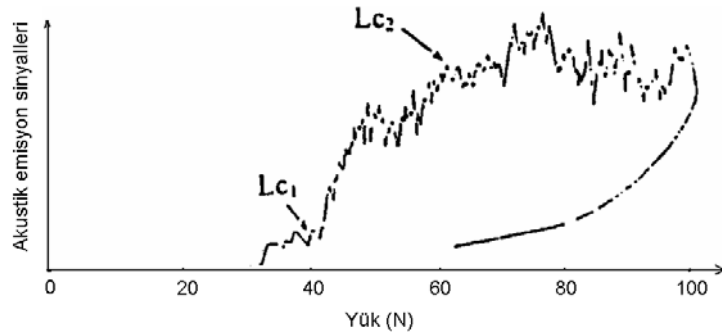
Son yıllarda kritik yükü belirlemek için, mikroskopla (SEM veya optik mikroskop) çizik yüzeyinin incelenmesinin yanı sıra, akustik emisyon ve sürtünme kuvveti ölçüm teknikleri geliştirilmiş olmasına rağmen, kaplama yapışmasının değerlendirilmesi amacıyla benzer taban malzemesi ve kaplama özelliklerine sahip

numunelerin kullanılması suretiyle karşılaştırma yapılmaktadır. Normal kuvvetin fonksiyonu olarak, sürtünme katsayısının değişimi ise Şekil 4.5'te gösterilmiştir. Bu eğride, kaplama hasarının farklı seviyelerine karşılık gelen düşük ve yüksek kritik yükler gözlenmektedir.



Şekil 4.5: Çizik deneyi sırasında normal kuvvetin fonksiyonu olarak sürtünme katsayısının değişimi [97]

Düşük kritik yük, kaplamanın kohezif (çatlamaya bağlı) hasarını; yüksek kritik yük ise, adhezif (kaplamanın soyulmasına bağlı) hasarını temsil etmektedir. L_{c1} ve L_{c2} 'nin belirlenmesi amacıyla, akustik emisyonlardan da faydalanılabilir. Genel olarak, ilk çatlamanın olduğu yükte (L_{c1}) akustik emisyon sinyalleri meydana gelmeye başlar. L_{c2} yüküne ulaşıldıktan sonra ise, sinyaller yaklaşık olarak aynı seviyede kalır (Şekil 4.6). Kritik yük, kaplama yapışmasına olduğu kadar direkt olarak deney cihazı ile ilişkili olan iç parametrelere ve kaplama-taban malzemesi sistemi ile ilişkili olan dış parametrelere de bağlıdır.



Şekil 4.6: Çizik deneyi sırasında, akustik emisyon sinyallerinin uygulanan yüke bağlı değişimi [97]

Çizik deneyi, sert tribolojik kaplamaların karakterizasyonu için pratik görünmesine rağmen, kritik yükün değerlendirilmesinde iç ve dış parametrelerin etkilerinden dolayı özen gösterilmesi gerekir. Tablo 4.2'de, çizik deneyini ve dolaylı olarak da kritik yükü etkileyen iç ve dış parametreler listelenmiştir [98].

Tablo 4.2: Çizik deneyini etkileyen parametreler [16]

İç parametreler	Dış parametreler
• Yükleme oranı • Çizme hızı • Uç yarıçapı • Uç aşınması • Cihaz	Taban malzemesi özellikleri: • Sertlik • Elastisite modülü • Isıl genleşme katsayısı
	Kaplama özellikleri • Sertlik • Elastisite modülü • İç gerilme ve ara yüzey özellikleri • Kalınlık
	Sürtünme kuvveti ve katsayısı
	Yüzey durumu ve deney ortamı

İç parametreler, doğrudan deney cihazı ile ilgilidir ve kullanıcı tarafından değiştirilebilir. Örneğin uç yarıçapı arttıkça, kritik yük artar. Taban malzemesinin yeterli deformasyonunu sağlamak için uç yarıçapı, kaplama kalınlığı dikkate alınarak seçilmelidir. Yine de uç çapı, cihazın yükleme kapasitesi ile sınırlıdır. Bu yüzden de, kritik yükü etkileyen parametrelerin sayısını minimuma indirmek için standart işlem koşullarını belirlemek gereklidir. Önerilen standart işlem koşulu şu şekildedir [2,103]

Uç yarıçapı = 200 μ m

Yükleme oranı = 10 N/mm,

Çizme hızı = 10 mm/dak

Dış parametreler, doğrudan kaplama-taban malzemesi sistemi ile ilişkilidir. Bu parametrelerin etkisi bilinmesine rağmen, kullanıcı tarafından değiştirilemez. Kritik yük, artan taban malzemesi sertliği ile artar. Çizik deneyi süresince daha sert taban malzemesi, daha az plastik deformasyon göstereceğinden kritik yükte artış gözlenir.

Taban malzemesinin sertliğine ilave olarak kaplama kalınlığının artması ile de, kritik yük artar. Kritik yük ayrıca, kaplama malzemesi ve taban malzemesine de bağlıdır.

Taban malzemesinin zayıf yüzey kalitesi, kaplamanın genel performansını etkiler; taban malzemesinin pürüzlülüğü arttıkça, kritik yük azalır. Kritik yük ayrıca, uç ve kaplama arasındaki sürtünme katsayısına da bağlıdır. Sürtünme katsayısı azalırsa, kritik yük artar.

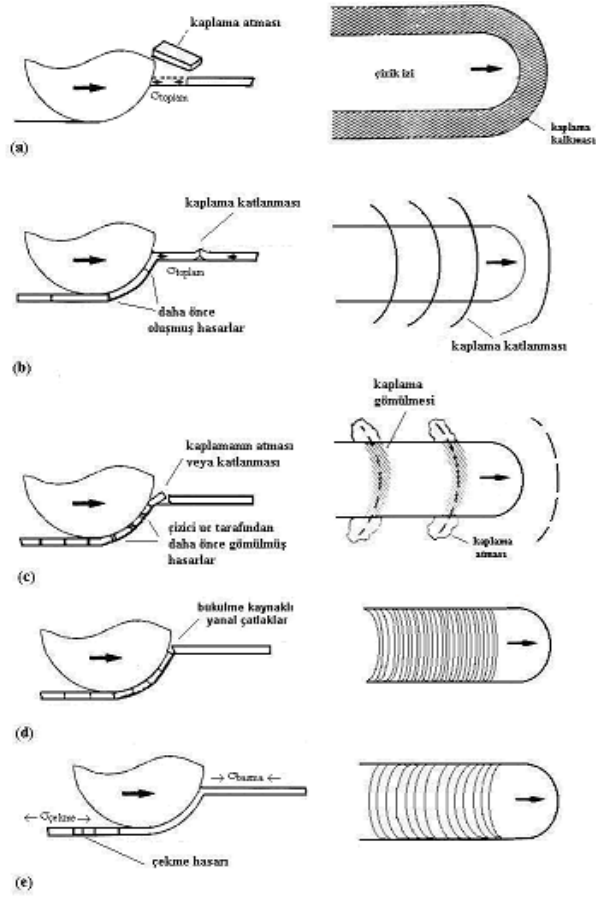
Bütün kaplamaların çizik deneyinde, kaplama hasarı 4 aşamada gerçekleşir. Birinci aşamada uç, kaplamanın üst kısmında hareket eder ve kaplamada hafif plastik deformasyon meydana gelir. Kaplama yüzeyinde ya hiç çatlak oluşmaz, ya da çok az oluşur. Akustik emisyon sinyalleri de ya hiç oluşmaz, ya da çok düşüktür. Bu aşamada sürtünme katsayısı da çok düşüktür ve uç ile kaplama yüzeyi arasındaki yapışmayla kontrol edilir. Taban malzemesinin, sürtünme katsayısına hiçbir etkisi yoktur.

İkinci aşama, bir geçiş kademesidir. Bu aşamada uç, kaplama içine dalar ve kaplama üzerinde düzenli çatlaklar oluşur. Bu aşama, L_{c1} kritik yüküne karşılık gelmektedir. Üçüncü aşamada ortaya çıkan daha yüksek yüklerde, çatlaklar gelişigüzel bir biçimde büyüyerek düzensiz bir çatlak örneği oluştururlar. Bu aşamada sürtünme katsayısı, kaplamanın çatlaması sırasında absorbe olan kırılma enerjisi ve taban malzemesinden absorbe olan plastik enerjiye bağlı olarak hızla artar. Akustik emisyon sinyalleri de şiddetlenir.

Dördüncü aşamada ise uç, taban malzemesiyle temas haline gelir ve sürtünme katsayısı hızla artar. Bu aşamada sürtünme katsayısı, taban malzemesinin plastik deformasyonu ile kontrol edilir. Bu aşama, L_{c2} kritik yüküne karşılık gelmektedir. En önemli aşamanın, L_{c1} kritik yükünün olduğu ikinci aşama olduğu söylenebilir. Yapışma iyi olduğunda, bu aşamaya daha yüksek yüklerde ulaşılır ve kaplamanın soyulması yerine çatlaması meydana gelir.

Çizik deneyi sırasında oluşan çeşitli hasar mekanizmaları, Şekil 4.7'de gösterilmiştir. Bu hasar mekanizmaları soyulma, bükülme, kırılma, eğme çatlaması ve çekme çatlaması olarak sıralanabilir [1, 2, 97].

Kaplama soyulması durumunda (Şekil 4.7a) hasar, yapışma mukavemetiyle ilişkilidir ve genellikle kritik yükte meydana gelir. Bu yükten hemen önce, kaplamadaki çatlaklar düzensiz hale gelir ve ara yüzeyden kaplama yüzeyine veya kaplama yüzeyinden ara yüzeye ulaşır. Yüksek sürtünme kuvveti de, ucun önündeki kaplamada soyulmaya neden olan basma gerilmeleri oluşturur. Ucun önündeki taban malzemesinde şiddetli plastik deformasyon meydana gelirse ve aşağıdan kaplama yüzeyine baskı yaparsa, Şekil 4.7b'de görülen bükülme hasarı ortaya çıkar ve ucun belli bir mesafe önünde kaplamanın kalkmasıyla sonuçlanır.



Şekil 4.7: Çizik testinde kaplamada oluşabilecek hasar türlerinin şematik gösterimi [104,105].

Şekil 4.7c'de görülen kırılma hasarı ise, zayıf yapışmaya bağlı olarak özellikle TiC kaplamalarda, düşük yüklerde gözlenir. Bu durumda, ara yüzeyde başlayan çatlaklar hızla yayılarak izin dışına taşar ve kaplamada kırılmaya yol açar. Eğme çatlama durumunda (Şekil 4.7d), eğme nedeniyle ucun önündeki kaplamada yarı dairesel çatlaklar oluşur. Çekme çatlama ise (Şekil 4.7e), ucun arkasında oluşan çekme gerilmeleri neden olur.

Çizik deneyi sırasında oluşan hasar türleri, kaplama kalınlığıyla da ilişkilidir. Genel olarak kalın kaplamalarda soyulma hasarı, çok ince kaplamalarda bükülme hasarı, orta kalınlıklardaki kaplamalarda ise bu iki hasarın birleşimi sayılabilecek kırılma hasarı meydana gelir. Hangi kalınlıklarda, hangi hasar mekanizmasının etkin olacağıyla ilgili kesin standartlar yoktur. Bu kalınlıklar, kaplama ve taban malzemesi türüne, kaplama koşullarına yüksek oranda bağlıdır [2, 97].

4.5 Sürtünme ve Aşınma Ölçümü

Hızlandırılmış sürtünme deneyleri, malzeme seçimini optimize etmek veya çeşitli özel uygulamalar için malzeme geliştirilmesi amacıyla, malzemelerin sürtünme ve aşınmaya karşı olan dirençlerini karşılaştırmak için yapılmaktadır. Malzemelerin hızlandırılmış sürtünme ve aşınma deneyleri kullanılarak karşılaştırılması, gerçek uygulama koşullarında performans deneylerinden daha hızlı ve daha ucuz olmaktadır. Fakat en iyi sonuç veren malzemelerin gerçek uygulama şartlarında, gerçek makineler kullanılarak denenmesi gerekmektedir. Laboratuvar sürtünme ve aşınma deneyleri ise, genel olarak çizik deneyi gibi karşılaştırma amacıyla yapılan tekniklerdir. Sürtünme ve aşınma verileri elde edilerek, birbirine benzer özelliklere sahip kaplamaların birbiriyle kıyaslaması yapılır.

Hızlandırılmış sürtünme ve aşınma deneylerinde, gerçek işlem sırasında parçanın karşı karşıya kalacağı koşulların doğru bir şekilde simüle edilmesi gereklidir. Eğer bu deneyler uygun bir şekilde simüle edilirse, simülasyon deneyi ve gerçek performans deneyi arasındaki hızlandırma faktörü ampirik olarak belirlenebilir. Böylece gerçek koşullarda yapılacak performans deneylerinin süresi azaltılabilir. Ayrıca standardizasyon, tekrarlanabilirlik, zaman, numune ölçüleri ve sınıflandırma yöntemi önemlidir [2]. Sürtünme ve aşınma deneylerinin tasarımında 4 ana unsur göz önüne alınır.

- 1) Simülasyon
- 2) Hızlandırma
- 3) Numune hazırlama
- 4) Sürtünme-aşınma ölçümleri

4.5.1 Simülasyon

Uygun simülasyonun oluşturulması ile gerçek sistemdekine özdeş malzeme davranışı sağlanabilir. Simülasyondaki başlangıç noktası, gerçek sistemdeki ve deney sistemindeki mevcut bulunan verileri toplamaktır. Başarılı bir simülasyon için, gerçek sistemin ve deney sisteminin fonksiyonları benzerlik taşımalıdır. Bu benzerliği sağlamak amacıyla da malzeme, yağlayıcı ve deney koşulları, gerçek sistemdekiyle aynı olmalıdır. Ayrıca deney geometrisinin seçimi, aşınma koşullarının simüle edilmesinde önemli ve kritik bir faktördür. Laboratuvar deneylerinde kayma temasları için genellikle üç tip temas durumu kullanılmaktadır. Bunlar:

- a) Noktasal temas (Disk üzerinde bilya)
- b) Çizgisel temas (Disk üzerinde silindir)
- c) Düzlemsel temas (Levha üzerinde levha)

şeklinde sıralanabilir. Deney geometrisinin seçimi, simüle edilmesi istenen işletme koşullarının geometrisine bağlıdır. Temas tipinin yanı sıra simülasyonun başarısını etkileyen faktörler arasında yük, hız, hareket tipi ve çalışma ortamı (yağlama, sıcaklık, nem gibi) da önem taşır. Gerçek koşullarda var olan hareket tipleri kayma, yuvarlanma, dönme ve darbe şeklindedir. Bu hareket tipleri; tek yönlü, ileri geri, titreşimli (yüksek frekanslı ve düşük genlikli ileri geri hareketi) veya bunların birleşimi ile aşınma deneyleri oluşturularak simüle edilebilir. Yük ise sabit ağırlık, yay, hidrolik veya elektromanyetik yöntemle statik veya dinamik olarak uygulanabilir. Yağ, sıcaklık ve nem de, malzemenin sürtünme ve aşınma davranışı üzerinde öneme sahiptir. Ortam sıcaklığı ve temas sıcaklığı, sistemin termal durumunu belirler ve deney süresince kontrol edilmeli ve/veya tam olarak simüle edilmelidir [1, 2].

4.5.2 Hızlandırma

Bilindiği gibi endüstriyel alan deneyleri, uzun zaman alır ve pahalıdır. Bu nedenle bu tekniklerde, gerçek çalışma koşulları için gerekenden daha kısa sürede, performans hakkında bilgi edinilebilecek tasarımlar yapılır. Tribolojik hızlandırma deneyleri

yükü, hızı, temas basıncını ve sıcaklığı arttırarak veya yağlayıcı viskozitesini azaltarak yapılabilir. Bu parametre değişimlerinin birçoğu, gerçek makinelerin kullanıldığı şartlarda kolayca başarılamaz. Hızlandırılmış deneyler, gerçek temas koşullarının simüle edilebileceği ve parametre değişimlerinin daha kontrollü bir şekilde uygulanabilmesinin mümkün olduğu laboratuvar sürtünme ve aşınma cihazları kullanılarak gerçekleştirilebilir [1, 2].

Basit bir simülasyon deneyi uygulandığında, sonuçlar daha kolay bir şekilde yorumlanabilir ve deney masrafları da azalır. Öte yandan bu deneyler, farklı parametreler ve uygulama sonuçları arasındaki etkileşimleri açıklamada yetersiz kalır. Hızlandırılmış deneyler, çok sayıda avantaja sahip olmalarının yanı sıra önemli bir risk faktörü de taşırlar. Hızlandırma aşırı yük kullanılarak gerçekleştirildiğinde temas durumu, simüle edilen aşınma ve yağlama mekanizmasını değişikliğe uğratır. Bunun sonucunda ise, simüle edilen uygulama için farklı sonuçlar elde edilebilir. Hızlandırılmış deneylerdeki simüle edilen temas koşulları, gerçek uygulamalarda bulunan temas koşullarıyla benzerlik taşıyorsa, ya da ikisi arasında kontrollü bir ilişki kurulabiliyorsa güvenilir olarak kabul edilebilir [2].

4.5.3 Numune hazırlama

Numune hazırlama, tekrarlanabilir sonuçların elde edilmesinde büyük ve önemli bir rol oynar; deney yapılan malzemenin türüne göre de değişebilir. Metaller için yüzey pürüzlülüğü, numune geometrisi, mikro yapı, homojenlik ve sertliğin dikkatle kontrol edilmesi gereklidir. Benzer tipteki kontroller, aşınmaya yol açan ortam için de yapılmalıdır. Örneğin bir abrazif aşınma deneyinde saflık, partikül boyutu, partikül şekli ve kumun nem içeriğinin kontrolü gerçekleştirilmelidir [2].

4.5.4 Sürtünme-aşınma ölçümü

Sürtünme ve aşınma ölçümleri şu yöntemlerle yapılabilir:

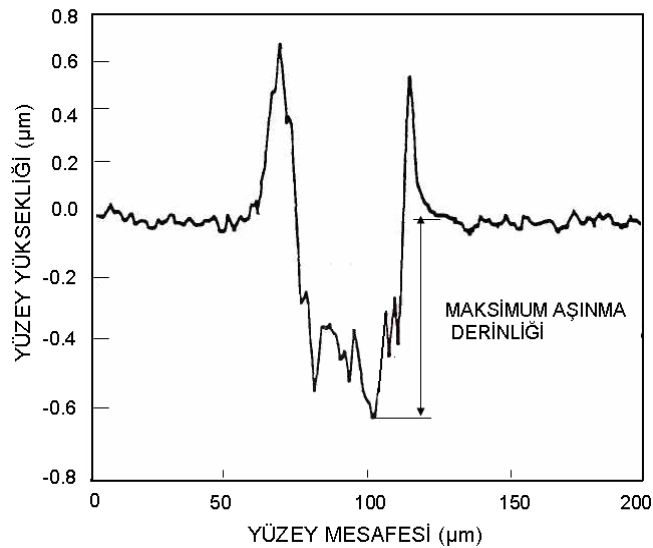
- a) Sürtünme katsayısı ölçümü
- b) Ağırlık kaybı
- c) Hacim kaybı

- d) İz genişliği ve derinliğinin ölçümü
- e) SEM ile mikroskobik aşınma ölçümü
- f) Radyoaktif bozunma tekniği ve Taramalı Tünel Mikroskobu (STM).

Ağırlık kaybı ölçümleri, aşınmanın yüksek miktarları için uygundur. Bununla beraber, ağırlık ölçümleri için bazı sınırlamalar mevcuttur. İlk olarak, aşınma temel olarak hacimsel kayba bağlıdır. Bu nedenle de yoğunlukları farklı malzemelerde farklı sonuçlar elde edilir.

İkincisi ise, bu ölçümde malzeme transferinin hesaba katılmayıdır. Fakat numune, malzeme transferiyle ağırlık kazanabilir. Bu nedenlerden dolayı da ağırlık ölçümleri, yoğunluk sabit kaldığında ve aşınma prosesinde malzeme transferi olmadığı şartlar için geçerlidir. Bu teknik, aşınmanın çok küçük olduğu ince ve aşınmaya dirençli kaplamalar için yeterince hassas değildir [2, 97].

Mekanik veya optik profilometre ile aşınma derinliği ölçümleri kolayca yapılabilir. Üç boyutlu aşınma yüzey profillerinin de elde edilmesi mümkündür. Şekil 4.8’de mekanik bir profilometre ile elde edilen bir aşınma izi profili görülmektedir [2].



Şekil 4.8: Mekanik profilometre ile elde edilen bir aşınma izi profili örneği [2]

Disk üzerinde bilye aşınma deneyi sonrasında aşınmış yüzeyden alınan profilometrik ölçüm ile bilye ve disk üzerindeki aşınma hacimleri sırasıyla denklem 4.6 ve 4.7 ile hesaplanabilir [101].

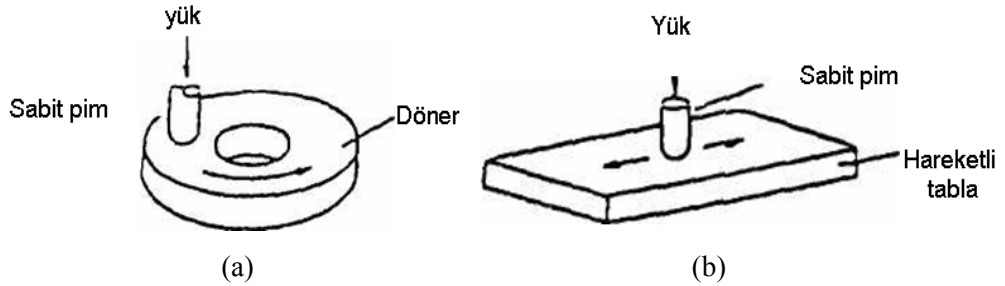
$$V = \frac{\pi \cdot D_1^4}{64r} \quad (4.6)$$

$$V = \frac{\pi \cdot D_2^3}{12r} \quad (4.7)$$

Burada D_1 bilye üzerindeki aşınma izinin çapı, D_2 disk üzerindeki aşınma iz çapı, r ise bilyenin yarıçapıdır. Mikroskobik aşınmayı ölçmek için, aşınmış yüzeylerin SEM ile incelenmesi yaygın bir tekniktir. Radyoaktif bozunma tekniği ve STM mikroskobuyla ölçüm yöntemleri ise fazla yaygın kullanılan teknikler değildir.

4.6 Aşınma Deneyleri

Numune geometrisi, uygulanan yük, kayma hızı, ortam sıcaklığı ve nemlilik gibi faktörlerin kontrolüne imkân tanıyan birçok hızlandırılmış deney cihazı, ticari olarak mevcuttur. Bu çalışmada kullanılan aşınma deneyi cihazı, Şekil 4.9'da gösterilmiştir.



Şekil 4.9: Aşınma deneyinde kullanılan aşınma deney cihazı

4.6.1 Disk üzerinde pim deneyi

Disk üzerinde pim deneyi cihazında, Şekil 4.9a, pim sabittir, disk ise döner. Pim, dönmeyen bir bilye, yan küresel bir uç, düz uçlu bir silindir veya dikdörtgenler prizması şeklinde bir uç olabilir. Bu deney cihazı, tribolojik uygulamalar içinde en çok kullanılanıdır. Disk üzerinde pim deneyi, malzeme karşılaştırma ve aşınma mekanizmalarının analizi amacıyla uluslararası alanda çok yaygın olarak kullanılan deney tipidir. Cihaz deneyde temas sırasında oluşan sürtünme katsayısını otomatik olarak ölçmektedir [1, 2, 97].

4.6.2 Levha üzerinde pim deneyi

Levha üzerinde pim deney cihazında, Şekil 4.9b, düzlemsel bir levha, sabit bir pime karşı ileri geri hareket eder. Bazı durumlarda ise levha sabit, pim hareketlidir. Bilye, yan küresel uç, ya da düz uçlu silindir pim olarak kullanılabilir. Yüksek frekanslarda, düşük salınım genliği kullanılarak fretting aşınma deneyleri de yapılabilir [2].

5. KAPLAMALARIN TRIBOLOJİKSEL ÖZELLİKLERİ VE KAPLANMIŞ YÜZEYLERDEKİ TRIBOLOJİKSEL TEMASLAR

5.1 Giriş

Triboloji, birbiriyle temasta olan relatif olarak hareket halindeki yüzeylerle ilgilenen; sürtünme, aşınma, yapışma ve yağlama konularını içine alan bir bilim dalıdır. Sürtünme, bir cisim diğerine göre nispi olarak hareket ettiğinde meydana gelen teğetsel dirençtir [1, 106-113].

Leonardo da Vinci tarafından ortaya atılan ilk sürtünme kanunu, kaymayı başlatmak veya kaymayı devam ettirmek için gerekli kuvvetin, F_T , normal yük F_N ile orantılı olduğunu ve bu oranın da iki malzeme arasında sürtünmenin derecesini gösteren μ olarak ifade edilen sürtünme katsayısına eşit olduğunu belirtir [2]. Sürtünme katsayısı; sürtünmenin statik ve dinamik olmasına göre ikiye ayrılmaktadır [1, 107-109].

Eğer F_S kuvveti kaymayı başlatmak için cismin üzerine uygulanırsa ve F_K kuvveti de cismin kaymasını muhafaza etmek için uygulanırsa statik sürtünme katsayısı

$$\mu_s = \frac{F_S}{F_N} \quad (5.1)$$

kinetik (veya dinamik) sürtünme katsayısı

$$\mu_{ks} = \frac{F_K}{F_N} \quad (5.2)$$

olarak ifade edilir. Kayma başladıktan sonra sürtünme katsayısında bir azalma olur ve $\mu_{ks} < \mu_s$ yazılabilir.

Bir kayma durumu sırasında görülen sürtünme, kayma sürtünmesi olarak; bir yuvarlanma durumu sırasında görülen ise yuvarlanma sürtünmesi olarak bilinir. Kayma sürtünmesi, birbirlerine göre göreceli kayan yüzeyler arasında meydana gelen yapışma, aşınma parçacıkları veya sert çıkıntılar tarafından yüzeyin kaldırılması, sert çıkıntıların deformasyonu gibi etkilerden veya bunların birleşiminden meydana gelmektedir. Yuvarlanma sürtünmesi ise yuvarlanma esnasında oluşan değişken kaymalar, elastik–plastik deformasyonlar sonucu oluşan enerji kayıpları gibi birçok parametreye bağlı olduğundan daha karmaşık bir sürtünme şeklidir [106].

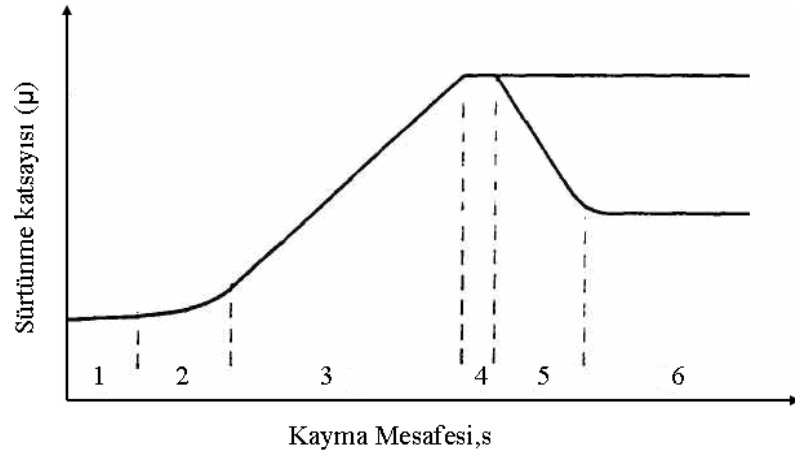
Birçok araştırmacı tarafından sürtünmeye neden olan etkenler araştırılmış ve bunların tamamını içeren Suh ve Sin tarafından ortaya konulan modelde; yüzeylerin birbirlerine göre kayması esnasında ara yüzeyde çok büyük bir sıcaklık yükselmesi (sürtünme ısınması) meydana gelmiyorsa malzemelerin mekanik özelliklerinin kimyasal özelliklerinden daha büyük oranda sürtünmeyi etkilediği ileri sürülmektedir. Tribolojik bir sistemde sürtünme etkisini üç temel mekanizma ile açıklamışlardır Bunlar;

1. Yüzey çıkıntılarındaki deformasyon
2. Yapışma
3. Malzeme ayrışması veya kalkması

Sürtünmeyi etkileyen bu mekanizmalardan en baskın olanı yüzeyde aşınmanın etkisi ile oluşan ve yüzeyden kopan parçaların oluşturduğu durumdur. En az etkili olanı ise yapışma mekanizması olarak ifade edilmektedir [1, 106-113]. Mikroskobik seviyedeki sürtünmenin, her bir atom bağının kırılmasının bir sonucu olduğunu; bunun yüksek yapışma tarafından veya mikro çıkıntıların kilitlenmesinden teşvik alabileceğini ve hataların olması durumunda kristal düzlemlerindeki kaymadan kaynaklanabileceğini göstermişlerdir.

Bir kayma temasının kronolojiksel aşaması, sürtünmeyle ilgili davranış üzerinde oldukça etkilidir. Esas itibarıyla bir temas, bir işleme kademesiyle başlar, bunu bir kararlı hal kademesi takip eder ve bir hasar görme veya parçalanma kademesi ile de son bulur. Pratik açıdan kararlı hal kademesi sırasında optimum sürtünmeyle ilgili davranışla sonuçlanan, kontrollü bir işleme kademesinin sağlanması önemlidir. Kararlı hal kademesi, temasın ömrünün başlıca kısmını temsil eder.

Bir kayma teması, kararlı hal kademesine geçilmeden önce işleme kademesinde birçok değişik sürtünmeyle ilgili aşamalardan geçer. Suh ve Sin çelikle yapılan temaslarda kararlı hal sürtünmesinden önce meydana gelen beş farklı sürtünmeyle ilgili kademe belirlemişlerdir. Bu kademeler test edilen malzemelere, deneysel düzeneğe ve çevresel koşullara özgüdür. Fakat mekanizmaların bir örneği olarak çok aydınlatıcıdır. Bununla ilgili farklı kademeler Şekil 5.1'da gösterilmiştir ve şu şekildedirler.



Şekil 5.1: Kayma temaslarında meydana gelen sürtünme mekanizma kademeleri [1]

1. Kademe: Hareketin ilk kademesinde, yüzeyin çıkıntılar tarafından süpürülmesi nedeniyle sürtünme kuvveti büyükçedir. Yüzey kirliliği nedeniyle yapışma hiç de önemli bir rol oynamaz, fakat çıkıntı deformasyonu meydana gelir ve statik sürtünme katsayısını etkiler. Yüzey kolaylıkla parlar. Netice olarak, başlangıç kademesindeki sürtünme katsayısı büyük oranda malzeme kombinasyonlarına, yüzey şartlarına ve çevresel şartlara bağlıdır.

2. Kademe: 1. kademedeki parlatma aşınma prosesi, yüzey kirliliğini ortadan kaldırmıştır ve çıplak yüzeyin elementleri ortaya çıkacaktır; artan yapışmaya bağlı olarak da sürtünme katsayısında yavaş bir yükselme görülür.

3. Kademe: Yüksek aşınma hızları nedeniyle, kayma yüzeyleri arasında hapsolmuş aşınma parçacıklarının miktarındaki hızlı yükselmeye bağlı olarak sürtünme katsayısı da yükselir. Çıkıntıların deformasyonu devam

eder ve daha büyük temiz ara yüzeysel bölgelere bağlı olarak yapışma etkisi artar. Bazı aşınma parçacıkları yüzeyler arasında hapsolarak süpürmeye neden olur. Eğer aşınma partikülleri aynı sertliğe sahip metaller arasında hapsolursa, parçacık ve yüzey arasındaki herhangi bir kayış mesafesinin önüne geçerek her iki yüzeye birden nüfuz edeceklerdir ve sonuçta da maksimum süpürme sürtünmesine neden olacaklardır.

4. Kademe: Yüzeyler arasında hapsolmuş aşınma parçacıklarının miktarı sabit kalır; çünkü giriş yapan hapsolmuş parçacıkların miktarı, ara yüzeyi terk eden parçacık miktarıyla aynıdır. Yapışma dağılımı da sabit kalır ve çıkıntı deformasyonu, delaminasyonla meydana gelen aşınma çıkıntılara sahip yeni pürüzlü yüzeyler yaratana kadar katkıda bulunmaya devam eder. İki özdeş malzeme birbiri üzerinde kaydığı zaman veya beşinci kademenin mekanizmaları önemli olmadığı zaman, dördüncü kademe kararlı-hal sürtünmesini temsil eder.

5. Kademe: Çok sert bir sabit kayıcı cismin yumuşak bir numune üzerinde kayması gibi bazı durumlarda, sert yüzeyin çıkıntıları derece derece yok olarak ayna parlaklığında bir yüzey elde edilir. Çıkıntı deformasyonu ve süpürmedeki azalmaya bağlı olarak, sürtünme kuvveti de azalır; çünkü aşınma parçacıkları parlatılmış bir yüzeye kolaylıkla tutunamazlar.

6. Kademe: Sert yüzey maksimum seviyede ayna parlaklığına geldiği zaman, sürtünme katsayısı yavaşça yataylaşır ve bir kararlı-hal değerine ulaşır; yumuşak yüzey de ayrıca ayna parlaklığı kazanmıştır.

Başlangıç sürtünmesiyle ilgili yukarıda açıklanan kademeler, Suh ve Sin tarafından üzerinde çalışılan çelik malzeme kombinasyonlarını ve kullanılan deneysel koşulları temsil etmektedir [1]. Aşınma genellikle temas halindeki iki yüzeyin birbirlerine göre göreceli olarak kayması veya yuvarlanması esnasında bu iki yüzeyin birinde veya her ikisinde meydana gelen mikro kırılmalardan, kimyasal çözünmeden veya ergimenin bir sonucu olarak oluşan malzeme kaybı prosesidir [1, 106-113].

İyi tasarlanmış tribolojik sistemlerde, malzeme kaybı çoğunlukla çok yavaş; fakat malzeme taşınım oranı genellikle yavaş, fakat kararlı ve sürekli olmaktadır. Ayrıca adhesif, abrasif, yorulmalı ve korozyonlu aşınma olarak değişik tipleri vardır [114]. Bir aşınma sisteminde;

- 1) Ana malzeme (aşınan),
- 2) Karşı malzeme (aşındıran),
- 3) Ara malzeme,
- 4) Yük,
- 5) Hareket,

aşınmanın temel unsurlarıdır. Bütün bu unsurların oluşturduğu sistem, teknikte "Tribolojik Sistem" olarak adlandırılır. Sistem elemanlarının nem veya korozyif etkilerle karşı karşıya kalması, aşınmayı hızlandırır. Aşınmayı etkileyen çeşitli faktörler farklı şekillerde sınıflandırılmaktadır. Bu faktörler, aşağıda dört grup halinde verilmiştir [115-117].

I) Ana malzemeye bağlı faktörler

- Malzemenin kristal yapısı
- Malzemenin sertliği
- Elastisite modülü
- Deformasyon davranışı
- Yüzey pürüzlülüğü
- Malzemenin boyutu

II) Karşı malzemeye bağlı faktörler ve aşındırıcının etkisi

III) Ortamın etkisi

- Sıcaklık
- Nem
- Atmosfer

IV) Servis koşulları

- Basınç
- Hız
- Kayma yolu

Aşınma genellikle hacim kaybı miktarı veya alan kaybı miktarı ve aşınma yüzeyinin durumu ile değerlendirilmektedir. Aşınmanın derecesi ise aşınma hızı, spesifik aşınma hızı veya aşınma katsayısı gibi parametreler ile tanımlanmaktadır. Aşınma hızı, birim kayma mesafesindeki aşınma hacmi olarak ifade edilmekte ve aşınma hacim eğrilerinin eğiminden elde edilmektedir. Spesifik aşınma hızı ise birim kayma mesafesi ve birim yük başına düşen aşınma hacmi olarak tanımlanmaktadır. Aşınma katsayısı ise aşınan malzemenin sertliği ve spesifik aşınma hızının bir fonksiyonu olarak tanımlanmaktadır [106].

Genel olarak literatürde kabul görmüş başlıca dört farklı aşınma şekli mevcuttur. Bunlar;

- i- Adhezif aşınma
- ii- Abrasif aşınma
- iii- Yorulma aşınması
- iv- Korozyon aşınma

Adhezif aşınma en genel olarak, karşılıklı etkileşim içerisinde birbirlerine göre göreceli olarak hareket eden iki yüzeyin birisinden bir parçacığın koparak diğer yüzeye yapışması sonucunda, bir yüzeyden diğer yüzeye olan malzeme taşınımı olarak tanımlanabilir [115-117]. Adhezif aşınma hasarları genellikle uygun olmayan malzemelerin seçilmesi veya yağlama sisteminin yeterli olmayışı sebebiyle meydana gelir.

Adhezif aşınma, özellikle birbiri ile kayma sürtünmesi yapan malzeme çiftinde meydana gelen kaynaklaşma olayının bir sonucudur. Birbiri üzerinde kayan teknik yüzeylerin, ancak küçük bir kısmı temas halindedir ve bu küçük temas yüzeylerindeki gerilmeler çok küçük yüklemelerde dahi akma dayanımı değerine ulaşırlar veya geçerler. Böylece, moleküler yapışma kuvvetleri etkisini gösterir. Bu nedenle bir parçadan diğerine malzeme geçişi, soğuk kaynaklaşma ve küçük parçacıkların kopmasıyla sonuçlanır. Adhezif aşınma yüzeye etkiyen normal yük, kayma yolu ve aşınan malzemenin yüzey sertliği ile orantılıdır. Adhezif aşınma prosesi sonucunda oluşan aşınma, çok bilinen Archard denklemi ile açıklanmıştır [2].

$$W_{ad} = \frac{V}{L} = K \frac{F_N}{H} \quad (5.3)$$

W_{ad} : Aşınma hızı, yani aşınan hacim / kayma mesafesi

K : Aşınma katsayısı

V : Aşınma hacmi

L : Kayma mesafesi

F_N : Normal yük

H : Daha yumuşak malzemenin sertliği

Bu denklem, sertliği tek malzeme özelliği olarak kullanır; fakat bundan önceki açıklamalardan görülebileceği gibi aşınma katsayısı K , karşı karşıya bulunan malzemelerin çeşitli özelliklerine bağlıdır. Buna rağmen, malzeme özelliklerinin aşınma katsayısı K üzerindeki etkisini basit bir ilişkiyle kantitatif olarak açıklamak mümkün değildir.

Abrazif aşınma ise en genel olarak, malzeme yüzeylerinin kendisinden daha sert olan parçacıklar ile basınç altında etkileşmesiyle, sert partiküllerin malzeme yüzeylerinden parçalar koparması şeklinde tanımlanabilir. Bu mekanizmaya örnek olarak, sisteme dışarıdan giren toz parçacıklarının veya bir motorda oluşan yanma ürünlerinin sebep olduğu aşınma şekli verilebilir [115-117]. Bu tip aşınmada sert ve keskin partiküller, malzeme yüzeyinden mikron boyutlu talaş kaldırma etkileri gösterirler. Bu aşınma, iki elemanlı ve üç elemanlı olmak üzere ikiye ayrılır.

Abrazif aşınma, daha sert bir malzeme tarafından bir yüzeye yapılan hasar olarak açıklanabilir. Bazen de şiddet derecesine göre kazınma, çizilme veya oyuklaşma olarak adlandırılır. Bu tip aşınmanın ortaya çıktığı genelde iki tip durum vardır: Birinci durumda sert yüzey, sürtünen iki yüzeyin en sertidir (iki elemanlı abrazyon); örneğin, diğer iki yüzey taşlama, kesme veya işleme gibi mekaniksel operasyonlar. İkinci durumda sert yüzey, üçüncü bir cisimdir; arasında sıkıştırılmış ve onlardan birini veya her ikisini birden aşındıracak kadar sert, genellikle küçük bir parça aşındırıcıdır. İki elemanlı abrazif aşınma, sürtünen elemanların doğrudan birbirleriyle etkileşimleri sonucu meydana gelir.

Üç elemanlı abrazif aşınmada ise, ana ve karşı malzeme arasında serbest ara malzeme olması söz konusu olabileceği gibi, aşınma sonucu yüzeylerden ayrılan parçacıkların birer ara malzeme gibi davranmaları da üçüncü eleman olarak görev yapabilir.

Metal-metal sürtünmelerinde aşınma iki elemanlı abrazif veya adhezif olarak başlayıp, üç elemanlı abrazif olarak devam eder. Bu durumda araya giren toz, mineral taneleri, çizilme sonucu serbest hale geçen mikro talaşlar ve parçalanmış oksit parçacıkların üçüncü elemanı (ara malzemeyi) oluşturabilir. Serbest hale geçen mikro talaş parçacıkları, genellikle ana malzemeden daha sert olduklarından dolayı aşınmayı hızlandırır [2]. Abrazif aşınmayı etkileyen iki temel faktör, aşındırıcı partikül ile metal yüzeyi arasındaki sertlik farklılığı ve teması meydana getiren basıncın büyüklüğüdür. Abrazif aşınma hızı, malzeme yüzeyine etki eden normal yük azaltılarak düşürülebilir. Böylece parçacıkların yüzeye daha az batması ve çapak kaldırılması açısından daha az iz bırakması sağlanır. Abrazif aşınma prosesinde sert yüzeyin çıkıntılarının etrafında meydana gelen yumuşak yüzeyin plastik akışıyla birlikte, daha sert yüzeyin çıkıntıları daha yumuşak olan yüzeye baskı uygular. Teğetsel bir hareket üzerine yüklendiği zaman, daha sert olan yüzey yumuşak malzemeyi mikro süpürme, mikro kesme ve mikro kırmanın toplam etkileri ile ortadan kaldırır.

Yorulmalı aşınma durumunda ise yüzeylerde tekrarlı temas söz konusudur. Yüzeylerdeki bu tekrarlı temas sonucunda hasar meydana gelmekte ve aşınma partikülleri oluşmaktadır. Genellikle aşınma partikülleri yüzeydeki belirli sayıdaki tekrarlı temas sonucunda yüzeyde mikro çatlakların oluşumu ve daha sonra bu çatlakların büyümesi sonucunda yüzeyden malzemenin pul pul ayrışması veya tabaka şeklinde kalkması ile sonuçlanmaktadır.

Yüzeylerin birbirleri üzerinde kayması korozif bir sıvı veya gaz ortamında gerçekleştiriliyorsa, yüzeylerde kimyasal veya elektro-kimyasal reaksiyonlar sonucunda ara yüzeyde reaksiyon ürünleri oluşmaktadır. Bu tür bir aşınma durumunda oluşan reaksiyon ürünleri aşınma işleminde olumlu veya olumsuz yönde son derece etkili olmaktadır. Bu reaksiyon ürünleri eğer yüzeye iyi yapışırsa aşınma

olayı kütleli bir malzemenin aşınması gibi gerçekleşmektedir. Fakat bir çok durumda bu reaksiyon ürünleri kütleli malzemenin aşınma davranışından daha farklı davranış göstermekte ve katı malzeme ile korozif ortam arasında oluşan bu ürünler korozif aşınmada daha baskın olmaktadır. Bu çeşit korozif ortamın hızlandırdığı tribokimyasal aşınmaya korozif aşınma denmektedir. Korozif aşınmada, yüzeyde oluşan tribokimyasal etkileşim sonucunda oluşan tabaka ile bu tabakanın sürtünme sonucu yüzeyden kaldırılma işlemi yani tabaka oluşum hızı ile oluşan bu tabakanın kaldırılma hızı arasındaki ilişki aşınma direncini belirleme açısından çok büyük önem taşımaktadır.

5.2 Kaplamaların Tribolojiksel Özellikleri

Kaplamaların tribolojiksel davranışı, aşağıdakilerden etkilenir [1].

- a) Yük, hız, geometri, sıcaklık, ortam gibi parametreleri içeren temas şartlarından etkilenir. Temas şartları, örneğin kesme, kayma ve erozif partikül temaslarında çok farklıdır.
- b) Kaplamanın, taban malzemesinin ve karşı yüzeyin fiziksel ve kimyasal özellikleri gibi parametreleri içeren temas eden malzemeler.
- c) Tane boyutu, yoğunluk ve porozite gibi parametreleri içeren temas mikro yapısı. Bunlar, proses parametrelerinden etkilenirler;
- d) Kaplama kalınlığı, kaplama ve taban malzemesinin sertlikleri, elastisiteleri, yüzey pürüzlülükleri yanı sıra kaplama ve taban malzemesinin adhezyonunu da içeren termal ve kimyasal uygunluk.

Fakat tribolojiksel temas mekanizmalarının karışıklığından dolayı, sadece teorik analizlere dayanarak sürtünme katsayısı veya aşınma hızının belirli temas şartları için kesin olarak belirlenebilmesi mümkün değildir. Kaplanmış bir yüzeyin nasıl davranacağını gösterimi, kaplamaların sürtünme ve aşınma özelliklerinin deneysel ölçümlerini açıklayan yayınlanmış birçok makalede bulunabilir. Fakat bu kolay

bir şey değildir; çünkü tribolojiksel test yöntemlerinin standardizasyonunun yokluğundan dolayı ölçümler çok çeşitli tiplerdeki cihazlarla, temas geometrileriyle, test parametreleriyle gerçekleştirilmiş ve farklı ortamlar kullanılmıştır. Bu yüzden belirli bir uygulama için özel temas şartlarında karşılaştırılabilir sonuçlar bulmak çok zordur [1].

Birçok uygulamada, en ilgi çekici ve can alıcı özelliğin aşınma direnci olduğunun farkında olunmasına rağmen, kaplamaların karşılaştırılması yapılırken daha çok sürtünme katsayısı kullanılmaktadır. Bunun nedeni ise, onun çoğu kez karşılaştırılabilir yegâne hazır test verisi olmasından dolayıdır; çünkü aşınma verileri mevcut değildir veya karşılaştırma yapılamayan çok çeşitli yollardan biri ile verilmiştir.

5.2.1 Yumuşak kaplamalar

Daha sert bir taban malzemesi üzerindeki yumuşak ince bir kaplama, kayma sürtünmesinin azaltılması yönünde olumlu bir yöntem oluşturmaktadır. İnce yumuşak kaplamalar için, aşınma ve ömür özellikle kritik bir öneme sahiptir. Temas doğru bir şekilde tasarlanmazsa, yumuşak kaplama yüzeyden hızla ayrılabilir. Fakat birçok yumuşak kaplama malzemesi için düşük veya çok düşük aşınma ve uzun ömürün elde edilebildiği parametre değerlerinin bir aralığı bulunabilir. Optimize edilmesi gereken parametreler tipik olarak film kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, kayma hızı, yük, ortam, karşı yüzey malzemesi yanı sıra kaplama yöntemidir [1, 2].

5.2.2 Sert kaplamalar

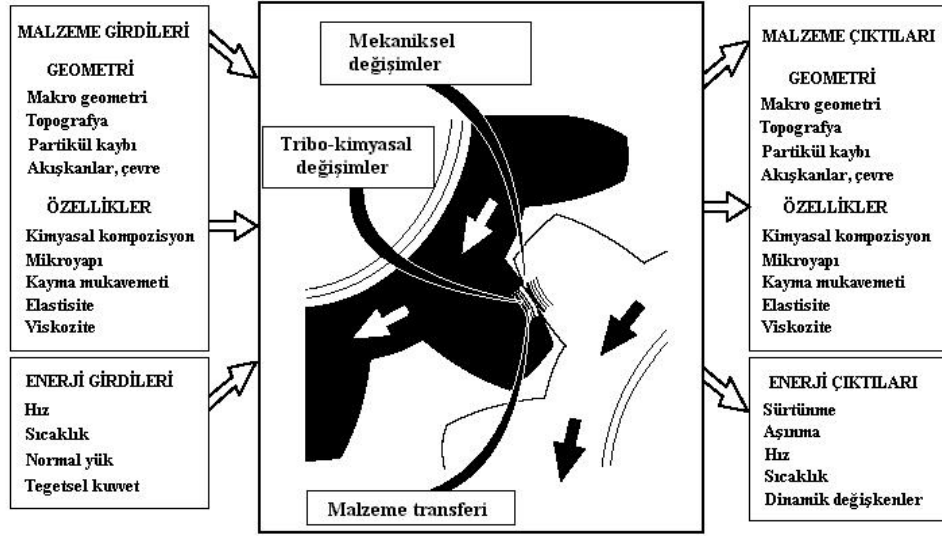
Daha yumuşak, tok bir taban malzemesi üzerindeki ince sert bir kaplamanın, tribolojiksel olarak çok yararlı bir malzeme kombinasyonu olduğu kanıtlanmıştır. Daha yumuşak bir taban malzemesi üzerindeki sert bir tabaka, sert karşı yüzey parçaları veya birikmiş aşınma parçaları tarafından çizilmeye karşı daha iyi bir koruma sağlayacaktır. Bu yüzden sert kaplamalar, özellikle abrazif veya erozif aşınmayı içeren uygulamalarda faydalı olmuşlardır. Şimdiye kadarki en başarılı uygulama, yüksek sıcaklıklarda difüzyon ve abrazif aşınmanın bir kombinasyonuna

karşı iyi bir koruma sağladıkları kesici takımlar üzerine yapılan seramik kaplamalardır. Bu kaplama çoğunlukla takım ömürlerinde on kat ya da daha fazla bir artışla sonuçlanmıştır. Sert seramik kaplamaların nispeten yumuşak taban malzemeleri üzerinde kullanılmasındaki bir sınırlama, yüzeye yük uygulandığı ve taban malzemesinde deformasyon meydana geldiği zaman kaplamada ve taban malzemesi ara yüzeyinde çoğunlukla ortaya çıkan yüksek gerilmelerdir. Ayrıca iç gerilmeler genellikle, kaplama sıcaklığı kullanım sıcaklığından daha yüksek olduğu zaman ortaya çıkarlar. Fakat bu gerilmeler çoğunlukla basma şeklindedir ve bir aşınma veya yorulma hasarı açısından yararlı olabilirler.

Yapılan çeşitli araştırmalar göstermiştir ki; kayma teması prosesi sırasında eğer düşük yırtılmalı bir mikrofilm kaplamanın üzerinde biriktirilirse veya üretilirse, sert kaplamalar özellikle kayma uygulamalarında faydalı olabilir. Titanyum nitrür ve titanyum karbür kaplamalar, sert kaplamalar için en başarılı malzemeler olmuşlardır ve bilhassa kesme, abrazif ve erozif aşınma uygulamalarında uygundur. Fakat bazı karşı yüzeylere karşı yüksek sürtünme gösterirler. Kendi üzerlerinde kaydıkları zaman, tipik olarak çok düşük aşınma gösterirler. Ayrıca elmas ve elmas benzeri malzemelerle kaplanmış karşı yüzeyler, düşük aşınma ve düşük sürtünme gösterirler.

5.3 Kaplama Yüzeyinde Oluşan Tribolojik Temas Mekanizmaları

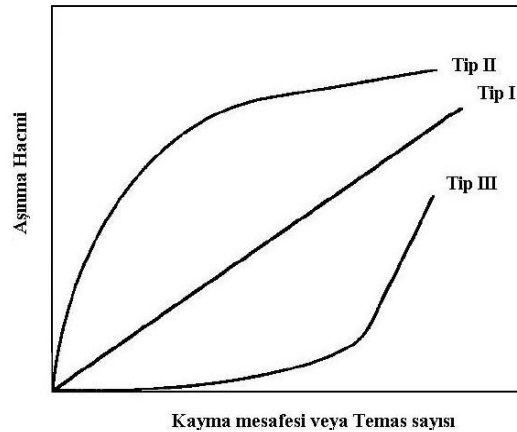
Yüzeylerin birbirlerine göre göreceli hareketleri sırasında, tribolojik temas olayının iyi anlaşılması gerekmektedir. Bu amaçla tribolojik sistemin iyi analiz edilmesi gerekmektedir. Şekil 5.2’de gösterildiği gibi tribolojik temas olayını analiz etmek için başlangıç olarak makro ve mikro düzeyde temas geometrisi, malzemenin kimyasal kompozisyonuna ve mikro yapısına bağlı olan malzeme özellikleri ve ortam şartları göz önüne alınmalıdır. Tribolojik sistemin diğer parametreleri ise normal yük, hız, sürtünme kuvveti ve sıcaklıktır [106, 110-112]. Tribolojik etkileşim iki yüzeyin birbirlerine göre göreceli hareketlerinden meydana geldiğinden temas yüzeyinde hem fiziksel değişimler hem de kimyasal değişimler meydana gelebilmektedir. Bununla birlikte zamana bağlı olarak tribolojik etkileşim sırasında, malzeme geometrisinde ve temas yüzeyinde değişimlere neden olmaktadır [106].



Şekil 5.2: Temas halindeki yüzeylerde meydana gelen tribolojik prosesler [106]

Bir tribolojik sistemde baskın olan aşınma tipi; aşınma, kimyasal film oluşumu, sürtünme ile ısı oluşumu, dinamik yüzey davranışları sonucu malzemenin yüzey özelliklerinin değişimi gibi nedenlerden dolayı değişim gösterebilmekte ve bir kaç aşınma tipi aynı anda etkili olabilmektedir. Aşınma hacmi, aşınma yüzey durumu veya pürüzlülüğü ve aşınma parçacıklarının şekli bize aşınma tipini tanımlama açısından önemli ipuçları vermektedir [106].

Şekil 5.3’de verildiği gibi bir tribolojik sistemde aşınma hacmi durumunu gösteren üç farklı eğri bulunmaktadır.

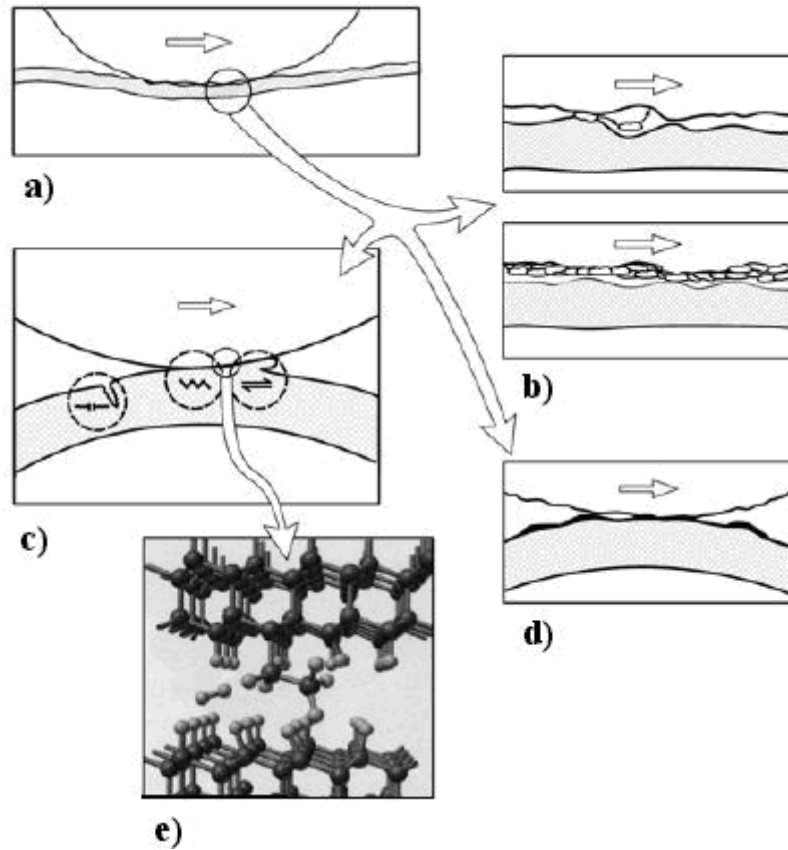


Şekil 5.3: Bir tribolojik sistemdeki karakteristik aşınma hacmi kayma mesafesi eğrileri [106]

Tip I tüm aşınma periyodu esnasında sabit bir aşınma oranının meydana geldiğini göstermektedir. Tip II de ise başlangıçta yüksek bir aşınma hızı görülürken daha

sonra daha yavaş ve daha kararlı aşınma durumu mevcuttur. Bu tür bir aşınma davranışı daha çok metalik malzemelerde meydana gelmektedir. Tip III de ise başlangıçta daha yavaş hızlarda aşınma meydana gelirken belirli bir süre sonunda keskin bir geçişle yüksek oranda aşınma meydana gelmektedir. Bu tür bir davranış daha çok seramik esaslı malzemelerde görülmektedir [106].

Yukarıda ifade edildiği gibi temas halindeki yüzeylerde meydana gelen tribolojik prosesin tamamını anlamak oldukça zordur. Çünkü sistem sürtünme, aşınma ve farklı düzeylerdeki ve tiplerdeki deformasyon mekanizmaları içermesinden dolayı oldukça karmaşık bir yapı arz etmektedir. Bu yapının biraz daha sadeleştirilerek anlaşılır hale gelebilmesi için Şekil 5.4’ de gösterildiği gibi tribolojik değişimler dört ana başlık altında toplanmıştır.



Şekil 5.4: Tribolojik temas mekanizmaları: (a) makromekaniksel, (b) malzeme transferi, (c) mikromekaniksel, (d) tribokimyasal, (e) nano-fiziksel [106]

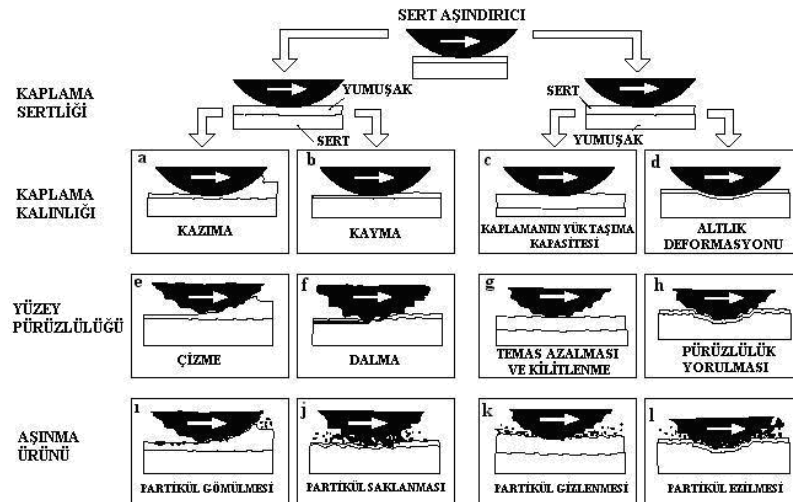
Bunlar; makro düzeydeki etkiler, mikro düzeydeki mekaniksel etkiler, kimyasal etkiler ve malzeme transferidir. Son yıllardaki bilimsel araştırmalar sonucunda nano-fiziksel etkilerde bu gruba dâhil edilmiştir [106, 110-112].

5.3.1 Makromekaniksel sürtünme mekanizmaları

Makromekaniksel tribolojik mekanizmalar, tüm temas yüzeyindeki gerilme ve deformasyon dağılımlarını, sonuçta oluşturdukları toplam elastik ve plastik deformasyonları, toplam aşınma partikülü oluşum prosesini ve dinamiğini göz önüne almak suretiyle sürtünme ve aşınma olaylarını açıklar. İki yüzey arasındaki tribolojik temaslarda yüzeylerden biri veya her ikisi de kaplanmış olabilir, bu yüzeyler arasındaki tribolojik temas davranışı dört ana parametre tarafından kontrol edilmekte ve aynı zamanda belirleyici rol oynamaktadır [106, 110-112]. Bu parametreler;

- i- Kaplama ile altlık arasındaki sertlik ilişkisi
- ii- Kaplama kalınlığı
- iii- Yüzey pürüzlülüğü
- iv- Aşınma esnasında oluşan, aşınma ürünlerinin boyutu ve sertliğidir.

Aşınma ürünleri dış kaynaklar tarafından oluşturulabildiği gibi yüzeylerin aşınması sonucu ortaya çıkabilir. Bu dört parametre arasındaki ilişki, özel tribolojik temas mekanizmaları tarafından karakterize edilen çok sayıda farklı temas şartlarının oluşumuna yol açmaktadır. Şekil 5.5’ de bu dört parametre arasındaki ilişki şematik olarak verilmektedir. Bu temas mekanizmalarına uygun aşınma mekanizmalarında kaplama/altlık malzeme sisteminin yumuşak veya sert oluşuna göre açıklamak mümkün olmaktadır.

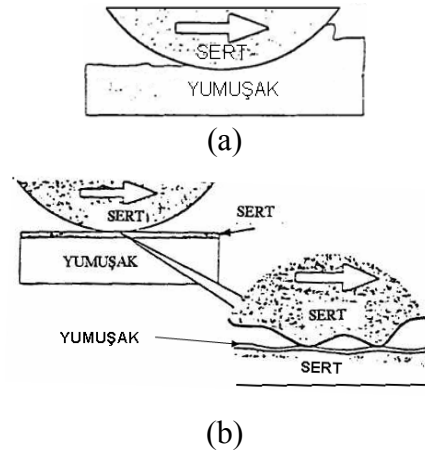


Şekil 5.5: Farklı mekanizmalar için makromekaniksel temas şartları [106]

5.3.1.1 Kaplama sertliđi

Kaplanmış bir yüzeyin tribolojik davranışını etkileyen en önemli parametrelerden biri, kaplamanın sertliđi ve taban malzemesi sertliđiyle olan ilişkisidir. Sert ve yumuşak kaplamaları ayrı ayrı göz önüne almak yaygındır. Sürtünmeyi azaltmak için yumuşak bir kaplamanın kullanımının getirdiđi avantaj 1950 yılında Bowden ve Tabor tarafından açıklanmıştır [1].

Bir küre bir plaka üzerinde kaydıđı zaman, sürtünme kuvveti ideal olarak kayma dayanımı ve temas alanının bir ürünüdür. Daha sert bir plaka malzemesi daha az bir temas alanıyla, fakat daha fazla bir kayma dayanımıyla sonuçlanacaktır; bu yüzden de sürtünme üzerindeki etkisi düşük olacaktır. Sürtünmede bir azalma, hem temas alanını hem de ara yüzeysel kayma dayanımını plakaya ince bir yumuşak kaplama eklenmesiyle sağlanabilir. Daha yumuşak bir taban malzemesi üzerindeki sert bir kaplama, hem makro hem de mikro seviyede süpürülmeyi önleyerek Şekil 5.6'da gösterildiđi gibi aşınmayı azaltabilir.

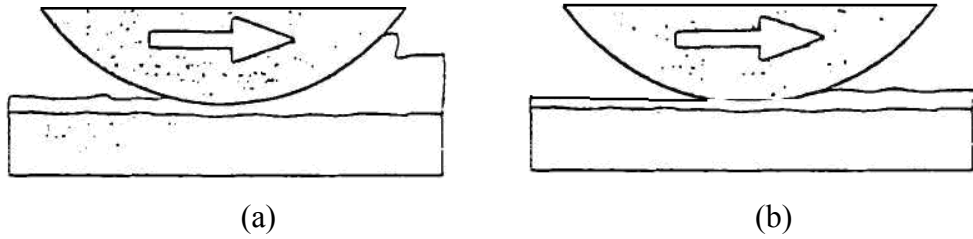


Şekil 5.6: a) Yumuşak bir karşı yüzey üzerinde hareket eden sert bir kayıcı cisim, süpürmeye yol açar, b) Süpürme, yumuşak taban malzemesi üzerinde sert bir kaplama kullanılarak önlenir, c) Sert kaplamanın üzerindeki yumuşak bir mikrofilm, sürtünmenin azalmasına sebep olur [1]

Bu yüzden sert kaplamalar, özellikle abrasif ortamlarda faydalıdır. Eğer kaplamanın üzerinde düşük kayma dayanımlı bir mikrofilm oluşturulursa, sert kaplamalarla düşük sürtünme elde edilebilir. Böylece, kayma mikrofilmin içinde meydana gelecektir yük, sert kaplama tarafından tam olarak taşınacaktır.

5.3.1.2 Kaplama kalınlığı

Yırtılma: İlk önce, Şekil 5.7b’de düzgün yüzeyli ve birikmiş partikülün olmadığı sert bir taban malzemesi üzerindeki ince yumuşak bir filmi göz önüne alalım. Film yeteri kadar ince olduğu zaman, filmin süpürülme etkisi düşük olacaktır. Bu yüzden sürtünme, taban malzemesinin deformasyon özellikleriyle ilgili olan, filmin kayma dayanımı ve temas alanı tarafından belirlenir. Sürtünme katsayısı film kalınlığının bir fonksiyonudur ve yaklaşık olarak bir mikrometre film kalınlıklarında tipik olarak minimum bir değere sahiptir. Film kalınlığının optimum seviyenin altına düşmesiyle sürtünmedeki artma, çoğalan çıkıntılar nedeniyle filmin yarılmasıyla ilgilidir [3].



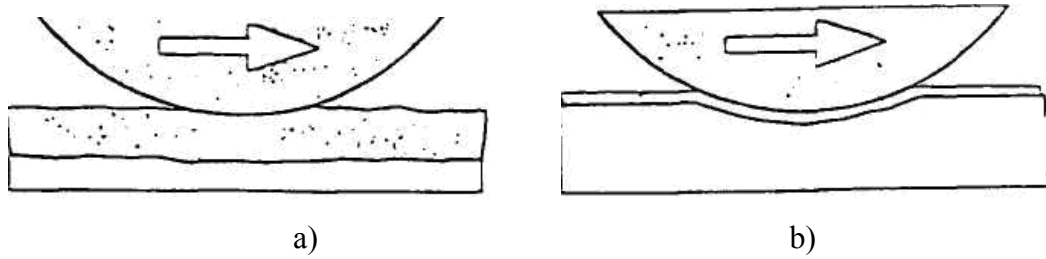
Şekil 5.7: Yumuşak bir kaplamayla kaplanmış sert, düz bir yüzey üzerinde hareket eden sert bir kayıcı cismin teması a) kalın kaplamalar için süpürülmeyle ve b) ince kaplamalar için yırtılma ile karakterize edilmiştir [1]

Süpürme: Yumuşak ve kalın filmler için film kalınlığının optimum bir seviyenin üzerinde artmasının sürtünmede bir artışa yol açtığı, yüzeyin yük taşıma kapasitesindeki bir düşüşle ve süpürmeye bağlı olarak sürtünmede bir artışla açıklanmıştır. Sürtünme katsayısı hem filmin elastik veya plastik deformasyonuna, hem de yırtılmanın meydana geldiği küre ve kaplama arasındaki ara yüzeyde temas alanının artışına bağlı olarak artar.

Altılık deformasyonu: Şimdi de Şekil 5.8'de gösterildiği gibi hiç birikmiş partikül bulunmayan bir sert kaplamayla kaplanmış yumuşak, düzgün bir taban malzemesi üzerinde kayan sert bir düzgün küre durumunu ele alalım. Şekil 5.8b'deki gibi kaplama çok inceyse yükü taşıyabilmesi mümkün değildir. Kaplamanın fonksiyonu, taban malzemesini karşı yüzeyden ayırmak ve yüzeyin üst tabakasını sertleştirerek süpürülmeyi engellemektir. Süpürülmenin önlenmesi, hem sürtünme hem de aşınmayı azaltır.

Temas ara yüzeyinde sert kaplamayla ortaya çıkan daha yüksek kayma dayanımı, Şekil 5.6'da gösterildiği gibi kayma sırasında hiç mikrofilm oluşmazsa sürtünme üzerinde artan bir etkiye sahiptir. Bu durum ince sert kaplamaların kayma temaslarında çoğunlukla meydana gelen çok yüksek sürtünme katsayılarının bir açıklaması olabilir. Yüksek kayma dayanımının sebep olduğu sürtünmedeki artış, genellikle azalmış süpürmeye bağlı olarak sürtünmedeki düşüşten daha baskın olarak görülür.

Yük uygulandığı zaman kaplama, taban malzemesinin deformasyonuna bağlı olarak değişime uğrayacaktır. Taban malzemesi ya elastik, ya da plastik olarak deforme olacaktır. Daha yumuşak taban malzemeleri için deformasyon önemli hale gelecektir ve bu yüzden de sürtünmeye bir süpürme veya histerisiz etkisi ilave edilecektir. Kaplamanın tekrarlı şekil değiştirmesi, kaplamayı veya taban malzemesini parçalayan kırılma veya yorulma çatlaklarına yol açabilir [1].



Şekil 5.8: Sert bir kaplamayla kaplanmış yumuşak, düz bir yüzey üzerinde hareket eden sert bir kayıcı cismin teması a) kalın kaplamalar için kaplamanın yükü taşıması ve b) ince kaplamalar için taban malzemesinin deformasyonu ile karakterize edilmiştir [1].

Kaplamanın yük taşıma kapasitesi: Şekil 5.7a'da gösterildiği gibi sert kaplama daha kalın olduğu zaman, sertliğinden dolayı yükün bir bölümünü taşıyabilir ve taban malzemesinin deformasyonu da daha düşük olur. İnce sert kaplamalarla karşılaştırıldığında zaman sürtünmeli durum daha elverişlidir; çünkü taban malzemesi deformasyonuna bağlı olarak süpürme ve histerisiz etkileri de relatif olarak daha küçük olacaktır.

Kaplamanın süpürülmesi yüksek sertlikle önlenir ve yırtılmanın meydana geldiği kaplama ve küre arasındaki temas alanı, şekil değiştirmedeki düşüşe bağlı olarak azalır. Kalın sert bir kaplama, kaplamanın altındaki gerilim bölgesinin boyutu ve şekli üzerinde modifiye edici bir etkiye sahiptir.

5.3.1.3 Yüzey pürüzlüğü

Mühendislik uygulamalarında ideal olarak düzgün yüzeyler nadirdir. Pürüzlü yüzeyli kaplanmış temas durumları için sürtünme etkileri aşağıda verilmiştir.

Kazınma: Kalın yumuşak kaplamalar için, eğer filmin kalınlığı ve sertliği yükü taşımaya yeterliyse, taban malzemesinin pürüzlülüğü önemli derecede düşük olması durumunda ihmal edilebilir. Pürüzlü bir yüzeye sahip kayıcı cisim, düzgün yüzeyler için açıklandığı gibi sürtünme üzerinde benzer bir süpürme etkisine sahip olacaktır; fakat ilaveten göz önüne alınması gereken yüzey pürüzlülük etkileri de işin içine girecektir. Kaplamanın yumuşaklığı nedeniyle temasta, gerilme ve deformasyon bölgeleri üzerinde yüzey pürüzlülüğünden kaynaklanan artma etkisi olmayacaktır. Fakat kürenin yüzeyi üzerindeki çıkıntıların her biri, sürtünme üzerinde bir mikro süpürme etkisine katkıda bulunacaktır.

İçine işleme (nüfuziyet): Sert taban malzemeleri üzerindeki ince yumuşak filmler için, yüzey pürüzlülüğünün etkisi önemlidir. Film boyunca çıkıntıların nüfuziyeti, sonuçta oluşan sürtünmedeki bir yükselmeye birlikte kayma direncinin veya taban malzemesinin ya da karşı yüzeyin süpürülmesinin artışına yol açacaktır. Kaplama kalınlığı yüzey pürüzlülüğüyle aynı seviyeye düştüğünde, sürtünmede bir yükselme başlar.

Düşük temas alanı ve çıkıntı kilitlenmesi: Pürüzlü bir yüzey, kalın sert bir kaplama tarafından kaplandığı zaman yüzey pürüzlülüğü aynı kalabilir veya kaplama yöntemine bağlı olarak belirli bir dereceye kadar değişebilir [3]. Sert ve pürüzlü bir kayıcı cisim bu tip bir yüzey üzerinde hareket ettiği zaman, daha büyük elastik veya plastik deformasyonların yokluğu, kayıcı cismin düşük sayıdaki çıkıntı tepelikler üzerinde hareket etmesi durumundaki temasla sonuçlanır. Kayma yüzeyleri arasındaki etkili yapışma alanı, birkaç çıkıntı temasına düşmüştür. Bu durum sadece çok sert ve pürüzlü malzeme kombinasyonlarında etkili olabilir; çünkü çıkıntılardaki temas basıncı aşırı derecede yüksek olacaktır. Düşük miktardaki çıkıntı temaslarında kayma dayanımı düşükse, sürtünme katsayısı da aşırı derecede düşük olacaktır.

Çıkıntı yorulması: Yumuşak bir taban malzemesini kaplayan ince sert bir kaplama üzerinde hareket eden sert bir kayıcı cisim durumunda, temas altındaki kaplama malzemesinde plastik veya elastik deformasyonla sonuçlanacaktır. Pürüzlü yüzeyler olması durumunda ise daha fazla sayıdaki çıkıntı temasları ve çıkıntılarda daha düşük gerilmelere sebep olacaktır; çünkü yükü daha fazla sayıdaki çıkıntılar taşımaktadır.

Çıkıntılar kayma karşı yüzeyi tarafından tekrarlı bir şekilde yüklendiği zaman, yorulma hasarı olması için büyük bir olasılık meydana gelecektir. Bu yorulma, önemli bir aşınma mekanizmasıdır fakat sürtünmeyi önemli oranda etkilemez. Karşı yüzeydeki sert çıkıntıların kazınması, çoğunlukla meydana gelir ve sürtünmeyi artırma etkisine sahiptir.

5.3.1.4 Ara yüzeydeki birikmiş parçalar

Kayma temaslarında çoğunlukla serbest partiküller veya birikmiş parçalar mevcuttur. Bunlar ya ortamdan kaynaklanırlar, ya da kayma temasındaki çeşitli aşınma mekanizmaları tarafından oluşturulurlar [1]. Bazı temas durumlarında, sürtünme üzerindeki etkileri partikül çapı, kaplama kalınlığı ve yüzey pürüzlülüğü ilişkisi ile partikül, kaplama ve taban malzemesi sertliği ilişkisine bağlı olarak önemli olabilir.

Partikül gömülmesi: Sert bir taban malzemesi üzerinde bulunan yumuşak bir kaplamanın kalınlığından oldukça küçük bir çapa sahip sert partiküllerin olduğu durumu göz önüne alalım. Partiküller temas yüzeyinde ortaya çıktığı zaman, yumuşak kaplamanın üzerine bastırılacak ve yumuşak kaplama partikül çapından daha kalın kaldığı sürece kayıcı cisimle başka hiçbir temasa girmeden kaplamanın içine gömüleceklerdir. Partiküller esas olarak süpürme mekanizmaları tarafından kontrol edilen sürtünme üzerinde, büyük bir etkiye sahip olmayacaklardır.

Partikül yakalanması: Partiküllerin boyutunun kaplama kalınlığı ve yüzey pürüzlülüğü ile aynı büyüklükte veya kaplama kalınlığından ve yüzey pürüzlülüğünden daha büyük olduğu ince yumuşak kaplamalar için, sürtünme üzerindeki etkileri önemli olabilir. Eğer partiküller kaplamadan daha sertse fakat

taban malzemesinden daha yumuşaksa, o zaman karşı yüzeyin pürüzlülüğü tarafından kolayca yakalanacak veya kısmi olarak içine gömülecektir ve çıkıntı içine işlemesi durumunda olduğu gibi yumuşak kaplama içinde oluk kazıyacaklardır. Partiküllerin kaplamayı süpürmesi nedeniyle sürtünme de artacaktır. Eğer kayıcı cisim ve taban malzemesi aynı sertlikteyse ve temastaki serbest partiküller daha yüksek bir sertliğe sahipse, sürtünmede bir yükselme meydana gelebilir. O zaman partiküller kaplama boyunca taban malzemesinin ve aynı zamanda karşı yüzeyin de içine kısmi olarak gömülebilir ve bir çeşit demir atma mekanizmasına benzer şekilde harekete direnç gösterirler. Partiküller oldukça küresel bir şekle sahip olsa bile, yumuşak kaplamanın içine saplanacakları için yuvarlanmayla sürtünmeyi azaltmaları muhtemel değildir [1].

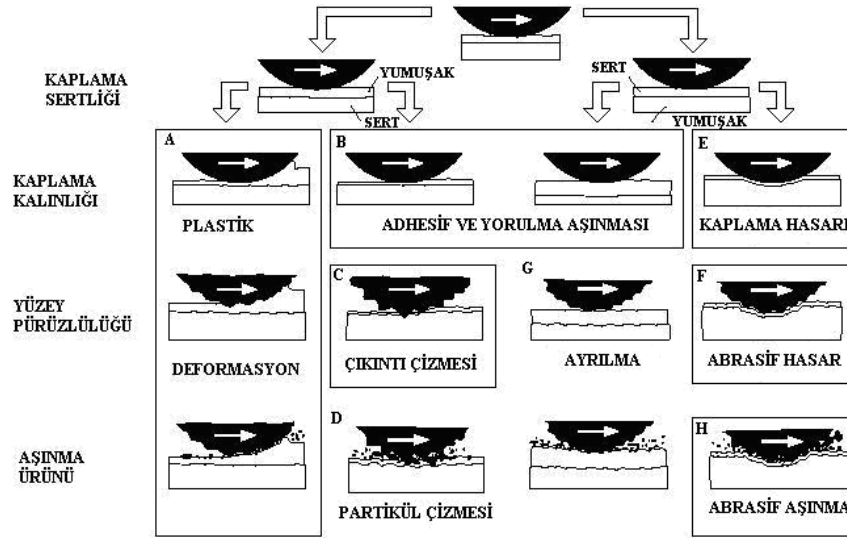
Partikül gizlenmesi: Sert ve pürüzlü yüzeylerin kayma temasında küçük partiküllerin ortaya çıkması, tribolojik mekanizmaları daha şiddetli yapmak zorunda değildir. Partiküller, çıkıntılar tarafından oluşturulan vadiler arasında saklanabilirken, çıkıntı tepelerinde kayma meydana gelir. Böylece vadiler arasında partiküller, ne sürtünme ne de aşınma üzerinde büyük bir etkiye sahip olurlar. Eğer partiküller vadiler içinde saklanamazlarsa ve bunun yerine kazıyarak ve kilitlenerek yüzeylerle etkileşim içine girerlerse, yüzeylerin pürüzlülüğünün azalışının hem sürtünme hem de aşınmayı arttırabileceğini belirtmek önemlidir.

Partikül ezilmesi: Yüzey pürüzlülüğüne göre büyük olan partiküller iki sert yüzey arasında ortaya çıktığı zaman, sonuçta ya partikül ezilmesi, kazınması ya da yuvarlanma olabilir. Eğer partiküller yüzeylerden daha düşük bir sertliğe sahipse o zaman, daha küçük birikmiş parçalarla ve bir sonuç olarak da sürtünmede biraz artmayla temas yükü altında ezilecekler, parçalanacaklardır. Eğer partiküller yüzeylerden daha yüksek bir sertliğe sahipse, süpürme ve kazınma suretiyle yüzeylerin pürüzlülüğü tarafından tutulacaklardır.

Sert yüzeyler arasında sert partiküllerin bulunması, bazı durumlarda sürtünme katsayısını bile azaltabilir. Eğer partiküller şekil olarak oldukça yuvarlaksa, yükü taşımak için yeteri kadar sertse ve yüzeylerden en az biri düzgünse, partiküller birer tekerlek gibi davranabilir ve sürtünme katsayısını azaltabilir

5.3.2 Makro mekaniksel aşınma mekanizmaları

Makro mekaniksel aşınma mekanizmaları, daha önce sürtünme mekanizmalarını açıklamak için kullanılan, tipik tribolojik temas durumları için aynı şematik gösterim kullanılarak analiz edilebilir (Şekil 5.5). Oniki değişik temas durumu, Şekil 5.9'da gösterildiği gibi sekiz karakteristik aşınma mekanizmasını temsil etmesi için gruplandırılabilir [1].



Şekil 5.9: Kaplanmış yüzeylerle temasta bulunan makromekaniksel aşınma mekanizmaları, başlıca dört parametreye bağlıdır sertlik ilişkisi, film kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü ve temastaki birikmiş parçalar. Karakteristik aşınma prosesleri şematik olarak a-h alt şekillerinde gösterilmiştir [1]

Plastik deformasyon: Sert bir kayıcı cisim, yükü taşıyacak kadar sert olan yumuşak kalın bir kaplama üzerinde hareket ettiği zaman sonuç, Şekil 5.9a'da gösterildiği gibi kaplamada bir oluk olarak belirecektir. Malzeme giderimi temasın geometrisiyle hesaplanabilir. Aşınma açısından durum, yumuşak bir malzeme üzerinde süpürme yapan sert bir kayıcı cismin temasına çok benzerdir.

Yapılan çeşitli çalışmalar göstermiştir ki, sistemin geometrisi, taban malzemesinin mekaniksel özellikleri ve temas yükü, üst tabakadaki mekaniksel deformasyonları belirlemektedir. Ayrıca ortalama von Mises gerilmesi kaplamanın akma gerilmesinin üzerindeyse, aşınma da aşırı bir şekilde artmaktadır. Bu ise, filmdeki plastik deformasyonun önemini göstermektedir. Eğer kayıcı cisim yüzeyi pürüzlüyse veya temasta küçük birikmiş parçalar ortaya çıkarsa, sonuçta çıkıntılar veya tutulmuş

birikmiş parçalar ana olukta mikro süpürmeye ve mikro oluklara yol açarlar. Bu etki ayrıca hesaplanabilir; fakat toplam aşınma üzerindeki etkisi normal olarak çok küçüktür [1].

Yapışma ve yorulma aşınması: Yapışma aşınması, çeşitli temas durumlarında bir dereceye kadar mevcuttur. İyi bir tribolojik tasarımla tüm diğer aşınma mekanizmaları giderilse bile, az bir miktarda yapışma aşınması hâlâ var olacaktır. Yapışma aşınması Şekil 5.9b'de gösterildiği gibi, tipik olarak kalın sert bir kaplama üzerinde veya ince yumuşak bir kaplamayla kaplanmış sert bir taban malzemesi üzerinde kayan sert bir küre olarak düşünülebilir.

Yumuşak filmlerin yük taşıma kapasitesi, azalan film kalınlığıyla artar. Daha ince filmler de yapışma aşınmasına karşı daha küçük gerçek temas alanı nedeniyle, daha iyi bir dirence sahiptir. Kayma temasında iki sert yüzey arasına uygulanan ince yumuşak bir film, temasın aşınma direncini önemli oranda geliştirir. Sert bir taban malzemesi üzerindeki yumuşak ince bir film de, en dış yüzey tabakasında bulunan dislokasyon yoğunluğu üzerindeki etkisi nedeniyle, delaminasyon aşınmasını azaltmak amacıyla kullanılabilir.

Sert bir taban malzemesi üzerine kaplanmış yumuşak bir metalin ince bir tabakası, plastik deformasyonu ve çatlak oluşmasını önlemek suretiyle daha sert taban malzemesinin aşınmasını geciktirebilir. Eğer yumuşak tabaka kritik bir değerden daha kalınsa, süpürme ve daha sonra da plastik deformasyona yol açan serbest aşınma partikülleri oluşturarak, bu tabakada delaminasyon meydana getirebilir [1].

Çıkıntı kazınması: Pürüzlü yüzeylerle ve ince yumuşak filmlerle temas durumunda, çıkıntı içine işleme ve süpürme mekanizmaları hâkimdir. Fakat taban malzemesinin yüzey pürüzlülüğü, içine işleme meydana gelmeden önce bile aşınmayı etkileyebilir. Bununla ilgili yapılan bir çalışmada, taban malzemesinin pürüzlülüğü arttırıldığı zaman kaplamanın ömrü artmış ve sürtünme katsayısı da düşmüştür. Bunun için olası açıklamalar, kaplanmış taban malzemesi çıkıntılarının yük taşıma kapasitesindeki bir gelişme veya çıkıntılar ve karşı yüzey arasındaki kaplamanın basınç artışının yol açtığı

kayma dayanımındaki bir düşüş olabilir. Şekil 5.9c'de gösterildiği gibi yumuşak bir kaplamaya sahip sert bir taban malzemesi üzerinde hareket eden pürüzlü bir kayıcı cismin yüzeyinin üzerindeki çıkıntılar, kaplamanın içine batarlar ve doğrudan taban malzemesi üzerinde kayarlar. Eğer çıkıntılar taban malzemesinden daha sertse, ayrıca taban malzemesinin içine de batacaklardır ve hem kaplamada, hem de taban malzemesinde süpürülme suretiyle oluklar meydana getireceklerdir.

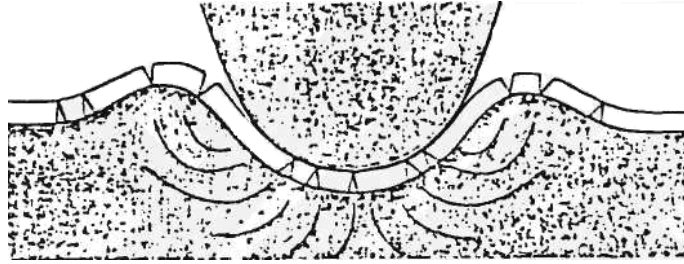
Relatif olarak düzgün bir kayıcı cisim, ince yumuşak kaplamayla kaplanmış pürüzlü bir taban malzemesi üzerinde hareket ettiği zaman aşınma prosesindeki ilk adım, kaplama boyunca küre ve taban malzemesi çıkıntıları arasında temas oluşuncaya kadar kaplama kalınlığını azaltan plastik deformasyon ve yapışma aşınmasının bir birleşimidir. Bundan sonra, taban malzemesi çıkıntıları ve kayıcı cismin yüzeyi arasındaki hem yapışma, hem de kazınma aşınması nedeniyle aşınma önemli derecede artar [1].

Partikül kazınması: Şimdi de Şekil 5.9d'de gösterildiği gibi, film kalınlığıyla ve yüzey pürüzlülüğüyle aynı boyuta sahip sert partiküllerin, ince yumuşak bir kaplamayla kaplanmış pürüzlü bir taban malzemesi üzerinde kayan pürüzlü bir kürenin temasında ortaya çıkmasıyla ilgili durumu göz önüne alalım. Partiküller yüzey pürüzlülükleri tarafından tutulurlar ve kaplamanın içine batan sert çıkıntıların yaptığı etkiye benzer bir şekilde, hem yumuşak kaplamada hem de sert taban malzemesinde mikro süpürülmeye ve kazınmaya yol açarlar. Aşınma hızı partikül boyutuna bağlıdır. Çok küçük partiküller için düşüktür, artan partikül boyutuyla ani bir şekilde yükselir ve bir kesme aşınması mekanizmasından kayma mekanizmasına geçişin meydana geldiği kritik bir boyuta partiküller eriştiği zaman, kararlı hale geçerler. Eğer temas halindeki partiküller yumuşaksa, tribolojik etkileri çok değişiktir. Düşük kayma gerilmelerine sahip yumuşak partiküller temas halinde tutulurlarsa, yükün bir bölümünü taşıyabilir ve direkt taban malzemesi-karşı yüzey temasını önlerler; bu yüzden de hem aşınma, hem de sürtünmeyi azaltırlar.

Kaplama kırılması: İnce sert kaplamaların kullanımı, aşınma açısından çoğunlukla çok uygun bir çözümdür; fakat taban malzemesi yükü taşımak için yeteri kadar sert değilse, temas altındaki taban malzemesinde plastik veya elastik deformasyon

meydana gelecektir. Kaplamanın üzerindeki veya kaplama ve taban malzemesi arasındaki ara yüzeyde bulunan yüksek gerilmeler, kaplama taban malzemesinin yüzeyi boyunca deforme oldukça, malzemenin gerilme veya kayma dayanımından daha yüksek olabilir ve çatlak oluşması ve ilerlemesi ile sonuçlanır. Bu tip bir temas durumu, Şekil 5.9e'de gösterilmiştir.

Taban malzemesi ne kadar sert olursa, deformasyona karşı olan yüksek direnç nedeniyle, kaplamanın kırılmayla hasara uğramadan dayanabileceği yük de o kadar fazla olur. Deformasyonu azaltan yük taşıma kapasiteleri nedeniyle, daha kalın sert kaplamalarla yüksek miktardaki yüklere de hasara uğramadan dayanabilir. Daha yumuşak bir taban malzemesiyle, çatlaklar kaplamada hem temas alanı içinde, hem de taban malzemesi yığılma alanının dışında Şekil 5.10'da gösterildiği gibi meydana gelecektir.

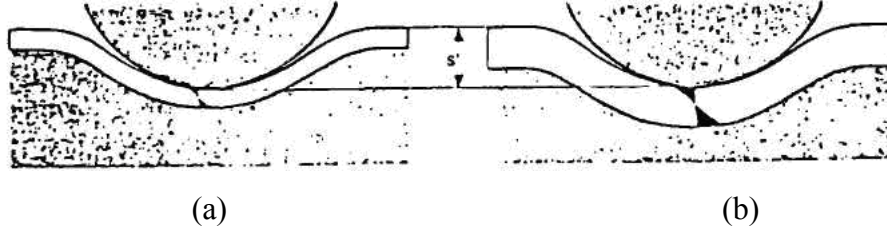


Şekil 5.10: Yumuşak bir taban malzemesi üzerindeki sert, gevrek bir kaplamanın kırılması temas alanında ve temasın çevresindeki malzeme yığılma alanında meydana gelir. Malzeme akışının yönleri, oklarla gösterilmiştir [1]

Yüksek miktarda yüklenmiş bir küre sert bir kaplamanın üzerinde kaydığı zaman, hem yırtılmadan hem de süpürmeden kaynaklanan sürtünme, kürenin arkasında gerilme zorlamalarıyla, kürenin önünde ise sıkıştırıcı gerilmeler ve malzeme yığılmasıyla sonuçlanacaktır. Bu, aslında geometri ve sertlik ilişkilerine bağlı olarak birkaç değişik kırılma örneğiyle sonuçlanabilir.

Kaplanmış bir yüzeydeki çatlak ilerlemesi ile ilgili tamamlanmış bir model ise mevcut değildir. Kaplama bir kayma karşı yüzeyiyle yüklendiği zaman ilk geçişte kırılmasa ve hasar görmese bile tekrarlı yükleme yorulma çatlakları ve hasarla sonuçlanabilir. İnce bir kaplamanın ömrü, birçok nedenden dolayı kalın bir kaplamaninkinden önemli derecede daha uzun bile olabilir [1]. İlk olarak, Şekil 5.11'de gösterildiği gibi benzer deformasyon şartlarında daha kalın kaplama, yüksek

eğme gerilme seviyelerine maruz kalacaktır. İkinci olarak, kaplamalar tipik bir şekilde stnsal byme morfolojilerine sahip oldukları iin, yzeeye normal herhangi bir atlak kalın bir kaplamada byk olacak ve kritik atlak uzunluęunu aęabilecekken, ince bir kaplamada durum bu şekilde olmayabilir.



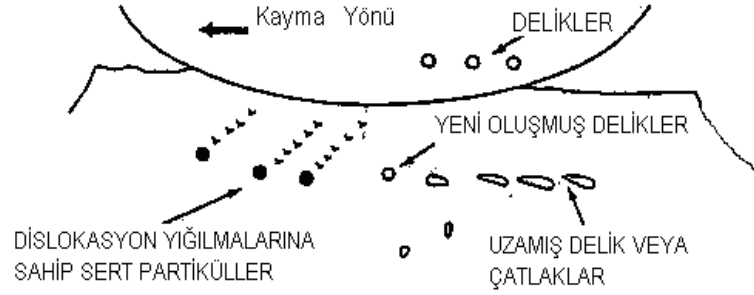
Şekil 5.11: a) Yumuşak bir taban malzemesi üzerindeki ince sert kaplamalar, kaplamada ve kaplama - taban malzemesi ara yüzeyinde b) aynı şekil deęişmesi, s'e sahip kalın sert kaplamalara kıyasla daha az eğme gerilmeleri etkisinde kalır [1]

Çıkıntı kırılması: Sert bir kayıcı cisim ve sert bir kaplama arasındaki temas durumunda, hem yüksek przllęe hem de keskin ıkıntı aılarına sahip yzeylerde Şekil 5.9f'de gsterildięi gibi, kaymanın baęlangıcında yüksek srtnmeyle ıkıntı kilitlenmesine doęru gçl bir eğilim vardır. Çıkıntı tepelerinin kırılmasıyla, önemli miktarda baęlangı aşınması meydana gelecektir; bu yzden de yzeyler dzgnleşecektir. Devam eden kayma sırasında ise, sert ve keskin aşınma birikmiş paralar aşınmayı önemli oranda etkileyebilir [1].

Delaminasyon: Daha yaygın bir durum Şekil 5.9g'de gsterildięi gibi, mhendislik yzeylerinde tipik olarak bulunan dşk ıkıntı aılı bir topografyaya sahip sert przl bir kaplama zerinde sert przl bir kayıcı cismin kaymasıdır. Kayma hareketi, temas eden ıkıntıların tepelerinde meydana gelir. Kk ıkıntı alanlarındaki blgesel gerilmelerin ok daha yksek olması nedeniyle baętanbaęa olan temas gerilmesi malzemelerin akma gerilmesinden daha az olabileceęi halde esas olarak plastik bir şekilde deforme olurlar.

Çıkıntılardaki yksek gerilmeler, aşınmanın delaminasyon teorisinde Suh tarafından aıklandığı zere Şekil 5.12'de gsterildięi gibi bu yzden yzeyin sadece on mikrometre altında dislokasyonlar, dislokasyonların yığılması ve atlak oluřumu meydana getirecektir [1]. Yzeyin dşk plastik deformasyonu nedeniyle, serbest bir partikln oluřabilmesinden nce byk bir miktarda atlak meydana gelmelidir.

Delaminasyona uğramış parçalar, ince tabakalar şeklindedir ve yüz mikrometre uzunluğa sahip olabilirler. Delaminasyon aşınmasındaki aşınma hızı sertliğin, temas uzunluğunun, derinliğin, ortalama çatlak ilerleme hızının, yükün, çıkıntı temas aralıklarının ve çatlak aralığının bir fonksiyonu olarak Suh tarafından geliştirilen bir denklem yardımıyla hesaplanabilir [1].



Şekil 5.12: Boşlukların yırtılma deformasyonu ile malzemede yüzey yakınında, aşınma partikülü oluşumunun delaminasyon prosesi başlangıç safhası [1].

Yüzey pürüzlülüğü büyüklüğünden daha küçük boyutlara sahip çok ince aşınma partikülleri veya parçalarının, Şekil 5.9g'nin alt kısmında gösterildiği gibi aşınma prosesini etkilemeleri beklenmez; çünkü kayma hareketi çıkıntı tepelerinde meydana gelirken, çıkıntıların arasındaki vadilerde saklı kalabilirler [1].

Abrasif aşınma: Şekil 5.9h'de gösterildiği gibi, temas yüzeyinde yüzey pürüzlülüğünün büyüklüğünden daha büyük boyutlara sahip sert partiküllerin bulunduğu sert pürüzlü bir kaplama üzerinde kayan sert pürüzlü bir kayıcı cisim ile belirtilir. Tutulan partiküller her iki yüzeyde de bir kazıma etkisine sahiptirler ve yükün bir bölümünü taşıdıkları zaman, içine işlemeye çalıştıkları bir sırada her iki yüzeyde de toplanmış basınç tepelerine yol açarlar. Yüksek basınç tepeleri, kaplamada çok iyi bir şekilde çatlak oluşumunun bir kaynağı olabilir. Bazen sürtünmeyi bile azaltabilen partiküllerin bir yuvarlanma hareketi, çoğunlukla mevcuttur [1].

5.3.3 Mikromekaniksel tribolojik mekanizmalar

Mikro seviyede gözlemlenen sürtünme ve aşınma olaylarının orijini, mikro seviyede meydana gelen mekanizmalardan kaynaklanmaktadır. Mikromekaniksel tribolojik mekanizmalar, yüzey çıkıntılarında, çatlak oluşumunda ve ilerlemesinde,

malzemenin serbest kalması esnasında ve partikül oluşumunda etkili olan gerilme ve şekil değişimleri ile tanımlanmaktadır [106]. Mühendislik uygulamalarda meydana gelen temas durumları 1 µm veya daha düşük değerler olan nanometre düzeylerine kadar inmektedir. Mikro mekaniksel aşınma olaylarında, aşınma izinin, aşınma partikülü oluşumunda ve malzemenin serbest kalmasına kadar geçen süreçte çatlak oluşumu ve çatlak ilerlemesi için temel mekanizmalar kayma ve kırılmalıdır.

5.3.4 Kaplanmış yüzeylerin tribokimyasal mekanizmaları

Kayma esnasında yüzeyler arasındaki temas bölgelerinde ve periyodik veya tekrarlı temas durumlarında meydana gelen kimyasal reaksiyonlar yüzeyin en dış tabakasının kompozisyonunu ve mekanik özelliklerini değiştirmektedir. Bu yüzey özelliklerinin değişimi aynı zamanda hem sürtünmeyi hem de aşınmayı önemli oranlarda kayma, çatlama ve yüzeyin kazınması gibi etkenlerden dolayı etkilemektedir. Ara yüzeyde oluşan kimyasal reaksiyonlar bölgesel olarak yüksek basınçtan ve ani sıcaklık yükselmelerinden oldukça etkilenmektedir. Çok düşük sürtünme katsayısı elde edilen kaplamalarda örneğin elmas benzeri kaplamalarda sürtünme katsayısı 0,05 olarak verilmektedir. Bu durum sert kaplama yüzeyinde yağlayıcı mikro film oluşumları ile veya sadece yüzey çıkıntıları üzerinde oluşan yağlayıcı etkiye sahip mikro filmlerin oluşumu ile açıklanmaktadır [106].

Yukarıdaki örneklerde anlaşılabileceği gibi aşınma esnasında meydana gelen mikro düzeydeki temasta sert altlık üzerinde yumuşak kaplama daha etkili olmaktadır. Burada sert kaplama, sert altlık olarak rol oynamakta ve bu sert kaplama yüzeyinde oluşan film de kaplama görevini üstlenmektedir. Diğer yandan sert kaplamanın altındaki altlık malzemesinin de mümkün olduğu kadar sert olması, deformasyon yolu ile sert kaplamanın kırılmasını önleme, yük taşıma kapasitesini artırma ve gerçek temas alanını azaltması açısından çok büyük avantajlar sağlamaktadır. Bunun yanı sıra son derece iyi hazırlanmış yüzeylerde çıkıntılar arası kilitlenme ve çıkıntıların yüzeylerinde bıraktıkları izler göz önüne alınmazsa düşük sürtünme katsayıları elde etme açısından çok önemli bir etkiye sahiptir. Tribolojik temaslarda gözlenmiş olan tribokimyasal mekanizmalar kimyasal etkilerin önemli olduğu başlıca iki yüzey olayına ayrılabilir;

i- Kaplama üzerinde mikro film oluşumu

ii- Kaplama yüzeyinin oksidasyonu

bu tür tribokimyasal etkiler, tüm tribolojik sistemin davranışını etkileyebilmektedir.

5.2.5 Malzeme transfer mekanizmaları

Aşınma esnasında oluşan malzeme transfer mekanizmasına verilebilecek en iyi örnek polimer-çelik çiftidir. Aşınma esnasında polimer yüzeyinden kopan parçalar yapışma yolu ile çelik yüzeyine sıvanmakta ve belirli bir süre sonra bu sıvanma işlemi daha da genişleyerek aşınma olayı polimere karşı çelik değil polimere karşı ince polimer olmaktadır. Bu da çok düşük sürtünme katsayılarının elde edilmesine neden olmaktadır. Benzer transfer mekanizmaları çelik altlık üzerine kaplanan Politetrafloretillen (PTFE)-çelik çiftlerinde de görülmüştür. Aşınma işleminde oluşan aşınma ürünü PTFE çelik yüzeyine transfer olmaktadır [106, 1].

Çelik ve TiN, CrN ve (Ti,Al)N gibi sert kaplamaların bir birleri ile temas durumlarında bu tür transfer mekanizmaları gerçekleşmektedir. Sert kaplama yüzey çıkıntılarının kazıma etkisi sonucu, kayan malzeme parçaları ilk önce kaldırılır ve daha sonra tercihli olarak karşı malzeme ile ilk teması kuran kaplama yüzeyindeki en yüksek çıkıntılara tutunurlar. Tekrarlı kayma işleminin gerçekleşmesi ile kopan parça sayısındaki artışla birlikte bunlar birleşerek kaplama yüzeyinde süreksiz tabakalar oluşturmaktadır. Belirli bir kayma işleminden sonra, kaplama yüzeyindeki bu tabakalar deformasyona uğrayarak yüzeyin düzgün bir hal almasını sağlamaktadır. Bu durum tribolojik sistemin davranışını etkilemektedir. Literatürde bu tür malzeme transfer mekanizmaları çok farklı seramik-çelik çiftleri için gözlenmiş ve rapor edilmiştir [106].

Temas şartlarına bağlı olarak malzeme transfer olayları her iki malzemede de gerçekleşebilmektedir. Aşınma durumunda kopan parçalar her iki yüzeye de yapışabilir, oluşan bu transfer tabakaları plastik deformasyona ve deformasyon sertleşmesine uğrayabilmekte ve daha sonra tamamen uzaklaştırılabildiği gibi parçalanabilmekte veya oksidasyona uğrayabilmektedir. Ayrıca bu transfer tabakaları yüzeyde ince film oluşumuna neden olabilmektedir [106].

6. KOROZYON

6.1 Korozyon ve Mekanizması

Korozyon, metal ve alaşımların çevrenin çeşitli etkileriyle kimyasal ve elektrokimyasal değişime veya fiziksel çözünme sonucu bozunmaları olarak tanımlanır [114]. Bugün için korozyon kavramı sadece metal ve alaşımlarının kimyasal ya da elektrokimyasal yollarla bozunmaları için kullanılmaktadır. Endüstride kullanılan metaller doğadaki bileşiklerinden çeşitli kimyasal ve fiziksel işlemlerle üretilir ancak bütün metaller termodinamik yasalarına uyarak doğadaki en kararlı bileşiklerine dönüşme eğilimi gösterirler yani korozyona uğrarlar. Enerji ve emek sarf edilerek güçlkle elde edilen metaller doğal yapılarına çok kolay dönerler [115].

Korozyon tepkimesinin elektrokimyasal yoldan yürüyebilmesi için; potansiyel farkı, elektronik ve elektrolitik iletkenler arasında yük transfer reaksiyonu ve sürekli bir akım iletim yolu koşullarının bir araya gelmesi gerekir. Korozyon tepkimeleri, çoğu metallerin termodinamik kararsızlığı sonucu veya küçük dış akımların etkisi ile yürüdüğünden bir potansiyel farkı oluşmaktadır. Metal korozyonu ister anodik ister katodik tepkime ile denetlensin, çoğu hallerde hız, yük aktarım basamağı ile sınırlanır. Metal iyonları oluştuğu zaman elektrik devresi tamamlanarak sürekli bir akım yolu sağlanmış olur [116].

Sulu çözeltilerde korozyon reaksiyonları elektrokimyasaldır ve metal ile çevresi arasında elektron transferi ile olur. Anodik reaksiyonla metal çözünerek korozyona uğrar.





Buna karşın katodik reaksiyon, metallerden açığa çıkan elektronlarla oksijenin indirgenmesi (6.2) ve (6.3), hidronyum iyonunun indirgenmesi (6.4) veya suyun indirgenmesi ile olur (6.5). Metale yeterince elektron aktarılırsa, hidrojen gazı oluşurken (6.4) aynı zamanda metal de indirgenir (6.1). Dolayısıyla metale negatif potansiyel uygulandığından metalin korozyon hızı azalır.

6.2 Korozyon Hızı

Metal ve alaşımlarının korozyona olan dirençlerini birbiriyle karşılaştırabilmek için her birinin korozyon hızı nicel olarak verilebilmelidir. Korozyon hızı bir metalin birim zamandaki çözünme miktarıdır. Bölgesel korozyonun söz konusu olduğu sistemlerde korozyon hızı, korozyon derinlemesine ilerleme biçiminde verilebilir. Korozyon hızının en kısa sürede ölçümü elektrokimyasal yöntemlerle mümkün olmakta olup bu yöntemlerde hız, akım yoğunluğu olarak verilmektedir [115].

6.3 Korozyon Hızını Belirleme Yöntemleri

Korozyon hızını belirleme yöntemleri aşağıda sıralanmıştır [114, 116].

6.3.1 Kütle kaybı yöntemi

Kütle kaybından korozyon hızı belirlenirken çözünmenin homojen olması ve korozyon ürünlerinin ya tamamen çözünür veya uygun bir çözeltilde çözünerek metal yüzeyinden uzaklaştırılması gerekmektedir. Bu yöntemde korozyon akımı Faraday yasası ile şöyle bulunabilir.

$$i_{kor} = \frac{\Delta m \cdot F \cdot n}{\Delta t \cdot M} \quad (6.6)$$

Burada Δm kütle kaybı, F faraday sabiti, n söz konusu metalin çözeltiye geçme değeri, M metalin mol kütlesi, Δt ise zaman aralığını gösterir. Kütle kaybı yöntemiyle korozyon hızının bulunması elektrokimyasal yöntemlere göre daha uzun ve zaman gerektirir.

6.3.2 Tafel ekstrapolasyon yöntemi

Korozyon, metal ile çözelti arasında karşılıklı iki elektrokimyasal reaksiyonun dengeye gelmesi sonucu oluşur. Reaksiyonlardan biri metalin çözünmesiyle oluşan anodik reaksiyon, diğeri ise çözelti ortamında bulunan O_2 veya H^+ 'nin indirgenmesi ile oluşan katodik reaksiyondur. Anodik reaksiyon sonucu açığa çıkan elektronlar katodik reaksiyonda indirgenmede kullanılır. Korozyonun anodik ve katodik Tafel eşitlikleri yardımıyla “Eş. 6.7” elde edilir [118, 119].

$$I = i_{kor} \{ \exp[2.303(E - E_{kor}) / \beta_a] - \exp[2.303(E - E_{kor}) / \beta_c] \} \quad (6.7)$$

Burada:

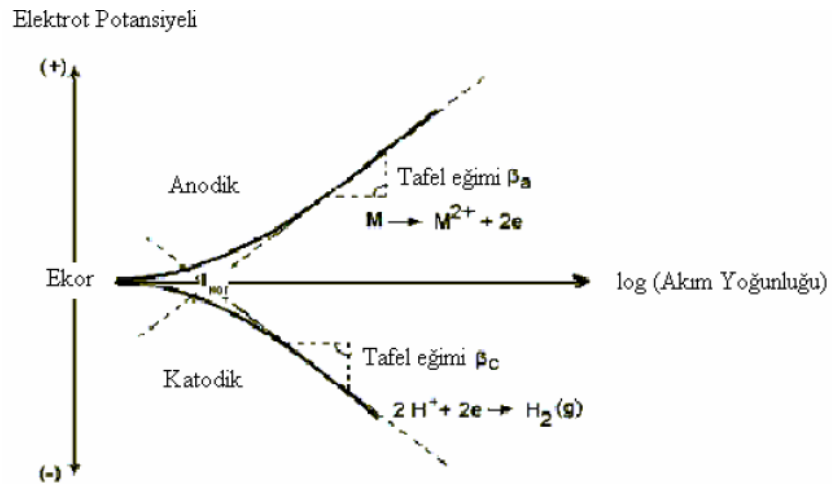
i : Ölçülen hücre akımı (amper)

i_{kor} : Korozyon akımı, korozyon hızının bir ölçüsü (amper)

E_{kor} : Korozyon potansiyeli (volt)

E : Elektroda uygulanan gerilim (volt)

β_a, β_c : Anodik ve katodik Tafel eğimleri



Şekil 6.1: Anodik ve katodik polarizasyon eğrileri

Şekil 6.1’de elektrokimyasal olarak elde edilen bir Tafel polarizasyon diyagramı gösterilmektedir. Şekilde görüldüğü gibi E (potansiyel)-log I (akım yoğunluğu) polarizasyon eğrilerinde, uygulanan dış akım belirli bir değere eriştikten sonra polarizasyon eğrileri lineer hale gelmektedir. Aşırı gerilim ile uygulanan dış akımın logaritmasının lineer olarak değiştiği bu bölgelere Tafel bölgesi denir. Bu bölgede Tafel doğrusunun eğimi deneysel olarak elde edilerek korozyon hızının belirlenmesinde kullanılır. Korozyona uğrayan bir elektrotta anodik ve katodik reaksiyonlar elektrot yüzeyinde aynı anda yürürler. Bu durumda elektrot potansiyeli bir karma potansiyel değerine (E_{kor} , korozyon potansiyeli) erişir. Bu potansiyele karşı gelen akıma da korozyon akımı (i_{kor}) denir [118, 119].

Tafel ekstrapolasyonu yönteminde korozyona uğrayan metal için anodik ve katodik Tafel eğrileri elde edilir ve bunların çizgisel olan kısımları uzatılarak kesim noktalarından o sistem için korozyon hızı i_{kor} ve korozyon potansiyeli E_{kor} bulunur [118, 120].

Kısa sürede gerçekleştirilen bu yöntem, tek bir indirgenme ve yükseltgenme reaksiyonu içeren sistemlere uygulanabilir. Anodik ve katodik Tafel bölgeleri bir arada elde edilemediği zaman ise sadece birinin korozyon potansiyeline ekstrapolasyonu ile de korozyon hızı bulunabilir.

6.3.3 Potansiyodinamik yöntem

Potansiyodinamik metot elektrokimyasal bir sistemde metal ve alaşımların pasiflik davranışlarını incelemeye kullanılır. Potansiyodinamik tarama süresince metal yüzeyinde farklı birkaç kimyasal reaksiyon meydana gelebilir. Genelde anodik polarizasyonda; aktif, pasif, trans pasif ve yeniden pasifleşme bölgeleri oluşur. Buradan metal veya alaşımlar için korozyon akımı, korozyon potansiyeli, pasifleşme kararlılığı hakkında genel anlamda fikir sahibi olunabilmektedir. Metalin pasif durumda veya polarize ederek pasifleştirilebileceği konusunda da fikir sahibi olunabilir. Pasif bölge akımı ve trans pasif bölge potansiyeli belirlenerek pasifleşme ölçüsü ve pasif filmin kararlılığı hakkında bir kanıya varılabilmektedir. Kararlı hal için potansiyodinamik tarama hızı yeterince düşük olmalıdır [118].

6.3.4. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS)

EIS tekniğiyle korozyon hızı belirlenebildiği gibi, kaplamaların korozyon direnci ve korozyon mekanizmalarının belirlenmesinde de faydalanılır. Ayrıntılı bilgi 6.4.3 te verilmiştir.

6.4 Alüminyum Yüzeyinde Oluşan Filmlerin İncelenmesinde Kullanılan Elektrokimyasal Yöntemler

6.4.1 Potansiyostatik yöntem

Bu yöntemde potansiyostat sistemi ile çalışma elektrodu potansiyeli belli bir aralıkta ve hızda değiştirilir. Deney elektrodunun potansiyeli referans elektrotuna karşı kaydedilirken üçüncü elektroda (Pt) karşı akım ölçülür. Potansiyostatın görevi elektroliz devresine akım verirken metalin potansiyelini istenilen belli değerlerde sabit tutmaktır. Potansiyostatik yöntem üç farkı şekilde uygulanır.

Birincisinde; potansiyel belirli bir hızda sürekli olarak değiştirilerek akımdaki değişme izlenir. Tarama hızlı yapılırsa elektrot yüzeyinde potansiyele bağlı elektrokimyasal denge kurulamaz. Ara basamaklar bu yolla görülebilir. İkincide; uygulanan potansiyeller adım adım değiştirilir ve her potansiyel basamağında kısa bir süre beklenir (bu şekilde zamana göre akım değişim hızının azalması sağlanır). Elektrokimyasal denge belli bir dereceye kadar kurulmuş olur. Üçüncüde; uygulanan potansiyelde sabit akım değeri elde edilinceye kadar beklenerek, elektrokimyasal dengenin tam olarak kurulması sağlanır. Bu şekilde uygulanan potansiyele karşı akım değerleri grafiğe alınır.

6.4.2 Galvanostatik yöntem

Bu yöntemde akım sabit tutulup, potansiyel değişimi izlenir. Bu yöntem de dış devreden kontrol edilen akım şiddetine bağlı olarak potansiyel değişimi izlenir. Yöntem iki şekilde uygulanır. Yarı kararlı galvanostatik yöntemde, uygulanan her akım değeri için potansiyel değişim hızının azaldığı belli bir süre sonunda okunan

potansiyel deęerleri akıma karşı grafięe geirilir. Kararlı galvanostatik yntemde ise uygulanan her akım deęeri iin potansiyelin tam olarak dengeye gelmesi beklenir. Zamanla deęiřmeyen potansiyel deęerleri uygulanan akıma karşı grafięe geirilir.

6.4.3 Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS)

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) nispeten yeni tekniktir ve kullanımı her geen gn daha da yaygınlařmaktadır. Kullanım alanları elektrokimyasal ve korozyon arařtırmalarından yarı iletkenlerde dopant daęılımının saptanmasına, organik kaplamaların deęerlendirilmesine, pillerde malzeme seimine kadar varan geniř bir alanı kapsamaktadır. Alminyum ve alařımlarının eřitli ortamlarda korozyon davranıřı ve alminyum alařımlar yzeyinde oluřturulmuř anodik oksit filimlerinin eřitli zelliklerinin belirlenmesi (engel tabaka kalınlıęı, gzeneklerin kapatma iřlemleri gibi konularda EIS teknięi kullanılarak yapılan arařtırmalarda son yıllarda belirgin bir artıř olduęu gze arpmaktadır.

EIS ile kaplamaların korozyon mekanizması ve korozyon hızı belirlenebildięi gibi, kaplamaların korozyon direnci, dielektrik lmleri, elektro organik sentezde adsorpsiyon ve desorpsiyon mekanizmaları saptanabilir.

Yzeye ok kk genliklerde alternatif potansiyel uygulanması nedeniyle yzeyde deęiřiklik oluřturulmadan deney yapılabilmesine olanak vermesi, yksek direnli ortamlarda da lme yapabilmesi ve farklı frekans aralıklarında farklı proseslerin gzlenebilmesi nedeniyle dięer elektrokimyasal tekniklere nazaran mekanizmalar hakkında ok daha ayrıntılı bilgi saęlaması bu yntemi olduka gl kılan nedenler arasında sayılabilir.

7. KONU İLE İLGİLİ SON DÖNEM LİTERATÜR ÖZETİ

Literatürde şimdiye kadar mikroark oksidasyon yöntemiyle yapılan bilimsel çalışmalar detaylı bir şekilde taranarak literatürdeki boşluklar tespit edilmiştir. Bu tezde yapılması düşünülen çalışmalar bu boşlukları dolduracak şekilde planlanmıştır. Mikroark oksidasyon yöntemiyle yapılan bilimsel çalışmaların son yıllarda artması ve bunların literatüre yansması kaplamanın endüstride yoğun olarak kullanılmasıyla ilişkilidir. Literatürde birçok karakterizasyon çalışmasına rastlanmaktadır. Bu çalışmalar:

- Mikroyapısal
- Mekanik
- Aşınma
- Performans deneyleri
- Korozyon

olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu konu ile ilgili çalışma yapan araştırmacıların çalışmaları aşağıda özetlenmiştir.

Aleksey L. Yerokhin, Viktor V. Lyubimov ve Roman V. Ashitkov'un [121] bu çalışmasında plazma elektrolit oksidasyon esnasında alüminyum alaşımları üzerinde elektrokimyasal ve plazma kimyasal oksitlenme mekanizmalarını içine alan oksit seramik kaplama modeli geliştirilmiştir. Plazma kimyasal işlemlerin termodinamik simülasyonu, kompleks oksitlerin oluşumunun altlık alaşım elementlerinin oluşumu gibi kaplama deşarj kanallarında mümkün olabildiğini göstermiştir. Hem reaksiyon ürünlerinin oluşumu hem de deşarj kanallarının ısınma ve soğuması için termodinamik hesaplar yapılmıştır. Hesaplanan sonuçlarla deneysel sonuçlar arasındaki fark % 20'den daha az olduğu hesaplanmıştır. Bu fark ayrı olarak dikkate alınması gereken oksit seramik kaplama oluşumundaki çeşitli mekanizmaların katkısının doğru olarak belirlenemeyişinden kaynaklanabileceği belirtilmiştir.

A. L. Yerokhin, A. A Vevodin ve arkadaşları [79] tribolojik amaçlı üretilen oksit seramik kaplamalar için mikroark deşarj oksidasyon işleminin tekniksel ve ekonomik optimizasyon problemini deneysel tasarıma göre incelemişlerdir. Prosesin etkisini belirleyebilmek için, oksit kütle artışını temel parametre, tabakanın mekaniksel ve geometriksel karakteristiklerini kısıtlayıcı parametreler olarak hesaba katan genelleştirilmiş parametre kullanılmıştır. Kimyasal ağırlık metotları, taramalı elektron mikroskop, optiksel ve durometrik analizler kullanılmıştır. Tabaka özelliklerinde silikat-alkali elektrolit kompozisyon ve hücreden nakledilen elektrik miktarının etkisi tartışılmıştır. Genelleştirilmiş parametre yüzey cevabı arzu edilen fonksiyonlar yardımıyla çizilmiştir. 2-3 g/l KOH ve 2-3 g/l Na₂SiO₃ elektrolit kompozisyonu ve $(2.50-3.33) \times 10^{-3} \text{ cm}^{-2}$ lik nakledilen elektriğe tekabül eden rejimlerin alanı 165-190 µm kalınlık ve 18-23 GPa sertlikli homojen oksit tabakalarının en etkili bir şekilde üretimi için ana hatlarıyla açıklanmıştır.

Y. K. Wang ve arkadaşları [122] yaptıkları çalışmada mikroark oksidasyon yöntemiyle ticari Al-Cu-Mg alaşımı (2024) üzerine oluşturulan seramik kaplama karakteristiğinde elektrolit çözelti içerisine katılan Na₂WO₄.2H₂O ve SiC tozunun etkisi çalışılmıştır. Seramik kaplama kalitesi bu katkılarla iyileştirilmiştir. Fakat Na₂WO₄.2H₂O ilavesinin seramik kaplamadaki Al₂O₃ faz oluşumunun iyileştirilmesinde, iç yoğun bölgenin tüm seramik kaplamaya oranının artırılmasında, seramik kaplama faz yapısının optimize edilmesinde ve kaplamanın aşınma direncinin iyileştirilmesindeki tesirinin daha büyük olduğu tespit edilmiştir. SiC tozunun ilavesiyle, gözenekli tabaka kalınlığı artmamasına rağmen Al₂O₃ ve Al-Si-O içeriği artmıştır. Bunun muhtemelen oksidasyon esnasında SiC tozlarının plazma karışım işlemine dâhil olması ve elektrolit içerisindeki O ve Si elementlerinin yoğun iç tabakaya daha fazla girmesiyle sonuçlandığı fakat bunun doğrulanması için daha fazla çalışmanın yapılması gerektiği belirtilmiştir.

P. A. Deamley, J. Gummribach ve arkadaşları [75] ise temas gerilmesinin alüminyum altlığın akma dayanımını aştığı çok büyük basınçlar altında, MAO işlemiyle kaplanmış alüminyum alaşım yüzeyinin kayma aşınma direnci ve sürtünme karakteristiklerinin karşılaştırılmasını araştırmışlardır. MAO yöntemiyle kaplanmış Al-Mg alaşımları, altlık malzemenin akma dayanımının birkaç katı büyüklüğündeki

gerilme değerlerinde, mükemmel aşınma direnci gösterirler. Bu, Al_2O_3 tabakası/altlık ara yüzeyinin mükemmel yapışma bütünlüğü ile Al_2O_3 tabakası içerisindeki yüksek yapışma mukavemetinin birleşimine atfedilebilir. Maksimum alt-yüzey kayma gerilmesi alüminyum alaşımının plastik deformasyonu için yeterli olsa bile kaplama tabakasında çökme meydana getirmez. Ayrıca Al_2O_3 tabakasının yüksek kohezyon dayanımı Al_2O_3 tabakasının hasar verici kırılmalara karşı dirençli yapacağı ve mikro gözeneklerin levhanın mikro kırılma tokluğunu artırabileceği belirtilmiştir.

X, Nie, A Leyland ve çalışma arkadaşları [63] BS Al-6082 alüminyum alaşımı üzerine yapılan mikroark oksit kaplama kalınlığının mekaniksel özelliklere olan etkisini araştırmışlardır. Kaplama kalınlığının önemli bir şekilde mekaniksel özellikleri geliştirdiği saptanmıştır. Ayrıca yapışma ve tribolojik kayma ve çarpma aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Tribolojik performansa göre kalın kaplamalar en iyi kayma, çizme ve çarpma testlerinde performans gösterirken, ince kaplamalar da şaşırtıcı bir şekilde hem çarpma hem de düşük kayma testlerinde etkili olmuşlardır. Orta kalınlıktaki kaplamalar ise tüm tribolojik testlerde nispeten daha kötü performans sergilemişlerdir. Kaplamaların kesit alan sertliği kaplama kalınlığıyla değişmiştir. Maksimum sertliğin (2400 HV) bulunduğu konum kaplama kalınlığının artmasıyla ara yüzeyden uzaklaşmıştır. Sertlikteki düşüş maksimumdan kaplama yüzeyine doğru ölçülmüştür. Bunun hem faz kompozisyonundaki değişiklikler hem de kaplama gözenekliliğindeki benzer artıştan kaynaklanabileceği belirtilmiştir. Kontrollü seviyedeki gözenekliliğin alümina tabakasında gevrek kırılmanın azalması ve gerilmelerin rahatlatılması açısından muhtemel bir avantaj olacağı belirtilmiştir.

S.V. Gnedenkov ve arkadaşları [94] alüminyum alaşımları üzerine yüksek mikro sertlikli (7000 MPa) ve 870 °C ye kadar ısı dirençli koruyucu kaplama oluşum şartları ve elektrolit kompozisyonu ayrıntılı olarak çalışmışlardır. Sodyum hidroksit kullanarak elektrolit kompozisyonu içerisine potasyum tartarat ve sodyum fulorid katılmasının elektrolitin uzun süreli kararlı kalmasını sağladığı saptanmıştır. Ayrıca fuloridin oksitlenme şartları altında alüminyum üzerinde homojen elastik amorf filmin oluşmasını garantilediği belirtilmiştir.

Wenbin Xue ve çalışma arkadaşları [123] MAO yöntemiyle işleme tabi tutulan numunelerin geometrik boyutlarındaki değişimin uygulamalar için önemli bir soru olabileceğini görmüşler. Bunun için 2024 Al alaşımı üzerine NaOH çözelti içerisinde 230µm kalınlığında MAO yöntemiyle seramik kaplama oluşturarak numune boyutlarındaki değişimi, seramik kaplamaların büyüme düzenini ve kaplama oluşum mekanizmasını inceleyerek açıklamaya çalışmışlardır. Birkaç saatlik lineer büyümeli oksidasyondan sonra kaplamanın büyüme hızının giderek azaldığı ve sonunda büyüme hızının durduğu belirlenmiştir. Kaplamanın ilk aşamasında, kaplamanın yoğunlukla dış yüzeye doğru büyüdüğü ve numunenin geometrik ölçülerinin oksidasyonla arttığını belirtmiştir. Fakat kaplamanın belirli bir kalınlığa ulaştıktan sonra numunenin geometrik boyutları toplam kaplama kalınlığı artarken artık artmadığı hatta kısmen azaldığı belirtilmiştir. Bu boyut azalmasının sebebi, alüminyum altlık oksitlenirken yüzey tabakasındaki kaplamanın kısmi olarak sulu elektrolit çözeltisi içerisinde çözünmesidir. Kaplamanın yüzeye doğru olan ilerlemesi çözülmeden daha düşük olduğundan kaplamanın geometrik ölçüleri azalır. Bununla birlikte kaplama kalınlığı artmaya devam eder, fakat kaplamanın büyüme yönü kademeli bir şekilde alüminyum altlığa doğru yönelmiştir. Oksit kaplamaları gevşek ve sıkı tabakalardan oluşur. İlk gevşek tabaka oluşur. Birkaç saatten sonra gevşek tabaka kalınlığı az bir şekilde değişirken sıkı tabaka alüminyum altlığa doğru büyümeye başlar. Sonunda sıkı tabakanın kalınlığı toplam kaplama kalınlığının % 75' ini geçer, fakat gevşek tabaka öğütülerek uzaklaştırılırsa, numune boyutları işlem görmeden önceki boyutunu korumaya devam eder.

Y. Guang ve arkadaşları [124] mikroark oksidasyon işleminin farklı aşamaları sırasında akım değişiminin belirli özelliklerini incelemişlerdir. Katot akımının mikro deşarjla yakından alakalı olduğu bulunmuştur. Yüksek içerikli $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazının sadece mikroark deşarjlarının bulunduğu bölgelerde görülebileceği ve bu mikro deşarjların yüksek kaliteli kaplama elde etmede önemli bir rolü olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca mikroark deşarj sayısının ve yoğunluğunun, katot akımla orantılı olan anot akım palsıyla yakın bir ilişkisinin olduğu bulunmuştur. Mikro deşarjın kaplama oluşumunda açık bir etkisinin olduğu ve katot akımının değiştirilmesi mikroark deşarjının durumunu etkileyeceği saptanmıştır.

S.V.Gnedenkov, O. A. Krissanfova ve arkadaşları [92] Al alaşımları üzerine MAO metodu ile elektrolit olarak bazı organik ve inorganik bileşikler içeren sulu bir çözelti ($C_4H_4O_6K_2 \cdot 0.5HO_2$: 10 g/l; NaF: 1,5 g/l; NaOH: 0.2 g/l) kullanarak sert ve ısıl dirençli kaplamalar elde etmeye çalışmışlardır. Elde edilen amorf kaplamaların 870 °C'ye kadar ısıl direnç ve 7000 MPa kadar mikro sertliğe sahip olduğu saptanmıştır. Ayrıca bu elektrolit ile işleme tabi tutulan kaplamaların önemli bir elastikliğe sahip olduğu ve 90°'yi aşan açılara kadar sıklıkla bükülmelerine rağmen altlık malzemeden ayrılmadığı görülmüştür.

X. Nie, El Meletis ve arkadaşları [69] elektrolit plazma tekniği kullanarak BS Al 6082 alüminyum alaşımına alumina kaplamalar oluşturmuşlardır. Sıvı çözelti içerisinde anodik oksidasyon esnasında dielektrik bariyer deşarjı meydana getirilmiştir. Proses esnasında 100 mA/cm²'lik plazma akım yoğunluğu kullanılarak 1,67 µm/dak hızında kaplama depozitesi elde edilmiştir. Kaplama abrazyon aşınma ve korozyon özellikleri kuru ve yaş ortamda aşınma ve potansiyel dinamik polarizasyon testleri yapılarak elde edilmiştir. Test sonuçları kaplamaların mükemmel abrazyon aşınma ve korozyon direncine sahip olduğunu gösterir. XRD analizleri kaplamaların α-ve γ-Al₂O₃'ten oluştuğunu göstermiştir. TEM analizi kaplamadaki iç tabakanın (1,5 µm kalınlığında) amorf nano kristalli ve ara tabakanın nano kristalli (50–60 µm) olduğunu belirlemiştir. Kaplamaların daha yüksek aşınma ve korozyon direncine sahip olması bu iç tabakaların bulunmasından kaynaklandığı belirtilmiştir.

Jun Tran, Zhuongzi Luo ve arkadaşları [68] 2024 alüminyum alaşımı üzerine alkali silikat elektrolit çözeltisi içerisinde kaplama oluşum mekanizmasını araştırmışlardır. Elde edilen kaplamaların yapısal ve aşınmaya karşı davranışları incelenmiştir. Mikroark oksidasyon kaplamasının ağırlık olarak yüksek soğuma hızlarında üretilen gözenekli γ-Al₂O₃ gevşek dış bölge ve ağırlıklı olarak düşük soğuma hızlarında üretilen iç α-Al₂O₃ fazlarından oluşmaktadır. 40–110 µm aralığındaki kaplamalar alüminyum altlığına iyi bir şekilde yapışmaktadır. Esasen α-Al₂O₃ ten oluşan parlatılmış kaplama seramik akranlarına karşı gidip gelerek kayması durumunda 3-5x10⁻⁶ mm³/Nm gibi daha düşük aşınma, çeliğe karşı 0.45 ten daha fazla sürtünme katsayısı göstermiştir.

Wenbin Xue, Chao Wong ve arkadaşları [125] MAO yöntemiyle alkali çözelti içerisinde Al-Cu-Mg alaşımı üzerine oluşturulan seramik kaplamaların faz bileşenleri ve sertlik değerlerini belirlemişlerdir. Ayrıca MAO kaplamalarının alüminyum alaşımının çekme özelliklerindeki etkisi çalışılmıştır. MAO yöntemi ile 2024 alüminyum alaşımına oluşturulan seramik kaplama gevşek ve sık tabakadan oluşmaktadır. Sık tabakanın nano sertlik değeri $H=18-32$ GPa ve elastisite modülü $E=280-390$ GPa dır. Kaplamanın sertlik ve elastisite modül profilleri benzer ve aynı kaplama derinliğinde maksimum değerlere sahiptir. Kaplamalardaki $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ faz içeriği dağılımı maksimum değerde olup sertli ve elastisite profillerini belirler. 2024 alüminyum alaşımının çekme özellikleri alaşım mikroark deşarj işlemine maruz kaldıktan sonra çok az değişiklik gösterir. Farklı kaplama kalınlıklı tüm numuneler için akma ve çekme dayanımındaki ve elastisite modülündeki azalma %5' in altında ve uzama az bir şekilde azalırken alan daralması çok az artma gösterir. Oksit kaplamalarının parlatılmasıyla alaşımın özelliklerinde küçük bir artış olmuştur.

Wenbin Xue, Chao Wong ve arkadaşları [126] silikat çözelti içerisinde, ZL101 Al-Si döküm alaşımlarına mikroark oksidasyon yöntemiyle yapılan kaplamaların analizinde kaplamanın üç tabakalı yapıdan oluştuğu tespit edilmiştir. Kaplamanın sertlik ve elastisite modül profilinin benzer olduğu, kaplama yüzeyinden içeri doğru sertlik ve elastisite modülünün yavaş yavaş azaldığı, maksimum sertlik ve elastisite modülünün sırayla 15 GPa ve 250 GPa kadar ulaşabildiği tespit edilmiştir. Bu kaplama $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve amorf SiO_2 mullite fazlarından oluşur. Kaplama yüzeyinden içeri doğru $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve mullite içeriği artar ve $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ içeriği azalır. Fakat amorf SiO_2 , yüzey tabakasının ara fazıdır. Si elementince zengin yüzey tabakası yüksek oranda amorf SiO_2 ye sahiptir. Si elementi kaplamadan ziyade daha çok elektrolitten gelir. Diğer taraftan Al-Si alaşımından gelen Si elementinin kaplama içerisinde mullite faz oluşumunu artırdığı tespit edilmiştir. Ayrıca silisyum elementinin kaplamanın mikro yapı ve özellikleri üzerindeki etkisi tartışılmıştır.

Wenbin Xue ve arkadaşları [67] 2024 Al alaşımının çekme özelliklerinin mikroark deşarj yüzey işlemiyle nasıl değiştiğini incelemişlerdir. Bu yöntemin 2024 Al alaşımının çekme özelliklerini çok az miktarda etkilediği tespit edilmiştir. Farklı kaplama kalınlığındaki farklı numunelerin akma dayanımı σ_s , çekme dayanımı σ_b ve

elastisite modülündeki azalmanın kaplanmamış Al alaşımına göre % 5 daha az olduğu ve uzama miktarının çok az düştüğü ve kesit daralmasının arttığı saptanmıştır. Ayrıca çekmeye tabi tutulan numuneler büyük miktarda homojen küçük alüminyum parçalar ihtiva ettiği belirlenmiştir. Bu ise alüminyum alaşımı altlık malzemesi ile MAO kaplaması arasındaki yapışmanın mükemmel olduğunu ortaya çıkarmıştır. Nispeten ince MAO kaplamalı numunelerde kaplama kavlaması görülmemiştir, fakat kalın MAO kaplamalı numunelerde kaplama kavlaması kaplama/alaşım ara yüzeyinden ziyade kaplamanın iç kısmında görülmüştür. Buda altlık malzeme ile MAO kaplaması arasındaki yapışmanın mükemmel olduğunu gösterir.

L. Rama Krisha ve arkadaşları [68] 7075 alüminyum alaşımı üzerine alkali silikat çözelti içerisinde 100µm kalınlığında MAO yöntemiyle seramik kaplama oluşturarak akım yoğunluğu, elektrolit sıcaklığı ve elektrolitler arası uzaklığın seramik oksit tabakasının büyüme kinetiği üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Aynı zaman da kaplama biriktirme süresince kaplama yüzey pürüzlülüğünün gelişimini incelenmiş elde etmiş olduğu sonuçları kullanarak kaplama oluşum mekanizmasını belirlemeye çalışmışlar. MAO kaplamalarının kinetiğinin ara yüzey-kontrollü olduğu, büyük oranda uygulanan akım yoğunluğuna bağlı olduğu, elektrolit sıcaklığının ve elektrotlar arası uzaklığın ihmal edilebilir derecede olduğu, kaplama yüzey pürüzlülüğünün kaplama kalınlığının lineer fonksiyonu olduğu ve artan kaplama kalınlığı ile arttığı tespit edilmiştir. MAO işleminin ilk aşamalarındadeşarj kanallarının iyi dağılım göstermesinden dolayı daha ince kaplamalar daha düşük yüzey pürüzlüğü göstermiştir. Kalınlık artarken,deşarj kanalları sayısının azalması kaplamanın homojen olmamasına neden olarak yüzey pürüzlülüğünde kademeli olarak artışa sebep olduğu belirtilmiştir. MAO kaplamalarının tribolojik performansı değerlendirilerek “detonation-sprey” Al_2O_3 kaplama ve ticari saflıktaki soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş aluminanın kuru kum abrazif aşınma testleri, katı partükül erozif aşınma testleri (SiO_2 aşındırıcısı ile) ve disk üzerinde pim kayma aşınma testlerindeki (SiC disk ile yapılmıştır) tribolojik performansı ile karşılaştırılmıştır. Nispeten yoğun olarak elde edilen MAO kaplamalarının abrazif ve kayma aşınma testleri altındaki performansı “detonation-sprey” Al_2O_3 kaplamaları ve hacimsel (bulk) Al_2O_3 ile kıyaslandığında MAO kaplamalarıyla elde edilen sürtünme

özelliklerinin mükemmel performans sergilediği saptanmıştır. Erozyon esnasında MAO kaplamalarındaki malzeme aşınmasının kapanmayandeşarj kanallarıyla alakalı olduğu ve MAO kaplamaları için erozyon aşınma hızının hacimsel Al_2O_3 ten çok daha düşük olduğu saptanmıştır.

G. Sunderajan ve çalışma ekibi [127] 7075 Al alaşımı üzerine alkali silikat çözelti içerisinde farklı oksidasyon zamanlarında (1, 3, 5, 10, 20 ve 30 dakika) MAO yöntemiyle seramik kaplama oluşturarak kaplama zamanının kaplama oluşum kinetiğine, yüzey pürüzlülüğüne, sertliğine mikroarkdeşarj kanallarının sayı ve ölçülerine olan etkisini incelemişlerdir. Deney sonuçlarına dayanarak alüminyum esaslı seramik kaplamaların oluşum mekanizması sunulmuştur. Kaplama kalınlığının kaplama zamanıyla lineer bir şekilde arttığını yüzey pürüzlülüğünün kaplama zamanının fonksiyonu olduğu ve kaplama zamanıyla yüzey pürüzlülüğünün lineer bir şekilde arttığı yani kaplama kalınlığı daha ince olan daha düşük yüzey pürüzlülüğüne, kalın olan ise daha fazla yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu tespit edilmiştir. MAO kaplaması en büyük sertlik ara yüzeyde ve en düşük sertlik kaplama yüzeyinde olacak şekilde kaplama kalınlığı boyunca mikro sertlik gradyanı göstermiştir. Deşarj kanalların yoğunluğu artan oksidasyon zamanıyla üstel olarak azalır. MAO kaplama yüzey tabakaları baskın bir şekilde $\gamma-Al_2O_3$ fazını içerip, yüzey tabakalarındaki faz dağılımı kaplama kalınlığından bağımsızdır.

P. I. Butyagin ve arkadaşları [95] çalışmalarında alüminyum alaşımları için mikrop plazma sistemleri geliştirip ısıya dirençli kaplamalar oluşturmuşlardır. Kaplamanın ısı ve aşınmaya karşı yüksek dirençli olabilmesi için elektrolit çözeltisi içerisine potasyum hidroksit, alüminyum oksit ve geçiş metal bileşikleri ilave edilmiştir. Potasyum hidroksit içeren çözelti kullanıldığında kaplama kalınlığının 10-15 μm ve mikrop plazma proses zamanının 10 dakika olduğu görülmüştür. Alüminyum alaşımı üzerinde içeriği % 35'e kadar olan farklı kafes kristaline sahip $\gamma-Al_2O_3$ tabakası oluşmuştur. Kaplama kompozisyonunun geri kalan kısmı alüminyum hidroksit ve elektrolitten gelen inkü lüzyonları içerdiği belirtilmiştir. Ultra dağılabilir $\alpha-Al_2O_3$ toz parçacıklarının kaplama oluşumuna katılması ile kaplama yüzeyi iğne şekilli bir yapı oluşturmuştur. Çözeltiye alüminyum oksit katılması kaplama tabakasındaki silikat bileşiklerinin içeriğini % 22 düşürmüştür. Kaplamanın ısı

dirençlere karşı direncini artıran yüksek sıcaklık α -Al₂O₃ miktarı artar iken kaplama tabakasındaki amorf erimiş bölümler azalmıştır. Kaplamalar çözeltinin içine geçiş metalleri eklenmesine bağlı olarak yüksek ısıl çevrimlere dayanım göstermişlerdir.

Wu Han-Hua ve arkadaşları [128] tarafından 7075 alüminyum alaşımı (% 5-6 Zn, % 2-3 Mg, % 1,2-2 Cu) üzerine farklı anot akım yoğunluklarında ve değişken I_c/I_a oranlarında kaplama kalitesi çalışılmıştır. Mikroark deşarj sayısının ve yoğunluğunun akım yoğunluğu ve anot akımının katot akımına oranıyla sıkı bir ilişkisinin olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte kaplama mikro sertliğinin I_c/I_a oranı gibi akım yoğunluğuyla da sıkı bir ilişkisi olduğu saptanmıştır. Uygun anot akım yoğunluğu 15 A/dm² ve katot akımının anot akımına oranının $I_c/I_a = 0,7$ olduğu belirlenmiştir. Denemeler sonucunda, katot akımının banyo içerisinde karmaşık reaksiyonlara sebep olarak kaplama yüzeyi civarındaki iyon yoğunluğunu modife edebileceği belirtilmiştir.

A. L. Yerohin, L. O Snizhko ve arkadaşları [55] alüminyum alaşımlarının plazma elektrolit oksidasyon işleminde, oksit-elektrolit ara yüzeyinde gözüken bireysel mikro deşarjların boyutsal karakteristiklerinin ve oksidasyon işlemi boyunca toplu davranışlarının belirlemesine olanak veren dijital videolu görüntüleme işlemini gerçekleştirmişlerdir. Bunun neticesinde mikro deşarjların kesit alan ölçüleri 0,01-1,35 mm² aralığında değiştiği belirlenmiştir. MAO işleminin gidişatında küçük bölgesel alanların (<0,03 mm²), mikro deşarjın genel dağılımında baskın olduğu ve orta ölçekli deşarjların çok büyük ölçekli deşarlara oranının büyük ölçekli deşarjları destekleyerek tekrar dağıldığı belirtilmiştir. MAO esnasında oluşan mekanizmalar tartışılmıştır. Oksit-elektrot ara yüzeyinde gelişen gazlı ortam içerisinde serbest elektron üretimi ve kıvılcım deşarj olma ihtimalini var sayarak mikro deşarj oluşum modeli önerilmiştir.

A. L. Yerokhin ve arkadaşları [129] yaklaşık 0,03 mm² kesit alanlı küçük mikro deşarjların oksidasyon prosesi boyunca baskın olduğunu, oksit kaplama büyümesi ile toplam mikro deşarjlar içerisindeki büyük alanlı (0,37 mm²) ve daha büyük alanlı (>0,87mm²) mikro deşarj yüzdesinin sırayla % 8 ve % 4 arttığını belirlemişlerdir. Aynı zamanda mikro deşarlara mağruz kalan toplam numune alanının % 3 ten % 6

ya artmasıyla mikro deşarj akım yoğunluğunun 50 den 18 kAm⁻² ye düştüğünü tespit etmişlerdir. Her bir mikro deşarj olayının kaplama büyümesine olan katkısı 8-10 nm aralığında olduğu belirtilmiştir.

X. Nie ve arkadaşları [130] Al-Si döküm alaşımı üzerine MAO yöntemiyle düşük sürtünme katsayılı kaplama oluşturarak kaplamanın tribolojik davranışını incelemişlerdir. Bu çalışmada kaplama, altta oksit tabakası ve üstte oksit/grafit yağlayıcı, kompozit tabakası olacak şekilde çift tabakalı olarak tasarlanmıştır. Nispeten düşük voltajlarda (250 V'dan küçük) çalışan simetrik AC güç kaynağı kullanılmıştır. Farklı kalınlıktaki kaplamaların tribolojik özellikleri disk üzerinde pim tribometre cihazı kullanılarak test edilmiştir. AC güç kaynağının alüminyum alaşımları üzerine oksit ve oksit/grafit kompozit kaplamalarının başarılı bir şekilde üretilmesinde kullanılabileceği bulunmuştur. 50 µm kalınlığındaki oksit/grafit kompozit kaplamaların her ikisi de yüksek aşınmaya sahiptir. Fakat oksit/grafit kaplama tek tabakalı oksit kaplamaya göre daha üstündür çünkü düşük sürtünme katsayısına (0,22) ve kuru sürtünme testi sırasında çelik akranlarıyla iyi bir uygunluk sergiler. Oksit kaplama Al-Si alaşım altlığının aşınma direncini artırmıştır. Fakat çelik akranları üzerinde aşırı aşınmaya sebep olmuştur. Oksit tabakasına yağlayıcı grafitin birleştirilmesiyle oluşan oksit/grafit kompozit kaplama yüksek aşınma direnci ve düşük sürtünme katsayısı göstermiştir. Grafitin kompozit kaplama gözeneklerini doldurduğu ve geliştirilmiş aşınma direnci için yağlayıcı olarak davranma faydasına sahip olduğu tespit edilmiştir.

J. A. Curan, T. W. Clyne'nin bu çalışmasında [131] BS Al-6082 alüminyum alaşımı üzerine tetra-sodyum pyrofosfat, sodyum silikat, potasyum hidroksit çözeltisi içerisinde MAO yöntemiyle 100µm kalınlığında seramik kaplama oluşturarak kaplamanın nispeten az bilinen termo-fiziksel özellikleri ve bu özelliklerin mikro yapı ve proses şartlarıyla nasıl ilişkilendirilebileceği araştırılmıştır. Altlık malzemeden ayrılan kaplamanın termal genleşme katsayısı 8 mikro strain K⁻¹ civarında olduğu bu değerin yoğun alumina ile benzer olduğu bu özelliğin faz bileşimi ve mikro yapıya çok fazla etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Sandeviç kaplı (her iki tarafı kaplanmış) altlıkların ankestra eğilmesinde ve tek tarafı kaplanmış (bi-material) düşük sıcaklığa soğutulmasıyla oluşan eğriliğin ölçülmesiyle

hesaplanan düzlem (in plane) elastite modülleri yaklaşık olarak 10–40 GPa aralığında bulunmuştur. Bu değerin çok kristalli tamamen yoğun alüminadan beklenen 370 GPa düşük çıkmasının mikro çatlak ağı ve mikro gözeneklerden kaynaklanabileceği belirtilmiştir. Bu küçük değerin iyi şekil değiştirme toleransı vermesi ve diferansiyel termal genleşme tarafından sevk edilen soyulmaya olan direncine faydalı olacağı umulmaktadır.

A. L. Yerokhin, A. Shatrov ve çalışma arkadaşlarının bu çalışmasında [132] alüminyum alaşımlarına oksit seramik kaplama oluşturmak için ilk kez kilo Hertz aralığında darbeli çift kutuplu (bipolar) akım kullanan ileri MAO işlemi çalışılmıştır. Akım darbe frekansının tabaka büyüme kinetiğinde ve prosesin enerji verimliliği üzerindeki etkileri tartışılmıştır. Geleneksel 50 Hz AC MAO işlemi kullanılarak oluşturulan kaplamayla karşılaştırıldığında 1–3 frekans aralığında, tabaka büyüme hızı 0,5 den 1, 1,61 ve 3,21 $\mu\text{m dak}^{-1}$ 'e arttırılabilir ve gözenekli dış tabakanın hacim kısmı toplam tabaka kalınlığının % 25 inden % 20 ye, % 15'e, % 10'a indirilebilir. Gözeneklikte hafif bir artış olmasına rağmen, iç tabaka birçok tribolojik uygulamalar için yeterli olabilen, nispeten yüksek 1200–1500 HK₂₅ sertliklerini ve iyi yapışmalarını ($L_{c2}=60$ N) muhafaza ederler. Gözenekli tabaka kalınlığının sadece %10-15'ni kapsadığı 50-70 μm kalınlığında yoğun ve homojen yüzey tabakaları oluşturulduğu zaman, yeni darbeli bipolar akımlı MAO (PBC-MAO) işlemi kaplama morfolojisinde nicel gelişme sağlar. Yapılan ilk karakterizasyon çalışması, kaplama faz kompozisyonunda ve PBC-MAO filmlerindeki küçük alaşım elementlerinin dağılımında bazı farklılıkların ($\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazının yokluğu ve tersine dönüşmüş Si-Cu dağılımları) olduğunu açığa çıkarmıştır. Yeni PBC-MAO kaplamalarının tam olarak optimizasyonu ve oluşturulan kaplamaların kompozisyon-yapı-özellik ilişkilerinde daha kapsamlı bilgi sağlanması için çok daha detaylı araştırmaya ihtiyaç olduğu belirtilmiştir.

Tongo Wei ve arkadaşları [91] Al-Cu-Mg alaşımı (2024 Al alaşımı) üzerine, alkali silikat elektrolit çözeltisi içerisinde mikroark yöntemini kullanarak kalın ve sert seramik kaplamalar oluşturmuşlardır. Mikroark oksidasyon kaplamalarının mikro yapı, faz kompozisyonu, korozyon direnci, sürtünme ve aşınma davranışları ve darbeye maruz Al alaşım bloklarının darbe toklukları incelenmiştir. Ayrıca mikroark

oksidasyon kaplamalarının darbeye maruz yüzeyleri ve kesit alanları elektron taramalı mikroskopla gözlenmiştir. Sonuçlar mikroark oksidasyon kaplamalarının ağırlıklı olarak γ -Al₂O₃ içeren ve Al-Si-O gözenekli gevşek dış bölge ve ağırlıklı olarak α -Al₂O₃ içeren yoğun iç bölge olmak üzere ikiye ayrılabilir. Kalın kaplamalar bir dereceye kadar ince kaplamaya göre daha zayıf korozyon direnci göstermesine rağmen mükemmel korozyon direnci gösterirler. Farklı kalınlıklı mikroark oksidasyon kaplamalarının farklı korozyon direnci göstermesi farklı mikro kompozisyonları ve mikro yapılarıyla alakalıdır. Alüminyum alaşım altlığının darbe tokluğu aşırı yüksek sertlikli mikroark oksidasyon kaplamalarıyla yapılan modifikasyondan sonra azalmıştır. Bu durum alüminyum alaşım altlıklarındaki mikroark oksidasyon kaplamalarının darbeli çalışma koşulları için uygun olmayabileceği anlamına gelebilir. Gevşek dış tabakanın aşındırılarak uzaklaştırılmasından sonra parlatılmış yoğun iç kaplamaların mükemmel aşınma ve korozyon direncine ve altlığa güçlü bir şekilde yapışma özelliğine sahiptirler ve ticari 4838 yağlama yağının yağlanması altında aşınma direnci önemli bir şekilde artma göstermiştir. Yağla yağlanmış şartlar altında, parlatılmış 100 µm kaplamanın sürtünme katsayısı kuru kayma şartları altındaki sürtünme katsayısının 1/10'u aşınma hızı ise kuru kayma şartları altındaki aşınma hızının 1/1000'u kadardır. Ağırlıklı olarak sert α -Al₂O₃ ten oluşan mikroark oksidasyon kaplamaları, alüminyum alaşım esaslı parçaların korozyon ve aşınmasını önleyen geleceği parlak uygulamalar bulabileceği belirtilmiştir.

Hanhua Wu, Jianbo'nın bu çalışmasında [133] normal kompozisyonlu alüminyum üzerine, sodyum hidroksit 2 g/l ve 4 g/l sodyum silikat elektrolit çözeltisi içerisinde, MAO tekniğiyle ultra-sert seramik kaplama oluşturulmuştur. Anot akım yoğunluğu (Ja) ve katot akım yoğunluğunun anot akım yoğunluğuna oranının (Jc/Ja), kaplamanın mekaniksel ve korozyon direncine etkisi, mikro sertlik ve çukurcuk (pitting) korozyon testleri yapılarak incelenmiştir. Yüksek anot akım yoğunluğunda hazırlanan kaplamaların ağırlıklı olarak α -Al₂O₃ düşük anot akım yoğunluğunda hazırlanan kaplamaların ise hemen hemen γ -Al₂O₃ fazından oluştuğu tespit edilmiştir. Mikro sertlik testleri kaplamanın yüksek mikro sertliklere sahip olduğunu ve en yüksek mikro sertliğin anodik akımın Ja=15 A/dm² ve Jc/Ja=0,7 olduğunu göstermiştir. Korozyon testleri de Jc/Ja oranının değişmesiyle kaplamaların mikro

yapılarının çok fazla etkilendiğini göstermiştir. Anot ve katot akım yoğunluklarının değiştirilmesi sayesinde Al alaşımları üzerindeki kaplamanın kompozisyon, mikro yapı, mekaniksel ve korozyon direnci gibi özellikleri de geniş bir şekilde değiştirilebilmektedir. Mükemmel çukurcuk korozyon testi performansının muhtemelen $J_a=15 \text{ A/dm}^2$ ve $J_c/J_a=0,7$ akım değerlerindeki elde edilen kaplamanın sıkı yoğunluktaki yapısından kaynaklandığı belirtilmiştir. Bu olayın gelecekte daha fazla araştırılmasına ihtiyaç olduğu belirtilmiştir.

Xin-Shi-Gong, Song Li-Xin, Zhao ve arkadaşları [134] nominal kompozisyonlu alüminyum alaşımına NaAlO_2 (10 g/l) ve 2 g/l KOH içerisinde MAO kaplaması yaparak kaplamanın kompozisyon ve mikro yapısını incelemişlerdir. MAO kaplaması alüminyum alaşım altlığından ayrılarak termal genleşme katsayısı 573–1073 °K sıcaklığında $7.38 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ olarak belirlenmiştir. Kaplamanın 873 °K'deki termal etkilere dayanabildiği tespit edilmiştir. Bu alüminyum oksit kaplamalarının iyi termal şok direncine ve altlık malzemeye iyi tutunma özelliğine sahip olduğunu gösterir. Kaplama yoğunluğu 3.47 gr/cm^3 olup bu değer $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ in yoğunluğuna çok yakındır. Fakat XRD sonuçları kaplamadaki $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ miktarını % 64±4 olarak belirlemiş olup bu farklılığın kaplamadaki birçok gözenekten kaynaklandığı belirtilmiştir. Çekme deneyi testlerinde numune üzerindeki alüminyum oksit kaplamalarının büyük bir alan içerisinde altlık malzeme üzerinde sıyrılarak kavladığı gözlemlenmemiştir. Bu ise alüminyum oksit kaplamasının altlık malzemeye mükemmel bir yapışma özelliğine sahip olduğunu gösterir.

J. A. Curran ve arkadaşları [136] alüminyum üzerine MAO yöntemiyle oluşturulan kaplamaların mikro yapısını çalışarak kaplama oluşum şartları ve kaplamaların termal iletkenlikleri hakkında sonuç çıkarmışlardır. Kaplamaların termal iletim katsayısı nispeten küçük (yaklaşık $1 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$) bulunmuştur. Kaplamaların nispeten düşük termal iletkenliğe sahip olması oldukça küçük tane boyutu ve önemli bir oranda yüksek amorf faz gösteren mikro yapıyla açıklanabileceğini belirtmişlerdir. Ayrıca ölçülen termal iletkenliklerin önemli bir gözenekliliğin yokluğuna rağmen düşük çıkması bu gibi kaplamaların iyi yapışmalarından dolayı termal bariyer tabakası olarak kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

Samir H. Award ve arkadaşları [138] MAO kaplaması üzerine ark iyon kaplama yöntemiyle TiN kaplama yaparak iki katlı kaplama oluşturmuşlardır. İki katlı kaplamaların karakterizasyonu yapılarak, tribolojik özellikleri tespit edilmiştir. İki katlı kaplamalar çok yüksek sertlik ve aşınma direncine sahip olup aşınma dirençleri ve mekaniksel ve tribolojik özellikleri tek katlı MAO kaplamalarından daha iyidir. -10 V bias voltajı ve 1 Pa gaz basıncında biriktirilen kübik TiN(220)/Al₂O₃ dubleks kaplamalar en düşük sertlik ve aşınma testlerinde en kötü performansı göstermişlerdir. -80 V bias voltajı ve 0,5 Pa gaz basıncında en yüksek sertlik ve aşınma testlerinde en iyi performans göstermişlerdir. Orta kalınlıktaki Al₂O₃ kaplamalar yüksek temas yüklerindeki kayma aşınmasında yüksek yük taşıma sağlaması açısından önemli olduğu belirtilmiştir.

H. Y. Zheng ve arkadaşlarının çalışması [139] 2024 Al alaşımı üzerine farklı Na₂WO₄ konsantrasyonlarında oluşturulan MAO kaplamalarının faz kompozisyonu, mikro yapı ve aşınma performansını değerlendiren bir araştırmadır. Elde edilen sonuçlar Na₂WO₄ konsantrasyonunun MAO işleminin davranışında ve MAO kaplamalarının kalitesinde direkt etkisi olduğunu göstermiştir. Kaplama kompozisyonunun α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ ve küçük miktarda W fazından oluştuğu bulunmuştur. Na₂WO₄'in elektrolite katılmaması durumunda MAO prosesi başarılı bir şekilde ilerleyememiş ve elde edilen kaplama yumuşak ve gevşek bir tabakadan oluşmuştur. Elektrolit içerisindeki Na₂WO₄ konsantrasyonunun artırılması mikro deşarj aşamasındaki çalışma voltajının düşmesine neden olmuştur. Çalışma voltajının düşmesiyle deşarj sıcaklığı düşer ve α -Al₂O₃ dönüşüm hızı daha küçülür. Böylece kaplamadaki α -Al₂O₃ faz kalınlığı ve içeriği düşmüştür. Mikro sertlik ve aşınma direncinin her ikisi de α -Al₂O₃ faz içeriği artarken artmıştır.

Shi-Gang Xin ve arkadaşları [140] 2024 alüminyum üzerine 4A dm⁻² sabit akımla Na₂SiO₃ ve KOH çözeltisi içerisinde seramik kaplama oluşturmuşlardır. X-Işınları saçılımı ve elektrik probe mikroskop analiziyle kompozisyon ve yapı analizleri yapılmıştır. Diferansiyel termal analiz (DTA), termal dilatometre (TD) ve çekme testleri yardımıyla kaplamanın yoğunluk, gözeneklilik, termal özellikler ve yapışma mukavemeti araştırılmıştır. Sonuçlar kaplamanın α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃, mullite ve az miktarda amorf silikon oksitlerin oluştuğunu ve az miktarda da amorf oksitin

çoğunlukla kaplamanın dış tabakasında fazla olduğunu göstermiştir. Kaplama yoğunluğu $2,88 \text{ gr.cm}^{-3}$ ve gözenekliliği % 13-16 dır. TD-DTA sonuçları 815°C civarında zayıf bir ekzotermik pikin olduğunu ve bu pikin kaplamada amorf SiO_2 fazının kristalleşmesine tekabül ettiğini belirtmiştir. Kaplamanın termal genleşme katsayısı $6,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ olarak bulunmuştur. Kaplama 600°C lik termal şoklara dayanabilmektedir. Bu ise kaplamanın iyi bir termal şok direncine ve altlık malzemeye yapışma mukavemetine sahip olduğunu belirtir. Çekme test sonuçları kaplamanın altlığa yapışma mukavemetinin 20 MPa civarlarında olduğunu gösterir.

Changzheng Wang ve arkadaşları [141] ticari 2024 Al alaşımı üzerine testere ağzına benzer darbe (puls) meydana getiren yüksek voltaj güç kaynağıyla (maksimum voltaj genliği 1500 V ve maksimum frekansı 3000 Hz) farklı elektrolit çözeltisi içerisinde (iyonlarından ayrılmış (deiyonize) su içerisine Na_2PO_3 , Na_2SiO_3 , Na_2CO_3 ve KOH) MAO yöntemiyle seramik kaplama yapmışlardır. Bu çalışmada kaplama oluşumu incelenmiş ve kaplamaların Gr15 çeliğe karşı kayma aşınma testi yapılarak sürtünme/aşınma özellikleri tespit edilmiştir. Seramik kaplamanın oluşumunda üç aşamanın olduğu belirlenmiştir. İlk aşamada seramik partiküllerin oluşumu, ikinci aşamada testere ağızlı yapıda sinterleme büyümesi ve üçüncü aşamada ise tekrar erime ve sinterlemeyle kalınlık artışı. Seramik kaplamalar $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve amorf alümina karışımından oluşmuştur. Farklı elektrolitlerde üretilen seramik kaplamalardaki kimyasal elementler değişmiştir. Fosfat elektrolitte elde edilen seramik kaplamalardaki kimyasal elementler kaplama derinliği boyunca değişmiştir. Aynı zamanda Gr15 çeliğe karşı yapılan sürtünme ve aşınma test sonuçları 15 saatten sonra seramik kaplamada ağırlık kaybının olmadığını göstermiştir.

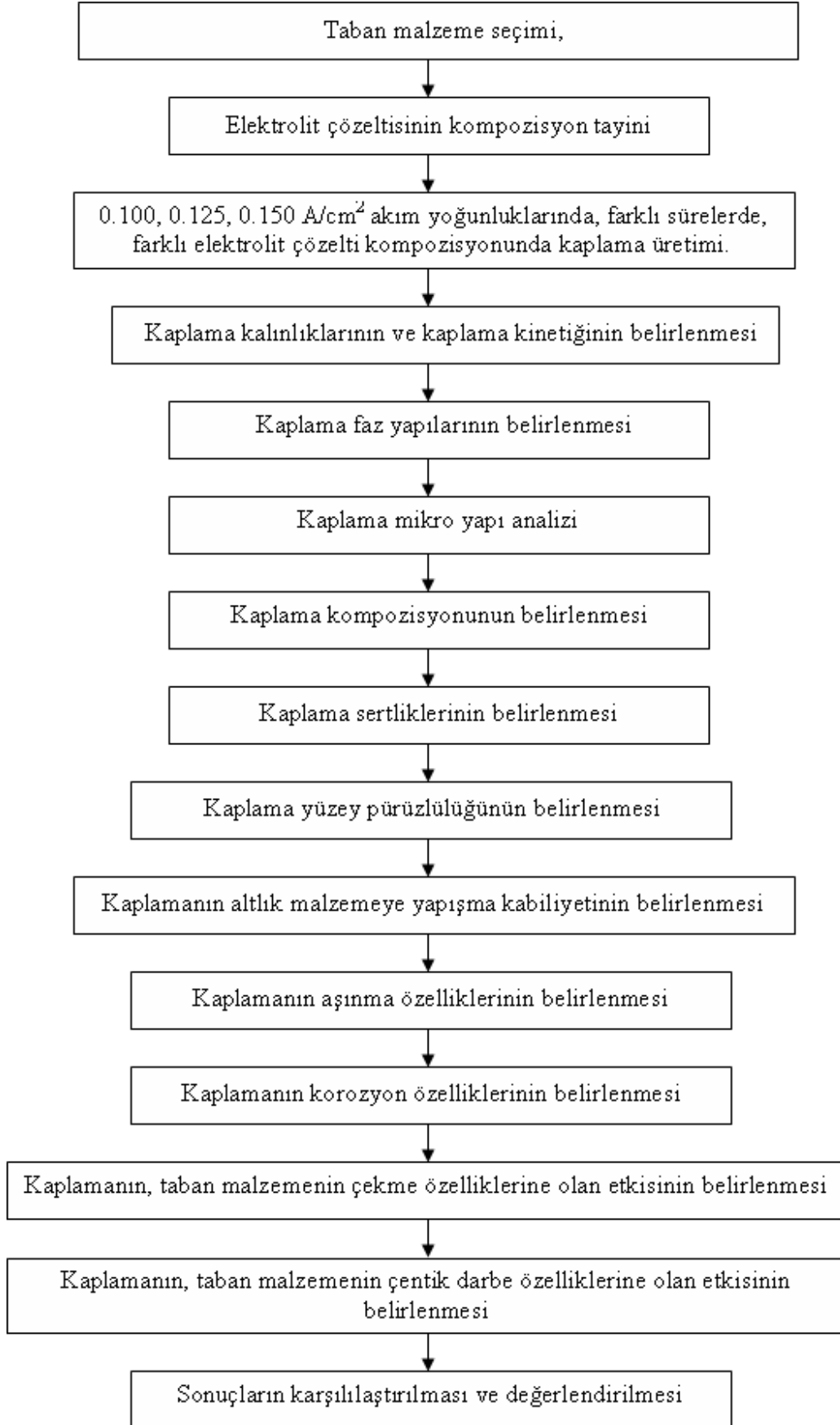
8. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalarda kullanılan kaplamalar üç farklı taban malzemesi üzerine mikroark oksidasyon (MAO) yöntemi kullanarak, farklı elektrolit kompozisyonlarında, farklı akımlarda, farklı kaplama süreleri ve buna bağlı farklı kaplama kalınlıkları seçilerek üretilmiştir.

Farklı kaplama parametrelerinde üretilen kaplamaların kalınlıkları Eddy akım yöntemiyle, kaplama kalınlığı boyunca kaplama içerisindeki elementlerin nasıl değiştiği kıvılcım boşalmalı optik yayılım spektrometresi (GD-OES), kaplama faz yapısı X-ışınları kırınımı tekniği (X ışınları difraksiyonu-XRD) kullanılarak belirlenmiş, kaplama sertlikleri mikro sertlik cihazı ile Vickers cinsinden hesaplanmıştır. Kaplamaların taban malzemesine yapışma ölçülerini belirlemek için çizik testleri yapılmıştır. Yapılan kaplamaların disk üzerinde bilye (pin-on disc) aşınma deneyleri ve korozyon deneyleri yapılmıştır. Ayrıca yapılan MAO kaplamalarının altlık malzemelerinin çekme ve çentik darbe özelliklerine olan etkisini belirleyebilmek için çekme ve çentik darbe deneyleri yapılmıştır.

8.1 Deneylerin Yapılışı

Taban malzemesi olarak 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımları kullanılmıştır. Çalışmaların yürütülmesinde takip edilen yol belli bir sistem çerçevesinde belirlenmiştir. Şekil 8.11’de verilen sistematik yapı, çalışma başlangıcında yapılan taban malzemesi seçimi evresinden üretilen numunelerin mikro yapısal ve mekaniksel özelliklerinin belirlenmesi için analizlerin yapılması ve değerlendirilmesi ile çalışmanın sonlandırılmasına kadar izlenecek yolu genel kademeleri ile göstermektedir.



Şekil 8.1: Çalışmada izlenen yolun sistematik akış diyagramı

8.1.1 Taban malzemesi seçimi

Bu çalışmada endüstride özellikle havacılık ve otomotiv de yaygın kullanım alanına sahip olan 2017A, 6061, 7039 alüminyum alaşımları incelenmiştir. Alaşımlar T6 ısıt işlemleri görmüştür. Çalışmada kullanılan taban malzemelerinin kimyasal kompozisyonu spektral analiz tekniği ile belirlenerek Tablo 8.1 de verilmiştir.

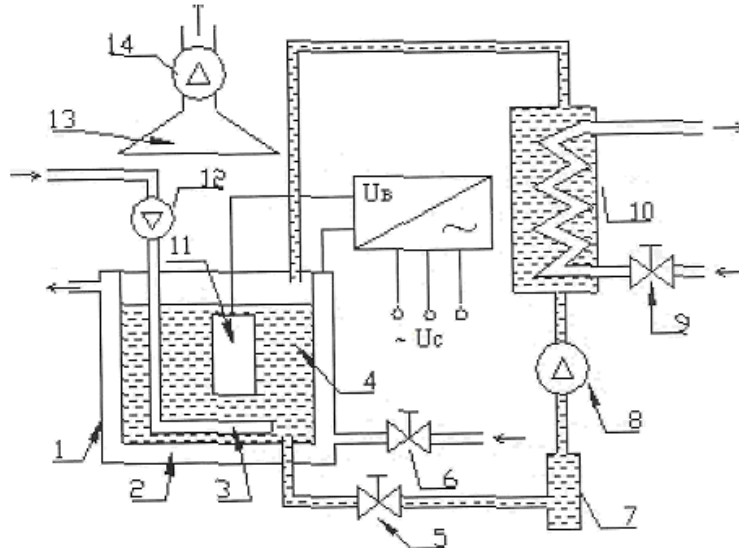
Tablo 8.1: Taban malzemesi olarak seçilen alüminyum alaşımlarının kimyasal kompozisyonu (% ağırlıkça)

Alaşım	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr
2017A	0,53	0,25	4,34	0,60	0,76	86*	0,17	0,02	0,02
6061	0,70	0,57	0,35	0,14	1,15	0,29	0,24	0,040	
7039	0,068	0,139	0,081	0,266	2,25	0,198	4,12	0,012	0,0008

*ppm

8.1.2 Kaplamaların üretimi

Kaplamalar “Mikroark Oksidasyon” (MAO) yöntemi kullanarak Şekil 8.2’de gösterilen MDO-100WS su soğutmalı mikroark oksidasyon cihazında yapılmıştır



1. Elektrolit banyosu; 2. Soğutma suyu geçiş haznesi; 3. Hava üfleme borusu (elektroliti karıştırmak ve soğutmak için); 4. Elektrolit; 5. Vana; 6. Vana; 7. Filtre; 8. Pompa; 9. Vana; 10. Eşanjörlü tank; 11. Numune; 12. Kompresör; 13. Gaz çıkış bacası; 14. Aspiratör fanı.

Şekil 8.2: Mikroark oksidasyon kaplama sistemi

Alternatif akımla çalışan cihazın gücü 100 kW olup en fazla 300 ampere kadar akım çekeabilmekte ve anotla katot arasında 0-1000V aralığında potansiyel uygulayabilmektedir.

Taban malzemeler kaplama yapılmadan önce uygun ölçülerde (45 mm x 25 mm x 4 mm) kesilmiş, kesilen bu numunelerin kaplama ünitesi numune tutucusuna bağlanabilmesi için ortalarından 4 mm çapında delikler açılmıştır. Numune yüzeyleri 180, 600 ve 1200'lük zımparalar ile parlatılmıştır. Bu işleminden sonra numuneler saf su ve aseton ile temizlenerek kaplama işlemi için hazır hale getirilmiştir. MAO kaplamaları için hazırlanan bu numuneler uygun aparata bağlanarak kaplama ünitesine anot olarak bağlanmıştır.

Kaplama için gerekli olan elektrolit çözeltisi ve kompozisyonu, kaplama süresi ve uygulanacak akım yoğunluğu gibi kaplama parametreleri literatür desteği ve denemeler sonucunda alınan verilerin değerlendirilmesi ile tespit edilmiştir. Alüminyum alaşımlarının kaplanması kaplama parametresi olarak iki farklı çözelti kompozisyonu, beş farklı kaplama süresi ve üç farklı akım yoğunluğu seçilmiş olup Tablo 8.2 de verilmiştir.

Tablo 8.2: Kaplama parametreleri

Kaplama taban malzemesi	Al 2017A, Al 6061, Al 7039
Elektrolit kompozisyonu 1	8,5 gr/lt $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 2 gr/lt KOH, saf su
Elektrolit kompozisyonu 2	4 gr/lt $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 2 gr/lt KOH, saf su
Kaplama süresi (dk)	30, 60, 90, 120, 150
Kaplama akım yoğunluğu (A/cm^2)	0,1, 0,125, 0,150

Elektrolit çözeltisi içerisindeki $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ iletkenlik için, KOH ise çözelti pH'ını ayarlamak ve iletkenlik için kullanılmıştır. Kaplama boyunca elektrolit sıcaklığı 35 °C'yi geçmeyecek şekilde soğutma yapılmıştır. Kaplama işleminden sonra kaplamalar akan su altında iyice yıkanıp 70 °C yi aşmayacak şekilde sıcak havayla kurutulmuştur.

8.1.3 Kaplamaların karakterizasyonu

8.1.3.1 Kaplama kalınlıklarının ölçümü

Kimyasal bileşim, mikroyapı, porozite, yoğunluk ve iç gerilmenin yanı sıra kaplama kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, sertlik ve tokluğun kaplamaların tribolojik performansı üzerinde güçlü bir etkisi vardır. Özellikle kalınlık, kaplamaların sürtünme korozyon, porozite ve diğer mekaniksel özelliklerini tanımlamada etkilidir. Doğru kaplama kalınlığı seçiminde kaplama içindeki iç gerilmeler, kaplamanın sertliği ve kaplama ile taban malzemesi arasındaki yapışma göz önüne alınmalıdır. Kaplama kalınlıklarının ölçümü Fischer marka Eddy akım metoduyla çalışan kalınlık ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Kaplama kalınlıkları 20 farklı noktadan ölçülerek ortalama ve standart sapmaları bulunmuştur.

8.1.3.2 Kaplama yüzey pürüzlülüğünün ölçümü

Numunelerin kaplama öncesi ve sonrası yüzey pürüzlülükleri ise Vecoo Dektak⁸ marka mekanik profilometre ile belirlenmiştir. Bu profilometre elmas sivri bir ucun kaplama yüzeyinde gezdirilmesi sırasında sivri ucun kaplama yüzeyindeki girinti ve çıkıntılardan geçirilerek kaplamanın yüzey profilini çıkartılması prensibine dayalı olarak çalışır. 2 mm boyunda 32 farklı yerden doğrusal olarak tarama yapılarak yüzeyin üçboyutlu pürüzlülük profili ve ortalama pürüzlülük değeri (R_a) belirlenmiştir.

8.1.3.3 Kaplama sertlik ölçümleri

Kaplanmış bir yüzeyin tribolojik davranışını etkileyen en önemli parametrelerden biri kaplamanın sertliği ve taban malzemesi sertliğiyle olan ilişkisidir. Bu çalışmada kaplamalar sertlik ve mikro yapı incelemeleri için kesilerek bakalite alınmıştır. Bakalite alınan bu numuneler zımparalanıp parlatılmış optik mikroskopta incelenerek kalınlık kesitinden fotoğrafları çekilmiştir. Kaplama sertlik ölçümleri Zeiss optik mikroskop üzerine takılı Anton Paar Vickers sertlik ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Kaplama kalınlığı boyunca kaplama ara yüzeyinden eşit uzaklıklarda kaplama

kalınlığına bağılı olarak deęiřik sayıda sertlik ölçümleri yapılmıřtır ve ortalaması alınmıřtır. Uygun sertlik ölçümleri alabilmek için ölçümlerde 70 gram'lık yük kullanılmıřtır.

8.1.3.4 X-ışınları kırınımı ile faz tayini

Bu çalışmada kaplamaların faz tayini için Rigaku marka X-ışınları kırınım yöntemi ile faz analizi yapan cihaz kullanılmıřtır. X-ışınları dedektörü ile 15 dereceden 90 dereceye kadar 2 derece/dk hızla tarama yapılarak kırınıma uğramıř X-ışınları demeti toplanarak faz tayini yapılmıřtır. X-ışınları analizinde Cu K α ışıını yapan bakır anotlu X-ışınları tüpü kullanılmıřtır.

8.1.3.5 Kaplama kompozisyonunun belirlenmesi

Farklı taban malzemelerine yapılan kaplamaların kompozisyonunun belirlenmesi için Kırılma boşalmalı optik yayılım spektrometresi (GD-OES) kullanılmıřtır. Kaplama kalınlığı boyunca kaplama yüzeyinden taban malzemesine doęru kaplama içerisindeki elementlerin nasıl deęiřtięi belirlenmiřtir.

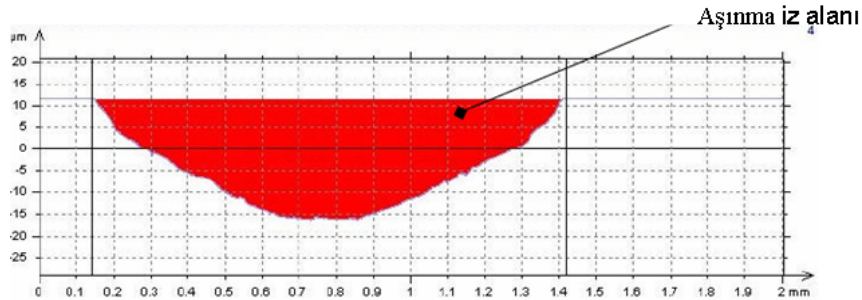
8.1.3.6 Kaplamanın altlık malzemeye yapışma özellięinin belirlenmesi

Kaplamaların altlık malzemesine yapışma özellięinin incelenmesi amacıyla çizik testi uygulanmıřtır. Bu test, çizici uç olarak standart Rockwell C elmas uçun kullanıldıęı Nanovea markalı çizik test cihazında yapılmıřtır. Deney yapılacak numune üzerinde boydan boya kaplama kalkana kadar çizikler oluřturulmuřtur. Çizik testleri esnasında, her bir kaplama numunesine 10 mm/dk çizme hızı ve 100 N/dk yükleme hızı kullanılmıřtır. Çizici uç üzerine yerleřtirilmiř algılayıcılar yardımı ile çizik testi esnasında oluřan normal yük sürtünme kuvveti bir bilgisayar yardımıyla kaydedilmiřtir. Bu tez çalışmasında çizik testleri sonucu elde edilen çizik izleri optik mikroskop yardımıyla incelenmiř, sürtünme kuvvetindeki ani deęiřimler dikkate alınarak üretilen her bir kaplama için kritik yükler (L_c) belirlenmiřtir. Kritik yüklerin belirlenmesinin yanı sıra çizik izleri optik mikroskop altında incelenerek çatlak paternlerinin türü belirlenmiřtir.

8.1.4 Aşınma deneyleri

Aşınma deneyleri, disk üzerinde bilye yöntemine göre çalışan salınım hareketli (reciprocating), “CSM tribometer” aşınma test cihazında kuru ve yağlı sürtünme koşullarında gerçekleştirilmiştir. Kaplanmış numuneler aşınma testi öncesi etil alkol ve saf suyla iyice temizlenip kurutulmuştur. Kuru ve yağlı ortamda yapılan aşınma deneyleri esnasında karşı aşındırıcı malzeme olarak 6 mm çapında tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır. Kuru ve yağlı ortamda yapılan aşınma deneyleri 20 ± 2 °C sıcaklıkta ve $\% 50 \pm 2$ nem seviyelerinde 5N yük kullanılarak yapılmıştır. Kuru ortam aşınma deneylerinde kayma hızı 0,30 m/s, kayma mesafesi genliği (motor 1 devir yaptığında bilyanın temasta bulunduğu mesafe) 24 mm, toplam kayma mesafesi ise 2500 m dir. Yağlı ortam koşullarında yapılan aşınma deneylerinde ise kayma mesafesi 8000 m dir. Yağlayıcı olarak sentetik vücut sıvısı kullanılmıştır.

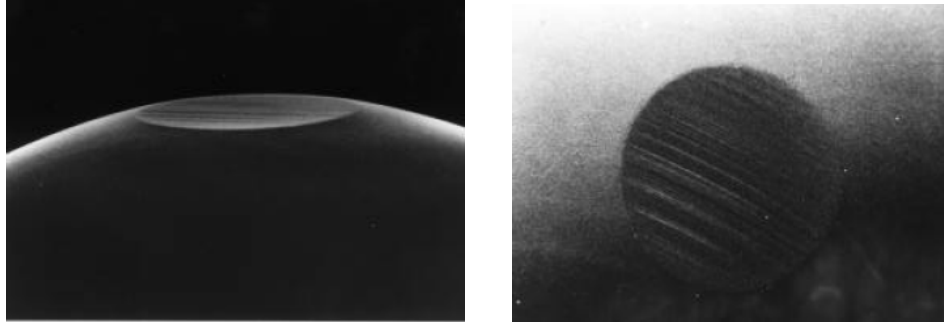
Aşınma deney süresince sürtünme katsayı ve kayma mesafesi arasındaki değişimi bilgisayar yardımı ile sürekli olarak kaydedilmiştir. Her bir aşınma deneyinden sonra kaplamalardaki ve karşı malzeme olarak kullanılan bilyelerdeki aşınmalar incelenmiştir. Aşınma deneylerinde kaplamaların yüzeylerinde oluşan aşınma iz profilleri Vecoo Dektak⁸ marka yüzey profilometresi kullanılarak Şekil 8.3’ deki gibi elde edilmiştir. Elde edilen bu iz profillerden kaplamaların yüzeylerinde oluşan aşınma iz alanları hesaplanmıştır.



Şekil 8.3: Aşınma sonrası aşınma iz alanının yüzey profilometresi ile ölçümünün görünümü

Aynı zamanda karşı malzeme olarak kullanılan bilyelerde aşınma meydana geldiğinden bilyelerdeki aşınma izleri de optik mikroskop yardımı ile Şekil 8.4’deki gibi belirlenerek bu optik mikroskop görüntülerinden bilyelerde meydana gelen aşınma iz çapları bulunmuştur.

Aşağıda verilen 8.”1” nolu eşitlik kullanılarak bilye aşınma hızı 8.4 nolu eşitlik kullanarak da kaplanmış numune aşınma hızı hesaplanır.

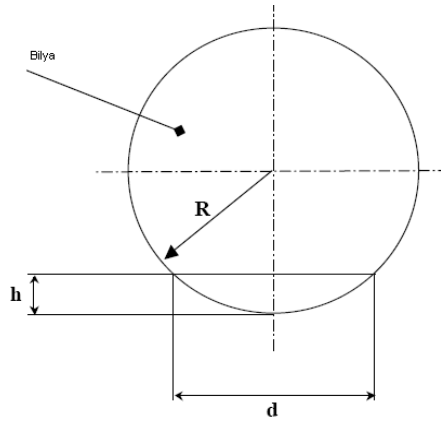


Şekil 8.4: Bilyenin aşınan kısmının görünümü

Bilye aşınma hızı:

$$W_b = \frac{V}{D F_N} \quad (8.1)$$

Burada D kayma mesafesi, F_N yüzeye etkiyen normal yük, V küresel bilyenin aşınan kısmının hacmidir. Şekil 8.5’te bilye aşınma hacminin hesaplanmasında kullanılan terimlerin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 8.5: Bilye aşınma hacminin hesaplanmasında kullanılan terimlerin şematik gösterimi

Küresel bilyenin aşınan kısmının yüksekliği:

$$h = R - \sqrt{R^2 - \frac{d^2}{4}} \quad (8.2)$$

Küresel bilyenin aşınan kısmının hacmi:

$$V = \frac{1}{3} \pi h^2 (3R - h) \quad (8.3)$$

Numune aşınma hızı:

$$W_n = \frac{S}{L F_N} \quad (8.4)$$

S : Aşınan kısmın iz alanı

L : Kayma mesafesi (çevrim)

8.1.5 Korozyon deneyleri

Bütün korozyon deneylerinde kullanılan deney düzeneği Şekil 8.6 da gösterilmiştir. Korozyon deney düzeneği potansiyostat, hücre, mekanik karıştırıcı, bilgisayar ve hücre sıcaklığını ayarlayan banyodan oluşmaktadır. Sistem bilgisayarla kontrol edilmiş ve bütün veriler bilgisayara kaydedilmiştir.



Şekil 8.6: Korozyon deney düzeneği

Mikroark oksidasyon yöntemi ile farklı kaplama parametrelerinde kaplanan 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarının korozyon dirençlerini belirleyebilmek için 15x15 mm boyutlarında ve 2 mm kalınlığında numuneler alınmış ve çözeltiye açık yüzey alanı 1,04 cm² olan numune tutucuya yerleştirilmiştir.

Deneylerde klasik üç elektrotlu hücre kullanılmıştır. Kullanılan hücre camdan yapılmış bir hücre olup atmosfere açık şartlarda çalışma elektrotu, karşı elektrotu ve referans elektrotu olmak üzere üç elektrottan oluşmaktadır. Çalışma elektrotu olarak deney yapılacak olan numunenin yerleştirildiği $1,04 \text{ cm}^2$ yüzey alanına sahip olan numune tutucu, karşı elektrot olarak da 7 cm^2 yüzey alanına sahip platin levha kullanılmıştır. Referans elektrot olarak ise Ag/AgCl kalomel elektrot kullanılmıştır. Hücre ortamında mekanik karıştırıcı ile çözelti karıştırılarak çözelti içerisinde oluşan korozyon ürünlerinin yüzeyden uzaklaştırılması sağlanmıştır.

Elektrokimyasal ölçümler için Voltalab 80 potansiyostat cihazı kullanılmıştır. Potansiyostat çözeltideki IR gerilim düşüşünü dengeleyen ve çalışma elektrotu ile referans elektrot arasındaki potansiyel farkını istenilen değerde sabit tutan bir cihazdır. Yapılan deneysel çalışmada karşı ve çalışma elektrotlarının yanında bir referans elektrotunun yerleştirildiği bu hücre potansiyostata bağlanır. Çalışma elektrotu ile referans elektrotu arasındaki potansiyel fark potansiyostat ile sabit tutulur. Çözelti ortamında malzeme belirli bir potansiyele sahiptir. Akım çekmezken oluşan bu potansiyel değeri açık devre potansiyeli olarak adlandırılır. Açık devre potansiyeli daha negatif veya daha pozitif yapılan taramalar bu bölgede yüzeyde meydana gelen reaksiyonlar hakkında bilgi verir. Bu davranışlar incelenerek deneye tabii tutulan malzemenin elektrokimyasal özellikleri ile ilgili sonuca varılmaktadır [115].

Tafel ekstrapolasyon yöntemiyle korozyona uğrayan metal için anodik ve katodik Tafel eğrileri elde edilir. Elde edilen akım–potansiyel eğrilerindeki tüm potansiyeller Ag/AgCl kalomel elektroda göre verilmiştir. Elde edilen bu katodik ve anodik eğriler vasıtasıyla β_{Anodik} ve $\beta_{Katodik}$ eğriler ile E_{kor} potansiyel korozyon ve I_{kor} akım korozyon değerleri tespit edilir. Tespit edilen bu veriler vasıtasıyla malzemenin belirlenen ortamda belirlenen koşullarda elektrokimyasal özellikleri ve korozyonu hakkında yorum yapılır [118].

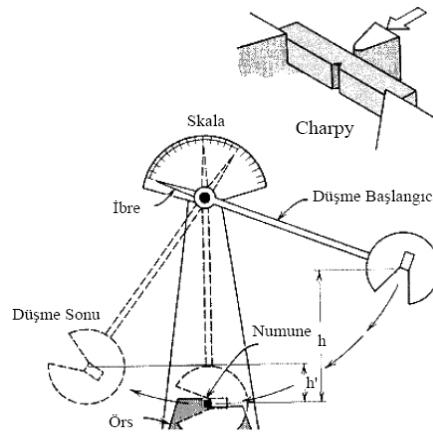
Bütün ölçümler, numuneler 0,5M NaCl çözeltisi içerisinde 72 saat bekletildikten sonra alınmıştır. Tafel eğrileri 25 °C sıcaklıkta, 0,5M NaCl çözeltisinde 0 ile -2000 mV aralığında, 5 mV/sn tarama hızında anodik ve katodik yönde alınmıştır.

8.1.6 Çekme deneyleri

MAO kaplama yöntemi ile üretilen kaplamaların altlık malzemelerin çekme özelliklerine ve davranışına olan etkisini ve kaplama büyüme morfolojilerini belirlemek için kaplamasız ve kaplanmış çekme numuneleri Shimadzu marka çekme deney cihazında kopartılmış ve kopma yüzeyleri Philips marka taramalı elektron mikroskopu ile incelenmiştir. Çekme deney numune boyutları ASTM E 8M standartlarına uygun olarak hazırlanmıştır. Çekme deneyleri oda sıcaklığında ve 250 °C sıcaklıkta, 25 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiştir.

8.1.7 Çentik darbe deneyleri

Mikroark oksidasyon yöntemi ile yapılan kaplamaların, altlık malzemelerin kırılma davranışı üzerindeki etkisini belirleyebilmek için çentik darbe deneyleri yapılmıştır. Üç farklı taban malzemesinden her bir şart için üçer adet haddelme yönünde ve haddelemeye dik olacak şekilde, 10 mm x 10 mm x 55 mm ebatlarında, ortasından 2 mm çentik derinlikli ve 0,25 mm çentik ucu yarıçapı olan kare kesitli numuneler hazırlanmıştır. Bu numuneler farklı süre ve akım yoğunluklarında kaplama ünitesinde kaplanmıştır. Daha sonra her bir şart için üçer adet hazırlanan bu numuneler Şekil 8.7’de gösterilen çentik darbe test cihazında çentik darbe testine tabi tutulmuştur.



Şekil 8.7: Çentik darbe deney cihazı

Her bir malzemeyi kırmak için gerekli enerji kadrandan okunmuştur. Bu değerlerin ortalaması alınıp kesit alanına bölünerek kırılma tokluğu (veya kritik kırılma enerjisi) belirlenmiştir.

9. BULGULAR VE TARTIŞMA

9.1. MAO Kaplama Kinetiği

Şekil 9.1 “1” nolu çözelti, Şekil 9.2 “2” nolu çözelti içerisinde farklı alüminyum alaşımları üzerine yapılan MAO kaplamaları için kaplama süresi ve akım yoğunluğunun kaplama kinetiğine olan etkisini göstermektedir. Grafiklerden görüldüğü gibi kaplama kalınlığı her iki çözeltide yapılan kaplamalarda kaplama süresiyle artmaktadır. Kaplama kinetiği tüm akım yoğunluklarında yaklaşık olarak lineerdir.

Sundararajan ve Rama Krishna [127], Yerokhin ve arkadaşları [129] tarafından da benzer lineer kaplama kinetiği bildirilmiştir. Bu araştırmacılara göre üç önemli aşama MAO kaplama oluşumuna neden olur. İlk aşamada düşük iletkenlik bölgesindeki dielektrik kararlılığın kaybedilmesi neticesinde oksit tabakasının içerisinde deşarj kanalları oluşur. Bu bölge oluşan elektron çarpışmaları tarafından 10000 ⁰K kadar ısınır. Güçlü elektrik alanından dolayı elektrolit içerisindeki anyonik bileşimler kanal içerisine çekilir. Aynı zamanda yüksek sıcaklıktan dolayı alüminyum ve alaşım elementleri eriyerek kanal içerisine girer ve oksitlenir. İkinci aşamada oksitlenen bu alüminyum kanallardan elektrolitle temas halinde bulunan kaplama yüzeyine itilir. Böylece o bölgedeki kaplama kalınlığını artırır. En son aşamada deşarj kanalları soğur ve reaksiyon ürünleri deşarj kanal duvarlarına çökler. Bu işlem çok sayıda farklı bölgelerde tekrar ederek kaplama kalınlığında artışa neden olur. Kaplama büyüme hızı deşarj kanallarının metal yüzeyine ulaşması ve tabaka büyümesinin ara yüzey kontrollü olması şartıyla sabit kalır [68].

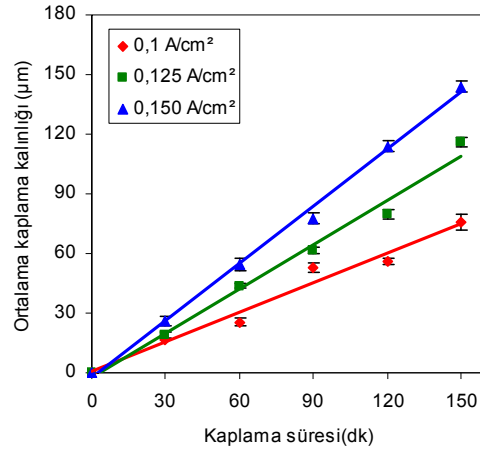
Akım yoğunluğunun 0,1 A/cm² den 0,150 A/cm² ye kadar artırılması kaplama oluşum hızını tüm alaşımlar için artırmıştır. “1” nolu çözeltide 0,1 A/cm², 0,125 A/cm² ve 0,150 A/cm² akım yoğunluklarında üretilen kaplamalarda 2017A alaşımı için hesaplanan lineer hız sabitleri sırasıyla 0,499, 0,742, 0,958 dır. 6061 alaşımı için

0,667, 0,915, 1,096 ve 7039 alařımı iin 0,548, 0,855, 0,956 dir. Buradaki lineer hız sabiti birim zamanda (dk) oluřturulan ortalama kaplama kalınlıėıdır. “2” nolu özeltide 0,150 A/cm² akım yoğunluėunda retilen kaplamalarda 2017A, 6061 ve 7039 alařımları iin lineer hız sabitleri ise sırayla 0,612, 0,604, 0,645 olup birbirlerine ok yakındır.

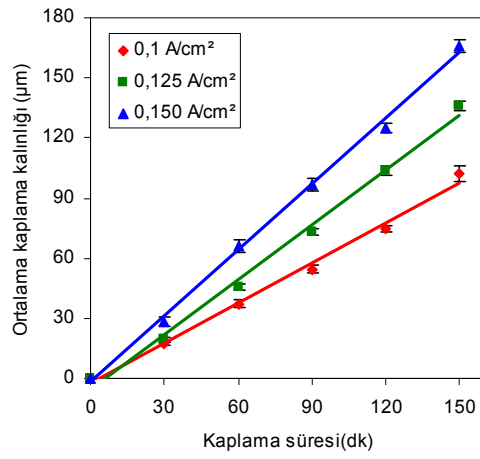
Akım ileten herhangi bir malzemedeki oksit seramik kaplama byme hızı yzeydeki mikro deřarjların sayı ve řiddetinin, mikro deřarj kanallarındaki enerji ıkıřının ve mikro deřarj oluřum frekansının bir fonksiyonudur. MAO iřlemi esnasındaki mikro deřarjların sayı ve řiddetinin uygulanan akım yoğunluėu ile yakın bir iliřkisi var olup uygulanan akım yoğunluėu ile artmaktadır [128]. Bu sebeple aynı alařım ve kaplama sresi iin kaplama kalınlıėı akım yoğunluėunun 0,1 A/cm² den 0,150 A/cm² ye ıkarılması ile artmıřtır.

MAO kinetiėi kaplama sırasında elektrolitten oksit filmine geen elektrolit bileřenleri tarafından etkilenir [141-144]. Aynı tr alařımlar iin iki farklı elektrolit kompozisyonunda 0,150 A/cm² akım yoğunluėu uygulayarak retilen kaplamalarda kaplama kalınlıkları dolayısıyla lineer hız sabitleri arasında byk farklılıklar vardır. Bu farklılık daha sonra X-ıřınları difraksion analizi ve kaplama kimyasal analizinde de daha tefarruatlı bir řekilde belirtileceėi gibi elektrolit özeltisi ierisinden kaplamaya dhil olan silisyumdan kaynaklanmaktadır.

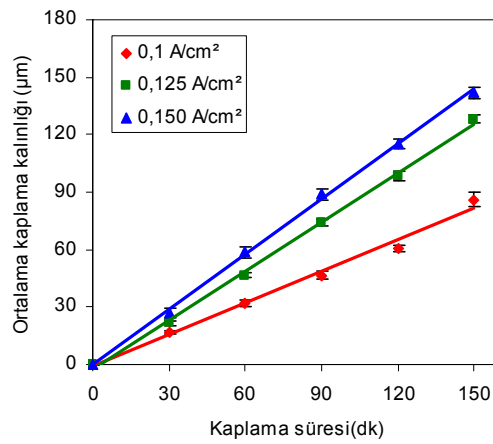
Aynı řartlarda farklı alminyum alařımlarına yapılan kaplamaların farklı kaplama kalınlıėına sahip olması ise farklı alařım elementlerine sahip olmalarıyla aıklanır. Farklı alminyum alařımları ierisinde farklı alařım elementlerinin farklı oranlarda bulunması farklı kaplama byme hızına neden olur. Alminyum alařımları ierisinde alařım elementlerinin bulunması saf alminyuma gre daha kk kaplama byme hızına neden olur. Alminyum alařımlarında oluřan ilk oksit filmi daha byk heterojenliėe sahip olacaėından mikro deřarjların intermetalik komponentler zerine alařım elementlerinin toplanmıř olduėu yerlere yerleřmesine, yzeyde mikro deřarj yoğunluėunun azalmasına ve oksit seramik kaplama byme hızının azalmasına neden olur [145].



(a)

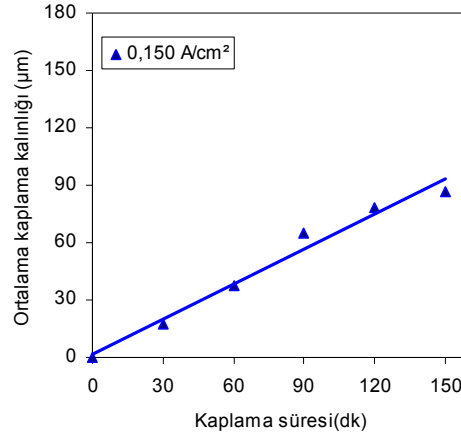


(b)

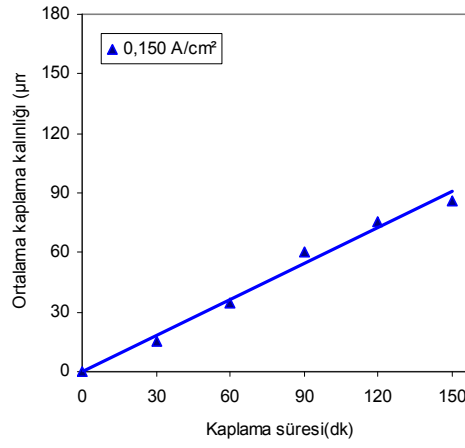


(c)

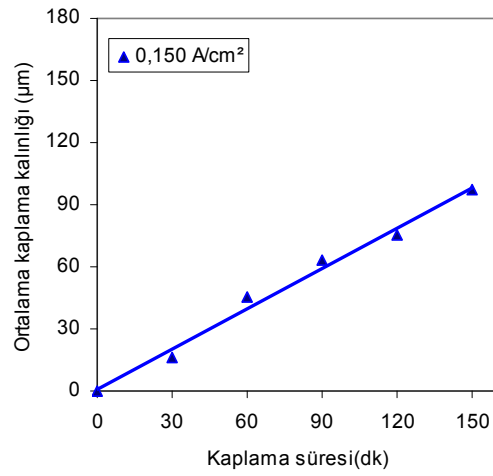
Şekil 9.1: Farklı alüminyum alaşımlarına “1” nolu çözeltide yapılan kaplamaların kaplama kalınlığının kaplama süresi ve akım yoğunluğu ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.2: Farklı alaşımlara “2” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların kaplama kalınlığının kaplama süresiyle değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.

9.2 X-Işınlari Kırınımı Analizi

Kaplama faz kompozisyonu yüzeyin mekaniksel ve tribolojik performansını, korozyon direncini belirleyen en önemli faktörlerden biridir. Bu sebeple konsantrasyonları farklı iki çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde, farklı alüminyum alaşımları üzerine yapılan mikroark oksidasyon kaplamalarının faz tayini için X-ışınları kırınım analizi yapılmıştır.

“1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımları üzerine farklı akım yoğunluklarında (0,1, 0,125 ve 0,150 A/cm²) ve sürelerde üretilen seramik kaplamaların x-ışınları kırınım paternleri sıra ile Şekil 9.3, Şekil 9.4 ve Şekil 9.5’de verilmiştir. Ayrıca “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde, belirtilen bu alüminyum alaşımları üzerine 0,150 A/cm² lik akım uygulayarak yapılan seramik kaplamaların x-ışınları kırınım paternleri de Şekil 9.6’da verilmiştir.

Farklı taban malzemelerine ait x-ışınları kırınım paternleri incelendiğinde “1” nolu çözeltide üretilen seramik kaplamaların daha çok ξ -Al₂O₃, γ -Al₂O₃, δ -Al₂O₃, α -Al₂O₃ ve mullit fazlarından oluştuğu görülür. Bu fazların miktarı ve kompozisyonu, yüzey tabaka kalınlığı ve mikro deşarj karakteristiğiyle ilişkilidir. Ayrıca şekillerin incelenmesinde Al’a ait kırınım paternlerinin de olduğu ve kaplama süresiyle birlikte kaplama kalınlığının artmasıyla azaldığı belirlenmiştir. Al’a ait bu kırınım paternlerinin taban malzemesinden geldiği düşünülmektedir.

2017A alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 30 dk süreyle 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamalar hariç diğer tüm kaplamalarda γ -Al₂O₃ fazı oluşmaktadır. Mullit fazı 0,1 ve 0,125 A/cm² akım yoğunlukları için 90 dk süre ile yapılan kaplamalardan itibaren oluşurken 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda ise ilk 30 dakikalık kaplamalardan itibaren oluşmaya başlar. α -Al₂O₃ faz oluşumu ise 0,1 ve 0,125 A/cm² akım yoğunlukları için 120 dk süre ile yapılan kaplamalardan itibaren oluşurken 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda ise ilk 90 dk kaplamalardan itibaren oluşmaya başlar. Buradan şu sonuç çıkarılabilir akım yoğunluğunun MAO kaplama faz miktarını belirlemede kaplama süresinden çok daha etkili olduğu söylenebilir.

6061 alüminyum alaşımına “1” nolu elektrolit çözeltisinde, 30 dakika süreyle tüm akım yoğunluklarında yapılan kaplamalar hariç diğer tüm kaplamalarda γ -Al₂O₃ fazı oluşmaktadır. Mullit fazı 0,1 A/cm² akım yoğunluğu için 120 dk süre ile yapılan kaplamalardan itibaren oluşurken 0,125 ve 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda ise sıra ile ilk 60 dk ve 30 dakikalık kaplamalardan itibaren oluşmaya başlar. α -Al₂O₃ faz oluşumu ise 0,1 A/cm² akım yoğunlukları için 120 dk süre ile yapılan kaplamalardan itibaren oluşurken 0,125 ve 0,150 A/cm² akım yoğunluklarında yapılan kaplamalarda ise ilk 90 dk kaplamalardan itibaren oluşmaya başlar.

7039 alüminyum alaşımına “1” nolu elektrolit çözeltisinde tüm kaplama süresi ve akım yoğunluklarında yapılan kaplamalarda γ -Al₂O₃ fazı oluşur. Mullit fazı 0,1 A/cm² akım yoğunluğu için 120 dk süre ile yapılan kaplamalardan itibaren oluşurken 0,125 ve 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda ise ilk 60 dakika süreli kaplamalardan itibaren oluşmaya başlar. Kaplamadaki α -Al₂O₃ faz oluşumu ise sadece 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda 120 ve 150 dk süre ile yapılan kaplamalarda oluşur.

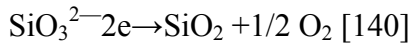
2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarına “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı sürelerde ve 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan seramik kaplamalarda ise γ -Al₂O₃, ξ -Al₂O₃, δ -Al₂O₃, α -Al₂O₃, Al₂O₃ ve mullit fazları oluşur. Kaplama süresi ile birlikte artan kaplama kalınlığıyla taban malzemelerindeki faz yapısı da değişmektedir. γ -Al₂O₃ fazı tüm kaplama sürelerinde 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamalarda oluşur. 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarında gözükmeyen ξ -Al₂O₃ fazı sadece 2017A taban malzemesine 90 dakika süreyle yapılan kaplamada varlığı tespit edilmiştir. Kaplamalarda oluşan δ -Al₂O₃ fazı 2017 alaşımı için 120 ve 150 dakika süreyle yapılan kaplamalarda oluşurken 6061 malzemesi için 30 dakikalık kaplama hariç tüm kaplama sürelerinde oluşmuş fakat 7039 alaşımına yapılan kaplamalarda bu faza rastlanılmamıştır.

“1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde yapılan kaplamaların birçoğunda gözükken mullit fazı “2” nolu çözelti içerisinde tüm alaşımlara yapılan kaplamalardan yalnızca 150 dakika süreyle 7039 taban malzemesine yapılan kaplamalarda görülmüştür.

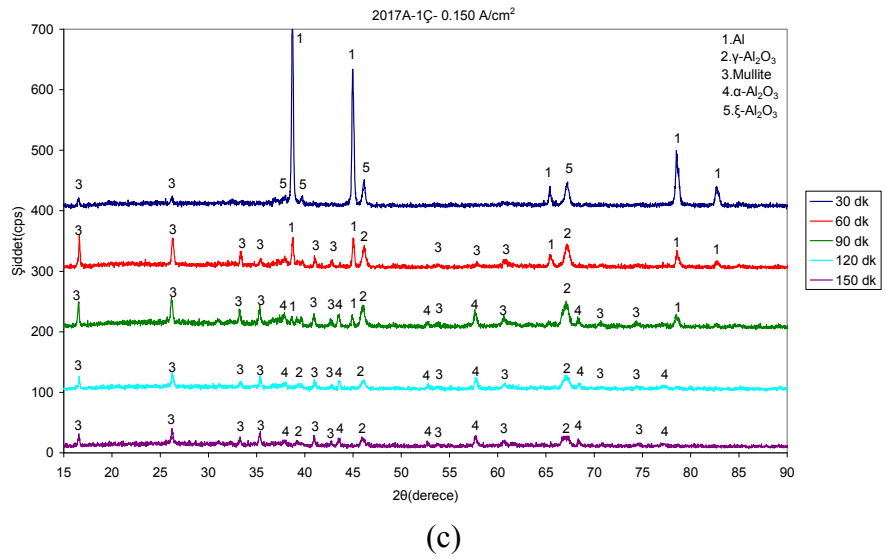
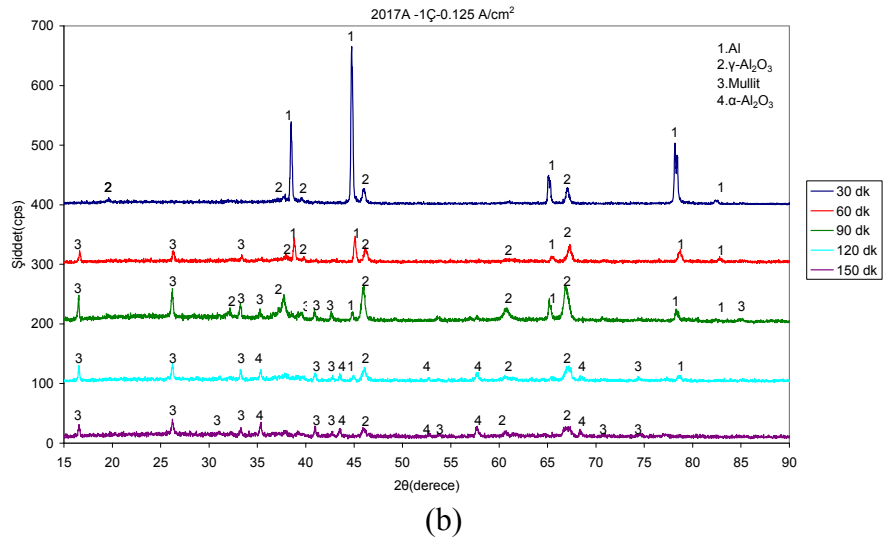
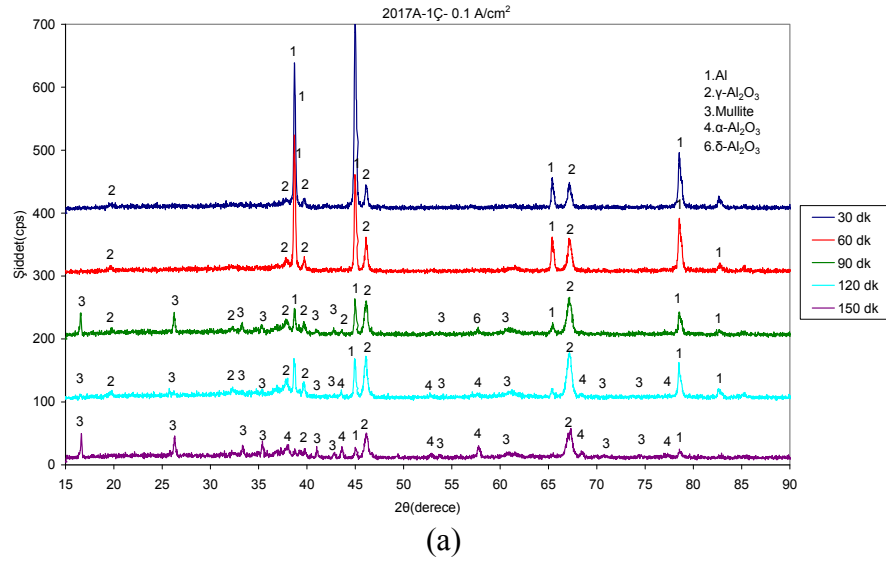
Kaplamadaki α -Al₂O₃ faz oluşumu 2017A ve 6061 alüminyum alaşımı için ilk 60 dakika süreli kaplamalardan itibaren oluşmaya başlar iken 7039 taban malzemesi için 120 ve 150 dakika süre ile yapılan kaplamalarda oluşmuştur.

Elektrolit kompozisyonunda Na₂SiO₃ miktarının azaltılması (8,5 gr/lt den 4 gr/lt'ye azaltılması) kaplamada mullit faz oluşumunu engellemiştir. Bununla birlikte α -Al₂O₃ faz oluşum süresi ve 2017A ve 6061 alaşımı için azalırken 7039 alaşımı için değişmemiştir. İki farklı çözelti içerisinde yapılan kaplamaların faz şiddetleri karşılaştırıldığında düşük Na₂SiO₃ konsantrasyonlu kaplamalarda γ -Al₂O₃, α -Al₂O₃ fazlarına ait kırınımların şiddeti artmaktadır. Bu artış kaplamaların dış tabakasında oluşan ve X-ışınlarının alt tabakalara nüfuziyetini engelleyen mullit faz oluşumundan kaynaklanır.

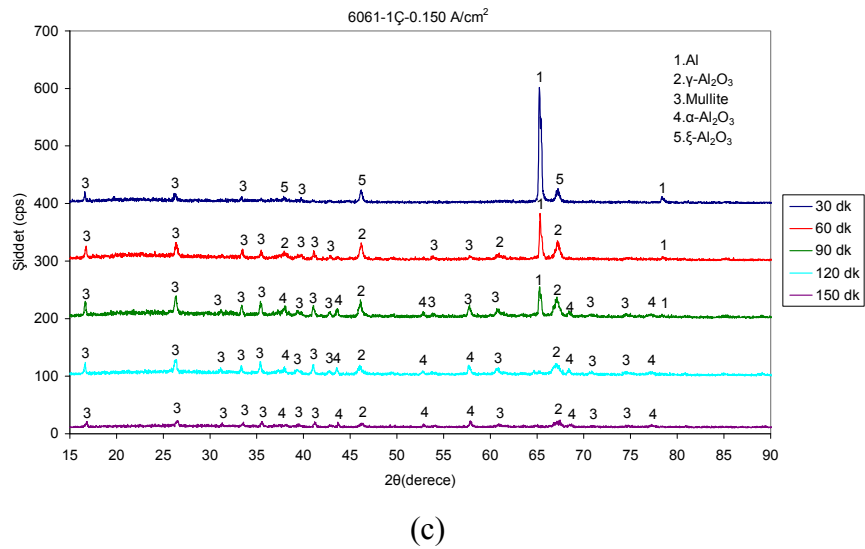
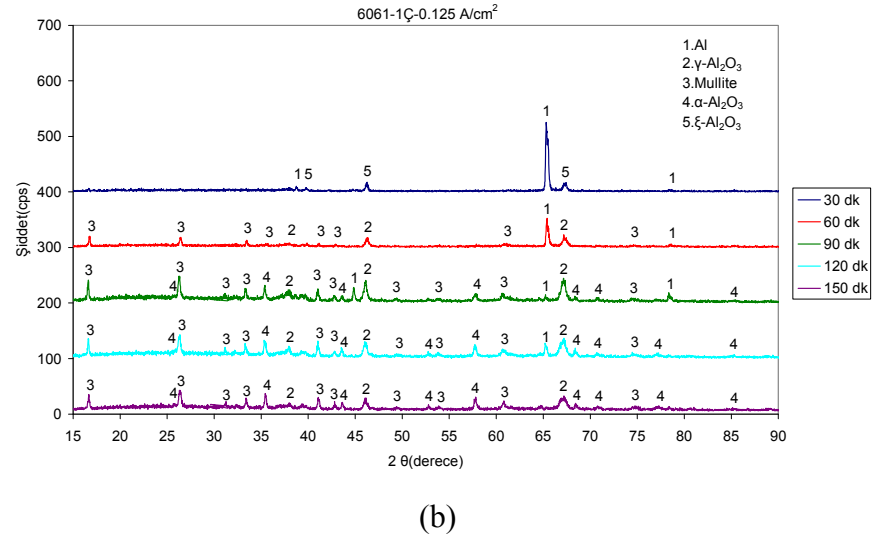
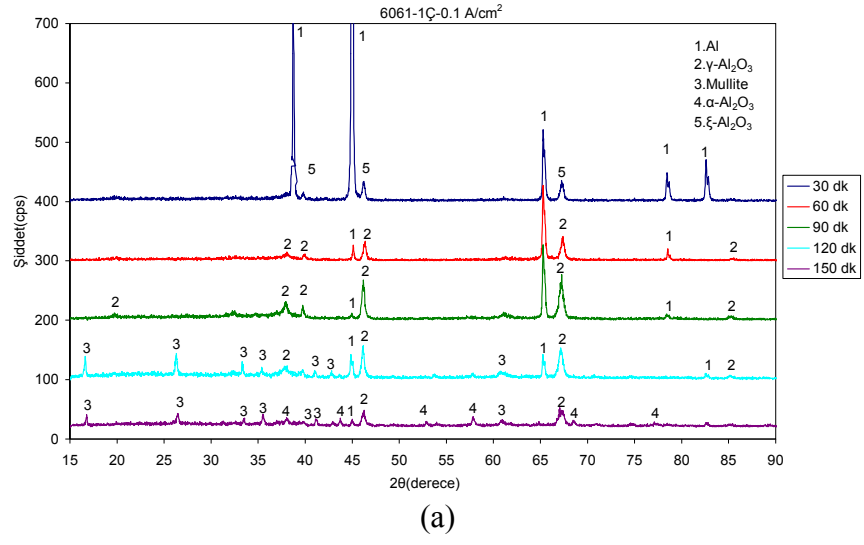
Kaplamada mullit, ξ -Al₂O₃, γ -Al₂O₃, α -Al₂O₃ dağılımı, alüminanın deşarj kanallarında meydana gelen plazma termokimyasal reaksiyonlarında direk olarak üretilebileceğini ve termodinamik olarak kararlı olan α -Al₂O₃'in yalnızca deşarj kanalları içerisinde oluşabileceğini belirtir. Çünkü buradaki sıcaklık kaplama/elektrolit sınırındaki sıcaklıktan daha yüksektir. Yarı kararlı , ξ -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ fazları [140] kolayca deşarj kanalları içerisinde ve yüzeyde oluşturulur. Fakat, mullit sadece kaplama yüzeyinde oluşturulabilir. Mullit içerisindeki silikon elementi Na₂SiO₃ içeren elektrolitten gelmiş olmalı. Numune/elektrolit sınırında, SiO₃²⁻ anyonları anodizasyon işleminde yer alır.



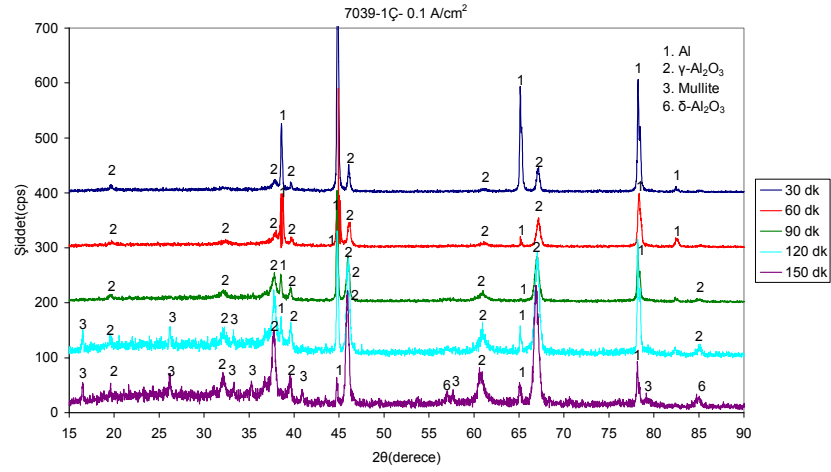
Mullit'in kaplamanın dış tabakasında baskın bir şekilde dağılımı SiO₃²⁻ anyonlarının deşarj kanalları içersine giremediğini belirtir. Mullit oluşumu doğal olarak oldukça komplekstir. Çünkü deşarj işleminde plazma kimyasal ve elektrokimyasal reaksiyonlar oluşur. Elektrokimyasal reaksiyon boyunca silikat iyonları metal yüzeyine doğru hareket eder ve böylece amorf silikon oksit oluşur ve yüzeye toplanır [140]. Daha sonra plazma deşarjı tarafından meydana getirilen yüksek sıcaklık erime şartları altında amorf silikon oksit yarı kararlı γ -Al₂O₃ fazının difüzyonuna sebep olarak mullit fazının oluşumu ile sonuçlanır.



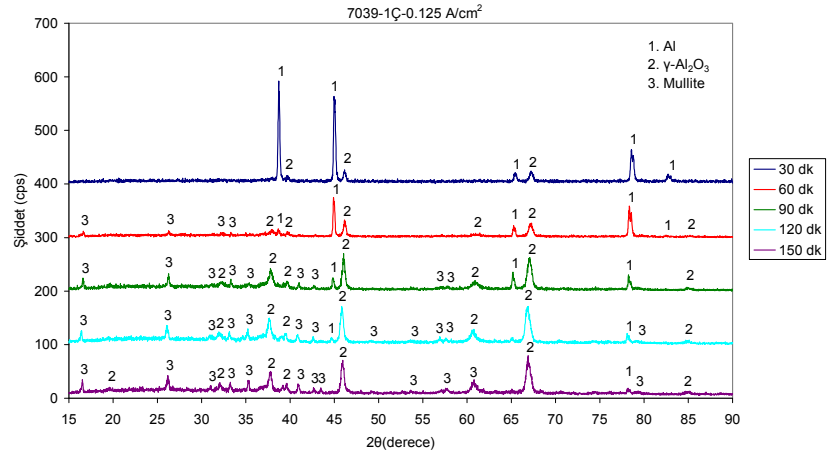
Şekil 9.3: Al 2017A alaşımına “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların faz yapısının kaplama süresiyle değişimi: a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²



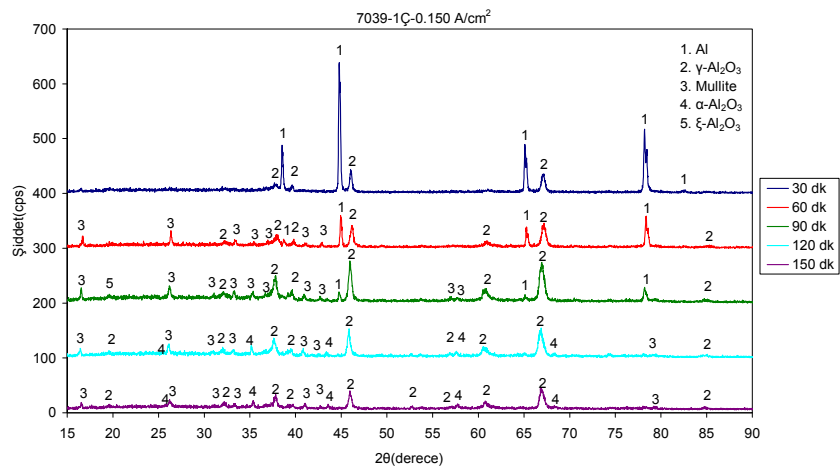
Şekil 9.4: Al 6061 alaşımına “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların faz yapısının kaplama süresiyle değişimi: a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²



(a)

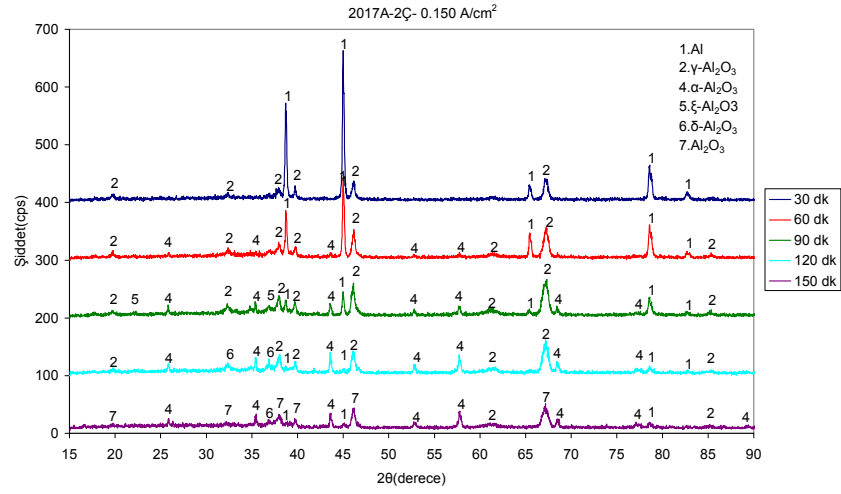


(b)

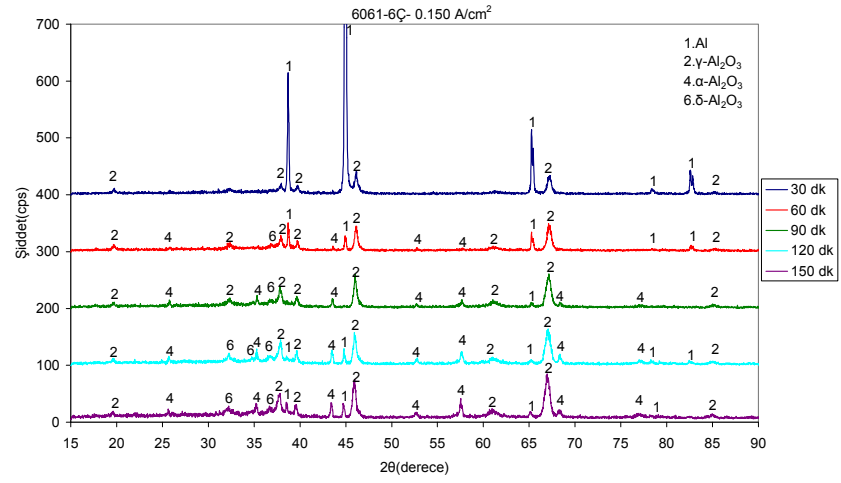


(c)

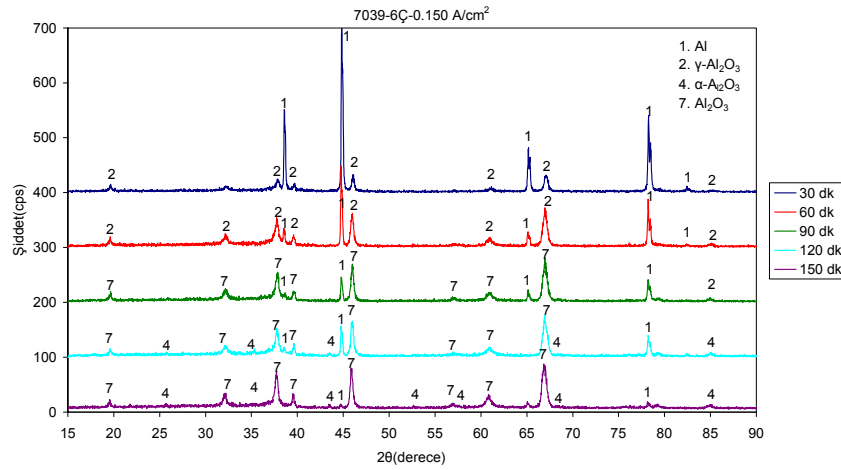
Şekil 9.5: Al 7039 alaşımına “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların faz yapısının kaplama süresiyle değişimi: a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.6: Farklı alaşımlara “2” nolu çözeltide 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların faz kompozisyonunun kaplama süresiyle değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039

Kaplama yüzeyinde yer alan mullit iyi termal ve kimyasal kararlılık sağlayan önemli bir seramik malzemesidir. Ortorombik kristal kafese ve 1810 °C erime noktasına sahiptir [146].

Tabaka büyümesiyle elde edilen fazların kompozisyonunda, kaplama süresi, uygulanan akım yoğunluğu, taban malzemesinin türü ve kullanılan elektrolit çözeltisinin kompozisyonuna bağlı olarak farklılıklar olmaktadır. Kaplama süresi ve akımın artması ile kaplama kalınlığı artar. Tabaka kalınlaştıkça kaplamanın dış tabakasından içeri doğru relatif α -Al₂O₃ yüzdesi artar fakat γ -Al₂O₃, ve mullit alümina yüzdesi azalır. Bu sonuçlar seramik kaplamalardaki derinlik ve soğuma hızı farklılığından kaynaklanmaktadır.

Mikroark oksidasyon işleminde kıvılcımlar söndüğü zaman elektrolit çözeltisi gözeneklere dolar. Elektrolitle temas eden mikroark bölgesindeki erimiş alümina daha fazla soğuma hızına sahiptir, fakat düşük termal iletkenliğe sahip alümina kaplamanın alt tabakalarının daha sıcak kalmasına sebep olur. Çünkü kanalda açığa çıkan ısı kolaylıkla uzaklaştırılmaz. Kanal içerisindeki sıcaklık ξ -Al₂O₃→ γ -Al₂O₃→ δ -Al₂O₃→ α -Al₂O₃ faz dönüşümünü gerçekleştirmek için yeteri kadar yüksektir. Bundan dolayı kalın seramik kaplamanın α -Al₂O₃ miktarı aşamalı olarak kaplama yüzeyinden kaplama ve altlık arasındaki ara yüzeye doğru artar. 2050 °C erime noktasına sahip α -Al₂O₃ fazı kararlı bir faz olup miktarı kaplamanın kalitesini belirler. Gevşek yüzey tabakası esasen γ -Al₂O₃ ve mullit fazından oluşur. Çünkü yüzey tabakasındaki çözeltiye temas eden mikroark oksidasyon bölgesinin erimiş alüminası katılaşma esnasında daima daha yüksek soğuma hızına sahiptir [127]. Yarı kararlı olan γ -Al₂O₃ fazı 800-1200 °C sıcaklık aralığında ısıtılarak α -Al₂O₃ fazına dönüşür.

Yukarıda belirtilen farklı akım ve sürelerde farklı alaşımlara “1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde yapılan kaplamaların x-ışınımları analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının daha kolay görülmesi için Tablo 9.1, Tablo 9.2 ve Tablo 9.3’ de faz haritası verilmiştir. Ayrıca “2” numaralı elektrolit çözeltisi içerisinde, belirtilen bu alüminyum alaşımları üzerine 0,150 A/cm² lik akım uygulayarak yapılan seramik kaplamaların faz haritası da Tablo 9.4’de verilmiştir.

Tablo 9.1: 2017A alaşıma “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde yapılan kaplamaların X-Işınımları analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının haritası
2: γ -Al₂O₃, 3: mullit, 4: α -Al₂O₃, 5: ξ -Al₂O₃, 6: δ -Al₂O₃, 7: Al₂O₃

Alaşım	Kaplama süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)			Kaplamadaki fazlar		
		0,1 (A/cm ²)	0,125 (A/cm ²)	0,150 (A/cm ²)	0,1 (A/cm ²)	0,125 (A/cm ²)	0,150 (A/cm ²)
2017A	30	16,90	19,00	26,3	2	2	3, 5
	60	25,60	43,70	54,4	2	2	2, 3
	90	52,80	61,70	77,6	2, 3, 6	2, 3	2, 3, 4
	120	55,80	79,60	114,0	2, 3, 4	2, 3, 4	2, 3, 4
	150	76,00	116,00	144,0	2, 3, 4	2, 3, 4	2, 3, 4

Tablo 9.2: 6061 Al alaşıma “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde yapılan kaplamaların X-Işınımları analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının haritası

Alaşım	Kaplama süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)			Kaplamadaki fazlar		
		0,1 (A/cm ²)	0,125 (A/cm ²)	0,150 (A/cm ²)	0,1 (A/cm ²)	0,125 (A/cm ²)	0,150 (A/cm ²)
6061	30	17,30	19,40	28,20	5	5	3, 5
	60	37,10	45,40	65,90	2	2, 3	2, 3
	90	54,50	72,80	96,60	2	2, 3, 4	2, 3, 4
	120	75,00	104,00	125,00	2, 3	2, 3, 4	2, 3, 4
	150	102,00	136,00	166,00	2, 3, 4	2, 3, 4	2, 3, 4

Tablo 9.3: 7039 Al alaşıma “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde yapılan kaplamaların X-Işınımları analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının haritası

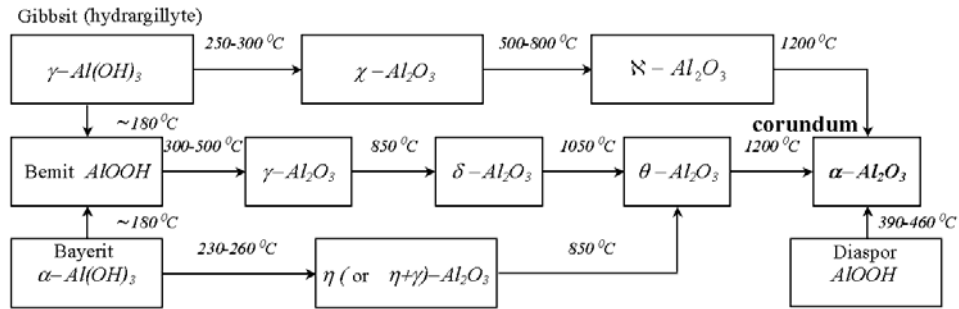
Alaşım	Kaplama süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)			Kaplamadaki fazlar		
		0,1 (A/cm ²)	0,125 (A/cm ²)	0,150 (A/cm ²)	0,1 (A/cm ²)	0,125 (A/cm ²)	0,150 (A/cm ²)
7039	30	17,00	21,60	27,00	2	2	2
	60	32,00	46,50	58,50	2	2, 3	2, 3
	90	46,60	74,20	89,10	2	2, 3	2, 3, 5
	120	60,30	98,30	115,00	2, 3	2, 3	2, 3, 4
	150	86,20	128,00	142,00	2, 3, 6	2, 3	2, 3, 4

Tablo 9.4: 7039 Al alaşıma “2” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluğu ve sürelerde yapılan kaplamaların X-Işınımları analizinden elde edilen faz analiz sonuçlarının haritası

Kaplama süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)			Kaplamadaki fazlar		
	2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
30	17,50	15,50	16,50	2	2	2
60	37,40	34,90	45,70	2, 4	2, 4, 6	2
90	64,80	60,60	63,10	2, 4, 5	2, 4, 6	2, 7
120	78,20	75,40	75,10	2, 4, 6	2, 4, 6	2, 4
150	86,70	85,80	97,00	2, 4, 6, 7	2, 4, 6	2, 7, 4

Tablo 9.1, Tablo 9.2 Tablo 9.3 ve Tablo 9.4’de ki kaplama kalınlıkları ve faz kompozisyonları incelendiğinde akım yoğunluğunun MAO kaplama faz miktarını belirlemede kaplama süresinden çok daha etkili olduğu söylenebilir. Örneğin 6061 alaşımı için, 150 dk, 0,1 A/cm² uygulanarak ortalama kaplama kalınlığı 102 mikron olan kaplama ile 120 dk, 1,25 A/cm² uygulanarak yapılan kaplamanın kaplama kalınlığı (104 mikron) bir birine çok yakın olmasına rağmen kaplamaların faz miktarı farklıdır. 120 dk, 0,125 A/cm² uygulanan kaplamada α -Al₂O₃ ve mullit faz miktarı 150 dk, 0,1 A/cm² uygulanan kaplamadan daha fazla, γ -Al₂O₃ miktarı ise daha azdır. Bu nedenle akım yoğunluğunun MAO kaplama faz miktarını belirlemede kaplama süresinden çok daha etkilidir.

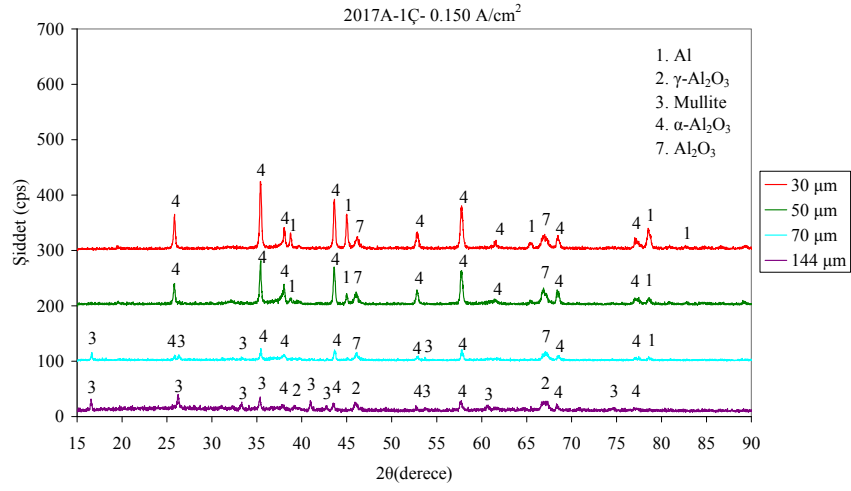
Şekil 9.7 den alüminyum hidroksitlerinde mikroark oksidasyon esnasında kaplamaların yüzeylerinde ve gözenek duvarlarında meydana gelen elektrokimyasal ve kimyasal reaksiyonlar içerisinde de üretilebileceğine dikkat edilmelidir.



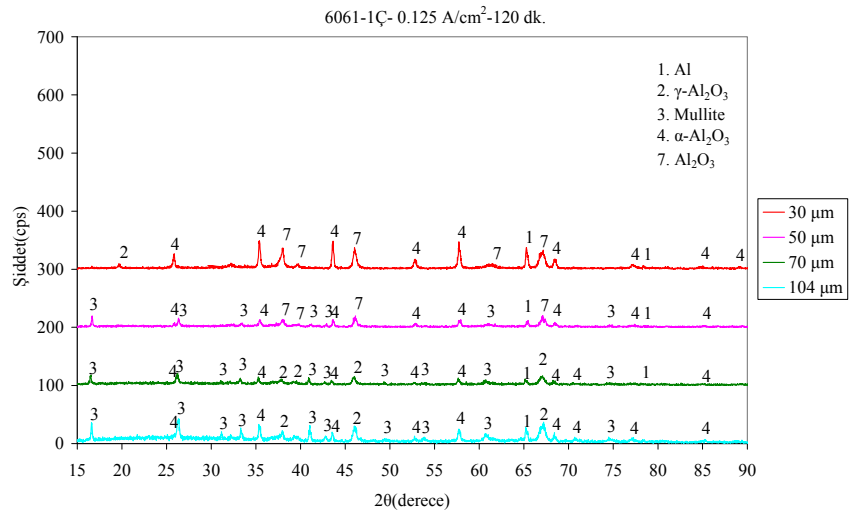
Şekil 9.7: Alüminyum oksit (alumina) için değişik sıcaklıklarda mümkün olabilen oksit-hidroksit termal dönüşüm şeması

Bu hidroksitler mikroark bölgesinde yüksek sıcaklık sinterlenmesinden dolayı değişik fazlara dönüşebilir. Gerçekte bu hidroksitler mikroark bölgesinde direk erimiş alümina haline gelebilir daha sonrada erimiş alüminanın hızlı katılaşmasıyla soğuma hızına bağlı olarak alüminyum oksit'in değişik türlerine dönüşebilir.

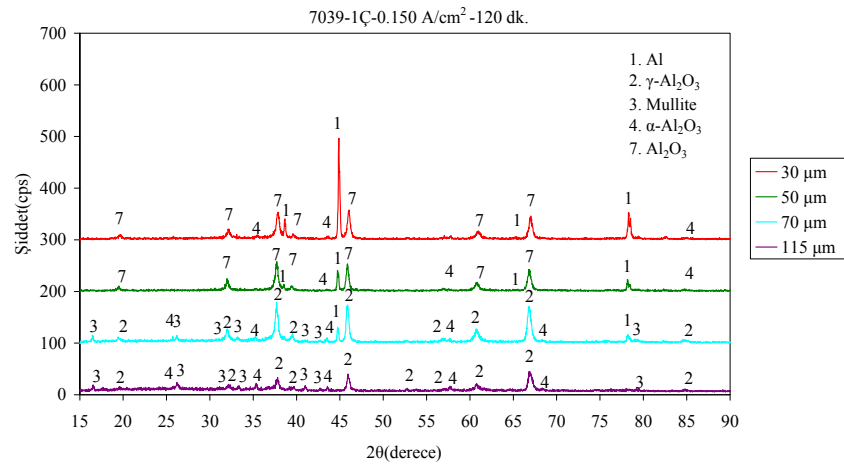
“1” nolu çözeltilde farklı alaşımlara yapılan kaplamalar kaplama yüzeyinden itibaren aşağıya doğru farklı aşamalarda (kaplama arayüzeyden sıra 70, 50 ve 30 µm kaplama kalacak şekilde) parlatıldıktan sonra geriye kalan iç tabakaların XRD spektrası Şekil 9.8 de görülmektedir. En büyük kalınlık kaplamaların parlatılmamış olanıdır.



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.8: Kaplamaların kaplama yüzeyi ve ara yüzeyden itibaren farklı kaplama kalınlığı kalacak şekilde parlatıldıktan sonraki iç tabakaların XRD spektrası: a) 2017A, 0,150 A/cm², 150 dk; b) 6061, 0,125 A/cm², 120 dk; c) 7039, 0,150 A/cm², 120 dk

Kaplamanın parlatılması ile görünümü ve rengi değişmektedir. Görünümü cam gibi parlak mermere benzemektedir. Kaplama renginin parlatma işlemi ile 2017A alaşımında kahverengiden siyaha, 6061 alaşımında açık griden koyu griye, 7039 alaşımında beyazdan açık griye doğru değişmesi kaplama derinliği boyunca faz kompozisyonunun değiştiğini belirtir. Şekil 9.8a-c den görüldüğü gibi kaplamaların yüzey tabakası az bir $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ile birlikte esasen mullite fazdan oluşmaktadır.

Mullit fazın dış tabakada bulunuşu elektrolit içerisindeki silikat iyonlarının kaplama oluşumunda yeraldığını belirtir. Düşük pik şiddetlerini ve geniş taban piklerini göz önünde bulundurarak kaplamaların dış tabakasında amorf fazın olduğu söylenebilir.

2017A, 6061 ve 7039 alaşımına yapılan kaplamalarda kaplama/altlık ara yüzeyinden sırayla 70, 50 ve 50 mikronluk uzaklıkta $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazı Al_2O_3 fazına dönüşür (Şekil 9.8a-c). İlgili kaplama renkleri ise siyah, koyu gri ve açık gri renktedir. Bununla birlikte 7039 alaşımına yapılan kaplamada ara yüzeyden 70 mikron uzaklıkta $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'e ait olan pikler 115 mikron uzaklıkta elde edilen bu piklerden daha yüksektir (Şekil 9.8c). Bu ise şekilsiz (amorf) faz kontentinin kaplamanın dış tabakasında bulunduğu ve iç tabakasında azaldığını belirtir. Bu belirtilen alaşımların ara yüzeyden sırayla 70, 50, 70 mikron ve daha küçük uzaklıklarda mullit gözükmez ve kaplamada ana faz $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve Al_2O_3 fazıdır.

Açık bir şekilde her üç altlık malzemesine yapılan kaplamalar için $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ içeriği yüzeyden kaplama/altlık ara yüzeyine doğru artar. Bu artış bakır içerikli 2017A ve Mg-Si içerikli 6061 alaşımlarına yapılan kaplamalarda daha belirgin iken 7039 alaşımında çok daha azdır. Ara yüzeyden bu uzaklıklarda elde edilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ pikleri de benzer şekilde daha şiddetlidir.

Yapılan bu tabaka analizleri kararlı olan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazının bakır içerikli 2017A alaşımına, mullit fazının Mg-Si içerikli 6061 alaşımına ve Al_2O_3 fazının da çinko ağırlıklı 7039 alaşımına yapılan kaplamalarda daha ağırlıklı olarak oluştuğunu belirtir. Görsel olarak ta kaplamanın iç tabakası dış tabakasından yoğun ve rengi farklıdır.

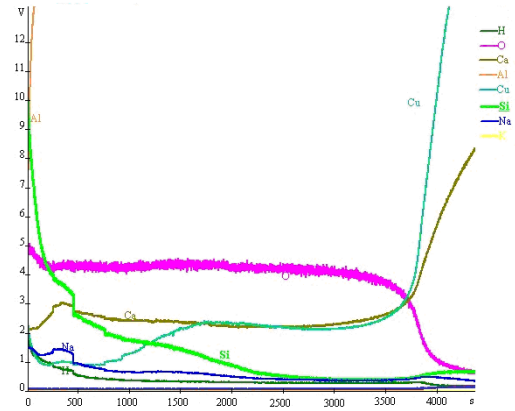
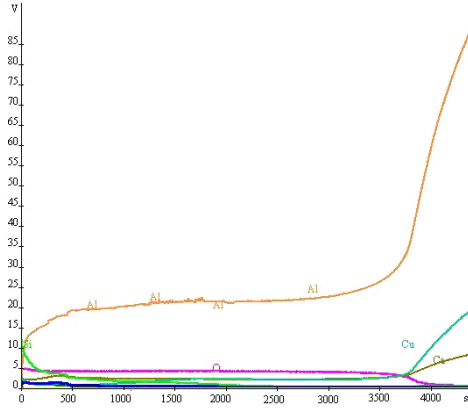
9.3 Kaplama Kimyasal Kompozisyonu

Farklı taban malzemelerine yapılan kaplamaların kompozisyonunun belirlenmesi için kırılcım boşalmalı optik yayılım spektrometresi (GD-OES) kullanılmıştır. Kaplama kalınlığı boyunca kaplama yüzeyinden taban malzemesine doğru kaplama içerisindeki elementlerin nasıl değiştiği belirlenmiştir. Şekil 9.9 da 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarına “1” nolu çözelti içerisinde $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 150 dk süre ile yapılan kaplamaların kaplama yüzeyinden taban malzemesine doğru kaplama içerisindeki kimyasal elementlerin nasıl değiştiği gösterilmiştir. Verilen şekillerde sol taraftaki şekiller analiz sonucunun çıktığı şekliyle alınmış şekillerdir. Kaplama içerisinde miktarı az olan elementlerin kaplama kalınlığı boyunca değişimini daha iyi görebilmek için bu şekillerin altta kalan kısımları büyütülerek sağ tarafta ayrıntılı bir şekilde verilmiştir.

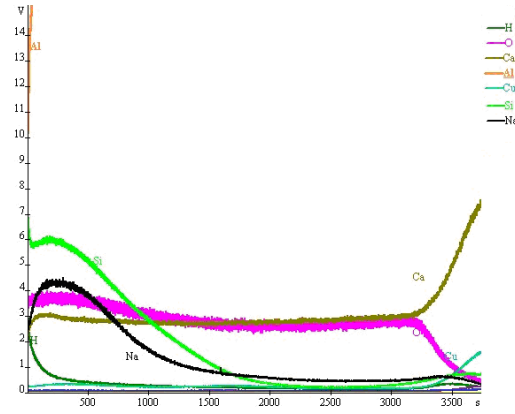
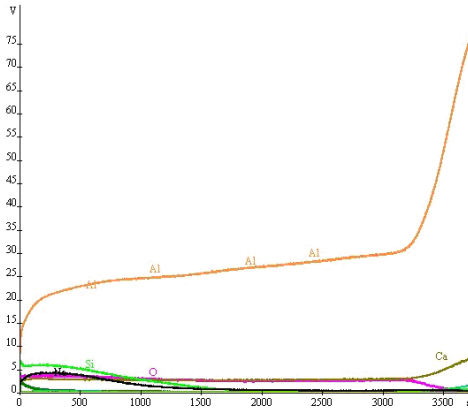
GD-OES analiz sonuçları MAO kaplama içeriğinin en önemli elementinin Al ve O elementleri olduğunu açığa çıkarmıştır. Fakat kaplamada ayrıca miktarı küçük, hem altlık malzemesinden hem de elektrolitten gelen Si, Cu, Zn, Na, Ca, H gibi elementlerde bulunmaktadır.

MAO prosesi sırasında oluşan yüksek bölgesel sıcaklıklar Al ve alaşım elementlerinin (Al, Cu, Zn, Mg, Si vb.) dışarı doğru difüzyonu olur iken Na, Si, O gibi elementlerinde içeri doğru difüzyonu oluşur. Esasta yüzeyde Al_xO_y bileşiğidir. Şekil 9.9’da görüldüğü üzere Al elementi artmaya başladığı (ana malzemeye ulaşıldığı) yerde O elementi azalmaya başlamıştır. Demek ki tam bu nokta oksit ara yüzeyini göstermektedir.

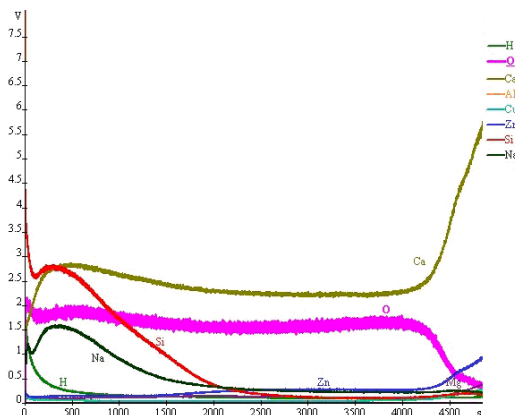
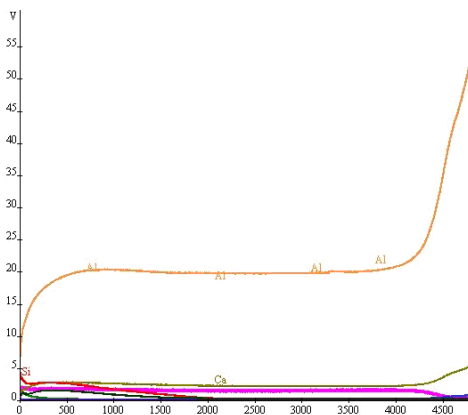
Kaplamadaki kalsiyum, kaplama sonrası numunenin musluk suyunda yıkanmasından dolayı musluk suyundan gelmektedir. Çünkü kaplama gözenekli olduğundan dolayı musluk suyunu içeriye çekebilmektedir. Altlık malzemesinde olmayan fakat kaplama dış yüzeyinde bulunan Na elementi ise silikat çözeltisinden gelir. Bu yüzden Na elementinin miktarı kaplamanın dış kısmında maksimum olup altlığa doğru azalır. Altlık malzemenin alaşımına bağlı olarak kaplama içerisine dâhil olan elementlerde değişmektedir.



(a)



(b)



(c)

V:Şiddet; s: saniye

Şekil 9.9: Farklı alüminyum alaşımlarına “1” nolu çözelti içerisinde $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 150 dk süre ile yapılan kaplamaların kaplama kompozisyonunun kaplama yüzeyinden taban malzemesine doğru değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039

Cu alařımı olan Al 2017A alařımından kaplamaya Cu (řekil 9.9a), Mg-Si alařımı olan Al 6061 alařımından Si (řekil 9.9b) ve Zn alařımı olan Al 7039 alařımından ise Zn elementi gelir (řekil 9.9c). Altlık alařım elementlerinin (Cu, Mg, Zn) oksijenle olan aktivitesine gre yzeye doęru deęiřimleri farklılık gsterir. Miktar olarak Mg elementi 6061 ve 7039 alařımında fazla bulunmasına raęmen Mg elementi MAO prosesi esnasında, kaplama ierisine ne deposite olur ne de absorbe olur. nk Mg elektrolit ierisinde zlr. Bu nedenle bu element kaplama ierisinde bulunmaz. Cu elementi 2017A alařımına yapılan kaplama dıř yzeyinde daha az bulunurken i yoęun tabakada daha fazla ve miktarı hemen hemen sabit olup kaplama ara yzeyinde artmıřtır.

6061 alařımına yapılan kaplamada Cu elementi dıř yzey tabakası ve i tabakada nispeten miktarı sabit olup kaplama ara yzeyinde artıř gstermiřtir. 7039 alařımına yapılan kaplamada ise Cu elementi miktarı ok az olup kaplama kesiti boyunca daęılımı 6061 alařımına benzerlik gstermektedir. Kaplamalarda Zn elementine sadece 7039 alařımına yapılan kaplamalarda karřılařılmıřtır. Zn elementi kaplama dıř yzeyinde daha az bulunurken i yoęun tabakada daha fazla ve miktarı hemen hemen sabit olup kaplama ara yzeyinde artıř gstermiřtir.

Farklı elektrolit zeltisinde yapılan MAO iřleminde kimyasal elementlerin iyon olarak absorpsiyonu ve depozitesi seramik kaplamaların farklı blgelerinde farklı gzkr. Mikroark blgesindeki ani sıcaklık ve yksek basın seramik kaplamalarda deřarj blgesi civarındaki oksijen anyonları ile alminyum katyonları arasındaki i difzyonu nemli derecede artırır. Bununla birlikte, seramik kaplamalarda plazma deřarjları oluřurken, oksijen seramik kaplamanın i tabakalarına direk olarak bu deřarj kanalları sayesinde girer [123].

Kaplama yzeyinde alminyum kontenti dřk Si kontenti ise daha yksektir. Fakat Si ve O elementinin dıř yzeydeki kontenti, yoęun i tabaka ve ara yzey tabakasındaki kontentinden ok daha fazladır. Bu kaplamanın dıř tabakasındaki Si elementinin Al-Si ierikli altlık malzemesinden ziyade silikat zeltisinden geldięini gsterir. Bylece elektrolit iyonları tm kaplamaya dhil olur ve kaplama dıř yzeyini zenginleřtirerek kaplamanın ivmelenmesine neden olur.

9.4 Kaplama Mikro Yapısı

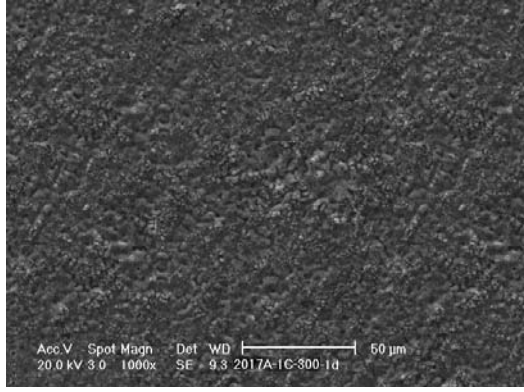
9.4.1 Kaplama yüzey morfolojisi

Kaplama yüzey morfolojisi taramalı elektron mikroskop kullanılarak incelenmiştir. Şekil 9.10, Şekil 9.11 ve Şekil 9.12 “1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde sırayla 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımları üzerine $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu uygulayarak yapılan MAO kaplamaları için kaplama süresinin kaplama yüzey morfolojisine olan etkisini göstermektedir. Ayrıca “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde, belirtilen bu alüminyum alaşımları üzerine $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu uygulayarak yapılan seramik kaplamaların yüzey morfolojisi de Şekil 9.13’de verilmiştir. Yüzeylerde farklı bölgesel deşarj olaylarının sonucu olarak oluşan tekrarlı yanardağa benzer patlamalar derin, merkezi büzülmüş kanallı kraterlerin oluşmasına yol açar. Kırılgan malzemelerde erimiş ergiye katılmasında gözlenildiği gibi birçoğu radyal yönde yönlenmiş çok sayıda mikro çatlaklar vardır. Kaplama yüzeyinde gelişen güzel şekilde yüzeye dağılmış, merkezi siyah renkli daire şeklinde çok irili küçüklü çok sayıda gözenekler bulunmaktadır. Bu gözeneklerin her biri deşarj kanalı olarak görev yapar. Küçük çaplı gözenekler kaplama yüzeyinde küçük şiddetli kıvılcımların meydana geldiğini belirtir. Gözeneklerin etrafı, deşarj kanallarındaki erimiş oksidin basınç etkisiyle dışarı çıkması, elektrolitle temas ederek hızlı bir şekilde soğuması ile oluşan oksit havuzu ile çevrilmiştir. Isınmış deşarj kanallarının soğuması deşarjın merkezi bölgesinde çekme meydana getirir. Ayrıca kaplama yüzeyinde deşarj ürünlerinin yüzeyde birikmesi neticesinde oluşan yuvarlak olmayan uzun gözenekler bulunmaktadır. Deşarjların kaplama yüzeyinde aynı pozisyonda birkaç defa meydana gelmesi merkezinde daha büyük boşluk bırakan krater görünümlü yapı oluşturur.

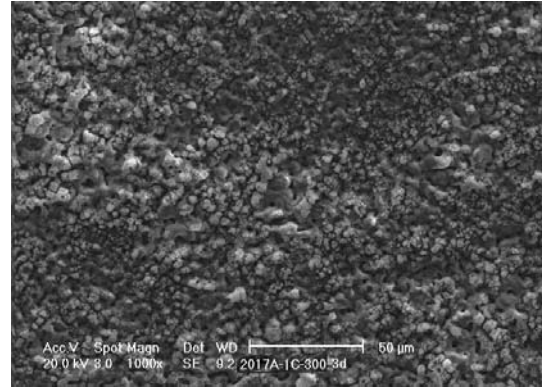
Kaplama prosesi sırasındaki değişik aşamaların incelenmesi kaplama yüzey morfolojisinin gelişiminde belirgin bir şekilde gözlenebilir farklılıkların olduğunu ortaya koymuştur. Çok kısa süreli (3 dk), $5 \mu\text{m}$ kalınlığındaki kaplamalarda yüzey oldukça düzgündür. Deşarj kanal sayısı daha fazla olup çapları yaklaşık $1 \mu\text{m}$ dir. Kaplama süresinin artması ile bu deşarj kanallarının sayısı azalırken çapları ise artar. Sonuç olarak kaplama yüzeyi pürüzlülüğü artarak yüzey daha kaba görünümlü hale

gelir. Bu, kaplama kalınlığı ile voltajın artması, daha yüksek voltajlarda güçlü deşarjların oluşması ve bu güçlü deşarjlar altında kaplama ürünlerinin deşarj kanallarından dışarıya çıkmasına (hatta püskürmesine) sebep olan daha fazla enerjini açığa çıkmasından kaynaklanmaktadır. Kaplamanın oldukça zayıf bölgesinde çok sayıda deşarj oluşması veya birçok deşarj kanalının birleşerek daha büyük tek bir kanal oluşturması da yüzey pürüzlülüğünün ve gözenek ölçüsünün değişme nedenlerinden biri sayılabilir. Ayrıca çekilen fotoğraflardan görüldüğü gibi kaplama yüzeyleri krater görünümlü, dağılmış şekilde birçok plazma deşarj ürünleri içerir. Uzun süreli büyük deşarjlar daha fazla enerji açığa çıkararak deşarj ürünlerinin erimesine neden olur. Sonuçta uzun süreli kaplamalarda (150 dk) krater benzeri ürünler kaybolur. Kaplama yüzeyinde, deşarj kanallarındaki erimiş alüminyumun hızlı bir şekilde katılaşması sonucu meydana gelen termal gerilmeler tarafından başlatıldığı düşünülen veya kaplama oluşumu esnasında yapısal değişikliklerden dolayı meydana gelen gerilmelerden kaynaklanan bazı çatlaklar bulunur. Deşarj kanallarında ani sıcaklık 7000-10000 °K [127, 147] ye kadar çıkar ve kanal civarındaki kaplamayı eritir. Erimiş alüminanın elektrolitle temasa geçmesi ile kaplama hızı 10^8 °K/s çıkar [61]. Kaplama oluşumu esnasında yapısal değişikliklerden dolayı meydana gelen gerilme esasen daha yoğun olan γ - α faz dönüşümünden kaynaklanır [55]. Çünkü α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ ten daha küçük birim hücre hacmine ve daha yüksek yoğunluğa sahiptir (α -Al₂O₃: 2.55A°, 3,99 gr/cm³ ve γ -Al₂O₃: 4,33 A°, 3,60 g/cm³) [90]. Yapısal gerilmeler oksit film oluşumu ve büyümesiyle oluştuğundan büyüklüğü esasen film kalınlığına bağlıdır. Bu sebeple kaplama yüzeyinde mikro çatlakların görülmesi kaçınılmazdır.

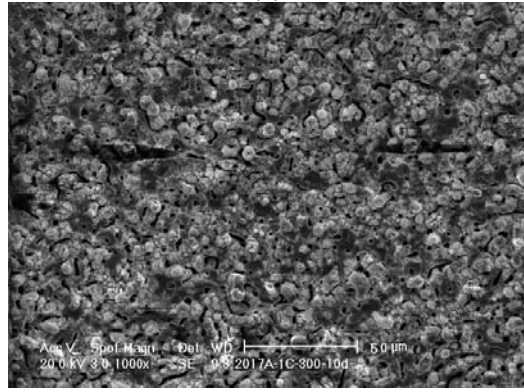
Elektrolit kompozisyonundaki sodyum silikat konsantrasyonunun azaltılması eş zamanlı olarak hem kaplama kalınlığında hem de yüzey pürüzlülüğünde düşüğe neden olmuştur. Silikat konsantrasyonunun fazla olması silika “polycondation” işlemini kolaylaştırdığından numune köşelerinde kaplama kalınlığının artmasına neden olmuştur. Akım yoğunluğunun değiştirilmesi yüzey deşarj karakteristiğini değiştirir. Yüksek akım yoğunluğu yüksek enerji darbelerinin sebep olduğu kıvılcım deşarj yoğunluğunun artışına yol açar. Buda kaplama ürünlerinin birikimine ve kaba kaplama taneli yapının oluşmasına katkıda bulunur. Yüksek akım yoğunluğunun aksine düşük akım yoğunluğu ince taneli yapının oluşmasını sağlar.



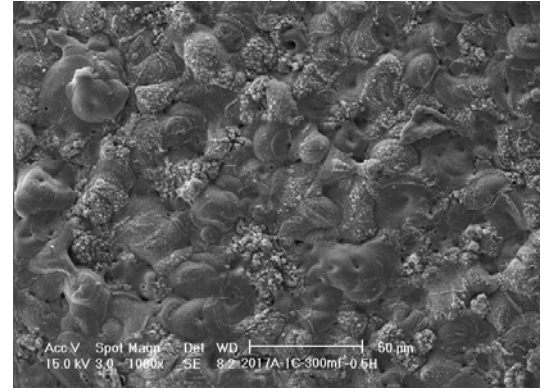
(a)



(b)



(c)



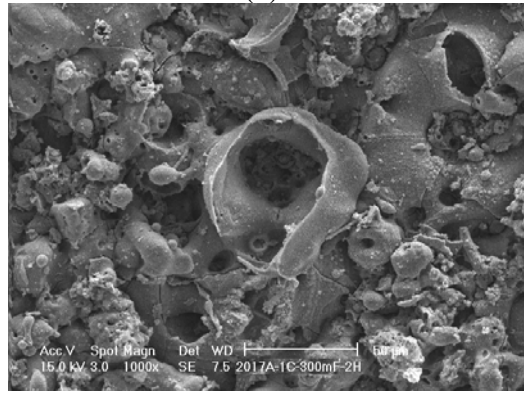
(d)



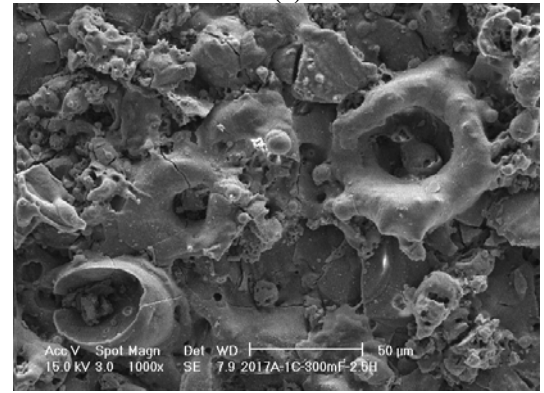
(e)



(f)

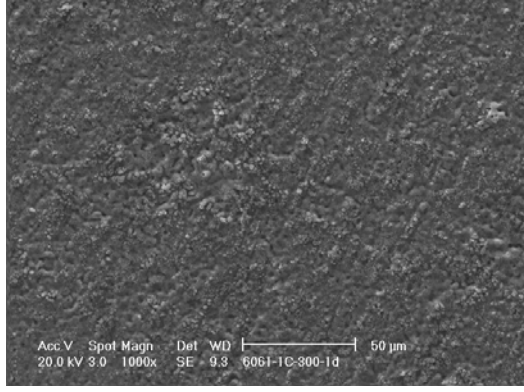


(g)

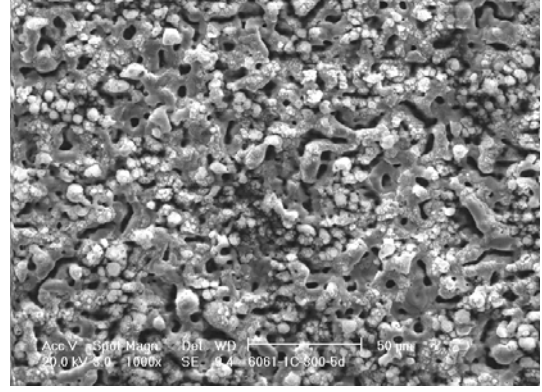


(h)

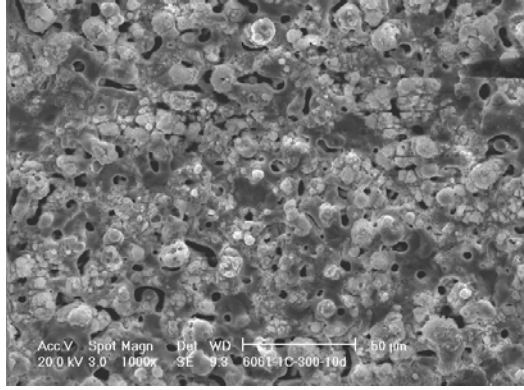
Şekil 9.10: Al 2017A alaşımına “1” nolu çözeltide, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların yüzeyine ait SEM fotoğrafları: (a) 1 dk; (b) 5 dk; (c) 10 dk (d) 30 dk; (e) 60 dk; (f) 90 dk; (g) 120 dk; (h) 150 dk



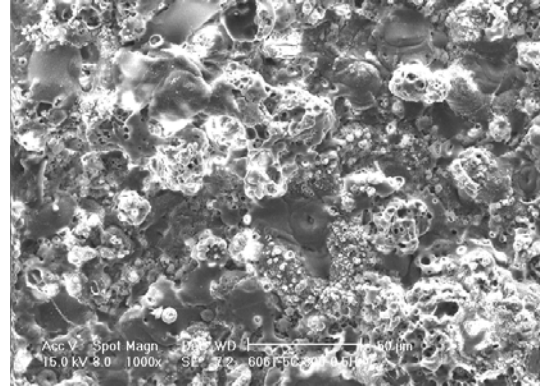
(a)



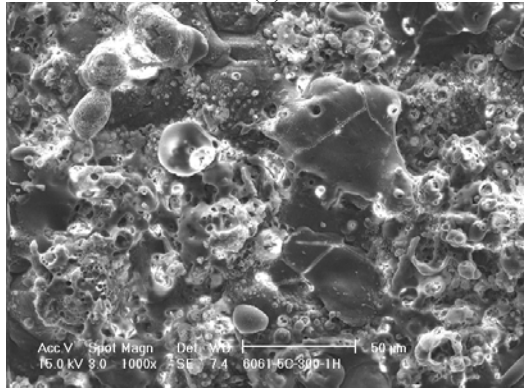
(b)



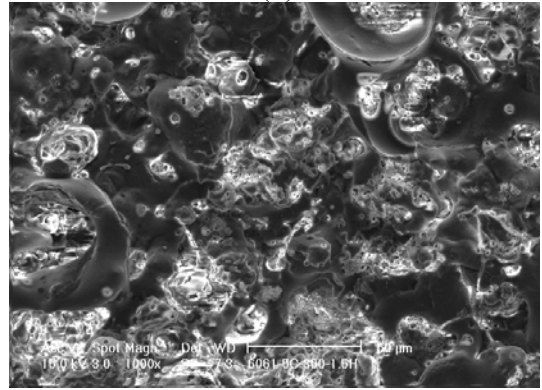
(c)



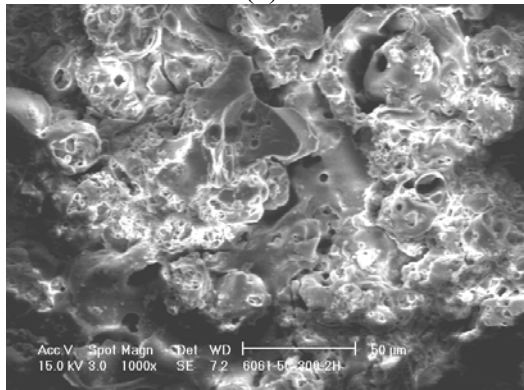
(d)



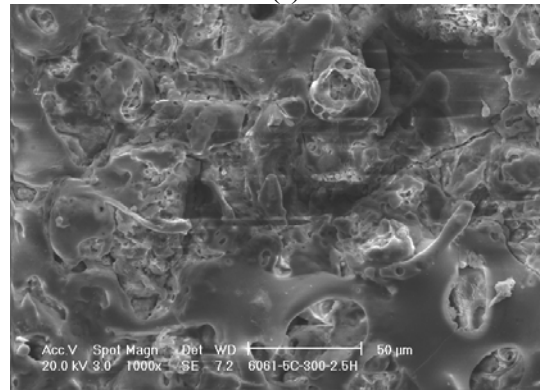
(e)



(f)

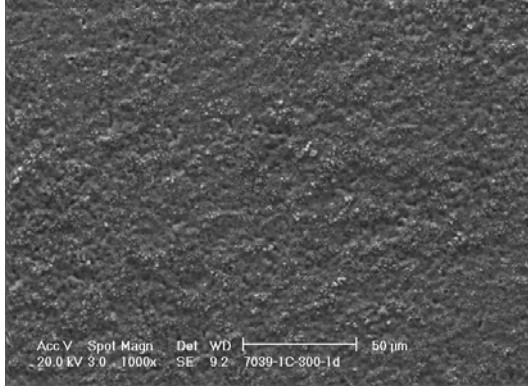


(g)

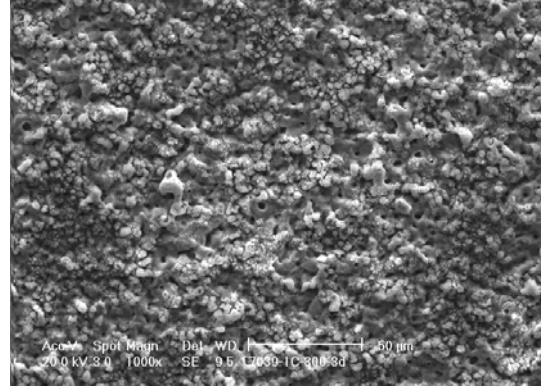


(h)

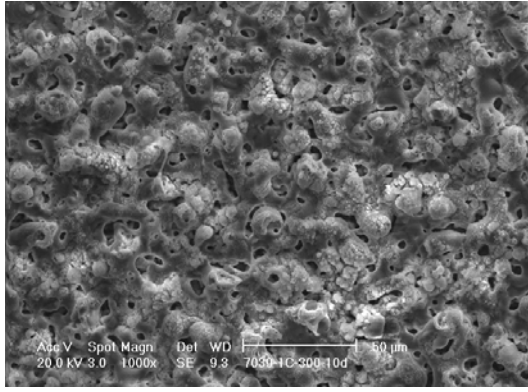
Şekil 9.11: Al 6061 alaşımına “1” nolu çözeltide, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların yüzeyine ait SEM fotoğrafları: (a) 1 dk; (b) 5 dk; (c) 10 dk (d) 30 dk; (e) 60 dk; (f) 90 dk; (g) 120 dk; (h) 150 dk



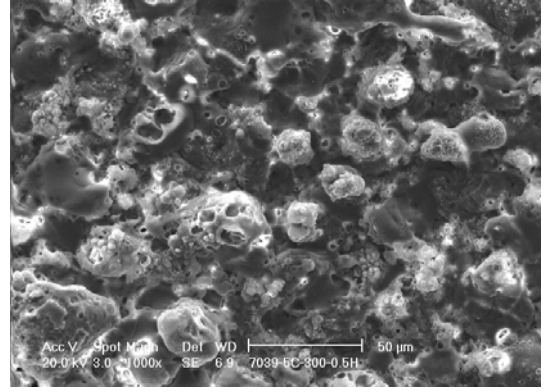
(a)



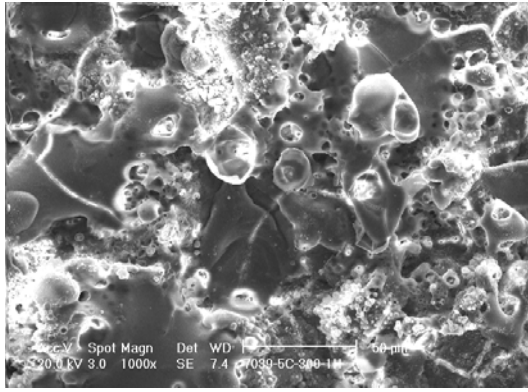
(b)



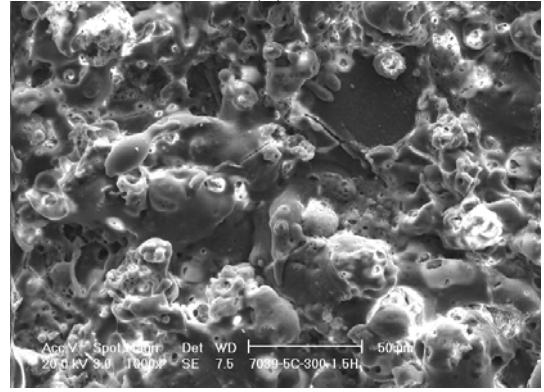
(c)



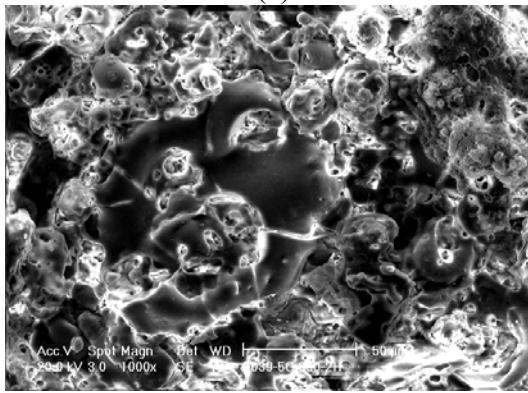
(d)



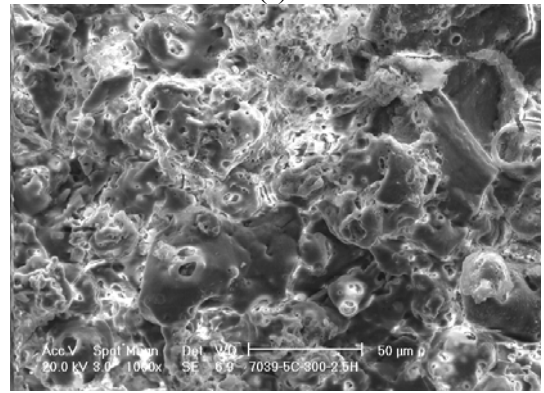
(e)



(f)

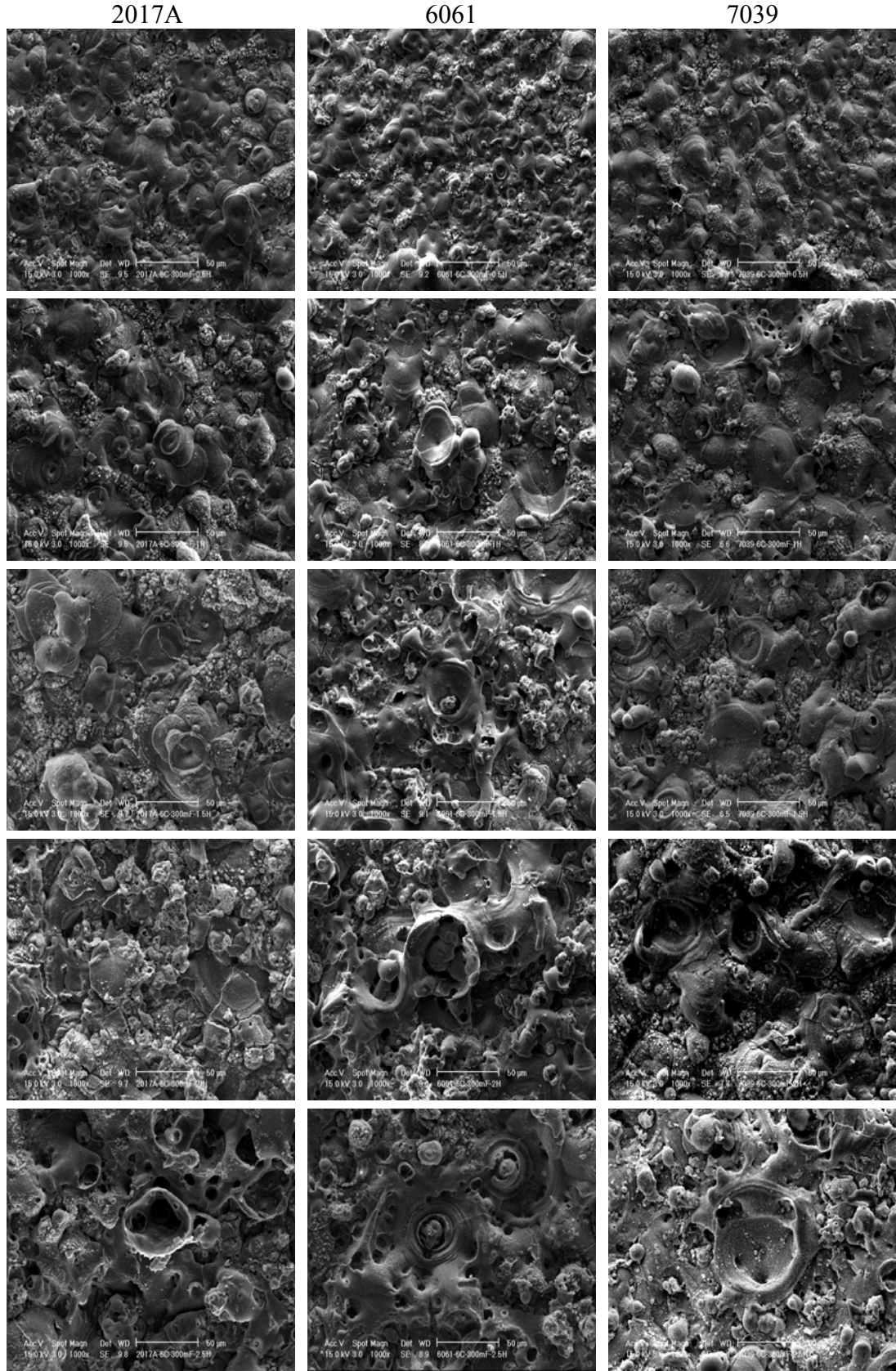


(g)



(h)

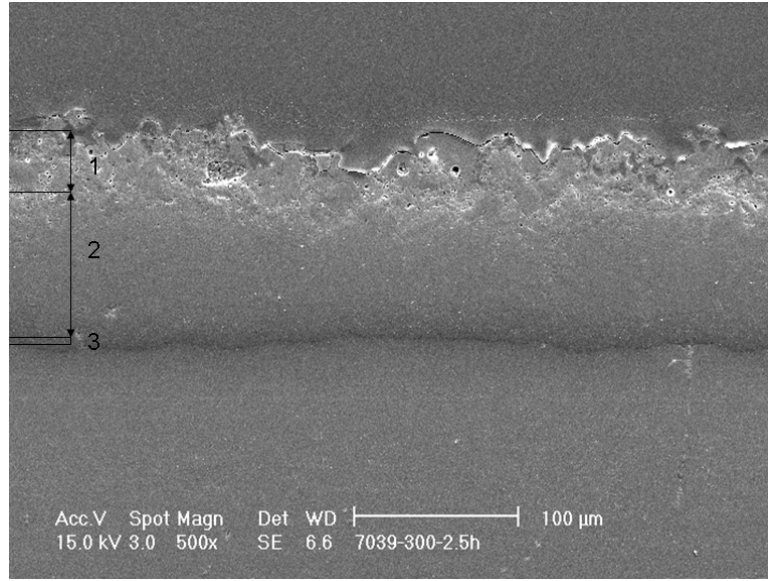
Şekil 9.12: Al 7039 alaşımına “1” nolu çözeltide, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların yüzeyine ait SEM fotoğrafları: (a) 1 dk; (b) 5 dk; (c) 10 dk (d) 30 dk; (e) 60 dk; (f) 90 dk; (g) 120 dk; (h) 150 dk



Şekil 9.13: Al 2017A, Al 6061 ve Al 7039 alaşımlarına “2” nolu çözeltide, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların yüzeyine ait SEM fotoğrafları:
(a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk

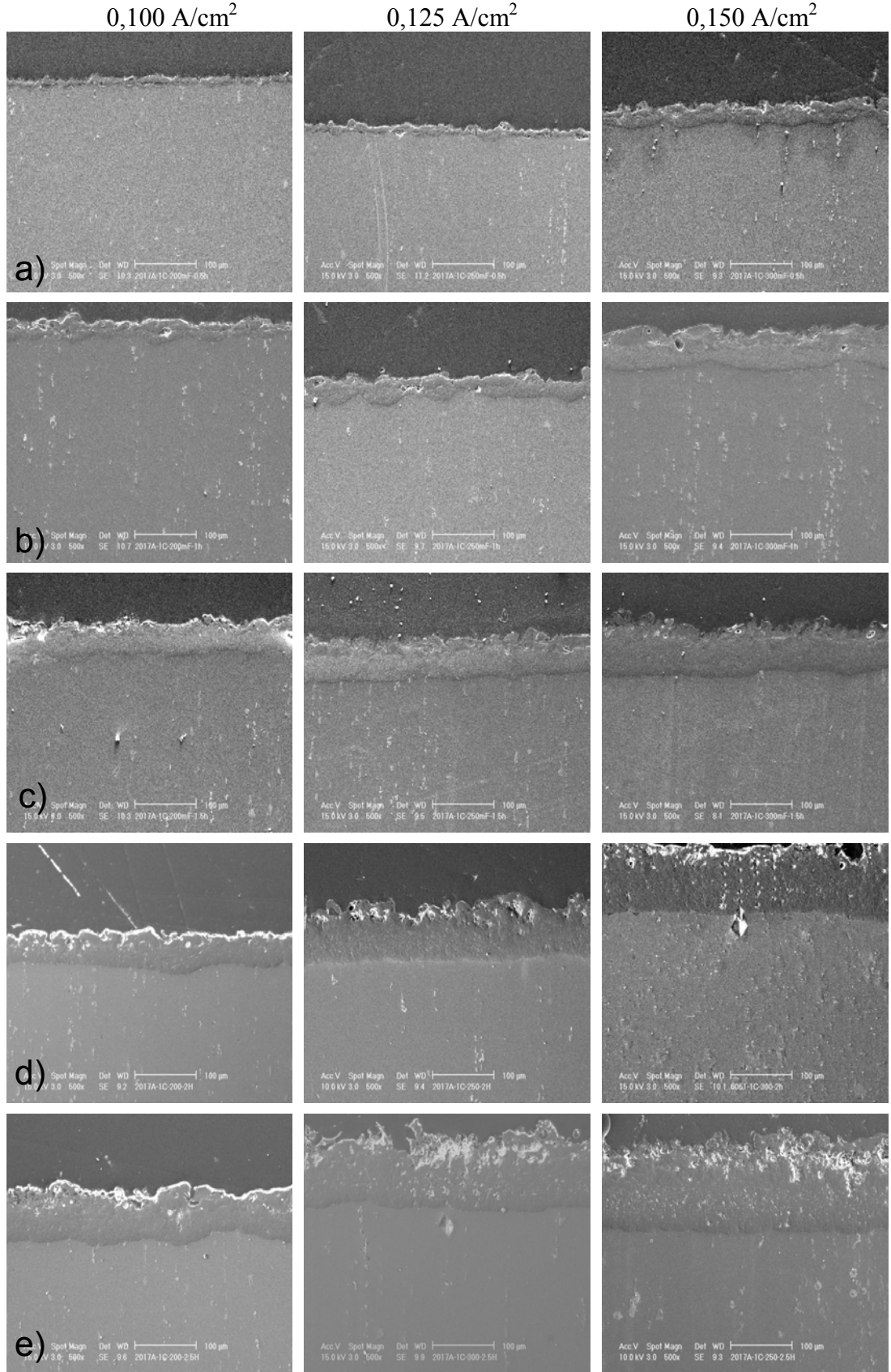
9.4.2 Kaplama kesit alanı

Kaplama kesit alanları taramalı elektron mikroskop kullanılarak incelenmiştir. MAO kaplamaları farklı mikro yapıya sahip bölgelerden oluşmaktadır. Şekil 9.14’de bu bölgelerin gösterildiği yaklaşık 150 μm kalınlığında kaplı Al 7039 numunesinin kesitine ait SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil 9.15, Şekil 9.16 ve Şekil 9.17 da ise “1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde sırayla 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımları üzerine 0,1 A/cm², 0,125 A/cm² ve 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları verilmiştir. Ayrıca “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde, belirtilen bu alüminyum alaşımları üzerine 0,150 A/cm² akım yoğunluğu uygulayarak yapılan seramik kaplamaların kesit alanına ait SEM fotoğrafları da Şekil 9.18’de verilmiştir

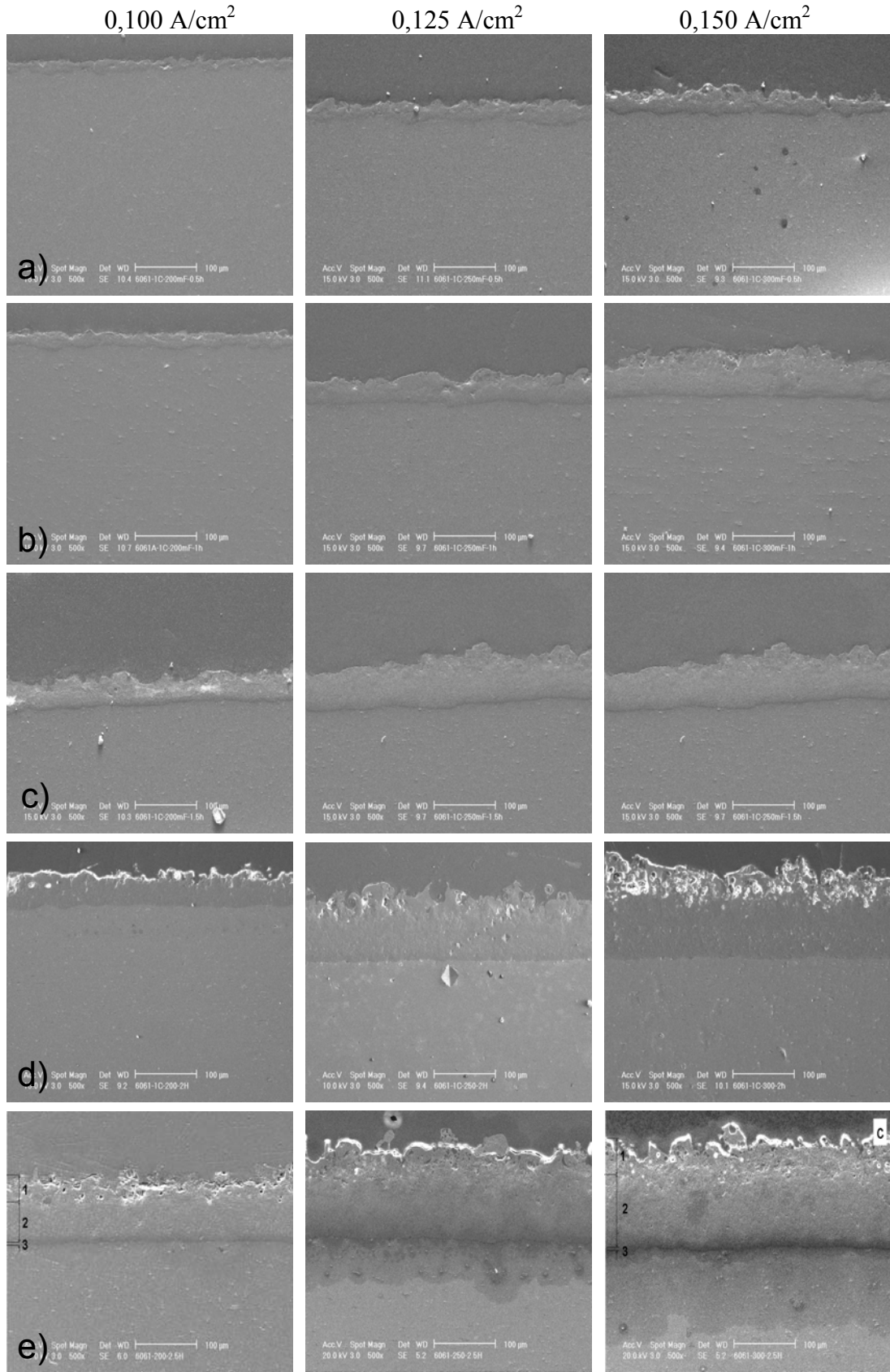


Şekil 9.14: Al 7039 alaşımı üzerine yapılan MAO kaplama mikro yapısı (150 μm)

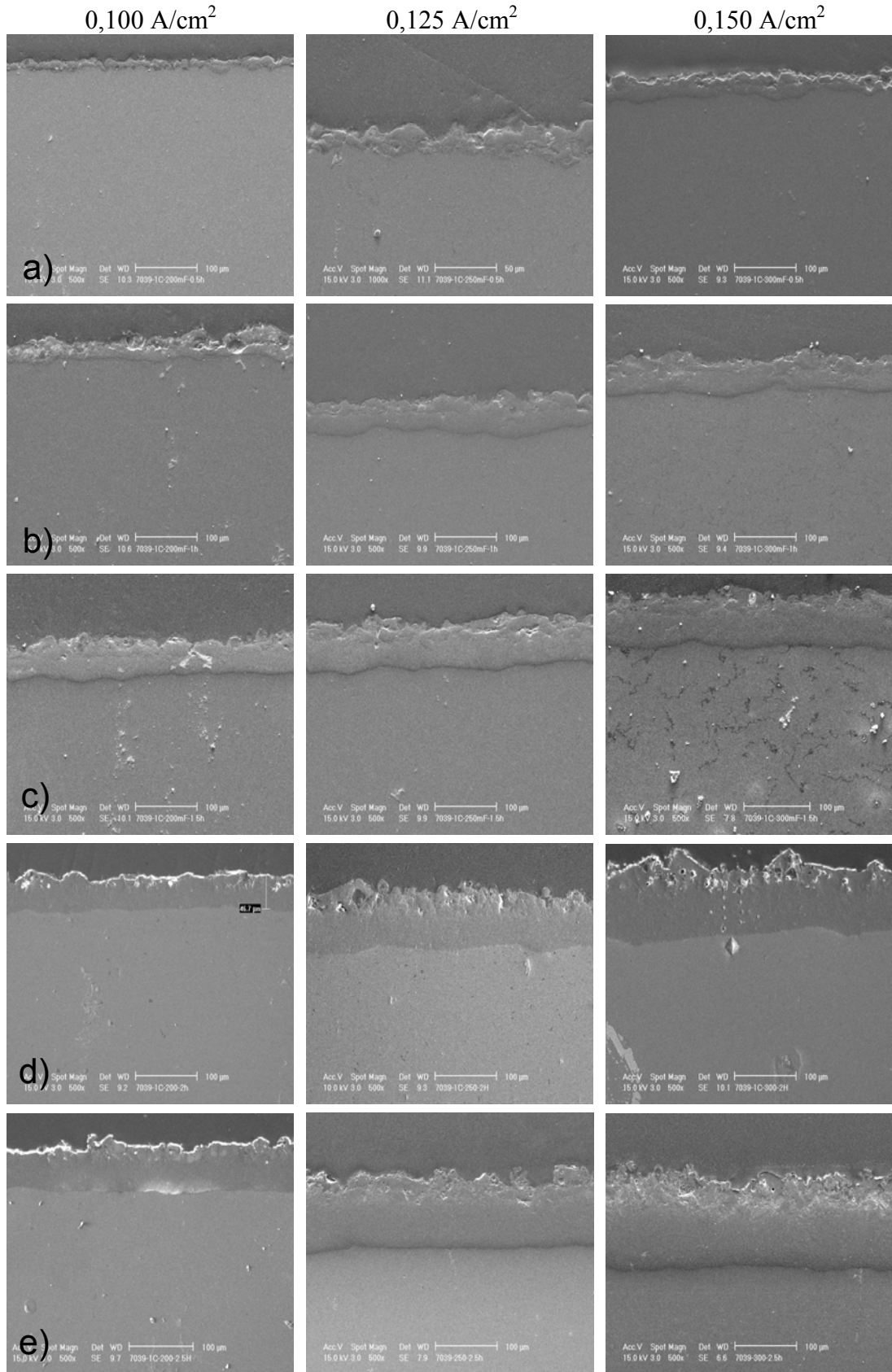
Şekil 9.14-Şekil 9.18’de verilen tüm kaplamalarda üç farklı bölge bulunmaktadır: Gözenekli dış bölge (1), Daha sık, yoğun iç bölge (2), ince ara yüzey bölgesi (3). Gözenekli dış bölge ekseriyetle düşük sıcaklık ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) fazlarını içerir. Daha sık, yoğun iç bölge ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) yüksek sıcaklık modifikasyonlarıyla oluşur. İnce ara yüzey bölgesi ise sık tabakanın altında olup altlık alaşım elementlerinin karmaşık fazlarını içerir. SEM fotoğraflarının incelenmesinde görüldüğü gibi bu bölgelerin birbirine göre ölçüleri, yapıları ve faz kompozisyonları kaplama süresi ve akım yoğunluğu ile değişmektedir.



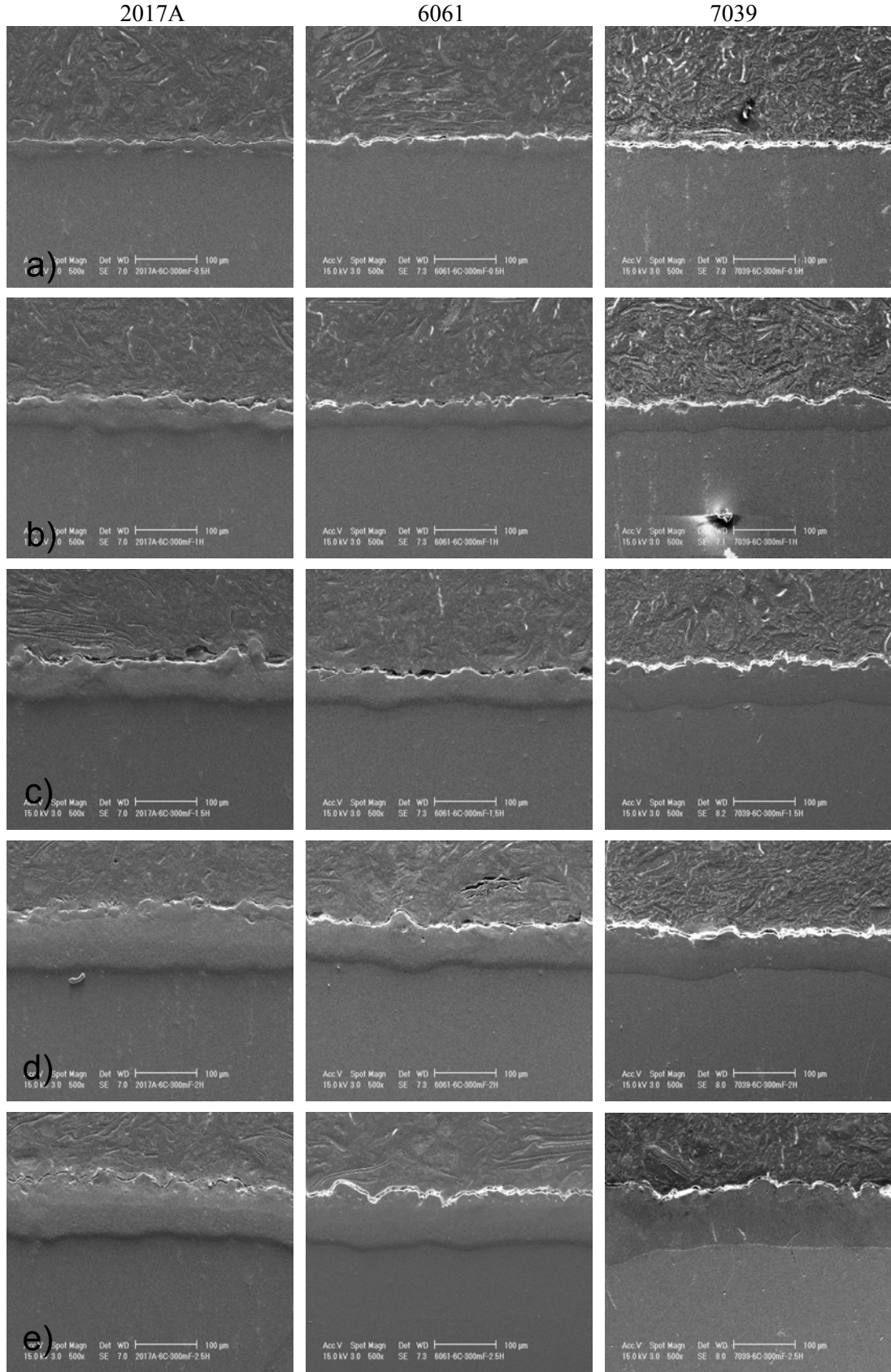
Şekil 9.15: Al 2017A alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,1 A/cm², 0,125 A/cm² ve 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk



Şekil 9.16: Al 6061 alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,1 A/cm², 0,125 A/cm² ve 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk



Şekil 9.17: Al 7039 alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,1 A/cm², 0,125 A/cm² ve 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk



Şekil 9.18: Al 2017A, Al 6061 ve Al 7039 alaşımlarına “2” nolu çözeltide, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kesitine ait SEM fotoğrafları: (a) 30 dk; (b) 60 dk; (c) 90 dk (d) 120 dk; (e) 150 dk

Daha sık yoğun iç bölgenin miktarı kaplama süresi ve akım yoğunluğunun artırılması ile artmıştır. Gözenekli dış kısmın miktarıda kaplama süresi, akım yoğunluğu ve sodyum silikat miktarının artırılması ile artar. İnce ara yüzey bölgesi ise kaplama süresi ve akım yoğunluğunun artırılması ile daha düz ve belirgin hale gelir. Kaplama-altlık malzeme ara yüzeyi metalurjik olarak birbirine iyi tutunmakta olup SEM ile yapılan incelemelerde kaplama/altlık ara yüzeyinde ve ara yüzeye yakın yerde kaplamayı zayıflatacak hiçbir büyük boşluk görülmektedir. Kaplama gözenekli olup kaplama yüzeyi civarında daha belirgindir. Bu gözeneklilik MAO oksidasyon esnasındaki oksijen çıkışından kaynaklanabilir. Bu çıkan oksijen muhtemelen erimiş alumina içerisinde hapsolür. Erimiş alumina hızlı bir şekilde soğurken çok küçük ölçekli birbiriyle bitişik gözenekler oluşmasına yardımcı olmuş olabilir.

Genelde kısa süreli oksit kaplamalarında oksit tabakası homojen olmayıp, oldukça ince ve gelişigüzedir. Ayrıca oksit metal ara yüzeyi bazı gözenek ve boşluklar içerir. Oksit metal ara yüzeyi düz bir çizgi halinde olmayıp dalgalıdır. Diğer taraftan, uzun süreli oksidasyonda kaplama tabakası kalın, yoğun, homojen ve metal oksit ortak yüzeyi oldukça düzgündür. Kısa süreli ince kaplamalarda ince ara yüzey bölgesi net olarak görülmektedir. Fakat kalın kaplamalarda bu bölge daha net olarak görülmektedir.

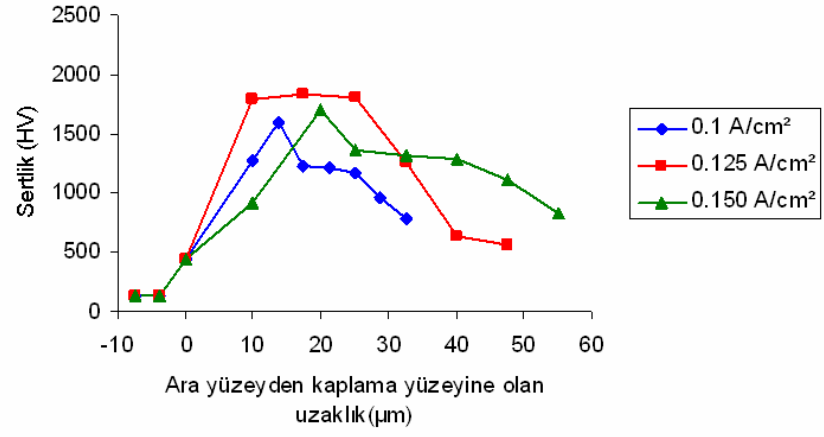
9.5 MAO Kaplama Sertliği

Kaplanmış bir yüzeyin tribolojik davranışını etkileyen en önemli parametrelerden biri, kaplamanın sertliği ve taban malzemesi sertliğiyle olan ilişkisidir. Kaplama sertliklerini belirlemek için kaplama kalınlığı boyunca kaplama ara yüzeyinden eşit uzaklıklarda kaplama kalınlığına bağlı olarak değişik sayıda sertlik ölçümleri yapılmıştır. Uygun sertlik ölçümleri alabilmek için ölçümlerde 70 gramlık yük kullanılmıştır. Sertliklerin üretilen kaplamalar ve altlık malzemeden nasıl alındığını göstermek için 7039 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda, 150 dk süreyle üretilen kaplamadan ve altlık malzemeden sertlik alınmıştır. Alınan sertlik izlerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine doğru değişimini gösteren taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 9.19’da verilmiştir. “1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum

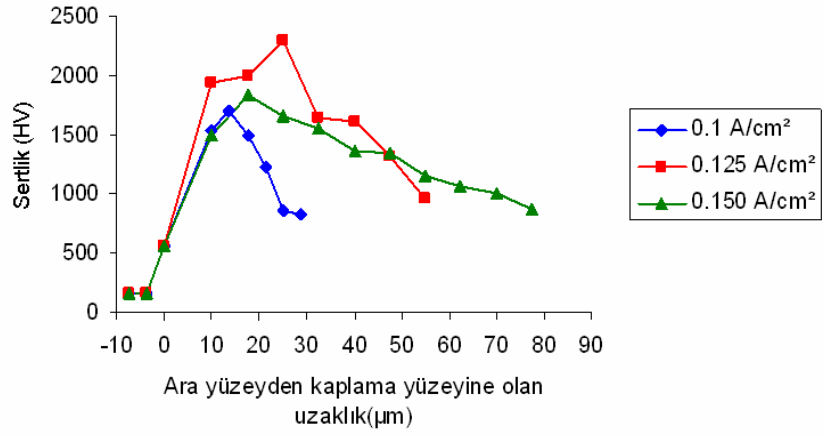
Acc.V 15.0 kV Spot 3.0 Magn 500x Det SE WD 9.2 7039-1C-300-2.5 100 μm

MAO kaplamalarının literatürde maksimum sertlik değerleri α -alümina esaslı kaplamalar için 1700-2200 HV, γ -fazlı kaplamalar için 1000-1500 HV ve mullit esaslı kaplamalar için 400-900 HV olup yaklaşık 100 HV yüzey sertliğine sahip olan alüminyum alaşımına önemli bir şekilde yüzey koruması sağlar. MAO ile elde edilen kaplamaların sertliği geleneksel anodik oksidasyon yöntemi ile elde edilen alümina kaplamaların sertliğinden (400-600 HV) [148,149] çok daha iyidir.

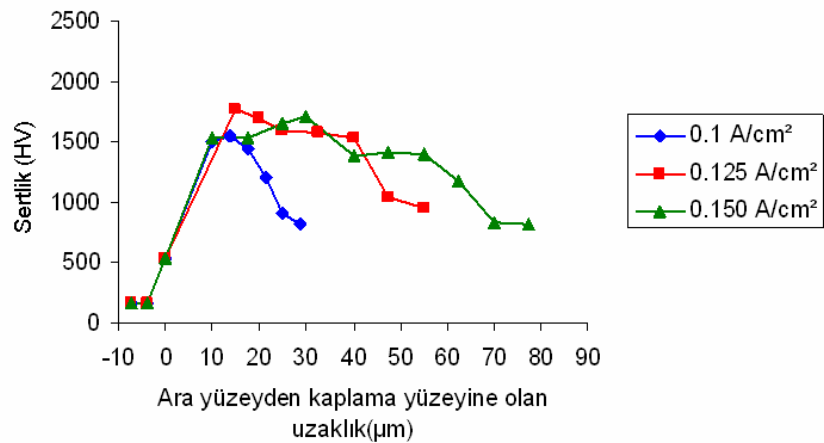
150



(a)

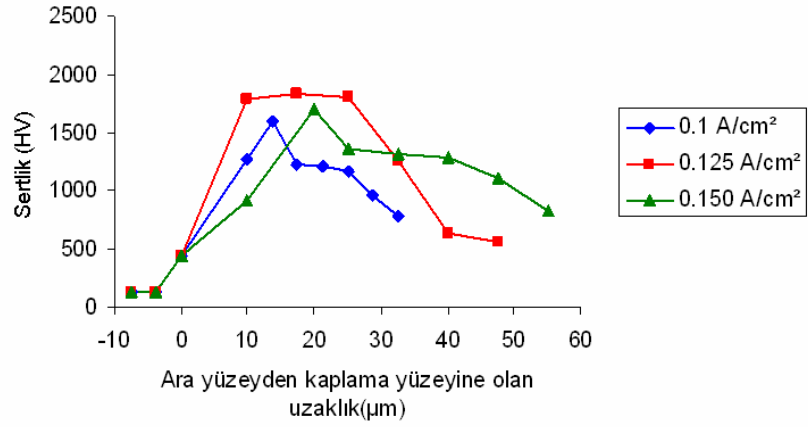


(b)

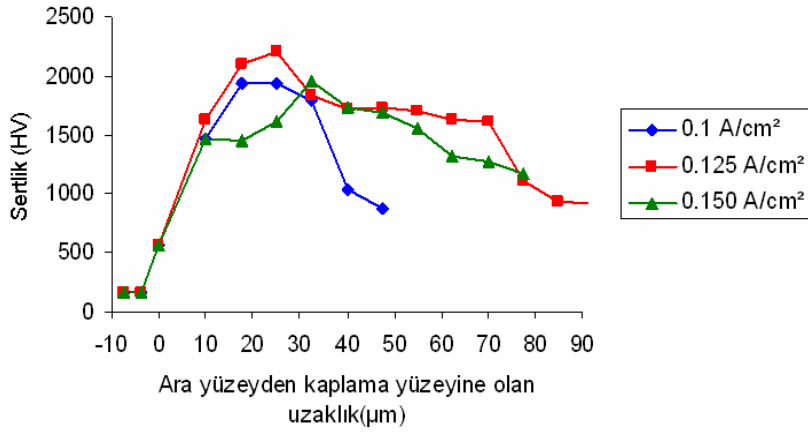


(c)

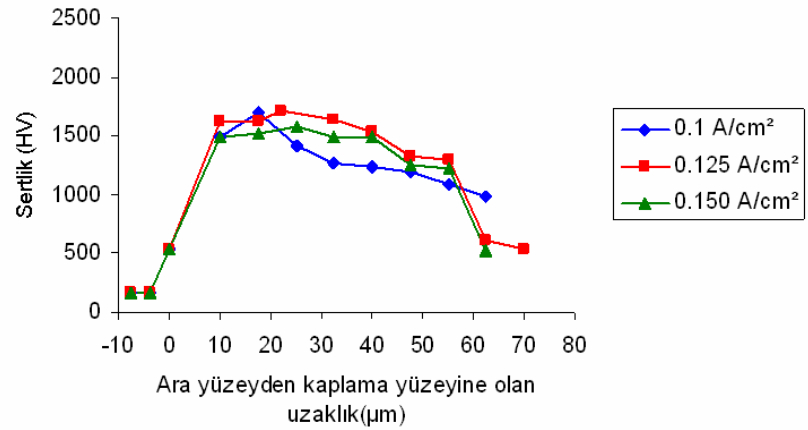
Şekil 9.20: Farklı alaşımlara “1” nolu çözelti içerisinde, farklı akım yoğunluklarında, 120 dk süre ile yapılan kaplamaların, kaplama sertliklerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine olan uzaklık ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039.



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.21: Farklı alaşımlara “1” nolu çözelti içerisinde, farklı akım yoğunluklarında, 150 dk süre ile yapılan kaplamaların, kaplama sertliklerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine olan uzaklık ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039

Kaplamaların sertliđi kaplama kesiti boyunca homojen olmayan bir dađılım göstermektedir. Kaplama/altlık ara yüzeyinden kaplamanın dış yüzeyine dođru sertlik önce ara yüzeyden uzaklıkla birlikte artarak maksimum değere ulaşır. Maksimum değere ulaştıktan sonra uzaklıkla birlikte düşmeye başlar. Bu kaplamadaki faz dađılımıyla alakalıdır. MAO kaplamaları esasen α -Al₂O₃, γ - Al₂O₃ ve mullit fazlarından oluşmaktadır. Kaplamadaki bu fazların dađılımı kaplamanın sertlik profilini belirler.

Kaplama süresi ve uygulanan akım yoğunluđunun artması ile birlikte artan kaplama kalınlıđı ile kaplamadaki yoğun bölgenin (kaplamanın en sert bölgesi) miktarı artmıştır. 120 dk süreyle 0,1, 0,125 ve 0,150 A/cm² akım yoğunluklarında 2017A taban malzemesine yapılan kaplamaların (Şekil 9.20a) en sert bölgesi kaplama-altlık ara yüzeyinden sırasıyla 10 ile 25 μ m, 10 ile 32,5 μ m ve 17,5 to 40 μ m uzakta bulunmaktadır. Kaplama süresinin 150 dk çıkarılması ile bu sert bölgenin bulunduđu konum deđişmiştir. Bu bölgenin bulunduđu konum yer deđiştirerek kaplama altlık ara yüzeyinden 10 ile 27 μ m, 10 ile 55 μ m ve 17,5 ile 62,5 μ m uzakta ki yeni konuma gelmiştir (Şekil 9.21a).

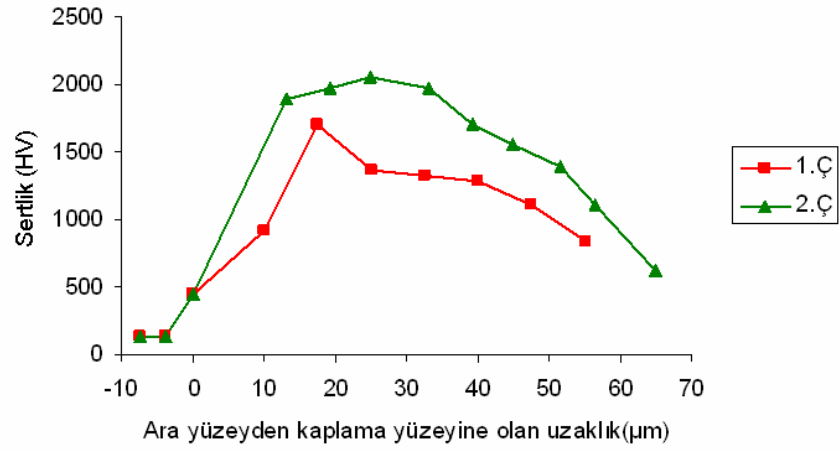
6061 taban malzemesine 120 dk süre ile yapılan kaplamalarda (Şekil 9.20b) ise bu bölgelerin kaplama/altlık ara yüzeyinden uzaklıđı sırayla 10 ile 20 μ m, 10 ile 40 μ m ve 10 ile 47,5 μ m uzaktır. Kaplama süresinin 150 dk çıkarılması ile bu sert bölgenin yeni konumu kaplama-altlık ara yüzeyinden 5 ile 32,5 μ m, 17,5 ile 62,5 μ m ve 17,5 ile 55 uzaklıktadır (Şekil 9.21b).

Benzer şekilde 7039 altlık malzemesine yapılan kaplamalarda kaplama süresinin 120 dk dan 150 dk ya artırılması ile farklı akımlar için yoğun, sert bölgenin bulunduđu konumu deđiştirmiştir. Bu bölgenin, 120 dk süreli kaplamalar (Şekil 9.20c) için konumu kaplama ara yüzeyinden 10 ile 21,5 μ m, 15 ile 47,5 μ m ve 10 ile 55 uzaklıktadır. Kaplama süresinin 150 dk olması ile bu sert yoğun bölgenin konumu kaplama altlık ara yüzeyinden 10 ile 32,5 μ m, 10 ile 52 μ m ve 10 ile 55 μ m uzaklıkta ki yeni konuma gelmiştir (Şekil 9.21c). Bu bölgeler yoğun iç kaplama bölgesindeki yüksek sıcaklık fazlarının (α -Al₂O₃ ve Al₂O₃) maksimum miktarı ile ilişkilidir.

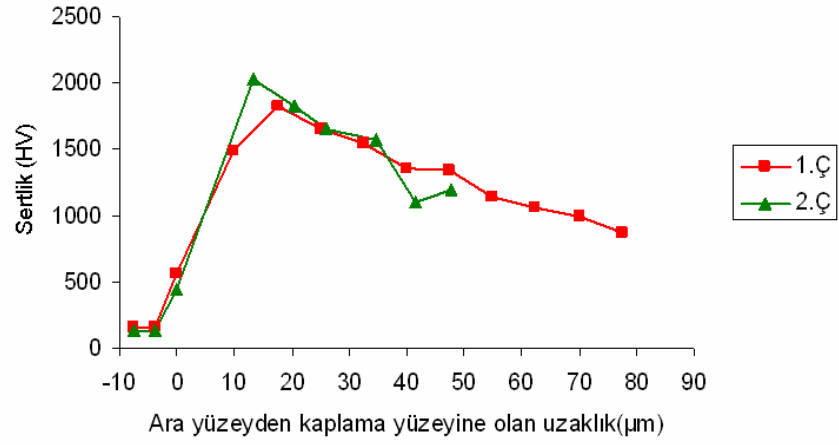
2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarının oldukça düşük olan yüzey mikro sertliği (sırayla 140, 160, 170 HV) kaplama sonrası önemli bir şekilde artırılmıştır. 0,1, 0,125 ve 0,150 A/cm² akım yoğunluklarında “1” nolu çözeltide 150 dk süre ile yapılan kaplamalar sonrası 2017A alaşımlarının yüzey sertliği sırayla 1597 HV, 1828 HV ve 1696 HV; 6061 alaşımlarının yüzey sertliği 1945 HV, 2200 HV ve 1960 HV; ve 7039 alaşımlarının yüzey sertliği de 1697 HV, 1711 HV ve 1573 HV olmuştur. 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “2” nolu çözeltide yapılan kaplamalar sonrası 2017A alaşımlarının yüzey sertliği 2275 HV, 6061 alaşımlarının yüzey sertliği 2030 HV ve 7039 alaşımlarının yüzey sertliği 1538 HV olmuştur.

Ayrıca akım yoğunluğunun artırılması aynı MAO kaplama süresin de üretilen kaplamaların kaplama kalınlığını artırmıştır ve maksimum sertliğin bulunduğu pozisyon ara yüzeyden uzaklaştırmıştır. Örneğin 0,1, 0,125 ve 0,150 A/cm² akım yoğunluklarında, 150 dk süre ile yapılan kaplamalarda en büyük sertliğin bulunduğu konumun ara yüzeyden uzaklığı 2017A alaşımına yapılan kaplamalar (Şekil 9.21a) için sırayla 17,5 µm, 20 µm ve 30µm dir. 6061 alaşımına yapılan kaplamalar (Şekil 9.21b) için bu değer 17,5 µm, 25 µm ve 32,5 µm ve 7039 alaşımına yapılan kaplamalar (Şekil 9.21c) için de 17,5 µm, 22 µm ve 25 µm dir.

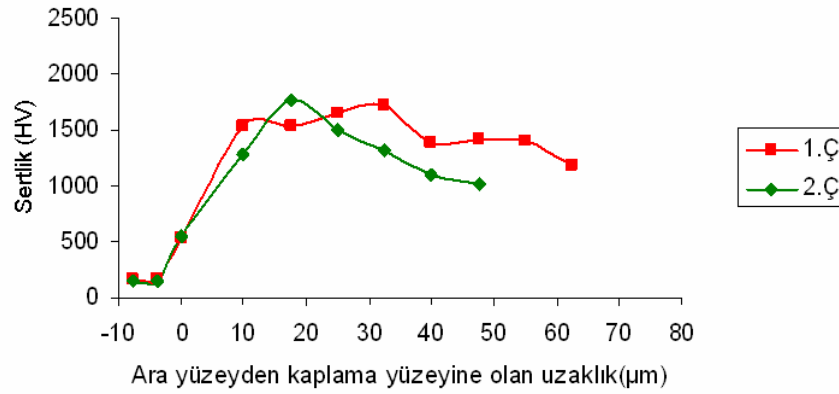
Bütün kaplamalarda sertlikteki düşüş kaplama sertlik değerinin en büyük değerinden kaplama yüzeyine doğru ölçülmüştür. Bu muhtemelen hem faz kompozisyonundaki değişiklikten hem de kaplama gözenekliliğindeki benzer artıştan kaynaklanabilir. Fakat kaplamadaki relatif faz kompozisyonunun detaylı olarak bilinmesi bile sertliğin hemen tahmin edilmesine olanak vermez. Çünkü bu önemli bir şekilde mikro yapıya da bağlıdır. Örneğin gözeneklilik sertliği önemli bir şekilde düşürürken, ince tane, Hall-Petch denklemi [150, 151] tarafından belirtildiği gibi sertliği önemli bir şekilde artırır. Artırılmış bu sertliğin, kaplama gözenekliliğinin azaltılması ve kaplamadaki kristal yapılı malzeme oranının özellikle α -Al₂O₃ oranının artırılmasının bir sonucu olarak düşünülebilir. α -Al₂O₃ miktarı, gözeneklilik ve tane boyutundaki değişiklikler akım yoğunluğuna bağlıdır. 0,150 A/cm² akım yoğunluğu uygulayarak 2017A, 6061 ve 7039 alaşımlarına 120 ve 150 dk süre ile yapılan kaplamalarda α -Al₂O₃ miktarı 0,125 A/cm² akım yoğunluğu uygulayarak yapılan kaplamalardan daha fazla olmasına rağmen, bu akım yoğunluğunda üretilen



(a)

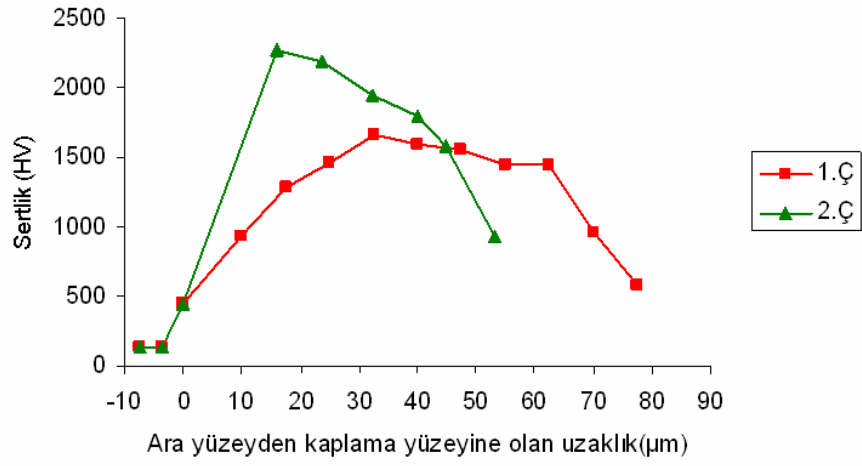


(b)

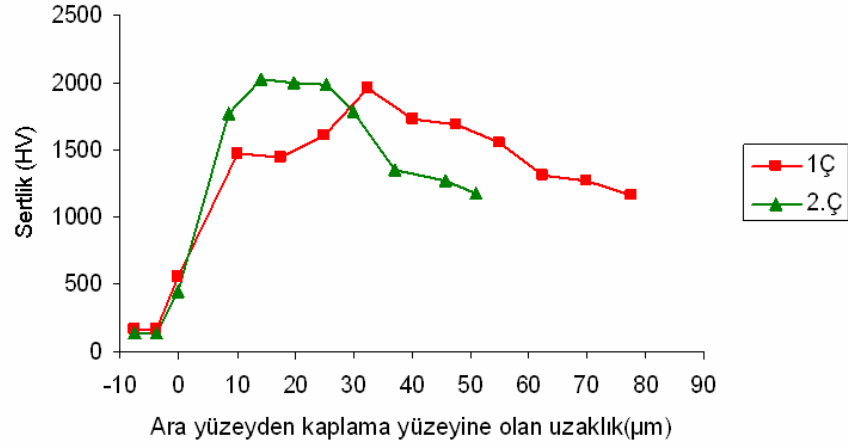


(c)

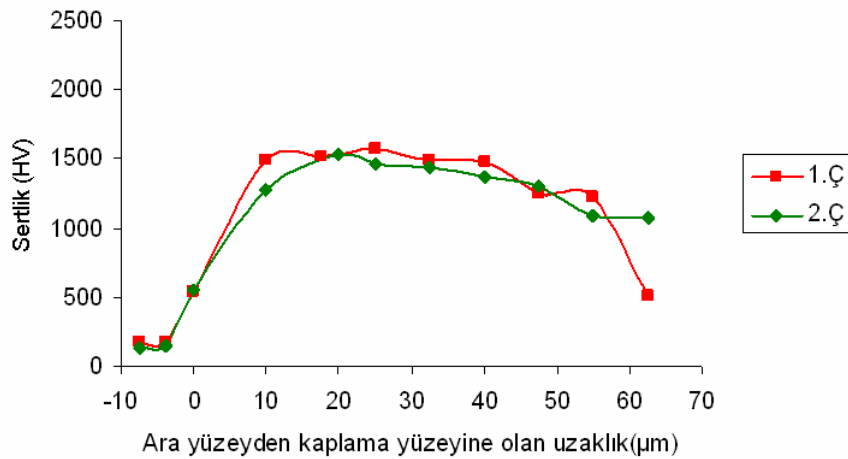
Şekil 9.22: Farklı alaşımlara farklı çözelti içerisinde $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 120 dk süre ile yapılan kaplamaların, kaplama sertliklerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine olan uzaklık ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.23: Al 7039 alaşımına farklı çözelti içerisinde $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 150 dk süre ile yapılan kaplamaların, kaplama sertliklerinin kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine olan uzaklık ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039

tüm kaplamaların (7039 alaşımına 120 dk süre ile üretilen kaplama hariç) kaplama kesit alanına ait sertlik dağılımları daha düşüktür (Şekil 9.20 ve Şekil 9.21). Bunun sebebi kaplamadaki gözenekliliğin daha yüksek olması dolayısıyla sertlik değerlerinin daha düşük değerde ölçülmesi olabilir. Yüksek akım yoğunluğu her zaman yüksek oranda α -Al₂O₃ miktarını elde etmek için büyük bir avantaj olmasına rağmen, kaplama gözenekliliğini ve tane boyutunu daha da artırarak sertlik dağılımını etkiler.

Şekil 9.22 ve Şekil 9.23'deki eğrilerden de görüldüğü gibi yüksek sodyum silikat konsantrasyonlu "1" nolu çözeltide 0,150 A/cm² akım yoğunluğu uygulayarak üretilen kaplamaların mikro sertlikleri nispeten sodyum silikat konsantrasyonunun düşük olduğu "2" nolu çözeltiye göre daha azdır. Bu farklılık her üç taban malzemesine yapılan kaplamalarda görülmektedir. Bunun sebebi elektrolit kompozisyonundaki silikat miktarının artırılması kaplama büyüme hızını artırırken kaplama sertliğini düşüren daha yumuşak alümina-silikat (Al-Si-O) fazlarının oluşumunu hızlandırmasıdır.

Sertlik dağılımını taban malzemesine göre karşılaştırdığımızda tüm şartlarda 6061 taban malzemesine yapılan kaplamalar diğer taban malzemelerine yapılan kaplamalara göre en iyi sertlik dağılımı göstermiştir. 2017A taban malzemesine yapılan kaplamalar için en iyi sertlik dağılımı 150 dk süreli 0,125 A/cm², 7039 için ise 120 dk 0,125 A/cm² kaplama parametrelerinde elde edilmiştir.

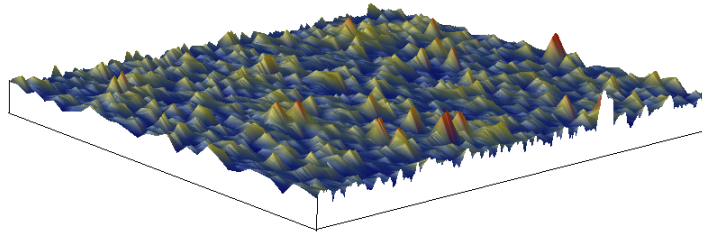
Maksimum sertlik değerleri α -alumina esaslı kaplamalar için 1700-2200 HV, γ -fazlı kaplamalar için 1000-1500 HV ve mullite esaslı kaplamalar için 400-900 HV ile uyushmaktadır. Her bir durumda, kaplamanın gözenekli dış bölgeleri daha düşük sertliğe sahiptirler

9.6 Kaplama Yüzey Pürüzlülüğü

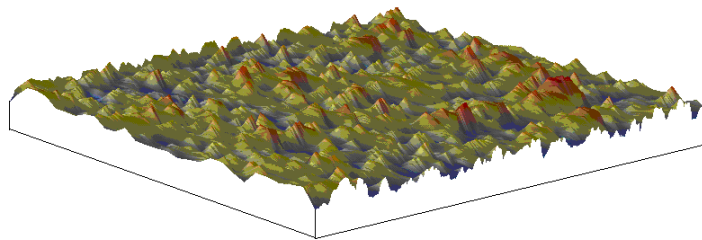
Karşılıklı temas eden yüzeylerin pürüzlülükleri, yüzeyin sürtünme ve aşınma davranışını etkiler. Bu nedenle kaplama işlemi sonrasında, yüzey pürüzlülüğünün bilinmesi gerekmektedir. Gerek taban malzemesinin, gerek de kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün düşük olması istenir. Taban malzemesinin yüzey pürüzlülüğünün

yüksek olması kaplama yapısında iç gerilme miktarının fazla olmasına neden olur. Bu ise kaplamanın taban malzemesine yapışmasını olumsuz yönde etkiler [1]. Kaplama yüzeyinin yüksek pürüzlülüğe sahip olması, kaplama yapısında makro parçacık sayısının fazla olduğu anlamına gelir. Makro parçacıklarda, kaplamanın kalitesini kötü yönde etkiler [2].

Tüm numunelerin kaplama sonrası yüzey pürüzlülükleri Vecoo Dektak⁸ marka mekanik profilometre ile belirlenmiştir. Şekil 9.24 de 6061 alüminyum alaşımına 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda 60 ve 150 dk süre ile yapılan kaplamaların yüzey topografisini ve pürüzlülüğünü gösteren resimler verilmiştir. Benzer kaplama yüzey topografisi ve pürüzlülüğü diğer alaşımlara yapılan kaplamalarda da alınmış olup burada resimleri verilmemiştir.



(a)



(b)

Şekil 9.24: Al 6061 alaşımına “1” nolu çözelti içerisinde 0,125 A/cm² akım yoğunluğu uygulayarak yapılan kaplamaların yüzey topoğrafisi: a) 60 dk; b)150 dk

Şekil 9.25 de farklı alaşımlara “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların, Şekil 9.26 de ise “1” ve “2” nolu çözelti içerisinde, 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların ortalama yüzey pürüzlülüğünün kaplama süresi ile değişimini gösteren eğriler verilmiştir

Ayrıca “1” ve “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde, belirtilen bu alüminyum alaşımları üzerine $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu uygulayarak yapılan seramik kaplamaların, ortalama yüzey pürüzlülüğünün kaplama süresi ile değişimi de Şekil 9.27 de verilmiştir.

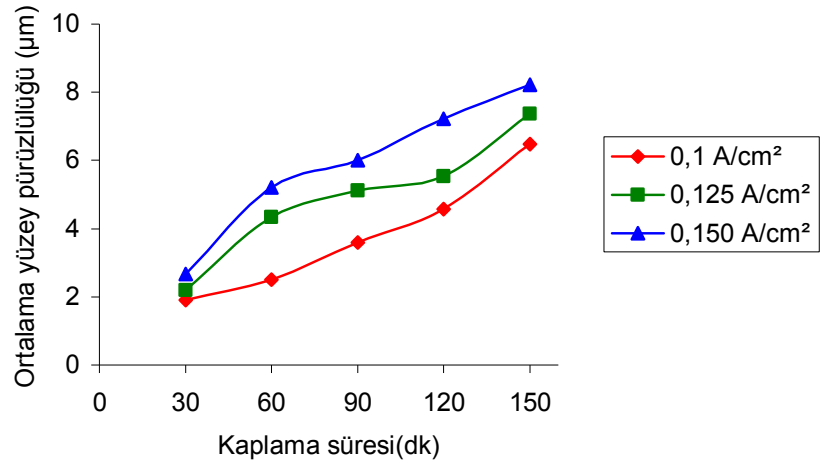
Tüm akım yoğunluklarında taban malzemesi üzerine yapılan kaplamalarda yüzey pürüzlülüğü kaplama süresiyle birlikte artan kaplama kalınlığı ile artmıştır. Daha kısa süreli dolayısıyla daha ince kaplamalarda yüzey pürüzlülüğü daha düşüktür. Kaplama süresinin artması ile budeşarj kanallarının sayısı azalırken çapları ise artar.

Sonuç olarak kaplama yüzeyi pürüzlülüğü artarak yüzey daha kaba görünümlü hale gelir. Bu, kaplama kalınlığı ile voltajın artması, daha yüksek voltajlarda güçlüdeşarjların oluşması ve bu güçlüdeşarjlar altında kaplama ürünlerinindeşarj kanallarından dışarıya çıkmasına (hatta püskürmesine) sebep olan daha fazla enerjinin açığa çıkmasından kaynaklanmaktadır.

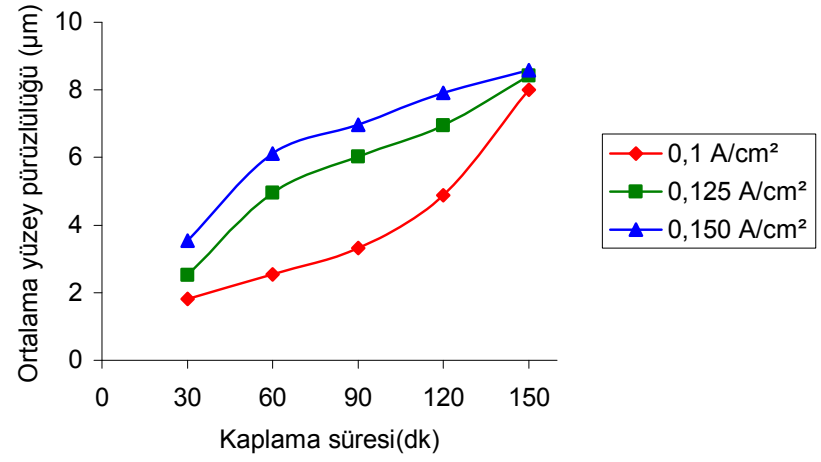
Kaplamanın oldukça zayıf bölgesinde çok sayıdadeşarj oluşması veya birçokdeşarj kanalının birleşerek daha büyük tek bir kanal oluşturması da yüzey pürüzlülüğünün ve gözenek ölçüsünün değişme nedenlerinden biri sayılabilir.

Akım şiddeti artırıldığında kaplama kalınlığıyla birlikte yüzey pürüzlülüğü de artmıştır. Bu artış $0,125$ ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ kaplamalarda daha fazla olup en büyük artış $0,150 \text{ A/cm}^2$ kaplamalarda olmuştur. Kaplama yüzey pürüzlülükleri arasındaki fark 30 dakikalık kaplamalarda düşük olup kaplama süresiyle artış göstermiş 90 dakika süreli kaplamalardan sonra azalarak 150 dakikalık kaplama sonunda en düşük olup neredeyse birbirine yaklaşmıştır.

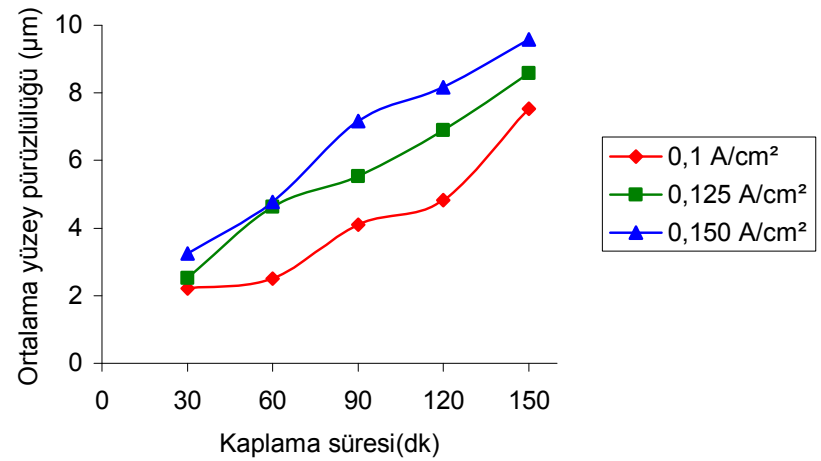
Akım şiddetinin değiştirilmesi, yüzeydeki kıvılcımlarındeşarj karakteristiğini etkiler. Yüksek akım şiddetideşarj yoğunluğunu artırarak; kaplama ürünlerinin birikimine katkıda bulunup kaba taneli yapı oluşturur ve kaplama pürüzlülüğünü artırır. Yüksek akım şiddetinin aksine düşük akım şiddeti daha ince taneli yapı oluşturarak düşük yüzey pürüzlülüğü oluşturur.



(a)

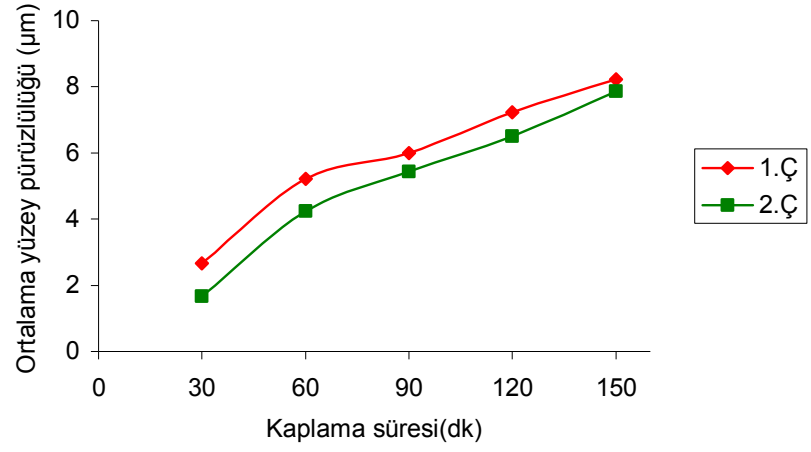


(b)

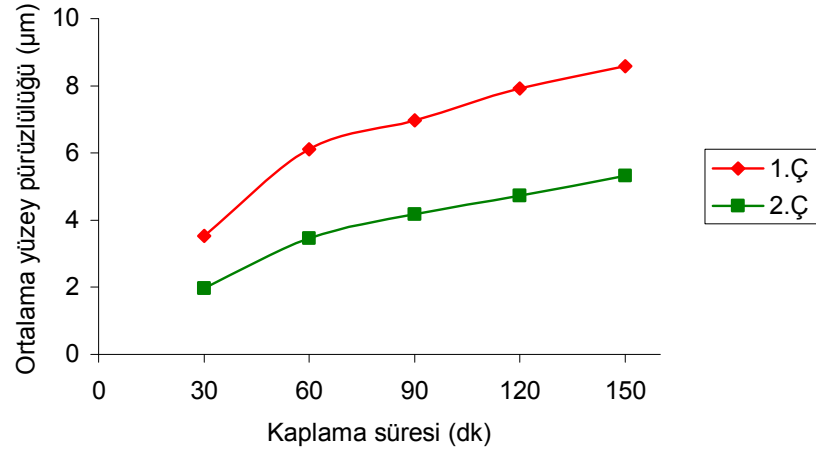


(c)

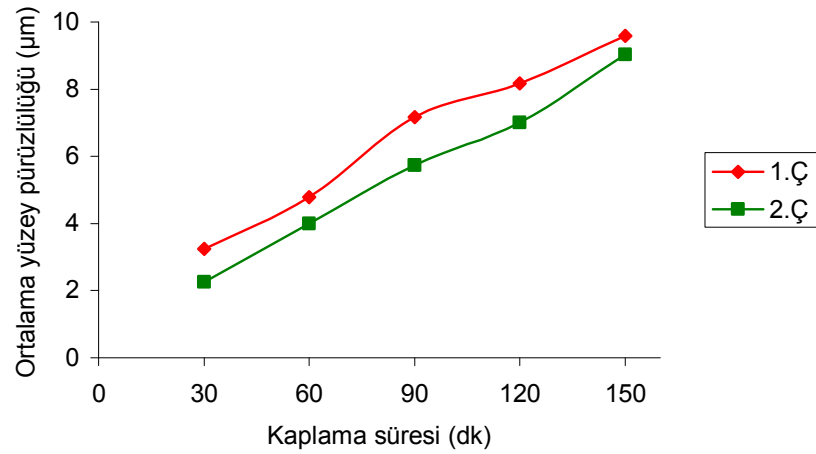
Şekil 9.25: Farklı alaşımlara “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların ortalama yüzey pürüzlülüğünün kaplama süresi ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039



(a)

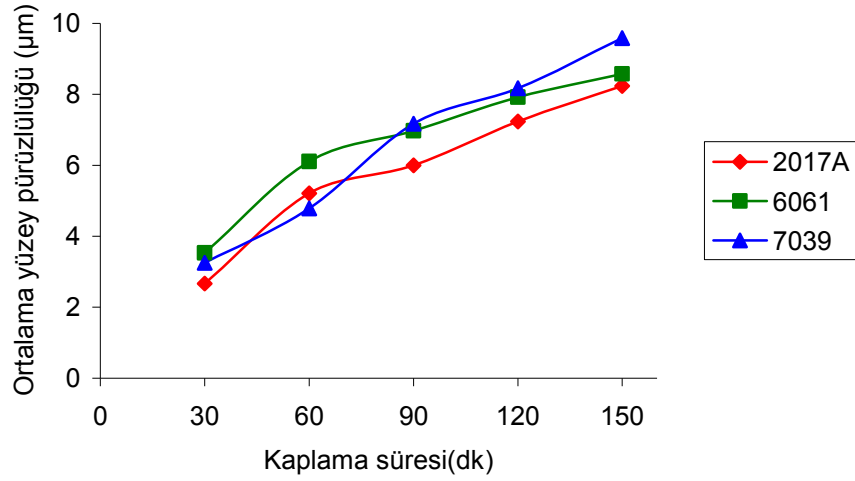


(b)

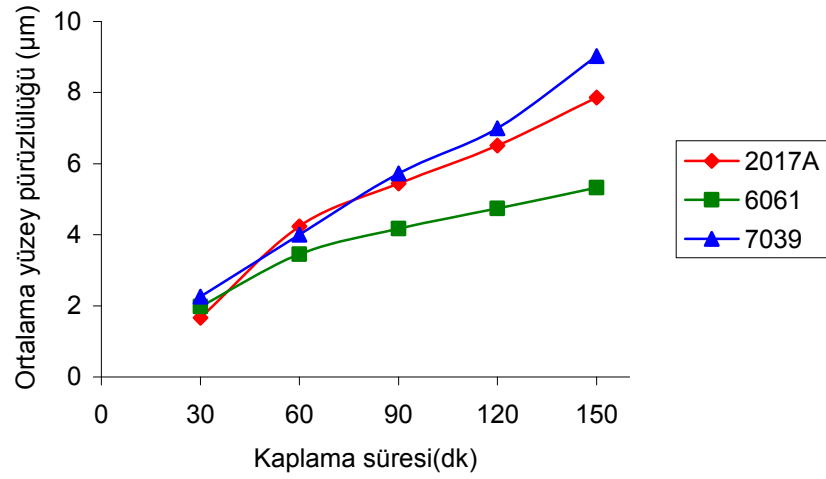


(c)

Şekil 9.26: Farklı alaşımlara, farklı çözelti içerisinde, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım uygulanarak yapılan kaplamaların ortalama yüzey pürüzlülüğünün kaplama süresi ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039



(a)



(b)

Şekil 9.27: Farklı çözelti içerisinde, farklı alaşımlara, 0,150 A/cm² akım uygulanarak yapılan kaplamaların ortalama yüzey pürüzlülüğünün kaplama süresi ile değişimi: a) “1” nolu çözelti
b) “2” nolu çözelti

Farklı taban malzemelerine aynı şartlarda yapılan kaplamaların yüzey pürüzlülüklerinde farklılıklar olmaktadır. Bu farklılık taban malzemelerinde bulunan alaşım elementlerinden kaynaklanmaktadır. Alüminyum alaşımları içerisinde farklı alaşım elementlerinin bulunması yüzeydeki kıvılcımların deşarj karakteristiğini etkileyerek farklı kaplama büyüme hızına ve yüzey pürüzlülüğüne sebep olur. İlk oksit filminde mikro deşarjlar daha çok intermetalik komponentler veya alaşım elementlerinin toplanmış olduğu yerlere yerleşerek yüzeyde mikro deşarj

yoğunluğunun ve homojenliğinin azalmasına, oksit seramik kaplama büyüme hızının azalmasına ve kaplama pürüzlülüğünün artmasına neden olur [145]. Sonuçta farklı Al alaşımlarında farklı intermetaliklerin bulunması da bu alaşımların aynı şartlarda farklı büyüme hızına ve farklı yüzey pürüzlülüğüne sahip olmasının nedenlerinden biri sayılabilir.

Elektrolit kompozisyonundaki sodyum silikat konsantrasyonunun azaltılması 2017A, 6061 ve 7039 alaşımlara yapılan kaplamalarda eş zamanlı olarak hem kaplama kalınlığında hem de yüzey pürüzlülüğünde düşüşe neden olmuştur. Bu kaplama kalınlığındaki düşüş ile voltajın azalması, daha düşük voltajlarda daha zayıf ve homojen çok sayıdadeşarjların oluşması ve budeşarjlar altında kaplama ürünlerinindeşarj kanallarından dışarıya homojen bir şekilde daha ince taneli bir şekilde çıkmasından kaynaklanır.

MAO işleminin ilk aşamalarındadeşarj kanallarının iyi dağılım göstermesinden dolayı daha ince kaplama daha düşük yüzey pürüzlülüğü gösterir. Kalınlık artarken yüzeydekideşarj kanal sayısının azalması vedeşarj şiddetinin artması kaplamaların homojen olmamasına neden olarak yüzey pürüzlülüğünde kademeli olarak artışa sebep olur.

9.7 Kaplamanın Altlık Malzemeye Yapışması (Adhesion)

MAO ile üretilen sert seramik kaplamaların korozyona, aşınmaya veya termal çözünmeye dirençli olabilmesi için birinci özellik, kaplama ve taban malzemesi arasındaki yapışmanın kabul edilebilir ve yeterli düzeylerde olmasıdır. Çünkü kaplamanın kimyasal, fiziksel, mekaniksel ve tribolojik özellikleri, kaplamanın yapışma özelliğinden çok önemli düzeylerde etkilenmektedir.

Kaplama ve taban malzemesi arasındaki yapışma mukavemeti, çeşitli parametreler tarafından etkilenir. Bunlar, taban malzemesinin yüzey pürüzlülüğü, taban malzemesinin sertliği, kaplama sertliği, kaplama kalınlığı, kaplama ve taban malzemesinin türü, kaplama öncesi taban malzemesinin yüzey temizliği ve kaplamadaki iç gerilme miktarı olarak sıralanabilir [1, 2, 3].

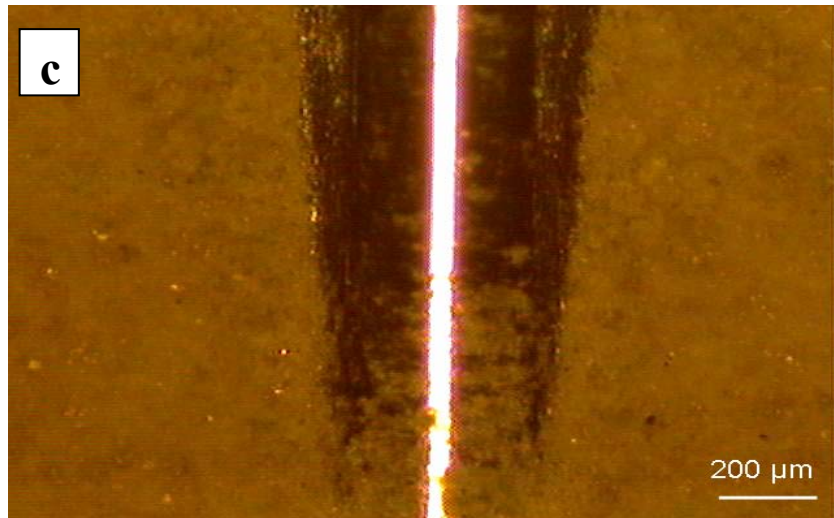
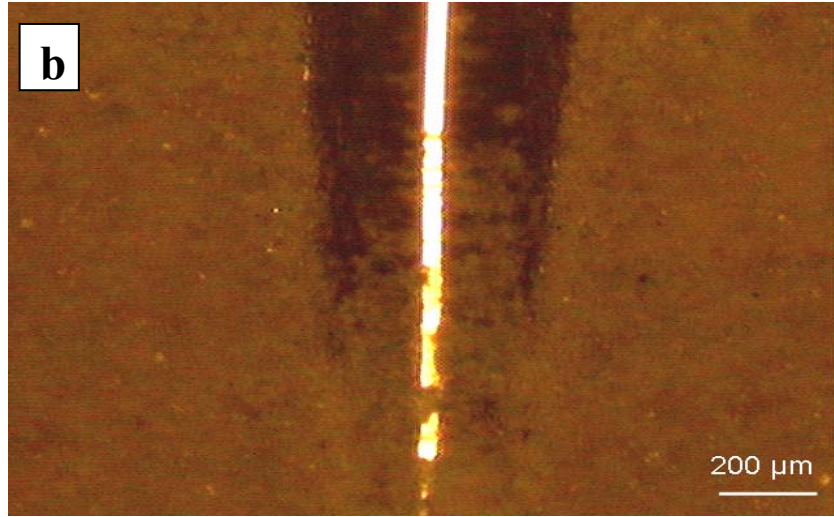
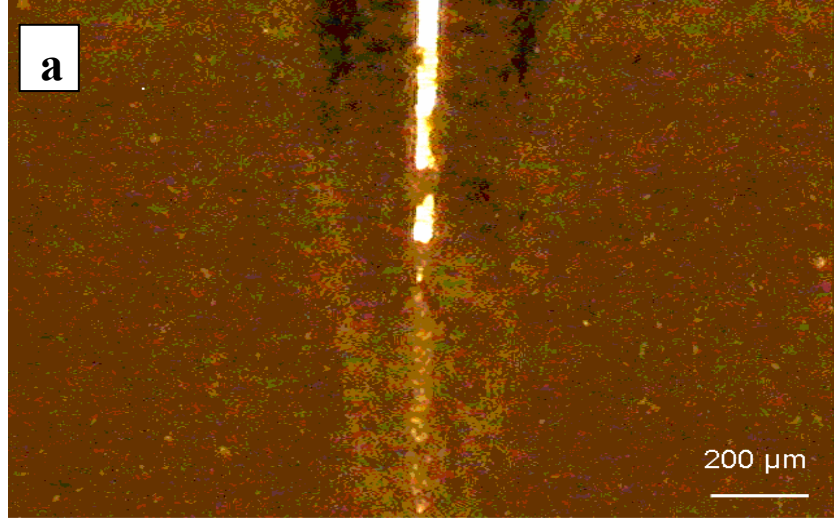
Bu çalışmada yapılan kaplamaların taban malzemelerine yapışmasını değerlendirmek için çizik deneyleri yapılmıştır. Kaplamaların Rockwel C elmas uç ile çizildikten sonra optik mikroskop altında ilgili bölgeler incelenerek ilk çatlak veya hasarın olduğu normal yük, Lc_1 kritik yükü; ilk yontulmanın ya da kaplamanın yüzeyden atıldığı normal yük, Lc_2 kritik yükü ve kaplamanın tabakalar halinde taban malzemesinden tamamen ayrıldığı normal yük de Lc_3 kritik yükü olarak tanımlanmıştır.

Ölçülen bu kritik yükler her bir kaplamaya ait karakteristik değerlerdir. Kritik yük değerlerinin artması ile çatlak oluşumu ve kaplamanın yüzeyden ayrılması için gerekli yük değeri artacaktır. Bu nedenle, daha yüksek kritik yük kaplamanın yapışma özelliklerinin iyileşmesi anlamına gelmektedir.

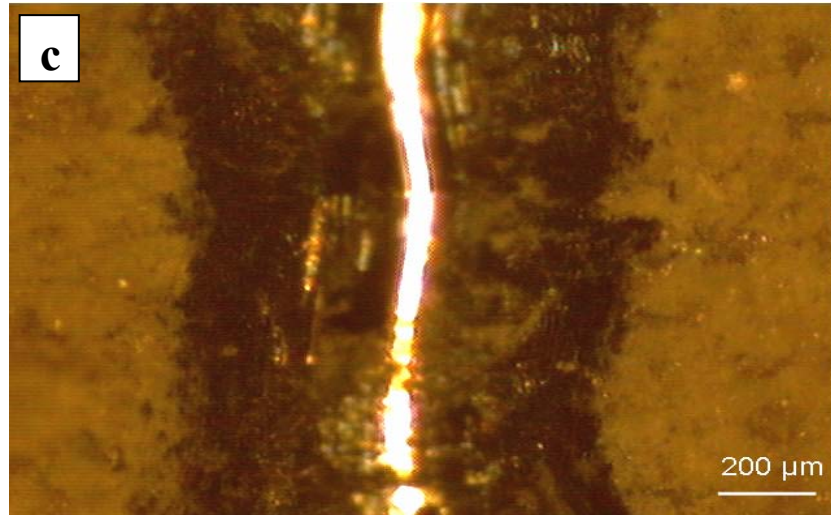
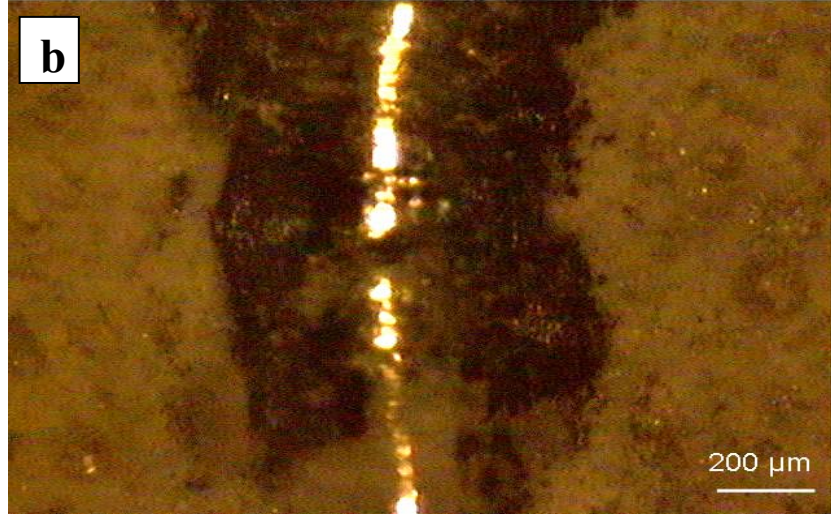
6061 alüminyum alaşımına $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 30, 90 ve 120 dk süre ile yapılan kaplamaların Lc_1 , Lc_2 ve Lc_3 kritik yükleri altında kaplamada meydana gelen çatlak ve hasarın optik mikroskopta çekilen resimleri Şekil 9.28, Şekil 9.29 ve Şekil 9.30'da verilmiştir. Benzer kaplama çatlak ve hasar şekli diğer alaşımlara yapılan kaplamalarda da gözlenmiş olup burada resimleri verilmemiştir. Çizme testi boyunca yük 0 dan 200 N'a kadar belirli bir hızda artırıldığı için, mesafe arttıkça uç daha derine inmiştir.

Çizme testi sonucu izin iç kısmında oluşan bozulma kohazif, kenarında oluşan bozulma ise adeziftir. Kaplamanın bozulması yontma, çakıl taşı şeklinde atma ya da altlık malzemesinden kabuk şeklinde ayrılma gibi olur. Çizme testi boyunca izin her iki tarafında başlayan ve ilerledikçe daha da büyüyen yontmalar tespit edilmiştir. Ayrıca ince kaplamalarda zayıf adezyona bağlı olarak pullanma ve altlık malzemeye batmış kaplama görülmektedir.

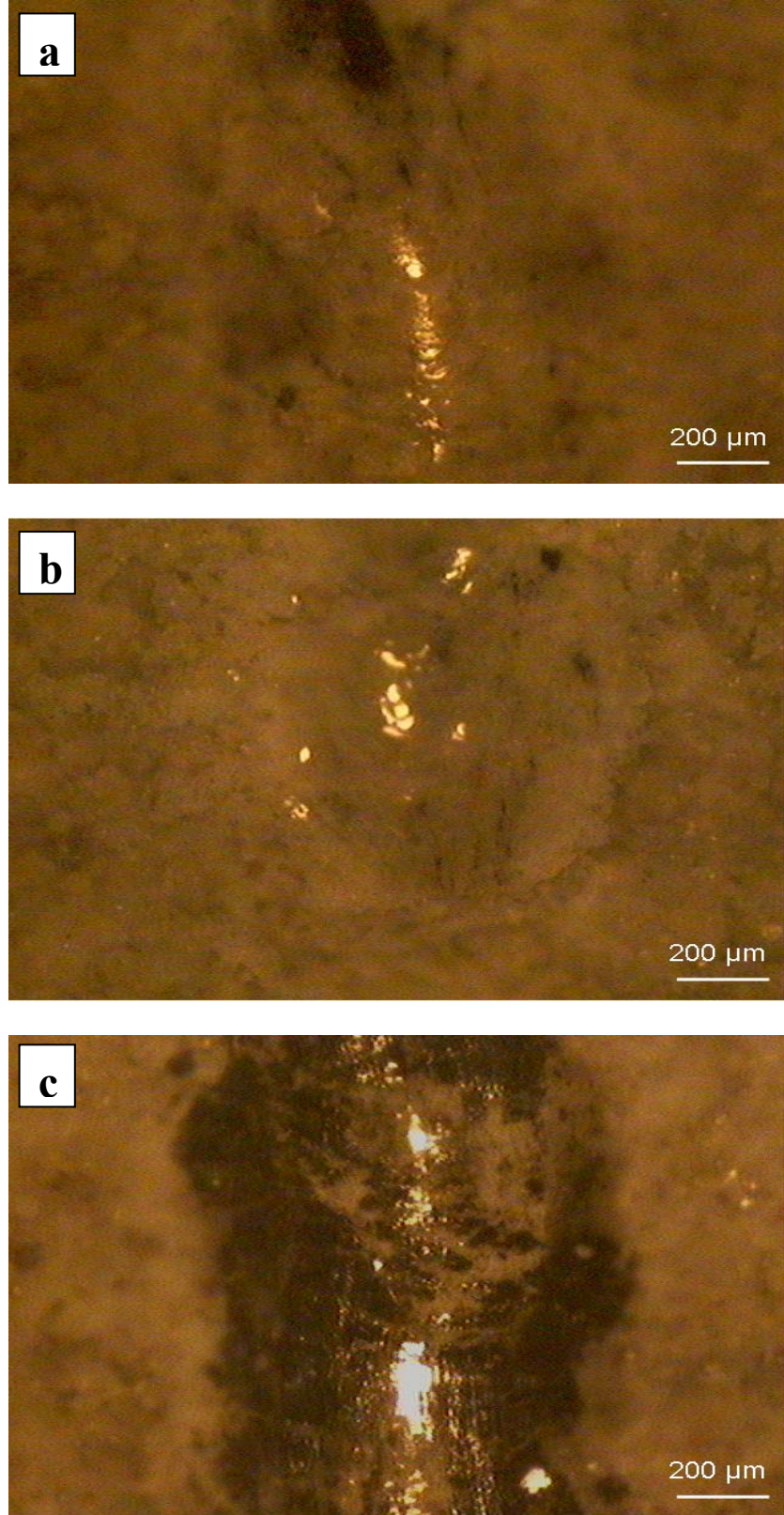
Kaplamaların dış gözenekli kısmı iz ile düzleşmiştir. İz içerisinde birçok çekme kırılmaları [152, 153] gözlenmiştir. Bu, elmas ucun kaplamaya bastırılması ile kaplama içerisinde oluşan eğilme momentinden dolayı meydana gelen çekme gerilmesi ve/veya elmas uçun sürüklenen kenarının arkasında meydana gelen çekme sürtünme gerilmesinden kaynaklanır.



Şekil 9.28: 6061 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, 30 dk süre ile yapılan kaplamada farklı kritik yüklerde çizik testi sonucu kaplamada meydana gelen çatlak ve hasarın optik mikroskopta çekilen görüntüleri: a) $L_{c1} = 19,404 \text{ N}$; b) $L_{c2} = 29,00 \text{ N}$; $L_{c3} = 35,08 \text{ N}$



Şekil 9.29: 6061 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, 90 dk süre ile yapılan kaplamada farklı kritik yüklerde çizik testi sonucu kaplamada meydana gelen çatlak ve hasarın optik mikroskopta çekilen görüntüleri: a) $L_{c1} = 89,47 \text{ N}$; b) $L_{c2} = 103,15 \text{ N}$; c) $L_{c3} = 120,36 \text{ N}$



Şekil 9.30: 6061 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, 150 dk süre ile yapılan kaplamada farklı kritik yüklerde çizik testi sonucu kaplamada meydana gelen çatlak ve hasarın optik mikroskopta çekilen görüntüleri: a) $L_{c1} = 160,445 \text{ N}$; b) $L_{c2} = 188,004 \text{ N}$; c) $L_{c3} = 198,546 \text{ N}$

İz sonundaki kaba iz delaminasyonu basma gerilme tarafından oluşmuştur. Gevrek kırılma modu ise hareket eden elmas uç öncesindeki basma gerilmesi sonucu oluşmuştur. Ayrıca orta kalınlıktaki kaplamalarda (Şekil 9.29) izde bölgesel farklılıklar örneğin çakıl taşı şeklinde atmalar ve hafif kavlama gözlenmiştir. Kalın kaplamalarda (Şekil 9.30) kaplamanın dış gözenekli kısmı ile birlikte iç kısımdaki yoğun kaplamanın bir kısmı yontulmuştur. Ayrıca altlık malzemeden ayrılmayan fakat yoğun kısmın bir kısmını da kaldıran ve iz kenarlarında da görülen hafif atmalar gözlemlenmiştir. Çizme test kritik yükü kaplama kalınlığıyla artmıştır. En kalın kaplamada 200 N yük altındaki çizme testinde elmas uç kaplamaya girmemiştir. Bu kaplamanın iyi yük taşıma kabiliyetini gösterir. İnce kaplamalarda aşırı derece adhesive hasar görülürken Orta kalınlıktaki kaplamalar kohesive-adhesive hasar göstermiştir. Fakat kalın kaplamalar iyi adhesion ve kohezyon göstermişlerdir.

Tablo 9.5-7, 9.8-10 ve 9.11-13’de sıra ile farklı süre ve akım yoğunluklarında “1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde 2017A, 6061 ve 7039 numunelerine yapılmış kaplamaların; Tablo 9.14, Tablo 9.15 ve Tablo 9.16 ’de ise farklı sürelerde 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde 2017A, 6061 ve 7039 numunelerine yapılan kaplamaların yapışma değerlendirilmesinde kullanılan parametreler verilmiştir. Burada verilen F_n , kritik yükün belirlendiği andaki normal yük ve F_t ise sürtünme kuvvetidir. Tablolarda boş görülen satır ve sütunlarda kaplama L_{c1} , L_{c2} ve L_{c3} kritik yüküne tekabül eden kaplama hasarı tespit edilmemiştir.

Tablolar ve şekillerin incelenmesinde ilk çatlak veya hasarın oluştuğu L_{c1} kritik yükü ile kaplamanın tabakalar halinde taban malzemesinden tamamen ayrıldığı normal L_{c3} kritik yükü kaplama süresinin artırılması ile artan kaplama kalınlığının artması ile artar. “1” nolu elektrolit çözeltisinde yapılan kaplamalardan en büyük L_{c3} değeri kaplamanın altlık malzemeden ayrılmadığı kaplamalar hariç, 2017A alaşım için (188,643 N), 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda, 150 dk (Tablo 9.6); 6061 alaşımı için (198,546 N), 0, 125 A/cm² akım yoğunluğunda, 150 dk (Tablo 9.9); 7039 alaşımı için (175,859 N) 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda 150 dk (Tablo 9.12) süre ile üretilen kaplamalarda elde edilmiştir.

Tablo 9.5: 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 2017A numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	16,90	32,431	8,993	42,184	12,972	48,88	15,869
60	25,60	38,598	9,513	44,044	13,239	51,181	16,999
90	52,80	56,534	22,417	71,91	26,8	77,851	27,41
120	55,80	62,121	21,437	73,094	27,642	80,535	32,656
150	76,00	85,709	34,608	96,952	45,491	145,899	81,167

Tablo 9.6: 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 2017A numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	19,00	29,483	6,643	43,248	12,349	51,423	15,759
60	43,70	51,174	12,568	62,975	21,978	73,175	25,567
90	61,70	79,466	25,327	106,392	53,1	133,91	69,01
120	79,60	88,576	28,546	106,196	39,779	118,973	53,648
150	116,00	118,848	31,183	163,816	75,318	188,643	106,94

Tablo 9.7: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 2017A numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	26,3	30,149	6,417	34,475	7,643	42,3	11,739
60	54,4	54,996	17,821	65,034	16,664	83,254	32,254
90	77,6	86,268	16,622	125,358	53,358	156,778	71,106
120	114,0	175,099	76,455				
150	144,0						

Tablo 9.8: 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 6061 numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	17,30	14,647	5,959	22,593	12,573	27	14
60	37,10	25,735	8,685	30,37	18,301	44,85	16,479
90	54,50	45,839	12,903	61,374	26,129	77,044	39,738
120	75,00	66,373	28,642	74,393	32,361	85,312	45,244
150	102,00	132,779	59,874	155,641	94,413	167,355	91,879

Tablo 9.9: 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 6061 numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	19,40	19,404	3,561	29,005	8,527	35,08	12,431
60	45,40	42,353	10,773	57,29	19,677	65,586	27,964
90	72,80	89,47	31,553	103,155	51,908	120,366	77,852
120	104,00	86,82	36,478	130,788	59,512	147,763	83,845
150	136,00	160,445	65,88	188,004	78,174	198,546	97,145

Tablo 9.10: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 6061 numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	28,20	22,788	5,965	34,609	13,753	38,344	16,39
60	65,90	48,052	13,164	66,736	24,964	73,303	31,211
90	96,60	100,868	36,183	113,84	55,264	127,605	64,517
120	125,00	127,464	43,785	147,648	65,997	162,672	72,469
150	166,00	178,712	55,2				

Tablo 9.11: 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 7039 numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	17,00	17,5	3,164	28,991	6,63	33,782	8,904
60	32,00	28,52	5,335	38,808	9,842	48,126	14,26
90	46,60	52,055	11,047	57,257	16,088	72,939	27,437
120	60,30	57,646	16,759	78,00	29,00	80,139	32,17
150	86,20	120,541	31,738	129,954	44,922	148,853	78,366

Tablo 9.12: 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 7039 numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	21,60	25,432	5,067	27,592	5,007	40,658	10,794
60	46,50	58,965	15,033	61,206	19,581	67,066	23,332
90	74,20	81,121	21,656	95,25	41,197	118,792	58,086
120	98,30	131,451	39,566	143,874	61,202	163,029	61,901
150	128,00	137,583	44,526	160,102	71,655	175,859	75,962

Tablo 9.13: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 7039 numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	27,00	31,615	7,075	38,471	10,568	41,405	11,561
60	58,50	52,715	16,376	61,804	16,068	78,033	28,17
90	89,10	99,112	27,725	112,804	49,511	116,053	51,84
120	115,00	115,001	30,883	127,484	55,389	139,137	65,908
150	142,00	152,506	39,539	189,248	71,428		

Tablo 9.14: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “2” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 2017A numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	17,50	23,844	4,123	32,954	7,972	43,679	12,972
60	37,40	45,354	16,335	54,343	19,204	58,763	20,054
90	64,80	75,631	20,631	81,424	31,608	89,141	38,416
120	78,20	105	34	108,289	35,08	128,197	57,031
150	86,70						

Tablo 9.15: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “2” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 6061 numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	15,50	24,362	6,308	33,055	10,438	41,125	15,712
60	34,90	40,16	8,965	50,683	15,931	61,475	22,622
90	60,60	52,621	14,307	75,59	41,587	84,821	41,429
120	75,40	83,092	23,937	110,738	55,483	146,458	71,914
150	85,80	82,426	41,717	102,321	56,223	94,375	69,141

Tablo 9.16: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “2” nolu çözeltide farklı sürelerde kaplanmış 7039 numunelerine ait çizik testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)	Kritik Yük Lc ₁ (N)		Kritik Yük Lc ₂ (N)		Kritik Yük Lc ₃ (N)	
		Fn	Ft	Fn	Ft	Fn	Ft
30	16,50	33,392	9,109	47,574	14,287	52,997	17,965
60	45,70	56,247	16,088	71,251	23,54	77,515	30,95
90	63,10	87,923	38,464	92,855	39,334	100,807	48,837
120	75,10	98,99	40,122	97,638	41,704	120,350	
150	97,00	121,207	44,731	104,171	48,045	125,458	67,065

“2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 2017A, 6061 ve 7039 alaşımlarına yapılan seramik kaplamalarda ise en büyük Lc_3 değeri, 2017A alaşımı için (128,197 N) 120 dk (Tablo 9.14), 6061 alaşımı için (146,458 N) 120 dk (Tablo 9.15) ve 7039 alaşımı için (125,458 N) 150 dk süre ile kaplanmış numunelerde (Tablo 9.16) elde edilmiştir. En büyük Lc_3 kritik yükü “1” nolu elektrolit çözeltisinde üretilen kaplamalarda görülmüştür. Diğer tüm kısa süreli kaplamaların kritik yük değerini fazlasıyla geçmiştir. Bu yüksek sertlik, yüksek kalınlık, yoğun film yapısı ve yük taşıma ve iyi yapışma sağlayan ara yüzeyin birleşimi tarafından açıklanabilir. Kaplama kalınlıkları ve içerdikleri faz yapılarından dolayı sertlikleri de farklı olan her bir kaplama ayrı yük taşıma kapasitesine sahip olup uygulanan aynı yükte altlık malzemede farklı derecede plastik deformasyon meydana getirir. Ayrıca kaplamanın aslında var olan karakteristiklerindeki farklılıkları, oluşabilir iç gerilme dağılımları da kaplama yapışma hasarı çalışılırken birlikte değerlendirilmelidir.

Kaplama kalınlığı ile kaplamaların yapışma mukavemetinin artışı alüminyum üzerine MAO kaplama tekniği ile yapılan kaplamaların oluşum mekanizması ile açıklanabilir. Alüminyumun oksitlenmesi sonucu alüminyum üzerinde iç gerilmelerin azaltılması için yeterli elastisiteye sahip yoğun ve güçlü yüzey filmi oluşur [154]. Kaplama kalınlığının artması ile daha büyük hacimli metalin oksidasyon işlemine girmesi yapışma mukavemetini daha da artırır. MAO yöntemi ile yapılan kaplamalarda kaplama diğer birçok kaplama yönteminin aksine derinlemesine altlık malzemeye doğru büyür. MAO işlemi tarafından meydana getirilen metalürjik olarak karışım ve interdiffusional bağlanma kaplama ve altlık arasında yüksek derecede ara yüzey yapışmasına sebep olur [63].Yapışma artışının bir açıklaması da difüzyon işleminden dolayı kaplamanın iç bölgesindeki yapısal değişimlerdir. Ayrıca daha kalın bir kaplamanın daha iyi yük taşıma sağlayacağı muhtemeldir. Bundan dolayı ara yüz bölgesi uygulanan yük altında daha az gerilmeye maruz kalır.

Bununla birlikte kaplama/alaşım ara yüzeyindeki yapışmanın iyi olması aşağıdaki sebeplere atfedilebilir. Ara yüzey ve yakınında kaplamayı zayıflatacak gözenekler olmayıp kaplama ve altlık arasında metalürjik bir bağ vardır. Bununla birlikte Al ve

γ -Al₂O₃ benzer kafes yapısına sahiptir [67] ve ara yüzeyde birbiri ile daha iyi eşleşebilirler. Bundan dolayı MAO kaplamaları alüminyum altlıklara mükemmel yapışma özelliğine sahiptir.

Birçok araştırmacı MAO kaplama prosesi sayesinde çok daha yüksek yapışma mukavemetine sahip kaplamaların elde edilebileceğini belirtmişlerdir. Fakat bu tür sonuç direkt olarak deneysel verilerden ziyade deneysel olayların gözlemine dayanmaktadır. MAO tarafından üretilen kaplamalar elektrolit civarında altlık malzemenin plazma kimyasal oksidasyon reaksiyonu neticesinde büyür. Biriktirme yöntemi ile üretilen kaplamalar gibi suni ara yüzey içermezler. Bu yüzden yapışma mukavemetinin (nominal mukavemetin) sadece kaplamanın altlık malzemeye yapışması tarafından değil ayrıca kaplama içerisindeki kohezif mukavemet tarafından da belirlenir.

MAO esnasında yüzey tabakasının yapısal değişimi de yapışmayı belirleyen ana faktörlerden bir tanesidir. Tabaka büyümesinin prosesin başlangıç aşamalarında yoğunlaşması ara yüzey yapışmasının artışına neden olur. Tabaka büyümesi ile birlikte deşarjlar gittikçe seyrekleşir fakat şiddetleri artar, şiddetlerinin artması komşu yüzey alanında daha yoğun bölgesel termal etki meydana getirir. Sonuçta yüksek termal gerilmeli ve erimiş yapıları bölgeler yüzey tabakasında oluşarak ara yüzey yapışmasını kötüleştirebilir. Tabaka büyümesinin kıvılcım şiddeti oranına bağlı olarak tabakanın yapışma davranışını belirleyen yüzey yapısındaki ulaşılan erime derecesi değişebilir. Bu sebeple yüksek akım yoğunluğu ve yüksek konsantrasyonlu elektrotlarda kaplanan numunelerde tabaka büyümesi ile birlikte belirgin güçlü deşarjların oluşması kaplamanın yapışmasını etkileyebilir.

9.8 Aşınma Deneyleri

9.8.1 Kuru ortam aşınma deneyleri

Kimyasal bileşim, mikro yapı, gözeneklilik, faz yapısı, iç gerilmelerin yanı sıra kaplama kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, sertlik ve tokluğun kaplamaların tribolojik performansı üzerinde güçlü bir etkisi vardır. Bu özellikler kaplama proses

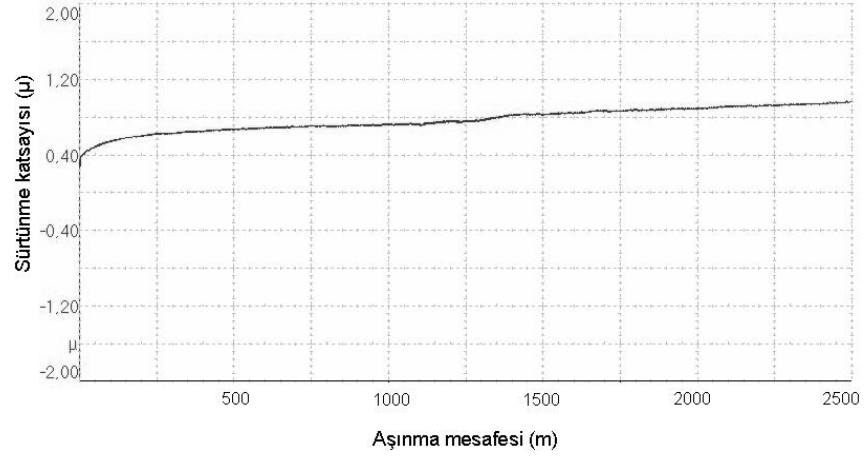
parametrelerine bağılıdır. Bu çalışmada kaplama proses parametrelerinden kaplama süresi, akım yoğunluğu ve kaplamanın yapıldığı elektrolit kompozisyonunun değiştirilmesinin kaplamanın tribolojik performansına olan etkisi belirlenmiştir.

Yapılan kaplamaların tribolojik performanslarını değerlendirmek için aşınma deneyleri yapılmıştır. Aşınma deneyleri, disk üzerinde bilye yöntemine göre çalışan salınım hareketli (reciprocating) aşınma test cihazında kuru ve yağlı sürtünme koşullarında gerçekleştirilmiştir. Test sonucunda sürtünme katsayısı bilgisayar vasıtasıyla doğrudan ölçülmüştür. Aşınma hacmi, kaplamaların aşınan yüzey profillerinden elde edilmiş ve aşınma oranı 8.4 eşitliği yardımıyla hesaplanmıştır. Aşınma testi parametreleri materyal ve metot kısmında verilmiştir.

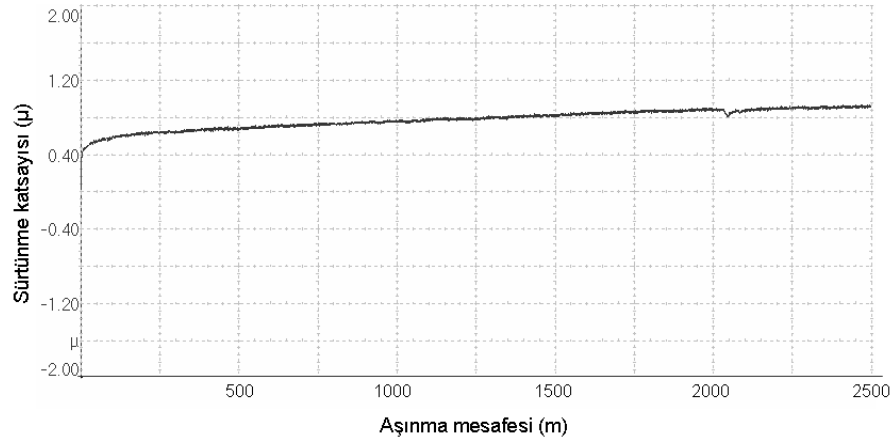
Şekil 9.31'de 6061 altlık malzemesine $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 30, 90 ve 150 dk süre ile yapılan kaplamaların sürtünme katsayısı ile aşınma mesafesi arasındaki ilişki bilgisayar ortamında alındığı şekilde verilmiştir. Benzer sürtünme katsayı mesafe ilişkisi diğer alaşımlara yapılan tüm kaplamalarda da gözlenmiş olup burada grafikleri verilmemiştir.

Aşınma testinin ilk kademesinde mikro gözeneklerin çıkıntılı kısımları WC bilye ile temas ederek aşınır. Yüzeydeki çıkıntıların kaymaya karşı çok fazla direnç göstermeden bilye tarafından süpürülmesi nedeni ile sürtünme katsayısı düşüktür. Çünkü MAO kaplamalarının dış yüzey tabakası nispeten düşük sertlik, gevşek, gözenekli ve pürüzlü bir yapıya sahiptir. Netice olarak, başlangıç kademesindeki sürtünme katsayı büyük oranda yüzey şartlarına bağılıdır. Bütün grafiklerde yaklaşık ilk 75 metrelik aşınma diliminde sürtünme katsayısı nispeten daha düşüktür. İlk çalışma anında bilye ile numune temas alanının küçük olması nedeniyle sürtünme katsayısı küçüktür.

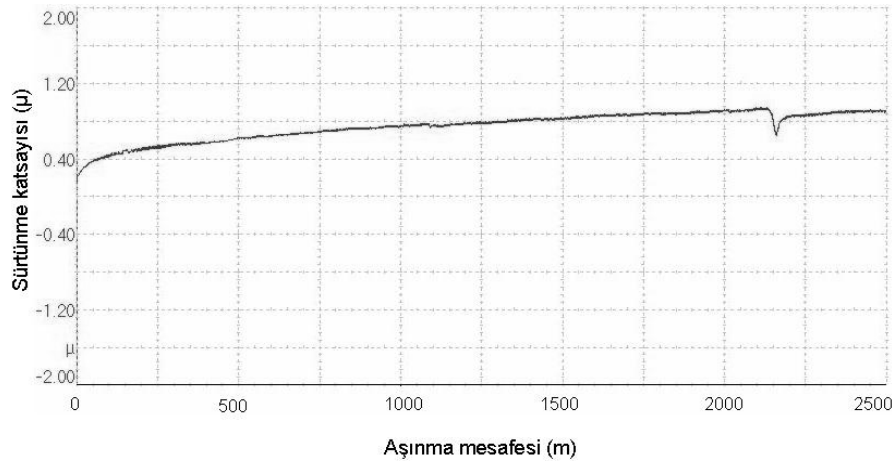
MAO kaplamaların gevşek ve gözenekli olan dış yüzlerinin yüksek aşınma hızları nedeni ile kayma yüzeyleri arasına hapsolmuş partiküllerin miktarı artar. Aşınma parçacıkların miktarındaki artışla veya bilye ile temiz kaplama temas alanının artmasıyla sürtünme katsayısı artmıştır.



(a)



(b)



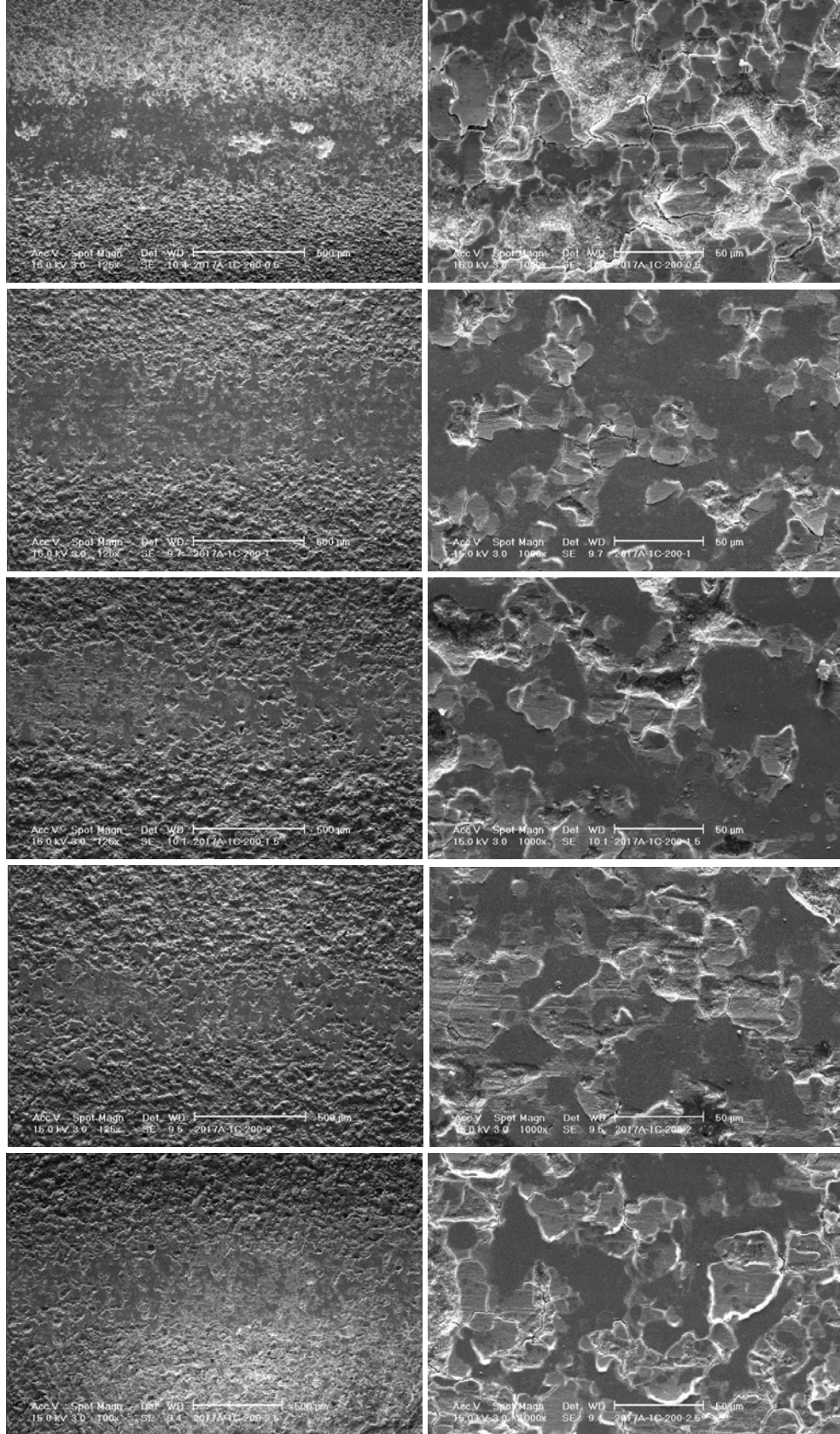
(c)

Şekil 9.31: 6061 alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların 5N’luk yük altında sürtünme katsayısının aşınma mesafesi ile değişimi: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 150 dk.

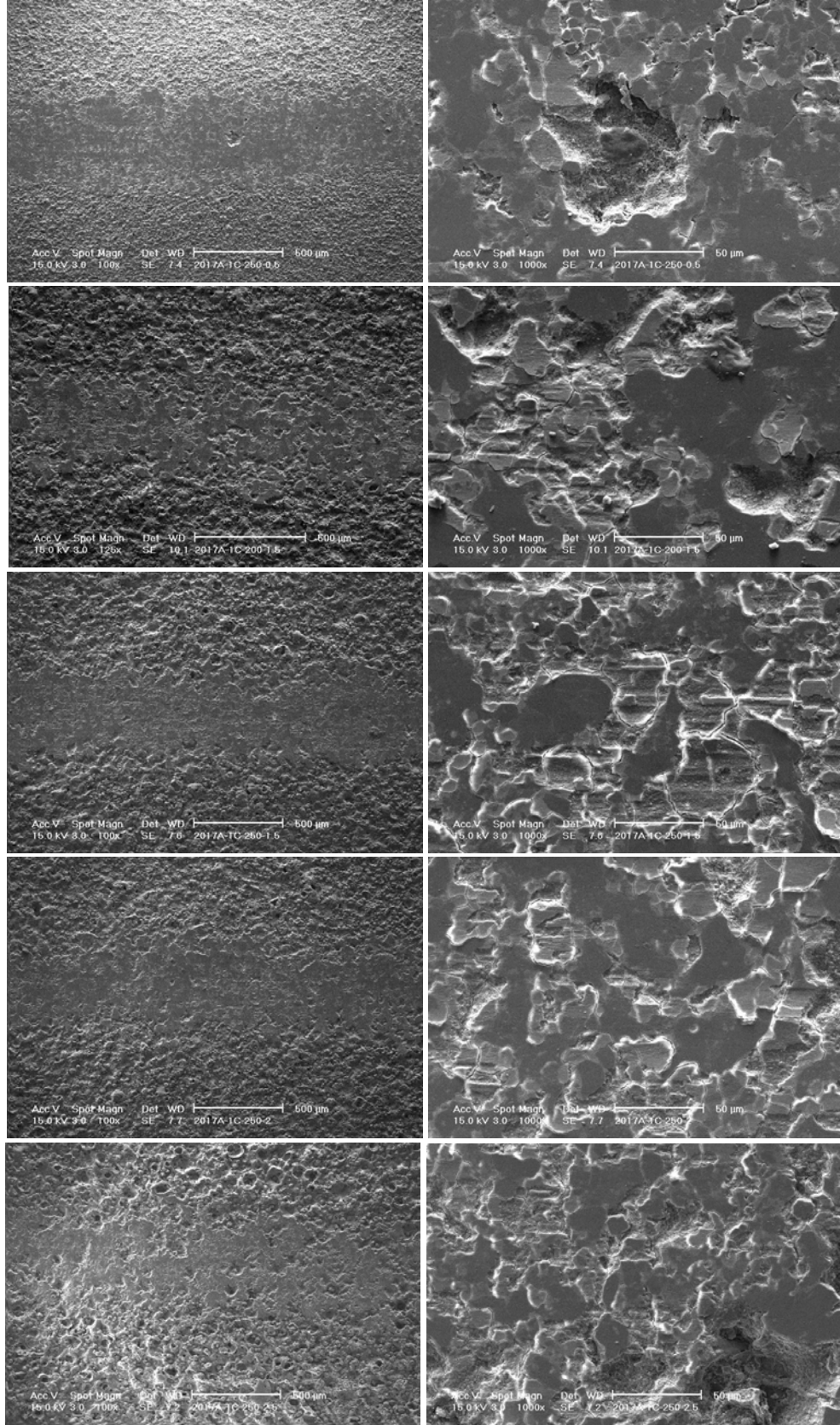
Yüzeyler arasında hapsolmuş aşınma parçacıkların miktarı belli bir süre sonra sabit kalır; çünkü giriş yapan parçacıkların miktarı, ara yüzeyi terk eden parçacık miktarı ile aynıdır. Yapışma dağılımı da sabit kalır. Kaplamanın yoğun ve sert kısmının camsı bir görünüme gelmesi ile sürtünme katsayısı yavaşça yataylaşarak kararlı hal değerine ulaşır. MAO kaplamalarının ilk aşamalarında aşınma hızı yüksek daha sonraki aşamalarında ise düşüktür. MAO kaplamalarının dış yüzey tabakası nispeten düşük sertlik, gevşek ve gözenekli bir yapıya sahip iken iç kısmı daha yoğun, sert ve daha kusursuz bir yapıya sahiptir. Bu MAO kaplamalarının aşınmasının ilk aşamalarında aşınma hızının yüksek sonraki aşamalarında ise aşınma hızının minimum olmasının nedenidir. Gevşek, gözenekli dış tabaka aşındıktan sonra ortaya çıkan yüksek sertlikli, yoğun tabaka mükemmel aşınma direncine sahiptir.

Şekil 9.32, Şekil 9.33 ve Şekil 9.34’de 2017A alüminyum alaşımına, 0,1 A/cm², 0,125 A/cm² ve 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda; Şekil 9.35 ve Şekil 9.36’da ise sıra ile 6061 ve 7039 alüminyum alaşımına 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “1” nolu çözelti içerisinde, farklı sürelerde yapılan kaplamaların kuru sürtünme koşullarında 5N’luk yük altında aşınma sonrası yüzey morfolojisini gösteren SEM görüntüleri verilmiştir. Aşınmaya maruz kalan kaplamaların yüzey morfolojilerinin incelenmesinde aşınma türünün abrasif olduğu tespit edilmiştir. Kaplamaların nispeten düşük sertlik, gevşek ve gözenekli dış tabakasının aşınması ile aşağıda camsı bir parlaklığa sahip sert ve yoğun tabaka ortaya çıkar. SEM görüntülerden görüldüğü gibi farklı süre ve farklı akım yoğunluklarında farklı alaşımlara yapılan kaplamaların aşınma yüzey morfolojilerinde farklılıklar vardır. Kaplama süresi ve akım yoğunluğunun artırılması ile artan kaplama kalınlığına bağlı olarak aşınmaya maruz kalan yüzeylerde çatlaklar bulunmaktadır. Ayrıca bu kaplamaların yüzeyinde bazı bölgelerde çatlakların birleşerek kapalı bir bölge olduğu yerde kaplama kazınması diyebileceğimiz kaplama hasarı oluşur.

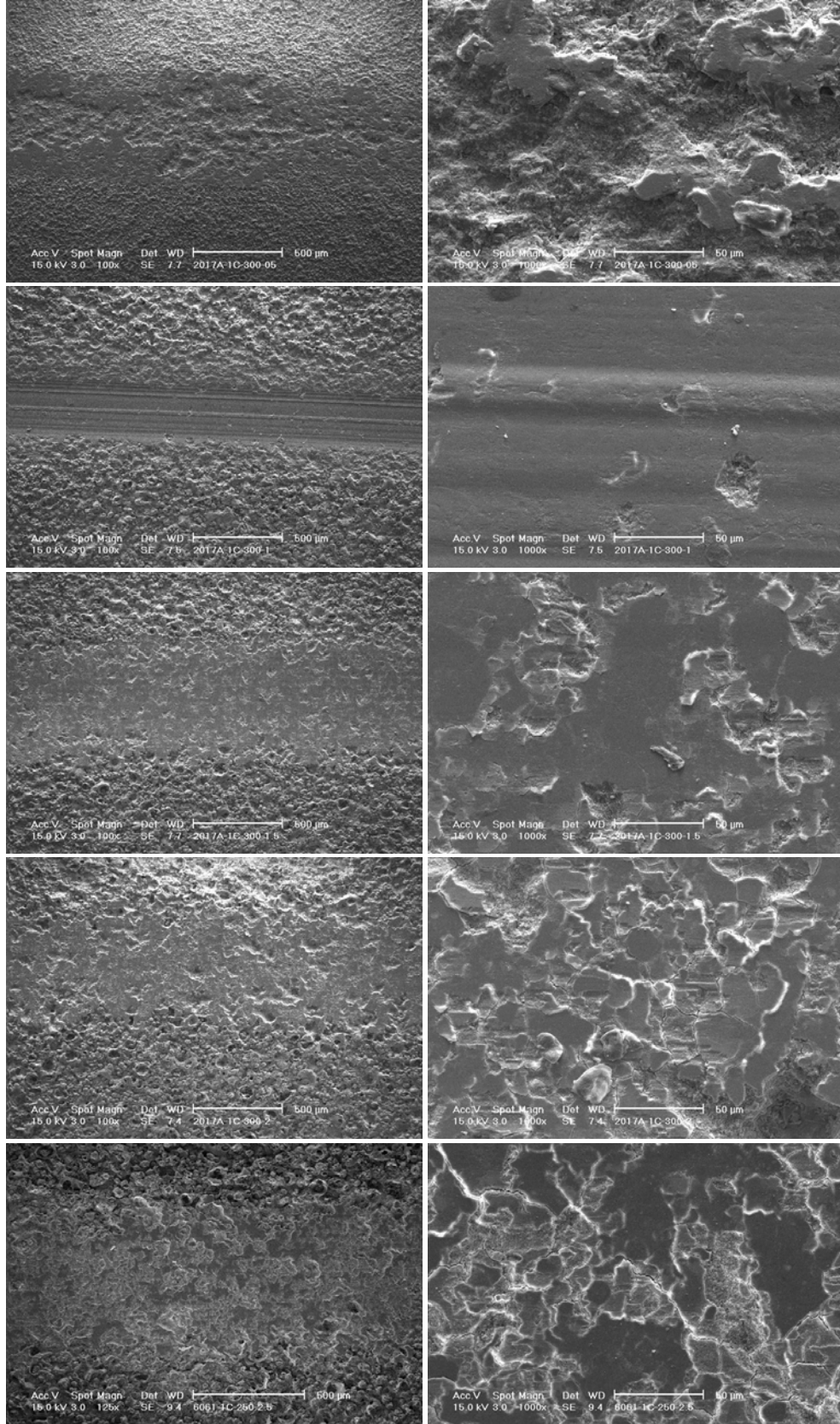
Kısa süreli (30 dk) ince kalınlıklı kaplamalarda kaplama yüzeylerinde çok sayıda çatlaklar (Şekil 9.32a, Şekil 9.33a, Şekil 9.35a, Şekil 9.36a) bulunurken uzun süreli kaplamalarda bu çatlakların miktarı azalmıştır. Bu tür kısa süreli ince kaplamalar ağırlıklı olarak γ -Al₂O₃ fazından oluşmaktadır. Bu kaplamaların sertlikleri 10-15 GPa arasındadır.



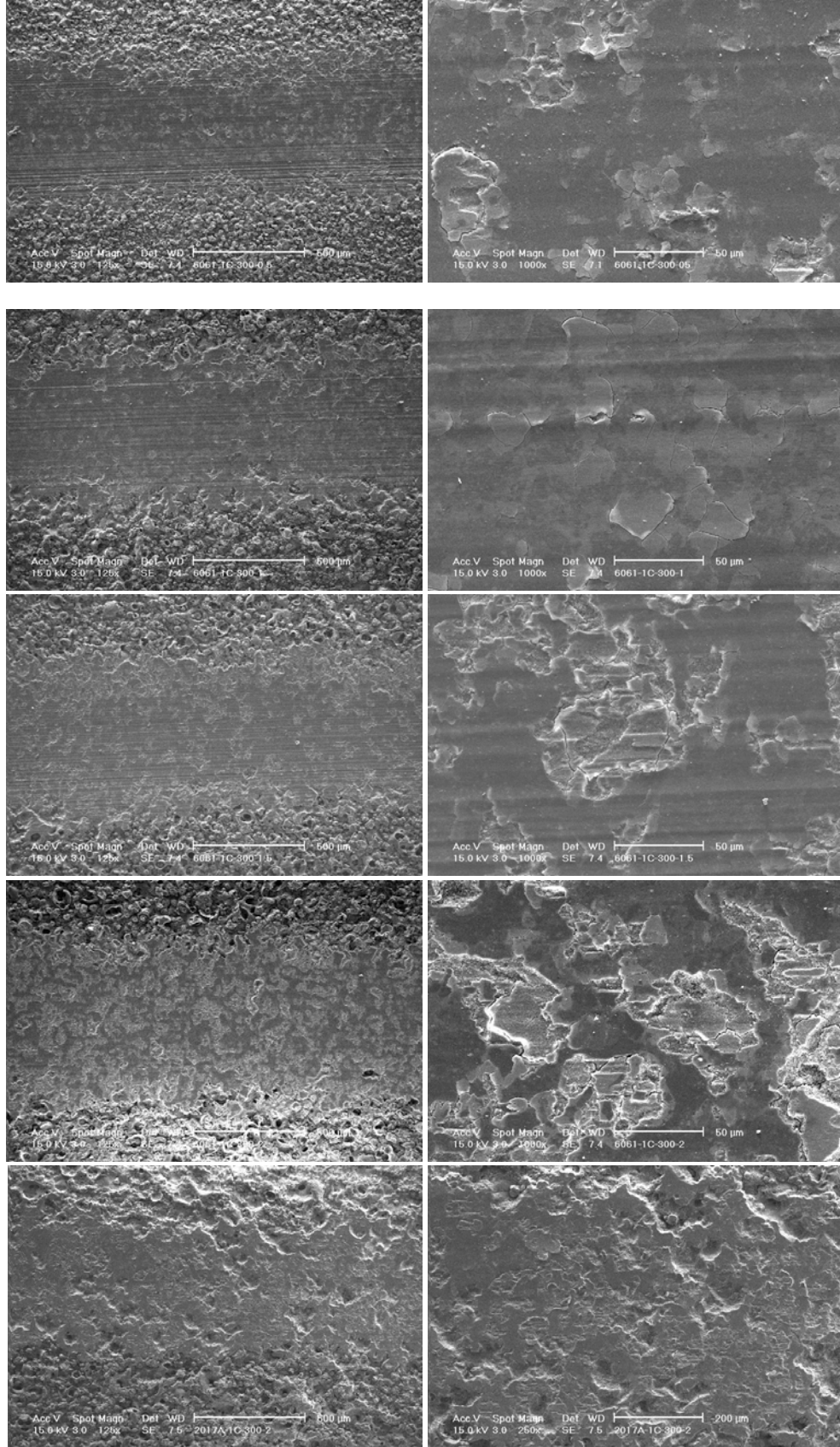
Şekil 9.32: Farklı sürelerde 2017A alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri:
a)30 dk; b)60 dk; c) 90 dk; d)120 dk; e) 150 dk



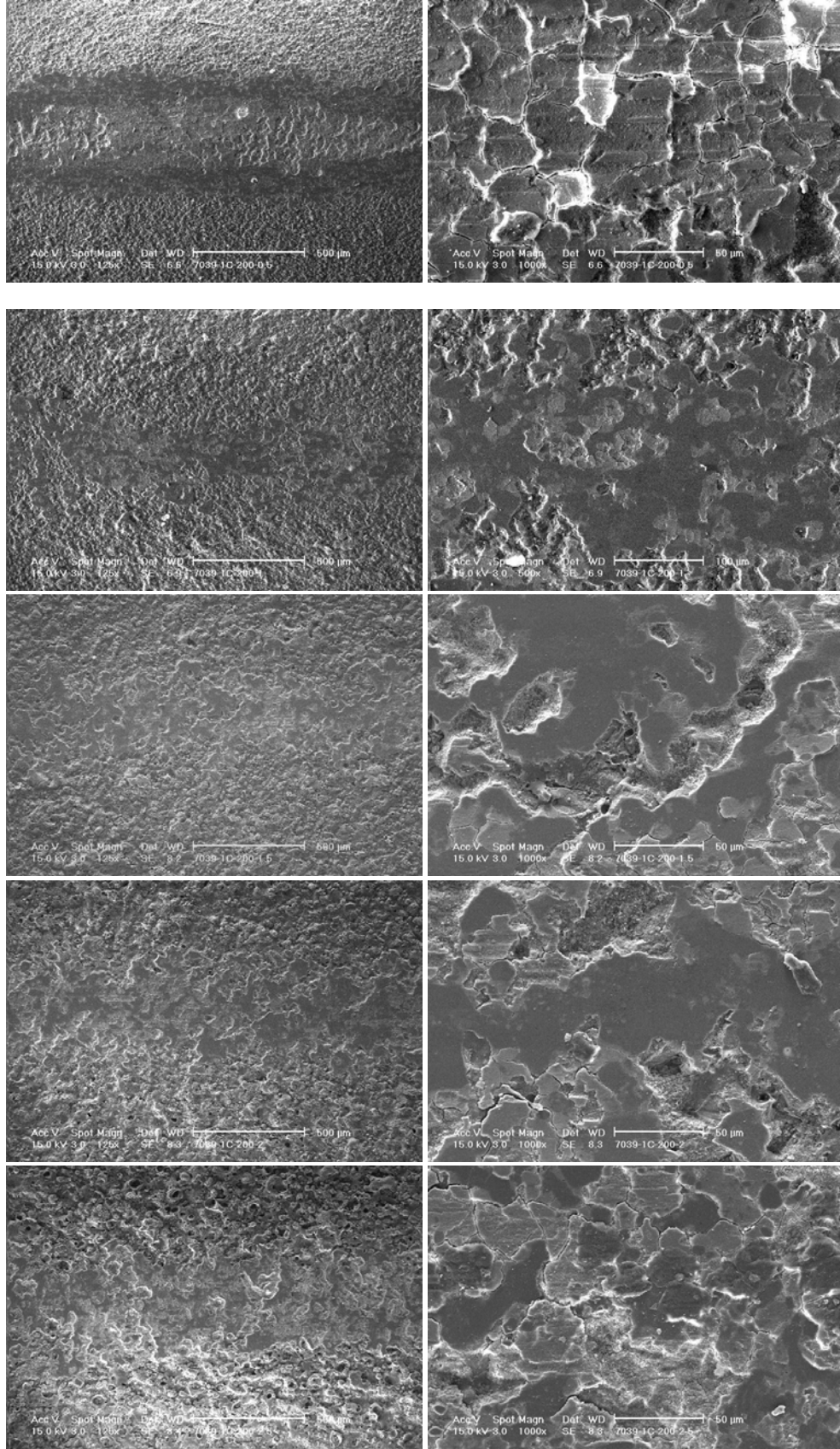
Şekil 9.33: Farklı sürelerde 2017A alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk



Şekil 9.34: Farklı sürelerde 2017A alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri: a)30 dk; b)60 dk; c) 90 dk; d)120 dk; e) 150 dk



Şekil 9.35: Farklı sürelerde 6061 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri:
a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk

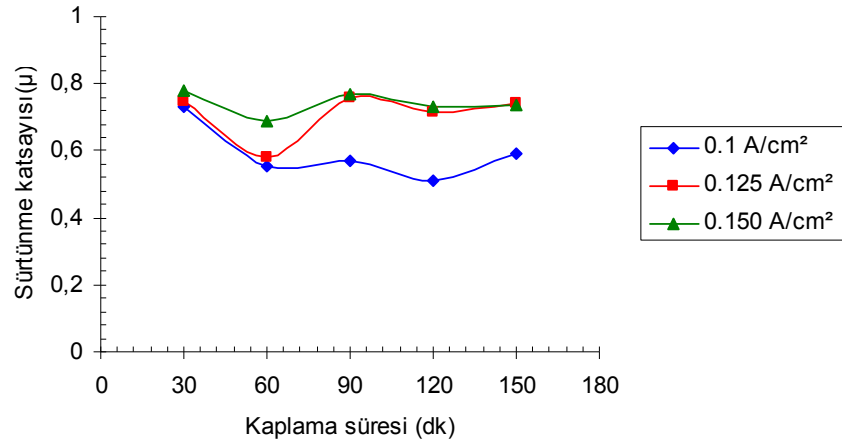


Şekil 9.36: Farklı sürelerde 7039 alüminyum alaşımına “1” nolu çözeltide, 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan, kaplamaların 5N’luk yük altında aşınma sonrası SEM görüntüleri:
a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk

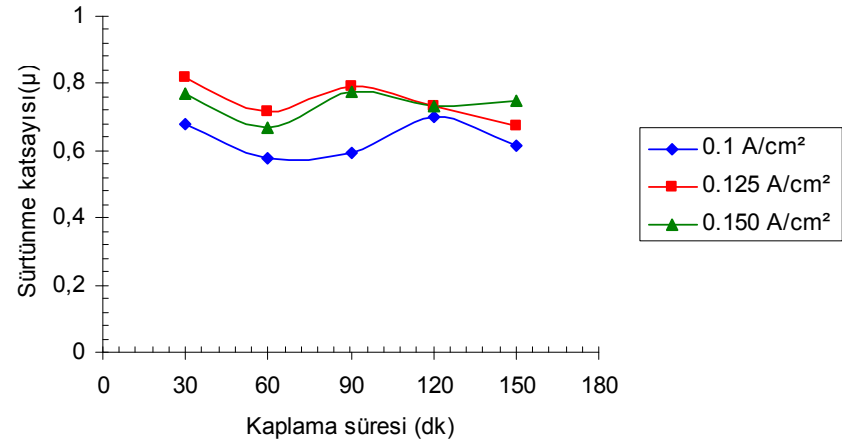
Kaplamanın ince olması ve taban malzemesinin yükü taşımak için yeteri kadar sert olmayışı temas altındaki taban malzemesinde elastik ve plastik deformasyon meydana getirebilir. Kaplamanın üzerindeki ve kaplama ve taban malzemesi arasındaki ara yüzeyde bulunan yüksek gerilmeler, kaplama taban malzemesinin yüzeyi boyunca deforme oldukça, malzemenin gerilme veya kayma dayanımından daha yüksek olabilir ve çatlak oluşması ve ilerlemesi ile sonuçlanır. Ayrıca ince kaplamalarda ara yüzeyin yeteri kadar homojen olmayışı (bazı yerlerde kaplama kalınlıklarının fazla bazı yerlerde az olması) yük altında kaplama altlık ara yüzeyinde gerilme dağılımının homojen olmamasına neden olarak çatlakların oluşmasına veya MAO kaplamalarında proses neticesinde kaplamada var olan çatlakların ilerlemesine neden olur. Kaplama süresiyle birlikte artan kaplama kalınlığı ile bu çatlakların sayısı ve kazınma miktarı azalmıştır. Artan kaplama kalınlığı ve sertliği ile birlikte kaplamaların yük taşıma kabiliyeti artacağından kaplamanın kırılmayla hasara uğramadan dayanacağı yükte o kadar fazla olur. Kalın kaplamalarda temas altındaki taban malzemesinde plastik deformasyon meydana gelmediğinden oluşan çatlak miktarı daha azalır.

Aynı akım yoğunluğunda ($0,150 \text{ A/cm}^2$) farklı alaşımlara yapılan kaplamalarda (Şekil 9.34, Şekil 9.35 ve Şekil 9.36) en az çatlak ve kazınma miktarı sıra ile 6061 alaşımında, 2017 A ve 7039 alaşımında meydana gelmiştir. Aşınma yüzeylerinde tespit edilen bu kazınmalar, daha çok kaplamaların oldukça zayıf bölgesinde çok sayıda deşarjın oluşması veya birçok deşarj kanalının birleşerek yüzeyde daha büyük tek bir kanal oluşturması ve bu kanaldan çıkan kaplama ürünlerinin birikmesi nedeniyle oluşan gevşek gözenekli bölgelerde meydana gelir. Ayrıca bu kazınmalar erimiş alüminyumun hızlı bir şekilde katılaşması sonucu meydana gelen termal gerilmeler tarafından başlatıldığı düşünülen çatlakların yoğun bir şekilde bulunduğu bölgelerde meydana gelir.

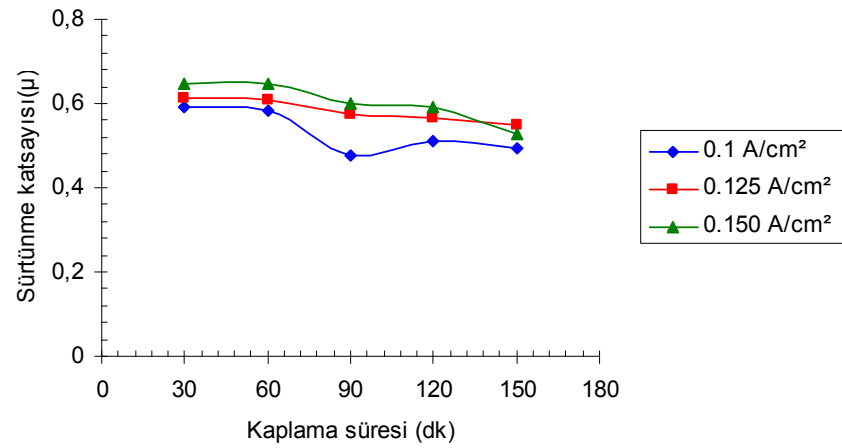
Şekil 9.37a, Şekil 9.37b ve Şekil 9.37c sırasıyla 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımları üzerine farklı akım yoğunluklarında “1” nolu çözelti içerisinde farklı sürelerde yapılan kaplamaların kuru sürtünme koşullarında 5 N’luk yük altında sürtünme katsayılarının kaplama süresi ve akım yoğunluğu ile değişimini gösterir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.37: Farklı alüminyum alaşımları üzerine “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların 5N’luk yük altında sürtünme katsayısının kaplama süresi ile değişimi:
a) 2017A; b) 6061; c) 7039

Farklı taban malzemelerine aynı koşullarda yapılan kaplamalarda, sürtünme katsayısı kaplama süresi ve akım yoğunluğunun artırılması ile değişmiştir. 5 N'luk yük altında tungsten karbür (WC) bilyeye karşı yapılan aşınma deneylerinde en düşük sürtünme katsayısı $0,1 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda 2017A alüminyum alaşımında 120 dk, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarında 90 dk kaplama süresi ve bu sürelerle tekabül eden kaplama kalınlığında elde edilmiştir. Elde edilen sürtünme katsayıları ise sırayla 0,512, 0,542 ve 0,477 dir. $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda 2017A alüminyum alaşımında 60 dk, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarında 150 dk kaplama süresi ve bu sürelerle tekabül eden kaplama kalınlığında elde edilmiştir. Sürtünme katsayıları ise sırayla 0,582, 0,673 ve 0,551 dir. $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda ise en düşük sürtünme katsayısı 2017A ve 6061 alaşımlarında 60 dk, 7039 alüminyum alaşımında 150 dk kaplama süresi ve bu sürelerle tekabül eden kaplama kalınlığında elde edilmiştir. Bu kaplamalar için belirlenen sürtünme katsayıları ise sırayla 0,686, 0,668 ve 0,528 dir.

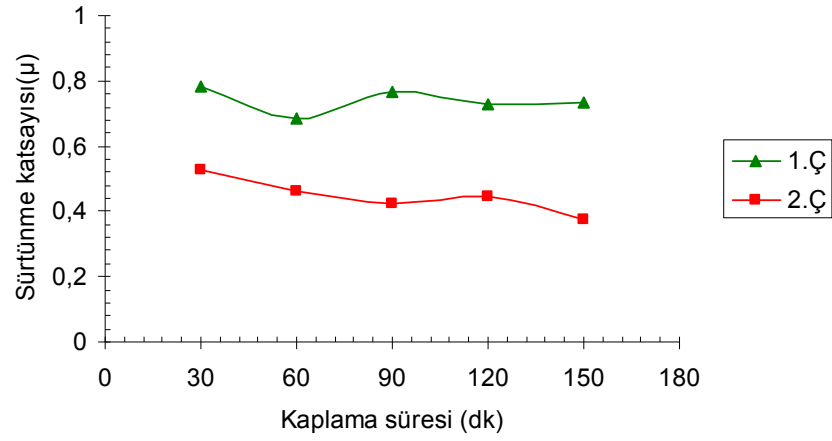
7039 alüminyum alaşımına yapılan kaplamaların sürtünme katsayıları $0,1 \text{ A/cm}^2$ ve $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 60 dk süre ile yapılan kaplamalar hariç diğer tüm akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde 2017A ve 6061 altlık malzemelerine yapılan kaplamalara göre daha düşük sürtünme katsayısına sahiptir. 2017A alaşımına yapılan kaplamaların büyük bir çoğunluğunun sürtünme katsayıları da 6061 alaşımına yapılan kaplamaların sürtünme katsayılarından daha düşüktür.

Tüm akım yoğunluklarında, tüm altlık malzemelerine yapılan kaplamalardan yüzeyin yük taşıma kapasitesinin düşük olduğu kısa süreli (30 dk) ince kaplamaların sürtünme katsayısı fazladır. 2017A ve 6061 altlıklarında her akım yoğunluğu için kaplama süresinin veya kaplama kalınlığının optimum bir seviyenin (60 dk) üzerinde artması sürtünme katsayısında artışa yol açmıştır. İnce kaplamalarda sürtünme katsayısının fazla olması, hem filmin elastik veya plastik deformasyonuna ve bilye ile kaplama arasındaki ara yüzeyde temas alanının artışına hem de ince kaplamalarda ara yüzeyin yeteri kadar homojen olmayışına (bazı yerlerde kaplama kalınlıklarının fazla bazı yerlerde az olması) atfedilebilir. Akım yoğunluğunun $0,1 \text{ A/cm}^2$ den $0,150 \text{ A/cm}^2$ ye artırılması 2017A altlık malzemesine farklı sürede yapılan tüm kaplamaların sürtünme katsayısında artışa neden olmuştur. 6061 malzemesi için

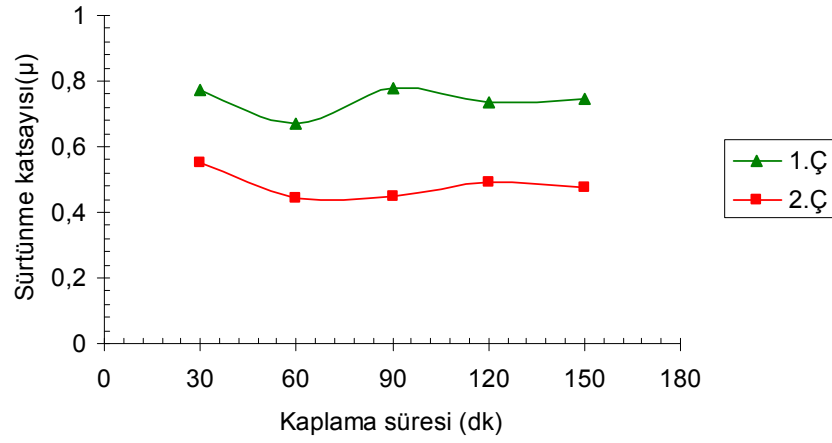
akım yoğunluğunun 0,1 A/cm² den 0,125 A/cm² ye artırılması sürtünme katsayısında artışa neden olurken 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda ise düşüşe neden olmuştur. 7039 malzemesine yapılan kaplamalarda ise akım yoğunluğunun artırılması sürtünme katsayısını artırmıştır. Sadece 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda 150 dk süre ile yapılan kaplamada ise sürtünme katsayısı düşmüştür. Farklı elektrolit çözeltisi içerisinde farklı malzemelere 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda farklı sürelerde yapılan kaplamaların sürtünme katsayılarının elektrolit çözelti kompozisyonu ile olan ilişkisi Şekil 9.38’de verilmiştir. Şekil 9.38’de görüldüğü gibi çözelti kompozisyonunun değiştirilmesiyle (Na₂SiO₃ konsantrasyonunun 8,5 gr/lt den 4 gr/l’ye indirilmesi) farklı altlık malzemelerine yapılan tüm kaplamaların sürtünme katsayıları azalmıştır. Sürtünme katsayısındaki bu azalma büyükten küçüğe doğru 2017A, 6061 ve 7039 şeklinde altlık malzemelerine yapılan kaplamalarda görülmüştür.

Akım yoğunluğu ve elektrolit çözeltisindeki Na₂SiO₃ konsantrasyonunun artırılması ile sürtünme katsayısındaki artış artan kaplama kalınlığı ile birlikte kaplama yüzey pürüzlülüğünün ve yüzey sertliğinin artışından kaynaklanabilir. Daha sert bir kaplama daha az bir temas alanıyla, fakat daha fazla bir kayma dayanımı ve sürtünme katsayısı ile sonuçlanacaktır. Kaplama yüzey pürüzlülüğü ile sürtünme katsayısı arasındaki ilişkiyi gösteren şekiller 2017A, 6061 ve 7039 alaşımı için sıra ile Şekil 9.39, Şekil 9.40 ve Şekil 9.41 de verilmiştir.

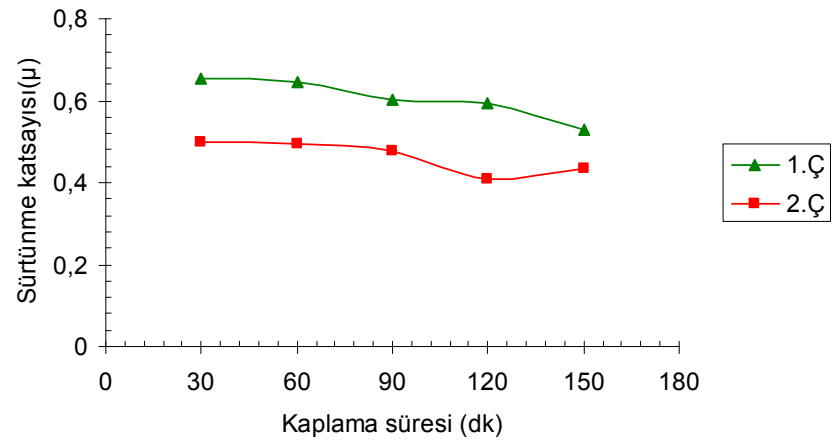
Şekillerden görüldüğü gibi artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile yüzey pürüzlülüğü artmıştır. Yüksek akım yoğunluğu ve uzun süreli kalın kaplamalarda görülen güçlü deşarjlar yüksek enerji darbelerinin sebep olduğu kıvılcım deşarj yoğunluğunun artışına yol açar. Buda kaplama ürünlerinin birikimine ve kaba kaplama taneli yapının oluşmasına katkıda bulunur. Bu ise kaplama yapısında makro parçacık sayısının fazla olduğu anlamına gelir. Ayrıca yüksek akım yoğunluğunun aksine düşük akım yoğunluğu ince taneli yapının oluşmasını sağlar. Buda kaplama yapısında mikro parçacık sayısının fazla olduğu anlamına gelir. Bu parçacıklar aşınma testi sırasında koparak yüzey ile aşındırıcı arasına girer ve kaplamanın tribolojik davranışını değişik şekillerde etkiler.



(a)

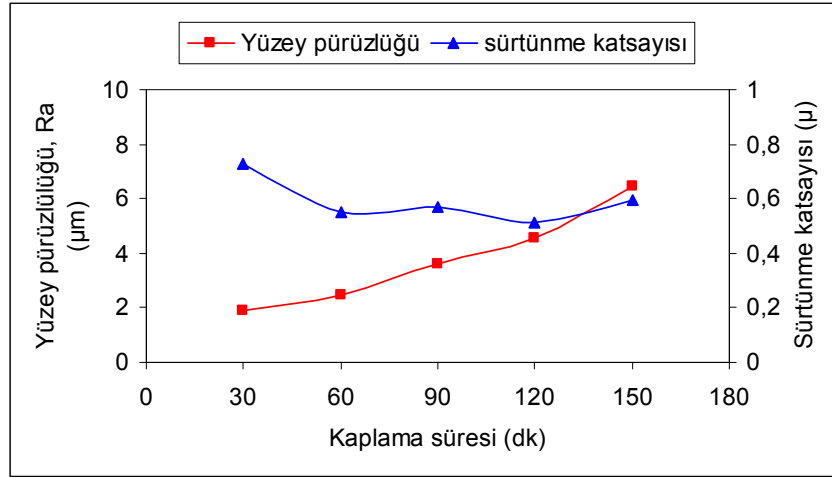


(b)

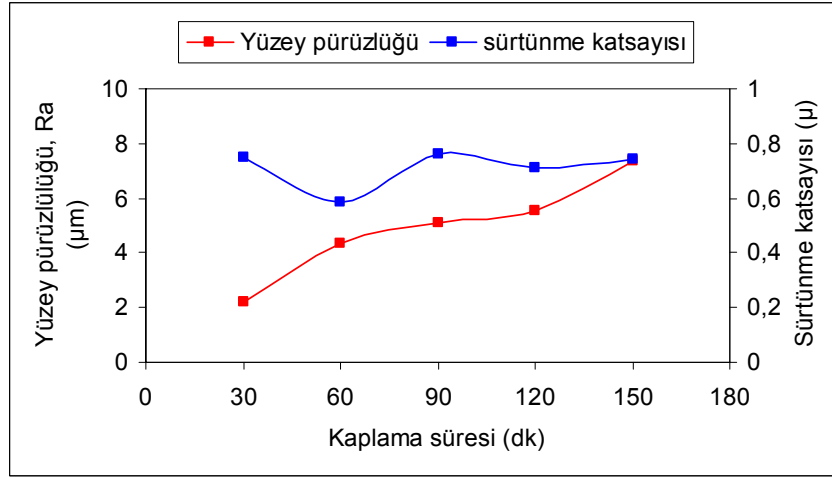


(c)

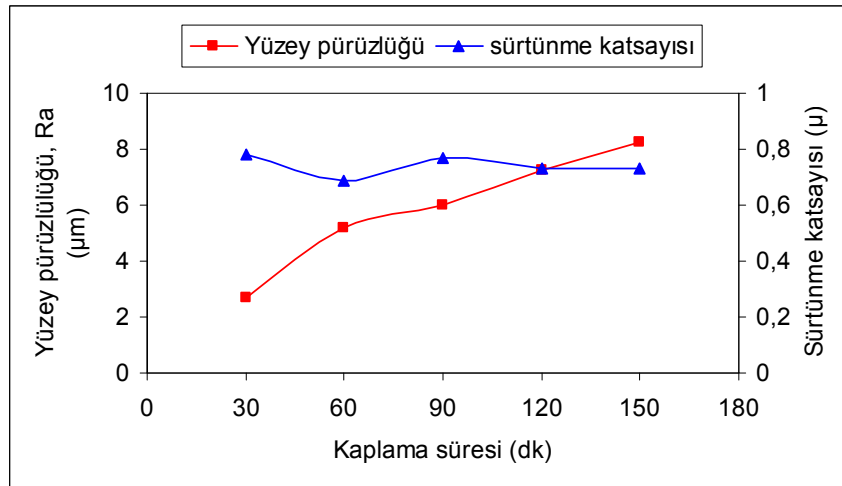
Şekil 9.38: Farklı alüminyum alaşımları üzerine “1” ve “2” nolu çözeltilerde, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların 5N’luk yük altında sürtünme katsayısının kaplama süresi ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039



(a)

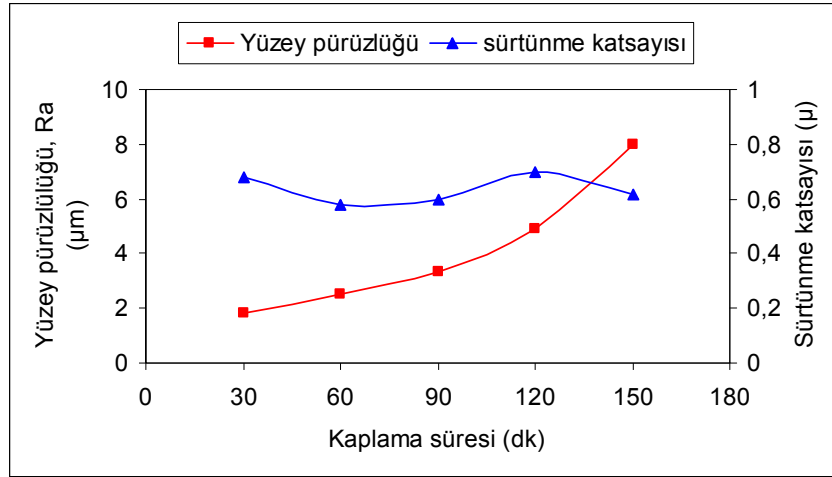


(b)

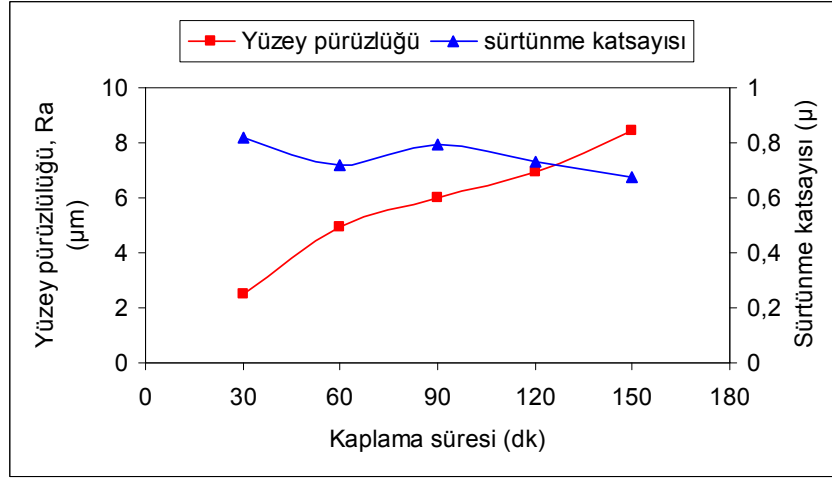


(c)

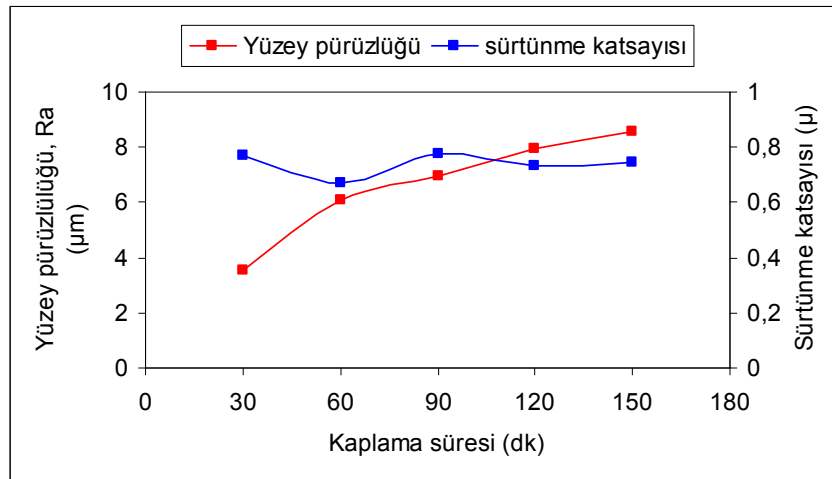
Şekil 9.39: 2017A alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların yüzey pürüzlülüğü ile sürtünme katsayısı arasındaki ilişki a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²



(a)

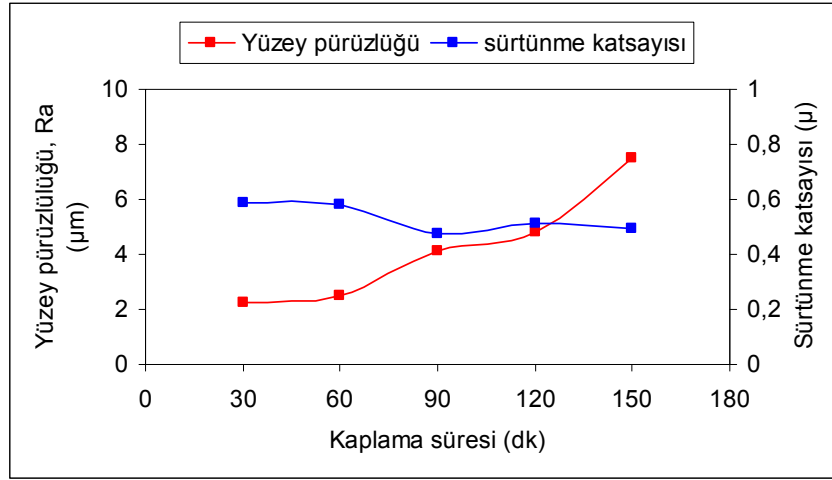


(b)

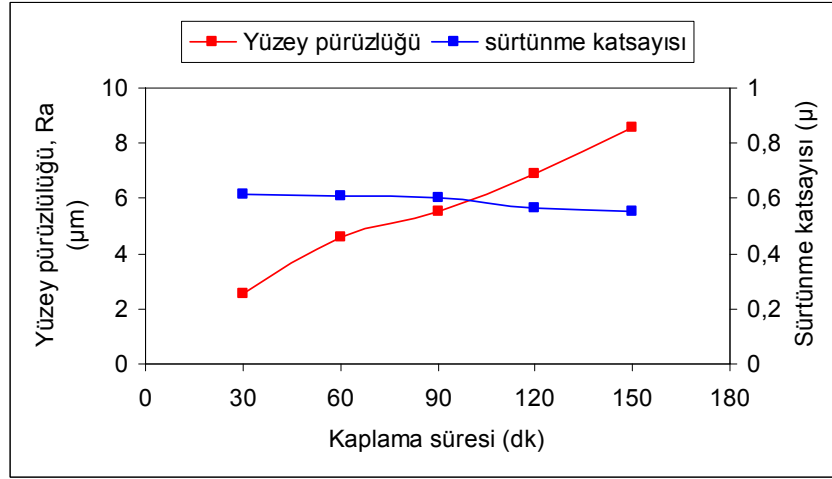


(c)

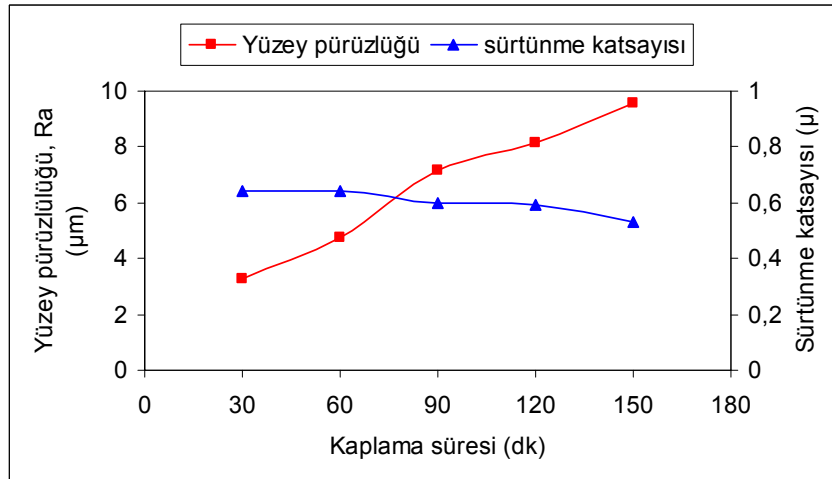
Şekil 9.40: 6061 alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların yüzey pürüzlülüğü ile sürtünme katsayısı arasındaki ilişki a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.41: 7039 alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide farklı akım yoğunluğunda yapılan kaplamaların yüzey pürüzlülüğü ile sürtünme katsayısı arasındaki ilişki a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²

Normal olarak kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün artmasıyla, sürtünme katsayısının da yükselmesi gerekmektedir. Bunun nedeni, kaplama üzerinde bulunan pürüzlülük ve çıkıntıların, kaymaya karşı bir direnç oluşturarak sürtünme katsayısını yükseltmesidir. Aynı nedenle, aşınma miktarı da artmalıdır. Fakat şekillerden de görüldüğü üzere kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün artmasıyla sürtünme katsayısında belirgin bir yükselme gözlenememiştir; inişli çıkışlı bir durum söz konusudur.

Bu durum, aşınma esnasında yüzey pürüzlülüğüne göre büyük olan partiküller iki sert yüzey arasında (WC bilye ve sert MAO kaplama) ortaya çıktığı zaman, partikül ezilmesi, kazınması yada yuvarlanması olabilir. Eğer partiküller yüzeylerden daha düşük sertliğe sahipse o zaman, daha küçük birikmiş parçalarla ve bir sonuç olarak da sürtünmede biraz artmayla temas yükü altında ezilerek parçalanacaklardır.

Sert yüzeyler arasında sert partiküllerin bulunması, bazı durumlarda sürtünme katsayısını azaltabilir. Eğer partiküller şekil olarak oldukça yuvarlak, yükü taşımak için yeteri kadar sertse ve yüzeylerden en az biri düzgünse partiküller birer tekerlek gibi davranarak ve sürtünme katsayısını azaltabilir. Ayrıca çok ince aşınma partikülleri (mullite ve $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ partikülleri vb.) farklı kaplama parametrelerine bağlı olarak farklı büyüklüklerde kaplamada bulunan mikro gözeneklere girerek katı yağlayıcı olarak görev yapar ve sürtünme katsayısını azaltır [155].

“1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında ve sürelerde farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5 N’luk yük altında WC bilye ile yapılan aşınma deneyleri sonrası belirlenen aşınma hızları Tablo 9.17-Tablo 9.19’da; “2” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda farklı sürelerde yapılan kaplamaların aşınma hızları da Tablo 9.20’de verilmiştir. “1” nolu çözeltide 2017A alüminyum alaşımına yapılan kaplamalarda en düşük aşınma hızı $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 60 dakikalık kaplamalarda olurken 6061 alüminyum alaşımı ve 7039 alüminyum alaşımına yapılan kaplamalarda $0,1 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 90 dakikalık kaplamalarda olmuştur. Bu kaplamaların aşınma hızları ise 2017A altlık malzemesi için $0,4193 \cdot 10^{-5}$, 6061 altlık malzemesi için $0,6827 \cdot 10^{-5}$ ve 7039 altlık malzemesi için $0,5242 \cdot 10^{-5} \text{ (mm}^3\text{/N/m)}$ dir.

Tablo 9.17: “1” nolu çözelti içerisinde 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda Al alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5 N’luk yük altındaki aşınma hızları

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Dış Yüzey Sertliği (HV)			Kaplama Aşınma hızı (mm ³ /N/m)x10 ⁻⁵		
		2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
0,1	30				0.7522	0.763	0.900
	60				1.159	1.024	1.298
	90				0.5153	0.6827	0.5242
	120	780	831	817	0.8133	1.100	0.8072
	150	559	874	986	2.286	2.436	0.6309

Tablo 9.18: “1” nolu çözelti içerisinde 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda Al alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5 N’luk yük altındaki aşınma hızları

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Yüzey Sertliği (HV)			Kaplama Aşınma hızı (mm ³ /N/m)x10 ⁻⁵		
		2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
0,125	30				0.5675	1.523	1.090
	60				0.4193	1.856	1.336
	90				1.196	2.410	0.8767
	120	555	959	951	1.365	2.555	1.199
	150	1356	914	537	3.252	3.171	2.797

Tablo 9.19: “1” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda Al alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5 N’luk yük altındaki aşınma hızları

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Yüzey Sertliği (HV)			Kaplama Aşınma hızı (mm ³ /N/m)x10 ⁻⁵		
		2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
0,150	30				1.588	2.037	2.410
	60				2.394	2.656	1.925
	90				2.348	2.822	2.274
	120	875	876	824	2.715	1.788	1.650
	150	579	556	514	4.339	5.347	2.140

Tablo 9.20: “2” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda Al alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5 N’luk yük altındaki aşınma hızları

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Yüzey Sertliği (HV)			Kaplama Aşınma hızı (mm ³ /N/m)x10 ⁻⁵		
		2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
0,150	30				1,138	0,474	1,559
	60				1,356	1,039	0,732
	90				1,172	0,277	0,379
	120	628	1190	1021	0,661	3,234	0,857
	150	938	1179	1081	2,071	0,929	

“2” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda ise en düşük aşınma hızı 2017A altlık malzemesine yapılan kaplamalarda 120 dk’lık kaplamalarda olurken 6061 alüminyum alaşımı ve 7039 alüminyum alaşımına yapılan kaplamalarda 90 dakikalık kaplamalarda elde edilmiştir. Bu kaplamaların aşınma hızları da 2017A altlık malzemesine yapılan kaplamalar için $0,661.10^{-5}$, 6061 ve 7039 altlık malzemesi için sıra ile $0,277.10^{-5}$ ve $0,379.10^{-5} \text{ (mm}^3\text{/N/m)}$ dir. Kaplanmamış altlık malzemelerin 5 N luk yük altındaki aşınma hızları kaplanmış alaşımın aşınma hızlarından mukayese edilemeyecek kadar yüksektir. Öyle ki kaplamasız alaşımın ilk 100 m’lik aşınma mesafesindeki aşınma miktarı bile kaplanmış alaşımın aşınma miktarından kat kat fazladır. Aşınma miktarı ve sürtünmenin fazla olmasından dolayı aşınma deneyleri 2500 m ye kadar devam ettirilememiş ancak 100 metrelik aşınma mesafesine kadar aşınma testi yapılabilmektedir. Yani, MAO kaplamaları sayesinde alüminyum alaşımlarının yüzeyleri mükemmel bir şekilde aşınmaya dirençli hale gelmiş ve yük taşıma kapasiteleri artırılmıştır.

Kaplamanın yapıldığı elektrolit kompozisyonunun değiştirilmesi ise aynı akım yoğunluğunda ($0,150 \text{ A/cm}^2$) farklı alüminyum alaşımlarına farklı sürelerde yapılan tüm kaplamaların aşınma hızlarının tüm kaplamalarda azalmasına yani aşınma dirençlerinin, yüksek konsantrasyonlu çözeltiye göre artmasına neden olmuştur. Bu, düşük sodyum silikat konsantrasyonlu çözeltide yapılan kaplamalarda kaplama yüzey pürüzlülüğünün düşük olması, kaplamadaki gevşek dış yüzey tabakasının az olması ve “1” nolu çözeltiye göre daha sık ve ince taneli ve sert bir tabakanın oluşmasından kaynaklanır. MAO kaplamaları gözenekli dış bölge, daha sık, yoğun iç bölge ve ince ara yüzey bölgesi gibi farklı bölgelerden oluşur. Bu bölgelerin aşınma dirençleri de farklıdır. Faz yapıları ve sertliklerinin farklı olmaları aşınma davranışlarını da farklı şekilde etkiler.

“1” ve “2” nolu çözeltide yapılan kaplamaların aşınma sonrası yüzey profilometresiyle aşınma iz profili alınarak aşınmanın kaplama yüzeyinden ne kadar derinliğe indiği belirlenmiştir. Sonuçlar ise sıra ile Tablo 9. 21-Tablo 9.23 ve Tablo 9.24 de verilmiştir.

Tablo 9.21: “1” nolu çözelti içerisinde 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında aşınma iz derinliği

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)			Aşınma iz derinliği (μm)		
		2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
0,1	30	16,90	17,30	17,00	4	3,6	3,8
	60	25,60	37,10	32,00	4,8	5	6,1
	90	52,80	54,50	46,60	4,2	4,3	4,2
	120	55,80	75,00	60,30	5	6	5,2
	150	76,00	102,00	86,20	7,3	6,3	4,2

Tablo 9.22: “1” nolu çözelti içerisinde 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında aşınma iz derinliği

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)			Aşınma iz derinliği (μm)		
		2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
0,125	30	19,00	19,40	21,60	4,2	7,9	5,6
	60	43,70	45,40	46,50	6	10,7	7,6
	90	61,70	72,80	74,20	7,5	12,9	6,3
	120	79,60	104,00	98,30	8,6	13,9	7,9
	150	116,00	136,00	128,00	11,9	17,7	12,4

Tablo 9.23: “1” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında aşınma iz derinliği

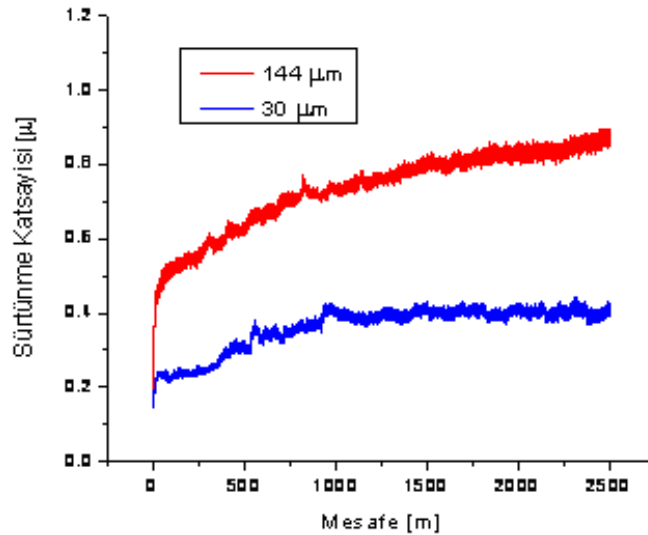
Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)			Aşınma iz derinliği (μm)		
		2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
0,150	30	26,3	28,20	27,00	5	10,3	6,4
	60	54,4	65,90	58,50	7,3	13,7	9,6
	90	77,6	96,60	89,10	13,4	15,3	11,7
	120	114,0	125,00	115,00	12,8	15,5	12,7
	150	144,0	166,00	142,00	15,6	19	13,2

Tablo 9.24: “2” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda farklı alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında aşınma iz derinliği

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (μm)			Aşınma iz derinliği (μm)		
		2017A	6061	7039	2017A	6061	7039
0,150	30	26,3	28,20	27,00	4,2	2,8	5,7
	60	54,4	65,90	58,50	5,1	5,2	7,3
	90	77,6	96,60	89,10	6,1	4,1	8,6
	120	114,0	125,00	115,00	6,4	10,5	11,6
	150	144,0	166,00	142,00	11,9	12,4	12

Alınan aşınma iz derinliklerine bakıldığında iz derinliklerinin az olduğu, kaplamaların yoğun iç bölgesine inemediği anlaşılmaktadır. Bu sebeple de aşınma hız sonuçlarının daha çok kaplamaların özellikle kalın kaplamaların dış yüzeyinin aşınmasını temsil ettiği belirlenir. İç kısım daha yoğun ve sert bir tabakaya sahip olduğundan bu bölgelerin aşınmaya daha dirençli olacağı elde edilen aşınma hızlarının daha düşük olacağı beklenilmektedir.

Bunun doğrulanması için 2017A altlık malzemesine “1” nolu elektrolit çözeltisinde $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan $144 \mu\text{m}$ kalınlığındaki kaplama, kaplama/altlık ara yüzeyinden $30 \mu\text{m}$ kalana kadar zımparalandıktan sonra aynı aşınma parametrelerinde aşınma testine tabi tutulmuştur. Bu iki kaplamanın sürtünme katsayısı ile aşınma mesafesi arasındaki ilişki Şekil 9.42 de verilmiştir.



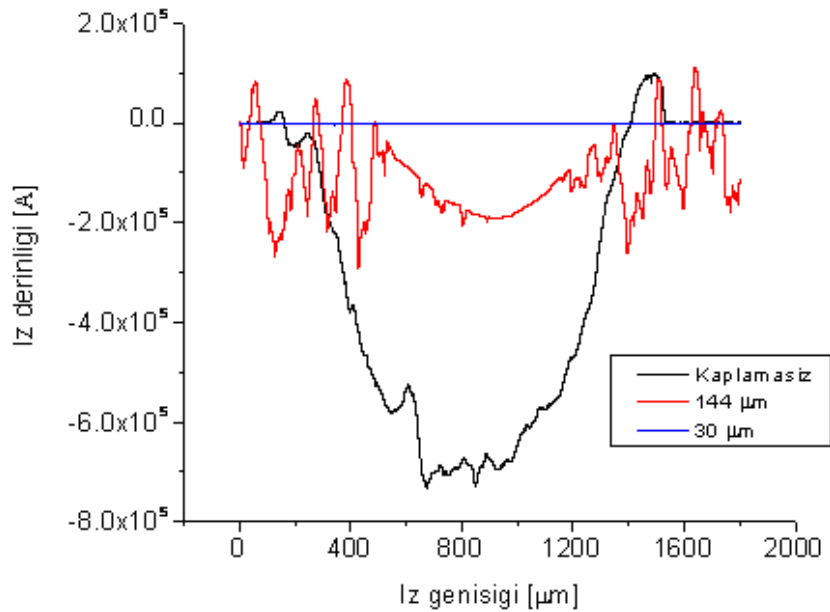
Şekil 9.42: 2017A alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide 150 dakika ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu uygulayarak yapılan kaplamanın kaplama altlık ara yüzeyinden farklı uzaklıkta bulunan yüzeylerinin 5N’luk yük altında sürtünme katsayısının aşınma mesafesi ile değişimi

Şekilden görüldüğü gibi $30 \mu\text{m}$ kalınlığındaki kaplamanın ortalama sürtünme katsayısı (0,41) $144 \mu\text{m}$ kalınlığındaki kaplamanın ortalama sürtünme katsayısından (0,734) çok daha düşüktür. Ayrıca sürtünme katsayısı zımparalanarak $30 \mu\text{m}$ kalınlığa getirilmiş daha düz kaplamada kararlı iken, parlatılmamış $144 \mu\text{m}$ kalınlıktaki pürüzlü kaplamada kararsızdır. Buradan kaplamanın zımparalanarak parlatılması yüzeydeki düzgünsüzlükleri ve pürüzlülüğü gidermeye yardımcı olur ve sonuçta da sürtünme işleminde kayma gerilmesini düşürür.

Farklı faz kompozisyonu ve mikro yapının kaplama sertliğini ve kaplamanın aşınma direncini etkileyeceği bilinmektedir. Kaplamada iç tabaka dış tabakadan daha yoğun ve gözenek yoğunluğu dış yüzeyden iç tabakaya doğru azalır (Şekil 9.15e) Bundan dolayı MAO kaplamaların faz yapısı ve sertliği dış yüzeyden içeriye doğru aşamalı olarak değişir.

Dış tabaka mullit ve γ - Al_2O_3 fazlarını içerirken kaplama ara yüzeyinden 30 mikron uzaklıktaki yoğun tabaka sadece yüksek sertlikli α - Al_2O_3 ve δ - Al_2O_3 fazlarını içerir (Şekil 9.8a). Kaplamanın sertliği de dış yüzeyden içeriye doğru aşamalı olarak azalır (Şekil 9.21a). Kaplama ara yüzeyinden 30 μm uzaklıktaki kaplamanın sertliği 144 μm kalınlığındaki kaplamanın yüzey sertliğinden çok daha yüksektir. Artırılmış bu sertliğin kaplama gözenekliliğinin dış yüzeyden iç yüzeye doğru azaltılması ve kaplamadaki kristal yapı malzeme oranının özellikle α - Al_2O_3 oranının artırılmasının bir sonucudur.

Kaplamasız Al 2017A alaşımı ile kaplanmış 144 μm kalınlıktaki kaplama ve 144 μm kalınlıktaki kaplamanın zımparalanarak 30 μm kalınlığı indirilen kaplamanın aşınma iz profilleri Şekil 9.43’ de görülmektedir.



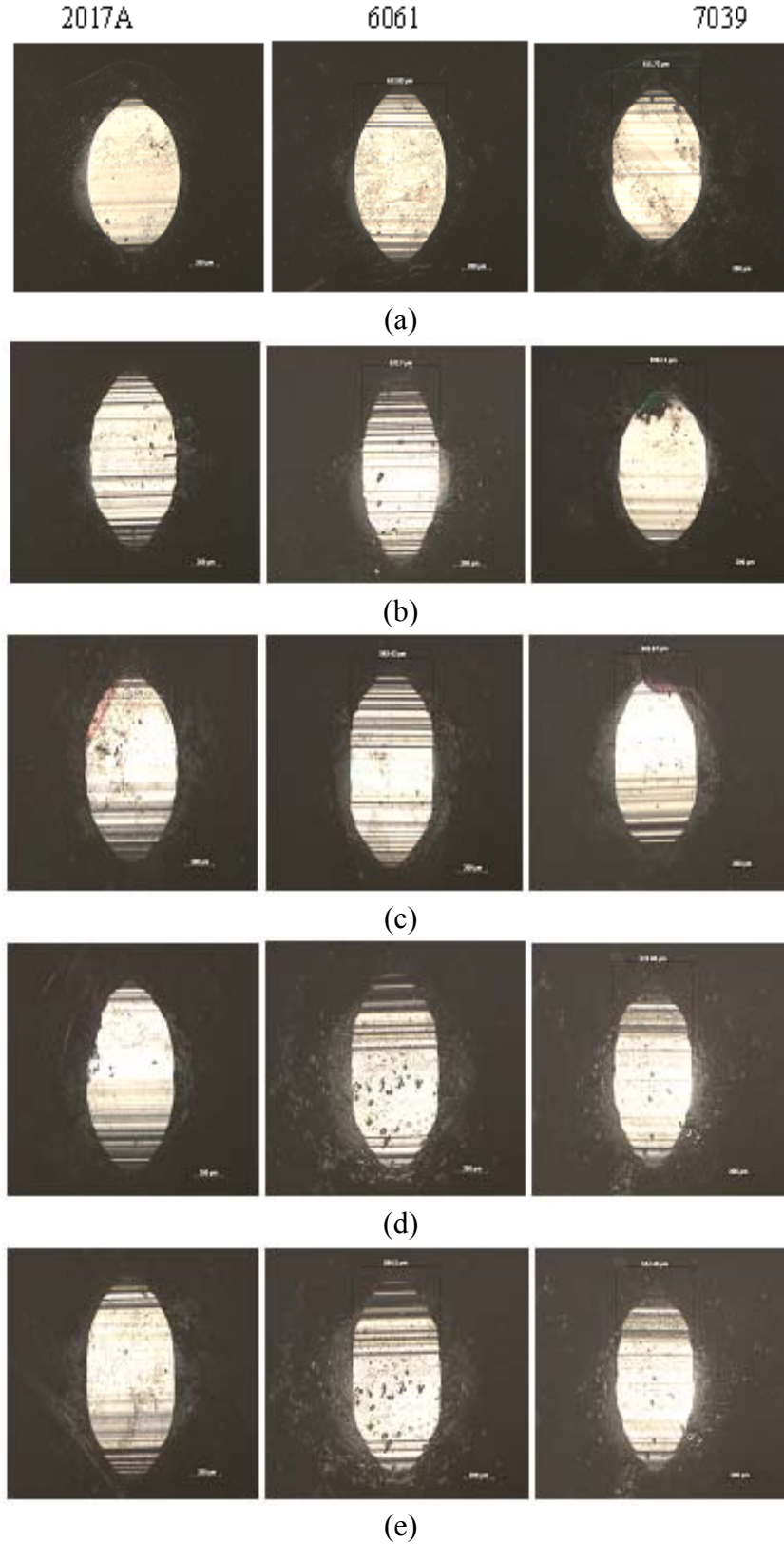
Şekil 9.43: 2017A alüminyum alaşımı üzerine “1” nolu çözeltide 150 dakika ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu uygulayarak yapılan kaplamanın kaplama altlık ara yüzeyinden farklı uzaklıkta bulunan yüzeylerinin 5N’luk yük altında aşınma iz profili.

Burada kaplamasız Al 2017A alaşımına ait iz sadece 100 m aşınma mesafesinde alınırken, kaplaması yapılan numunelerde 2500 m aşınma mesafesinde alınmıştır. Kaplamasız Al alaşımın aşınmasında ancak 100 m yol alınabilmektedir. Bu, 5 N'luk yük altında kaplamasız Al alaşımında aşınma miktarının fazla olması aşındırıcı bilyenin temas alanının artması neticesinde sürtünme kuvvetinin artarak cihazın müsaade ettiği sınırı aşması ve cihazı durdurmasından kaynaklanmaktadır.

Aşınma iz profillerinden de görüldüğü gibi 30 µm kalınlığına zımparalanmış kaplamanın iz derinliği 144 µm kalınlığında ki kaplamanın ve kaplanmamış alaşımın iz derinliğinden çok daha düşüktür. Çok küçük olan kaplama iz derinliği diğerleri ile aynı ölçekli grafiğe konulduğundan iz derinliği yokmuş gibi görülmektedir. 144 ve 30 µm kalınlığındaki bu kaplamaların aşınma hızları ise sıra ile $4,339.10^{-5}$ ve $1,736.10^{-7}$ (mm³/N/m) dir. 30 µm kalınlığındaki kaplamanın aşınma hızı 144 µm kalınlıktaki kaplamanın aşınma hızının 1/250 kadardır. Kaplamadaki yoğun mikro yapı ve yüksek sertlikli α -Al₂O₃ ve δ -Al₂O₃ fazları düşük aşınma hızlarına neden olur. Bundan dolayı aynı kaplamada kaplama ara yüzeyinden 30 mikron uzaklıktaki kaplamanın aşınma hızı kaplama ara yüzeyinde 144 mikron uzaklıktaki kaplamanın aşınma hızından ve kaplanmamış alaşımın aşınma hızından çok daha düşüktür.

“1” nolu çözeltide yapılan kaplamaların, kuru ortam sürtünme koşullarında 5 N'luk yük altında yapılan aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5 N'luk yük altındaki aşınma izlerinin optik mikroskop görüntüleri Şekil 9.44 de; aşınma hız değerleri de Tablo 9.25-Tablo 9.27 de verilmiştir. Tablodaki sonuçların incelenmesinde en düşük bilye aşınma hızı 2017A malzemesi için 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda 120 dakikalık kaplamalarda görülmüştür. 6061 ve 7039 alaşımlarına yapılan kaplamalarda ise en düşük bilye aşınma hızı 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda 150 dakikalık kaplamalarda olmuştur.

Benzer şekilde Tablo 9.28'den de görüldüğü gibi kaplamanın yapıldığı elektrolit kompozisyonunun değiştirilmesi aynı akım yoğunluğunda (0,150 A/cm²) farklı alüminyum alaşımlarına farklı sürelerde yapılan tüm kaplamaların aşınmasında kullanılan WC bilyenin de aşınma hızını düşürmüştür.



Şekil 9.44: Farklı alüminyum alaşımları üzerine “1” nolu çözelti içerisinde $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda farklı sürelerde yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında yapılan aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5N’luk yük altındaki aşınma izlerinin optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk

Tablo 9.25: “1” nolu çözelti içerisinde 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5 N’luk yük altındaki aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5 N’luk yük altındaki aşınma hız değerleri

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	WC Bilye Aşınma hızı (mm ³ /N/m)x10 ⁻⁷		
0,1 A/cm ²		2017A	6061	7039
	30	1,904	1,719	1,601
	60	1,418	1,469	1,394
	90	1,466	1,104	0,9818
	120	1,112	1,669	1,165
	150	1,192	0,983	0,9202

Tablo 9.26: “1” nolu çözelti içerisinde 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5 N’luk yük altındaki aşınma hız değerleri

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	WC Bilye Aşınma hızı (mm ³ /N/m)x10 ⁻⁷		
0,125 A/cm ²		2017A	6061	7039
	30	1,966	2,642	1,342
	60	1,753	1,394	1,410
	90	1,855	1,362	1,199
	120	1,613	1,273	0,867
	150	2,062	1,355	0,927

Tablo 9.27: “1” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5 N’luk yük altındaki aşınma hız değerleri

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	WC Bilye Aşınma hızı (mm ³ /N/m)x10 ⁻⁷		
0,150 A/cm ²		2017A	6061	7039
	30	2,324	2,107	1,831
	60	1,798	1,057	1,680
	90	2,346	1,342	1,158
	120	1,843	1,533	0,9744
	150	1,855	2,053	

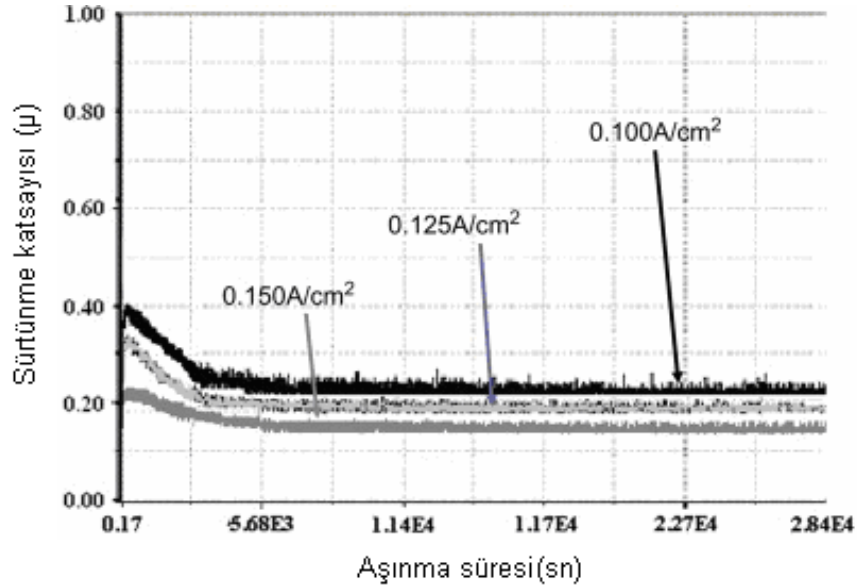
Tablo 9.28: “2” nolu çözelti içerisinde 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda alüminyum alaşımlarına yapılan kaplamaların kuru ortam sürtünme koşullarında 5N’luk yük altındaki aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyenin 5 N’luk yük altındaki aşınma hız değerleri

Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Kaplama Süresi (dk)	WC Bilye Aşınma hızı (mm ³ /N/m)x10 ⁻⁷		
0,125 A/cm ²		2017A	6061	7039
	30	2,324	2,107	1,831
	60	1,798	1,057	1,680
	90	2,346	1,342	1,158
	120	1,843	1,533	0,9744
	150	1,855	2,053	

Sonuçlardan görüldüğü gibi MAO kaplamaları alüminyum alaşımlarının aşınmaya karşı direncini mükemmel bir şekilde arttırmaktadır. Mikroark oksidasyon kaplamalarının yüksek sürtünme katsayısına sahip olması karşı malzemenin aşırı aşınmasına sebep olabileceğinden kaplamalarının sürtünme katsayısını düşürmek için yağlama yapılması veya diğer metotların uygulanması gerektiği de anlaşılır.

9.8.2 Yağlı ortam aşınma deneyleri

Yüksek aşınma ve korozyon dirençli kaplamalar tribolojiksel ve biyolojiksel uygulamalar için tercih edilmektedir. MAO ile yapılan kaplamaların yağlı ortamdaki tribolojik özelliklerinin belirlenerek alümina kaplamaların biyolojik uygulamalarda biyo (implent) malzeme olarak kullanılabilirliğinin fizibilite çalışması yapılmıştır. 7039 altlık malzemesine “1” nolu çözelti içerisinde $0,1\text{A/cm}^2$, $0,125\text{A/cm}^2$ ve $0,150\text{A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 150 dakika süreyle sentetik vücut sıvısı içerisinde yapılan aşınma deneyleri sırasında yapılan kaplamaların sürtünme katsayısı ile aşınma mesafesi arasındaki ilişki Şekil 9.45’de verilmiştir.



Şekil 9.45: 7039 altlık malzemesine “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dakika süreyle yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısı içerisinde yapılan aşınma deneylerinde sürtünme katsayısının zamanla değişimi

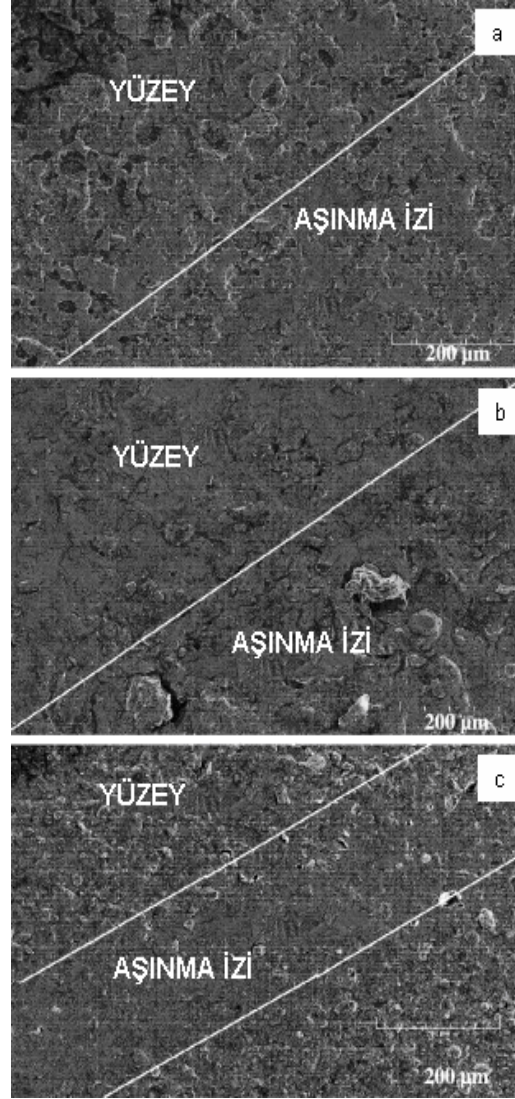
Tüm akım yoğunluklarında yapılan kaplamaların aşınmasında sürtünme katsayısı başlangıçta yüksektir. Daha sonra aşınma süresi ile azalır ve sabit kalır. Sürtünme katsayısının başlangıçta yüksek olmasında yüzey pürüzlülüğü önemli rol

oynamaktadır. Sürtünme katsayısı kararlı hale geldikten sonra test boyunca sabit kalmıştır. $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu uygulayarak üretilen kaplama en düşük sürtünme katsayısı gösterirken en fazla sürtünme katsayısı $0,1 \text{ A/cm}^2$ de yapılan kaplama göstermiştir. Bu iki farklı nedenden kaynaklanabilir. Birincisi sert yüzeyin yumuşak yüzeyi kazımasında düşük kayma kuvvetinin oluşmasından kaynaklanır. Diğeri ise aşınma parçacıklarının katı yağlayıcı olarak davranmasıdır.

Akım yoğunluğunun artırılması ile aynı sürede üretilen kaplamaların kaplama kalınlığı ve kaplama faz yapısı değişir. Kaplama süresi ve akımın artması ile kaplama kalınlığı ve $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ miktarı artar. Tabaka kalınlaştıkça kaplamanın dış tabakasından içeri doğru relatif $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ yüzdesi artar fakat $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, ve mullit alümina yüzdesi azalır. Sonuç olarak $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda üretilen daha fazla $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazı içereceğinden bu fazı içermeyen $0,1 \text{ A/cm}^2$ ve $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğundaki kaplamalardan daha serttir. Sonuçlarda $0,100 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda üretilen kaplama diğerlerine kıyasla daha düşük sürtünme katsayısı verir. Sebebi ise sert ve yumuşak kayma çiftinin kayma esnasında düşük kayma gerilmeli düşük sürtünme meydana getirmesinden kaynaklanmaktadır.

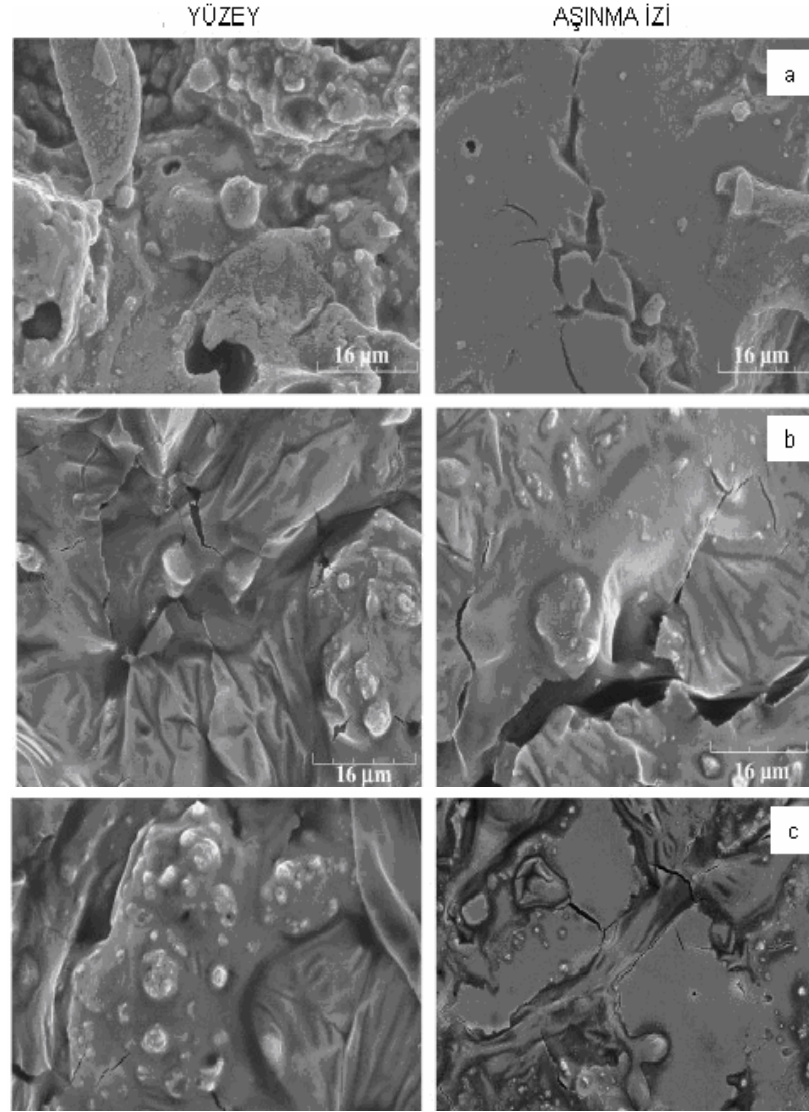
Aşınma iziyle yüzey ara yüzeyinin belirlenmesi ve yüzey ve aşınma izinin karşılaştırılması için taramalı elektron mikroskop (SEM) kullanılmıştır. Elde edilen görüntüler Şekil 9.46 ve Şekil 9.47’de verilmiştir. Şekil 9.46’daki görüntüde beyaz çizgi iki bölge arasındaki sınırı gösterirken Şekil 9.47’deki görüntü aşınma izi ve kaplama yüzey yapısının büyütülmüş halini gösterir.

Altlık malzemenin kaplandıktan sonraki yüzeyi oldukça pürüzlüdür. Diğer taraftan aşınma yüzeyi düzgün olup küçük parçacıklar içerir. Aşınma iz alanında mikro çatlaklar vardır (Şekil 9.47 deki büyütülmüş SEM fotoğrafında da görülür). Bu aşınma mekanizmasının abrazif ve mikro çatlaklardan oluştuğu anlamına gelir. Deşarj kanallarından çıkan alüminanın hızlı bir şekilde soğuması sonucu, deşarj kanalları etrafında disk şeklinde, belirgin görünümlü sınırlar meydana gelmiştir. Bahsedilen bu yapı açık bir şekilde Şekil 9.46’da da görülmektedir. MAO işleminin son aşamasında bazı kanallar açık kalır iken bazıları da kapanır. Açık kalan kanallar disk şekilli yapının ortasında daire şekilli delikler halinde gözükür.



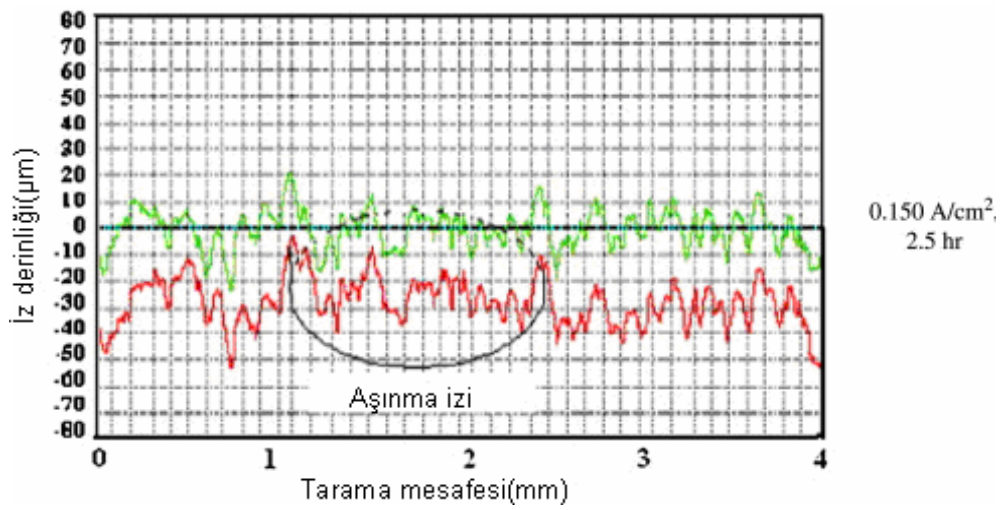
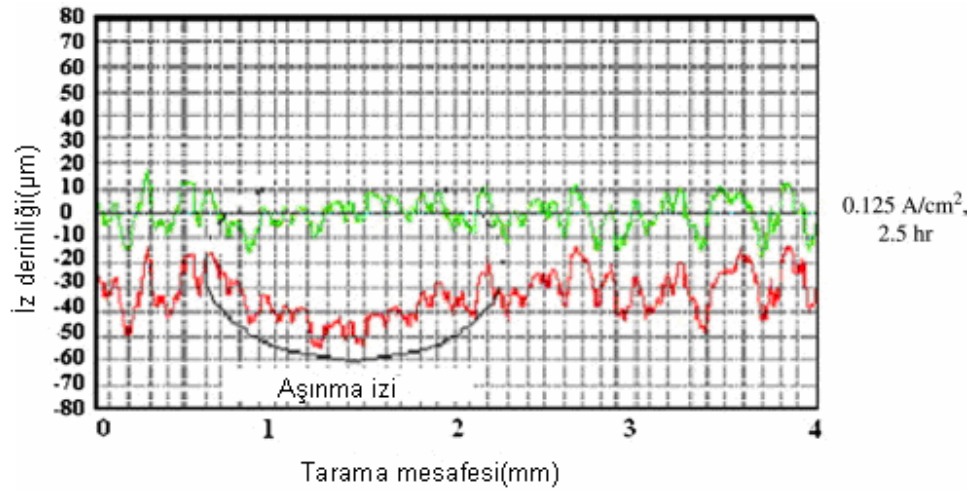
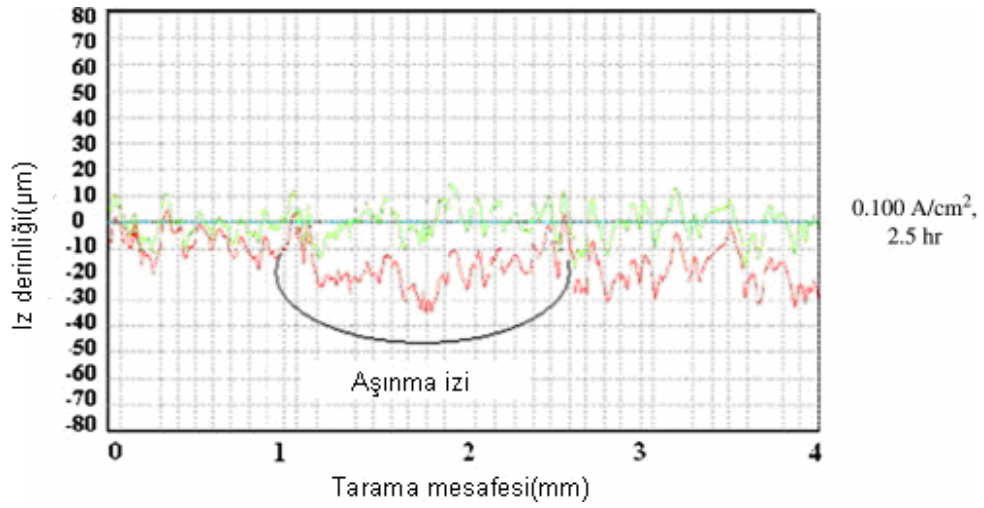
Şekil 9.46: 7039 altlık malzemesine “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dk süreyle yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısı içerisinde yapılan aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin SEM fotoğrafları: a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²

0,150 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda kaplama yüzeyi çok küçük disk şekilli yapı içerir iken 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda yapılan kaplamalar merkezi kapanmamış kanallar bulunan birçok geniş disk şekilli yapı içerir. Açık kanalların sayısı akım yoğunluğunun 0,100 A/cm² den 0,150 A/cm² ye artırılması ile azalır. Ayrıca Şekil 9.46 da görüldüğü gibi, 0,150 A/cm² akım yoğunluklu kaplamada disk şekilli yapılar arasında görünür boşluklar azdır. Bu durum yüksek akım yoğunluklarında uzun süreli büyük deşarjların oluşması ve daha fazla enerjinin açığa çıkması sonucu deşarj ürünlerinin erimesinden kaynaklanır. Aşınma iz yüzeyleri daha düzgün ve disk şekilli yapı az ya da çok düzleşerek birbirine karışmıştır.



Şekil 9.47: 7039 altlık malzemesine “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dakika süreyle yapılan kaplamaların yüzeylerinin ve aşınma izlerinin karşılaştırılması: a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm².

Disk şekilli yapı küçük parçacıklar halinde kazınarak açık kanallara dolmuş ve bazı yerlerde çatlaklar bırakmış gibi gözükmemektedir. Sentetik vücut sıvısı kullanımında aşınma yüzeylerinde önemli tribokimyasal reaksiyonlar olmamaktadır [156]. Bu sonuç MAO kaplamalarının sentetik vücut sıvısındaki kararlılığını belirtir. SEM’den elde edilen görüntülerin yanı sıra aşınma izleri yüzey profilometresinde aşınma izine dik olacak şekilde alınmıştır. Bu aşınma izlerine ait profil Şekil 9.48 de verilmiştir. Profildeki eğri aşınma iz derinliğini ve genişliğini belirtir. Yeşil eğri filtre edilmiş olup $y=0$ eksenine göre aşınmayı gösterir. Kırmızı eğri ise orijinal eğriyi belirtir. Profillerden görüldüğü gibi aşınma profili ile orijinal kaplama yüzey profili arasında çok fazla farklılık yoktur.



Şekil 9.48: 7039 altlık malzemesine “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dakika süreyle yapılan kaplamaların aşınma iz profilleri

Bu, kaplamanın 8 saat aşınma testine tabi tutulmasına rağmen elde edilen aşınma izinin aşınmasız haline göre çok fazla farklılık olmadığını gösterir. Sadece aşınma izinde kütlenin yeni dağılımı vardır ve sentetik vücut sıvısı yağlayıcı olarak davranarak yüzeyi düzgünleştirmiştir. Daha önceden açıklandığı gibi disk şekilli yapının kapalı olmayan kanalları doldurması ve kararlı ve uniform yüzey oluşturacak şekilde birbirine karışması, gevşek dış tabakanın sentetik vücut sıvısını içerisine çekerek yağ filmi oluşturmamasından dolayı da sürtünme kuvvetini düşürür. Bu sebeple MAO kaplamaları sentetik vücut sıvısında oldukça aşınmaya karşı dirençlidir. Numune ve bilye arasındaki kaymadan dolayı benzer şekilde bilyede de aşınma olmaktadır. Bilyedeki aşınan kısmın optik mikroskopta görüntüsü alınarak aşınan kısmın çapı ölçülmüştür. Ölçülen bu değerler Tablo 9.29’da verilmiştir.

Tablo 9.29: 7039 altlık malzemesine “1” nolu çözelti içerisinde farklı akım yoğunluklarında 150 dk süreyle yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısı ortamındaki aşınma iz profilleri

Kaplama altlık alaşımı	Kaplama süresi (dk)	Akım yoğunluğu (A/cm ²)	Bilye aşınma iz çapı (mm)
Al 7039	150	0,100	1,267
		0,125	1,217
		0,150	1,111

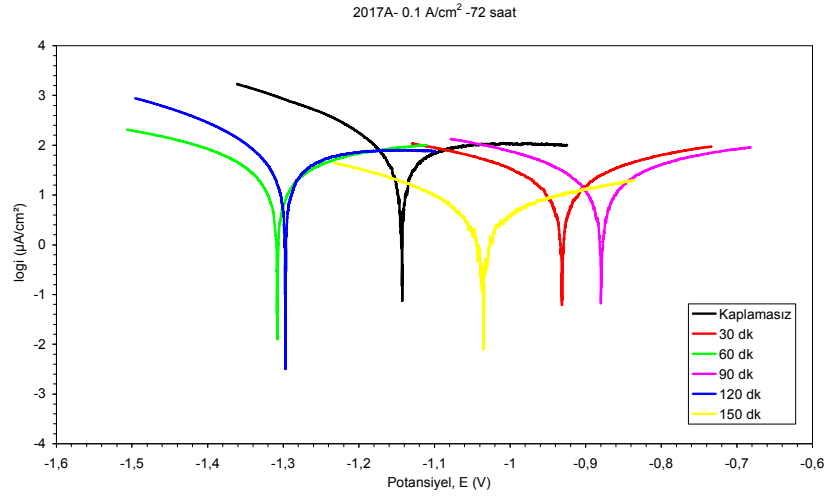
Bilye aşınma çapı 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda elde edilen kaplamada minimum iken 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda maksimumdur. Sürtünmenin bu aşınma çiftinde düşük olması oldukça ilginçtir. Bu sonucun bu şekilde olmasının nedeni 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda elde edilen kaplamalardaki fazların farklı olması, ince aşınma partiküllerin farklı kaplama parametrelerine bağlı olarak farklı büyüklüklerde kaplamada bulunan mikro gözeneklere girerek katı yağlayıcı olarak görev yapmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca yüksek akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda kaplama kalınlığının artması ile birlikte kararlı yoğun iç tabaka ile birlikte gözenekli gevşek dış tabaka kalınlığı da artar. Kaplamadaki gevşek dış tabakanın sentetik vücut sıvısını içerisine çekerek yağ filmi oluşturmamasından dolayı da aşınma çifti arasındaki sürtünme katsayısı düşük dolayısıyla aşınma da düşüktür.

9.9 Kaplama Korozyonu

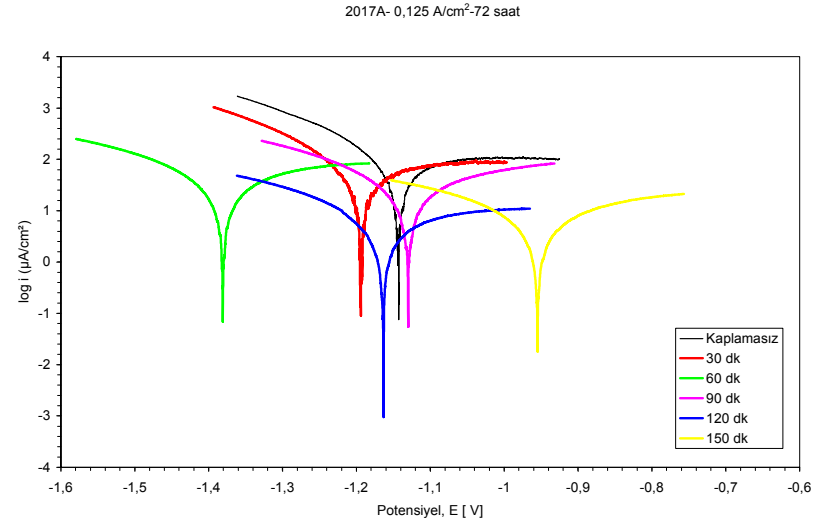
Kaplanmamış ve farklı süre (30, 60, 90, 120, 150 dk) ve farklı akım yoğunluklarında (0,1, 0,125, 0,150 A/cm²) 1. elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarının 0,5 M NaCl çözeltisi içerisindeki anodik ve katodik polarizasyon eğrileri (E-logi) sıra ile Şekil 9.49, Şekil 9.50 ve Şekil 9.51’de; “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,150 A/cm² akım yoğunluğu uygulayarak kaplanmış bu alaşımların aynı korozyon ortamındaki anodik ve katodik polarizasyon eğrileri de Şekil 9.52’de verilmiştir. Potansiyel değişim hızı 5 mV/s dir. Polarizasyon eğrileri numune çözeltiye daldırıldıktan 72 saat sonra alınmıştır.

Tablo 9.30- Tablo 9.32, Tablo 9.33- Tablo 9.35 ve Tablo 9.36- Tablo 9.38’da sırayla farklı süre ve akım yoğunluklarında “1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde Tablo 9.39, Tablo 9.40 ve Tablo 9.41’de ise farklı sürelerde 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış 2017A, 6061 ve 7039 numunelerine ait kaplama kalınlıkları, korozyon akım yoğunlukları (I_{kor}), korozyon potansiyelleri (E_{kor}), polarizasyon direnci (R_p), anodik ve katodik Tafel eğimleri (β_a , β_c) verilmiştir.

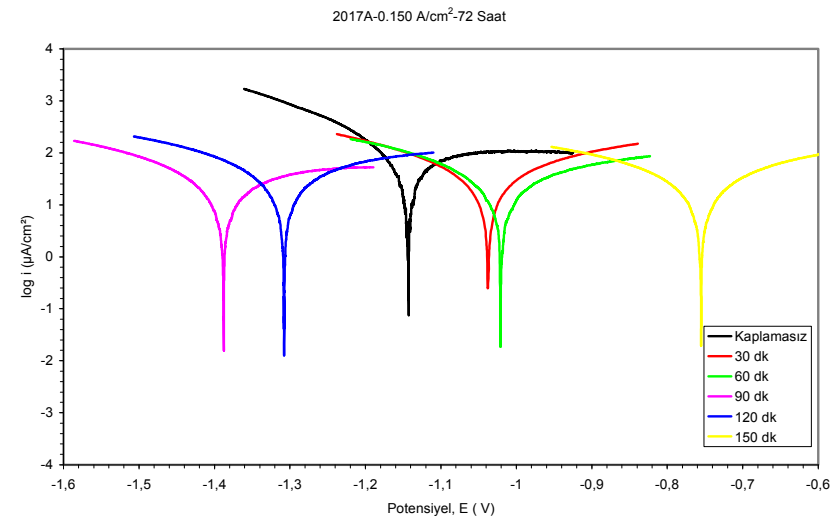
Kaplanmış numunelerin korozyon potansiyeli ve korozyon akım yoğunluğu kaplamaların korozyon koruma özelliklerini karakterize etmekte çok sık bir şekilde kullanılır [18]. Kaplamaların yüksek korozyon potansiyeli ve düşük korozyon akım yoğunluğu kaplamaların düşük korozyon hızına ve iyi korozyon direncine sahip olduğunu gösterir. Polarizasyon eğrilerinden ve tablolarda verilen korozyon parametrelerine bakıldığında kaplanmamış alüminyum alaşımları düşük korozyon potansiyellerine sahiptir. Bu değer 2017A alaşımı için -1142,7 mV, 6061 alaşımı için -1255,5 mV ve 7039 alaşımı için -1217,3 mV dur. Korozyon akım yoğunlukları ise 2017A, 6061 ve 7039 alaşımları için sırayla 110,6 A/cm², 39,48 A/cm² ve 45,6 A/cm² olup oldukça yüksektir. Mikroark oksidasyon işleminden sonra kaplanmış numunelerin korozyon potansiyel değerlerinde sistematik bir artış veya azalma gözlenmemesine rağmen genelde artmıştır. I_{kor} değerleri ise önemli bir şekilde azalmıştır. Yani MAO işlemi kaplanan alüminyum alaşımlarının korozyon direncini önemli bir şekilde artırmıştır.



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.49: Değişik süre ve akım yoğunluklarında kaplanmış 2017A numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C’ de elde edilen polarizasyon eğrileri: a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm².

Tablo 9.30: 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 2017A numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri

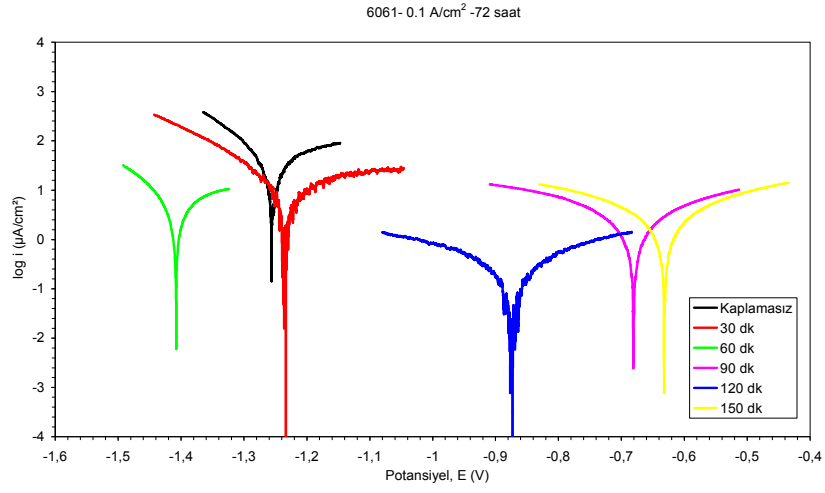
Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{kor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{kor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1142,7	59,07	110,6	359,8	-178,9	1294
30	16,90	-1297,2	297	54,40	309,9	-153	591,5
60	25,60	-1307,9	2400	39,13	437,9	-265,4	425,5
90	52,80	-879,4	870	27,32	344,5	-278,3	297,1
120	55,80	-931,6	433,9	22,28	302,3	-279,6	242,3
150	76,00	-1034,4	-390	5,95	319	-220,7	69,62

Tablo 9.31: 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 2017A numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri

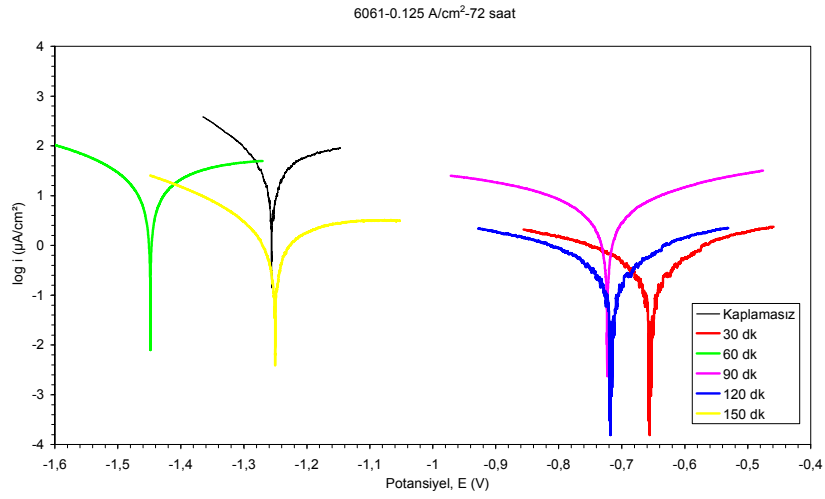
Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{kor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{kor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1142,7	59,07	110,6	359,8	-178,9	1294
30	19,00	-1195	366,8	56,6	478	-147,9	615,8
60	43,70	-1380,2	9680	40,54	520,2	-243,9	440,8
90	61,70	-1129,2	-917,3	31,50	418,3	-223,6	342,5
120	79,60	-1163,3	8500	7,47	735,5	-237,2	81,28
150	116,00	-954,6	9030	8,73	468,8	-298,9	94,96

Tablo 9.32: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 2017A numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri

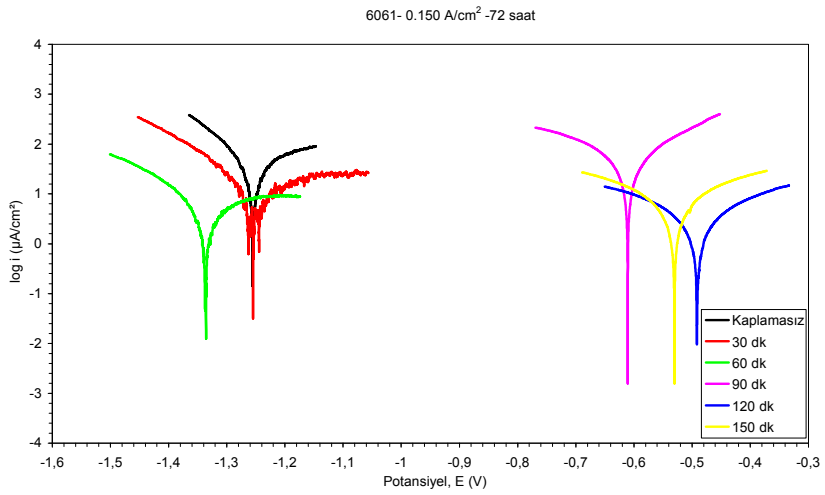
Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{kor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{kor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1142,7	59,07	110,6	359,8	-178,9	1294
30	26,3	-1037,4	1230	38,404	328,4	-253,8	417
60	54,4	-1021	1840	33,01	388,3	-256,3	359
90	77,6	-1387,8	2530	29,35	436,9	-249,8	319,1
120	114,0	-1080,6	4910	2,85	376	-228,9	31,04
150	144,0	-755,1	2160	29,03	313,8	-291	315,7



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.50: Değişik süre ve akım yoğunluklarında kaplanmış 6061 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C' de elde edilen polarizasyon eğrileri): a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²

Tablo 9.33: 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 6061 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.

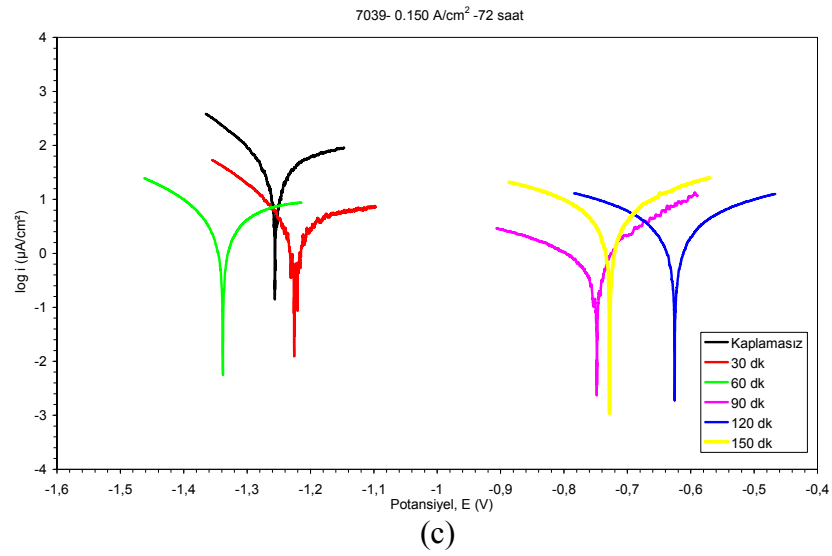
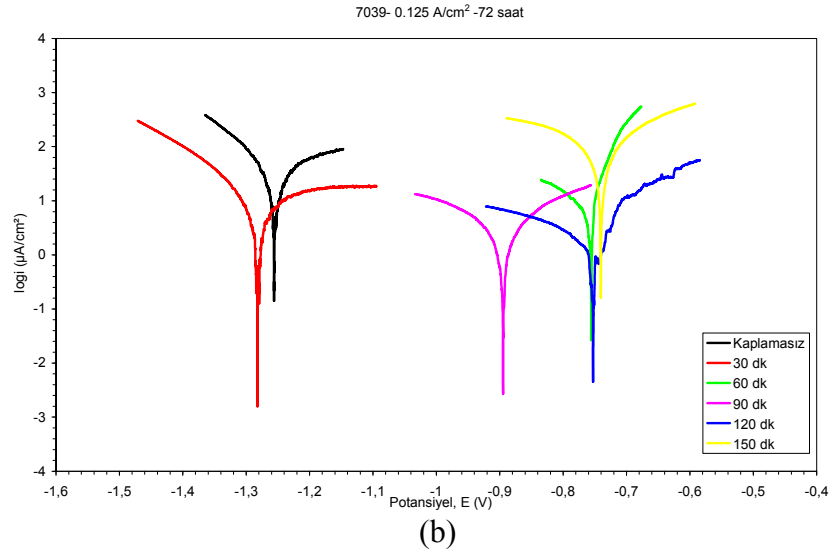
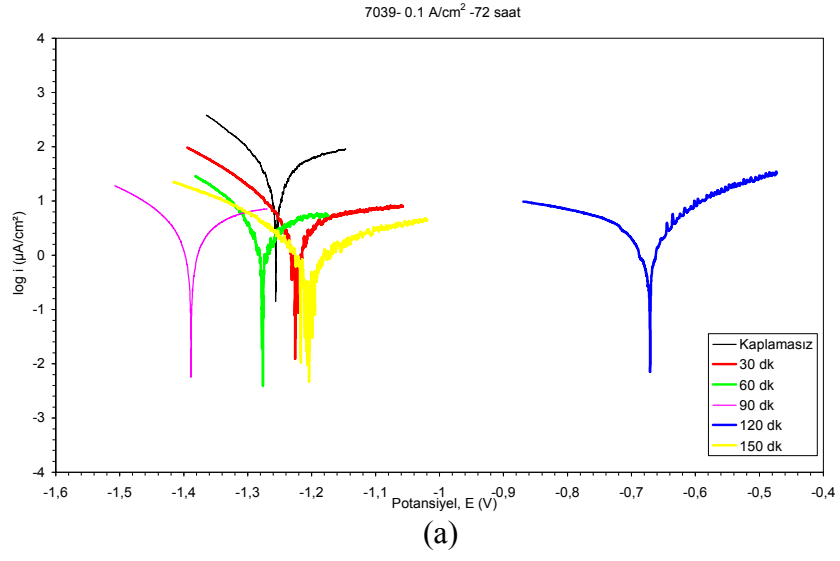
Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{kor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{kor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1255,5	-152,26	39,48	257,7	-109,2	429,5
30	17,30	-1239,5	1390	13,44	272,9	-138,7	146,2
60	37,10	-1407,6	6910	4,43	200,4	-95,4	48,2
90	54,50	-681,2	-16027,5	2,784	297,1	-335,6	30,28
120	75,00	-876,6	-20970,5	0,247	211,3	-248,4	2,68
150	102,00	-631,9	17450	3,479	317	-330,8	37,84

Tablo 9.34: 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 6061 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{kor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{kor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1255,5	-152,26	39,48	257,7	-109,2	429,5
30	19,40	-657,2	1500	23,39	312,9	-301,6	254,3
60	45,40	-1448,4	2110	22,58	436,8	-229,6	245,6
90	72,80	-723,3	1690	7,55	389,1	-465,9	82,21
120	104,00	-719,1	9540	0,5637	314,2	-345,6	6,129
150	136,00	-1250,3	18530	2,08	574	-173,3	22,71

Tablo 9.35: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 6061 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{kor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{kor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1255,5	-152,26	39,48	257,7	-109,2	429,5
30	28,20	-1254,6	12,06	13,41	285,5	-134,3	156,9
60	65,90	-1336,9	6340	4,72	209,5	-134,9	51,38
90	96,60	-610,6	698,96	3,2	168,5	-236,4	505,6
120	125,00	-491,7	11040	5,24	371	-374	56
150	166,00	-530,3	54100	7,14	253,7	-264,9	77,66



Şekil 9.51: Değişik süre ve akım yoğunluklarında kaplanmış 7039 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C' de elde edilen polarizasyon eğrileri): a) 0,1 A/cm²; b) 0,125 A/cm²; c) 0,150 A/cm²

Tablo 9.36: 0,1 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 7039 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.

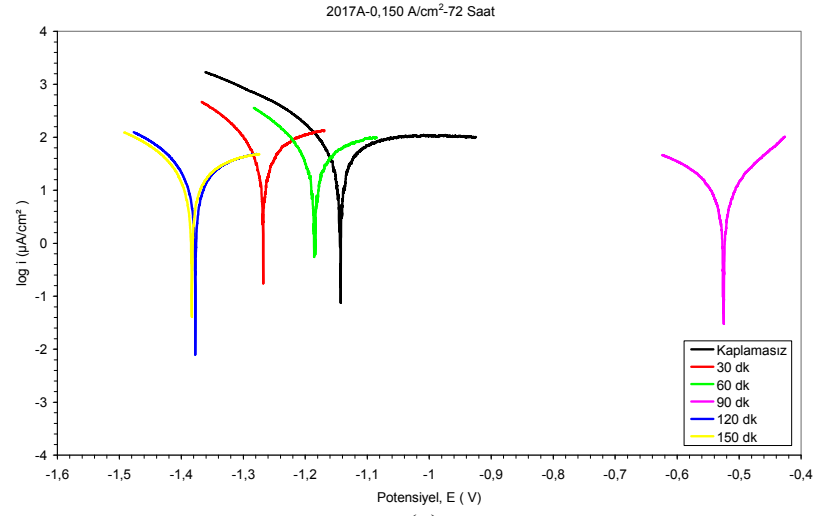
Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{cor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{cor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1217,3	81,38	45,6	756,4	-131,5	496,3
30	17,00	-1225,8	1220	5,59	591,2	-135,3	60,80
60	32,00	-1277,2	3680	3,2935	180	-106,3	35,82
90	46,60	-1388,7	-8631,6	3,1578	309	-149,2	34,35
120	60,30	-670,8	8100	3,6801	145,5	-460,8	40,03
150	86,20	-1217,1	3310	2,3849	311,9	-196,8	25,94

Tablo 9.37: 0,125 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 7039 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.

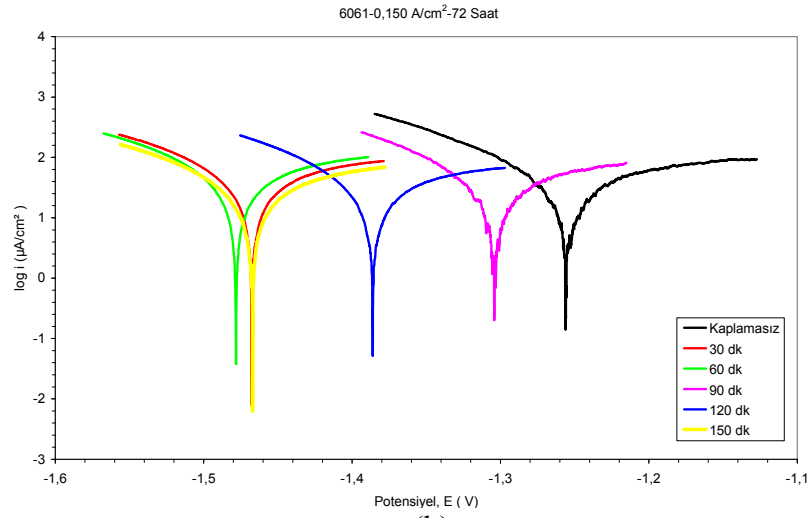
Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{kor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{kor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1217,3	81,38	45,6	756,4	-131,5	496,3
30	21,60	-1281,9	935,49	12,7958	461,4	-134,4	139,1
60	46,50	-755,7	1720	9,56	33,9	-205,5	104
90	74,20	-894,2	16940	4,0457	199,1	-218,1	44
120	98,30	-752,9	9920	2,4849	134,2	-320,8	27,03
150	128,00	-740,6	302,8	4,783	210,4	-354,3	1390

Tablo 9.38: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda kaplanmış 7039 numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C de alınan polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri.

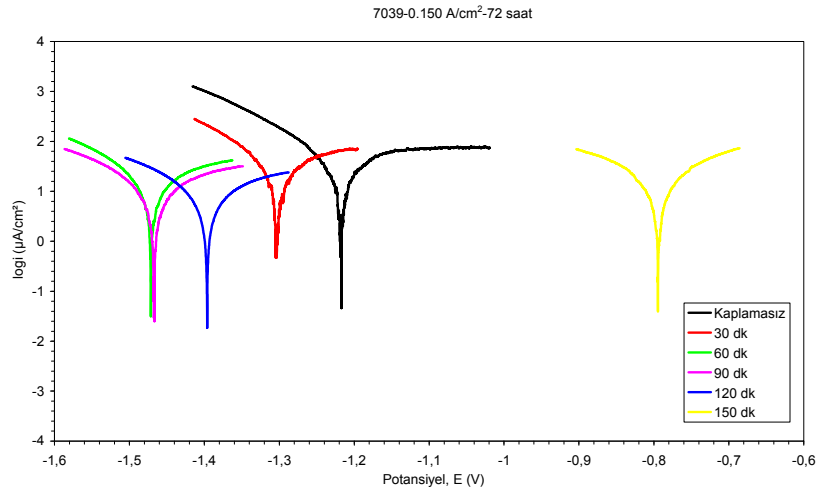
Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{cor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{cor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μm/yıl)
Kaplamasız		-1217,3	81,38	45,6	756,4	-131,5	496,3
30	27,00	-1225,8	1220	4,4346	437,1	-116,5	48,124
60	58,50	-1338,2	850	3,9787	286,3	-152,6	43,28
90	89,10	-747,9	38860	0,8006	127,7	-276,8	8,708
120	115,00	-625,5	20580	3,3698	267,9	-263,4	36,65
150	142,00	-728,2	8040	5,8192	242,3	-279,7	63,3



(a)



(b)



(c)

Şekil 9.52: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda değişik sürelerde “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış farklı alüminyum alaşım numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C’de elde edilen polarizasyon eğrileri): a) 2017A; b) 6061; c) 7039A/cm²

Tablo 9.39: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda değişik sürelerde “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış 2017A alaşım numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C’ de elde edilen korozyon parametreleri

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{cor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{cor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μA/yıl)
Kaplamasız		-1142,7	59,07	110,6	359,8	-178,9	1294
30	17,50	-1267,4	-127,47	64,29	271,3	-112	699,1
60	37,40	-1184,1	225,22	45,16	206,9	-106,7	491
90	64,80	-525,1	5470	9,80	97,7	-149	106,6
120	78,20	-1377,5	1590	23,81	273,9	-134	258,9
150	86,70	-1382,8	2210	24,7	329,7	-152,5	268,7

Tablo 9.40: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda değişik sürelerde “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış 6061 alaşım numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C’ de elde edilen korozyon parametreleri

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{kor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{kor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μA/yıl)
Kaplamasız		-1255,5	-152,26	39,48	257,7	-109,2	429,5
30	15,50	-1467,7	594,72	38,41	222,5	-108,9	417,6
60	34,90	-1478,2	639,72	37,8795	192,1	-102,6	181,1
90	60,60	-1303,5	445,92	33,7195	227	-98,9	366,6
120	75,40	-1386,1	751,19	31,6496	238,5	-100,9	344,1
150	85,80	-1467,3	796,95	27	205,5	-110,3	293,6

Tablo 9.41: 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda değişik sürelerde “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde kaplanmış 7039 alaşım numunelerinin 0,5 M NaCl çözeltisi içinde 5 mV/sn tarama hızında, 25 °C’ de elde edilen korozyon parametreleri

Kaplama Süresi (dk)	Kaplama kalınlığı (μm)	E _{cor} (mV)	R _p (Ω.cm ²)	i _{cor} (μA/cm ²)	β _a (mV/dec)	β _k (mV/dec)	Korozyon (μA/yıl)
Kaplamasız		-1217,3	81,38	45,6	756,4	-131,5	496,3
30	16,50	-1303,5	1230	33,6221	246,7	-117,1	365,6
60	45,70	-1471,9	2370	17,06	252,1	-128,31	185,5
90	63,10	-1467,2	3230	13,1543	282,5	-160,1	143
120	75,10	-1396,3	3450	8,7542	234,6	-145,3	95,19
150	97,00	-794,2	2080	16,66	160,7	-182,7	181,1

Akım yoğunluğunun $0,1 \text{ A/cm}^2$ den $0,150 \text{ A/cm}^2$ ye artırılması alaşımlara aynı süre ile aynı çözeltide yapılan kaplamaların korozyon akım yoğunluğunu düşürmüştür. “1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde 2017A altlık malzemesine yapılan seramik kaplamalarda en düşük korozyon akım yoğunluğu $0,1 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu için 150 dk süre ile kaplanmış numunede (Tablo 9.30); $0,125$ ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunlukları için 120 dk süre ile kaplaması yapılmış numunelerde (Tablo 9.31- Tablo 9.32) elde edilmiştir. Aynı elektrolit çözeltisi içerisinde 6061 altlık malzemesine yapılan seramik kaplamalarda en düşük korozyon akım yoğunluğu, $0,1 \text{ A/cm}^2$ ve $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu için 120 dk süre ile kaplanmış numunelerde (Tablo 9.33- Tablo 9.34) ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu için 90 dk süre ile kaplanmış numunede (Tablo 9.35) elde edilirken 7039 altlık malzemesine yapılan kaplamalarda ise $0,1 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu için 150 dk süre ile kaplanmış numunede (Tablo 9.36), $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu için 120 dk süre ile kaplaması yapılmış numunede (Tablo 9.37) ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu için 90 dk süre ile kaplanmış numunelerde (Tablo 9.38) elde edilmiştir. “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde, $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğu uygulayarak 2017A, 6061 ve 7039 alaşımlarına yapılan seramik kaplamalarda ise en düşük korozyon akım yoğunluğu 2017A alaşımı için 90 dk (Tablo 9.39), 6061 alaşımı için 150 dk (Tablo 9.40) ve 7039 alaşımı için 120 dk süre ile kaplanmış numunelerde (Tablo 9.41) elde edilmiştir.

Kaplamanın yapıldığı elektrolit kompozisyonunun değiştirilmesi (sodyum silikat miktarının $8,5 \text{ gr/lt}$ - 4 gr/lt indirilmesi) ise aynı akım yoğunluğunda ($0,150 \text{ A/cm}^2$) kaplanan kaplamaların korozyon akım yoğunluklarının önemli derecede artmasına yani korozyon dirençlerinin “1” nolu çözeltiye göre düşmesine neden olmuştur. $0,1 \text{ A/cm}^2$, $0,125 \text{ A/cm}^2$ ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda “1” nolu elektrolit çözelti içerisinde kaplanmış 2017A alaşımı için en düşük korozyon akım yoğunluğu kaplanmamış alaşımın korozyon akım yoğunluğundan sırayla yaklaşık 18, 15 ve 38 kat; 6061 alaşımı için 160, 70 ve 8 kat; 7039 alaşımı için ise 19, 18 ve 57 kat daha küçüktür. Bu değer ikinci elektrolit çözeltisinde $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 2017A alaşımına yapılan kaplama için yaklaşık 11 iken 6061 ve 709 alaşımına yapılan kaplamalar için ise sıra 1,56 ve 5,2 dir. Bu değerlerden de görüldüğü gibi kaplamaların üretiminde kullanılan kaplama akım yoğunluklarının artırılması 2017A

ve 7039 alaşımlarının korozyon direncini genelde yükseltirken 6061 alaşımının korozyon direncini nispeten düşürmüştür. Oksit kaplamaların korozyon direnci, kaplama kalınlığı, kaplama kompozisyonu ve mikro yapıyı içine alan kaplama karakteristiklerinin kombinasyonu tarafından, anlaşılması güç bir şekilde etkilenir [73]. Kaplamaların yapıldığı elektrolit kompozisyonu üretilen kaplamaların morfolojisinde, faz ve elementel kompozisyonunda büyük etkiye sahiptir ve sonuçta kaplamanın korozyon direncini etkiler. Farklı elektrolit kompozisyonunda farklı süre ve akım yoğunluklarında üretilen kaplamalar farklı kalınlıktadır. Farklı kalınlıktaki kaplamaların farklı korozyon direnci göstermesi farklı mikro yapıları ile alakalıdır.

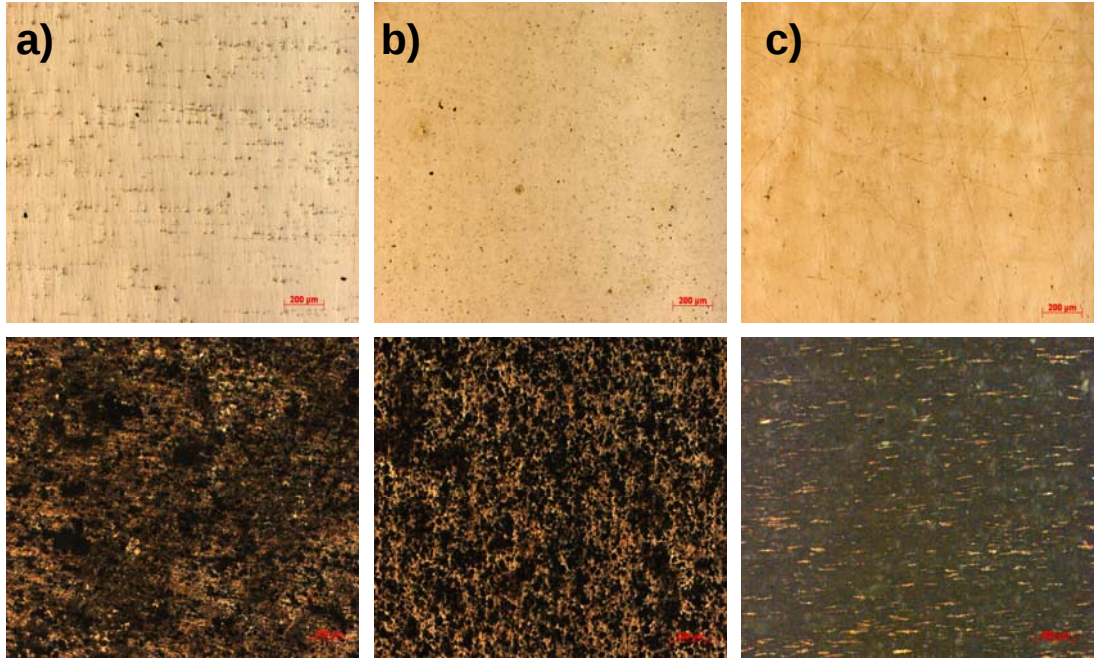
Aynı sürede farklı elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamalardan kısa süreli kaplamalarda oksit tabakası homojen olmayıp oldukça incedir. Özellikle “2” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamalar “1” nolu elektrolit çözeltisine göre çok daha ince olup homojen değildir. Metal oksit ara yüzeyinde bazı gözenek ve boş delikler vardır. Diğer taraftan uzun süreli kaplamalarda kaplama tabakası kalın, yoğun homojen ve metal oksit ortak yüzeyi oldukça düzgündür. Akım yoğunluğunun ve çözelti kompozisyonundaki silikat oranının değiştirilmesi ile toplam kaplama kalınlığının artırılması kaplamanın yoğun iç tabakasını (α -Al₂O₃ içeriğini) artırır. Kaplamanın yoğun iç tabakasının artırılması altlık malzemelerinin korozyon korumasında önemli bir rol oynar.

Diğer taraftan şaşırtıcı bir şekilde, birçok durumda, aynı altlık malzeme üzerine, aynı elektrolit çözeltisi içerisinde, aynı akım yoğunluğu uygulayarak yapılan kaplamalardan; ince kaplı kaplamaların örneğin “1” nolu elektrolit çözeltisi içerisinde 2017A altlık malzemesine 0,125 A/cm² akım yoğunluğu uygulayarak yapılan 79,60 µm kalınlıklı kaplamanın 116,7 µm kalınlıklı kaplamadan; 0,150 A/cm² akım yoğunluğu uygulayarak yapılan 114 µm kalınlıklı kaplamanın 144 µm kalınlıklı daha kalın kaplamalardan çok daha küçük korozyon akımına sahip olduğu tespit edilmiştir. Yüksek α -Al₂O₃ içeriğine sahip daha kalın kaplamaların yüksek γ -Al₂O₃ içeriğine sahip daha ince kaplamalardan daha iyi olacağı anlamına gelmez. Bu kalın kaplama yüzeyindeki mikro çatlakların etkisinden kaynaklanabilir. Kıvılcımlar sönerken deşarj kanallarından dışarı itilen ergiyik elektrolit çözeltisi içerisinde soğur, daha sonra termal gerilmelerden dolayı kaplama yüzeyinde birçok

küçük mikro çatlaklar oluşur. Çok kalın kaplamalarda bazı çatlaklar filmin iç kısımlarına kadar ilerleyerek korozyon akımını artırır. Fakat bunun ispatı için yeni bir araştırmaya ihtiyaç vardır.

Bazı numunelerde belirli bir kalınlıktaki kaplamaların yüzeyi korozyondan sonra neredeyse hiç değişmez iken daha büyük kalınlıktaki kaplamalarında korozyon yüzeyinde çok küçük zerre büyüklüğünde birçok parçalar vardır. Bu farklı kalınlıktaki mikroark oksidasyon kaplamalarının yapısal farklılıklarından kaynaklanmaktadır. Yani daha kalın kaplama daha yüksek kırılma voltajı gerektirir ve daha fazla enerji birikimine sebep olur.

Relatif olarak daha büyük gerilmelerin sebep olduğu mikro çatlak gibi bölgesel kusurlar ince kaplamalardan daha çok kalın kaplamalarda oluşur. Bu kusurlar korozyon iyonlarının kaplama içerisine girmesi için geçit görevi yapar ve aynı zamanda oksit kaplamalarının korozyon direncini kötüleştirir. Doğal olarak, yapısal hataları daha fazla olan kalın kaplamalar daha az kusurlu ince kaplamalardan daha az korozyon direnci gösterir. Kaplanmamış numunelerin korozyon öncesi ve sonrası yüzey morfolojileri Şekil 9.53'te gösterilmiştir.



Şekil 9.53: Kaplanmamış farklı alüminyum alaşımlarının korozyon öncesi (üstteki) ve sonrası (alttaki) yüzey morfolojileri: a) 2017A; b) 6061; c) 7039

Şekillerden görüldüğü gibi kaplamasız alüminyum alaşımlarının korozyona uğramış yüzeylerinde çıplak gözle bile görülebilen büyük korozyon çukurları ve çatlakları oluşur. Alaşımın rengi gümüş renginden siyaha dönüşür. Fakat kaplanmış numunelerin yüzey morfolojisinde polarizasyon testinden sonra belirgin bir değişiklik meydana gelmemiştir. Bu yüzden korozyon sonrası resimleri burada verilmemiştir. Bu sonuç alüminyum alaşımları üzerindeki MAO kaplamalarının daha iyi korozyon direncine sahip olduğunu belirtir. Bu polarizasyon eğri sonuçları ile tutarlı olduğunu gösterir.

2017A, 6061 ve 7039 alaşımları üzerinde oluşturulan MAO kaplamalarını tipik yüzey morfolojisi Bölüm 9.4.1’de verilmiştir. Kaba olan kaplama yüzeyi birçok tane içerir. Aynı zamanda yüzeyde birçok artık gözenekler gözlenmiştir. Bu gözenekler kıvılcım kanallarına tekabül eder. Ergiyikdeşarj kanallarından dışarı çıktığı zaman soğur ve film yüzeyine birikerek gözenekli kaba yüzey oluşturur. Bu gözenekli kaba yüzey kaplama kalınlığı ile birlikte artar. Bölüm 9.4.2 verilen kaplama kesit yüzeyinin SEM mikro grafikleri budeşarj gözeneklerinin yalnızca filmin yüzey tabakasında gözüktüğünü aydınlatır.

Kaplamaların yüzey morfolojisini ve korozyon davranışını daha iyi belirlenebilmesi için Al alaşımları üzerine $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda “1” ve “2” nolu çözeltiye yapılan kaplamalar korozyona uğratılmadan önce ve sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki optik mikroskop görüntüleri Şekil 9.54-Şekil 9.59’da verilmiştir.

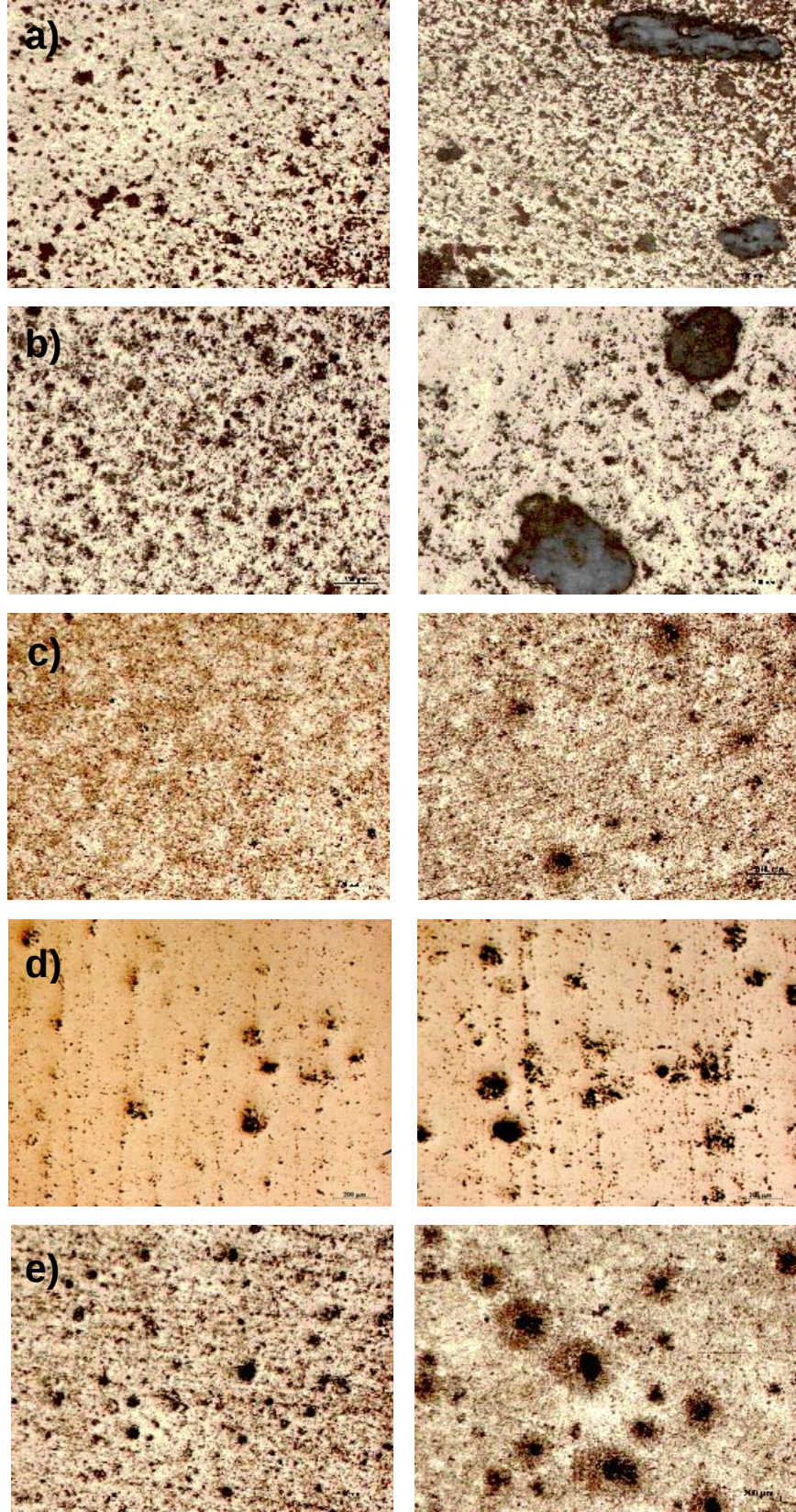
Zımparalanmış kaplama yüzeyinde farklı tipte birçok gözenek bulunmakta olup kaplamanın korozyon direncini farklı şekilde azaltır. Bu gözeneklerin ölçüleri, sayıları, şekilleri kaplama süresi, uygulanan akım yoğunluğu ve kaplamanın yapıldığı çözeltiye bağlı olarak farklılıklar göstermektedir.

Şekil 9.54a, b, Şekil 9.55a, Şekil 9.56a, b. Şekil 9.57a, b, c den görüldüğü gibi çok kısa süreli ince kaplamalar korozyon testinde daha çok çukur korozyonuna maruz kalmışlardır. Korozyona maruz kalan kısımlar koyu renkli adacıklar halinde gözükmektedir. Sebep olarak bu kaplamaların anodik potansiyel esnasında daha

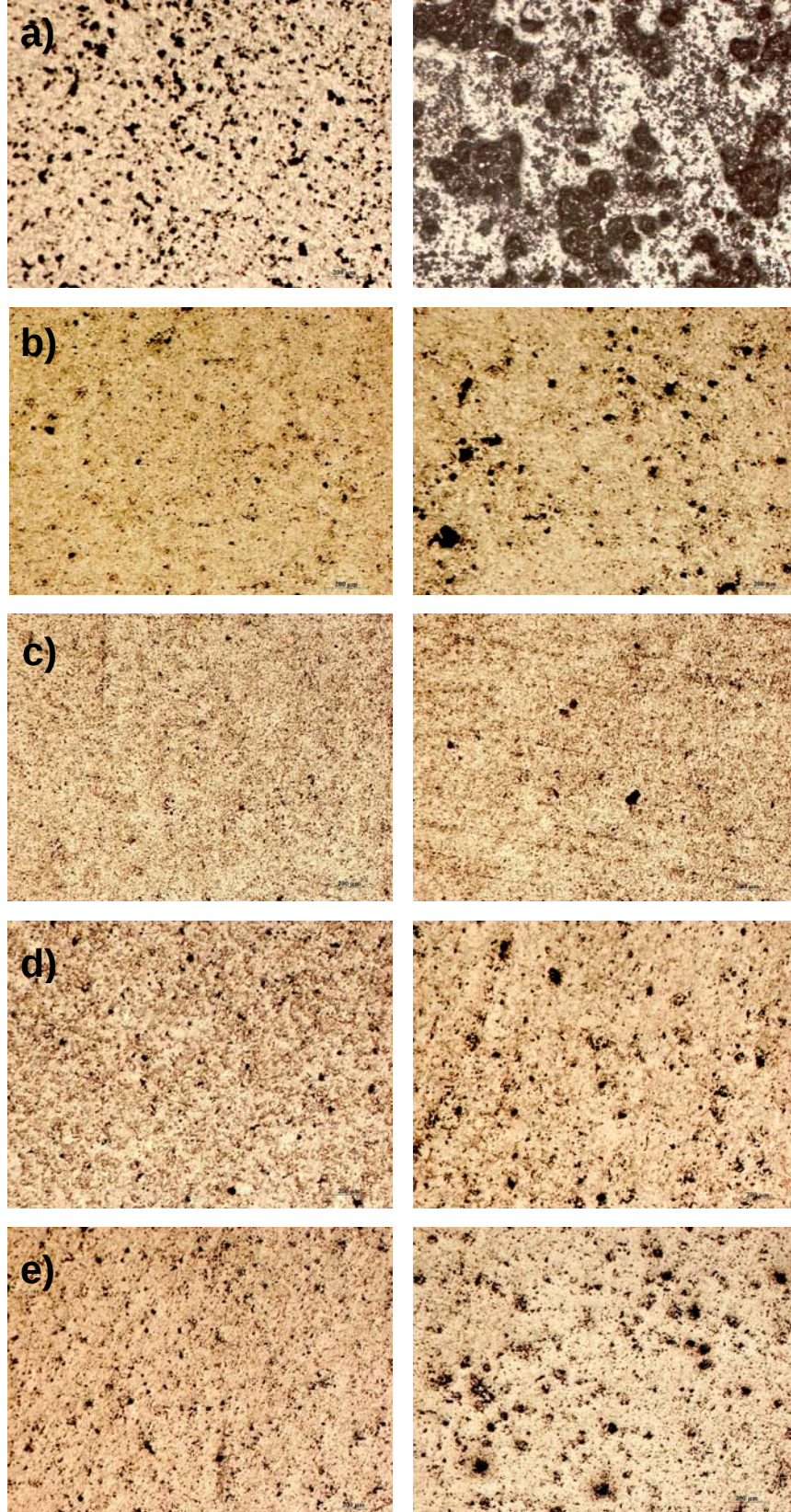
büyük polarizasyon aktivitesine maruz kalmasında ince ve yeteri kadar uniform olmamalarıdır. Ayrıca başka bir sebep olarak ince kaplamalarda termodinamik olarak yarı kararlı fazları içermeleri ve bu fazların NaCl çözeltisi içerisinde kimyasal olarak çözünmesi de sayılabilir. Artan kaplama süresi ve kalınlığı ile kaplamalar rölatif olarak daha yoğun ve homojen hale gelmekte olup yüksek korozyon direncine sahip α -Al₂O₃ kontentini içermektedirler. α -Al₂O₃ fazı termodinamik olarak kararlı olup korozyona karşı dirençlidir. Bu tür kaplamalarda korozyon korozyon ortamındaki elektrolit iyonlarının gözeneklerden altlık malzemeye ulaşmasıyla meydana gelir. Belirli bir süre ve kaplama kalınlığından sonra altlık malzemenin korozyona maruz kalması daha çok kaplamada bulunan çatlak, yapısal hatalar, boydan boya olan gözeneklerin sayısı ve çaplarının büyümesinden kaynaklanmaktadır (Şekil 9.54c).

Kaplamaların içerisinde üretildiği elektrolite bağlı olarak gözenek analizleri yüksek yoğunluktaki gözenekliklerin “1” nolu elektrolitte meydana geldiğini açığa çıkarır. Bu elektrolit plazmasındaki kıvılcımların daha şiddetli olmasından olduğu kabul edilebilir. “2” nolu elektrolit düşük gözeneklik gerektirdiği zaman en etkili elektrolittir. Fakat bu elektrolitteki kaplamaların korozyon direnci düşük gözenekliğe sahip olmasına rağmen korozyon direncinin düşük olması kaplamada özellikle kısa süreli ince kaplamalarda oksit tabakasının homojen olmaması, metal oksit ara yüzeyinin düzensiz olması ve sık tabakanın yeteri kadar kalın olmayışı ve kaplama faz kompozisyon farklılığından kaynaklanabilir. “1” nolu elektrolitte üretilen kaplamaların homojen, kararlı sık tabakaları (Şekil 9.15 ve Şekil 9.17) korozyon elektrolitinin kaplamadan altlık yüzeyine geçişini yavaşlatan difüzyon engel tabakası olarak davranır ve bu sebeple de korozyon performansını güçlendirir.

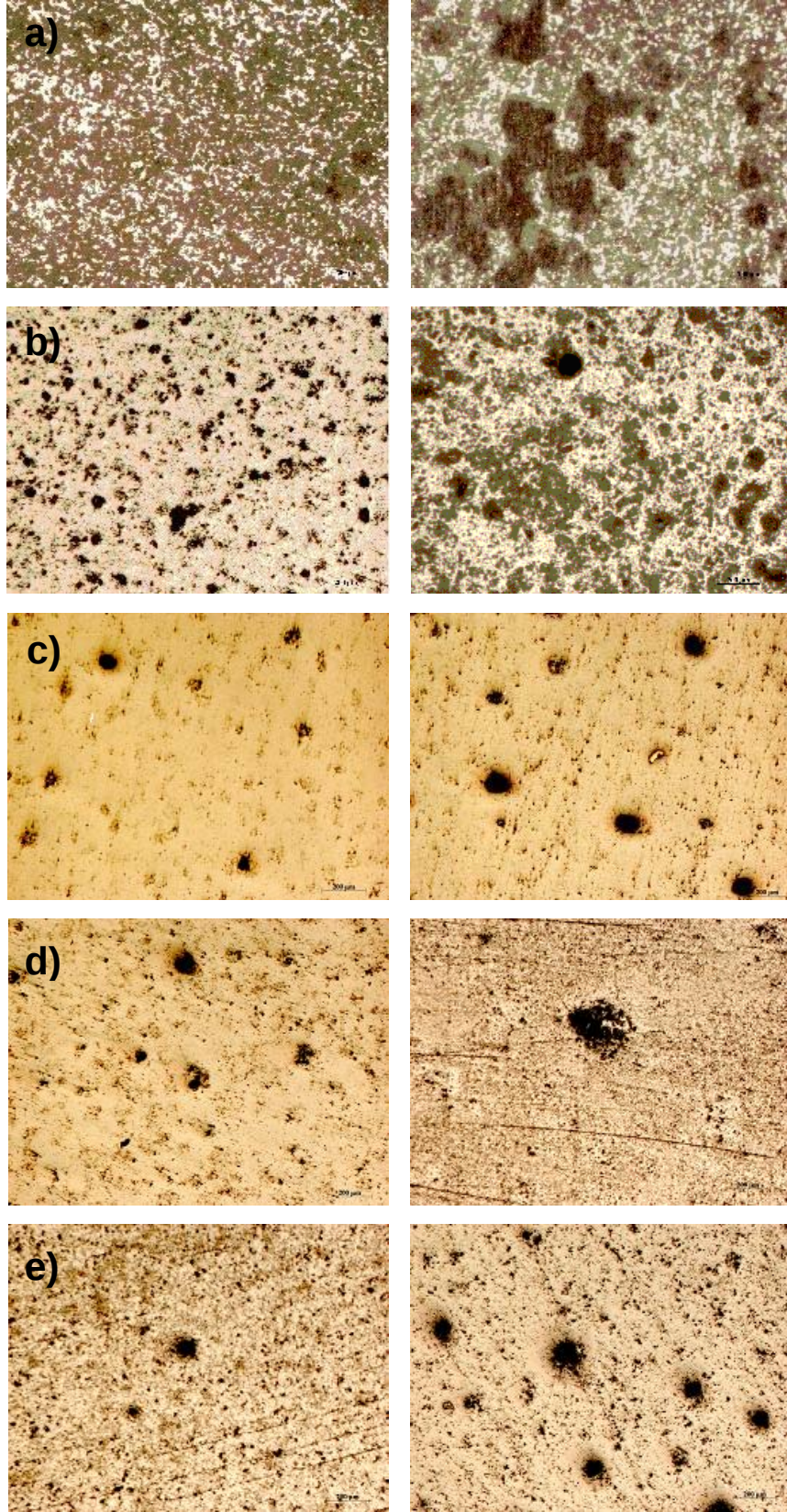
Alüminyum alaşımı üzerine oluşturulan oksit seramik kaplamaların direnci sadece kaplama kalınlığı, kaplama kompozisyonu ve mikro yapı tarafından değil bu tez çalışmasında olduğu gibi özel alaşımın (altlık malzemenin) kimyasal kompozisyonu tarafından da belirlenir. Çünkü korozyon elektroliti deşarj kanallarından altlık malzemeye ulaştığında altlık malzemenin kompozisyonu ve yapıda içermiş olduğu farklı türdeki metallerarası partiküllerinin, özellikle alüminyum ana yapıya göre katodik olanların, elektrokimyasal davranışları MAO kaplamaların korozyon davranışını farklı şekilde etkilenmektedir.



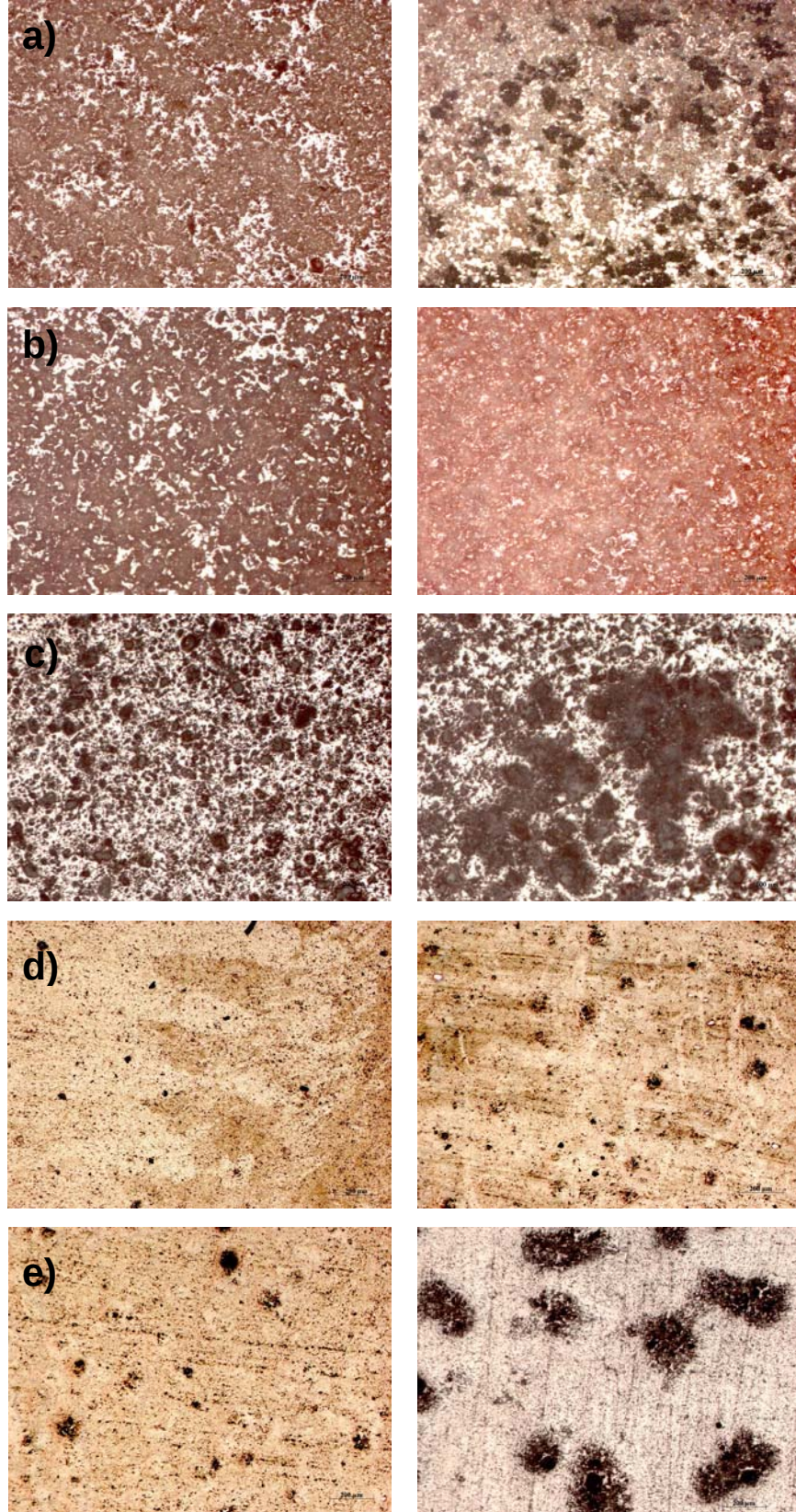
Şekil 9.54: Al 2017A alaşımının “1” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda kaplanmış numunelerinin korozyondan önceki (sol taraf) ve korozyondan sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki (sağ taraf) optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk



Şekil 9.55: Al 6061 alaşımlarının “1” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda kaplanmış numunelerinin korozyondan önceki (sol taraf) ve korozyondan sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki (sağ taraf) optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk



Şekil 9.56: Al 7039 alaşımlarının “1” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda kaplanmış numunelerinin korozyondan önceki (sol taraf) ve korozyondan sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki (sağ taraf) optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c) 90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk



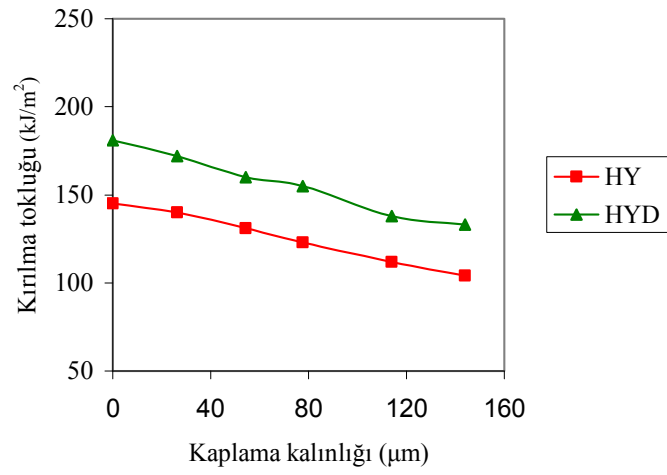
Şekil 9.57: Al 2017A alaşımının “2” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda kaplanmış numunelerinin korozyondan önceki (sol taraf) ve korozyondan sonra yaklaşık 30 mikron kaplama kalacak şekilde zımpara ile parlatıldıktan sonraki (sağ taraf) optik mikroskop görüntüleri: a) 30 dk; b) 60 dk; c)90 dk; d) 120 dk; e) 150 dk

9. 10 MAO Kaplamalarının Taban Malzemesinin Çentik Darbe Özelliklerine Etkisi

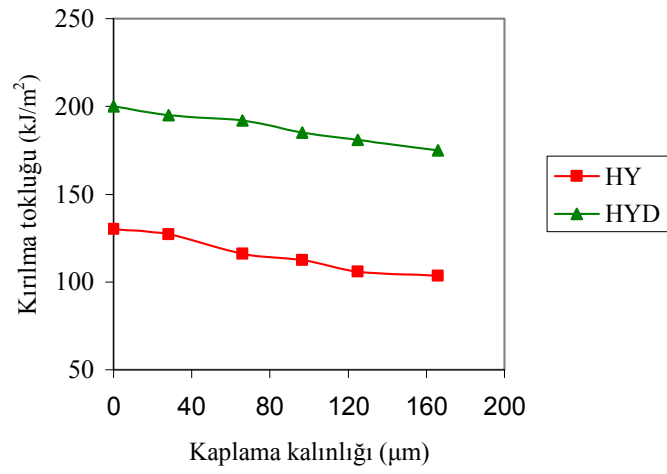
Mikroark oksidasyon yöntemi ile yapılan kaplamaların, altlık malzemelerin kırılma davranışı üzerindeki etkisini belirleyebilmek için çentik darbe deneyleri yapılmıştır. Şekil 9.58, 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımından haddeleme yönü (HY) ve haddeleme yönüne dik (HYD) olarak kesilen çentik darbe numunelerine “1” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda değişik sürelerde farklı kalınlıkta yapılan kaplamaların kaplama kalınlığı ile kırılma tokluğunun nasıl değiştiğini gösterir.

Şekillerden görüldüğü gibi 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarının kaplamalı numuneleri kaplamasız numunelerine göre her iki yönde de (HY, HYD) daha küçük kırılma tokluğuna sahiptirler. Kırılma tokluklarındaki bu azalış her iki yönde de tüm alaşımlarda benzerlik göstermiştir. Kaplanmış malzemenin kırılma tokluğu artan kaplama kalınlığı ile azalır. Bu MAO kaplamalarının kırılma ve daha sert $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazlarını içermesinden kaynaklanmaktadır. Alüminyum üzerine yapılmış çok ince bir kaplama bile oldukça yumuşak olan alüminyumun kırılma tokluğunda önemli bir rol oynar. Daha kalın kaplama daha kırılma olacağından kaplama kalınlığı arttıkça kaplanmış malzemenin kırılma tokluğu da küçük olacaktır. Mikro deşarj kanallarında alüminyumun direk olarak oksitlenmesi esnasında kaplama ile alüminyum arasında metalürjik bir birleşme oluşur. Bu birleşme dislokasyonların kilitlenmesine katkıda bulunur ve böylece Al alaşımının tokluğunu düşürür. Sonuç olarak daha kalın oksit tabakası alüminyum altlıkta daha büyük etki yapar ve böylece de daha küçük tokluklu kaplanmış alaşım oluşur.

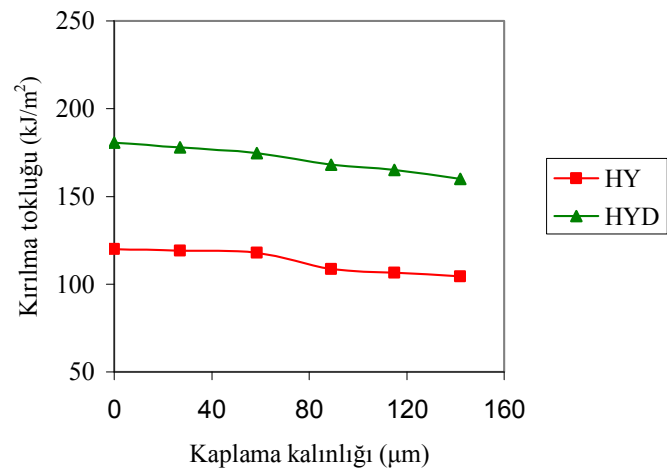
Çentik darbe sonrası numunelerde önemli bir kaplama kavlaması olmamıştır. Kaplama kalınlığına göre kaplama yüzeyinde çatlamlar oluşmuştur. Kalın kaplamalarda ince kaplamalara göre daha çok ve daha büyük çatlaklar meydana gelmiştir. Kaplamalarda önemli derecede kavlamaların olmaması, kaplamanın altlık malzemeye olan yapışma kabiliyetinin çok iyi olduğunun bir başka yoldan kanıtıdır. Alüminyum altlık malzemelerinin kırılma tokluğunun MAO kaplama yöntemiyle kaplanmasından sonra azalması mikroark oksidasyonla kaplanmış alüminyum numunelerinin darbe uygulamalarına uygun olmayacağı anlamına gelebilir.



(a)



(b)



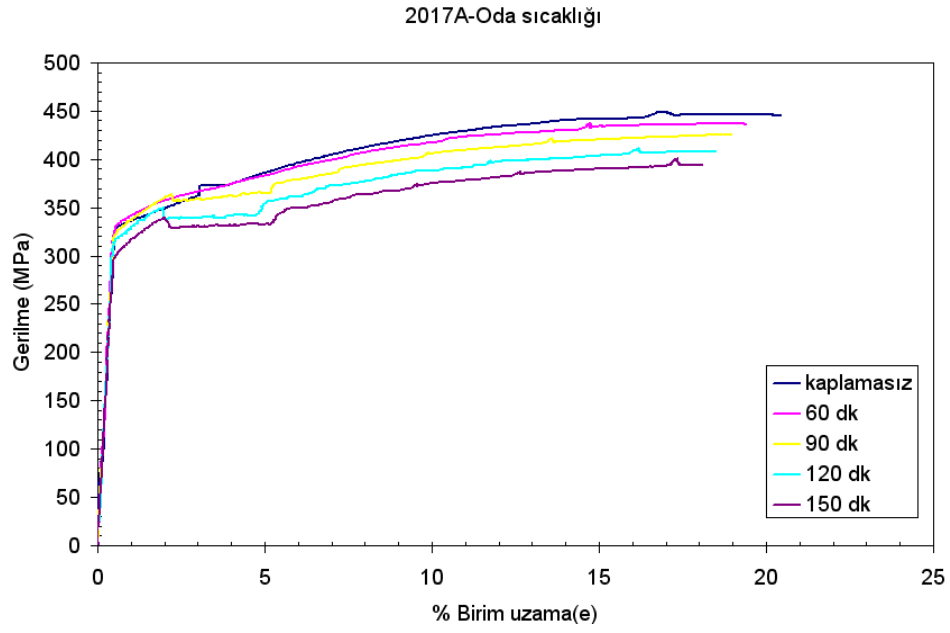
(c)

Şekil 9.58: “1” nolu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda MAO kaplı alüminyum alaşımlarının kırılma tokluğunun kaplama kalınlığı ile değişimi: a) 2017A; b) 6061; c) 7039

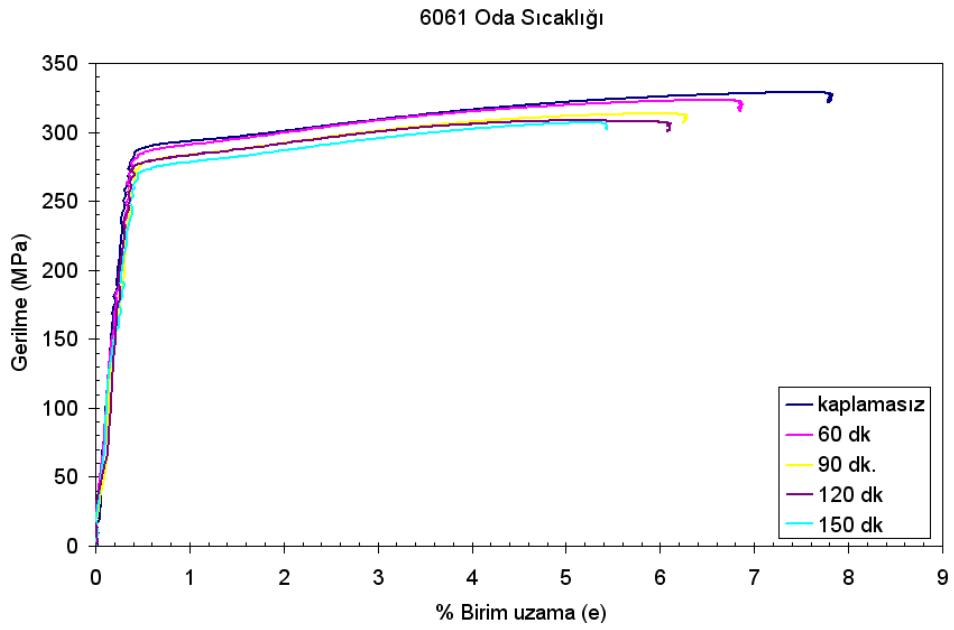
9.11 MAO Kaplamalarının Taban Malzemesinin Çekme Testi Özelliklerine Etkisi

Mikroark oksidasyon yöntemi ile yapılan seramik kaplamalar genelde malzemelerin, korozyona, yüksek sıcaklığa ve aşınmaya karşı direncini arttırmak için uygulanmaktadır. Metallerde göre sertliği daha yüksek olan bu ince seramik kaplamalar sayesinde istenen özellikler sağlanabilirken diğer mekaniksel özelliklerinin korunması istenmektedir. MAO yöntemiyle yapılan bu kaplamaların 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarının mekaniksel özelliklerine olan etkisini belirlemek için kaplanmış numunelerin oda sıcaklığında ve 250 °C sıcaklıklarda çekme testleri yapılmıştır. Farklı kaplama sürelerinde, 0,150 A/cm² akım yoğunluğunda, “1” nolu çözeltide MAO yöntemiyle kaplanan 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımları ile kaplamasız numunelerin oda sıcaklığında yapılan çekme testlerine ait mühendislik çekme diyagramları sıra ile Şekil 9.59, Şekil 9.60 ve Şekil 9.61’de verilmiştir. Bu numunelerin 250 °C’de yapılan çekme testlerine ait mühendislik çekme diyagramları ise Şekil 9.62’de verilmiştir. Şekillerdeki her bir eğrideki veri üç numunenin çekme testi sonrası alınan verilerin ortalamasıdır.

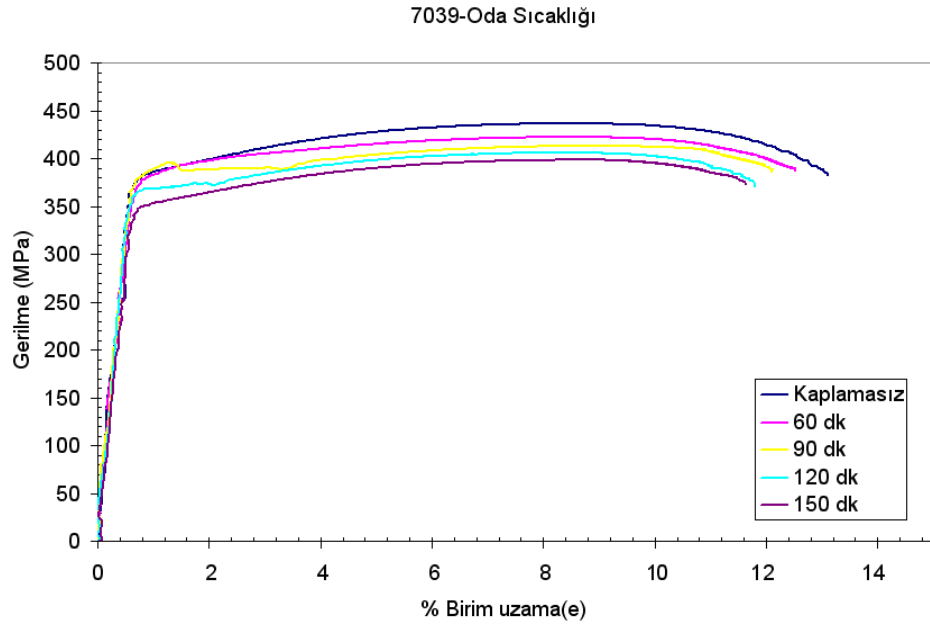
Kaplamalı ve kaplamasız numunelerin akma sınırı, maksimum çekme dayanımı, maksimum çekme uzaması, kopma gerilmesi, kopma uzaması ve elastisite modülü gibi mekaniksel özelliklerinde meydana gelen değişiklikler Tablo.9.42-Tablo 9.45’de’de verilmiştir. Tablolarda verilen değerler mühendislik gerilme-uzama değerleri olup mühendislik çekme diyagramından elde edilen sonuçların değerlendirilmesiyle bulunmuştur. Test sonuçlarına göre 2017A malzemesine yapılan kaplamalar neticesinde artan kaplama süresiyle birlikte artan kaplama kalınlığıyla, kaplanmış numunelerin akma sınırı, çekme dayanımı, maksimum çekme uzaması, kopma gerilmesi ve kopma uzamasında kaplanmamış numuneye göre azalma vardır. Elastisite modüllerin de ise kaplanmış numuneye göre ters bir eğilim vardır. Özellikle 90 dk süre ile yapılan kaplamalarda elastisite modülü kaplanmamış numunenin elastik modülünden yaklaşık 2,19 GPa daha fazladır. Kaplama süresinin daha da artırılması ile elastik modülü azalır fakat yinede en düşük elastisite modülüne sahip kaplamalı numunenin elastisite modülü kaplamasız altlık malzemenin elastisite modülünden fazladır.



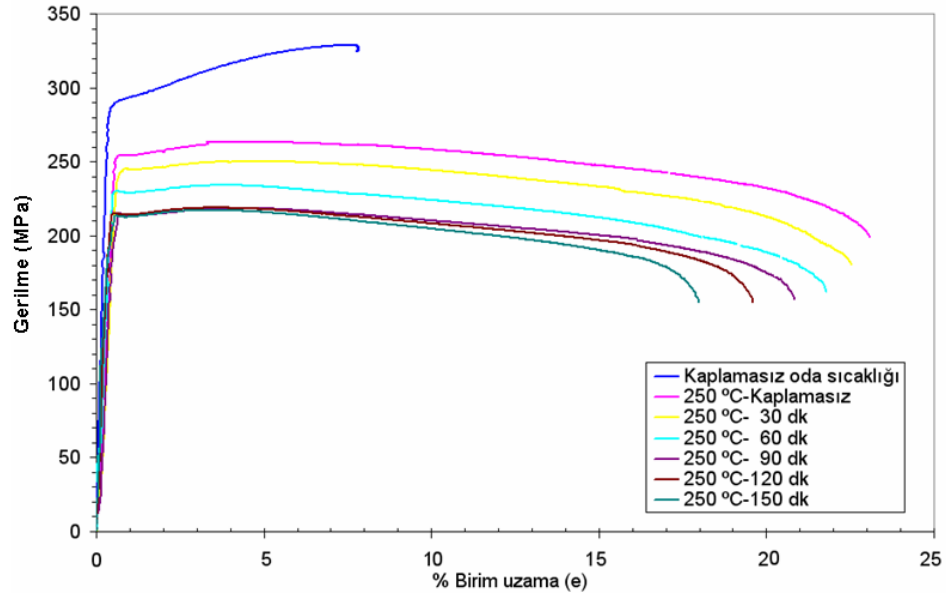
Şekil 9.59: MAO kaplı 2017A alüminyum alaşımasının oda sıcaklığında çekme test özelliklerinin kaplama süresi ile değişimi



Şekil 9.60: MAO kaplı 6061 alüminyum alaşımasının oda sıcaklığında çekme test özelliklerinin kaplama süresi ile değişimi



Şekil 9.61: MAO kaplı 7039 alüminyum alaşımının oda sıcaklığında çekme test özelliklerinin kaplama süresi ile değişimi



Şekil 9.62: MAO kaplı 6061 alüminyum alaşımının 250 °C çekme test özelliklerinin kaplama süresi ile değişimi

Tablo 9.42: MAO yöntemi ile kaplı 2017A alaşımının oda sıcaklığında çekme testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Akma Sınırı (MPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Uzaması e %	Kopma Dayanımı (MPa)	Kopma Uzaması e %	Elastisite Modülü E (GPa)
Kaplamasız	331	448,76	20,44	445,60	20,44	65,582
60	330	437,51	19,38	436,06	19,38	67,691
90	330	428,40	18,94	425,96	18,94	67,801
120	319	408,34	18,49	407,71	18,49	66,789
150	305	395,91	18,09	394,15	18,09	65,922

Tablo 9.43: MAO yöntemi ile kaplı 6061 alaşımının oda sıcaklığında çekme testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Akma Sınırı (MPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Uzaması e %	Kopma Dayanımı (MPa)	Kopma Uzaması e %	Elastisite Modülü E (GPa)
Kaplamasız	285	328,88	7,53	321,28	7,77	71
60	277	323,30	6,65	315,08	6,90	71,038
90	272	313,45	5,95	306,90	6,24	71,467
120	275	307,68	5,80	301,61	6,09	72,574
150	277	308,38	4,99	302,92	5,38	69,417

Tablo 9.44: MAO yöntemi ile kaplı 7039 alaşımının oda sıcaklığında çekme testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Akma Sınırı (MPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Uzaması e %	Kopma Dayanımı (MPa)	Kopma Uzaması e %	Elastisite Modülü E (GPa)
Kaplamasız	381	436,48	8,33	382,58	13,11	61,943
60	379	422,16	8,53	380,08	12,50	62,1
90	378	412,94	9,01	376,10	12,00	62,784
120	367	405,88	8,29	373,98	11,79	62,871
150	350	398,41	8,52	370,83	11,45	60,490

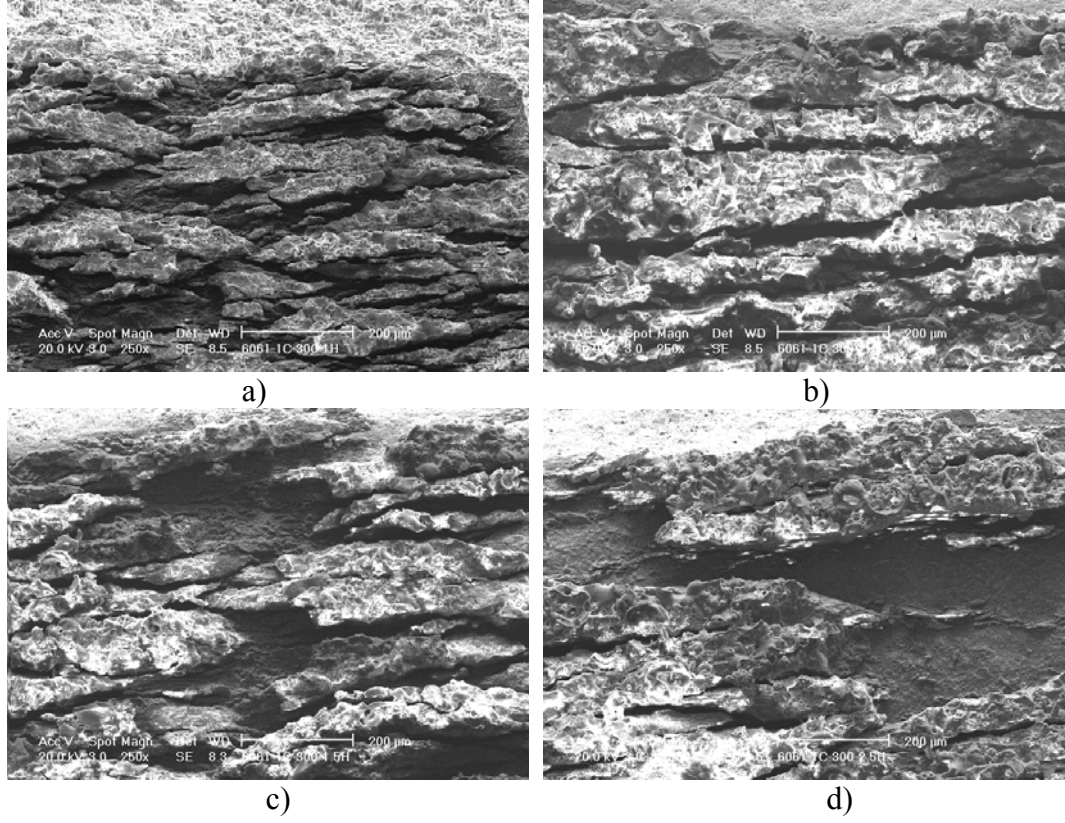
Tablo 9.45: MAO yöntemi ile kaplı 6061 alaşımının 250 °C sıcaklıkta çekme testi sonuçları

Kaplama Süresi (dk)	Akma Sınırı (MPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Çekme Uzaması e %	Kopma Dayanımı (MPa)	Kopma Uzaması e %	Elastisite Modülü E (GPa)
Kaplamasız	253,90	263,138	24,25	198	23,0	46,29
30	244,95	250,388	23,42	175,91	22,5	46,45
60	229,80	234,112	21,56	169,62	21,8	46,65
90	214,00	218,476	19,75	157,92	20,9	47,10
120	213,10	218,888	16,67	156,92	19,7	47,66
150	212,05	217,25	15,8	155,56	18,0	47,01

6061 numunesine yapılan kaplamalarda, 2017A numunelerine yapılan kaplamalara benzer şekilde kaplama kalınlığının artması ile kaplanmış numunelerin akma sınırı, çekme dayanımı, maksimum çekme uzaması, kopma gerilmesi ve kopma uzamasında kaplanmamış numuneye göre azalma vardır. Fakat elastik modüllerin de ise 2017A malzemesinin aksine kaplanmamış numuneye göre azalma vardır. En düşük elastisite modülüne sahip kaplanmış numune 150 dk süreyle kaplı numune olup kaplanmamış numunenin elastisite modülünden yaklaşık 1,5 GPa daha düşüktür.

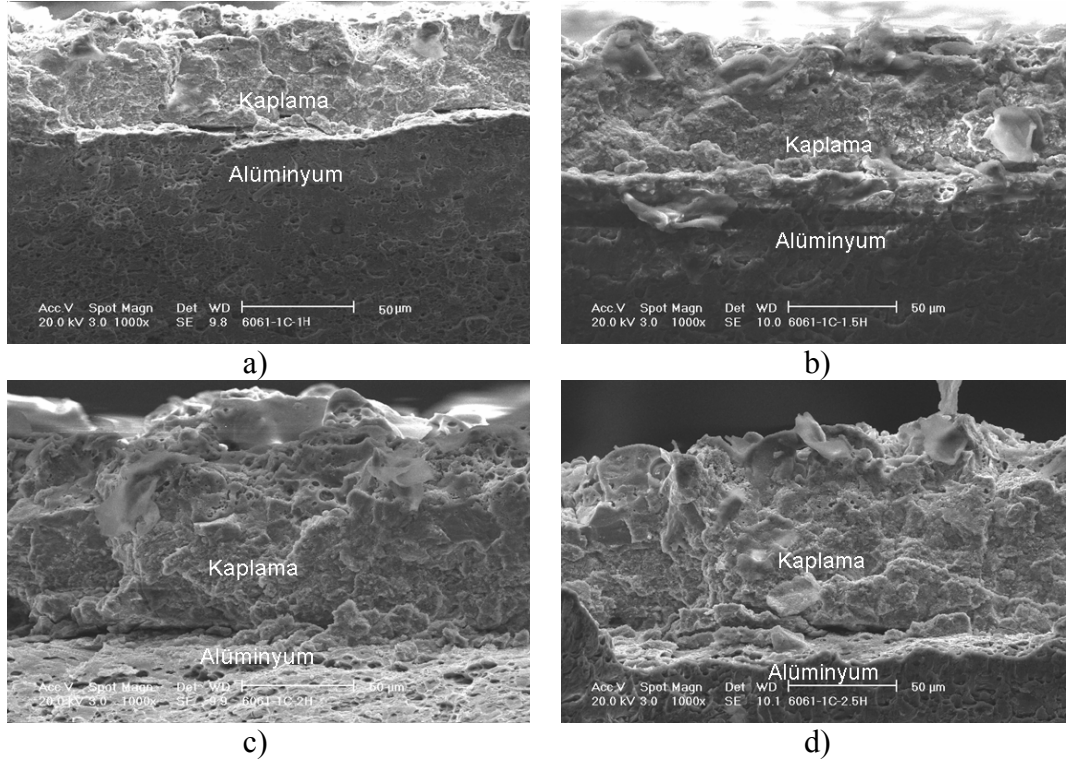
7039 alüminyum alaşımına yapılan kaplamalarda ise kaplama kalınlığının artması ile kaplanmış numunelerin akma sınırı, çekme dayanımı, kopma gerilmesi ve kopma uzaması kaplanmamış numuneye göre azalır iken 120 dk süre ile kaplı numune hariç diğer numunelerin maksimum çekme uzamasında artış vardır. Elastisite modülü 60, 90, 120 dk süreyle kaplı numunelerde kaplama kalınlığı ile artmıştır. Fakat bu artış çok azdır. Kaplama süresinin 150 dk ya çıkarılması ile elastisite modülünde bir düşüş olmuştur. Elastisite modülü kaplanmamış numunenin elastik modülünden yaklaşık 1,5 GPa daha azdır.

Çekme deneyinin yapıldığı ortam sıcaklığının oda sıcaklığından 250 °C ye yükseltilmesi kaplamasız numunenin sünekliliğini artırırken elastisite modülünü, akma sınırını ve çekme dayanımını düşürmüştür. Kaplanmış 6061 numunenin 250 °C sıcaklıkta yapılan çekme testleri neticesinde artan kaplama süresiyle birlikte artan kaplama kalınlığıyla numunelerin akma sınırı, çekme dayanımı, çekme uzaması, kopma gerilmesi ve kopma uzamasında azalma vardır. Bu azalma 30, 60 ve 90 dakika süre ile yapılan kaplamalarda daha belirgindir. 90 dakikadan daha uzun süreli kalın kaplamalarda ise bu azalma kopma uzaması hariç daha azdır. Kaplama sünekliliğindeki bu azalma kaplama kalınlığı ile daha da artmaktadır. Elastisite modülleri ise kaplama süresinin 30 dk'dan 120 dk ya artırılması ile artar, 150 dk kaplama da ise azalır, fakat yinede 150 dk kaplama kaplamasız altlık malzemenin elastisite modülünden fazladır. Çekme testine tabi tutulan kaplamalı 6061 alüminyum numunelerin çekme testi sonrası tipik yüzey morfolojileri Şekil 9.63'de gösterilmiştir. Diğer alaşımlara ait yüzey morfolojileri 6061 alaşımına ait yüzey morfolojilerine benzerlik gösterdiğinden verilmesine gerek duyulmamıştır.



Şekil 9.63: MAO kaplı 6061 alüminyum alaşımlarının oda sıcaklığında çekme test sonrası yüzey morfolojisi: a) 60 dk, b) 90 dk, c) 120 dk, d) 150 dk

6061 alaşımına yapılan kaplamalar çekme testi esnasında altlık malzeme yüzeyinden büyük bir kaplama kavlama bölgesi oluşturacak şekilde ayrılmamışlardır. Bu, kaplama ile altlık malzeme ara yüzeyinde iyi bir yapışmanın olduğunu belirtir. Seramik kaplama ve altlık malzeme arasındaki plastik şekil değiştirmedeki büyük farklılıklardan dolayı kaplama homojen bir şekilde ayrılmamıştır. Ayrılma kaplama kalınlığına bağlı olarak bazı küçük ve büyük parçacıklar halinde olmuştur. Tüm kaplamalarda mikro çatlaklar vardır. Kısa süreli ince kaplamalarda (Şekil 8.5a) numune yüzeyinde çok sayıda küçük parçacıklar ve mikro çatlaklar vardır ve kaplama kavlaması gözükmemektedir. Fakat kaplama kalınlığının kaplama süresiyle artmasıyla kaplama yüzeyindeki kırık parçaların ölçüsü büyür, kırılan parça sayısı azalır. Ayrıca kaplama da küçük ölçekli kavlamalar gözükür. Kavlamaların olduğu bölgenin ölçüsü kaplama kalınlığıyla artar. Fakat MAO kaplama kalınlığı arttıkça kaplama kavlaması kaplama/altlık ara yüzeyinden ziyade kaplama iç kısmında oluşur. Bu da MAO kaplamaların ve alüminyum altlık malzemesi arasındaki yapışmanın mükemmel olduğunu belirtir. Kaplanmış numunelerin çekme testi sonrası kırılan kesit alanına ait SEM görüntüleri Şekil 9.64 de verilmiştir.



Şekil 9.64: MAO kaplı 6061 alüminyum alaşımının oda sıcaklığında çekme test sonrası kırılan numunelerin kesitine ait görüntüler: a) 60 dk, b) 90 dk, c) 120 dk, d) 150 dk

Şekillerden görüldüğü gibi aynı şartlarda fakat farklı sürelerde kaplanmış 6061 alüminyum alaşımının çekme testi sonrası kırılma yüzeyinde farklılıklar vardır. 60 dk süre ile yapılan kaplamada kaplama kesit alanında mikro çatlak meydana gelmiştir. Kaplama altlık malzeme arasında, kaplamanın yüzeyden ayrılma eğiliminde olduğunu belirten belirgin bir ara yüzey bulunmaktadır. 90 ve 120 dk süre ile yapılan kaplamaların kesitlerinde mikro çatlak benzeri kusurlar bulunmamakta ve kaplama ile altlık malzeme ara yüzeyi birbirinden tam olarak ayırt edilememektedir. 150 dk süre ile yapılan kaplamalarda ise kaplama kesitinde gözenekler vardır. Kırılma yüzeyleri genelde tüm kaplamaların altlık malzemeye mükemmel bir şekilde yapıştığını gösterir. Kaplamaların, kusursuz kompakt mikro yapıya sahip olması ve kaplama altlık ara yüzeylerindeki yapışmanın mükemmel olması altlık malzemenin mekaniksel özelliklerine katkı sağlayabilir. Örneğin 120 dk süre ile yapılan kaplama, numunenin elastik modülüne büyük katkı sağlar. Bu daha çok kaplamanın kompakt mikro yapıya sahip olması (Şekil 9.64c) ve kaplama altlık ara yüzeyindeki mükemmel yapışmadan kaynaklanır. Çünkü kesit alanının kırılmasında mikro çatlaklar veya diğer kusurlar yoktur. Ayrıca kaplama ve altlık malzeme arasında açık ve belirgin bir ara yüzey bulunmamaktadır.

Mikroark oksidasyon işlemi tekrarlı (dielektrik) kırılma ve kıvılcım deşarj işlemlerinden oluşur. Düşük kalınlıktaki kaplamada yüksek ısı kaybından dolayı sadece kıvılcım deşarjları vardır. Film kalınlığının büyümesi ile (alüminyum için 2 mikron) bu kıvılcım deşarjları mikroarka dönüşür ve daha yüksek kalınlıklarda yoğun ark deşarjlarına dönüşür [35]. Bu yoğun yüzey deşarjların termal etkilerinden, oksit tabakanın altlık malzeme yüzeyinde büyümesinden ya da oksit filimdeki faz dönüşümlerinden dolayı MAO kaplamalarında kalıntı gerilmeler oluşur [12]. Kaplama içerisindeki kalıntı gerilmelerden ve yoğun deşarj işleminden dolayı kaplama altlık sisteminde mikro çatlak ve benzeri kusurlar meydana gelir. Kaplanmış malzemedeki bu kusurlar yükleme esnasında hasarın başlamasına neden olur.

Farklı alaşımlara ait kaplı numunelerin çekme testinde belirlenen mekaniksel özelliklerinde farklılıklar vardır. Bu farklılık, mikroark oksidasyon kaplamalarının yapısal farklılıklarından kaynaklanmaktadır. MAO kaplama mikro yapısının ve meydana gelen deşarjların şiddetinin uygulanan elektriksel parametrelerle ve kaplama kalınlığı ile yakın ilişkisi vardır. Deşarjların şiddeti numune üzerinde dağılan enerji yoğunluğunun büyüklüğüne bağlıdır. Bu ise elektriksel parametreler (frekans, duty cycle) sabit kaldığı zaman, sabit akım modu altında uygulanan akım yoğunluğuna bağlıdır. Kaplama kalınlığı arttıkça kaplamanın direnci artar ve kaplamadan geçen akım azalır ve deşarj sayısı azalır. Kaplama cihazının uygulamış olduğu güç sabittir. Kaplama prosesinin ilerleyebilmesi için voltaj artar. Yani daha kalın kaplama daha yüksek kırılma voltajı gerektirir ve daha fazla enerji birikimine sebep olarak daha şiddetli ve uzun ark deşarjları oluşturur. Relatif olarak daha büyük gerilmelerin sebep olduğu mikro çatlak gibi bölgesel kusurlar ince kaplamalardan daha çok kalın kaplamalarda oluşur.

Sonuç olarak, MAO esnasında yüksek enerji parametrelili ve uzun süreli kalın kaplamaların yapılması şiddetli deşarjla sonuçlanacak ve düşük enerji parametrelerine ve kısa süreli ince kaplamalara göre daha yüksek gözeneklilik veya daha ciddi yapısal kusurlara sebep olacaktır. Bu nedenle Al esaslı malzemeleri korozyona veya aşınmaya karşı korumak için MAO kaplaması yapılacak ise mekaniksel özelliklerine zarar verecek veya azaltacak elektriksel parametrelerden ve kaplama kalınlıklarından mümkün olduğunca kaçınmak gerekir.

Kaplanmış numunelerin elastisite modülü kaplanmamışa göre genelde artmıştır. MAO işleminde mikroark bölgesindeki yüksek sıcaklık sinterlemesinden dolayı, kaplama farklı elastisite modüllerine sahip α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃, δ -Al₂O₃ gibi fazlar içerir. Önceki çalışmalar Al alaşımına yapılan kaplamaların benzer faz kompozisyonuna sahip olduğu temel fazın α -Al₂O₃ olduğunu belirtir [5]. Hacimsel (Bulk) α -Al₂O₃ seramik kaplamaların elastisite modülü 380 GPa olup 2017A, 6061 ve 7039 alaşımlarının sıra ile 65, 71 ve 62 GPa olan elastisite modülünden çok daha yüksektir. Eğer sadece ideal şartları düşünürsek, yani gözenekliliğin etkisini veya diğer kaplamadaki yapısal kusurları ihmal edersek, kaplama kalınlığının kaplanmış numunenin toplam kalınlığındaki yüzdesi ihmal edilemez.

MAO yüzey kaplama yöntemi ile elde edilen seramik kaplamanın yüksek elastisite modüllü fazlara sahip olması ve kaplama-altlık ara yüzeyindeki yüksek yapışma mukavemetinden dolayı kaplanmış Al esaslı numunenin elastisite modülü artar. Fakat kaplama kalınlığı, kaplanmış numunenin toplam kalınlığına göre, ihmal edilecek kadar küçükse MAO kaplamalarının kaplanmış numunenin elastik modülüne katkısı oldukça az olur. Ayrıca yukarıda bahsedildiği gibi MAO esnasında oldukça yüksek enerji parametrelerinin uygulanması ve kaplama kalınlığının artması daha yüksek gözeneklilik veya daha ciddi yapısal hatalara neden olacağından MAO kaplamasının elastisite modülünü daha da düşürecektir. Sonuç olarak MAO kaplamalarının elastisite modülüne olan etkisi sadece kaplama kalınlığının kaplı numunenin toplam kalınlığındaki yüzdesine bağlı olmayıp gözeneklilik ve yoğunluk gibi kaplama kalitesine ve faz yapısına da bağlıdır. Ayrıca Al esaslı malzemelerin mekaniksel özellikleri sadece MAO proses şartlarına bağlı olmayıp altlık malzemenin kendisine de bağlıdır. Çünkü MAO kaplamaların kalitesi kaplamanın yapıldığı altlık malzemesi tarafından kısmen etkilenir.

10. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışma sonucunda elde edilen bulgular ve literatüre yapılan katkılar aşağıdaki başlıklar altında açıklanmıştır.

10.1 Kaplama Kinetiği Sonuçları

- 1) 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarına aynı şartlarda yapılan kaplamalarda kaplama kalınlığı kaplama süresiyle lineer bir şekilde artmıştır. Kaplama parametrelerinden akım yoğunluğunun ve kaplamanın yapıldığı elektrolit çözelti kompozisyonunun değiştirilmesi ile kaplama kinetiğindeki bu lineerlik değişmemiştir. Sadece lineer hız sabitleri değişmektedir.
- 2) Akım yoğunluğunun $0,1 \text{ A/cm}^2$ den $0,150 \text{ A/cm}^2$ ye kadar artırılması kaplama oluşum hızını tüm alaşımlar için artırmıştır. MAO işlemi esnasındaki mikro deşarjların sayı ve şiddetinin mikro deşarj kanallarındaki enerji çıkışının uygulanan akım yoğunluğu ile yakın bir ilişkisi var olup uygulanan akım yoğunluğu ile artmaktadır. Bu sebeple aynı alaşım ve kaplama süresi için kaplama kalınlığı akım yoğunluğunun artırılması ile artmaktadır.
- 3) MAO kaplama kinetiği uygulanan kaplama parametreleri içerisinde büyük oranda uygulanan akım yoğunluğuna bağlı olduğu belirlenmiştir.
- 4) MAO kinetiği kaplama sırasında elektrolitten oksit filmine geçen elektrolit bileşenleri tarafından etkilenmiştir. Sodyum silikat oranının düşürülmesi kaplama kalınlığı ve kinetiğini azaltmıştır. Kaplama kinetiğinde meydana gelen bu düşüşün nedeni kaplama sırasında elektrolitten oksit filmine geçen elektrolit bileşenlerinin azalmasıdır. Diğer bir neden ise düşük silikat konsantrasyonlu elektrolit çözeltisinin iletkenliğinin düşük olması kaplama yüzeyinde mikroddeşarj yoğunluğunu ve şiddetini azaltarak kaplama büyüme hızını düşürmesidir.

5)MAO tekniđiyle her üç alüminyum alařımı üzerine aynı řartlarda aynı kaplama parametreleri kullanılarak yapılan bütün kaplamalarda taban malzemesinin deđiřmesi kaplama kinetiđini deđiřtirmiřtir. Aynı řartlarda farklı alüminyum alařımlarına yapılan kaplamaların farklı kaplama kalınlıđına sahip olması, farklı alüminyum alařımları ierisinde farklı alařım elementlerinin farklı oranlarda bulunması ve bu alařım elementlerinin kaplamalara farklı miktarda dâhil olması ve kaplama yüzeyindeki mikro deřarjların karakteristiđini farklı řekilde deđiřtirerek farklı kaplama büyüme hızına neden olmasıyla açıklanabilir.

10.2 X-ışınları Kırınımı Analizi ve Sonuçları

1)XRD analiz sonuçları kaplamaların ekseriyetle α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ ve mullit fazlarından oluřtuđunu göstermiřtir. Daha sert ve yoğun olan α -Al₂O₃ fazının nispi oranı akım yoğunluđu ve kaplama kalınlıđıyla artmıřtır. Kaplama kalınlıkları ve faz kompozisyonları incelendiđinde akım yoğunluđunun MAO kaplama faz miktarını belirlemede kaplama süresinden ok daha etkili olduđu tespit edilmiřtir.

2)Kaplama kalınlıđı arttıķķa kaplama yüzeyinden ieri dođru relatif α -Al₂O₃ yüzdesi artar fakat γ -Al₂O₃, ve mullit alümina yüzdesi azalır. Bu sonuçlar seramik kaplamalardaki derinlik ve sođuma hızı farklılıđından kaynaklanmaktadır. Mikroark oksidasyon iřleminde kıvılcımlar sndüđü zaman elektrolit özeltisi gözeneklere dolar. Elektrolitle temas eden mikroark bölgesindeki erimiř alümina daha fazla sođuma hızına sahiptir, fakat düşük termal iletkenliđe sahip alumina kaplamanın alt tabakalarının daha sıcak kalmasına sebep olur. Kanal ierisindeki sıcaklık ξ -Al₂O₃→ γ -Al₂O₃→ δ -Al₂O₃→ α -Al₂O₃ faz dönüřümünü gerekleřtirmek iin yeteri kadar yüksektir. Bundan dolayı kalın seramik kaplamanın α -Al₂O₃ miktarı ařamalı olarak kaplama yüzeyinden kaplama ve altlık arasındaki ara yüzeye dođru artar.

3)Elektrolit kompozisyonunda Na₂SiO₃ miktarının azaltılması (8,5 gr/lt den 4 gr/lt'ye azaltılması) kaplamada mullit faz oluřumunu engellemiřtir. Bununla birlikte α -Al₂O₃ faz oluřumu iin gerekli olan kaplama süresi ve 2017A ve 6061 alařımı iin azalırken 7039 alařımı iin deđiřmemiřtir.

4)Kaplama mullit, $\xi\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dağılımı, alüminanın deşarj kanallarında meydana gelen plazma termokimyasal reaksiyonlarında direk olarak üretilebileceğini ve termodinamik olarak kararlı olan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'in yalnızca deşarj kanalları içerisinde oluşabileceğini göstermiştir. Çünkü buradaki sıcaklık kaplama/elektrolit sınırındaki sıcaklıktan daha yüksektir. Yarı kararlı , $\xi\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazları kolayca deşarj kanalları içerisinde ve yüzeyde oluşturulur. Fakat mullit sadece kaplama yüzeyinde oluşturulabilir. Mullit fazın dış tabakada bulunuşu elektrolit içerisindeki silikat iyonlarının kaplama oluşumunda yer aldığını belirtir.

5)Her üç altlık malzemesine yapılan kaplamalar için $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ içeriği yüzeyden kaplama/altlık ara yüzeyine doğru artmıştır. Bu artış bakır içerikli 2017A ve Mg-Si içerikli 6061 alaşımlarına yapılan kaplamalarda daha belirgin iken 7039 alaşımında çok daha azdır. Yapılan tabaka analizleri kararlı olan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazının bakır içerikli 2017A alaşımına, mullit fazının Mg-Si içerikli 6061 alaşımına ve Al_2O_3 fazının da çinko ağırlıklı 7039 alaşımına yapılan kaplamalarda daha ağırlıklı olarak oluştuğunu belirtir. Görsel olarak ta kaplamanın iç tabakası dış tabakasından yoğun ve rengi farklıdır.

10.3 Kaplama Kimyasal Kompozisyonu Sonuçları

1)Glow deşarj analizi sonuçları MAO kaplama içeriğinin en önemli elementinin Al ve O elementleri olduğunu açığa çıkarmıştır. Fakat kaplamada ayrıca miktarı küçük, hem altlık malzemesinden hem de elektrolitten gelen Si, Cu, Zn, Na, Ca, H gibi elementlerde bulunmaktadır. MAO prosesi sırasında oluşan yüksek bölgesel sıcaklıklardan dolayı Al ve alaşım elementlerinin (Al, Cu, Zn, Mg, Si vb.) dışarı doğru difüzyonu olur iken Na, Si, O gibi elementlerinde içeri doğru difüzyonu oluşur.

2)Altlık malzemenin alaşımına bağlı olarak kaplama içerisine dâhil olan elementlerde değişmektedir. Cu alaşımı olan Al 2017A alaşımından kaplamaya Cu, Mg-Si alaşımı olan Al 6061 alaşımından Si ve Zn alaşımı olan Al 7039 alaşımından ise Zn elementi gelmektedir. Altlık alaşım elementlerinin (Cu, Mg,

Zn) oksijenle olan aktivitesine göre yüzeye doğru değişimleri farklılık göstermektedir. Miktar olarak Mg elementi 6061 ve 7039 alaşımında fazla bulunmasına rağmen Mg elementi MAO prosesi esnasında, kaplama içerisine ne deposite olur ne de absorbe olur. Çünkü Mg elektrolit içerisinde çözülür. Bu nedenle bu element kaplama içerisinde bulunmaz.

- 3) MAO işleminde kimyasal elementlerin iyon olarak absorpsiyonu ve depozitesinin seramik kaplamaların farklı bölgelerinde farklı gözüktüğü belirlenmiştir. Elektrolit iyonlarının tüm kaplamaya dâhil olduğu ve kaplama dış yüzeyini zenginleştirerek kaplamanın ivmelenmesine neden olduğu saptanmıştır

10.4 Kaplama Mikroyapısı ve Sonuçları

- 1) Tüm altlık malzemelerine yapılan kaplamalarda üç farklı bölge bulunmaktadır: Gözenekli dış bölge (1), Daha sık, yoğun iç bölge (2), İnce ara yüzey bölgesi (3). Gözenekli dış bölge ekseriyetle düşük sıcaklık ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) fazlarını içerir. Daha sık, yoğun iç bölge ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) yüksek sıcaklık modifikasyonlarıyla oluşur. İnce ara yüzey bölgesi ise sık tabakanın altında olup altlık alaşım elementlerinin karmaşık fazlarını içerir. Bu bölgelerin birbirine göre ölçüleri, yapıları ve faz kompozisyonları kaplama süresi ve akım yoğunluğu ve elektrolit çözeltisinin konsantrasyonu ile değiştiği görülmüştür.
- 2) Tüm altlık malzemelerine yapılan kaplamalarda daha sık, yoğun iç bölgenin miktarı kaplama süresi ve akım yoğunluğunun artırılması ile artmıştır. Artan bu yoğun iç bölgeyle birlikte gözenekli dış bölgenin miktarı da artmaktadır. Fakat iç yoğun bölgedeki artış gözenekli dış bölgeye göre daha fazladır. İnce ara yüzey bölgesi ise daha belirgin hale gelmiştir.
- 3) Elektrolit kompozisyonundaki sodyum silikat konsantrasyonunun azaltılması aynı süre ve akım yoğunluğunda üretilen kaplamalarda, toplam kaplama kalınlığıyla birlikte gözenekli dış bölgenin toplam kaplama kalınlığındaki oranını azaltmıştır. Ayrıca sodyum silikat konsantrasyonunun azaltılması eş zamanlı olarak hem kaplama kalınlığında hem de yüzey pürüzlülüğünde düşüşe neden olmuştur.

- 4) Genelde kısa süreli oksit kaplamalarında oksit tabakası homojen olmayıp, oldukça ince ve gelişigüzedir. Ayrıca oksit metal ara yüzeyi bazı gözenek ve boşluklar içerir. Oksit metal ara yüzeyi düz bir çizgi halinde olmayıp dalgalıdır. Diğer taraftan uzun süreli oksidasyonda kaplama tabakası kalın, yoğun, homojen ve metal oksit ortak yüzeyi oldukça düzgündür. Kısa süreli ince kaplamalarda ince ara yüzey bölgesi net olarak gözükmemektedir. Fakat kalın kaplamalarda bu bölge daha net olarak gözükmemektedir.
- 5) Uzun süreli ve yüksek akım yoğunluklu kaplamalarda kaplama-altlık malzeme ara yüzeyi metalurjik olarak birbirine iyi tutunmakta olup SEM ile yapılan incelemelerde kaplama/altlık ara yüzeyinde ve ara yüzeye yakın yerde kaplamayı zayıflatacak hiçbir büyük boşluk gözükmediği belirlenmiştir.

10.5 MAO Kaplama Sertliği Sonuçları

- 1) Kaplanmış numunelerin kaplama sertlik sonuçları incelendiğinde kaplamaların kesit alanına ait sertliklerinin, kaplamanın yapıldığı taban malzemesinin cinsiyle, kaplama kalınlığıyla, uygulanan akım yoğunluğu ve kaplamaların yapılmış olduğu elektrolit kompozisyonuyla değiştiği tespit edilmiştir.
- 2) Tüm altlık malzemelerine yapılan MAO kaplamalarında en büyük sertlik ara yüzeye yakın ve en düşük sertlik kaplama yüzeyinde olacak şekilde kaplama kalınlığı boyunca mikro sertlik gradyanı göstermiştir. Sertlikteki düşüş maksimumdan kaplama yüzeyine doğru ölçülmüştür. Bu hem faz kompozisyonundaki değişiklikten hem de kaplama gözenekliliğindeki benzer artıştan kaynaklanabilir. Fakat kaplamadaki relatif faz kompozisyonunun detaylı olarak bilinmesi bile sertliğin hemen tahmin edilmesine olanak vermemiştir. Kaplama sertliğinin önemli bir şekilde mikro yapıya da bağlı olduğu belirlenmiştir.
- 3) Akım yoğunluğunun artırılması, aynı MAO kaplama süresin de üretilen kaplamaların kaplama kalınlığını artırmıştır ve maksimum sertliğin bulunduğu pozisyonu ara yüzeyden uzaklaştırmıştır. Artırılmış bu sertliğin, kaplama gözenekliliğinin azaltılması ve kaplamadaki kristal yapı malzeme oranının

özellikle α -Al₂O₃ oranının artırılmasının bir sonucu olduğu belirlenmiştir. Yüksek akım yoğunluğu her zaman yüksek oranda α -Al₂O₃ miktarını elde etmek için büyük bir avantaj olmasına rağmen, kaplama gözenekliliğini ve tane boyutunu daha da artırarak sertlik dağılımını etkilemiştir.

- 4) Elektrolit kompozisyonundaki silikat miktarının artırılması kaplama büyüme hızını artırırken kaplama sertliğini düşüren daha yumuşak alümina-silikat (Al-Si-O) fazlarının oluşumunu hızlandırmıştır. Bu sebeplede aynı şartlarda her üç taban malzemesine yapılan kaplamalarda sodyum silikat konsantrasyonunun yüksek olduğu çözeltide yapılan kaplamaların sertlikleri sodyum silikat konsantrasyonunun düşük olduğu çözeltide yapılan kaplamalara göre daha az olduğu saptanmıştır.
- 5) Sertlik dağılımını taban malzemesine göre karşılaştırdığımızda tüm şartlarda 6061 taban malzemesine yapılan kaplamalar diğer taban malzemelerine yapılan kaplamalara göre en iyi sertlik dağılımı göstermiştir. 2017A taban malzemesine yapılan kaplamalar için en iyi sertlik dağılımı 150 dk süreli 0,125 A/cm², 7039 için ise 120 dk 0,125 A/cm² kaplama parametrelerinde elde edilmiştir.
- 6) Maksimum sertlik değerleri α -alumina esaslı kaplamalar için 1700-2200 HV, γ -fazlı kaplamalar için 1000-1500 HV ve mullit esaslı kaplamalar için 400-900 HV ile uyushmaktadır. Her bir durumda, kaplamanın gözenekli dış bölgeleri daha düşük sertliğe sahiptirler.

10.6 Kaplama Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçları

- 1) Kaplama yüzey pürüzlülüğü kaplama kalınlığının fonksiyonu olduğu ve artan kaplama kalınlığı ile arttığı belirlenmiştir. Kaplama kalınlığı kaplama süresi ve ve akım yoğunluğuyla arttığından kaplama pürüzlülüğü aynı zamanda akım yoğunluğu ve kaplama süresinin de bir fonksiyonudur.
- 2) Akım şiddetinin değiştirilmesi, yüzeydeki kıvılcımların deşarj karakteristiğini etkiler. Yüksek akım şiddeti deşarj yoğunluğunu artırır; kaplama ürünlerinin

birikimine katkıda bulunarak kaba taneli yapı oluşturur ve kaplama pürüzlülüğünü artırır. Yüksek akım şiddetinin aksine, düşük akım şiddeti daha ince taneli yapı oluşturarak düşük yüzey pürüzlülüğü oluşturur. MAO işleminin ilk aşamalarındadeşarj kanallarının iyi dağılım göstermesinden dolayı daha ince kaplama daha düşük yüzey pürüzlülüğü gösterir. Kalınlık artarken yüzeydekideşarj kanal sayısının azalması ve şiddetinin artması kaplamaların homojen olmamasına neden olarak yüzey pürüzlülüğünde kademeli olarak artışa sebep olduğu bulunmuştur.

- 3)Kaplamanın oldukça zayıf bölgesinde çok sayıdadeşarj oluşması veya birçokdeşarj kanalının birleşerek daha büyük tek bir kanal oluşturması da yüzey pürüzlülüğünün ve gözenek ölçüsünün değişme nedenlerinden biri olabileceği saptanmıştır.
- 4)Alüminyum alaşımları içerisinde farklı alaşım elementlerinin bulunması yüzeydeki kırılcımlarındeşarj karakteristiğini etkileyerek farklı kaplama büyüme hızına ve yüzey pürüzlülüğüne sebep olduğu tespit edilmiştir.
- 5)Elektrolit kompozisyonundaki sodyum silikat konsantrasyonunun azaltılması farklı alaşımlara yapılan kaplamalarda eş zamanlı olarak hem kaplama kalınlığında hem de yüzey pürüzlülüğünde düşüğe neden olmuştur. Bu kaplama kalınlığındaki düşüş ile voltajın azalması daha düşük voltajlarda daha zayıf ve homojen çok sayıdadeşarjların oluşması ve budeşarjlar altında kaplama ürünlerinindeşarj kanallarından dışarıya ince taneli bir şekilde çıkmasından kaynaklanır.

10.7 Kuru Ortam Aşınma Deney Sonuçları

- 1)WC bilye ile gerçekleştirilen ileri geri aşınma deneylerinde incelenen kaplamalarda aşınma türünün abrasif olduğu tespit edilmiştir. Kaplama süresi ve akım yoğunluğunun artırılması ile artan kaplama kalınlığına bağlı olarak aşınmaya maruz kalan yüzeylerde mikro çatlaklar ve mikro kırıkların olduğu belirlenmiştir. Ayrıca bu kaplamaların yüzeyinde bazı bölgelerde çatlakların birleşerek kapalı bir bölge olduğu yerde kaplama kazınması diyebileceğimiz kaplama hasarları belirlenmiştir.

2)MAO kaplamalarının WC bilye ile aşındırılmasında aşınmasının ilk aşamalarında aşınma hızının yüksek sonraki aşamalarında ise aşınma hızının minimum olduğu belirlenmiştir. MAO kaplamalarının aşınmasının ilk aşamalarında aşınma hızının yüksek sonraki aşamalarında ise aşınma hızının minimum olmasının nedeni olarak, kaplamaların dış yüzey tabakalarının nispeten düşük sertliğe, gevşek ve gözenekli bir yapıya sahip olması, gevşek ve gözenekli bu dış tabaka aşındıktan sonra ortaya çıkan iç tabakanın daha yoğun, sert ve daha kusursuz bir yapıya sahip olması olarak belirlenmiştir.

3)Farklı taban malzemelerine aynı koşullarda yapılan kaplamalarda, sürtünme katsayısı kaplama süresi ve akım yoğunluğunun artırılması ile değişmiştir. 5 N'luk yük altında tungsten karbür (WC) bilyeye karşı yapılan aşınma deneylerinde en düşük sürtünme katsayısı $0,1 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda 2017A alüminyum alaşımında 120 dk, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarında 90 dk kaplama süresi ve bu sürelerle tekabül eden kaplama kalınlığında elde edilmiştir. Elde edilen sürtünme katsayıları ise sırayla 0,512, 0,542 ve 0,477 dir. $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda 2017A alüminyum alaşımında 60 dk, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarında 150 dk kaplama süresi ve bu sürelerle tekabül eden kaplama kalınlığında elde edilmiştir. $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda ise en düşük sürtünme katsayısı 2017A ve 6061 alaşımlarında 60 dk, 7039 alüminyum alaşımında 150 dk kaplama süresi ve bu sürelerle tekabül eden kaplama kalınlığında elde edilmiştir.

4)Tüm akım yoğunluklarında, tüm altlık malzemelerine yapılan kaplamalardan yüzeyin yük taşıma kapasitesinin düşük olduğu kısa süreli (30 dk) ince kaplamaların sürtünme katsayısı fazladır. 2017A ve 6061 altlıklarında her akım yoğunluğu için kaplama süresinin veya kaplama kalınlığının optimum bir seviyenin (60 dk) üzerinde artması sürtünme katsayısında artışa yol açmıştır. İnce kaplamalarda sürtünme katsayısının fazla olması, hem filmin elastik veya plastik deformasyonuna ve bilye ile kaplama arasındaki ara yüzeyde temas alanının artmasına hem de ince kaplamalarda ara yüzeyin yeteri kadar homojen olmayışına atfedilebileceği belirlenmiştir.

- 5) Akım yoğunluğu ve elektrolit çözeltisindeki Na_2SiO_3 konsantrasyonunun artırılması sürtünme katsayısını artırmıştır. Bu artış artan kaplama kalınlığı ile birlikte kaplama yüzey pürüzlülüğünün ve yüzey sertliğinin artışından kaynaklanabilir. Daha sert bir kaplama daha az bir temas alanıyla, fakat daha fazla bir kayma dayanımı ve sürtünme katsayısı ile sonuçlanacaktır.
- 6) Kaplamanın yapıldığı elektrolit çözeltisindeki Na_2SiO_3 konsantrasyonunun azaltılması aynı akım yoğunluğunda ($0,150 \text{ A/cm}^2$) farklı alüminyum alaşımlarına farklı sürelerde yapılan tüm kaplamaların aşınma hızlarının tüm kaplamalarda azalmasına yani aşınma dirençlerinin, yüksek konsantrasyonlu çözeltiye göre artmasına neden olmuştur. Bu durumun düşük sodyum silikat konsantrasyonlu çözeltide yapılan kaplamalarda kaplama yüzey pürüzlülüğünün düşük olması, kaplamadaki gevşek dış yüzey tabakasının az olması ve yüksek konsantrasyonlu çözeltiye göre daha sık ve ince taneli ve sert bir tabakanın oluşmasından kaynaklandığı saptanmıştır.
- 7) Kaplamanın yapıldığı elektrolit çözeltisindeki Na_2SiO_3 konsantrasyonunun azaltılması aynı akım yoğunluğunda ($0,150 \text{ A/cm}^2$) farklı alüminyum alaşımlarına farklı sürelerde yapılan tüm kaplamaların aşınmasında kullanılan WC bilyenin de aşınma hızını düşürmüştür.
- 8) Yüksek sodyum silikat konsantrasyonlu çözeltide 2017A alüminyum alaşımına yapılan kaplamalarda en düşük aşınma hızı $0,125 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 60 dk kaplamalarda olurken 6061 alüminyum alaşımı ve 7039 alüminyum alaşımına yapılan kaplamalarda $0,1 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 90 dk kaplamalarda olmuştur. Bu kaplamaların aşınma hızları ise 2017A altlık malzemesi için $0,4193 \cdot 10^{-5}$, 6061 altlık malzemesi için $0,6827 \cdot 10^{-5}$ ve 7039 altlık malzemesi için $0,5242 \cdot 10^{-5}$ ($\text{mm}^3/\text{N/m}$) dır.
- 9) Düşük sodyum silikat konsantrasyonlu çözeltide $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda en düşük aşınma hızı 2017A altlık malzemesine 120 dk süre ile yapılan kaplamalarda elde edilmiştir. 6061 alüminyum alaşımı ve 7039 alüminyum alaşımına yapılan kaplamalarda ise 90 dk süre ile yapılan

kaplamalarda elde edilmiştir. Bu kaplamaların aşınma hızları da 2017A altlık malzemesine yapılan kaplamalar için $0,661.10^{-5}$, 6061 ve 7039 altlık malzemesi için sıra ile $0,277.10^{-5}$ ve $0,379.10^{-5}$ ($\text{mm}^3/\text{N/m}$) dir.

10)Kaplanmamış altlık malzemelerin 5 N'luk yük altındaki aşınma hızları kaplanmış alaşımın aşınma hızlarından mukayese edilemeyecek kadar yüksek bulunmuştur. Yani MAO kaplamaları sayesinde alüminyum alaşımlarının yüzeyleri mükemmel bir şekilde aşınmaya dirençli hale gelmiş ve yük taşıma kapasiteleri artırılmıştır.

11)Sonuçlardan görüldüğü gibi mikroark oksidasyon kaplamalarının yüksek sürtünme katsayısına sahip olması karşı malzemenin aşırı aşınmasına sebep olabileceğinden kaplamalarının sürtünme katsayısını düşürmek için yağlama yapılması veya diğer metotların uygulanması gerektiği belirlenmiştir.

10.8 Yağlı Ortam Aşınma Deney Sonuçları

1)7039 alüminyum alaşımına yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısında WC bilyeler kullanılarak gerçekleştirilen aşınma deneylerinden sonra kaplamaların yüzeylerinde oluşan aşınma izlerinin taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelenmeleri sonucunda kaplamalarda aşınmanın abrazif olduğu, dış yüzeydeki oksit tabakasının kazınarak açık deşarj kanallarını doldurması ve kaplama yüzeyinde mikro çatlaklar bırakarak gerçekleştiği belirlenmiştir.

2)8 saat aşınma testine tabi tutulan numunlerin aşınma sonrası ve önceki görünümünde çok fazla farklılık olmadığı görülmüştür. Sadece aşınma izinde kütlenin yeniden dağılımı vardır ve sentetik vücut sıvısı yağlayıcı olarak davranarak yüzeyi düzgünleştirmiştir. Bu durumun disk şekilli yapının kapalı olmayan kanalları doldurması, kararlı ve uniform yüzey oluşturacak şekilde birbirine karışması ve gevşek dış tabakanın sentetik vücut sıvısını içerisine çekerek yağ filmi oluşturarak sürtünme kuvvetini düşürmesinden kaynaklandığı saptanmıştır.

- 3) 7039 alüminyum alaşımına yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısında WC bilyeler kullanılarak gerçekleştirilen aşınma deneylerinde bilya aşınma çapının yüksek akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda daha az olduğu belirlenmiştir. Bu durumun yüksek akım yoğunluğunda yapılan kaplamalardaki gözenek çapının düşük akım yoğunluğunda yapılan kaplamalara göre büyük olması büyük olan bu gözeneklere ince aşınma partüllerinin daha kolay girerek katı yağlayıcı olarak görev yapmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca yüksek akım yoğunluğunda yapılan kaplamalarda kaplama kalınlığının artması ile birlikte kararlı yoğun iç tabaka ile birlikte gözenekli gevşek dış tabaka kalınlığı da artar. Kaplamadaki gevşek dış tabakanın sentetik vücut sıvısını içerisine çekerek yağ filmi oluşturmasından dolayı da aşınma çifti arasındaki sürtünme katsayısı düşük dolayısıyla bilya aşınması da düşüktür.
- 4) 7039 alaşımına yapılan kaplamalarda gözenekli oksit filmi sentetik vücut sıvısını içine çekerek yağ filmi oluşturduğundan kuru oramda elde edilen aşınma hızı çiftler için tipik sürtünme katsayısı $\mu=0,495, 0,551, 0,528$ 'ten, oksit WC çiftinde sıra ile $0,264, 0,215$ ve $0,164$ 'e düştüğü kaydedilmiştir.
- 5) 7039 altlık malzemesine "1" nolu çözelti içerisinde $0,1 \text{ A/cm}^2, 0,125 \text{ A/cm}^2$ ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 150 dakika süreyle yapılan kaplamaların sentetik vücut sıvısı içerisinde yapılan kaplamaların aşınmasında sürtünme katsayısı başlangıçta yüksektir. Daha sonra yavaşlayarak azalır ve zamanla sabit kalır. Sürtünme katsayısının başlangıçta yüksek olmasında yüzey pürüzlülüğü önemli rol oynadığı ve sürtünme katsayısı kararlı hale geldikten sonra test boyunca sabit kaldığı belirlenmiştir.
- 6) Mikroark oksidasyon kaplamalarının sentetik vücut sıvısı içerisinde aşınma testlerinde sürtünme katsayısının düşük olması, aşınmaya karşı dirençli ve kararlı olması ve ayrıca alüminanın sentetik vücut sıvısı kullanımında aşınma yüzeylerinde önemli tribokimyasal reaksiyonlar göstermemesi [156] MAO kaplamalarının biyolojik uygulamalarda biyo(implent) malzemesi olarak kullanılabileceğini göstermektedir.

10.9 Korozyon Deney Sonuçları

- 1) Mikroark oksidasyon işleminden sonra kaplanmış numunelerin korozyon potansiyel değerlerinde sistematik bir artış veya azalma gözlenmemesine rağmen genelde artmıştır. I_{kor} değerleri ise önemli bir şekilde azalmıştır. Yani MAO işlemi kaplanan alüminyum alaşımlarının korozyon direncini önemli bir şekilde artırmıştır. Akım yoğunluğunun $0,1 \text{ A/cm}^2$ den $0,150 \text{ A/cm}^2$ ye artırılması alaşımlara aynı süre ile aynı çözeltide yapılan kaplamaların korozyon akım yoğunluğunu düşürmüştür.
- 2) Kaplamanın yapıldığı elektrolit kompozisyonunun değiştirilmesi (sodyum silikat miktarının $8,5 \text{ gr/lt}$ - 4 gr/lt indirilmesi) ise aynı akım yoğunluğunda ($0,150 \text{ A/cm}^2$) kaplanan kaplamaların korozyon akım yoğunluklarının önemli derecede artmasına yani korozyon dirençlerinin yüksek konsantrasyonlu çözeltiye göre düşmesine neden olmuştur.
- 3) $0,1 \text{ A/cm}^2$, $0,125 \text{ A/cm}^2$ ve $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda “1” nolu elektrolit çözelti içerisinde kaplanmış 2017A alaşımı için en düşük korozyon akım yoğunluğu kaplanmamış alaşımın korozyon akım yoğunluğundan sırayla yaklaşık 18, 15 ve 38 kat; 6061 alaşımı için 160, 70 ve 8 kat; 7039 alaşımı için ise 19, 18 ve 57 kat daha küçüktür. Bu değer “2” nolu elektrolit çözeltisinde $0,150 \text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda 2017A alaşımına yapılan kaplama için yaklaşık 11 iken 6061 ve 709 alaşımına yapılan kaplamalar için ise sıra 1.56 ve 5.2 dir. Bu değerlerden de görüldüğü gibi kaplamaların üretiminde kullanılan kaplama akım yoğunluklarının artırılması 2017A ve 7039 alaşımlarının korozyon direncini genelde yükseltirken 6061 alaşımının korozyon direncini nispeten düşürmüştür.

10.10 Çentik Darbe Deney Sonuçları

- 1) 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum alaşımlarının kaplamalı numuneleri kaplamasız numunelerine göre her iki yönde de (HY, HYD) daha küçük kırılma tokluğuna sahiptirler. Kırılma tokluklarındaki bu azalış her iki yönde de tüm alaşımlarda benzerlik göstermiştir.

2)Kaplanmış malzemenin kırılma tokluğu artan kaplama kalınlığı ile azaldığı saptanmıştır. Sebebi MAO kaplamalarının kırılkan ve daha sert $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazlarını içermesinden kaynaklanmaktadır. Mikro deşarj kanallarında alüminyumun direkt olarak oksitlemesi esnasında kaplama ile alüminyum arasında metalürjik bir birleşme oluşur. Bu birleşme dislokasyonların kilitlenmesine katkıda bulunur ve böylece Al alaşımının tokluğunu düşürür. Sonuç olarak daha kalın oksit tabakası alüminyum altlıkta daha büyük etki yapar ve böylece de daha küçük tokluklu kaplanmış alaşım oluşur.

3)Alüminyum altlık malzemelerinin kırılma tokluğunun MAO kaplama yöntemiyle kaplanmasından sonra azalması mikroark oksidasyonla kaplanmış alüminyum numunelerinin çarpma ve darbeli çalışma koşullarında uygun olamayacağı belirlenmiştir.

10.11 Çekme Deneyi Sonuçları

1)Kaplanmış 2017A, 6061 ve 7039 numunelerin oda sıcaklığında ve 6061 numunelerinin 250 °C sıcaklıkta yapılan çekme testleri neticesinde artan kaplama süresiyle birlikte artan kaplama kalınlığıyla, kaplanmış numunelerin akma sınırı, çekme dayanımı, çekme uzaması, kopma gerilmesi ve kopma uzamasında kaplanmamış numuneye göre azalmanın olduğu belirlenmiştir. Elastisite modüllerin de ise kaplanmış numuneye göre 6061 ve 7039 alaşımının oda sıcaklığında 150 dk süre ile kaplanmış numuneleri hariç genelde artmıştır.

2)MAO kaplamalarının elastisite modülüne olan etkisi sadece kaplama kalınlığının kaplanmış numunenin toplam kalınlığındaki yüzdesine bağlı olmayıp gözeneklilik ve yoğunluk gibi kaplama kalitesine ve faz yapısına da bağlıdır. Ayrıca Al esaslı malzemelerin mekaniksel özellikleri sadece MAO proses şartlarına bağlı olmayıp altlık malzemenin kendisine de bağlı olduğu tespit edilmiştir. Çünkü mikroark oksidasyon kaplamaların kalitesi kaplamanın yapıldığı altlık malzemesi tarafından kısmen etkilenmiştir.

- 3)Çekme testine tabi tutulan kaplı 2017A, 6061 ve 7039 alüminyum numunelerin çekme testi sonrası yüzey morfolojilerinin ve kesit alanının taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelenmeleri sonucunda her üç taban malzemesine yapılan kaplamalarda çekme testi esnasında altlık malzeme yüzeyinden büyük bir kaplama kavlama bölgesi oluşturacak şekilde ayrılmadığı belirlenmiştir. Kaplama kesitlerin incelenmesinde ise kaplama altlık malzeme arasında kaplamanın yüzeyden ayrılma eğiliminde olduğunu belirten belirgin bir ara yüzey bulunmadığı belirlenmiştir.
- 4)Çekme testi esnasında kaplamanın altlık malzeme yüzeyinden büyük bir kaplama kavlama bölgesi oluşturacak şekilde ayrılmayışı kaplama ile altlık malzeme ara yüzeyinde iyi bir yapışmanın olduğunu göstergesidir.
- 5)MAO esnasında yüksek enerji parametrelili ve uzun süreli kalın kaplamaların yapılması şiddetli deşarjla sonuçlanacak ve düşük enerji parametrelerine ve kısa süreli ince kaplamalara göre daha yüksek gözeneklilik veya daha ciddi yapısal kusurlara sebep olacaktır. Bu nedenle Al esaslı malzemeleri korozyona veya aşınmaya karşı korumak için MAO kaplaması yapılacak ise mekaniksel özelliklerine zarar verecek veya azaltacak elektriksel parametrelerden ve kaplama kalınlıklarından mümkün olduğunca kaçınmanın gerekli olduğu tespit edilmiştir.

11 KİŞİSEL YAYINLAR VE ESERLER

Doktora tez çalışması kapsamında uluslararası hakemli dergilerde ve konferanslarda yapılan yayınlar:

Uluslararası makaleler:

- 1) Polat, A., Usta, M., Makaracı, M., Ata, A., Tas, Z., “Properties of Alumina Coating formed By Microarc Oxidation Technique on 6061 Aluminum Alloy”, *Practical Metallography*, 45, 594-609, (2008).
- 2) Baxi, J., Kar, Y., Liang, H., Polat, A., Usta, M., Ucisik, A.H., “Tribological characterization of microarc oxidized alumina coatings for biological applications”, *Vacuum*, 83, 217-222, (2008).

Uluslararası bildiriler:

- 1) Polat, A., Baxi, J., Kar, Y., Usta, M., Makaracı, M., Liang, H., Ucisik, A.H., “Microstructural and Mechanical Properties of Alumina Coatings Produced By Microarc Oxidation Technique on 7039 Aluminum Alloy Substrate”, *Supplemental Proceedings: Volum 3: General paper Selections TMS (The Mineral, Metals and Material Society)*, (2008).
- 2) Baxi, J., Kar, Y., Liang, H., Polat, A., Usta, M., Ucisik, A.H., “Tribological Characterization of MAO Alumina Coatings”, *Advances in Applied Plasma Science*, Volume 6, ISAP, (2007).

Ulusal bildiriler:

- 1) Aytekin Polat, Metin Usta, Murat Makaracı, Aylin Aytaç, “6061 Alüminyum alaşımasının Mikroark oksidasyon yöntemiyle Yüzey Kaplanması”, *III. Ulusal Alüminyum Sempozyumu*, Tübitak, (2008).

KAYNAKLAR

- [1] Holmberg, K., Matthews, A., “Coating Tribology-Properties”, *Techniques and Applications in Surface Engineering, Elsevier*, 28, pp 3-13, 33-121, 125, 257-307, (1994).
- [2] Brushan, B., Gupta B.K., “Handbook of Tribology-Materials”, Coating and Surface Treatments, *McGraw-Hill, Inc*, (1991)
- [3] Ohring, M., “The Material Science of Thin Films”, *Academic Press, Inc.*, USA, (1992).
- [4] Sluginov, N.P., *J. Russ. Phys. Chem. Soc.*, 12 (1-2 Phys), 193, (1880).
- [5] Gunterschultze, A. and H. Betz, *Electrolytkondensatoren*, Berlin, Krayn, (1937)
- [6] Evangelides, H.A., *Met. Finish*, 7, 56, (1951).
- [7] Huber, K., *J. Electrochem. Soc.*, 100, 376, (1953).
- [8] Evangelides, H.A., “Method of electrolytically coating magnesium and electrolyte therefor”, U.S Patent 2,723,952, U.S.A.,(1955).
- [9] McNeill, W. and Nordbloom, G.F., “Method of making cadmium niobate”, *US Patent 2,854,390*, U.S.A, (1958).
- [10] McNeill, W. and L.L. Gruss, “Anodic spark reaction processes and articles” *US Patent 3,293,158*, U.S.A, (1966).
- [11] Markov, G.A., Markova, G.V., *USSR Patent 526 961*, Bul. Inv. 32, (1976).
- [12] Nikolaev, A.V., Markov, G.A., Peshchevitskij, B.I Izv. SO AN SSSR. *Ser. Khim. Nauk*, 5 (12), 32, (1977) in Russian.
- [13] Markov, G.A., Tatarchuk, V.V., Mironova, M.K., Izv. SO AN SSSR. *Ser. Khim. Nauk* 3 (7), 34, (1983), in Russian.
- [14] Snezhko, L.A., Beskrovnyj, L.A., Nevkrytyj, I., Yu. M., Tcher-nenko, V.I., *Zashch. Met.*, 16 (3), 365, (1980) in Russian.
- [15] Snezhko, L.A., Pavlus, S.G., Tchernenko, V.I., *Zashch. Met.*, 20 (4), 292, (1984) in Russian.

- [16] Markov, G.A., Mironova, M.K., Potapova, O.G., *Izv. AN SSSR. Ser. Neorgan. Mater.* 19 (7), 1110, (1983) in Russian.
- [17] Petrosyants, A.A., Malyshev, V.N., Fyedorov, V.A., Markov, G.A., *Trenie Iznos* 5 (2), 350, (1984) in Russian.
- [18] Malyshev, V.N., Bulychov, S.I., Markov, G.A., Fyedorov, V.A., Petrosyants, A.A., Kudinov, V.V., Shorshorov, M.H., *Fiz. Khim. Obrab. Mater.* (1) 82, (1985) in Russian.
- [19] Fyedorov, V.A., Belozerov, V.V., Velikosel'skaya, N.D., Bulychov, S.I., *Fiz. Khim. Obrab. Materialov*, 4, 92, (1988) in Russian.
- [20] Rudnev, V.S., Gordienko, P.S., preprint no. 3384-B87, *Inst. Khimii DVO AN SSSR*, Vladivostok, 1987, in Russian.
- [21] Khrisanfova, O.A., Gordienko, P.S., preprint no. 2986-B89, *Inst. Khimii DVO AN SSSR*, Vladivostok, 1987, in Russian.
- [22] Gordienko, P.S., Nedorozov, P.M., Volkova, L.M., T.P., *Zashch. Met.* 25 (1) 125, (1989) in Russian.
- [23] Kurze, P., Krysmann, W., Marx, G., Wiss, Z., *Tech. Hochsch. Karl-Marx-Stadt* 24, 139, (1982).
- [24] Dittrich, K.H., Krysmann, W., Kurze, P., Schneider, H.G., *Cryst. Res. Technol.* 19 (1), 93, (1984)
- [25] Krysmann, W., Kurze, P., Dittrich, K.H., Schneider, H.G., *Cryst. Res. Technol.* 19 (7), 973, (1984).
- [26] Kurze, P., Schreckenbach, J., Schwarz, T., Krysmann, W., *Metallobin erflaeche*, 40 (12), 539, (1986).
- [27] Yerokhin, A.L., X. Nie, A. Leyland, A. Matthews, and S.J. Dowey, "Plasma Electrolysis for Surface Engineering (Review)", *Surf. Coat. Techn.*, 122 (2-3), 73-93, (1999).
- [28] V.N. Duradzhy, A.S. Parsadanyan, "Metal Heating in Electrolytic Plasma", *Shtiintsa, Kishinev*, 1988, in Russian.
- [29] Duradzhy, V.N., Polotebnova, N.A., *Elektron. Obrab. Mater.*, (1) 83, (1984) in Russian.
- [30] Tchernenko, V.I., Snezhko, L.A., Papanova, I.I., "Coatings by Anodic Spark Electrolysis", *Khimiya*, Leningrad, (1991) in Russian.
- [31] Konopisov, S., *Electrochim. Acta*, 22 (10), 1077, (1977).

- [32] Monterro, J., Fernandez, M., Albella, J.M., *Electrochim. Acta*, 32, 1189, (1978).
- [33] Markov, G.A, Tatarchuk, V.V., Mironova, M.K Izv. SO AN SSSR. *Ser. Khim. Nauk*, 3 (7), 34, (1983), in Russian.
- [34] Markov, G.A., Tatarchuk, V.V., Mironova, “Wear-resistant coatings of plasma sluginov NP on the light phenomena that occur in fluids with electrolysis”, *Russian Journal of Physical-Chemical Society*, 12 (1, 2), Physical. Part, 193-203.
- [35] Markov, G.A, Terleeva, O.P., Shulepko, E.K., “Mikroarc methods and applying protective coatings collection of Works” MINHiGP. 185, 54-64, (1985).
- [36] Tran, B. V, Brown S.D., Wirtz G. P., “Mechanism of Anodic Spark Deposition” *Amer. Ceram. Bull.*, 56 (6) 563-568, (1977).
- [37] Jung L. “Anodic oxide film” LD: *Energy*, 232, (1967).
- [38] Тареев Б.М., Лернер М.М. Оксидная изоляция. М.: Энергия. 1975. 187 с.
- [39] Sinkovsky, A.S., Tolok, V.K., Onishchenko, G.G., Artyuschenko, I., “Plasma wear-resistant coating of the composite powders” *Protective coatings on metals*, 10, 69-71, (1976).
- [40] Shetty D.K., Wrights I.G., Clauer A.H. “Erosive wear of advanced ceramic in coal-slurry streams”, *Corrosion*, 38 (9), 500-509, (1982).
- [41] Averyanov, E.E., Opubl, B.I., AS 607,852 USSR (P 25 D 11/02). *Method anodizing metal*, 19, (1978).
- [42] G`unterschultze, A. and Betz, H. *Electrolytkondensatoren*, (Berlin: Krayn) (1937).
- [43] Markov, G. A, Tatarchuk, V.V., and Mironova, M. K., Izvest.SO AN SSSR. *Ser. Khim. Nauk*, 3, 34 (1983) in Russian<
- [44] Ikonopisov, S., Girginov, A. and Machrova, M., *Electrochim.Acta.*, 24, 451, (1979).
- [45] Klein, N, *Thin Solid Films*, 50, 223, (1978).
- [46] Albella, J.M., Montero, I., and Martinez-Duart, J.M., *Electrochim. Acta*, 32, 255, (1987).
- [47] Scanavi, G. I., Fizika Dielektrikov. Oblast Silnykh Polej. *Izddatelstva Fiz-Mat.Literatury*, Moscow, (1958).
- [48] Zhukov, M. F., Dandaron, G.N.B., Zambalaev, Z.H, and Fedotov, V.A., Izvest. SO., AN SSSR, *Ser. Techn. Nauk*, 4100 (ISSN 0233-7605, (1984) in Russian.

- [49] Epelfeld, A. V., Lyudin, V.B., Dunkin, O.N and Nevskaya,O., S2000 Bull. *Russ. Acad. Sci. Phys.*, 64, 610, (1980).
- [50] Krysmann, W., Kurze, P., Dittrich, K.H., and Schnieder, H.G., *Cryst. Res. Technol.*, 19, 973, (1984).
- [51] Magurova, Yu. V., and Timoshenko, A. V., *Zashch. Met.* (in Russian) (for English translation see Prot. Met. ISSN 0033-1732, 31, 414, (1995)
- [52] Bakovets, V. V, Polyakov, O.V., and Dolgovesova, I.P., “Plasma Electrolytic Anode Treatment of Metals”, (ISBN 5-02-029248-6), (1991) in Russian.
- [53] Hickling, A and Ingram, M. D., *Trans. Faraday Soc.*, 60 (496, part 4), 783, (1964).
- [54] Wagner, H.E., Brandenburg, R., Kozlov, K. V., Sonnenfeld, A., Michel, P. and Behnke, J. F., *Vacuum*, 71, 417, (2003).
- [55] Yerokhin, A.L., L.O. Snizhko, N.L. Gurevina, A. Leyland, A. Pilkington, and A. Matthews, “Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminum”. *J. Phys. D.*, 36, 2110-2120, (2003).
- [56] Yerokhin, A.L., L.O. Snizhko, N.L. Gurevina, A. Leyland, A. Pilkington, and A. Matthews, “Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminum”. *J. Phys. D.*, 36, 2110-2120, (2003).
- [57] Tchernenko, V.I., Snezhko, L.A., Papanova, I.I., “Coatings by Anodic Spark Electrolysis”, *Khimiya*, Leningrad, (1991), in Russian.
- [58] Markov, G.A., Belevantsev, V.I., Terleeva, O.P., Shulepko Vestn. MGTU *Ser. Mashinostr.*, 1, 34, (1992) in Russian.
- [59] Zalyaletdinov, I.K., Lyudin, V.B., Pazuhin, Y., Kharitonov, B., Shichkov, B.V., Epelfeld, L.P., “Device mikrodogovogo oxidation valve metals and alloys”, *AV Patent* 1759041 RF (S25D 11/02).
- [60] Epelfeld, A.V., “The method of measurement through porous dielectric coatings derived mikroarc oxidation”, *Proceedings of the 3rd International Conference «energy and energy conservation in agriculture*, Part 2. Moscow: GNU VIESH, 325-329, (2003).
- [61] Xue, W.B., Deng Z.W., Lai,Y.C., and Chen, R.Y., “Analysis of Phase Distribution for Ceramic Coatings formed by Microarc Oxidation on Aluminum Alloy”, *J. Amer. Ceram. Soc.*, 81(5), 1365-1368, (1998)
- [62] Yerokhin, A.L., Nie, X., Leyland, A., Matthews, A. and Dowey, S.J. “Plasma Electrolysis for Surface Engineering (Review).” *Surf. Coat. Techn.*, 122 (2-3), 73-93, (1999).

- [63] Nie, X., Leyland, A., Song, H.W., Yerokhin, A.L., Dowey, S.J. and Matthews, A. "Thickness Effects on the Mechanical Properties of Micro-Arc Discharge Coatings on Aluminium Alloys" *Surf. & Coat. Techn.*, 119, 1055-1060, (1999).
- [64] Xue, W.B., Deng, Z.W. Chen, R.Z., Zhang, T.H. and Ma, H. "Microstructure and Properties of Ceramic Coatings Produced on 2024 Aluminum Alloy by Micro Arc Oxidation" *Surf. & Coat. Techn.*, 36, 2615-2619, (2001).
- [65] Tian, J., Luo, Z.Z., Qi, S.K. and. Sun, X.J "Structure and Antiwear Behavior of Micro-arc Oxidized Coatings on Aluminum Alloy". *Surf. & Coat. Techn.*, 154 (1), 1-7, (2002).
- [66] Guangliang, Y., Xianyi, I., Yizhen, B., Haifeng, C. and Zengsun, J. "The Effects of Current Density on the Phase Composition and Microstructure Properties of Micro-arc Oxidation Coatings", *J. Alloys Compounds*, 345, 196-200, (2002).
- [67] Xue, W.B., Wang, C., Li, Y.L., Deng, Z.W., Chen, R.Y. and Zhang, T.H., "Effect of microarc discharge surface treatment on the tensile properties of Al-Cu-Mg alloy", *Materials Letters*, 56(5), 737-743, (2002).
- [68] Rama-Krishna, L., Somaraju, K.R.C. and Sundararajan, G., "The Tribological Performance of Ultra-hard Ceramic Composite Coatings obtained through Microarc Oxidation", *Surf. Coat. Techn.*, 163-164, 484-490, (2003).
- [69] Nie, X., Meletis, E.I, Jiang, J.C., Leyland, A., Yerokhin, A.L. and Matthews, A., "Abrasive Wear/corrosion Properties and TEM Analysis of Al₂O₃ Coatings Fabricated using Plasma Electrolysis", *Surf. & Coat. Techn.*, 149 (2-3), 245-251, (2002).
- [70] Nie, X., Meletis, E.I, Jiang, J.C., Leyland, A., Yerokhin, A.L. and Matthews, A., "Abrasive Wear/corrosion Properties and TEM Analysis of Al₂O₃ Coatings Fabricated using Plasma Electrolysis", *Surf. & Coat. Techn.*, 149 (2-3), 245-251, (2002).
- [71] Kharitonov, D.Y., Gutsevich, E.I., Novikov, G.I. and Fridman, A.A., "On the Mechanism of Pulsed Electrolytic Spark Oxidation in Saturated Sulfuric Acid" (*in Russian*). *TsNII Atom. Inform.*, (1988).
- [72] Butyagin, P.I., Ramazanova, J.M., Khokhryakov, Y.V. Budnitskaya, Y.Y. and Mamaev. A., "Industrial Application of Coatings, Formed by Microarc Oxidation" *in Euromat*, Lausanne, (2003)
- [73] Yerokhin, A.L., Nie, X., Leyland, A. and Matthews, A., "Characterization of Oxide Films produced by Plasma Electrolytic Oxidation of a Ti-6Al-4V alloy", *Surf. & Coat. Techn.*, 130, (2-3), 195-206, (2000).
- [74] Malyshev, V.N., Petrosyants, A.A. and Gubkin, I.M., *MINKh&GP Collection of Works (in Russian)*, 185, (1985).

- [75] Dearnley, P.A., Gummersbach, J., Weiss, H., Ogwu, A.A. and Davies, T.J., “The sliding wear resistance and frictional characteristics of surface modified aluminium alloys under extreme pressure”, *Wear*, 225, 127-134, (1999).
- [76] Khaselev, O., Weiss, D., and Yahalom, J., “Anodizing of Pure Magnesiums in KOH-Aluminate Solutions under Sparking” *J. Electrochem. Soc.*, 146 (5), 1757-1761, (1999).
- [77] Bonilla, F.A., Berkani, A., Liu, Y., Skeldon, P., Thompson, G.E., Habazaki, H., Shimizu, K., John, C. and Stevens, K., “Formation of anodic films on magnesium alloys in an alkaline phosphate electrolyte”. *J Electrochem. Soc.*, 149 (1), B4-B13, (2002).
- [78] Han, Y., Hong, S.H. and Xu, K.W., “Porous nanocrystalline titania films by plasma electrolytic oxidation”, *Surf. Coat. Techn.*, 154 (2-3), 314-318, (2002).
- [79] Yerokhin, A.L., Voevodin, A.A., Lyubimov, V.V., Zabinski, J. and Donley, M., “Plasma Electrolytic Fabrication of Oxide Ceramic Surface Layers for Tribotechnical Purposes on Aluminum Alloys”, *Surf. Coat. Techn.*, 110 (3), 140-146, (1998).
- [80] Bulychev, S.I., Alekhin, V.P., Materials Testing by Continuous Indentation, *Mashinostroenie*, Moscow, (1990), in Russian.
- [81] Fyedorov, V.A., Gubkin, I.M., MINKh & GP Collection of Works, *MINKh&GP*, Moscow, 185, 22, (1985), in Russian.
- [82] Saakiyan, L.S., Efremov, A.P., Soboleva, I.A., *Zashch. Met.*, 30 (1), 101, (1994), in Russian.
- [83] Yerokhin, A.L., Lyubimov, V.V., Voevodin, A.A., Donley, M.S., Zabinski, J.S., *Proceedings of the Russian Conference*, SET’97, Tula, 239, (1997).
- [84] Yerokhin, A.L., Matthews, A., Dowey, S., Lyubimov, V.V., *Treniei Iznos* 19, 5, 642, (1998), in Russian.
- [85] Atar, E., Sarioglu, C., Demirler, U., U. Kayali, U., Cimenoglu, H., “Residual Stress Estimation of Ceramic Thin Films by X-ray Diffraction and Indentation Techniques”, *Elsevier*, (2003).
- [86] Society for Automotive Engineering, “Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction”, 2nd edR, *SAE*, 748a, (1971).
- [87] ASM Handbook, Surface Engineering, vol., *ASM International*, USA, 5, 647, (1999).

- [88] Curan, J.A. and Clyne, T.W., “Thermo-physical properties of plasma electrolytic oxide coatings on aluminum”, *Surface and Coatings Technology*, 199, Issues 2-3, Plasma Electrolysis, 168-176, (2005).
- [89] Askeland, D.R., The Science and Engineering of Materials, 4th edition, Thermal Properties of Materials, (Chap. 21), (2004).
- [90] Tian, J., Luo, Z.Z., Qi, S.K. and Sun, X.J., “Structure and Antiwear Behavior of Micro-arc Oxidized Coatings on Aluminum Alloy”, *Surf. & Coat. Techn.*, 154, 1, 1-7, (2002).
- [91] Wei, T., Yan, F. and Tian, J. “Characterization and Wear and Corrosion-resistance of Microarc Oxidation Ceramic Coatings on Aluminum Alloy”. *J. Alloys and Compounds*, 389, 169-176, (2004).
- [92] Gnedenkov, S.V., Khrisanfova, O.A., Zavidnaya, A.G., Sinebrukhov, S.L., Gordienko, P.S., Iwatsubo, S. and Matsui, A., “Composition and Adhesion of Protective Coatings on Aluminum”, *Surf. & Coat. Techn.*, 145 (1-3), 146-151, (2001).
- [93] Sun, X.T., Jiang, Z.H., Sing, S.G. and. Yao, Z.P, “Composition and mechanical properties of hard ceramic coating containing alpha-Al₂O₃ produced by microarc oxidation on Ti-6Al-4V alloy”, *Thin Solid Films*, 471 (1-2), 194-199, (2005).
- [94] Gnedenkov, S.V., Khrisanfova, O.A., Zavidnaya, A.G., Sinebrukhov, S.L., Kovryanov, A.N., Scorobogatova, T.M. and Gordienko, P.S., “Production of hard and heat-resistant coatings on aluminum using a plasma micro-discharge”. *Surf. & Coat. Techn.*, 123, 24-28, (2000).
- [95] Butyagin, P.I., Khokhryakov, Y.V. and Mamaev, A.I., “Microplasma Systems for Creating Coatings on Aluminium Alloys”, *Materials Letts.*, 57, 1748-1751, (2003).
- [96] Bruyn, K. D., “Coating Thickness and Surface Roughness of TiN Coated High Speed Steel in Relation to Functionality”, *Wear*, 127, 129, (1993).
- [97] Türküz, C, “Ark PVD Yöntemiyle TiN Kaplanmış Kesici Takımların Karakterizasyonu ve Performanslarının İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü*, (1997).
- [98] Chalker, P.R. ve diğ., “A Review of The Methods for The Evaluation of Coating-Substrate Adhesion”, *Materials Science and Engineering A*, 140, 583-592, (1991).
- [99] Mittal, K.L., “Adhesion Aspects of Thin Films”, Vol.1, *VSP BV*, Utrecht, The Netherlands, (2001).
- [100] Bull, S.J., “Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test”, *Tribol. Inter.*, 30, 491-498, (1997).

- [101] Heinke, W., Leyland, A., Matthews, A., Berg, G., Fredrich, C., Broszeit, E., “Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests”, *Thin Solid Films*, 270, 431-438, (1995).
- [102] Alpdoruk, D., “Kesici Takımlar Üzerine Yapılan TiN Sert Seramik Film Kaplamanın Kesici Takım Ömrüne Etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, *İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü*, (1996).
- [103] Ahlaycı, H., “Kesici Takımların Performansına Takım Malzemesinin ve TiN Kaplamanın Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, *İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü*, (1997).
- [104] Su, Y.L., Kao, W.H., “Tribological behaviour and wear mechanism of MoS₂-Cr coatings sliding against various counterbody”, *Tribol. Inter.*, 36, 11-23, (2003).
- [105] Burnett, P.J., Rickerby, D.S., “The scratch adhesion test: an elastic-plastic indentation analysis”, *Thin Solid Films*, 157, 233-254, (1988).
- [106] Bhushan, B., “Modern Tribology Handbook” Vol. I and Vol. II, The Mechanics and Materials Science Series, *CRC press*, New York, USA., (2001).
- [107] Kayalı, E.S., Eruslu, N., Ürgen, M., Taptık, Y., Çimenoglu, H., “Hasar analizi seminer notları”, *Metalurji Mühendisleri Odası*, İstanbul-Türkiye, (1997).
- [108] Stachowiak, G. W., Batchelor, A.W., “Engineering Tribology”, Butterworth-*Heinemann*, Boston, (2001).
- [109] Bhushan, B., “Principles and Applications of Tribology, A Wiley-Interscience Publication”, *John Wiley and Sons Inc.* New York, USA,(1999).
- [110] Rabinowicz, E., “Friction and Wear of Materials”,A Wiley-Interscience Publication, *John Wiley and Sons Inc.* New York, USA, (1995).
- [111] Matthews, A., Leyland, A., Holmberg, K., Ronkainen, H., “Design aspects for advanced tribological surface coatings”, *Surf. Coat. Technol.*, 100-101, 1-6, (1998).
- [112] Holmberg, K., Matthews, A., Ronkainen, H., “Coating tribology-contact mechanisms and surface design”, *Trib. Inter.*, 31, 1-3, 107-120, (1998).
- [113] Kato, K., “Wear in relation to friction-a review”, *Wear*, 241, 151-157, (1998).
- [114] Üneri, S., “Korozyon ve Önlenmesi”, *Korozyon Derneği Yayını*, Ankara, 134-115, (1998).
- [115] Erbil, M, Korozyon- I, *SEGEM yayınları*, 270 s, Ankara, (1984).
- [116] Aksüt, A.A., “İnhibitörler ve Bunların Korozyonu Önleme Mekanizmaları”, *Standart Ekonomik ve Teknik Dergi*, 249, 18, (1982).

- [117] Aksüt., A.A., “Elektrokimyasal Test Yöntemleri”, **SAGEM Yayınları**, 66, Ankara, (1989).
- [118] Asan, A., “Yumuşak çelikler üzerinde polipirol kaplama koşullarının araştırılması ve korozyondan koruma etkinliğinin belirlenmesi”, Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara ilimleri Enstitüsü, Ankara, 23-32, 79-82, (2003).
- [119] Bocris J. O. M. and Khan S. U. M., “Surface Electrochemistry A Molecular Level Approach”, **Plenum Press**, NewYork and London, 750, (1993).
- [120] Mamaş, S., “Alüminyumun polipirol filmlerle kaplanması ve korozyona karşı etkinliğinin belirlenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen B.**, Ankara, 79-82, (2003).
- [121] Yerokhin, A.L., Lyubimov, V.V. and Ashitkov, R.V. “Phase Formation in Ceramic Coatings During Plasma Electrolytic Oxidation of Aluminium Alloys”. **Ceramics International**, 24, 1-6, (1996).
- [122] Wang, Y.K. Sheng, L. Xiong, R.Z. and Li, B.S.,” Effects of additives in electrolyte on charecteristics of ceramic coatings formed by microarc oxidation”, **Surface Engineering**, 15, (2), 109-112, (1999).
- [123] Xue, W., Deng,Z., Chen,R. and Zhang, T., “Growth regularity of ceramic coatings formed by microarc oxidation on Al-Cu-Mg alloy”, **Thin Solid Films**, 372, (1–2), 1, 114–117, (2000).
- [124] Guang-Liang, Y., Xian-Yi, L., Yi-Zhen, B., Zeng-Sun, J., “Characterization of microarc oxidation discharge process for depositing ceramic coating”, **Chin.Phys. Lett.**, 18, (8), 1141-1143, (2001).
- [125] Xue, W., Wang, C., Deng, Z., Chen, R., Li, Y. and Zhang, T., “Evaluation of the mechanical properties of microarc oxidation coatings and 2024 aluminium alloy substrate”, **J. Physics Condens. Matter**, 14, 10947–10952, (2002).
- [126] Xue, W., Wang, C., Li, Y., Chen, R and Zhang, T., “Analyses of microarc oxidation coatings formed on Si-containing cast aluminum alloy in silicate solution”, **ISIJ International**, 42 (11), 1273-1277, (2002).
- [127] Sundararajan, G. and Krishna, L.R., “Mechanisms Underlying the Formation of Thick Alumina Coatings through the MAO Coating Technology”. **Surf. Coat. Techn.**, 167, 269-277, (2003).
- [128] Han-Hua, W., Zeng-Sun, J., Bei-Yu, L., Feng-Rong, Y., Xian-Yi, L., “Characterization of microarc oxidation process on aluminum alloy”, **Chin.Phys. Lett.**, 20 (10), 1815–1818, (2003).

- [129] Yerokhin, A.L., Snizhko, L.O., Gurevina, N.L., Leyland, A., Pilkington, A. and Matthews, A. “Spatial characteristics of discharge phenomena in plasma electrolytic oxidation of aluminum alloys”, *Surface and Coating Tech.*, 177, 779-783, (2004).
- [130] Nie, X., Wang, L., Konca, E. Alpas, A. T., “Tribological behavior of oxide/graphite composite coatings deposited using electrolytic plasma process”, *Surface and Coatings Technology*, Issues 188–189, 207–213, (2004).
- [131] Curan, J.A. and Clyne, T.W., ”Thermo-physical properties of plasma electrolytic oxide coatings on aluminum”, *Surface and Coatings Technology*, 199, Issues 2-3, Plasma Electrolysis, 168-176, (2005).
- [132] Yerokhin, A.L., Shatrov, A., Samsonov, V., Shashkov, P., Pilkington, A., Leyland, A. and Matthews, A., “Oxide ceramic coatings on aluminium alloys produced by a pulsed bipolar plasma electrolytic oxidation process”, *Surface and Coatings Technology*, 199, Issues 2-3, Plasma Electrolysis, 150-157, (2005).
- [133] Wu, H., Wang, J., Long, B., Long, B., Jin, Z., Naidan, W., Yu, F. and Bi, D., “Ultra-hard ceramic coatings fabricated through microarc oxidation on aluminum alloy”, *Applied Surface Science*, 252 (5), 1545–1552, (2005).
- [134] Shi-Gang, X., Li-Xin, S., Rong-Gen, Z., Xing-Fang, H., “Properties of aluminum oxide coating on aluminum alloy produced by micro-arc oxidation”, *Surface and Coatings Technology*, (2005).
- [135] Zhang, J., Alpas, A.T., *Acta Mater*, 45, 513, (1997).
- [136] Curan, J.A. and Clyne, T.W., “The thermal conductivity of plasma electrolytic oxide coatings on aluminium and magnesium”, *Surface and Coatings Technology*, 199, (2-3), Plasma Electrolysis, 177-183, (2005).
- [137] Long, B.H, Wu, H.H., Long, B.Y., Wang, J.B., Wang, N.D., Lü, X.Y., Jin, Z.S. and Bai, Y Z., “Characteristics of electric parameters in aluminium alloy MAO coating process”, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 38, 3491–3496, (2005).
- [138] Samir H. Awad, H., Qian, C., “Deposition of duplex Al₂O₃/TiN coatings on aluminum alloys for tribological application (MPO) and arc ion plating (AIP)”, *Wear*, (2005).
- [139] Zheng, H.Y., Wang, Y.K., Li, B.S. and Han, G.R., “The effects of Na₂WO₄ concentration on the properties of microarc oxidation coatings on aluminum alloy”, *Materials Letters*, 59 (2-3), 139-142, (2005).
- [140] Xin, S., Song, L., Zhao, R., Hu, X., “Composition and thermal properties of the coating containing mullite and alumina”, *Materials Chemistry and Physics*, (2005).
- [141] Wang, C., Zhang, D., Jiang, Y. “Growth process and wear resistance for ceramic coatings formed on Al-Cu-Mg alloy by micro-arc oxidation”, *Applied Surface Science*, (2006).

- [142] Zhou, X., Skeldon, P., Thompson, G.E., Wood, G.C., Habazaki, H., Shimizu, K., Habazaki, H., *Corrosion Sci.*, 41, 1599, (1999).
- [143] Lyu, Y., Skeldon, P., Thompson, G.E., Habazaki, H., Shimizu, K., Habazaki, H., *Corrosion Sci.*, 44, 1133, (2002).
- [144] Leach, J.S., Panagopoulos, C.N., *Electrochim. Acta.*, 32, 411, (1987).
- [145] Maqurova, Yu.V., Rakoch, A.G., Mo, K., Kinetics of growth of oxide-ceramic coatings on aluminium alloys during microplasma oxidation, *II France Russia Seminar*, New Achievements in Materials Science.
- [146] Ramaswamy, P., Seethaamu, S., Varma, K.B.R., Rao, K.J., *J. Therm Spray*, 7 (4), 497–504, (1998).
- [147] Klapkiv, M.D., *Mater.Sci.*, 31, 494-499, (1995).
- [148] Alcala, G., Skeldon, P., Thompson, G.E., Mann, A.B., Habazaki, H. and Shimizu, K., “Mechanical properties of amorphous anodic alumina and tantala films using nanoindentation”. *Nanotechnology*, 13, 451-455, (2002).
- [149] Skeldon, P., H.W. Wang, and G.E. Thompson, “Formation and characterisation of self-lubricating MoS₂ precursor films on anodized aluminium”, *Wear*, 206, 187-196, (1997).
- [150] MacKenzie, J.K., “The elastic constants of a solid containing spherical holes”. *Proceedings of the Physical Society*, B63: 2-11, (1950).
- [151] McColm, I.J., “Ceramic Hardness”, *Plenum Press*, New York, (1990).
- [152] Bull, S.J., *Surf.Coat.Technol*, 50, 25-32, (1991).
- [153] Burnett, P. J., Rickerby, D. S., “The Relation Between Hardness and Scratch Adhesion”, *Thin Solid Films*, 403-416, (1987).
- [154] Malyshev, V.N., Markov, G.A., Fedorov, V.A, Petrosyants and Tereeva, O.P., “Features of the structure and properties of coatings applied by the method of microarc oxidation”, 26-27, (1984).
- [155] S.V.Gnedenkov, Gordiemko, P.S., Sinebrukhov, S.L., Kovranov, A.N., Khrisanfova, O.A., Cherednichenko, A.I., Korkosh, S.V. and Khromushkin, K.D. *Russ.J. Appl.Chem.*, 73, 6, (2000).
- [156] Teoh, SH., “Fatigue of biomaterials”, *Int J Fatigue*, 22, 825-37, (2000).

ÖZGEÇMİŞ

1969 yılında Sivas'ta doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Sivas'ta tamamladı. 1987 yılında girdiği Çukurova Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü'nden 1991 yılında Makine Mühendisi olarak mezun oldu. 1994-1996 yılları arasında, Amerika'da Pittsburgh Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans öğrenimini tamamladı. 2002 yılından beri Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmakta olup, evli ve 1 çocuk babasıdır.