

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Al-Mg ve Al-Mg-Zn ALAŞIMLARININ İKİ FARKLI ELEKTROLİT
İÇERİSİNDE MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİ İLE
KAPLANMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Gürkan TARAKÇI

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ**
Tez Danışmanı : Doç. Dr. Mediha İPEK
Ortak Danışman : Prof. Dr. Yücel GENÇER

Şubat 2020

BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.



Gürkan TARAKÇI

13.02.2020

TEŞEKKÜR

Lisans ve yüksek lisans eğitimim boyunca, değerli bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, her konuda bilgi ve desteğini almaktan çekinmediğim, araştırmanın planlanmasından yazılmasına kadar tüm aşamalarında yardımlarını esirgemeyen, teşvik eden, aynı titizlikte beni yönlendiren değerli danışman hocalarım Doç. Dr. Mediha İPEK'e ve Prof. Dr. Yücel GENÇER'e teşekkürlerimi sunarım.

Hayatımın her alanında gelişmem için benden bilgi ve birikimini esirgemeyen her konuda yardım elini uzatıp destek olan değerli hocam Prof. Dr. Mehmet TARAKÇI'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Tez çalışmam boyunca benden yardımlarını esirgemeyen, bilgi birikimlerini paylaşan Arş. Gör. Sezgin CENGİZ'e, Dr. Yunus AZAKLIY'a, Arş. Gör. Kerem Özgür GÜNDÜZ'e ve Dr. Öğr. Üyesi Mustafa Safa YILMAZ'a teşekkürü bir borç bilirim.

Deneyisel çalışmalarında yardımcı olan Uzman Adem ŞEN ve Uzman Ahmet NAZIM'a teşekkür ederim.

Hayatımın her aşamasında benden yardımlarını esirgemeyen ve destek olan sevgili aileme teşekkür ediyor ve şükranlarımı sunuyorum.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	i
İÇİNDEKİLER.....	ii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	v
TABLolar LİSTESİ.....	x
ÖZET.....	xi
SUMMARY.....	xii
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2.	
MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİ.....	3
2.1. MAO Kaplama Tekniğı.....	4
2.2. MAO İşleminin Fiziksel ve Kimyasal Temelleri.....	4
2.3. Akım Voltaj Karakteristikleri.....	5
2.4. MAO Prosesinde Deşarj ve Kaplama Oluşumu.....	7
2.5. Elektrolit Kompozisyonun Etkileri.....	8
2.6. Akım Rejimi ve Kaplamaya Olan Etkileri.....	9
2.7. MAO Kaplama Özellikleri.....	10
2.7.1. Mikroyapı.....	10
2.7.2. Mekanik özellikler.....	11
2.7.3. Faz yapısı ve oluşumu.....	12
2.8. MAO Yöntemi ile Yapılan Çalışmalar.....	13
BÖLÜM 3.	
DENEYSEL ÇALIŞMA VE YÖNTEM.....	17
3.1. Amaç.....	17

3.2. Deneysel Çalışmada İzlenen Yol.....	18
3.3. Altlıkların Üretimi.....	18
3.4. Altlıkların Mikroyapı ve Faz Analizi.....	19
3.5. Alaşımların MAO ile Kaplanması.....	20
3.6. Elektrolit çözeltilerin Hazırlanması.....	21
3.6.1. MAO kaplama prosesi.....	22
3.7. Kaplamaların Karakterizasyonu.....	23
3.7.1. Mikroyapı incelemeleri.....	23
3.7.2. Faz analizi.....	24
3.7.3. Kaplama kalınlık ölçümü.....	24
3.7.4. Yüzey pürüzlülüğü (R_a) ölçümü.....	24
3.7.5. Mikrosertlik ölçümü.....	26
BÖLÜM 4.	
DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	27
4.1. Altlıkların Karakterizasyonu.....	27
4.2. MAO Kaplamaların Karakterizasyonu.....	29
4.2.1. Yüzey pürüzlülüğü.....	29
4.2.2. Kaplama kalınlığı.....	31
4.2.3. XRD.....	33
4.2.4. Mikroyapı.....	36
4.2.5. Kesit SEM.....	55
4.2.6. Kesit SEM-EDS.....	61
4.2.7. Mikrosertlik.....	70
BÖLÜM 5.	
GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	72
KAYNAKLAR.....	74
ÖZGEÇMİŞ.....	81

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

A	: Amper
α -Al ₂ O ₃	: Alfa alümina
Al	: Alüminyum
DC	: Doğru akım
EDS	: Enerji Dağılım Spektrometresi
gr	: Gram
γ - Al ₂ O ₃	: Gama alümina
K	: Kelvin
KOH	: Potasyum hidroksit
MAO	: Mikro ark oksidasyon
Mg	: Magnezyum
mm ²	: Milimetre kare
NaAlO ₂	: Sodyum alüminat
Na	: Sodyum
γ - Al ₂ O ₃	: Gama alümina
O	: Oksijen
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
Si	: Silisyum
Zn	: Çinko
ZnO	: Çinko oksit
XRD	: X-Işını difraksiyonu
% at	: Atomik yüzde
°C	: Santigrat derece
µm	: Mikrometre

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2. 1. Sıvı çözeltilerin elektrolizi sırasında gerçekleşen işlemler.....	5
Şekil 2. 2. Plazma elektroliz sisteminde akım-voltaj grafiği.....	6
Şekil 2. 3. Oluşan deşarj modellerinin şematik gösterimi.....	8
Şekil 2. 4. Farklı elektrolitik çözeltilerde MAO kaplama yöntemi ile kaplanan alüminyum için $I=f(U)$ fonksiyonu.....	8
Şekil 2. 5. MAO yöntemi ile oluşturulan kaplamaların kaplama kesitinden alınan sertlik dağılımı.....	11
Şekil 2. 6. Bazı malzemelerin aşınma dirençlerinin göreceli gösterim grafiği.....	12
Şekil 3. 1. Deneysel çalışma adımlarını gösteren akış şeması.....	18
Şekil 3. 2. İndüksiyon döküm sisteminin şematik gösterimi.....	19
Şekil 3. 3. Kaplama işlemi yapılacak alaşım numunelerinin kesim aşaması.....	21
Şekil 3. 4. MAO sistemi şematik gösterimi, 1. Güç kaynağı, 2. Osiloskop, 3. Bilgisayar, 4. Çelik kazan, 5. Pompa, 6. Numune.....	23
Şekil 3. 5. Girdap akımı uygulama şeması.....	24
Şekil 3. 6. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü şematik ve matematiksel ifadeleri.....	25
Şekil 3. 7. Vickers ucu uygulama şeması.....	26
Şekil 4. 1. Al ve Al alaşımların dökülmüş haldeki makro görüntüleri. a) Al, b) Al-2Mg, c) Al-2Mg-3Zn, d) Al-2Mg-6Zn, e) Al-2Mg-9Zn, f) Al-2Mg-12Zn, g) Al-2Mg-15Zn.....	28
Şekil 4. 2. Döküm haldeki Al ve Al alaşımlarına ait XRD analizi.....	29
Şekil 4. 3. Al, Al-2Mg ve Al-2Mg alaşımına Zn ilavesi ile yüzey pürüzlülük değişimi.....	30
Şekil 4. 4. Sodyum silikatlı çözelti içerisinde kaplanan numunelerin kaplama kalınlığının altlıktaki Zn miktarına bağlı olarak değişimi.....	32
Şekil 4. 5. MAO yöntemi ile silikatlı elektrolit içerisinde Saf Al üzerinde oluşturulan kaplamanın XRD analizi.....	34

Şekil 4. 6. MAO yöntemi ile silikatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların XRD analizi.....	34
Şekil 4.7. MAO yöntemi ile silikatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların 1000 grit zımpara ile zımparalanması sonrası XRD analizi.....	35
Şekil 4. 8. MAO yöntemi ile alüminatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların XRD analizi.....	35
Şekil 4. 9. a), c), e) silikatlı ve b), d), f) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyumun kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü.....	39
Şekil 4. 10. a), c), e), g), ı), k) silikatlı ve b), d), f), h), j), l) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımlarının kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, silikatlı elektrolit içerisindeki numuneler 125X ve alüminatlı çözelti içerisindeki numuneler 500X.....	40
Şekil 4. 11. (devam) g), ı), k) silikatlı ve h), j), l) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, silikatlı elektrolit içerisindeki numuneler 125X ve alüminatlı çözelti içerisindeki numuneler 500X.....	41
Şekil 4. 12. a), c), e) silikatlı ve b), d), f) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, silikatlı elektrolit içerisindeki numuneler 1000X ve alüminatlı çözelti içerisindeki numuneler 2000X.....	42
Şekil 4. 13. (devam) g), ı), k) silikatlı h), j), l) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, silikatlı elektrolit içerisindeki numuneler 1000X ve alüminatlı çözelti içerisindeki numuneler 2000X.....	43
Şekil 4. 14. a), c), e) silikatlı ve b), d), f) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, 5000X.....	44

Şekil 4. 15. (devam) g), ı), k) silikatlı ve h), j), l) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, 5000X.....	45
Şekil 4. 16. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü 10000X.....	46
Şekil 4. 17. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf Al üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	48
Şekil 4. 18. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	48
Şekil 4. 19. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-3Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	49
Şekil 4. 20. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-6Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	49
Şekil 4. 21. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-9Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	50
Şekil 4. 22. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-12Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	50
Şekil 4. 23. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	51
Şekil 4. 24. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf Al üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	51
Şekil 4. 25. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	52
Şekil 4. 26. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-3Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	52
Şekil 4. 27. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-6Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	53
Şekil 4. 28. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-9Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	53
Şekil 4. 29. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-12Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	54

Şekil 4. 30. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.....	54
Şekil 4. 31. a), c) silikatlı ve b), d) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyum alaşımlarının kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.....	55
Şekil 4. 32. a), c), e) silikatlı 250X ve b), d), f) alüminatlı 750X elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.....	57
Şekil 4. 33. (Devam) g), ı), k) silikatlı 250X ve h), j), l) 750X alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.....	58
Şekil 4. 34. a), c), e) silikatlı 750X ve b), d), f) alüminatlı 2000X elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.....	59
Şekil 4. 35. (Devam) g), ı), k) silikatlı 750X ve h), j), l) 2000X alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.....	60
Şekil 4. 36. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf Al üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.....	62
Şekil 4. 37. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.....	62
Şekil 4. 38. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-3Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın SEM-EDS haritalama görüntüsü.....	63
Şekil 4. 39. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-6Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.....	63
Şekil 4. 40. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-9Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.....	64
Şekil 4. 41. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-12Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.....	65
Şekil 4. 42. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın SEM-EDS haritalama görüntüsü.....	66

Şekil 4. 43. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf Al üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.....	66
Şekil 4. 44. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.....	67
Şekil 4. 45. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-3Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın SEM- EDS haritalama görüntüsü.....	67
Şekil 4. 46. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-6Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.....	68
Şekil 4. 47. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-9Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.	68
Şekil 4. 48. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-12Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.....	69
Şekil 4. 49. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.	69
Şekil 4. 50. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerin altlıktan itibaren kaplama boyunca sertlik değişimi.....	70
Şekil 4. 51. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerin altlıktan itibaren kaplama boyunca sertlik değişimi.....	71

TABLÖLER LİSTESİ

Tablo 4.1. Alaşımların kimyasal analizi (SEM-EDS).....	27
Tablo 4.2. Silikatlı ve alüminatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamalardaki XRD analizi ile belirlenen fazlar.....	36
Tablo 4.3. Şekil 4.17.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	48
Tablo 4.4. Şekil 4.18.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	48
Tablo 4.5. Şekil 4.19.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	49
Tablo 4.6. Şekil 4.20.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	49
Tablo 4.7. Şekil 4.21.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	50
Tablo 4.8. Şekil 4.22.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	50
Tablo 4.9. Şekil 4.23.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	51
Tablo 4.10. Şekil 4.24.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	51
Tablo 4.11. Şekil 4.25.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	52
Tablo 4.12. Şekil 4.26.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	52
Tablo 4.13. Şekil 4.27.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	53
Tablo 4.14. Şekil 4.28.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	53
Tablo 4.15. Şekil 4.29.'da verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	54
Tablo 4.16. Şekil 4.30.'da verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	54
Tablo 4.17. Şekil 4.39.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	63
Tablo 4.18. Şekil 4.40.'da verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	64
Tablo 4.19. Şekil 4.41.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	65
Tablo 4.20. Şekil 4.43.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	66
Tablo 4.21. Şekil 4.46.'da verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	68
Tablo 4.22. Şekil 4.48.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.	69

ÖZET

Anahtar kelimeler: Mikroark oksidasyon (MAO); Al-Mg alaşımları, 7XXX serisi Al alaşımları; Seramik kaplama, Alüminyum oksit.

Bu çalışmada, alaşım elementi olarak çinkonun Al-Mg alaşımlarının yüzeyinde MAO ile sentezlenen seramik bazlı kaplamalara etkisi araştırılmıştır.

Öncelikle kontrollü atmosferde indüksiyon yöntemi ile ergitilip bakır kalıba dökülerek Al, Al-Mg (atomik % 2 Mg) ve Al-2Mg-Zn (atomik % 3, 6, 9, 12, 15 Zn) alaşımları hazırlanmıştır. Karakterizasyonları yapıldıktan sonra bu altlıklar silikatlı ve alüminatlı iki farklı elektrolit içerisinde sabit voltaj ve akımda 20 dakika süreyle MAO yöntemi ile kaplanmıştır. Kaplanan numuneler X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılım spektrometresi (EDS), girdap akım test cihazı, mikrosertlik cihazı ve yüzey pürüzlülüğü test cihazı kullanılarak karakterize edilmiştir. Her iki elektrolit içerisinde sentezlenen kaplamaların faz bileşimleri birbirine benzerdir. Saf alüminyum ve Al-2Mg yüzeyinde oluşturulan kaplama Al ile α -alümina ve γ -alümina'dan oluşmaktadır. % 6 Zn'ya kadar Zn içeren Al-Mg-Zn alaşımları yüzeyinde oluşturulan kaplamalar Al ile γ -alümina fazından oluşmakta, % 9 Zn ve üzerinde Zn içeren Al-Mg-Zn alaşımlarında ise ZnO fazı da bulunmaktadır. Ayrıca alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn numunesinin yüzeyinde ZnAlO fazı da oluşmuştur. Silikatlı elektrolit içerisinde 90-110 μ m, alüminatlı elektrolit içerisinde ise 18-38 μ m kalınlıkta kaplamalar elde edilmiştir. Altlıktaki alaşım elementi içeriğinin değişimi ile kaplama kalınlıklarında önemli bir değişiklik meydana gelmemiştir. Silikatlı elektrolit içerisinde oluşan kaplamalar süngerimsi, gözenekli, alüminatlı elektrolit içerisinde oluşan kaplamalar ise krater yapısına benzer ve homojen dağılmış dairesel gözeneklerden oluşan yüzey morfolojisine sahiptir. Tüm numunelerin yüzey pürüzlülüğü değerleri, MAO ile kaplama sonrası kaplama öncesine göre daha yüksektir. Yüzey pürüzlülüğündeki artış silikatlı elektrolit ile kaplanan numunelerde çok daha belirgindir. En yüksek kaplama sertlik değeri (2098 HV) silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyum yüzeyinde elde edilmiştir. Alaşımların yüzeyinde alüminatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların sertliği silikatlı elektrolit içerisinde oluşturulanlardan daha yüksektir.

COATING OF Al-Mg and Al-Mg-Zn ALLOYS IN TWO DIFFERENT ELECTROLYTES BY MICROARC OXIDATION METHOD

SUMMARY

Keywords: Microarc oxidation (MAO); Al-Mg- alloys; 7XXX series Al alloys; Ceramic coating, Aluminum oxide.

In this study, the effect of zinc as an alloying element on the ceramic-based coatings synthesized by MAO on the surface of Al-Mg alloys was investigated.

First, Al, Al-Mg (atomic 2% Mg) and Al-2Mg-Zn (atomic 3, 6, 9, 12, 15 % Zn) alloys were prepared by induction melting in a controlled atmosphere and casting into copper mold. After their characterization, these substrates were coated by MAO method in silicate and aluminate electrolytes at constant voltage and current for 20 minutes. The coated samples were characterized using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope (SEM), energy dispersion spectrometer (EDS), eddy current tester, microhardness tester and profilometer. The phase contents of the coatings synthesized in both electrolytes are similar. The coating formed on the surface of pure aluminum and Al-2Mg consists of Al and α -alumina and γ -alumina. Al-Mg-Zn alloys containing up to 6 % Zn are composed of Al and γ -alumina phases while Al-Mg-Zn alloys with 9 % and more Zn contains also ZnO phase. ZnAlO phase was also evident on the surface of Al-2Mg-15Zn sample coated in aluminate solution. The coating thicknesses obtained were 90-110 μm and 18-38 in sodium silicate solution and aluminate solution respectively. There was no significant change in coating thicknesses with the change of alloy element content in the substrates. Sponge-like, porous coating morphology formed in silicate electrolyte while crater like with homogeneously distributed circular pores coating morphology formed in aluminate electrolyte. Surface roughness values of all coated samples are higher than those of substrates before MAO. The increase in surface roughness was much more pronounced for the samples coated in silicate electrolyte. The highest coating hardness value (2098 HV) was obtained on the surface of pure aluminum coated in silicate solution. The hardness values of the coatings formed in the aluminate solution are higher than those of formed in the silicate solution.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Alüminyum ve alüminyum alaşımları düşük yoğunluk, yüksek özgül mukavemet, süneklik, tokluk gibi öne çıkan özellikleri ve geri dönüştürülebilir parçalara olan artan talep nedeni ile otomotiv, inşaat, uzay ve havacılık sanayinde performans unsurlarından ödün vermeden ağırlık ve yakıt tasarrufu sağlamaları, yüksek ısı ve elektriksel iletkenlik sağlamalarının yanı sıra alüminyumun kolay şekillenebilir olması, oksitlenmeye ve atmosferik ortamlarda korozyona karşı dayanıklı olması, kullanım alanını oldukça artırmaktadır [1,2,3,4]. Ticari olarak alüminyum parçalarının kullanımının artışına bağlı olarak kullanıldığı ortamda alüminyum parçalarının kullanım ömrünün artırılması ve özelliklerinin iyileştirilmesine de ihtiyaç giderek artmaktadır. Bu nedenle alüminyuma farklı ana alaşım elementleri (Cu, Si, Mn, Mg, Zn, Li) ilave edilerek ısıl işlem ya da yüzey kaplama işlemleri yapılarak performansları artırılmaktadır [2,5,6,7]. Metallerin yüzey özelliklerinin geliştirilmesinde aşınma, korozyon ve yüksek sıcaklıklara dayanımından dolayı seramik kaplamalar tercih edilmektedir. Kuvvetli bağ yapısından dolayı seramik malzemeler yüksek sertlik ve mukavemet özelliklerine sahiptir. Metalik malzemelerin kolay şekillenebilirlik ve tokluk özelliğini kaybetmemesi ve Seramiklerin üstün özellikleri metalik malzemelere kazandırılması için seramik kaplamalar yapılmaktadır [8].

Metalik malzemelerin yüzeyinde oksit tabaka biriktirmek için kimyasal buhar çöktürme, alev püskürtme, plazma spray, eloksal kaplama ve mikroark oksidasyon (MAO) yöntemi gibi başlıca kaplama yöntemleri kullanılmaktadır [9,10,11]. MAO yöntemi bazı demir dışı metaller ve alaşımlarının elektrolit içerisinde dielektrik kırılma voltajından daha yüksek voltaj uygulanarak ark deşarjları uygulanması ile yüzeyde anodik film tabakası oluşturulması için kullanılan kaplama tekniğidir [12,13,14,15,16]. MAO yöntemi günümüz teknolojisinde de önemli hale gelen Al, Mg, Ti, Zr gibi hafif metallerin ve alaşımlarının üzerine seramik kaplama yaparak,

malzemelerin korozyon direnci, aşınma, yüksek sertlik ve altlık numune ile iyi yapışma özelliği göstermesi nedeni ile malzemeye geniş bir kullanım alanı sunmaktadır [17,18,19,20,21]. MAO yöntemin diğer bir avantajı ise karmaşık geometrili parçaların yüzeyinde homojen olarak oksit tabaka oluşturma ile mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi ve çevreye zarar vermemesi, yöntemin üstünlüklerindendir. Üretilen kaplamalar, hafif metallere uygulanmasından dolayı havacılık, uzay sanayi, biyo uyumlu implant malzemeler, elektronik cihazlar, otomotiv ve deniz sanayi gibi birçok alanda kullanım imkânı bulmaktadır [22]. MAO yönteminin kullanımını sınırlayan faktör olarak, sistemde yüksek voltaj (300 – 600 V) ve akım yoğunluğunun (10 – 60 A/dm²) aralıklarında kullanımına bağlı olarak ortaya çıkan yüksek enerji tüketimidir [23].

BÖLÜM 2. MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİ

MAO yöntemi son yıllarda Al, Mg, Ti, Zr, gibi hafif metal ve alaşımlarının yüzeylerinde korozyona dayanıklı, yüksek sertlik ve yapışması iyi, yüksek aşınma direncine sahip kalın ve yoğun seramik oksit kaplamalar yapılarak, metalin yüzey özelliklerini geliştiren bir kaplama tekniğidir [24,25,26,27]. MAO yöntemi ile üretilen kaplamaların kullanım sırasında gösterdiği performans, kullanılan elektrolit, voltaja, akım yoğunluğuna, çözelti sıcaklığı, kaplama süresi ve kullanılan altlık numunenin kimyasal yapısına göre değişiklik gösterebilmektedir. MAO yöntemi ile oluşturulan kaplamalar, porozitelilik, yoğunluk, kaplama kalınlığı, altlık numune ile yapışma, yüzey pürüzlülüğü, sertlik ve tokluk gibi kaplamanın özelliklerini geliştirmekte olduğu bilinmektedir [12,23,28]. MAO yöntemi ile ilgili yapılan kontrollü çalışma 1950-1960 yıllarında Mc. Neil ve Gruss tarafından yapılmıştır [29]. Gunterschultze ve Betz anot yüzeyinde kıvılcım oluşumu ve gaz çıkışı gözlemlemişlerdir. Mc. Neil ve L. Gruss Nb kadmiyum niyobat ile yaptıkları çalışmada kıvılcım deşarjlarını kullanmışlardır [30]. Yapılan çalışmalar sonucunda elektrolitik çözelti ile altlık numuneler üzerinde kaplama oluşturabilmek için anotlama işleminin geçerliliğinin temellerini atmışlardır. Markov ise 1976 yılına gelindiğinde alüminyum altlık malzeme kullanarak metal matris üzerinde oksit tabaka oluşturma işlemini başarıyla tamamlamıştır [31]. 1980 yıllarına gelindiğinde markov ve arkadaşları ve farklı yerlerde çalışmalar yapan Shnezhko, Fyedorov, Gardienko gibi birçok bilim adamları farklı metaller üzerinde oksit tabaka oluşturma çalışmaları yapmışlardır [32,33,34].

MAO yöntemi ile geleneksel anotlama yöntemi ile kaplanamayan metallerin yüzeylerinde oksit tabaka oluşturmaya olanak sağlamaktadır. Yüzeyde oluşan seramik kaplamaların sahip olduğu ve altlık malzemeye katmış olduğu mekanik dayanım, dielektirik özellikler ve ısı özelliklerinden dolayı geniş bir kullanım alanına sahiptir [35]. Hafif metaller üzerinde oluşturulan oksit kaplamaların göstermiş olduğu

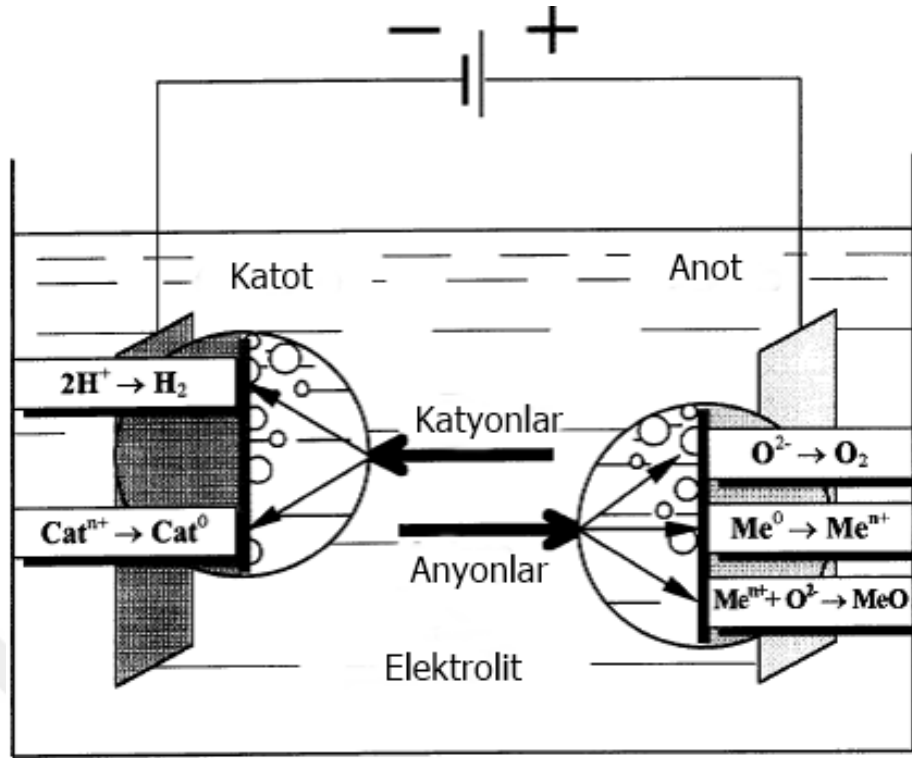
yüksek aşınma direnci, korozyon direnci, düşük yüzey pürüzlülüğü elektriksel yalıtıcılık, ısıl şok dirençlerine dayanıklılığı ve renklendirilebilir özelliklerine sahip olmasından dolayı çok geniş kullanım alanına sahiptir [36,37,38].

2.1. MAO Kaplama Tekniği

MAO kaplama tekniği elektrot ile elektrolit ara yüzeyinde meydana gelen, kırılma voltajından daha yüksek voltaj değeri uygulanarak malzeme yüzeyinde yüksek voltaj kıvılcımları oluşturarak oksit tabaka oluşturabilen elektrokimyasal bir prosestir. [39,40,41]. Uygulanan voltaj kritik kırılma voltajını aştığında anot olarak bağlanan metal numune ile elektrolit arasında plazma deşarjları oluşur. Deşarj olayı polarizasyon parametresi ve elektrot ile elektrolitin değişimine bağlı olarak metal üzerinde kısa süreli ark deşarjları şeklinde oluşur. Oluşan deşarjlar elektriksel parametre, zaman ve oluşan farklı termokimyasal olaylara bağlıdır [42,43]. MAO işlemi sırasında deşarj oluşumunun kontrolü iyi yapılırsa oluşan oksit tabakanın özellikleri daha iyi olabilir. Bu nedenle sistemi daha iyi anlamak ve oluşan kaplamanın özelliklerini iyileştirebilmek için prosesin fiziksel ve kimyasal temelleri ile deşarj oluşumunun iyi anlaşılmasına bağlıdır.

2.2. MAO İşleminin Fiziksel ve Kimyasal Temelleri

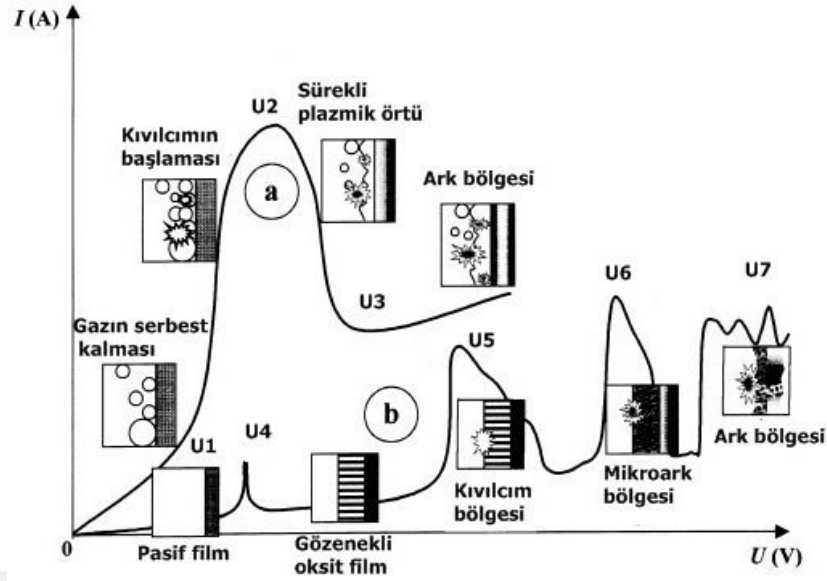
MAO yöntemi ile kaplama iki kademeden oluşmaktadır. İlk aşama çözelti içerisinde farklı elektrot potansiyelleri uygulanması ile elektroliz olayının gerçekleşmesi ve altlık numune yüzeyinde elektriksel deşarjların oluşumu ile altlık numune üzerine oksit kaplanmasıdır. Elektrolitik çözelti içerisinde daldırılan iki elektrot arasında meydana gelen potansiyel farktan dolayı elektrik alan oluşur. Bu nedenle elektrolitik çözeltideki pozitif yüklü iyonlar elektrik alan ile aynı yönde, negatif yüklü iyonlar ise elektrik alana zıt yönde hareket eder. Şekil 2.1.'de gösterildiği gibi gaz halindeki oksijen serbest hale geçerek, anodik yüzeyde oksit film büyümesi şeklinde gerçekleşir. Elektrolitin kimyasal aktivitesine bağlı olarak prosesin metal yüzeyinde oksit film tabakası oluşturduğu gözlemlenebilir. Gaz halindeki hidrojenin serbest kalması ile katyon indirgemesi katodik yüzeyde olduğu gözlenmektedir [26].



Şekil 2. 1. Sıvı çözeltilerin elektrolizi sırasında gerçekleşen işlemler.

2.3. Akım Voltaj Karakteristikleri

MAO işleminde tip-a ve tip-b olmak üzere iki tip akım voltaj diyagramından oluşmaktadır (Şekil 2.2.). Tip-a eğrisi anot veya katod yüzeyinden gaz çıkışının oluşması ile gerçekleşen metal-elektrolit sistemini göstermektedir. Tip-b ise oksit film oluşumunun gerçekleştiği sistemleri göstermektedir [44,45].



Şekil 2. 2. Plazma elektroliz sisteminde akım-voltaj grafiği.

Tip-a sistemi için U1-U2 bölgesinde anodik potansiyel uygulandığında elektrolit hücresinin akım potansiyel etkisinde değişir. Elektrolitin elektroda temasa ettiği bölgede, potansiyeldeki artışa bağlı olarak akımda da bir artış görülür ve bölgesel sıcaklık farkı oluşur. Sistemde akım U2 noktasına ulaştığında elektrot, kıvılcım başlaması ile gaz plazması ile çevrelenir. U3 noktasında ise kuvvetli kıvılcımlar oluşmaya başlar.

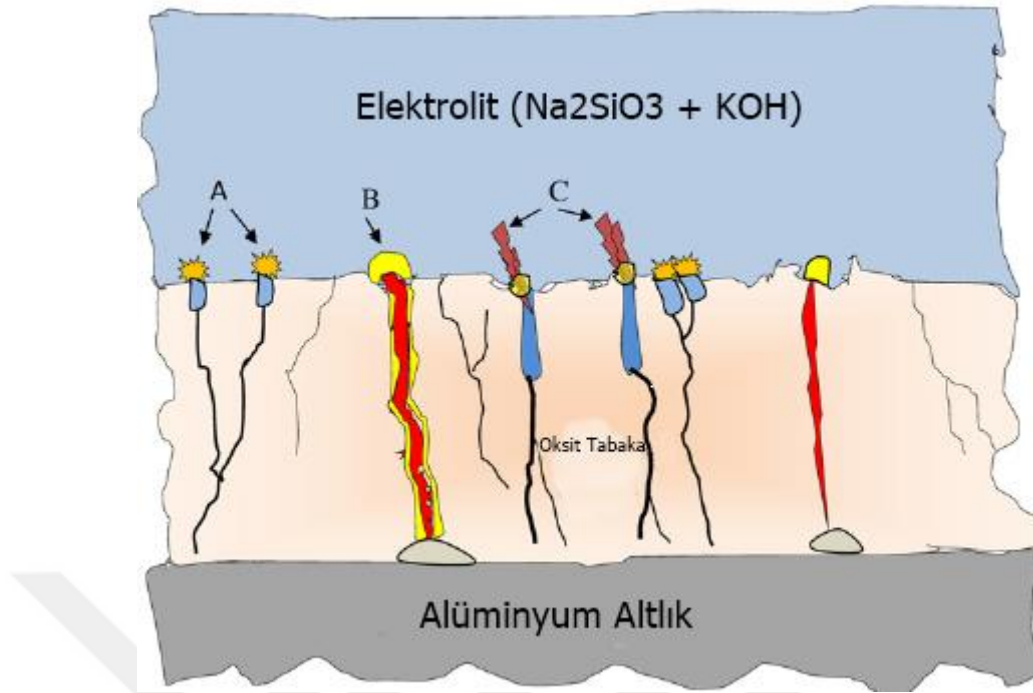
Tip-b sistemi incelendiğinde 0-U4 aralığında anot metal üzerindeki plazma örtüsü kırılarak yüzeyde yalıtkan pasif film oluşur. U4 noktası malzemenin korozyon potansiyeline denk gelen noktadır. Potansiyel değeri bu noktaya ulaştığında pasif film çözülmeye başlar. Potansiyelin artışına bağlı olarak U4-U5 bölgesinde tekrar bir pasifleşme gözlemlenir ve bu pasifleşme sonucunda gözenekli oksit film tabakası oluşmaya başlar. U5 noktasına ulaşıldığında termal iyonlaşma oluşumuna bağlı olarak yüzeydeki film tabakasını kıran küçük kıvılcımlar gözlenir [34,46]. U6 noktasında çarpma iyonizasyon mekanizması termal iyonizasyon işleminin yol açtığı etkileri dengeler ve kıvılcımlar daha da büyüyerek mikroark deşarjlar oluşmaya başlar. Mikroark, kısa süreli ark deşarjı ve düşük gücün sonuçlanmasıyla oluşan mikro-deşarjlara denir [34]. U7 noktasında bütün film yüzeyinden altlık metale doğru mikro ark deşarjlar oluşur ve oluşan bu deşarjların şiddetinin artmasından dolayı pasif filmde termal çatlaklar oluşturmaları, dökülmesi gibi zarar verici etkilere neden olur. Şekil

2.2.'deki elektrot işlemlerinin geneli elektrot yüzeyine komşu bölgelerde oluşur. Özellikle elektrokimyasal sistem U1 ve U5 kritik voltaj değerinin üzerinde çalışılması düşünülürse 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 noktada düşük iletkenliğe sahip iki faz oluşur (dielektrik-gaz). Bu faz dirençleri sürekli olarak değişkenlik gösterdiğinden iyonlaşma olayının hangi fazdan oluşmaya başladığını ayırt etmek zorlaşacaktır [26,48].

2.4. MAO Prosesinde Deşarj ve Kaplama Oluşumu

Yapılan çalışmalarda, kaplama büyüme mekanizmasına etki eden 3 farklı deşarj tipinden bahsedilmiştir. 3 farklı deşarj tipinin şematik gösterimi Şekil 2.3.'de verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi deşarj tipleri A, B, C olarak tanımlanmıştır.

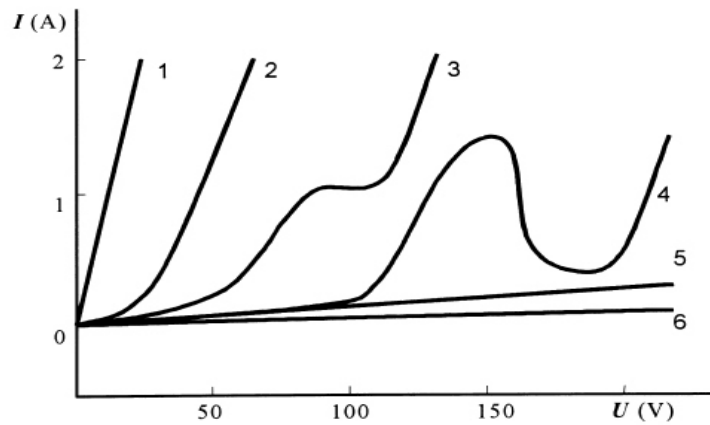
Deşarj kanallarının oksit filmi yüksek elektriksel alanda bozularak oluştuğu belirtilmiştir. A ve C tipi deşarjlar kaplama işlemi sırasında kaplama yüzeyinde bulunan mikro gözenekler içerisinde oluşurken, B tipi deşarjlar bölgesel yüksek elektrik alan şiddeti ile tüm kaplamayı dielektrik olarak bozmasıyla meydana gelmektedir. Bu nedenle B tipi deşarjların etkisiyle kaplamanın içe doğru büyüdüğü ileri sürülmektedir. A tipi, yüzeye yakın yerlerdeki küçük gözenekler içinde oluşan deşarj, C tipi ise daha derin yüzeylerin altındaki mikro gözeneklerde meydana gelen deşarj tipidir. B tipi deşarjlar ana metali oksitleyerek metalin oksitini içe doğru büyütürken, A ve C tipi deşarjlar oluşan oksit tabaka ile ergiyik metal ve elektrolit çözelti bileşenleri reaksiyona girdiğinden dolayı yeni oluşan oksitler dışarı doğru büyümektedir [49,50].



Şekil 2. 3. Oluşan deşarj modellerinin şematik gösterimi.

2.5. Elektrolit Kompozisyonunun Etkileri

Kaplanacak metal ile elektrolit arasındaki çok iyi bir uyumun olması MAO prosesi için önemli bir parametredir. Bu yüzden proste, metalin pasifleşmesi için kullanılan polarizasyon test verileri her zaman göz önünde bulundurulmaktadır. Al, Ti, Mg ve alaşımlarının yüzeylerinde MAO kaplama yöntemi ile oksit kaplama tabakası oluşturmak için elektrolitik çözeltiler Şekil 2.4.'de I-U eğrisini gösteren elektrolitik çözeltiler gruplarına ayrılmıştır.



Şekil 2. 4. Farklı elektrolitik çözeltilerde MAO kaplama yöntemi ile kaplanan alüminyum için $I=f(U)$ fonksiyonu.

1. Metalin hızlı çözünmesini sağlayan tuz çözeltileri; NaCl, NaClO₃, NaOH, HCl, NaNO₃.
2. Metalin yavaş çözünmesini sağlayan elektrolitler; H₂SO₄, (NH₄)₂S₂O₈, Na₂SO₄.
3. Dar bir voltaj aralığında metalin pasifleşmesini sağlayan çözeltiler; sodyum asetat, fosforik asit.
4. Kompleks davranış karakteristiği olan fosforik çözeltiler; KF, NaF.
5. Metalin zayıfça pasifleşmesini sağlayan çözeltiler.
6. Metalin güçlü pasifleşmesini sağlayan çözeltiler; borik asitler, karbonik tuzlar, fosforik tuzlar, inorganik polimerler, (silikat, alüminatlar), alkali metal fosfatlar.

Anyonik ve katyonik elektrolitik çözeltiler kullanılarak altlığın oksitlendirilmesini ve elektrolit içerisindeki maddelerin altlık yüzeyinde çökmesi ile kaplama oluşmasına imkân sağlamaktadır. Sodyum ile potasyum silikat koloidal çözeltileri, Silikatça yoğun çok bileşenli elektrolitler gibi MAO prosesinde çokça kullanılmaktadır. Silikatlı çözeltilerin iletkenliğini artırmak için farklı maddeler içerir. Bunlara örnek olarak; NaF (0,5-20 g/l), NaOH veya KOH (1-50 g/l). Metal numune üzerinde oluşturulan oksit tabakayı kararlı yapabilmek için Na₂B₄O₇.10H₂O (40 g/l), Gliserin (10 g/l), Na₂CO₃ veya K₂CO₃ ($\leq$ 500 g/l), gibi maddeler kullanılmaktadır. Bu maddelere ek olarak Na₂AlO₂ (2-20 g/l), Na₂P₆O₁₈ ($\leq$ 150 g/l) gibi bazı maddelerde modifiye edici olarak kullanılmaktadır [51,52].

2.6. Akım Rejimi ve Kaplamaya Olan Etkileri

Akım rejimi, MAO yöntemi ile oluşturulan kaplamaların yapısal özellikleri önemli oranda etkileyen bir faktördür. Kaplama oluşumunu doğru, alternatif, tek kutuplu yada çift kutuplu akım uygulayarak yapmak mümkündür [53,54]. Tek kutuplu ve çift kutuplu akımlar, kaplama oluşum sürecinde ortaya çıkan deşarjların karakteristikleri oluşturulan kaplamaların özellikleri bakımından birbirlerinden çok farklı sonuçlar verir. MAO prosesi sırasında kaplama/altlık, kaplama/elektrolit ara yüzeylerinde gerçekleşen plazma-kimyasal işlemlerin kontrolünü sağlayan akım tipi çift kutuplu

darbeli akım sistemidir [38]. Çift kutuplu darbeli akımın kullanımı prodesteki ani sıcaklık artışlarını engellediği ve ortalama plazma sıcaklığını düşürdüğü tesbit edilmiştir. Plazma sıcaklığındaki ani artışların sebebi kaplama/altlık arayüzeyinde oluşan şiddetli deşarjlardan ileri gelmektedir. Bu şiddetli deşarjlar kontrol altına alınarak kaplama kalitesini artırdığı belirlenmiştir [38]. Proses sırasında doğru akım kullanıldığında oluşan oksit film üzerindeki bazı bölgelerde sıcaklığın 8700 K' kadar çıktığı tesbit edilmiştir. Bu sıcaklık artışı film üzerindeki oksitler ergitir ve eriyik içerisinde gazlar hapsolarak kaplamanın iç yapısının gözenekli olmasına sebep olur [55].

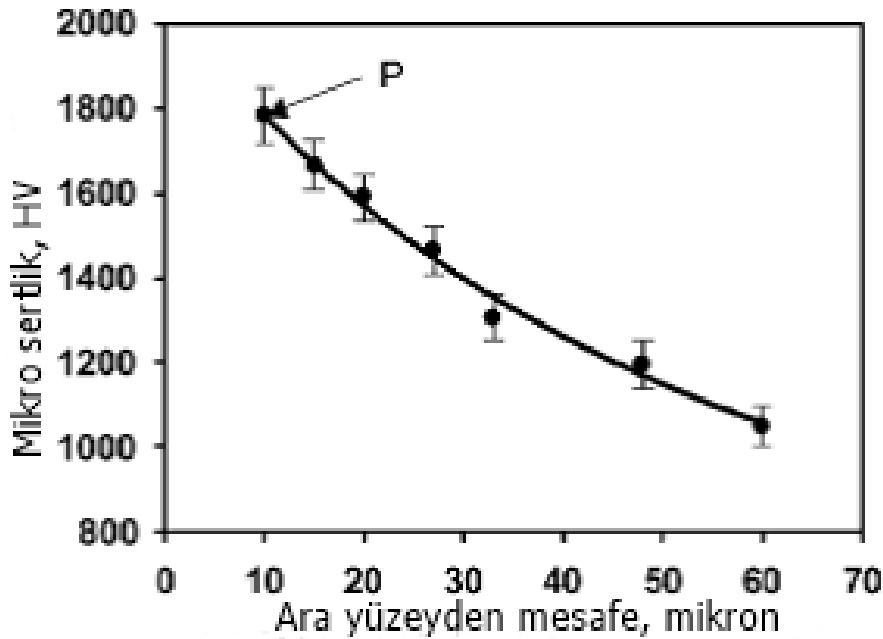
2.7. MAO Kaplama Özellikleri

2.7.1. Mikroyapı

MAO yöntemi ile oluşturulan kaplama üç aşamadan meydana gelmektedir [56]. İlk aşama oksit film tabakasının yalıtkanlığının yüksek olduğu bölgelerde deşarj kanallarının bağımsız oluşumu ile meydana gelmektedir. Oluşan deşarj kanallarının sıcaklığı electron yığınlarının yüzeyde meydana çıkmasından dolayı 10^4 K civarına kadar yükselmektedir [38,57]. Spark oluşumu sırasında oluşan deşarj kanallarının dip kısmında ani sıcaklık artışı ile altlık metali bölgesel olarak ergitir. Ergiyen metal bileşenleri deşarj kanallarını doldurarak oksitlenmeye başlar. İkinci aşama, spark oluşumu ile ergiyen altlık metalin bileşenleri deşarj kanalları boyunca oksti filmin yüzeyine taşınır ve soğuk elektrolit ile temas ederek hızla katılaşmaya başlar. Bu katılaşma sonucunda kaplama kalınlığında artış meydana gelir. Üçüncü aşamada deşarj kanallarının soğuması ile reaksiyon bileşenleri deşarj kanallarının duvarlarında katılaşır [58]. Bu aşamalar aynı zamanda meydana gelmesi ile kaplama büyümesi gerçekleşir. MAO yöntemi ile oluşturulan kaplama 3 bölgeden oluşur. Atlığa yakın olan mekanik özelliklerinin iyi olduğu yüksek sıcaklık fazlarını içeren yoğun bölge, kaplamanın dış kısmında bulunan gözenekli, az yoğun, mekanik özelliklerinin düşük ve düşük sıcaklık fazlarından oluşan gevşek bölgedir. Üçüncü bölge ise kaplama/altlık arayüzeyinde oluşan geçiş bölgesidir [26].

2.7.2. Mekanik özellikler

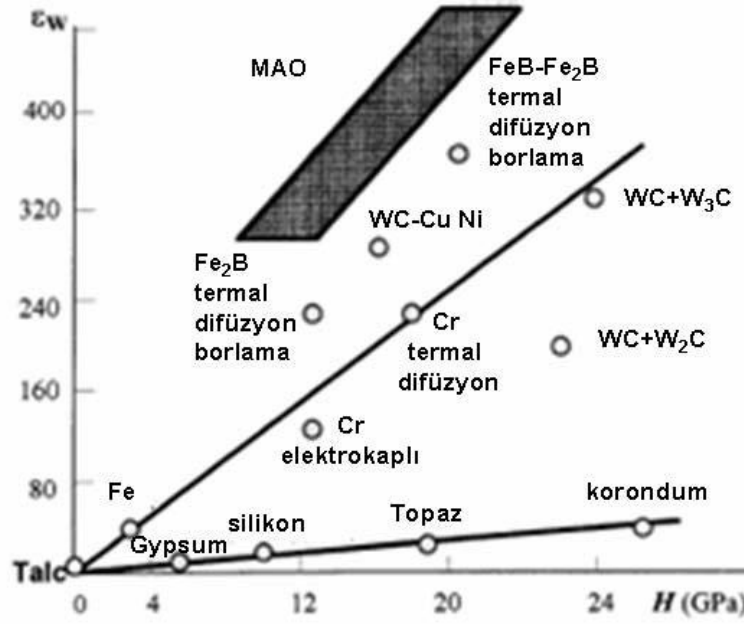
Alüminyum ve alaşımları üzerinde oluşturulan oksit kaplamalar mukavemet değerlerini önemli oranda artırmaktadır. Bu etkiyi görebilmek için sac altlıklar altlık kullanılırsa efektif elastiside modülünde % 200'e ulaşan belirgin bir artış görülür. Elastiside modülündeki artış saç kalınlığı ve oksit tabakanın kalınlığına bağlıdır. MAO kaplamaların mikro sertlik değerleri yapı içerisindeki faz dağılımı ve mikroyapı karakteristiği ile doğrudan ilişkilidir. MAO kaplamalar, tabakalı bir kaplama yapısı ve bölgesel olarak oluşan değişik faz yapılarından dolayı kaplama kesiti boyunca homojen bir sertlik değişimi görülmemektedir. Kaplama sertliklerine bakıldığında altlık bölgeye yakın olan 10 – 25 μm kalınlığındaki kısmın en sert bölge olduğu görülmektedir. Bu bölge kaplama üzerindeki en sert ve yoğun olan bölgedir. Bu kısımda kaplama oluşum sırasındaki şartlardan dolayı oluşan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazının sertlik değeri (17 – 22 GPa) ile aynıdır. Kaplamaların en dış bölgesindeki gevşek tabaka ise sertlik değerinin en düşük olduğu bölgedir (Şekil 2.5.) [40].



Şekil 2. 5. MAO yöntemi ile oluşturulan kaplamaların kaplama kesitinden alınan sertlik dağılımı.

MAO yöntemi ile alüminyum ve alaşımları üzerinde WC esaslı kompozit ve borürlü kaplamaların aşınma direncine denk olabilecek kaplamaların üretimi gerçekleştirilebilir. Şekil 2.6.'da farklı malzeme ve kaplamaların kendi aralarında

göreceli olarak aşınma dirençlerini ve MAO kaplama özelliğini göstermektedir. [40]. SiC aşındırıcı toz kullanılarak kaplamalara abrasif aşınma testleri yapılmış. Kaplama yüzeyindeki gevşek tabaka hızlı bir şekilde aşınırken kaplama iç bölgelerinin yüksek sertlik ve düşük poroziteye sahip olmasından dolayı aşınma direncinin yüksek olduğu görülmüştür.



Şekil 2. 6. Bazı malzemelerin aşınma dirençlerinin göreceli gösterim grafiği.

2.7.3. Faz yapısı ve oluşumu

MAO yöntemi ile oluşturulan kaplamanın faz yapısı kaplamanın dış etkilere karşı gösterdiği tepki ile doğrudan ilişkilidir. Kaplamanın farklı bölgelerinde ergimiş alüminyumun katılaşma hızının değişkenlik göstermesi alüminyum ve alaşımları üzerinde üretilen kaplamaların iç ve dış tabakaların faz dağılımı bakımından farklı olmasına yol açar [59,60]. Kaplama yüzeyi soğuk elektrolitle doğrudan temas halinde olduğundan kaplamanın en dış tabakası büyük oranda γ -Al₂O₃ fazını içermektedir [40]. Atlık metal üzerinde oluşturulan seramik kaplamanın termal iletkenliğinin düşük olması kaplamanın iç bölgelerinde soğuma hızını yavaşlatmaktadır. Bu nedenle α -Al₂O₃ fazına dönüşüm için yeterli sıcaklık ve soğuma hızını sağladığı düşünülmektedir. Böylelikle γ -Al₂O₃, α -Al₂O₃ fazlarının yapı içerisindeki oluşumunda kaplama kalınlığının önemli olduğu söylenmiştir [59].

2.8. MAO Yöntemi ile Yapılan Çalışmalar

MAO yöntemi kullanılarak oluşturulan kaplamaların özelliklerini belirleyen önemli faktörlerden biri altlık malzemenin kimyasal bileşimidir. Al, Mg, Ti ve Zr metallerinin ve alaşımlarının üzerinde oksit tabaka kaplama ile ilgili birçok çalışma mevcuttur. Yapılan bazı çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Tarakçı, yapmış olduğu çalışmada saf alüminyum ve ağırlıkça %0,5-1-2-4-7-15 Mg içeren ikili Al-Mg alaşımları üzerinde 120 dakika boyunca PEO kaplama yöntemi ile kaplama oluşturmuştur. Yapılan analizler sonucunda %4 Mg içeren ikili Al-Mg alaşımlarına kadar olan altlıklar üzerinde oluşturulan kaplamalarda α -Al₂O₃ fazının oluştuğu görülmüştür. Ancak Mg miktarının artışına bağlı olarak %7-15 Mg içeren alaşımlar üzerinde oluşturulan kaplamalarda α -Al₂O₃ fazının oluşmadığı görülmüş ve kaplama sertliklerinde düşüş olduğu görülmüştür. Müllit ve γ -Al₂O₃ fazlarının ise bütün alaşımlar üzerindeki kaplamalarda oluştuğu görülmüştür. Alaşım elementlerindeki Mg miktarının artışına bağlı olarak kaplamalar üzerinde oluşan müllit fazının azaldığı ve yüzey pürüzlülüğünde artış olduğu sertliklerde düşüş olduğu tesbit edilmiştir. Bu etkinin ağırlıkça %4 ve %15 Mg aralığındaki alaşımlar üzerindeki kaplamalarda belirgin olarak görüldüğü belirtilmiştir [2].

Gencer ve Gulec, yaptıkları çalışmada ağırlıkça %1 ile %33 arasında değişen Zn elementi içeren ikili Al-Zn alaşımlarına 120 dakika süre boyunca MAO yöntemini kullanarak alaşımlar üzerinde kaplama oluşturmuşlardır. Yapılan çalışma sonucunda kaplamaların karakterizasyonu yapıldığında altlık malzemedeki Zn artışına bağlı olarak kaplama yüzeyindeki pürüzlülüklerde de artış olduğu tesbit edilmiştir. Bütün alaşımlarda müllit ve γ -Al₂O₃ fazlarının oluşumu görülürken α -Al₂O₃ fazı ise sadece saf Al ve ağırlıkça %1-10 Zn içeren Al-Zn ikili alaşımları üzerinde oluşturulan kaplamalarda görülmüştür. Kaplamanın altlığa yakın olan kısmında kaplamaya paralel olarak uzanan bant şeklinde α -Al₂O₃ çökeltileri bulunmaktadır. Alaşım içerisindeki Zn miktarı arttıkça α -Al₂O₃ çökeltileride ters bir orantı göstererek azlmaya başlamış ve %33 Zn içeren Al-Zn ikili alaşımı üzerinde oluşturulan kaplamada tamamen kaybolmuştur. Kaplama kalınlığı Zn miktarındaki artışa bağlı olarak artış gösterirken

kaplama sertliđi artan Zn miktarına bađlı olarak α -Al₂O₃ fazının oluřumunda azalma g r ld đ  i in kaplama sertliđide d řm řt r [5].

G le  ve arkadařları Al-Si ikili alařımlarını kullanarak artan Si miktarının MAO kaplama  zerindeki etkisini incelemiřlerdir. Si elementini atomik olarak %1-32 arasında oranlarda katarak 120 dakika boyunca MAO kaplama y ntemi ile altlık numuneler  zerinde kaplama oluřturmuřlardır. Kaplamaların analizleri yapıldıđında %2'ye kadar Si i eren Al-Si ikili alařımda  zerinde oluřturulan kaplamalarda α -Al₂O₃ fazının oluřtuđu g r lm řt r. M llit ve γ -Al₂O₃ fazlarının ise b t n alařımlar  zerinde oluřturulan kaplamalarda g r lm řt r. Bunlara ek olarak Si miktarındaki artıř kaplama kalınlıđında ve kaplama sertliđinde d ř ře neden olduđu tesbit edilmiřtir. Kaplamaların kesit mikroyapılarına bakıldıđında ise alařımdaki Si miktarının artıřına bađlı olarak kaplama y zeyinde yođun bir řekilde camsı bir yapı oluřtuđu ve kaplama i erisindeki g zeneklerin ise b y d đ  raporlanmıřtır [61].

Devecili yaptıđı tez  alıřmasında ađırlık a % 0,7-1-2-4-8-16-33 Cu i eren ikili Al-Cu alařımları  zerinde 20, 40, 60, 120 dakika olarak d rt farklı s rede MAO kaplama y ntemi ile kaplamalar oluřturmuřtur. Cu miktarındaki artıř yapıdaki g zenek miktarında da artıřa neden olmuř ve kaplama kalınlıklarında d ř ř olduđu belirtilmiřtir. 120 dakika s rede yapılan kaplamala kalınlıklarında 80-50 μ m arasında deđiřtiđi ve Cu miktarındaki artıřa bađlı olarak kaplama kalınlıđının d řt đ  tesbit edilmiřtir. Kaplama kalınlıđının s reye bađlı olarak da artıř g sterdiđi ve 2-80 μ m arasında deđiřtiđi tesbit edilmiřtir. Alařımlardaki Cu miktarının artıřı ile kaplama y zeyinde m llit (Al₆Si₂O₁₃) fazının arttıđı g r lm řt r. Alařım elementindeki Cu miktarının artıřı ile hazırlanan altlıklar  zerinde oluřturulan kaplamalarda α -Al₂O₃ fazının, y zey p r zl l klerini azaldıđı, sertlik deđerlerinin d řt đ  ve kaplamanın yapıřmasının k t leřtiđi belirtilmiřtir [62].

G nd z yapmıř olduđu tez  alıřmasında, atomik olarak % 2, 4, 8, 12, 16 Al i eren ikili Mg-Al ve aynı oranda Mg i eren ikili Mg-Zn alařımlarını  retmiř ve PEO y ntemini kullanarak 60 ve 120 dakika s relerde farklı elektrolit kullanarak altlık alařımlar  zerinde kaplamalar oluřturmuřtur. Na₂SiO₃.5H₂O elektroliti ile yapmıř olduđu

çalışmada kaplama kalınlığının çok ince olduğunu sürenin artmasıyla arttığını ancak 25 μm 'den sonra dökülmeye başladığını tesbit etmiştir. $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ elektroliti ile elde edilen kaplamanın dış bölgesi $\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5$ fazından oluştuğunu, iç bölgede ise $\text{Mg}_3\text{B}_2\text{O}_6$ ve MgO faz karışımlarından oluştuğunu belirtmiştir. KOH elektrolitinde ise 120 dakika sürede yaklaşık 300 μm kaplama kalınlığı ve yoğun bir kaplama tabakası elde edildiği belirtilmiştir. Kaplamanın en sert bölgelerinin 800 HV olduğu tesbit edilmiştir. Altındaki Al ve Zn elementlerinin artmasıyla birlikte kaplama kalınlıklarında düşüş olduğu görülmektedir. Oluşturulan kaplamaların MgO ve Mg_2SiO_4 fazlarından oluştuğu ve Al ya da Zn içeren herhangi bir oksit esaslı fazın olmadığı tesbit edilmiştir. Fakat Al elementi kaplamaların hem iç hem dış bölgesinde yer alırken Zn elementi kaplamaların sadece dış bölgelerinde olduğu görülmüştür. Al ilavesinin artışı ile mikrosertlik değerlerinde artış olduğu tesbit edilmiştir. Zn elementinin artışı ise mikrosertlik değerlerini çok fazla etkilemediği raporlanmıştır [63].

Liu ve arkadaşları yaptıkları çalışmada 8 g/l NaSiO_3 ve 3 g/l KOH çözeltisinde, %1,08, %2,97 ve %7,04 Mg içeriğine sahip olan ikili Al-Mg alaşımlarını 30 dakika boyunca MAO yöntemi ile kaplamışlardır. Kaplama iki farklı voltaj değerinde kaplama işlemini gerçekleştirmişlerdir. İlk kaplama aşamasında voltaj değerinin artmasıyla kaplama büyüme hızının arttığını gözlemlenirken ikinci aşamada voltaj değerinin azalmasıyla kaplama büyüme hızının düştüğü gözlemlenmiştir. Alaşım içerisindeki Mg elementi miktarındaki artış kaplama kalınlığına önemli bir etkide bulunmamıştır. %7 Mg içeren alaşım üzerinde oluşturulan kaplama yüzeyinin elektrokimyasal olayların heterojen olduğu gözlemlenmiştir. Yüzey pürüzlülük değerleri artan Mg elementi miktarı ile azalmıştır. Ölçülen sürtünme katsayısı değerlerinde en düşük katsayıya sahip olan %3 Mg içeren alaşım üzerinde üretilen kaplamada görülmüştür. Mg miktarındaki artış ile kaplama yapısındaki α -alümina, γ -alümina ve Al-Si-O fazlarında artış olduğunu gözlemlenmişlerdir [64]. Hua et al. Yapmış oldukları çalışmada 7075 alüminyum alaşımı üzerinde sabit voltajda akım yoğunluğunu ve katot akımı/anot akımı oranının kaplama davranışı üzerine etkileri incelenmiştir. $15\text{A}/7\text{dm}^2$ akım yoğunluğunda 120 dakika kaplama yapılmıştır. Oluşturulan kaplama 60 mikron kalınlığında 4200 HV sertliğe sahip bir kaplama yapısına sahiptir. Deşarj kanal sayılarının sayısı ile akım

yoğunluğu ile doğrudan ilişkili olduğu tesbit edilmiştir. 35 dakika sonunda kaplama yapısında α -Al₂O₃ fazının görülmediği 53 dakikadan sonra görüldüğü ve kaplama kalınlığındaki artış ile arttığı gözlemlenmiştir [65].

Mosab kaseem yapmış olduğu bir çalışmada NaSiO₃ elektrolit çözelti içerisine Na₂MoO₄ ve ZrO₂ parçacıkları katılarak 7075 alüminyum alaşımı üzerinde MAO yöntemi ile 5 dakika boyunca kaplama yapmışlardır. MoO₄ ve ZrO₂ parçacıklarının kaplama yapısına katıldığı tesbit edilmiştir. Kaplama yapısına katılan bu parçacıkların korozyon direncini artırdığı gözlemlenmiştir [66].

Weibing Dai yapmış olduğu çalışmada 2024-T3 ve 7075-T6 alaşımlarında Cu, Mg, Zn ve Cr olarak 4 ana alaşım elementi belirlendi. Bu alaşımlara 12, 24 ve 50'ser dakika boyunca MAO kaplama işlemi yapmıştır. Süreye bağlı olarak kaplama kalınlıklarında artış olduğu gözlenmiştir. Kaplama yapısındaki Cu ve Zn içeriklerine bakıldığında kaplama yapısındaki Cu miktarı arttıkça gerilmelerin arttığı görülmüştür. AA2024 üzerinde oluşturulan kaplamanın yorulma ömrünü artırdığı AA7075 üzerinde oluşan kaplamanın ise yorulma ömrünün azaldığı tesbit edilmiş ve kaplama süresinin artışı ile yorulma ömrünün önce arttığı daha sonra azaldığı tesbit edilmiştir [67].

Jiang Wang yapmış olduğu çalışmada alüminyum numune üzerinde oluklar açılarak oluklu ve oluksuz numuneler üzerinde 150 dakika boyunca MAO yöntemi ile kaplama yapmışlardır. Kaplama yapısı, kalınlık, sertlik ve aşınma performansları incelemiştir. XRD sonuçlarında kaplama yapısında α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ ve müllit fazları tesbit edilmiş oluklu numune üzerindeki kaplama da daha yoğun olduğu gözlemlenmiştir. Kesit mikroyapılarına incelendiğinde oluklu numune üzerindeki kaplama yapısının daha az gözenek içerdiği ama gözenek boyutlarının büyük olduğu ve daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu anlaşılmıştır. Oluklu numune üzerinde üretilen kaplamaların kaplama kalınlığı, sertlik ve aşınma direncinde artırıcı bir etkide bulunduğu da değerlendirilmiştir [68].

BÖLÜM 3. DENEYSEL ÇALIŞMA VE YÖNTEM

3.1. Amaç

Alüminyum ve alaşımları otomotiv, hava-uzay ve ulaşım sektörü için çok önemli yapısal malzemelerdir. Alüminyum alaşımlarına olan bu ilgi yüksek mukavemet/ağırlık oranı, korozyon direnci ve hafif olmasındandır. Bunun yanında düşük olan aşınma direnci, düşük sertlik, bazı ortamlarda düşük korozyon direnci ve yüksek sürtünme katsayısı ise kullanım alanının kısıtlayan dezavantajlarındandır. Bu nedenle yüzey özelliklerini geliştirmek maksadı ile çok sayıda yüzey modifikasyon teknikleri (Eloksal kaplama, fiziksel buhar biriktirme-PVD, ark iyon kaplama-AIC, termal sprey plazma nitrürleme gibi) uygulanmaktadır. Eloksala kaplama asidik ortamda yapılan çevreye zarar ve MAO kaplamaya göre mekanik değerleri daha düşük bir kaplama tekniğidir. MAO diğer yüzey teknikleri ile karşılaştırıldığında kalın, sert, aşınmaya ve korozyona dirençli çok kuvvetli yapışma özelliğine sahip alümina tabakası üreten maliyet etkin yüzey tekniğidir. Literatürde Al ve ikili Al alaşımları yüzeyinde MAO yöntemi ile üretilen kaplamalar mevcuttur. Bu kapsamda Al-Mg ve Al-Zn alaşımlarına MAO kaplama yapılmış ve alaşım elementinin MAO kaplama özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Ancak ikili alüminyum alaşımlarının (Al-X) MAO kaplama özelliklerine üçüncü elementin etkisi ile ilgili sistematik bir çalışma yapılmamıştır. Bu tez çalışmasında saf alüminyum, alüminyum-atomik %2 magnezyum, alüminyum-atomik %2 magnezyum alaşımına farklı oranlarda çinko elementi katılarak 4 farklı alüminyum-magnezyum-çinko alaşımı üretilmiş ve üretilen bu alaşımların yüzeyi MAO yöntemi ile iki farklı elektrolit içerisinde kaplanarak karakterize edilmiştir.

3.2. Deneysel Çalışmada İzlenen Yol

Deneysel çalışma dört aşamada gerçekleşmiştir (Şekil 3.1.).

1. Saf Al ve Al-Mg, Al-Mg-Zn alaşımlarının üretimi,
2. Üretilen alaşımların karakterizasyonu,
3. Alaşımların MAO ile kaplanması,
4. MAO kaplamaların karakterizasyonu.

Deneysel Çalışmaların akış şeması Şekil 3.1.'de verilmiştir.

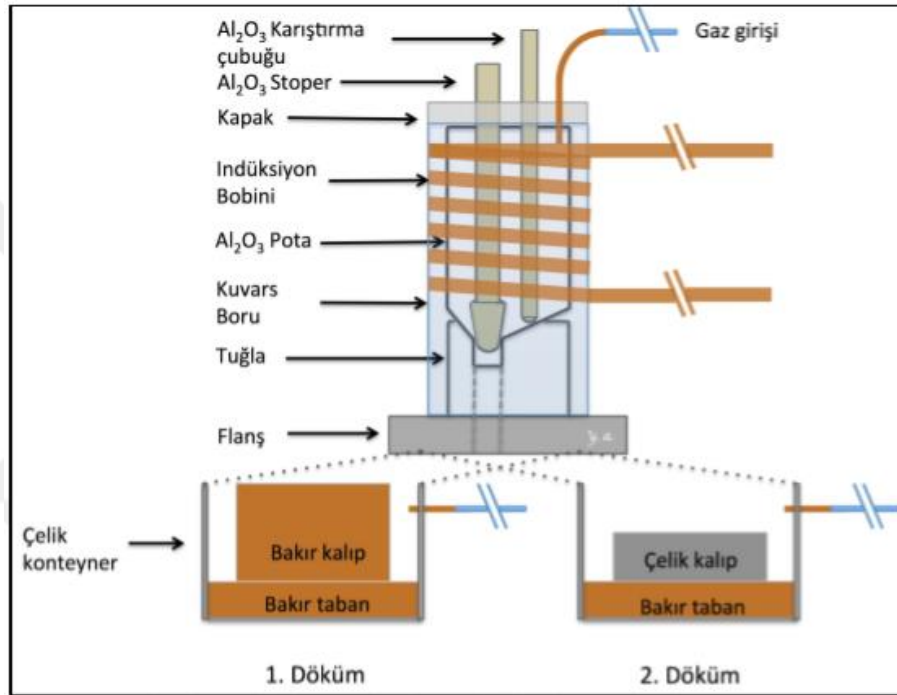


Şekil 3. 1. Deneysel çalışma adımlarını gösteren akış şeması.

3.3. Altlıkların Üretimi

Al ve Al-alaşımların üretiminde %99,97 saflıkta Al, %99,95 saflıkta Mg ve %99,95 saflıkta Zn külçeler kullanılmıştır. Hedeflenen alaşım bileşimine uygun miktarda bu metallerden kesilip argon gaz atmosfer altında indüksiyon ocağında (Şekil 3.2.) ergiterek 7 farklı alaşım dökülmüştür. Bunlar (atomik %);

1. %Al
2. %98Al-%2Mg
3. %95Al-%2Mg-%3Zn
4. %92Al-%2Mg-%6Zn
5. %89Al-%2Mg-%9Zn
6. %86Al-%2Mg-%12Zn
7. %83Al-%2Mg-%15Zn



Şekil 3. 2. İndüksiyon döküm sisteminin şematik gösterimi [69].

Döküm öncesi kesme cihazı (Struers Discotom-5) ile külçelerden parçalar kesilmiş, yukarıda belirtilen atomik oranları verecek şekilde sartorius marka hassas terazide tartılarak indüksiyon stoperli potaya yerleştirilmiştir. Ergitme işlemi sırasında homojen dağılımın sağlanması amacı ile ergimiş metal bir karıştırma çubuğu ile karıştırılmıştır. Homojen dağılım sağlanan sıvı metal su soğutmalı bakır kalıba dökülerek 20 mm × 30 mm × 80 mm boyutlarında Al ve Al alaşımlarından oluşan kütüklerin üretimi sağlanmıştır.

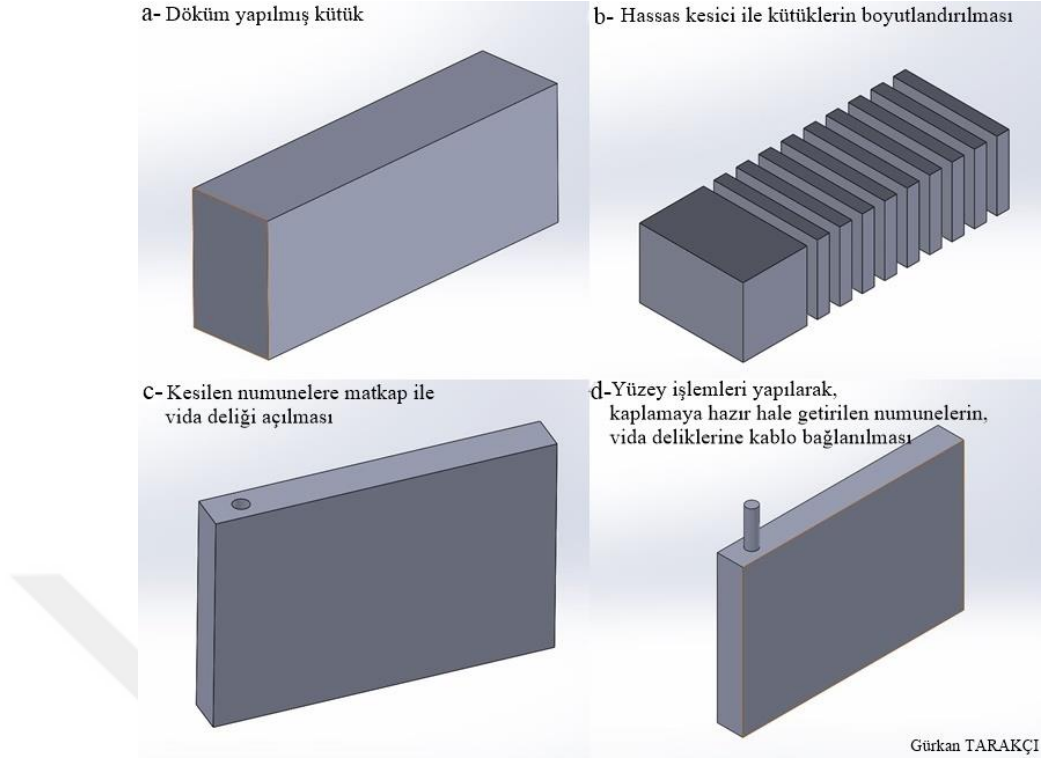
3.4. Altlıkların Mikroyapı ve Faz Analizi

Döküm ile üretilen alaşımların bir yüzeyi 80 gritten başlayarak 1200 grite kadar SiC zımpara ile zımparalanmış, 1 μm tane boyutuna sahip Al_2O_3 içeren solüsyonu kullanarak parlatılmış ve 100 ml saf su + 1 gr NaOH'ten oluşan 70°C'deki çözelti içerisinde dağlanmış. Dağlanmış numuneler Nikkon marka stereo mikroskop ile incelenmiştir.

Döküm alaşımların faz yapısı Bruker Advance D8 X-Ray Diffractometer marka x-ışınları (XRD) cihazı ile $10 \leq 2\theta \leq 90$ açılarında Cu $K\alpha$ ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$) radyasyonu kullanılarak 1°/dakika hızla belirlenmiştir.

3.5. Alaşımların MAO ile Kaplanması

MAO kaplama yapılabilmesi için döküm ile üretilen kütükler (Şekil 3.3. a) 20 mm x 30 mm x 3,5 mm boyutlarında dilimlenerek (Şekil 3.3. b), tek eksenli matkap yardımıyla parçaların bir köşesine 1,5 mm çapında 5 mm derinlikte vida delikleri açıldı (Şekil 3.3. c). Dikdörtgen prizma şeklinde olan altlıkların tüm yüzeyleri 80 gritten başlayarak 1000 grite kadar zımparalanmış ve ultrasonik temizleme cihazında alkol kullanılarak temizlenmiştir.



Şekil 3. 3. Kaplama işlemi yapılacak alaşım numunelerinin kesim aşaması.

Hazırlanan alaşımlar 10 kVA güç kapasiteli çift kutuplu darbeli DC güç kaynağı kullanan, dışı yalıtılmış bakır kablolar ile vida deliklerinden bağlanarak bilgisayar destekli MAO sistemine yerleştirilmiştir (Şekil 3.4. d) Bilgisayar desteği elektriksel parametrelerin kolaylıkla kontrolünü ve sisteme bağlı olan Tektronix TDS 2024C marka osiloskop ise elektriksel parametlerin kayıt altına alınmasını sağlamıştır. Alaşımların kaplanması 10 litrelik kapasiteye sahip paslanmaz çelik kazan içerisinde iki farklı elektrolit kullanılarak yapılmıştır. Kaplama sırasında elektrolit çözelti pompa yardımıyla sürekli olarak karıştırılarak homojenliği sağlanmıştır.

3.6. Elektrolit çözeltilerin Hazırlanması

Bu çalışmada temel deneysel parametrelerin birisi elektrolit çözeltilerdir. Tüm altlıkların MAO kaplaması iki farklı elektrolit çözelti içerisinde yapılmıştır. Bu elektrolit çözeltiler;

Kullanılan iki farklı elektrolit çözelti;

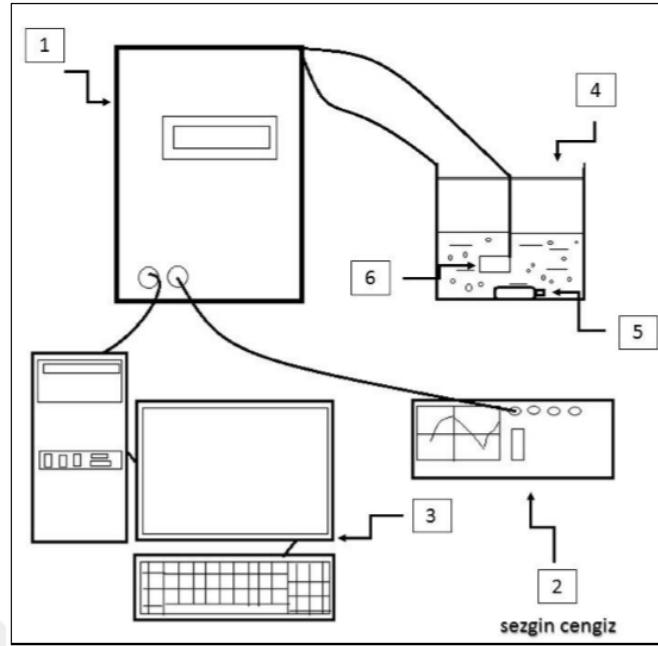
1. Sodyum silikaltı elektrolit ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{KOH}$)
2. Sodyum alüminatlı elektrolit ($\text{NaAlO}_2 + \text{KOH}$)

Sodyum silikatlı elektrolit çözeltiyi hazırlamak için, herbir litre saf su içerisine katı halde olan 12,2 gr Na_2SiO_3 ve 2 gr KOH katılarak oda sıcaklığında iyice karıştırılıp bu bileşenlerin 10 litre saf su içerisinde homojen bir şekilde çözünmesi sağlanmıştır. Bu elektrolit çözelti “silikatlı elektrolit” olarak anılacaktır.

Benzer şekilde sodyum alüminatlı elektrolit çözeltiyi hazırlamak için, herbir litre saf su içerisine katı halde olan 15,1 gr NaAlO_2 ve 2 gr KOH katılarak oda sıcaklığında iyice karıştırılıp bu bileşenlerin 10 litre saf su içerisinde homojen bir şekilde çözünmesi sağlanmıştır. Bu elektrolit çözelti “alüminatlı elektrolit” olarak anılacaktır.

3.6.1. MAO kaplama prosesi

Tüm altlıklar hazırlanan bu iki farklı elektrolit çözelti içerisinde kaplanmıştır. Kaplama işlem süresi (20 dakika) ve akım yoğunluğu ($0,047 \text{ A/mm}^2$) tüm kaplamalar için sabit tutulmuştur. Elektrolit çözelti sıcaklığı sisteme bağlı olan soğutma ünitesi ile 10°C ile 28°C aralığında tutulmuştur. Kaplama işlemi sonrası, numuneler yalıtılmış bakır telden çıkarılarak elektrolit çözüldüden kaynaklı kimyasalların yüzeyden uzaklaştırılması için bol su ile yıkanmış daha sonra ultrasonik banyoda alkol içerisinde temizlenmiş ve kurutulmuştur.



Şekil 3. 4. MAO sistemi şematik gösterimi, 1. Güç kaynağı, 2. Osiloskop, 3. Bilgisayar, 4. Çelik kazan, 5. Pompa, 6. Numune.

3.7. Kaplamaların Karakterizasyonu

3.7.1. Mikroyapı incelemeleri

MAO kaplanmış numunelerin mikroyapı incelemeleri kaplama kesitinden ve yüzeyinden yapılmıştır. Kesit incelemeleri için numuneler hassas kesicide elmas disk kullanılarak 8 mm x 30 mm x 3,5 mm büyüklüğünde kesilerek kaplamanın kesiti açığa çıkacak şekilde soğuk kalıplama yöntemi ile kalıplanmıştır. Kalıba alınan numuneler 80 gritten başlayarak 1200 grite kadar SiC zımpara ile zımparalanmış, 1 µm tane boyutuna sahip Al_2O_3 içeren solüsyonu kullanılarak parlatılmıştır.

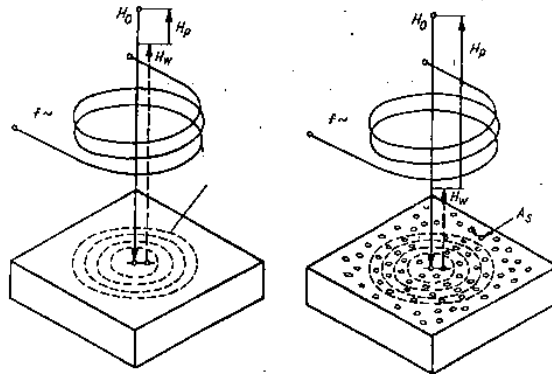
Kaplanmış numunelerin mikroyapı incelemesi Philips marka XL30 SFEG model taramalı elektron mikroskobunda (SEM) ve elementel analiz ise bu SEM'deki enerji dağılımlı x-ışınları spektrometresi (SEM-EDS) ile yapılmıştır.

3.7.2. Faz analizi

Kaplanmış numunelerin kaplandığı halde ve kaplama yüzeyinin 1000 grit zımpara ile zımparalanması sonrası faz yapısı Bruker Advance D8 X Ray Diffractometer marka x-ışınları (XRD) cihazı ile $10 \leq 2\theta \leq 90$ açılarında Cu K α ($\lambda=1,5418$ °Å) radyasyonu kullanılarak 1°/dakika hızla belirlenmiştir.

3.7.3. Kaplama kalınlık ölçümü

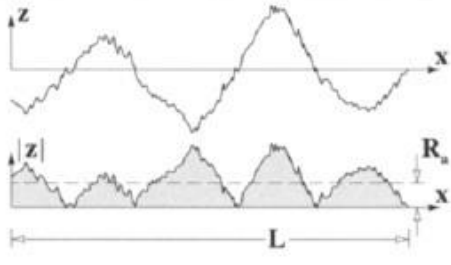
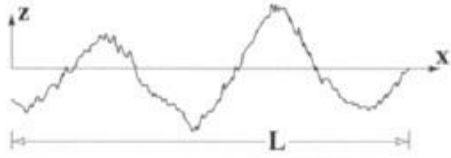
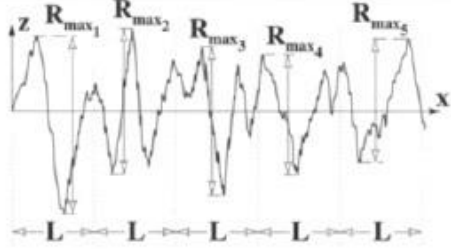
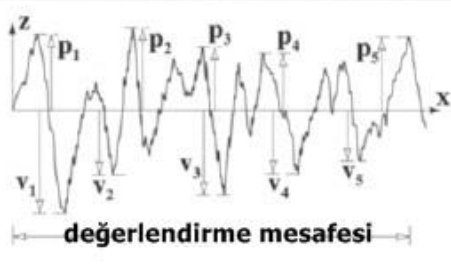
Kaplama kalınlıkları hem Fischer Dualscope MP20 Eddy Current Tester cihazı kullanılarak Girdap akımları yardımı ile kaplama yüzeyinden hem de numune kesitlerinin SEM ile elde edilen görüntülerinden ölçülmüştür. Girdap (eddy) akımları, üzerinden alternatif akım geçen bir telin iletken bir yüzeye yaklaştırıldığında, değişken manyetik alanın etkisiyle meydana getirdiği, eksene dik doğrultuda kapalı devre halinde akan indüksiyon akımlarıdır [71]. Bu cihaz hazırlanan altlık alaşımlarının farklı bölgelerine uygulanarak kaplama kalınlıkları ölçülmüştür (Şekil 3.5.).



Şekil 3. 5. Girdap akımı uygulama şeması

3.7.4. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ölçümü

Kaplamaların yüzey pürüzlülüğünü ölçmek için Mitutoyo SJ-500 marka yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı kullanılmıştır.

R_a	$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L z dx$	
R_{rms} veya R_q	$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L z^2 dx}$	
R_t	$R_t = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 R_{max_i}$	
R_z	$R_z = \frac{p_1 + \dots + p_5 + v_1 + \dots + v_5}{5}$	

Şekil 3. 6. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü şematik ve matematiksel ifadeleri [72].

R_a: Aritmetik ortalama,

R_z: En yüksek ve en düşük beş noktanın ortalaması,

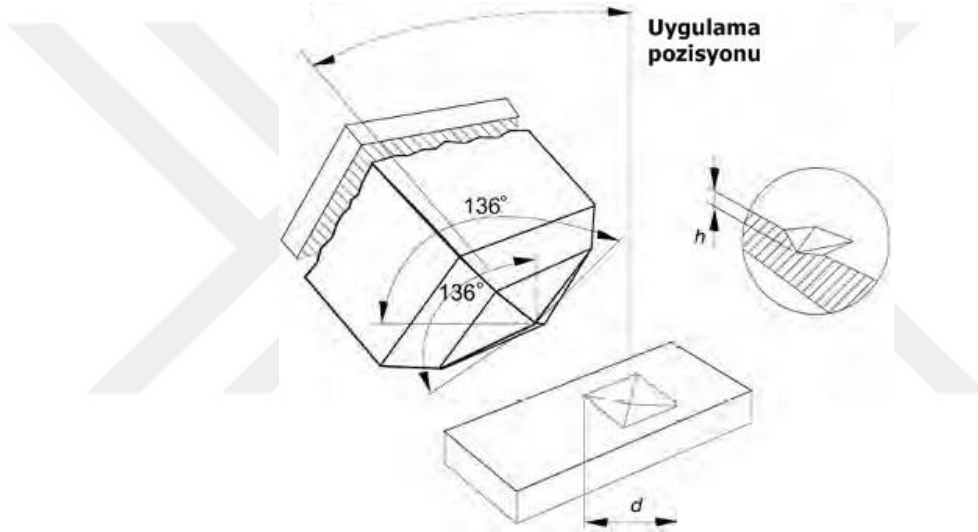
R_t: Tüm ölçüm uzunluğu için maksimum yükseklik ile maksimum derinliğin toplamı,

R_{rms} (R_q): Aritmetik ortalama sapmaların karekökü şeklindedir,

MAO yöntemi ile kaplanmış saf alüminyum ve alüminyum alaşımlarının yüzey pürüzlülük değerleri aritmetik ortalama (R_a) ile belirlenmiştir.

3.7.5. Mikrosertlik ölçümü

Üretilen kaplamaların sertlikleri 136° tepe açılı kare piramit elmas ucun belirli bir yük altında, belirli bir süre uygulanması ile malzeme yüzeyinde meydana getirdiği izin büyüklüğü ile ilgili olan Vickers mikro sertlik testi ile belirlenmiştir (Şekil 3.7.) [73]. Mitutoyo Microwizard marka Vickers mikrosertlik cihazında 30-gram yükün 15 saniye süre uygulanması ile numune kesitlerinde Vickers izleri oluşturulmuştur. Her numune için 6 ayrı iz oluşturulmuş ve mikrosertlik değerleri bu izlerden elde edilen değerlerin aritmetik ortalamasından elde edilmiştir.



Şekil 3. 7. Vickers ucu uygulama şeması.

BÖLÜM 4. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

4.1. Altlıkların Karakterizasyonu

İndüksiyon ergitme fırınında ergitilerek su soğutmalı bakır kalıplara dökülen Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımlarının SEM-EDS ile belirlenen kimyasal analizleri Tablo 4.1.'de verilmiştir. Hedeflenen kimyasal kompozisyondan küçük miktarda sapmalar mevcuttur.

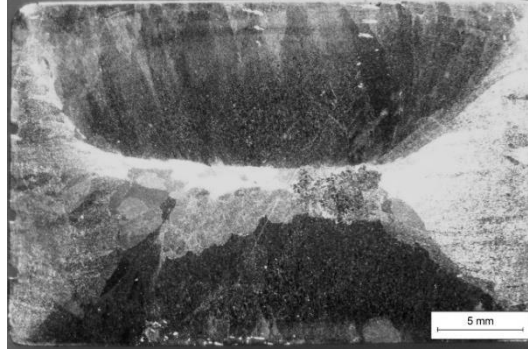
Tablo 4.1. Alaşımların kimyasal analizi (SEM-EDS)

Alaşım	Element	Atomik % Hedeflenen	Ölçülen
Al-2Mg	Al	98	97,26 ± 0,10
	Mg	2	2,730 ± 0,10
Al-2Mg-3Zn	Al	95	94,32 ± 0,02
	Mg	2	2,74 ± 0,10
	Zn	3	2,93 ± 0,02
Al-2Mg-6Zn	Al	92	91,44 ± 0,32
	Mg	2	2,78 ± 0,11
	Zn	6	5,77 ± 0,21
Al-2Mg-9Zn	Al	89	88,41 ± 0,25
	Mg	2	2,33 ± 0,08
	Zn	9	9,25 ± 0,16
Al-2Mg-12Zn	Al	86	85,76 ± 0,61
	Mg	2	2,16 ± 0,10
	Zn	12	12,07 ± 0,50
Al-2Mg-15Zn	Al	83	82,93 ± 0,65
	Mg	2	2,00 ± 0,06
	Zn	15	15,06 ± 0,59

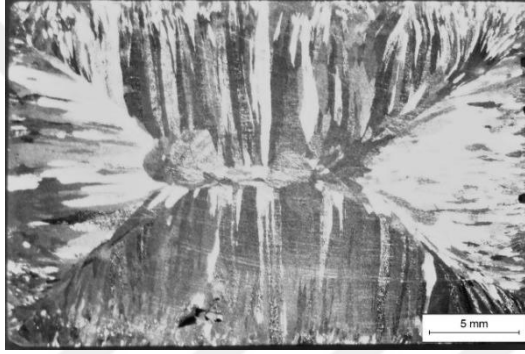
Al ve Al alaşımlarının döküm sonrası makro görüntüleri Şekil 4.1.'de verilmiştir.

Tüm numunelerde birbirine benzer çil, kolonsal ve eş eksenli tanelerden oluşan

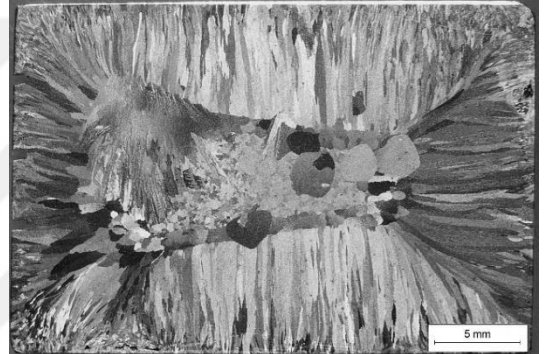
karakteristik döküm yapısı mevcuttur. Ancak Al-2Mg alaşımına Zn elementi ilavesi ve Zn içeriği artışı ile tane boyutu incelmıştır.



(a) Al



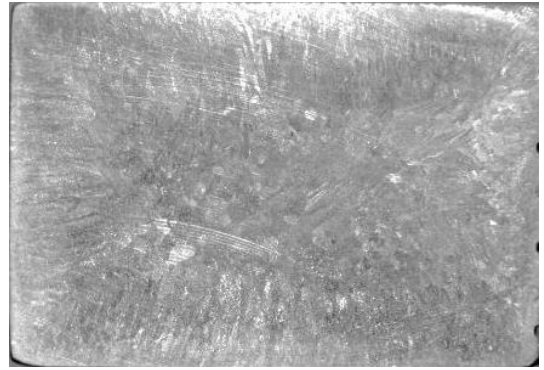
(b) Al-2Mg



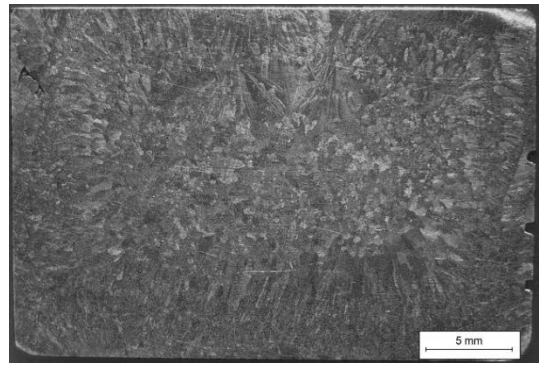
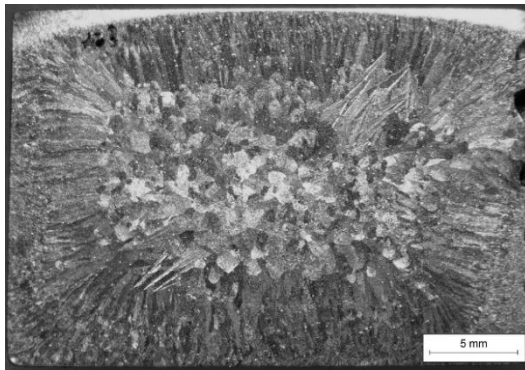
(c) Al-2Mg-3Zn



(d) Al-2Mg-6Zn

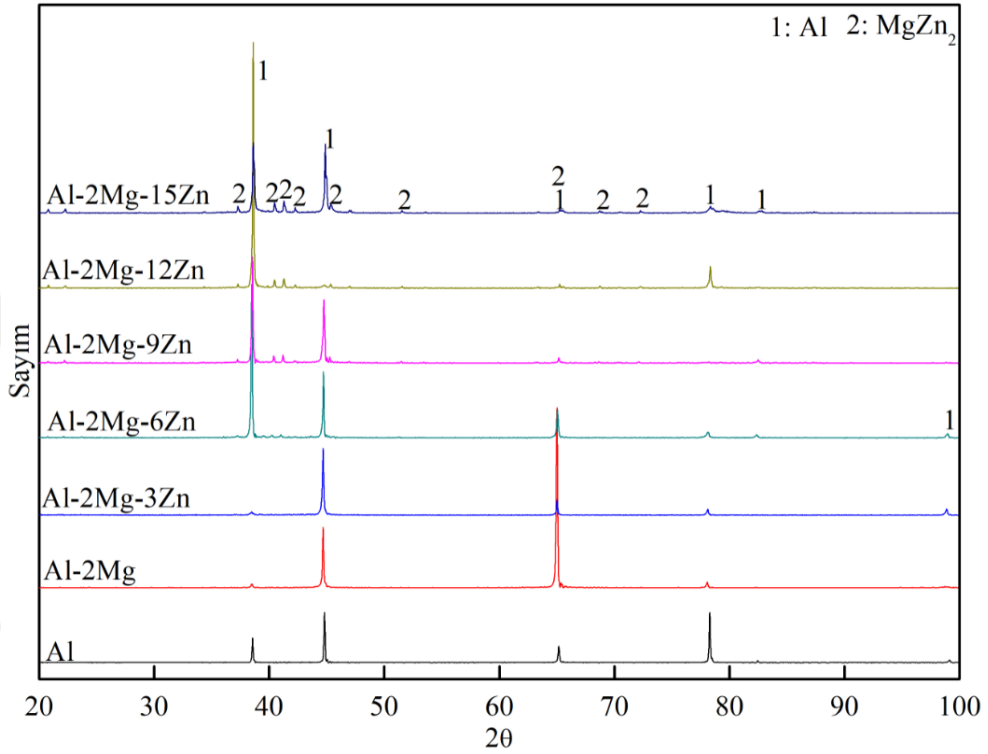


(e) Al-2Mg-9Zn



Şekil 4. 1. Al ve Al alaşımların dökülmüş haldeki makro görüntüleri. a) Al, b) Al-2Mg, c) Al-2Mg-3Zn, d) Al-2Mg-6Zn, e) Al-2Mg-9Zn, f) Al-2Mg-12Zn, g) Al-2Mg-15Zn

XRD analizi ile döküm haldeki saf alüminyum ve Al-2Mg alaşımlarının yalnızca Al, Al-Mg-Zn alaşımlarının ise Al ve $MgZn_2$ fazından oluştuğu tesbit edilmiştir (Şekil 4.2.). Al-Mg-Zn alaşımlarının Zn içeriği arttıkça $MgZn_2$ fazına ait pik şiddetleri de artmaktadır.



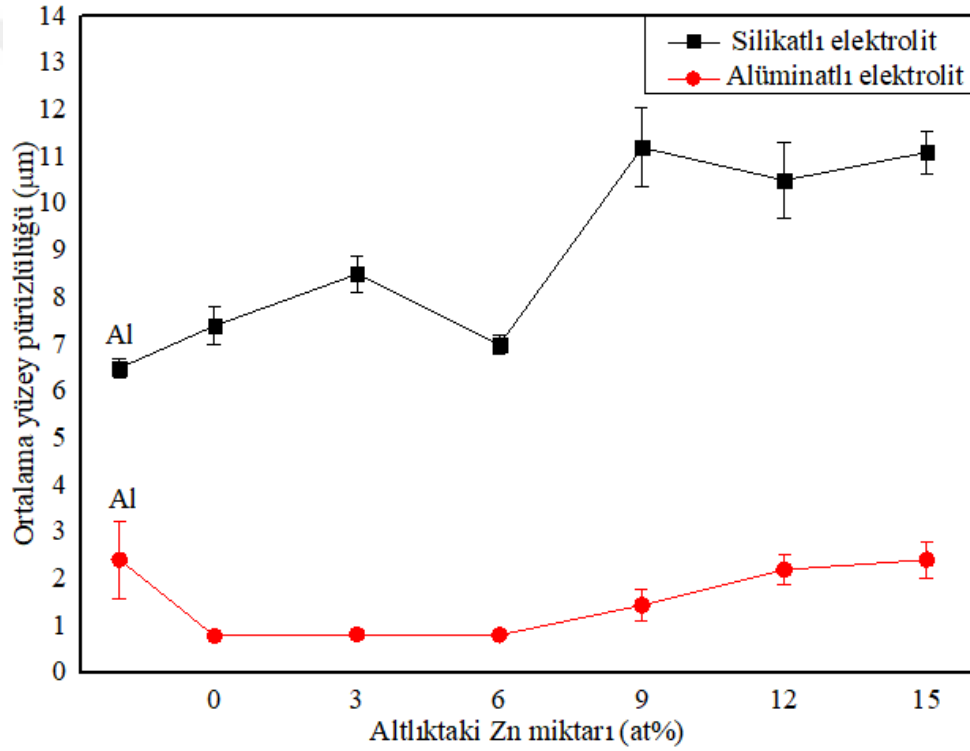
Şekil 4. 2. Döküm haldeki Al ve Al alaşımlarına ait XRD analizi.

4.2. MAO Kaplamaların Karakterizasyonu

4.2.1. Yüzey pürüzlülüğü

Döküm sonrası tüm yüzeyleri 1000 gritlik zımpara ile zımparalanan altlıkların yüzey pürüzlülüğü değerleri (R_a) $0,1 \mu m$ olarak ölçülmüştür. $0,1 \mu m$ yüzey pürüzlülüğüne sahip döküm haldeki saf Al, Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımlarının sodyum silikat ve sodyum alüminat içeren iki farklı çözelti içerisinde MAO kaplama sonrası yüzey pürüzlülük değerlerinin altlıktaki Zn miktarına bağlı olarak değişimi Şekil 4.3.'te verilmiştir. Tüm numunelerin MAO yöntemi ile kaplama sonrası yüzey pürüzlülük değerleri, kaplama öncesine göre artmıştır. Yüzey pürüzlülüğündeki artış silikatlı

çözelti ile kaplanan numunelerde çok daha belirgindir. MAO sırasında kullanılan çözeltiler baz alınarak yüzey pürüzlülüğü değerleri karşılaştırıldığında alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerin pürüzlülük değerleri silikatlı elektrolitte kaplananlara nazaran oldukça düşüktür. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerde yüzey pürüzlülüğü alüminyuma %2 Mg ilavesi ile azalmış Al-Mg'a Zn ilavesi ile %6'ya kadar değişim göstermemiş, 1 μm civarında, %9 Zn ve üzerinde de bir miktar artarak %15 Zn içeriğinde 2,4 μm 'ye yükselmiştir. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerde en düşük pürüzlülüğe sahip olan saf Al'dur. Al'a ilave edilen Mg ve Zn içeriği ile yüzey pürüzlülüğü giderek artmıştır.



Şekil 4. 3. Al, Al-2Mg ve Al-2Mg alaşımına Zn ilavesi ile yüzey pürüzlülük değişimi.

MAO işlemi sırasında deşarj kanalları yardımıyla yüzeye taşınan ergimiş metaller ve çözeltilerden gelen bileşenler altlık yüzeyinde katılarak yüzey pürüzlülüğünde artışa neden olmaktadır. İşlem sırasında kaplamanın zayıf olduğu bölgelerde daha şiddetli sparklar oluşarak daha büyük deşarj kanalları oluşmakta, altlıktan yüzeye taşınan malzeme miktarı artmaktadır [74]. Yüzeye taşınan malzeme miktarının artışı kaplama yüzeyinde daha fazla birikim sağlayarak daha kaba yapılar oluşturmaktadır [59]. Ayrıca şiddetli deşarjlar kaplamanın dökülmesine de sebep olmakta ve kaplama

oluşumu sırasındaki bu dökülmelerinde yüzey pürüzlülüğündeki artışa neden olduğu düşünülmektedir.

Kaplamanın bazı bölgelerinde oluşandeşarj kanallarında 10^3 - 10^4 K ve 10^2 - 10^3 MPa' a kadar ulaşan lokal sıcaklık ve basınç değerlerinden dolayıdeşarj kanallarındaki ergimiş metaller kısmi olarak buharlaşmaya başlar ve buharlaşan yapı yüzeye çıktığındadeşarj kanalı bölgesinde oluşan sıvı metal kısımlarında baloncuk oluşumuna neden olur [12,28,84]. Oluşan bu baloncuk şeklindeki yapılar soğuk çözelti ile temas ettiğinde hızlı bir katılaşma meydana gelir. Çok ince bir cidara sahip olduğundan kırılarak yarım küre halini alır

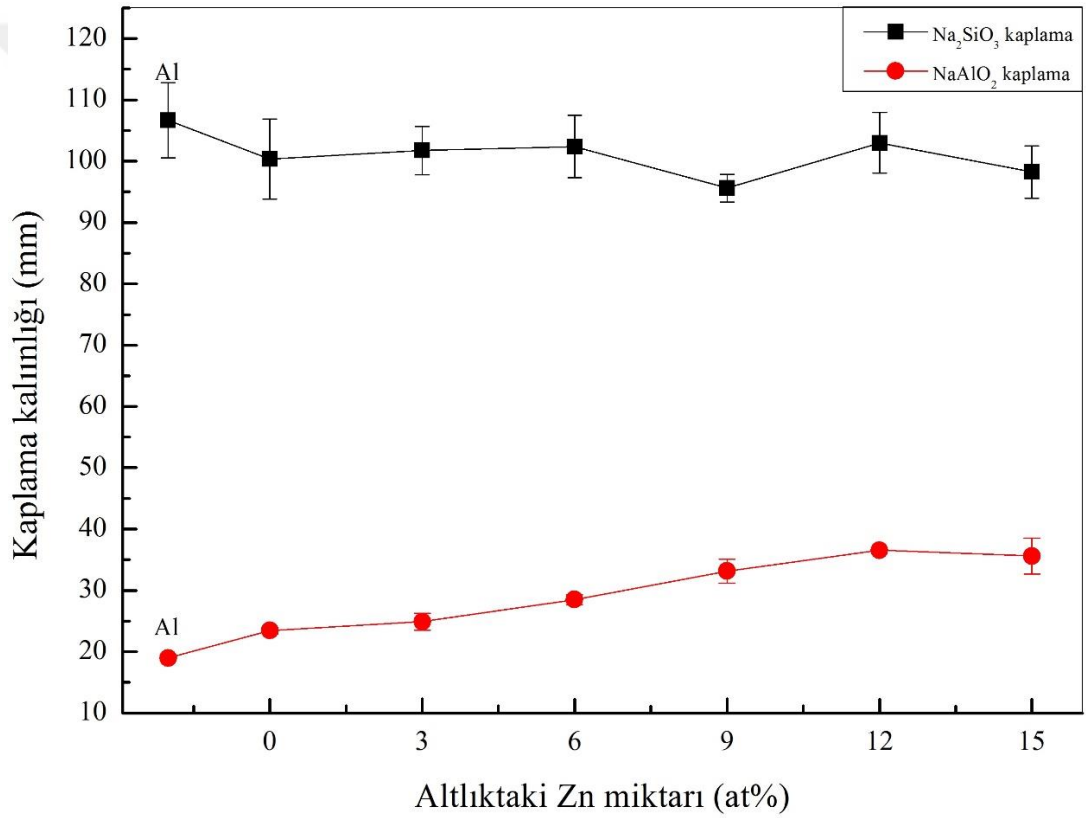
Pürüzlülük değerlerindeki saçılmayıdeşarj kanalları çevresinde oluşan sıvanmış bölgenin dışındaki bölgelerde oluşan bol gözenekli süngerimsi yapı ve kaplamadaki dökülmelere bağlamak mümkündür. Altlıktaki Zn miktarının artışı ile silikatlı ve alüminatlı solüsyon içerisinde üretilen kaplamaların yüzey pürüzlülüğü değerini arttırmaktadır. Fakat silikatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplamaların alüminatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplamalara oranla yüzey pürüzlülükleri yaklaşık iki kat daha fazladır. Bu farkın silikatlı elektolitte üretilen kaplamaların daha fazla camsı karakterde olup kısmen dökülmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir

Kaplama yüzeyinde meydana gelen küçük kıvrımların şiddeti yüzeyde oluşan dielektrik oksit filmin kalınlığının artmasıyla artmaktadır. Buda yüzey pürüzlülüğü artan kaplama kalınlığı ile daha da artmasına neden olmaktadır. Bu, altlıktaki Zn miktarının artışı ile yüzeye taşınan malzeme miktarı artmakta ve yüzeyde kaba ve yarı küresel şekilli porozite içeren yapıların sayısının artmasından kaynaklanmaktadır. Bu olaylar yüzey pürüzlülüğü değerini arttırıcı şekilde eğilim göstermektedir.

4.2.2. Kaplama kalınlığı

Silikatlı ve alüminatlı olmak üzere iki farklı elektrolit çözelti içerisinde 20'şer dakika süre ile elde edilen kaplamalara ait kalınlıkların altlıktaki Zn miktarına bağlı değişimi Şekil 4.4.'de verilmiştir. Silikatlı elektrolit içerisinde elde edilen kaplama kalınlığı

değerleri 90-110 mikron aralığında sodyum alüminatlı elektrolit içerisinde elde edilen kaplama kalınlığı değerleri 18-38 mikron aralığındadır. Silikatlı elektrolit içerisinde elde edilen kaplama kalınlıkları alüminatlı elektrolit içerisinde elde edilene oranla oldukça yüksektir. Buna elektrolitlerin ergime sıcaklığı ve iletkenlik değerlerinin farklı olmasının neden olduğu düşünülmektedir. Her iki elektrolit içerisinde üretilen kaplamaların kalınlıkları altlıktaki alaşım elemanı miktarının değişimi ile önemli bir farklılık göstermemiş, alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımlarda alüminyuma, Mg ve artan Zn ilavesi ile kaplama kalınlığında küçük de olsa bir artışın varlığı tesbit edilmiştir.



Şekil 4. 4. Sodyum silikatlı çözelti içerisinde kaplanan numunelerin kaplama kalınlığının altlıktaki Zn miktarına bağlı olarak değişimi.

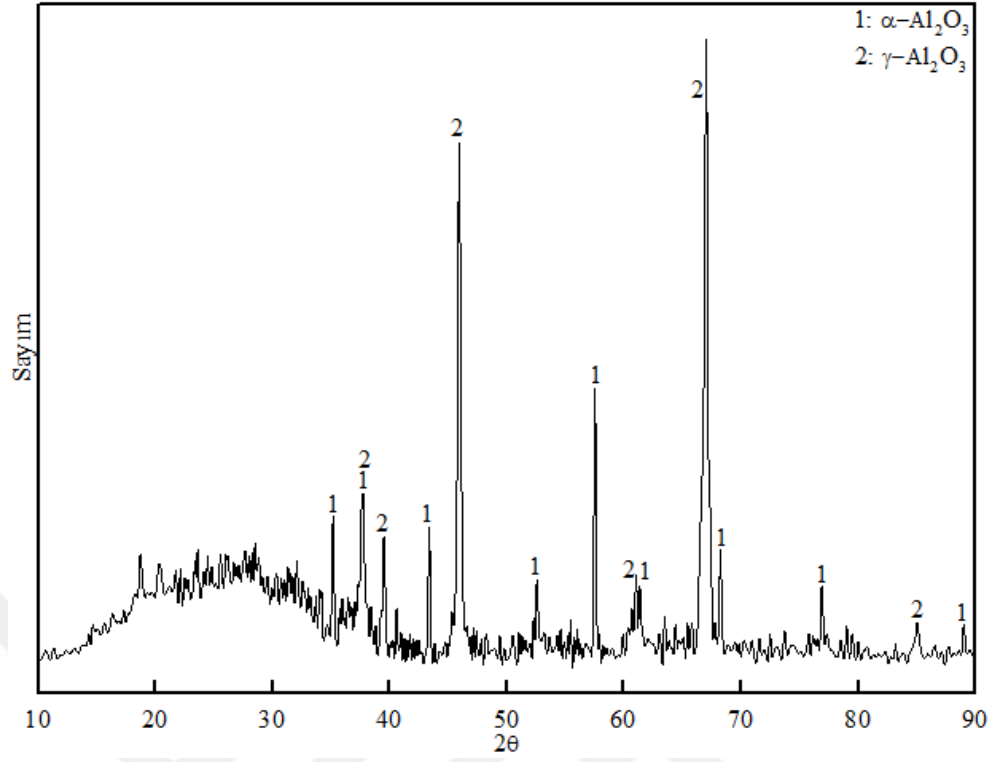
4.2.3. XRD

İki farklı elektrolit çözelti içerisinde MAO yöntemi ile kaplanan saf Al, Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımları yüzeyinde oluşturulan kaplamaların faz yapısı XRD analizi ile belirlenmiş (Şekil 4.5. ve Şekil 4.8.) ve kaplama tabakasında tesbit edilen fazlar alaşım Tablo 4.2.'de verilmiştir.

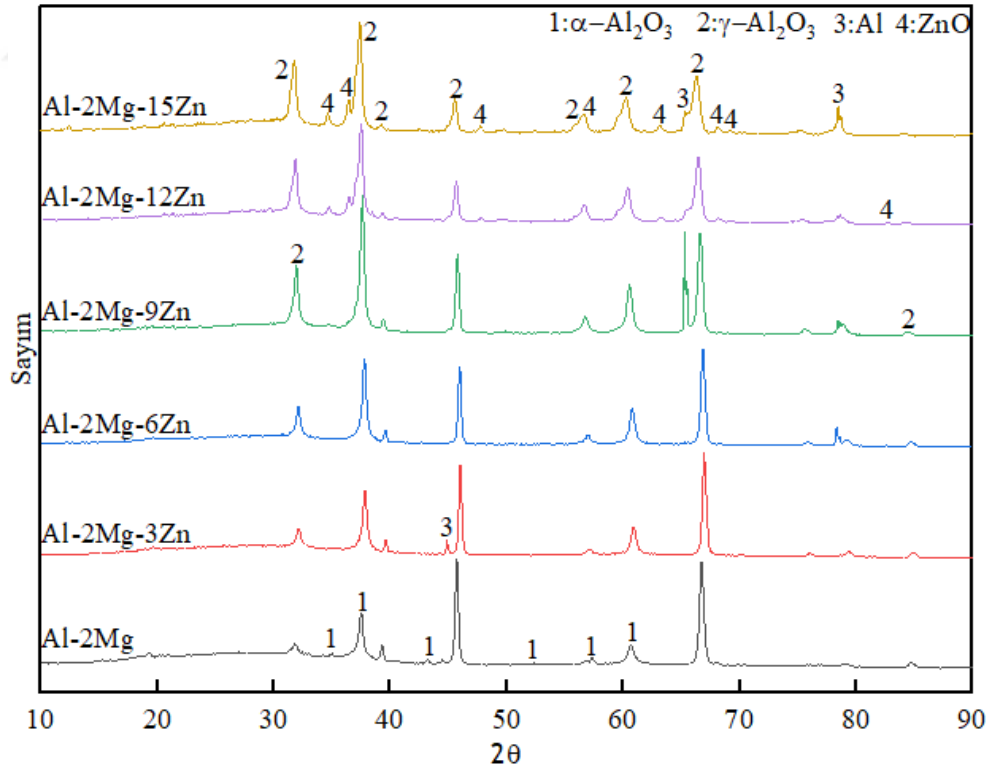
Her iki elektrolit içerisinde kaplanan numunelerde oluşan kristalin fazlar birbirine benzerdir. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerde farklı olarak amorf yapı da mevcuttur. Buna neden silikaltı elektrolit içerisindeki silisyum elementidir [5,6,7]. Saf alüminyum numunelerinde mevcut fazlar α ve γ -alumina'dır. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alüminyumda hakim faz α -alumina iken silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan alüminyumda γ -alumina'dır. Ayrıca alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alüminyumda Al piki de mevcuttur. α -Al₂O₃, 2050°C ergime sıcaklığına sahip kararlı bir alüminyum oksit fazı iken γ -Al₂O₃, 800-1200°C arasındaki sıcaklıklarda α -Al₂O₃'ya dönüşen yarı kararlı alüminyum oksit fazıdır [25,75,76]. MAO yöntemi ile yüzeyde oluşturulan alüminyum oksit fazının türünü belirleyen işlem sırasında ulaşılan sıcaklıktır. Yüksek sıcaklıklarda α -Al₂O₃ fazı elde edilirken düşük sıcaklık γ -Al₂O₃ fazının oluşumuna sebep olmaktadır [75].

Al-2Mg alaşımını yüzeyinde oluşturulan kaplama da saf alüminyum ile aynı faz yapısına sahiptir. Al-Mg-Zn alaşımları γ -alumina ile Al fazından oluşmakta, %9 Zn ve üzerinde Zn içeren Al-Mg-Zn alaşımlarında ise γ -alumina ile Al yanında ZnO fazı da bulunmaktadır. Al-Mg-Zn alaşımlarında α -alumina fazına rastlanmamıştır. Ayrıca alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn numunesinde ZnAlO fazı da bulunmaktadır.

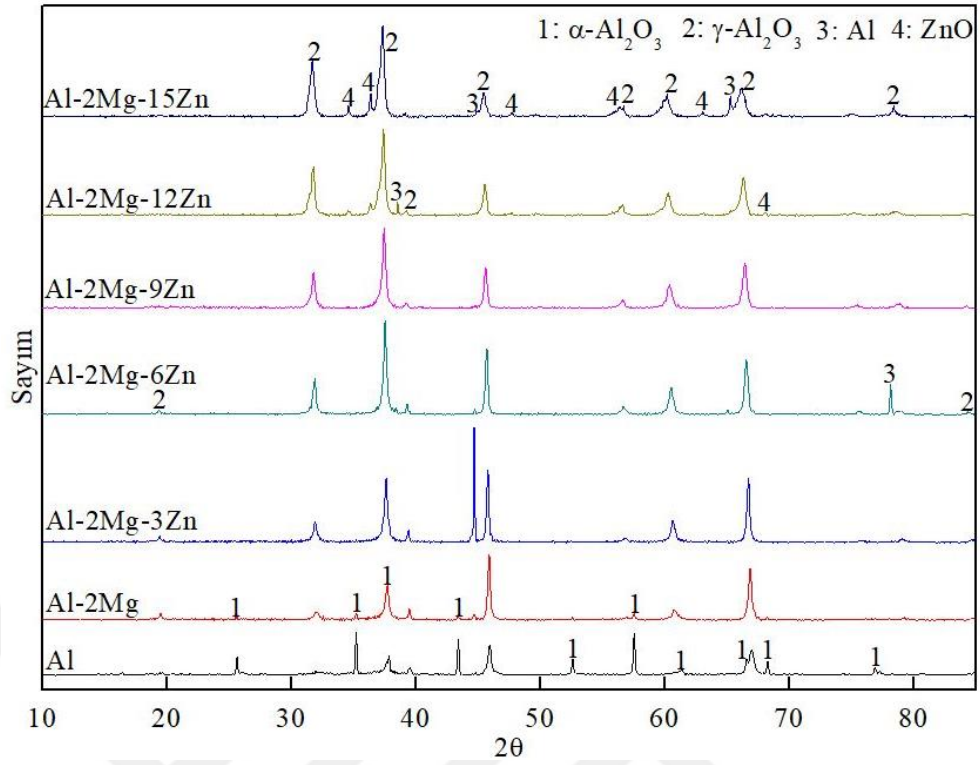
Silikatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplamaların üst yüzeylerinin 1000 grit zımpara ile zımparalanması sonrası XRD analizinde (Şekil 4.7.) amorf yapıya rastlanmamıştır, ayrıca ZnO fazın pik şiddetlerinde de bir miktar azalma görülmüştür. Bu, amorf yapı ile ZnO fazının kaplamanın dış yüzeyinde daha yoğun olduğu anlamına gelmektedir.



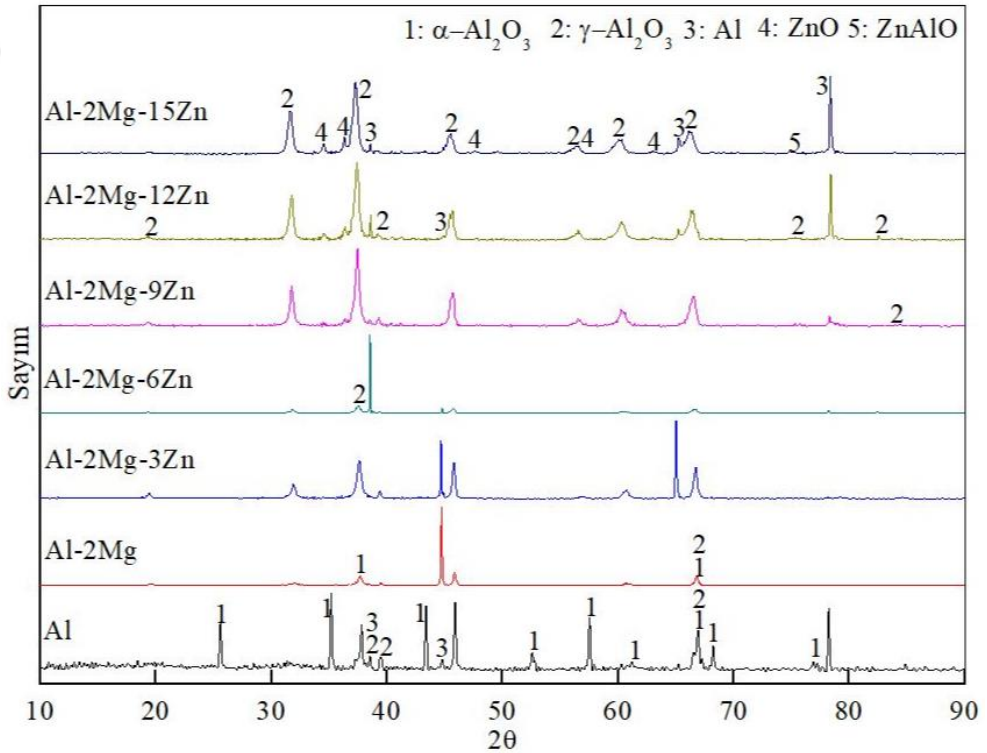
Şekil 4. 5. MAO yöntemi ile silikatlı elektrolit içerisinde Saf Al üzerinde oluşturulan kaplamanın XRD analizi.



Şekil 4. 6. MAO yöntemi ile silikatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların XRD analizi.



Şekil 4.7. MAO yöntemi ile silikatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların 1000 grit zımpara ile zımparalanması sonrası XRD analizi.



Şekil 4. 8. MAO yöntemi ile alüminatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların XRD analizi.

Tablo 4.2. Silikatlı ve alüminatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamalardaki XRD analizi ile belirlenen fazlar.

Altlıklar		XRD ile tesbit edilen fazlar				
		α -Al ₂ O ₃	γ -Al ₂ O ₃	Al	ZnO	ZnAlO
Silikatlı elektrolit	Al	X	X	X		
	Al-2Mg	X	X	X		
	Al-2Mg-3Zn		X	X		
	Al-2Mg-6Zn		X	X		
	Al-2Mg-9Zn		X	X		
	Al-2Mg-12Zn		X	X	X	
	Al-2Mg-15Zn		X	X	X	
Alüminatlı elektrolit	Al	X	X	X		
	Al-2Mg	X	X	X		
	Al-2Mg-3Zn		X	X		
	Al-2Mg-6Zn		X	X		
	Al-2Mg-9Zn		X	X	X	
	Al-2Mg-12Zn		X	X	X	
	Al-2Mg-15Zn		X	X	X	X

4.2.4. Mikroyapı

MAO ile kaplanan bütün numunelerin kaplama yüzey ve kaplama kesiti mikroyapıları SEM ile incelenmiş ve SEM-EDS analizi ile kaplamada mevcut elementler tesbit edilmiştir.

SEM mikrograflarından (Şekil 4.9.-Şekil 4.16.) MAO kaplama yöntemi ile tüm numunelerde karakteristik gözenekli MAO morfolojisine sahip kaplamalar elde edildiği görülmektedir. MAO prosesi sırasında oksit tabakası oluşumu ön kıvılcım periyodu ile başlar (akım yoğunluğuna bağlı olarak ilk 1-20 saniye). Bu periyotta geleneksel anodizasyona benzer altlık yüzeyinde ince bir oksit filmin oluşumu gerçekleşir. MAO'da anodizasyona göre oldukça yüksek voltajlar uygulanmaktadır ve uygulanan voltaj büyüyen oksit filmin yüzeyinde bölgesel olarak dielektrik bozulma voltajını aşarak kaplama tabakasının büyümesini sağlayan deşarj kanallarının oluşumuna neden olur. Kaplama oluşumu sırasında meydana gelen yüksek enerjili kıvılcımlar, kaplama yüzeyinde ergimelere ve hatta kaplamanın bazı bölgelerinde buharlaşmalara da neden olabilmektedir. Buharlaşmalar deşarj kanallarının

oluşturmuş olduğu gözeneklere ilave olarak kaplama yüzeyinde küresel veya küresele yakın gözenekler meydana getirmektedir [71,72]. Deşarj kanalları altlık malzeme yüzeyinden başlayarak kaplama yüzeyine kadar ulaşabilen boşluklardır ve bu kanallar vasıtasıyla altlık malzeme, kaplama yüzeyine kadar sıvı ya da buhar olarak ulaşabilmektedir. Deşarj kanalları sayesinde yüzeye kadar taşınan metal-metal oksit bileşikleri, elektrolit içerisinde bulunan bileşikler veya iyonlar ile reaksiyona girerek oksit kaplama tabakasının büyümesini sağlar. Kaplama tabaka kalınlığının artması ile daha büyük deşarj kanalları oluşur ve altlıktan yüzeye taşınan malzeme miktarını artırarak yüzeyi kabalaştırır [60,70, 71].

Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyum üzerinde oldukça pürüzlü rastgele dağılmış gözenekli, alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyum üzerinde ise volkanik patlamalar sonucu oluşmuş krater yapısına benzer ve bu kraterlerin merkezinde silikatlıya oranla oldukça homojen dağılmış dairesel gözeneklerden oluşan bir kaplama yapısı bulunmaktadır. Silikatlı çözelti içerisinde kaplanan saf alüminyumun üzerinde oluşan kaplamanın tüm yüzey üzerinde homojen bir büyüme göstermediği aşikârdır ve pürüzlülük testi de bunu doğrulamıştır. Ayrıca her iki numunede de kaplama yüzeyinde mikroçatlakların varlığı görülmekte ve bu çatlaklar silikatlı elektrolitte kaplanan numunede daha fazladır. Her iki elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyum yüzeyinde oluşan gözenek boyutu ortalama 1 mikron civarındadır, ancak silikatlı çözeltide sapma oranı daha yüksektir.

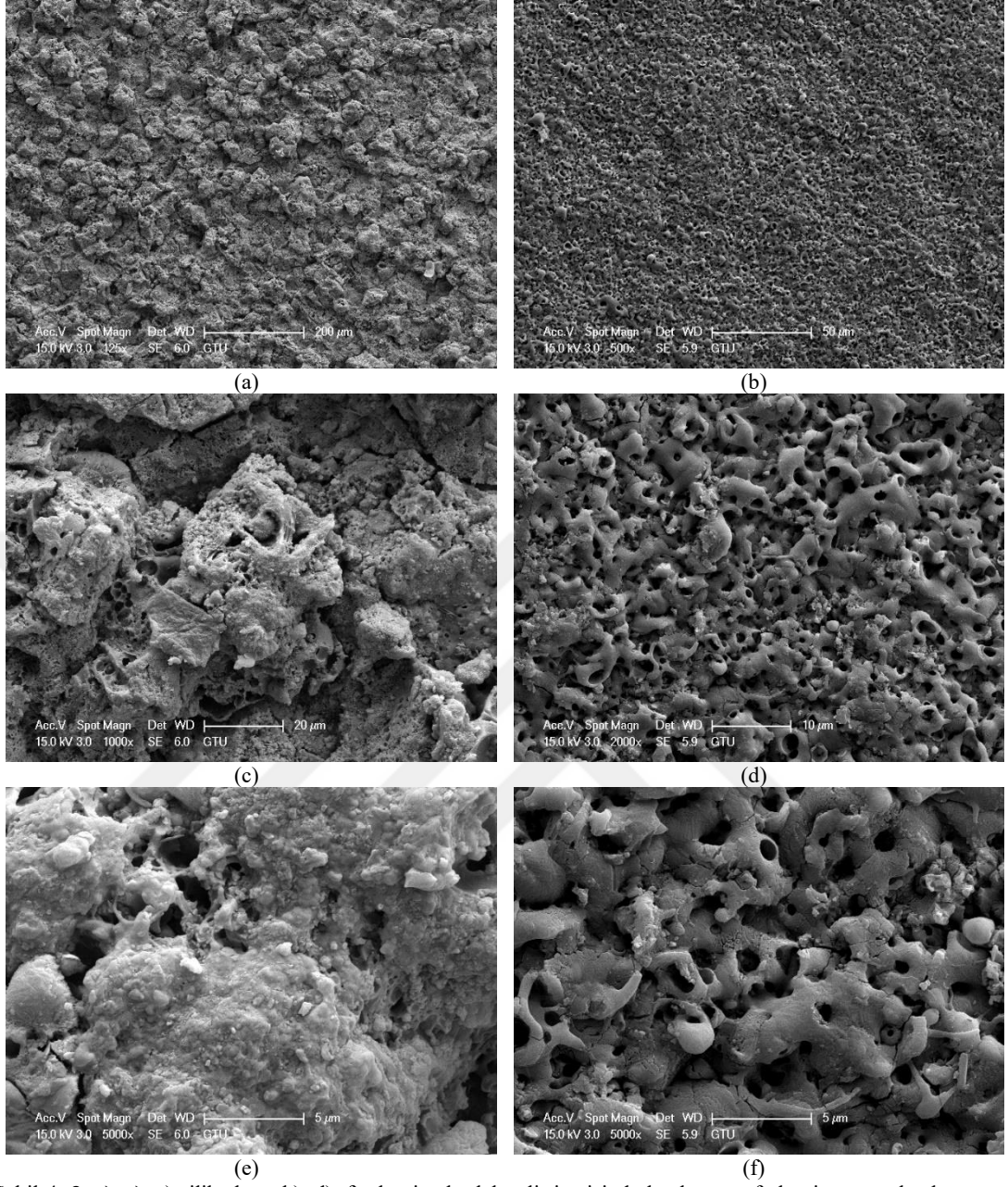
MAO prosesi esnasında, dielektrik kararlılığın kaybedilmesi sonucunda deşarj kanalları oluşmaya başlar ve altlık malzemedan başlayan ve yüzeye kadar uzanan deşarj kanalları ergimiş metali yüzeye taşıırken elektrolitik solüsyon içerisindeki anyonik bileşikleri kanal içerisinde oluşan türbülânstan dolayı içeri çekmeye çalışmaktadır. Gerek kanal içinde gerekse kanalın dışında ergimiş metalin bu anyonik bileşikler ile reaksiyona girmesi sonucu kaplama kalınlığında artış gerçekleşmektedir. Artan kaplama kalınlığı ile beraber yüzeyde meydana gelen küçük kıvılcımların şiddeti yüzeyde oluşan dielektrik oksit filmin kalınlığının artmasıyla daha büyük deşarj kanallarının oluşmasına altlıktan yüzeye taşınan malzeme miktarının artmasına neden olarak yüzeyi kabalaştırmaktadır [60,70]. Yüzeyden alınan SEM

mikrograflarından da görüldüğü üzere silikatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplama kalınlıklarının fazla olması yüzeyde oluşan kıvılcımların şiddetini artırmakta ve kaplama yüzeyindeki oksit film tabakasının kırarak dökülmesine neden olmaktadır. Alüminatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplamaların dökülmemesinin nedeni kaplama kalınlığının düşük, kaplama yüzeyindeki kıvılcımların küçük şiddetli ve homojen bir dağılım göstermesindendir.

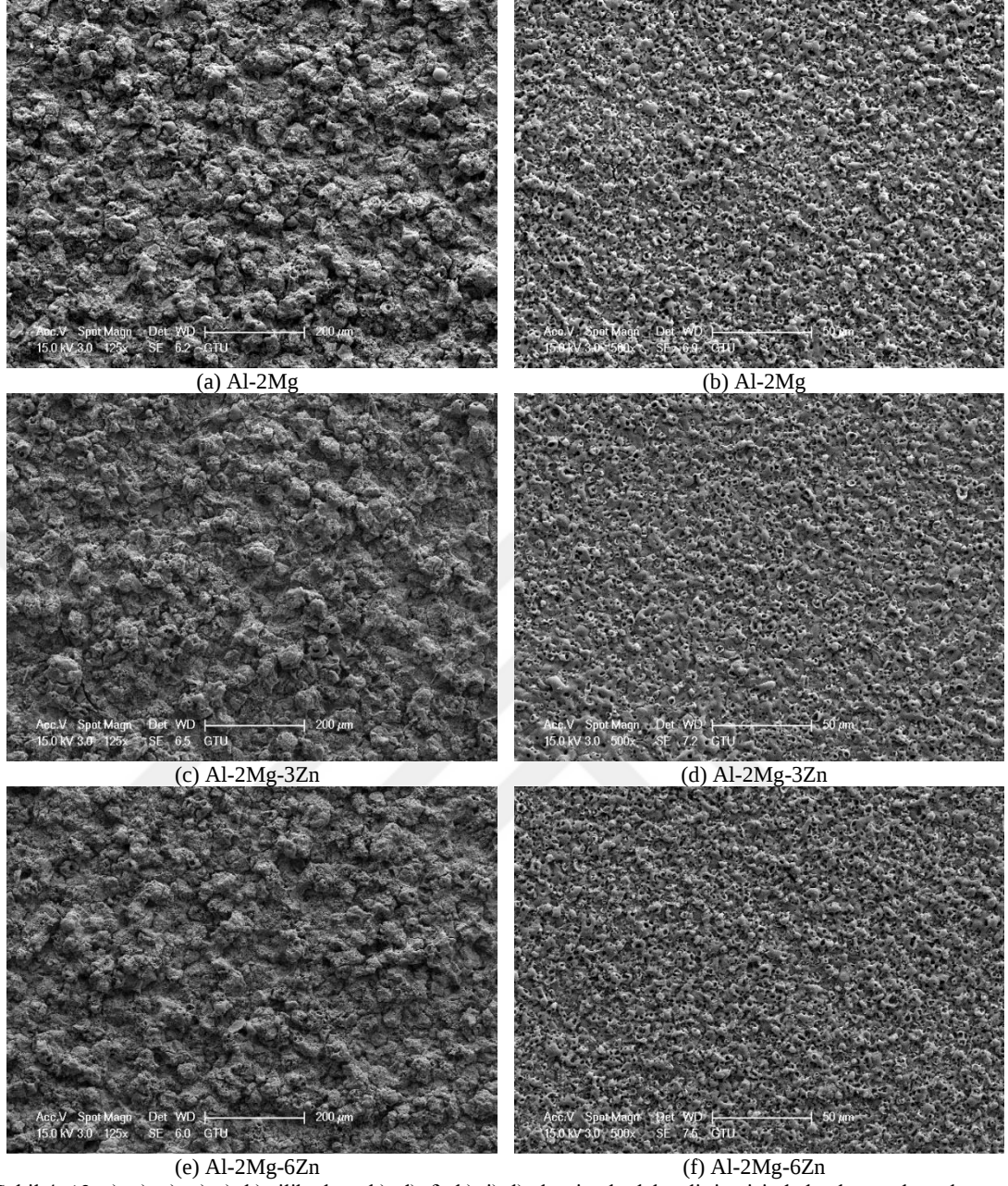
Deşarj kanallarının çevresinde lokal olarak ani sıcaklık ve basınç artışına bağlı olarak ergiyen metal deşarj kanalları vasıtasıyla yüzeye taşınır ve yüzeye çıktığı bölgelerde sıvı metal/metal oksit havuzu oluşturur. Soğuk elektrolit ile temas halinde olan bu yapı katılaşarak pürüzsüz düz yapıları oluşturur [38,40]. Bu yapıların alüminatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplama yüzeylerinde görülürken silikatlı elektrolit çözelti içerisinde oluşturulan kaplamalarda görülmemesinin nedeni yüzeyde oluşan camsı tabakanın dökülmesindendir.

Alüminyuma atomik olarak %2 Mg ve Al-Mg'a farklı oranlarda Zn ilavesi ile üretilen alaşımların yüzeyinde MAO ile oluşturulan kaplamaların morfolojisi de saf alüminyuma oldukça (Şekil 4.9. ve Şekil 4.16.'da görüldüğü gibi) benzerdir. Ancak silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımları saf alüminyuma nazaran daha gözenekli ve süngerimsi bir yapıya sahiptir. Süngerimsi yapıyı oluşturan ergimiş oksit içerisindeki gaz çıkışı olduğu benzer çalışmalarda belirtilmiştir. [83].

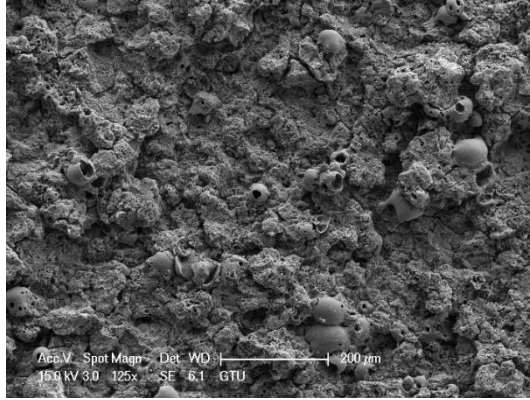
Saf alüminyumda olduğu gibi Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımlarının yüzeyi, aynı elektrolitte kaplanan özellikle alüminatlı elektrolitte kaplanan alaşımlarda mikroçatlakların varlığı barizdir. Kaplama prosesi sırasında meydana gelen güçlü deşarjlar, kaplama yüzeyinin sıcaklığını lokal olarak yaklaşık 10^3 - 10^4 K kadar artırmaktadır [32,38,75]. Kaplama işlemi süresince elektrolit sıcaklığı özel soğutma ekipmanlarıyla 12-28°C'de tutulmaktadır. Güçlü deşarjlar ile kaplama yüzeyinin lokal olarak yüksek sıcaklıklara ulaşması ve ısınan bu bölgelerin soğuk elektrolit ile teması termal nedenli çatlaklar meydana getirmektedir [82].



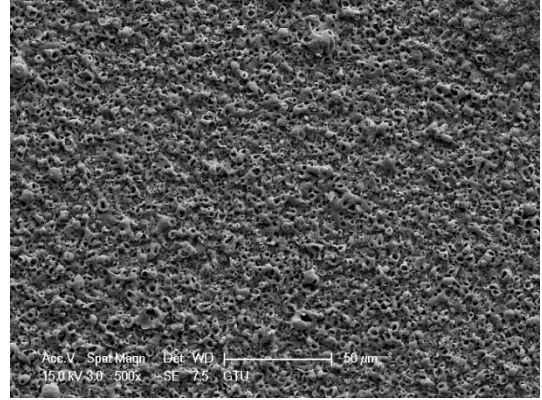
Şekil 4. 9. a), c), e) silikatlı ve b), d), f) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyumun kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü.



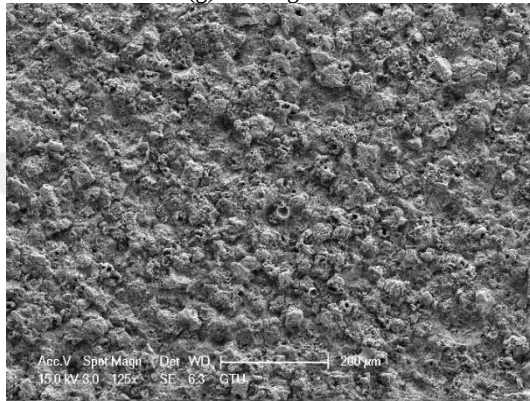
Şekil 4. 10. a), c), e), g), i), k) silikatlı ve b), d), f), h), j), l) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımlarının kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, silikatlı elektrolit içerisindeki numuneler 125X ve alüminatlı çözelti içerisindeki numuneler 500X



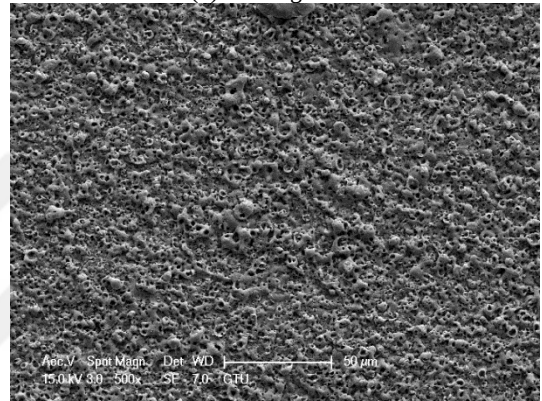
(g) Al-2Mg-9Zn



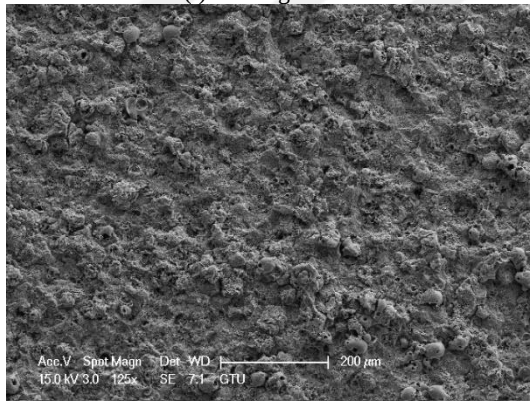
(h) Al-2Mg-9Zn



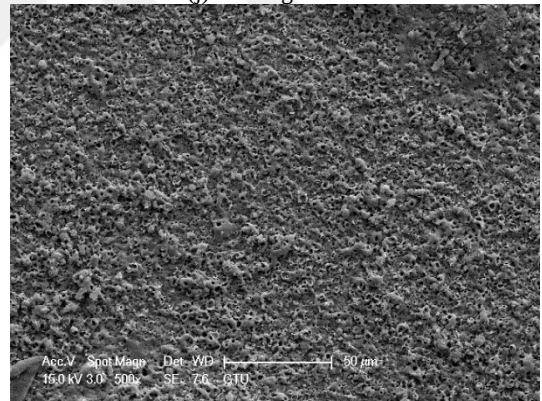
(i) Al-2Mg-12Zn



(j) Al-2Mg-12Zn

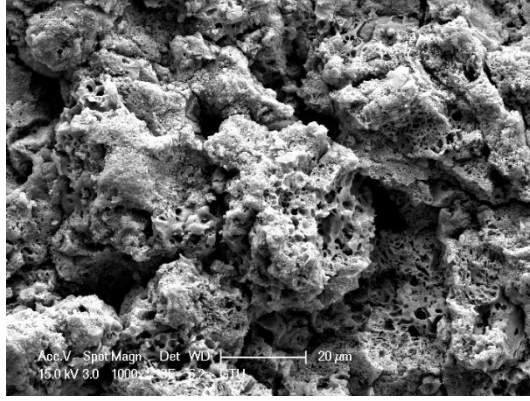


(k) Al-2Mg-15Zn

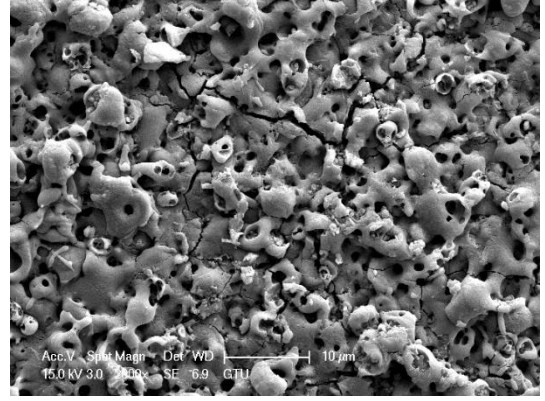


(l) Al-2Mg-15Zn

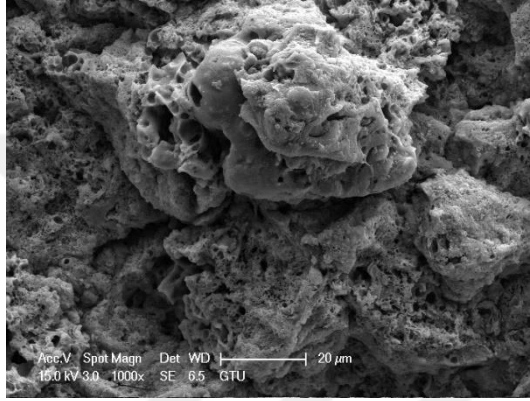
Şekil 4. 11. (devam) g), ı), k) silikatlı ve h), j), l) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, silikatlı elektrolit içerisindeki numuneler 125X ve alüminatlı çözelti içerisindeki numuneler 500X.



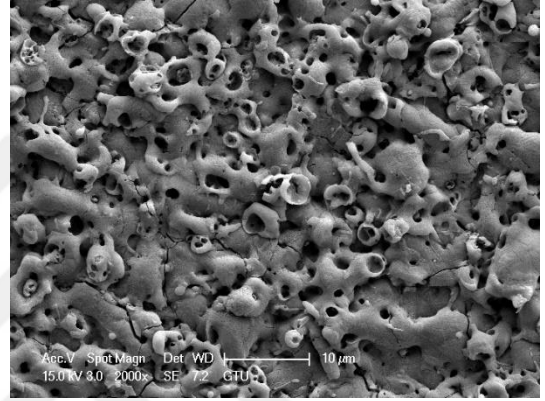
(a) Al-2Mg



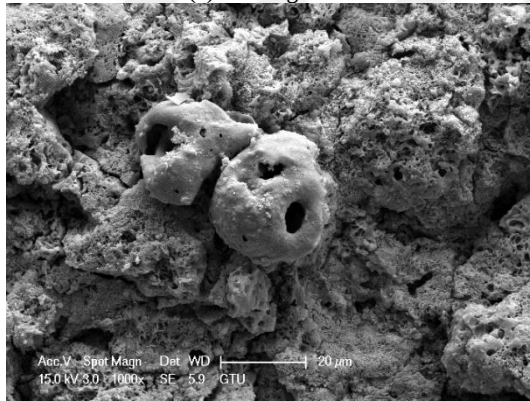
(b) Al-2Mg



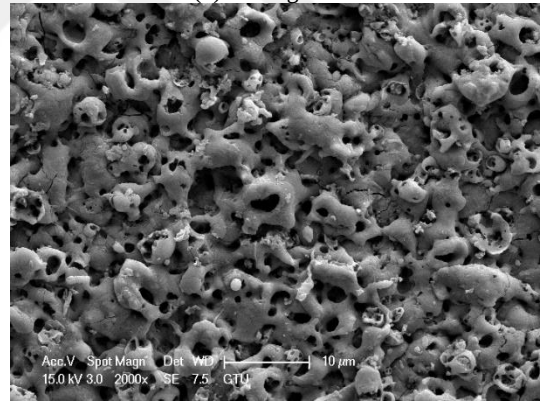
(c) Al-2Mg-3Zn



(d) Al-2Mg-3Zn

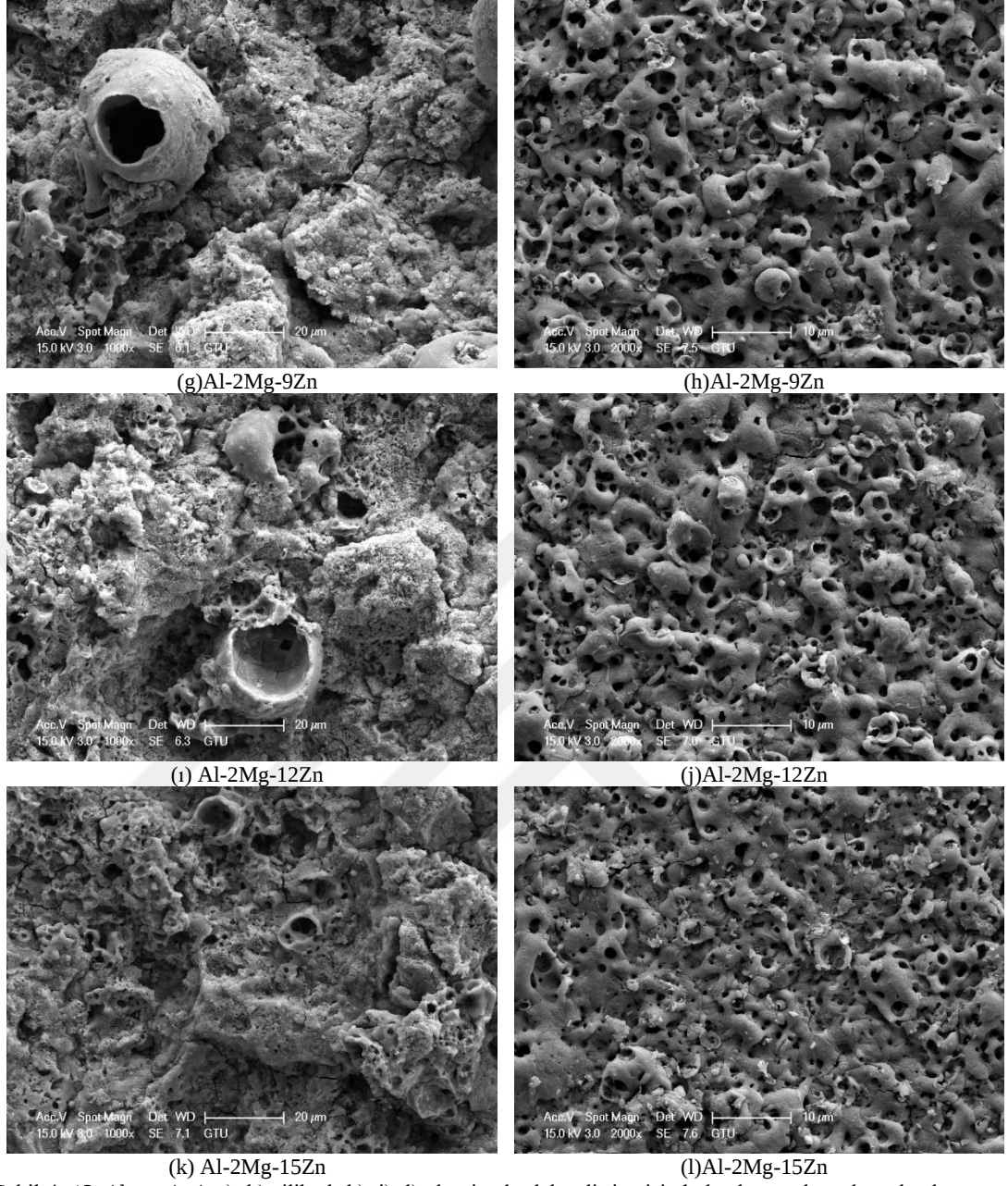


(e) Al-2Mg-6Zn

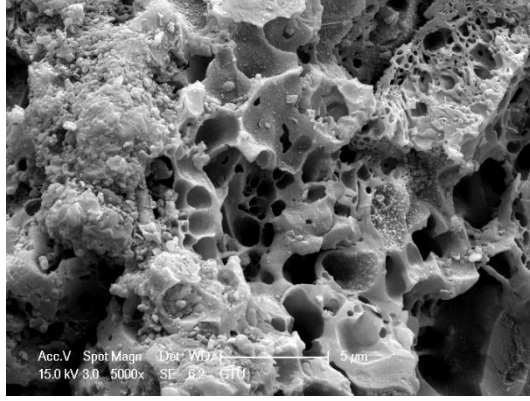


(f) Al-2Mg-6Zn

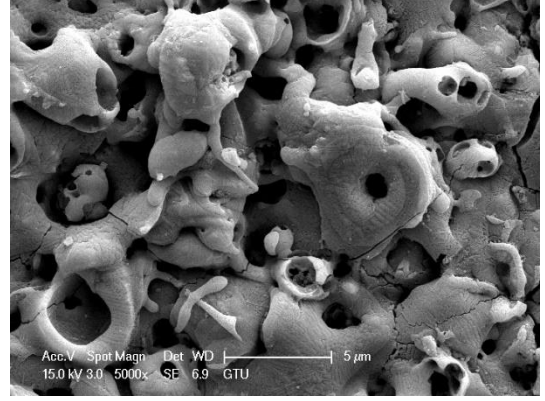
Şekil 4. 12. a), c), e) silikatlı ve b), d), f) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, silikatlı elektrolit içerisindeki numuneler 1000X ve alüminatlı çözelti içerisindeki numuneler 2000X.



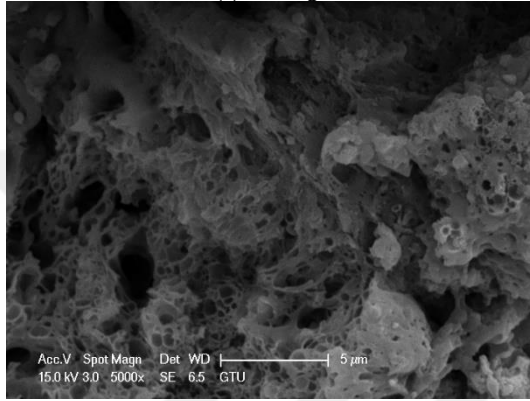
Şekil 4. 13. (devam) g), ı), k) silikatlı h), j), l) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, silikatlı elektrolit içerisindeki numuneler 1000X ve alüminatlı çözelti içerisindeki numuneler 2000X.



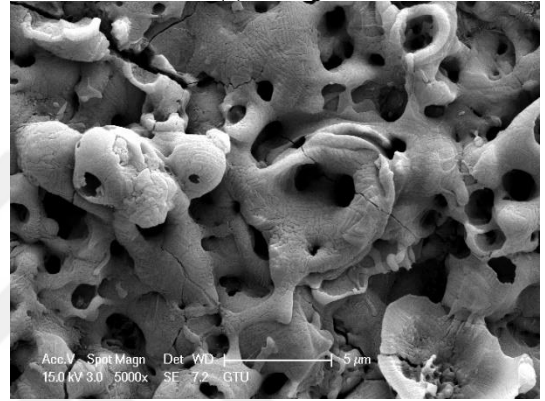
(a)Al-2Mg



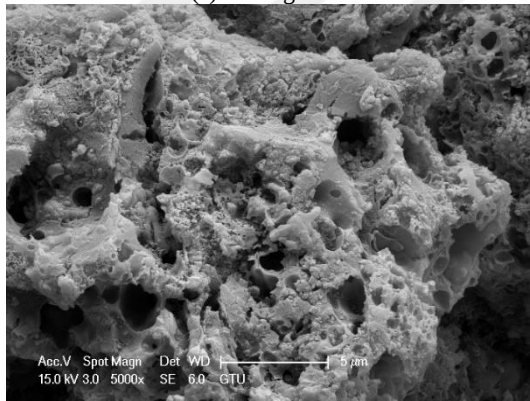
(b)Al-2Mg



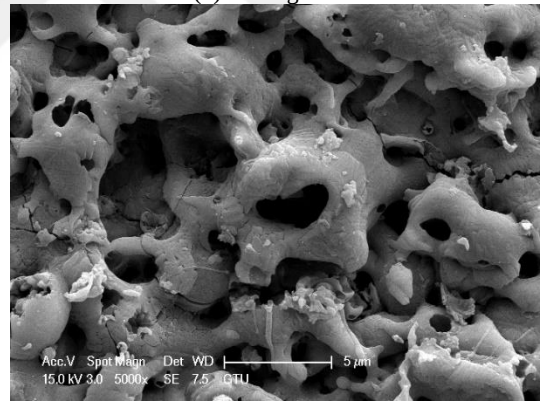
(c)Al-2Mg-3Zn



(d)Al-2Mg-3Zn

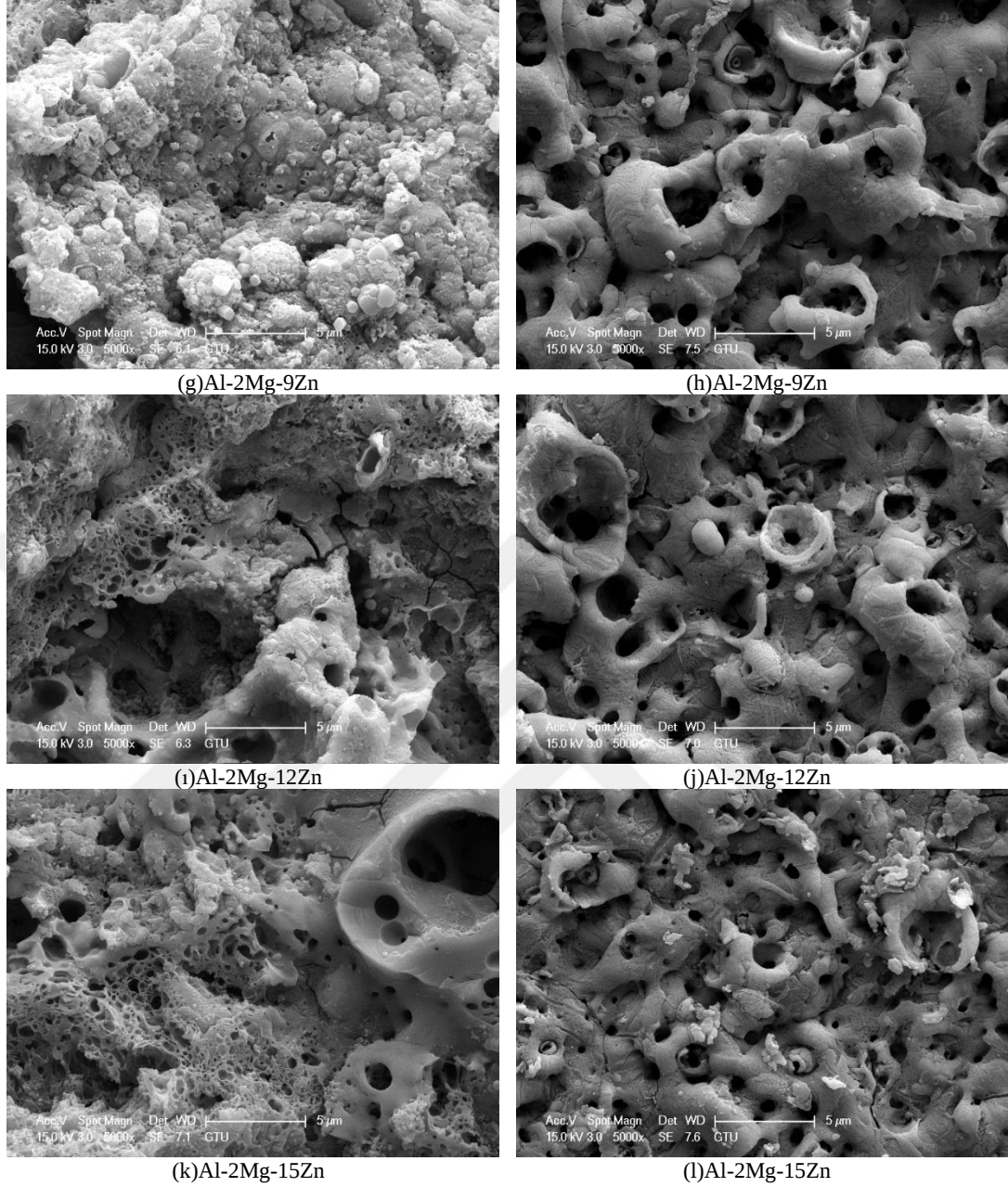


(e)Al-2Mg-6Zn



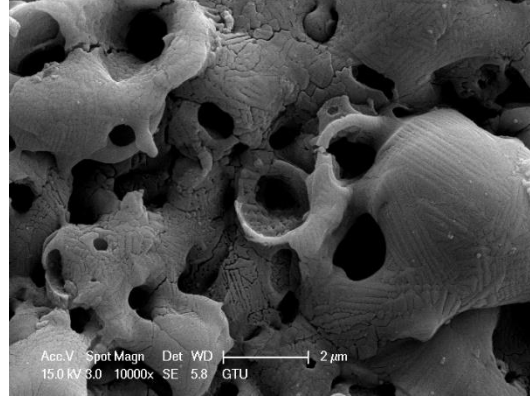
(f)Al-2Mg-6Zn

Şekil 4. 14. a), c), e) silikatlı ve b), d), f) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, 5000X.

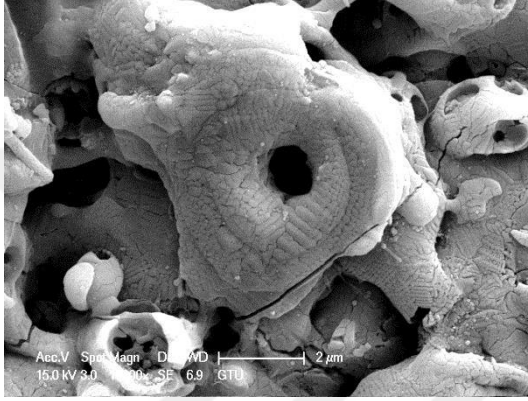


Şekil 4. 15. (devam) g), i), k) silikatlı ve h), j), l) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü, 5000X.

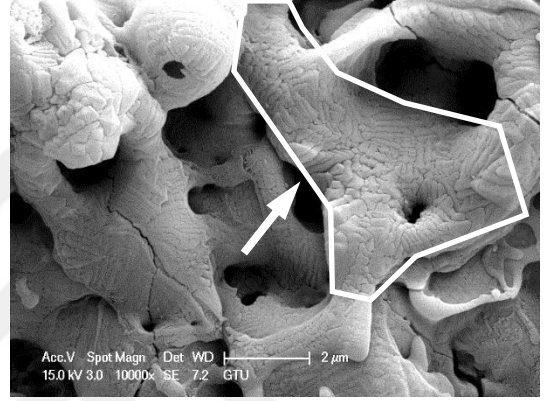
Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerin yüksek büyütmede alınmış mikrograflarında gözeneklerin (deşarj kanallarının) çevresinde dendritik oluşuma benzer yapılar bulunmaktadır (Şekil 4.16.c okla işaretli bölge gibi). Benzer oluşum S. Cengiz ve Y. Cheng'in [78,79] yaptıkları çalışmada da mevcuttur ve onlar dendritik yapı oluşumuna hızlı katılaşmanın sebep olduğunu belirtmişlerdir.



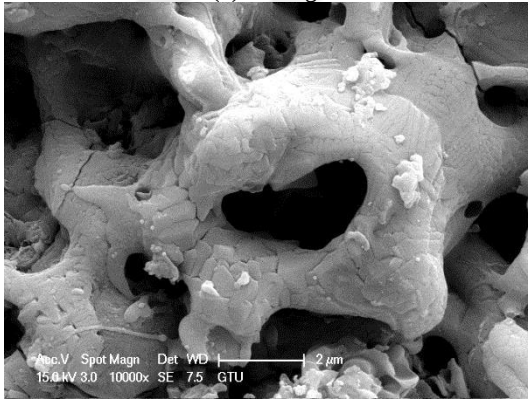
(a)Saf Al



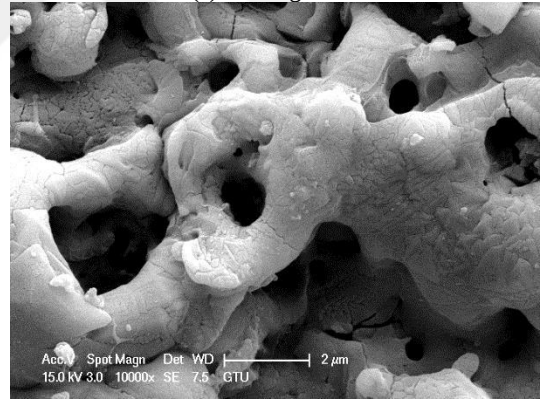
(b)Al-2Mg



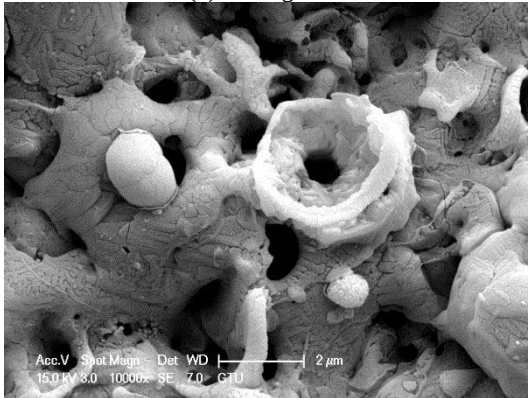
(c) Al-2Mg-3Zn



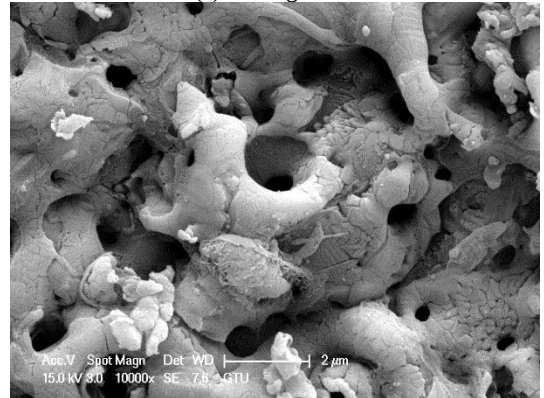
(d)Al-2Mg-6Zn



(e)Al-2Mg-9Zn



(f)Al-2Mg-12Zn



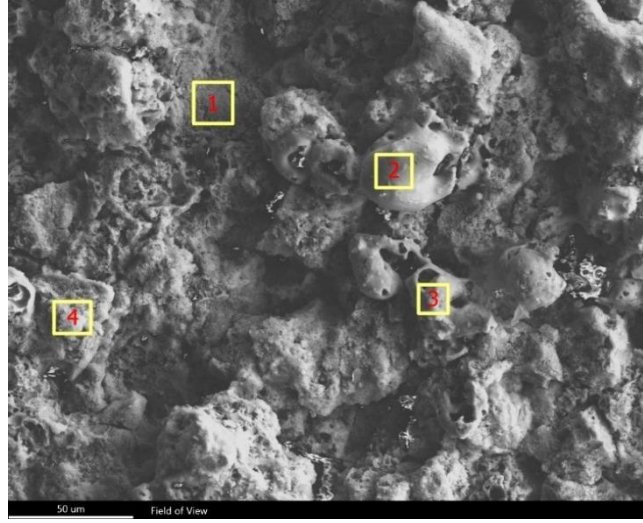
(g)Al-2Mg-15Zn

Şekil 4. 16. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama üst yüzey SEM sekonder elektron görüntüsü 10000X.

Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımlara ait yüzey SEM mikroyapıları Şekil 4.17.-Şekil 4.23.'de ve bu mikroyapı üzerinde 4 farklı bölgeden alınan SEM-EDS nokta analizi sonuçları Tablo 4.3.-Tablo 4.9.'da verilmiştir. Kaplamaların dış yüzeyinden alınan SEM-EDS analizi saf alüminyum üzerinde oluşan kaplamanın O, Na, Al, Si, K, Al-Mg alaşımı üzerinde O, Na, Al, Mg, Si, K ve Al-Mg-Zn alaşımları üzerinde O, Na, Mg, Al, Si, K, Zn elementleri içerdiğini göstermiştir. Tüm kaplama yüzeylerinde baskın olan elementler O, Al ve Si'dur. Al, Mg ve Zn elementlerinin altlıktan kaynaklandığı, Na, Si ve K elementleri ise elektrolit kaynaklıdır. Bu elementler MAO prosesinde oluşan kıvılcımlar sayesinde kaplama bünyesine katılanmıştır. Altlık içerisindeki Zn miktarındaki artış ile kaplama üst yüzeyinde Zn miktarı artmakta ancak %9 Zn içeriğinden sonra sabit kalmaktadır.

Alüminatlı elektrolitte kaplanan alaşımlara ait dış yüzey SEM mikroyapıları da Şekil 4.24.-Şekil 4.30.'da, bu mikroyapı üzerinde 4 farklı bölgeden alınan SEM-EDS nokta analizi değerleri de Tablo 4.10.-Tablo 4.16.'da verilmiştir. Alüminatlı elektrolitte kaplanan numunelerin SEM-EDS nokta analizi saf alüminyum üzerinde oluşturulan kaplamanın O ve Al, Al-Mg alaşımı üzerinde O, Al, Mg ve Al-Mg-Zn alaşımları üzerinde O, Mg, Al, Zn elementleri içerdiğini göstermiştir. Silikatlı elektrolitte kaplanan numunelerden farklı olarak elektrolit içerisinde mevcut olan K kaplama üst yüzeyinde tesbit edilmemiştir. Kaplamadaki Al elementi kaynağı altlığın dışında kaplama sırasında alüminatlı elektrolit kullanıldığı için elektrolit de olabilir. Kaplamada mevcut Mg oranı tüm numunelerde silikatlı elektrolitte kaplanan numunelere oranla bir miktar yüksek, Zn miktarı ise silikatlı elektrolitte kaplanan numunelere çok benzerdir.

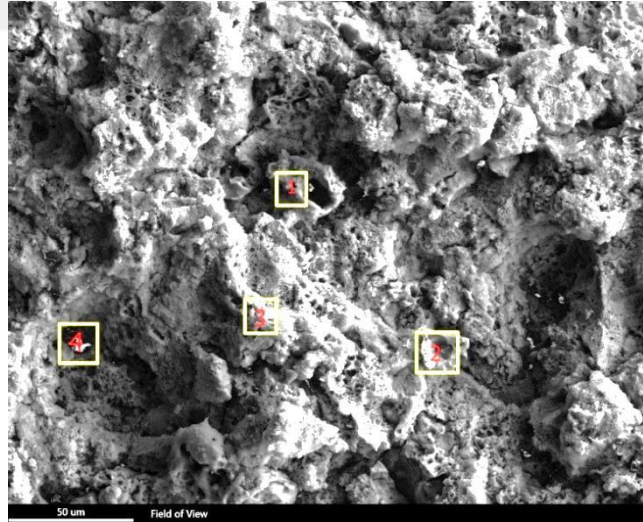
Al-Mg-Zn içeren alaşımların üst yüzey EDS analizlerinin hepsinde Zn elementi tesbit edilmiştir. Ancak, XRD analizinde Zn içeren ZnO fazı (Şekil 4.5. Şekil 4.6. ve Şekil 4.7.) silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan %12 ve %15, alüminatlı elektrolit içerisinde ise %9, %12, %15 Zn içeren alaşımlarda tesbit edilmiştir.



Şekil 4. 17. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf Al üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.3. Şekil 4.17.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

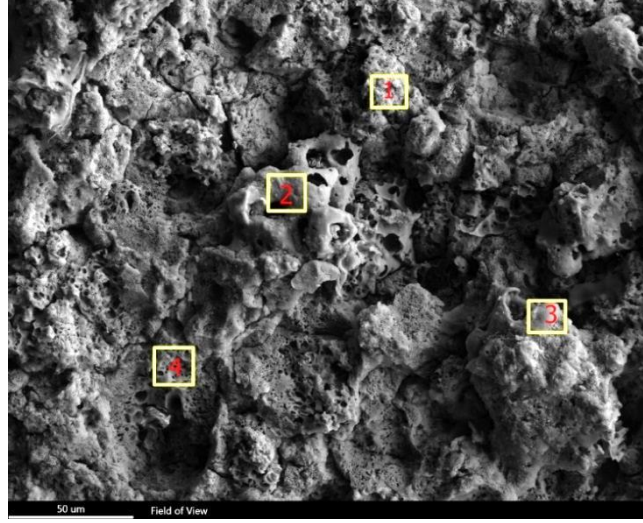
No	Atomik%				
	O	Na	Al	Si	K
1	56,76	12,35	15,33	13,78	1,78
2	46,57	2,51	44,74	5,8	0,38
3	53,35	1,11	41,52	3,81	0,21
4	54,05	10,89	18,95	14,25	1,86



Şekil 4. 18. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.4. Şekil 4.18.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

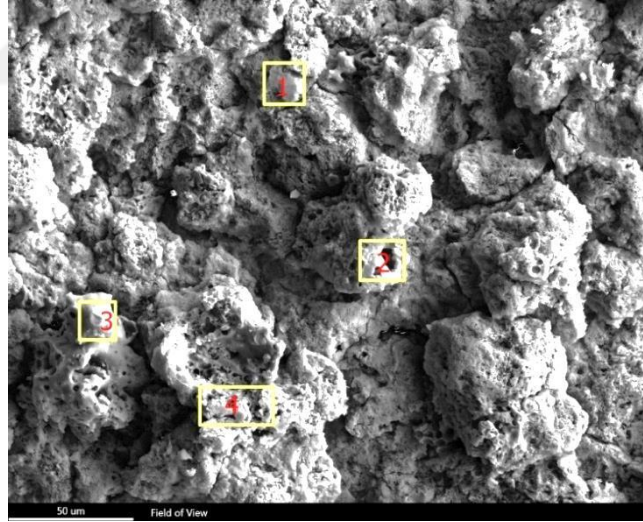
No	Atomik%					
	O	Na	Mg	Al	Si	K
1	52,04	0,76	1,04	43,03	2,84	0,29
2	53,51	2,55	0,98	33,45	8,66	0,85
3	54,11	40,15	0,73	17,51	15,69	1,82
4	58	5,45	0,7	27,93	7,53	0,39



Şekil 4. 19. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-3Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.5. Şekil 4.19.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

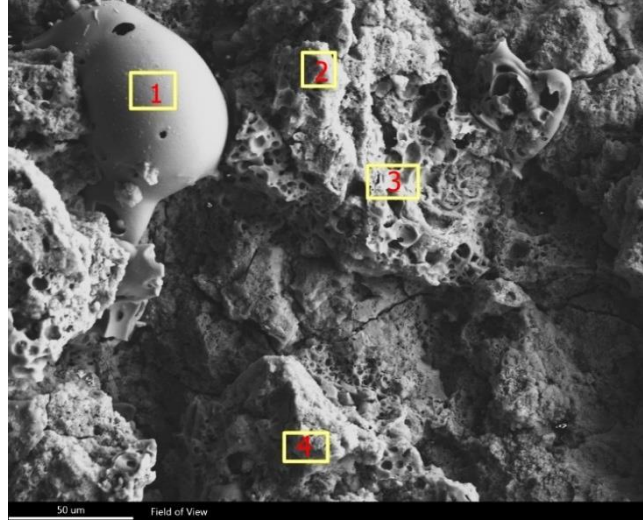
No	Atomik%						
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Zn
1	55,59	6,87	0,84	18,69	15,29	1,63	1,09
2	47,37	1,62	1,43	41,26	6,26	0,32	1,75
3	53,85	1,08	1,35	36,49	5,58	0,36	1,28
4	45,29	8,9	0,57	23,9	16,96	1,86	2,53



Şekil 4. 20. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-6Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.6. Şekil 4.20.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

No	Atomik%						
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Zn
1	49,02	1,05	0,54	25,08	22,41	0,52	1,38
2	49,36	1,56	1,45	39,7	4,3	0,23	3,4
3	48,27	2,62	1,13	39,15	4,72	0,15	3,95
4	52,55	5,05	1,07	28,71	8,26	0,72	3,64



Şekil 4. 21. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-9Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.7. Şekil 4.21.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

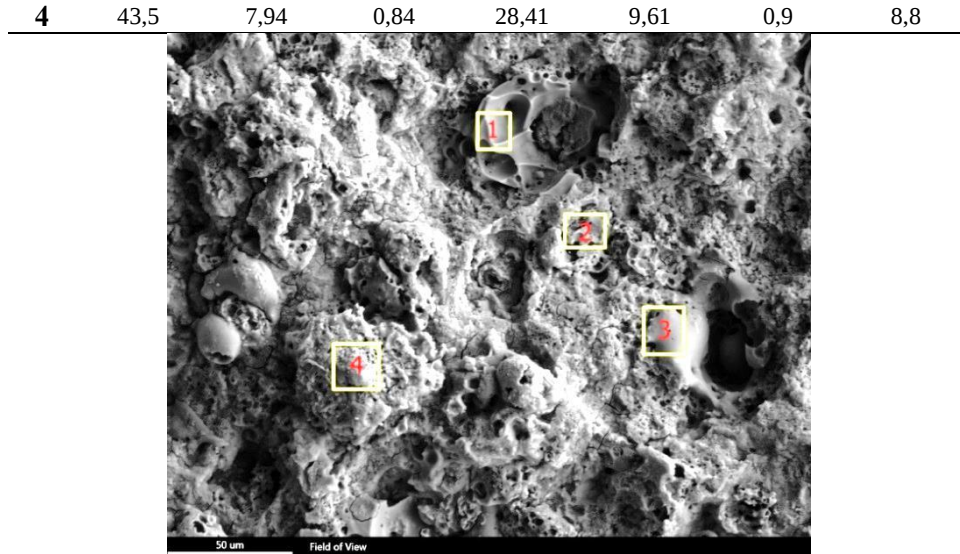
No	Atomik%						
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Zn
1	43,62	8,58	1,51	33,28	8,57	0,69	3,75
2	47,12	10,81	0,6	15,39	20,43	2,24	3,4
3	55	7,76	0,85	22,35	10,21	1	2,83
4	53,9	10,36	0,76	13,87	17,23	1,7	2,18



Şekil 4. 22. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-12Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.8. Şekil 4.22.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

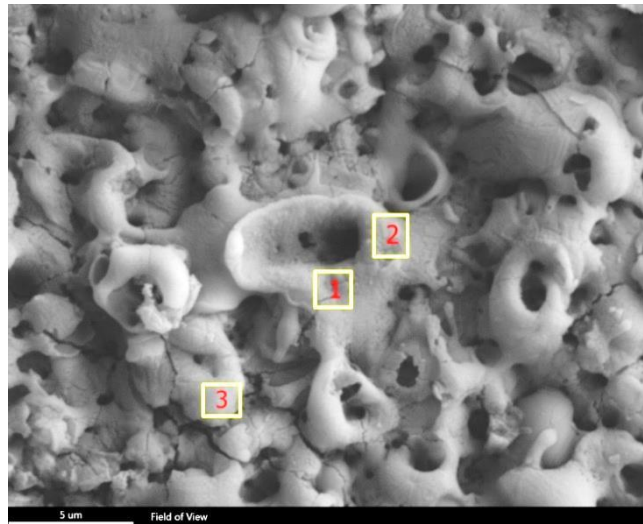
No	Atomik%						
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Zn
1	44,4	10,21	1,37	22,55	13,26	1,19	7,01
2	44,66	9,23	0,5	21,67	15,77	1,49	6,68
3	44,15	5,16	1,07	34,96	7,44	0,64	6,29



Şekil 4. 23. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.9. Şekil 4.23.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

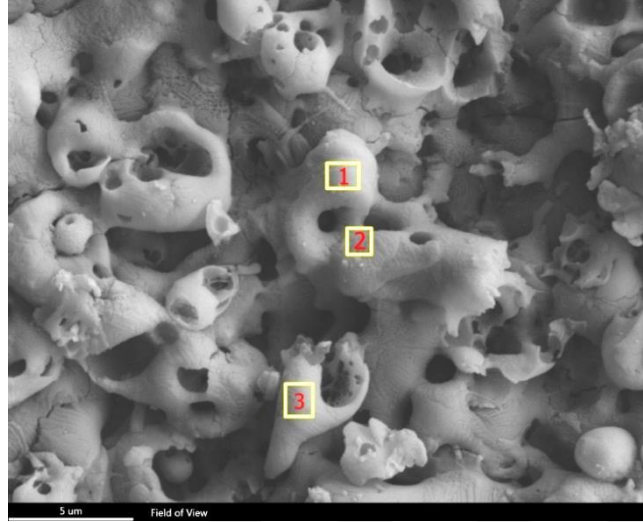
No	Atomik%						
	O	Na	Mg	Al	Si	K	Zn
1	48,54	3,26	1,52	32,19	6,51	0,39	7,59
2	46,9	9,31	1,37	23,23	11,5	1,15	6,55
3	50,55	3,74	1,78	29,33	8,04	0,52	6,04
4	41,9	13,19	0,81	21,84	12,47	1,82	7,98



Şekil 4. 24. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf Al üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.10. Şekil 4.24.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

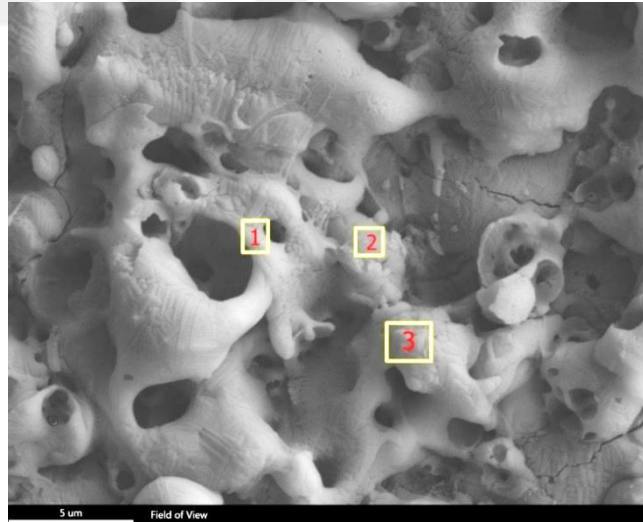
No	Atomik%	
	O	Al
1	51,77	48,23
2	58,44	41,56
3	53,82	46,18



Şekil 4. 25. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.11. Şekil 4.25.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

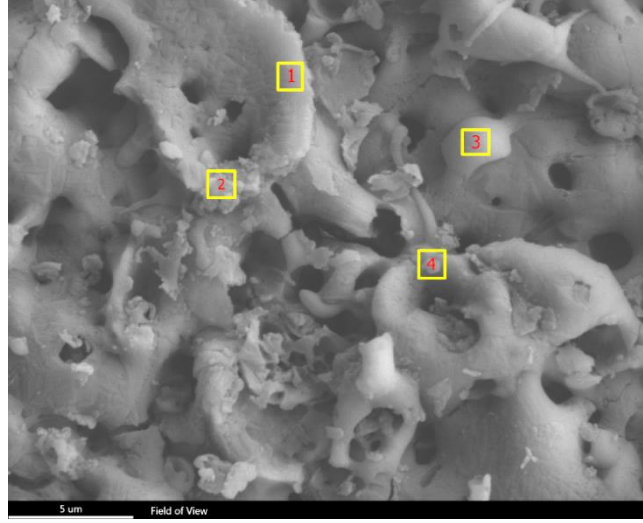
No	Atomik%		
	O	Al	Mg
1	55,84	41,95	2,22
2	54,09	43,68	2,40
3	31,43	66,25	2,33



Şekil 4. 26. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-3Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.12. Şekil 4.26.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

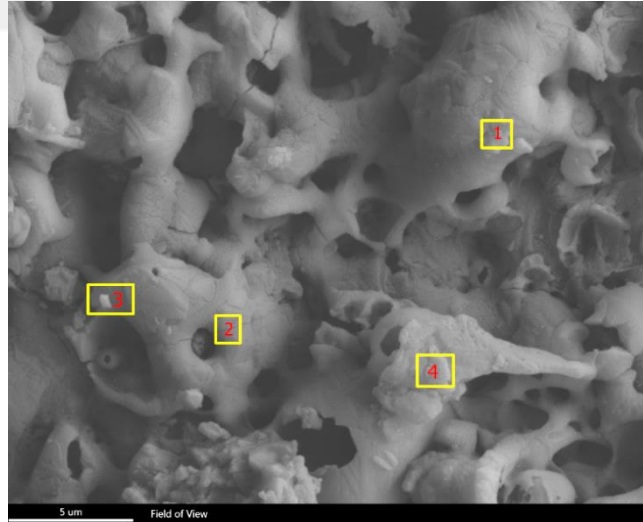
No	Atomik%			
	O	Al	Mg	Zn
1	53,5	42,76	1,7	2,03
2	55,2	41,3	1,63	1,86
3	50,67	45,52	1,88	1,92



Şekil 4. 27. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-6Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.13. Şekil 4.27.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

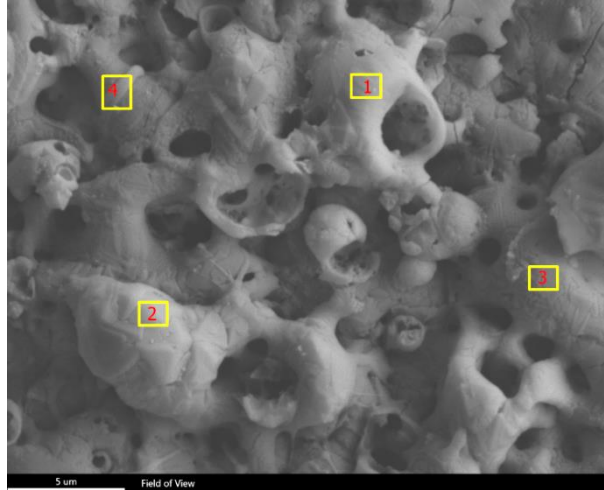
No	Atomik%			
	O	Al	Mg	Zn
1	51,75	43,89	1,7	2,66
2	51,73	43,11	2,09	3,08
3	55,18	41,83	1,36	1,63
4	53,88	41,25	1,79	3,08



Şekil 4. 28. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-9Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.14. Şekil 4.28.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

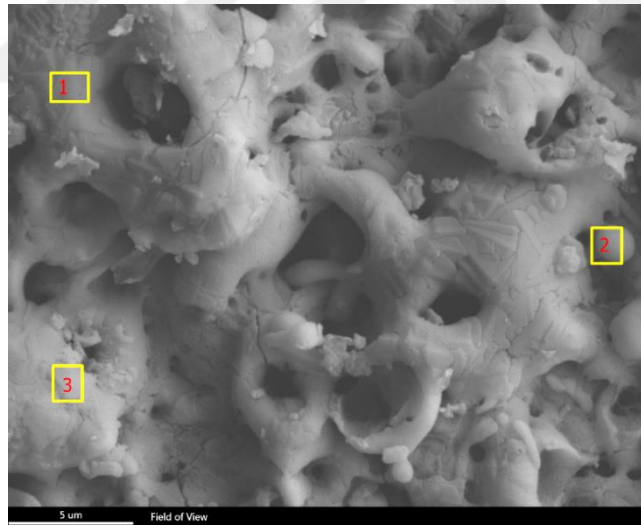
No	Atomik%			
	O	Al	Mg	Zn
1	40,94	51,47	2,55	5,04
2	49,95	43,48	2,16	4,40
3	33,85	55,61	2,17	8,37
4	45,64	45,60	3,09	5,67



Şekil 4. 29. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-12Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.15. Şekil 4.29.'da verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

No	Atomik%			
	O	Al	Mg	Zn
1	43,79	44,51	3,55	8,15
2	50,07	41,68	2,73	5,51
3	40,04	51,88	1,71	6,37
4	47,40	44,18	2,41	6,17



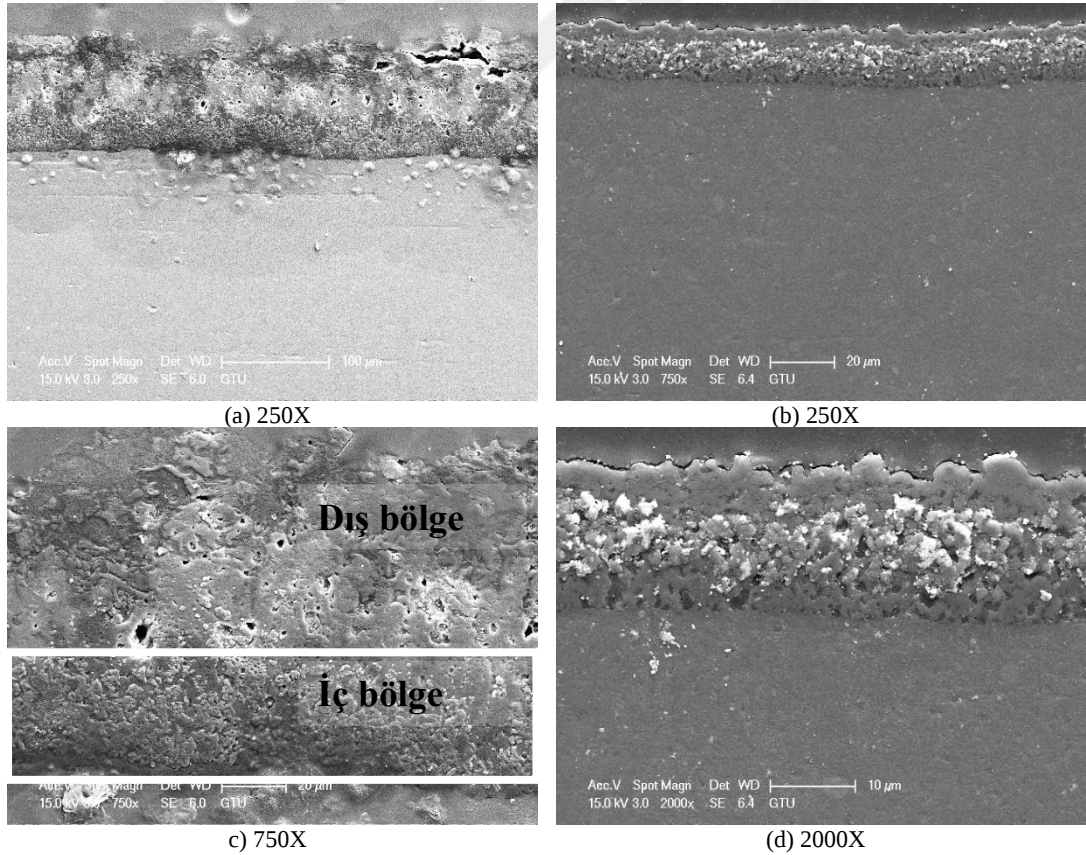
Şekil 4. 30. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın yüzey SEM görüntüsü.

Tablo 4.16. Şekil 4.30.'da verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

No	Atomik%			
	O	Al	Mg	Zn
1	42,99	47,04	2,69	7,29
2	54,73	37,75	1,98	5,54
3	53,03	37,11	3,35	6,51

4.2.5. Kesit SEM

Silikatlı ve alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyuma ait kesit SEM görüntüsü Şekil 4.31.'de verilmiştir. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyumun kaplama tabakası kalınlığı (95-105 mikron) alüminatlı elektrolit (20-38 mikron) oldukça fazladır. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyum yüzeyinde, altlığa komşu 30-40 mikron kalınlığa sahip yoğun, iç bölge ve bu bölgeden kaplama dış yüzeyine kadar gözenekli, dış bölge olmak üzere iki kısımdan oluşan karakteristik MAO kaplama yapısı mevcuttur. Kaplama kalınlığının artması ile beraber sağladığı ısı yalıtkanlık sayesinde soğuma hızının düşmesi iç bölgede (Şekil 4.31. c) yüksek sıcaklık fazlarının oluşmasını sağlar. Kaplama iç bölgesinde görülen ve bir bant halinde uzanan granüler çökeltiler α -Al₂O₃ fazına aittir. Bu bölgede 2098 HV olarak ölçülen mikrosertlik değeri de bunu doğrulamaktadır. Ayrıca yoğun iç bölgedeki çökeltilerin literatürdede α -alüminaya ait olduğu belirtilmektedir [2,5,6].



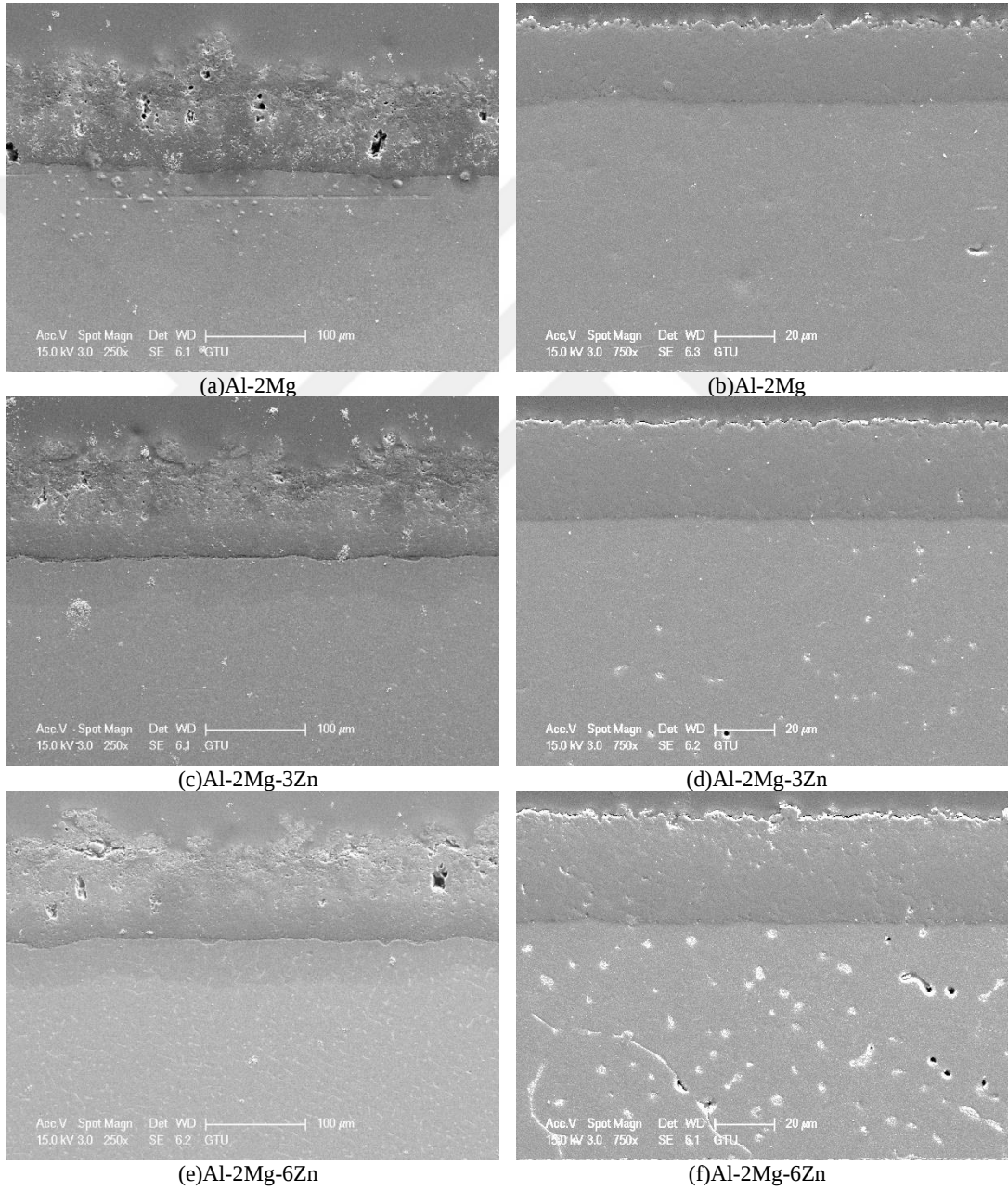
Şekil 4. 31. a), c) silikatlı ve b), d) alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf alüminyum alaşımlarının kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.

Şekil 4.32.-Şekil 4.35.'de silikatlı ve alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerin Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımlarına ait kesit SEM mikroyapılarını vermektedir. Silikatlı elektrolit içerisinde Al-2Mg'li alaşımlar üzerinde oluşturulan kaplamada α -alumina fazına ait çökeltilerin varlığı görülürken alüminatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplamada görülmemektedir (Şekil 4.34.). Ancak her iki kaplamada da α -alumina fazlarının varlığı XRD analizi ile tesbit edilmiştir. Zn'li alaşımlar üzerinde üretilen kaplamaların yapısında α -alumina bandının olmadığı ve α -alumina fazının XRD analizinde de oluşmadığı tespit edilmiştir. Saf alüminyumda olduğu gibi Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımlarında oluşturulan kaplama kalınlıkları silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerden oldukça yüksektir. Yine saf alüminyumda olduğu gibi silikatlı elektrolitte kaplanan numunelerde oluşan kaplamalar iki bölgeden oluşmaktadır, altlığa yakın yoğun daha az gözenek içeren iç bölge ve daha fazla gözenek içeren iç bölgeye komşu dış bölge. Zn içeriği arttıkça kaplama tabakası kalınlığında önemli bir artış olmazken dış bölgede gözenek miktarı artmış ve çatlaklar oluşmuştur.

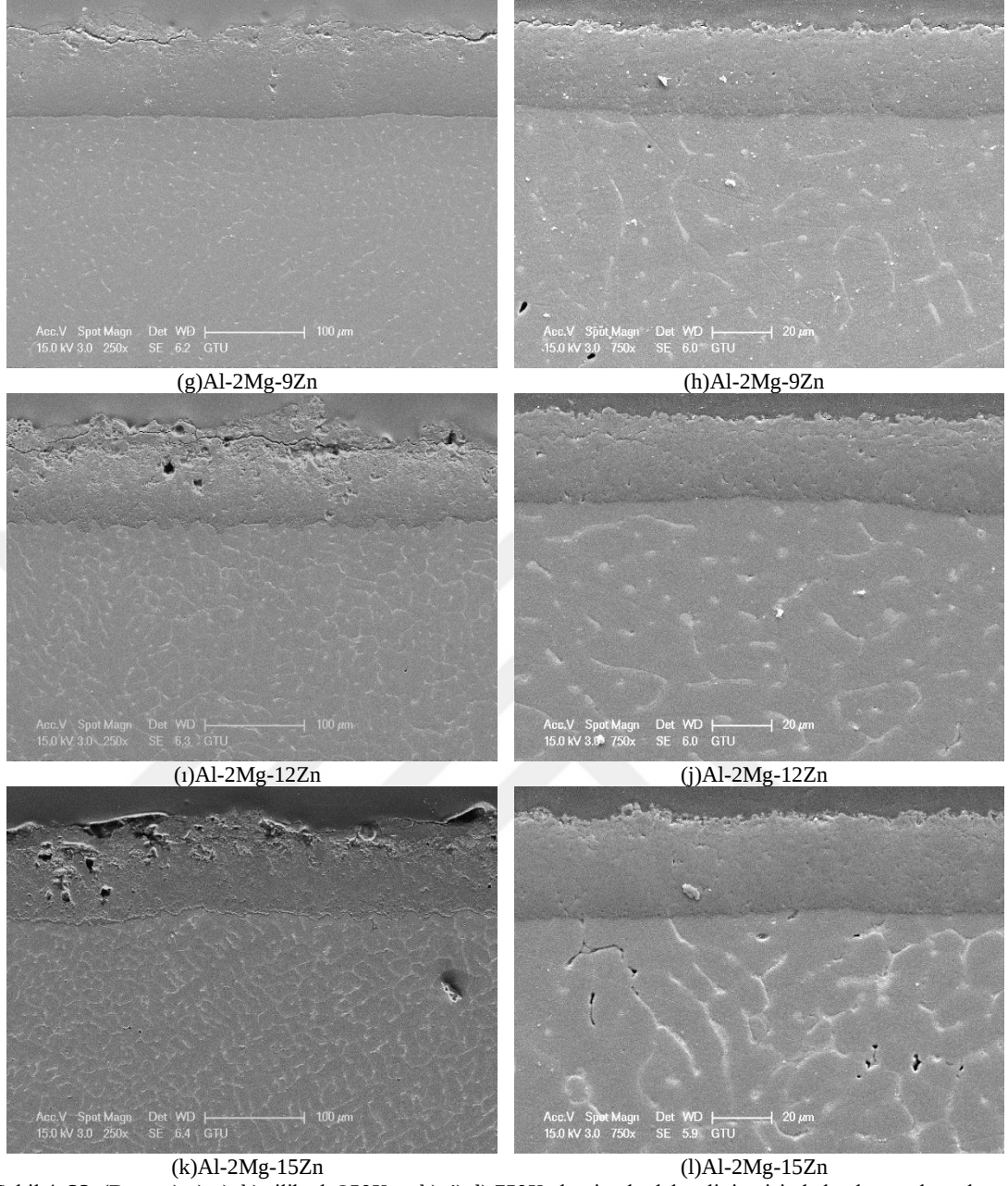
Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımlarının yüzeyinde oluşturulan kaplamalar silikatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamadan çok daha az gözenek içeren morfolojiye sahiptir, yekpare görünümlüdür. Silikatlı numunelere göre daha pürüzsüz yüzeye sahiptir.

Altlık ile kaplama arayüzeylerine bakıldığında silikatlı elektrolit içerisinde saf Al üzerinde oluşturulan kaplamaların iyi bir yapışma sergilediği ve geçiş bölgesinin çok ince olduğu görülmektedir. Ancak Al-2Mg'li alaşım üzerinde oluşturulan kaplamanın altlık arayüzeyinde arayüzeyin belirgenleştiği ve bölgesel arayüzey havuzcukları olduğu görülmektedir. Altlıktaki element miktarının artışı silikatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplama ile altlık arayüzeyinde geniş bir arayüzey oluşumuna neden olmuş ve bu arayüzey tabakası, altlık alaşımlardaki Zn elementinin artışı ile geçiş bölgelerindeki dalgalanmaların artışına sebep olmuştur. Ancak bu geçiş bölgeleri Alüminatlı elektrolit içerisinde üretilen kaplama ile altlık arasında görülmemiştir ve çok iyi bir yapışma özelliği göstermiştir (Şekil 4.31. ve Şekil 4.32.). Kaplama geçiş bölgesinde Zn'ce zengin bölgelerin dielektrik sabiti Zn-O bileşiklerinin yarıiletken

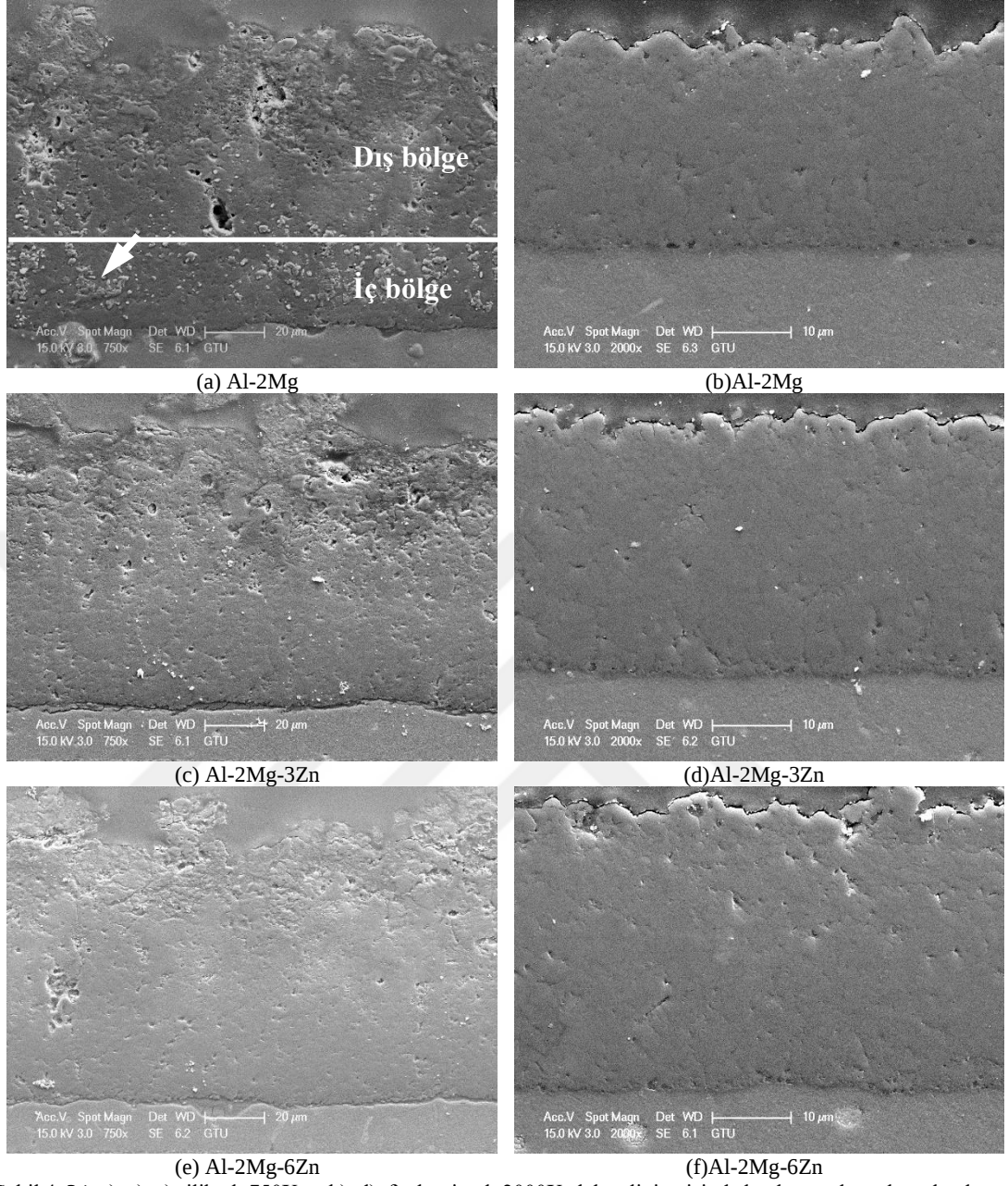
karakterde olmasından dolayı daha düşük olmaktadır. Bu nedenle kaplamanın diğer Zn’ce fakir bölgelerinin geçiş bölgeleri ile karşılaştırıldığında dielektrik sabitleri daha düşük olmaktadır. Yani elektrik deşarj boşalmalarının kaplamanın/kaplama geçiş bölgesinin en zayıf noktalarında gerçekleştiği düşünülürse, altlığın Zn elementince zengin bölgelerinin hemen üstündeki bu kaplama/altlık arasındaki geçiş bölgelerinin kalınlığı diğer bölgelere kıyasla daha kalın olmaktadır.



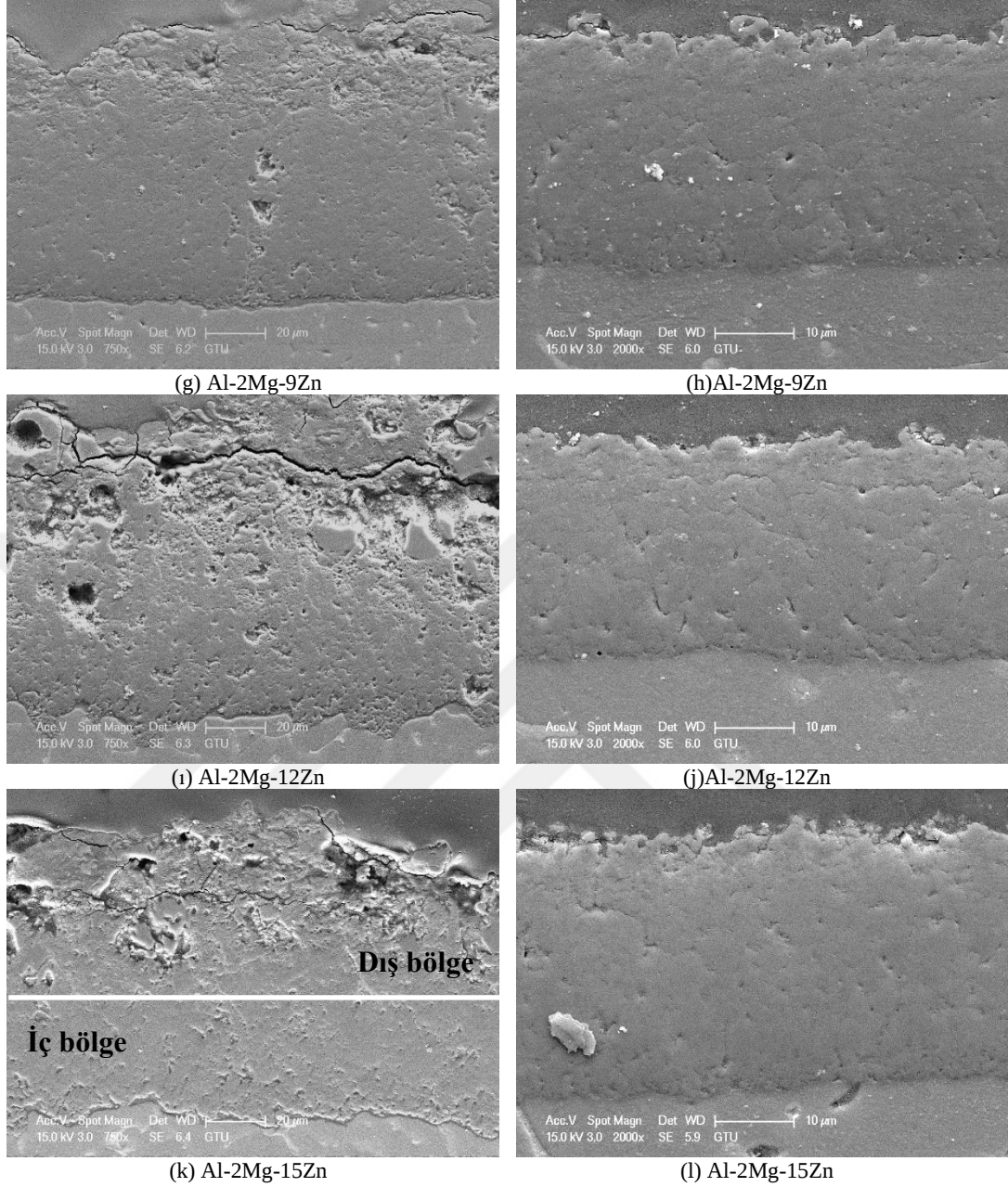
Şekil 4. 32. a), c), e) silikatlı 250X ve b), d), f) alüminatlı 750X elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.



Şekil 4. 33. (Devam) g), ı), k) silikatlı 250X ve h), j), l) 750X alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.



Şekil 4. 34. a), c), e) silikatlı 750X ve b), d), f) alüminatlı 2000X elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.



Şekil 4. 35. (Devam) g), i), k) silikatlı 750X ve h), j), l) 2000X alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan alaşımların kaplama kesit SEM sekonder elektron görüntüsü.

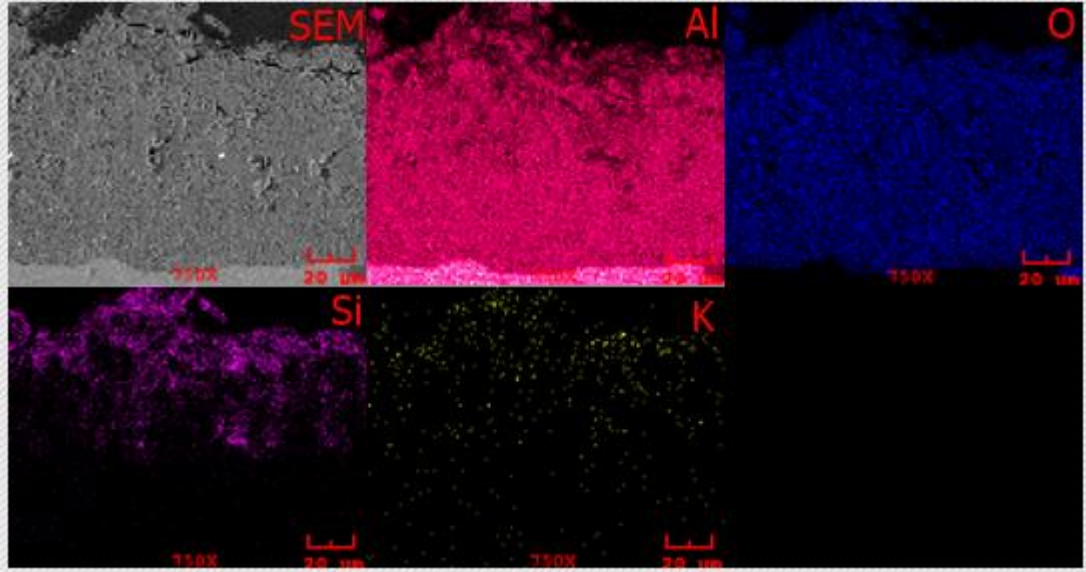
Proses sırasında meydana gelen kıvılcımlar oksit tabakayı kıramadığı için yapı içerisinde birleşerek şiddetlenir ve kuvvetli deşarj kanallarını oluşturarak kaplamanın dökülmesine sebep olur. Bu dökülmeler kaplama yüzey pürüzlülüklerini artırır. Bu nedenle silikatlı kaplamaların yüzey pürüzlülük değerleri alüminatlı kaplamalardan daha yüksektir (Şekil 4.3.).

Deşarj şiddetindeki artış kaplama yüzeyinde gözenek miktarındaki artışa neden olmaktadır. Deşarjların şiddetli olması deşarj kanalı içerisindeki malzemeyi

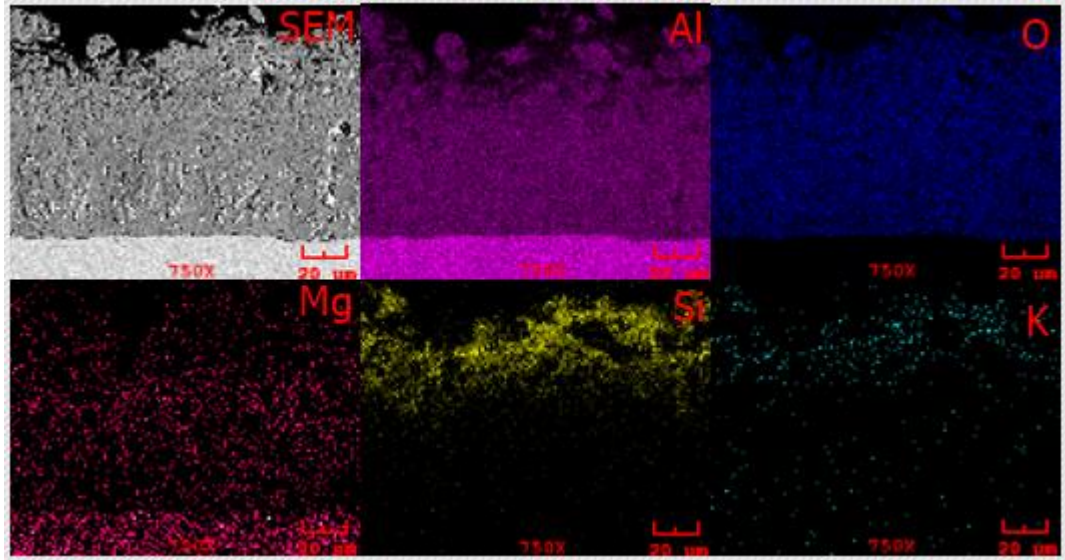
buharlaştırmakta ve buhar fazındaki malzemelerin yüzeyde soğuk solüsyonla teması ile oluşan gaz kabarcıkları gözenek oluşmasına sebebiyet vermektedir. Deşarj kanalındaki sıvı metal içerisinde bulunan oksijeninde kaplama yapısını gözenekli yaptığı literatürde belirtilmektedir [80].

4.2.6. Kesit SEM-EDS

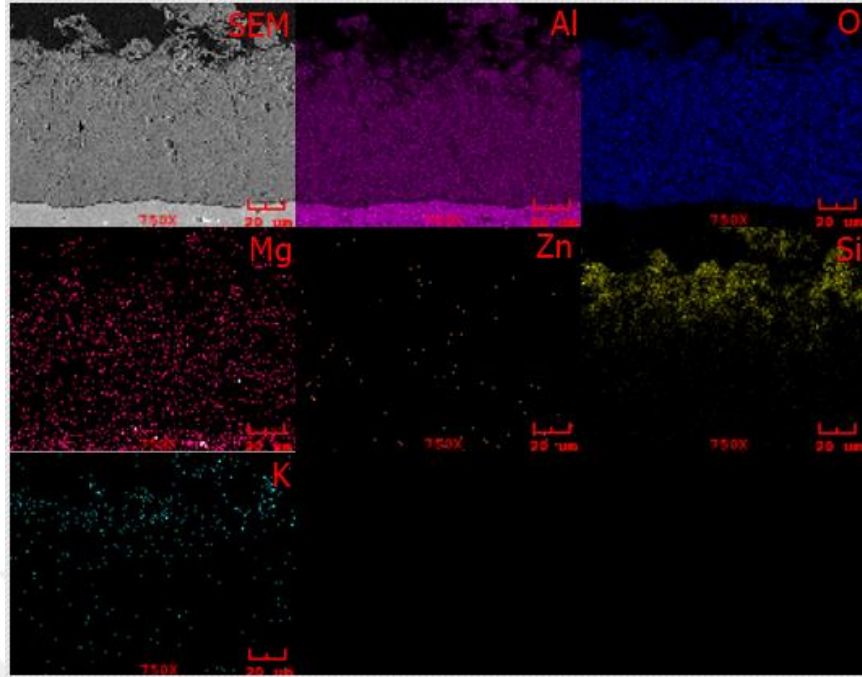
Silikatlı elektrolitte kaplanan alüminyum kaplama tabakası O, Al, Si, Na, K (Şekil 4.36.) ve alüminatlı elektrolitte kaplanan alüminyum kaplama tabakası ise Al, O ve Na'dan (Şekil 4.43.) oluşmaktadır. Silikatlı elektrolitte kaplanan alüminyumda oluşturulan kaplamanın Si içeriği kaplama dış bölgesinden iç bölgeye doğru azalmaktadır. Bu silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan alüminyum alaşımları için karakteristik bir durumdur. Kplama tabakasında mevcut Si elementinin kaynağı yukarıda da belirtildiği gibi kaplama işleminde kullanılan sodyum silikatlı elektrolittir. Aynı zamanda Na ile K elementi kaynağı da elektrolittir ve bu iki element miktar bakımından silikatlı elektrolitte kaplanan alüminyumda daha fazladır ve kaplama dış yüzeyinde yoğunlaşmıştır, elementel dağılım haritasında bu durum açık olarak görülmektedir (Şekil 4.36.). EDS analizinde Si elementi görülmesine rağmen XRD analizinde Si içeren bir faz tesbit edilememiştir. Si'un amorf yapıda bulunma ihtimali yüksektir, kaplama sonrası XRD analizi (Şekil 4.5. ve Şekil 4.6.) amorf yapının varlığını göstermektedir. Silikatlı çözelti içerisinde kaplanan Al-2Mg alaşımı yüzeyinde oluşturulan kaplama O, Al, Mg, Si, Na, K ve Al-Mg-Zn alaşımları yüzeyinde üretilen her bir numunenin kaplama tabakası ise O, Al, Mg, Zn, Si, Na, K elementleri içermektedir. Kplama tabakasında bulunan Si, Na ve K elementi saf alüminyumda olduğu gibi yüzeyden altlığa doğru azalmaktadır ve bu elementlere elektrolit kaynaklıdır. Kplama tabakasındaki Zn içeriği ise alaşımın Zn içeriğinin artışı ile artmaktadır. Alüminatlı çözelti içerisinde kaplanan Al-2Mg alaşımı yüzeyinde oluşturulan kaplama O, Al, Mg ve Al-Mg-Zn alaşımları üzerinde oluşturulan kaplama O, Al, Mg, Zn'dan oluşmaktadır. Kplamadaki Al elementi kaynağı altlık dışında alüminatlı elektrolit kullanıldığı için elektrolit de olabilir. Silikatlı çözelti içerisinde kaplanan numunelerden farklı olarak kaplama tabakasında elektrolit kaynaklı Na, K tesbit edilememiştir.



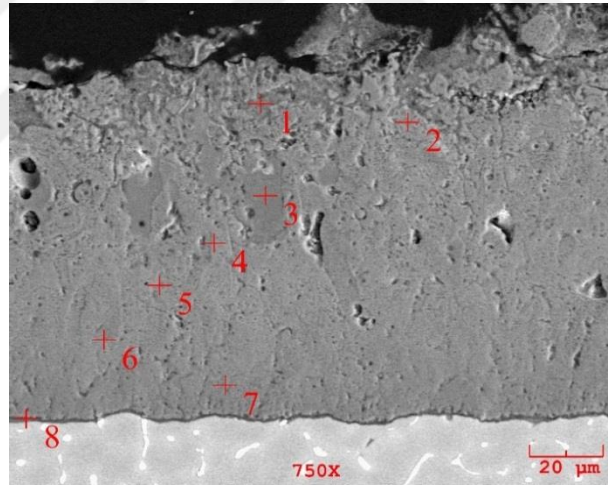
Şekil 4. 36. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf Al üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.



Şekil 4. 37. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.



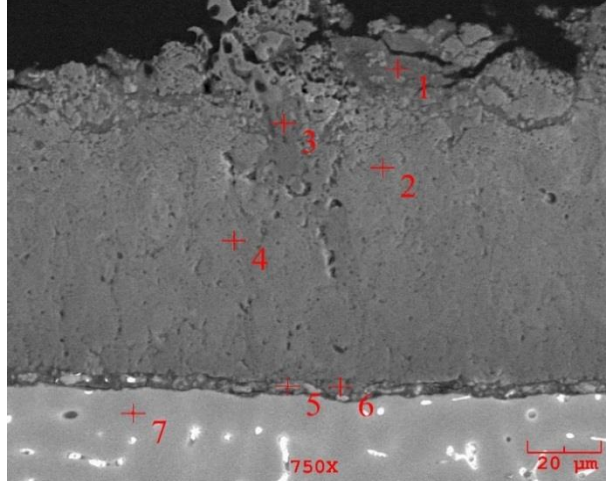
Şekil 4. 38. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-3Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın SEM-EDS haritalama görüntüsü.



Şekil 4. 39. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-6Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.

Tablo 4.17. Şekil 4.39.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

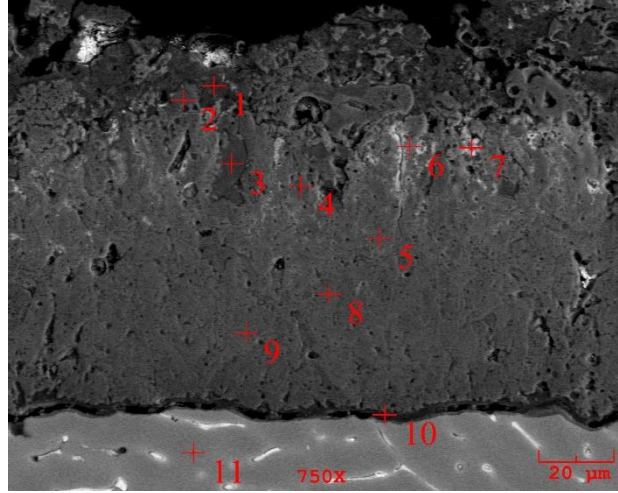
No	Atomik%						
	O	Na	Al	Mg	Zn	K	Si
1	51,55	4,86	13,07	0,25	0,88	2,29	27,06
2	49,88	1,88	41,63	0,69	2,05	0,34	3,51
3	48,70	0,00	38,14	0,46	0,89	0,21	11,58
4	47,52	0,03	47,67	1,82	2,40	0,09	0,44
5	44,26	0,00	51,63	1,03	2,53	0,06	0,46
6	47,13	0,45	49,11	1,02	1,82	0,22	0,22
7	47,11	0,00	50,79	0,68	1,29	0,08	0,02
8	49,04	0,00	45,86	1,41	3,38	0,16	0,13



Şekil 4. 40. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-9Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.

Tablo 4.18. Şekil 4.40.'da verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

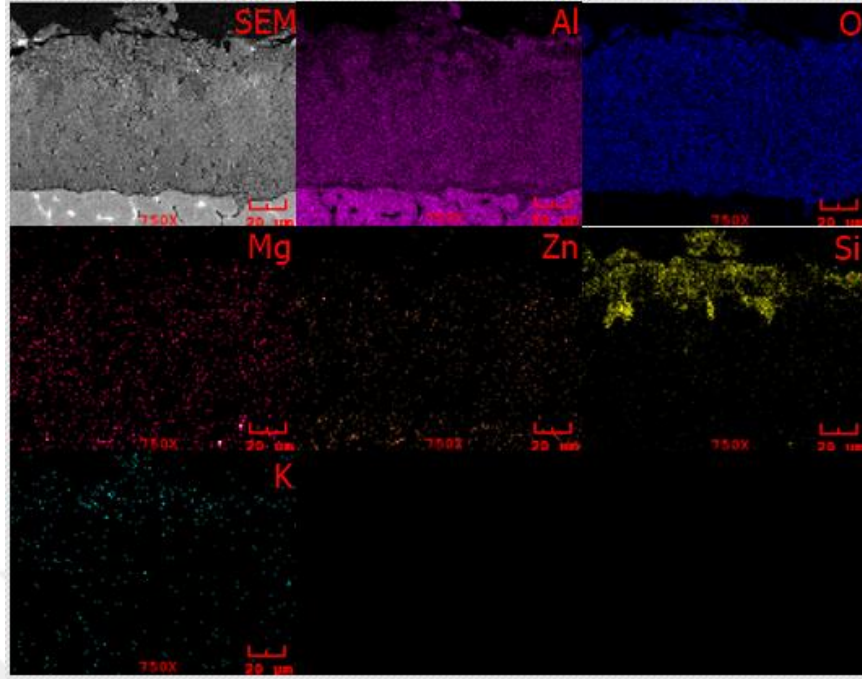
No	Atomik%						
	O	Na	Al	Mg	Zn	K	Si
1	50,91	5,25	14,92	0,07	1,49	2,15	25,18
2	47,28	0,00	46,81	1,67	3,13	0,00	1,09
3	48,78	1,50	29,62	0,22	0,50	0,66	18,69
4	47,78	0,00	46,91	1,22	3,32	0,18	0,57
5	26,88	0,00	68,05	0,83	4,09	0,00	0,12
6	49,71	0,00	47,72	0,63	1,71	0,06	0,15
7	0,00	0,00	94,66	0,67	4,66	0,00	0,00



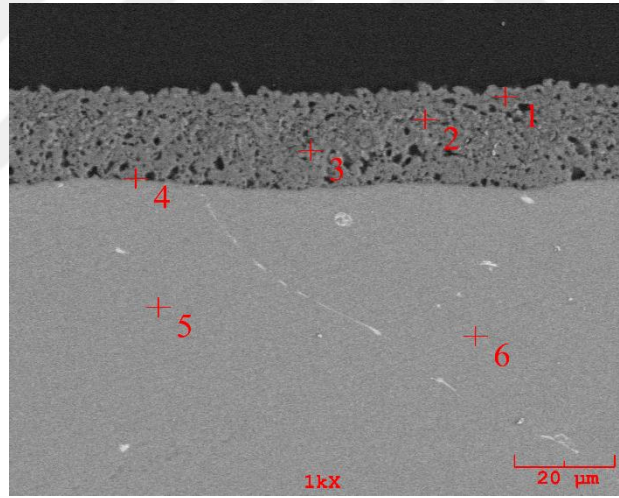
Şekil 4. 41. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-12Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.

Tablo 4.19. Şekil 4.41.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

No	Atomik%						
	O	Na	Al	Mg	Zn	K	Si
1	53,19	6,70	17,82	0,05	0,97	1,59	19,65
2	48,46	4,76	28,15	0,59	1,69	1,05	15,27
3	50,57	0,00	25,53	0,38	0,62	0,31	22,56
4	48,52	0,00	45,72	0,74	3,49	0,04	1,41
5	44,47	0,00	48,88	1,25	5,20	0,18	0,00
6	46,33	0,00	39,22	1,11	12,20	0,13	0,99
7	49,539	0,00	26,13	1,40	21,947	0,15	0,081
8	47,79	0,00	46,85	1,00	3,88	0,12	0,33
9	47,32	0,00	47,70	1,32	3,36	0,10	0,16
10	54,27	0,39	42,57	0,24	2,32	0,07	0,10
11	0,00	0,00	93,56	0,94	5,48	0,00	0,00



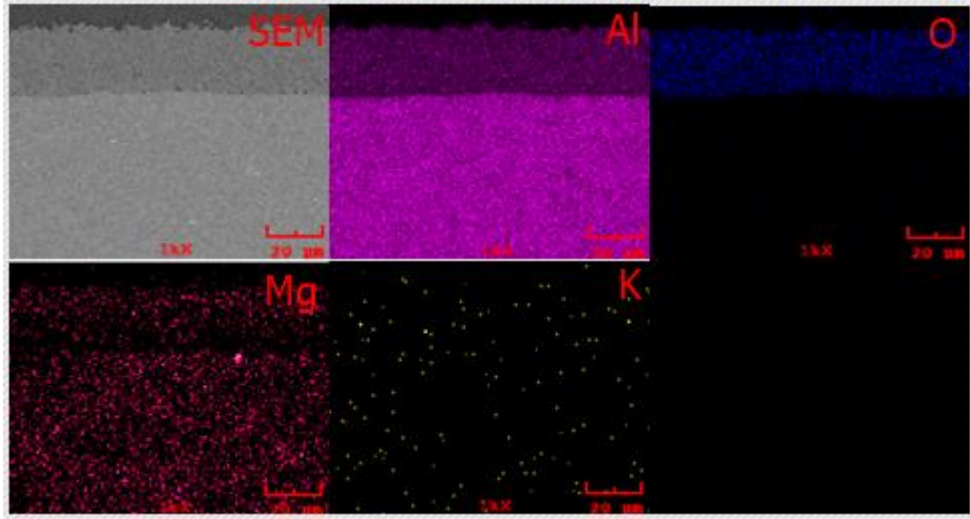
Şekil 4. 42. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın SEM-EDS haritalama görüntüsü.



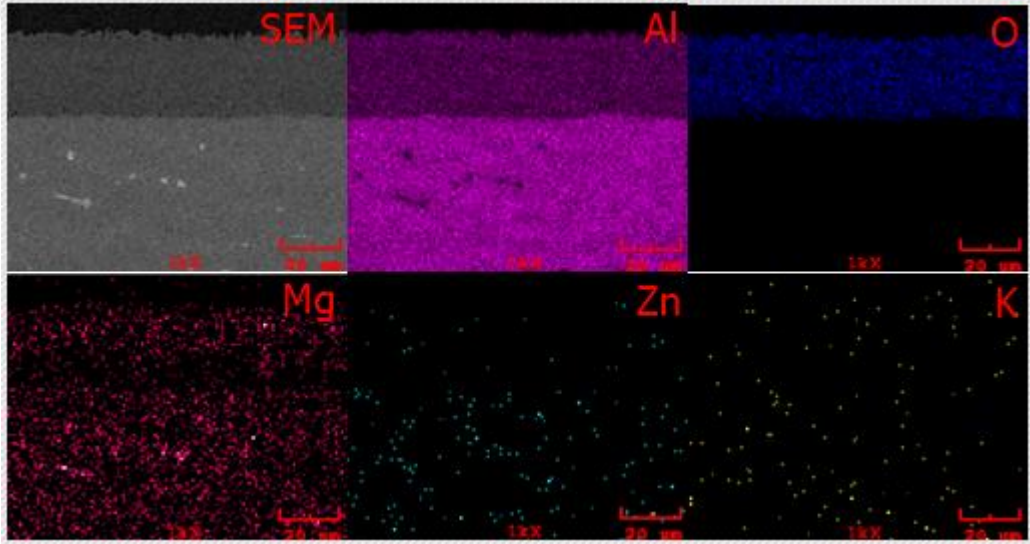
Şekil 4. 43. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan saf Al üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.

Tablo 4.20. Şekil 4.43.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

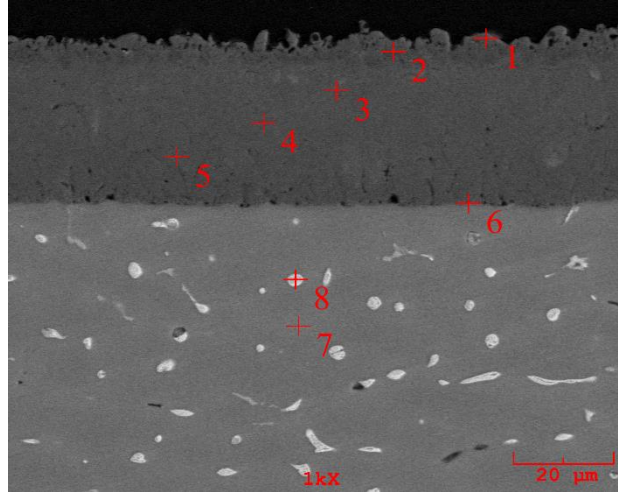
No	Atomik%		
	O	Al	Na
1	45,00	54,61	0,37
2	48,35	51,31	0,23
3	45,44	54,38	0,17
4	36,80	63,00	0,18
5	0,00	100	0,00
6	0,00	100	0,00



Şekil 4. 44. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.



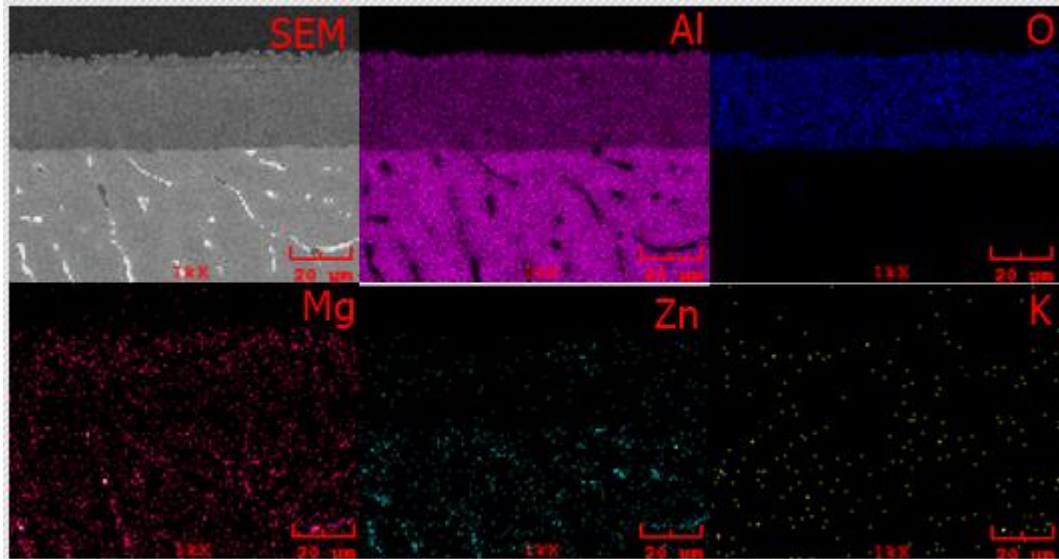
Şekil 4. 45. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-3Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın SEM-EDS haritalama görüntüsü.



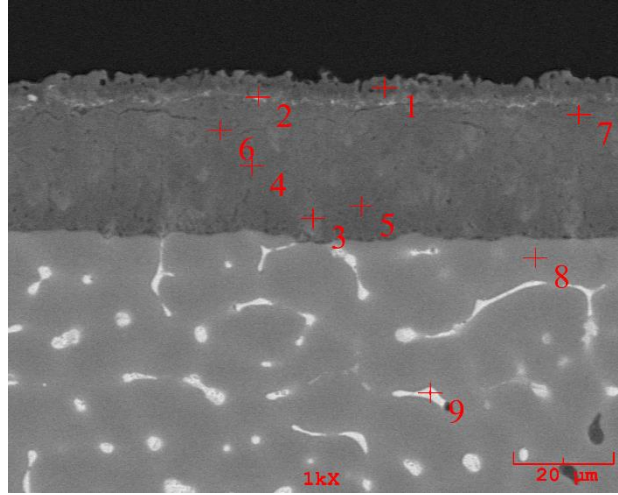
Şekil 4. 46. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-6Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.

Tablo 4.21. Şekil 4.46.'da verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

No	Atomik%			
	O	Al	Mg	Zn
1	49,35	48,41	1,31	0,92
2	46,84	50,08	1,73	1,13
3	44,95	49,04	3,54	2,45
4	45,71	50,47	1,89	1,90
5	41,52	54,31	1,82	2,33
6	22,20	74,85	0,91	2,02
7	0,00	93,52	2,09	4,38
8	0,00	62,04	15,59	22,35



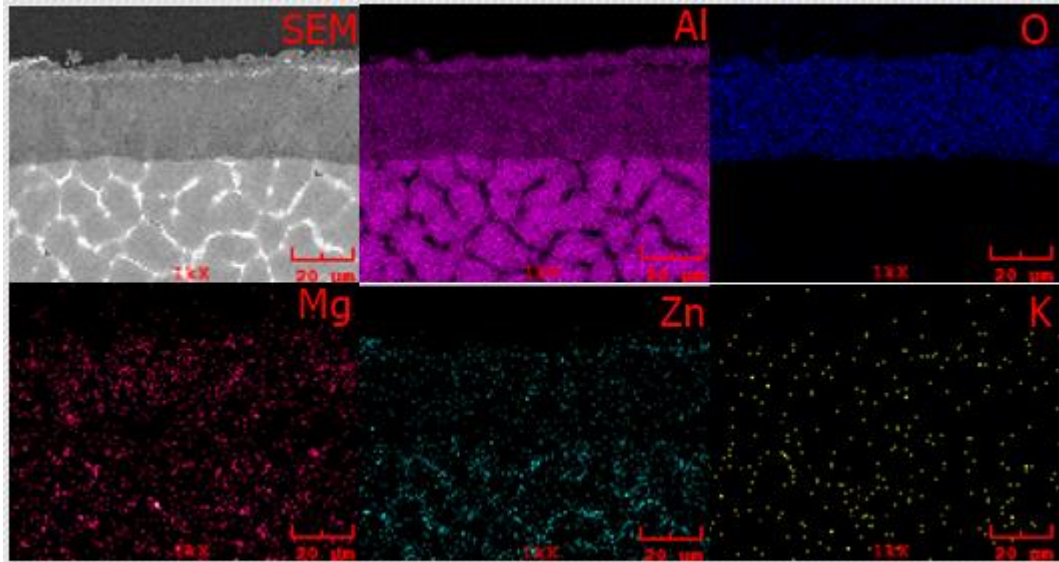
Şekil 4. 47. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-9Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.



Şekil 4. 48. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-12Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM görüntüsü.

Tablo 4.22. Şekil 4.48.'de verilen mikroyapı üzerinden alınan EDS nokta analizi.

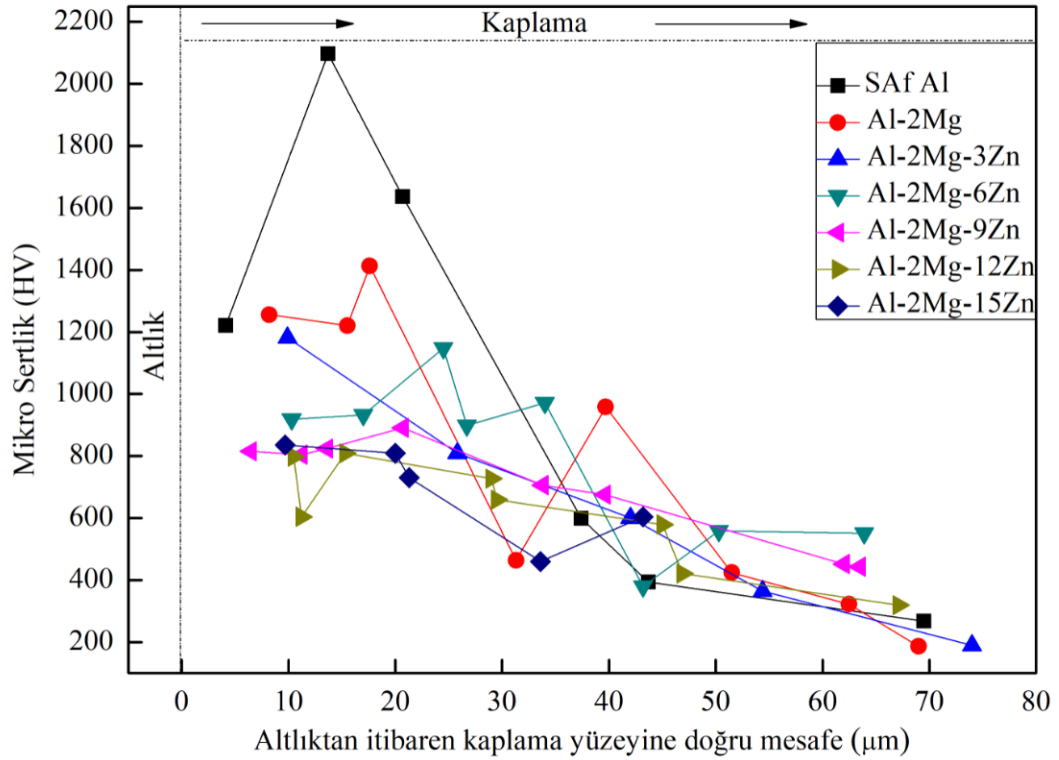
No	Atomik%			
	O	Al	Mg	Zn
1	43,21	53,25	1,79	1,74
2	43,71	40,31	1,52	14,44
3	45,16	47,86	1,88	5,09
4	45,24	48,11	1,83	4,81
5	44,13	52,83	0,18	2,84
6	43,57	50,85	1,15	4,41
7	45,71	48,39	1,86	4,03
8	0,00	93,08	0,86	6,05
9	0,00	24,55	29,45	45,99



Şekil 4. 49. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn üzerinde oluşturulan MAO kaplamanın kesit SEM-EDS haritalama görüntüsü.

4.2.7. Mikrosertlik

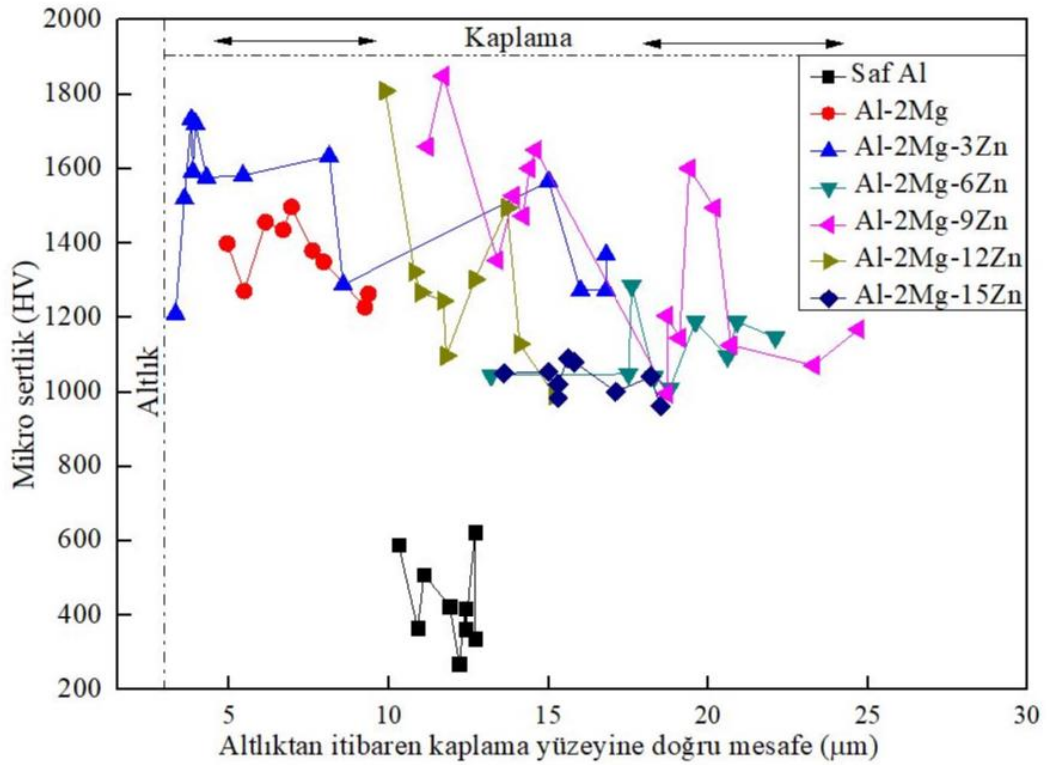
MAO işleminde, altlıktaki alaşım elementlerinin kaplamaya olan mekanik özelliklerine etkisinin anlaşılması için mesafeye bağlı olarak kaplamalara mikrosertlik testi yapılmıştır. İki farklı elektrolit çözelti içerisinde yapılan kaplamaların mikrosertlik sonuçları Şekil 4.50. ve Şekil 4.51.'de verilmiştir.



Şekil 4. 50. Silikatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerin altlıktan itibaren kaplama boyunca sertlik değişimi.

Silikatlı elektrolit içerisinde MAO kaplanan tüm numunelerde yüksek sertlik değerleri kaplamanın yoğun olduğu altlığa komşu ilk 10-25 µm'lik kısımda ölçülmüştür. Kaplamanın iç bölgesinden gözenekli dış bölgeye doğru gidildikçe sertliklerde önemli miktarda düşüş olduğu görülmüştür. Yoğun bölgede en yüksek sertlik saf Al altlık yüzeyinde oluşturulmuş kaplamada 2098 HV olarak ölçülmüştür. Sertliği yüksek bu bölgeler α -Al₂O₃ fazının bulunduğu çatlaksız ve yoğun iç bölgedir. Bu bölgedeki α -Al₂O₃ fazının bant şeklinde kaplamaya paralel olarak uzandığı SEM görüntülerinde (Şekil 4.31.) gösterilmiş ve XRD sonucuyla da α -Al₂O₃ fazının olduğu tesbit edilmiştir. Dıştaki gözenekli bölge, sertliği daha düşük olan γ -Al₂O₃ fazının yoğun

olarak bulunduğu bölgelerdir. Hem γ -Al₂O₃ fazının hakim olması hem de dış yüzeye doğru gözenek miktarının artması nedeni ile dış bölge sertliği iç bölgeden oldukça düşüktür [36,81]. Kaplamaların sertlik değerleri artan Zn miktarı ile de düşmüştür. Al-2Mg, Al-2Mg-3Zn, Al-2Mg-6Zn, Al-2Mg-9Zn, Al-2Mg-12Zn, Al-2Mg-15Zn altlıkları üzerinde üretilen kaplamaların en yüksek sertlikleri sırası ile 1413 HV, 1182 HV, 1148 HV, 891 HV, 809 HV, 836 HV olarak ölçülmüştür.



Şekil 4. 51. Alüminatlı elektrolit içerisinde kaplanan numunelerin altlıktan itibaren kaplama boyunca sertlik değişimi.

Şekil 4.51. alüminatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların altlıktan itibaren kaplama dış yüzeyine doğru sertlik değişimini vermektedir. Saf Al altlık üzerinde oluşturulan kaplama kalınlığının ince ve poroziteli bir yapıya sahip olması sertlik değerlerinin düşük olmasına neden olmuştur. Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımları üzerinde üretilen kaplamaların sertlik değerleri ise silikatlı çözelti içerisinde kaplanan numunelerden daha yüksek ve kaplama tabakası boyunca sertlik dağılımı daha homojendir.

BÖLÜM 5. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

1. İndüksiyon ergitme yöntemi ile üretilen saf alüminyum ve Al-2Mg alaşımı yalnızca Al, Al-Mg-Zn alaşımları ise Al ve $MgZn_2$ fazından oluşmaktadır.
2. İndüksiyon ergitme ile üretilen tüm numuneler karakteristik döküm mikroyapısına sahiptir.
3. İndüksiyon ergitme ile üretilmiş Al, Al-Mg ve Al-Mg-Zn alaşımları yüzeyinde Na_2SiO_3+KOH ve $NaAlO_2+KOH$ olmak üzere iki farklı çözelti içerisinde MAO kaplama yöntemi ile belirgin bir kaplama tabakası oluşturulmuştur.
4. Her iki çözelti içerisinde üretilen kaplamaların faz yapıları birbirine benzerdir. Saf alüminyum ve Al-2Mg yüzeyinde oluşturulan kaplama Al ile α ve γ -alümina'dan oluşmaktadır. %6 Zn'ya kadar Zn içeren Al-Mg-Zn alaşımları yüzeyinde oluşturulan kaplamalar Al ile γ -alümina fazından oluşmakta, %9 Zn ve üzerinde Zn içeren Al-Mg-Zn alaşımlarında ise ZnO fazı da bulunmaktadır. Ayrıca alüminatlı çözelti içerisinde kaplanan Al-2Mg-15Zn numunesinde $ZnAlO$ fazı da tesbit edilmiştir.
5. Silikatlı elektrolit içerisinde 90-110 mikron, alüminatlı elektrolit içerisinde ise 18-38 mikron aralığında kaplama kalınlıkları elde edilmiştir. Alaşım elemanı içeriğinin değişimi ile kaplama kalınlıklarında önemli bir değişiklik meydana gelmemiştir.
6. Tüm numunelerin yüzey pürüzlülüğü değerleri, MAO ile kaplama sonrası kaplama öncesine göre daha yüksektir. Yüzey pürüzlülüğündeki artış silikatlı

çözelti ile kaplanan numunelerde çok daha belirgindir ve Zn içeriği artışı ile 11 mikrona ulaşmıştır.

7. Silikatlı elektrolit içerisinde süngerimsi, gözenekli, alüminatlı elektrolit içerisinde krater yapısına benzer ve homojen dağılmış dairesel gözeneklerden oluşan kaplama üst yüzey mikroyapısı mevcuttur. Kesit mikroyapısı alüminatlı elektrolit ile oluşturulan kaplamalarda çok daha kompakttır.
8. En yüksek kaplama sertlik değeri (2098 HV) silikatlı çözelti içerisinde kaplanan saf alüminyum yüzeyinde elde edilmiştir. Saf alüminyum dışında, alüminatlı elektrolit içerisinde oluşturulan kaplamaların sertliği silikatlı çözelti içerisinde oluşturulanlara oranla daha yüksektir. Silikatlı çözelti içerisinde oluşturulan kaplama yüzeyine doğru gidildikçe sertlik değeri belirgin şekilde düşmektedir.
9. Aynı çözeltiler ile farklı akım, süre ve voltajda kaplamalar yapılabilir.
10. Çözelti derişimi değıştirilebilir.
11. Kaplanmış numunelerin korozyon ile aşınma testleri yapılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] K. Tillous, T. Toll-Duchanoy, E. Bauer-Grosse, I. Hericher, G. Geandier. Microstructure and phase composition of microarc oxidation surface formed on aluminum and its alloys 2214-T6 and 7050-T74, Surface & Coatings Technology, 203: 2969-2973, 2009.
- [2] Mehmet Tarakci, Plasma electrolytic oxidation coating of synthetic Al-Mg binary alloys, Materials Characterization, 62: 1214-1221, 2011.
- [3] Hong-yan Ding, Zhen-dong Dai, Suresh C. Skuiry, David Hui Corrosion wear behaviors of micro-arc oxidation coating of Al₂O₃ on 2024Al, in different aqueous environments at fretting contact, Tribology International, 43: 868-875, 2010.
- [4] J. Dong, J. Z. Cui, F.X. Yu, Z.H. Zhao, Y.B. Zhuo, A new way to cast high-alloyed Al-Zn-Mg-Cu-Zr for super-high strength and toughness, Journal of Materials Processing Technology, 171: 399-404, 2006.
- [5] Yucel Gencer, Ali Emre Gulec, The effect of Zn on the microarc oxidation coating behavior of synthetic Al-Zn binary alloys, Journal of Alloys and Compounds, 525: 159-165, 2012.
- [6] Zafer Cagatay Oter, Yucel Gencer, Mehmet Tarakci, The characterization of the coating formed by Microarc oxidation on binary Al-Mn alloys, Journal of Alloys and Compounds, 650: 185-192, 2015.
- [7] M. H. Zhu, Z.B. Cai, X.Z. Lin, P.D. Ren, J. Tan, Z.R. Zhou, Fretting wear behaviour of ceramic coating prepared by micro-arc oxidation on Al-Si alloy, Wear, 263: 472-480, 2007.
- [8] Wachtman, J. B. H., "Ceramic Films and Coatings", William Andrew Publishing/Noyes, 1993.
- [9] Burakowski T., "Surface Engineering of Metals: Principles, Equipment, Technologies", CRC Press, 1999.
- [10] Tracton A., "Coatings Materials and Surface Coatings", Taylor and Francis Group, 2007.
- [11] Landolt D., "Corrosion and Surface Chemistry of Metals", EPFL Press, 2007.

- [12] Nie X., "Thickness effects on the mechanical properties of micro-arc discharge oxide coatings on aluminium alloys", *Surface and Coatings Technology*, 116-119: 1055-1060, 1999.
- [13] Barchiche C. E., "Corrosion resistance of plasma-anodized AZ91D magnesium alloy by electrochemical methods", *Electrochimica Acta*, 53(2): 417-425, 2007.
- [14] Bayati M. R., Golestani-Fard F., Moshfegh A. Z., "The effect of growth parameters on photo-catalytic performance of the MAO-synthesized TiO₂ nano-porous layers", *Materials Chemistry and Physics*, 120(2-3): 582-589, 2010.
- [15] Whiteside P., "In vitro evaluation of cell proliferation and collagen synthesis on titanium following plasma electrolytic oxidation", *J. Biomed. Mater. Res. A*, 94(1): 38-46, 2010.
- [16] Yao Z. P., "Preparation and structure of ceramic coatings containing zirconium oxide on Ti alloy by plasma electrolytic oxidation" *Journal of Materials Processing Technology*, 205(1-3): 303-307, 2008.
- [17] Zhao L. C., "Growth characteristics and corrosion resistance of micro-arc oxidation coating on pure magnesium for biomedical applications", *Corrosion Science*, 52(7): 2228-2234, 2010.
- [18] Laleh M., "Effect of alumina sol addition to micro-arc oxidation electrolyte on the properties of MAO coatings formed on magnesium alloy AZ91D", *Journal of Alloys and Compounds*, 496(1-2): 548-552, 2010.
- [19] Sah S. P., "Cathodic pulse breakdown of anodic films on aluminium in alkaline silicate electrolyte-Understanding the role of cathodic half-cycle in AC plasma electrolytic oxidation", *Corrosion Science*, 55: 90-96, 2012.
- [20] Srinivasan P. B., "Effect of current density on the microstructure and corrosion behaviour of plasma electrolytic oxidation treated AM50 magnesium alloy", *Applied Surface Science*, 255(7): 4212-4218, 2009.
- [21] Arrabal R., "Characterization of AC PEO coatings on magnesium alloys", *Surface and Coatings Technology*, 203(16): 2207-2220, 2009.
- [22] Godja N., "Preparation and characterization of spark-anodized Al-alloys: Physical, chemical and tribological properties", *Tribology International*, 43(7): 1253-1261, 2010.
- [23] Matykina E., "Optimisation of the plasma electrolytic oxidation process efficiency on aluminium", *Surface and Interface Analysis*, 42(4): 221-226, 2010.

- [24] Nie, X., et al., Abrasive wear/corrosion properties and TEM analysis of Al₂O₃ coatings fabricated using plasma electrolysis. *Surface & Coatings Technology*, 149(2-3): 245-251, 2002.
- [25] Wu, H.H., et al., Characterization of microarc oxidation process on aluminium alloy. *Chinese Physics Letters*, 20(10): 1815-1818, 2003.
- [26] Yerokhin, A.L., et al., Plasma electrolysis for surface engineering. *Surface & Coatings Technology*, 122(2-3): 73-93, 1999.
- [27] Yerokhin, L., et al., Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminium. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 36(17): 2110-2120, 2003.
- [28] Krishna, L.R., K.R.C. Somaraju, and G. Sundararajan, The tribological performance of ultra-hard ceramic composite coatings obtained through microarc oxidation. *Surface & Coatings Technology*, 163: 484-490, 2003.
- [29] Rakoch, A.G. and I.V. Bardin, Microarc Oxidation of Light Alloys. *Metallurgist*, 54(5-6): 378-383, 2010.
- [30] Gunterschultze, A. and H. Betz, in *Electrolytkondensatoren*. 1937.
- [31] McNeil, W., G.A. Markov, and B.N. Pishchevitskii, New phenomenon in electrolysis. *Izv. Sib. Otd. Akad. Nauk. SSSR. Ser. Khim. Nauk*, 5: 32-33, 1977.
- [32] Snezhko L. A., "Pulsed conditions for production of silicate coatings in a spark discharge", *Protection of Metals*, 16(3): 287-289, 1980.
- [33] Markov G. A., "Structure of anodic films formed by the microarc oxidation of aluminum", *Inorganic Materials*, 19(7): 1000-1004, 1983.
- [34] Markov G. A., Tatarchuk V. V., Mironova M. K., 1983. "Microarc oxidation of aluminum in the concentrated sulfuric-acid", *Izvestiya Sibirskogo Otdeleniya Akademii Nauk Sssr Seriya Khimicheskikh Nauk*, (3): 34-37.
- [35] Yerokhin L., "Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminium", *Journal of Physics D-Applied Physics*, 36(17): 2110-2120, 2003.
- [36] Yerokhin A. L., "Plasma electrolysis for surface engineering" *Surface and Coatings Technology*, 122(2-3): 73-93, 1999.
- [37] Zhang P., Nie X., Northwood D. O., (2009), "Influence of coating thickness on the galvanic corrosion properties of Mg oxide in an engine coolant", *Surface and Coatings Technology*, 203(20-21): 3271-3277, 2009.

- [38] Hussein R. O., Nie X., Northwood D. O., "Influence of process parameters on electrolytic plasma discharging behaviour and aluminum oxide coating microstructure", *Surface and Coatings Technology*, 205(6): 1659-1667, 2010.
- [39] Matykina, E., et al., Investigation of the growth processes of coatings formed by AC plasma electrolytic oxidation of aluminium. *Electrochimica Acta*, 54(27): 6767-6778, 2009.
- [40] Sundararajan, G. and L.R. Krishna, Mechanisms underlying the formation of thick alumina coatings through the MAO coating technology. *Surface & Coatings Technology*, 167(2-3): 269-277, 2003.
- [41] Zhang, Y., et al., Calcium and titanium release in simulated body fluid from plasma electrolytically oxidized titanium. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*, 21(1): 81-88, 2010.
- [42] Klapkiv M. D., "State of an electrolytic plasma in the process of synthesis of oxides based on aluminum", *Materials Science*, 31(4): 494-499, 1995.
- [43] Tekin K. C., Çakmak E., Malayoğlu U., 2008. Plazma elektrolitik oksitlenme yöntemiyle hafif metallerin kaplanması", 49. Cilt. Mühendis ve Makine.
- [44] Duradzhy, N.V. and A.S. Parsadanyan, *Metal Heating in Electrolytic Plasma*. Shtiintsa, Kishinev, 1988.
- [45] Tchernenko, V.I., A. Snezhko, and I.I. Papanova, *Coatings by Anodic Spark Electrolysis*. Khimiya, Leningrad, 1991.
- [46] Ikonopisov, S., Theory of Electrical Breakdown during Formation of Barrier Anodic Films. *Electrochimica Acta*, 22(10): 1077-1082, 1977.
- [47] Monterro, J., M. Fernandez, and J.M. Albella, *Electrochim Acta*, 32(1): 171, 1987.
- [48] Krysmann, W., et al., Process Characteristics and parameters of anodic-oxidation by spark discharge (anof). *Crystal Research and Technology*, 19(7): 973-979, 1984.
- [49] Hussein R., Northwood D. O., Nie X., Coating growth behavior during the plasma electrolytic oxidation process", *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 28 (4): 766-773, 2010.
- [50] Hussein R. O., Nie X., Northwood D. O., "An investigation of ceramic coating growth mechanisms in plasma electrolytic oxidation (PEO) processing", *Electrochimica Acta*, 112: 111-119, 2013.
- [51] Slonova, A.I., et al., Aspects of the Formation of Microarc Coatings. *Soviet Electrochemistry*, 28(9): 1045-1049, 1992.

- [52] Timoshenko, A.V., et al., The Effect of Silicates in Sodium-Hydroxide Solution on the Structure of Oxide Coatings Deposited on a D16t Alloy by Microarc Oxidation. *Protection of Metals*, 30(2): 149-153, 1994.
- [53] Yerokhin A. L., Oxide ceramic coatings on aluminium alloys produced by a pulsed bipolar plasma electrolytic oxidation process", *Surface and Coatings Technology*, 199(2-3): 150-157, 2005.
- [54] Curran J. A., Clyne T. W., "Thermo-physical properties of plasma electrolytic oxide coatings on aluminium", *Surface and Coatings Technology*, 199(2-3): 168-176, 2005.
- [55] Wu X., "Influences of current density on tribological characteristics of ceramic coatings on ZK60 Mg alloy by plasma electrolytic oxidation", *ACS Appl Mater Interfaces*, 2(3): 808-12, 2010.
- [56] Tillous K., "Microstructure and phase composition of microarc oxidation surface layers formed on aluminium and its alloys 2214-T6 and 7050-T74", *Surface and Coatings Technology*, 203(19), 2969-2973, 2009.
- [57] Gu W. C., "Characterisation of ceramic coatings produced by plasma electrolytic oxidation of aluminum alloy", *Materials Science and Engineering: A*, 447(1-2): 158-162, 2007.
- [58] Yerokhin A. L., Lyubimov V. V., Ashitkov R. V., "Phase formation in ceramic coatings during plasma electrolytic oxidation of aluminium alloys", *Ceramics International*, 24(1): 1-6, 1998.
- [59] Xue W. B., "Analysis of phase distribution for ceramic coatings formed by microarc oxidation on aluminum alloy", *Journal of the American Ceramic Society*, 81(5): 1365-1368, 1998.
- [60] Stojadinovic S., "Characterization of the plasma electrolytic oxidation of aluminium in sodium tungstate", *Corrosion Science*, 52(10), 3258-3265, 2010.
- [61] Gulec, E.A., Gencer, Y., Tarakci, M., The characterization of oxide based ceramic coating synthesized on Al-Si binary alloys bu microarc oxidation, *Surface Coating Techonology*, 269: 100-107, 2015.
- [62] Devecili, O.A., Alaşım elementi olarak bakırın alüminyumun mikroark oksidasyon tekniği ile kaplama davranışına etkisi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2010.
- [63] Gündüz, Ö.K., Alaşım elementlerinin magnezyumun plazma elektrolitik oksidasyon davranışına olan etkisi, Gebze Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri

Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve mühendisliği Anabilim Dalı, Doktora Tezi, 2017.

- [64] Yao-hui L., Song L, Si-rong Y., Xian-rong Z., Bai-ming Z, Effect of magnesium in aluminium alloys on characteristics of mikroarc oxidation coatings, Trans Nonferrous Met. Soc. China, 1624-1629, 2006.
- [65] Wu H. H., "Characterization of mikroarc oxidation process on aluminium alloy", Chinese Physics Letters, 20(10): 1815-1818, 2003.
- [66] Kaseem, M., Lee, H.Y., Ko, G.Y., Incorporation of MoO₂ and ZrO₂ particles into the oxide film formed on 7075 Al alloy via mikro-arc oxidation, Materials Letters, 182: 260-263, 2016.
- [67] Dai, W., Liu, Z., Li, C., He, D., Jia, D., Zhang, Y., Tan, Z., Fatigue life of mikro-arc oxidation coated AA2024-T3 and AA7075-T6 alloys, Fatigue, 124: 493-502, 2019.
- [68] Wang, J., Huang, S., Huang, H., He, M., Wangyang, P., Gu, L., Effect of mikro-groove on mikrostructure and performance of MAO ceramic coating fabricated on the surface of aluminum alloy, ALLOYS AND COMPOUNDS, 777: 94-101, 2019.
- [69] Azaklı, Y., Ni-Al-Cr-X (X=Mg, Ca, Sr) alaşımlarının yüksek sıcaklık oksidasyon davranışlarının incelenmesi ve karakterizasyonu, Gebze Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve mühendisliği Anabilim Dalı, Doktora Tezi, 2018.
- [70] Cengiz, S., Saf zirkonyumun mikroark oksidasyon tekniği ile kaplanması, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2012.
- [71] Öter Z. Ç., Saf Alüminyumun MAO Kaplama Davranışına Elektrolite Eklenen Al₂O₃ Tozunun Etkisi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Lisans Tezi, 2011.
- [72] Stachowick, G.W. and A.W. Batchelor, Engineering Tribology. 2005.
- [73] Holmberg, K. and A. Matthews, Coatings Tribology, Properties, Techniques and Applications in Surface Engineering, ed. D. Dowson. 2000: 1994.
- [74] Stojadinovic S. "Characterization of the plasma electrolytic oxidation of aluminium in sodium tungstate", Corrosion Science, 52(10): 3258-3265, 2010.
- [75] Lv G., "Characteristic of ceramic coatings on aluminum by plasma electrolytic oxidation in silicate and phosphate electrolyte", Applied Surface Science, 253(5): 2947-2952, 2006.

- [76] Zhang, Y, "Calcium and titanium release in simulated body fluid from plasma electrolytically oxidized titanium", J Mater Sci Mater Med, 21(1): 81-8, 2010.
- [77] Oh Y.J., Mun J.I., Kim J.H., "Effects of alloying elements on microstructure and protective properties of Al₂O₃ coatings formed on aluminum alloy substrates by plasma electrolysis", Surface and Coatings Technology, 204(1-2): 141-148, 2009.
- [78] Cengiz, S., Gencer, Y., The charecterization of the oxide based coating synthesized on pure zirconium by plasma elctrolytic oxidaiton, Surface and Coatings Technology, 242: 132-140, 2014.
- [79] Cheng, Y., Wu, F., Matykina, E., Skeldon, P., Thompson, E.G., The influences of microdischarge types and silicate on the morphologies and phase compositions of plasma electrolytic oxidation coatings on Zircaloy-2, Corrosion Science, 59: 307-315, 2012.
- [80] Öter, Ç.Z., Sentetik Al-Mn alaşımlarının mikro ark oksidasyon tekniği ile kaplanması, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2013.
- [81] Krishna L. R., "Kinetics and Properties of Micro Arc Oxidation Coatings Deposited on Commercial Al Alloys", Metallurgical and Materials Transactions A, 38(2): 370-378, 2007.
- [82] Jeong-Hwan S., Kyung-Su N., Jung-In M., Young-Jun C., Dae-Young L., Influence of the Duty Cycle on Structural and Mechanical Properties of Oxide Layers on Al-1050 by a Plasma Electrolytic Oxidation Process, Met. Mater. Int 20(3); 451-458, 2013.
- [83] Eliyas E., Mahmood Ali O., Houman Fakhr N., Alireza Sabour R., Growth kinetics and morphology of microarc oxidation coating on titanium, Surface and Coatings Technology, 315; 567-576, 2017.
- [84] Curran J.A. and T.W. Clyne, Porosity in plasma electrolytic oxide coatings. Acta materialia, 54(7),1985-1993, 2006.

ÖZGEÇMİŞ

1993 yılında Kahramanmaraş'ta doğdu. İlkokul, ortaöğretim ve lise eğitimini Kahramanmaraş'ta tamamladı. 2012 yılında Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümüne girmeye hak kazandı. 2017 yılında lisans derecesini alarak aynı yıl yüksek lisans çalışmalarına Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde başladı. 2018 yılında Fatih Sultan Mehmet Vakıf Üniversitesi Alüminyum Test Eğitim ve Araştırma Merkezinde Araştırmacı Mühendis olarak çalışmaya başladı ve halen devam etmektedir.