

T.C.
GÜMÜŞHANE ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Al 2024 ALAŞIMI ÜZERİNE MAO YÖNTEMİYLE BÜYÜTÜLMÜŞ B₄C VE
TiO₂ İLAVELİ KOMPOZİT KAPLAMALARININ YAPISAL VE ADHEZYON
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS

Seda ORHAN

ŞUBAT-2024
GÜMÜŞHANE



T.C.
GÜMÜŞHANE ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Al 2024 ALAŞIMI ÜZERİNE MAO YÖNTEMİYLE BÜYÜTÜLMÜŞ B_4C VE
 TiO_2 İLAVELİ KOMPOZİT KAPLAMALARININ YAPISAL VE ADHEZYON
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

INVESTIGATION OF STRUCTURAL AND ADHESION PROPERTIES OF B_4C
AND TiO_2 ADDED COMPOSITE COATINGS GROWN BY MAO METHOD ON
Al 2024 ALLOY

YÜKSEK LİSANS

Seda ORHAN

ŞUBAT-2024
GÜMÜŞHANE



T.C.

GÜMÜŞHANE ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Al 2024 ALAŞIMI ÜZERİNE MAO YÖNTEMİYLE BÜYÜTÜLMÜŞ B₄C VE
TiO₂ İLAVELİ KOMPOZİT KAPLAMALARININ YAPISAL VE ADHEZYON
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

INVESTIGATION OF STRUCTURAL AND ADHESION PROPERTIES OF B₄C
AND TiO₂ ADDED COMPOSITE COATINGS GROWN BY MAO METHOD ON
Al 2024 ALLOY

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Seda ORHAN

Danışman: Prof. Dr. Ebru Emine ŞÜKÜROĞLU

ŞUBAT-2024
GÜMÜŞHANE

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI

Yüksek Lisans Tezi olarak hazırlamış olduğum “**Al 2024 Alaşımı Üzerine MAO Yöntemiyle Büyütülmüş B₄C ve TiO₂ İleveli Kompozit Kaplamalarının Yapısal ve Adhezyon Özelliklerinin Araştırılması**” isimli bu tezimin, tamamen kendi çalışmam olduğunu, her alıntıya kaynak gösterdiğimi, alıntı yaptığım tüm çalışmalarını kaynakçada belirttiğimi ve Gümüşhane Üniversitesi'nin lisanslı kullanıcısı olduğu intihal yazılım programı ile Lisansüstü Eğitim Enstitüsü'nün belirlediği kıstaslara uygun olarak raporladığımı taahhüt ederim. Tezimin kâğıt ve elektronik kopyalarının Gümüşhane Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü arşivinde saklanmasına izin verdiğimi onaylarım.

Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği'nin ilgili maddeleri uyarınca gereğinin yapılmasını arz ederim.

19/02/2024

Seda ORHAN

TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Gümüşhane Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak hazırlanmıştır.

Bu tez çalışmasının konu seçimi, deneysel çalışmaların yürütülmesi, deneyler sonucunda elde edilen sonuçların değerlendirilmesi ve yazım aşamasında göstermiş olduğu her türlü destek, ilgi ve anlayıştan dolayı değerli danışmanım hocam Sayın Prof. Dr. Ebru Emine ŞÜKÜROĞLU'na saygılarımı ve teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesi aşamasında bilgi ve deneyimlerini esirgemeyen değerli arkadaşım Arş. Gör. Elif Dilara ALPAY'a ve kız kardeşim İnşaat Yüksek Mühendisi Eda ORHAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Tüm süreç boyunca maddi ve manevi olarak her zaman yanımda olan değerli annem Aysel ORHAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Seda ORHAN
GÜMÜŞHANE- 2024

ÖZET

Saf alüminyum ve alaşımları yüksek özgül mukavemet ve düşük yoğunluk gibi özellikleri sebebi ile otomotiv, havacılık ve uzay sanayi, denizcilik uygulamaları ve spor ekipmanları gibi alanlarda kullanılan mühendislik malzemeleridir. Buna karşılık, agresif ortamlardaki zayıf korozyon ve aşınma özellikleri bu alaşımlarının spesifik alanlarda kullanımını kısıtlamaktadır. Bu çalışmada da alüminyum alaşımlarının yüzey özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmış ve yüzey iyileştirme tekniği olan MAO yöntemi kullanılmıştır. MAO yöntemi elektrokimyasal bir yüzey iyileştirme ve/veya geliştirme tekniğidir. Bu yöntem ile altlık malzemeye kıyasla aşınma ve korozyon direnci yüksek kaplamalar elde edilmektedir. Literatürde, Al 2024 alaşımı üzerine büyütülmüş kaplamalara yönelik çalışmalarda, B_4C ve TiO_2 ilavesi ile büyütülen kompozit kaplamaların yapısal ve adhezyon özellikleri üzerinde etkisine yönelik çalışmaların sınırlı olduğu görülmüştür. Bu bağlamda, B_4C ve TiO_2 ilavesi ile büyütülen kompozit kaplamaların, mikro yapısı, faz yapısı ve kimyasal kompozisyonu sırasıyla, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), X Işın Difraksiyon (XRD), Enerji Dağılımı X ışını Spektroskopisi (EDS) ile tespit edilecektir. Söz konusu kaplamaların altlık malzeme ile olan adhezyon özelliği de Scratch Test cihazıyla tespit edilecektir. Bu bağlamda, oluşturulan temel elektrolit içerisine katılan iki farklı katkı maddesinin kaplamanın yapısal ve adhezyon özellikleri üzerindeki etkisi incelenerek, altlık malzeme yüzeyinde oluşturulan kompozit kaplamalar arasında ilişki kurulması amaçlanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Al 2024 alaşımı, Al_2O_3 , TiO_2 , B_4C , Kompozit kaplama, Mikro Ark Oksidasyon (MAO), Adhezyon

SUMMARY

Pure aluminum and its alloys are engineering materials used in fields such as automotive, aerospace industry, marine applications and sports equipment due to their properties such as high specific strength and low density. On the other hand, the poor corrosion and wear properties in aggressive environments restrict the use of these alloys in specific areas. In this study, it was aimed to improve the surface properties of aluminum alloys and the MAO method, which is a surface improvement technique, was used. The MAO method is an electrochemical surface improvement and/or enhancement technique. With this method, coatings with high wear and corrosion resistance are obtained compared to the substrate material. In the literature, in studies on enlarged coatings on Al 2024 alloy, it has been observed that studies on the effect of composite coatings enlarged by the addition of B_4C , and TiO_2 on structural and adhesion properties are limited. In this context, the microstructure, phase structure and chemical composition of the composite coatings enlarged by the addition of B_4C and TiO_2 will be determined by Scanning Electron Microscopy (SEM), X-Ray Diffraction (XRD), Energy Distribution X-ray Spectroscopy (EDS), respectively. The adhesion property of these coatings with the substrate material will also be determined by the Scratch Tester. In this context, by examining the effect of two different additives participating in the basic electrolyte created on the structural and adhesion properties of the coating, it was aimed to establish a relationship between the composite Decking formed on the substrate material surface.

Keywords: Al 2024 alloy, Al_2O_3 , TiO_2 , B_4C , Composite coating, Micro Arc Oxidation (MAO), Adhesion

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY	III
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK BEYANI.....	IV
TEŞEKKÜR.....	V
ÖZET.....	VI
SUMMARY	VII
İÇİNDEKİLER	VIII
TABLOLAR DİZİNİ	X
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XI
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	XIII
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER	9
2.1. Alüminyum ve Alüminyum Alaşımlarının Genel Özellikleri.....	9
2.1.1. Alüminyum	9
2.1.2. Alüminyum Alaşımları	9
2.2. Mikro Ark Oksidasyon Yöntemi (MAO).....	11
2.2.1. MAO Yöntemi'nin Tarihçesi	11
2.2.2. MAO Düzenegi ve Yöntemi	11
2.2.3 MAO Yöntemi ile Oluşturulan Kaplamalar	13
2.2.4. MAO Yöntemi Uygulama Alanları.....	14
2.2.5. MAO Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları.....	16
2.3. MAO Yöntemi ile Kaplanan Malzemelerin Adhezyonu	16
3. MATERYAL VE METOT	19
3.1. Altlık Malzemesi (Numune) Hazırlama.....	19
3.2. Elektrolit Hazırlama	19
3.3. MAO Yöntemi ile Kompozit Kaplamaların Büyütülmesi	20
3.4. Karakterizasyon Çalışmaları	21
3.4.1. Yapısal Analizler.....	21
3.4.2. SEM ve EDS Analizleri	22
3.4.3. Adhezyon Analizi.....	23
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	25
4.1. Kaplamanın Yapısal Karakterizasyonu.....	25
4.1.1. Kaplamaların SEM Yüzey Görüntüleri.....	25

4.1.2. Kaplamaların SEM Kesit Görüntüleri.....	28
4.1.3. Kaplamaların XRD Analizleri.....	33
4.1.4. Kaplamaların EDS Analizleri	35
4.1.5. Çizik Testi Sonuçları.....	37
5. SONUÇLAR	43
KAYNAKÇA	45
ÖZGEÇMİŞ	51



TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 1. Saf alüminyumun özellikleri (Onar, 2010).	9
Tablo 2. Alüminyum Birliği'nin dövme alüminyum alaşımlarını sınıflandırma sistemi (Shi Gang ve Li-Xin, 2006).	10
Tablo 3. Al 2024 alaşımının kimyasal özellikleri	19
Tablo 4. MAO kaplamalar için hazırlanan elektrolit içeriği	20
Tablo 5. MAO işlemi için kaplama parametreleri.....	21
Tablo 6. Çizik testi parametreleri	24



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. MAO işleminde kullanılan donanım (Curran, 2005).....	12
Şekil 2. Elektrot yüzeyindeki dielektrik filmindeki akım voltaj değişimi (Tekin vd. 2008).....	13
Şekil 3. MAO sonucu elde edilen sertliğin diğer malzeme ve süreçlerle karşılaştırılması (Özkara, 2009).....	15
Şekil 4. (a) Scratch test çizik aşamaları (b) Çizik testi yöntemi (Bendeş ve Danışman, 2014).	18
Şekil 5. Sırası ile işlem öncesi ve işlem sonrası Al 2024 numuneler.....	19
Şekil 6. MAO işleminde kullanılan sistem.....	20
Şekil 7. Faz analizlerinin yapıldığı XRD cihazı.....	22
Şekil 8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı.....	23
Şekil 9. CSM marka revetester çizik test cihazı.....	23
Şekil 10. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 400 Hz frekansta, (a-1,a-2) ilavesiz kaplanmış numunelerin SEM görüntüleri. (b-1,b-2) B ₄ C ilaveli kaplanmış numunelerin SEM görüntüleri. (c-1,c-2) TiO ₂ ilaveli kaplanmış malzemelerin SEM görüntüleri	27
Şekil 11. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 150 Hz frekansta, (p-1,p-2) ilavesiz kaplanmış numunelerin SEM görüntüleri. (r-1,r-2) B ₄ C ilaveli kaplanmış numunelerin SEM görüntüleri. (s-1, s-2) TiO ₂ ilaveli kaplanmış malzemelerin SEM görüntüleri.....	28
Şekil 12. Al 2024 alaşımı üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 400 Hz frekansta A) İlavesiz kaplama, B)B ₄ C ilaveli kaplama C)TiO ₂ ilaveli kaplama kesitinin 2000x SEM görüntüleri.....	30
Şekil 13. Al 2024 Alaşımı üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 150 Hz frekansta D) İlavesiz kaplama, E) B ₄ C ilaveli kaplama, F)TiO ₂ ilaveli kaplama kesitinin 2000x SEM görüntüleri.....	32
Şekil 14. Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 400 Hz frekansta ilavesiz, B ₄ C ilaveli, TiO ₂ ilaveli kaplamaların XRD grafikleri.....	34
Şekil 15. Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 150 Hz frekansta ilavesiz, B ₄ C ilaveli, TiO ₂ ilaveli kaplamaların XRD grafikleri.....	35
Şekil 16. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 400 Hz frekansta büyütülen B ₄ C kaplamanın EDS analizi.....	36

Şekil 17. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 150 Hz frekansta büyütülen B ₄ C kaplamanın EDS analizi.....	36
Şekil 18. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 150 Hz frekansta büyütülen B ₄ C kaplamanın EDS analizi.....	36
Şekil 19. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 150 Hz frekansta büyütülen TiO ₂ kaplamanın EDS analizi.....	37
Şekil 20. MAO yöntemi ile Al 2024 altlık malzemesi üzerine büyütülen 400 Hz frekansta büyütülen f) ilavesiz, t) B ₄ C ilaveli, s) TiO ₂ ilaveli kaplamaların adhezyon özelliklerinin analizi	39
Şekil 21. MAO yöntemi ile Al 2024 altlık malzemesi üzerine büyütülen 150 Hz frekansta büyütülen m) ilavesiz, n) B ₄ C ilaveli, o) TiO ₂ ilaveli kaplamaların adhezyon özelliklerinin analizi	41

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

AC	: Alternatif Akım
Al	: Alüminyum
Al ₂ O ₃	: Alüminyum Oksit
ASD	: Anodik Kıvılcım Birikimi
ASTM	: American Society For Testing And Materials
B ₄ C	: Bor Karbür
Be	: Berilyum
CoAl ₂ O ₄	: Kobalt Alüminat
CSP	: Geleneksel Bilyeli Dövme
Cu	: Bakır
EDS	: Enerji Dağılımı X Işını Spektroskopisi
EIS	: Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi
Fe	: Demir
HA	: Klasik Sert Anodizasyon
Lc	: Kritik Yük
Li	: Lityum
MAO	: Mikro Ark Oksidasyon
Mg	: Magnezyum
Mn	: Manganez
MSP	: Mikro Bilyeli Dövme
Na ₂ [SiF ₆]	: Sodyum Flora silikat
Na ₂ SiO ₃	: Sodyum Silikat
NaAlO ₂	: Sodyum Alüminat
NaCl	: Sodyum Klorür
NaOH	: Sodyum Hidroksit
Nb	: Niyobyum
O	: Oksijen
P	: Fosfat
PEO	: Plazma Elektrolitik Oksidasyon
PM	: Toz Metalürjisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu

Si	: Silisyum
SiO ₂	: Silikon Dioksit
SiC	: Silisyum Karbür
SSC	: Gerilimli Korozyon Çatlaması
Ti	: Titanyum
TiO ₂	: Titanyum Dioksit
XPS	: Ekstrüde Polistiren
XRD	: X Işını Difraksiyon
Zn	: Çinko



1. GİRİŞ

Dünya geneline bakıldığında sınırlı sayıda olan enerji kaynaklarının verimli kullanılması amaçlanmıştır. Buna ek olarak hızla artmakta olan çevre kirliliğini önlemek amacı ile üretim, işçilik ve ulaşım alanlarında maliyetleri en aza düşürmek amacıyla çalışmalar yapılmaktadır. Yapılan bu çalışmalar içerisinde hafif metaller üzerine yapılan araştırmaların önemli bir yeri vardır. Ti, Al, Mg, Be, Cu, Li ve alaşımlarıyla birlikte 2 ve 3 fazlı çeliklerde; Kompozit malzeme gibi hafif malzeme şeklinde değerlendirilmektedir. Çeşitli yapıların hafifliği istendiği gibi mukavemet değerleri de yüksek beklenmektedir. İmalatın ve yapı tasarımlarının olmazsa olmazlarından kaynaklı birleştirme ise her metal veya alaşımlarda aynı tepkiyi vermemektedir. Hafif metallerin bazı özellikleri nedeniyle kaynaklanabilirlik değerleri düşüktür. Hafif metallerde de talaşın kalkması sırasında oluşan yüksek ısı işlenen yüzeyi kalite olarak olumsuz etkiler. Buna ek olarak kesici takım ömrü de azalır. Bu problemin önüne geçmek için kesme sırasında soğutma sıvısı kullanılmaktadır. Hafif metallerde Mukavemet/Ağırlık oranının yüksek olması beklenmektedir. Hafif metaller özellikle havacılık, uzay ve otomotiv sektöründe önemli bir yer tutar. Yakıt/enerji tasarrufu istenmesi sebebiyle Al ve Mg ön planda yer almaktadır.

Alüminyum yeryüzünde ikinci en çok bulunan metallere biridir. Alüminyum yoğunluğu, $2,7 \text{ g/cm}^3$ ile en hafif olan metallere dendir. Hafif olması onu inşaat, uzay, gıda, havacılık ve otomotiv gibi sektörlerde tercih sebebi yapmaktadır. Bu özelliğinin yanında, alüminyum ve alüminyum alaşımlarının yüksek ısı iletkenliği ve korozyon direnci, kolay şekillendirme ve geri dönüştürülür olmaları da tercih edilmesini arttırmaktadır (Shi Gang ve Li-Xin, 2006). Alüminyum ve alüminyum alaşımlarının bu özellikleri, tercih edildiği alanlarda aynı özellikteki malzemelere göre çevre dostu ve tasarruf sağladığı görülmüştür. Alüminyum alaşımlarının üstün özelliklerine rağmen düşük aşınma direnci ve yüzey sertliği göstermeleri bazı alanlarda kullanım ömrünü azaltıp sorunlara neden olmaktadır. Sorun teşkil eden özelliklerinin geliştirilip malzemeye ihtiyacı olduğu özelliklerin kazanılması için farklı yüzey işlemleri uygulanabilir.

Literatürde alüminyum alaşımlarının mekanik özelliklerinin daha fazla iyileştirilmesi ve özellikle yorulma ömürlerinin arttırılması için uygulanan yüzey işlemleri, çeşitli elektrolitik kaplamalar; Anodizasyon, Mikro Ark Oksidasyon yöntemi (MAO). Buna ek olarak termal spreyleme yöntemi, bilyalı dövme yaygın olarak uygulanmıştır.

Bu tez çalışmasında yüzey iyileştirme işlemi olarak MAO yöntemi tercih edilmiştir. Sebebi, genellikle geleneksel anotlama işlemleri kullanılarak anotlanması zor olan alüminyum, magnezyum gibi hafif metallere ve alaşımlara kolayca uygulanabilen, çevre dostu, etkili ve düşük maliyetli bir yüzey iyileştirme/geliştirme yöntemidir. Söz konusu yöntem karmaşık formlara sahip metalik parçalar üzerinde kalın, homojen ve adhezyonu yüksek kaplamaların oluşmasına imkân tanıyan bir tekniktir.

MAO yöntemi, altlık malzemenin sıcaklığını oda sıcaklığında tutarak malzemenin mekanik özelliklerini değiştirmeden Ti, Mg, Al gibi alaşımların üzerinde sert, kalın ve sağlam bir şekilde bağlanmış oksit bir kaplama oluşturur. Bunun yanında, MAO yöntemi karmaşık geometrili malzemelerin kaplanması, altlık malzeme yüzeyinin zahmetli olarak hazırlanmasına gerek duyulmaması ve doğaya zarar verici olmayan elektrolitlerle uygulama yapılması gibi birçok avantajı vardır. MAO yöntemi geleneksel olan oksidasyon işlemleri ile kıyaslandığında daha çevreci bir yöntemdir. Bu yöntem sağlam, seri ve porozlu oksitli bir tabakalı işlem olarak adlandırılır. MAO yöntemi çözünmüş tuzlardan oluşan elektrolit banyo içinde elektrokimyasal oksidasyonla yüksek voltaj akım davranışını birleştirmektedir (Huang vd., 2004).

Bu tez çalışmasında literatürde sıkça kullanılan elektrolit içerisine katılan iki farklı katkı maddesinin ilavesi ile büyütülen kompozit kaplamanın mikro yapısı ve adhezyon direnci üzerindeki etkisi incelenerek, altlık malzemeler yüzeyinde oluşturulan kaplamalar arasında ilişkiler kurulacaktır. Literatürde alüminyum esaslı altlık malzemeleri üzerine büyütülen kompozit malzemelerde takviye malzemesi genel olarak Alümina (Al_2O_3), Silisyum Karbür (SiC), Bor Karbür (B_4C) gibi malzemeler tercih edilmektedir. Sıraladığımız takviye malzemelerinden B_4C , kübik nitrür ve elmasan sonra bilinen en sert malzemelerdendir. Bor Karbürün (B_4C) tercih edilmesinin sebebi; hafif olması, yüksek mekanik özelliklere sahip olması, (300hv) yüksek sertlik değeri, ($2,52 \text{ g/cm}^3$) az yoğunlukta olması, ergime noktası (2447 c) değeri, (460 gpa) değerinde yüksek elastik modülü, düşük kırılma tokluğu, balistik uygulama alanlarında avantajlı olması gibi üstün özellikleri sıralanabilir. Fakat B_4C kısıtlı bulunması ve fiyatının pahalı olması sebebiyle dezavantaj oluşturmaktadır. Zırh malzemesi için alüminadan daha üstün özelliklere sahiptir. Nükleer teknoloji, savunma sanayi, havacılık uzay uygulama alanlarında da tercih edilen önemli bir yere sahip bileşiktir. Bu çalışmada, Al 2024 alaşımı yüzeyine büyütülen B_4C ve TiO_2 ilaveli kompozit kaplamanın farklı frekanslarda altlık malzeme ile olan adhezyon ilişkisi incelenecektir. Bu bağlamda, bu tez çalışmasında kaplanan örneklerin, mikro yapısı, faz yapısı ve kimyasal kompozisyonu sırasıyla, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), X ışını Difraksiyonu (XRD), Enerji Dağılımı X ışını

Spektroskopisi (EDS) ile tespiti yapılacaktır. Söz konusu kaplamaların altlık malzeme ile olan adhezyon direnci de Scratch Test cihazıyla tespit edilecektir. Oluşturulan temel elektrolit içerisine katılan iki farklı katkı maddesinin kaplamanın yapısal ve adhezyon özellikleri üzerindeki etkisi incelenerek, altlık malzeme yüzeyinde oluşturulan kompozit kaplamalar arasında ilişki kurulması amaçlanmıştır.

Bu amaç doğrultusunda yapılan literatür çalışmaları aşağıda verilmiştir.

Li vd. (2007) yaptıkları bu çalışmada, Al 6063 altlık malzemesini MAO yöntemi ile borat içeren elektrolit sıvı içerisinde kaplamışlardır. Bu altlık malzemesi olan alüminyum kaplamanın, element dağılımı, mikro ve faz yapısı ve mikro sertliği SEM, XRD, EDS ve mikrosertlik test cihazı kullanılarak inceleme yapılmıştır. Kaplanmış numuneler α -Al₂O₃ ve ν -Al₂O₃ ten oluşmaktadır. İncelendiğinde üzerlerinde çatlak ve delikler gözlemlenmiştir. Bu çalışmada mikro sertlik deneyinde kaplanan malzemenin mekanik uygulamalarda kullanılması için yeterli yüksek sertlikte olduğunu göstermiştir.

Wasekar (2007) bu çalışmasında, MAO yöntemi ile altlık malzeme olan Al 6061 alaşımını korozyon davranışını incelemek için farklı iki akım yoğunluklarında kaplamıştır. Kaplanan altlık malzemesinin korozyon direnç değişimi belirlemek için %35'lik NaCl içerisinde potansiyodinamik polarizasyon testleri uygulamış. Sonucunda 600 saat polarizasyon testi yapılmış kaplanan malzemesinin korozyon direnci, kaplanmamış olan malzemeye göre saat ilerledikçe daha düşük olduğu gözlemlenmiştir.

Wang vd. (2009) Al 6061 altlık malzemesini kullanarak NaAlO₂, Na₂[SiF₆], Na₂SiO₃ ve NaOH gibi farklı kompozisyonlara sahip elektrolit karışımı ile MAO yöntemini kullanmışlardır. İşlem süresi 5 dk. Oda sıcaklığında gerçekleştirilmiş olan bu çalışmalarında, 200v AC (60 hz) ve 260v DC hibrit voltaj aralığında çalışmışlardır. Kaplanmış yüzeyler incelendiğinde, kullanılmış olan elektrolitlerin hepsinde deşarj kanallarının aynı koyu dairesel noktalar şeklinde olduğu görülmüş. Alüminatlı elektrolitle yapılmış işlemlerin yüzeyleri Silikatlı elektrolitlerle karşılaştırıldığında daha pürüzsüz yüzey elde edilmiştir. İncelemeler sonucunda, Na₂[SiF₆] eklentisinin oksit katmanlarının büyümesini hızlandırmış ve katmanların yoğunluğunu artırarak mikrosertliği artıracak gözlemlenmiştir. Ayrıca yüzey pürüzlülüğünü de etkilediği elde edilen sonuçlar arasındadır. Yapılan karşılaştırmalarda silikatlı elektrolitler alüminatlı elektrolitlere göre daha kalın oksit tabakasına sahiptir. Alüminatlı elektrolitler daha pürüzsüz mikroyapı sergilerken, silikatlı elektrolitler daha pürüzlü mikroyapı katmanları içermektedir.

Li vd. (2012) yaptıkları bu çalışmada, altlık malzemesi Al 6063 alaşımını üzerine potasyum hidroksit ve sodyum silikat sıvısına Nano Ti ilavesi ile TiO kaplama yapmışlar

ve kaplamanın mekanik ve yapısal özelliklerine ne gibi etkileri var onu incelemişlerdir. Bu kaplama sonucunda Ti ilave edildiğinde yapısında nano Ti parçacıklar görülmüştür. Solüsyonda ki nano Ti miktarı arttırıldığı zaman yapışma miktarı artmış ve en yüksek değere 3,2 gr/L miktarında nano Ti eklendiğinde ulaşılmıştır. Bunlara ek olarak nano parçacık oranının sürtünme katsayısını ne kadar etkilediğini incelemiş ve bu parçacığın sürtünme katsayısını azalttığını gözlemlemiştir. En düşük seviye olarak da 3,2 gr/L Ti miktarda katıldığında elde edilmiştir.

Venugopal vd. (2012) çalışmalarında, altlık malzeme AA 7075 alüminyum alaşımına MAO yöntemi ile kaplama yapmış ve % 3,5 NaCl içeren çözeltinin Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) ve Gerilimli Korozyon Çatlama (SSC) test sonuçlarını ele almışlardır. Bu çalışmada altlık malzemelere yaşlandırma işlemini iki aşamada da 8 saat sabit süre ile ilk 170 °C ve 177 °C ile uygulama yapılmıştır. MAO yöntemi, 30 dakika süre ile 4 g.L-1KOH, 2g.L-1 Na₂SiO₃çözeltisinde gerçekleşmiştir. Bu çalışmalara göre kaplama yüzeyinde mikro gözenekler görülmüş ve kaplamanın 15 µm kalınlıkta iç, 15 µm gözenekli dış tabakadan oluştuğu sonucuna varılmıştır. EIS incelemelerinde belirli sürede korozyon dayanım ve oksit kaplama morfolojisi arasında iyi ilişkiler olduğu gözlemlenmiştir. Dış katmanın korozyon direnci iç katmana göre düşüktür ve yapılan incelemelerde altlık malzemenin korozyon tarafından korunması iç kompakt katman tarafından sağlanmaktadır. Yapılan bu çalışmalar neticesinde MAO kaplamasının Fe ve Cu elementi açısından zengin olan intermetalik fazlardan başlatılmış lokal korozyona bağlı olan bu alaşımın erkenden bozulmasının önüne geçilmesinde iyi bir yol olduğu saptanmıştır. Ayrıca bu çalışma, sabit yükte yapılan SSC test sonucu, bu alaşımın uzamasının azalmasını mekanik yüklemeye sebebiyet veren lokal korozyon olayından olduğunu doğru SCC değerlerini göstermediğini fakat kaplamayla iyileştirebileceğini bize göstermiştir. Son olarak bu yöntem gerilim korozyon çatlakını tamamen önleyemeyeceğini bize göstermiştir.

Güleç vd. (2015) yapmış oldukları bu çalışmada, ikili alaşım Al-Si malzemesi ile artan Si elementinin MAO yöntemi ile etkilerini araştırmışlardır. 120 dakika boyunca %1-32 atomik oranlarda Si elementi katarak MAO yöntemi ile altlık malzemeye kaplama yapmışlardır. Kaplama sonucunda yapılan incelemelerde %2 Si içermiş olan ikili Al-Si alaşımı üzerine yapılan kaplama işleminde α -Al₂O₃ fazı tespit edilmiştir. Mülit ve γ -Al₂O₃ fazları bu alaşımların üzerine yapılan tüm kaplama işlemlerinde tespit edilmiştir. Ayrıca Si element miktarı arttıkça kaplanmış olan alaşımın kalınlığı ve sertliği ters orantılı şekilde azalmıştır. Kaplanan altlık malzemesinin kesit görüntülerine bakıldığı

zaman alařımdaki Si miktarı arttıkça kaplama yüzeyinde yoğun camsı bir yapı olduđu ve içyapısındaki gözeneklerin büyüdüđu sonucuna varılmıřtır.

Zhang vd. (2008) AZ91 HP kalite magnezyum alařım altlık malzemesi üzerine uygulanan MAO yönteminde elektriksel parametrelerin etkisini incelemiřtir. Bu parametreleri üç bařlık altında toplamıřlardır. Bunlar; iřlem sonundaki voltaj deđerleri, akım yoğunluđu ve frekanstır. İřlemin sonunda voltaj deđerleri artınca por apını büyütüp ve oksit tabaka kalınlıđını artırdıđı tespit edilmiřtir. Frekans arttıkça por apında küçülme olduđu buna ek olarak akım yoğunluđu artıřıyla da kaplama kalınlıklarında artıř olduđu ve mikro yapının da daha pürüzlü bir yapıda olduđu görülmüřtür.

Dai vd. (2018) bu alıřmalarında, MAO yöntemi ile 2024-T₃Al alařımının yüzeyinde seramik kaplama yöntemini uygulamıřtır. Al alařımlı alt malzemenin yüzey pürüzlülüđünün ve yüzey iřleminin 2024-T₃Al alařımının yorulma özellikleri üzerindeki etkisini arařtırmıřlardır. Oksit tabakalarının morfoloji, mikroyapı ve faz bileřimi, X Iřını Difraksiyon (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) kullanılarak incelenmiř kaplanan malzemelerin yüzey pürüzlülükleri 3 boyutlu ölçüm lazer mikroskobu kullanılarak ölçülmüřtür. Al alařımının yorulma ömrü, yüksek ve düşük döngüsel stres altında deđerlendirilmiř arařtırma sonuçları, yüzey pürüzlülüđü Ra= 0.2 µm olan kaplanmış numunelerin yorulma ömrünün diđerlerine göre daha yüksek olduđunu göstermiřtir. Ra = 0.8 µm ile kaplanmış numunelerin yorulma ömrü, yüksek çevrim yorulma kořulları altında Ra = 1.6 µm'ye çok yakındır. Bunun nedeni, alt tabaka ile kaplama arasındaki ara yüzün pürüzlülüđünün, kaplanmış numunelerin yorulma ömrünü etkilemesidir. Buna karřılık, kaplanmış numuneler yüksek alternatif gerilime uygulandıđında yorulma özelliđi deđiřtiđi bilinmektedir. Kaplanmış Al alařımının Ra = 0,8 µm ile yorulma performansı en kötüsü olduđu gözlenmiř, bunu Ra = 1,6 µm takip etmiřtir.

Xu vd. (2007) MAO yöntemi ile biyomedikal NiTi alařımı üzerine alüminat solüsyonu içinde Al₂O₃ kaplama yapmıřlardır. Bu alıřmanın amacı korozyon direncini arttırmaktır. SEM, EDS ve TF-XRD görüntülerini incelemiřlerdir. Korozyon direncini NaCl (%0,9) solüsyon içerisinde Açık Devre Potansiyeli, Elektrokimyasal İmpedans Spektroskopu (EIS) ve Potansiyodinamik Kutuplama yöntemleri ile tespit edilmiřtir. Bu alıřma sonucunda, 4 µm kalınlıđındaki iyi yapıřma göstermiř kaplamanın yalnız Al₂O₃ kristal fazda olduđu ve %3,33 Ni elementi yoğunluđu görülmüřtür. Potansiyodinamik Kutuplama testi ve EIS testi sonuçları incelendiđinde, korozyon direnci kaplanmış yüzeyde kaplanmamıř yüzeye oranla 40 kat daha fazla olduđu görülmüřtür.

Srinivasan vd. (2010) AM50 kalite magnezyum alařımı üzerine farklı frekanslarda MAO iřlemi uygulamıř, kaplamaların korozyon deneyleri ve morfolojik incelemeleri karřılařtırılmıřtır. 15 dakika iřlem sũresi ile 10 Hz, 100 Hz ve 1000 Hz frekans deęerlerinde fosfat bazlı elektrolit kullanılarak yapılan kaplama iřleminde kaplama kalınlıęı ve yũzey pũrũzlũlũęũ deęerlerinde azalma gũrũlmũřtũr. Frekansın azalması ile her vuruřta uygulanan enerji artmıř buna ek olarak kaplama bũyũme hızı artmıř aynı zamanda kaplamanın daha iyi sinterlendięi ve yũksek frekans deęerlerinde oluřmayan, elektrolitten gelen kimyasal reaksiyonlardan oluřan fazlar gũzlemlenmiř. Frekans deęerinin artması ile korozyon direncinin dũřtũęũ yapılmıř olana korozyon deneyleri ile gũrũlmũřtũr. Korozyon direncinin artmasına frekans deęerinin azalması ile kaplama kalınlıęının artıřı ve farklı faz oluřumlarının sebep olduęu gũrũlmũřtũr.

Xiang vd. (2015) yaptıkları bu alıřmada, Al 6063 altlık malzeme üzerine iine koydukları silikat, borat ve alũminatlı elektrolit hazırlamıřlar. İine Al₂O₃ ve TiO₂ nano ilave ettikleri aynı ozeltiler ile MAO yũntemi ile bũyũtmũřlerdir. Mikro yapı ve mekanik zelliklerinin analizi iin sırası ile SEM, EDS, XRD, mikrosertlik ve ařınma testleri uygulamıřlardır. Nano ilaveli kaplamaların dięer kaplamalara gũre daha az porozite ierdięini SEM gũrũntũleri ile saptamıřlardır. Nano ilaveli kaplamalar daha fazla oksit ierdięini XRD sonularının ile gũrũlmũřtũr. Mikrosertlik testiyle Al₂O₃ nano ilaveli kaplamalar dięer ozeltideki kaplamalara gũre daha sert zellikte olduęu gũrũlmũřtũr. Buna ek olarak borat ieren ozeltiler ile kaplanan malzemelerin dięer alũminat ve silikat ieren ozeltilere gũre daha zayıf ařınma gũsterdięi gũrũlmũřtũr.

Liu vd. (2016) yaptıkları bu alıřmada, AA 1060 altlık malzemesi üzerine iki farklı ozeltide MAO yũntemi ile kaplama iřlemi uygulamıř ve kaplamaların korozyon davranıřıyla arasındaki iliřkiyi incelemiřlerdir. Kaplamaların elektrokimyasal zelliklerinin analizleri EIS ile mikro yapılarının incelenmesi ise NaCl ozeltisine daldırılmadan nce ve sonra olacak řekilde SEM gũrũntũleri ile gũzlemlenmiřtir. Sonular incelendięinde mullit ieren ozeltideki kaplamalar alũminatlı kaplamalara gũre daha poroz yapıda ve kompakt bir gũrũntũde olduęu gũzlemlenmiřtir. Her iki kaplamada ince katmanlar olduęu ve kaplama boyunca atlak oluřmadıęı gũzlemlenmiřtir. Kaplamalardaki korozyon direncini korozyona uęramamıř ara yũzeyin saęladıęı belirlenmiř ancak korozyon direncinin zamanla azalmasına zamanla tıkanan poroz tabakaların sebep olduęu anlařılmıřtır.

Su vd. (2023) yaptıkları bu çalışmada, saf ve MAO kaplı 6082-T6 alüminyumun yorulma özelliğini geliştirmek için geleneksel bilyeli dövme (CSP) ve mikro bilyeli dövme (MSP) kullanmışlardır. CSP ve MSP'nin saf ve MAO kaplı 6082-T6 alüminyum alaşımı üzerindeki yorulma önleyici güçlendirme mekanizmasındaki fark ortaya çıkmıştır. Sonuçlar, MSP'nin saf numunelerin yorulma özelliklerinde çatlak başlangıcı üzerindeki yoğun önleyici etkiden dolayı CSP'den daha önemli bir gelişme sağladığını göstermektedir. Yine de MAO kaplama, MSP numunelerinin yüzey bütünlüğünü bozar ve böylece çatlağı başlatan ömrü azaltır. Karşılaştırıldığında, CSP tarafından indüklenen daha derin etkilenmiş katmanın çatlak ilerleme ömrünün iyileştirilmesi üzerindeki etkisi çoğunlukla MAO işleminden sonra korunur. Bu nedenle, MAO kaplı numune için CSP ön işlemleri, yorulma özelliğini geliştirmede daha etkilidir.

Yan vd. (2023) bu çalışmalarında, Toz metalurji (PM) 2024 alüminyum alaşımının yüzeyi MAO tekniği ile Al_2O_3 ile kaplanmış ve akım yoğunluğunun ve oksidasyon işlem süresinin MAO kaplamaların mikroyapısı ve özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Sonuçlar, oksit filmin temel olarak $\gamma-Al_2O_3$ fazı, amorf Al_2O_3 fazı ve az miktarda müllit fazı içerdiğini ortaya koymuştur. Artan akım yoğunluğu ile PM 2024 alaşımı üzerine hazırlanan MAO kaplamaların kalınlıkları ve yüzey pürüzlülükleri artarken yüzey sertlikleri önce artmakta daha sonra azalmaktadır. Bu araştırma sonucu MAO kaplamalar PM 2024 alüminyum alaşımı için üstün korozyon koruma sağlamış ve MAO kaplamaların en yüksek korozyon direncini sergilediği görülmüştür.

Dai vd. (2023) çalışmalarında, MAO kaplı Al alaşımların, mikro gözenek ve artık gerilmelerini incelemişlerdir. Bazı bilim adamları, mikro gözenek ve artık gerilmelerin MAO kaplı numunelerin yorulma performansı üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Bununla birlikte, MAO kaplamasındaki artık gerilme işaretinin ve ara yüzün altındaki substratın, substratın yorulma hasarı davranışı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Ayrıca, MAO kaplı numunelerin yorulma performansı üzerindeki mikro gözenek ve artık gerilme arasındaki bağlantı mekanizması belirsizdir. Bunlar, yorulma performansını optimize etmek için mikro gözeneklerin ve artık gerilmenin işbirliğine dayalı tasarımı için bir zorluk teşkil eder. Sorunları hedefleyen bu makale, MAO kaplamaların alt tabakanın yorulma performansı üzerindeki etkileyen faktörlerini özetlemiştir. Mikroyapı karakterizasyonu ve gerilme analizinin iki yönünden, yorulma mikro gözenekler ile artık gerilme arasındaki bağlantı mekanizması açıklığa kavuşturulmuştur. Yorulma hasarı davranışı üzerindeki mikro gözenekler ve artık gerilmenin mekanizması geliştirilmiş. Son olarak, MAO kaplı Al alaşımlarının yorulma performansını optimize etmek için çözümler önerilmiştir. Bu çalışmanın sonuçları, yorulma ömrünü uzatmak için MAO

kaplamalarındaki mikro gözeneklerin, çatlakların, ara yüz kusurlarının ve artık gerilmenin düzenlenmesinde büyük yol gösterici öneme sahiptir.

Chen vd. (2023) çalışmalarında, 2024 alüminyum alaşımının yüzeyinde mikro ark oksidasyonu ile hazırlanmış kobalt tuzu ilavesinin kaplamanın büyüme mekanizması üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Kobalt tuzunun eklenmesi, MAO kıvılcım deşarj fazını uzatmış ve çözelti bileşeni ile substratın ko-film oluşumunu sağlamıştır. Farklı zamanlarda hazırlanan kaplamaların fiziksel bileşimindeki, yüzey morfolojisindeki ve kimyasal bileşimindeki değişiklikleri araştırmak için XRD, SEM, EDS ve XPS kullanılmıştır. Sertlik ve korozyon direnci kaplamaların oksidasyon süresi arttıkça incelenmiştir. Kaplamaların yüzeyi iki bölgeye ayrılabilir: seyrek "kobalt açısından zengin bölge" ve yoğun "alüminyum açısından zengin bölge" ve oksidasyon süresinin artmasıyla, kaplamanın yüzeyi daha yoğun ve düz hale gelir ve gözenekler çoğunlukla kapalıdır. Zaman-voltaj eğrisi, kobalt içeren elektrolitte MAO kaplamanın büyümesinin üç aşamaya ayrılabilceğini göstermektedir. Kaplama ilk 15 dakikada hızla büyür ve rengi açığa çıkaran madde CoO olan siyah bir kaplama elde edilir; Co mavi $CoAl_2O_4$ 'e dönüşürken kaplama 15 dakika sonra siyahtan maviye döner. XPS ve XRD analizler, kobalt tuzu ilavesinin kaplamada alümina oluşumunu önemli ölçüde desteklediği ve CoO'nun $CoAl_2O_4$ ve $\gamma-Al_2O_3$ 'ün $\alpha-Al_2O_3$ 'e dönüşümünün mikro- ark oksidasyonu, kaplamanın sertliği büyük bir gelişme elde ettiğinde. Korozyon direnci testi sonuçları, kobalt içeren elektrolitte 60 dakika süreyle işlenerek hazırlanan kaplamanın, alt tabakaninkinden 100,3 mV daha yüksek bir korozyon potansiyeli ve 4 kat azaltılarak 6,20'ye düşürülen bir korozyon akımı ile en iyi korozyon direncini gösterdiğini göstermiştir.

Rodriguez vd. (2023) bu çalışmalarında, klasik sert anodizasyon (HA) ve öğütülmüş MAO kaplamanın tribolojik özelliklerini karşılaştırmayı amaçlamışlardır. MAO üzerinde yapılan analiz, sertliğinin ve elastik modülünün HA'dan yaklaşık üç kat daha büyük olduğunu göstermiştir. Aşınma testleri, alümina bilyeler kullanılarak doğrusal ileri geri hareket eden düz bilye kullanılarak değerlendirilmiştir. HA kaplama teste dayanamamış substrat ciddi şekilde bozulmuştur. MAO kaplama aşınma oranı $3,1 \times 10^{-5} mm^3 N^{-1} m^{-1}$ HA kaplamaya göre 22 kat daha düşüktür. Dağıtılan enerji hesaplaması $1 mm^3$ çıkarmak için 26 kJ gerektiğini göstermiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Alüminyum ve Alüminyum Alaşımlarının Genel Özellikleri

2.1.1. Alüminyum

Alüminyum yerkabuğundaki oksijenden ve silikondan sonra gelen en yaygın üçüncü elementtir. 886'dan beri alüminyum ciddi bir endüstriyel metal olmuştur, en hafif metaller arasında yer almakta ve bu hafifliği sayesinde otomotiv, inşaat, uzay, havacılık ve gıda gibi pek çok sektörde uygulama alanı bulmaktadır

Elde edilen saf metal nispeten zayıftır ve bu nedenle, özellikle inşaatta nadiren kullanılır saf alüminyum genellikle metallerle alaşımlanır. Örneğin: bakır (Cu), manganez (Mn), magnezyum (Mg), silikon (Si) ve çinko (Zn) (Onar, 2010). Alüminyum, Al, Dünya kabuğunda bulunmuş olan bol metaldir. Dünya yüzeyinin toplam ağırlığının yaklaşık olarak %8'i alüminyumdan oluşmaktadır, doğada alüminyum kimyasal olarak reaktiftir ve doğada metal olarak tek başına bulunmamaktadır. Alüminyum, Boksit cevheri halinde bulunur. Özgül ağırlığı 3,8 g/cm³'den küçük metallere Hafif metal denilmektedir. Hafif metal sınıfına, Al, Mg, Be, K ve Li elementleri girmektedir. Bu elementler arasından Al ve Mg yaygın kullanılan metallere dendir. Alüminyum düşük özgül ağırlığa (2,7 g/cm³) sahiptir. Buna ek olarak, yüksek elektrik, yüksek ısıl iletkenlik, atmosferik korozyona direnç gösterme, diğer metaller ile çekme dayanımı, yüksek alaşım oluşturma ve üretilebilirlik vb. özellikleri vardır (Shi Gang ve Li-Xin, 2006).

Tablo 1. Saf alüminyumun özellikleri (Onar, 2010).

Kimyasal Sembol	Al	Isıl Genleşme Katsayısı	23,8 x 10 ⁻⁶ /°C
Atom Numarası	13	Elektrik Direnci	2,699 mikro Ohm.cm
Atom Ağırlığı	26,98	Çekme Mukavemeti	4-9 kPa/mm ² x
Kafes Yapısı	YMK	Akma Mukavemeti	1-3 kPa/mm ² x
Yoğunluğu (20°C)	2,6989 gr/cm ³	Elastik Modül	6500-7200 N/mm ²
(660°C'de sıvı)	2,37 gr/cm ³	Sıvılaştırken Hacim Büyümesi	6,50%
Kaynama Sıcaklığı	2300°C	Katılaştırken Kendini Çekme	%1,7-1,8
Ergime Sıcaklığı	660,24°C	Kopma Uzaması	30-50% x
Ergime Isısı	94,6 cal/gr	Sertlik	15-30 HB30
Özgül Isısı	0,2259 cal/g°C	% Doğada Bulunabilirlik	7,9

× Alüminyumun saflığına bağlı olarak değişkenlik göstermektedir.

2.1.2. Alüminyum Alaşımları

Alüminyum alaşımları iki gruba ayrılmaktadır bunlar, dövme ve döküm alaşımlarıdır. Tablo 2'de verilmiş olan dövme alüminyum alaşımları 4 rakamlı simge ile

tanımlanmaktadır. Bileşimdeki ana element ilk rakamı, ikinci rakamı ise orijinal alaşımda bulunan oranından farklı bir orandaki element temsil eder. Bu da ikinci rakamın 0 olması serinin orijinal alaşımını vermektedir. Son iki rakamın 1XXX serinin dışında kalan alaşımlarda bir önemi yoktur. Alaşımı o dizinin diğer alaşımlarından ayırmaya da yaramaktadır. 1XXX serisi saf alüminyumunu temsil ettiğinden dolayı son iki rakamı, alüminyumun saflık derecesi olarak %99'dan sonra gelen rakamları ifade etmektedir (Shi Gang ve Li-Xin, 2006).

Tablo 2. Alüminyum Birliği'nin dövme alüminyum alaşımlarını sınıflandırma sistemi (Shi Gang ve Li-Xin, 2006).

Simge	Ana Alaşım Elementi
1XXX	%99,00 veya Daha Fazla Alüminyum
2 XXX	CU
3 XXX	MN
4 XXX	Si ve Cu ve/veya Mg
5 XXX	Mg
6 XXX	Mg ve Si
7 XXX	Zn
8 XXX	Diğer Elementler
9 XXX	Yaygın Olarak Kullanılmayan Seriler

Üç rakamlı simge ile temsil edilen ise döküm alüminyum alaşımlarıdır. İlk olan harf dövme alaşımlarına benzeyen malzeme içindeki ana alaşım elementini temsil etmektedir.

2XXX, 6XXX, 7XXX alüminyum alaşım gruplarına çökeltme sertleştirme ısı işlemleri uygulanabilir ve alaşımın sertlik ve dayanımı artırılabilir. Alüminyum alaşımındaki elementlerin önemli özelliklerinden bir tanesi alüminyumun korozyon direnci ve süneklik değerini olumsuz etkilemeden saf alüminyumun düşük akma sınırını yükseltmektedir. Bu özelliği kazanan elementler, Bakır, Çinko, Magnezyum Manganaz ve Silisyumdur. Az miktarlarda bile kaymaya karşı direnci artırıp akma sınırını yükseltirler ve böylece şekil değiştirme kabiliyetleri etkilenmemiş olur. Bu elementlerin yüksek oranda olmaları kırılma ve sert intermetalik bileşikler olur. Bu durumda dayanım yükselirken şekil değiştirme kabiliyetleri kaybolur. Bu nedenlerden ötürü dövme alaşımları az alaşım ihtiva ederler.

2.2. Mikro Ark Oksidasyon Yöntemi (MAO)

2.2.1. MAO Yöntemi'nin Tarihçesi

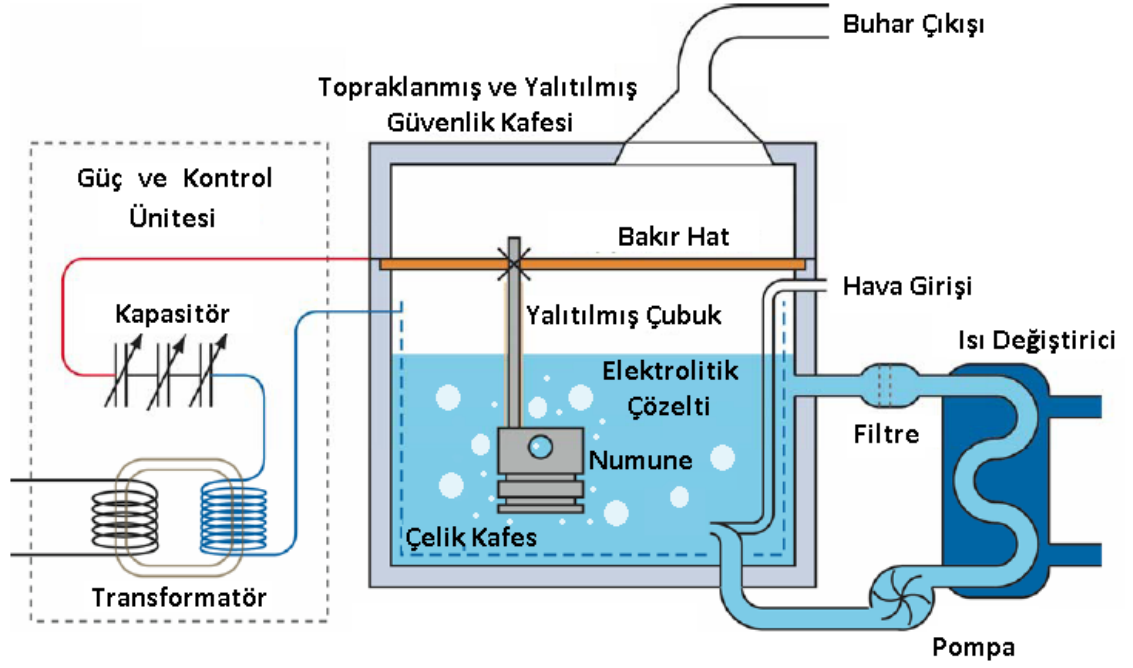
MAO yöntemi, yaklaşık olarak 40 yıl önce Sovyetler Birliği'nde ilk olarak akademik sonraki yıllardaysa denizaltı parça üretiminde kullanılan ileri yüzey işlemidir. Amerika'da 1970 yıllarında, 1980'li yılların sonlarında ise tüm dünyada tanınmış olan MAO yöntemi günümüzde yaygın ve araştırma konularında güncel olarak kullanılan bir metottur.

MAO yöntemini temsil eden birçok terim vardır. Bunlar: Anodik Kıvılcımlı Biriktirme (Anodic Spark Deposition), Kıvılcımlı Anodik Oksidasyon (Spark Anodizing), Plazma Elektrolitik Oksidasyon (Plasma Electrolytic Oxidation), Mikro Ark Anodik Oksidasyon (Micro Arc Anodizing), Mikro Plazma Oksidasyon (Mikro Plasma Oxidation), Mikro Plazma Anodik Oksidasyon (Micro Plasma Anodizing) ve Elektrozma Oksidasyon (Elektrozma Oxidation) Örnek verilebilir (Yerokhin ve Snizhko, 2003; Wang, 2006).

Amerika'da birçok araştırma ve patentli işlemlerin yanında Japonya, Çin, İsrail ve Avustralya da MAO uygulamalarını kullanmışlardır.

2.2.2. MAO Düzenegi ve Yöntemi

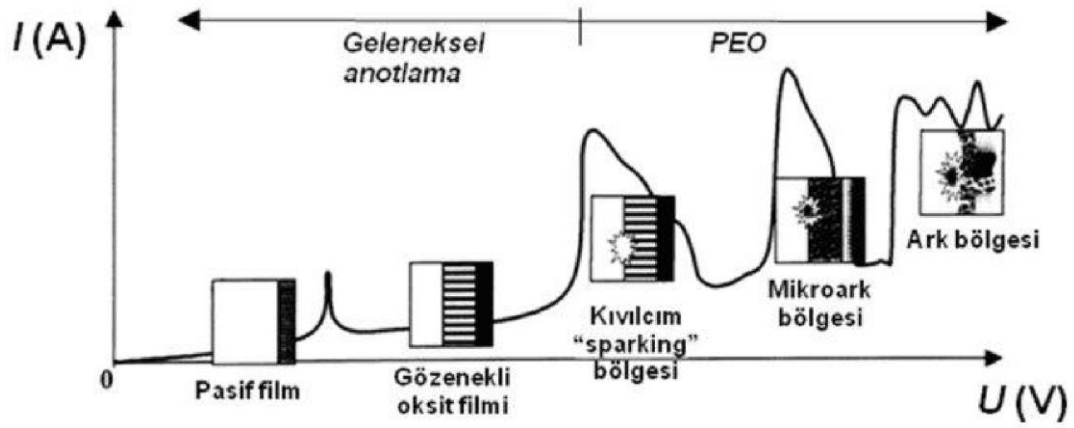
Basit olarak MAO yöntemi, Şekil 1' de görüldüğü gibi çelik bir kafes içinden soğuk su geçiyor sebebi; yüksek voltaj ve frekans ile birlikte altlık malzeme üzerinde arklar meydana geliyor ve ve yüksek sıcaklıklara çıktığı için soğutma sistminden oluşuyor. Buna ek olarak elektriksel parametrelere girebilmek için güç kaynağı, elektrolit banyo, anot ve katot adı verilen bir sistemden meydana gelmektedir. MAO yöntemi elektrolitin içerisine daldırılmış anot bir numuneye negatif voltaj, katot numuneye de pozitif voltaj verilmesiyle anot üzerinde ark oluşturularak numune yüzeyinin oksit bir tabaka ile kaplanması olarak söylenebilir (Curran, 2005).



Şekil 1. MAO işleminde kullanılan donanım (Curran, 2005).

MAO yönteminde, genel olarak bazik karakterde elektrolyt tercih edilir. 10-60°C aralıklarında elektrolyt sıcaklığı kontrol altında tutulmaktadır. MAO yönteminde yüksek akım ve voltaj değerleri görüldüğünde banyo sıcaklığının belirli aralıkta tutulması gerekmektedir bunun içinde soğutma ünitesine ihtiyaç duyulmaktadır.

Negatif voltaj uygulamasıyla Anot numune yüzeyinde oksit film oluşmaya başlamaktadır. Bu klasik anodik oksidasyon işlemi olarak tanımlanır. Fakat voltaj değeri kritik değer üzerine çıkarsa ark oluşumları malzeme yüzeyinde oluşmaya başladığı anda MAO süreci başlar. Malzeme yüzey bölgesinde mikro boyutunda arkların oluşturmuş olduğu voltaj değeri bozunum voltajı (Dielectric Breakdown) ismiyle anılır. Bu bozunum voltajı değerinde, malzemenin yüzeyindeki metal iyonlarla hidroksil iyonları birbirine zıt yönde hareketi sonucu oksit oluşumunu başlatırlar (Sundararajan ve Rama, 2003). Şematik olarak verilen Şekil 2’de ki işlemin birinci aşaması klasik anodik oksidasyon işlemi olarak anılır fakat kritik voltaj değeri aşılmasıyla MAO aşamasına geçilir. Ark oluşabilmesi için gerekli olan kritik potansiyel farkı, elektrolyt bileşim ve elektrot malzemesine bağlıdır. Buna ek olarak sıcaklığı, yüzey gerilimi ve elektrolyt konsantrasyonundan etkilenmemektedir. Yapılan bu teorik araştırma ve çalışmalar malzemenin yüzeyindeki yerel sıcaklık değerinin birkaç bin Kelvin’e ulaştığını bize göstermiştir.



Şekil 2. Elektrot yüzeyindeki dielektrik filmdeki akım voltaj değişimi (Tekin vd. 2008).

2.2.3 MAO Yöntemi ile Oluşturulan Kaplamalar

MAO yöntemi literatürde, Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO) ve Anodik Kıvılcım Birikimi (ASD) olarak da anılır (Moon ve Jeang 2009; Fidan vd. 2017). Bu teknik, genellikle 100 Hz ile 1000 Hz arasında değişen bir frekansta değişen veya darbeli yüksek bir potansiyel farkı, yüksek bir elektrik potansiyeli (400–1000 V) ve iş parçası ile bir karşı elektrot arasında çok yüksek bir akım yoğunluğu kullanır. Böyle bir tabakanın oluşum mekanizması oksit dielektrik parçalanması, füzyonu ve kristalleşmesinin bir ardışıklığıdır (Dey vd. 2013).

Genel olarak, MAO yöntemi, hem substratın oksidasyonu hem de elektrolit kaynaklı bileşiklerin birikmesi ile oluşturulur. MAO kaplamalarının gözenekli morfolojisi elektrolit bileşimi ve konsantrasyonundan etkilenebilir. Mikro gözenekler, çatlaklar ve pürüzlü arayüz gibi mikro kusurların yanı sıra MAO kaplamalardaki artık gerilmenin genellikle yorulma hasarının ana nedeni olduğunu göstermektedir (Li vd. 2023).

MAO yöntemi; alüminyum, magnezyum ve titanyum gibi metal yüzeylerini oksit kaplama ile çevreleyen prosesin adıdır. MAO yöntemiyle büyütülen kaplamalar lokalleşmiş elektriksel bozulmasını sağlayan sayıca fazla kısa süreli spark yani elektriksel boşalım içermektedir. Kaplamaların büyümesinde bu sparkların önemli bir rolü vardır (Dunleavy vd. 2009).

MAO yöntemi, Mg, Al, Ti, Nb ve alaşımları yüzeyinde poroz yapılı çeşitli seramik kaplamaları biriktirmeyi sağlayan bir prosestir (Durdur vd. 2013).

Bu yöntem metalin yüzeyinde kararlı olan oksit filmin dielektrik bariyer şeklinde direnç oluşturması ile anotlamaya zemin hazırlaması sayesinde valf metalleri olarak bilinen Al, Mg, Ti gibi metallere uygulanabilmektedir. Bu uygulama ile metalin yüzey

bölgesinde oksit bir yapı oluşturmak yüksek sertlik, yüksek mukavemet ve doğrusal olarak aşınma ve korozyona karşı da yüksek direnç göstereceği söylenebilir (Gu vd. 2005)

Yapılan çalışmalarda MAO kaplama ve alt tabaka arasındaki arayüzde yorulma çatlağı yayılma davranışı, yorulma ömrünü etkileyebilecek bir diğer önemli faktör olduğu saptamıştır. Sonuç olarak, mikro gözeneklerdeki azalma, çatlaklar, MAO kaplamanın alt katmana aşırı büyümesi, yorulma çatlaklarının başlangıç kaynağını azaltabilir olduğu sonucuna varılmıştır (Clyne ve Troughtan, 2019).

Yapılan başka bir çalışmada, MAO kaplamanın cilalama ve sızdırmazlık işlemi ile substratın ön işlemi, MAO kaplı numunelerin yorulma performansını arttırdığını göstermiştir. Yorulma performansını optimize etmek için mikro kusurların ve artık gerilimin ortak tasarımı, MAO teknolojisi geliştirilmenin problemini çözmek için büyük önem taşımaktadır (Ye vd. 2014).

MAO yönteminin birçok avantajı olmasına rağmen, büyük ölçekli endüstriyel imalatta uygulanması zorluklarla karşılaşmıştır. Bugüne kadar, özellikle kaplama morfolojisi ve performansı olmak üzere zanaat argümanları ve elektrolitin etkileri hakkında ayrıntılı çalışmalar rapor edilmiştir. Bununla birlikte, mikro ark oksidasyon sürecini açıklamak için genel bir mekanik model önerilmemiştir. Ek olarak, mevcut araştırma çalışmaları, mikro ark oksidasyonunda yalnızca tek bir etki faktörüne odaklanmıştır (Li vd. 2023).

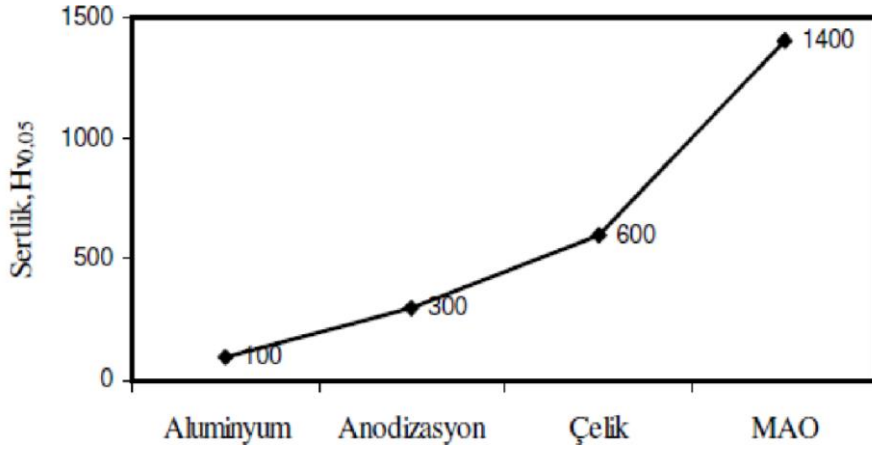
2.2.4. MAO Yöntemi Uygulama Alanları

MAO yöntemi, uzay, otomotiv endüstrisi başta olmak üzere motor, makine ve imalat sanayi, hidrolik, tekstil sanayisi gibi pek çok uygulama alanlarında tercih edilmektedir. Bu yöntem geleneksel anodik oksidasyon yöntemiyle kaplanamayacak olan Fazla Si içeren alüminyum alaşımları ve magnezyum alaşımlarının kaplanmasında tercih edilir.

MAO yöntemiyle üretilmiş kaplamaların, uzay araçlarında ve roketlerde koruyucu olarak tercih edilmesinin sebebi yüksek sıcaklık dayanımlarının olmasıdır. Kaplamalar mükemmel dielektrik özelliğe sahiptir. Bu sebeple yalıtkan ortamlarda da tercih edilmektedir. Farklı renklerdeki kaplamalarda bu yöntemin mimari alanda tercih edilmesine olanak sağlar.

Alüminyum alaşımlarından üretilmiş olan MAO yöntemi ile kaplanan parçalar, yüksek dayanımlı dökme demirin, ısıl işlem çeliğinden yapılmış parçaların, seramiğin, sert krom kaplamayla sertleştirilmiş parçaların, gaz-termal spreyleme işlemleri ile üretilen parçaların, sert metal ve anotlamanın, yerine tercih edilmektedirler. Şekil3'te

MAO yöntemi ile kaplanmış alüminyum alaşımlarının sertliği, farklı malzeme ya da süreçlerin sertliğiyle karşılaştırılmıştır.



Şekil 3. MAO sonucu elde edilen sertliğin diğer malzeme ve süreçlerle karşılaştırılması (Özkara, 2009).

MAO yöntemi üretilmiş olan oksit kaplamaların termal, mekanik, kimyasal ve elektrik-elektronik gibi uygulamalarda kullanılmasına sebep olan özellikleri verilmiştir.

- **Kimyasal Uygulamalar:** Gıda ve kimya endüstrisinde tercih edilirler. Bunun sebebi, orta seviyedeki sıcaklıklara, güçlü baz ve asitlere karşı dirençli olmalarıdır.
- **Mekanik Uygulamalar:** Oksit tabaka sertliği 1300 kg/mm^2 'den yüksek değerdedir. Yüksek değerdeki sertlik, kayma erozif ve abrasif aşınma direncini arttıran bir etkidir. Bunun yanında sürtünme katsayısının düşük değerde olması, sınır yağlama koşullarında kullanımı sağlamaktadır.
- **Termal Uygulamalar:** Oksit tabakasının ısı iletkenlik değeri, diğer metallere göre düşüktür. Bu nedenden dolayı termal şok direncini arttırmak ve sıcaklığın eşit bir şekilde dağılımını sağlamak için tercih edilirler.
- **Elektrik ve Elektronik Uygulamalar:** Elektrik ve elektronik bileşenler üzerinde yalıtkan bir film olarak oksit tabakası kullanılır. İç yüzeylerin örneğin oyuk, konik ve silindirik gibi yüzeylerin sert kaplanmasında MAO yöntemi tercih edilir (Shi Gang ve Li-Xin, 2006).

MAO yönteminin birçok endüstri alanlarında kullanımları da şu şekildedir: Otomobil endüstrisinde, piston, silindir blokları, kaymalı yataklar ve tekerlik gibi yerlerde kullanılırlar. Uzay endüstrisinde, Uzay mekiği, akçüatör ve dişliler gibi alanlarda kullanılırlar. Tekstil endüstrisinde, kancalı ve sisli dokuma tezgahı, iplik rotorları ve iplik kılavuzu gibi denizcilik alanında, gemi bölmesi bağlamalarında ve pervane çıkırcık vinçlerinde tercih edilirler. Tıp alanında, kemik protezleri, tıbbi karışımlar ve turbo-

moleküler pompalar. Robot bilimi, hidrolik sistem alanında, pnömatik sürüş bileşenleri ve pompalarda kullanılırlar.

2.2.5. MAO Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları

MAO yöntemi gelişim göstermekte olan kaplama yöntemidir. MAO yönteminde kaplama öncesi numunenin hazırlanma işlemi diğer uygulamalara nazaran daha az önem taşımaktadır. Bu nedenden dolayı üretim süreci hızlı bir şekilde ilerler ve kaplama öncesi numunenin hazırlanmasında kullanılan çözeltinin çevresel etkilerinin minimuma indirilmesini sağlar. Alüminyum, magnezyum, niyobyum, titanyum ve zirkonyum gibi geniş bir malzeme grubuna MAO yöntemi uygulanabilmektedir. Buna ek olarak geleneksel anodik oksidasyon yöntemiyle kaplanması zor olan yüksek silisyum içeren döküm malzemeleri ve yüksek bakır içeren alüminyum alaşımları MAO yöntemi ile kaplanmaktadır. MAO yönteminde kullanılmış çözelti çevreye zarar vermez. Hazırlanması kolay bir yöntemdir. Korozif değildir ve ucuz bir karışımdır. Diğer geleneksel anodik oksidasyon işlemlerinde karşılaşılan yanma olayı bu kaplama yönteminde görülmez. Ayrıca bu kaplama işlemi sonrasında malzemede geleneksel anodik yöntemlerinde karşılaşılan kırılma dayanımındaki düşüşle karşılaşmaz. Bunun gibi birçok özelliği onu tercih edilmesinde öncelikli kılmaktadır. Diğer uygulamalarda da görülen bazı olumsuzluklar ve sınırlamalar bu proseste de görülmektedir.

MAO yöntemi seçilmiş olan parametrelere bağlı 1000 V değerine kadar (ve yaklaşık kapasite olarak 1 MW) enerjiyi sağlayacak güç kaynağı gereklidir. Parça boyutuna ve parça türüne bağlı yüksek enerji tehlikeli bir üretim süreci oluşturur. Kullanılmış olan enerjiyi göz önünde bulundurursak diğer geleneksel anodik oksidasyon yöntemine göre MAO yöntemi daha maliyetlidir. Buna ek malzemenin yüzeyinde oluşmuş olan yüksek sıcaklık nedeniyle proseste kullanılan çözeltinin soğutulabilmesi için yüksek kapasitede soğutucu olmalıdır. Bu kaplama işleminde oluşan kaplamaların yüzeyleri pürüzlüdür ve kırılmalı bir yapıdadır bu sebepten dolayı dış yüzeyde aşınma direnci düşüktür. Ancak seramik kaplamaların iç kısımları sert ve aşınma direnci yüksektir. Bu yöntemin seçilmesinde bu olumsuzluklarda göz önüne alınıp ona göre bir üretim aşaması takip edilmelidir.

2.3. MAO Yöntemi ile Kaplanan Malzemelerin Adhezyonu

Kaplama adhezyonu altlık malzeme ile kaplama arasında oluşan ve bu iki tabakanın birbiri ile bağlanmasını sağlayacak olan kuvvete çekme kuvveti denir. Ayrıca kaplama ve

altlık malzeme arasında difüzyon ya da kaplama filminin kuvvet/alan açısından altlık malzemedan mekanik olarak çıkarılmasına karşı gösterdiği direnç adhezyon olarak ifade edilebilir. Bu nedenle, kaplama ile altlık malzeme arasındaki adhezyonun değeri kaplama film uygulamaları için oldukça önemlidir (Huang vd. 2004).

Kaplamaların adhezyon direncinin belirlenmesinde birçok metot vardır bunlardan bir tanesi scratch testidir. Çizik veya çizme olarak adlandırılan scratch testleri kaplamaların maruz kaldığı gerilmeler için kaplama karakterizasyonu testidir. Scratch testi kaplamaların adheziv (yapıştırıcı) ve kohesiv (yapışkan) kuvvetlerini kontrol etmek için kullanılır (ASTM,2010).

Çizik deneyi, seramik ya da metal altlık malzeme yüzeyinde oluşturulan sert seramik kaplamaların mekanik bütünlük, pratik adhezyon kuvvetleri ve hata modlarını gözlemlemek için yapılır. Altlık malzeme ve kaplanmış malzeme arasındaki adhezyon dayanımı bu deneyle ölçülmez. Bu çizik deneyi, uygulanmış olan normal kuvvet fonksiyonu olarak altlık- kaplama sisteminin adhezyon kuvveti ve hasar dayanımını kantitatif olarak bize verir. Adhezyon kuvveti, hata yoğunluğu, yüzey pürüzlülüğü, hasar modu, kırılma dayanımı, sertlik, mikroyapı, elastisite modülü ve yüzey pürüzlülüğü gibi altlık ve kaplanan malzemenin özellikleri deneydeki parametrelere bağlıdır (ASTM, 2010).

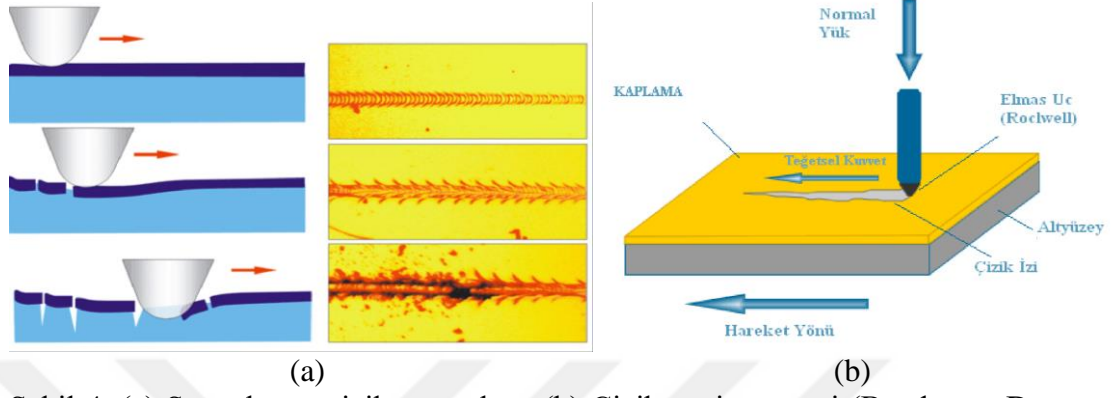
Kaplanan numunenin altlık malzemesine yapışmasını incelemek amacı ile elmas uçla 0-200 N arasında artan yüklerle yüzeyin çizilmesi prensibine bağlı bir test metodudur. Kaplamanın çatladığı ve yüzeyinden ayrılmaya başladığı yük kritik yük olarak akustik ve optik yöntemler ile belirlenmektedir. Böylelikle kaplamaların yapışma özellikleri ve çizik direnci karşılaştırılarak incelenir (Vitry vd. 2007).

Çizik testi, ana malzeme ve kaplanan malzeme arasında olan ara yüzeyde gerilmeler meydana getiren bir Testtir. Bu test elmas ucun numunenin yüzeyin F_n normal kuvvetle bastırılmasıyla oluşur. Numunenin sabit hızda yer değiştirmesiyle ara yüzeyde oluşan gerilmeler kaplamanın tabaka halinde ya da parçalanarak ayrılmasına neden olmaktadır. Belirgin bir şekilde hasar oluştuğunda en küçük yük kritik yük (L_c) olarak tanımlanır. Literatürde olan çizik test cihazları, üç etkiyi;

- Teğet yük değişimleri,
- Akustik emisyon dalgalanmalarını,
- Mikroskobik deformasyonları,

Eş zamanlı kaydedip, kritik yük (L_c) üzerinden birbiri ile ilişkili olan verilerin alınmasına olanak sağlar. Çizik deneyinde genelde Rockwell C elmas uç tercih edilir. Seçilmiş olan çizik mesafesini belirlemek için numunenin yüzeyinde boydan boya

kaplama kalkıncaya kadar uç belirlenen hızda hareketi sağlanarak çizikler oluşturulur. Oluşturulan çizikler sabit bir hızda ve kademeli artan yükler altında oluşmaktadır. Belirli yük derinliğine gelindiğinde, çizik bölgesinde hasar oluşur. Bu hasara göre kaplamaların altlık malzemesine yapışma mukavemetini belirleyecek olan kritik yükler belirlenir. Şekil 4'te çizik testi görseli görülmektedir (Bendeş ve Danışman, 2014).



Şekil 4. (a) Scratch test çizik aşamaları (b) Çizik testi yöntemi (Bendeş ve Danışman, 2014).

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Altlık Malzemesi (Numune) Hazırlama

Altlık malzemesi olarak 25x25 mm boyutlarında 2,5 mm kalınlığında Al 2024 malzemesi kullanılmıştır. Altlık malzemesi olarak kullanılan alaşımın kimyasal özellikleri Tablo 3'te verilmiştir. Her numuneye farklı tane boyutunda ki SiC zımpara ile her iki yüzeyine de ayrı ayrı zımparalama işlemi uygulanıp parlatılmıştır. Şekil 5'te zımparalama işlemi öncesi ve sonrası görüntüleri verilmiştir. Parlatılan numuneler alkol ile yıkanarak kurutulmuş ve kaplama işlemine hazır hale getirilmiştir.

Tablo 3. Al 2024 alaşımının kimyasal özellikleri

Fe	Si	Cu	Cr	Mn	Mg	Zn	Zi+Ti	Diğer	Al
0.5	0.5	3.8-4.9	0.1	0.3-0.9	1.2-1.8	0.25	0.15	0.15	Kalan



Şekil 5. Sırası ile işlem öncesi ve işlem sonrası Al 2024 numuneler

3.2. Elektrolit Hazırlama

Al 2024 alaşımını üzerine MAO yöntemi ile sırasıyla B_4C ve TiO_2 ilaveli kompozit kaplamalarını büyütebilmek için üç farklı elektrolit hazırlanmıştır. Söz konusu elektrolitlerden geleneksel olarak hazırlanmış elektrolit A, B_4C ilaveli kompozit kaplamaların hazırlanması için hazırlanan elektrolit B ve TiO_2 ilaveli kompozit kaplaması için hazırlanan elektrolit C harfleriyle adlandırılmıştır. MAO kaplamalar için hazırlanan elektrolitlerin içerikleri Tablo 4'te gösterilmiştir.

Tablo 4. MAO kaplamalar için hazırlanan elektrolit içeriği

Elektrolit Tipi	Elektrolit içeriği					
	Na ₂ SiO ₃	NaAlO ₂	KOH	PO ₄ ³⁻	B ₄ C	TiO ₂
A	4 g/L	4 g/L	1 g/L	4 g/L	-	-
B	4 g/L	4 g/L	1 g/L	4 g/L	3 g/L	-
C	4 g/L	4 g/L	1 g/L	4 g/L		3 g/L

Elektronik içerisine eklenen kimyasallar ve partiküller homojen bir biçimde dağılına kadar manyetik bir karıştırıcıda karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi her elektrolit için yaklaşık 180 dakika sürede gerçekleştirilmiştir.

3.3. MAO Yöntemi ile Kompozit Kaplamaların Büyütülmesi

Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemi ile sırasıyla B₄C ve TiO₂ ilaveli kompozit kaplamalarını, büyütmek için kullanılan kaplama sistemi Şekil 6'da verilmiştir. MAO kaplama sistemi; Elektrolit banyosu; AC güç kaynağı, anot, katot ve soğutma sisteminden oluşmaktadır. Burada güç kaynağı elektriksel parametrelerin (akım frekansı, anodik voltaj, katodik voltaj, kaplama süresi, vuruş oranı vb.) ayarlanmasında kullanılmaktadır. Kaplama işlemi sırasında elektrolitin belirli bir sıcaklık değerinde tutulması için elektrolit banyosu sıcaklığı, bir soğutma sistemi ile kontrol altında tutulmuştur.



Şekil 6. MAO işleminde kullanılan sistem

MAO yöntemi için kaplama parametre değerleri Tablo 5’te verilmiştir. AC güç kaynağı kullanılarak bipolar modda kaplama işlemleri yapılmıştır. Sistem parametreleri, voltaj 550/-150V, kaplama süresi 20 dakika, vuruş oranı %20/-10 ve A çözeltisinde 400 Hz, B çözeltisinde 50 Hz olarak belirlenmiştir. Kplama işlemleri süresince elektrolitik çözeltilerin bozulmasını önlemek amacıyla sistem şebeke suyuyla soğutulmuştur.

Tablo 5. MAO işlemleri için kaplama parametreleri

Elektrolit Tipi	Pozitif Voltaj (V)	Negatif Voltaj (V)	Frekans (Hz)	Kplama süresi (dk)	Vuruş oranı (Duty cycle)
AB,C	550	-150	400 / 150	20 dk	%20/-10

3.4. Karakterizasyon Çalışmaları

MAO yöntemiyle B₄C ve TiO₂ kaplama işlemleri gerçekleştirildikten sonra numunelerin yapısal ve adhezyon özelliklerinin belirlenmesi için karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

3.4.1. Yapısal Analizler

Al 2024 altlık malzeme üzerine yapılmış olan kaplama filminin kristalografik yapısının incelenmesi ve oluşmuş olan fazların analizleri için Şekil 7’de verilmiş Cu-K α kaynaklı Panalytical-Empyrean model X-Işını Difraktometresi (XRD) cihazı tercih edilmiştir. Yapılan analizler, $\lambda = 1,5404 \text{ \AA}$ dalga boyunda gerçekleştirilmiştir.



Şekil 7. Faz analizlerinin yapıldığı XRD cihazı

3.4.2. SEM ve EDS Analizleri

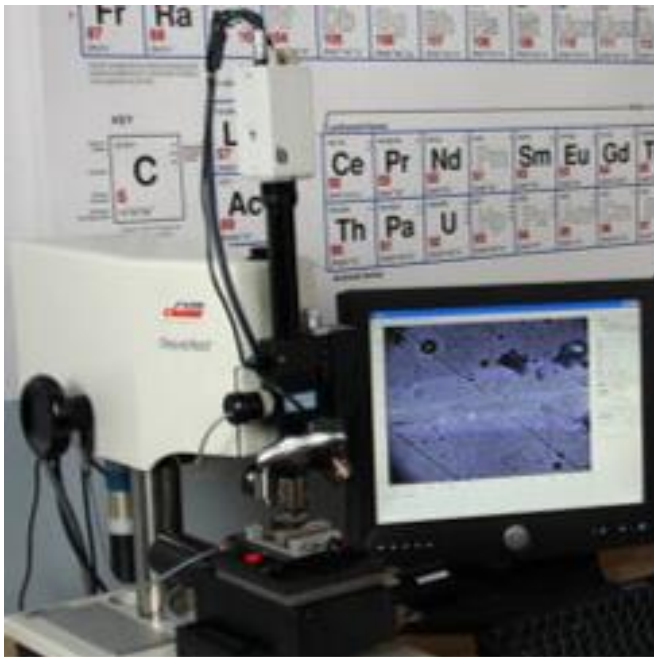
Al 2024 altlık malzeme üzerine MAO yöntemi yapıldıktan sonra kaplanan numunelerin yüzey morfolojisi ve kaplama kalınlıklarının belirlenmesinde Şekil 8’de gösterilen FEI marka QUANTA FEG 250 taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS) cihazı kullanılmıştır. Al 2024 altlık malzemesi yüzeyine büyütülen tüm kaplamaların kimyasal kompozisyonu ise yine aynı cihazla bütünleşik Enerji Dağılım X ışını Spektrometresi (EDS) ile analizi yapılmıştır.



Şekil 8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı

3.4.3. Adhezyon Analizi

Al 2024 altlık malzemesinin MAO yöntemi sonrası kaplama adhezyon özelliklerinin belirlenmesi için Şekil 9’da gösterilen CSM marka Revetester Çizik Test Cihazı kullanılmıştır. Çizik testinde kullanılan parametreler Tablo 6’da gösterilmiştir.



Şekil 9. CSM marka revetester çizik test cihazı

Tablo 6. Çizik testi parametreleri

ÇİZİK PARAMETRELERİ			
Parametreler	Değer	Cihaz	
Başlama Yüğü (N)	0.2	Türü	Rockwell
İlerleme Hızı (N/s)	10	Tip	Q-226
Çizme Hızı (mm/dak.)	10	Baticı Uç	Elmas

Cihazın üzerinde sabit şekilde tutulan numune, 200 µm yarıçaplı Rockwell-C koni baticı uca 0.2 N ile başlanıp 10 mm/dak. Kayma ilerleme hızında, 100 N/dak. Artış oranı ile lineer artan kuvvet uygulanmıştır.



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Kaplamanın Yapısal Karakterizasyonu

4.1.1. Kaplamaların SEM Yüzey Görüntüleri

Farklı çözeltiler ile hazırlanmış Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 400 Hz ve 150 Hz frekansta kompozit kaplamaların yüzey morfolojileri sırasıyla Şekil 10 (a-b-c) ve Şekil 11 (p-r-s) de sırasıyla verilmiştir. Al 2024 altlık malzemesi üzerine büyütülen Kaplamaların morfolojisine bakıldığında farklı özelliklere sahip oldukları söylenebilir Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde MAO yöntemi ile kaplanan malzemelerle oluşan kaplamaların gözenekli bir yapıda olduğu belirtilmektedir (Yerokhin ve Snizhko, 2003; Kamil vd. 2017; Kaseem vd. 2021; Jin vd. 2021).

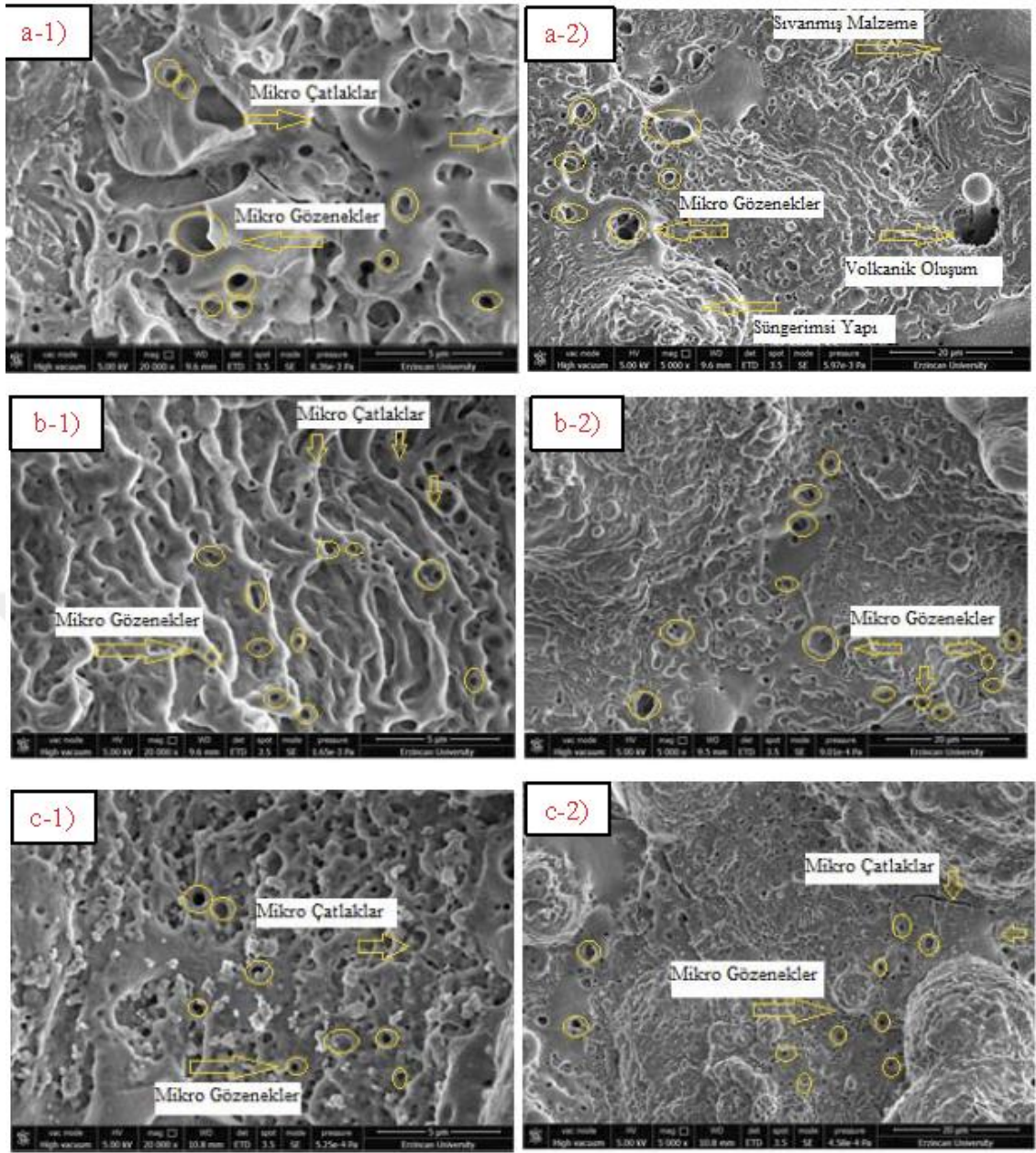
MAO yöntemi üzerine yapılan çalışmalarda kaplama özelliklerini etkileyen parametrelerden birincisi kullanılan elektrolittir (Shi vd. 2009; Becerik vd. 2011). Kaplamanın yüzeyinde oluşan yapısal özellikler öncelikle kullanılan elektrolit ile belirlenmektedir.

Al 2024 altlık malzemesi SEM görüntüleri Şekil 10 ve Şekil 11 incelendiğinde Şekil 10 (a) ve Şekil 11 (p)'de katkısız çözeltiliye nazaran katkılı çözeltiler Şekil 10 (b,c) ve 11 (r,s)'de kaplanmış numunelerde mikro gözeneklerde azalmalar olduğu gözlemlenmiştir. MAO yönteminde kaplama esnasında güçlü kıvılcım deşarjları oluşması ile daha gözenekli, mikro çatlaklı ve pürüzlü yüzeyler elde edildiği bilinmektedir (Jin vd. 2021). Sem görüntülerinden de anlaşıldığı gibi TiO_2 ve B_4C ilaveli numunelerin ilavesiz numunelere nazaran yüzey morfolojilerinde gözeneklerin daha homojen dağılıma sahip olduğu açıkça görülmektedir. Buna ek olarak ilavesiz çözeltili ile kaplanmış numunelerde mikro çatlaklar partikül ilaveli çözeltilerle kaplanmış numunelere kıyasla daha belirgin bir yapıdadır. Benzer şekilde B_4C ve TiO_2 ilaveli kaplamaların yüzey görüntülerindeki mikro gözenekler ilavesiz kaplamalardaki mikro gözeneklere nazaran daha küçüktür. İlavesiz numuneler incelendiğinde farklı boyutlarda deşarj kanallarının var olduğu, pürüzlü ve gözenekli diğerlerinden ayrı olarak süngerimsi bir yapıda olduğu görülmektedir. Bu süngerimsi yapı da kaplamanın kaba ve pürüzlü olmasına yol açmıştır. Yapılan araştırmalarda da elektrolit içerisine partiküllerin ilave edilmesi boşaltma davranışını bozar, gözeneklerin boyut ve yoğunluğunu değiştirir. Bu oksidasyon işleminde partiküller akımın yüzeye homojen bir şekilde yayılmasını sağlar böylece

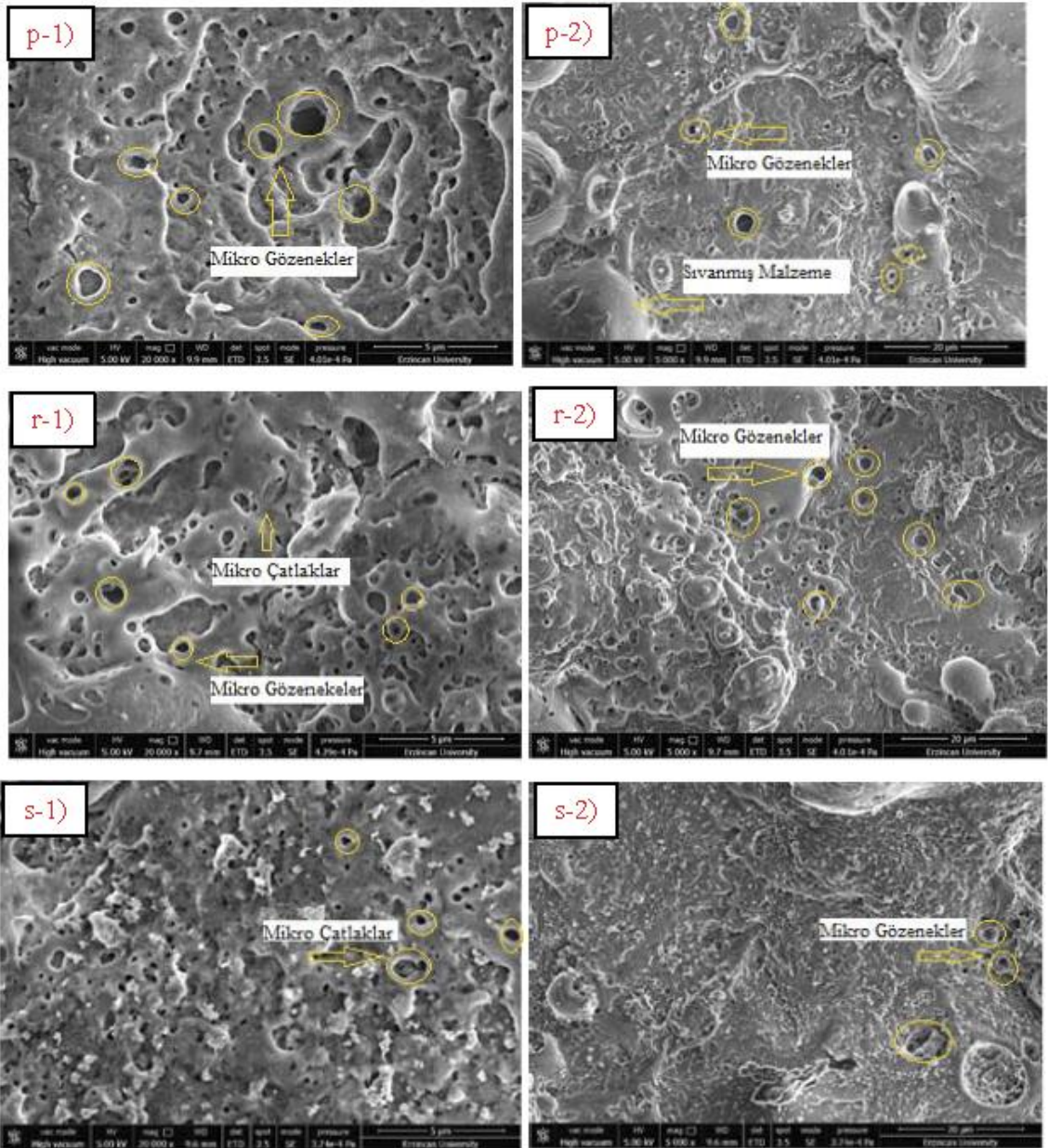
ilavesiz MAO kaplamalara göre daha homojen yüzeyler elde edilir (Kaplan vd. 2021; Jin vd. 2021). Çözeltideki değişimin mikro yapı üzerinde önemli bir etkisi olduğu tespit edilmiştir. MAO yöntemi ile büyütülen TiO₂ tabakasının pürüzlü bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Kaplamada ki pürüzlülükler; kaplama sırasında altlık yüzeyinde oluşan mikro ergimelerden dolayı farklı boyutlarda sayıca fazla tepecikler ve bu tepeciklerin uç kısımlarındaki mikro gözeneklerden kaynaklı olduğu tespit edilmiştir

Yapılan bu çalışmada da deşarj kanallarının miktarı, boyutu ve dağılımı kaplamanın karakteristik özelliğini belirttiğini ortaya koymuştur. Al 2024 altlık malzemesi üzerine büyütülmüş farklı çözeltiler içerisinde B₄C kompozit malzemesi ile kaplanmış malzemeler incelendiğinde gözenekli, mikro çatlaklar ve poroz yapı oluşmuştur. Çok fazla ve farklı boyutlarda deşarj kanallarının yüzeyde homojen olarak dağılım gösterdiği tespit edilmiştir. TiO₂ ilaveli kaplanmış numune B₄C ilaveli kaplanmış numuneye nazaran gözenek boyutunda küçülme meydana gelmiştir. Bu durum TiO₂ ilaveli katkı maddesinin kaplamadaki gözenekleri daha fazla doldurduğu şeklinde ifade edilir. Bu farklılığın sebebi kaplamanın içinde bulunan katkı maddelerinin türü ve miktarı kaplamanın gözenek boyutu ve yoğunluğuna etki etmektedir. (Roknian vd. 2018).

Literatürde frekansın kaplamaya etkisi araştırıldığı zaman frekans artması ile kaplama kalınlığında ve por sayısında artış olduğu por çapının da lineer olarak düştüğü sonucuna varılmıştır (Lv vd. 2008; Yang ve Wu, 2010). Yapılan bu çalışmada Şekil 10 ve Şekil 11 SEM görüntüleri incelendiğinde por sayılarının frekans düşüncü azaldığı, por çaplarında da artış olduğu gözlemlenmiş ve literatürle desteklenmiştir. Kaplamaya uygulanan frekans arttıkça deşarj kıvılcımları MAO yönteminde daha uzun süre oluşmakta ve bu durum deşarj kanallarının tüm yüzeyde etkili olmasına homojen bir biçimde dağılmasına neden olmaktadır (Javidi ve Fadaee, 2013).



Şekil 10. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 400 Hz frekansta, (a-1,a-2) ilavesiz kaplanmış numunelerin SEM görüntüleri. (b-1,b-2) B₄C ilaveli kaplanmış numunelerin SEM görüntüleri. (c-1,c-2) TiO₂ ilaveli kaplanmış malzemelerin SEM görüntüleri

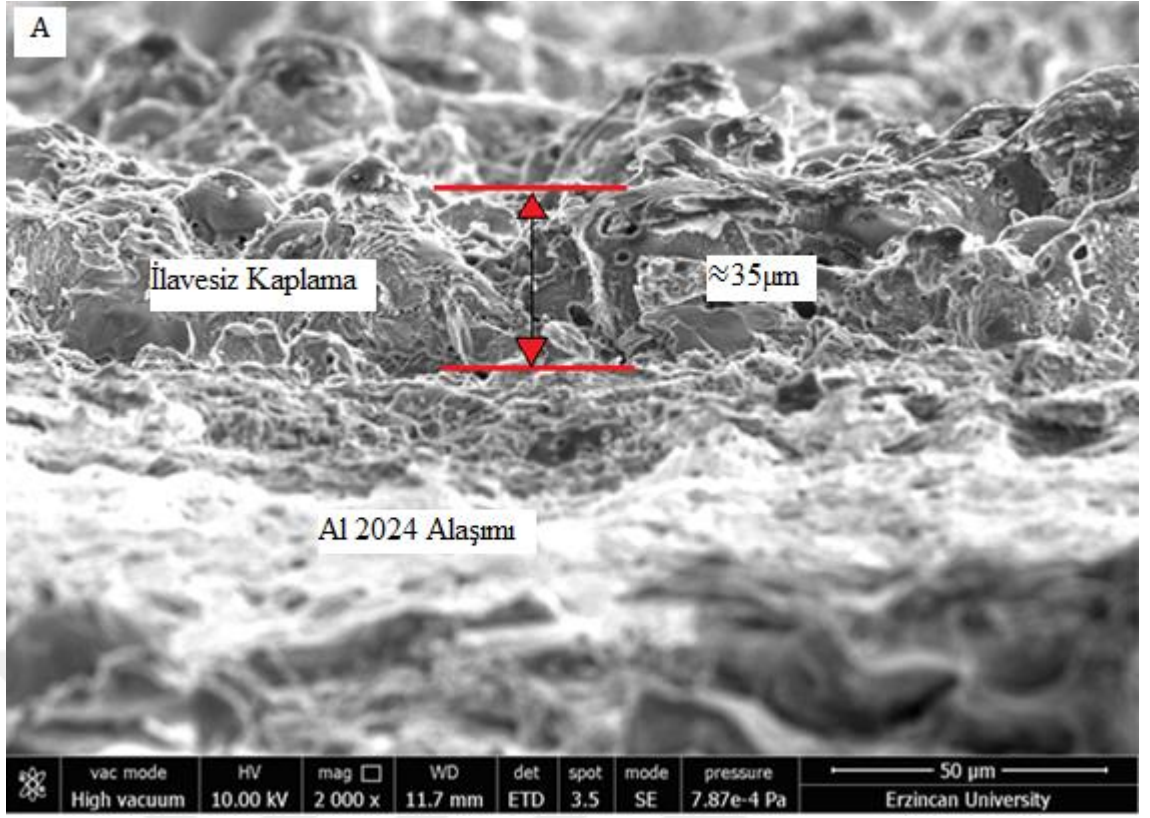


Şekil 11. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 150 Hz frekansta, (p-1,p-2) ilavesiz kaplanmış numunelerin SEM görüntüleri. (r-1,r-2) B₄C ilaveli kaplanmış numunelerin SEM görüntüleri. (s-1, s-2) TiO₂ ilaveli kaplanmış malzemelerin SEM görüntüleri

4.1.2. Kaplamaların SEM Kesit Görüntüleri

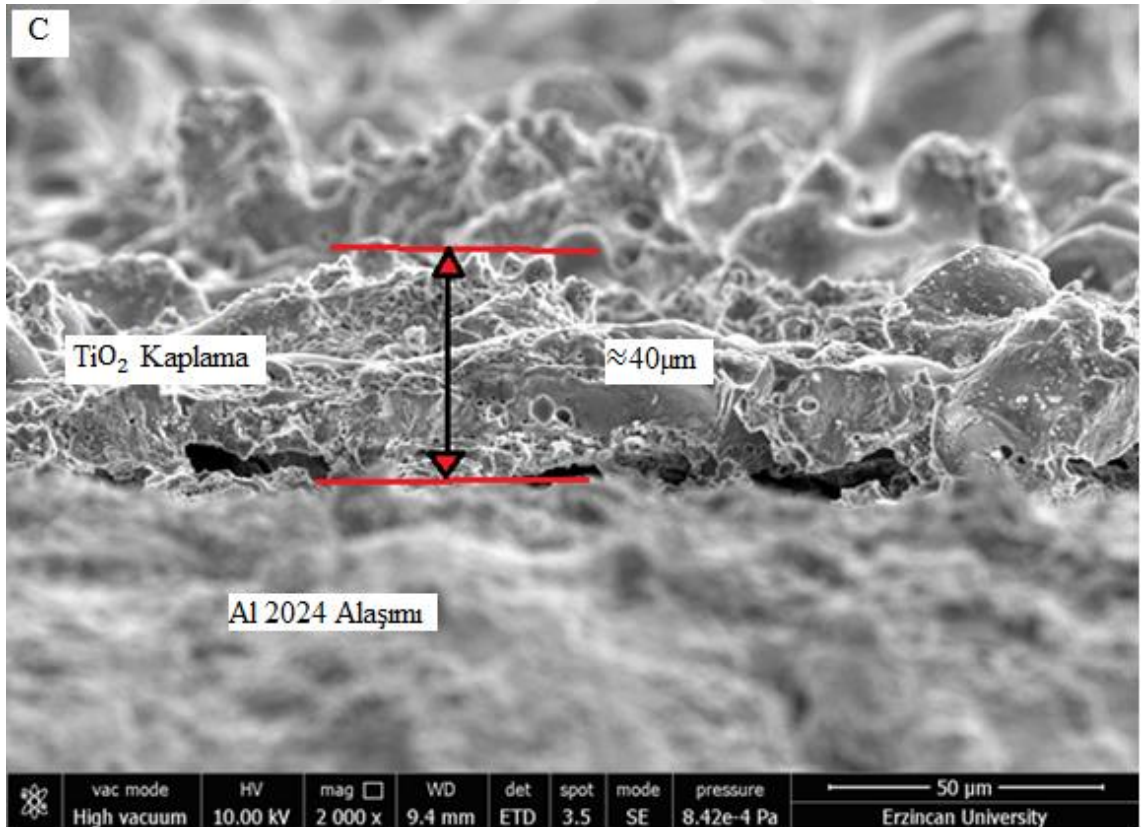
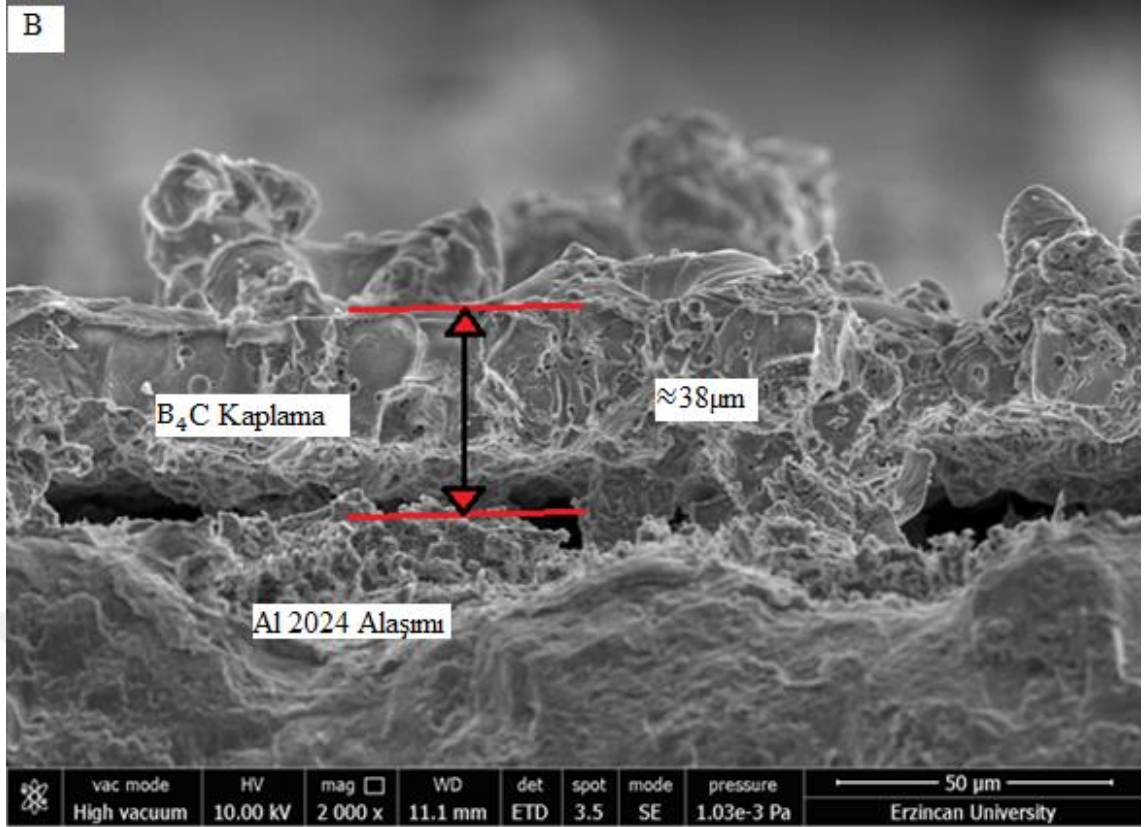
İlk aşamada yüksek voltaj nedeniyle deşarj kanalları oluşur. Bu deşarj kanallarına bölgedeki kuvvetli elektrik alanından kaynaklı elektrolit içinden gelen iyonlar girmektedir. Yüksek sıcaklıktan dolayı altlık malzemedeki gelen alüminyum bu deşarj kanallarının içerisinde oksitlenir ve oksit yapısının içine elektrolitten gelen iyonlar girmekte ve oksit yapısını modifiye etmektedir. Daha sonra bu oksit yapı daha soğuk olan elektrolitle temas etmesi ile katılaşır ve süreç böyle devam ederken kaplama kalınlığı artmaktadır (Fenya ve Hanghui, 2005; Liv d. 2023; Dou vd. 2017).

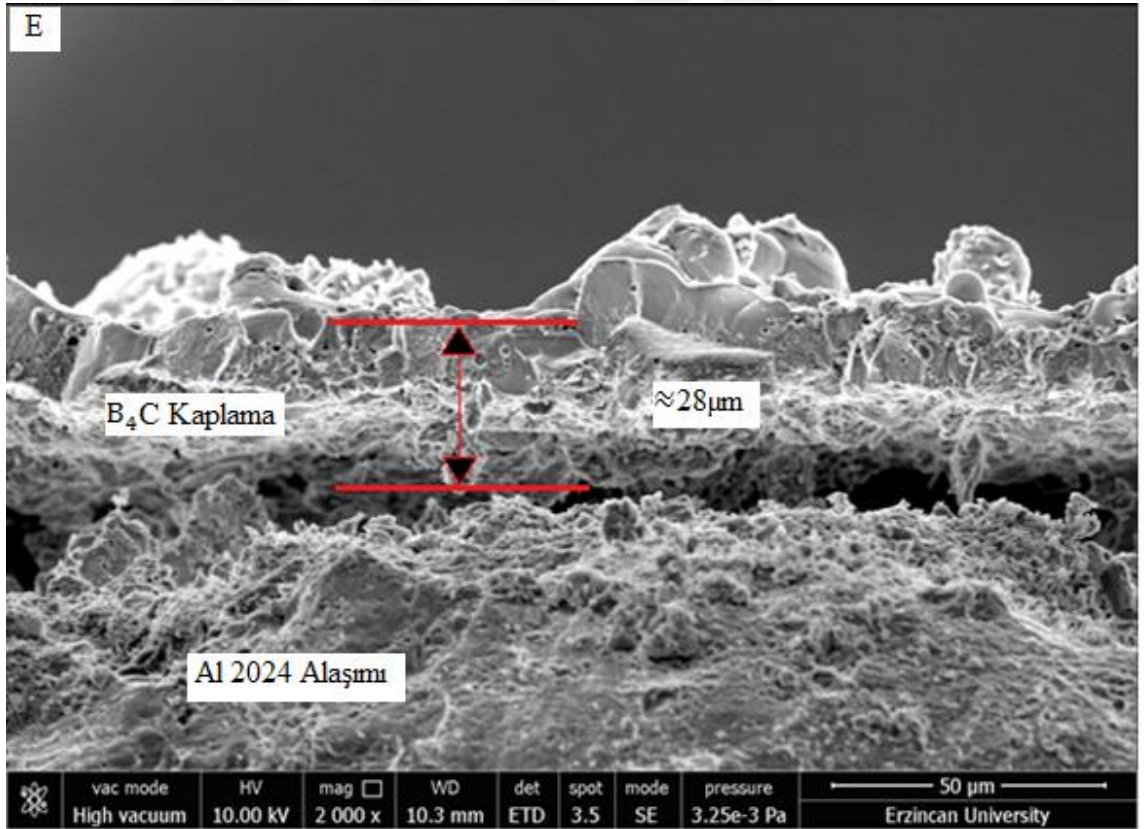
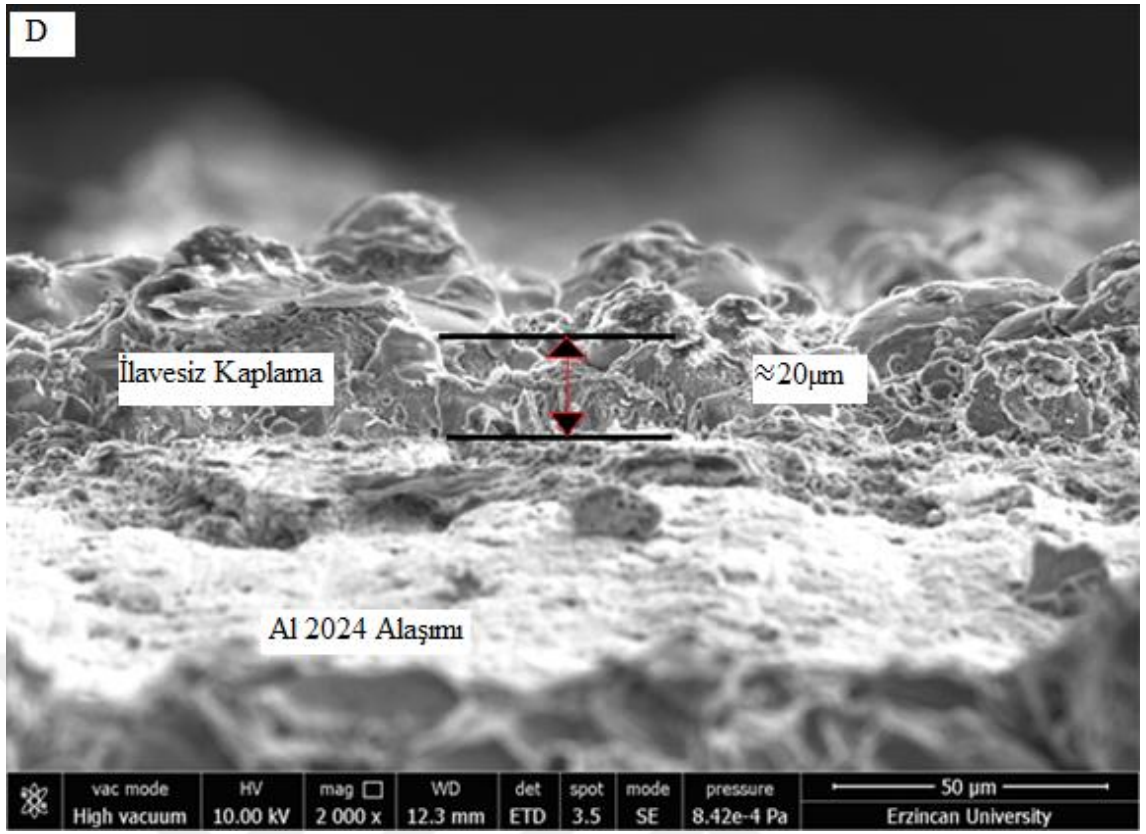
Şekil 12 ve Şekil 13'te kaplamaların SEM kesit görüntüleri verilmiştir. İlavesiz, B_4C ve TiO_2 çözeltileri ile hazırlanmış kaplama işlemleri için Şekil 12'de 400 Hz frekansta büyütülen (A, B ve C) kaplamaları kendi aralarında kıyaslandığında kaplama kalınlıkları ilavesiz kaplamada $35\mu m$ olarak ölçülmektedir. Partikül ilavesi ile $B_4C(B)$ $38\mu m$ ve $TiO_2 (C)$ $40\mu m$ olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlara göre partikül ilavesi kaplama kalınlığında artışa neden olmuştur (Jin vd. 2021). Bu çalışmadan da anlaşıldığı üzere 400 Hz frekansta kaplamalar 150 Hz frekanstaki kaplamalara göre kalınlıkları artmıştır. Frekans değerlerindeki değişimin kaplama kalınlığını etkilediği tespit edilmiştir. Şekil 13'te 150 Hz frekansta büyütülen kaplamalar kendi aralarında değerlendirildiğinde kaplama kalınlığı $TiO_2 (F)$ 'de $38\mu m$ en fazla iken ilavesiz(D)'de $20\mu m$ en az olduğu görülmektedir. MAO yönteminde kaplama kalınlığı arttıkça malzemenin yüzeyindeki mikro arkların şiddeti artmakta ve bu değişim kaplamaların yüzey pürüzlülüklerini yükseltmektedir. Kaplama kalınlığı arttıkça yani kaplama elektrolit ara yüzeyi ile kaplama altlık ara yüzeyi arası mesafe artışı deşarj kanallarının oluşmasını zorlaştırır ve daha çok enerji ihtiyacını ortaya çıkarır (Xue vd. 2000). Özetleyecek olursak, kaplama kalınlığının artması pürüzlülük değerinin de arttırmaktadır (Srinivasan vd. 2010). Şekil 12 ve Şekil 13 incelendiğinde sırası ile 400 Hz ve 150 Hz frekansta büyütülen kaplamalar görülmektedir. Buradan frekansın kaplama kalınlığına etkisi olduğu görülmektedir. Frekans arttıkça kaplamaların kalınlığı da artmaktadır ve dolayısı ile daha pürüzlü yapılar oluşmaktadır.



Şekil 12. Al 2024 alaşımı üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 400 Hz frekansta A) İlavesiz kaplama, B) B_4C ilaveli kaplama C) TiO_2 ilaveli kaplama kesitinin 2000x SEM görüntüleri

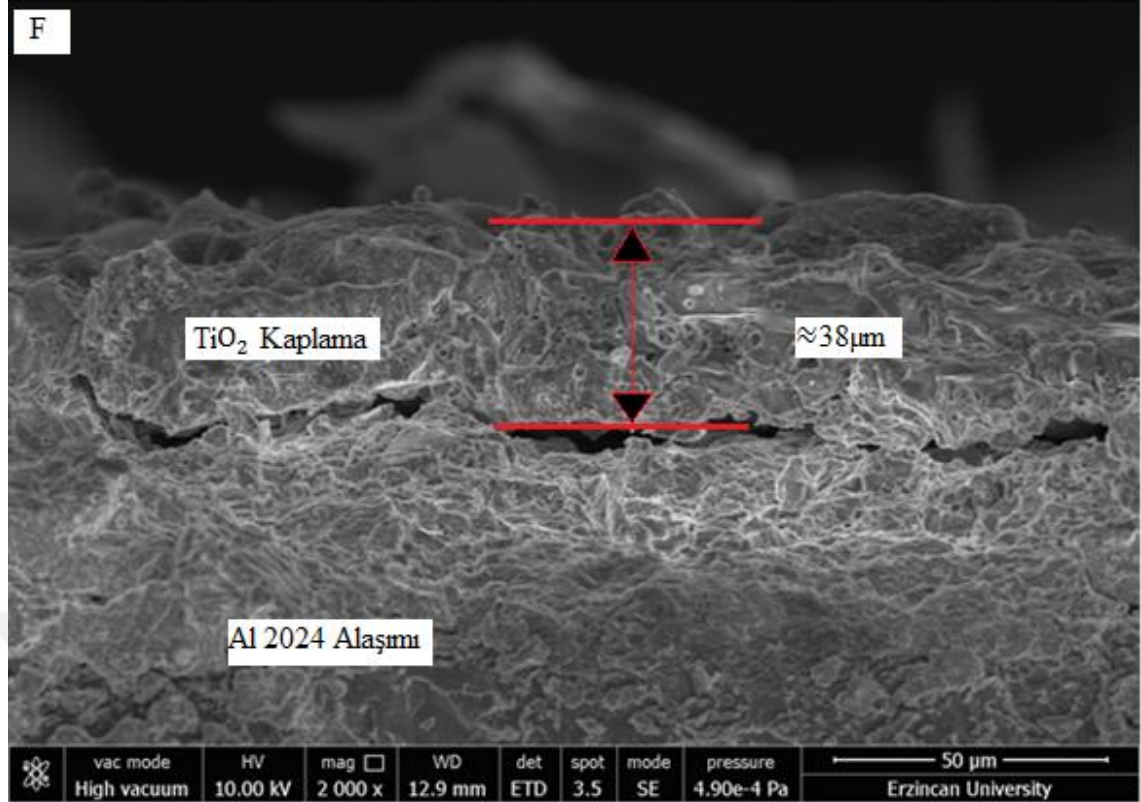
Şekil 12'nin devamı





Şekil 13. Al 2024 Alaşımı üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 150 Hz frekansta D) İlavesiz kaplama, E) B₄C ilaveli kaplama, F)TiO₂ ilaveli kaplama kesitinin 2000x SEM görüntüleri

Şekil 13'ün devamı



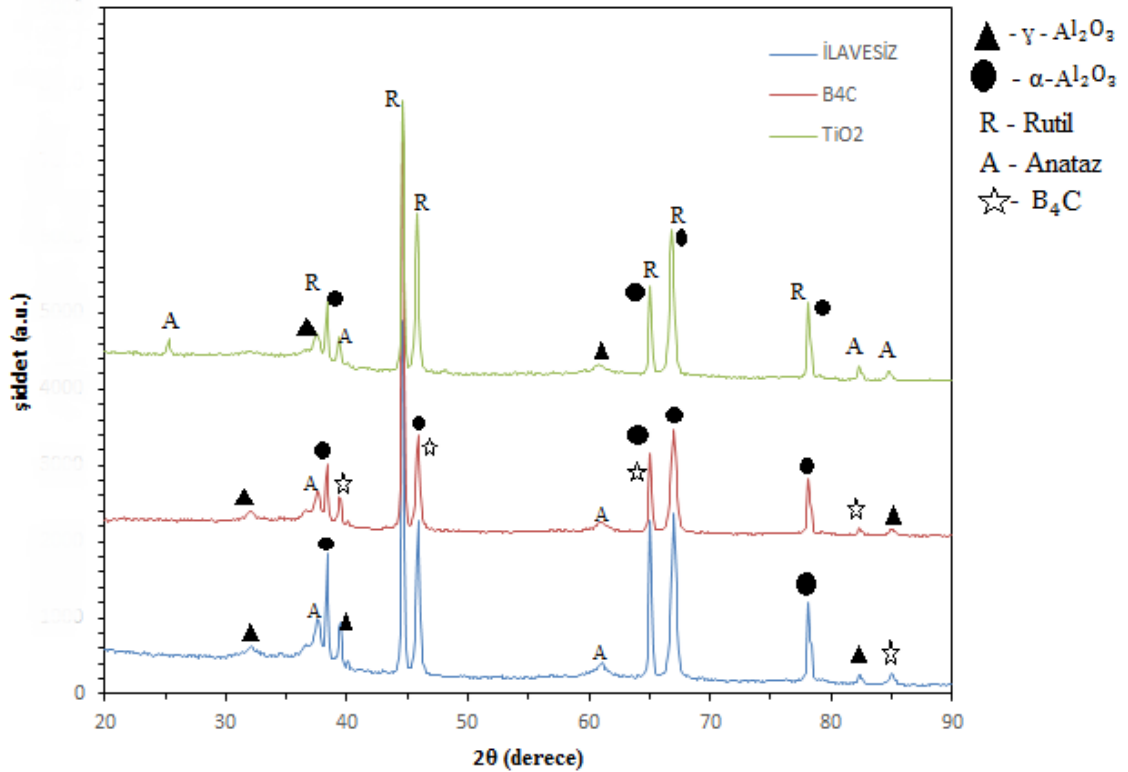
4.1.3. Kaplamaların XRD Analizleri

Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemi ile büyütülen ilavesiz, B_4C ilaveli ve TiO_2 ilaveli çözeltilere ait XRD kırınım eğrisi 400 Hz frekansta Şekil 14'te ve 150 Hz frekansta Şekil 15'te verilmiştir. Alüminyum ve alaşımları üzerine büyütülmüş olan MAO yönteminde kaplama tabakasının alüminyum oksitlerinden oluştuğu bilinmektedir. $\gamma-Al_2O_3$ ve $\alpha-Al_2O_3$ fazları alüminyumun yaygın olan oksitleridir. Kaplama kalınlığı kaplama süresi ile lineer olarak artmaktadır. Kaplama pürüzlülüğünde ki bu lineer artışın sebebi deşarj kanallarının çapı ve kaplama zamanının artışı ile ilgilidir. MAO yönteminin doğası gereği elektrolit içinde erimiş oksidin hızlı katılması kaplamanın kalitesini önemli ölçüde etkiler. Bu çalışmada da deşarj kanalları içinde elektrolit ile temas eden alüminyumun hızlı bir şekilde katılması yarı kararlı $\gamma - Al_2O_3$ fazı oluşumuna sebep olmaktadır. MAO kaplamanın yüzeyi her zaman elektrolit ile temasta olduğundan hızlı soğuma gerçekleşir ve dış yüzey katmanları $\gamma - Al_2O_3$ içerir. Ama alüminyumun düşük ısıl iletkenliği nedeniyle kaplamanın temel katmanı sıcaktır ve $\gamma - Al_2O_3$ den $\alpha - Al_2O_3$ dönüşümü yeterli yüksek sıcaklıktan dolayı gerçekleşir. Böylece kaplama altlık malzeme ara yüzeyine kadar $\alpha - Al_2O_3$ oranı artarak devam eder. Literatür incelendiğinde makro ve mikro incelemeler sonucunda yüzeyde oluşan kahverengi yapı $\gamma - Al_2O_3$ iken iç tabakadaki yoğun olan yapı da $\alpha - Al_2O_3$ fazı olduğu tespit edilmiştir (Xi vd. 2022).

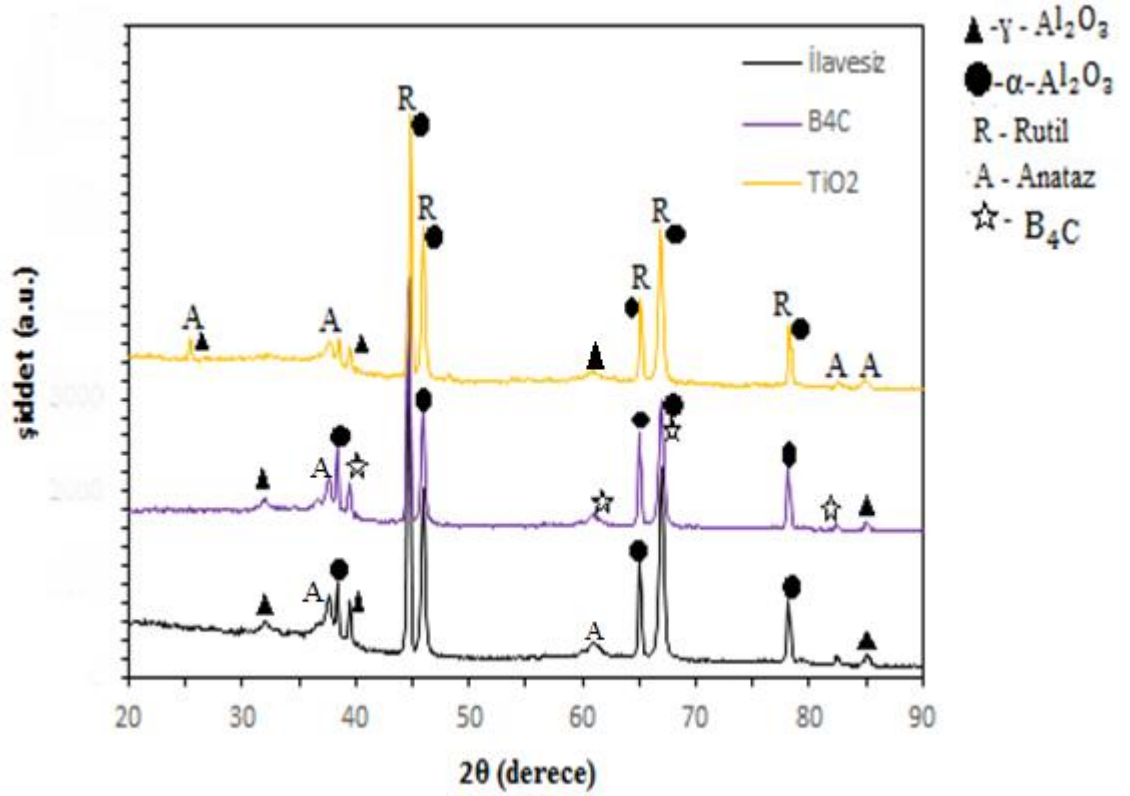
MAO yönteminde alüminyumun doğasından kaynaklı bu fazlar sıralı bir şekilde ve tabakalı olarak malzemenin yüzey bölgesinde oluşturulmaktadır. Oluşmuş olan bu tabakalarda da α - Al_2O_3 fazı oluşması beklenmektedir. Bunun sebebi bu faz malzemeye sertlik ve korozyon direnci sağlamaktadır (Yerokhin vd. 2005). Ana matris olan Al pikleri tüm XRD grafiklerinde tepe noktalarında görülmektedir. XRD grafiklerine bakıldığı zaman, MAO yönteminde büyütülen kaplamalar düşük sıcaklıkta yarı kararlı faz anataz ve yüksek sıcaklıkta kararlı rutil fazan oluşmaktadır. (Sukuroglu vd. 2019; Yao vd. 2008). Diğer yandan yüksek sıcaklık ve basınç rutil fazının oluşumuna kolaylık sağlar. (Krishna vd. 2003).

Bu çalışmada TiO_2 fazı; $2\theta \approx 37^\circ, 45^\circ, 46,5^\circ, 65^\circ, 68,5^\circ, 78^\circ$ Rutil fazları elde edilmiştir $2\theta \approx 25^\circ, 83^\circ, 85,5^\circ$ değerlerinde de Anataz fazları elde edilmiştir.

Şekil 14'te ve Şekil 15'te verilen ilavesiz, B_4C ilaveli, TiO_2 ilaveli çözeltilerle kaplanmış numunelerin XRD pikleri kendi arasında kıyaslandığında 400 Hz ve 150 Hz frekansta kaplanan Al 2024 numunesi için pikler neredeyse aynıdır. Bu sonuçtan frekansın kaplama piklerinde MAO yönteminde çok fazla etki yapmadığı anlaşılmıştır.



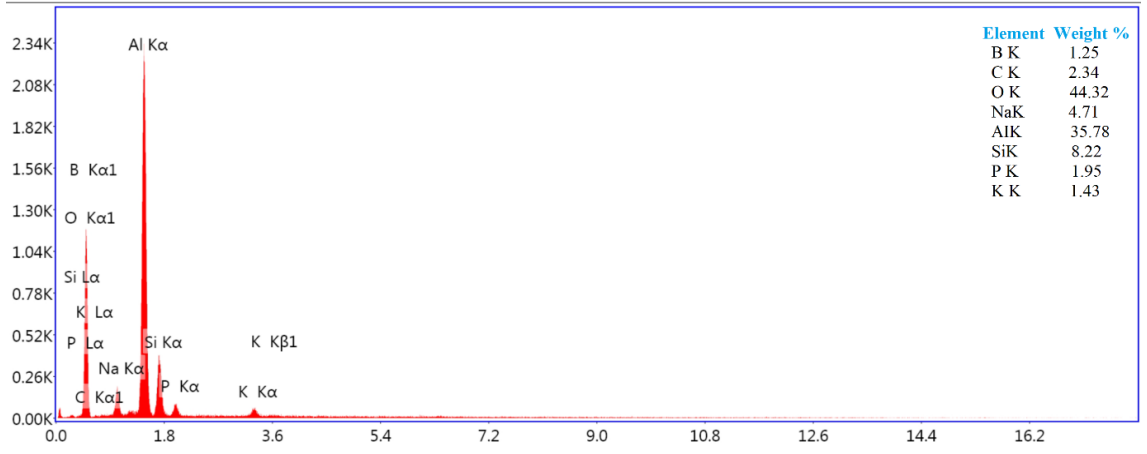
Şekil 14. Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 400 Hz frekansta ilavesiz, B_4C ilaveli, TiO_2 ilaveli kaplamaların XRD grafikleri



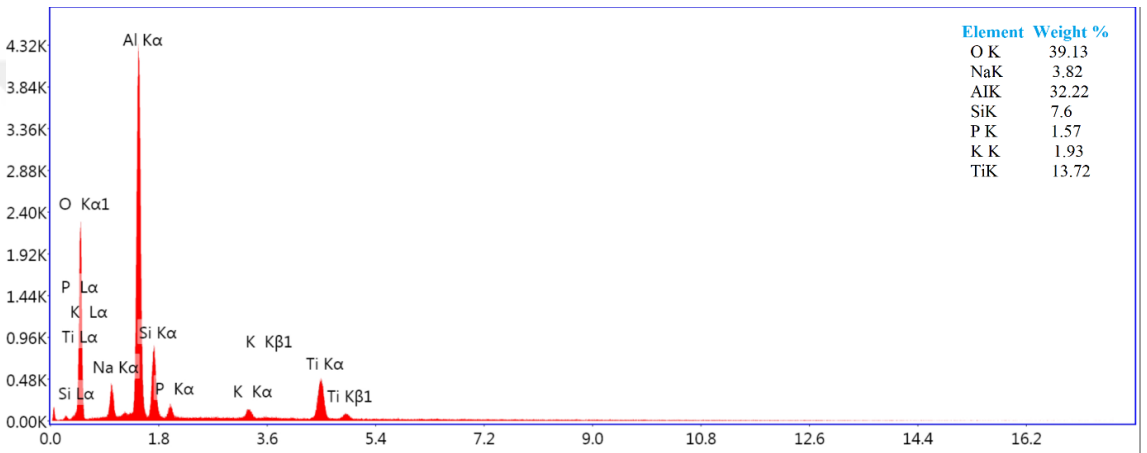
Şekil 15. Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemi ile büyütülen 150 Hz frekansta ilavesiz, B₄C ilaveli, TiO₂ ilaveli kaplamaların XRD grafikleri

4.1.4. Kaplamaların EDS Analizleri

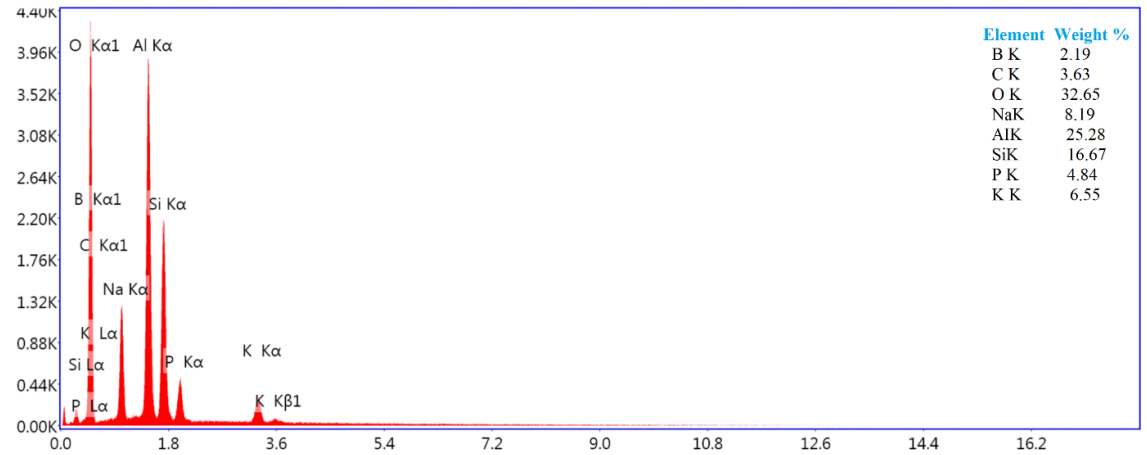
Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemiyle büyütülen B₄C ve TiO₂ kaplamaların 400 Hz ve 150 Hz frekansta EDS analiz sonuçları Şekil 16, Şekil 17, Şekil 18 ve Şekil 19 da sırası ile gösterilmiştir. Alınan EDS analizi sonrası tüm kaplama yüzeylerinde O, Si, Al, Na, P ve K elementlerine rastlarken Al elementi altlık malzemeden gelmektedir. Yüzeyde tespit edilen diğer elementler ve kaplamadan dolayı çözeltiye katılan Ti, B ve C elementleri de ilave edilen çözeltiden gelmektedir. Al ve O elementinin tüm kaplama analizlerinde fazla olması altlık malzemeden kaynaklı ve Alüminatlı elektrolit kullanılmış olduğunu göstermektedir. Şekil 17 ve Şekil 19 da TiO₂ kaplama analizlerine bakıldığında Ti elementinin yüzeyde ve iç kısımlarda homojen bir şekilde dağıldığını görebiliriz hem EDS analizleri hem de XRD grafikleri de Ti ve O elementlerinin varlığını desteklemektedir. EDS sonuçları kaplamaların MAO yöntemi ile Al 2024 altlık malzemesi üzerine başarılı bir şekilde büyütüldüğünü göstermektedir.



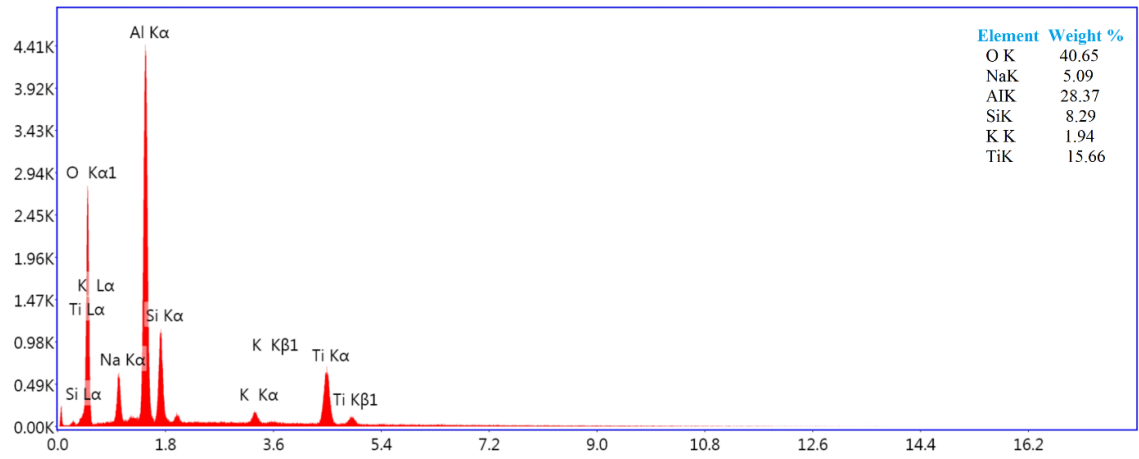
Şekil 16. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 400 Hz frekansta büyütülen B₄C kaplamanın EDS analizi



Şekil 17. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 400 Hz frekansta büyütülen TiO₂ kaplamanın EDS analizi



Şekil 18. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 150 Hz frekansta büyütülen B₄C kaplamanın EDS analizi



Şekil 19. Al 2024 altlık malzemesi üzerine 150 Hz frekansta büyütülen TiO₂ kaplamanın EDS analizi

4.1.5. Çizik Testi Sonuçları

Altlık malzeme üzerine kaplanmış numunelerin ömürleri ve dayanıklılığı filmin adhezyonuna bağlıdır. Altlık üzerine iyi adhezyon sağlayan filmin hasara uğraması azalacaktır. Bu sebeple kaplamaların başarılı bir şekilde yapıldığını gösteren önemli ölçütlerinden birisi olarak yorumlanabilir. Bu çalışmada Al 2024 altlık malzemesi üzerine MAO yöntemi ile kaplanmış numuneler 200 µm yarıçapında Rockwell-C elmas batıcı uç ile sabit kayma hızında 0,2 N yüklemekten başlayarak artan yük altında yüklemeler uygulanmıştır.

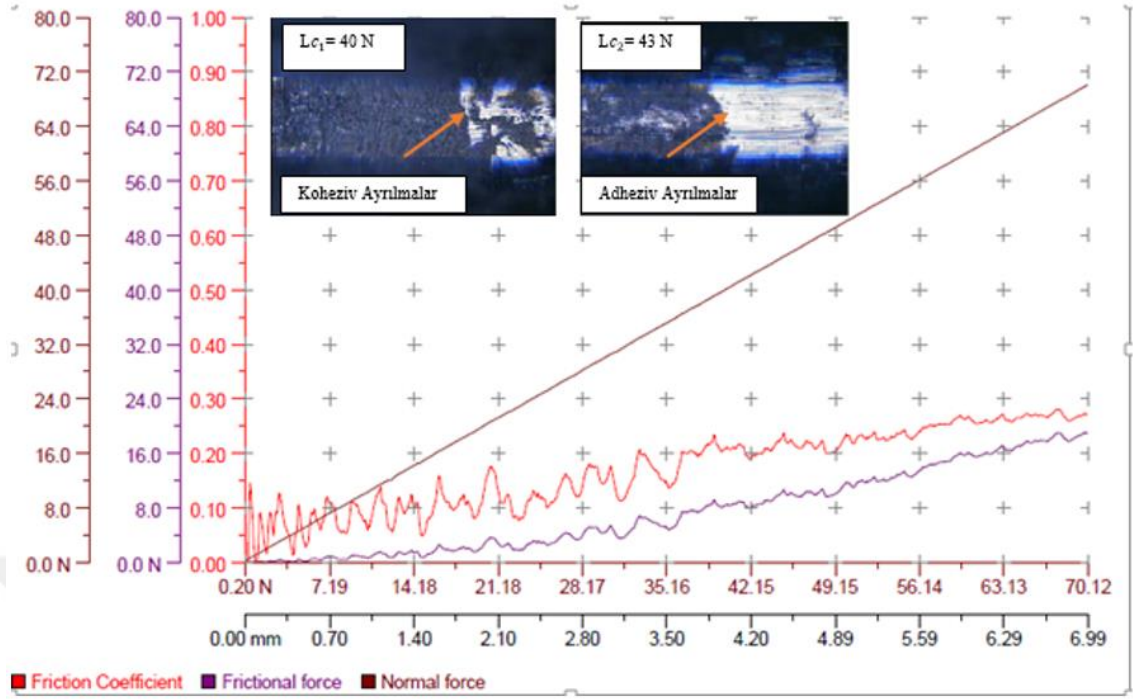
Altlık malzemedan ince film tabakanın ayrıldığı anda ki yük kritik yük (Lc) olarak adlandırılır. Her bir numune için bu yük değeri farklılık gösterir. Scratch testleri sırasında oluşan bozunmalar Lc₁, Lc₂, Lc₃ ve Lc₄ kritik yükleri olarak adlandırılır. Literatüre bakıldığında Kritik yük olarak Lc₂ değeri oksit kaplama adhezyon testlerinde esas alınmıştır (Stallar vd. 2006).

Altlık malzemesine uygulanan ilk yük neticesinde çizik kenarında çok küçük çatlaklar meydana gelir. Uygulan yükü arttırdığımız zaman bu çatlaklar ilerleyerek kopmalara sebebiyet verir. Bu türde ki ayrılmalara Kohezif ayrılma denilmekte ve (Lc₁) kuvveti olarak adlandırılmaktadır. Kaplama içerisindeki kopmalarını temsil etmektedir. Uygulanan bu yük altlık malzeme üzerinde devam ettirildiğinde ise çizik kaplama ara yüzeylerini geçerek altlık içerisine geçmeye başlar. Bunun sonucu film tabakası çizici uca yapışarak altlık malzemesinden ayrılmaktadır. Bu tür hatalar ise Adheziv ayrılma olarak adlandırılır ve (Lc₂) kuvveti olarak adlandırılmaktadır. Al 2024 alaşımı üzerine büyütülen; ilavesiz, B₄C ve TiO₂ ilaveli kaplamaların 400 Hz ve 150 Hz frekansta çizme test sonuçları elde edilmiştir. Sırası ile adhezyon özelliklerini belirlemek için yapılan çizme testi sonucunda elde edilen sürtünme katsayısı, sürtünme kuvveti, normal kuvvet

yük grafikleri ve ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 20 (f-t-s) ve Şekil 21 (m-n-o)'de verilmiştir. Çizme test sonuçları incelendiği zaman farklı frekans değerlerinde büyütülen kaplamaların Lc_1 değerleri birbiri ile aynı olduğu yalnızca Lc_1 değeri 150 Hz frekansta en yüksek Şekil 21 de n (B_4C) numunesinde 50 N olduğu tespit edilmiştir. Farklı frekanslarda 400 Hz ve 150 Hz olarak kaplanan malzemelerin Hem Lc_1 hem de Lc_2 değerleri en yüksek n (B_4C) numunesinde görülmektedir. Bunun sebebi B_4C ilavesi, kaplamadaki mikro gözenekleri TiO_2 ilaveli kompoit kaplamaya göre daha fazla doldurması ve bunun sonucu homojen bir kaplama elde edilmesi olduğu söylenebilir. B_4C , yağlayıcı özelliği bulunmaktadır ve aşınma direncini artırır. B_4C , elmas ve kübikten sonra bilinen en sert malzemedir buna ek olarak üstün mekanik özellikler sahiptir (Lattemann ve Ulrich, 2007).

Al 2024 altlık malzemesi üzerine büyütülen kaplamaların adheziv hasarı Lc_2 değerleri, Koheziv hasarı Lc_1 değerlerine göre daha yüksektir. Şekil 20 (f) ve Şekil 21 (m) ilavesiz numuneye bakıldığı zaman frekans değerleri içinde karşılaştırdığımızda en düşük Lc_2 değerlerine sahip olduğunu görüyoruz. Sertlik ve kalınlık fazla, yüzey porozite yoğunluk düşük olan numunelerde adhezyon kuvvetleri yüksek olması beklenir (Cakmak vd. 2009). Bu çalışmadan da anlaşıldığı üzere kaplama içerisine eklenen farklı partiküllerin kaplama adheziv değerlerinde artışa neden olduğu görülmektedir. Kaplamaların Adheziv özelliklerinin etkileyen parametreler şu şekildedir; altlık malzemelerin sertliği, kaplanmış altlık malzeme filmlerinin kalınlığı, kaplama ile altlık arasındaki ara yüzey bağları ve kaplanmış numunelerin morfolojik yapısı gibi birçok özellik sıralanabilir.

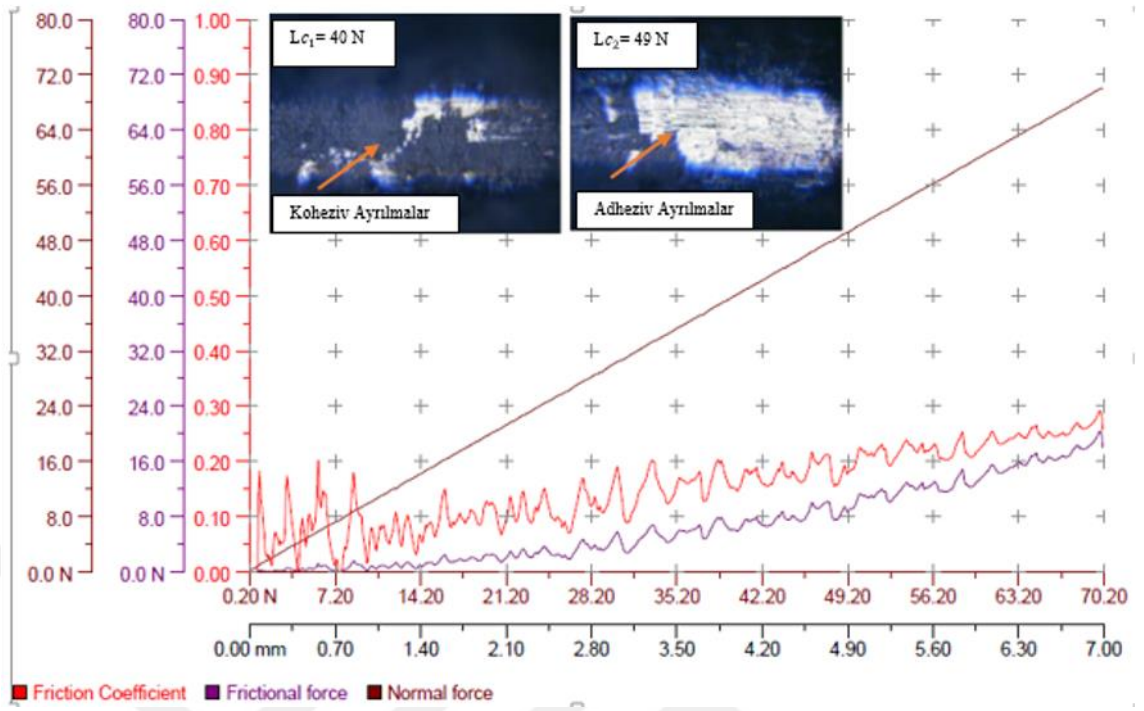
f)



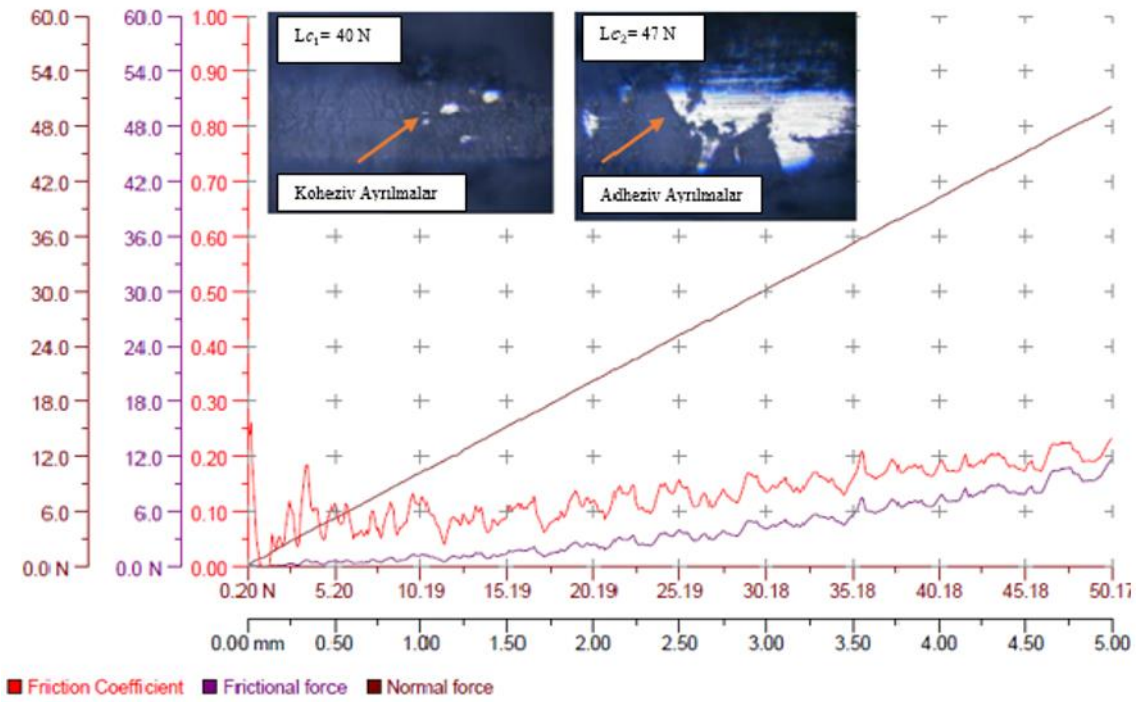
Şekil 20. MAO yöntemi ile Al 2024 altlık malzemesi üzerine büyütülen 400 Hz frekansta büyütülen f) ilavesiz, t) B_4C ilaveli, s) TiO_2 ilaveli kaplamaların adhezyon özelliklerinin analizi

Şekil 20'nin devamı

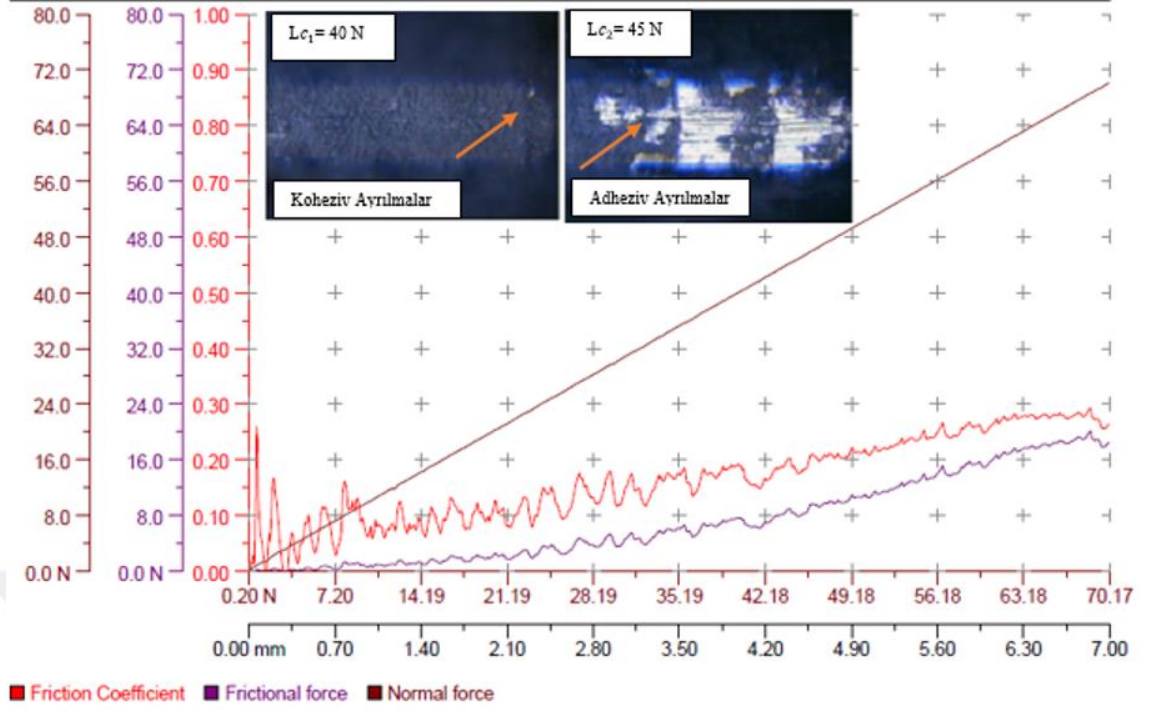
t)



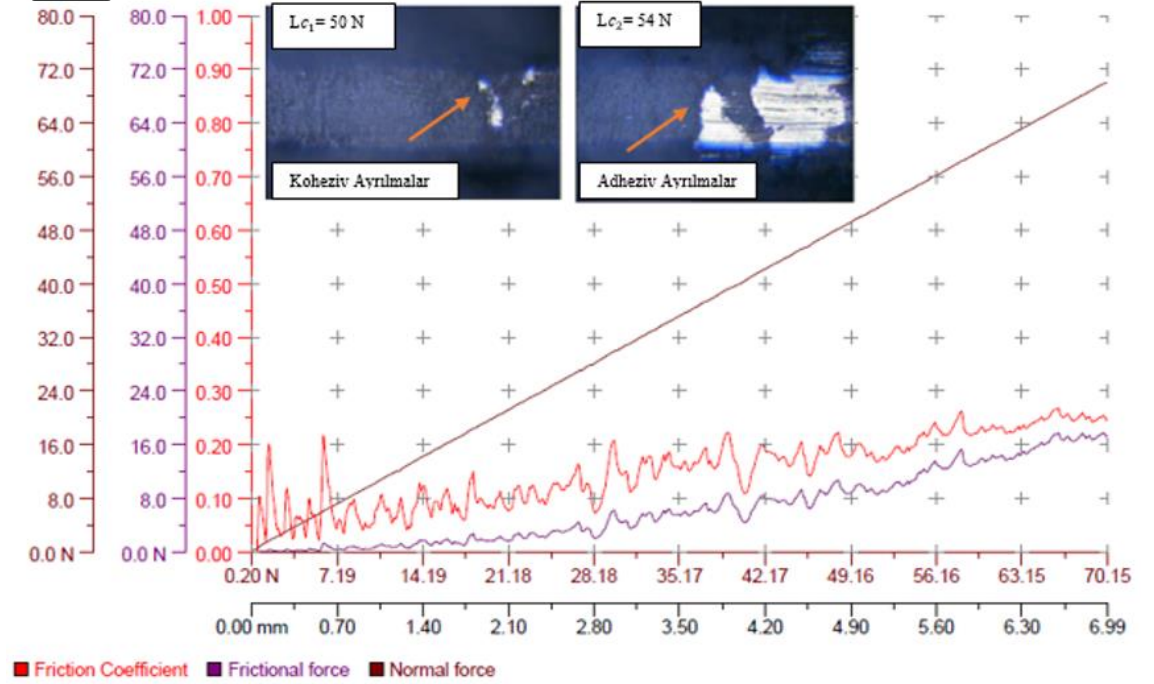
s)



m)



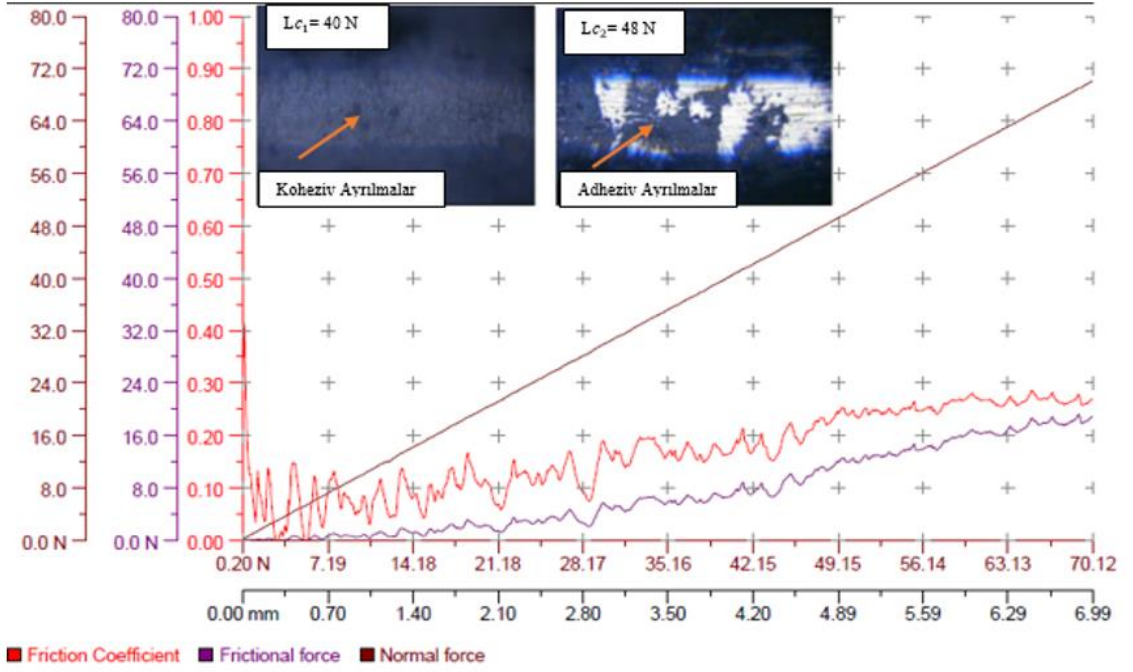
n)



Şekil 21. MAO yöntemi ile Al 2024 altlık malzemesi üzerine büyütülen 150 Hz frekansta büyütülen m) ilavesiz, n) B₄C ilaveli, o) TiO₂ ilaveli kaplamaların adhezyon özelliklerinin analizi

Şekil 21'in devamı

o)



5. SONUÇLAR

Bu çalışmada, Al 2024 altlık malzeme üzerine MAO yöntemiyle büyütülen B₄C ve TiO₂ ilaveli kaplamaların SEM, XRD ve EDS analiz sonuçları incelenmiş. Söz konusu kaplamaların altlık malzeme ile olan adhezyon direnci, Scratch test cihazı ile tespit edilmiştir.

- MAO işlemi sonrasında yüzeyde oluşan kaplamaların α -Al₂O₃ γ - Al₂O₃ ve müllit fazlarından oluşan oksit tabakasından ibaret olduğu anlaşılmaktadır.
- Numunelerin SEM yüzey görüntülerine bakıldığı zaman, frekansın mikro yapı üzerinde çok fazla etkili olduğu görülmüştür.
- Kaplama esnasında frekansın değeri arttıkça kaplamanın yüzey pürüzlülüğü artmıştır. Por sayısı buna paralel olarak artış göstermiş, por çaplarında küçülmeler ve uniform dağılımlar gözlemlenmiştir.
- MAO işleminde elektrolit içerisine partikül ilave edilmesi oksidasyon işleminde akımın iyice homojen bir şekilde yayılmasını sağlamış bunun sonucunda ilavesiz MAO kaplamalara nazaran daha homojen yüzey elde edilmiştir.
- Kaplamaların SEM kesit görüntüleri incelendiğinde, frekans değeri artmasıyla malzeme yüzeyinde büyütülen kaplamaların kalınlık değerinin arttığı sonucuna varılmıştır.
- En yüksek 400 Hz frekans değerinde TiO₂ ilaveli kaplamaların kaplama kalınlığı 40 μ m iken frekans değerinin azalması ile en az 150 Hz frekansta ilavesiz kaplamaların kalınlığı 20 μ m ölçülmüştür. TiO₂ ilaveli kaplamalar B₄C ilaveli kaplamalara göre daha iletken olduğu ve ark oluşum başlangıç sıcaklığını düşürerek kaplamanın daha uzun süre deşarj kanallarında kıvılcım oluşumuna sebep olduğu söylenebilir. Buradan da anlaşıldığı üzere, frekansın artması ile kaplama kalınlığında artış gözlemlenmiştir. Buna ek olarak çözelti içerisine ilave edilen partikül ilavesi de kaplama kalınlığında artışa neden olmuştur.
- Kaplamaların XRD grafikleri incelendiği zaman, frekans değerlerine bağlı olarak farklı yoğunluklarda α - Al₂O₃ ve γ - Al₂O₃ fazlarına rastlanmıştır. Ana matris olan Al pikleri tüm XRD grafiklerinde tepe noktalarında görülmüştür.
- TiO₂ ile kaplanan kaplamaların TiO₂'nin rutil ve anataz fazları içerdiği görülmüştür. $2\theta \approx 37^\circ, 45^\circ, 46.5^\circ, 65^\circ, 68.5^\circ$ değerlerinde rutil faz, $2\theta \approx 25^\circ, 83^\circ, 85.5^\circ$ değerlerinde de anataz fazları görülmüştür.

- Kaplamaların EDS analizlerine baktığımız zaman, büyütülen kaplamalardan alınan verilere göre O, Si, Al, Na, P ve K elementlerine rastlarken Al elementi altlık malzemedan gelmektedir. Yüzeyde tespit edilen diğer elementler elektrolite katılan kimyasallardan gelmektedir. Al ve O elementinin tüm kaplama analizlerinde fazla olması altlık malzemedan kaynaklı olduğunu göstermiştir. TiO₂ kaplama analizlerinde Ti elementi yüzeyde ve iç kısımlarda homojen bir şekilde dağıldığı sonucuna varılmış Böylece EDS analiz sonuçları MAO yöntemi ile Al 2024 altlık malzemesi üzerine başarılı bir şekilde büyütüldüğünü desteklemektedir.
- Çizik testi sonuçlarına bakıldığı zaman, Lc₁ değeri en yüksek B₄C kaplamalar için 50 N olarak ölçülmüş iken diğer kaplamalarda 40 N olarak ölçülmüştür. Tüm kaplamalar incelendiği zaman en yüksek adhezyon hasarı (kritik yük değeri) B₄C ilaveli kaplamalarda ölçülmüştür. Bunun sebebi, B₄C yağlayıcı özelliği bulunmaktadır ve aşınma direncini artırır. En düşük Lc₁ ve Lc₂ değerleri ise ilavesiz kaplamalarda ölçülmüştür. Buradan da anlaşıldığı üzere çözelti içerisine katılan partiküller adheziv ve koheziv değerlerinde artışa neden olmaktadır.

KAYNAKÇA

- Becerik, D. A., Ayday, A., Kumruoğlu, L. C., Kurnaz, C. ve Özel, A. (2011), The Effects of Na_2SiO_3 Concentration on the Properties of Plasma Electrolytic Oxidation Coatings on 6060 Aluminum Alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21, 1426-1430.
- Bendeş, O. ve Danişman, Ş., (2014), The Effects of Coating Obtained by DC Reactive Magnetron Sputtering Technique on the Wear Performance of Engine Parts, *Dergipark Akademi*, 2, 871-881.
- Cakmak, E., Tekin, K.C., Maloyoglu, U., Shrestha, S., (2009), The effect of substrate composition on the electrochemical and mechanical properties of PEO coatings on Mg alloys, *Surface & Coatings Technology*, 204, 1305-1313.
- Chen, X., Zhang, Z., Duan, Y., Wang, X., (2023), Growth mechanism of 2024 aluminum alloy micro-arc oxide layer in cobalt-containing electrolyte, *Surface and Coatings Technology*, 462.
- Clyne, T.W. ve Troughton, S.C., (2019), Document details - A review of recent work on discharge characteristics during plasma electrolytic oxidation of various metals, *International Materials Reviews*, 127-162.
- Dai, W., Zhang, C., Yue, H., Li, Q., Guo, C., Zhang, J., Zhao, G., Yang, X., (2023), A review on the fatigue performance of micro-arc oxidation coated Al alloys with micro-defects and residual stress, *Journal of Materials Research and Technology*, 4554-4581
- Dai, W.B., Yuan, L.X., Li, C.Y., He, D., Jia, D.V., Zhang, Y.M. (2018), The effect of surface roughness of the substrate on fatigue life of coated aluminum alloy by micro-arc oxidation, *journal of Alloys and Compounds*, 1018-1025.
- Dey, A., Rani, R.U., Thota, H.K., Sharma, A.K., Bandyopadhyay, P., Mukhopadhyay, A.K., (2013), Microstructural, corrosion and nanomechanical behaviour of ceramic coatings developed on magnesium AZ31 alloy by micro arc oxidation, *Ceramics International*, 3313-3320.
- Dou, J., Chen, Y., Huijun, Y., Chen, C. (2017), Research status of magnesium alloys by Micro- Arc oxidation: a review, *Surface Engineering*, 731-738.
- Dunleavy, C. S., Golosnoy, I. O., Curran, J. A., Clyne, T. W. (2009), Characterisation of discharge events during plasma electrolytic oxidation, *Surface & Coatings Technology*, 203, 3410–3419.

- Durdu, S., Aktuğ, S. L., Korkmaz, K. (2013), Characterization and mechanical properties of the duplex coatings produced on steel by electro-spark deposition and micro-arc oxidation, *Surface & Coatings Technology*, 236, 303–308.
- Fanya J. ve Honghui T., (2005), Structure and microwave-absorbing properties of Fe-particle containing alumina prepared by micro-arc oxidation, *Surface & Coatings Technology*, 24-28.
- Fidan, S., Muhaffel, F., Riool, M., Cempura, G., De Boer, L., Zaat, S.A.J., Czyrska-Filemonowicz, A., Cimenoglu, H., (2017), Fabrication of oxide layer on zirconium by micro-arc oxidation: Structural and antimicrobial characteristics, *Materials Science and Engineering*, 565-569.
- Gu, W., Shen, D., Wang, Y., Chen, G., Feng, W., Zhang, G., Fan, S., Liu, C., Yang, S. (2005), Deposition of duplex Al₂O₃/aluminum coatings on steel using a combined technique of arc spraying and plasma electrolytic oxidation, *Applied Surface Science*, 252, 2927–2932.
- Gulec, A.E., Gencer, Y., Tarakci, M. (2015), The characterization of oxide based ceramic coating synthesized on Al-Si binary alloys by microarc oxidation, *Surface Coating Technology*, 269: 100-107.
- Han, Y.M., Gallant, D., Chen, X.G., (2013), Galvanic corrosion associated with Al–B₄C composites/SS304 and Al–B₄C composites/AA6061 couples in NaCl and H₃BO₃ solution, *Electrochimica Acta*, 94, 134-142.
- Huang P., Zhang Y., Xu K., Han Y., (2004), Surface modification of Titanium Implant by micro arc oxidation and hydrothermal treatment, *Journal of biomedical materials research, B Applied Biomaterials*, Cilt 70B, No:2, 187-190.
- J.A., Curran, (2005), Thermal and Mechanical Properties of Plasma Electrolytic Oxide Coatings, University of Cambridge, *Department of Materials Science and Metallurgy*.
- Javidi, M. ve Fadaee, H., (2013), Plasma electrolytic oxidation of 2024-T3 aluminum alloy and investigation on microstructure and wear behavior, *Appl Surf Sci*, 286, 212-219.
- Jin, S., Ma, X., Wu, R., Wang, G., Zhang, J., Krit, B., Betsofan, S., Liu, B., (2021), Advances in Micro-Arc oxidation Coatings on Mg-Li alloys, *Applied surface science advances*, 8.

- Kamil, M.P., Kaseem, M., Lee, Y.H., Ko, Y.G., (2017), Microstructural characteristics of oxide layer formed by plasma electrolytic oxidation: Nanocrystalline and amorphous structures, *Journal of Alloys and Compounds*, 707, 167-171.
- Kaplan, E., Şüküroğlu, E. E. ve Çuvalcı, O. (2021), Investigation of characterization and tribological behavior of composite oxide coatings doped with h-BN and graphite particles on ZA-27 alloy by micro-arc oxidation. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 35, 12, 1305-1319.
- Kaseem, M., Ko, Y.G., (2021), Novel hybrid composite composed of albumin, WO₃, and LDHs film for smart corrosion protection of Mg alloy, *Compos. Part B Engineer*, 2021, 204, 108490.
- Krishna, R.L., Somaraju K.R.C. and Sundararajan G., (2003), The tribological performance of ultra-hard ceramic composite coatings obtained through microarc oxidation, *Surface and Coatings Technology*, 163–164: 484–490.
- Lattemann, M. ve Ulrich, S., (2007), Investigation of structure and mechanical properties of magnetron sputtered monolayer and multilayer coatings in the ternary system Si–B–C, *Surface and Coatings Technology*, 201, 5564.
- Li H., Rudnev V., Zheng H., Yarovaya P., Song G. (2007), Characterization of Al₂O₃ ceramic coatings on 6063 aluminum alloy prepared in borate electrolytes by micro-arc oxidation, China.
- Li H., Song R., Ji Z. (2012), Effects of nano-additive TiO₂ on performance of micro-arc oxidation coatings formed on 6063 aluminum alloy.
- Li, G., Ma, F., Liu, F., Qi, S., Li, W., Zhang, K., Chen, X., (2023), Review of micro-arc oxidation of titanium alloys: Mechanism, properties and applications, *Journal Of Alloys and Compounds*, Chine, 169773.
- Liu, C., Liu, P., Huang, Z., Yan, Q., Guo, R., Li, D., Jiang, G., Shen, D., (2016), The correlation between the coating structure and the corrosion behavior of the plasma electrolytic oxidation coating on aluminum. *Surface & Coating Technology*, 286, 233-230.
- Lv., H.G., Chen, H., Gu, W.C., Li, L., Niu, E.W., (2008), Effects of current frequency on the structural characteristic and corrosion property of ceramic coatings formed on magnesium alloy by PEO technology. *Journal of Materials Processing Technology*, 208, 9-13.
- Moon, S. ve Jeong, Y., (2009), Generation mechanism of microdischarges during plasma electrolytic oxidation of Al in aqueous solutions, *Corrosion Science*, Chine, 1506-1512.

- Onar V., (2010), Tıg Kaynağında Azot Gazının Alüminyum Yüzey Ve Mikroyapı Özelliklerine Etkisi, Gazi Üniversitesi.
- Özkara, İ. M., (2009), 2024 Alüminyum alaşımının mikro ark oksidasyon yöntemi ile kaplanması ve yüzey özelliklerinin geliştirilmesi, İstanbul Technical University, *Institute of Science and Technology İstanbul*, 65s.
- Qiao, Y., Qu, L., Zhang, X., Zhang, H., (2015), Boron carbide composite ceramic preparation and corrosion behavior in simulated seawater, *Ceramics International*, 41, 5026-5031.
- Rodriguez, L., Vieu, A., Balsarin, M., Combes, P., Alexis, J., Esvan, J., Lesko, S., Denape, J., Paris, J., Y., Delbe, K., (2023), Physico-chemical characterisation and tribological behaviour of ground micro-arc oxidation coating on aluminium alloy – Comparison with hard anodised oxidation, *Wear, France*, 516-517.
- Roknian, M., Fattah-Alhosseini, A., Gashti, S. O. ve Keshavarz, M. K. (2018), Study of the effect of ZnO nanoparticles addition to PEO coatings on pure titanium substrate: Microstructural analysis, antibacterial effect and corrosion behavior of coatings in Ringer's physiological solution. *Journal of Alloys and Compounds*, 740, 330-345.
- Shi Gang X. and Li-Xin S., (2006), Composition and thermal properties of the coating containing mullite and alumina, *Materials Chemistry and Physics*, 97, 132–136.
- Shi, X., Wang, Q., Wang, F. ve Ge, S. (2009), Effects of electrolytic concentration on properties of micro-arc film on Ti6Al4V alloy. *Mining Science and Technology China*, 19, 2, 220–224.
- Srinivasan, B., Liang, J., Balajee, R.G., Blawert, C., Störmer, M., Dietzel W. (2010), Effect of pulse frequency on the microstructure, phase composition and corrosion performance of a phosphate-based plasma electrolytic oxidation coated AM50 magnesium alloy. *Applied Surface Science*, 256, 3928–3935.
- Stallar D., Poulat J S., DG Teer, (2006), The Study of the Adhesion of a TiN Coating on Steel and Titanium Alloy Substrates Using a Multi-Mode Scratch Tester, *Tribol, Int.*, 39, 159-166.
- Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing. (2010), *ASTM International*. C1624-05.
- Su, K., Zhang, J., Li, A., Ji, D. D., Hu, L., (2023), Anti-fatigue strengthening mechanism of conventional shot peening and micro-shot peening on bare and micro-arc oxidation coated 6082-T6 aluminum alloy, *Materials Letters*, 331.

- Sukuroglu S., Totik Y., Sukuroglu E.E. and Kucukosman R., (2019), In-vitro properties of MAO coated NiTi implant material”, *3rd International Conference on Advanced Engineering Technologies*, Bayburt, 789-798.
- Sundararajan G. ve Rama K.L., (2003), Mechanisms underlying the formation of thick alumina coatings through the MAO coating technology, *Surface and Coatings Technology*, 167, 269–277.
- Tekin, K.C., Cakmak, E., Malayoglu, U. (2008), Plazma Elektrolitik Oksitlenme Yöntemiyle Hafif Metallerin Kaplanması. *Mühendis ve Makina*, 49, 582.
- Venugopal, A., Panda, R., Manwatkar, S., Sreekumar, K., Krishna, L.R., Sundararajan, G. (2012), Effect of micro arc oxidation treatment on localized corrosion behaviour of AA7075 aluminum alloy in 3.5% NaCl solution, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22, 700-710.
- Vitry V., Delanois F., Dumrtier C., (2007), Mechanical Properties and Scratch Test Resistance of Nickel-Boron Coated Aluminium Alloy After Heat Treatments, *Surface and Coating Tech.*, 202, 3316-3324.
- Wang C., (2006), Growth process and wear resistance for ceramic coatings formed on Al-Cu-Mg alloy by micro-arc oxidation, *Surface Science*, 1-5.
- Wang, K., Koo, B.H., Lee, C.G., Kim, Y.J., Lee, S.H., Byon, E. (2009), Effects of electrolytes variation on formation of oxide layers of 6061 Al alloys by plasma electrolytic oxidation, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 19, 866-870.
- Wasekar, N. (2007), Effect Of Micro Arc Oxidation Coatings On Corrosion Resistance Of 6061-Al Alloy.
- Wenbin X. ve Hua T., (2006), Anti-corrosion film on 2024-SiC aluminum matrix composite fabricated, *Journal of Alloys and Compounds* , 425, 302–306.
- Xi, K., Wu, H., Zhou, C., Qi, Z., Yang, K., Fu, R.K., Xiao, S., Wu, G., Ding, K., Chen, G., Chu, P., (2022), Improved corrosion and wear resistance of micro-arc oxidation coatings on the 2024 aluminum alloy by incorporation of quasi-two-dimensional sericite microplates, *Applied Surface Science*, 585, 152693.
- Xiang, N., Song, R.G., Zhao, J., Li, H., Wang, C., Wang, Z.X., (2015), Microstructure and mechanical properties of ceramic coatings formed on 6063 aluminium alloy by micro-arc oxidation. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 25, 3323-3328.

- Xu L., Liu F., Wang P., Yu D., Zhao C.,(2007), The corrosion resistance behavior of Al₂O₃ coating prepared on NiTi alloy by micro-arc oxidation, China.
- Xue, W., Deng, Z., Chen, R., Zhang, T., (2000), Growth regularity of ceramic coatings formed by micro-arc oxidation on Al-Cu-Mg alloy, *Thin solid films*, 372, 114-117.
- Yan, H., Liu, W., Ma, Y., Wang, T., Yang, L., Tang, S. (2023), Effects of Micro-arc Oxidation Process Parameters on Micro-structure and Properties of Al₂O₃ Coatings Prepared on Sintered 2024 Aluminum Alloy, *Journal of Materials Engineering and Performance*, China.
- Yang, Y., ve Wu, H., (2010), Effects of Current Frequency on the Microstructure and Wear Resistance of Ceramic Coatings Embedded with SiC Nano-particles Produced by Micro-arc Oxidation on AZ91D Magnesium Alloy. *J. Mater. Sci. Technol.*, 26, 865-871.
- Yao Z., Jiang Y., Jia F., Jiang Z. and Wang, F., (2008), Growth characteristics of plasma electrolytic oxidation ceramic coatings on Ti-6Al-4V, *Alloy Applied Surface Science*, 254(13): 4084-4091.
- Ye, Z., Liu, D., Li, C., Zhang, X., Yang, Z., Lei, M., (2014), Effect of shot peening and plasma electrolytic oxidation on the intergranular corrosion behavior of 7a85 aluminum alloy, *Corrosion and Protection Research Laboratory, Chine*, 705-713.
- Yerokhin A.L. ve Snizhko L.O, (2003), Discharge characterization in plasma, *J. Phys.D: Appl. Phys.*, 36, 2110–2120.
- Yerokhin, A.L., Shatroy, A., Samsonov, V., Shashkov, P., Pilkington, A., Leyland, A., Matthews, A., (2005), Oxide ceramic coatings on aluminium alloys produced by a pulsed bipolar plasma electrolytic oxidation process. *Surface & Coatings Technology*, 199, 150-157.
- Zhanga, R.F., Shan, D.Y., Chen, R.S. and Han, E.H., (2008), Effects of electrical parameters on properties of anodic coatings formed on magnesium alloys, *Materials Chemistry and Physics*, 107, 2-3, 356- 363.

ÖZGEÇMİŞ

Seda ORHAN, İlk, Orta ve Lise Öğrenimini Trabzon'da tamamladı. 2014 yılında Gümüşhane Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümünde Üniversite öğrenim hayatına başladı. 2018 yılında Makine Mühendisliği bölümünden Mezun oldu. 2019 yılında Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans programına başladı. 2021 Mart ayından beri Beyazlı Group Vess Makine şirketinde Makine Mühendisi olarak çalışmaktadır.

