

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**2024 ALUMİNYUM ALAŞIMININ MİKRO ARK OKSİDASYON
YÖNTEMİYLE KAPLANMASI VE YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN
GELİŞTİRİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
İsa Metin ÖZKARA**

Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Programı : Malzeme Mühendisliği

OCAK 2009

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**2024 ALUMİNYUM ALAŞIMININ MİKRO ARK OKSİDASYON
YÖNTEMİYLE KAPLANMASI VE YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN
GELİŞTİRİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
İsa Metin ÖZKARA
(506051426)**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 28 Aralık 2008
Tezin Savunulduğu Tarih : 23 Ocak 2009**

**Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Murat BAYDOĞAN (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU (İTÜ)
Prof. Dr. Mehmet KOZ (MÜ)**

OCAK 2009

ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim boyunca yaptığım çalışmalarda büyük bir sabır ve özveriyle beni destekleyen tüm bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşarak karşılaştığım bütün zorlukları çözümleneme yardımcı olan ve bana her konuda destek olan tez danışman hocam Sn. Yrd. Doç.Dr. Murat BAYDOĞAN'a, yüksek lisans eğitimime başladığım ilk günden itibaren her zaman desteğini benden esirgemeyen, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşarak her konuda bana yol gösteren, karşılaştığım sorunlarda bana pratik çözümler sunarak farklı bakış açıları kazanmamı sağlayan değerli hocam Sn. Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU'na, çalışmalarım sırasında tecrübelerini ve desteklerini benden esirgemeyen Sn. Araş.Gör. Özgür ÇELİK'e, Sn. Araş.Gör. Mert GÜNYÜZ'e, Sn. Araş.Gör. Onur MEYDANOĞLU'na teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Yüksek lisans eğitimim ve tez çalışmalarım süresince benimle her konuda paylaşımda bulunan, desteklerini benden esirgemeyen Mekanik Metalurji Laboratuvarında çalışmış/çalışmakta olan tüm arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca beni her yönden destekleyen, en zor anlarımda her zaman yanımda olan aileme teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Ocak 2009

İsa Metin ÖZKARA
Metalurji Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

KISALTMALAR	v
ÇİZELGE LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ	viii
ÖZET	ix
SUMMARY	x
1.GİRİŞ	1
2. ALUMİNYUM ALAŞIMLARININ GENEL ÖZELLİKLERİ	3
2.1 Saf Alüminyum	3
2.2 Alüminyum Alaşımları	4
3. MİKRO ARK OKSİDASYON İŞLEMİ	7
3.1 Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Tarihçesi	7
3.2 Mikro Ark Oksidasyon Düzenegi Ve Proses	7
3.3 Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Uygulama Alanları	9
3.4 Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Avantaj Ve Dezavantajları	11
4. ALUMİNYUMUN MİKRO ARK OKSİDASYONU	13
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	23
5.1 Mikro Ark Oksidasyon İşlemi	23
5.2 Karakterizasyon Çalışmaları	24
6. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME	27
6.1 Yüzey İncelemeleri	27
6.2 X-Işını Difraksiyon (XRD) Çalışmaları	36
6.3 İslanabilirlik Çalışmaları	39
6.4 Sertlik Deneyi Sonuçları	40
6.5 Rockwell C Yapışma Deneyleri	46
6.6 Aşınma Deneyleri	48
6.7 Korozyon Deneyleri	52
7. GENEL SONUÇLAR	55
KAYNAKLAR	58
ÖZGEÇMİŞ	65

KISALTMALAR

MAO	: Mikro Ark Oksidasyon
T(+)	: Pozitif Vuruş Süresi
T(-)	: Negatif Vuruş Süresi
T6	: Alüminyum alaşımlarının yapay yaşlandırma ısı işlemi için kullanılan temper simgesi
V	: Aşınma hacmi
L	: Aşınma izinin uzunluğu
W	: Aşınma izinin genişliği
D	: Aşınma izinin derinliği

ÇİZELGE LİSTESİ

	Sayfa
Çizelge 2.1 : Alüminyumun bazı fiziksel ve mekanik özellikleri.....	3
Çizelge 2.2 : Alüminyum Birliği'nin dövme alüminyum alaşımlarını sınıflandırma sistemi.....	4
Çizelge 4.1 : MAO kaplanmış Al alaşımların sertlik ve aşınma dirençleri.....	18
Çizelge 6.1 : Voltaj kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin makro görüntüleri.....	27
Çizelge 6.2 : Akım kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin makro görüntüleri.....	28
Çizelge 6.3 : Voltaj kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.....	30
Çizelge 6.4 : Akım kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	31
Çizelge 6.5 : Voltaj kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin voltaj uygulama süresine göre değişimi.....	41
Çizelge 6.6 : Voltaj kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin Rockwell C yapışma deneyine ait optik mikroskop görüntüleri.....	46
Çizelge 6.7 : Akım kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin Rockwell C yapışma deneyine ait optik mikroskop görüntüleri.....	47
Çizelge 6.8 : Bekleme süreleri değişimine göre aşınma önce numune özellikleri ve işlem parametreleri.....	48
Çizelge 6.9 : Aşınma Deneyi Yapılan Numunelerin Optik Mikroskop ve SEM Mikroskop Görüntüleri.....	49
Çizelge 6.10 : Farklı bekleme sürelerinde elde edilem kaplamaların aşınma değerleri.....	50

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 3.1 : Mikro ark oksidasyon düzeneği.....	8
Şekil 3.2 : Mikro ark oksidasyon sonucu elde edilen sertliğin diğer malzeme ve süreçleriyle karşılaştırılması.....	9
Şekil 4.1 : MAO işlem süresine göre oluşan deşarj kanallarının sayısı.....	13
Şekil 4.2 : MAO prosesinde zamana bağlı olarak deşarj kanallarındaki değişimin taramalı elektron mikroskop görüntüleri	14
Şekil 4.3 : Voltaj değerine bağlı olarak yüzey görünümünün değişimi.....	19
Şekil 4.4 : 480V altında 200Hz ,400Hz ve 600 Hz frekans değerlerinde yüzey morfolojisinde görülen değişim.....	20
Şekil 4.5 : Pozitif ve negatif voltaj çevriminin şematik gösterimi.....	20
Şekil 4.6 : Vuruş oranı değerlerinin yüzey morfolojisine etkisi.....	21
Şekil 6.1 : Uygulanan voltajın değiştirilmesiyle farklı faz yapılarının oluşması.....	29
Şekil 6.2 : Ortalama yüzey pürüzlülüğünün negatif voltaja ve pozitif voltaja bağlı olarak değişimi.....	32
Şekil 6.3 : Pozitif voltaj 300V, 400V ve 500V iken negatif voltaj değişimine göre kaplama kalınlığındaki değişim.....	34
Şekil 6.4 : Kaplama kalınlığının vuruş oranına göre değişimi.....	35
Şekil 6.5 : Pozitif voltaj 400V iken negatif voltaj 100V ve 200V uygulandığında oluşan faz yapılarındaki artış oranı.....	37
Şekil 6.6 : Pozitif voltaj uygulama süresi 1000 µs olan kaplamaya ait XRD paterni.....	38
Şekil 6.7 : Artan voltaj değerine bağlı olarak ıslatma açısındaki değişim.....	40
Şekil 6.8 : Değişen bekleme süreleri ile elde edilen farklı kalınlıklardaki kaplamaların kesitinin SEM görüntüsü.....	42
Şekil 6.9 : T(+)-1000µs-T(-)-5000µs bekleme süresi parametrelili kaplamanın arayüzeyden yüzeye doğru mikrosertlik değişimi.....	42
Şekil 6.10 : T(+)-1000µs-T(-)-5000µs bekleme süresinde V(+)=500V-V(-)=100V parametrelili MAO kaplamanın sertlik deneyine ait optik mikroskopta çekilmiş mikroyapı görüntüsü.....	43
Şekil 6.11 : T6 ısıtıl işlem uygulanmış numuneye ait mikroyapı görüntüleri ve mikrosertlik değerleri.....	44
Şekil 6.12 : Bekleme süreleri değişimiyle elde edilen aşınma iz alanları.....	50
Şekil 6.13 : T6 ısıtıl işlemi uygulanmış T(+)-4000-T(-)-5000 bekleme süreli MAO numunesine ait aşınma izlerinin SEM görüntüleri.....	51
Şekil 6.14 : Korozyon testi yapılan numunelerin zamana bağlı olarak ağırlıklarındaki değişim.....	51
Şekil 6.15 : Korozyon testi yapılan numunelerin zamana bağlı olarak ağırlıklarındaki değişim.....	53

SEMBOL LİSTESİ

V	: Voltaj
V(+)	: Pozitif Voltaj
V(-)	: Negatif Voltaj
A	: Akım
I(+)	: Pozitif Akım
I(-)	: Negatif Akım
V_p	: Oluşan Kaplama Hacmi
d_p	: Deşarj kanalları etrafında oluşan yapının yarıçapı
d_c	: Kanal yarıçapı

2024 ALUMİNYUM ALAŞIMININ MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİYLE KAPLANMASI VE YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

ÖZET

Aluminyum hafif metal oluşu ile tanınmaktadır. Aluminyumun yüzlerce alaşımı mevcuttur. Bu özelliği sayesinde aluminyum uzay, havacılık, otomotiv, gemicilik ve hatta ev gereçleri gibi çok geniş bir uygulama yelpazesinde bulunmaktadır. Aluminyuma uygulanabilen yeni teknolojiler sayesinde ağırlık ve gerilimin ön planda olduğu otomobil aksları, radyatörler, silindir başlıkları ve süspansiyon sistemleri gibi kritik uygulamalarda hafifliği ve avantajlı şekilde kullanım kolaylığı göstermektedir.

Son yıllarda sürekli gelişim gösteren yüzey teknolojileri alanında önemli bir yere sahip olan mikro ark oksidasyon yöntemi ile her türlü aluminyum alaşımı kolayca kaplanabilmekte ve yüzey özellikleri geliştirilebilmektedir. Mikro ark oksidasyon yöntemi geleneksel anodizasyon yöntemine benzemektedir ancak işlem parametreleri ve kullanılan yüksek akım/voltaj sayesinde daha gelişmiş kaplamalar elde edilebilmektedir. Bir elektrolit çözeltisi içerisine yerleştirilen anot numuneye yüksek değerlerde voltaj verildiğine malzeme yüzeyinde oksit tabakası oluşumu başlar. Bu geleneksel bir anodik oksidasyon işlemidir. Yükselen voltaj ile birlikte kritik bir voltaj değerine ulaşılır. “Dielectric breakdown” olarak adlandırılan bu kritik esik değeri aşıldığında malzeme yüzeyinde mikro boyutlarda arklar oluşmaya başlar. Bu işlem mikro ark oksidasyon işlemi olarak tanımlanır. Diğer kaplama yöntemlerine göre oluşturduğu oksit tabakasının kalınlığı, yüksek yapışma kuvveti, porozite miktarı, düşük maliyeti ve çevreye zararsızlığı ile avantajlı bir görünüm sergilemektedir.

Mikro ark oksidasyon yöntemiyle aluminyum yüzeylerinde oluşturulan kalın ve yüksek mekaniksel özelliklere sahip seramik filmler sayesinde aluminyum alaşımlarının mekaniksel özellikleri, korozyon ve aşınma kabiliyetleri artırılmaktadır.

Bu çalışmada mikro ark oksidasyon yöntemiyle 2024 aluminyum alaşımı üzerinde oluşturulan oksit tabakasının yapısı ve mikro ark oksidasyon işlem parametrelerinin değiştirilmesinin kaplama yapısına etkisi araştırılarak uygulanan farklı voltajlar, akım yoğunlukları, bekleme süreleri ve zamanın etkisiyle oksit tabakasındaki morfolojik ve mekaniksel değişim incelenmiştir. Elde edilen oksit tabakası kalınlık, mikrosertlik, pürüzlülük, ıslatma açısı, XRD difraksiyon analizi, aşınma ve korozyon dirençleri bakımından incelenmiştir.

IMPROVEMENT OF SURFACE PROPERTIES OF 2024 ALUMINUM ALLOY BY THE MICRO ARC OXIDATION PROCESS

SUMMARY

Aluminum is best known for its light weight characteristics. Aluminum has hundreds of alloys and tempers, making it useful for a very wide variety of applications from aircraft, aerospace, automotive, and shipbuilding to household products including pots, pans, and cooking utensils. Newer applications, such as drive shafts, radiators, cylinder heads, and suspension systems have proven to be most advantageous when dealing with weight vs strength vs cost considerations.

Whole aluminum alloys can be coated easily by the new and improvable technology in surface process area called micro arc oxidation. This method is similar to conventional anodization process but we can obtain advanced coatings owing to using high voltage, current density and other process parameters of micro arc oxidation. When High voltage is applied to the anode in an electrolytic solution, an oxide layer start to form on the specimen surface. This is an conventional anodic oxidation process. With the increasing voltage, approached to a critical voltage. When this critical voltage degree called “dielectric breakdown” is exceeded, micro arcs started to occur on the surface of the material. This process is defined as micro arc oxidation process. According to other coating technologies, this process shows some advantages as high layer thickness, high adhesion strength, porosity structure, low cost and friendship to the environment.

Micro arc oxidation (MAO), has attracted much interest as an effective method to improve the wear and corrosion resistance of aluminum alloys, by creating a thick ceramic film called Al_2O_3 .

In this study, the effect of micro arc oxidation process and the variation of the parameters on the surface parameters 2024 aluminum alloys specimens coated with micro arc oxidation process and the composition and microstructure of the aluminum oxide coating were investigated. Micro arc oxidation process is carried out in different voltage values, different current density, different duty cycle and different time durations. Oxidized and untreated specimens are observed with scanning electron microscope examinations, roughness, contact angle and hardness measurements and X-ray diffraction analysis.

1.GİRİŞ

Alüminyum hafif metaller gurubuna giren ve teknik alanda çok kullanılan bir metaldir. Aluminyum, düşük özgül ağırlığının (2.7 g/cm^3) yanı sıra, yüksek elektrik ve ısı iletkenlik, atmosferik korozyona direnç, kolay üretilebilirlik ve diğer metallerle çekme dayanımı yüksek alaşım oluşturabilme gibi özelliklere sahiptir [3]. Aluminyumun oksijene karşı olan yüksek afinitesi nedeni ile, yüzeyde metalin havayla temas etmesi sonucu, ince fakat yoğun bir oksit tabakası (Al_2O_3) oluşmaktadır. Bu tabaka aluminyumu pek çok ortamda korozif etkilerden korur, ancak bazı asit, baz ve tuz çözeltileri bu koruyucu oksit tabakasının yapısını bozmaktadır [4].

Mikro ark oksidasyon (MAO) işlemi, yaklaşık 40 yıl önce Sovyetler Birliği'nde, önceleri akademik, sonraki yıllarda ise denizaltı parçalarının üretimi çerçevesinde askeri uygulamalarda kullanılmaya başlanmış ileri bir yüzey işlemidir. Mikro ark oksidasyon işlemi ile üretilmiş kaplamalar yüksek sıcaklık dayanımları ile uzay araçlarında ve roketlerde koruyucu olarak kullanılabilir, bu tür kaplamaların mükemmel dielektrik özelliğinden faydalanarak yalıtkan ortamlarda kullanılması da mümkündür. Buna ek olarak farklı renklerdeki kaplamalar, bu yöntemin mimari alanda da kullanılabileceğini göstermektedir.

Mikro ark oksidasyon yöntemi ile her tür aluminyum alaşımı, istenilen kalınlıkta oksit tabakası ile kaplanabilmektedir. Ayrıca altlık malzeme ile kaplama arasındaki bağlar geleneksel anodik oksidasyondaki gibi zayıf değil, kuvvetlidir [1, 32, 37]. Ayrıca MAO kaplamaların ana metalle yapışması, plazma spre y yöntemine göre çok daha üstündür [18].

Aluminyum alaşımından üretilen ve mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan parçalar, ısı ı işlem çeliğinden yapılan parçaların, yüksek dayanımlı dökme demirin, sert metalin, seramiğ in, sert krom kaplama ile sertleştirilmiş parçaların, sert anotlamanın ve gaz-termal spre yleme işlemleri kullanılarak üretilen parçaların yerine kullanılmaktadır. Bu çalışmada 2024 aluminyum alaşımına $\text{KOH}+\text{Na}_2\text{SiO}_3$

özeltisinde, voltaj kontrollü ve akım kontrollü mikro ark oksidasyon işlemleri uygulanarak oluşan oksit film tabakasının özellikleri incelenmiştir. Oluşan kaplamanın yüzey morfolojisi ve mikroyapısı incelenerek; süre, akım/voltaj değişimi, vuruş etkisi (bekleme süresi), gibi mikro ark oksidasyon parametrelerinin değiştirilmesiyle oluşan oksit film yapısındaki değişimler incelenmiştir. Elde edilen kaplamaların daha iyi aşınma, korozyon direnci göstermesi ve daha yüksek sertlik değerlerine sahip olması için mikro ark oksidasyon parametre değişimleriyle gözlemlenmesi yapılmıştır.

2. ALUMİNYUM VE ALAŞIMLARININ GENEL ÖZELLİKLERİ

2.1 Saf Alüminyum

Alüminyum hafif metaller grubuna giren ve teknik alanda çok kullanılan bir metaldir. Hafif metal terimi, özgül ağırlığı 3.8 g/cm^3 'den küçük olan metaller için kullanılmaktadır ve bu sınıfın içinde, alüminyum, magnezyum, potasyum, lityum ve berilyum bulunmaktadır. Bunlar arasında özellikle alüminyum ve magnezyum en yaygın kullanılan metallerdir. Alüminyum, düşük özgül ağırlığının (2.7 g/cm^3) yanı sıra, yüksek elektrik ve ısı iletkenlik, atmosferik korozyona direnç, kolay üretilebilirlik ve diğer metallerle çekme dayanımı yüksek alaşım oluşturabilme gibi özelliklere sahiptir [3]. Çizelge 2.1'de alüminyumun bazı fiziksel ve mekanik özellikleri görülmektedir.

Çizelge 2.1: Alüminyumun bazı fiziksel ve mekanik özellikleri [4-6].

Çekme Dayanımı, MPa	40-80*
Akma Dayanımı, MPa	10-30*
Sertlik, HB2.5	12-20
Elastiklik Modülü, GPa	71
Kayma Modülü, GPa	27
Kopma Uzaması, %	30-38*
Ergime Noktası, °C	660
Dövülme Sıcaklığı, °C	300-500
Yeniden Kristalleşme Sıcaklığı, °C	250-300
Yoğunluk, g/cm^3	2.7
Kristal Yapısı	Yüzey merkezli kübik (ymk)

*Alüminyumun saflığına bağlı olarak değişmektedir.

Alüminyumun oksijene karşı olan yüksek afinitesi nedeni ile, yüzeyde metalin havayla temas etmesi sonucu, ince fakat yoğun bir oksit tabakası (Al_2O_3) oluşmaktadır. Bu tabaka alüminyumu pek çok ortamda korozyon etkilerden korur,

ancak bazı asit, baz ve tuz çözeltileri bu koruyucu oksit tabakasının yapısını bozmaktadır [4].

2.2 Alüminyum Alaşımları

Alüminyum alaşımları döküm ve dövme olmak üzere iki grupta sınıflandırılmaktadır. Dövme alüminyum alaşımları, Çizelge 2.2’de görüldüğü gibi, Alüminyum Birliği’nin (*Aluminum Association*) sınıflandırmasına göre 4 rakamlı bir simgeyle tanımlanmaktadır. Burada ilk rakam bileşimdeki ana elementi, ikinci rakam ise orijinal alaşımdaki oranından daha farklı bir oranda bulunan element sayısını belirtmektedir. Dolayısıyla, ikinci rakamın 0 olması, serinin orijinal alaşımını göstermektedir. Son iki rakamın ise 1XXX serisinin dışındaki alaşımlarda özel bir önemi olmayıp, alaşımı o dizinin diğer alaşımlardan ayırmak için kullanılmaktadır. 1XXX serisi ise, saf alüminyumı temsil ettiğinden, son iki rakam, alüminyumun saflık derecesinin bir ölçüsü olarak, % 99’dan sonraki rakamları göstermektedir [3].

Çizelge 2.2: Alüminyum Birliği’nin dövme alüminyum alaşımlarını sınıflandırma sistemi [3].

Simge	Ana alaşım elementi
1XXX	% 99.00 veya daha fazla alüminyum
2XXX	Cu
3XXX	Mn
4XXX	Si ve Cu ve/veya Mg
5XXX	Mg
6XXX	Mg ve Si
7XXX	Zn
8XXX	Diğer elementler
9XXX	Yaygın olarak kullanılmayan seriler

Öte yandan, alüminyum döküm alaşımları daha yaygın olarak 3 rakamlı bir simge ile tanımlanır. Bu sınıflandırma sisteminde de ilk harf dövme alaşımlardakine benzer şekilde, malzeme içindeki ana alaşım elementini göstermektedir.

Alüminyum alaşımlarından, 2XXX, 6XXX ve 7XXX grubu alaşımlara çökeltme sertleşmesi adı verilen bir ısıtılma işlemi uygulanabilir ve bu yolla alaşımın sertlik ve dayanımı önemli ölçüde artırılabilir. Alüminyum alaşımlarındaki alaşım elementlerinin en önemli işlevlerinden biri, saf alüminyumun süneklik ve korozyon direncini olumsuz yönde etkilemeden saf alüminyumun düşük akma sınırını

yükseltmektir. Bu özelliđi kazandıran elementler manganez, magnezyum, silisyum, bakır ve çinko olup, düşük miktarlarda bile kaymaya karşı direnci arttırarak akma dayanımını yükseltirler; şekil deđiştirme kabiliyeti ise etkilenmez. Bu elementlerin oranlarının daha yüksek olması halinde, sert, kırılgan intermetalik bileşikler oluşur. Böylelikle dayanım daha da yükselir ancak şekil deđiştirme kabiliyeti kaybolur. Bu nedenlerle dövme alaşımları, az alaşım ihtiva ederler.

3. MİKRO ARK OKSİDASYON İŞLEMİ

3.1 Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Tarihçesi

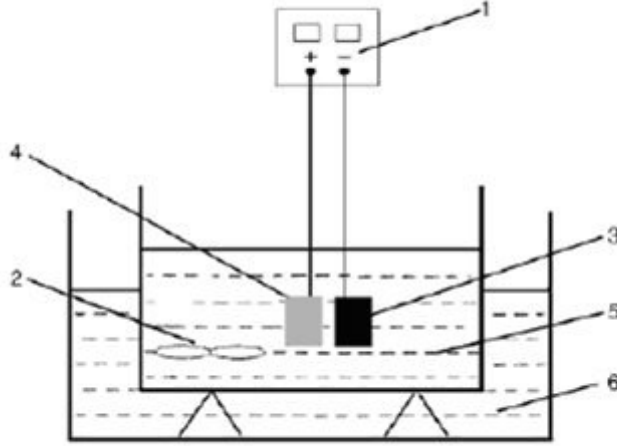
Mikro ark oksidasyon (MAO) işlemi, yaklaşık 40 yıl önce Sovyetler Birliği'nde, önceleri akademik, sonraki yıllarda ise denizaltı parçalarının üretimi çerçevesinde askeri uygulamalarda kullanılmaya başlanmış ileri bir yüzey işlemidir. Amerika'da 1970'li yıllarda, 1980'lerin sonunda ise tüm dünyaya tanınan mikro ark oksidasyon, günümüzde halen güncel ve yaygın çalışılan bir araştırma konusudur.

Mikro ark oksidasyon işlemini tanımlamak için pek çok terim kullanılmaktadır: Bunlar arasında, kıvılcımlı anodik oksidasyon (spark anodizing), anodik kıvılcımlı biriktirme (anodic spark deposition), mikro ark anodik oksidasyon (micro arc anodizing), mikro plazma anodik oksidasyon (microplasma anodizing), mikro plazma oksidasyon (mikro plazma oxidation), plazma elektrolitik oksidasyon (plasma electrolytic oxidation) ve elektroplazma oksidasyon (elektroplasma oxidation) sayılabilir [21,22].

Amerika'daki pek çok patentli işleme ek olarak Avrupa KEPLA-COAT, İsrail'de ALMAG-AL adıyla kendi mikro ark oksidasyon teknolojilerini geliştirmişlerdir. Bu ülkelerin yanı sıra, Çin, Japonya ve Avustralya da mikro ark oksidasyon teknolojisi uygulamalarına katılmışlardır [23,30]. Mikro ark oksidasyon teknolojisi, alüminyum, titanyum, magnezyum gibi hafif metaller ve alaşımlarında kullanılabilir.

3.2 Mikro Ark Oksidasyon Düzenegi ve Proses

Mikro ark oksidasyon işlemi en basit haliyle bir güç kaynağı, bir elektrolit banyosu, anot, katot ve soğutma sisteminden meydana gelmektedir. Tipik bir mikro ark oksidasyon işlemi düzenegi Şekil 3.1'de verilmiştir. Mikro ark oksidasyon işlemi, elektrolit içerisine daldırılmış anot numuneye negatif voltaj, katoda ise pozitif voltaj verilmesi ile anot üzerinde ark oluşturulması ve numune yüzeyinin oksit kaplanması olarak tanımlanabilir [30].



Şekil 3.1: Mikro ark oksidasyon düzeneği [30].

1- Güç kaynağı, 2-Karıştırıcı, 3-Anot, 4-Katot, 5-Elektrolit, 6-Soğutma suyu.

Mikro ark oksidasyon işleminde kullanılan elektrolitler genellikle bazik karakterlidir. Elektrot sıcaklığı, 10 – 60°C aralığında kontrol edilmektedir. Mikro ark oksidasyon işleminde, yüksek voltaj ve akım değerlerine ulaşıldığından, banyo sıcaklığının belirli bir aralıktaki tutulabilmesi için bir soğutma ünitesine de gerek duyulmaktadır.

Anot olan numuneye negatif voltaj uygulanması ile malzeme yüzeyinde oksit filmi oluşumu başlamaktadır. Bu aşama klasik anodik oksidasyon işlemidir. Ancak, uygulanan voltaj belli bir kritik değeri aştığında, malzeme yüzeyinde ark oluşumu ile mikro ark oksidasyon süreci başlamaktadır. Malzeme yüzeyinde bu mikro boyuttaki arkaların oluştuğu voltaj değeri, bozunum voltajı (dielectric breakdown) olarak tanımlanmaktadır. Bozunum voltajı değerinde, malzeme yüzeyinde metal iyonları ile hidroksil iyonları zıt yönlere hareket ederek oksit oluşumunu başlatırlar [26]. Ark oluşumu için gerekli kritik potansiyel farkı, elektrot malzemesi ve elektrolit bileşimine bağlı olup, sıcaklık, elektrolit konsantrasyonu ve yüzey geriliminden etkilenmemektedir. Yapılan teorik çalışmalar, malzeme yüzeyindeki yerel sıcaklığın birkaç bin Kelvin'e ulaşabildiğini göstermektedir.

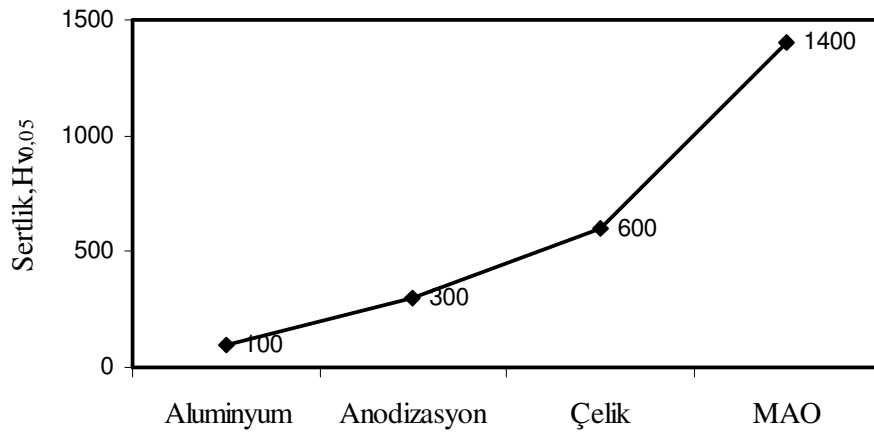
3.3 Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Uygulama Alanları

Mikro ark oksidasyon işlemi, otomotiv endüstrisi ve uzay endüstrisi başta olmak üzere, genel makine imalat sanayi, motor sanayi, hidrolik sanayi ve tekstil sanayisindeki pek çok uygulamada kullanılmaktadır.

Geleneksel anodik oksidasyon işlemleri ile kaplanamayan, yüksek silisyum içeren alüminyum alaşımları ve magnezyum alaşımlarının kaplanmasında kullanılabilen mikro ark oksidasyon işlemi, ayrıca mükemmel bir boya tabanı işlevi görmektedir.

Mikro ark oksidasyon işlemi ile üretilmiş kaplamalar yüksek sıcaklık dayanımları ile uzay araçlarında ve roketlerde koruyucu olarak kullanılabilir, bu tür kaplamaların mükemmel dielektrik özelliğinden faydalanarak yalıtkan ortamlarda kullanılması da mümkündür. Buna ek olarak farklı renklerdeki kaplamalar, bu yöntemin mimari alanda da kullanılabileceğini göstermektedir.

Alüminyum alaşımından üretilen ve mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan parçalar, ısıl işlem çeliğinden yapılan parçaların, yüksek dayanımlı dökme demirin, sert metalin, seramiğin, sert krom kaplama ile sertleştirilmiş parçaların, sert anotlamanın ve gaz-termal spreyleme işlemleri kullanılarak üretilen parçaların yerine kullanılmaktadır. Şekil 3.2’de mikro ark oksidasyon uygulanmış alüminyum alaşımlarının sertliği, farklı malzeme ya da süreçlerin sertliği ile karşılaştırılmaktadır.



Şekil 3.2: Mikro ark oksidasyon sonucu elde edilen sertliğin diğer malzeme ve süreçleriyle karşılaştırılması.[31]

Mükemmel dielektrik özellik göstermesi nedeniyle, ısıya dayanıklı kaplamalar, füzelerin ve uzay mekiklerinin koruyucu kaplamalarının üretiminde değer kazanır. Diğer yandan, MAO teknolojisi farklı alaşımların kaplanması sonucu ortaya çıkan değişik renklere bağlı olarak mimari alanlarda da uygulama alanları bulabilir [41].

Diğer uygulamalar, kimyasal, mekanik, termal, elektrik-elektronik ve bu dördünün kombinasyonunu gerektiren ortamlar olarak sayılabilir. Aşağıda mikro ark oksidasyon işlemiyle üretilen oksit kaplamaların, bu gibi uygulama alanlarında kullanımı mümkün kılan özellikleri sıralanmıştır:

1. Kimyasal uygulamalar: Orta seviyeli sıcaklıklara, güçlü asit ve bazlara karşı dirençlidir. Bu sebeple kimya ve gıda endüstrilerinde kullanılabilir.
2. Mekanik uygulamalar: Oksit tabakasının sertliği 1300 kg/mm^2 'den yüksektir. Bu yüksek sertlik, kayma, abrasif ve erozif aşınma direncini arttıran bir faktördür. Ayrıca, sürtünme katsayısının düşük olması, sınır yağlama koşullarında kullanımı da mümkün kılmaktadır.
3. Termal uygulamalar: Oksit tabakasının ısı iletkenliği, diğer metallere göre daha düşüktür. Bu nedenle, sıcaklığın eşit dağılımını sağlamak ve termal şok direncini arttırmak için kullanılabilirler.
4. Elektrik ve elektronik uygulamalar: Oksit tabakasının yalıtkan bir film olarak elektrik ve elektronik bileşenler üzerinde kullanılırlar. Mikro ark oksidasyon işlemi, iç yüzeylerin sert kaplanması (oyuk, silindirik ve konik bölgeler) için uygundur [42].

Mikro ark oksidasyon işleminin kullanım alanlarının farklı endüstri kollarındaki kullanım yerleri aşağıda sıralanmıştır [30]:

Otomotiv Endüstrisi: Piston, silindir blokları, kaymalı yataklar, silindir gömleği, egzoz memesi, süspansiyon elemanları, yakıt pompası, şanzıman kutusu, motor bloğu kapağı, yapı elemanları, tekerlek, mil, şaft, firdöndü, yaylı diş ve sürgüler.

Uzay Endüstrisi: Uzay mekiği, akçüatör ve dişliler, yapı elemanları, yataklar ve tekerlek, iniş dişlisi bileşenleri.

Tekstil Endüstrisi: İplik rotorları, kancalı ve sisli dokuma tezgâhı, iplik kılavuzu, makara, halkalar, sürgüler ve bükme makinesi.

Denizcilik: Pervane, ıkırık vinleri, kılavuz trabzanlar, zincir ve gemi blmesi baėlamalarında.

Yaė, Gaz Endstrileri ve Kimya Mhendisliėi: Supap, pompa, hidrolik ve pnmatik (havayla alıřan) sistemler, daldırmalı yaė pompaları.

Mutfak-Aksesuar: Tavalar, kulplu tencereler, bıak bileyiciler.

Tıp: Kemik protezleri, tıbbi karıřımlar, turbo-molekler pompalar.

Matbaacılık, Ambalaj ve Ttn Endstrileri: Ambalajlama izgi paraları, kılavuz saı, rulolar.

Robot bilim: Pnmatik srř bileřenleri, pompalar ve hidrolik sistemler, kılavuz tabancalar

3.4 Mikro Ark Oksidasyon İřleminin Avantaj ve Dezavantajları

Mikro ark oksidasyon teknolojisi henz geliřmekte olan bir teknoloji olduėundan, malzeme yzeyinde geliřen seramik filmin oluřum ve geliřim mekanizması ile oluřan seramik filmin zelliklerinin tam olarak anlařılabilmesi iin pek ok alıřmanın yapılması gerekmektedir. Fakat bugne kadar yapılan alıřmalar temel alındıėında, mikro ark oksidasyon teknolojisinin pek ok avantajı olduėu yalnız bunun yanında bazı dezavantajları da beraberinde getirdiėi gzlenmiřtir.

Mikro ark oksidasyon teknolojisinde iřlem ncesi numune hazırlama iřlemi diėer teknolojilere gre daha az nem arz eder. Bu durum retim srecinin daha hızlı iřlemesini ve iřlem ncesi numune hazırlamada kullanılacak zeltelerin evresel etkilerinin en aza indirilmesini saėlar. Mikro ark oksidasyon teknolojisinin diėer bir avantajı ise alüminyum, magnezyum, titanyum, niyobyum, zirkonyum gibi geniř bir malzeme grubuna uygulanabilmesi ve geleneksel anodik oksidasyon yntemi ile kaplanması zor olan yksek bakır ieren alüminyum alařımlarının, yksek silisyum ieren dkm malzemelerin bu yntem ile kaplanabilmesidir.

Mikro ark oksidasyon iřleminde kullanılan zelti, evreye zarar vermeyen, korozif olmayan, hazırlanması kolay ve ucuz bir karıřımdır. Diėer geleneksel anodik oksidasyon iřlemlerinde grlen yanma olayı mikro ark oksidasyonda grlmez. Ayrıca mikro ark oksidasyon iřlemi sonrası malzemede diėer geleneksel anodik oksidasyon iřlemlerinde grlen kırılma dayanımındaki dřř grlmez.

Bu avantajları mikro ark oksidasyonun geleneksel anodik oksidasyon yöntemlerine göre tercih edilir olmasını sağlamaktadır. Mikro ark oksidasyon işleminde de diğer işlemlerde olduğu gibi bazı sınırlamalar ve olumsuzluklar mevcuttur.

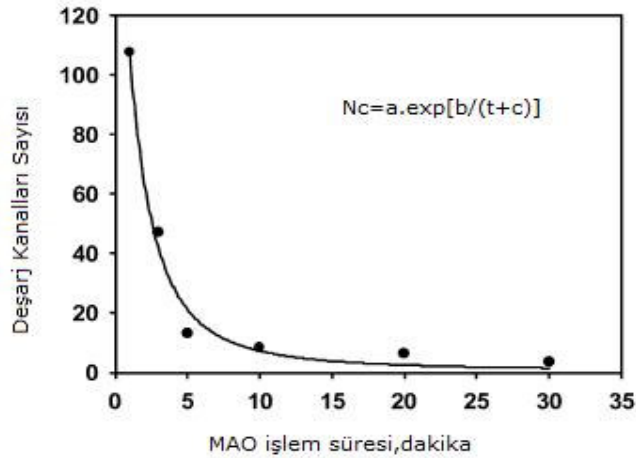
Mikro ark oksidasyon işlemi seçilen parametrelere bağlı olarak 1000 V değerine kadar (ve yaklaşık kapasite olarak 1 MW) enerji sağlayabilecek bir güç kaynağına ihtiyaç duymaktadır. Bu yüksek enerji parça türü ve boyutuna bağlı olarak tehlikeli bir üretim süreci oluşturur. Kullanılan enerji miktarı göz önüne alındığında mikro ark oksidasyon işleminde üretim maliyetinin geleneksel anodik oksidasyon yöntemlerine göre fazla olduğu göze çarpar. Ayrıca malzeme yüzeyinde oluşan yüksek sıcaklık nedeni ile de işlemde kullanılan çözeltilerin soğutulması için yüksek kapasiteli bir soğutucuya ihtiyaç duyulacaktır. İşlem sonucu oluşan seramik kaplama pürüzlü ve oldukça kırılmandır, bu nedenle en dış yüzeyde aşınma direnci oldukça düşüktür.

Seramik kaplamanın iç katmanları ise tam tersi bir özellik gösterir. Bu katmanlar oldukça sert ve aşınma dayanımı yüksek bölgelerdir. Fakat malzeme yüzeyinde oluşan bu seramik kaplamanın üst katmanının kaldırılması hem maliyet açısından hem de üretim açısından verimli değildir. Mikro ark oksidasyonun pek çok avantajının yanında yukarıda belirtilen dezavantajları, bu teknolojinin kullanım alanlarını kısıtlamaktadır.

4. ALUMİNYUMUN MİKRO ARK OKSİDASYONU

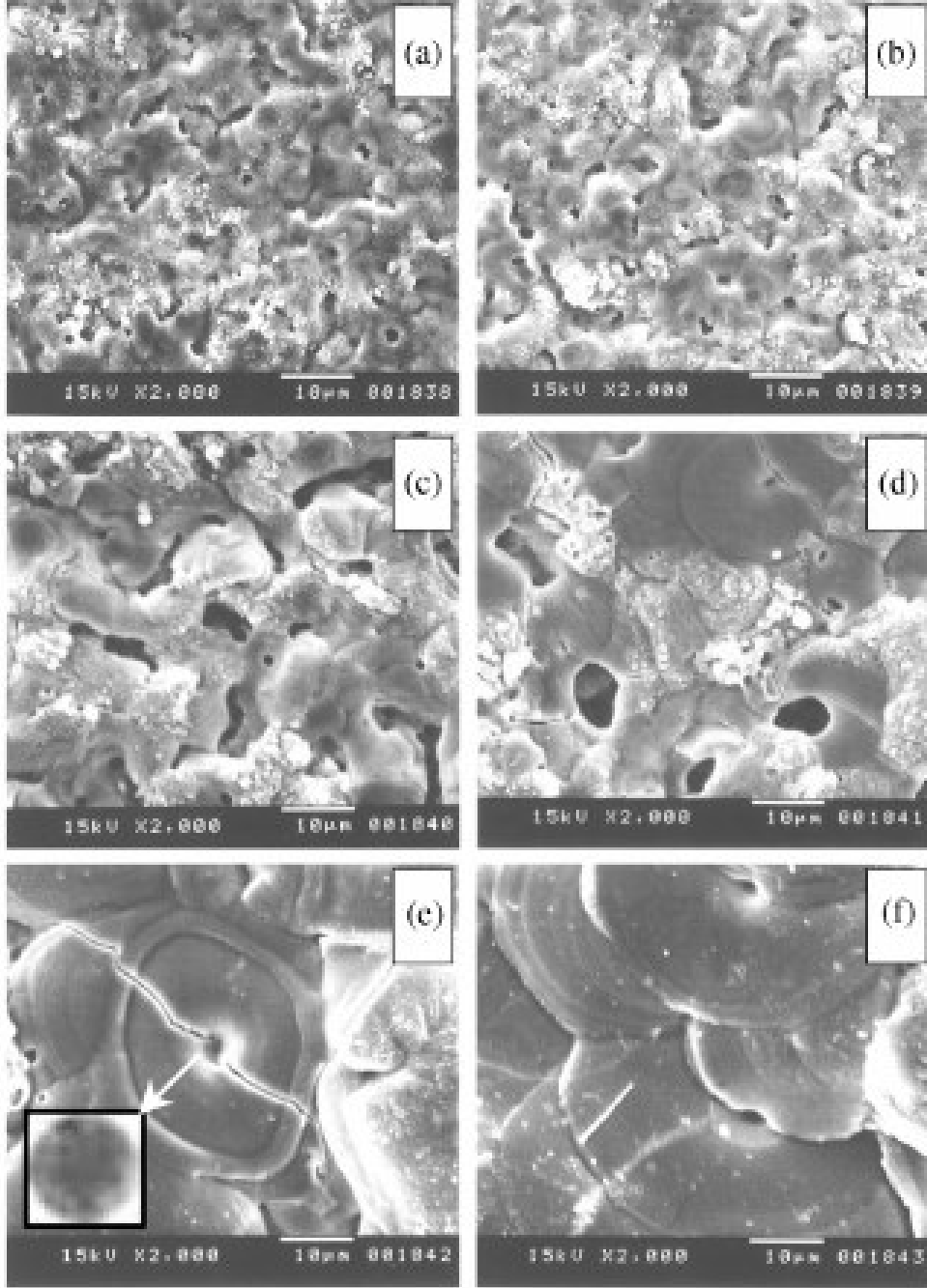
Mikro ark oksidasyon yöntemi ile her tür alüminyum alaşımı, istenilen kalınlıkta oksit tabakası ile kaplanabilmektedir. Ayrıca altlık malzeme ile kaplama arasındaki bağlar geleneksel anodik oksidasyondaki gibi zayıf değil, kuvvetlidir [1,32,37]. Ayrıca MAO kaplamaların ana metalle yapışması, plazma sprey yöntemine göre çok daha üstündür [18].

Mikro ark oksidasyon işlem süreci şu şekilde gelişmektedir: İlk aşamada, yüksek voltaj nedeniyle dielektrik stabilitenin kaybolması sonucu deşarj kanalları oluşur. Deşarj kanallarındaki sıcaklık 10^4 K seviyesine kadar çıkabilir [13] ve bu bölgelerdeki güçlü elektrik alandan dolayı elektrolitten gelen iyonlar kanala girer. Yüksek sıcaklık nedeniyle, altlık malzemedan gelen alüminyum deşarj kanalları içinde oksitlenir, elektrolitten gelen iyonlar da bu oksit yapısının içine girerek oksit yapısını modifiye eder. Daha sonra, daha soğuk elektrolit ile temas eden oksit katılaşır ve bu süreç devam ederek kaplama kalınlığı artar [12]. Dolayısıyla kaplama karakteristiğini belirleyen en önemli unsurun deşarj kanalları olduğu açıkça görülmektedir. Şekil 4.2’de deşarj kanallarının yoğunluğunun değişimi kaplama süresinin bir fonksiyonu olarak gösterilmektedir. Artan kaplama süresiyle deşarj kanallarının yoğunluğu artmaktadır.



Şekil 4.1: MAO işlem süresine göre oluşan deşarj kanallarının sayısı [26].

Mikro ark oksidasyon prosesinde, gözlemlenen lineer birikme kinetiği basitçe Faraday elektroliz kanunlarına bağlanabilir. İşlem süresince deşarj kanallarının, mevcut reaksiyonların oluşmasıyla elektrolit ile sürekli etkileşim halinde olduğu Şekil 4.3 deki taramalı elektron mikroskop görüntülerinden anlaşılmaktadır [26].



Şekil 4.2: MAO prosesinde zamana bağlı olarak deşarj kanallarındaki değişimin taramalı elektron mikroskop görüntüleri [26].

Şekil 4.3'den görüldüğü gibi,deşarj kanalları sınırlı ömre sahiptirler. Bu nedenle,deşarj kanalları kaplama prosesi boyunca sürekli oluşmakta ve kapanmaktadır.

Kaplama kalınlığı kaplama süresiyle lineer olarak artmaktadır. Kaplama alanı sabit olduğu için kaplama birikmesinin sabit bir hacim oranında olması gerekir. Herdeşarj kanalı ömrü süresince, etrafını saran yapının hacmine eşit kaplama yüzeyine malzeme biriktirir. Oluşan bu yapının hacmi (V_p) aşağıdaki gibi hesaplanabilmektedir.

$$V_p = (\pi/4)d_p^2(d_c/2) = (\pi/8)d_p^2d_c \quad (4.1)$$

Burada,

Bir kaplama yüzeyinde, kanalların sayısı N_c olarak alındığında, bu kanallarda biriken malzemenin miktarı $N_c V_p$ 'ye eşittir. Bu şekilde doğrusal hacim oranlı kaplama içerdiği $N_c V_p$, her kaplama işlemi için yaklaşık neredeyse sabittir. V_p için (1) eşitliği kullanılarak yukarıdaki şartları kapsayan $N_c d_p^2 d_c$ kaplama zamanından bağımsız sabit bir değer olmalıdır. Sırasıyla d_c , N_c ve d_p gösteren şekiller kaplam süresi şekilleri ile incelendiğinde $N_c d_p^2 d_c$ ifadesinin makul değerlerinin %10-15 arasında değiştiğini gösterir. Bu sonuçla ilk tahmin, deneysel veriler (d_c , N_c ve d_p bakımından) tecrübe edilerek uygulanan doğrusal kinetiklerle uyuma göstermiştir. Fiziksel terimler, kanal sayısı ile azalmalar ve kaplama süresindeki artışlar, kanal çap artışları ve beraberinde oluşan yapının çapındaki artış ve kaplama zamanındaki artışla dengelenebilir [26].

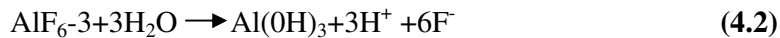
Katılaştan yapının çapı ve kalınlığı (kanal çapı düzeni), kaplama süresinin artması ile artar. Kaplama pürüzlülüğündeki lineer artışlar doğrudandeşarj kanalının çapı ve kaplama zamanının artışı ile ilgilidir. Deşarj kanalının ve çevresinde oluşan yapının çapının artması,deşarj kanallarının yoğunluğundaki azalmayla dengelenir, böylece MAO işlemi, lineer şekilde ilerleyen bir süreç olarak devam eder.

Alüminanın hızlı katılaşması yarı kararlı $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazı oluşumuna neden olmaktadır [14]. MAO kaplamanın yüzeyi, her zaman elektrolitle temasta olduğundan, hızlı soğuma gerçekleşir ve dış yüzey katmanları $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ içermektedir. Ama alüminanın düşük ısı iletkenliği nedeniyle kaplamaların temel katmanı sıcak kalır (kanallarda meydana gelen ve kolaylıkla atılamayan ısıdan dolayı) ve yeterli yüksek sıcaklıktan dolayı, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'den $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'e dönüşüm meydana gelir. Böylece beklenen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ oranı kaplama-altlık arayüzüne kadar artarak devam eder. Sonuç olarak $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-}$

Al₂O₃'den sert olduđu için, arayüzeye yakın pik (maksimum) sertliđin nedeni olarak bu bölgelerdeki artan α -Al₂O₃ fazından kaynaklandığı anlaşılmaktadır [3].

Mikro ark oksidasyon işlemi, çok sayıda farklı parametrenin etkin olduđu bir işlemdir. Kaplamanın kalitesi alaşımanın ve elektrolitin bileşimine, elektrolitin sıcaklığına, işlem zamanına ve işlem voltajına, anodik akım yoğunluđuna ve katot/anot akım yoğunluđuna bađlıdır. Yüksek kalitede kaplamalar ancak iyi seçilmiş işlem parametreleri ile mümkündür. Geçmiş yıllarda MAO için kayda değeri gelişmeler elde edilse bile, henüz kaplamanın sistematik özellikleri net değildir. Bu yüzden yüksek kalitede kapmaların elde edilmesi için faz bileşimi ve mikro yapı çalışmalarına ihtiyaç duyulmaktadır. Genel olarak akım yoğunluđu, kaplamanın mikro yapısını etkileyen en önemli parametrelerden birisidir. Halbuki akım yoğunluđu üzerine yapılan araştırmaların sayısı çok azdır [2,18,7,25]. Bu yüzden mikro ark oksidasyon yönteminin tam olarak anlaşılabilmesi için, kaplama özelliklerini etkileyen parametreleri incelemek gerekmektedir.

Bu parametrelerden birincisi kullanılan elektrolittir: Yüzeyde oluşan kaplamanın yapısal özellikleri, öncelikle kullanılan elektrolit ile belirlenmektedir. Bugüne kadar yapılan tüm mikro ark oksidasyon araştırmalarında, oluşan kaplamanın özelliklerini geliştirebilmek adına çok çeşitli çözeltiler kullanılmıştır. Genel olarak bunlar alkali çözeltilerdir. Yapılan araştırmaların detayları gözleendiğinde kullanılan çözeltiler silikat türleri (Na₂SiO₃ gibi), KOH, NaOH, NaWO₃, Na₃PO₄.12H₂O ve hacimce fazla miktarda saf sudan oluşan çözeltilerdir. Söz konusu bu kimyasallar çözelti hazırlanırken farklı kaynaklarda ve farklı deneylerde ayrı ve değışik oranlarda birbirlerinin karışımı olarak kullanılmıştır. Burada önemli olan çözeltinin bazik karakterli olmasıdır [1-6, 18, 10-13, 22]. Bu yüzden yapılan çalışmalarda genellikle pH değeri 8'in altında düşmemesine özen gösterilmektedir. Örneđin yapılan bir araştırmada kullanılan çözelti içerisine ilave edilen Na₃AlF₆ sayesinde, işlem sırasında oluşan ve Eşitlik 4.2 ve 4.3'de verilen kimyasal reaksiyonların bir ara ürünü olan [Al(OH)C₄H₂O₆]²⁻ bileşigi pH değeri 8 in altında iken oluşmamaktadır.



Dolayısıyla kaplamanın mikrosertlik değeri azalmaktadır. Bu da kaplamanın kalitesini düşürmektedir [8].

Farklı Al-alışım altlıklar üzerine MAO prosesi ile elde edilen oksit kaplamaların birikme karakteristikleri incelendiği gibi tribolojik özellikleri de incelenmiştir. Örneğin elektrolitin Si içeriğinde bir artış MAO kaplamaların büyüme hızını arttırmakta, ayrıca kaplamada daha yumuşak olan aluminasilikat fazının (Al-Si-O) oluşumunu desteklemekte, böylece kaplama sertliğinin düşmesine neden olmaktadır [8]. Elektrolite inorganik tuz ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ilavesi, kaplama birikme hızını düşürürken toplam kaplama kalınlığının iç yoğun tabaka kalınlığına oranını marjinal olarak arttırmaktadır. Aksine, elektrolite SiC tozu ilavesi toplam kaplamanın yoğun tabakasının oranını düşürmektedir. Bununla beraber, SiC fazı tamamen kaplamanın dış poroz tabakasında bulunur, böylece MAO kaplamanın aşınma direncini, geliştirmez [35, 38].

İşlem süresi, mikro ark oksidasyon ile üretilen kaplamalarda oksit film tabaka kalınlığını etkileyen önemli parametrelerden birisidir. İşlem süresi arttıkça altlık yüzeyde oluşan film tabakasının kalınlığı artmaktadır. Çünkü oluşan akım yoğunluğu da işlem süresiyle doğru orantılı olarak artmaktadır. Ayrıca işlem süresinin artırılması oksit film tabakasında mevcut olan yoğun fazın miktarının da artmasını sağlamaktadır. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ olarak bilinen bu fazın miktarının fazla olması kaplama kalitesini artırmaktadır. Çünkü mevcut fazın miktarı, kaplamanın sertliğini, korozyon ve aşınmaya karşı direncini artırmaktadır. Kaplama süresinin artışı ile yüzey pürüzlülüğündeki lineer artış, kaplama süresinin artmasıyla deşarj kanallarının çapının lineer artmasına bağlanabilir. Kısaca işlem süresi arttıkça daha kalın oksit film tabakaları elde edilebilmektedir.

MAO prosesini etkileyen diğer bir önemli parametre ise kullanılan altlık malzemedir. Bilinmektedir ki alüminyum alaşımları 8 sınıfa ayrılmaktadır ve mikro ark oksidasyon çalışmalarında genellikle bunlardan 3 tanesi üzerinde (2XXX, 6XXX ve 7XXX) araştırmalar yapılmaktadır. Çizelge 4.1’de ise MAO kaplanmış alüminyum alaşımlarının sertlik ve relatif aşınma dirençleri verilmektedir [32].

Çizelge 4.1: MAO kaplanmış Al alaşımların sertlik ve aşınma dirençleri [31].

Alaşım Grubu	Seriler	Mikrosertlik (Hv)	Relatif Aşınma Direnci
Al-Cu-Mg	2024, 2014	1400-2000	1.0
Al-Mg-Si	6061, 6463	1300-1800	1.23
Al-Mg	5056	1200-1500	1.37
Al-Mg-Zn	2003		
Al-Zn-Mg	7075, 7175	1200-1600	1.45
Al-Si-Cu	A.319.0	800-1200	1.93
	1.305.0		

İşlem sırasında uygulanan akım yoğunluğuna bağlı olarak plazma deşarj sınırının aşılmasıyla oluşan deşarj kanalları sayesinde altlık ve elektrolitik çözelti arasında oluşan kimyasal reaksiyonlar sebebiyle oluşan kaplamanın faz yapısı değişebilmektedir. Çünkü sözkonusu kimyasal reaksiyonlar sonucu oluşan hekzagonal bağ yapısı farklılaşmaktadır. Elde edilen kaplama XRD yöntemiyle incelendiğinde mevcut yapıda empürüteler görülebilir. İşte bu emprüteler altlık malzemeden gelmektedir. MAO kaplama sadece α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ içeriğine sahiptir. Burada kaplamanın kalitesini görmek amacıyla α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ miktarlarına bakılmalıdır. Kısaca diğer işlem parametrelerinin etkisi de göz önünde bulundurulduğunda alaşım yapısı kaplama oluşum kinetiğini etkilemektedir.

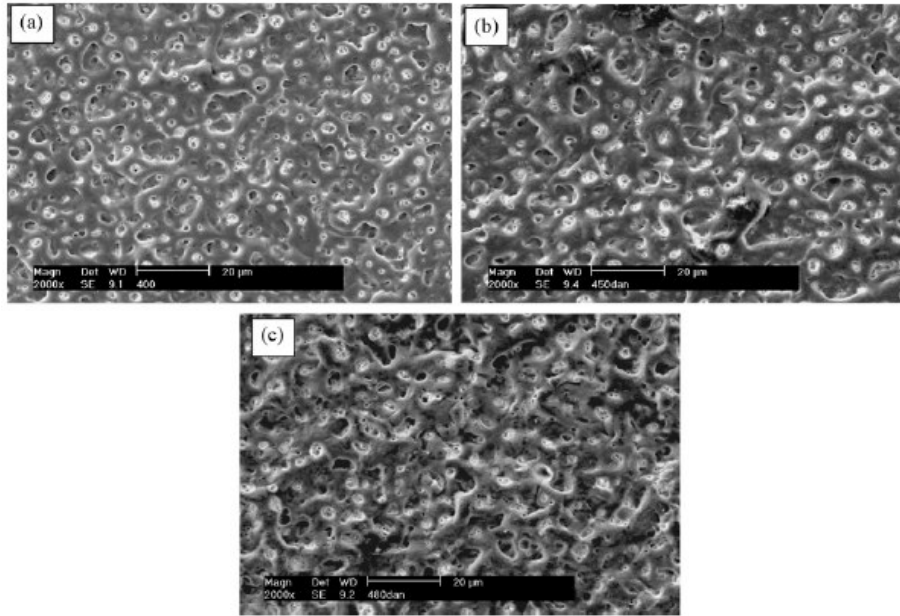
Elektrolitin sıcaklığı proses boyunca sabit tutulmalıdır. Çünkü mikro ark oksidasyon işlemi sırasında kaplama ile çözelti etkileşimi sonucu oluşan, kaplamayı sağlayan reaksiyonlar termokimyasal reaksiyonlardır. Yani sıcaklığın artması ya da azalması, mevcut reaksiyonlar sonucu oluşan yapıları farklılaştırabilir.

Oksit yapısında iki ayrı faz mevcuttur. Bunlar α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃'dır. İşlem sırasında, kaplama yapısında sürekli oluşumu gözlenen deşarj kanallarındaki yüksek sıcaklık, çözeltideki ısısal değişimden etkilenebilmektedir. Çözelti sıcaklığındaki büyük değişimler oluşan bu faz yapılarının kinetiğini etkileyerek kaplama yapısını ve özelliklerini olumsuz yönde etkileyebilmektedir.

Bununla birlikte MAO düzeneğinde mevcut bulunan soğutma sistemi de sıcaklığa etki etmekte ve dolayısıyla soğutma hızını etkilemektedir, örneğin plazma deşarj anında yarı

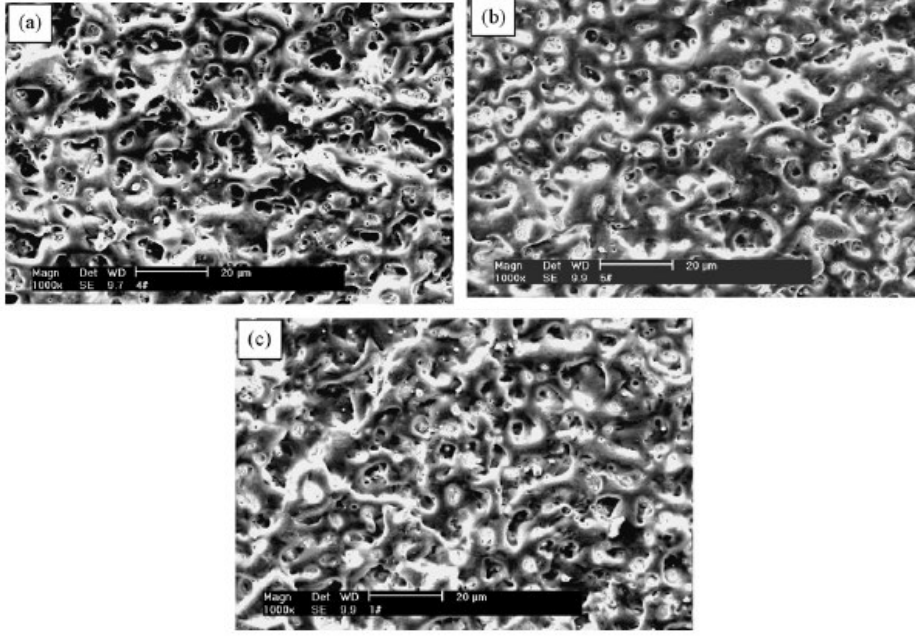
erimiş alumina düşük soğutma hızında α -Al₂O₃ ve yüksek soğutma hızında γ -Al₂O₃'ye dönüşmektedir. Sonuç olarak kaplama kalitesi sertlik, aşınma direnci ve korozyon direnci bakımından etkilenmektedir.

İşlem voltajı ve anodik akım yoğunluğu mikro ark oksidasyon parametrelerinden en önemli olanlarıdır. Çünkü bu parametrelerin değişimi kaplamanın özelliklerini istenildiği gibi belirlemeye imkan tanımaktadırlar. Kullanılan voltaj ve akım değerleri ile anodik akım yoğunluğu aslında birbirine paraleldir. Çünkü işlem sırasında uygulanan akım/voltaj değerleri ve anot malzemenin yüzey alanı sayesinde, uygulanan anodik akım yoğunluğu hesaplanabilmektedir. Genellikle yapılan araştırmalarda da voltaj/akım değerleri yerine kullanılan anodik akım yoğunluğu üzerinden sonuçlar yorumlanmaktadır. Uygulanan voltaj ne kadar çok olursa anodik akım yoğunluğu o kadar artmaktadır. Dolayısıyla kaplamanın yapısı ve yüzey morfolojisi değişmektedir. Yapılan araştırmalar göstermektedir ki voltaj arttığı sürece kaplama daha çok porozite içermektedir. Ayrıca yüzey pürüzlülüğü de o ölçüde artmaktadır (Şekil 4.4).



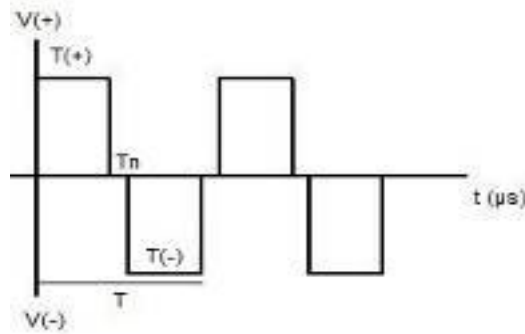
Şekil 4.3: Voltaj değerine bağlı olarak yüzey görünümünün değişimi (a) 400V, (b) 440V, (c) 480V.[51]

Öte yandan, işlem frekansı kaplama morfolojisini önemli ölçüde etkilemektedir. Şekil 4.5'ten görüldüğü gibi, 200 Hz'de oluşan porozite miktarı, 600 Hz işlem frekansında oluşan poroziteden çok daha fazladır.



Şekil 4.4: 480V altında (a) 200Hz (b) 400Hz (c) 600 Hz frekans değerlerinde yüzey morfolojisinde görülen değişim. [51]

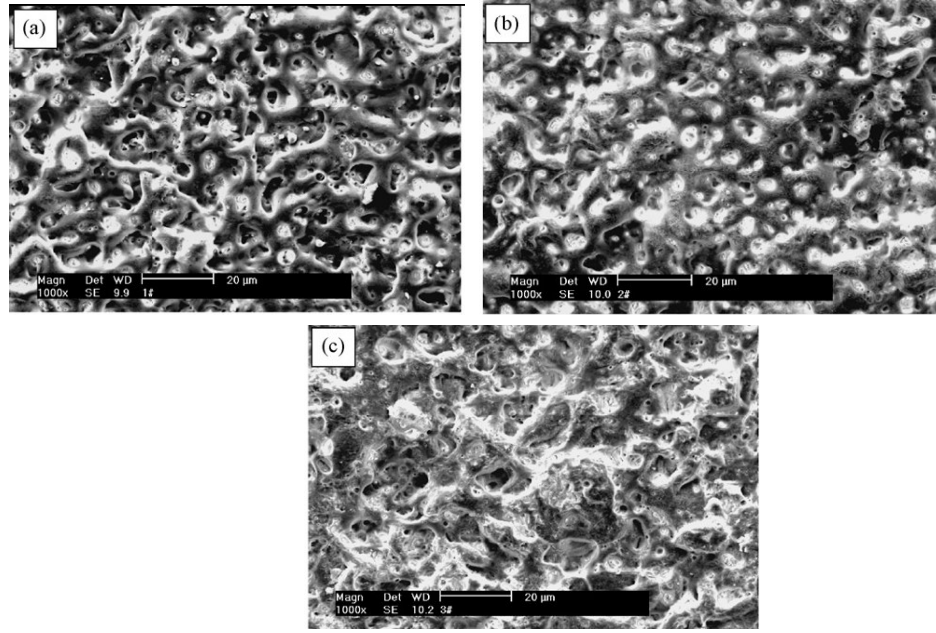
Yapılan araştırmalarda elektriksel parametrelerde önemli bir yere sahip olan vuruş oranının (duty cycle) etkisinin oksidasyon işleminde önemli bir yere sahip olduğunu göstermektedir. Özellikle çift kutup prensibiyle çalışabilen sistemlerde bu parametrenin etkisi önemlidir. Bu parametre, kare dalga akım prensibine göre çalışan oksidasyon sistemlerinde, Şekil 4.6’da şematik olarak görüldüğü gibi, pozitif ve negatif vuruş süresinin toplam çevrim süresine oranı olarak hesaplanmaktadır (Eşitlik 4.4).



Şekil 4.5: Pozitif ve negatif voltaj çevriminin şematik gösterimi.

$$Vuruş \text{ oranı} = \frac{T^{+} + T^{-}}{T_{toplam}} \quad (4.4)$$

Yüksek pozitif vuruş oranı değeri, elektrolit sıcaklığının artmasına, porozitenin artmasına ve işlem süresinin uzamasına sebep olmaktadır. Bu da kaplama morfolojisini etkilemektedir. Oksidasyonu etkileyen elektriksel parametreler, kaplamanın kullanılması istenen yer ve amaca göre değişebilir. Örneğin kaplama kalınlığının önemli olduğu uygulamalarda önem sırası öncelikle uygulanan voltaj ve anodik akım yoğunluğudur. Korozyon direncinin önemli olduğu durumlarda ise öncelik sırası uygulanan voltaj, frekans ve vuruş oranıdır. Düşük vuruş oranı, daha yoğun bir kaplama elde edilmesini sağlamaktadır.



Şekil 4.6: (a) %15, (b) %25 (c) %35 vuruş oranı değerlerinin yüzey morfolojisine etkisi [51].

Mikro ark oksidasyon işlemini geleneksel anodizasyon işlemlerinden ayıran en önemli ve en gerekli özellik, MAO'da uygulanan voltajın, kritik bozunma voltajı (dielectric breakdown) değerini aşması şartıdır. İşlem sırasında mikro ark deşarjlarının sayısı ve şiddeti, anodik ve katodik akım yoğunluğu şiddetlerinin birbirine yakınlığı ile orantılıdır. Bu da kaplama büyüme hızını etkilemektedir.

Kaplama kalınlığı çoğu zaman anodik akım yoğunluğuna bağlı olarak değişmektedir. Kullanılan altlık malzemeye ve boyutlara bağlı olarak, artan anodik akım yoğunluğu ile birlikte kaplama kalınlığı da artmaktadır[1, 5, 9].

Anodik akım yoğunluğunun değişmesiyle, alüminyum alaşımlarında MAO kaplamaların bileşimini, mikroyapısını hatta mekaniksel ve korozyon direnci

özellikleri değişebilmektedir. Kaplama oluşurken yüksek anodik akım yoğunluğunda α -Al₂O₃, düşük anodik akım yoğunluğunda ise γ -Al₂O₃ oluşmaktadır. Ayrıca yapıdaki porozite miktarı ve yoğunluk, anodik akım yoğunluğuna bağlıdır. Çünkü yüksek akım yoğunluğu her zaman için MAO kaplamalarda yüksek oranda α -Al₂O₃ içeriğini sağlamaktadır. Bu da kaplamanın sertliğini önemli ölçüde artırmaktadır [26].

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada 2024 kalite alüminyum alaşımına mikro ark oksidasyon işlemi uygulanmış ve bu yöntemle üretilen oksit tabakasının özelliklerine işlem parametrelerinin etkisi incelenmiştir.

Mikro ark oksidasyon işleminde, voltaj, akım, işlem süresi gibi değişken parametreler kullanılmış, daha sonra kaplamanın yapısal, mekanik ve korozyon özelliklerini belirlemeye yönelik deneylerle, optimum özelliklere sahip mikro ark oksidasyon işlem koşulları belirlenmiştir. İzleyen bölümlerde, deneysel çalışmaların detayları verilmektedir.

5.1 Mikro Ark Oksidasyon İşlemi

Mikro ark oksidasyon işlemlerinde, 30 kW kapasiteli güç kaynağına sahip bir mikro ark oksidasyon ünitesi kullanılmıştır. Mikro ark oksidasyon cihazında, pozitif ve negatif voltaj ve akım ile bunların uygulanma süreleri değiştirilebilmektedir.

İşlem öncesi, 25 mm x 5 mm x 5 mm ebatlarında hazırlanan numuneler, 240 – 2500 meş arasındaki SiC zımparalarla zımparalanmış, daha sonra ultrasonik banyoda saf su ve aseton ile yıkanarak temizlenmiş ve işleme hazır hale getirilmiştir.

Mikro ark oksidasyon işlemleri, alkali esaslı bir çözelti içinde, farklı pozitif/negatif voltaj ve akım eğrilerinde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kaplama karakterizasyonu sonuçlarına göre yukarıda bahsedilen işlem parametreleri değiştirilerek yeni kaplamalar üretilmiş ve optimum mikro ark oksidasyon parametreleri belirlenmiştir. Son olarak T6 ısıtma işlemi uygulanan numunelere optimum parametreler kullanılarak mikro ark oksidasyon işlemi uygulanmış ve ısıtma işleminin oksit tabakasının performansına etkisi incelenmiştir.

5.2 Karakterizasyon Çalışmaları

Mikro ark oksidasyon işlemleri sonrasında numune yüzeylerinin karakterizasyonu, makro ve mikro yüzey incelemeleri, kesit incelemeleri, X ışınları analizi, yüzey pürüzlülüğü ölçümleri, ıslanabilirlik testleri, sertlik ölçümleri, yapışma testleri, aşınma testleri ve korozyon testleri ile yapılmıştır.

Makro ve mikro yüzey incelemeleri, çıplak gözle, optik ve tarama elektron mikroskobu kullanılarak yapılmıştır. Kesit incelemeleri Leica optik mikroskopta, yüzey incelemeleri ise EDS donanımlı JEOL JSM-7000F marka taramalı elektron mikroskobunda (SEM) yapılmıştır. X-ışını difraksiyonu (XRD) incelemeleri, GBC MMA 027 model X-ışınları cihazında 28.8 mA, 35 kV güç değerlerinde CuK α tüp kullanılarak, 0 – 120° arasında 0.2°' lik artışlar ile taranarak gerçekleştirilmiştir.

Islanabilirlik (temas açısı) deneyleri, KSV Cam 200 cihazında hava ortamında ve saf su ile yapılmıştır. Bu deneylerde numune üzerine damlatılan saf su miktarı 5 μ l olarak sabit tutulmuştur. Bu yöntem ile su damlasının oksit kaplanmış yüzeyinin ıslatma kabiliyeti belirlenmiştir.

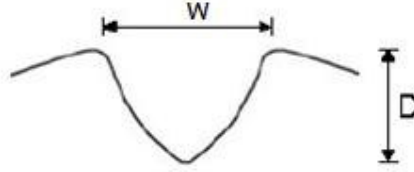
Yüzey pürüzlülüğü ölçümleri, Veeco Dectac 6M marka profilometrede 5 mg yük altında, numune yüzeylerinde 5000 μ m mesafede tarama yapılarak gerçekleştirilmiştir.

Sertlik deneyleri, CSM ya da Shimadzu marka mikrosertlik cihazlarında, numunelerin kesitleri üzerine 50-100 g yüklerle Vickers uç batırılarak ölçülmüştür. Her bir sertlik değeri, en az 10 ölçüm sonucunun ortalamasıdır. Bu ölçümler kaplama yapısındaki çok yoğun tabaka üzerinden alınmıştır.

Mikro ark oksidasyon işlemi uygulanmış numune yüzeylerine Rockwell C yapışma deneyi, Zwick Rockwell sertlik cihazında 150 kg yük ile yapılmış ve izler Leica optik mikroskop ile incelenmiştir.

Yüzeyde oluşturulan filmlerin aşınma deneyleri, karşıt hareketli (reciprocating) Tribotech aşınma cihazı ile kuru ortamda yapılmıştır. Deney öncesi numunelerin yüzey pürüzlülüğü uygun parlatma diskleri ile 0.2 μ m değerine indirilmiştir. Aşındırıcı malzeme olarak 6 mm çapında alumina top kullanılmıştır. Aşınma deneyleri 5N yük altında, 5 mm/s kayma hızıyla 5 mm uzunluğunda çizik oluşturularak yapılmıştır. Toplam kayma mesafesi 90000 mm'dir. Aşınma

deneylerinin sonrasında numunelerin aşınma yüzeyleri ve bilye yüzeyleri optik mikroskopta ve taramalı elektron mikroskobunda incelenmiştir. Numunelerin aşınma iz alanları (A), iz genişlik (W) ve derinliği (D) Veeco marka profilometre ile ölçüldükten sonra Eşitlik (5.1) ile hesaplanmıştır.



Şekil 5.1: Aşınma izinin Derinliğinin ve Genişliğinin Şematik Olarak Gösterimi

$$V = \frac{\pi}{4} L W D \quad (5.1)$$

V: Aşınma hacmi

L: Aşınma izinin uzunluğu (10 mm)

W: Aşınma izinin genişliği

D: Aşınma izinin derinliği olarak tanımlanmıştır.

Kaplamaların korozyon deneyleri, 30 g/l NaCl + 10ml/l HCl çözeltisi hazırlanarak yapılmıştır. Numunelerin tüm yüzeyleri 0.2 µm pürüzlülüğe sahip olacak şekilde hazırlanmıştır. Deney öncesinde ve deney sırasında numune ağırlıkları ölçülüp, yüzey incelemeleri optik mikroskopta yapılarak zamana göre değişim incelenmiştir.

6. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME

Bu bölümde 2024 alüminyum alaşımına uygulanan mikro ark oksidasyon işlemiyle üretilen kaplamaların fiziksel ve mekanik özellikleri ile Bölüm 4’de anlatılan işlem parametrelerindeki değişimin kaplama özelliklerine etkisi irdelenmiştir.

Yapılan deneysel çalışmalarda yüzeyde oluşan film yapısının karakteristiğini incelemek amacıyla akım kontrollü ve voltaj kontrollü mikro ark oksidasyon işlemleri uygulanmıştır. Voltaj kontrollü deneylerde uygulanan pozitif voltaj 300V-500V, negatif voltaj ise 50V-250V arasındadır. Akım kontrollü deneylerde ise uygulanan pozitif akım 2A-10A, negatif akım ise 0A-6A arasında değişmektedir. İşlemler 10 dakikalık prosesler şeklinde gerçekleştirilerek zamana bağlı olarak yüzeyde oluşan oksit film tabakasının morfolojisindeki değişim gözlemlenmiştir.

6.1 Yüzey İncelemeleri

Uygulanan mikro ark oksidasyon işleminde farklı voltaj ve akımlarda yüzeyde bir film tabakası oluştuğu gözlemlenmiştir. Voltaj kontrollü ve akım kontrollü deneylere ait numunelerin makro görüntüleri Çizelge 6.1 ve 6.2’de verilmektedir.

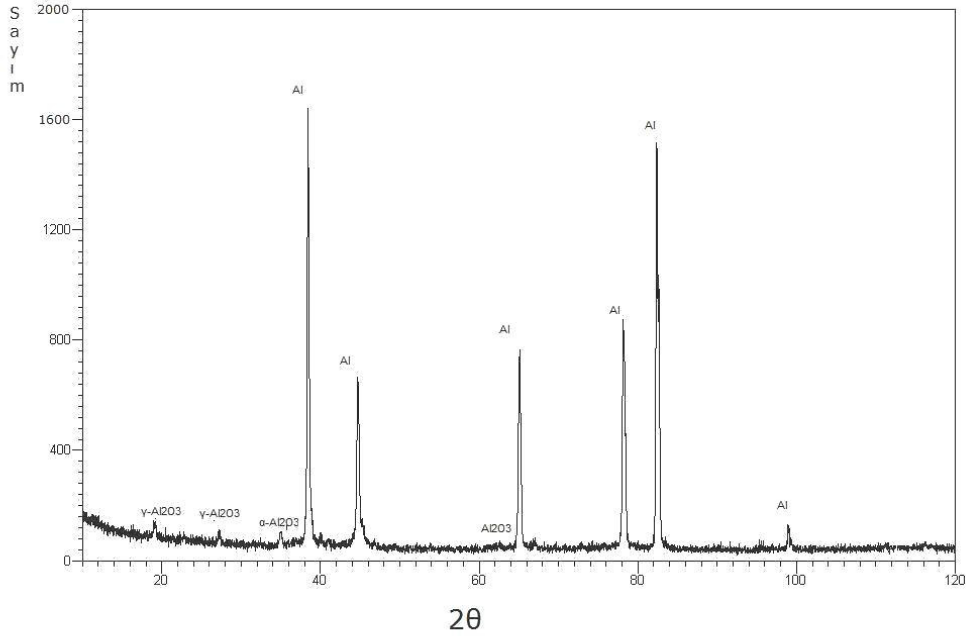
Çizelge 6.1: Voltaj kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin makro görüntüleri.

V(+/-) = 300V-50V	V(+/-) = 300V-100V	V(+/-) = 300V-200V	V(+/-) = 300V-250V
			
V(+/-) = 400V-50V	V(+/-) = 400V-100V	V(+/-) = 400V-200V	V(+/-) = 400V-250V
			
V(+/-) = 500V-50V	V(+/-) = 500V-100V	V(+/-) = 500V-200V	V(+/-) = 500V-250V
			

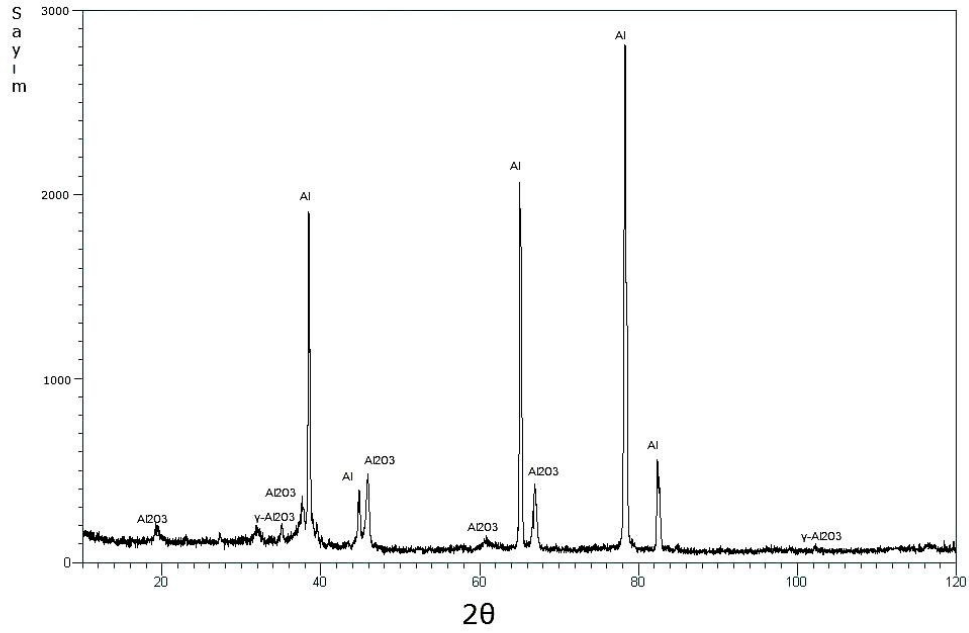
Çizelge 6.2: Akım kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin makro görüntüleri.

I(+/-) = 4A-1A	I(+/-) = 4A-2A	I(+/-) = 4A-3A	I(+/-) = 6A-0A
			
I(+/-) = 6A-2A	I(+/-) = 8A-4A	I(+/-) = 10A-2A	I(+/-) = 10A-8A
			

Çizelge 6.1 ve 6.2’den görüldüğü gibi pozitif ve negatif değerler birbirine yaklaştıkça numune yüzeyleri gri renkten kahverengiye doğru bir geçiş sergilemektedir. Açıkça görülebilen bu farkın yüzeyde oluşan oksit filminin farklı yapısından kaynaklandığı düşünülebilir. Farklı voltaj değerlerinde mikro ark oksidasyon uygulanan numunelerin X-ışınları difraksiyon paterni Şekil 6.1’de verilmiştir. Buna göre, yüzeyde beklendiği gibi bir oksit tabakası oluştuğu, bu oksit tabakasının esas olarak iki ayrı faz içerdği görülmektedir. Bunlar α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazlarıdır.



(a)



(b)

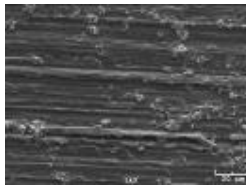
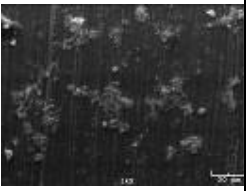
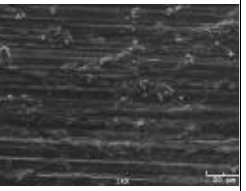
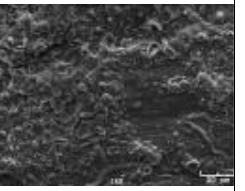
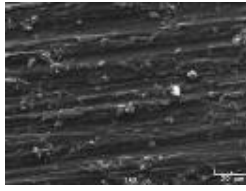
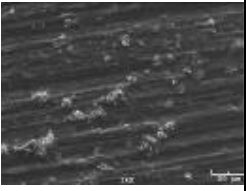
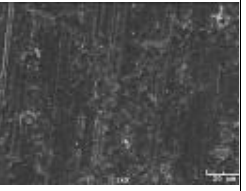
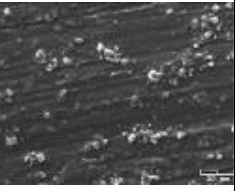
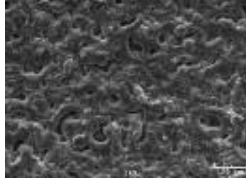
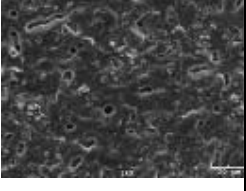
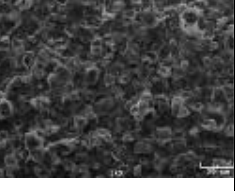
Şekil 6.1: Uygulanan voltajın değiştirilmesiyle farklı faz yapılarının oluşması
(a) 400V-200V (b) 500V-200V.

Jun Tian ve diğerleri [11], 2A12 alaşımına farklı voltajlarda uyguladıkları mikro ark oksidasyon işlemiyle elde ettikleri oksit film tabakasını incelediklerinde film katmanında Al_2O_3 yapısının olduğunu bulmuşlardır. Bu yapı incelendiğinde ise film katmanının iki ayrı faz yapısından oluştuğunu gözlemlemişler ve bu yapıların makro incelemede renk farkı olarak da belirlenebildiğini ve bu fazların $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazları olduğunu belirtmişlerdir. Makro ve mikro incelemeler karşılaştırıldığında yüzeydeki kahverengi yapının $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, daha iç tabakadaki yoğun yapının ise $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazı olduğunu bulmuşlardır.

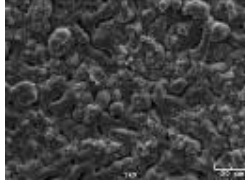
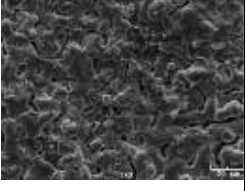
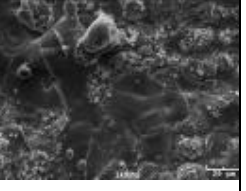
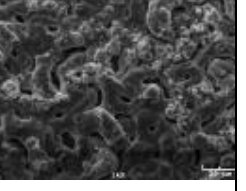
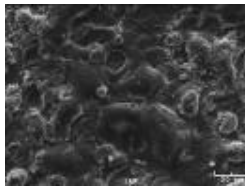
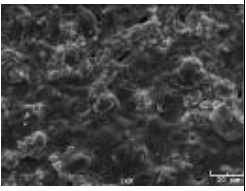
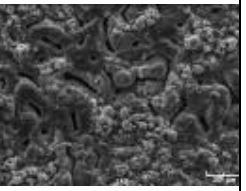
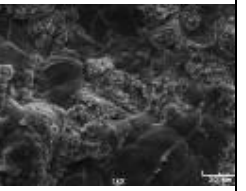
Gnedenkov ve diğerleri [8], A7 ve AMg_3 alüminyum alaşımlarına uyguladıkları mikro ark oksidasyon işlemlerinde farklı çözelti ve farklı voltajlar kullanarak, özellikle çözelti değişimini ve voltajın etkisini incelemişler ve uygulanan voltaja bağlı olarak anodik akım yoğunluğunun artmasıyla numune yüzeylerinde oluşan oksit tabakasındaki renk değişimini fark etmişlerdir. Bu değişim anodik akım yoğunluğunun artmasıyla açık griden kahverengiye doğru gözlenen bir değişimdir.

Çizelge 6.1 ve Çizelge 6.2’de belirtilen akım ve voltajlar uygulanarak oksitlenen numunelerin yüzey morfolojileri, taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) incelenmiştir. Farklı voltaj ve akım değerleriyle yapılan bu işlemlere ait görüntüler Çizelge 6.3 ve Çizelge 6.4’de görülmektedir. Mikro ark oksidasyon işlemi sonrası oluşan tipik görüntüsü, pürüzlü porlar içeren bir morfolojidir. Bu porlar, deşarj kanalları olarak adlandırılmaktadır. Por boyutu ve yüzeyin genel morfolojisi, uygulanan voltaj ve akım değerlerine bağlı olarak değişebilmektedir.

Çizelge 6.3: Voltaj kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

V(+/-) = 300V-50V	V(+/-) = 300V-100V	V(+/-) = 300V-200V	V(+/-) = 300V-250V
			
V(+/-) = 400V-50V	V(+/-) = 400V-100V	V(+/-) = 400V-200V	V(+/-) = 400V-250V
			
V(+/-) = 500V-50V	V(+/-) = 500V-100V	V(+/-) = 500V-200V	V(+/-) = 500V-250V
			

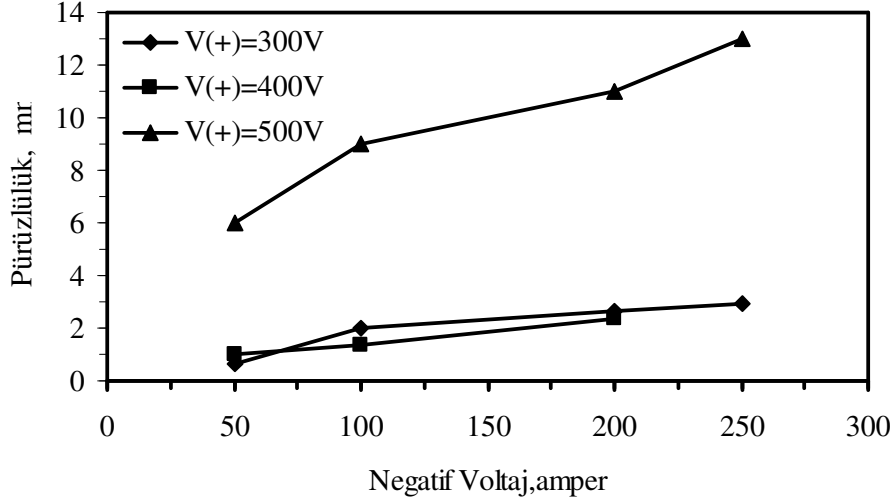
Çizelge 6.4: Akım kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

$I(+/-) = 4A-1A$	$I(+/-) = 4A-2A$	$I(+/-) = 4A-3A$	$I(+/-) = 6A-0A$
			
$I(+/-) = 6A-2A$	$I(+/-) = 8A-4A$	$I(+/-) = 10A-2A$	$I(+/-) = 10A-8A$
			

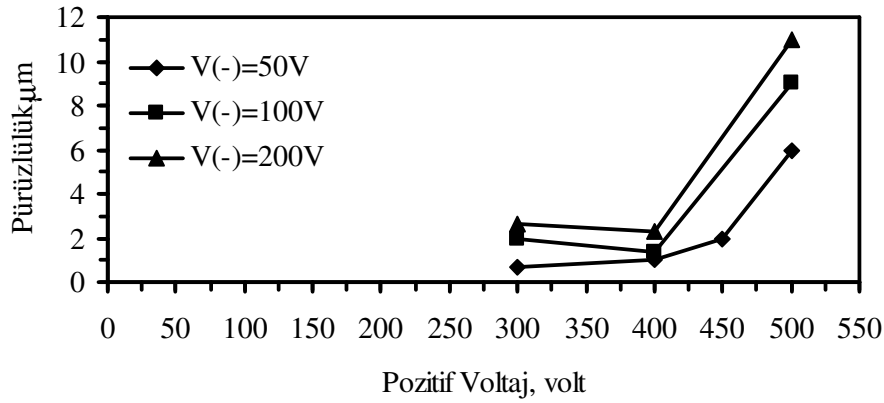
Çizelge 6.3 ve 6.4’de görüldüğü gibi hem akım kontrollü hem de voltaj kontrollü yapılan mikro ark oksidasyon işlemleri uygulanan akım ve voltaj değeri arttıkça daha poroz bir film katmanı elde edilmektedir.

Voltaj kontrollü deneylerde özellikle süre sabit tutulmak şartı ile uygulanan voltaj değerleri 300V ile 500 V arasında değişmektedir. Bu değişimin sonuçları incelendiğinde (Çizelge 6.3), artan voltaj değeri ile birlikte, MAO’ya özgü kritik bozunum voltajı (dielectric breakdown) değerinin aşılmasıyla, yüzeyde oksitlenmenin gerçekleştiği açıkça görülmektedir. Bu görüşü destekleyen bulgular, 300V’da işlem gören numunelerin yüzeyinde –yüzeyde herhangi bir oksit tabakası olmamamsından dolayı- hala zımpara çiziklerinin görünmesi, 500V’da işlem gören numunelerde ise, yüzeyin oksitle kaplanması sonucu tipik MAO morfolojisinin gözlenmesidir. SEM fotoğraflarından da anlaşılabacağı gibi uygulanan akım ve voltaj değerlerinin artmasıyla oluşan kaplama daha poroz bir yapıya dönüşmektedir. Bunun nedeni, Bölüm 4’de anlatıldığı gibi uygulanan anodik akım yoğunluğunun artmasıyla proses sırasında oluşan deşarj kanallarının sayısının artması ve sonuç olarak bu kanallar etrafında yüksek ısı değişimi sebebiyle amorf bir katılaşmanın gerçekleşmesidir. Proses devam ettiği sürece bu kinetik olay kendini sürekli tekrarlamaktadır. Dolayısıyla yani açılan deşarj kanalları sayesinde altlık malzemeden gelen iyonlar, elektrolit çözeltisiyle reaksiyona girerek yeni katmanları

oluşturmaktadır. Yüzey morfolojisi incelendiği zaman, bu durum daha pürüzlü bir yapı oluştuğunu göstermektedir. Şekil 6.2 (a) ve (b)'de uygulanan pozitif ve negatif voltaj değişimine göre yüzey pürüzlülüğündeki değişim görülmektedir.



(a)

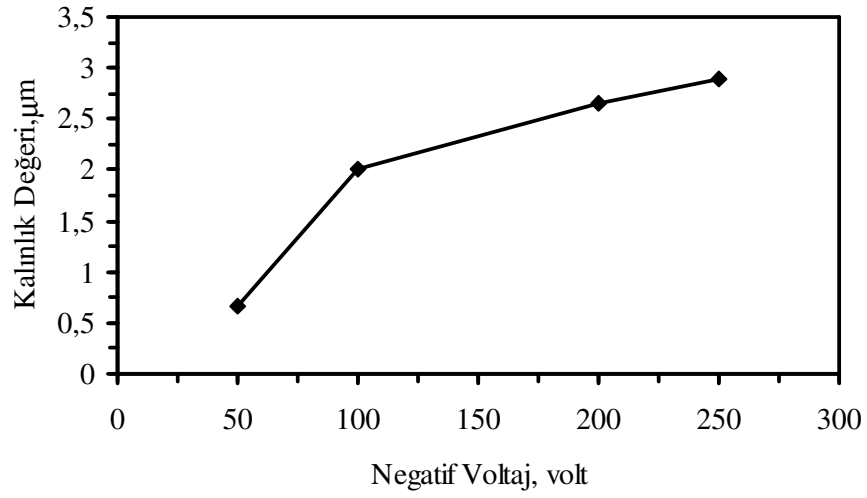


(b)

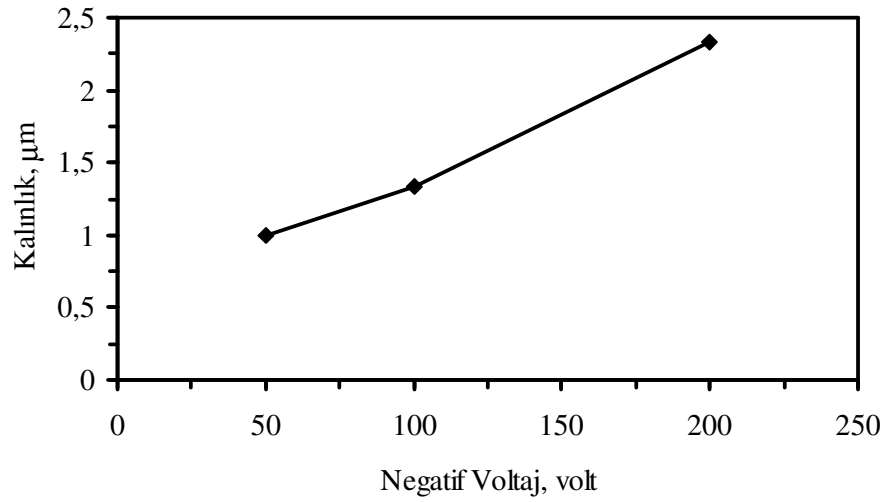
Şekil 6.2 : Ortalama yüzey pürüzlülüğünün (a) negatif voltaja ve (b) pozitif voltaja bağlı olarak değişimi.

Şekil 6,2'den görüldüğü gibi, uygulanan voltaj değerinin (pozitif ya da negatif) artması, yüzey pürüzlülüğünü arttırmaktadır. Özellikle 500V pozitif voltaj değerinde, negatif voltaj değerlerinin artmasına bağlı olarak yüzey pürüzlülüğü önemli ölçüde yükselmektedir. Benzer şekilde sabit negatif voltaj değerlerinde, pozitif voltajın 500V olması durumunda yüzey pürüzlülüğü en yüksek seviyesine ulaşmaktadır. Öte

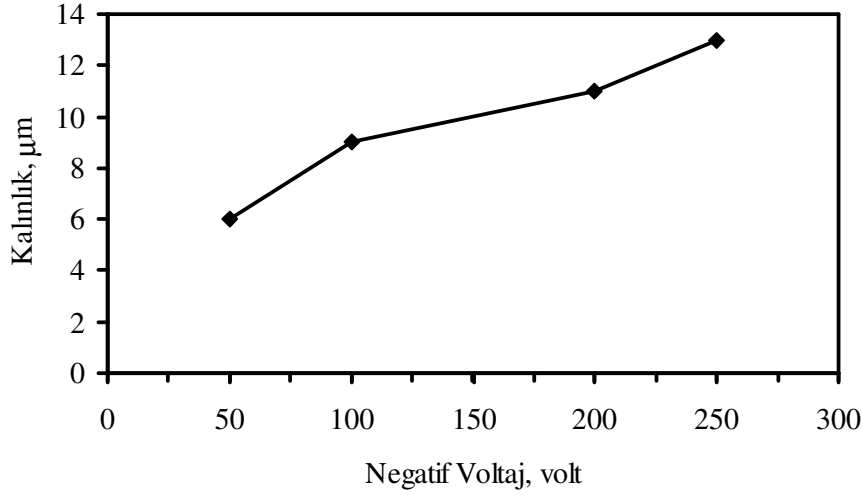
yandan uygulanan negatif ya da pozitif voltaja bağı olarak oksit tabaka kalınlığının değişimi, Şekil 6.3’de verilmiştir. Uygulanan pozitif veya negatif voltajların artmasıyla yüzeyde biriken oksit film tabakasının kademeli olarak arttığı gözlemlenmiştir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 6.3: Pozitif voltaj (a) 300V iken, (b) 400V iken (c) 500V iken negatif voltaj değişimine göre kaplama kalınlığındaki değişim.

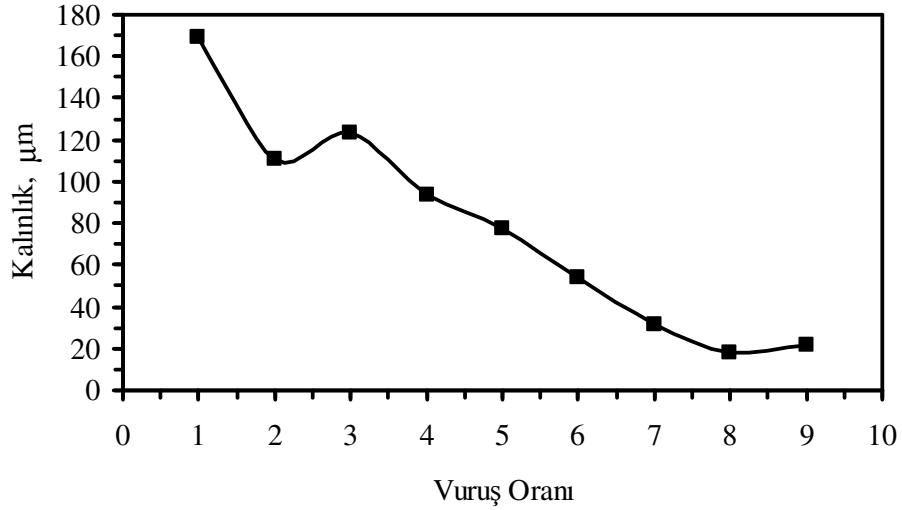
Fanya Jin ve diğerleri [24], 2.6–3.2% Cu, 2.0–2.4% Mg, 0.45–0.7%Mn bileşimine sahip LY2 alüminyum alaşımına uyguladıkları MAO oksidasyon ile yüzey özelliklerini ve porozite yapısını geliştirmeyi amaçlamışlardır. Bu amaçla yaptıkları çalışmada kullandıkları elektrolit çözeltisine demir ilavesiyle oluşan film tabakasındaki değişimi incelemişlerdir. Elde edilen kaplamalar karakterize edildiğinde ince kaplamaların daha az pürüzlülüğe sahip olduğunu ve kaplama kalınlığı arttıkça yüzey pürüzlülüğünün arttığını gözlemlemişlerdir.

Sundararajan ve diğerleri [26], 7075 alüminyum alaşımına mikro ark oksidasyon yöntemiyle elde ettikleri kaplamalarda, kaplama kalınlığı elde etmek için gerekli oluşum mekanizmasını incelemişlerdir. Yaptıkları çalışmada öncelikle mikro ark oksidasyonu etkileyen parametrelerden, zamanın etkisini incelemişler ve 1, 3, 5, 20, 20 ve 30 dakikalık sürelerle oksidasyon yapmışlardır. Artan işlem süresi ile oluşan oksit film tabakası ilişkisi incelendiğinde, işlem süresiyle kaplama kalınlığının lineer bir artışta olduğu gözlemlemişlerdir.

Yüzey morfolojisi incelendiğinde ise artan kaplama kalınlığı ile yüzey pürüzlülüğünün arttığı ve daha ince kaplamaların daha az pürüzlülüğe sahip olduğu sonucuna varmışlardır. Ayrıca yüzey pürüzlülüğüne etki eden diğer bir faktör de Bölüm 4’de anlatılan ve bu çalışmada önemli bir yere sahip olan vuruş oranı (duty

cycle) etkisidir. Yapılan deneylerde vuruş olarak belirtilen ve pozitif/negatif uygulama süresi olarak da belirtilen değer %98 dir.

İş gücü parametresinin tam anlamıyla etkisini görebilmek için zaman ve uygulanan voltaj sabit tutularak, uygulama süresinin değerleri değiştirilerek farklı oranlarda vuruş oranı sağlanarak oksidasyon yapılmıştır. Şekil 6.4’de kaplama kalınlığının vuruş oranı miktarına göre değişimi görülmektedir.



Şekil 6.4: Kaplama kalınlığının vuruş oranına göre değişimi.

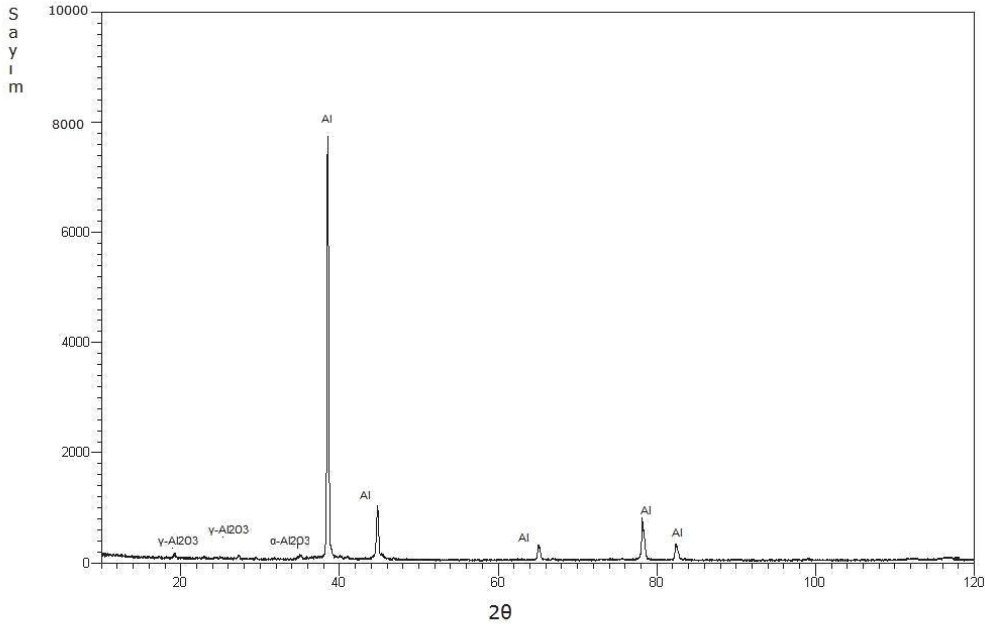
Yukarda görüldüğü gibi uygulanan vuruş oranı azaldıkça elde edilen kaplama kalınlığı azalmaktadır. Buna bağlı olarak da deşarj kanallarının sayısı ve etraflarında oluşan katı eriyik yoğunluğu azaldığından pürüzlülük oranı da azalmaktadır.

Zhang ve diğerleri [51], elektriksel parametrelerin mikro ark oksidasyona etkilerini incelemek amaçlı yaptıkları çalışmada, uygulama süresi/vuruş oranı etkisinin ancak uygulanan voltaj değeri, kritik bozunum voltajı değerini aştığında, yani yeteri kadar yüksek voltajda fark edilir derecede olduğunu bulmuşlardır. Bu etkiyi görebilmek için $20A/dm^2$ anodik akım yoğunluğu altında 480V’luk potansiyel enerjide, uygulama süresinin değiştirilmesiyle elde edilen oksit filmlerin yüzeylerinde gözle görülür bir değişim fark edilmiştir. Özellikle uygulama süresinin miktarı artırıldıkça yüzey pürüzlülüğünde ve porozite miktarında önemli oranda bir artış mevcuttur.

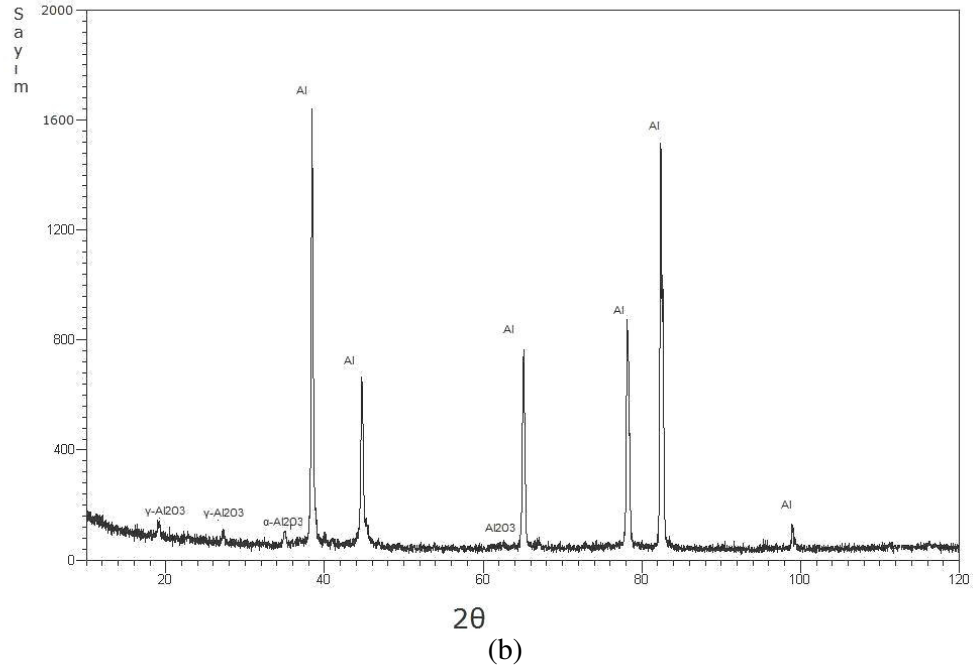
6.2 X-Işını Difraksiyon (XRD) Çalışmaları

Seçilen voltaj ve akım değerlerine göre uygulanan mikro ark oksidasyon işlemi sonucunda alüminyum altlık üzerinde bir oksit film tabakası oluştuğu ve bu filmin amorf yapılı ve hekzagonal sistemli Al_2O_3 olduğu daha önce belirtilmişti. Yapılan X-ışınları incelemelerinde uygulanan farklı voltaj ve akım değerlerine göre farklı faz yapılarının oluştuğu gözlemlenmektedir. Genel olarak oluşan oksit film tabakasına hakim fazlar $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'dır. İşlem parametrelerinin değiştirilmesiyle fazların oranları oksit tabakasında değişiklik göstermektedir.

Uygulanan voltaj veya akım değerlerinin artırılmasıyla yüzeyde oluşan oksit film tabakasındaki kalınlık artışı ve yüzey pürüzlülüğündeki artış da işlem süresince voltaj vs. gibi değerlerin değişmesiyle elde edilen fazların oluşması veya mevcut fazların miktarının artmasından kaynaklanmaktadır. Örneğin uygulanan pozitif voltaj 400V değeri sabit tutulup, uygulanan negatif voltaj değeri değiştirildiğinde aynı işlem süresi içerisinde oluşan fazların miktarlarında artış mevcuttur. Bu durum Şekil 6.5 (a) ve (b)'de açıkça görülmektedir.



(a)



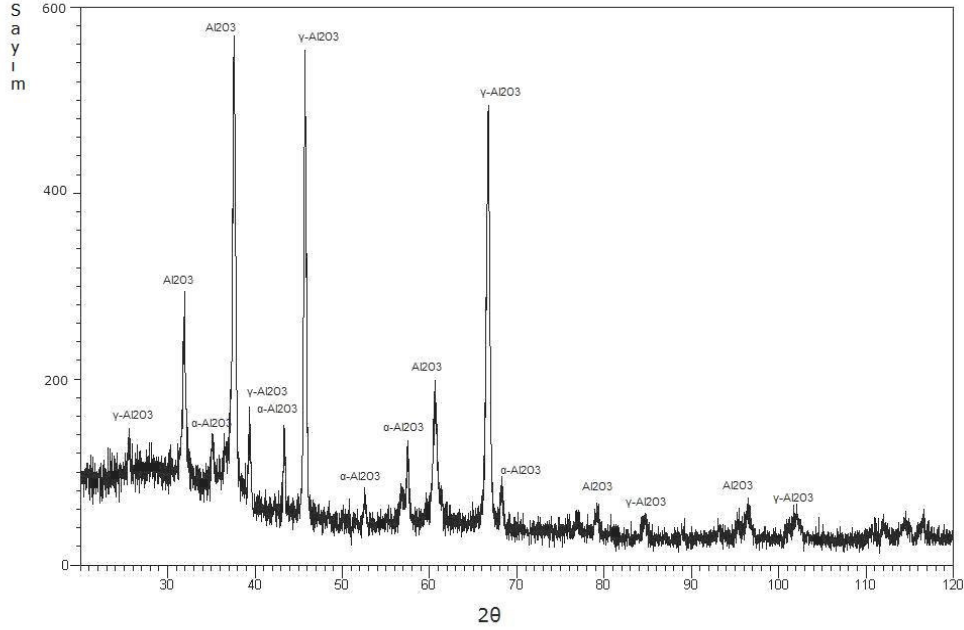
Şekil 6.5: Pozitif voltaj 400V iken negatif voltaj (a) 100V (b) 200V uygulandığında oluşan faz yapılarındaki artış oranı.

Yapılan bu X-ışınları analizinde belirtildiği gibi pozitif voltaj sabit tutularak aynı işlem süresinde, artan negatif voltaj ile birlikte oluşan α - Al_2O_3 fazının miktarında artış olduğu açıkça görülmektedir.

Daha önceden de bahsedildiği gibi oksit film tabakasını oluşturan iki ayrı faz mevcuttur ve bu fazlar α - Al_2O_3 ile γ - Al_2O_3 'dir. Bir kaplamada α - Al_2O_3 oranının yüksek olması o kaplamanın kalitesini de artırmaktadır. Çünkü α - Al_2O_3 , fazına göre çok daha yüksek mekaniksel özelliklere sahip bir fazdır. Ayrıca α - Al_2O_3 nın ergime sıcaklığının 2000°C'nin üzerinde olduğu düşünüldüğünde oksidasyon sırasında deşarj kanalları çevresinde gerçekleşen reaksiyonun ne derece şiddetli olduğu kolayca anlaşılabilmektedir.

Artan anodik akım yoğunluğu ve işlem süresiyle birlikte kaplama kalınlığı artmaktadır. Özellikle kaplama kalınlığı arttıkça yapıda mevcut olan α - Al_2O_3 oranının yüksek olduğu görülmüştür. Kaplamanın yüzeye yakın yerlerinde ise γ - Al_2O_3 fazının baskın faz olduğu literatürde belirtilmektedir [16,33,36,56,61]. Ancak bu miktar toplamda α - Al_2O_3 dan fazla değildir. Çoğu araştırmada da belirtildiği gibi γ - Al_2O_3 yüzeydeki ölü tabaka olarak nitelendirilmektedir [16, 26, 53, 55,].

Daha önce belirtildiği gibi voltaj ve akım uygulama süresinin değiştirilmesiyle elde edilen kalın kaplamalar incelendiğinde, yukarıda bahsedilen α -Al₂O₃ fazında görülen artış ispatlanabilmektedir. Örneğin pozitif uygulama süresi 1000 μ s olan bir işlem süresince elde edilen 170 μ m'luk bir kaplamaya ait X-ışınları sonucu Şekil 6.6'da verilmiştir.



Şekil 6.6: Pozitif voltaj uygulama süresi 1000 μ s olan kaplamaya ait XRD paterni.

Şekil 6.6'da da görüldüğü gibi artan uygulama süresiyle elde edilen yüksek kalınlıktaki kaplamada α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazlarına ait pikler mevcuttur.

Yang ve diğerleri [41], yaptıkları çalışmada saf alüminyum numunelere maksimum 1000V değerine kadar, alkali çözelti içerisinde mikro ark oksidasyon işlemi gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri oksit filmin X-ışını analizi sonucunda mevcut yapıda α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ ve eser miktarda amorf fazlar olduğunu gözlemlemişlerdir. Özellikle α -Al₂O₃ fazının tabakada yoğun olarak bulunduğunu fark etmişlerdir. Yaklaşık 240 μ m'lik kaplamalarında α -Al₂O₃ fazına uyguladıkları mikrosertlik testleri ile 2600 kg/mm² yüksek bir değer elde etmişlerdir. Bu da α -Al₂O₃ fazının kaplama kalitesini önemli derecede etkilediğini kanıtlamaktadır.

Xue ve diğerleri [53], 2024 alüminyum alaşımına 1000V kapasiteli bir MAO sisteminde, alkali çözelti içerisinde uyguladıkları oksidasyon işlemi sonucunda, elde edilen kaplamanın karakteristiği incelediklerinde, x ışınları sonucu, kaplama yapısının α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃ fazlarından oluştuğunu tespit etmişlerdir. Kesit

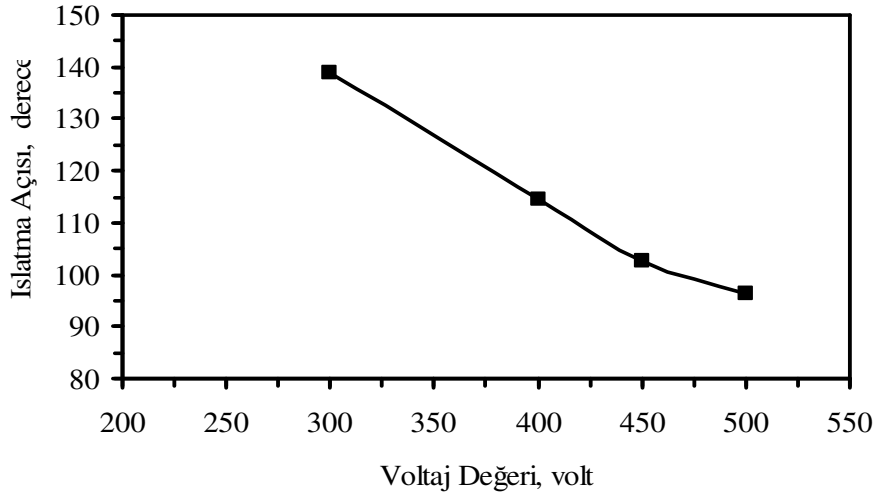
incelemelerinde oksit tabakasında en fazla bölgeyi α -Al₂O₃, nın oluşturduğunu, γ -Al₂O₃ nın ise %12 gibi az bir oranda yüzeye yakın kısımda bulunduğunu belirtmişlerdir. Numunelerin mekanik testleri sonucunda α -Al₂O₃, olan kısma, yani altlığa yakın olan bölgenin, yüzeye yakın bölgelere göre çok daha yoğun ve sert bir yapıya sahip olduğunu bulmuşlardır. Dolayısıyla α -Al₂O₃ fazından oluşan bu yoğun bölgenin kaplamanın sertlik ve elastik modül gibi çok önemli iki temel mekanik özelliğini karakterize ettiğini tespit etmişlerdir.

Curran ve diğerleri [16], 6082 alüminyum alaşımına uyguladıkları MAO işleminde oksit tabakasının termo-fiziksel özelliklerini araştırmışlardır. Yaptıkları çalışmada pozitif 400V-600V ve negatif 150V-250V arasında değişen voltaj kontrollü deneyler sonucunda elde ettikleri kaplamada yoğun faz olarak tam kararlı α -Al₂O₃'nin olduğunu tespit etmişlerdir. Yarı kararlı γ -Al₂O₃ fazı mevcut tabakanın yaklaşık %30 lık bir kısmını oluşturmaktadır. Oksidasyon işlemi sırasında uygulanan yüksek voltaj sayesinde, yapıda sürekli oluşan γ -Al₂O₃ ve amorf fazların, oluşan yüksek sıcaklık sayesinde kararlı α -Al₂O₃ fazına dönüştüğünü fark etmişlerdir. α -Al₂O₃ fazının da yüksek oranda olması kaplamanın termo-fiziksel olarak iyi özellikler gösterdiğini açıklamaktadır.

6.3 Islanabilirlik Çalışmaları

Islanabilirlik, termal dengede iken damla ile yüzey arasında oluşan temas açısı olarak tanımlanabilir. Damlanın damlatıldığı yüzeye ve kullanılan sıvıya bağlı olarak damla çeşitli şekiller alabilir. Damla ile yüzey arasındaki temas açısının 0 ile 90° arası olması durumunda sıvının yüzeyi ıslatabildiği, temas açısının 90 ile 180° olması durumunda damlanın yüzeyi ıslatamadığı söylenir [87].

Islanabilirlik bir bakımdan yüzey enerjisiyle de ilgilidir. Yüzey enerjisi düştüğü sürece ıslatma açısı artar. Mikro ark oksidasyon işlemi uygulanmış numunelere ait ıslatma açısının uygulanan voltaja bağlı olarak değişimi, Şekil 6.7'de verilmiştir.



Şekil 6.7: Artan voltaj değerine bağlı olarak ıslatma açısındaki değişim.

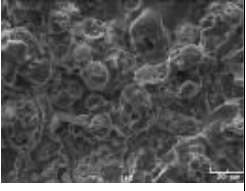
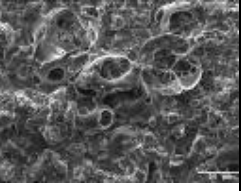
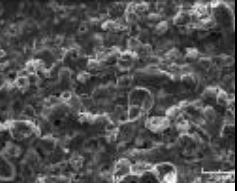
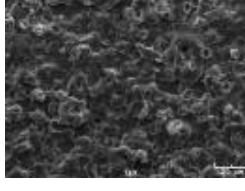
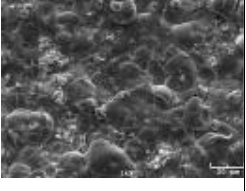
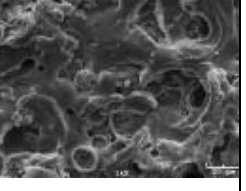
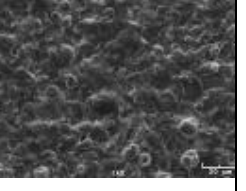
Yukardaki grafikten de görüldüğü gibi artan voltaj değerine bağlı olarak ıslatma açısı değerinde azalma görülmektedir. Daha önceden bahsedildiği gibi artan voltaj değeriyle yüzey pürüzlülüğündeki lineer artış sonucu , ıslatma açısındaki bu düşüş gözlemlenebilmektedir. Pürüzlülüğün artması yüzey enerjisini artıracığından ıslatma açısı değerinde azalma görülmektedir. daha önce bahsedilen işlem parametrelerinin etkisi gözönüne alındığı zaman, yüzey pürüzlülüğünün artmasına sebep olan yüksek voltaj/akım değeri, yüksek anodik akım yoğunluğu, yüksek bekleme süresi (duty cycle) gibi değerler arttıkça pürüzlülük değeri artacağından, ıslanabilirlik kabiliyeti azalmaktadır.

6.4 Sertlik Deneyi Sonuçları

Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda mevcut numunelerin yüzey özellikleri incelenerek kaplama kalınlığının yüksek olduğu numuneler sertlik testi için seçilmişlerdir. Çünkü önceki kısımlarda bahsedildiği gibi kaplama kalınlığının yüksek olması, oksit film içerisindeki kararlı α - Al_2O_3 fazının çok olması anlamına gelmektedir. Kararlı α - Al_2O_3 fazı bir kaplama içerisinde ne kadar çok olursa mekaniksel ve fiziksel özellikler o derece yeterli olmaktadır. Bu araştırma için seçilen pozitif 500V negatif 100V uygulanarak elde edilen oksit filmleri kullanılmıştır. Kullanılan numunelerde değişen işlem parametresi uygulanan pozitif/negatif bekleme süreleridir. Yaklaşık olarak kaplama kalınlıkları 18-170 μm arasında

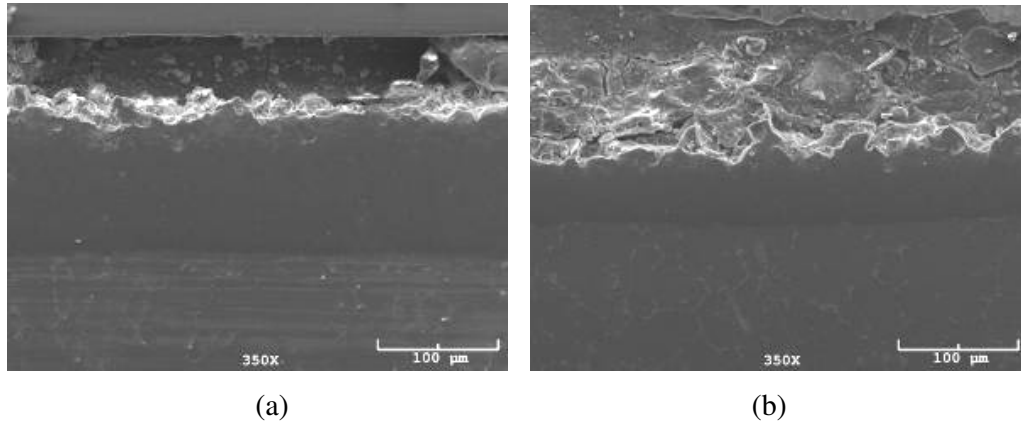
değişmektedir. Söz konusu numunelere ait SEM görüntüleri Çizelge 6.5’de verilmiştir.

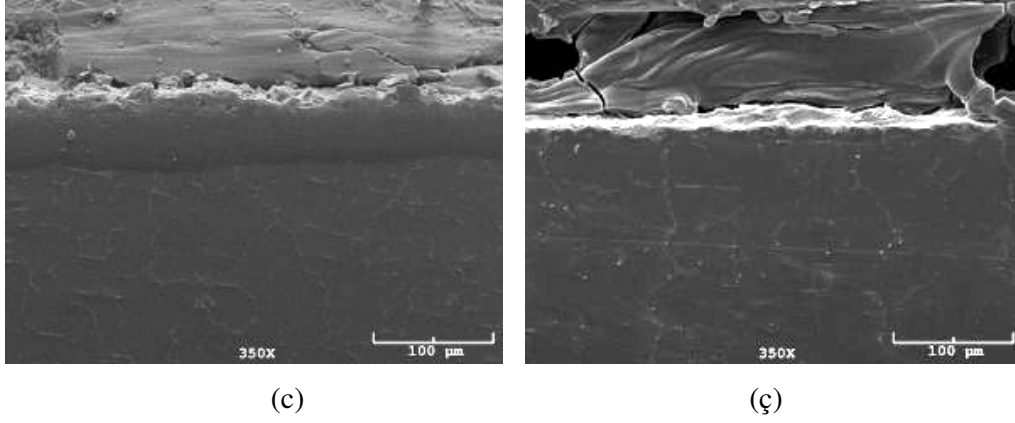
Çizelge 6.5: Voltaj kontrollü MAO işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinin voltaj uygulama süresine göre değişimi.

T(+) 1000 μ s T(-) 5000 μ s	T(+) 3000 μ s T(-) 5000 μ s	T(+) 4000 μ s T(-) 5000 μ s	T(+) 5000 μ s T(-) 4000 μ s
			
T(+) 5000 μ s T(-) 3000 μ s	T(+) 5000 μ s T(-) 1000 μ s	T(+) 5000 μ s T(-) 5000 μ s	T(+) 5000 μ s T(-) 2000 μ s
			

Çizelge 6.5’den görüldüğü gibi bekleme süresindeki değişim yüzey morfolojisini önemli ölçüde etkilemektedir. Özellikle T(+) 1000 - T(-) 5000 bekleme süresine sahip numune en pürüzlü yüzeye sahiptir. Bu sebeplerden ötürü, sertlik ölçümü sağlıklı bir şekilde yüzeyden yapılamamaktadır. Çünkü oksit filmin üst katmanında bulunan ve ölü tabaka olarak adlandırılan yarı kararlı γ -Al₂O₃ fazının kolay giderilebilir olması, sertlik ölçümünü engellemektedir. Bu yüzden sertlik testleri numunelerin kesitleri hazırlanarak yapılmıştır.

Uygulanan bekleme süresi farkı sayesinde yüzeyde oluşan oksit tabakasındaki kalınlık farkı Şekil 6.8’de görülmektedir.

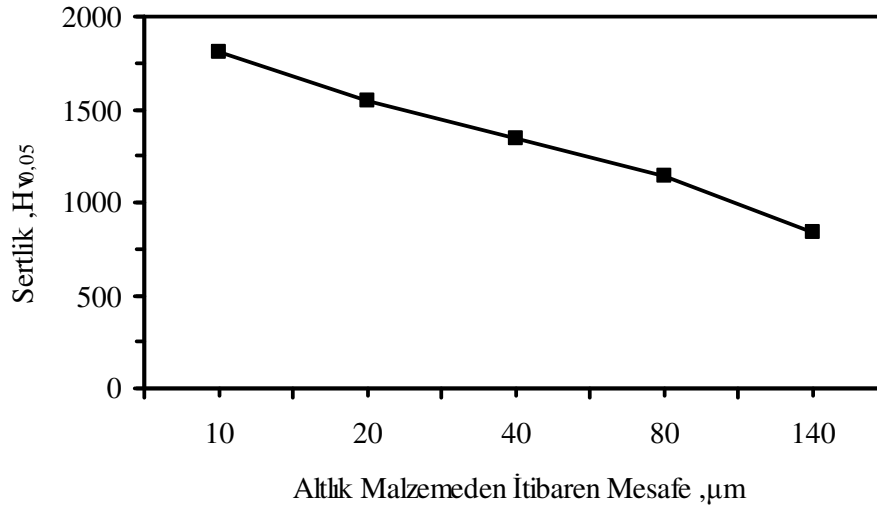




Şekil 6.8: Değişen bekleme süreleri ile elde edilen farklı kalınlıklardaki kaplamaların kesitinin SEM görüntüsü;(a)130 µm, (b)80 µm, (c)50µm, (ç)18 µm

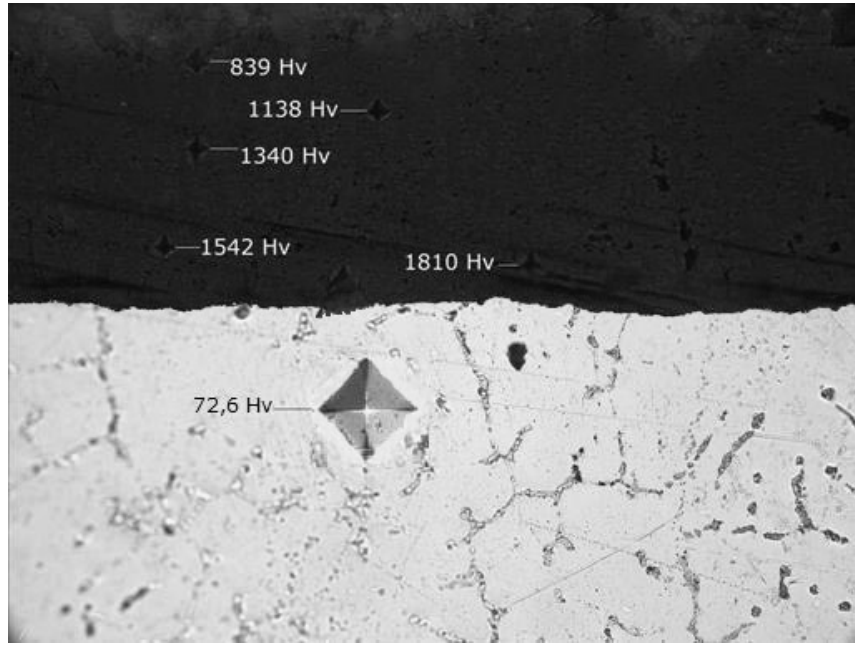
Vuruş (duty cycle) oranlarına göre elde edilen numunelerden 4 tanesi kaplama kalınlığı sırasına göre seçilmiş, 50 ve 100 g yükler kullanılarak Shimadzu mikrosertlik cihazında sertlik ölçümleri yapılmıştır.

Mikrosertlik deneyi, altlık malzemeden başlayarak yüzeye kadar yaklaşık 20 µm'lik aralıklarla ölçülerek yapılmıştır. Deney sonrasında yapılan incelemede daha önce de belirtildiği gibi kaplamada yoğun faz olarak bulunan altlığa yakın kısımdaki, α - Al_2O_3 fazının sertlik değerleri, yüzeye yakın ve yarı kararlı γ - Al_2O_3 fazının sertlik değerlerinden daha yüksek olarak bulunmuştur (Şekil 6.8).



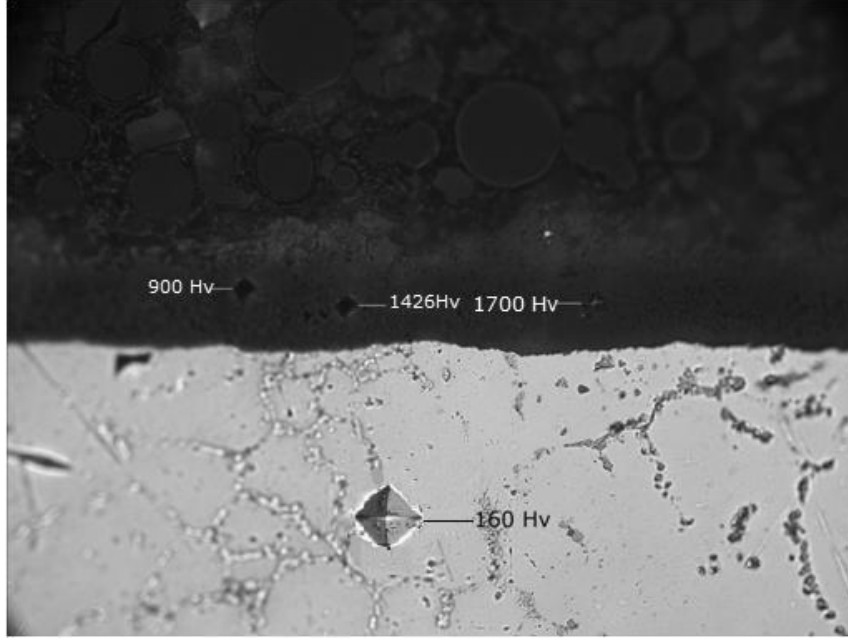
Şekil 6.9: T(+)=1000µs–T(-)=5000µs Bekleme Süresinde V(+)=500V–V(-)=100V Parametrelili MAO Kaplamanın arayüzeyden itibaren yüzeye doğru mikrosertlik değişimi.

Şekil 6.9'den de görüldüğü gibi altlık malzemeye en yakın bölgelerin sertlik değerleri en yüksek çıkmakta ve yüzeye yakın yerlerde en düşük çıkmaktadır. Altlık malzemeden yaklaşık 10 μm mesafede elde edilen değer 1820 HV'dir. Yüzeye yakın yerlerden alınan en düşük değer ise 839 HV'dir. Altlık malzemenin sertlik değeri 70 Hv olduğu düşünüldüğünde bu değer bile oldukça yüksektir. Daha önce de belirtildiği gibi bunun sebebi oluşan farklı faz yapılarından kaynaklanmaktadır. Elde edilen izler ve sertlik değerleri Şekil 6.10'da görülmektedir.



Şekil 6.10: T(+) $1000\mu\text{s}$ –T(–) $5000\mu\text{s}$ bekleme süresinde V(+)=500V-V(–)=100V parametrelili MAO kaplamanın sertlik deneyine ait optik mikroskopta çekilmiş mikroyapı görüntüsü (50x).

Altlık malzeme olan 2024 alüminyum alaşımına T6 ısıtma işlemi uygulanmış ve daha sonra mikro ark oksidasyon işlemi uygulanmıştır. Bu işlem sonrasında oksit tabakasındaki sertlik değişimi incelenmiştir (Şekil 6.11)



Şekil 6.11: T6 ısıt işlem uygulanmış numuneye ait mikroyapı görüntüleri ve mikrosertlik değerleri.

Şekil 6.11’da görüldüğü gibi kaplama elde edilen sertlik değerleri standart ölçüler içerisinde. Ancak burada önemli olan, kaplama kalınlığı ile göz önüne alınıp karşılaştırıldığında aynı faz yapılarında, ısıt işlemsiz numuneye göre daha yüksek sertlik değerlerinin elde edilmiş olmasıdır. Bu farklılığın sebebi, bölüm 4’te detaylı olarak anlatılan mikro ark oksidasyonun bir karakteristiği olan plazma deşarj kanallarıdır. Oksidasyon süresince sürekli reaksiyon halinde olan deşarj kanalları, altlık malzemeden kopan iyonlar ile elektrolitik çözelti iyonlarının reaksiyona girip, reaksiyon ürünlerinin kanal etrafında soğuyarak birikmesi görülmektedir. Isıt işlem uygulanmış 2024 alüminyum alaşımının sertliği 70 Hv den 160 Hv e çıkmıştır. Dolayısıyla yapıda mevcut olan bu değişim, oksidasyon sırasında gerçekleşen plazma deşarj reaksiyonlarını da etkileyerek, reaksiyon ürünlerinin farklılaşmasına sebebiyet verdiği, dolayısıyla daha sert ve yoğun kaplamaların oluştuğu düşünülmektedir.

Xue ve diğerleri [1], SiC takviyeli 2024 alüminyum alaşımına, Na_2SiO_3 (6–10 g/l) ve KOH (1–2 g/l) bileşimli elektrolit çözeltisinde, 400-600 V pozitif aralık ve 200-100V negatif aralıkta yaptıkları oksidasyon işlemiyle elde ettikleri kaplamaların karakterizasyonu yapmışlardır. Mevcut kaplamaların XRD analizinde yoğun faz olarak $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve dış katmanlara doğru $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve mullit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) fazlarının

bulunduğunu görmüşlerdir. 50 g yük altında yapılan mikrosertlik testlerinde ise kaplamanın dış kısmından içeri doğru ilerlendiğinde sertlik değerlerinin arttığını fark etmişlerdir. Bu değer altlık malzemeden yaklaşık 15 μm mesafede maksimum 2000 HV'dir. Dış katmandaki yüksek oranlı SiO_2 sertlik değerini düşürmektedir. İç taraftaki yoğun kısımda bulunan mullit, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazları da yaklaşık 800 HV'yi aşmaktadır. Bu değer de 2024/SiC kompozit altlığının kendi sertlik değerinden oldukça fazladır.

Moo Lee ve diğerleri [47], %20 SiCp içerikli kompozit A356 alüminyum alaşımını, 15 g/l sodyum alüminat +3 g/l sodyum silikat çözeltisinde, yaklaşık 25-50 dk ılık sürelerde, anodik akım yoğunluğu $2000\text{-}2200\text{ A/m}^2$ değerinde mikro ark oksidasyon işlemine tabi tutmuşlar ve numune yüzeylerinde yaklaşık 50-100 μm 'lik kaplamalar elde etmişlerdir. Elde edilen bu kaplamaların mekaniksel özellikleri incelendiğinde, yapılan sertlik testlerinde, sertliğin 600 Hv ile 1700 Hv arasında değiştiğini gözlemlemişlerdir. Kullanılan altlığın sertliği 100 Hv'dir. Altlıktan yüzeye doğru ilerledikçe sertlikte görülen bu değişim, kaplama yapısına bakıldığı zaman fark edilen porozite miktarından ve x ışınları analizi sonucu elde edilen farklı fazların yapıda bulunmasından kaynaklandığını tespit etmişlerdir.

Jin ve diğerleri [60], mikro ark oksidasyon ile üretilmiş kaplamaların mekaniksel özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla, özellikle sertlik değerinin artırmak için yapıdaki porozite miktarının azaltılması gerektiğini, daha sert kaplamalar elde etmek için daha yoğun tabakalar üretilmesi gerektiğini düşünmüştür. Bu amaçla kullandığı LY2 alüminyum alaşımına alkali NaWO_3 , $\text{Na}_3\text{PO}_4+12\text{H}_2\text{O}$ çözeltisinde 10 A/dm^2 akım yoğunluğunda mikro ark oksidasyon işlemi uygulamıştır. Prosesi başlatmadan önce çözelti içerisine belli miktarda Fe tanecikleri ilave etmiştir ve 350V-400V DC akımla oksidasyon sürecini başlatmıştır. Elde edilen kaplamaların mekaniksel karakteristikleri incelendiğinde Fe ilavesi yapılan kaplamaların, Fe ilavesiz kaplamalara göre oldukça yoğun ve sert bir yapıya sahip olduklarını görmüşlerdir.

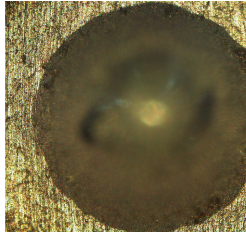
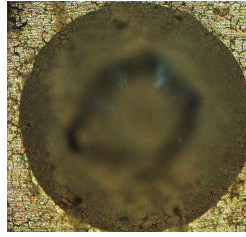
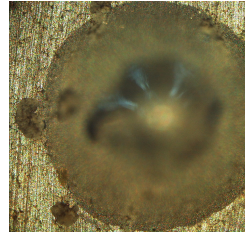
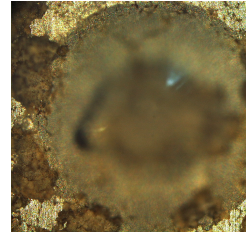
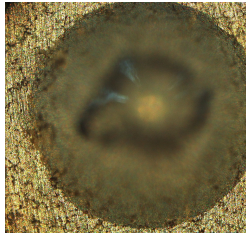
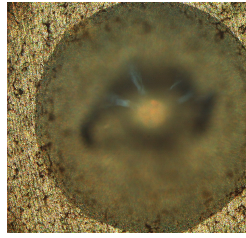
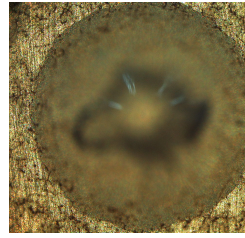
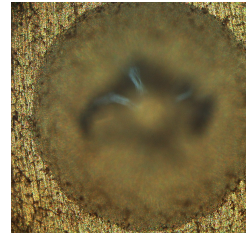
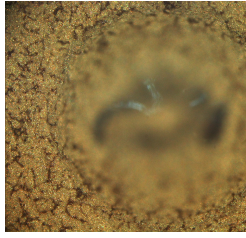
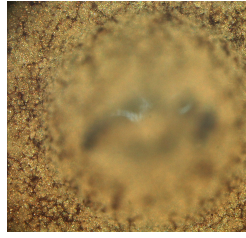
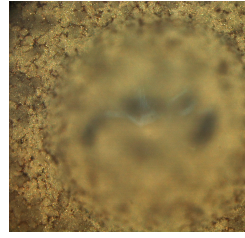
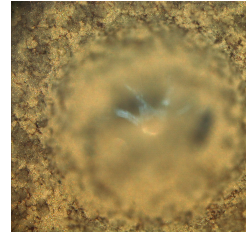
Sundararajan ve diğerleri [26], 7075 alüminyum alaşımına, $0,3\text{ A/cm}^2$ akım yoğunluğunda, 3,5,10,20 ve 30 dakikalık sürelerde oksidasyon işlemi gerçekleştirmiş ve maksimum 90 μm 'lik kaplama elde etmişlerdir. Mikro sertlik ölçümleri 0,98 N yükü Vickers uç kullanılarak gerçekleştirmişlerdir. Test sonuçlarında MAO kaplamaların karakteristik özelliği olan, maksimum sertlik arayüzeyde

(altlık/kaplama), minimum sertlik kaplama yüzeyinde kuralının doğruluğunu görmüşlerdir.

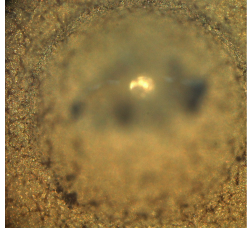
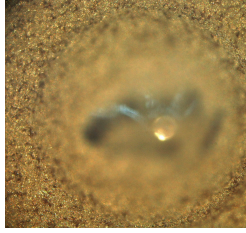
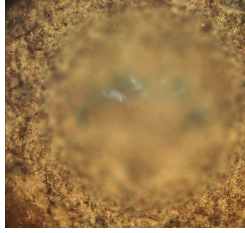
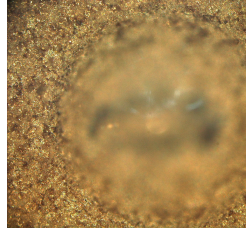
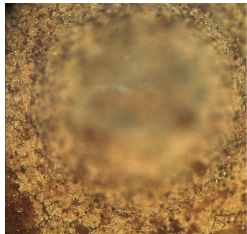
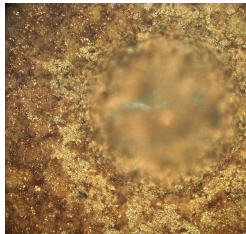
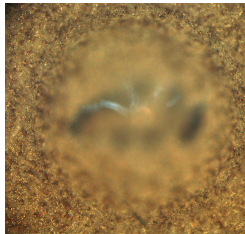
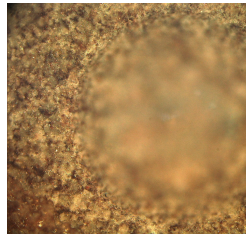
6.5 Rockwell C Yapışma Deneyleri

Rockwell C deneyi, numune yüzeyindeki oksit film tabakasına uygulanan 150 kg lık yük ile oluşan izin yapısı optik mikroskopta incelenmesi prensibine dayanmaktadır. Bu sayede oluşan iz detaylı olarak incelenerek, kaplamada meydana gelen deformasyon karakteristikleri gözlenmekte ve kaplamanın kalitesi ve dayanımı test edilmektedir. Çizelge 6.6 ve Çizelge 6.7’de voltaj ve akım kontrollü deneylere ait numunelerin optik yüzey resimleri gösterilmektedir.

Çizelge 6.6: Voltaj kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin Rockwell C yapışma deneyine ait optik mikroskop görüntüleri (100x).

V(+/-) = 300V-50V	V(+/-) = 300V-100V	V(+/-) = 300V-200V	V(+/-) = 300V-250V
			
V(+/-) = 400V-50V	V(+/-) = 400V-100V	V(+/-) = 400V-200V	V(+/-) = 400V-250V
			
V(+/-) = 500V-50V	V(+/-) = 500V-100V	V(+/-) = 500V-200V	V(+/-) = 500V-250V
			

Çizelge 6.7: Akım kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanan numunelerin Rockwell C yapışma deneyine ait optik mikroskop görüntüleri (100x).

$I(+/-) = 4A-1A$	$I(+/-) = 4A-2A$	$I(+/-) = 4A-3A$	$I(+/-) = 6A-0A$
			
$I(+/-) = 6A-2A$	$I(+/-) = 8A-4A$	$I(+/-) = 10A-2A$	$I(+/-) = 10A-8A$
			

Çizelge 6.6 ve 6.7’de verilen optik mikroskop fotoğrafları incelendiğinde, özellikle pozitif ve negatif voltaj/akım arasındaki değer farkı arttıkça yani uygulanan anodik akım yoğunluğu arttıkça kaplama-altlık dayanımının olumsuz etkilendiği anlaşılmaktadır. Bu durum $V(+)$ 300V, $V(-)$ 250V koşullarında işlem gören numunede açıkça görülmektedir.

Pozitif voltaj değerinin 400V olduğu numunelerin yüzeyleri incelendiğinde herhangi bir sorun olmadığını düşünebiliriz. Ancak daha önce sunulmuş olan kalınlık değerleri ve SEM görüntülerine bakılacak olursa, özellikle SEM görüntülerinde numune yüzeyinde istenilen ölçüde kaplama oluşmadığı açıkça görülmektedir.

Akım kontrollü deneylere ait numunelerin yüzey fotoğrafları incelendiğinde, yüksek akım yoğunluğunda elde edilen kaplamalara uygulanan yük sonrasında, iz çevresi incelendiğinde lokal olarak kaplamada kopmalar meydana geldiği görülmektedir. Özellikle akım yoğunluğunun yüksek olduğu 6A-8A-10A değerlerinde açıkça görülmektedir. Akım şiddeti 4A olan kaplamalarda ise proste sabit zaman şartında yapılan MAO kaplamada, yalıtımsal bozulma sürecini başlatabilecek kadar yeterli akım yoğunluğu elde edilemediği için ince ve zayıf oksit tabakaları oluşmuştur.

Dolayısıyla iki aşamalı gerçekleştirilen mikro ark oksidasyon işleminde elde edilen sonuçların değerlendirilmesiyle 500V-100V parametresiyle yapılan kaplamanın uygun özellikler taşıdığı düşünülmektedir.

6.6 Aşınma Deneyleri

MAO parametrelerinin değiştirilmesiyle elde edilen oksit filmlerinin karakteristik özellikleri incelenmiş ve voltaj kontrollü deneylerin akım kontrollü deneylere göre daha geniş ve kontrol edilebilir bir işleyiş mekanizması olduğu sonucuna varılmıştır. Voltaj kontrollü deneylerde ise daha önceki bölümlerde bahsedilen parametrelerin değiştirilmesiyle mekaniksel ve fiziksel anlamda iyi özellikler gösteren 500V-100V uygulanan oksidasyon filmin aşınma davranışları bu bölümde incelenmiştir.

Aşınma testi için seçilen numuneler, bekleme süresi parametresinin kaplama yapısına etkisini görmek amaçlı oksidasyon yapılan numunelerdir. Pozitif ve negatif bekleme sürelerinin değişimiyle elde edilen bu numunelerin listesi Çizelge 6.8 de verilmiştir.

Çizelge 6.8: Bekleme süreleri değişimine göre aşınma önce numune özellikleri ve işlem parametreleri

Pozitif - Negatif bekleme süresi, μs	Parlatma öncesi kalınlık, μm	Parlatma Sonrası Kalınlık, μm
1000 – 5000	130	100
3000 – 5000	123	90
4000 – 5000	92	60
5000 – 3000	30	20

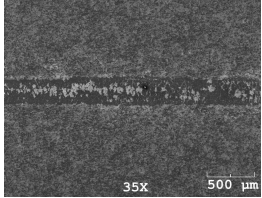
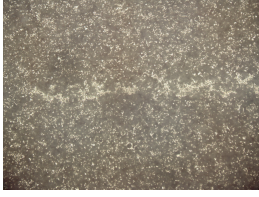
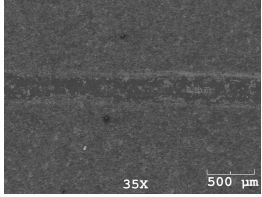
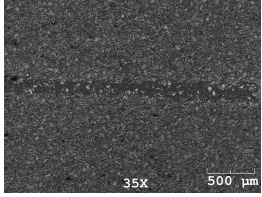
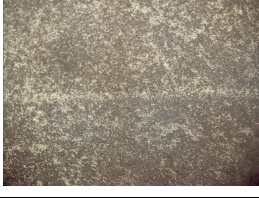
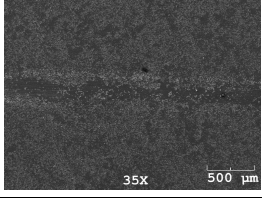
Aşınma deneyi öncesinde numune yüzeyleri 4000 meş SiC zımpara ile hazırlanmış ve daha önceki bölümlerde bahsedilen ölü tabaka olarak adlandırılan amorf, yarı kararlı $\gamma-Al_2O_3$ fazının giderilmesi sağlanmıştır. Bu oran toplam kaplama kalınlığının yaklaşık olarak %30'u civarındadır. Daha sonra yüzey uygun kimyasallar ile parlatma işlemine tabi tutulmuş ve tüm numunelerin yüzey pürüzlülükleri yaklaşık 0.2 μm seviyesine indirilmiştir. Bu işlemler sayesinde amorf ve pürüzlü üst tabakanın aşınma izi ölçümlerine olumsuz etkisi ortadan kaldırılmıştır. Böylece kaplama kalitesini belirlemede önemli bir rol oynayan $\alpha-Al_2O_3$ fazının aşınma özellikleri görülebilecektir.

Numuneler hazırlandıktan sonra optimum aşınma deney şartları belirlenmiştir. Yapılan testlerde en uygun şartlar 5N altında 6 mm çaplı alumina bilya kullanılarak

5mm aşınma izi oluşturacak şekilde, toplam 90000mm aşınma mesafesi elde edilmek suretiyle bulunmuştur.

Elde edilen aşınma izlerine ait mikro fotoğraflar ve SEM görüntüleri Çizelge 6.9’da gösterilmektedir.

Çizelge 6.9: Aşınma Deneyi Yapılan Numunelerin Optik Mikroskop ve SEM Mikroskop Görüntüleri.

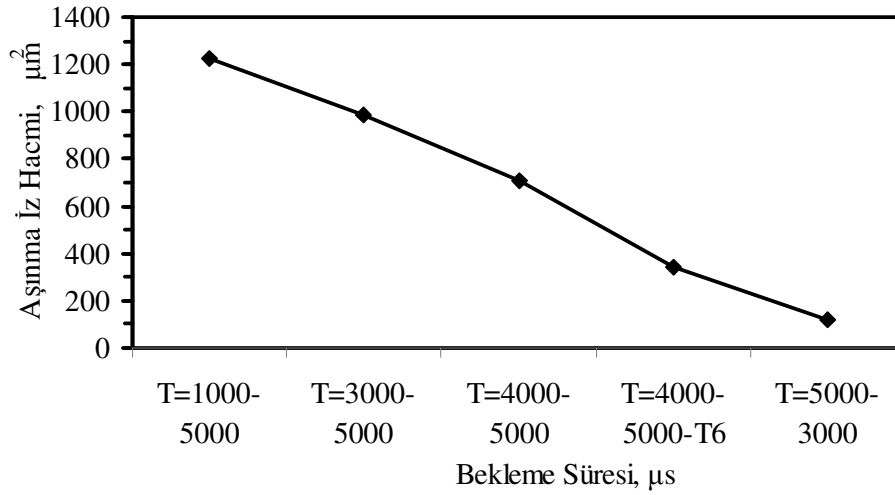
Pozitif – Negatif Vuruş Bekleme süresi, μ s	Optik mikroskop görüntüleri	SEM görüntüleri
1000 – 5000		
3000 – 5000		
4000 - 5000		
5000 - 3000		

Yukarda bahsedilen deney şartlarında elde edilen aşınma izleri profili incelendiğinde elde edilen değerler Çizelge 6.10’da gösterilmiştir.

Çizelge 6.10: Farklı Bekleme Sürelerinde Edilen Kaplamaların Aşınma İz Değerleri

Pozitif - Negatif bekleme süresi, μs	Genişlik, μm	Derinlik, μm	Aşınma Alanı, μm^2
1000 –5000	400	3,90	1224
3000 –5000	300	4,2	989
4000 –5000	300	3,0	706
5000 –3000	260	0,6	122,46

Çizelgeden görüldüğü gibi farklı bekleme süreleriyle elde edilen farklı kalınlıktaki kaplamaların aşınma davranışı lineer olarak değişmektedir. Bu değişimi Şekil 6.12’de grafiksel olarak görülmektedir.



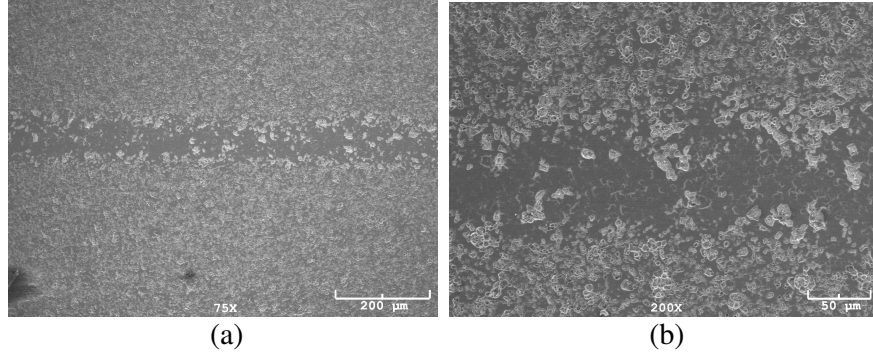
Şekil 6.12: Bekleme süreleri değişimiyle elde edilen aşınma iz alanları.

Özellikle pozitif bekleme süresinin düşmesiyle elde edilen maksimum kalınlıktaki kaplamanın aşınma direnci diğerlerine göre düşük çıkmaktadır. Bunun sebebi kalınlık arttıkça mevcut yapıdaki gözenek sayısının da artmış olmasıdır. Yine Çizelgedan görüldüğü gibi en ince kaplama olan düşük negatif bekleme süresine sahip numunedeki film tabakasının aşınma direnci yüksek çıkmıştır. Bunun sebebi bekleme süresi oranının düşük olması oksidasyon sırasında altlık malzeme ile çözelti kimyasalları arasında oluşan mevcut kinetik reaksiyonların yeterli seviyeye ulaşmadan, yapıdaki deşarj kanalları etrafında katılaşarak birikmesi olduğu düşünülmektedir.

Ayrıca altlık malzemenin yapısının değiştirilmesiyle uygulanan MAO işlemi sonucu elde edilen kaplamadaki mekaniksel değişim incelenmesi için altlık malzemeye T6 ısıtıl işlemi uygulanmıştır. Altlık malzemenin sertliği 70 Hv den 160 Hv e çıktığı

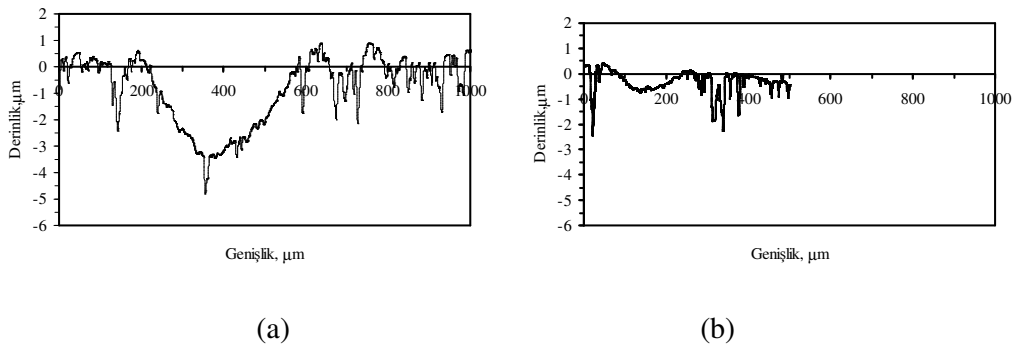
gözlemlenmiştir. Seçilen $T(+)=4000\mu s$ - $T(-)=5000\mu s$ parametresiyle uygulanan MAO işlemi sonrasında elde edilen kaplamanın mikrosertlik değerleri ve yorumları 6.4. Sertlik Deneyi Sonuçları bölümünde verilmiştir. Bu numuneye uygulanan aşınma deneyi sonuçları incelendiğinde, aynı şartlarda yapılan ısılsız MAO prosesine göre daha az aşınma olduğu gözlemlenmiştir.

Elde edilen aşınma izlerine ait farklı büyütme ölçeklerindeki SEM görüntüleri Şekil 6.13 de verilmektedir.



Şekil 6.13: T6 ısılsız işlemi uygulanmış $T(+)=4000\mu s$ - $T(-)=5000\mu s$ bekleme süreli MAO numunesine ait aşınma izlerinin SEM görüntüleri (a)75X (b)200X

Mevcut numunedeki aşınma izinin profili incelendiğinde aşınma iz alanının yaklaşık olarak $503\mu m^2$ olduğu hesaplanmıştır. T6 ısılsız işlemi sonrası yapılan MAO sonucu oluşan kaplamanın yoğunluğu ısılsız numuneye göre daha yüksektir. Oluşan iz derinliği alanı ısılsız numune de $706\mu m^2$ olduğu göz önüne alındığında aşınma direncindeki artış kolayca görülebilmektedir. Şekil 6.14 (a) ve(b) de iki numuneye ait yüzey profili gösterilmektedir.



Şekil 6.14: (a) ısılsız ve (b)T6 ısılsız işlemi Uygulanmış $T(+)=4000\mu s$ - $T(-)=5000\mu s$ bekleme süreli MAO numunesine ait aşınma izlerinin yüzey profilleri.

Wei ve diğerleri [40], alkali silikat çözeltisinde MAO uyguladıkları 2024 alüminyum alaşımında korozyon ve aşınma dayanımı açısından elde ettikleri kaplamayı incelemişlerdir. 160µm'lik kalınlıktaki kaplama uygulanan metalografik işlemlerle üst kısımdaki 60 µm'lik ölü tabaka giderilerek aşınma testi yapmışlardır. Aşınma testi kuru ve yağlayıcı ortamda çelik bilye kullanılarak 2,60 m/s hızla 300N-1410N arasında artan yüklerde yapmışlardır. Sonuçlar incelendiğinde özellikle parlatılmış yüzeylerde, yağ ortamında yapılan aşınma testlerinin kuru ortama göre mükemmel sonuçlar verdiğini görmüşlerdir.

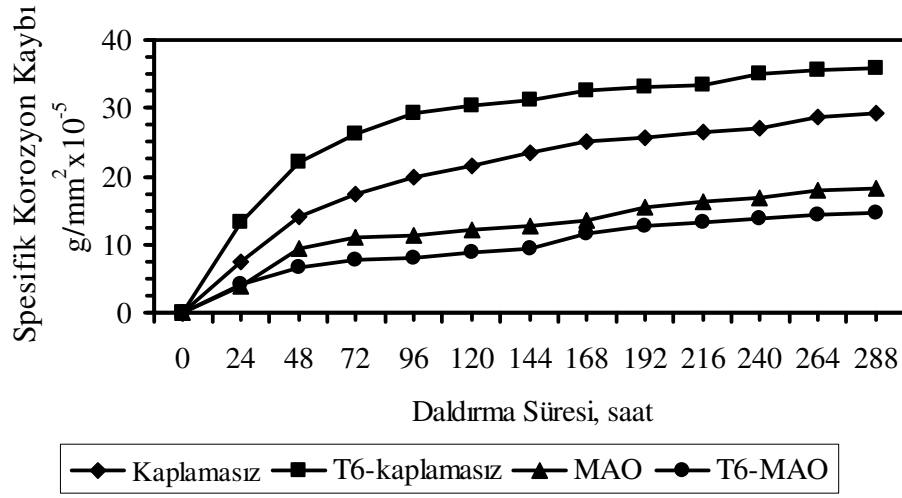
Shen ve diğerleri [4], duplex Al₂O₃/alüminyum numunelere uyguladıkları MAO işlemi sonrasında yaptıkları aşınma testlerini işlemsiz ve işlemlili numunelere gerçekleştirmişlerdir. Test sırasında bazı noktalarda işlemlili (kaplamalı) numunedeki aşınma oranının işlemsiz numuneye göre daha fazla olduğunu fark etmişlerdir. Detaylı incelemeler sonucu bu olayın, işlemlili numunelerin yüzeylerinde bulunan ölü tabaka olarak adlandırılan γ- Al₂O₃ fazından kaynaklandığını tespit etmişlerdir. daha yoğun olan iç tabakaya ait yapılan aşınma testlerinde ise elde edilen kaplamanın mükemmel aşınma direnci olduğunu bulmuşlardır.

Wang ve diğerleri [22], ticari Al-Cu-Mg alaşımına uyguladıkları MAO işlemi sonrasında elde ettikleri kaplamanın aşınma direncini incelemişlerdir. Aşınma testini maksimum 1920 MPa lık yük altında, çelik bilya kullanılarak yapmışlardır. Test sonuçları incelendiğinde aşınma sırasında meydana gelen malzeme kaybı oranının ilk başlarda artmakla beraber ,bir müddet sonra azalıp sabit bir değere ulaştığını fark etmişlerdir. Detaylı incelemede bunun sebebinin, kaplama yüzeyinde zayıf bağ yapısına sahip amorf yapıdan kaynaklandığını bulmuşlardır.

6.7 Korozyon Deneyleri

Korozyon deneyleri, daha önceden uygun mekaniksel ve fiziksel özellikler gösteren ve bekleme sürelerine göre ayrılmış numunelerden seçilerek yapılmıştır. Mevcut numunelerden bekleme süresi T(+)=4000µs-T(-)=5000µs olan numune korozyon deneyi için seçilmiştir. Kullanılan 2024 alüminyum altlık T6 ısıtıl işlemine tabi tutulup, belirtilen bekleme süreleri kullanılarak tekrar MAO yapılmıştır. İşlemsiz numuneler de dahil olmak üzere 4 numune hazırlanan 30 g/l NaCl + 10ml/l HCl korozyon çözeltisinde 12 gün süreyle test edilmiştir. Test sonuçları numunelerin

ağırlık kayıplarına göre hesaplanmıştır. Elde edilen test sonuçları grafiksel olarak şekil 6.15’de gösterilmektedir.



Şekil 6.15: Korozyon testi yapılan numunelerin zamana bağlı olarak ağırlıklarındaki değişim.

Şekil 6.15’den görüldüğü gibi işlemsiz 2024 alaşımı T6 işlemi uygulanmış işlemsiz numuneye göre daha iyi korozyon direnci göstermektedir. Aynı şartlardaki T(+)=4000µs-T(-)=5000µs işlem parametrelili MAO uygulanmış numunelerde ise T6 işlemi uygulanmış kaplamalı numune ile T6 uygulanmamış kaplamalı numune arasında korozyon direncinin birbirlerine çok yakın olduğu görülmektedir. Kaplamasız numunelere göre MAO uygulanmış numunelerin korozyon direncinde yaklaşık olarak %30 artış mevcuttur.

7. GENEL SONUÇLAR

2024 alüminyum alaşımına KOH+Na₂SiO₃ çözeltisinde, farklı akım ve voltajlar uygulanarak yapılan mikro ark oksidasyon işlemi sonucunda elde edilen kaplamanın özellikleri ve işlem parametrelerindeki değişimin kaplama yapısına etkisi aşağıda sıralanmıştır.

1. KOH+Na₂SiO₃ çözeltisinde süre sabit tutulmak şartıyla farklı değerlerde akım kontrollü ve voltaj kontrollü deneyler yapılmış, bu deneyler sonucunda numune yüzeylerinde farklı özelliklerde oksit tabakası oluştuğu gözlemlenmiştir.
2. Voltaj kontrollü deneylerin sonuçları incelendiğinde pozitif 300V sabit tutulmak şartıyla negatif voltaj değişimine göre oluşan oksit film tabakaları, ancak negatif voltaj 250V olduğu şartta beklenen MAO karakteristik tabakasını oluşturmaktadır. Bunun sebebi MAO ya özgü kritik bozunum voltajı (dielectric breakdown) değerinin aşılmasıdır. 400V uygulanan numunelerin yüzeyleri incelendiğinde herhangi bir oksit tabakasının yeterli derecede oluşmadığı gözlemlenmiştir. Sebebi yeterli kritik bozunum voltajının aşılmamış olmasıdır. 500V uygulanarak yapılan deneylerde ise uygulanan farklı negatif voltaj değerlerinin her birinde yeterli kritik bozunum voltaj değerinin aşıldığı ve istenilen MAO karakteristik oksit tabakasının oluştuğu gözlemlenmiştir.
3. Akım kontrollü deneyler incelendiğinde uygulanan pozitif ve negatif akım değerlerine göre, kritik bozunum voltajının aşılması durumunda oksit tabakasının oluştuğu gözlemlenmektedir. Voltaj kontrollü deneylerle karşılaştırıldığında, SEM görüntülerinden fark edileceği gibi, istenilen karakteristikte bir oksit filmi oluşmadığı gözlemlenmektedir. Yapılan Rockwell C yapışma testleri sonucunda ise kaplamanın yeterli yapışma göstermediği anlaşılmaktadır.

4. Voltaj kontrollü deneylerde sürenin etkisi incelendiğinde, artan oksidasyon süresiyle birlikte yüzeyde oluşan kaplama kalınlığı ve yüzey pürüzlülüğü lineer olarak artmıştır.
5. Yapılan ıslatma açısı testlerinde uygulanan voltajın artmasıyla ıslatma açısının azaldığı gözlemlenmiştir. Bu durum uygulanan voltajın artmasıyla yüzey pürüzlülüğü değerinin artmasıyla ilgili olduğu düşünülmektedir.
6. Yapılan XRD analizleri sonucu, oksit tabakasının α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazlarından oluştuğu görülmüştür. Çekilen SEM görüntüleri incelendiğinde kaplamanın farklı yoğunlukta iki bölgeden oluştuğu açıkça görülmüştür. Literatürde yapılan araştırmaların sonuçlarıyla karşılaştırıldığında altığa yakın olan yoğun tabakanın α -Al₂O₃, yüzeye yakın olan az yoğun tabakanın ise γ -Al₂O₃ olduğu düşünülmektedir.
7. Farklı voltaj değerlerinde elde edilen numunelerin XRD paternleri incelendiğinde, artan voltaj değeri ve artan işlem süresine bağlı olarak oksit yapısındaki α -Al₂O₃ fazının şiddetinde artış olduğu gözlenmiştir.
8. Farklı voltajlarla yapılan MAO işlemi sonucunda elde edilen farklı kalınlıktaki kaplamaların mikrosertlik deneylerinde maksimum 1810 HV sertlik değeri bulunmuştur. Kesitten yapılan sertlik testleri sonucu altlık-kaplama arayüzeyinden yüzeye doğru ilerledikçe sertlikte azalma olduğu gözlemlenmiştir. Bu sonucun, kaplama yapısında bulunan farklı yoğunlukta fazlardan kaynaklandığı düşünülmektedir.
9. Yapılan sertlik testleri ve kalınlık ölçümlerine göre ideal oksit film özelliklerini sağlayan kaplama şartları pozitif 500V, negatif 100V uygulanarak yapılan mikro ark oksidasyon işlemi olduğu kararlaştırılmıştır.
10. Elektriksel parametrelerden birisi olan bekleme süresi etkisini incelemek amaçlı farklı değerler kullanılarak işlem yapılmıştır. Bu işlemler sonucu negatif bekleme süresi sabit tutularak, pozitif bekleme süresinin azaltılması durumunda elde edilen kaplama kalınlığının arttığı gözlemlenmiştir. T(+)=1000µs-T(-)=5000µs değerleri kullanılarak yapılan oksidasyon işleminde elde edilen kaplama kalınlığı 170 µm'dur. Pozitif bekleme süresi sabit tutulup, negatif bekleme süresi azaltıldığı zaman ise elde edilen kaplama kalınlığı azaldığı gözlemlenmiştir. T(+)=5000µs-T(-)=1000µs değerleri kullanılarak yapılan oksidasyon işleminde elde edilen kaplama kalınlığı 18 µm'dır.

11. Yüzey özelliklerine bekleme süresinin etkisi incelendiğinde pozitif bekleme süresinin azaltılarak yapılan MAO işleminde yüzey pürüzlülüğünün arttığı gözlemlenmiştir. $T(+)=1000\mu s-T(-)=5000\mu s$ parametrelerinde yapılan işlemden ölçülen yüzey pürüzlülüğü $10\mu m$ 'dir. Negatif bekleme süresi azaltılarak yapılan MAO işleminde ise yüzey pürüzlülüğünün azaldığı gözlemlenmiştir. $T(+)=5000\mu s-T(-)=1000\mu s$ parametreleri kullanılarak yapılan MAO işleminde ölçülen yüzey pürüzlülüğü $3\mu m$ 'dir.
12. Bekleme süreleri ve kaplama kalınlıklarına göre seçilen numunelerde yapılan aşınma testlerinde, malzeme üzerinde oluşan oksit filmin iyi derecede aşınmaya dayanıklı olduğu görülmüştür. Bekleme sürelerinin farkına göre karşılaştırıldığında en kalın kaplama elde edilen $T(+)=1000\mu s-T(-)=5000\mu s$ parametrelili numunenin aşınma direnci, düşük kaplama kalınlığına sahip $T(+)=5000\mu s-T(-)=3000\mu s$ parametresine sahip numuneden daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Bunun sebebi olarak da artan kaplama kalınlığı ile birlikte yapıda mevcut porozitenin artması olduğu düşünülmektedir.
13. Altlık malzemeye uygulanan T6 ısıtma işlemi ile altlığın sertliği 70HV den 160HV'e çıktığı gözlemlenmiştir. Isıtma işlemi uygulanan bu numuneye $T(+)=4000\mu s-T(-)=5000\mu s$ parametrelili MAO işlemi uygulandığında elde edilen kaplamada en yüksek sertlik değeri 1600 HV olduğu gözlemlenmiştir. Aynı numuneye yapılan aşınma testi sonucunda, aynı şartlardaki ısıtma işlemlisiz numuneye göre daha yüksek aşınma direnci gösterdiği sonucuna varılmıştır. Bu sonuca göre ısıtma işlemi yapılan altlık sayesinde yüzeyde oluşan oksit filmin daha da yoğun bir yapıda oluştuğu düşünülmektedir.
14. Korozyon deneyleri sonucunda numune yüzeylerinde oluşan oksit filmin iyi bir korozyon direnci gösterdiği belirlenmiştir. Bekleme sürelerinin değişimine hazırlanan numunelerde en iyi korozyon direncini $T(+)=4000\mu s-T(-)=5000\mu s$ parametrelili numune göstermiştir. Altlık malzemeye uygulanan ısıtma işlemi sonrası $T(+)=4000\mu s-T(-)=5000\mu s$ bekleme süreli MAO işlemi uygulandığında elde edilen kaplamanın korozyon direnci, ısıtma işlemlisiz ve aynı şartlarda üretilen numuneye göre daha yüksek olduğu sonucuna varılmıştır.

KAYNAKLAR

- [1] **Wenbin X. and Hua T.**, 2006. Anti-corrosion film on 2024-SiC aluminum matrix composite fabricated, *Journal of Alloys and Compounds* , **425**, 302–306.
- [2] **Xiaozhan Y. and Yedong H.**, 2002. Cathodic Micro-Arc Electrodeposition of Thick Ceramic, *Electrochemical and Solid-State Letters*, **5**, 33-34.
- [3] **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.
- [4] **Nie X. and Matthew A.**, 2000. Deposition of duplex Al₂O₃ DLC coatings on Al alloys for tribological applications using a combined micro arc oxidation, *Surface and Coatings Technology*, **121**, 506-513.
- [5] **Wenbin X. and Chao W.**, 2002. Evaluation of the mechanical properties of microarc oxidation coatings and 2024 aluminium alloys, *J. Phys. Condens.Matter*, **14**, 10947–10952.
- [6] **Aleksey L. and Viktor V.**, 1996. Phase formation in ceramic coatings during plasma electrolytic oxidation of aluminium alloys, *Ceramics International*, **24**, 1-6.
- [7] **Anselm T.**, 2002. Plasma anodized aluminum A 2000 2000 ceramic coating, *Metal Finishing*, **50**, 44-50.
- [8] **Gnedenkoy V. and Khrisanfova O.A.**, 2000. Production of hard and heat resistant coatings on aluminum using a plasma micro discharge, *Surface and Coatings Technology*, **123** , 24–28.
- [9] **Shi-Gang X. and Li-Xin S.**, 2005. Properties of aluminium oxide coating on aluminium alloy produced by micro-arc oxidation, *Surface &Coatings Technology*, **199**, 184– 188.
- [10] **Stepulyak S.V.**, 2002. Protecting coating by micro arc oxidation, *Modern Technique and Technologies*, 145-155.
- [11] **Jun T. and Zhuangzi L.**, 2002. Structure and antiwear behavior of micro-arc oxidized coatings on aluminum alloy, *Surface and Coatings Technology*, **154**, 1–7.

- [12] **Fanya J. and Honghui T.**, 2005. Structure and microwave-absorbing properties of Fe-particle containing alumina prepared by micro-arc oxidation, *Surface & Coatings Technology*, 24-28.
- [13] **Guangliang Y. and Xianya L.**, 2002. The effects of current density on the phase composition and microstructure properties of micro-arc, *Journal of Alloys and Compounds*, **345**, 196–200.
- [14] **Dearnley P.A. and Gummersbach P.**, 1999. The sliding wear resistance and frictional characteristics of surface, *Wear*, **225**, 127–134
- [15] **Curran J.A. and Clyne T.W.**, 2004. The Thermal Conductivity of Plasma Electrolytic Oxide Coatings on Aluminium and Magnesium, *Surf. & Coat. Techn.*, Aug.
- [16] **Curran J.A. and Clyne T.W.**, 2003. Thermo-physical Properties of Plasma Electrolytic Oxide Coatings on Aluminium, *Surf. & Coat. Techn.*, Oct. 2003.
- [17] **Nie X. and Leyland A.**, 1999. Thickness effects on the mechanical properties of micro-arc discharge oxide coatings on aluminium, *Surface and Coatings Technology*, **116–119**, 1055–1060.
- [18] **Hanhua W. and Jianbo W.**, 2005. Ultra-hard ceramic coatings fabricated through microarc oxidation on aluminum alloy, *Applied Surface Science*, **252**, 1545–1552.
- [19] **Wei T. and Yan F.**, 2004. Characterization and wear- and corrosion-resistance of microarc oxidation ceramic coatings on aluminum, *Journal of Alloys and Compounds*, **84**, 1-8.
- [20] **Gnedenkova S.V.**, 2004. Composition and adhesion of protective coatings on aluminum, *Surface and Coatings Technology*, **145**, 146-151.
- [21] **Yerokhin A.L. and Snizhko L.O.**, 2003. Discharge characterization in plasma, *J. Phys.D: Appl. Phys.*, **36**, 2110–2120.
- [22] **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.
- [23] **Wenbin X. and Zhiwei D.**, 2000. Growth regularity of ceramic coatings formed by microarc oxidation on Al–Cu–Mg alloy, *Thin Solid Films*, **372**, 114-117.
- [24] **Jin F. and Paul K. C.**, 2006. Improvement of surface porosity and properties of alumina films by incorporation of Fe micrograin, *Applied Surface Science*, In press.

- [25] **Shigang X. and Song L.**, 2006. Influence of cathodic current on composition, structure and properties of Al₂O₃ coatings on aluminum, *Thin Solid Films*, **515**, 326 – 332.
- [26] **Sundararajan G. and Rama K.L.**, 2003. Mechanisms underlying the formation of thick alumina coatings through the MAO coating technology, *Surface and Coatings Technology*, **167**, 269–277.
- [27] **Wua X. and Qin W.**, 2008. Self-lubricative coating grown by micro-plasma oxidation on aluminum, *Applied Surface Science*, **254**, 6395–6399.
- [28] **Zhao H.P. and He Y.D.**, 2007. Carbon nanotubes and diamond-like carbon films produced by cathodic oxidation, *Materials Letters*, **61**, 4916–4919.
- [29] **Mathur R.B. and Seth S.**, 2007. Co-synthesis, purification and characterization CNT microarc, *Carbon*, **45**, 132–140.
- [29] **Jerry L.**, 2001. Method for forming ceramic coatings by micro-arc oxidation of reactive metals, *United States Patent*, No: 6197178 dated 03.06.2001
- [30] **Günyüz M.**, 2007. Titanyum, ve Alaşımlarının Mikro Ark Oksidasyon Yöntemiyle Kaplanması, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [31] **H.Kalkancı.**, 2004. Mikro Ark Oksidasyon Teknolojisi ve Alüminyum Alaşımlı Malzemelere Uygulanması, *Yüksek Lisans Tezi*, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya Üniversitesi, Sakarya.
- [32] **Krishna L.R.**, 2006. A comparative study of tribological behavior of microarc oxidation and hard-anodized coatings, *Wear*, **261**, 1095–1101.
- [33] **Snizhko L.O. and Yerokhin A.L.**, 2004. Anodic processes in plasma electrolytic oxidation of aluminium in alkaline solutions, *Electrochimica Acta*, **49**, 2085–2095.
- [34] **Rudnev V. S. and Yarovaya T.P.**, 2001. Anodic spark deposition of P, Me(II) or Me(III) containing coatings on aluminium and titanium alloys in electrolytes with polyphosphate complexes, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, **497**, 150–158.
- [35] **Wenbin X. and Xiaoling W.**, 2006. Anti-corrosion film on 2024SiC aluminum matrix composite fabricated by microarc oxidation in silicate electrolyte, *Journal of Alloys and Compounds*, **425**, 302–306.
- [36] **Boinet M. and Verdier S.**, 2004. Application of acoustic emission technique for study of plasma anodising, *NDT&E International*, **37**, 213–219.

- [37] **Apelfeld A. V. and Bepalova O.V.**, 2000. Application of the particle backscattering methods for the study of new oxide protective coatings at the surface of Al and Mg alloys, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, **161-163**, 553-557.
- [38] **Guohua L. and Weichao Gu.**, 2006. Characteristic of ceramic coatings on aluminum by plasma electrolytic oxidation in silicate and phosphate electrolyte, *Applied Surface Science*, **253**, 2947–2952.
- [39] **Wei T. and Yan F.**, 2004. Characterization and wear- and corrosion- resistance of microarc oxidation ceramic coatings on aluminum alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, In press.
- [40] **Yang G.**, 2000. Characterization of Microarc Oxidation Discharge Process for Depositing Ceramic Coating, *Chin.Phys.Lett.*, **18**,1141.
- [41] **Gnedenkoy S. V. and Khrisanfovaa O.A.**, 2001. Composition and adhesion of protective coatings on aluminum, *Surface and Coatings Technology*, **145**,146-151.
- [42] **Xin S. and Song L.**, 2006. Composition and mechanical properties of hard ceramic coating containing α -Al₂O₃ produced by microarc oxidation on Ti-6Al-4V alloy, *Materials Chemistry and Physics*, **97**,132–136.
- [43] **Barika R.C. and Wharton J.A.**, 2005. Corrosion, erosion and erosion-corrosion performance of plasma electrolytic oxidation (PEO) deposited Al₂O₃ coatings, *Surface & Coatings Technology*, **199**, 158-167
- [44] **Nie X. and Wilson A.**, 2000, Deposition of duplex Al₂O₃ DLC coatings on Al alloys for tribological applications using a combined technique of arc spraying and plasma electrolytic oxidation, *Surface and Coatings & Technology*, **121**, 506-513
- [45] **Me'cusaona F. and Belmonte T.**, 2005. Diagnostics of an electrolytic microarc process for aluminium alloy oxidation, *Surface & Coatings Technology*, **200**, 804– 808.
- [46] **Lee J. and Jianmin H.**, 2007. Dry sliding wear of MAO-coated A356 20 vol.% SiCp composites in the temperature range 25–180 °C, *Wear*, In Press.
- [47] **Asquith D.T. and Matthews A.**, 2006. Effect of combined shot-peening and PEO treatment on fatigue life of 2024 Al alloy, *Thin Solid Films*, **515**, 1187–1191.
- [48] **Xue W. and Wang C.**, 2002. Effect of microarc discharge surface treatment on the tensile properties of Al–Cu–Mg alloy, *Materials Letters*, **56**, 737–743.

- [49] **Lva G. and Lia L.**, 2008. Effects of current frequency on the structural characteristics and corrosion property of ceramic coatings formed on magnesium alloy by PEO technology, *Journal Of Materials Processing Technology*, In Press.
- [50] **Lva G.**, 2008. Effects of electric parameters on properties of anodic coatings formed on magnesium alloys, *Materials Chemistry and Physics*, **107**,356–363.
- [51] **Guo-Hua Lv.**, 2008. Effects of graphite additives in electrolytes on the microstructure and corrosion resistance of Alumina PEO coatings, *Current Applied Physics*, In Press.
- [52] **Xue1 W. and Wang C.**, 2008. Evaluation of the mechanical properties of microarc oxidation coatings and 2024 aluminium alloy substrate, *J. Phys.: Condens. Matter*, **14**,10947–10952.
- [53] **YongJun G. and Yuan X.**, 2008. Generation Mechanism of Microdischarges During Plasma Electrolytic Oxidation of Al in Aqueous Solutions, *Surface & Coatings Technology*, **202**, 4602–4612
- [54] **YongJun G., Yuan X.**, 2008. Growth mechanism and corrosion behavior of ceramic coatings on aluminum produced by autocontrol AC pulse PEO, *Surface & Coatings Technology*, **202**, 4602–4612.
- [55] **Changzheng W.**, 2006. Growth process and wear resistance for ceramic coatings formed on Al-Cu-Mg alloy by micro-arc oxidation, *Applied Surface Science*, In Press.
- [56] **Wenbin X. and Deng Z.**, 2000. Growth regularity of ceramic coatings formed by microarc oxidation on Al–Cu–Mg alloy, *Thin Solid Films*, **372**, 114.
- [57] **Dearnley P.A. and Dahm K.L.**, 2002. Hard engineering surfaces for aluminium alloys, Department of Mechanical Engineering, University of Tokushima, Japan.
- [58] **Prasad K.**, 2008. Improvement in corrosion resistance of friction stir welded aluminum alloys with micro arc oxidation coatings, *Scripta Materialia*, **58**, 998–1001.
- [59] **Jin F. and Paul K.**, 2006. Improvement of surface porosity and properties of alumina films by incorporation of Fe micrograin, *Applied Surface Science*. In Press.
- [60] **Xin S. and Song L.**, 2006. Influence of cathodic current on composition structure and properties of Al₂O₃ coatings on aluminum alloy prepared by micro-arc oxidation process, *Thin Solid Films*, **515**, 326-332.

- [61] **Rajasekaran B. and Raman S.**, 2008. Influence of microarc oxidation and hard anodizing on plain fatigue and fretting fatigue behaviour of Al–Mg–Si alloy, *Surface & Coatings Technology*, **202**, 1462–1469.
- [62] **He J. and Luo H.**, 2008. Influence of silicon on growth process of plasma electrolytic oxidation coating on Al–Si alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, **17758**, 5.
- [63] **Jin F. and Wang K.**, 2008. Infrared reflection by alumina films produced on aluminum alloy by plasma electrolytic oxidation, *Materials Chemistry and Physics*, **12905**, 4.
- [64] **Wei C. and Guo L.**, 2007. Investigation of morphology and composition of plasma electrolytic oxidation coatings in systems of Na₂SiO₃–NaOH and (NaPO₃)₆–NaOH, *Journal of Materials Processing Technology*, **182**, 28–33.
- [65] **Anita V.**, 2006. Microarc plasma treatment of titanium and aluminum surfaces in electrolyts, *Thin Solid Films*, **506– 507** ,364-368.
- [66] **Butyagin P.I. and Khokhryakov V.**, 2003. Microplasma systems for creating coatings on aluminium alloys, *Materials Letters*, **57**, 1748–1751.
- [67] **Shena D. and Wang Y.**, 2008. Microstructure, temperature estimation and thermal shock resistance of PEO ceramic coatings on aluminum, *Journal Of Materials Processing Technology*, 11697,5.
- [68] **Yerokhina A.L. and Shatrov T.A.**, 2005. Oxide ceramic coatings on aluminium alloys produced by a pulsed bipolar plasma electrolytic oxidation process, *Surface & Coatings Technology*, **199**, 150-157.
- [69] **Lyubimov V.V. and Zabinski J.** 1998. Plasma electrolytic fabrication of oxide ceramic surface layers for tribotechnical purposes on aluminium alloys, *Surface and Coatings Technology*, **110**, 140-146.
- [70] **Curran J.A. and Clyne T.W.**, 2006. Porosity in plasma electrolytic oxide coatings, *Acta Materialia*, **54**, 1985-1993.
- [71] **Xin S. and Song L.**, 2005. Preparation and structure of microarc oxidation ceramic coatings containing ZrO₂ grown on LY12 Al alloy, *Rare Metals*, Vol. 27, No. I , Feb 2008, p. 55.
- [72] **Xin S. and Song L.**, 2005. Properties of aluminium oxide coating on aluminium alloy produced by microarc oxidation, *Surface & Coatings Technology*, **199**, 184-188.
- [73] **Khan R.H.U. and Yerokhin A.L.**, 2005. Residual stresses in plasma electrolytic oxidation coatings on Al alloy produced by pulsed unipolar current, *Surface & Coatings Technology*, **200**, 1580 – 1586.

- [74] **Xiaohong W., Wei Q.**, 2008. Self-lubricative coating grown by micro-plasma oxidation on aluminum alloys in the solution of aluminate-graphite, *Applied Surface Science*, **254**, 6395–6399.
- [75] **Yerokhin A.L. and Snizhkob L.O.**, 2004. Spatial characteristics of discharge phenomena in plasma electrolytic oxidation of aluminium alloy, *Surface and Coatings Technology*, **177 –178**, 779-783.
- [76] **Jin F. and Tong H.**, 2005. Structure and microwave-absorbing properties of Fe-particle containing alumina prepared by micro-arc discharge oxidation, *Surface & Coatings Technology*, In Press.
- [77] **Hrach R, Vicher M. and Hrachovi V.**, 1998. *Study of plasma oxidation of metals*, Vacuum, volume 50, number 1-21, 171-173.
- [78] **Lukiyanchuk I.V. and Rudnev V.S.**, 2004. Surface morphology, composition and thermal behavior of tungsten-containing anodic spark coatings on aluminium alloy, *Thin Solid Films*, **446**, 54-60.
- [79] **Kalkanç H. and Kurnaz S.C.**, 2008. The effect of process parameters on mullite-based plasma electrolytic oxide coatings, *Surface & Coatings Technology*, **203**,15-22.
- [80] **Yang G.**, 2002. The effects of current density on the phase composition and microstructure properties of micro arc oxidation coating, *Journal of Alloys and Compounds*, **345**, 196-200.
- [81] **Zhenga H.Y. and Wang Y.K.**, 2005. The effects of Na₂WO₄ concentration on the properties of microarc oxidation coatings on aluminum alloy, *Materials Letters*, **59**, 139-142.
- [82] **Dearnley P.A.**, 1999. The sliding wear resistance and frictional characteristics of surface modified aluminium alloys under extreme pressure, *Wear*, **225-229**,127–134.
- [83] **Nie X. and Leyland A.**, 1999. Thickness effects on the mechanical properties of micro-arc discharge oxide coatings on aluminium alloys, *Surface and Coatings Technology*,**116–119** , 1055-1060.
- [84] <<http://www.fys.uio.no/~eaker/thesis/node9.html>>, alındığı tarih 20.11.2008.

ÖZGEÇMİŞ

İsa Metin ÖZKARA 1983 yılında Çorum’da doğdu. Lise öğrenimini Kenan Evren Anadolu Lisesi’nde 2001 yılında tamamladı. Aynı yıl Sakarya Üniversitesi Metalurji Malzeme Mühendisliği Bölümünü kazanıp 2005 yılında mezun oldu. 2006 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Yüksek Lisans Programına başladı.