T.C. GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MİKROARK OKSİDASYON METODU İLE ALÜMİNYUM LEVHA ÜZERİNE GELİŞTİRİLEN ALUMİNA KAPLAMALARIN KÜÇÜK EV ALETLERİNDE UYGULANMASI VE KARAKTERİZASYONU

TUĞBA YANAR YÜKSEK LİSANS TEZİ MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE 2015

T.C. GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MİKROARK OKSİDASYON METODU İLE ALÜMİNYUM LEVHA ÜZERİNE GELİŞTİRİLEN ALUMİNA KAPLAMALARIN KÜÇÜK EV ALETLERİNDE UYGULANMASI VE KARAKTERİZASYONU

TUĞBA YANAR YÜKSEK LİSANS TEZİ MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI PROF. DR. AHMET ÇAPOĞLU

> GEBZE 2015

T.R.

GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

MICROARC OXIDATION METHOD ALUMINA AND ALUMINUM SHEET ON THE APPLICATION OF SMALL HOME APPLIANCES OF COATING AND CHARACTERIZATION

TUĞBA YANAR A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCE AND ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR PROF. DR. AHMET ÇAPOĞLU

> GEBZE 2015

GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ	YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU	

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 21 / 01 / 2015 tarih ve 2015 /05 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 05 / 02 / 2015 tarihinde tez savunma sınavı yapılan TUĞBA YANAR'ın tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ ÜYE : Prof. Dr. AHMET ÇAPOĞLU : Doç. Dr. MEHMET TARAKÇI : Doc. Dr. OSMAN ÖZTÜRK (TEZ DANIŞMANI) ÜYE : Doç. Dr. OSMAN ÖZTÜRK ÜYE

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/...... tarih ve sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

Bu çalışma da MAO metodu ile küçük ev aletlerinin komponentlerine yeni fonksiyonlar kazandırılması amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda alümina çözeltisi ile elektrikli buharlı el ütülerinin ütüleme yüzeyleri olan tabanları MAO metodu ile kaplanmıştır. Elde edilen kaplamaların kalınlıkları, yüzey pürüzlülükleri, adezyon dayanımları, sertlikleri kaplama süresine bağlı olarak incelenmiştir. Kaplamaların ütülerdeki davranışlarını anlamak için çeşitli sıcaklık ölçümleri alınmış, bu ölçümler termal kamera görüntüleri ile desteklenmiştir. Yapılan kaplamaların XRD ile malzeme karakterizasyonu yapılmış; SEM ile yüzey ve kesitteki kaplamanın özellikleri değerlendirilmiştir. Son olarak incelemelerimizin sonuçları değerlendirilerek MAO metodunun ütü tabanlarındaki kullanımının muadil diğer kaplamalara olan avantajları açıklanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Mikro Ark Oksidasyon, Küçük Ev Aletleri, İnce Film Kaplama, Ütü Tabanı.

SUMMARY

The purpose of this study is figure add new functions for small appliances by MAO method. For this aim, electric stream iron surfaces were covered by solution of alumina with MAO method. Thickness, surface roughness, adhesion strength and hardness of the surface was investigated by dependable coating time. To investigate the behavior of the coatings, measurements were done by various temperature. These measurements were supported by thermal camera images. Material characterization was done by XRD; properties of coating's surface and cross-section areas were analyzed by SEM. Finally, results were exanimated and the advantages of MAO method on iron surface was described and compared with equivalent coatings.

Key Words: Micro Arc Oxidation, Thin Film Coating, Small Appliance, Stream Iron, Soleplate.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının planlanmasında, araştırılmasında, yürütülmesinde ve oluşumunda ilgi ve desteğini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle çalışmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren sayın hocam Prof. Dr. Ahmet ÇAPOĞLU'na,

Tez çalışmam için gerekli olan deneysel çalışmalarımda bana yardımcı olan Uzman Adem ŞEN ve Uzman Ahmet NAZIM'a,

Tez çalışmam için her türlü deneysel imkanı ve bilgi birikimlerini benimle paylaşan başta yöneticim Hikmet ŞIK olmak üzere tüm Eksen Makine Ailesine,

Ayrıca benden bilgi ve deneyimlerini esirgemeyen her konuda destek olan çalışma arkadaşım Oytun TUZCU ve Tülay PAYDAŞ 'a,

Neşemi ve üzüntümü benimle paylaşan, her stresli anımda yanımda olup desteğini esirgemeyen sevgili arkadaşım Mustafa HIRDAN'a,

Ve son olarak yıllardır her koşulda yanımda olan, sonsuz destek gösteren sevgili annem Süreyya YANAR başta olmak üzere ve her zaman sevgilerini yanımda hissettiğim aileme en içten teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	Х
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
TABLOLAR DİZİNİ	xiii
1.GİRİŞ	1
2. MAO KAPLAMA YÖNTEMİ	3
2.1. Giriş	3
2.2. Mikroark Oksidasyon Prosesi	4
2.3. MAO Prosesinin Fiziksel ve Kimyasal Temelleri	5
2.4. Akım-Voltaj Karakteristiği	6
2.5. MAO İşleminin Görüntülenmesi	7
2.6. Voltaj-Zaman Karakteristiği	8
2.7. Mikroark Oksidasyon Prosesinin Deşarjın Modellenmesi	9
3. MAO KAPLAMALARININ GENEL ÖZELLİKLERİ	13
3.1. Mikroyapı	13
3.2. Yüzey Kompozisyonu	13
3.3. Mekanik Özellikleri	14
4. LİTERATÜR ÖZETİ	17
5. DENEYSEL ÇALIŞMA 5.1. Deneysel Program	26 26
5.2. Buharlı El Ütü Parçaları Üzerinde MAO Prosesi İle Kaplama	26
Oluşturulması	
5.2.1. MAO İle Kaplama Uygulanacak Buharlı El Ütüsü Parça	26
Seçimi ve Parçaya Kazandırılacak Özelliklerin Belirlenmesi	
5.2.2. MAO Prosesi ile Kaplama Parametrelerinin Belirlenmesi Ve	27
Kaplanması	

	<u>Sayfa</u>
5.3. Kaplanan Numunelerin Karakterizasyonu	28
5.3.1. Kaplama Yüzey Pürüzlülüğünün Ölçülmesi	28
5.3.2. Kaplama Kalınlıklarının Ölçülmesi	30
5.3.3. Kaplanan Numunelerin Adezyon Dayanımlarının Ölçülmesi	31
5.3.4. Kaplamaların Sertliklerinin Belirlenmesi	34
5.3.4.1. Kalem Sertliklerinin Belirlenmesi	34
5.3.4.2. Newton Sertliklerinin Belirlenmesi	35
5.3.5. Kaplama Mikro Yapılarının Karakterizasyonu	36
5.3.5.1. Kaplama Faz Analizi	36
5.3.5.2. Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobunda Kesit	37
Yapısının Karakterizasyonu İçin Hazırlanması	
5.3.5.3.Kaplamaların Yüzeyinden Mikroyapı Analizi	37
5.3.5.4.Kaplama Yüzeyinden Elementel Analiz	37
5.3.6. Kaplanan Numunelerin Ütüler Üzerindeki Isınma	38
Davranışlarının Belirlenmesi	
6.SONUÇLAR	41
6.1. Kaplama Kalınlıklarının Değerlendirilmesi	41
6.2. Yüzey Pürüzlülüklerinin Değerlendirilmesi	42
6.3. Adezyon Dayanımlarının Değerlendirilmesi	44
6.4. Sertliklerinin Değerlendirilmesi	45
6.4.1. Kalem Sertliklerinin Değerlendirilmesi	45
6.4.2. Newton Sertliklerinin Değerlendirilmesi	45
6.5.Kaplanan Numunelerin Kaplama Karakteristiğinin Tespit Edilmesi	47
6.5.1. Kaplama Faz Analizi	47
6.5.2. Numunelerin Kesitinden SEM Analizi	49
6.5.3. Kaplamaların Yüzeyinden SEM Analizi	54
6.6. Kaplanmış Numunelerin Ütüler Üzerindeki Isınma Davranışlarının	63
Değerlendirilmesi	
7. SONUÇLAR ve YORUMLAR	67
KAYNAKLAR	69
ÖZGEÇMİŞ	72

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler ve</u>	<u>Açıklamalar</u>
--------------------	--------------------

<u>Kısaltma</u>	<u>Kısaltmalar</u>		
Al	:	Alüminyum	
Be	:	Berilyum	
Rt	:	En derin ve en yüksek pürüz arasındaki uzaklık	
$\epsilon_{\rm w}$:	Göreceli aşınma direnci	
Hz	:	Hertz	
⁰ K	:	Kelvin Derece	
Mg	:	Magnezyum	
μm	:	Mikro metre	
Nb	:	Niobiyum	
Rp	:	Ortalama pürüz yüksekliğinin profil ortalama çizgisine olan uzaklığı	
Ra	:	Ortalama yüzey pürüzlülüğü	
⁰ C	:	Santigrat Derece	
Ti	:	Titanyum	
θ	:	X-ışını geliş açısı	
mm^2	:	Yüzey alanı	
Zr	:	Zirkonyum	
ASTM	:	American Society for Testing Materials	
EDS	:	Enerji Dağılımlı Spektroskopi	
TEM	:	Geçirmeli elektron mikroskopu	
U	:	Gerilim	
ISO	:	International Organization for Standardization	
mA	:	Mikro Amper	
MAO	:	Mikro Ark Oksidasyon	
OM	:	Optik Mikroskop	
XRD	:	X-ışınları Kırınımı	

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	sekil No:	
2.1:	Sıvı çözeltilerin elektrolizindeki işlemler.	3
2.2:	Plazma elektrolizi için akım-voltaj diyagramı.	4
2.3:	MAO'da toplam anodik oluşum voltaj eğrisi.	6
2.4:	Alüminyumun anodik oksidasyonu esnasında yüzey deşaj görünümünü	ü 8
	belirten modellerin şematik gösterimi.	
3.1:	Kesit mikro yapı görünümü.	11
3.2:	Kaplama kesiti mikro sertlik dağılımı.	12
3.3:	Talc'a göre bazı malzemelerin göreceli aşınma direnç (ɛw) diyagramı;	12
	H: malzeme sertliği.	15
3.4:	Aşınma derinliği (I), sertlik (H) ve aşınma oranının (dI/dt) zamanla	14
	değişimi ve gözenekliğin (P) kaplama kalınlığı (h) ile değişimi.	14
5.1:	MAO cihazının şematik gösterimi	26
5.2:	Yüzey pürüzlülüğü ölçümünün şematik gösterimi.	28
5.3:	Kalem sertliği test kiti.	33
5.4:	Newton sertliği ölçüm kalemi.	34
6.1:	Kaplama süresine bağlı kaplama kalınlığı değişimi.	40
6.2:	Kaplama Süresine Bağlı Yüzey Pürüzlülüğü Değişimi.	41
6.3:	Kaplama Süresine Bağlı Çizilme Direnci Değişimi.	44
6.4:	3 dakika süreyle kaplanmış numunenin XRD grafiği.	45
6.5:	9 dakika süreyle kaplanmış numunenin XRD grafiği.	46
6.6:	20 dakika süreyle kaplanmış numunenin XRD grafiği.	46
6.7:	3 dakikada hazırlanan kaplamaya ait kesit SEM görüntüleri	47
6.8:	5 dakikada hazırlanan kaplamaya ait kesit SEM görüntüleri.	48
6.9:	9 dakikada hazırlanan kaplamaya ait kesit SEM görüntüleri.	50
6.10:	20 dakikada hazırlanan kaplamaya ait kesit SEM görüntüleri.	51
6.11:	3 dakikada hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüleri.	53
6.12:	5 dakikada hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüleri.	55
6.13:	9 dakikada hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüleri.	57
6.14:	20 dakikada hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüleri.	59

TABLOLAR DİZİNİ

Table	Tablo No:	
5.1:	Yüzey pürüzlülüğü ölçümü şematik ve matematiksel ifadeleri.	27
5.2:	Kaplama kalınlığı ölçüm yöntemleri.	29
5.3:	Adezyon başlığı seçim kriterleri.	30
5.4:	Adezyon test prosedürü ve şematik gösterimi.	31
5.5:	Adezyon değerlendirme kriterleri.	32
5.6:	Ütü taban sıcaklığı ile kumaş tipi ilişkisi.	37
6.1:	Kaplama süresine bağlı olarak belirlenen kaplama kalınlıkları.	39
6.2:	Kaplama süresine bağlı olarak değişen yüzey pürüzlülüğü değerleri.	41
6.3:	Kaplama süresine bağlı olarak değişen adezyon dayanımı sonuçları.	42
6.4:	Kaplama süresine bağlı olarak değişen çizilme direnci sonuçları.	44
6.5:	Ütü taban türüne göre ortalama sıcaklık ölçümleri.	61
6.6:	Farklı türdeki ütülerin zamana bağlı ısıl davranış görüntüleri.	63

1.GİRİŞ

Teknolojik gelişmelere paralel olarak yüksek sürtünme dayanımına, korozyona ve mukavemete sahip malzemelere olan ihtiyaç daha da artmıştır. Mühendislik uygulamalarında hali hazırda kullanılan malzemelerde bu özelliklerin aynı anda çok zor bulunur olması bilim adamlarını yeni arayışlara itmiştir. Fakat bu yeni tür malzemelerin kullanılması oldukça büyük bütçeler gerektirmektedir. Bu sebeple; bilim adamları daha ucuz şekilde ulaşılabilen malzemelerin özelliklerini iyileştirerek bu tür ilave özellikleri kazandırma yoluna başvurmuşlardır. Malzemelerin sadece yüzey özelliklerini nispeten daha düşük bütçeler ile iyileştirmek son yıllarda sıkça başvurulan bir yöntem olmuştur. Malzemelerin yüzey özelliklerinin iyileştirilmesinde sıkça kullanılan yöntem yüzeylerin oksit esaslı bir seramik ile kaplanmasıdır. Seramik kaplamalar malzemelerin, korozyona, yüksek sıcaklığa ve aşınmaya karşı dirençlerini arttırmaktadırlar. Metallere göre sertlikleri de daha yüksektir. Seramik kaplamalar metal ve seramik malzemelerin üstün özelliklerinin bir arada toplanmasına ve kullanılmasına imkân sağlamaktadır.

Son yıllarda da çok büyük gelişme gösteren ve hafif metallere (Al, Ti, Mg ve alaşımları) uygulanan bir yöntem olan mikroark oksidasyonu (MAO) ile; kaplama ve altlık arasında iyi bir yapışma sağlayan bir yapı oluşturulmaktadır. Mikroark Oksidasyonu (MAO), literatürde "Mikro Plazma Oksidasyonu", "Plazma Elektrolit Anot İşlemi", "Kıvılcım deşarj altında anot oksidasyonu", "Plazma Elektrolit Oksidasyon" gibi terminoloji ile anılmaktadır. Bu proses temelde yüksek voltaj kıvılcımları ile tertiplenmiş elektrot-elektrolit ara yüzeyinde meydana gelen elektrokimyasal bir proses olup, alüminyum, magnezyum, titanyum ve bunların alaşımlarına yaygın olarak uygulanmakta olan bir prosestir.

Son on yıldır MAO kaplamaların hazırlanmasında önemli ilerlemeler olmasına rağmen kaplamanın sistematik şartları henüz çok açık değildir. Endüstriyel olarak çok önemli olan bu kaplamalar için literatürde birçok karakterizasyon çalışmasına rastlanabilmektedir. Bu karakterizasyon çalışmaları mikro yapısal, mekanik, aşınma, korozyon ve kalıntı gerilme gibi konuları kapsamaktadır. İşlem parametrelerinden bazılarının kaplamanın faz kompozisyonu, mikro yapı ve mekanik özelliklerine olan etkisi bazı araştırmacılar tarafından farklı alaşımlar için çalışılmış olmasına rağmen endüstriyel ürünlerdeki uygulama alanlarına ilişkin yapılan bir çalışma bulunmamaktadır.

Bu çalışmanın amacı da; küçük ev aletlerinden olan buharlı ütünün alüminyum esaslı alt taban yüzeyine MAO yöntemi ile bir seramik kaplama geliştirilmesi ve kaplama mikro yapısının, kalınlığının, faz kompozisyonunun, sertliğinin, yüzey pürüzlülüğünün, yapışmasının; taban malzeme özelliklerini ne ölçüde ve ütü performansını nasıl etkilediğinin belirlenmesidir.

2.MAO KAPLAMA YÖNTEMİ

2.1.Giriş

Mikroark oksidasyon (MAO) yöntemi; son yıllarda hafif metallerin (Al, Mg, Ti vb.) yüzeylerinin kalın, yoğun, yüksek sertlikte seramik ile kaplanmasında sıkça kullanılan elektrokimyasal işlemlerden biridir. MAO yöntemi çok yönlü bir prosestir ve elde edilen kaplamanın kalitesi ve performansı; elektrolitin komposizyonuna, proses süresine, banyo sıcaklığına, anot-katot arasındaki mesafeye, uygulanan voltaja, akım yoğunluğuna ve altlık malzemenin kompozisyonuna bağlıdır.[1] ,[2] , [3], Mikroark oksidasyon kaplamalarının mikro yapı, faz kompozisyonu, gözeneklilik, yoğunluk ve iç gerilmelerin yanı sıra kaplama kalınlığı, yapışma, yüzey pürüzlülüğü, sertlik ve tokluğun kaplamaların tribolojik performansı üzerinde güçlü bir etkisi bulunmaktadır. [4], [5] Kaplama ve taban malzemesi arasındaki yapışma mukavemeti ise çeşitli parametreler tarafından kontrol edilir. Bunlar; taban malzemesinin sertliği, kaplama sertliği, kaplama kalınlığı ve taban malzemesinin türü ve kaplamadaki iç gerilme miktarı olarak sayılabilir. Bu özellikler proses parametrelerine bağlı olup prosesin geliştirilmesi sırasında belirlenmeli ve istenilen özelliklere göre en uygun kombinasyonda kullanılmalıdırlar.

Prosesin altyapısını oluşturan ilk çalışmalar bundan yaklaşık 130 yıl kadar önce Sluginov tarafından yapılan elektroliz işlemi sırasında ilk deşarj kıvılcımlarının görülmesi ile başlamıştır. Deney esnasında ortaya çıkan ışıma; birinci ve ikinci dereceden olmak üzere anotta görülen ışıma ve anot etkisi olarak ikiye ayrılır

1930'lu yıllara gelindiğinde ise Gunterschultze ve Betz; deneyleri sırasında anodizasyon esnasında anot yüzeyinde kıvılcımların meydana gelmesini ve yüksek miktardaki çıkışı optik yayılım spektroskopisi (OES) yardımı ile tespit etmişlerdir. W.Mc.Neil ve L.Gruss 1960'lı yıllarda yöntemin gelişimine faydası olacak, MAO üzerindeki çalışmaları sırasında Nb içerikli elektrolit içerisinde kadmiyum niyobat'ı anotlamak için kıvılcım deşarjlarını kullanmışlardır.

Bu bilim insanları; elektrolit ve altlık bileşenlerinde karmaşık bir oksit kaplamanın sentezlenmesi için anodik kıvılcımın kullanım geçerliliğini ilk kez göstermişlerdir. G.A.Markov 1976'da MAO metodunu ilk kez yaygınlaştıran ve başarılı bir şekilde geliştiren bilim insanıdır. 1980'li yıllarda Shnezhko ve ekibi, Markow ve ekibi, Fyedorov ve ekibi, Gordienko ve ekibi ve Almanya'da Kurze ve ekibi çeşitli metaller üzerine oksit kaplanmasında; yüzey deşarjının kullanılması üzerine çalışmışlardır. Aynı dönemde, gerek ABD gerekse de Çin'deki bilim insanları da bu konu üzerinde çeşitli çalışmalar yürütmüşlerdir. Prosesin detayları hakkında diğer araştırmacılara kıyasla daha az bilgiye sahip olmaları, farklı ve fiziksel olarak her zaman aynı terminolojiyi kullanmamaları bu tekniğin : "Mikro Plazma Oksidasyonu", "Plazma Elektrolit Anot İşlemi", "Kıvılcım deşarjı altında anot oksidasyonu" ve "Plazma Elektrolit Oksidasyon" şeklindeki değişik adlarla da anılmasına sebep olmuştur.

2.2. Mikroark Oksidasyon Prosesi

Mikroark oksidasyonu veya diğer bir tabir ile mikro deşarj oksidasyonu; yeni bir proses olup, metal ve alaşımlarının yüzeylerini kuvvetlendiren yüzey işlemlerindendir. MAO elektrolit banyolarında meydana getirilen ve elektrokimyasal işlem olan geleneksel anodizasyon işleminden türetilen bir elektrolitik plazma işlemidir. Anodizasyonun tersine, MAO zayıf alkali çözelti içerisinde yaklaşık 1000 V ve asimetrik alternatif akım veya darbeli akım şartlarında meydana getirilir. MAO'yu bu yöntemden farklı kılan en önemli özellik elektrolit içerisinde, işlem altında bulunan taban malzemesi yüzeyinde, düzensiz olarak hareket eden elektriksel mikro deşarjların mevcudiyetidir. MAO prosesinin anodizasyona göre en önemli avantajı; zayıf alkali, çevresel olarak uygun ve tehlikesiz elektrolitik çözeltilerin kullanılmasıdır.

MAO işlemi üç temel adımdan oluşur. Kaplamadan önce temizleme (yağ alma), MAO kaplama işlemi ve kaplama sonrası yıkama işlemidir. Kullanılan cihazlar da üç ana bileşenden oluşur. Bunlar; güç kaynağı, elektrolit ve yıkama banyosudur. MAO teknolojisi başlangıçta alüminyum ve alaşımlarının kaplanması için geliştirilmiş olup Mg, Ti, ,tantalyum,Nb, Zr ve Be gibi diğer valf metallerin de kaplanmasında iyi sonuçlar verdiği zaman içerisinde görülmüştür.

2.3. MAO Prosesinin Fiziksel ve Kimyasal Temelleri

MAO prosesinin oluşum mekanizması incelendiğinde; bu prosesin iki basamakta meydana geldiği görülür. İlki, sıvı ortam içerisinde numune ile karşı elektrot arasında farklı elektrot potansiyelleri uygulanması sonucu oluşan elektroliz olayı, ikincisi ise iş parçası yüzeyi civarında oluşan elektriksel deşarjlardır. Çözelti olarak kullanılan elektrolitin içerisine iki elektrot daldırılır ve bu iki elektrot arasına bir potansiyel fark uygulandığında oluşan elektrik alan ile çözeltideki pozitif iyonlar elektrik alan yönünde hareket ederken negatif iyonlar zıt yönde hareket ederler. Şekil 2.1'de gösterildiği gibi gaz halindeki oksijenin serbest hale geçmesi ile metalin oksidasyonunun anodik yüzeyde oluşmasına neden olur. Ayrıca, elektrolitin kimyasal aktivitesine bağlı olarak oksidasyon prosesinin; yüzeyde çözülmelere veya oksit film tabakası oluşumuna neden olduğu ve gaz halindeki hidrojenin serbest kalması ve/veya katyon redüksiyonu ise katodik yüzeyde oluştuğu görülmektedir [7].



Şekil 2.1: Sıvı çözeltilerin elektrolizindeki işlemler.

2.4.Akım-Voltaj Karakteristiği

MAO, pasif hale getirilen metal anot yüzeyinde büyüyen orijinal oksit filmin kırılma voltajından daha yüksek potansiyellerde meydana gelir ve işlem görmüş yüzeyde hızlı bir şekilde hareket eden çok sayıdaki mikroark tarafından karakterize edilir. Şekil 2.2'deki akım-potansiyel grafiği, MAO işlemi esnasında oksit filmin oluşturduğu elektrokimyasal sistemi ifade eder.



Şekil 2.2: Plazma elektrolizi için akım-voltaj diyagramı.

Elektrolit içerisine daldırılan numuneye çok düşük anodik potansiyel ($\langle U_1 \rangle$) uygulandığında; sistemin elektrot kinetiği Faraday kanuna uyar ve elektrolit hücresinin akım-potansiyel karakteristiği Ohm kanununa göre değişir. Yani; potansiyeldeki bir artış, akımda doğru orantılı bir artışa sebep olur (0-U₄bölgesi). Malzemeler valf malzeme olduğundan pasif hale gelerek metal/elektrolit ara yüzeyinde yalıtkan pasif filmi oluşur. Oluşmuş bu film pratikte malzemenin korozyon potansiyeline tekabül eden U₄ noktasında çözülmeye başlar. Potansiyel daha da arttırıldığında (U₄-U₅ bölgesinde) yeniden pasifleşme olur ve gözenekli oksit film tabakası oluşur. Potansiyel düşmesinin büyük bir kısmı bu gözenekli film tabakası boyunca meydana gelir. U₅ noktasında, oksit film içerisindeki elektrik alan kuvveti çarpma (impact) ve tunneling iyonizasyondan [27],[28] dolayı filmi baştanbaşa kıran kritik değere ulaşır. Bu durumda küçük, parıldayan kıvılcımların oksit film yüzeyi boyunca hızlı bir şekilde hareket ettiği gözlemlenir.

 U_6 noktasında, çarpma iyonizasyon mekanizması; termal iyonizasyon işleminin başlaması ile desteklenir ve daha yavaş, daha büyük ark deşarjı oluşur. U_6 - U_7 bölgesinde iyonizasyon; kalınlaşan oksit film içerisinde birikmiş negatif yük tarafından kısmen engellenir. Bu altlığı karıncalandıran deşarj bozulmasına sebep olur. Kısmen düşük güç ve düşük süreli ark deşarjı ile sonuçlanan bu olay mikrodeşarj 'mikroark' olarak adlandırılır. [20] Mikroarktan dolayı film yavaş yavaş eritilir ve elektrolit içinde bulunan elementler alaşımlandırılır.

U₇ noktasının üzerinde filmin her bölgesinde oluşan ark, mikro-deşarjları bir taraftan diğer tarafa nüfuz eder ve filmin termal çatlaması gibi tahrip edici etkilere neden olan güçlü arklara dönüşür. Pratikte yukarıdaki elektrot işlemlerinin birçoğu elektrot yüzeyine komşu bölgelerde (uygun bir şekilde, aynı zamanda) oluşur. Özellikle, elektrokimyasal sistemin U₁-U₅ kritik voltajlarının üzerinde çalışması göz önüne alındığında; normal olarak geleneksel elektrolizde karşılaşılan iki fazlı elektrot-elektrolit modeli, karışık dört-fazlı (metal-dielektrik-gaz-elektrolit) sistemle değiştirilmek zorundadır. Esas voltaj düşmesinin yoğunlaştığı bölgede; düşük iletkenlikli iki faz oluşur (dielektrik ve gaz). Bu fazların direnci sürekli olarak değiştiğinden, iyonlaşma olayının hangi fazda başladığını fark etmek oldukça zordur. [3],[7] Bu sebeple elektrokimyasal sistemlerin iki tipe ayrıldığı fark edilemez.

2.5. MAO işleminin Görüntülenmesi

Akım yoğunluğu rutin plazma işleminde kontrol edilebilen en önemli parametredir. Normalde, plazma elektrolizde gerekli şartlara ulaşmak için akım yoğunluğu; 0,01-0,3 A/cm² aralığında ayarlanır. Faraday'ın ilk kanununa göre bu; kaplamanın büyüme hızını belirler. Kaplama büyürken voltaj hızlı bir şekilde artar, daha sonra kararlı plazma şartları oluşur oluşmaz yavaş yavaş artar. Voltaj değişiminin kritik hızı; elektrot yüzeyinde kıvılcım deşarjının oluşmasına (U₅) tekabül eder. Bu değer, metal–elektrolit kombinasyon karakteristiğine kuvvetli derecede bağlı olup tipik olarak; 120-350V aralığında bulunur. Prosesin ilk aşamasında kıvılcım oluştuğunda; elektrotu homojen beyaz bir ışık sarıyormuş gibi gözükür. Kaplama ilerledikçe bu kıvılcımlar; yüzey boyunca hızlı bir biçimde hareket eden bir kaç farklı kıvılcımlara dönüşür (U_6). Yavaş yavaş olmak üzere kıvılcım yoğunluğu düşerken şiddeti artar. Sonunda; birkaç kırmızı ark spotlarının yüzey boyunca yavaşça hareket ettiği gözlemlenebilir (U_7). Güçlü arklar; zaman zaman akım salınımına ve kaplamanın zarar görmesine neden olabilir. Bundan dolayı, genelde güçlü ark tespit edildiğinde; proses hemen sonlandırılmalıdır.

2.6. Voltaj Zaman Karakteristiği

Anodizasyon işleminin başlangıç aşamasında kaplama oluşum eğrisindeki ani voltaj yükselmesi; (Şekil 2.3) serbest metal yüzeyin azalması ve anodik oksit tabakasının elektrik direncinin büyümesine tekabül eder.



Şekil 2.3: MAO'da toplam anodik oluşum voltaj eğrisi.

Belli bir tabaka kalınlığında (alüminyum için yaklaşık 0,5-1 mikron) kıvılcım deşarjları eş zamanlı oluşan iki işlemle birlikte görünür. Bunlar; elektrokimyasal oksidasyon ve oluşum altındaki kaplamanın kıvılcımlar tarafından çözünmesidir. Düşük kalınlıktaki kaplamada yüksek ısı kaybından ötürü sadece kıvılcım deşarjları bulunur. Film kalınlığının büyümesi ile (alüminyum için 2 mikron) bu kıvılcım deşarjları mikroarka ve daha yüksek kalınlıklarda ise ark deşarjlarına dönüşürler . Altlık malzemenin ve elektrolitin her bir özel kombinosyonu için mikroark deşarjları; belirli voltaj ve akım yoğunluklarında oluşur. Daha yüksek değerlerde; aniden veya yavaşça ark deşarjlarına dönüşür. Bu durumda, görülür deşarjların sayısı azalıp parlaklıkları artar, yüzey boyunca hareketlerinin karakteri değişir ve anot voltaj oluşum eğrisindeki eğim açısı azalır (Şekil 2.3). Mikroark deşarjlarının; arka dönüşüm sınır değeri olarak 30 mA değeri; birim deşarj akımı olarak kabul edilmiştir.

Anodik mikroark deşarjları oksit film yüzeyi ve elektrolit arasında meydana gelir. Bu durumda anot spotundaki film 1000–2000°C'ye kadar ısınır. Anodik oksit tabakası metal sınırından 5 mikron uzaklıktaki derinlikte spot altında metal sıcaklığı 300°C ve sınırda ise 500°C'dir .Oluşan metal-oksit-deşarj-elektrolit sistemi iyonik iletkenliğe sahiptir ve MAO esnasında geçen akım; özellikle sadece bu deşarj kanalları boyunca geçer .Mikroark deşarjlarının; arka dönüşmesinden sonra sıcaklığı 5000°C'ye kadar çıkar ve birim deşarj akımı 2-2,5 kat artar. Ark deşarjlarının gücü; kaplamanın erimesi (altlık malzemeye doğru) için yeterlidir. Bu deşarjlar kaplama yüzeyinde oluşur ve belirli bir voltaja ulaştığında kaplamanın tersine tahribi başlar.

2.7. Mikroark Oksidasyon Prosesinin Deşarjın Modellenmesi

MAO prosesinin daha iyi şekilde anlaşılması için deşarj kanalları ve altlık üzerinde oluşan oksit esaslı filmin oluşumu modellenmeye çalışılmıştır. Ancak, tüm modellemeler alüminyum üzerine oluşturulan filmin oluşum mekanizması üzerinden yapılmaktadır. MAO tekniğinin uygulanabildiği Mg, Ti, Zr ve alaşımları ile ilgili modelleme çalışmaları çok sınırlıdır. Literatürde birkaç mikro deşarj modeli önerilmiştir. İlk modele göre [19], [30]-[32] mikro deşarj güçlü elektrik alanı içerisinde oksit filminin dielektrik kırılması sonucu olarak meydana gelir (Şekil 2.4(a)). Kırılma, elektron çarpışma etkilerinden dolayı filmin gözenekleri (depontları) ve yapısal hatalarında meydana gelen 'yıldırım ilerlemesi' olarak düşünülür.



Şekil 2.4: Alüminyumun anodik oksidasyonu esnasında yüzey deşarj görünümünü belirten modellerin şematik gösterimi.a)Deşarj kanalı oluşumum ilk evre b)Deşarj kanalı oluşuu ikinci evre c) Mikrodeşarj kanalı son son evre.

Dielektrik kırılmanın en önemli sonucu; içerisinde yeterli elektrik alanı muhafaza etmek için polarlaşma voltajı, film kalınlığıyla orantılı olarak artmalıdır. Bu model; güçlü elektrik alanı içerisindeki metal/dielektrik/sıvı sisteminin genel kırılma teorisine dayanır [33]. Kırılma (break-down) işleminde üç önemli aşama belirlenmiştir. İlk aşamada, yüksek iletkenlik bölgesindeki dielektrik kararlılığın kaybedilmesinin neticesinde, oksit tabakasının içerisinde deşarj kanalları oluşur. Bu bölge, oluşan elektron çarpışmaları tarafından 10000°K'e kadar ısınır. Güçlü elektrik alanından dolayı, elektrolit içerisindeki anyonik bileşimler kanal içerisine çekilir. Bununla birlikte, aynı anda yüksek sıcaklıktan dolayı altlıktaki alüminyum ve alaşım elementleri eriyerek altlıktan dışarı çıkar ve kanal içerisine girer. Böylece, bu işlem neticesinde plazma kanalları oluşur. İkinci aşamada, kanal içerisinde plazma kimyasal reaksiyonları oluşur. Bu kanal içerisinde basıncın yükselmesine yol açar. Plazma kanalları bu basıncı dengelemek için genişler. Aynı zamanda, elektrik alanının varlığından dolayı zıt yüklü iyonların ayrılması görülür. Katyonlar, elektrostatik kuvvetler tarafından kanallardan dışarı elektrolit içerisine itilir. Son aşamada, deşarj kanalları soğur ve reaksiyon ürünleri deşarj kanal duvarlarına çökelir.

İkinci grup modeller [34]; her bir mikro deşarjı, oksit filminin mikro gözeneklerinde oluşan gaz deşarjı olarak dikkate alır (Şekil 2.4(b)). Gözenek içerisinde gaz fazının oluşumu (ve içeride deşarjın başlaması), mikro gözenek tabanındaki bariyer tabakasının ilk dielektrik kırılmasının meydana gelmesinden dolayı kaynaklanır.

Şekil 2.4(c)'de alternatif bir mikro deşarj oluşum modeli önerilmiştir. İlk olarak Hickling ve Ingram [35] tarafından çalışılan model; kontak deşarj elektrolizine benzer esaslar üzerine kurulmuştur. Çalışmalarında, U⁺ \geq 420 V'da, anot platin tel yüzeyinde oluşan ince buhar örtüsü ve elektrolit ara yüzeyinde kıvılcım deşarj gözlenmiştir.

Fakat anodun alüminyum olması durumunda buhar örtüsü rolü; oksidasyon işlemi ve deşarj eşliğindeki gaz kabarcıkları tarafından oynanır. Bu sebeple de buhar örtüsü; birbirinden farklı çok sayıda mikro deşarj gibi görünür. Yine de her iki durumda da deşarj başlamasının genel şartının, büyüyen oksit filminin kırılmasından ziyade, elektrolit yüzeyinde (kısmi katot) gazlı faza elektron yayılması olduğunun bilinmesi önemlidir. Ayrıca, serbest elektronların güçlü elektrik alanı içerisinde, oksit-elektrolit ara yüzeyinde, su molekülleri ve anyonların iyonizasyonundan ötürü herhangi gaz/buhar fazının varlığını dikkate almaksızın görülebileceğine de dikkat edilmelidir. Serbest elektronlar daha sonra birden su ile bir dizi reaksiyonlara girerek gazlı ürünleri (H₂, O₂) meydana getirir ve böylece kararlı plazma deşarj ortamı için gerekli şartları oluşur. Alternatif akım (AA) MAO deşarjları için dikkate değer diğer model, yakın zamanda Wagner ve arkadaşları [36] tarafından incelenen dielektrik bariyer deşarj modelidir. MAO'ya benzer olup bariyer deşarjı AA polarizasyonu ve atmosferik basınç şartlarında, ince dielektrik filmle kaplı tek elektrotla çalışır. Bariyer deşarjı genellikle, filamentery modda işler. Olay, MAO işlemindeki mikro deşarjlara görüntü itibarı ile benzerdir. Fakat bariyer deşarj hem pozitif hem de negatif yarı çevrimde oluşur. Bireysel filamentlerin süresi çok kısa ($\sim 10^{-8}$ sn) ve akım yoğunlukları çok yüksektir (10^{6} - 10^{7}). MAO'daki deşarjların aksine, dielektrik bariyer deşarjı; basit doğru akım (DA) polarizasyon kullanılarak oluşturulamaz [8].

A.L.Yerokhin ve ekibi kendi araştırmalarında yukarıda verilen modellerin (dielektrik kırılma ve gözeneklerdeki deşarj) mikro deşarj olayının genel, zamana ait ve elektriksel karakteristiklerine uymadığını bulmuştur [8]. Bu sebeple kontak deşarj elektrolizine benzer esaslar üzerine kurulmuş olan yeni bir model önermiştir. Bu model oksit-elektrolit ara yüzeyindeki gazlı ortamda serbest elektron üretimi ve kıvılcım deşarj başlamasının mümkün olabileceğini kabul eder. Bu da oksit tabakasının ısınmasına, erimesine ve soğumasına neden olur.

3.MAO KAPLAMALARININ GENEL ÖZELLİKLERİ

3.1. Mikroyapı

MAO prosesiyle elde edilen oksit kaplamaların genel özelliği; altlığa mükemmel yapışan yoğun iç bölge ve kaplamanın dış kısmını temsil eden gözenekli bölge olmak üzere iki farklı bölgeden oluşur. Gözenekli dış bölge düşük sıcaklık ve amorf fazları içerir. Daha sıkı, yoğun iç bölge yüksek sıcaklık modifikasyonlarıyla meydana gelir. Bölgelerin rölatif ölçüleri, miktarları, yapıları ve kompozisyonları esas itibarıyla altlık kompozisyonu, elektrolit kompozisyonu ve işlem rejiminden etkilenir [7].



Şekil 3.1: Kesit mikroyapı görünümü.

Şekil 3.1'de görüldüğü üzere MAO kaplama iki farklı bölgeden oluşur. Bu iki farklı bölgenin büyüklükleri MAO prosesi değişkenleri olan; akım yoğunluğu, seçilen elektrolitin kompozisyonuna ve miktarına, proses süresine ve altlık malzeme kompozisyonuna bağlıdır [9].

3.2. Yüzey Kompozisyonu

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

Alüminyum alaşımları üzerine aşınma dirençli kaplamaların oluşturulması için optimize edilmiş kaplama prosesi α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazları meydana getirir. Daha sert olan α fazının nispi oranı akım yoğunluğu artırılarak artırılır. α -alumina içeriği bakır içerikli alüminyum altlıklarında oluşturulan kaplamalarda %60'lara kadar ulaşabilir. Hâlbuki γ -Al₂O₃ fazı özellikle magnezyum içeren alüminyum Müllit faz esaslı kaplamalar alasımlarında oluşur. silicon-iceren altlık malzemelerinde oluşur [7]. Yüzey kompozisyonu γ -Al₂O₃ fazınca zengin olup belli bir başlangıç noktasından sonra bu fazın bulunduğu yüzeyin tabaka kalınlığı kaplama büyürken sabit kalır.

3.3.Mekanik Özellikler

Oksit kaplamaları kaplandıkları metal altlıklarda kayda değer mukavemet artışı sağlayabilirler. Bu etki, ince saç altlıklarda; efektif Elastisite modülünde % 100-200'lük gözlenen artışla daha belirginleşir [7]. Bu artış, saç kalınlığına ve oksit tabakasının kısmi derinliğine bağlıdır. Kaplama bölgesinin mikroyapı karakteri ve oluşan faz dağılımından dolayı kaplama boyunca sertlikte dalgalanmalar meydana gelmektedir. Şekil 3.2'da görüldüğü gibi kaplamaya göre altlık kısımda sertlik oldukça düşüktür. Kaplama bölgesinden dışarı doğru ilerledikçe kaplama sertliğinde artış gözlenmiş ardından sertliğin bir noktada zirve yaptığı ve sonrasında da tekrar düşmeye başladığı görülür.



Şekil 3.2: Kaplama kesiti mikro sertlik dağılımı. (1) α-Al2O3, (2) γ-Al2O3, (3) Müllit.

MAO prosesiyle alüminyum üzerinde oluşturulan kaplamaların abrasif aşınma direnci, WC esaslı kompozitler, termal difüzyon bor kaplamaları ve koronduma kıyasla daha fazladır. Şekil 3.3'de kaplama-sertlik grafiği çeşitli malzemelerin ve kaplamaların birbirine göreceli aşınma dirençlerini ve PEO kaplama potansiyeli gösterilmektedir [7].



Şekil 3.3: Talc'a göre bazı malzemelerin göreceli aşınma direnç (ϵ_w) diyagramı. H: malzeme sertliği.

MAO kaplamaların tane boyutu 70 µm'den daha küçük SiC tozlu abrasif disk altındaki aşınması testleri yapılmıştır [29]. Şekil 3.4'de aşınma belirtilen gözenek değişimini ve kaplama boyunca bir birini izleyen homojen olmayan sertlik dağılımını dikkate alarak aşınma rejimi aşağıdaki gibi farklı bölgelerde incelenebilir.

i) Dış tabakanın (I. bölge) yüksek aşınma hızı, nispeten düşük sertlik ve gözeneklerle alakalıdır.

ii) Kaplamanın iç bölgesindeki (II. bölge) minimum aşınma hızı, bu bölgedeki en yüksek sertlik ve en düşük gözenekle alakalıdır.

iii) Kaplama-altlık ara yüzeyindeki (III. bölge) aşınma hızının ani artışı, işlem görmemiş yumuşak alüminyum altlık malzemenin açığa çıkmasıyla ani sertlik ve yük taşımasının düşmesinden dolayıdır [7].





4. LİTERATÜR ÖZETİ

Literatürde şimdiye kadar mikroark oksidasyon yöntemiyle yapılan bilimsel çalışmalar detaylı bir şekilde taranarak literatürdeki boşluklar tespit edilmiştir. Bu tezde yapılması düşünülen çalışmalar; literatürde tespit edilen bir boşluğu doldurmayı hedefleyecek şekilde planlanmıştır. Mikroark oksidasyon yöntemiyle yapılan bilimsel çalışmaların son yıllarda artması ve bunların litratüre yansıması; kaplamanın endüstride yoğun olarak kullanılmasıyla ilişkilidir. Literatürde kaplamaların karakterizasyonu ile alakalı çok sayıda çalışmalar tespit edilmiştir. Bu çalışmalar;

- Mikroyapısal
- Mekanik
- Aşınma
- Performans deneyleri
- Korozyon

açısından ele alınmak üzere karşımıza çıkmaktadır. Bu konu ile ilgili yoğunlaşan araştırmacıların çalışmaları aşağıda özetlenmiştir.

Aleksey L. Yerokhin, Viktor V. Lyubimov ve Roman V. Ashitkov'un [43] bir çalışmalarında, plazma elektrolit oksidasyon esnasında alüminyum alaşımları üzerinde elektrokimyasal ve plazma kimyasal oksitlenme mekanizmalarını içine alan oksit seramik kaplama modeli geliştirilmiştir. Plazma kimyasal işlemlerin termodinamik simülasyonu, kompleks oksitlerin oluşumunun altlık alaşım elementlerinin oluşumu gibi kaplama deşarj kanallarında mümkün olabildiğini göstermiştir. Hem reaksiyon ürünlerinin oluşumu hem de deşarj kanallarının ısınma ve soğuması için termodinamik hesaplar yapılmıştır. Hesaplanan sonuçlarla deneysel sonuçlar arasındaki fark % 20'den daha az olduğu tespit edilmiştir. Bu farkın, ayrı olarak dikkate alınması gereken oksit seramik kaplama oluşumundaki çeşitli mekanizmaların katkısının, doğru ve net olarak belirlenemeyişinden kaynaklanabileceği belirtilmiştir.

A. L. Yerokhin, A. A Vevodin ve arkadasları [39] tribolojik amaçlı üretilen oksit seramik kaplamalar için mikroark deşarj oksidasyon işleminin teknik ve ekonomik yönlerden optimizasyon problemini deneysel tasarıma göre incelemişlerdir.Y. K. Wang ve arkadaşlarının [44] yaptıkları çalışmada, mikroark oksidasyon yöntemiyle ticari Al-Cu-Mg alaşımı (2024) üzerine oluşturulan seramik

kaplama karakteristiğinde, elektrolit çözelti içerisine katılan Na₂WO₄.2H₂O ve SiC tozunun etkisi çalışılmıştır. Seramik kaplama kalitesi bu katkılarla iyileştirilmiştir. Fakat Na₂WO₄.2H₂O ilavesinin seramik kaplamadaki Al₂O₃ faz oluşumunun iyileştirilmesinde, iç yoğun bölgenin tüm seramik kaplamaya oranının artırılmasında, seramik kaplama faz yapısının optimize edilmesinde ve kaplamanın aşınma direncinin iyileştirilmesindeki tesirinin daha büyük olduğu tespit edilmiştir. SiC tozunun ilavesiyle, gözenekli tabaka kalınlığı artmamasına rağmen Al₂O₃ ve Al-Si-O kontenti artmıştır. Bunun muhtemelen oksidasyon esnasında SiC tozlarının plazma karışım işlemine dâhil olması ve elektrolit içerisindeki O ve Si elementlerinin yoğun iç tabakaya daha fazla girmesi şeklinde sonuçlanabileceği fakat bunun doğrulanması için daha fazla çalışmanın yapılması gerektiği belirtilmiştir.

P. A. Deamley, J. Gummribach ve arkadaşları [38] ise temas gerilmesinin alüminyum altlığın akma dayanımını aştığı çok büyük basınçlar altında, MAO işlemiyle kaplanmış alüminyum alaşım yüzeyinin kayma aşınma direnci ve sürtünme karakteristiklerinin karşılaştırılmasını araştırmışlardır. MAO yöntemiyle kaplanmış Al-Mg alaşımları, altlık malzemenin akma dayanımının birkaç katı büyüklüğündeki gerilme değerlerinde, mükemmel aşınma direnci gösterirler. Bu durum, Al₂O₃ tabakası/altlık ara yüzeyinin mükemmel yapışma bütünlüğü ile Al₂O₃ tabakası içerisindeki yüksek yapışma mukavemetinin birleşimine atfedilebilir. Maksimum altyüzey kayma gerilmesi alüminyum alaşımının plastik deformasyonu için yeterli olsa bile kaplama tabakasında çökme meydana getirmez. Ayrıca, Al₂O₃ tabakasının yüksek kohezyon dayanımının; Al₂O₃ tabakasını hasar verici kırılmalara karşı dirençli yapacağı ve mikro gözeneklerin levhanın mikro kırılma tokluğunu artırabileceği şeklinde belirtilmiştir.

X, Nie, A Leyland ve çalışma arkadaşları [4] BS Al-6082 alüminyum alaşımı üzerine yapılan mikroark oksit kaplamaların kalınlığının mekanik özelliklere olan etkisini araştırmışlardır. Kaplama kalınlığının önemli bir şekilde mekanik özellikleri geliştirdiği saptanmıştır. Ayrıca, yapışma ve tribolojik kayma ve çarpma aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Tribolojik performansa göre kalın kaplamalar kayma, çizme ve çarpma testlerinde en iyi performansı gösterirken, ince kaplamalar da şaşırtıcı bir şekilde hem çarpma hem de düşük kayma testlerinde etkili olmuşlardır. Orta kalınlıktaki kaplamalar ise tüm tribolojik testlerde nispeten daha kötü performans sergilemişlerdir. Kaplamaların kesit alan sertliği kaplama kalınlığıyla değişmiştir. Maksimum sertliğin (2400 HV) bulunduğu konum kaplama kalınlığının artmasıyla ara yüzeyden uzaklaşmıştır. Sertlikteki düşüş; maksimum değerin elde edildiği bölgeden sertlik değerinin en düşük olduğu kaplama yüzeyine doğru ölçülerek tespit edilmiştir. Sertlikteki düşüşün hem faz kompozisyonundaki değişikliklerden hem de kaplama gözenekliliğindeki benzer artıştan kaynaklanabileceği belirtilmiştir. Kontrollü seviyedeki gözenekliliğin alümina tabakasında gevrek kırılmanın azalması ve gerilmelerin rahatlatılması açısından muhtemel bir avantaj olabileceği de belirtilmiştir.

S.V. Gnedenkov ve arkadaşları [41] alüminyum alaşımları üzerine yüksek mikro sertlikli (7000 MPa) ve 870°C'ye kadar ısı dirençli koruyucu kaplama oluşum şartları ile elektrolit kompozisyonunu ayrıntılı olarak çalışmışlardır. Sodyum hidroksit kullanarak elektrolit kompozisyonu içerisine potasyum tartarat ve sodyum florit katılmasının elektrolitin uzun süreli kararlı kalmasını sağladığı saptanmıştır. Ayrıca, floritin oksitlenme şartları altında alüminyum üzerinde homojen, elastik ve amorf yapılı filmin oluşmasını garantilediği belirtilmiştir.

Wenbin Xue ve çalışma arkadaşları [45] MAO yöntemiyle işleme tabi tutulan numunelerin geometrik boyutlarındaki değişimin uygulamalar için önemli bir sorun olabileceğini görmüşler. Bunun için 2024 Al alaşımı üzerine MAO yöntemiyle NaOH çözelti içerisinde 230µm kalınlığında seramik kaplama oluşturarak numune boyutlarındaki değişimi, seramik kaplamaların büyüme düzenini ve kaplama oluşum mekanizmasını inceleyerek açıklamaya çalışmışlardır. Bir kaç saatlik lineer büyümeli oksidasyondan sonra kaplamanın büyüme hızının giderek azaldığı ve sonunda büyüme hızının durduğu belirlenmiştir. Kaplamanın ilk aşamasında, kaplamanın çoğunlukla dış yüzeye doğru büyüdüğü ve numunenin geometrik ölçülerinin oksidasyonla arttığını belirtmişlerdir. Fakat kaplamanın belirli bir kalınlığa ulaşmasından sonra numunenin geometrik boyutlarının, toplam kaplama kalınlığı artarken artık artmadığı hatta kısmen azaldığı belirtilmiştir. Bu boyut azalmasının sebebi, alüminyum altlığın oksitlenirken yüzey tabakasındaki kaplamanın kısmi olarak sulu elektrolit çözeltisi içerisinde çözünmesidir. Kaplamanın yüzeye doğru olan ilerlemesi çözülmeden daha düşük olduğundan kaplamanın geometrik ölçüleri azalır. Bununla birlikte; kaplama kalınlığı artmaya devam eder, fakat kaplamanın büyüme yönü kademeli bir şekilde alüminyum altlığa doğru yönelmiştir. Oksit kaplamalar; gevşek ve sıkı tabakalardan oluşur. İlkin gevşek tabaka oluşur. Bir kaç saatten sonra gevşek tabaka kalınlığı az bir şekilde değişirken sık tabaka alüminyum altlığa doğru büyümeye başlar. Sonunda; sık tabakanın kalınlığı toplam kaplama

kalınlığının %75'ini geçer, fakat gevşek tabaka öğütülerek uzaklaştırılırsa, numune boyutları işlem görmeden önceki boyutunu korumaya devam eder.

Y. Guang ve arkadaşları [45] mikroark oksidasyon işleminin farklı aşamaları sırasında akım değişiminin belirli özelliklerini incelemişlerdir. Katot akımının mikro deşarjla yakından alakalı olduğu bulunmuştur. Yüksek içerikli α-Al₂O₃ fazının sadece mikroark deşarjlarının bulunduğu bölgelerde görülebileceği ve bu mikro deşarjların yüksek kaliteli kaplama elde edilmesinde önemli bir rolü olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, mikroark deşarj sayısının ve yoğunluğunun, katot akımla orantılı olan anot akım palsıyla yakın bir ilişkisinin olduğu bulunmuştur. Mikro deşarjın kaplama oluşumunda açık bir etkisinin olduğu ve katot akımının değiştirilmesinin mikroark deşarjının durumunu etkileyeceği saptanmıştır.

S.V.Gnedenkov, O. A. Krissanfova ve arkadaşları [41] Al alaşımları üzerine MAO metodu ile elektrolit olarak bazı organik ve inorganik bileşikler içeren sulu bir çözelti (C_4 H₄ O₆ K₂.0.5HO₂: 10 g/l; NaF: 1,5 g/l; NaOH: 0.2 g/l) kullanarak sert ve ısıl dirençli kaplamalar elde etmeye çalışmışlardır. Elde edilen amorflu kaplamaların 870°C'ye kadar ısıl direnç ve 7000 MPa kadar mikro sertliğe sahip olduğu saptanmıştır. Ayrıca, bu elektrolit ile işleme tabi tutulan kaplamaların önemli bir elastikliğe sahip olduğu ve 90°'yi aşan açılara kadar sıklıkla bükülmelerine rağmen altlık malzemeden ayrılmadığı görülmüştür.

X. Nie, El Meletis ve arkadaşları [5] elektrolit plazma tekniği kullanarak BS Al 6082 alüminyum alaşımına, alumina kaplamalar oluşturmuşlardır. Sıvı çözelti içerisinde anodik oksidasyon esnasında dielektrik bariyer deşarjı meydana getirilmiştir. Proses esnasında 100 mA/cm²'lik plazma akım yoğunluğu kullanılarak 1,67 µm/dak hızında kaplama depozitesi elde edilmiştir. Kaplama abrazif aşınma ve korozyon özellikleri kuru ve yaş ortamda aşınma ve potansiyel dinamik polarizasyon testleri yapılarak elde edilmiştir. Test sonuçları; kaplamaların mükemmel abrazif aşınma ve korozyon direncine sahip olduğunu göstermiştir. XRD analizleri kaplamaların α - ve γ -Al₂O₃'dan oluştuğunu göstermiştir. TEM ile mikroyapı analizi ile, kaplamadaki iç tabakanın (1,5 µm kalınlığında) amorf nano kristalli ve ara tabakanın nano kristalli (50–60 µm) olduğu belirlenmiştir. Kaplamaların daha yüksek aşınma ve korozyon direncine sahip olmasının bu iç tabakaların bulunmasından kaynaklandığı belirtilmiştir. Jun Tran, Zhuongzi Luo ve arkadaşları [11] 2024 alüminyum alaşımı üzerine alkali silikat elektrolit çözeltisi içerisinde kaplama oluşum mekanizmasını araştırmışlardır. Elde edilen kaplamaların yapısal ve aşınmaya karşı davranışları incelenmiştir. Mikroark oksidasyon kaplamasının yüksek soğuma hızlarında çoğunlukla üretilen gözenekli γ - Al₂O₃ gevşek dış bölge ve düşük soğuma hızlarında ise ağırlıklı olarak üretilen iç α -Al₂O₃ fazlarından oluşmaktadır. 40–110µm aralığındaki kaplamalar alüminyum altlığına iyi bir şekilde yapışmaktadır. Esasen α -Al₂O₃'dan oluşan parlatılmış kaplama seramik eşdeğerlerine karşı gidip gelerek kayması durumunda 3-5x10⁻⁶ mm³/Nm gibi daha düşük aşınma, çeliğe karşı 0.45'ten daha fazla sürtünme katsayısı göstermiştir.

Wenbin Xue ve arkadaşları [37] 2024 Al alaşımının çekme özelliklerinin mikroark deşarj yüzey işlemiyle nasıl değiştiğini incelemişlerdir. Bu yöntemin 2024 Al alaşımının çekme özelliklerini çok az miktarda etkilediği tespit edilmiştir. Farklı kaplama kalınlığındaki değişik numunelerin akma dayanımı σ_s , çekme dayanımı σ_b ve elastisite modülündeki azalmanın kaplanmamış Al alaşımına göre % 5 daha az olduğu, uzama miktarının çok az düştüğü ve kesit daralmasının arttığı saptanmıştır. Ayrıca, çekmeye tabi tutulan numunelerin büyük miktarda homojen küçük alüminyum parçalar ihtiva ettiği belirlenmiştir. Bu durum; alüminyum alaşımı altlık malzemesi ile MAO kaplaması arasındaki yapışmanın mükemmel olduğunu ortaya çıkarmıştır. Nispeten ince MAO kaplamalı numunelerde kaplama kavlaması görülmemiştir, fakat kalın MAO kaplamalı numunelerde kaplama kavlaması kaplama/alaşım ara yüzeyinden ziyade kaplamanın iç kısmında görülmüştür. Bu da altlık malzeme ile MAO kaplaması arasındaki yapışmanın mükemmel olduğunu gösterir.

L. Rama Krisha ve arkadaşları [11] 7075 alüminyum alaşımı üzerine alkali silikat çözelti içerisinde 100µm kalınlığında MAO yöntemiyle seramik kaplama oluşturarak akım yoğunluğu, elektrolit sıcaklığı ve elektrolitler arası uzaklığın; seramik oksit tabakasının büyüme kinetiği üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Aynı zamanda, kaplama biriktirme süresince kaplama yüzey pürüzlülüğünün gelişimini incelenmiş ve elde etmiş oldukları sonuçları kullanarak kaplama oluşum mekanizmasını belirlemeye çalışmışlardır. MAO kaplamaların kinetiğinin ara yüzey– kontrollü olduğu, büyük oranda uygulanan akım yoğunluğuna bağlı olduğu, elektrolit sıcaklığının ve elektrotlar arası uzaklığın ihmal edilebilir derecede olduğu, kaplama yüzey pürüzlülüğünün kaplama kalınlığının lineer fonksiyonu olduğu ve artan kaplama kalınlığı ile arttığı tespit edilmiştir. MAO işleminin ilk aşamalarında deşarj kanallarının iyi dağılım göstermesinden dolayı daha ince kaplamalar daha düşük yüzey pürüzlüğü göstermiştir. Kalınlık artarken, deşarj kanalları sayısının azalması

kaplamanın homojen olmamasına neden olarak yüzey pürüzlülüğünde kademeli olarak artışa sebep olduğu belirtilmiştir. MAO kaplamalarının tribolojik performansı değerlendirilerek "detonation-sprey" Al₂O₃ kaplama ve ticari saflıktaki soğuk preslenmiş ve sinterlenmiş aluminanın kuru kum abrazif aşınma testleri, katı partikül erozif aşınma testleri (SiO₂ aşındırıcısı ile) ve disk üzerinde pim kayma aşınma testlerindeki (SiC disk ile yapılmıştır) tribolojik performansı ile karşılaştırılmıştır. Nispeten yoğun olarak elde edilen MAO kaplamalarının abrazif ve kayma aşınma testleri altındaki performansı "detonation-sprey" Al₂O₃ kaplamaları ve kütlesel (bulk) Al₂O₃ ile kıyaslandığında MAO kaplamalarıyla elde edilen sürtünme özelliklerinin mükemmel performans sergilediği saptanmıştır. Erozyon esnasında MAO kaplamalarındaki malzeme aşınmasının kapanmayan deşarj kanallarıyla alakalı olduğu ve MAO kaplamaları için erozyon aşınma hızının; hacimsel Al₂O₃'dan çok daha düşük olduğu saptanmıştır.

G. Sunderajan ve çalışma ekibi [46] 7075 Al alaşımı üzerine alkali silikat çözelti içerisinde farklı oksidasyon zamanlarında (1, 3, 5, 10, 20 ve 30 dakika) MAO yöntemiyle seramik kaplama oluşturarak kaplama zamanının kaplama oluşum kinetiğine, yüzey pürüzlülüğüne, sertliğine, mikroark deşarj kanallarının sayı ve ölçülerine olan etkisini incelemişlerdir. Deney sonuçlarına dayanarak alüminyum esaslı seramik kaplamaların oluşum mekanizması sunulmuştur. Kaplama kalınlığının kaplama zamanıyla lineer bir şekilde arttığı, yüzey pürüzlülüğünün kaplama zamanının fonksiyonu olduğu ve kaplama zamanıyla yüzey pürüzlülüğünün lineer bir şekilde arttığı yani; kaplama kalınlığı daha ince olan daha düşük yüzey pürüzlüğüne, kalın olanın ise daha fazla yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu tespit edilmiştir. MAO kaplaması; en büyük sertliğin ara yüzeyde ve en düşük sertliğin de kaplama yüzeyinde olacak şekilde, kaplama kalınlığı boyunca mikro sertlik gradyanı göstermiştir. Deşarj kanalların yoğunluğu; artan oksidasyon zamanıyla üstel olarak azalır. MAO kaplama yüzey tabakaları baskın bir şekilde γ -Al₂O₃ fazını içerip, yüzey tabakalarındaki faz dağılımı kaplama kalınlığından bağımsızdır.

P. I. Butyagin ve arkadaşları [42] çalışmalarında alüminyum alaşımları için mikro plazma sistemleri geliştirip ısıya dirençli kaplamalar oluşturmuşlardır. Kaplamanın ısı ve aşınmaya karşı yüksek dirençli olabilmesi için elektrolit çözeltisi içerisine potasyum hidroksit, alüminyum oksit ve geçiş metal bileşikleri ilave edilmiştir. Potasyum hidroksit içeren çözelti kullanıldığında kaplama kalınlığının 10-15µm ve mikroplazma proses zamanının da 10 dakika olduğu görülmüştür. Alüminyum alaşımı üzerinde içeriği % 35'e kadar olan farklı kafes parametresine sahip γ -Al₂O₃ tabakası oluşmuştur. Kaplama kompozisyonunun geri kalan kısmının alüminyum hidroksit ve elektrolitten gelen inkülüzyonları içerdiği belirtilmiştir. Ultra dağılabilir α -Al₂O₃ toz parçacıklarının kaplama oluşumuna katılması ile kaplama yüzeyi iğne şekilli bir yapı oluşturmuştur. Çözeltiye alüminyum oksit katılması kaplama tabakasındaki silikat bileşiklerinin içeriğini % 22 düşürmüştür. Kaplamanın ısıl dirençlere karşı direncini artıran yüksek sıcaklık α -Al₂O₃ miktarı artarken kaplama tabakasındaki erimiş amorf bölümler azalmıştır. Kaplamalar çözeltinin içine geçiş metalleri eklenmesine bağlı olarak yüksek ısıl çevrimlere dayanım göstermişlerdir.

A. L. Yerohin, L. O Snizhko ve arkadaşları [8] alüminyum alaşımlarının plazma elektrolit oksidasyon işleminde, oksit-elektrolit ara yüzeyinde gözüken bireysel mikro deşarjların boyutsal karakteristiklerinin ve oksidasyon işlemi boyunca toplu davranışlarının belirlemesine olanak veren dijital videolu görüntüleme işlemini gerçekleştirmişlerdir. Bunun neticesinde mikro deşarjların kesit alan ölçülerinin 0,01-1,35 mm² aralığında değiştiği belirlenmiştir. MAO işleminin gidişatında küçük bölgesel alanların (<0,03 mm²), mikro deşarjın genel dağılımında baskın olduğu ve orta ölçekli deşarjların çok büyük ölçekli deşarjlara oranının büyük ölçekli deşarjları destekleyerek tekrar dağıldığı belirtilmiştir ve MAO esnasında oluşan mekanizmalar tartışılmıştır. Oksit-elektrot ara yüzeyinde gelişen gazlı ortam içerisinde serbest elektron üretimi ve kıvılcım deşarj olma ihtimalini varsayarak mikro deşarj oluşum modeli önerilmiştir.

Tongo Wei ve arkadaşları [40] Al-Cu-Mg alaşımı (2024 Al alaşımı) üzerine, alkali silikat elektrolit çözeltisi içerisinde mikroark yöntemini kullanarak kalın ve sert seramik kaplamalar oluşturmuşlardır. Mikroark oksidasyon kaplamaların mikro yapı, faz kompozisyonu, korozyon direnci, sürtünme ve aşınma davranışları ve darbeye maruz Al alaşım bloklarının darbe toklukları incelenmiştir. Ayrıca, mikro ark oksidasyon kaplamalarının darbeye maruz yüzeyleri ve kesit alanları taramalı elektron mikroskobuyla gözlenmiştir. Sonuçlar mikro ark oksidasyon kaplamalarının younluklu olarak γ -Al₂O₃ içeren ve Al-Si-O gözenekli gevşek dış bölge ve ağırlıklı olarak α -Al₂O₃ içeren yoğun iç bölge olmak üzere ikiye ayrılabilir. Kalın kaplamalar bir dereceye kadar ince kaplamaya göre daha zayıf korozyon direnci göstermesine rağmen mükemmel korozyon direnci gösterirler. Farklı kalınlıklı mikro ark oksidasyon kaplamaların farklı korozyon direnci göstermesi mikro yapı kompozisyonlarındaki ve mikro yapılardaki farklılıkla alakalıdır. Alüminyum alaşım altlığının darbe tokluğu aşırı yüksek sertlikteki mikro ark oksidasyon kaplamalarıyla yapılan modifikasyondan sonra azalmıştır. Bu durum alüminyum alaşım altlıklarındaki mikro ark oksidasyon kaplamalarının darbeli çalışma koşulları için uygun olmayabileceği anlamına gelebilir. Gevşek dış tabakanın aşındırılarak uzaklaştırılmasından sonra parlatılmış yoğun iç kaplamalar; mükemmel aşınma ve korozyon direncine ve altlığa güçlü bir şekilde yapışma özelliğine sahiptirler ve ticari 4838 yağlama yağının yağlanması altında aşınma direnci önemli bir şekilde artma göstermiştir. Yağla yağlanmış şartları altındaki sürtünme katsayısının 1/10'u aşınma hızı ise kuru kayma şartları altındaki aşınma hızının 1/1000'i kadardır. Ağırlıklı olarak sert α -Al₂O₃'ten oluşan mikro ark oksidasyon kaplamaları, alüminyum alaşım esaslı parçaların korozyon ve aşınmasını önleyen geleceği parlak uygulamalar

Xin-Shi-Gong, Song Li-Xin, Zhao ve arkadaşları [47] nominal kompozisyonlu alüminyum alaşımına NaAlO₂ (l0 g/1) ve 2 g/l KOH içerisinde MAO kaplaması yaparak kaplamanın kompozisyon ve mikro yapısını incelemişlerdir. MAO kaplaması alüminyum alaşım altlığından ayrılarak ısıl genleşme katsayısı 573– 1073°K sıcaklık aralığında 7.38 x10⁻⁶ K⁻¹ olarak belirlenmiştir. Kaplamanın 873°K'deki ısıl etkilere dayanabildiği tespit edilmiştir. Bu alüminyum oksit kaplamalarının iyi ısıl şok direncine ve altlık malzemeye iyi tutunma özelliğine sahip olduğunu gösterir. Kaplama yoğunluğu 3.47 gr/cm³ olup bu değer γ -Al₂O₃'ün yoğunluğuna çok yakındır. Fakat XRD sonuçları kaplamadaki birçok gözenekten kaynaklandığı belirtilmiştir. Çekme deneyi testlerinde numune üzerindeki alüminyum oksit kaplamalarının büyük bir alan içerisinde altlık malzeme üzerinden sıyrılarak kavlandığı gözlemlenmemiştir. Bu ise alüminyum oksit kaplamasının altlık malzemeye mükemmel bir yapışma özelliğine sahip olduğunu gösterir.

J. A. Curran ve arkadaşları [48] alüminyum üzerine MAO yöntemiyle oluşturulan kaplamaların mikro yapısını çalışarak kaplama oluşum şartları ve kaplamaların ısıl iletkenlikleri hakkında sonuç çıkarmışlardır. Kaplamaların ısıl iletim katsayısı nispeten küçük (yaklaşık 1 Wm⁻¹K⁻¹) bulunmuştur. Kaplamaların nispeten düşük ısıl iletkenliğe sahip olması oldukça küçük tane boyutu ve önemli bir oranda yüksek amorflu faz gösteren mikro yapıyla açıklanabileceğini belirtmişlerdir.
Ayrıca, ölçülen ısıl iletkenliklerin önemli bir gözenekliğin yokluğuna rağmen düşük çıkması bu gibi kaplamaların iyi yapışmalarından dolayı ısıl bariyer tabakası olarak kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

H. Y. Zheng ve arkadaşlarının çalışması [49] 2024 Al alaşımı üzerine farklı Na₂WO₄ konsantrasyonlarında oluşturulan MAO kaplamalarının faz kompozisyonu, mikro yapı ve aşınma performansını değerlendiren bir araştırmadır. Elde edilen sonuçlar; Na₂WO₄ konsantrasyonunun MAO işleminin davranışında ve MAO kaplamalarının kalitesinde direkt etkisi olduğunu göstermiştir. Kaplama kompozisyonunun α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ ve küçük miktarda W fazından oluştuğu bulunmuştur. Na₂WO₄'in elektrolite katılmaması durumunda MAO prosesi başarılı bir şekilde ilerleyememiş ve elde edilen kaplama yumuşak ve gevşek bir tabakadan oluşmuştur. Elektrolit içerisindeki Na₂WO₄ konsantrasyonunun artırılması mikro deşarj aşamasındaki çalışma voltajının düşmesine neden olmuştur. Çalışma voltajının düşmesiyle deşarj sıcaklığı düşer ve α -Al₂O₃ dönüşüm hızı daha da küçülür. Böylece kaplamadaki α -Al₂O₃ faz kalınlığı ve içeriği düşmüş olur. Mikro sertlik ve aşınma direncinin her ikisi de α -Al₂O₃ faz içeriği artarken artmıştır.

Changzheng Wang ve arkadaşları [50] ticari 2024 Al alaşımı üzerine testere ağzına benzer darbe (puls) meydana getiren yüksek voltaj güç kaynağıyla (maksimum voltaj genliği 1500 V ve maksimum frekansı 3000 Hz) farklı elektrolit çözeltisi içerisinde (iyonlarından ayrılmış (deiyonize) su içerisine Na₂PO₃, Na₂SiO₃, Na₂CO₃ ve KOH) MAO yöntemiyle seramik kaplama yapmışlardır. Bu çalışmada kaplama oluşumu incelenmiş ve kaplamaların Gr15 çeliğine karşı kayma aşınma testi yapılarak sürtünme/aşınma özellikleri tespit edilmiştir. Seramik kaplamanın oluşumunda üç aşamanın olduğu belirlenmiştir. İlk aşamada seramik partiküllerin oluşumu, ikinci aşamada testere ağızlı yapıda sinterlenme ile tane büyümesi ve üçüncü aşamada ise tekrar erime ve sinterlemeyle kalınlık artışı. Seramik kaplamalar; α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ ve amorflu alumina karışımından oluşmuştur. Farklı elektrolitlerde üretilen seramik kaplamalardaki kimyasal elementler değişmiştir. Fosfat elektrolit ile elde edilen seramik kaplamalardaki kimyasal elementler kaplama derinliği boyunca değişmiştir. Aynı zamanda Gr15 çeliğine karşı yapılan sürtünme ve aşınma test sonuçları 15 saatten sonra seramik kaplamada ağırlık kaybının olmadığını göstermiştir.

5.DENEYSEL ÇALIŞMA

5.1.Deneysel Program

Deneysel çalışmada küçük ev aletlerinden biri olan buharlı el ütülerinin alüminyum metal bileşenleri üzerinde MAO yöntemi ile Al₂O₃ esaslı kaplamaların oluşturulması ve bu kaplamaların karakterize edilmesi çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada izlenen yol aşağıda adım adım belirtilmiştir:

- Buharlı El Ütülerinde MAO Uygulanacak Parça Seçimi ve Parçaya Katılacak Özelliklerin Belirlenmesi
- MAO Uygulaması ile Ütü Parçalarının MAO Prosesi İle Kaplama Parametrelerinin Belirlenmesine Yönelik Testler
- Uygun Proses Parametrelerinde Yeni Numuneler Hazırlanması
- Hazırlanan MAO lı Parçaların Ürünler Üzerinde Denenmesi Kaplamaların Karakterizasyonu

5.2. Buharlı El Ütü Parçaları Üzerinde MAO Prosesi İle Kaplama Oluşturulması

5.2.1. MAO ile Kaplama Uygulanacak Buharlı El Ütüsü Parça Seçimi ve Parçaya Kazandırılacak Özelliklerin Belirlenmesi

Buharlı elektrikli el ütüsü teknik olarak; elektrikle ısıtılan tabanı bulunan, buhar üretme düzeni içeren ve ütüleme sırasında tekstil malzemesi üzerine kontrolü olarak buhar veren tekstil malzemelerinin yüzeyini düzgünleştirmek için kullanılan taşınabilir bir cihazdır.

Bir ütüde en önemli parça ütünün tabanı diye nitelendirilen, ütüleme sırasında, ütünün ısıtılan ve tekstil malzemesine bastırılan düz yüzeyidir. Bu yüzeyin hammaddesi, kaplaması, görseli, tasarımı, pürüzlülüğü/pürüzsüzlüğü, sıcaklığı, ısı dağılımı, ağırlığı ütünün ütüleme performansını etkileyen faktörlerden birkaçıdır. Bu açıdan bakıldığında, iyi bir performansa sahip bir ütü elde etmek için tüm bu özelliklerin iyi bir kombinasyonda ütü tabanında birleştirilmesi gerekir. Teknik olarak bakıldığında ütüler; taban kaplamaları ve fonksiyonları ile birbirlerine üstünlük sağlarlar. Bu açılardan değerlendirerek yapılan literatür araştırması neticesinde MAO gibi bir kaplama teknolojisinin benzer ürünlerde kullanılmadığı gerçeği tespit edilerek el ütüsündeki kaplama için en uygun parçanın metalik olan ütü tabanı olduğuna karar verilmiştir.

5.2.2. MAO Prosesi İle Kaplama Parametrelerinin Belirlenmesi ve Kaplama Yapılması

Kaplama prosesinde kullanılacak elektrolit solüsyonun hazırlanmasında; literatür çalışmalarından ve bölümde gerçekleştirilen önceki çalışma tecrübelerinden elde edilen verilerden faydalanılmıştır. Elektrolit solüsyon; alumina kullanılarak hazırlanmıştır. Bu karışım; mekanik karıştırıcı yardımı ile homojen hale getirilmiştir.

MAO prosesini gerçekleştirmek amacıyla Şekil 5.1'de da şematik olarak gösterilen cihaz kullanılmıştır. 1 m × 1 m × 1 m ebatlarında su soğutmalı çelik kazana önceden hazırlanan elektrolit solüsyon boşaltıldı. Kaplanacak ütü taban pullarının kaplanmaması istenen kısımları plastik koruyucular ile kapatıldı. Ütü taban pulunda yer alan buhar deliklerinden ince alüminyum tel geçirilerek banyoyu tam ortalayacak şekilde solüsyonun içerisinde bulunduğu kazana daldırıldı. Numuneler 600 μ F'lık yük altında farklı dakikalarda kaplamaya tabi tutuldu. Elektrolit banyonun sıcaklığı ve pH değerleri her proses öncesinde ve sonrasında ölçüldü. Kaplama işlemi bitikten sonra numuneler banyodan çıkarıldı. Destile su ile temizlendikten sonra kurumaya bırakıldılar.



Şekil 5.1: MAO cihazının şematik gösterimi.1. Gaz çıkışı bacası, 2. Güç ve kontrol ünitesi, 3.Vana, 4. Elektrolit banyo, 5. Bakır bar, 6. Numune, 7. Soğutma suyu haznesi, 8. Karıştırıcı ve soğutucu hava, 9.Kompresör, 10. Çelik kazan

5.3.Kaplanan Numunelerin Karakterizasyonu

5.3.1.Kaplama Yüzey Pürüzlülüğünün Ölçülmesi

MAO prosesiyle kaplanan numunelerin ütülerdeki kullanıma uygunluğunu belirleyen yöntemlerden biri yüzey pürüzlülüğü derecesinin belirlenmesidir. Yüzey pürüzlülüğü mikroark oksidasyon prosesinin etkinliğini ve elde edilen kaplamanın sürtünme ve aşınmaya etkisini anlamamızı sağlar.

Yüzey pürüzlülüğünün ölçülmesinde ve değerlendirilmesinde esas alınan ifadeler Tablo 5.1'de listelenmiştir.

Ra	$R_{a} = \frac{1}{L} \int_{0}^{L} dx $	
Rrms veya Rq	$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_{0}^{\frac{L}{2}} dx}$	
Rt	$R_t = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 R_{max_i}$	$ \begin{array}{c} \mathbf{z} \mathbf{R}_{\max_{1}} \mathbf{R}_{\max_{2}} \mathbf{R}_{\max_{3}} \mathbf{R}_{\max_{4}} \mathbf{R}_{\max_{5}} \\ \mathbf{z} \mathbf{z} \mathbf{z} \mathbf{z} \mathbf{z} \mathbf{z} \mathbf{z} \mathbf{z}$
Rz	$R_{z} = \frac{p_{1} + + p_{s} +}{\frac{v_{1} + + v_{5}}{5}}$	$\begin{array}{c} \overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}}{\overset{\mathbf{z}}}}}}}}}}$

Tablo 5.1: Yüzey pürüzlülüğü ölçümü şematik ve matematiksel ifadeleri.

Bu amaç için kullanılan parametreler aşağıda olduğu gibi gösterilir ve adlandırılırlar:

- Ra: Aritmetik ortalama sapma
- Rz (JIS): 5 tane en yüksek 5 tane en alçak noktanın ortalaması
- Rt: Tüm ölçüm uzunluğu için maksimum yükseklik ile maksimum derinliğin toplamı
- Rq: Aritmetik ortalama sapmaların karekökü anlamında bir parametredir.

Yüzey pürüzlülüğü ile ilgili standartlarda açıklanan parametrelerden R_a parametresi Mahr markalı yüzey profilometresi ile tayin edildi. Profilometrenin yüzey pürüzlülüğünü nasıl ölçtüğüne dair şematik gösterimi Şekil 5.2'da verilmiştir.



Şekil 5.2: Yüzey pürüzlülüğü ölçümünün şematik gösterimi.

Yüzey pürüzlülük değeri belirlenirken elmas sivri uçlu bir iğne numune yüzeyinde 10 mm x 10 mm alanı tarayacak şekilde 20 tarama yapılarak numune yüzeyinin üç boyutlu yüzey haritası çıkarıldı. Her tarama sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü (Ra) değerlerinin ortalamaları alındı.

5.3.2. Kaplama Kalınlıklarının Ölçülmesi

Kaplama kalınlığı; altlık malzemeyi dış ortamda maruz kalacağı mekanik ve elektrokimyasal aşınmalardan korumakta çok önemli bir parametredir.

Kaplama kalınlığının tayini esnasında tahribatlı ve tahribatsız şeklinde gruplandırılabilecek iki farklı yaklaşım bulunmaktadır. Kaplama kalınlığı ölçüm yöntemleri Tablo 5.2'de listelenmiştir. Bunlardan biri olan tahribatlı yöntemde; kaplanan numunenin kesitinden görüntü alınabilmesi için, uygulama parçasının kesilerek zımparalama ve parlatma gibi işlemlere maruz kalması gerekmektedir. Hazırlanan kesit numunesi optik mikroskop (OM) veya taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımıyla incelenebilir ve kaplama kalınlığı tayin edilebilir. Diğer tahribatlı yöntem ise kaplanan numunenin bir bölümünün kazınarak kaplama ile altlık malzeme arasındaki yükselti farkının ortaya çıkarılmasıdır.



Tablo 5.2: Kaplama kalınlığı ölçüm yöntemleri.

Tahribatsız kaplama yöntemleri incelendiğinde, en çok kullanılanlarında biri Eddy (Girdap) akımları yöntemidir. Bu yöntem ile yüzeyde bulunan süreksizliklerin tespit edilmesi mümkündür. Ferrit çekirdek etrafına sarılı iletken tele akım uygulandığında eksene paralel manyetik alan, eksene dik doğrultuda ise Eddy (Girdap) akımları oluşur. Girdap akımları üreten bir uç, malzeme yüzeyinde hareket ettirildiğinde Eddy akımları yüzeye akarak şiddeti bitene kadar yüzeyde yayılmasına devam eder. Eğer bir süreksizlik ile karşılaşır ise bir ses veya sinyal ile uyarıda bulunur.

Bu tez çalışmasında, Eddy girdap akımları yöntemi kullanılarak kaplama kalığı tayin edilmiştir.

MAO prosesi sonunda elde edilen kaplamaların kalınlıkları Elcometer marka Eddy girdap akımları yöntemiyle çalışan kalınlık ölçüm cihazı ile ölçüldü. Her ölçüm öncesinde cihazın probu saf Al plaka ile kalibre edildi. Farklı sürelerde hazırlanan kaplanmış tüm numuneler için bu kalibrasyon işlemi uygulanmış ve numunelerin kaplanmış her iki yüzün 5 farklı noktasından ölçüm alındı. Ölçülen değerlerin ortalama değerleri de hesaplandı.

5.3.3. Kaplanan Numunelerin Adezyon Dayanımlarının Ölçülmesi

Kaplamanın adezyon dayanımı; altlık malzeme ile kaplama arasındaki bağlanma kuvvetinin en önemli parametresidir. Adezyon dayanımı iyi olmayan bir kaplamada altlık seçiminde ya da kaplama prosesinde sıkıntılar vardır. Adezyon bıçakları kaplama türüne, kaplama altlık malzemesinin cinsine ve kaplama kalınlığına göre seçilmelidir. Bu seçimin yapılma kriterleri Tablo 5.3'de verilmiştir.

Kaplama			
Kalınlığı	Kesici Bıçak Sayısı		
	ASTM (Metal	ISO (Metal	ISO (Plastik/Ahşap
μm	altlıklar)	altlıklar)	altlıklar)
0-50	1 mm -11 bıçak		
50-125	2 mm - 6 bıçak		
>125			
0-60		1 mm - 6 bıçak	2 mm - 6 bıçak
61-120		2 mm - 6 bıçak	2 mm - 6 bıçak
121-250		3 mm - 6 bıçak	3 mm - 6 bıçak

Tablo 5.3: Adezyon başlığı seçim kriterleri.

Tablo 5.3'de yer alan bilgiler ve elde edilen numunelerin özellikleri dikkate alındığında; kaplamaların adezyon ölçümleri için 1 mm-11 bıçaklı başlık kullanımı tercih edildi. Farklı sürelerde MAO prosesi ile kaplanmış numuneler Tablo 5.4' de verilen test prosedürüne göre teste alındılar. Test prosedürüne göre teste alınan numunelerin adezyon dayanımları; Tablo 5.5'de verilen adezyon değerlendirme tablosundaki kriterlere göre tespit edildi.

Basamak	Standart (EN-ISO 2409)	Uygulama Şekli
	Kesici bıçakların olduğu yüzü aşağı bakacak şekilde cihazı sıkıca tutun. Aleti test edilecek boyalı yüzey üzerinde kaplamayı kesecek şekilde çekin. Bu işlemi birbirini kesecek şekilde enine ve boyuna iki kere yapın. <u>NOT:</u> Eğer altlık malzeme ahşap, plastik gibi yumuşak bir malzeme ise kesme bıçaklarının bağlandığı alet 90 ⁰ lik dik açıyla değil 45 ⁰ lik eğik açıyla tutularak sürüklenir.	
	Kesici bıçaklar ile oluşturulan yüzeyler en az 3 numune üzerinde ve en az iki farklı bölgede tekrarlanır.	
	Kesilen yüzeylerdeki oluşan tozlar kitin fırçası ile hafifçe süpürülerek temizlenir.	
	Standarda uygun bant ile kesilen yüzeyin tamamı açıklık ve hava kabarcığı kalmayacak şekilde kapatılır. Banttın iyice yapışmasını sağlamak için kitin silgisi ya da parmak ile hafifçe basarak yapışması sağlanır.5 dk beklenir.	
	Tam bir yapışma sağlandıktan sonra bandın bir ucundan tutarak yüzeye 60 ⁰ lik bir açı ile ters yönde sert bir hareketle, tek seferde çekilerek kaldırılır.	60°

Tablo 5.4: Adezyon	test prosedürü ve	şematik gösterim.
--------------------	-------------------	-------------------

Sınıflandırma	Kopan % Alan	Adezyon testi sonucunda yüzeyden kopma % gösterimi
5B	04	
4B	> 5%	
3B	5 - 15%	
2B	15 - 35%	
1B	35 - 65%	
OB	< 65%	

Tablo 5.5: Adezyon değerlendirme kriterleri.

5.3.4. Kaplamaların Sertliklerinin Belirlenmesi

5.3.4.1. Kalem Sertliklerinin Belirlenmesi

Kaplama sertliğinin belirlenmesine yönelik kullanılan en yaygın metottur. Uygulama oldukça basittir. Kullanılan test kiti Şekil 5.3'de gösterilmiştir.



Şekil 5.3: Kalem sertliği test kiti.

Bu test kitinin kullanımı kısaca şu şekildedir:

- Test kitinde yer alan kalemler sertliklerine göre yumuşaktan serte doğru; 6B, 5B,4B,3B, 2B, B, H,2H, 3H,4H,5H,6H,7H, 8H dizilirler.
- En yumuşaktan başlayarak kullanılacak kalemin ucu zımpara kağıdı üzerinde dik tutularak düzleştirilir.
- Kalem sürükleme aparatına takılarak 45[°]'lik açıyla test edilecek yüzeye yerleştirilir ve ileri doğru 20 mm kadar itilir.
- Kalemin izi, kitin silgisi ya da yumuşak başka bir silgi ile silinir.
- Silindikten sonra yüzeyde iz bırakan ilk kalem sertliği not edilir ve kaplamanın sertliğinin o kalemin sertliği olduğu kabul edilir.
- Bu prosedür uyarınca kaplanan numuneler teste alınarak kaplama sertlik sonuçları kaydedilmiştir.

5.3.4.2. Newton Sertliklerinin Belirlenmesi

Kaplama sertliğinin belirlenmesine yönelik diğer bir yöntemde kaplama sertliğinin Newton cinsinden ölçülmesidir. Bu ölçümü gerçekleştirmeye yönelik sabit standartlı büyük cihazlar kullanılabileceği gibi bu çalışmada kullanılan portatif sertlik ölçüm kalemleri de kullanılabilir. Bu amaçla kullanılan portatif sertlik ölçüm kalemleri Şekil 5.4'de gösterilmiştir.



Şekil 5.4: Newton sertliği ölçüm kalemi.

Kalem şeklindeki aparat Şekil 5.4'de görüldüğü gibi kaplamalı numune üzerine 90°'lik dik açıyla tutulur. Yüzeye hafifçe bastırılarak baş kısmındaki tekerlekleri ittirerek hareket ettirmek suretiyle yaklaşık 10 mm kadar ötelenir. Bu esnada, kaplamalı yüzeyde ilk belirgin çizik meydana getiren değer o kaplamaya ait Newton dayanımını gösterir. Bu cihazda, Şekil 5.4'de görüleceği üzere üç farklı tipte yay bulunmaktadır. Bunlar:

- 0-3 N Mavi renkli
- 0-10 N Kırmızı renkli
- 0-20 N Sarı renkli dir.

Bu yaylar maviden başlanılarak aparata takılır ve aparat üzerinde 0,5 N birimlik sıkıştırma bölgeleri kullanılarak çizildiği noktaya kadar teste devam edilir.

Kaplama yapılan numuneler yukarıdaki test metoduna göre incelenerek her numunenin Newton sertliği ölçülmüştür.

5.3.5. Kaplama Mikro Yapılarının Karakterizasyonu

5.3.5.1. Kaplama Faz Analizi

Altlık malzeme yüzeyinde büyütülen kaplamayı oluşturan fazların tayini için Brukers D8 (40 kW, 40 mA) marka X ışını kırınım (XRD) cihazı kullanıldı. Cu-Kα ışın kaynağı kullanılarak 10°den 90 °e kadar dakikada 3 derece hızla tarama yapılarak numunelerin x-ışını kırınım indis desenleri tespit edilmiştir. Cihaza bağlı veri kütüphanesi kullanılarak elde edilen desenlerin eşleştiği referans desenler tespit edilerek kaplama mikroyapısında gelişen kristalin olan fazlar tespit edilmiştir.

5.3.5.2. Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobunda Kesit Mikroyapısının Karakterizasyonu için Hazırlanması

MAO prosesi sonrası, yüzey karakterizasyonları tamamlandıktan sonra numuneler Struers marka hassas kesici ve elmas disk kullanılarak iki parça halinde kesildi ve oluşan çapaklar temizlendi. Kaplama kesitini açığa çıkaracak şekilde parçalar epoksi reçine sertleştirici karışımına gömülmek üzere kauçuk kalıba yerleştirildi. Reçine ve sertleştiriciden oluşan karışım önceden kauçuk kalıba yerleştirilmiş numunelerin üzerine yavaşça boşaltıldı. Hazırlanan karışımın numuneleri çok iyi şekilde tutması için 12 saat kadar beklendi. İstenilen sertliğe ulaşıldığında ise epoksi karışımı kauçuk kalıptan itina ile çıkarıldı. Epoksi kalıba alınmış numunelerin kesme işlemi sonucu oluşan testere izlerini ve yüzeyin pürüzlülüğünü gidermek için sırası ile 500-600-800-1000-1200-2500 nolu zımparalar ile zımparalandı ve alümina içeren solüsyon kullanılarak parlatma yapıldı. Reçine içine alınan kesit numuneleri ile SEM ve SEM-EDS kullanılarak mikroyapı ve elementel analizleri yapıldı.

5.3.5.3. Kaplamaların Yüzeyinden Mikroyapı Analizi

MAO prosesi sonunda numune yüzeylerinde elde edilen oksit kaplama; Philips XL30 SFEG taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelendi. Belirli bir elektrolitik solüsyon içerisinde farklı proses sürelerinde hazırlanan kaplamaların değişik bölgelerinden farklı büyütmelerde mikroyapı görüntüleri alındı. Yüzey ve kesitten yapılan mikroyapı incelemelerinde yalıtkan karakterli kaplamalarda iletkenlik sağlayarak SEM'den daha iyi görüntüler alabilmek için numune yüzeyleri altın ile kaplandı.

5.3.5.4 .Kaplama Yüzeyinden Elementel Analiz

SEM cihazına bağlı bulunan enerji dağılımlı spektrometre (EDS) kullanılarak Al metal altlık üzerinde MAO ile elde edilen kaplamaların yüzeyinden noktasal ve bölgesel element analizi yapıldı.

5.3.6. Kaplanan Numunelerin Ütüler Üzerindeki Isınma Davranışlarının Belirlenmesi

Mevcut ürünlerde ütü tabanları; paslanmaz çelik veya alüminyum levhalardan ekzantrik pres ile tasarıma uygun olarak şekillendirilip her hangi bir kaplama uygulanmaksızın çıplak haliyle kullanılmaktaydı. Ürünlerdeki çıplak paslanmaz çelik; parlak bir yüzeye sahip olması sebebiyle oldukça pürüzsüz ve başlangıçta görsel olarak gösterislivdiler. Buna rağmen, zaman içerisinde kullanıma bağlı olarak deformasyona uğrayarak çizilmekte ve bu durumda da gerek görsel gerek pürüzsüzlük özelliklerinde kayıplar meydana gelmektedir. Alüminyum tabanlı ürünlerde ise alüminyum; çıplak haliyle estetik bir görünüme sahip olmadığı için teflon kaplamalar uygulandıktan sonra buharlı ütü ürünlerinde kullanılmaktadır. Bu kaplamalar kısmen güzel görünüm ve pürüzsüz bir yüzey elde edilmesini sağlamaktadır. Ancak, bu kaplamaların da yine kullanıma bağlı olarak gelişen deformasyon sonucunda yıprandığı ve gerek estetik gerekse pürüzsüzlük yeteneğini kaybettiği gözlenmiştir. İki tür kaplama; sıcaklık dağılımı açısından irdelendiğinde ise ütü tabanlarında yaygın olarak ısı iletkenliği daha iyi olduğu için alüminyum malzemeler tercih edilmektedir. Isıl iletkenliğin iyi olması; hem taban yüzeyinde iyi bir ısıl dağılım sağlanmasını hem de ısıtıcı elemanların (rezistans) ütü tabanlarını daha kısa sürede ısıtmasını sağlamaktadır.

Bu kapsamda, buharlı bir el ütüsünün sıcaklığını belirlemek için de bazı kriterler mevcuttur. Başka bir şekilde belirtilmedikçe, ölçümler aşağıdaki şartlarda ve açıklandığı şekliyle yapılmalıdır:

- Ortam şartları; 20°C ± 5°C ortam sıcaklığında yapılmalı ve ölçme yerinde hava akımı bulunmamalıdır.
- Ölçme yapılan ütüye uygulanacak gerilim, kararlı durumlarda beyan gücünü veren gerilimdir. Ütünün işaret plâkasında güç aralığı işaretlenmiş ise, bu durumda güç aralığı ortalamasını veren gerilim değeri kullanılır.
- Ölçmelerde kararlı durumların, ütü devreye sokulduktan 30 dakika sonra ya da bu süreden önce termostatın dört defa çalışması durumunda oluştuğu kabul edilmelidir.
- Ölçme sırasında; ütü, üç uçlu metal taşıyıcı üzerine konulmalıdır. Üç uçlu taşıyıcı, ütü tabanını yatay olarak desteklemek üzere, zemininden en az 100 mm yukarıda olacak biçimde yapılmış olmalıdır.

• Ütünün sıcaklığı, çapı 0,3 mm'yi geçmeyen çok ince telli ısıl çift ile ölçülmelidir.

Bu bilgiler ışığında ütü taban sıcaklığının ölçümü yapılır. Bunun için; ütü, üç uçlu metal taşıyıcı üzerine yerleştirilir ve ısıl çift ütü tabanının orta noktasına tutturulur. Ütü anahtarının devresi kapatılır ve ütü kararlı duruma eriştikten sonra birbirini izleyen beş sıcaklık değişim çevrimi sırasında termostatın her bir ayarı için, en yüksek ve en düşük sıcaklıklar ölçülür. Ölçülen en yüksek beş ve en düşük beş sıcaklığın ortalama değeri, bu ayar için ütünün taban sıcaklığıdır. Kararlı durumların, ütü devreye sokulduktan 30 dakika sonra ya da bu süreden önce termostatın dört defa çalışması durumunda oluştuğu kabul edilmelidir. Termostat ayarları, bir bölme biçiminde gösterilen ütülerde ayar aralığının merkezinde olmalıdır. Termostat ayarları kumaş tipine göre aşağıdaki Tablo 5.6'da verilmiştir.

Taban sıcaklığı, T °C	Malzeme, örnek olarak
70 < T < 120	Asetat, elastane, poliamid, polipropilen
100 < T< 160	Kupro, polyester, protein, ipek, triasetat, viskon, yün
140 < T < 210	Pamuk, keten
	Taban sıcaklığı, T °C 70 < T < 120 100 < T< 160 140 < T < 210

Tablo 5.6: Ütü taban sıcaklığı ile kumaş tipi ilişkisi.

Termostat, bu nokta işaretlerinin her birinin ortasına ayarlı olarak kararlı şartlara eriştikten sonra, ütü tabanı sıcaklıkları ölçülmelidir.

Ütülerdeki taban sıcaklık dağılımının belirlenmesi için ütü tabanındaki en sıcak noktanın da belirlenmesi gerekebilir. Ütü, üç uçlu metal taşıyıcı üzerine yerleştirilir ve termostatı en yüksek ayar konumuna ayarlanarak belirtilen gerilimde ısıtılır. Termostatın ikinci defa çalışmasından hemen sonra, ütü yumuşak kumaş (fanila) ile örtülmüş bir ahşap tabla üzerine serilmiş bir tabaka beyaz kâğıt üzerine bir kaç saniyelik bir süre için konulur. Ütü kâğıt üzerinden kaldırıldıktan sonra kararan kağıt, ütü tabanındaki sıcaklık dağılışını gösterir. En sıcak nokta, en koyu alanın orta noktası olarak tespit edilir. Bu ölçme işleminde beyaz kâğıt yerine, ışık

görmemiş ve banyo edilmemiş pozitif fotoğraf kâğıdı, beyaz saman kağıdı veya beyaz mürekkep kurutma kağıdı da tavsiye edilir.

Ütü tabanındaki en sıcak nokta tespit edildikten sonra sıcaklık dağılımı belirlenebilir. Ütü, üç uçlu metal taşıyıcı üzerine yerleştirilir ve ütü tabanı üzerinde aşağıda belirtilen dört noktaya ısıl çift tutturulur:

- Daha önce belirlenen en sıcak noktaya,
- Ütü tabanı orta noktasına,
- Ütü tabanı ucundan, uzunlamasına merkez hattı üzerinde 20 mm uzaktaki noktaya,
- Ütü tabanının arka kenarından uzunlamasına merkez hattı üzerinde 20 mm uzaktaki noktaya,

Termostatlı ütülerde, termostatı kararlı durumda iken ütü tabanı orta noktası sıcaklığını yaklaşık olarak 150°C'de tutacak şekilde ayarlanmalı ve ölçme, ütü kararlı duruma eristikten sonra yapılmalıdır. Diğer tip ütülerde, orta noktadaki sıcaklık, sıcaklık ölçmelerini almadan önce, besleme devresi kesilerek ve kapatılarak en az 15 dakika süre ile yaklasık olarak 150°C'de tutulur. Bir kaydedici tipli cihaz kullanılarak, dört noktanın her birinde, 10 dakikalık sıcaklık değişimi kaydedilir ve 10 dakika içindeki ortalama sıcaklık değeri belirlenir. Dört ortalama sıcaklığın ortalaması belirlendikten sonra, her bir ortalama sıcaklık ve ortalama sıcaklık arasındaki fark ayrıca hesaplanır. Dört sıcaklık farkı, ütü tabanı üzerindeki sıcaklık dağılımını göstermek için kaydedilir. Bu metot ile belirlenen sıcaklık dağılımı kullanılarak ütünün tabanından kaynaklı sıcaklık dağılım farklılığı tespit edilebilir. Diğer bir ölçüm metodu ise Fluke Termal Görüntüleme Cihazıdır. Bu cihaz; mat yüzeyler üzerinden malzeme kalibrasyonu yapılmasından sonra kızılötesi ışınlar yardımıyla sıcaklık ölçümü yapar. Alınan ölçüm değerlerini termal ısıl dağılım görüntüsü olarak verir. Farklı taban kaplamalarına sahip ütülerin aynı sürelerde termal görüntülerini alarak da yine ısıl dağılım farklılıkları belirlenebilir

6. SONUÇLAR6.1. Kaplama Kalınlıklarının Değerlendirilmesi

Alüminyum plakalardan kesilmiş ütü parçalarına; aynı elektrolit çözelti içerisinde aynı sistem şartları kullanılarak, farklı sürelerde MAO prosesi uygulandı. Bu uygulama neticesinde elde edilen numunelerin kaplama kalınlıkları ölçülerek zamana bağlı olarak kaplama kalınlığındaki artışın nasıl gerçekleştiği tespit edildi. Her bir numunenin farklı 3 noktasından ölçüm alarak elde edilen veriler Tablo.6.1'de verilmiştir.

Kanlama Siiresi (dk)	Kaplama Kalınlığı (µm)			
Kapiania Suresi (uk)	Burun	Orta	Alt	Ortalama
2	2,8	3,6	6	4,13
3	3,8	3,5	5,8	4,37
4	8	9	8	8,33
5	5,5	3,5	7	5,33
6	7	6	7	6,67
7	3	5	8	5,33
8	3	4,5	8	5,17
9	3	6	9	6
20	18	22	25	21,67

Tablo 6.1: Kaplama süresine bağlı olarak belirlenen kaplama kalınlıkları.

Bu değerleri daha net irdelemek için kaplama süresine karşı ortalama kaplama kalınlığı değişimini gösteren ve Şekil 6.1'de verilen bir grafikte değişim daha net görülebilir.



Şekil 6.1: Kaplama süresine bağlı kaplama kalınlığı değişimi.

Kaplama süresi arttıkça kaplama kalınlığında genel olarak bir artış meydana gelmiştir. Ancak, bu artış lineer ya da parabolik değil, düzensiz bir artıştır. Bu yüzden direk bir ilişki kurmak doğru olmaz.

Numunelerin farklı noktalarından alınan kalınlıklar incelendiğinde yüzeydeki homojenlikte göz önüne alınmalıdır. Bu noktada; 4 dakikalık ve 6 dakikalık numunelerin yüzeylerinin homojen bir kalınlığa sahip olduğu görülür. Bu gözlem neticesinde; MAO prosesinde kaplama süresi çalışma aralığı olarak bu aralığın belirlenmesi durumunda, yüzeyde homojen dağılıma sahip bir kaplama elde edilebilmesi olasıdır. Böylece; ütü tabanında homojen bir kaplama kullanarak ısıl dağılım, dayanım gibi parametrelerin her noktada eşit olması sağlanmış olabilir.

6.2. Yüzey Pürüzlülüklerinin Değerlendirilmesi

Aynı elektrolit çözelti içerisinde aynı sistem şartları kullanılarak, farklı sürelerde kaplanan Al ütü parçalarına, kaplama kalınlığı ölçümünden sonra yüzey pürüzlülüğü incelemesi yapıldı. Bu incelemeye ilişkin veriler aşağıdaki Tablo 6.2'de verilmiştir.

Kaplanma Süresi (Dk)	Yüzey Pürüzlülüğü (Ra)
2	0.50
3	0.58
4	1.02
5	0.80
6	0.83
7	0.95
8	0.96
9	1.10
20	4.23

Tablo 6.2: Kaplama süresine bağlı olarak değişen yüzey pürüzlülüğü değerleri.

Bu değerleri daha net irdelemek için kaplama süresine karşı yüzey pürüzlülüğü değişimini gösteren ve Şekil 6.2'te verilen grafikte değişim daha net görülebilir.



Şekil 6.2: Kaplama süresine bağlı yüzey pürüzlülüğü değişimi.

Kaplama süresi arttıkça kaplamanın yüzey pürüzlülüğü genel olarak bir artış meydana gelmiştir. Bu artış ufak sapmalar olsa da genel olarak lineerdir. Bu noktada pürüzlülüğün ütü tabanının ütülemeyi zorlaştırmaması, kaygan bir yüzey elde etmesini sağlayacak aralığa göre belirlenmesi gerekir. Bu sebeple düşük kaplama sürelerindeki, 2 ila 5 dakika zaman aralığındaki, yüzey pürüzlülük değerleri kullanışlı olacaktır.

6.3. Adezyon Dayanımlarının Değerlendirilmesi

Aynı elektrolit çözelti içerisinde aynı sistem şartları kullanılarak, farklı sürelerde kaplanan Al ütü parçalarına yüzey pürüzlülüğü incelemesinden sonra, yüzeylerin adezyon (tutunma) dayanımı; daha önce belirtilen test metodundaki gibi incelendi. Bu incelemeye ilişkin veriler Tablo 6.3'de verilmiştir.

Kaplanma Süresi (Dk)	Adezyon Testi
2	Kalkma olmadı
3	Kalkma olmadı
4	Kalkma olmadı
5	Kalkma olmadı
6	Kalkma olmadı
7	Kalkma olmadı
8	Kalkma olmadı
9	Kalkma olmadı
20	Uygulanamadı

Tablo 6.3: Kaplama süresine bağlı olarak değişen adezyon dayanımı sonuçları.

Bu değerlere bakıldığında kaplamaların süre fark etmeksizin yüzeye başarılı bir şekilde tutunduğu görülebilir. 20 dakikalık numunede ise testin uygulanamamasının temel sebebi adezyon bıçağının kaplamayı kesmek için yeterli sertlikte olmamasıdır. Bu durumda; kaplamanın oldukça sert olduğu ve kolaylıkla yüzeyden ayrılmayacağının bir göstergesi olarak kabul edilir. Bu test verilerinden yola çıkılarak süre fark etmeksizin bu kaplamanın yüzeyde başarı ile tutunacağı ve kolaylıkla da kalkmayacağı sonucuna varılabilir.

6.4.Sertliklerinin Değerlendirilmesi

6.4.1.Kalem Sertliklerinin Değerlendirilmesi

Aynı elektrolit çözelti içerisinde aynı sistem şartları kullanılarak, farklı sürelerde kaplanan Al ütü parçalarına kalem sertliklerinin değerlendirilmesi önceki bölümde açıklanan test metodu uyarınca yapıldı. Fakat testler esnasında 3B sertlikten itibaren çizgi lekeleri görüldü. Bunun sebebinin, yüzeyin yumuşak olması şeklinde değerlendirilmesinden ziyade yüzeyin pürüzlülüğünden kaynaklanan bir leke bırakma eğilimi olduğudur. Ayrıca, yüzeyin Al₂O₃ kaplamanın karakteristik rengi olan beyaz olmasıdır.

Bu test verilerinden yola çıkarak, bu kaplama türü için kalem sertliklerinin tespit edilmesinin pek mümkün olmadığı ve dolayısıyla, bu test metodunun MAO metodu ile yapılan kaplamalara uygun olmadığı öngörülmüştür.

6.4.2. Newton Sertliklerinin Değerlendirilmesi

Aynı elektrolit çözelti içerisinde aynı sistem şartları kullanılarak, farklı sürelerde kaplanan Al ütü parçalarına kalem sertliklerinden olumlu sonuç elde edilememesinden sonra sertliklerin belirlenmesine ilişkin Newton sertliği test metodu uyarınca yüzeyler teste alınmıştır. Bu incelemeye ilişkin veriler Tablo 6.4'de verilmiştir.

Bu değerleri daha net irdelemek için kaplama süresine karşı çizilme direnci değişimini gösteren ve Şekil 6.3'de verilen bir grafik değişimi daha net gösterebilir. Bu değerlere bakıldığında kaplamaların çizilme dirençlerinin üçüncü dakikada ve yedinci dakika sonrasında oldukça arttığını görmekteyiz. Yirminci dakika ise elde edilen kaplamanın sertliği çizilme direnci ölçümünde kullanılan aparatın başlığından daha sert olduğu için uygulama yapılamamıştır. Bu verilerden yola çıkarak kaplama parametre aralığı olarak 3 dakika ya da 7 dakika ve üzerinde 20 dakikaya kadar varan

sürelerde yapılacak kaplamaların sertliklerinin buharlı ütü uygulamaları için uygun olacağı sonucuna varılabilir.

Kaplanma Süresi (Dk)	Çizilme Direnci (N)
2	1
3	2
4	1.5
5	1.5
6	1.5
7	2
8	3
9	3
20	Uygulanamadı

Tablo 6.4: Kaplama süresine bağlı olarak değişen çizilme direnci sonuçları.



Şekil 6.3: Kaplama süresine bağlı çizilme direnci değişimi.

6.5.Kaplanan Numunelerin Kaplama Karakteristiğinin Tespit Edilmesi

6.5.1.Kaplama Faz Analizi

Değişik sürelerde kaplama işlemi uygulanan numunelerin tümünün kaplanmış yüzeylerinden x-ışını kırınımı desenleri elde edilmiştir. Bu kırınım indis desenlerinin çözümünden kaplamalarda γ-Alümina ve metalik alüminyum fazlarının mevcut olduğu tespit edilmiştir. Burada tüm kaplamaları temsil etmek üzere 3, 9 ve 20 dakika süreyle kaplanan numunelerin yüzeyinden elde edilen x-ışını kırınım indis desen ve çözümlenmesine dair yorumlara yer verilmiştir.

3 dakika süreyle kaplanan numuneden elde edilen x-ışını kırınım indis deseni Şekil 6.4'da verilmiştir. Kaplamanın kalınlığı oldukça az olduğu için altlık malzeme olan alüminyumun verdiği metalik alüminyuma ait pikler diğer bileşenlerin pik şiddetlerinden daha fazla olduğundan diğer fazların pik şiddetlerinin gürültü şeklinde kalmasına sebep olmuştur. Düşük şiddetli ve kaplamaya ait kristal faz/fazların piklerinin rahatlıkla görülebilmesi için grafiğin y-ekseninde yer alan şiddet değerleri ölçeği değiştirilmiştir. 9 dakika süreyle kaplanan numuneden elde edilen x-ışını kırınım indis deseni Şekil 6.5'de verilmiştir. 9 dakikalık uygulamada kaplamanın kalınlığı görece arttığı için γ -Al fazının piklerinin görülmesi biraz daha rahat olabilmiştir. 38, 46 ve 67 20 değerlerinde tespit edilen pikler γ -Alumina fazının pikleri olarak tespit edilmiştir.



Şekil 6.4: 3 dakika süreyle kaplanmış numunenin XRD grafiği.



Şekil 6.5: 9 dakika süreyle kaplanmış numunenin XRD grafiği.

20 dakika süreyle kaplanan numuneden elde edilen x-ışını kırınım indis deseni Şekil 6.6'da verilmiştir. 20 dakikalık uygulamada kaplamanın kalınlığı görece bir miktar daha arttığı için γ -Alumina fazının pikler bu kaplamadan elde edilen kırınım indis deseninden rahatlıkla tespit edilebilmektedir. 38, 46 ve 67 20 değerlerinde tespit edilen pikler γ -Al fazının pikleridir. Bunun yanı sıra eser miktarda Müllit fazı da tespit edilmiştir. Ancak, diğer piklerin şiddetinin yüksek olması sebebiyle müllit gürültü şeklinde kalmaktadır.



Şekil 6.6: 20 dakika süreyle kaplanmış numunenin XRD grafiği.

6.5.2. Numunelerin Kesitinden SEM Analizi

Proses esnasında oluşan deşarj kanallarının varlığının kaplama kesit mikro yapı görüntüsüyle teyidi, prosesin anlaşılması açısından önemlidir. Kaplamanın kesit mikro yapı görüntüleri ayrıca kaplamanın yüzey pürüzlülüğü, kaplama oluşum kinetiği, altlık-kaplama ara yüzeyi, mikro yapısı ve gözeneklilik durumu hakkında bazı tespitlerin yapılmasına yardımcı olur.

Şekil 6.7'de a)'daki mikro yapı görüntüsünde 3 dakikalık süre içerisinde kaplamanın tüm yüzeye başarılı bir şekilde kaplandığı görülmektedir. Yüzeyde kopmalar ayrılmalar deşarj kanallarına bağlı açıklıklar yoktur ve kaplama yüzeyinde süreklilik mevcuttur. Şekil 6.7'de b)'deki mikro yapı görüntüsünde kaplama yüzeyi daha yakından görülmektedir. '1' nolu bölge numunenin kalıba alındığı ortam olan reçineyi göstermekte iken, '2' nolu bölge; MAO prosesi sonucu oluşan oksit esaslı seramik kaplamayı ve '3' nolu bölge ise; altlık malzeme olan alüminyum plakayı temsil etmektedir. Yüzeyde yaklaşık 5 µm kalınlığında olan kaplama tabakası vardır.



Şekil 6.7: 3 dakikada hazırlanan kaplamaya ait kesit SEM görüntüleri a) 500x b) 2000x.



Şekil 6.7: Devam.



Şekil 6.8:5 dakikada hazırlanan kaplamaya ait kesit SEM görüntüleri a)500x b)2000x.



Şekil 6.8:Devam.

Şekil 6.8'de a) ve b)'deki mikroyapı görüntülerinde 5 dakikalık süre içerisinde kaplamanın tüm yüzeyinin başarılı bir şekilde kaplandığı görülmektedir. 5 dakikalık proses süresinde deşarj kanallarının oluşmaya başlamasıyla birlikte yüzeydeki kaplamada deşarj kanalları çevresinde kalkmalar mevcut. Bunlar tam bir kopma şeklinde olmamak ile birlikte malzemenin ergiyip fişkırmasına bağlı noktasal bölgelerdir. Kaplamanın kalınlığının yine 5 µm civarında olduğu görülmektedir. Fakat kaplama yüzeyinin kabalaştığı, deşarj kanallarının oluşumuyla birlikte yüzeydeki pürüzlülüğün arttığı görülmektedir.



Şekil 6.9: 9 dakikada hazırlanan kaplamaya ait kesit SEM görüntüleri a)500x b)2000x.

Şekil 6.9'.de a) ve b)'deki mikroyapı görüntülerinde 9 dakikalık süre içerisinde kaplamanın tüm yüzeye başarılı bir şekilde kaplandığı görülmektedir. 9 dakikalık proses süresinde, deşarj kanallarının sayıca artmasıyla yüzeyde kaplamanın belli bölgelerinde açıklıklar oluştuğu görülmektedir. Kaplama kalınlığında görece az miktarda arttığı ve kaplamanın bölgesel olarak gözenekler oluşturduğu görülmektedir. Deşarj kanallarının çaplarındaki büyümeye paralel olarak yüzeyde daha büyük girinti ve çıkıntılar oluşmuştur. Bu girinti ve çıkıntılar yüzeyde belirgin bir pürüzlülük oluşturmuştur. Kaplamanın kalınlığında ciddi bir artış yoktur, yine 4-5µm civarındadır.



Şekil 6.10: 20 dakikada hazırlanan kaplamaya ait kesit SEM görüntüleri a)500x b) 2000x.



Şekil 6.10: Devam.

Şekil 6.10'de a) ve b)'deki mikroyapı görüntülerinde 20 dakikalık süre içerisinde kaplamanın tüm yüzeye başarılı bir şekilde kaplandığını görüyoruz. 20 dakikalık proses süresinde oluşan kaplamanın kalınlığının artmasıyla gözenekli bir kaplama tabakası elde edilmiştir. Bu gözenekler deşarj kanallarının yüzeye çıkamadığı noktalarda oluşmuş ve kaplama içerisinde boşluklar meydana getirmiştir. Deşarj kanallarının yüzeye ulaştığı noktalarda ise malzeme ergimesine bağlı girinti çıkıntılar oldukça büyüktür. Kaplama kalınlığı 15µm civarındadır.

6.5.3. Kaplamaların Yüzeyinden SEM Analizi

Aynı elektrolit solüsyon ile aynı teknik alt yapı kullanılarak farklı proses sürelerinde kaplanan numunelerin yüzey morfolojisine etkilerini incelemek için SEM kullanıldı.

3 dakikalık proses ile hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüsü Şekil 6.11'de görülmektedir.



Şekil 6.11: 3 dakikada hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüleri a)500x b)1000x c)2000x.



Şekil 6.11: Devam.

Şekil 6.11'de 3 dakikada hazırlanan kaplamaya ait farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri verilmiştir. Bu görüntülere bakıldığında 500x büyütmede nispeten homojen bir yüzey görüntüsü var iken 1000x büyütme ile daha yakından incelendiğinde yüzeydeki farklı bölgeler görülmektedir. Bazı bölgelerdeki pürüzlülük oldukça fazla iken bazı bölgelerde azdır. İrili ufaklı noktacıklar şeklinde yüzeye dağılmış malzemeler ve 2000x de de oldukça rahatça görülebilen kanallar vardır. Bu kanallar literatürde deşarj kanalları olarak adlandırılmıştır. Deşarj kanallarının ve bunların etrafında oluşan yapıların yüzeye homojen dağılmadığı, yer yer homojenliği bozduğu görülebilir. Diğer dikkat çeken bir husus ise deşarj kanallarının etrafında malzeme yüzeyinde oluşmaya başlamış çatlaklardır. Kaplama kalınlığı fazla olmadığı için bu çatlaklar küçük kırıklar şeklindedir.

5 dakikalık proses ile hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüsü Şekil 6.12'de görülmektedir.

Det WD not Mation

Şekil 6.12: 5 dakikada hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüleri a)500x b)1000x c)2000x.



Şekil 6.12: Devam.

Şekil 6.12'de 5 dakikada hazırlanan kaplama ait farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri verilmiştir. Bu görüntülere bakıldığında 500x büyütmede nispeten homojen bir yüzey görüntüsü var iken 1000x büyütme ile daha yakına gelindiğinde yüzeydeki farklı bölgeler görülmektedir. Bazı bölgelerdeki pürüzlülük oldukça fazla ve deşarj kanalları oldukça belirgindir. Deşarj kanallarının ve bunların etrafında oluşan ergiyip sıvanmış malzemelerden oluşan yapıların yüzeye homojen dağılmadığı ve kaplamanın homojenliğini bozduğu görülebilir. Diğer bir dikkat çeken husus ise deşarj kanallarının etrafında oluşmuş belirgin çatlaklardır. Bu çatlaklar 1000x büyütmeden itibaren görülebilmektedir. Çatlaklar 3 dakikadaki gibi kısa mesafeli ve oldukça iri, başlangıç boyutunda değil de ilerleme safhasındadır. Kaplamanın kalınlığı daha fazla olduğu için deşarj kanallarının etrafında küçük kraterler şeklinde yapılar meydana gelmiş ve yüzeyi kabalaştırmaya başlamıştır.

9 dakikalık proses ile hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüsü Şekil 6.13'de görülmektedir.



Şekil 6.13: 9 dakikada hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüleri a)500x b)1000x c)2000x.



Şekil 6.13: Devam.

Şekil 6.13'de 9 dakikada hazırlanan kaplamaya ait farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri verilmiştir. Bu görüntülere bakıldığında 500x büyütmede kaplama yüzeyindeki pürüzlülük oldukça belirgindir. Deşarj kanallarının sayısının arttığı buna bağlı olarak ta birçok deşarj kanalının oluştuğu görülmektedir. Deşarj kanallarının ve bunların etrafında oluşan ergiyip sıvanmış malzemelerden yüzeye homojen dağılmadığı ve kaplama oluşan yapıların tabakasının homojenliğinin kaybolduğu görülebilir. Diğer bir dikkat çeken husus ise, deşarj kanallarının etrafında oluşmuş belirgin çatlaklardır. Bu çatlaklar 1000x büyütmeden itibaren görülebilmektedir. Çatlaklar 5 dakikadaki görünümden oldukça farklıdır. Daha sık ve daha büyük çatlaklar görülebilir. Kaplamanın kalınlığı daha fazla olduğu için deşarj kanallarının etrafında daha da büyük kraterler şeklinde yapılar meydana gelmiş ve yüzey oldukça kabalaşmıştır.

20 dakikalık proses ile hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüsü Şekil 6.14'de görülmektedir.


Şekil 6.14: 20 dakikada hazırlanan kaplamaya ait yüzey SEM görüntüleri a)500x b)1000x c)2000x.



Şekil 6.14: Devam.

Şekil 6.14'de 20 dakikada hazırlanan kaplamaya ait farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri verilmiştir. Bu görüntülere bakıldığında 500x büyütmede kaplama yüzeyindeki deşarj kanalları; kaplamanın da kalınlaşmasıyla birlikte oldukça büyük ve sayıları da oldukça fazladır. Deşarj kanalı sayısının fazlalığı ve boyutlarının büyük olması yüzeyin oldukça pürüzlü ve kaba olmasına sebep olmuştur. Kaplama oldukça kalındır ve kanallar etrafındaki ergimeden kaynaklı malzeme birikmeleri de görülmektedir. Kanalların etrafında kaplanan yüzey boyunca devam eden kaplama çatlakları görülmektedir. Bu çatlaklar daha kısa süreli kaplamalardaki gibi bölgesel değil tüm kaplama yüzeyinde görülmektedir. Kaplamadaki çatlaklar deşarj kanalları yüzeyde pürüzlülüğün yanı sıra gözle görülür nitelikte gözenekleri de meydana getirmiştir.

6.6.Kaplanmış Numunelerin Ütüler Üzerindeki Isınma Davranışlarının Değerlendirilmesi

MAO kaplamalı ütü tabanına sahip buharlı el ütülerinin ısıl dağılım performanslarını değerlendirmek için öncelikle daha önce açıklanan metod uyarınca ütü tabanının farklı üç noktasından sıcaklık ölçümü alındı. Yapılan kaplamanın etkisini görebilmek adına yaygın olarak kullanılan paslanmaz çelik ve alüminyum üzerine seramik kaplı ütü tabanları ile kıyaslama yapıldı.

Ütüler ısıtma seviyesi olarak max. (3 konumuna) düzeye alındıktan sonra daha önceden tespit edilmiş standarda uygun sıcaklık ölçüm bölgelerine termik elemanlar bağlandı. Ütülerin termostatı kapattıkları nokta; başlangıç kapama, kapatmadan sonra çıktıkları max. sıcaklık ta başlangıç sıçrama olarak adlandırılır. Daha sonra termostatın tekrar açtığı nokta açma, kapattığı nokta ise kapatma noktasıdır. Ütü tabanının ortalama sıcaklığı şu şekilde hesaplanır:

Ortalama Sıcaklık = Başlangıç Kapama + Sıçrama /2

Bu bilgiler ışığında ölçülen paslanmaz çelik, alüminyum üzeri seramik kaplamalı ve MAO kaplamalı ütü tabanlarının sıcaklıkları Tablo 6.5'de listelenmiştir.

	Ütü Tabanı Türü							
Ölçülen Konum	Paslanmaz Çelik		Al üzerine Seramik Kaplama		MAO Kaplama			
	°C	Süre	°C	Süre	°C	Süre		
Başlangıç	212	56"	109	1' 10"	205	1' 02"		
Sicrama	235	1' 11"	219	1' 34"	203	1' 16"		
Açma	152	5' 05"	170	4' 50"	171	4' 21"		
Kapama	153	5' 13''	174	4' 59''	172	4' 26''		
Sıçrama	180	5' 32"	193	5' 28"	191	4' 49''		
ORT	166		181.5		181			

Tablo 6.5: Ütü taban türüne göre ortalama sıcaklık ölçümleri.

Sıcaklıklar incelendiğinde; MAO ile yapılan kaplamanın, ütü taban sıcaklıklarında mevcut seramik kaplama ile aynı sıcaklık ortalamasına sahip olduğu görülebilir. Ütü tabanının Al olması ile ütünün ısınma ve ısıyı dağıtma performansı olumlu etkilenmiş ve paslanmaz çelik olan tabandan daha ideal sıcaklık değerlerine ulaşmıştır. İdealde bir ütü tabanının ortalama sıcaklığının 170°C'nin üzerinde olması gerekmektedir. Paslanmaz çelik taban bu değerin altında kalırken, MAO yöntemi ile kaplanmış ve seramik kaplamalı ütü tabanları bu değerin üzerine çıkarak oldukça uygun bir ütüleme sıcaklığı sergilemektedirler.

Bu ölçüm metodu sadece termostatın açma kapama sürelerine göre ütünün belli bölgelerindeki sıcaklık değerlerini göstermektedir. Sıcaklık dağılımının diğer noktalardaki görünümüne dair bir bilgi vermemektedir. Bu bilgileri elde etmek amacıyla Termal kamera ile termostat açma kapama sürelerinden bağımsız olarak her 30 saniye de bir tabandaki sıcaklık dağılımını gösterir fotoğraflar alma yoluna gidilmiştir.

Tablo 6.6 'da farklı türdeki ütülerin zamana bağlı ısıl davranış görüntüleri görülmektedir.

Ütü Tabanı Türü	Görüntülenme Zamanları (Sn)									
	30	60	90	120	150	180				
Seramik Kaplamalı	Maksimum = 110.6 Ortalama = 66.7 Minimum = 23.8	Maksimum = 217.7 Ortalama = 131.5 Minimum = 24.9	Maksimum = 261.3 Ortalama = 153.3 Minimum = 24.8	Maksimum = 252.9 Ortalama = 132.3 Minimum = 24.0	Maksimum = 242.3 Ortalama = 122.5 Minimum = 24.4	Maksimum = 231.4 Ortalama = 145.7 Minimum = 25.1				
Paslanmaz Çelik	Maksimum = 147.8 Ortalama = 56.3 Minimum = 23.3	Maksimum = 241.7 Ortalama = 94.1 Minimum = 24.3	Maksimum = 221.1 Ortalama = 104.0 Minimum = 24.3	Maksimum = 204.4 Ortalama = 98.0 Minimum = 24.4	Maksimum = 192.7 Ortalama = 97.1 Minimum = 24.4	Maksimum = 184.0 Ortalama = 88.9 Minimum = 24.2				
MAO Kaplamalı	Maksimum = 128.5 Ortalama = 61.8 Minimum = 23.7	Maksimum = 216.3 Ortalama = 102.3 Minimum = 24.6	Maksimum = 233.2 Ortalama = 117.6 Minimum = 24.8	Maksimum = 224.2 Ortalama = 111.0 Minimum = 24.4	Maksimum = 216.5 Ortalama = 119.3 Minimum = 24.8	Maksimum = 207.2 Ortalama = 112.0 Minimum = 24.7				

Tablo 6.6: Farklı türdeki ütülerin zamana bağlı ısıl davranış görüntüleri.

Görüntülerde, özellikle paslanmaz çelik tabanda görülen nal şeklindeki bölge rezistansın geçtiği bölgedir. Paslanmaz çelik ısıyı daha yavaş dağıttığı için 150. saniyede dahi rezistans bölgesi belli olmaktadır. Alüminyuma uygulanan seramik ve MAO kaplamaları birbirlerine oldukça benzer davranışlar sergilemektedir. Rezistans bölgesi 30.saniyede bile ısının iyi dağıtılması ile belirgin değildir. İlerleyen sürelerde tamamen rezistansın geçtiği bölgeden bağımsız ısı dağılmıştır. Sıcaklık değerleri incelendiğinde ise, paslanmaz çelik ütü tabanının orta noktasının olması gereken değerden (max.230°C) 20°C daha fazla olduğu görülmektedir. Seramik ve MAO kaplamalı ütü tabanları ideal değerlerdedir. Yüzeyin kısa sürede homojen olarak ve ideal sıcaklık aralığında ısınması seramik ve MAO yöntemi ile kaplanmış ütü tabanlarının ortak özellikleridir. Bu nokta da MAO yöntemi ile yapılan kaplamanın piyasa şartlarında çok tercih edilen ve pahalı bir kaplama türü olan seramik ile benzer ısıl davranışlar göstermesi; bu kaplamanın bu çalışma için seçilen komponent için ne kadar doğru bir kaplama olduğunu göstermektedir.

7.SONUÇLAR VE YORUMLAR

Aynı elektrolit solüsyonda ve aynı kaplama düzeneği kullanılarak farklı sürelerde kaplanan numunelerin kaplama kalınlıklarında sistematik bir artış olmadığı görüldü. Ancak, 20 dakikanın üzerine çıkıldığında belirgin bir kaplama kalınlığı artışı olduğu tespit edildi.

Aynı elektrolit solüsyonda ve aynı kaplama düzeneği kullanılarak farklı sürelerde kaplanan numunelerin yüzey pürüzlülüklerindeki ufak sapmalar göz ardı edildiğinde sistematik olarak artmaktadır. Bu artış ütü tabanındaki kullanım kriterleri değerlendirildiğinde istenilen bir durum değildir. 3-5 dakika zaman aralığındaki 0,6-0,8 mikrometrelik yüzey pürüzlülüğü ütü tabanın için tercih edilebilme kriteridir. Daha yüksek değerlerdeki pürüzlülük kumaşa zarar verecek ve kullanıcıyı yoracaktır. Fakat 10 dakika ve üzerindeki sürelerdeki pürüzlü yüzeyler teflon, seramik kaplama gibi kaplamaların kaplanması için hazırlanan yüzeylere oldukça benzemektedir. Bu yüzeyi bu tür kaplamaların uygulanmasında kullanarak kumlamayla hazırlanan yüzeye kıyasla daha homojen ve daha mukavemeti yüksek bir yüzey elde edilebilir.

Numunelerin yüzeylerine uygulanan kaplamanın başarısını gösterir en önemli ölçütlerden biri kaplamanın yüzeye tutunmasıdır. Yapılan kaplamalar süre fark etmeksizin yüzeye başarıyla tutunmuştur. Fakat 2-3 dakikalık süreler yüzeyin tamamen kaplanması için yeterli gelmemiştir ve bazı bölgelerin çıplak metal olarak kaldığı görülmüştür. 20 dakikanın üzerindeki kaplama kalınlığı ve sertliği yüksek olduğu için kaplama adezyon bıçağıyla kesilememiştir. Tüm bu değerler incelendiğinde 4 dakika ve üzerindeki kaplamaların yüzeyde başarıyla tutunan ve örten kaplamalar olduğu tespit edilmiştir.

Genel olarak kaplamaların uygulandıkları altlık malzemelerin ve kendilerinin belirli sertlikleri vardır. Kaplamanın efektif olabilmesi için uygulandığı malzemeden sert olması gerekir. Bu kıyaslamayı yapabilmek için numunelere kalem sertliği testi yapılması denense de başarılı olunmamıştır. Bu sebeple diğer bir sertlik ölçüm metodu olan Newton sertliği değerlerinin tespit edilmesine çalışılmıştır. Bu inceleme sonucunda numunelerin sertliklerinin sistematik olarak arttığı gözlemlenmiştir. 20 dakikada yine çok sert bir yüzeyle karşılaşıldığı için ölçüm aleti yetersiz kalmış ve bu değerin ölçülmesine imkan tanımamıştır. Numunelerin Newton sertlikleri incelendiğinde ütü tabanlarında elde edilmesi gereken 1N ve üzeri olması gerekliliği tüm sürelerde elde edilmiştir.

Kaplanan numuneler XRD ile incelendiğinde kısa süreli kaplamalarda; kaplamanın ince olması sebebiyle metalik Al fazı baskın çıkmıştır. Daha kalın kaplamalarda γ -Al₂O₃ fazı ve eser miktarda Müllit fazına rastlanmıştır.

Numunelerin SEM ile incelenen kesitlerinde, kaplamaların yüzeye homojen dağıldığı görülmüştür. Kaplama süresindeki artışa bağlı olarak kalınlaşan kaplama tabakasının gözenekli bir yapıya ulaştığı ve önemli miktarda mikro çatlağa sahip olduğu görülmüştür.

Numunelerin SEM'de alınan yüzey görüntüleri incelendiğinde ise kaplama süresindeki artışla beraber kaplamanın tüm yüzeyi daha yoğun şekilde kapladığı görülmüştür. Proses süresinin uzamasıyla yüzeyde deşarj kanallarının ve çatlaklarının artmasına bağlı pürüzlülük artmıştır.

MAO kaplı ütü tabanı numunelerinin ütülerdeki elektrikli rezistansla ısınma sırasında, ısıyı kısa sürede ve homojen olarak dağıtması yapılan uygulamadan beklenen en önemli özelliktir. Altlık malzeme olan Al levha ile uyum sağlayan alümina, MAO prosesi sonucunda başarıyla yüzeye tutunmuştur. Tabanda yapılan testlerde görüldüğü gibi Al altlık kullanılan diğer kaplamalarla aynı sıcaklık değerlerine ulaşmıştır. Bu sıcaklık değerlerine ulaşma süresi ve bu süre boyunca ki ısıyı dağıtma mekanizması termal kamera ile belli sürelerle periyodik olarak takip edilmiştir. Paslanmaz çeliğe farkla alüminyum levha ısıyı daha hızlı dağıtmaktadır. MAO yöntemiyle kaplanan numune, seramik kaplamada olduğu gibi 240°C'nin üzerine çıkmamıştır ve kısa sürede ondan daha iyi bir ısıl dağılım sağlamıştır.

Tüm bu testler ve ürün üzerindeki incelemeler ışığında 4-5 dakika süresinde kaplanan bir MAO prosesi numunesi; direkt ütü tabanındaki kullanılabilecek pürüzlülüğe sahiptir. Daha uzun sürelerde MAO prosesine tabi tutulursa yüzey pürüzlülüğü alümina ile kumlama ön hazırlık işlemi yerine kullanılarak üzerine teflon, seramik vb. sanayi bir kaplama yapılarak kullanılabilir. Kaplamanın sahip olduğu sertlik, mukavemet ve ısıyı hızlı ve homojen dağıtma faktörleri de teflon ve seramik kaplamalara ekstra bir fonksiyon olarak ilave edilmiş olur.

KAYNAKLAR

- [1] Hussein R. O., Nie X., Northwood D. O.,(2010), "Influence of process parameters on electrolytic plasma discharging behaviour and aluminum oxide coating microstructure", Surface & Coatings Technology, 205 (6), 1659-1667.
- [2] Wu H. H., (2003), "Characterization of microarc oxidation process on aluminium alloy", Chinese Physics Letters, 20 (10), 1815-1818.
- [3] Krysmann W., (1984), "Process Characteristics and Parameters of Anodic-Oxidation by Spark Discharge (Anof)", Crystal Research and Technology, 19 (7), 973-979.
- [4] Nie X., (1999), "Thickness effects on the mechanical properties of micro-arc discharge oxide coatings on aluminium alloys", Surface & Coatings Technology, 116, 1055-1060.
- [5] Nie X., (2002), "Abrasive wear/corrosion properties and TEM analysis of Al2O3 coatings fabricated using plasma electrolysis", Surface & Coatings Technology, 149(2-3), 245-251.
- [6] Brown S. D., Kuna K., Tranbaov J., (1971), "Anodic Spark Deposition from Aqueous Solutions of Na1O2 and Na2SiO3". Journal of the American Ceramic Society, 54(8),384.
- [7] Yerokhin A. L., (1999), "Plasma electrolysis for surface engineering". Surface & Coatings Technology, 122(2-3),73-93.
- [8] Yerokhin A. L. ,(2003)," Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminium", Journal of Physics D-Applied Physics, 36(17), 2110-2120.
- [9] Xue W. B. ,(1998)," Analysis of phase distribution for ceramic coatings formed by microarc oxidation on aluminum alloy", Journal of the American Ceramic Society, 81(5), 1365-1368.
- [10] Yerokhin A. L. ,(2005), "Oxide ceramic coatings on aluminium alloys produced by a pulsed bipolar plasma electrolytic oxidation process", Surface & Coatings Technology, 199(2-3), 150-157.
- [11] Krishna L. R, Somaraju K.R.C., (2003), "The tribological performance of ultra-hard ceramic composite coatings obtained through microarc oxidation", Surface & Coatings Technology, 163, 484-490.
- [12] Rakoch A. G., Bardin I.V., (2010), "Microarc Oxidation of Light Alloys", Metallurgist, 54(5-6), 378-383.
- [13] Gruss L. I., McNeil W., (1963), "Anodic spark reaction products in aluminate, tungstate and silicate solutions", Electrochemistry Technology ,1, 283-287.

- [14] McNeil W., Nordbloom G. F., (1958), "Method of making cadmium niobate", US Patent.
- [15] Snezhko L. A., (1980), "Pulsed Conditions for Production of Silicate Coatings in a Spark Discharge", Protection of Metals, 16(3), 287-289.
- [16] Markov G. A., (1983) ," Structure of Anodic Films Formed by the Microarc Oxidation of Aluminum", Inorganic Materials, 19(7), 1000-1004.
- [17] Markov G. A., Tatarchuk V. V., Mironova M. K. (1983), "Microarc Oxidation of Aluminum in the Concentrated Sulfuric-Acid", Izvestiya Sibirskogo Otdeleniya Akademii Nauk Sssr Seriya Khimicheskikh Nauk, 3, 34-37.
- [18] Krysmann W., P. Kurze, Marx G.,(1982), "Anode Oxidation of Aluminum under Spark Discharge in Aqueous-Electrolytes", Zeitschrift Fur Chemie, 22(9), 354-354.
- [19] Kurze P., Krysmann W., Schneider H. G., (1986), "Application Fields of Anof Layers and Composites", Crystal Research and Technology, 21(12),1603-1609.
- [20] Baovan T., Brown S. D., Wirtz G. P., (1977) , "Mechanism of Anodic Spark Deposition", American Ceramic Society Bulletin, 56(6),563-566.
- [21] Ikonopisov S.,(1977), "Theory of Electrical Breakdown during Formation of Barrier Anodic Films", Electrochimica Acta, 22(10),1077-1082.
- [22] Malyshev V. N., Petrosyants A. A., Gubkin I. M., (1985), "MINKh&GP Collection of Works 1985", Moscow, 39.
- [23] Xue W. B., Wang C., Li Y. L., Deng Z. W., Chen R.Y., Zhang T. H., (2002), "Effect of microarc discharge surface treatment on the tensile properties of Al-Cu-Mg alloy", Materials Letters, 56(5), 737-743.
- [24] Dearnley P. A., Gummersbach J., Weiss H., Ogwu A. A., Davies T.J.,(1999), "The sliding wear resistance and frictional characteristics of surface modified aluminium alloys under extreme pressure Wear", 225, 127-134.
- [25] Yerokhin A.L., Voevodin A.A., Lyubimov V.V., Zabinski J., Donley M. ,(1998), "Plasma Electrolytic Fabrication of Oxide Ceramic Surface Layers for Tribotechnical Purposes on Aluminum Alloys", Surface Coating Technology, 110 (3), 140-146.
- [26] Wei T., Yan F., Tian J., (2004), "Characterization and Wear and Corrosionresistance of Microarc Oxidation Ceramic Coatings on Aluminum Alloy", J. Alloys and Compounds, 389, 169-176.
- [27] Gnedenkov S. V., Khrisanfova O. A., Zavidnaya A. G., Sinebrukhov S. L., Kovryanov A. N., Scorobogatova T. M., Gordienko P. S., (2000), "Production of hard and heat-resistant coatings on aluminum using a plasma micro-discharge", Surface and Coating Technology, 123, 24-28.

- [28] Butyagin P. I., Khokhryakov Y. V., Mamaev A. I., (2003), "Microplasma Systems for Creating Coatings on Aluminium Alloys", Materials Letts., 57, 1748-1751.
- [29] Yerokhin A. L., Lyubimov V. V., Ashitkov R.V., (1996), "Phase Formation in Ceramic Coatings During Plasma Electrolytic Oxidation of Aluminium Alloys", Ceramics International, 24, 1-6.
- [30] Wang Y. K., Sheng L., Xiong R. Z., Li B. S., "Effects of additives in electrolyte on charecteristics of ceramic coatings formed by microarc oxidation", Surface Engineering, 15, 109-112.
- [31] Xue W., Deng Z., Chen R., Zhang T., (1999), "Growth regularity of ceramic coatings formed by microarc oxidation on Al-Cu-Mg alloy", Thin Solid Films, (2000), (1–2), 114–117.
- [32] Sundararajan G., Krishna L. R., (2003), "Mechanisms Underlying the Formation of Thick Alumina Coatings through the MAO Coating Technology", Surface Coating Technology., 18, 1141-1143.
- [33] Shi-Gang X., Li-Xin S., Rong-Gen Z., Xing-Fang H., (2005), "Properties of aluminum oxide coating on aluminum alloy produced by micro-arc oxidation", Surface and Coatings Technology., 167, 269-277.
- [34] Curan J. A., Clyne T. W., (2005), "The thermal conductivity of plasma electrolytic oxide coatings on aluminium and magnesium", Surface and Coatings Technology Plasma Electrolysis, 2, 177-183.
- [35] Zheng H. Y., Wang Y. K., Li B. S., Han G. R., (2005), "The effects of Na2WO4 concentration on the properties of microarc oxidation coatings on aluminum alloy", Materials Letters, 59, 139-142.
- [36] Wang C., Zhang D., Jiang Y. ,(2006), "Growth process and wear resistance for ceramic coatings formed on Al-Cu-Mg alloy by micro-arc oxidation", Applied Surface Science.
- [37] TSE,(1992), "Paint and Varnishes Cross Cut Test", EN-ISO 2409, Türk Standartları Enstitüsü.
- [38] ASTM, "American Standard Test Method for Film Hardness by Pencil Test", D3363, American Society for Testing and Materials.
- [39] ISO,(1992),1992, "Paints and Varnishes Scratch Test", 1518, International Organization for Standardization.
- [40] TSE,(1992), " Electric irons for household or similar use Methods for measuring performance", TS EN 60311, Türk Standartları Enstitüsü.

ÖZGEÇMİŞ

Tuğba YANAR 1987 yılında Antalya' da doğdu. 2001-2005 eğitim-öğretim yıllarında Antalya Karatay Lisesi' nde orta öğretimini tamamladı. 2006 yılında Akdeniz Üniversitesi, Fen Fakültesi Kimya bölümünde başladığı lisans eğitimini 2010 yılında tamamladı. 2011 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Ensititüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans eğitimine başladı. 2011 yılından itibaren Eksen Makine San.Tic.A.Ş. de Arge Kimyageri olarak çalışmaktadır.