

T.C.
GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ
MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ
ENSTİTÜSÜ

SENTETİK Al-Si İKİLİ ALAŞIMLARININ
MİKRO ARK OKSİDASYON (MAO)
TEKNIĞI İLE KAPLANMASI

ALİ EMRE GÜLEÇ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

GEBZE

2012



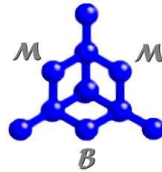
T.C.

GEBZE YKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTS
MHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ
ENSTİTS

SENTETİK Al-Si İKİLİ ALAŞIMLARININ
MİKRO ARK OKSİDASYON (MAO)
TEKNİĞİ İLE KAPLANMASI

ALİ EMRE GLEÇ
MALZEME BİLİMİ VE MHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI
Yrd. Doç. Dr. Ycel GENÇER



GEBZE

2012



YÜKSEK LİSANS TEZİ JÜRİ ONAY SAYFASI

G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 22.06.2012 tarih ve 2012/23 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 04.09.2012 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Ali Emre Güleç'in tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Yrd. Doç. Dr. Yücel GENÇER

ÜYE

: Prof. Dr. Ahmet ÇAPOĞLU

ÜYE

: Doç. Dr. Osman ÖZTÜRK

ONAY

G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/...../20... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

TEZ BAŞLIĞI: SENTETİK Al-Si İKİLİ ALAŞIMLARININ MİKRO ARK OKSİDASYON (MAO) TEKNİĞİ İLE KAPLANMASI

YAZAR ADI: ALİ EMRE GÜLEÇ

Bu çalışmada saf alüminyum ve atomik olarak %1, 2, 4, 8, 12, 16 ve 32 oranlarında Si içeren Al-Si ikili alaşımları üzerinde, 120 dakika süre ile Mikro Ark Oksidasyon (MAO) tekniği ile seramik esaslı kaplamalar üretildi. Farklı miktarlarda Si kullanılarak oluşturulan Al-Si alaşımlarında Si miktarının kaplama kinetiğine, kaplama faz kompozisyonuna, yüzey pürüzlülüğüne, kaplamanın mikroyapısına etkisi araştırıldı. Alaşım içerisindeki Si miktarının artmasıyla kaplama kalınlığının ve yüzey pürüzlülüğünün sistematik olarak azaldığı tespit edildi. Kaplamaların XRD ile yüzeyden yapılan faz kompozisyon incelemelerinde saf Al ve tüm alaşımlarda Al, müllit ($Al_6Si_2O_{13}$), $\kappa-Al_2O_3$ fazları gözlenirken $\alpha-Al_2O_3$ fazı sadece saf Al ile Al-1Si numunelerinde tespit edilmiştir. Aynı numunelerin aşındırma XRD incelemesinde ise, Al-2Si alaşımında da $\alpha-Al_2O_3$ fazı görülmüş, daha fazla Si içeren alaşımlarda bu faz kaybolmuştur. Yüksek oranda Si içeren alaşımlarda ise, elementel Si fazı gözlenmeye başlanmış, müllit fazının kaplamadaki miktarı azalmıştır. Kaplama boyunca alınan çizgisel EDS sonuçlarına göre oksijenin kaplama boyunca değişmediği, kaplamanın genelinde alüminyumun daha fazla miktarda bulunduğu ve altlık-kaplama arayüzeyi ile kaplamanın dış kısımlarında silisyum miktarında önemli derecede artışların olduğu tespit edilmiştir.

SUMMARY

TITLE OF THE THESIS: COATING OF SYNTHETIC Al-Si BINARY ALLOYS BY MICRO ARC OXIDATION (MAO) TECHNIQUE

AUTHOR NAME: ALİ EMRE GÜLEÇ

In this study, ceramic based coatings were produced on pure aluminum and Al-Si binary alloys containing 1, 2, 4, 8, 12, 32 % at. Si by Micro Arc Oxidation (MAO) method for 120 minutes. Effect of Si content on growth kinetics, phase composition, surface roughness and microstructure of coatings on Al-Si binary alloys produce using different amounts of Si were investigated. It was determined that coating thickness and surface roughness systematically decreased with increasing amount of Si in alloys. Phase composition examination from coating surfaces by XRD showed that Al, mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ phases exist in pure Al and all alloys while $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ exist only in pure Al and Al-1Si alloy. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ phase was found in Al-2Si alloys and disappeared in alloys with higher Si content in XRD analysis carried out from surface of the ground coatings. Elemental Si was observed and mullite content decreased in alloys containing a high proportion of Si. It was determined that oxygen content does not change along the coating, greater amount aluminum is present throughout the coating and Si content increases significantly in coating-substrate interface and outer regions of the coating in according to the results of line EDS analysis carried out throughout the coating.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam süresince tüm görüşlerini, bilgi ve deneyimlerini alçakgönüllülikle benimle paylaşan, değerli hocam, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği öğretim üyesi Yrd. Doç. Dr. Yücel Gençer'e teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca bilgi ve deneyimlerini benden esirgemeyerek her konuda destek olan hocam Yrd. Doç. Dr. Mehmet Tarakçı'ya da teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam için gerekli olan deneysel çalışmalarımda bana yardımcı olan arkadaşlarım, Arş. Gör. Sezgin Cengiz'e, Arş. Gör. Yunus Azaklı'ya, Arş. Gör. Kerem Özgür Gündüz'e, Arş. Gör. Zafer Çağatay Öter'e, Arş. Gör. Mustafa Safa Yılmaz'a, Uzman Ahmet Nazım'a, Uzman Adem Şen'e ve Uzman Ömer Faruk Deniz'e teşekkürü bir borç bilirim.

Son olarak tezimi, emekleri teşekkürle ödenemeyecek kadar çok olan annem ve ağabeyime ithaf ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	İV
SUMMARY	V
TEŞEKKÜR	VI
İÇİNDEKİLER	VII
ŞEKİLLER DİZİNİ	İX
TABLolar DİZİNİ	XI
1. GİRİŞ	1
2. ALÜMİNYUM ALAŞIMLARI	6
2.1 1XX.X Serisi Saf Alüminyum	7
2.2 2XX.X Serisi Alüminyum - Bakır Alaşimleri	7
2.3 3XX.X Serisi Alüminyum - Silisyum - Bakır ve/veya Mangan Alaşimleri	8
2.4 4XX.X Serisi Alüminyum - Silisyum Alaşimleri	8
2.5 5XX.X Serisi Alüminyum - Magnezyum Alaşimleri	9
2.6 7XX.X Serisi Alüminyum - Çinko Alaşimleri	9
2.7 8XX.X Serisi Alüminyum - Lityum Alaşimleri	10
3. MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİ	11
3.1 MAO İşleminin Uygulama Alanları	11
3.2 MAO Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları	12
3.3 MAO Prosesi	13
3.3.1 MAO Yönteminde Deşarj Oluşumu	16
3.3.2 Gerekli Ekipmanlar	17
3.3.3 Kaplama Oluşum Mekanizması	19
3.3.4 Elektrolit Kompozisyonunun Etkisi	21
3.4 MAO ile Yapılan Kaplamaların Özellikleri	23
3.4.1 Mikroyapı	23
3.4.2 Sertlik	23
3.4.3 Aşınma Direnci	24
3.4.4 Arayüzey Yapışması (Adhezyon)	25
3.5 MAO Yöntemi ile Kaplanabilen Malzemeler	25
3.6 Alaşım Elementlerinin MAO Yöntemi ile Yapılan Kaplamalara Etkisi	26
3.7 Silisyum İçeren Alaşım Üzerine Yapılan Çalışmalar	28

4. DENEYSEL ÇALIŞMA	32
4.1 Altlık Malzeme Seçimi	33
4.1.1 Alaşım Hazırlama	33
4.2 Altlık Malzeme Boyutlandırılması	34
4.3 Kaplama Öncesi Karakterizasyon İşlemleri	34
4.3.1 Alaşımın Zımparalama ve Delik Delme	34
4.3.2 Alaşımın Kimyasal Analizi	35
4.3.3 Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü (R_a)	35
4.3.4 X Işınları Analizi (XRD)	36
4.4 MAO İşlemi	36
4.4.1 Çözelti Hazırlama	36
4.4.2 Yüzey Kaplama İşlemi	36
4.5 Kaplama Sonrası İşlemler	38
4.5.1 Yüzey Pürüzlülüğünün Ölçülmesi	38
4.5.2 Numunelerin Analizlere Hazırlanması	40
4.5.3 Kaplama Kalınlığının Ölçülmesi	40
4.5.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	41
4.5.5 SEM-EDS Analizi	41
4.5.6 Kaplamanın Faz Analizi	41
5. DENEYSEL SONUÇLAR	42
5.1 Kimyasal Analiz Sonuçları	42
5.2 Yüzey Pürüzlülüğü	42
5.3 Kaplama Kalınlığı	44
5.4 Kaplama Faz Analizi (X Işınları Kırınımı)	45
5.5 Yüzey SEM	47
5.6 Kesit SEM	56
5.7 Kesit SEM - EDS	66
6. TARTIŞMA	76
7. GENEL SONUÇLAR	82
KAYNAKLAR	83
ÖZGEÇMİŞ	91

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.1 Elektroliz sırasında gerçekleşen işlemler	14
3.2 MAO prosesinde gözlenen akım-voltaj eğrileri	15
3.3 Deşarj kanallarının kesitten şematik görünümü	16
3.4 MAO sisteminin şematik gösterimi.	17
3.5 MAO sırasında malzeme yüzeyinde oluşan kıvılcımlar	19
3.6 MAO kaplama oluşma mekanizması	20
3.7 Çeşitli elektrolitlerde MAO yöntemi ile kaplanan alüminyum için I=f(U) fonksiyonu	22
3.8 Kaplama kesiti mikro sertlik dağılımı	24
3.9 Bazı malzemelerin göreceli aşınma direnci diyagramı	24
3.10 Yüzey işlemlerine bağlı olarak malzemelerinin sertliklerinde meydana gelen değişimler	25
4.1 Deneyleerin akış şeması	32
4.2 Altlık malzemelerin kaplama öncesi boyutlandırılmış hali	34
4.3 Kimyasal analiz işleminde numunenin analize tabi tutulan kısımları	35
4.4 Yüzey pürüzlülüğü ölçümünün yapıldığı bölgenin şematik gösterimi	36
4.5 MAO kaplama sisteminin şematik gösterimi	37
4.6 Kaplanmış numunenin analizlere ayrılış biçimi	38
5.1 Kaplama öncesi ve sonrası altlık malzeme içerisindeki Si miktarına bağlı olarak yüzey pürüzlülüğünün değişimi	43
5.2 Al-Si altlık içerisindeki Si miktarına bağlı olarak kaplama kalınlığının değişimi	44
5.3 Saf Al, Al-1Si, Al-2Si ve Al-4Si numunelerinin yüzeyden alınan XRD sonuçları	45
5.4 Aşındırma yapılmayan numunelerinin yüzeyden alınan XRD sonuçları	46
5.5 Saf Al, Al-1Si, Al-2Si ve Al-4Si numunelerinin aşındırılmalı XRD sonuçları	47
5.6 MAO ile kaplanmış saf alüminyuma ait yüzey SEM görüntüsü	48
5.7 MAO ile kaplanmış Al-1Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü	49
5.8 MAO ile kaplanmış Al-2Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü	50
5.9 MAO ile kaplanmış Al-4Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü	51
5.10 MAO ile kaplanmış Al-8Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü	52

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
5.11 MAO ile kaplanmış Al-12Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü	53
5.12 MAO ile kaplanmış Al-16Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü	54
5.13 MAO ile kaplanmış Al-32Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü	55
5.14 Kesitten alınan tipik bir SEM görüntüsü (saf alüminyuma ait)	56
5.15 MAO ile kaplanmış saf alüminyuma ait kesit SEM görüntüsü	57
5.16 MAO ile kaplanmış Al-1Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	58
5.17 MAO ile kaplanmış Al-1Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	59
5.18 MAO ile kaplanmış Al-2Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	60
5.19 MAO ile kaplanmış Al-2Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	60
5.20 MAO ile kaplanmış Al-4Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	61
5.21 MAO ile kaplanmış Al-8Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	62
5.22 MAO ile kaplanmış Al-12Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	63
5.23 MAO ile kaplanmış Al-16Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	64
5.24 MAO ile kaplanmış Al-32Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü	65
5.25 MAO ile kaplanmış saf alüminyuma ait kesit SEM görünütüsü ve kaplamanın alan EDS sonuçları	68
5.26 MAO ile kaplanmış Al-8Si alaşımına ait kesit SEM görünütüsü ve kaplamanın alan EDS sonuçları	70
5.27 MAO ile kaplanmış Al-16Si alaşımına ait kesit SEM görünütüsü ve kaplamanın alan EDS sonuçları	72
5.28 MAO ile kaplanmış saf alüminyuma ait çizgi SEM - EDS sonucu	73
5.29 MAO ile kaplanmış Al-8Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü ve çizgi EDS sonucu	74
5.30 MAO ile kaplanmış Al-16 Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü ve çizgi EDS sonucu	75

TABLÖLAR DİZİNİ

<u>Tablo</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Alüminyum alaşımlarının sınıflandırılması	6
4.1 Alaşımlarda kullanılan alüminyum ve silisyum miktarları	33
4.2 Yüzey pürüzlülüğü ölçümü şematik ve matematiksel ifadeleri	39
5.1 İndüksiyon ergitme ile hazırlanan Al-Si alaşımlarının kimyasal analiz sonuçları	42

1. GİRİŞ

Günümüzde, ilerleyen teknoloji ile birlikte Al, Mg, Ti, Zr, Nb gibi hafif metallerin kullanım alanı artmaktadır. Ancak diğer metaller gibi bu metallerin de aşınma direncini zayıf olması, mühendislik uygulamalarında yalın hallerinde kullanılmalarını zor kılmaktadır. Bu yüzden hafif metaller, uygulama alanlarında alaşımlandırılmakta, ısıtılma işlemine tabi tutulmakta ya da yüzeylerine kaplama yapılmaktadır. Metallerin yüzeyinin kaplanmasında ise korozyona, yüksek sıcaklığa ve aşınmaya karşı gösterdikleri yüksek mukavemetten dolayı seramik kaplamalar tercih edilmektedir. Bu kaplamalar sayesinde hem seramiğin bu üstün özelliklerinden faydalanılmakta hem de metallerin kolay şekillendirilebilme, tokluk gibi özellikleri kaybedilmemektedir.

Metal üzerine seramik kaplama yapılan yöntemlerden bir tanesi olan MAO tekniği, son yıllarda gelişmekte olan ve sıkça kullanılan bir uygulamadır. Bu yöntem, literatürde "Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO)", "Plazma Elektrolitik Anot İşlemi", "Mikro Plazma Oksidasyon", "Kıvılcımlı Anodik Oksidasyon", "Mikro Ark Anodik Oksidasyon", "Anodik Kıvılcımlı Biriktirme", "Mikro Plazma Anodik Oksidasyon", "Elektro Plazma Oksidasyon" gibi çeşitli isimlerle de anılmaktadır. MAO ile kaplama, hafif metallerin ya da alaşımların yüzeyleri üzerinde oksit tabaka biriktirme esasına göre çalışmaktadır. Proseste, elektrolitik solüsyon içindeki ortalama voltajlı kıvılcım davranışını, elektrokimyasal oksidasyon ile birleştirip metal bazlı alaşımların yüzeylerine oksit kaplama yapılmaktadır.

MAO ile ilgili çalışmalara ilk olarak, 1950'lerde ve 1960'larda Amerikalı araştırmacılar W. McNeil ve L. Gruss başlamış, altlık malzemenin bileşenlerinden ve elektrolitten kompleks oksit kaplama sentezlemek için kıvılcım (spark) kullanmışlardır. Bu yöntemle ilk kapsamlı ve başarılı çalışma ise 1976'da Sovyetler Birliği'nde yapılmıştır. 1980'lerin sonunda ise tüm dünyada tanınan MAO, hâlâ gelişmekte olan bir yüzey işlemidir [1-4]. MAO işlemi alüminyum alaşımlarının yanı sıra titanyum ve magnezyum gibi hafif metaller ve alaşımlarına da uygulanabilmektedir. Bu yöntem ile bahsedilen metaller ve alaşımları istenilen kalınlıkta oksit tabakası ile kaplanabilmektedir. Ayrıca altlık malzeme ile kaplama arasında kuvvetli bağlar oluşmaktadır [5].

MAO prosesi, seyreltik ve zehirli olmayan elektrolitik bir solüsyon ile yapıldığı için hem güvenli hem de çevreye duyarlı bir kaplama tekniğidir. Kaplama öncesi yapılan ön işlemler karmaşık olmayıp, kaplanacak olan yüzeyin kirden, pastan ve yağdan arındırılması yeterli olmaktadır.

MAO tekniği ile yapılan kaplamalarda kaplamanın kalitesini ve özelliklerini proses süresi, anot - katot arası mesafe, elektrolitin içeriği, kaplanacak olan altlık malzemenin kompozisyonu, banyonun sıcaklığı ile akım ve voltaj değerleri belirler. MAO ile ilgili yapılan çalışmalarda bu proses özellikleri değiştirilerek, oluşturulan kaplamanın morfolojisi, yüzey pürüzlülüğü, sertliği, kalınlığı, aşınma ve korozyon direnci gibi mekanik özellikleri araştırılmaktadır.

F. Monfort ve ekibi, saf Al üzerine yapmış oldukları MAO çalışmasında değişken olarak kaplama süresini ve çözelti içeriğini değiştirmiştir. Yapılan çalışmada kaplamada oluşan fazlar, yüzey yapısı, büyüme kinetiği ve kaplamanın oluşmasını sağlayan elementlerin dağılımı incelenmiştir. Çözeltide 0,025 molar $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ile 0,05 molar KOH kullanılmış ve altlık malzeme olarak kullanılan saf alüminyum 1, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 75, 90 dakika süreyle kaplanmıştır. Kaplama kalınlığı, kaplama süresi ile artmış, 1 dakika sonucunda elde edilen kaplama kalınlığı 0,5 μm olarak ölçülürken, 90 dakika sonunda oluşan kaplamanın kalınlığı 543 μm olarak ölçülmüştür. Yapılan faz analizinde $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazına sadece 90 dakika sonucunda oluşan kaplamada rastlanılmıştır. Bu numunede diğer numunelerde de olduğu gibi müllit, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazları da gözlenmiştir. Çalışmanın ikinci aşamasında ise çözeltideki KOH sabit tutularak $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ miktarı değiştirilmiş ve numuneler 30 dakika süre ile kaplanmıştır. Yüzey SEM ve SEM-EDS analizleri sonucunda kaplamadaki silikatça zengin bölgelerin artan $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ miktarıyla arttığı gözlenmiştir. $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ miktarındaki artış kaplama kalınlığına da artırıcı etkide bulunmuştur. Çalışmanın üçüncü kısmında çözeltideki $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ miktarı sabitken, KOH miktarı artırılmış ve saf alüminyum altlık malzemeler yine 30 dakika süre ile kaplanmıştır. KOH miktarının artmasının kaplama kalınlığını etkilemediği tespit edilmiştir [6].

L. Rama Krishna ve arkadaşları yaptıkları çalışmada saf Al ile farklı kimyasal kompozisyondaki ticari Al alaşımlarının MAO tekniği ile kaplanma davranışını incelemişlerdir. Çalışmada alaşım elementlerinin kaplamaya etkisi araştırılmıştır.

Lityum ile alaşımlandırılan alüminyumda kaplama kalınlığı artışı en fazla olmuştur. Birçok alüminyum alaşımında, alaşım elementinin artışına bağlı olarak kaplama kalınlığında doğrusal bir artış gözlenirken sadece Al-Si alaşımında alaşımdaki Si miktarının artmasıyla kaplama kalınlığı azalmıştır [7].

W.Han-Hua ekibiyle birlikte yaptığı çalışmada MAO yöntemi ile yapılan kaplamalara elektriksel parametrelerin etkisini araştırmışlardır. 7075 alüminyum alaşımı ile yapılan çalışmada akım yoğunluğu ile katot akımı ve anot akımı arasındaki oran (I_c / I_a) değişken olarak kullanılmıştır. Çalışmada kaplama için uygun akım yoğunluğunun $5A/dm^2$, I_c/I_a oranının ise 0,7 olması gerektiği belirtilmiştir. Faz analizinde ise 35 dakikadan kısa süreli kaplamalarda $\gamma-Al_2O_3$ fazı, 53 dakikalık kaplamada $\gamma-Al_2O_3$ fazının yanında az miktarda $\alpha-Al_2O_3$ ve 120 dakikalık kaplamada $\alpha-Al_2O_3$ fazı gözlenmiştir [8].

Xiaohong Wu ve arkadaşları da akım yoğunluğunun MAO tekniği ile yapılan kaplamalara etkisini araştırmıştır. Çalışmada magnezyum alaşımı 4, 7, 10 A/dm^2 'lik akım yoğunluğu değerleri ile kaplama işlemine tabi tutulmuştur. Akım yoğunluğunun artması ile kaplama kalınlığı da artış göstermiştir. 4 A/dm^2 akım yoğunluğunda 16 μm , 7 A/dm^2 akım yoğunluğunda 23 μm , 10 A/dm^2 akım yoğunluğunda 28 μm kaplama elde edilmiştir. Kaplamalar içerisinde en yüksek sertliğe de 1600 HV ile 7 A/dm^2 akım yoğunluğu ile kaplanan magnezyum alaşımında ulaşılmıştır [9].

X. Nie ve ekibi, kaplama süresinin MAO yöntemi ile yapılan kaplamalara etkisini araştırmıştır. 6082 alüminyum alaşımı kullanılan çalışmada üç farklı sürede kaplama çalışması yapılmıştır. Çalışmada 100 μm , 150 μm ve 250 μm kaplama kalınlığına sahip numuneler üretilmiştir. Kalın kaplamalar çizme, kayma ve çarpma testlerinde başarılı sonuçlar vermiştir. Numunelerin mesafeye bağlı sertlik değerleri incelenmiş en yüksek sertlik değeri altlık malzeme ile kaplama ara yüzeyine yakın mesafede 2400 HV olarak ölçülmüştür. Yüzeye yaklaştıkça kaplama sertliği 600 HV'ye kadar düşüş göstermiştir [10].

M. Tarakci, değişen magnezyum oranlarındaki Al-Mg ikili alaşımlarını 120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplayarak, magnezyumun kaplamanın özelliklerine etkisini araştırmıştır. Magnezyum, kaplama kalınlığını artırmada tetikleyici bir rol almıştır. Aynı şekilde magnezyum miktarı arttıkça kaplamanın yüzey pürüzlülüğünde

de artış gözlenmiştir. Ayrıca aynı çalışmada, kaplama süresinin artmasının yüzeyi daha pürüzlü hale getirdiği belirtilmiştir [11].

L.Wang ve arkadaşları, elektrolitik solüsyondaki KF miktarını değiştirerek, Na_2SiO_3 'ü sabit tutmuşlar ve AZ31Mg alaşımını MAO yöntemi ile kaplamışlardır. Çözeltideki KF miktarının artmasıyla birlikte kaplamanın yüzeyindeki gözeneklerin boyutları artmıştır. Faz analizinde ise solüsyondan gelen F^- iyonları sayesinde kaplamada MgF_2 fazına rastlanılmıştır [12].

Jia-Hua Ni ve ekibi, saf titanyumu MAO yöntemini kullanarak 10, 20, 30, 40 dakika süreler ile kaplamışlardır. Çözelti olarak sodyum fosfat ve kalsiyum asetat monohidratın kullanıldığı çalışmada, 30 ve 40 dakikalık kaplamalarda diğer kaplamalardan farklı olarak $\text{Ca-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ fazı oluşmuş ve tüm kaplamalarda rutil, anataz ve hidroksit apatit fazları gözlenmiştir. Kaplama kalınlığı süreye bağlı olarak artmıştır. Deşarj kanallarının çapı 10 dakikalık kaplamada 1 μm iken, 40 dakikalık kaplamada 5 μm 'ye yükselmiştir [13].

P. Huang ve arkadaşları yaptıkları çalışmada elektrik gerilimini değişken olarak kullanarak saf titanyumu MAO yöntemi ile kaplamışlardır. Artan elektrik gerilimi ile birlikte yüzey pürüzlülüğü artmıştır. Faz analizinde ise voltajın artışının rutil fazının şiddetini giderek artırdığı belirtilmiştir. Yüksek voltajda yapılan kaplamaların çekme gerilimlerinde azalma tespit edilmiştir [14].

Y. Zhang ve ekibi, saf titanyumu MAO tekniği ile kapladıkları çalışmada üç farklı çözelti denemişlerdir. Yüzeyden yapılan faz analizinde silikat içerikli çözeltide hem titanyum içerikli anataz hem de rutil gözlenirken, kalsiyum fosfat ve fosfat içeren çözeltide sadece anataza rastlanılmıştır [15].

P.Zhang ve arkadaşları, MAO yöntemi ile yapılan kaplamaya çözelti içerisindeki sodyum alüminat miktarının ve kaplama süresinin etkisini irdelemiştir. Magnezyum alaşımı üzerine yapılan çalışmada, sodyum alüminat miktarının ve kaplama süresinin artışı kaplama kalınlığını da artırmıştır. Yapılan tüm kaplamalarda MgO ve MgAl_2O_4 olmak üzere aynı fazlar elde edilmiştir. Korozyona karşı en dirençli kaplama, kaplama kalınlığı en fazla olan alaşıma ait olan numunede tespit edilmiştir [16].

G. Sundararajan, L.Rama Krishna ile birlikte yaptıkları çalışmada 7075 Alüminyum alaşımını çeşitli sürelerde MAO yöntemi ile kaplamışlardır. Kaplama süresinin

artmasıyla birlikte yüzey pürüzlülüğü ve kaplama kalınlığı doğrusal bir şekilde artmıştır. Kaplama süresinin ve kaplama kalınlığının artışına paralel olarak, oluşan kaplamanın sertliği de artış göstermiştir. Kaplamanın altlığa yakın olan bölgesinden alınan sertlik değeri yaklaşık olarak 1800 HV olarak ölçülmüştür. Kaplama süresine bağlı olmaksızın tüm numunelerde aynı fazlar gözlemlenmiş, kaplama yüzeyinde γ - Al_2O_3 fazının baskın olduğu tespit edilmiştir [17].

G. Lv, ekibi ile birlikte yaptığı çalışmada silikat ve fosfat içerikli çözeltiler kullanarak MAO yönteminde elektrolitin etkisini incelemiştir. Fosfat içerikli çözeltide yapılan kaplamalarda fosfat, kaplama içerisinde homojen olarak dağılmıştır. Silikatlı çözeltide yapılan kaplamada ise kaplamanın dış yüzeyinde silikatça zengin bölgeler oluşmuştur [18].

R. F. Zhang ve arkadaşları MAO prosesine zamanın etkisini tespit etmek için AZ91HP magnezyum alaşımını kaplamışlardır. Çalışmada kaplama süresinin artmasıyla birlikte kaplama kalınlığının ve yüzey pürüzlülüğünün arttığı belirtilmiştir [19].

2. ALÜMİNYUM ALAŞIMLARI

Alüminyum dökümler ile döküm alaşımları için kullanılan simgeleme dizgesi dört rakamlı sayıdan oluşur. Son rakam, diğer üçünden bir nokta ile ayrılır. Tüm alaşımlar için simgeler Tablo 2.1'de verilmiştir.

1XX.X için ikinci ve üçüncü rakamlar alüminyum % 99,00'dan öteye saflık derecesini belirler. Eğer son rakam sıfır (0) ise bu, parça dökümleri; 1 ise ingotları belirtir.

2XX.X - 9XX.X arasındakiler ise belirtilen alaşımları simgeler. İkinci ve üçüncü rakamlar yalnızca bir sıralama sayısını oluşturur. Eğer son rakam sıfır (0) ise bu, parça dökümleri, 1 ise ingotu simgeler. Örneğin: 332.0'da birinci 3, alüminyumun, bakır ve/veya magnezyum ile alaşımını simgeler. 0 ise onun parça döküm olduğunu belirtir. 32'nin özel bir anlamı yoktur [20].

Tablo 2.1 Alüminyum alaşımlarının sınıflandırılması [21].

Seri Adı	Alaşım Elementi
1XX.X	Alüminyum (en az % 99.00)
2XX.X	Bakır
3XX.X	Silisyum - Bakır ve/veya Mangan
4XX.X	Silisyum
5XX.X	Magnezyum
6XX.X	Kullanılmayan dizi
7XX.X	Çinko
8XX.X	Lityum
9XX.X	Diğer elementler

2.1 1XX.X Serisi Saf Alüminyum

1XX.X serisi, 1100 serisi (en az % 99,00 Al) ile görece daha saf 1050 / 1350 (en az % 99,50 Al) ve 1175 serisi (en az % 99,75 Al) arasında değişen ticari saflıktaki alüminyumunu belirtir.

1xxx serisi, deformasyon ile sertleştirilebilir fakat deformasyonun asıl gereklilik olduğu durumlarda kullanılmamalıdır. Daha çok korozyon direnci, elektrik iletkenliği ya da şekillendirilme gereken folyo ve şerit paketleme, kimyasal ekipman, tanker ya da kamyon gövdesi, mutfak gereçleri yapımında kullanılmaktadır. Bazı uygulamaları:

- Gıda paketleme tepsileri (1100)
- Yiyecek ya da içecekler için süslü folyo torbalar (1060 ya da 1100)

2.2 2XX.X Serisi Alüminyum - Bakır Alaşımları

Bu serideki temel alaşım elementi bakırdır. Isıl işlem gerektirir. Sertleştirilen alaşımın çekme dayanımı artar. İyi işlenirler. Çekme dayanımı 490 MPa'ya yaklaşır. Korozyon direnci azdır. Bu alaşımların en iyi özelliklerini elde etmek için katı eriyik ısıl işlemini gerçekleştirmek gerekmektedir. Alüminyumun en fazla %12'ye kadar bakır içeren alaşımında dayanım artmaktadır. %12'den daha fazla bakır içeren 2XX.X serisi alüminyum alaşımı yapıda gevreklik meydana getirir. Isıl işlem yapılmış durumdaki mekanik özellikleri, bazen döküm çeliğini bile geçmektedir. Bazı durumlarda mekanik özellikleri daha fazla arttırmak için suni yaşlanma uygulanmaktadır. Maksimum gerilim mukavemetindeki etkisi ise o kadar büyük değildir. Bu serideki alaşımlar diğer birçok alüminyum alaşımları gibi iyi korozyon direncine sahip değildir. Bazı şartlar altında taneler arası korozyona maruz kalmaktadır. Genellikle yüksek sıcaklık özellikleri ile işlenebilirliği artırmaktadır [20, 21]

Genel döküm alaşımlarının en dayanıklısı 201.0/AlCu₄Ti'dir. Döküm kabiliyeti mikroporozite ve sıcak yırtılma eğilimi nedeniyle çok gelişmiş değildir. En uygun olanı hassas dökümdür. Bu alaşım, sahip olduğu yüksek tokluk nedeniyle yüksek gerilime maruz kalan yerlerde kullanılır. Ayrıca motor piston başları, motor blokları ve yatakları da 2XX.X serisi alaşımlardan üretilebilir. Bazı uygulamaları:

- İniş flap parçaları ve diğer bazı uçak parçaları 201.0 alaşımlarıyla yapılır [22].

2.3 3XX.X Serisi Alüminyum - Silisyum - Bakır ve/veya Mangan Alaşımları

Ana alaşım elementi %1-1,5 dolaylarında mangandır. Çok az miktarda demir ve silisyum da alaşımı karakterize eder. Orta dayanımlı, iyi işlenebilen alaşımlardır. Bu gruptaki alaşımlar ısıtılma işlemine yatkın değildir, kolay işlenebilirler ve kaynağa yatkınlıkları iyidir [20].

3XX.X serisi dökümler, içerdiği silisyumun sağladığı esneklik ve akışkanlığa katkısı nedeniyle en geniş kullanıma sahip döküm alaşımlarından birisidir. Daha çok tank ve toplama kapları, karavan yapımında ve diğer levha çalışmalarında kullanılır. Bazı uygulamaları:

- 356.0 alaşımından basınçlı kokil kalıba döküm ile vites kutusu üretilir.
- 357.0 alaşımından kum ve kalıcı kalıba döküm ile araba parçaları üretilir [22].

2.4 4XX.X Serisi Alüminyum - Silisyum Alaşımları

Ana alaşım elemanı silisyumdur. Düşük ergime sıcaklığı, esneklik ve dekoratif görünüm bu serinin önemli özelliğidir. Ana alaşım elemanı olan silisyumlu alaşım kırılma dayanımı yaratmadan ergime derecesini önemli derecede düşürecek miktarda ilave edilir. Bu sebepten dolayı Al-Si alaşımları, tel kaynatmalarda, lehim alaşımlarının ana metalden daha düşük ergime derecesi olan yerlerde kullanılmaktadır. Bu serideki çoğu alaşımlara ısıtılma işlemi uygulanmaz. Fakat ısıtılma işlemi gören alaşımların kaynağında ana metalden bazı alaşım elemanlarını kapabildikleri için belli bir limit içerisinde ısıtılma işlemi uygulanabilir. Önemli miktarlarda silisyum içeren alaşımlara anodik oksidasyon uygulanırsa koyu gri rengi alırlar, bu yüzden mimari uygulamalarda tercih edilirler. Yüksek silisyumlu dökümler, içten yanmalı motorlarda, vites kutularında, silindir ve karterlerde, nikel gibi metallerin ilavesiyle de piston imalinde kullanılır. Alüminyumdaki silisyum, akışkanlığı artırmakta buna karşılık sıcak çatlama eğilimini azaltmaktadır. Alaşımdaki silisyum değeri arttıkça

alaşımların işlenmesi zor olmaktadır. Ayrıca silisyum, alaşımın korozyon direncini artırmaktadır [20].

2.5 5XX.X Serisi Alüminyum - Magnezyum Alaşımları

Etkili alaşım elemanı magnezyumdur. Yüksek çekme dayanımı, sertlik, aşınma direnci, deniz atmosferine karşı korozyon direnci ve iyi kaynak edilebilirliği önemli özellikleridir. Soğuk şekillendirmeye uygun değildir. Sertlik ve dayanım istenilen özel konstrüksüyonlar için kullanılmaktadır. Ana alaşım elemanı olarak veya manganla kullanıldığı zaman orta yükseklikteki mukavemet değerlerine sahip olan ve ısıtılma işlemi uygulanmayan bir alaşım oluşmaktadır. Magnezyum sertleştirici olarak mangandan daha etkilidir. %10 civarında magnezyum içeren bir alaşım, tavlama işleminden sonra, bütün alüminyum döküm alaşımları içinde çekme mukavemeti, uzama ve darbeye karşı mukavemet bakımından en yüksek özelliğe sahiptir. % 6'dan fazla magnezyum içeren alaşımlarda çökeltme sertleşmesi oluşmaktadır. Bu serideki alaşımlar iyi kaynak karakteristiğine ve deniz şartlarında iyi korozyon direncine sahiptir. Magnezyumlu alaşımların dökümleri zordur [20, 21]. Korozyon direncinin iyi olması ve işlenebilirliğinin kolay olmasından dolayı pişirme kapları ile uçak parçalarında kullanılırlar [22].

2.6 7XX.X Serisi Alüminyum - Çinko Alaşımları

Ana katkı maddesi olan çinko %5 dolaylarında kullanılır ve alaşımlara çok yüksek çekme dayanımı verir. Ana alaşım elemanı olan çinko küçük miktarda magnezyumla kullanıldığında çok yüksek mukavemetli ısıtılma işlemi uygulanabilen alaşımlar meydana gelmektedir. Çinko, alaşımdaki akışkanlığı düşürmektedir. Çinkolu alaşımlar sıcak çatlama ve soğuma çekmesi meydana getirirler. %8'den fazla çinko içeren yüksek alaşımlar, gerilmeli korozyon çatlama göstermesine karşılık, diğer alaşım elementleri ile birlikte bulunması halinde dayanımı çok artmaktadır. %3 Zn'den daha az çinko içeren ikili alüminyum alaşımlarında, çinkonun belirgin bir etkisi görülmez [20]. Bu seri alaşımları dökümü zor olduğu için, genelde işlenebilirliğin söz konusu olduğu yerlerde kullanılırlar. Mutfak ve bahçe araçları, maden ekipmanları 7XX.X serisi alaşımlarının kullanıldığı yerlerdir [22].

2.7 8XX.X Serisi Alüminyum - Lityum Alaşımaları

%2 dolaylarında alaşım katkı maddesi olan lityum; seriye hafiflik, yüksek çekme ve akma dayanımı sağlar. 8XX.X serisi alüminyum alaşımaları mükemmel işlenebilirlik sergilerler. Yüksek yorulma dayanımına sahiptirler. En çok kullanıldıkları yerler ise yatak ve yatak kovani ile uzay ve havacılık sanayisidir [20, 22].

3. MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİ

MAO yöntemi malzeme yüzeyinde gözenekli, kısmen kaba ve sağlam yapılmış bir oksit tabakası oluşturulmasını sağlayan henüz gelişmekte olan bir tekniktir. Bu işlem çözülmüş tuzlar içeren elektrolitik bir banyo içerisinde elektrokimyasal oksidasyon ile yüksek voltaj akım davranışını birleştirir [23].

MAO yöntemi ile kaplama iki aşamada gerçekleşir. İlk aşamada çözelti ortamında elektroliz olayı gerçekleşir. Ardından ise metal çevresinde oluşan elektriksel deşarjlar sonucu metal, oksit ile kaplanır.

3.1 MAO İşleminin Uygulama Alanları

MAO yöntemi ile kaplanmış parçalar, başta otomotiv, tekstil, uzay sanayi ve askeri alanda olmak üzere pek çok alanda sıklıkla kullanılmaktadır. Bu yöntem ile kaplanmış olan parçaların bu derece tercih edilmesinin başlıca nedeni, metal üzerinde oluşan kalın seramik tabakadır. Alüminyum alaşımlarının kaplanmasında tercih edilen bir diğer yöntem olan anotlama ile kaplanamayan silisyumca zengin alüminyum alaşımları da MAO yöntemi ile kaplanabilmektedir. Ayrıca bu yöntem ile kaplanan parçalar, pürüzlü yüzeyleri ve boya tutma özelliği sayesinde rahatlıkla boyanabilmektedir.

MAO yöntemi ile kaplanan parçalar yüzeylerindeki seramik kaplama dolayısıyla üstün dielektrik özellik gösterir ve elektriksel yalıtkanlığın istenildiği ortamlarda kullanılabilir. Aynı şekilde yüksek sıcaklığa dayanıklı bir kaplama olmasından dolayı da uzay sanayisinde de sıklıkla tercih edilebilmektedir [23]. Ayrıca elektrolitik çözeltiye eklenen ilaveler sayesinde ortaya çıkan farklı renkteki kaplamalar, bu kaplama tekniği ile kaplanan malzemelerin mimari alanlarda ve estetik amaçlı olarak kullanılabilmesini sağlamaktadırlar [24].

MAO yöntemi ile kaplanan numunelerin kullanıldığı diğer alanlar ve bu alanlarda kullanılmalarını sağlayan kaplama özellikleri şu şekildedir:

- 1. Kimyasal Uygulamalar:** Oluşturulan kaplamalar asit ve bazlara karşı iyi direnç gösterirler. Aynı zamanda orta yükseklikteki sıcaklıklara gösterdikleri dayanım sayesinde de pek çok kimyasal uygulamada sıklıkla tercih edilmektedir.

2. **Mekanik Uygulamalar:** Seramik kaplamaların sertliği 1000 HV'den daha fazladır. Bu sert kaplama, malzemenin aşınma direncini artırır.
3. **Isıl Uygulamalar:** Kaplama düşük ısı iletkenliğe sahiptir. Dolayısıyla âni ısıma ve soğumaların olacağı sistemlerde ısıyı eşit dağıtabilme özelliği olduğundan ve termal şok dayanımını yükseltmek için kullanılabilirler.
4. **Elektriksel ve Elektronik Uygulamalar:** Seramik kaplamalar dielektrik özellikleri sayesinde, elektronik bileşenlerde yalıtkanlığın istenildiği ortamlarda kullanılabilirler [25].

3.2 MAO Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları

MAO yöntemi ile kaplanan numunelerde oluşan kaplamanın karakteristiği üzerine yapılan çalışmalarda kaplamanın ve yöntemin bazı avantajları ve dezavantajları vurgulanmıştır.

MAO yönteminde, kaplama öncesindeki numune hazırlama aşaması vakit almayan, kolay bir işlemdir. Numunelerin yüzeyinin metalik kirlere, yağdan arındırılması metalin kaplamaya hazır hale gelmesi için yeterlidir. Bu da üretim sürecinin hızlı işlenmesini sağlar. Ayrıca yüzey hazırlama işleminde kimyasal madde kullanılmadığından bu aşamanın çevreye kötü bir etkisinden söz edilemez.

Bu yöntemin, hafif metaller olarak adlandırılan alüminyum, magnezyum, titanyum, niyobyum, zirkonyum gibi pek çok metale ve bu metallerin alaşımlarına uygulanabilmesi, geleneksel anotlama işlemine iyi bir alternatif olmasını sağlar. Çünkü geleneksel anotlama yöntemiyle yüksek miktarda bakır içeren alüminyum alaşımları ile yüksek miktarda silisyum içeren döküm malzemelerinin kaplanması zordur. Ancak bu malzemeler üzerinde MAO yöntemiyle 300 µm kalınlığa kadar seramik kaplama oluşturulabilmektedir [23, 26]

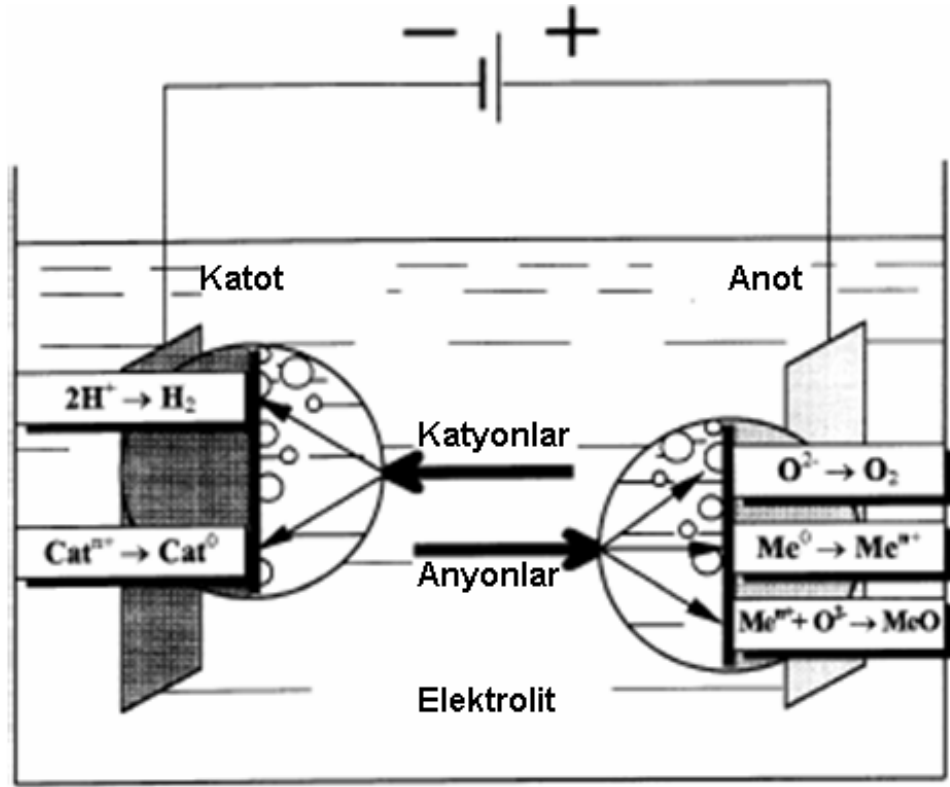
MAO yöntemiyle üretilen kaplamanın yüzeyi, mikro seviyede pürüzlülüğe sahip olduğundan dekoratif veya işlevsel amaçlı ikincil kaplamaların yüzeylerine uygulanmasına imkân vermektedir. Bu açıdan SOL-GEL, CVD, PVD, Akımsız Ni kaplama, vb. kaplama yapılmış yüzeylere de uygulanabilmektedir [26].

Bu özellikler, MAO yönteminin tercih edilmesini sağlayan özellikleridir. Ancak bunların yanında bu yöntemi de sınırlayan bazı olumsuz yönleri vardır.

MAO yönteminde seçilen parametrelere, kaplama süresine, parçanın büyüklüğüne bağlı olarak yüksek enerji sağlayabilecek güç kaynağına gerek vardır. Yüksek enerji gereksiniminden dolayı, üretim maliyeti yüksek, üretim süreci kısmen tehlikelidir. Kaplama esnasında malzeme yüzeyinde oluşan çok yüksek sıcaklıktan dolayı çözelti de ısınacağı için, çözeltiyi soğutmak için yüksek kapasiteli bir soğutucuya ihtiyaç duyulur. Oluşan kaplama pürüzlü ve dış kısımları çok gözenekli olduğundan, kaplamanın dış kısımlarında kaplama kırılma ve aşınma direnci düşüktür [23].

3.3 MAO Prosesi

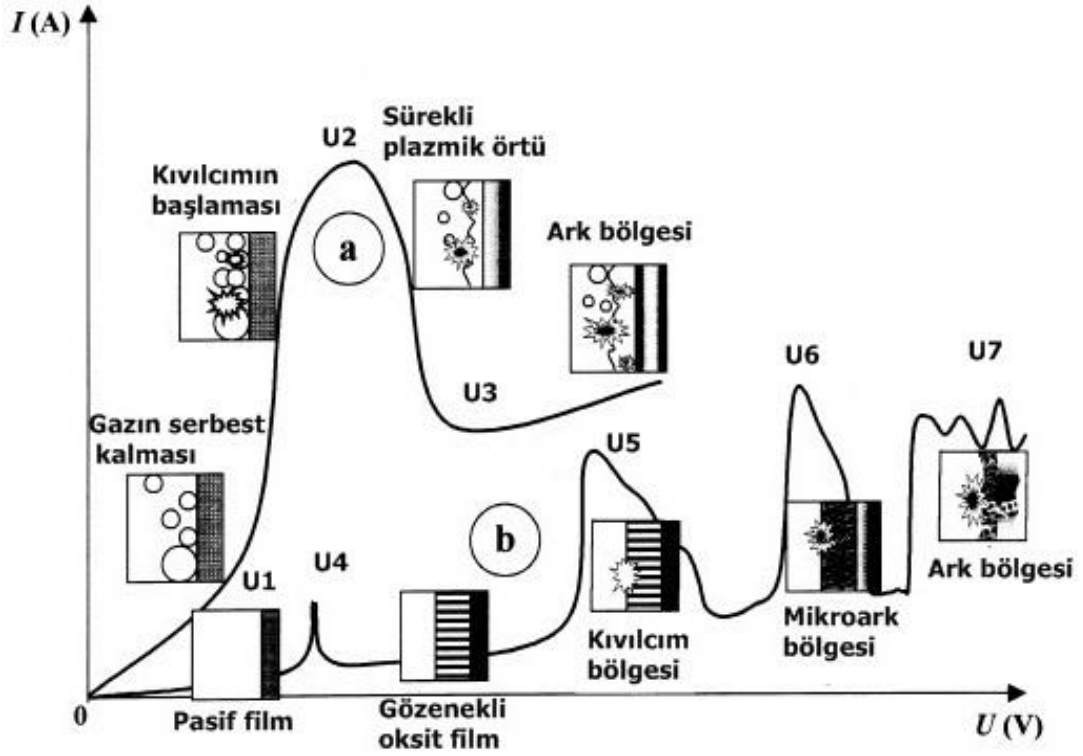
MAO ile kaplama, yüksek voltaj kıvılcımları ile düzenlenmiş, elektrot - elektrolit ara yüzeyinde meydana gelen elektrokimyasal bir prosestir [17, 27-30]. MAO yöntemi ile kaplama iki aşamada gerçekleşir. İlk aşamada çözelti ortamında elektroliz olayı gerçekleşirken ardından metal çevresinde oluşan elektriksel deşarjlar sonucu metal, oksit ile kaplanır. Elektroliz aşamasında çözelti içerisine daldırılan iki elektrot arasında uygulanan voltajdan dolayı oluşan potansiyel fark sayesinde elektrik alan oluşur. Bu yüzden elektrolitik solüsyondaki pozitif yüklü iyonlar elektrik alan ile aynı yönde, negatif yüklü iyonlar ise elektrik alana zıt yönde hareket eder. Bu aşamada gaz halindeki oksijen serbest hale geçerek, anodik yüzeyde metal oksidasyonu gerçekleşir. Elektrolitin kimyasal aktivitesine bağlı olarak metal yüzeyinde oksit film tabakası veya yüzeyde çözümler gözlenebilir. Gaz halindeki hidrojenin serbest kalması ile katyon indirgenmesi katodik yüzeyde oluşmaktadır. Şekil 3.1'de çözelti içerisinde gerçekleşen reaksiyonlar verilmiştir [27].



Şekil 3.1 Elektroliz sırasında gerçekleşen işlemler [27].

MAO yöntemi elektrik gücünden faydalanılarak yapılan bir kaplama tekniğidir. Bu yöntemde iki türlü akım-voltaj eğrisi oluşmaktadır. A tipi akım-voltaj eğrisi anodik ya da katodik yüzeyde gaz oluşumuyla yürüyen metal-elektrolit sistemini; B tipi akım-voltaj eğrisi ise oksit filmin oluştuğu bir sistemi göstermektedir. Bu eğriler, Şekil 3.2'de verilmiştir.

A tipi akım-voltaj eğrisinde $U_1 - U_2$ bölgesinde potansiyeldeki artış, akımda da artışa sebep olur. Elektrot ile elektrolitin birbirine temas ettikleri bölgede akım yoğunluğu artmaya devam eder ve bunun da sonucunda elektrolitte bölgesel sıcaklık artışları ve kaynamalar olur. Akım U_2 'ye çıktığında ise elektrot, gaz buhar plazması ile çevrelenir. Bu aşamada neredeyse bütün voltaj bu elektrot üstü bölgeye düşer. $U_2 - U_3$ bölgesinde ise akım hidrodinamik kararlılıktan dolayı düşer, U_3 noktasından itibaren ise parlak deşarjlar yerini kuvvetli kıvılcımlara bırakır.



Şekil 3.2 MAO prosesinde gözlenen akım-voltaj eğrileri [27].

B tipi akım-voltaj eğrisinde U_4 noktasında daha önceden var olan pasif film tabakası çözünür. $U_4 - U_5$ aralığında ise gözenekli oksit film oluşur. Akım U_5 değerine ulaştığında bu gözenekli oksit filmi bozan küçük kıvılcımlar gözlenir. U_6 akımında ise bu kıvılcımlar daha da büyür ve mikro arklar oluşmaya başlar. Nispeten düşük güç ve düşük süreli ark deşarjıyla sonuçlanan mikro-deşarj, "mikroark" olarak adlandırılır [31]. U_6 ile U_7 arasındaki bölgede mikro arkların kuvvetlenmesiyle film tabakası giderek ergir ve elektrolitik çözelti içerisine karışır. U_7 bölgesinde ise gözenekli film içerisinden metal yüzeyine doğru mikro ark boşalmaları olur ve kıvılcımlar çok şiddetlenir [27].

MAO prosesinin başında çok sayıda gözenekten oluşan oksit tabakası çok hızlı bir şekilde metal üzerinde oluşur. Voltaj, eşik değeri aştığında oksit tabakasındaki gözenekler kırılır ve kıvılcım boşalmaları yaşanır. Bu sırada anlık sıcaklık $2000^{\circ}C$ 'ye ulaşır. Dış yüzey ile iç katmanda soğuma hızları farklı olduğu için her iki katmanda da farklı fazlar oluşur [32].

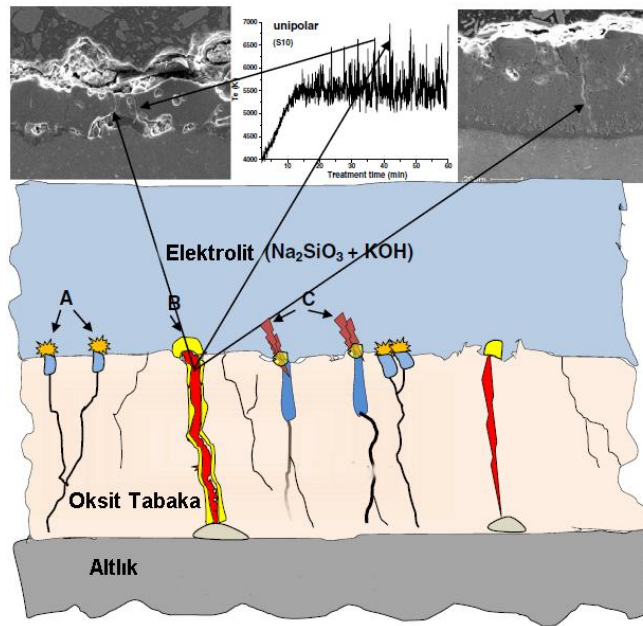
Pratikte yukarıdaki elektrot işlemlerinin birçoğu elektrot yüzeyine komşu bölgelerde (uygun bir şekilde, aynı zamanda) oluşur. Özellikle elektrokimyasal sistemin U_1 ve

U_5 kritik voltajlarının üzerinde çalışması düşünüldüğünde normal olarak geleneksel elektrolizde karşılaşılan basit iki-fazlı elektrot-elektrolit model, karışık dört-fazlı sistemle (metal - dielektrik - gaz - elektrolit) değiştirilmek zorundadır. Esas voltaj düşmesinin yoğunlaştığı yerde düşük iletkenli iki faz oluşur (dielektrik ve gaz). Bu fazların direnci sürekli olarak değiştiğinden iyonlaşma olayının hangi fazdan başladığını fark etmek oldukça zordur. Bu sebeple, elektrokimyasal sistemlerin iki tipe ayrıldığı fark edilmez [27, 33].

3.3.1 MAO Yönteminde Deşarj Oluşumu

Bugüne kadar yapılan çalışmalarda üç farklı deşarj oluşum modelinden bahsedilmiştir. Bu modellere ilişkin şematik gösterim Şekil 3.3'te verilmiştir.

Modellerden ilki Albella ve ekibini yaptığı (Şekil 3.3, B) çalışmadır. Çalışmada deşarj kanallarının oksit filmin yüksek elektriksel alanda kırılması sonucunda oluştuğu belirtilmiştir [34]. MAO işlemi sırasında oksit tabakası içindeki elektrik alan kuvveti, belli bir eşik değere ulaştığında bölgesel ergime kanalları içerisinde plazma reaksiyonları gerçekleşir. Deşarj kanalları içindeki elektrik alan daha sonra 10^{-6} - 10^{-4} sn elektron ömrüne yakın rahatlama zamanıyla birlikte azalmaktadır. Elektrik alanın ve sıcaklığın yüksekliği nedeniyle ergimiş Alüminyum kaplama yüzeyine doğru atılır. Bu şekilde oluşumu zor olan Al^{+2} iyonu oluşur [35-38].

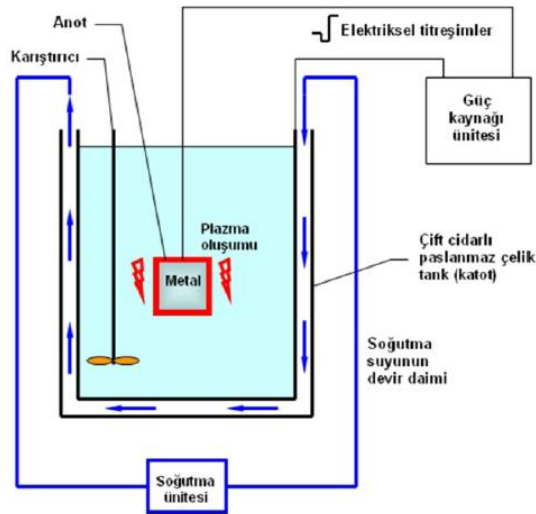


Şekil 3.3 Deşarj kanallarının kesitten şematik görünümü [36].

Bir diğer modelde ise deşarj kanallarının mikro-gözeneklerin dibindeki oksit tabakanın kırılması sonucunda oluşan gaz deşarjıyla birlikte olduğu savunulmuştur. Son modellemede ise oksit tabakanın ergime ve soğuma sonucunda ani sıcaklık değişimleriyle birlikte gaz ortamında serbest elektron oluşumu sayesinde bu kanalların oluştuğu belirtilmiştir [28, 35-37]. A tipi, yüzeye yakın yerlerdeki küçük gözenekler içindeki deşarj, C tipi ise daha derin yüzeylerin altındaki mikro gözenekler içinde oluşan deşarjlar içindir [36]. Anlatılan bu deşarjlar boyunca, sıcaklık, faz dönüşümüne yeterli olacak kadar önemli derecede artmaktadır. Bununla birlikte, Al^{+2} 'nin yoğunluğu ilk duruma göre çok daha azdır ve bu A, C pozisyonlarında daha zayıf deşarjların olduğunu göstermektedir.

3.3.2 Gerekli Ekipmanlar

MAO ile kaplama işlemi yapılmak üzere hazırlanan düzenek genel hatlarıyla bir güç kaynağı, elektrolitik banyo, anot, katot ve soğutma sisteminden meydana gelmektedir. Sistemin şematik gösterimi Şekil 3.4'te yer almaktadır. MAO yönteminde, kaplanılmak üzere yüzeyinde kararlı bir oksit film oluşturabilen metaller tercih edilir. Bu metaller güç kaynağına anot olarak bağlanırlar. Genellikle paslanmaz çelikten imal edilen kazan, devreyi tamamlamak üzere katot görevi görür. Çözeltinin homojenliğini sağlamak üzere çelik kazan içerisindeki çözelti sürekli olarak karıştırılır. Plazma oluşumu dolayısıyla metal çevresinde oluşan yüksek sıcaklık yüzünden çözeltinin ısınma ihtimaline karşı çift cidarlı çelik kazan içerisinde devamlı olarak soğutma suyu dolaştırılır [26].



Şekil 3.4 MAO sisteminin şematik gösterimi.

Kaplanacak olan metal MAO işlemi öncesinde temizlenmeli, metal üzerindeki yağ ve kirlilikler alınır. Ardından elektriksel olarak izole edilmiş bir çubuğun ucuna takılan numune elektrolitik çözeltiliye 4-5 cm. daldırılır.

Numunenin daldırıldığı elektrolitik çözeltinin kompozisyonu, istenen kaplama özelliklerine ve altlık alaşımına uygun olmalıdır. Çözelti genel olarak düşük konsantreli sodyum ya da potasyum hidroksit (1-5 gr/lt) alkalın çözeltiliden oluşmaktadır. Ayrıca içerisinde sodyum tetrasilikat, veya sodyum pirofosfat (2-12 gr/lt) gibi modifiye bileşenleri de bulunabilmektedir [39].

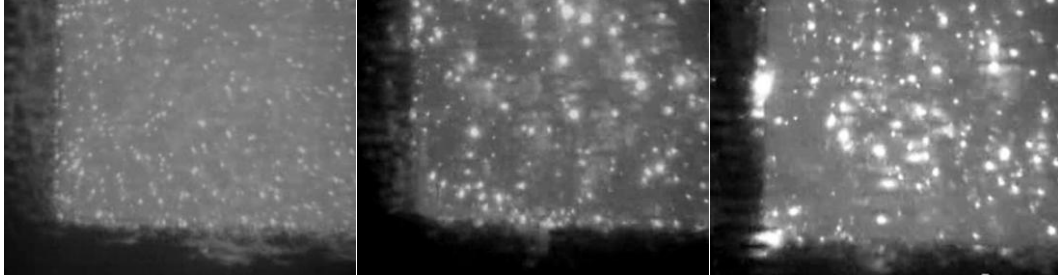
Çözeltideki NaOH veya KOH, elektrolitiğin davranışını yeterli miktarda iletkenlik sağlayarak desteklemekte ve elektrolitin pH seviyesini ayarlamaktadır. Silikatlar ise depozisyon oranını artırırken, gözenekliliğe sebep olmaktadır. Dolayısıyla kaplama kalınlığı düşmektedir. Fosfatlar, kaplama sertliğini, yüzey düzgünlüğünü, pürüzsüzlüğünü sağlamaktadır [39].

Çözeltinin sıcaklığı kullanım süresi bakımından önemlidir. Çözeltinin sıcak olması kaplamayı kolaylaştırıcı bir etken olmasına karşın, aktif bileşenlerin daha hızlı etki etmesiyle çözelti daha kısa zamanda tükenmektedir. Bu yüzden çözelti sıcaklığının oda sıcaklığında olması tercih edilir. Çözeltinin sıcaklığı, çift cidarlı kazan içerisinde kaplama süresince dolaştırılan soğutma suyu sayesinde sabit tutulmaktadır [39].

MAO sisteminde anot konumundaki numuneye voltaj uygulanması ile malzeme yüzeyinde oksit film oluşmaya başlar. Bu aşama klasik anodizasyon işlemidir. Ark oluşumu ile birlikte malzeme üzerindeki yerel geçici sıcaklığın neredeyse güneşin merkezindeki sıcaklığa yaklaşarak birkaç bin Kelvin'e ulaşabildiğini belirtilmektedir. Uygulanan voltaj belli bir değeri aştığında malzeme yüzeyinde ark oluşumu gözlenir. Arkların oluşmaya başladığı bu kritik voltaj değerine bozunum voltajı (dielectric breakdown) denir. Bu değerden itibaren metal iyonları ile hidroksil iyonları ters yönlere hareket ederek malzeme yüzeyinde oksit oluşumunu başlatırlar [17, 23].

MAO işleminde akım yoğunluğu $0,01 - 0,3 \text{ A/cm}^2$ olarak ayarlanır. Metal üzerinde kaplamanın oluşmasıyla birlikte voltajda hızlı bir artış olur. Voltaj değerindeki bu artışın hızı giderek azalırken, kaplama kalınlığının artmasıyla birlikte durur. Prosesin, ilk 10 dakikasında elektrodu çevreleyen beyaz renkli bir ışık gözlenir (Şekil 3.2, U₅). İşlemin ilerleyen aşamalarında (35. dakikada) beyaz ışık, aniden parlayan

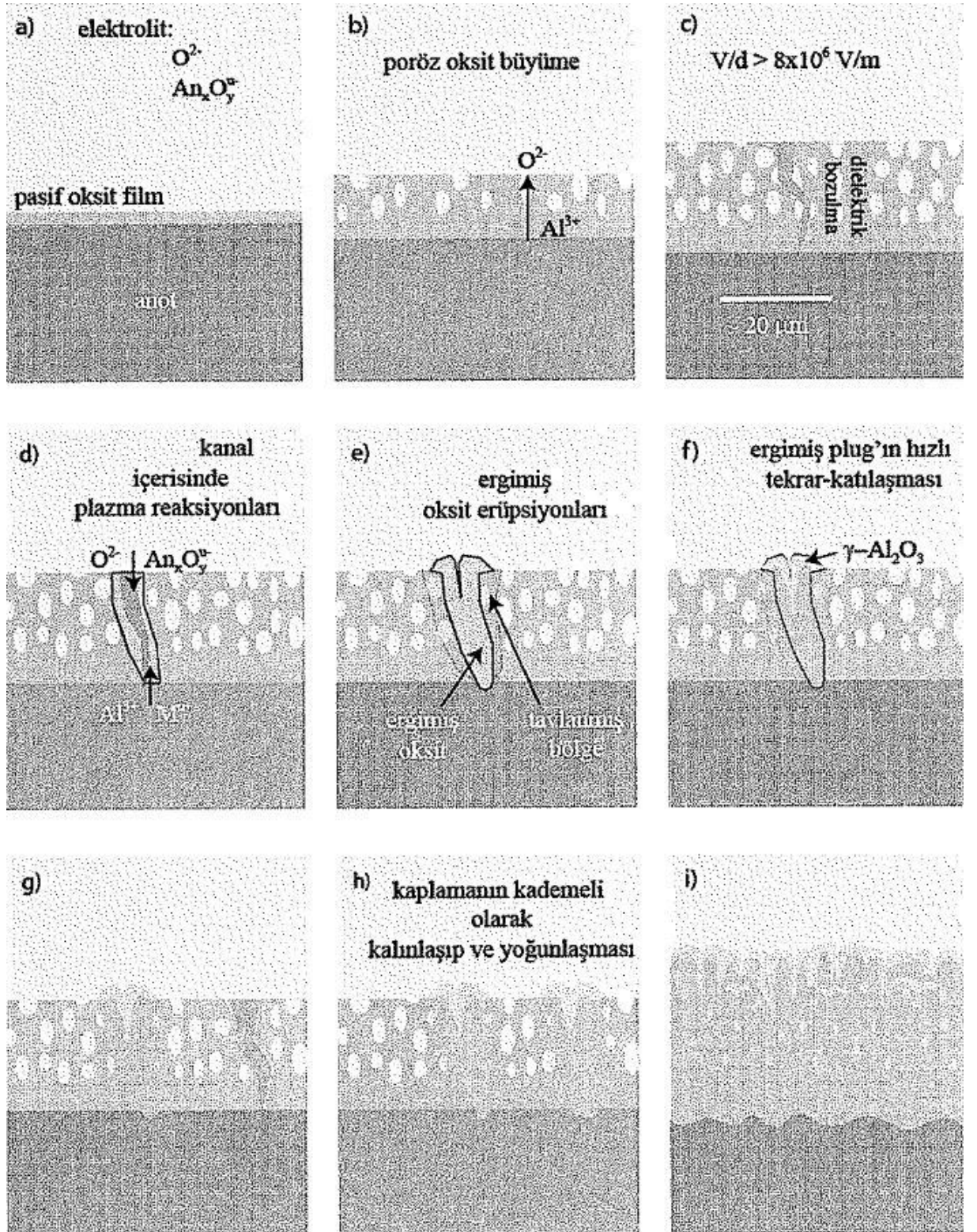
ve sönen çok parçalı sarı kıvılcımlara dönüşür (Şekil 3.2, U₆). 65 dakika sonra ise yüzeyde hareket eden, çok az sayıda kırmızı renkli kıvılcımlar görünür (Şekil 3.2, U₇) [40]. Malzeme yüzeyinde oluşan bu kıvılcımlara ait fotoğraflar Şekil 3.5'te verilmiştir.



Şekil 3.5 MAO sırasında malzeme yüzeyinde oluşan kıvılcımlar [40].

3.3.3 Kaplama Oluşum Mekanizması

MAO yöntemi ile kaplamada kaplama oluşma mekanizmasına ait şematik gösterim Şekil 3.6'da verilmiştir. Sisteme ilk voltajın verilmesiyle birlikte nanometre mertebelerinde pasif, oksit bir film numune üzerinde oluşur (Şekil 3.6, a). Bundan sonra uygulanacak çok çok küçük anodik bir potansiyel bile bu pasif filmin büyümesini sağlar. Uygulanan voltaj ne kadar büyükse kaplama kalınlığı da o oranda artacaktır (Şekil 3.6, b-c). Kaplamanın büyümesi çift taraflı bir mekanizmadır. Hem çözelti ile oksit kaplama arasında hem de altlık metal ile oksit kaplama arasında Al kationları ile oksijen iyonları birbirlerine doğru karşılıklı olarak hareket eder. Oluşan bu pasif film oldukça gözenekli olup, zayıf mekanik özellikler gösterir [41, 42]. Dielektrik alan, oksidin bozulma alanına ulaştığında (yaklaşık olarak 200 V), kırılma meydana gelir. Bunun üzerine oluşmaya başlayan sert oksit kaplama sayesinde kaplamanın mekanik özellikleri gelişmeye başlar.



Şekil 3.6 MAO kaplama oluşma mekanizması [39].

Bozulma alan mukavemeti (yaklaşık $8 \text{ V}/\mu\text{m}$) aşıldığında oksit kaplamaya doğru yoğun bir elektron akışı meydana gelir ve bu durum geride $1-10 \mu\text{m}$ çapında bir boşaltım kanalı (deşarj kanalı) oluşturur [43]. Bu kanal içindeki malzeme 104 K 'e

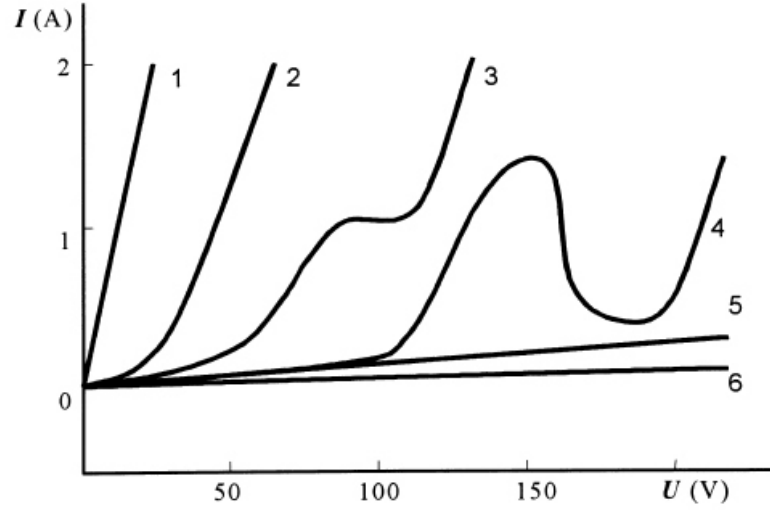
kadar 108 K/s oranı ile 100 MPa'a kadar lokal bir basınçla ısıtılır [27, 43, 44]. Bu sırada iyonlar plazma haline dönüşerek, plazma-kimyasal reaksiyonlar oluşur (Şekil 3.6, d).

Kuvvetli elektrik alan sayesinde anyonik bileşenler çözeltiden kanala taşınırken, altlık malzeme içerisindeki alaşımı oluşturan elementler, metalden kanala doğru taşınırlar. Bölgesel ısınma sonucunda ısınmanın gerçekleştiği noktalarda oksitlerde ergime, yoğunlaşma, kristalleşme, sinterleme ve tavlama mekanizmaları gözlenebilir. Sinterleme ve tavlama gözenekli yapı oluştururlar [45]. Ergimiş alümina ve diğer bileşenler boşaltım kanalından çözeltiye doğru akar. Burada çözelti ile karşılaşan bileşenler aniden soğuyarak, oksit tabakada volkanik bir görüntü oluşturarak katılaştır (Şekil 3.6, e). Boşaltım kanalının duvarlarında yoğunlaşan bazı malzemeler kalır. Boşaltım kanalı ile volkanik görünümlü çıkıntı çok gözenekli kaplama şeklinde yeniden katılaştır (Şekil 3.6, f). Bu olaylar malzemenin tüm yüzeyi boyunca tekli noktalarda oluşur ve tüm kaplamayı yoğun bir malzemeye dönüştürerek kaplama kalınlığını artırır (Şekil 3.6, g-i). Boşaltımlar tercihli olarak kaplamanın ince bölgelerinde olur, böylece yeterli uniformlukta kaplama oluşur. Yüksek soğuma hızları (108 K/s) γ -Al₂O₃ gibi yarı kararlı fazların oluşmasını sağlar. Al₂O₃ oluşumu 107 K/s soğuma hızına ihtiyaç duyar. Oluşan γ -Al₂O₃, yumuşak tavlama ile termodinamik olarak kararlı olan α -Al₂O₃'e dönüşür [39].

Kaplama kalınlığı artıkça oksit tabakanın bozulması için gerekli olan potansiyel de artmakta ve bu da boşaltım enerjilerini artırmaktadır. Bu enerji o kadar artar ki belli bir seviyeden sonra kaplama kalınlaşmayıp aynı bölgelerde katılaştır, bölgesel hatalar oluşturur ve üniform büyüme oranından sapar. Bu durum işlem süresinde kısıtlamalar oluşturur. Çok uzun süreli kaplamalar yapılırsa kaplama, altlık malzemedan ayrılma ve dökülme eğilimi gösterir [39].

3.3.4 Elektrolit Kompozisyonunun Etkisi

Kaplanacak metal ile çözeltinin uyumlu olması MAO prosesinde ihtiyaç duyulan önemli parametrelerdendir. Bu yüzden proste, metalin pasifleşmesi için kullanılan polarizasyon test verileri her zaman göz önünde bulundurulmaktadır. Al, Mg, Ti ve alaşımlarının yüzeylerinde oksit kaplama oluşturmak için elektrolitler Şekil 3.7'de verilen akım-voltaj eğrisine göre gruplara ayrılmıştır.



Şekil 3.7 Çeşitli elektrolitlerde MAO yöntemi ile kaplanan alüminyum için $I=f(U)$ fonksiyonu [27].

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

Çözeltide anyonik ve katyonik çözeltilerin kullanılması, altlık malzemenin oksit ile kaplanmasını ve çözelti içerisindeki bileşenlerin altlık metal üzerine çökmesini sağlar. Silikat esaslı çok bileşenli elektrolitler ve sodyum ile potasyum silikat koloidal çözeltileri de MAO prosesinde sıklıkla kullanılmaktadır. Bunların yanında çözeltilere, iletkenliğin artırılması için NaF (0,5-20 g/l) , NaOH veya KOH (1-50 g/l) gibi çeşitli bileşenler eklenebilir. Oluşturulan oksit tabakayı kararlı kılmak için Na₂B₄O₇.10H₂O (40 g/l), Gliserin (10 g/l), Na₂CO₃ veya K₂CO₃ (≤ 500 g/l) gibi çeşitli kararlaştırıcı maddeler kullanılır. Bunların yanı sıra Na₂AlO₂ (2-20 g/l), Na₂P₆O₁₈ (≤ 150 g/l) gibi modifiye edici bileşenler kullanılabilir [46-48].

3.4 MAO ile Yapılan Kaplamaların Özellikleri

MAO yöntemi ile oluşturulan kaplamalar aşınma dirençleri, sertlik ve altlık malzemeye iyi yapışma sağlamaları bakımından ilgi çekmektedir. MAO kaplamaların farklı metallere uygulanabilirliği ve ekonomik oluşu bu kaplamalara olan ilgiyi sürekli artırmaktadır.

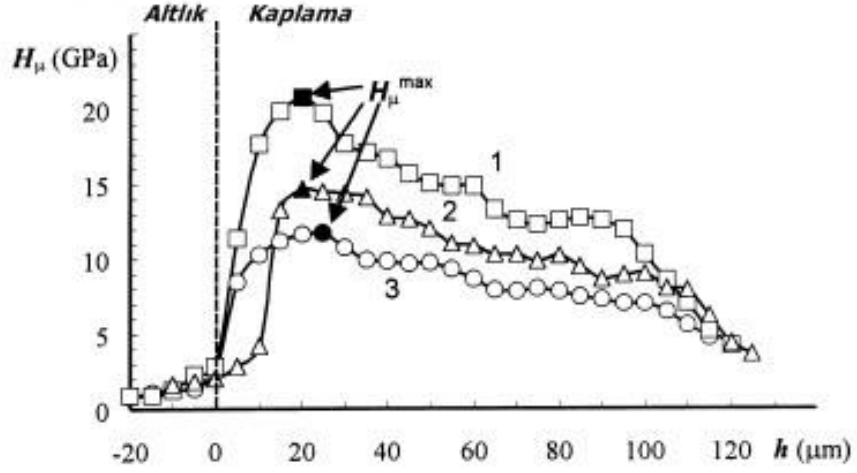
MAO kaplamaların ısı-fiziksel özellikleri, kaplamaların mikro yapısı ve proses şartları ile ilgilidir. Dolayısıyla bu özellikler araştırılması gereken noktalar arasında yer almaktadır. Bu tez çalışmasında da MAO yöntemi ile kaplanmış numunelerin mikroyapı, faz analizi, yüzey pürüzlülüğü incelemeleri yapılmıştır. Bu kısımda kısaca MAO yöntemi ile kaplanan malzemelerin bahsedilen bu özelliklerine değinilecektir.

3.4.1 Mikroyapı

MAO yöntemi ile kaplanan numunelerin mikroyapı görüntüleri incelendiğinde genel olarak, kaplamanın altlık malzemeye iyi yapıştığı gözlenir. Altlık malzeme ile kaplamanın yapıştığı iç bölge yoğun bir görüntüye sahipken, kaplamanın dış kısmı ise son derece gözeneklidir. Bu bölgelerin kalınlıkları, yapıları ve kompozisyonu; çözeltiliye, altlık malzemeye ve elektriksel parametrelere bağlı olarak değişkenlik gösterir [27].

3.4.2 Sertlik

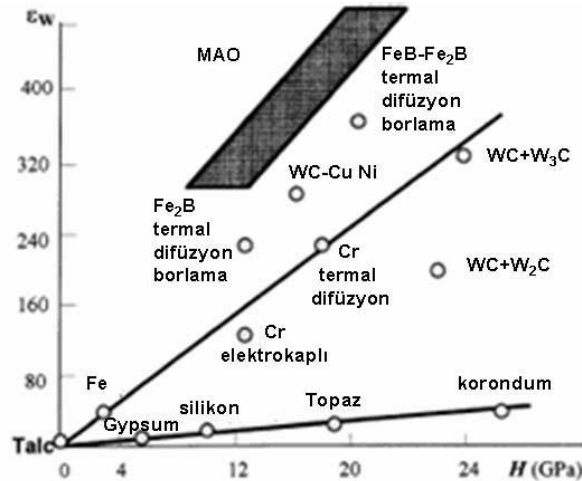
Alüminyum altlık üzerinde büyüyen MAO kaplamalar, çözeltiliye bağlı olmakla birlikte genel olarak müllit, α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ içerirler. Kaplamanın yüzey sertliği 18 GPa (1835 HV) olarak ölçülebilmekte, kaplamanın kullanışlı kısmının kesit sertlik değeri ise 23 GPa (2345 HV)'ya kadar çıkabilmektedir [27]. Şekil 3.8'de Altlık malzemenin sertliği, kaplamadan çok düşüktür. Arayüzey bölgesinden kaplama bölgesine doğru uzaklaştıkça, sertlik değerinin bir noktada en yüksek değerine ulaştığı, ardından düşmeye başladığı gözlenir.



Şekil 3.8 Kaplama kesiti mikro sertlik dağılımı, (1) α - Al_2O_3 ; (2) γ - Al_2O_3 ; (3) müllit [27].

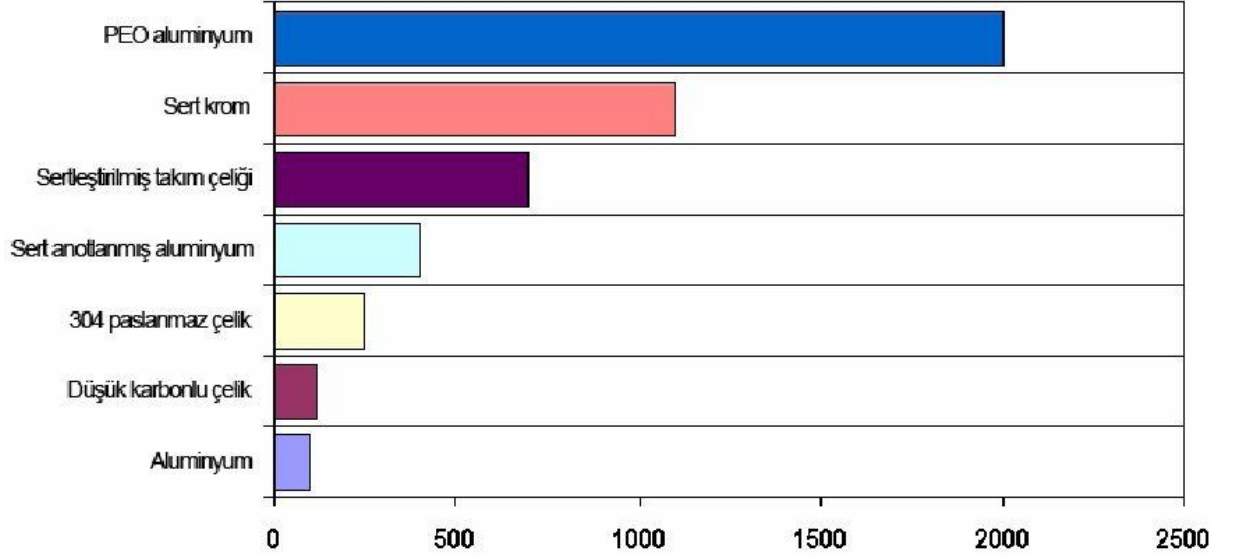
3.4.3 Aşınma Direnci

Alüminyum üzerine MAO yöntemi uygulanarak yapılan kaplamaların aşınma direnci, tungsten karbür (WC) esaslı kompozitlere, termal difüzyon borlama ile yapılan kaplamalara ve korunduma (α - Al_2O_3) göre daha fazladır [27]. Şekil 3.9'daki aşınma direnci-sertlik grafiğinde daha önce yapılmış bir çalışmaya göre farklı malzemelerin ve farklı kaplama türlerinin birbirlerine göre aşınma dirençlerini kıyaslanmıştır.



Şekil 3.9 Bazı malzemelerin göreceli aşınma direnci diyagramı [27].

Aşınma direncini arttırmak amacıyla malzemelere uygulanan değişik yüzey işlemleriyle elde edilen sertlik değerleri Şekil 3.10'da gösterilmiştir. Grafikten de görüldüğü gibi MAO yöntemiyle kaplanan alüminyumun sertlik değeri yaklaşık 2000 Vickers'e kadar yükselmektedir [49].



Şekil 3.10 Yüzey işlemlerine bağlı olarak malzemelerinin sertliklerinde meydana gelen değişimler [49].

3.4.4 Arayüzey Yapışması (Adhezyon)

MAO yöntemi ile yapılan kaplamaların adhezyon kuvvetinin, kohezyon kuvvetinden daha büyük olması beklenmektedir. Bu yöntem ile yapılan kaplamaların yapışma kuvvetini ölçmek üzere çekme testleri [50], çizik testleri [51], darbe testleri [10, 52] ve soyulma testleri [25, 53] uygulanabilmektedir. Yapılan araştırmalar kaplama kalınlığı arttıkça altlık malzeme ile kaplamanın yapışma kuvvetinin zayıfladığını ortaya koymuştur [10, 32]. Ancak kaplama kalınlığı ile kaplamanın yapışmasını birebir ilişkilendirmek doğru sonuçlar doğurmamaktadır. Kaplama süresince dış kaynaklı unsurlardan dolayı da kaplamada iyi yapışmama gözlenebilir [54].

3.5 MAO Yöntemi ile Kaplanabilen Malzemeler

Al, Ti, Mg, Zr gibi metaller ile bu metallerin alaşımları, yüzeylerinde oluşturdukları kararlı oksit filmin dielektrik bariyer tabaka olarak direnç yaratması ve bu sayede anotlamaya imkân tanınması açısından MAO yöntemi ile kaplanmaya uygundur. Bu metallerin kendi oluşturdukları oksitler açık devre şartlarında kararlıdır ve

korozyona uğramaları zordur. Metale akım uygulanarak metal elektrodun potansiyeli pozitif doğrultuda arttırılırsa devreden geçen akımın neredeyse tamamı yüzeydeki oksit filmin büyümesi ile tüketilmektedir. Ayrıca paslanmaz çelik gibi bu yöntemle kaplanamayan metallerin yüzeylerinin çeşitli işlemlerle modifikasyonu sonucu kaplanması mümkün olmaktadır [55].

Kaplanan metallerin yüzeylerinde oluşan seramik oksit filmi genelde mattır. Fakat proses sırasında oluşacak oksit miktarları ve fazların değişimiyle birlikte elde edilen kaplamaların dekoratif amaçlı olarak renklendirilebilmesi de mümkündür [56].

3.6 Alaşım Elementlerinin MAO Yöntemi ile Yapılan Kaplamalara Etkisi

Yong-Jun Oh ve arkadaşları yaptıkları çalışmada üç farklı ticari alüminyum alaşımı (Al 2024, Al 6061, Al 7075) ve farklı miktarlarda Mg içeren Al-Mg alaşımlarını kullanarak alaşım elementlerinin Al_2O_3 kaplamanın mikroyapısına ve koruyucu özelliklerine etkisini incelemiştirlerdir. Çalışmada Al-x-Mg (x= % ağırlıkça 0,6; 1,2; 3,0; ve 4,6) ikili alaşımında Mg iyonlarının $\gamma-Al_2O_3$ 'ten $\alpha-Al_2O_3$ 'e dönüşümü zorlaştırdığı ifade edilmektedir. 2024, 6061, 7075 alaşımlarının incelenmesi de alaşım içerisindeki Mg, Cu ve Zn oranlarının artmasıyla kaplama içeriğindeki $\alpha-Al_2O_3$ fazının $\gamma-Al_2O_3$ fazına olan oranını azalttığını ortaya koymuştur [57].

Liu Yao-Hui, ekibi ile birlikte yaptığı çalışmada MAO yöntemi ile oluşturulan kaplamalarda, kaplama karakteristiğine ve proses voltajına, alüminyum alaşımı içerisindeki farklı magnezyum miktarlarının etkisini incelemiştir. Çalışmada ağırlıkça %1,08; %2,97; %7,04 oranlarında Mg içeren Al-Mg alaşımları kullanılmıştır. Altlık malzemedeki Mg, kaplamadaki ile MgO formunda birleşir. Kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün altlık malzemedeki Mg içeriğinin artmasına bağlı olarak azaldığı tespit edilmiştir. Çalışmada Mg içeriği arttıkça, kaplama kalınlığının uniformluğunun azaldığı belirtilmiştir. Faz analizinde ise tüm kaplamalarda $\alpha-Al_2O_3$, $\gamma-Al_2O_3$ ve Al-Si-O fazlarının olduğu ve magnezyum artışının $\alpha-Al_2O_3$ ile $\gamma-Al_2O_3$ kompozisyonunu artırdığı, amorf Al-Si-O fazının kristalin hale döndüğü ifade edilmiştir [58].

L. Rama Krishna, ekibi ile beraber yaptığı çalışmada ticari alüminyum alaşımları üzerinde oluşturulan MAO kaplamalarının kinetiğini ve özelliklerini incelemiştir.

Çalışmada 10 farklı ticari alüminyum alaşımı kullanılmıştır. Buna göre alüminyum alaşımlarında ortalama kaplama biriktirme hızı en çok Li içerikli alaşımlarda olurken, bu hız en düşük Si içerikli alüminyum alaşımlarındadır. Yüzey pürüzlülüğü her alaşım için kaplama kalınlığı arttıkça artmış ve bu artışın altlık malzemenin doğasına çok bağlı olmadığı ifade edilmiştir. Faz analizinde altlık malzemenin kimyasından bağımsız olarak baskın fazların α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ olduğu söylenmiştir. Al-Si alaşımlarında müllit fazının artan Si içeriği ile birlikte daha etkili olduğu gösterilmiştir. Yapılan sertlik çalışmasında alüminyum alaşımına eklenen Si miktarının artmasıyla kaplamanın sertliğinde düşüş gözlenmiştir. Bunda Si içeriğinin artmasıyla daha fazla miktarda oluşan yumuşak müllit fazı etkilidir [7].

K. Tillous ve ekibi yaptıkları çalışmada saf alüminyum ile Al 2214 (%3,9-5 Cu; %0,5-1,2 Si; %0,4-1,2 Mn; %0,2-0,8 Mg; %0,3 Fe; 50,25 Zn; %0,15 Ti, %0,1 Cr, geri kalanı Al) ve Al 7050 (%2-2,6 Cu; %0,12 Si; %0,1 Mn; %1,9-2,6 Mg; %0,15 Fe; %5,7-6,7 Zn; %0,06 Ti; 50,04 Cr; geri kalanı Al) alaşımlarının üzerine MAO yöntemi ile yapılan kaplamanın mikroyapısını ve faz kompozisyonunu incelemişlerdir. Çalışma sonuçlarında ana alaşım elementleri olan bakır ve çinkonun kaplama kalınlığını artırıcı etki yaptığı, çinkonun kaplama kalınlığını bakıra göre daha fazla artırdığı görülebilmektedir. Faz analizlerinde α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazları tespit edilmiş, iki fazın oluşmasındaki esas farkın soğuma hızları arasındaki farklılık olduğu belirtilmiştir [59].

Mehmet Tarakçı yaptığı çalışmada sentetik Al-Mg ikili alaşımlarının plazma elektrolitik oksidasyon yöntemi ile kaplanmasını incelemiştir. Çalışmada alaşımdaki Mg içeriğinin artmasına bağlı olarak kaplamanın yüzeyinin daha gözenekli ve yüzey pürüzlülüğünün artma eğiliminde olduğu belirtilmiştir. Mg içeriğindeki artış α -Al₂O₃ ve kristalin müllit fazının oluşumunu azaltmakta ve kaplama sertliğini düşürmektedir. Mg konsantrasyonu kaplamanın zayıf dış kesimi ile yoğun kısmı boyunca sabit olup, ince iç bölgede azalmaktadır [11].

Yücel Gençer ve Ali Emre Güleç yaptıkları çalışmada, Zn'nin, sentetik Al-Zn ikili alaşımlarının MAO kaplama davranışına etkisini incelemişlerdir. Çalışmada Zn'nin gözenekli bir kaplama oluşturduğu ve yüzeyin daha pürüzlü ve kaba bir hal almasını sağladığı belirtilmiştir. Aynı şekilde alaşımdaki Zn içeriğinin artması kaplama kalınlığını da artırmıştır. Tüm kaplamalarda müllit ve γ -Al₂O₃ fazları tespit

edilmişken, α - Al_2O_3 fazı saf Al ile ağırlıkça %10'a kadar Zn içeren Al-Zn ikili alaşımlarında tespit edilmiştir. Alaşımdaki Zn artışı, kaplamada α - Al_2O_3 fazının oluşumunu engellemiş ve sertliğin daha düşük çıkmasına sebep olmuştur. Zn konsantrasyonu, düşük miktarda Zn ile oluşturulmuş alaşımlarda kaplama boyunca sabitken, yüksek miktarda Zn içeren Al-Zn alaşımlarında ise arayüzeyden kaplama yüzeyine doğru azalmaktadır [60].

3.7 Silisyum İçeren Alaşımlar Üzerine Yapılan Çalışmalar

Fangtao Xu ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada Alüminyum yüksek miktarda Silisyum ile alaşımlandırılmıştır. Ağırlıkça %27 ve %32 oranlarında Si kullanılarak hazırlanan Al-Si alaşımları (eser miktarda Mn, Fe, Cu mevcut) altlık malzeme olarak kullanılmış ve seramik kaplamanın oluşma mekanizmasına odaklanılmıştır. Çözelti hazırlanırken 20-40 g/l silikat ile 0,5-1 g/l NaOH kullanılmış, kaplama 0,6 mA/mm²'lik akım yoğunluğunda yapılmıştır. Kaplama oluşumunun dört ana aşamadan oluştuğu ifade edilmiş ve bulk Si'nin morfolojinin ve kaplamanın kompozisyonuna etkisinin oldukça büyük olduğundan bahsedilmiştir. Optik fotoğraflarda α -Al, birincil bulk β -Si ve ötektik ($\alpha+\beta$) fazları görülmüş, birincil bulk Si'nin boyutları 0,1 mm x 0,3 mm olarak ölçülmüştür. Kaplama işleminin 10. dakikasında farklı morfolojilerdeki anodik oksit film sırasıyla α -Al, birincil bulk β -Si ve ötektik ($\alpha+\beta$) fazlarında oluşmuştur. 30 dakikada birincil Si üzerinde oluşan kaplamalarda hacimce daha büyük artış olmuştur. 60 dakikada α -Al ve ötektik ($\alpha+\beta$) fazlarında oluşan kaplama üniformdur ancak bulk birincil Si'de daha pürüzlü kaplama gözlenmiştir. Kaplama süresinin artmasıyla birlikte üniformluk artmıştır [61]

J. He ve ekibinin yaptığı çalışmada, Al-Si alaşımının plazma elektrolitik oksidasyon yöntemi ile kaplanmasında, silisyumun büyüme prosesi incelenmiştir. Çalışmada ağırlıkça %6,5 - 7,5 Si, %0,2-0,3 Mg, \leq %0,5 Fe, \leq %0,35 Mn ve alaşımın geri kalanı için Al kullanılmıştır. Kaplamanın yapıldığı çözelti Na_2SiO_3 (15-20 g/l), Na_3AlF_6 (3-8 g/l) ve KOH (1-5 g/l)'tan oluşmaktadır. kaplamaların morfolojisi incelendiğinde iki fazlı yapı (birincil α ve $\alpha+\beta$) gözlenmektedir. Ötektik yüzeyin üzerindeki kaplamalar ağ yapısındadır. EDS Spektrumunda birincil α fazında Al, Si ve O elementleri tespit edilmiş, Al miktarının Si miktarından daha fazla olduğundan söz edilmiştir. Yapılan XRD analizlerinde α - Al_2O_3 , γ - Al_2O_3 , SiO_2 ve müllit fazlarına rastlanılmıştır. Al

sinyalinin altlık malzemedan geldiği ve kaplama süresinin artmasına bağlı olarak sinyal şiddetinin azaldığı belirtilmiştir. γ - Al_2O_3 fazının kaplama süresinin artmasına bağlı olarak α - Al_2O_3 fazına dönüştüğü, buna bağlı olarak, uzun süreli kaplamalarda γ - Al_2O_3 fazının sinyallerinde zayıflama olduğu belirtilmiştir [62].

Sabatini ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, plazma elektrolitik oksidasyon yöntemi ile kaplanan, döküm A359 (ağırlıkça % 8,5-9,5 Si, %0,2 Fe, %0,2 Cu, %0,1 Mn, %0,5-0,7 Mg, %0,1 Zn, %0,2 Ti ve geri kalanı Al) ve dövme AA7075 alüminyum alaşımlarının aşınma direnci irdelenmiştir. A359 alaşımı 15 A/dm²'lik akım yoğunluğu ile 27 dakika süre kaplanmıştır. 40µm kalınlığında kaplamaya sahip A359 alaşımının, kaplama sertliği 6,8 GPa (693,4 HV), yüzey pürüzlülüğü ise 4,3 µm olarak tespit edilmiştir. Al-Si ötektik fazının bulunması halinde altlık metal ile oksit tabaka arasındaki arayüzeyin düzensiz olduğu ifade edilmiştir. Ötektik Si'nin çözünmüş Al miktarını düşürdüğü ve oksit tabaka kalınlığını azalttığı belirtilmiştir. Çalışmada ayrıca kaplamanın dışındaki gözenekli katman kaldırılarak XRD analizi yapılmış, bu analizin sonucunda α - Al_2O_3 ve γ - Al_2O_3 fazları tespit edilmiş ve γ - Al_2O_3 fazının daha baskın olduğu belirtilmiştir. Ayrıca 2θ 'nın 30° ile 40° arasında olduğu yerlerde amorf içerikler tespit edilmiş, bunların silisyumca ve fosfatça zengin olduğu söylenmiştir. Si'nin altlıktan deşarj kanallarıyla, P'nin ise elektrolitten geldiği ifade edilmiştir [63].

In Jun Hwang, ekibi ile yaptığı çalışmada plazma elektrolitik oksidasyon tekniği ile kaplanmış ağırlıkça %12 oranında Si içeren alüminyum alaşımı üzerindeki üniform pasif oksit tabakanın şeklini incelemiştir. Çalışmada çözelti olarak NH_4VO_3 ve $(NaPO_3)_6$ kullanılmıştır. Alaşımın optik mikroyapı incelemesinde Al-Si ötektik bileşiğine gömülmüş, α -Al dendritleri gözlenmiştir. Basınçlı dökümle hazırlanan alüminyum alaşımlarında, alüminyumca zengin fazın (α -Al) ve silisyumca zengin fazın (α -Al+Si ötektik karışımı) oksitlenme davranışları farklı olduğu için uniform bir kaplama tabakası oluşturmanın pek kolay olmadığı söylenmiştir. Yapılan EDS analizinde vanadyumca zengin bölgenin, kaplamanın dış kısmında şekillendiği belirtilmiştir [64].

L. Wang, X. Nie ile birlikte yaptığı çalışmada alüminyum alaşımları üzerine elektrolitik plazma oksidasyon yöntemi ile oluşturulan kaplamaya silisyumun etkisini incelemiştir. Çalışmada ötektik altı Al-Si alaşımı (~ %7 Si) ile ötektik üstü Al-Si

alaşımı (~ %17 Si) kullanılmıştır. Alaşımların kaplanması için iki farklı elektrolitik banyo oluşturulmuştur. A banyosunda $(\text{NaPO}_3)_6$, B banyosunda ise $(\text{NaPO}_3)_6$ ve NH_4VO_3 kullanılmıştır. B banyosu, kaplama oluşumunu kolaylaştırmakta ve daha uniform bir kaplama oluşturmaktadır. Yapılan EDS analizinde ise vanadyumca zengin bölgeler kaplamanın dış kısmında tespit edilmiştir. Kaplama sırasında artan voltaj değerlerine göre proses 4 farklı kısımda incelenmiştir. Prosesin ikinci aşamasında Al ve Si pikleri, üçüncü aşamasında $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve çok az müllit, son aşamasında ise baskın faz olarak $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ gözlenmiş, müllit sinyali kuvvetlenmiştir [65].

W.Xue ve arkadaşları yaptıkları çalışmada Al-Si alaşımının üzerine MAO yöntemi ile anti-korozyon film hazırlanmasını incelemişlerdir. Çalışmada ZL101 alaşımı, (%6,5-7,5 Si, %0,25-0,45 Mn, geri kalanı Al) NaSi_2O_3 ve KOH çözeltisinde kaplanmıştır. EDS analizlerinde Si içeriğinin altlık malzemeye yakın kaplama kesimlerinde daha fazla olduğuna rastlanılmıştır. Ancak tarama çizgisinin elementel Si parçacığından geçmediği takdirde, Si içeriği düşük çıkmıştır. Ayrıca kaplama - altlık arayüzeyinde Al'nin birden düştüğü ve oksijenin aniden arttığı tespit edilmiştir. Al konsantrasyonunun kaplamanın dışına kadar düzenli olarak azaldığı, Si konsantrasyonunun ise orta yoğun bölgede yeniden yükseldiği ve bu seviyeyi en dış katmanda da koruduğu gözlenmiştir. Çalışmada buradaki Si kaynağının çözeltiden geldiği belirtilmiştir. Yapılan faz analizinde Al-Si altlık malzemesinin ve silikat içerikli çözeltinin müllit oluşumunu artırdığı ifade edilmiştir [66].

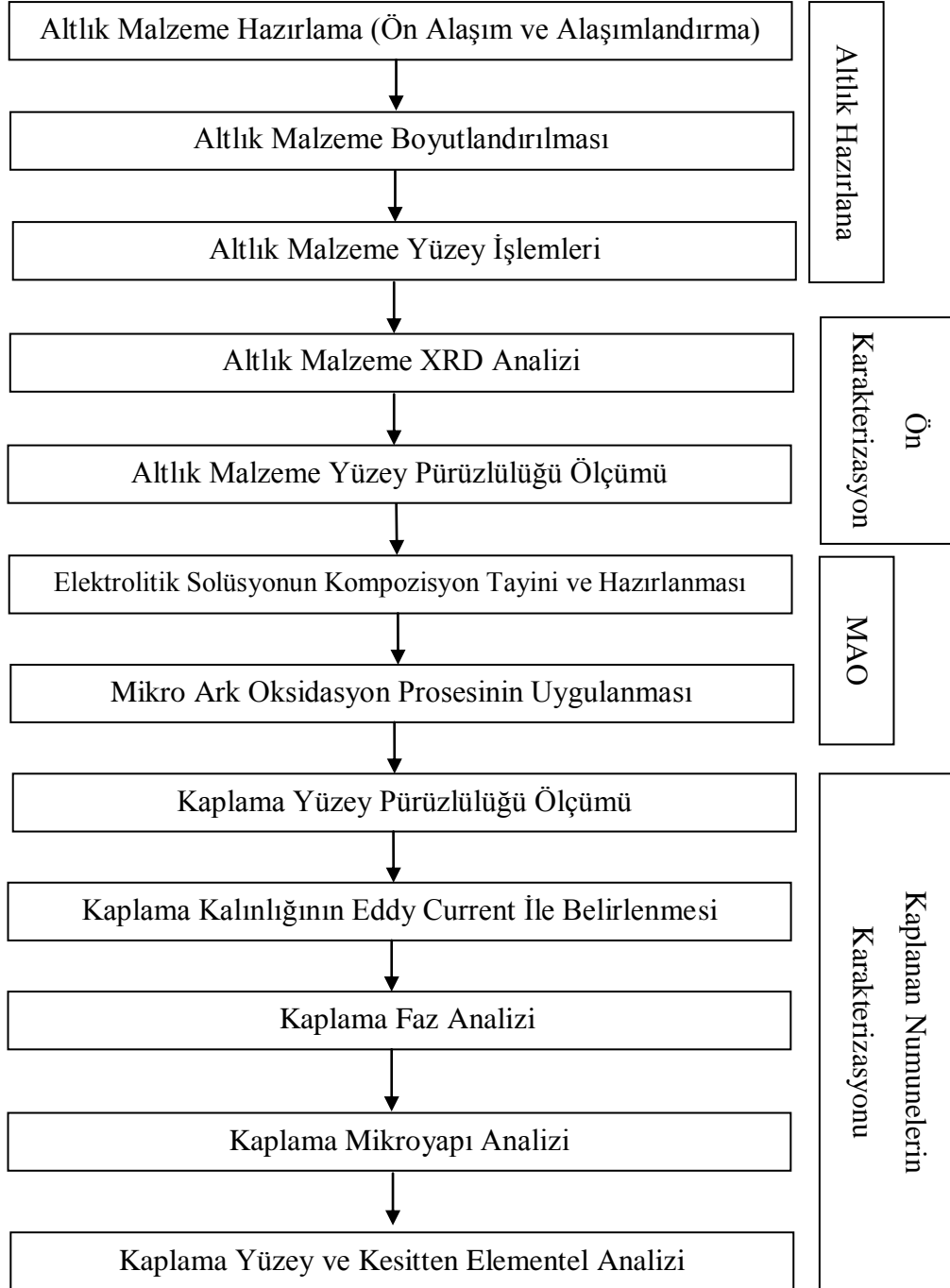
W.Xue, ekibi ile birlikte yaptığı çalışmada Si içeren Al döküm alaşımını silikat içerikli çözeltide MAO yöntemi ile kaplamış ve analizlerini raporlamıştır. Çalışmada ZL101 döküm alaşımı (%6,5-7,5 Si, %0,25-0,45 Mn, geri kalanı Al) üzerinde 130 μm 'a kadar seramik kaplama oluşturulmuş, sertlik, elastik modülüs, SEM ve XRD incelemeleri yapılmıştır. Elastik modülüs ve sertlik profilleri birbirine benzer olup kaplamanın dışından kaplama-altlık arayüzeyine doğru artış göstermektedir. Kaplamalarda $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve amorf SiO_2 fazları tespit edilmiştir. Mikro arkdeşarj kanallarındaki eriyikin çözeltide ani soğutulmasında SiO_2 'nin çok düşük kritik soğuma hızı olduğu için kaplamanın dış kısmının fazlaca miktarda amorf SiO_2 fazı içerdiği ifade edilmiştir. Kaplamanın dış kısmı, Si miktarınca zengindir [67].

Görüldüğü üzere bugüne kadar MAO prosesini etkileyen parametreler olan elektrolitin kompozisyonu, kaplama süresi, voltaj ve akım yoğunluğu ve altlık malzeme kompozisyonu üzerine pek çok çalışma yapılmıştır. Yapılan bu çalışmaların da işaret ettiği gibi bu parametrelerde yapılan değişiklikler, kaplamanın kalınlığını, faz yapısını, mikroyapısını, sertliğini ve diğer mekanik özelliklerini etkilemiştir.

Altlık malzemenin kompozisyonu ile ilgili yapılan çalışmalarda daha çok ticari alaşımlar kullanılmıştır. Ticari alaşımlarda, ana alaşım elementinin yanı sıra bir çok ilave element de yapıda bulunduğu için, hangi elementin kaplamanın hangi özelliklerini ne şekilde etkilediği literatürde çok net olarak açıklanamamıştır. Elementlerin, kaplama özelliklerine müstakil etkisini araştıran çalışmalar literatürde az sayıdadır. Bu konuda daha önce saf alüminyuma ilave edilen Mg ile saf alüminyuma ilave edilen çinkonun, kaplama özelliklerine etkisini inceleyen çalışmalar yapılmıştır [11, 60]. Ancak 5XXX serisinin ana alaşım elementi olan, yapıya katıldığında sıvı metalin akışkanlığını artırdığı ve alaşıma korozyon direnci kazandırdığı için sıklıkla tercih edilen silisyumun etkisi henüz incelenmemiştir. Bu yüzden, bu çalışmada saf alüminyuma farklı miktarlarda ilave edilen silisyum elementi ile oluşturulan Al-Si ikili alaşımlarının, MAO yöntemi ile kaplanması sonucunda, yüzeylerinde oluşan kaplamaya, silisyumun müstakil etkisinin tespit edilmesi amaçlanmıştır.

4. DENEYSEL ÇALIŞMA

Bu çalışmada saf alüminyum ve saf alüminyuma atomik olarak % 1, 2, 4, 8, 12, 16 ve 32 oranlarında Si eklenerek oluşturulan alaşımlar, MAO yöntemi ile kaplanılarak, saf alüminyum ve Al-Si ikili alaşımları karakterize edilmiştir. Bu amaçla yapılan deneysel çalışmaların akış şeması Şekil 4.1'de verilmiştir.



Şekil 4.1 Deneylerin akış şeması.

4.1 Altlık Malzeme Seçimi

4.1.1 Alaşım Hazırlama

Alaşım hazırlama işlemi iki aşamada tamamlandı. İlk aşamada blok halinde bulunan Al metalleri aşındırıcı diskli kesme makinesi ile kesildi. %99,8 saflıktaki Al metali, daha sonra kaba zımpara ile zımpara işlemine tabi tutularak oksit tabakasından arındırıldı, yeniden oksitlenmesini önlemek amacıyla alkol ile yıkanıp kurutuldu. Alüminyum bloktan kesilen bu parçalar ile yüksek saflıktaki granül halindeki silisyum parçalardan oluşan malzemeler, ön alaşım hazırlamak üzere Tablo 4.1'de verilen oranlarda tartıldı.

Tablo 4.1 Alaşımlarda kullanılan alüminyum ve silisyum miktarları.

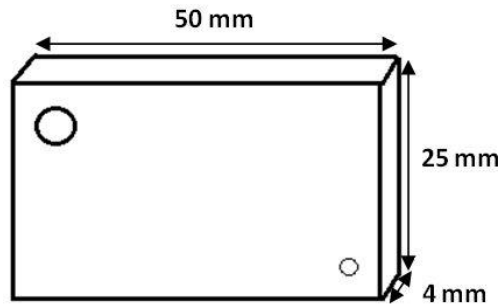
Alaşım Oranı (%at.)	Ön Alaşım		İkincil Alaşım
	Al (gr.)	Si (gr.)	Al (gr.)
Al-1Si	2,7902	1,8719	175,2479
Al-2Si	5,6099	3,7444	170,6557
Al-4Si	10,9712	7,4825	161,5515
Al-8Si	21,7751	14,9424	143,3075
Al-12Si	33,1969	22,6911	124,1251
Al-16Si	43,3174	29,7998	106,9565
Al-32Si	82,7602	59,1896	38,0762

Ön alaşım, silisyumun alaşım içerisinde homojen olarak dağılmasını sağlamak üzere hazırlandı. Bu amaçla tüm alaşım için gerekli olan silisyum miktarının tamamı ön alaşımda kullanıldı. Alaşım oluşturmak üzere tartılan tüm kompozisyonların miktarının ergitme sonrasında döküm yapılacak potanın hacmi dikkate alınarak 180 gr. civarında olmasına dikkat edildi. Ön alaşımlar, Edmund Bühler Arc Melter AM marka vakumlu ark ergitme fırını ile hazırlandı. Ark ergitme fırınında hazırlanmış olan Al-Si ön alaşımlarına Tablo 4.1'de belirtilen miktarlarda alüminyum ilave edilerek Ambrell marka indüksiyon ergitme fırınında son alaşımlar hazırlanarak, bakır kalıplara döküm işlemi gerçekleştirildi. Döküm, mingeneler ile birbirine tutturulmuş, 50mmx25mmx100mm boyutlarındaki bakır kalıba yapıldı. Döküm yapılmadan önce sıvı haldeki alaşımın üzerinde birikmiş olan cüruf temizlenerek bunun metale girmesi önlemlendi. Döküm işleminin ardından Al ve Si'nin birbiri

içerisinde homojen yayını için suda soğutma yapıldı. Alaşım hazırlama ve döküm işleminin ardından altlık malzemelerin boyutlandırılması işlemine geçildi.

4.2 Altlık Malzeme Boyutlandırılması

Kütük şeklindeki alaşımlar Struers Discotoms marka kaba kesici ile dilimlenerek 50 mm x 25 mm x 1 mm boyutlarında numuneler elde edildi. Bu numunelerin MAO işleminde anot çubuğa bağlanabilmesi için köşelerine 2,5 mm çapında delikler açıldı. Bu deliğin çapraz köşesine ise yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinde referans noktası olarak kullanacağımız noktasal, ince bir iz oluşturuldu (Şekil 4.2).



Şekil 4.2 Altlık malzemelerin kaplama öncesi boyutlandırılmış hali.

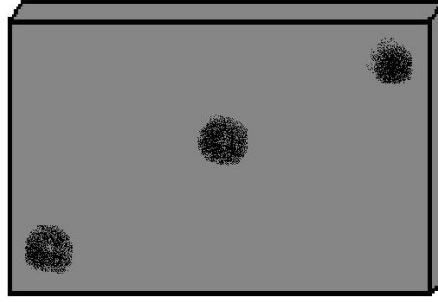
4.3 Kaplama Öncesi Karakterizasyon İşlemleri

4.3.1 Alaşımları Zımparalama ve Delik Delme

MAO yöntemi ile kaplanacak malzemede kaplamanın yüzeye iyi yapışması için numune yüzeyinin olabildiğince pürüzsüz, parlak ve yabancı maddelerden arınmış olması gerekir. Ayrıca numune yüzeylerinin benzer yüzey pürüzlülük değerlerine sahip olması karşılaştırma açısından önemlidir. Zımparalama işlemi “Struers Labopol-5” cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Zımpara işleminde 80, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 numaralı SiC zımpara kâğıtları kullanılmıştır. Bu işlem uygulanırken, MAO işlemi sırasında elektriksel parametrelerin aynı olması için zımpara işlemi sonunda tüm parçaların yüzey alanlarının birbirine yakın olmasına özen gösterildi. Zımparalama işleminin bitiminden sonra tüm numuneler MAO işleminde, çözelti havuzuna numuneleri daldırmada kullanacağımız çubuğa takılması için delik delme işleminden geçirildi. Kaplanacak her numune köşelerinden 3,25 mm mesafede matkapla delindi ve diş izi oluşturmak için kılavuza alındı.

4.3.2 Alařımların Kimyasal Analizi

Hazırlanan alařımların kimyasal analiz tespitinde, inert Argon ortamında numuneye uygulanan elektrik akımı sonucu, metal atomları iyonize hale gelir. Atom iyonize olurken ışık yayar, bu ışık prizmadan geçerek farklı dalga boylarına ayrışır. Elde edilen dalga boyu değerleri standart test sonucu elde edilen değerler ile kıyaslanarak alařımda yer alan metallerin kompozisyonları belirlenir.

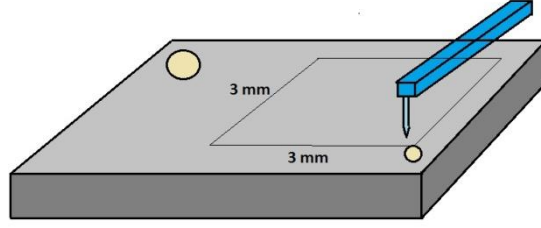


Şekil 4.3 Kimyasal analiz işleminde numunenin analize tabi tutulan kısımları.

Hazırladığımız alařımın kompozisyonunun doğruluğunu test etmek amacıyla ve hazırlanan alařımların homojen olarak karışıp karışmadığını anlamak için kimyasal analiz yapıldı. Bu işlemde “Spectromaxx” marka optik spektroskopi cihazı kullanıldı. Kompozisyonun tam olarak saptanabilmesi için aynı işlem, Şekil 4.3'te görüldüğü gibi numunenin üç farklı yerine uygulandı ve ölçüm sonucunda çıkan değerlerin ortalaması alařımın kimyasal kompozisyon sonucu olarak kaydedildi. Bu işlemde daha iyi sonuç alabilmek için her numune deęişiminden önce cihazın gerekli bölümleri temizlendi.

4.3.3 Yüzey Pürüzlülüęü Ölçümü (R_a)

Numuneler, MAO işleme tabi tutulmadan önce yüzey pürüzlülüęü değerlerinin ölçülmesi amacıyla “Veeco Dektak 8” marka profilometre cihazında teste tabi tutuldu. Çıkan sonuçlar doğrultusunda numunenin yüzey pürüzlülüęünün kaplamaya uygun olduęuna karar verilerek kaplama işlemine geçildi. Tarama işlemi, elmas uçla, 120 saniye süre ile 3mm x 3mm alanda, 5 mg kuvvet uygulanarak 20 adet ölçüm ile yapıldı. Her tarama sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüęü (R_a) değerlerinin ortalamaları alındı.



Şekil 4.4 Yüzey pürüzlülüğü ölçümünün yapıldığı bölgenin şematik gösterimi [68].

4.3.4 X Işınlari Analizi (XRD)

X ışınları analizinde saf alüminyum ve Al-Si alaşımları “Bruker D8 Advanced” marka cihazda analize tabi tutularak altlık malzemenin içindeki fazlar tespit edildi. Analizden önce; zımpara işlemlerinin ardından oluşan düzgün yüzey, ultrasonik banyodan geçirilerek etanol ile yıkayıp kurutuldu. Böylece numune üzerindeki muhtemel kalıntılar giderilmiş oldu. Analiz, Cu-K_α ışını kullanılarak oda sıcaklığında 10 dereceden 90 dereceye kadar, dakikada 2 derece hızla tarama ile yapılmıştır.

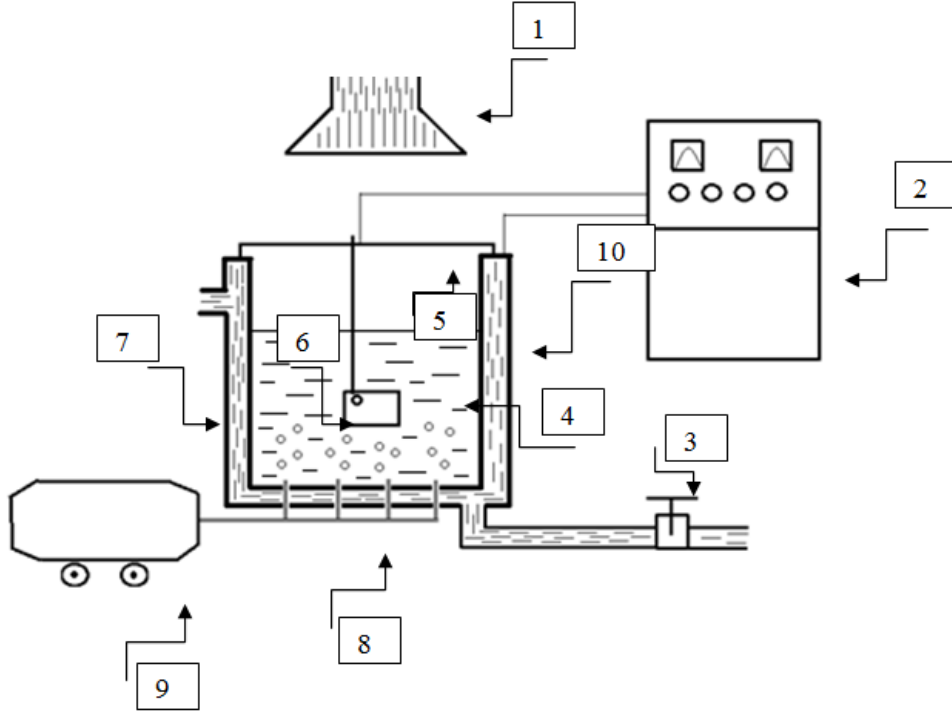
4.4 MAO İşlemi

4.4.1 Çözelti Hazırlama

Kaplama işleminde kullanılacak çözelti için kullandığımız kimyasallar Na₂SiO₃ ve KOH’tur. Bir litre saf suda 12 g Na₂SiO₃ ve 2 g KOH olacak şekilde çözelti hazırlanmıştır. 5213 gr Na₂SiO₃, 500 gr. KOH ilave edilen çözeltilde 250 litre su kullanılmıştır. Bu kimyasallar suya kademeli olarak eklenmiş ve kimyasalların su içerisinde tam olarak çözünmeleri sağlanmıştır. Oluşturulan çözelti kaplama hücresine boşaltılmadan önce pH’ı ölçülmüş ve 12,8 olarak tespit edilmiştir. Bu sonuç, çözeltilinin bazik karakterli olduğunu göstermektedir.

4.4.2 Yüzey Kaplama İşlemi

Kaplama öncesi karakterizasyon işlemleri tamamlanan numuneler MAO yöntemi ile kaplama işlemine hazır hale gelir. Kaplama işlemi 100 kVA kapasiteye kadar çıkabilen, asimetrik AC güç kaynağı ile çalışan ve 1m x 1m x 1m boyutlarındaki paslanmaz çelik kazandan oluşan bir sistemde yapılır. Bu sistemin şematik gösterimi Şekil 4.5’te verilmiştir.



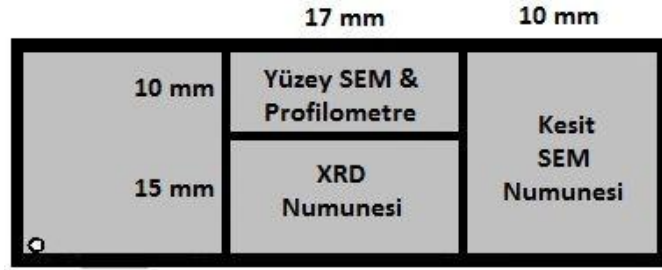
Şekil 4.5 MAO kaplama sisteminin şematik gösterimi.

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 [68].

1 m x 1 m x 1 m ebatlarında su soğutmalı paslanmaz çelik kazana önceden hazırlanan Na_2SiO_3 ve KOH içeren elektrolitik çözelti boşaltıldı. Kaplanacak numune dış kısmı plastikle izole edilmiş ve ucunda paslanmaz civatadan oluşan alüminyum levhaya tutturuldu. Kaplama numunesi banyo içerisindeki elektrolitik çözeltinin tam ortasına ve kazanın tüm kenarlara eşit uzaklıkta olacak şekilde banyoya daldırıldı. Hazırlanan çözeltinin proses boyunca homojen kalması için sürekli karıştırılması gerekir. Bunu da sağlamak için kompresör yardımıyla havuzun alt kısmından hava pompalandı. Bu sayede çözelti sürekli olarak karıştırıldı, çözeltinin homojen olması ve sağlandı. Numune anot, çelik kazan ise katot olacak şekilde güç ve kontrol ünitesine bağlanarak her bir numuneye 120 dakika süreyle $50\mu\text{F}$ yük uygulandı. Elektrolitik çözeltinin sıcaklığı ve pH'ı her proses öncesi ve sonrası ölçüldü ve kayıt edildi. Anot ve katottaki gerilimler kontrol ünitesi üzerindeki voltmetreler yardımı ile kayıt edilirken, devreden geçen akım ise pens ampermetre ile ölçüldü ve her 10 dakikada bir kaydedildi.

Kaplanan numuneler, çözeltilinin etkisinin geçmesi ve üzerinde kalan kimyasal kalıntıların uzaklaştırılması için bol suyla yıkandı ve vida başlığından çıkartılıp “Sonorex RK 105” marka ultrasonik banyo cihazında, etanol ile yaklaşık 5’er dakika süre ile temizlendi.

Kaplanmış olan alaşımlar Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), XRD, yüzey pürüzlülüğü analizlerinde kullanılmak üzere hazırlandı. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü ile yüzeyden yapılan SEM incelemeleri için aynı kompozisyonun, 17 mm x 10 mm boyutlarında bir parçası kesilerek kullanıldı. X ışınları analizi için 17 mm x 15 mm boyutlarında, kesitten yapılan SEM incelemelerinde ise 10 mm x 25 mm boyutlarında parçalar kullanıldı. Numunelerden analizler için kesilen parçalar Şekil 4.6’da şematik olarak gösterilmiştir.



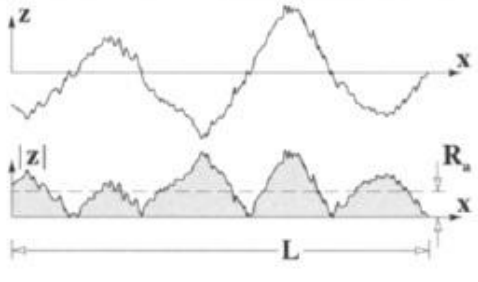
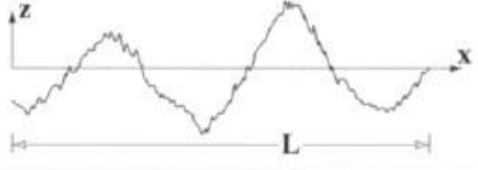
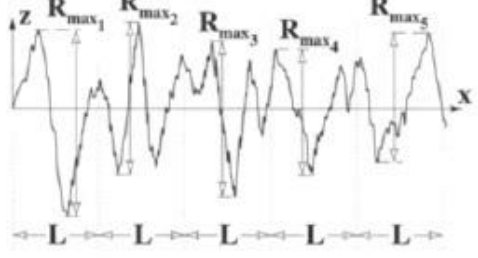
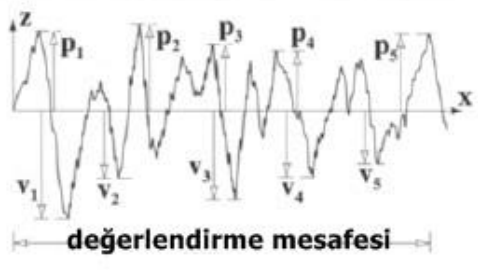
Şekil 4.6 Kaplanmış numunenin analizlere ayrılış biçimi.

4.5 Kaplama Sonrası İşlemler

4.5.1 Yüzey Pürüzlülüğünün Ölçülmesi

Numuneler MAO işlemine tabi tutulduktan sonra yüzey pürüzlülüğünde kaplama işlemi öncesine göre nasıl bir değişim olduğunu ölçmek için “Veeco Dektak 8” marka profilometre cihazında incelendi. Yüzey pürüzlülüğü, elde edilen kaplamaların uygulama alanında karşılaşılan sürtünme ve aşında davranışlarının etkisini anlamamız açısından önemlidir. Yüzey pürüzlülüğü işlemi, kaplama işlemi öncesinde altlık malzemenin ölçüm şartlarıyla aynı olacak şekilde (elmas uçla, 120 saniye süre ile 3mm x 3mm alanda, 5 mg kuvvet uygulanarak 20 adet ölçüm) yapıldı.

Tablo 4.2 Yüzey pürüzlülüğü ölçümü şematik ve matematiksel ifadeleri [69].

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

Tablo 4.2'de yüzey pürüzlülüğü ölçümünün matematiksel ifadeleri verilmiştir. Buna göre deney sonucunda 4 farklı değer elde edilir. Bunlar;

R_a: Aritmetik ortalama sapma,

R_z: 5 tane en yüksek, 5 tane en düşük noktanın ortalaması,

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

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

Çalışmada saf Al ve her Al-Si alaşımları için ortalama yüzey pürüzlülük değerleri (R_a) belirlenmiştir.

4.5.2 Numunelerin Analizlere Hazırlanması

Kaplama işleminin ardından numuneler sertlik, SEM-EDS ve kesit SEM analizlerine tabi tutulmak üzere reçine kalıba alındı. Bunun için yaklaşık olarak 1 cm genişliğinde kesilen farklı kompozisyonlara sahip 8 numune, yukarıdan aşağıya doğru Si kompozisyonu artacak şekilde sıralanarak kalıba alındı. Kalıplama işleminde soğuk kalıplama yöntemi kullanıldı. Epoksi reçine ve sertleştirici kullanılan kalıplama, oda sıcaklığında gerçekleştirildi ve 12 saat süreyle reçinenin donması beklendi.

Numune kalıplama işleminin ardından kalıp halindeki numunelerin yüzeyini düzgün hâle getirmek için zımpara ve parlatma işlemleri uygulandı. Zımpara işleminde 80, 120, 240, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 numaralı zımpara kâğıtları kullanıldı.

Zımpara işleminden sonra numuneler parlatıldı. Parlatmada 3-1 μm tane boyutunda alümina solüsyon kullanıldı. Çuha ile kaplı parlatma çarkı üzerine alümina ve bir miktar su damlatılıp numune merkezden dışarı doğru, çarkın dönme yönüne zıt yönde hareket ettirildi. Parlatmanın ardından etil alkol ile yıkanan numuneler sıcak hava ortamında kurutuldu.

4.5.3 Kaplama Kalınlığının Ölçülmesi

Kaplama kalınlığı ölçümünde iki farklı yöntem kullanıldı. İlk olarak Eddy Akımı yöntemi ile kaplama kalınlığı belirlendi. Bu yöntem ile yüzeyde bulunan süreksizlikleri tespit etmek 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 [68]. Kaplama sonunda elde edilen kaplamaların kalınlıkları Fischer marka Eddy akımı yöntemiyle çalışan kalınlık ölçüm cihazı ile ölçüldü.

Kaplama kalınlığını ölçmekte kullandığımız diğer bir yöntem ise kesitten mikroskop yardımı ile alınan görüntü üzerinden ölçüm almaktır. Bunun için kaplanan numuneler kesilerek, epoksi kalıba alındı ve zımparalama ve parlatma aşamalarından geçirildi. Ardından Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenerek kaplama kalınlığı ölçüldü.

4.5.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

SEM incelemesinde “Philips XL30 SFEG” marka taramalı elektron mikroskobu kullanıldı. Bu analiz sayesinde numunelerin mikroyapılarını, kaplama kalınlıklarını, sertlik ölçümlerini daha net görme imkânı elde edildi. SEM analizinde numuneler hem kesitten hem de yüzeyden incelendi. Analiz öncesinde, numunelerin bir köşesine ve epoksi kalıbın altına gümüş pasta sürülerek iletkenliğin sağlanması sağlandı. Gümüş pasta kuruduktan sonra numune yüzeyi iletkenliği sağlamak ve yüksek çözünürlüğe ulaşmak için 3 dakika süre ile altın kaplandı. Altın kaplanan numuneler SEM cihazına yerleştirildi. Vakum değeri $4,5 \times 10^{-6}$ mbar vakuma erişildikten sonra numune incelemesine başlandı. Numuneler hem kesitten hem de yüzeyden incelendi. Her bir numune için 125X, 250X, 500X, 1000X ve 1500X büyütmede görüntüler alındı.

4.5.5 SEM-EDS Analizi

SEM incelemesinin ardından, bu cihaza bağlı olarak bulunan enerji dağılımlı spektrometre (EDS) kullanılarak kaplamanın yüzey incelemesi yapıldı. Bu yöntemle kaplama yoğunluğunun, alaşım elementleri miktarının altlık kısımdan uzaklaştıkça değişimi gözlenmiştir.

4.5.6 Kaplamanın Faz Analizi

Kaplama içerisinde mevcut olan fazları belirlemek için Brukers D8 (40 kW, 40 mA) marka XRD cihazı kullanıldı. Bu işlem kaplama öncesinde olduğu gibi, Cu-K α ışını ile 2θ tarama aralığı $10^\circ - 90^\circ$ arasında; $2^\circ/\text{dakika}$ tarama hızında ve oda sıcaklığında yapılmıştır. Ayrıca, kaplama oluşum mekanizmasını daha iyi çözümllemek ve kaplamanın iç kısımlarında alaşım elementi miktarına bağlı olarak fazların nasıl değiştiğini belirlemek için kaplama, yüzeyden iç kısımlara doğru kademeli olarak aşındırıldı ve her aşındırma sonrasında yüzeyden XRD analizi yapıldı.

5. DENEYSEL SONUÇLAR

5.1 Kimyasal Analiz Sonuçları

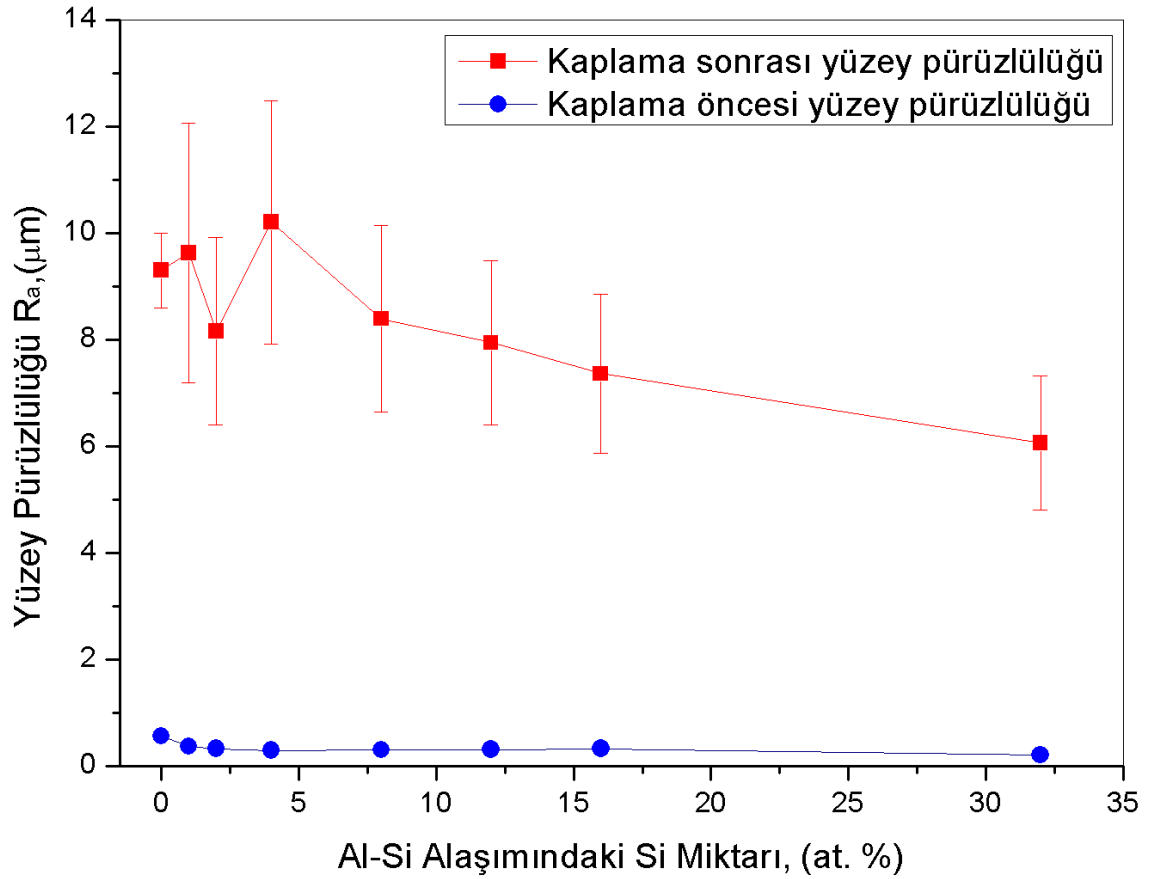
Üretilen Al-Si alaşımlarının kimyasal analiz sonuçları Tablo 5.1'de verilmiştir. Tablo incelendiğinde, döküm işleminin kimyasal içerik açısından başarılı bir şekilde gerçekleştiğini söyleyebiliriz. Hedeflenen alaşım miktarlarına çok küçük sapmalarla erişilmiştir. Çalışmada yüksek saflıkta (at. %99,8) Al kullanılmıştır. Al ve Si dışındaki elementlerin alaşımdaki miktarı eser miktardadır.

Tablo 5.1 İndüksiyon ergitme ile hazırlanan Al-Si alaşımlarının kimyasal analiz sonuçları.

Element (% at.)	Saf Al	Al-1 Si	Al-2Si	Al-4Si	Al-8Si	Al-12Si	Al-16Si	Al-32Si
Al	99,82	98,67	97,71	95,97	92,26	88,33	83,93	67,48
Si	0,0818	1,22	2,19	3,92	7,56	11,55	15,95	32,35
Zn	<0,0004	<0,0004	<0,0004	<0,0004	<0,0004	<0,0004	<0,0004	<0,0004
Fe	0,0919	0,0973	0,0896	0,0935	0,1457	0,1035	0,1052	0,1057
Cu	0,0006	0,0024	<0,0001	0,0009	0,0024	0,0015	0,0018	0,0017
Mn	<0,0002	<0,0002	<0,0002	<0,0002	<0,0002	<0,0002	<0,0002	<0,0002
Cr	<0,0003	0,0026	0,0021	0,0026	0,0245	0,0068	0,0040	0,0055
Mg	0,0013	0,0011	0,0011	0,0010	0,0009	0,0007	0,0006	0,0007

5.2 Yüzey Pürüzlülüğü

Şekil 5.1'de saf Al ve Al-Si alaşımlarının, alaşımlardaki Si miktarına bağlı olarak kaplama öncesi ve kaplama sonrası yüzey pürüzlülüğü değişimi verildi.

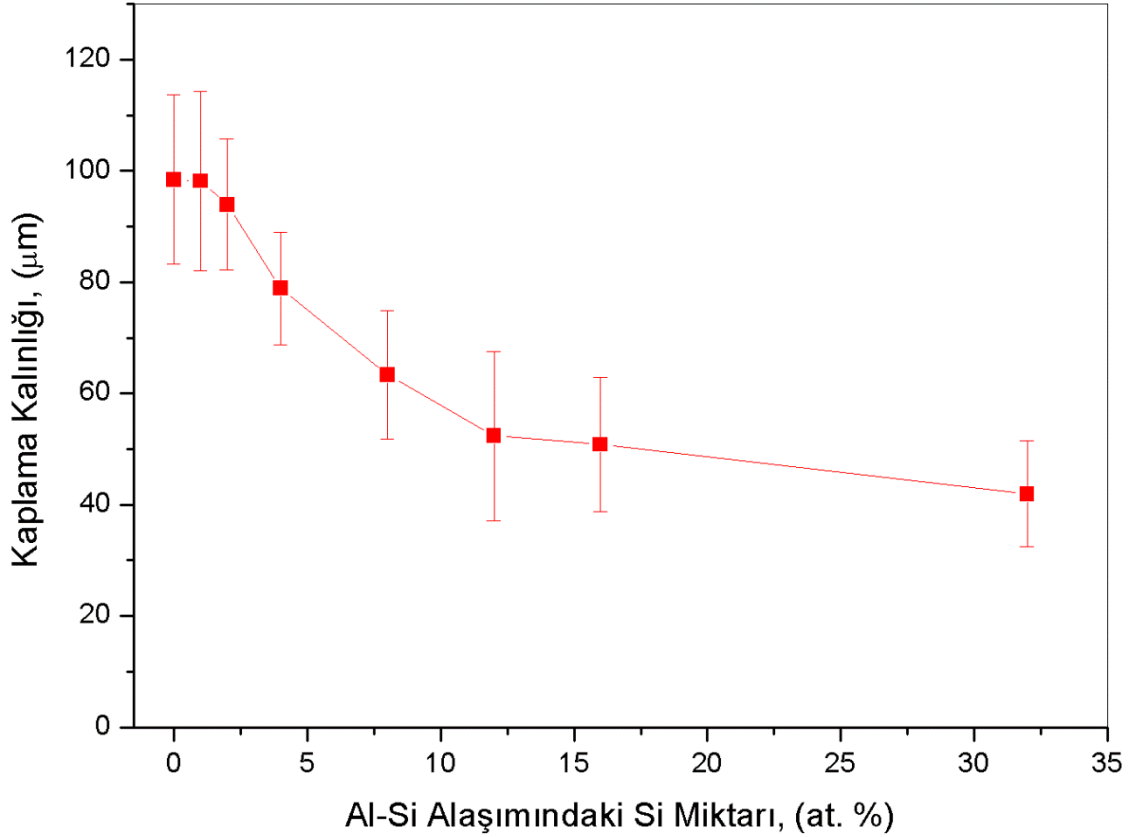


Şekil 5.1 Kaplama öncesi ve sonrası altımlı malzeme içerisindeki Si miktarına bağlı olarak yüzey pürüzlülüğünün değişimi.

Kaplama öncesinde, parlatılmış numunelerin yüzey pürüzlülük değeri $0,3 \mu\text{m}$ seviyelerindedir. MAO ile kaplama sonucunda yapılan yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinde ise yüzey pürüzlülüğünün kaplama öncesine göre arttığı tespit edilmiştir. Kaplama sonrasında yüzey pürüzlülük değerleri, alüminyuma katkılanırılan silisyum miktarındaki artış ile birlikte azalma eğilimindedir. Saf alüminyumun MAO yöntemi ile kaplanması sonrasında yüzey pürüzlülük değeri $9,31 \pm 0,7 \mu\text{m}$ olarak ölçülürken, bu değer atomik olarak %1 Si içeren Al-1Si alaşımında neredeyse aynı kalmış ve $9,62 \pm 2,43 \mu\text{m}$ olarak tespit edilmiştir. Al-2Si alaşımının yüzey pürüzlülüğünde ise azalma olmuş ve değer $8,16 \pm 1,76 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Al-4Si alaşımında yüzey pürüzlülük değeri $10,21 \pm 2,28 \mu\text{m}$ olarak ölçüldükten sonra alaşıma eklenen Si miktarı arttıkça yüzey pürüzlülüğü devamlı olarak azalmıştır. Atomik olarak %8 Si oranında Si içeren Al-8Si alaşımında yüzey pürüzlülüğü $8,39 \pm 1,75 \mu\text{m}$, Al-12 Si alaşımında $7,94 \pm 1,54 \mu\text{m}$, Al-16 Si alaşımında $7,35 \pm 1,48 \mu\text{m}$ olarak tespit edilmiştir. En fazla Si içeren alaşım olan Al-32 Si alaşımının yüzey pürüzlülüğü ise en düşük olup $6,06 \pm 1,25 \mu\text{m}$ 'dur.

5.3 Kaplama Kalınlığı

Farklı miktarlarda Si ile alaşımlandırılan Al-Si alaşımlarının ve saf Al'nin 120 dakika süre ile MAO yöntemi aracılığıyla kaplanması sonrasında oluşan kaplamanın kalınlığı ve oluşum kinetiği incelendi. Şekil 5.2'de Al-Si altlık içerisindeki Si miktarına bağlı olarak kaplama kalınlığının değişimi verilmiştir.



Şekil 5.2 Al-Si altlık içerisindeki Si miktarına bağlı olarak kaplama kalınlığının değişimi.

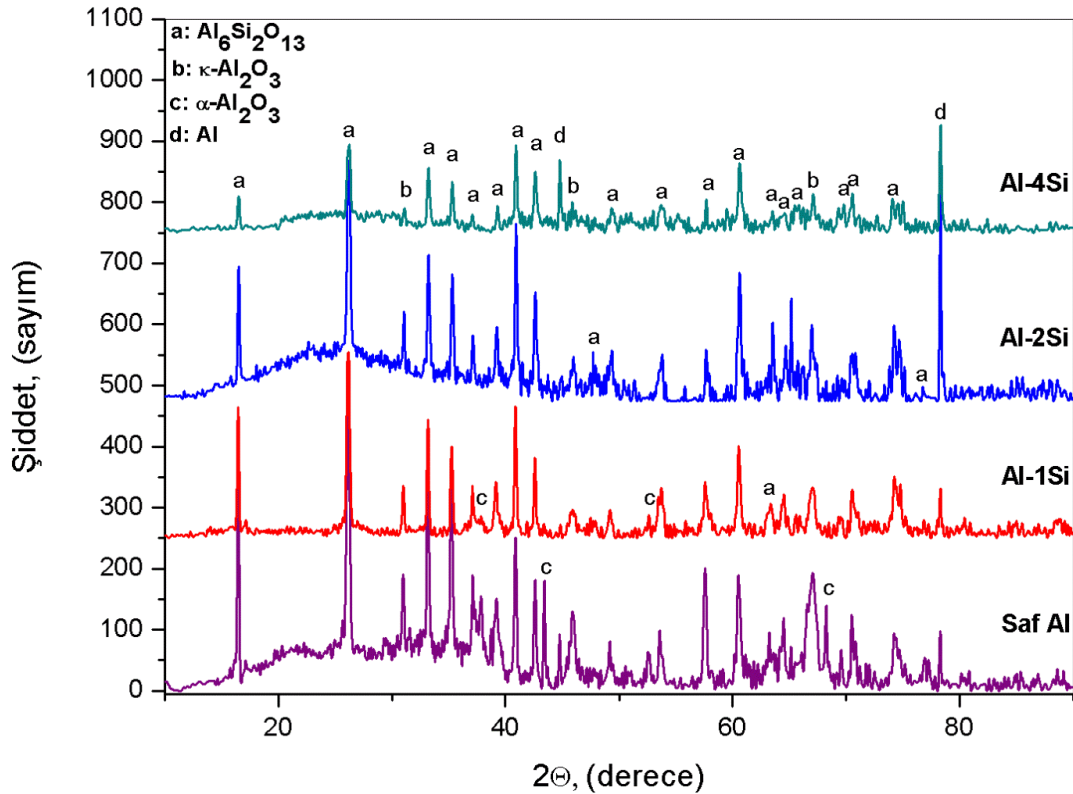
Alaşım içerisindeki Si miktarı arttıkça, alaşım üzerinde oluşan kaplamanın Si oranına bağlı olarak azaldığı görülmektedir (Şekil 5.2). Saf Al ve atomik olarak %1 oranında Si içeren Al-1Si alaşımının kaplama kalınlıkları neredeyse aynı olup sırasıyla 98,4 ve 98,14 µm'dur. Daha sonra alaşımdaki Si miktarı arttıkça kaplama kalınlığı belirgin bir şekilde düşmüştür; Al-2Si alaşımında 93,95 µm, Al-4Si alaşımında 78,85 µm, Al-8Si alaşımında 63,35 µm, Al-12 Si alaşımında 52,37 µm olarak tespit edilmiştir. En fazla Si içeren iki alaşım olan Al-16Si ve Al-32 Si alaşımlarında ölçülen kaplama kalınlığı değerleri sırasıyla 50,83 µm ve 41,90 µm'dur. Al-32 Si alaşımında

oluşturulan kaplamada, saf Al üzerinde oluşturulan kaplamaya göre yaklaşık 56 μm daha az bir kaplama oluşmuştur.

5.4 Kaplama Faz Analizi (X Işınlari Kırınımı)

Saf Al ve Al-Si alaşımlarından oluşan altlık malzemeler üzerinde MAO yöntemi ile oluşturulan kaplamalarda alaşım içerisindeki Si miktarı değişikliğinin kaplama faz yapısına etkisi incelendi. Faz kompozisyonu, kaplama özelliklerinin tespitinde önemli etkenlerden biridir.

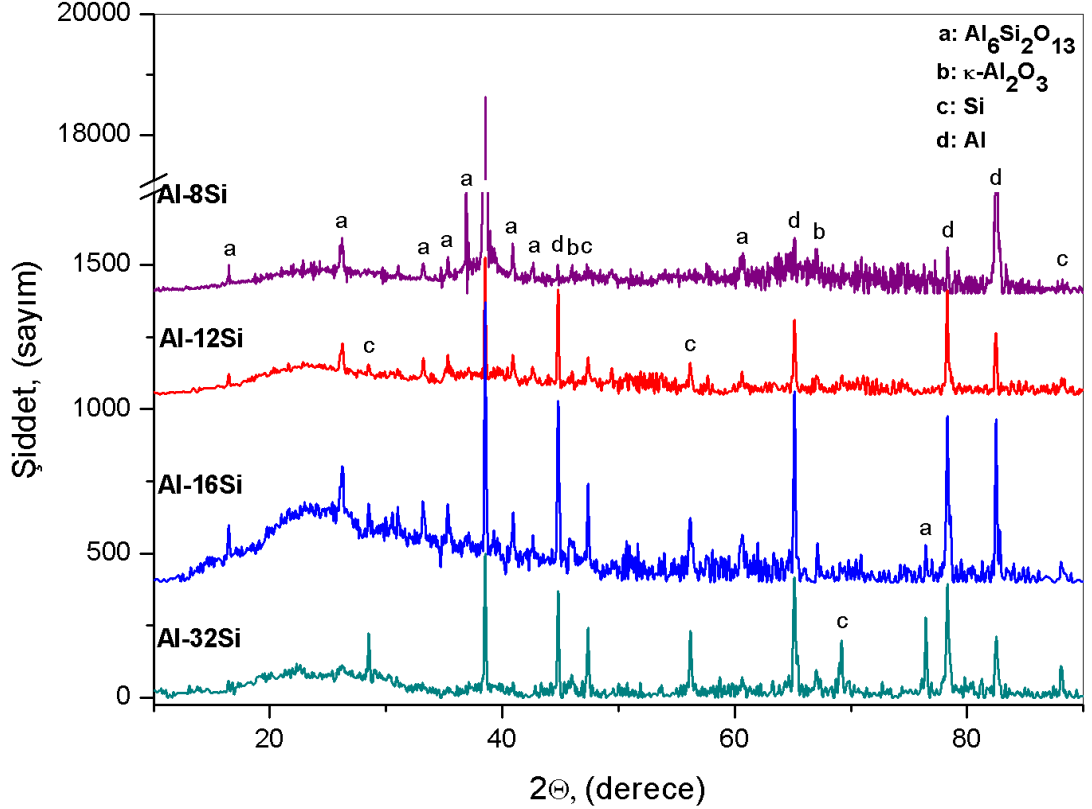
Çalışmada XRD sonuçları iki aşamada incelendi. Tüm alaşımlar ve saf Al için yüzeyden kaplama faz analizi yapıldıktan sonra, saf Al, Al-1Si, Al-2Si ve Al-4Si numunelerine aşındırma XRD analizi yapıldı.



Şekil 5.3 Saf Al, Al-1Si, Al-2Si ve Al-4Si numunelerinin yüzeyden alınan XRD sonuçları.

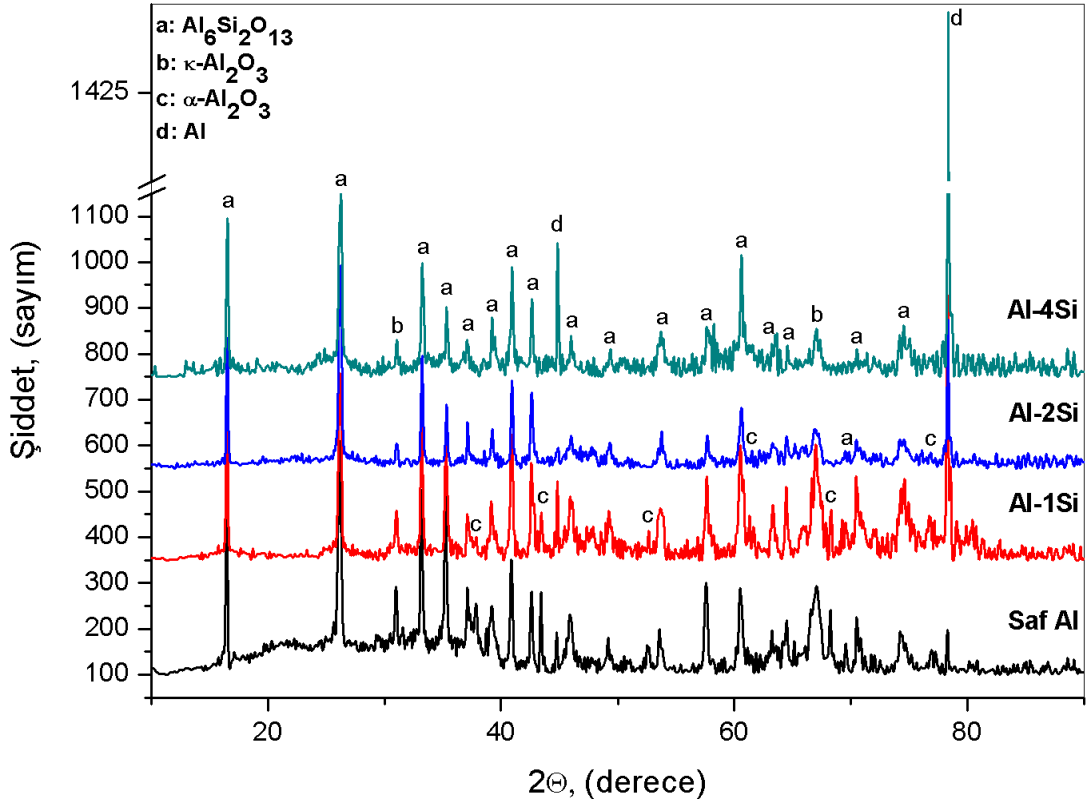
Şekil 5.3'te saf Al, Al-1Si, Al-2Si ve Al-4Si numunelerinin yüzeyden alınan XRD sonuçları verilmiştir. Bu sonuçlara göre tüm numunelerde Al, müllit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazları gözlenirken $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazı sadece saf Al ile Al-1Si numuneleri üzerindeki kaplamalarda görülmektedir. Müllit ve $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazlarının şiddeti alaşım içerisindeki Si miktarı arttıkça azalmaktadır. Elementel alüminyum fazı ise müllit ve

κ - Al_2O_3 fazlarının aksine bir davranış göstermiş ve alaşım içerisindeki Si miktarı arttıkça elementel alüminyum fazından alınan sinyal güçlenmiştir. α - Al_2O_3 fazı sadece saf Al ile Al-1Si fazlarında tespit edilmiş olup saf Al'de ölçülen sinyal şiddeti, Al-1Si'de tespit edilen sinyal şiddetinden daha fazla olarak ölçülmüştür. XRD paternlerindeki kambur bölgeler, kaplamalarda amorf yapıların da var olduğunu göstermektedir.



Şekil 5.4 Aşındırma yapılmayan numunelerinin yüzeyden alınan XRD sonuçları.

MAO ile kaplanan Al-8Si, Al-12 Si, Al-16Si ve Al-32Si numunelerine ait kaplama faz analizi sonuçları Şekil 5.4'te verilmiştir. Alaşımlar içerisindeki Si oranının artmasıyla beraber α - Al_2O_3 fazı tamamen kaybolmuştur. Bununla beraber düşük Si içeren alaşımlarda gözlenmeyen elementel Si, Al-8Si alaşımından sonra gözlenmeye başlamıştır. Bu Si fazından alınan sinyal şiddeti, alaşım içerisindeki Si oranı arttıkça kuvvetlenmiştir. Yüksek Si içeriği olan bu alaşımlarda, müllit fazına ait sinyaller çok zayıflamıştır. κ - Al_2O_3 fazı ise hâlâ varlığını devam ettirmektedir. Ayrıca tüm numunelerin XRD paternlerindeki kambur bölgeler, kaplamalarda amorf yapıların var olduğunu göstermektedir.

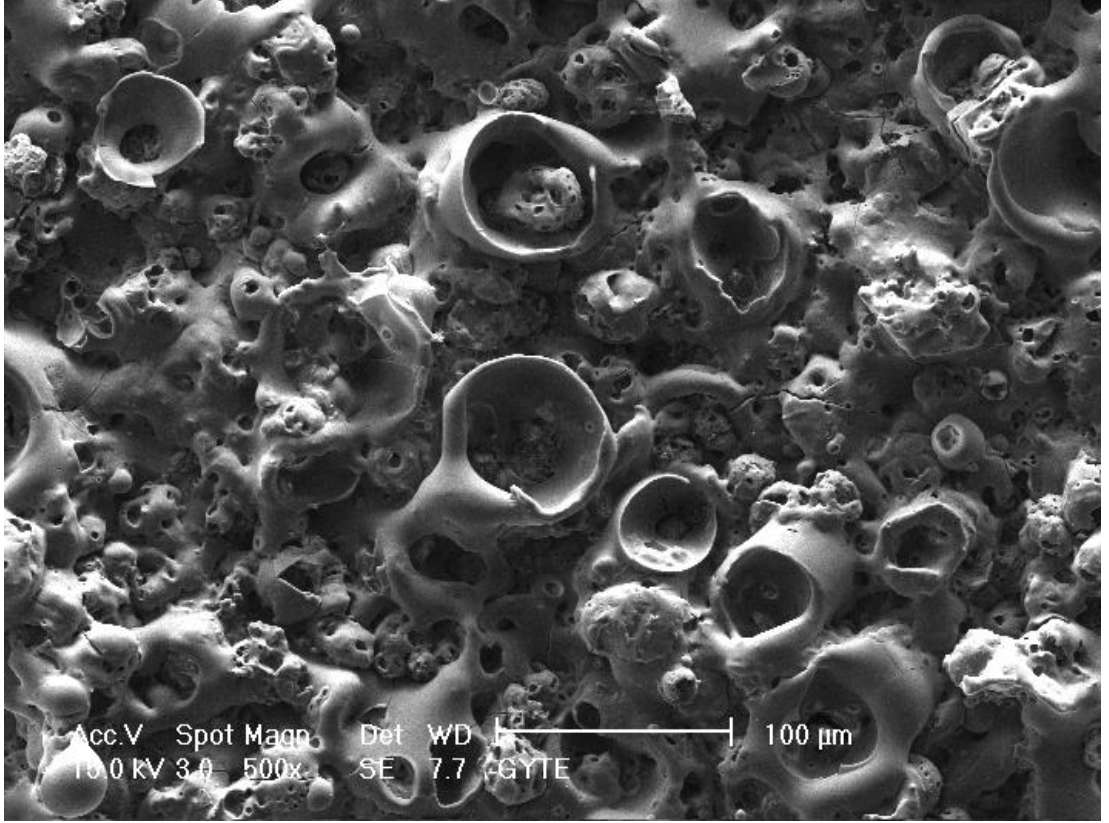


Şekil 5.5 Saf Al, Al-1Si, Al-2Si ve Al-4Si numunelerinin aşındırmalı XRD sonuçları.

Şekil 5.5, aşındırmalı XRD analizi yapılan Saf Al, Al-1Si, Al-2Si ve Al-4Si numunelerinin analiz sonuçlarını vermektedir. Aşındırmalı XRD işlemi uygulanacak numunelerin kaplama kalınlıkları, ilk kaplama kalınlıklarının yarısına düşürülmüş ve bu sayede varsa kaplama kalınlığından dolayı gözükemeyen, kaplamanın iç kısımlarındaki fazların da ortaya çıkması hedeflenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde aşındırma öncesinde yapılan XRD ile aşındırma sonrasında yapılan XRD işleminde aynı fazlar tespit edilmiştir. Tüm numunelerde Al, müllit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazları gözlenmiştir. Bununla beraber, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazı aşındırma öncesinde sadece saf Al ile Al-1Si numunelerinde tespit edilmişken, aşındırma sonrasında Al-2Si numunesinde de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ olduğu görülmüştür. Aşındırma öncesinde alınan sinyal şiddetine göre aşındırma sonrasında tüm sinyal şiddetleri artmıştır.

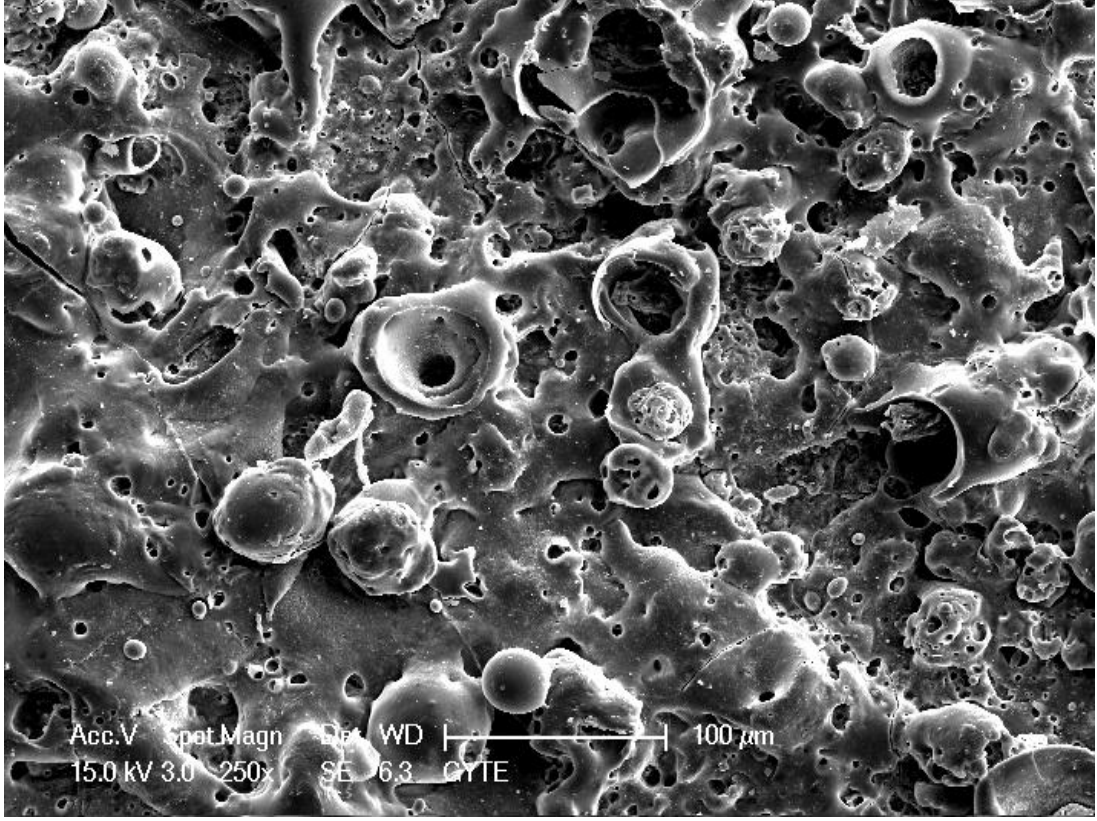
5.5 Yüzey SEM

Saf alüminyum içerisine silisyum eklenerek oluşturulan alaşımlarda, alaşım içindeki Si miktarındaki değişimin kaplamanın yüzey yapısına etkisini gözlemek için SEM kullanıldı. Görüntüler, numunenin genel yapısını yansıtmaması açısından düşük büyütmede verilmiştir.



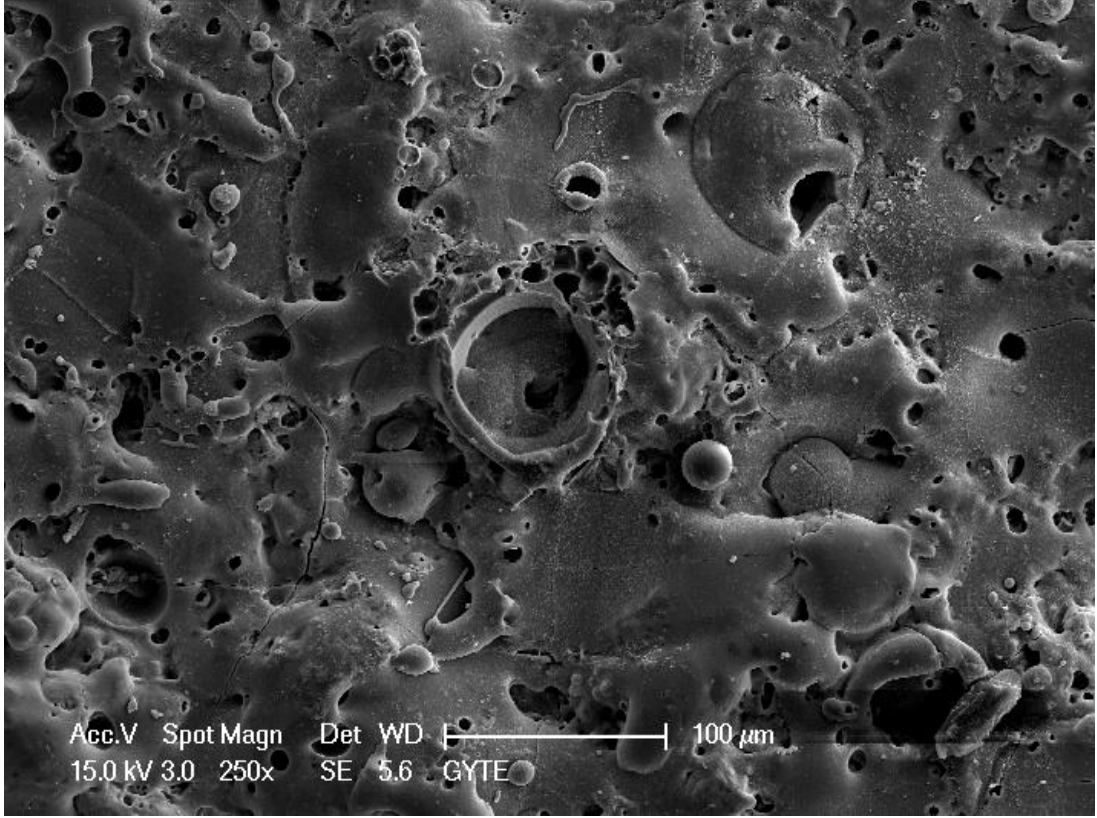
Şekil 5.6 MAO ile kaplanmış saf alüminyumun yüzey SEM görüntüsü.

Şekil 5.6'da, saf alüminyum üzerinde MAO yöntemi ile 120 dakikada oluşturulan kaplamanın yüzeyden alınan SEM görüntüsü verilmiştir. Fotoğrafta, kaplamanın içeriden kaplama yüzeyine doğru büyüdüğünü gösteren küresel görünümlü yapılar göze çarpmaktadır. Bu yapılar, G. Sundararajan ve arkadaşlarının yaptıkları benzer çalışmada deşarj kanalı olarak tanımlanan yapılardır [17]. Deşarj kanallarının yüzeyin çeşitli bölgelerine dağıldığı görülmektedir.



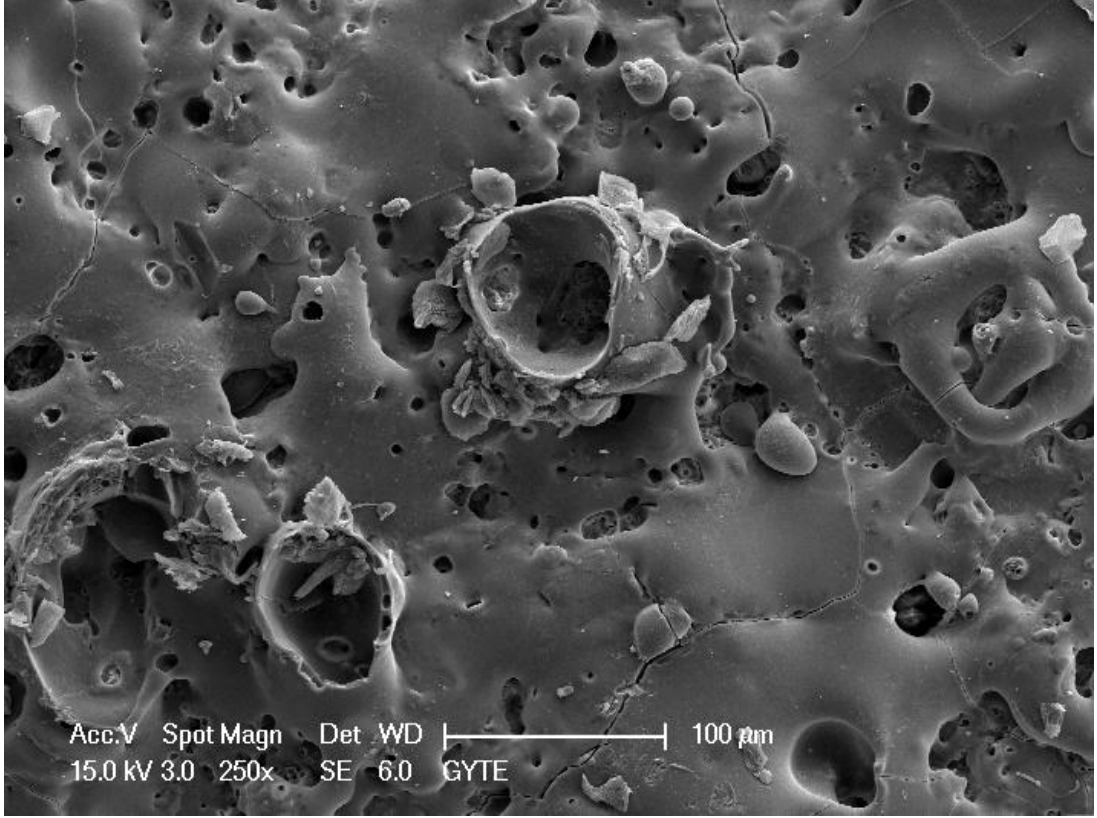
Şekil 5.7 MAO ile kaplanmış Al-1Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü.

Şekil 5.7'de, atomik olarak %1 oranında Si içeren Al-Si ikili alaşımının üzerinde MAO yöntemi ile 120 dakikada oluşturulan kaplamanın yüzeyden alınan SEM görüntüsü verilmiştir. Fotoğrafta, yüzeyde camsı karakterde bir yapının oluşmaya başladığı gözlenmektedir. Kaplama yüzeyi pürüzlü ve göreceli olarak pürüzsüz bölgeleri bir arada barındırmaktadır. Ergimiş malzeme hızlı katılmış ve yüzeye sıvanmıştır. Deşarj kanalları küçülmüş ve sayıca artmıştır.



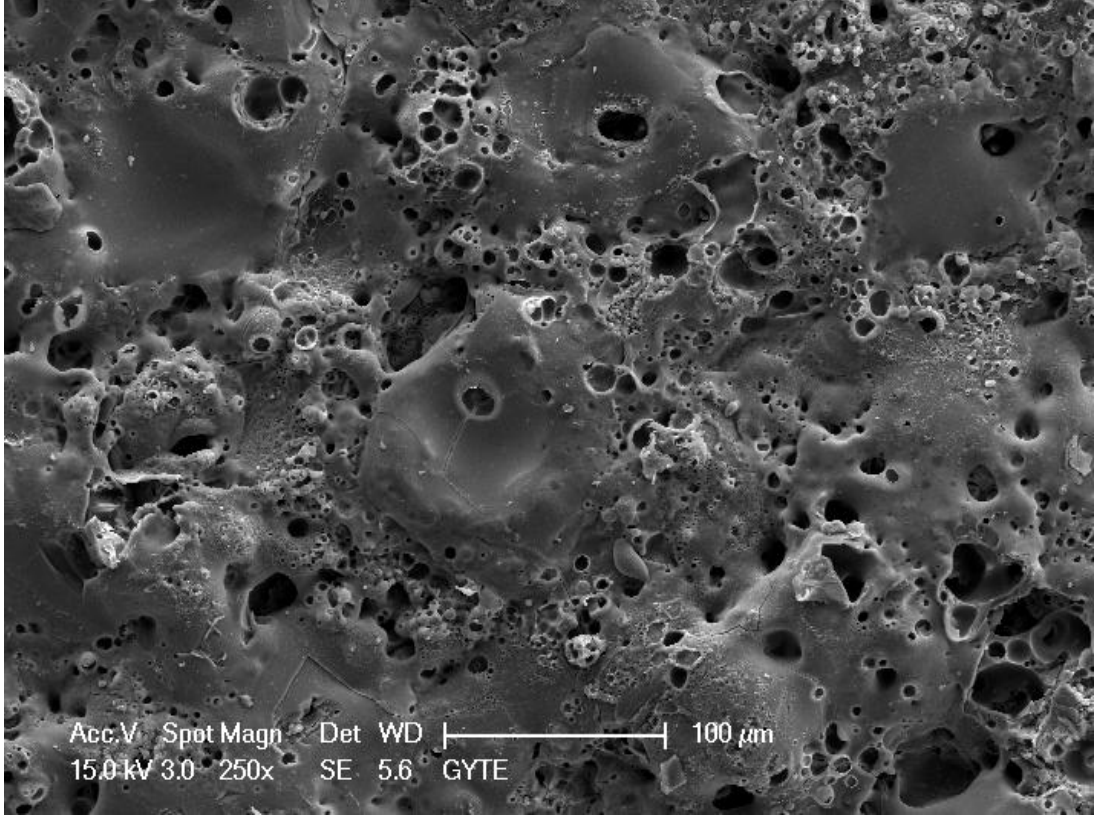
Şekil 5.8 MAO ile kaplanmış Al-2Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü.

Atomik olarak %2 oranında Si içeren Al-Si ikili alaşımının üzerinde MAO yöntemi ile 120 dakikada oluşturulan kaplamanın yüzeyden alınan SEM görüntüsü Şekil 5.8'de verilmiştir. Çok az sayıda büyük deşarj kanalı bulunmasına rağmen, genel olarak deşarj kanallarının boyutları çok küçülmüştür. Kaplama ergimiş malzemenin birden katılaşması sonucunda, ergimiş malzemenin yüzeye sıvanması şeklinde gözükmektedir. Dolayısıyla yüzey daha pürüzsüz bir hal almış ve yüzey pürüzlülüğü MAO ile kaplanmış saf Al ve Al-1Si alaşımının yüzey pürüzlülüğüne göre azalmıştır. Kaplamanın yüzey SEM görüntüsünde dikkat çeken diğer bir durum ise kaplama yüzeyinde mikroçatlakların oluşmaya başlamış olmasıdır.



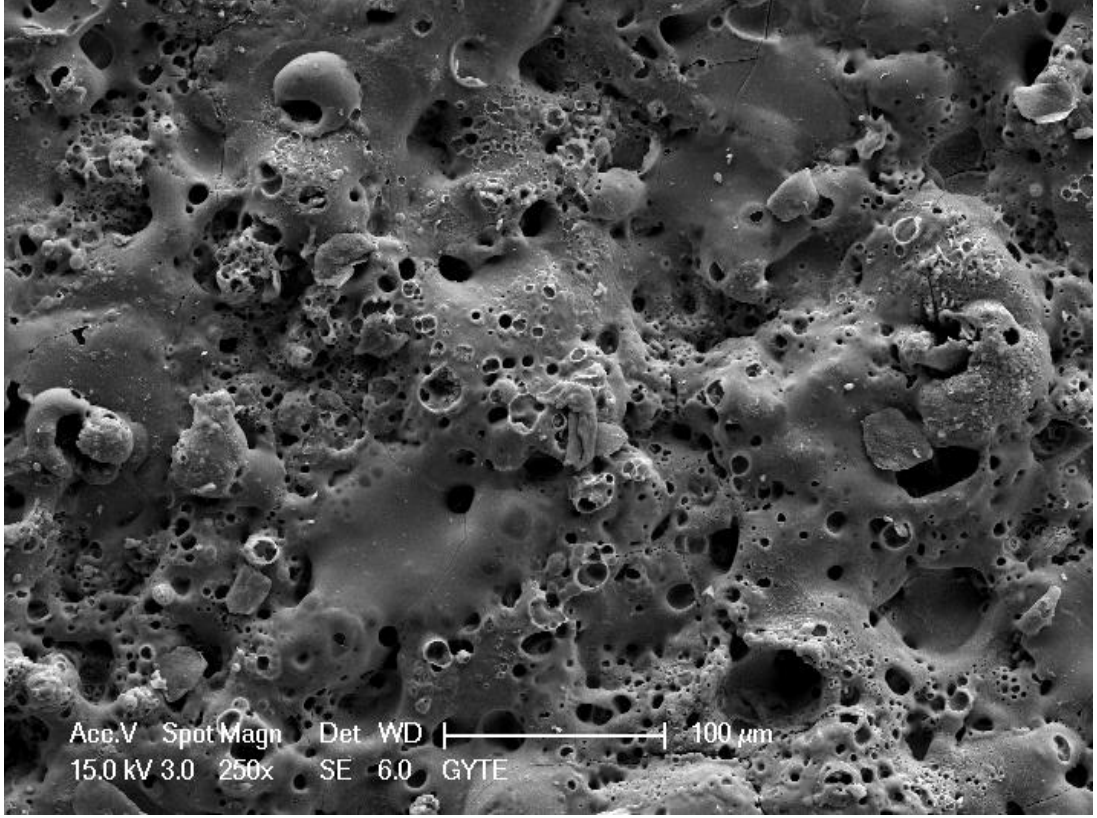
Şekil 5.9 MAO ile kaplanmış Al-4Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü.

Atomik olarak %4 oranında Si içeren Al-Si ikili alaşımının üzerinde MAO yöntemi ile 120 dakikada oluşturulan kaplamanın yüzeyden alınan SEM görüntüsü Şekil 5.9'da verilmiştir. Al-2Si alaşımının kaplama yüzeyinde oluşmaya başlayan mikroçatlaklar, daha belirgin hale gelmiş ve rahatça gözlenebilmektedir. Deşarj kanallarının boyutu daha da küçülmüş, yüzeye sıvanma daha belirgin hale gelmiştir. Yüzeyde camsı faz benzeri bir yapı olduğu anlaşılmaktadır.



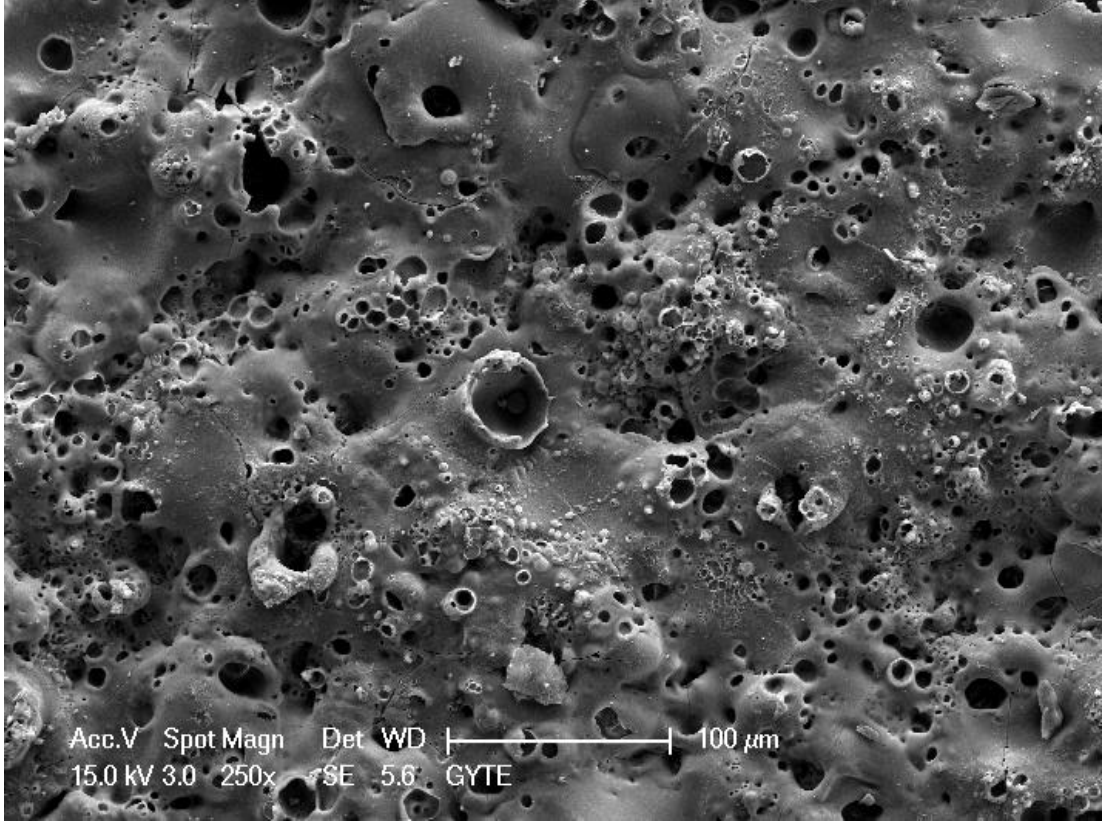
Şekil 5.10 MAO ile kaplanmış Al-8Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü.

Şekil 5.10'da, atomik olarak %8 oranında Si içeren Al-Si ikili alaşımının üzerinde MAO yöntemi ile 120 dakikada oluşturulan kaplamanın yüzeyden alınan SEM görüntüsü verilmiştir. Kaplama yüzeyinde sıvanmış yapılar varlığını korurken, çok gözenekli süngerimsi yapılar da oluşmaya başlamıştır. Deşarj kanalları sayıca artmıştır. Diğer dikkat çeken nokta ise Al-4Si alaşımında gözlenen makroçatlakların Al-8Si alaşımında kaybolmasıdır.



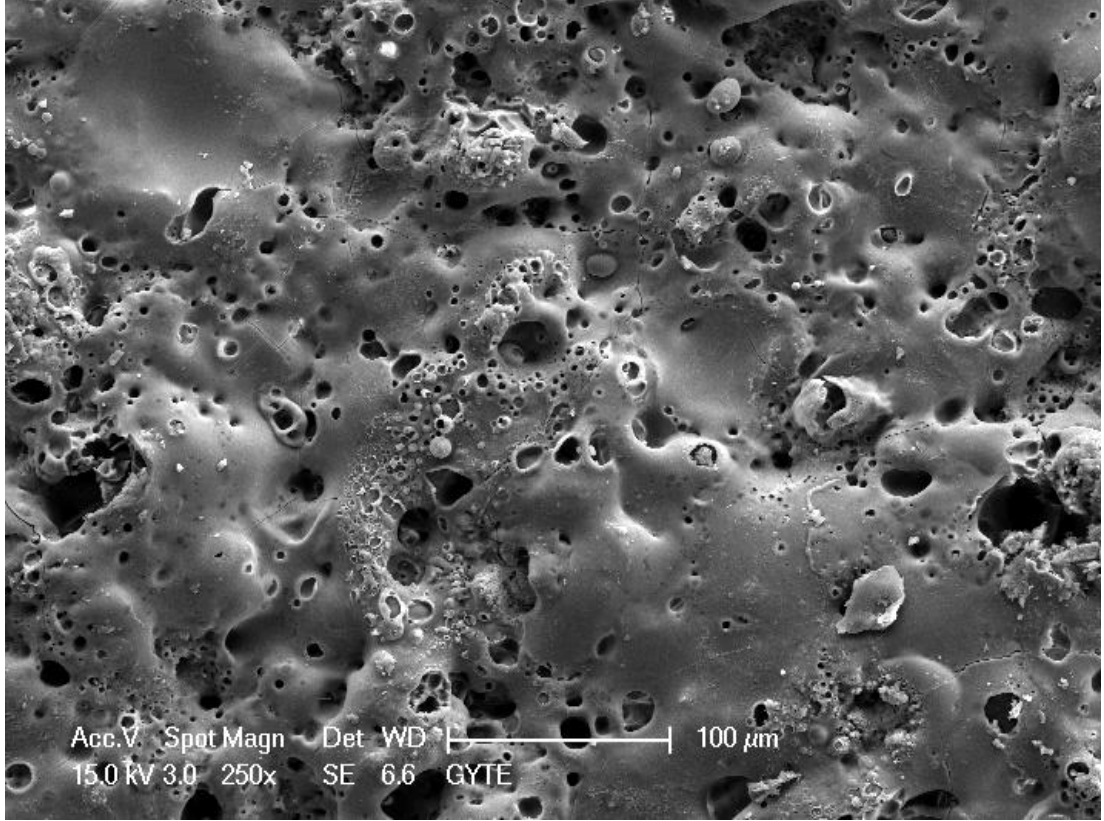
Şekil 5.11 MAO ile kaplanmış Al-12Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü.

Atomik olarak %12 oranında Si içeren Al-Si ikili alaşımının üzerinde MAO yöntemi ile 120 dakikada oluşturulan kaplamanın yüzeyden alınan SEM görüntüsü Şekil 5.11'de verilmiştir. Deşarj kanallarının çevresindeki sıvanmış, camsı bölgelerde mikroçatlaklar gözlenmektedir. Yüzeyde gözlenen, süngerimsi yapılarda çatlaklar yoktur. Deşarj kanalları boyut olarak küçülmüş, bununla beraber sayıca artmıştır.



Şekil 5.12 MAO ile kaplanmış Al-16Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü.

Şekil 5.12'de, atomik olarak %16 oranında Si içeren Al-Si ikili alaşımının üzerinde MAO yöntemi ile 120 dakikada oluşturulan kaplamanın yüzeyden alınan SEM görüntüsü verilmiştir. Yüzeye sıvanmış yapı giderek kaybolmuş, bunun yerine daha çok süngerimsi yapılar oluşmuştur. Deşarj kanalları, göreceli olarak küçüktür. Mikroçatlaklar, camsı fazların olduğu küçük bölgelerde gözlenmektedir.



Şekil 5.13 MAO ile kaplanmış Al-32Si alaşımına ait yüzey SEM görüntüsü.

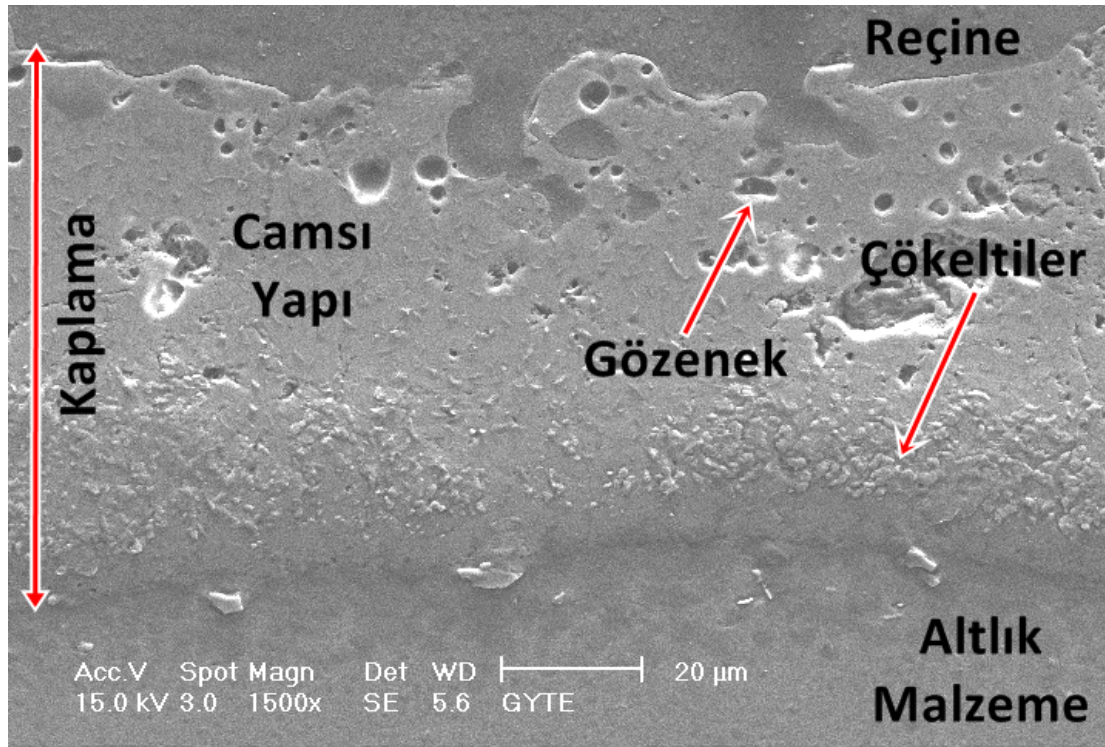
Atomik olarak %32 oranında Si içeren Al-Si ikili alaşımının üzerinde MAO yöntemi ile 120 dakikada oluşturulan kaplamanın yüzeyden alınan SEM görüntüsü Şekil 5.13'te verilmiştir. En fazla Si içeriğine sahip olan bu alaşım üzerinde oluşturulan kaplamada süngerimsi yapı ağırlığını kaybetmiştir. Ergiyen malzemenin birden katlaşması sonucu oluşan yüzeye sıvanmış şekilde görülen yapı, kaplama yüzeyine daha hakimdir. Camsı faz üzerinde kılcal çatlaklar gözlenmektedir. Yüzey pürüzlülüğü, süngerimsi yapının gözlendiği Al-8Si, Al-12Si ve Al-16Si alaşımlarına göre azalmıştır. Deşarj kanallarının yer yer sürekliliğinin kesildiği de Şekil 5.13'te gözlenen noktalardan biridir.

Saf Al ve Al-Si ikili alaşımlarının kaplama yüzeyinden yapılan SEM incelemesine göre, alaşım içerisindeki Si içeriği arttıkça yüzeydeki gözenekliliğin azaldığını söylemek mümkündür. Saf alüminyum ve Al-1Si numune yüzeylerinde çatlak rastlanmazken, numune yüzeyinde Al-2Si alaşımında çatlak görülmüştür. Bu çatlak Al-4Si alaşımında daha da belirgin hale gelmiştir. Deşarj kanalları alaşım içerisindeki Si miktarının artması ile birlikte daha küçük hal almış ve sayıları giderek artmıştır. Alaşım içerisindeki Si artışına bağlı olarak yüzey göreceli olarak daha

düzgün ve daha az pürüzlü gözükmektedir. Yine aynı şekilde Si miktarı arttıkça kaplama, deşarj kanallarının çevresinde sıvanmış bir şekilde gözlenmiştir. Ergimiş malzeme, hızlı katılarak yüzeye sıvanmıştır. Al-8Si alaşımından sonra kaplama yüzeyinde hafif miktarda süngerimsi yapılara da rastlanmaktadır.

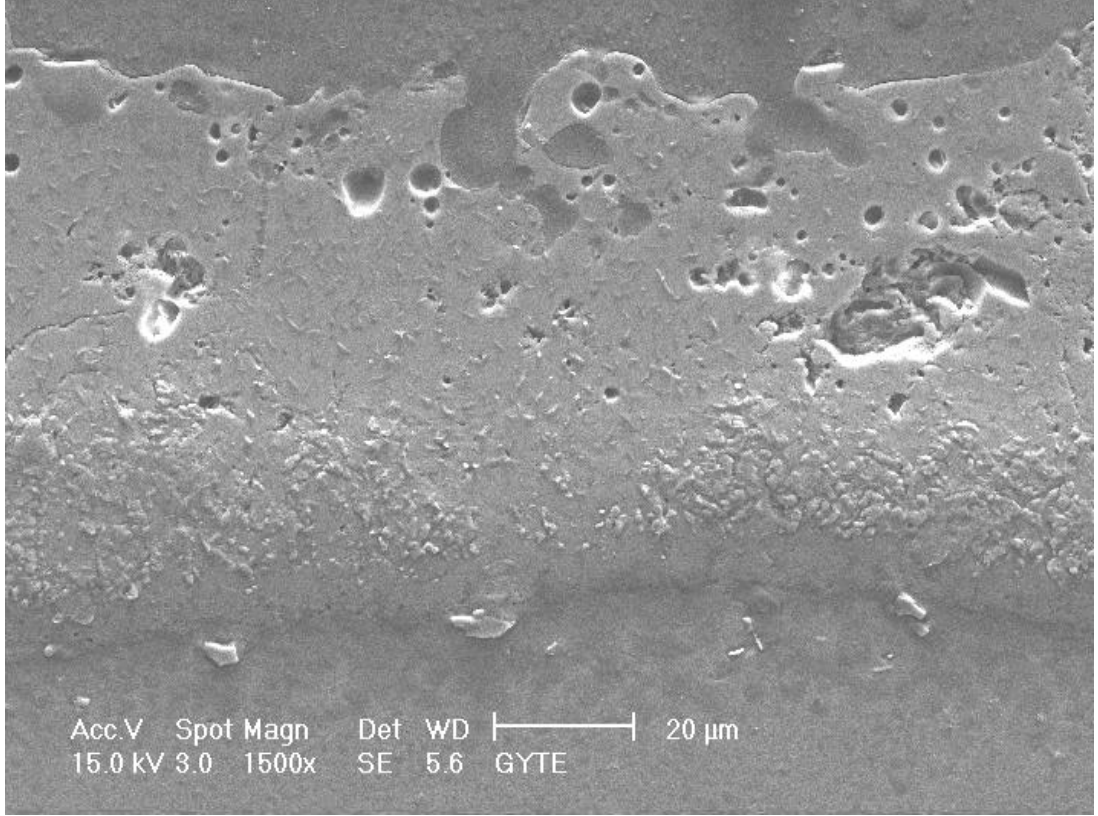
5.6 Kesit SEM

MAO işlemi sırasında oluşan deşarj kanallarının varlığının kaplama kesit mikroyapı görüntüsüyle doğrulanması prosesin anlaşılması açısından önemlidir. Kaplamanın kesit mikroyapı görüntüleri ayrıca; kaplamanın yüzey pürüzlülüğü, kaplama oluşum kinetiği, altlık-kaplama arayüzeyi, mikroyapısı ve gözeneklilik durumu hakkında bazı tespitler yapmamıza yardımcı olur [68]. Alaşım içerisindeki Si miktarının değişiminin kaplamanın oluşum kinetiğine ve kaplama mikroyapısına etkisinin incelenmesi için kaplanmış numunelerin kesitten mikroyapı görüntüleri SEM kullanılarak alındı.



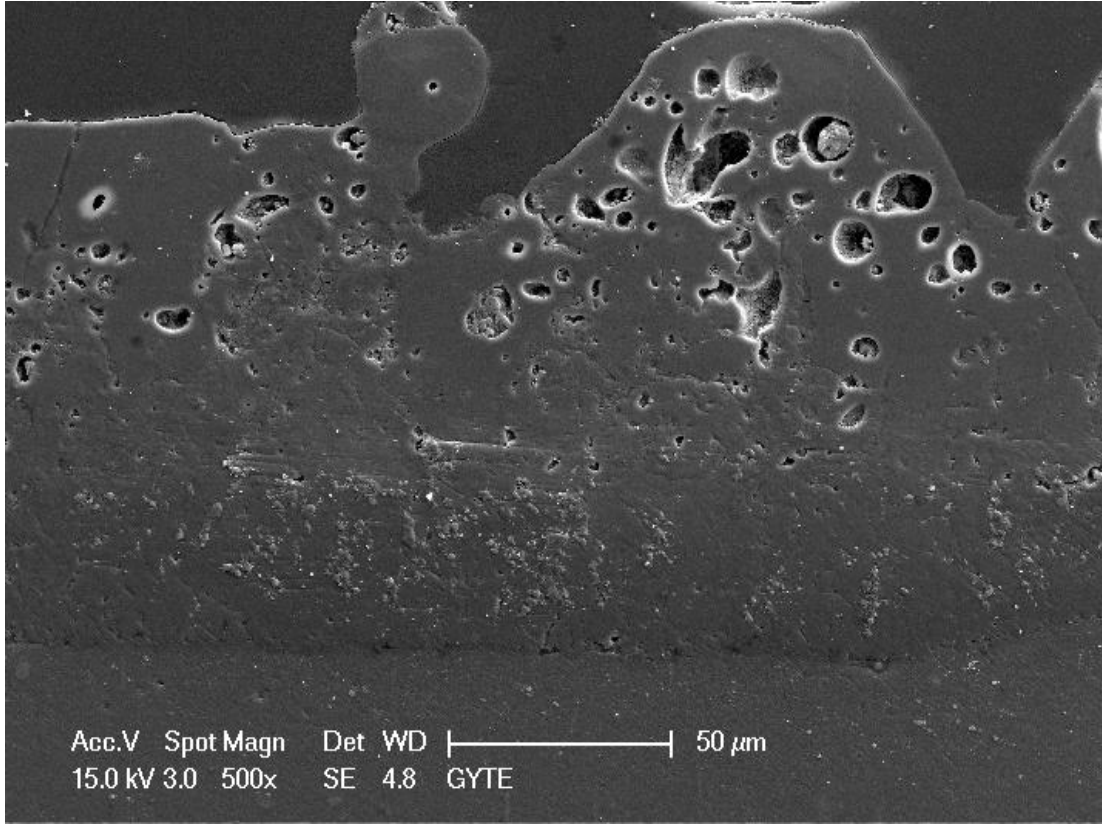
Şekil 5.14 Kesitten alınan tipik bir SEM görüntüsü (saf alüminyuma ait).

Şekil 5.14, MAO ile kaplanmış saf alüminyuma ait tipik bir SEM görüntüsüdür. Şekilde, altlık malzeme, kaplama, kaplamadaki camsı yapı, gözenekler, çökelti ve numunenin kalıba alındığı reçine bölgesi açıkça görülmektedir.



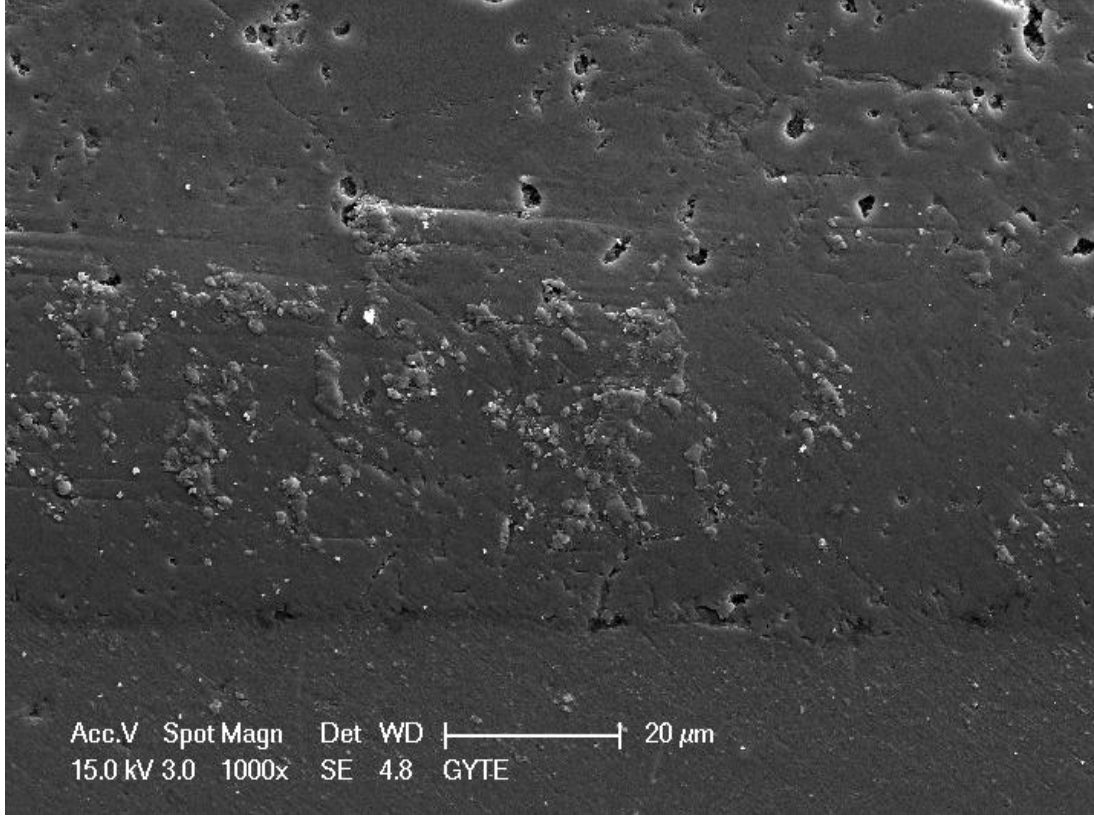
Şekil 5.15 MAO ile kaplanmış saf alüminyuma ait kesit SEM görüntüsü.

Şekil 5.15, 120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanmış saf alüminyuma ait kesit SEM görüntüsüdür. Altlık ile kaplama arasındaki arayüzey net olarak gözükmemektedir. Kaplama ile altlık arasındaki yoğun tabaka, kaplama ile arayüzeyin birbirine çok iyi bir şekilde yapıştığını göstermektedir. Kaplamanın arayüzeye yakın iç kısımlarında arayüzey boyunca yaklaşık 20μm kalınlıktaki bölgede, yoğun bir şekilde çökeltilere rastlanmaktadır. Kaplamanın iç kısımları oldukça yoğun ve gözeneksiz iken, dış kısımlarda kaplamada çok sayıda girinti, çıkıntı ve gözenekler görülmektedir.



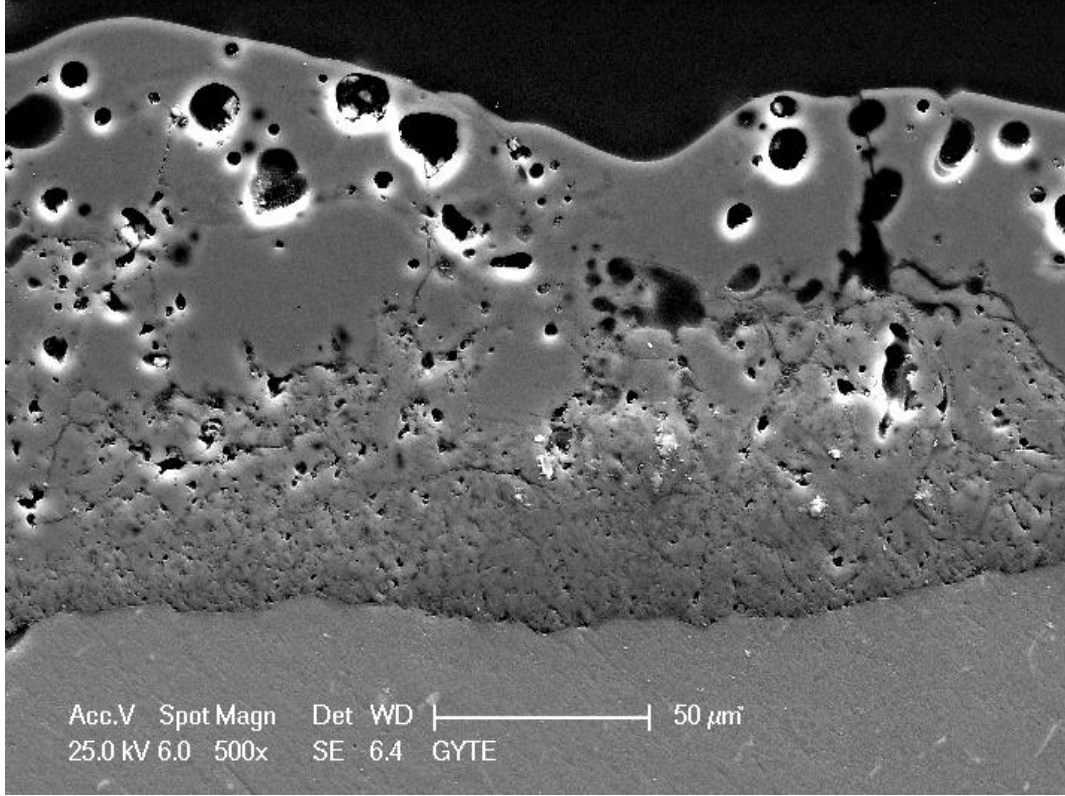
Şekil 5.16 MAO ile kaplanmış Al-1Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü (500X büyütme).

120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanmış, atomik olarak %1 oranında Si içeren Al-1Si alaşımına ait kesitten alınan SEM fotoğrafı Şekil 5.16'da verilmiştir. Metal - kaplama arayüzeyi, saf alüminyumdaki metal - kaplama arayüzeyine göre daha düz bir hâl almıştır. Kaplama altlık mazlemeye çok iyi bir şekilde yapışmıştır. Kaplamanın iç kısmında, yaklaşık 10 μ m ile 40 μ m kalınlık arasında çökeltiler gözlenmektedir. Kaplamanın iç kısımları oldukça sıkı ve yoğunken, dış kısımlarda gözenekler oluşmaya başlamıştır. Şekil 5.17'de ise aynı alaşıma ait daha yakından alınmış bir kesit SEM fotoğrafı verilmiştir. Bu fotoğrafta arayüze yakın bölgelerdeki çökeltiler daha belirgin olarak seçilmektedir.

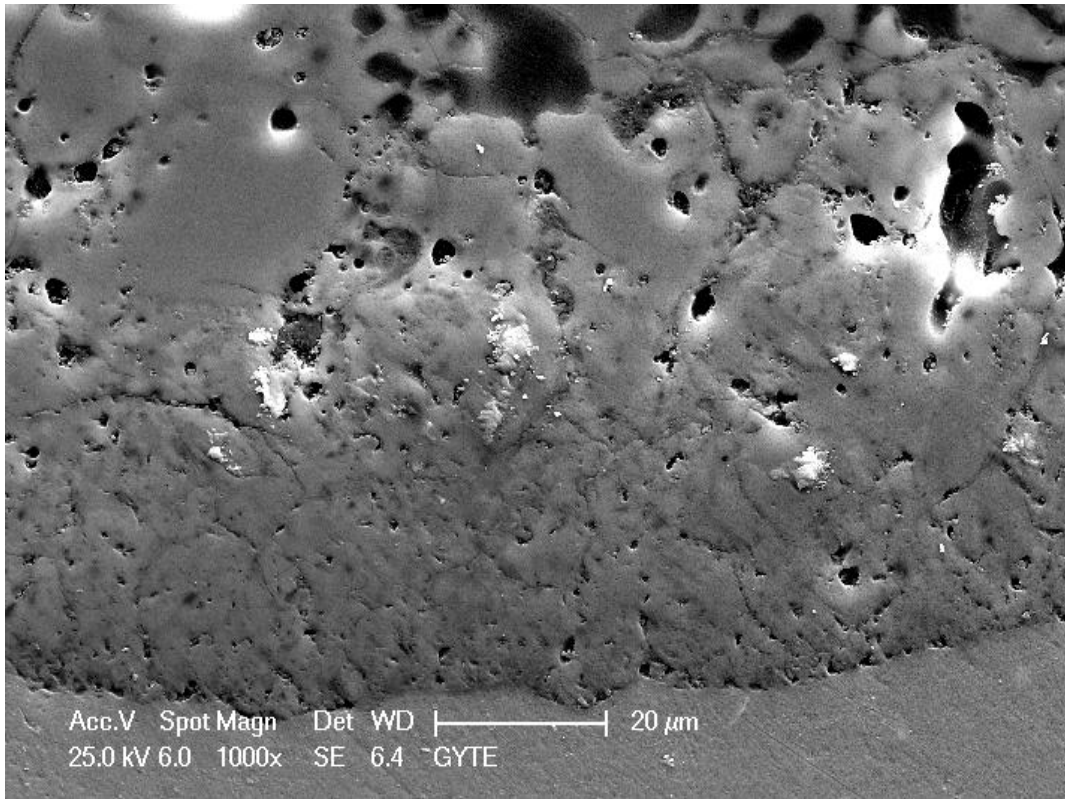


Şekil 5.17 MAO ile kaplanmış Al-1Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü (1000X büyütme).

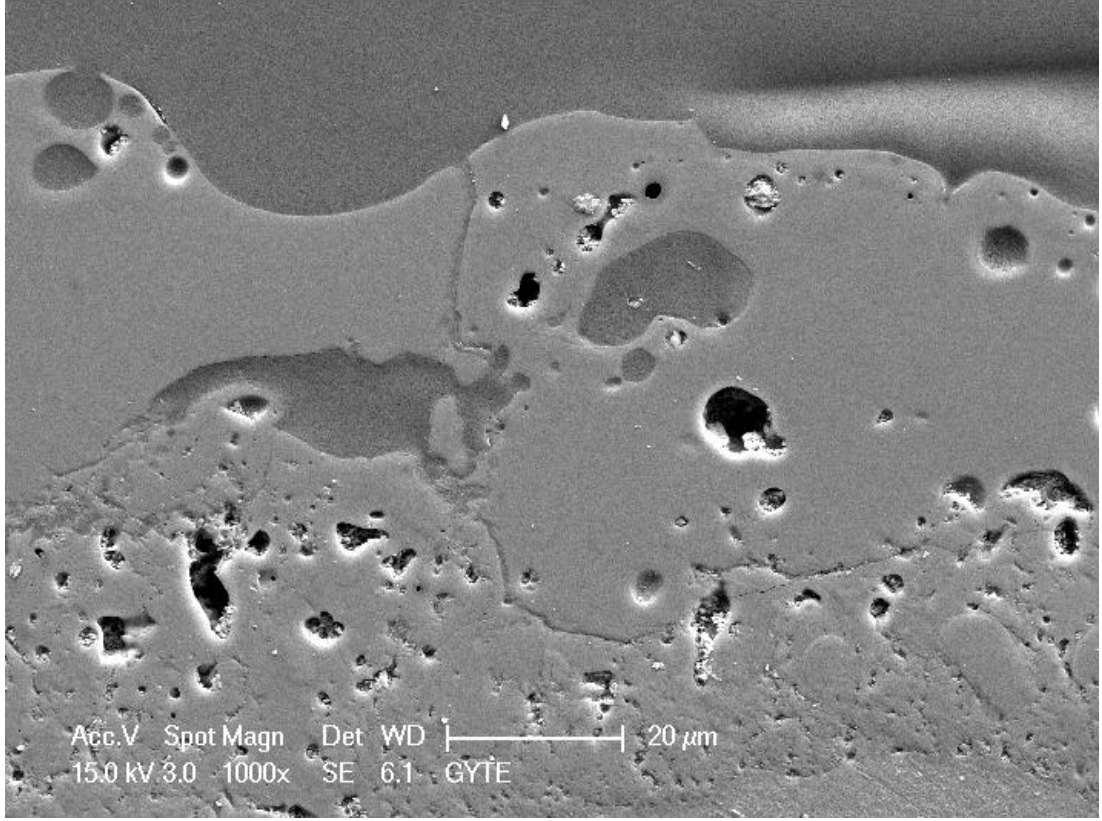
Şekil 5.18 ve Şekil 5.19, 120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanmış, Al-2Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsüdür. Al-2Si alaşımında, gözenekler sadece dış bölgelerde değil, yavaş yavaş iç bölgelerde de oluşmaya başlamıştır. Bununla birlikte saf alüminyum ve Al-1Si alaşımında gözlenen çökelti, Al-2Si alaşımında da gözlenmiş ancak, çökelti sürekliliği kaybolmuştur. Çökelti; kaplamanın arayüze yakın kısmında, arayüze 15 μ m - 30 μ m mesafede, dar bir şerit halinde ve az miktarda gözlenmektedir.



Şekil 5.18 MAO ile kaplanmış Al-2Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü (500X büyütme).

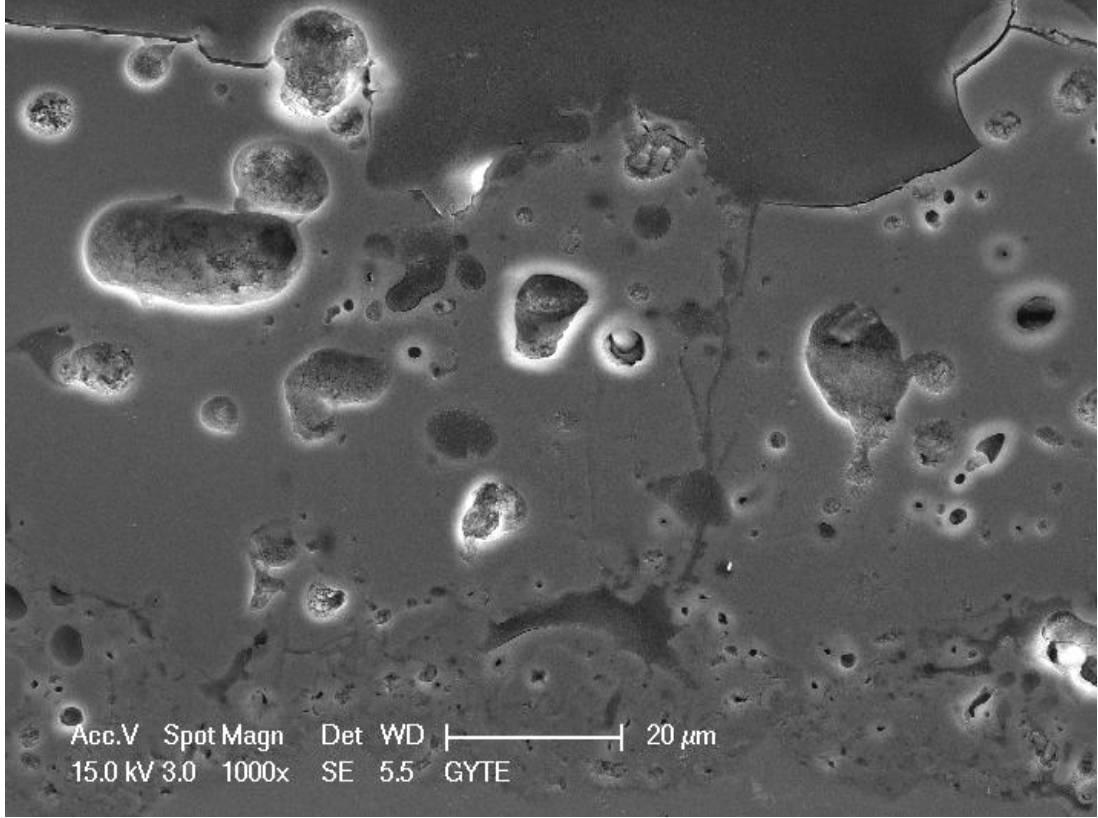


Şekil 5.19 MAO ile kaplanmış Al-2Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü (1000X büyütme).



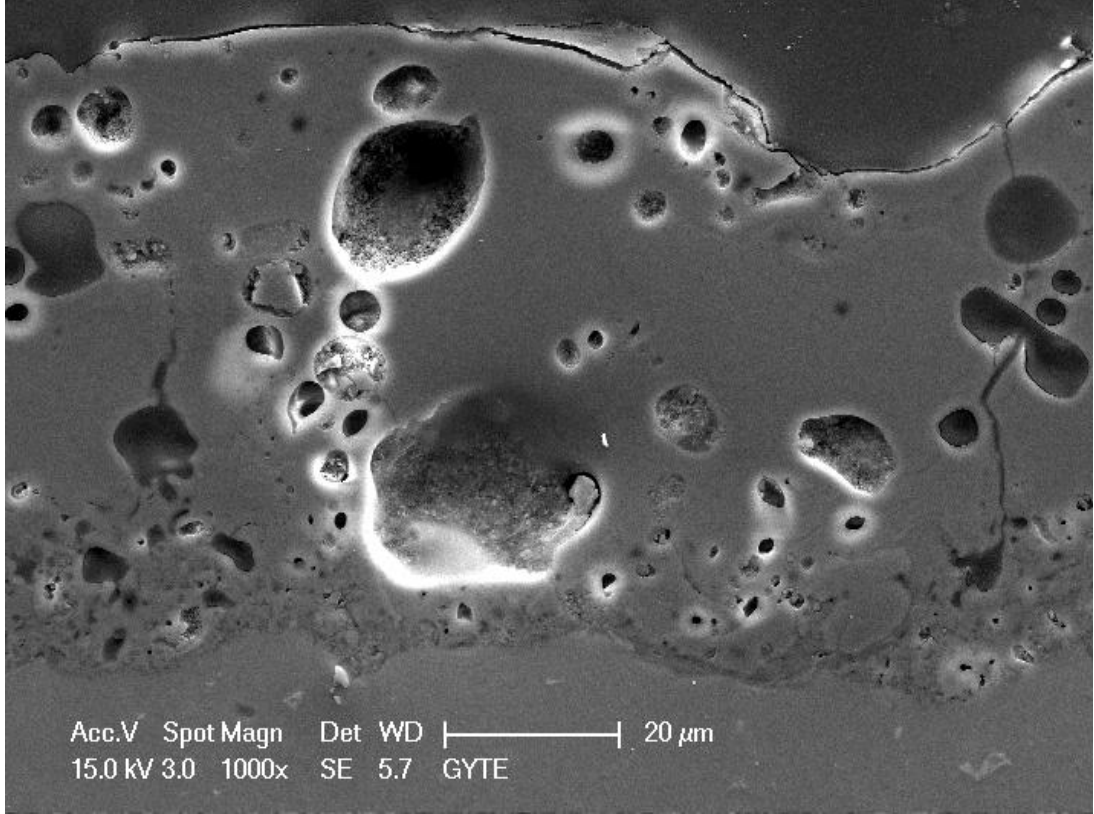
Şekil 5.20 MAO ile kaplanmış Al-4Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü.

120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanmış atomik olarak %4 oranında Si içeren Al-Si alaşımına ait kesitten alınan SEM fotoğrafı Şekil 5.20'de verilmiştir. Kaplama kalınlığı saf Al, Al-1Si ve Al-2Si alaşımlarına göre gözle görülür şekilde azalmıştır. Kaplamanın dış kısmında 20 μm çapından büyük gözenekler oluşmuş, bu gözeneklere epoksi reçine dolmuştur. Arayüzeyden yaklaşık 30 μm mesafeden sonra kaplamanın kalan kısmı tamamen camsı fazdan oluşmuştur. Düşük alaşımlı Al-Si alaşımlarında ve saf alüminyumun kaplanması sonucunda, kaplamada gözlenen çökeltilere, Şekil 5.20'de rastlanılmamıştır.



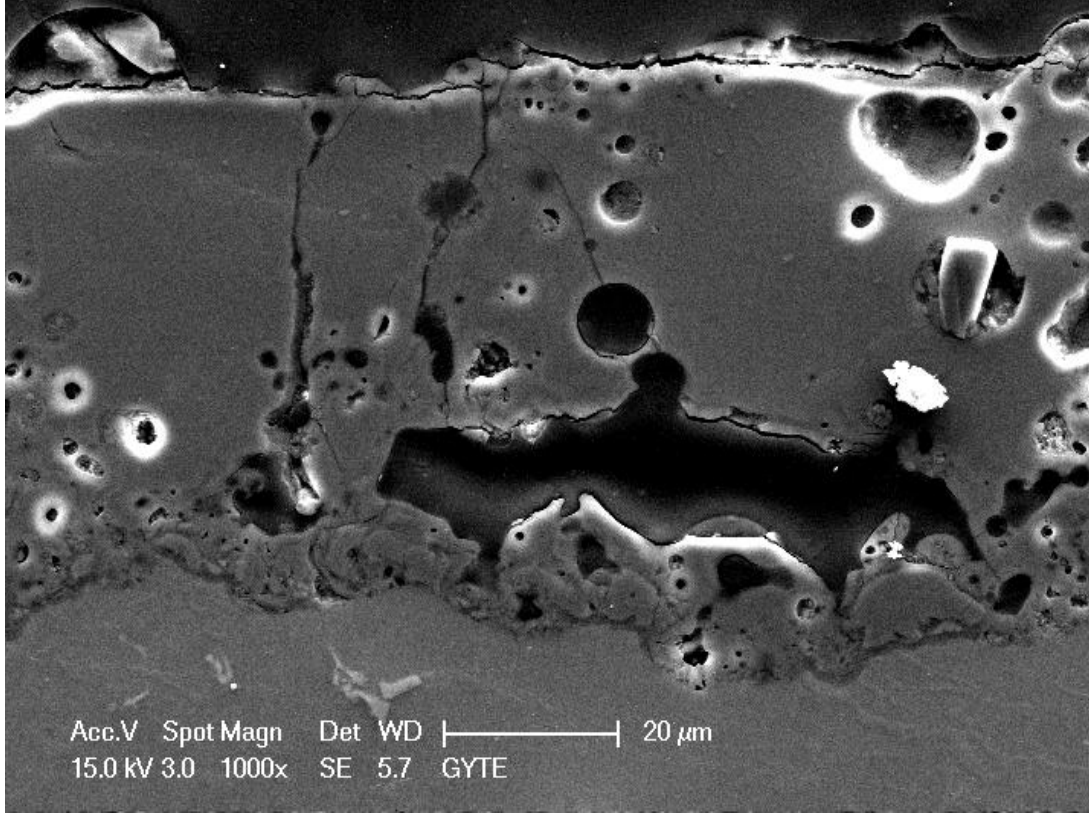
Şekil 5.21 MAO ile kaplanmış Al-8Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü.

Şekil 5.21, 120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanmış atomik olarak %8 oranında Si içeren Al-Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsüdür ve daha düşük Si içeren alaşımlara kıyasla daha gözenekli bir kaplama göze çarpmaktadır. Kaplamanın özellikle dış kısmında oldukça büyük gözenekler vardır. Gözeneklerden sızan epoksi reçine, neredeyse arayüze kadar ilerlemiştir.



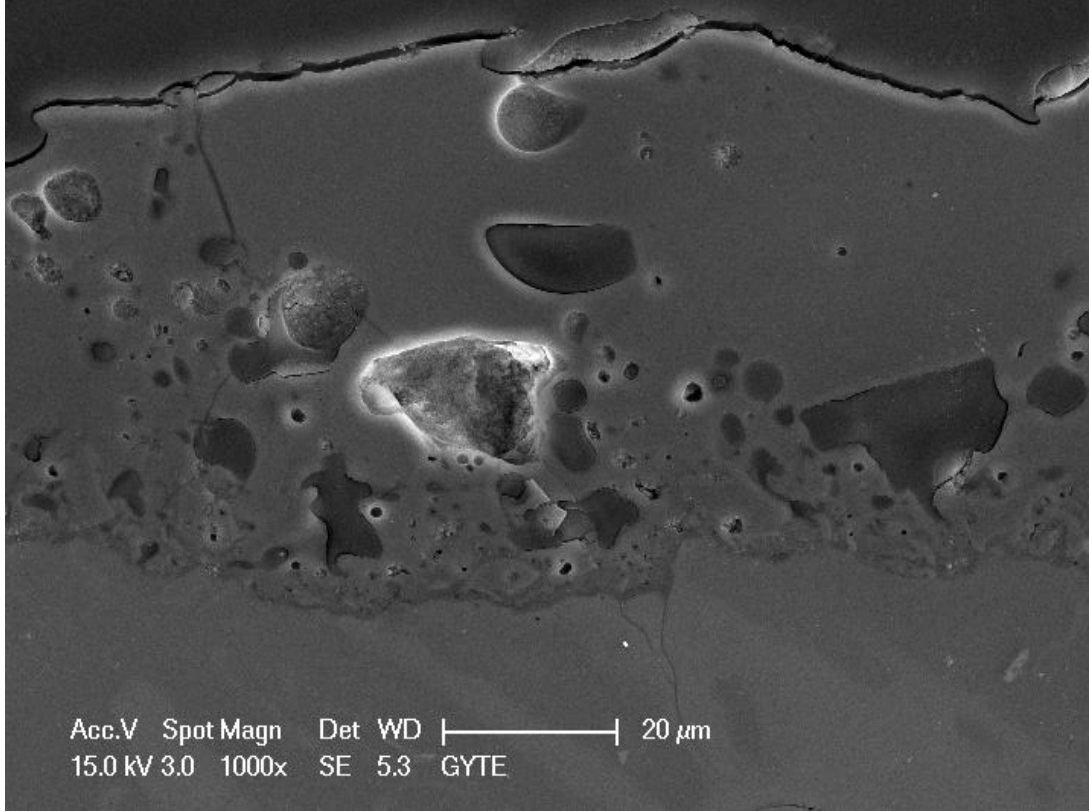
Şekil 5.22 MAO ile kaplanmış Al-12Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü.

120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanmış Al-12Si alaşımına ait kesitten alınan SEM fotoğrafı Şekil 5.22'de verilmiştir. Kaplama kalınlığı, daha az Si içeren alaşımlara kıyasla azalmıştır. Al-12Si alaşımından daha düşük Si içeren alaşımlarda sadece dış bölgelerde gözlenen büyük gözenekler, Şekil 5.22'de görüldüğü üzere bu alaşımda ara yüzeye yakın bölgelerde de oluşmuştur. Oluşan bu gözeneklerin çapı yaklaşık 20 μm'dir.



Şekil 5.23 MAO ile kaplanmış Al-16Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü.

120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanmış atomik olarak %16 oranında Si içeren Al-Si alaşımına ait kesitten alınan SEM fotoğrafı Şekil 5.23'te verilmiştir. Kaplamanın iç kısımlarından itibaren ayrılmalar ve büyük çatlaklar oluşmuştur. Kaplamadaki bu ayrılmanın boyu yer yer 70μm'a ulaşmaktadır. Kaplama - metal arayüzeyi dalgalıdır ve gözenekli bir karakterdedir. Kaplamalarda farklı boyutlarda çatlakların yanında gözenekler de oluşmuştur.



Şekil 5.24 MAO ile kaplanmış Al-32Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü.

Şekil 5.24, 120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanmış atomik olarak %32 oranında Si içeren Al-Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsüdür. En fazla Si içeriğine sahip olan bu alaşımda, kaplama kalınlığı en ince olarak gözlenmektedir. Altlık malzemede, adacık şeklindeki bölgelerin silisyumdan kaynaklandığı anlaşılmaktadır. Kaplamanın, metal - kaplama arayüzeyine yakın bölgelerinde gözenekler varken, yüzeye yakın dış kısımları gözeneksiz olmakla beraber, bu kısımların camsı karakterde olduğu düşünülmektedir.

Saf alüminyum ve artan Si içerikli Al-Si ikili alaşımlarının SEM aracılığı ile kesitten alınan mikroyapı fotoğrafları genel olarak değerlendirildiğinde, artan Si içeriğiyle birlikte kaplama kalınlığının düştüğü rahatça gözlenmektedir. Bununla birlikte kaplamada camsı karakterli yapı artmakta ve kaplamanın yoğun görüntüsü azalmaktadır. Saf alüminyum ile Al-1Si ve Al-2Si alaşımlarında kaplamanın arayüzeye yakın bölgelerinde çökeltiler gözlenmektedir. Alaşımdaki Si içeriği arttıkça, kaplamada oluşan gözeneklerin boyutu ve kapladıkları alan giderek artmaktadır.

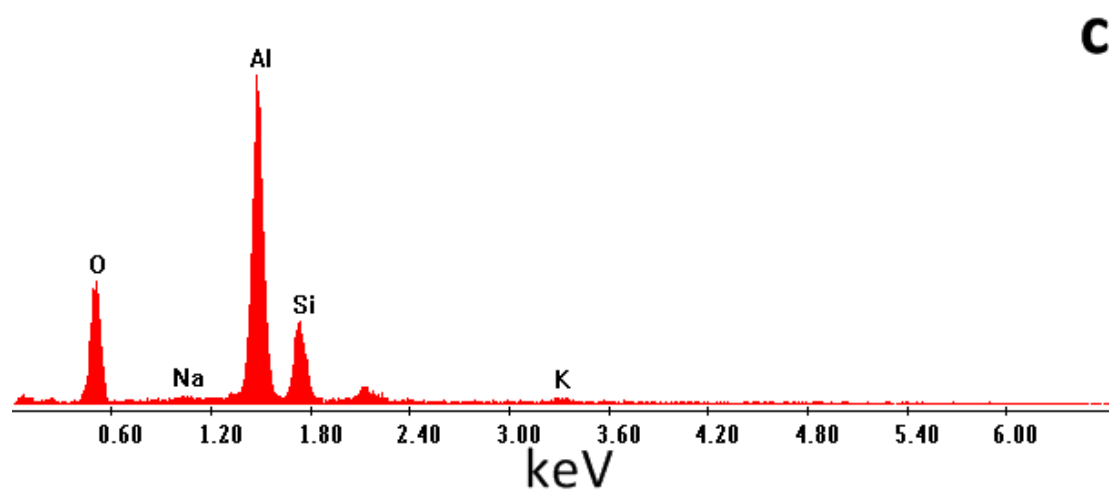
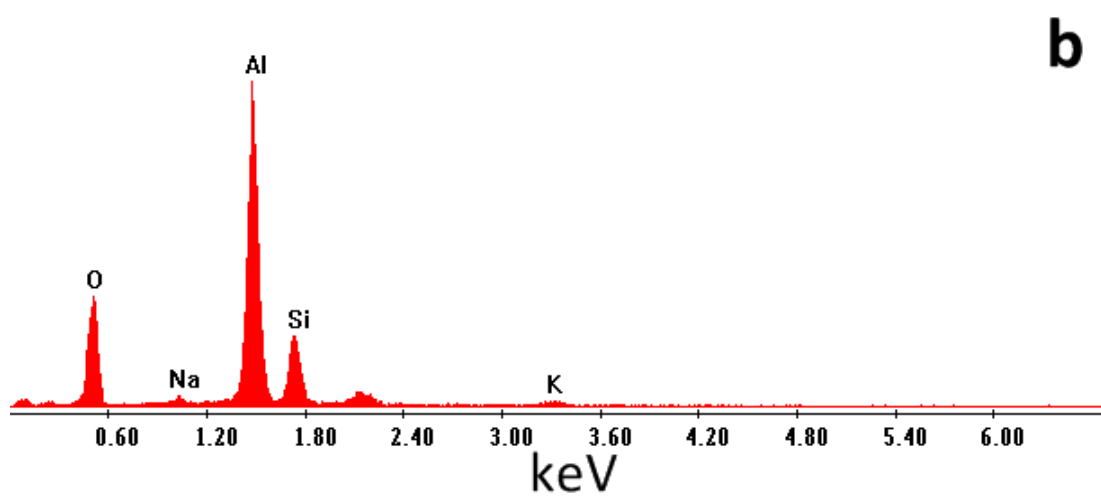
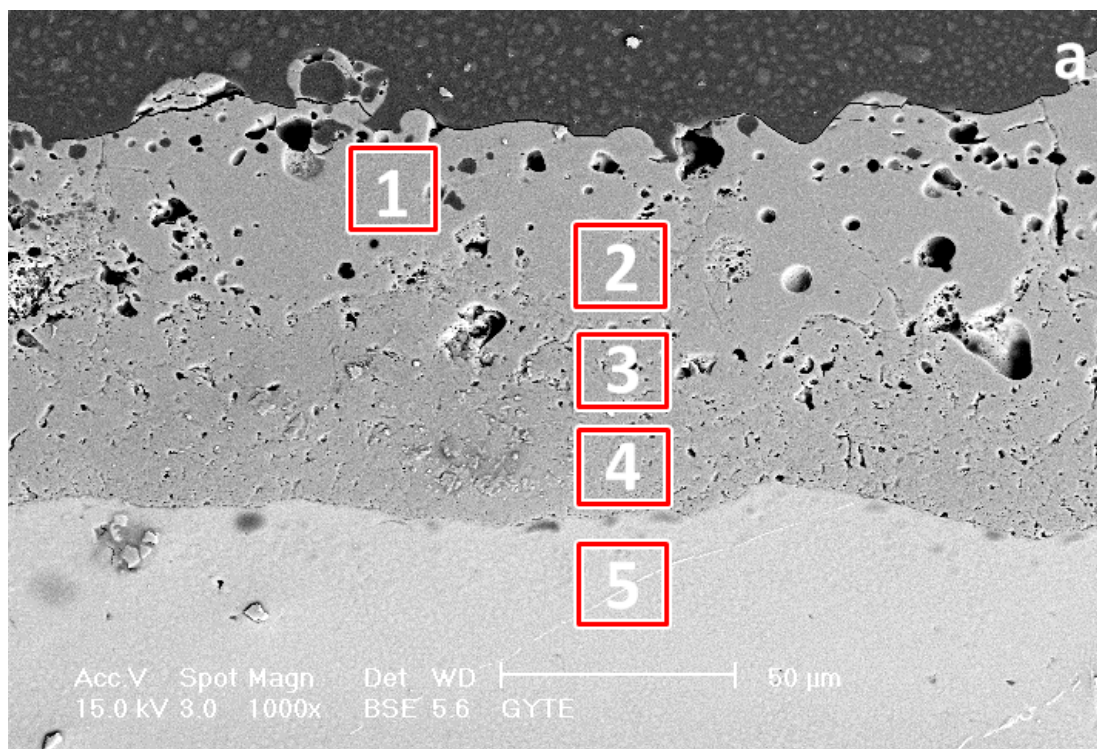
5.7 Kesit SEM - EDS

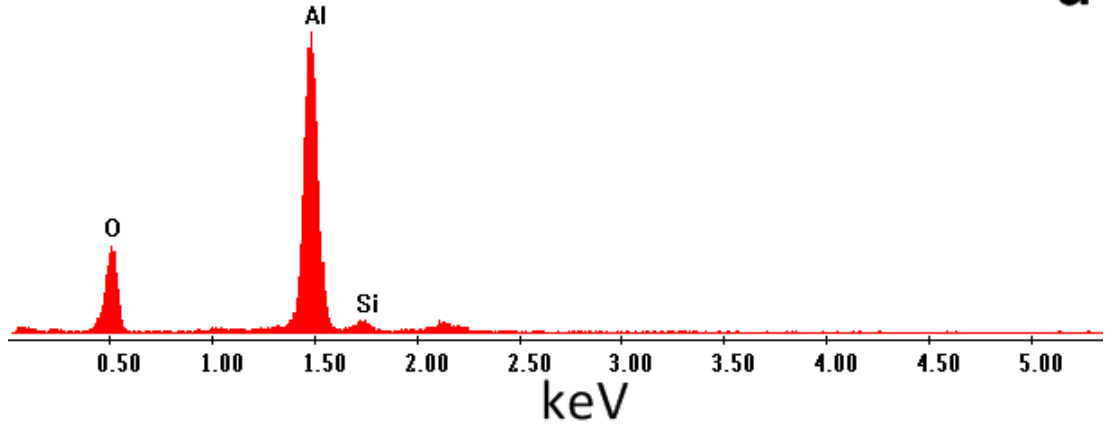
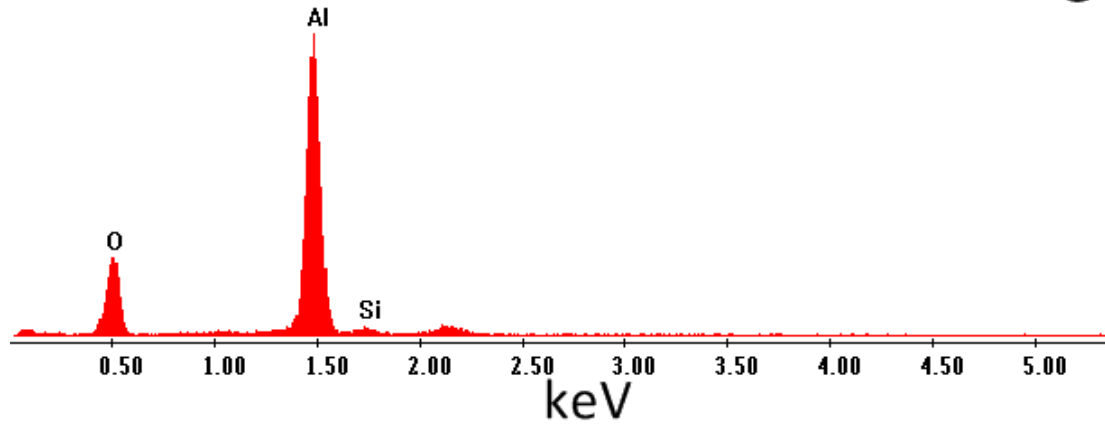
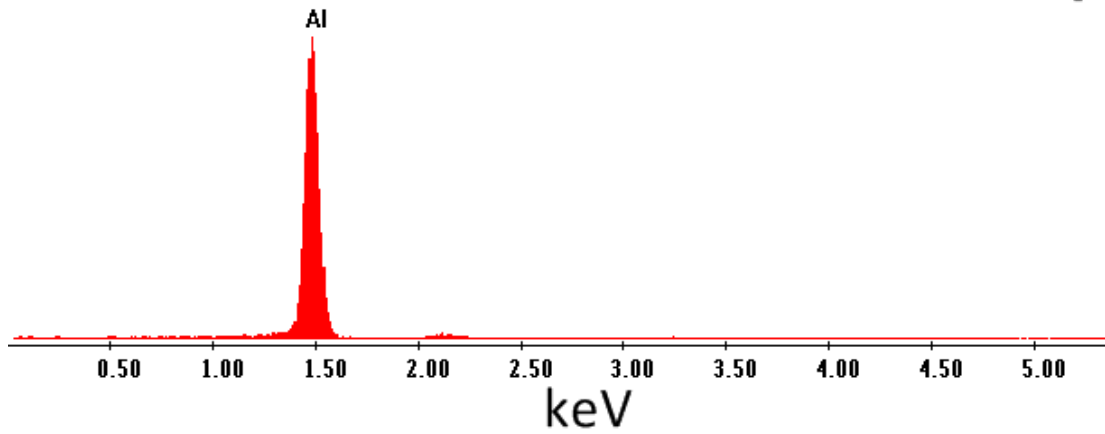
Kesit mikroyapı görüntüsünün elementel açıdan incelenmesi proses sonunda oluşan kaplamanın elementel profilini çıkarmak açısından önem arz etmektedir. Kesit SEM - EDS, kaplamayı oluşturan; altlıktan gelen elementler ile elektrolitik çözeltiyi oluşturan elementlerin davranışını anlamamız açısından kritiktir. MAO işlemi sırasında altlık malzemedan yüzeye kadar uzanan ve kaplama büyümesini sağlayan deşarj kanallarının içinde ve dışında kaplamayı oluşturan elementlerin değişimini tespit için çizgisel ve alan SEM-EDS yapıldı [68]. Farklı silisyum içeriğinde hazırlanan Al-Si ikili alaşımlarının ve saf Al'nin üzerinde oluşturulan kaplamaların tamamının kesit mikroyapı görüntülerinden, belirli bir alan içerisinde elementel analizleri yapıldı.

Şekil 5.25, saf alüminyuma; Şekil 5.26, Al-8Si ikili alaşımına; Şekil 5.27 ise Al-16Si ikili alaşımına ait kesitten yapılan alan SEM-EDS sonuçlarını göstermektedir. Şekil 5.25 incelendiğinde, kaplamanın 1, 2, 3 ve 4 bölgelerinde eser miktarda gözlenen K ve Na haricinde Al, Si ve O gözlenmiştir. Al elementlerinin miktarının tüm bölgelerde göreceli olarak aynı olduğu ancak Si elementinin kaplamanın iç kısımlarında çok az miktarda olduğu tespit edilmiştir. O elementi de göreceli olarak kaplamanın dış kısmından içeriye doğru azalmıştır. Altlıktan yapılan alan SEM - EDS'de ise 5 bölgesinde sadece Al gözlenmiştir.

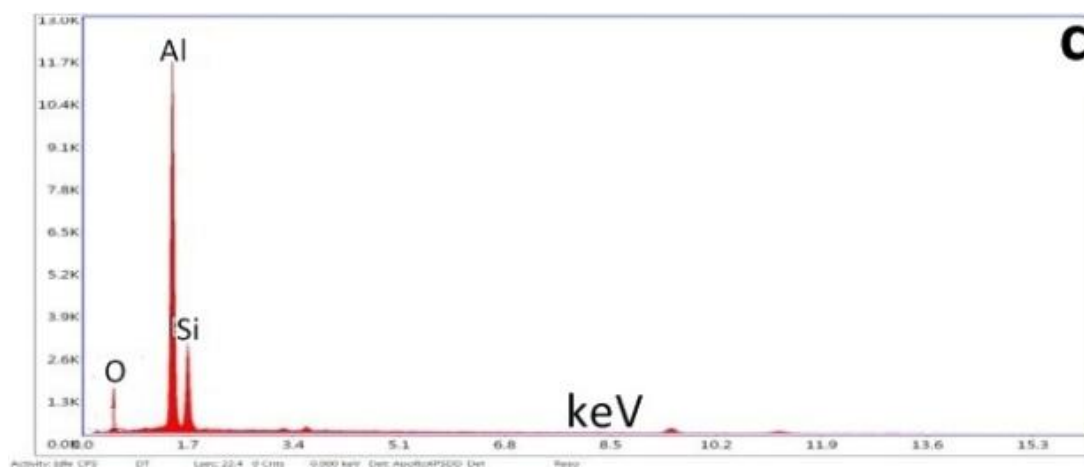
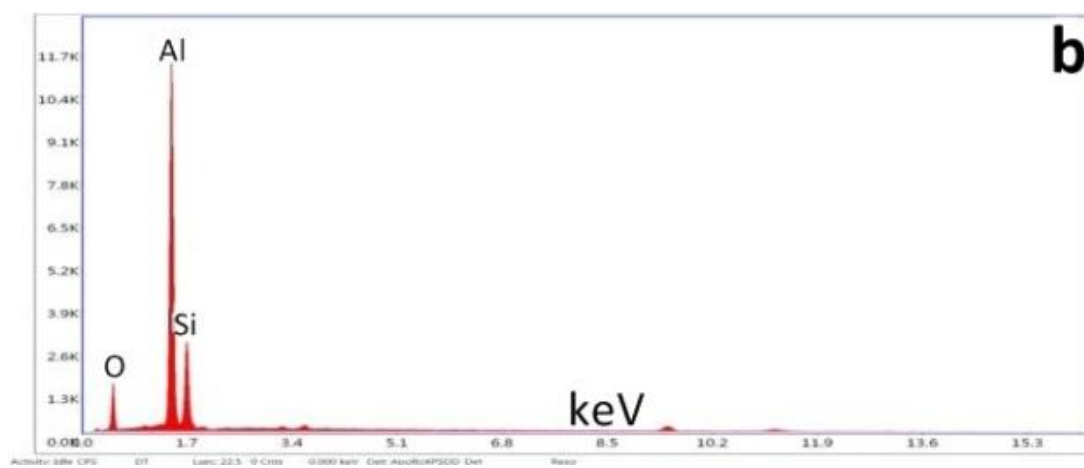
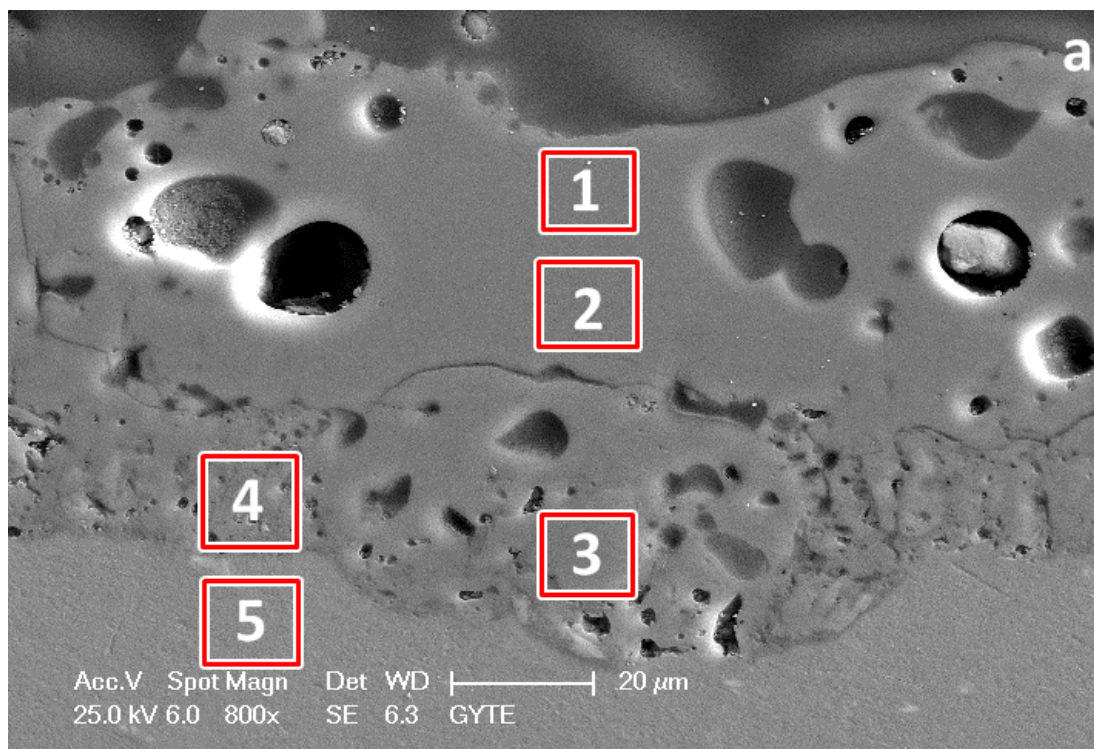
Şekil 5.26'da kaplamada Al, Si ve O tespit edilmiştir. Kaplamanın dış kısmından iç kısmına doğru Al miktarı artış göstermiş, altlık malzemede ise sadece Al'ye rastlanılmıştır. Kaplamada en az Si, arayüze yakın bölge olan 3 numaralı bölgede görülürken, 1 numaralı bölgede en yüksek Si miktarına ulaşılmıştır. Kaplamadaki O elementi miktarında, kaplamanın dışından içine doğru küçük bir azalma olmuştur.

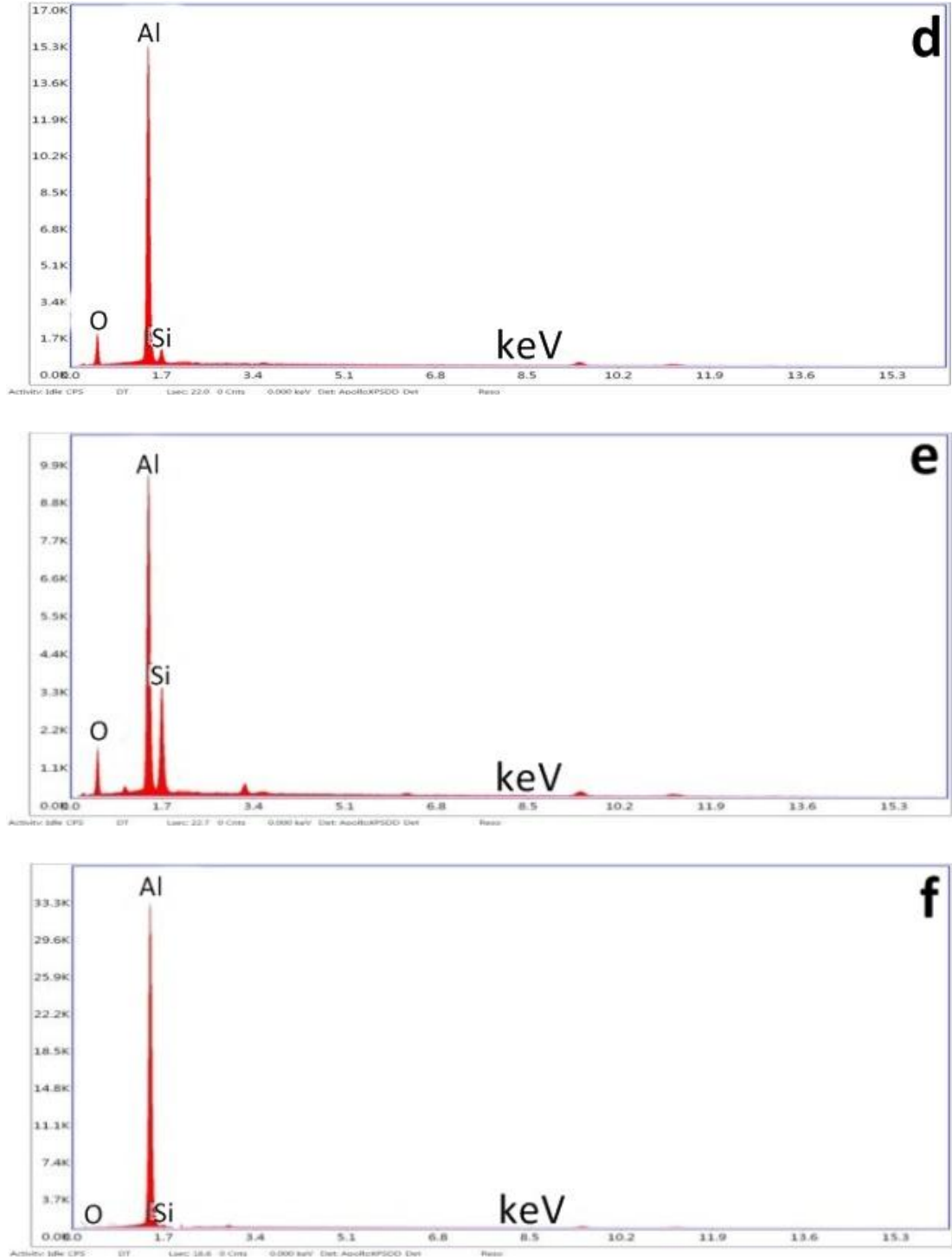
Şekil 5.27'de, Al miktarı kaplamanın 1 numaralı bölgesinde en azken, arayüze yaklaştıkça Al miktarı kaplamada artmıştır. Si ise Al ile ters orantılı bir profil ortaya koymuştur. Kaplamanın dış kısmındaki 1 bölgesi Si bakımından oldukça zengin iken, arayüze yakın 2 bölgesi Si miktarının az olduğu bölgedir. Altlık bölgesinden yapılan alan SEM-EDS'de ise 4 numaralı bölgede az miktar Si ile birlikte, bölgenin çoğunluğunda Al tespit edilmiştir.



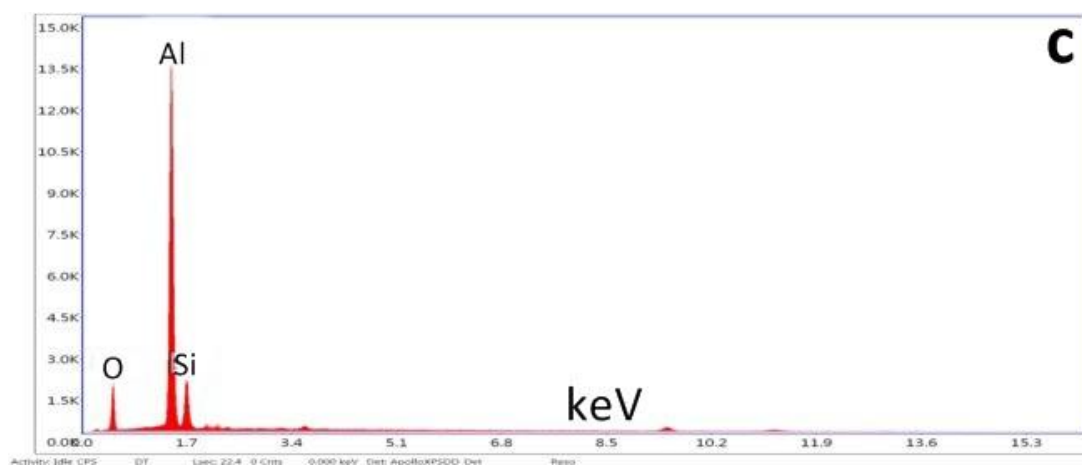
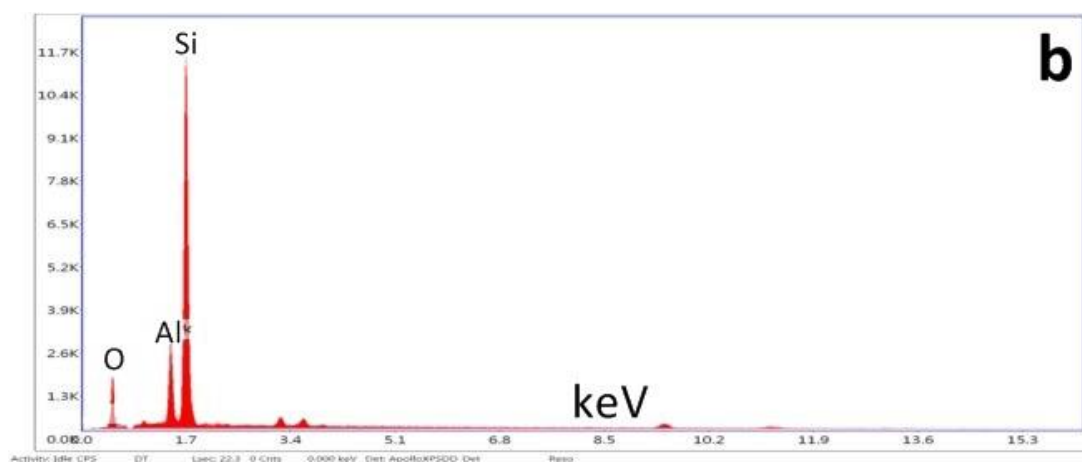
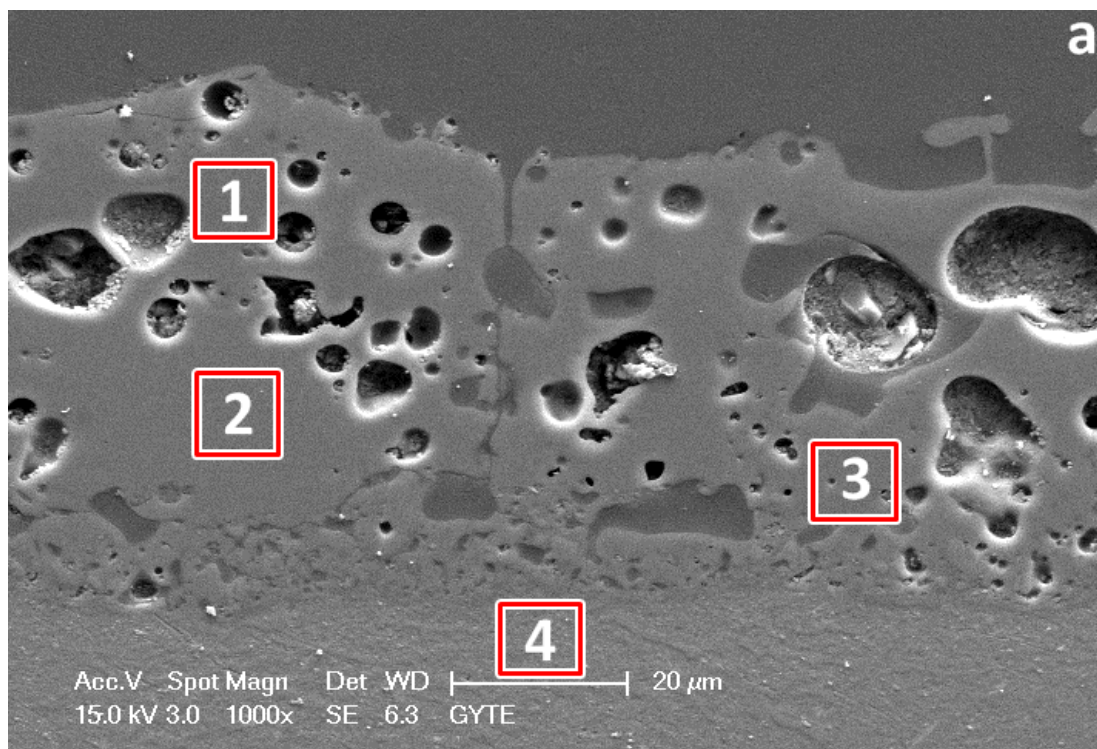
d**e****f**

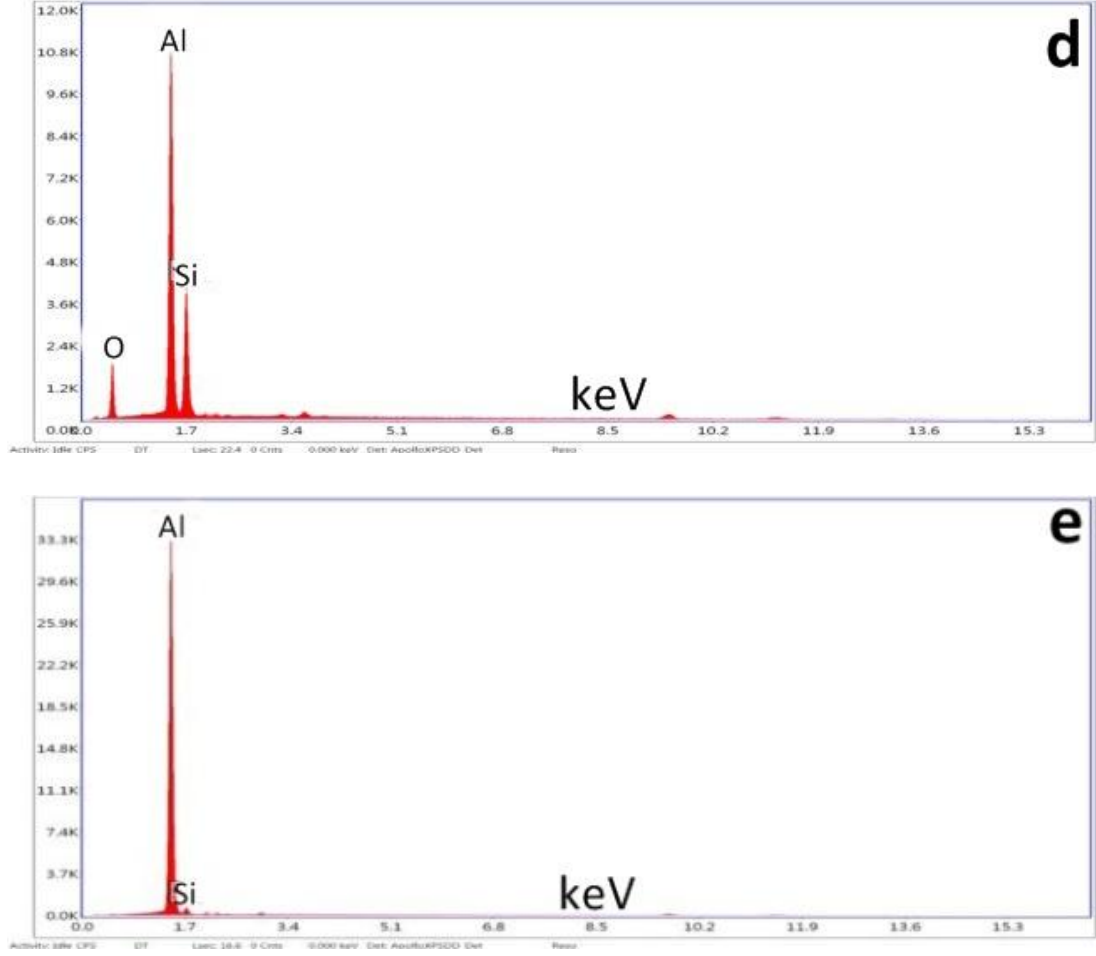
Şekil 5.25 MAO ile kaplanmış saf alüminyuma ait kesit SEM görüntüsü ve kaplamanın alan EDS sonuçları: (a) Kesit SEM görüntüsü, (b) 1 numaralı, (c) 2 numaralı, (d) 3 numaralı, (e) 4 numaralı, (f) 5 numaralı bölgenin alan EDS sonucu.





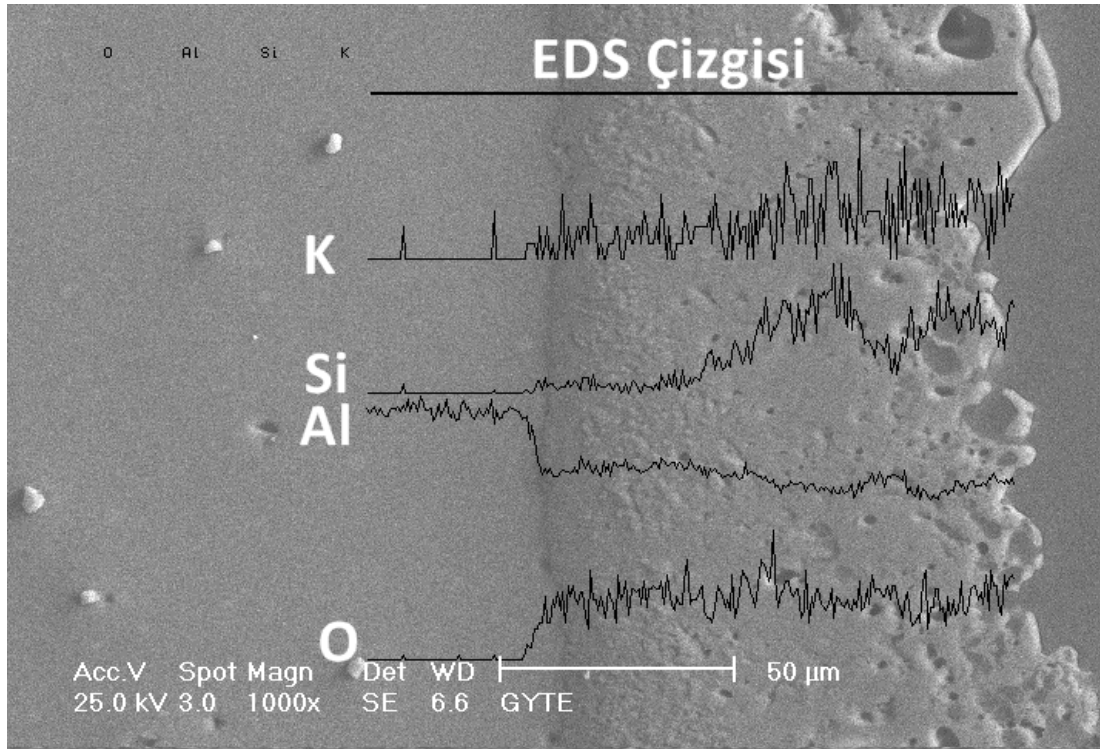
Şekil 5.26 MAO ile kaplanmış Al-8Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü ve kaplamanın alan EDS sonuçları: (a) Kesit SEM Görüntüsü, (b) 1 numaralı, (c) 2 numaralı, (d) 3 numaralı, (e) 4 numaralı, (f) 5 numaralı bölgenin alan EDS sonucu.





Şekil 5.27 MAO ile kaplanmış Al-16Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü ve kaplamanın alan EDS sonuçları: (a) Kesit SEM Görüntüsü, (b) 1 numaralı, (c) 2 numaralı, (d) 3 numaralı, (e) 4 numaralı bölgenin alan EDS sonucu.

Alandan yapılan SEM-EDS'nin yanı sıra farklı silisyum içeriğinde hazırlanan Al-Si ikili alaşımlarının ve saf Al'nin üzerinde oluşturulan kaplamaların tamamının kesit mikroyapı görüntülerinden, belirli bir çizgi boyunca elementel profil haritaları çıkarılmıştır.

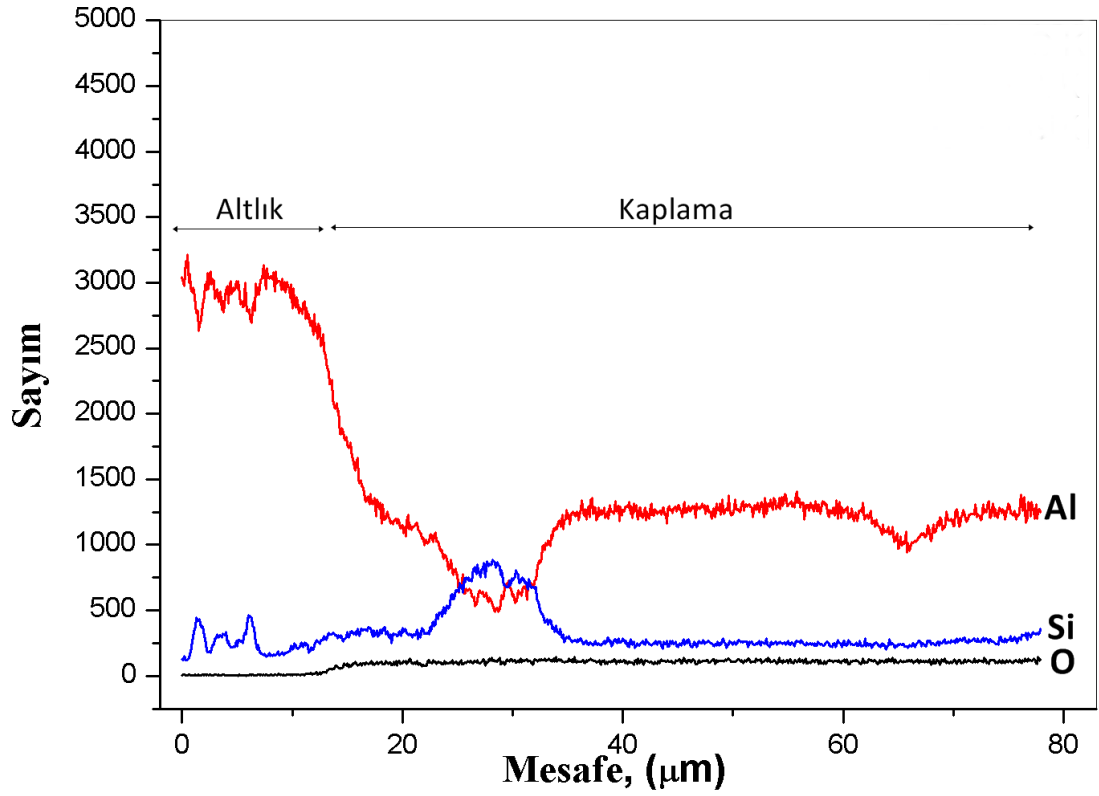
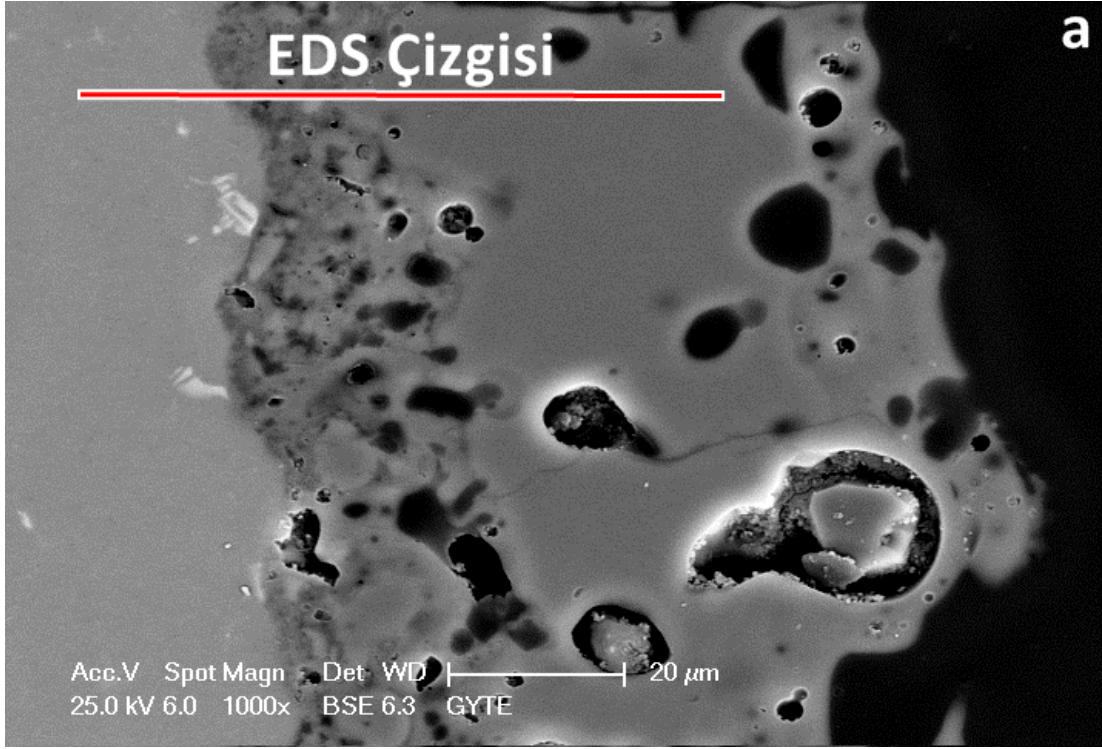


Şekil 5.28 MAO ile kaplanmış saf alüminyuma ait çizgi SEM - EDS sonucu.

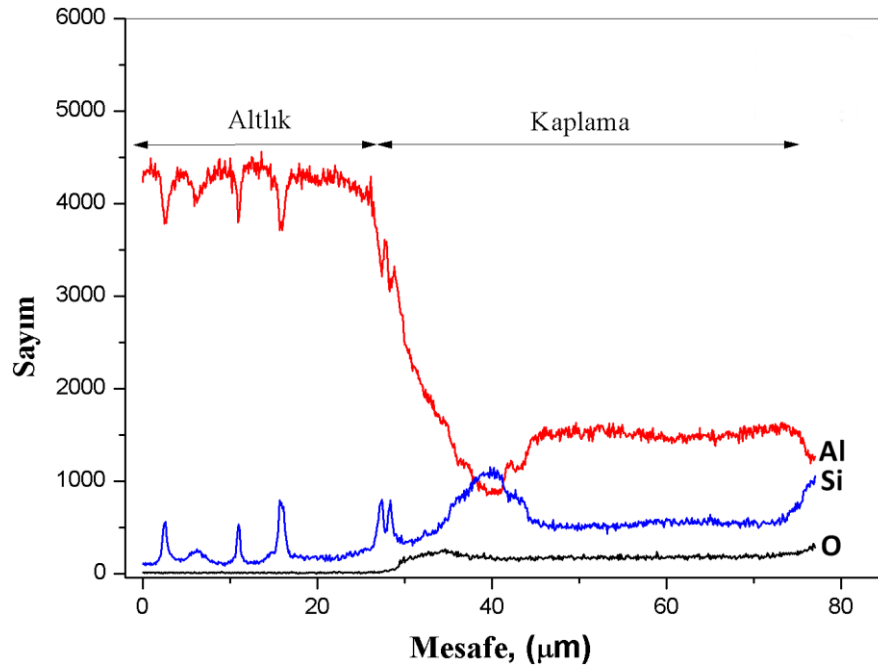
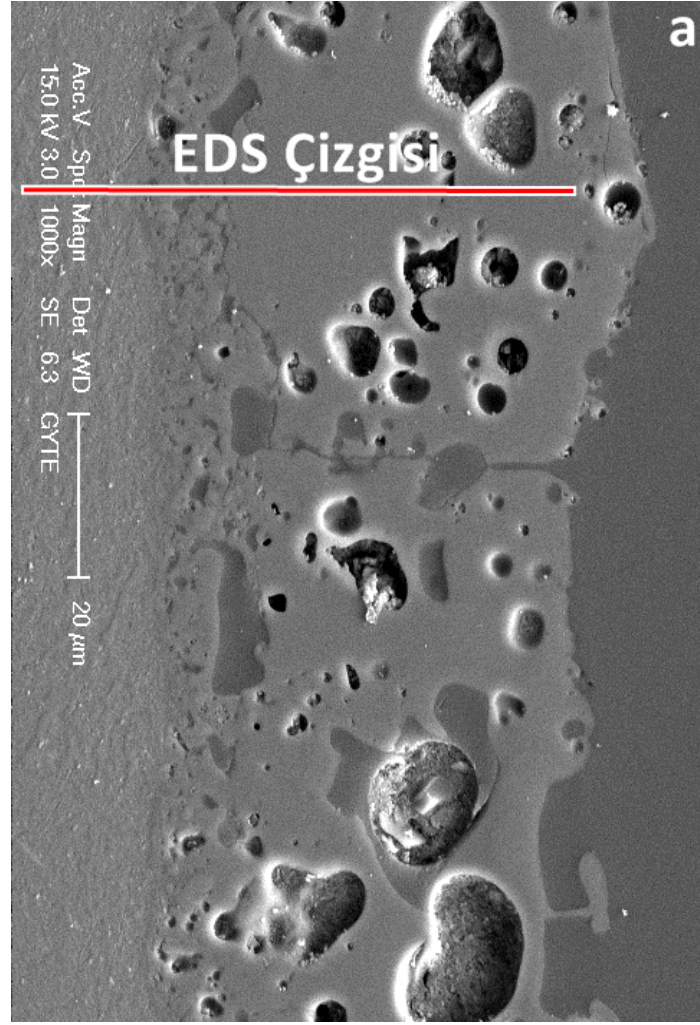
Şekil 5.28, saf alüminyuma; Şekil 5.29, Al-8Si ikili alaşımına; Şekil 5.30 ise Al-16Si ikili alaşımına ait kesitten yapılan çizgi SEM-EDS sonuçlarını göstermektedir. Şekil 5.28 incelendiğinde, altlık malzemede silisyum ve oksijene neredeyse hiç rastlanılmamaktadır. Ancak kaplamanın oluşması ile birlikte kaplamanın dış kısmına doğru Si içeriğinde belirgin bir artış olmuştur. O ise kaplama içerisinde altlık malzemeye göre artmış ancak aynı seviyede seyretmiştir. Al, altlık içerisinde çok yüksek miktarda iken, kaplamanın içerisinde azalmıştır.

Şekil 5.29'da alaşımın altlık kısmında Al miktarı fazla iken Si miktarı daha azdır. Kaplamaya doğru ise ara yüzeyde Si miktarı Al miktarından göreceli olarak daha fazladır. Kaplamanın dış kısmına kadar Al, Si'den fazla olup, dış kısmında Si artma, Al ise azalma eğilimi göstermiştir.

Şekil 5.30'da altlık malzemede Al daha baskın iken, ara yüzeyde Si, Al'den daha fazla miktarda ölçülmüştür. Kaplama içerisinde Al miktarı yeniden artarken, kaplamanın en dış kısmında Si miktarı göreceli olarak Al miktarına yakındır.



Şekil 5.29 MAO ile kaplanmış Al-8Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü ve çizgi EDS sonucu: (a) kesit SEM görüntüsü, (b) çizgi EDS sonucu.



Şekil 5.30 MAO ile kaplanmış Al-16 Si alaşımına ait kesit SEM görüntüsü ve çizgi EDS sonucu: (a) kesit SEM görüntüsü, (b) çizgi EDS sonucu.

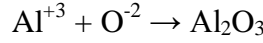
6. TARTIŞMA

Bu çalışmada öncelikle atomik olarak %1, 2, 4, 8, 12, 16, 32 oranlarında Si içeren Al-Si ikili alaşımları hazırlanmıştır. Bu alaşımlar, saf alüminyum ile birlikte 120 dakika süre ile MAO yöntemiyle kaplanmıştır.

XRD sonuçlarında kaplanan tüm numunelerde müllit ve κ -Al₂O₃ fazlarının oluştuğu belirlenmiştir. Kaplamanın yarısının aşındırılması ile yapılan XRD analizlerinde ise bu fazların yanı sıra α -Al₂O₃'ün, saf Al ile Al-1Si ve Al-2Si alaşımlarında oluştuğu tespit edilmiştir. Bu sonuç, alüminyum alaşımlarının MAO yöntemi ile yapılan kaplamalarında, kaplamanın altlık - kaplama arayüzeyine yakın, yoğun bölgelerinin α -Al₂O₃ fazı içerdiğini vurgulayan diğer çalışmalar ile örtüşmektedir [27, 57, 70-72]. Alaşımdaki Si miktarına bağlı olmak üzere, kaplama-altlık arayüzeyi boyunca ya da arayüzeyin çeşitli bölgelerinde dağınık halde çökeltiler gözlenmektedir. Literatürde işaret edildiği üzere, kaplama - altlık arayüzeyine yakın, yoğun bölgede kaplama boyunca ya da bölgesel olarak gözlenen bu çökeltiler, α -Al₂O₃ olduğu anlaşılmaktadır. Bu doğrultuda daha önce yapılmış bir çalışmada da kaplamadaki bu çökeltilerin α -Al₂O₃ olduğuna işaret edilmiştir [60]. Kaplamanın oluşmasıyla birlikte yapıda ilk olarak γ -Al₂O₃ fazı oluşmaktadır. Kaplama kalınlığının artması ile birlikte kaplamanın iç bölgesi ile dış bölgesi birbirinden farklı hızlarda soğur. Kaplamanın dış kısmı sürekli olarak oda sıcaklığındaki çözelti ile temas halinde olduğu için, kaplamanın iç kısmına göre daha hızlı soğur. Kaplamanın altlığa yakın yerlerindeki γ -Al₂O₃ fazının yavaş soğuması nedeniyle faz dönüşümü gerçekleşmekte ve α -Al₂O₃'e dönüşmektedir. Kaplama kalınlığının ince olması durumunda kaplamanın iç bölgesi ile dış bölgesi arasında soğuma farkı fazla oluşmayacağı için α -Al₂O₃'e dönüşüm gerçekleşmemektedir. Saf Al, Al-1Si, Al-2Si ve Al-4Si numuneleri, hem yüzeyden XRD analizine tabi tutulmuş hem de yüzeyden kaplama kalınlığının yarısı kadar aşındırıldıktan sonra XRD yapılmıştır. Aşındırma öncesi yüzeyden alınan XRD sonuçlarında Al-2Si alaşımında α -Al₂O₃ fazı gözlenmezken, aşındırıldıktan sonra yapılan XRD analizinde α -Al₂O₃ fazı tespit edilmiştir. Öte yandan saf Al ve Al-1Si alaşımlarında ise aşındırma yapıldıktan sonra tespit edilen α -Al₂O₃ sinyal şiddeti, aşındırma öncesine göre artmıştır. Al-4Si alaşımında ise ne kazıma öncesinde ne de kazıma sonrasında α -Al₂O₃ sinyali tespit edilebilmiştir. Ayrıca XRD paternleri α -Al₂O₃ fazının varlığının Si miktarı arttıkça azaldığını göstermektedir. Saf Al'de en

yüksek miktarda gözlenen pik şiddeti, Al-2Si alaşımında zayıflamış, Al-4Si alaşımı ve sonraki alaşımlarda tamamen sönümlenmiştir (Şekil 5.5). Alaşıma eklenen Si miktarı arttıkça, α -Al₂O₃ oluşumu önce azalmış ve daha fazla ilave edilen Si miktarı ile α -Al₂O₃ oluşumu engellenmiştir. Bunun nedeninin kaplama kalınlığının azalması olduğu kadar, altlık malzemedeki silisyumun artmasına bağlı olarak, altlıktan kaplamanın geçiş bölgesine silisyumun transferi olduğu da düşünülmektedir. Öte yandan, α -Al₂O₃ fazını oluşturacak olan alüminyumun, alaşım içerisindeki silisyum içeriğinin artmasına bağlı olarak silisyum ile etkileşiminin artması sonucu, alüminyum, α -Al₂O₃'ü oluşturacak yeterli saflığını kaybetmekte ve yapıda α -Al₂O₃ oluşumu azalmakta veya tamamen durmaktadır.

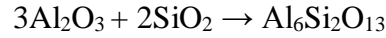
Kaplama oluşumu sırasında alüminyum oksitlenerek, Al₂O₃'ü oluşturur.



Elektrolitik çözeltideki SiO₃, SiO₂'ye dönüşür.



Al₂O₃ ile SiO₂'nin bileşimi sonucu müllit oluşur.



Al-Si altlık malzeme üzerindeki kaplamada oluşan SiO₂'nin amorf olduğu düşünülmektedir. Zira, XRD analizleri sonucu bu faz veya Si_xO_y benzeri bir faz tespit edilememiştir. Ancak, kaplama yüzeyinde görülen camsı karakterli yapının varlığı, Si_xO_y yapısının amorf olduğu için XRD ile tespit edilemediği fikrini vermektedir. Zaten, XRD paternlerindeki kambur bölgeler, kaplamalarda amorf fazların olduğunu işaret etmektedir. Ayrıca, SEM fotoğraflarında görülen amorf olduğu düşünülen camsı yapıdaki bölgelerden yapılan EDS analizinde bu bölgelerin silisyum içeriği bakımından zengin olduğu tespit edilmiştir. Kaplamanın yarısı aşındırıldıktan sonra yapılan XRD analizinde ise kambur bölgeler ortadan kalkmıştır. Bu da amorf fazların, kaplamanın dış kısmında yoğunlaştığını göstermektedir.

Kaplama işleminin ardından, kesitten alınan SEM fotoğraflarında, kaplama kalınlığının alaşım içerisindeki Si miktarının artmasına bağlı olarak azaldığı tespit edilmiştir (Şekil 5.15 - 5.24). MAO kaplamalarda kaplama oluşum mekanizmasını şu şekilde açıklamak mümkündür: Proses esnasında elektriksel boşalmalar meydana gelmekte ve bu da deşarj kanalı adı verilen mikro boyutlarda kanallar

oluşturmaktadır. Deşarj kanallarında, yüzeye ve çözültiden kaplama içerisine malzeme taşınır. Deşarj kanallarında sıcaklık 10^3 - 10^4 K, basınç ise 10^2 - 10^3 MPa'ya kadar çıkar. Deşarj kanallarında meydana gelen türbülans sayesinde, ergimiş oksit metal yüzeye taşınır [35].Deşarj kanalları, iletkenliğin düşük olduğu bölgelerdeki dielektrik kararlılığın kaybedilmesi sonucunda oksit tabakanın içinde oluşur. Yüzeyde oluşan kıvılcımlardan meydana gelen yüksek sıcaklıktan dolayı altlık metal veya alaşım ergiyerek deşarj kanlının içerisine girerek oksitlenir. Oksit metal deşarj kanalından dışarı itilerek, çözülti ile karşılaşır. Yüksek sıcaklıktaki ergiyük oksit, metalin, soğuk çözülti ile karşılaşması sonucunda kaplama meydana gelir. Kaplama kalınlığı, yüksek Si miktarından dolayı Si'nin daha düşük hızda buharlaşması sonucunda gözeneklilik yapısı ile de ilişkilendirilebilir. Yapılan bir çalışmada farklı alaşım elementleri içeren alüminyum alaşımlarından hazırlanmış altlık malzemeler üzerinde MAO ile kaplamalar oluşturulmuş ve alaşım elementinin artışına bağlı olarak kaplama kalınlığında doğrusal bir artış olduğu, sadece Al-Si alaşımında alaşımdaki Si miktarının artmasıyla kaplama kalınlığının azaldığı rapor edilmiştir [7]. Ancak bu kaplama kalınlığı değişimini müstakil olarak alaşım elementiyle ilişkilendirmek zordur. Çünkü söz konusu çalışmada altlık malzeme, silisyumun yanında diğer alaşım elementlerini de içermektedir. Alaşım elementinin kaplama kalınlığına müstakil etkisini tespit etmek üzere yapılan bir çalışmada, farklı miktarlarda Zn içeren Al-Zn ikili alaşımları hazırlanmış ve alaşımlar 120 dakika süre ile MAO yöntemiyle kaplanmıştır. Çalışma sonucunda Zn'nin kaplama kalınlığını artırıcı yönde etki ettiği vurgulanmıştır [60]. Benzer amaçla yapılmış başka bir çalışmada Mg'nin etkisi incelenmiş ve değişen oranlarda Mg içeren Al-Mg ikili alaşımları MAO yöntemi ile kaplanmıştır. Çalışmada Mg'nin kaplama kalınlığını artırıcı yönde etki ettiği belirtilmiştir [11]. Dolayısıyla her alaşım elementinin kaplama kalınlığı açısından aynı etkiye sahip olduğu söylenemez. Kaplama kalınlığının düşmesi, alaşım elementi olarak silisyuma has bir özellik olabilir. Ancak, daha önce de belirtildiği gibi, alaşım içerisine eklenen Si miktarıyla birlikte, alaşımların SEM görüntülerinde camsı yapılara rastlanmıştır. Proses sırasında numune üzerine ark çarptığında bu camsı yapının kırılıp döküldüğü ve kaplamanın yeniden oluştuğu düşünülmektedir. Kaplamada sürekli olarak yaşanan dökülüp, yeniden oluşma döngüsü sonucunda, yüksek Si içeren alaşımlar üzerinde, düşük Si içeren alaşımlara göre daha az kaplama oluşmuştur. Öte yandan silisyumun, alüminyuma göre afnetisinin düşük olması ve oksitlenebilirliğinin daha az olması,

alaşımdaki silisyumun artmasına bağlı olarak kaplama kalınlığının azalmasına neden olmuştur.

MAO yöntemi ile yapılan kaplamalarda, kaplama sonrasında yüzey pürüzlülüğü, kaplama öncesine göre artma eğilimindedir. Malzemenin yüzeye taşınması, kaplama öncesine göre yüzey pürüzlülüğünü artırır. Yapılan çalışmada alaşım içerisindeki Si miktarı arttıkça kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün azaldığı tespit edilmiştir (Şekil 5.1). Yüzey pürüzlülüğü kaplama kalınlığı ile ilişkilendirilebilir. Kaplama kalınlığının artması ile birlikte mikro-sparklar şiddetlenir. Bunun sonucunda da kaplama üzerine şiddetle çarpan mikro-sparklar kaplamada hem gözenekliliğe hem de daha pürüzlü bir yüzeye yol açar [71]. Al-Si ikili sisteminde, kaplama kalınlığı alaşım içerisindeki Si miktarının artmasına bağlı olarak azalmıştır. Bununla birlikte kaplama sırasında yüzeyde oluşan mikro-sparklar şiddetini yitirmiş ve daha az pürüzlü bir yapı meydana gelmiştir. Alaşımdaki silisyumun artmasına bağlı olarak yüzeye sıvanmış haldeki ergimiş yapının artması sonucunda da yüzey pürüzlülüğü azalmaktadır.

Kaplama sırasında numune üzerine ark çarptığında bu camsı yapının kırılıp döküldüğü ve kaplamanın yeniden oluştuğu düşünülmektedir. Kaplamada sürekli olarak yaşanan dökülüp, yeniden oluşma döngüsü sonucunda, yüksek Si içeren alaşımlar üzerinde, düşük Si içeren alaşımlara göre daha az kaplama oluşmuştur. Bu camsı yapının, yüzey pürüzlülüğünü değiştirici etki yaptığı kaplamanın kesitten alınan SEM fotoğraflarında görülmektedir. Silisyum ilavesi, oluşan kaplamanın giderek gözenekli bir hal almasını sağlamıştır. Kaplamalarda çatlaklar gözlenmiştir. Bu çatlakların, âni olarak ısınmış kaplamanın, soğuk çözelti ile temas etmesi sonucunda oluştuğu düşünülmektedir.

Yüzeyden alınan SEM fotoğraflarında saf alüminyuma katkılanırılan silisyum miktarındaki değişimin kaplamanın yüzey morfolojisine etkisi incelenmiştir. Yüzey fotoğraflarında, düşük Si içerikli alaşımlardaki kaplamaların, yüksek Si içerikli alaşımlardaki kaplamalara göre daha pürüzlü olduğu görülmektedir (Şekil 5.7 - 5.13). MAO prosesinde ergimiş metal, çözüldükteki anyonik bileşikler ile reaksiyona girerek kaplamayı oluşturmaya başlar. Kaplama kalınlığı arttıkça yüzeyde oluşan kıvılcımların şiddeti artar ve yüzey daha pürüzlü bir hal almaya başlar. Saf alüminyuma ilave edilen silisyum, kaplama kalınlığını azaltıcı etkide bulunmuştur.

Kaplama kalınlıđının azalmasıyla birlikte proses sırasında yzeyde meydana gelen kıvılcım Őiddeti azalmıŐ, bununla birlikte de yzeye taŐıman madde miktarı azalmıŐ ve yzey daha pürüzsüz bir hal almıŐtır. Yzey pürüzlülüđünün azalmasına etki eden bir faktör de yzeyde biriken camsı yapının miktarının artmasıdır. Camsı yapı, çözelti ierisindeki SiO_3 iyonlarının kaplamanın i kısımlarına ilerleyememesi sonucunda, ergimiŐ metalle yzeyde temas etmesi suretiyle oluŐur. Bu yapının amorf olduđu literatürde raporlanmıŐtır [6]. Yzeyden alınan SEM görüntülerinde gözlenen atlakların nedeni de bu sıradaki ani sođuma neticesinde meydana gelen gerilmelerdir.

MAO yöntemi ile oluŐturulan kaplamaların kesitten yapılan izgi EDS analiz sonuçları, tüm kaplamalarda benzerdir. Kaplamanın ara yzey bölgesinde Si miktarı Al miktarından daha fazla tespit edilmiŐtir. Kaplama büyümesi ift taraflı olduđu iin, altlıkta silisyumun artmasına bađlı olarak, altlık malzemeden, kaplamaya silisyum transferleri olacaktır. Bu transfer sonucunda kaplamanın arayzeye yakın kısımlarında Si miktarında artış olduđu düşünölmektedir. Ayrıca silisyumca zengin arayzey incelendiđinde, bu bölgelerin oldukça gözenekli olduđu görölmektedir. Çözelti ierisindeki SiO_3 iyonlarının bu gözenekli bölgelere kadar taŐınıp, burada hapsolması sonucunda da, bu bölgede Si miktarını artırdıđı düşünölmektedir. Kaplamanın i kesimlerinde ise Al, Si'ye göre daha fazladır. Kaplamanın yzeye yakın dıŐ kısmında Si yeniden artma eđilimi, Al azalma eđilimi göstermiŐtir. Kaplamanın dıŐ kısmında, silisyum miktarı artışının elektrolitik çözülden kaynaklandıđı ve çözüldeki SiO_3 iyonlarının, kaplamadaki gözeneklilikten dolayı, kaplamanın ierisine girerek hapsoldüđü düşünölmektedir. Kesitten yapılan alan EDS sonuçlarında ise kaplamanın dıŐ kısmında yoğun bir Őekilde tespit edilen Si, kaplamanın i kısımlarında etkisini kaybetmiŐtir. Al-16Si alaŐımında oluŐturulan kaplamanın en dıŐ kısmından alınan alan EDS sonucunda, Si miktarının Al miktarından daha fazla olduđu göze arpmaktadır. Bu sonuç kesitten yapılan izgi EDS analizi sonucuyla da teyit edilmiŐtir. AlaŐımdaki Si miktarının fazlalıđının yanı sıra, çözülden gelen SiO_3 iyonlarının kaplamanın gözenekli dıŐ bölgelerine girmiŐ olmasından dolayı bu bölgelerde silisyum ieriđi fazladır. Öte yandan SEM-EDS sonuçları XRD analizleri ile iliŐkilendirildiđinde, XRD grafiklerindeki kambur bölgelerin, EDS analizlerinde tespit edilen silisyumca zengin amorf bölgeleri iŐaret ettiđini söylemek mümkündür. Kaplamanın dıŐ kısmından ieriye dođru yapılan

SEM-EDS analizinde kaplamanın dış bölgelerinde çokça gözlenen silisyum elementinin kaplamanın iç bölgelerinde azaldığı tespit edilmiştir. Oksijen elementinin de benzer bir karakter sergilediği, kaplamanın dış kısmından iç kısmına doğru görece azaldığı görülmektedir. Bu sonuçlar, XRD analizleri neticesinde kaplamada amorf olduğu belirlenen fazın ve SEM fotoğraflarında gözlenen camsı bölgelerin SiO_2 veya Si_xO_y benzeri bir yapının olduğunu ortaya koymaktadır.

7. GENEL SONUÇLAR

1. Saf alüminyum içerisine alaşımlandırılan silisyum miktarındaki artış, kaplama kalınlığını azaltır. Saf alüminyumun 120 dakika süre ile MAO yöntemi ile kaplanması sonucu oluşturulan kaplamanın kalınlığı 98,4 μm iken, Al-32Si alaşımında kaplama kalınlığı 41,90 μm 'dir.
2. Alüminyum içerisine katkılandırılan silisyum miktarı arttıkça, yüzey pürüzlülüğü değerleri de sistematik olarak azalmaktadır. Saf Alüminyumun yüzey pürüzlülüğü 9,31 μm olarak ölçülürken, Al-32Si alaşımında bu değer 6,06 μm 'dir.
3. XRD sonuçlarında tüm kaplamalarda müllit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) ve $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazları gözlenmiştir. Bununla beraber $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazı sadece saf alüminyum ile Al-1Si ve Al-2Si alaşımlarında gözlenmiştir.
4. En yoğun kaplama saf alüminyumda gözlenmiştir. Alaşım içerisindeki Si içeriğinin artmasıyla birlikte, kaplama daha gözenekli bir hal almıştır.
5. Kaplama boyunca alınan çizgisel EDS sonuçlarına göre, oksijenin kaplama boyunca elementel profilinin değişmediği, silisyumun kaplama arayüzeyinde ve kaplamanın dış bölgelerinde yüksek miktarda olduğu tespit edilmiştir. Kaplamanın iç bölgelerinde ise alüminyum miktarı silisyum miktarından daha fazladır.

KAYNAKLAR

1. L. I. Gruss, W.M., *Anodic spark reaction products in aluminate, tungstate, and silicate solutions*. Electrochemical Technology, 1963. **9/10**: p. 283–287.
2. W. McNeil, L.L.G., *Anodic film growth by anion deposition in aluminate, tungstate, and phosphate solutions*. Journal of Electrochemical Society, 1963. **8**: p. 853–855.
3. W. McNeil, G.A.M., B. N. Pishchevitskii, *New phenomenon in electrolysis*. Sib. Otd. Akad. Nauk SSSR. Ser. Khim. Nauk, 1977. **5**: p. 32-33.
4. G. A. Markov, O.P.T., E. K. Shulepko, *Microarc and Arc Methods of Applying Protective Coatings*, in *Proc. Symposium 1985: Moscow*. p. 54–64.
5. Krishna, L.R., A.S. Purnima, and G. Sundararajan, *A comparative study of tribological behavior of microarc oxidation and hard-anodized coatings*. Wear, 2006. **261**(10): p. 1095-1101.
6. Monfort, F., et al., *Development of anodic coatings on aluminium under sparking conditions in silicate electrolyte*. Corrosion Science, 2007. **49**(2): p. 672-693.
7. Krishna, L.R., et al., *Kinetics and properties of micro arc oxidation coatings deposited on commercial Al alloys*. Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science, 2007. **38A**(2): p. 370-378.
8. Wu, H.H., et al., *Characterization of microarc oxidation process on aluminium alloy*. Chinese Physics Letters, 2003. **20**(10): p. 1815-1818.
9. Wu, X.H., et al., *Influences of Current Density on Tribological Characteristics of Ceramic Coatings on ZK60 Mg Alloy by Plasma Electrolytic Oxidation*. Acs Applied Materials & Interfaces, 2010. **2**(3): p. 808-812.
10. Nie, X., et al., *Thickness effects on the mechanical properties of micro-arc discharge oxide coatings on aluminium alloys*. Surface & Coatings Technology, 1999. **116**: p. 1055-1060.

11. Tarakci, M., *Plasma electrolytic oxidation coating of synthetic Al-Mg binary alloys*. *Materials Characterization*, 2011. **62**(12): p. 1214-1221.
12. Wang, L., et al., *Effect of potassium fluoride on structure and corrosion resistance of plasma electrolytic oxidation films formed on AZ31 magnesium alloy*. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009. **480**(2): p. 469-474.
13. Ni, J.H., et al., *Preparation of hydroxyapatite-containing titania coating on titanium substrate by micro-arc oxidation*. *Materials Research Bulletin*, 2008. **43**(1): p. 45-53.
14. Huang, P., et al., *Mechanical properties of titania prepared by plasma electrolytic oxidation at different voltages*. *Surface & Coatings Technology*, 2007. **201**(9-11): p. 5168-5171.
15. Zhang, Y., et al., *Calcium and titanium release in simulated body fluid from plasma electrolytically oxidized titanium*. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*, 2010. **21**(1): p. 81-88.
16. Zhang, P., X. Nie, and D.O. Northwood, *Influence of coating thickness on the galvanic corrosion properties of Mg oxide in an engine coolant*. *Surface & Coatings Technology*, 2009. **203**(20-21): p. 3271-3277.
17. Sundararajan, G. and L.R. Krishna, *Mechanisms underlying the formation of thick alumina coatings through the MAO coating technology*. *Surface & Coatings Technology*, 2003. **167**(2-3): p. 269-277.
18. Lv, G.H., et al., *Characteristic of ceramic coatings on aluminum by plasma electrolytic oxidation in silicate and phosphate electrolyte*. *Applied Surface Science*, 2006. **253**(5): p. 2947-2952.
19. Zhang, R.F. and S.F. Zhang, *Formation of micro-arc oxidation coatings on AZ91HP magnesium alloys*. *Corrosion Science*, 2009. **51**(12): p. 2820-2825.
20. Deschamps, A., Dumont, D., Brechet, Y., Sigli, C., Dubost, B. , *Process modeling of age-hardening aluminum alloys: from microstructure evolution to mechanical and fracture properties*, in *ASM International, Materials Park*. 2001. p. 298-305.

21. Durmuş, S., Akgün, S., Şahin, S. , *Çökelme Sertleştirilmesi Uygulanmış AA 7012 Alüminyum Alaşımlarında Sertliğin Mikroyapı ile Değişiminin İncelenmesi*, in *5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu (IATS'09)*2009: Karabük.
22. The Aluminium Association, I., *Aluminium Alloy, Selection and Applications*, in *The Aluminium Association, Inc.* 1998.
23. Günyüz, M., *Titanyum ve Alaşımlarının Mikro Ark Yöntemiyle Kaplanması*, 2007, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü: İstanbul.
24. Gnedenkov, S.V., et al., *Composition and adhesion of protective coatings on aluminum*. *Surface & Coatings Technology*, 2001. **145**(1-3): p. 146-151.
25. Sun, X.T., et al., *Composition and mechanical properties of hard ceramic coating containing alpha-Al₂O₃ produced by microarc oxidation on Ti-6Al-4V alloy*. *Thin Solid Films*, 2005. **471**(1-2): p. 194-199.
26. Malayoğlu, U., Çakmak, E., *Plazma Elektrolitik Oksitlenme Yöntemiyle Hafif Metallerin Kaplanması*, in *Mühendis ve Makine*2008. p. 3-9.
27. Yerokhin, A.L., et al., *Plasma electrolysis for surface engineering*. *Surface & Coatings Technology*, 1999. **122**(2-3): p. 73-93.
28. Yerokhin, L., et al., *Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminium*. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 2003. **36**(17): p. 2110-2120.
29. Matykina, E., et al., *Investigation of the growth processes of coatings formed by AC plasma electrolytic oxidation of aluminium*. *Electrochimica Acta*, 2009. **54**(27): p. 6767-6778.
30. Curran, J.A. and T.W. Clyne, *Porosity in plasma electrolytic oxide coatings*. *Acta Materialia*, 2006. **54**(7): p. 1985-1993.
31. Markov, G.A., V.V. Tatarchuk, and M.K. Mironova, *Microarc Oxidation of Aluminum in the Concentrated Sulfuric-Acid*. *Izvestiya Sibirskogo Otdeleniya Akademii Nauk Sssr Seriya Khimicheskikh Nauk*, 1983(3): p. 34-37.

32. Tian, J., et al., *Structure and antiwear behavior of micro-arc oxidized coatings on aluminum alloy*. Surface & Coatings Technology, 2002. **154**(1): p. 1-7.
33. Krysmann, W., et al., *Process Characteristics and Parameters of Anodic-Oxidation by Spark Discharge (Anof)*. Crystal Research and Technology, 1984. **19**(7): p. 973-979.
34. Albella, J.M., I. Montero, and J.M. Martinezduart, *A Theory of Avalanche Breakdown during Anodic-Oxidation*. Electrochimica Acta, 1987. **32**(2): p. 255-258.
35. Hussein, R.O., et al., *Spectroscopic study of electrolytic plasma and discharging behaviour during the plasma electrolytic oxidation (PEO) process*. Journal of Physics D-Applied Physics, 2010. **43**(10).
36. Hussein, R.O., X. Nie, and D.O. Northwood, *Influence of process parameters on electrolytic plasma discharging behaviour and aluminum oxide coating microstructure*. Surface & Coatings Technology, 2010. **205**(6): p. 1659-1667.
37. Hussein, R., D.O. Northwood, and X. Nie, *Coating growth behavior during the plasma electrolytic oxidation process*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 2010. **28**(4): p. 766-773.
38. Dunleavy, C.S., et al., *Characterisation of discharge events during plasma electrolytic oxidation*. Surface & Coatings Technology, 2009. **203**(22): p. 3410-3419.
39. Kalkancı Başak, N.H., *Plazma Elektrolitik Oksidasyon Teknolojisi Uygulanan 6082 Alüminyum Alaşımının Özelliklerinin Araştırılması*, 2008, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü: Sakarya.
40. Yerokhin, A.L., et al., *Spatial characteristics of discharge phenomena in plasma electrolytic oxidation of aluminium alloy*. Surface & Coatings Technology, 2004. **177**: p. 779-783.

41. Miney, P.G., et al., *Growth and characterization of a porous aluminum oxide film formed on an electrically insulating support*. *Electrochemical and Solid State Letters*, 2003. **6**(10): p. B42-B45.
42. Alcala, G., et al., *Mechanical properties of amorphous anodic alumina and tantala films using nanoindentation*. *Nanotechnology*, 2002. **13**(4): p. 451-455.
43. Naugil'nykh K. A., R., N. A., *Electrical Discharges in Water (Electricheskie Razrjady v vode)*, in Russian. 1971: Moscow.
44. Yerokhin, A.L., et al., *Characterisation of oxide films produced by plasma electrolytic oxidation of a Ti-6Al-4V alloy*. *Surface & Coatings Technology*, 2000. **130**(2-3): p. 195-206.
45. Snezhko, L.A., Tchernenko, V.I., *Elektron Obrabot. Materialov*. 1983. p. 25.
46. Slonova, A.I., et al., *Aspects of the Formation of Microarc Coatings*. *Soviet Electrochemistry*, 1992. **28**(9): p. 1045-1049.
47. Rudnev, V.S. and P.S. Gordienko, *Relationship of Coating Thickness to Microarc Oxide Coating Potential*. *Protection of Metals*, 1993. **29**(2): p. 244-247.
48. Timoshenko, A.V., et al., *The Effect of Silicates in Sodium-Hydroxide Solution on the Structure of Oxide Coatings Deposited on a D16t Alloy by Microarc Oxidation*. *Protection of Metals*, 1994. **30**(2): p. 149-153.
49. Fukuda, T., Kakuhari, T., *New Surface Treatment Technology for Light Metals-Keronite*. *Journal of the Surface Finishing Society of Japan*, 2007. **58**: p. 357.
50. Xue, W.B., et al., *Effect of microarc discharge surface treatment on the tensile properties of Al-Cu-Mg alloy*. *Materials Letters*, 2002. **56**(5): p. 737-743.
51. Krishna, L.R., K.R.C. Somaraju, and G. Sundararajan, *The tribological performance of ultra-hard ceramic composite coatings obtained through microarc oxidation*. *Surface & Coatings Technology*, 2003. **163**: p. 484-490.

52. Wei, T.B., F.Y. Yan, and J. Tian, *Characterization and wear- and corrosion-resistance of microarc oxidation ceramic coatings on aluminum alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 2005. **389**(1-2): p. 169-176.
53. Xin, S.G., et al., *Composition and thermal properties of the coating containing mullite and alumina*. Materials Chemistry and Physics, 2006. **97**(1): p. 132-136.
54. Nie, X., et al., *Abrasive wear/corrosion properties and TEM analysis of Al₂O₃ coatings fabricated using plasma electrolysis*. Surface & Coatings Technology, 2002. **149**(2-3): p. 245-251.
55. Bayramoğlu, S., *AZ31 Magnezyum Alaşımının Mikro Ark Oksidasyon Yöntemiyle Yüzey Kaplanması*, 2010, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü: Gebze, Kocaeli.
56. Kurze, P., *Ceramic coatings on light metals by plasmachemical treatment*. Materialwissenschaft Und Werkstofftechnik, 1998. **29**(2): p. 85-89.
57. Oh, Y.J., J.I. Mun, and J.H. Kim, *Effects of alloying elements on microstructure and protective properties of Al₂O₃ coatings formed on aluminum alloy substrates by plasma electrolysis*. Surface & Coatings Technology, 2009. **204**(1-2): p. 141-148.
58. Liu, Y.H., et al., *Effect of magnesium in aluminum alloys on characteristics of microarc oxidation coatings*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2006. **16**: p. S1624-S1629.
59. Tillous, K., et al., *Microstructure and phase composition of microarc oxidation surface layers formed on aluminium and its alloys 2214-T6 and 7050-T74*. Surface & Coatings Technology, 2009. **203**(19): p. 2969-2973.
60. Gencer, Y. and A.E. Gulec, *The effect of Zn on the microarc oxidation coating behavior of synthetic Al-Zn binary alloys*. Journal of Alloys and Compounds, 2012. **525**: p. 159-165.

61. Xu, F.T., Y. Xia, and G. Li, *The mechanism of PEO process on Al-Si alloys with the bulk primary silicon*. Applied Surface Science, 2009. **255**(23): p. 9531-9538.
62. He, J., et al., *Influence of silicon on growth process of plasma electrolytic oxidation coating on Al-Si alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 2009. **471**(1-2): p. 395-399.
63. Sabatini, G., et al., *Improving sliding and abrasive wear behaviour of cast A356 and wrought AA7075 aluminium alloys by plasma electrolytic oxidation*. Materials & Design, 2010. **31**(2): p. 816-828.
64. Hwang, I.J., et al., *Formation of uniform passive oxide layers on high Si content Al alloy by plasma electrolytic oxidation*. Journal of Alloys and Compounds, 2010. **504**: p. S527-S530.
65. Wang, L. and X. Nie, *Silicon effects on formation of EPO oxide coatings on aluminum alloys*. Thin Solid Films, 2006. **494**(1-2): p. 211-218.
66. Xue, W.B., et al., *Preparation of anti-corrosion films by microarc oxidation on an Al-Si alloy*. Applied Surface Science, 2007. **253**(14): p. 6118-6124.
67. Xue, W.B., et al., *Analyses of microarc oxidation coatings formed on silicon-containing cast aluminum alloy in silicate solution*. Isij International, 2002. **42**(11): p. 1273-1277.
68. Cengiz, S., *Saf Zirkonyumun Mikroark Oksidasyon Tekniği ile Kaplanması*, 2011, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı: Gebze, Kocaeli.
69. Stachowiak, G.W., Batchelor, A. W, *Engineering Tribology*. 2005.
70. Gu, W.C., et al., *Characterisation of ceramic coatings produced by plasma electrolytic oxidation of aluminum alloy*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2007. **447**(1-2): p. 158-162.
71. Xue, W.B., et al., *Growth regularity of ceramic coatings formed by microarc oxidation on Al-Cu-Mg alloy*. Thin Solid Films, 2000. **372**(1-2): p. 114-117.

72. Barik, R.C., et al., *Corrosion, erosion and erosion-corrosion performance of plasma electrolytic oxidation (PEO) deposited Al₂O₃ coatings*. *Surface & Coatings Technology*, 2005. **199**(2-3): p. 158-167.

ÖZGEÇMİŞ



09.04.1986 tarihinde Isparta'da doğdu. Burdur Anadolu Öğretmen Lisesi'nden mezun olduktan sonra 2005 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'nde lisans eğitimine başladı. 2010 senesinde lisans derecesini aldıktan sonra, aynı yıl Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı'nda yüksek lisans eğitimine başladı. Aynı üniversite ve anabilim dalında doktora eğitimine devam edecek olan Ali Emre

Güleç, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmaktadır. Bugüne kadar yayımlanmış yayınları ve sunulmuş bildirileri aşağıda listelenmiştir:

Uluslararası Hakemli Dergilerde Yayımlanan Makaleler

- Yucel Gencer*, **Ali Emre Gulec**, "*The effect of Zn on the microarc oxidation coating behavior of synthetic Al-Zn binary alloys*" Journal of Alloys and Compounds; 325; 2012; 159–165.

Uluslararası Bilimsel Konferanslarda Sunulan Bildiriler

- Adnan Calik, **Ali Emre Gulec**, Yucel Gencer*, Mehmet Tarakci, "*Boronizing of Synthetic Fe-16MnAlloy*" International Iron and Steel Symposium; 02-04 Nisan 2012; Karabük, Türkiye, Bildiriler Kitabı Cilt 2, Sayfa, 665-672.
- Adnan Calik, Yucel Gencer, Mehmet Tarakci, Kerem Ozgur Gunduz, **Ali Emre Gulec**, "*Boriding of Equiatomic Fe-Mn Binary Alloy*" International Advances in Applied Physics and Materials Science Congress, 26th-29th April 2012; Antalya, Türkiye. (Poster).