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

# AZ31 MAGNEZYUM ALAŞIMININ MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİYLE YÜZEY KAPLANMASI

Selin BAYRAMOĞLU

YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ ve MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

GEBZE
2010

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

# AZ31 MAGNEZYUM ALAŞIMININ MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİYLE YÜZEY KAPLANMASI

Selin BAYRAMOĞLU

YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ ve MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

DANIŞMAN
Doç. Dr. Metin USTA

GEBZE
2010

## YÜKSEK LİSANS TEZİ JÜRİ ONAY SAYFASI

G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 07/06/2010 tarih ve 2010/25 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 21/06/2010 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Selin BAYRAMOĞLU 'nun tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

### JÜRİ

ÜYE
(TEZ DANIŞMANI) : Doç. Dr. Metin USTA

ÜYE : Prof. Dr. Ali ATA

ÜYE : Yrd. Doç. Dr. Mehmet Ali ARSLAN

### ONAY

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

İMZA/MÜHÜR

# ÖZET

**TEZ BAŞLIĞI: AZ31 MAGNEZYUM ALAŞIMININ MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİYLE YÜZEY KAPLANMASI**

**YAZAR ADI: SELİN BAYRAMOĞLU**

Bu çalışmada, magnezyum esaslı AZ31 magnezyum-alüminyum-çinko alaşımı üzerine mikro ark oksidasyon işlemi uygulanarak; $Na_2SiO_3.5H_2O$, KOH ve saf su içeren iki farklı elektrolitik çözeltisi içerisinde yüzey kaplama işlemi yapılmıştır. Mikro ark oksidasyon işlemi; 0,060, 0,085 ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında; 5, 15, 30, 45 ve 60 dakika sürelerinde gerçekleştirilmiştir. Mikro ark oksidasyon işlem parametrelerinin değiştirilmesinin kaplamaya olan etkisi araştırılarak uygulanan farklı akım yoğunlukları, kaplama zamanı ve elektrolit çözeltisinin oluşan oksit tabakasındaki morfolojik ve mekaniksel değişimi incelenmiştir. Mikro ark oksidasyon kaplama kinetiğinin; büyük oranda, uygulanan akım yoğunluğuna ve kaplama süresine bağlı olduğu ve kaplama kalınlığının bu parametrelerin artması ile lineer bir şekilde arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca, artan kaplama kalınlığı ile yüzey pürüzlülüğünün arttığı ve daha ince kaplamaların daha az pürüzlülüğe sahip olduğu sonucuna varılmıştır. Sodyum silikat içeren iki farklı çözeltide de, mikro ark oksidasyon yöntemi ile AZ31 magnezyum alaşımı yüzeyinde oluşturulan fazlar Mg, MgO (Periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (Forsterite) olarak tespit edilmiştir. Artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile kaplamaların altlık metale olan yapışma mukavemetlerinin arttığı gözlemlenmiştir. AZ31 magnezyum alaşımına uygulanan aşınma deneyleri sonucunda ise numunelerin düşük olan aşınma dirençlerinin kaplama işlemi sonrasında önemli miktarda arttığı tespit edilmiştir.

# SUMMARY

**TITLE: SURFACE COATING OF AZ31 MAGNESIUM ALLOY BY MICRO ARC OXIDATION METHOD**

**AUTHOR : SELIN BAYRAMOGLU**

In this study,surface coating process was performed through two different electrolysis solutions; containing $Na_2SiO_3.5H_2O$, KOH and distilled water by micro arc oxidation process applied to the magnesium based AZ31 magnesium-aluminium-zinc alloy. Micro arc oxidation process is carried out at; 0,060, 0,085 and 0,140 A/cm² current density for 5, 15, 30, 45 and 60 minutes. The effect of coating by changing micro arc oxidation process parameters was observed with various current density, coating duration and morphological /mechanical change on oxidized layer. In this thesis, micro arc oxidation coating kinetic depended on the current density and the coating time and coating thickness is linearly increased with these parameters. Furthermore, by the effect of coating thickness, it was determined that the surface roughness. Two different sodium-silicate solutions were determined Mg, MgO (Periclase) and spinel $Mg_2SiO_4$ (Forsterite) phases with the process of micro arc oxiding at AZ31 magnesium alloy surface. Increasing of adhesion resistance throught underlay metal of alloys were observed with increased current density and coating time. Tests of abrasion at AZ31 magnesium alloy showed low resistance of samples had been increased after coating process.

# TEŞEKKÜR

Tez çalışmam boyunca benden yardımlarını ve desteğini esirgemeyen Sayın Hocam Doç. Dr. Metin USTA' ya teşekkür ederim.

Tez çalışmam sırasında bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan Yrd. Doç. Dr. Aytekin POLAT ve Arş. Gör. Salih DURDU' ya teşekkür ederim.

Tez çalışmam için gerekli olan deneysel çalışmalarımda bana yardımcı olan Aysun DEMİRTAŞ, Arş. Gör. Salim Levent AKTUĞ, Uzman Ahmet NAZIM, Uzman Ömer Faruk DENİZ, Âdem ŞEN ve Eyüp AKAGÜNDÜZ' e teşekkür ederim.

İlgi ve desteğini her zaman hissettiğim sevgili eşim Enes BAYRAMOĞLU' na, ve hayatımın her anında yanımda olan, haklarını hiçbir zaman ödeyemeyeceğim aileme çok teşekkür ederim.

Bu tez çalışması 107M476 no' lu TÜBİTAK-MAG projesi tarafından desteklenmiştir.

# İÇİNDEKİLER

**Sayfa**

ÖZET iv

SUMMARY vi

TEŞEKKÜR viii

İÇİNDEKİLER x

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ xii

ŞEKİLLER DİZİNİ xiv

TABLOLAR DİZİNİ xviii

1. GİRİŞ 1

2. GENEL BİLGİLER 3

2.1. Magnezyumun Genel Özellikleri 3

2.2. Magnezyum Alaşımlarının Genel Özellikleri 4

3. MİKRO ARK OKSİDASYON İŞLEMİ 7

3.1. Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Tarihçesi 7

3.2. Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Uygulama Alanları 8

3.3. Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Avantaj ve Dezavantajları 9

3.4. Mikro Ark Oksidasyon Donanımı ve Prosesi 11

3.5. MAO Akım-Voltaj Karakteristikleri 14

3.6. MAO'da Kullanılan Güç Kaynakları 15

3.6.1. Doğru Akım Güç Kaynakları 15

3.6.2. Titreşimli Doğru Akım Güç Kaynakları 16

3.6.3. Dengelenmemiş Alternatif Akım Güç Kaynakları 16

3.7. MAO ile Kaplanabilen Malzemeler 16

4. ÇALIŞMANIN AMACI 19

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR 21

5.1. Deneylerde Kullanılan Altlık Malzemeler 21

5.4. Kaplama Kalınlığı 25

5.5. Yüzey Pürüzlülüğü 25

5.6. Sertlik Ölçümleri 26

5.7. X-Işınları Kırınım Analizi 26

5.8. Mikro Yapı Karakterizasyonu 27

5.8. Çizik Testi 27

5.9. Aşınma Deneyi 27

6. SONUÇLAR VE İRDELENMESİ 29

6.1. Mikro Ark Oksidasyon Kaplama Kinetiği 29

6.2. X-Işınları Kırınımı Analizi 33

6.3. Kaplamaların Mikro Yapı Karakterizasyonu 42

6.3.1. Kaplamaların Yüzey Morfolojisi 42

6.3.2. Kaplamaların Kesit Alan Morfolojisi 56

6.4. Kaplama Sertliği 69

6.5. Kaplamaların Yapışma Mukavemetinin Çizik Testi ile Ölçülmesi 72

6.6. Kaplama Yüzey Pürüzlülüğü 78

6.7. Aşınma Deneyi 90

7. SONUÇLAR 103

KAYNAKLAR 105

ÖZGEÇMİŞ 111

# SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Mg : Magnezyum

$Na_2SiO_3$ : Sodyum silikat

KOH : Potasyum hidroksit

nm : Nanometre

J : Enerji

Ω : Ohm

ºC : Santigrad derece

K : Kelvin derece

ºF : Fahrenhayt derece

$\alpha_T$ : Termal uzama katsayısı

MPa : Mega paskal

GPa : Giga paskal

kg : Kilogram

g : Gram

m : Metre

$cm^2$ : Santimetre kare

$cm^3$ : Santimetre küp

W : İş

V : Voltaj

A : Amper

$A/cm^2$ : Akım yoğunluğu

µm : Mikrometre

dk : Dakika

θ : X-ışını geliş açısı

HV : Vickers sertliği

µ : Ortalama sürtünme katsayısı

N : Newton

Fn : Normal kuvvet

Ft : Sürtünme kuvveti

Lc : Kritik yük

$Lc_1$ : Çatlak oluşumuna neden olan kritik yük

$Lc_2$ : Kaplamanın kalkmasına neden olan kritik yük

Ra : Ortalama yüzey pürüzlülüğü

MAO : Mikro ark oksidasyon

PEO : Plazma elektrolitik oksidasyon

XRD : X-ışınları kırınımı

SEM : Taramalı elektron mikroskobu

HSP : Hegzagonal sıkı paket

# ŞEKİLLER DİZİNİ


| Şekil | Sayfa |
|---|---|
| **2.1.** Mg-Al denge diyagramı | 6 |
| **2.2.** Mg-Zn denge diyagramı | 6 |
| **3.1.** MAO işleminde kullanılan donanım | 12 |
| **3.2.** MAO işlem basamakları | 13 |
| **3.3.** Elektrot yüzeyindeki dielektrik filminde gerçekleşen akım-voltaj değişimi | 14 |
| **3.4.** Yüzey işlemlerine bağlı olarak mühendislik malzemelerinin sertliklerinde meydana gelen değişimler | 17 |
| **5.1.** Mikro ark oksidasyon havuzu | 22 |
| **6.1.** Mikro ark oksidasyon yöntemi ile silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların ortalama kaplama kalınlıklarının akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile değişimi | 29 |
| **6.2.** Mikro ark oksidasyon yöntemi ile silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların ortalama kaplama kalınlıklarının akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile değişimi | 30 |
| **6.3.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde (a) 0,060 A/cm² (b) 0,085 A/cm² (c) 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5, 15, 30, 45, 60 dakika sürelerde kaplanan numunelerin X-ışınları kırınım analizi sonuçları | 34 |
| **6.4.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde (a) 0,060 A/cm² (b) 0,085 A/cm² (c) 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5, 15, 30, 45, 60 dakika sürelerde kaplanan numunelerin X-ışınları kırınım analizi sonuçları | 37 |
| **6.5.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları | 43 |
| **6.6.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları | 45 |
| **6.7.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları | 47 |
| **6.8.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları | 49 |

**6.9.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları 51
**6.10.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları 53
**6.11.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları 57
**6.12.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları 59
**6.13.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları 61
**6.14.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları 63
**6.15.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları 65
**6.16.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları 67
**6.17.** Altlık malzeme ve oksit tabakasındaki mikro sertlik değerlerinin değişimi 69
**6.18.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda 30 dakika süre ile kaplanan numunenin çizik testi sonucunda 50x büyütmede optik mikroskop görüntüleri 73
**6.19.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda 30 dakika süre ile kaplanan numunenin çizik testi sonucunda 50x büyütmede optik mikroskop görüntüleri 74
**6.20.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde kaplanan numunelerin ortalama yüzey pürüzlülüğü değişimleri 80
**6.21.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde kaplanan numunelerin ortalama yüzey pürüzlülüğü değişimleri 80
**6.22.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri 84
**6.23.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri 85

**6.24.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri 86

**6.25.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri 87

**6.26.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri 88

**6.27.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri 89

**6.28.** AZ31 Mg alaşımının aşınma sonucu oluşan iz yapısının (a) 100x ve (b) 1000x büyütmelerde çekilen SEM fotoğrafları 90

**6.29.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0.060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları 93

**6.30.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0.085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları 94

**6.31.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0.140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları 95

**6.32.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0.060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları 96

**6.33.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0.085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları 97

**6.34.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0.140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları 98

**6.35.** 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunluklarında ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların aşınma oranlarının değişimi 100

**6.36.** 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunluklarında ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların aşınma oranlarının değişimi 100

# TABLOLAR DİZİNİ


| **Tablo** | **Sayfa** |
|---|---|
| **2.1.** Alaşım elementleri ve kısaltmaları | 4 |
| **5.1.** AZ31 Magnezyum alaşımının kimyasal kompozisyonu(% ağırlıkça) | 21 |
| **5.2.** Kaplama Parametreleri | 24 |
| **5.3.** İki farklı elektrolit çözeltisi için akım yoğunluğuna bağlı kaplama süreleri | 25 |
| **6.1.** Farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin ortalama kaplama kalınlık değerleri | 31 |
| **6.2.** Farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin ortalama kaplama kalınlık değerleri | 31 |
| **6.3.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte artan kaplama kalınlığına bağlı olarak kaplamada oluşan fazların X-ışınlarının kırınımı analizi ile faz analiz haritası sonuçları | 40 |
| **6.4.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte artan kaplama kalınlığına bağlı olarak kaplamada oluşan fazların X-ışınlarının kırınımı analizi ile faz analiz haritası sonuçları | 40 |
| **6.5.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde farklı akım yoğunluklarında kaplanan numunelerin ortalama kaplama sertlik değerleri | 70 |
| **6.6.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde farklı akım yoğunluklarında kaplanan numunelerin ortalama kaplama sertlik değerleri | 70 |
| **6.7.** Silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları | 76 |
| **6.8.** Silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları | 76 |
| **6.9**. Silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları | 76 |
| **6.10.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları | 77 |
| **6.11.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları | 77 |
| **6.12.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları | 77 |

**6.13.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisin de farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde kaplanan numunelere ait ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri 82

**6.14.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisin de farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde kaplanan numunelere ait ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri 82

**6.15.** Silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunlukları ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların ve kaplanmamış AZ31 magnezyum alaşımının aşınma oranları 101

**6.16.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunlukları ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların ve kaplanmamış AZ31 magnezyum alaşımının aşınma oranları 101

# 1. GİRİŞ

Magnezyum ve alaşımları, günümüzde uçak ve uzay endüstrisi başta olmak üzere konstrüksiyon malzemesi olarak kullanılan metalik malzemeler içinde en hafif olanıdır [Park et all, 2003]. Magnezyum ve alaşımları döküm prosesinde yüksek döküm hızı, talaşlı imalatta ise uzun takım ömrü ve çok iyi mekanik işlenebilirlik gösterirler [Sinici, 2006].

Magnezyum ve alaşımlarının zayıf korozyon, aşınma ve sürünme direnci gibi istenmeyen özelliklere sahip olmaları, yaygın olarak kullanımlarını sınırlamaktadır. Bu sınırlamaları önlemenin en etkin yollarından biri, malzemenin yüzeyinde koruyucu bir film oluşturmak veya modifikasyon işlemi yapmaktır [Sinici, 2006]. Mikro ark oksidasyon işlemi de bu modifikasyon işlemlerinden biridir. Bu işlem malzeme yüzeyinde poroz, kısmen kaba ve sağlam yapışmış bir oksit tabakası oluşturulmasını sağlayan, henüz gelişmekte olan bir tekniktir [Günyüz, 2007]. Mikro ark oksidasyon işlemi malzemelerin yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi için geliştirilen bir yöntemdir. Bu yöntem; maliyeti, verimliliği ve çevre dostu olması ile diğer yöntemlere göre daha avantajlıdır. Ayrıca bu yöntem ile oluşturulan kaplamalar altlık malzemeye güçlü bir yapışma sağlarlar [Yun et all, 2010].

AZ31 magnezyum alaşımı yüzeyine mikro ark oksidasyon yöntemiyle kaplama yapılma çalışması, Fei Chen ve arkadaşları tarafından $Na_2SiO_3$, $Na_2WO_4$, KOH ve $Na_2EDTA$ içerikli çözeltide gerçekleştirilmiş ve oluşan oksit tabakasının korozyon direnci incelenmiştir [Chen et all, 2007]. Li Wang ve arkadaşları da mikro ark oksidasyon yöntemiyle; $Na_2SiO_3$, KOH ve glikol çözeltisinde kaplanan AZ31 magnezyum alaşımının yapısal ve korozyon direnci üzerinde potasyum flüorürün etkisini incelemiştir [Wang et all, 2009]. Yeni yapılmış diğer bir çalışmada ise Huan Chen ve arkadaşları tarafından; $Na_2SiO_3$ ve NaOH çözeltisi içerisine, NaF veya $Na_3PO_4$ ilavesiyle hazırlanan çözeltilerde AZ31 magnezyum alaşımı yüzeyine mikro ark oksidasyon yöntemi uygulanmış ve kaplamanın korozyon performansına bakılmıştır [Chen et all, 2010].

Son on yıldır mikro ark oksidasyon kaplamaların hazırlanmasında önemli ilerlemeler olmasına rağmen, kaplamanın sistematik şartları henüz çok açık değildir. Endüstriyel olarak çok önemli olan bu kaplamalar için literatürde birçok karekterizasyon çalışmasına rastlanmaktadır. Bu karekterizasyon çalışmaları, mikro yapı, mekanik, aşınma, korozyon ve kalıntı gerilme gibi konuları kapsamaktadır. İşlem parametrelerinden bazılarının kaplamanın faz kompozisyonu, mikro yapı ve mekaniksel özelliklerine olan etkisi bazı araştırmacılar tarafından farklı alaşımlar için çalışılmış olmasına rağmen AZ31 magnezyum alaşımı için yapılan çalışmalara pek rastlanılmamıştır. Bu nedenle bu çalışmada, AZ31 magnezyum alaşımına; $Na_2SiO_3.5H_2O$, KOH ve saf su içeren iki farklı çözelti hazırlanarak, mikro ark oksidasyon işlemi uygulanmış ve oluşan kaplamanın; yüzey morfolojisi ve aşınma direnci incelenmiştir.

# 2. GENEL BİLGİLER

## 2.1. Magnezyumun Genel Özellikleri

Magnezyum, deniz suyunda ve toprakta bulunan en bol sekizinci elementtir. Bütün yapısal metaller içinde en hafif olanıdır. Yoğunluğu alüminyumun yoğunluğundan 2/3 daha azdır ve çok iyi bir mukavemete sahiptir [Wu and Zhang, 2007]. Magnezyum, gümüş renkli, hafif ve parlak bir metaldir. Havada hemen mat renkli ince bir oksit tabakası ile kaplanır. Yaklaşık 500 °C 'nin üzerindeki bir sıcaklığa ısıtıldığında ise parlak bir alev ile yanarak MgO ‘e dönüşür. Kolaylıkla şekil verilip, ince plaka haline getirilebilir [Woo et all, 2006].

Magnezyum elementinin genel özellikleri aşağıda belirtilmiştir [Bulut, 2009].

- Simgesi: Mg
- Atom numarası: 12
- Atom ağırlığı: 24.312
- İyon değerliği : +2
- Kaynama noktası: 1107 °C
- Ergime noktası: 650 °C
- Yoğunluğu: l.74gr/cm³
- Kristal yapısı: hekzagonal
- Atom yarıçapı: 1.60 Å (12 koordinasyon sayılı metalik durumda)
- İyon yarıçapı: O.65 Å (6 koordinasyon sayılı kristaldeki)
- Atom hacmi: 14,0 (atom ağırlığı/yoğunluk)
- Özgül ısısı: 0.25 cal/g °C
- Isı iletkenliği: 0.38 cal/cm², s.cm.°C (oda sıcaklığın da)
- Erime ısısı: 2.14 kcal/atom gram
- Kaynama noktası: 32.517 kcal/atom gram
- Asit-Baz özelliği: baz

## 2.2. Magnezyum Alaşımlarının Genel Özellikleri

Magnezyumun saf halde kullanılması çoğu diğer metallerde olduğu gibi, dayanımının düşük olmasından dolayı mümkün değildir. Bu gerçek, magnezyumun değişik alaşımlarının üretilmesini gerektirmiştir. Magnezyum alaşımlarında en önemli özellik, hafifliktir. Bu açıdan, bazı magnezyum alaşımlarının özgül çekme dayanımı, alüminyum ve çeliğin özgül çekme dayanımından daha büyüktür. Bundan dolayı, bugün elektronik, savunma, cep telefonları, bilgisayar parçaları, otomotiv, uzay ve uçak sanayinde yaygın olarak magnezyum alaşımları kullanılır [Wu and Zhang, 2007, Arpaçay, 2009, Song and Xu, 2010].

Mg alaşımları ASTM (A275) standart sistemi tarafından belirlenmiştir. Yöntem iki harfle birlikte iki rakamı kapsamaktadır. İki harf; iki en büyük elemanına verilmiş olan harf kısaltması; rakamlar ise bu alaşımların en yakın tam sayıya yuvarlanmış yüzdelik dilimleridir.
Tablo 2.1' de yaygın bir şekilde kullanılan alaşım elementleri tek harfle listelenmiş şekilde verilmiştir [Bulut, 2009].

**Tablo 2.1.** Alaşım elementleri ve kısaltmaları.

| **Harf** | A | B | C | D | E | H J | K | L | M | Q | S | W | X | Z |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Element** | Al | Bi | Cu | Cd | RE | Tr Sr | Zr | Li | Mn | Ag | Si | Yi | Ca | Zn |

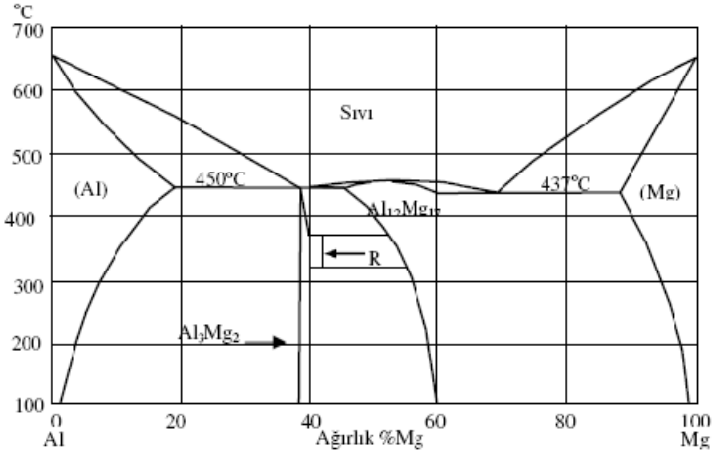
Örnek: AZ31 alaşımının açıklaması aşağıda verilmektedir.

- A → Al'yi yani Mg'den sonra alaşımdaki en fazla elementi ifade eder.
- Z → Zn'yi yani 2. olarak en fazla kullanılan elementi ifade eder.
- 3 → Alaşımdaki Al oranının yaklaşık % 2.5-3.5 arasında olacağını ifade eder.
- 1 → Alaşımdaki Zn oranının yaklaşık % 0.7-1.3 arasında olacağını ifade eder.

Magnezyum alaşımları, yüksek oranda şekillendirme kabiliyeti ve darbe dayanımı; çok yüksek saflıktaki alaşımlar ise çok iyi korozyon dayanımı gösterir. Magnezyum alaşımları döküm prosesinde yüksek döküm hızı, talaşlı imalatta uzun takım ömrü ve çok iyi mekanik işlenebilirlik gösterirler[Sinici, 2006]. Magnezyum alaşımlarının oda sıcaklığında şekillendirilebilmeleri zor olmakla beraber, kaynak edilebilirler [Arpaçay, 2009]. Magnezyum genellikle diğer metallerin üretildiği metotlarla şekillendirilir. Üretim metodunun seçiminde malzemeden beklenilen optimum özellikler dikkate alınmalıdır. Bazı özel parçaların şekillendirilmesinde spesifik üretim yöntemleri tercih edilebilir. Magnezyum için en uygun şekillendirme yöntemi yüksek basınçlı pres döküm ve ekstrüzyon yöntemleridir [Tanrıverdi, 2005].

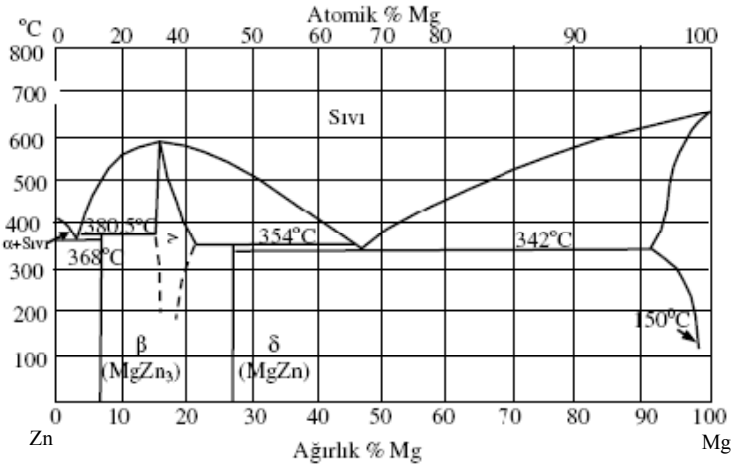
Magnezyum alaşımlarından AZ31 işlenik alaşımı mükemmel deforme özelliği ve tatmin edici kapsamlı özellikleri nedeniyle yaygın şekilde kullanılır. Ancak AZ31 alaşımı içindeki alaşım elementleri çok düşüktür. Çökelme mukavemetleşmesi ve yaşlanma mukavemetleşmesinde AZ31 verimleri çok açık değil ve oda sıcaklığında mekanik özellikleri çok zayıftır. Bu dezavantajlar AZ31 alaşımının yaygın kullanımını ve daha fazla gerilmesini belirli derecede kısıtlar [Mingzhao and Cong, 2009].

AZ31 Mg alaşımının en önemli iki alaşım elemanı alüminyum ve çinkodur [Arpaçay, 2009]. Mg esaslı alaşımlarda Al katkısı alaşımın çekme dayanımını, sertliğini ve katılaşma zamanını artırmakta, fakat sünekliğini ve darbe dayanımını azaltmaktadır. Ergiyiğin dökülebilirliğini geliştirmesinin yanı sıra Mg'un katı çökelti dayanımını ve döküm alaşımlarının mikro gözeneklerini azaltır. Alaşıma eklenen Al miktarı %6'yı aştığında, alaşımın ısıl işlem kabiliyeti artar. Katı eriyik sertleşmesi ve çökelti sertleşmesi ile oluşan $Mg_{17}Al_{12}$ intermetaliği düşük sıcaklıklarda (-120 °C) oluşarak alaşımın dayanımını geliştirir [Bulut, 2009]. Şekil 2.1' de Mg-Al denge diyagramı verilmiştir.




**Şekil 2.1.** Mg-Al denge diyagramı [Bulut, 2009].

Zn, tane sınırlardaki ötektik miktarını artırarak, alaşımın katılaşma sıcaklığını düşürmektedir. Korozyon özelliklerinde Cu'ın kötü etkisini yok etmek için Zn ilave edilmektedir. Zn, çökelti sertleşmesi sayesinde ortam sıcaklıklarında sertliği, dayanımı ve aynı zamanda ergiyiğin akıcılığını artırmakla birlikte, tane sınırlarına çökelmesi ile sıcak yırtılma oluşturduğu için %2 ile sınırlıdır. Ayrıca Zn, alaşımın çekme mukavemetini artırır [Bulut, 2009]. Şekil 2.2' de Mg-Zn denge diyagramı verilmiştir.




**Şekil 2.2.** Mg-Zn denge diyagramı [Bulut, 2009].

# 3. MİKRO ARK OKSİDASYON İŞLEMİ

## 3.1. Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Tarihçesi

Mikro ark oksidasyon işlemi malzeme yüzeyinde poroz, kısmen kaba ve sağlam yapışmış bir oksit tabakası oluşturulmasını sağlayan henüz gelişmekte olan bir tekniktir. Bu işlem çözünmüş tuzlar içeren elektrolitik bir banyo içerisinde elektrokimyasal oksidasyon ile yüksek voltaj akım davranışını birleştirir [Günyüz, 2007].

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

Mikro ark oksidasyon işlemini tanımlamak için pek çok terim kullanılmaktadır. Bunlar arasında kıvılcımlı anodik oksidasyon (spark anodizing), anodik kıvılcımlı biriktirme (anodic spark deposition), mikro ark anodik oksidasyon (micro arc anodizing, "mao"), mikro plazma anodik oksidasyon (microplasma anodizing), mikro plazma oksidasyon (mikro plazma oxidation), plazma elektrolitik oksidasyon (plasma electrolytic oxidation, "peo") ve elektroplazma oksidasyon (elektroplasma oxidation) sayılabilir [Yerokhin and Snizhko, 2003, Hibbard, 2007].

Amerika'daki pek çok patentli işleme ek olarak Avrupa Keronite, Kepla-Coat, Tagnite, Anomag, EC² adları altında, İsrail ise Almag-Al adıyla kendi mikro ark oksidasyon teknolojilerini geliştirmişlerdir. Bu ülkelerin yanı sıra Çin, Japonya ve Avustralya da mikro ark oksidasyon teknolojisi uygulamalarına katılmışlardır [Günyüz, 2007, Hibbard, 2007]. Mikro ark oksidasyon teknolojisi, alüminyum, titanyum, magnezyum gibi hafif metaller ve alaşımlarında kullanılabilmektedir.

## 3.2. Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Uygulama Alanları

Mikro ark oksidasyon işlemi, otomotiv endüstrisi, uzay endüstrisi, askeri alanda, vs. gösterdiği avantajlardan dolayı pek çok uygulama alanı bulabilmektedir. Bu yöntemle üretilen kaplamalar kalın seramik kaplama istenen uygulamalarda kullanılabilirler. Ayrıca geleneksel anodik oksidasyon işlemleriyle kaplanamayan yüksek silisyum içeren alüminyum alaşımları ve magnezyum alaşımları bu teknikle kaplanabilirler. Mikro ark oksidasyon işlemi ile üretilen seramik kaplamalar boyalara karşı gösterdikleri kuvvetli eğilim ile mükemmel bir boya tabanı görevi görebilirler.

Mikro ark oksidasyon işlemi ile üretilmiş kaplamalar yüksek sıcaklık dayanımları ile uzay araçlarında ve roketlerde koruyucu olarak kullanılabilir ki, bu tür kaplamaların mükemmel dielektrik özelliğinden faydalanarak yalıtkan ortamlarda kullanılması da mümkündür. Bunlara ek olarak mikro ark oksidasyon işlemi ile üretilen kaplamaların değişik renkleri de, bu yöntemle üretilen malzemelerin mimari uygulamalarda kullanılabileceğini gösterir [Günyüz, 2007].

Mükemmel dielektrik özellik göstermesi nedeniyle, ısıya dayanıklı kaplamalar, füzelerin ve uzay mekiklerinin koruyucu kaplamalarının üretiminde değer kazanır. Diğer yandan, MAO teknolojisi farklı alaşımların kaplanması sonucu ortaya çıkan değişik renklere bağlı olarak mimari alanlarda da uygulama alanları bulabilir [Gnedenkov and Khrisanfovaa, 2001].

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

1. Kimyasal Uygulamalar: Orta seviyeli sıcaklıklara, güçlü asit ve bazlara karşı dirençlidir. Bu sebeple kimya ve gıda endüstrilerinde kullanılabilir.
2. Mekanik Uygulamalar: Oksit tabakasının sertliği 1300 kg/mm²'den yüksektir. Bu yüksek sertlik, kayma, abrasif ve erozif aşınma direncini artıran bir faktördür.

Ayrıca, sürtünme katsayısının düşük olması, sınır yağlama koşullarında kullanımı da mümkün kılmaktadır.

3. Termal Uygulamalar: Oksit tabakasının ısıl iletkenliği, diğer metallere göre daha düşüktür. Bu nedenle, sıcaklığın eşit dağılımını sağlamak ve termal şok direncini arttırmak için kullanılabilirler.
4. Elektrik ve Elektronik Uygulamalar: Oksit tabakasının yalıtkan bir film olarak elektrik ve elektronik bileşenler üzerinde kullanılırlar. Mikro ark oksidasyon işlemi, iç yüzeylerin sert kaplanması (oyuk, silindirik ve konik bölgeler) için uygundur [Xin and Song, 2006].

## 3.3. Mikro Ark Oksidasyon İşleminin Avantaj ve Dezavantajları

Mikro ark oksidasyon teknolojisi henüz gelişmekte olan bir teknoloji olduğundan, malzeme yüzeyinde gelişen seramik filmin oluşum ve gelişim mekanizması ile oluşan seramik filmin özelliklerinin tam olarak anlaşılabilmesi için pek çok çalışmanın yapılması gerekmektedir. Fakat bugüne kadar yapılan çalışmalar temel alındığında, mikro ark oksidasyon teknolojisinin pek çok avantajı olduğu yalnız bunun yanında bazı dezavantajları da beraberinde getirdiği gözlenmiştir.

Mikro ark oksidasyon teknolojisinde işlem öncesi numune hazırlama işlemi diğer teknolojilere göre daha az önem arz eder. Bu durum üretim sürecinin daha hızlı işlemesini ve işlem öncesi numune hazırlamada kullanılacak çözeltilerin çevresel etkilerinin en aza indirilmesini sağlar. Mikro ark oksidasyon teknolojisinin diğer bir avantajı ise alüminyum, magnezyum, titanyum, niyobyum, zirkonyum gibi geniş bir malzeme grubuna uygulanabilmesi ve geleneksel anodik oksidasyon yöntemi ile kaplanması zor olan yüksek bakır içeren alüminyum alaşımlarının, yüksek silisyum içeren döküm malzemelerin bu yöntem ile 300 μm kalınlığa kadar kaplanabilmesidir [Günyüz, 2007, Malayoğlu ve Çakmak, 2009].

MAO teknolojisi çevreye karşı duyarlı, zehirli atıklar içermeyen bir kaplama yöntemi olarak hafif metallerin geleneksel yöntemlerle kaplanmasına alternatif

olmaktadır. Sağladığı benzersiz aşınma ve korozyon direnci sayesinde özellikle otomotiv sanayisinde kullanılan çelik esaslı parçaların yerine Al, Ti, Mg, vb. hafif alaşımların kullanılmasına imkân tanımaktadır [Fukuda and Kakuhari, 2007].

MAO prosesinde belli başlı avantajları şöyledir:

- Ön veya son yüzey işlemleri gerekli değildir.
- Çevreye karşı duyarlı ve pahalı olmayan elektrolitler kullanılır.
- Kaplama rengi değiştirilerek dekoratif amaçlı kullanılabilmektedir.
- Yüksek sertliğe sahip kaplamalar elde edilmektedir.
- Düşük sürtünme katsayılı yüzeyler oluşturulur (f=0,005-0,01).
- Yüksek aşınma direncine sahiptir.
- Yüksek sıcaklık dayanımı özelliğinden dolayı termal bariyer kaplama olarak kullanılmaktadır.
- Dielektrik dayanımı 10-20V/Mikron'dur.
- Çeşitli ortamlarda korozyona karşı dayanıklıdır.

MAO prosesinde kontrol edilebilen karakteristikler akım yoğunluğu, voltaj, elektrolit bileşimi, sıcaklık, vb. değiştirilerek farklı yapı ve özelliklere sahip kaplamalar üretilmektedir. Üretilen kaplamanın yüzeyi mikro seviyede pürüzlülüğe sahip olduğundan dekoratif veya işlevsel amaçlı ikincil kaplamaların yüzeylerine uygulanmasına imkân vermektedir. Bu açıdan polimerler, seramikler ve metaller değişik yöntemlerle SOL-GEL CVD, PVD, Akımsız Ni kaplama, vb. kaplama yüzeyine uygulanabilmektedir [Malayoğlu ve Çakmak, 2009].

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

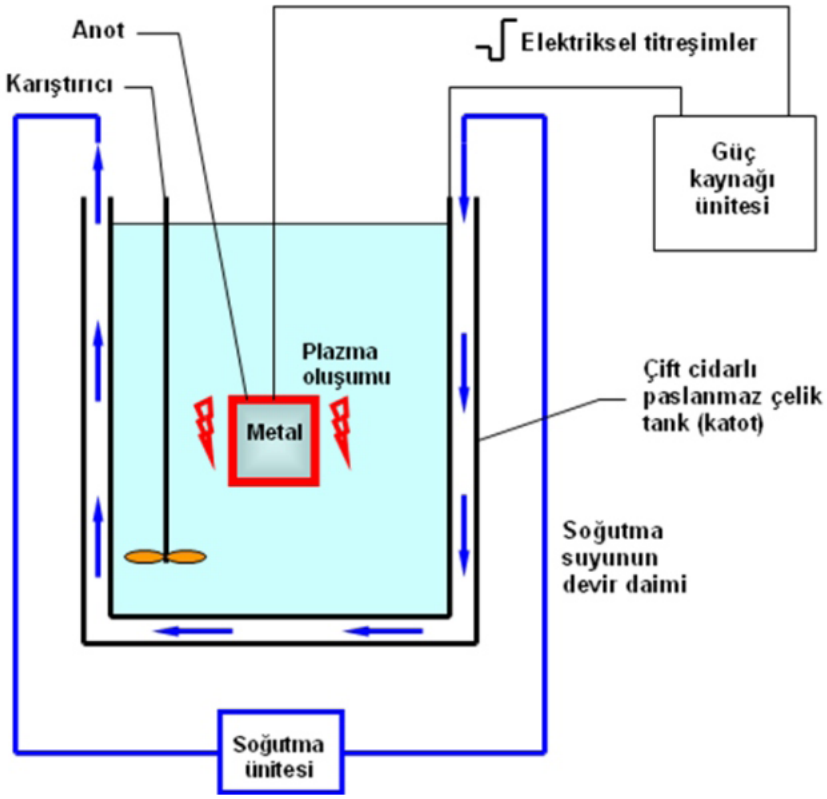
Mikro ark oksidasyon işlemi seçilen parametrelere bağlı olarak 1000 V değerine kadar (ve yaklaşık kapasite olarak 1 MW) enerji sağlayabilecek bir güç kaynağına

ihtiyaç duymaktadır. Bu yüksek enerji parça türü ve boyutuna bağlı olarak tehlikeli bir üretim süreci oluşturur. Kullanılan enerji miktarı göz önüne alındığında mikro ark oksidasyon işleminde üretim maliyetinin geleneksel anodik oksidasyon yöntemlerine göre fazla olduğu göze çarpar. Aytıca malzeme yüzeyinde oluşan yüksek sıcaklık nedeni ile de işlemde kullanılan çözeltinin soğutulması için yüksek kapasiteli bir soğutucuya ihtiyaç duyulacaktır. İşlem sonucu oluşan seramik kaplama pürüzlü ve oldukça kırılgandır, bu nedenle en dış yüzeyde aşınma direnci oldukça düşüktür.

Seramik kaplamanın iç katmanları ise tam tersi bir özellik gösterir. Bu katmanlar oldukça sert ve aşınma dayanımı yüksek bölgelerdir. Fakat malzeme yüzeyinde oluşan bu seramik kaplamanın üst katmanının kaldırılması hem maliyet açısından hem de üretim açısından verimli değildir. Mikro ark oksidasyonun pek çok avantajının yanında yukarıda belirtilen dezavantajları, bu teknolojinin kullanım alanlarını kısıtlamaktadır [Günyüz, 2007].

## 3.4. Mikro Ark Oksidasyon Donanımı ve Prosesi

Mikro ark oksidasyon işlemi en basit haliyle bir güç kaynağı, bir elektrolit banyosu, anot, katot ve soğutma sisteminden meydana gelmektedir. Proseste kullanılan sistem en basit haliyle Şekil 3.1'de görülmektedir. Hava ortamındayken yüzeyinde kararlı bir oksit filmi oluşturan metal, güç kaynağına anot olarak bağlanır. Genellikle paslanmaz çelikten imal edilen tank devreyi tamamlamak üzere katot görevi görür. Sulu çözelti içerisinde homojenliği sağlamak üzere karıştırıcı kullanılmaktadır. Metal yüzeyinde plazma oluşumu nedeniyle sulu çözeltideki sıcaklık artışlarını azaltmak için soğutma suyu çift cidarlı tank içerisinden dolaştırılarak, sistemin daima optimum sıcaklıkta çalışması sağlanır. Eğer sıcaklık artışlarını önlemek için direk olarak çözeltinin ayrı bir soğutma ünitesinden geçirilmesi düşünülürse filtreleme işlemi yapılmak zorundadır [Malayoğlu ve Çakmak, 2009].




**Şekil 3.1.** MAO işleminde kullanılan donanım [Malayoğlu ve Çakmak, 2009].

Mikro ark oksidasyon işlemi, elektrolit çözelti içerisine daldırılmış anot numuneye negatif voltaj, katoda ise pozitif voltaj verilmesi ile anot üzerinde ark oluşturulması ve numunenin yüzeyinin oksit kaplanması olarak tanımlanabilir.

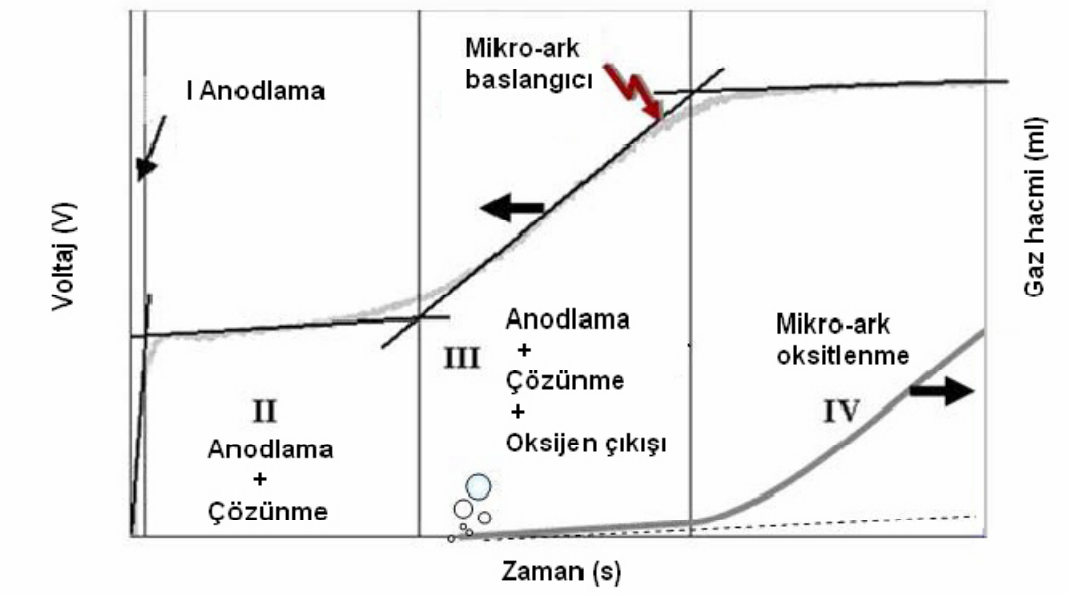
MAO işleminde kullanılan elektrolitler karboksilik asit, vadanat, permanganat, polimer ve dispersant, vb. katışkılar içeren silikat, aluminat, metafosfat, borat ve hidroksitleri içerirler [Günyüz, 2007]. Bunların yanında kaplama yapısını modifiye etmek için elektrolit içerisine grafit ve $MoS_2$ gibi katı yağlayıcılar ve teflon (PTFE) da ilave edilebilir [Hibbard, 2007].

Elektrolit sıcaklığı, 10-60ºC aralığında kontrol edilmektedir. Mikro ark oksidasyon işleminde, yüksek voltaj ve akım değerlerine ulaşıldığından, banyo sıcaklığının belirli bir aralıkta tutulabilmesi için bir soğutma ünitesine de gerek duyulmaktadır.

Anot olan numuneye negatif voltaj uygulanması ile malzeme yüzeyinde oksit filmi oluşumu başlamaktadır. Bu aşama klasik anodik oksidasyon işlemidir. Ancak, uygulanan voltaj belli bir kritik değeri aştığında, malzeme yüzeyinde ark oluşumu ile mikro ark oksidasyon süreci başlamaktadır. Malzeme yüzeyinde bu mikro boyuttaki arkların oluştuğu voltaj değeri, bozunum voltajı (dielectric breakdown) olarak tanımlanmaktadır. Bozunum voltajı değerinde, malzeme yüzeyinde metal iyonları ile hidroksil iyonları zıt yönlere hareket ederek oksit oluşumunu başlatırlar [Sundararajan and Rama, 2003].

Malzeme yüzeyinde ark oluşumu için gerekli kritik potansiyel, esasen elektrodun kutupsallığına, elektrot malzemesi ve elektrolit bileşimine bağlıdır ancak sıcaklık, elektrolit konsantrasyonu ve yüzey geriliminden etkilenmez. Yapılan teorik çalışmalar, malzeme yüzeyinde ki kıvılcım noktalarında ki yerel geçici sıcaklığın neredeyse güneşin merkezindeki sıcaklığa yaklaşarak birkaç bin Kelvin'e ulaşabildiğini belirtmektedir [Günyüz, 2007].

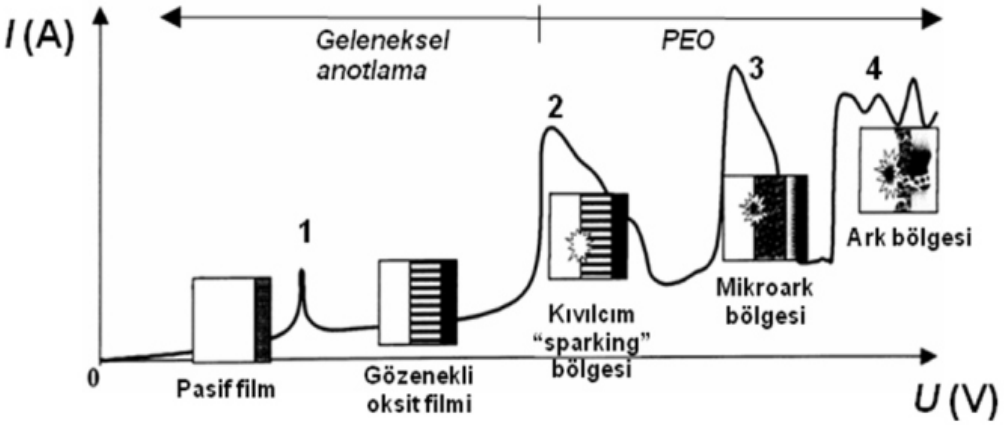
Snizhko ve arkadaşları, MAO işleminin fiziksel ve kimyasal temellerini araştırmış ve MAO'nun dört değişik basamakta gerçekleştiği sonucuna varmışlardır. Bu basamaklar Şekil 3.2' de mikro ark oluşumu olarak gösterilmiştir [Snizhko and Matthews, 2004].




**Şekil 3.2.** MAO işlem basamakları [Snizhko and Matthews, 2004].

## 3.5. MAO Akım-Voltaj Karakteristikleri

Şekil 3.3.'te genel olarak işlem süresince akım-voltaj değişimi görülmektedir. Normal koşullarda metal yüzeyinde var olan pasif film tabakası 1 noktasına kadar ohm kuralına uygun davranış gösterir ve bu noktadan sonra çözünmeye başlar. Pratikte bu değer malzemenin korozyon potansiyeline denk gelmektedir. 1-2 aralığında yeniden pasifleşme ile gözenekli oksit filmi oluşur ve voltaj düşüşünün büyük çoğunluğu bu arada meydana gelir.2 noktasında oksit filmi içerisindeki elektrik alan kuvveti kritik değeri aşar ve bu değerin ötesinde darbe veya tünelleme iyonlaşması sonucunda film kırılır. Bu durumda oksit filmi yüzeyinde hızlıca hareket eden parlak kıvılcımlar gözlenir ve bu olay büyümeye yardımcı olur. 3 noktasında darbe iyonlaşması termal iyonlaşma prosesleri ile desteklenerek daha yavaş fakat daha büyük ark-deşarjları ortaya çıkar. 3-4 aralığında kalınlaşan oksit filminin çoğunluğunda negatif yük artışıyla termal iyonlaşma engellenir. 4. bölgede ise mikro-arkların gücü artar ve metal içerisine ilerleyerek filmin termal olarak kırılmasına ve hasara sebep olabilirler. 2 noktasından önceki voltaj değerleri geleneksel anotlamayı temsil eder ve MAO prosesi bu voltaj değerlerinden daha yüksek voltajlarda gerçekleştirilir [Yerokhin and Dowey, 1999].




**Şekil 3.3.** Elektrot yüzeyindeki dielektrik filminde gerçekleşen akım-voltaj değişimi [Yerokhin and Dowey, 1999].

Yerokhin ve arkadaşları, oksitlenme reaksiyonlarının aşama aşama tam olarak anlaşılmasının ve açıklanmasının metal-elektrolit ara yüzeyinde oluşacak olan filmin

karakteristiği açısından önemli olduğunu göstermişlerdir [Yerokhin and Matthews, 2003]. Ayrıca diğer bir çalışmalarında dijital video görüntüleme sistemi ve istatistiksel yaklaşımlar kullanarak alüminyum altlık üzerindeki kaplamada oluşan fazların ve kaplama yapısının tekli ve çoklu arklara bağlı olarak nasıl değiştiğini göstermişlerdir [Yerokhin and Matthews, 2002].

## 3.6. MAO'da Kullanılan Güç Kaynakları

MAO yönteminde değişik tip güç kaynakları kullanılmaktadır. Bunlar doğru akım, titreşimli doğru akım, dengelenmemiş alternatif akım ve heteropolar titreşimli akım tiplerinde güç kaynaklarıdır. Doğru akım tip güç kaynağı galvanostatik ve potansiyostatik olarak akım rejimlerinin uygulanmasını sağlar. Fakat yüzey deşarj karakteristiklerinin düzenlenmesindeki zorluklardan dolayı MAO sürecinin kontrolü sınırlandırılmıştır. Belirli sebeplerden dolayı doğru akım güç kaynakları basit şekilli numunelerde ve ince kaplamalarda kullanılır [Snizhko and Matthews, 2004, Yerokhin and Matthews, 2002, Yerokhin and Matthews, 2001].

Elde edilen sonuçlara göre sabit akım yoğunluğu hem işlem zamanı hem de oksitlenme işleminin kontrolü açısından kaplamada bir avantaj sağlanmaktadır [Yerokhin and Dowey, 1999, Yerokhin and Matthews, 2003, Yerokhin and Matthews, 2002]. Uygulanan akımın sabit olmasının bir dezavantajı ise kaplamaların gözenekli bir yapıda olmasını sonucunu çıkarmaktadır. Bu ise özellikle korozyon dayanımı açısından istenmeyen bir özelliktir. Bu gözenekli yapıdan kurtulmak için bazı farklı alternatif akım dalga formlarından yararlanılan çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalarda gözeneksiz, korozyon ve aşınma dayanımı yüksek kaplamalar elde edilmiştir [Guidong and Jiong, 2007, Jin and Tong, 2006].

### 3.6.1. Doğru Akım Güç Kaynakları

Normalde bir köprü devresine dayanan sitem, doğru akımın galvanostatik ve potansiyostatik rejimlerinin uygulanmasına imkân verir. Bununla birlikte yüzey deşarj karakteristiklerinin ayarlanması zor olduğundan prosesin kontrol edilebilme

imkânı sınırlandırılmıştır. Doğru akım güç kaynakları bu nedenle sadece basit şekilli parçalar ve ince kaplamalar için kullanılmaktadır [Yerokhin and Dowey, 1999].

### 3.6.2. Titreşimli Doğru Akım Güç Kaynakları

Titreşimli doğru akım kullanımı prosesin kontrollü olarak kesilmesine ve bu nedenle arkın yüzeyde kalma süresinin ayarlanmasına imkân tanır. Aynı zamanda titreşim şeklide değiştirilebilir. Bütün bu özellikler işlem sırasında ısıl değişimlerin kontrol edilmesine imkân verir ve kaplama kompozisyonu ile yapısı değişir. Bununla birlikte titreşimli akım kullanımı, elektriksel olarak yüklü bir çift tabakasının oluşumu nedeniyle elektrot yüzeyinin ilave polarizasyonuna yol açabilir. Bu durumda istenilen akım değerine ulaşabilmek için yüksek voltaj (<1000 V) gerekebilir [Yerokhin and Dowey, 1999].

### 3.6.3. Dengelenmemiş Alternatif Akım Güç Kaynakları

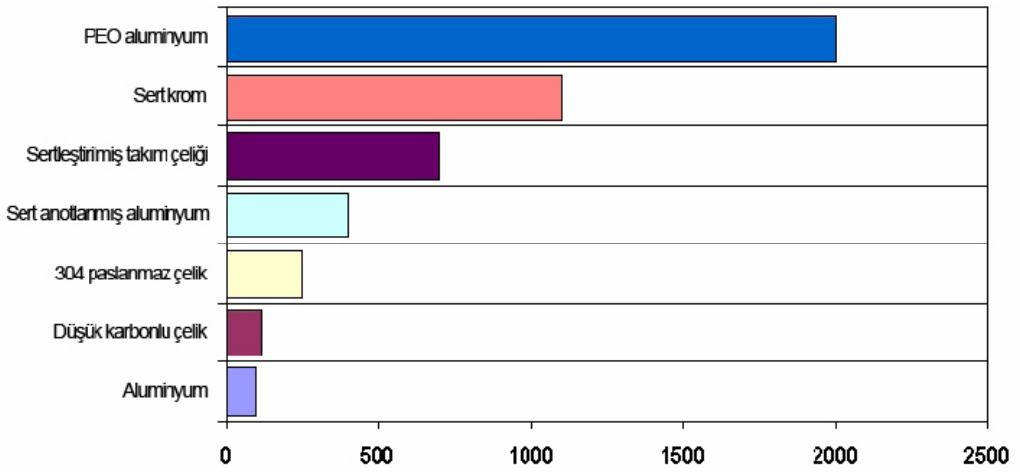
Elektrotun ilave polarizasyonu alternatif akım güç kaynağı kullanılarak engellenebilir ve bu arada ark kesilmesi yoluyla ileri proses kontrolü aynı şekilde devam ettirilir. Ayrıca farklı genliklerde pozitif ve negatif alternatif akım uygulaması, kontrol edilebilen kaplama çökelmesi aralığının genişletilmesine imkân verir [Yerokhin and Dowey, 1999].

## 3.7. MAO ile Kaplanabilen Malzemeler

Metal yüzeyindeki kararlı oksit filmin dielektrik bariyer tabaka olarak direnç yaratması ve bu sayede anotlamaya imkân tanıması açısından valf metaller olarak gruplandırılan Al, Ti, Mg, Zr, vb. ve alaşımları MAO yöntemiyle kaplanabilmektedir. Bu gruptaki metallerin kendi oluşturdukları oksitler açık devre şartlarında (korozyon potansiyeli) kararlıdırlar 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.

Aşınma direncini arttırmak amacıyla malzemelere uygulanan değişik yüzey işlemleriyle elde edilen sertlik değerleri Şekil 3.4.'te gösterilmiştir. Grafikten de görüldüğü gibi MAO yöntemiyle kaplanan alüminyumun sertlik değeri ~2000 HV'e kadar yükselmektedir. Aynı yöntemle kaplanan Mg alaşımlarında ise elde edilen sertlik değeri ~600 HV'e ulaşmaktadır [Fukuda and Kakuhari, 2007].




**Şekil 3.4.** Yüzey işlemlerine bağlı olarak mühendislik malzemelerinin sertliklerinde meydana gelen değişimler [Fukuda and Kakuhari, 2007].

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 [Kurze, 2004].

# 4. ÇALIŞMANIN AMACI

Mikroark oksidasyon yöntemiyle yapılan bilimsel çalışmaların son yıllarda artması ve bunların literatüre yansıması kaplamanın endüstride yoğun olarak kullanılmasıyla ilişkilidir. Literatürde mikro ark oksidasyon yöntemiyle kaplanmış AZ31 magnezyum alaşımı için genellikle rastlanan karakterizasyon çalışması korozyondur. Bu çalışma ise mikroark oksidasyon yöntemiyle yapılan bilimsel çalışmalardaki boşlukları dolduracak şekilde; mikro yapı, mekanik ve aşınma karakterizasyon çalışmalarını kapsayacak şekilde planlanmıştır. Ayrıca mikro ark oksidasyon yöntemiyle kaplamalar elde edilebilmesi için literatürden farklı olarak $Na_2SiO_3.5H_2O$, KOH ve saf su içeren farklı konsantrasyonlarda iki çözelti kullanılmıştır.

AZ31 magnezyum alaşımı yüzeyine mikro ark oksidasyon yöntemiyle kaplama yapılmasında amaçlanan başlıca konular şunlardır:

- AZ31 Magnezyum yüzeyine, hazırlanan farklı çözeltiler kullanılarak MAO yöntemiyle seramik kaplama yapılabilecek mi?
- Kaplama süresi ve akım yoğunluğunun, kaplama kalınlığı ve yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisi nasıl olacak?
- Oluşan kaplamaların sertlik değerleri ne olacak?
- AZ31 Magnezyuma kıyasla kaplamaların aşınma dirençleri nasıl bir değişim gösterecek?
- Farklı çözeltiler ile hazırlanan kaplamalar arasında; kaplama kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, oluşan fazlar, sertlik ve aşınma oranı davranışları nasıl bir farklılık gösterecek?

# 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

## 5.1. Deneylerde Kullanılan Altlık Malzemeler

Bu çalışmada çift merdaneli döküm yöntemiyle üretilen AZ31 magnezyum alaşımı kullanılmıştır. AZ31 Magnezyum alaşımına ait kimyasal kompozisyon Tablo 5.1.'de verilmiştir.

**Tablo 5.1.** AZ31 Magnezyum alaşımının kimyasal kompozisyonu (% ağırlıkça).

| Alaşım Elementi | Al | Zn | Mn | Si | Fe | Sn | Ni | Mg |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| AZ31 | 2,65 | 1,03 | 0,31 | 0,15 | 0,003 | 0,002 | 0.0002 | Kalan |

Mikro ark oksidasyon yüzey kaplama işleminden önce magnezyum numuneler Stuers Discolom-5 marka kaba testere ile 50 mm x 25 mm x 5 mm, 68 mm x 25 mm x 5 mm, 75 mm x 25 mm x 5 mm boyutlarında olacak şekilde 3 farklı boyutta toplamada 30 numune olacak şekilde kesildi. Kesilen numuneler yıkanıp alkolle silindi ve sıcak hava ile kurutuldu. Daha sonra numaralandırılmış poşetlerde saklandı.

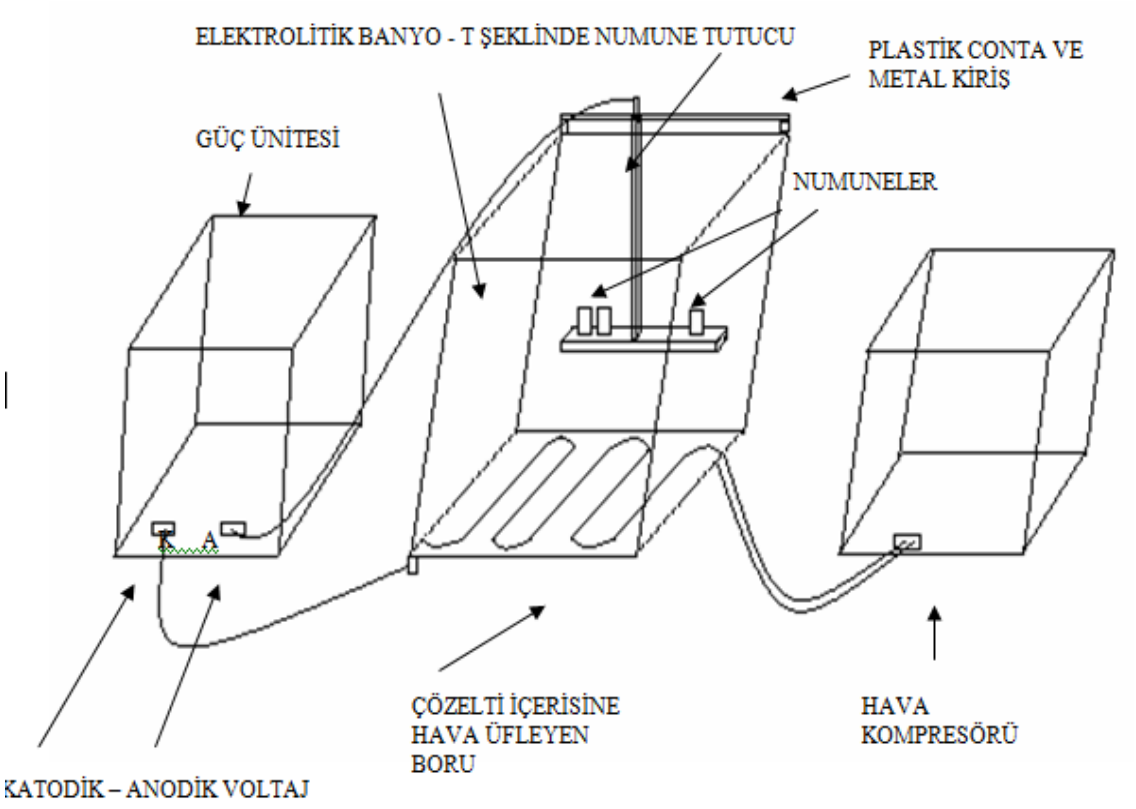
Numunelerin daldırma aparatına takılabilmesi için numunelerin geniş yüzeylerinin herhangi bir köşesine, her iki kenardan 4 mm uzaklıkta bir noktadan metrik 2,5 matkap ucu ile delindi. Daha sonra metrik 3 kılavuz ile diş açıldı. Bu işlem bütün numunelere uygulandı.

Delik açma işleminin ardından numuneler, kaba testereden meydana gelen izlerin giderilmesi için zımparalandı. Bu işlemde Struers Labopol-5 marka zımparalama cihazı kullanıldı. Sırasıyla 120-240-320-600-800-1000-1200 zımpara ile zımparalandı. Numunelere zımparalama işlemi düşey veya yatay doğrultuda tek bir yönde yapıldı. Bozuk yüzeylerde kaba zımparalama ile işe başlandı. Zımparalama

işleminden sonra numuneler saf su ve aseton ile temizlendikten sonra sıcak hava üflenerek kurutuldu.

## 5.2. Mikro Ark Oksidasyon (MAO) Kaplama Sistemi

Kaplamalar " Mikro Ark Oksidasyon " (MAO) yöntemi kullanılarak Şekil 5.1'de gösterilen MDO-100WS su soğutmalı mikro ark oksidasyon kaplama cihazında yapıldı. Alternatif akımla çalışan cihazın gücü 100 kW olup en fazla 300 ampere kadar akım çekebilmekte ve anotla katot arasında 0-1000 V aralığında potansiyel uygulayabilmektedir. Mikro ark oksidasyon kaplama sisteminde; numune anot, paslanmaz çelik plaka ise katot olarak bağlandı. Numune uygun bir kaplama aparatına vida ile bağlandıktan sonra, çözelti içerisine daldırılarak kaplamanın yapılacağı kazana sabitlendi. Kaplama işlemi boyunca çözelti, hava üfleme borusu ile karıştırılarak kaplama boyunca homojen olarak kalması sağlanmıştır. Kaplama esnasında çözeltinin ısınmasını önlemek ve sıcaklığın sabit kalması için soğutma suyu devir daimi yapılmıştır.




**Şekil 5.1.** Mikro ark oksidasyon havuzu.

## 5.3. Mikro Ark Oksidasyon (MAO) Kaplama İşlemi

Mikro ark oksidasyon (MAO) kaplama işlemi için ideal çözelti kompozisyonu ve kaplama süreleri, daha evvel yapılan bir dizi deney sonucu belirlenmiştir.

Mikro ark oksidasyon (MAO) kaplama işlemi; 4 g/L $Na_2SiO_3.5H_2O$ (sodyum silikat), 1,5 g/L KOH (potasyum hidroksit), saf su (silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi) ve 8 g/L $Na_2SiO_3.5H_2O$ (sodyum silikat), 1,5 g/L KOH (potasyum hidroksit), saf su (silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi) bileşimlerinden oluşan iki farklı çözeltide gerçekleştirildi. Silikat içerikli 1 ve 2 no' lu elektrolit çözeltilerini hazırlamak için, saf su içerisine önce $Na_2SiO_3.5H_2O$ eklenir ve saf suda tamamen çözününceye kadar karıştırılır ardından çözeltiye KOH eklenerek tekrar karıştırılır ve çözelti hazırlanır. Numune uygun aparata bağlanıp, çözelti kazanına sabit bir şekilde bağlandıktan sonra sisteme güç verilerek çalıştırılır. Elektrolit içerisine daldırılan numuneye oldukça düşük anodik potansiyel uygulandığında metal/elektrolit ara yüzeyinde dielektrik pasif oksit filmi oluşur. İlk aşamada, düşük iletkenlik bölgesindeki dielektrik kararlılığın kaybedilmesinin neticesinde oksit tabakasının içerisinde deşarj kanalları oluşur. Bu durumda, küçük parıldayan kıvılcımların oksit film yüzeyi boyunca hızlı bir şekilde hareket ettiği gözlenir. Deşarj kanalları içerisindeki sıcaklık oluşan elektron çarpışmaları tarafından 10000 K kadar ısınır. Güçlü elektrik alanın varlığından dolayı elektrolit içerisindeki anyonik bileşimler kanal içerisine çekilir. Bununla birlikte, aynı anda yüksek sıcaklıktan dolayı altlıkta ki magnezyum eriyerek altlıktan dışarı çıkar ve kanal içerisine girer. Böylece bu işlem, neticesinde plazma kanalları oluşur. İkinci aşamada, kanal içerisinde plazma kimyasal reaksiyonları oluşur. Bu durum kanalların içerisinde basıncın yükselmesine yol açar. Plazma kanalları bu basıncı dengelemek için genişler. Aynı zamanda, elektrik alanının varlığından dolayı zıt yüklü iyonların ayrılması meydana gelir. Katyonlar, elektrostatik kuvvetler tarafından kanallardan dışarı çıkarılarak elektrolit içerisine itilir. Son aşamada, deşarj kanalları soğur ve reaksiyon ürünleri deşarj kanal duvarlarına çökelir. Bu işlem çok sayıda farklı bölgelerde tekrar ederek kaplama kalınlığında artışa neden olur.

Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde; sodyum silikat ($Na_2SiO_3.5H_2O$), potasyum hidroksit (KOH) ve saf su karışımından oluşan elektrolit çözeltisi içerisine daldırılan numuneler 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² üç farklı akım yoğunluğu değerlerinde ve her bir akım yoğunluğu için 5 dk, 15 dk, 30 dk, 45 dk, 60 dk' lık sürelerde kaplandı. Gücün kesilmesinden 1 dakika sonra numuneler sistemden alınarak, aparatından çıkarılıp saf su ile yıkandıktan sonra ılık hava ile kurulmuştur.

Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde; sodyum silikat ($Na_2SiO_3.5H_2O$), potasyum hidroksit (KOH) ve saf su karışımından oluşan elektrolit çözeltisi içerisine daldırılan numuneler 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² üç farklı akım yoğunluğu değerlerinde ve her bir akım yoğunluğu için 5 dk, 15 dk, 30 dk, 45 dk, 60 dk' lık sürelerde kaplandı. Gücün kesilmesinden 1 dakika sonra numuneler sistemden alınarak, aparatından çıkarılıp saf su ile yıkandıktan sonra ılık hava ile kurulmuştur.

Tablo 5.2'de farklı elektrolit çözeltileri, akım yoğunlukları ve kaplama süreleri için kaplama parametreleri verilmiştir.

**Tablo 5.2.** Kaplama Parametreleri.

| | |
|---|---|
| **Kaplama Altlık Malzemesi** | AZ31 Mg alaşımı |
| **1 No'lu Elektrolit Kompozisyonu** | 4 g/L $Na_2SiO_3.5H_2O$, 1,5 g/L KOH, saf su |
| **2 No'lu Elektrolit Kompozisyonu** | 8 g/L $Na_2SiO_3.5H_2O$, 1,5 g/L KOH, saf su |
| **Kaplama Süresi (dk)** | 5, 15, 30, 45, 60 |
| **Kaplama Akım Yoğunluğu (A/cm²)** | 0.060, 0.085, 0.140 |

İki farklı elektrolit çözeltisi için, deney esnasında her bir akım yoğunluğunda gerçekleştirilen kaplama süreleri Tablo 5.3'de verilmiştir.

**Tablo 5.3.** İki farklı elektrolit çözeltisi için akım yoğunluğuna bağlı kaplama süreleri.

| **Akım Yoğunluğu (A/cm²)** | **1 No' lu Çözelti** | **2 No' lu Çözelti** |
|---|---|---|
| | **Kaplama Süresi (dk)** | |
| 0,060 | 5, 15, 30, 45, 60 | 5, 15, 30, 45, 60 |
| 0,085 | 5, 15, 30, 45, 60 | 5, 15, 30, 45, 60 |
| 0,140 | 5, 15, 30, 45, 60 | 5, 15, 30, 45, 60 |

Kaplama işlemi esnasında akım değerleri sisteme bağlanan pens ampermetre, sıcaklık çözelti içerisine daldırılmış termokapıl tel ve anot-katot voltaj değerleri doğrudan cihazdan okunmuştur.

## 5.4. Kaplama Kalınlığı

Yüzeyi kaplanan numunelerin kaplama kalınlığını ölçmek için "Fischer Dualscope MP20" marka kalınlık ölçer cihaz kullanılarak eddy akım kayıpları ile ölçülmüştür. Cihaz öncelikle AZ31 Mg alaşımına göre kalibre edildi. Daha sonra cihazın probu kaplamaya değdirilerek her numune için kaplama kalınlık değeri numune yüzeyinden 20 farklı noktadan alınmıştır.

## 5.5. Yüzey Pürüzlülüğü

Yüzey pürüzlülüğü ölçümünde kullanılan profilometre, elmas sivri ucun kaplama yüzeyinde gezdirilmesi ile ucun yüzeydeki girinti ve çıkıntılardan geçirilerek kaplamanın yüzey profilinin çıkarılması prensibi ile çalışır. Yüzeyi kaplanan ve kullanılan altlık malzemenin yüzey pürüzlülüğü "Veeco Dektak 8" marka mekanik profilometre kullanılarak ölçülmüştür. Kaplanmış ve kaplanmamış numunelerin yüzeyinde 1000 µm x 1000 µm' lik bir alan taraması sonucu 32 farklı

noktadan 3 boyutta tarama yapılarak yüzey profili ve ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri (Ra) alınmıştır.

## 5.6. Sertlik Ölçümleri

Numunelerin oksidasyon işleminden sonra, her 5 numuneden hassas kesici ile parçalar kesildi. Kesilen bu parçalar sırasına göre plastik kalıba yerleştirildi. Hazırlanan reçine ve sertleştirici karışımı plastik kalıba döküldü. Epoksinin tam olarak katılaşması için 8 saat beklendi. Epoksi katılaştıktan sonra kalıptan çıkarıldı.

Epoksiye alınan numunenin metalografik olarak incelenebilmesi için tekrar zımparalanıp parlatılması gerekti. Yüzey hazırlanmasında uygulanan aynı işlemler reçinedeki numuneye de uygulandı.

Reçineye alınan 5 numunenin "ZEISS Axio Imager M1m" model optik mikroskop'a bağlı "Anton Paar MHT-10" mikro sertlik cihazıyla sertlik ölçümleri yapıldı. Sertlikler hem kaplanan metalden hem de metale olan uzaklığa bağlı olarak ölçüldü. Indent için uygulanan kuvvet 100gf seçildi. Maksimum kuvveti ulaşma süresi 10 saniye, yükü uygulama süresi ise 3 saniye olarak ayarlandı. 500x büyütmede numune yüzeyinde oluşan diagonal izlerin taban köşegen uzunlukları bilgisayar yazılımı ile işaretlendi. Yazılım daha önce girilen büyütme oranı ve uygulanan kuvvet miktarına bağlı olarak sertlik değerlerini Vickers (HV) cinsinden ekrana verdi.

## 5.7. X-Işınları Kırınım Analizi

Kullanılan altlık malzemenin ve yapılan oksidasyon işlemi ile kaplanan numunelerin içerisindeki fazları belirleyebilmek için numunelerden kesilen 10mm x 10mm boyutlarındaki bir parçaya X-Ray analizi yapıldı. Kesilen numunenin cihaza düzgün şekilde yerleştirilebilmesi için yüzeyi zımparalandı. Daha sonra alkolle silinip kurutuldu. Hazırlanan numunenin X-Ray faz analizi "Bruker D8 Advanced" marka X-ray cihaz ile 1,541 A° dalga boyuna sahip Cu-Kα radyasyon kaynağı 2θ

üzerinde 20 dereceden 80 dereceye kadar 2 derece/dk hızla tarama yapılarak kırınıma uğramış X-ışınları demeti toplanarak faz tayini yapılmıştır.

## 5.8. Mikro Yapı Karakterizasyonu

Yüzeyleri mikro ark oksidasyon yöntemiyle seramik kaplanan numunelerin SEM analizi için "Philips XL30 SFEG" marka taramalı elektron mikroskobu kullanıldı. Numuneler hem kaplama yüzeyinden hem de kesitten( cross-section) incelendi. 5 farklı sürede kaplanan numuneler, 1mm x 1mm boyutlarında kesilerek SEM analizinde kullanılacak şekilde reçineye alınıp SEM Cihazına uygun hale getirildi.

## 5.8. Çizik Testi

Mikro ark oksidasyon yöntemiyle üretilen seramik kaplamaların, altlık metal malzemeye olan yapışma mukavemetini ölçmek amacıyla çizik testi yapılmıştır. Kaplamalar "Rockwell C" elmas uç ile 1 N' dan 175 N' a kadar artan yük altında 5 mm boyunca çizdikten sonra, optik mikroskop altında ilgili bölgeler incelenerek; ilk çatlak veya hasarın oluştuğu kritik yük, $Lc_1$ kritik yükü; ilk yontulmanın ya da kaplamanın yüzeyden atıldığı kritik yük, $Lc_2$ kritik yükü ve kaplamanın tabakalar halinde taban malzemesinden tamamen ayrıldığı kritik yük de $Lc_3$ kritik yükü olarak tanımlanmıştır.

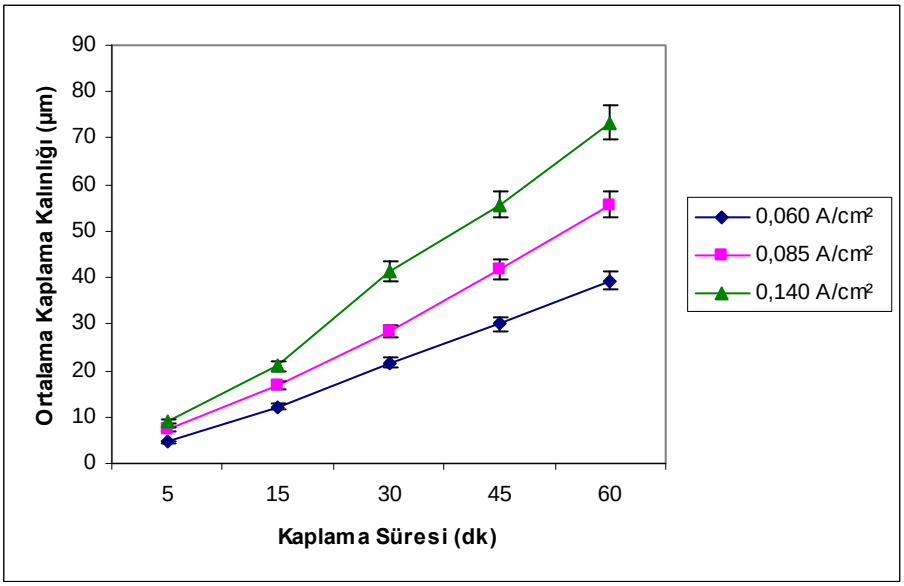
## 5.9. Aşınma Deneyi

Mikro ark oksidasyon (MAO) yöntemiyle seramik kaplanan ve kaplanmamış numunelerin aşınma oranı ve sürtünme katsayısını ölçmek için "CSM Tribometer" marka aşınma testi cihazı kullanıldı. Her bir numune 5 N yük altında, 0,3 m/sn kayma hızında, 300 m mesafe boyunca, 6 mm çapında $Al_2O_3$ aşındırıcı bilye kullanılarak kuru sürtünme ortamında aşındırıldı. Aşınma izleri " Vecco Dektak 8 " marka cihaz kullanılarak ölçüldü. Her bir numune için 1000 µm x 1000 µm lik alanlarda aşınma izleri taranarak ortalama değerleri ölçülmüş ve bu değerler aşınma cihazı yazılımına girilerek aşınma oranları tespit edilmiştir.

# 6. SONUÇLAR VE İRDELENMESİ

## 6.1. Mikro Ark Oksidasyon Kaplama Kinetiği

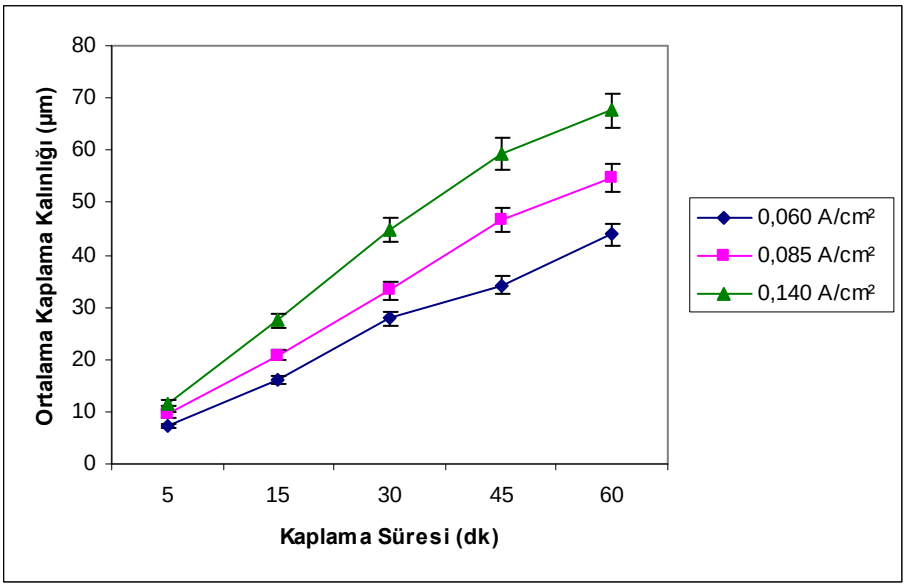
AZ31 magnezyum alaşımına, iki farklı elektrolit çözeltisi içerisinde uygulanan mikro ark oksidasyon işlemi sonucu elde edilen kaplamaların kalınlıklarının kaplama süresi ve akım yoğunluğuna bağlı olarak değişimini; 1 no' lu elektrolit çözeltisi için Şekil 6.1, 2 no' lu elektrolit çözeltisi için ise Şekil 6.2 göstermektedir. Artan kaplama süresi ve akım yoğunluğu ile oluşan oksit film tabakası incelendiğinde bu parametreler ile kaplama kalınlığının lineer bir artış içerisinde olduğu gözlemlenir [Sundararajan and Rama, 2003].




**Şekil 6.1.** Mikro ark oksidasyon yöntemi ile silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların ortalama kaplama kalınlıklarının akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile değişimi.

Şekil 6.1' de akım yoğunluğu ve kaplama süresinin artması ile birlikte kaplama kalınlığının da lineer bir şekilde arttığı görülmektedir. Aynı kaplama süresi için 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda oluşan kaplama kalınlığı 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda oluşan kaplama kalınlığına göre düşük; 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda oluşan kaplama kalınlığına göre daha da düşüktür. Aynı akım

yoğunluğu değeri ele alındığında ise artan süre ile kaplama kalınlığının arttığı görülmektedir.




**Şekil 6.2.** Mikro ark oksidasyon yöntemi ile silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların ortalama kaplama kalınlıklarının akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile değişimi.

Şekil 6.2' de akım yoğunluğu ve kaplama süresinin artması ile birlikte kaplama kalınlığının da lineer bir şekilde arttığı görülmektedir. Aynı kaplama süresi için 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda oluşan kaplama kalınlığı 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda oluşan kaplama kalınlığına göre düşük; 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda oluşan kaplama kalınlığına göre daha da düşüktür. Aynı akım yoğunluğu değeri ele alındığında ise artan süre ile kaplama kalınlığının arttığı görülmektedir.

Mikro ark oksidasyon işleminde, ilk aşamada; yüksek voltaj nedeniyle dielektrik stabilitenin kaybolması sonucu deşarj kanalları oluşur ve bu bölgelerdeki güçlü elektrik alandan dolayı elektrolitten gelen iyonlar bu kanallara girer. Altlık malzemeden gelen AZ31 magnezyum alaşımı ise deşarj kanalları içinde oksitlenir. Elektrolitten gelen iyonlar da oluşan oksit tabakası içine girerek bu oksit yapısını

modifiye eder. Daha sonra, daha soğuk elektrolit ile temas eden oksit katılaşır ve bu süreç devam ettiği sürece kaplama kalınlığı da artar [Guanglianga and Xianyia, 2002, Fanya and Honghui, 2005]. Yani artan işlem süresi ile kaplama kalınlığı artar.

Silikat içerikli farklı miktarlarda hazırlanan elektrolit çözeltileri incelendiğinde; aynı akım yoğunluğu ve kaplama süresinde genellikle, 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamaların 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara göre daha kalın olduğu Tablo 6.1 ve Tablo 6.2' de görülmektedir.

**Tablo 6.1.** Farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin ortalama kaplama kalınlık değerleri.

| **Elektrolit** | **Kaplama Süresi (dk)** | **Ortalama Kaplama Kalınlığı (µm)** | | |
|---|---|---|---|---|
| | | **0,060 (A/cm²)** | **0,085 (A/cm²)** | **0,140 (A/cm²)** |
| **1 No'lu Elektrolit Çözeltisi** | 5 | 4,7 | 7,3 | 9,1 |
| | 15 | 12,1 | 16,7 | 20,9 |
| | 30 | 21,6 | 28,4 | 41,3 |
| | 45 | 30,1 | 41,8 | 55,7 |
| | 60 | 39,3 | 55,7 | 73,3 |

**Tablo 6.2.** Farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin ortalama kaplama kalınlık değerleri.

| **Elektrolit** | **Kaplama Süresi (dk)** | **Ortalama Kaplama Kalınlığı (µm)** | | |
|---|---|---|---|---|
| | | **0,060 (A/cm²)** | **0,085 (A/cm²)** | **0,140 (A/cm²)** |
| **2 No'lu Elektrolit Çözeltisi** | 5 | 7,4 | 9,4 | 11,6 |
| | 15 | 16 | 20,8 | 27,4 |
| | 30 | 27,8 | 33,2 | 44,8 |
| | 45 | 34,2 | 46,6 | 59,4 |
| | 60 | 43,9 | 54,8 | 67,6 |

Elde edilen kaplama kalınlığı sonuçlarına göre, akım yoğunluğunun kaplama süresine kıyasla daha baskın bir parametre olduğu görülmektedir. 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda 45 dakika kaplama işlemine tabi tutulan numunenin kaplama kalınlığı (30,1 μm), gene aynı elektrolit çözeltisi içinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda 30 dakika kaplama işlemine tabi tutulan numunenin kaplama kalınlığına (41,3 μm) kıyasla daha düşüktür. 2 no' lu elektrolit çözeltisi için de aynı kıyas yapılabilir.

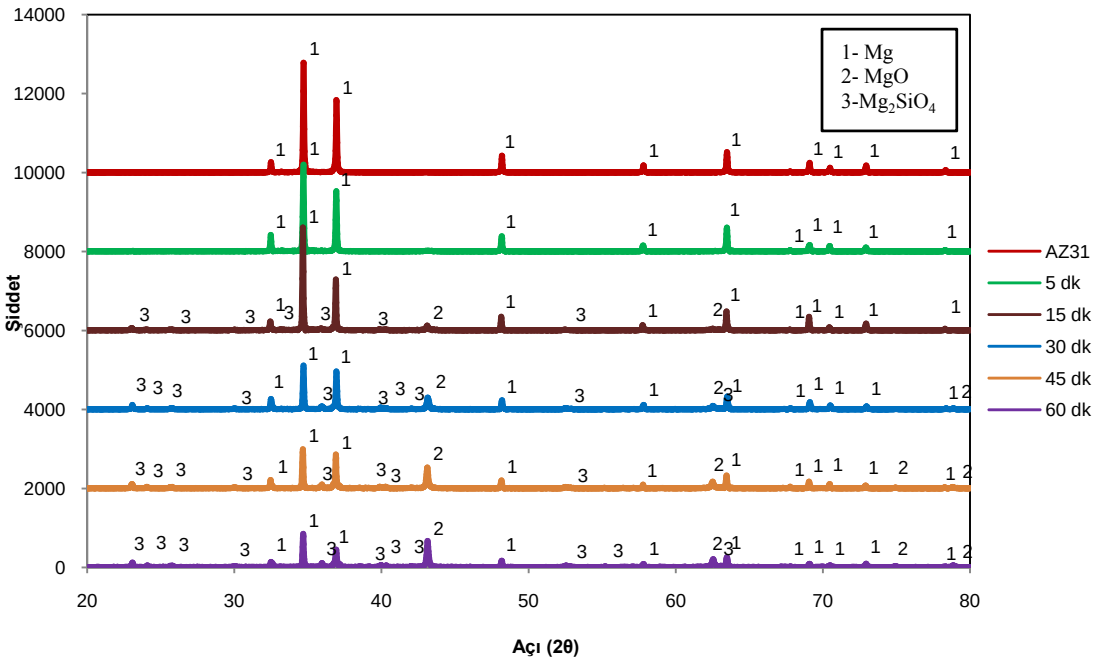
Tablo 6.1 ve Tablo 6.2 incelendiğinde 8 g/L $Na_2SiO_3.5H_2O$ içeren 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde oluşturulan kaplamaların ortalama kaplama kalınlıkları, 4 g/L $Na_2SiO_3.5H_2O$ içeren 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde oluşturulan kaplamaların ortalama kaplama kalınlıklarına göre daha fazla olduğu yani artan konsantrasyon miktarı ile ortalama kaplama kalınlıklarının arttığı görülmektedir.

Yalnız, iki elektrolit çözeltisi içinde; aynı kaplama sürelerinde ve akım yoğunluklarında, ortalama kaplama kalınlıklarında bir artış görülürken 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 60 dakika süresinde 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin ortalama kaplama kalınlıklarının 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelere göre daha düşük değerde olduğu görülmektedir. Kaplama yüzeyinde meydana gelen çatlaklar ve kaplama kinetiğinin yavaşlaması bu düşüşün sebebi olarak gösterilmektedir. Numune yüzeyinde oluşan oksit tabakası maksimum değere ulaştığında kaplama işlemi sona erer ve bu oksit tabakası parçalanarak şekillenir. Bu nedenle numune yüzeyinde büyük delikler oluşarak, kalınlık değerinde bir düşüş görülür [Prakash et all, 2007].

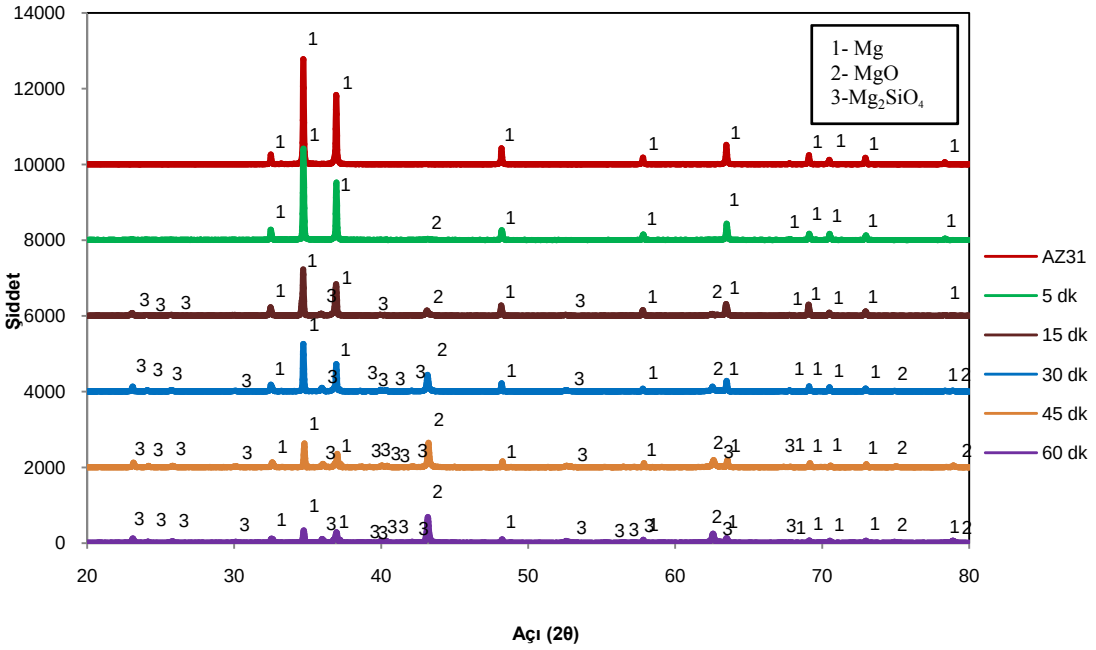
## 6.2. X-Işınları Kırınımı Analizi

Yüzeyin mekanik ve tribolojik performansını, korozyon direncini belirleyen en önemli faktörlerden biri kaplamanın faz yapısıdır. Bu sebeple, konsantrasyonları farklı iki çözelti içerisinde farklı akım yoğunlukları ve farklı sürelerde mikro ark oksidasyon yüzey kaplama işlemine tabi tutulan AZ31 magnezyum alaşımı numuneleri yüzeyinde oluşan tabakada ki fazların tespiti için X-ışınları kırınım analizi yapılmıştır.

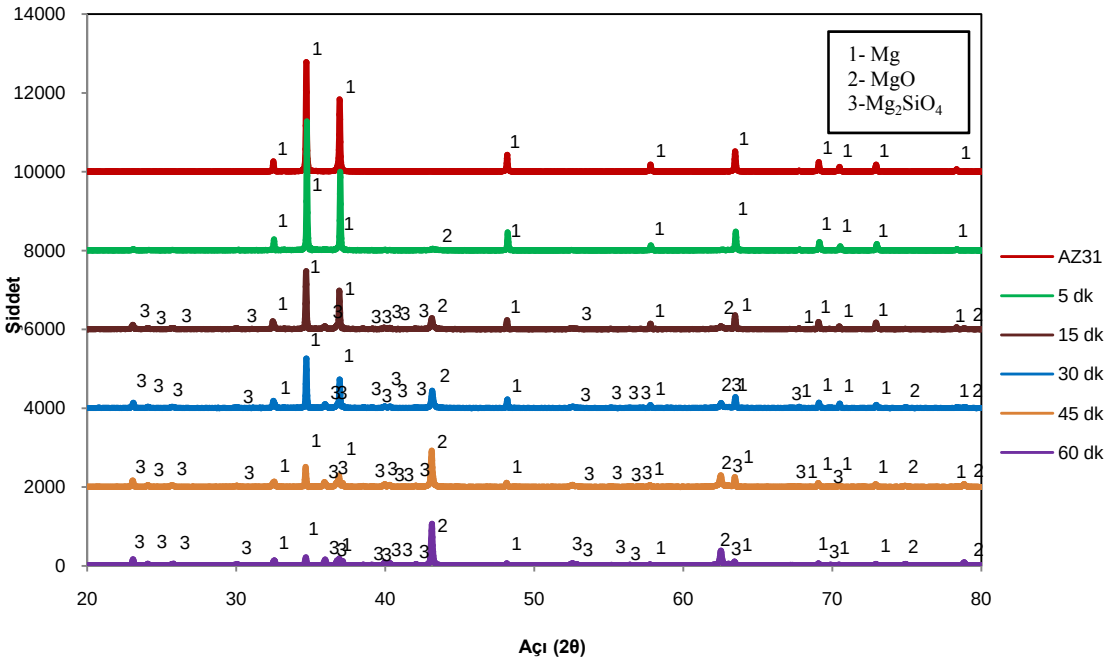
Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5, 15, 30, 45 ve 60 dakika sürelerinde kaplanan numunelere ait X-ışınları kırınım analizi sonuçları Şekil 6.3' de görülmektedir.




**(a)**




**(b)**




**(c)**

**Şekil 6.3.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde (a) 0,060 A/cm² (b) 0,085 A/cm² (c) 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5, 15, 30, 45, 60 dakika sürelerde kaplanan numunelerin X-ışınları kırınım analizi sonuçları.

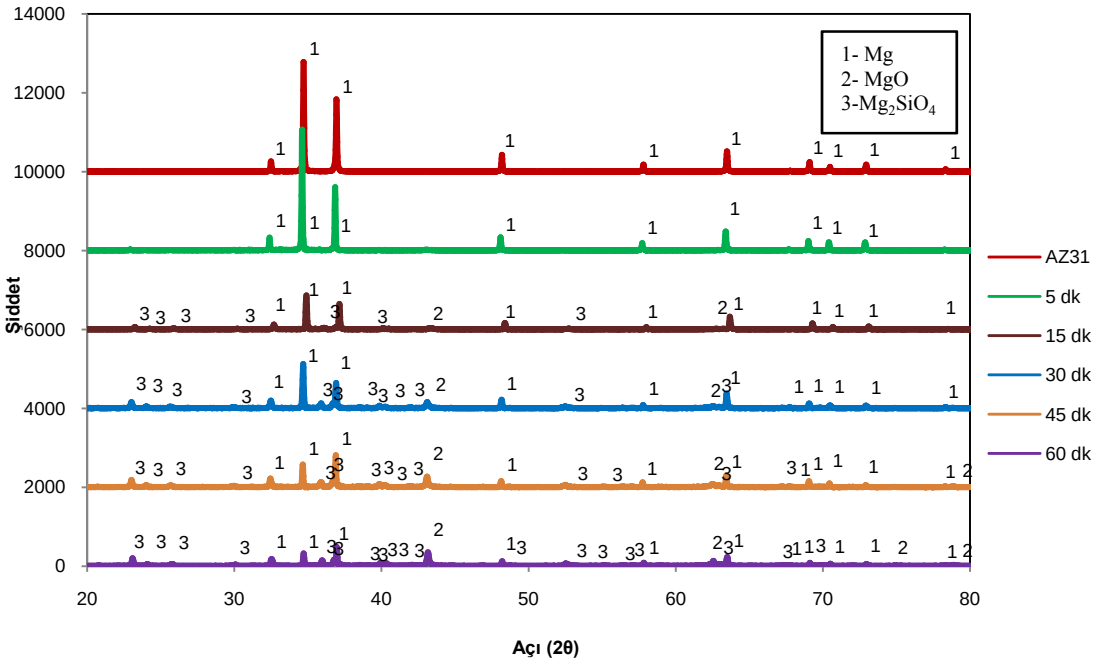
Yapılan X-ışınları kırınımı analizi incelemelerinde uygulanan akım yoğunluğu ve kaplama süresi değerlerine göre farklı faz yapıları oluştuğu gözlenmektedir. Genel olarak, oluşan oksit film tabakasına ait fazlar Mg, MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite)'dır. İşlem parametrelerinin değiştirilmesiyle oksit tabaksındaki faz oranları da değişiklik göstermektedir.

Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5, 15, 30, 45 ve 60 dakika sürelerde kaplanan numunelerin X-ışınları kırınımı analizi sonuçlarında tüm numunelerin yüzeylerinde Mg, MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazları oluştuğu görülmektedir. Aynı akım yoğunluğunda artan süreyle birlikte, her numune için yüzeyde oluşan Mg fazının şiddetinin azaldığı; MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazlarının şiddetlerinin arttığı görülmektedir. En şiddetli piklerin aynı akım yoğunluğu için 60 dakika sürede kaplanan numunelerin yüzeylerinde oluştuğu görülmektedir.

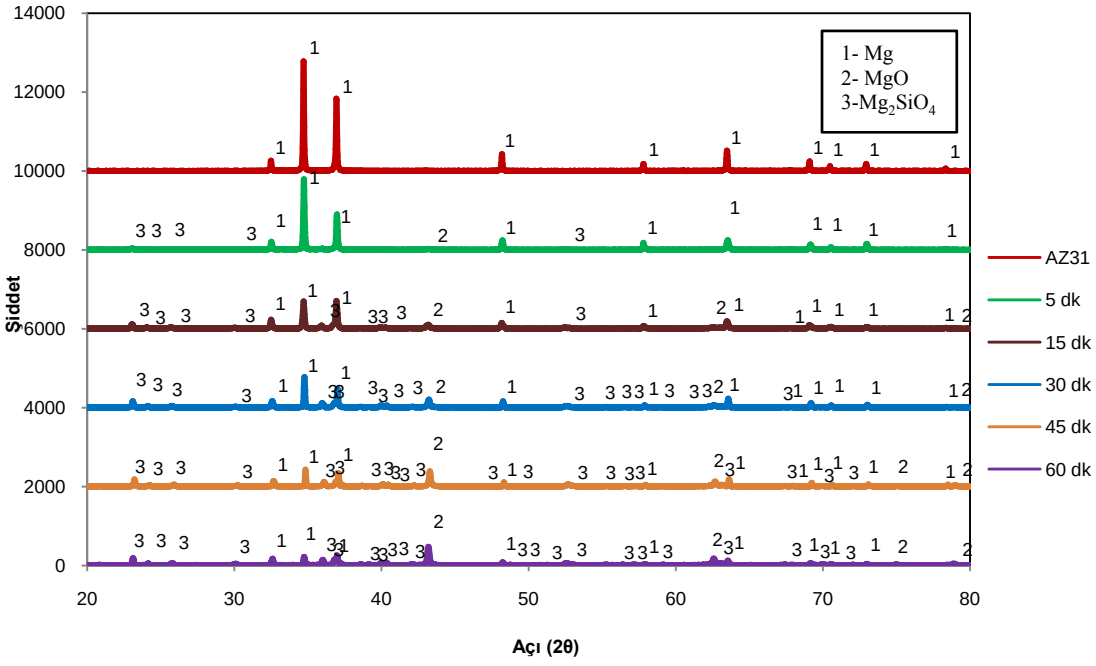
Aynı kaplama sürelerinde artan akım yoğunluğuna bağlı olarak Mg fazına ait pik şiddetinin azaldığı, MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazlarına ait piklerin şiddetlerinin arttığı görülmektedir. 0,140 A/cm² akım yoğunluğu ve aynı kaplama süresinde kaplanan numunelerin yüzeylerinde oluşan MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazlarına ait piklerin şiddetleri 0,060 A/cm² ve 0,085 A/cm²akım yoğunluğunda kaplanan numunelerin yüzeylerinde oluşan piklere göre daha fazla olduğu; Mg fazına ait piklerin şiddetlerinin ise daha az olduğu görülmektedir.

Şekil 6.3 incelendiğinde, aynı kaplama sürelerinde kaplama yüzeyinde oluşan MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazlarına ait en şiddetli piklerin 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda oluştuğu, en düşük şiddetli piklerin ise 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda oluştuğu görülmektedir. Kaplama yüzeyinde oluşan Mg fazına ait pikler için ise tam tersi bir durum söz konusudur.

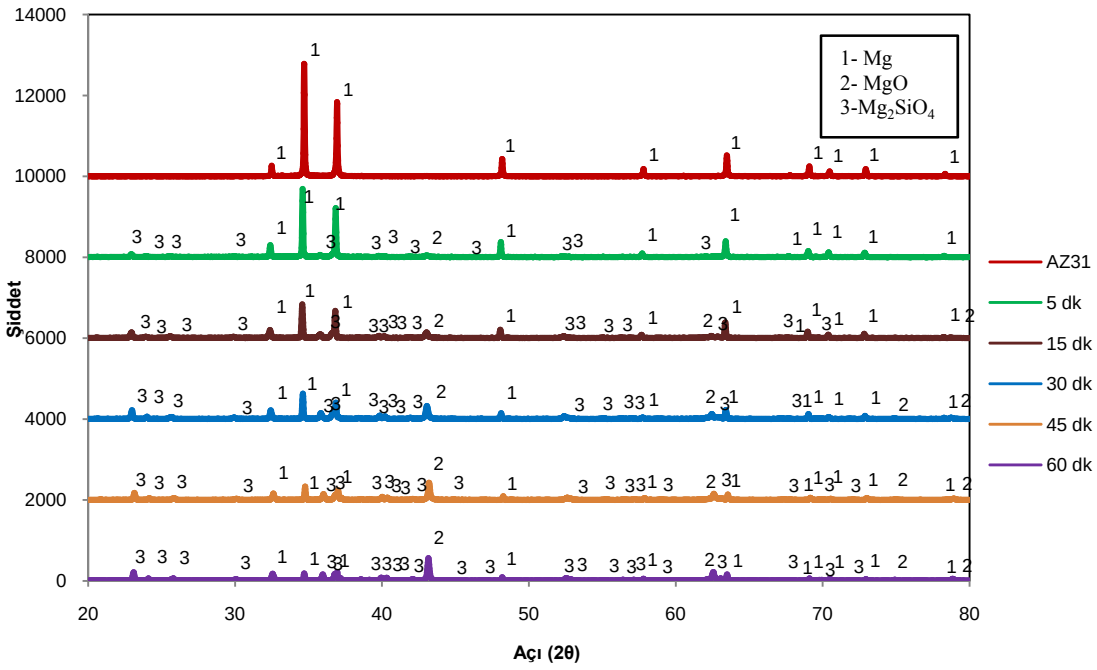
Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5, 15, 30, 45 ve 60 dakika sürelerinde kaplanan numunelere ait X-ışınları kırınım analizi sonuçları Şekil 6.4' de görülmektedir.




**(a)**




**(b)**




**(c)**

**Şekil 6.4.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde (a) 0,060 A/cm² (b) 0,085 A/cm² (c) 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5, 15, 30, 45, 60 dakika sürelerde kaplanan numunelerin X-ışınları kırınım analizi sonuçları.

Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5, 15, 30, 45 ve 60 dakika sürelerde kaplanan numunelerin X-ışınları kırınımı analizi sonuçlarında tüm numunelerin yüzeylerinde Mg, MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazları oluştuğu görülmektedir. Aynı akım yoğunluğunda artan süreyle birlikte, her numune için yüzeyde oluşan Mg fazının şiddetinin azaldığı; MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_3$ (forsterite) fazlarının şiddetlerinin arttığı görülmektedir. En şiddetli piklerin aynı akım yoğunluğu için 60 dakika sürede kaplanan numunelerin yüzeylerinde oluştuğu görülmektedir.

Aynı kaplama sürelerinde artan akım yoğunluğuna bağlı olarak Mg fazına ait pik şiddetinin azaldığı, MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazlarına ait piklerin şiddetlerinin arttığı görülmektedir. 0,140 A/cm² akım yoğunluğu ve aynı kaplama süresinde kaplanan numunelerin yüzeylerinde oluşan MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazlarına ait piklerin şiddetleri 0,060 A/cm² ve 0,085

A/cm²akım yoğunluğunda kaplanan numunelerin yüzeylerinde oluşan piklere göre daha fazla olduğu; Mg fazına ait piklerin şiddetlerinin ise daha az olduğu görülmektedir.

Şekil 6.4 incelendiğinde, aynı kaplama sürelerinde kaplama yüzeyinde oluşan MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazlarına ait en şiddetli piklerin 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda oluştuğu, en düşük şiddetli piklerin ise 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda oluştuğu görülmektedir. Kaplama yüzeyinde oluşan Mg fazına ait pikler için ise tam tersi bir durum söz konusudur.

Silikat içerikli 1 ve 2 no' lu çözeltilere ait Şekil 6.3 ve Şekil 6.4 kıyaslandığında, aynı akım yoğunluğu ve aynı süreler için 2 no' lu çözelti içinde kaplanan numunelerin, 1 no' lu çözelti içinde kaplanan numunelere göre MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazlarına ait piklerinin daha yüksek şiddette olduğu; Mg fazına ait piklerin ise daha düşük şiddette olduğu görülmektedir. Yani artan konsantrasyon miktarıyla; var olan fazların pik şiddetlerinin azaldığı, kaplama ile oluşan yeni fazların pik şiddetlerinin ise arttığı görülür.

Silikat içerikli 1 ve 2 no'lu elektrolit çözeltileri içerisinde üretilen kaplamalarda oluşan kübik MgO (periclase) fazının oluşum mekanizması, konversiyonel anodizasyon teknolojisindeki oluşum mekanizmasına benzer. Aynı anda altlık metalden film/elektrolit ara yüzeyine kadar $Mg^{2+'}$ nin dışa göçü ve elektrolitten altlık metal/film ara yüzeyinde meydana gelen MgO oluşumu (6.1)' de gösterilmektedir [Durdu, 2010].

$$Mg^{2+} + O^{2-} \rightarrow MgO \qquad (6.1)$$

Silikat içerikli her iki çözeltide de hazırlanan kaplamalarda oluşan spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazı elektrolitteki $SiO_3^{2-}$ anyonlarının deşarj kanallarına nüfuz etmesi ve mikro ark oksidasyon prosesi boyunca altlık metal ile reaksiyonu sonucu oluşur. Mikrospark bölgesinde anlık sıcaklığın binlerce dereceye ulaştığı tahmin edilir, bu yüzden plazma kimyasal etkileşimlerle üretilen oksit ürünler kararlı bir kimyasal termodinamik özelliğe sahiptir. Mikro ark oksidasyon prosesinde yüksek

sıcaklık etkisinden dolayı $SiO_2$ ve MgO (periclase)' nun ikisi de anında ergimiş duruma gelirler. Elektrolitin soğutma etkisi altında, mikro ark kıvılcımları dışa vurulduğunda yüksek sıcaklık faz dönüşümü $SiO_2$ ve aşırı miktarda MgO (periclase) arasında oluşur ve sonuç olarak $Mg_2SiO_4$ (forsterite) ve MgO (periclase) karışımına dönüşür [Durdu, 2010].

$$SiO_3^{2-} + 2H^+ \rightarrow SiO_2 + H_2O \quad (6.2)$$

$$SiO_3^{2-} - 2e \rightarrow SiO_2 + 1/2O_2 \quad (6.3)$$

$$SiO_2 + 2MgO \rightarrow Mg_2SiO_4 \quad (6.4)$$

Mikro ark oksidasyon yöntemi ile elde edilen tabakanın büyümesi ile elde edilen fazların kompozisyonunda; kaplama süresi, uygulanan akım yoğunluğu, taban malzemesinin türü ve kullanılan elektrolit çözeltisi konsantrasyonuna bağlı olarak farklılıklar olmaktadır. Kaplama süresi ve akım yoğunluğunun artması ile kaplama kalınlığı artar. Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde farklı akım yoğunluğu ve farklı kaplama sürelerinde yapılan kaplamaların X-ışınları kırınımı analizinden elde edilen faz analizi sonuçlarının kaplama süresi ile değişimi Tablo 6.3' de verilmektedir. Aynı şekilde silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde farklı akım yoğunluğu ve farklı kaplama sürelerinde yapılan kaplamaların X-ışınları kırınımı analizinden elde edilen faz analizi sonuçlarının kaplama süresi ile değişimi de Tablo 6.4' de verilmektedir.

**Tablo 6.3.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte artan kaplama kalınlığına bağlı olarak kaplamada oluşan fazların X-ışınlarının kırınımı analizi ile faz analiz haritası sonuçları: 1:Mg, 2:MgO (periclase), 3:$Mg_2SiO_4$ (forsterite).

| Elektrolit | Kaplama Süresi (dk) | Ortalama Kaplama Kalınlığı (µm) | | | Kaplamada Oluşan Fazlar | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 0,060 (A/cm²) | 0,085 (A/cm²) | 0,140 (A/cm²) | 0,060 (A/cm²) | 0,085 (A/cm²) | 0,140 (A/cm²) |
| 1 No' lu Elektrolit Çözeltisi | 5 | 4,7 | 7,3 | 9,1 | 1 | 1, 2 | 1, 2 |
| | 15 | 12,1 | 16,7 | 20,9 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |
| | 30 | 21,6 | 28,4 | 41,3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |
| | 45 | 30,1 | 41,8 | 55,7 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |
| | 60 | 39,3 | 55,7 | 73,3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |

**Tablo 6.4.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte artan kaplama kalınlığına bağlı olarak kaplamada oluşan fazların X-ışınlarının kırınımı analizi ile faz analiz haritası sonuçları: 1:Mg, 2:MgO (periclase), 3:$Mg_2SiO_4$ (forsterite).

| Elektrolit | Kaplama Süresi (dk) | Ortalama Kaplama Kalınlığı (µm) | | | Kaplamada Oluşan Fazlar | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 0,060 (A/cm²) | 0,085 (A/cm²) | 0,140 (A/cm²) | 0,060 (A/cm²) | 0,085 (A/cm²) | 0,140 (A/cm²) |
| 2 No' lu Elektrolit Çözeltisi | 5 | 7,4 | 9,4 | 11,6 | 1 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |
| | 15 | 16 | 20,8 | 27,4 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |
| | 30 | 27,8 | 33,2 | 44,8 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |
| | 45 | 34,2 | 46,6 | 59,4 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |
| | 60 | 43,9 | 54,8 | 67,6 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 | 1, 2, 3 |

Tablo 6.3 ve Tablo 6.4' de verilen kaplama kalınlıkları ve faz kompozisyon sonuçları incelendiğinde akım yoğunluğunun mikro ark oksidasyon faz miktarını belirlemede kaplama süresinden çok daha etkili olduğu söylenebilir. Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda 45 dakika kaplama

işlemine tabi tutulan numunenin kaplama kalınlığı (30,1 µm), gene aynı elektrolit çözeltisi içinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda 30 dakika kaplama işlemine tabi tutulan numunenin kaplama kalınlığına (41,3 µm) kıyasla daha düşüktür. Faz miktarları kıyaslandığında ise, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda 30 dakika süre ile kaplanan numunede oluşan MgO (periclase) ve spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazların miktarı 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda 45 dakika süre ile kaplanan numunedeki faz miktarından daha fazla olduğu görülmektedir. Benzer şekilde silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde aynı durum söz konusudur.

Tablo 6.3 ve 6.4' de akım yoğunlukları ve kaplama süreleri incelendiğinde silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalarda, silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara kıyasla spinel $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazının daha fazla miktarda olduğu, Mg fazı miktarının ise daha az olduğu görülmektedir.

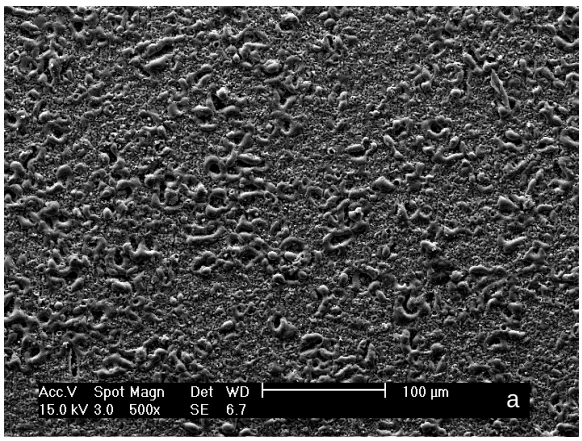
## 6.3. Kaplamaların Mikro Yapı Karakterizasyonu

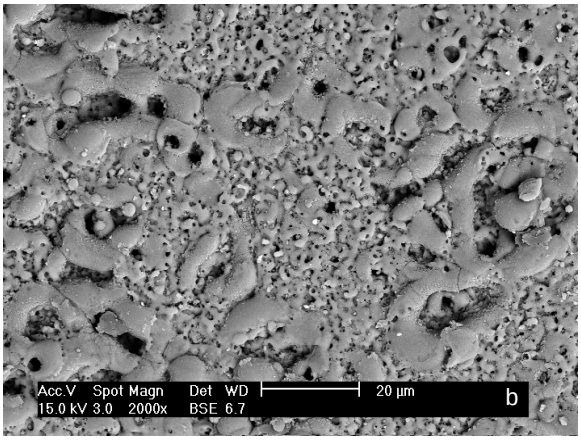
### 6.3.1. Kaplamaların Yüzey Morfolojisi

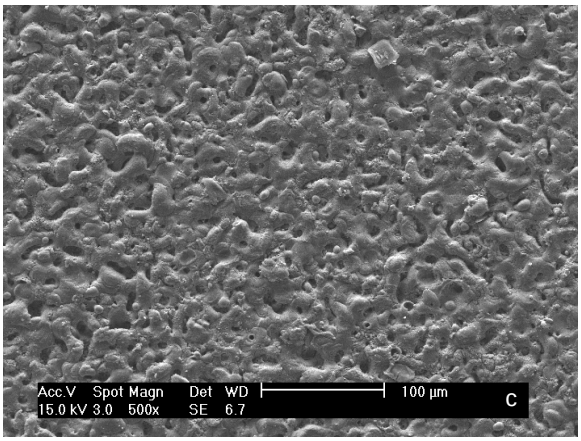
Konsantrasyonları farklı silikat içerikli iki elektrolit çözeltisi içinde farklı akım yoğunluğu ve farklı sürelerde MAO yöntemi ile kaplanan numunelerin yüzey morfolojileri taramalı elektron mikroskobuyla (SEM) ile incelenmiştir. Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde sırasıyla 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında farklı sürelerde üretilen kaplamaların yüzey SEM fotoğrafları Şekil 6.5, Şekil 6.6, Şekil 6.7' de görülmektedir. Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde sırasıyla 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında farklı sürelerde üretilen kaplamaların da yüzey SEM fotoğrafları Şekil 6.8, Şekil 6.9, Şekil 6.10' da görülmektedir.

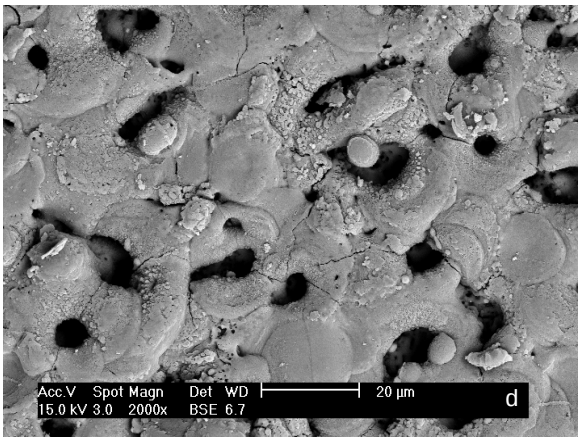
Mikro ark oksidasyon işlemi sonrası oluşan yüzey tipik görüntüsü pürüzlü porlar içeren bir morfolojidir. Bu porlar deşarj kanalları olarak adlandırılmaktadır. Por boyutu ve yüzeyin genel morfolojisi uygulanan voltaj ve akım değerlerine bağlı olarak değişebilmektedir. Uygulanan akım ve voltaj değerlerinin artmasıyla oluşan kaplama daha poroz bir yapıya dönüşmektedir. Bunun nedeni, uygulanan akım yoğunluğunun artmasıyla proses sırasında oluşan deşarj kanallarının sayısının artması ve sonuç olarak bu kanallar etrafında yüksek ısı değişimi nedeniyle amorf bir katılaşmanın gerçekleşmesidir. Katılaşan bölgeler kraterimsi bir yapı gibi görünür. Proses devam ettiği sürece bu kinetik olay kendini sürekli tekrarlamaktadır. Dolayısıyla açılan deşarj kanalları sayesinde altlık malzemeden gelen iyonlar elektrolit çözeltisi ile reaksiyona girerek yeni katmanları oluşturmaktadır [Fanya and Honghui, 2005].

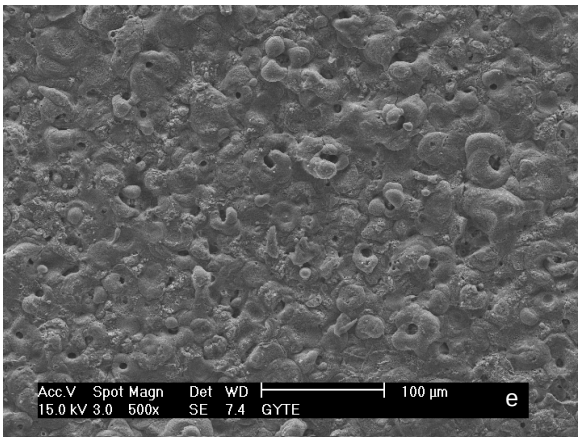
Silikat içerikli 1 ve 2 no' lu elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamaların yüzey SEM fotoğrafları incelendiğinde artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile yüzeyde meydana gelen kraterimsi bölgenin ve gözeneklerin boyutlarının arttığı fakat sayılarının azaldığı görülmektedir. Kaplama süresinin artması ile yüzeyde oluşan deşarj kanallarının da boyutları artmakta, sayıları azalmaktadır.

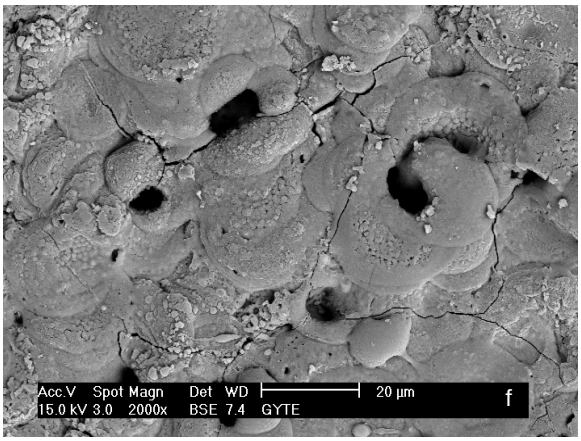

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.7
a

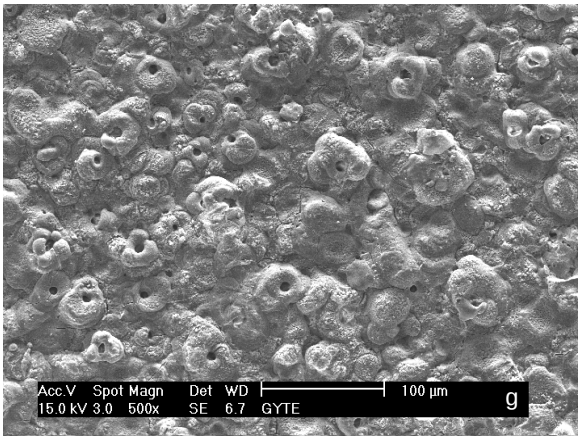

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 6.7
b

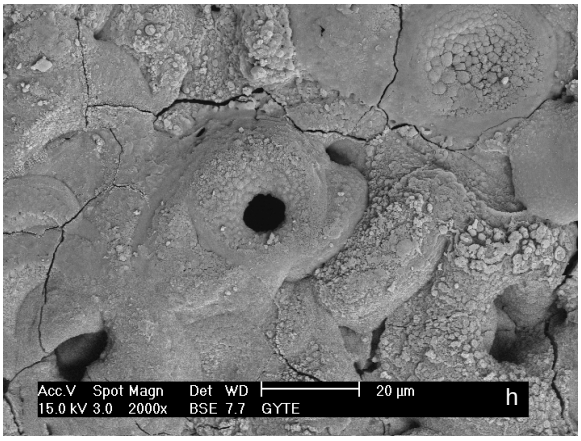

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.7
c

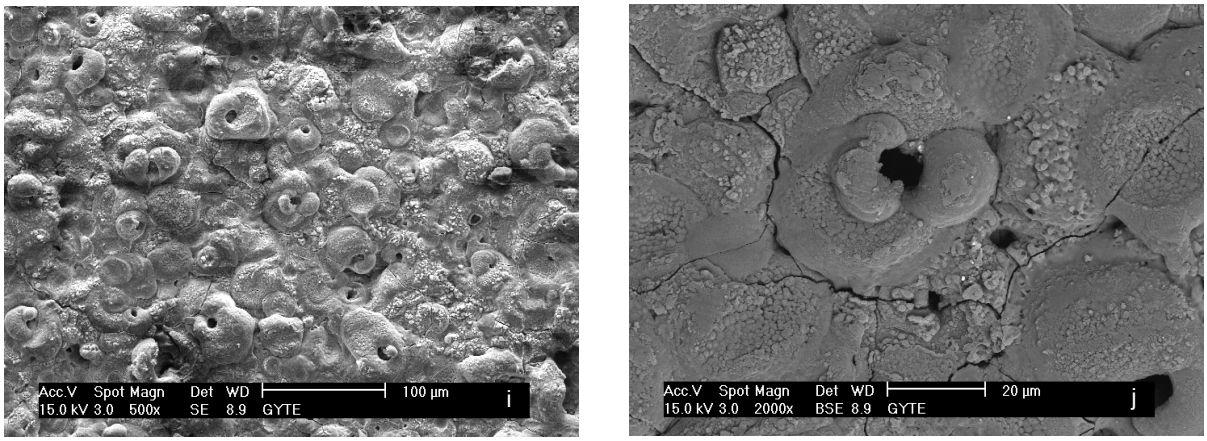

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 6.7
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 7.4 GYTE
e


Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 7.4 GYTE
f

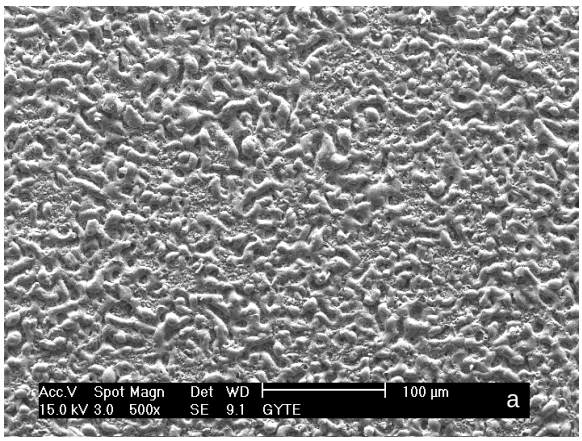

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.7 GYTE
g

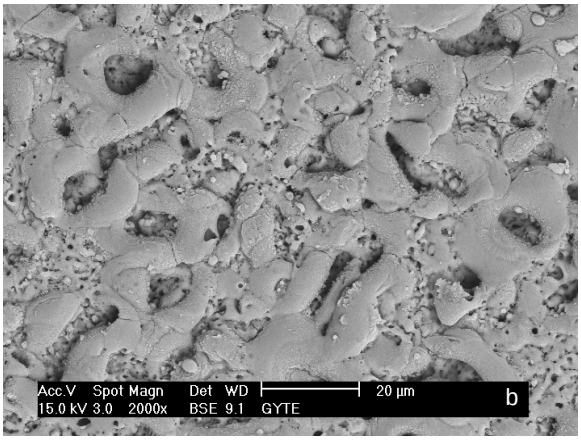

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 7.7 GYTE
h

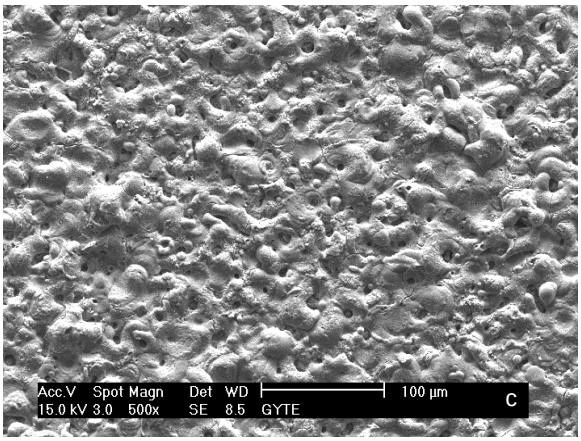


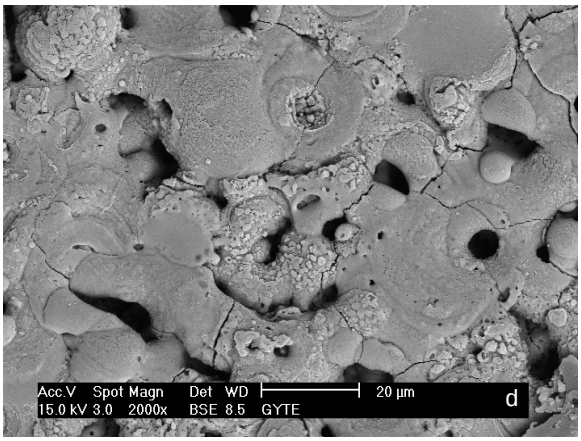

**Şekil 6.5.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

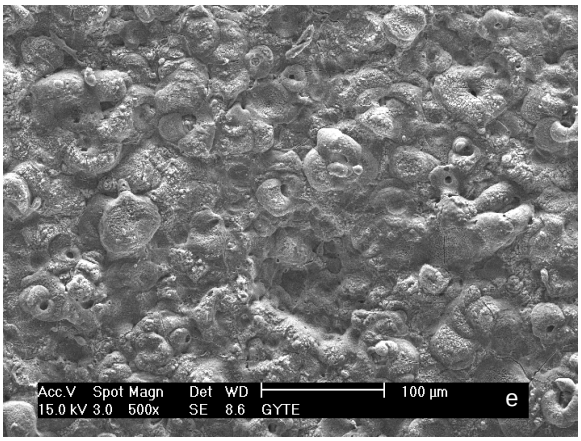
Şekil 6.5' de artan kaplama süresi ile gözeneklerin azaldığı fakat boyutlarının arttığı görülmektedir. İşlem esnasında meydana gelen termal gerilimlerden dolayı 15. dakikadan itibaren çatlaklar oluşmaya başlayıp artan kaplama süresi ile hızla büyüme göstermişlerdir.

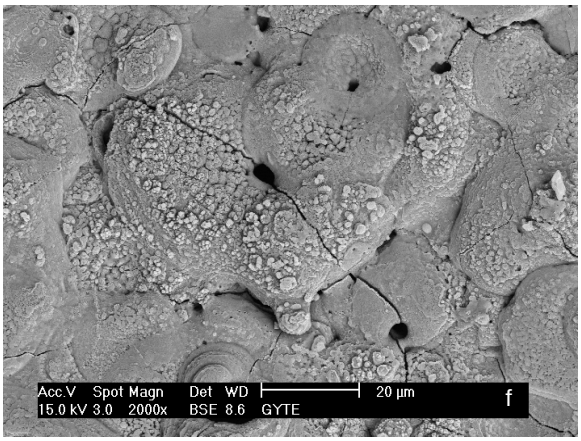

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 9.1 GYTE
a

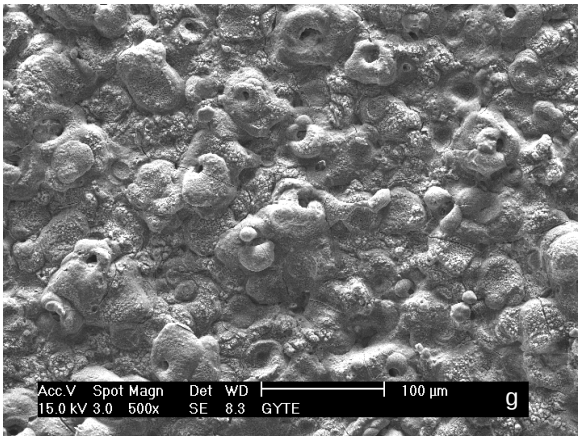

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 9.1 GYTE
b

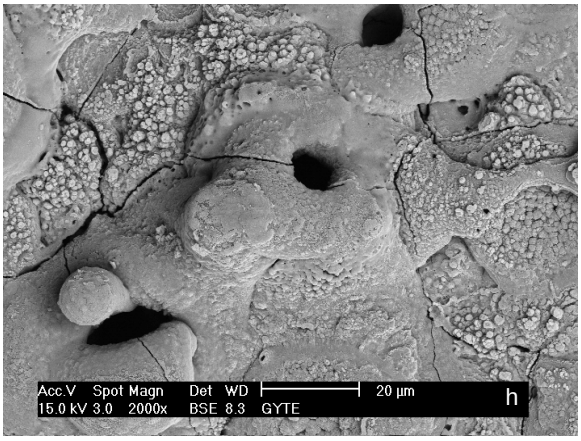

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.5 GYTE
c

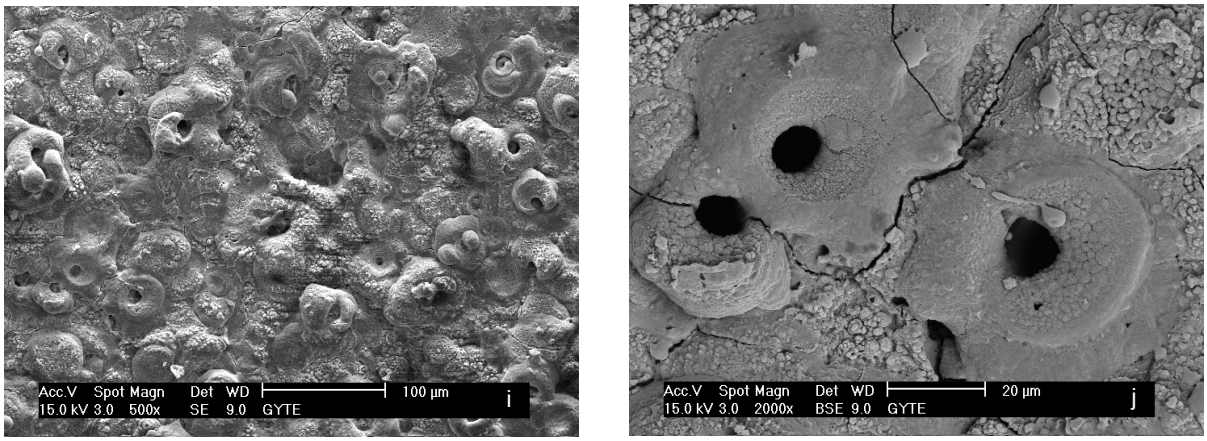

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 8.5 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.6 GYTE
e


Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 8.6 GYTE
f

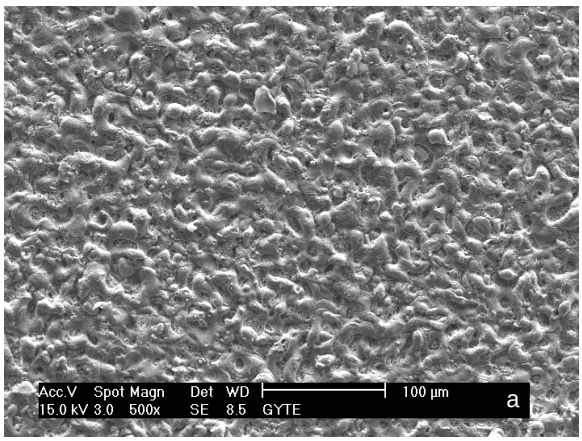

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.3 GYTE
g

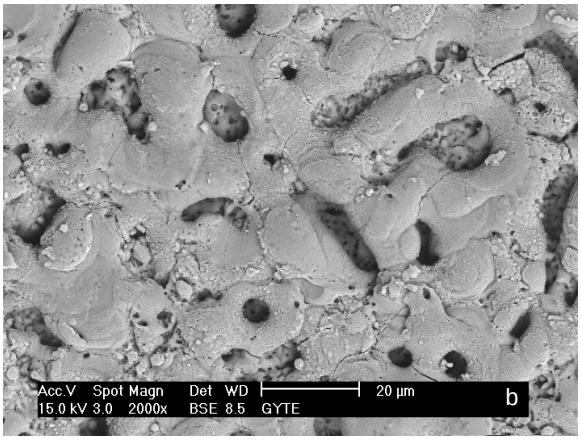

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 8.3 GYTE
h

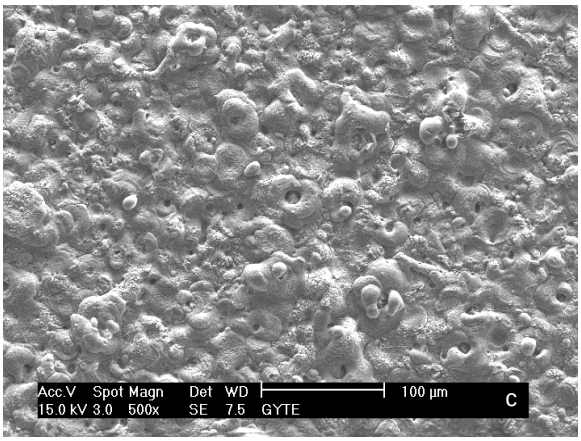


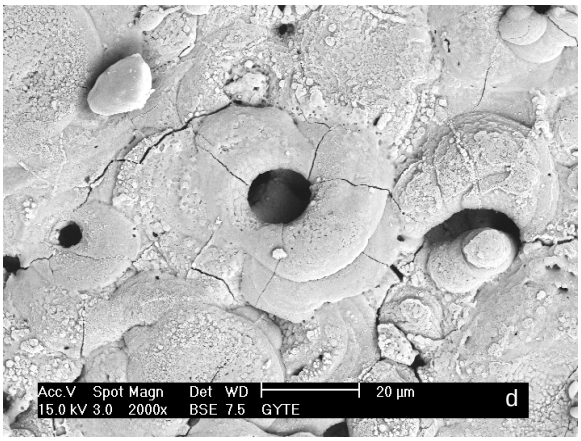

**Şekil 6.6.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

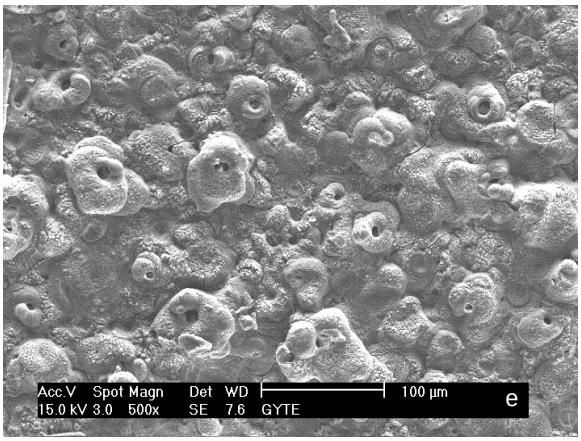
Şekil 6.6' da artan kaplama süresi ile gözeneklerin azaldığı fakat boyutlarının arttığı görülmektedir. İşlem esnasında meydana gelen termal gerilimlerden dolayı 15. dakikadan itibaren çatlaklar oluşmaya başlayıp artan kaplama süresi ile hızla büyüme göstermişlerdir.

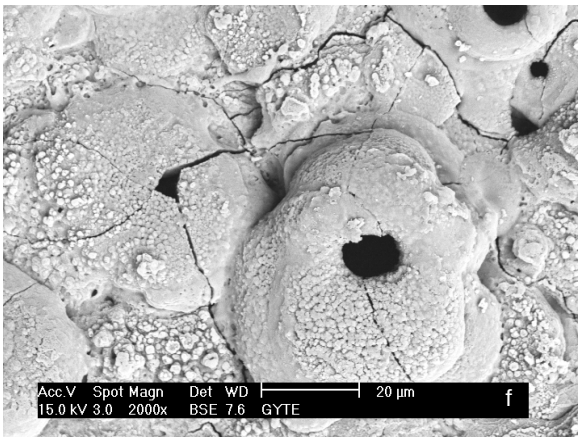

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.5 GYTE
a

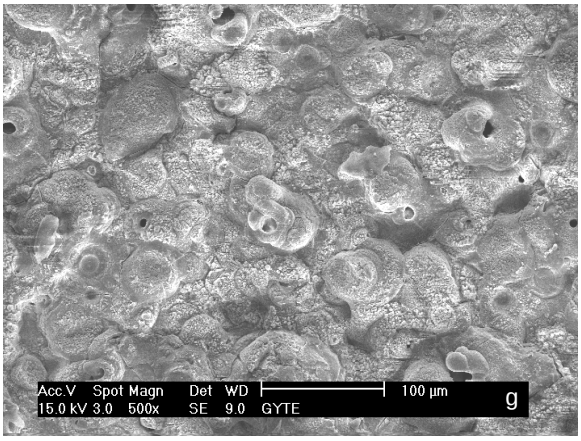

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 8.5 GYTE
b

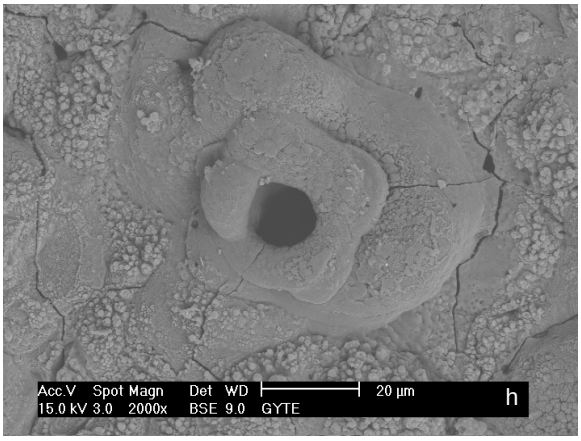

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 7.5 GYTE
c

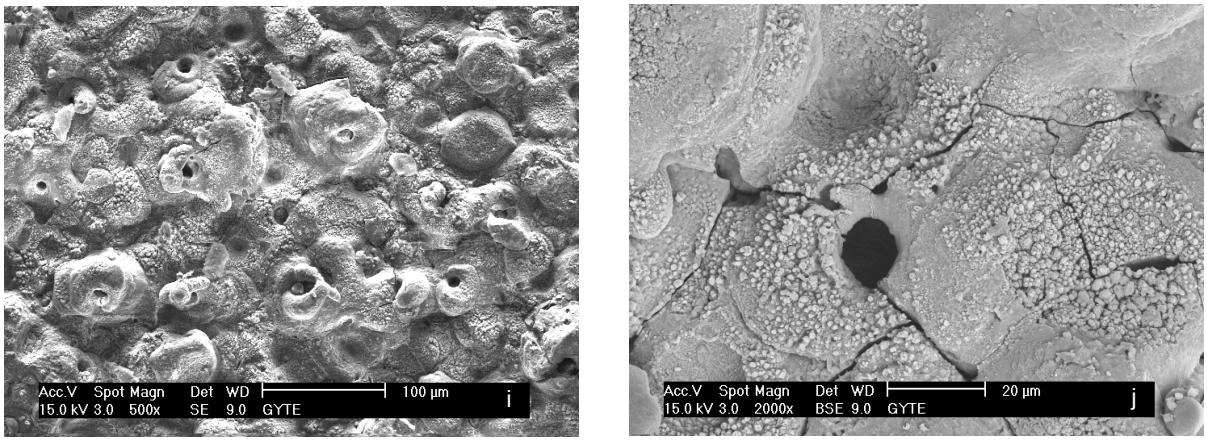

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 7.5 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 7.6 GYTE
e


Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 7.6 GYTE
f


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 9.0 GYTE
g

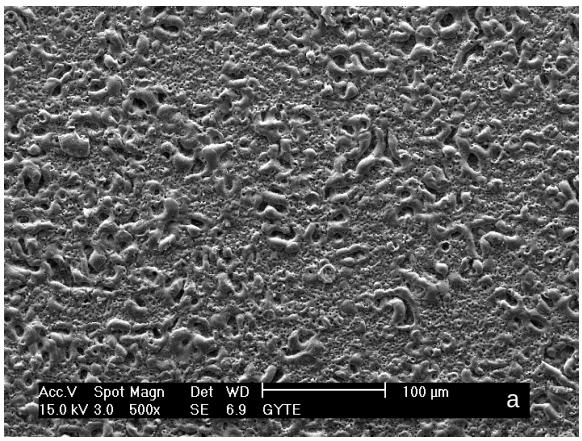

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 9.0 GYTE
h

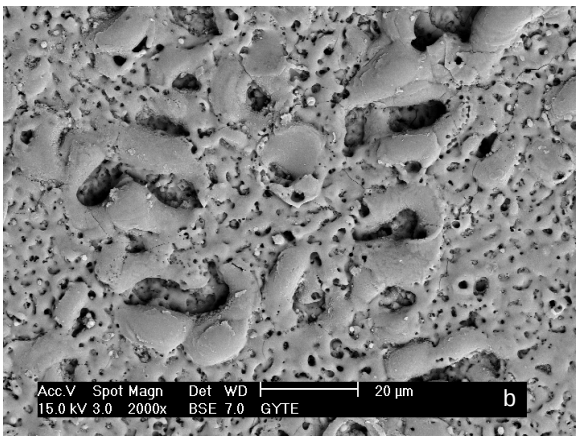


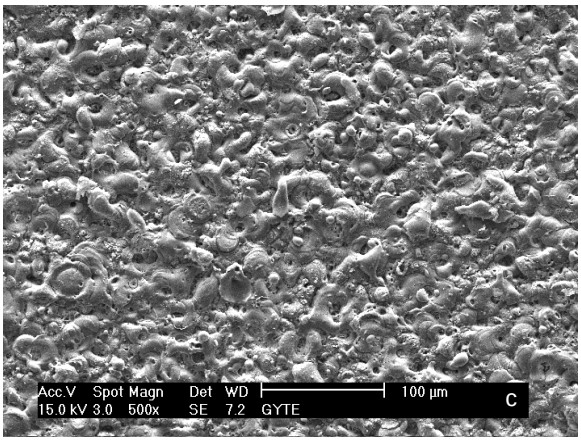

**Şekil 6.7.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

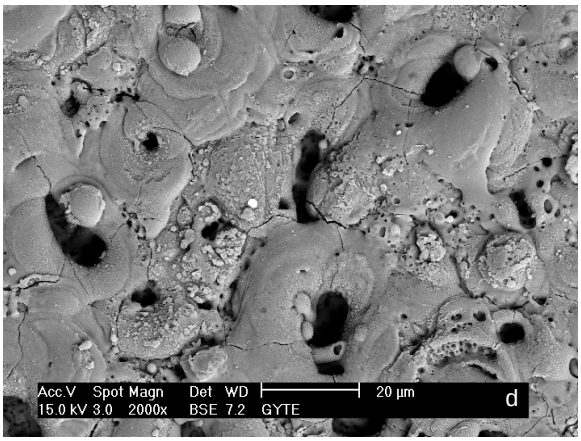
Şekil 6.7' de artan kaplama süresi ile gözeneklerin azaldığı fakat boyutlarının arttığı görülmektedir. İşlem esnasında meydana gelen termal gerilimlerden dolayı 5. dakikadan itibaren çatlaklar oluşmaya başlayıp artan kaplama süresi ile hızla büyüme göstermişlerdir.

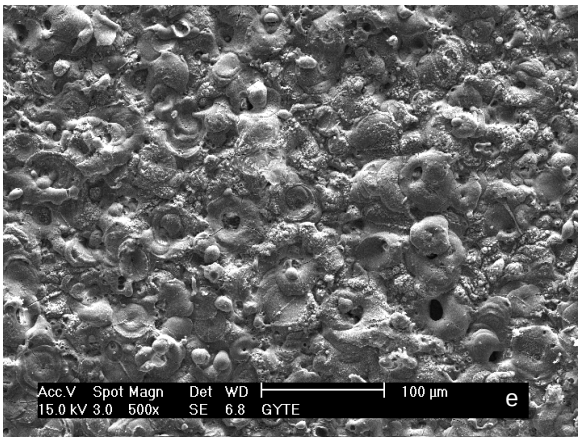
Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin yüzeylerinde, artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile termal gerilimlerden kaynaklanan çatlaklar oluşmakta ve zamanla büyümektedir. Yüzey SEM fotoğrafları incelendiğinde yüzeyde oluşan çatlakların kaplama süresinden çok akım yoğunluğu artışı ile değiştiği görülmektedir. Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² ve 0,085 A/cm² akım yoğunluklarında 15. dakikada çatlaklar oluşmaya başlarken, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda 5. dakikada çatlak oluşumu görülmektedir. Aynı zamanda akım yoğunluğunun artması ile yüzeyde oluşan kıvılcımların şiddeti artmakta ve böylece deşarj kanalları büyümektedir. Akım yoğunluğu artışı ile kaplama yüzeyleri daha gözenekli ve kaba bir hal alır. Şekillerde görüldüğü gibi deşarj kanalları sınırlı ömre sahiptirler. Bu nedenle deşarj kanalları, kaplama prosesi boyunca sürekli oluşmakta ve kapanmaktadır.

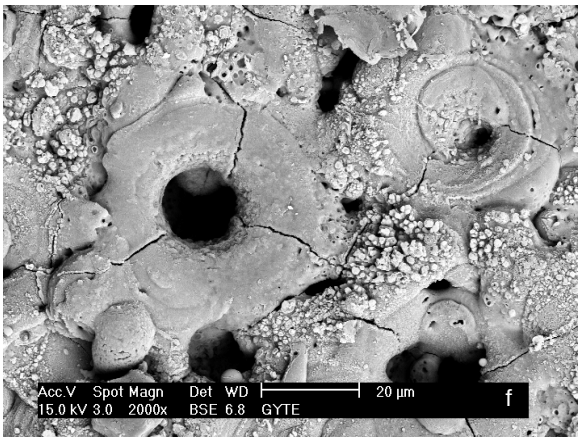

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.9 GYTE
a

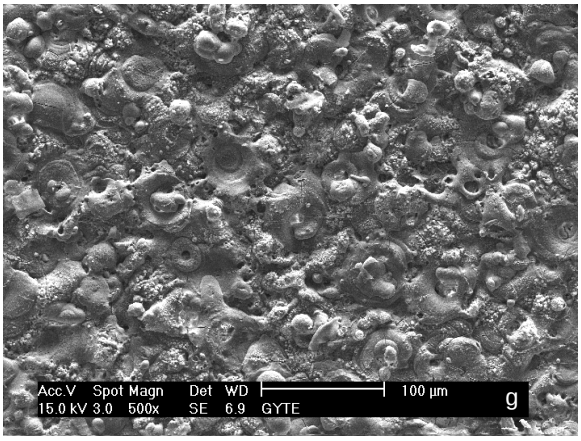

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 7.0 GYTE
b

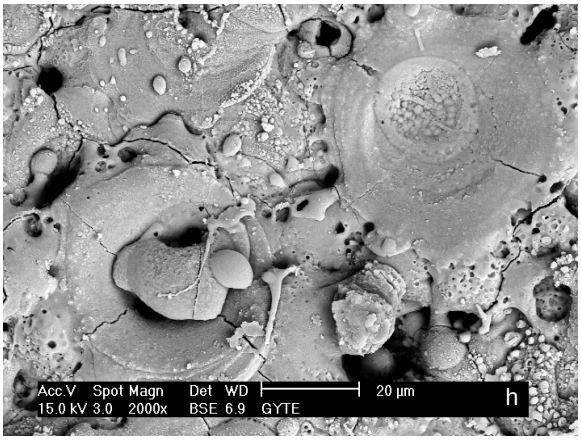

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 7.2 GYTE
c

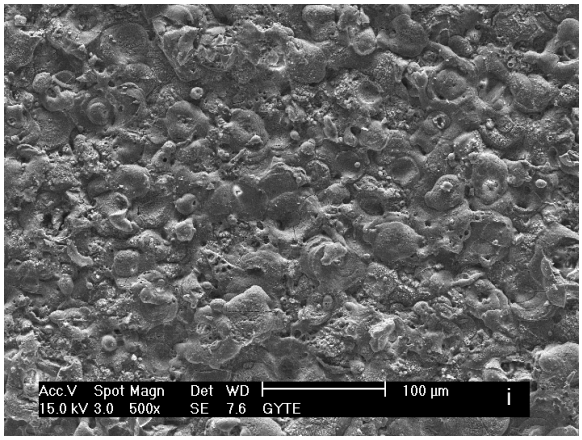

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 7.2 GYTE
d

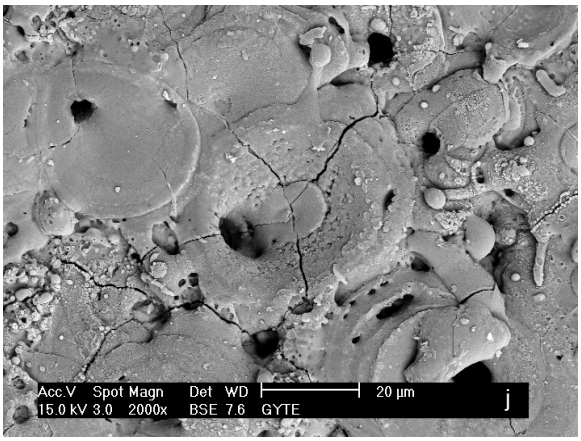

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.8 GYTE
e


Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 6.8 GYTE
f


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.9 GYTE
g

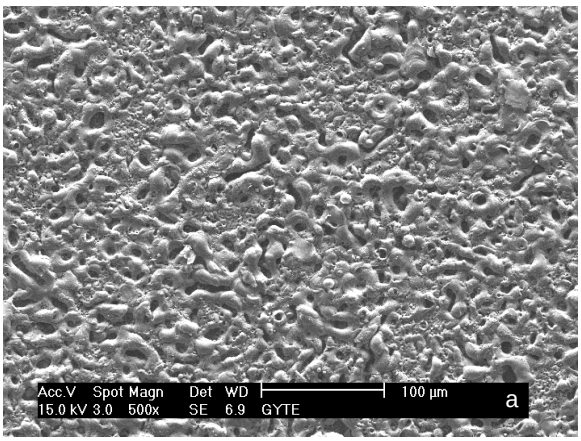

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 6.9 GYTE
h

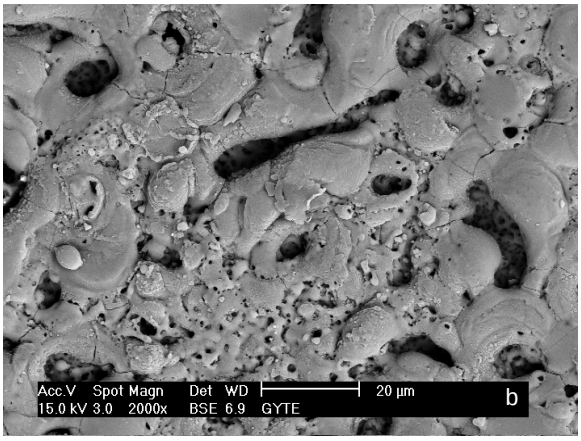


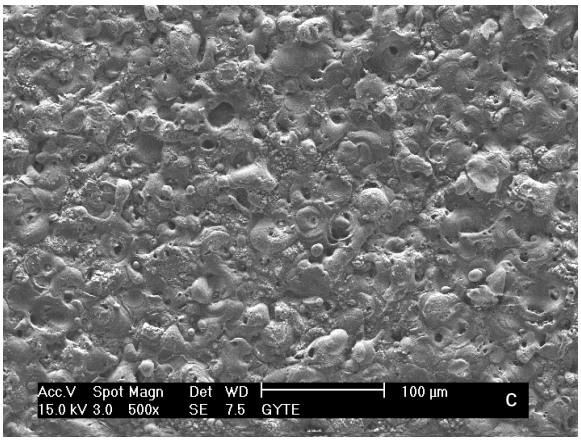



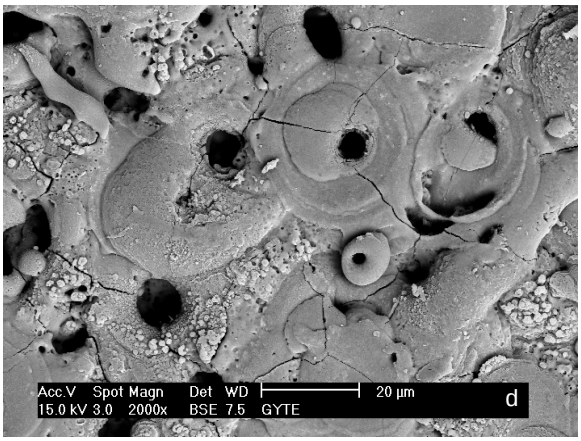

**Şekil 6.8.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

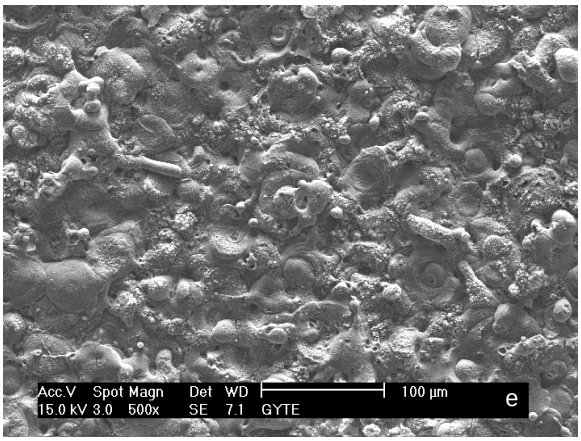
Şekil 6.8' de artan kaplama süresi ile gözeneklerin azaldığı fakat boyutlarının arttığı görülmektedir. İşlem esnasında meydana gelen termal gerilimlerden dolayı 15. dakikadan itibaren çatlaklar oluşmaya başlayıp artan kaplama süresi ile hızla büyüme göstermişlerdir.

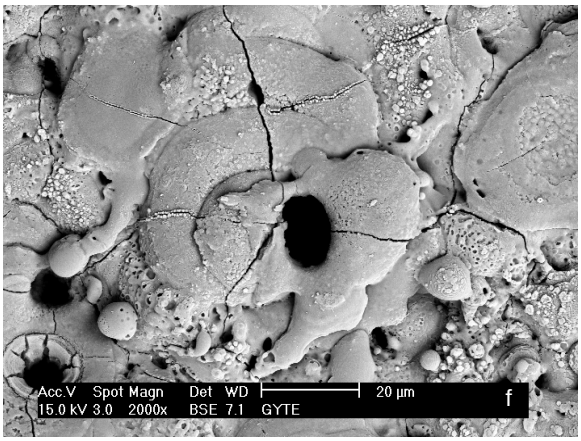

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.9 GYTE
a

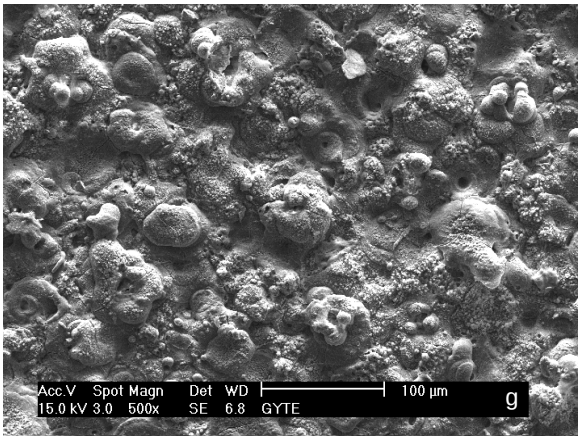

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 6.9 GYTE
b

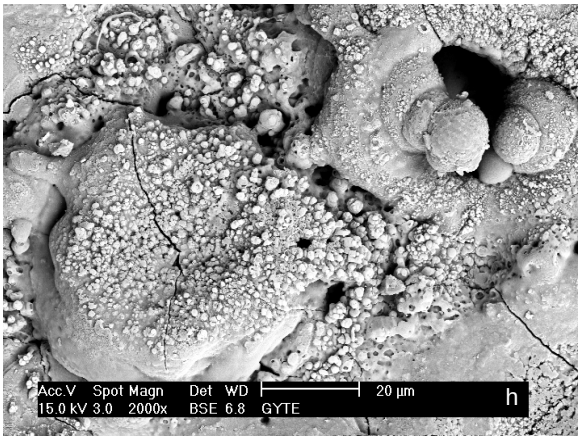

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 7.5 GYTE
c

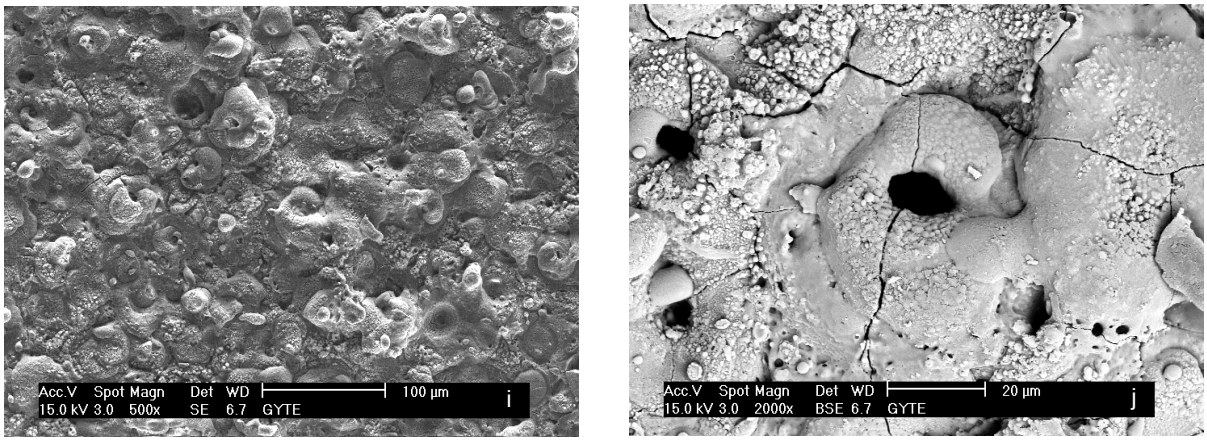

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 7.5 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 7.1 GYTE
e


Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 7.1 GYTE
f

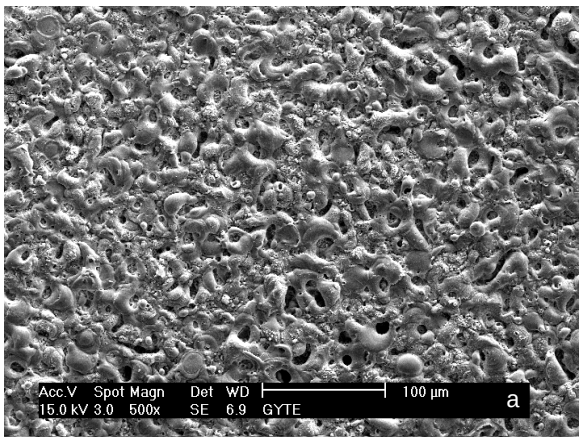

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.8 GYTE
g

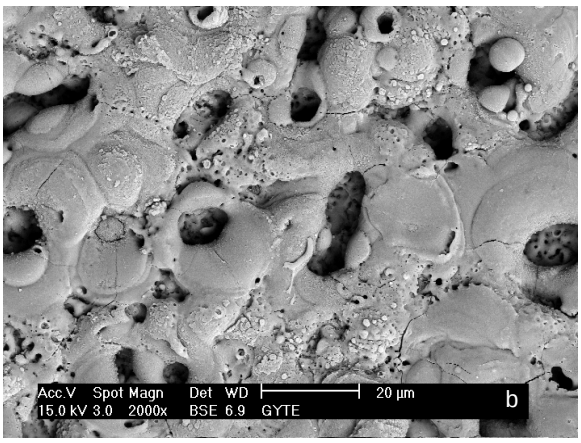

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 6.8 GYTE
h

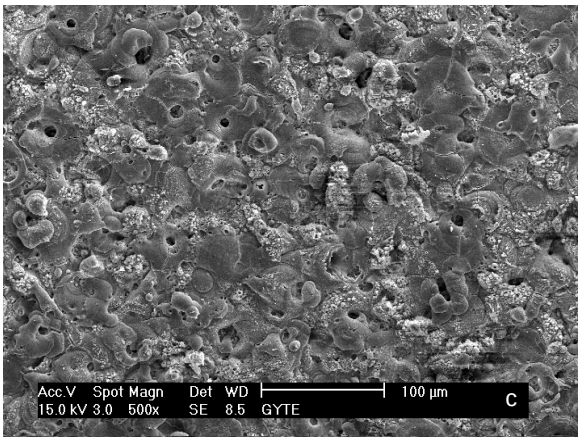


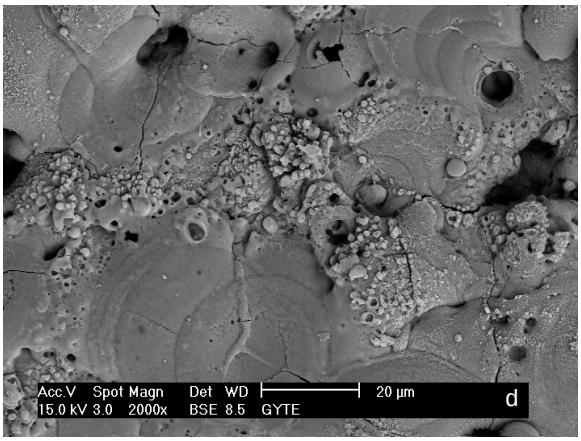

**Şekil 6.9.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

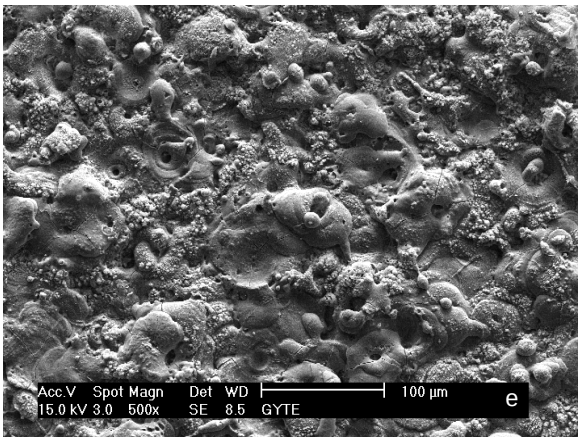
Şekil 6.9' da artan kaplama süresi ile gözeneklerin azaldığı fakat boyutlarının arttığı görülmektedir. İşlem esnasında meydana gelen termal gerilimlerden dolayı 5. dakikadan itibaren çatlaklar oluşmaya başlayıp artan kaplama süresi ile hızla büyüme göstermişlerdir.

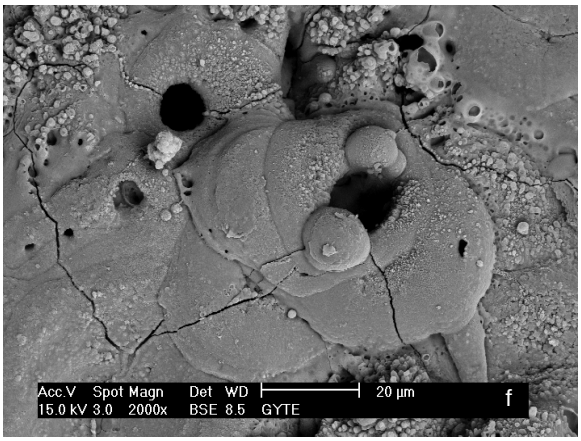

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.9 GYTE
a

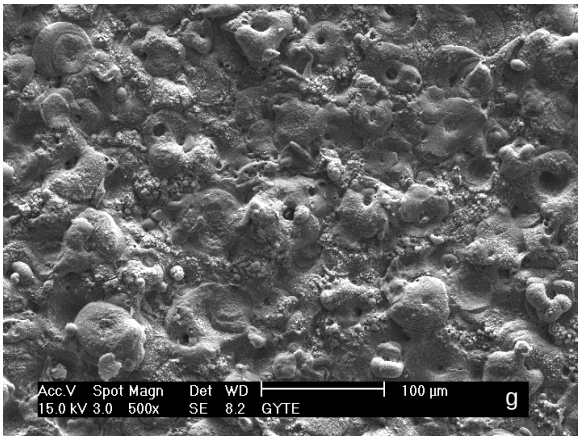

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 6.9 GYTE
b

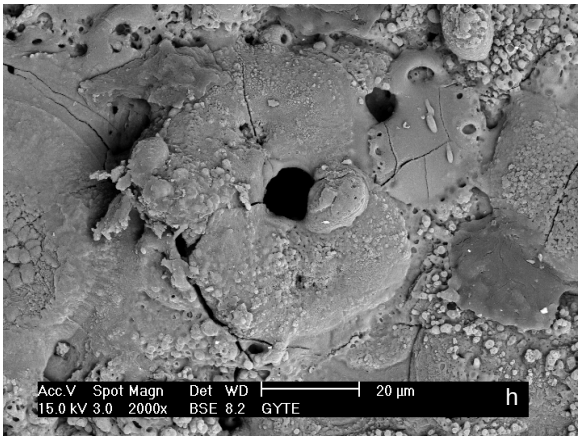

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.5 GYTE
c

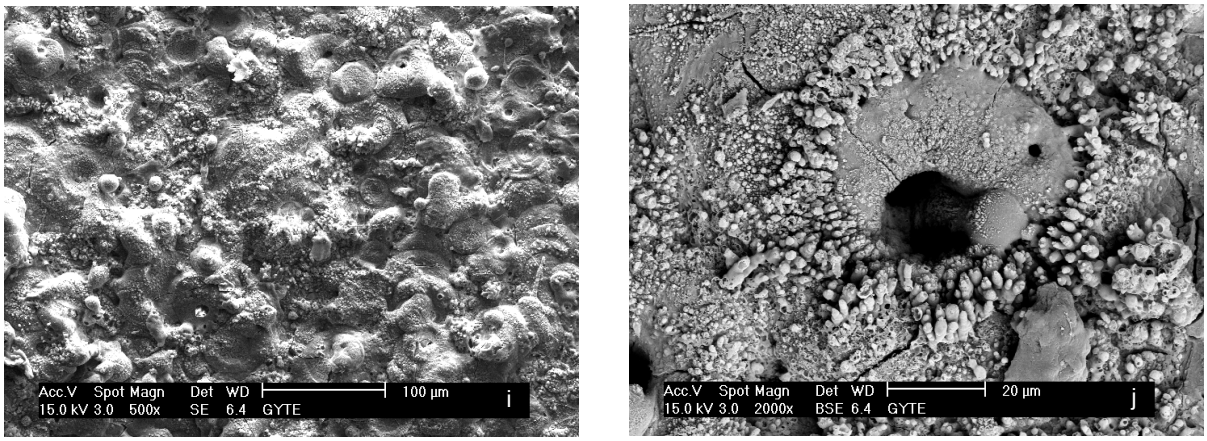

Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 8.5 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.5 GYTE
e


Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 8.5 GYTE
f


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.2 GYTE
g


Acc.V Spot Magn Det WD 20 µm
15.0 kV 3.0 2000x BSE 8.2 GYTE
h




**Şekil 6.10.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait yüzey SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

Şekil 6.10' da artan kaplama süresi ile gözeneklerin azaldığı fakat boyutlarının arttığı görülmektedir. İşlem esnasında meydana gelen termal gerilimlerden dolayı 5. dakikadan itibaren çatlaklar oluşmaya başlayıp artan kaplama süresi ile hızla büyüme göstermişlerdir.

Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin yüzeylerinde, artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile termal gerilimlerden kaynaklanan çatlaklar oluşmakta ve zamanla büyümektedir. Yüzey SEM fotoğrafları incelendiğinde yüzeyde oluşan çatlakların kaplama süresinden çok akım yoğunluğu artışı ile değiştiği görülmektedir. Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda 15. dakikada çatlaklar oluşmaya başlarken, 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında 5. dakikada çatlak oluşumu görülmektedir. Aynı zamanda akım yoğunluğunun artması ile yüzeyde oluşan kıvılcımların şiddeti artmakta ve böylece deşarj kanalları büyümektedir. Akım yoğunluğu artışı ile kaplama yüzeyleri daha gözenekli ve kaba bir hal alır. Şekillerde görüldüğü gibi deşarj kanalları sınırlı ömre sahiptirler. Bu nedenle deşarj kanalları, kaplama prosesi boyunca sürekli oluşmakta ve kapanmaktadır.

Mikro ark oksidasyon prosesinde, gözlemlenen lineer birikme kinetiği basitçe Faraday elektroliz kanunlarına bağlanabilir. İşlem süresince deşarj kanalları, mevcut reaksiyonların oluşmasıyla elektrolit ile sürekli etkileşim halindedir. Katılaşan yapının çapı ve kalınlığı, kaplama süresinin artmasıyla artar. Kaplama pürüzlülüğündeki lineer artışlar doğrudan deşarj kanalının çapı ve kaplama zamanının artışı ile ilgilidir. Deşarj kanalının ve çevresinde oluşan yapının çapının artması deşarj kanalının yoğunluğundaki azalmayla dengelenir [Sundararajan and Rama, 2003].

Farklı konsantrasyonlardaki silikat içerikli çözeltiler içinde kaplanan numunelere ait yüzey SEM fotoğrafları incelendiğinde, aynı kaplama süresinde artan akım yoğunluğu ile birlikte 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin daha gözenekli ve kaba olduğu; termal gerilmelerden kaynaklanan çatlakların ise 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda daha kısa sürede oluştuğu görülmektedir.

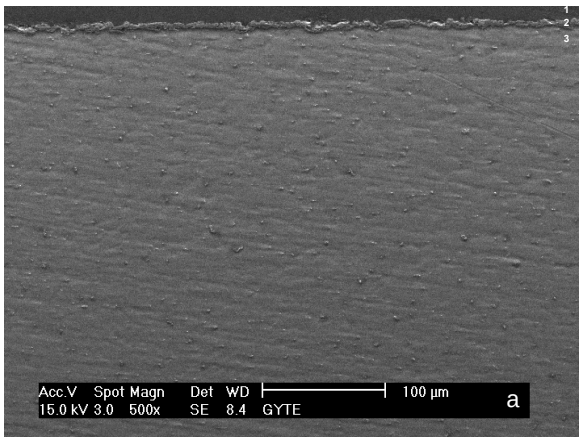
### 6.3.2. Kaplamaların Kesit Alan Morfolojisi

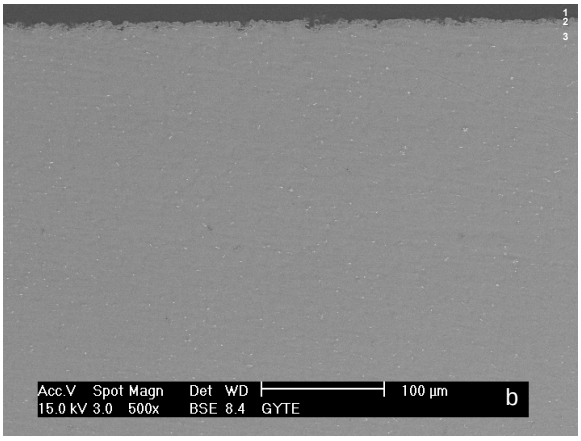
Konsantrasyonları farklı silikat içerikli iki elektrolit çözeltisi içinde farklı akım yoğunluğu ve farklı sürelerde MAO yöntemi ile kaplanan numunelerin kesit alan morfolojileri taramalı elektron mikroskobuyla (SEM) incelenmiştir. Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde sırasıyla 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında üretilen kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğraflarının, kaplama süresi artışı ile değişimi Şekil 6.11, Şekil 6.12, Şekil 6.13' de görülmektedir. Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde sırasıyla 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğraflarının kaplama süresi artışı ile değişimi ise Şekil 6.14, Şekil 6.15, Şekil 6.16' de görülmektedir. Kesit alan fotoğraflarında; (1) no' lu bölge epoksi reçine bölgesini, (2) no' lu bölge mikro ark oksidasyon kaplama bölgesini, (3) no' lu bölge altlık metal bölgesini göstermektedir.

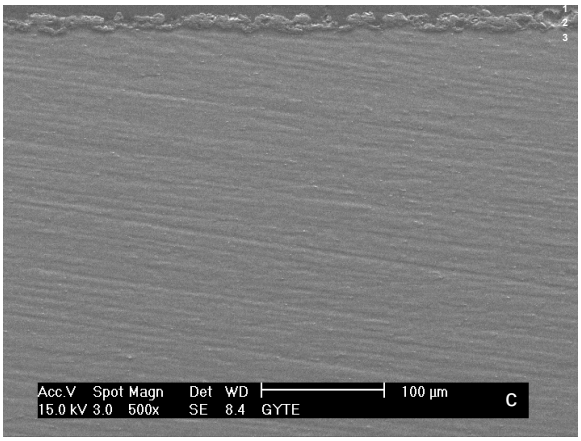
Silikat içerikli 1 ve 2 no' lu elektrolit çözeltileri içerisinde üretilen kaplamalar için kaplama süresi, akım yoğunluğu ve sodyum silikat miktarının artması ile poroz yapının arttığı; altlık metal ile oluşan kaplama arasındaki arayüzey bölgesinin ise daha düz ve belirgin hale geldiği kesit alan SEM fotoğraflarından görülmektedir. Ayrıca kaplamaların; altlık malzemeye iyi tutunduğu, poroz bir yapıya sahip olduğu ve kaplama kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü ve porozite miktarının kaplama süresi artışıyla arttığı da görülmektedir.

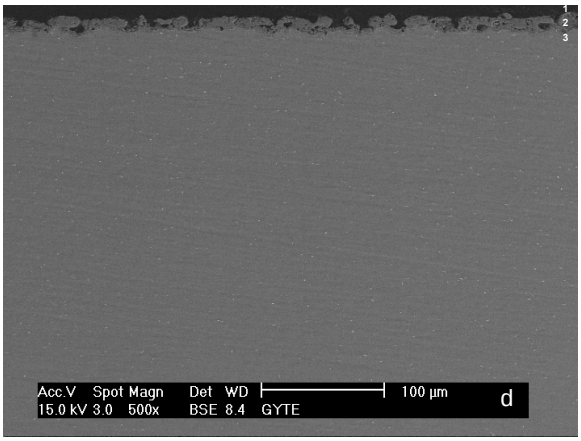
Kaplama süresinin artışı, altlık malzemeye yakın bölgelerde daha yoğun bir kaplama oluşmasına sebep olur. Bu artışla açık ve kapalı porlar daha da büyür.

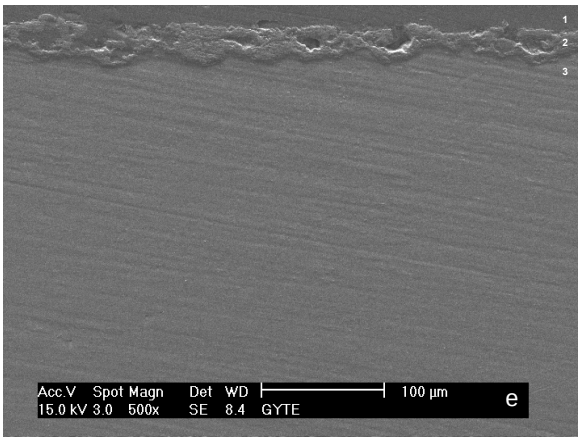
$Na_2SiO_3$ miktarındaki artış nedeniyle ise 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalar, 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara göre daha porozdur ve SEM fotoğraflarında görüldüğü gibi daha girintili çıkıntılıdır. Fakat kaplama kalınlığında gözle görülür bir artış meydana gelmiştir.

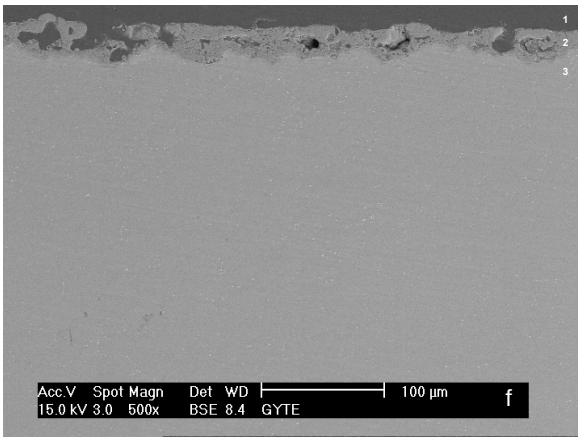

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.4 GYTE
a

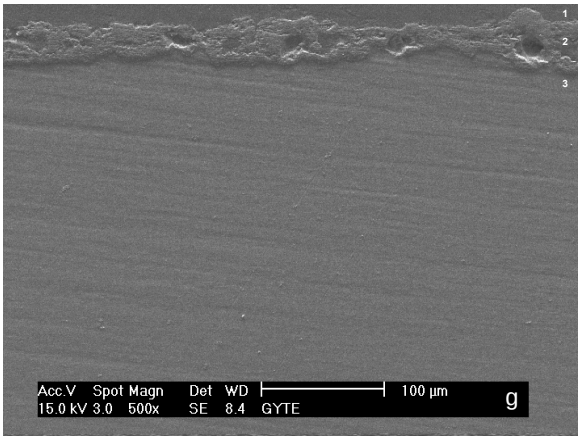

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.4 GYTE
b

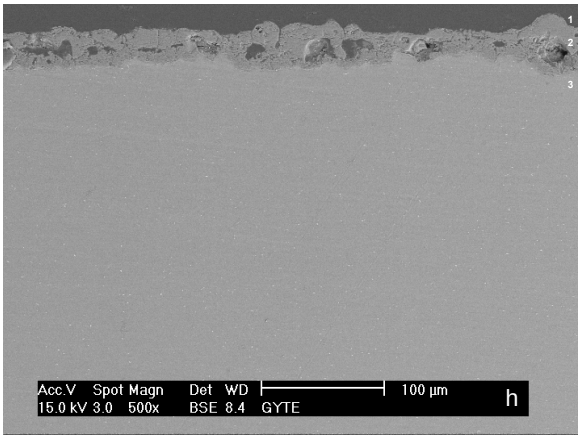

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.4 GYTE
c

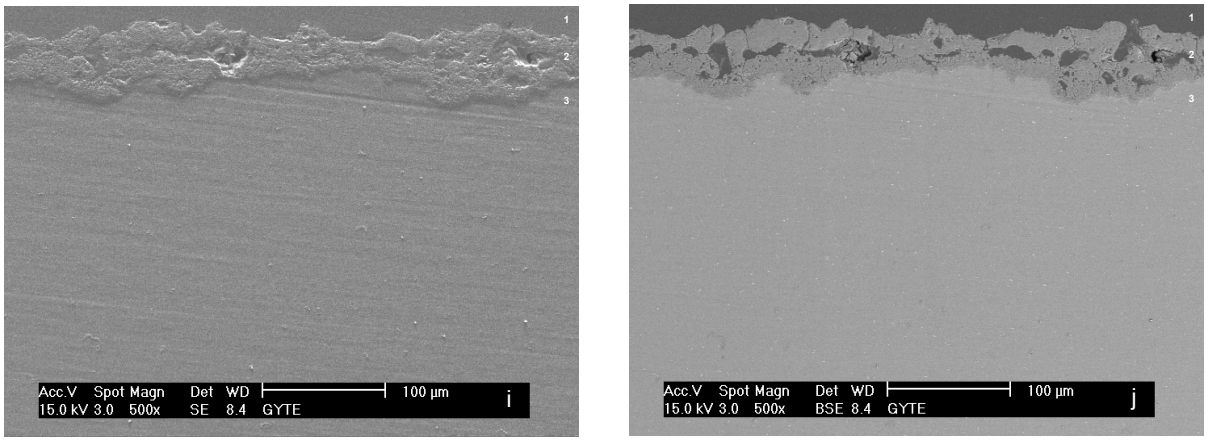

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.4 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.4 GYTE
e

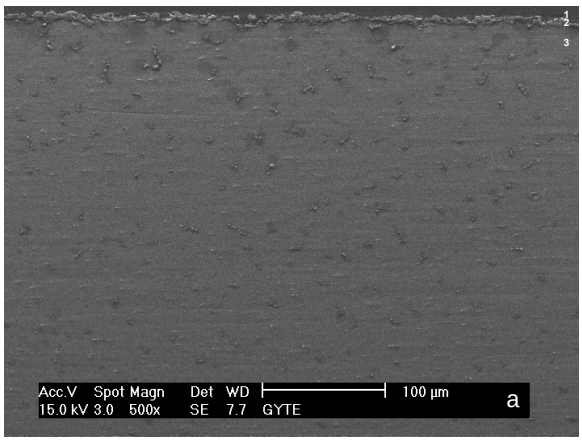

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.4 GYTE
f

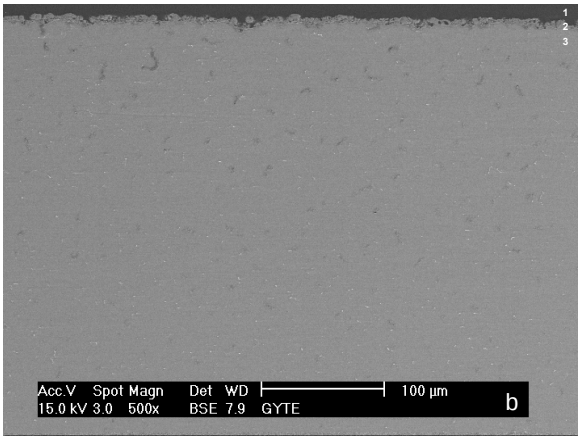

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.4 GYTE
g

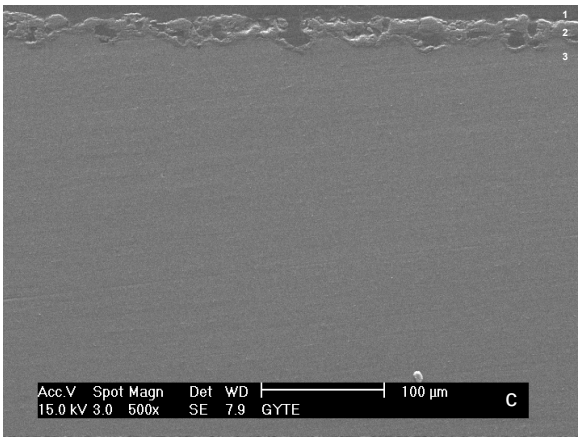

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.4 GYTE
h

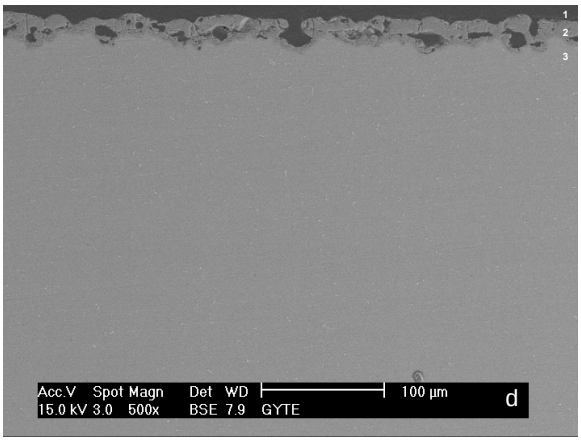


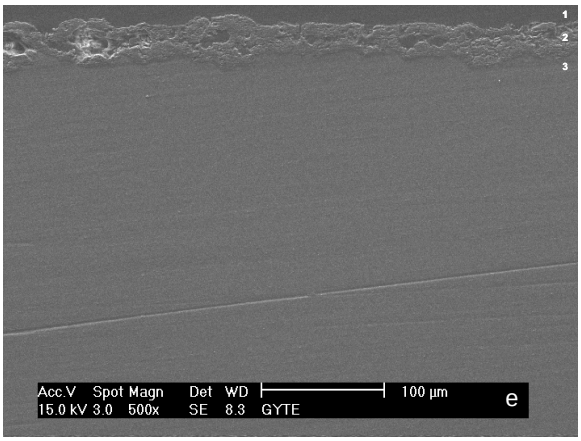

**Şekil 6.11.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

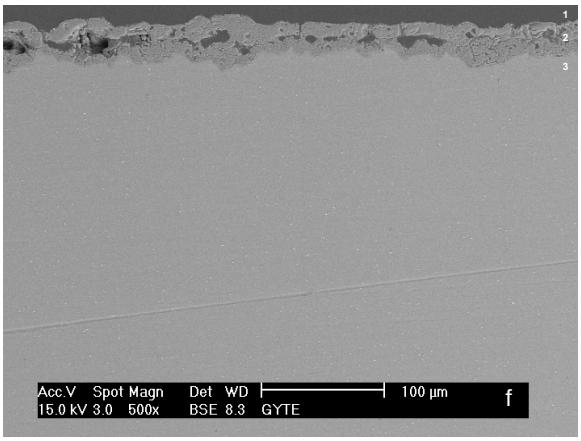

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 7.7 GYTE
a

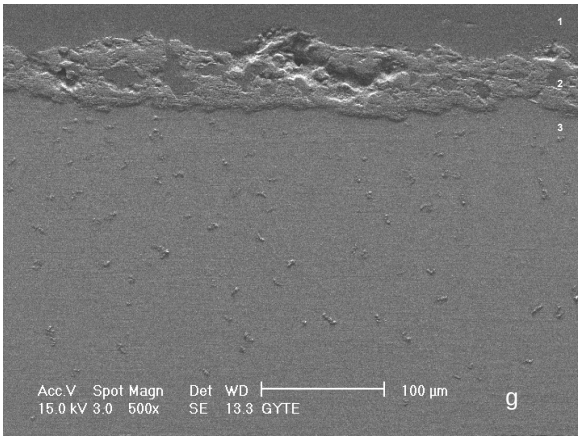

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 7.9 GYTE
b

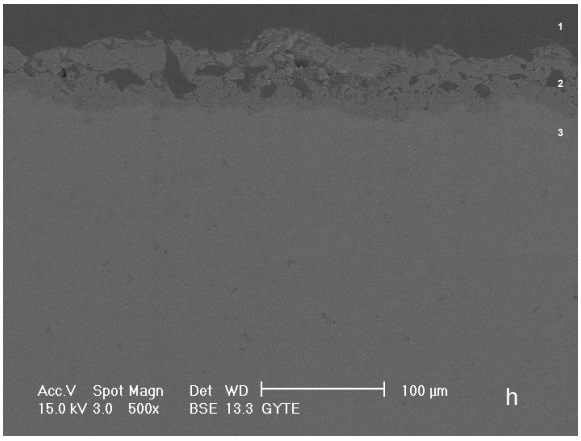

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 7.9 GYTE
c

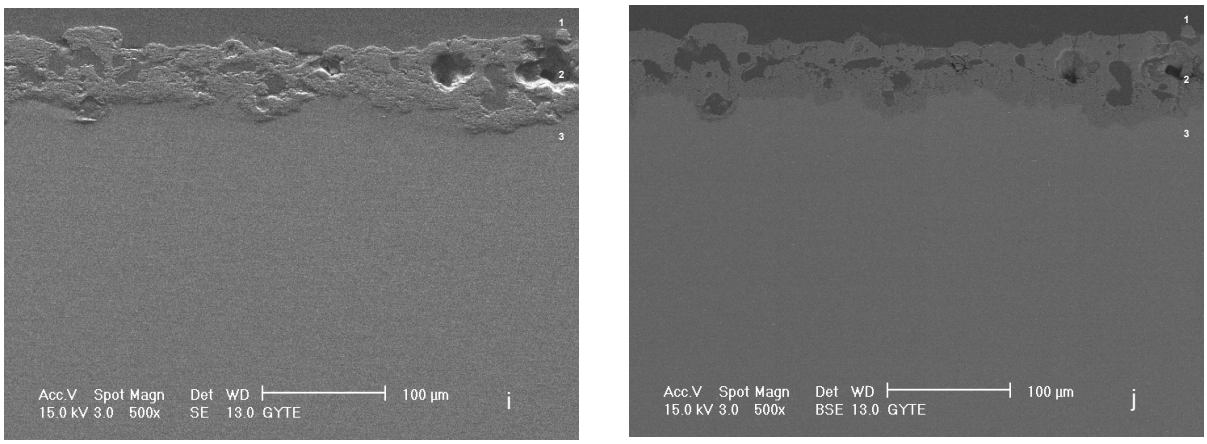

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 7.9 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.3 GYTE
e

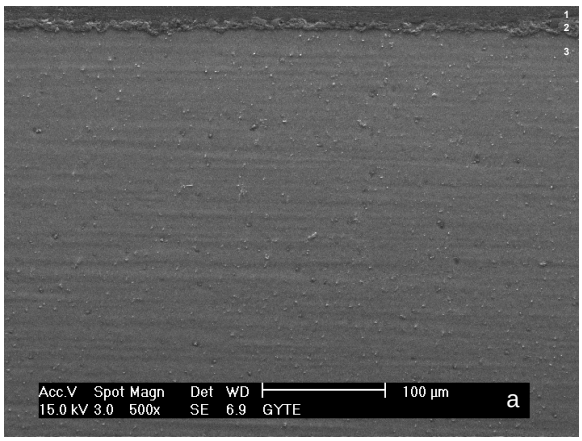

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.3 GYTE
f

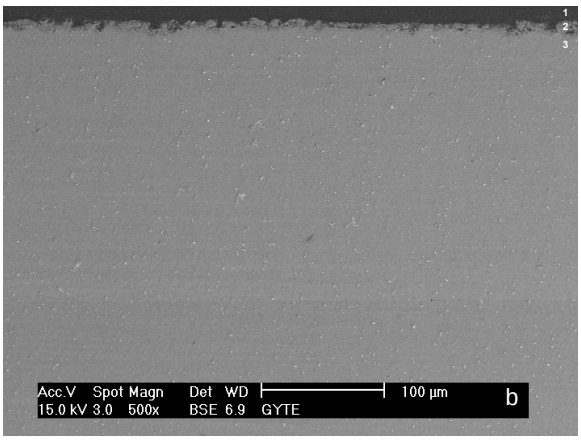

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 13.3 GYTE
g

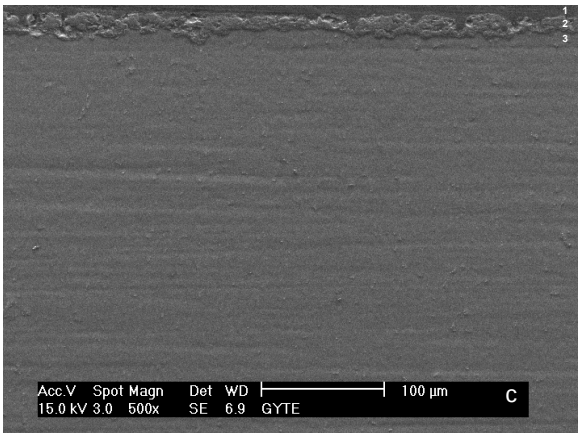

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 13.3 GYTE
h

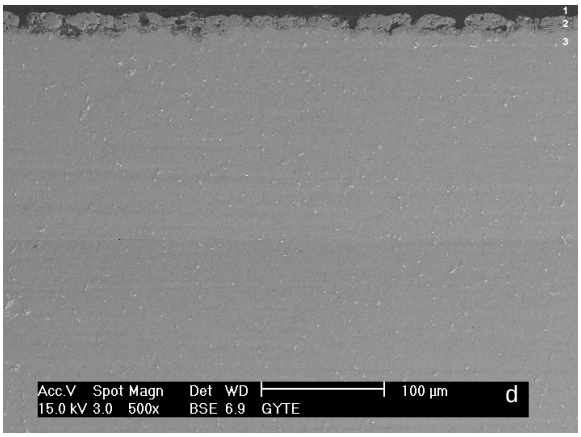


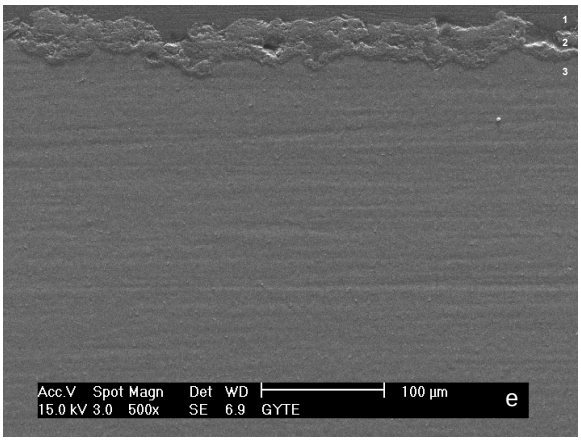

**Şekil 6.12.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

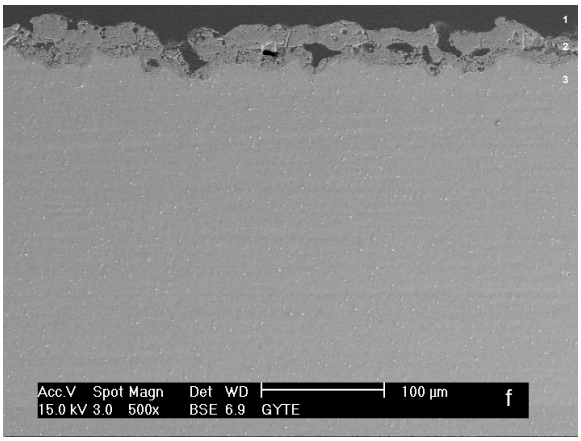

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.9 GYTE
a

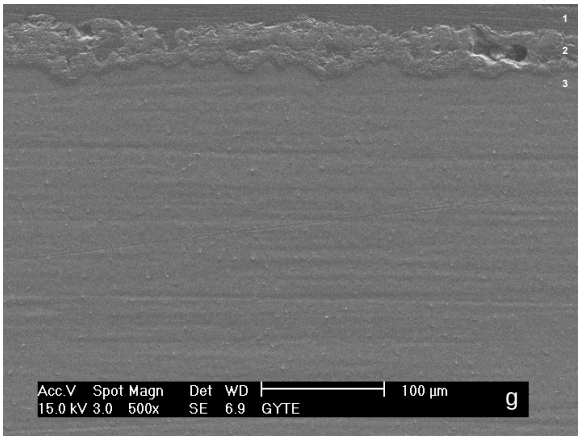

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 6.9 GYTE
b

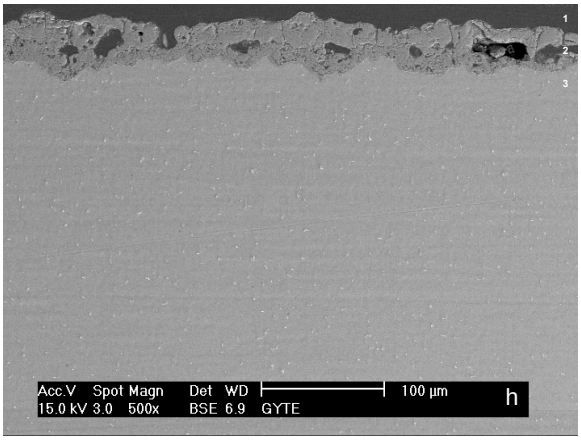

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.9 GYTE
c

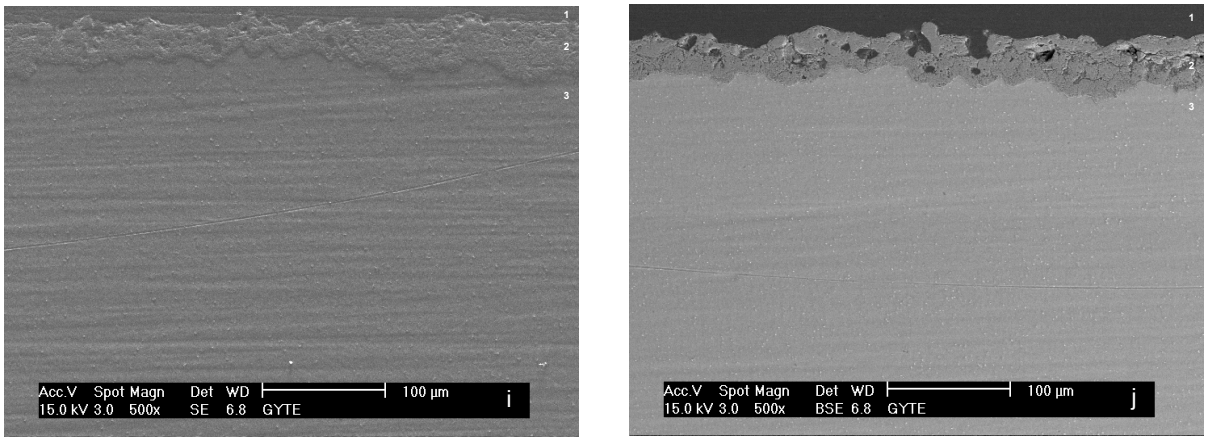

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 6.9 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.9 GYTE
e

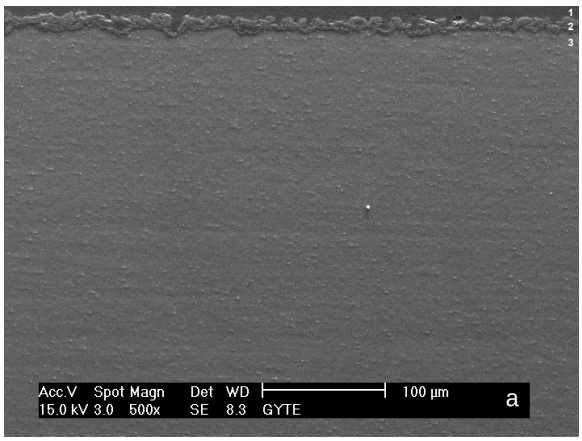

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 6.9 GYTE
f

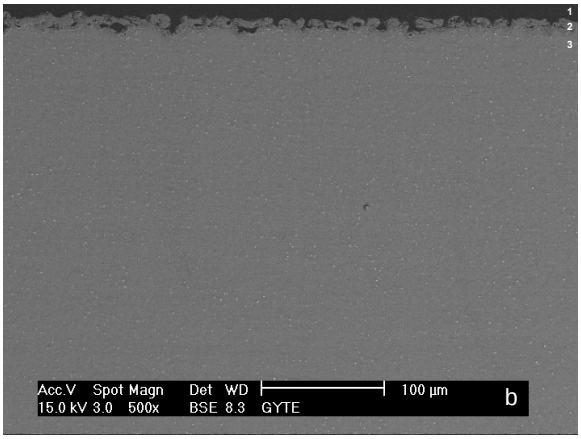

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 6.9 GYTE
g

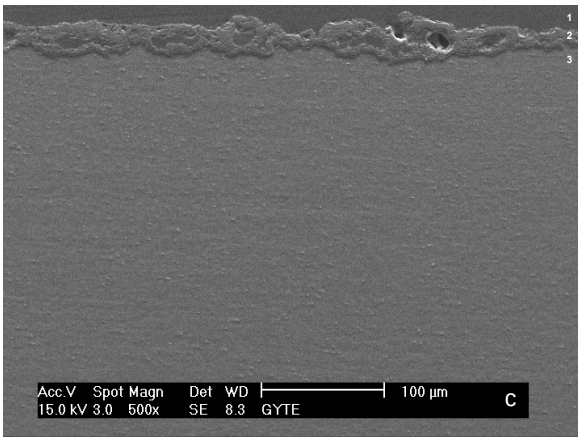

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 6.9 GYTE
h

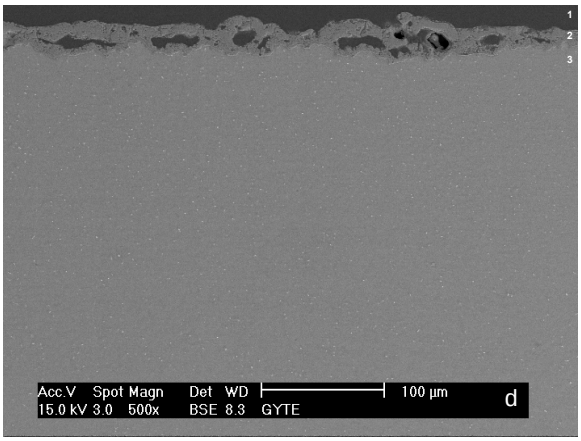


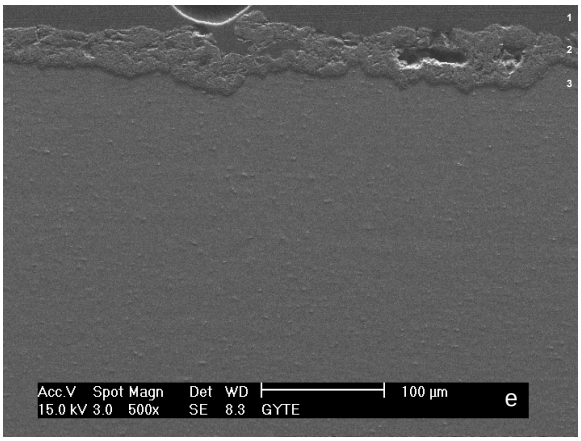

**Şekil 6.13.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

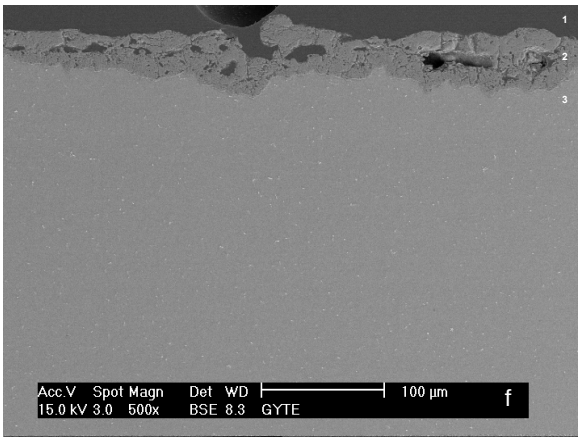

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.3 GYTE
a

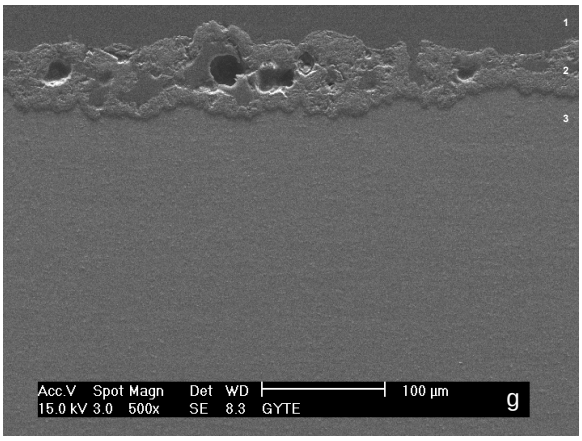

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.3 GYTE
b

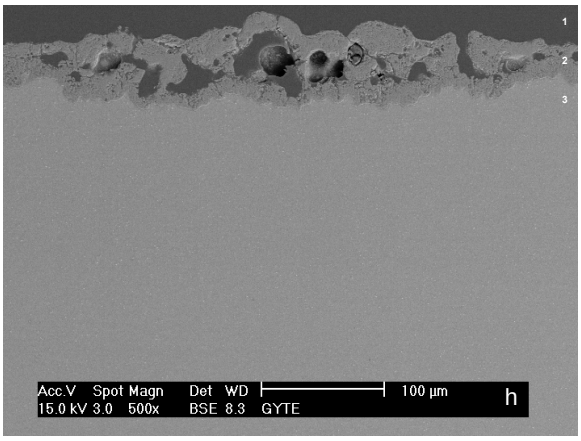

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.3 GYTE
c

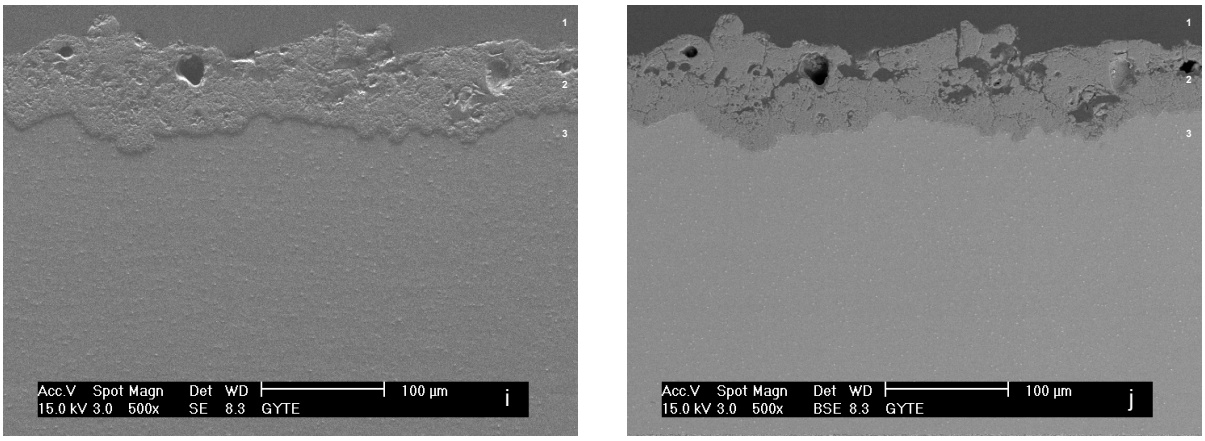

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.3 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.3 GYTE
e

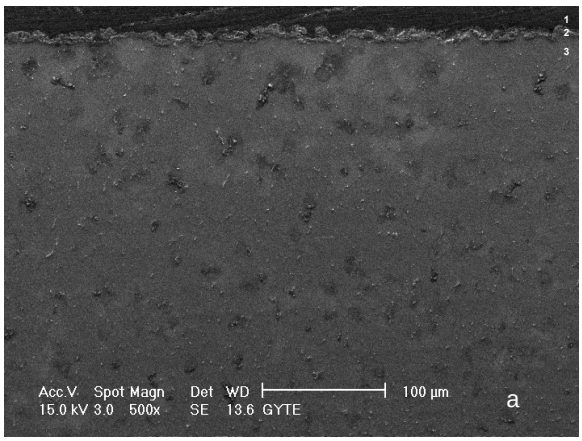

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.3 GYTE
f

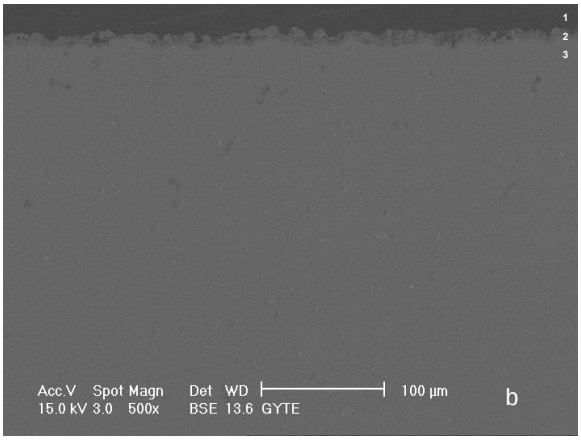

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 8.3 GYTE
g

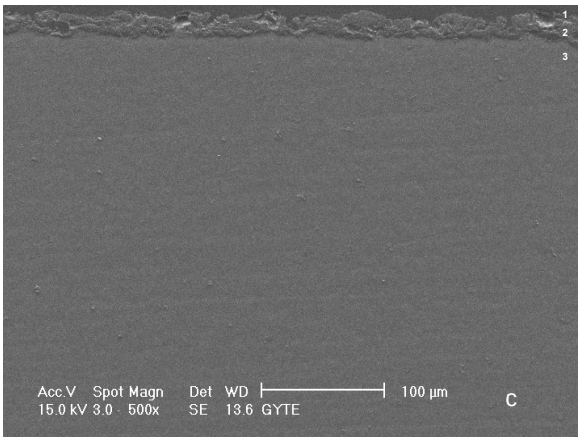

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 8.3 GYTE
h

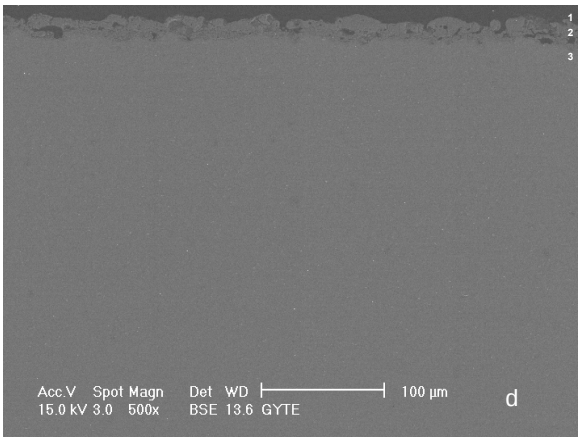


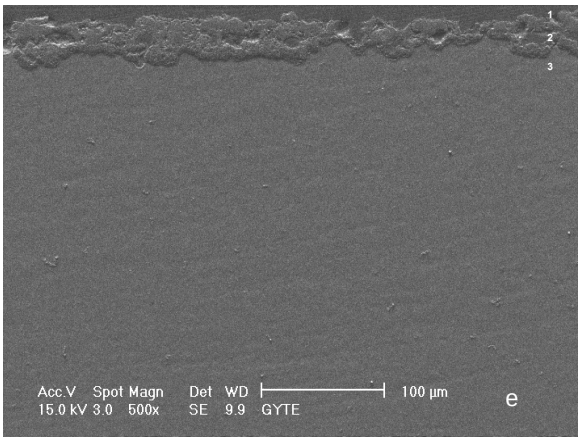

**Şekil 6.14.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

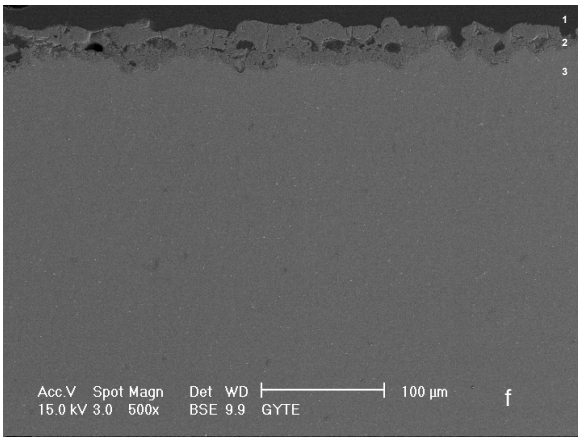

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 13.6 GYTE
a

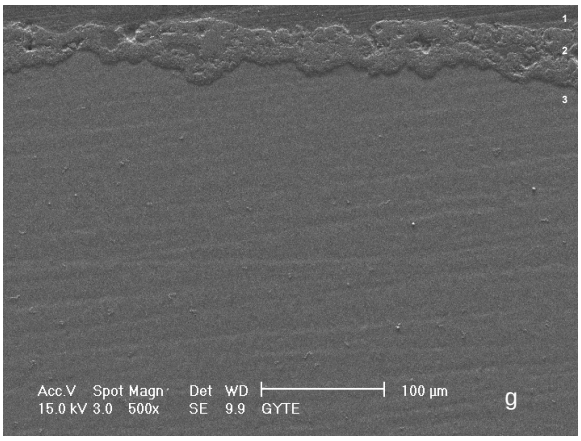

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 13.6 GYTE
b

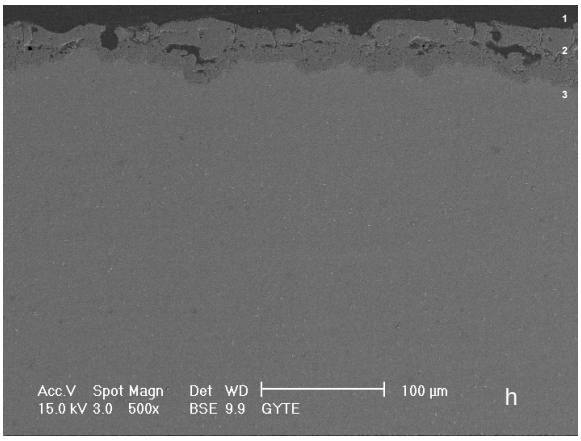

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 13.6 GYTE
c

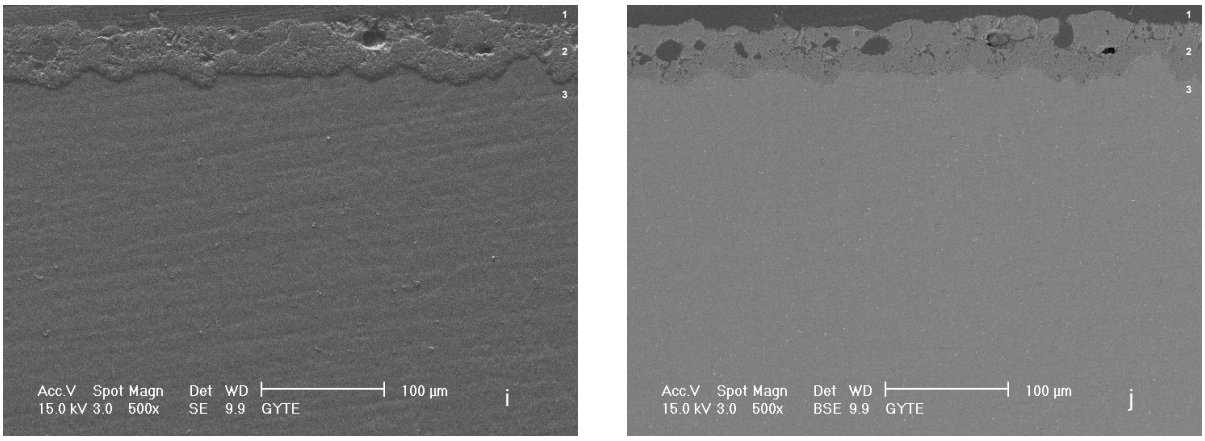

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 13.6 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 9.9 GYTE
e

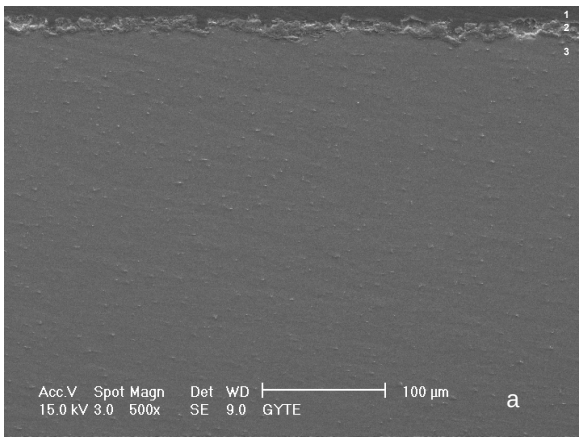

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 9.9 GYTE
f

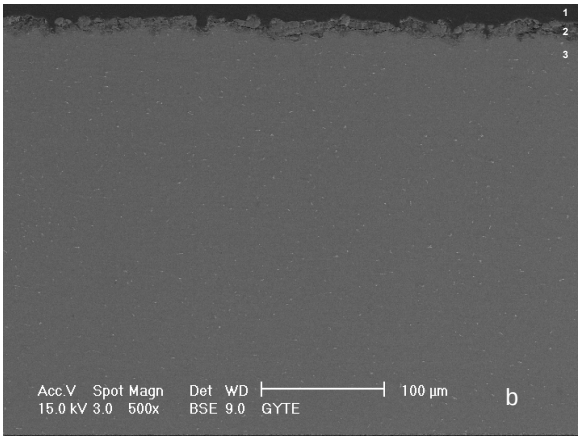

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 9.9 GYTE
g

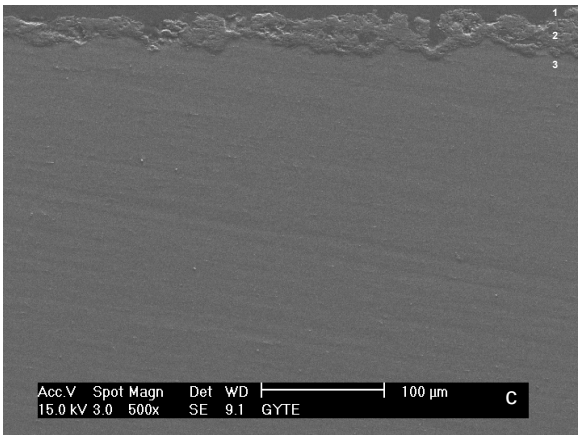

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 9.9 GYTE
h

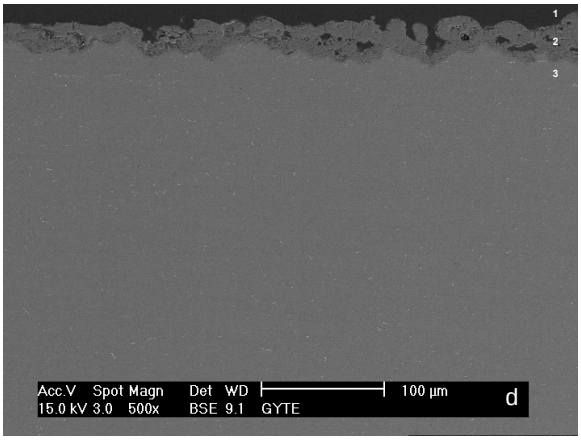


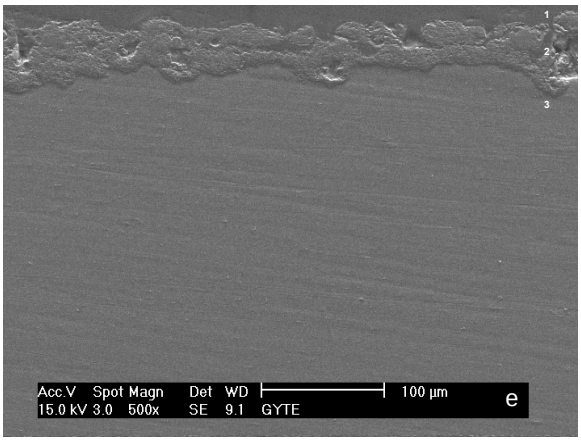

**Şekil 6.15.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

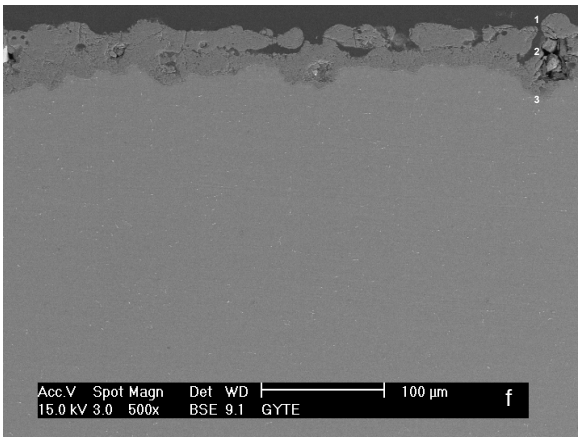

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 9.0 GYTE
a

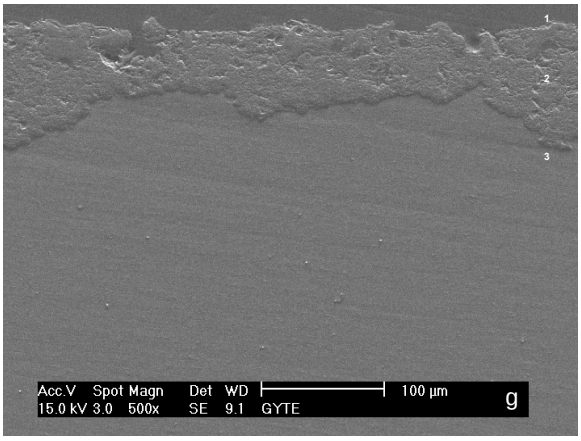

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 9.0 GYTE
b

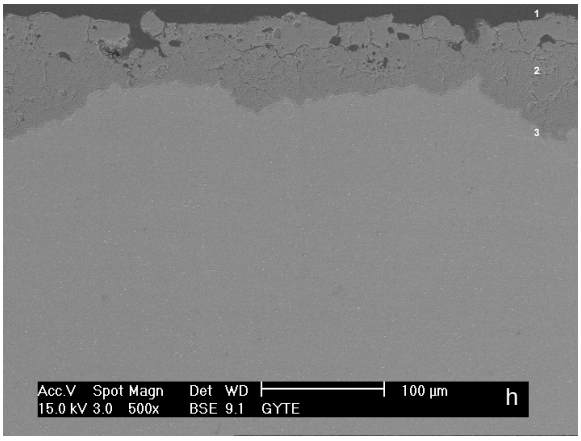

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 9.1 GYTE
c

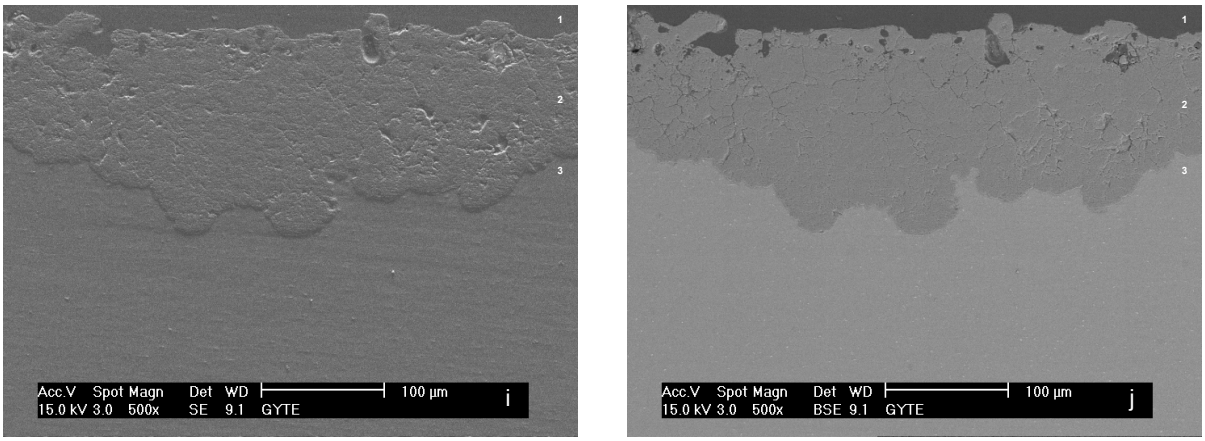

Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 9.1 GYTE
d


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 9.1 GYTE
e


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 9.1 GYTE
f


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x SE 9.1 GYTE
g


Acc.V Spot Magn Det WD 100 µm
15.0 kV 3.0 500x BSE 9.1 GYTE
h

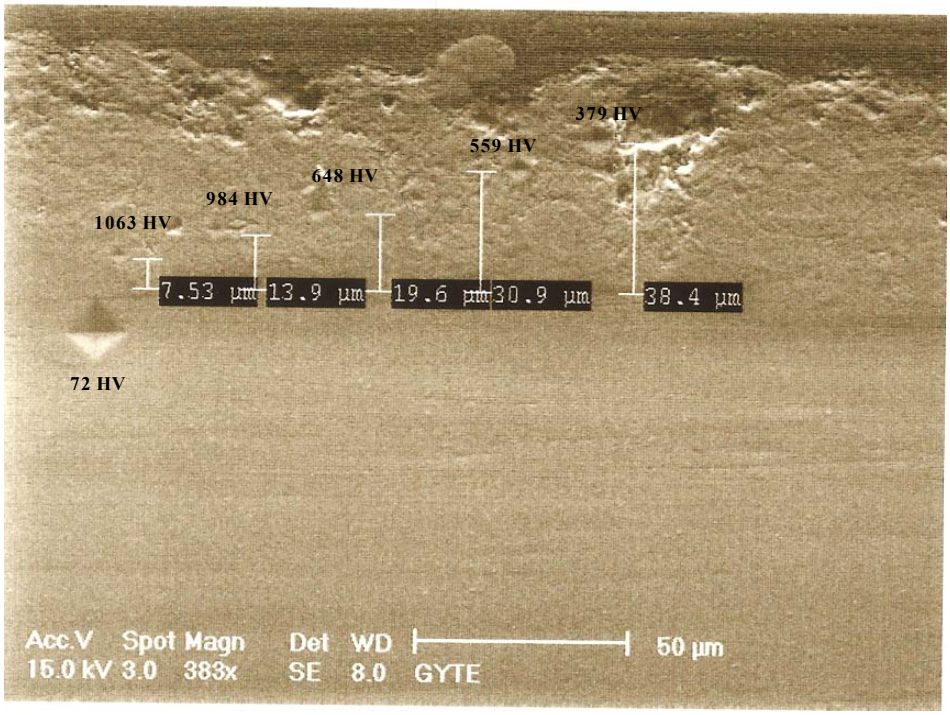



**Şekil 6.16.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait kesit alan SEM fotoğrafları.
SE: **a.** 5 dk, **c.** 15 dk, **e.** 30 dk, **g.** 45 dk, **i.** 60 dk.
BSE: **b.** 5dk, **d.** 15 dk, **f.** 30 dk, **h.** 45 dk, **j.** 60 dk.

## 6.4. Kaplama Sertliği

Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda numunelerin yüzey özellikleri incelenerek kaplama kalınlığının yüksek olduğu numuneler sertlik testi için seçilmişlerdir. Mikro sertlik deneyi altlık malzemenden başlayarak yüzeye kadar yaklaşık 8 µm aralıklarla ölçülerek yapılmıştır.

Şekil 6.17' de görüldüğü gibi altlık malzemeye en yakın bölgenin sertlik değeri en yüksek olup yüzeye yaklaştıkça bu değer düşmektedir. Altlık malzemenin sertlik değeri 72 HV, yüzeye en yakın bölgeden alınan sertlik değerinin ise 1064 HV olduğu görülmektedir. Yani kaplama işlemi ile birlikte sertlik değerindeki artış miktarı da oldukça yüksektir. Bunu sebebi oluşan farklı faz yapılarından kaynaklanmaktadır. Altlık malzemeden yüzeye doğru ilerledikçe sertlikte görülen düşüş; kaplama yapısına bakıldığında fark edilen porozite miktarına ve x-ışınları sonucu elde edilen farklı fazların yapıda bulunmasına bağlıdır [Lee and Jianmin, 2007].




**Şekil 6.17.** Altlık malzeme ve oksit tabakasındaki mikro sertlik değerlerinin değişimi.

Jin ve diğerleri, mikro ark oksidasyon ile üretilmiş kaplamaların mekaniksel özelliklerinin geliştirilmesi maksadıyla, özellikle sertlik değerini arttırmak için yapıdaki porozite miktarının azaltılması gerektiğini ve daha sert kaplamalar elde etmek için daha yoğun tabakalar üretilmesi gerektiğini düşünmüşlerdir [Jin and Paul, 2006].

Konsantrasyonları farklı silikat içerikli 1 ve 2 no' lu çözeltiler içerisinde sırasıyla 0,060 A/cm², 0,085 A/cm² ve 0,140 A/cm² akım yoğunluklarında kaplanmış numunelerin yüzey oksit tabakalarından alınan sertlik değerlerinin literatüre uygun sonuçları olduğu Tablo 6.5 ve Tablo 6.6' da görülmektedir.

**Tablo 6.5.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde farklı akım yoğunluklarında kaplanan numunelerin ortalama kaplama sertlik değerleri.

| **Elektrolit** | **Kaplama Süresi (dk)** | **Ortalama Kaplama Sertliği (HV)** | | |
|---|---|---|---|---|
| | | **0,060 (A/cm²)** | **0,085 (A/cm²)** | **0,140 (A/cm²)** |
| **1 No' lu Elektrolit Çözeltisi** | 60 | 415 HV | 667 HV | 734 HV |

**Tablo 6.6.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde farklı akım yoğunluklarında kaplanan numunelerin ortalama kaplama sertlik değerleri.

| **Elektrolit** | **Kaplama Süresi (dk)** | **Ortalama Kaplama Sertliği (HV)** | | |
|---|---|---|---|---|
| | | **0,060 (A/cm²)** | **0,085 (A/cm²)** | **0,140 (A/cm²)** |
| **2 No' lu Elektrolit Çözeltisi** | 60 | 719 HV | 761 HV | 797 HV |

Her iki çözelti için de aynı kaplama süresinde, artan akım yoğunluğu değeri ile yüzey sertlik değerinin arttığı görülmektedir. Ayrıca 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara ait yüzey sertlik değerlerinin aynı kaplama süresi ve akım yoğunluğu için, 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun nedeni, konsantrasyon miktarına bağlı olarak oluşan fazların da miktarındaki artıştır. $Mg_2SiO_4$ (forsterite), XRD sonuçlarından görüldüğü gibi 60 dakika sürede 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalarda, 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara göre daha fazla miktardadır. Zaten genel olarak $Mg_2SiO_4$ fazı, kaplama tabakası içinde bulunan diğer fazlara nazaran (Mg, MgO) daha serttir [Liang et all, 2007].

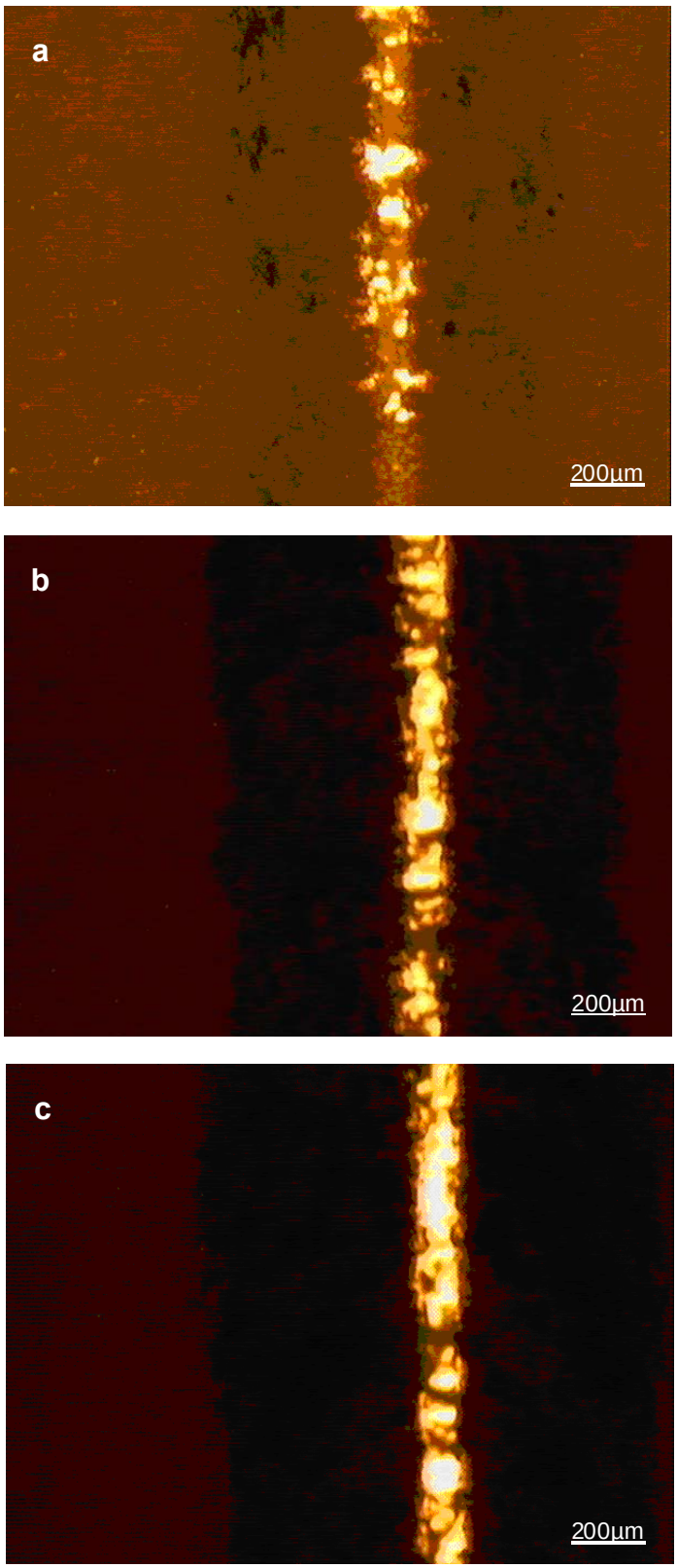
## 6.5. Kaplamaların Yapışma Mukavemetinin Çizik Testi ile Ölçülmesi

Mikro ark oksidasyon yöntemi ile üretilen seramik kaplamaların korozyona, aşınmaya ve termal çözünmeye karşı dirençli olabilmesi için kaplama ve taban malzemesi arasındaki yapışmanın kabul edilebilir ve yeterli düzeylerde olması gerekmektedir. Çünkü kaplamanın kimyasal, fiziksel, mekaniksel ve tribolojik özellikleri, kaplamanın yapışma özelliğinden önemli derecede etkilenmektedir.

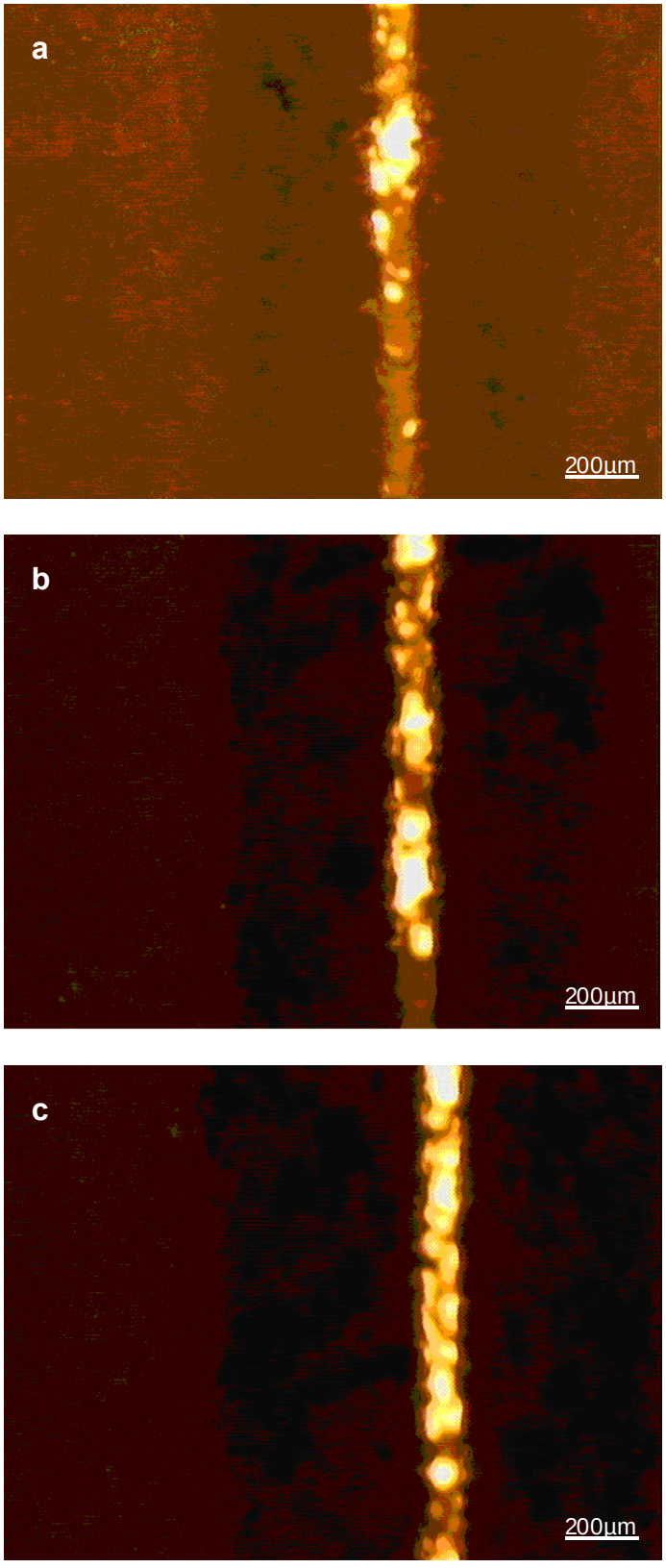
MAO kaplama yöntemiyle üretilen kaplamaların altlık metale karşı yapışma mukavemetlerini değerlendirmek amacıyla çizik testi yapılmıştır. Çizik testinden sonra optik mikroskop altında incelenen bölgelerde; ilk çatlak veya hasarın oluştuğu kritik yük $Lc_1$, ilk yontulmanın ya da kaplamanın yüzeyden atıldığı kritik yük $Lc_2$, kaplamanın tabakalar halinde taban malzemesinden tamamen ayrıldığı kritik yük de $Lc_3$ olarak tanımlanmıştır.

Ölçülen bu kritik yükler her bir kaplamaya ait karakteristik değerlerdir. Kritik yük değerlerinin artması ile çatlak oluşumu ve kaplamanın yüzeyden ayrılması için gerekli yük değeri artacaktır. Bu nedenle, daha yüksek kritik yük kaplamanın yapışma özelliklerinin iyileşmesi anlamına gelmektedir.

Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,085 $A/cm^2$ akım yoğunluğunda 30 dakika süre ile kaplanan numunenin $Lc_1$, $Lc_2$ ve $Lc_3$ kritik yükleri altında kaplamada meydana getirdiği hasarlara ait 50x büyütmede çekilen optik mikroskop resimleri Şekil 6.18' de verilmiştir. Aynı şekilde silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,085 $A/cm^2$ akım yoğunluğunda 30 dakika süre ile kaplanan numunenin $Lc_1$, $Lc_2$ ve $Lc_3$ kritik yükleri altında kaplamada meydana getirdiği hasarlara ait 50x büyütmede çekilen optik mikroskop resimleri Şekil 6.19' da verilmiştir. Ayrıca diğer kaplamalar için de çizik testi yapılmış fakat bunlara ait optik mikroskop resimleri verilmemiştir. Bu resimlerde; (a) ilk çatlak oluşumunu, (b) kaplamanın yüzeyden atılımını, (c) kaplamanın tabakalar halinde yüzeyden atıldığını göstermektedir.




**Şekil 6.18.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğun da 30 dakika süre ile kaplanan numunenin çizik testi sonucunda 50x büyütmede optik mikroskop görüntüleri: (a) $Lc_1$=69,64 N (ilk çatlağın oluştuğu yük); (b) $Lc_2$= 104,91 N (c) $Lc_3$= 130,04 N.




**Şekil 6.19.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğun da 30 dakika süre ile kaplanan numunenin çizik testi sonucunda 50x büyütmede optik mikroskop görüntüleri: (a) $Lc_1$=78,38 N (ilk çatlağın oluştuğu yük); (b) $Lc_2$= 104,90 N (c) $Lc_3$= 139,46 N.

Çizme testi sonucu izin iç kısmında oluşan bozulma kohazif, kenarında oluşan bozulma ise adeziftir. Kaplamanın bozulması yontma, çakıl taşı şeklinde atma ya da altlık malzemesinden kabuk şeklinde ayrılma gibi olur. Çizme testi boyunca izin her iki tarafında başlayan ve ilerledikçe daha da büyüyen yontmalar tespit edilmiştir. Ayrıca ince kaplamalarda zayıf adezyona bağlı olarak pullanma ve altlık malzemeye batmış kaplama görülmektedir [Polat, 2008].

Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde sırasıyla 0,060 A/cm$^2$, 0,085 A/cm$^2$ ve 0,140 A/cm$^2$ akım yoğunluklarında üretilen kaplamalarda, akım yoğunluğu ve kaplama süresi arttıkça kaplamanın altlık metale daha iyi yapışma gösterdiği Tablo 6.7, Tablo 6.8 ve Tablo 6.9' da görülmektedir. Bu durum kaplama kalınlığı artışına da bağlıdır. Aynı şekilde silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde sırasıyla 0,060 A/cm$^2$, 0,085 A/cm$^2$ ve 0,140 A/cm$^2$ akım yoğunluklarında üretilen kaplamalarda, akım yoğunluğu ve kaplama süresi arttıkça kaplamanın altlık metale daha iyi yapışma gösterdiği Tablo 6.10, Tablo 6.11 ve Tablo 6.12' de görülmektedir.

Mikro ark oksidasyon yöntemi ile farklı konsantrasyonlara sahip silikat içerikli elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamalar kaplama süresi ve akım yoğunluğu artışı ile altlık metale daha iyi yapışma göstermiştir. Bu parametrelerin artışı kaplama kalınlığının artışına da neden olmaktadır. Kaplama kalınlığının artması ile MAO işlemi sonucu oluşan tabaka da altlık metale daha etkin bir yapışma gösterir [Yerokhin et all, 1999].

**Tablo 6.7.** Silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları.

| Kaplama Süresi (dk) | Kaplama Kalınlığı (µm) | Kritik Yük $Lc_1$ (N) | | Kritik Yük $Lc_2$ (N) | | Kritik Yük $Lc_3$ (N) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Fn | Ft | Fn | Ft | Fn | Ft |
| 15 | 12,1 | 37,25 | 6,24 | 58,09 | 12,17 | 76,67 | 19,64 |
| 30 | 21,6 | 57,11 | 10,98 | 75,48 | 16,96 | 86,59 | 23,25 |
| 45 | 30,1 | 54,65 | 10,46 | 79,73 | 18,88 | 88,43 | 23,65 |
| 60 | 39,3 | 67,43 | 14,47 | 84,06 | 21,27 | 107,92 | 32,86 |

**Tablo 6.8.** Silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda ve farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları.

| Kaplama Süresi (dk) | Kaplama Kalınlığı (µm) | Kritik Yük $Lc_1$(N) | | Kritik Yük $Lc_2$ (N) | | Kritik Yük $Lc_3$ (N) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Fn | Ft | Fn | Ft | Fn | Ft |
| 15 | 16,7 | 64,76 | 13,26 | 88,15 | 21,49 | 129,47 | 39,93 |
| 30 | 28,4 | 69,64 | 14,78 | 104,91 | 28,97 | 130,04 | 41,90 |
| 45 | 41,8 | 85,06 | 22,47 | 111,56 | 33,73 | 137,08 | 42,36 |
| 60 | 55,7 | 91,99 | 25,62 | 112,09 | 33,59 | 140,81 | 44,32 |

**Tablo 6.9.** Silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda ve farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları.

| Kaplama Süresi (dk) | Kaplama Kalınlığı (µm) | Kritik Yük $Lc_1$ (N) | | Kritik Yük $Lc_2$ (N) | | Kritik Yük $Lc_3$ (N) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Fn | Ft | Fn | Ft | Fn | Ft |
| 15 | 20,9 | 62,91 | 13,60 | 83,01 | 20,97 | 138,81 | 44,96 |
| 30 | 41,3 | 81,02 | 19,01 | 104,78 | 30,25 | 126,92 | 38,43 |
| 45 | 55,7 | 82,64 | 20,10 | 115,93 | 34,36 | 144,40 | 46,86 |
| 60 | 73,3 | 97,72 | 25,79 | 128,66 | 39,48 | 145,01 | 46,09 |

**Tablo 6.10.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda ve farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları

| Kaplama Süresi (dk) | Kaplama Kalınlığı (µm) | Kritik Yük $Lc_1$ (N) | | Kritik Yük $Lc_2$ (N) | | Kritik Yük $Lc_3$ (N) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Fn | Ft | Fn | Ft | Fn | Ft |
| 15 | 16 | 55,25 | 10,71 | 75,09 | 17,53 | 99,32 | 28,34 |
| 30 | 27,8 | 62,53 | 11,94 | 78,81 | 18,66 | 110,30 | 34,30 |
| 45 | 34,2 | 76,45 | 18,10 | 93,72 | 25,93 | 123,35 | 37,66 |
| 60 | 43,9 | 80,42 | 19,71 | 112,06 | 31,99 | 138,28 | 41,92 |

**Tablo 6.11.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda ve farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları

| Kaplama Kalınlığı (µm) | Kaplama Kalınlığı (µm) | Kritik Yük $Lc_1$ (N) | | Kritik Yük $Lc_2$ (N) | | Kritik Yük $Lc_3$ (N) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Fn | Ft | Fn | Ft | Fn | Ft |
| 15 | 20,8 | 50,72 | 9,30 | 72,26 | 16,58 | 89,45 | 26,25 |
| 30 | 33,2 | 78,38 | 17,88 | 104,90 | 29,66 | 139,46 | 43,67 |
| 45 | 46,6 | 86,44 | 19,37 | 109,87 | 32,53 | 142,87 | 46,09 |
| 60 | 54,8 | 88,69 | 20,97 | 112,70 | 29,60 | 144,13 | 44,47 |

**Tablo 6.12.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda ve farklı sürelerde üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları

| Kaplama Kalınlığı (µm) | Kaplama Kalınlığı (µm) | Kritik Yük $Lc_1$ (N) | | Kritik Yük $Lc_2$ (N) | | Kritik Yük $Lc_3$ (N) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Fn | Ft | Fn | Ft | Fn | Ft |
| 15 | 27,4 | 70,71 | 15,34 | 92,07 | 25,27 | 129,53 | 41,32 |
| 30 | 44,8 | 98,52 | 26,64 | 122,62 | 38,02 | 150,40 | 48,79 |
| 45 | 59,4 | 81,43 | 17,99 | 113,10 | 32,64 | 141,78 | 44,03 |
| 60 | 67,6 | 109,03 | 23,97 | 123,25 | 36,30 | 143,67 | 45,79 |

Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde farklı kaplama sürelerinde ve farklı akım yoğunluklarında üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları incelendiğinde; aynı akım yoğunluğu için artan kaplama süresi ile birlikte genel olarak oksit tabakasının altlık metale olan yapışma mukavemetinin de arttığı görülmektedir. Benzer şekilde aynı kaplama süresi için ise artan akım yoğunluğu ile

birlikte de oksit tabakasının altlık metale olan yapışma mukavemetinin yine arttığı görülmektedir.

Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde farklı kaplama sürelerinde ve farklı akım yoğunluklarında üretilen kaplamalara ait çizik testi sonuçları incelendiğinde ise; aynı akım yoğunluğu için artan kaplama süresi ile birlikte genel olarak oksit tabakasının altlık metale olan yapışma mukavemetinin de arttığı görülmektedir. Benzer şekilde aynı kaplama süresi için ise artan akım yoğunluğu ile birlikte de oksit tabakasının altlık metale olan yapışma mukavemetinin yine arttığı görülmektedir.

Tablolar incelendiğinde silikat içerikli her iki elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalar için en yüksek kritik yük değerlerinin 0.140 $A/cm^2$ akım yoğunluğunda 60 dakika sürelerde görüldüğü ve aynı zamanda artan kaplama kalınlığı ile kaplamanın altlık metale daha iyi yapışma gösterdiği gözlenmektedir.

Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan silikat içerikli elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamalar incelendiğinde; aynı kaplama süresi ve akım yoğunluğunda 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamaların, 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara oranla altlık metale daha iyi yapıştığı görülmektedir. Bu sonuç kesit alan SEM fotoğrafları tarafından da desteklenmektedir.

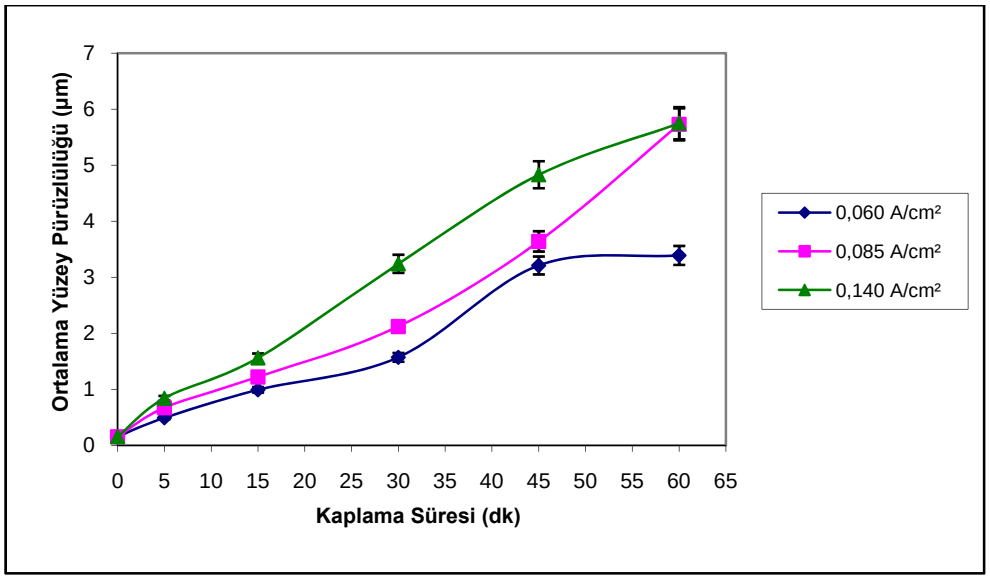
## 6.6. Kaplama Yüzey Pürüzlülüğü

Karşılıklı temas eden yüzeylerin pürüzlülükleri, yüzeyin sürtünme ve aşınma davranışını etkiler. Bu nedenle kaplama işlemi sonrasında, yüzey pürüzlülüğünün bilinmesi gerekmektedir. Numunelerin kaplama öncesi ve sonrası yüzey pürüzlülükleri "Veeco Dektak 8" marka mekanik profilometre ile ölçülmüştür. Gerek taban malzemesinin, gerek de kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün düşük olması istenir.

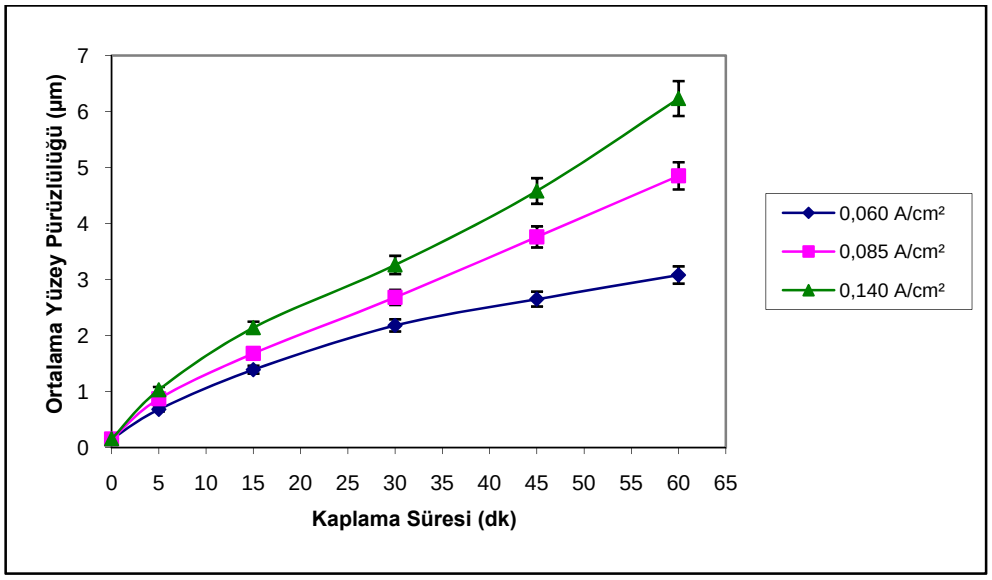
Silikat içerikli 1 ve 2 no' lu elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamaların akım yoğunluğu ve kaplama süresinin artması ile birlikte yüzey pürüzlülüğü değerlerinin de arttığı sırasıyla Şekil 6.20 ve Şekil 6.21' de görülmektedir. Tüm akım yoğunluklarında taban malzemesi üzerine yapılan kaplamalarda yüzey pürüzlülüğü, artan kaplama süresi ve kaplama kalınlığı değerleri ile artmıştır. Daha kısa sürede üretilen ince kaplamalarda yüzey pürüzlülüğü daha düşüktür. Kaplama süresinin artması ile deşarj kanallarının sayısı azalırken çapları artmaktadır. Kaplama yüzeyinin yüksek pürüzlülüğe sahip olması, yapıda kaplama kalitesini kötü yönde etkileyen makro parçacıkların olduğuna işaret eder [Brushan and Gupta, 1991].

Fanya Jin ve diğerleri, mikro ark oksidasyon işlemi ile yüzey özelliklerini ve porozite yapısını geliştirmeyi amaçlamışlardır. Bu amaçla yaptıkları çalışma sonucu elde edile kaplamalar karakterize edildiğinde ince kaplamaların daha az pürüzlülüğe sahip olduğunu ve kaplama kalınlığı arttıkça yüzey pürüzlülüğünün arttığını gözlemlemişlerdir [Jin and Paul, 2006].

Benzer şekilde Sundararajan ve diğerleri, mikro ark oksidasyon yöntemiyle elde ettikleri kaplamalarda, kaplama kalınlığı elde etmek için gerekli oluşum mekanizmasını incelemişlerdir. Yaptıkları çalışmada öncelikle zamanın etkisini ele almışlardır. Artan işlem süresiyle kaplama kalınlığının lineer bir artışta olduğunu ve yüzey morfolojisi incelendiğinde ise artan kaplama kalınlığı ile yüzey pürüzlülüğünün arttığı sonucuna varmışlardır [Sundararajan and Rama, 2003].




**Şekil 6.20.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde kaplanan numunelerin ortalama yüzey pürüzlülüğü değişimleri




**Şekil 6.21.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde kaplanan numunelerin ortalama yüzey pürüzlülüğü değişimleri

Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin akım yoğunluğu ve kaplama süresi arttıkça ortalama yüzey pürüzlülük değerinin arttığı Şekil 6.20' de görülmektedir. En düşük ortalama yüzey pürüzlülüğü değerinin 0,060

$A/cm^2$ akım yoğunluğunda 5 dakika sürede kaplanan numunede, en yüksek ortalama yüzey pürüzlülüğü değerinin ise 0,140 $A/cm^2$ akım yoğunluğunda 60 dakika sürede kaplanan numunede olduğu görülmektedir.

Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde kaplanan numunelerin akım yoğunluğu ve kaplama süresi arttıkça ortalama yüzey pürüzlülük değerinin arttığı Şekil 6.21' de görülmektedir. En düşük ortalama yüzey pürüzlülüğü değerinin 0,060 $A/cm^2$ akım yoğunluğunda 5 dakika sürede kaplanan numunede, en yüksek ortalama yüzey pürüzlülüğü değerinin ise 0,140 $A/cm^2$ akım yoğunluğunda 60 dakika sürede kaplanan numunede olduğu görülmektedir.

Bu sonuçlar sayısal veriler ile Tablo 6.13 ve Tablo 6.14' de sırasıyla silikat içerikli 1 ve 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisnde farklı akım yoğunluğu ve farklı kaplama sürelerinde üretilen kaplamalara ait ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri verilmektedir.

**Tablo 6.13.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisin de farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde kaplanan numunelere ait ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri

| **Elektrolit** | **Kaplama Süresi (dk)** | **Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü (µm)** | | |
|---|---|---|---|---|
| | | **0,060 (A/cm²)** | **0,085 (A/cm²)** | **0,140 (A/cm²)** |
| **1 No'lu Elektrolit Çözeltisi** | Kaplama yok | 0,1534 | 0,1534 | 0,1534 |
| | 5 | 0,49 | 0,67 | 0,84 |
| | 15 | 0,99 | 1,22 | 1,56 |
| | 30 | 1,57 | 2,12 | 3,24 |
| | 45 | 3,21 | 3,64 | 4,83 |
| | 60 | 3.39 | 5,73 | 5,75 |

**Tablo 6.14.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisin de farklı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde kaplanan numunelere ait ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri

| **Elektrolit** | **Kaplama Süresi (dk)** | **Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü (µm)** | | |
|---|---|---|---|---|
| | | **0,060 (A/cm²)** | **0,085 (A/cm²)** | **0,140 (A/cm²)** |
| **2 No'lu Elektrolit Çözeltisi** | Kaplama yok | 0,1534 | 0,1534 | 0,1534 |
| | 5 | 0,68 | 0,87 | 1,03 |
| | 15 | 1,39 | 1,68 | 2,14 |
| | 30 | 2,18 | 2,68 | 3,26 |
| | 45 | 2,65 | 3,76 | 4,58 |
| | 60 | 3,08 | 4,85 | 6,23 |

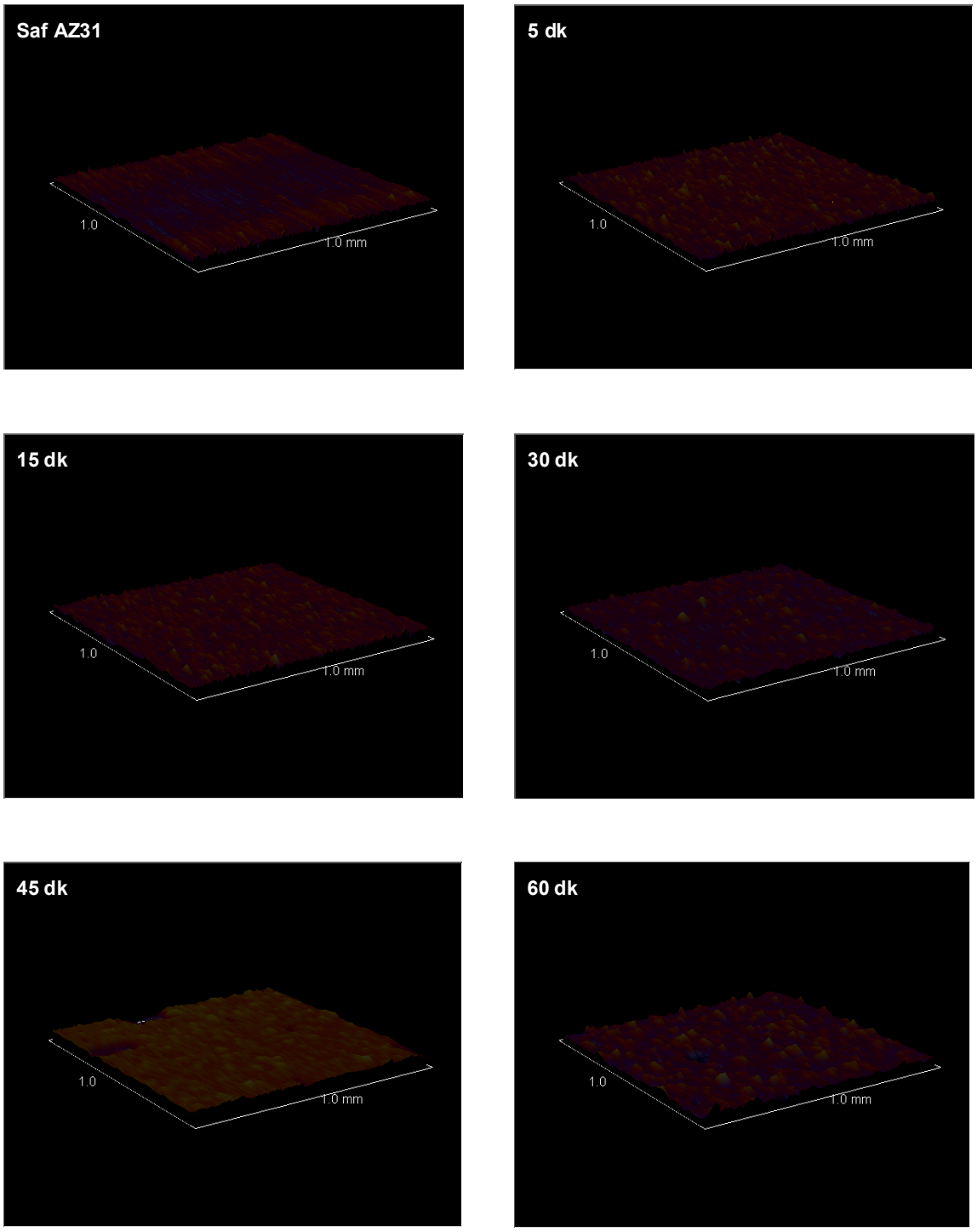
Tablo 6.13 ve Tablo 6.14 incelendiğinde çözelti miktarı arttıkça oluşan kaplama miktarı genellikle artmış ve kaplamanın yapısı açısından incelemek gerekirse, kaplama için oluşan kanalcıklar yüzey yapısını apaçık etkilemiştir. 45 ve 60 dakika sürelerde kaplanan numunelerin yüzey pürüzlülüğü değerlerinde ise kaplama

miktarının düştüğü görülmektedir. Bunun nedeni numunelerin kaplama için doygunluğa ulaştığı ve artık yüzeyde kırılmalar meydana gelmesidir.

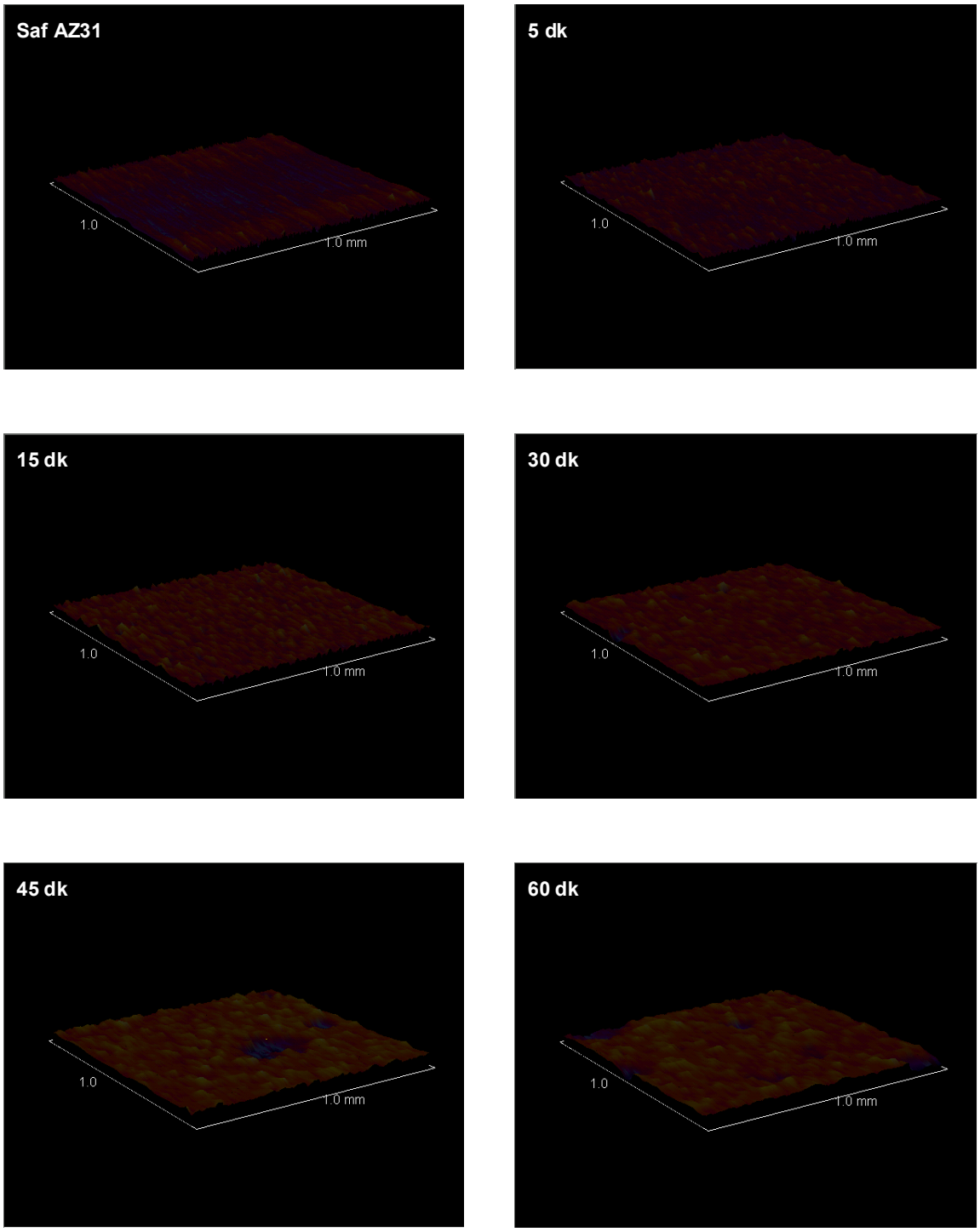
Kaplamanın oldukça zayıf bölgesinde çok sayıda deşarj oluşması veya birçok deşarj kanalının birleşerek daha büyük tek bir kanal oluşturması da yüzey pürüzlülüğünün ve gözenek ölçüsünün değişme nedenlerinden biri sayılabilir.

MAO işleminin ilk aşamalarında deşarj kanallarının iyi dağılım göstermesinden dolayı daha ince kaplama daha düşük yüzey pürüzlülüğü gösterir. Kalınlık artarken yüzeydeki deşarj kanal sayısının azalması ve deşarj şiddetinin artması kaplamaların homojen olmamasına neden olarak yüzey pürüzlülüğünde kademeli olarak artışa sebep olur.

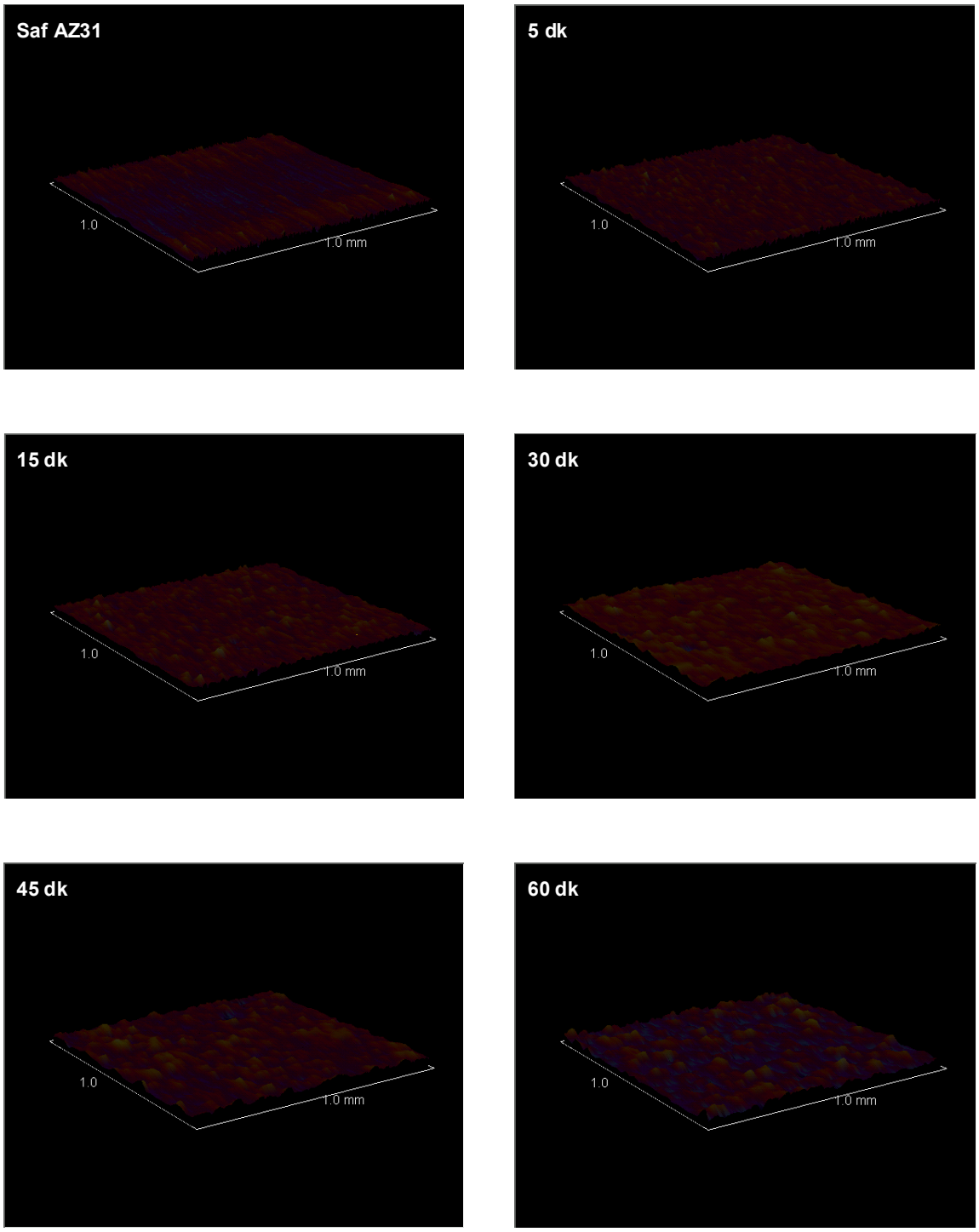
Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,060 A/cm$^2$, 0,085 A/cm$^2$ ve 0,140 A/cm$^2$ akım yoğunluklarında kaplanan numunelerin artan kaplama süresi ile yüzey morfolojilerinde meydana gelen değişimleri gösteren resimler sırasıyla Şekil 6.22, Şekil 6.23 ve Şekil 6.24' de verilmiştir. Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde 0,060 A/cm$^2$, 0,085 A/cm$^2$ ve 0,140 A/cm$^2$ akım yoğunluklarında kaplanan numunelerin artan kaplama süresi ile yüzey morfolojilerinde meydana gelen değişimleri gösteren resimler sırasıyla Şekil 6.25, Şekil 6.26 ve Şekil 6.27' de verilmiştir. Bu şekillerdeki yüzey resimleri incelendiğinde her iki elektrolit çözeltisinde de artan kaplama süresi ve akım yoğunluğu ile yüzeyin kabalaştığı görülmektedir.



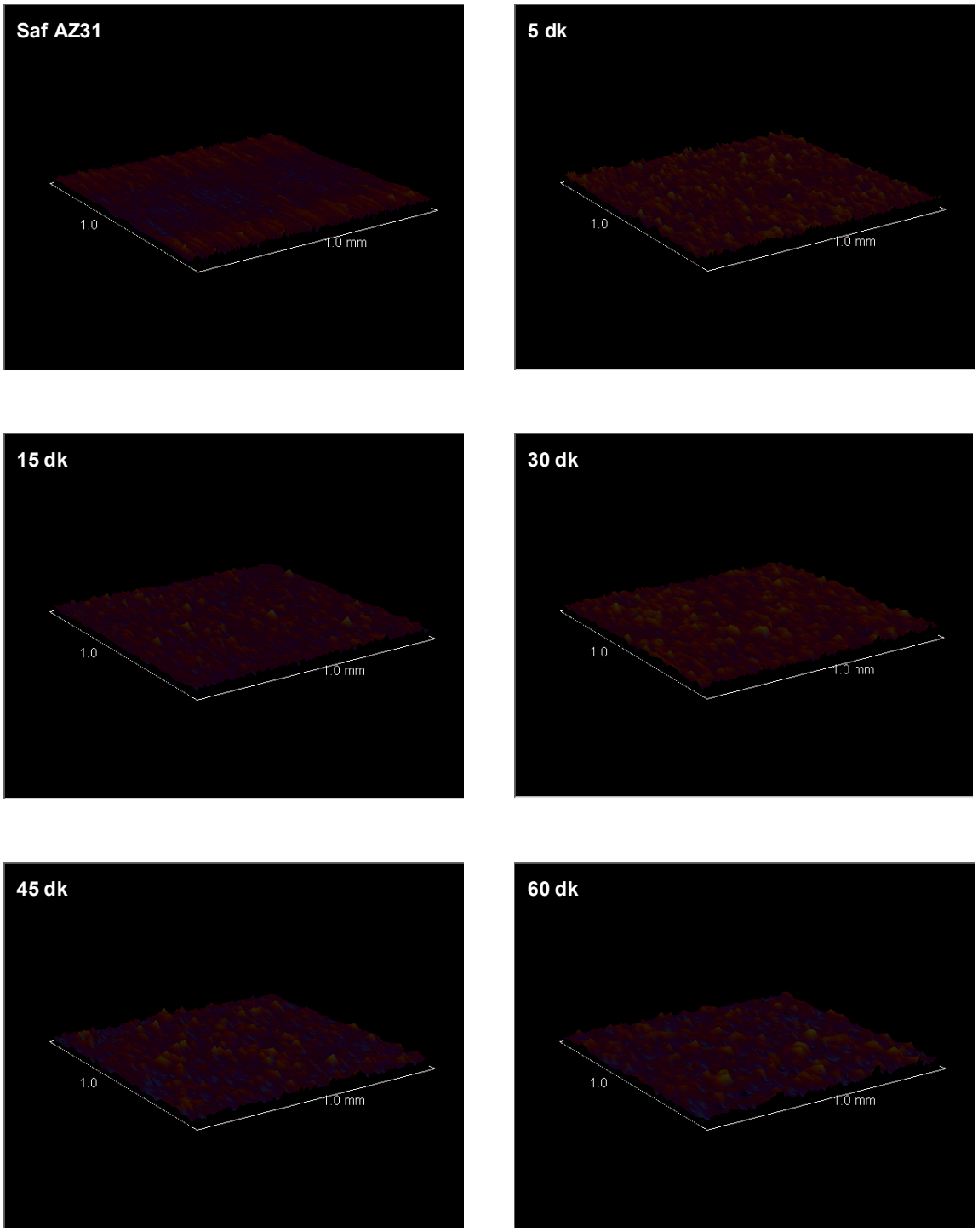

**Şekil 6.22.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri.



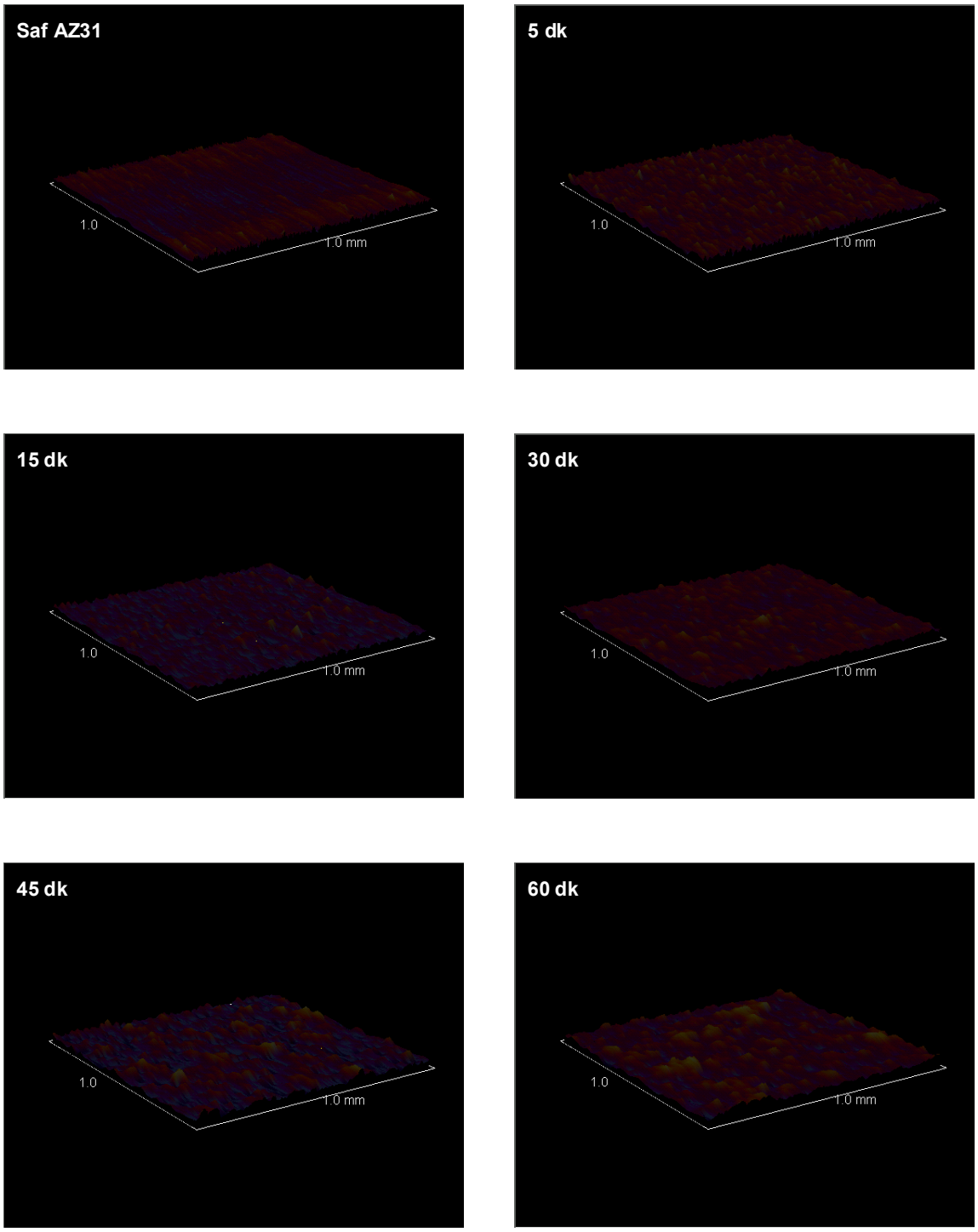

**Şekil 6.23.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri.



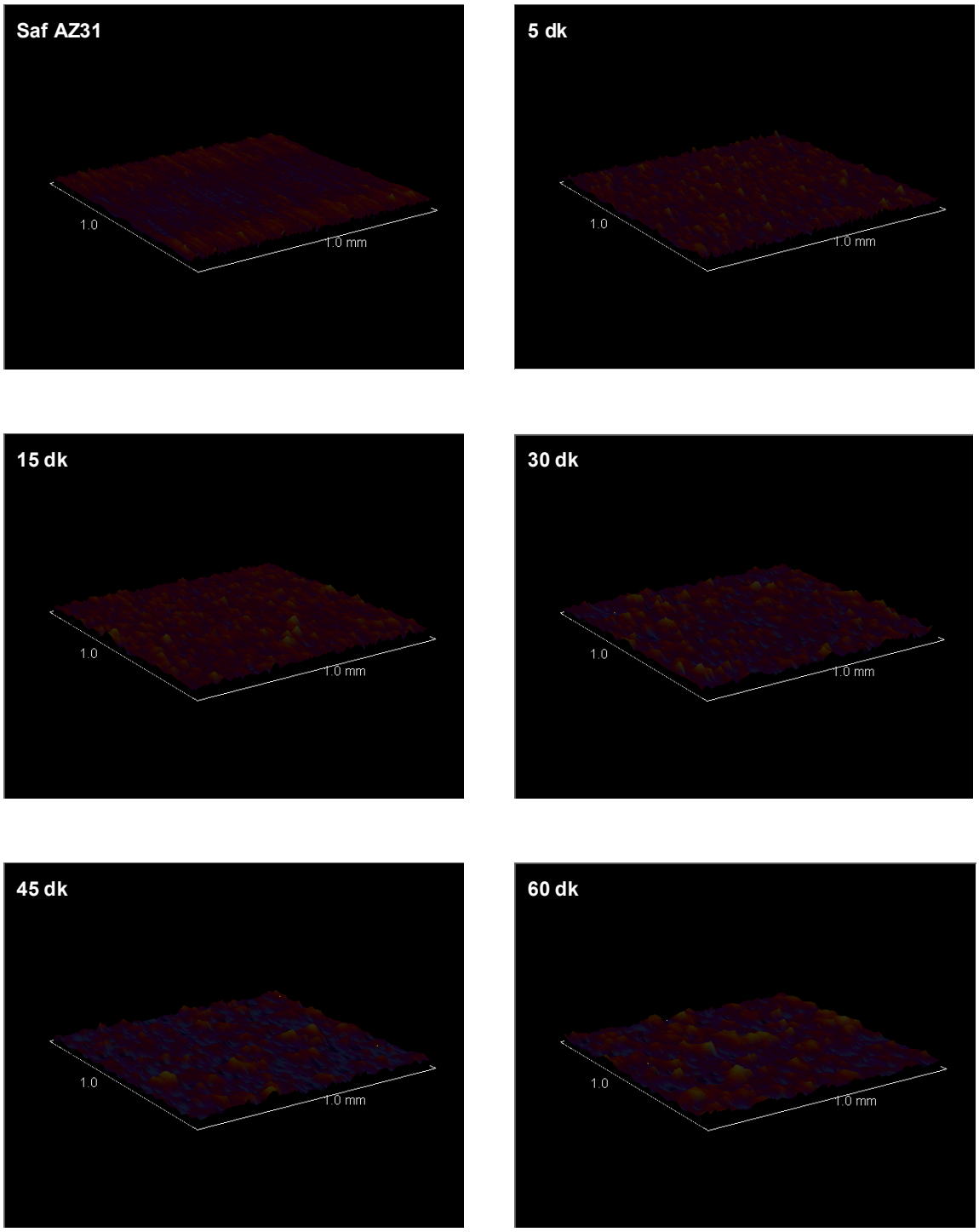

**Şekil 6.24.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri.




**Şekil 6.25.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri.




**Şekil 6.26.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri.



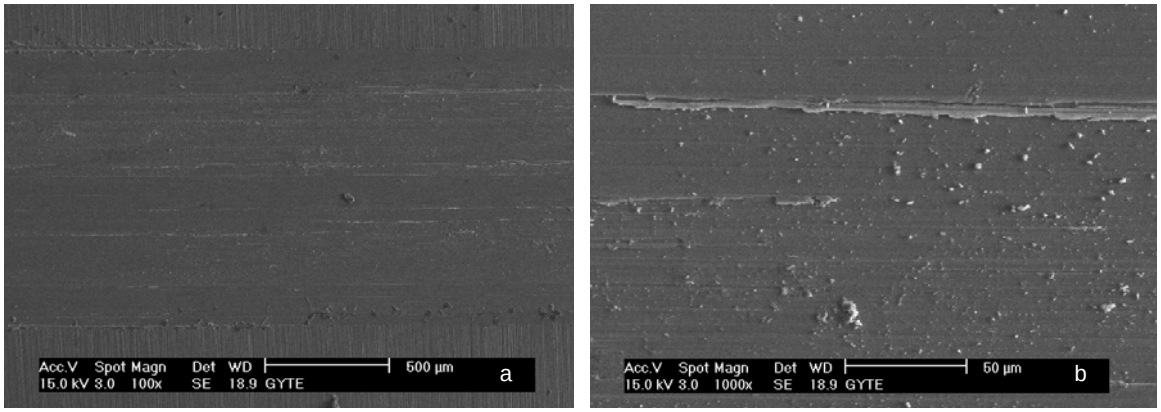

**Şekil 6.27.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda üretilen kaplamaların yüzey topografyalarını gösteren profilometre resimleri.

## 6.7. Aşınma Deneyi

Kimyasal bileşim, mikro yapı, gözeneklilik, faz yapısı, iç gerilmelerin yanı sıra kaplama kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, sertlik ve tokluğun kaplamaların tribolojik performansı üzerinde güçlü bir etkisi vardır. Bu özellikler kaplama proses parametrelerine bağlıdır. Kaplama proses parametrelerinden; kaplama süresi, akım yoğunluğu ve kaplamanın yapıldığı elektrolit konsantrasyonunun değiştirilmesinin kaplamanın tribolojik performansına olan etkisi oldukça önem arz eder.

Mikro ark oksidasyon yöntemiyle üretilen seramik kaplamaların ve kaplanmamış AZ31 magnezyum alaşımının aşınma dirençlerini ölçmek amacıyla; 6 mm çapında alümina ($Al_2O_3$) bilye kullanılarak, 5 N yük altında ve 300 m boyunca kuru ortam koşullarında aşınma deneyleri yapılmıştır.

AZ31 magnezyum alaşımına yapılan aşınma testi sonucunda aşınma oranı, $3{,}503.10^{-3}$ $mm^2/N.m$ ve ortalama sürtünme katsayısı ($\mu$), 0,349 olarak tespit edilmiştir. Şekil 6.28' de AZ31 magnezyum alaşımının aşınma sonucu oluşan iz yapısı açıkça görülmektedir.



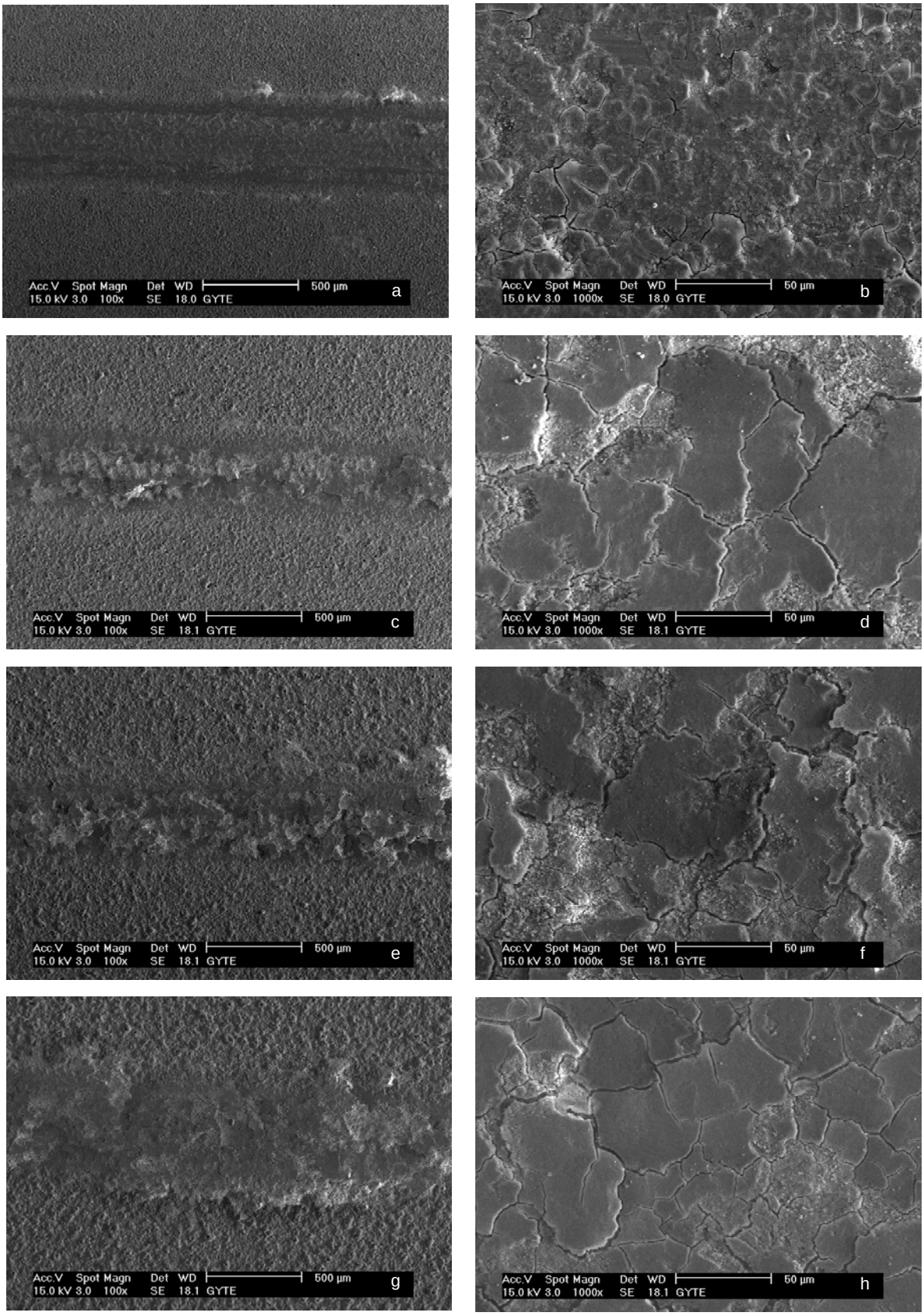

**Şekil 6.28.** AZ31 Mg alaşımının aşınma sonucu oluşan iz yapısının (a) 100x ve (b) 1000x büyütmelerde çekilen SEM fotoğrafları

Aşınma testinin ilk kademesinde mikro gözeneklerin çıkıntılı kısımları alümina bilye ile temas ederek aşınır. Yüzeydeki çıkıntıların kaymaya karşı çok fazla direnç göstermeden bilye tarafından süpürülmesi nedeni ile sürtünme katsayısı düşüktür. Çünkü MAO kaplamalarının dış yüzey tabakası nispeten düşük sertlik, gevşek, gözenekli ve pürüzlü bir yapıya sahiptir.

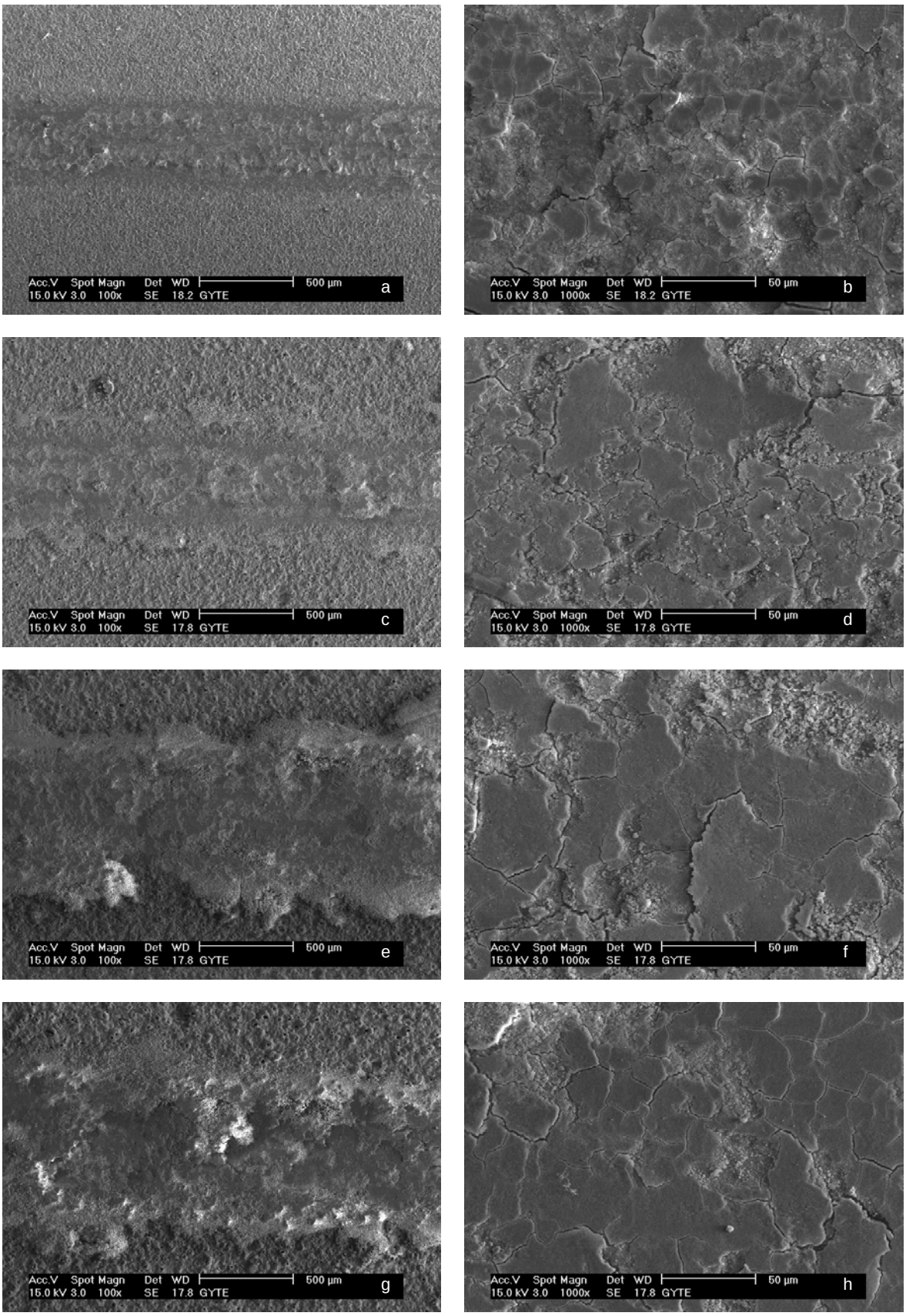
Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde sırasıyla 0,060 A/cm$^2$, 0,085 A/cm$^2$ ve 0,140 A/cm$^2$ akım yoğunluklarında ve farklı kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların kuru ortam aşınma deneyi koşullarında 5 N yük altında oluşan yüzey SEM fotoğrafları; sırasıyla Şekil 6.29, Şekil 6.30 ve Şekil 6.31' de verilmektedir. Aynı şekilde, silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde sırasıyla 0,060 A/cm$^2$, 0,085 A/cm$^2$ ve 0,140 A/cm$^2$ akım yoğunluklarında ve farklı kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların kuru ortam aşınma deneyi koşullarında 5 N yük altında oluşan yüzey SEM fotoğrafları da; sırasıyla Şekil 6.32, Şekil 6.33 ve Şekil 6.34' de verilmektedir. Mikro ark oksidasyon kaplamaların dış yüzeylerinde düşük sertlik, oldukça pürüzlü ve gözenekli yapıya rastlandığından bu kaplamalarda abrasif aşınma gözlenmiştir. Aşınma deneyi esnasında aşındırıcı bilye pürüzlü kaplama yüzeyini kaldırır ve kopan parçacıklardan dolayı abrasif tipte aşınma gözlenir. Aşınma izi SEM fotoğrafları incelendiğinde yüzeyde çatlakların oluştuğu görülmektedir. Akım yoğunluğu ve kaplama süresinin artmasıyla kaplama yüzeyinde oluşan gözenekli ve pürüzlü tabaka artarak, aşınma sonucu daha büyük mikro çatlaklar oluşmaktadır. Ayrıca bazı kaplamalarda aşınma sonucu bölgesel olarak mikro çatlakların birleşerek kaplamaların kazınarak yüzeyden atıldığı kaplama hasarları oluşmaktadır.

Wang ve diğerleri, ticari Al-Cu-Mg alaşımına uyguladıkları mikro ark oksidasyon işlemi ile elde ettikleri kaplamanın aşınma direncini incelemişlerdir. Test sonuçları incelendiğinde aşınma sırasında meydana gelen malzeme kaybı oranının ilk başlarda arttığını, bir müddet sonra azalıp sabit bir değere ulaştığı gözlemlemişlerdir. Bunun, kaplama yüzeyinde zayıf bağ yapısına sahip amorf yapıdan kaynaklandığını sonucuna varmışlardır [Wang and Jiang, 2006].

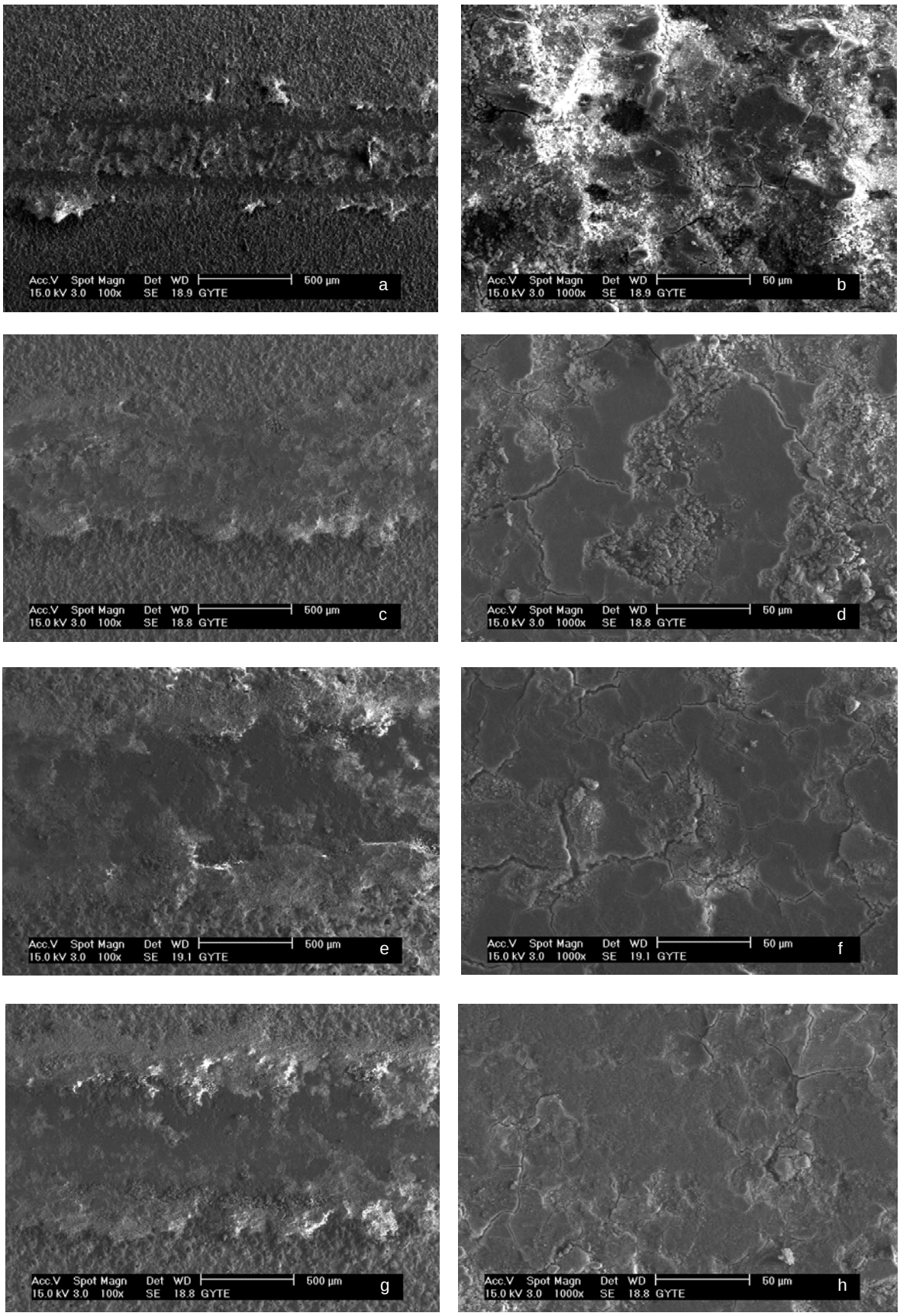
Aynı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamalar için silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamaların sertlik değerleri, silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamaların sertlik değerlerine kıyasla daha düşüktür (bkz. Bölüm 6.4). Bu yüzden silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamalar, silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamalara kıyasla daha fazla aşınma göstermiştir. Sonuç olarak 2 no' lu elektrolit çözeltileri içinde üretilen kaplamaların aşınma yüzeyleri daha geniş ve düzdür.



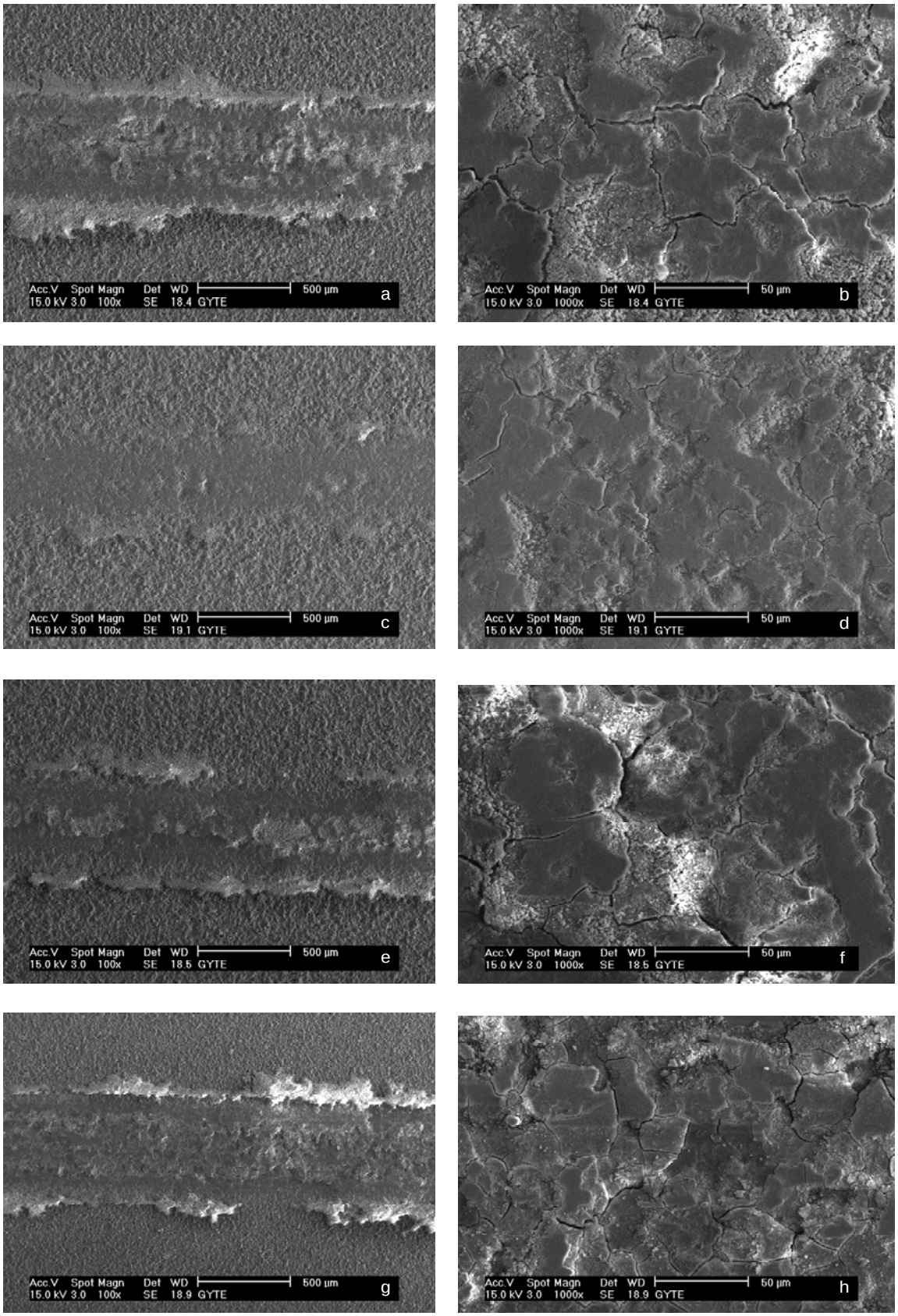

**Şekil 6.29.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0.060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları. **a**. 15 dk, **c**. 30 dk, **e**. 45 dk, **g**. 60 dk .



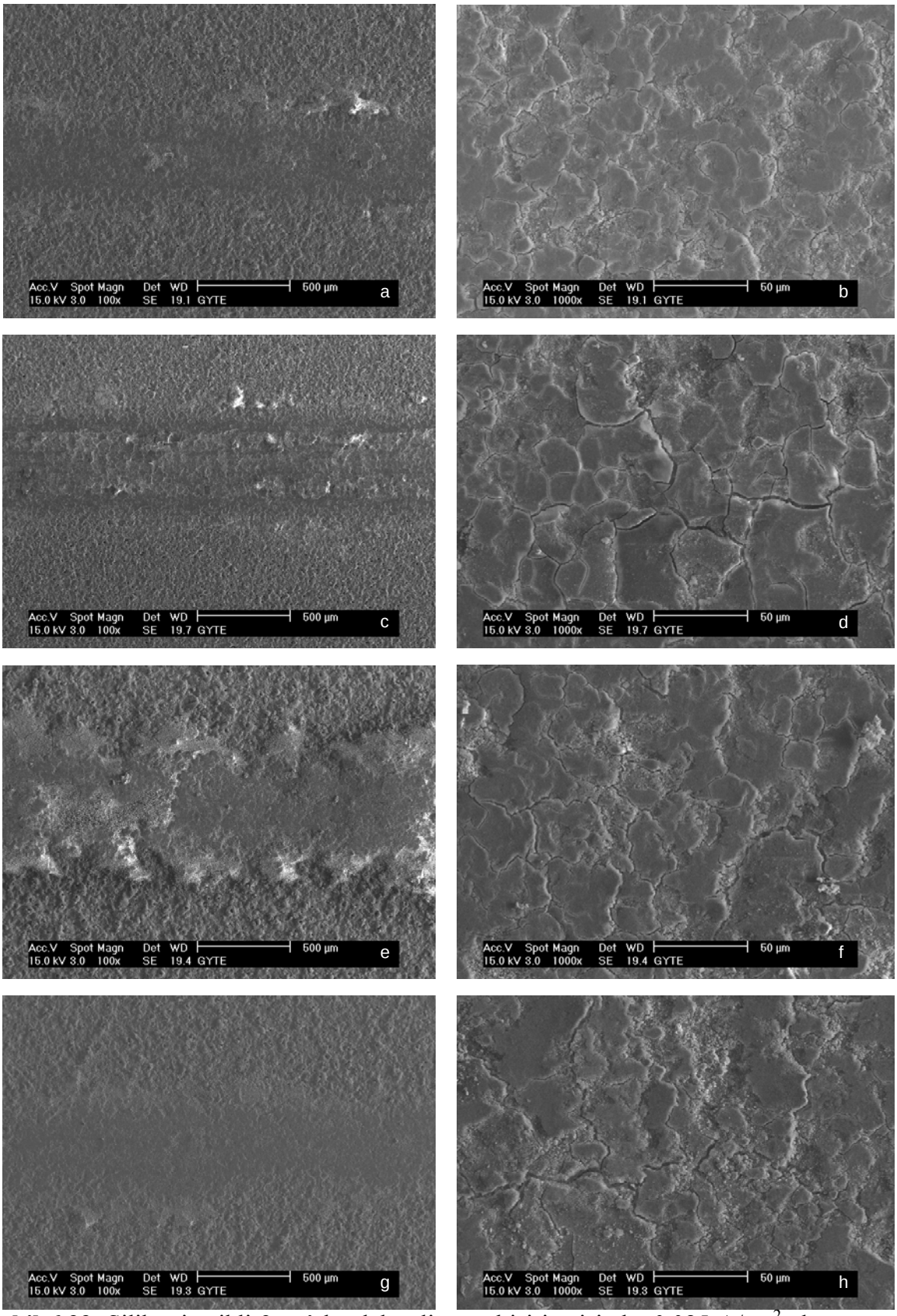

**Şekil 6.30.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları. **a**. 15 dk, **c**. 30 dk, **e**. 45 dk, **g**. 60 dk



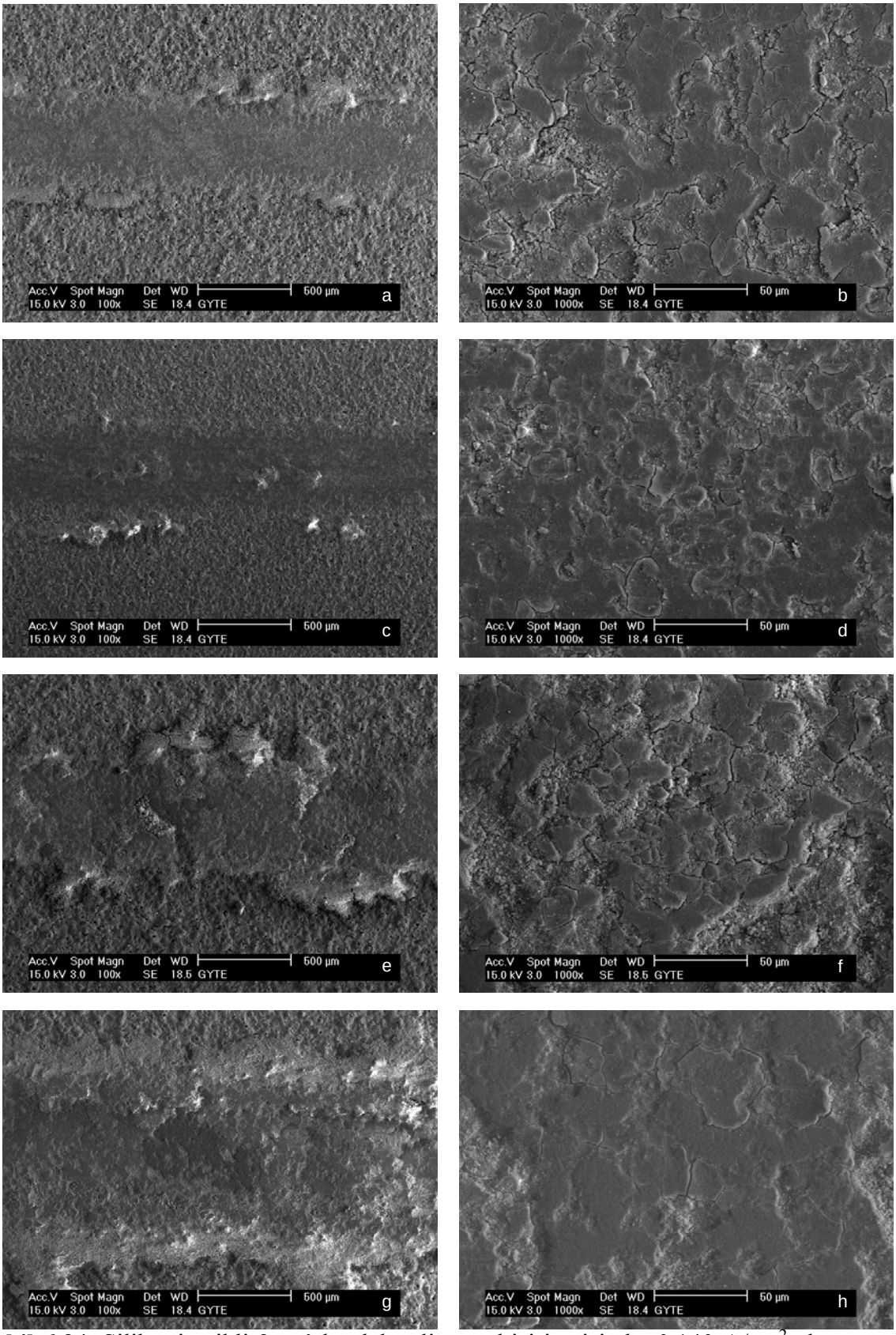

**Şekil 6.31.** Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları. **a**. 15 dk, **c**. 30 dk, **e**. 45 dk, **g**. 60 dk




**Şekil 6.32.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,060 A/cm² akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları. **a**. 15 dk, **c**. 30 dk, **e**. 45 dk, **g**. 60 dk



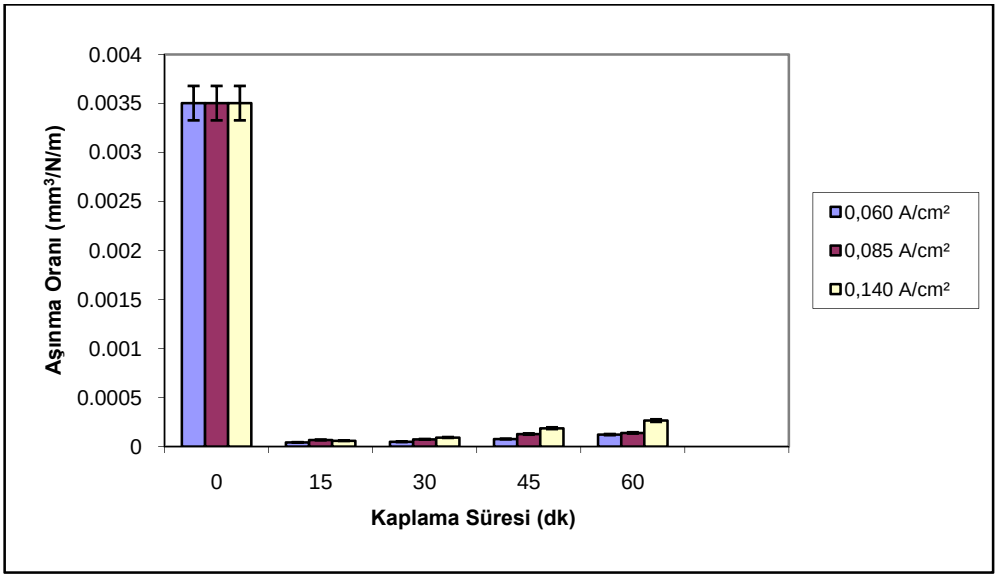

**Şekil 6.33.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,085 A/cm$^2$ akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları. **a**. 15 dk, **c**. 30 dk, **e**. 45 dk, **g**. 60 dk



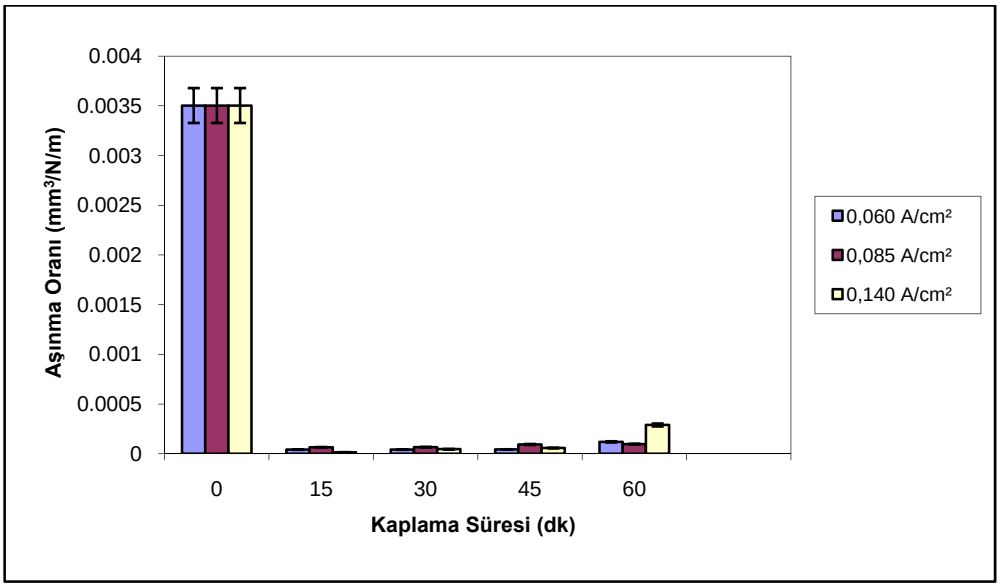

**Şekil 6.34.** Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde, 0,140 A/cm$^2$ akım yoğunluğunda, farklı sürelerde yapılan kaplamalara ait aşınma izi SEM fotoğrafları. **a**. 15 dk, **c**. 30 dk, **e**. 45 dk, **g**. 60 dk

Mikro ark oksidasyon yöntemiyle silikat içerikli 1 ve 2 no' lu elektrolit çözeltileri içerisinde, sırasıyla 0,060 A/cm$^2$, 0,085 A/cm$^2$ ve 0,140 A/cm$^2$ akım yoğunluklarında ve farklı kaplama sürelerinde üretilen kaplamalara ve kaplanmamış AZ31 magnezyum alaşımına ait aşınma oranları değişimi sırasıyla Şekil 6.34 ve Şekil 6.35' de verilmektedir. Bu numunelere ait aşınma oranı değerleri ise yine aynı sıralamayla Tablo 6.15 ve Tablo 6.16' da verilmektedir.

Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara yapılan aşınma testi sonucunda, artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte aşınma oranının da arttığı görülmektedir. Yine de kaplama yapılmamış AZ31 magnezyum alaşımına ait aşınma değeri ile kıyaslandığında kaplama sonucunda aşınma değerlerinin önemli miktarda azaldığı görülmektedir. Farklı faz kompozisyonu ve mikro yapının, kaplama sertliğini ve kaplamanın aşınma direncini etkilediği bilinmektedir. Kaplamada iç tabaka dış tabakadan daha yoğun ve gözenek yoğunluğu dış yüzeyden iç tabakaya doğru azalış göstermektedir. Artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte kaplama yüzey pürüzlüğü ve bunun yanı sıra porozite miktarının da arttığı; gözenekli bir yapının oluştuğu gözlenmiştir. Ayrıca düşük kaplama sürelerinde gözenekliliğin az ve altlık metale yapışmanın iyi olduğu düşünülürse artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte yapışma da azalma ve pürüzlü, gözenekli yapının artmasıyla birlikte de yüzeyde daha fazla aşınma görülür. Benzer durum silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara yapılan aşınma testi sonuçlarında da görülmektedir.




**Şekil 6.35.** 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunluklarında ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların aşınma oranlarının değişimi.




**Şekil 6.36.** 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunluklarında ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların aşınma oranlarının değişimi.

**Tablo 6.15.** Silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunlukları ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların ve kaplanmamış AZ31 magnezyum alaşımının aşınma oranları.

| **Elektrolit** | **Kaplama Süresi (dk)** | **Aşınma Oranı ($mm^3/N/m$)** | | |
|---|---|---|---|---|
| | | **0,060 ($A/cm^2$)** | **0,085 ($A/cm^2$)** | **0,140 ($A/cm^2$)** |
| **1 No'lu Elektrolit Çözeltisi** | Kaplama yok | $3{,}50.10^{-3}$ | $3{,}50.10^{-3}$ | $3{,}50.10^{-3}$ |
| | 15 | $4{,}28.10^{-5}$ | $6{,}72.10^{-5}$ | $5{,}92.10^{-5}$ |
| | 30 | $4{,}84.10^{-5}$ | $7{,}42.10^{-5}$ | $9{,}19.10^{-5}$ |
| | 45 | $7{,}70.10^{-5}$ | $1{,}27.10^{-4}$ | $1{,}86.10^{-4}$ |
| | 60 | $1{,}22.10^{-4}$ | $1{,}38.10^{-4}$ | $2{,}65.10^{-4}$ |

**Tablo 6.16.** Silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde farklı akım yoğunlukları ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamaların ve kaplanmamış AZ31 magnezyum alaşımının aşınma oranları.

| **Elektrolit** | **Kaplama Süresi (dk)** | **Aşınma Oranı ($mm^3/N/m$)** | | |
|---|---|---|---|---|
| | | **0,060 ($A/cm^2$)** | **0,085 ($A/cm^2$)** | **0,140 ($A/cm^2$)** |
| **2 No'lu Elektrolit Çözeltisi** | Kaplama yok | $3{,}50.10^{-3}$ | $3{,}50.10^{-3}$ | $3{,}50.10^{-3}$ |
| | 15 | $4{,}17.10^{-5}$ | $4{,}45.10^{-5}$ | $1{,}50.10^{-5}$ |
| | 30 | $4{,}18.10^{-5}$ | $6{,}55.10^{-5}$ | $4{,}63.10^{-5}$ |
| | 45 | $4{,}36.10^{-5}$ | $9{,}33.10^{-5}$ | $5{,}77.10^{-5}$ |
| | 60 | $1{,}19.10^{-4}$ | $9{,}73.10^{-5}$ | $2{,}89.10^{-4}$ |

Silikat içerikli 1 ve 2 no' lu elektrolit çözeltileri içinde mikro ark oksidasyon yöntemiyle üretilen numunelerin; aynı akım yoğunluğu ve kaplama süreleri için aşınma oranları incelendiğinde, silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamaların daha fazla aşındıkları görülür. Silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisindeki $Na_2SiO_3.5H_2O$ miktarının fazla olması nedeniyle bu çözelti içinde üretilen kaplamaların yapısında bulunan $Mg_2SiO_4$ fazı miktarı silikat içerikli 1

no’ lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen numunelere kıyasla daha fazladır. $Mg_2SiO_4$ fazının yapıda daha çok miktarda görülmesi kaplama yapısının sertliğini arttırdığı gibi aşınmaya karşı da daha dirençli bir yapı oluşmasını sağlar [Liang et all, 2007]. Sonuç olarak silikat içerikli 2 no’ lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamlar, silikat içerikli 1 no’ lu elektrolit çözeltisi içinde üretilen kaplamalara göre; aynı kaplama süresi ve aynı akım yoğunlukları ele alınarak incelendiğinde, aşınmaya karşı daha fazla direnç gösterirler.

# 7. SONUÇLAR

Mikro ark oksidasyon yöntemi ile, silikat içerikli 1 ve 2 no'lu elektrolit çözeltileri içerisinde farklı akım yoğunluğu (0.060 A/cm$^2$, 0.085 A/cm$^2$ ve 0.140 A/cm$^2$) ve kaplama sürelerinde (5dk, 15dk, 30 dk, 45 dk ve 60 dk) AZ31 magnezyum alaşımının yüzeyi seramik kaplandı. Daha sonra bu kaplamaların; kalınlıkları, faz yapıları, mikro yapıları, yüzey yapıları, sertlikleri, altlık metale karşı yapışma mukavemetleri, yüzey pürüzlülükleri ve aşınma dirençleri incelendi ve aşağıdaki sonuçlar elde edildi.

1. Silikat içerikli her iki elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların kalınlıkları; akım yoğunluğu ve kaplama süresinin artması ile artmaktadır. Aynı akım yoğunluğu ve kaplama süresinde üretilen kaplamalar için, silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamalar daha kalındır.
2. Silikat içerikli her iki elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların yapısında Mg, MgO (Periclase) ve $Mg_2SiO_4$ (Forsterite) fazları oluşmaktadır. Akım yoğunluğu ve kaplama süresi arttıkça, her iki elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların kalınlıkları arttığından yüzeyde oluşan bu fazların şiddetleri de artmaktadır.
3. Her iki elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların yüzeyleri oldukça gözenekli bir yapıdadır. Aynı akım yoğunluğu ve kaplama süresinde üretilen kaplamalar için, silikat içerikli 2 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların yüzeyinde oluşan gözenekler daha az sayıda ve daha küçük yapıdadır ve yüzeyinde oluşan çatlaklar daha büyük ve fazla sayıdadır.
4. Silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların sertlikleri 415 HV (0.060 A/cm$^2$ akım yoğunluğu ve 60 dk) ile 734 HV (0.140 A/cm$^2$ akım yoğunluğu ve 60 dk) arasında, silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların sertlikleri ise 719 HV (0.060 A/cm$^2$ akım yoğunluğu ve 60 dk) ile 797 HV (0.140 A/cm$^2$ akım yoğunluğu ve 60 dk) arasında değişmektedir. Aynı akım yoğunluğu ve kaplama süresinde üretilen kaplamalar için, silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların yapısında daha fazla miktarda bulunan $Mg_2SiO_4$ (forsterite) fazı sertliği büyük oranda arttırmaktadır.

5. Her iki elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların altlık metal malzemeye karşı yapışma mukavemetleri, artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte artmaktadır. Aynı akım yoğunluğu ve kaplama süresinde üretilen kaplamalar için, silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların yapışma mukavemeti silikat içerikli 1 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların yapışma mukavemetine kıyasla daha iyidir.
6. Her iki elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların yüzey pürüzlülükleri; akım yoğunluğu ve kaplama süresinin artması ile artmaktadır.
7. Her iki elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların aşınma oranları, artan akım yoğunluğu ve kaplama süresi ile birlikte artmaktadır. Aynı akım yoğunluğu ve kaplama sürelerinde üretilen kaplamalar için, silikat içerikli 2 no' lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamaların yapısında daha fazla miktarda bulunan $Mg_2SiO_4$ (Forsterite) fazının sağladığı yüksek sertlikten dolayı, aşınma direnci silikat içerikli 1 no'lu elektrolit çözeltisi içerisinde üretilen kaplamalara kıyasla daha iyidir.

# KAYNAKLAR

[1] S.H.C. Park, Y.S.Sato, H. Kokawa, 2003, Effect of Micro-Texture on Fracture Location in Friction Stir Weld of Mg Alloy AZ61 During Tensile Test, Scripta Material 49.

[2] Sinici H., 2006. Katodik ark fiziksel buhar biriktirme tekniğiyle yapılan kaplamaların AZ91 Magnezyum alaşımının korozyon özelliklerine etkisinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üni., Fen Bilimleri Enstitüsü.

[3] Günyüz M., 2007. Titanyum ve Alaşımlarının Mikro Ark Yöntemiyle Kaplanması, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

[4] Yun H., Gao F., Durdu S., Polat A., Usta M., Ucısık A.H., Liangu H., 2010, Evaluation of Microarc Oxidized Coatings on Pure Magnesium, Frontier of Applied Plasma Technology, Vol.3 No.l, pp 40-44

[5] Chen F., Zhou H., Yao B., Qin Z., and Zhang Q., 2007, Corrosion Resistance Property of the Ceramic Coating Obtained Through Microarc Oxidation on the AZ31 Magnesium Alloy Surfaces, Surface and Coatings Technology, 201, 4905-4908.

[6] Wang L., Chen L., Yan Z., Wang H. and Peng J., 2009, Effect of Pottasium Fluoride on Structure and Corrosion Resistance of Plasma Electrolytic Oxidation Films Formed on AZ31 Magnesium Alloy, Alloys and Compounds, 480, 469-474.

[7] Chen H., Lv G., Zhang G., Pang H., Wang X., Lee H., and Yang S., 2010, Corrosion Performance of Plasma Electrolytic Oxidized AZ31 Magnesium Alloy in Silicate Solitions with Different Additives, Surface and Coatings Technology, xxx, xxx-xxx.

[8] Wu C.S. and Zhang Z., 2007. Study on the Anodizing of AZ31 Magnesium Alloys in Alkaline Borate Solutions, Applied Surface Science, 253, 3893-3898.

[9] W. Woo, H. Choo, D.W. Brown, P.K. Liaw, Z.Feng, 2006, Texture variation and its influence on the tensile behavior of a friction-stir processed magnesium alloy", Scripta Materialia 54 "p"

[10] Bulut R., Haziran 2009. Magnezyum AZ31 alaşımının sürtünme karıştırma kaynağı ile birleştirilebilirliğinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üni., Fen Bilimleri Enstitüsü

[11] Arpaçay D., 2009. Magnezyum AZ80 Alaşımında yüksek basınç burulma işleminin mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üni., Fen Bilimleri Enstitüsü.

[12] Song G. and Xu Z., 2010. The Surface, Microstructure and Corrosion of Magnesium Alloy AZ31 Sheet, Electrochimica Acta.

[13] Tanrıverdi A., Eylül, 2005. Magnezyum alaşımı AZ91'in korozyon davranışına katılaşma hızı ile Si ve Y katkı elementlerinin etkisi, Osmangazi Üni., Fen Bilimleri Enstitüsü

[14] Mingzhao L. and Cong L., 2009, Effect of Nd on Microstructure and Mechanical Properties of AZ31 Magnesium Alloy, Rare Metal Metarials and Engineering, 38, 7-10.

[15] Yerokhin A.L. and Snizhko L.O., 2003 Discharge characterization in plasma, J.Phys. D: Appl. Phys., 36, 2110-2120.

[16] Wang C. and Jiang Y., 2006. Growth process and wear resistance for ceramic coatings formed on Al-Cu-Mg alloy by micro-arc oxidation, Applied Surface Science, 253, 674-678.

[17] Hibbard J., 2007. Government mandates force rethinking of automotive parts finishing processes: Micro-arc oxidation technology figures prominently in future applications, Metal Finishing, 105, 50-54.

[18] Gnedenkov S.V. and Khrisanfovaa O.A., 2001. composition and adhesion of protective coatings on aluminum, Surface and Coatings Technology, 145, 146-151.

[19] Xin S. And Song L., 2006. Composition and mechanical properties of hard ceramic coating containing α- $Al_2O_3$ produced by microarc oxidation on Ti-6Al-4V alloy, Materials Chemistry and Physics, 97, 132-136.

[20] Malayoğlu U. ve Çakmak E., 2008. Plazma Elektrolitik Oksitlenme Yöntemiyle Hafif Metallerin Kaplanması, Mühendis ve Makine, Cilt 49 Sayı 582, Sayfa 3-9.

[21] Fukuda T. and Kakuhari T., 2007. New Surface Treatment Technology for Light Metals-Keronite, Journal of the Surface Finishing Society of Japan, 58, 357.

[22] Sundararajan G. and Rama K.L., 2003. Mechanisms underlying the formation of thickalumina coatings through the MAO coating tecnology, Surface and Coatings Technology, 167, 269-277.

[23] Snizhko L.O. and Matthews A., 2004. Anodic Processes in Plasma Electrolytic Oxidation of Alıminium in Alkaline Solutions, Electrochim. Acta, 49, 2085-2095.

[24] Yerokhin A.L. and Dowey S.J., 1999. Plasma Elektrolysis for Surface Engineering, Surface and Coating Technology, 122, 73-93.

[25] Yerokhin A.L. and Matthews A., 2003. Discharge Characterization in Plazma Electrolytic Oxidation of Aluminium, J. Phys. D: Appl. Phys., 36, 2110-2120.

[26] Yerokhin A.L. and Matthews A., 2002. Effect of OH Radicals on the Characteristic of Plasma Electrolytic Oxidation Process and on the Oxide Film Produced, Abstracts of Int. Conf. Electrochem 2002, İngiltere.

[27] Yerokhin A.L. and Matthews A., 2002. An Investigation of Voltage and Current Fluctuations during Plasma Electrolytic Diffusion Treatment of Metals, Abstracts of Int. Conf. PSE 2002, Germany.

[28] Yerokhin A.L. and Matthews A., 2001. Duplex Surface Treatments Combining Plasma Electrolytic Nitrocarburising and Plasma-Immersion Ion-Assisted Deposition, Surface and Coating Technology, 142-144, 1129-1136.

[29] Yerokhin A.L. and Matthews A., 2002. Kinetics of Plasma Electrolytic Oxidation of Ti-6Al-4V Alloy in Aluminate based Eletrolytes, Abstracts of Int. Conf. ICMCTF 2002, ABD.

[30] Guidong X. and Jiong L.I., 2007. Power Source Types Effects on the Properties of Oxide Ceramic Coatings on Mg alloys, Naturel Science and Foundation of China 2007, 150-152.

[31] Jin F. and Tong H., 2006. Structure and Mechanical Properties of Mg Alloy Treated by Micro-Arc Discharge Oxidation Using Direct Current and High-Frequncy Bipolar Pulsing Modes, Materials Science and Engineering, 435-436, 123-126.

[32] Kurze P., 2004. Ceramic Coatings on Light Metals by Plasmachemical Treatment, Materialwissenschaf und Werkstofftechnik, 29, 85-89.

[33] Guanglianga Y. and Xianyia L., 2002. The effects of current densityon the phase composition and microstructure properties of micro-arc, Journal of Alloys and Compounds, 345, 196-200.

[34] Fanya J. and Honghui T., 2005. Structure and microwave-absorbing properties of Fe-particle containing alumina prepared by micro-arc oxidation, Surface and Coating Technology, 24-28

[35] Prakash S., Narulkar V.V. and Chandra K., August 2007. Ceramic coated Y1 magnesium alloy surfaces by microarc oxidation process form arine applications, Bull. Mater. Sci., Vol. 30, No. 4, pp. 399-402.

[36] Durdu S., 2010. Saf Magnezyumun Mikroark Oksidasyon Yöntemiyle Yüzey Modifikasyonu, Yüksek Lisans Tezi.

[37] Lee J. and Jianmin H., 2007. Dry sliding wear of MAO-coated A356 20 vol. % SiCp composites in the temperature range 25-180$^{o}$C, Wear, In Press.

[38] Jin F. and Paul K., 2006. Improvement of surface porosity and properties of alumina films by incorporation of Fe micrograin, Applied Surface Science. In Press.

[39] Liang J., Ding J., Hu L.T., Hao J.C., Xue Q.J., 2007. Effects of sodium tungstate on characteristics of micro arc oxidation coatings formed on magnesium alloy in silicate-KOH electrolyte, Trans. Nonferrous Met. SOC. China 17 244-249.

[40] Polat A., 2008. 2017A, 6061 ve 7039 Alüminyum Alaşımlarının Mikro Ark Oksidasyon Yüzey Kaplama Yöntemi ile Sert Seramik Kaplanması, Doktora Tezi.

[41] Brushan, B., Gupta B.K., 1991. Handbook of Tribology-Materials, Coating and Surface Treatments, McGraw-Hill, Inc.

[42] Liang, J., Hu, L., Hao J., 2007. Characterization of microarc oxidation coatings formed on AM60B magnesium alloy in silicate and phosphate electrolytes, AppliedSurface Science 253 4490-4496

[43] Malyshev, V.N., Bulychev, S.I., Markov, G.A., Fyedorov, V.A., Petrosyants, A.A, Kudinov, V.V., Shorshorov, M.H., 1985. Fiz. Khim. Obrab. Mater. (1) 82 in Russian.

# ÖZGEÇMİŞ

Selin BAYRAMOĞLU 1985 yılında İstanbul'da doğdu. 1999-2002 eğitim-öğretim yıllarında Çemberlitaş Kız Lisesi' nde orta öğrenimini tamamladı. 2003 yılında İstanbul Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde başladığı lisans eğitimini 2007 yılında tamamladı. 2008 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde yüksek lisans eğitimine başlamıştır.