T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ELEKTRO SPARK BİRİKTİRME VE MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMLERİ İLE AZ31B MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

BURAK ÖZEN
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2022

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ELEKTRO SPARK BİRİKTİRME VE MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMLERİ İLE AZ31B MAGNEZYUM ALAŞIMLARININ YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

BURAK ÖZEN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
DOÇ. DR. KEMAL KORKMAZ

GEBZE
2022

T.R.

GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

IMPROVEMENT OF SURFACE PROPERTIES OF AZ31B MAGNESIUM ALLOYS BY ELECTROSPARK DEPOSITION AND MICRO ARC OXIDATION METHODS

BURAK ÖZEN

A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE

DEPARTMENT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR

ASSOC. PROF. DR. KEMAL KORKMAZ

GEBZE

2022

GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ	**YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU**

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 03/02/2022 tarih ve 2022/6 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 12/05/2022 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Burak ÖZEN'in tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE
(TEZ DANIŞMANI) : Doç. Dr. Kemal KORKMAZ

ÜYE : Doç. Dr. Salih DURDU

ÜYE : Dr. Öğr. Üyesi Kerem Özgür GÜNDÜZ

ONAY

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

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

Bu çalışmada, Mg alaşımı olan AZ31B alaşımı yedi numuneden bir tanesine ESD (Electro-Spark deposition), üç tanesine ESD+MAO (Micro Arc Oxidation) diğer üç tanesine ise sadece MAO işlemi uygulanmıştır. ESD işlemi uygulanan numuneler için ESD parametreleri eşit tutulmuştur. MAO prosesi için aynı oranda KOH, farklı oranlarda $Na_2SiO_3.5H_2O$ ve $Na_2B_4O_7.10H_2O$ içeren üç farklı elektrolit kullanılmıştır. Altı numunenin hepsine 120dk MAO işlemi uygulanmıştır. Bu çalışmadaki amaç AZ31B magnezyum alaşımının üzerine alüminyum kaplayarak MAO kaplama ile dubleks kaplama yapmak ve yüzeyde alüminyum oksit fazlarının elde edilmesidir. Elde edilen kaplanmış AZ31B alaşımının yüzey özelliklerinin değişimleri XRD, SEM-EDX, Erozyon testi ve pürüzlülük testleri ile incelenmiştir. Numunelerde Mg, MgO (periklas), Mg_2SiO_4 (forsterit) ve $MgAl_2O_4$ (spinel) fazları elde edilmiştir. Elektrolit içeriğinin ve dubleks kaplamanın oluşan oksit katmanı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Elektrolitin içeriğinin kaplama özellikleri üzerinde etkili olduğu ve boraks içermesi kaplama kalınlığını ve sertliğini belirgin şekilde artırdığı belirlenmiştir. Elektrolit içeriği kaplama yüzeyinin pürüzlüğünü de etkilemiştir aynı zamanda yalnızca MAO uygulanan numunelerin pürüzlülüğü ESD+MAO uygulanan numunelere göre daha düşük olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Elektro Kıvılcım Biriktirme (ESD), Mikro Ark Oksidasyon (MAO), AZ31B.

SUMMARY

In this study, AZ31B alloy, which is Mg alloy, was applied to one of the seven samples by ESD (Electro-Spark deposition), three by ESD + MAO (Micro Arc Oxidation) and the other three by MAO process only.The ESD parameters were kept equal for the samples subjected to ESD treatment. For the MAO process, three different electrolytes containing the same proportion of KOH, different proportions of $Na_2SiO_3.5H_2O$ and $Na_2B_4O_7.10H_2O$ were used. All six samples underwent a 120 min MAO process. The aim of this study is to make duplex coating with MAO coating by coating aluminum on AZ31B magnesium alloy and to obtain aluminum oxide phases on the surface. The changes in the surface properties of the obtained coated AZ31B alloy were investigated by XRD, SEM-EDX, Erosion test and roughness tests. Mg, MgO (periclass), Mg_2SiO_4 (forsterite) and $MgAl_2O_4$ (spinel) phases were obtained in the samples. The effects of electrolyte content and duplex coating on the oxide layer formed were studied. It has been determined that the electrolyte content has an effect on the coating properties, and the fact that it contains borax significantly increases the coating thickness and hardness. At the same time, it was determined that the roughness of the samples applied only to MAO was lower than that of the samples applied to ESD+MAO.

Key Words: Electro Spark Deposition (ESD), Micro Arc Oxidation (MAO), AZ31B.

TEŞEKKÜR

Başta, yüksek lisans eğitimimde ve akademik hayatımda desteğini ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyip bilgisi ile bu çalışmanın oluşmasının yolunu açan danışmanım Doç. Dr. Kemal KORKMAZ'a,

Bütün çalışmam boyunca yanımda olan, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan Arş. Gör. Ahmet KAVUKÇU'ya,

Laboratuar çalışmalarındaki desteklerinden ve katkılarından dolayı Öğr. Gör. Ömer Faruk DENİZ, Öğr. Gör. Ahmet NAZIM ve Adem ŞEN'e en içten teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
TABLOLAR DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
1.1. Çalışmanın Amacı ve Literatüre Katkısı	2
2. ELEKTRO KIVILCIM BİRİKTİRME YÖNTEMİ	3
2.1. Elektro Kıvılcım Biriktirme Yönteminin Tarihçesi	3
2.2. Elektro Kıvılcım Biriktirme Yönteminin Kullanım Alanları	4
2.3. Elektro Kıvılcım Biriktirme Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları	5
2.4. ESD Yönteminin Ekipmanları ve Çalışma Prensibi	7
2.5. Elektro Kıvılcım Biriktirme Yönteminin Parametreleri	11
2.5.1. Elektriksel Parametreleri	12
2.5.2. Malzeme	14
2.5.3. Biriktirme Oranı	14
2.5.4. Kaplama Kalınlığı	14
3. MİKRO ARK OKSİDASYON YÖNTEMİ	16
3.1. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Tarihi	16
3.2. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Kullanım Alanları	16
3.3. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Avantajları ve Kısıtlamaları	17
3.4. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Parametreleri	18
3.5. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Ekipmanları ve Çalışma Prensibi	19
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	25
4.1. Kullanılan Malzeme ve Metot	25
4.2. ESD Kaplamasının Uygulanması	27
4.3. MAO Kaplamasının Uygulanması	27

4.4. XRD Analizinin Uygulanması 27
4.5. Erozyon ve Pürüzlülük Testinin Uygulanması 28
4.6. Sertlik Testinin Uygulanması 28
4.7. SEM ve EDX Analizinin Uygulanması 28
5. GENEL SONUÇLAR 29
5.1. ESD ile Al kaplanan AZ31B Alaşımı 29
5.2. C1 Elektroliti ile Yapılan MAO Kaplamalar 35
5.3. C2 Elektroliti ile Yapılan MAO Kaplamalar 45
5.4. C3 Elektroliti ile Yapılan MAO Kaplamalar 56
5.5. Erozyon ve Pürüzlülük Testi Sonuçları 67
6. SONUÇ 70

KAYNAKLAR 72
ÖZGEÇMİŞ 75

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler ve Kısaltmalar		**Açıklamalar**
µm	:	Mikrometre
µs	:	Mikrosaniye
I	:	Akım
A/cm^2	:	Akım yoğunluğu
Al	:	Alüminyum
ESD	:	Electro Spark Deposition
GTU	:	Gebze Teknik Üniversitesi
Gr	:	Gram
Mg	:	Magnezyum
mm^2	:	Milimetre kare
mm^3	:	Milimetre küp
MAO	:	Micro Arc Oxidation
Gr	:	Gram
V	:	Voltaj

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil No		Sayfa
2.1:	ESD işlemi sırasında substrattaki keskin köşenin etkisi.	7
2.2:	Temel bir ESD ünitesi.	8
2.3:	ESD prosesinin depozit aşamalarının gösterilmesi.	9
2.4:	Genel RC devresi.	9
2.5:	Gaz beslemesi özelliğine sahip bir torç düzeneği.	10
2.6:	A.Manuel ESD cihazı- B.Bilgisayar destekli manuel ESD cihazı- C.Otomatik ESD cihazı- D.Robotik ESD cihazı.	11
2.7:	ESD yönteminde üçgen ve dikdörtgen pulse şekilleri.	13
3.1:	MAO tekniğinin ekipmanları.	20
3.2:	Mikro Ark Oksidasyon İşleminin aşamaları.	22
3.3:	MAO işlemi sırasında deşarj olayları ve kaplama oluşumu şeması.	23
3.4:	Al malzemenin MAO deşarj modellemesinin gösterimi.	24
4.1:	Kullanılan numunenin çizimi.	25
5.1:	ESD ile Al kaplanmış AZ31B yüzeyinin XRD analizi sonuçları.	30
5.2:	ESD ile Al kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.	30
5.3:	ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü.	31
5.4:	ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin geri saçılmış electron dedektörü (BSE) ile çekilen SEM görüntüsü.	32
5.5:	ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin mikro sertlik değerleri.	33
5.6:	ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin mikro sertlik değerlerinin grafiği.	33
5.7:	ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları.	34
5.8:	ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin XRD analizi sonuçları.	37
5.9:	C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.	38
5.10:	ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.	38

5.11: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü. 39
5.12: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü. 39
5.13: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri. 40
5.14: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği. 40
5.15: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri. 41
5.16: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği. 41
5.17: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları. 42
5.18: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktalar. 44
5.19: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin XRD analizi sonuçları. 47
5.20: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü. 47
5.21: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü. 48
5.22: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü. 48
5.23: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü. 49
5.24: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri. 49
5.25: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği. 50
5.26: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri. 50

5.27: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği. 51
5.28: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları. 51
5.29: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktalar. 54
5.30: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin XRD analizi sonuçları. 57
5.31: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü. 58
5.32: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü. 58
5.33: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü. 59
5.34: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü. 59
5.35: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri. 60
5.36: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği. 60
5.37: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri. 61
5.38: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği. 61
5.39: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları. 62
5.40: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktalar. 65
5.41: Erozyon testi sonucunda numunelerin süreye göre kütle kayıplarının karşılaştırılması. 68
5.42: Numunelerin ortalama pürüzlülüklerinin karşılaştırılması. 69

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo No:		Sayfa
2.1:	ESD yönteminin parametreleri.	12
3.1:	Farklı malzemeler için MAO prosesinin uygulama örnekleri.	19
4.1:	AZ31B alaşımının kimyasal bileşimi.	25
4.2:	Yapılan çalışmaların genel özeti.	26
4.3:	Uygulanan ESD işleminin parametreleri.	27
5.1:	ESD ile Al kaplanan AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.	34
5.2:	C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.	42
5.3:	ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.	44
5.4:	C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.	52
5.5:	ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.	54
5.6:	C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.	62
5.7:	ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.	65

1. GİRİŞ

Magnezyum alaşımları yüksek hammadde kaynakları, yüksek geri dönüştürülebilirlik, yüksek özgül mukavemet ve düşük yoğunluğunun yanı sıra kolay dökülebilirlik ve işlenebilirlik sayesinde ağırlığın önemli olduğu otomotiv, biyomedikal uygulamalar, havacılık ve elektronik gibi alanlarla kendine yüksek kullanım alanları bulmuştur. Fakat magnezyum alaşımlarının zayıf aşınma direnci ve korozyon direnci kullanım alanlarını kısıtlamaktadır. Yüzey özelliklerinin kötü olması nedeniyle yüzey işlemleri uygulanması gerekli olmaktadır.

Bilinmelidir ki yüzeye yapılan işlemlerin avantajları olduğu gibi kendilerine özgü dezavantajlarıda bulunmaktadır ve farklı amaçlar için farklı yöntemler bulunmaktadır. Yüzey işlemlerinin amacı her zaman malzemeyi dış etkenlerden korumak olmamaktadır, aynı zamanda yüzey özelliklerini dekoratif olarak iyileştirmek de olabilmektedir. Elektrospark biriktirme ve mikro ark oksidasyon yöntemi yüzey özelliklerini iyileştirmek için kullanılan işlemlerdir.

ESD (Electro-Spark deposition) tekniğinin amacı diğer yüzey işlemlerinde olduğu gibi metal yüzeylerinin özelliklerinin iyileştirilmesidir. ESD tekniğinde ekipman olarak pulse jeneratörü, osiloskop, elektrot tutucu, elektrot ve uygulamanın yapıldığı iş parçasından oluşmaktadır. Pulse jeneratörü düşük gerilim ve yüksek akım değerlerine sahip belirli frekans değerine sahip elektrik pulsları oluşturmaktadır. Elektrik pulsları elektrot ve iş parçası arasında kısa süreli arklar oluşmasına neden olur ve bu elektrotların yüzeyinden küçük bir parçanın ergimesi ve iş parçası yüzeyinde katılaşarak birikmesi ile sonuçlanır [1].

Mikro ark oksidasyon tekniği yüksek gerilim sağlayan güç kaynağı ünitesinden ve elektrolitik sıvının bulunduğu banyo kısımdan oluşmaktadır. Elektrolitik sıvı optimum bir sıcak aralığına sahip olması gerektiğinden soğutucu bir düzeneğe sahiptirler. Katot olan banyo kısmının duvarı artı gerilim, anot olan numune ise negatif gerilim ile yüklenir. Bunun sonucunda numune yüzeyinde arklar meydana gelir. Mikro ark oksidasyon işlemi sonucunda poroz yapıda oksit bir tabaka meydana gelmesi ve yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi hedeflenir [12].

AZ31B yüzeyine mikro ark Oksidasyon yöntemi ile çalışmalar yapılmış olsa da ESD+MAO dubleks kaplama çalışması yapılmamıştır. Mahshid Sabaghi Joni ve arkadaşları KOH, Na_2SiO_3 ve $Na_2B_4O_7$ içerikli elektrolit kullanılmış ve KOH

konsantrasyonunun korozyon direnci üzerindeki etkisi incelenmiştir [4]. Shenglin Wang ve arkadaşları yaptığı çalışmada KF, KOH konsantrasyonu, işlem sıcaklığı, voltaj ve işlem süresi gibi parametrelerin kaplama kalınlığı ve özellikleri özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir [5].

1.1. Çalışmanın Amacı ve Literatüre Katkısı

Magnezyum alaşımları özellikle ağırlığın önemli olduğu alanlarda düşük yoğunluğu özelliği sayesinde kendine yaygın kullanım alanları bulmaktadır. Fakat Mg alaşımlarının sahip olduğu düşük korozyon direnci ve sertliği kullanımını kısıtlamaktadır. ESD ve MAO kaplama yöntemleri Mg alaşımları üzerinde oldukça etkili olan malzeme yüzeyinin özelliklerini iyileştiren yüzey modifikasyon yöntemlerindendirler.

Bu çalışmada magnezyum esaslı olan AZ31B alaşımına ESD kaplama, MAO kaplama ve MAO+ESD dubleks kaplamalar yapılmış ve uygulanan parametrelerin kaplama özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir. Yapılan çalışma literatüre göre Mg alaşımı yüzeyine ESD+MAO dubleks kaplama yapılan ilklerden olma özelliği taşımaktadır. ESD işlemi uygulanan numuneler için ESD parametreleri eşit tutulmuştur. MAO prosesi için aynı oranda KOH, farklı oranlarda $Na_2SiO_3.5H_2O$ ve $Na_2B_4O_7.10H_2O$ içeren üç farklı elektrolit kullanılmıştır. Mao kaplanan numunelerin hepsine 120dk MAO işlemi uygulanmıştır. ESD+MAO kaplamalardaki amaç AZ31B magnezyum alaşımının üzerine alüminyum kaplayarak MAO kaplama ile dubleks kaplama yapmak ve yüzeyde alüminyum oksit fazlarının elde edilmesidir. Yapılan çalışmalar sonucunda her bir numunenin kaplama kalınlığı, sertliği, pürüzlülük değerleri, kaplamada oluşan fazlar ve morfolojileri incelenmiştir.

2. ELEKTRO KIVILCIM BİRİKTİRME YÖNTEMİ

2.1. Elektro Kıvılcım Biriktirme Yönteminin Tarihçesi

Antik Yunan'ın yedi bilgelerinden biri olarak bilinen Thales tarafından kumaşla reçinenin sürtünmesi sonucu oluşan elektrik yükünün deşarjı sonucu meydana gelen kıvılcımlarını fark etmesinden beri elektrik kıvılcım olayı bilinmektedir [1].

ESD yöntemi 20yy başından beri elektro spark biriktirme isminin yanı sıra elektrik kıvılcım sertleştirmesi (electric spark toughening), elektro spark alaşımlama (electrospark alloying), kıvılcım sertleştirmesi (spark hardening) isimleriyle de bilinmektedir [2].

Elektro-kıvılcım'ların metal yüzeyinde aşındırıcı etki oluşturması ilk kez 1768 yılında İngiliz bilim adamı Joseph yaptığı deneyler sonucunda fark etmiştir. 1924 yılına gelindiğinde H.S. RAWDON bu elektro kıvılcımların malzeme yüzeyinin sertleştirmesine olanak sağladığını keşfetmiştir. H.S. RAWDON çalışmasında bakır veya nikel bir elektrot ile altlık malzemesi arasında kıvılcım oluşturarak bu sonuca varmıştır. Ayrıca altlık malzeme yüzeyindeki sertlik artışını yüzeyin kıvılcım ile ısıtılıp aniden soğutulması nedeni ile martenzit oluşumundan olduğunu kanıtlamıştır [1],[2].

Buna benzer olay 1957 yılında çelik yüzeyine spark uygulayan N.C. Welsh tarafından da gözlenmiş aynı zamanda da kaplama atmosferindeki azot, oksijen gibi elementlerin ve yağlayıcının bulunmasının kaplanmış malzeme yüzeyinin sertliğinin üzerindeki etkiyi bulmuştur [1],[2].

1944 yılında Sovyet Sosyalist Cumhuriyetler Birliğinde eksantirik millerine, jantlara, türbin kanatlarına, kalıplar, freze uçları, matkap ve torna takımlarına ESD uygulanmış ve ömürlerinin uzatılması üzerine çalışmalar yapılmıştır [2].

1974 yılında Johnson ESD kaplamalarında daha iyi kaplama homojenliği, daha az pürüzlü kaplama ve işlemin kontrolü gibi alanlarda gelişme sağlanırsa nükleer reaktör uygulamalarında korozyon performansını iyileştirdiğini belirtmiştir [2].

2.2. Elektro Kıvılcım Biriktirme Yönteminin Kullanım Alanları

Aşağıda ESD yönteminin kullanıldığı alanlar verilmektedir [1];

- Nükleer, fosil ve jeotermal ortamlarda
- Havacılık ve uzay uygulamaları için yüksek sıcaklık komponentlerinde
- Buhar ve gaz türbin kanatçıklarında
- Endüstriyel kesici takımlarında
- Metal işleme ve el aletlerinde
- Gemi inşası ve komponentlerinde
- Tıp ve dişçilik de cerrahi ve muayene aletlerinde
- Çok büyük boyutlardaki tarım ve tekstil ekipmanlarının aşınmaya dirençli yüzeylerinde
- Metal kesme makaslarında
- Ormancılıkta; tomruk, ağaç ve kağıt ürünleri işleme aletlerinde
- Atıkların geri kazanımı ve su arıtma santrallerinde
- Yüksek sıcaklık sensörlerinde
- Petrokimya ve ilaç endüstrisinde kullanılan sistemlerde
- Modern spor ekipmanlarında
- Kalıp dökümcüğünde

Kalıp dökümcülüğündeki örnek olarak belli başlı uygulamaları;

- Kalıplardaki ısıl çatlakların engellenmesi ve onarımında
- Çizik ve çentiklerin önüne geçilmesinde ve onarımında
- Kaynak altı, iğne delikleri (pinholes) ve küçük çatlaklar gibi kaynak hatalarının onarımında
- Plastik ve lastik (kauçuk) üretimi için kullanılan döküm kalıplarında üretim esnasında oluşan çapakların önüne geçmek için kalıp perde hatlarının onarımında
- Kalıp kanallarındaki oyukların ve izlerin onarımında, aşınmaların engellenmesinde
- Kalıp kanallarındaki değişikliklerde ve modifikasyonlarda

- Kalıplar üzerindeki kavity (kovuk) artıklarını önlemede
- Kalıplarda kayma deformasyonu (slide-shear) sonucu oluşan bölgelerin onarımı ve tamirinde kullanılması şeklinde genel hatları ile sıralanabilir.

2.3. Elektro Kıvılcım Biriktirme Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları

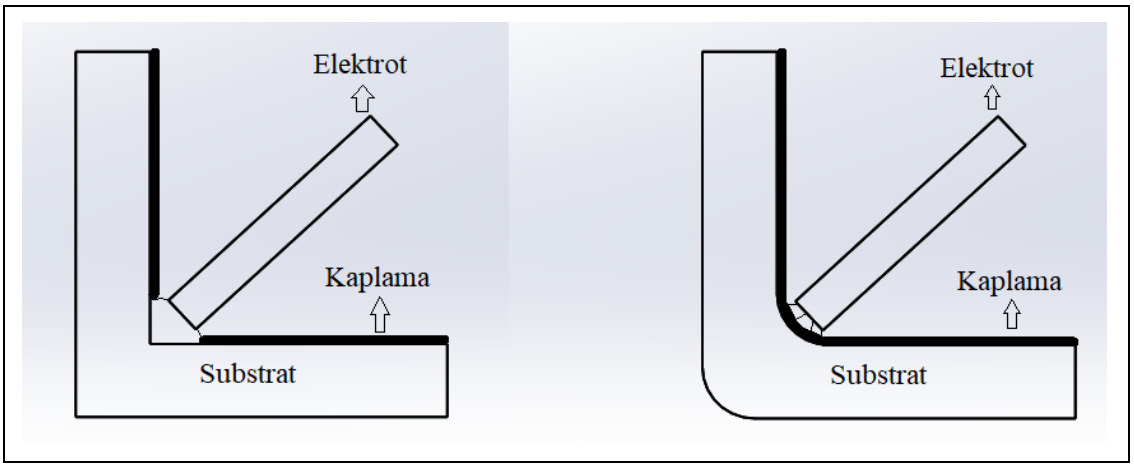
Aşağıda ESD yönteminin avantajları ve kısıtlamaları verilmiştir [1],[6-8];

Avantajları;

- Metalurjik olarak bağlanmış kaplama elde edilir.
- Düşük sıcaklık sayesinde malzemedeki metalurjik değişimler elimine edilir ve termal distorsiyon minimize edilir.
- Düşük ısı girdisi sayesinde ısıdan etkilenen bölge azdır.
- Soğuma hızı 10^5-10^6c^o/sn gibi seviyelere ulaşabilir, bu hızlı soğuma sayesinde benzersiz korozyon ve tribolojik faydalar sağlayabilen nano veya amorf yapının oluşturulması mümkün olur. Hall-Patch etkisi nedeniyle orijinal halindeki malzemelere kıyasla daha iyi aşınma ve korozyon performansı gösterir.
- ESD kaplama el ile manuel yapıldığı gibi robotik ekipmanlar ile de yapılabilmektedir ve herhangi bir vakum sistemi gerektirmez.
- ESD yöntemini uygulayacak kişilerin eğitilmesi kolaydır.
- Portatif ekipman sayesinde her yere taşınabilir.
- ESD ekipmanlarının maliyetleri düşüktür ve ortama zararlı atık, duman bırakmaz.
- Bütün pozisyonlarda uygulanabilir olduğundan karmaşık şekilli malzemelere de kolaylıkla uygulanabilir.
- Hemen hemen tüm metal çeşitlerine çok az hazırlıkla ya da direk olarak uygulanabilir.
- Yıpranmış malzemelerin özelliklerini geri kazanabilmek için uygulanabilir.

Dezavantajları;

- Maksimum kaplama kalınlığı malzeme cinsine bağlı olarak 50-250µm arasında değişir.
- Hem altlık malzemenin hem de elektrot malzemelerinin yüksek elektrik iletkenliğe sahip olması gerekir.
- Kaplama hızı kısıtlıdır.
- Bazı uygulamalarda kaplama parametrelerinin kapsamlı optimizasyonu gerekli olabilir.
- ESD uygulaması, yanıcı gazların bulunduğu ortamlarda uygulanmamalıdır.
- ESD kaplama sırasında yüzey üzerinde oluşan ergiyiğin hızlı katılaşması sonucu kalıcı iç gerilmeler oluşabilir ve bunlar kaplanmış malzeme yüzeyinde çatlak oluşumlarına neden olabilirler. Bilindiği üzere yorulmaya bağlı hasarlar yüzeydeki çatlaklardan başlayabilmektedir bundan dolayı yorulmaya maruz kalan malzemelerde ESD yöntemi uygun değildir. Bu olumsuzluk substratın işlemden önce ısıtılmasıyla giderilebilir.
- Elektrot çapından daha büyük çapta dalgalanmalara sahip substratlarda sadece dalgalanmaların zirvesinde kaplama olacağından, altlık yüzeyinde sürekli bir kaplama oluşmaz.
- Kaplama ne kadar kalın ve biriktirme oranı ne kadar yüksekse yüzey pürüzlülüğü o kadar yüksek olur.
- Elektrotun dokunabildiği herhangi bir yüzey ESD ile kaplanabileceğinden kaplanacak malzemenin geometrisi genellikle prosesi sınırlamaz fakat elektrotun yüzeye temas etmesine izin vermeyen geometriler kaplanamaz. Şekildeki gibi substrattaki köşeler yuvarlatıldığında kaplamadaki sınırlama ortadan kaldırılabilir.



Şekil 2.1: ESD işlemi sırasında substrattaki keskin köşenin etkisi.

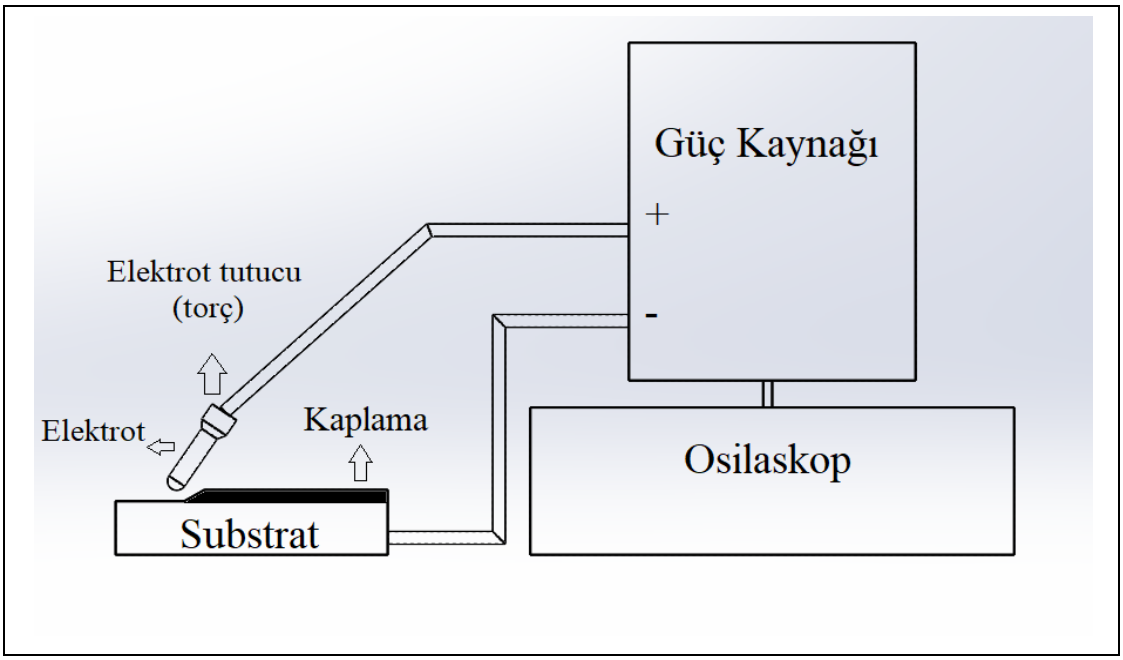
2.4. ESD Yönteminin Ekipmanları ve Çalışma Prensibi

ESD yöntemi tüketilebilir bir elektrot ve yüksek akım, düşük voltaj pulsları kullanan hasarlı bölgeleri doldurmak için de kullanılabilen bir yüzey işleme tekniğidir ve neredeyse tüm metal alaşımlarına uygulanabilen bir yöntemdir. ESD işleminde elektrot substrat yüzeyine temas etmek zorundadır. Proses de elektrot anot, altlık ise katottur. Elektrik puls süreleri çok kısa olsa da elektrodu ve substratı eritebilecek yeterli yüksek enerjiye sahiptir. Sahip olduğu yüksek enerji yoğunluğu ve düşük ısı girişi sayesinde mikro kaynak işlemi olarak da adlandırılır [8],[15],[10].

ESD ekipmanları tipik olarak 2 ana bileşenden oluşurlar fakat bunlara ek olarak elektrik dalga sinyalini tespit etmek için osiloskop ile beraber de kullanılabilirler [2].

Bunlar;

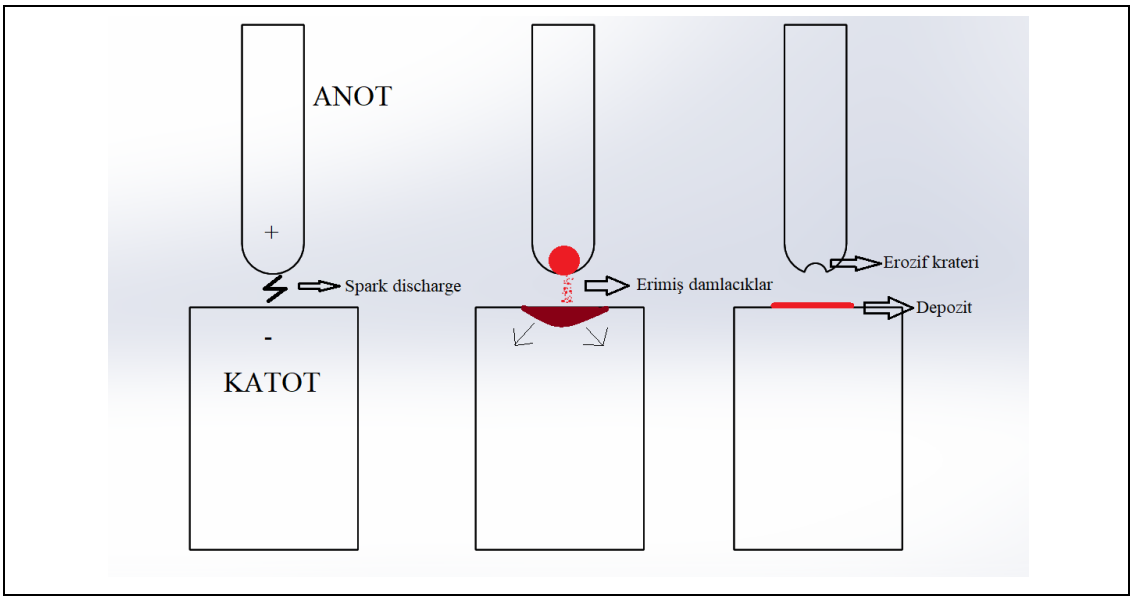
- Güç kaynağı
- Elektrot tutucu(torç)'dır.



Şekil 2.2: Temel bir ESD ünitesi.

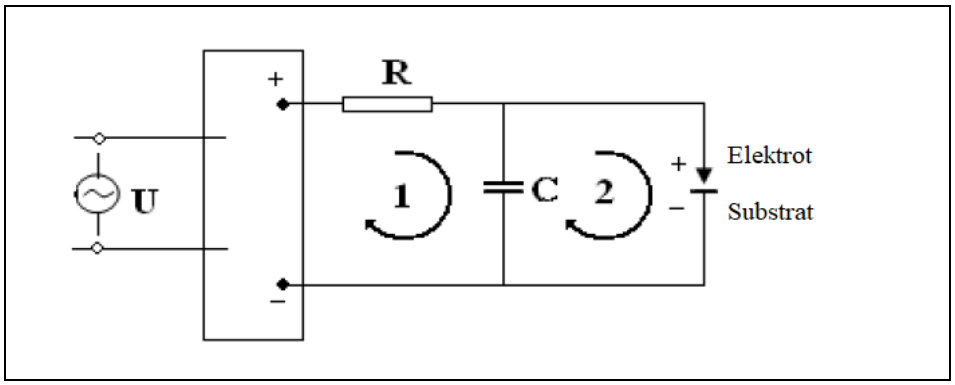
Proses aşağıdaki 4 aşamaya ayrılabilir [15];

1. Elektrot substrat'a dokunur ve bu anda kapasitör deşarj olmaya başlar. Elektrot ve substrat arasındaki temas direnci sayesinde temas bölgesi güçlü bir şekilde ısınır.
2. Elektrot'un hareketinden dolayı kapasitör tamamen deşarj olmadan elektrod substrattan ayrılır. Elektrot ve substrat arasında artık fiziksel bir temas olmadığından ark meydana gelir.
3. Katot noktasında, elektrotun küçük bir kısmının erimesi için yeterli miktarda enerji açığa çıkar.
4. Küçük bir ergiyik oluşur ve bu elektrottan substrata doğru uçar ve ona çarpıp yapışır.



Şekil 2.3: ESD prosesinin depozit aşamalarının gösterilmesi.

Akım pulslarını oluşturmak için güç kaynağına ihtiyaç vardır. Güç kaynağı üniteleri tipik olarak akım doğrultucu ve deşarj devresinden meydana gelirler. Akım doğrultucunun temel amacı beslendiği alternatif akımı kondansatörü şarj etmek için gerekli olan doğru akıma çevirmektir. Elektrik parametreleri güç kaynağı üniteleri sayesinde ayarlanabilmektedir. Kondansatörlerin deşarj edilmesi için bir R-C devresi veya mikro işlemci kontrollü deşarj ünitesi kullanılır. Bu devrelerde şarj ve deşarj döngüsünün devam edebilmesi için elektrot ve substrat malzemesinin birbirleriyle temas etmeleri gerekmektedir. Şekil 2.4'te temel bir R-C devresi gösterilmektedir [1].

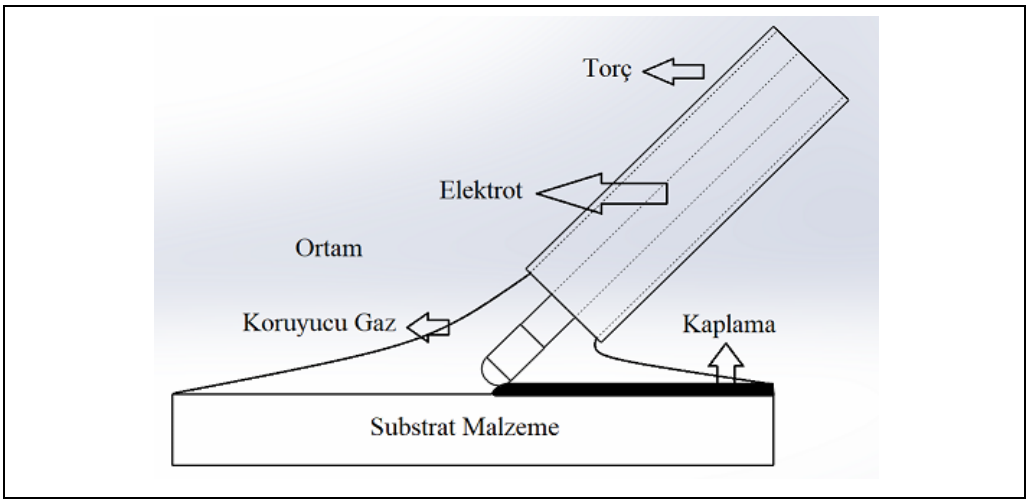


Şekil 2.4: Genel RC devresi.

ESD prosesinde elektrodu tutmak için torç (aplikatör) adı verilen dış yüzeyi iletken olmayan iç kısmında metal aksam ve motordan meydana gelen alet kullanılır.

Torçlar elektrik akımını kablo vasıtası ile güç kaynağından alarak elektrota iletirler. İletken olmayan kısmın amacı elektrot ile el arasında elektrik ve ısı yalıtımı oluşturmaktır. İç kısmındaki metal aksam ise torçun iskeleti olarak iş görürler. Kaplama temas bölgesini dış etkenlerden korumak için torçlar inert gaz besleme sistemine de sahip olabilirler. Gaz besleme sistemine sahip olmayan torçlarda ise gaz besleme düzeneğine sahip mengeneler yardımıyla koruyucu gaz beslemesi gerçekleştirilebilir [2].

Elektrot ile substrat yüzeyin temas halinde olması sonucunda yapışmalar meydana gelir bu nedenle elektrot ile substrat arasındaki teması keserek yapışmayı engelleyen elektrik motorları kullanılır. En yaygın 3 tür elektrot hareketi vardır. Bunlar titreşim, dönme hareketi ve salınımdır hareketidir [2],[8].



Şekil 2.5: Gaz beslemesi özelliğine sahip bir torç düzeneği.

ESD kaplama işlemi bir operatör yardımı ile mengeneye sabitlenmiş numune yüzeyine torç yardımıyla manuel olarak gerçekleştirilebildiği gibi iki boyutta otomatik çalışan sistemler ve üç boyutlu çalışabilen robotik sistemler ile de uygulanabilir. İki boyutta çalışan sistemler substrat malzemeyi sabitleyen kısımdan ve x-y ekseninde kontrol sağlayan motorlara sahip elektrot tutucudan oluşurlar. Daha gelişmiş olan robotik sistemlerde ise insan kollarından esinlenilerek imal edilen ve insan kolu hareketini yazılımlar ile taklit edebilen robot kolları kullanılır [9].

Şekil 2.6: A.Manuel ESD cihazı-B.Bilgisayar destekli manuel ESD cihazı-C.Otomatik ESD cihazı-D.Robotik ESD cihazı.

2.5. Elektro Kıvılcım Biriktirme Yönteminin Parametreleri

ESD prosesine özgü birçok parametre vardır. Bunlardan voltaj, kapasitans değeri, darbe frekansı, dalga formu şekli ve akım değerleri güç kaynağı tarafından kontrol edilmektedir. Tablo 2.1'de kaplanan malzemenin özelliklerini ve kalitesini belirleyen elektrot, substrat, çevresel ve elektriksel parametreler verilmiştir [10].

Tablo 2.1: ESD yönteminin parametreleri.

Elekterot	Substrat	Çevre	Elektriksel	Diğer
Malzeme	Malzeme	Koruyucu Gaz Tipi	Voltaj	Sistem Verimliliği
Geometri	Geometri	Akış Hızı	Güç Girişi	Geçiş Sayısı
Hareket Hızı	Yüzey Temizliği	Akış Geometrisi	Kıvılcım Oranı	Çakışmış Geçişler
Temas Basıncı	Sıcaklık	Sıcaklık	Kapitans	Kıvılcım Süresi
Oryantasyonu				
Uygulama yönü				

2.5.1. Elektriksel Parametreleri

ESD prosesinde elektriksel parametreler, biriktirme oranı ve kalitesi üzerinde en fazla etkiye sahiptirler. Spark enerjisindeki artış biriktirme oranını artıracaktır [2].

$$E_p = {}^{t_p}\int_0 V(t).I(t)dt \quad (3.1)$$

E_p: Spark enerjisi

V(t): Voltajın fonksiyonu

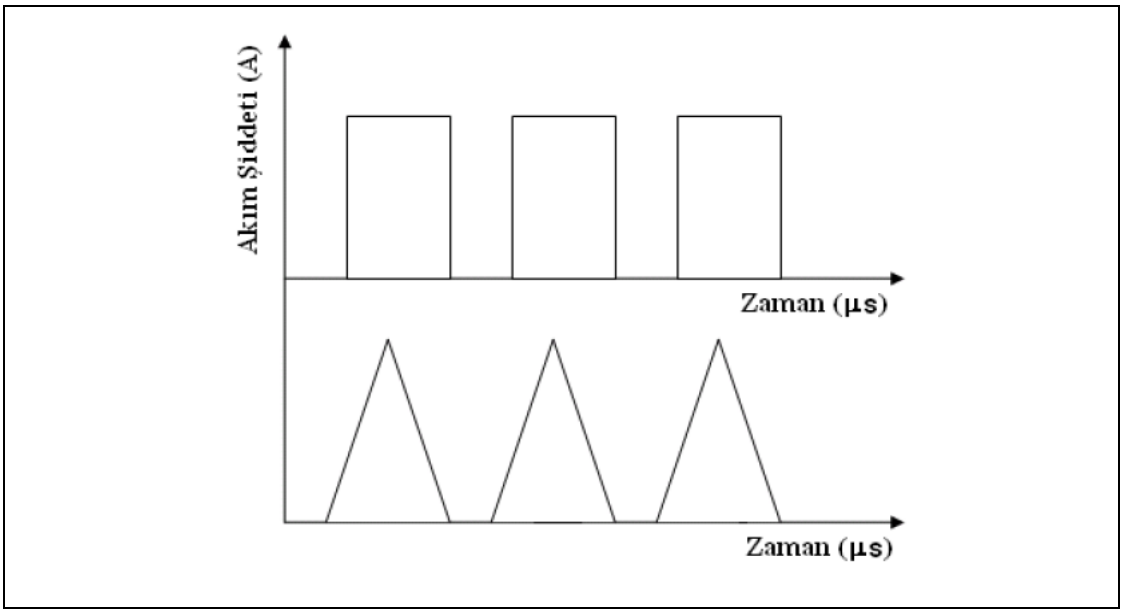
I(t): Akımın fonksiyonu

T_p:Pulse süresi

Kapasitans, şarj voltajı, endüktansı ve devrenin direnci spark enerjisini kontrol eden parametrelerdir. Kapasitans ve şarj voltajı sırasıyla deşarj süresini ve pik akımını değiştirerek spark enerjisini değiştirir. Şarj voltajı kapasitöre giren akım miktarını kontrol eder. Belirli bir voltaj için kapasitans ne kadar yüksekse deşarj süresi o kadar uzun olur. Devrenin direnci devrenin akımını sınırlandırarak spark enerjisini olumsuz olarak etkiler. Devrenin direnci güç kablosundan etkilendiğinden kablo boyları kısaltılarak direnç etkisi minimize edilebilir [2].

ESD prosesinin pulse süresi genellikle birkaç mikro saniye ile milisaniye arasında değişir. Biriktirme frekansı ise 60Hz ile 4KHz arası değişir. Kısa pulse süresi ve düşük ısıtma süresinin sonucu olarak, kaplama sırasında altlık malzeme ortam sıcaklığında ya da ortam sıcaklığının yakınında kalır. Düşük ısı girişi metalurjik değişim riskini ortadan kaldırmasının yanı sıra substratın boyutsal değişimini de büyük ölçüde elimine eder. Yine de küçük boyutlu ince substratların kaplanmasında yardımcı bir soğutma sistemi gerekebilir [2].

ESD yönteminde pulsların şekilleri de önemli bir parametredir. Akım ve zamanın çarpımı direk olarak spark enerjisini etkileyeceğinden akım zaman grafiğindeki üçgen ve kare şeklindeki pulsların alanı kaplama biriktirme miktarını doğru orantıda etkileyecektir. Eşit spark enerjisine sahip kare ve üçgen pulse şekilleri üzerine yapılmış olan bir çalışmada üçgen pulse formunda dikdörtgen pulse formatına göre daha fazla pürüzlülük değerlerine sahip olduğu fakat kütle transferi açısından üçgen pulslardan daha iyi sonuç alınmıştır [1].



Şekil 2.7: ESD yönteminde üçgen ve dikdörtgen pulse şekilleri.

2.5.2.Malzeme

Elektriksel olarak iletken olupta ark ile eritilebilen tüm malzemeler, metalik malzemelere uygun birer depozit malzemeleridir. Örnek olarak Çelikler, refrakter metaller, Al, Ni, Cu, Ti ve Zr alaşımları başta olmak üzere daha iyi aşınma direnci elde etmek için sert alaşımlar, karbürler, intermetalikler, borürler ve Sermetler uygulanmıştır. Substrat yüzeyinde meydana gelen hızlı katılaşmanın diğer yöntemlerde uyumsuz kabul edilen kombinasyonların ESD prosesinde uyumlu olmasına önemli katkısı olduğu düşünülmektedir [2].

Ancak bizmut telürür, krom silisit gibi elektriksel olarak iletken malzemeler proses sırasında buharlaşıp dekompozite olduklarından ESD için uygun değildir. Buna benzer olarak grafit elektrot malzemesi olarak kullanılmış ve başarılı olamamıştır. Grafitin atmosfer basıncında erimiş bir faza sahip olmadığına inanılmaktadır ve bundan dolayı transfer gerçekleşememektedir [2].

2.5.3.Biriktirme Oranı

Bilindiği üzere ESD işlemindeki biriktirme hızı hem kaplanan malzemesine hem de elektriksel parametrelere bağlıdır. Pratikte ESD prosesi ile 25µm kalınlığındaki bir kaplama 20cm^2/dk gibi bir hızda elde edilebilir. Bu biriktirme hızı PVD ve CVD işlemlerine göre nispeten hızlı olsa da çeşitli termal püskürtme proseslerine kıyasla daha yavaştır. Biriktirme hızı spark enerjisi ve frekansını artırarak biriktirme hızı arttırılabilir. Ancak bunun sonucunda yüzey pürüzlülüğü ve substrata giren ısı miktarı artar. Substrata ısı girişinin artması termal gerilmelerin artmasına neden olur [2].

2.5.4.Kaplama Kalınlığı

ESD prosesinde kaplama kalınlığı substrat ve elektrot kombinasyonuna bağlı olarak 3µm ve 3mm arası değişebilir. Kaplama kalınlığı biriktirme hızı ile doğrudan bağlantılıdır. Genellikle elektrodun substrata ilk değdiği noktada birikme eğilimindedir ve bunun sonucunda sünek malzemelerde, substrat boyutu küçük ise birkaç mm'ye ulaşabilen kaplamalar elde edilebilirken büyük alana sahip

malzemelerde ancak 100µm'den daha az kaplama kalındığına sahip düzgün kaplamalar elde edilebilir. ESD prosesinde çeşitli kaplama kalınlığı elde edilebilse de genellikle 25µm ile 100µm arasındaki kaplamalar arzu edilir. Gevrek malzemeler, kaplama kalınlığı arttıkça daha fazla termal gerilmelere sahip olur ve daha kırılgan hale gelir [2].

3. MİKRO ARKOKSİDASYON YÖNTEMİ

3.1. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Tarihi

MAO yöntemi Al alaşımlarının yüzey modifikasyonu işlemlerinde kullanılmasının yanı sıra berilyum, magnezyum, titanyum ve paslanmaz çeliklerinde yüzey özelliklerini geliştirmek amacı ile kullanılmıştır [14].

MAO tekniği uzun bir tarihsel gelişim süreci geçirmiştir. Elektrolitik sıvılardaki deşarj olayı Sluginov tarafından 1880'lerde gözlemlenmiştir. Uzun bir süre detaylı çalışmalar yapılmamıştır. 1930'lu yıllarda elektrolitik kapasitörlerin gelişmesiyle beraber Günterschultze ve Betztaravından kıvılcım deşarj üzerine çalışmalar yapılmıştır. MAO yönteminin avantajları 1960'lı yıllarda ortaya çıkmıştır. 1970'lerin başında Brown ve arkadaşları alkalin elektrolitlerdeki Al substrat yüzeyine seramik tabakaları oluşturdukları bir yöntem geliştirdiler. Ancak bu dönemde yapılan kaplamanın kötü kalitesi ve düşük büyüme verimliliği bu yönteminin geliştirilmesinin gecikmesine yol açmıştır. 1980'lerden sonra çözeltiler asitten alkaliye, güç kaynağı ise doğru akımdan alternatif akıma geçilerek yeni gelişmeler elde edilmiş ve bunun sonucu olarak daha verimli kaplamalar elde edilmiştir.1990'larda Snezhko, Markov, Kurze ve diğer çalışma grupları MAO yönteminin uygulamalarında önemli ilerleme kaydetmiştir. Rusya'nın yanı sıra Çin, Almanya, Avustralya, İngiltere ve Japonya'da yapılan bilimsel araştırmalar yöntemin geliştirilmesine katkıları olmuştur. MAO yöntemi günümüzde bile geliştirilmekte olan bir prosestir. Son yıllarda ise Mg alaşımlarına MAO uygulanması ağırlık tasarrufu nedeniyle cazip hale gelmektedir [12], [13].

3.2. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Kullanım Alanları

Mikro ark oksidasyon yöntemi başta Sağlık sektörü, otomotiv sektörü, havacılık-uzay sektörü ve denizcilik sektöründe olmak üzere endüstride kendine geniş kullanım alanı bulmuştur [11].

Daha kapsamlı incelersek MAO prosesi silindir blokları, süspansiyon elemanları, kaymalı yataklar, yakıt pompası, piston, şanzıman kutusu, motor bloğu

kapağı, yapı elemanları, silindir gömleği, tekerlek, mil, şaft, uzay mekiği, aktüatörler ve dişliler, yapı elemanları, iplik rotorları, kancalı ve şişli dokuma tezgâhı, iplik kılavuzu, makara, bükme makinesi, pervane, çıkrık vinçleri, kılavuz trabzanlar, zincir ve gemi bölmesi bağlamalarında, supap, pompa, hidrolik ve pnömatik (havayla çalışan) sistemler, yağ pompaları, tavalar, kulplu tencereler, bıçak bileyiciler, turbo-moleküler pompalar, ambalajlama çizgi parçaları, kılavuz saçı, rulolar, pnömatik valf bileşenleri ve daha birçok alanlarda kullanılmaktadır [16].

Son yıllarda MAO teknolojisinin kullanım alanlarını genişletmek için çalışmalar yapılmış ve başarılı olunmuştur. MAO uygulamasının kullanımı diğer kaplama uygulamalarının sınırlarının göz önünde bulundurulmasıyla değerlendirilmelidir [11].

3.3. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Avantajları ve Kısıtlamaları

MAO yönteminin avantaj ve kısıtlamaları aşağıda verilmiştir [12],[16],[17];

- MAO yöntemi ile malzemenin aşınma direnci, korozyon direnci, termo-optik, termal bariyer, dielektrik gibi özellikleri iyileştirilebilir.
- Substrat malzemenin mekanik özelliklerinde herhangi bir bozulma olmaz.
- Substrat ve kaplama arasında yüksek yapışma mukavemetine sahip bir metalurjik bağ elde edilir.
- Karmaşık geometrik yapıdaki ve büyük boyutlu malzemeler işlenebilir.
- MAO ekipmanının kullanımı basit ve kolaydır.
- Herhangi vakum veya gaz koruma ortamlarına ihtiyaç duyulmadığı için düşük maliyete sahiptir.
- MAO yöntemi zararlı salınım yapmaz ve çevre dostu bir prosestir.
- Geleneksel anodizasyon ile yapılan kaplamalara göre daha kalın kaplamalar elde edilir ve bunun sonucunda yüksek yüksek sertlik, iyi aşınma ve korozyona karşı daha dayanıklı kalın seramik kaplamalar elde edilebilir.
- MAO prosesinde işlem öncesi numune hazırlama işlemi fazla önem arz etmez.
- Anodizasyon ile kaplanması zor olan bazı alüminyum alaşımlarını MAO yöntemi ile kaplanabilir.

- MAO işleminin büyük parçalara uygulanması için yüksek voltajlara ihtiyaç vardır. Yüksek voltaj prosesi tehlikeli hale getirebilmektedir.
- MAO işlemi sırasında substrat yüzeyinden yüksek ısı oluştuğundan sıcaklığı optimum derecede tutmaya yarayan soğutma düzeneği gereklidir.
- MAO işlemi sonucunda aşınma direnci düşük dış katman ve daha iyi özelliklere sahip iç katmana sahip kaplama meydana gelir. Dış katman pürüzlü ve kırılgan olduğundan yüzeyden kaldırılması gerekebilir ve bu işlemde maliyeti arttırır.

3.4. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Parametreleri

Elektrolit bileşimi, elektriksel parametre ve altlık malzeme MAO prosesi ile elde edilen kaplamaların özelliklerini belirleyen başlıca parametrelerdir. MAO işleminde işlem yapılan altlık malzemenin hızlı pasifleşmesini ve kıvılcım oluşumunun daha hızlı gerçekleşmesini sağlamak için uygun kompozisyona sahip elektrolit seçilmelidir. MAO prosesinde altlık malzeme olarak yalnızca yüzeyinde pasif oksit film oluşabilen metallere kaplama yapılabilmektedir ve altlık malzeme elde edilen kaplamanın özelliklerini doğrudan belirlemektedir dolayısıyla altlık malzemenin kompozisyonu da önemli bir parametredir. Elektriksel parametreler kaplama yapılan malzemedeki kaplamanın kalınlığını, yüzeyin pürüzlülüğünü, gözenek boyutunun büyüklüğünü ve dağılımını etkilediğinden korozyon direncini değiştirmektedir [15].

Tablo 3.1: Farklı malzemeler için MAO prosesinin uygulama örnekleri.

İstenen Özellik	Altlık malzeme
Aşınma ve korozyon dayanımı	Al, Mg, Ti, Zn, pirinç, çelik, Nb, Be, Ta, C-grafit malzemeler
Radyasyon davranışının ayarlanması, Termal emisyonunun geliştirilmesi ve düşük soğurma, Düşük optik yansıma	Ti, Mg,
Dekoratif amaç için	Al, Mg
Isı yalıtımının iyileştirilmesi	Al
Tıbbi Biyoaktivite'nin iyileştirilmesi için hidroksiapatit oluşumu Vücut dokusu ile temasta bozulmanın düzenlenmesi	Zr, Ta, Mg, Ti,
Foto lüminesans Katalitik aktivite	Hf, Fe

3.5. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Ekipmanları ve Çalışma Prensibi

Mikro-Ark oksidasyon yöntemi magnezyum, titanyum, alüminyum, zirkonyum gibi metallerin yüzeyinde oksit seramik kaplaması oluşturarak malzemenin erozyona ve korozyona karşı dayanımını arttırmak için uygulanan bir yüzey modifikasyon yöntemidir. Tipik olarak MAO sistemi yüksek voltaj ve akım sağlayabilen güç kaynağı, anot numune, paslanmaz çelikten yapılan ve katot olarak görev yapan tanktan, asit veya alkali elektrolitik sıvıdan, soğutma ve karıştırma düzeneğinden meydana gelir. Karıştırma işlemi bir pervane yardımıyla yapıldığının yanı sıra sisteme küçük deliklerden hava vererek hem karıştırma hem de sistemin soğutma işlemi gerçekleştirilebilir.

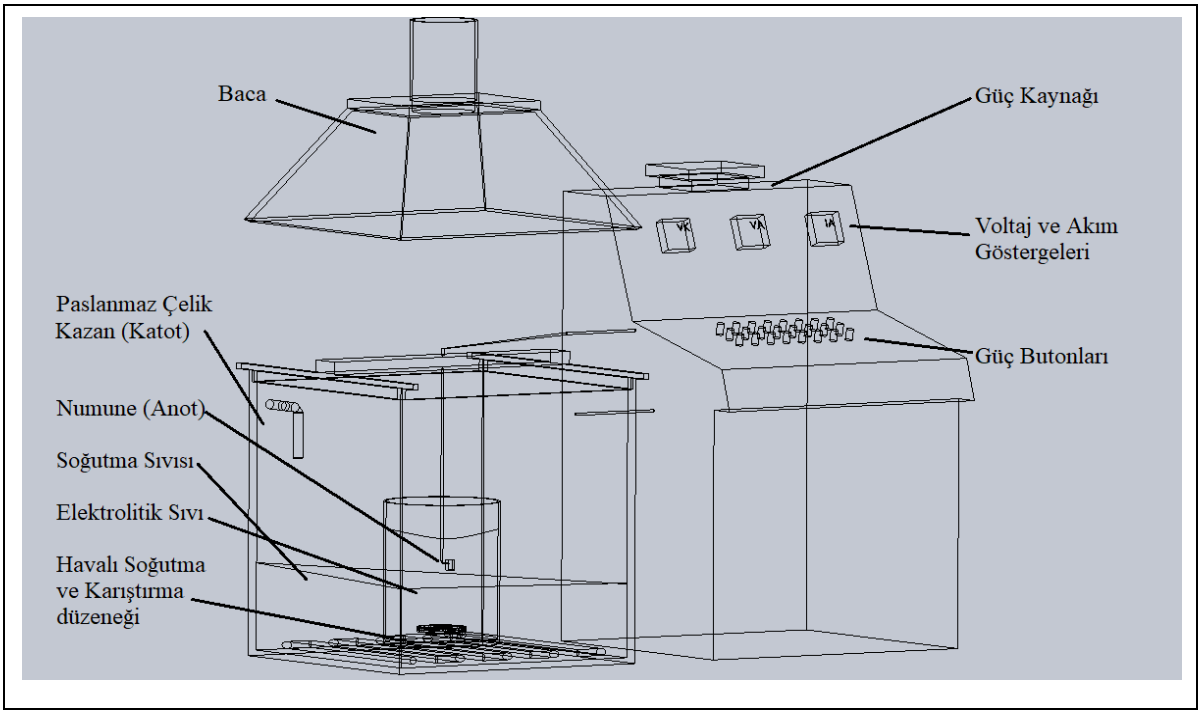
Hem içsel faktörler (elektrolit bileşimleri ve ph) hem de dışsal faktörler (güç kaynağı tipleri, elektriksel parametreler ve elektrolit sıcaklığı) MAO kaplamaların oluşumunu ve mikro yapısını etkiler. İşlem sırasında kullanılan elektrolit ve

elektriksel parametrelerin bileşimi ve konsantrasyonu, özel faz bileşenleri ve mikro yapı ile istenen kaplamaların elde edilmesinde çok önemli bir rol oynamaktadır.

Kullanılan elektrolitin görevleri aşağıdaki gibi 4 ana maddede özetlenebilir [12];

1. Kıvılcım deşarjına neden olmak için dielektrik kırınım gereklidir. Elektrolitik sıvı dielektrik kırınım için gerekli olan ince yalıtım film oluşması için gerekli olan metal pasifleşmesini sağlar.
2. Akım ileten ortam olarak, metal / elektrolit ara yüzeyindeki anot oksitlenmesinin gerçekleşmesi için gereken temel enerjiyi iletir.
3. Oksidasyon için gerekli olan oksisalt (oksijenli tuz) formunda oksijen kaynağının sağlanmasını sağlar.
4. Elektrolitte bulunan bileşenlerin kaplamalara dahil edilmesine izin vermek, MAO kaplamaların özelliklerini daha da değiştirmek veya geliştirmeyi sağlar.

Şekil 3.1'de tipik bir MAO düzeneği verilmiştir.



Şekil 3.1: MAO tekniğinin ekipmanları.

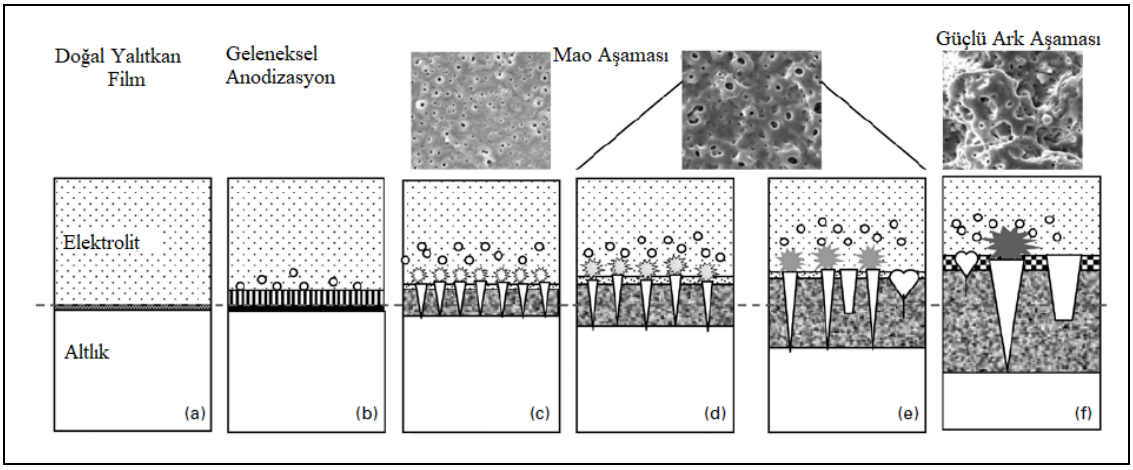
Mikro ark oksidasyon gelişim sürecine kıvıl deşarjı olaylarının gelişimi ile paraleldir. Kıvılcım deşarjının doğasına odaklanan önceki araştırmacılar, elektronik

çığ (electronic avalanche), elektronik tünel etkisi (electronic tunnelling effect), oksit film deşarj merkezi (oxide film dischargecentre) ve kontak parıltı deşarj elektrolizi (contact glow discharge electrolysis) gibi çeşitli mikro oksidasyon mekanizması modelleri önermişlerdir. Fakat MAO yönteminde, anlık deşarj olayının, özellikle deşarj bölgelerinde meydana gelen yerel fiziksel ve kimyasal işlemlerin yakalanmasındaki zorluğu yüzünden deşarj ve büyüme mekanizması hala tartışmalıdır. Yerokhin, kimyasal olarak bir kaplama oluşum mekanizması öne sürmüştür. Şekil 3.2 de kaplama oluşum mekanizmasının bir sonraki aşamasını, plazma mikro deşarj oksidasyon fenomenlerinin ve kaplama yapısının analizine ve ayrıca substrat / kaplama / elektrolit ara yüzlerindeki kimyasal reaksiyonlara dayanan kırılma (breakdown)-kanal-erime etkisini gösterilmektedir. Voltaj-zaman eğrisi ise Şekil 3.3'de gösterilmektedir [12].

MAO kaplamalarının temel oluşum mekanizması elektrolit veya elektriksel parametrelerine (sabit akım veya sabit voltaj) bakılmaksızın genel olarak oluşum mekanizmaları benzerdir. Şekil 3.3 de sabit akım modunda, oksidasyon işlemi sırasında deşarj olayının ve kaplama yapısının değişikliklerinin şeması verilmiştir.

Altlık metal yüzeyinde sınırlı koruyucu etki sağlayabilen bir pasif film bulunduğu bilinmektedir (Şekil 3.2a). MAO kaplamanın ilk kısımları anodizasyonla aynıdır. Uygulanan voltajın artması ile beraber alt tabakaya dik sütunlu bir yapıya sahip gözenekli oksit yalıtım filmi ve çok sayıda gaz kabarcığı meydana gelir (Şekil 3.2b). Uygulanan voltaj dielektrik bozunma voltajı eşiğini aştığında, altlık malzemenin yüzeyindeki yalıtım filmi üzerinde yayılmış bazı zayıf bölgelerde dielektrik kırınım meydana gelir (Şekil 3.2c). Bunun sonucunda numune yüzeyinde çok sayıda ince, düzgün, beyaz kıvılcım oluşur ve bu da çok sayıda küçük düzgün mikro gözeneklerin oluşmasıyla sonuçlanır. Sabit akım modunda, etkili kaplama bozulmasını sağlamak için, geri besleme olarak voltaj artmaya ve nispeten sabit bir değere ulaşmaya zorlanır (Şekil 3.3). Kıvılcımların rengi ise beyazdan sarıya, turuncu ve kırmızıya dönüşür, sayıları ise azalır. Kıvılcımın Sarı-turuncu-kırmızı olduğu aşaması mikro ark aşamasıdır ve bu sırada kaplama büyüme hızı daha da yüksektir. Kaplama kalınlığı artmasına doğru orantılı olarak gerilim değeri de artar. Bu sırada kıvılcım yoğunluğu artar fakat kıvılcım sayısı azalır ve bu da daha pürüzlü yüzey morfolojilerinin elde edilmesine neden olur (Şekil 3.2d ve e). Voltajın daha da artması ile, kaplama malzemelerinin sıçramasına ve lokal ciddi ablasyona neden olan nokta ark deşarjları ortaya çıkar ve gürültüyle patlar (Şekil 3.2f). Bunun sonucunda

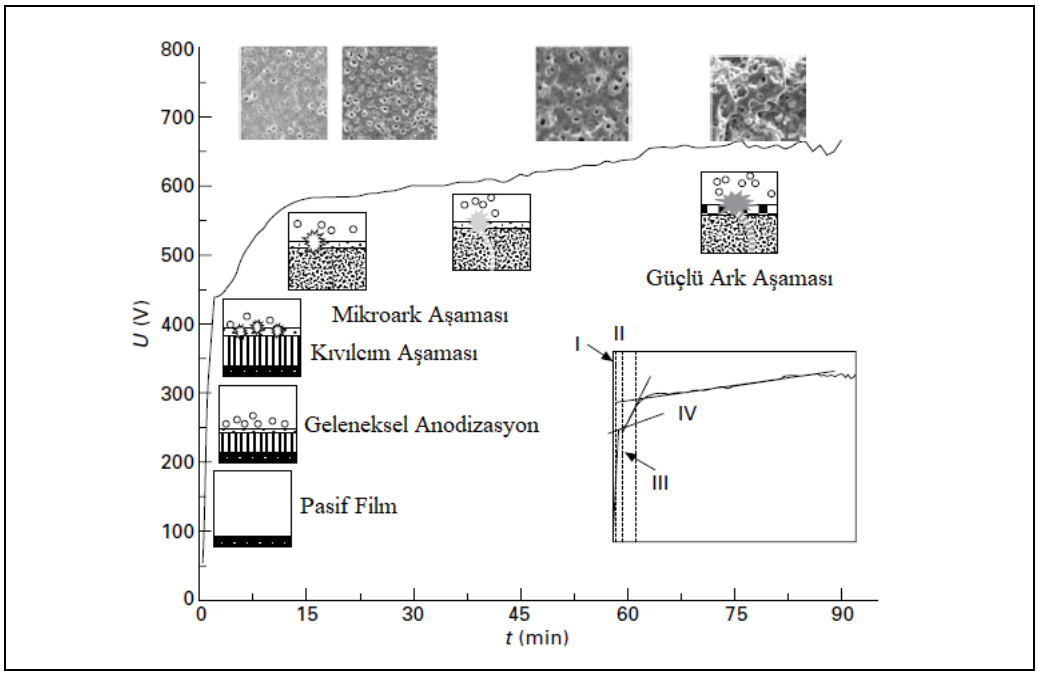
Mao kaplamada gözenekli ve gevşek kısımlar oluşur. Yüksek kaliteli Mao kaplamalar elde etmek için, bu ark deşarj aşamasından mümkün olduğunca kaçınılmalıdır [12].



Şekil 3.2: Mikro Ark Oksidasyon işleminin aşamaları.

MAO kaplama oluşum süreci mikro deşarj altında üç aşama altında incelenebilir. Şekil 3.2c de gösterildiği gibi gerilim kırınım voltajına ulaştığında mikro bölgesel kararsızlık nedeniyle çok sayıda deşarj kanalı meydan gelir. İndüklenen elektron etkisi ile, kaplama malzemelerinin deşarj merkezindeki yüksek sıcaklık ($\approx 2x10^4$°C) ve yüksek basınçtan ($\approx 10^2$MPa) dolayı deşarj kanallarına hızla hareket etmesini sağlar. Güçlü bir elektrik alan kuvveti altında, PO_4^{3-} ve SiO_3^{2-} gibi anyonik bileşenler elektriksel alanın etkisi ile kanallara girer. Aynı zamanda, yüksek sıcaklık ve yüksek basıncın etkisi altındaki geçitler, substratın alaşım elementlerinin kanallara erimesine veya difüze olmasına izin verir.

1. Oluşan oksit ürünler elektrolitin soğutulması ile katılaşır, bu sayede kaplama kalınlıkları deşarj kanallarına yakın bölgelerde kalınlığı artması ile sonuçlanır. Deşarj kanallarının soğuması ile beraber reaksiyon ürünleri kanal duvarlarına çökelerek deşarj kanallarını kapatır.
2.Üretilen gazlar tahliye kanallarından dışarı çıkmak üzere zorlanır ve bunun sonucunda volkan şeklinde sahip kör delikler oluşur.
3.Oksidasyon süreci devam ettiğin sürece yukarıdaki işlemler zayıf bölgelerde tekrarlanarak düzgün kaplama kalınlıklı yüzey oluşturmasını sağlar.

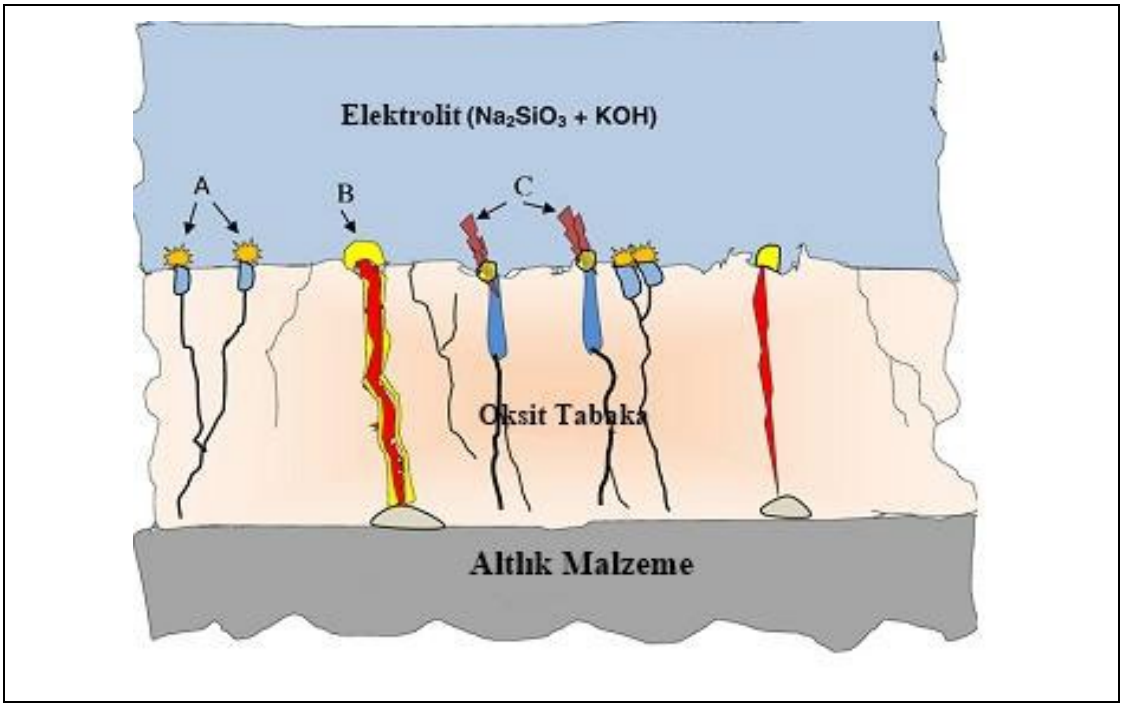


Şekil 3.3: MAO işlemi sırasında deşarj olayları ve kaplama oluşumu şeması.

Şekil 3.3 1 bölgesinde gerilim, çok ince yalıtım filminin oluştuğu geleneksel anodizasyon aşamasına karşılık gelen zamanla doğrusal bir şekilde artar (Şekil 3.2b).
Şekil 3.3 2 bölgesinde voltaj artışı, anot kaplama büyümesi ve çözünmesine bağlı olarak oksit film büyüme hızının azalmasıyla yavaşlar.
Şekil 3.3 3 bölgede voltaj, kritik değeri aşacak şekilde hızla artar, çok sayıda dağınık deşarj kanalı (Şekil 3.2c'de gösterildiği gibi) parçalanmanın neden olduğu mikro-bölgesel istikrarsızlığın bir sonucu olarak üretilir ve aynı zamanda büyük bir oksijen salınımı eşlik eder. Bu büyük miktarda oksijenin ortaya çıkması, mevcut verimliliğin düşürülmesinin temel nedenidir.
Şekil 3.3 4 bölgede voltaj sabit kalır; bu mikro ark aşaması olarak bilinir. Aşamanın sonunda, güçlü nokta ark deşarjı belirir.

Her kıvılcım deşarjı olayı, kaplama boyunca bir deşarj kanalına karşılık gelir ve bu da kırınım voltajı, kanallama, erime ve katılaşma etkileriyle sonuçlanır [12].

Hussein'e göre şekil 3.4'te gösterilen A, B, C olmak üzere üç deşarj tipi bulunmaktadır. A ve C deşarj tipleri yüzeydeki mikro gözeneklerin içinde kaynağı anot olan numune yüzeyinden gelen oksijen gazı sonucu deşarjı ile meydana gelirken B tipi deşarjlar ise kaplamanın dielektrik bozunmasıyla meydana gelirler. B tipi deşarjlar yüzeyle altlık arasında uzanırlar aynı zamanda yüzeydeki gözenek görünümünü de oluştururlar [15].



Şekil 3.4: Al malzemenin MAO deşarj modellemesinin gösterimi.

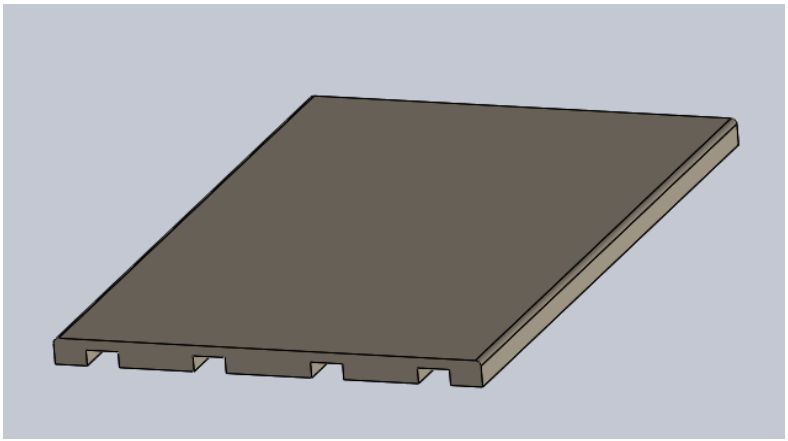
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Kullanılan Malzeme ve Metot

Bu çalışmada AZ31B alaşımından olan kullanılmış parça numune kesme cihazı ile 7 tane eşit parçaya kesilmiş ve yüzeyleri temizlenmiştir. Her bir numunenin boyutu yaklaşık olarak 63,5mm*39mm olup kalınlıkları ise 2,5mm'dir. Hazırlanan numunelerin her birinin hacmi 5200mm^3, yüzey alanı ise 6296mm^2 olarak hesaplanmıştır. Bir ile yedi arası rakamlarla isimlendirilmiş olan bu numunelere farklı değişkenlerle MAO ve ESD yüzey işlemleri uygulanmış ve yüzey özellikleri, kimyasal özellikleri ve fiziksel özellikleri incelenmiştir. AZ31B alaşımının kimyasal bileşimi Spectro Maxx marka optik emisyon spektrometre cihazı ile belirlenmiş ve aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tablo 4.1: AZ31B alaşımının kimyasal bileşimi.

Element	Mg	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ca	Fe	Ni
Ağırlık %	94,7	3,69	1,10	0.417	0.0280	<0.0005	<0.0002	0.00390	<0.0015



Şekil 4.1: Kullanılan numunenin çizimi.

Hazırlanan yedi numuneden bir tanesine ESD, üç tanesine sadece MAO kaplama, diğer üç tanesine ise ESD+MAO kaplama uygulanarak yedi tane kaplanmış

numune elde edilmiştir. Üç çeşit farklı içerikte elektrolit sıvı elde edilmiş ve eşit sürede tüm numunelere 120dk MAO kaplama yapılarak MAO elektrolit içeriğinin kaplama özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. Elde edilen elektrolit sıvıları C1, C2 ve C3 olarak isimlendirilmiştir. Yapılan çalışmaların genel özeti tablo 4.2'de verilmiştir.

Tablo 4.2: Yapılan çalışmaların genel özeti.

Numune no	MAO süresi	Yapılan işlemler	MAO çözeltisi	Akım yoğunluğu
1	-	ESD	-	-
2	2 saat	MAO	8gr/l KOH 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$ (C1)	$0.077A/cm^2$
3		ESD+MAO		$0.0806A/cm^2$
4		MAO	8gr/l KOH 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$ 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ (C2)	$0.0752A/cm^2$
5		ESD+MAO		$0.0717A/cm^2$
6		MAO	8gr/l KOH 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$ 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ (C3)	$0.0741A/cm^2$
7		ESD+MAO		$0.0765Acm^2$

4.2.ESD Kaplamasının Uygulanması

Elde edilen numunelerden dört tanesine saf Al elektrot ile belirlenen parametrelerle 3 paso ESD kaplama işlemi uygulanmıştır. Numuneler mengeneye sabitlenerek atmosfer ortamında el ile manuel olarak ESD kaplama işlemi yapılmıştır. Pulse'lararası süre 8µs'dir. Tablo 4.3'te ESD parametreleri verilmiştir.

Tablo 4.3: Uygulanan ESD işleminin parametreleri.

Darbe formu	Dikdörtgen
Darbe akım şiddeti (amper)	100
Darbe süresi (µs)	100
Elektriksel yük(mC)	3000
Gerilim(Volt)	17

4.3. MAO Kaplamasının Uygulanması

MAO kaplaması özel olarak imal edilen Mikro Ark Oksidasyon kaplama Cihazı ile yapılmıştır. Numunelere matkap yardımıyla delik açılmış ve kılavuz açılmıştır. Alüminyum kabloya pafta ile dış diş açılmıştır. Alüminyum kablo yardımıyla numune çözelti hazırlanmış kazanın içine sarkıtılmıştır. Numuneler 50µF yük altında 120dk kaplama işlemine tabi tutulmuştur.

MAO işlemi için 3 farklı çözelti elde edilmiştir. Her üç çözelti için 20 lt saf su içerisine farklı ağırlıklarda KOH, $Na_2SiO_3.5H_2O$ ve $Na_2B_4O_7.10H_2O$ kullanılmıştır.

4.4. XRD Analizinin Uygulanması

Her bir numuneden kesilen parçalara içerdikleri fazların belirlenebilmesi için Cu K_α radyasyonu ile 20° ile 90° arasında 2°/dk hızda ve 0.05°lik adımlarla tarama işlemi yapılmıştır. XRD analizinde Bruker D-8 Advance X-ray marka cihaz kullanılmıştır.

4.5. Erozyon ve Pürüzlülük Testinin Uygulanması

Erozyon testi öncesinde her numunenin ağırlıkları hassas tartıda ölçülüp not edilmiştir. 1000cm^3 saf suyun içerisine kütlece %10 HCl ve 80gr/l olacak oranla alümina tozu eklenmiştir. Her bir numuneye sırasıyla 1, 6, 10, 20 ve 30dkaralıkları ile 1000rpm devirde manyetik karıştırıcıda erozyon testi uygulanmış ve aralarda numunelerin her birine kütle kaybı ve bir noktadan eşit 5 farklı açıdan olmak üzere yüzey pürüzlülük testi yapılarak not edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü için Mitutoyo SJ-400 marka cihaz kullanılmıştır.

4.6. Sertlik Testinin Uygulanması

ESD ve MAO kaplama yapılan numunelerden hassas kesici ile daha küçük parçalar kesilmiş ve numaralandırılarak bakalite alınmıştır. Numunenin mikro yapı özelliklerini korumak için soğuk bakalit tercih edilmiştir. Bakalite alınan numuneler zımpara ve parlatma yüzey hazırlama işlemlerinin ardından alkol ile temizlenerek sertlik ölçümüne hazır hale getirilmiştir.

Sertlik ölçme işlemi birbirine entegre Zeiss İmager M1M optik mikroskop ve Anton Paar MHT-10 sertlik ölçme cihazı ile yapılmıştır. Uygulanan kuvvet 20gf, kuvvete ulaşma süresi 4 saniye, uygulama süresi ise 5 saniyedir. Altlık malzemeye ve kaplamanın farklı yerlerinden ölçümler yapılmış ve bu noktaların Vickers olarak sertlikleri bilgisayar yazılımı yardımıyla belirlenmiştir.

4.7. SEM ve EDX Analizinin Uygulanması

SEM analizi işleminde FEI (PHILIPS) XL30 SFEG marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Kaplama yapılan numunenin yüzeyine ve bakalite alınmış numunenin kesitinden analizler yapılmıştır. Numunelere noktasal analiz, EDS analizi, kaplama kalınlığı ölçümü ve sertlik izlerinin ölçümleri yapılmıştır.

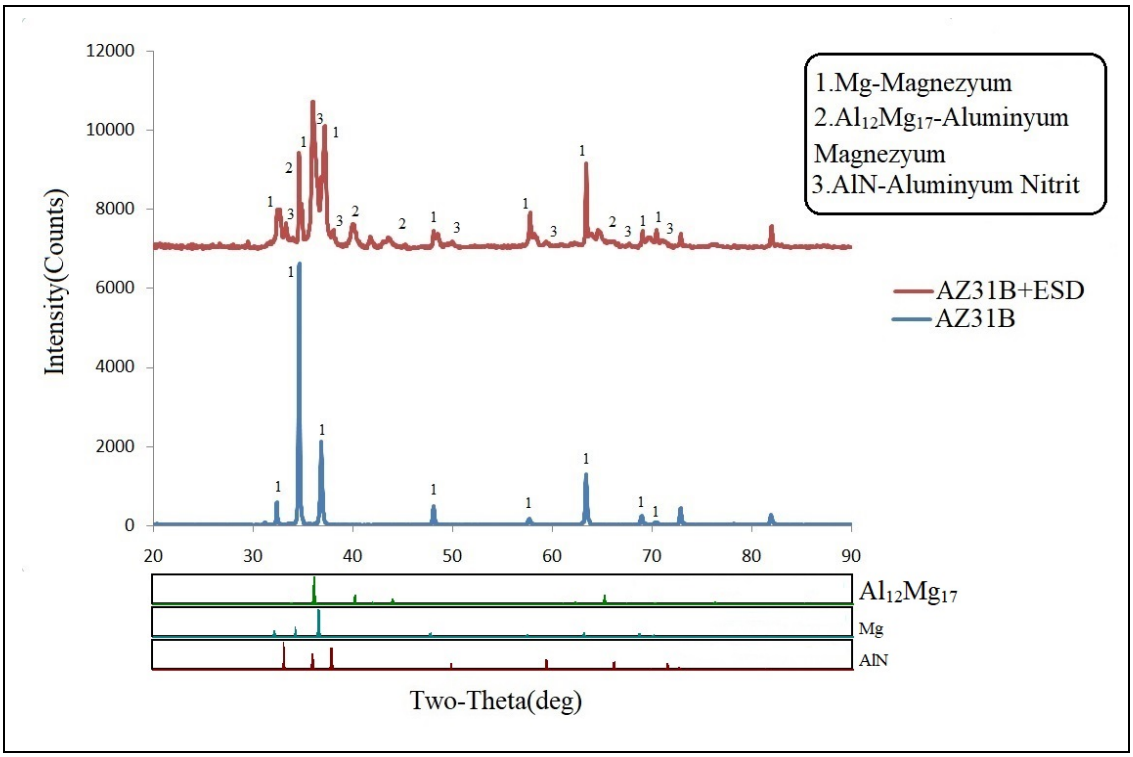
5. GENEL SONUÇLAR

5.1. ESD ile Al Kaplanan AZ31B Alaşımı

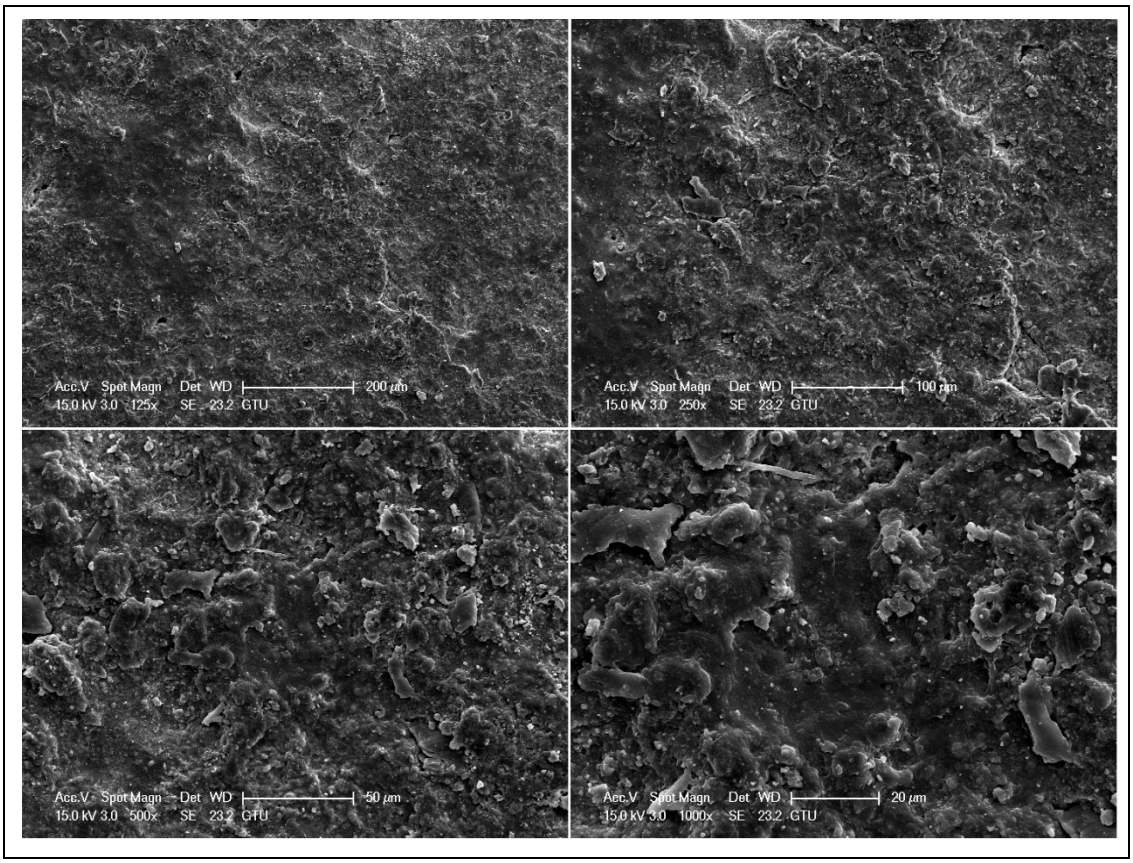
AZ31B alaşımı saf Al elektrot kullanılarak 3 paso ESD ile kaplama yapılmış olan numunenin XRD analizi sonuçları şekil 5.1'de verilmiştir. XRD grafiğinde Mg (Magnezyum), $Al_{12}Mg_{17}$ intermetalik fazı ve AlN (Alüminyum nitrit)' e ait olan pikler görülmektedir. Tablo 5.1'de verilen EDS analiz sonucunda ESD kaplama ile birlikle Al elementinin yükseldiği görülmektedir bunun nedeni ESD ile Al elementinin substrat yüzeyine deposit olmasıdır. Bu durum genellikle yüksek Al içeriğinde oluşan $Al_{12}Mg_{17}$ fazının oluşmasına neden olmuştur. Atmosfer ortamında bulunan ve kolayca reaksiyona girebilen azot ve oksijenin yapıya katıldığı tablo 5.1'de görülmektedir. Azotun yapıya katılması ile XRD analizi sonucunda görülen AlN fazı meydana gelmiştir.

Şekil 5.2'de ESD ile kaplanmış AZ31B alaşımının yüzey SEM görüntüsü, şekil 5.3'te ise kesit SEM görüntüsü gösterilmektedir. Burdan anlaşılacağı üzere altlık materyal yüzeyinde ortalama 25µm kaplama görülmektedir. Şekil 5.3'te kesitten alınan kaplama SEM görüntüsünde altlık ve kaplama ısıl genleşme farklarının sonucu olarak ortaya çıkan çatlaklar görülmektedir.

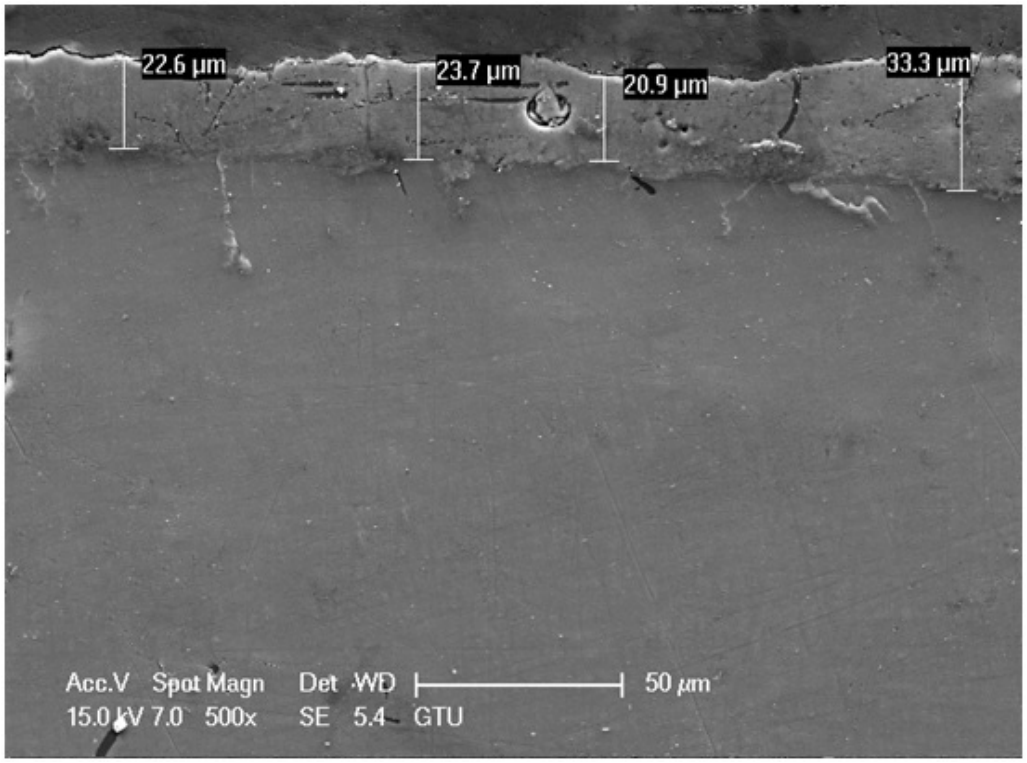
Şekil 5.5'te mikro sertlik değerleri ve yüzeye olan mesafeleri gösterilmiştir. Şekil 5.6'de ise yüzeyden içeri doğru ortalama sertlik ve standart sapmalarını gösteren grafik verilmiştir. Substrat malzemede ortalama sertlik yaklaşık olarak 53HV, kaplama yüzeyindeki ortalama sertlik ise yaklaşık olarak 205HV olarak ölçülmüştür. Bu sertlik artışının nedeni olarak sert ve gevrek olan $Al_{12}Mg_{17}$ intermetalik fazının oluşumu olduğu düşünülmektedir.



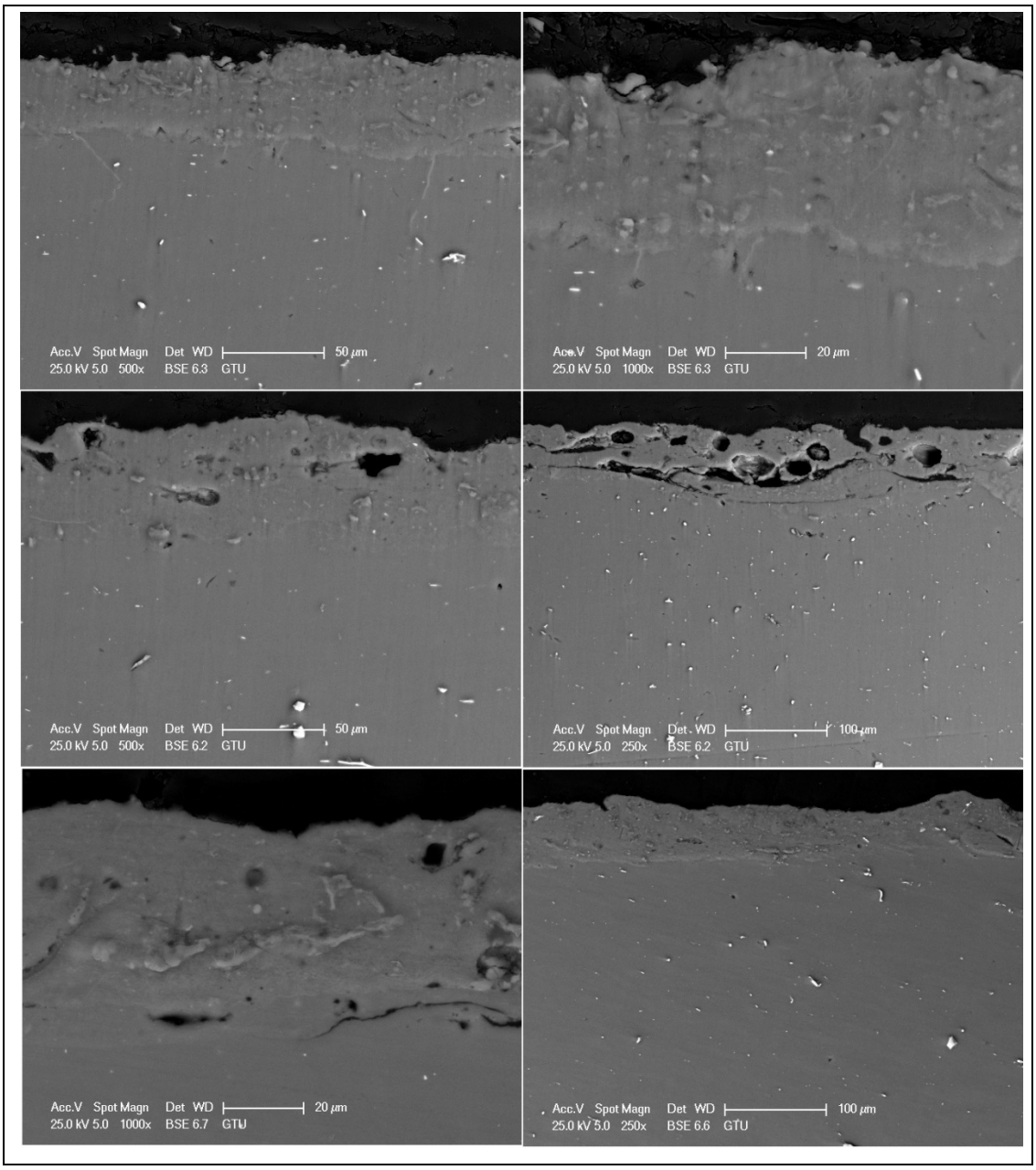
Şekil 5.1: ESD ile Al kaplanmış AZ31B yüzeyinin XRD analizi sonuçları.



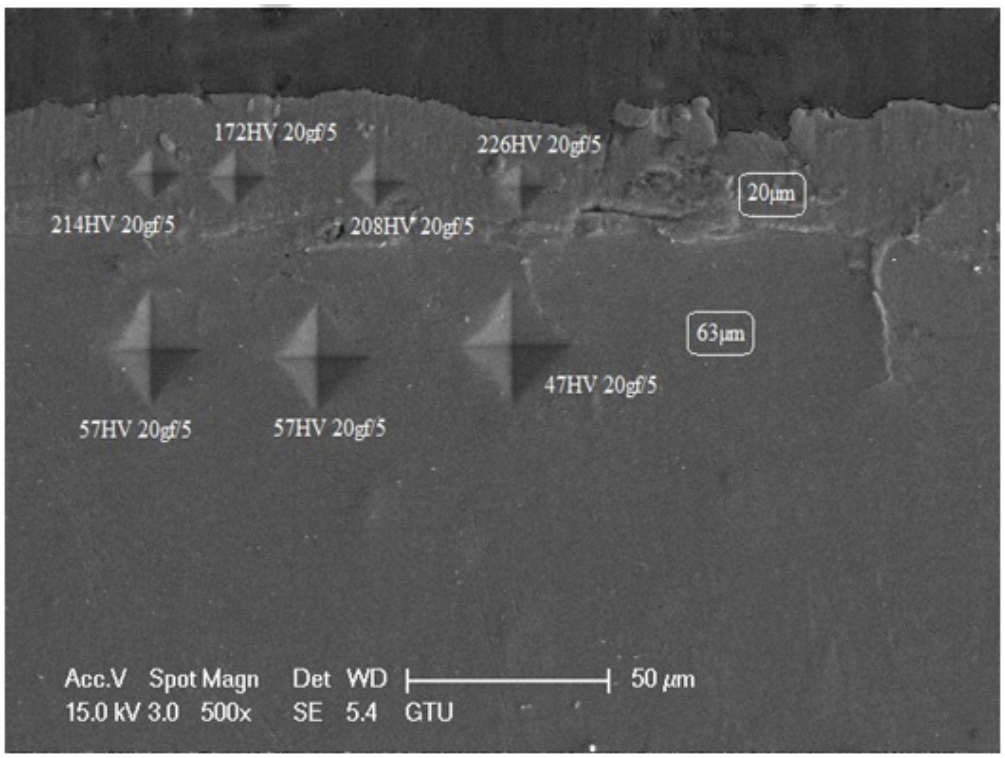
Şekil 5.2: ESD ile Al kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.



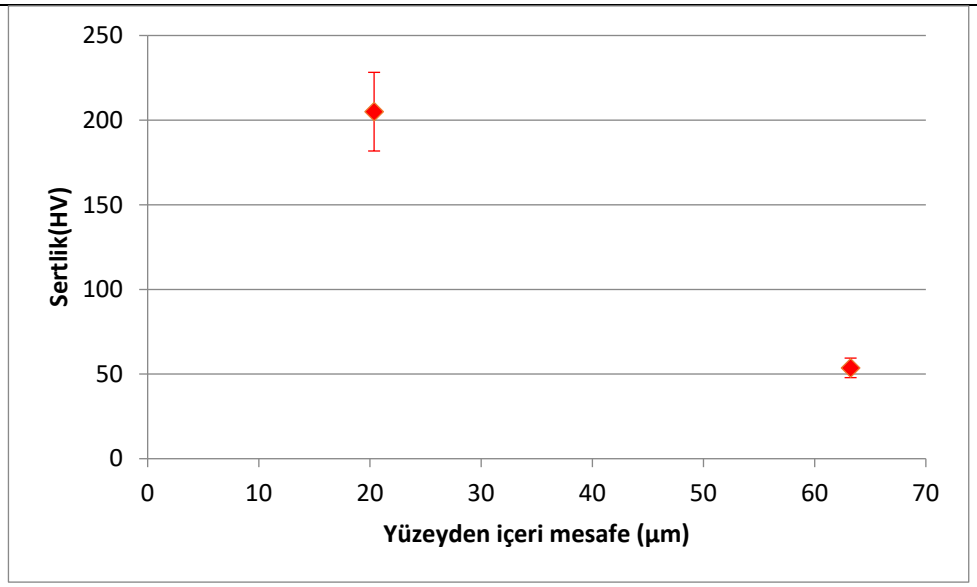
Şekil 5.3: ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü.



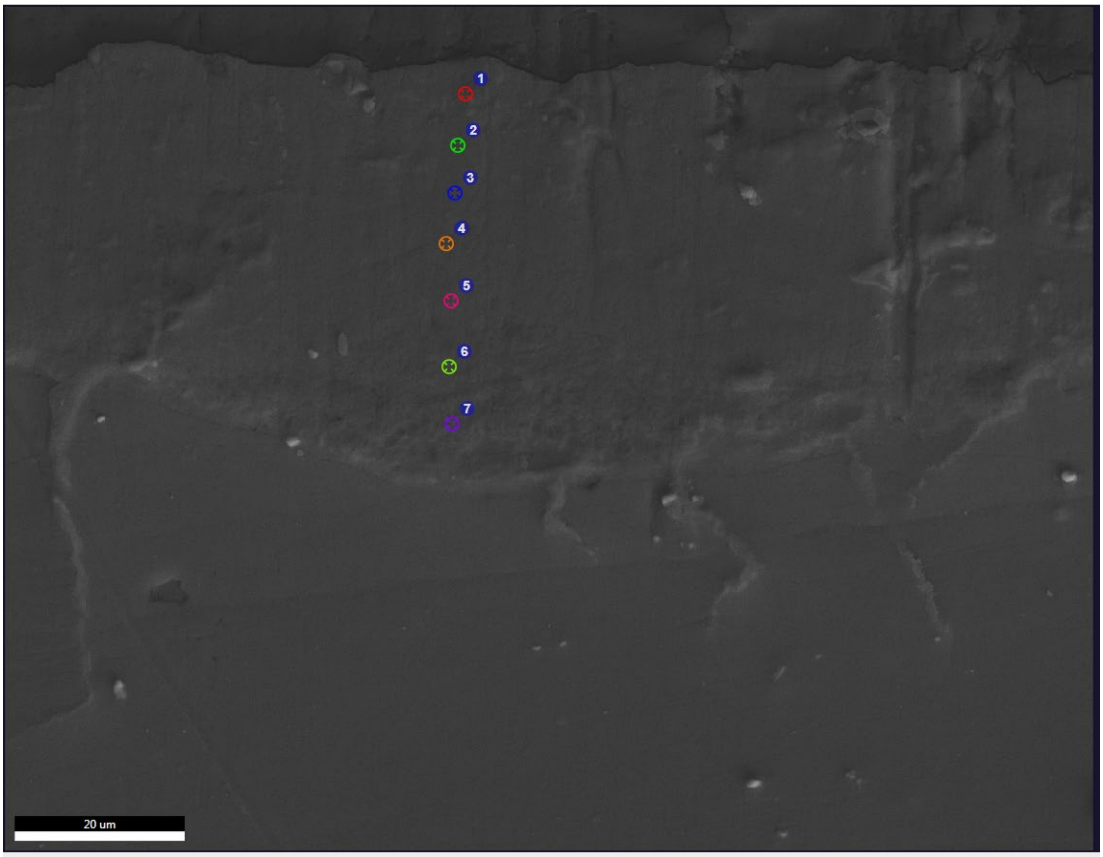
Şekil 5.4: ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin geri saçılmış electron dedektörü (BSE) ile çekilen SEM görüntüsü.



Şekil 5.5: ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin mikro sertlik değerleri.



Şekil 5.6: ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği.



Şekil 5.7: ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları.

Tablo 5.1: ESD ile Al kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.

Element	% Ağırlık	% Atomik Oran	Net İnt.	Net İnt. Error
1. Spot				
OK	6,14	9,3	267,29	0,02
MgK	65,27	65,04	9499,81	0
AlK	28,58	25,66	2074,69	0
2.Spot				
OK	4,18	6,39	195,56	0,02
MgK	68,36	68,73	10913,1	0
AlK	27,46	24,88	2113,17	0
3.Spot				
OK	3,33	5,11	159,68	0,02

Tablo 5.1: Devam.

MgK	70,26	70,88	11584,66	0
AlK	26,41	24,01	2059,31	0
4.Spot				
OK	7,12	10,7	344,14	0,02
MgK	66,52	65,81	10555,78	0
AlK	26,36	23,5	2070,57	0
5.Spot				
OK	3,97	6,05	199,48	0,02
MgK	70,89	71,19	12110,89	0
AlK	25,15	22,76	2025,12	0
6.Spot				
OK	7,88	11,74	403,25	0,01
MgK	70,86	69,48	11588,87	0
AlK	21,26	18,78	1662,53	0,01
7.Spot				
OK	6,56	9,81	357,39	0,02
MgK	74,62	73,49	13111,54	0
AlK	18,82	16,7	1524,17	0,01
Altlık				
MgK	96,07	96,45	11039,45	0
AlK	3,93	3,55	170,55	0,01

5.2. C1 Elektroliti ile Yapılan MAO Kaplamalar

AZ31B alaşımı C1 elektroliti ile MAO ve ESD+MAO dubleks kaplanmış ve yapılan analizlerin sonuçları aşağıda verilmiştir. MAO kaplama süresi 120dk olup C1 elektroliti 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$ ve 20 litre saf sudan oluşmaktadır.

Şekil 5.8'de MAO ve ESD+MAO dubleks kaplama yapılan numunelerin XRD analizi sonuçları verilmiştir. XRD grafiğinde Mg (Magnezyum), MgO (periklas) ve Mg_2SiO_4 (forsterit)'e ait olan pikler görülmektedir. MAO yapılan numuneyi

ESD+MAO kaplama yapılan numuneyle kıyaslandığında MgO ve Mg_2SiO_4 piklerinin arttığı görülmektedir.

MAO işlemini sırasında altlık bileşenleri yüzeye nüfuz ederek elektrolit bileşenleri ile reaksiyona girerler. Substrattan ara yüzeye nüfuz eden Mg^{2+} katyonundan MgO oluşumu (5.1)'de gösterilmiştir. Kullanılan elektrolitteki SiO_3^{2-} anyonlarının MAO sırasında oluşan ve oldukça sıcak olduğu bilinen deşarj kanallarına nüfuz etmesi sonucunda MgO ile birlikte ergimesi ve reaksiyonu sonucunda Mg_2SiO_4 oluşumu meydana gelir. Mg_2SiO_4 oluşumu reaksiyonları (5.2), (5.3) ve (5.4)'de gösterilmiştir [25].

$$Mg^{2-}+O^{2--} \rightarrow MgO \quad (5.1)$$

$$SiO_3^{2-}+2H^{+} \rightarrow SiO_2+H_2O \quad (5.2)$$

$$SiO_3^{2-}-2e \rightarrow SiO_2+1/2O_2 \quad (5.3)$$

$$SiO_2+2MgO \rightarrow Mg_2SiO_4 \quad (5.4)$$

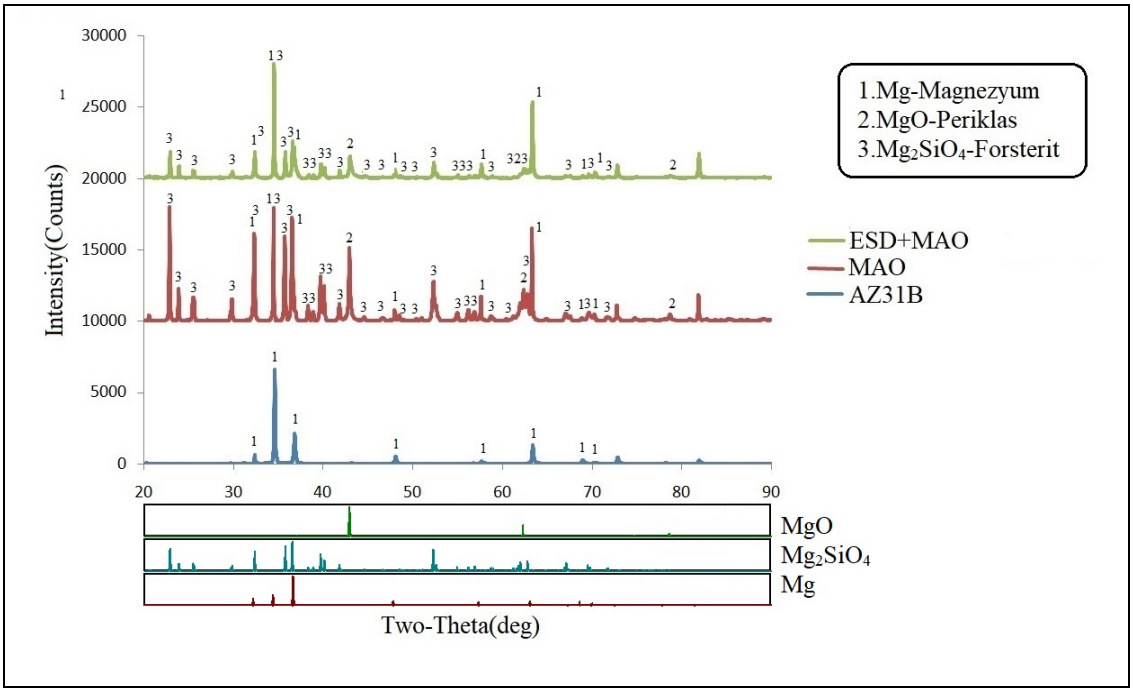
Sırasıyla şekil 5.9 ve şekil 5.10'da C1 elektrolit sıvası kullanılarak MAO ve ESD+MAO kaplama yapılan numunelerin yüzey SEM görüntüleri gösterilmiştir. Kaplama yüzeyi gözenek ve küçük parçacıklar içeren gözenekli bir yapıdan oluşmaktadır. MAO kaplamalarda tipik olan gözenekli yapısı alt tabakaya ulaşan ark kanallarından oluşmaktadır [27].

Sadece MAO kaplama yapılan numunenin gözenek sıklığı ve boyutunun ESD+MAO kaplanmış numuneye kıyasla daha yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 5.11 ve Şekil 5.12'i incelediğimizde dubleks kaplama yapılan numunenin kaplamasının diğerine kıyasla daha kusursuz stabil olduğu görülmektedir.

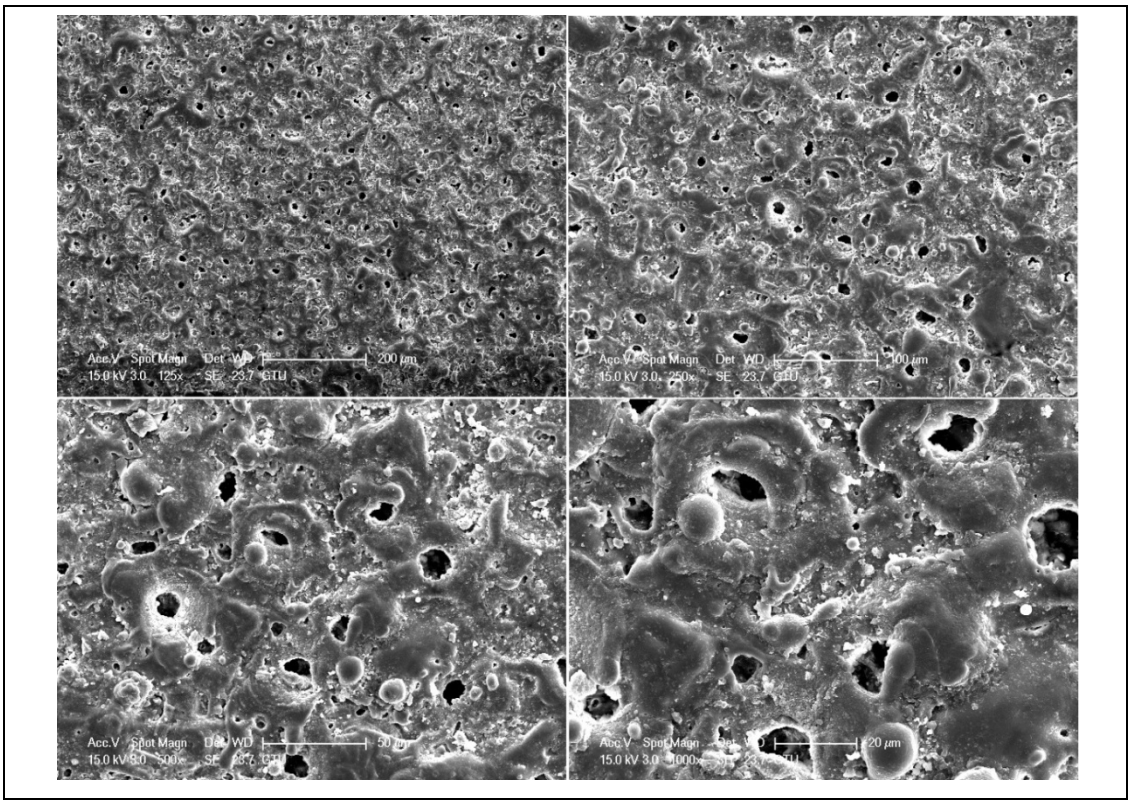
Şekil 5.13'te gösterilen C1 elektrolit sıvısında MAO kaplanan numunenin mikro sertlik izleri incelendiğinde altlık sertliği ortalamasının 66HV kaplama sertliğinin ise ortalama 271HV olduğu hesaplanmıştır. Şekil 5.15'te C1 elektrolit sıvısı ile ESD+MAO kaplanmış numunenin sertlik izleri incelendiğinde substrat sertliğinin ortalaması 71HV, kaplamanın ortalama sertliği ise 392HV olarak hesaplanmıştır. Oysa ki mohs sertlik ölçeğinde periklas'ın 6, forsterit'in 7 ile ifade edildiği göz önünde bulundurulursa XRD analizine göre MAO yapılan numunede periklas ve forsterit piklerinin yüksekliği sadece MAO kaplanan numunenin sertliğinin daha yüksek olması gerektiğini göstermiştir. Fakat şekil 5.15 incelendiğinde en dıştaki mikro sertlik izi alınan yerin görsel olarak forsterit fazı

olduğu anlaşılmaktadır. Bundan dolayı kaplama sertliği ortalamasının yüksek çıktığı düşünülmektedir.

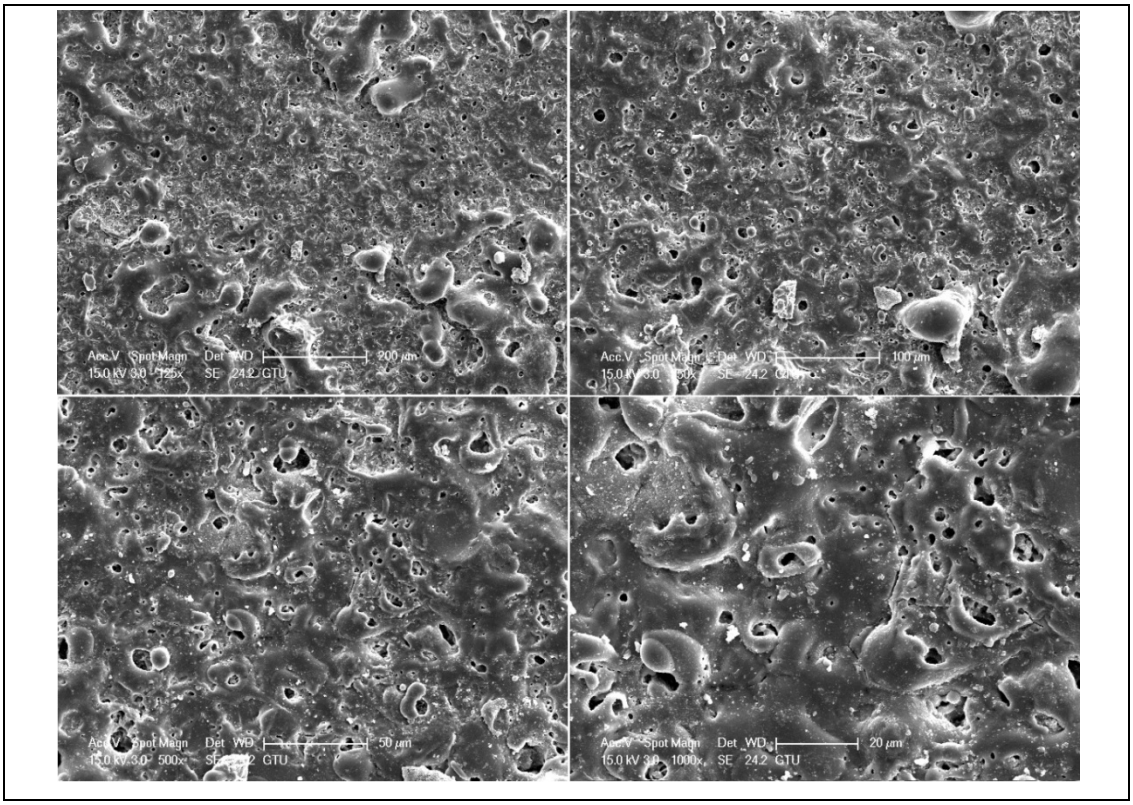
EDS sonuçları incelendiğinde her iki numunede de oksijen ve silisyum oranında artış olduğu görülmektedir. Elektrolitten difüze olan silisyum oranı beklenildiği gibi kaplama yüzeyinden içe doğru gidildikçe azalmıştır. ESD+MAO kaplanmış numunenin EDS sonucunda Al oranının da artmış fakat XRD analizi sonucunda Al elementinin oksit fazı belirlenememiştir.



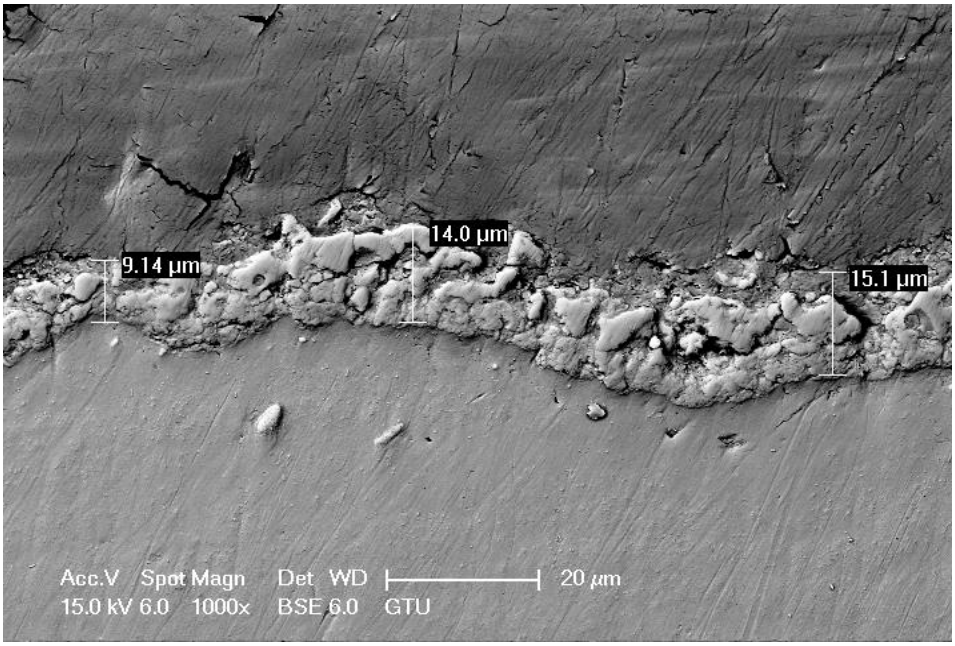
Şekil 5.8: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin XRD analizi sonuçları.



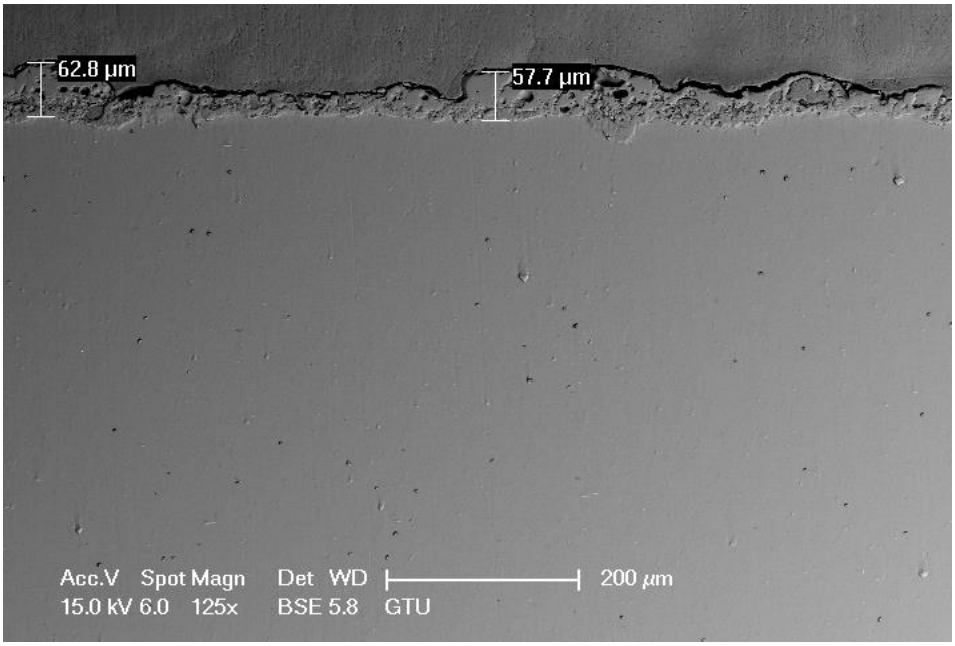
Şekil 5.9: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.



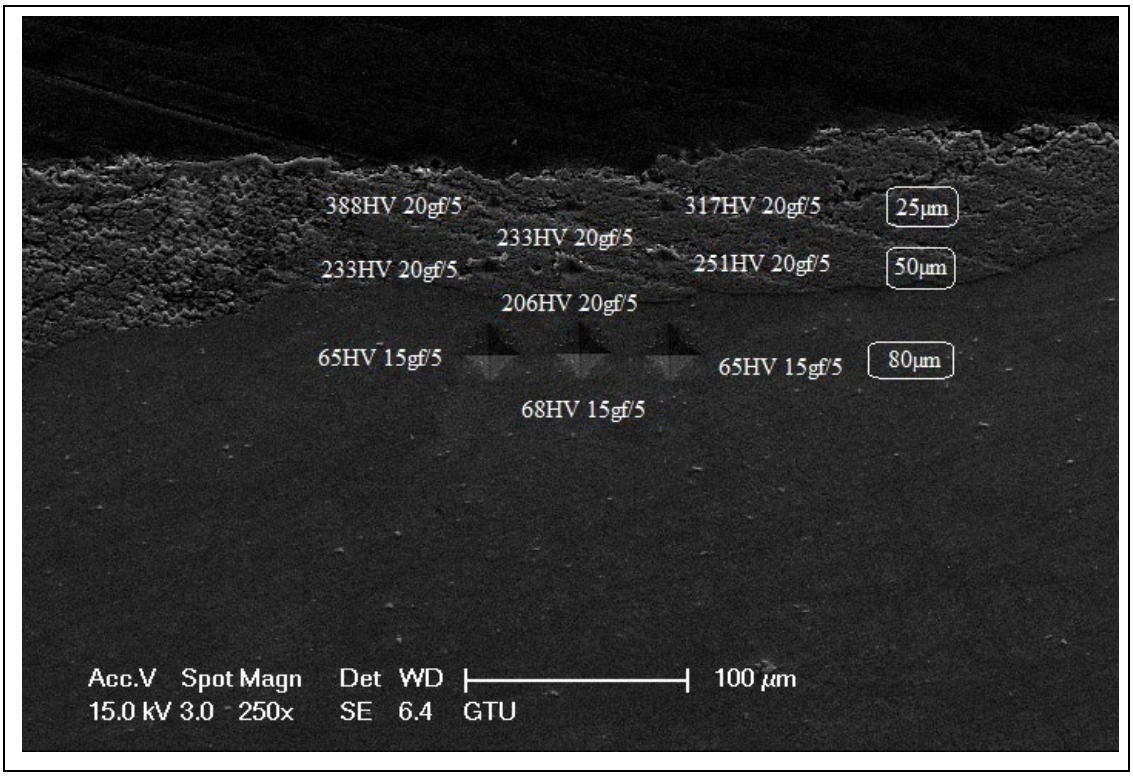
Şekil 5.10: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.



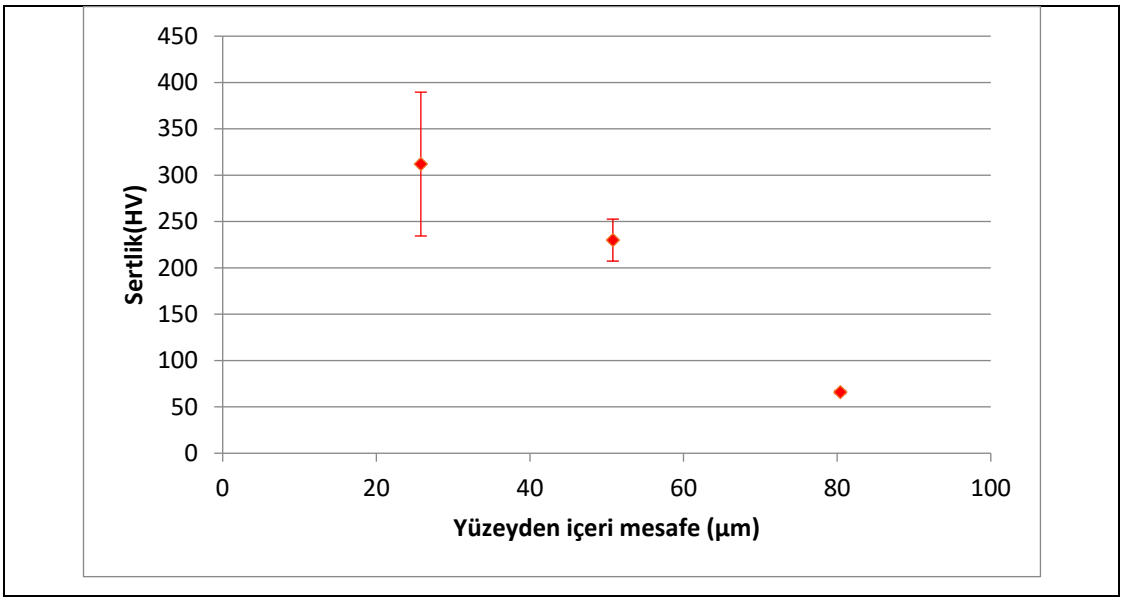
Şekil 5.11: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü.



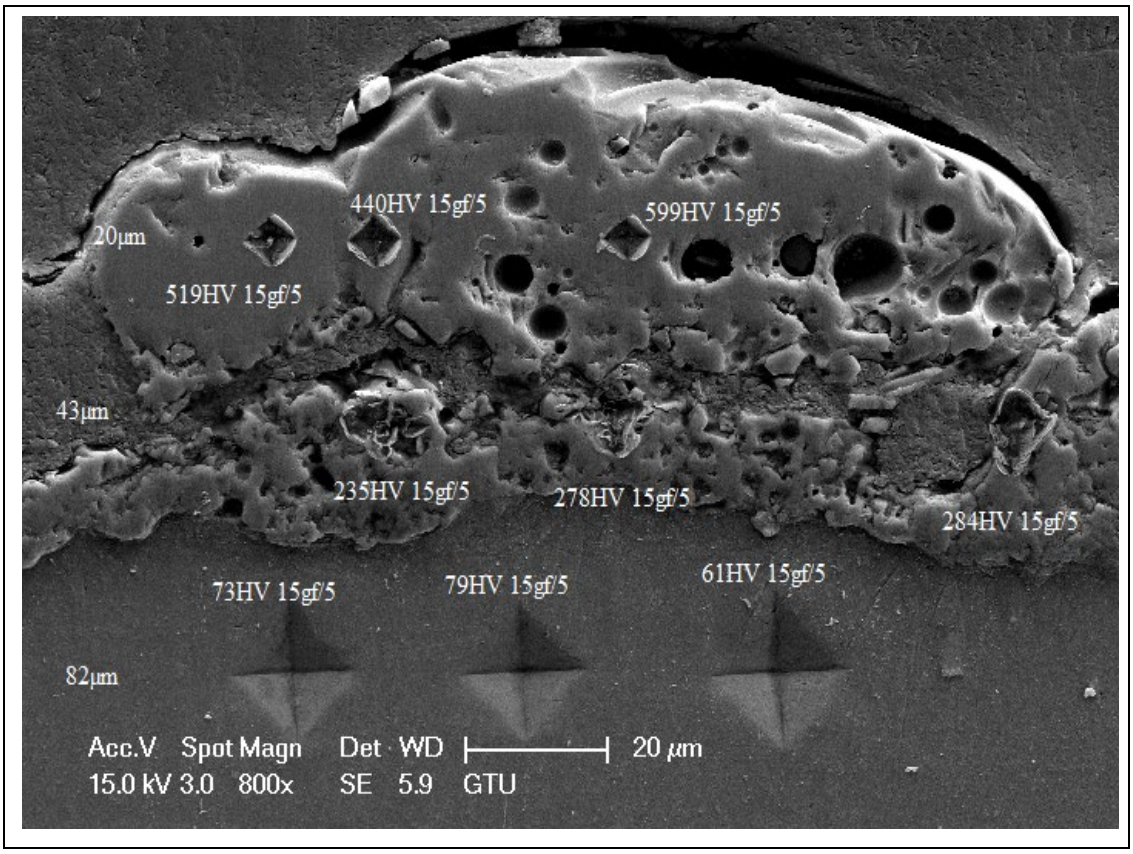
Şekil 5.12: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü.



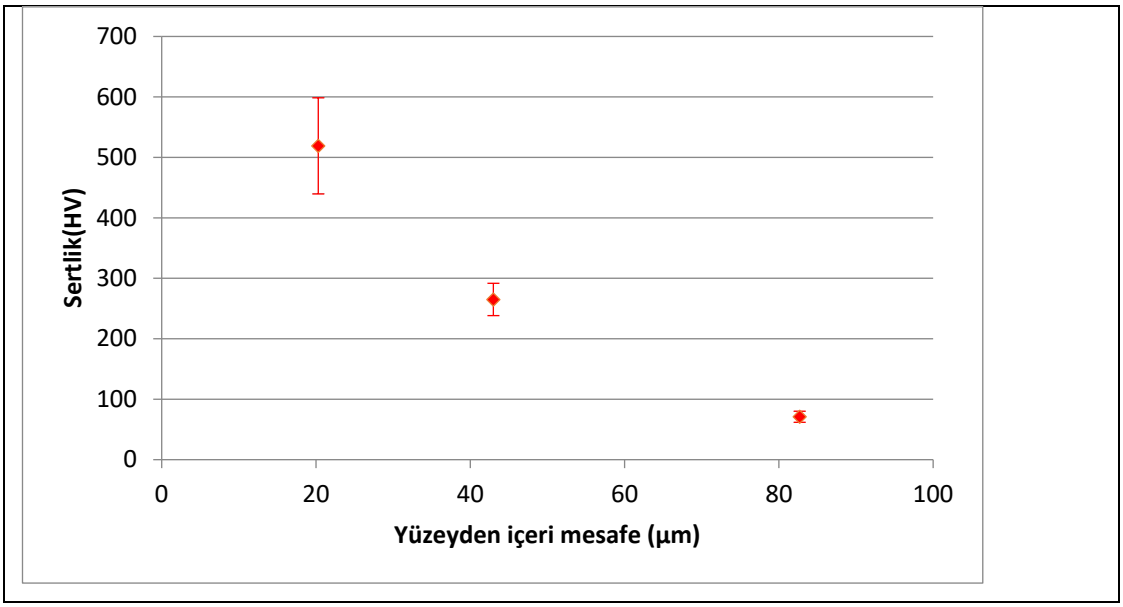
Şekil 5.13: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri.



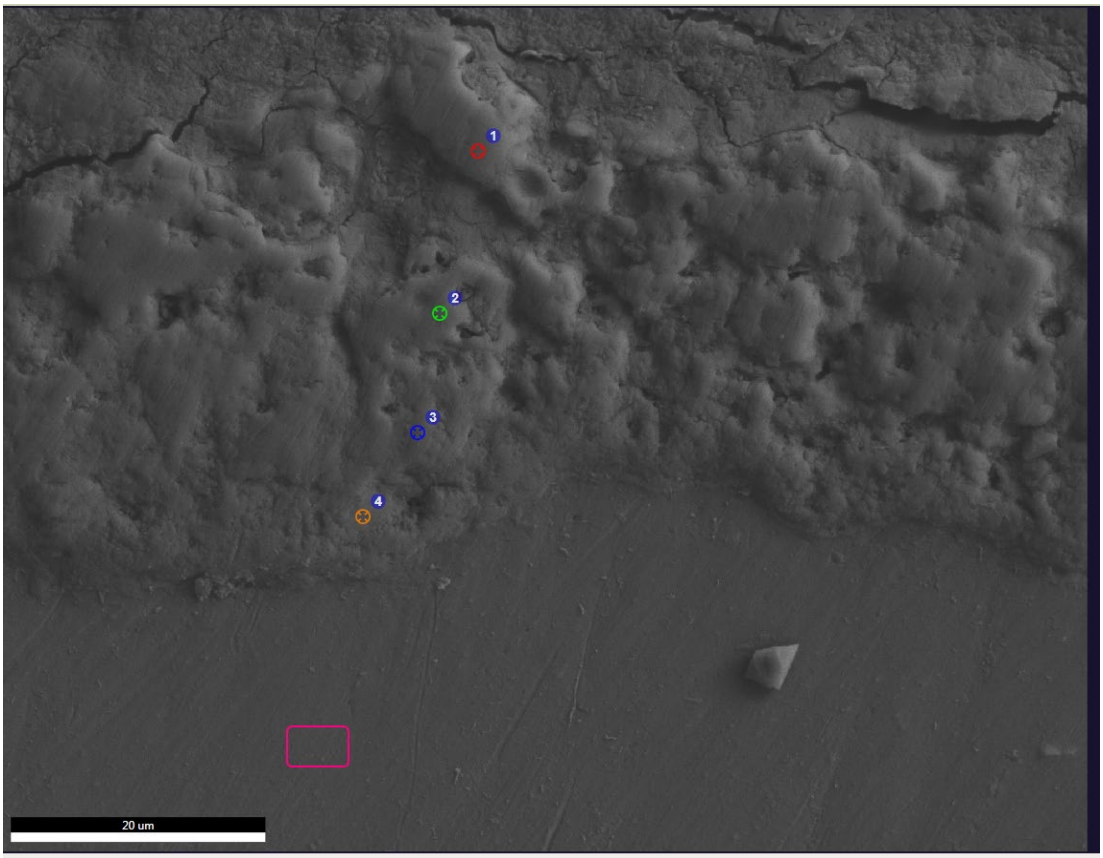
Şekil 5.14: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği.



Şekil 5.15: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri.



Şekil 5.16: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği.



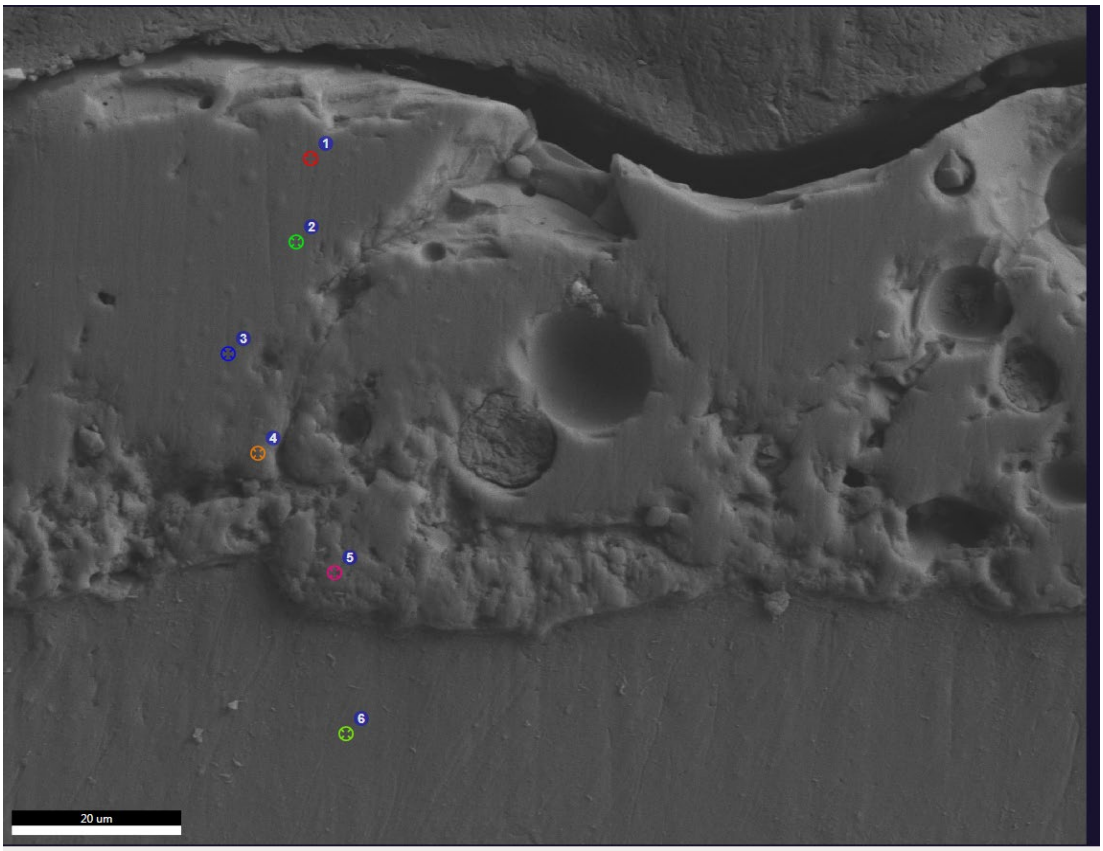
Şekil 5.17: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları.

Tablo 5.2: C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.

Element	**% Ağırlık**	**% Atomik Oran**	**Net İnt.**	**Net. İnt. Error**
1. Spot				
OK	27,3	38,03	687,74	0,01
NaK	2,1	2,03	103,34	0,04
MgK	35,59	32,63	2577,08	0
AlK	2,44	2,02	129,46	0,03
SiK	30,09	23,88	1798,65	0,01
KK	2,48	1,41	94,66	0,08
2. Spot				
OK	32,75	43,7	1102,29	0,01
NaK	1,29	1,19	71,84	0,06

Tablo 5.2: Devam.

MgK	43,3	38,02	3601,29	0
AlK	2,88	2,28	162,86	0,03
SiK	18,71	14,22	1220,57	0,01
KK	1,08	0,59	48,12	0,15
3. Spot				
OK	27,59	37,05	899,06	0,01
MgK	62,33	55,08	4930,55	0
AlK	4,97	3,96	217,38	0,02
SiK	5,11	3,91	264,19	0,02
4. Spot				
MgK	94,55	95,06	11187,77	0
AlK	5,45	4,94	246,69	0,01
5. Spot				
MgK	94,66	95,17	11479,83	0
AlK	5,34	4,83	247,35	0,01



Şekil 5.18: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktalar.

Tablo 5.3: ESD ve C1 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.

Element	**% Ağırlık**	**% Atomik Oran**	**Net İnt.**	**Net. İnt. Error**
1. Spot				
OK	26,02	37,16	594,26	0,01
NaK	1,31	1,3	62,93	0,06
MgK	20,72	19,47	1499,82	0,01
AlK	14,38	12,17	881,39	0,01
SiK	34,64	28,18	2074,47	0,01
KK	2,94	1,72	109,93	0,09
2. Spot				
OK	24,99	36,11	511,88	0,01
NaK	5,19	5,21	238,65	0,02
MgK	18,47	17,56	1220,8	0,01

Tablo 5.3: Devam.

AlK	13,75	11,78	804,08	0,01
SiK	30,68	25,25	1774,46	0,01
KK	6,93	4,09	252,96	0,02
3. Spot				
OK	25,38	36,64	482,17	0,01
NaK	3,5	3,52	148,89	0,03
MgK	18,98	18,03	1185,33	0,01
AlK	14,25	12,2	778,2	0,01
SiK	31,24	25,69	1675,58	0,01
KK	6,65	3,93	224,68	0,03
4. Spot				
OK	21,89	30,57	499,69	0,01
NaK	1,37	1,33	60,49	0,06
MgK	57,08	52,46	3579,04	0
AlK	7,32	6,07	265,34	0,02
SiK	11,25	8,95	466,32	0,01
KK	1,09	0,62	34,13	0,19
5. Spot				
MgK	93,92	94,49	9086,23	0
AlK	6,08	5,51	226,27	0,01
6. Spot				
MgK	94,27	94,81	9915,05	0
AlK	5,73	5,19	231,15	0,01

5.3. C2 Elektroliti ile Yapılan MAO Kaplamalar

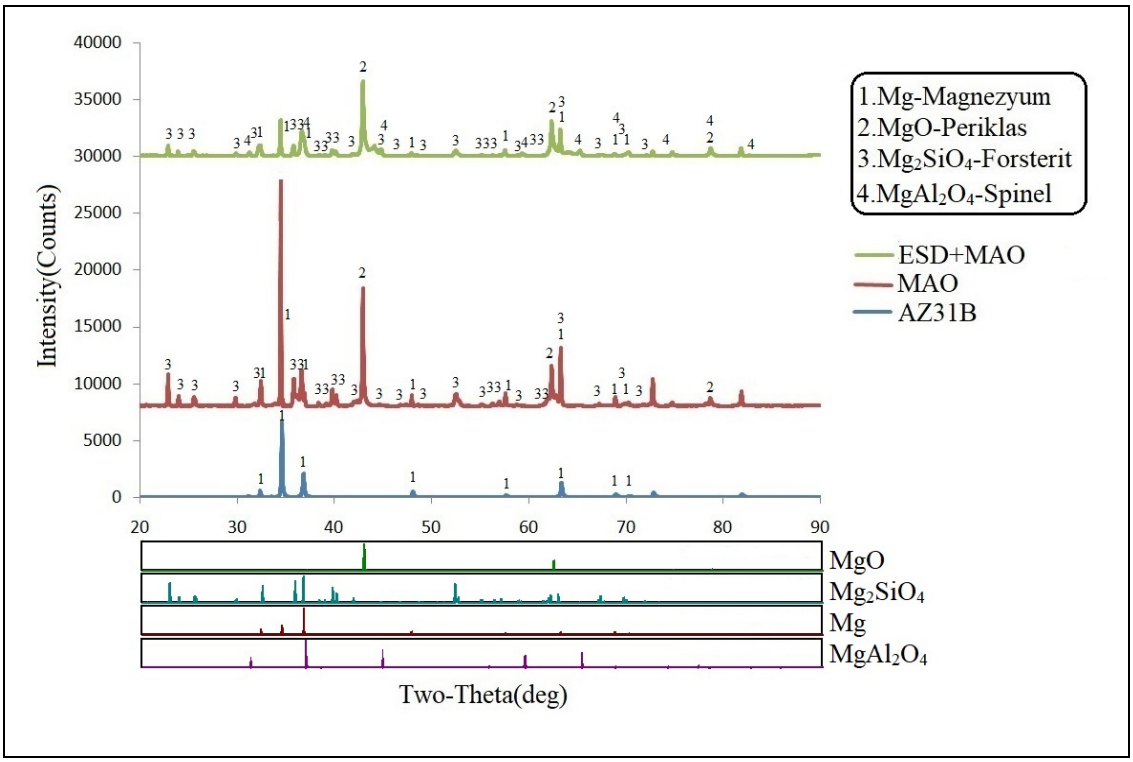
AZ31B alaşımı C2 elektroliti ile MAO ve ESD+MAO dubleks kaplanmış ve yapılan analizlerin sonuçları aşağıda verilmiştir. MAO kaplama süresi 120dk olup C2 elektroliti 8gr/l KOH, 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ve 20 litre saf sudan oluşmaktadır.

Şekil 5.19'de MAO ve ESD+MAO dubleks kaplama yapılan numunelerin XRD analizi sonuçları verilmiştir. XRD grafiğinde Mg (Magnezyum), MgO (periklas), Mg_2SiO_4 (forsterit) ve $MgAl_2O_4$ (spinel)'e ait olan pikler görülmektedir. MAO yapılan numuneyi ESD+MAO kaplama yapılan numuneyle kıyaslandığında MgO ve Mg_2SiO_4 piklerinin arttığı görülmektedir. $MgAl_2O_4$ fazının mohs ölçeğinde 7,5-8 ile ifade edildiği ve aynı zamanda kaplamaların korozyon direncini de artırdığı bilinmektedir.

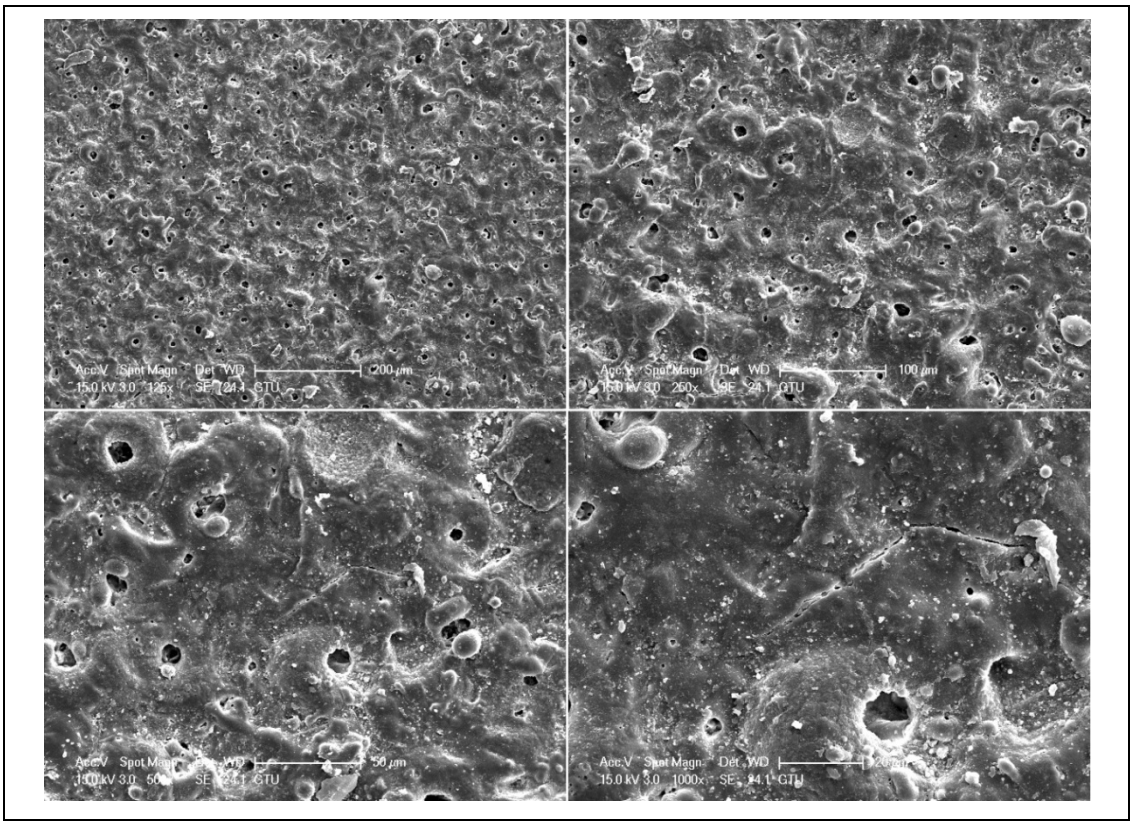
Şekil 5.24 ve şekil 5.26'deki mikro sertlik sonuçları incelendiğinde C2 elektroliti ile MAO kaplanan numunenin altlık materyal sertliği ortalaması 63HV kaplama sertliği ortalaması 467HV olarak hesaplanmıştır. C2 elektroliti ile ESD+MAO kaplanan numunenin ise altlık sertliği ortalaması 66HV kaplama sertliği ortalaması 414HV olarak hesaplanmıştır. ESD+MAO kaplamada $MgAl_2o_4$ fazı meydana gelmesine karşın XRD analiz sonuçlarında MAO kaplama yapılan numunenin MgO ve Mg_2SiO_4 piklerinin belirgin azalmasından dolayı mikro sertlik değerinde azalma olduğu düşünülmektedir.

Şekil 5.22'de C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesit SEM görüntüsü gösterilmektedir. Şekil 5.23'te ise ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü gösterilmektedir. Şekil 5.22'de görüntü incelendiğinde kaplama dış ve dış kısman göre daha az kusurlu iç yoğun bölge olmak üzere iki kısımdan oluştuğu görülmektedir. C1 elektroliti ile yapılan kaplamalarla kıyaslanırsa C2 elektroliti ile yapılan kaplamaların kalınlığının arttığı görülmektedir. Bunun nedeni ise elektrolit içindeki boraksın suda çözünmesi ile oluşan $B_4O_7^{2-}$ iyonlarının ayrışması sonucunda oluşan ekstra oksijen iyonlarının kaplama kalınlığını artması ve kaplamaların daha pürüzsüz ve yoğun olmasına sebep olması ve pasifleşmeyi iyileştirmesidir [15].

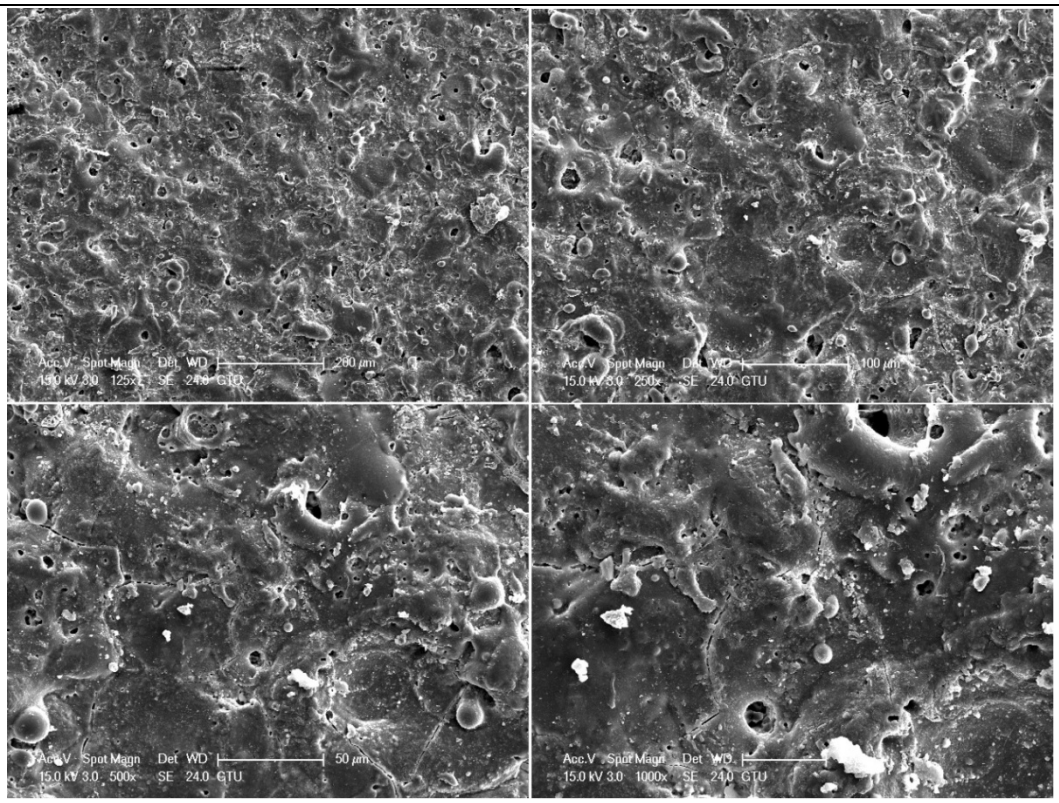
Sırasıyla C2 elektroliti ile MAO ve ESD+MAO kaplama yapılan tablo 5.4 ve tablo 5.5 incelendiğinde yapıya elektrolitten bor elementinin difüze olduğu görülmektedir. XRD analizi sonucunda bor'a ait fazlar belirlenememiştir fakat yapıda bor elementinin varlığı EDS analizi sonucunda belirlenmiştir. ESD+MAO yapılan numunenin EDS analizinde Al elementi oranında MAO yapılan numuneye kıyasla artış olmuştur.



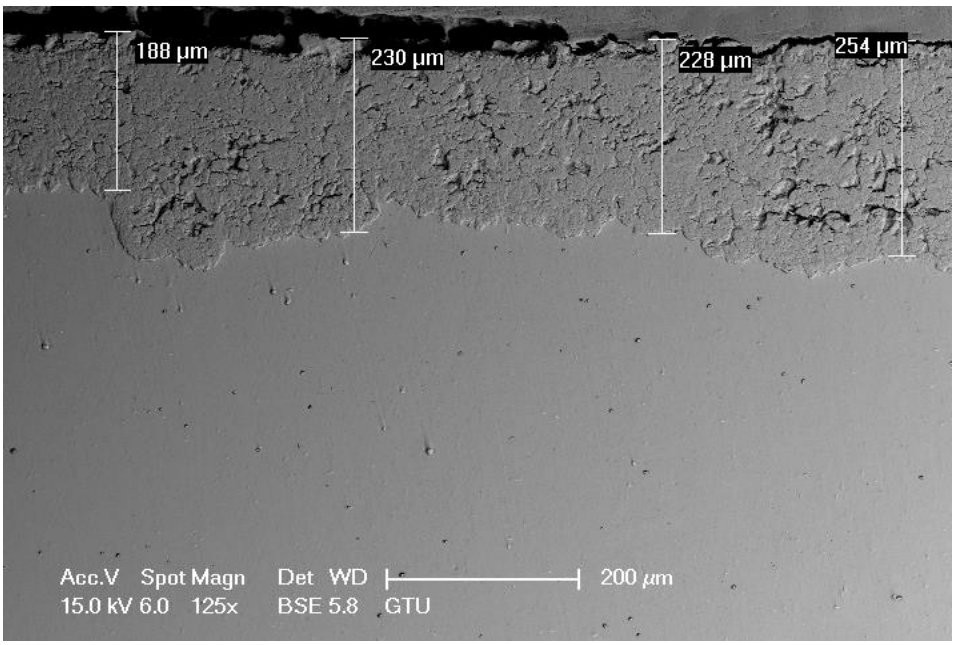
Şekil 5.19: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin XRD analizi sonuçları.



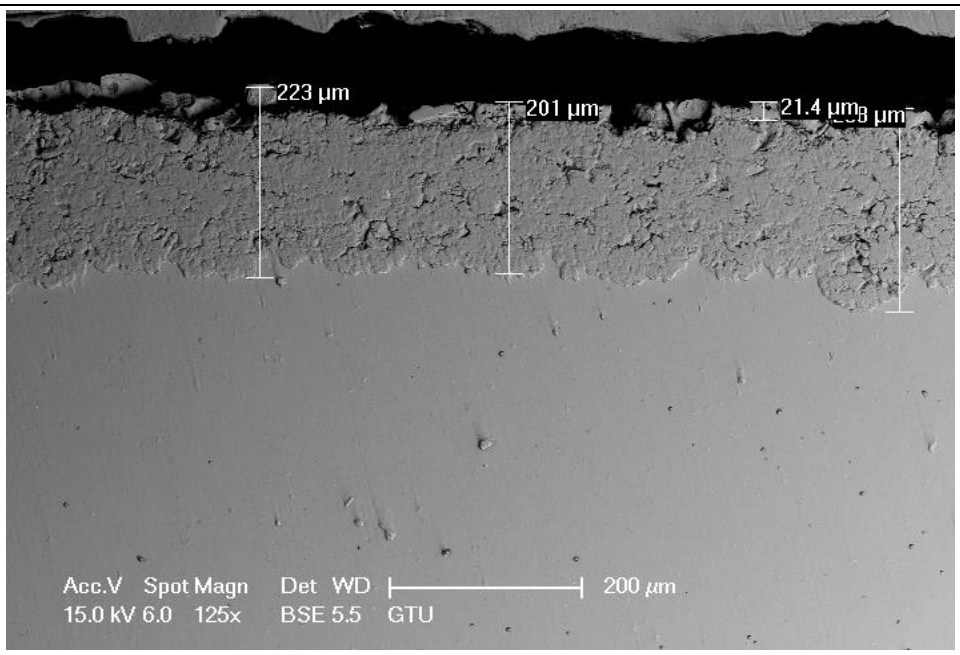
Şekil 5.20: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.



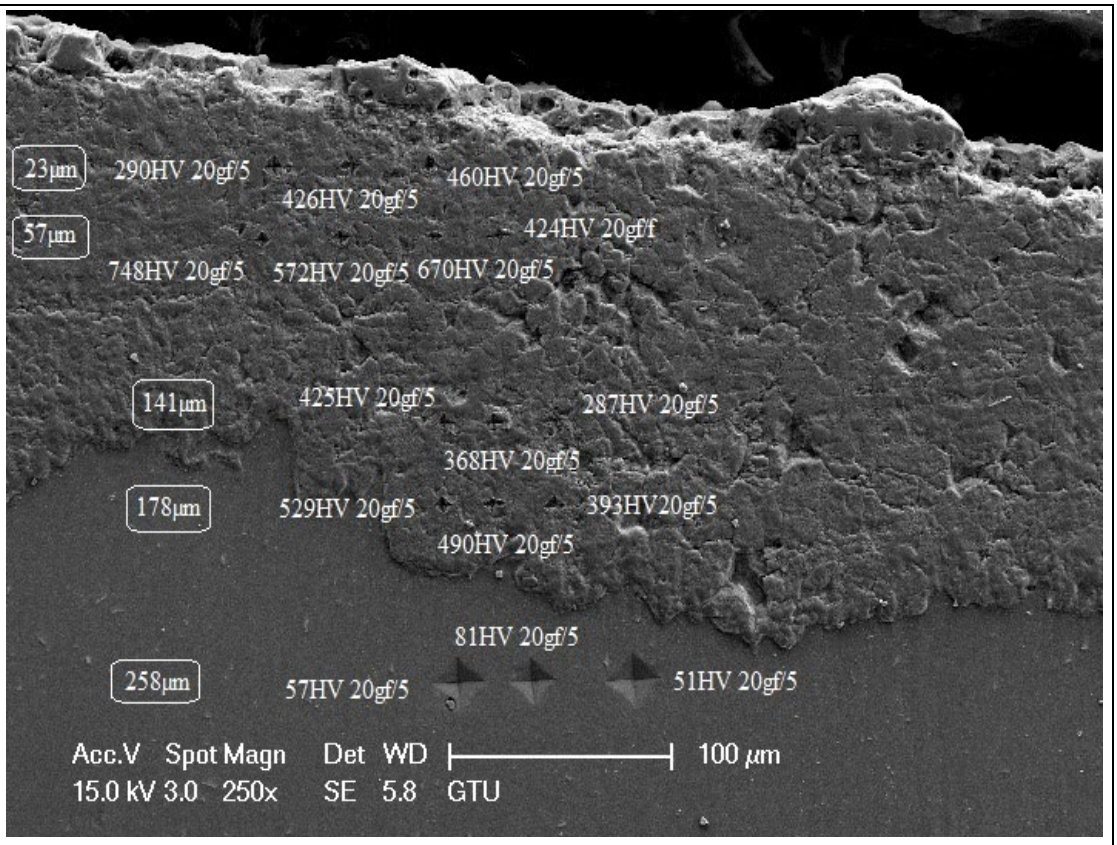
Şekil 5.21: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.



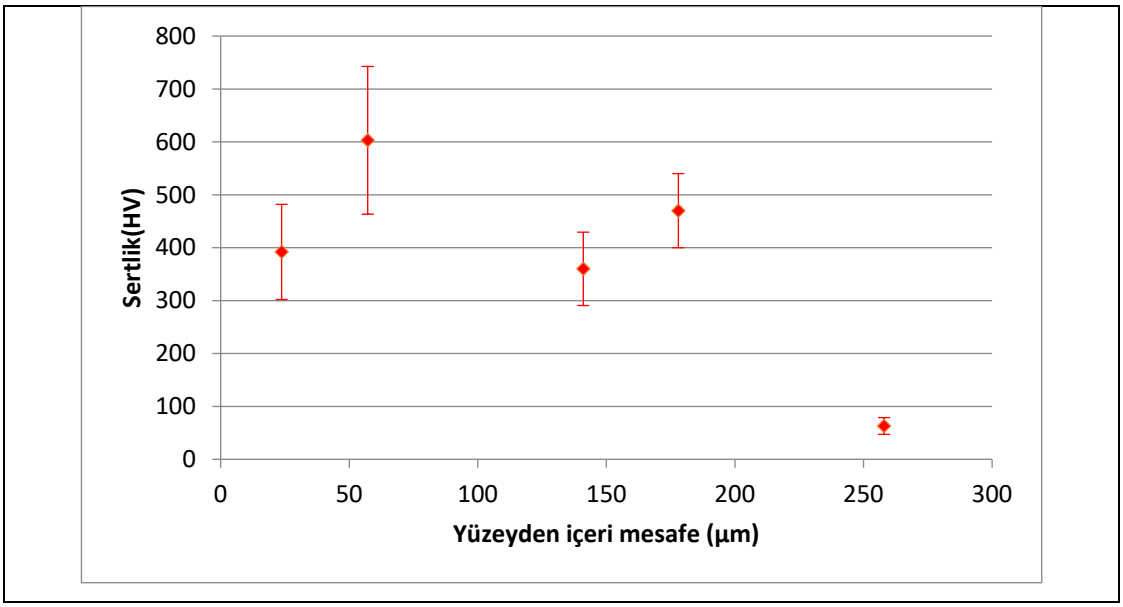
Şekil 5.22: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü.



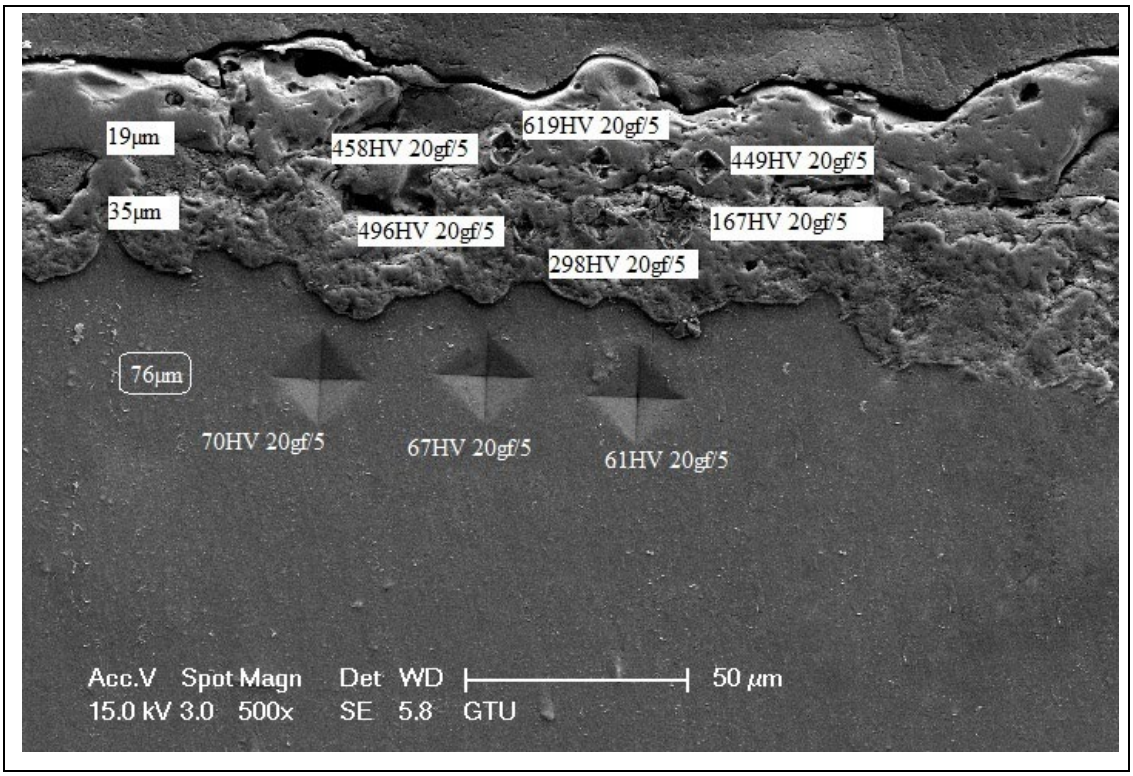
Şekil 5.23: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü.



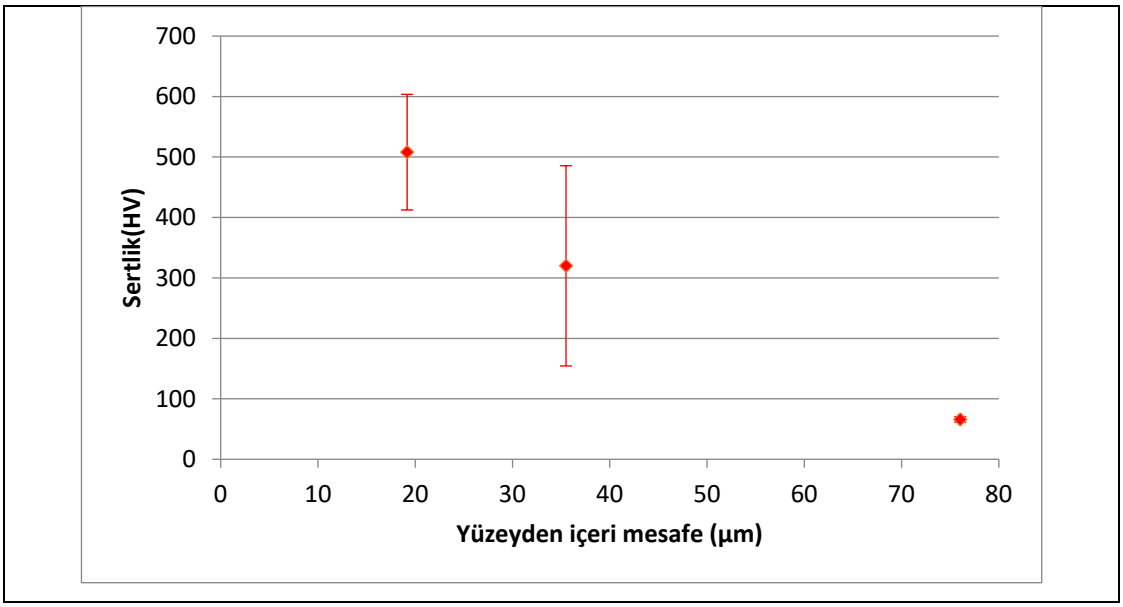
Şekil 5.24: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri.



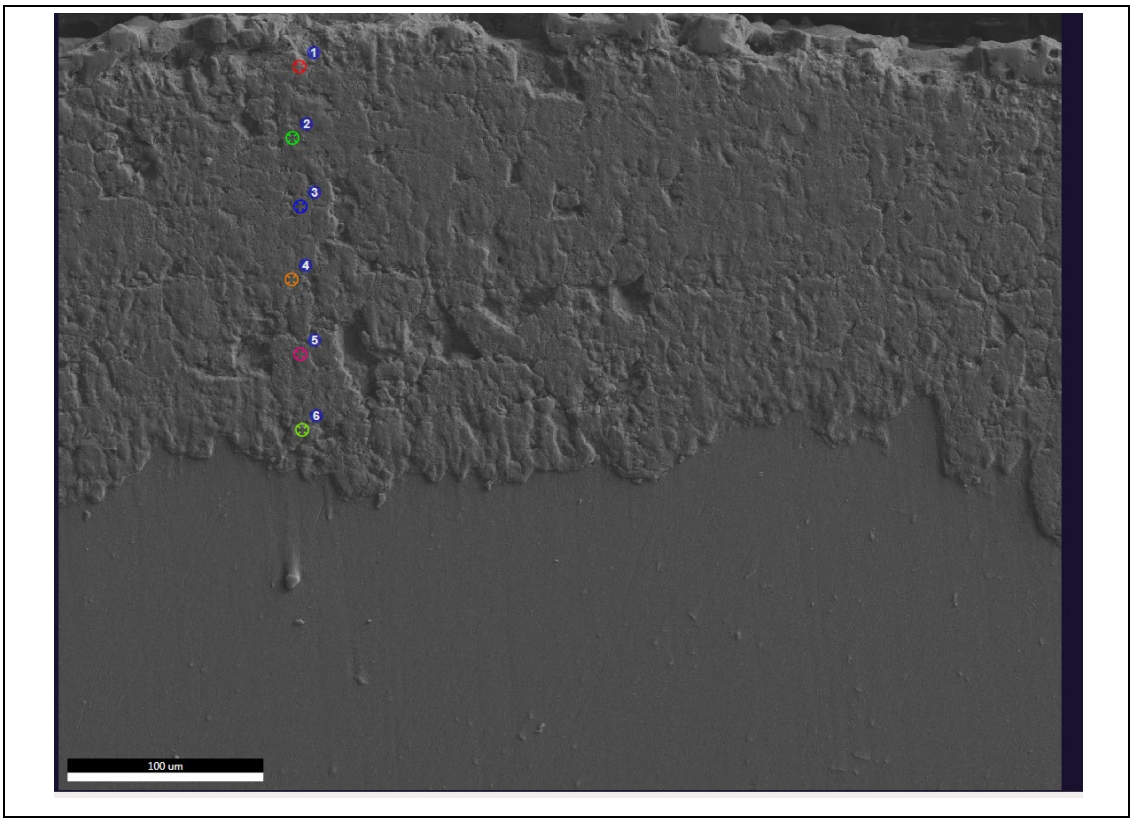
Şekil 5.25: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği.



Şekil 5.26: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri.



Şekil 5.27: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği.



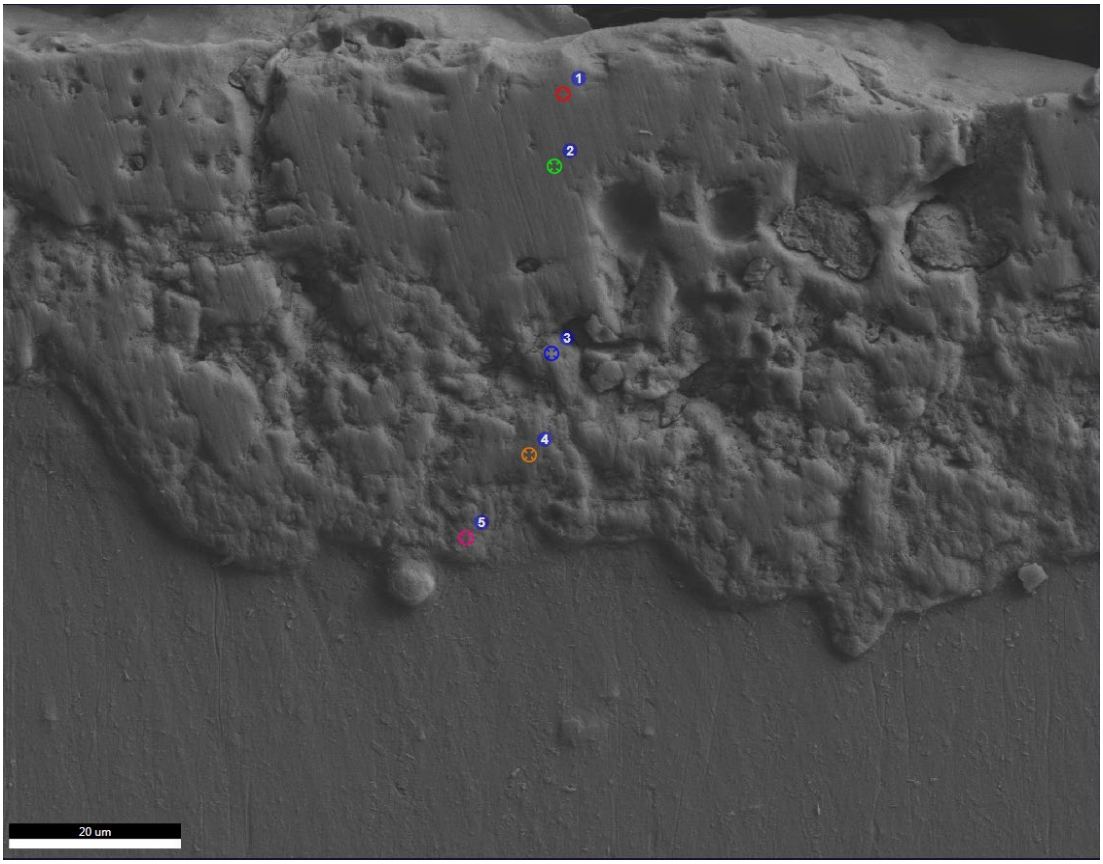
Şekil 5.28: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları.

Tablo 5.4: C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.

Element	% Ağırlık	% Atomik Oran	Net İnt.	Net. İnt. Error
1. Spot				
BK	37,99	53,15	69,58	0,03
OK	27,78	26,27	1502,76	0,01
NaK	1,69	1,11	191,52	0,03
MgK	24,94	15,52	4209,88	0
AlK	1,8	1,01	244,87	0,02
SiK	4,67	2,51	706,01	0,01
KK	1,13	0,44	107,01	0,07
2. Spot				
BK	32,72	48,64	29,71	0,05
OK	21,34	21,43	716,7	0,01
NaK	0,28	0,19	20,62	0,21
MgK	40,32	26,65	4377,76	0
AlK	2,69	1,6	194,5	0,02
SiK	2,44	1,4	201,93	0,02
KK	0,21	0,09	11,65	0,55
3. Spot				
BK	33,26	49,79	28,29	0,05
OK	17,68	17,88	563,82	0,01
NaK	0,18	0,13	13,74	0,49
MgK	44,76	29,8	4819,19	0
AlK	2,15	1,29	145,53	0,03
SiK	1,86	1,07	146,1	0,03
KK	0,11	0,05	5,99	0,03
4. Spot				
BK	33,93	50,29	36,23	0,04
OK	18,92	18,95	734,63	0,01
NaK	0,45	0,31	40,09	0,11
MgK	42,9	28,28	5545,37	0

Tablo 5.4: Devam.

AlK	1,94	1,15	161,59	0,02
SiK	1,63	0,93	157,21	0,03
KK	0,23	0,1	15,35	0,41
5. Spot				
BK	36,53	53,35	32,02	0,04
OK	16,69	16,47	512,7	0,01
NaK	0,02	0,01	1,22	0,91
MgK	44,06	28,61	4702,11	0
AlK	1,4	0,82	94,54	0,04
SiK	1,29	0,73	100,98	0,06
KK	0,01	0	0,3	0,76
6. Spot				
BK	36,06	52,38	33,41	0,04
OK	19,81	19,45	634,89	0,01
NaK	0,13	0,09	9,88	0,59
MgK	39,81	25,71	4275,77	0
AlK	2,25	1,31	161,04	0,03
SiK	1,82	1,02	148,58	0,04
KK	0,11	0,04	6,03	0,56



Şekil 5.29: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları.

Tablo 5.5: ESD ve C2 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.

Element	**% Ağırlık**	**% Atomik Oran**	**Net İnt.**	**Net. İnt. Error**
1. Spot				
BK	37,23	53,72	43,32	0,04
OK	21,87	21,32	871,66	0,01
NaK	0,17	0,11	15,37	0,41
MgK	23,28	14,94	3225,27	0
AlK	9,82	5,68	1085,59	0,01
SiK	7,55	4,19	854,04	0,01
KK	0,08	0,03	5,71	0,56
2. Spot				
BK	41,46	53,13	37,07	0,04

Tablo 5.5: Devam.

OK	15,39	14,83	447,18	0,01
NaK	0,05	0,03	3,73	0,68
MgK	25	15,86	2819,53	0
AlK	10,41	5,95	903,06	0,01
SiK	7,59	4,17	668,71	0,01
KK	0,1	0,04	5,63	0,56
3. Spot				
BK	8,55	16,96	0,84	0,41
OK	15,27	20,47	68,42	0,03
NaK	0,87	0,81	10,07	0,24
MgK	49,21	43,41	819,17	0,01
AlK	7,18	5,71	73,94	0,04
SiK	10,55	8,06	122,13	0,03
KK	8,36	4,59	69,84	0,05
4. Spot				
BK	36,34	52,65	35,97	0,04
OK	21,63	21,17	712,05	0,01
NaK	0,71	0,48	53,66	0,08
MgK	30,99	19,96	3457,73	0
AlK	4,55	2,64	374,48	0,01
SiK	4,96	2,77	448,6	0,01
KK	0,82	0,33	48,61	0,13
5. Spot				
BK	41,15	57,38	43,27	0,04
OK	20,89	19,69	658,21	0,01
NaK	0,91	0,6	68,03	0,06
MgK	29,58	18,34	3224,66	0
AlK	2,12	1,19	173,08	0,03
SiK	4,88	2,62	444,24	0,01
KK	0,46	0,18	26,89	0,22

5.4. C3 Elektroliti ile Yapılan MAO Kaplamalar

AZ31B alaşımı C3 elektroliti ile MAO ve ESD+MAO dubleks kaplanmış ve yapılan analizlerin sonuçları aşağıda verilmiştir. MAO kaplama süresi 120dk olup C3 elektroliti 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ve 20 litre saf sudan oluşmaktadır.

Şekil 5.30'da C3 elektroliti kullanılarak MAO ve ESD+MAO dubleks kaplama yapılan numunelerin XRD analizi sonuçları verilmiştir. XRD grafiğinde Mg (Magnezyum), MgO (periklas) ve Mg_2SiO_4 (forsterit)'e ait olan pikler görülmektedir.

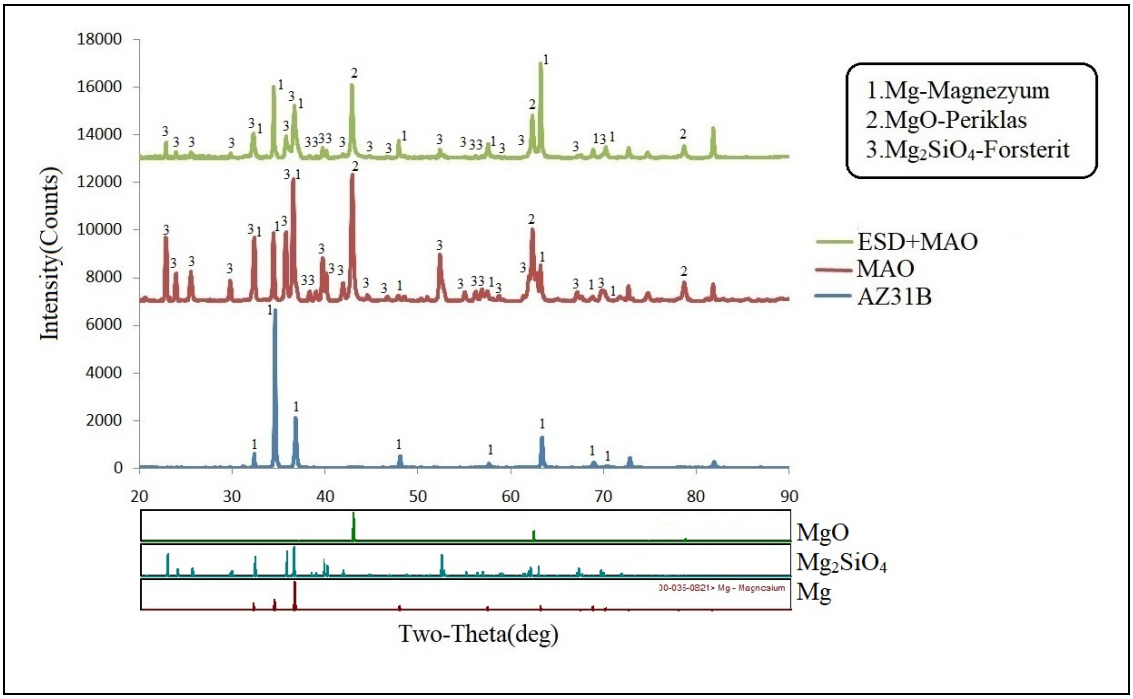
Şekil 5.33'de görüntü incelendiğinde kaplama yapısı içerisinde çok fazla kusur içeren gevşek dış bölge ve göreceli olarak daha az kusur içeren yoğun ve sıkı iç bölgeden oluştuğu görülmektedir [15].

Şekil 5.35 ve şekil 5.37'deki mikro sertlik sonuçları incelendiğinde C3 elektroiti ile MAO kaplanan numunenin altlık sertliği ortalaması 60HV kaplama sertliği ortalaması 519HV olarak hesaplanmıştır. C3 elektroliti ile ESD+MAO kaplanan numunenin ise altlık sertliği ortalaması 51HV kaplama sertliği ortalaması 340HV olarak hesaplanmıştır. MAO yapılan numuneyi ESD+MAO kaplama yapılan numuneyle kıyaslandığında MgO ve Mg_2SiO_4 piklerinin belirgin olarak arttığı görülmektedir ve bunun sonucu olarak MAO yapılan numunenin kaplama sertliği ESD+MAO dubleks kaplama yapılan numuneden yüksektir.

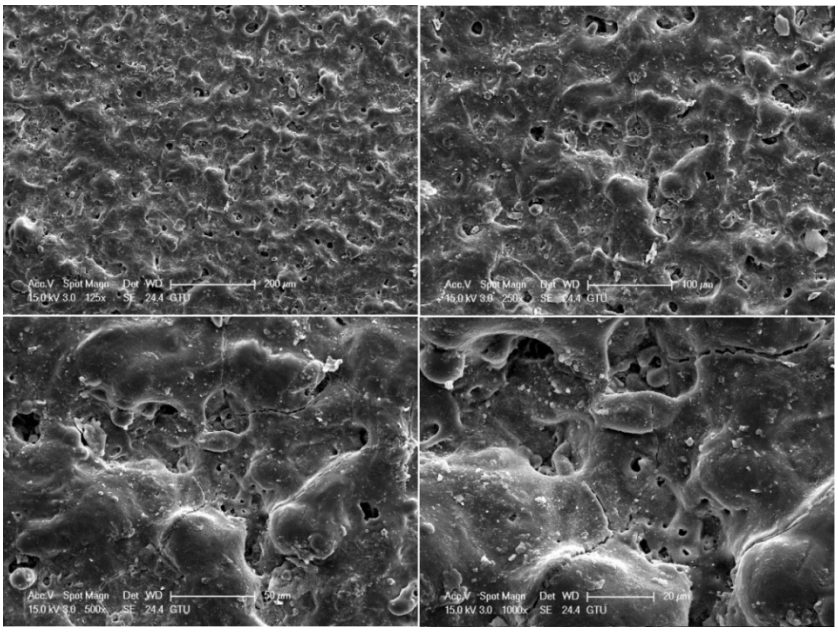
Şekil 5.33'te C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesit SEM görüntüsü gösterilmektedir. Görüntü incelendiğinde kaplama dış ve iç yoğun bölge olmak üzere iki kısımdan oluştuğu görülmektedir. Şekil 5.34'te ise ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü gösterilmektedir. Kaplamanın düzensizliği MAO kaplama prosesi sırasında kopma olmuş olabileceğini göstermektedir. Gündüz ve arkadaşları yaptığı bir çalışmada saf Mg üzerine 4gr/l KOH, 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$ ve 3gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ kullanılarak hazırlanan bir elektrolit ile 120dk MAO kaplama yaptığı çalışmada artan Al miktarıyla birlikte kaplama kalınlığının azaldığı, kaplama/altlık ara yüzeyinin dalgalı bir hale geldiği ve kaplamanın bazı bölgelerinin kesitten koptuğu gözlemlemiştir [15].

Sırasıyla C3 elektroliti ile MAO ve ESD+MAO kaplama yapılan tablo 5.6 ve tablo 5.7 incelendiğinde yapıya beklendiği gibi elektrolitten B, Na, Si ve K

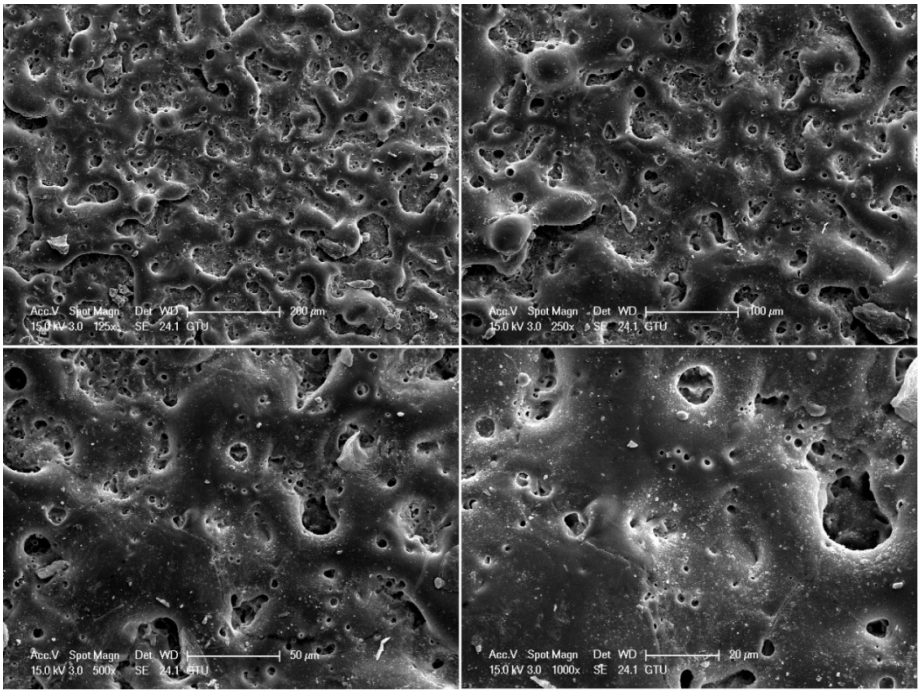
elementlerinin difüze olduğu görülmektedir. C2 elektrolit ile yapılan çalışmaya benzer şekilde XRD analizi sonucunda bor'a ait fazlar belirlenememiş, fakat yapıda bor elementinin varlığı EDS analizi sonucunda belirlenmiştir.



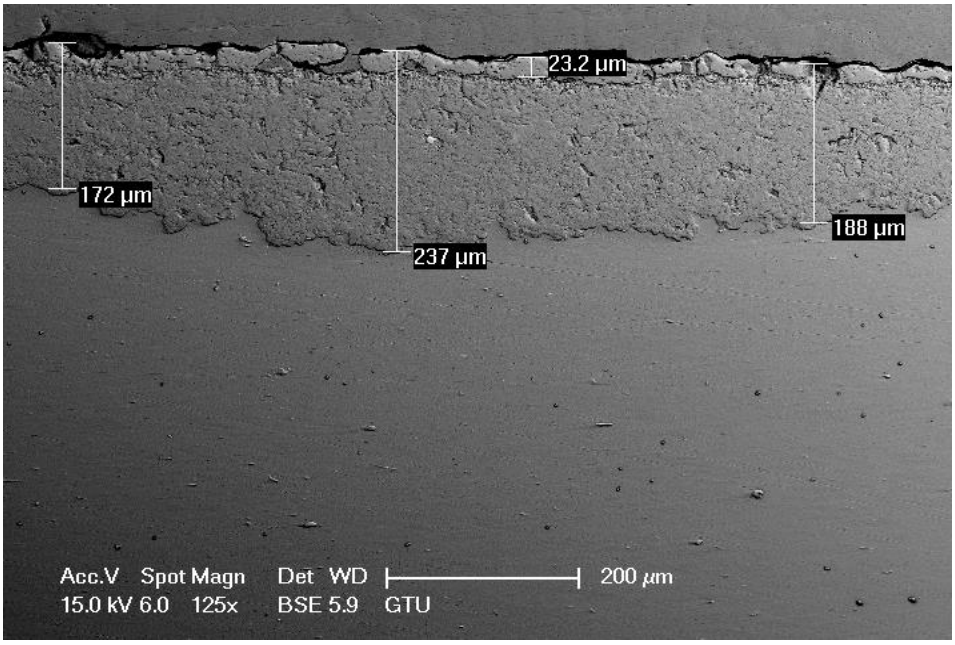
Şekil 5.30: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin XRD analiz sonuçları.



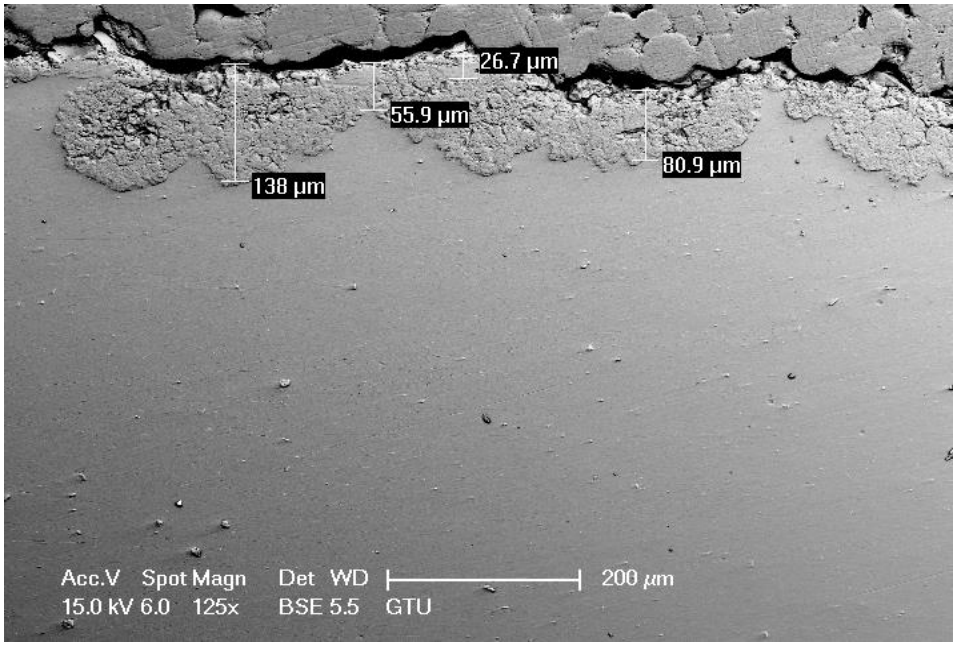
Şekil 5.31: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.



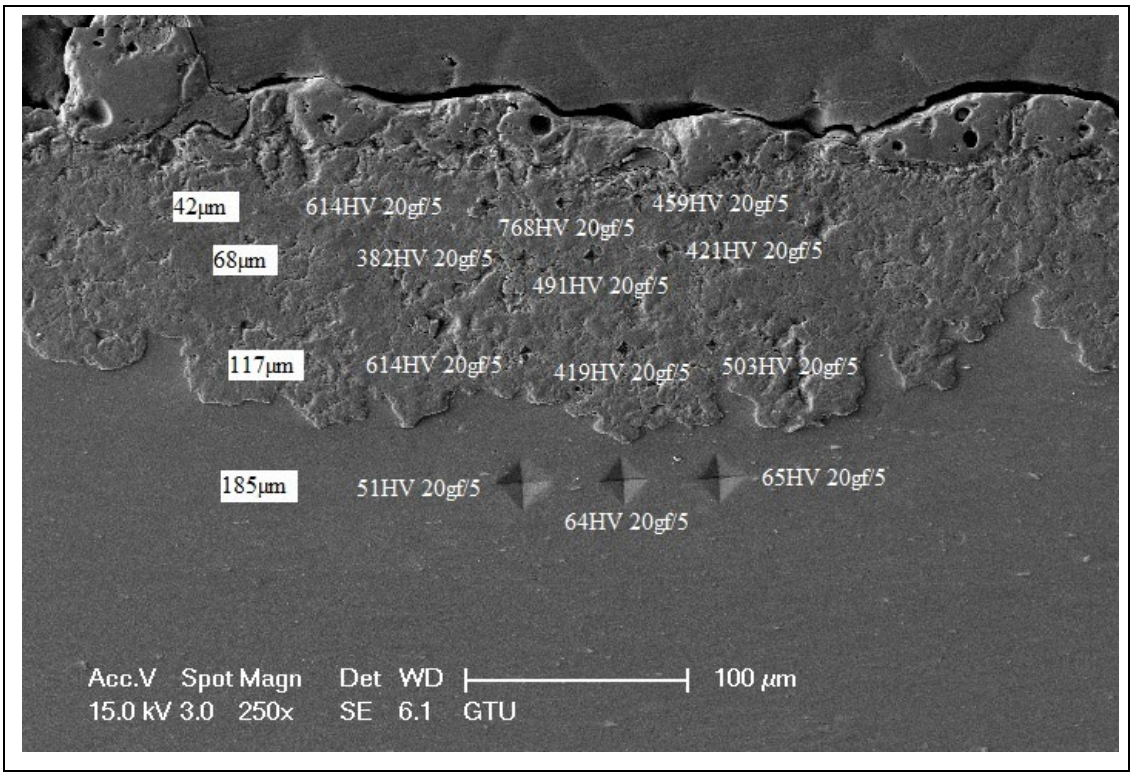
Şekil 5.32: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B yüzeyinin SEM görüntüsü.



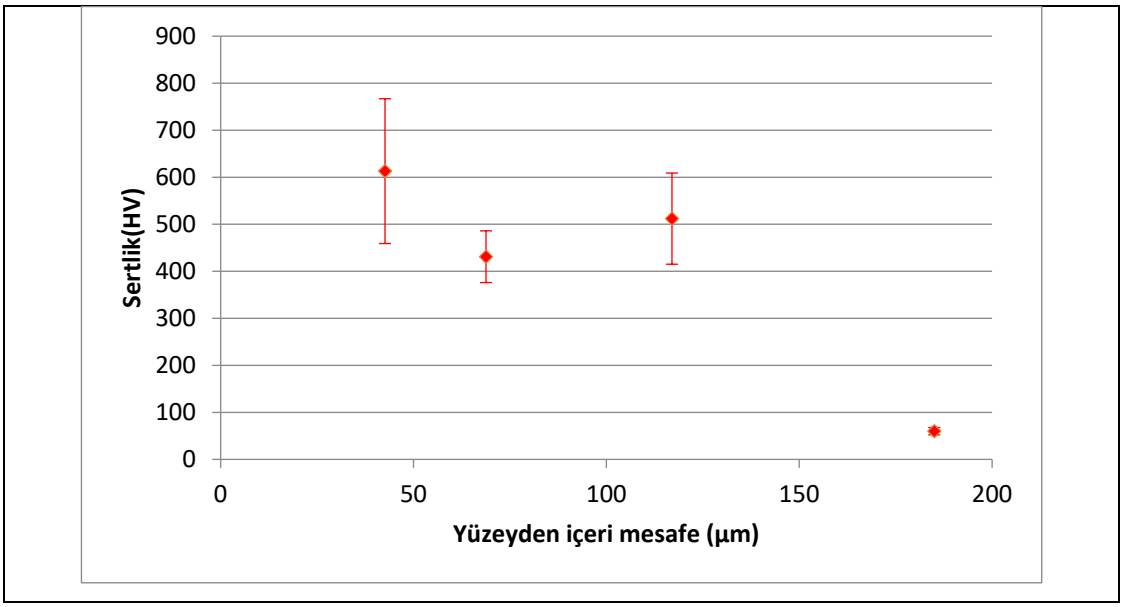
Şekil 5.33: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü.



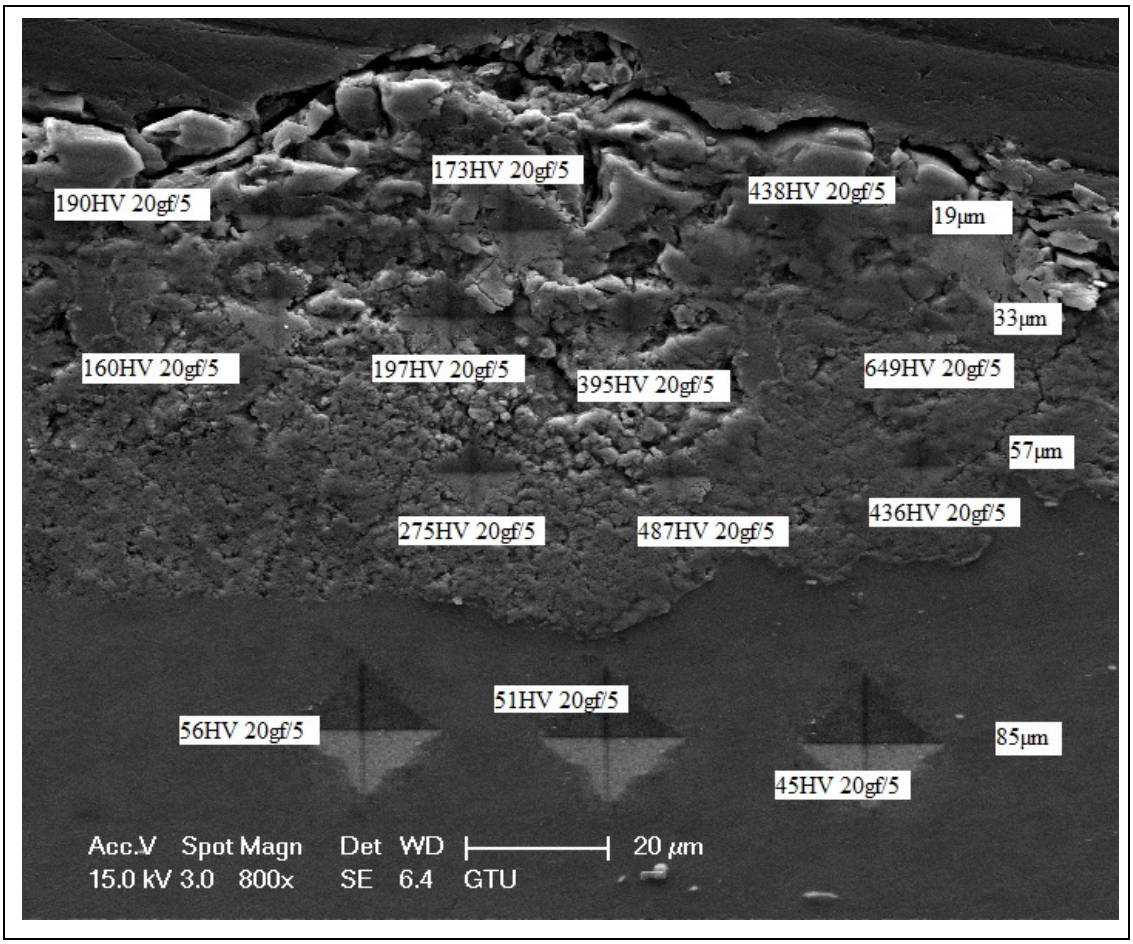
Şekil 5.34: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin SEM görüntüsü.



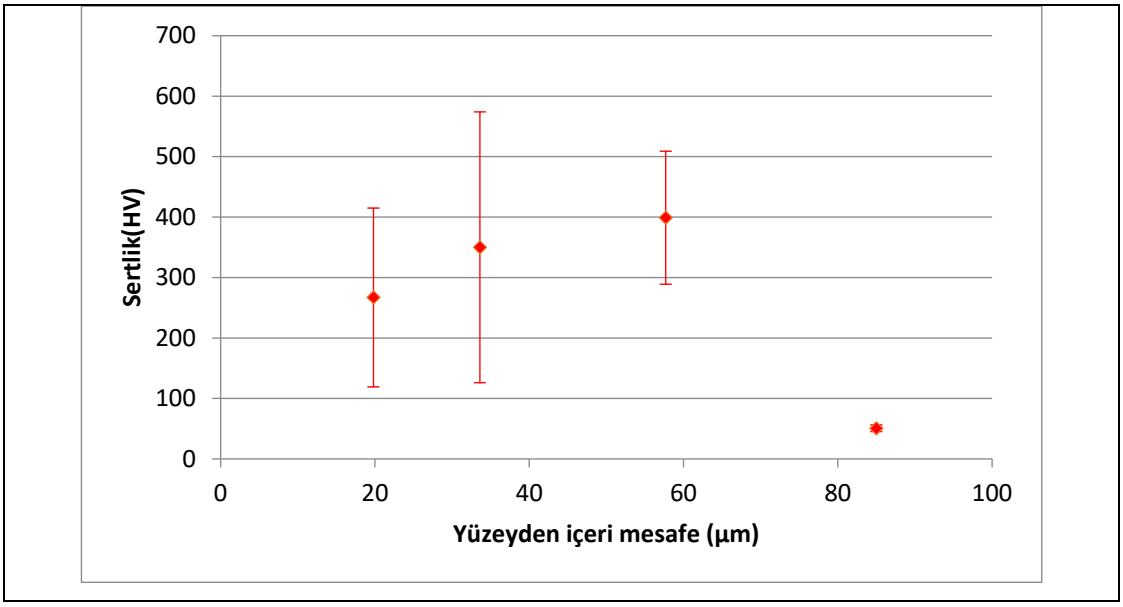
Şekil 5.35: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri.



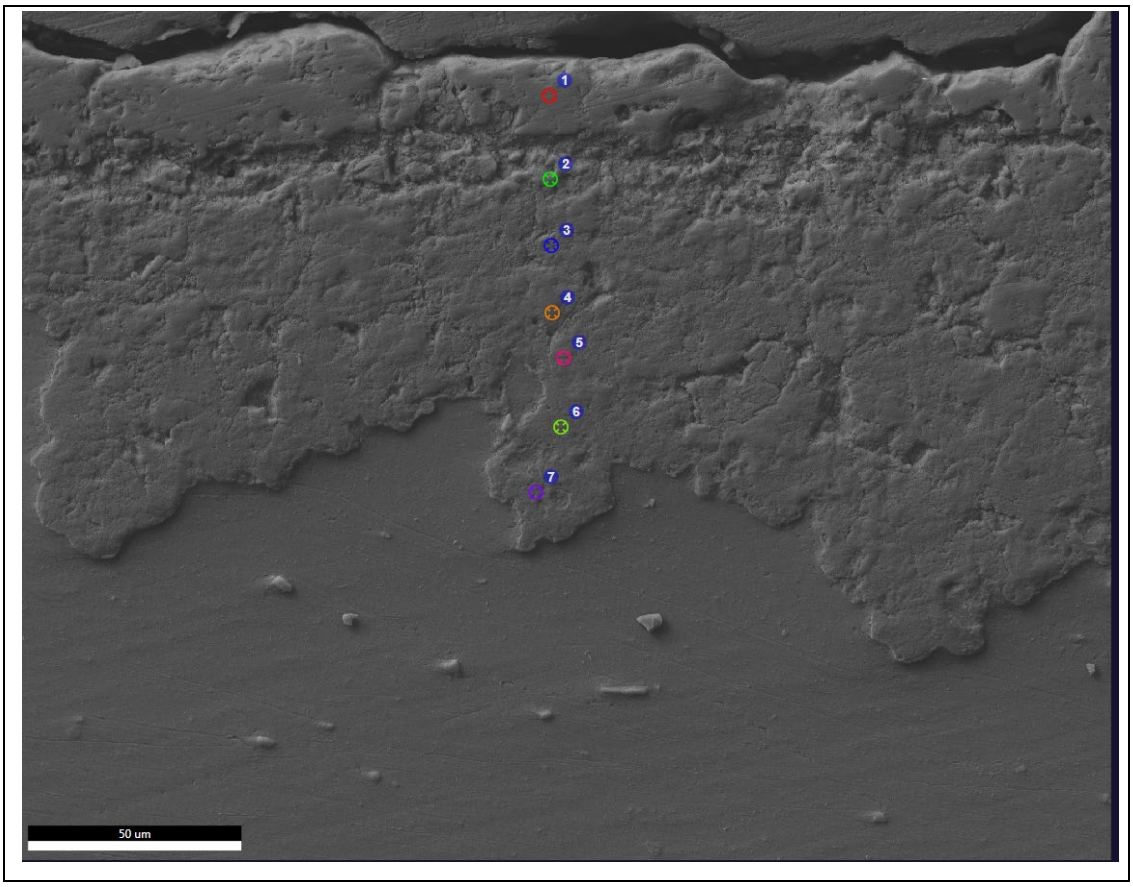
Şekil 5.36: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği.



Şekil 5.37: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerleri.



Şekil 5.38: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitindeki mikro sertlik değerlerinin grafiği.



Şekil 5.39: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktalar.

Tablo 5.6: C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.

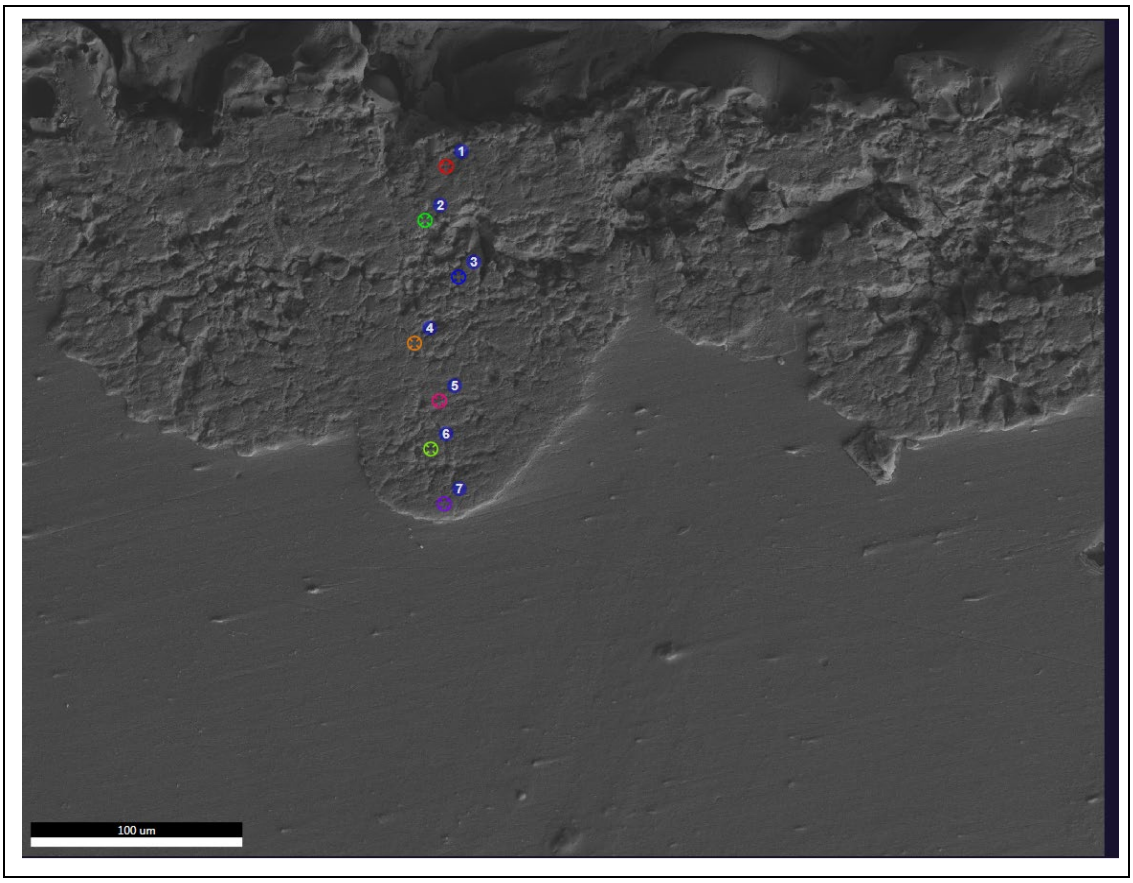
Element	**% Ağırlık**	**% Atomik Oran**	**Net İnt.**	**Net. İnt. Error**
1. Spot				
BK	39,15	56,28	35,93	0,04
OK	18,52	18	571,68	0,01
NaK	0,16	0,11	12,58	0,58
MgK	26,44	16,9	3016,11	0
AlK	1,3	0,75	113,8	0,04
SiK	14,3	7,91	1384,07	0,01
KK	0,14	0,06	8,12	0,55
2. Spot				
BK	32,43	48,66	29,35	0,05

Tablo 5.6: Devam.

OK	21,5	21,8	714,75	0,01
NaK	0,85	0,6	65,31	0,06
MgK	32,59	21,74	3645,74	0
AlK	1,69	1,02	138,12	0,03
SiK	10,06	5,81	922,78	0,01
KK	0,88	0,36	51,5	0,13
3. Spot				
BK	37,3	53,86	36,89	0,04
OK	18,83	18,37	629,06	0,01
NaK	0,38	0,26	30,37	0,16
MgK	38,61	24,79	4419,39	0
AlK	1,99	1,15	153,77	0,03
SiK	2,72	1,51	239,78	0,03
KK	0,16	0,06	9,43	0,56
4. Spot				
BK	35,73	53,16	21,11	0,06
OK	13,78	13,86	295,81	0,02
NaK	0,18	0,13	9,95	0,59
MgK	45,19	29,9	3515,2	0
AlK	2,07	1,24	99,99	0,03
SiK	2,88	1,65	160,17	0,02
KK	0,17	0,07	6,32	0,56
5. Spot				
BK	38,06	55,25	29,92	0,05
OK	15,66	15,37	421,06	0,02
NaK	0,1	0,07	6,73	0,62
MgK	40,12	25,9	3895,91	0
AlK	2,13	1,24	135,97	0,03
SiK	3,82	2,13	277,41	0,02
KK	0,1	0,04	4,92	0,56
6. Spot				

Tablo 5.6: Devam.

BK	37,81	54,47	36,43	0,04
OK	18.76	18,26	606,56	0,01
NaK	0.27	0,18	20,87	0,21
MgK	36,32	23,26	4082,65	0
AlK	2,78	1,6	215,47	0,02
SiK	3,88	2,15	338,37	0,02
KK	0,18	0,07	10,19	0,55
7. Spot				
BK	38,24	55,29	33,02	0,04
OK	16,22	15,85	470,73	0,01
NaK	0,16	0,11	11,84	0,58
MgK	40,3	25,91	4181,99	0
AlK	2,29	1,33	155,77	0,03
SiK	2,57	1,43	199,33	0,02
KK	0,22	0,09	11,45	0,55



Şekil 5.40: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi yapılan noktaları.

Tablo 5.7: ESD ve C3 elektroliti ile 120dk MAO kaplanmış AZ31B kesitinin EDS analizi sonuçları.

Element	**% Ağırlık**	**% Atomik Oran**	**Net İnt.**	**Net. İnt. Error**
1. Spot				
BK	42,89	59,95	38,54	0,04
OK	15,57	14,7	425,09	0,02
NaK	0,39	0,26	27,79	0,12
MgK	34,14	21,22	3460,18	0
AlK	5,05	2,83	357,02	0,02
SiK	1,87	1,01	145,19	0,04
KK	0,08	0,03	4,25	0,56
2. Spot				
BK	38,37	54,19	55,73	0,03
OK	22,59	21,56	1043,41	0,01

Tablo 5.7: Devam.

NaK	1,09	0,72	111,73	0,04
MgK	34,09	21,41	5101,31	0
AlK	1,64	0,93	175,66	0,03
SiK	2,1	1,14	255,27	0,02
KK	0,13	0,05	10,02	0,55
3. Spot				
BK	34,5	51,26	26,15	0,05
OK	16,81	16,88	467,94	0,01
NaK	0,01	0,01	0,93	0,99
MgK	44,71	29,54	4286,37	0
AlK	2,17	1,29	130,66	0,03
SiK	1,74	0,99	120,78	0,04
KK	0,06	0,03	3,08	0,57
4. Spot				
BK	33,14	49,45	30,33	0,05
OK	18,83	18,99	644,01	0,01
NaK	0,12	0,09	9,78	0,59
MgK	43,82	29,08	4981,51	0
AlK	2,38	1,42	172,31	0,03
SiK	1,63	0,94	136,35	0,03
KK	0,08	0,03	4,87	0,57
5. Spot				
BK	33,52	48,99	32,95	0,04
OK	23,92	23,62	838,97	0,01
NaK	0,22	0,15	16,57	0,33
MgK	38,92	25,9	4252,29	0
AlK	1,85	1,08	137,65	0,03
SiK	1,47	0,83	125,31	0,04
KK	0,09	0,04	5,38	0,57
6. Spot				
BK	33,53	49,38	34,79	0,04

Tablo 5.7: Devam.

OK	21,49	21,38	808,39	0,01
NaK	0,29	0,2	23,65	0,2
MgK	41,82	27,39	5036,88	0
AlK	1,58	0,93	124,49	0,03
SiK	1,22	0,69	111,19	0,04
KK	0,09	0,03	5,37	0,57
7. Spot				
BK	32,14	47,94	37,78	0,04
OK	21,25	21,42	935,64	0,01
NaK	0,69	0,49	67,05	0,06
MgK	42,1	27,93	5882,04	0
AlK	2,49	1,49	228,19	0,02
SiK	1,16	0,67	122,35	0,04
KK	0,16	0,06	11,3	0,55

5.5. Erozyon ve Pürüzlülük Testi Sonuçları

İşlemsiz ve kaplama yapılmış numunelere erozyon testi yapılmıştır. Şekil 5.41'da süreye göre yüzde olarak kütle kaybı, şekil 5.42'de numunelerin başlangıçtaki ortalama pürüzlülük değerleri verilmiştir. Şekil 5.41'a göre 30dk sonunda en çok kütle kaybı C1 elektroliti ile MAO kaplanan numunede görülmüştür. C2 elektroliti ile ESD+MAO kaplanan numune de ise en az kütle kaybı görülmüştür.

C1 elektroliti 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 20 litre saf sudan, C2 elektroliti 8gr/l KOH, 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$, 20 litre saf sudan C3 elektroliti ise 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ve 20 litre saf sudan oluşmaktadır.

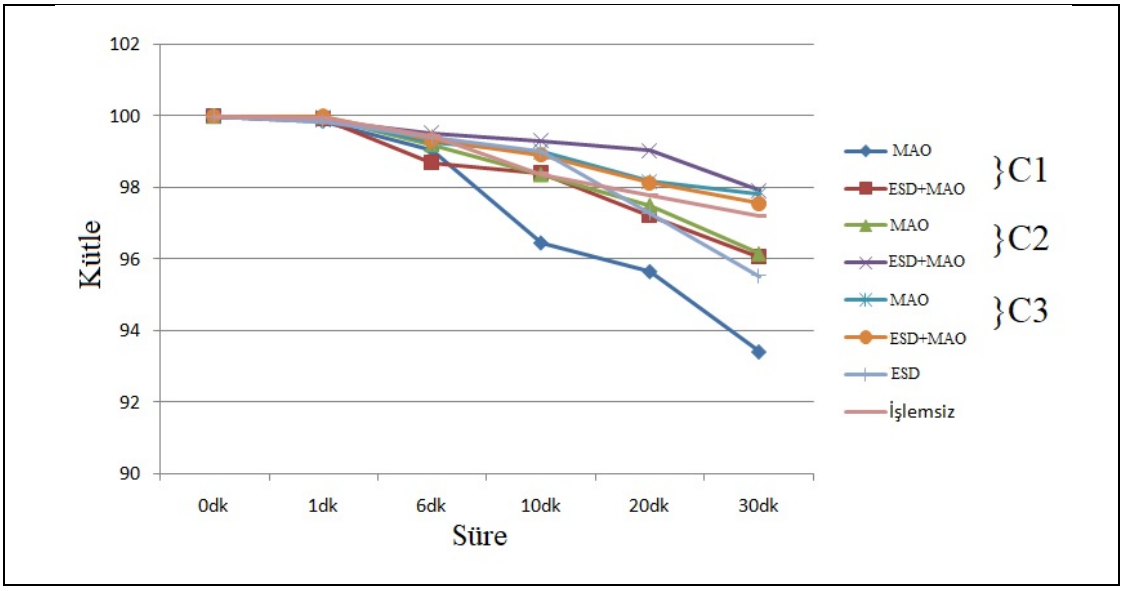
Karşılıklı temas eden yüzeylerin pürüzlülükleri, yüzeyin sürtünme ve aşınma davranışını etkiler. Bu nedenle kaplama işlemi sonrasında, yüzey pürüzlülüğünün bilinmesi gerekmektedir. Gerek taban malzemesinin, gerek de kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün düşük olması istenir. Taban malzemesinin yüzey pürüzlülüğünün yüksek olması kaplama yapısında iç gerilme miktarının fazla olmasına neden olur. Bu ise kaplamanın taban malzemesine yapışmasını olumsuz yönde etkiler [30].

Şekil 5.42'de en düşük pürüzlülük değeri işlemsiz AZ31B numunesinde ölçülmüştür. En yüksek pürüzlülük değeri C3 elektroliti ile ESD+MAO kaplama yapılan numunede ölçülmüştür.

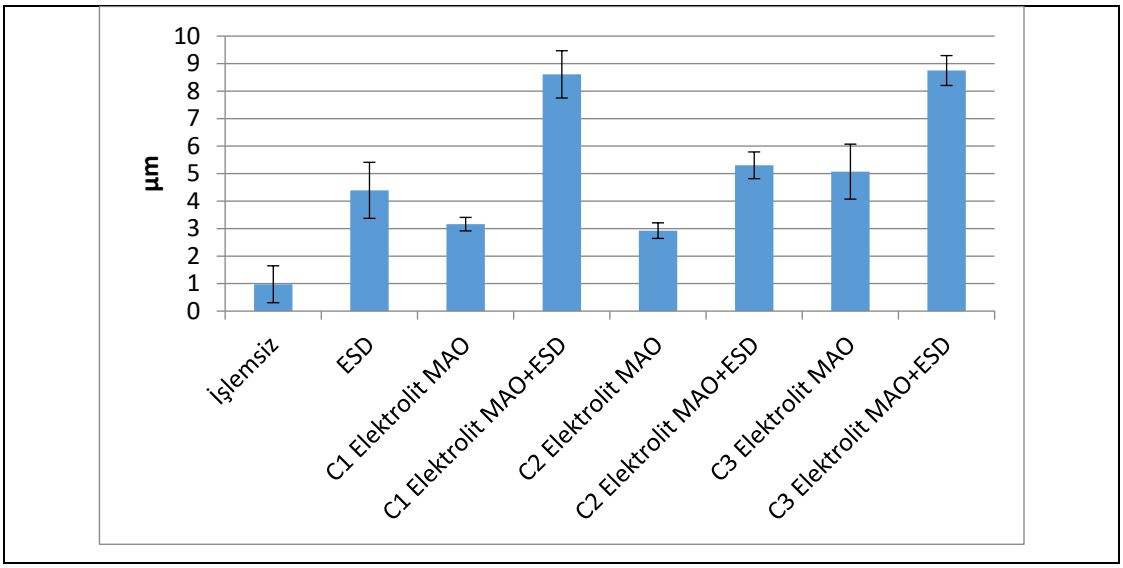
ESD kaplama ile elektrottan kopan kütle altlık üzerine depozit olur ve yüzeyde splash denilen deposit damlacıklarını oluşturur bunun sonucunda yüzey pürüzlülüğünün artmasına neden olur.

MAO kaplama ile pürüzlülük değerlerindeki artışın sebebi olarak ark kanalları içerisindeki lokal ergimelerden ve erimiş malzemenin dağılımından kaynaklanmaktadır [28].

Ölçülen pürüzlülük değeri kullanılan elektrolit ile değişiklik göstermiştir. ESD+MAO uygulanan numunelerin pürüzlülüklerin değeri sadece MAO uygulanan numunelere göre yüksek çıkmıştır.



Şekil 5.41: Erozyon testi sonucunda numunelerin süreye göre kütle kayıplarının karşılaştırılması.



Şekil 5.42: Numunelerin ortalama pürüzlülüklerinin karşılaştırılması.

5. SONUÇ

AZ31B alaşımınından elde edilen numunelere ESD kaplama ve C1, C2, C3 ismi verilen üç farklı elektrolit ile MAO, ESD+MAO kaplama yapılmıştır. MAO kaplama süresi 120dk olarak uygulanmıştır. C1 elektroliti 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 20 litre saf sudan, C2 elektroliti 8gr/l KOH, 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$, 20 litre saf sudan C3 elektroliti ise 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ve 20 litre saf sudan oluşmaktadır. ESD kaplama saf Al elektrot ile 3 paso, MAO kaplama işlemleri ise 120dk uygulanmıştır. Elde edilen numunelerin sertlikleri, faz yapıları, erozyon dayanımları, yüzey pürüzlülükleri ve elementel yapıları incelenmiştir ve aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

1. ESD kaplama yapılan numunede Mg (Magnezyum), $Al_{12}Mg_{17}$ intermetalik fazı ve AlN (Alüminyum nitrit) fazları elde edilmiştir. AlN fazı atmosferden gelen azot elenmentinin yapıya difüze olmasıyla oluşmuştur. AlN ve $Al_{12}Mg_{17}$ fazlarının varlığından dolayı sertliğin dört kat arttığı düşünülmektedir.
2. MAO ve ESD+MAO kaplanan numunelerin hepsinde Mg, MgO (periklas), Mg_2SiO_4 (forsterit), fazları meydana gelmiş ve şiddetlerinin değişimi sertliği değiştirmiştir. Diğerlerinden farklı olarak 8gr/l KOH, 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$, 20 litre saf sudan oluşan elektrolit ile yapılan ESD+MAO kaplamasında $MgAl_2O_4$ (spinel) fazı elde edilmiştir. ESD+MAO kaplama yapılan numunelerde periklas ve forsterit fazları daha düşükken MAO kaplama uygulanan numunelerde daha fazladır. ESD+MAO dubleks kaplamalarda yapıda Al element oranı arttıysa da çalışmanın asıl amacı olan Alümina fazları belirlenememiştir.
3. 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 20 litre saf sudan oluşan elektrolit ile yapılan MAO kaplamada 271HV, ESD+MAO kaplamada 392HV, 8gr/l KOH, 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$, 20 litre saf sudan oluşan elektrolit ile yapılan MAO kaplamada 467HV, ESD+MAO kaplamada 414HV, 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ve 20 litre saf sudan oluşan elektrolit ile yapılan MAO kaplamada 519HV, ESD+MAO kaplamada ise 340HV olan substrat sertliklerinden defalarca yüksek olan sertlikler elde edilmiştir. En yüksek sertlik 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ve 20 litre saf sudan oluşan elektrolit ile MAO kaplanan numunede elde edilmiştir.

4. Yapılan erozyon testi sonucunda en çok kütle kaybı 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 20 litre saf sudan oluşan elektrolit ile yapılan MAO kaplamada olurken en az kütle kaybı 8gr/l KOH, 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$, 20 litre saf sudan oluşan elektrolit ile yapılan ESD+MAO kaplamasında gerçekleşmiştir. AZ31B numunesinde yüzey pürüzlülüğü daha düşükken kaplama yapılan numunelerde artmıştır. ESD+MAO yapılan numunelerin pürüzlülükleri sadece MAO işlemi yapılan numunelere göre daha fazladır. Yüzey pürüzlülükleri kullanılan elektrolit sıvıya göre değişkenlik göstermişlerdir. En yüksek pürüzlülük 8gr/l KOH, 18gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ve 20 litre saf sudan oluşan elektrolit sıvısında, en düşük pürüzlülük ise elektroliti 8gr/l KOH, 10gr/l $Na_2SiO_3.5H_2O$, 5gr/l $Na_2B_4O_7.10H_2O$, 20 litre saf sudan oluşan elektrolit sıvısında yapılan çalışmada elde edilmiştir.

5. Elektrolitinde boraks katkısı olan elektrolit sıvılarıyla kapılan MAO kaplamalarda borakstan gelen ekstra oksijen iyonları sayesinde daha kalın kaplamalar elde edilmiştir.

KAYNAKLAR

[1] Korkmaz K., (2008), "Elektrospark Biriktirme Yöntemiyle Mikro Alaşımlı Çeliklerin Tungsten Karbür ile Kaplanması", Doktora Tezi, Gebze Yüksek Teknoliji Enstitüsü, Kocaeli.

[2] Tang S.K., (2009), "The Process Fundamentals and Parameters of Electro-Spark Deposition", Yüksek Lisans Tezi, University of Waterloo, Ontaria.

[3] Ezhilselvi V., Nithin J., Balaraju J.N., Subramanian S., (2016), "The influence of current density on the morphology and corrosion properties of MAO coatings on AZ31B magnesium alloy", Surface&Coatings Technology, 288, 221-229.

[4] Joni M.S., Fattah A., (2016), "Effect of KOH concentration on the electrochemical behavior of coatings formed by pulsed DC micro-arc oxidation (MAO) on AZ31BMg alloy", Journal of Alloys and Compunds, 661, 237-244.

[5] Ge Y., Jing B., Liu M., Wang C., Shen W., (2014), "Preparation and characterization of the micro-arc oxidation composite coatings on magnesium alloys", Journal of Magnesium and Alloys, 2, 309-316.

[6] Radek N., Bartkowiak K., (2010), "Perfomance Properties of Electro-Spark Deposited Carbide-Ceramic Coatings Modified by Laser Beam", Physics Procedia, 5, 417-423.

[7] Korkmaz K., Bakan H. İ., (2009), "Process and properties of TiC0.7N0.3-based cermet coating deposition on steel by electrospark deposition technique", Kovove Mater, 48, 153-158.

[8] Johnson R. N., (2010), "Alternative Coatings for Wear and Corrosion: The Electrospark Deposition Process", Pasific North west National Laboratory, Richland.

[9] Final Report, (2006), "Electrospark Deposition for Depot and Field-Level Component Repair and Replacement of Hard Chromium Plating",U.S. DEPARTMENT OF DEFENSE Environmental Security Technology Certification Program (ESTCP).

[10] Peterkin S., (2016), "Electro-Spark Deposition Machine Design, Physical Controls and Parameter Effects", Yüksek Lisans Tezi, University of Waterloo, Ontaria.

[11] Alio hazraei M., Rouhaghdam A.S., (2011), "Fabrication of Nano structuresby Plasma Electrolysis", WileyVch.

[12] Dong H., (2010), "Surface Engineering of LightAlloys", Woodhead Publishing.

[13] Simchen F., Sieber M., Koop A., Lampke T., (2020), "Introduction to Plasma Electrolytic Oxidation An Overview of the Process and Applications", MDPI, 10, 628-447.

[14] Walsch F.C., Low C. T. J., Wood R.J.K., Stevens K.T., Archer J., Poeton A.R., Ryder A., "Plasma electrolytic oxidation (PEO) for production of anodised coatings on light weight metal (Al, Mg, Ti) alloys", Transactions of the Institute of Metal Finishing, 87, 122-135.

[15] Gündüz K. Ö., (2017), "Alaşım Elementlerinin Magnezyumun Plazma Elektrolitik Oksidasyon Davranışına Olan Etkisi", Doktora Tezi, Gebze Teknik Üniversitesi, Kocaeli.

[16] Başoğlu Y. Şimşek M. Durak E. Malayoğlu U., (2014), "Mikro Ark Oksidasyon Tekniğinin Alüminyum Esaslı Malzemelere Uygulanması", Soma MYO Teknik Bilimler Dergisi, 19, 7-20.

[17] Sobrinho P.H.,Savguira Y., Thorpe S.J., (2017), "Statistical analysis of the voltage-time response produced during PEO coating of AZ31B magnesium alloy", Elsevier, 315, 530-545.

[18] Çakmak E., Tekin K.C., Malayoğlu U., Shrestha S., (2010), "The effect of substrate composition on the electrochemical and mechanical properties of PEO coatings on Mg alloys", Surface&Coatings Technology, 204, 1305-1313.

[19] Durdu S., Aktuğ S.L., Korkmaz K.,(2013), "Characterization and mechanical properties of the duplex coatings produced on steel by electro-spark deposition and micro-arc oxidation", Surface&Coatings Technology, 236, 303-308.

[20] Darband G.B., Aliofkhazrei M., Hamghalam P., Valizade N., "Plasma electrolytic oxidation of magnesium and its alloys: Mechanism, properties and applications", Journal of Magnesium and Alloys, 5, 74-132.

[21] Vatan H.N., Adabi M., (2017), "Investigation of wear and corrosion resistance of nano composite coating formed on AZ31B Mg alloy by plasma electrolytic oxidation", The International Journal of Surface Engineering and Coatings, 95, 308-313.

[22] Korkmaz K., Çakır A., (2017), "Mikro-ark oksidasyon yöntemi ile oksitlenen 2017A alüminyumun erozyon-korozyon direncinin incelenmesi", Pamukkale Üniversitesi Müh Bilim Dergisi, 13, 979-983.

[23] Ribalko A.V., Şahin O., Korkmaz K., (2009), "A modified electrospark alloying method for low surface roughness", Surface Coatings Technology, 203, 3509-3515.

[24] Simchen F., Sieber M., Lampke T., (2017), "Electrolyte influence on ignition of plasma electrolytic oxidation processes on light metals", Surface Coatings Technology, 315, 205-213.

[25] Durdu S.,(2010), “Saf Magnezyumun Mikro ark Oksidasyon Yöntemiyle Yüzey Modifikasyonu”, Yüksek lisans tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Kocaeli.

[26] Shenglin W., Peng Z., Yunhuic D., Yujie W., Zhiqiang H., (2014), “Quick Surface Treatment of AZ31B by AC Micro-arc Oxidation”, Journal of Wuhan University of Technology- Mater Sci. Ed., 10, 773-779.

[27] Wei B., Cheng Y., Liu Y., Zhu Z., Cheng Y., (2020), “Corrosion and Wear Resistance of AZ31 Mg Alloy Treated by Duplex Process of Magnetron Sputtering and Plasma Electrolytic Oxidation”, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2287-2306.

[28] Şimşek M.,(2014), “Mikro ark Oksidasyon ile Al_2O_3 Kaplanmış AA7075 Alaşımının Kuru ve Yağlı Şartlarda Sürtünme ve Aşınma Davranışlarının İncelenmesi”, Doktora tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Isparta.

[29] Wu W., Wang W, Lin H., “A Study on corrosion behavior of micro-arc oxidation coatings doped with 2-aminobenzimidazole loaded halloy site nano tubes on AZ31B Magnesium Alloys”, Surface&Coatings Technology, 127116.

[30] Polat A.,(2009), “2017A, 6061 ve 7039 Alüminyum Alaşımlarının Mikro ark Oksidasyon Yüzey Kaplama Yöntemi ile Sert Seramik Kaplanması”, Doktora tezi, Kocaeli Üniversitesi, Kocaeli.

ÖZGEÇMİŞ

Burak ÖZEN 2011 yılında başladığı Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünü 2016 yılında tamamlamıştır. 2017 yılında yüksek lisans eğitimine Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında başladı.