İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SAF TİTANYUM MALZEME YÜZEYİNDE TİTANYUM ALUMİNYUM İNTERMETALİK TABAKASININ OLUŞTURULMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mustafa Safa YILMAZ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

AĞUSTOS 2012

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SAF TİTANYUM MALZEME YÜZEYİNDE TİTANYUM ALUMİNYUM İNTERMETALİK TABAKASININ OLUŞTURULMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mustafa Safa YILMAZ
506101441

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Eyüp Sabri KAYALI
Eş Danışman: Yrd. Doç. Dr. Erdem ATAR

AĞUSTOS 2012

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506101441 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Mustafa Safa YILMAZ**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı **"SAF TİTANYUM MALZEME YÜZEYİNDE TİTANYUM ALÜMİNYUM İNTERMETALİK TABAKASININ OLUŞTURULMASI"** başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmustur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Eyüp Sabri KAYALI**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Eş Danışman : **Yrd. Doç. Dr. Erdem ATAR**
Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENOĞLU**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Sakin ZEYTİN
Sakarya Üniversitesi

Prof. Dr. Lütfü ÖVEÇOĞLU
İstanbul Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : **3 Haziran 2012**
Savunma Tarihi : **29 Ağustos 2012**

ÖNSÖZ

Yüksek lisans tez çalışmam boyunca tez yönetimimi üstlenen, fikir, bilgi ve deneyimlerinden çalışmamın her aşamasında yararlandığım, her zaman desteğini gördüğüm değerli hocamlarım Prof. Dr. E. Sabri KAYALI ve Yrd. Doç. Dr. Erdem Atar'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Çalışmalarım sırasında yardım ve desteklerini esirgemeyen, görüş ve önerilerinden faydalandığım değerli hocalarım Prof. Dr. Fevzi YILMAZ, Doç. Dr. Murat BAYDOĞAN ve Yrd. Doç. Dr. Kemal KORKMAZ' a içten teşekkürlerimi sunarım.

Deneylerdeki yardımları ve tezin oluşturulmasındaki önerileri için arkadaşlarım Arş.Gör. Onur MEYDANOĞLU, Arş.Gör. Faiz Muhaffel, Arş.Gör. Onur TAZEGÜL, Arş.Gör. Sezgin CENGİZ, Arş.Gör. Ali Emre GÜLEÇ, Arş.Gör. Yunus AZAKLI, Arş.Gör. Kerem Özgür GÜNDÜZ, Arş.Gör. Zafer Çağatay ÖTER, Yük. Müh. Aysun DEMİRTAŞ' a teşekkür ederim

Araştırma Görevlisi olarak çalıştığım Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü' ne Yüksek Lisans çalışmalarım esnasında sağladıkları destekten dolayı çok teşekkür ederim. SEM ve XRD çalışmalarımda yardımlarından dolayı Uzman Ahmet NAZIM ve Uzman Adem ŞEN' e teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca bana her zaman hem maddi hem manevi destek veren babam Mustafa Lütfi YILMAZ' a, her türlü fedakarlığı yapan bana her zaman sabır ve anlayış gösteren annem Melek YILMAZ' a, aynı şekilde desteklerini benden esirgemeyen ailemin diğer fertleri Betül YILMAZ, Muhammed Talha YILMAZ, Elif KOÇ ve Suat KOÇ' a tüm kalbimle teşekkür eder, ailemin en küçük üyesi Ahmet Berkay KOÇ' a sevgilerimi sunarım.

Ağustos 2012

Mustafa Safa YILMAZ
(Metalurji ve Malzeme Müh.)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ ..... **v**
İÇİNDEKİLER ..... **vii**
KISALTMALAR ..... **iix**
ÇİZELGE LİSTESİ ..... **xi**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **xiii**
ÖZET ..... **xvii**
SUMMARY ..... **xix**
1. GİRİŞ **1**
2. TİTANYUM **3**
2.1 Tarihçesi ve Önemi 3
2.2 Titanyumun Özellikleri 4
2.3 Cp - Titanyum 9
2.4 Titanyum ve Alaşımlarının Kullanım Alanları 10
3. ALÜMİNYUM **13**
3.1 Tarihçesi ve Önemi 13
3.2 Özellikleri 13
3.3 Kullanım Alanları 14
4. TİTANYUM ALÜMİNYUM BİLEŞİKLERİ **17**
4.1 α-2 Alaşımları 22
4.2 γ Alaşımları 24
5. ELEKTRO-SPARK BİRİKTİRME PROSESİ **27**
5.1 Elektro-Spark Biriktirme (ESD) Prosesinin Tarihi ve Uygulamaları 27
5.2 Elektro-Spark Biriktirme (ESD) Yöntemindeki Amaç ve Kullanım Alanları . 30
5.3 Yöntemin Avantajları ve Dezavantajları 33
5.4 Elektro-Spark Biriktirme (ESD) Yöntemi ile Kaplama 34
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR **37**
6.1 Elektro - Spark Biriktirme İşlemi 42
6.2 Kütle Transferi İncelemeleri 43
6.3 Kaplama Karekterizasyon İşlemler 43
6.3.1 Yüzey pürüzlülükleri incelemeleri 43
6.3.2 X Işınları difraksiyon analizleri (XRD) 44
6.3.3 Kaplama kalınlığı ölçümü 44
6.3.4 Yüzey morfolojisi incelemeri (SEM) 44
6.3.5 Yüzeyden elemental yapı analizi (EDS) 44
6.3.6 Kesitten elemental yapı analizi (EDS) 44
6.3.7 Kesitten sertlik çalışmaları 45
6.3.8 Kesitten SEM çalışmaları 45
6.3.9 Rockwell-C testi 45
7. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME **47**
7.1 Kütle Transferi Ölçümleri 47

7.2 Pürüzlülük Ölçümü 50
7.3 XRD Çalışmaları 55
7.4 Kaplama Kalınlığı Ölçümleri 58
7.5 Yüzey Morfolojisi (SEM) Analizleri 60
7.6 Yüzeyden Elemantal Yapı Analizi (EDS) 61
7.7 Kaplamaların Kesitten Elemental Yapı Analizleri (EDS) 62
7.8 Kaplamaların Kesitten Sertlik Çalışmaları 66
7.9 Kaplamaların Kesit SEM İncelemeleri 67
7.10 Rockwell - C Testi 72
8. SONUÇ VE ÖNERİLER 77
KAYNAKLAR 81
EKLER 85
ÖZGEÇMİŞ 105

KISALTMALAR

ESD	**:** Elektro spark biriktirme (Electro-Spark Deposition)
Cp-Ti	**:** Ticari saflıkta titanyum (Commercially Pure Titanium)
$TiCl_4$	**:** Titanyum tetra klorürün
HSP	**:** Hekzagonal sıkı paket
HMK	**:** Hacim Merkezli Kübik
YMK	**:** Yüzey Merkezli Kübik
HAZ	**:** Isıya maruz kalmış bölge (Heat Affected Zone)
IEG	**:** Elektrotlar arasında spark discharge ın oluştuğu boşluk (Inter Electrode Gap)
Ra	**:** Pürüzlülük değeri (Roughness,)
A	**:** Akım şiddeti birimi, (Amper)
µs	**:** Zaman birimi, (mikrosaniye)
s	**:** Zaman birimi, (saniye)
mm	**:** milimetre
µm	**:** Uzunluk birimi, (mikrometre)
RC	**:** Rezistans ve kapasitans içeren devre (Resistance-Capacitance)
R	**:** Elektrik devresindeki direnç
C	**:** Elektrik devresindeki kapasitans
U	**:** Elektrik devresindeki gerilim
XRD	**:** X-ray Difraktometre
SEM	**:** Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope)
EDS	**:**Enerji Dağılım Spektrometresi (Energy Dispersive Spectroscopy-Elemental Yapı Analizi)
N	**:** Newton
mN	: MiliNewton
HV	**:** Vickers sertlik
J	**:** Enerji birimi, (Joule)
Hz	**:** Frekans birimi, (Hertz)
AISI	**:** Amerikan Standartı, (The American Iron and Steel Institute)
HSS	**:** Yüksek hız çelikleri, (High speed steel)
HCl	**:** Hidroklorik asit
CrC	**:** Kromkarbür
H_2S	**:** Hidrojen sülfür
TiO_2	**:** Titanyum dioksit
Ti_2O_3	**:** Titanseskioksit
TiO	**:** Titanyumoksit
WC	**:** Volfram karbür
TiC	**:** Titanyum karbür
SiC	**:** Silisyum karbür
HA	**:** Hidroksi apatit

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Elemental titanyumun özellikleri 4
Çizelge 2.2 : Titanyumun diğer metallerle karşılaştırmalı bazı özellikleri 5
Çizelge 2.3 : Titanyumun alaşım elementleri ve titanyumun yapısına etkileri 7
Çizelge 2.4 : Ticari saflıktaki titanyum malzemelerin genel özellikleri 10
Çizelge 3.1 : Alüminyumun bazı özelliklerinin diğer metallerle karşılaştırılması. ... 14
Çizelge 3.2 : Alüminyum alaşımları ve kullanım alanları 15
Çizelge 4.1 : Al-Ti bileşiklerinin kompozisyonları ve uzay grupları tablosu. 20
Çizelge 4.2 : Titanyum alüminatlar ve Ti esaslı konvansyonel alaşımların bazı özelliklerinin karşılaştırılması 21
Çizelge 4.3 : Farklı mikroyapıya sahip α-2 Ti_3Al alaşımlarının özellikleri 23
Çizelge 5.1 : Kaplama karakteristiği için kullanılan malzemeler 32
Çizelge 5.2 : ESD prosesinde kullanılabilen altlık malzemeler 32
Çizelge 6.1 : Kullanılan malzemelerin sertlikleri. 39
Çizelge 6.2 : Çalışmalarda kullanılan işlem parametreleri. 41
Çizelge 6.3 : Sabit tutulan Parametreler 42
Çizelge 6.4 : Kullanılan cihazın teknik özellikleri. 43
Çizelge 7.1 : 50 mikrosaniyelik prosesteki % verimlik değerleri. 50
Çizelge 7.2 : 100 mikrosaniyelik prosesteki % verimlikik değerleri. 50
Çizelge 7.3 : Yapılan kaplamalardaki yüzey pürüzlülüğü değerleri (Ra, μm) ve standart sapmaları. 51
Çizelge 7.4 : 12 adet numuneye yapılan X-RAY analiz sonuçları. 55
Çizelge 7.5 : A1 numunesinin seçilen bölgelerindeki EDS analiz sonuçları. 61
Çizelge 7.6 : A1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları. 63
Çizelge 7.7 :C1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları. 65
Çizelge C.1: Kalınlık ölçümü değerleri, ortalamaları ve standart sapmaları. 90
Çizelge E.1 : B1 numunesinin seçilen bölgelerindeki EDS analiz sonuçları. 92
Çizelge E.2 : C1 numunesinin seçilen bölgelerindeki EDS analiz sonuçları. 93
Çizelge E.3 : E1 numunesinin seçilen bölgelerindeki EDS analiz sonuçları. 94
Çizelge F.1 : B1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları. 95
Çizelge F.2 : D1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları. 97
Çizelge F.3 : E1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları. 98
Çizelge F.4 : F1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları. 100
Çizelge G.1 : Enine kesitten ölçülen sertlik değerleri 101
Çizelge H.1 : Yapılan kaplamaların yüzeyden alınan sertlik değerleri 104

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Ti-Sn, Ti-Al, Ti-Mo ve Ti-Mn için faz diagramları 6
Şekil 2.2 : Titanyum alaşımlarının özelliklerine mikroyapının ve alaşım elementinin etkisi 8
Şekil 4.1 : Titanyum alüminatların kristal yapıları;(a):(TiAl)-$L1_0$, (b):(Ti_3Al)-$D0_{19}$ 18
Şekil 4.2 : Uçak motorunda kullanılan malzeme karışımları. 18
Şekil 4.3 : Ti-Al faz diagramı 19
Şekil 4.4 : Ti-Al faz diagramı 19
Şekil 4.5 : Konvansiyonel Titanyum alaşımları ve Titanyum alüminatların sürünme davranışlarının karşılaştırılması 20
Şekil 4.6 : Ti_3Al alaşımının kristal yapısı; (a) DO_{19} hekzagonal süperlatis yapısı, latis sabitleri c=0,42 nm ve a=0,577 nm, (b) Yapıdaki kayma düzlemleri ve vektörleri 22
Şekil 4.7 : γ-TiAl alaşımlarının kristal yapısı, (a) Düzenli Yüzey Merkezli Tetragonal ($L1_0$) TiAl yapısı, (b) <111> düzleminde dislokasyonların muhtemel hareketi 24
Şekil 4.8 : İkili γ-Ti alaşımlardaki alüminyum ilavesinin sertlik üzerindeki etkisi, 1000 ^{0}C ' de 25
Şekil 4.9 : γ-TiAl alaşımlarında akma mukavemeti ve çekme uzamasının sıcaklık ile değişimi. 26
Şekil 5.1 : ESD ile çatlak parça tamiratı 30
Şekil 5.2 : En basit haliyle Elektro-Spark Biriktirme (ESD) prosesi 35
Şekil 5.3 : ESD de kullanılan basit bir RC devresi 35
Şekil 5.4 : Basit bir ESD ünitesi; titreşimli bir elektrod tutucu, osiloskop ve bir pulse jeneratörü şematik gösterimi 36
Şekil 5.5 : Spark ile malzemde oluşturulan krater boşluğu 36
Şekil 6.1 : Çubuk halden kaplamaya hazır hale getirilen numune ve kaplanmış numune görüntüleri. 38
Şekil 6.2 : Alüminyum elektrodun elemental analizi. 38
Şekil 6.3 : Cp-Ti altlık malzemenin elemental analizi. 38
Şekil 6.4 : Kullanılan aluminyum elektrod. 40
Şekil 6.5 : Elektro-Spark Biriktirme (ESD) cihazı. 42
Şekil 6.6 :Rockwell C indentasyon testinde kaplama yüzeyinde oluşabilecek hasar türlerinin şematik gösterimi 46
Şekil 7.1 : A3, B3, C3 numunelerindeki ve işlem elektrodundaki her 60 saniyelik kaplama sonrasında oluşan kütle değişimleri grafiği. 47
Şekil 7.2 : D3, E3, F3 numunelerindeki ve işlem elektrodundaki her 60 saniyelik kaplama sonrasında oluşan kütle değişimleri grafiği. 48
Şekil 7.3 : A3, B3, C3, D3, E3, F3 numunelerinin ve işlem elektrodunun kaplama öncesi ve sonrasındaki kütlelerinde oluşan toplam değişim değerleri. ... 49
Şekil 7.4 : A1, A2, A3, B1, B2, B3, C1, C2, C3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri. 52

Şekil 7.5 : D1, D2, D3, E1, E2, E3, F1, F2, F3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri. 52
Şekil 7.6 : A1,A2,A3,D1,D2 ve D3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri 54
Şekil 7.7 : A1,B1,C1 numunelerinin XRD analizi sonucu. 57
Şekil 7.8 : D1, E1, F1 numunelerininXRD analizi sonucu. 57
Şekil 7.9 : Gamma titanyum intermetalik malzemenin yüksek sıcaklıkta ve atmosfer ortamında bekletilmesi esnasında yüzeyde gelişen değişimler 58
Şekil 7.10 : Numunelerin kaplama kalınlıkları ve standart sapma değerleri. 59
Şekil 7.11 : A1 numunesinin 1000X büyütmeli (a) ve 2000X büyütmeli (b,c) yüzeyden SEM görüntüleri. 60
Şekil 7.12 : A1 numunesinde elemental yapı analizi çalışması yapılan bölgeler. 61
Şekil 7.13 : A1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler. 62
Şekil 7.14 : A1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu. 64
Şekil 7.15 : C1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler. 64
Şekil 7.16 : C1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu. 65
Şekil 7.17 : Enine kesit sertlik çalışmasındaki hedeflenen ve elde edilen izler. 66
Şekil 7.18 : Enine kesitten ölçülen sertlik değerleri. 66
Şekil 7.19 : TiAl intermetalik sertliğine alüminyum oranının etkisi 67
Şekil 7.20 : A1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü. 68
Şekil 7.21 : B1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü. 68
Şekil 7.22 : C1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü. 69
Şekil 7.23 : D1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü. 69
Şekil 7.24 : E1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü. 70
Şekil 7.25 : F1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü. 70
Şekil 7.26 : A1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü. 73
Şekil 7.27 : B1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü. 73
Şekil 7.28 : C1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü. 73
Şekil 7.29 : D1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü. 74
Şekil 7.30 : E1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü. 74
Şekil 7.31 : F1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü. 74
Şekil A.1 : B1,B2,B3,E1,E2 ve E3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri. 86
Şekil A.2 : C1,C2,C3,F1,F2 ve F3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri. 86
Şekil B.1 : A2 ve A3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları. 87
Şekil B.2 : B2 ve B3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları. 87
Şekil B.3 : C2 ve C3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları. 88
Şekil B.4 : D2 ve D3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları. 88
Şekil B.5 : E2 ve E3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları. 89
Şekil B.6 : F2 ve F3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları. 89
Şekil D.1 : B1, C1, D1, E1, F1 (yukardan aşağı sıra ile) numunelerinin 1000x, 2000x (sağdan sola sıra ile) büyütmeli yüzey SEM görüntüleri. 91
Şekil E.1 : B1 numunesinde elemental yapı analizi çalışması yapılan bölgeler. 92
Şekil E.2 : C1 numunesinde elemental yapı analizi çalışması yapılan bölgeler. 93
Şekil E.3 : E1 numunesinde elemental yapı analizi çalışması yapılan bölgeler. 94
Şekil F.1: B1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler. 95
Şekil F.2 : B1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu. 96

Şekil F.3 : D1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler. 96
Şekil F.4 : D1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu. 97
Şekil F.5 : E1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler. 98
Şekil F.6 : E1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu. 99
Şekil F.7 : F1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler. 99
Şekil F.8 : F1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu. 100
Şekil H.1 : A1, B1 ve C1 numunelerinin farklı yükler ile yüzeyden ölçülen sertlik değerleri. 103
Şekil H.2 : D1, E1 ve F1 numunelerinin farklı yükler ile yüzeyden ölçülen sertlik değerleri. 103

SAF TİTANYUM MALZEME YÜZEYİNDE TİTANYUM ALUMİNYUM İNTERMETALİK TABAKASININ OLUŞTURULMASI

ÖZET

Titanyum ve titanyum alaşımları üstün korozyon direnci, düşük yoğunluk, düşük elastik modülü, biouyumluluk ve yüksek mukavemet gibi özelliklerinin iyi bir kombinasyonuna sahiptir. Bu özellikler son zamanlarda titanyuma olan ilginin artmasını ve bu malzeme üzerinde çalışmaların hızlanmasını sağlamıştır. Birçok alanda diğer metallerden daha yüksek karakteristik özelliklere sahip olan titanyum, zayıf ve yetersiz yüzey özellikleri sergilemektedir.

Titanyum malzemelerin yüzeyleri sürtünmenin olduğu kullanımlarda problem oluşturmaktadır. Yüksek sürtünme katsayısına sahip yüzeylere karşı adhesif aşınma gösteren titanyumun yüzey özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla bu çalışmaya başlanmıştır. Yüzey karakteristiğini geliştirme yöntemlerinden biri olan Elektro Spark Biriktirme prosesi kullanılmıştır. Bu proseste altlık malzeme ile elektrod arasında mikro alaşımlama prensibine dayalı bir kaplama yöntemi uygulanmıştır. Bu doğrultuda malzeme yüzeyinde titanyum alüminyum intermetalik fazı elde edilmeye çalışılmıştır.

Bu yüksek lisans tezinde ticari saflıktaki titanyum malzemenin yüzey özelliklerinin geliştirilmesi için ve geleneksel bir yöntem olan Elektro Spark Biriktirme (ESD, Electro Spark Deposition) prosesi kaplama yöntemi olarak seçilmiştir. Deneysel çalışmalarda altlık malzeme olarak ticari saflıktaki titanyum (Kalite 2, Cp-Ti Grade2) numuneler, elektrod olarak da ticari saflıktaki alüminyum çubuk kullanılmıştır. Numuneler üzerinde daha kaliteli kaplama tabakası elde etmek amacıyla Elektro Spark Biriktirme (ESD) prosesinin parametreleri incelenmiş ve prosesin daha efektif kullanılması için gerekli şartlar araştırılmıştır.

Yapılan ön deneyler sonucunda saf titanyum malzemenin yüzey özelliklerinin geliştirilebileceği düşünülmüş ve detaylı çalışmalar başlatılmıştır.

EDS prosesinde kullanılacak parametrelerin belirlenmesi aşamasında hem cihazın teknik yeterlilikleri hemde kullanılan malzemelerin prosese uyumu konuları gözönünde bulundurulmuştur. Bu doğrultuda proseste kullanılan teknolojik parametreleri; akım şiddeti: 100-300-500 Amper, pulse süreleri: 50-100 µs, olarak seçilmiştir. Belirlenen parametreler ile 1, 2 ve 3 paso kaplamalar yapılması kararlaştırılmıştır. ESD cihazında birçok parametrenin değiştirilmesi mümkündür fakat çalışmanın sonuçlarına önemli bir etkisi olmadığı düşünülen parametrelerin sabit bir değerde tutulmasına karar verilmiştir. Bu amaçla cihazda sabit tutulan parametreler ; kullanılan yük: 2000 mC, her bir kaplama tabakası için harcanan süre: 60 saniye, kullanılan pulse ların şekli: kare ve elektrod tutucu tabancanın titreşim hızı sabit tutulmuştur.

Farklı teknolojik parametrelerle saf titanyum malzeme yüzeyine yapılan kaplamanın karakteristik özelliklerindeki değişimlerin incelenmesi için deneysel çalışmalar yapılmıştır.

Titanyum malzemenin yüzeyine yapılan kaplamaların karakterizasyon araştırmaları kapsamında; yüzey pürüzlülük deneyleri, elde edilen kaplamaların kalınlığı ölçümleri, yüzeyden ve kesitten elemental mikroyapı incelemeleri, X ışınları difraksiyon analizleri (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yüzey morfolojisi ve enine kesit incelemeleri, yüzeyden ve enine kesitten mikro sertlik testleri, yapışma mukavemeti için Rockwell C testi, ESD prosesinde gerçekleşen kütle transferleri analizleri çalışmaları yapılmıştır.

Yapılan deneysel çalışmalar neticesinde tezin amacı olan saf titanyum malzemenin yüzeyinde titanyum-alüminyum intermetaliği oluşturulmuştur. Numunelerin yüzeyinde elde edilmesi amaçlanan intermetalikler (TiAl ve Ti_3Al) haricinde $TiAl_3$, AlTi-O_2, $Al_{11}Ti_5$, TiN fazları da gözlemlenmiştir. Numunelerin yüzeyleri kaplama sayısı arttıkça daha az pürüzlülük sergilemiştir. Yüzeyden alınan sertlik değerlerinde parametrelere bağlı olarak büyük bir farklılık görülmemiştir. Enine sertlik çalışmalarında kaplamadan altlık malzemeye doğru sertliği azalan grafikler görülmüştür. Uygullanan amperin artışı (100, 300, 500 amper) ve uygulama süresindeki (50, 100 µs) artış kaplama kalınlığında artış sağlamıştır. Kaplamanın kesitinden ve yüzeyinden elemental yapı analizi (EDS) çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Son olarak da kaplamanın yapışma karakterini incelemek için yapılan Rockwell C testi kaplamanın iyi yapışma sergilediğini göstermiştir.

Tezin son kısmında deneysel sonuçların detaylı irdelenmesi ve yapılan çalışmanın titanyum yüzeyinde ne gibi karakteristik iyileştirmeleri gerçekleştirdiğinden bahsedilmiştir. Kaplamadaki eksikliklerden ve kullanılan ESD cihazındaki yetersizliklerin sebepleri ile birlikte tartışılmış ve bunların giderilmesi için önerilerde bulunulmuştur.

TO CONSTITUTE A TITANIUM ALUMINIUM INTERMETALLIC LAYER ON THE SURFACE OF PURE TITANIUM

SUMMARY

The aim of this master thesis is to improve the surface properties of commercially pure titanium (Cp - Ti) (Grade 2) by applying of coating with one of the traditional coating methods, Electro Spark Deposition (ESD).

Titanium and its alloys have such properties like, high corrosion resistance, low density, low elastic modulus, biocompability and high strength. Due to its suitability in aerospace, medical and dental applications, the interests and studies on titanium and its alloys have increased. Although, titanium and its alloys show better mechanical and chemical properties comparing to some other metals, they have weakness when used in frictional applications.

Commercially pure titanium substrates and commercially pure aluminum rods were used in this study. Parameters of Electro Spark Deposition process were investigated experimentally and literarily, in order to form a better coating layer on the substrates.

Pulses with 100-300-500 A current intensity, 50-100 µs duration and 100 µs pause duration between two pulses were chosen as electro spark deposition parameters. Although many parameters are changeable in this process, some of them were kept constant since it was thought that these parameters had no effect on results of this work. Accordingly, electrical charge of 2000 mC, coating duration of 60 s per pass, rectangle pulse patterns and vibration frequency of the electrode holder were kept constant.

1,2 and 3 passed experimental studies were carried out to see the influence of process parameters on the mass transfer, coating phases and surface properties of coatings. After definition of process parameters, experimental studies were conducted and completed. Then, mechanical, chemical and micro structural investigations of coated samples were made.

In the preliminary tests, titanium-aluminum intermetallic phase was formed on the surface of the substrates. After obtaining the intermetallic phase on the surfaces, which was also the aim of this study, characteristics of the coatings were investigated.

As characterizations of the coated samples; surface roughness analysis with profilometer, cross-sectional microstructure analysis and investigation of surface morphology through Scanning Electron Microscope (SEM), coating thickness measurements via SEM images, phase composition of the coatings via X-Ray diffraction (XRD) analysis, EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) analysis, micro hardness investigations both from surface and cross-section with micro hardness tester, Rockwell C test for adhesion properties.

200 Metler Toledo Precision Balance, which has 0,001 mg sensitivity, was used for calculating the mass transformation. After calculation, it was detected that there was increasing in the mass transfer due to increase of ampere and pulse duration.

In the present research, the surface roughness measurement was performed by using, Perthometer S8P (Perthen-Mahr, Göttingen, Germany) optical profilometer. Roughness values was found as between 3,2 - 7,8 µm. Roughness values were decreased slightly when the number of passes were increased. By the increaseing with the pulse duration and pulse ampere, roughness of the surface were inceared as well.

Rockwell C test (150 kg loading) was used to analyze the adhesion properties of the coatings. In this method we analyzed the cracks and the breaks of coatings. As a result of the tests, it was observed that the adhesion of the coatings had in HF-2 level of the Rockwell C indentation standart for adhesion.

Identification of the phases was performed by using a Philips PW 3710 type X-ray diffractometer. X-ray diffraction (XRD) analyses were conducted by using Cu Kα radiation with an incident beam angle of 1^o. Diffraction angle was between 20-90^o, with a step increment of 0.02^o and account time of 1s. In consequence of analysis conducted, there were found TiAl, Ti_3Al, $TiAl_3$, AlTi-O_2, $Al_{11}Ti_5$, Al_2O_3 and TiN phases in the coatings. It was come out that TiAl and Ti_3Al intermetallic phases were shown in all one passed coating specimens. The increasing number of coating passes resulted in transformation of phases into aluminum reach ones phases such as $TiAl_3$ and $Al_{11}Ti_5$. TiN phase was also seen in all coatings.

Microstructures of the composites were investigated by computer equipped Jeol JSM 7000F type field emission Scanning Electron microscopy (SEM) equipped with energy dispersive spectroscopy (EDS). Pictures were taken from surface and cross sectional areas through SEM. By the help with these pictures, the analysis of EDS area and EDS lines were made. The findings of these analysis were supported the result of XRD.

The pictures from SEM were also used to measure the coating thicknesses. The measurement was made by taking 6 values from each specimens. After averaging the measurement values, the coating thickness was found out as between 15 – 25 µm. It was also detected that there were an increase on the coating thickness as a result of increasing in pulse duration and pulse amplitude.

Cross sectional pictures of coatings showed that there were rather homogeneous mixture of coating layers on specimens which were produced under 100 ampere currency. On the other hand, there were heterogeneous mixture of coating layers on specimens which were produced under 300-500 ampere currency.

Additionally, it was shown that there were not only some cracks and some splashing in the surface image of coating, but also some cracks in the cross-sectional image of coatings. These findings were evaluated as the nature of the process.

Cross-sectional hardness tests were carried out with a Vickers V-F 34 pyramid indenter, using a CSM micro-hardness tester. During tests, load–indentation depth–time data were recorded. Hardness measurements were performed under 5 gr load

and was applied to the samples with a 2s pause between loading and unloading parts. The hardness values were taken as the average of a minimum of 6 measurements. As a result of analysis, on the surface of the coatings, it was measured that hardness is averaged 1800 VHN. The value of hardness in the solid solution was as around 800 VHN.

During hardness works on the surface of specimens 50, 100, 200, 500 and 1000 gram loads were used. Before hardness tests, all specimens were sandpapered for a short period due to prevent of rough surface effect. The hardness measurement were varied between 350-550 Vickers according to increasing the test load.

SEM analysis showed micro cracks lying throughout the coating from surface to interface. Variations on process parameters were found to cause no significant changes on amount and size of these cracks. These cracks are thought to be the result of cooling rate and thermal expansion coefficient differences.

Compensation of technical shortages of the EDS equipment can provide coatings with a better surface quality and interface (coating-substrate) characteristics, and opportunities such as faster and more efficient production. Study on electrical equipment (voltage, capacitance, ampere, inductance, pulse intensity and duration), working medium (gas medium, temperature), electrode material (composition, density, shape, travelling speed, contact intensity) and substrate material (material choice, surface preparation, cleaning, temperature, shape) of equipment can be carried out [23].

Cracks forming in the structure of coatings are thought to be the paramount deficiency of the process. These cracks are seen in all studies carried on using these material couples. Certain treatments can be suggested before and after coating process to prevent crack formation. These treatments can include heating of the substrate material before coating process and, controlled cooling and repairing cracks by laser melting treatment after coating process.

In the final part of this thesis, experimental findings were discussed in a detailed way. The way of improvement of surface characteristics of titanium were also argued. It was analyzed the efficiency of the parameters and was discussed about the optimum parameters The lack of structural integrity (cracks, heterogeuos mixture layers, etc) in coatings and low performance of ESD equipment were detailed.

1. GİRİŞ

Titanyum kullanımı son 60 yılda hızla artmış ve kullanım miktarı olarak alüminyum, demir ve magnezyumdan sonra dördüncü sırayı almıştır. Titanyum 4,51 g/cm^3 gibi düşük yoğunluğa, 1660 ^{0}C gibi yüksek ergime sıcaklığına sahiptir [1].

Titanyum ve titanyum alaşımları düşük ağırlıklı olmalarının yanı sıra yüksek mukavemet ve korozyon direnci özelliklerine sahip olması ile mühendislikte çok sık kullanılan bir malzemedir. Uçak ve uzay endüstrisi ile başlayan titanyum kullanımı, üstün özelliklerinin keşfi ile birçok alanda tercih edilmeye başlamıştır. Uçak sanayinde kullanım sebebi hafifliği ve yüksek mukavemetliliği iken korozyona karşı gösterdiği yüksek direnç ile kimya endüstrisinde ve denizcilik uygulamalarında vazgeçilmez bir malzeme olmuştur. Her üç özelliği ile de biyomedikal uygulamalarda kabul görmüş bir metaldir.

Titanyum, işletmelerin maliyetlerini azaltan birçok etkiye de sahiptir. Örneğin, titanyum ilavesi ile makine ağırlıkları azalmakta, uçaklar daha az yakıt harcamaktadır. Bununla birlikte titanyum yüzeyinde oluşan ince oksit tabakasının kimyasallara karşı korozyon direncine sahip olması petro kimya tesislerindeki bakım maliyetlerini düşürmektedir. Titanyum esaslı sistemlerdeki güvenilirliğin yanısıra malzeme açısından da yüksek performans ve uzun ömürlülük bu metalin tercihinde önemli rol oynamaktadır [2].

Titanyum ve alaşımlarının sergiledikleri bu üstün özelliklere karşın, kullanım alanlarında büyük problemler çıkartan zayıf karakteristik özellikleri de bulunmaktadır. Düşük aşınma direnci ve yüksek sürtünme katsayısı gibi yetersiz yüzey özellikleri nedeniyle hareketli temasın gerçekleştiği mühendislik uygulamalarında yetersiz kalmaktadır. Yapışmaya varan sürtünmeler sonucu oluşan aşınma alanlarında korozyon direncini sağlayan oksit tabakası bozulmakta ve malzeme kullanımını zorlaştırmaktadır. Titanyum ve alaşımlarının bu zayıf yüzey özelliklerini geliştirmek için yüzey modifikasyon yöntemlerine başvurulmuştur.

Yüzey karakteristiği geliştirme çalışmaları malzemenin kullanım alanına göre farklılık göstermektedir.

Bu tez çalışmasında her geçen gün öneminin daha da farkına varılan titanyum ve alaşımlarının yüzey özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda eski bir metod olan fakat malzeme yüzeyinde karakteristik iyileşmeler gerçekleştirebilen Elekro-Spark Biriktirme (ESD) yöntemi seçilmiştir. Atmosfere açık ortamda yapılan çalışmalarda saf aluminyum elektrod kullanılmış, altlık malzeme olarak ikinci kalitede Cp-Ti (Commercially Pure Titanium - Ticari saflıkta titanyum) seçilmiştir. Deneysel çalışmalar kısmında yapılan kaplamanın yüzey özellikleri incelenmiştir.

2. TİTANYUM

2.1 Tarihçesi ve Önemi

1791 yılında İngiliz mineral bilimcisi Wiiliam Gregor, Madagaskar'daki Manakara bölgesi yakınlarındaki Karakum denilen yerde çalıştığı sırada esasını belirleyemediği bir metal olan titanyum'u bulmuş ve Manakara şehrinin adından esinlenerek metale "Menakirit" ismini vermiştir. Dört yıl sonra Alman kimyacısı Martin Heinrich Klaproth yaptığı çalışmaya dayanarak bu metalin yeni bir metal olduğunu ispatlamış ve Yunan mitolojisinde toprağın ilk oğullarının isimleri olan "Titans"dan esinlenerek bu metale "Titanyum" ismini vermiştir [3].

Titanyumun oksijen ve azota olan yüksek afinitesi saf olarak elde edilmesini zorlaştırmaktadır. Bu problem 1938-1940 yıllarında Dr. Wilhelm Kroll'un geliştirdiği bir prosesle çözülmüştür. "Kroll" işlemi olarak adlandırılan proses, titanyum tetra klorürün ($TiCl_4$), koruyucu atmosferde magnezyum ile indirgenmesi esasına dayanmaktadır. Bu işlem sonucunda süngerimsi yapıda titanyum elde edildiği için metale "titanyum süngeri" ya da "sünger metali" denilmektedir [4].

ABD Maden Bürosu'nun Dr. Kroll'un çalışmalarına destek vermesi sonucunda titanyumun özellikleri keşfedilmiş ve ticari kurumların ilgisini çekmesi başarılmıştır. Titanyum endüstrisi 2. Dünya Savaşı'nın ardından oluşmaya başlamıştır. Titanyumun bu derece ilgi görmesi nedeni düşük yoğunluğu, korozyon direnci ve doğada çok bulunmasıdır [4].

Titanyumun ticari olarak uygulanabilir olması ABD Silahlı kuvvetlerinin ilgisini çekmiştir. Özellikle yüksek sıcaklıkta sahip olduğu dayanımı sayesinde askeri donanımlar için nikel ve kobalt içerikli alaşımlara alternatif olarak titanyum alaşımlarının araştırma ve geliştirme faaliyetlerine başlanmıştır [4].

Titanyumun ilk uygulamaya yönelik üretimi, 1952'de uçusunu yapan DC-7 tipi uçağın motor parçalarında olmuştur. Zaman içinde titanyum alaşımları; kompresör disklerinde, jet motorlarının pervane kanatlarında ve uçakların iskeletinde

kullanılmıştır. Bu uygulamalar sayesinde titanyum endüstrisi 1952-1957 yılları arasında hızlı bir gelişme göstermiştir [4].

1979 yılında, üretilen titanyumun %37'si askeri uçak uygulamalarında, %35'i ticari uçaklarda ve %28'i korozyona yönelik uygulamalarda kullanılmıştır. Boeing 747, A300 Airbus, Douglas DC-10 ve Lockheed L-1011 gibi uçakların motorlarındaki bazı parçalar yüksek özgül dayanıma sahip titanyum alaşımlarından üretilmiştir [4].

1995 yıllarında ABD'deki titanyum kullanımının %65'i uzay uygulamalarında, kalan %35'i ise kimya endüstrisi, denizcilik, ordu donatım, enerji santralleri ve tıp alanlarında kullanılmıştır. Uzay sanayindeki buluşların artışı ile titanyumun öneminin de 1995 yılı itibariyle arttığı görülmektedir [5].

2.2 Titanyumun Özellikleri

Periyodik cetvelde 4.periyod 4.grupta bulunan titanyumun atom numarası 22 ve atom ağırlığı 47,9 gramdır. Bir geçiş elementi olan titanyumun bazı karakteristik özellikleri Çizelge 2.1'de verilmiştir [6].

Çizelge 2.1 : Elemental titanyumun özellikleri [6].

Sembol	Ti
Atom Numarası	22
Atom Ağırlığı (gr)	47,9
Yoğunluk (g/cm^3)	4,51
Ergime Noktası (^0C)	1812
Kaynama Noktası (^0C)	3130

Titanyum en hafif ağır metal olmasına rağmen oldukça yüksek mukavemet değerlerine sahiptir. Çizelge 2.2'de titanyumun sık kullanılan diğer metallerle temel özelliklerinin karşılaştırılması verilmiştir.

Çizelge 2.2 : Titanyumun diğer metallerle karşılaştırmalı bazı özellikleri [6].

Özellikler	**Ti**	**Fe**	**Ni**	**Al**
Ergime Noktası (^{0}C)	1670	1538	1455	660
Kristal Yapı	HMK, HSP	YMK, HMK	YMK	YMK
Elastiklik Modülü	115	215	200	72
Yoğunluk (g/cm^3)	4,5	7,9	8,9	2,7
Korozyona Direnç	Çok yüksek	Düşük	Orta	Yüksek
Oksjenle Reaktiflik	Çok yüksek	Düşük	Düşük	Yüksek
Fiyat	Çok yüksek	Düşük	Yüksek	Orta

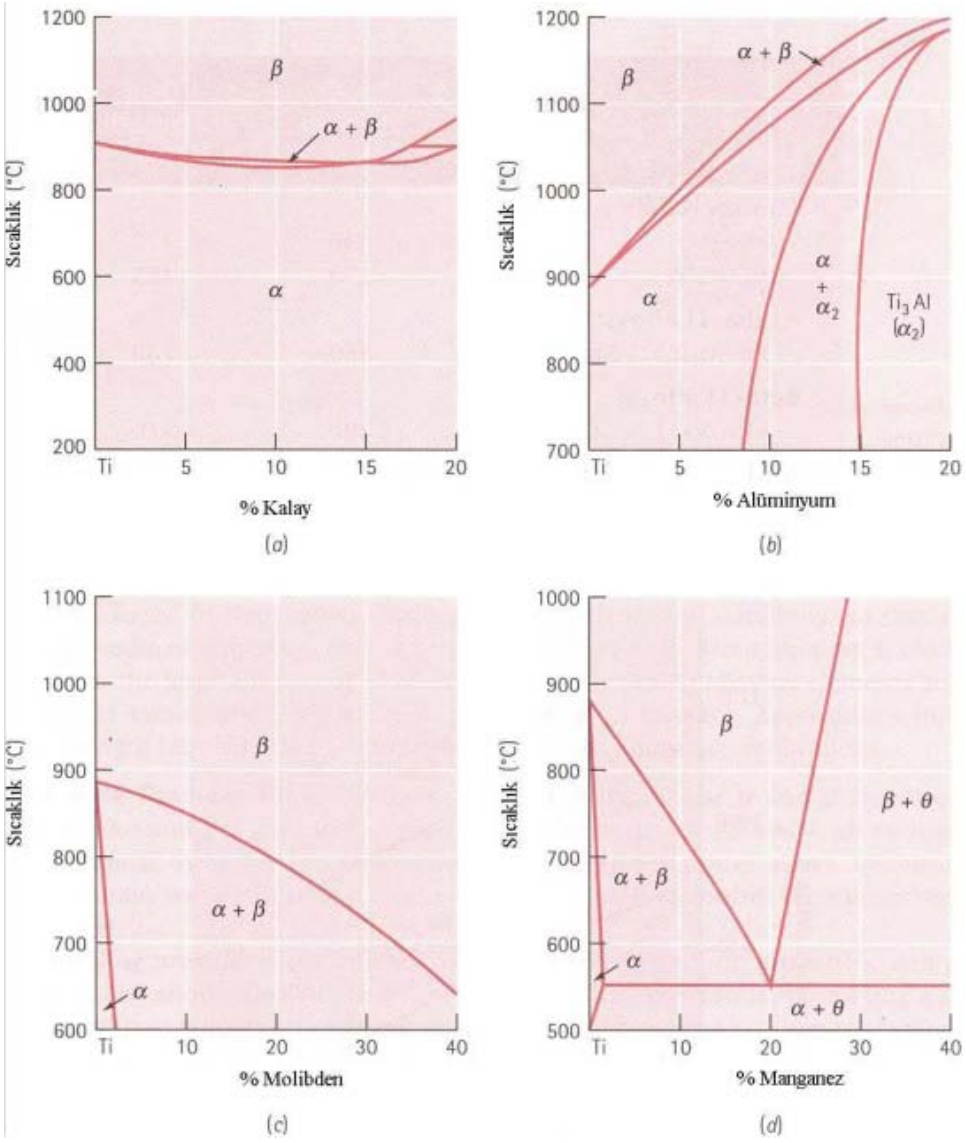
Titanyum ve alaşımlarının özgül mukavemet değerleri çeliklere kıyasla daha yüksektir. Yoğunluğu çeliğininin %55'i kadarken, aluminyumdan %60 oranında daha yoğun bir metaldir. Titanyumun mukavemetini arttırmak için Al ve V gibi alaşım elementi ilavesi yapılabilmektedir [6].

Titanyum ve alaşımları fiyatlarının yüksek olmasına rağmen hafiflikleri, yüksek spesifik mukavemetleri (mukavemet / yoğunluk), üstün korozyon direnci ve yüksek sıcaklıklarda gösterdikleri iyi performans nedenleriyle bazı özel uygulamalarda kullanılacak parçaların imalatında tercih edilen malzemelerdir [7].

Titanyum alaşımlarının korozyon direnci; kararlı ve sürekli koruyucu oksit filmlerinin metal yüzeyinde oluşmasından dolayıdır. Koruyucu TiO_2 filmi elektrokimyasal pasif bir film olup alaşımın matrisine saldırıda negatif iyonları yavaşlatarak malzemede korozyona karşı çok iyi direnç sağlar. Oksit film 535°C'den düşük sıcaklıklarda görülür, 535°C'nin üstündeki sıcaklıklarda koruyucu filmi parçalanır. Titanyum son derece reaktiftir ve oksijene karşı son derece yüksek afiniteye sahiptir. Hasar gören koruyucu filmin tekrar oluşmaması durumu, yani titanyumun korozyona uğraması oksijenin olmadığı susuz şartlarda gerçekleşebilir. Titanyum alaşımları üzerinde oluşan koruyucu yüzey oksit tabakaların kalınlığı ve kompozisyonu çevresel şartlara bağlıdır. Sulu ortamlardaki en yaygın oksiti TiO_2'dir,

fakat TiO_2, Ti_2O_3 ve TiO dahil diğer titanyum oksitlerinin karışımları da oluşabilir. Bunun yanısıra alaşım elementlerinin de titanyumun korozyon dayanımına etkileri vardır. Titanyum Mo, Nb, Zr, Ta ve Pd gibi elementler ile alaşımlandıılarak korozyoba karşı daha dirençli hale getirilebilir [8].

Titanyum allotropik bir yapıya sahiptir, düşük sıcalaklıklarda hekzagonal sıkı paket (HSP) kristal yapısındaki alfa (α) faz yapısına sahip iken, 882 °C'nin yukarısındaki sıcaklıklarda hacim merkezli kübik (HMK) kristal yapısı olan β fazına sahiptir. Kalay (Sn), alüminyum (Al), molibden (Mo), zirkonyum (Zr) ve mangan (Mn) gibi alaşım elementleri katı çözelti sertleştirmesi sağlar ve allotropik dönüşüm sıcaklığını değiştirir (Şekil 2.1). Sn ve Zr dönüşüm sıcaklığına tesir etmeden katı çözelti sertleştirmesini sağlar [8].



Şekil 2.1 : Ti-Sn, Ti-Al, Ti-Mo ve Ti-Mn için faz diagramları [8].

Alaşım elementlerinin titanyumun mikro yapısında oluşturdukları farklı fazlar Çizelge 2.3'te gösterilmiştir. Al ve Sn gibi metaller, oksijen (O), hidrojen (H) ametaller α faz düzenleyici elementleri olarak α'nın β'ya dönüşümündeki sıcaklığı arttırır. β faz düzenleyicileri vanadyum (V), tantal (Ta), molibden (Mo) ve niyobyum (Nb) dönüşüm sıcaklığını azaltır ve hatta β'nın oda sıcaklığında kararlı olmasına neden olur. Mn, Cr ve Fe ötektik reaksiyona sebep olur, böylece α -β dönüşümün meydana geldiği sıcaklık azalır ve oda sıcaklığında iki fazlı yapı gelişir. Faz sabitleyici olarak Al, oda sıcaklığından 550 °C'ye kadar geniş bir aralıkta etkin olarak kullanılabilmesi ve düşük yoğunluğu ile dikkat çeker. Oksijen ise, ticari safiyette titanyum malzemelerde mukavemet ve imalat kolaylığı özelliklerinin elde edilmesinde kullanılmaktadır [8].

Çizelge 2.3 : Titanyumun alaşım elementleri ve titanyumun yapısına etkileri [8].

Alaşım elementi	**Oranı %**	**Yapıdaki etkisi**
Alüminyum	2 - 7	α - dengeleyici
Kalay	2 - 6	α - dengeleyici
Vanadyum	2 - 20	β - dengeleyici
Molibdenyum	2 - 20	β - dengeleyici
Krom	2 - 12	β - dengeleyici
Bakır	2 - 6	β - dengeleyici
Zirkonyum	2 - 8	Nötr
Silisyum	0,2 - 1	Sürünme dayanımını arttırır

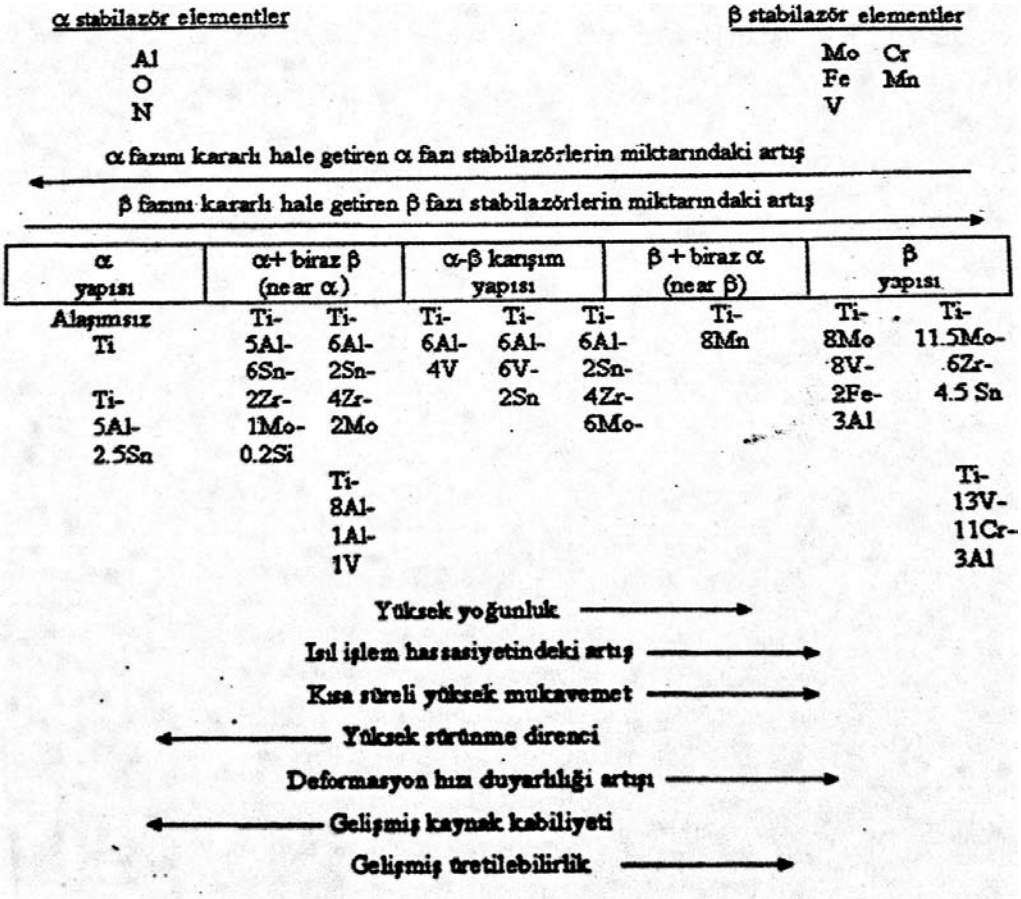
Titanyumun özellikle korozyon uygulamaları ve biyomedikal uygulamalarda ortam ile birebir temas halindedir. Bu sebeple titanyumun yüzey özellikleri cok önem kazanmaktadır [8].

Titanyum metali kendisini mekanik özellikler, kimyasal direnç ve yüksek sıcaklık uygulamaları gibi alanlarda kanıtlamış olmasına rağmen tribolojik özellikleri konusunda aynı güçlü karakteri sergileyememektedir [9].

Yüzeyinde bulunan ve hasar görmesi sonucu kendi kendini yenileme özelliğine sahip olan ince ve kararlı TiO_2 tabakası korozyon uygulamalarında kendini kanıtlamıştır. Ancak titanyum ve alaşımlarının sahip olduğu zayıf abrasif direnç, titreşimli aşınma davranışı ve yüksek sürtünme katsayısı gibi kötü tribolojik özellikler titanyumun uygulama alanlarında kayıp olarak karşımıza çıkmaktadır. Uygulama alanları göz önünde bulundurularak bu özellikler yüzey işlemleri ve kaplamalarla istenilen seviyelere getirilebilmektedir [8, 10].

Titanyum alaşımları içerdikleri alaşım elementlerinin etkisiyle oluşan mikroyapılarına göre, α alaşımları, α +β alaşımları ve β alaşımları olmak üzere 3 gruba ayrılmaktadır. α alaşımlarının mikroyapısını α faz oluştururken, β alaşımlarının mikroyapısında büyük ölçüde β fazı bulunmaktadır. α+β alaşımlarında ise oda sıcaklığında hem α hem de β fazını içermektedir. Yapısında β fazından daha fazla α faz içeren alaşımlara α yakın alaşımlar denilmektedir. Titanyum alaşımlarının özelliklerine mikroyapının ve alaşım elementlerinin etkisi Şekil 2.2'de özetlenmiştir [7].

Şekil 2.2 : Titanyum alaşımlarının özelliklerine mikroyapının ve alaşım elementinin etkisi [7].



Titanyumun sürtünme katsayısının yüksek olması titanyumun reaktifliği ve kristal yapısı ile ilişkili olup bu problem termokimyasal yüzey işlemleri gibi mühendislik yüzey işlemleri ile parçanın boyutları değiştirilmeden yüzey serleştirilerek düzeltilebilir. Bunun yanı sıra yüzey pürüzlülüğü istenen bir özellik olarak karşımıza çıktığı durumlarda söz konusudur. Örneğin bazı implat uygulamalarda titanyumu üzerinde osseointegrasyonun kaba yüzeyde daha iyi geliştiği gözlenmiştir. Hidroksil apatit (HA) kaplanmak istenen implatlarda titanyum yüzeyi ara yüzey görevi görmektedir. Pürüzsüz yüzeylere oranla kaba yüzeyde HA daha iyi tutunmaktadır. Bir diğer çalışmada ise nitrürleme ile yüzey sertliği artırılan Ti implantlar üzerine yapılan HA kaplamada, nitrürlemenin sağladığı poroz yapı hem yüzey sertliğini artırdığı hem de HA in seramik yapı üzerine ve poroz yüzeye daha iyi kaplandığı gözlenmiştir [8].

Tez çalışmasında kullanılan yüzey kaplama teknolojisi ile titanyumun en zayıf karakteri olan yüzey özellikleri alanında endüstriyel anlamda titanyuma katacağı iyileştirmelerin araştırılması ve geliştirilmesi amaçlanmıştır.

2.3 Cp - Titanyum

Titanyum oranı %98,4 ile %99,6 arasındaki alaşımlara ticari safiyette titanyum (Cp-Ti) denilmektedir. Bu alaşımlar korozyon direnci istenen yerlerde kullanılmaktadır. Düşük mukavemetin yanısıra yüksek süneklik karakterine sahiptirler. Cp-Titanyumun oda sıcaklığındaki kafes yapısı hegzagonal sıkı paket yapıdaki alfa(α) fazıdır. Sıcaklık 882 ^{0}C 'ye çıkartılınca kafes yapısı hacim merkezli kübik yani beta (β) fazına polimorfik dönüşüm gerçekleştirir. α - β dönüşüm sıcaklığı eklenen alaşım elementine ve miktarına göre yükselir veya düşebilir [11].

Alaşımlandırılmamış titanyumun en büyük kullanım nedeni korozyona karşı gösterdiğin yüksek dirençtir. Cp-Ti kalitesini adlandırırken içerisindeki oksijen miktarına bakılır, miktar arttıkça mukavemet değerleri de artar fakat süneklik özellikleri azalma gösterir [12].

Ticari safiyette titanyumun kalitelerinin belirlenmesinde dikkat edilen nokta bünyesindeki oksijen (O) ve demir (Fe) içerigidir. O ve Fe titanyumun en önemli katkı elementleri olup, bunların miktarı arttıkça alaşımın akma ve çekme mukavemeti de artmaktadır [11].

Ticari saflıktaki titanyum malzemelerin bazı mekanik ve kimsayal özellikleri Çizelge 2.4'te verilmiştir.

Çizelge 2.4 : Ticari saflıktaki titanyum malzemelerin genel özellikleri [4].

Malzeme	**Grade 1**	**Grade 2**	**Grade 3**	**Grade 4**
ASTM	F67	F67	F67	F67
Akma muk. (MPa)	170	280	380	480
Çekme muk. (MPa)	240	340	450	550
α - β dönüşüm sıcaklığı (^{0}C)	888 - 880	913 - 890	920 - 900	950 - 905
Young Modülü (GPa)	103	103	107	107
N miktarı (mak % ağırlıkça)	0,03	0,03	0,05	0,05
C miktarı (mak % ağırlıkça)	0,1	0,1	0,1	0,1
H miktarı (mak % ağırlıkça)	0,015	0,015	0,015	0,015
Fe miktarı (mak % ağırlıkça)	0,20	0,30	0,30	0,50
O miktarı (mak % ağırlıkça)	0,18	0,25	0,35	0,40

2.4 Titanyum ve Alaşımlarının Kullanım Alanları

Titanyum üretim prosesi çok zordur ve doğada düşük tenörlü cevherlerde bulunuşu sebepleriyle pahalı bir malzemedir. Bu gibi zorluklarına rağmen birçok metalin bir arada sunamadığı mekanik ve kimyasal özelliklerinden dolayı yaygın kullanım alanına sahiptir.

Titanyum oksijenle çok çabuk reaksiyona girdiği için yüzeyinde daima koruyucu bir titanyum dioksit tabakası görülür. Bu sayede korozyona karşı yüksek direnç gösterir. Dolayısıyla doku uyumu en iyi olan metaldir. Günümüzde metal alerjisinin korozyon kaynaklı olduğu kanıtlanmıştır. Titanyum korozyona karşı dirençli olduğu için metal alerjisi olan hastalarda kullanılabilir [13].

Titanyum alaşımları mikro cerrahinin hassasiyetine uygundur. Havacılık ve uzay sanayisinin ihtiyaçları ile gelişmiş olan titanyum, mikro cerrahi alanında vazgeçilmez hale gelmiştir. Yine çok önemli bir özellik olarak titanyumun bazı alaşımları aşınmaya dayanıklıdır ve uzun ömürlüdür. Sert oluşuyla ince uçları güçlü kullanıma imkan sağlar. Titanyum alaşımlarının yorulma dayanımı da diğer metallerin yorulma dayanımlarına göre önemli ölçüde üstündür [13].

Son yıllarda en çok kullanılan metal implant, titanyumdur. Titanyum metalinin elastiklik modülü biomalzeme olarak kullanımda önemli bir rol oynamaktadır. Kemiğin elastiklik modülüne en yakın değere sahip metal malzeme olması, basma kuvvetlerine karşı kemik gibi karakter sergilemesini sağlamaktadır. Aksi durumda kemikten çok yüksek elastik modülü sahip bir metal kullanımı, kemiğe hiç bir yük binmemesine sebep olur ve neticesinde kemik tembelleşmesi görülür, kemikten düşük bir değere sahip malzeme kullanımında ise sadece kemiğin çalışması görülür ve buda istenen bir durum değildir [13].

Günümüzde otomobil sanayii, ürettiği bir aracın ağırlığınındaki bir kilogramlık hafifletme için 15 dolarlık maliyeti tolere edebilirken, havacılıkta bu rakam atılan her bir kilogram fazladan için 1500 dolara çıkmaktadır. Eğer üretim çok daha ileri teknoloji gerektiren uzay faaliyetleri ile ilgili ise bu rakam 15000 dolar civarına yükselmektedir. Bu durum titanyumun diğer üstün özellikleri dışında sadece düşük yoğunluğu sayesinde kendisine havacılık sanayinde önemli bir pazar yakaladığını açıklayan güzel bir örnektir [13].

Uçak gövdelerinde yapısal eleman olarak titanyum kullanılmasındaki maksat, yorulma çatlağı ilerleyişini durdurmaktır. Büyük ticari uçaklara bakıldığında, gövde yapısında ortalama %5-9 arasında titanyum kullanılmaktadır. Bu oran sayesinde bir uçakta 270-300 kg civarında ağırlık azaltılması sağlanmıştır. Askeri uçaklarda gövde imalatında kullanılan titanyum oranı %50'lere varmaktadır. Titanyumun havacılıkta ana kullanım alanı ise gaz türbin motorlarıdır [13].

3. ALÜMİNYUM

3.1 Tarihçesi ve Önemi

Alüminyum yer kabuğunda en çok bulunan üçüncü element olmasına rağmen endüstriyel olarak ilk üretimi 1886 yılında gerçekleşmiştir.

Alüminyumun kimyasal aktivitesi çok yüksektir. Bu sebeple doğada saf halde bulunması çok zordur. Saf aluminyum boksit (bauxite) adı verilen cevherden elde edilir.

1746 yılında alüminayı keşfeden bilim adamları, bunun bilinmeyen bir metalin oksiti olduğuna inandılar. 1807 yılına gelince H. Davy alüminyumu saf olarak elde eden ilk kişi oldu. 1845 yılına kadar alüminyumun karakteristik özellikleri bilinemedi, Wöhler' in yaptığı başarılı çalışmalar ile alüminyumun birinci dönemi kapanmış oldu. İkinci dönemi ise teknik alüminyumun üretim dönemidir. Bu tarihten sonra üretim prosesi üzerinde çalışmalar yoğunlaştı. 1857 yılına gelindiğinde bir günde 50 kilogram üretime %96-97 saflıkta ulaşıldı [14].

Üçüncü dönem, bugünki endüstriyel alüminyum üretimini adlandırmaktadır. 1986 yılından günümüze kadar gelen dönemde birincil alüminyum üretimi halen kullanılmaktadır.

3.2 Özellikleri

Alüminyum 13 atom numarasıyla ve periyodik sistemde üçüncü grupta bulunmaktadır. Atom ağırlığı 26,97 gramdır. Alüminyum metali mühendislik uygulamaları için birçok önemli özelliklere sahiptir;

- Demirden daha düşük sertliği olmasına karşın üç kat daha hafiftir.
- Diğer metaller ile alaşımlandırılması durumunda mekanik dayanımda önemli ölçüde artışlar göstermektedir.
- Korozyona karşı yüksek dirençli bir metaldir.

- Çeliğin esneklik katsayısının 1/3'üne eşit bir değere sahip olması bu tip uygulamalarda tercih sebebi olmaktadır [14].

Özgül ağırlığı, elektirik direnci ve düşük ergime sıcaklığı gibi özelliklerin diğer metallerden üstün olmasından dolayı sanayi ve üretimde alüminyum birçok uygulama ve kullanım alanı bulmaktadır. Çizelge 3.1'de alüminyumun diğer metaller ile bazı mekanik ve kimsayal özelliklerinin kıyaslaması yapılmıştır.

Çizelge 3.1 : Alüminyumun bazı özelliklerinin diğer metallerle karşılaştırılması [14].

Özellik	**Al**	**Cu**	**Fe**
Özgül ağırlık (g / cm^3)	2,70	8,94	7,87
Elektrik direnci (Ohm.mm^2 / 2).10^2	2,66	1,68	9,8
Isı iletkenliği (cal /cm^2/cm^oC)	0,52	0,92	0,19
Isıl genleşme katsayısı (mm / mm^oC). 10^{-6}	24	16,7	11,9
Ergime sıcaklığı ^oC	660	1083	1535
Uzama (%)	43	50	48
Sertlik (BHN)	19	25	70

Alüminyum içindeki bakır %12'ye kadar dayanımı arttırmaktadır. Daha fazlası yapıda gevreklik oluşturmaktadır. Silisyum akışkanlığı arttıkmata fakat sıcak çatlama eğilimini azaltmaktadır. %3'ten fazla silisyum alaşımlarını işlemek çok zordur. Magnezyum katı çözelti sertleşmesi yaratmaktadır ayrıca dökümü zorlaştırır. Çinko ilavesi dökülebilirliği azaltmaktadır aynı zamanda sıcak çatlama ve soğuma çekmesi meydana getirir. Demir alüminyumun içinde cevherde bulunmaktadır. Alaşımların sertlik ve dayanımlarını arttırmaktadır [14].

3.3 Kullanım Alanları

Alüminyum ve alaşımları, içerdikleri ana alaşım elementlerine göre adlandırılmaktadır. Kullanım alanlarından bahsederken bu adlandırılmış seriler

üzerinden konuşmak daha faydalı olacaktır. Çizelge 3.2'de alüminyum serilerinden ve kullanım alanlarından bahsedilmiştir.

Çizelge 3.2 : Alüminyum alaşımları ve kullanım alanları [14].

Seri adı	**Ana alaşım elementi**	**Kullanım alanı**
1000	Saf Alüminyum	Levha, folyo, profil, mutfak eşyaları
2000	Bakır	Otomotiv, vagon ve uçak sanayinde yüksek dayanım ve hafiflik gerektiren yerlerde
3000	Mangan	Tanklar, karavan ve diğer levha çalışmaları
4000	Silisyum	Lehim teli, mimari uygulamalar ve radyatör dilimleri
5000	Magnezyum	Yüksek çekme dayanımı, aşınma direnci ve deniz atmosferine karşı korozyon direnci gerektiren alanlar
6000	Silisyum ve manganez	İlaç, kimya ve gıda sanayilerinde, ambalajlamada ve makine parçaları imalatında
7000	Çinko	Tavan vinçleri, kamyon kasaları, vidalı makine parçaları ve mühimmat sanayi parçaları
8000	Lityum	Uzay ve havacılık sanayii

4. TİTANYUM ALÜMİNYUM BİLEŞİKLERİ

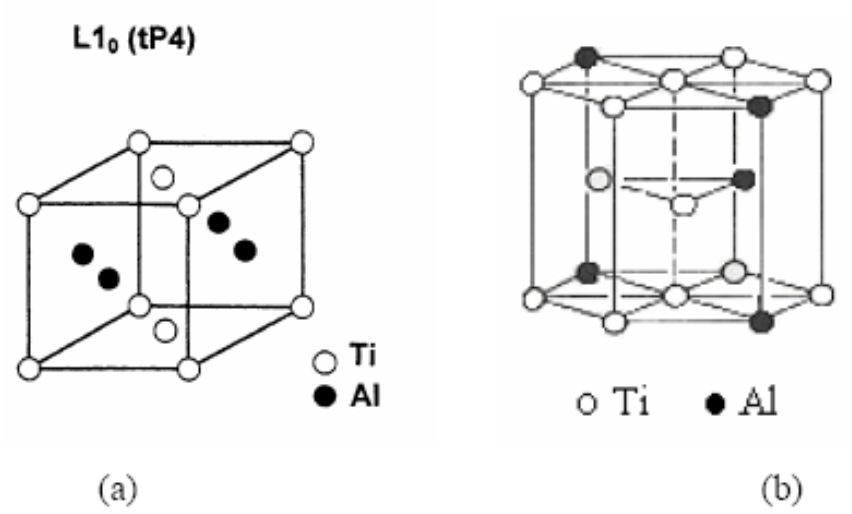
İntermetalik malzemeler, iki veya daha fazla metalin birbiriyle farklı kompozisyonlarda alaşımlandırılarak üretilirler. Bu malzemeler başlangıç elementlerinden farklı karakterler sergilemektedir. Yeni oluşan kristal yapı, kimyasal, mekanik ve elektriksel özelliklerde de yenilikler sunmaktadır [15].

Bağ kuvvetleri özellikleri olarak birbirine benzemeyen atomların yaptığı bağlar birbirine benzeyenlerinkinden daha kuvvetlidir. İntermetalikler kristal yapıda düzenli atom dizilişine sahiptirler ve bu özelliklerine göre metal ve seramik malzemelerin arasında kendine yer bulmuştur. Bu konuda ayrıntılı araştırmalara 1970'li yılların ortalarında jet motorlarında servis sıcaklığını arttırmak ve toplam ağırlığı düşürmek amacıyla başlanmıştır [16].

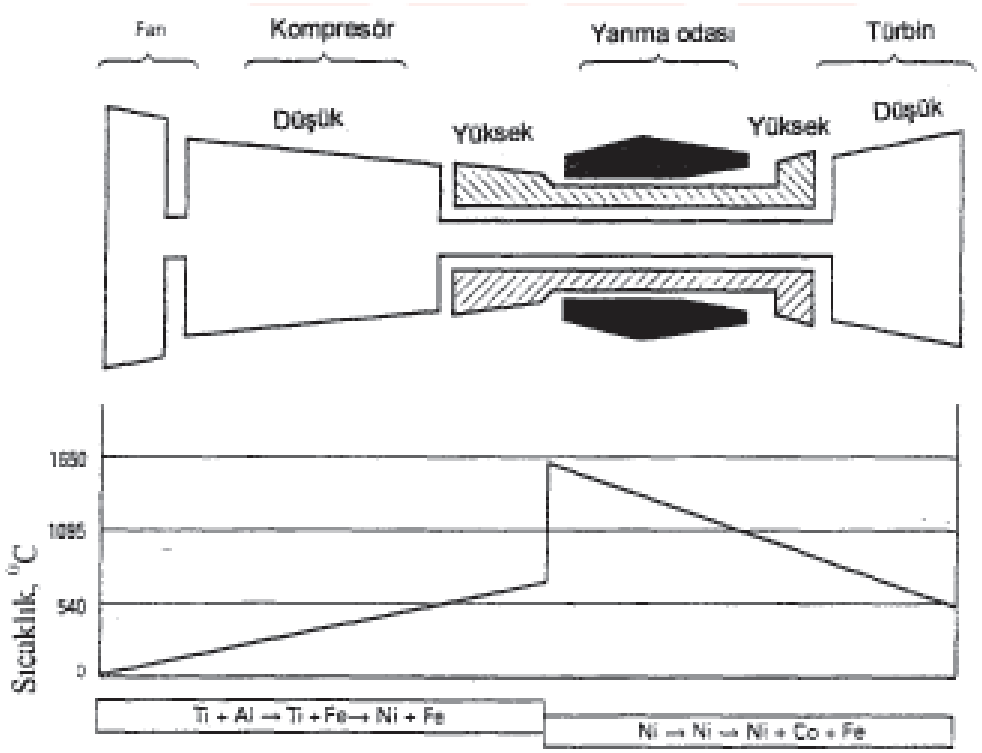
İntermetalikler, yüksek sıcaklık uygulamlası için paslanmaz çeliğin yerini alabilecek en yüksek potansiyele sahip bileşiklerdir. Yüksek sıcaklıkta kullanılabilir olmaları ve bakım masraflarınn az olması da önemli özellikleri arasında gösterilmektedir [16, 17].

Titanyum alüminyum alaşımları yüksek ergime sıcaklığı, yüksek sıcaklık mukavemeti olan metallerdir. Bunun yanında yüksek oksitlenme, korozyon ve sürünme direnci bu alaşımları çekici kılmaktadır. Ti-Al intermetalikleri; sıkı paket hegzagonal A3 yapısı ile α-Ti (Ti_3Al) ve YMK A2 yapısı ile γ-Ti (TiAl) bileşikleri en çok ilgi duyulanlardır (Şekil 4.1). Bahsedilen intermetalikler düşük yoğunluklara sahip olduklarından uçak motorlarında ve uçak parçalarında kullanılmaktadır.

Uçak motorunda kullanılan malzeme çeşitleri ve kullanım yerlerini, motor içi sıcaklık değerleri ile birlikte Şekil 4.1'de verilmiştir.

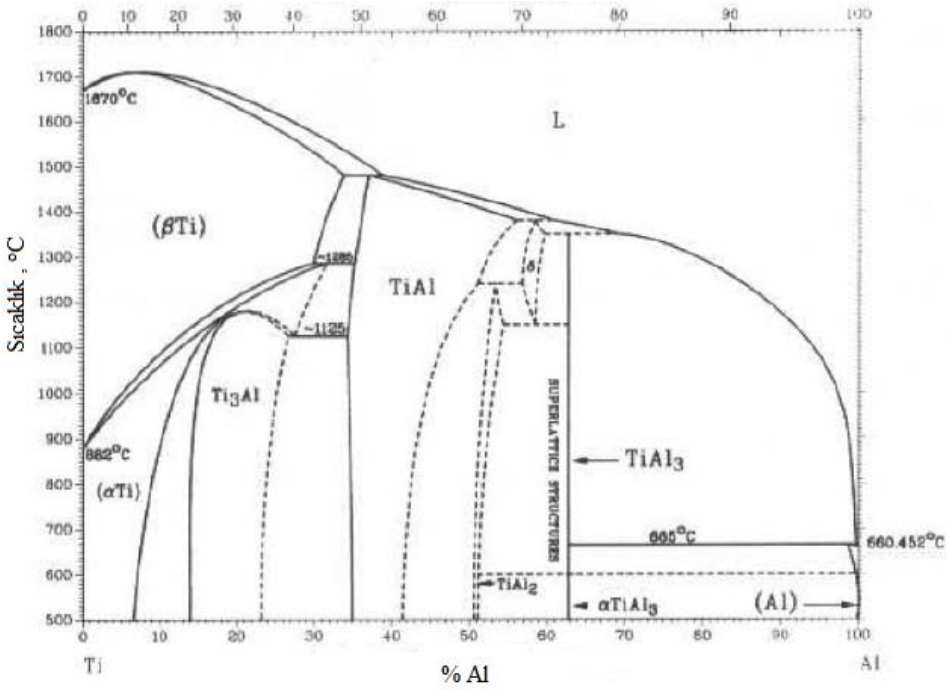


Şekil 4.1 : Titanyum alüminatların kristal yapıları; (a) : (TiAl)-$L1_0$, (b) : (Ti_3Al)-$D0_{19}$ [4, 18].



Şekil 4.2 : Uçak motorunda kullanılan malzeme karışımları [4].

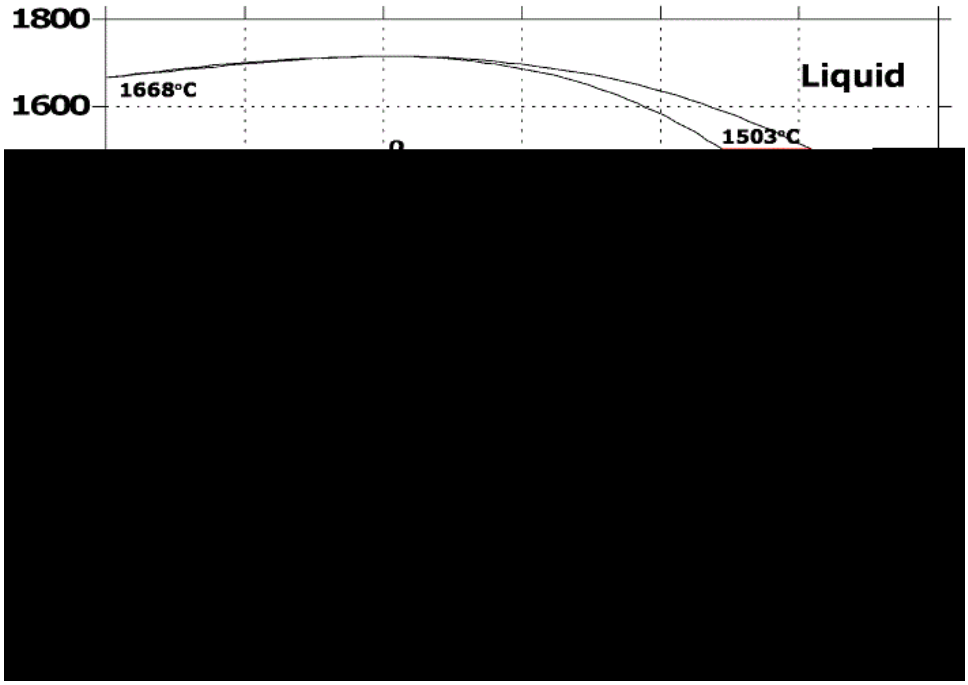
Ti-Al alaşımlarının kırılma dirençleri çok düşüktür fakat buna rağman yüksek performans istenilen çalışma şartları için en uygun malzemelerdir. Titanyum aluminyum alaşımları faz diagramı Şekil 4.3'te gösterilmiştir.



Şekil 4.3 : Ti-Al faz diagramı [4].

Şekil 4.3'teki faz diagramından da anlaşılacağı üzere intermetalik fazların elde edilmesi için alaşımın içeriğinde yaklaşık olarak %15 ile %65 arasında alüminyumun bulunması gerekmektedir.

Diagramdaki fazları ve dönüşüm sıcaklıklarını daha net incelemek için Şekil 4.4 verilmiştir.



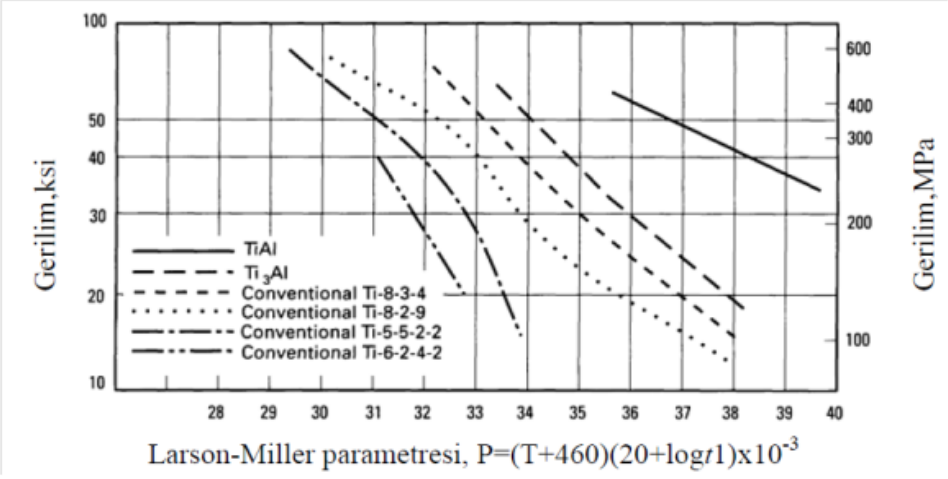
Şekil 4.4 : Ti-Al faz diagramı [19].

Titanyum-alüminyum bileşiklerinin formülleri ve içerikleri Çizelge 4.1'de ayrıntılı bir şekilde verilmiştir.

Çizelge 4.1 : Al-Ti bileşiklerinin kompozisyonları ve uzay grupları tablosu [20, 21].

Faz	Kompozisyon at.%Al	Uzay Grubu
$TiAl_3$ (Yüksek sıc.)	74.5 - 75.0	I4/mmm
$TiAl_3$ (Düşük sıc.)	~75	I4/mmm
Ti_5Al_{11}	66 - 71	I4/mmm
$TiAl_2$	66 - 67	$I4_1/amd$
$Ti_{1-x}Al_{1+x}$	63 - 65	P4/mmm
Ti_3Al_5	62	P4/mbm
TiAl (γ)	50 - 62	P4/mmm
Ti_3Al (α_2)	~20 - 39	$P6_3/mmc$

Bu alaşımların difüzyon hızları, konvansiyonel titanyum alaşımlarından daha düşük olması sonucu yüksek sıcaklıklarda mukavemetin muhafazası, iyi yorulma direnci ve sürünme direnci özelliklerini barındırmaktadır. Şekil 4.5'de bu iki alaşımın sürünme davranışları karşılaştırılmıştır [4].



Şekil 4.5 : Konvansiyonel Titanyum alaşımları ve Titanyum alüminatların sürünme davranışlarının karşılaştırılması [4].

Bu alaşımların kullanımındaki en büyük problem düşük sıcaklıklarda kırılgan bir yapıya sahip olmalarıdr. Intermetalik alaşımlarım kırılgan olmasının bir kaç teorik nedenleri;

- Yüksek enerjili tane sınırları olması,
- Deformasyon sertleşmesi görülmesi,
- Düşük yüzey enerjisi,
- Yetersiz kayma sistemine sahip olmaları.

Ti-Al alaşımlarının kırılgan olması sebebiyle şekillendirilmeleri çok zordur. Kullanım alanlarını kısıtlayan en önemli sebepler arasında düşük sıcaklıkta düşük kırılma tokluğu ve süneklik, yüksek çentik hassasiyeti, aşırı yorulmadan kaynaklanan çentik büyümesi sıralanabilir. Konvansiyonel titanyum alaşımları ile Ti_3Al ve TiAl intermetaliklerinin bazı mekanik ve kimyasal özelliklerinin karşılaştırılması Çizelge 4.2'de gösterilmektedir [4].

Çizelge 4.2 : Titanyum alüminatlar ve Ti esaslı konvansyonel alaşımların bazı özelliklerinin karşılaştırılması [4, 17].

Özellik	Konvansiyonel alaşım	Ti_3Al	TiAl
Yoğunluk, g/cm^3	4,5	4,1 - 4,7	3,7 - 3,9
Modül, GPa	96 - 100	100 - 145	160 - 176
Akma mukavemeti, MPa	380 - 1150	700 - 990	400 - 650
Çekme mukavemeti, MPa	480 - 1200	800 - 1140	450 - 800
Sürünme limiti, ^0C	600	760	1000
Oksidasyon limiti, ^0C	600	650	900
Oda sıcaklığında süneklik, %	20	2 - 10	1 - 4
Yüksek sıcaklıkta süneklik	Yüksek	10 - 20	10 - 60

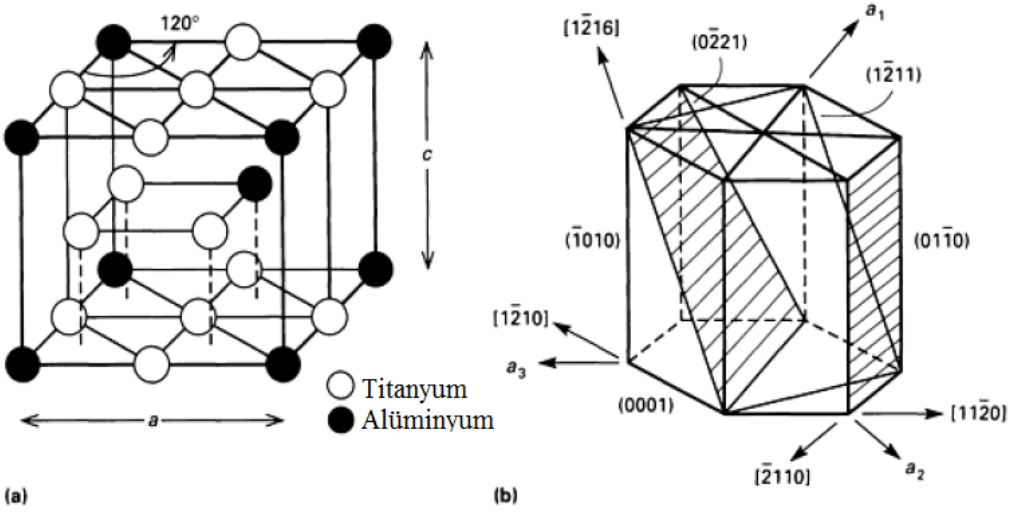
4.1 α-2 Alaşımları

%23-25 Al ve %11-18 Nb içeren titanyum alaşımlarına α-2 alaşımları denilmektedir. Günlük kullanımda en sık kullanılan Ti_3Al intermetalik alaşımları;

- Ti-24Al-11Nb,
- Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo,
- Ti-25Al-17Nb-1Mo
- Ti-24,5Al-6Nb-6,

gibi zengin kompozisyonlara sahip alaşımlardır. Alaşımlardaki Nb oranı artışı mekanik özelliklerin istenen seviyelere gelmesini sağlamaktadır fakat çok fazla miktarlarda alaşımlama ile sürünme direnci düşmektedir. Mekanik özelliklerin geliştirilmesi için Mo, Ta, Cr gibi diğer elementlerde katılabilir [4, 17].

α-2 alaşımlarının genel formülü Ti_3Al şeklindedir. Bu alaşımlar DO_{19} yapısına sahiptir ve üç bağımsız kayma sistemleri bulunmaktadır. Bu kayma sistemleri taban (0001), prizma (1010) ve piramit (0221) düzlemerindeki dislokasyon hareketleri ile açıklanabilir. Şekil 4.6'da Ti_3Al intermetaliklerinin kristal yapıları ve kayma düzlemleri gösterilmiştir [17].



Şekil 4.6 : Ti_3Al alaşımının kristal yapısı; (a) DO_{19} hekzagonal süperlatis yapısı, latis sabitleri c=0,42 nm ve a=0,577 nm, (b) Yapıdaki kayma düzlemleri ve vektörleri [4].

α-2 alaşımları %22-39 aralığında alüminyum içerebilirler. Bu alaşımlar 1180 ^oC'de ve %32 alüminyum içeriğinde düzensiz bir karakterdedir. Stokiometrik bileşim, Ti-

25Al, 1090 ^{o}C'ye kadar kararlıdır. Çizelge 4.3'te bazı α-2 alaşımlarınınn mekanik özellikleri verilmiştir.

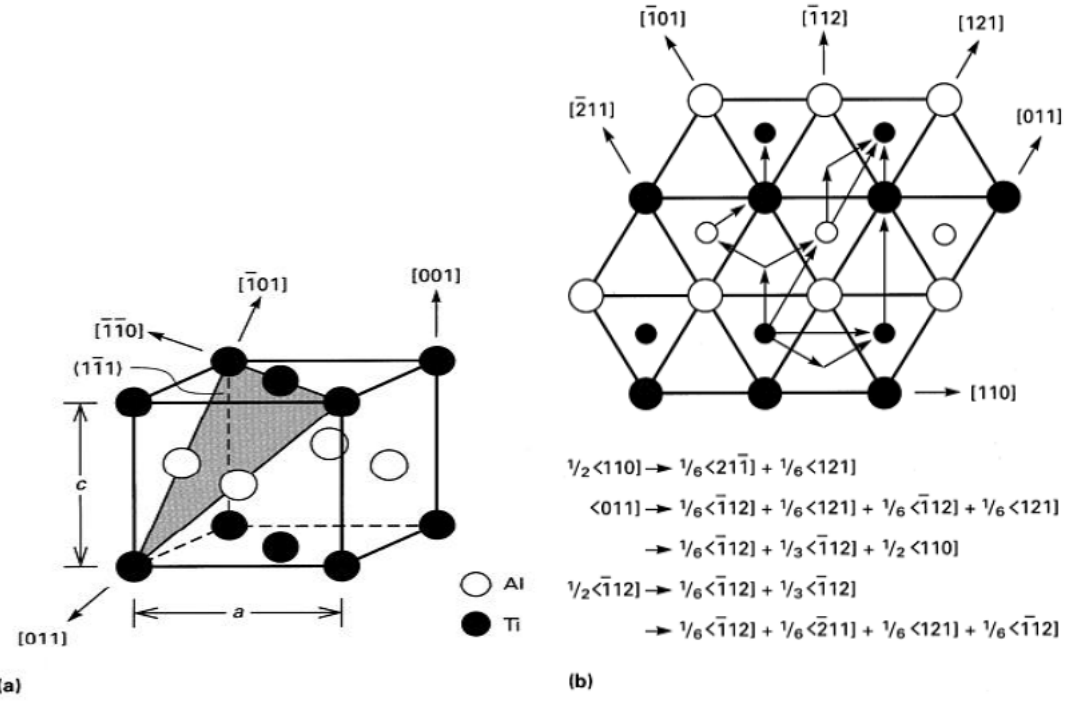
Çizelge 4.3 : Farklı mikroyapıya sahip α-2 Ti_3Al alaşımlarının özellikleri [4].

Alaşım	**Mikro yapı**	**Akma muk. MPa**	**Çekme muk. MPa**	**Uzama %**	**Kırılma Tokluğu, K_c, $MPam^{1/2}$**	**Sürünme kopması (b)**
Ti-25Al	E	538	538	0,3	-	-
Ti-24Al-11Nb	W	787	824	0,7	-	44,7
Ti-24Al-11Nb	FW	761	967	4,8	-	-
Ti-24Al-14Nb	W	831	977	2,1	-	59,5
Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo	W	825	1042	2,2	13,5	>360
Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo	FW	823	950	0,8	-	-
Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo	C + P	746	907	1,1	-	-
Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo	W + P	759	963	2,6	-	-
Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo	FW + P	942	1097	2,7	-	-
Ti-24,5Al-17Nb	W	952	1010	5,8	28,3	62
Ti-24,5Al-17Nb	W + P	705	940	10,0	-	-
Ti-25Al-17Nb-1Mo	FW	989	1133	3,4	20,9	476

(a) E: eşeksenli α-2, W: Windmanstatten, FW: ince Windmanstatten, C: kolon yapı, P: primer α-2 taneleri. (b) 380 MPa ve 650 ^{o}C 'de kırılma süresi, saat

4.2 γ Alaşımları

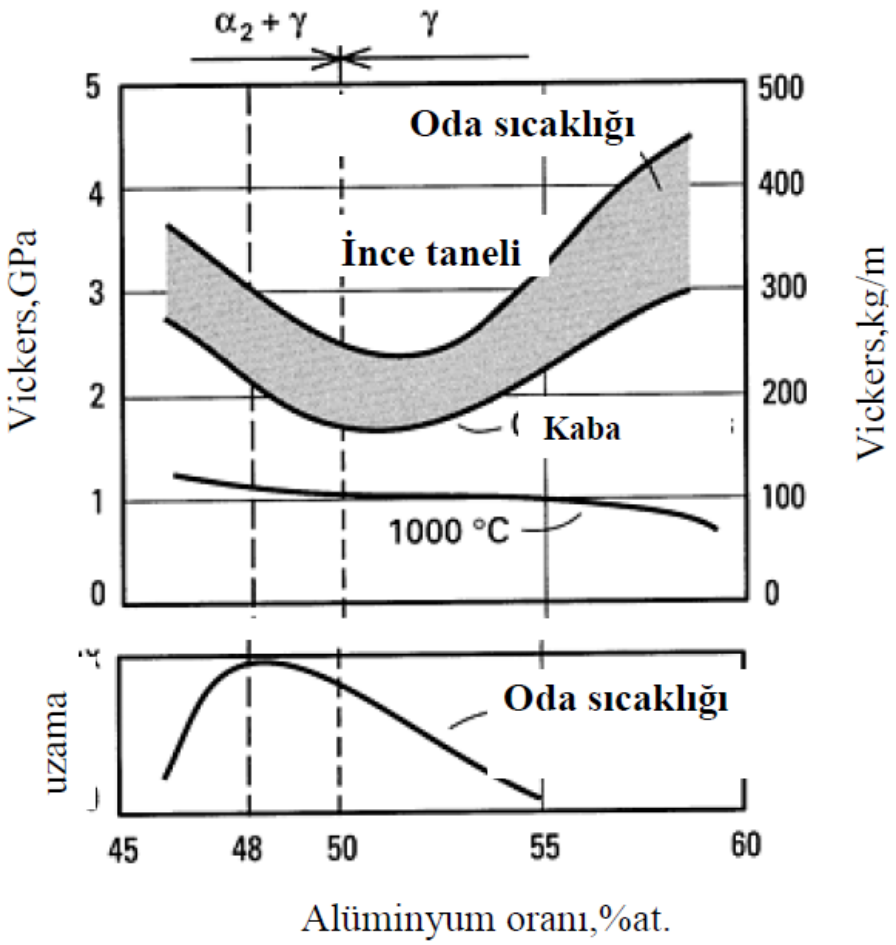
γ - TiAl fazı kararlı olan $L1_0$ yüzey merkezli tetragonal yapıya sahiptir. Bu alaşımda alüminyum oranı %49-66 arasında değişmektedir. Eşit atomik TiAl bileşiminin c/a oranı 1,02 olarak hesaplanır. Alüminyum miktarının artması oranı 1,03 değerine çıkartır. Yoğunluğu 3,76 gr/cm^3 olan γ faz titanyum esaslı alaşımlardan ve Ti_3Al bileşiğinden daha düşük yoğunluğa sahiptir. Stokiometrik TiAl için oda sıcaklığındaki; Poisson oranı=0,23 , kayma modülü=70 GPa , young modülü=174 GPa olarak bulunmuştur. γ-TiAl alaşımları ergime sıcaklığına (yaklaşık 1450^{0}C) kadar kararlılığını korur ve düzenli yapıdadır. Bu özellikleri sebebi ile yüksek sıcaklık uygulamalarında tercih edilmektedirler [4, 17].



Şekil 4.7 : γ-TiAl alaşımlarının kristal yapısı, (a) Düzenli Yüzey Merkezli Tetragonal ($L1_0$) TiAl yapısı, (b) <111> düzleminde dislokasyonların muhtemel hareketi [4].

γ-TiAl alaşımlarının mikroyapısı tek faz veya γ + α-2 ikili fazlı şeklinde bulunabilir. Bu tip alaşımlarım morfolojisi, uygulanan termomekanik işlemler ile değiştirilebilir. Uygulanan işleme göre yapı yapraksı, eşeksenli veya kombinasyonu şeklinde elde edilebilir. Yapraksı yapı sünekliğin artmasına ve ince gamma tanelerinin yeniden kristalizasyonu sonucu tane büyüklüğünde bir artış sağlar. Tane morfolojisi alaşım kompozisyonuna, soğutma hızına, işlem sıcaklığı ve süresine, kararlılık sıcaklığı ve

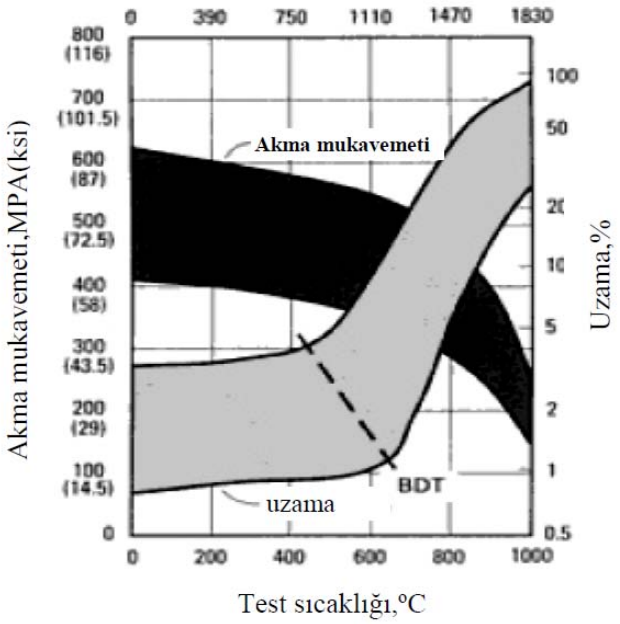
süresine göre deişiklik gösterir. Tane boyutunun küçülmesi için Al oranının düşürülmesi veya V, Mn, Cr gibi element ilavesi yapılabilir. Şekil 4.8'de alaşıma alüminyum ilavesinin sertliğe etkisi incelenmiştir [4].



Şekil 4.8 : İkili γ-Ti alaşımlardaki alüminyum ilavesinin sertlik üzerindeki etkisi, 1000 ^{0}C'de [4].

γ-TiAl alaşımlarında ince tane boyutlarının düşük çevirimli yorulma ömrü 800 ^{0}C'ye kadar arttığı görülmüştür. Bu alaşımların çatlak büyüme hızı süper alaşımlarınkinden çok daha hızlıdır. Düşük sıcaklıktaki darbe direnci ve darbe tokluğu değerleri düşüktür, fakat sıcaklık arttırıldıkça kırılma tokluğunda yükseliş görülmektedir. γ-TiAl alaşımlarının sürünme özelliği süper alaşımlarınkinden daha üstündür ayrıca yapıya Al, W veya C ilavesi sürünme dirncini arttırıcı etki etmektedir [4].

Şekil 4.9'da γ-TiAl intermetalik alaşımlarının akma mukavemeti ve çekme uzaması değerlerinin sıcaklıkla olan ilgisi gösterilmiştir.



Şekil 4.9 : γ-TiAl alaşımlarında akma mukavemeti ve çekme uzamasının sıcaklık ile değişimi [4].

5. ELEKTRO-SPARK BİRİKTİRME PROSESİ

5.1 Elektro-Spark Biriktirme (ESD) Prosesinin Tarihi ve Uygulamaları

Eski Yunan filozoflarının elektrik yükünün hareketi sırasında meydana gelen kıvılcımları gözlemledikleri tarihten beni elektro-spark olayı bilinmektedir. "Elektro-spark" terimi, birbirine çok yakın cisimlerin arasındaki potansiyel farktan dolayı meydana gelen elektrik boşalması için kullanılmaktadır. Bu prosesi en basit haliyle çok kısa süreli mikro-ark olayı olarak tanımlayabiliriz.

1768 yılında Ingiliz bilim adamı Joseph Priestley elektro-spark'ın metaller üzerinde eroziv bir etki yaptığını farketmiştir. Fakat bu erozif etikinin yüzey karakteristiğinde olumlu sonuçlar verdiği ancak 1924 yılında H. S. Rawdon'un yaptığı çalışmayla öğrenilmiştir.

Rawdon demir bir blok ve kalem boyutlarında demir bir elektrod kullanarak, bu iki malzeme arasında yüksek gerilim uygulamış ve aralarında elektrik boşalmasıyla oluşan sparkların demir blok yüzeyinde çok daha sert bir malzemenin meydana geldiğini gözlemlemiştir. Bu sertlik artışını sparklar sonucu oluşan yüksek sıcaklığın ardından ani bir şekilde soğuması neticesinde demirin yapısında martenzit dönüşümün meydana gelmesi şeklinde açıklamıştır [22].

1957 yılında da N.C.Welsh, çelik yüzeyler üzerinde sürtünme ile oluşan ısınmanın yüzeyler üzerindeki etkilerini incelemek isterken Rawdon'un daha önce gözlemlediği aynı olayla karşılaşmıştır. Welsh sürtünme sonucu oluşan ısıl etkiyi simule etmek için elektriksel sparkların termal etkisinden faydalanmıştır. Welsh daha sonraki çalışmalarında da elektro-sparkın, nitrojen veya karbon gibi elementlerin kolayca absorbe edilebildiği atmosfer veya yağlayıcıların bulunduğu farklı ortamlarda gerçekleştirilmesi durumunda yüzey sertliğinde kayda değer bir biçimde artış göstermiştir. Örneğin yağ içinde titanyum yüzeyler üzerinde elektriksel spark oluşturulması neticesinde, TiC konsantrasyonu yüksek yüzeyler meydana gelmiş ve bunun sonucunda aşınmaya karşı zayıf direnci olan bir malzeme

daha sert, düşük sürtünmeli ve yüzeyi daha dayanıklı bir malzeme haline dönüşmüştür. Welsh ve Watts başka çalışmalarında da aynı metot ile çelik yüzeylerin WC veya TiC elektrotlar kullanılarak kaplanabileceğini ve bu şekilde elde edilen sertleşmiş çelik yüzeyin, karbürleme gibi diğer bazı yöntemlerle elde edilen çeliklere göre ya da Co veya Ni-Cr-B esaslı çeliklere göre 6 ila 30 kat arasında daha yüksek bir aşınma direncine sahip olabileceğini göstermişlerdir [22].

Avrupadaki elektro-spark konusunda yapılan çalışmalar genelde yüzey sertleştirme prosesi olarak uygulanırken, gerçek manada yani elektro-spark briktirme yöntemi ile kaplama işlemleri ilk defa Rusya'da gerçekleşmiştir. 1943 yılında Lazarenko ve meslektaşları elektro-spark yöntemi ile ilk kez metal aparatların işlenmesi proseslerini ve metal yüzeylerin bir deposit tabakası ile kaplanması çalışmalarını yapmışlar ve böylece elektro-spark tekniğinin temellerini oluşturmuşlardır. Son dünya savaşı sırasında ve sonrasında Rusya da elektro-spark kaplama prosesi konusunda kayda değer birçok ilerleme olmuş, kalıp ve çalışan makine parçalarının sertleştirilmesi, aşınmaya maruz kalan metal işleme parçalarının (torna takımları, matkap uçları, freze bıçakları, kam milleri gibi) ömrünün uzatılması gibi konularda olumlu sonuçlar elde edilmiştir [22].

Elektrospark biriktirme prosesinin çeşitli versiyonları yaklaşık 50 yıldır yüzey modifikasyonu yöntemi olarak kullanılmaktadır [23].

Bu prosesin sahip olduğu çeşitli avantajları sebebi ile pek çok alanda yaygın bir şekilde kullanılabileceği fark edilmiş ve metodun geliştirilmesi için günümüze kadar pek çok çalışma yapılmıştır. Bunların neticesinde bu kaplama tekniğinin uygulamaları karşımıza çok geniş bir yelpazede çıkmaktadır [22].

Nükleer enerji veya kömür gibi fosil yakıtların kullanıldığı enerji santrallerinde, yüksek sıcaklıklarda kompleks gaz karışımı (O_2, S_2, H_2S, Cl, HCl gibi) veya sıvı sodyum gibi ortamlarda korozyona ve erozyona maruz kalan komponentlerin metalik (çoğunlukla çelik) yüzeyleri üzerine ESD ile CrC gibi seramik veya Fe-Al gibi alaşımlar (Cr, B, Nb, C, Mo, Zr içeren) kaplanmak suretiyle komponentlerin hizmet süreleri uzatılmıştır [22].

Endüstrinin hemen hemen her sahasında çok yaygın bir şekilde kullanılan çeliğin korozyona karşı korunması dışında kullanıldığı yere göre mevcut mekanik özelliklerini daha da geliştirmek veya başka özellikler kazandırmak için çelik üzerine

ESD yoluyla kaplamalar yapılmış ve bunlar bazı testlere tabi tutulmuştur. Bu amaçla 316 paslanmaz çelik üstüne kaplanmak üzere WC, CrC gibi çok sert, Co içeren orta sertlikteki alaşımlar veya Ag gibi yumuşak metaller içeren farklı elektrot malzemeler seçilmiştir. Bu elektrotlar ile paslanmaz çelik numuneler üzerine yapılan kaplamalar şiddetli aşınma ve burulma testlerine maruz bırakılmış, paslanmaz çelik numunelerin aşınma ve burulma mukavemet değerleri üzerinde önemli gelişmeler kaydedilmiştir [22].

AISI 1020 ve 1018 karbon çelik numuneler üzerinde ESD ile TiB_2 kaplanarak ultra sert yüzeyler elde edilmiştir. HSS takım çelikler üzerinde yapılan kaplamalarda da takım çeliklerin ömrü % 2000 arttırılmıştır. AISI 304 paslanmaz çelik üzerine ESD ile Cr_7C_3 gibi seramik tabaka veya Fe bazlı amorf alaşım (Fe, Cr, Mo, Cd, C, B) elektrot kullanılarak 1542 HV sertlikte kaplama elde edilmiştir [22].

Düşük karbonlu çelik ve saf titanyum altlıklar üzerine WC-bazlı (Co, Mo, Ta v.s.) sert alaşımlar ESD yöntemiyle kaplanarak çelik ve saf titanyum üzerinde sırasıyla 4,3 ve 1,4 kat aşınmaya karşı dirençli bir kaplama oluşturulmuştur [22].

Çelik dışında endüstride çok yaygın bir şekilde kullanılan Ti6Al4V alaşımına da daha yeni özellikler kazandırmak amacıyla saf Ni elektrot kullanılarak ESD ile kaplama prosesinde çatlaksız, üniform ve metalurjik bağlı Ni-Ti alaşım bir deposit tabaka elde edilmiştir [22].

Son yıllarda ESD prosesi ile yapılan kaplamalarda, elde edilen yeni özellikleri maksimum derecede arttırmak için daha değişik elektrot çiftleri kullanılması metodu dışında proses esnasında verimi arttırmak için kullanılan ekipman ve proses üzerinde de çalışmalar yapılmıştır. Eski pulse jeneratörlerinde kullanılan RC devrelerin yerine yarı iletken teknolojisinden faydalanılarak üretilen transistörlü devrelerin bilgisayar kontrollü ESD kaplama sistemlerin kullanılması ile proses daha hızlı ve daha verimli hale getirilmeye çalışılmış mevcut kaplama kalınlıkları 3 ila 4 kat arasında arttırılmıştır [22].

Bahsedilen metodun tarih içinde gösterdiği ilerlemeler göz önüne alınırsa, teknolojisinin ilerlemesi ile bu prosesinde gelişmesi ve sanayinin birçok ihtiyaçlarına karşılık verebilen hale gelmesi beklenmektedir.

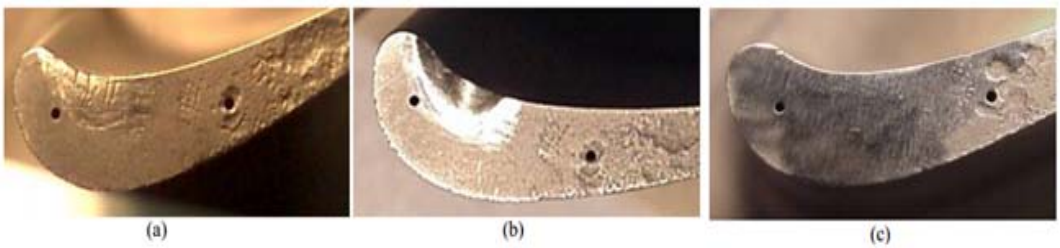
5.2 Elektro-Spark Biriktirme (ESD) Yöntemindeki Amaç ve Kullanım Alanları

Kaplama teknolojisi, bir makinenin veya teçhizatın çalışan bir komponentinin sadece yüzeyinde bir takım özellikleri değiştirmekle onun çalışma koşullarına bütünüyle uyum ve tepkisini geliştirmeyi amaçlayan geniş bir aralıktaki bir takım metotları kapsamaktadır. ESD prosesinin kullanımındaki avantajlar aşağıda belirtilmiştir [22];

- Bakım maliyetlerini azaltmak,
- Yüksek çalışma sıcaklıklarında termal yükleri azaltmak,
- Aşınma, erozyon ve aşındırma direncini geliştirmek,
- Korozyon direncini arttırmak,
- Oksitlenmeyi azaltmak veya engel olmak,
- Sıcak korozyonu ya da sülfidasyonu azaltmak veya engel olmak,
- Aşındırabilme ve boyutsal restorasyon için.

ESD prosesi ile yapılan oldukça sert kaplamalar, aşınmaya dayanıklı yüzeylerde, yüksek sıcaklıklarda, oksitlenmeye ve korozyona maruz koşullar altında çalışan büyük komponentler de uygulandığı gibi belli başlı küçük komponentlerin (mil yatakları, torna ve matkap aynaları, pompalar, shaft tertibatında, araçgereçlerde, kalıp ve lokmalarda, valf yatakları, blade (kanatçık), dişliler, enjektör uçları vb.) dayanıklılığını arttırmak ve onların yüzeylerini korumak için kullanılmaktadır. Bunlara ilaveten ayrıca bu proses döküm kalıpçılığında olduğu gibi girintili çıkıntılı küçük yüzeylerdeki hataların giderilmesi için yada mevcut komponentlerin küçük tamir ve onarımlarında da kullanılmaktadır [22].

Bu prosesin kalıp malzemelerinde ve bazı parçalarda çatlakların tamiratı için kullanımına örnek Şekil 5.1'de verilmiştir [23].



Şekil 5.1 : ESD ile çatlak parça tamiratı [23].

Şekil 5.1'de görüldüğü gibi (a) resminde numunede çatlaklar oluşmuştur. Bu bölgeye zımpara yapılarak çatlaklardan temizlenmiş (b) ve ardında da altlık malzeme ile aynı

alaşıma sahip bir elektrod yardımı ile ESD kaplama yapılmıştır. Son işlemleride yapılan bölge eskisiyle aynı içyapıya sahip ve görüntüsü de orjinal haliyle benzerdir [23].

ESD prosesinin kullanım alanları aşağıda verilmiştir [22];

- Nükleer, fosil ve jeotermal enerji ortamlarda,
- Havacılık ve uzay uygulamaları için yüksek sıcaklık komponentlerinde,
- Buhar ve gaz türbin kanatçıkları kaplamalarında,
- Endüstriyel kesici takımlarında,
- Metal işleme ve el aletlerinde,
- Gemi inşası ve komponentlerinde,
- Tıp ve dişçilikde cerrahi ve muayene aletlerinde,
- Çok büyük boyutlardaki tarım ve tekstil ekipmanların 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 dökümcülüğünde vs.

Kalıp dökümcülüğündeki örnek olarak belli başlı uygulamaları [22];

- 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, şeklinde genel hatları ile sıralanabilir.

ESD prosesinde kullanılan malzemeye göre elde edilen yüzey özellikleri Çizelge 5.1'de verilmiştir [23].

Çizelge 5.1 : Kaplama karakteristiği için kullanılan malzemeler [23].

Aşınma Direnci	**Korozyon Direnci**	**Özel Yüzey Modifikasyonları**
- Sert karbürler (W, Cr, Ti, Ta, Hf, Mo, Zr, V, Nb) - Sertyüzey alaşımları - Borürler (Cr, Ti, Zr, Ta) - İntermetalikler ve sermetler	- Paslanmaz çelik ve bazı sertyüzey alaşımları - Fe, Ni, Ti aluminatları - FeCrAlY, NiCrAlY, CoCrAlY - Aluminyum ve aluminyumbronz alaşımları	- Ni ve Co bazlı süper alaşımlar - Refraktör metalleri (W, Ta, Mo, Nb, Re, Hf) - Soymetaller (Au, Pt, Ag, Pd, Ir) - Diğer alaşımlar (Fe, Ni, Cr, Co, Al, Cu, Ti, V, Sn, Er, Zr, Zn)

ESD prosesinde altlık malzeme seçeneğimiz çok geniştir. Yüzeyinde modifikasyonlara elverişli olan metal ve alaşımlar Çizelge 5.2'de verilmiştir [23].

Çizelge 5.2 : ESD prosesinde kullanılabilen altlık malzemeler [23].

Yüksek ve düşük alaşımlı çelikler	Nikel ve kobalt alaşımları	Refraktör metalleri (W, Re, Ta, Mo, Nb)
Paslanmaz çelik	Titanyum alaşımları	Krom
Takım çeliği	Aluminyum alaşımları	Uranyum
Zirkonyum alaşımları	Bakır alaşımları	Erbiyum

5.3 Yöntemin Avantajları ve Dezavantajları

ESD prosesin bir kaplama tekniği olarak birçok alanda yaygın bir şekilde kullanılması, bu prosesin diğer bazı yüzey modifikasyon yöntemlerine göre aşağıda da sıralandığı gibi belli başlı bazı avantajlara sahip olmasından kaynaklanmaktadır [22];

- Bir mikro-ark kaynak metodu olmasına rağmen, her bir sparktaki enerji çok küçük olup başka bir deyişle transfer edilen enerjinin düşük olması, altlık malzeme içinde biriken ısıyı düşük tutar böylece altlık ortam sıcaklığı civarında kalır.
- Isıya maruz kalmış bölge (HAZ, Heat Affected Zone) çok küçük bir bölge olup yalnızca birkaç mm derinliğe kadardır (komponentin bütünü göz önüne alınırsa çok küçük bir ısınmış bölge söz konusudur).
- Kaplama altlığın bulk özelliklerini değiştirmez, altlıktaki bozunumlar ve metalürjik değişimler minimum düzeyde kalır.
- Bazı alaşımlar amorf yapıda olabilirken, yüksek hızlı soğumadan dolayı nano yapılar meydana gelebilmektedir.
- Bu kaplamalar benzer kimyadaki bazı kaplamalar ile mukayese edildiğinde yüksek yapışma mukavemetli, birbiri ile kaynaşmış metalürjik bağ, geleneksel kaplamalara göre çok daha iyi nitelikte aşınma ve erozyon özellikleri göstermektedir.
- Altlık ile elektrot malzeme arasında bir alaşım oluşturulmaktadır ve böylece ara yüzeyde ıslatmayı sağlamak için ayrıca bir ara tabakaya gerek duyulmaz.
- Kaplamalar çeşitli kalınlıkta ve kompozisyonda oluşturulabilir. Öyle ki bu prosesin alaşımları çok yaygındır (kobalt-krom bazlı ve haynes alloys) ayrıca WCTaC-Co gibi kompozitler içinde bu metod kullanılabilmektedir.
- Metal ve/veya sermet kaplamaların elektro spark depozisyonu, minimum düzeyde yüzey ön hazırlık gerektirmekte ve metal yüzeylere direkt tatbik edilebilmektedir.
- Herhangi bir elektriksel iletken malzeme bir metalik altlık üzerine depose (biriktirme) edilebilmektedir.

- Bu sistem portatif olup, tüm ekipmanın kurulması düşük bir maliyet gerektirmekte ve bakımı kolayca yapılabilmekte, ayrıca istenen yere taşınabilmekte ve kolayca kurulmasına olanak sağlamaktadır.
- Zararlı atık sular ve maddeler v.s yoktur.
- Kullanıcıyı koruyucu ekipmana gerek yoktur.
- Bu proses çok basit olup, yüzey mühendisinin kendi el becerisini kullanarak en uygun uygulamaları geliştirmesine olanak sağlayacak şekilde bir hüner ve düşük maliyet gerektirir.
- Altlık malzemeler herhangi bir özel işlem ihtiyaç gerektirmez ve bu proses hertürlü metal, alaşım veya sermetlere uygulanabilmektedir [23].

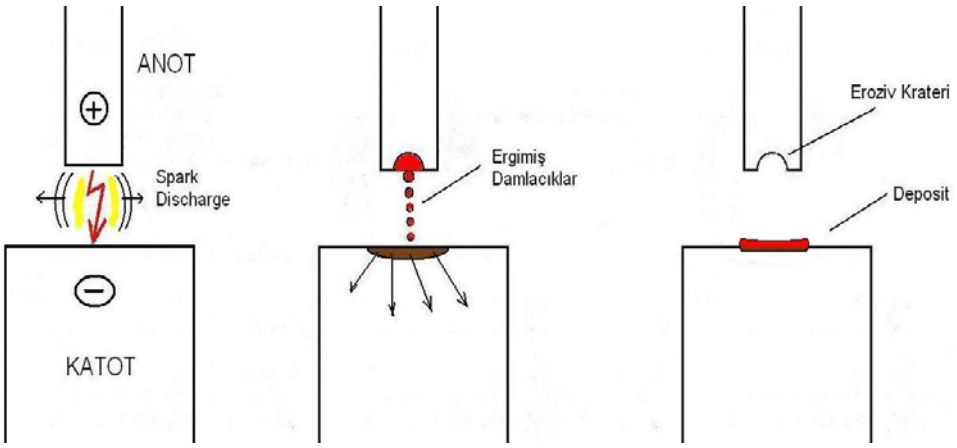
Diğer kaynak metotlarında olduğu gibi, ESD kaplama malzemesi ergimeden sonra hızla katılaşır ve bu nedenle daima kalıcı iç gerilmeleri oluşur. Soğuma hızı 10^5-10^6 ^{0}C/saniye seviyelerin ulaşabilmektedir. Bu hızlar malzemenin karakterine göre değişiklik gösterebilmektedir. Bunun bir sonucu olarak ESD kaplamalar sıklıkla çatlar ve genellikle yorulmaya maruz kalan kritik komponentler için çok uygun değildirler. Örnek olarak yorulmaya karşı hassas olan türbin motor parçalarının onarımında kullanılmazlar. Bunların yanında spark kaynağı alev alabilen ortamlarda kullanılmamalıdır. Atık gazlar fark edilmez olduğunda (kadmiyum kullanılıyorsa) özel kontrol tedbirleri gerekmektedir. Ayrıca elektrot boyutunun küçük ve deposite hızının düşük olması sebebi ile büyük kaplama alanları için uygun değildir, fakat küçük yüzeyler ve hatta girintili- çıkıntılı geometrilerde çok iyidir [22, 23].

5.4 Elektro-Spark Biriktirme (ESD) Yöntemi ile Kaplama

ESD prosesi kısaca metal yüzeylerin fiziko-kimyasal karakteristiklerini modifiye etmek amacıyla dielektrik bir ortam (gaz, atmosfer v.s.) içinde birbirlerine periyodik olarak temas ettirilen bir elektrot (anot) ve altlık (katod) çifti arasında RC esaslı bir elektrik devresinin yardımıyla bir dizi kısa süreli (anlık) yüksek akımlı pulseların meydana getirilmesi ile oluşturulan elektro-sparklar neticesinde küçük elektrot parçacıklarının ergimiş (hatta yarı buhar) damlacıklar halde altlık malzemeye deposit edildiği bir kaplama yöntemidir [22].

Her bir yüksek akımlı elektrik pulseın elektrodlararası mesafede (IEG) boşaltım esnasında spark adını verdiğimiz çok kısa süreli bir mikro-ark oluşur. Her sparkın

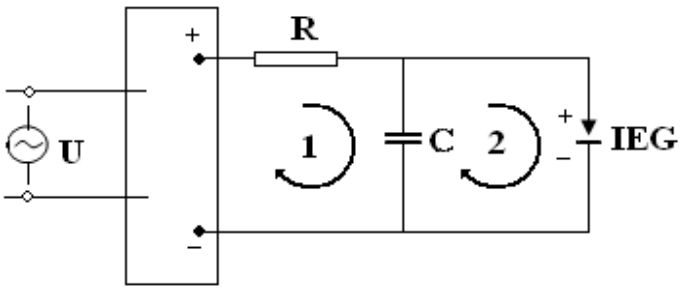
oluşmasından sonra ergimiş hale gelmiş çok küçük bir elektrot parçası elektrottan ayrılarak altlık yüzeyi üzerine ulaşır ve onun üzerinde katılaşarak birikir [22].



Şekil 5.2 : En basit haliyle Elektro-Spark Biriktirme (ESD) prosesi [22].

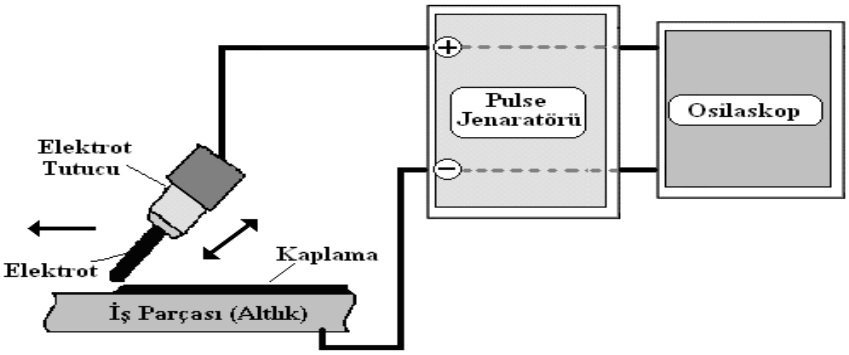
Kütle transferini oluşturan elektrik parametreleri ve elektrot malzemelerin kimyasal özelliklerine bağlı olarak, altlık yüzeye transfer olan kütle miktarının buharlaşmış haldeki kısmı, her sparkın etkisiyle anotda oluşan erozyon kraterinin hacimce yaklaşık %10-%15'ine eşitdir. Yani kraterin geri kalanı, sıvı halde altlık yüzeyine transfer olmaktadır. Zolotykh ve arkadaşlarının yaptığı çalışma neticesinde de benzer şekilde sıvı halde altlığa düşen malzemenin miktarı, anotta meydana gelen kraterin %85-90'ı olarak hesaplanmıştır [24].

Kısa süreli yüksek akımlı pulseları oluşturmak için, öncelikle gerekli elektrik yükünün depolanması amacıyla yüksek sığalı kapasitansın oluşturduğu bir depolama devresi (1) ve bu yükün elektrot ile altlık arasındaki boşlukta (Inter Electrode Gap, IEG) boşaltım olması için bir boşaltım devresi (2) gerekir. Şekil 5.3'te depolama ve boşaltma devrelerinin oluşturduğu RC (rezistans-kapasitans, resistance-capasitance) esaslı basit bir ESD prosesi devresi görülmektedir [22].



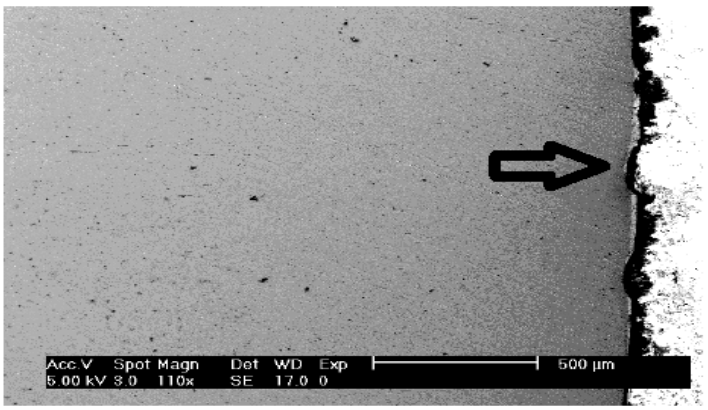
Şekil 5.3 : ESD de kullanılan basit bir RC devresi [22].

Tekrarlı bir şekilde depolama-boşaltma ve dolayısıyla spark olayının gerçekleştirilebilmesi için elektrot ile altlık arasında kontrollü bir şekilde temasın sağlanması gerekir. Bunun için Şekil 5.3'de görüldüğü gibi elektrik pulse ların şiddetini, uygulanma süresini ve frekansını ayarlayan bir pulse jeneratörüne, bir osilaskopa ve ayrıca teması belli bir frekansta gerçekleştirmeye yarayan titreşimli bir elektrot tutucuya ihtiyaç vardır [22].



Şekil 5.4 : Basit bir ESD ünitesi; titreşimli bir elektrod tutucu, osiloskop ve bir pulse jeneratörü şematik gösterimi [22].

ESD sistemi bir mikroalaşımlama ile kaplama tekniğidir. Metal yüzeylerini fizikomekanik yönden modifiye etmek için kullanılmaktadır. Proses, meydana gelen sparklar sonucunda anoddan katoda metal erozyonu sonucu kütle transferi prensibine dayamaktadır [25].



Şekil 5.5 : Spark ile malzemde oluşturulan krater boşluğu [26].

Şekil 5.5'te gösterilen bölge, proses esnasında altlık malzemeden spark sonucu kopartılan bölgeyi göstermektedir. Kopan parça ile elektrodtan erozyona uğrayan malzeme mikron boyutlu alaşımlar oluşturarak kaplama prosesini gerçekleştirmektedir [26].

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Elektro-spark biriktirme (ESD) yöntemi ile yapılan çalışmada altlık malzemesi olarak ikinci kalite ticari saflıktaki titanyum (CP-Ti, Grade-2) ve eletrod uç olarak ticari saflıkta alüminyum kullanılmıştır. Saf titanyumun yüzeyinde intermetalik malzeme kaplama çalışması gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kaplamanın özelliklerin karakterizasyonu yapılmıştır. Yapılan deneysel çalışmalar kapsamında;

- Numunelerin prosese hazır hale getirilmesi,
- Elektro-spark biriktirme işlemi; işlem parametrelerinin belirlenmesi,
- Anodtan katoda gerçekleşen kütle transferi incelemeleri,
- Karakterizasyonu işlemleri;
    - Pürüzlülük ölçümü (Ra),
    - X-ışınları difraksiyonu (XRD),
    - Kaplama kalınlığı ölçümü,
    - Yüzey morfolojisi (SEM),
    - Yüzey EDS analizi,
    - Kesit sertlik ölçümü (HV),
    - Kesit EDS analizi,
    - Kesit SEM analizi,
    - Rockwell-C testi,

olmak üzere dört ana aşamada gerçekleştirilmiştir.

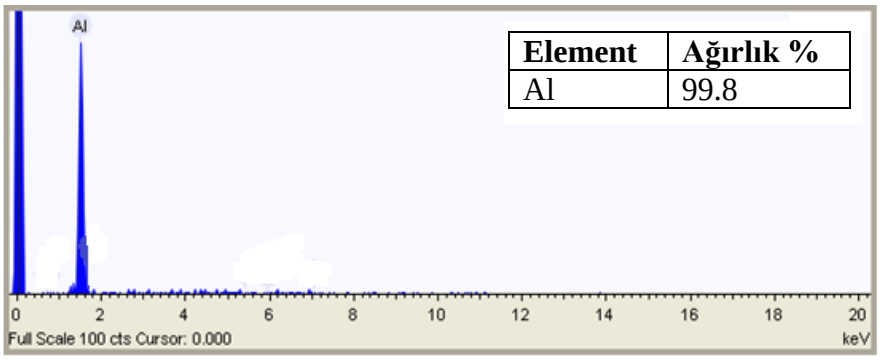
Numuneleri prosese hazır hale getirmek için 30 mm çapındaki çubuklardan 5 mm kalındığında diskler kesilmiştir. Bu diskleri dört eşit parçaya bölmek suretiyle çeyrek daire haline getirilmiştir. Numunelerin üzerinde 10x10 mm'lik alanlarda çalışılmıştır. Şekil 6.1'de kaplamaya hazırlanmış numune ve üzerinde kaplama çalışması yapılmış numunenin resimleri verilmiştir.



Şekil 6.1 : Çubuk halden kaplamaya hazır hale getirilen numune ve kaplanmış numune görüntüleri.

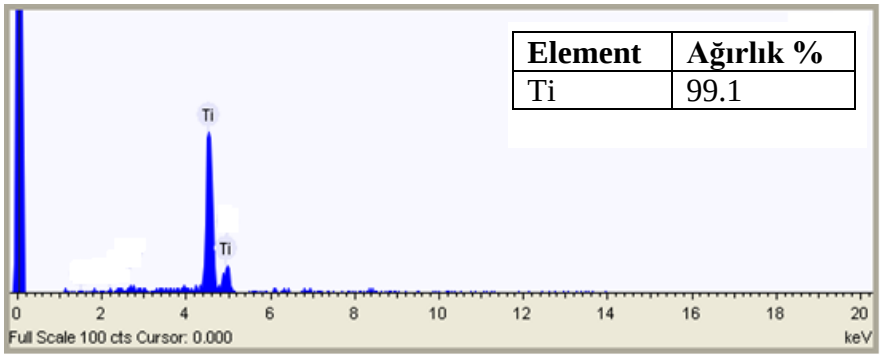
ESD yapılmadan önce her numune 120-220-500-800-1000-1200 meşlik SiC abrazif kağıtlar ile zımpara yapılmış sonra herhangi bir işlem görmeden prosese alınmıştır. Proses gereği yüzeyde bir miktar pürüzlülük istendiği için daha ince zımparalama işlemleri yapılmamıştır.

Deney sonuçlarını yorumlamamızda yardımcı olması açısından altlık malzemeye (CP-Ti, Grade-2) ve elektrod uca (Ticari saflktaki alüminyum), EDS donanımlı JEOL JSM-7000F marka taramalı elektron mikroskobunda kimyasal element (EDS) analiz yapılmıştır. EDS analiz sonuçları Şekil 6.2 ve Şekil 6.3'te verilmiştir.



Element	Ağırlık %
Al	99.8

Şekil 6.2 : Alüminyum elektrodun elemental analizi.



Element	Ağırlık %
Ti	99.1

Şekil 6.3 : Cp-Ti altlık malzemenin elemental analizi**.**

Kullanılan altlık malzemede titanyum haricinde kalan %0,9'luk pay demir, oksijen ve eser miktardaki diğer elementlerin toplam oranını vermektedir.

Kaplama sonrasında elde edilmesi hedeflenen intermetalik fazların sertlik değerleri çok yüksek olması beklenmektedir. Numunenin sertliğinin ne kadar yükseldiğinin kıyaslanmasına yardımcı olması için Shimadzu HMB-2 model mikro sertlik cihazı ile kullanılan malzemelerin sertlik değerleri ölçülmüş ve Çizelge 6.1'de verilmiştir.

Çizelge 6.1 : Kullanılan malzemelerin sertlikleri.

Malzeme	Sertlik(HV_1)
CP-Ti	165
Al elektrod	167

Literatür taramasında yön gösterecek net bir çalışma bulunmaması, işlem parametrelerinde birkaç defa değişiklik yapılmasını gerektirmiştir. Aynı zamanda çok geniş işlem parametreleri aralığında çalışması gerekmiştir. Numunelerin çalışabileceği optimum proses değerlerine ulaşmak için birkaç adet ön deneyler yapılmıştır. Bu işlemler yapılırken ESD cihazının sınırları da göz önünde tutulmuştur.

400 mikrosaniyeden daha uzun işlem sürelerinde,kaplama sırasında ultraviyole ışınların meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bu ışınların göz sağlığına zararlı olduğu bilinmektedir [27]. Bu gibi operatör sağlığını tehdit edici unsurlarda düşünülerek işlem parametreleri belirlenmiştir.

Deneysel çalışmalarda kullanılacak parametrelerin belirlenmesinde ilk olarak uygulanacak elektriksel yük seçilmiştir. Yük birimi olarak mC kullanılan cihazda optimum seviyenin belirlenmesinde dikkat edilen iki konu olmuştur; birincisi üretim hızının çok yavaş olmaması, prosese uygulanan yük miktarı ne kadar fazla olursa kütle transferleri o kadar çok gerçekleşecektir, ikincisi sisteme yüksek yük verilerek harcanan enerjinin verimli kullanılamaması gibi olumsuzluklarla karşılaşmamak. Bu iki parametre doğrultusunda uygulanan yük değerimiz 2000 mC seçilmiştir.

10x10 mm'lik alanda yapılan kaplama işlemlerinde ilk olarak yaklaşık 4 mm kalınlığında alüminyum elektrod kullanılmıştır. Bu kalınlık değeri işlem hassasiyetimizi kötü yönlü etkilediği için daha küçük çaplı (yaklaşık 1,5 mm) çubuk bir elektrod kullanmaya karar verilmiştir. Elektrodun çapının küçülmesi kaplama

alanında hassasiyet sağlamıştır ve bunun yanında ucun yapışma probleminede çözüm olmuştur. Kullanılan alüminyum elektrod Şekil 6.4'te verilmiştir.



Şekil 6.4 : Kullanılan aluminyum elektrod.

Hem alüminyum elektrodun hemde titanyum altlığın oksijene afinitesinin yüksek olması bu malzemelerin işleme girmeden önce oksitlenmesine sebep olmaktadır. Numuneye kaplama yapabilmek için öncelikle bu oksit tabakasının kırılması gerekmektedir. Bunu gerçekleştirmek için proses enerji harcamak zorunda kalmıştır. Buradaki enerji kaybını engellemek için atmosfer kontrollü bir ortam kullanılabilir fakat böyle bir ortam sağlanamadığı için oksit kırıcı bir işlem uygulamak gerekmiştir. Deneysel çalışmalar esnasında oksit tabakasını kırmak için en uygulanabilir yöntemin kaplama yapmadan hemen önce numuneyi ve elektrod ucu zımparalamak olduğuna karar verilmiştir. Bu doğrultuda her çalışma öncesinde hem elektrod uca hemde altlık malzemeye 1200 meşlik abrazif kağıtlarla zımparalama işlemi uygulanmıştır.

Kaplama yapılan yüzeyin alanı ve elektrodun kalınlığı düşünülerek, kaplanan alanın tamamının bir sefer kaplanmasının süresi 60 saniye olarak belirlenmiştir.

Her bir kaplama tabakasının ardından ağırlıklardaki değişimler ölçülmüş ve değişen parametreler ile kütle transferindeki başarı oranın incelenmesi yapılmıştır. Bu doğrultuda 1, 2 ve 3 paso kaplamalar yapılmış, hem numunenin hemde elektrodun ağırlıkları her paso sonrasında ölçülmüştür.

Bu sistemdeki kütle transferinin öneminin sebebi şu şekilde açıklanabilir; amaçladığımız titanyumalüminatı (TiAl) elde edebilmek her iki elementten yarı yarıya alaşım yapabilmek ile sağlanır. Bunun için sadece elektrodun değil aynı zamanda altlık malzemeninde ergiyip aralarında alaşım oluşturmaları gerekmektedir. Her iki malzemeninde istenen oranlarda ergimesini sağlamak için prosesteki iki parametrede değişiklikler yapılarak sonuçlar analiz edilmiştir. Bu değişen

parametreler her bir pulse ın uygulama süresi (50 ve 100 mikrosaniye) ve uygulanan akımın (100, 300 ve 500 amper) şiddetidir.

Nihai kaplama parametrelerine karar verme aşamaları bu şekilde gerçekleşmiştir. Her verilen kararda pratikte denemeler yapılmış ve uygulanabilirliklerine kanaat getirilmiştir. İşlem parametreleri belirlenirken literatür bilgisi ve cihazın çalışma sınırları göz önüne alınmıştır ve Çizelge 6.2'de belirtilen parametrelerin kullanılmasına karar verilmiştir.

Teknolojik parametreleri kontrol ederek çalışma üzerindeki kütle transferi, pürüzlülük ve kaplamanın uniformluluğu incelemeleri yapılabilmektedir [27].

Çizelge 6.2 : Çalışmalarda kullanılan işlem parametreleri.

Pulse süresi (mikrosaniye)	**Akım şiddeti (Amper)**	**Paso sayısı**	**Numune Adı**
50	100	1	A1
		2	A2
		3	A3
	300	1	B1
		2	B2
		3	B3
	500	1	C1
		2	C2
		3	C3
100	100	1	D1
		2	D2
		3	D3
	300	1	E1
		2	E2
		3	E3
	500	1	F1
		2	F2
		3	F3

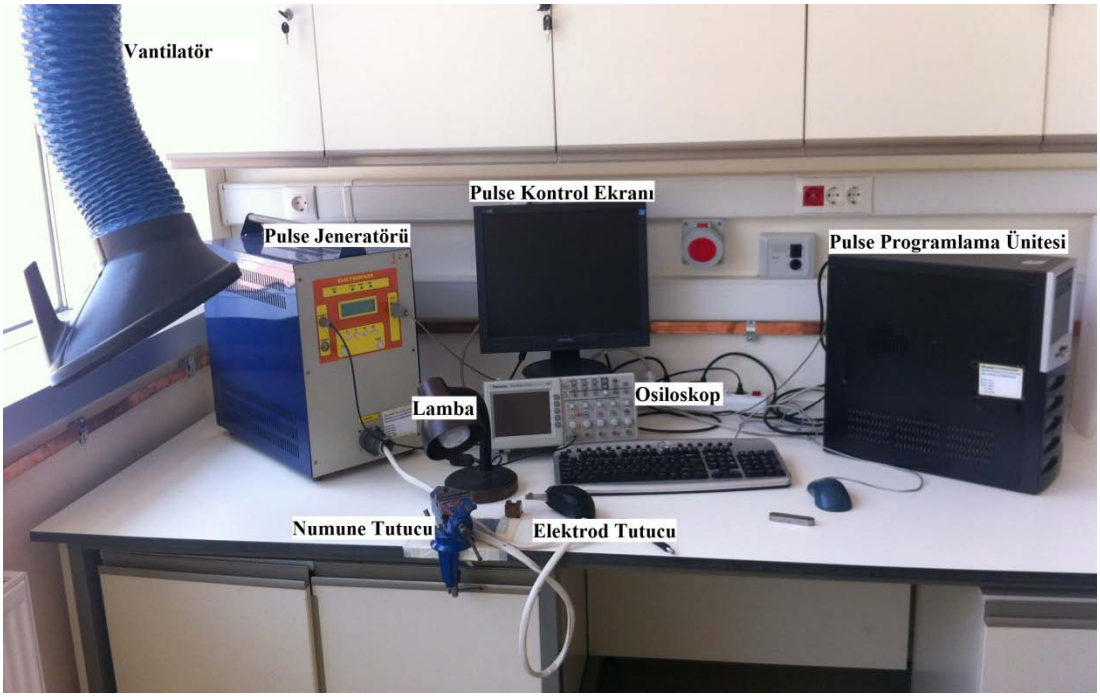
İşlem parametrelerinin kaplama karekterine etkisini görebilmek için bazı parametreler sabit tutulmuştur ve bu değerler Çizelge 6.3'te verilmiştir.

Çizelge 6.3 : Sabit tutulan Parametreler

Enerji	2000 mC
1 kaplama için harcanan süre	60 saniye
Pulse şekli	Kare
Çalışılan voltaj	17 V

6.1 Elektro - Spark Biriktirme İşlemi

Tüm kaplama işlemlerimizde kullanılan elektrospark biriktirme (ESD) cihazı Şekil 6.5'te gösterilmiştir.



Şekil 6.5 : Elektro-Spark Biriktirme (ESD) cihazı.

ESD sitemi çalışma mekanizması; pulse kontrol ekranından sistemde kullanmak istenen parametreler girilir, gerekli olan parametreleri sağlamak için pulse programlama ünitesinin içerisinde dahili olarak bulunan bir yazılım sayesinde istenen özelliklerdeki pulseların üretilmesi için komutlar verilir. Verilen komutlar doğrultusunda pulse jeneratöründen ihtiyaç duyulan şiddet, frekans ve sürede pulseların üretilmesi sağlanır. Jeneratöre seri olarak bağlı olan numune tutucu ve elektrod tutucu sayesinde kaplama işlemi gerçekleştirilir. Osiloskop cihazındaki ekran sayesinde üretilen pulseların karakterinin kontrolleri yapılmaktadır. İşlem

sırasında meydana gelen çok şiddetli spark kıvılcımlarının gözlere zarar vermemesi için ortamdaki ışık şiddetini arttıkmak amacı ile lamba kulllanılmaktadır. Proseste gaz çıkışlarıda görülmektedir, bu metal gazlarının sağlığa zararlı olması nedeniyle vantilatör kullanılması gerekmektedir.

Şekil 6.5'te görülen ESD cihazının bazı teknik özellikleri Çizelge 6.4'te verilmiştir.

Çizelge 6.4 : Kullanılan cihazın teknik özellikleri.

Sistemin tükettiği güç	180 W
Stabil çıkış voltajı	40 V
Pulseların enerji aralığı	$0,25x10^{-3}$ - 15 joule
Pulseların zaman aralığı	2 - 8000 µs

6.2 Kütle Transferi İncelemeleri

Kullanılan proses sebebiyle anottan katoda transfer edilen malzeme miktarı da incelenmiştir. Kaplamanın kütle transferindeki veriminin incelenmesi ve çalışılan sıcaklığın çok yüksek olmasından dolayı malzemelerde oluşan buharlaşmaların hesaplanması amaçlanmıştır. Bu doğrultuda 0,001 mg hassasiyete sahip Metter Toledo 200 marka hassas terazi ile her altlık malzemenin ve işlem elektrodunun 60 saniyelik kaplamalardan önce ve sonra ağırlıkları ölçülerek kaplama prosesi esnasında altlık malzemelere transfer edilen ve işlem elektrodundan erozyona uğrayan (kayıp) kütle miktarları relatif olarak elde edilmiştir.

6.3 Kaplama Karekterizasyon İşlemler

6.3.1 Yüzey pürüzlülükleri incelemeleri

18 adet hazırlanan, farklı yüzeylere sahip kaplanmış numunelerin yüzey profilleri Perthometer S8P (Perthen-Mahr, Göttingen, Almanya) optik profilometre cihazının 1 µm çapa sahip optik ucu (Focodyn, Perthen, Göttingen, Almanya) kullanılarak incelenmistir. Her numune yüzeyinde 2000,250 µm'lik ölçüm uzunlugunda olmak üzere, bu uzunluğu 80 saniyede katedecek hızla (25µm/s tarama hızında) toplam 20 adet ölçüm yapılarak numune yüzeylerinin iki boyutlu yüzey profilleri (1,750 mm x

1 mm) elde edilmistir.Yüzey profillerinin ortalama Ra yüzey pürüzlülük degerleri; elde edilen 20 ölçümün aritmetik ortalamaları ve standart sapmaları hesaplanmıştır.

Yapılan kaplamalardaki, işlem parametreleri ve kaplama sayısı değişikliklerinin yüzey pürüzlüğününe etkisi ve kaplanmış yüzeylerin ortalama pürüzlülük değerleri (Ra) ile standart sapmaları ölçülerek yorumlanmıştır

6.3.2 X Işınları difraksiyon analizleri (XRD)

XRD analizi için Philips RV 3710 marka ince film tekniği ile analiz yapabilme yeteneğine sahip olan difraktometre cihazı kullanılmıştır. XRD analizi ile elektro-spark biriktirme yapılmış numunelerin yüzeyinde oluşan fazların teşhisi CuK_{α} radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. X ışınları geliş açısı 1^{0}'dir ve 20 - 90^{o} açıları arasında $0{,}02^{0}$'lik artışlarla numuneler taranmıştır.

6.3.3 Kaplama kalınlığı ölçümü

Kaplama kalınlıkları ölçümü için Philips XL 30 SFEG model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Kesit üzerinde yapılan çalışmalarda her numuneden en az 6 adet ölçüm yapılmış ve ortalama kalınlıklar hesaplanmıştır.

6.3.4 Yüzey morfolojisi incelemeri (SEM)

Kaplamaların yüzey morfolojilerinin incelenmesi EDS donanımlı JEOL JSM-7000F marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. Numunlerin yüzeyinde, prosesteki parametrelerin değişimi ile meydana gelen karakteristik farklılıklar araştırılmıştır ve karşılaştırmalar yapılmıştır.

6.3.5 Yüzeyden elemental yapı analizi (EDS)

Kaplama yüzeylerinin enerji dağılım spektroskopisi (EDS) analizleri için Philips XL 30 SFEG model EDS donanımlı taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Kaplama yüzeylerinde birçok yerden nokta ve alan taramaları yapılarak elemental analiz sonuçları incelenmiştir.

6.3.6 Kesitten elemental yapı analizi (EDS)

Numunelerin enine kesit çalışmaları için yapılan ön hazırlıklar aşamasında; kaplaması yapılan numuneler Struers-Minitom model hassas kesici disk ile kaplama yüzeyine dikey şekilde kesilmiştir. Kesilen numuneler bakalite alındıktan

sonra zımparalama ve parlatma işlemleri görmüştür. Bu aşamada sırasıyla 320, 400, 500, 800, 1000, 1200 ve 2400 meşlik SiC abrazif aşındırıcı kağıtlarla kaba ve ince zımparalamalar yapılmıştır. Struers marka MD-Chem çuha ve kolloidal silika yardımı ile bakalitteki numuneler parlatılmıştır. Daha sonra alkolle 5 dakikalık ultrasonik temizleme yapılmış ve ardından sıcak hava üfleyerek kurutulmuştur.

Zımparalama ve parlatma kademelerinden sonra Philips XL 30 SFEG model SEM cihazında kaplamanın enine kesit özelliklerinin analizleri yapılmıştır.

EDS donanımlı SEM cihazında kaplama boyunca elemental dağılımlar, çizgi ve alan analizleri yapılarak incelenmiştir.

6.3.7 Kesitten sertlik çalışmaları

Kaplamanın enine kesiti boyunca sertlikteki değişimlerin incelenmesinde V-F32 seri numaralı elmas Vickers uca sahip CMS indentation 3.74 model mikro sertlik cihazı kullanılmıştır. İndentasyon teknikiği ile sertlik analizleri yapan cihazda maksimum 50 mN (yaklaşık 5 gram) yük uygulanarak kaplamanın sertlik karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerde uygulanan yük 60 saniyede maksimum değere ulaşmış, 2 saniyelik beklemenin ardından 60 saniyede yük kaldırılarak sıfırlanmıştır.

6.3.8 Kesitten SEM çalışmaları

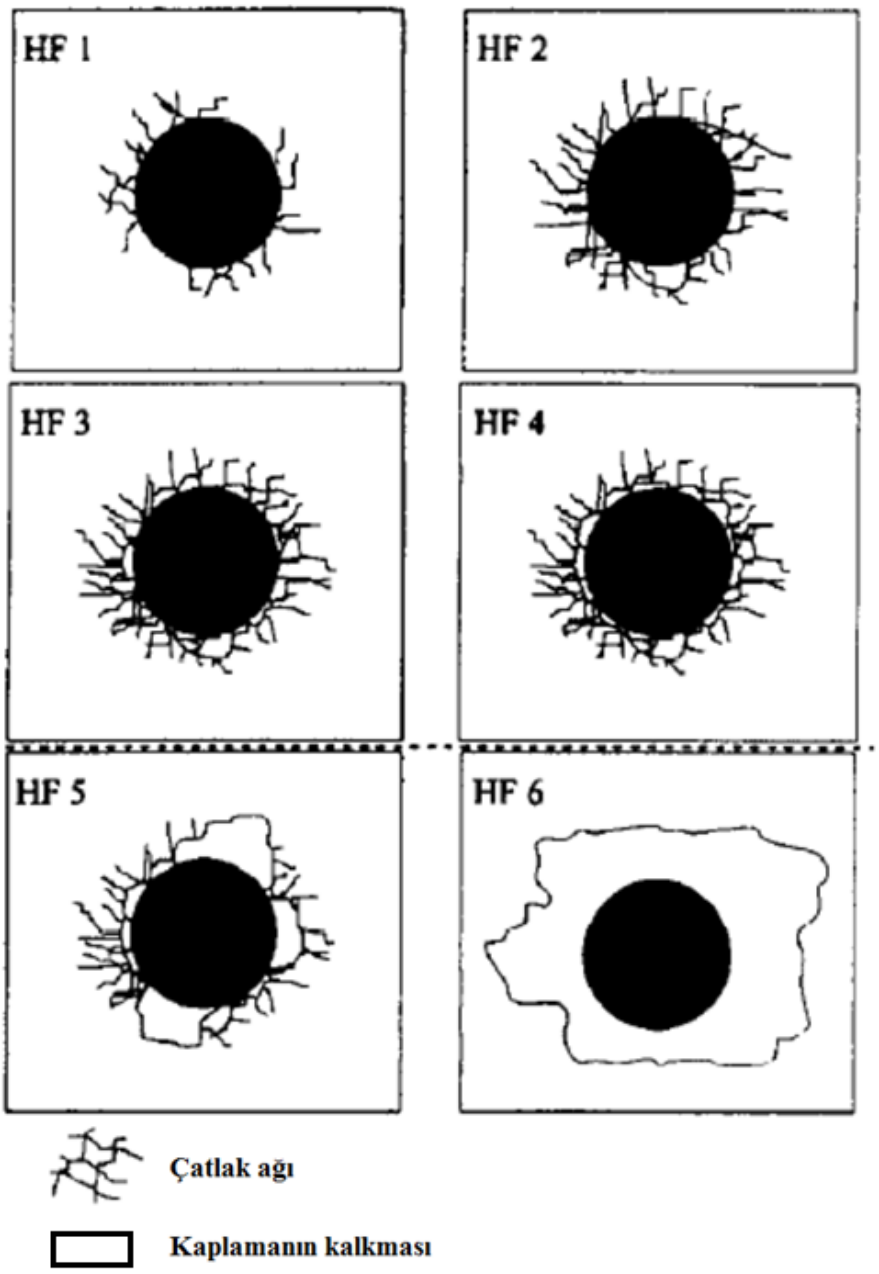
Kaplama yüzeylerinin

Altı adet parlatılmış ve altın kaplanmış numunelerin kesitlerine bakılarak kaplamaların kalınlıklarındaki farklılıklar ve süreklilikleri incelenmiştir.

6.3.9 Rockwell-C testi

Kaplamaların yapışma karakteristiğinin incelenmesi için Rockwell-C testi uygulanmıştır. Rockwell-C testinte uygulanan yük 150 kg ağırlığındadır ve numune yüzeyine yeterli aralıklar ile 3 adet test izi oluşturulmuştur. Bu izlerin görüntüsüne Philips XL 30 SFEG model SEM cihazında bakılarak analizleri yapılmıştır.

Analizler yapılırken Rockwell-C izi etrafında meydana gelen çatlaklara, bu çatlakların ilerleme miktarlarına ve uygulanan yük nedeniyle kaplamada meydana gelen tabaka kalkması durumlarına bakılmıştır.



Şekil 6.6 : Rockwell-C indentasyon testinde kaplama yüzeyinde oluşabilecek hasar türlerinin şematik gösterimi [28].

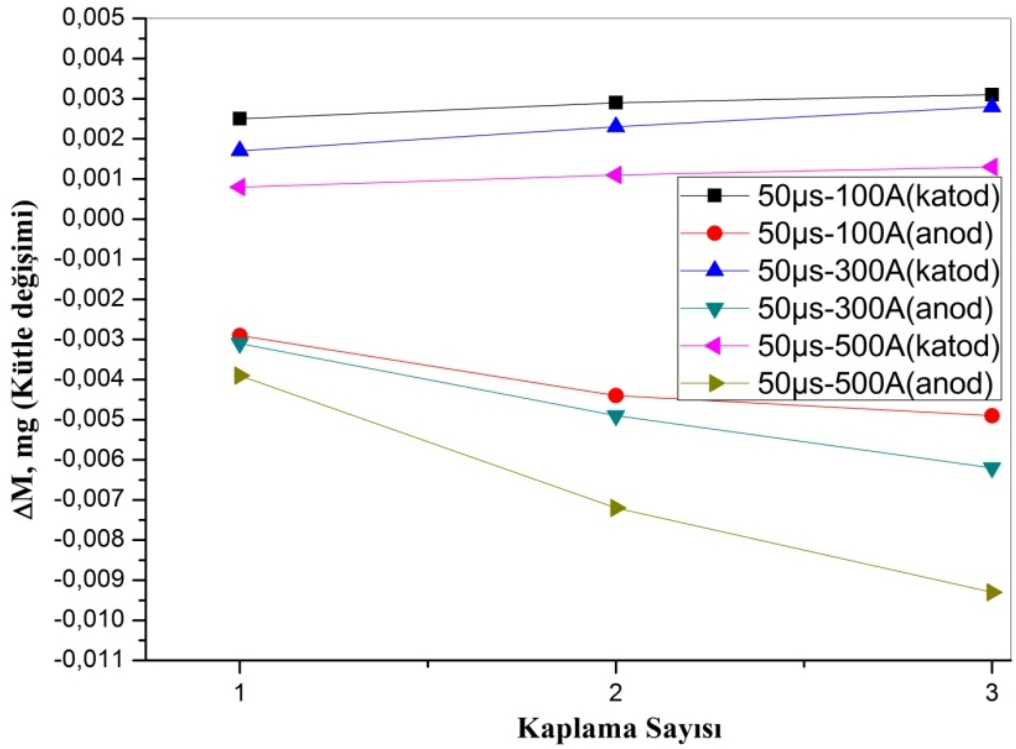
Daha önceden de bahsedildiği üzere Rockwell-C yapışma deneyi sonucunda oluşan izlerin görüntüsüne göre belirlenen standartlar Şekil 6.6'da verilmiştir. İz paternleri HF1'den HF6'ya doğru yapışmanın kötüleştiğini yani kaplama karakteristiğinin yetersizleştiğini göstermektedir. Kaplamalar için HF1 ve HF2 karakterdeki izler, kaplamanın yapışma özelliğinin yeterli olduğunu gösterir. HF3, HF4, HF5 ve HF6 görüntüsündeki izlerde ise kaplamanın iyi yapışmamış olduğu yorumu yapılır.

7. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME

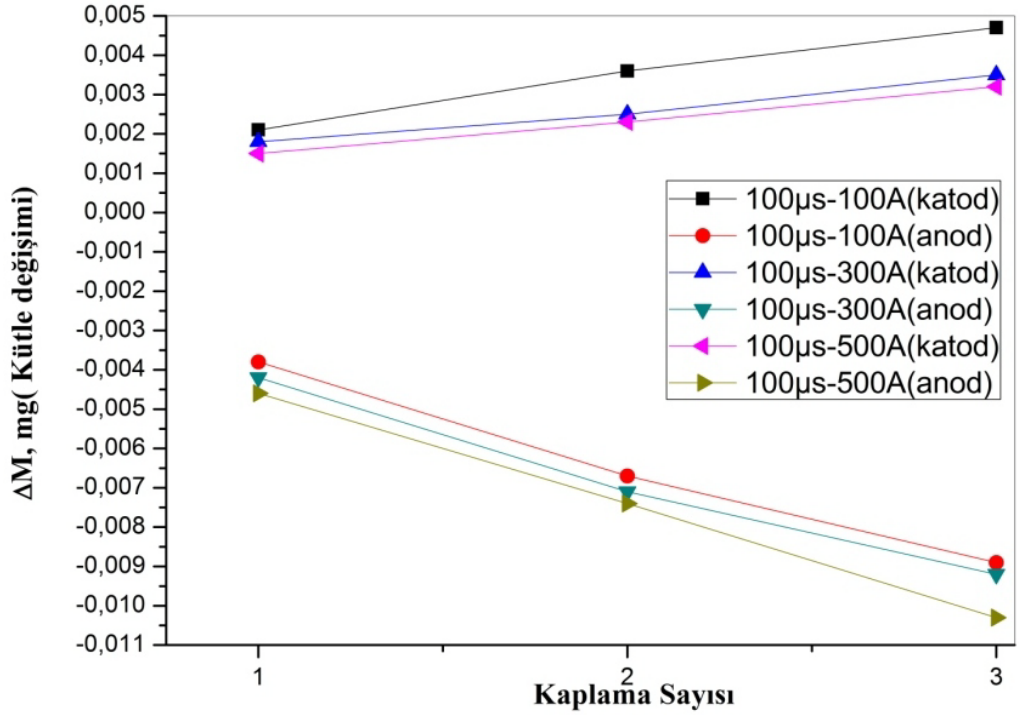
7.1 Kütle Transferi Ölçümleri

Kaplama işlemlerinden önce ve sonra ağırlıkları ölçülerek kaplama işlemi esnasında altlık malzemeye transfer edilen ve işlem elektrodundan erozyona uğrayan (kayıp) kütle miktarları relatif olarak elde edilmiştir.

3 paso kaplama yapılan numunenin her kaplama işleminden sonra altlık ve elektrod malzemedeki ağırlık değişimleri ölçülmüştür. Aynı işlem 1 ve 2 pasolu kaplama yapılan numunelere de uygulanmış ve kütle transferi grafikleri 3 pasolu kaplamalarındaki grafik ile aynı karakteri sergilediği görülmüştür. 3 paso uygulanmış numunelerdeki her kaplama sonrasında oluşan kütle değişim grafikleri Şekil 7.1 ve Şekil 7.2'de verilmiştir.



Şekil 7.1 : A3, B3, C3 numunelerindeki ve işlem elektrodundaki her 60 saniyelik kaplama sonrasında oluşan kütle değişimleri grafiği.

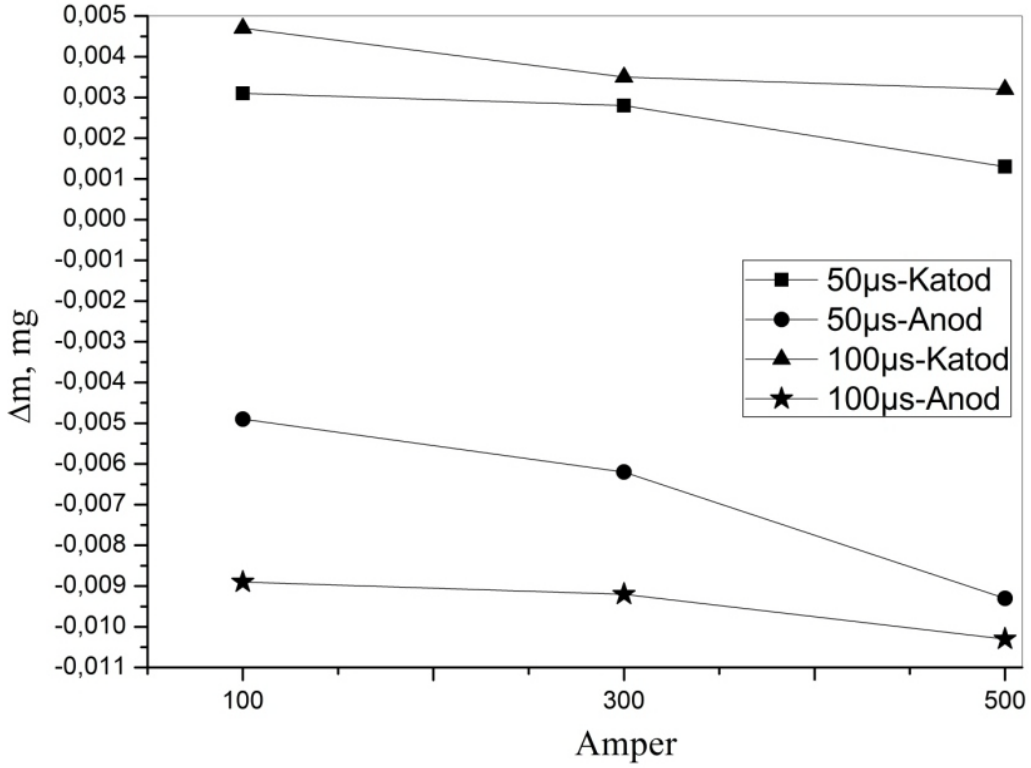


Şekil 7.2 : D3, E3, F3 numunelerindeki ve işlem elektrodundaki her 60 saniyelik kaplama sonrasında oluşan kütle değişimleri grafiği.

Şekil 7.1'de pulse süresi 50 mikrosaniyelik numunelerin ve Şekil 7.2'de pulse süresi 100 mikrosaniyelik numunelerin, anot ve katodda meydana gelen kütle değişimleri karşılaştırılmıştır. Her iki grafikte de kaplama sayısı (paso) arttıkça, paso başına düşen katodtaki kütle değişiminde azalma olduğu görülmüştür. Bu azalmayı grafikteki eğimin azalmasından anlamaktayız.

Aynı işlem süresine sahip numunelerde, kullanılan amper şiddetindeki artışı ile katodta biriken malzeme miktarının artışında azalma görülmüştür. Diğer taraftan ise kullanılan elektrodtan kopan malzeme miktarı artan amper ile artış göstermektedir. Kayıp olarak adlandırılan bu kütle, deneyler sırasında da çok fazla kıvılcım çıkarması durumundan anlaşılmaktadır. Artan amper değerli işlemlerde oluşan sparkların kıvılcım mikarında artış ve numuneden duman çıkışı gibi durumlarla karşılaşılmıştır.

Şekil 7.3'te 3 paso kaplama uygulanmış numunelerde kaplama öncesi ve 3 paso kaplama sonrasındaki ağırlıkları farkı alınarak değişen amper ve pulse süresi ile numunelerde meydana gelen toplam kütle transferleri karşılaştırılmıştır.



Şekil 7.3 : A3, B3, C3, D3, E3, F3 numunelerinin ve işlem elektrodunun kaplama öncesi ve sonrasındaki kütlelerinde oluşan toplam değişim değerleri.

Anot malzemedeki kütle azalmaları amper şiddeti ve işlem süresi arttıkça artmıştır. Anottan (elektrod) kopan malzemenin ne kadarlık kısmının katoda yapıştığı diğer bir deyişle prosesin verimliliği kıyaslaması Şekil 7.3 ile yapılabilmektedir;

- Kullanılan amperdeki artış ile malzemenin son ağırlığındaki değer düşüş göstermiştir (Pulse süresi sabit).

- Kullanılan işlem süresindeki artış ile malzemenin son aağırlığındaki değer düşüş göstermiştir (Amper şiddeti sabit).

50 ve 100 mikrosaniyelik işlemlerin her ikisinde de işlem süresi sabit tutularak amper şiddeti arttıkça katodda biriken malzeme miktarında azalma olduğu görülmektedir. Bu durum düşük amperli proseslerde kütle transferinin daha çok olduğunu göstermektedir.

Aynı amper değerindeki proseslerde (100A, 300A, 500A) işlem süresinin 50 mikrosaniyeden 100 mikrosaniyeye artışı katoda biriken malzeme miktarında artış sağlamıştır. Bu durum uzun pulse süreli proseslerde kütle transferinin hada çok olduğunu göstermektedir.

Ribalko ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada da pulse süresindeki artış ile kaplamadaki kütle transferi miktarı artmaktadır [26].

Kullanılan parametrelerde elektrodtan kopartılan malzeme miktarından daha önemli olan nokta, bu kopartılan malzemenin altlık ile ne kadar verimli bir şekilde alaşım yaptığıdır. Prosesin verimliliğini anlamak için; (katodtaki ağırlık artışı / anottaki ağırlık azalışı) x 100 matematiksel hesaplaması yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar parametrelerin yüzde kaçlık verimle çalıştığını göstermektedir. 50 mikrosaniyelik prosesin verimlilik tablosu Çizelge 7.1'de, 100 mikrosaniyelik prosesin verimlilik tablosu Çizelge 7.2'de verilmiştir.

Çizelge 7.1 : 50 mikrosaniyelik prosesteki % verimlik değerleri.

	1 paso	**2 paso**	**3 paso**
100 amper	86,2	65,9	63,3
300 amper	54,8	46,9	45,2
500 amper	20,5	15,3	14,0

Çizelge 7.2 : 100 mikrosaniyelik prosesteki % verimlikik değerleri.

	1 paso	**2 paso**	**3 paso**
100 amper	55,3	53,7	52,8
300 amper	42,9	35,2	38,0
500 amper	32,6	31,1	31,1

Ribalko ve arkadaşlarının yaptığı araştırmaya göre kütle transferinde kaplama sayısının artışı ile belirli bir kaplama sayısının ardından kütle transferi olmadığı gözlemlenmiştir [27]. Yapılan çalışmada da ikinci pasodan üçüncü pasoya geçerken kütle transferinin çok az olduğu görülmektedir Kütle transferinin sabitlendikten sonra kaplama çalışmalarına devam edilirse, kaplamalarda parçalanarak kopmalar olduğu görülmüştür. Bu bilgiler doğrultusunda 3 paso kaplamanın uygulanan proses için maksimum seviye olduğuna karar verilmiştir.

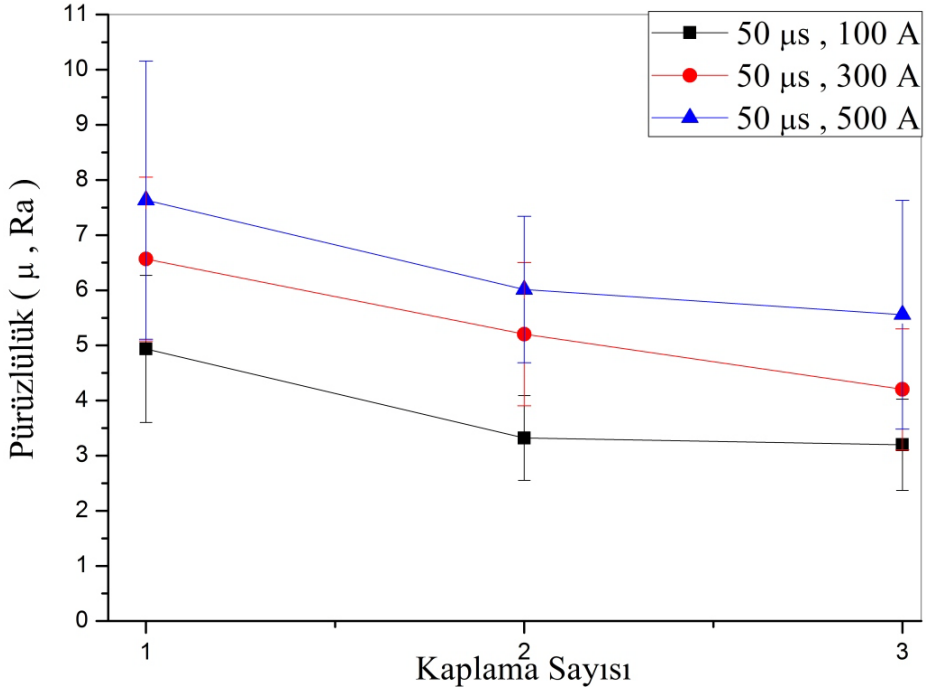
7.2 Pürüzlülük Ölçümü

Farklı parametrelerle yapılan kaplamaların yüzey profillerinin ortalama Ra yüzey pürüzlülük degerleri; elde edilen 20 ölçümün aritmetik ortalamaları ve standart sapmaları hesaplanmıştır. Yapılan ölçüm sonuçları Çizelge 7.3'te verilmektedir.

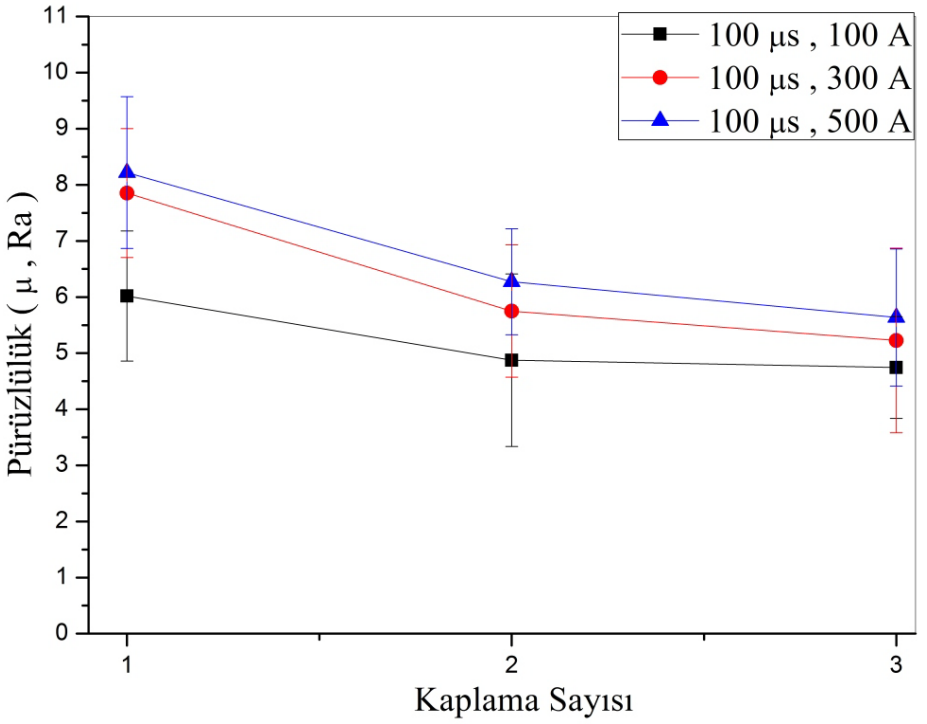
Çizelge 7.3 : Yapılan kaplamalardaki yüzey pürüzlülüğü değerleri (Ra, µm) ve standart sapmaları.

Numune Adı	Pürüzlülük değeri (Ra, µm)	Standart sapma (µm)
A1	4,9361	1,3343
A2	3,3211	0,7702
A3	3,1983	0,8276
B1	6,5675	1,4847
B2	5,20333	1,5285
B3	4,2044	1,0974
C1	7,6354	2,5229
C2	6,0131	1,3282
C3	5,5579	2,0751
D1	6,0188	1,1587
D2	4,8738	1,5374
D3	4,7436	0,9077
E1	7,8533	1,1481
E2	5,75	1,1798
E3	5,2259	1,6451
F1	8,2188	1,3536
F2	6,2727	0,9451
F3	5,6361	1,2217

Numunelerinin pürüzlülük değerleri ve standart sapmaları Şekil 7.4 ve Şekil 7.5'te verilmiştir.



Şekil 7.4 : A1, A2, A3, B1, B2, B3, C1, C2, C3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri.



Şekil 7.5 : D1, D2, D3, E1, E2, E3, F1, F2, F3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri.

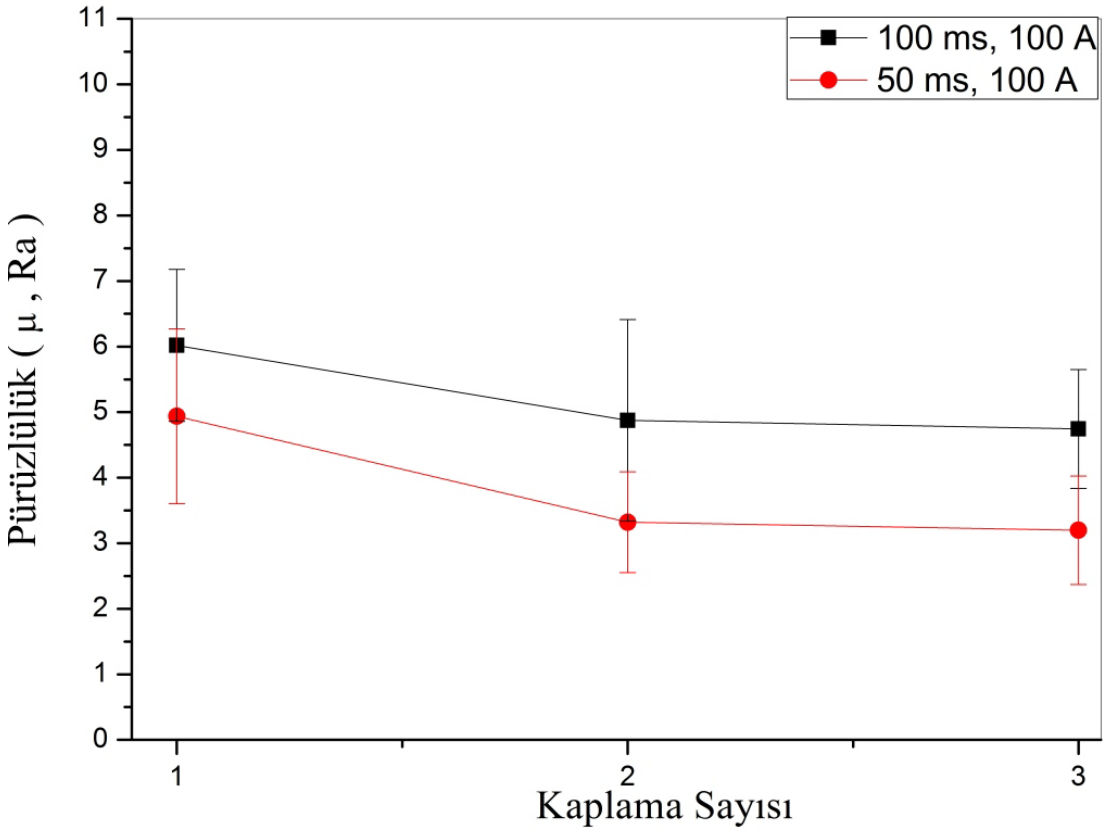
Şekil 7.4 ve Şekil 7.5'ten anlaşılacağı gibi aynı pulse süresine sahip numunelerin akım değerleri arttıkça (100 A, 300 A, 500A) yüzeydeki pürüzlülük değerleri de artmaktadır.

Pulse süresi ve akımı aynı olan numunelere uygulanan kaplama sayısı artışı ile yüzeydeki pürüzlülük değerinde düşüş gözlemlenmiştir. Buun nedeni; ESD prosesindeki sparklar yüzeydeki en sivri noktalardan gerçekleşmektedir, gerçekleşen bu kıvılcımlar yüzeydeki tepecikleri parçalamakta, ergitmekte ve alaşıma katarak kaplama tabakası haline getirmektedir. Yüzeyde tepeciklerin bitmesi durumunda ise direk kaplamanın kendisini kırmakta ve yüzeye zarar vermeye başlamaktadır. Bu sebeple birkaç paso kaplamanın ardından prosesin durdurulması gerekmektedir.

Ribalko ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada Şekil 7.4 ve Şekil 7.5'teki gibi sabit pulse süresi ve artan amper şiddeti uygulamalarında yüzeydeki pürüzlülük değerlerinde artış görülmüştür [26].

Ribalko ve arkadaşlarının yaptığı araştırmaya göre pürüzlülük değerinde azalmalar yaptığımız çalışmadaki gibi olmaktadır. Minumum seviyeye ulaştıktan sonra (3 paso kaplama) pürüzlülük değerinde herhangi bir iyileşme olmadığı gözlemlenmiştir. Yaptığımız çalışmada da ikinci pasodan üçüncü pasoya geçerken pürüzlülük değerinde neredeyse sıfıra yakın bir iyileşme görülmüştür. Bu doğrultuda 3 paso kaplamanın sonrasında minumum pürüzlülük değeri yakalanmış ve proses durdurulmuştur. Kaplama çalışmasına devam edilmesi halinde yüzey parçalanacak ve yapılan kaplamaya zarar verilecektir.

Aynı amper şiddetine sahip numunelerde, kaplama sayısının ve pulse süresinin değişimi ile yüzey pürüzlülük değerinde meydana gelen farklılıklar Şekil 7.6'da verilmiştir.



Şekil 7.6 : A1,A2,A3,D1,D2 ve D3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri

Şekil 7.6'da 100 amperlik proseslerin pürüzlülük sonuçları verilmiştir. Numunede kaç paso kaplama olduğu önemli olmaksızın pulse süresinin 50 mikrosaniyeden 100 mikrosaniyeye artışı ile pürüzlülük değerinde de artış olmuştur.

Elde edilen sonuca paralel olarak, Ribalko ve arkadaşları sabit amper şiddeti ve artan pulse süresi uygulamalarında yüzeydeki pürüzlülük değerlerinde de artış gözlemlemiştir [26].

Elektrosparkın doğası gereği pürüzlü yüzeylerin oluşması bilinen bir durumdur. Kullanılan elektrod çiftleri ve çalışma ortamı haricinde kaplama pürüzlülüğü, ergiyen damlacık çapına etki eden elektriksel parametrelere, operatörün el alışkanlığına ve anot elektrodun yüzeydeki hareket hızına bağlıdır [29].

Yüzey pürüzlülüğünü düşürmek için elektriksel parametrelerin değiştirilmesi dışında kullanılan ESD cihazında da revizyonlara ihtiyaç vardır [27].

Aynı amper şiddetine sahip (300, 500 amper) numunelerde, kaplama sayısının ve pulse süresinin değişimi ile yüzey pürüzlülük değerinde meydana gelen farklılıklar EK A'da verilmiştir.

7.3 XRD Çalışmaları

Farklı parametrelerle yapılan kaplamaların X-Ray difraktometre analizleri Philips RV 3710 cihazı ile yapılmıştır. Analiz Çizelge 7.4'te verilmiştir.

Çizelge 7.4 : 12 adet numuneye yapılan X-RAY analiz sonuçları.

	Bulunan Fazlar						
Numune Adı	**TiAl**	**Ti_3Al**	**$TiAl_3$**	**$AlTi-O_2$**	**$Al_{11}Ti_5$**	**Ti(alpha)**	**TiN**
A1	+			+		+	+
A2			+		+	+	+
A3			+		+	+	+
B1	+	+		+		+	+
B2	+*		+	+	+	+	+
B3	+*		+		+	+	+
C1	+	+		+			+
C2	+*		+	+	+		+
C3	+*		+	+	+		+
D1	+			+		+	+
D2	+*		+	+	+	+	+
D3	+*		+		+	+	+
E1	+	+		+		+	+
E2	+*		+	+	+	+	+
E3	+*		+	+	+	+	+
F1	+	+		+		+	+
F2	+*	+*	+	+	+	+	+
F3			+	+	+		+

*Çok zayıf şiddetli pikler görülmüştür.

Tüm numunelerdeki proses parametrelerindeki değişime karşın faz değişim rejimi aynı karakterdedir. Bir paso kaplama uygulanmış numunelerde pulse süresine bakılmaksızın amper şiddetindeki değişim kaplama alaşımını doğrudan etkilemektedir. 300 amper ve 500 amperlik proseslerde TiAl ve Ti_3Al fazı görülürken, 100 amperlik proseslerde sadece TiAl fazına rastlanmıştır. Bu durum amper şiddetinin artışı ile altlık malzemeden daha fazla titanyum metalinin kopardıldığını göstermektedir. Mikroalaşımlama prosesine daha fazla altlık malzemesinin katılmasıda elde edilen fazlarda titanyum yoğun alaşımların görülmesini sağlamıştır.

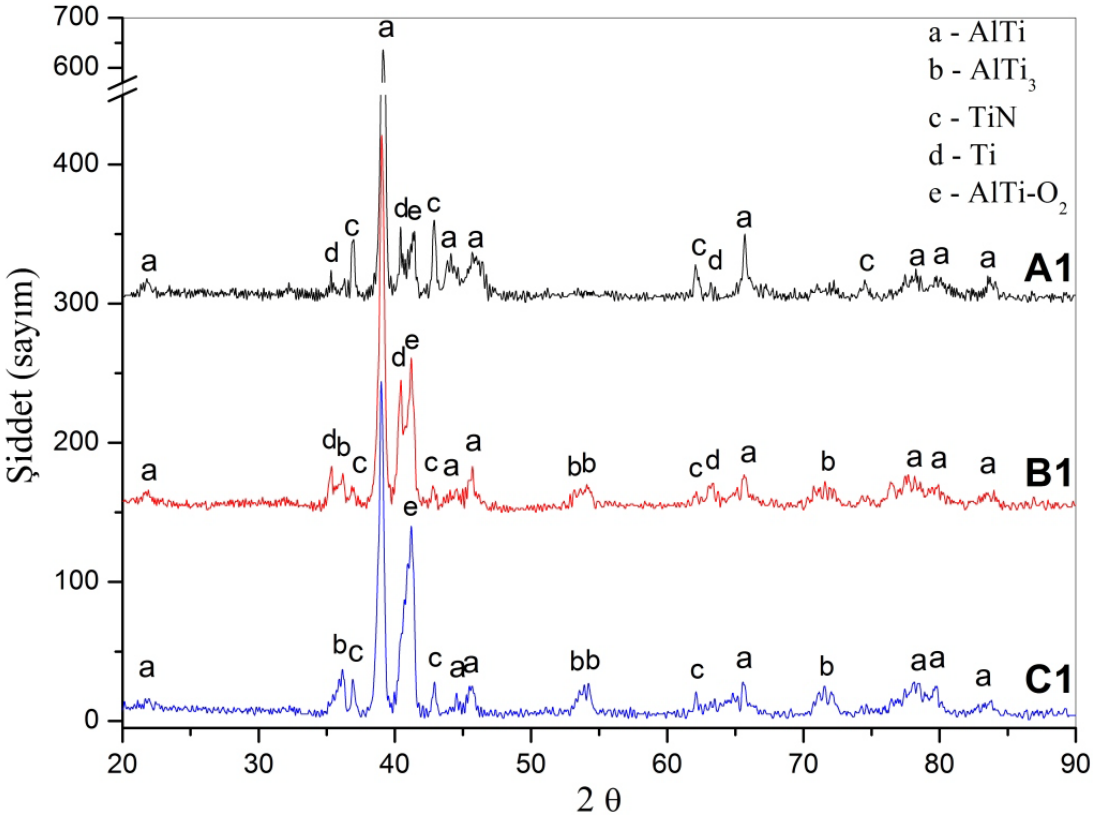
Aynı amper şiddeti ve pulse süresi değerlerine sahip numunlerde kaplama sayısı artışı ile (2 ve 3 pasolu kaplamalar) yüzeydeki fazlar değişmiş ve daha fazla alüminyum metali içeren $TiAl_3$ ve $Al_{11}Ti_5$ gibi fazların oluştuğu gözlemlenmiştir.

Yapılan XRD çalışmaları sonucunda her numunenin mikro yapısında TiN fazı ile karşılaşılmıştır. Çoğu numunenin içerisinde ise AlTi-O_2 fazı görülmüştür. Bu fazların yapı içerisinde bulunmasının sebebi titanyum metalinin yüksek sıcaklıklardayken azot ve oksijene karşı afinitesinin yüksek olmasıdır. Proses esnasında çıkılan sıcaklık değerlerinin 1000 ^{o}C'den fazla olması nitrür ve oksit fazlarının görülmesinin en büyük sebebidir.

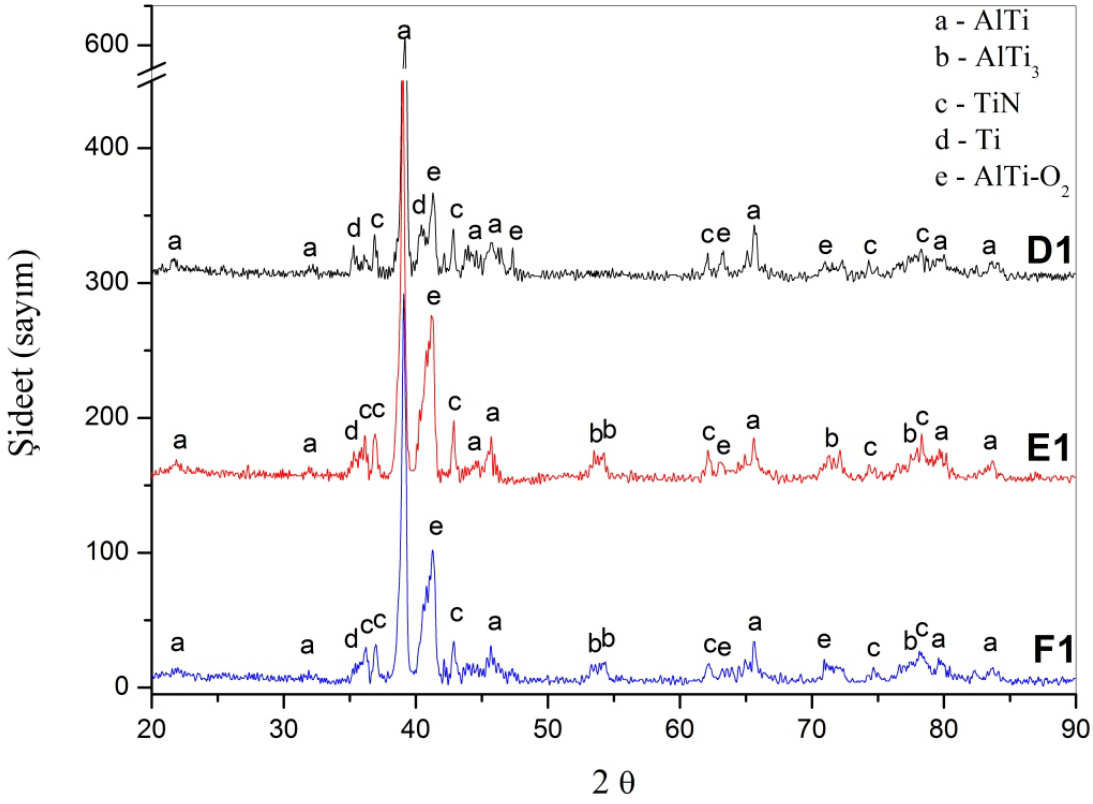
Titanyum altlık malzemesinin yüzeyini modifiye ederken oluşturmak istediğimiz TiAl ve Ti_3Al fazları A1,B1,C1,D1,E1 ve F1 numunlerinde gözlemlenmiştir.

Devam eden deneysel çalışmalar istenen fazları elde ettiğimiz numuneler üzerinden yürütülmüştür.

Çizelge 7.4'te görüldüğü gibi sadece bir paso kaplama yapılmasıyla yüzeyde elde edilmesi amaçlanan intermetalik fazlara ulaşılmıştır. Uygulanan parametrelerin değişmesi ile elde ettiğimiz fazların piklerinin şiddetlerindeki değişimler ve fazların birbirleri arasındaki geçişlerinin gerçekleştiği parametrik değerlerin incelenebilmesi amacıyla Şekil 7.7 ve Şekil 7.8'deki X-Ray grafiklerin analizleri yapılmıştır.

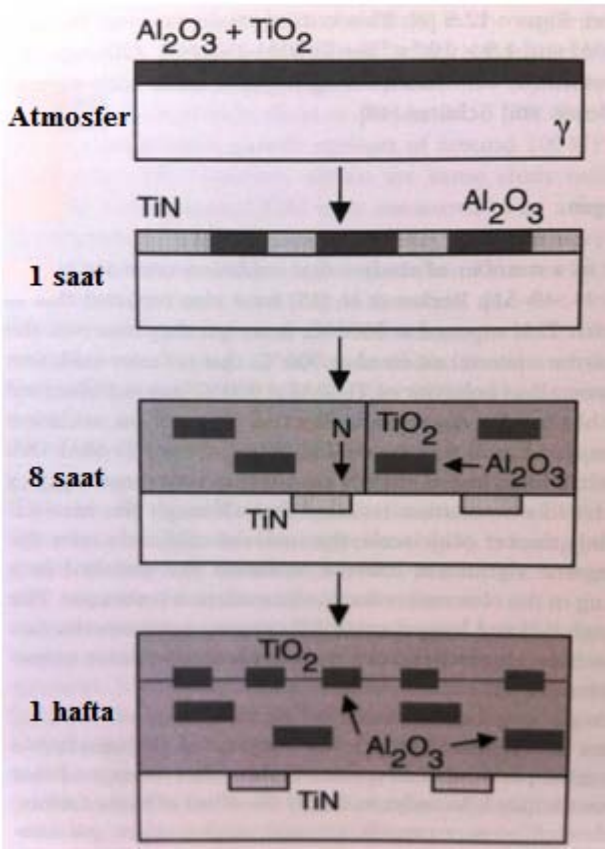


Şekil 7.7 : A1,B1,C1 numunelerinin XRD analizi sonucu.



Şekil 7.8 : D1, E1, F1 numuneleriniXRD analizi sonucu.

Gamma titanyum malzemeler oksijene ve azota ilgisi çok yüksek olan metallerdir. Sıcak ortam altında bu oksitlenme ve yapıya azot girmesi işlemleri hızlanmaktadır. Şekil 7.9'da süre ile yapıdaki azotlu ve oksijenli bileşiklerin oluşum mekanizmaları verilmiştir [21].



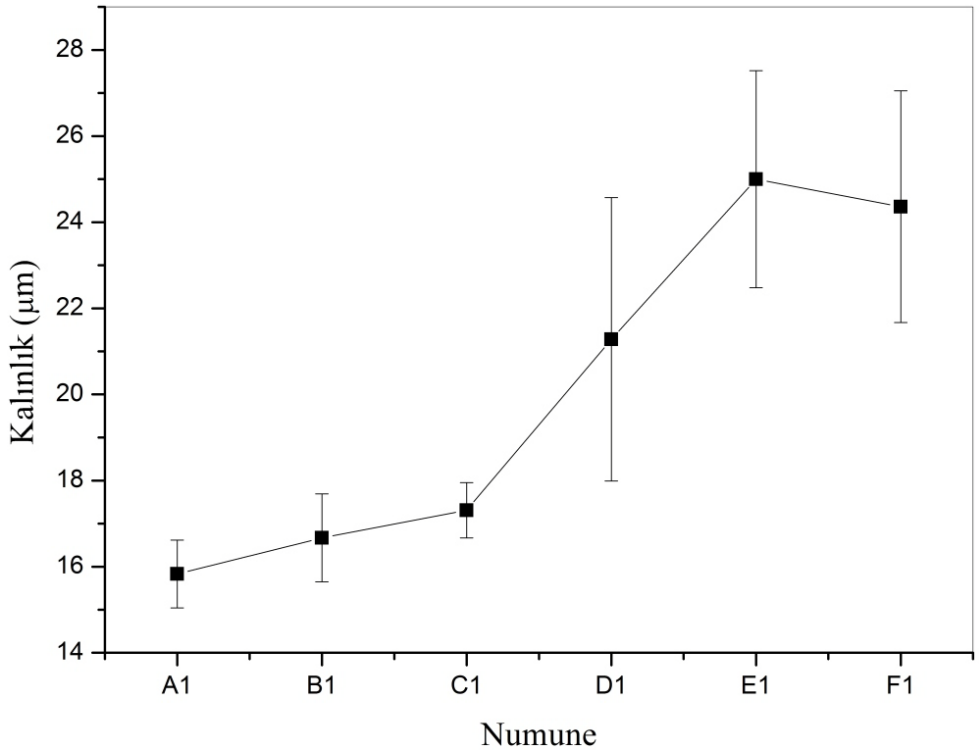
Şekil 7.9 : Gamma titanyum intermetalik malzemenin yüksek sıcaklıkta ve atmosfer ortamında bekletilmesi esnasında yüzeyde gelişen değişimler [21].

İstenen intermetalik fazları oluşturduğumuz bu 6 numune haricindeki A2, A3, B2, B3, C2, C3, D2, D3, E2, E3, F2 ve F3 numunelerininn XRD çalışmaları analizlerinin sonuçları EK B'de verilmiştir.

7.4 Kaplama Kalınlığı Ölçümleri

A1, B1, C1, D1, E1 ve F1 numunelerinin enine kesit çalışmalarından, kaplamaların kalınlıklarrının ölçümleri Philips XL 30 SFEG model SEM cihazında yapılmıştır. Cihazdan alınan görüntülerdeki her numuneden en az 6 adet ölçüm yapılmıştır, bu ölçümlerin ortalamaları hesaplanmış ve standart sapma değerleri bulunmuştur.

Değişen amper şiddeti ve değişen pulse süreleri sonucunda kaplama kalınlıklarında oluşan farklılıklar Şekil 7.10'da verilmiştir.



Şekil 7.10 : Numunelerin kaplama kalınlıkları ve standart sapma değerleri.

Elde edilen grafikten de anlaşıldığı gibi 50 mikrosaniyelik kaplama proseslerindeki kalınlık değerleri 100 mikrosaniyelik prosesteki kalınlıklardan daha düşük değerlerdedir. A1, B1 ve C1 numunelerinde ulaşılan kalınlık değerleri birbirine çok yakın iken D1, E1 ve F1 numunelerinin değerleri birbirlerine çok benzerlik göstermemiştir.

50 mikrosaniyelik numunelerde artan amper şiddeti kaplama kalınlığında artış sağlamıştır. Yüksek amperli çalışmalarda altlık malzemeye daha fazla metal gitmesi bu durumu açıklamaktadır.

100 mikrosaniyelik işlemlerde 500 amper uygulanmaya başlandığı zaman kaplamanın kalınlığında bir düşüş görülmüştür. Bu durum sisteme verilen toplam enerjinin çok yükselmesi sonucu kaplamanın üst kısımlarında parçalanmalar suretiyle toplam kalınlığının azalmasına sebep olmuştur şeklinde açıklanabilir.

Pulse süresindeki artış net bir şekilde malzemenin kaplama kalınlığında artış sağlamıştır. Yüksek pulse süreli çalışmalarda daha fazla enerji kullanılıyor olması,

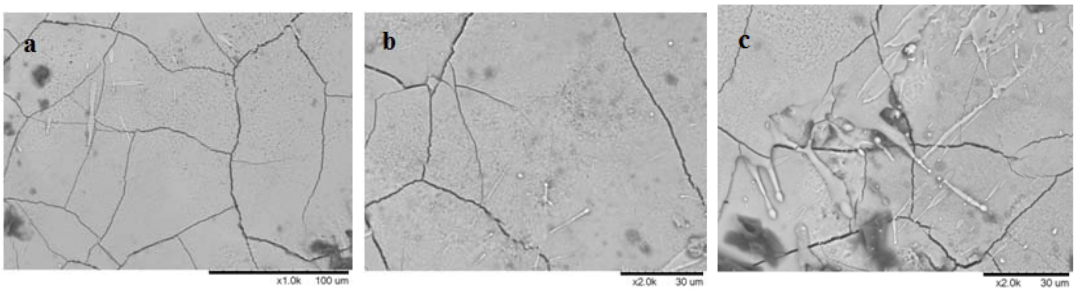
daha fazla malzeme ergitmek ve daha kalın kaplamalar elde etmek şeklinde yorumlanabilmektetir.

Üzerinde çalışmalar yapılan numunelerin, kaplama kalınlıkları değerlerinin ayrıntılı bilgisi EK C'de verilmiştir.

7.5 Yüzey Morfolojisi (SEM) Analizleri

Kaplamaların yüzeylerinin incelenmesi EDS donanımlı JEOL JSM-7000F model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. 6 numunenin hepsinde kaplamanın yüzey morfolojisinin aynı olduğu görülmüştür.

Anodtan damlayarak altlık malzeme ile mikro alaşımlama gerçekleştiren kaplamanın yüzeyinde çatlak ve overlapping izleri gözlemlenmiştir. A1 numunesinden çekilmiş yüzey görüntüleri Şekil 7.11'de verilmiştir.



Şekil 7.11 : A1 numunesinin 1000X büyütmeli (a) ve 2000X büyütmeli (b,c) yüzeyden SEM görüntüleri.

Bütün numunelerdeki yüzey görüntüsü Şekil 7.11'de verilen örneklerin aynısıdır. Şekildeki a ve b resimlerinde büyük ve küçük çatlaklar görülmüştür, c resminde anodtan damlayarak yüzeyde saçılmalar gerçekleştirmiş kaplama malzemesi izleri görülmektedir.

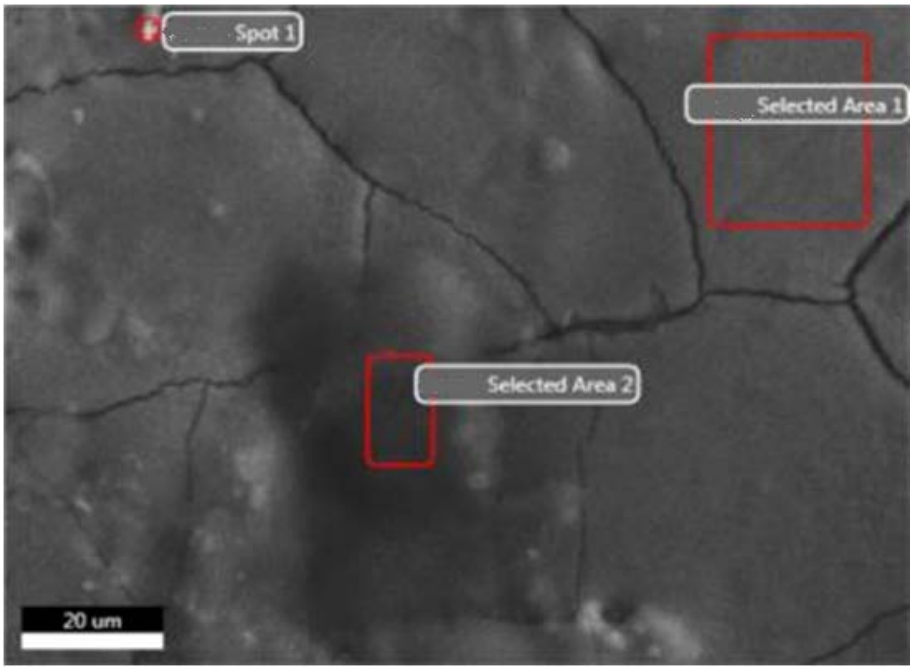
Yüzeyde görülen çatlakların derinliklerinin incelenmesi enine kesit çalışmalarında yapılmıştır.

Üzerinde çalışmalar yapılan numunelerin, yüzeyden çekilmiş görüntülerine örnek diğer resimler EK D'de verilmiştir.

7.6 Yüzeyden Elemantal Yapı Analizi (EDS)

Kaplama yapılmış yüzeylerden EDAX donanımlı Philips XL 30 SFEG model SEM cihazında nokta ve alan taramaları yapılarak elemental yapı analiz sonuçları incelenmiştir.

A1 numunesinden alınan iki adet alan ve bir adet nokta analiz bölgeleri Şekil 7.12'de gösterilmiştir.



Şekil 7.12 : A1 numunesinde elemental yapı analizi çalışması yapılan bölgeler.

A1 numunesinde seçilen bölgelerin EDS analiz sonuçları Çizelge 7.5'te verilmiştir.

Çizelge 7.5 : A1 numunesinin seçilen bölgelerindeki EDS analiz sonuçları.

	Oksijen		**Alüminyum**		**Titanyum**	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	5.08	10.23	49.65	59.31	45.27	30.46
Area 2	23.41	40.24	18.06	18.41	34.5	19.81
Spot 1	9.99	18.61	52.52	58.05	37.49	23.34

Area 1 bölgesinde; alüminyum ve titanyum elementleri 2/1 oranındadır. Bu oranlara sahip olan faz TiAl intermetaliği olarak olarak belirlenebilir.

Area 2 bölgesinde; analiz değerlerine bakıldığında elde edilen fazın AlTi-O_2 olduğu yorumu yapılabilmektedir. Bahsi geçen alan biraz daha koyu renkli bir görüntü sergiliyor olması oksit tabakası olduğunu kanıtlar niteliktedir.

Spot 1 olarak seçilen bölgenin çok analiz değerleri alüminyum yoğun bir bölge olduğunu göstermektedir. Alüminyum elektroddan proses esnasında kopan metal parçaçıklar yüzeye düşerek hiç bir alaşım oluşturmadan şekildeki gibi yapışma sergileyebilmektedir.

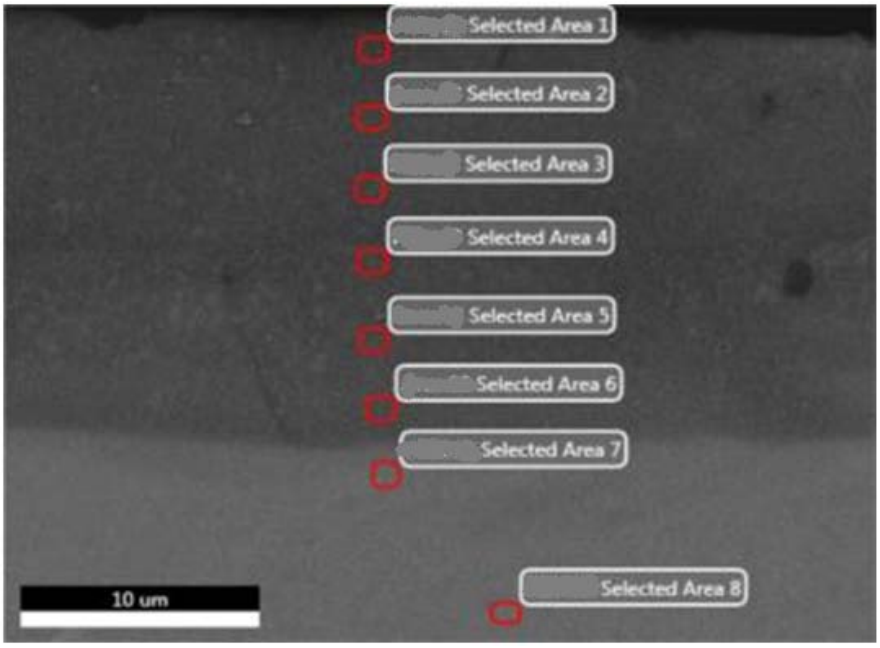
Diğer numunelerin yüzeyinde yapılan EDS analizlerinin sonuçları EK E'de verilmiştir.

7.7 Kaplamaların Kesitten Elemental Yapı Analizleri (EDS)

Kesit çalışması için parlatma kademesine kadar hazırlanan numunelerin yüzeyinden daha kaliteli görüntüler alınabilmesi için altın kaplama işlemine sokulmuştur daha sonrasında SEM cihazından analizleri yapılmıştır.

Yapılan çalışmalar kapsamında kaplama boyunca çizgi EDS ve alan EDS analizleri gerçekleştirilmiştir.

A1 numunesinde kaplamaya dik doğrultuda alan EDS analizleri yapılan bölgeler Şekil 7.13'de verilmiştir.



Şekil 7.13 : A1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler.

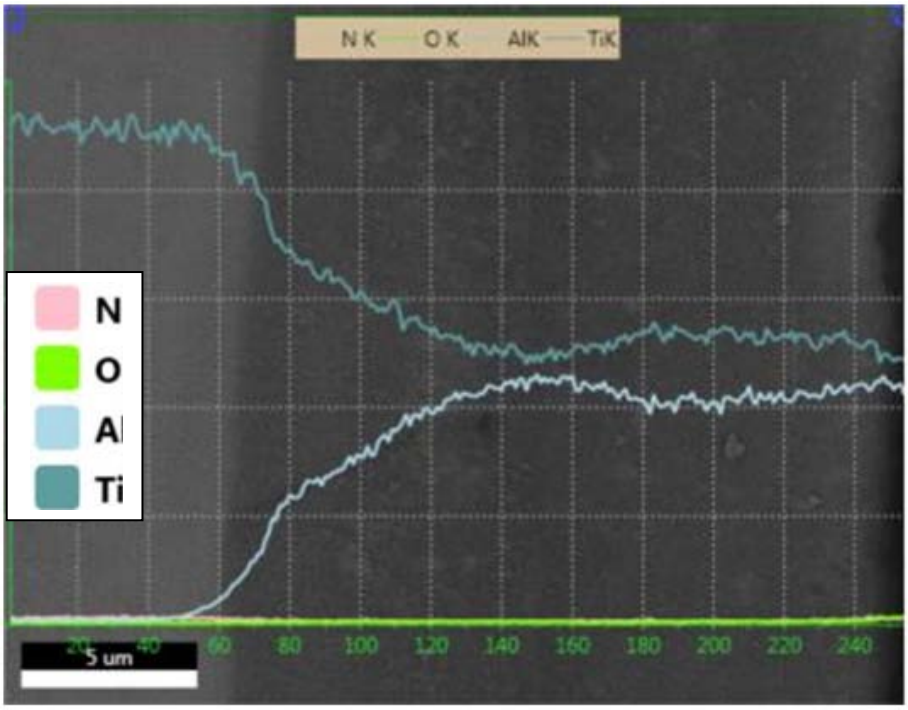
Kaplamaya dik doğrultuda 8 farklı bölgeden alınan analizlerin sonuçları Çizelge 7.6'da verilmiştir.

Çizelge 7.6 : A1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları.

	Azot		**Oksijen**		**Alüminyum**		**Titanyum**	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	5.5	11.46	11.2	20.43	36.7	39.7	46.61	28.4
Area 2	3.66	8.19	8.16	15.98	35.81	41.58	52.36	34.25
Area 3	3.42	7.69	7.3	14.35	37.96	44.26	51.32	33.71
Area 4	3.78	8.44	6.95	13.58	38.88	45.08	50.39	32.9
Area 5	3.15	7.2	7.69	15.41	34.12	40.54	55.04	36.84
Area 6	3.4	8.04	7.32	15.17	28.01	34.4	61.27	42.39
Area 7					5.58	9.49	94.42	90.51
Area 8							100	100

Kaplama boyunca yapılan EDS alan analizlerinde görüldüğü gibi altlık malzemeye doğru gidildikçe alüminyum oranında azalma olmuştur. Aynı azalma oksijen ve azot için de gerçekleşmiştir. X-Ray analizlerinde görmüş olduğumuz fazların % atomik oranlarına sahip alanlar görülmüştür. Özellikle TiAl fazının oranlarına hemen hemen kaplamanın tamamında rastlanılmıştır. XRD analizlerinde görülen TiN fazı tüm kaplama boyunca az ama kararlı bir durum sergilemiştir.

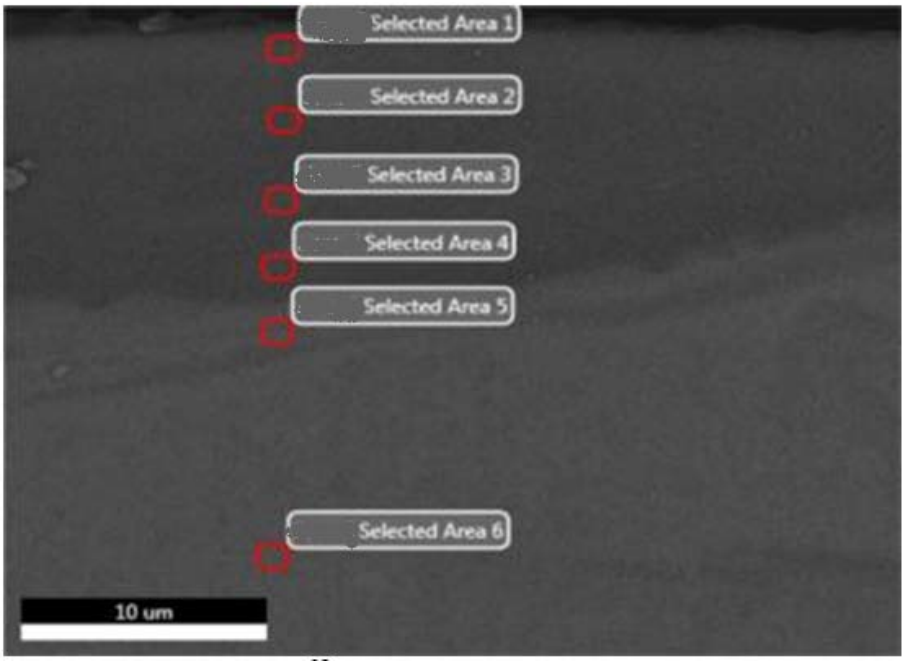
Kaplama boyunca oranların değişimini daha net görmek için yapılan çizgi EDS analiz sonuçları Şekil 7.14'te verilmiştir.



Şekil 7.14 : A1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu.

Kaplama boyunca iyi karışım elde edilen A1 numunesi çizgi analiz sonuçlarında bu durumu net bi şekilde göstermektedir. Ti ve Al elementlerinin birebir oranda karıştığı, XRD sonuçları ve EDS sonuçları ile kesinleştirilmiştir.

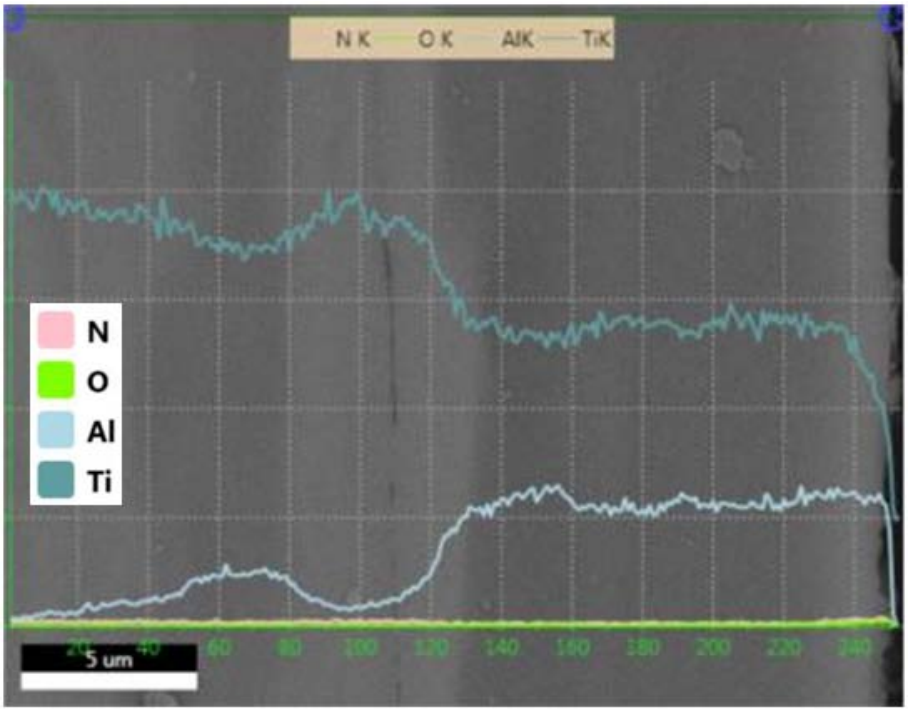
A1 numunesinden farklı fazlar içeren C1 numunesinin EDS alan analizleri yapılan bölgeler Şekil 7.15'te verilmiştir.



Şekil 7.15 : C1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler.

Çizelge 7.7 :C1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları.

	Azot		Oksijen		Alüminyum		Titanyum	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	7.56	16.19	9.77	18.33	28.23	31.38	54.44	34.1
Area 2	2.79	6.79	5.61	11.96	29.01	36.68	62.59	44.57
Area 3	3.71	8.98	6.15	13.02	26.1	32.75	64.03	45.25
Area 4	2.64	6.62	5.5	12.06	24.68	32.1	67.18	49.22
Area 5					9.66	15.95	90.34	84.05
Area 6							100	100



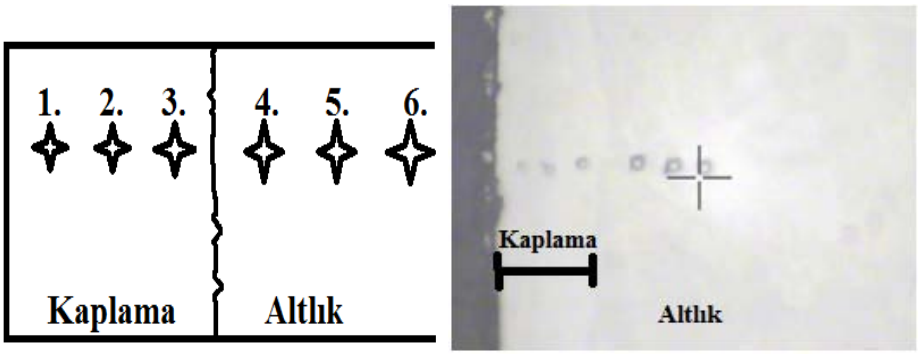
Şekil 7.16 : C1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu.

C1 numunesinde kısmen heterojenlik görülen kısımdan alınan çizgi EDS sonuçları bu bölgelerde farklı fazların olduğu göstermektedir. XRD sonuçlarında da Ti_3Al ve TiAl fazlarının olduğunu bulduğumuz bu numunede sonuçlar birbirini desteklemektedir.

B1, D1, E1 ve F1 numunelerinin enine kesitten yapılan elemental yapı analizleri sonuçları EK F'de verilmiştir.

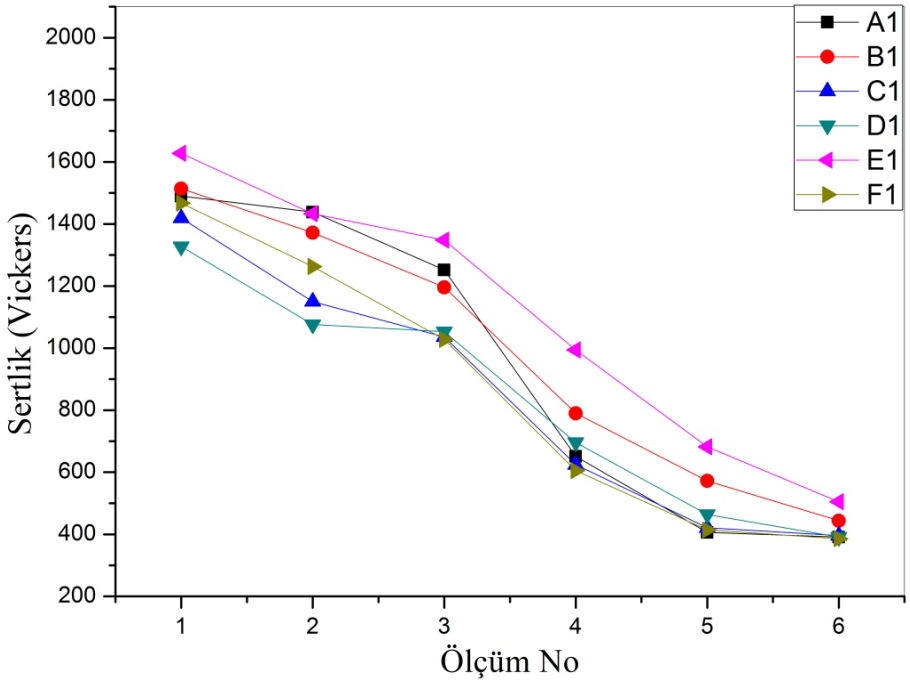
7.8 Kaplamaların Kesitten Sertlik Çalışmaları

Kesit sertlik çalışmalarında kaplamanın yüzey kısmından altlığa doğru altışar adet ölçümler yapılmıştır. Bu ölçümlerde 3 adet kaplamadan 3 adet altlıktan sertlikler alınmıştır. Yapılan uygulamanın şematik gösterimi Şekil 7.17'de verilmiştir.



Şekil 7.17 : Enine kesit sertlik çalışmasındaki hedeflenen ve elde edilen izler.

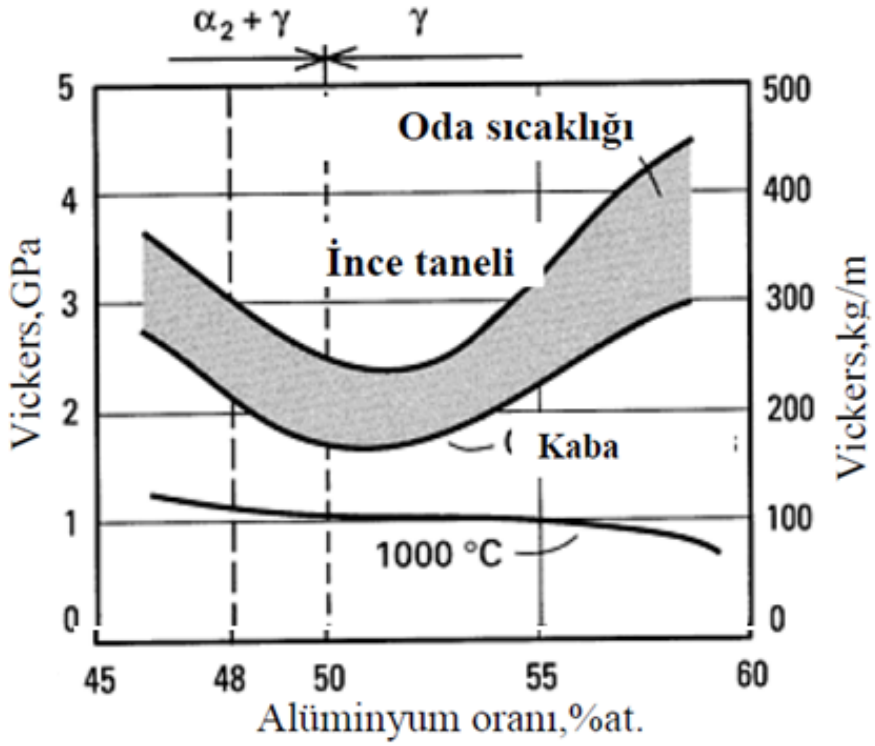
Yapılan ölçümler sonucunda sertlikteki değişimler Şekil 7.18'de verilmiştir.



Şekil 7.18 : Enine kesitten ölçülen sertlik değerleri.

Titanyum alüminyum intermetaliklerin alüminyum oranına göre sertliklerindeki değişiklikler Şekil 7.19'da verilmişir. Yapılan ölçümler neticesinde kaplama

sertlikleri 1500 Vickers ve civarında ölçülmüştür. Burada sertlik değerinin bu kadar yüksek çıkmasında yapı içerisindeki TiN ve AlTi-O_2 fazlarının varlığının etkisi olduğu düşünülmektedir.



Şekil 7.19 : TiAl intermetalik sertliğine alüminyum oranının etkisi [4].

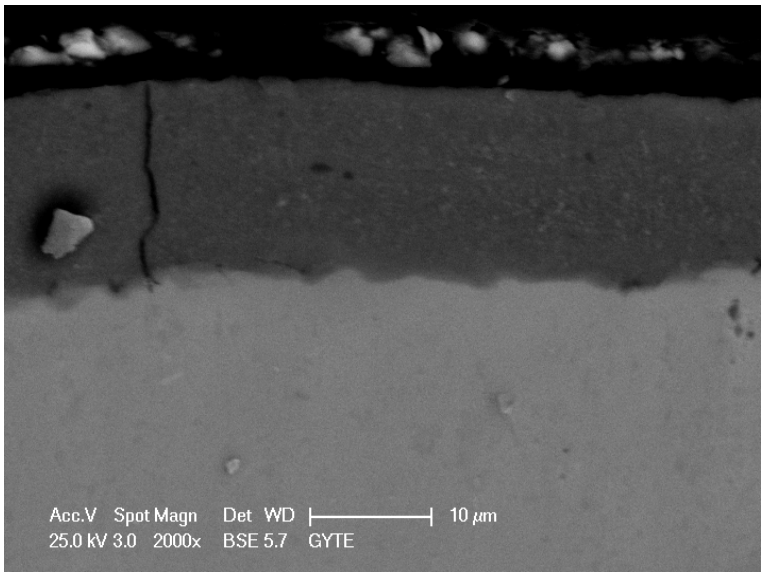
Kaplamanın altında kalan HAZ bölgelerinde ise sertlik değeri altlık malzemenin iki katı büyüklüğünde ölçülmüştür.

Kaplamanın genel sertlik rejimine bakıldığında yumuşak malzeme üzerine son derece sert bir kaplama yapılmıştır. Bu durum yapılan çalışmanın olumlu sonuçlar verdiğini göstermektedir.

Numunelerden elde edilen sertlik değerlerinin rakamsal sonuçları EK G'de verilmiştir.

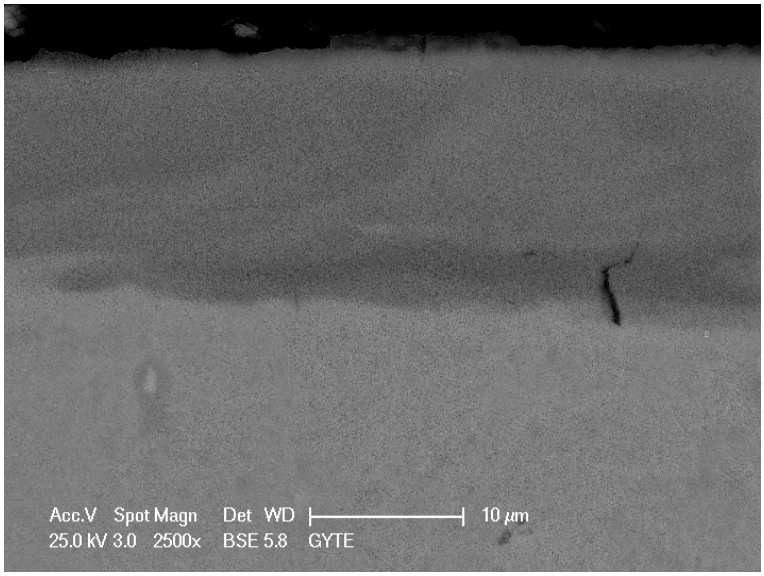
7.9 Kaplamaların Kesit SEM İncelemeleri

Kesit çalışması için parlatma kademesine kadar hazırlanan numunelerin yüzeyinden daha kaliteli görüntüler alınabilmesi için altın kaplama işlemi yapılmış daha sonrasında SEM cihazından incelemeler yapılmıştır.



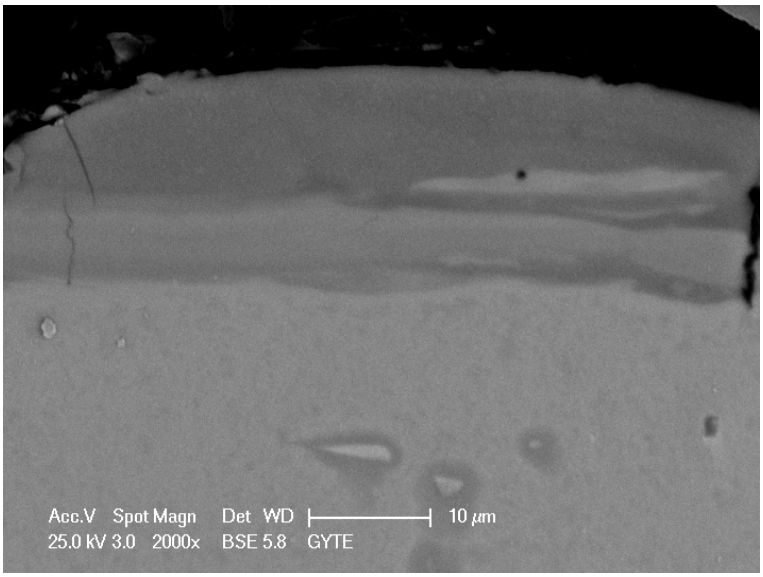
Şekil 7.20 : A1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü.

50 mikrosaniye ve 100 amperlik proseste (A1) kaplama tabakasında dikey çatlaklara rastlanmıştır. Bununla birlikte altlık ile çok iyi bir yapışma gerçekleştiği düşünülmektedir. Kaplama tabakasının gayet homojen karakterde olduğu görülmektedir.



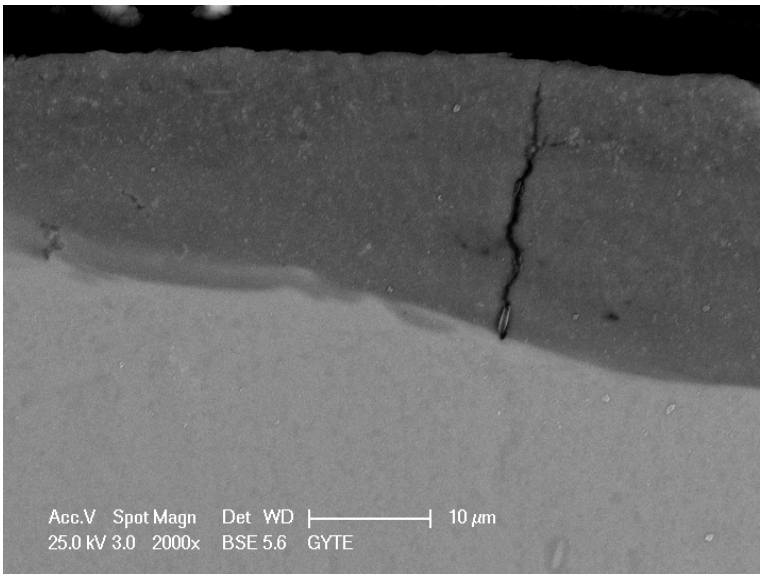
Şekil 7.21 : B1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü.

50 mikrosaniye ve 300 amperlik proseste (B1) kaplamada dikey çatlaklara rastlanmıştır. Kaplama boyunca kısmen heterojenlik gözlemlenmiştir. Altlık ile kaplama arasında boşluk olmadığı yani yapışma karakterinin iyi olduğu sonucuna varılmıştır.



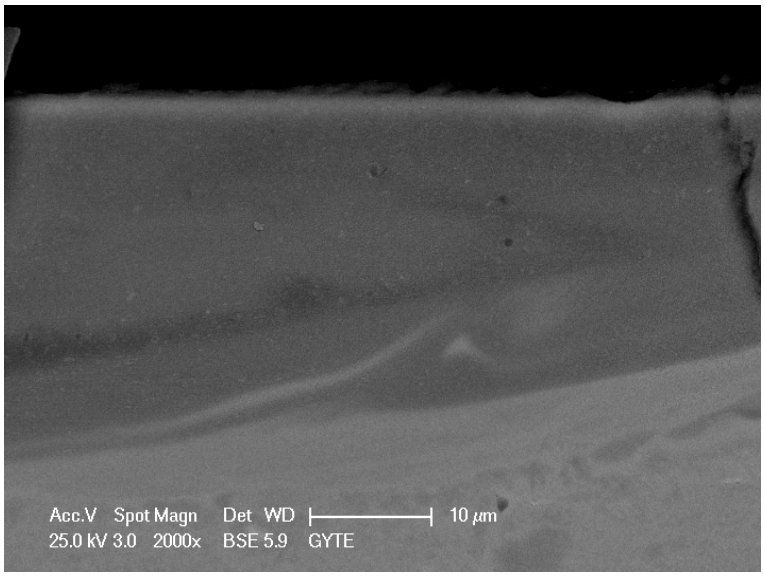
Şekil 7.22 : C1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü.

50 mikrosaniye ve 500 amperlik proseste (C1) kaplama boyunca heterojen karışım görülmüştür, bu durum farklı oranda Ti bileşiklerinin olduğunu kanıtlamaktadır. Kaplamada dikey çatlaklara rastlanmıştır, bu çatlaklar farklı fazlar olarak düşünülen yerlerde farklı doğrultularda ilerlemişlerdir. Altlık ile kaplama arasında boşluk olmadığı yani yapışma karakterinin iyi olduğu sonucuna varılmıştır.



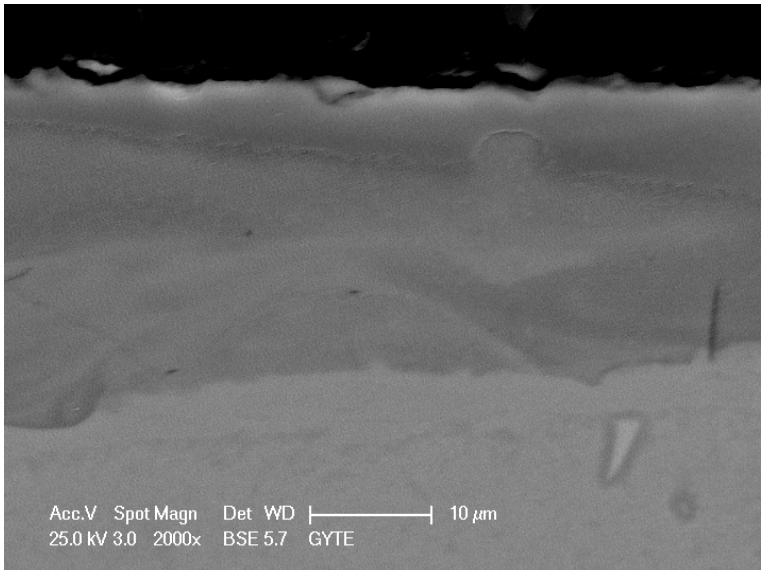
Şekil 7.23 : D1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü.

100 mikrosaniye ve 100 amperlik proseste (D1) kaplamada dikey çatlaklar görülmüştür. Kaplama boyunca tek bir faz gibi görünen bir tabaka oluşmuştur. Altlık ile kaplama arasında boşluk olmadığı yani yapışma karakterinin iyi olduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 7.24 : E1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü.

100 mikrosaniye 300 amperlik proseste (E1) dikey çatlaklara rastlanmıştır. Kaplama tabakası boyunca birkaç heterojenlik gösteren alanlarla karşılaşılmıştır. Altlık malzeme ile kaplama arasında boşluk olmadığı yani yapışma karakterinin iyi olduğu sonucuna varılmıştır.



Şekil 7.25 : F1 numunesinin enine kesit SEM görüntüsü.

100 mikrosaniye ve 500 amperlik proseste (F1) kaplama tabakasında dikey çatlaklara rastlanmıştır. Kaplama boyunca heterojen karışımlar görülmüştür. Artan amper değeri ile homojen kaplama oluşturmanın zorlaştığı anlaşılmıştır. Altlık malzeme ile kaplama arasında boşluk olmadığı yani yapışma karakterinin iyi olduğu sonucuna varılmıştır.

Numunelerin hepsinde dikey çatlaklar görülmüştür buna karşın kaplama tabakası boyunca çatlaklar haricinde herhangi bir boşluk görülmemiştir, bu durum altlık malzemenin kaplama tabakasıyla iyi yapışma sergilediği kanıtlamaktadır. 100 amperlik proses (A1, D1) resimlerinin görüntülerinden anlaşıldığı gibi alaşım oluşturma kademesi başarılı gerçekleşmiştir ve tamamen homejen tabaka elde edilmiştir. 300 amperlik proseslerde (B1, E1) çok az miktarda heterojenlik gözlemlenmiş, 500 amperlik (C1, F1) proseslerde ise heterojen karakter net bir şekilde görülmüştür.

Kaplama tabakasının yatay bir şekilde ilerlemediği yani dalgalanma yaptığı görülmüştür. Bu dalgalanmalar ESD prosesinin doğasından ötürü gerçekleşmiştr. Bu proseste anottan eriyerek ve altlık malzemeden kopartılarak oluşan alaşım ile kaplama yapılmaktadır. Bu sistem kaplamanın düz bir çizgi halinde olmasına engel olmaktadır..

Yüzeyde ve enine kesitte gözlemlenen çatlakların termal genleşme farkından ve soğuma hızından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kaplamalarda görülen çatlaklar prosesin doğasında bulunmaktadır. Mizuta ve arkadaşları Ti altlık üzerine yapılaan TİG kaynak prosesi benzeri bir yöntem ile yapılan kaplamada çatlaklarla karşılaşmışlardır. Ti_3Al elde edilen kaplamada çok az çatlaklara rastlamışlardır. TiAl fazı elde edilen parametrelerde çatlaklar belirginleşmiş, $TiAl_3$ fazı bulunduran kaplamalarda ise çatlaklar çok yoğun bir şekilde gözlemlenmiştir [30].

Yaptığımız çalışmadaki malzeme çiftine benzer çalışmalarda görülen çatlaklar şu şekilde sıralanabilir;

- Çelik üzerine yapılan kaplama çalışmalarında 100 amper ile 1000 amper değerleri arasındaki uygulamaların hepsinde çatlak oluşumları gözlemlenmiştir [27].
- Orta karbonlu çelik üzerine sert metal ile yapılan kaplamada çatlaklarla karşılaşılmıştır. Bu durumun sebebi altlık malzemenin daha düşük ergime noktasına sahip olmasıdır. Kaplamadaki sparkların nedeniyle sıcaklığın çok artması bu malzemede buharlaşmalara sebep olmuş ve çatlaklar görülmüştür [31].

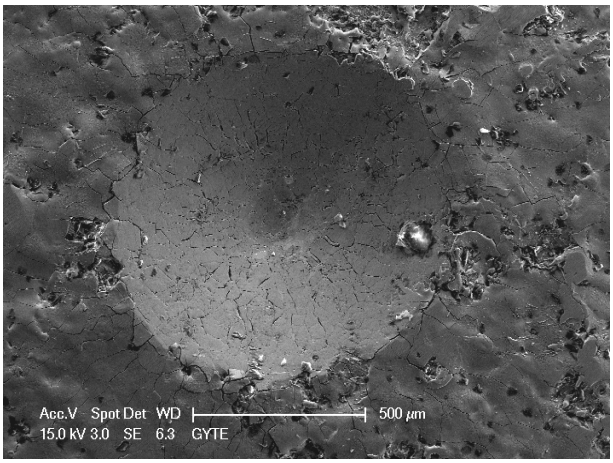
- Çelik altlık üzerine $TiC_{0.7}N_{0.3}$ elektrod kullanılanarak yapılan elektrospark kaplamada mikroçatlaklar oluştuğu görülmüştür [32].
- Prosesin soğuma hızındaki farklılıklardan dolayı çatlaklar oluşmaktadır [21, 23].
- Demir-Aluminyum alaşımlarında aluminyum oranı 10 wt.%'a kadar olan ESD prosesinde çatlak görülmemiştir fakat bu oranın üzerine çıkınca çatlaklar oluşmuştur [33].
- Paslanmaz çelik üzerine aluminyum oranı 35 wt.%'a kadar olan ESD prosesinde çatlak görülmemiştir fakat bu oranın üzerine çıkınca çatlaklar oluşmuştur [34].

ESD prosesinin doğasında mikro çatlaklar oluşması beklenmektedir. Yapılan çalışmada ve benzer çalışmlarda bu çatlaklar görülmüştür. Kaplamanın kalitesini arttırmak için çatlaklara ikinci işlemler yapılabilir.

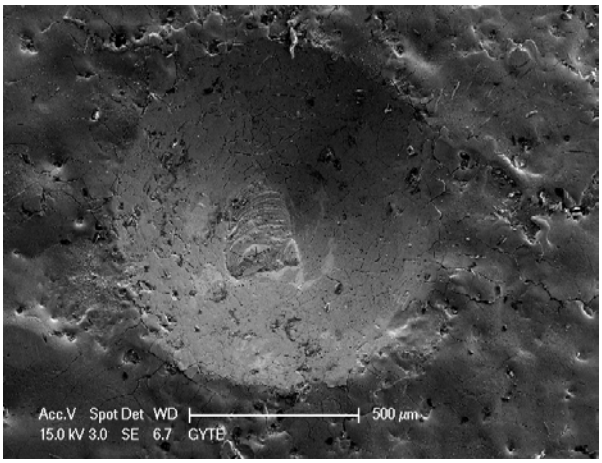
Radek ve arkadaşlarının yaptığı elektrospark kaplamalaradaki çatlaklara lazerle kapatma işlemi uygulanmıştır. Bu çalışmanın ardından kaplamanın sertliğinde artış gözlemlenmiş, çatlaklarda başarılı bir onarım gerçekleşmiş ve kaplama yüzeyinin pürüzlülük değerinde düzelmeler görülmüştür [35].

7.10 Rockwell - C Testi

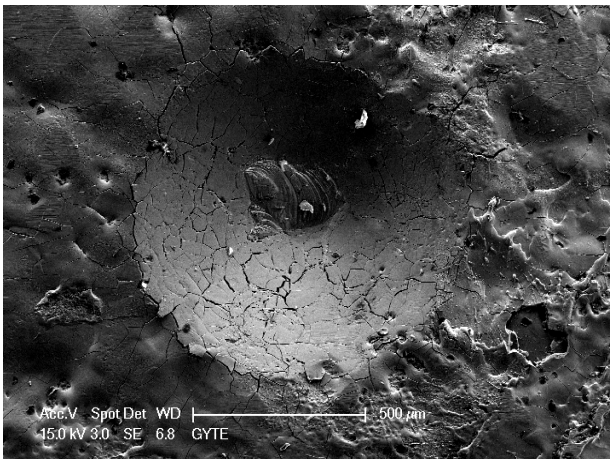
Kaplamaların yapışma karakteristiğinin incelenmesi için A1, B1, C1, D1, E1 ve F1 numunelerinin yüzeyine Rockwell-C (150 kg) testi uygulanmıştır. Her numunenin yüzeyinde üçer adet iz oluşturulmuştur. Test sonucu yüzeyde oluşan izler Philips XL 30 SFEG model SEM cihazında incelenmiştir. Numunelerdeki izler birbirine hemen hemen aynı görüntü sergilemiştir. Yüzeylerden alınan SEM görüntüleri her numuneden birer tane olacak şekilde verilmiştir.



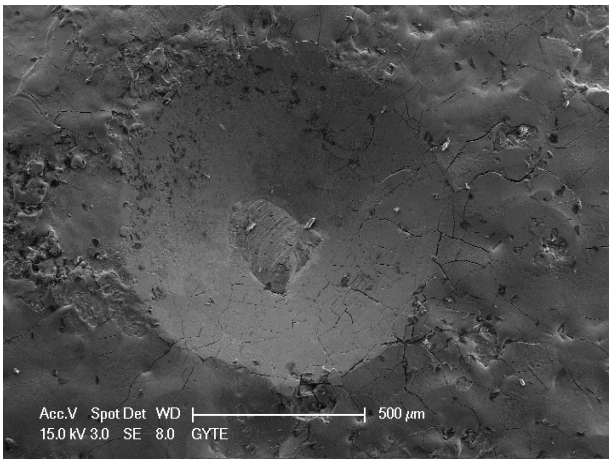
Şekil 7.26 : A1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü.



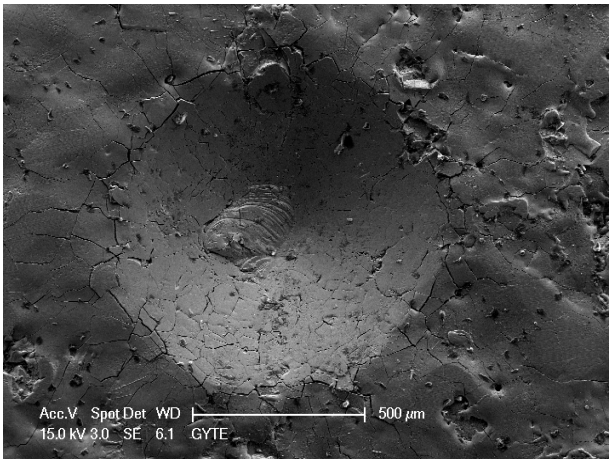
Şekil 7.27 : B1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü.



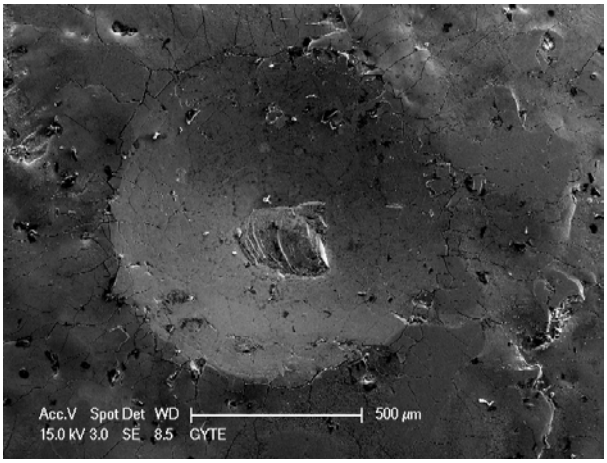
Şekil 7.28 : C1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü.



Şekil 7.29 : D1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü.



Şekil 7.30 : E1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü.



Şekil 7.31 : F1 numunesinin Rockwell-C izi görüntüsü.

Bu teste göre Rockwell-C yükü vurulan bölgenin etrafında meydana gelen çatlakların ilerlemesi, çatlakların yoğunlu ve kaplama tabakasının altlık malzemeden tamamen koparak kaplama özelliğini kaybetmesi gibi parametrelere bakılmıştır.

Elimizdeki numunelerde oluşan izler, Rockwell-C standartlarındaki tablo ile kıyaslanınca tüm numunelerimizin HF-2 ve HF-3 kalitesinde bir yapışması karakterinde olduğu gözlemlenmiştir. Bu sonuç kaplamadaki çatlak ilerlemesi ve kaplamanın yapışması özellikleri yönünden iyi seviyede olduğunu göstermektedir. Uygulanan akımın ve pulse süresinin kaplama karakteristiğine fark edilir bir değişiklik oluşturmadığı sonucuna varılmıştır.

8. SONUÇ VE ÖNERİLER

Yapılan çalışmada 100, 300, 500 amper şiddetleri, 50, 100 mikrosaniye pulse süreleri ve 1, 2, 3 paso kaplamalı işlem parametrelerinin kambinasyonlarını sağlacak şekilde 18 adet numune kullanılmıştır. Teknolojik parametreleri kontrol ederek kaplamanın; kütle transferleri, pürüzlülük değerleri, XRD faz analizleri, sertlik ölçümleri, yapışma karakteristiği, yüzey morfolojisi, yüzeyden ve kesitten elemental analizleri incelenmiştir.

Kütle transferi incelemeleri, anottan erezyon edilen kütle miktarı ve katodta biriktirilen kütle miktarının ölçümleri yapılarak gerçekleştirilmiştir. Anotdan kopartılan kütle miktarı uygulanan pulse süresi ve amper şiddetinin artışlarıyla artmaktadır, fakat bu artış rejimi katodta toplanan kütle miktarında görülmemiştir. Yüksek amperli çalışmalarda anottan, sparkların etkisiyle kopartılan ergimiş damlacıklar tam verimle katod yüzeyine ulaşamamaktadır. Oluşan büyük kıvılcımlar etrafa çok saçılmakta ve bununla birlikte buharlaşma miktarında da artış gözlemlenmekdir. Bu sebepler sonucunda anodtan erozyon edilen kütlenin tamamı katod yüzeyinde alaşım oluşturamamaktadır. Teknolojik parametrelerin verimliliklerinin hesaplarken, (Katodtaki kütle artışı / Anottaki kütle azalışı) şeklinde bir formülasyon kullanılmıştır. Bu formül yardımı ile kütle transferi en verimli olan parametrelerin bulunması hedeflenmiştir. Yapılan hesaplamalar sonucunda parametreleri "50 mikrosaniye + 100 amper + bir paso" olan numune, verimi en yüksek (%86) olan kaplama prosesi olarak belirlenmiştir. Amper, süre ve paso sayısı parametrelerindeki artışın verimliliği düşürdüğü görülmüştür.

Kaplama sayısındaki artış, numunelerin yüzey pürüzlülük değerlerini düşürdüğü gözlemlenmiştir. Prosesin temelindeki sparklar yüzeydeki en sivri noktalardan enerji geçişerlerini yaparak, oluşan her spark yüzeydeki tepecikleri parçalamakta ve alaşıma alarak yüzeyde tekrar kaplama malzememi olarak kullanmaktadır. Bu işlem her yapılan kaplama sonrasında yüzeyin pürüzlülük değerini düşürmüştür. Yüzeydeki pürüzlülük değeri 3 paso kaplamanın ardından tekrar yükseliş gösterme eğilimindedir. Bunun sebebini; oluşan sparklar yüzeyde geçiş sağlayacak sivri

tepecikler bulamayacağı için kaplamanın üzerinden geçiş yapmak suratiyle kaplamayı parçalayacaktır, şeklinde açıklanmaktadır. Yapılan incelemeler yüzey pürüzlülük değerinin, artan amper şiddeti ve artan pulse süresi ile arttığını göstermiştir. Artan kaplama sayısı belirli bir yere kadar pürüzlülük değerini düşürmüş fakat çok pasolu kapamalara devam edildiği taktirde pürüzlülük değerinin artacağı sonucuna varılmıştır.

Yapılan XRD analizlerine göre numunelerin kaplamalarında elde edilmesi hedeflenen intermetaliklere (TiAl ve Ti_3Al) bir pasolu parametrelerin hepsinde ulaşılmıştır. Bu intermetalikler haricinde $TiAl_3$, $AlTi\text{-}O_2$, $Al_{11}Ti_5$, TiN fazları da gözlemlenmiştir. Paso sayısındaki artış, kaplama tabakasındaki fazı doğrudan etkilemiştir. Bir pasolu numunelerde titanyum yoğun ve birebir oranla titanyum aluminyum alaşıma sahip kaplamalar görülürken, iki ve üç pasolu numunelerde aluminyum yoğun kaplamalar elde edilmiştir. Kaplamaların hepsinde TiN fazı bulunmasının sebebi; titanyumun hem atmosferik ortamda hemde yüksek sıcaklıklarda azota olan afinitesinin yüksek olması ile açıklanmaktadır. Hedeflenen fazların bir pasolu kaplamalarda görülmüş olması çalışma skalamızı daraltmamızı sağlamış ve devam eden deneysel çalışmalar bir pasolu numuneler üzerinde uygulanmıştır.

ESD prosesinin doğasından ötürü kaplama kalınlıkları kesin bir karakter sergileyememiştir. Herhangi bir numunedeki kaplama kalınlıkları her yerde aynı büyüklükte olmamıştır. Genel olarak görülen eğilim, amper şiddeti ve pulse süresindeki artış ile kaplama kalınlıklarda artış şeklinde gözlemlenmiştir.

Kaplamaların yüzey morfolojisi çalışmlarında tüm numunelerde çatlakların olduğu gözlemlenmiştir. Bunun dışında elektrod malzemenin eriyerek ve altlık malzeme üzerine damlaması sonucu oluşan saçılmalar SEM çalışmalarında net bir şekilde görülmüştür.

Kaplama kesiti boyunca yapılan EDS analizleri, altlıktan yüzeye doğru alüminyum oranı artış gösteren fazların olduğunu göstermiştir. Her bir fazın kaplamadaki kalınlık değerlerinin değiştirilen teknolojik parametreler ile kontrol edilebildiği görülmüştür. Yapılan çalışmalar sonucunda titanyum malzeme yüzeyinde istenen faza sahip kaplamalar yapılabildiği kanıtlanmıştır. Proses parametrelerindeki

değişiklikler ile kaplama yüzeyimizde Ti_3Al ,TiAl, $TiAl_3$ ve $Al_{11}Ti_5$ fazlarından (verilen sıra) herhangi biri elde edilebilmektedir.

Numunelerin kesitinden yapılan sertlik deneylerinde çok hassas ölçümler yapılmıştır. Maksimum 5 gramlık indentasyon yöntemi ile ölçülen sertlikler; kaplama boyunca 1500±400 Vickers, katı eriyik bölgesinde 800±100 Vickers ve altlık bölgelerinde 400±100 Vickers sonuçlarını vermiştir. Bu sonuçlar ile altlık malzemenin sertliğini en az 6 kat arttırıldığını göstermiştir. Hassas ölçüm yapılırken kaplamadaki sertliklerin bu kadar yüksek olmasında yapı içindeki TiN ve TiAl-O_2 fazlarının etkisi olduğu düşünülmektedir. Proses parametrelerindeki farklılıklar sertlik üzerinde hissedilir değişiklikler sergilememiştir.

Yüzeyden alınan sertliklerde 50, 100, 200, 500 ve 1000 gramlık yükler kullanılmıştır. Deney sonuçlarına göre uygulanan yük arttıkça, sertlik değeri 500±25 Vickers'ten 350±25 Vickers'e azalma göstermiştir. Artan yük ile altlık malzemeden ölçüm alındığı gözlemlenmiştir. Altlık malzemenin sertlik değerinin 150±25 Vickers olduğu bilinmektedir.

Kaplamanın yapışma karakterini analiz etmek için Rockwell C indentasyon testleri yapılmıştır. Tekniğin standartına uygun şekilde yapılan incelemeler kaplamalarnın HF-2 ve HF-3 arasında yapışma kalitesinde olduğunu göstermiştir. Bu sonuç ile kaplamanın yapışma özelliğinin iyi olduğu söylebilmektedir.

Kaplamaların SEM çalışmalarında yüzeyinden altlığa kadar devam eden mikron boyutlu çatlaklar görülmüştür. Parametrelerdeki farklılıklar çatlak miktarı ve çatlak boyutunda farkedilir değişimler meydana getirmemiştir. Bu çatlakların soğuma hızından ve termal genleşme katsayısı farklılıklarından kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

Yapılan çalışma genel olarak başarılı sonuçlar vermiştir. Kaplamada istenilen fazlar elde edilmiş, beklenenden daha yüksek sertliklere ulaşılmış ve yapışma problemi olmayan kaplama oluşturulmuştur. Bunların yanında prosesteki bazı yetersizlikler ve termal gerilmeler sonucu oluşan çatlaklar çalışmadaki zayıf noktalar olarak görülmektedir.

Kullanılan ESD cihazının teknik eksikliklerinin giderilmesi daha kaliteli kaplama yüzeyi, arayüzey (kaplama-altlık) karakteri, daha hızlı ve verimli üretim gibi imkanlar sağlayabilecektir. Cihazda; elektriksel donanımlar (voltaj, kapasitans,

amper, indüktans, pulse şiddeti ve süresi), ortam (kullanılan gaz ortam, sıcaklık), elektrod malzeme (kompozisyon, yoğunluk, şekil, hareket hızı, temas şiddeti) ve altlık malzeme (malzeme seçimi, yüzey hazırlama, temizlik, sıcaklık, şekil) vb. konularda çalışmalar yapılması önerilmektedir [23].

Elde edilen kaplamaların çatlaklı olması prosesin en büyük eksiği olarak düşünülmektedir. Bu malzeme çiftleri (titanyum - alümiyum) ile yapılan tüm çalışmalarda çatlaklar görülmektedir. Bunu engellemek için yapılabilecek proses öncesi ve sonrası işlemler önerilebilir; altlık malzemenin kaplama öncesinde ısıtılması ve kaplama boyunca sıcaklığın muhafaza edilmesi, işlem sonrasında kontrollü soğutma yapılması, kaplama sonrasında çatlaklara lazer ergitme işlemi uygulanarak onarılması vb. çalışmalar önerilmektedir.

KAYNAKLAR

[1] Tanrıöver, K.V.T. (1997). Titanyum Alaşımlarının Isıl İşlemi. *Makine Magazin,*.

[2] Url-1 < *http://www.titanium.org*>, alındığı tarih: 23.04.2012.

[3] Baydur, G. (1981). *Malzeme.* Milli Eğitim Bakanlığı Devlet Kitapları. İstanbul.

[4] Lamet, J.H.A. *Properties and Selection*. *ASM Metals Handbook.* 9.Edition. Sf: 2550-2887.

[5] Beazley, T.M. (1996). Events and Trends in Metal and Materials Commodities. *Journal of the Minerals Metals&Materials Society*,.

[6] Williams, G.L. (2007). *Titanium.* Vol. 10. Springer-Verlag Berlin Heidelberg.

[7] Erdem Atar, H.Ç. (2005). Titanyum ve Titanyum Alaşımları, *Metalurji ve Malzeme*, Eylül-Ekim, Sf: 116-119.

[8] Yılmazer, H. (2008).Titanyum Ve Titanyum Alaşımlarının Yüzey Özelliklerinin Plazma (İyon) Nitrürleme İle Geliştirilmesi.

[9] Erdem Atar, E.S.K., Hüseyin Çimenoğlu, (2007). Characteristics and Wear Performance of Borided Ti6Al4V Alloy. S*urface and Coatings Technology*.

[10] B. Wendler, L.K., L. Klimek. Oxidation Resistance of Nanocrystalline Microalloyed Gamma-TiAl Coatings. *13th International Scientific Conference on Achievements in Mechanical and Materials Engineering*.

[11] Massaro, C. (2002)Comparative investigation of the surface propertis of commercial titanium dental implants,Part 1:chemical composition. J*ournal of Materials Science & Technology*. Sf:535 –548.

[12] Leyens, C., Peters M. (2003). Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications. Weinheim, Germany.

[13] Akdaş, Y.F. (Aralık 2005). Termal Oksidasyon Yöntemi ile Cp-Ti ve Ti6Al4V Alaşımının yüzey Modifikasyonu (yüksek lisans tezi).

[14] Deschams, A., Dumont, D., Brechet, Y., Siğli, C. ve Dubost, B. (2001). *P*rocess modeling of age-hardening aluminum alloys : from microstructure evolution to mechanical and fracture properties, in Materials.*SolutionConference*: Indianapolis, Indiana. p. 298-305.

[15]Url-2 <http://www.emtworldwide.com/article.aspx?ArticleID=8519>, alındığı tarih: 10.09.2004.

[16] Url-3 <http://www.kmm-vin.com/Research/Intermetallics/tabid/66/Default.aspx> , alındığı tarih:19.09.2008

[17] Zhengwei Li, W.G. (2008). Intermetallics Research Progress, *Nova Science*. Sf:1-64.

[18] Wei Sha, S.M. (2009). Titanium Alloys: Modelling of Microstructure, Properties and Applications, Padstow - Cornwall - UK.

[19]Url-4 <http://www.calphad.com/titanium-aluminum.html> alındığı tarih:12.04.2012

[20] Raghavan, V. (2005). Al-Ti (Aluminum-Titanium). *Journal of Phase Equilibria and Diffusion,*. 26(2): Sf:171,172.

[21] Fritz Appel, J.D.H.P., **Michael Oehring.** (2011). Gamma Titanium Aluminide Alloys, Science and Technology, Weinheim, Germany.

[22] Kemal Korkmaz. (2008). Elektrospark Biriktirme Yöntemiyle Mikro Alaşımlı Çeliklerin Tungsten Karbür ile Kaplanması *(Doktora tezi).*

[23] Johnson, R.N. (2002). Electrospark Deposition: Principles and Applications. *45th Annual Technical Conference Proceedings*: Pacific Nothwest National Laboratory, Richland, WA.

[24] Alexander V. Ribalko, K.K., Orhan Şahin. (2007). Intensification of the Erosion in Electrospark Alloying by the Employment of Pulse Group. *Surface and Coatings Technology.*

[25] Alexander V. Ribalko, O.Ş. (2002). The Use of Bipolar Current Pulses in Electrospark Alloying of Metal Surfaces. *Surface and Coatings Technology*.

[26] Alexander V. Ribalko, O.S. Electrospark Deposition: Mass Transfer, in Mass Transfer - Advanced Aspects, *ISBN: 978-953-307-636-2*.

[27] Alexander V. Ribalko, O.Ş. (2006). A Modern Represantation oh the Behaviour of Electrospark Alloying of Steel by Hard Alloy. *Surface and Coatings Technology.*

[28] W. Heinke , A.L., A. Matthews, G. Berg , C. Friedrich , E. Broszeit. (1995). Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. *Thin SolidFilms,*. 270: Sf: 431-438.

[29] Alexander V. Ribalko, K.K., Orhan Şahin. (2009). A Modified Electrospark Alloying Method for Low Surface Roughness. *Surface and Coatings Technology,*.

[30] Mizuta, Kirihara, Soshu;Miyamoto, Yoshinari. (2008). Titanium aluminide coating on titanium surface using threedimensional microwelder. *Materials Science and Engineering A*. 492(1-2): Sf:199-204.

[31] Ribalko A. V., S.A.V., Sahin O. (2003). Formation and destruction of a tungsten carbide Electrospark Deposition. *Metal Working*. (Rusça).

[32] K. Korkmaz, H.İ.B. (2010). Process and Properties of TiC0.7N0.3 Based Cermet Coating Deposition on Steel by Electrospark Deposition Technique. *Metallic Materials* , no:2,Vol:48: Sf: 153 - 163.

[33] S.W. Banovic, J.N.D., ve A.R. Marde. (1997). Iron Aluminide Weld Overlay Coatings for Boiler Tube Protection in Coal-Fired Low NOx Boilers. *Proc.11th Ann.Conf. on Fossil Energy Materials*.

[34] Johnson, R.N. (1995). Electrospark Deposited Coatings for Protection of Materials. *Materials Proc.9th Ann.Conf. on Fossil Energy Materials*

[35] Norbert Radek, J.S., Maciej Kowalski. (2009). Investıgatıons Of The Cu-Mo And Cu-Ti Electrospark Coatings After Laser Treatment.

EKLER

EK A : Pürüzlülük grafikleri

EK B : XRD çalışmaları

EK C : Kaplama kalınlıkları ölçüm değerleri

EK D : Yüzey SEM görüntüleri

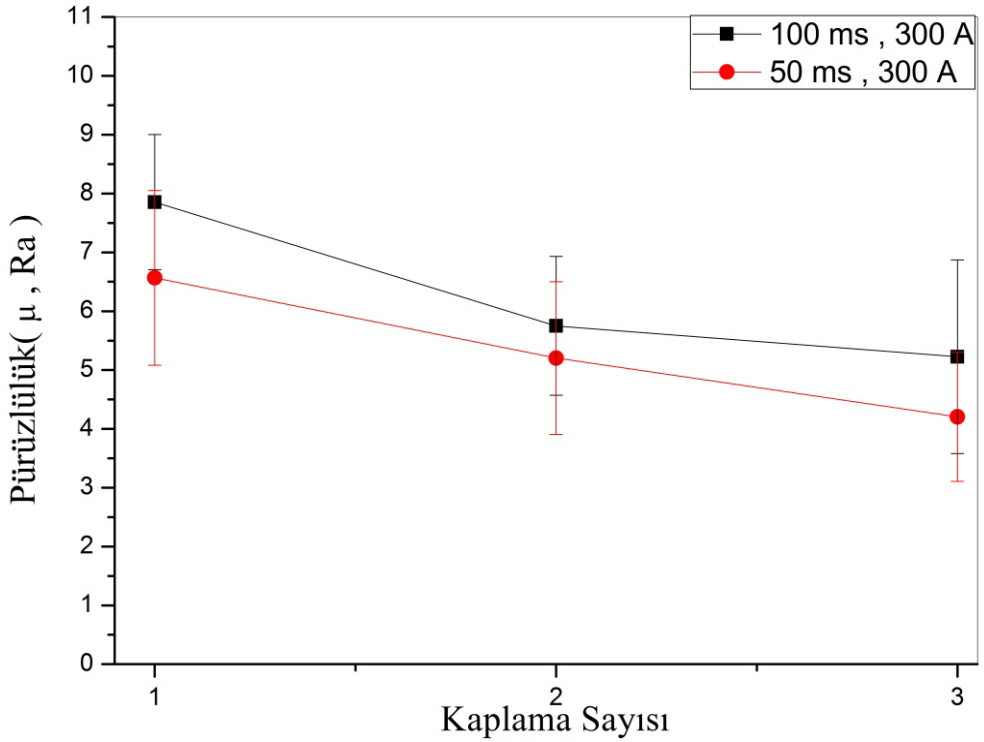
EK E : Yüzey EDS analizleri

EK F : Kesit EDS analizleri

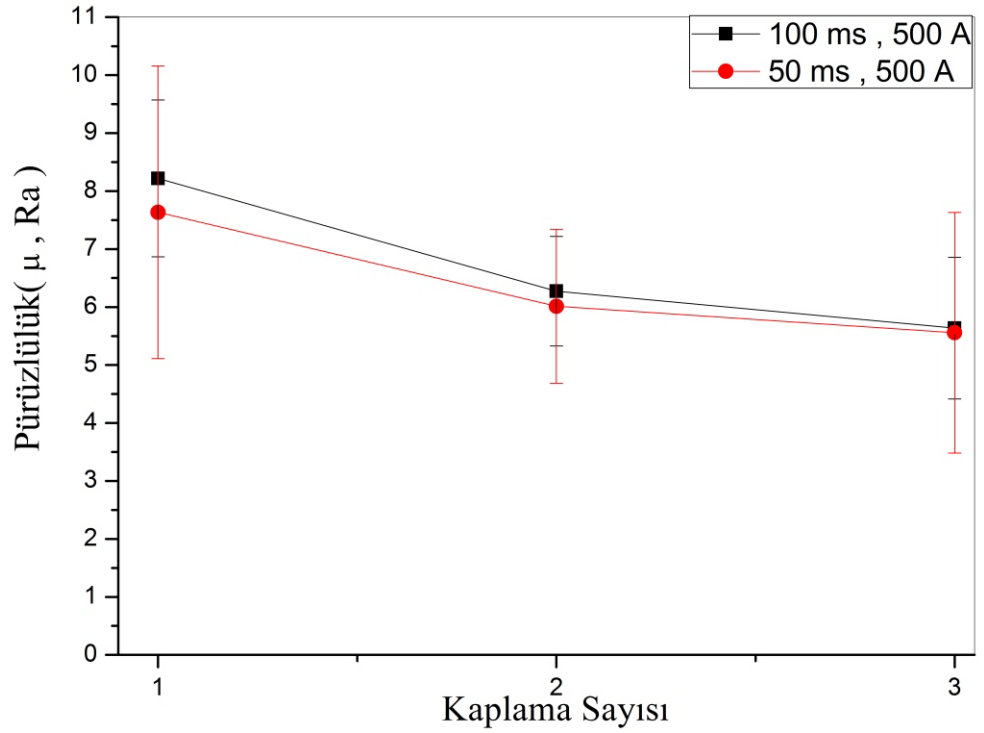
EK G : Kesitten Alınan Sertlik Değerleri

EK H : Yüzeyden sertlik çalışmaları

EK A: Pürüzlülük Grafikleri

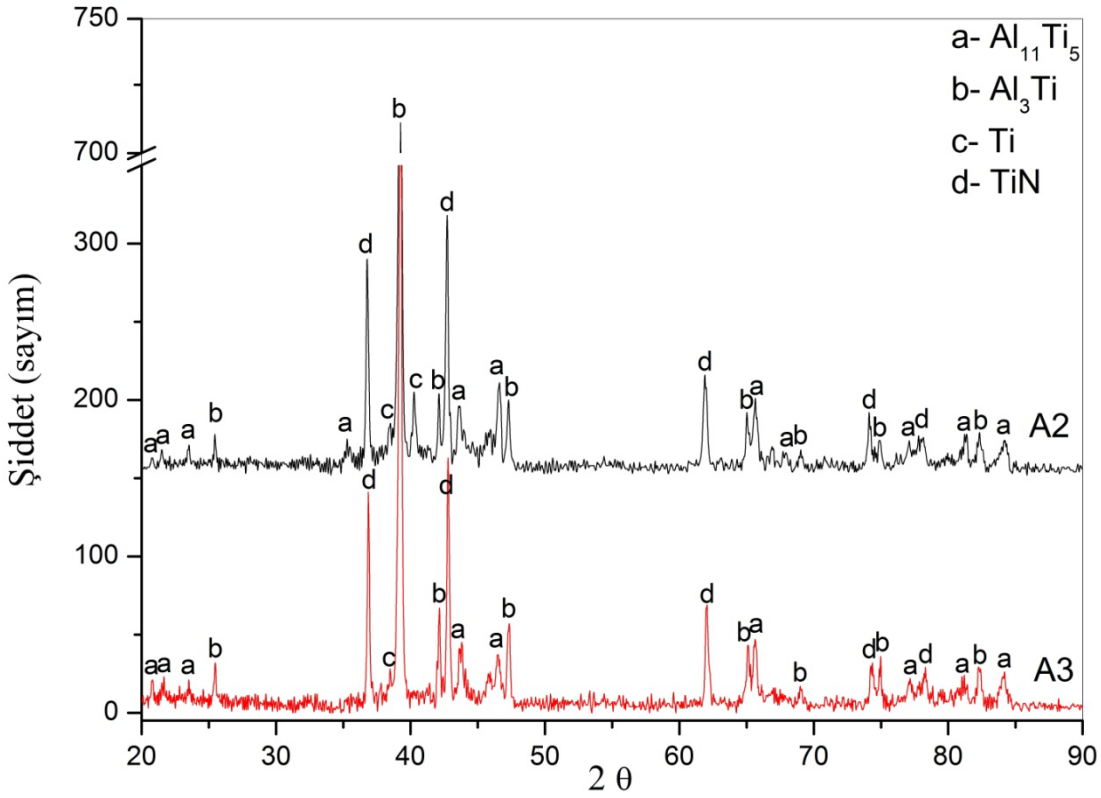


Şekil A.1 : B1,B2,B3,E1,E2 ve E3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri.

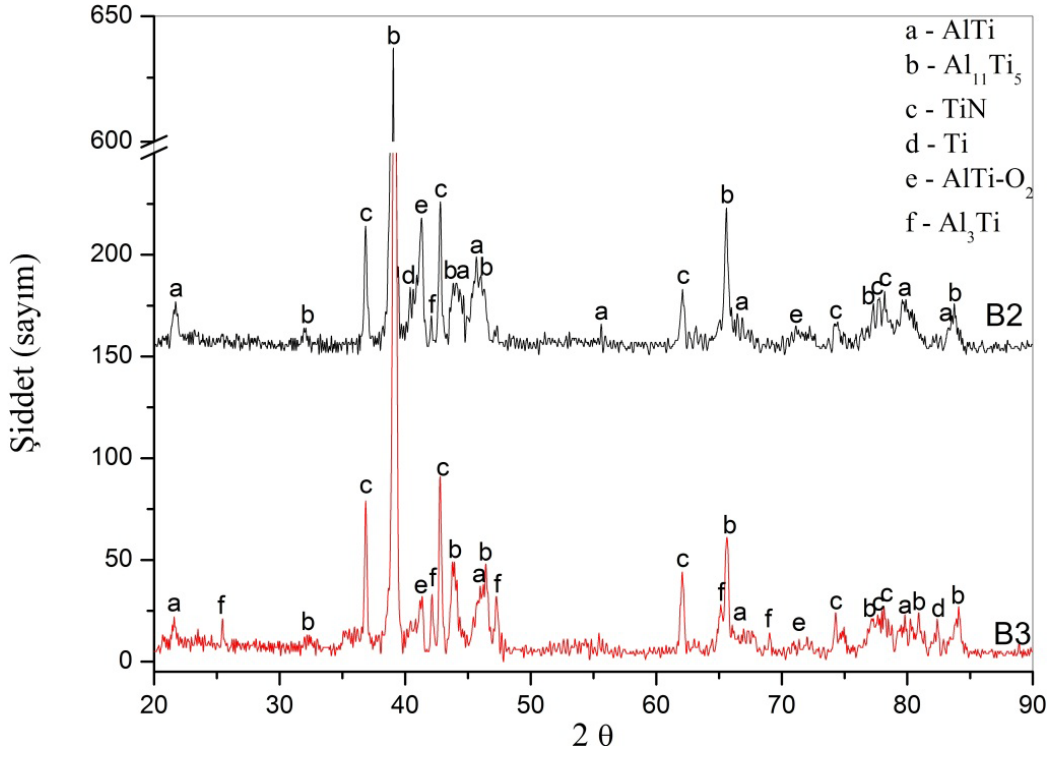


Şekil A.2 : C1,C2,C3,F1,F2 ve F3 numunelerinin yüzey pürüzlülükleri ve standart sapma değerleri.

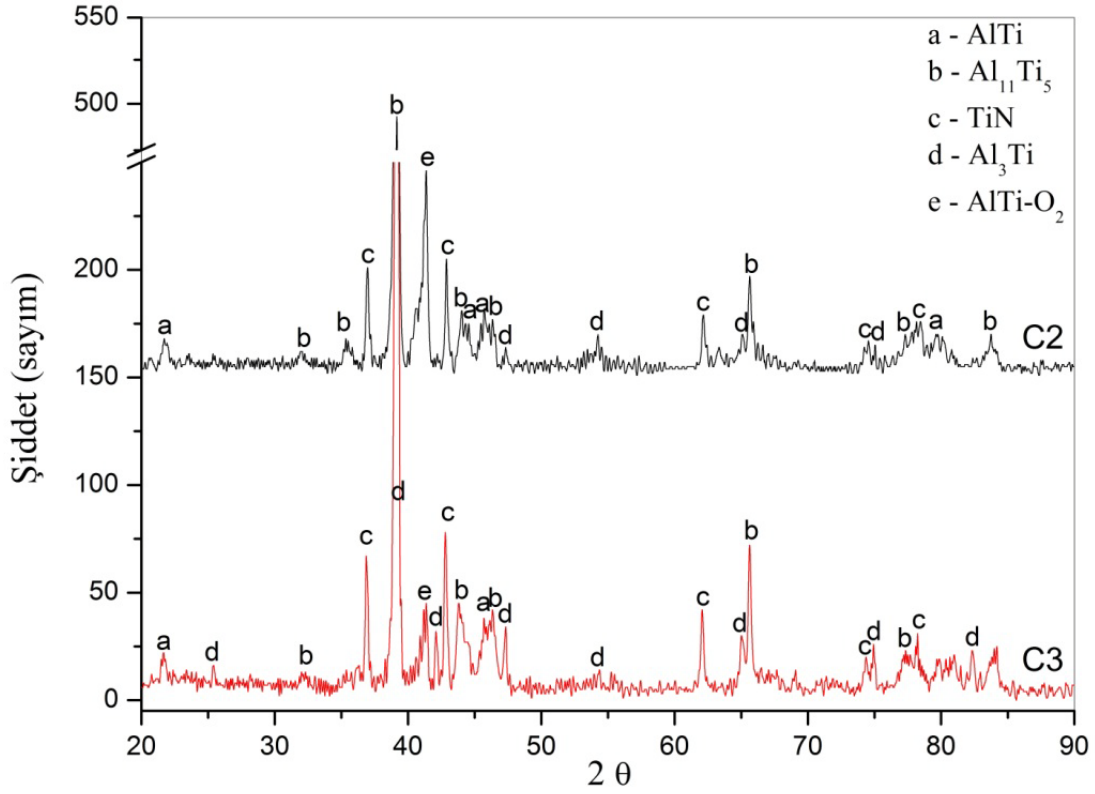
EK B : XRD Grafikleri



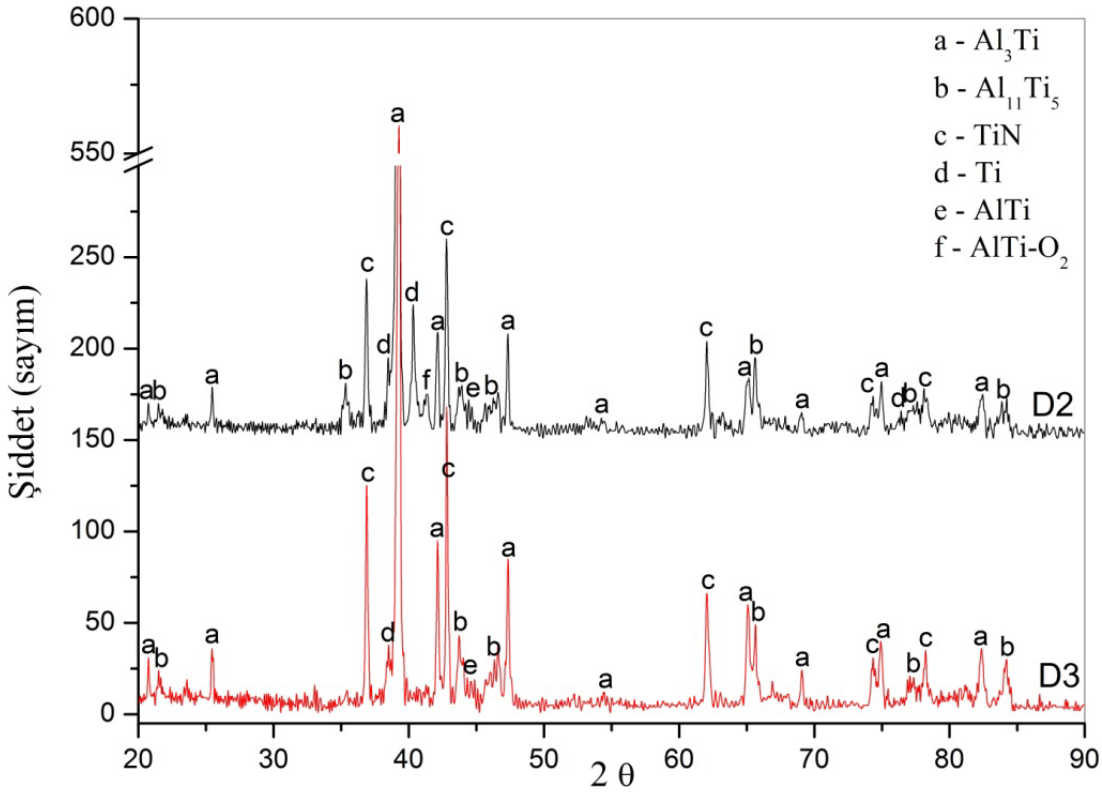
Şekil B.1 : A2 ve A3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları.



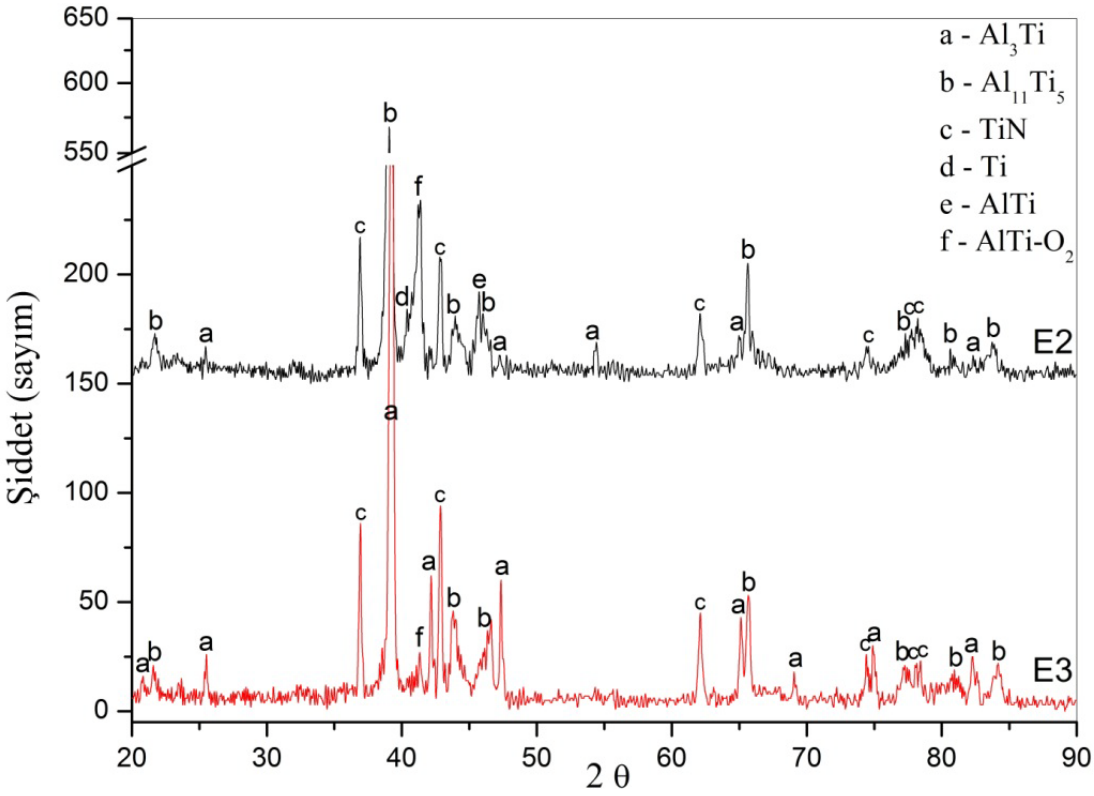
Şekil B.2 : B2 ve B3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları.



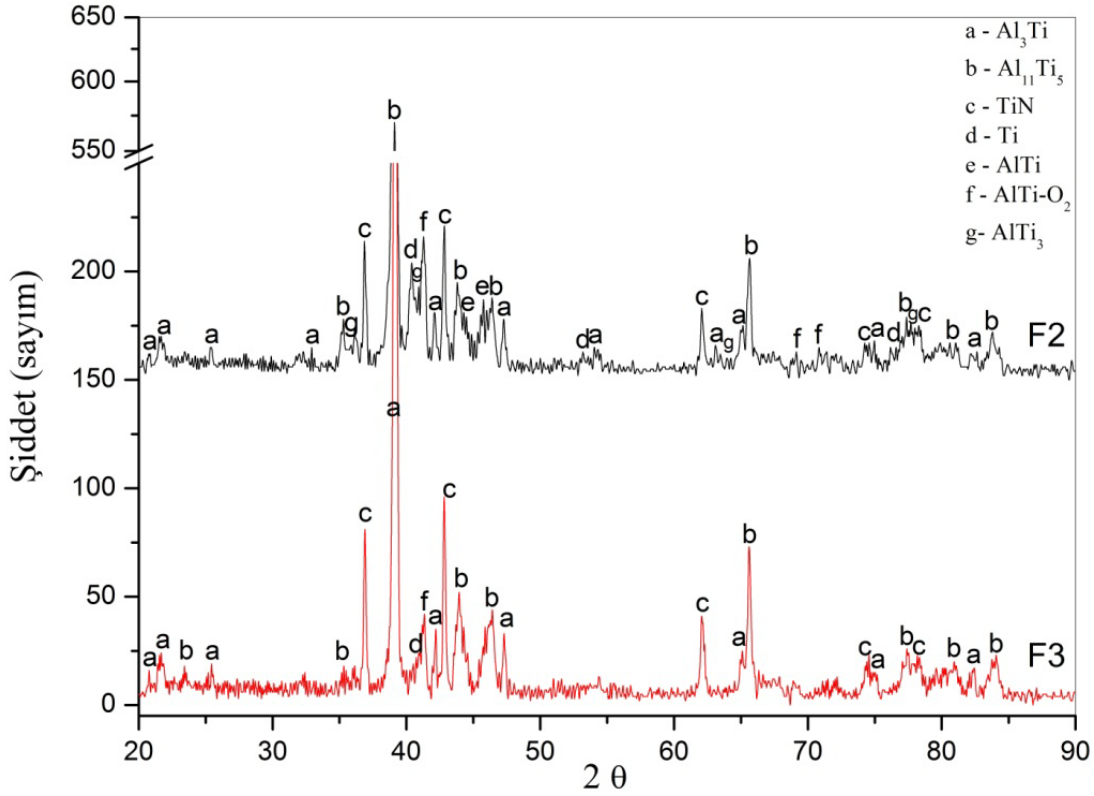
Şekil B.3 : C2 ve C3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları.



Şekil B.4 : D2 ve D3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları.



Şekil B.5 : E2 ve E3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları.



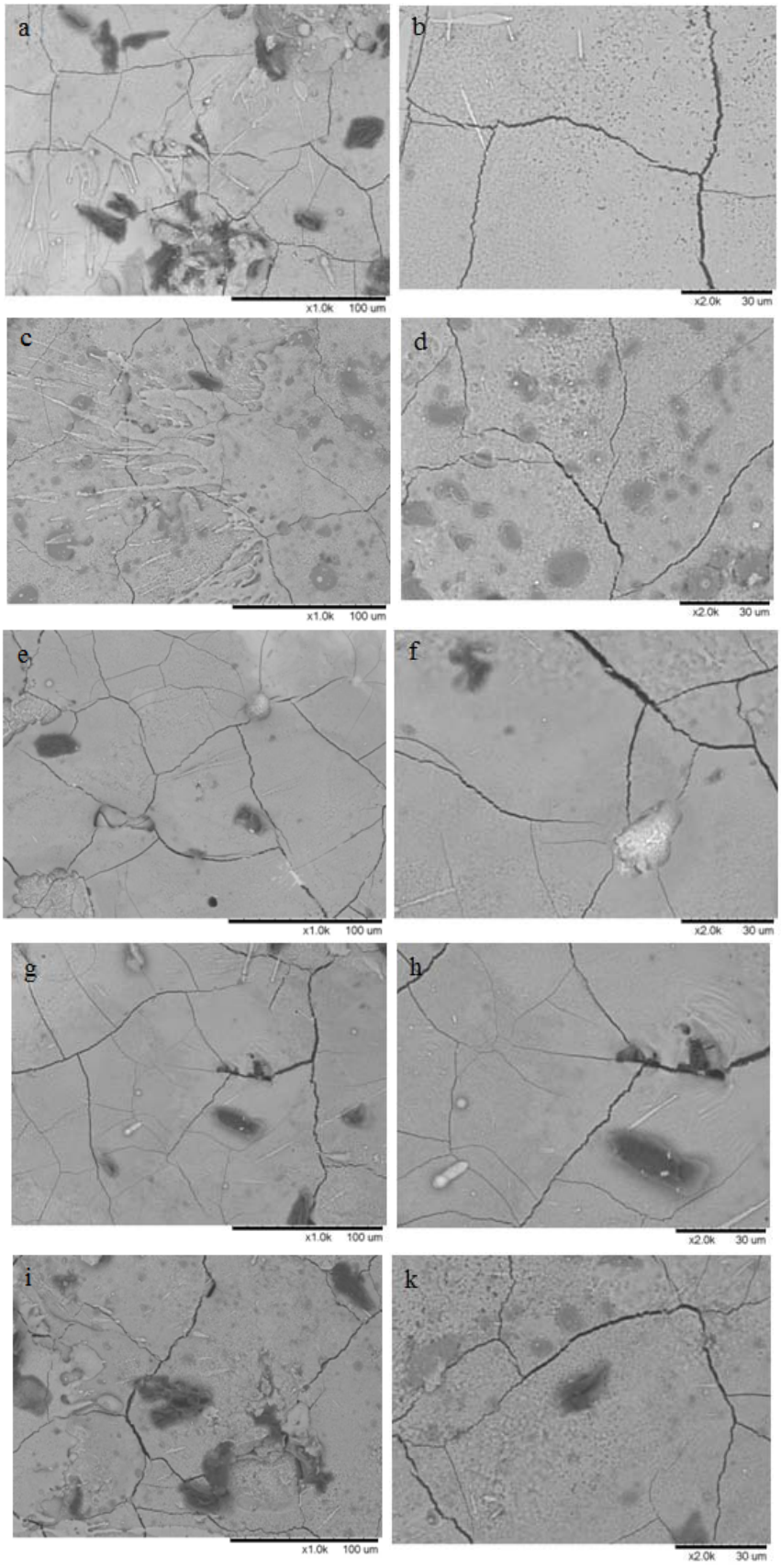
Şekil B.6 : F2 ve F3 numunelerinin XRAY analiz sonuçları.

EK C : Kalınlık Sonuçları

Çizelge C.1: Kalınlık ölçümü değerleri, ortalamaları ve standart sapmaları.

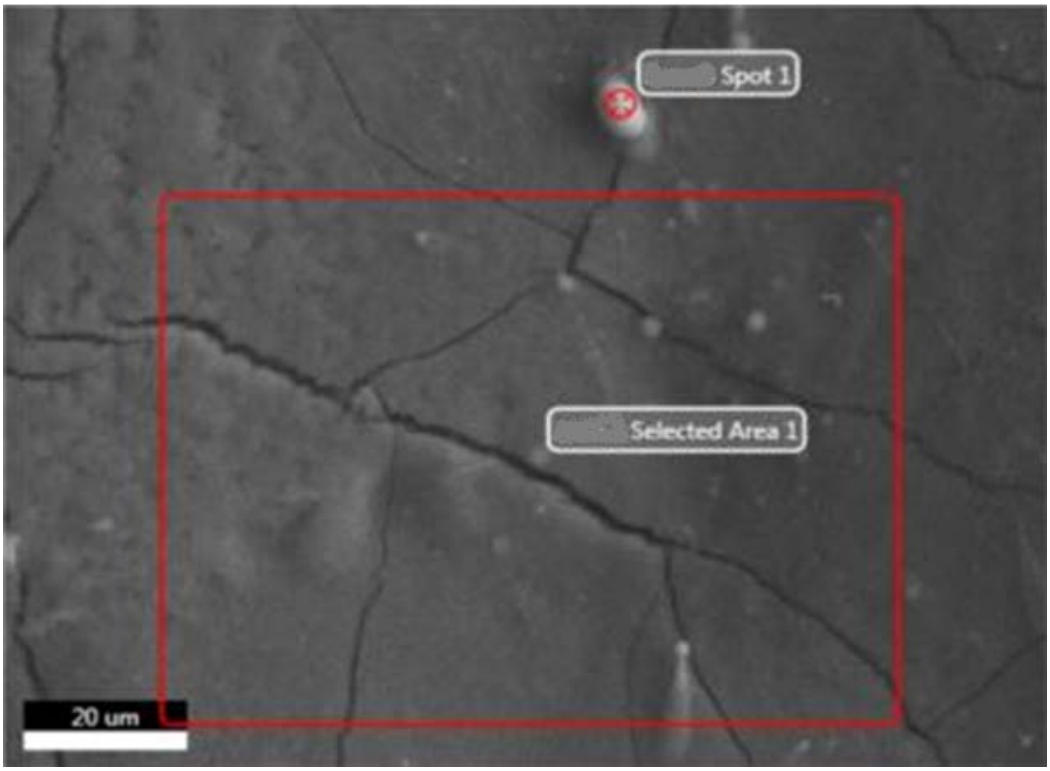
A1	B1	C1	D1	E1	F1
16,92	15,63	16,92	17,69	28,46	29,23
16,15	15,63	16,92	18,46	26,92	25,38
14,62	16,88	18,46	19,23	25,38	23,85
15,77	16,25	17,69	25,38	24,62	23,08
15,38	17,50	16,92	22,31	23,08	23,08
16,15	18,13	16,92	24,62	21,54	21,54
15,83	**16,67**	**17,31**	**21,28**	**25,00**	**24,36**
0,79	**1,02**	**0,64**	**3,29**	**2,52**	**2,69**

EK D : Yüzey SEM Görüntüleri



Şekil D.1 : B1, C1, D1, E1, F1 (yukardan aşağı sıra ile) numunelerinin 1000x, 2000x (sağdan sola sıra ile) büyütmeli yüzey SEM görüntüleri.

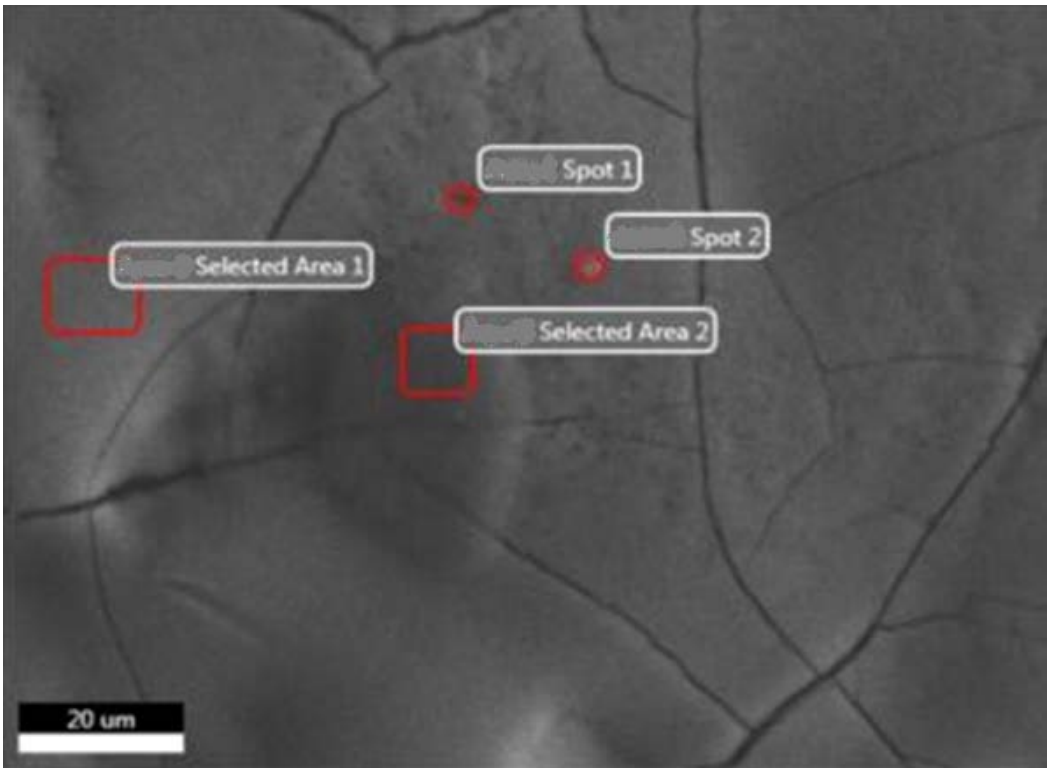
EK E : Yüzey EDS Analizleri



Şekil E.1 : B1 numunesinde elemental yapı analizi çalışması yapılan bölgeler.

Çizelge E.1 : B1 numunesinin seçilen bölgelerindeki EDS analiz sonuçları.

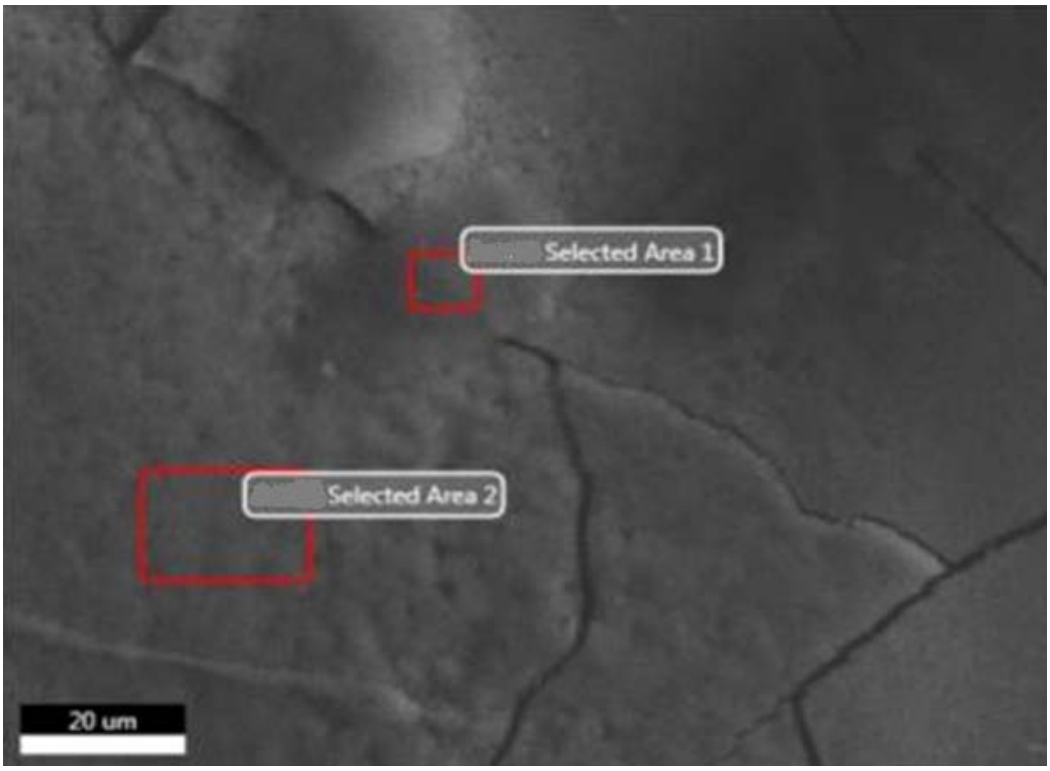
	Oksijen		**Alüminyum**		**Titanyum**	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	6.99	13.81	48.54	56.85	44.47	29.34
Spot 1	9.03	17.1	50.59	56.83	39.24	24.83



Şekil E.2 : C1 numunesinde elemental yapı analizi çalışması yapılan bölgeler.

Çizelge E.2 : C1 numunesinin seçilen bölgelerindeki EDS analiz sonuçları.

	Oksijen		**Alüminyum**		**Titanyum**	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1			37.16	51.22	62.84	48.78
Area 2	17.3	31.93	29.86	32.69	46.7	28.8
Spot 1			37.33	51.26	62.19	48.1
Spot 2	3.89	8.24	40.01	50.24	47.14	33.34

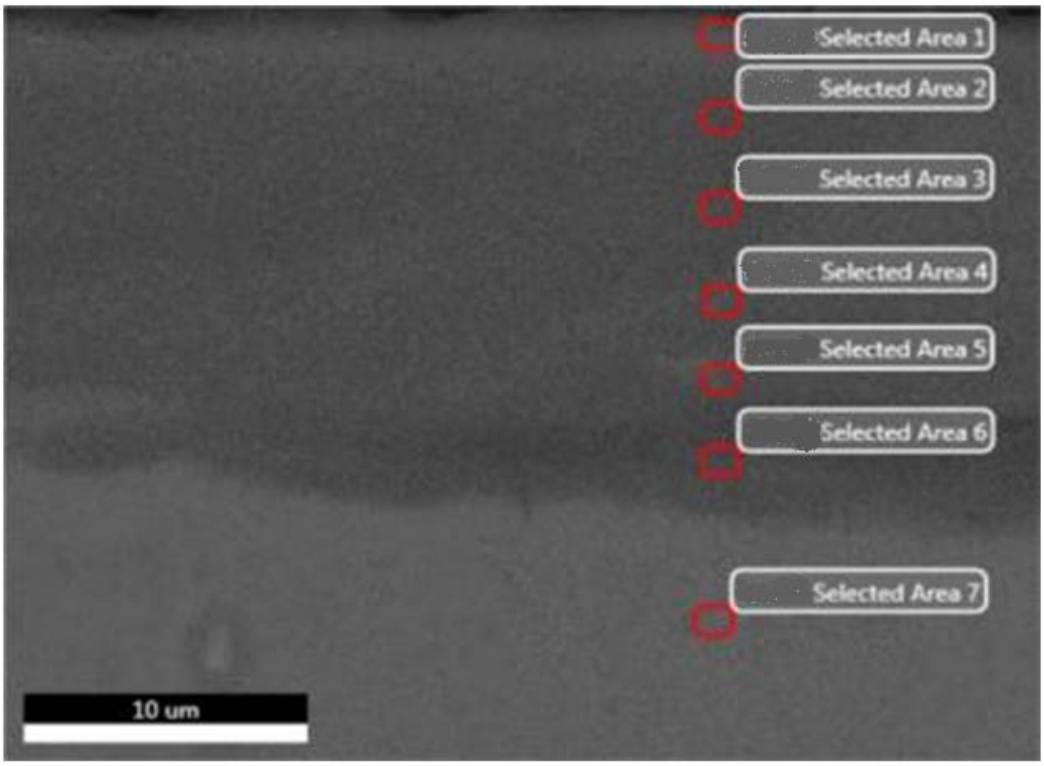


Şekil E.3 : E1 numunesinde elemental yapı analizi çalışması yapılan bölgeler.

Çizelge E.3 : E1 numunesinin seçilen bölgelerindeki EDS analiz sonuçları.

	Oksijen		**Alüminyum**		**Titanyum**	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	25.87	42.4	31.96	31.06	33.99	18.61
Area 2	6.33	12.86	44.94	54.1	48.72	33.04

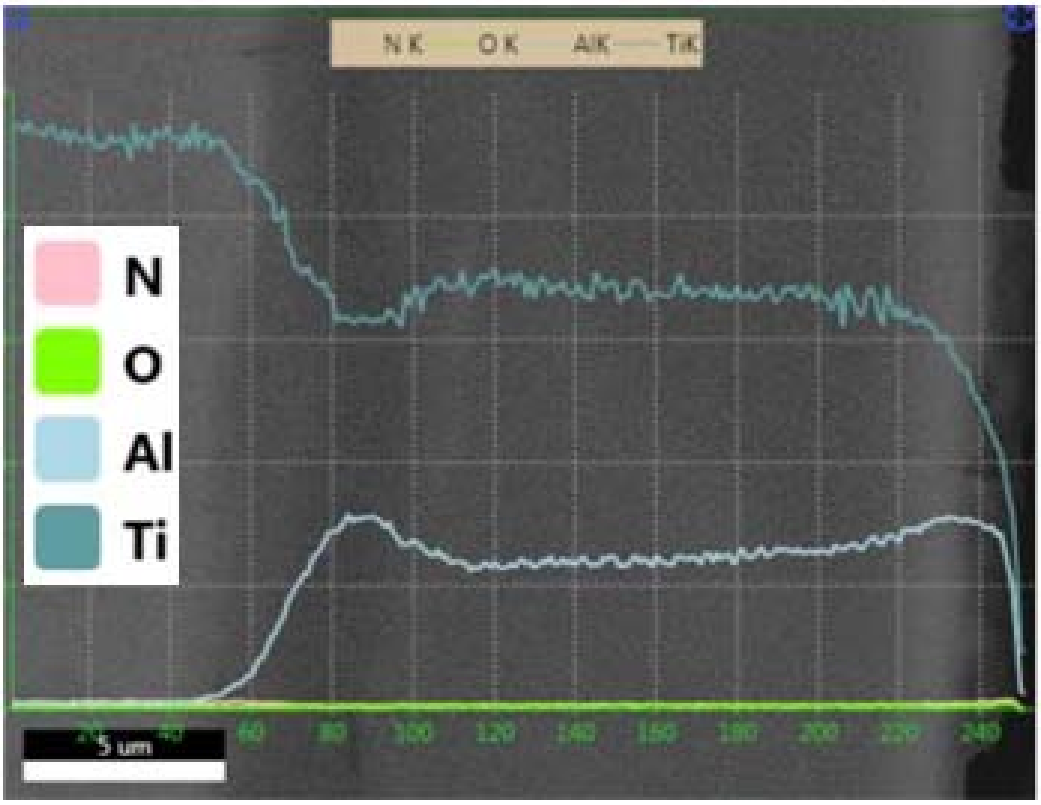
EK F : Kesit EDS Analizleri



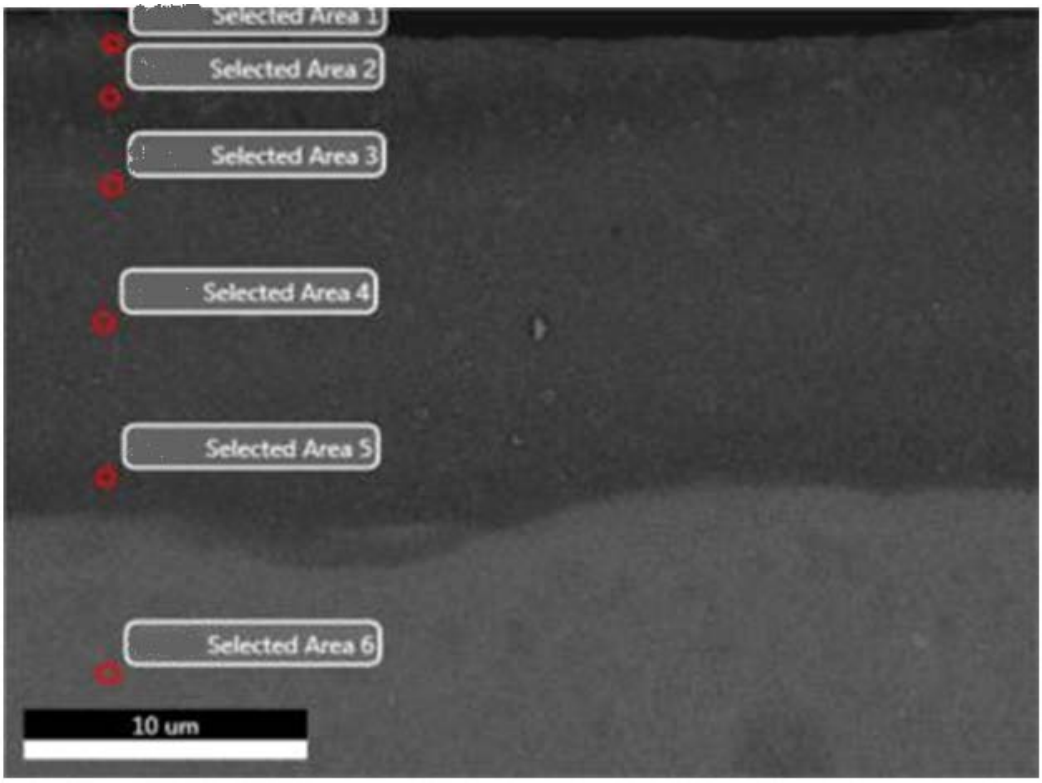
Şekil F.1: B1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler.

Çizelge F.1 : B1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları.

	Azot		**Oksijen**		**Alüminyum**		**Titanyum**	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	5.79	12.6	10.04	19.13	29.79	33.66	54.38	34.61
Area 2	2.16	5.08	9.87	20.34	26.18	32.01	61.8	42.57
Area 4	2.32	5.66	8.97	19.16	21.48	27.21	67.23	47.97
Area 5	2.18	5.37	8.06	17.39	22.4	28.67	67.37	48.57
Area 6	2.2	5.3	7.96	16.75	27.23	33.97	62.6	43.98
Area 7							100	100



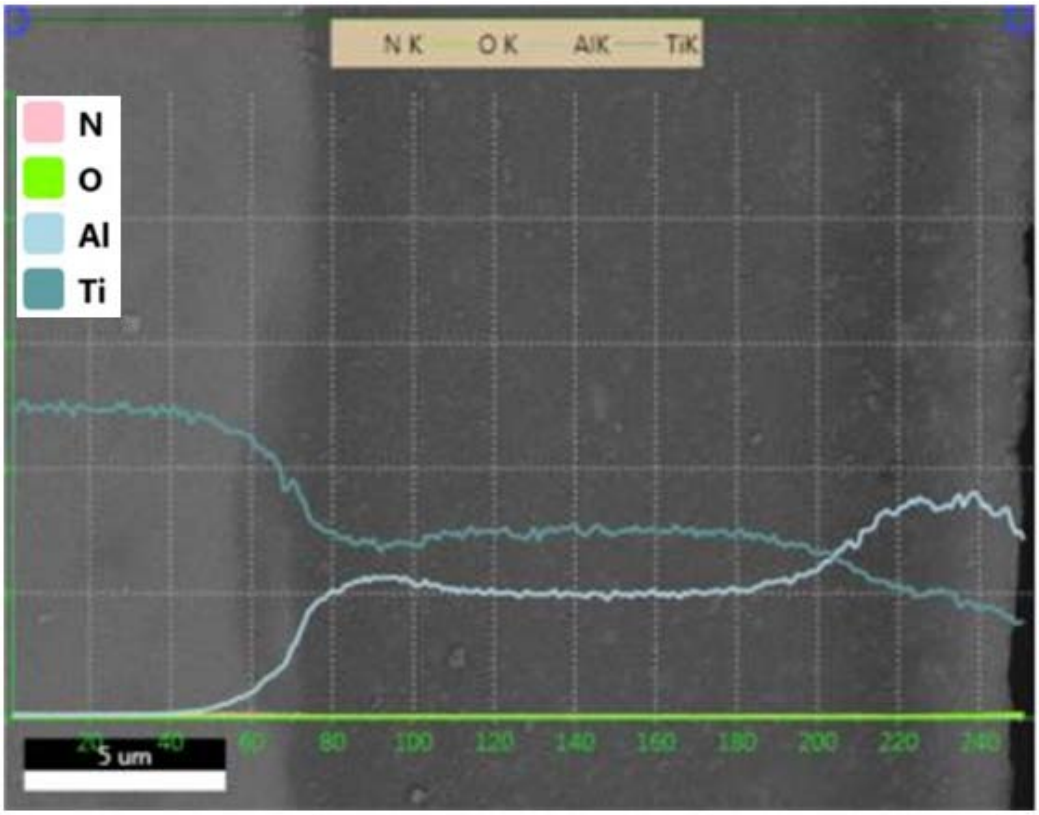
Şekil F.2 : B1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu.



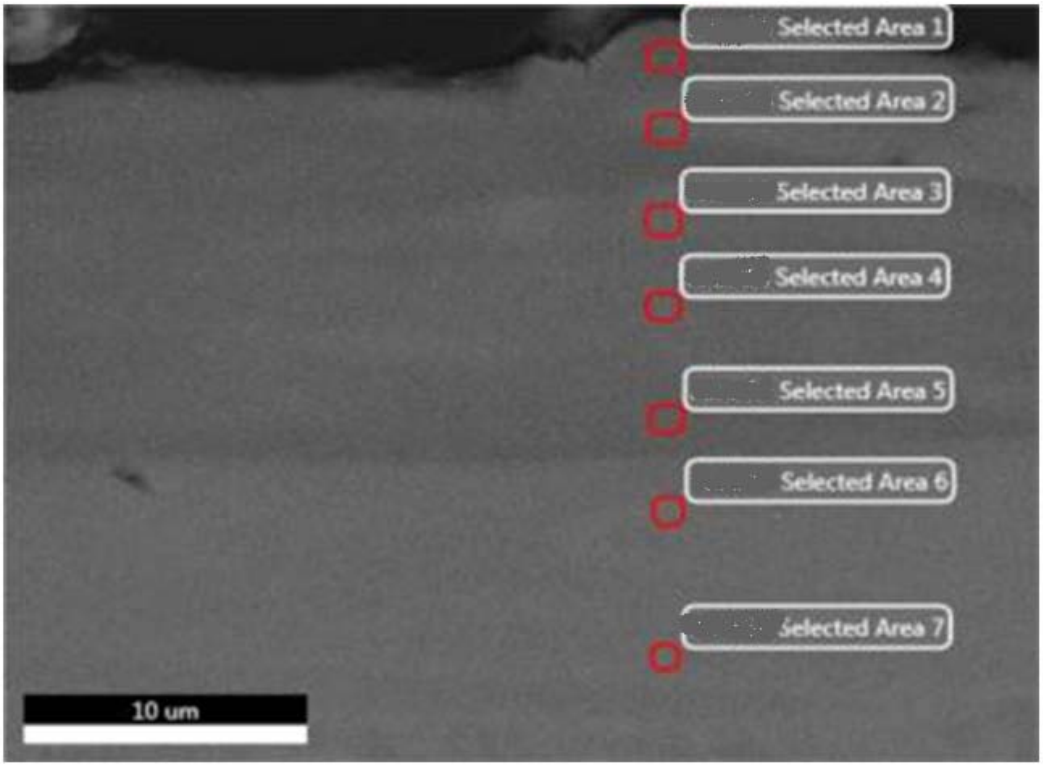
Şekil F.3 : D1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler.

Çizelge F.2 : D1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları.

	Azot		Oksijen		Alüminyum		Titanyum	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	8.04	14.5	16.82	26.54	47.38	44.33	27.76	14.63
Area 2	3.23	6.8	6.12	11.29	54.56	59.68	36.09	22.24
Area 3	2.81	6.51	5.18	10.49	39.72	47.67	52.28	35.34
Area 4	2.27	5.45	5.01	10.53	34.85	43.42	57.87	40.61
Area 5	1.87	4.47	4.97	10.4	37	45.89	56.16	39.24
Area 6							100	100



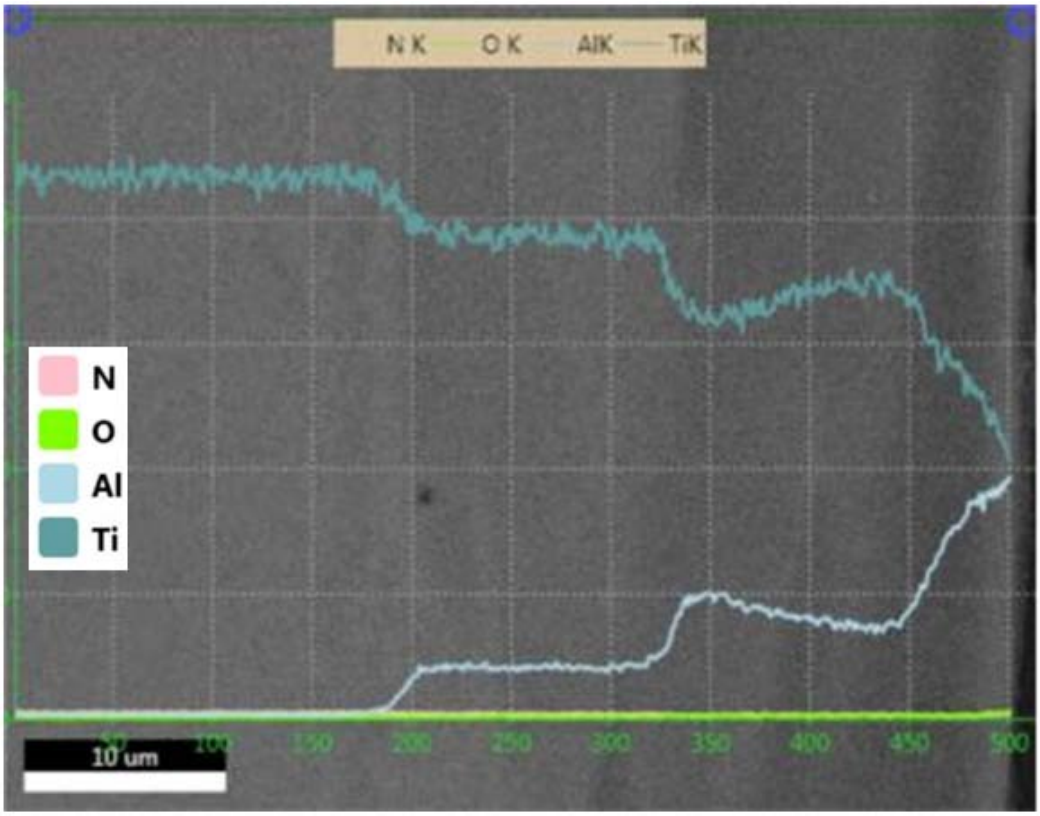
Şekil F.4 : D1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu.



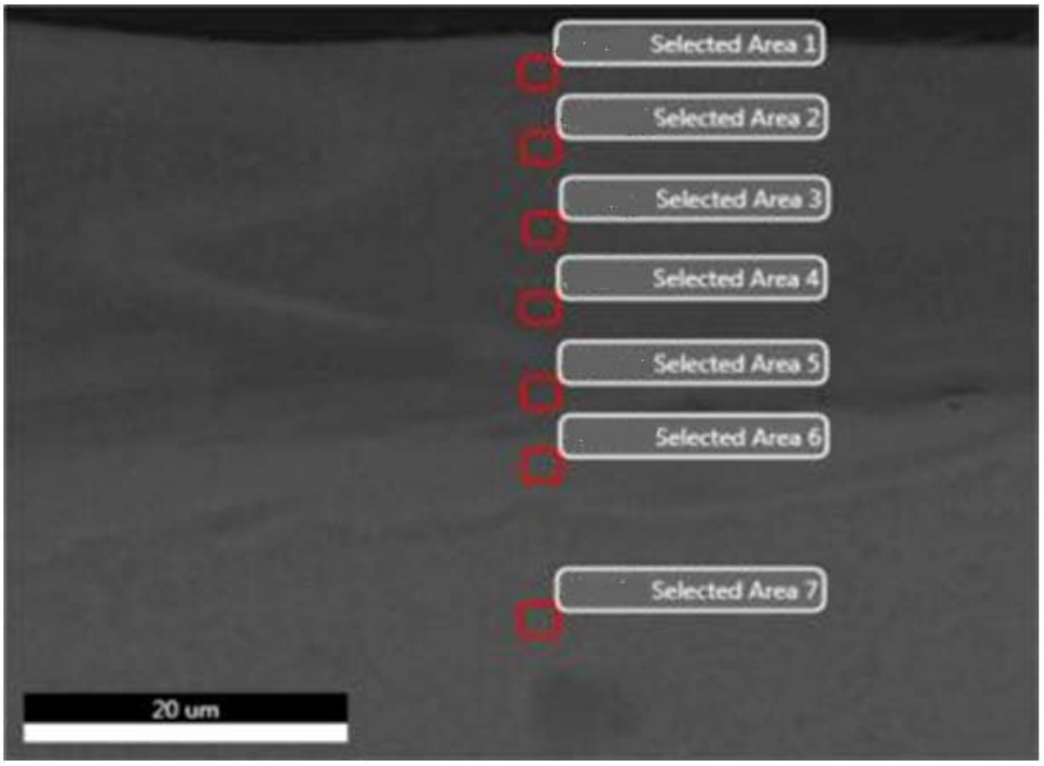
Şekil F.5 : E1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler.

Çizelge F.3 : E1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları.

	Azot		**Oksijen**		**Alüminyum**		**Titanyum**	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	4.77	9.85	18.86	34.1	21.2	22.73	55.16	33.31
Area 2	2.6	6.27	12.04	25.46	14.55	18.24	70.82	50.03
Area 3	2.53	6.36	10.28	22.63	12.13	15.83	75.05	55.17
Area 4	2.7	6.82	9.81	21.73	11.7	15.36	75.8	56.08
Area 5	2.51	6.31	9.76	21.52	13.29	17.37	74.44	54.8
Area 6	2.84	7.47	9.75	22.47	4.6	6.29	82.81	63.76
Area 7					4.16	7.15	95.84	92.85



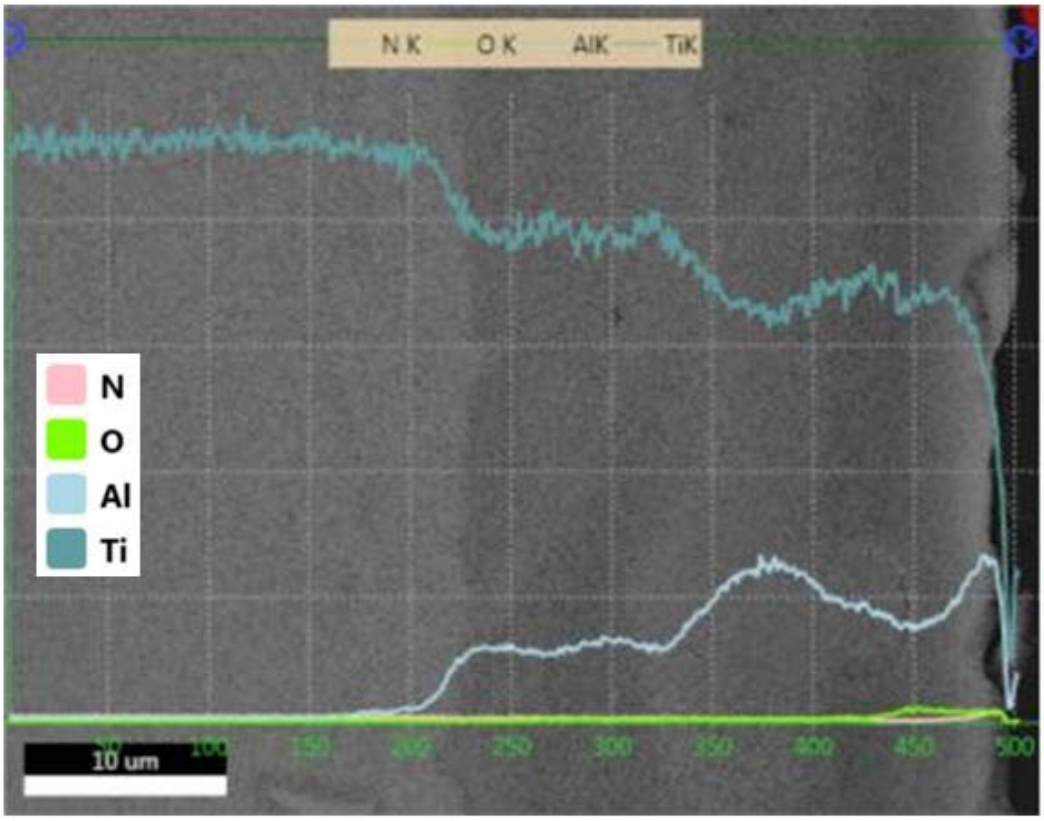
Şekil F.6 : E1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu.



Şekil F.7 : F1 numunesinde kaplama boyunca alan EDS çalışması yapılan bölgeler.

Çizelge F.4 : F1 numunesinde kaplama boyunca yapılan EDS analiz sonuçları.

	Azot		Oksijen		Alüminyum		Titanyum	
	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik	%Ağırlık	%Atomik
Area 1	3.34	8.26	7.16	15.51	20.31	26.12	69.2	50.11
Area 2	2.62	6.86	5.72	13.1	16.83	22.84	74.83	57.21
Area 3	2.12	5.58	5.53	12.75	17.77	24.28	74.58	57.4
Area 4	2.13	5.61	5.83	13.4	17.32	23.61	74.72	57.39
Area 5	2.03	5.5	5.57	13.19	13.36	18.76	79.04	62.55
Area 6	2.76	7.75	6.53	16.05	2.77	4.03	87.94	72.16
Area 7							100	100



Şekil F.8 : F1 numunesinde yapılan çizgi EDS analizinin sonucu.

EK G : Kesitten Alınan Sertlik Değerleri

Çizelge G.1 : Enine kesitten ölçülen sertlik değerleri

	A1	**B1**	**C1**	**D1**	**E1**	**F1**
1.Ölçüm	1490	1514	1419	1327	1628	1961
2.Ölçüm	1438	1372	1150	1076	1433	1263
3.Ölçüm	1252	1196	1036	1053	1348	1028
4.Ölçüm	651	790	624	696	994	490
5.Ölçüm	406	572	421	464	682	414
6.Ölçüm	391	444	396	391	505	386

EK H : Yüzeyden Sertlik Çalışmaları

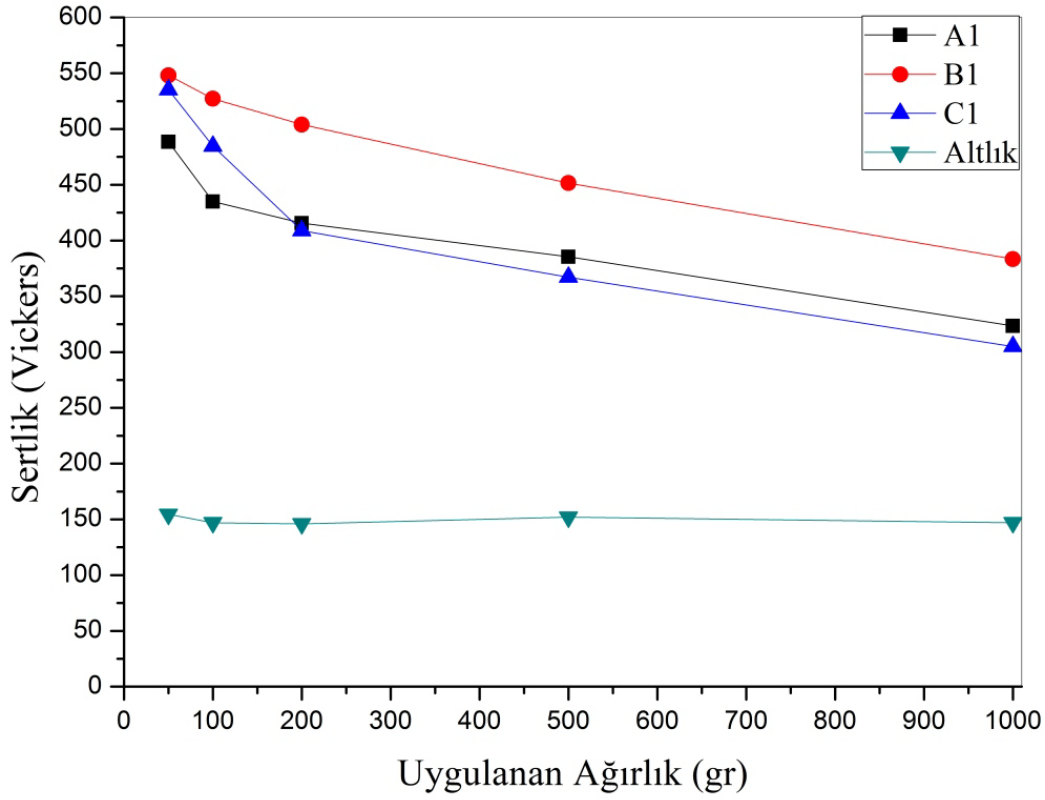
Sertlik ölçümleri, Shimadzu HMB-2 marka mikrosertlik cihazında Vickers ucu kullanılarak yapılmıştır. Elektro-spark biriktirme işlemi uygulanan numunelerin yüzeylerinde gerçekleştirilen sertlik ölçümlerinde 50, 100, 200, 500 ve 1000 gramlık yükler 10 saniye boyunca uygulanmıştır. Numunelerin yüzeyi çok pürüzlü olmasından dolayı 2400 meşlik SiC abrazif kağıtlar ile 15 saniye kadar zımparalama işlemi yapılmıştır. Ölçümler zımparalanmış yüzeylerden alınmıştır.

Kaplamalı yüzeylerden sertlik değerleri alma işleminde yüzeydeki pürüzlülükler mikrosertlik cihazında odaklanma problem oluşturmuştur. Pürüzlü yüzeylere uygulanan yükün oluşturduğu izler ölçüm yapılabilcek kalitede olmamları sebebiyle numune yüzeyine sertlik testi yapılmadan önce kısa süreli zımparalama işlemi yapılmıştır. 2400 meşlik abrazif kağıtlar ile yaklaşık 10 saniyelik aşındırma işlemi sonucu, yüzeyde sertlik testi oluşturulabilecek düzlükler elde edilmiştir. Her numunenin sertlik değerleri bu düzleştirilmiş alanlardan ölçülmüştür.

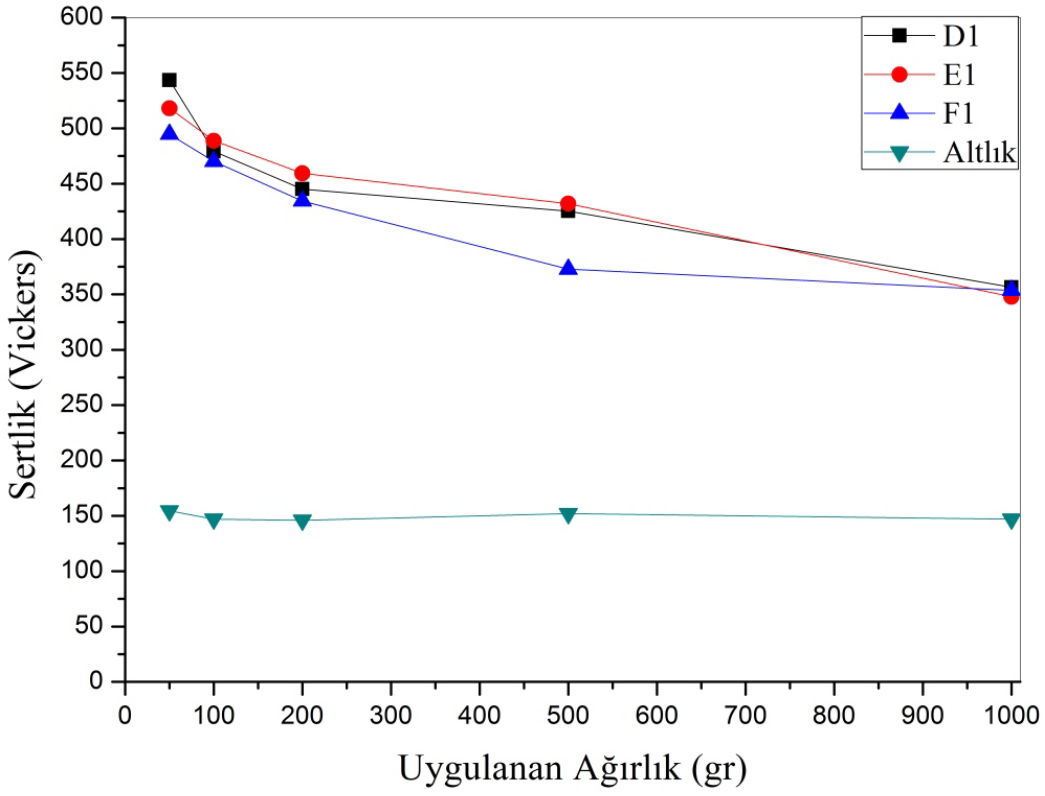
Shimadzu HMB-2 marka mikrosertlik cihazında seçilmiş olan 6 adet numuneye (A1, B1, C1, D1, E1, F1) yapılan sertlik deneyleri sonucunda proses parametrelerinin değişmesine karşın sertlik değerlerinde hemen hemen aynı sonuçlar elde edilmiştir. 50, 100, 200, 500 ve 1000 gramlık yükler ile yapılan testlerde ulaşılan sertlik sonuçları birbirine paralel bir şekilde azalma göstermiştir. Uygulanan ağırlıktaki artış ile elde edilen sertlik değerindeki azalmanın sebebi ; yük arttıkça altlık malzemeden ölçüm yapılmaya başlanması olarak yorumlanmaktadır.

Yapılan kaplama işlemi sonrasında ulaşılan sertlik değerleri Cp-Ti (Grade 2) altlık malzemesinin sertlik değerinin yaklaşık 3,5 katı civarındadır. Yakalanan bu oran tüm parametrelerde geçerlidir.

A1, B1, C1, D1, E1 ve F1 numunelerine uygulan sertlik deneylerinin sonuçları uygulana ağırlığa göre değişim grafikleri Şekil H.1 ve Şekil H.2'de verilmiştir.



Şekil H.1 : A1, B1 ve C1 numunelerinin farklı yükler ile yüzeyden ölçülen sertlik değerleri.

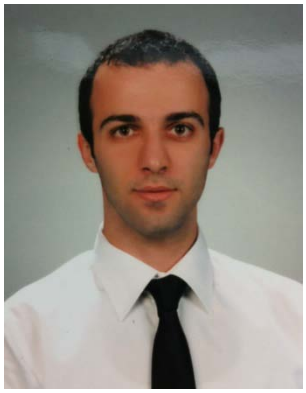


Şekil H.2 : D1, E1 ve F1 numunelerinin farklı yükler ile yüzeyden ölçülen sertlik değerleri.

Çizelge H.1 : Yapılan kaplamaların yüzeyden alınan sertlik değerleri (H Vickers).

	Uygulanan Ağırlık (gram)					
Numune	***50***	***100***	***200***	***500***	***1000***	
A1	488,5	421,8333	430,3333	359,1667	341,5714	**Sertlik (Vickers)**
B1	534	508	519,8333	451,6	383,4	
C1	535,1667	508,5	430,1429	367,1667	319,1429	
D1	527	429,7143	445,1429	439,8	345,8333	
E1	518,1429	488,8571	459,4	454,6	347,8333	
F1	487,2857	470,1429	434,4286	366	357	

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Mustafa Safa YILMAZ

Doğum Yeri ve Tarihi: Sakarya 20.02.1987

Adres: Atikali mah. Çelebi Süleyman sok. No:14/5 Fatih/İstanbul

E-Posta: m.safayilmaz@gmail.com

Lisans: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Mesleki Deneyim ve Ödüller: Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü Araştırma Görevlisi (26/01/2012 - Devam ediyor)