

Mikro Ark Oksidasyon (MAO) Yöntemi ile Al₂O₃ Alaşımı Üzerine Büyütülmüş Oksit Kaplamanın Adezyon Özelliklerinin İncelenmesi

Ebru Emine ŞÜKÜROĞLU

Gümüşhane Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü

Özet

Alüminyum ve alaşımları sahip oldukları cazip ağırlıkları ve yüksek mukavemetleri nedeniyle havacılık sektörü başta olmak üzere, otomotiv, savunma sanayi ve biyomedikal uygulamalar gibi birçok mühendislik uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Alüminyum ve alaşımları normal şartlar altında yüzeyinde doğal bir oksit filmine sahiptir. Pasif oksit film olarak adlandırılan bu koruyucu tabakanın sahip olduğu zayıf adezyon özelliğinden dolayı agresif ortam saldırılarına karşı metal yüzeyinde tamamen koruma sağlayamamaktadır. Alüminyum alaşımlarının bu özelliğinin geliştirilmesi amacıyla yüzey iyileştirme çalışmaları yapılmaktadır. Son yıllarda Al alaşımları için kullanılan yüzey iyileştirmelerinden biri de Mikro Ark Oksidasyon (MAO) yöntemidir. Bu çalışmada MAO yöntemi kullanılarak farklı frekanslarda Al₂O₃ alaşımı üzerine oksit kaplaması büyütülmüş, büyütülen bu kaplama ile Al₂O₃ taban malzeme arasındaki adezyon özellikleri araştırılmıştır. Farklı frekanslarda büyütülen kaplamaların yapısal özellikleri, kristalografik analizleri SEM ve X- Ray difraktometre ile incelenmiştir. Büyütülen kaplamaların taban malzeme ile adezyon özellikleri ise çizme test cihazı ile belirlenmiştir.

Yapılan çalışmalar sonunda MAO ile büyütülen kaplamaların adezyon özellikleri üzerinde işlem frekansının etkili olduğu gözlenmiştir. Frekansın artması ile kaplamanın yüzey morfolojisinin değiştiği, gözeneklerin küçüldüğü ve yüzeydeki gözenek sayısının arttığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Mikro ark oksidasyon; Al alaşımları; Adezyon Özellikleri

The Investigation of Adhesion Properties of Oxide Coatings on Al₂O₃ Coated By Micro Arc Oksidasyon (MAO) Process

Abstract

Aluminium and its alloys are common used at the engineering applications such as automotive, defense industry and biomedical applications because of their high resistant and excellent weight properties. Aluminium and its alloys have a native oxide film on the surface under normal condition results. This film does not completely protect the metal from attacks in aggressive environments, due to poor adhesion of passive oxide film. Surface improvement techniques are being carried out in order to develop this properties. In recent years, one of the surface techniques that is used for Al and its alloys is Micro Arc Oxidation (MAO) Process.

In this study, Al2014 materials were coated by MAO treatment at the different frequencies. The adhesion properties between this oxide coating and Al2014 substrate were investigated. The structural properties of coated Al2014 materials were analyzed by using X-Ray diffractometer and SEM. Adhesion properties were determined by using scratch tester.

At the end of the studies, it was observed that the frequency of processing was effective on the adhesion characteristics. With increasing frequency, surface morphology of the coating changed, pore size decreased and the number of pores in the surface increased.

Key Words: Micro Arc Oxidation; Al Alloys; Adhesion Properties

eesukuroglu@gumushane.edu.tr

1. GİRİŞ

Al ve alaşımları günümüzde geniş bir uygulama alanında kullanılmaktadırlar. Sahip oldukları düşük yoğunluk, yüksek mekanik özellikler ve korozyona karşı gösterdikleri direnç alüminyum ve alaşımlarının otomotiv, tıp, havacılık, kimyasal uygulamalar, spor, güç üniteleri gibi birçok endüstri alanında kullanımına neden olmaktadır. Günümüzde uçak sanayinden gıda endüstrisine kadar geniş bir alanda kullanılan alüminyum ve alaşımları üzerinde araştırmalar yoğun bir şekilde gelişerek devam etmektedir(Shi & Li 2006; Nie & Matthews 1999; 2000; Zhou 2007).

Bununla birlikte, Al ve alaşımları sahip oldukları düşük özgül ağırlıklarından dolayı tercih edilen malzemeler olmalarına karşın son yıllarda endüstriyel uygulamalardaki kullanımlarında bazı sınırlamaları da beraberinde getirmektedir. Bunun nedeni olarak yüzeylerinde bulunan pasif oksit tabakanın ısı işlem, tuzlu su gibi agresif ortamlarda korozyona ve aşınmaya karşı direnç kaybetmesi olarak gösterilebilir. Bu alaşımların yüzey özelliklerini değiştirerek sürtünme, aşınma ve korozyonu davranışlarını kontrol altına almak veya azaltmak için birçok çalışma yapılmaktadır. Bu amaçla termal, PVD (Khaled et al 2001), CVD, plazma nitrüleme (Korhonen& Harju 2000), plazma sprey (Chou & Chang 2002), plazma oksitleme (Bai et al 2005) gibi birçok yüzey modifikasyon teknikleri (Boyer et al 1994). Son yıllarda Al ve alaşımlarının yüzey problemlerinin iyileştirmesinde termokimyasal bir işlem olan Mikro-Ark Oksidasyon (MAO) veya Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO) tekniği yaygın bir şekilde

kullanılmaktadır. Bu işlem plazma ortamında gerçekleştirilen bir elektrokimyasal yüzey işlemidir. Al ve alaşımlarının yüzey özelliklerini iyileştirmek, sürtünme, aşınma ve korozyon direncini artırmak için MAO yöntemi ile büyütülen seramik oksit tabakasının uygun bir yöntem olduğu görülmüş ve aynı zamanda bu tekniğin esnekliği, düşük maliyet ve çevre dostu olmasından dolayı da endüstriyel alanlarda kullanımının ümit verici olduğu belirlenmiştir (Bloyce et al 1998; Yerokhin&Snizhko 2003; Wang 2006). Bu çalışma da; Al2014 alaşımı üzerine farklı frekanslarda mikro ark oksidasyon (MAO) işlemi ile oksit kaplamaları büyütülmüştür. Büyütülen bu kaplama ile taban malzeme arasındaki adezyon özellikleri araştırılmıştır. Büyütülen kaplamalar üzerinde yapısal, morfolojik analizler ve adezyon testleri gerçekleştirilmiştir.

2. MATERYAL ve YÖNTEM

Bu çalışmada 25x25x2 mm boyutlarında kimyasal bileşimleri Tablo 1 de verilen Al2014 alaşımı taban malzemesi olarak kullanılmıştır. MAO işleminden önce taban malzemeler farklı tane boyutlu SiC zımparalar ile $Ra \approx 0.1 \mu\text{m}$ pürüzlülük değerine parlatıldıktan sonra numuneler aseton, etanol ve saf su ile temizlenmiştir.

Al2014 alaşımlarının MAO işlemi Faraday Elektronik Ltd. tarafından üretilen kaplama sisteminde gerçekleştirilmiştir. Al2014 alaşımlarının MAO işlemi, elektrolit olarak kullanılan KOH, Na_2HPO_4 ve Na_2SiO_3 sulu çözeltisinde DC güç kaynağı kullanılarak unipolar modda sırasıyla 100, 300 ve 600 Hz çalışma frekansında 15 dakika işlem süresince 400 V sabit gerilimde gerçekleştirilmiştir. Tüm deneylerde numune anot, paslanmaz çelik banyo duvarı da katot olarak kullanılmıştır. Proses boyunca hazırlanmış olan elektrolit karıştırılmış ve 30 °C 'lik sıcaklığın üzerine çıkmaması için banyo duvarları içerisinden geçirilen su ile soğutulmuştur. MAO prosesinden sonra kaplanmış numuneler saf su ile yıkanarak kurutulmuştur.

Kaplama-taban malzeme adhezyon ölçümleri adhezyon test cihazı (Revetester by CSM Instruments) ile yapılmıştır. Adhezyon testleri 0.2 mm yarıçaplı Rockwell-C elmas uç kullanılarak 10 mm/dk bir kayma hızında ve artan yük altında gerçekleştirilmiştir.

MAO işlemi öncesi ve sonrası numunelerin faz analizleri $\lambda=1.5404 \text{ \AA}$ dalga boyunda Cu-K α kaynaklı Rigaku-2200D/Max X-Ray difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir. XRD analizleri için 20-80° tarama aralığı, 2,5 derece/dak tarama hızı ve 0,1 derece tarama adımı seçilmiştir. Analiz sonrası elde edilen yansımalar JCPDS (Joint

Committee on Powder Diffraction Standarts) pik listeleri ile karşılaştırılarak fazlar tanımlanmıştır. Ayrıca MAO işlemi sonrası taban malzemeler üzerinde büyütülen kaplama kalınlığı, kaplanmış numunelerin kesit görüntüleri, yüzey topografyası ve aşınma testlerinden sonra oluşan aşınma izleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

Çizelge 1. MAO işleminde kullanılan taban malzemesinin kimyasal bileşimleri (% ağırlık)

	Al	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Cr	Sn
Al2014	Bal.	5.0	0.68	0.58	0.23	0.83	0.04	0.03

3. BULGULAR ve TARTIŞMA

3.1. Kaplamaların Yapısal Karakterizasyonu

Farklı frekans değerlerinde Al2014 alaşımları üzerine uygulanmış MAO işlemi sonrası elde edilen yüzey morfolojileri ve kesit görüntüleri Şekil 1’de gösterilmiştir. MAO prosesinin doğasından kaynaklanan mikro boşalmalara (microdischarge) bağlı olarak taban malzeme üzerine büyütülen kaplamaların pürüzlü bir yüzeye, değişik boyutlarda çok sayıda taneye ve bazı büyük tanelerin uçlarında çok sayıda dairesel mikro gözeneklere sahip olduğu gözlenmiştir. Kaplama prosesi sırasında meydana gelen bölgesel erime ve bunu takip eden katılaşma izinin dairesel bir yol izlemesi kaplamada oluşan gözeneklerin dairesel bir geometriye sahip olmasına neden olur (Yaming et al 2006; Yerokhin et al 2003). Kaplamaların yüzey morfolojileri incelendiğinde bu dairesel gözenekler Şekil 1 de açık bir şekilde görülmektedir. Bu gözeneklerin daha büyük büyütme oranlarındaki örnek görüntüleri, büyütülen kaplamaların SEM yüzey morfoloji resimlerinin sağ köşesinde Şekil 1 de verilmiştir. Şekil 1 deki SEM görüntüleri incelendiğinde gözeneklerin boyutlarının ve yüzey üzerindeki dağılımlarının farklı frekans parametrelerine bağlı olarak değiştiği gözlenmiştir. 100 Hz frekansta büyütülen kaplamaların yüzeylerinde daha geniş gözenekler meydana gelirken frekans değeri arttıkça gözenek boyutundaki küçülmeler ve uniform dağılımlar tespit edilmiştir.

Gözeneklerin uniform ve uniform olmayan dağılımındaki bu farklılıkların nedeni ark kanalları içerisindeki lokal ergimelerden ve erimiş malzemenin dağılımından kaynaklandığı ileri sürülmektedir (Yerokhin et al 2003; Parvini et al 2008).

Şekil 1 aynı zamanda farklı frekanslarda büyütülen kaplamaların kesit görünüşlerini de içermektedir. Şekil 1 deki kesit görünüşleri incelendiğinde MAO büyütülen kaplamaların yapısının üç farklı bölgeden oluştuğu gözlenmiştir. Bu bölgeler taban malzemesi üzerinde yoğun iç geçiş tabakası (I), bu tabakayı izleyen yoğun ara tabaka (II) ve en dışta ise yoğun olmayan gözenek içeren kayıp tabaka (III) olarak sıralanmaktadır. Şekil 1 de görüldüğü gibi deney parametrelerinin farklı seviyelerine bağlı olarak farklı kaplama kalınlıkları elde edilmiştir. Ayrıca frekans değerlerinin tabaka kalınlıkları üzerinde etkili olduğu gözlenmiştir. En kalın geçiş tabakası 600 Hz frekans değerinde büyütülen kaplamada 10 µm olarak ele edilmiştir

MAO prosesi ile farklı frekans değerlerinde büyütülen kaplamaların XRD grafikleri Şekil 2’de verilmiştir. MAO işlemi ile büyütülen Al_2O_3 ’in $\alpha-Al_2O_3$ ve $\gamma-Al_2O_3$ olmak üzere farklı kristal yapılarında büyüdüğü literatürde detaylı bir şekilde verilmektedir (Xue & Zhang 2002; Jun & Zhuangzi 2002). MAO işlem süreci iki aşamada gerçekleşmektedir. Bu aşamalardan ilki; yüksek voltaj nedeniyle taban malzeme üzerindeki dielektrik stabilitenin kaybolması sonucu boşalma kanallarının oluşmasıdır. Bir diğer aşama ise taban malzemedan gelen Al ‘nin boşalma kanalları içerisinde oksitlenmesidir. Boşalma kanallarındaki sıcaklık ise 2.10^4 K olarak ölçülmüştür (Guanglianga & Xianyia 2002). Deşarj kanalları içerisinde bu sıcaklıkta ergiyen Al’nin elektrolitle teması ile hızlı bir katılma meydana gelmekte ve bu hızlı katılma sonucunda ise yarı kararlı $\gamma-Al_2O_3$ fazı oluşmaktadır (Dearnley & Gammersbach 1999). Fakat oluşan $\gamma-Al_2O_3$ ’nın sahip olduğu düşük ısı iletkenlik nedeniyle kaplamaların temel katmanı sıcak kalır ve yeterli yüksek sıcaklıktan dolayı, $\gamma-Al_2O_3$ ’den $\alpha-Al_2O_3$ ’e dönüşüm meydana gelir. Böylece kararlı ve yoğun $\alpha-Al_2O_3$ faz oranı kaplama-taban malzeme ara yüzüne kadar artarak devam eder (Özkara 2009).

En yüksek frekansa sahip olan deney şartlarında büyütülen kaplamalarda yüksek yoğunlukta $\alpha-Al_2O_3$ fazlarına rastlanmıştır. Kararlı $\alpha-Al_2O_3$ fazının oluşumunda yüksek frekans değerinin etkisi MAO işlemi sırasında boşalma kanalları içerisindeki sıcaklığın ve basıncın (2.10^4 K ve 102 MPa) çok yüksek değerlere ulaşması ile açıklanabilir

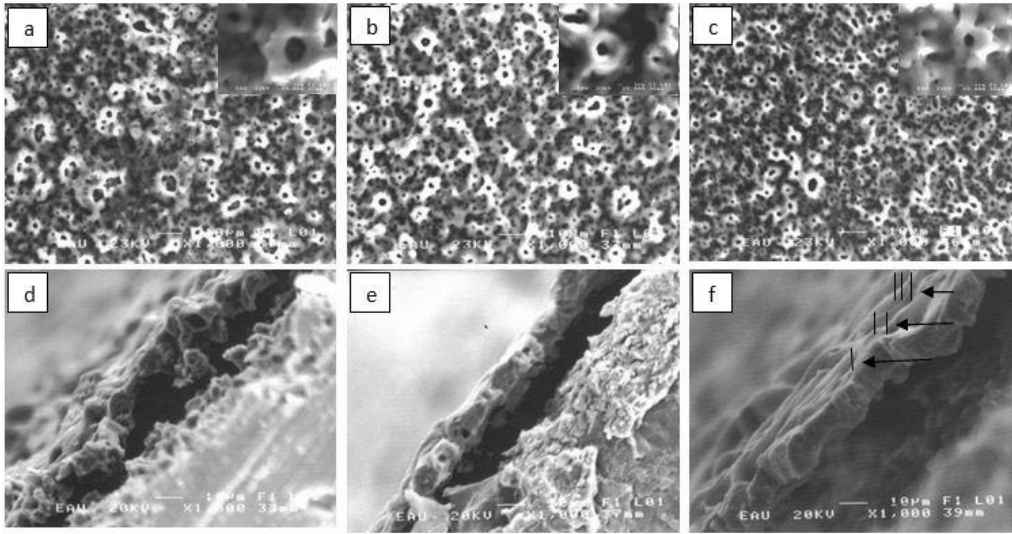
(Dearnley & Gammersbach 1999). Yüksek basınç ve sıcaklık kolay bir şekilde 6,28 fazının oluşumuna yardımcı olur. Ayrıca Frekans değerindeki artışa paralel olarak kaplama kalınlığının artması düşük termal iletkenliğe sahip γ -Al₂O₃'nin termal bariyer gibi davranarak kaplamanın ısınmasına neden olup ve α -Al₂O₃ fazının oluşumu kolaylaştırdığı düşünülmektedir.

3.2. Adezyon(Çizme (Scratch))Test Sonuçları

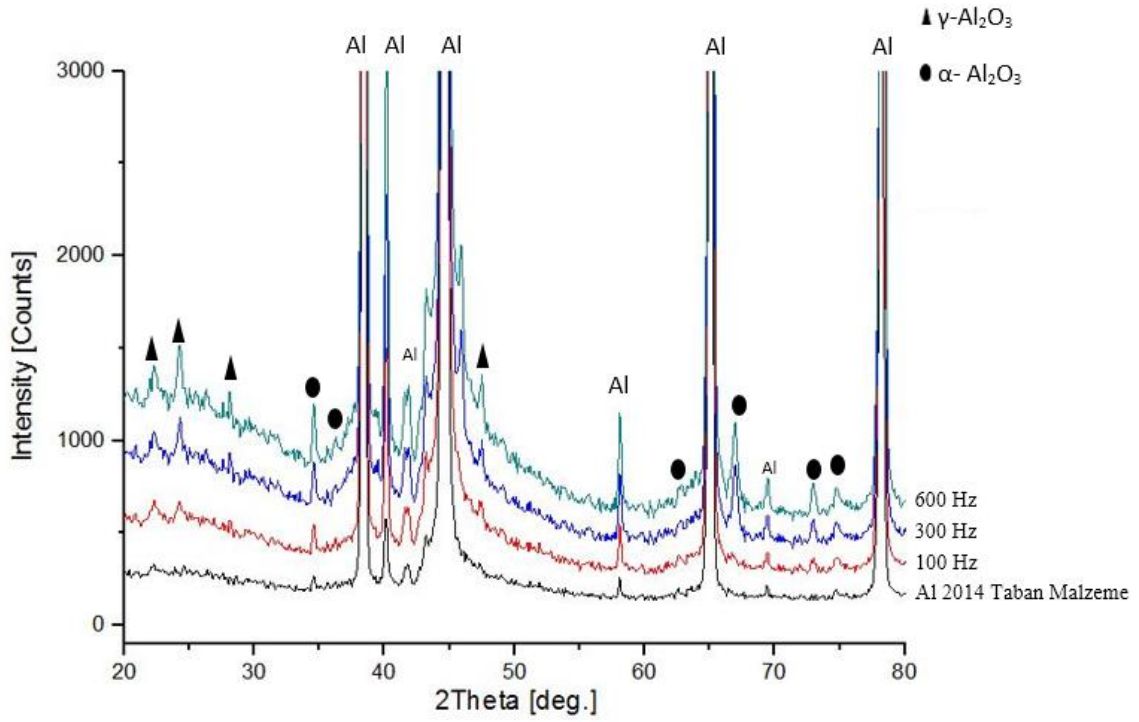
Çizme testi kaplama-taban malzeme adezyonu ölçmek için kullanılan bir yöntemdir (Perry et al 1998; Hinterman 1984; Perry 1983; Bull & Rickerby 1990). Bu yöntemde lineer olarak artan bir kuvvet, elmas uç vasıtasıyla kaplamayı çizerek hasara uğratmaya çalışır. Kaplamanın hasara uğradığı kuvvet kritik yük (Lc-Critical Load) olarak tanımlanır ve bu değer kaplama taban malzeme arasındaki adezyon kuvveti olarak kabul edilir. Çizme testlerindeki hasarlar kaplamanın ve taban malzemesinin sertliğine, uygulanan yüke, kaplamadaki artık gerilmeye ve kaplama kalınlığına bağlı olarak değişik biçimlerde meydana gelir. Bu hasarlar aşınma, chipping, cracking, flaking, buckling ve spalling (yontma, çatlama, pullanma, burkulma ve dökülmeler) şeklinde karşımıza çıkar. Çizme testinde lineer olarak artan yük altında kaplamayı hasara uğratan dört farklı kritik yük(Lc₁, Lc₂, Lc₃ ve Lc₄) tanımlanır. Bu kritik yüklerden Lc₁ çizme izi içinde yarı dairesel çatlak ve kısmi hasar oluşumu, Lc₂ izin uç kısımlarındaki adezif chippingler, Lc₃ kaplamanın taban malzemeden ayrılması ve Lc₄ ise kaplamanın tamamen hasara uğraması ile karakterize edilir (Stallar et al 2006). Literatürde oksit kaplamaların adezyon testlerinde kritik yük olarak Lc₂ değeri esas alınmaktadır (Stallar et al 2006).

Farklı frekans değerlerine göre Al üzerine büyütülen kaplamaların çizme testinden elde edilen artan yüke bağlı olarak değişen sürtünme katsayısını gösteren eğriler ve çizme iz görüntüleri Şekil 3'de verilmiştir. Bu çalışmada kaplamaları hasara uğratan adezyon kuvveti olarak Lc₂ değerleri dikkate alınmıştır. Çizme test sonuçları incelendiğinde farklı frekans parametrelerinde büyütülen kaplamaların Lc₁ değerleri bir birlerine oldukça yakındır. Al2014 taban malzeme üzerine büyütülen kaplamaların kohezif mukavemetini gösteren Lc₁'in oldukça düşük değerlere sahip olduğu ve bu değerlerin 100 Hz frekans uygulandığında 15 N, 300 Hz frekans uygulandığında 17 N ve 600 Hz frekans uygulandığında 19 N olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte kaplamaların adezif hasarını tanımlayan Lc₂ değerlerinin Lc₁'e göre daha yüksek olduğu

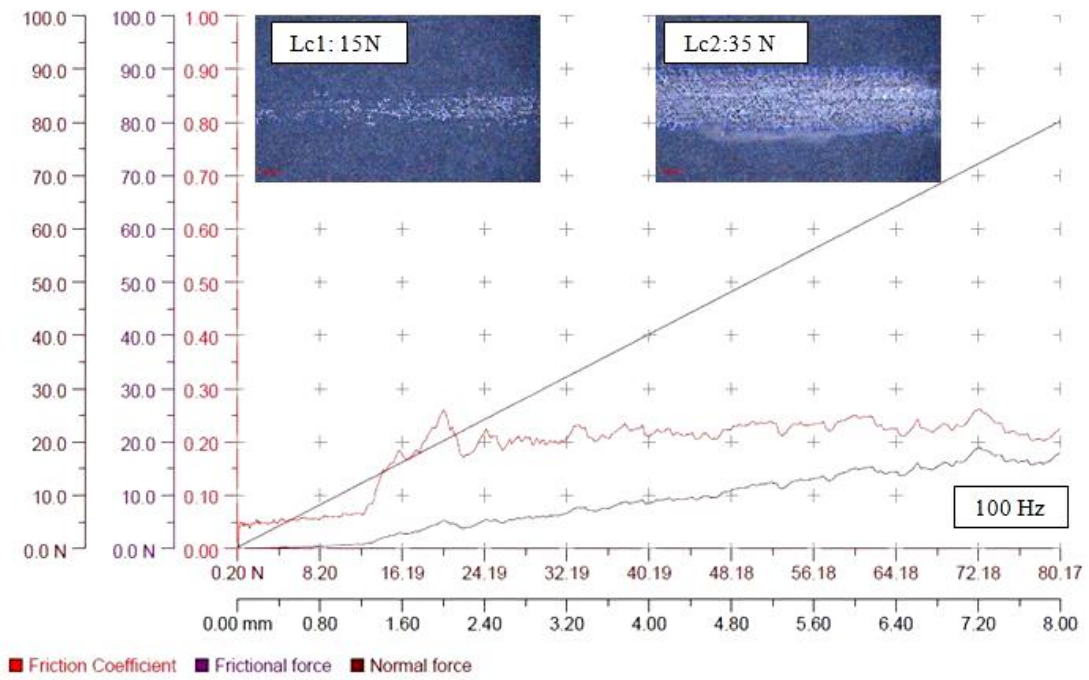
belirlenmiştir. Frekansın 600 Hz olduğu deney şartlarında en yüksek Lc_2 45N değeri elde edilmiştir. Bu şartlarda büyütülen kaplamaların en yüksek Lc_2 değerine sahip olması kaplama kalınlığı, yoğunluğu ve faz yapısı ile ilişkilendirilmiştir. Şekil 1 deki SEM kesit görüntüleri incelendiğinde 600 Hz frekans değerinde büyütülen kaplamaların en büyük kalınlığa sahip olduğu ve diğer kaplamalar göre mikro yapının daha yoğun olduğu gözlenmiştir. Diğer taraftan yine aynı deney şartlarında büyütülen kaplamalarda kararlı α - Al_2O_3 fazının daha yüksek yoğunluklarda yansıdığı XRD grafiklerinden tespit edilmiştir. Literatürde oksit kaplamalarda kaplama kalınlığının artışı ile kaplamaların yük taşıma kapasitesinin ve dolayısı ile adezyonun artırdığı ifade edilmektedir (Stallar et al 2006). Ayrıca çizme izlerinin optik görüntüleri incelendiğinde (Şekil 3) kaplamaların spalling (dökülme) ve cipping (yontma) hasarlarına uğradığı gözlenmiştir. Çizme testinin başlangıcında kaplamalarda kohezif ayrılmaların olduğu gözlenirken, izin sonuna doğru adhezif hasarların olduğu belirlenmiştir. Çizme testi boyunca kaplamalarda conformal ve çeki çatlaklarının oluşmadığı gözlenmiştir.

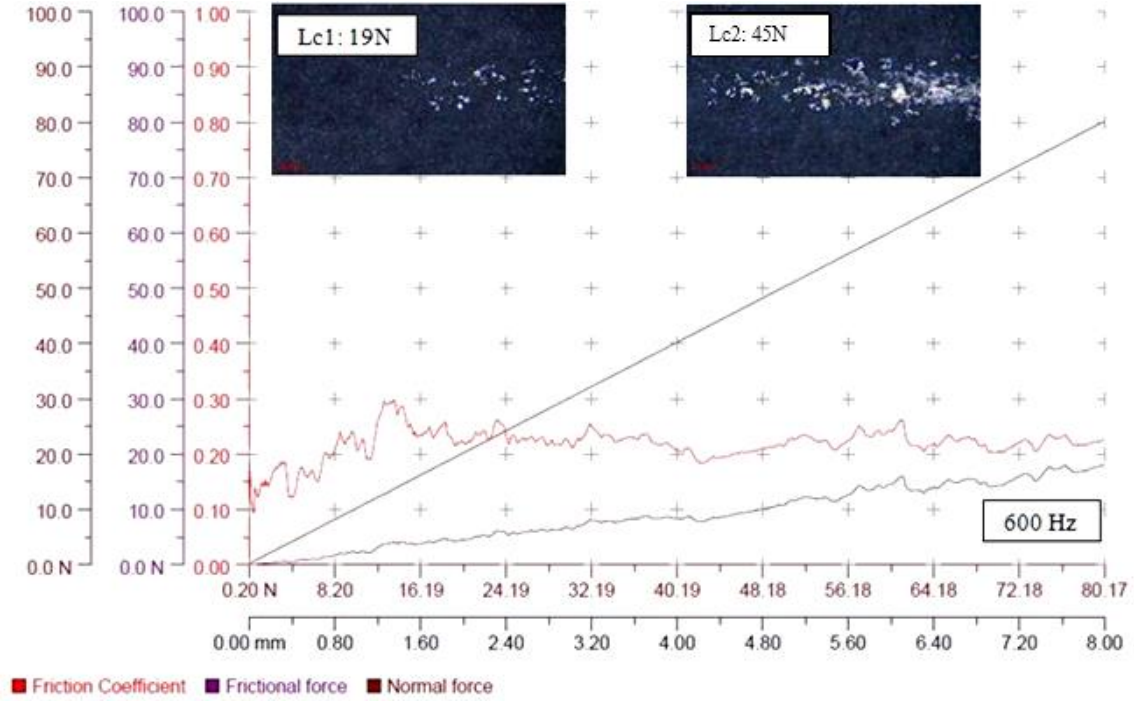
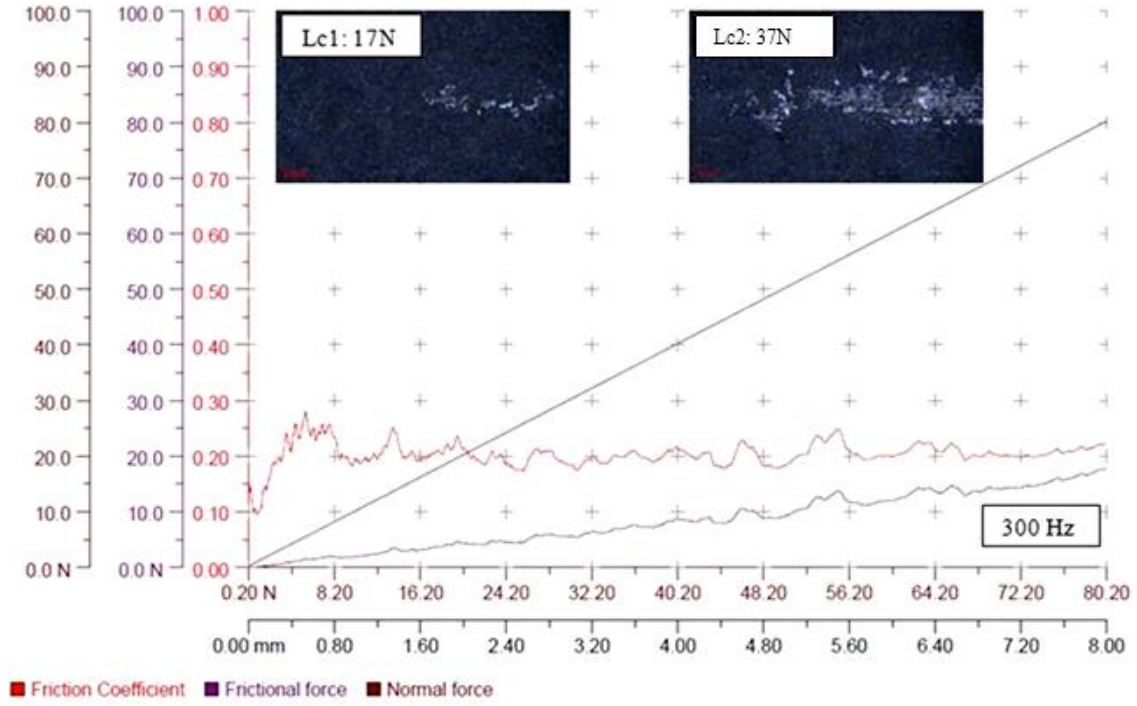


Şekil 1. Al 2014 üzerine MAO işlemi ile farklı frekanslarda büyütülen kaplamaların yüzey morfolojileri ve kesit görüntüleri a-d) 100 Hz, b-e) 300 Hz, c-f) 600 Hz



Şekil 2. Farklı frekans değerlerine göre MAO ile Al 2014 taban malzemesi üzerine büyütülen kaplamanın XRD grafikleri





Şekil 3. Farklı frekans parametrelerine göre MAO ile Al2014 taban malzemesi üzerine büyütülen kaplamamın çizme test grafikler

4. SONUÇLAR

100 Hz, 300 Hz ve 600 Hz frekans değerlerinde MAO yöntemiyle Al 2014 alaşımı üzerinde büyütülmüş olan kaplamaların yüzey morfolojileri incelendiğinde gözeneklerin boyutlarının ve yüzey üzerindeki dağılımlarının farklı frekans parametrelerine bağlı olarak değiştiği gözlenmiştir. 100 Hz frekansta büyütülen kaplamaların yüzeylerinde daha geniş gözenekler meydana gelirken frekans değeri arttıkça gözenek boyutundaki küçülmeler ve uniform dağılımlar tespit edilmiştir. Kesit görüntüleri incelendiğinde ise frekans değerinin artması ile birlikte malzeme yüzeyinde büyütülmüş olan kaplamaların kalınlığının da arttığı sonucuna varılmıştır. Al 2014 alaşımı üzerine farklı frekans değerlerinde büyütülen kaplamaların XRD grafikleri incelendiğinde; frekans değerlerine bağlı olarak farklı yoğunluklarda α -Al₂O₃ ve γ -Al₂O₃ fazlarına rastlanmıştır. En yüksek frekansa sahip olan deney şartlarında büyütülen kaplamalarda yüksek yoğunlukta α -Al₂O₃ fazlarına rastlanmıştır frekans değerindeki azalma ile α -Al₂O₃ fazlarının da yoğunluğunun düştüğü görülmüştür. Kaplama kalınlığının artışı ile kaplamaların yük taşıma kapasitesinin ve adezyonun artırdığı gözlemlenmiştir. Ayrıca çizme izlerinin optik görüntüleri incelendiğinde kaplamaların spalling ve cipping hasarlarına uğradığı gözlenmiştir. Çizme testinin başlangıcında kaplamalarda kohezif ayrılmaların olduğu gözlenirken, izin sonuna doğru adhezif hasarların olduğu belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- Shi G. X. and Li-Xin S., (2006). Composition and thermal properties of the coating containing mullite and alumina, *Materials Chemistry and Physics*, **97**, 132–136.
- Nie X. and Matthews A., (2000). Deposition of duplex Al₂O₃ DLC coatings on Al alloys for tribological applications using a combined micro arc oxidation, *Surface and Coatings Technology*, 121, 506-513.
- Zhou Z.R., (2007). Fretting wear behaviour of ceramic coating prepared by micro-arc oxidation on Al-Si alloy, *Wear*, 263, 472-480.
- Nie X. and Matthew A., (1999). Thickness effects on the mechanical properties of micro-arc discharge oxide coatings on aluminium alloys, *Surface and Coatings Technology*, 116-119, 1055-1060.
- Khaled M., Yilbas B. S., Shirokoff, J., (2001). Electrochemical study of laser nitrated and PVD TiN coated Ti–6Al–4V alloy: the observation of selective dissolution, *Surface and Coatings Technology*, 141-1, 46-54.
- Korhonen A.S., Harju E., (2000). Surface engineering with light alloys—hard coatings, thin films, and plasma nitriding, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 9, 302-05.
- Chou B.Y., Chang E., (2002). Plasma-sprayed hydroxyapatite coating on titanium alloy with ZrO₂ second phase and ZrO₂ intermediate layer, *Surface and Coatings Technology*, 53-1, 84-92.

- Bai L J. , Xia T., Shi H Y, Lei N M. (2005). Study Of Impedance Characteristic And Corrosion-Resistance Properties Of Ceramic Coating By Micro-Arc Oxidation On Magnesium Alloys, *Transactions of Metal Heat Treatment*, 26(2): 82–85,
- Boyer R., Welsch G., Collings, E.W., (1994). *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. Materials Park, Oh. Asm International.
- Bloyce A., Qi P.Y., Dong H., Bell T., (1998). Surface Modification Of Titanium Alloys For Combined Improvements In Corrosion And Wear Resistance, *Surface and Coatings Technology*, 107, 125–32.
- Yerokhin A.L. and Snizhko L.O, (2003). Discharge characterization in plasma, *J. Phys.D: Appl. Phys.*, 36, 2110–2120.
- Wang C., (2006). Growth process and wear resistance for ceramic coatings formed on Al-Cu-Mg alloy by micro-arc oxidation, *Surface Science*, 1-5.
- Yaming W., Lei T., Guo L., Jiang B., (2006). Fretting wear behaviour of microarc oxidation coatings formed on titanium alloy against steel in unlubrication and oil lubrication, *Applied Surface Science* 252 8113–8120.
- Yerokhin A.L., Snizhko, L.O., (2003). Gurevina N.L., Leyland A., A.Pilkington and A.Matthews, Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminium, *Journal of Physics D Applied Physics* 36(17):2110.
- Parvini Ahmadi N., Khosroshahi R.A. and Baghal B., (2008). Deposition of Oxide Layer on Aluminium Via Plasma Electrolysis Method in Alkali Solution by Unipolar Pulsed Current System and Study of its Physical Properties, *Asian Journal of Applied Sciences*, 2, 1, 74-82.
- Xue W. and Zhang T., (2002). Effect of microarc discharge surface treatment on the tensile properties of Al-Cu-Mg alloy, *Materials Letters*, 56, 737 -743.
- Jun T. and Zhuangzi L., (2002). Structure and antiwear behavior of micro-arc oxidized coatings on aluminum alloy, *Surface and Coatings Technology*, 154, 1–7.
- Guanglianga Y. and Xianya L., (2002). The effects of current density on the phase composition and microstructure properties of micro-arc, *Journal of Alloys and Compounds*, 345, 196–200.
- Dearnley P.A. and Gummersbach P., (1999). The sliding wear resistance and frictional characteristics of surface, *Wear*, 225, 127–134.
- ÖZKARA İ. M. (2009) 2024 Aluminyum Alaşımının Mikro Ark Oksidasyon Yöntemiyle Kaplanması ve Yüzey Özelliklerinin Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Perry A.J., Valli J., Steinmann P.A. (1988). Adhesion scratch testing: A round-robin experiment, *Surface and Coatings Technology*, 36, 1-2, 1, 559-575.
- Hintermann HE, (1984). Adhesion, friction and wear of thin hard coatings., *Wear*; 100:381–97.
- Perry AJ. (1983). Scratch Adhesion Testing Of Hard Coatings, *Thin Solid Films*;107:167–80.
- Bull SJ, Rickerby DS. (1990).New Developments In The Modelling Of The hardness And Scratch Adhesion Of Thin Film,. *Surf Coat Technol*;42:149–64,
- Stallar D., Poulat J S, DG Teer, (2006). The Study of the Adhesion of a TiN Coating on Steel and Titanium Alloy Substrates Using a Multi-Mode Scratch Tester, *Tribol. Int.*, 39 159–166.