



MARMARA ÜNİVERSİTESİ

BAPKO

SONUÇ RAPORU

Proje Başlığı: Termokimyasal Yöntemle Krom Oksit Esaslı Yüksek Yoğunluklu
Kaplama Üretim Proseslerinin Geliştirilmesi

Proje No: FEN-A-090414-0091

Proje Yürütücüsü: Prof. Dr. İ. Ersan KALAFATOĞLU

Proje Araştırmacıları: Arş. Gör. Özgür ÇINAR

Arş. Gör. Burcu Nilgün ÇETİNER

Proje Başlangıç: 09.04.2014

Proje Bitiş: 09.06.2015

Haziran 2015, İstanbul



MARMARA ÜNİVERSİTESİ
BAPKO
SONUÇ RAPORU

Proje Başlığı: Termokimyasal Yöntemle Krom Oksit Esaslı Yüksek Yoğunluklu
Kaplama Üretim Proseslerinin Geliştirilmesi

Proje No: FEN-A-090414-0091

Proje Yürütücüsü: Prof. Dr. İ. Ersan KALAFATOĞLU

Proje Araştırmacıları: Arş. Gör. Özgür ÇINAR

Arş. Gör. Burcu Nilgün ÇETİNER

Proje Başlangıç: 09.04.2014

Proje Bitiş: 09.06.2015

Haziran 2015, İstanbul

ÖNSÖZ

Bu projenin hazırlanmasından dolayı bize verdiği destekten ötürü öncelikle Marmara Üniversitesi BAPKO'ya şükranlarımızı sunar, yine bu projede çalışmalarımızda yardımcı olan lisans öğrencilerimiz Selin KESKİN, Uğur AYGÜN ve Hakan YİĞİT'e emeklerinden dolayı teşekkür ederiz. Tam Çelik A.Ş.'ye numunelerimizin mikrosertlik testlerinde laboratuvarlarını bize açarak destek oldukları için, Prof. Dr. Gürcan ORALTAY, Doç. Dr. S. Sinan KESKİN ve Müh. Dr. Mustafa İLHAN'a numunelerin karakterizasyonları aşamasında verdikleri yardımdan dolayı teşekkür ederiz. Bölümümüz öğretim üyelerinden olan Rektör Yardımcısı Prof. Dr. Arif N. GÜLLÜOĞLU'na ise bu projenin daha fikir aşamasında verdiği motivasyon ve manevi destek için özel olarak teşekkürü bir borç biliriz. Çalışmalarımızdan şu an için bir adet bildiri IISS'2015 kapsamında sunulmuş olup, bir yayınıımız hazırda başvuru için mevcuttur. Yayınlar gerçekleşdikçe BAPKO ile paylaşılacaktır.

Proje Yürütücüsü

Prof. Dr. İ. Ersan KALAFATOĞLU

Proje Araştırmacısı

Arş. Gör. Özgür ÇINAR

Arş. Gör. Burcu Nilgün ÇETİNER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
SEMBOL LİSTESİ.....	iii
TABLO LİSTESİ.....	vii
1.GİRİŞ.....	1
1.1.Kimyasal Olarak Yoğunlaştırılmış Kaplamalar ile İlgili Literatür Özeti.....	1
2. DENEYSEL YÖNTEM.....	4
2.1. Araştırma Materyali ve Yöntem	4
2.1.1. Araştırma Materyali.....	4
2.1.2. Araştırma Yöntemi (Termo kimyasal Yöntem).....	5
2.1.2.2.Numunelerin Karakterizasyonu.....	7
3. BULGULAR	13
3.1. Deney Sonuçları ve Değerlendirme	13
3.1.1. Kaplamaların Nihai Sertlik ve Kalınlıkları	13
3.1.2. Kaplamaların Metalografik İncelenmesi.....	14
3.1.2.1.Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Silika Disperse Çamur) Çalışmaları.....	14
3.1.2.2. Kaplama Tabakalarının Kademeli Uygulandığı Durum.....	16
3.1.2.2. Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Alumina Disperse Çamur) Çalışmaları.....	17
3.1.3. Kaplama Elektron Mikroskop Görüntüleri ve EDS Analizleri.....	19
3.1.3.1.Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Silika Disperse Çamur) Çalışmaları.....	19
3.1.3.2. Kaplama Tabakalarının Kademeli Uygulandığı Durum.....	26
3.1.3.3. Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Alumina Disperse Çamur) Çalışmaları.....	31
4.TARTIŞMA ve SONUÇ.....	37
KAYNAKLAR	
EKLER	

ÖZET

“Termokimyasal Yöntemle Krom Oksit Esaslı Yüksek Yoğunluklu Kaplama Üretim Proseslerinin Geliştirilmesi”

Marmara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Prof. Dr. İ. Ersan KALAFATOĞLU

Arş. Gör. Özgür ÇINAR ve Arş. Gör. Burcu Nilgün ÇETİNER

İstanbul, Haziran 2015

Kimyasal olarak yoğunlaştırılmış kaplamalar; dünyada TOCALO Co. Ltd. firması ve Japon Atom Enerjisi Araştırma Enstitüsü araştırmacıları tarafından geliştirilen ve bu kurumlar başta olmak üzere az sayıda firma tarafından uygulanabilen kaplamalardır. Temelinde altlık malzemenin üzerine daldırma yöntemi ile uygulanan farklı bileşimli kimyasal çözelti ve çamurların fırın ortamında –ısı etkisinde- belirli sürelerde döngüsel olarak kürlenmesi ile elde edilen ve böylelikle altlık yüzeyinde kimyasal bağ oluşturan kaplamalardır. Literatür çalışmalarına bakıldığında, bu yöntemle elde edilen numunelerin silika esaslı çamurlar ile hazırlandığı, tübüler ve silindirik sistemlerin kaplanması kullanıldığı görülmektedir. Altlık olarak farklı paslanmaz çelik türleri ve düşük karbonlu çelikler kullanılmış hedef olarak trityum ve döteryum geçirgenliklerine ile korozyon direncine bakılmıştır.

Bu projede, ilgi alanı ve hedef bu kaplamaların sanayiye adaptasyonunun araştırılması, silikanın alümina ile ikamesinin getireceği sonuçların gözlemlenmesi yanında, optimizasyon açısından çok katmanlı bu kaplama yönteminin bazı katmanlarının ihmal edilmesinin sonuçlarının gözlemlenmesi olmuştur. Kalem arası değişiklik ve ardından yapılan temin çalışmaları nedeniyle süre konusunda projemiz bir miktar sektöre uğramıştır. Termal spreyci kaplama prosesleri ve yüzey kaplamaları gerçekleştirilmiş, karakterizasyonları tamamlanmadığından bu raporda yer verilmemiştir, Şu anda yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar ile bir bildiri (yayınlanmış) ve hazırlanmış makale (henüz gönderimi yapılmamış) yer almaktadır. Gelecek ay sonuna kadar başvurusu yapılması planlanmaktadır. Termal spreyci kaplama üzerine yapılacak çok tabakalı kaplamanın sonuçları ise paylaşmaya değer bulunursa makale olarak yayınlanması için başvuruda bulunulacak, geri dönüşler ve sonuçlar BAPKO ile paylaşılacaktır.

Yapılan çalışmalar neticesinde, altlıklara göre kaplamaların sahip olduğu yüksek sertliklerin yanında, paslanmaz çeliklere uygulanabilmesi ile nitrasyon, sementasyon ve borlama gibi difüzyon esaslı kaplama işlemlerine bir alternatif olması, imalat çeliklerinde de üstün özellikler göstermesi ve düşük ilk kurulum maliyetleri nedeni ile Türkiye’de sanayide uygulanmasının mümkün olduğu düşünülmektedir. Burada dikkat edilmesi gereken husus, krom oksit asidik çözeltilerinin korrozif ve toksik etkilerine karşı gerekli donanımın sağlanması, işçiye ilgili eğitimin verilmesi, mutlaka işletme konusunda deneyimli ve bilgili bir kimya veya metalürji mühendisinin istihdam edilmiş olması ve iş güvenliği kurallarına kesinlikle uyulmasıdır. Çalışmalarda otomatik sistemler ile süre bağımlı çalışılır ise, kaplamanın daha homojen dağılımlı olacağı düşünülmektedir. Konu ile ilgili çalışılırken dikkati çeken bir diğer husus, kaplama “seramik” esaslı olduğundan, darbe direnci düşük ve gevrekli, kesimi esnasında da kırılma ve kopmalar meydana gelmiştir. Parçaların proses sonrasında taşınması, depolanması hususuna özen gösterilmesi gerekliliği ortaya çıkmıştır. Kaplanacak malzemelerde silindirik şekiller öne çıkmaktadır. Köşeli iş parçalarında –silindirik bile olsa- eğer uçlara pah ya da yarıya verilmeye ise kaplama çamur ve solüsyonları uç yüzeyleri iyi ıslatamamakta, o bölgelerde hatalı yüzeyler oluşturmaktadır. Maliyet ve performans açısından ise, konvansiyonel difüzyonlu kaplamalardan ziyade, uygulanan kaplama daldırma ve tekrar sayısına bağlı olarak, solid karbür veya seramik parçalara sıkı geçmeli metalik yapılar veya 10 mikrona kadar termoreaktif difüzyonlu ince kaplamalar ile karşılaştırılmasının daha doğru olacağı düşünülmektedir. Konu ile detaylı bilgi ileride gerçekleştirilecek yayınlar ile verilecektir.

Anahtar kelimeler: Termokimyasal yöntem ve kimyasal olarak yoğunlaştırılmış krom oksit esaslı kaplamalar, AISI 1040, 4140, 420 ve 316 çelikleri.

ABSTRACT

“The Development of Production Processes of Chrome Oxide Based High Density Coating by Thermochemical Method”

University of Marmara, Faculty of Engineering
Department of Metallurgical and Materials Engineering

Prof. Dr. İ. Ersan KALAFATOĞLU

Res. Ass. Özgür ÇINAR and Res. Ass. Burcu Nilgün ÇETİNER

June 2015, Istanbul

Chemically densified coatings developed by the researchers of TOCALO Co. Ltd and Japan Atomic Energy Research Institute are applied by few companies including the former ones in the world. Basically they are coatings applied by immersion into the chemical solutions or slurries with different compositions, then cured for specific time and repeated in cycle, thus the chemically bonded coatings are obtained on the substrate surface. In literature survey, during this process these specimens are prepared using slurries containing silica and the process is used for coatings of tubular or cylindrical shaped parts. In previous studies, different kinds of stainless steels and low carbon steels were used and their aim was prerogatively the investigation of the deuterium or tritium permeability and the corrosion resistance of these coatings.

In this project, the area of interest and the aim were the adaptation of this coating to the industry, the observation of alumina substitution to the silica, beside the investigation of some coating layers' negligence for the optimization aspect. Our project came to a halt due to the delay of the final supplement and the interchange between payment sections procedures, nevertheless, the thermal spray coating processes and multilayer surface coatings were carried out, as their characterization testing was not fully finished, it was not given in this report. But using the results of the characterization testing, there are one article published in a symposium proceeding and another article prepared but not yet sent to any journal, it is planned to publish it till the end of the next month. If the results of the multilayer coating practiced on the thermal spray processed parts are worth publishing, the application to some journal is going to be made, feed back and outcome are going to be shared with Marmara University, Scientific Research Projects Committee.

As a result of the studies carried out, beside the higher hardness values of coatings to the substrates, it is considered that their application in the Turkish production and reparation industry is possible – feasible- as it has lower first investment cost, shows superior features in its application on the structural steels and as it is an alternative to conventional diffusion based coating treatments such as nitriding, cementation and boronizing in the case of stainless steels. Herein, the subject of the interest is to supply necessary equipment against the aggressive effects of chrome oxide based acidic solutions, to educate the worker, to employ a chemical or metallurgical engineer experienced and well informed about the operation, to obey the rules of work safety and security. If the robotic arms are used time dependently in these works, it is supposed to have a more homogeneous distributed coating. Another subject worth to our attention is that as the coating is ceramic, the impact resistance is low and it is brittle, during cutting process, some breakage and rupture happened. Thus it is necessary to handle the parts after the process and to be carefully stored. The majority of the parts to be coated is in the cylindrical shape, so if there isn't any chamfer nor radius at the edges, the wettability of coating slurries and solution on the edges is low, the faulty surface in these areas occur. It is thought for these coating that it is better to compare with thermoreactive diffusion based coatings –till 10 microns- or metallic parts close fitted with solid carbide or ceramic parts. The further and detailed information related to the matter is going to be given with the publication to be made in the future.

Key Words: Thermochemical method, chemically densified chrome oxide based coatings, AISI 1040, 4140, 420 and 316 steels.

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 1.1. Kimyasal yoğunlaştırma uygulaması sonrasında elde etmeyi planladığımız potansiyel kaplama yapısının şematize edilmiş hali.....	2
Şekil 1.2. AISI 1040 çeliğinin üzerine kimyasal yoğunlaştırma uygulaması sonrasında elde edilen yapının SEM görüntüsü (x500 büyütme).....	3
Şekil 2.1. Silika esaslı S1 kullanıldığı durumda kaplama tabakalarının etkisinin belirlenmesi için numune üretim prosesinin akış şeması.....	8
Şekil 2.2 . Silika veya alumina esaslı S1 kullanıldığı durumda nihai üründe farklı kompozisyonların etkisinin belirlenmesi için numune üretim prosesinin akış şeması.....	9
Şekil 2.3. Termal sprey kaplama sonrası silika esaslı kademeli kaplamaların numune hazırlama akış şeması.....	10
Şekil 2.4. Termal sprey kaplama sonrası silika ve alumina kaplamaların nihai ürün akış şeması.....	11
Şekil 3.1. AISI 1040 düşük karbonlu çeliğinin üzerindeki silika disperse çok katmanlı kaplama tabakaları (x50 büyütme).....	14
Şekil 3.2. AISI 4140 düşük karbonlu çeliğinin üzerindeki silika disperse çok katmanlı kaplama tabakaları (x50 büyütme).....	14
Şekil 3.3. AISI 420 düşük karbonlu çeliğinin üzerindeki silika disperse çok katmanlı kaplama tabakaları (x50 büyütme).....	15
Şekil 3.4. AISI 316 paslanmaz çeliğinin üzerindeki silika disperse çok katmanlı kaplama tabakaları (x50 büyütme).....	15
Şekil 3.5. AISI 1040 altlık üzerine silika ilaveli çamur ile birinci aşama kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 200 (sağ), x 100 (orta) ve x 50(sol)].....	16
Şekil 3.6. AISI 1040 altlık üzerine silika ilaveli çamur ile ikinci aşama sonundaki kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ) ve x 50 (sol)].....	16
Şekil 3.7. AISI 1040 altlık üzerine silika ilaveli çamur ile üçüncü aşama sonundaki kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ) ve x 50 (sol)].....	16
Şekil 3.8. AISI 1040 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ), x 50 (orta) ve x 100 (sol)].....	17

Şekil 3.8. AISI 1040 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ), x 50 (orta) ve x 100 (sol)].....	17
Şekil 3.9. AISI 4140 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ), x ve x 50 (sol)].....	17
Şekil 3.10. AISI 420 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 50 (sağ) ve x 100 (sol)].....	18
Şekil 3.11. AISI 316 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 200 (sağ), x 100 (orta) ve x 100 (sol)].....	18
Şekil 3.12. AISI 316 çelik altlık üzerine uygulanan kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x750 büyütme).....	19
Şekil 3.13. AISI 316 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1300 büyütme).....	20
Şekil 3.14. AISI 420 çelik altlık üzerine uygulanan kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x450 büyütme).....	21
Şekil 3.15. AISI 420 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x450 büyütme).....	21
Şekil 3.16. AISI 1040 çelik altlık üzerine uygulanan kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x800 büyütme).....	22
Şekil 3.17. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1500 büyütme).....	23
Şekil 3.18. AISI 4140 çelik altlık üzerine uygulanan kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x450 büyütme).....	24
Şekil 3.19. AISI 4140 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü	

(geri saçılmış elektron modu, x450 büyütme).....	24
Şekil 3.20. Sadece “S1” kaplama uygulanmış AISI 1040 çelik altlığın toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).....	25
Şekil 3.21. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan “S1” kaplamasının EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).....	26
Şekil 3.22. Sadece “S1” ve ardından “S2” kaplamaları uygulanmış AISI 1040 çelik altlığın toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x850 büyütme).....	27
Şekil 3.23. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan “S1 ve S2” kaplamalarının EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x850 büyütme).....	27
Şekil 3.24. Kaplama tabakalarının tümünün uygulandığı AISI 1040 çelik altlığın toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x750 büyütme).....	28
Şekil 3.25. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamalarının EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x750 büyütme).....	29
Şekil 3.26. AISI 316 çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).....	30
Şekil 3.27. AISI 316 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).....	31
Şekil 3.28. AISI 420 çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).....	32
Şekil 3.29. AISI 420 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).....	32
Şekil 3.30. AISI 1040 çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).....	33
Şekil 3.31. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse	

kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).....	34
Şekil 3.32. AISI 1040 çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1700 büyütme).....	35
Şekil 3.33. AISI 4140 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x2000 büyütme).....	35

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 1.1. Yapının EDS analizi (Proses seçimi: Bütün elementler normalize edilmiştir ve sonuçlar ağırlıkça yüzdendir	3
Tablo 2.1. AISI 1040, 420, 4140, 316 çeliklerinin bileşimleri [1, 2, 3].....	12
Tablo 2.2. AISI 1040, 420, 4140, 316 çeliklerinin mekanik mukavemeti ve sertlikleri [1, 2, 3].....	12
Tablo 3.1. Proses sonucu elde edilen ortalama sertlik ve kalınlık değerleri.....	13
Tablo 3.2. Şekil 3.13'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	20
Tablo 3.3. Şekil 3.15'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	22
Tablo 3.4. Şekil 3.17'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	23
Tablo 3.5. Şekil 3.19'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	25
Tablo 3.6. Şekil 3.21'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	26
Tablo 3.7. Şekil 3.23'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	28
Tablo 3.8. Şekil 3.25'teki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	29
Tablo 3.9. Şekil 3.27'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	31
Tablo 3.10. Şekil 3.29'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	33
Tablo 3.11. Şekil 3.31'deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	34
Tablo 3.12. Şekil 3.33' deki yapının EDS analizi (% ağ., normalize edilmiş).....	36

1.GİRİŞ

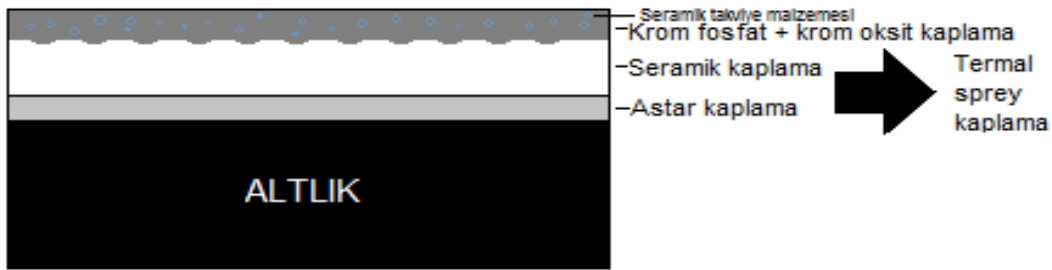
1.1.Kimyasal Olarak Yoğunlaştırılmış Kaplamalar ile İlgili Literatür Özeti

Dünyada son 50 yıl içerisinde malzemelerin yüzeylerinde modifikasyonlara –ısıtıl işlemler gibi- gidilerek kullanım alanlarına uygun hale getirilmesi, farklı kimyasallar ile yüzeylerinde tabakalar oluşturarak yüzeylerinin sürtünme katsayısının azaltılarak enerji kaybının minimize edilmesi –bor oksit içeren yağlar- ya da yüzeyde altlık malzemenin mukavemet gösterebileceğinden daha yüksek sertlik ve dayanımlara sahip kaplamalar –tungsten karbür kaplama, farklı alaşımlı özlü tellerin kullanıldığı ark sprey kaplama prosesleri, farklı nitrasyon prosesleri, borlama gibi- veya korozyon direncini arttırmak için uygulanan galvaniz, akımlı veya akımsız nikel, sert eloksal ve sert krom kimyasal banyolu kaplamaların uygulanması “yüzey mühendisliği” dalının ve bunun beraberinde triboloji biliminin de ilerlemesine imkan tanımıştır [1-9].

Bu çalışmada odaklanılan konu ise, “kimyasal olarak yoğunlaştırılmış kaplamalar”dır. Kaplamanın kimyasal daldırma ve ardından ısıtılıp kürlenmesini içeren bu yöntem dünyada TOCALO Co.,Ltd. firmasından Takema TERATANI ve Japon Atom Enerjisi Araştırma Enstitüsü’nden Masaru NAKAMICHI ve Hiroshi KAWAMURA’nın başını çektiği gruplar, termokimyasal kaplama olarak bilinen bu yöntemlerle -kimyasal çözeltilere (bazı durumlarda çamur) daldırılan parçaların yüzeyde ısı ile proseslenerek kaplanması- çalışmaktadırlar. Yapılan bu ortak bilimsel çalışmalar ile beraber TOCALO Co. Ltd. firması; CDC-ZAC kaplama prosesini “krom oksit esaslı kaplamalar” için geliştirmiştir. Bu proje raporunda ise, kaplama çalışmasının proses detayları “Deneyisel Yöntem” kısmında anlatılmıştır. Kaplamanın gözenek miktarı bir dizi çok tabakalı kaplama –multilayer kaplama- yöntemi ile azaltılmakta, sertliği arttırılmakta, yoğunluğu bu yöntemle “kimyasal olarak” uygulanan kaplama prosesleri ile gözeneklerin doldurulması ile arttırılmakta ve esasında kimyasal temelli kaplamanın yapışma direnci mekanik yapışması olan termal sprey kaplama yöntemlerinden çok daha yüksek olmaktadır. Yapılan araştırmalarda SiO₂ takviyeli kaplamaların bu yöntemle üretildiği ama farklı takviye malzemeleri için literatürde bu yöntemle yapılan uygulamalarda bir boşluk yer aldığı görülmektedir. Diğer taraftan bu çalışmanın son etabında yer alan krom fosfat kaplamanın doğrudan toz kimyasal krom

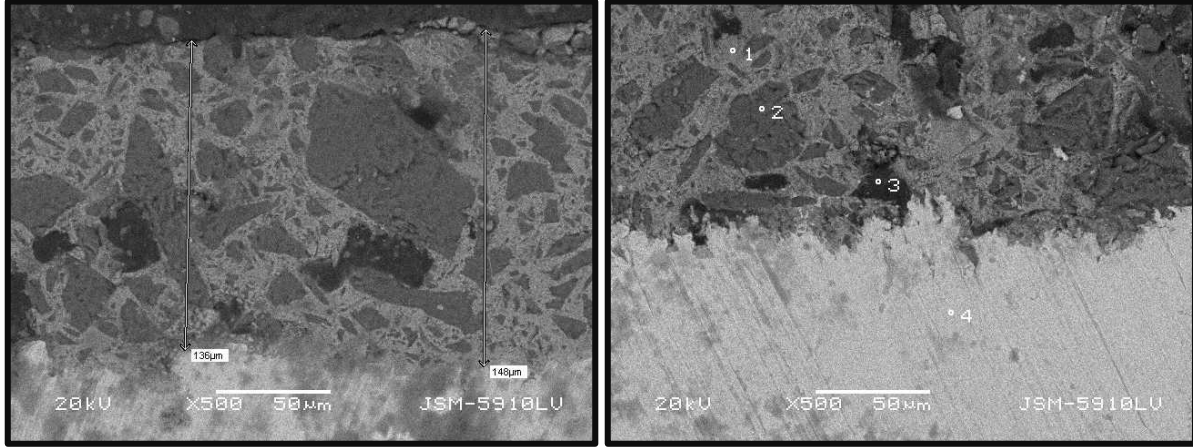
fosfatın çözünmesi sonucunda elde edilen çözeltiye daldırılarak kaplanmasını içeren son aşamaya alternatif maliyeti daha düşük olduğu için tercih edilebilecek kromik asite fosforik asit ilavesi ile gerçekleştirilecek bir yer değiştirme reaksiyonu ile eldesi de yöntemsel olarak bir farklılık meydana getirmektedir. Öte yandan yine bu çalışma hali hazırda kaplanmış olan ama yüzeyinde gözenek yer alan termal sprej kaplama ile seramik uygulanmış parçaların gözenek giderilmesi için uygulanmadığı için yine farklı bir uygulama alanı göstermesi açısından da bir yenilik getirmektedir [10-16].

Diğer taraftan, alev sprej sistemi ile uygulanan kaplamaların gözenek miktarı, plazma sprej kaplama gibi daha kompleks sistemler ile uygulananlardan fazla olduğundan parlatma ve lepleme sonrasında bile yüzeyin pürüzlülüğü plazma sprej kaplanmış parçalardan daha yüksek olmakta, kaplama yoğunluğu ve sertliği daha düşük kalmaktadır [17]. Sonuçta, kaplamaların yoğunluğunun ilave bir sistem ile fonksiyonel olarak artırılması aynı zamanda ticari bir gerekliliktir. Mevcut durumda, uygulanan termal kaplamaların ilave ısı işlemler ile beraber – tavlama gibi- homojenleştirilmesi literatürde rastlanmak ile beraber alev sprej kaplamaların kaplama sonrasında termokimyasal yöntemle yoğunluk arttırılmasına rastlanmamıştır. Şekil 1.1’de uygulama sonrasında elde etmeyi planladığımız potansiyel kaplama yapısı şematize edilmiştir. Böylelikle kimyasal olarak kolay bir şekilde hazırlanıp, düşük sıcaklıkta kürlenebilecek ve ticari bir uygulama potansiyeli olan ekonomik bir kaplama veya kaplama sonrası ilave homojenizasyon ve yoğunluk arttırma işlemi nasıl gerçekleştirilir sorusunun cevabının da bu çalışmada verilecektir. Bu bakış açısı ile çalışma patent alabilecek özgünlükte yeni bir yöntem önerisinde bulunmaktadır.



Şekil 1.1. Kimyasal yoğunlaştırma uygulaması sonrasında elde etmeyi planladığımız potansiyel kaplama yapısının şematize edilmiş hali.

Konu ile ilgili olarak, projeye başlanmadan önce, kaplanmamış altlık üzerine ön çalışmalar yapılmıştır. Sonuçların verileri, Şekil 1.3 ve Tablo 1.1’de verilmektedir.



Şekil 1.2. AISI 1040 çeliğinin üzerine kimyasal yoğunlaştırma uygulaması sonrasında elde edilen yapının SEM görüntüsü (x500 büyütme).

Tablo 1.1. Yapının EDS analizi (Proses seçimi: Bütün elementler normalize edilmiştir ve sonuçlar ağırlıkça yüzdedir.

Spektra	C	O	Si	P	Fe	Cr	Toplam
Spektrum “1”	8.30	39.43	2.87	5.66	-	43.74	100.00
Spektrum “2”	-	57.43	42.57	-	-	-	100.00
Spektrum “3”	75.38	24.62	-	-	-	-	100.00
Spektrum “4”	-	-	-	-	100.00	-	100.00

Bu eldeki verilere göre “1” ile gösterilen yapı krom oksit esaslı kaplama, “2” ile gösterilen yapı silisyum oksit takviye malzemesi, “3” ile gösterilen yapı parlatma esnasında sıvanan bakalit ve “4” ile gösterilen yapı, altlık demir esaslı alaşım malzemesidir.

2. DENEYSEL YÖNTEM

2.1. Araştırma Materyali ve Yöntem

2.1.1. Araştırma Materyali

Hammadde:

- ☐ CrO_3
- ☐ Kromik asit (H_2O , CrO_3)
- ☐ Fosforik asit
- ☐ Hidrojen peroksit
- ☐ Fosforik asit
- ☐ CrPO_4
- ☐ SiO_2
- ☐ Al_2O_3
- ☐ AISI 1040 tipi çelik
- ☐ AISI 316 tipi çelik
- ☐ AISI 420 tipi çelik
- ☐ AISI 420 tipi çelik
- ☐ NaCl
- ☐ 3M Scotch- Weld TM DP190 Epoksi yapıştırıcı
- ☐ Alumina bazlı aşındırıcı kum (Kahverengi)
- ☐ Etil alkol
- ☐ Aseton

Deneyde Kullanılacak Cihazlar:

- ☐ Alev sprej sistemi
- ☐ Çeker ocak
- ☐ Manyetik karıştırıcı
- ☐ Tartı
- ☐ Nabertherm marka ısıtma fırını
- ☐ SEM/ Jeol 5900 LV
- ☐ Sertlik testi cihazı (Instron Universal)
- ☐ Instron Universal Testing cihazı
- ☐ Distile su cihazı
- ☐ Kumlama cihazı (Firma tarafından sağlanacak)
- ☐ Portatif yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı
- ☐ Portatif kaplama kalınlığı ölçüm cihazı
- ☐ Portatif yüzey sertliği ölçüm cihazı
- ☐ WEIS Salt Spray Cabinet
- ☐ Olympus ve Nikon optik mikroskopla
- ☐ Zımparalama ve parlatma diskleri

2.1.2. Araştırma Yöntemi (Termokimyasal Yöntem)

2.1.2.1. Numunelerin Hazırlanması

1. Bu aşamada öncelikle altlık olarak seçilen parçaların (altlıkların) üzerindeki yağ ve kir tabakası etil alkol ve aseton ile temizlenip giderildi, Al_2O_3 (212-300 mikron arası; kahverengi) parçalar kumlanacak böylelikle yüzey aktif hale getirdi.
2. Daha sonra CrO_3 , SiO_2 (ayrıca yenilik unsuru olarak, Al_2O_3) başarılı olunan makaleler baz alınarak hassas tartıda tartılıp, farklı oranlarda çeker ocağın içerisinde –asit çıkışı olacağından- manyetik karıştırıcı ile karıştırılarak bir çamur (slurry) (S1) hazırlandı. S1 çamurunun kompozisyonu mol oranı 46:10:80 (krom oksit, alumina ve saf su) olarak belirlendi.
3. CrO_3 ve H_2O 'dan meydana gelen çözelti –aynı zamanda çalışmada değişikliğe gidilerek kromik asit de bu aşamada denendi- literatür araştırması baz alınarak ama konsantrasyonu deneme ile tam olarak hesaplanarak hassas tartıda tartılıp, farklı oranlarda çeker ocağın içerisinde –asit çıkışı olacağından- manyetik karıştırıcı ile karıştırılarak ikinci çamur (S2) hazırlandı. S2 çamurunun kompozisyonu mol oranı 15:56 (krom oksit ve saf su) olarak belirlendi. Kromik asit ile yapılan çalışmalarda susuz ise hesaplamalar yine bu stokiyometri üzerinden belirlendi.
4. $CrPO_4$ ve H_2O 'dan meydana gelen çözelti –aynı zamanda çalışmada değişikliğe gidilerek kromik asit ile hidrojen peroksit karıştırılıp fosforik asit ilave edilerek de bu aşamada denendi- literatür araştırması baz alınarak ama konsantrasyonu deneme ile tam olarak hesaplanarak hassas tartıda tartılıp, farklı oranlarda çeker ocağın içerisinde –asit çıkışı olacağından- manyetik karıştırıcı ile karıştırılarak üçüncü çamur (S3) hazırlandı. S2 çamurunun kompozisyonu mol oranı 19:28 (krom fosfat ve saf su) olarak belirlendi. Kromik asit, fosforik asit ve hidrojen peroksit ile yapılan çalışmalarda hesaplamalar yine bu stokiyometri üzerinden belirlendi.
5. Kumlanan ve yüzey aktif hale getirilen, kompozisyonları ve mekanik özellikleri sırası ile Tablo 2.1 ve 2.2' de verilen parçalar (AISI 1040, 4140, 420 ve 316) ilk olarak hazırlanan S1 kodlu çamura daldırıldı, ardından, fırına yerleştirildi fırın $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar $500\text{ }^{\circ}\text{C/sa}$ hızla çıkacak, 1 sa bekledi, ardından $200\text{ }^{\circ}\text{C/sa}$ hız ile soğudu. Tek kat olarak uygulandı.

6. Ardından ikinci çamura (S2) daldırıldı ve ısıtma döngüsü tekrarlandı. Bu şekilde S2'ye daldırma ve ısıtma işlemleri optimum kaplama kalınlığı her bir bileşim için bulunana kadar devam edildi. 6 defa uygulandı.
7. Ardından üçüncü çamura (S3) daldırılacak ve ısıtma döngüsü tekrarlandı. Bu şekilde S3'ye daldırma ve ısıtma işlemleri optimum kaplama kalınlığı her bir bileşim için bulunana kadar devam edildi. Prosesin anlaşılmasının kolaylaştırılması için akış şemaları Şekil 2.1, 2.2, 2.3 ve 2.4'te verilmektedir. Tekrar sayısı 4 olarak alındı.
8. Silika esaslı AISI 1040 çeliğin altlık ile yapılan kaplamalarda literatürde verilmediğinden her bir aşamadan diğer aşamaya geçişlerde şahit numune alınarak, analiz için saklandı. Her bir aşamada bir önceki aşamadan kalan gözeneklerin de kimyasal ve ısıl yöntem ile doldurulması da sağlandı. Silikalı numunelerde ayrıca farklı çelik AISI 4140, 420 ve 316 çeliklerinde bütün S3 çözeltisi ile kaplamaların tamamlanması sonunda nihai numuneler alınarak analizleri yapıldı. Aluminalı numunelerde AISI 1040, 4140, 420 ve 316 çeliklerinde benzer şekilde bütün S3 çözeltisi ile kaplamaların tamamlanması sonunda nihai numuneler alınarak analizleri yapıldı. Her bir başarılı çalışmanın ardından farklı bir çelik altlığa geçildi.
9. Çalışmanın ikinci aşamasında, öncelikle altlık olarak seçilen parçaların (altlıkların) üzerindeki yağ ve kir tabakası etil alkol ve aseton ile temizlenip giderildi, Al_2O_3 (212-300 mikron arası; kahverengi) parçalar kumlanacak böylelikle yüzey aktif hale getirildi.
10. Alev sprej sistemi ile ilgili özel termal sprej kaplama tozlarından öncelikle adhezyonu arttırmak için önce astar tozları ardından diğer seramik bazlı kaplama tozları ile (saf kromoksit, Cr_2O_3 - TiO_2 , farklı kompozisyondaki Al_2O_3 - TiO_2) kaplama uygulaması parametrelere uygun olarak gerçekleştirildi. Numuneler kaba bir şekilde kaplatıldığı gibi bırakıldı. Ardından 2-8 arasındaki maddeler aynı şekilde uygulandı.
11. Ardından numunelerin karakterizasyonuna geçildi.

2.1.2.2. Numunelerin Karakterizasyonu

1. Malzemelerin karakterizasyonunda anlık hızlı data girdisi sağlamak için tabakalar (S1-S2 ve S3 çamurlarından birinden diğerine geçişler) arasındaki geçişlerde ölçümün hızlı olabilmesi için portatif sertlik ölçüm cihazı ile sertlik değerleri, portatif yüzey kalınlığı ölçüm cihazı kaplama kalınlıkları alındı.

2. Numuneler metalografik olarak hazırlık için, bakalite alındı 120 grid’den 1000 grid’ kadar SiC zımpara kağıdı ile zımparalandıktan sonra, elmas parlatma tozları (4, 2, 1 mikron) parlatıldı. Ardından AISI 1040 altlıkta önce ferritik yapısı olduğu için pikral dağlacı hazırlandı, dağlama çok belirgin olmayınca nital dağlacında karar kırıldı. Ardından kaplı olan bütün numunelerde AISI 1040 çeliği için nital dağlacı (40 s) kullanıldı, AISI 4140 için (40 s) nital dağlacı ile yine dağlandı. AISI 420 ve AISI 316 için kral suyu (“aqua regia” ; 3 mol HCl ve 1 mol HNO₃) hazırlandı. AISI 420, 2 dakika süre ve AISI 316, 5 dakika süre ile dağlandı. Optik mikroskopta yüzey görüntüleri alındı.

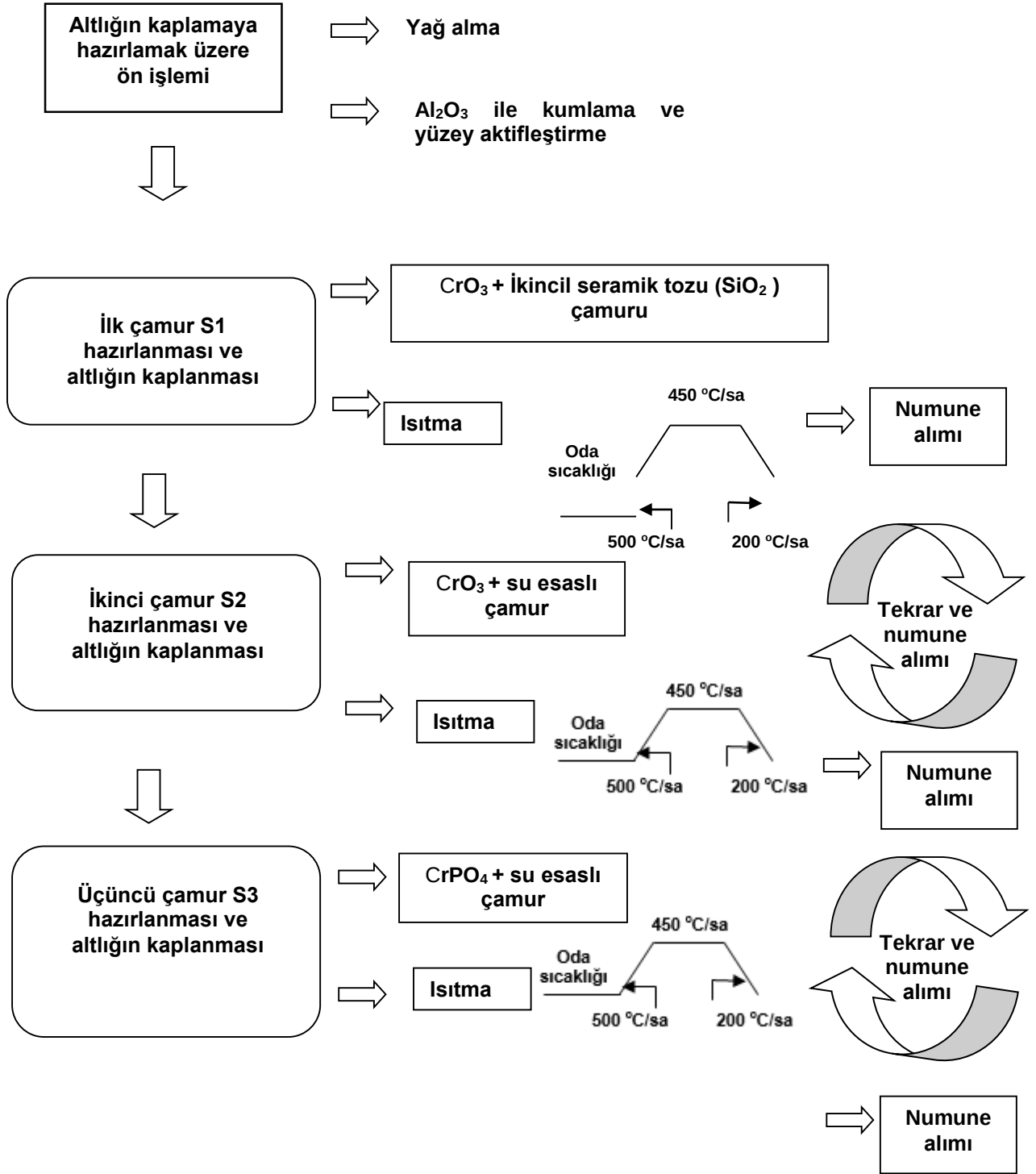
3. Bütün deney numunelerinin mikrosertlikleri HV cinsinden (En yüksek sertlik ve kalınlık) parçaların sertlikleri “FM-ARS 7000 (Future Tech Corp Tokyo, Japan) Full-Automatic Microhardness Testing System” cihazı ile analitik olarak ölçüldü.

4. Termal spreyle kaplanmış numuneler Teknoloji Fakültesi’nde çekme cihazı ile ASTM C633 standardına uygun adhezyon direnci testi gerçekleştirildi.

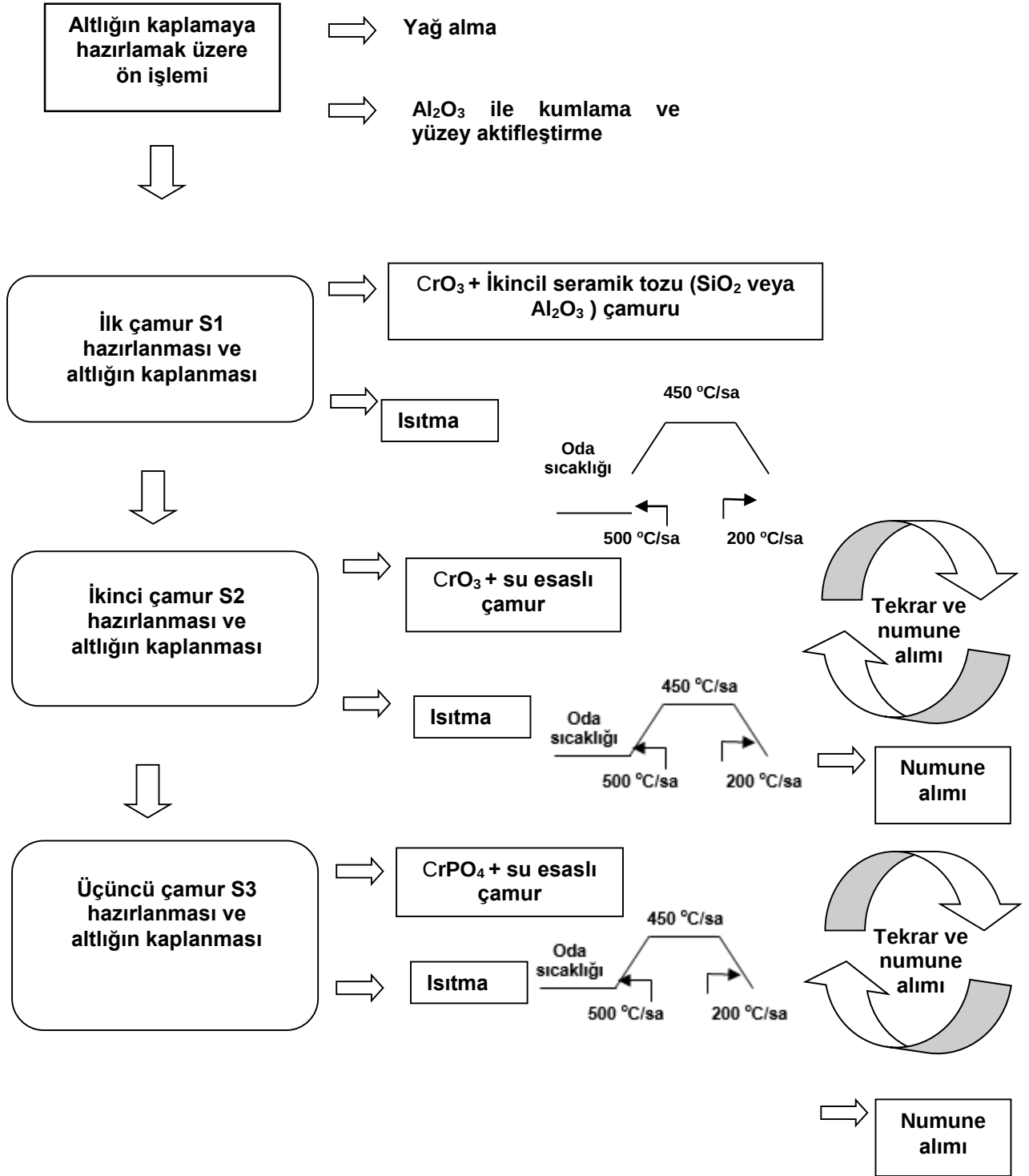
5. Her kaplama aşaması bitiminde, kaplamaların yüzey pürüzlülükleri ölçülmeye çalışıldı ama kaplamanın yüzey topografisinin, laboratuvar ortamında el mahareti ile yeteri kadar homojen üretilmemesi nedeni ile bu çalışmaya uygun olmadığı ortaya çıktı.

6. Kaplamanın homojenliği, farklı kaplama tabakaları arasındaki geçişler, kompozit kaplama tabakasındaki fazlar ve her bir kaplama tabakasının –ki temelinde yapılan kaplama multilayer –çok tabakalı- kaplamadır- kalınlığı SEM ve EDS analizleri ile belirlendi.

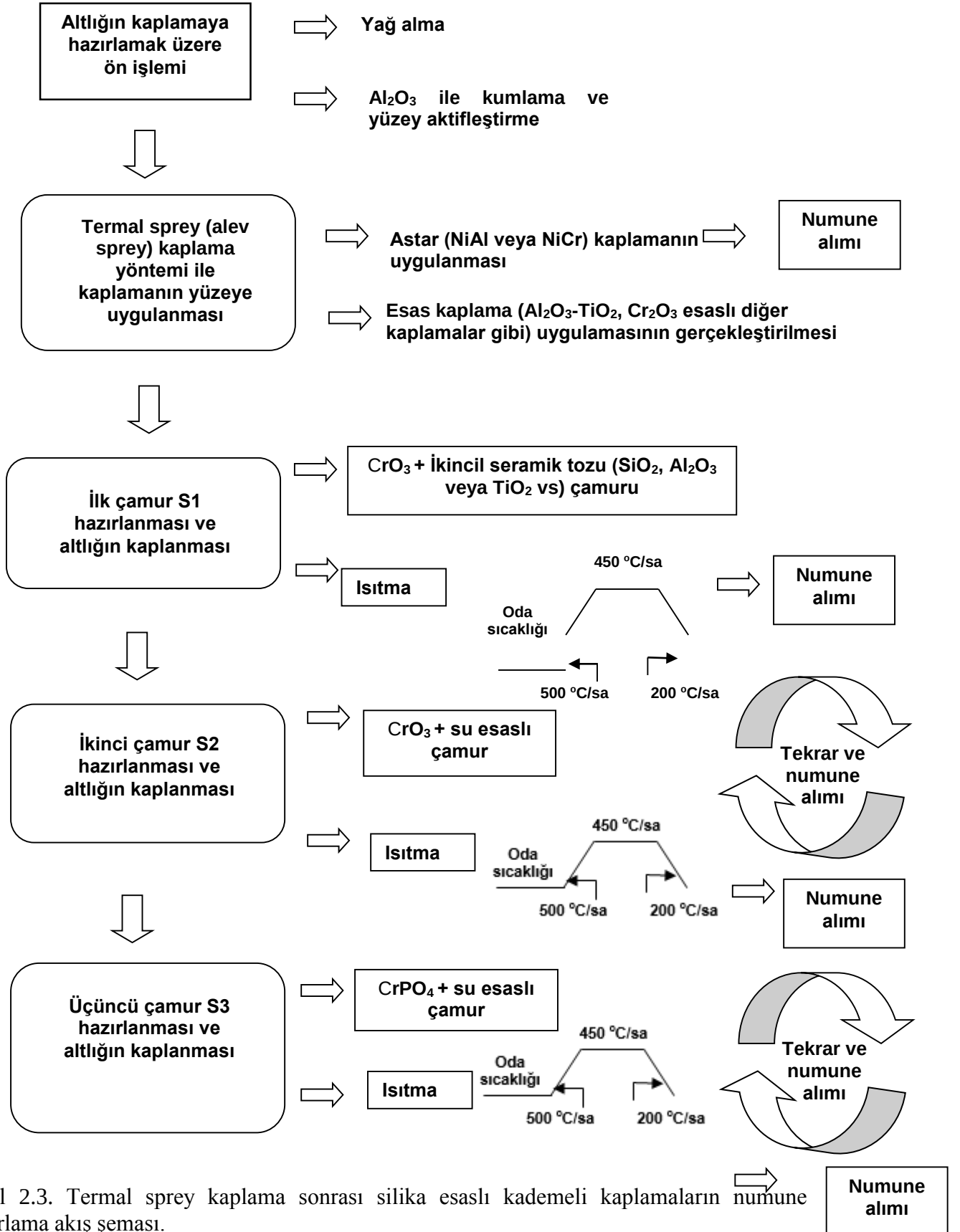
7. Kaplamaların korozyon davranışı laboratuvar ortamında WEIS Salt Spray Cabinet cihazı kullanılarak bütün test numunelerinde ASTM B117-03 (7.2 pH, 35 °C ortam sıcaklığı ve nemi) standardına uygun olarak gerçekleştirildi.



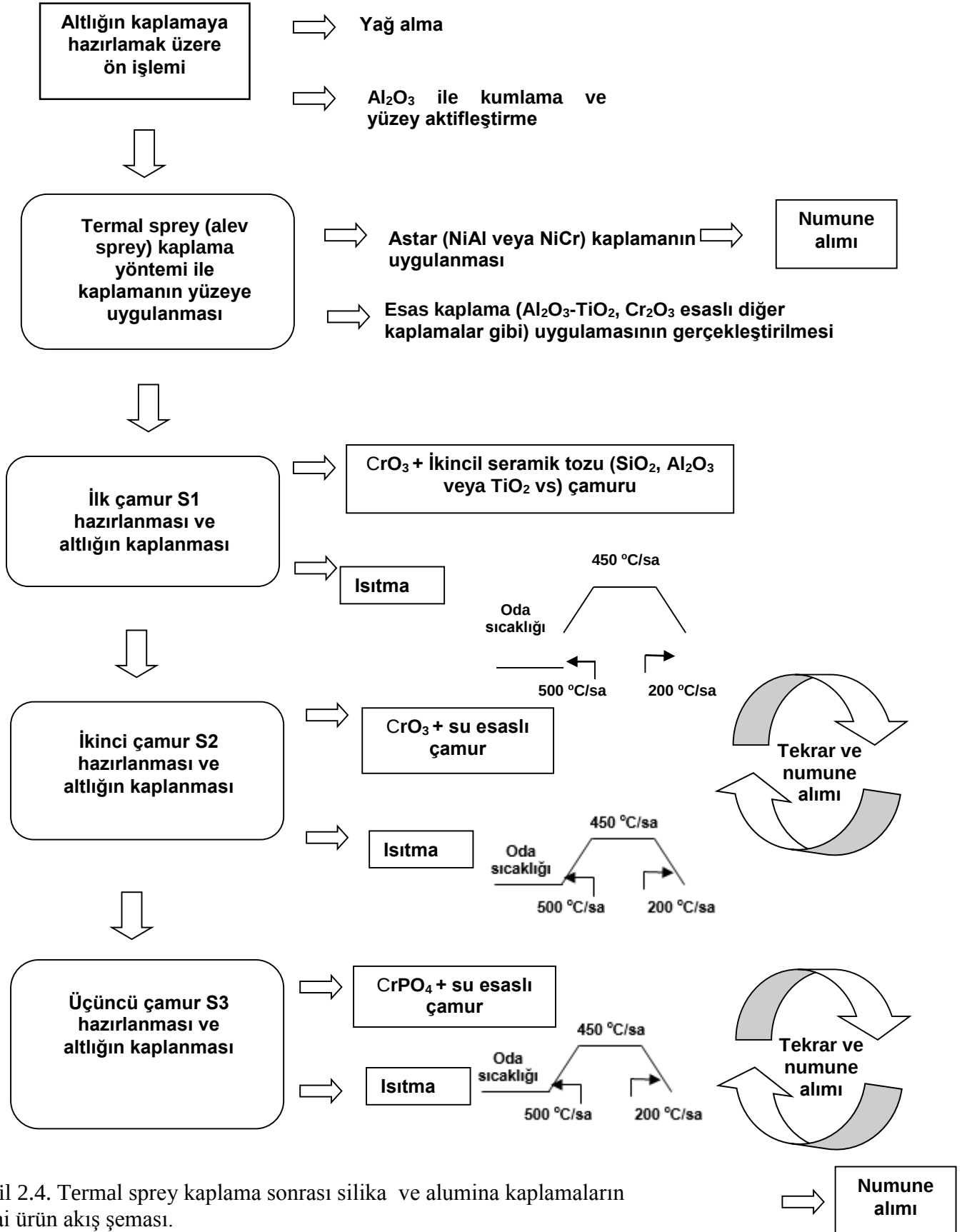
Şekil 2.1. Silika esaslı S1 kullanıldığı durumda kaplama tabakalarının etkisinin belirlenmesi için numune üretim prosesinin akış şeması.



Şekil 2.2 . Silika veya alumina esaslı S1 kullanıldığı durumda nihai üründe farklı kompozisyonların etkisinin belirlenmesi için numune üretim prosesinin akış şeması.



Şekil 2.3. Termal sprej kaplama sonrası silika esaslı kademeli kaplamaların numune hazırlama akış şeması.



Şekil 2.4. Termal sprej kaplama sonrası silika ve alumina kaplamaların nihai ürün akış şeması.

Tablo 2.1. AISI 1040, 420, 4140, 316 çeliklerinin bileşimleri [1, 2, 3].

Steel	C	P	Mn	S	Si	Cr	Mo	Ni	N
AISI 1040	0,37-0,44	0,040 (maks.)	0,60-0,90	0,050 (maks.)	-	-	-	-	-
AISI 420	0,15 (min.)	0,040	1,0	0,030	1,0	12,00-14,00	-	-	-
AISI 4140	0,38-0,43	0,035 (maks.)	0,75-1,0	0,040 (maks.)	0,20-0,35	0,80-1,10	0,15-0,25	-	-
AISI 316	0,08	0,045	2,0	0,030	1,0	16,00-18,00	2,0-3,0	10,00-14,00	0,10

Tablo 2.2. AISI 1040, 420, 4140, 316 çeliklerinin mekanik mukavemeti ve sertlikleri [1, 2, 3].

Çelik	Çekme Dayanımı (MPa)	Sertlik (HB)
AISI 1040	525	149
AISI 420	655	195
AISI 4140	1020	302
AISI 316	550	149

3. BULGULAR

3.1. Deney Sonuçları ve Değerlendirme

3.1.1. Kaplamaların Nihai Sertlik ve Kalınlıkları

Numunelerin kaplama sertlikleri ve kaplama kalınlıkları Tablo 3.1.'de verilmektedir.

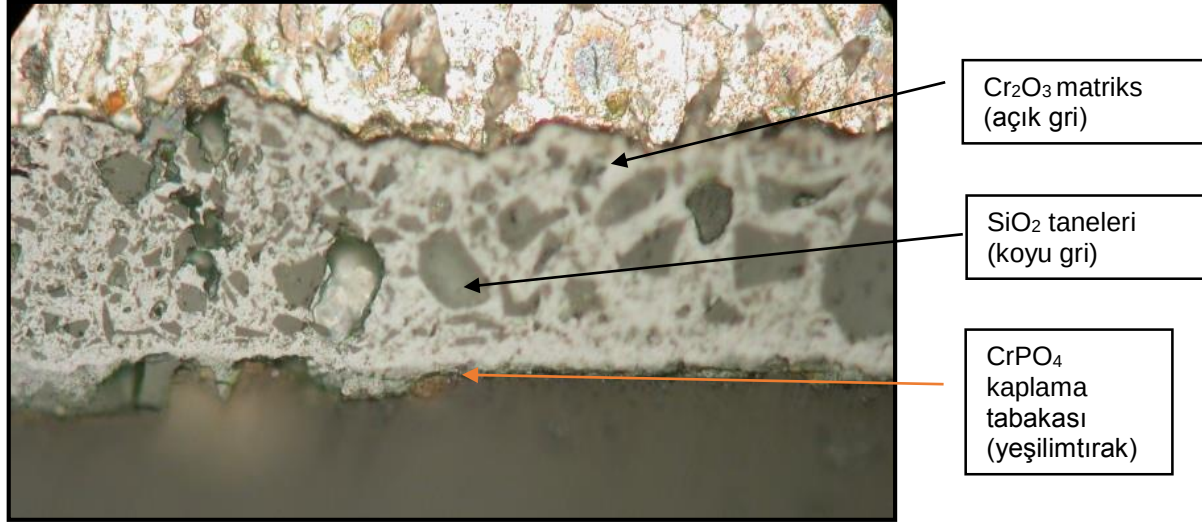
Tablo 3.1. Proses sonucu elde edilen ortalama sertlik ve kalınlık değerleri.

Numune Grubu	Çelikler	Ortalama Sertlik (HRV)	Ortalama Kalınlık (µm)
Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Silika Disperse Çamur) Çalışmaları	AISI 1040	1403,7	104.8
	AISI 4140	1372,4	142.25
	AISI 420	947,4	193.56
	AISI 316	1404.1	*
Kaplama Tabakalarının Kademeli Uygulandığı Durum DeneySEL Verileri (Sadece “S1” çamurunun uygulandığı durum)	AISI 1040	1127.9	44.6
Kaplama Tabakalarının Kademeli Uygulandığı Durum DeneySEL Verileri (Sadece “S1,S2” çözeltilerinin uygulandığı durum)	AISI 1040	1136.3	114.2
Kaplama Tabakalarının Kademeli Uygulandığı Durum DeneySEL Verileri (“S1,S2,S3” çözeltilerinin uygulandığı durum)	AISI 1040	1138.9	122.06
Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Alumina Disperse Çamur) Çalışmaları	AISI 1040	1390.8	103.375
	AISI 4140	1375.7	144.031
	AISI 420	946.8	191.47
	AISI 316	1402.8	*

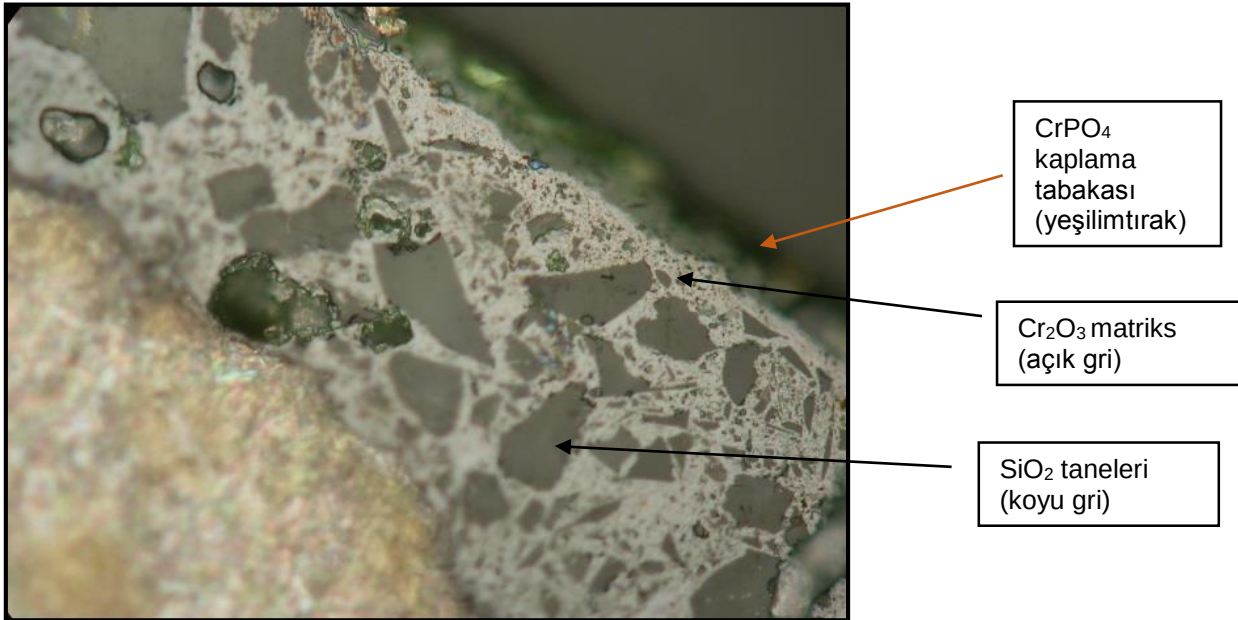
3.1.2. Kaplamaların Metalografik İncelenmesi

3.1.2.1. Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Silika Disperse Çamur) Çalışmaları

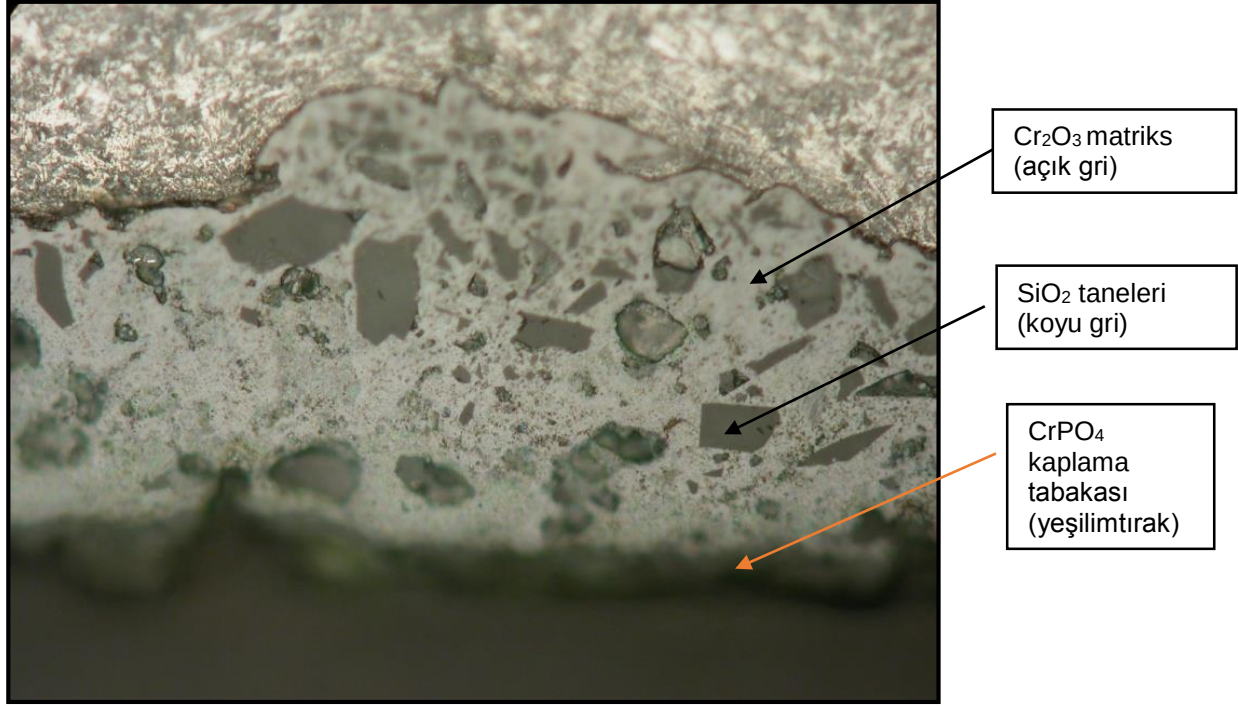
Numunelerin metalografik görüntüleri Şekil 3.1-3.4'te verilmektedir.



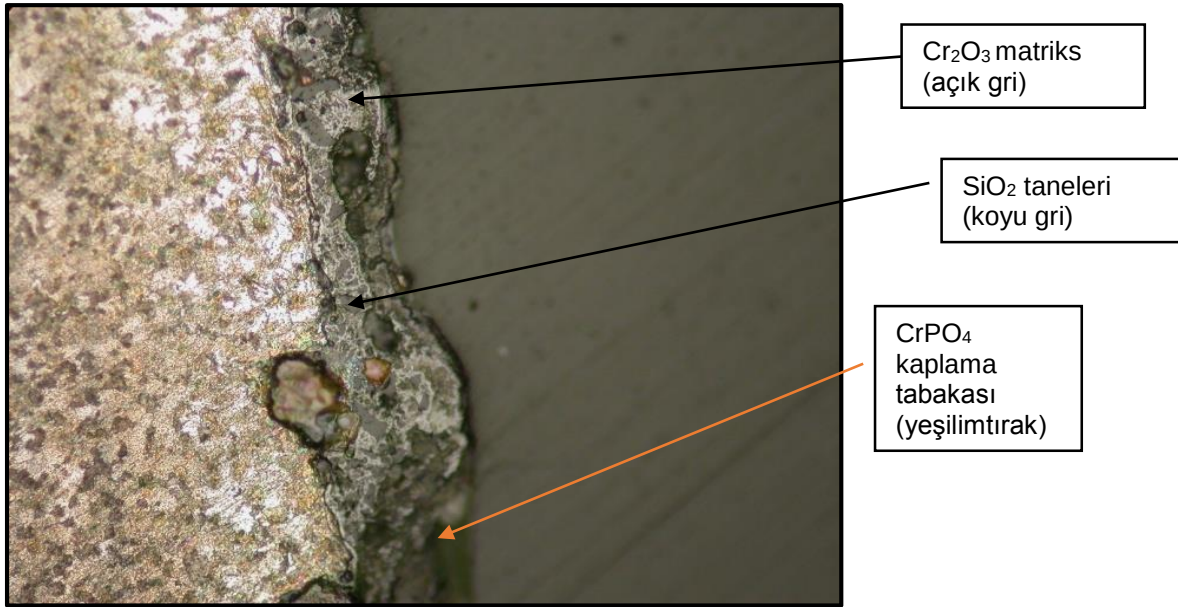
Şekil 3.1. AISI 1040 düşük karbonlu çeliğinin üzerindeki silika disperse çok katmanlı kaplama tabakaları (x50 büyütme).



Şekil 3.2. AISI 4140 düşük karbonlu çeliğinin üzerindeki silika disperse çok katmanlı kaplama tabakaları (x50 büyütme).



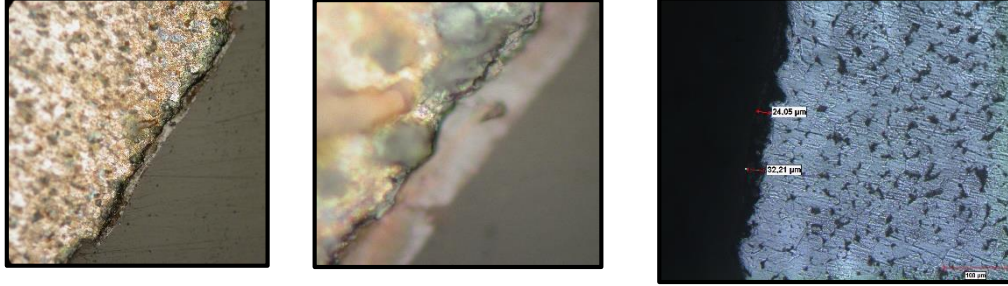
řekil 3.3. AISI 420 dűřűk karbonlu elięinin űzerindeki silika disperse ok katmanlı kaplama tabakaları (x50 bűyűtme).



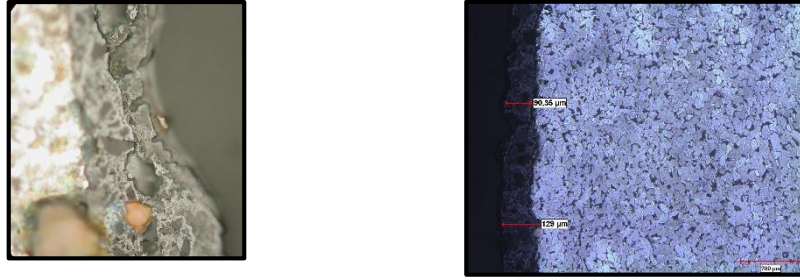
řekil 3.4. AISI 316 paslanmaz elięinin űzerindeki silika disperse ok katmanlı kaplama tabakaları (x50 bűyűtme).

3.1.2.2. Kaplama Tabakalarının Kademeli Uygulandığı Durum

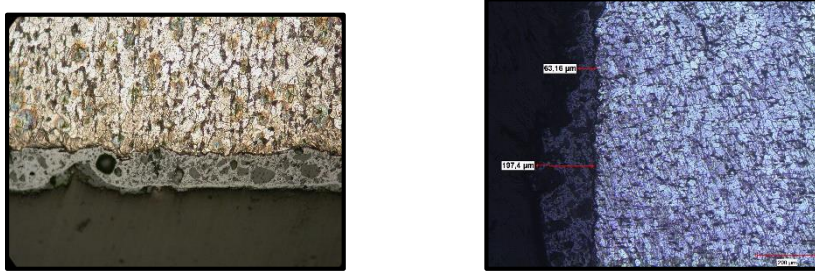
Numunelerin metalografik görüntüleri Şekil 3.5-3.7’de verilmektedir.



Şekil 3.5. AISI 1040 altlık üzerine silika ilaveli çamur ile birinci aşama kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 200 (sağ), x 100 (orta) ve x 50(sol)].



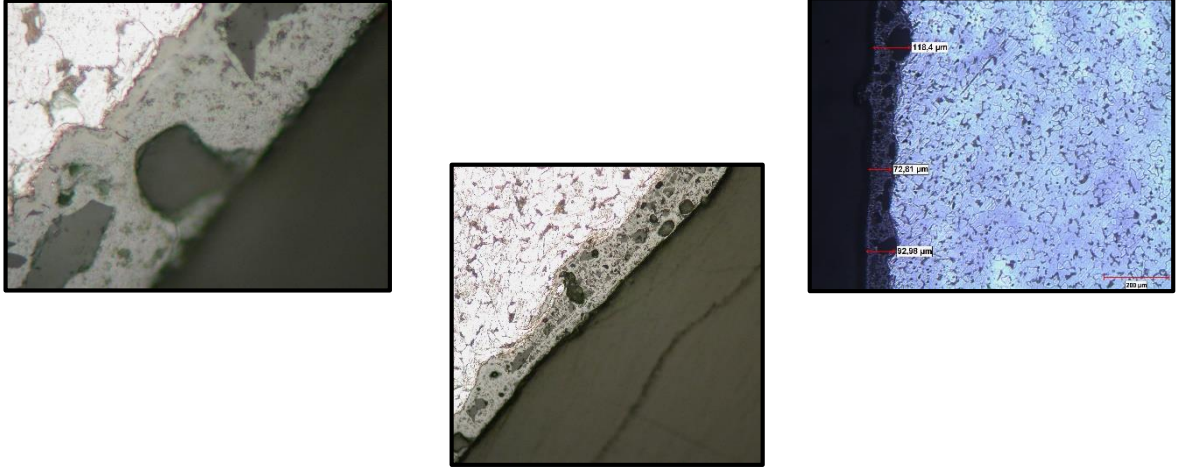
Şekil 3.6. AISI 1040 altlık üzerine silika ilaveli çamur ile ikinci aşama sonundaki kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ) ve x 50 (sol)].



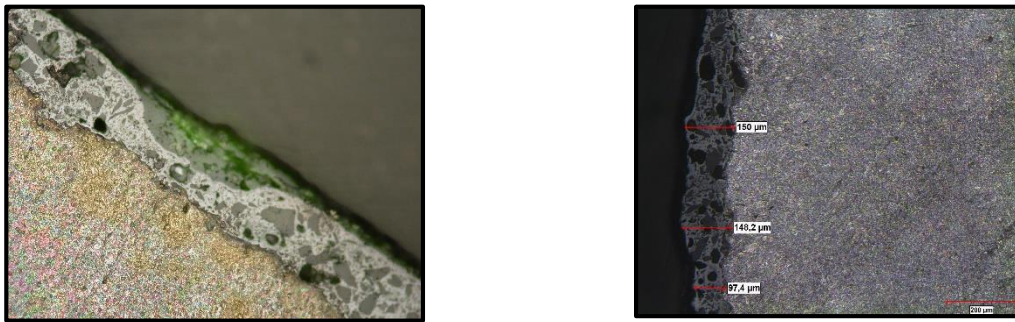
Şekil 3.7. AISI 1040 altlık üzerine silika ilaveli çamur ile üçüncü aşama sonundaki kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ) ve x 50 (sol)].

3.1.2.3. Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Alumina Disperse Çamur) Çalışmaları

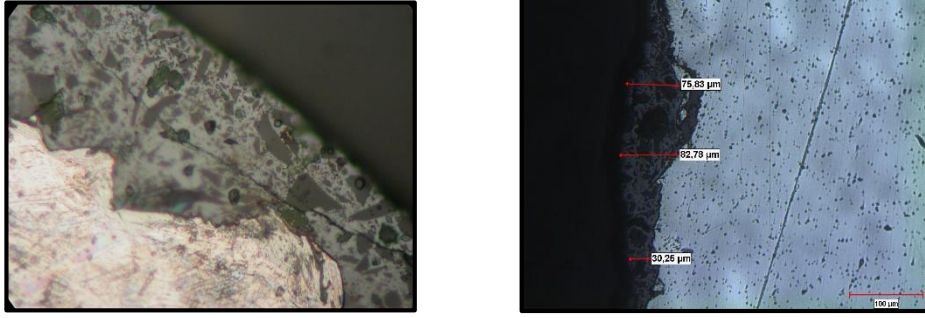
Numunelerin metalografik görüntüleri Şekil 3.8-3.11’de verilmektedir.



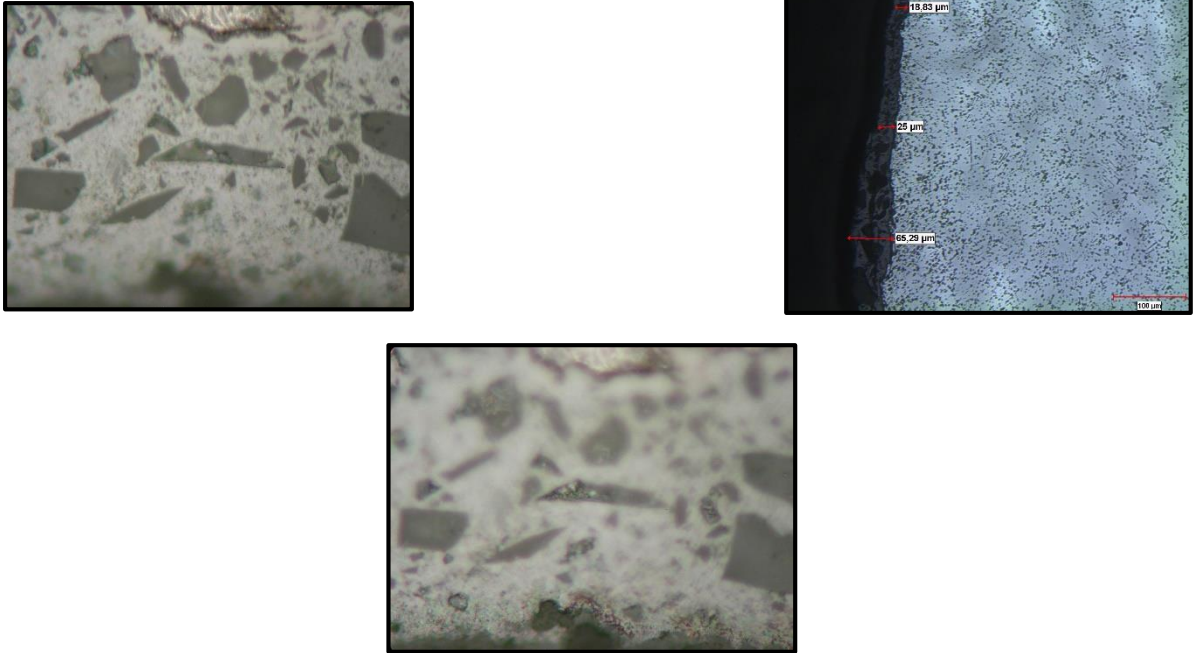
Şekil 3.8. AISI 1040 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ), x 50 (orta) ve x 100 (sol)].



Şekil 3.9. AISI 4140 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü [Büyütme x 100 (sağ), x ve x 50 (sol)].



Şekil 3.10. AISI 420 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü
[Büyütme x 50 (sağ) ve x 100 (sol)].

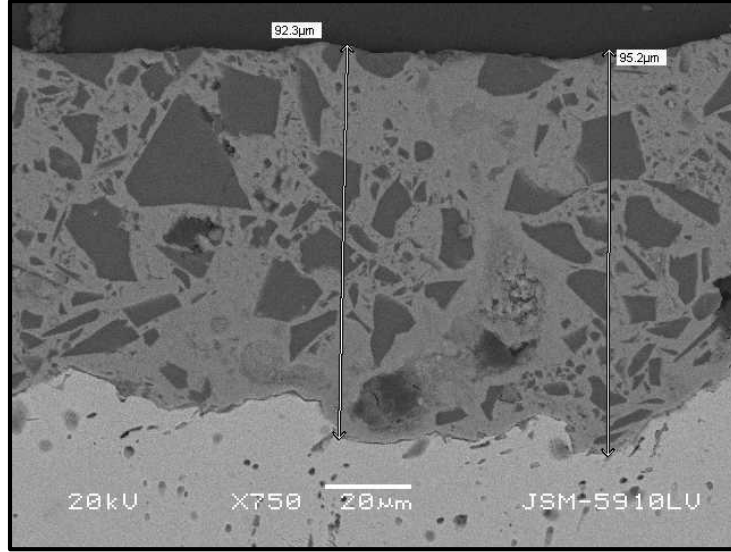


Şekil 3.11. AISI 316 altlık üzerine alumina ilaveli çamur ile kaplamanın metalografik görüntüsü
[Büyütme x 200 (sağ), x 100 (orta) ve x 100 (sol)].

3.1.3. Kaplama Elektron Mikroskop Görüntüleri ve EDS Analizleri

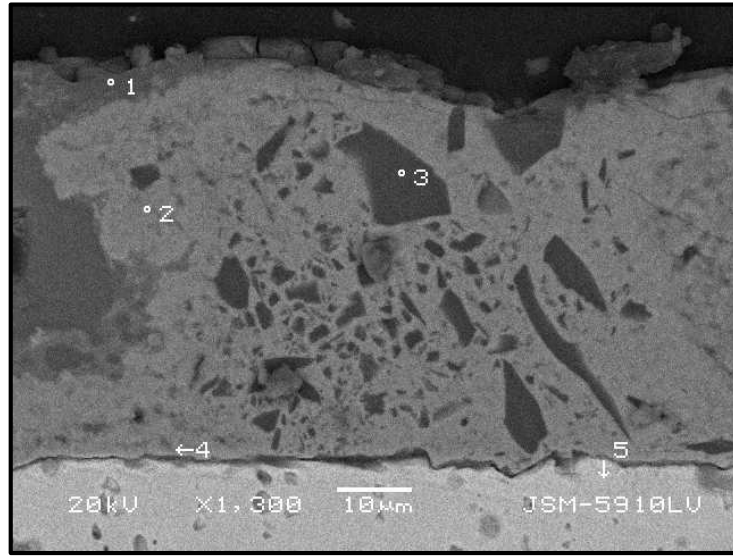
3.1.3.1. Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Silika Disperse Çamur) Çalışmaları

Numunelerin SEM ve EDS görüntüleri Şekil 3.12-3.19’da verilmektedir.



Şekil 3.12. AISI 316 çelik altlık üzerine uygulanan kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x750 büyütme).

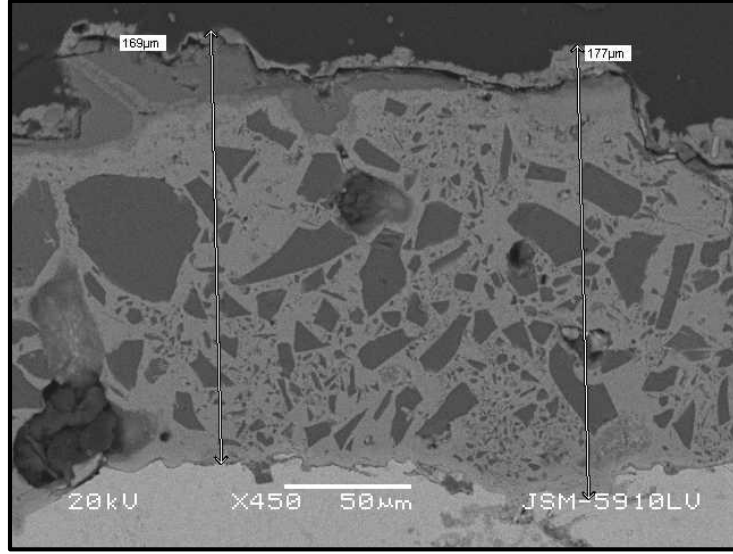
Şekil 3.12’de de gösterildiği üzere, AISI 316 çelik altlıkta, 90 mikrondan fazla toplam kaplama kalınlığı elde edilmiştir.



Şekil 3.13. AISI 316 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1300 büyütme).

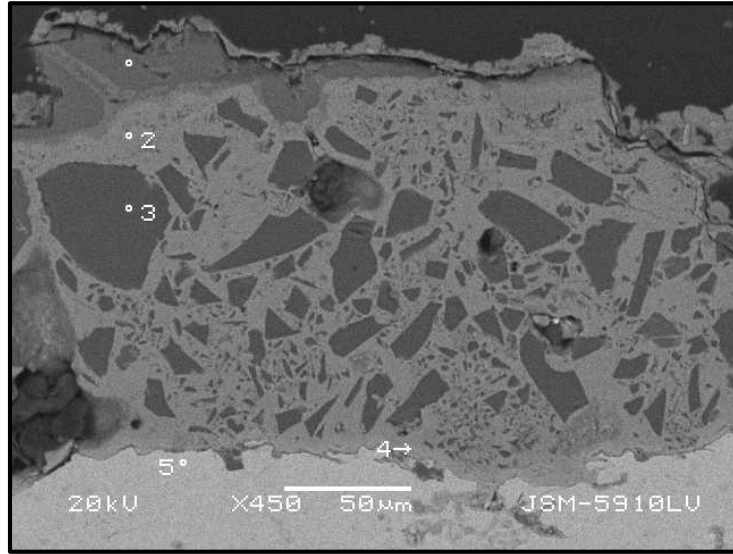
Tablo 3.2. Şekil 3.13’deki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Si	Fe	P	Ni	Toplam
Bölge “1”	33.39	26.98	-	-	39.63	-	100.00
Bölge “2”	34.15	62.54	-	-	3.31	-	100.00
Bölge “3”	49.69	6.63	43.69	-	-	-	100.00
Bölge “4”	37.66	50.53	-	11.81	-	-	100.00
Bölge “5”	-	18.23	-	73.21	-	8.56	100.00



Şekil 3.14. AISI 420 çelik altlık üzerine uygulanan kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x450 büyütme).

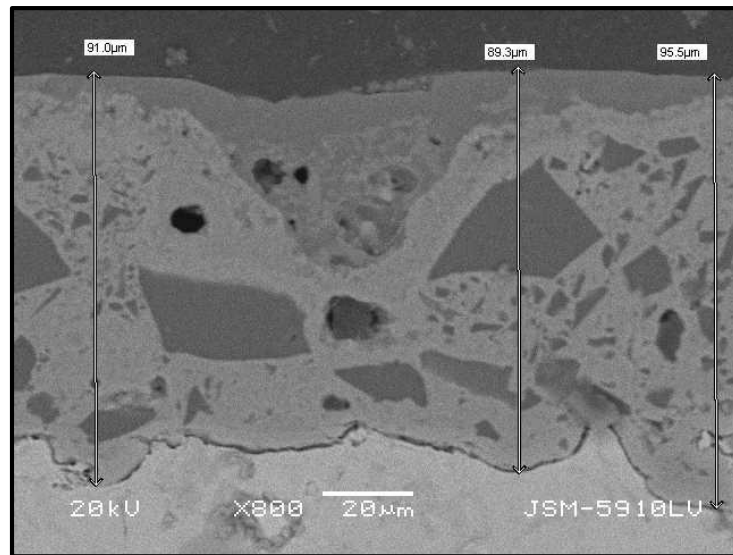
Şekil 3.14'te de gösterildiği üzere, AISI 420 çelik altlıkta, 160 mikrondan fazla toplam kaplama kalınlığı elde edilmiştir.



Şekil 3.15. AISI 420 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x450 büyütme).

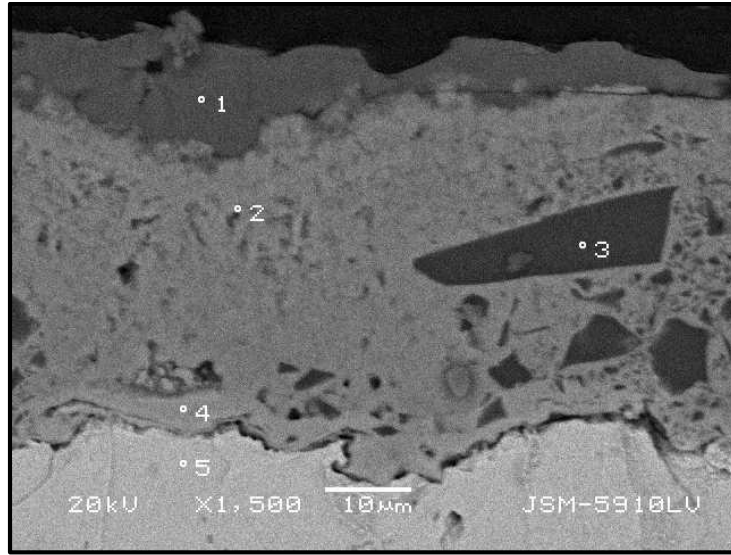
Tablo 3.3. Şekil 3.15'deki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Si	Fe	P	Toplam
Bölge "1"	55.18	14.00	-	-	30.82	100.00
Bölge "2"	38.42	58.26	-	-	3.32	100.00
Bölge "3"	53.83	-	46.17	-	-	100.00
Bölge "4"	33.15	38.84	-	28.01	-	100.00
Bölge "5"	2.27	-	-	97.73	-	100.00



Şekil 3.16. AISI 1040 çelik altlık üzerine uygulanan kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x800 büyütme).

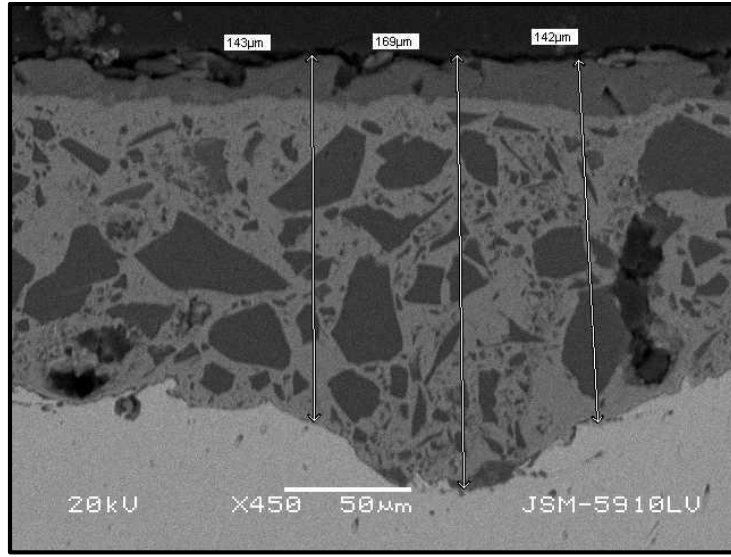
Şekil 3.16'te de gösterildiği üzere, AISI 1040 çelik altlıkta, 80 mikrondan fazla toplam kaplama kalınlığı elde edilmiştir.



Şekil 3.17. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1500 büyütme).

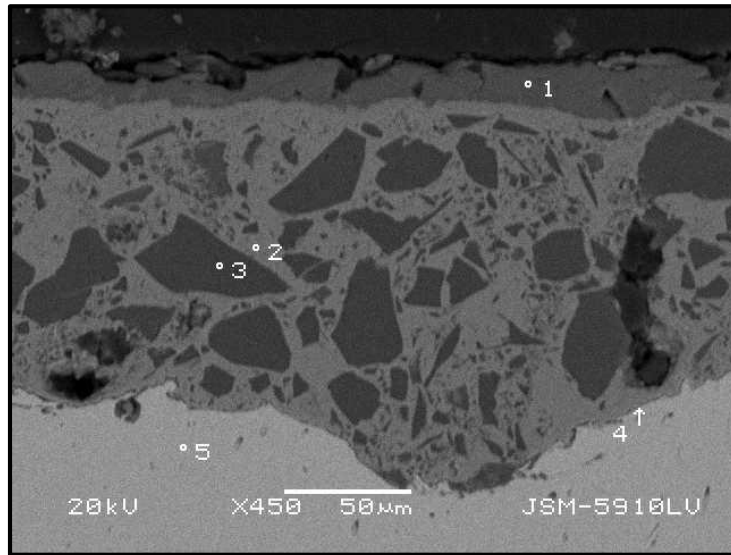
Tablo 3.4. Şekil 3.17'deki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Si	Fe	P	Toplam
Bölge "1"	46.36	14.64	-	1.68	37.31	100.00
Bölge "2"	36.06	62.60	-	-	1.34	100.00
Bölge "3"	52.56	2.03	45.40	-	-	100.00
Bölge "4"	32.35	25.97	-	41.68	-	100.00
Bölge "5"	-	1.15	-	98.85	-	100.00



Şekil 3.18. AISI 4140 çelik altlık üzerine uygulanan kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x450 büyütme).

Şekil 3.18’de da gösterildiği üzere, AISI 4140 çelik altlıkta, 140 mikrondan fazla toplam kaplama kalınlığı elde edilmiştir.



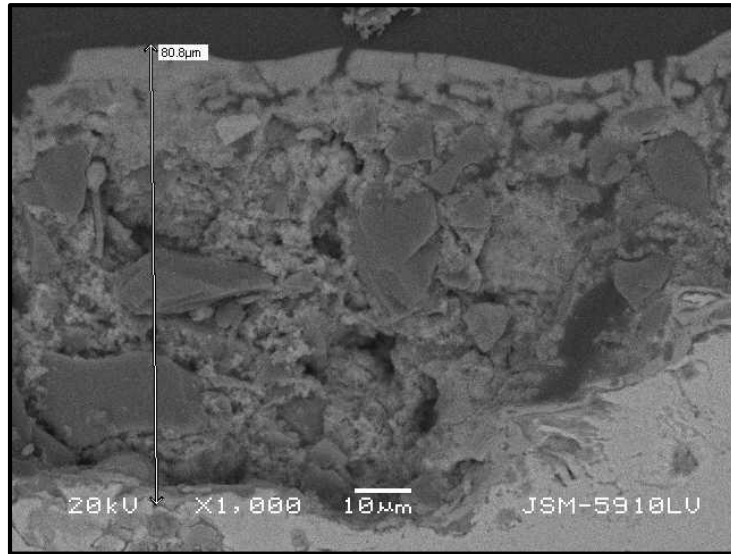
Şekil 3.19. AISI 4140 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x450 büyütme).

Tablo 3.5. Şekil 3.19'daki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Si	Fe	P	Toplam
Bölge "1"	52.39	11.25	-	-	32.53	100.00
Bölge "2"	34.19	65.81	-	-	3.32	100.00
Bölge "3"	52.32	-	47.68	-	-	100.00
Bölge "4"	28.30	60.89	-	10.81	-	100.00
Bölge "5"	-	13.75	-	86.25	-	100.00

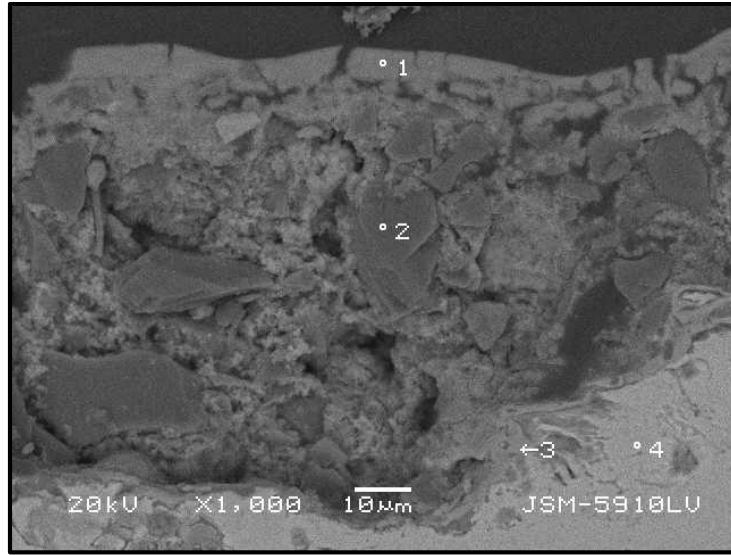
3.1.3.2. Kaplama Tabakalarının Kademeli Uygulandığı Durum

SEM ve EDS analiz sonuçları Şekil 3.20-3.25'de verilmektedir.



Şekil 3.20. Sadece "S1" kaplama uygulanmış AISI 1040 çelik altlığın toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).

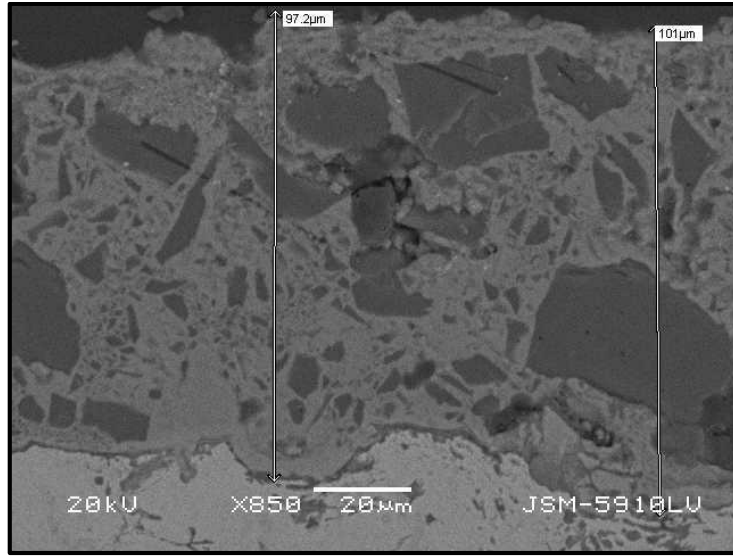
Şekil 3.20'de de gösterildiği üzere, AISI 1040 çelik altlıkta, yaklaşık 80 mikronluk kaplama kalınlığı sadece ilk kaplamanın –"S1"- uygulanması ile elde edilmiştir.



Şekil 3.21. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan “S1” kaplamasının EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).

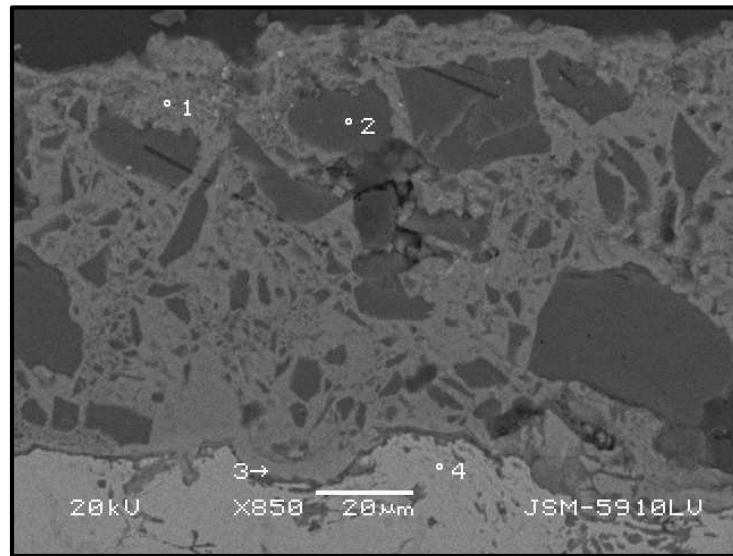
Tablo 3.6. Şekil 3.21’deki yapının EDS analizi (% ağı., normalize edilmiş)

Spektrum	O	Cr	Si	Fe	Toplam
Bölge “1”	28.63	71.37	-	-	100.00
Bölge “2”	51.67	-	48.33	-	100.00
Bölge “3”	36.24	29.95	-	33.82	100.00
Bölge “4”	8.29	-	-	91.71	100.00



Şekil 3.22. Sadece “S1” ve ardından “S2” kaplamaları uygulanmış AISI 1040 çelik altlığın toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x850 büyütme).

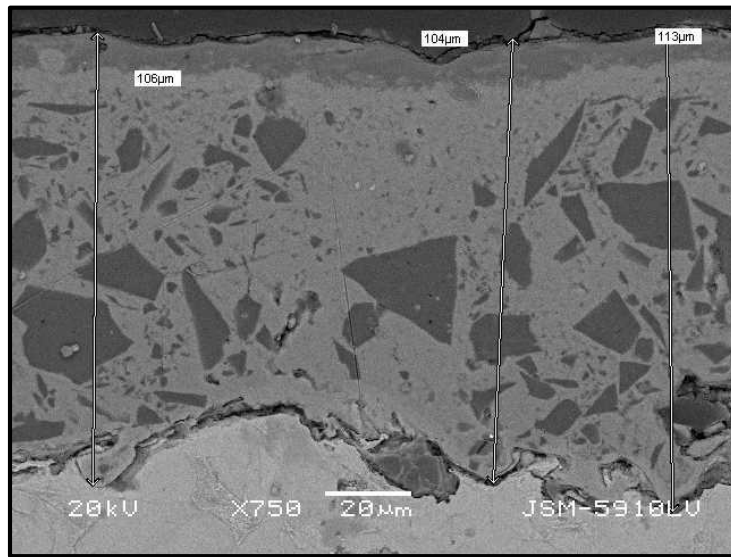
Şekil 3.22’de de gösterildiği üzere, AISI 1040 çelik altlıkta, yaklaşık 100 mikronluk kaplama kalınlığı sadece ilk iki kaplamanın –“S1” ve “S2”- uygulanması ile elde edilmiştir.



Şekil 3.23. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan “S1 ve S2” kaplamalarının EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x850 büyütme).

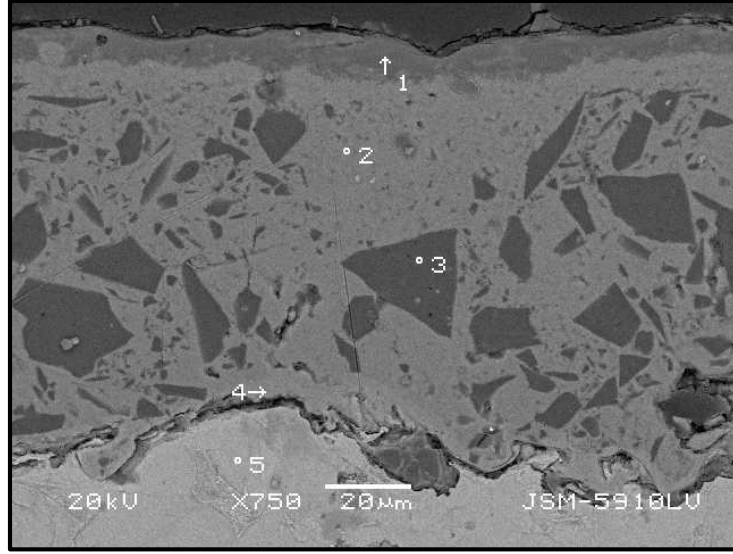
Tablo 3.7. Şekil 3.23'deki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Si	Fe	Toplam
Bölge "1"	28.58	70.57	0.85	-	100.00
Bölge "2"	49.67	3.49	46.84	-	100.00
Bölge "3"	23.59	33.14	-	43.27	100.00
Bölge "4"	-	-	-	100.00	100.00



Şekil 3.24. Kaplama tabakalarının tümünün uygulandığı AISI 1040 çelik altlığın toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x750 büyütme).

Şekil 3.24’de de gösterildiği üzere, AISI 1040 çelik altlıkta, yaklaşık 100 mikronluk kaplama kalınlığı sadece ilk iki kaplamanın –“S1” ve “S2”- uygulanması ile elde edilmiştir.



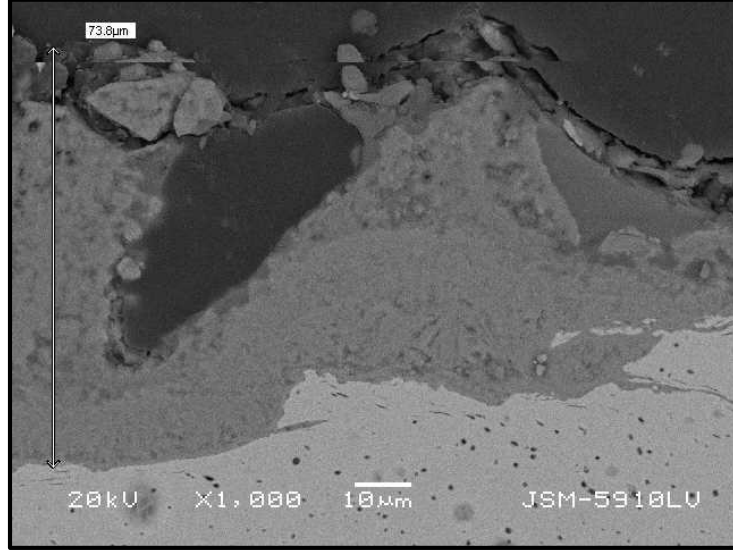
Şekil 3.25. AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan kaplamalarının EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x750 büyütme).

Tablo 3.8. Şekil 3.25'teki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Si	Fe	P	Toplam
Bölge "1"	47.65	21.43	-	-	30.92	100.00
Bölge "2"	28.78	71.22	-	-	-	100.00
Bölge "3"	51.50	2.33	46.16	-	-	100.00
Bölge "4"	22.50	30.88	46.62	-	-	100.00

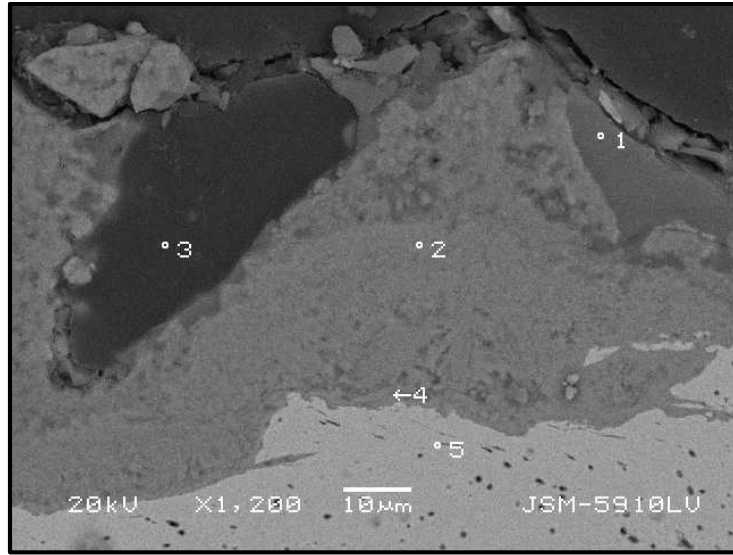
3.1.3.3. Kaplama Tabakalarının Tamamının Uygulandığı Durum (Alumina Disperse Çamur) Çalışmaları

SEM ve EDS analiz sonuçları Şekil 3.26-3.33’de verilmektedir.



Şekil 3.26. AISI 316 çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).

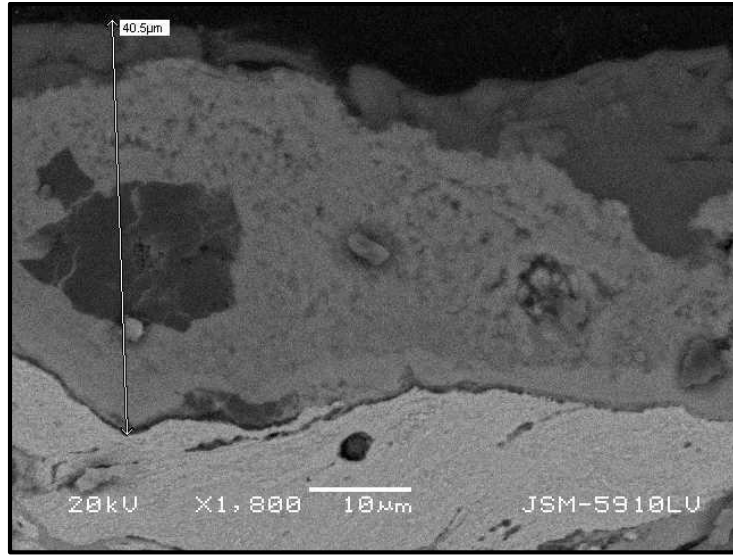
Şekil 3.26’da da gösterildiği üzere, AISI 316 çelik altlıkta, 70 mikron civarında toplam kaplama kalınlığı elde edilmiştir.



Şekil 3.27. AISI 316 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).

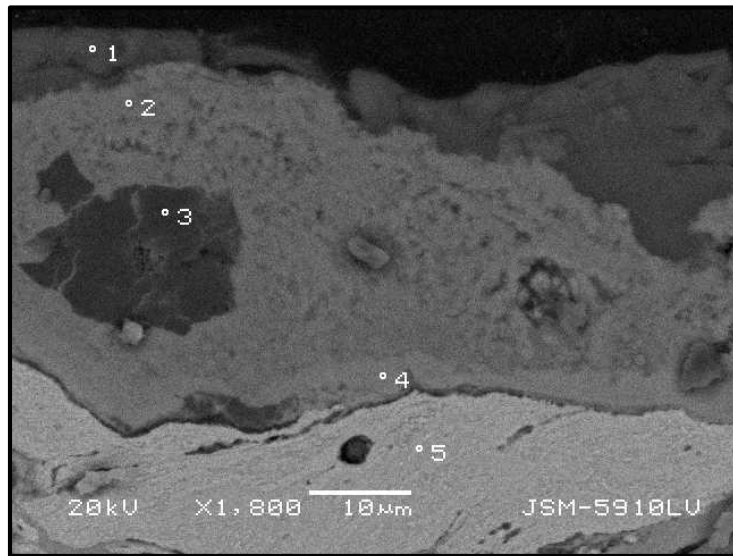
Tablo 3.9. Şekil 3.27’deki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Al	Mn	Fe	Ni	P	Toplam
Bölge “1”	45.69	17.73	-	-	-	-	36.58	100.00
Bölge “2”	28.21	69.15	-	-	-	-	2.65	100.00
Bölge “3”	47.03	-	52.97	-	-	-	-	100.00
Bölge “4”	26.31	68.00	-	-	5.70	-	-	100.00
Bölge “5”	-	18.46	-	2.05	70.91	8.58	-	100.00



Şekil 3.28. AISI 420 çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).

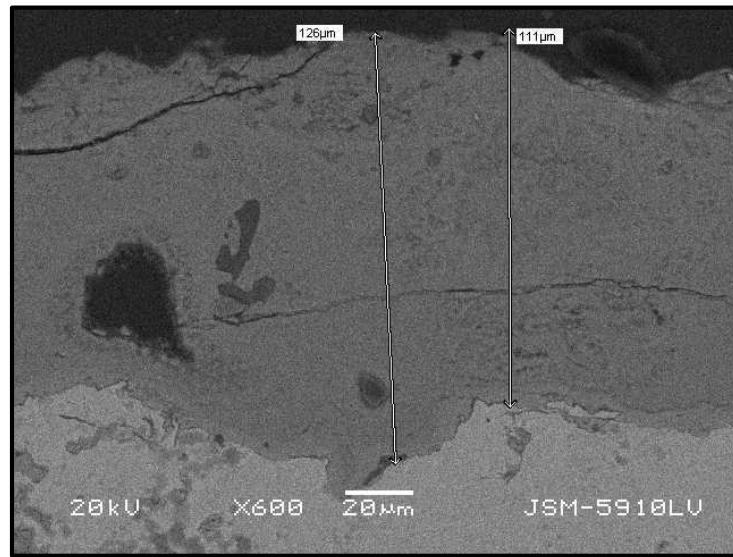
Şekil 3.28’de de gösterildiği üzere, AISI 420 çelik altlıkta, 40 mikron civarında toplam kaplama kalınlığı elde edilmiştir.



Şekil 3.29. AISI 420 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1000 büyütme).

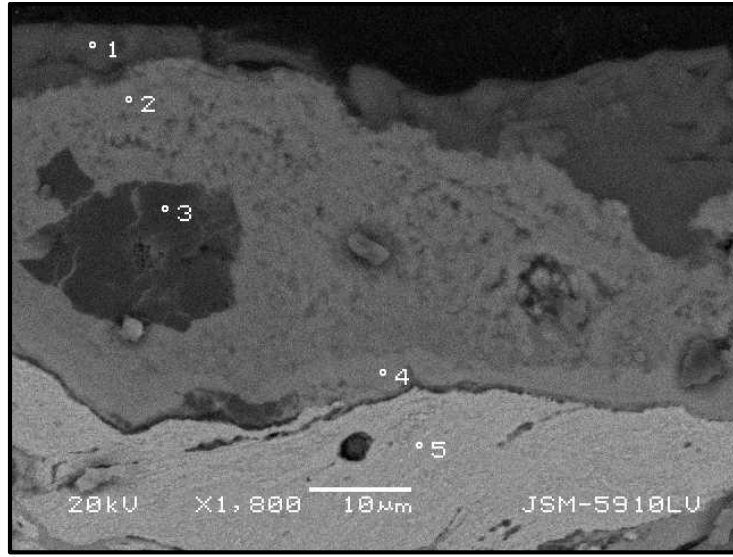
Tablo 3.10. Şekil 3.29'daki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Al	Fe	P	Toplam
Bölge "1"	52.03	14.29	-	-	33.67	100.00
Bölge "2"	34.52	62.00	-	-	3.48	100.00
Bölge "3"	45.32	2.21	52.47	-	-	100.00
Bölge "4"	27.49	38.86	-	33.65	-	100.00
Bölge "5"	-	1.97	-	98.03	-	100.00



Şekil 3.30. AISI 1040 çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x 600 büyütme).

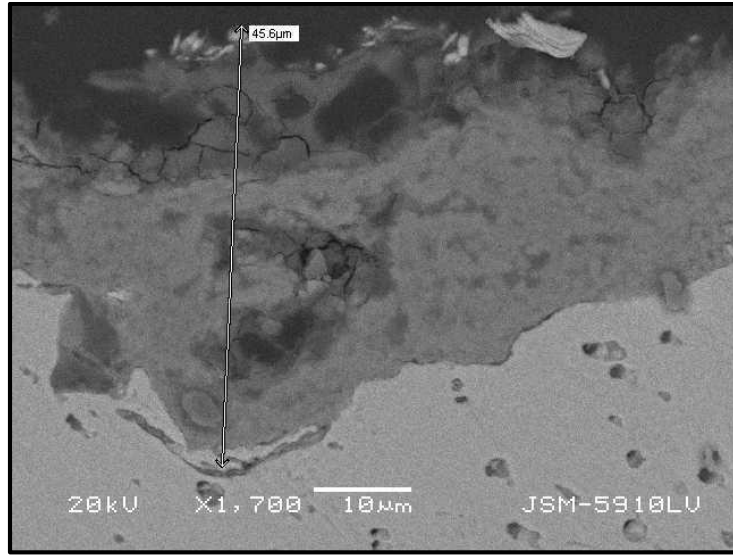
Şekil 3.30'da da gösterildiği üzere, AISI 1040 çelik altlıkta, 100-120 mikron civarında toplam kaplama kalınlığı elde edilmiştir.



Şekil 3.31.AISI 1040 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1800 büyütme).

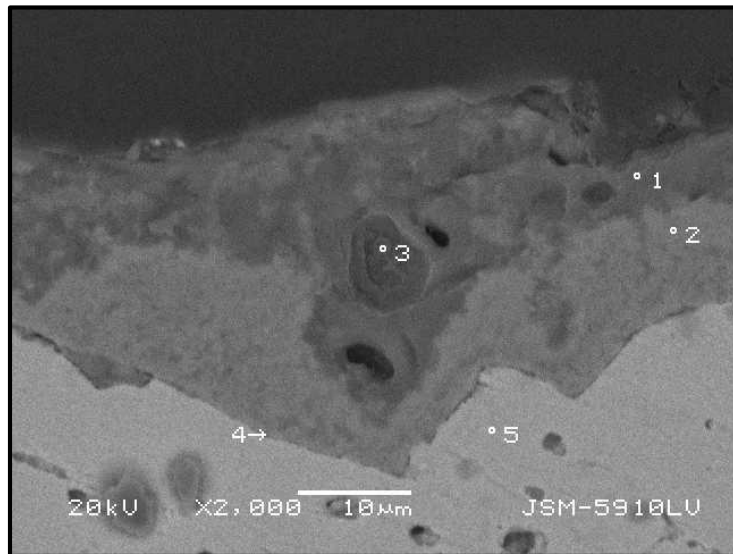
Tablo 3.11. Şekil 3.31’deki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Al	Fe	P	Toplam
Bölge “1”	51.72	16.63	-	-	31.65	100.00
Bölge “2”	39.54	55.43	-	-	5.03	100.00
Bölge “3”	46.08	4.15	49.77	-	-	100.00
Bölge “4”	30.96	40.27	-	28.77	-	100.00
Bölge “5”	-	-	-	100.00	-	100.00



Şekil 3.32. AISI 1040 çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamaların toplam kaplama kalınlığını gösteren SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x1700 büyütme).

Şekil 3.32’de de gösterildiği üzere, AISI 4140 çelik altlıkta, 40 mikron civarında toplam kaplama kalınlığı elde edilmiştir.



Şekil 3.33. AISI 4140 paslanmaz çelik altlık üzerine uygulanan alumina disperse kaplamanın EDS alınan bölgelerinin SEM görüntüsü (geri saçılmış elektron modu, x2000 büyütme).

Tablo 3.12. Şekil 3.33’ deki yapının EDS analizi (% ağırlık, normalize edilmiş).

Spektrum	O	Cr	Al	Fe	P	Toplam
Bölge “1”	38.84	31.98	-	4.22	24.96	100.00
Bölge “2”	34.60	60.01	-	3.21	2.18	100.00
Bölge “3”	39.71	8.71	51.58	-	-	100.00
Bölge “4”	23.26	40.99	-	35.75	-	100.00
Bölge “5”	-	13.77	-	86.23	-	100.00

4. TARTIŞMA VE SONUÇ

Deneysel çalışmaları sürdürürken numune hazırlama esnasında şahit olduğumuz, ardından sertlik ölçümlerinde belirlediğimiz altlık yüzeyindeki yüksek sertlik ve gevreklik bu kaplama prosesinin hem üstünlüğü hem de zayıflığı gibi görünmektedir. Bu yüksek sertlik değerleri nitrasyon, sementasyon ve borlama gibi geleneksel difüzyonlu kaplamalardan ziyade TRD (Termoreaktif difüzyonlu) kaplamalar ile karşılaştırılabilecek seviyedeysen, proses sıcaklığı ise ortalama TRD uygulama sıcaklığının yarısı olarak ekonomik üstünlük göstermektedir. Diğer taraftan, yine deneysel çalışmalarda öncelikle ilk aşamada, metalografik numune hazırlama sırasında elmas diskin kırılması ile farkın vardığımız sertliği ve aşınmaya direnci bu prosesin uygulanması sonrasında kesilmesi ve parlatılmasındaki zorlukları, Türkiye sanayisine kazandırılırken üzerinden geçilmesi gereken bir konudur.

Metalografik numune hazırlanması esnasında abrasif kesmede sanayiden yardım aldığımız ve sanayi tipi haşın kesiciler ile çalıştığımız için yüzey tabakasında kırılmalar olmakla beraber görünen o ki tabakalar arasında da SEM ve EDS görüntü ve verilerinde saptanan geçiş bölgeleri olduğundan büyük oranda sağlam kalmıştır. Optik mikroskop görüntülerinde silika veya alumina disperse olmuş krom oksit matriks tabakası –ikincil krom oksit kaplamanın sınırları çok belirgin değildir- ve krom fosfat tabakası görünürken, SEM ve EDS bölgelerinde farklı geçiş alanlarına da rastlanmıştır.

AISI 316 çeliğinin silika veya alumina disperse çamur ile kaplanması ardından ilave krom oksit ve krom fosfat çok katmanlı kaplamaları ile kimyasal olarak yoğunlaştırılması sonucunda elde edilen kaplamaların, AISI 316 amanyetik olduğundan belirlenemeyen kalınlıkları SEM görüntüleri (geri saçılmış elektron modu) sonucu kaplama kalınlıklarını doğru olarak vermektedir. SEM görüntülerinde geri saçılmış elektron modunda koyu renkler atom kütlesi daha hafif elementleri gösterirken daha açık renkler daha yüksek ağırlıkları belirtmektedir. Görüntülerin EDS analizlerinde 5 nokta alınmış, bu noktalar sırası ile, krom fosfat kaplama tabakası (S3), krom oksit kaplama tabakası (S2), krom oksit matriks içinde dağılmış (disperse olmuş) silika tanelerin yer aldığı çamur esaslı kaplama tabakası (S1) –burada silika taneler detekte edilmiştir-, kromun çeliğe diffüze olması sonucu kaplama ile altlık arasında oluşan ara kaplama tabakası ve altlık malzemeleri belirtmektedir. Ara kaplama tabakasının bu görüntü ve analizlerde ortaya çıkması, kaplamanın adhezyon direncinin de bir göstergesidir, bu durum tabakanın metalürjik yapışma ile değil daha

ziyade ısı döngüler esnasında kafes yapısının genişlemesi ile kromun yer alan atom olarak yapıya katılması ile de oluştuğunu göstermektedir. Yer alan atomu şeklinde difüzyon tabakasının oluşması ara yüzeydeki bu bölgenin sert ve gevrek olmaktan ziyade tok bir yapıya doğru gittiğinin de göstergesidir. Diğer taraftan AISI 316 çeliklerinde nitrasyon gibi yöntemlerde ara yer atomlarının difüze olması bu çeliğin korozyona karşı dayanım özelliklerini olumsuz yönde etkilerken, sementasyon ve borlama bu çeliklerde çok başarılı sonuçlar ortaya koyamamaktadır, krom difüzyonunda ise bu sorunlar ortaya çıkmamaktadır. Çünkü krom çeliğin dayanım özelliğini artıran fakat buna karşılık, esnekliğini çok az bir dereceye kadar eksi yönde etkileyen bir alaşım elementidir. Krom, çeliğin ısıya dayanımını artırır. Kabuk-tufal- yapmayı önler. İçinde yüksek oranda krom bulunması; çeliğin paslanmaya karşı dayanımını artırır. Krom, dengesi çabuk bozulmayan karbürü meydana getirir. Yani, AISI 1040 çeliğinde meydana gelen bu ara yüzeyin altlık metalin kendisinden korozyon dayanımı ve dayanımının daha yüksek olması beklenebilir. Ara yüzeyde alaşım elementlerinin çoğu (Cr, Ni, Si, Mn, Mo, Ti, W gibi) demir kafesinde karbondan daha yavaş yayındığı için düşük alaşımlı çeliklerin eş sıcaklık eğrileri sağa kaymasını da bekleriz. Genel olarak bu verilerden yapılacak çıkarım, AISI 316 tipi ostenitik paslanmaz çeliklerde bu yöntemin difüzyonlu kaplamalara göre üstünlükleri öne çıkarken, AISI 420 martenzitik paslanmaz çeliklerde düşük sıcaklıkta bu döngüler ile altlık metalin sertliğinde düşüş beklerken ara yüzeyde, Cr elementinin etkisi ile eş sıcaklık eğrileri TTT diyagramında sağa kayacağından dolayı bir çok alaşımlı çeliklerde oda sıcaklığına nispeten yavaş soğutma ile dönüşüm eğrisinin yanda burnundan geçmeden martenzit yapının oluşma ihtimali vardır. Plastik şekil değiştirme sonucu kristal ve tane yapısı bozulmuş, iç gerilmeler oluşmuş bir metal malzemede, yeni tanelerin oluşmasını ve bu arada gerilme giderilmesini de sağlayan ısı işlemi, yeniden kristallenme ısı işlemidir. Bu şekilde parça hem, şekil değişimi öncesi özelliklerini kazanırken, hem de ince taneli bir yapı elde edilir. Çelikler için bu sıcaklık, 450-700 °C arasındadır. Yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerinde yapılan şekillendirme işlemleri sıcak, altında yapılan işlemler soğuk şekil verme olarak adlandırılırken, bu kaplama prosesi ile AISI 420 martenzitik paslanmaz çelik altlıklarda bu işlem sonrasında sertliğinde azalma beklenebilir. AISI 4140 ve AISI 1040 çeliklerinde en yüksek mekanik özellikleri göstermesinin kaplama ara bölgesi ile uyuma sahip ferritik yapısı da olabilir. Diğer taraftan ara yüzeyde oluşan tabakanın EDS analizlerinden kabaca genel olarak Cr-Fe (~50-50 veya 60/40-40/60) oranlarında ikili fazı olduğu söylenebilir. Bu çalışmadan sonra, yapılan makale çalışmaları ve bildiriler ilgilenen kişilere bir fikir ya da bilgi

verirse, proje grubundan veya dışından araştırmacıların, prosesin ve oluşan Cr-Fe fazının ısı bağımlılığının kinetik parametrelerinin ayarlanması ile kalınlığının ve düzenliliğinin değişimi üzerine çalışmalar üzerine yoğunlaşmalarını bir adım ileriye götürülmesi için öneririz. Projenin süresi bitse bile makale çalışmaları ve termal sprey kaplamaların yoğunluğunun geliştirilmesi kısmının deneysel karakterizasyonu devam edecek, yapılan bilimsel çalışmalar makale olarak BAPKO ile paylaşılacaktır, fakat prosesin termal kinetik hesaplarına proje önerisinde de verilmediği için girilmeyecektir. Yapılan çalışmalar neticesinde, altlıklara göre kaplamaların sahip olduğu yüksek sertliklerin yanında, paslanmaz çeliklere uygulanabilmesi ile nitrasyon, sementasyon ve borlama gibi difüzyon esaslı kaplama işlemlerine bir alternatif olması, imalat çeliklerinde de üstün özellikler göstermesi ve düşük ilk kurulum maliyetleri nedeni ile Türkiye’de sanayide uygulanmasının mümkün olduğu düşünülmektedir. Burada dikkat edilmesi gereken husus, krom oksit asidik çözeltilerinin korozyon ve toksik etkilerine karşı gerekli donanımın sağlanması, işçiye ilgili eğitimin verilmesi, mutlaka işletme konusunda deneyimli ve bilgili bir kimya veya metalürji mühendisinin istihdam edilmiş olması ve iş güvenliği kurallarına kesinlikle uyulmasıdır. Çalışmalarda otomatik sistemler ile süre bağımlı çalışılır ise, kaplamanın daha homojen dağılımlı olacağı düşünülmektedir. Konu ile ilgili çalışılırken dikkati çeken bir diğer husus, kaplama “seramik” esaslı olduğundan, darbe direnci düşük ve gevrekli, kesimi esnasında da kırılma ve kopmalar meydana gelmiştir. Parçaların proses sonrasında taşınması, depolanması hususuna özen gösterilmesi gerekliliği ortaya çıkmıştır. Kaplanacak malzemelerde silindirik şekiller öne çıkmaktadır. Köşeli iş parçalarında –silindirik bile olsa- eğer uçlara pah ya da yarıçap verilmez ise kaplama çamur ve solüsyonları uç yüzeyleri iyi ıslatamamakta, o bölgelerde hatalı yüzeyler oluşturmaktadır. Maliyet ve performans açısından ise, konvansiyonel difüzyonlu kaplamalardan ziyade, uygulanan kaplama daldırma ve tekrar sayısına bağlı olarak, solid karbür veya seramik parçalara sıkı geçmeli metalik yapılar veya 10 mikrona kadar termoreaktif difüzyonlu ince kaplamalar ile karşılaştırılmasının daha doğru olacağı düşünülmektedir. Konu ile detaylı bilgi ileride gerçekleştirilecek yayınlar ile verilecektir.

KAYNAKLAR

- [1] Özgür ÇINAR, Burcu Nilgün ÇETİNER, Mehmet Masum TÜNÇAY,İsmail TOPÇU, Arif Nihat GÜLLÜOĞLU, “COMPARISON OF MECHANICAL PROPERTIES OF AISI 1040, 420, 4140, 316 STEELS AFTER NITRIDING“,International Iron & Steel Symposium, 02-04 April 2012, Karabük, Türkiye.
- [2] Özgür ÇINAR, Burcu Nilgün ÇETİNER, Mehmet Masum TÜNÇAY,İsmail TOPÇU, Arif Nihat GÜLLÜOĞLU, “COMPARISON OF MECHANICAL PROPERTIES OF AISI 1040, 420,4140, 316 STEELS AFTER BORONIZING PROCESS“,International Iron & Steel Symposium, 02-04 April 2012, Karabük, Türkiye.
- [3]Özgür ÇINAR, Burcu Nilgün ÇETİNER, Mehmet Masum TÜNÇAY,İsmail TOPÇU, Arif Nihat GÜLLÜOĞLU,“COMPARISON OF MECHANICAL PROPERTIES OF AISI 1040, 420, 4140, 316 STEELS AFTER COATING WITH VECALLOY B®, P♦MET 297® AND ALLOYS OF THESE TWO COMPONENTS BY ARC SPRAY”, International Iron & Steel Symposium, 02-04 April 2012, Karabük, Türkiye.
- [4] ASM Metals Handbook, Vol. 05, Surface Engineering, 1994.
- [5] ASM Metals Handbook, Vol. 18, Friction, Lubrication and Wear Technology, 1992.
- [6] M.P. Nascimento, R.C. Souza, W.L. Pigatin, H.J.C. Voorwald, “Effects of surface treatments on the fatigue strength of AISI 4340 aeronautical steel”, International Journal of Fatigue 23 (2001) 607–618.
- [7] T. Sahraoui, S. Guessasma, N.E. Fenineche, G. Montavon, C. Coddet, “Friction and wear behaviour prediction of HVOF coatings and electroplated hard chromium using neural computation”, Materials Letters 58 (2004) 654– 660.
- [8] J. Gandra, H. Krohn, R.M. Miranda, P. Vilaça, ad, L. Quintino, J.F. dos Santos, “Friction surfacing—A review”, Journal of Materials Processing Technology 214 (2014) 1062– 1093.
- [9] J.M. Guilemany, J. Nutting, J.R. Miguel, Z. Dong, “MICROSTRUCTURE CHARACTERIZATION OF WC-Ni COATINGS OBTAINED BY HVOF THERMAL SPRAYING”, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 33, No.1, pp.55-61,1995.
- [10] Masaru Nakamichi, Hiroshi Kawamura, Tatsuaki Sawai, Yuji Ooka, Minoru Saito, “Evaluation of the mechanical behaviour of Cr₂O₃ coating filmunder tensile load, Fusion Engineering and Design 29 (1995) 465-469.
- [11] I. Takagi, T. Kobayashi , Y. Ueyama , H. Moriyama, M. Nakamichi, H. Nakamura, K. Hayashi, “Deuterium diffusion in a chemical densified coating observed by NRA”, Journal of Nuclear Materials 386–388 (2009) 682–684.

[12] M. Nakamichi, H. Nakamura, K. Hayashi, I. Takagi, “Impact of ceramic coating deposition on the tritium permeation in the Japanese ITER-TBM”, *Journal of Nuclear Materials* 386–388 (2009) 692–695.

[13] T.V. Kulsartov, K. Hayashi, M. Nakamichi, S.E. Afanasyev, V.P. Shestakov, Y.V. Chikhray, E.A. Kenzhin, A.N. Kolbaenkov, “Investigation of hydrogen isotope permeation through F82H steel with and without a ceramic coating of $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2$ including CrPO_4 (out-of-pile tests)”, *Fusion Engineering and Design* 81 (2006) 701–705.

[14] Masaru NAKAMICHI, Hiroshi KAWAMURA & Takema TERATANI, “Characterization of ChemicalDensified Coating as Tritium Permeation Barrier”, *Journal of Nuclear Science and Technology*, 38:11 (2001), 1007-1013.

[15] T. M. Besmann, N. S. Kulkarni, K. E. Spear, “Thermochemical Analysis and Modeling of the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Cr}_2\text{O}_3$, $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2$, and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Cr}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2$ Systems Relevant to Refractories”, Volume 89, Issue 2, p. 638–644, February 2006, *Journal of the American Ceramic Society*.

[16] S. M. Lang, C. L. Fillmore, L. H. Maxwell, “The System Beryllia-Alumina-Titania: Phase Relations and General Physical Properties of Three-Component Porcelains”, *Journal of Research of the National Bureau of Standards* Vol. 48, No. 4, April 1952, Research Paper 2316.

[17] “Handbook of Thermal Spray Technology”, ed. J.R. Davis, Davis & Associates, September 2004 ASM International, USA.

EKLER

Projemizin çıktıları kullanılarak hazırlanan yayınlardan IISS 2015 Uluslararası Sempzoyumu'ndan yayınlanan bildirinin tam metin olarak kabul mektubu aşağıda verilmektedir.



**KARABÜK UNIVERSITY
IRON AND STEEL INSTITUTE**
The Second International Iron and Steel Symposium
(IISS'15)



February 27, 2015

LETTER OF ACCEPTANCE

Dear Hakan YİĞİT, Uğur AYGÜN, Selin KESKİN, Özgür ÇINAR, Burcu Nilgün ÇETİNER, İ.Ersan KALAFATOĞLU

We are pleased to inform you that **according to reviewers reports** Scientific Committee of IISS'15 (The Second International Iron and Steel Symposium) has decided to **ACCEPT** your paper for **presentation** in IISS'15 symposium program.

IISS'15 will be held at Karabük University, Karabük, between April 1-3, 2015.

PAPER ID: 424

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF CHEMICALLY DENSIFIED (CD) CHROMIUM OXIDE-SILICA COATINGS AND ALTERATION IN THEIR MECHANICAL AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES DEPENDING ON CHROME OXIDE AND PHOSPHATE TREATMENTS

Thank you in advance for your contribution toward the success of IISS'15; We are looking forward to welcoming you in IISS'15.

Assoc. Prof. Dr. Cevdet GÖLOĞLU

IISS'15 Chairman

Director of
Iron and Steel Institute