T.C. ERCİYES ÜNİVERSİTESİ BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ KOORDİNASYON BİRİMİ



Termal bariyer kaplama sistemi(TBK) uygulamalarında, farklı termal sprey yöntemleriyle üretilen bağ kaplamaların bilyalı dövme yöntemi ile yüzey özelliklerinin geliştirilmesi ve termal çevrim/şok davranışlarının incelenmesi

Proje No: FDA-2013-4570

Proje Türü: Dış Kaynaklı-Tübitak Projesinin %10'u tutarında desteklenen proje

SONUÇ RAPORU

Proje Yürütücüsü:

Doç. Dr. Bilal DEİREL Erciyes Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü

Araştırmacı:

Yrd. Doç. Dr. Abdullah Cahit KARAOĞLANLI Bartın Üniversitesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği

> Kasım 2015 KAYSERİ

TEŞEKKÜR

Bu proje Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir. Gerekli bütçenin sağlanması ve diğer hizmetlerin yürütülmesinde göstermiş oldukları yakın ilgiden dolayı ilgili birime ve bu birimde çalışan bütün görevli arkadaşlara teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

КАРАК	
İÇİNDEKİLER	ii
ŞEKİLLER LİSTESİ	iii
TABLOLAR LİSTESİ	iv
ÖZET	v
ABSTRACT	vi
BÖLÜM 1.GİRİŞ	
BÖLÜM 2. LİTERATÜR ÖZETİ	1
2.1. Termal Sprey Kaplama Teknikleri	5
2.1.1. Plazma sprey kaplamalar	5
2.1.2. Yüksek hız oksi asetilen yakıt (HVOF) kaplamalar	6
2.1.3. Soğuk gaz dinamik sprey (CGDS) kaplamalar	9
	11
BÖLÜM 3. GEREÇ VE YÖNTEM	
3.1. Toz ve Altlık Malzemelerin Karakterizasyonu	17
3.1.1. Toz malzemelerin partikül boyutu dağılımı analizleri	17
3.1.2. Toz malzemelerin XRD analizleri	18
3.1.3. Toz malzemelerin mikroyapısal karakterizasyonu	19
3.2.4. Altlık malzemesinin kimyasal kompozisyonu	21
3.2. Termal Bariyer Kaplamaların Üretilmesi	22
3.2.1. Bağ ve üst kaplamaların üretilmesine ait sprey parametreleri	22
3.3. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümleri	24
3.3.1. Altlık ve kaplamaların yüzey pürüzlülük ölçümleri	25
3.4. Termal Bariyer Kaplamaların Karakterizasyonu	26
3.5. Termal Bariyer Kaplamaların Mekanik Özellikleri	26
3.6. Termal Bariyer Kaplamaların İzotermal Oksidasyon Davranışları	28
3.7. Termal Bariyer Kaplamaların Termal Çevrim/Şok Davranışları	29

BÖLÜM 4. BULGULAR

4.1. Termal Bariyer Kaplamaların Mikroyapısal Karakterizasyonu	
4.1.1. Kaplamaların porozite içerikleri	

4.2. Bağ ve Üst Kaplamalara Ait XRD Analizleri	32
4.3. Kaplamaların Mekanik Özellikleri	37
4.3.1. Kaplamaların mikrosertlik ölçümleri	38
4.3.2. Kaplamaların yapışma mukavemeti ölçümleri	40
4.3.3. Kaplamaların nanoindentasyon ölçümleri	40
4.4. Kaplamaların Oksidasyon Sonrası Mikroyapısal Değişimleri	41
4.4.1. APS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC'lerin sıcaklık ve	43
zamana bağlı mikroyapısal değişimleri	
4.4.2. HVOF tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC'lerin sıcaklık	48
ve zamana bağlı mikroyapısal değişimleri	
4.4.3. CGDS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC'lerin sıcaklık	
ve zamana bağlı mikroyapısal değişimleri	48
4.5. Kaplamaların Oksidasyon Sonrası Porozite İçerikleri ve Sinterleşme	
Etkisi	52
4.6. Kaplamaların Oksidasyon Sonrası XRD Analizleri	57
4.7. Kaplamaların Bilyalı Dövme Prosesi İle Modifiye Edilmesi	61
4.7.1. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların yüzey	64
pürüzlülük ölçümleri	
4.7.2. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların porozite	69
ölçümleri	
4.7.3. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların mikrosertlik	
ölçümleri	
4.8. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların oksidasyon	
çalışmaları	74
4.8.1. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen TBC'lerin sıcaklık ve	
zamana bağlı mikroyapısal değişimleri	76
4.9. TBC Sistemleri ve Bilyalı Dövme Prosesi İle Modifiye Edilmiş TBC	78
Sistemlerinin Oksidasyon Testleri Sonrası Mikroyapısal Değişim, TGO	79
Oluşum ve Büyüme Davranışlarının İrdelenmesi, Termal Şok Servis	
Dayanımlarının Karşılaştırılması	
4.10. TBC'lerin Oksidasyon Testleri Sonrası Mekanik Özelliklerinin	
İrdelenmesi	

BÖLÜM 5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	84
5.1. Genel Sonuçlar	90
5.2. Öneriler	92
KAYNAKLAR	94

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	Yıllara göre gaz türbin sıcaklık değişimlerine bağlı olarak		
	kullanılan malzemeler	1	
Şekil 2.1.	Plazma tabancasının kesiti		
Şekil 2.2.	CoNiCrAIY içerikli bağ kaplamaların kesit görüntüsü; a. APS		
	yöntemiyle üretilen bir kaplamanın kesit görünümü, b. VPS		
	yöntemiyle üretilen bir kaplamanın kesit görünümü	9	
Şekil 2.3.	HVOF sistemine ait kesit görüntüsü	9	
Şekil 2.4.	CoNiCrAIY içerikli bağ kaplamaların mikroyapı görüntüsü; a.		
	APS yöntemiyle üretilen bir kaplamanın mikroyapı görünümü, b.		
	HVOF yöntemiyle üretilen bir kaplamanın mikroyapı		
	görünümü	10	
Şekil 2.5.	CGDS sisteminin şematik gösterimi	12	
Şekil 2.6.	Metal parçacıklarda jet oluşumunun şematik gösterimi	13	
Şekil 2.7.	Bakır partiküllere ait sıcaklık ve gerilme değişimi	13	
Şekil 2.8.	Bakır partiküllerinin farklı hızlar için elde edilen soğuma eğrileri	14	
Şekil 2.9.	CGDS prosesinde arkadan gelen parçacıkların neden olduğu		
	deformasyon süreci	15	
Şekil 3.1.	Toz malzemelerin partikül boyut dağılım analizleri;		
	a. CoNiCrAlY, b. YSZ	19	
Şekil 3.2.	CoNiCrAIY tozuna ait XRD paternleri	20	
Şekil 3.3.	ZrO ₂ -8%Y ₂ O ₃ tozuna ait XRD paternleri	20	
Şekil 3.4.	CoNiCrAIY kaplama toz morfolojisine ait SEM mikroyapı resmi	21	
Şekil 3.5.	ZrO ₂ –8%Y ₂ O ₃ kaplama toz morfolojisine ait SEM mikroyapı		
	resmi	21	
Şekil 3.6.	Oksidasyon ve termal şok çalışmalarında kullanılan TBC'lerin		
	şematik gösterimi; a. Altlık ve bağ kaplamaya sahip olan		
	kaplama sistemi, b. Altlık, bağ ve seramik üst kaplamaya sahip		
	olan TBC sistemi	23	
Şekil 3.7.	Deneysel çalışmalarda kullanılan kaplanmış oksidasyon ve		
	termal çevrim/şok test numuneleri	27	
Şekil 3.8.	Mikroyapısal karakterizasyon çalışmalarında kullanılan,		
	zımparalama ve parlatma işlemleri tamamlanmış olan sırasıyla;		
	sıcak ve soğuk bakalite alınmış karakterizasyon numuneleri	28	

Şekil 3.9.	Oksidasyon çalışmalarında kullanılan TBC'lerin oksidasyonuna		
	ait şematik gösterim; a. Altlık, bağ ve üst kaplama yapısını		
	gösterir TBC sistemi, b. Oksidasyon esnasında oksijen		
	penetrasyonu ile oluşan alümina ve karışık oksitlerden oluşan		
	TGO yapısını gösteren TBC sistemi	30	
Şekil 3.10.	Termal çevrim/şok çalışmalarında kullanılan numune geometrisi	30	
Şekil 3.11.	Deneysel çalışmalarda kullanılan numunelerin makroyapı		
	görüntüleri; a. kaplama prosesi öncesi, b. bağ kaplama üretimi		
	sonrası, c. üst kaplama üretimi sonrası	31	
Şekil 4.1.	APS tekniğiyle üretilen TBC'ye ait ara yüzey mikroyapısı	32	
Şekil 4.2.	APS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya ait elementel analiz		
	görüntüsü	33	
Şekil 4.3.	HVOF tekniğiyle üretilen TBC'ye ait ara yüzey mikroyapısı	34	
Şekil 4.4.	HVOF tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya ait elementel analiz		
	görüntüsü	34	
Şekil 4.5.	CGDS tekniğiyle üretilen TBC'ye ait ara yüzey mikroyapısı	35	
Şekil 4.6.	CGDS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya ait elementel analiz		
	görüntüsü	36	
Şekil 4.7.	Görüntü analizi ile porozite ölçümü gösterimi	38	
Şekil 4.8.	CoNiCrAlY içerikli üretilen bağ kaplamara ait XRD paternleri; a.		
	CGDS, b. HVOF ve c. APS tekniği	39	
Şekil 4.9.	ZrO ₂ -8%Y ₂ O ₃ içerikli üst kaplamalara ait XRD paternleri	40	
Şekil 4.10.	Yapışma mukavemeti testlerinin gerçekleştrildiği deney		
	numunesi; (1) çelik barlar, (2) yapıştırıcı, (3) üst kaplama, (4)		
	bağ kaplama, (5) altlık malzeme	41	
Şekil 4.11.	Farklı bağ kaplama teknikleriyle üretilen TBC'lere ait yapışma		
	mukavemeti değerleri	42	
Şekil 4.12.	Nanoindentasyon ölçümlerinde elde edilen yükleme-boşaltma		
	eğrileri	43	
Şekil 4.13.	Inconel 718 altlık malzemeye ait yükleme-boşaltma eğrisi	44	
Şekil 4.14.	Bağ kaplamalardan elde edilen yükleme-boşaltma eğrileri; a.		
	APS bağ kaplama, b. HVOF bağ kaplama, c. CGDS bağ		
	kaplama	45	
Şekil 4.15.	Üst kaplamalardan elde edilen yükleme-boşaltma eğrileri; a.		
	APS-TBC, b. HVOF-TBC, c. CGDS-TBC	46	

Şekil 4.16.	APS CoNiCrAlY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikrovanıları: a 8 saat b 24 saat c 50 saat ve d 100	
	saat	48
Şekil 4.17.	APS bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1000 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü	49
Şekil 4.18.	APS CoNiCrAlY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat	50
Şekil 4.19.	APS bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1100 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz	54
Şekil 4.20.	HVOF CoNiCrAlY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM	51
	mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat	52
Şekil 4.21.	HVOF bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1000 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü	53
Şekil 4.22.	HVOF CoNiCrAIY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM	54
	saat	54
Şekil 4.23.	HVOF bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1100 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü	55
Şekil 4.24.	CGDS CoNiCrAlY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat	57
Şekil 4.25.	CGDS bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1000 °C sıcaklıktaki, 100	57
	saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü	58
Şekil 4.36.	CGDS CoNiCrAlY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM	

mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 59 saat..... Şekil 4.27. CGDS bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1100 °C sıcaklıktaki. 100 saat oksidasyon elementel analiz sonrası görüntüsü..... 60 APS-TBC sistemine ait 1000 °C sıcaklıkta 24 ve 100 saatlik Sekil 4.28. oksidasyon sonrası bağ/üst kaplama ara yüzey mikroyapıları; a. 24 saatlik oksidasyon sonrası APS-TBC mikroyapısı, b. 100 saatlik oksidasyon sonrası APS-TBC mikroyapısı..... 62 Sekil 4.29. TBC sistemlerindeki seramik üst kaplamaların mikrosertlik değerlerinin oksidasyon sıcaklığı ve zamana göre değişimi...... 63 Şekil 4.30. APS, HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen TBC'lere ait XRD paternleri; a. 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklardaki 8,24,50 ve 100 64 saatlik oksidasyon sonrası XRD paternleri..... Şekil 4.31. APS kaplama prosesi ile üretilen bağ kaplamalara ait 100 saat oksidasyon sonrası XRD paternleri; a. 1100 °C, b. 1000 °C..... 65 Şekil 4.32. HVOF kaplama prosesi ile üretilen bağ kaplamalara ait 100 saat oksidasyon sonrası XRD paternleri; a. 1100 °C, b. 1000 °C..... 66 Şekil 4.33. CGDS kaplama prosesi ile üretilen bağ kaplamaların ait 100 saat oksidasyon sonrası XRD paternleri; a. 1100 °C, b. 1000 °C 67 Şekil 4.34. Bilyalı dövme prosesinin uygulandığı bağ kaplama yüzeyi..... 71 Şekil 4.35. 6-8 Almen şiddetinde bilyalı dövme prosesi uygulanan bağ kaplama sonrası üretilen TBC sistemi..... 72 Şekil 4.36. 8-10 Almen şiddetinde bilyalı dövme prosesi uygulanan bağ 73 kaplama sonrası üretilen TBC sistemi..... Şekil 4.37. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş 6-8 Almen TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat.... 77 Şekil 4.38. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş 6-8 Almen TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat.... 78 Şekil 4.39. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş 8-10 Almen TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat..... 78 Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş 8-10 Almen TBC Şekil 4.40. numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM

	mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat	79
Şekil 4.41.	TBC sistemlerinin 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası TGO	
	tabakası kalınlık değişimleri	79
Şekil 4.42.	TBC sistemlerinin 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası TGO	
	tabakası kalınlık değişimleri	80
Şekil 4.43.	Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş TBC sistemlerinin	
	1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası TGO tabakası kalınlık	
	değişimleri	80
Şekil 4.44.	Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş TBC sistemlerinin	
	1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası TGO tabakası kalınlık	
	değişimleri	81
Şekil 4.45.	Termal çevrim/şok testi esnasında kullanılan sıcaklık-zaman	
	değişim grafiği	85

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1.	Termal sprey kaplamaların proses özelliklerine göre			
	sınıflandırılması	6		
Tablo 3.1.	Toz malzemelere ait özellikler	17		
Tablo 3.2.	TBC sistemine ait malzeme özellikleri			
Tablo 3.3.	Inconel 718 altlık malzemenin kimyasal bileşimi (% ağırlıkça) 22			
Tablo 3.4.	Bağ ve üst kaplamalara ait sprey tabancası ve toz	24		
	özellikleri			
Tablo 3.5.	Bağ ve üst kaplama üretiminde kullanılan proses	25		
	parametreleri			
Tablo 3.6.	Deneysel numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri	26		
Tablo 3.7.	Zımparalama ve parlatmada kullanılan parametreler	27		
Tablo 4.1.	Bağ kaplamalardaki Al konsantrasyon içerikleri (%)	36		
Tablo 4.2.	APS, HVOF ve CGDS yöntemleri ile üretilen kaplamalara ait			
	porozite ölçüm sonuçları	38		
Tablo 4.3.	APS, HVOF ve CGDS kaplamalara ait mikrosertlik ölçüm			
	sonuçları	40		
Tablo 4.4.	Kaplamaların üretimi sonrasında altlık, bağ ve seramik üst			
	kaplamalara ait bulunan elastik modül değerleri (E,GPa)	47		
Tablo 4.5.	APS, HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen bağ kaplamaya			
	sahip TBC'lerin 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda ve 8, 24, 50			
	ve 100 saatlik oksidasyon testleri sonrası elde edilen üst			
	kaplama % porozite değerleri	61		
Tablo 4.6.	CoNiCrAIY bağ kaplamalara uygulanan dövme şartları	70		
Tablo 4.7.	Bağ kaplamalar ve bilyalı dövme prosesi uygulanmış bağ			
	kaplamaların yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri	74		
Tablo 4.8.	TBC sistemlerinin yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri	74		
Tablo 4.9.	APS, HVOF, CGDS ve bilyalı dövme ile modifiye edilen			
	kaplamalara ait porozite ölçüm sonuçları	75		
Tablo 4.10.	APS, HVOF, CGDS ve bilyalı dövme ile modifiye edilen			
	kaplamalara ait mikrosertlik ölçüm sonuçları	76		
Tablo 4.11.	Kaplamaların üretimi ve izotermal oksidasyon sonrasında			
	seramik üst kaplamalara ait bulunan elastik modül değerleri	88		

ÖZET

Proje çalışmasında, CoNiCrAIY bağ ve YSZ (ZrO₂+Y₂O₃) üst kaplama içeriğine sahip termal bariyer kaplama (TBC) sistemleri incelenmiştir. Inconel 718 süper alaşım altlık malzeme üzerine bağ kaplamaların üretiminde; atmosferik plazma sprey (APS), yüksek hız oksi asetilen yakıt (HVOF) ve soğuk gaz dinamik sprey (CGDS) teknikleri kullanılmıştır. Üst kaplamaların üretiminde ise APS tekniği kullanılarak TBC sistemlerinin üretimi sağlanmıştır. Farklı bağ kaplama teknikleri ve bilyalı dövme prosesi modifiye edilerek üretilen TBC'lerde oksidasyon ve termal çevrim şok koşulları davranışları incelenmiştir. Farklı tekniklerle üretimleri gerçekleştirilen TBC'lerin mikro yapısal ve mekanik özellikleri; optik mikroskop, SEM, EDX-elementel haritalama, porozite, XRD, yapışma mukavemeti, mikrosertlik, nanoindentasyon analiz ve ölçümleriyle özellikleri belirlenmiş ve birbirleriyle karşılaştırmaları yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Termal Bariyer Kaplama (TBC), Termal Olarak Büyüyen Oksit Tabaka (TGO), Oksidasyon, Termal Şok, Atmosferik Plazma Sprey (APS), Yüksek Hızlı Oksi-Yakıt Püskürtme (HVOF), Soğuk Gaz Dinamik Sprey (CGDS), Bilyalı Dövme, CoNiCrAlY, İtriya İle Stabilize Zirkonya (YSZ)

ABSTRACT

In this project, thermal barrier coating (TBC) systems with CoNiCrAIY bond and YSZ (ZrO₂+Y₂O₃) top coating were investigated. In the production of bond coatings on Inconel 718 superalloy substrate material, atmospheric plasma spray (APS), high velocity oxy fuel (HVOF) and cold gas dynamic spray (CGDS) techniques were used, while in the production of top coatings APS technique was used, and TBC systems were produced. TBCs produced by different bond coating techniques and modified by shot peening process under the oxidation and thermal shock conditions were investigated. The microstructural and mechanical properties of the TBCs produced by different techniques and modified by shot peening process were determined by optical microscope, SEM, EDX-maping, XRD, porosity, adhesion strength, hardness and nanoindentation analysis and measurements were compared with each other.

Keywords: Thermal Barrier Coating (TBC), Thermally Grown Oxide (TGO), Oxidation, Thermal Shock, Atmospheric Plasma Spraying (APS), High Velocity Oxy-Fuel (HVOF), Cold Gas Dynamic Spraying (CGDS), Shot Peening, CoNiCrAIY, Yttria Stabilized Zirconia (YSZ).

GİRİŞ

Gaz türbin motorları, yanma ürünlerini kinetik enerjiye dönüştürerek itme gücü sağlanması amacıyla havacılık endüstrisinde bir güç üretim tesisi olarak kullanılmaktadırlar [1-3]. Modern gaz türbin motorlarının gelişim sürecinde göz önüne alınan temel noktaları yüksek verimlilik ve performans artışı oluşturmaktadır. Gaz türbin motorlarındaki güç ve verimlilik artışı ancak türbin giriş sıcaklıklarının yükseltilmesiyle sağlanabilir [3-4]. Bu nedenle, gaz türbinlerinde yüksek sıcaklıklarda kullanılan ve agresif çevre şartlarına maruz kalan malzemelerin mükemmel mekanik dayanım ve yüksek korozyon direncine sahip olması gerekmektedir [2]. Maruz kalınan yüksek sıcaklıklar süper alaşım türbin bıçaklarının ergime noktasına çok yakın ya da daha üzerinde olmaktadır. Bu sebeple süper alaşım altlıkları hasardan koruyabilmek için, iç soğutma kanalları gibi soğutma metotları ya da süper alaşım türbin bıçaklarının sıcaklıklarının azaltılmasında termal bariyer kaplamalar (TBC) kullanılmaktadır [3]. TBC'lerin gaz türbinlerinde kullanılmasıyla yüksek türbin giriş sıcaklıkları elde edilmekte ve bunun sonucunda da türbin verimliliklerinin arttırılması sağlanmaktadır [5]. TBC'ler uygulama alanı olarak güç santralleri, gelişmiş turbo motorların yanma odası, türbin pale ve kanatçıkları gibi birçok uygulamada kullanım alanı bulmaktadır [6-11]. Şekil 1.1'de yıllara göre gaz türbin sıcaklık değişimlerine bağlı olarak kullanılan alaşım malzemelerinin gelişimindeki mevcut durum gösterilmektedir.



Şekil 1.1. Yıllara göre gaz türbin sıcaklık değişimlerine bağlı olarak kullanılan malzemeler [12].

TBC'ler tipik olarak; süper alaşım bir altlık malzemesinden, sıcaklık yalıtımı sağlayan %6-8 oranında itriya ile stabilize edilmiş zirkonya (YSZ) içerikli seramik bir üst kaplamadan,

seramik üst kaplamanın metalik altlığa yapışmasını sağlayan, altlığı oksidasyon gibi hasarlara karşı koruyan ve türbin motorlarının sıcak bölgelerinde yüksek performansı sebebiyle kullanılan MCrAIY (M=Ni,Co veya ikiside) içerikli metalik bağ kaplamadan ve servis koşullarında bağ kaplamanın oksitlenmesi sonucu oluşan termal olarak büyüyen oksit bir tabakadan (TGO)'dan meydana gelmektedir [4-5,13].

TBC sistemlerinde gelişim ve performans özellikleri, üretimlerinde kullanılan yöntemlerle yakından ilgilidir. Plazma sprey (PS) ve elektron-ışını fiziksel buhar biriktirme (EB-PVD) teknikleri seramik üst tabakanın üretiminde kullanılan yaygın kaplama yöntemleridir. Bu yöntemlerden PS yönteminin üretiminde mikro yapıda ortaya çıkan karakteristik özellikler TBC kaplamaların performansı üzerinde etkilidir. Bilindiği üzere, PS yöntemiyle üretilen kaplamaların mikro yapısında splatların varlığı ile birlikte lameller arası gözenekler, çatlaklar ve boşluklar bulunmaktadır. Bu nedenle, TBC kaplamaların ömrü ve mekanik özellikleri bağ ve seramik üst tabakasının mikro yapısı ile yakından ilişkilidir [14- 17].

Genel olarak sistem bileşenlerinin servis koşullarındaki bütünlüğü açısından, kullanılan kaplamanın altlığa yapışma mukavemeti oldukça önemlidir. Bu nedenle TBC sistemlerinin kalitesi ve performansı da büyük ölçüde altlık ile kaplama arasındaki yapışmaya bağlı olduğu gibi metalik bağ kaplama ile seramik üst tabaka arasındaki adhezyona da bağlıdır [18]. Mevcut adhezyonun hasara uğramasıyla, kaplamada termal çevrim sonucu oluşan ayrılmanın temelde iki ana sebebini;

a.TGO tabakasının büyümesi,

b.TGO ile seramik üst ve bağ tabaka arasındaki yapışmanın zayıflaması oluşturmaktadır.

TBC sistemlerinde önemli etkiye sahip bir bileşen olan bağ tabakasının, üretim yöntemleri de sistem ömrü açısından önem arz etmektedir. TBC'lerde genel olarak kullanılan MCrAlY alaşımından oluşan bağ tabakanın üretiminde; Vakum Plazma Sprey (VPS), Atmosferik Plazma Sprey (APS), Düşük Basınçlı Plazma Sprey (LPPS) ve Yüksek Hızlı Oksi-Yakıt Püskürtme (HVOF) gibi termal sprey yöntemleri kullanılabilmektedir.

VPS prosesi endüstriyel bağ kaplamaların üretiminde kullanılan bir yöntem olup, metalik altlığa bağ kaplamanın yapışması oldukça iyi olmakta ve düşük gözenekliliğe sahip kaplama üretimi de mümkün olabilmektedir. Fakat bu yöntem diğer termal sprey kaplama yöntemleriyle karşılaştırıldığında kullanılan ekipman ve proses özellikleri yönüyle daha maliyetlidir [19].

Özellikle düşük maliyet, bağ kaplama üretiminde APS ve HVOF yöntemlerinin tercih edilmesinde etkili bir unsurdur. Bununla birlikte, APS yöntemiyle üretilen kaplamalar yüksek oksit içeriğine sahip olmakta, HVOF yönteminde ise tutuşma gazındaki serbest oksijen nedeniyle toz partiküllerinde oksitlenme meydana gelmektedir. Diğer yandan kaplamada belirli bir homojenliği sağlamak için yüksek sıcaklığa gereksinim duyulmaktadır. Bağ tabakasındaki özellikle alüminyum ve itriyum elementlerinin, oksijene yüksek afinitesi nedeniyle termal sprey kaplama işlemi esnasında kolayca oksitlenmelerinin sonucunda üretilen kaplamalar yüksek oranda oksit içermektedir. Tüm bu belirtilen sebepler göz önüne alındığında, yeni bir kaplama teknolojisi olan soğuk gaz dinamik sprey (CGDS) yönteminin bağ kaplama üretiminde kullanımı bu açıdan son yıllarda yaygınlaşmıştır [20-24].

CGDS tekniği 1980 yılının ortalarında Rus Bilim Akademisi, Teorik ve Uygulamalı Mekanik Enstitüsü'nde Papyrin ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir. Bu konuda patent çalışması ise Amerika'da 1994 yılında, Avrupa'da ise 1995 yılında yapılmıştır [25]. Bu sistemin 'soğuk gaz dinamik sprey' olarak isimlendirilmesinin sebebi, göreceli olarak nozuldaki mevcut olan gaz çıkış sıcaklığının düşük olmasıdır. Gaz akışının sıcaklığı, kullanılan malzemenin ergime sıcaklığının her zaman altında olmakta ve oluşan kaplama yapısı katı halden meydana gelmektedir [26]. Bu proseste ergimemiş partiküllerin kinetik enerjileri kullanılarak, çarpma süresince katı haldeki sprey partiküllerinin plastik deformasyonu vasıtasıyla kaplama oluşumu gerçekleştirilmektedir. Proseste partikül hızına bağlı olarak, partikül yüklü gaz jeti katı yüzeye çarptıktan sonra oluşan üç farklı olay aşağıdaki gibi gerçekleşmektedir.

- a. Eğer partikül hızı düşük ise, partiküller yüzeyden çarparak geri saçılmakta,
- b. Partiküller makul bir hıza ulaşmış ise katı partiküllerde erozyon meydana gelmekte,

c. Partiküller toz malzeme için karakteristik bir değer olan kritik hızı aşmış ise partiküller plastik olarak deforme olarak yüzeye yapışmaktadır.

Bu durumda, yapışma olaylarının birbiri üzerine tekrarlanması sonucunda yoğun bir kaplama yapısının üretimi gerçekleşmektedir [27]. CGDS prosesi ile üretilen kaplamalardaki TGO yapısı, konvansiyonel termal sprey kaplama yöntemlerine göre daha farklı olmakta bu da prosesin yukarıda belirtilen özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Yönteme ait bağlanma mekanizması henüz net bir şekilde ortaya konulmamış olmakla birlikte, uzun oksidasyon süreçlerinde daha yavaş büyüyen, ince ve üniform bir TGO yapısı elde edilmesi ve sonuç olarak kaliteli bir TBC üretimi ve TBC sisteminin çevrim ömrünün artmasına olanak sağlanması yöntemin ilk aşamada sayılabilecek avantajlarını oluşturmaktadır. Bu sebeplerden dolayı CGDS tekniği ile üretilen kaplamalar, araştırmacı ve endüstriyel kullanıcılar için ilgi odağı oluşturmaktadır.

Gerçekleştirilen proje çalışmasında, CoNiCrAlY içerikli metalik bağ kaplamaya sahip TBC'ler APS, HVOF ve CGDS teknikleri kullanılarak üretilmiştir. Metalik bağ kaplama üzerine YSZ içerikli seramik üst kaplamaların üretilmesi ise APS tekniği kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Metalik bağ ve seramik üst kaplamaların üretilmesiyle elde edilen TBC sistemlerinin oksidasyon ver termal şok testleri gerçekleştirilmiştir. Bunun yanında, metalik bağ kaplamanın üretimi sonrasında bilyalı dövme prosesi uygulanarak bağ kaplama yapısının yoğun hale getirilmesi sağlanmış, bilyalı dövme etkisinin diğer yöntemler kullanılarak üretilen TBC sistemleriyle karşılaştırması oksit yapısının yüzeyde oluşumu, büyüme davranışları incelenerek gerçekleştirilmiştir. Yapılan kaplama üretim prosesleri optimum parametreleri tayin edilerek gerçekleştirilmiştir. Çalışmalar sonucunda, literatüre TBC sistemleri konusunda karşılaştırmalı bilgi oluşturacak deneysel sonuçlar verilmiş ve inovatif bir yöntemin TBC sistemlerine uygulanabilir hale getirilmesi sağlanmıştır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1. Termal Sprey Kaplama Teknikleri

Termal sprey kaplamalar, bir altlığın yüzevine yüksek termal ve/veya kinetik enerjiye sahip, erimiş yada yarı erimiş formdaki toz parçacıkların gönderilmesi yoluyla elde edilmektedir [28]. Bu kaplamalar difüzyon temelli kaplamalardan biriktirme mekanizması yönüyle ayrılmaktadır. Karbürleme/nitrürleme gibi yöntemlerde, kaplama malzemesi ve altlık malzemesi arasında gerceklesen reaksivonlar sonucunda ve de difüzvon voluvla kaplama tabakası olusturulması sağlanır. Bu tip kaplamalar, altlığın kimyasal bileşimine bağlılık göstermektedir. NiAl gibi sistemlerin diğer elementleri cözebilirlikleri düşük olduğudan dolayı, difüzyon ile kaplama malzemelerinde üretim noktasında geniş esneklik sunmazlar [29]. Termal sprey kaplamalarda ise, malzeme toz formunda parçacık olarak yüzeye gönderilirek yüzeyde biriktirilmesi sağlanır. Termal sprey kaplama yöntemlerinde üretim elektrolitik kaplamalardan farklı olarak kaplama malzemesinin parçacıklar halinde biriktirilmesine dayanmaktadır. Elektrolitik kaplama veya PVD (Fiziksel buhar biriktirme) tarzı islemlerde kaplama malzemesi cesitli yöntemlerle (buharlaştırma gibi) atomize edilir. Atomlar altlığın üzerinde yoğunlaşarak ve uygun noktalara göç ederek çekirdeklenir ve büyürler. Termal sprey gibi parçacık biriktirmesine dayalı yöntemlerde ise erimiş veya katı parçacıklar altlık yüzeyinde birikirler. Termal sprey kaplamaların bu biriktirme mekanizması kaplamalara birçok avantaj sağlamaktadır. Örneğin, ergime sıcaklıkları cok yüksek olan seramiklerin kaplanabilmesi, termal sprey kaplama yöntemleri kullanılarak çok daha kolay olmaktadır. Seramiklerin kaplanmasında uygulanan diğer bir yöntem olan EB-PVD tekniğinde ise YSZ kaplamaların üretilmesi, YSZ'nin buharlaştırılması ve altlık malzeme üzerinde yoğunlaşmasına dayanmaktadır.

YSZ kaplamaların bu yöntemle üretilebilmesinin nedeni, içeriğindeki Y ve Zr atomlarının yarıçapları ile buhar basınçlarının birbirine yakın olmasından dolayı aynı sıcaklıkta buharlaştırılabilmeleridir. Fakat parçacık biriktirmesine dayanan termal sprey kaplamalarda ise Y ve Zr'nın buhar basınçları önemsizdir [30-31]. Termal sprey kaplamalarda altlık ile kaplama malzemesi reaksiyona girmeden kaplama yapılması sağlanmış olur. Böylelikle altlığın kimyasal yapısı bozulmamış olmakla birlikte, termal sprey kaplamalarda altlığın kaplamaya direkt katkısının minimum düzeyde kalması sağlanır.

Sprey kaplama üretiminde, kaplama malzemesinin altlık üstünde birikebilmesi için plastik olarak deformasyona uğraması gereklidir. Bunun için gönderilen parçacıkların ya katı halde ama çok yüksek kinetik enerjiye sahip olmaları ya da erimiş halde olmaları gerekmektedir

5

[29,32]. Termal sprey kaplamaların, işlem için gerekli olan termal ve kinetik enerjileri elde etme yöntemlerine göre sınıflandırılması Tablo 2.1'de verilmektedir.



Tablo 2.1. Termal sprey kaplamaların proses özelliklerine göre sınıflandırılması [32].

Bu çalışmanın gaz türbin motorlarında kullanılmakta olan TBC'ler üzerinde yoğunlaşması nedeniyle, bu alandaki kaplamaların üretiminde kullanılan kaplama teknikleri ayrıntılı olarak açıklanmıştır. Bu teknikler başlıca, APS, HVOF ve son yıllarda üzerinde Ar-Ge çalışmaları yürütülmekte olan CGDS yöntemidir.

2.1.1. Plazma Sprey Kaplamalar

Plazma sprey kaplamaları oluşturmak için, yüksek sıcaklığa sahip plazma jetlerinden faydalanılmaktadır. Plazma kavramı, maddenin gazdan sonraki dördüncü halini ifade etmektedir. Gaz halindeki maddenin ısıtılarak pozitif iyonlara, elektronlara ve nötr atomlara ayırılmasıyla oluşur. Pozitif iyonlar ve elektronlar arasındaki çekim sayesinde, iyonlar ve elektronlar birleşirken, bu sayede salınan entalpi enerji sağlamakta ve yüksek sıcaklıkta plazma oluşumu sağlanmaktadır. 40 kW gücünde bir plazma tabancası ile 15000 K sıcaklıkta bir plazma oluşturulabilmektedir [29]. Bir plazma tabancasının kesiti Şekil 2.1'de gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Plazma tabancasının kesiti [32].

Plazma jetinin oluşturulmasında, bir tungsten katod ve bakır anod püskürtme nozulundan düz akım geçirilerek bir elektrik arkı üretilmiş olur. Azot veya argon gibi bir birincil gaz, entalpiyi artırmak için hidrojen veya ısı iletkenliğini artırmak için helyum gibi bir ikincil gaz ile karıştırılır ve bu karışım elektrik arkından geçirilirerek ısıtılır, ayrıştırılır ve iyonize edilerek plazma üretimi sağlanır. Plazma jeti için yeterli enerji sağlanırsa, en sıcak olduğu yer olan püskürtme nozulu çıkışında 25000-28000 °C sıcaklığa kadar ulaşabilmektedir [32-34]. Genellikle toz beslemesi, dışarıdan nozul çıkışına çok yakın bir yerden veya içerden plazmaya gönderilerek yapılır. Bu sayede tozun plazmanın en sıcak bölgesine ulaşması sağlanır.

Plazmanın termal enerjisinin tozlara aktarılmasıyla tozlar erir ve bu eriyen tozlar yüzeyde biriktirilmek üzere altlığa püskürtülürler [34]. Besleme tozlarının boyutları tipik olarak 20-90 mikrometre (µm) civarındadır [32]. Altlığa temas ettiklerinde çok hızlı bir şekilde soğur ve katılaşırlar. Soğuma hızları Ni bazlı alaşımlarda 10⁷ K/s düzeyinde oranlara kadar çıkabilmektedir [35]. Paso esnasında sprey tabancası hareket hızı 50-2000 mm/s arasında değişmekte ve tabancayla altlık arası mesafe genellikle 60-130 mm arasında olmaktadır. Plazma sprey çok esnek yelpazeye sahip bir kaplama tekniğidir ve işlem sırasında çok yüksek sıcaklıklara ulaşılabilmesi nedeniyle yüksek ergime sıcaklığına sahip seramiklerin dahi biriktirilmesine olanak sağlamaktadır. PS kaplama yöntemi atmosfere açık olarak yapılırsa atmosferik plazma sprey (APS) olarak adlandırılır [32].

APS yöntemi, biriktirme mekanizmasının parçacıkların eritilmesine bağlı olmasından dolayı yüksek verimli bir kaplama işlemidir. Yani altlığa gönderilen parçacıkların çoğu altlığa yapışır. Buradaki verimden kasıt, altlığa yapışan parçacık miktarının altlığa püskürtülen toz miktarına olan oranıdır. APS yöntemi ile altlığa gönderilen parçacıklar erimiş olduğu için, yapışmadan geri sekme veya altlığı aşındırıp yapışmadan yüzeyden ayrılma gibi sorunlar oluşmamakta ve kaplama verimi artmaktadır. Örneğin CoNiCrAlY içerikli üretim yapılan bir kaplamada HVOF yönteminde verim % 45 iken, APS yöntemi ile %60 gibi yüksek verim oranı elde edilebilmektedir [36].

APS yöntemi nispeten ucuz ve kolay bir işlem olmakla birlikte, havayla temasa açık olması ve yüksek işlem sıcaklığından dolayı, kaplama işlemi esnasında oluşan oksit kalıntılara karşı en hassas kaplama işlemidir. Dolayısıyla APS yönteminin, oksit kalıntılara ve kusurlara karşı en az hassasiyete sahip ve yüksek erime sıcaklığı olan seramik parçacıklardan üretilen kaplamalarda kullanılması daha akla yatkın olmaktadır [34]. APS yöntemi ile üretilen kaplamalarda porozite oranı genellikle % 1-7 arasında değişmektedir. Fakat istenirse daha yüksek poroziteye sahip kaplamaların da üretimi mümkündür. Örneğin TBC'lerin üst kaplama yapısında %10-15 içeriğe sahip porozite uygulanmaktadır [32,37-38].

Plazma sprey işlemi uygulama olarak, kapalı bir oda içinde ve düşük basınç (ya da vakum) veya inert gazlardan oluşan kontrollü bir atmosfer altında da gerçekleştirilmektedir. Bu tür kaplamalara LPPS ya da VPS kaplama denmekte ve bu yöntemler, düşük basınçlı özel odalarda gerçekleştirilmektedir. VPS yönteminde, ortamda oksijen bulunmadığı için oksit içeriği neredeyse hiç olmayan kaplamaların üretilmesi sağlanmaktadır. Ayrıca vakum altında yapılan kaplamalarda spreye direnç gösterecek bir gaz bulunmadığı için kaplama yapısında çok düşük gözenek oranlarına ulaşılabilmektedir. Kaplama işlemine bağlı oksit oluşumu VPS işleminde neredeyse hiç olmadığından, TBC'lerin metalik bağ kaplamalarının üretimi için uygun bir alternatiftir. Fakat ekipmanlar ve işlemin APS yöntemine kıyasla daha kompleks ve pahalı olması da sistemin dezavantajlarını oluşturmaktadır. Şekil 2 a ve b'de, Scrivani ve arkadaşları tarafından, APS ve VPS teknikleri ile üretilen CoNiCrAIY içerikli bağ kaplamaların kesit görüntüsü verilmiştir [36]. Mikroyapılardan APS yönteminin oksitlenmeye açık bir kaplama çeşidi olduğu ve VPS yönteminde ise tamamen yoğun ve hemen hemen hiç oksit içermeyen bir kaplama yapısı oluştuğu açık bir şekilde görünmektedir.



Şekil 2.2 CoNiCrAIY içerikli bağ kaplamaların kesit görüntüsü; a. APS yöntemiyle üretilen bir kaplamanın kesit görünümü, b. VPS yöntemiyle üretilen bir kaplamanın kesit görünümü [36].

2.1.2. Yüksek hız oksi asetilen yakıt (HVOF) kaplamalar

HVOF sprey kaplamalar Tablo 2.1'de verildiği gibi detonasyon tabancası yöntemiyle aynı grupta bulunmaktadır. İkisinde de kaplama için gerekli olan enerji tercih edilen bir yakıtın (hidrojen, propan, asetilen, vs.) yanması yoluyla elde edilir.

Fakat HVOF yönteminde kaplama detonasyonda olduğu gibi kesintili değildir [28]. Şekil 2.3'de şematik olarak bir HVOF sprey tabancasının kesiti gösterilmektedir.



Şekil 2.3. HVOF sistemine ait kesit görüntüsü [28].

Yanma odasında basınç altında karışan oksijen ve yakıt gazları, yanarak genleşir ve yüksek hızlarda nozuldan çıkarlar. Sonrasında taşıma gazı içinde parçacık beslemesi yanma gazlarına, paralel veya dikey olarak yapılır. Üretilen gaz akışının nozuldan çıkış hızı 1825 m/s gibi süpersonik hızlara kadar ulaşabilir [28]. Bu hız, ses üstü olduğu için, nozul önünde HVOF prosesine özel olarak görülen şok dalgaları gözlemlenir. Yüksek sıcaklığa sahip aleve maruz kalan parçacıklar, termal enerji kazanırlar. Bu alevin akış hızı yüksek olduğu için kinetik enerjileri de kayda değer bir artışa uğrar. Sonuç olarak yüksek hızda ve erimiş veya yarı erimiş formdaki parçacık akışı elde edilir. Bu parçacıkların hem kinetik hem de termal enerjileri yüksek olduğu için kaplama oluşumu, hem splat oluşumuna hem de altlıkla temas esnasında parçacıkların plastik deformasyona uğramasına bağlıdır [39].

HVOF tekniğinde alevin sıcaklığı 3000-5500 K civarına kadar çıkabilmektedir [28,40]. APS kaplama prosesine kıyasla çok düşük işlem sıcaklığına sahip olduğu için, HVOF kaplamalarda sıcaklığa bağlı sorunlar (kaplama işlemine bağlı oksit oluşumu gibi) nispeten daha düşük orandadır. APS prosesinden farklı olarak HVOF prosesinde kinetik ve termal enerji üretimi, oksijen yönünden zengin bir karışımın yanmasına bağlı olduğu için bu yöntem ile üretilen kaplamaların oksit içeriği ve kalitesi yanma gazlarının stokiometrik karışımına bağlıdır. Çünkü yanma sonucunda arta kalan oksijenin miktarı ve yanma sonucu elde edilen sıcaklık, oksit miktarına direkt olarak etki eden parametrelerdir [41].

Şekil 2.4'de, APS ve HVOF prosesleri ile üretilen CoNiCrAIY içerikli bağ kaplamaların mikroyapı görüntüleri verilmiştir [42]. Mikroyapılardan da anlaşılacağı gibi APS yöntemi ile üretilen kaplamalarda ki oksit miktarının gözle görülür oranda HVOF yöntemi ile üretilen kaplamalardan yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 2.4. CoNiCrAlY içerikli bağ kaplamaların mikroyapı görüntüsü; a. APS yöntemiyle üretilen bir kaplamanın mikroyapı görünümü, b. HVOF yöntemiyle üretilen bir kaplamanın mikroyapı görünümü [42].

HVOF tekniği ile ulaşılan gaz hızı diğer termal sprey yöntemlerine göre çok yüksek olduğu için, altlığa çarpan parçacıkların hızları da nispeten yüksek olur ve böylelikle tam olarak erimemiş parçacıklar plastik deformasyona uğrarlar [34]. Ayrıca yüksek hıza sahip parçacıklar, oksitlenmeye sebep olacak atmosfere daha kısa süre maruz kalmış olurlar. Bunların sonucu olarak da, düşük hız ve yüksek sıcaklığa sahip APS kaplamalara göre, daha az oksit ve poroziteye sahip, yapışma mukavemeti gelişmiş kaplamalar elde edilmektedir. HVOF prosesinde porozite yüzdeleri %1'in altına inebilmektedir [43-44]. Yapışma mukavemeti ise ASTM tarafından belirlenen yapıştırıcı reçinenin direnci olan 83 MPa'nın üzerine çıkabilmektedir [28].

HVOF tekniği ile yoğun ve sert sermetler üretilebildiği gibi, bağ kaplama gibi alaşımların da kaplaması yapılabilmektedir. Fakat PS kaplamalara göre daha düşük sıcaklıklarda yapıldığı için malzeme yelpazesi nispeten daha küçük ve yüksek erime sıcaklığına sahip seramik kaplamalar için kullanımı çok uygun olmamaktadır [34].

2.1.3. Soğuk gaz dinamik sprey (CGDS) kaplamalar

CGDS tekniği ile kaplama üretiminde biriktirme işlemi, parçacıkların yüksek sıcaklıktan ziyade yüksek hıza sahip olması temeline dayanmaktadır. Bu sayede işlem sıcaklıkları diğer termal sprey yöntemlerine göre çok daha aşağılara çekilebilmektedir.

Katı parçacıklar nispeten düşük sıcaklıklarda, sesüstü hıza sahip "inert" gaz akımı ile 300-1200 m/s aralığında yüksek hızlara ivmelendirilirler. Böylelikle biriktirme işlemi için gereken enerji, altlığa çarpan parçacıkların kinetik enerjisinden elde edilmiş olur [23,45]. HVOF işleminden farklı olarak bu teknikte, gaz sıcaklığı parçacıkların erimesine müsade etmeyecek kadar düşük olmaktadır. Genellikle azot veya helyumdan oluşan taşıyıcı gazlar 700 C° gibi sıcaklıklara kadar bir ön ısıtmadan geçirilirler [28]. Bu ön ısıtmanın amacı, parçacıkların termal enerjisini artırmaktan ziyade gazların yüksek hızlara çıkarılmasını sağlamak ve dolaylı olarak parçacıkların kinetik enerjisini artırmaktır [34].

Bu amaçla, ısıtılan gaz yakınsak ve ıraksak nozula gönderilir. Özel tasarımlı bu nozullar sayesinde gazla karışık parçacıklar sesüstü hızlara çıktığından HVOF prosesinde olduğu gibi şok dalgaları oluşturmazlar [46]. Taşıyıcı gaz ve parçacıklar, nozula dikey veya yatay olarak enjekte edilebilirler. Nozul içinde karışan gazlar aniden genleşir ve ivmelenirler. Bu sırada gaz sıcaklıkları parçacıklara ısı aktarımına fırsat kalmadan, sprey tabancası içinde ani genleşmeler nedeniyle hızla düşer. Böylelikle gazın termal enerjisinin kinetik enerjiye çevrilmesi ile ses üstü hızlara ulaşılmış olur [34,47]. CGDS sisteminin şematik gösterimi Şekil 2.5'de verilmiştir.



Şekil 2.5. CGDS sisteminin şematik gösterimi [32].

CGDS yönteminde, belirli bir kritik hızın altında kalan parçacıklar ya geri sekme yaparlar ya da altlık malzemesini erozyona uğratırlar. Kritik hız aşıldıktan sonra, hız artırıldıkça parçacıkların altlık üzerinde birikme oranları da artar [45].

CGDS kaplamalarda, parçacık ve altlık arasında atomik düfüzyon gerçekleşmesi için yeterince zaman bulunmadığından, atomik difüzyon geçerli bir bağlanma mekanizması olarak gösterilmemektedir. Bir AI - Cu sisteminde, parçacık ve altlık arasında sıcaklığın en yüksek olduğu zaman olan 20 ns (nano saniyelik) aralıkta, atomların altlığın içinde 0.004 nm (nano metre) ila 0.1 nm mesafe katetdiği belirtilmiştir [48].

Bazı araştırmalarda patlamalı kaynak mekanizmasıyla CGDS prosesinin bağlanma mekanizmasının benzer olduğu ileri sürülmüştür [49]. Patlamalı kaynakta iki metal tabakanın birbirine yüksek hızlarda çarpması ile lokal yumuşamalar oluşmakta ve sonuç olarak da katı halde metal jetler gözlemlenmektedir. Oluşan bu metal jetlerin, yüzeydeki oksitlerin temizlenmesine ve sonuç olarak da metaller arasında daha yakın ve temiz bir temas olmasına yol açtığı ve böylelikle metaller arası bağların daha kuvvetli olduğu kabul edilmektedir [34]. Bu argümanı desteklemek için Kee Hyun Kim ve arkadaşlarının çalışması örnek gösterilebilir [50]. CGDS prosesindeki metal jetlerin oluşumu şematik olarak Şekil 2.6'da gösterildiği gibidir.



Şekil 2.6. Metal parçacıklarda jet oluşumunun şematik gösterimi [50].

Şekil 2.6'dan da anlaşılacağı gibi metallerin jet oluşumu sadece çarpan parçacıklarda değil, altlıkla temas aynı zamanda parçacığın ettiği noktada, altlık yüzeyinde de gözlemlenebilmektedir. Jet oluşumuyla yüzeyler oksitten arınmış olurlar. Yüksek hızlı parçacıktan gelen enerji sayesinde basınç artışı olur ve böylelikle metalurjik bağlar meydana gelir [51]. Schmidt ve arkadaşları tarafından yapılan başka bir çalışmada, parçacık ve altlık teması modellenerek bağlanma mekanizmalarına açıklık getirilmeye çalışılmıştır [52]. Bu modellemede, Cu üzerine bakır partiküller gönderilmiş ve partikül altlık ara yüzeyinde yüksek kinetik enerjiden kaynaklı lokal ısı artışları olduğu gözlemlenmiştir.

Şekil 2.7 ve 2.8'de 25 µm çapındaki bakır partikülleri ve partiküllerin farklı hızlar için elde edilen soğuma eğrileri gösterilmektedir.



Şekil 2.7. Bakır partiküllere ait sıcaklık ve gerilme değişimi (başlangıç sıcaklığı 20°C) [52].



Şekil 2.8. Bakır partiküllerin farklı hızlar için elde edilen soğuma eğrileri [52].

Bakırın erime sıcaklığının çok üzerine çıkılmasa dahi, ısı dağılımı şekilden de görüleceği üzere 50 ns gibi bir süreden daha fazla zaman almaktadır. Bu süre zarfında deformasyon gerçekleşmekte ancak ısı dağılımı tamamlanmamış olmaktadır. Bu durumda bağlanma mekanizmasının adiyabatik kayma kararsızlığına (adiabatic shear instability) bağlı olarak gerçekleştiği düşüncesi hakim olmaktadır [52].

CGDS prosesindeki plastik deformasyonun etkilediği bir diğer durumda, bazı kaplamalarda yukarı tabakalara çıkıldıkça gözlemlenen lameller arası boşluklarda ki artıştır. Bunun temel nedeninin alt tabakalardaki parçacıkların kendi enerjilerinin dışında arkalarından gelen

parçacıklar tarafından da ezildikleri ve daha çok deformasyona uğramaları sonucu olduğu öne sürülmüştür [22]. Böylelikle alt tabakalarda lameller arası boşluk deformasyona bağlı olarak daha az, üst tabakalarda ise daha fazladır. Bu mekanizmanın şematik olarak gösterimi Şekil 2.9'da verilmiştir.

CGDS'lerin bağlanma mekanizmaları üzerine birçok araştırma yapılmış olmasına rağmen net bir görüş birliğine varılamamıştır. Araştırmaların devam etmesine karşın çarpışma ve bağlanma süreci ve bazı malzeme özellikleri hakkında bilgi eksikliği, araştırmaları kısıtlamaktadır [34].



Şekil 2.9. CGDS prosesinde arkadan gelen parçacıkların neden olduğu deformasyon süreci [22].

CGDS prosesinin birikme mekanizmasının temelde parçacıkların plastik deformasyonuna dayanmasından ötürü, kaplama malzemesinin seçimi metaller ve alaşımlar gibi sünek malzemeler ile sınırlı kalmaktadır. Her ne kadar seramikler gibi gevrek malzemeler sünek bir metal matriks içinde olduklarında CGDS kaplamada kullanılabilseler de, bu durum gevrek malzemelerin tek başlarına biriktirilebilecekleri şeklinde yorumlanmamalıdır [53]. Gevrek malzemelerin yalnız başlarına biriktirilemeyişleri, bağlanma mekanizmasının plastik deformasyona bağlı olduğu düşüncesini destekler yöndedir.

Plastik deformasyona uğrayan parçacıkların, bu deformasyon sırasında sertleşmeye uğramalarından dolayı, CGDS prosesi ile orjinal tozun mekanik özelliklerinden daha üstün özellikte kaplamalar üretmek mümkündür. CGDS yöntemi kullanılarak gerçekleştirilen bir çalışmada, konvansiyonel tozla yapılmış kaplamanın sertliğinin kaplama tozunun sertliğinden

daha yüksek olduğu görülmüş, bu durum deformasyon sertleşmesine bağlanmıştır [54]. Aslında bu durum, parçacıkların eritilmemesinin getirdiği avantajlardan biridir. Fakat CGDS prosesinin en önemli özelliklerinden birisi, sistemin düşük sıcaklıklarda çalıştığı ve parçacıklar inert gazlarla korunduğu takdirde, parçacıkların orjinal kompozisyon ve mikroyapı özelliklerinin korunması ve kaplamada çok düşük oksit oranlarına ulaşılabilmesidir.

CGDS yöntemi dışında, VPS ve LPPS gibi kaplamalarda oksit oranı CGDS yöntemindeki gibi düşük olsa da, bu tekniklerde parçacıklar eriyerek orjinal tozun mikroyapı özelliklerinden farklılık gösterdiği için CGDS yönemi ile tam olarak aynı sonuçları göstermeyecekleri unutulmamalıdır [34]. Yukarıda belirtilen açıklamalara karşın, son dönemlerde TiO₂ gibi metal matriks kullanılmadan, yalın olarak seramik parçacıklar ile kaplamalar üzerine başarılı çalışmalar yapılması ilgi çekici özelliktedir [55]. Seramik parçacıkların sünek altlıklar üzerine biriktirildiği çalışmalarda kayma kararsızlığı bağlanma mekanizması olarak öne çıksa da, seramik üzerine seramik ile yapılan çalışmalar henüz bu tarz kaplamalarda bağlanma mekanizmasına açıklık getirememişlerdir [55-56]. Ayrıca bu çalışmalar ile elde edilen seramik kaplamaların, sünek malzemelerle yapılan kaplamalar kadar başarılı ve kararlı olmadığı da belirtilmelidir.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Nikel esaslı süper alaşım olan Inconel 718 altlık üzerine, farklı termal sprey kaplama yöntemleri (APS, HVOF, CGDS) kullanılarak metalik bağ kaplama üretimi ve APS yöntemi ile seramik esaslı üst kaplamaların üretimi gerçekleştirilmiştir. CoNiCrAlY tozu kullanılarak üretimleri gerçekleştirilen bağ kaplamaların kalınlığı yaklaşık 100-150 µm, YSZ (ZrO₂+Y₂O₃) içerikli seramik üst kaplama kalınlığı ise yaklaşık 300 µm olarak belirlenmiştir. Üretimi gerçekleştirilen TBC'lerin farklı sıcaklık ve zaman şartlarında oksidasyon deneyleri yapılarak TGO oluşum yapısı ve büyüme davranışı incelenmiş ve literatürdeki çalışmalar dikkate alınarak karşılaştırmalı olarak açıklanmaya çalışılmıştır. Ayrıca TBC'lerin servis şartlarında termal çevrim/şok deneyleri gerçekleştirilmiştir. Üretilen TBC sistemlerinin bilyalı dövme prosesi uygulanan TBC sistemleriyle oksidasyon ve termal çevrim/şok koşullarındaki davranışları incelenmiştir.

3.1 Toz ve Altlık Malzemelerin Karakterizasyonu

Deneysel çalışmalarda, altlık malzeme olarak Ni esaslı bir süper alaşım olan Inconel 718 kullanılmıştır. Kaplamaların üretilmesinde kullanılan tozlar ise, bağ kaplamaların

üretilmesinde CoNiCrAIY ve üst kaplamaların üretilmesinde kullanılan ZrO₂–8%Y₂O₃ içerikli toz malzemelerden oluşturmaktadır. Her iki toz malzemenin üretici firmaları ve firmaların vermiş olduğu partikül boyut aralıkları Tablo 3.1'de gösterilmektedir.

Toz kompozisyonu (% Ağ.)	Partikül boyut aralığı (µm)	Üretici firma
CoNiCrAlY	5-37	Sulzer Metco
YSZ, ZrO ₂ +Y ₂ O ₃	-45+20	GTV

Tablo 3.1. Toz malzemelere ait özellikler

TBC sistemini oluşturan bağ ve üst kaplamalar ile servis koşulları altında oluşan TGO tabakasına ait fiziksel malzeme özellikleri Tablo 3.2'de belirtilmektedir.

Kaplama yapıları	Young modülü, E₀	Termal genleşme
	(GPa)	katsayısı, α₀ (10 ⁻⁶ K ⁻¹)
TGO (α-Al ₂ O ₃)	350-400	8-9
Bağ kaplama	200	13-16
(CoNiCrAIY)		
Üst kaplama (YSZ)	0-100	11-13

3.1.1 Toz malzemelerin partikül boyutu dağılımı analizleri

Kaplamalarda kullanılan toz malzemelerin lazer ile partikül boyut dağılımı analizleri Microtrack S3500 (ISO 13320-1) marka cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bağ ve üst kaplamalarda kullanılan toz malzemelere ait partikül boyut dağılım analiz grafikleri Şekil 3.1'de gösterilmektedir. CoNiCrAIY ve YSZ içerikli toz malzemelere ait ortalama toz boyut dağılımları (D₅₀) sırasıyla 30.76 µm ve 33.62 µm olarak ölçülmüştür.



Şekil 3.1. Toz malzemelerin partikül boyut dağılım analizleri; a. CoNiCrAIY, b. YSZ

3.1.2. Toz malzemelerin XRD analizleri

Toz malzemelerin karakterizasyon işlemleri CuKα radyasyonu kullanılarak Siemens D5000 marka XRD cihazında gerçekleştirilmiştir. Bağ ve üst kaplamaların üretilmesinde kullanılan CoNiCrAIY ve ZrO₂-8 %Y₂O₃ tozlarına ait XRD pikleri Şekil 3.2 ve 3.3'de gösterilmektedir. Grafiklerden de görüldüğü gibi kaplama proseslerinde kullanılan tozlar herhangi bir oksit veya kirlilik içermemekte ve kaplama üretimi için istenilen özellikleri göstermektedir.



Şekil 3.2. CoNiCrAlY tozuna ait XRD paternleri

Bağ kaplamayı oluşturacak CoNiCrAlY tozu, Ni-Co esaslı γ -matriksinden ve NiAl β çökeltilerinden oluşmaktadır. Grafikte elde edilen piklerden, bu fazlar açık bir şekilde gözlenmiştir. YMK γ -matriks (Co-Ni katı çözelti) fazına ait latis parametresi a: 3.58607 A°, 3 kuvvetli pik olarak (111), (200) ve (220) atomik düzlemlerinde ve 44.5°, 51.8° ve 76.3° 20 açılarında elde edilmiştir. NiAl HMK β -fazına ait pikler ise daha düşük şiddette gözlenmiştir. Üst kaplama için kullanılan YSZ tozunun ise tamamen tetragonal fazdan meydana geldiği Şekil 3.3'deki XRD piklerinden anlaşılmaktadır.



Şekil 3.3. ZrO₂-8%Y₂O₃ tozuna ait XRD paternleri

3.1.3. Toz malzemelerin mikroyapısal karakterizasyonu

Toz ve altlık malzemelerin karakterizasyonu LEO 1455VP marka SEM cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan bağ kaplama tabakasının üretiminde ticari CoNiCrAIY (Amdry 9951, Sulzer Metco) esaslı kaplama toz malzemesi, seramik üst kaplamaların üretiminde ise ticari YSZ (ZrO₂/Y₂O₃, GTV) esaslı kaplama toz malzemesi kullanılmıştır. Şekil 3.4'den CoNiCrAIY tozlarının küresel morfolojiye sahip olduğu görülmektedir. Şekil 3.5'de YSZ kaplama tozuna ait toz morfolojisi gösterilmektedir. YSZ tozları ise düzlemsel yapıda ve oldukça düzgün yüzey yapısına sahiptir.



Şekil 3.4. CoNiCrAlY kaplama toz morfolojisine ait SEM mikroyapı resmi



Şekil 3.5. ZrO₂-8%Y₂O₃ kaplama toz morfolojisine ait SEM mikroyapı resmi

3.1.4. Altlık malzemenin kimyasal kompozisyonu

Deneysel çalışmalarda altlık malzeme olarak kullanılan Inconel 718, genel olarak yüksek korozyon direnci ve sürünme dayanımına sahip, havacılık ve uzay endüstrisinde yüksek sıcaklık uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılan bir alaşımdır. Bu nedenle deneysel çalışmalarda altlık malzeme olarak Inconel 718 seçilmiştir.

Çalışmalarda kullanılacak numunelerin, termal çevrim/şok test ve yapışma mukavemet analizlerine uygun olabilmesi ve ilgili test cihazlarında kolaylıkla deneylerinin gerçekleştirilebilmesi amacıyla Inconel 718 malzeme önce tel erozyon yöntemiyle kesilmiş ve 1 inç çapında yuvarlak kesite sahip parçalar üretilerek oksidasyon deneylerinde kullanılacak numuneler hazır hale getirilmiştir. Numunelerin termal çevrim/şok deneylerinin yapılabilmesi için 1 inç çapa sahip, yuvarlak kesitli parçalar bilgisayar kontrollü bir CNC tezgahında işlenerek üzerlerine yivler açılmış ve deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere test numuneleri hazırlanmıştır. Inconel 718 malzemeye ait üreticinin vermiş olduğu nominal kimyasal bileşimleri % (ağırlıkça) Tablo 3.3'de gösterilmektedir.

Tablo 3.3. Inconel 718 altlık malzemenir	n kimyasal bileşimi (% ağırlıkça)
--	-----------------------------------

Elementler, % Kimyasal Bileşim									
Ni	Cr	Nb	Мо	Ti	AI	Со	Si	Cu	
53.55	18.0	5.31	3.03	0.96	0.56	0.27	0.09	0.06	
Mn	С	Та	Ρ	В	S	Fe			
0.06	0.03	0.01	0.007	0.004	0.001	Kalan			

3.2. Termal Bariyer Kaplamaların Üretilmesi

Inconel 718 süper alaşım altlıkların üzerine yapılan bağ kaplamaların üretilmesinde üç farklı yöntem kullanılmıştır. Kullanılan yöntemler; APS, HVOF, CGDS teknikleridir. Üst kaplamaların üretilmesinde ise sadece APS yöntemi kullanılmıştır.

Kaplama prosesleri öncesi deneysel çalışma numunelerine, yüzeylerin istenmeyen kalıntılardan (yağ, toz, kalıntı metal) temizlenerek belli bir pürüzlük değerine ulaşması ve kaplamanın yapışma mukavemetinin artmasının sağlanması amacıyla kumlama prosesi uygulanmıştır.

Kumlama prosedürü olarak, yaklaşık 10 cm'lik mesafeden yüzeyle 75°'lik açı yapacak şekilde altlık malzemeler için 2.5 bar, üst kaplama öncesi bağ kaplamalar için 1-1.5 bar değerindeki basınçlı hava yardımı ile Al₂O₃ tozları (60 mesh) püskürtülmüştür. Kaplama proseslerinin sağlıklı olarak yürütülebilmesi için, yüzey pürüzlülük ölçüm işlemi sonrasında ve kaplama proseslerinden önce numune yüzeyleri etil alkol içerisinde ultrasonik temizleme yöntemi ile temizlenerek kaplama proseslerine hazır hale getirilmiştir.

Kaplama prosesinde kullanılacak her bir numune grubundan referans numuneler alınarak, numunelerin belirli noktaları kalıcı kalem ile işaretleme yapıldıktan sonra yüzey kalınlıkları µm olarak ölçülmüş ve kaplama prosesindeki ortalama kalınlık değişimleri saptanmıştır. Kaplama sprey koşulları, literatürde yayınlanan bu alandaki çalışmalar incelenerek, sprey ekipmanı ve toz üreticisi tarafından sağlanan standart koşullar olarak belirtilen referanslar ve üniversite termal sprey araştırma grubunun bu alandaki deneyimleri dikkate alınarak belirlenmiştir. Kaplama sprey proseslerinde kullanılan numunelerin bağ ve üst kaplama tozu ve kalınlıkları yaklaşık olarak sırasıyla 100 µm kalınlığa sahip CoNiCrAlY içerikli bağ ve 300 µm kalınlığa sahip ZrO₂–8%Y₂O₃ seramik üst kaplamadan oluşmaktadır. Oksidasyon ve termal çevrim/şok deneylerinde kullanılan TBC'lerin altlık ve kaplama tabakalarına ait şematik gösterim ile bağ ve üst kaplamaların üretilmesinde kullanılan sprey tabancası ve toz özellikleri Şekil 3.6 ve Tablo 3.4' de verilmektedir.



Şekil 3.6. Oksidasyon ve termal şok çalışmalarında kullanılan TBC'lerin şematik gösterimi; a. Altlık ve bağ kaplamaya sahip olan kaplama sistemi, b. Altlık, bağ ve seramik üst kaplamaya sahip olan TBC sistemi [57].
Kaplama	Sprey Tabancası		Toz malzeme özellikleri	
Каріапіа	Yöntem	Üretici	Toz üreticisi	Nominal
Türü				partikül boyutu
	APS	F6-GTV		
		Germany		
Bağ	HVOF	K2-GTV	CoNiCrAIY, Amdry	5-37 µm
kaplama		Germany	9951, (Sulzer Metco)	
	CGDS	Plasma		
		Giken		
		PCS,		
		Japan		
Üst	APS	F6-GTV	ZrO ₂ /Y ₂ O ₃ , 92/8,	-45+20 µm
kaplama		Germany	(GTV)	

Tablo 3.4. Bağ ve üst kaplamalara ait sprey tabancası ve toz özellikleri

3.2.1. Bağ ve üst kaplamaların üretilmesine ait sprey parametreleri

APS, HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen bağ kaplamaların ve APS tekniğiyle üretilen üst seramik kaplamaların üretilmesinde kullanılan kaplama üretim parametreleri Tablo 3.5'de verilmiştir.

APS-Bağ kaplama					
Ark akımı	Elektriksel güç	Argon akış oranı	Hidrojen akış oranı		
600 A	40 kW	65 slpm	14 slpm		
Toz besleme oranı	Kaplama				
30 g/min	140 mm				
	HVOF-	Bağ kaplama			
Yanma gazları	Toz taşıyıcı	Toz besleme oranı	Kaplama mesafesi		
O ₂ (880 slpm) ve	Argon	50 g/min	330 mm		
Kerosen (25 l/h)	(15 slpm)				
Toz besleme gaz akışı					
12 slpm					
	CGDS-	Bağ kaplama			
Sprey basıncı	Gaz sıcaklığı	Çalışma gazı	Kaplama mesafesi		
3 Mpa / 30 bar	600 °Č	Helyum	15 mm		
		(1000 slpm)			
Tabanca hızı					
20 mm/sn					
APS-Üst kaplama					
Ark akımı	Ark voltajı	Elektriksel güç	Argon akış oranı		
630 A	65 V	40 kW	44 slpm		
Hidrojen akış oranı	Toz besleme	Kaplama mesafesi			
13 slpm	25 g/min	90 mm			

Tablo 3.5. Bağ ve üst kaplama üretiminde kullanılan proses parametreleri

3.3. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümleri

Kumlama sonrası altlık malzeme, bağ ve üst kaplamalara ait yapılan yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri DIN EN ISO 3274 normuna göre, contact stylus instrument Hommelwerke marka cihaz kullanılarak, standart gereğince her bir numunenin üzerinde 5 ila 10 arasında değişen farklı noktalarından ölçüm yapılarak ortalama yüzey pürüzlük değerleri elde edilmiştir.

3.3.1. Altlık ve kaplamaların yüzey pürüzlülük ölçümleri

Tablo 3.6'da kumlama sonrası altlık malzeme, bağ ve üst kaplamalara ait ortalama yüzey pürüzlülük değerleri verilmektedir.

	-	
Malzeme ve Kaplamalar	R _a (µm)	R _z (μm)
Inconel 718	5.38	33.26
(Kumlama yapılmıs)		
APS- Bağ kaplama	7.34	48.32
APS-Üst kaplama	5.15	35.21
Inconel 718	5.53	37.40
(Kumlama yapılmış)		
HVOF- Bağ kaplama	5.44	34.58
APS-Üst kaplama	4.96	34.53
Inconel 718	3.28	22.25
(Kumlama yapılmış)		
CGDS - Bağ kaplama	9.22	62.63
APS-Üst kaplama	5.34	34.81

Tablo 3.6. Deneysel numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri

3.4. Termal Bariyer Kaplamaların Karakterizasyonu

Oksidasyon ve termal çevrim/şok deneylerinde kullanılan TBC numunelerine ait kaplama sonrası görüntüler Şekil 3.7'de gösterilmektedir. Bağ ve üst kaplamaları üretilen TBC numunelerinin mikroyapısal incelemelerine, numunelerin hassas kesme cihazında kesilmesi ile başlanmıştır.

Otomatik kesme makinesiyle kesilerek hazırlanan numuneler daha sonra iletken parçacıklar içeren fenolik bir toz (Polyfast) bileşik kullanılarak 180° sıcaklık ve 25 kN kuvvet altında sıcak preslenerek kalıplanmıştır. Oksidasyon sonrasında kullanılan deneysel çalışma numunelerinde ise, numune yüzeylerinin testler sonrası hassas olmaları sebebiyle soğuk kalıplama yöntemi uygulanmıştır. Kalıplanan numunelerin zımparalama ve parlatma işlemleri TegraForce-5 cihazında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.7. Deneysel çalışmalarda kullanılan kaplanmış oksidasyon ve termal çevrim/şok test numuneleri (yiv açılmış)

SEM ile yapılacak incelemeler için ilk önce numuneler sırasıyla 120, 220, 600 ve 1200 (mesh) numaralı diskler ile zımparalanmış, daha sonra sırasıyla 6-3-1 µm boyutlarındaki elmas aşındırıcı içeren solüsyonlar ile parlatılmış ve numuneler mikroskop incelemeleri için hazır hale getirilmiştir. Metalografik numune hazırlama parametreleri Tablo 3.7'de, bakalite alınmış numuneler ise Şekil 3.8'de görülmektedir. SEM incelemesi öncesi numuneler, elektriksel iletkenlik sağlanması amacıyla karbonla kaplanmış ve fırın ortamında yaklaşık 100 °C sıcaklık ve 2-3 saatlik süre periyodunda tutularak, bünye içerisindeki fiziksel bağlı suyun gittiğinden emin olunarak SEM incelemeleri gerçekleştirilmiştir.

Zımparalama Aşaması					
Zımpara	Basınç	Hız (rpm)	Süre	Su kullanımı	
(mesh)	(N/mm²)		(saniye)		
120					
220					
600	20	300	180	+	
1200					
Parlatma Aşaması					
Kumaş Türü	Elmas Boyutu	Basınç	Hız (rpm)	Su kullanımı	
		(N/mm²)			
Pan	6 µm				
Mol	3 µm	20	200	-	
Nap	1 µm				



Şekil 3.8. Mikroyapısal karakterizasyon çalışmalarında kullanılan, zımparalama ve parlatma işlemleri tamamlanmış olan sırasıyla; sıcak ve soğuk bakalite alınmış karakterizasyon numuneleri

Kaplamalara ait karakterizasyon işlemleri; CuKα radyasyonu kullanılarak Siemens D5000 ve Rigaku D/max-200/PC marka X ışını difraktometresi (XRD), JSM-6060 JROL, TESCAN ve LEO 440 markalarında taramalı elektron mikroskopları (SEM), Olympus GX51marka optik mikroskop, Zeiss StereoV12 marka stereo mikroskop, Olympus a4i ve Lucia marka yazılıma sahip görüntü analiz programları, Future Tech FM-700 marka mikrosertlik cihazı ve Fischer-Cripps-IBIS marka nanoindentasyon sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3.5. Termal Bariyer Kaplamaların Mekanik Özellikleri

Altlık malzeme ve kaplamalara ait mikrosertlik ölçümleri DIN EN ISO 4516 normuna göre Duramin marka test cihazında yapılmıştır. Ölçümler, Vickers batıcı uçla 15 saniye süre ile 100 g ağırlıkta gerçekleştirilmiştir. Farklı bağ kaplama prosesleriyle üretilen termal bariyer kaplamaların bağ/üst kaplama ara yüzey yapışma mukavemetleri DIN EN 582 normuna göre Heckert FP-100 test cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yapışma mukavemeti testlerinde 25x25x50 mm ölçülere sahip disk şeklindeki standart test numuneleri kullanılmıştır. Kaplama yapışma test numunesine karşılık olarak kaplama yapılmamış Al₂O₃ püskürtülerek kumlanmış yüzeye sahip aynı ölçüdeki test numunesi HTK ultra bond 100 marka bir yapıştırıcı ile uygun aparatlar içerisinde yapıştırılmıştır. Daha sonra Memmert marka bir etüv fırını içerisinde 150 °C sıcaklık ve 90 dakika süre ile yapışma mukavemeti test numuneleri bekletilmiştir. Fırından alınan numuneler Heckert FP-100 marka çekme test cihazında, 10 mm/dk hız aralığında her bir kaplama sistemi için en az 3 kez tekrarlanmak suretiyle kaplamaların yapışma mukavemeti belirlenmiştir. APS, HVOF ve CGDS yöntemleri ile üretilen CoNiCrAIY bağ ve APS yöntemi ile üretilen YSZ üst kaplamaya sahip TBC'lerin elastik modül değerleri nanoindentasyon metoduyla belirlenmiştir. İndentasyon için Fischer-Cripps, IBIS marka nanoindentasyon cihazı ile standart elmas Berkovich uç kullanılmıştır. Nanoindentasyon testleri, numunelerin zımparalanmış ve parlatılmış kesitleri üzerinde gerçekleştirilmiştir. Her bir tabakadan ara yüzeye paralel 10 adet indentasyon ölçümü yapılmıştır.

İndentasyonlar arasında etkileşim olmaması için her bir ölçüm noktasından itibaren aralıklı olarak 25 µm'lik boşluk bırakılmıştır. Kaplamalara Berkovich ucun batacağı noktalar optik mikroskopla belirlenmiş ve mümkün olduğunca tabakaların sınır noktalarından kaçınılmıştır. Ayrıca ucun batacağı noktaların belirgin şekilde görülen oksit ve porozitelere denk gelmemesine özen gösterilmiştir. Testlerde uygulanan maksimum yük 100 mN ve maksimum yükte tutma süresi 10 sn'dir. Kaplamaların elastik modül değerlerinin elde edilmesinde, her bir izin yükleme boşaltma eğrilerinden faydalanılmıştır.

3.6. Termal Bariyer Kaplamaların İzotermal Oksidasyon Davranışları

Üretilen kaplamaların izotermal oksidasyon davranışları Nabertherm marka yüksek sıcaklık fırınında 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda ve 8, 24, 50 ve 100 saatlik sürelerde atmosferik şartlarda gerçekleştirilmiştir. TBC kaplamaların oksidasyon testlerinde; oksidasyonun oluşumunu belirten şematik resim Şekil 3.9'da gösterilmektedir.



Şekil 3.9. Oksidasyon çalışmalarında kullanılan TBC'lerin oksidasyonuna ait şematik gösterim; a. Altlık, bağ ve üst kaplama yapısını gösterir TBC sistemi, b. Oksidasyon esnasında oksijen penetrasyonu ile oluşan alümina ve karışık oksitlerden oluşan TGO yapısını gösteren TBC sistemi [57].

3.7. Termal Bariyer Kaplamaların Termal Çevrim/Şok Davranışları

Inconel 718 altlık malzeme üzerine, farklı termal sprey kaplama yöntemleri kullanılarak üretilen metalik bir bağ kaplama ve seramik üst kaplamaya sahip TBC sistemlerinin termal şok testleri gerçekleştirilmiştir.

Dairesel geometrideki termal şok numuneleri, propan ve oksijenin beraber kullanıldığı bir brülör vasıtasıyla, periyodik olarak ısıtılıp sonrasında basınçlı hava ile soğutulmuştur. Numune yüzeyi brülör alevi tam numunenin ortasına gelecek şekilde merkezlenmiş ve numunenin çok hızlı bir şekilde ısıtılması sağlanmıştır.

Termal çevrim/şok testlerinde kullanılan numune geometrisi ve sırasıyla altlık malzeme, bağ ve üst kaplamaları yapılmış numunelere ait gösterimler Şekil 3.10 ve Şekil 3.11'de verilmektedir.



Şekil 3.10. Termal çevrim/şok çalışmalarında kullanılan numune geometrisi



Şekil 3.11. Deneysel çalışmalarda kullanılan numunelerin makroyapı görüntüleri; a. kaplama prosesi öncesi, b. bağ kaplama üretimi sonrası, c. üst kaplama üretimi sonrası

4. BULGULAR

4.1. Termal Bariyer Kaplamaların Mikroyapısal Karakterizasyonu

Bağ ve üst kaplamaları APS tekniğiyle üretilen TBC'lere ait kaplama ara yüzey SEM görüntüsü Şekil 4.1'de verilmiştir. APS tekniğiyle üretilen TBC yapısı, şekilden de görüldüğü üzere proses üretim koşullarından kaynaklanan yüksek porozite içeriğine sahip olup, çatlak, oksit ve benzeri birçok hatalı oluşum yapısını da içerisinde barındırmaktadır.



Şekil 4.1. APS tekniğiyle üretilen TBC'ye ait ara yüzey mikroyapısı

Şekilde porozite içeren alanlar koyu siyah renkte, oksit oluşum yapıları ise gri renk tonunda görülmektedir. Şekil 4.2'de APS bağ kaplama sistemine ait SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı gösterilmiştir. Bağ kaplama mikroyapısında prosesin üretiminden kaynaklanan oksit içerikli yapı görülmektedir.





Şekil 4.2. APS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya ait elementel analiz görüntüsü

Bağ kaplaması HVOF ve üst kaplamaları APS tekniğiyle üretilen TBC'lere ait kaplama ara yüzey SEM görüntüsü Şekil 4.3'de verilmiştir. HVOF tekniğiyle üretilen bağ tabakası, tercih edilen bir kaplama yapısına sahiptir. Gözle görülür minimum oranda hata içeriğine (porozite) sahip olmakla birlikte, kaplama ara yüzeyi oldukça düz ve temizdir. APS tekniğiyle üretilen TBC yapısına göre çatlak ve diğer oluşum yapıları oldukça düşük düzeydedir. Şekil 4.4'de HVOF bağ kaplama sistemine ait SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı gösterilmiştir. HVOF bağ kaplama yapısı yoğun içerikte olup, oksit ve porozite içeriği minimum düzeydedir.



Şekil 4.3. HVOF tekniğiyle üretilen TBC'ye ait ara yüzey mikroyapısı





Şekil 4.4. HVOF tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya ait elementel analiz görüntüsü

Bağ kaplaması CGDS ve üst kaplamaları APS tekniğiyle üretilen TBC'lere ait kaplama ara yüzey SEM görüntüsü Şekil 4.5'de verilmiştir. CGDS tekniğiyle üretilen bağ tabakası yapısının, gözle görülür biçimde boşluk ve porozite içerdiği görülmektedir. Bağ kaplama yapısında bu boşluk ve gözeneklerin bulunması, biriktirme esnasında birbirine çarpan partiküllerin yetersiz bölgesel plastik deformasyona uğraması ve bu durumun iki bitişik partikül arasında küçük boşlukların oluşumuna sebep olmasından kaynaklanmaktadır. Benzer bir durum, CoNiCrAIY içerikli bağ kaplama üretiminde CGDS tekniğinin kullanıldığı bir çalışmada da gözlenmiştir [42].



Şekil 4.5. CGDS tekniğiyle üretilen TBC'ye ait ara yüzey mikroyapısı

Şekil 4.6'da CGDS bağ kaplama sistemine ait SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı gösterilmiştir. Bağ kaplama yapısından kaplamanın yoğun ve düşük porozite içeriğine sahip olduğu görülmekte olup, aynı zamanda yapı içerisindeki AI elementinin üniform olarak dağıldığı görülmektedir. Tablo 4.1'de TBC sistemlerinin üretilmesinde kullanılan, farklı bağ kaplamalara ait AI konsantrasyonlarını elementel yüzde olarak gösteren, SEM/EDS yarı nicel analiz sonuçları verilmektedir.





Şekil 4.6. CGDS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya ait elementel analiz görüntüsü

Tablo 4.1. Bağ kaplamalardaki Al konsantrasyon içerikleri (%)

Kaplama Sistemi	Al konsantrasyonu (elementel %)
APS-CoNiCrAlY	8.02
HVOF-CoNiCrAlY	9.32
CGDS- CoNiCrAIY	8.80

Tablo 4.1'den de görüldüğü üzere APS-CoNiCrAIY bağ kaplamaların Al konsantrasyonu HVOF ve CGDS yöntemleri ile üretilen bağ kaplamalara göre daha düşük orandadır.

APS tekniği kullanılarak üretilen kaplamalar, üretim prosesinden kaynaklanan porozite ve oksit içeriğine sahiptir. Bu durum atmosfere açık olarak gerçekleştirilen biriktirme koşullarından kaynaklanmaktadır. HVOF tekniğiyle üretilen kaplamalar ise yoğun ve üniform yapıları sebebiyle, tercih edilen bir kaplama yapısına sahiptir. CGDS tekniği kullanılarak üretilen kaplamalarda da HVOF kaplamalardaki gibi yoğun bir yapı bulunmaktadır. Çünkü bu yöntemde biriktirme toz partiküllerin erimesi şeklinde değil plastik deformasyonu ile gerçekleşmekte ve ayrıca işlemin düşük sıcaklıkta yapılması sonucunda APS kaplamalara göre daha düşük düzeyde oksit ve porozite içeriği elde edilmektedir.

Tüm bu belirtilen durumlar ve yukarıda verilen kaplamalara ait mikroyapı ve elementel analiz görüntüleri değerlendirildiğinde HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen bağ kaplama yapılarındaki Al konsantrasyonunun APS tekniğiyle üretilen kaplamalara oranla daha yüksek seviyede olmasının sebebi anlaşılmış olur. HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen TBC ara yüzeylerinde ki oksit içerikleri APS tekniğiyle üretilen TBC sistemindeki BC/TC ara yüzeylerinde ki oksit içerikleri APS tekniğiyle üretilen TBC tekniğiyle üretilen TBC'lerin bağ kaplama yapısında, gözle görülür oranda porozite ve boşluk içerikleri bulunmaktadır. (Bkz. Şekil 4.5) Bağ kaplama yapısındaki bu boşluk ve gözenekler, biriktirme esnasında birbirine çarpan partiküllerin yeterli bölgesel plastik deformasyona uğramadığını ve bu durumun da iki bitişik partikül arasında küçük boşlukların oluşumuna sebep olmasından kaynaklandığını göstermektedir. Yukarıda özetlenen kaplama özelliklerine benzer oluşum yapıları, daha önce yapılan bazı diğer çalışmalarda da elde edilmiştir [42,121].

4.1.1. Kaplamaların porozite içerikleri

TBC'lerin bağ ve üst kaplamalarına ait porozite ölçümleri, her bir kaplama tabakasından 10 adet mikroyapı fotoğrafı alınarak, mikroyapılardaki matris ve porozite yapılarının, görüntü analiz programında tanımlanması sonucunda gerçekleştirilmiştir. Örnek bir porozite tayinini gösteren fotoğraf ile bağ ve üst kaplamalara ait porozite ölçüm sonuçları sırasıyla, Şekil 4.7 ve Tablo 4.2' de gösterilmektedir.



Şekil 4.7. Görüntü analizi ile porozite ölçümü gösterimi

Tablo 4.2. APS, HVOF ve CGDS yöntemleri ile üretilen kaplamalara ait porozite ölçüm sonuçları

Malzeme	Bağ kaplama porozite	Üst kaplama porozite	
	oranı (%)	oranı (%)	
APS-TBC	8.0 ± 2.0	7.0 ± 0.6	
HVOF-TBC	0.8 ± 0.5	6.0 ± 0.7	
CGDS-TBC	3.1 ± 1.0	5.3 ± 0.5	

Tablo 4.2'den de görüldüğü üzere APS bağ kaplamalar, üretim yönteminden kaynaklanan tipik olarak yüksek porozite içeriğine sahiptir. HVOF bağ kaplamalar, üretim esnasında partiküllerin birbirlerine çok iyi bir şekilde bağlanmaları sebebiyle çok düşük oranda porozite içeriğine sahiptir. CGDS bağ kaplamalar ise yukarıda da belirtildiği üzere biriktirme esnasında birbirine çarpan partiküllerin yetersiz bölgesel plastik deformasyona uğraması ve bu durumun iki bitişik partikül arasında küçük boşluklar oluşumuna sebebiyet vermesi sonucu, belirli bir miktarda porozite içermektedir. Her üç farklı bağ kaplama yöntemiyle üretilen TBC'lere ait seramik üst kaplamalar, üretimlerinde kullanılan APS yönteminin tipik özelliği olarak, yapılarında %5-7 oranları arasında porozite ihtiva etmektedirler.

4.2. Bağ ve Üst Kaplamalara Ait XRD Analizleri



APS, HVOF ve CGDS bağ ve üst kaplamalara ait XRD paternleri Şekil 4.8 ve Şekil 4.9'da gösterilmektedir.

Şekil 4.8. CoNiCrAlY içerikli üretilen bağ kaplamalara ait XRD paternleri; a. CGDS, b. HVOF ve c. APS tekniği

Üç farklı yöntem ile üretilen CoNiCrAlY bağ kaplamasının XRD analizlerinde benzer görünüm elde edilmiştir. XRD analizlerinde bağ kaplama tabakasının γ matriks fazından oluştuğu belirlenmiş ve β çökeltilere ait herhangi bir pik her üç yöntem ile üretilen kaplamalarda gözlenmemiştir. YSZ üst kaplamanın XRD analizinde ise üst kaplama tabakasının ZrO₂ fazı içeren tetragonal fazdan oluştuğu belirlenmiştir (Şekil 4.9).



Şekil 4.9. ZrO₂-8%Y₂O₃ içerikli üst kaplamalara ait XRD paternleri

4.3. Kaplamaların Mekanik Özellikleri

4.3.1. Kaplamaların mikrosertlik ölçümleri

Altlık malzeme ve kaplamaların Duramin marka test cihazında Vickers uçla 15 saniye süre ile 100 g ağırlıkta ölçülen sertlik ölçüm sonuçları Tablo 4.3'de verilmektedir. Her bir kaplama tabakasından yüzeye paralel olarak ortalama 10 ölçüm yapılarak ve ölçümler arasında etkileşim olmaması için her bir ölçüm noktasından itibaren aralıklı olarak boşluk bırakılarak testler gerçekleştirilmiştir. Inconel 718 süper alaşım altlığa ait sertlik değeri mikrosertlik ölçümü sonucunda 517±20 Hv aralığında bulunmuştur.

Malzer	ne	Bağ kaplama mikrosertlik (Hv)	Üst kaplama mikrosertlik (Hv)
APS kap	lama	350 ± 25	708 ± 40
HVOF ka	plama	477 ± 40	728 ± 35
CGDS ka	plama	550 ± 60	717 ± 35

Tablo 4.3. APS, HVOF ve CGDS kaplamalara ait mikrosertlik ölçüm sonuçları

YSZ üst kaplamaların mikrosertlikleri beklendiği gibi birbirine yakın değerlerde elde edilmiştir. Bu durum üst kaplamaların hepsinin APS yöntemiyle üretilmesinden kaynaklanmakta ve üst kaplama tabakaları çok kalın olduğu için, bağ kaplama çeşidi üst kaplamanın sertliğini değiştirecek bir farklılığa neden olmamaktadır. CGDS ve HVOF teknikleri kullanılarak üretilen bağ kaplamaların, APS tekniği kullanılarak üretilen bağ kaplamaya oranla çok daha sert olduğu görülmektedir. HVOF ve özellikle CGDS kaplamaların birikmesi, parçacıkların yüksek kinetik enerjisi sonucunda plastik deformasyona uğramaları sonucu gerçekleşmektedir. Bu kaplamaların birikmesinde, APS'den farklı olarak, parçacıklar katı veya yarı katı haldedirler. Dolayısıyla bu kaplamaları oluşturan parçacıklar deformasyon esnasında sertleşmekte ve yoğun bir kaplama yapısı oluşturmaktadırlar [34]. Bunun sonucu olarak da APS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaların sertlik değerleri CGDS ve HVOF teknikleri kullanılarak üretilen bağ kaplamalardan daha düşük olarak elde edilmektedir.

4.3.2. Kaplamaların yapışma mukavemeti ölçümleri

Kaplamaların yapışma mukavemetlerinin belirlenebilmesi amacıyla, çekme test cihazında gerçekleştirilen testler sonucunda kaplamalar farklı kopma bölgelerinden hasara uğrayabilmektedir. Kaplamalar, çelik bar ve üst kaplama arasındaki yapıştırıcının birleşme yüzeyinden kopabileceği gibi, bağ ve üst kaplama ara yüzeylerinden de kopabilmekte bazen de bu iki durumun birleşiminden oluşan bir hasar durumu oluşabilmektedir. Hasar oluşum modlarının daha net anlaşılabilmesi amacıyla Şekil 4.10'da çekme test cihazında, yapışma mukavemeti testlerinin gerçekleştirildiği deney numunesi gösterilmektedir.

1	2 3 4	5 2	1

Şekil 4.10. Yapışma mukavemeti testlerinin gerçekleştirildiği deney numunesi; (1) çelik çubuklar, (2) yapıştırıcı, (3) üst kaplama, (4) bağ kaplama, (5) altlık malzeme [64].

Farklı bağ kaplama teknikleriyle üretilen TBC'lerin bağ/üst kaplama ara yüzey yapışma mukavemetleri DIN EN 582 normu kullanılarak, çekme test cihazında 10 mm/dk hız aralığında çekilerek ölçülmüştür. Her bir TBC sistemine ait yapışma mukavemeti testi, test sonuçlarının doğrulanabilir olması açısından üç kez tekrarlanmıştır. TBC sistemlerinin ortalama ve alt/üst limit ara yüzey yapışma mukavemet değerleri Şekil 4.11'de gösterilmektedir.



Şekil 4.11. Farklı bağ kaplama teknikleriyle üretilen TBC'lere ait yapışma mukavemeti değerleri

TBC'ler için elde edilen ortalama bağ ve üst kaplama ara yüzey yapışma mukavemet değerleri APS, HVOF ve CGDS yöntemleri için sırasıyla, 38 MPa, 55 MPa ve 58 MPa olarak belirlenmiştir. Elde edilen bu değerler literatürle uyumludur [64,93]. HVOF-TBC ve CGDS-TBC sistemlerine ait yapışma mukavemeti değerleri birbirine çok yakındır ve her iki tip kaplama sisteminde de APS ile üretilenden daha yüksek yapışma mukavemet değerleri elde edilmiştir. Kaplama biriktirme proseslerinde, çarpma esnasındaki yüksek partikül hızı, düşük seviyedeki kalıntı ve basma gerilmeleri kaplamaların yüksek yapışma mukavemeti göstermelerinin temel nedenidir [70]. Bu durum, HVOF ve CGDS teknikleri ile üretilen kaplamalardaki elde edilen yüksek yapışma mukavemetinin sebebi olarak düşünülmektedir.

4.3.3. Kaplamaların nanoindentasyon ölçümleri

APS, HVOF ve CGDS yöntemleri ile üretilen CoNiCrAIY bağ kaplama ve APS yöntemi ile üretilen YSZ üst kaplamaya sahip TBC'lerin elastik modül değerleri nanoindentasyon metoduyla belirlenmiştir. Nanoindentasyon testleriyle malzemenin mekanik olarak karakteristik özellikleri belirlenmektedir. Testlerde uygulanan maksimum yük 100 mN'dur ve maksimum yükte tutma süresi 10 sn'dir. Kaplamalardan elastik modül değerlerinin elde edilmesinde, her bir izin yükleme boşaltma eğrilerinden faydalanılmıştır. Bu eğrilerin şematik gösterimi Şekil 4.12'de gösterildiği gibidir [70, 177].



DERİNLİK, h



Direngenlik (stiffness) ve temas alanı kullanılarak malzeme ve ucun birleşik elastik modülü (Er) Eşitlik 4.1'de ki formül kullanılarak hesaplanmıştır [178].

$$Er = [(\pi^{0.5})*S]/2*\beta*(A^{0.5})$$
 Eşitlik 4.1

Bu formülde β katsayısı Berkovich uç için 1.034 alınmıştır [178]. S ise yukarıdaki şekilde gösterildiği gibi boşaltma eğrisinde maksimum yüke yakın noktadan alınan eğim (dP/dh) ile bulunan direngenliktir. A, ucun malzemeyle maksimum yükte teması sırasındaki iz alanıdır. Bu alan geometrisi bilinen bir uç için derinliğe bağlı bir fonksiyonla bulunur. Berkovich uç için bu fonksiyon Eşitlik 4.2'de verildiği gibi alınmıştır [177].

A=24.5
$$h_c^2$$
 Eşitlik 4.2

Bu formülde h_c ucun malzemeyle teması sırasındaki derinliktir. Bu derinlik yükleme eğrisinde görülen maksimum derinlik üzerinden hesaplanmıştır. Berkovich uç için bu değer Eşitlik 4.3'de ki formül kullanılarak belirlenmiştir [177].

$$h_c = h_{maks} - \epsilon^* (P_{maks}/S)$$

Eşitlik 4.3

Bu formülde h_{maks} maksimum yükte cihazın ölçtüğü derinliktir. ϵ^* ise geometriye bağlı bir katsayıdır ve Berkovich için 0.75 alınmaktadır [179].

Poisson oranı bilinen numune ile poisson oranı ve elastik modülü bilinen ucun değerleri kullanılarak Eşitlik 4.4'de verilen formül ile numunenin elastik modülü bulunmaktadır [169].

$$1/E_r = [(1-v_u^2)/E_u] + [(1-v_n^2)/E_n]$$
 Eşitlik 4.4

Eşitlik 4.4'de verilen formülde v_u ve E_u ucun poisson oranı ve elastik modülü, v_n ve E_n ise numunenin poisson oranı ve elastik modülüdür. Elmas ucun elastik modülü literatüre uyumlu olarak 1041 GPa, poisson oranı ise 0.07 alınmıştır [177]. Altlık ve bağ kaplamanın poisson oranı literatüre uygun olarak 0.32 alınırken, YSZ üst kaplama için poisson oranı 0.25 alınmıştır [180]. Üretimleri gerçekleştirilen TBC sistemlerine ait altlık malzeme, bağ ve üst kaplamalara ait nanoindentasyon ölçümlerine ilişkin yükleme-boşaltma eğrileri Şekil 4.13, Şekil 4.14 ve Şekil 4.15'de gösterilmektedir.



Şekil 4.13. Inconel 718 altlık malzemeye ait yükleme-boşaltma eğrisi

Şekil 4.13'de verilen altlık malzemeye ait yükleme boşaltma eğrilerinin neredeyse tamamen çakıştığı görülmektedir. Tek kristal yapıya sahip, porozite ve çatlak gibi kusurlar içermeyen numuneden beklendiği gibi bir sonuç elde edilmiştir. Şekil 4.14'de bağ kaplamalardan elde edilen yükleme-boşaltma eğrileri verilmektedir. Bağ kaplamalardan elde edilen eğrilerin altlık malzemeye kıyasla daha dağınık halde olduğu görülmektedir. APS bağ kaplama numunelerinde edilen edilen dağınık eğrilerin, HVOF ve CGDS bağ kaplama numunelerinde daha düzenli ve çakışan yapıda olduğu görülmektedir. Bu durumun APS bağ kaplamadaki porozite içeriğinin küçük ve üniform dağılmış olması ve daha fazla porozite gibi boşluklar





Şekil 4.14. Bağ kaplamalardan elde edilen yükleme-boşaltma eğrileri; a. APS bağ kaplama, b. HVOF bağ kaplama, c. CGDS bağ kaplama

Şekil 4.15'de verilen üst kaplamalardan elde edilen eğrilerde ise çok nadir çakışma gözlemlenmektedir. Bu durumun TBC'nin uzama toleransını artıran mikroçatlaklar, ve ısıl iletkenliğini düşüren splatlar arası boşluk ve porozitelerden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.15. Üst kaplamalardan elde edilen yükleme-boşaltma eğrileri; a. APS-TBC, b. HVOF-TBC, c. CGDS-TBC

Yükleme ve boşaltma eğrileri kullanılarak yapılan hesaplamalar sonucunda elde edilen elastik modül değerleri Tablo 4.4'de verilmiştir.

Tablo 4.4. Kaplamaların üretimi sonrasında altlık, bağ ve seramik üst kaplamalara ait bulunan elastik modül değerleri (E,GPa)

Kaplama Tabakaları	Deneysel Çalışmalarda Bulunan Elastik Modül			
	Değerleri (GPa)			
	APS	HVOF	CGDS	
Altlık Malzeme	209			
APS-YSZ Üst Kaplama	101±22	108±28	107±25	
CoNiCrAlY Bağ Kaplama	111±16	167±11	156±13	

4.4. Kaplamaların Oksidasyon Sonrası Mikroyapısal Değişimleri

4.4.1. APS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC'lerin değişen sıcaklık ve zamana bağlı mikroyapısal değişimleri

APS tekniğiyle üretilen CoNiCrAlY bağ ve YSZ üst kaplamalara ait 1000 °C sıcaklık ve 8, 24, 50 ve 100 saat olarak gerçekleştirilen oksidasyon sonrası yapılan mikroyapısal incelemeler Sekil 4.16'da gösterilmektedir. APS tekniğiyle üretilen TBC yapıları, PS kaplamaların tipik karakteristik özelliği olan lamelli yapıdadır. TGO oksit tabakası üst seramik kaplamadan oksijenin penetrasyonu sonucu bağ ve üst kaplama ara yüzeyinde oluşmaktadır. TGO oksit yapısı tüm kaplama arayüzeylerinde net bir şekilde gözlenmiştir. TGO yapısının kalınlığı, artan zamana bağlı olarak artış göstermektedir. Seramik üst kaplama ve bağ kaplama ara yüzeyinde oksijen miktarı artmakta ve bileşimde bulunan Al ile birleşerek ara yüzeyde Al₂O₃ tabakası meydana gelmektedir. Artan zamana bağlı olarak ara yüzey Al konsantrasyonu azalmakta ve Al₂O₃ tabakası zamanla üniform özelliğini kaybetmektedir. 1000 °C sıcaklıkta, farklı zaman süreçlerinde APS TBC sistemlerinde gerçekleştirilen oksidasyon sonrasında, TGO yapısının ara yüzey boyunca uzanmakta olduğu ve genel olarak ilk 50 saat sonuna kadar Al₂O₃ formunun büyük bir yapısal değişikliğe uğramadığı ve daha kararlı bir formda olduğu görülmüştür. Ancak 1000 °C'de 100 saatlik oksidasyon sonrası TGO yapısının üniform özelliğini kaybederek ara yüzeyde Al₂O₃ tabakası dışındaki diğer karışık oksit yapılarının da meydana geldiği gözlenmiştir (Şekil 4.16).



Şekil 4.16. APS CoNiCrAIY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat

Üst seramik kaplama yapısında çatlak ve süreksiz açıklıkların bulunduğu ancak bu yapıların zamana bağlı olarak ilerleyen süreçlerde sinterleşme etkisi sonucunda, seramik tabaka yüzeyindeki açık porozitelerin gözle görülür şekilde kapandığı açık bir şekilde mikroyapılardan görülmektedir (Şekil 4.16).

Şekil 4.17'de APS bağ kaplamaya sahip TBC sistemine ait 1000 °C, 100 saatlik oksidasyon sonrası ara yüzey SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı gösterilmiştir. Mikroyapı ve elementel dağılımdan da açıkça görüleceği üzere bağ ve üst kaplama arasında oluşan TGO oksit yapısı başlıca Al ve O elementlerini içermekte ve Al₂O₃ formunda bulunmaktadır. Al₂O₃ tabakası dışındaki oksit tabakasındaki açık renkli diğer küçük alanlarda ise Cr₂O₃ ve spinel ((Co,Ni)Al₂O₄, NiCr₂O₄, NiO v.b.) gibi karışık oksitler yer almaktadır. Kaplamalara yapılan EDS analizlerinde de, TGO bölgesindeki koyu siyah bölgelerde alüminyum ve oksijen içerikleri artan oranlarda yer almış, oksitlerin üniform özelliğini kaybettiği ve diğer oksit oluşumlarının yer aldığı, daha açık gri renkteki alanlarda ise Al içeriğinin azaldığı görülmüştür.



Şekil 4.17. APS bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1000 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü

APS tekniğiyle üretilen CoNiCrAIY bağ ve YSZ üst kaplamalara ait 1100 °C sıcaklık ve 8, 24, 50 ve 100 saat olarak gerçekleştirilen oksidasyon sonrası yapılan mikroyapısal incelemeler ve APS bağ kaplamaya sahip TBC sistemine ait 1100 °C, 100 saatlik oksidasyon sonrası ara yüzey SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı, sırasıyla Şekil 4.18 ve Şekil 4.19'da gösterilmiştir. 1100 °C'de 8 saatlik oksidasyon sonrası mikroyapıda oluşan ayrılma benzeri yapı, kaplamanın numune hazırlama aşamasındaki kesiminden kaynaklanmaktadır. 1100 °C'de oksidasyon sonrası oluşan TGO yapısının kalınlığı, artan zamana bağlı olarak artış göstermiştir. Bağ ve üst kaplama ara yüzeyinde oluşan Al₂O₃ içerikli TGO yapısı, üniform özelliğini 1000 °C'de ki oksidasyon sonrası oluşan yapıya göre daha erken zaman sürecinde kaybetmiştir.

Şekil 4.18'den de görüleceği üzere açık gri renkli karışık oksit yapıları, 50 saatlik oksidasyon sürecinde mikroyapıda oluşum göstermişlerdir. TGO yapısının, 1100 °C'deki oksidasyon sonrası ara yüzey boyunca uzandığı ancak düzenli bir yapıda olmadığı görülmektedir (Şekil 4.18).



Şekil 4.18. APS CoNiCrAIY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat

Şekil 4.19'da ki mikroyapı ve elementel dağılımdan da açıkça görüleceği üzere bağ ve üst kaplama arasında oluşan TGO oksit yapısı Al ve O elementlerini içermekte ve aynı zamanda ara yüzeyde karışık oksit formlarının da oluşum bulduğu açık bir şekilde görülmektedir. Al₂O₃ tabakası dışındaki açık gri renkli alanlarda karışık oksitler yer almaktadır. Bu bölgelerde Al₂O₃ tabakasının üniform özelliğini kaybettiği ve diğer oksit oluşumlarının ((Co,Ni)Al₂O₄, NiCr₂O₄, NiO v.b.) baskın özellikte yer aldığı görülmektedir.



Şekil 4.19. APS bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1100 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü

4.4.2. HVOF tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC'lerin değişen sıcaklık ve zamana bağlı mikroyapısal değişimleri

HVOF tekniğiyle üretilen CoNiCrAIY bağ tabakası, HMK yapılı β-(Co,Ni)Al çökelti ve YMK yapılı γ-matrix γ-(Ni,Co) matriks fazlarından oluşmaktadır. Al yönünden zengin β-çökeltisi yapısı oksidasyona bağlı oluşum göstererek, Al konsantrasyonunun zamana bağlı olarak azalması sonucu kaybolmaktadır. APS bağ kaplama yapısında ise hem üretim kaynaklı oksit içeriği hem de bağ kaplamanın düşük Al konsantrasyonu sebebiyle bu çökelti yapısı görülmemekte ve arayüzeyde artan oksidasyon şiddetiyle Al₂O₃ formu üniform özelliğini koruyamamaktadır.

HVOF tekniğiyle üretilen CoNiCrAlY bağ ve YSZ üst kaplamalara ait 1000 °C sıcaklık ve 8, 24, 50 ve 100 saat olarak gerçekleştirilen oksidasyon sonrası yapılan mikroyapısal incelemeler Şekil 4.20'de verilmiştir. Şekilden β-(Co,Ni)Al çökelti ile γ-(Ni,Co) matriks yapıları açık bir şekilde görülmektedir. HVOF tekniğiyle üretilen TBC'ler, APS tekniğiyle üretilen TBC'lerin bağ kaplama özelliklerine göre daha yoğun yapıdadır. 1000 °C sıcaklıkta farklı zaman süreçlerinde HVOF tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC sistemlerinde gerçekleştirilen oksidasyon testleri sonrasında, TGO yapısının ara yüzey boyunca uzanmakta olduğu ve genel olarak oksidasyonun ilk süreçlerinde Al₂O₃ formunun büyük bir yapısal değişikliğe uğramadığı ve daha kararlı bir yapıda olduğu görülmüştür. Üst seramik kaplama yapısında da çatlak ve süreksiz açıklıkların bulunduğu ancak bu yapıların zamana bağlı olarak sinterleşme etkisi sonucunda, seramik tabaka yüzeyindeki açık porozitelerin gözle görülür şekilde kapandığı mikroyapılardan görülmektedir. Kaplama ara yüzey bölgesinde sürekli olmayan çatlak yapıları, porozite ve çatlak benzeri oluşumlar gözlenmiştir.



Şekil 4.20. HVOF CoNiCrAIY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat

HVOF bağ kaplamaya sahip TBC sistemine ait 1000 °C, 100 saatlik oksidasyon sonrası ara yüzey SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı Şekil 4.21'de gösterilmiştir.

Şekil 4.21'de ki mikroyapı ve elementel dağılımdan da açıkça görüleceği üzere bağ ve üst kaplama arasında oluşan TGO oksit yapısı Al ve O elementlerini içermektedir ve ayrıca ara yüzeyde karışık oksit yapılarınında oluştuğu görülmektedir. TGO bölgesindeki Al ve O elementlerinin yoğunluğu yüksek olmakla birlikte, Al₂O₃ tabakası dışındaki açık gri renkli alanlarda karışık oksitler yer almaktadır.





Şekil 4.21. HVOF bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1000 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü

HVOF tekniğiyle üretilen CoNiCrAlY bağ ve YSZ üst kaplamalara ait 1100 °C sıcaklık ve 8, 24, 50 ve 100 saat olarak gerçekleştirilen oksidasyon sonrası yapılan mikroyapısal incelemeler ve HVOF bağ kaplamaya sahip TBC sistemine ait 1100 °C sıcaklık ve 100

saatlik oksidasyon sonrası ara yüzey SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı Şekil 4.22 ve Şekil 4.23'de gösterilmektedir.



Şekil 4.22. HVOF CoNiCrAIY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat

1100 °C sıcaklıkta ve farklı zaman süreçlerinde HVOF tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC sistemlerinde gerçekleştirilen oksidasyon testleri sonrasında, TGO yapısının ara yüzey boyunca uzanmakta olduğu ve zaman artışına bağlı olarak büyüme gösterdiği görülmektedir. Genel olarak oksidasyonun ilk süreçlerinde Al₂O₃ formunun büyük bir yapısal değişikliğe uğramadığı ve daha kararlı bir yapıda olduğu ancak artan zamana bağlı olarak karışık oksit yapılarının (açık gri renkli) Al₂O₃ formu üzerinde oluştuğu görülmüştür.



Şekil 4.23. HVOF bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1100 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü

Şekil 4.23'de ki mikroyapı ve elementel dağılımdan da açıkça görüleceği üzere bağ ve üst kaplama arasında oluşan TGO oksit yapısı başlıca AI ve O elementlerini içermekte ve aynı zamanda ara yüzeyde Co,Ni ve Cr içeren karışık oksit yapılarının da oluşum bulduğu açık olarak görülmektedir. TGO bölgesindeki AI ve O elementlerinin yoğunluğu yüksek olmakla birlikte, açık gri renkli alanlarda karışık oksitler yer aldığından Al₂O₃ miktarı azalmaktadır.

4.4.3. CGDS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC'lerin değişen sıcaklık ve zamana bağlı mikroyapısal değişimleri

CGDS tekniğiyle üretilen CoNiCrAlY bağ tabakası, HMK yapılı β-(Co,Ni)Al cökelti ve YMK yapılı γ-matrix γ-(Ni,Co) matriks fazlarından oluşmaktadır. Al yönünden zengin β-çökeltisi yapısı oksidasyona bağlı oluşum göstererek, Al konsantrasyonunun zamana bağlı olarak azalması sonucu kaybolmaktadır. Şekil 4.24'de β-(Co,Ni)Al çökelti ve γ-(Ni,Co) matriks yapıları net bir şekilde görülmektedir. CGDS tekniğiyle üretilen TBC'ler, HVOF tekniğiyle üretilen TBC'lerle benzer mikroyapıda ve APS tekniğiyle üretilen TBC'lere göre, bağ kaplama özellikleri yönüyle daha yoğun yapıdadır. 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda farklı zaman süreçlerinde gerçekleştirilen oksidasyon testleri sonrasında, TGO tabakası üst seramik kaplamadan oksijenin penetrasyonu sonucu bağ ve üst kaplama ara yüzeyinde oluşmuştur. CGDS tekniğiyle üretilen CoNiCrAlY bağ ve YSZ üst kaplamalara ait 1000 °C sıcaklık ve 8, 24, 50 ve 100 saat olarak gerceklestirilen oksidasyon sonrası yapılan mikroyapısal incelemeler Şekil 4.24'de verilmiştir. Oluşan TGO yapısının kalınlığı, artan zamana bağlı olarak artış göstermiştir. Oksidasyon işlemi sonrasında seramik üst kaplama ve bağ kaplama ara yüzeyinde oksijen konsantrasyonu artarak ara yüzeyde Al₂O₃ tabakası meydana gelmiştir. Artan zamana bağlı olarak ara yüzey Al konsantrasyonu azalmakta ve Al₂O₃ tabakası zamanla üniform özelliğini kaybetmektedir. 1000 °C sıcaklıkta, farklı zaman süreclerinde CGDS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC sistemlerinde gerçekleştirilen oksidasyon testleri sonrasında, TGO yapısının ara yüzey boyunca uzanmakta olduğu ve genel olarak oksidasyonun ilk süreçlerinde Al₂O₃ formunun büyük bir yapısal değişikliğe uğramadığı ve daha kararlı bir yapıda olduğu görülmüştür. Üretim sonrasında üst seramik kaplama yapısında da ver alan catlak ve süreksiz acıklıkların zamana bağlı olarak sinterleşme etkisi sonucu seramik tabaka yüzeyindeki açık porozitelerin gözle görülür şekilde kapandığı açık bir şekilde mikroyapılardan görülmektedir (Şekil 4.24). CGDS bağ kaplamaya sahip TBC sistemine ait 1000 °C, 100 saatlik oksidasyon sonrası ara yüzey SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı Şekil 4.25'de gösterilmiştir.



Şekil 4.24. CGDS CoNiCrAIY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat

Şekil 4.25'de ki mikroyapı ve elementel dağılımdan da açıkça görüleceği üzere bağ ve üst kaplama arasında oluşan TGO oksit yapısı Al ve O elementlerini içermektedir. Ayrıca, çok az oranda ara yüzeyde karışık oksit yapılarının da oluştuğu görülmektedir. Al yönünden zengin β-çökeltisi miktarı artan oksidasyona bağlı olarak oluşan Al₂O₃ nedeniyle azalma göstermiştir.



Şekil 4.25. CGDS bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1000 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü

CGDS bağ kaplamaya sahip TBC sistemine ait 1100 °C sıcaklık ve 8, 24, 50 ve 100 saat olarak gerçekleştirilen oksidasyon sonrası yapılan mikroyapısal incelemeler ve 1100 °C sıcaklıktaki 100 saatlik oksidasyon sonrası ara yüzey SEM mikroyapısı ve bu alandaki elementlerin dağılımı Şekil 4.26 ve Şekil 4.27'de verilmiştir.



Şekil 4.26. CGDS CoNiCrAIY bağ ve APS YSZ üst kaplamaya sahip TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat

1100 °C sıcaklıkta, farklı zaman süreçlerinde CGDS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC sistemlerinde gerçekleştirilen oksidasyon testleri sonrasında, TGO yapısının ara yüzeyde oluştuğu ve artan zamana bağlı olarak büyüme gösterdiği görülmektedir. Genel olarak oksidasyonun ilk süreçlerinde Al_2O_3 formunun büyük bir yapısal değişikliğe uğramadığı ve daha kararlı bir yapıda olduğu ancak artan zaman bağlı olarak az oranda karışık oksit yapılarının (açık gri renkli) Al_2O_3 formu üzerinde oluştuğu görülmüştür. CoNiCrAIY bağ tabakası β -(Co,Ni)Al çökelti ve γ -(Ni,Co) matriks yapısından oluşmaktadır. Al yönünden zengin β -çökeltisi yapısı oksidasyonun ilk aşamalarında belirgin bir şekilde ortaya çıkmakta, fakat artan oksidasyon süresi sonucunda Al miktarındaki azalma ile birlikte β -çökeltileri azalmakta ve β -fazı tükenme bölgeleri oluşmaktadır. 1100 °C'de özellikle 50 saatlik oksidasyon sonrasında β -çökeltilerinin TGO yüzeyinden itibaren azaldığı ve tükenme bölgelerinin oluştuğu görülmüştür (Şekil 4.26).



Şekil 4.27. CGDS bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1100 °C sıcaklıktaki, 100 saat oksidasyon sonrası elementel analiz görüntüsü

Şekil 4.27'de ki mikroyapı ve elementel dağılımdan da açıkça görüleceği üzere bağ ve üst kaplama arasında oluşan TGO yapısı genellikle Al₂O₃ ve az oranda karışık oksit yapılarından meydana gelmektedir.

4.5. Kaplamaların Oksidasyon Sonrası Porozite İçerikleri Ve Sinterleşme Etkisi

1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilen oksidasyon testleri sonrası, seramik üst kaplama yapılarındaki sinterleşme etkisinin gözlemlenebilmesi amacıyla TBC'lere ait matris ve porozite yapılarının görüntü analiz programında tanımlanması sonrasında porozite içerikleri tespit edilmiştir.
1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklardaki 8, 24, 50 ve 100 saatlik oksidasyon testleri sonrasında APS, HVOF ve CGDS teknikleriyle üretimleri gerçekleştirilen TBC'lerin seramik üst kaplamalarına ait porozite ölçüm sonuçları sıralı olarak Tablo 4.5'de verilmiştir.

Tablo 4.5. APS, HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC'lerin 1000 °C ve1100 °C sıcaklıklarda ve 8, 24, 50 ve 100 saatlik oksidasyon testleri sonrası elde edilen üst kaplama % porozite değerleri

	1000 °C'deki	1100 °C'deki
Süre (saat)	Oksidasyon sonrası	Oksidasyon sonrası
8	5.3-7.4	5.1-7.1
24	5.0-6.7	4.4-5.7
50	3.6-5.0	3.4-4.8
100	2.8-4.4	2.6-4.1

APS tekniğiyle üretilen seramik üst kaplamalar, üretim sonrasında yapılarında ortalama %5-7 oranları arasında porozite içermekteyken, gerçekleştirilen oksidasyon testleri sonrasında yapılarındaki porozite içeriğinin, artan sıcaklık ve zamana bağlı olarak azaldığı belirlenmiştir. 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilen oksidasyon testleri sonrası ölçülen porozite içeriklerinin birbirine yakın olduğu belirlenmiştir. Artan oksidasyona bağlı olarak oluşan bu etki mikroyapılar üzerinde de değişime sebebiyet vermektedir.

Şekil 4.28'de 1000 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen, 24 ve 100 saatlik oksidasyon testleri sonrasındaki mikroyapılar gösterilmektedir. Üst kaplamadaki sinterleşme etkisi sonucunda seramik üst tabaka yüzeyindeki açık porozitelerin gözle görülür bir biçimde kapandığı ve içerdiği çatlak yapısında da iyileşmeler olduğu görülmektedir (Şekil 4.28).



Şekil 4.28. APS-TBC sistemine ait 1000 °C sıcaklıkta 24 ve 100 saatlik oksidasyon sonrası bağ/üst kaplama ara yüzey mikroyapıları; a. 24 saatlik oksidasyon sonrası APS-TBC mikroyapısı, b. 100 saatlik oksidasyon sonrası APS-TBC mikroyapısı

APS, HVOF ve CGDS bağ kaplama yöntemleriyle üretilen TBC'lerin oksidasyon sıcaklığı ve süresine bağlı olarak değişen seramik üst kaplamalara ait sertlik değerleri Şekil 4.29'da verilmektedir. Oksidasyon sonrasında, sinterleşme etkisi sonucunda üst seramik kaplamalardaki sertlik değerleri artan sıcaklık ve zamana bağlı olarak artış göstermiştir. Bu durum kaplamadaki porozite miktarının azalması ve seramik üst kaplamanın artan yoğunluğuna bağlı olarak gerçekleşmektedir. Sinterleşme etkisi sonucunda kaplamanın sertlik değerlerinin artmasıyla beraber kaplama daha rijit hale gelmekte ve deformasyon kabiliyeti de azalmaktadır. Bu durumun TBC'lerin hasara uğramasında önemli bir etken olduğu bilinmektedir. Üst kaplamaların tamamı APS yöntemi ile üretildiği için, sertlik değerleri belirlenirken bağ tabaka üretim yöntemi esas alınarak bir ayırım ve değerlendirme yapılmamıştır.



Şekil 4.29. TBC sistemlerindeki seramik üst kaplamaların mikrosertlik değerlerinin oksidasyon sıcaklığı ve zamana göre değişimi

Şekil 4.28'de verilen APS-TBC sistemine ait 1000 °C sıcaklıkta 24 ve 100 saatlik oksidasyon sonrası bağ/üst kaplama ara yüzey mikroyapılarından da mikrosertlik artışının sebebinin porozite miktarının azalması ve yapının yoğunluğunun artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.6. Kaplamaların oksidasyon sonrası XRD analizleri

Oksidasyon sonrasında kaplama yapılarında meydana gelen oksit fazlarının (sıcaklık ve zamana bağlı olarak) incelenmesi XRD yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yüksek kaplama kalınlığı ve poroziteye sahip üst kaplama yapısı, X-ışınlarının penetrasyon derinliğini düşük seviyelere indirmektedir. X-ışını cihazlarının enerjisi penetrasyona yeterli gelmediği için de X-ışınları ara yüzeye ulaşamamış ve ara yüzeyde oluşan oksit tabakasından veri alınamamıştır. Alınan veriler sadece YSZ üst seramik kaplama yapısına ait olmaktadır. 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda 8, 24, 50 ve 100 saatlik oksidasyon süreçlerine tabi tutulan APS, HVOF ve CGDS bağ kaplamaya sahip TBC numunelerinden elde edilen XRD analiz sonuçları Şekil 4.30 'da verilmiştir. 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilen XRD analiz sonuçları şekil 4.30 'da verilmiştir. 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda faz yapısı tespit edilmiştir (Şekil 4.31). Bundan dolayı bu analizlere ait tüm TBC sistemlerini

içeren, oksidasyon sonrası elde edilen XRD analiz sonuçları Şekil 3.30'da birlikte gösterilmektedir.

TBC sistemlerine uygulanan XRD analizlerinin ardından, farklı yöntemlerle üretilen bağ kaplama yapılarının 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda, 100 saatlik oksidasyon testleri sonrasında XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu testlerin gerçekleştirilmesinin amacı, bağ kaplama üzerinde oluşan TGO yapısındaki fazları belirlemek ve kullanılan yöntemlerin oksidasyon sonrası kaplama yapısı üzerindeki oksit fazlarının oluşumuna etkisinin tespit edilmesidir.



Şekil 4.30. APS, HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen TBC'lere ait 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklardaki 8,24,50 ve 100 saatlik oksidasyon sonrası XRD paternleri

1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda 100 saatlik oksidasyona tabi tutulmuş, APS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaların XRD analiz sonuçları Şekil 4.31'de gösterilmektedir. APS tekniği ile üretilen kaplamaların XRD analiz sonuçları incelendiğinde; 1000 °C'de oluşan spinel yapısı oluşumları 1100 °C sıcaklığa oranla daha düşük seviyededir.

Al₂O₃ piki 1000 °C'de 1100 °C sıcaklığa nazaran çok net bir şekilde görülmektedir ve şiddeti de daha fazladır. Artan sıcaklığa bağlı olarak spinel oluşumu ((Ni,Co)Al₂O₄) 1000 °C'ye oranla artış göstermiştir. Bunun nedeni Al içeriğinin yükselen sıcaklıkta (1100 °C) daha hızlı tükenmeye uğramasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.31. APS kaplama prosesi ile üretilen bağ kaplamalara ait 100 saat oksidasyon sonrası XRD paternleri; a. 1100 °C, b. 1000 °C

HVOF tekniğiyle üretilen bağ kaplamaların XRD analiz sonuçları Şekil 4.32'de verilmiştir. HVOF tekniğiyle üretilen kaplamaların XRD analiz sonuçları incelendiğinde; Al₂O₃ fazının tüm sıcaklıklarda stabil halde kaplama yapısında yer aldığı görülmektedir. 1000 °C'de Cr₂O₃ fazı seviyesi 1100 °C sıcaklığa oranla daha yüksek seviyededir. 1100 °C sıcaklığında kaplama yapısındaki spinel yapısı oluşumu hız kazanmıştır.



Şekil 4.32. HVOF kaplama prosesi ile üretilen bağ kaplamalara ait 100 saat oksidasyon sonrası XRD paternleri; a. 1100 °C, b. 1000 °C

CGDS tekniğiyle üretilen kaplamaların XRD analiz sonuçları Şekil 4.33'de gösterilmektedir.



Şekil 4.33. CGDS kaplama prosesi ile üretilen bağ kaplamalara ait 100 saat oksidasyon sonrası XRD paternleri; a. 1100 °C, b. 1000 °C

CGDS tekniğiyle üretilen kaplamaların XRD analiz sonuçları incelendiğinde; Al₂O₃ fazının tüm sıcaklıklarda stabil halde kaplama yapısında yer aldığı görülmektedir. Artan oksidasyon sıcaklığına bağlı olarak 1100 °C'de NiO ve spinel faz yapılarının bağ kaplama yapısında oluştuğu görülmüştür. 1000 °C'ye oranla 1100 °C'de spinel yapısının oluşumu hız kazanmıştır. Yapılan analizlerde APS, HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen bağ kaplamaların XRD analiz sonuçlarından, oluşan oksidsyon sonrası yapıların genel olarak γ-matriks, Ni₃Al(γ'), Cr₂O₃, Al₂O₃, (Co,Ni)Al₂O₄, NiCr₂O₄ ve NiO fazlarından oluştuğu tespit edilmiştir. APS bağ kaplamalardaki karışık oksit yapılarının, HVOF ve CGDS bağ kaplamalara oranla çok daha fazla oluşum gösterdiği görülmüştür. Artan oksidasyon sıcaklığına bağlı olarak belirtilen karışık oksit faz yapıları oluşumunun hız kazandığı görülmüşür. Literatürde daha önce yapılan çalışmalarda da bu tip karışık oksit yapılarının hızlı hacimsel büyümeye sebebiyet vererek kaplamalarda bölgesel gerilmeler oluşturdukları ve bu durum sonucunda da seramik tabakanın kalkarak, ayrılmasının gerçekleştiği rapor edilmiştir [80,104].

4.7. Kaplamaların bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmesi

Proje çalışmalarında kullanılan, HVOF VE CGDS prosesleri ile üretilen CoNiCrAlY bağ kaplaması yapıları yoğun, oksitsiz bir yapıya sahipken, APS prosesi kullanılarak üretilen CoNiCrAlY kaplama yapısı yüksek oranda oksit içeriği ve geniş bir porozite ağına sahiptir. Bunun yanında kaplamanın yapısında birçok çatlak ve benzeri süreksiz açıklıklar bulunmaktadır.

TBC sistemlerinde bağ kaplamanın iki temel görevi vardır. Bunlardan birincisi, seramik üst kaplama ile altlık arasında tutunmayı artırmaktır. İkinci görevi ise, üst tabakanın gözenekli yapısından dolayı gerçekleştiremediği alt tabakanın oksidasyon gibi kimyasal saldırılara karşı korunması görevidir.

Üst kaplamaların gözenekli yapıları ve bu tabakada ki iyon difüzyonu, yüzeyde bulunan oksijenin alt tabakalara rahatça ulaşmasına olanak sağlamaktadır. Bundan dolayı oksidasyon gibi kimyasal ataklara karşı altlığı korumak bağ kaplamanın görevidir. Bu işlevi verine getirmek için bağ kaplama oksijenle temas eder ve üst kaplama ile ara yüzevinde bir oksit tabakası oluşturur. TGO adı verilen bu tabaka 10 µm'dan daha ince olmakla birlikte bağ kaplamanın yüzeyinde servis koşullarıyla beraber kendiliğinden oluşmaktadır. Bu tabakanın vapısının ve iceriğinin kontrolü sayesinde kimyasal ataklara karsı koruma sağlanmıs olur. Bu duruma genel bir örnek, TBC'ler de koruyucu TGO alümina yüzey tabakasının oluşması ve üniform özelliğinin korunarak, yüksek sıcaklıkta oksidasyon ve korozyona karşı korunma sağlanmasıdır. TGO'nun istenilen koruyucu özelliğini yerine getirebilmesinin ne kadar önemli olduğu hasar mekanizmaları bölümünde açıklanmaktadır. Bu bölümde anlatılan mekanizmalardan yola çıkarak bir TGO tabakasından ana istenilen özellikler; yüzeyde homojen dağılmış, sürekli ve yoğun bir α -Al₂O₃ tabakasından oluşmasıdır. Böyle bir yapının içinde alümina dışında çeşitli spineller ve metalik oksitler bulunmaktadır. Fakat TGO'nun yapısında, zamanla α -Al₂O₃ dışında başka yapılar da oluşmaktadır.

TGO'nun sürekli bir α-Al₂O₃ yapısından oluşmasının istenilmesinin nedeni bu yapıdaki tabakanın oksijen geçirgenliğinin düşük olmasıdır . Oksijen geçirgenliği düşük olan tabakanın büyüme hızı da yavaş olacağı için, hasar mekanizmalarının tetiklenmesi de ertelenmiş olur. Bağ kaplamalarda malzeme seçimi kadar kullanılan yöntem de yukarıda belirtilen özellikleri elde etmek amacına uygun olarak seçilmelidir.

Yukarıda belirtilen noktalar ışığında, HVOF ve CGDS prosesleriyle üretilen CoNiCrAlY kaplama yapısının, proseslerin üretim koşullarına bağlı olarak yoğun, mikroyapısal olarak

çatlaksız ve TBC'lerin kullanım servis şartları dikkate alındığında ideal yapıya sahip olduğu görülmektedir. Ancak APS yöntemi kullanılarak üretilen CoNiCrAIY kaplama yapısının prosesin üretim koşullarına bağlı olarak poroziteli, çatlaklı, kusurlu yapıları içermesi TBC prosesleri için servis koşullarında ideal bir yapı oluşturmamaktadır. Ancak, uygulanış, maliyet özellikleri ve biriktirme verimi göz önüne alındığında APS prosesi HVOF ve CGDS proseslerine göre cazip bir proses olarak görülmektedir.

Bilyalı dövme, makine parçalarının yorulma dayanımlarını arttırıcı bir mekanik yüzey işlemidir. Bilyalı dövülen malzemelerde kayda değer dayanım ve sertlik artışı meydana gelmektedir. Çalışmada, bilyalı dövme yöntemi ile poroziteli, çatlaklı, kusurlu yapıya sahip APD bağ kaplamaların plastik deformasyon etkisi ile daha yoğun olmasının sağlanması ve soğuk spreyde elde edilen bağ kaplama yapısına benzer yapıların üretilmesi hedeflenmiştir.

Buradaki özgün nokta, ucuz, kolay uygulanabilir, biriktirme verimliliği yüksek bir prosesin (APS), HVOF ve CGDS gibi yöntemler kullanılarak üretilen TBC sistemlerine servis kullanım koşulları altında rekabet edebilir bir niteliğin kazandırılmasıdır.

Üretimi gerçekleştirilen bağ kaplamaların bilyalı dövme prosesine tabi tutulmadan önce optimum dövme şartlarının belirlenmesine çalışılmıştır. Bu kapsamda, projede Araştırmacı olarak yer alan Abdullah Cahit Karaoğlanlı'nın proje öncesinde yaptığı çalışmalardan faydalanılarak ve deneme uygulaması gerçekleştirilerek bilyalı dövme proses parametreleri belirlenmiştir. Projede Araştırmacı olarak yer alan Abdullah Cahit Karaoğlanlı'nın çelik altlıklar üzerine gerçekleştirdiği kaplama ve oksidasyon çalışma verileri dikkate alınarak, bağ kaplamaların proje kapsamında optimum parametrelerde Inconel 718 altlık malzemeler üzerine üretilmesi sağlanmış ve sonrasında bilyalı dövme prosesi optimum koşullarda uygulanmış, bağ kaplama yüzeylerinin bilyalı dövme etkisiyle hasara uğrama koşulları görülerek proje çalışmalarında kullanılan Almen şiddetlerinin belirlenmesi sağlanmıştır.

Bağ kaplama yüzeylerine uygulanan bilyalı dövme prosesi parametrelerine karar verebilmek amacıyla projede Araştırmacı olarak yer alan Abdullah Cahit Karaoğlanlı'nın daha önce çalıştığı parametrelerden, S180 bilya ve A 12-14 Almen şiddetleri kullanılarak uygulanan kaplamaların oksidasyon testleri sonrasında bağ kaplama yüzey pürüzlülüğünün tamamiyle ortadan kalktığı ve bu durumun kaplamaların bilhassa termal şok davranışlarında ara yüzey hasarında etkili olduğundan dolayı proje ekibi tarafından uygun parametrelerin belirlenmesine çalışılmıştır. S180 bilya çapı makine parçalarında dişli çark ve mil gibi parçalara uygulanan bir proses parametresi olduğundan dolayı, proje çalışmalarında S110 bilya çapının kullanılmasına karar verildi. Almen şiddetleri olarak A 6-8, A 8-10 ve A 10-12 belirlenmiş, A 10-12 şiddetinde dövme esnasında parça yüzey kösesinde ayrılma meydana geldiği görülmüş bunda dolayı Almen şiddetleri olarak A 6-8, A 8-10 parametreleri proje çalışmalarında kullanılmıştır.

Kaplanmış haldeki bağ kaplama numuneleri Micropeen–Peenmatic 2000S bilyalı dövme tezgahında bilyalı dövme işlemine tabi tutuldu. Çalışmalarda kullanılan optimum proses parametreleri ve uygulamanın bağ kaplama üzerine gerçekleştirildiği temsili yapı Tablo 4.6 ve Şekil 4.34'de gösterilmektedir.

Bilyalı dövme parametresi olarak S180 bilya ile 8-10A ve 10-12A Almen dövme şiddetleri uygulandı.

Parametreler	Dövme Şiddeti
1. Almen Şiddeti	8-10A
2. Almen Şiddeti	10-12A
Bilya Tipi	S 180
Doyurma Oranı	%100
Hava Basıncı kPa (psi)	520 (75)

Tablo 4.6.CoNiCrAlY bağ kaplamalara uygulanan dövme şartları



Şekil 4.34. Bilyalı dövme prosesinin uygulandığı bağ kaplama yüzeyi

Bilyalı dövme sonucu uygulanan plastik deformasyon etkisi kaplamaların bağ kaplama yüzeyinden itibaren yaklaşık olarak 20-50 µm'lik yüzeyde gözlendi. 6-8 Almen ve 8-10 Almen şiddetlerinde uygulanan bilyalı dövme prosesleri sonrasında üretilen TBC sistemleri gösterilmektedir. Bilyalı dövme sonrası oluşan ara yüzeyde plastik deformasyona bağlı olarak oluşan bölge ve düzlesen ara yüzey yapısı Şekil 4.35 ve Şekil 4.36'da ki mikroyapılardan net bir şekilde görülmektedir.



Şekil 4.35. 6-8 Almen şiddetinde bilyalı dövme prosesi uygulanan bağ kaplama sonrası üretilen TBC sistemi



Şekil 4.36. 8-10 Almen şiddetinde bilyalı dövme prosesi uygulanan bağ kaplama sonrası üretilen TBC sistemi

4.7.1 Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların yüzey pürüzlülük ölçümleri

Çalışmalarda kullanılan bağ, bilyalı dövme prosesi uygulanmış bağ ve farklı bağ kaplama prosesleri ile üretilmiş üst kaplamalara ait yüzey pürüzlülük değerleri Tablo 4.7 ve Tablo 4.8'de gösterilmektedir.

Tablo 4.7. Bağ kaplamalar ve bilyalı dövme prosesi uygulanmış bağ kaplamaların yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri

Kaplama Sistemi	Yüzey Pürüzlülüğü (Ra µm)
HVOF bağ kaplama	5.44
CGDS bağ kaplama	9.22
APS bağ kaplama	7.34
APS bağ kaplama + Bilyalı Dövme	3.21
Uygulanmış (6-8A)	
APS bağ kaplama + Bilyalı Dövme	2.92
Uygulanmış (8-10A)	

Uygulanan bilyalı dövme şiddetine göre yüzey pürüzlülük değerinin bağ kaplama sonrasında ciddi bir şekilde azaldığı görülmüştür. Ara yüzeydeki pürüzlülük değeri yükselen sıcaklıklarda TBC sisteminin hasar oluşumunu belirleyen en etkin parametrelerden birisidir. Yüksek sıcaklık test koşularında yüksek yüzey pürüzlülük değeri sonucunda kaplama ara yüzeyinde oluşan termo-mekanik gerilmeler etkisiyle kaplama sistemi kısa sürede hasara uğrarken, çok düşük yüzey pürüzlülük değerlerinde ise kaplama ara yüzeyinde tutunmanın düşük olması sebebiyle kaplama sistemi yüksek yüzey pürüzlülüğünde olduğu gibi kısa sürede tekrar hasara uğramaktadır. Bundan dolayı ara yüzeyde oluşan pürüzlülük değeri, kaplamaların yüksek sıcaklık test koşullarında dayanabilirliklerini koruması açısından anahtar parameter konumundadır. TBC sistemlerinin yüzey pürüzlülük değerleri Tablo 4.8'de verilmektedir.

Kaplama Sistemi	Yüzey Pürüzlülüğü (Ra µm)
HVOF TBC	5.47
CGDS TBC	5.68
APS TBC	5.15
APS TBC + Bilyalı Dövme Uygulanmış	5.01
(6-8A)	
APS TBC + Bilyalı Dövme Uygulanmış	5.27
(8-10A)	

Tablo 4.8. TBC sistemlerinin yüzey pürüzlülük ölçüm değerleri

Her beş TBC sisteminde kullanılan üst seramik kaplama yapıları aynı sistem olan APS tekniğiyle üretildiğinden beklendiği üzere üst kaplama yüzey pürüzlülük değerleri de APS prosesi için TBC'lerin üst kaplama yapılarında 4.75 µm -6 µm yüzey pürüzlülük değerleri arasında bulunmuştur.

4.7.2 Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların porozite ölçümleri

Üretilen TBC'lerin bağ ve üst kaplamalarına ait porozite ölçümlerinde olduğu gibi bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların porozite ölçümleri de mikroyapılardaki matris ve porozite yapılarının, görüntü analiz programında tanımlanması sonucunda gerçekleştirilmiştir. Her bir kaplama tabakasından 10 adet mikroyapı fotoğrafı alınarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen tüm bağ ve üst kaplamalara ait porozite ölçüm sonuçları Tablo 4.9' da verilmektedir.

Tablo 4.9. APS, HVOF, CGDS ve bilyalı dövme ile modifiye edilen kaplamalara ait porozite ölçüm sonuçları

Malzeme	Izeme Bağ kaplama porozite Üst kaplama porozite	
	oranı (%)	oranı (%)
APS-TBC	8.0 ± 2.0	7.0 ± 0.6
HVOF-TBC	0.8 ± 0.5	6.0 ± 0.7
CGDS-TBC	3.1 ± 1.0	5.3 ± 0.5
APS TBC + 6.8 ± 1.7 7.2 ± 0.9 Bilyalı Dövme		7.2 ± 0.9
APS TBC + Bilyalı Dövme Uygulanmış (8-10A)	6.5 ± 1.9	7.1 ± 0.8

Bilyalı dövme prosesi uygulanmış kaplamaların porozite değerleri bağ kaplama yapısında düşüş göstermektedir. Üst kaplama yapısında ise diğer proseslerle üretilen TBC'ler de olduğu gibi benzer niteliktedir. Bağ kaplamadaki azalan porozite yüzdesi, plastik deformasyonun etkidiği bağ yapısının üst kısmındaki deforme olmuş alan etkisiyle oluşmaktadır.

4.7.3 Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların mikrosertlik ölçümleri

Üretilen diğer kaplamalarda olduğu gibi, bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların sertlik ölçümleri de aynı süre ve ağırlık kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçüm sonuçları Tablo 4.10'da verilmektedir.

Tablo 4.10. APS, HVOF, CGDS ve bilyalı dövme ile modifiye edilen kaplamalara ait mikrosertlik ölçüm sonuçları

Malzeme	Bağ kaplama mikrosertlik (Hv)
APS kaplama	350 ± 25
HVOF kaplama	477 ± 40
CGDS kaplama	550 ± 60
APS TBC + Bilyalı Dövme	448 ± 30
Uygulanmış	
(6-8A)	
APS TBC + Bilyalı Dövme	500 ± 40
Uygulanmış	
(8-10A)	

Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların sertlik ölçümlerinde orijinal üretilen APS kaplamalara oranla ciddi bir yükselişin oluştuğu görülmüştür. Plastik deformasyonun etkisiyle oluşan bu durum sonucunda, bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların sertlik değerleri HVOF ve CGDS kaplamalara yaklaşır düzeydedir. Bu durum kaplama yapısı açısında, olumlu bir nitelik taşımaktadır.

4.8. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplamaların oksidasyon çalışmaları

4.8.1. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen TBC'lerin değişen sıcaklık ve zamana bağlı mikroyapısal değişimleri

Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen CoNiCrAIY bağ ve YSZ üst kaplamalara ait 1000 °C ve 1100 °C sıcaklık ve 8, 24, 50 ve 100 saat olarak gerçekleştirilen oksidasyon sonrası yapılan mikroyapısal incelemeler Şekil 4.37-4.40'da gösterilmektedir. Oksidasyon sonrasında TGO tabakasının sıcaklık ve zamana bağlı olarak büyüme grafikleri ve bulunan sonuçların APS, HVOF ve CGDS TBC sistemleriyle karşılaştırması Şekil 4.41-4.44' de verilmektedir.



Şekil 4.37. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş 6-8 Almen TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat



Şekil 4.38. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş 6-8 Almen TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat



Şekil 4.39. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş 8-10 Almen TBC numunelerine ait 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat



Şekil 4.40. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş 8-10 Almen TBC numunelerine ait 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası SEM mikroyapıları: a. 8 saat, b. 24 saat, c. 50 saat ve d. 100 saat



Şekil 4.41. TBC sistemlerinin 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası TGO tabakası kalınlık değişimleri



Şekil 4.42. TBC sistemlerinin 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası TGO tabakası kalınlık değişimleri



Şekil 4.43. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş TBC sistemlerinin 1000 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası TGO tabakası kalınlık değişimleri



Şekil 4.44. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş TBC sistemlerinin 1100 °C sıcaklıktaki oksidasyon sonrası TGO tabakası kalınlık değişimleri

4.9. TBC Sistemleri ve Bilyalı Dövme Prosesi İle Modifiye Edilmiş TBC Sistemlerinin Oksidasyon Testleri Sonrası Mikroyapısal Değişim, TGO Oluşum ve Büyüme Davranışlarının İrdelenmesi, Termal Şok Servis Dayanımlarının Karşılaştırılması

Bağ kaplamaların üretimlerinde kullanılan APS, HVOF ve CGDS teknikleri, TBC sistemlerinin doğrudan oksidasyon özellikleri üzerinde etkilidir. Her bir proses, kaplama mikroyapısı üzerinde farklı karakteristik özelliklere (porozite içeriği, Al içeriği, yoğun kaplama yapısı) sahiptir. Bundan dolayı kullanılan yöntemlerin, TBC'lerin oksidasyon ve termal çevrim/şok koşulları altındaki TGO oluşum ve büyüme davranışları ile TBC sistem performanslarını birinci derecede etkilediği görülmüştür.

HVOF ve CGDS bağ kaplamalara sahip TBC'lerin APS bağ kaplamaya sahip TBC sistemine göre benzer ve üniform mikroyapılara sahip olduğu görülmüştür. CGDS tekniğiyle üretilen TBC'ler, HVOF tekniğiyle üretilen TBC'lerle benzer mikroyapıda ve APS tekniğiyle üretilen TBC'lere göre bağ kaplama özellikleri yönüyle daha yoğun yapıdadır.

TBC sistemlerinde TGO tabakasının artan oksidasyon sıcaklığı ve süresine bağlı olarak üst seramik kaplamadan oksijenin penetrasyonu sonucunda bağ ve üst kaplama ara yüzeyinde oluştuğu görülmüştür. Her üç TBC sisteminde de oluşan TGO yapısının kalınlığı, artan sıcaklık ve zamana bağlı olarak artış göstermiştir.

Oksidasyona bağlı olarak, bağ ve seramik üst kaplama ara yüzeyinde oksijen ve alüminyum konsantrasyonu artarak ara yüzeyde Al₂O₃ tabakası meydana gelmiştir. Artan zamana bağlı olarak ara yüzey Al konsantrasyonunun azalmasıyla Al₂O₃ tabakası üniform özelliğini kaybetmektedir. SEM/EDS analizleri sonucunda, TBC sistemlerinin mikroyapı ve elementel analiz dağılımından, TGO yapısının oksidasyonun ilk süreçlerinde başlıca Al ve O elementlerinden oluşarak Al₂O₃ formunda bulunduğu görülmüştür.

Ancak artan oksidasyon şiddetine bağlı olarak TGO yapısının üniform özelliğinin kaybolduğu ve ara yüzeyde Al₂O₃ tabakası dışındaki diğer karışık oksit oluşumlarının da yer aldığı görülmüştür. Kaplamalara yapılan EDS analizlerinde de, TGO bölgesindeki koyu siyah bölgelerde alüminyum ve oksijen içerikleri artan oranlarda yer alırken, TGO tabakasının üniform özelliğini kaybettiği ve diğer oksit oluşumlarının yer aldığı daha açık gri renkteki alanlarda ise Al içeriğinin azaldığı görülmüştür.

Oksidasyonun ilk süreçlerinde ise karışık oksit oluşumlarının APS bağ kaplamaya sahip TBC sisteminde diğer TBC sistemlerine göre daha erken süreçte bağ/üst kaplama ara yüzeyinde oluştuğu tespit edilmiştir. HVOF ve CGDS bağ kaplamalara sahip TBC'ler de CoNiCrAIY bağ tabakasının β -(Co,Ni)Al çökelti ve γ -(Ni,Co) matriks yapısından oluştuğu görülmüştür. Bu durum her iki TBC sisteminin de Al yönünden yeterince zengin olduğunu göstermektedir.

AI zengin β-çökeltisi oksidasyona bağlı oluşum yönünden göstermiş ve AI konsantrasyonunun zamana bağlı olarak azalması sonucu kaybolmuştur. β-(Co,Ni)Al cökelti ve γ-(Ni,Co) matriks yapısından oluşan CoNiCrAlY bağ tabakası üzerindeki β-cökeltisi formunun zamana bağlı azalma göstermesi sonucunda, β tükenme bölgeleri olarak tanımlanan alanlar oluşmuştur. Oluşan tükenme bölgelerinin TGO yüzeyinden itibaren üst kaplama arayüzeyine olan uzaklığı artan oksidasyona bağlı olarak artmaktadır. Bu durum Al yönünden zengin β-cökeltisindeki Al konsantrasyonunun artan oksidasyon sıcaklığı ve süresine bağlı olarak daha hızlı azaldığını göstermektedir. Al miktarının azalmasıyla birlikte β-NiAl çökeltilerinin dönüşümü ve sonucunda oluşan Al tükenme bölgeleri yapılan farklı çalışmalarda da gösterilmiştir.

TBC'lerin SEM mikroyapı analizleri incelendiğinde, 8 ve 24 saatlik oksidasyon süreçleri sonrasında HVOF ve CGDS kaplamalarda Al içeriği açısından zengin β fazı görülürken, APS kaplamalarda ise bu fazlar gözlemlenememektedir ki bu durumda Al içeriğinin düşük olduğunun bir göstergesi olarak kabul edilmiştir.

Al içeriğinin düşük olması sonucunda, APS kaplamalarda oksidasyonun ilk süreçlerinde alümina yapısının bütünlüğü bozularak hızlı büyüyen karışık oksit yapıları oluşmaktadır. Bu durum kaplama üretimi esnasındaki oksitleyici atmosferden dolayı APS tekniğiyle üretilen kaplamalardaki Al konsantrasyonun daha düşük düzeyde kalmasından kaynaklanmaktadır. Bunun sonucunda, alümina tabakasına ait oluşumunun zorlaşması nedeniyle hızlı büyüyen karışık oksitlerin oluşumu APS prosesinde daha kolay hale gelmektedir. Oksidasyonun ilerleyen süreçlerinde ise, Al içeriğinin APS tekniğiyle üretilen kaplamalarda düşük olması ve biriktirme işlemi esnasında oluşan başlangıç oksit oluşumları yüzünden Al'un bağ ve üst kaplama ara yüzeyine difüzyonu iyice yavaşlamaktadır. Bu nedenden dolayı, sınırlı alümina yapısı ve dışındaki oksitlerden oluşan TGO yapısının daha hızlı büyüdüğü düşünülmektedir.

Oksidasyon calışmalarında 100 saatlik oksidasyon deneyi uygulanan kaplama numuneleri incelendiğinde, APS tekniğiyle üretilen TBC'lerin SEM mikroyapıları HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen TBC'ler ile karşılaştırıldığında, APS-TBC sisteminde alümina yapısı dışında yoğun bir karışık oksit tabakası gözlenirken HVOF ve CGDS tekniğiyle üretilen TBC'ler de ise TGO'nun ağırlıklı olarak alümina yapısından oluştuğu görülmüştür. TBC'lerin oksidasyon deneyleri sonrasında oluşan TGO tabakasının kalınlık değişim ve zaman grafikleri incelendiğinde; CGDS tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC sisteminin, HVOF tekniğiyle üretilen bağ kaplamaya sahip TBC sisteminden daha kalın bir TGO tabakası kalınlığına sahip olduğu görülmektedir. HVOF kaplamalarda proses kaynaklı oksitler bulunurken, CGDS kaplamalar ise neredeyse tamamen oksitten yoksundur. Dolayısıyla Al'un yüzeye difüzyonu CGDS kaplamalarda daha kolay olmakta ve bu durum CGDS kaplamalarda hızlı büyüyen NiO gibi fazlar yerine yavaş büyüyen alümina tabakası oluşumunu kolaylaştırmaktadır. TBC sistemlerinin bağ kaplama Al konsantrasyonları ve mikroyapıları incelendiğinde, HVOF TBC sisteminin sırasıyla CGDS ve APS TBC sistemlerinden daha yüksek Al içeriğine sahip olduğu görülmüştür. TGO tabakasına ait büyüme-zaman grafiği incelendiğinde dikkat çeken bir başka durum ise standart sapma farkıdır.

Özellikle APS tekniğiyle üretilen kaplamaların standart sapmasının diğer kaplamalara oranla çok daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durumun nedeninin, APS tekniğiyle üretilen kaplamalardaki kimyasal bileşimin oksidasyon başlangıcında eşit dağılmamış olmasıyla ve devam eden oksidasyon sürecinde Al'un tükenmesi sonucunda hızlı büyüyen oksitlerin oluşumuyla alakalı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Bilyalı dövme prosesi kullanılarak üretilen TBC'lerin oksidasyon davranışları aynı kullanım süreçlerinde değerlendirilmiştir. TGO oluşum mekanizması, APS tekniği kullanılarak üretilen

TBC sisteminde olduğu gibi gerçekleşmiştir. TGO büyüme davranışı da aynı karakteristik özelliğe sahiptir. Yüzeyden itibaren nüfusiyet derinliği 20-50 µm derinliğinde etkiyen bilyalı dövme prosesi ile oluşan plastik deformasyon neticesinde ara yüzeyde APS-TBC sistemine göre yoğun bir kaplama yapısı oluşmuştur. Etkiyen plastik deformasyon, TGO büyümesinin üniform ve ince tabakalı olarak ilerlemesini teşvik etmiştir. APS-TBC sisteminde oluşan karışık oksit yapılı TGO büyüme davranışı, beraberinde ara yüzeyde yüzeyden itibaren ayrılma, çatlak oluşumlarını da getirmiştir.

Bu durum TGO büyümesinde karışık oksitlerin daha etkin olması ve mekanik özelliklerinin Al içerikli TGO büyümesine göre daha zayıf nitelikte olmasından kaynaklanmaktadır. Al baskın nitelikteki TGO büyümesi, büyüme davranışı olarak daha yavaş bir ilerleme göstermektedir. Karışık oksitler Al içeriğinin azalmasına bağlı olarak termodinamik denge gereği hızlı şekilde oluşmakta ve kısa sürede hızlı büyüme göstermektedir. Bilyalı dövme prosesi ile üretilen TBC sistemlerinde yapının daha üniform özellikte olduğu, büyüme davranışlarının ise APS ve CGDS sistemlerine göre daha iyi nitelikte, HVOF kaplama prosesindekine benzer şekilde oluştuğu tespit edilmiştir. CGDS tekniği kullanılarak üretilen TBC sisteminde kaplama yapısının birikmesinde oluşan üst yapıdaki dahili boşluk oluşumları, oksidasyon davranışı üzerinde etki göstermiştir. HVOF TBC sistemi ise, kararlı bir büyüme davranışına sahiptir. TBC'lerin üretimlerinde kullanılan teknikler değerlendirildiğinde, kullanılan taşıyıcı gaz, ekipman, maliyet ve mikroyapısal inceleme sonuçları değerlendirilerek elde edilen bulgular APS gibi ucuz, kolay, hızlı bir birikme verimine sahip üretim yönteminin bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmesi ile etkin nitelikte bir TBC sisteminin elde edilebileceğini göstermiştir.

TBC sistemlerinin termal şok davranışlarının incelenmesinde, özellikle havacılık gaz türbin motorlarındaki, türbin bıçakları gibi TBC uygulaması içeren sıcak bölge parçalarının gerçek servis koşullarını yansıtabilmek için yapılan termal çevrim/şok testleri, uygulama olarak aşamalı şekilde gerçekleştirilmektedir. Bu kapsamda, TBC deney numuneleri kaplama ön yüzeyinde hedeflenen 1200°C' ye ulaşıldıktan sonra bu sıcaklıkta ısıtma ve sonrasında uygulanan soğutma rejimine tabi tutulmuştur. Isıtma/soğutma rejimi, 5 dakikalık ısıtma ve 2 dakikalık soğutma rejim sürelerinde gerçekleştirilmiştir. TBC sistemlerine uygulanan termal çevrim/şok testleri esnasındaki zamana bağlı sıcaklık değişimlerinin gösterimi Şekil 4.45'de verilmektedir.



Şekil 4.45. Termal çevrim/şok testi esnasında kullanılan sıcaklık-zaman değişim grafiği

Isıtma sırasında, test numunelerinin arka yüzeyi, numunenin üzerinde kontrollü bir sıcaklık gradyanı elde etmek amacıyla yüksek debide hava ile soğutulmuştur. Bu sayede, altlığın sıcaklığı ısıtma-soğutma döngüsüne bağlı şekilde sabitlenmiş olarak tutulmuştur. Isıtma işlemi bittikten sonra yakıcı gaz otomatik olarak kaplama yüzeyinden uzaklaştırılarak numune sıkıştırılmış havayla birlikte uygulanan rejime bağlı olarak, farklı süreçler boyunca her iki yönden soğutularak bir çevrim tamamlanmıştır. Sonrasındaki çevrimlere, uygulanan ısıtma ve soğutma rejimlerine göre devam edilmiştir. Termal çevrim döngüleri sonucunda oluşan termal gerilmeler, genleşme katsayısı uyumsuzlukları ve kaplama yapısının tutunma özelliklerine TBC sistemleri hasara uğramıştır. Termal çevrim süreçlerinin uygulandığı 5 TBC sisteminde meydana gelen hasarlar şu karakteristik özelliklere sahiptir.

HVOF, APS ve bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen TBC sistemlerinde hasarlar seramik kaplamanın yüzeyden itibaren pul pul dökülerek ayrılması, ısıl etkinin kopan yüzeylerde bağ kaplamaya uzanan dökülmeler oluşması ile gerçekleşmiştir. CGDS-TBC sisteminde ise oluşan hasar oluşumları, kaplama yapısının orta bölgesinde ayrılma neticesinde gerçekleşmiştir. Uygulanan sıcaklık ve sıcaklığın kaplama numunesi üzerindeki etkisi testlerin sağlıklı değerlendirilebilmesi için çok önemlidir. Oluşan sıcaklık etkisinin her TBC sisteminde tüm yüzeye yayılmasına dikkat edilmiştir. Ancak CGDS TBC numunesinde hasar diğer TBC sistemlerinden farklı olarak kaplama yapısının merkeze yakın orta bölgesinden kopması sonucu gerçekleşmiştir.

Bu durum, CGDS-TBC sistemi yapısının üretiminde seramik üst kaplamaya yakın oluşan lokal boşluklara (yetersiz plastik deformasyon, çünkü alt bölgelerdeki tanecikler hem kendi enerjileri hem de arkadan gelen taneciklerin enerjileri ile dövülürken son bölgede oluşan bölgesel boşluklar sadece kendi enerjileri ile üst yüzeye birikmeleri ile oluşmaktadır.) bağlı

82

olarak meydana gelmektedir. Kaplama sistemlerinin performans özellikleri değerlendirildiğinde, bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen kaplama yapısı APS ve HVOF kaplamalara oranla daha iyi bir servis ömrüne sahiptir. Bu durum, CGDS prosesinde olduğu gibi plastik deformasyonun ara yüzeyde sıkı bir bağ oluşturmasına ve oluşan termo-mekanik gerilmelerin etkisinin daha iyi kompanse edilmesine bağlanmaktadır. Çalışmalardan çıkarılacak diğer bir sonuç, altlığa ulaşan sıcaklık arttıkça çözülme hasarı daha hızlı gerçekleşmektedir. Bu durum, kaplamaların artan porozite oranları ile azalış göstermektedir. Artan porozite oranı ile kaplamanın uzama toleransı daha yüksek değerlere ulaşabilmektedir.

Her beş TBC sisteminin üst kaplama yapısı plazma sprey yöntemiyle üretilmiş ve benzer porozite oranlarına sahiptir. Bağ kaplama yapılarında ise HVOF prosesi ile üretilen TBC sistemi en düşük porozite içeriğine sahiptir. CGDS prosesi ise APS kaplamalara daha yakın bir oranda porozite içermektedir. Kopma bölgesi değerlendirildiğinde, CGDS kaplama biriktirme mekanizmasından kaynaklanan bağ-üst kaplama arayüzeyinde oluşan dahili boşlukların direkt olarak hasar oluşumuna sebebiyet verdiği görülmüştür. Termal çevrim performansına etkiyen nitelikler değerlendirildiğinde arayüzey pürüzlülüğü, porozite içeriği, altlığın sıcaklığa maruziyeti termal çevrim performanslarının belirlenmesinde anahtar faktörlerdir.

Termal çevrim şartları dikkate alındığında, APS tekniği kullanılarak üretilen TBC sistemlerinin (bilyalı dövme prosesi ile modifiye dilmiş sistem dahil) diğer sistemlere göre termal çevrim performanslarının ara yüzeyde oluşan termo-mekanik gerilmeleri daha iyi kompanse etmeleri sebebiyle daha üstün nitelikte olduğu görülmüştür.

CGDS-TBC numunesinde hasara sebebiyete verebilecek bir diğer durum ise, bağ kaplamanın yüksek yüzey pürüzlülüğü değerinden dolayı termal çevrim/şok esnasında ısıl etkileşimler sonucunda büyüme kaynaklı gerilmelerde oluşan artışlardır. Bunun sonucunda bağ ve üst kaplamalara etki eden gerilmelerde artış göstermektedir. Termal çevrim/şok sırasında yüzey pürüzlülüğünden dolayı kalınlık boyunca ara yüzeye yakın alanlarda basma ve çekme gerilmeleri oluşmaktadır. Bu gibi gerilmelerin yüzey pürüzlülüğündeki değişmelere bağlı olarak farklılık gösterdiği bilinmektedir.

Yukarıda belirtilen açıklamalar dikkate alındığında hasar oluşumundaki itici gücün, termal çevrimler esnasındaki kaplamada oluşan ısıl ve kalıntı gerilmelere (ısıtma ve soğutma çevrimleri sonucunda oluşan çekme, basma ve kalıntı gerilmeleri) bağlı olarak gerilme konsantrasyonu oluşumu, altlıkla ısıl uyumsuzlukların oluşması ve ara yüzey yapışma kuvvetinin azalmasına bağlı olduğu söylenebilir. Ara yüzeydeki uyuşmazlıkların ısıtma ve

soğuma sırasında kalıntı gerilmelerin oluşumuna neden olarak hasarı tetiklemektedir. CGDS-TBC numunesindeki yüksek ara yüzey pürüzlülüğünün hasar oluşumunda etken olduğu düşünülmektedir.

4.10 TBC'lerin Oksidasyon Testleri Sonrası Mekanik Özelliklerinin İrdelenmesi

TBC sistemlerinin oksidasyon testleri sonrasında bağ ve üst kaplamalara uygulanan nanoindentasyon testleri sonrası elde edilen sonuçlar genel olarak olumludur. Ancak testlerden elde edilen sonuçlardan bazılarında derinlik beklendiği gibi sıfırdan (yani yüzeyden) başlamamaktadır. Bu duruma yol açan nedenin, parlatmaya rağmen yüzeyde kalan pürüzlülükler veya yüzeyin altında bulunan boşluklar olduğu ya da cihazın numune yüzeyindeki tam noktayı saptayamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

TBC sistemlerinin üretim ve izotermal oksidasyon sonrasında YSZ üst kaplamalar için bulunan elastik modül değerlerine ait sonuçlar Tablo 4.11'de özetlenmiştir.

Tablo 4.11. Kaplamaların üretimi ve izotermal oksidasyon sonrasında seramik üst kaplamalara ait bulunan elastik modül değerleri (E,GPa)

Kaplama Tabakaları	Deneysel Çalışmalarda Bulunan Elastik Modül
	Değerleri (GPa)
APS-YSZ Üst Kaplama	102±33
(Üretim Sonrası)	
APS-YSZ Üst Kaplama	160±22
(İzotermal oksidasyon	
sonrası)	

Üst kaplamaların elastik modül değerleri izotermal oksidasyon sonrasında önemli oranda artış görülmektedir. Bu durum yüksek sıcaklıkla birlikte sinterleşme etkisi sonucunda porozite, mikroçatlak ve splatlar arası boşluklar gibi elastik modülü düşüren etmenlerin azalmasından kaynaklanmaktadır. Oksidasyon sonrasında üst kaplamalardaki mevcut bulunan açık porozitelerin kapanması ve çatlak yapısının iyileşmesi yüksek oranda olmakta ve bu da elastik modül değerini arttırmaktadır.

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

5.1. Genel Sonuçlar

Gerçekleştirilen proje çalışmasında, nikel esaslı süper alaşım olan Inconel 718 altlık üzerine, farklı termal sprey kaplama yöntemleri (APS, HVOF, CGDS) kullanılarak metalik bağ kaplama (CoNiCrAIY) ve APS yöntemi kullanılarak seramik esaslı YSZ (ZrO₂+Y₂O₃) üst kaplamaya sahip TBC sistemleri üretilmiştir. Bağ tabakasının bilyalı dövme prosesi kullanılarak modifiye edilebilirliği araştırılmış ve bunun üretilen TBC'lerin yüksek sıcaklık oksidasyonu ile termal şok ömrüne olan etkisi farklı yöntemlerle üretilen TBC sistemleriyle karşılaştırılarak açıklanmaya çalışılmıştır. Üretimi ve bilyalı dövme prosesi uygulanan tüm kaplama ve dövme operasyonları için optimum parametreler belirlenerek, özellikleri belirlenmeye çalışılmıştır.

Gerçekleştirilen deneysel çalışmaların genel sonuçları aşağıda maddeler halinde özetlemiştir:

1. APS, HVOF ve CGDS yöntemleriyle CoNiCrAlY bağ kaplamaların ve APS tekniğiyle bağ kaplamalar üzerine seramik üst kaplamaların üretimi Inconel 718 altlık malzeme üzerine başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir.

2. Bilyalı dövme prosesi, bağ kaplama yapısına başarılı bir şekilde uygulanmış sonrasında seramik üst tabaka üretimi gerçekleştirilerek TBC sistemlerinin üretimleri sağlanmıştır.

3. TBC sistemlerinin oksidasyon testleri sonrasındaki mikroyapısal incelemeler sonucunda, üst seramik kaplama yapılarında sıcaklık ve zamana bağlı olarak sinterleşme etkisi ile mikroyapılardan açık porozitelerin gözle görülür şekilde kapandığı ve çatlak yapılarında iyileşme olduğu gözlemlenmiştir. Mikroyapısal incelemeleri gerçekleştirilen bağ kaplama yapılarında ise, oksidasyonun başlangıç süreçlerinde HVOF ve CGDS sistemleriyle üretilen bağ kaplamalarda Al yönünden zengin β-(Co,Ni)Al çökeltileri gözlenirken, bağ kaplamadaki Al konsantrasyonunun artan oksidasyon etkisi sonucu azalmasından dolayı β çökeltisi yapılarının tükenme gösterdiği görülmüştür.

Oluşan tükenme bölgelerinin TGO tabakası yüzeyinden itibaren bağ kaplamaya olan uzaklığı, artan oksidasyon sıcaklığı ve süresine bağlı olarak artış göstermiştir. APS tekniğiyle üretilen bağ kaplamalarda ise bu çökeltiler hiç gözlenmemiştir.

4. 1200 °C sıcaklıktaki termal şok testleri sonrasında, APS ve bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilen TBC sistemlerinin HVOF ve CGDS bağ kaplamaya sahip TBC sistemlerinden daha yüksek dayanıma sahip olduğu, TBC sistemlerinde oluşan hasarların pullanarak dökülme, ayrılma, CGDS kaplamaların bağ/üst kaplama ara yüzeyinde prosesin biriktirme koşullarından kaynaklanan bölgesel boşluklar sebebiyle hasara uğradığı görülmüştür. Hasar kriterleri üzerinde, porozite, yüzey pürüzlülüğü ve ara yüzeyde oluşan termo-mekanik gerilmeler birinci derece etkili rol oynamaktadır.

APS prosesi ile üretilen kaplamalar izotermal oksidasyon testlerinin aksine yüksek sıcaklık ısıtma-soğutma rejimlerinde oluşan gerilmeleri yapılarında mevcut bulunan yüksek porozite içeriği vasıtasıyla kompanse etmiş ve bilyalı dövme prosesinin uygulandığı APS kaplamalarda da bu durum ara yüzey plastik deformasyon etkisi sonucunda daha sık ve seramik üst yüzeyin poroziteli içeriğiyle HVOF ve CGDS TBC sistemlerine oranla daha yüksek servis ömrü göstermiştir.

5. APS, HVOF ve CGDS-TBC sistemlerinin oksit fazlarının tespiti için yapılan oksidasyon testleri sonrası XRD analizlerinde, 1000 °C ve 1100 °C sıcaklıklarda tüm üst kaplamalardan birbirine benzer şekilde tetragonal ZrO₂ faz yapısına ait pikler tespit edilmiştir.

6. TGO tabakasında oluşan oksit faz yapılarındaki farklılığı görebilmek amacıyla üst seramik kaplamalar yapılmadan APS, HVOF ve CGDS teknikleriyle üretilen bağ kaplamaların oksidasyon sonrası XRD analizlerinde, Al₂O₃ yapısı dışındaki Cr₂O₃, (Co,Ni)Al₂O₄, NiCr₂O₄ ve NiO gibi birçok karışık oksit faz yapısı her üç tip kaplama yapısında da tespit edilmiştir. APS bağ kaplamalardaki karışık oksit yapılarının, HVOF ve CGDS bağ kaplamalara oranla çok daha fazla oluşum gösterdiği görülmüştür. Artan oksidasyon sıcaklığına bağlı olarak belirtilen karışık oksit faz yapısı oluşumlarının hız kazandığı tespit edilmiştir.

7. Artan oksidasyon sıcaklığı ve zamanına bağlı olarak TGO tabakasının kalınlığı artmıştır. Oksidasyonun ilk süreçlerinde, TGO tabakasının Al₂O₃ formunda ve üniform yapıda bulunduğu görülmüştür. Artan oksidasyon testleri sonrasında ise, kaplama yapısındaki Al'un tükenmeye başlaması ve oksijenin kaplama yapısındaki diğer bileşenlerle reaksiyonu sonucunda (Co,Ni,Cr) ve NiO gibi karışık oksit yapılarına ait fazlar TBC sistemlerinde oluşmuştur. Ancak APS-TBC sisteminde HVOF ve CGDS-TBC sistemlerine göre, zamanla bu yapının bütünlüğünün daha erken süreçte bozularak karışık oksit yapılarının oluştuğu belirlenmiştir. HVOF ve CGDS bağ kaplamaya sahip TBC sistemlerinin benzer yapıdaki özelliklere sahip olduğu gözlenmiştir. Bilyalı dövme prosesi ile modifiye edilmiş TBC sistemlerinde ise artan zamana bağlı, kısmi bölgelerde Al₂O₃ formu dışında karışık oksit oluşumlarının oluştuğu ancak TGO yapısının geleneksel APS-TBC sistemine göre daha üniform özellikte ve az oksit içeriğine sahip olduğu görülmüştür.

8. TBC'lerin bağ kaplamalarının üretimlerinde kullanılan kaplama tekniğinin ve uygulanan bilyalı dövme prosesinin, kaplamanın doğrudan oksidasyon ve termal şok testleri sonrasındaki TGO oluşum ve büyüme davranışları ile servis şartları performans özellikleri üzerinde etkili olduğu görülmüştür.

9. TBC sistemlerine üretim ve oksidasyon testleri sonrasında uygulanan nanoindentasyon çalışmalarında, üst kaplamalarda yüksek sıcaklıkta ki sinterleşme etkisinden dolayı elastik modül değerlerinin yükseldiği gözlemlenmiştir.

Sonuç olarak, bu çalışmada kullanılan farklı TBC sistemlerinin izotermal oksidasyon testleri sonrası TGO oluşum ve büyüme davranışları hakkında elden edilen sonuçlar ve termal şok testleri sonrasında TBC'lerin servis koşullarındaki performans özelliklerinin değerlendirmesi literatür için önemli bir veri kaynağı oluşturmuştur.

5.2. Öneriler

Proje çalışmasından elde edilen sonuçlar göz önüne alındığında gelecek çalışmalar için öneriler aşağıda maddeler halinde sunulmuştur:

1. Farklı yöntem ve modifiye amaçlı uygulanan bilyalı dövme prosesi ile TBC'lerin izotermal oksidasyon ve termal şok koşulları altında kaplamalarda ve ara yüzeylerde meydana gerilmelerin, kalıntı gerilmelerin hasar oluşum mekanizmaları üzerindeki etkisinin deneysel olarak saptanması, TGO oluşum ve büyüme davranışları üzerindeki etkisinin belirlenerek optimum kaplama, proses ve şartların saptanması,

2. Arayüzeyde oksidasyon ve termal şok koşulları altında oluşan termo-mekanik gerilmelerin TGO büyüme davranışı ve hasar oluşumuna olan etkisinin optimizasyonunun yapılarak modelleme çalışmalarının gerçekleştirilmesi,

3. TBC sistemlerinde yer alan bağ kaplama tabakasının üretiminde farklı yüzey pürüzlülük değerlerinin gerek kaplamaların ara yüzey yapışma mukavemetleri üzerindeki etkisi gerekse TBC sistemlerinin oksidasyon ve termal çevrim/şok davranışları esnasında TGO oluşum ve büyüme davranışları üzerindeki etkisinin saptanması,

4. TBC'lerin yükselen sıcaklıklarla birlikte ısıl özelliklerinin hangi oranda değiştiği ve bu durumun TBC'lerin hasar oluşum yapıları üzerindeki etkisinin görülüp yorumlanabilmesi amacıyla TBC sistemlerinin ısıl iletkenik ve ısıl genleşme katsayısı gibi özelliklerinin oda sıcaklığından itibaren servis test sıcaklıklarına kadar nasıl değiştiğinin saptanması gelecek çalışmalarda araştırılabilecek çalışma temalarını oluşturmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] MOBARRA R., JAFARI A.H., KARAMINEZHAAD M., Hot corrosion behavior of MCrAIY coatings on In 738LC, Surface and Coatings Technology, 201, 2202–2207, 2006.
- [2] NIJDAM T.J., SLOOF W.G., Combined pre-annealing and preoxidation treatment for the processing of thermal barrier coatings on NiCoCrAIY coatings, Surface and Coatings Technology, 201, 3894– 3900, 2006.
- [3] LI Y., LI C.J., ZHANG Q., XING K., YANG G.J., Effect of surface morphology of MCrAIY bond coats on isothermal oxidation behavior, International Thermal Spray Conference, ITSC 2010, DVS-ASM, Raffles City, Singapore, 491-497, 2010.
- [4] XIE D., XIONG Y., WANG F., Effect of an enamel coating on the oxidation and hot corrosion behavior of an HVOF sprayed CoNiCrAlY coatings, Oxidation of Metals, 59, 503-516, 2003.
- [5] YUAN F.H., CHEN Z.X., HUANG Z.W., WANG Z.G., ZHU S.J., Oxidation behavior of thermal barrier coatings with HVOF and detonation sprayed NiCrAIY bond coats, Corrosion Science, 50, 1608–1617, 2008.
- [6] SCHLOESSER J., BÄKER M., ROSLER J., Thermal barrier coatings for rocket engines, International Thermal Spray Conference, ITSC 2011, DVS, Hamburg, September 27-29, 952-955, Germany, 2011.
- [7] LAMPKE T., EL-MAHALLAWY N., GRUND T., EL-ARABY I., KARAOGLANLI A.C., Effect of bond coat material and heat treatment on adhesion strength and characteristics of Thermal Barrier Coating system with CGDS, HVOF and APS techniques, International Thermal Spray Conference, ITSC 2011, DVS, Hamburg, 956-959, Germany, September 27-29, 2011.

- [8] ARAI M., SUIDZU T., Development of porous ceramic coating for high-efficiency cooling system, International Thermal Spray Conference, ITSC 2011, DVS, Hamburg, 960-965, September 27-29, 2011.
- [9] TAKAHASHI S., HIRANO N., KOJIMA Y., HARADA Y., KAWASAKI A., ONO F., Thermal shock resistance of plasma-sprayed Thermal Barrier Coatings, International Thermal Spray Conference, ITSC 2011, DVS, Hamburg, 1025-1029, September 27-29, 2011.
- [10] LI C.J., LI Y., YANG G.J., LI C.X., A novel plasma-sprayed durable thermal barrier coating with the well-bonded YSZ interlayer between porous YSZ and bond coat, Journal of Thermal Spray Technology Volume 21 (3-4), 383-390, 2012.
- [11] KARAOGLANLI A.C., LAMPKE, T., GRUND T., AK AZEM F., OZDEMIR I., TURK A., USTEL F., Study of oxidation behavior of TBCs with APS and HVOF CoNiCrAIY bond coatings, International Thermal Spray Conference, ITSC 2011, DVS, Hamburg, 943-947, September 27-29, 2011.
- [12] HETMANCZYK M., SWADZBA L., MENDALA B., Advanced materials and protective coatings in aero-engines application, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 24, 372-381, 2007.
- [13] DALKILIÇ, S., Bir Termal Bariyer Kaplama Sisteminin Yorulma Davranışının İncelenmesi, Doktora tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mart 2007.
- [14] VAßEN R., GIESEN S., STOVER D., Lifetime of Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings: Comparison of Numerical and Experimental Results, Journal of Thermal Spray Technology Volume

18(5-6), 835-845, 2009.

- [15] EVANS A.G., MUMMA D.R., HUTCHINSON J.W., MEIERC G.H., PETTIT F.S., Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings, Progress in Materials Science, 46 (5), 505–553, 2001.
- [16] SCRIVANI A., RIZZI G., BERNDT C.C., Enhanced thick thermal barrier coatings that exhibit varying porosity, Materials Science and Engineering A-structural materials properties microstructure and processing, 476 (1-2), 1-7, 2008.
- [17] SRIDHARANA S., XIEA L., JORDAN E. H., GELLA M., MURPHY K.S., Damage evolution in an electron beam physical vapor deposited thermal barrier coating as a function of cycle temperature and time, Materials Science and Engineering A, 393 (1-2), 51-62, 2005.
- [18] LIMA C.R.C., GUILEMANY J.M., Adhesion Improvements of Thermal Barrier Coatings with HVOF Thermally Sprayed Bond Coats, Surface and Coatings Technology, 201, 4694–4701, 2007.
- [19] DOSTA S., CINCA N., GARCIA J., SALITO A., GUILEMANY J.M., Cold spray Perpectives in medical Engineering, proceedings of 8. kolloquium HVOF spraying conference, 5-6 November, Erding Germany, 151-156, 2009.
- [20] ZHANG Q., LI C.J., LI C.X., YANG G.J., LUI S.C., Study of oxidation behavior of nanostructured NiCrAIY bond coatings deposited by cold spraying, Surface and Coatings Technology, 202, 3378-3384, 2008.
- [21] NIJDAM T.J., SLOOF W.G., Combined Pre-annealing and Preoxidation Treatment for the Processing of Thermal Barrier Coatings on NiCoCrAIY Bond Coatings, Surface and Coatings Technology, 201, 3894-3900, 2006.

- [22] FAUCHAIS P., MONTAVON G., Thermal and cold spray recent developments, Key Engineering Materials, 384,1-59, 2008.
- [23] IRISSOU E., LEGOUX J.G., RYABININ A.N., JODOIN B., MOREAU C., Review on Cold Spray Process and Technology: Part I-Intellectual Property, Journal of Thermal Spray Technology, 17(4), 495-516, 2008.
- [24] FAUCHAIS P., MONTAVON G., BERTRAND G., From Powders to thermally Sprayed Coatings, 19(1-2), 56-80, 2010.
- [25] BALA. N., SINGH. H., PRAKASH. S., High-Temperature Oxidation Studies of Cold-Sprayed Ni–20Cr and Ni–50Cr Coatings on SAE 213-T22 Boiler Steel, Applied Surface Science 255, 6862–69, 2009.
- [26] CHAMPAGNE V. K., Introduction, The cold spray materials deposition process, Fundamentals and applications, ed: Champagne, V. K., Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, England, 1-7, 327-350, 2007.
- [27] KARTHIKEYAN J., Development of Oxidation Resistant Coatings on GRCop-84 Substrates by Cold Spray Process, ASB Industries, Inc., Barberton, GLTRS (Glenn Technical Reports Server), Ohio 44203, NASA-CR 2007-214706; May, 4-5, 2007.
- [28] DAVIS J.R., Revised by D. E.Crawmer, Thermal Spray Processes, Handbook of Thermal Spray Technology, ISBN 0-87170-795-0, ASM International, 54-76, 2004.
- [29] BOSE S., High Temperature Coatings, Butterworth-Heinemann, Elsevier, ISBN-13:978-0-7506-8252-7, 73-96, 2007.
- [30] MARTIN P.M., Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, Elsevier, 1-32, ISBN–13: 978-0-8155-2031-3, 2009.
- [31] CLARKE D., "Materials Selection Guidelines for Low Thermal

Conductivity Thermal Barrier Coatings, Surface and Coatings Technology 163/164, 67-74, 2003.

- [32] PAWLOWSKI L., The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings, John Wiley & Sons, 2nd Edition, 67-165, 2008.
- [33] HEIMANN R.B., Plasma-Spray Coating, VCH Verlagsgesellschaft mbH, 17-25., 1996.
- [34] PATRICK R., Development of Conventional and Nanocrystalline Bond Coats by Cold Gas Dynamic Spraying for Aerospace Thermal Barrier Coatings, PhD Theses, University of Ottowas, Ottowa Ontario Canada, 1-227, July 19, 2010.
- [35] SAMPATH S., HERMAN H., Rapid Solidification and Microstructure Development during Plasma Spray Deposition, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 5, 445-456, 1996.
- [36] SCRIVANI A., BARDI U., CARRAFIELLO L., LAVACCHI A., NICCOLAI F., RIZZI G., A comparative Study of High Velocity Oxygen Fuel, Vacuum Plasma Spray, and Axial Plasma Spray for the Deposition of CoNiCrAIY Bond Coat Alloy, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 12, 504-507, 2003.
- [37] SCRIVANI A., RIZZI G., BARDI U., GIOLLI C., MIRANDA M. M., CIATTINI S., FOSSATI A., BORGIOLI F., Thermal Fatigue Behavior of Thick and Porous Thermal Barrier Coatings Systems, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 16, 816-821, 2007.
- [38] GOLOSNY I.O., CIPITRIA A., CLYNE T.W., Heat Transfer Through Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings in Gas Turbines: A Review of Recent Work, Journal of Thermal Spray Technology, Vol : 18, 809-821, 2009.
- [39] KAMNIS S., GU S., Study of In-Flight and Impact Dynamics of Nonspherical Particles from HVOF Guns, Journal of Thermal Spray

Technology, Vol: 19, 31-41, 2010.

- [40] VARACALLE D.J., ORTIZ M.G., MILLER C.S., STEEPER T.J., ROTOLICO A.H., NERZ J., RIGGS W.L., HVOF Combustion Spraying of Inconel Powder, Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 2, 151-159, 1993.
- [41] YANG Y.M., LIAO H., CODDET C., Simulation and Application of a HVOF Process for MCrAIY Thermal Spraying, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 11, 36-43, 2001.
- [42] RICHER P., YANDOUZI M., BEAUVAIS L., JODOIN B., Oxidation behaviour of CoNiCrAIY bond coats produced by plasma, HVOF and cold gas dynamic spraying, Surface and Coatings Technology 204, 3962–3974, 2010.
- [43] LIMA R.S., MARPLE B.R., Thermal Spray Coatings Engineered from Nanostructured Ceramic Agglomerated Powders for Structural, Thermal Barrier and Biomedical Applications: A Review, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 16, 40-63, 2007.
- [44] STOKES J., The Theory and Application of the HVOF Thermal Spray Process, Dublin City University, Dublin, Ireland, ISBN 1-87232-753-2, 1-204, 2008.
- PAPYRIN A., KOSAREV V., KLINKOV S., ALKHIMOV A., FOMIN
 V.M., Cold Spray Technology, Elsevier Science, ISBN-13: 978-0-08-045155-8, 04 October, 2007.
- [46] JODOIN B., Cold Spray Nozzle Mach Number Limitation, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 11, 496-507, 2001.
- [47] GARTNER F., SOTLTENHOFF T., SCMIDT T., KREYE H., The Cold Spray Process and Its Potential for Industrial Applications, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 15, 223-232, 2006.
- [48] AJDELSZTAJN L., JODOIN B., KIM G.E., SCHOENUNG J.M., Cold Spray Deposition of Nanocrystalline Aluminum Alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol: 36A, 657-666, 2005.
- [49] DYKHUIZEN R.C., SMITH M.F., GILMORE D.L., NEISER R.A., X. JIANG, S. SAMPATH, Impact of High Velocity Cold Spray Particles, Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 8, 559-564, 1999.
- [50] KIM K.H., WATANABE M., KURODA S., Jetting-Out Phenomenon Associated with Bonding of Warm-Sprayed Titanium particles onto Steel Substrate, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 18, 490-499, 2009.
- [51] HUSSAIN T., MCCARTNEY D.G., SHIPWAY P.H., ZHANG D., Bonding Mechanisms in Cold Spraying: The Contributions of Metallurgical and Mechanical Components, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 18, 364-379, 2008.
- [52] SCHMIDT T., ASSADI H., GARTNER F., RICHTER H., STOLTENHOFF T., KREYE H., KLASSEN T., From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 18, 794-808, 2009.
- [53] KITAMURA J., SATO K., AOKI I., SAKAKI K., TAKAHATA M., SHIMIZU Y., Mechanical Properties of WC/Co coatings prepared by cold spraying, International Thermal Spray Conference, Thermal Spray Crossing Borders, Maastricht - The Netherlands, June 2-4, 1246-1250, 2008.
- [54] JODOIN B., AJDELSZTAJN L., SANNSOUCY E., ZUNIGA A., RICHER P., LAVERNIA E.J., Effect of Particle Size, Morphology and Hardness on Cold Gas Dynamic Sprayed Aluminium Alloy Coatings, Surface and Coatings Technology, Vol: 201, 3422-3429, 2006.
- [55] GUTZMANN H., FREESE S., GARTNER F., KLASSEN T., Hamburg, Cold Gas Spraying of Ceramics Using the Example of Titanium

Dioxide, International Thermal Spray Conference, Hamburg, September 27-29, 391-396, Germany, 2011.

- [56] KLIEMANN J.O., GUTZMANN H., GARTNER F., HUBNER H., BORCHERS C., KLASSEN T., Formation of Cold-Sprayed Ceramic Titanium Dioxide Layers on Metal Surfaces, Journal of Thermal Spray Technology, Vol: 20, 292-298, 2011.
- [57] OGAWA K., Study of safety and reliability for state of the art gas turbines, Sunum Notları, Fracture and reliability research institute, Tohoku University, 1-353, 2010.