

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YSZ VE CSZ ESASLI TERMAL BARIYER
KAPLAMALARIN ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU
VE TERMAL ÇEVİRİM PERFORMANSLARININ
KARŞILAŞTIRILMASI**

DOKTORA TEZİ

Metalurji ve Malz. Yük. Müh. Ekrem ALTUNCU

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZ. MÜH.

Tez Danışmanı : Prof. Dr. FATİH ÜSTEL

Mayıs 2011

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

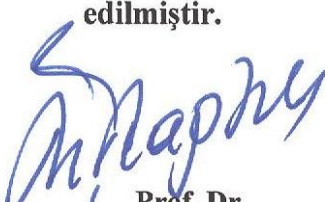
YSZ VE CSZ ESASLI TERMAL BARIYER
KAPLAMALARIN ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU
VE TERMAL ÇEVİRİM PERFORMANSLARININ
KARŞILAŞTIRILMASI


DOKTORA TEZİ


Metalurji ve Malz. Y. Müh. Ekrem ALTUNCU

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ

Bu tez 27 / 05 /2011 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.


Prof. Dr.
Yılmaz TAPTIK
Jüri Başkanı


Prof. Dr.
Fatih ÜSTEL
Üye


Prof. Dr.
Mustafa ÜRGEN
Üye

Doç. Dr.
Ahmet TÜRK
Üye



Yrd. Doç. Dr.
Muhammet CERİT
Üye



TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarında öncelikle katkılarını, desteğini ve tecrübesini asla esirgemeyen akademisyenlik mesleğini sevdiiren, araştırma ve geliştirme heyecanını sürekli olarak paylaşan çok değerli tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Fatih ÜSTEL'e sonsuz teşekkürü borç bilirim.

Sakarya Üniversitesi Termal Sprey Teknolojileri Araştırma ve Geliştirme Merkezi kapsamında çalışmalarında desteklerinden dolayı değerli hocalarım Doç. Dr. Ahmet TÜRK'e, Doç. Dr. Sefer Cem OKUMUŞ'a, laboratuvar çalışmalarında katkılarından dolayı Uzman Fuat KAYIŞ'a ve Savaş ÖZTÜRK'e, Metalurji ve Malzeme Mühendisleri Salih Emre YILDIRIM'a, Garip ERDOĞAN'a, Osman ALTUN'a, Bülent ERDEM'e, Mehmet ÖZTÜRK'e, Yasemin TABAK'a, Makine Mühendisliği Bölümü Araştırma Görevlisi Sedat İRİÇ'e, Yaşar KAHRAMAN'a, Tekniker Metin GÜNAY'a ve tüm Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyeleri ve Araştırma Görevlilerine, Kocaeli Üniversitesi Asım Kocabıyık Meslek Yüksek Okulu Tüm Çalışma Arkadaşlarıma gösterdikleri anlayış ve desteklerinden dolayı teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışmalarını 2009-50-02-008 numaralı doktora projesi ile destek sağlayan Sakarya Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna (BAPK) teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca maddi ve manevi desteklerini asla esirgemeyen Babam İsmail ALTUNCU'ya, Annem Hasine ALTUNCU'ya bana olan güvenlerinden, anlayışlarından, sabırlarından dolayı sonsuz saygı ve hürmetlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

| | |
|--|------|
| TEŞEKKÜR..... | ii |
| İÇİNDEKİLER | iii |
| SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ..... | vii |
| ŞEKİLLER LİSTESİ | ix |
| TABLolar LİSTESİ..... | xix |
| ÖZET..... | xxi |
| SUMMARY..... | xxii |
| BÖLÜM 1. | |
| GİRİŞ..... | 1 |
| BÖLÜM 2. | |
| TERMAL BARIYER KAPLAMALAR VE GAZ TÜRBİNLERİNDE UYGULAMALARI..... | 6 |
| 2.1. Giriş..... | 6 |
| 2.2. Süper Alaşım Altlık Malzemeleri..... | 8 |
| 2.3. MCrAlY Esaslı Bağ Tabaka..... | 9 |
| 2.4. Stabilize Zirkonya Esaslı Seramik Kaplama Tabakası..... | 12 |
| 2.5. Gaz Türbin Motorları İçin Termal Bariyer Kaplama Gereksinimi..... | 19 |
| 2.6. TBK Kullanımın Faydaları..... | 21 |
| 2.7. Küresel Gaz Türbin Motorları Pazarında Gelecekte Eğilimler..... | 24 |
| BÖLÜM 3. | |
| TERMAL BARIYER KAPLAMALARIN ÜRETİM TEKNOLOJİLERİ..... | 26 |
| 3.1.TBK Üretim Proseslerinin Karşılaştırılması..... | 26 |

| | |
|--|----|
| 3.2. Plazma Sprey Kaplama Teknolojisi..... | 28 |
| 3.2.1. APS prosesinin tarihsel gelişim süreci..... | 30 |
| 3.2.2. Plazma sprej prosesinin avantajları ve sektörel gelişimi..... | 31 |
| 3.3. Plazma Sprej Prosesinin Temel Esasları..... | 31 |
| 3.3.1. Plazma kavramı ve oluşumu..... | 32 |
| 3.3.2. Plazma gazları ve plazma jeti karakteristik özellikleri..... | 33 |
| 3.3.3. Plazma arkı ve plazma tabancası özellikleri..... | 38 |
| 3.3.4. Plazma jeti ile toz etkileşimleri..... | 41 |
| 3.3.5. Splat oluşumu ve yüzey ile etkileşimleri..... | 44 |
| 3.3.6. Kaplama oluşumu ve mikroyapısal özellikler..... | 48 |
| 3.3.6.1. Kaplamanın yüzeye yapışması..... | 50 |
| 3.3.6.2. Kaplama yoğunluğu ve mikroyapıda porozite..... | 51 |
| 3.3.6.3. Kaplamaların birikme verimi..... | 53 |
| 3.4. Plazma Sprej Proses Parametreleri ve Etkileri..... | 53 |
| 3.4.1. Plazma gücüne etki eden faktörler..... | 53 |
| 3.4.2. Plazma sıcaklığına ve hızına etki eden faktörler..... | 54 |
| 3.4.3. Parçacık sıcaklığına ve hızına etki eden faktörler..... | 55 |

BÖLÜM 4.

| | |
|--|----|
| PLAZMA SPREY PROSESİ İLE ÜRETİLEN TBK ÜRETİMİNDE DENEYSEL TASARIM METHODU İLE OPTİMİZASYON..... | 62 |
| 4.1. Deneysel Tasarım Esasları..... | 62 |
| 4.1.1.Taguchi Methodu..... | 63 |
| 4.2. APS İle TBK Üretiminde Deneysel Tasarım Uygulama Örnekleri..... | 63 |

BÖLÜM 5.

| | |
|---|----|
| TERMAL BARIYER KAPLAMALARDA KARŞILAŞILAN HASAR TÜRLERİ VE DAYANIMI ETKİLEYEN FAKTÖRLER | 79 |
| 5.1. Süper Alaşım-Bağ Tabaka- Seramik Tabaka Arası Etkileşimler..... | 80 |
| 5.2. Termal Gelişen Oksit Tabakası (TGO)'nın Etkisi..... | 81 |
| 5.3. Sinterleşme Etkisi..... | 83 |
| 5.4. Faz Dönüşümü Etkisi..... | 84 |
| 5.5. Sıcak Korozyon Ortamının Etkisi..... | 87 |

| | |
|--|----|
| 5.6. Servis Koşullarının TBK Ömrüne Etkisi..... | 88 |
| 5.7. Proses-Mikroyapı-Termal Çevrim Ömrü İlişkisi..... | 90 |

BÖLÜM 6.

| | |
|--|-----|
| DENEYSEL ÇALIŞMALAR | 97 |
| 6.1. Giriş..... | 97 |
| 6.2. Deneylerde Kullanılan Malzemeler..... | 99 |
| 6.2.1. Metalik esaslı türbin parçası (altlık) malzemeleri..... | 99 |
| 6.2.2. MCrAlY esaslı bağ tabaka malzemesi..... | 100 |
| 6.2.3. Zirkonya esaslı termal bariyer kaplama malzemeleri..... | 101 |
| 6.3. Kaplama Ünitesi ve Ekipmanları..... | 102 |
| 6.3.1. Plazma tabancası..... | 103 |
| 6.4. Kaplama operasyonu öncesi yüzey hazırlama..... | 103 |
| 6.4.1. Yüzey temizleme..... | 104 |
| 6.4.2. Yüzey kumlama | 104 |
| 6.5. Kaplama Öncesi Tozların Hazırlanması..... | 105 |
| 6.5.1. Tozların kurutulması ve karıştırılması..... | 105 |
| 6.5.2. Toz boyut analizi..... | 106 |
| 6.5.3. Toz akış ve yoğunluk ölçümü..... | 107 |
| 6.6. Kaplama Operasyonu ve Tabanca Hareketi..... | 108 |
| 6.7. Analiz, Karakterizasyon Yöntem ve Ekipmanları..... | 109 |
| 6.7.1. Metalografik numune hazırlama..... | 109 |
| 6.7.1.1. Numune kesme..... | 111 |
| 6.7.1.2. Numune bakalite alma..... | 111 |
| 6.7.1.3. Numune zımparalama ve parlatma | 111 |
| 6.7.2. Kaplamaların karakterizasyonunda kullanılan mikroskoplar..... | 112 |
| 6.7.3. Kantitatif faz analizi..... | 114 |
| 6.8. Yüzey pürüzlülük ölçümü..... | 115 |
| 6.9. Mikrosertlik ölçümü..... | 115 |
| 6.10. Porozite ölçümü..... | 115 |
| 6.11. Birikme verimi ölçümü..... | 116 |
| 6.12. Termal çevrim testi..... | 116 |
| 6.13. Yapışma testi..... | 118 |

BÖLÜM 7.

| | |
|---|-----|
| DENEYSEL ÇALIŞMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA..... | 120 |
| 7.1. Kaplama Tozlarının Karakterizasyonu..... | 120 |
| 7.1.1. NiCrAlY esaslı tozların karakterizasyonu..... | 120 |
| 7.1.2. Zirkonya esaslı tozların karakterizasyonu..... | 121 |
| 7.1.3. APS prosesinde toz morfolojisinin ve özelliklerinin etkisi..... | 123 |
| 7.2. Plazma Gücüne Etki Eden Faktörler..... | 125 |
| 7.3. Bağ kaplama Tabakasının Üretimi | 128 |
| 7.4. Seramik Kaplama Tabakasının Üretimi ve Optimizasyonu | 137 |
| 7.4.1. Kaplamaların mikroyapısal karakterizasyonu..... | 143 |
| 7.4.2. Yüzey morfolojisi ve pürüzlülüğü etkileyen faktörler | 164 |
| 7.4.3. Kaplamaların mikro sertlik ölçüm sonuçları ve proses parametreleri ile ilişkisi..... | 173 |
| 7.4.4. Birikme verimi ve proses parametreleri ilişkileri..... | 177 |
| 7.4.5. Porozite oranı ve proses parametreleri ile ilişkileri..... | 185 |
| 7.4.6. Kaplamaların yapışma dayanımına etki eden faktörler..... | 190 |
| 7.4.7. Optimum proses parametreleri ile üretilen kaplamalar..... | 194 |
| 7.4.7.1.Kaplama kesitinde farklı oranlarda porozite eldesi..... | 196 |
| 7.4.7.2. Doğrulama testi..... | 199 |
| 7.5. Kaplamaların Termal Çevrim Performansı..... | 200 |
| 7.5.1. Termal çevrim testi sonrası makro ve mikroyapılar..... | 207 |
| 7.6. XRD faz analizi çalışmaları..... | 226 |

BÖLÜM 8

| | |
|---------------------------------|-----|
| GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER..... | 230 |
| KAYNAKLAR..... | 237 |
| ÖZGEÇMİŞ..... | 258 |

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

| | |
|--------------------|--|
| W/mK | :Watt/metre Kelvin |
| μm | : Mikrometre |
| A | : Amper |
| V | : Volt |
| l/dak. | : Litre/dakika |
| TBK | : Termal bariyer kaplamalar |
| ÇBK | :Çevresel bariyer kaplamalar |
| YSZ | : Yitria ile stabilize zirkonya |
| CSZ | :Serya ile stabilize zirkonya |
| APS | :Atmosferik plazma sprej |
| PVD | : Fiziksel buhar biriktirme |
| EBPVD | : Elektron ışını ile fiziksel buhar biriktirme |
| TS | : Termal sprej |
| APS | : Atmosferik plazma sprej |
| VPS | : Vakum plazma sprej |
| KAPS | : Kontrollü atmosferde plazma sprej |
| LPPS | : Düşük basınçlı plazma sprej |
| IPS | : İnert gaz altında plazma sprej |
| SPPS | : Çözümlü plazma sprej |
| HVOF | : Yüksek hızda oksijen yakıt sprej |
| DE | : Birikme Verimi |
| $T_{\text{giriş}}$ | :Türbin giriş sıcaklığı |
| TGO | :Termal gelişen oksit tabakası |
| Ra | : Kaplama yüzey pürüzlülük değeri |
| HV | : Vickers mikrosertlik |
| δ | : Eşdeğer TGO kalınlığı |
| m | : Monoklinik faz |

| | |
|-------|---|
| t | : Tetragonal faz |
| k | : Kbik faz |
| F4MB | : Multicoat kaplama nitesinde plazma sprej tabancası |
| EDX | : Element analizi |
| XRD | : X-ıřınları difraksiyonu |
| OM | : Optik mikroskop |
| SM | : Stereo mikroskop |
| SEM | : Taramalı elektron mikroskobu |
| MPa | : Mega paskal |
| ANOVA | : Varyans analizi |
| S/N | : Sinyal/grlt oranı |

ŞEKİLLER LİSTESİ

| | | |
|-------------|---|----|
| Şekil 1.1. | Deneysel tasarım girdi, süreç ve çıktıları..... | 5 |
| Şekil 2.1. | Termal bariyer kaplamaların gelişimi..... | 6 |
| Şekil 2.2. | Türbin kanadı üzerinde tipik bir termal bariyer kaplama uygulamasına bağlı olarak a. sıcaklık profili ve b. soğutma kanalcıkları..... | 7 |
| Şekil 2.3. | Türbin kanadı üretiminde döküm teknolojisinin gelişimine bağlı olarak a. eş eksenli, b. yönlendirilerek katılmış, c. tek kristalli süper alaşımlar..... | 8 |
| Şekil 2.4. | Oksidasyon ve korozyon direnci için MCrAlY esaslı bağ tabaka kaplamaların seçimi..... | 10 |
| Şekil 2.5. | Ni-Cr-Al üçlü faz sisteminin 850 °C’de faz bölgeleri..... | 11 |
| Şekil 2.6 | MCrAlY esaslı kaplamalardan beklenen özellikler..... | 12 |
| Şekil 2.7. | Farklı seramiklerin sıcaklığa bağlı olarak değişen termal iletkenlik katsayıları, TBK tasarımında oksit seramiklerin elastik modül (E)/ yoğunluk (ρ) ile termal iletkenlik katsayılarına (k) bağlı olarak karşılaştırma..... | 13 |
| Şekil 2.8. | ZrO ₂ kafese Y ₂ O ₃ girmesi ile oksijen boşluklarının oluşumu..... | 14 |
| Şekil 2.9. | ZrO ₂ - Y ₂ O ₃ faz diyagramı , ZrO ₂ - CeO ₂ faz diyagramı | 16 |
| Şekil 2.10. | YSZ ve CSZ kaplamalar 1500 °C de 100 saat izotermal olarak ısıtıldıktan sonra farklı soğuma ortamlarında oda sıcaklığına soğutma sonrası monoklinik faz oranı değişimi..... | 17 |
| Şekil 2.11. | YSZ ve CSZ esaslı termal bariyer kaplamaların kalınlığa bağlı olarak termal çevrim ömürleri ve bağ tabaka yüzey sıcaklıkları, b. kalınlığa bağlı olarak termal şok dayanımları | 18 |
| Şekil 2.12. | Termal bariyer kaplamaların kullanım ömrünü sınırlayan faktörler..... | 19 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Şekil 2.13. | Uçak jet motorlarında kullanılan bir gaz türbin motor kesiti ve yüksek sıcaklık etkisine maruz kalan parçalar, Enerji santrallerinde kullanılmakta olan gaz türbin motor kesiti | 20 |
| Şekil 2.14. | T Türbin parçalarının kullanım ömrü ve motor performansı üzerinde TBK etkisi, metal yüzey sıcaklığı-soğutucu hava akışı değişimi, metal yüzey sıcaklığı-gaz sıcaklığı değişimi | 23 |
| Şekil 2.15. | Kombine çevrim enerji santrallerinde kullanılan türbin motorlarının giriş sıcaklığına bağlı olarak a. termal verimliliği b. CO ₂ emisyon miktarı değişimi..... | 24 |
| Şekil 2.16. | Küresel pazarda gaz türbin motorlarının a. sayıca ve yaşça yayılımı | 25 |
| Şekil 3.1. | Plazma jetinin sıcaklık dağılımı a.Argon, b. Azot..... | 33 |
| Şekil 3.2. | Plazma (Ar-H ₂) jetinin sıcaklık dağılımı..... | 34 |
| Şekil 3.3. | Gaz sıcaklığına bağlı olarak plazma entalpisinin değişimi..... | 36 |
| Şekil 3.4. | F4 tipi plazma tabancası için kesiti ve ark oluşumu | 39 |
| Şekil 3.5. | Tipik DC ark plazma tabancasında ark dalgalanması ve plazma jeti..... | 40 |
| Şekil 3.6. | Nozül çapının ve plazma akımının voltaj dalgalanmasına etkisi... | 41 |
| Şekil 3.7. | Plazma jetinin geometrisi ve sıcaklık dağılımı..... | 42 |
| Şekil 3.8. | Farklı altlık sıcaklığına sahip yüzeylerde zirkonya esaslı splat ve birbiri üzerine yerleşmiş iki splat oluşumlarının yüzey profilometrisi ile elde edilmiş görüntüleri 100°C, 300°C..... | 46 |
| Şekil 3.9. | Toz buyutu, parçacık hızı ve çarpma açısının splat morfolojisine ve kaplama mikroyapısına etkisi..... | 47 |
| Şekil 3.10. | Termal sprej prosesleri ile üretilen kaplamaların tipik mikroyapısal özellikleri..... | 48 |
| Şekil 3.11. | Zirkonya esaslı termal bariyer kaplamanın kırılma kesiti görüntüleri ve mevcut süreksizlikler..... | 49 |
| Şekil 3.12. | Kaplama kalitesine ve dayanımına etki eden faktörler..... | 50 |
| Şekil 3.13. | Zirkonya esaslı termal bariyer kaplamaların üretiminde ortalama yüzey sıcaklığı ve parçacık sıcaklığının porozite oranına etkisi..... | 52 |

| | |
|---|----|
| Şekil 3.14. Plazma gücü üzerinde akım ve plazma gazı akış hızlarının etkisi..... | 54 |
| Şekil 3.15. Plazma sıcaklığına, hızına etki eden faktörler a. akım, b. Ar akış hızı, c. H ₂ akış hızı | 55 |
| Şekil 3.16. Argon gaz akışı, hidrojen gaz akışı ve plazma akımının plazma sprej esnasında ZrO ₂ parçacıklarının a. sıcaklığına ve b. hızına etkisi..... | 56 |
| Şekil 3.17. Nozül ve toz üretim şeklinin parçacık sıcaklığı ve hızına etkisi ... | 58 |
| Şekil 3.18. Taşıyıcı gaz akış hızının değişimine bağlı olarak parçacık radyal yer değişimi, parçacık hızı, parçacık sıcaklığı, . buharlaşma hızı değişimi..... | 59 |
| Şekil 3.19. Taşıyıcı gaz akış hızının, püskürtme mesafesinin ve Ar/H ₂ oranının ZrO ₂ esaslı tozların ortalama hız ve sıcaklığına etkisi.... | 59 |
| Şekil 3.20. Taşıyıcı gaz akış hızının, püskürtme mesafesinin ve Ar/H ₂ oranının ZrO ₂ esaslı tozların birikme verimine etkisi..... | 60 |
| Şekil 3.21. Zirkonya esaslı termal bariyer kaplamaların üretiminde sprej mesafesinin porozite ve birikme verimliliği ile ilişkisi..... | 61 |
| Şekil 3.22. Zirkonya esaslı termal bariyer kaplamaların üretiminde sprej mesafesi, plazma akımı, argon gaz akış hızının porozite ve birikme verimliliğine etkisi ile parçacık sıcaklığı ve hızı ilişkisi... | 61 |
| Şekil 4.1. Proses parametrelerinin termal iletkenlik katsayısına etkisi..... | 65 |
| Şekil 4.2. Proses parametrelerinin porozite türü ve oranına etkisi..... | 66 |
| Şekil 4.3. Splat morfolojisinin proses parametreleri ve altlık sıcaklığı ile değişimi..... | 68 |
| Şekil 4.4. U10 deneysel tasarım matrisine bağlı olarak proses parametrelerinin birikme verimi, mikrosertlik, porozite oranına etkisi..... | 69 |
| Şekil 4.5. L9 ortogonal deneysel tasarım matrisine bağlı olarak proses parametrelerinin termal şok direncine etkisi..... | 70 |
| Şekil 4.6. L18 deneysel tasarım matrisine bağlı olarak proses parametrelerinin mikrosertliğe etkisi..... | 71 |
| Şekil 4.7. Proses parametrelerinin parçacık sıcaklığına, hızına, termal iletkenliğe, indentasyon modülüne etkisi..... | 72 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Şekil 4.8. | Proses parametrelerinin parçacık sıcaklığına, hızına, birikme verimine etkisi..... | 73 |
| Şekil 5.1. | Yüksek sıcaklıkta kalma süresine bağlı olarak TGO tabakasının kalınlaşması..... | 82 |
| Şekil 5.2. | APS prosesi ile üretilmiş bağ tabakasının yüzeyinde termal çevrim (1080 °C/ 1 saat) sonrası TGO tabakası, 10 çevrim, 100 çevrim sonrası..... | 83 |
| Şekil 5.3. | APS prosesi ile üretilmiş YSZ kaplama a. püskürtülmüş hali, b. 1400 °C’de 20 saat sinterleme sonrası mikroyapı görüntüleri..... | 83 |
| Şekil 5.4. | % 35 mol. CeO ₂ -ZrO ₂ 1350 °C de 30 çevrim sonrası kaplama kesitinde dikey/yatay çatlaklar sonucunda hasar oluşumu..... | 85 |
| Şekil 5.5. | Farklı TBK kompozisyonlarının termal çevrim performanslarının karşılaştırılması..... | 86 |
| Şekil 5.6. | Plazma sprej prosesi ile üretilmiş YSZ ve CSZ termal bariyer kaplama kalınlığı boyunca sıcak korozyon sonrası tetragonal faz oranı değişimi..... | 88 |
| Şekil 5.7. | Termal bariyer kaplamalarda farklı servis koşullarında hasar türleri termal çevrim , izotermal..... | 88 |
| Şekil 5.8. | Termal bariyer kaplamalarda izotermal koşullarda 1050 °C’de farklı sürelerde ara yüzeyde çatlak oluşumları | 89 |
| Şekil 5.9. | 1050 °C’de farklı bekleme süresinde termal çevrime uğrayan termal bariyer kaplamaların arayüzey görüntüleri..... | 90 |
| Şekil 5.10. | Termal çevrim sayısı ile Tmax da bekleme süresi ilişkisi..... | 90 |
| Şekil 5.11. | Farklı toz besleme hızlarında üretilmiş YSZ esaslı kaplamaların termal çevrim sonrası kesit görüntüleri..... | 92 |
| Şekil 5.12. | Altlık sıcaklığının artırılması ile YSZ esaslı kaplamalarda oluşuan segmentasyon çatlakları..... | 93 |
| Şekil 5.13. | Farklı proses ve parametreler ile üretilmiş farklı porozite ve kalınlıklarda termal bariyer kaplamaların termal çevrim testi (1250 C/5dak ısıtma-2 dak. soğutma) sonrası mikroyapı ve makro yapı görüntüleri..... | 95 |
| Şekil 6.1. | Deneysel çalışma planı..... | 98 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Şekil 6.2. | Multicoat (Sulzer Metco) kaplama ünitesi..... | 102 |
| Şekil 6.3. | Robot (ABB) koluna sabitlenmiş plazma tabancası ve döner tabla(Sulzer Metco)..... | 103 |
| Şekil 6.4. | Yüzeyleri temizlenmiş numuneler..... | 104 |
| Şekil 6.5. | Kumlama ünitesi ve kumlama sonrası numune yüzey görüntüleri | 105 |
| Şekil 6.6. | Tozların a.kurutulmasında kullanılan etüv fırını b. karıştırılması.. | 106 |
| Şekil 6.7. | Lazer toz boyut analizi ölçüm cihazı..... | 106 |
| Şekil 6.8 | Kaplama tozlarının akış ve yoğunluk ölçümü ünitesi..... | 108 |
| Şekil 6.9. | Numune tutucu ve plazma tabancasının yüzeyde ilerleme yolu.... | 108 |
| Şekil 6.10. | Hassas kesme sonrası numune, b. soğuk kalıpta parlatılmış numuneler | 112 |
| Şekil 6.11. | Stereo mikroskop ve makro üst yüzey görüntüsü..... | 113 |
| Şekil 6.12. | Optik mikroskop özellikleri ve kalınlık ölçümü..... | 113 |
| Şekil 6.13. | Taramalı elektron mikroskobu (SEM) | 114 |
| Şekil 6.14. | Yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı (Mahr)..... | 115 |
| Şekil 6.15. | Görüntü analizi ile porozite ölçüm cihazı..... | 116 |
| Şekil 6.16. | Termal çevrim (Burner rig) test ünitesi..... | 117 |
| Şekil 6.17. | Termal çevrim esnasında sıcaklık-zaman grafiği..... | 118 |
| Şekil 6.18. | ASTM C633 standardına göre yapışma testi..... | 159 |
| Şekil 7.1. | NiCrAlY bağ kaplama toz morfolojisi, kimyasal kompozisyonu, tane boyut dağılımı, elektron mikroskobu görüntüsü..... | 121 |
| Şekil 7.2. | YSZ ve CSZ esaslı TBK tozlarının morfolojik yapısı, kimyasal kompozisyonu, toz boyut dağılımı, elektron mikroskobu görüntüleri..... | 122 |
| Şekil 7.3. | NiCrAlY esaslı tozun XRD patterni | 123 |
| Şekil 7.4. | YSZ ve CSZ tozlarının XRD patternleri..... | 123 |
| Şekil 7.5. | Plazma gücüne etki eden faktörler ve eğilimleri..... | 126 |
| Şekil 7.6. | Plazma sprej parametrelerinin plazma jeti formuna etkisi..... | 128 |
| Şekil 7.7. | Plazma gücünün yüzey morfolojisine etkisi..... | 130 |
| Şekil 7.8. | Tekil değişkenli farklı proses parametreleri ile üretilmiş bağ kaplama tabakalarının mikroyapı kesitlerinin farklı büyütmelerde görüntüleri..... | 132 |

| | | |
|-------------|---|-----|
| Şekil 7.9. | İkili değişken farklı proses parametreleri ile üretilmiş bağ kaplama tabakalarının mikroyapı kesitlerinin farklı büyütme oranlarında görüntüleri..... | 133 |
| Şekil 7.10. | Üç değişkenli farklı proses parametreleri ile üretilmiş bağ kaplama tabakalarının mikroyapı kesitlerinin farklı büyütme oranlarında görüntüleri..... | 134 |
| Şekil 7.11. | Proses parametrelerinin bağ kaplama tabakası kalınlığına ve birikme verimine etkisi..... | 135 |
| Şekil 7.12. | Optimize bağ tabaka mikroyapı kesit görüntüleri..... | 137 |
| Şekil 7.13. | Kaplama kalitesini etkileyen faktörler için balık kılçığı..... | 139 |
| Şekil 7.14. | Parçacık sıcaklığına (T_p) etki eden parametreler ve ilişkileri..... | 140 |
| Şekil 7.15. | Parçacık hızına (V_p) etki eden parametreler ve ilişkileri..... | 141 |
| Şekil 7.16. | T1 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 144 |
| Şekil 7.17. | T1 test serisi ile üretilen kaplamaların (YSZs ve CSZi) mikroyapısında porozite morfolojisi..... | 147 |
| Şekil 7.18. | T2 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 150 |
| Şekil 7.19. | T2 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları..... | 151 |
| Şekil 7.20. | T3 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 152 |
| Şekil 7.21. | T3 test serisi ile CSZ esaslı seramik kaplamaların mikroyapısında kesit mikroyapıları..... | 153 |
| Şekil 7.22. | T4 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 154 |
| Şekil 7.23. | T4 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları..... | 155 |
| Şekil 7.24. | T5 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 156 |

| | | |
|-------------|---|-----|
| Şekil 7.25. | T5 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları..... | 157 |
| Şekil 7.26. | T6 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 158 |
| Şekil 7.27. | T6 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları..... | 158 |
| Şekil 7.28. | T7 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 159 |
| Şekil 7.29. | T7 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları..... | 160 |
| Şekil 7.30. | T8 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 161 |
| Şekil 7.31. | T8 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları..... | 162 |
| Şekil 7.32. | T9 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri..... | 163 |
| Şekil 7.33. | T9 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları..... | 163 |
| Şekil 7.34. | T_p ve V_p değişimine bağlı olarak yüzey pürüzlülüğü değişim haritaları..... | 166 |
| Şekil 7.35. | Yüzey pürüzlülüğüne (R_a) etki eden faktörler ve S/N oranları..... | 167 |
| Şekil 7.36. | YSZ, CSZ kaplamaların mikrosertliğine ($HV_{0.1}$) etki eden faktörler, S/N oranları ve F testi sonuçları..... | 174 |
| Şekil 7.37. | YSZ, CSZ kaplamaların mikrosertliğine ($HV_{0.1}$), Ar gaz akış hızının etkisi..... | 175 |
| Şekil 7.38. | Parçacık sıcaklığı ve hızı ilişkisine bağlı olarak kaplamaların mikrosertlik ($HV_{0.1}$) değişim haritaları..... | 176 |
| Şekil 7.39. | Yüzey pürüzlülüğü ile mikrosertlik ilişkisi a. YSZ,b. CSZ..... | 177 |
| Şekil 7.40. | T_p ve V_p değişimine bağlı olarak birikme verimi değişimi haritaları..... | 178 |
| Şekil 7.41. | Kaplamaların birikme verimine etki eden faktörler ve S/N oranları, F değerleri..... | 180 |
| Şekil 7.42. | Birikme verimi ile yüzey pürüzlülüğü ilişkisi..... | 181 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Şekil 7.43. | Proses parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi ve S/N oranları a. YSZs, b. YSZi, CSZs, d. CSZi..... | 182 |
| Şekil 7.44. | Birikme verimi ile kaplama kalınlığı ilişkisi..... | 184 |
| Şekil 7.45. | Mikrosertlik ile kaplama kalınlığı ilişkisi..... | 185 |
| Şekil 7.46. | T_p ve V_p bağı olarak porozite oranı değişim haritaları..... | 186 |
| Şekil 7.47. | Kaplamaların porozite oranına etki eden faktörler, S/N oranları ve F testi..... | 188 |
| Şekil 7.48. | Kaplamaların porozite oranı ile birikme verimi ilişkisi..... | 189 |
| Şekil 7.49. | Kaplamaların porozite oranı ile mikrosertlik ilişkisi..... | 189 |
| Şekil 7.50. | Kaplamaların porozite oranı ile yüzey pürüzlülüğü ilişkisi..... | 190 |
| Şekil 7.51. | FM1000 yapıştırıcının yapışma dayanımı ve test sonrası yüzey görüntüleri..... | 190 |
| Şekil 7.52. | Yapışma dayanımı porozite (a) ve birikme verimi (b) ilişkisi..... | 192 |
| Şekil 7.53. | Yapışma testi sonrası yüzeylerin makro ve stereo mikroskop görüntüleri ve çekme testi eğrileri..... | 193 |
| Şekil 7.54. | Optimum proses parametreleri ile süper alaşım altlık üzerinde üretilen poroziteli YSZ ve CSZ kaplama kesiti (üst), görüntü analizi ile seramik tabaka porozite ölçümü (alt)..... | 194 |
| Şekil 7.55. | Optimum proses parametreleri ile süper alaşım altlık üzerinde üretilen düşük poroziteli kaplama kesiti (üst), görüntü analizi ile CSZ seramik tabaka porozite ölçümü (alt)..... | 195 |
| Şekil 7.56. | Optimum proses parametreleri ile süper alaşım altlık üzerinde üretilen %8-10 oranında poroziteli YSZ ve CSZ kaplama kesiti (üst), görüntü analizi ile seramik tabaka porozite ölçümü (alt).... | 196 |
| Şekil 7.57. | 3farklı porozite oranına sahip temel bariyer kaplama mikroyapıları (1000x)..... | 198 |
| Şekil 7.58. | Bağ tabaka kalınlığının termal çevrim ömrüne etkisi..... | 202 |
| Şekil 7.59. | Seramik tabaka porozite oranının termal çevrim ömrüne etkisi... | 203 |
| Şekil 7.60. | Altık sıcaklığı ile termal çevrim ömrü ilişkisi..... | 203 |
| Şekil 7.61. | Kaplamaların termal çevrim ömrüne S/N oranına bağlı olarak faktörlerin etkisi..... | 204 |

| | | |
|-------------|---|-----|
| Şekil 7.62. | Kaplamaların termal çevrim ömrüne kaplama tabaka kalınlıklarının etkisi..... | 205 |
| Şekil 7.63. | Kaplamaların termal çevrim ömrüne seramik tabaka kalınlıklarının ve porozite oranının etkisi..... | 205 |
| Şekil 7.64. | Kaplamaların termal çevrim ömrüne etki eden faktörlerin regresyon ve varyans analizi sonuçları..... | 206 |
| Şekil 7.65. | Kaplamaların termal çevrim ömrüne bekleme süresinin etkisi..... | 207 |
| Şekil 7.66. | Termal çevrim testi sonrası numunelerin görüntüleri..... | 209 |
| Şekil 7.67. | Termal çevrim testi esnasında T1 YSZ için hasar oluşumu kademeleri..... | 210 |
| Şekil 7.68. | Termal çevrim öncesi ve sonrası T1 YSZ serisi için stereo mikroskop (SM) görüntüleri..... | 211 |
| Şekil 7.69. | Termal çevrim sonrası T1 YSZ kesit SEM görüntüsü..... | 212 |
| Şekil 7.70. | Termal çevrim testi esnasında T8 YSZ için hasar oluşumu kademeleri..... | 213 |
| Şekil 7.71. | Termal çevrim testi sonrası T8 YSZ esaslı kaplamanın üst yüzey ve kesit SEM görüntüleri..... | 214 |
| Şekil 7.72. | Termal çevrim testi esnasında T6 YSZ için hasar oluşumu kademeleri..... | 215 |
| Şekil 7.73. | Termal çevrim testi esnasında T2 YSZ için hasar oluşumu kademeleri..... | 216 |
| Şekil 7.74. | Termal çevrim testi sonrası T2 YSZ esaslı kaplamanın üst yüzey SM ve kesit SEM görüntüleri..... | 217 |
| Şekil 7.75. | Termal çevrim testi sonrası T7, T9 YSZ esaslı kaplamanın üst yüzey ve kesit SEM görüntüleri..... | 219 |
| Şekil 7.76. | Termal çevrim testi esnasında T1 CSZ için hasar oluşumu kademeleri..... | 220 |
| Şekil 7.77. | Termal çevrim testi sonrası T1 CSZ esaslı kaplamanın arayüzey SEM görüntüleri..... | 221 |
| Şekil 7.78. | Termal çevrim testi esnasında T8 CSZ için hasar oluşumu kademeleri..... | 222 |
| Şekil 7.79. | Termal çevrim testi esnasında T6 CSZ için hasar oluşumu kademeleri..... | 223 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Şekil 7.80. | Termal çevrim testi sonrası T6 CSZ esaslı kaplamanın yüzey ve kesit SEM görüntüleri..... | 224 |
| Şekil 7.81. | Termal çevrim testi esnasında T3 CSZ için hasar oluşumu kademeleri..... | 225 |
| Şekil 7.82. | Termal çevrim testi esnasında T8 ve T9 CSZ için hasar oluşumu. | 226 |
| Şekil 7.83. | YSZ esaslı kaplamaların termal çevrim testi öncesi ve sonrasında XRD patternleri..... | 228 |
| Şekil 7.84. | Termal çevrim öncesi ve sonrası kaplamaların faz analizi..... | 229 |

TABLolar LİSTESİ

| | | |
|------------|--|----|
| Tablo 2.1. | Türbin parçası alaşımlarının kimyasal kompozisyonları..... | 9 |
| Tablo 2.2. | Ticari MCrAlY esaslı kaplama kompozisyonları..... | 11 |
| Tablo 2.3. | TBK sistemini oluşturan malzemelerin fiziksel özellikleri..... | 19 |
| Tablo 2.4. | Uçak ve enerji çevrim santrallerinde kullanılan gaz türbin motorlarının çalışma koşullarının ve kullanılan termal bariyer kaplamalardan beklentilerin karşılaştırması..... | 23 |
| Tablo 3.1. | APS ile EBPVD proseslerinin karşılaştırması..... | 27 |
| Tablo 3.2. | Termal spreyci proseslerinin sınıflandırılması..... | 29 |
| Tablo 3.3. | Plazma gazlarının fiziksel ve kimyasal özellikleri..... | 35 |
| Tablo 3.4. | Plazma gaz ve gaz karışımlarının karakteristik özelliklerinin karşılaştırması..... | 38 |
| Tablo 4.1. | Deneysel tasarım esasları ile yapılan çalışmalara örnekler..... | 64 |
| Tablo 4.2. | L9 ortogonal dizi matrisi..... | 76 |
| Tablo 4.3. | F(%95) değerler tablosu..... | 78 |
| Tablo 5.1. | YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların izotermal işlemler sonrası faz değişimleri..... | 84 |
| Tablo 5.2. | YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların termal çevrim sonrası faz değişimleri..... | 85 |
| Tablo 5.3. | Termal bariyer kaplamalarda görülen hasar modları..... | 94 |
| Tablo 5.4. | Termal bariyer kaplamaların termal çevrim test performanslarının karşılaştırılması..... | 96 |
| Tablo 6.1. | Altlık malzemelerin kimyasal kompozisyonları ve fiziksel özellikleri..... | 99 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Tablo 6.2. | MCrAlY bağ kaplama malzemesi kimyasal kompozisyonu, toz boyut dağılımı ve uygulamaları..... | 100 |
| Tablo 6.3. | Seramik kaplama malzemesi kimyasal kompozisyonu ve teknik özellikleri..... | 101 |
| Tablo 6.4. | Zımparalama ve parlatma parametre değerleri..... | 112 |
| Tablo 7.1. | Proses parametrelerinin plazma gücü üzerinde etkisi..... | 125 |
| Tablo 7.2. | Bağ tabaka üretiminde kullanılan farklı proses parametreleri... | 129 |
| Tablo 7.3. | Taguchi deneysel tasarım esaslarına göre etkin proses parametreleri ve seviyeleri | 137 |
| Tablo 7.4. | Deneysel tasarım parametrelerine bağlı olarak hesaplanan parçacık sıcaklığı ve hızı..... | 138 |
| Tablo 7.5. | APS ile farklı altlıklar üzerine kaplanmış YSZ ve CSZ esaslı seramik kaplamaların makro yüzey görüntüleri..... | 142 |
| Tablo 7.6. | Ortalama yüzey pürüzlülük ölçüm sonuçları..... | 165 |
| Tablo 7.7. | Üst Yüzey Stereo Mikroskop Görüntüleri..... | 169 |
| Tablo 7.8. | APS ile farklı altlıklar üzerine kaplanmış YSZ ve CSZ esaslı seramik kaplamaların yüzey SEM görüntüleri..... | 171 |
| Tablo 7.9. | Kaplamaların ortalama mikrosertlik (HV0.1) ölçüm sonuçları... | 173 |
| Tablo 7.10. | Kaplamaların birikme verimi ve kalınlık ölçüm sonuçları..... | 177 |
| Tablo 7.11. | Kaplamaların porozite oranı ölçüm sonuçları..... | 186 |
| Tablo 7.12. | Ortalama yapışma mukavemeti sonuçları..... | 192 |
| Tablo 7.13. | Hedef özellikler için uygun proses parametreleri ve korelasyon ilişkisi..... | 193 |
| Tablo 7.14. | Doğrulama testi sonuçları..... | 199 |
| Tablo 7.15. | Termal çevrim testleri için deneysel tasarım faktörleri ve seviyeleri..... | 200 |
| Tablo 7.16. | Termal çevrim testleri için L9 deneysel tasarım matrisi ve termal çevrim ömrü sonuçları..... | 201 |
| Tablo 7.29. | Termal çevrim öncesi ve sonrası faz oranları..... | 281 |

ÖZET

Anahtar kelimeler: Gaz Türbin Motoru, Termal Bariyer Kaplama, Plazma Sprey Prosesi, Termal Çevrim Ömrü, Deneysel Tasarım

Gaz türbin motorlarında sıcak kesitlerde görev yapan türbin kanadı gibi parçalarda yaygın olarak kullanılan termal bariyer kaplamalar (TBK), termal yalıtım sağlayarak metal yüzey sıcaklığını azaltmakta ve bunun sonucunda da iş parçasının dayanımını ve motor verimliliğini artırmaktadır. Tipik bir TBK sistemi iki tabakadan oluşmaktadır. Süper alaşım altlık üzerinde sırasıyla oksidasyona dirençli MCrAlY (M: Ni/Co) esaslı bağ tabaka ve üzerine de termal yalıtım görevi yapan stabilize zirkonya esaslı bir seramik tabaka kaplanmaktadır. Yitriya (Y_2O_3) ile stabilize zirkonya (ZrO_2) (YSZ), altlık ile uyumlu yüksek termal genleşme katsayısına sahip olması ve düşük termal iletkenliği nedeniyle genel olarak en çok tercih edilen yalıtım tabaka malzemesidir. TBK sistemleri arasında Serya (CeO_2) ile stabilize zirkonya (CSZ) ise YSZ'ye göre daha yüksek termal genleşme katsayısına ve daha düşük termal iletkenlik katsayısına sahip olması nedeniyle YSZ'ye alternatif bir malzeme olarak düşünülmekte ve üzerinde kapsamlı araştırmalar sürdürülmektedir. Bu tez çalışmasında Taguchi ortogonal deneysel tasarım dizileri kullanarak stabilize zirkonya esaslı kaplamaların plazma sprej prosesi ile üretiminde (F4MB plazma sprej tabancası ile) plazma sprej proses parametrelerinin (Ar, H_2 , Sprej mesafesi, Akım) kaplamalarda birikme verimine, mikro sertliğe, yapışma dayanımına, yüzey pürüzlülüğüne ve porozite oranına etkisi araştırılmıştır. Ar ve H_2 gaz akış hızları en önemli proses parametreleri olarak belirlenmiştir. Bu parametreler toz parçacıkların plazma jeti içerisinde uçuş davranışını belirleyerek parçacık sıcaklığı ve hızını etkilemektedir. Dolayısıyla da kaplamaların makroyapısını ve özelliklerini belirlemektedir.

Yüksek sıcaklıklarda termal çevrim sonrasında kaplamalarda karşılaşılan hasar türleri genel olarak termal yükleme koşullarına ve TBK sistem karakteristiklerine (bağ ve üst tabaka kalınlıkları ile seramik tabakada porozite oranına) bağlı olarak değişmektedir. $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin üzerinde yüzey sıcaklıklarında seramik tabakada çatlak oluşumu ve kenar dökülmelerin başladığı gözlenmiştir. TBK sistemlerde bağ tabaka kalınlığı ve porozite oranı termal çevrim ömrünü ve kaplama dayanımında en önemli efektif faktörlerdir. Sonuç olarak CSZ kaplamaların termal çevrim performansının $1350\text{ }^\circ\text{C}$ 'de YSZ'ye göre daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

MANUFACTURING, CHARACTERIZATION OF YSZ AND CSZ BASED THERMAL BARRIER COATINGS AND COMPARISON OF THE THERMAL CYCLING PERFORMANCE

SUMMARY

Keywords: Gas Turbine Engines, Thermal Barrier Coatings, Plasma Spray Process, Thermal Cycling Lifetime, Experimental Design

Thermal barrier coatings (TBCs) are frequently used on the blades and vanes of gas turbines to provide thermal insulation, thus lowering the metal temperature and consequently improving component durability and increasing engine efficiency. A typical two-layer TBC system consists of an oxidation-resistant MCrAlY (M=Ni and/or Co) bond coat on the superalloy and a thermally insulating stabilized zirconia top coat applied to its surface. Ytria (%wt. 6-8 Y₂O₃) stabilized zirconia (YSZ) has been usually chosen for the top insulating coat material because of its high thermal expansion coefficient, which closely matches that of the substrate, and low thermal conductivity. Among the TBC systems, ceria (CeO₂) stabilized zirconia (CSZ)-based TBCs have been intensively investigated for the YSZ replacement because CSZ has a much lower thermal conductivity and a higher thermal expansion coefficient than those of YSZ. In this thesis, the plasma spray process parameters (F4MB plasma spray gun: Ar, H₂, Spray Distance, Current) both of stabilized zirconia coatings with respect to deposition efficiency, porosity, surface roughness and microhardness were investigated using an orthogonal array in design of experiments (Taguchi). Ar and H₂ flow rates are the most important parameters in the process. These parameters influence the particle trajectory within the plasma jet and consequently the key parameters of particle temperature and velocity upon impact. Hence these factors decisively influence and determine the coating macrostructure and properties.

The kind of failure after thermal cycling in such coatings depends on the thermal loading conditions and on the TBC system characteristics (thickness of bond coat and top coat, porosity of ceramic layer). With surface temperatures above 1300 °C, it is often observed that cracks develop in ceramic layer and spallation occurred. Bond coat thickness and porosity of ceramic layer in TBC systems are the most effective factors for thermal cycling life time and durability. As a result, thermal cycling performance of the CSZ coatings higher than the YSZ based coatings at 1350 °C.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

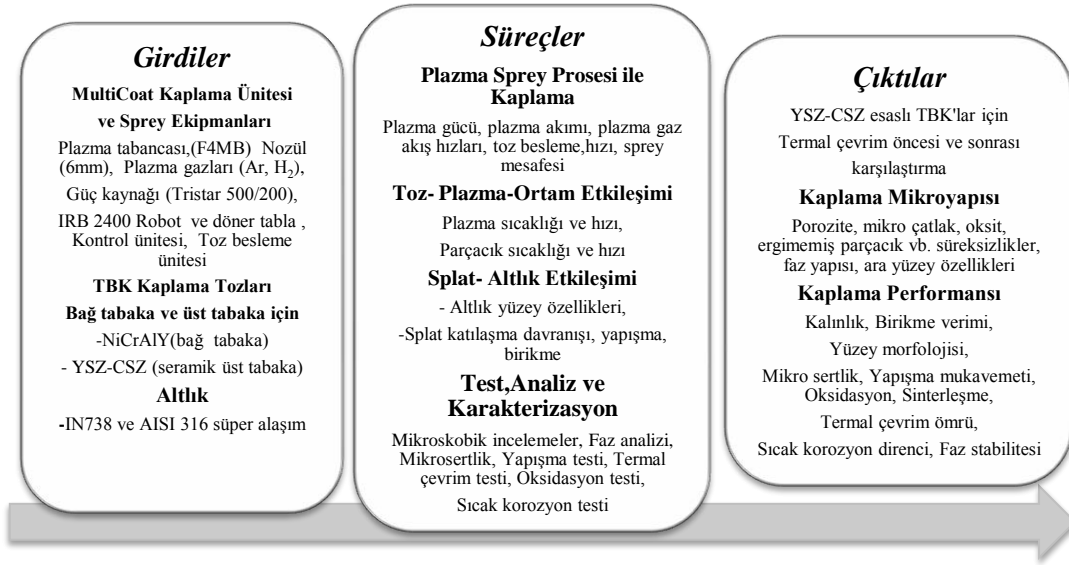
Gaz türbin motorları; enerji çevriminde yaygın olarak kullanılan oldukça yüksek teknolojiye sahip, yüksek sıcaklık şartlarında çalışan kompleks mekanik sistemlerdir. Türbin çalışma sıcaklıklarının artışı ile ilişkili olarak türbin motoru parçalarının kullanım ömrü kısalmakta, bakım ve yenileme maliyetleri oldukça yüksek seviyelere ulaşmaktadır. Küresel gaz türbin motorları pazarında rekabet oldukça yüksek olup termodinamik açıdan daha verimli, metalurjik açıdan daha uzun ömürlü türbin parça tasarımı gereksinimi ve arayışı sürekliliğini korumaktadır [1-5]. Gaz türbin motorları denizcilik, uzay ve havacılık gibi bir çok alanda kullanılmakta olup en yaygın kullanım alanları: uçak motorlarında ve enerji çevrim santrallerinde değişen kapasitelerde farklı tip ve boyutlardadır. Gaz türbin motorunun termal verimliliği ve kullanım ömrü türbin giriş sıcaklığına, çalışma süresine ve bu süre çerçevesinde maruz kaldığı termal ve mekanik gerilmelere bağlı olarak sınırlanmaktadır. Uçak jet motorları ile enerji santrallerinde kullanılan gaz türbin motorlarının termal verimlilikleri, çalışma şartları birbirlerine göre farklılıklar göstermektedir [5-11]. Türbin giriş sıcaklıklarının artırılması ile türbin çalışma performansı, kullanım ömrü, termal verimliliği artırılabilen ve yakıt tasarrufu sağlanabilmektedir. Buna karşın türbin giriş sıcaklıklarının artışı yüksek sıcaklıklara dayanıklı türbin malzemesi ve koruyucu kaplama gereksinimini artırmaktadır [10-20]. Koruyucu bir kaplama uygulanmaksızın nikel esaslı türbin parçalarının kullanım sıcaklıkları yaklaşık 1000-1100°C aralığında sınırlanmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda termal etkilerden koruyucu kaplamaların kullanılması motorun türbin giriş sıcaklığını ($T > 1100^{\circ}\text{C}$) artırırken termal verimliliğini artırmakta ve türbin alaşımı yüzeyinde sıcaklıkları düşürerek, soğutma gereksinimini azaltmaktadır. Bu doğrultuda iki katmandan oluşan termal bariyer kaplama (TBK) sistemleri geliştirilmiştir. Tipik bir TBK sistemi Ni/Co esaslı süper alaşım üzerine MCrAlY (M: Ni ve/veya Co) esaslı bir bağ tabakası ve termal yalıtım görevi yapan düşük termal iletkenliğe sahip bir stabilize zirkonya esaslı seramik bir tabakadan meydana gelmektedir [12-21].

Türbin parçaları üzerinde 100-500 µm kalınlık aralığında TBK'ların kullanılması halinde seramik tabaka yüzeyinde türbin giriş sıcaklığı artırılabilirken, içten soğutmalı türbin kanadı alaşımları yüzeyinde 100-300 °C aralığında sıcaklıkta düşüş sağlanabilmektedir. Günümüzde TBK kullanımı ile türbin giriş sıcaklıkları 1300 °C'nin üzerine çıkarılabilmektedir [12-21]. Yüksek sıcaklıklarda çalışma şartlarında kullanılacak TBK sisteminde kaplama tabakaları ve altlık malzemeler arasında termofiziksel özellikleri açısından uyum sağlanması gerekmektedir. Aksi halde yüksek sıcaklık koşullarında termal genleşmeler, termal gradyentler, mikroyapıda faz dönüşümleri, difüzyonel değişimler etkisiyle iç gerilmeler kaplama kesitinde çatlakların oluşmasına ve çatlakların hızla gelişerek ilerlemesi sonucu kaplamanın dökülmesi veya yüzeyden ayrılması gibi hasar oluşumlarına neden olarak kaplama ömrünü sınırlamaktadır [21-29]. Çalışma koşullarında ani ve sürekli sıcaklık değişimleri (termal şok, termal yorulma) etkisi altında TBK kullanım ömrü: kaplama kompozisyonuna, üretim prosesi ile ilişkili olarak mikroyapısal özelliklerine, kaplama tabaka kalınlıklarına ve termal çevrim koşullarına (çevrim sayısı, pik sıcaklık, maruz kalınan süre ve alt sıcaklık değişkenleri vb.) bağlı olarak değişmektedir [21-23, 25,27]. Günümüzde en yaygın kullanılan üst tabaka termal bariyer kaplama malzemesi; düşük termal iletkenliği, süper alaşım türbin malzemeleri ile uyumlu yüksek termal genleşme özellikleri ve yüksek termal çevrim ömrüne sahip olması nedeniyle ağ. % 7-8 Y_2O_3 ile stabilize ZrO_2 (YSZ) esaslı kaplamalardır. YSZ polimorfik bir yapıya olup, 1200°C'nin üzerinde faz dönüşümleri ve sinterleşme etkisi nedeniyle uzun süreli kullanımlarda koruyuculuk özelliklerini kaybetmektedir [18-21, 28]. Türbin çalışma ortamında korozif yakıt kirliliklerinden kaynaklı metal tuzları (V_2O_5 - Na_2SO_4 vb.) ile YSZ reaksiyona girerek yüksek sıcaklıkta kararlı faz stabilizasyonu kaybolmaktadır [29,30]. Bu nedenle YSZ kaplamalara alternatif olarak ağ. % 25 CeO_2 -% 2.5 Y_2O_3 - ZrO_2 (CSZ) esaslı kaplamalar daha yüksek termal genleşme katsayısı, düşük termal iletkenlik katsayısı, YSZ'ye göre daha yüksek sıcaklıkta faz stabilitesi ve iyi korozyon direnci göstermesi nedeniyle YSZ esaslı kaplamalara alternatif bir termal bariyer kaplama malzemesi olarak karşımıza çıkmaktadır [29-38].

TBK sistemlerinde üst seramik esaslı termal yalıtım tabakasının üretiminde beklenen özelliklere (düşük termal iletkenliğe sahip olması, yüksek termal çevrim ömrü sergilemesi ve altlık ile uyumlu davranış göstermesi) bağlı olarak iki yöntem göze çarpmaktadır. Vakum altında buhar fazından kaplama üretimine olanak sağlayan elektron ışını ile fiziksel buhar biriktirme (EB-PVD) prosesi ve atmosferik plazma sprey (APS) prosesidir [39]. Kaplama tabakasından arzulanan mikro yapısal özelliklere ve proses ekonomisine bağlı olarak proses seçimi yapılmaktadır. Bu iki proses ile üretilen kaplamalar proses özellikleri, kaplama kalınlıkları, kaplamaların termal iletkenlik özellikleri ve mikro yapıya bağlı olarak yüksek sıcaklık koşullarında meydana gelen hasar oluşumları açısından birbirine göre farklılıklar göstermektedir. EB-PVD prosesi yüksek termal çevrim ömrü ve yüksek kaplama kalitesi açısından APS prosesine göre daha üstün performans göstermesine karşın hem endüstriyel gaz türbin sistemlerinde hem de uçak jet motorlarında APS prosesi düşük yatırım ve çalışma maliyetleri, geniş bir yelpazede seramik/kompozit esaslı kaplamaların vakum ortamına gerek duyulmadan pratik olarak üretilebilmesi avantajı ile birlikte parça boyutu sınırlaması olmaksızın yüksek üretim hızı avantajı nedeniyle günümüzde yoğun ilgi görmektedir [13-20, 39-44]. APS genel olarak atmosferik koşullarda toz formundaki kaplama malzemesinin taşıyıcı bir gaz aracılığıyla plazma jeti içerisinde beslenmesi sonucu toz parçacıkların ergiyik forma girmesi (droplet) ve plazma jeti içerisinde yüksek hızda ivmelenerek yüzeye çarpması sonucu deformasyonu ile yüzeyde yüksek hızda katılma sonucu (splat) birbiri üzerinde katılan splat lamellerinden oluşan heterojen bir kaplama tabakasının oluşumuna imkan sağlamaktadır. Plazma sprey proses parametrelerine bağlı olarak kaplama mikroyapısında farklı boyut ve dağılımda bir çok süreksizlik (porozite, oksit, mikro çatlak ve ergimemiş parçacıklar) mevcuttur. APS prosesi gelişen plazma sprey tabanca teknolojisi ve otomasyon kabiliyeti ile birlikte tekrarlanabilir kalitede ekonomik koşullarda seramik tabakanın üretimine olanak sağlamaktadır. Robotik uygulamalar ve proses optimizasyon çalışmaları sonucu arzulanan mikroyapısal ve termo-fiziksel özellikler kontrol edilebilmektedir [40-46]. Mikroyapısal süreksizlikler; plazma sprey proses parametrelerine, toz malzemesi özelliklerine, plazma jeti toz etkileşimi ve splat oluşum karakteristiğine bağlı olarak değişmektedir. Mikroyapısal süreksizlerin oluşumu tozların plazma jeti içerisinde homojen olarak ergime davranışı ve yüzeye çarpma hızları ve sıcaklıkları ile ilişkilidir. APS prosesi

kapsamında mikro yapısal özellikleri doğrudan veya dolaylı olarak etkileyen 50'nin üzerinde proses parametresi olmasına karşın en önemli plazma sprej proses parametreleri: plazma tabancasının gücü, akımı, püskürtme mesafesi, plazma gazlarının akış hızları ve oranları, toz besleme miktarıdır [47-59]. Literatür incelemelerinde proses parametrelerinin mikroyapıya etkisinin ve etki seviyesinin belirlenmesinde deneysel tasarım tekniklerinden (Taguchi methodu gibi) yararlanıldığı bu sayede deney sayısının azaltılarak daha fazla ve hızlı sonuca ulaşılabildiği görülmektedir [49, 54, 55, 60].

Bu tez çalışması kapsamında YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların APS ile üretiminde deneysel tasarım tekniklerinden (Taguchi Methodu'ndan) yararlanılmıştır. Taguchi metodu ile ortogonal diziler (L_9 : 4 faktör- 3 seviye) oluşturularak yapılan deneysel tasarımda proses parametrelerinin kaplama yapısı ve özellikleri üzerinde etkisi incelenmiştir. Deneysel tasarımda öncelikli proses parametreleri: Plazma akımı, plazma gaz akış hızları ve sprej mesafesi literatür araştırmaları, plazma tabancası sınır sprej parametreleri, beyin fırtınası, balık kılıcı analizleri sonucunda seçilmiştir. Ortogonal dizilerin kullanılması ile deney sayısı 324'den 36'ya azaltılmıştır. Deney sonuçları kaplamaların düşük yüzey pürüzlülük değerleri, yüksek porozite oranı ve yüksek birikme verimi, ortalama mikrosertlik, yüksek yapışma mukavemeti sonuçlarına bağlı olarak Minitab programı aracılığıyla Anova analizleri ile gerçekleştirilmiş ve faktörler arasında korelasyon katsayıları hesaplanmıştır. Sinyal/Gürültü (S/N) oranları hesaplanarak optimum proses ve kaplama parametreleri belirlenmiştir. Doğrulama testleri sonucu ile deneysel sonuçların tekrarlanabilirliği ($F_{\text{testi}}: \%95$ güven aralığında) kanıtlanmıştır. APS F4MB plazma sprej tabancası ile üretilen YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların türbin çalışma ortamında performansını belirlemek amacıyla 1350 °C' de termal çevrim testlerine tabi tutulmuştur. Kaplama tabaka kalınlıklarının ve seramik tabaka porozite oranının termal çevrim koşullarında ömrünü ve hasar mekanizmalarını belirlemek amacıyla farklı porozite oranlarında (%8-18) ve tabaka kalınlıklarında (250-450 μm) seramik tabaka, farklı bağ tabaka kalınlıklarında (125-175 μm) TBK'lar üretilmiştir. Karakterizasyon ve analiz çalışmaları sonucunda kaplamaların performans ve özellikleri karşılaştırılarak hasar mekanizmaları incelenmiştir. Şekil 1.1.'de deneysel çalışmalarda girdiler, süreç ve çıktılar belirtilmektedir.



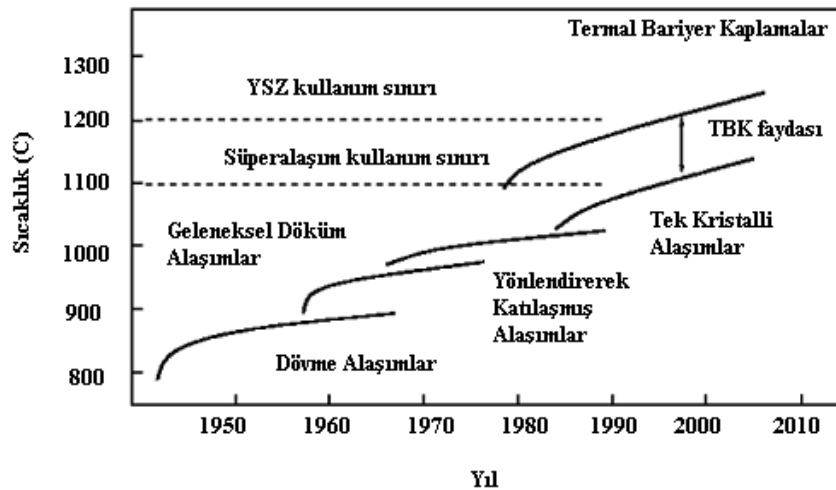
Şekil 1.1. Deneysel çalışmalarda girdi, süreç ve çıktılar

Tezin anlatım sırası giriş bölümünden itibaren toplam 8 bölümden oluşmaktadır; 2. Bölümde; Termal bariyer kaplamalar ve gaz türbin motorlarındaki uygulamaları anlatılmaktadır. Bu bölümde özellikle TBK sisteminin bileşenleri: süper alaşımlar, McrAlY esaslı bağ kaplamalar ve Y₂O₃ (YSZ) ve/veya CeO₂ (CSZ) ile stabilize zirkonya esaslı seramik kaplamaların karakteristik özellikleri açıklanmaktadır. Havacılık ve enerji santrallerinde kullanılan gaz türbin motorlarının farklı tasarım ve çalışma koşullarına bağlı olarak kullanılan TBK'lerden beklentiler karşılaştırılmaktadır. Türbin verimliliğini etkileyen faktörler ve gelecekte türbin tasarımları doğrultusunda türbin motorlarında TBK gereksinimleri açıklanmaktadır. 3. Bölümde TBK sistemlerinin üretiminde kullanılan kaplama teknolojileri açıklanmaktadır. Atmosferik plazma sprej (APS) prosesinin temel prensipleri, proses karakteristikleri ve kaplama mikroyapı oluşumu detaylı olarak açıklanmaktadır. 4. Bölümde deneysel tasarım esaslarına bağlı olarak seramik tabakanın üretiminde ve karakterizasyonunda Taguchi metodu ile optimizasyonu kapsamında örnek çalışmalar sunulmaktadır. Bölüm 5'de APS ile üretilen termal bariyer kaplamalarda yüksek sıcaklık koşullarında karşılaşılan hasar türleri ve kaplama mikroyapısına bağlı olarak değişimler açıklanmaktadır. 6. Bölümde deneysel çalışma planı, deneysel tasarım esasları, test ve karakterizasyon yöntem ve ekipmanları tanıtılmaktadır. 7. Bölümde deney sonuçları, tartışmalar, 8. Bölümde genel sonuçlar ve öneriler yer almaktadır.

BÖLÜM 2. TERMAL BARIYER KAPLAMALAR VE GAZ TÜRBİNLERİNDEKİ UYGULAMALARI

2.1. Giriş

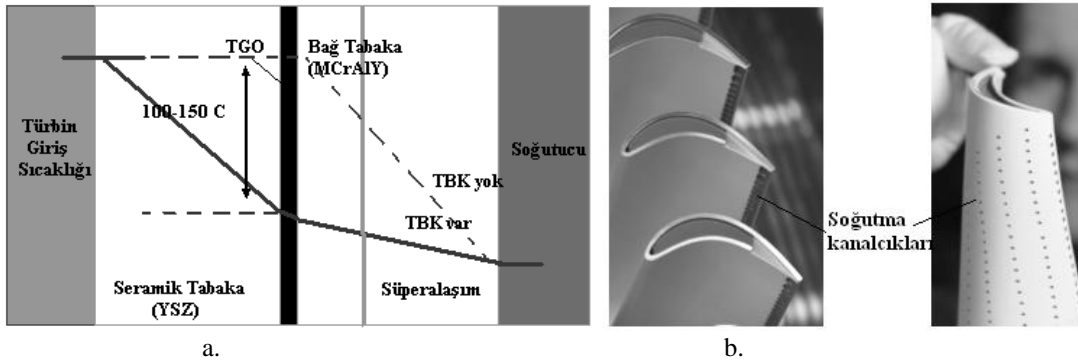
Gaz türbin motorlarının daha yüksek verim ile çalışması ve daha uzun kullanım ömrüne sahip olması yönünde talepler yüksek sıcaklıklara dirençli türbin malzemelerinin gelişimine ivme kazandırmıştır. Türbin giriş sıcaklıklarının ($T_{giriş}$) artırılması amacıyla geçmişten günümüze genel olarak 4 önemli gelişim aşamasından (Şekil 2.1.) söz edilmektedir: Bu gelişmeler öncelikle alaşım kompozisyonu geliştirme, üretim prosesleri (özellikle döküm teknolojisi) ile mikro yapısal özellikleri geliştirme, alaşımın soğutulmasına yönelik tekniklerin gelişimi ve son olarak da termal bariyer kaplamaların geliştirilmesi şeklindedir [15-18].



Şekil 2.1. Termal bariyer kaplamaların gelişimi [15, 18]

Tipik bir TBK sistemi; süper alaşım üzerinde iki kaplama tabakasından oluşmaktadır. Nikel esaslı süper alaşımın oksidasyon direncini artırmak ve seramik tabaka ile yapışma özelliklerini iyileştirmek amacıyla MCrAlY esaslı bir bağ tabaka ve

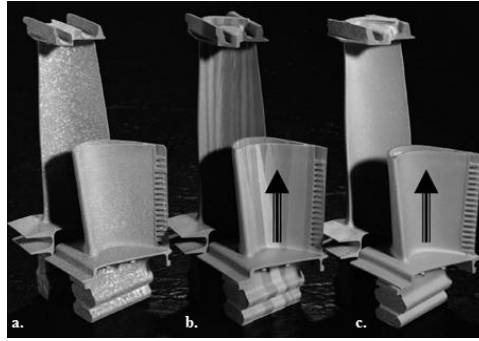
üzerinde düşük termal iletkenliğe sahip termal yalıtım görevi yapan seramik esaslı (Y_2O_3 ile stabilize ZrO_2) kaplama tabakasından oluşmaktadır [12-16, 18-21]. TBK uygulanmış bir türbin kanadı üzerinde oluşan sıcaklık profili değişimi Şekil 2.2a.'da görüleceği üzere düşük termal iletkenlik özellikleri gösteren seramik tabaka altlık yüzey sıcaklığının düşürülmesinde etkin rol oynamaktadır. Bunun yanında seramik tabaka yüzey sıcaklığının artışına da olanak sağlamaktadır. Günümüzde TBK'ların kullanılmasıyla türbin giriş sıcaklıkları $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin üzerine çıkarılabilmiş ve yüksek sıcaklıklarda kullanım süreleri önemli ölçüde artırılabilmiştir [12-21]. Gelecekte türbin giriş sıcaklıklarının $1700\text{ }^\circ\text{C}$ 'lere çıkarılabilmesi amacıyla seramik (Si_3N_4) ve kompozit (SiC/SiC, SiC/C, C/C vb.) esaslı yeni türbin kanadı malzemeleri ile uyumlu, yüksek sıcaklıklarda sıcak korozyona, su buharı difüzyonuna, oksidasyona dirençli, yüksek termal çevrim dayanımına sahip çevresel-termal bariyer (Ç/TBK) kaplama kompozisyonlarının geliştirilmesine yönelik kapsamlı araştırmalar sürdürülmektedir [12-15, 61-64]. Türbin giriş sıcaklığının artması sonucunda altlık ile kaplama arasında daha yüksek yapışma dayanımı ve yüksek termal gerilmeler etkisi altında uyumlu deformasyon kabiliyeti beklenmektedir [12-21, 61-64]. Çalışma koşullarında yüksek sıcaklıklarda seramik tabaka ile bağ tabaka arasında kendiliğinden bir oksit tabakası meydana gelmekte olup bu tabaka termal gelişen bir oksit tabakası (TGO) olarak adlandırılmaktadır. TGO tabakasının gelişimi ve kalınlığı TBK sisteminin çalışma şartlarında kullanım ömrü açısından önem taşımaktadır. Yüksek sıcaklıklarda çalışma koşullarında türbin parçaları üzerinde sıcaklığın düşürülmesinde TBK ile birlikte soğutma sistemleri (soğutucu kanalcıklar) (Şekil 2.2b) birlikte kullanılmaktadır [12-21].



Şekil 2.2. Türbin kanadı üzerinde tipik bir termal bariyer kaplama uygulamasına bağlı olarak a. sıcaklık profili ve b. soğutma kanalcıkları [18,19]

2.2. Süper Alaşım Altlık Malzemeleri

Gaz türbin motorlarında türbin kanatlarında genel olarak nikel ve demir-nikel esaslı süper alaşımlar tercih edilmektedir. Bunun yanında yanma odalarında Ni esaslı ve Co esaslı süper alaşımlar ve nozüllerde ise Co esaslı alaşımlar kullanılmaktadır. Alaşımların kimyasal kompozisyonu ağırlıklı olarak Ni, Co içerikli olup alaşımın korozyon ve oksidasyon direnci Cr, Al elementlerinin ilavesi ile artırılmıştır. Servis koşullarında sırasıyla Cr_2O_3 ve Al_2O_3 bileşikleri oluşturmaktadır ki bu bileşikler korozyona ve oksidasyona karşı direnç sağlamaktadır [10, 65-68]. Türbin parçası alaşımlarında gelişmeler, 1960'larda dövme süper alaşımlardan sonra döküm teknolojisinde gelişmeler ile sırasıyla eş eksenli hassas döküm, yönlendirerek katılaştırarak döküm ve son olarak da tek kristalli döküm süper alaşımlar (Şekil 2.3) ile devam etmiştir [5, 10, 65-69].



Şekil 2.3. Türbin kanadı üretiminde döküm teknolojisinin gelişimine bağlı olarak a. eş eksenli, b. yönlendirilerek katılmış, c. tek kristalli süper alaşımlar [65-70]

Süper alaşımların mikro yapıları üzerinde yapılan çalışmalarda tane sınırlarında yüksek sıcaklığa dirençli çökelti fazlarının oluşturulması ile veya tek kristalli döküm proses ile mikroyapıda tane sınırları azaltılarak yüksek sıcaklıklarda tane sınırı hareketleri azaltılmak veya engellenmek suretiyle sürünme direnci ve yüksek sıcaklık dayanımı geliştirilmektedir. Nikel esaslı süper alaşımlardan üretilen parçalar uçak motorlarında türbin motoru ağırlığının yaklaşık %50'sini oluşturmaktadır. Endüstriyel gaz türbin motorlarında en çok kullanılan süper alaşımlar Tablo 2.1.'de sergilenmektedir. Nikel esaslı süper alaşımların kimyasal kompozisyonunda ağ.% 10-20 Cr, % 8'e kadar Al, Ti, % 5-15 arasında Co ve düşük miktarda B, Zr, Hf, C elementleri bulunmakta olup, diğer alaşım elementleri Mo, Nb, Ta, W, Re'dur [9,10, 65-70].

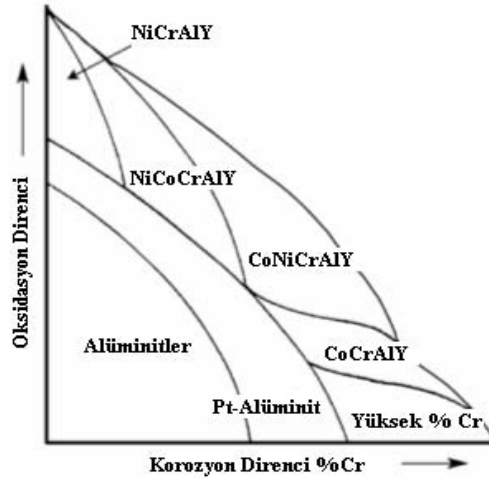
Tablo 2.1. Türbin parçası alaşımlarının kimyasal kompozisyonları [9, 10,70]

| Alaşım | Cr | Co | Fe | W | Mo | Ti | Al | C | B | Ta | Ni |
|---|------|-------|-------|-----|------|------|------|-------|-------|------|-------|
| Türbin kanatlarında kullanılan alaşımlar | | | | | | | | | | | |
| U500 | 18.5 | 18.5 | - | - | 4 | 3 | 3 | 0.07 | 0.006 | - | kalan |
| U700 | 15 | 17 | - | - | 5.3 | 3.35 | 4.25 | 0.07 | 0.02 | - | kalan |
| IN738 | 16 | 8.3 | 0.2 | 2.6 | 1.75 | 3.4 | 3.4 | 0.10 | 0.001 | 1.75 | kalan |
| GTD111 | 14 | 9.5 | - | 3.8 | 1.5 | 4.9 | 3 | 0.10 | 0.01 | 2.8 | kalan |
| CMSX-4 | 6.5 | 9 | - | 6 | 0.6 | 1 | 5.6 | - | - | 6.5 | kalan |
| Rene-N5 | 7 | 7.5 | - | 5 | 1.5 | | 6.2 | 0.05 | 0.004 | 6.5 | kalan |
| Yanma kamarasında kullanılan alaşımlar | | | | | | | | | | | |
| SS309 | 23 | - | kalan | - | - | - | - | 0.10 | | - | 13 |
| HASTX | 22 | 1.5 | 1.9 | 0.7 | 9 | - | - | 0.07 | 0.005 | - | kalan |
| N263 | 20 | 20 | 0.4 | - | 6 | 2.1 | 0.4 | 0.06 | - | - | kalan |
| HA188 | 22 | kalan | 1.5 | 14 | - | - | - | 0.05 | 0.01 | - | 22 |
| Nozüllerde kullanılan alaşımlar | | | | | | | | | | | |
| X40 | 25 | kalan | 1 | 8 | - | - | - | 0.5 | 0.01 | - | 10 |
| FSX414 | 28 | kalan | 1 | 7 | - | - | - | 0.25 | 0.01 | - | 10 |
| GTD-222 | 22.5 | 19 | - | 2 | 2.3 | 1.2 | 0.8 | 0.008 | 1 | - | kalan |

2.3. MCrAlY Esaslı Bağ Tabaka

MCrAlY esaslı bağ kaplama tabakası seramik tabakanın süper alaşım altlık üzerine yapışmasını sağlamakta ve yüksek sıcaklıklarda farklı genleşme davranışlarından kaynaklı gerilmeleri azaltmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda çalışma koşullarında seramik tabakanın süper alaşım altlıktan ayrılmasına ve dökülmesine karşı önemli rol oynamaktadır. Süper alaşımın oksidasyon ve korozyon direncini artırmak amacıyla yüzeyinde 75-200 µm kalınlık aralığında metalik (MCrAlY, M: Ni ve/veya, Co) esaslı bir bağ kaplama tabakası kullanılmaktadır. Kimyasal kompozisyonda elementlerin görevi: Cr; korozyon ve oksidasyon, Al; oksidasyon, Y; ise yapışma özelliklerini geliştirmektedir. Yüksek sıcaklıklarda çalışma ortam koşullarına bağlı olarak farklı kompozisyonlarda MCrAlY esaslı bağ tabakalar geliştirilmiştir (Şekil 2.4.). Yüksek sıcaklıklarda korozyon direncinin artırılmasında kompozisyonda % Cr elementi miktarı önemli rol oynamaktadır. NiCrAlY esaslı kaplamalar en yüksek oksidasyon direncine sahip bağ tabaka kompozisyonlarıdır [15,19, 29, 71-75].

Tablo 2.2.'de bağ kaplama uygulamalarında kullanılan ticari tozların kimyasal kompozisyonları sergilenmektedir. Yaygın olarak kullanılan kompozisyonlar: NiCrAlY (APS), NiCoCrAlY ve CoNiCrAlY (HVOF). Farklı toz üretim teknikleri ile farklı toz boyut şekil ve boyut aralıklarında üretilen bu tozlar üretici firmalar tarafından önerilen uygun kaplama prosesleri ile püskürtülmektedir [90,91].



Şekil 2.4. Oksidasyon ve korozyon direnci için MCrAlY esaslı bağ kaplamaların seçimi [75]

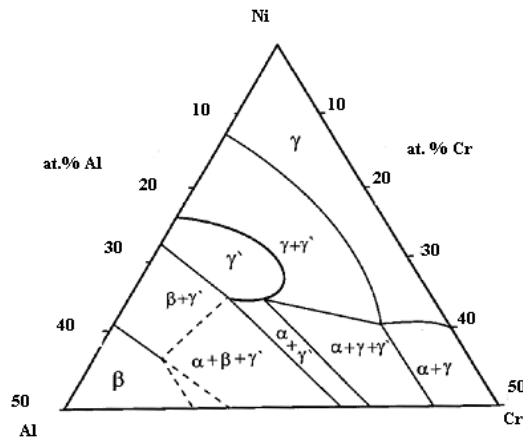
Servis koşullarında yaklaşık 700 °C'nin üzerinde zirkonya esaslı seramik tabaka yapısında mevcut porozite ve mikro çatlaklardan hızla oksijen difüzyonu sonucu bağ tabaka üzerinde kendiliğinden bir oksit tabakası meydana gelmektedir. Bu tabakaya; termal gelişen oksit tabakası (TGO) adı verilmektedir. TBK'nın ömrü ve hasara uğrama olasılığı bu oksit tabakasının gelişim hızına, kalınlığına (1-10µm) ve kimyasal kompozisyonuna bağlı olarak önemli ölçüde etkilenmektedir. Yüksek sıcaklıklarda bağ tabaka ile süper alaşım arasında yüksek oranda elementel difüzyon meydana gelmektedir. TGO tabakasının kimyasal kompozisyonu bu elementlerin karmaşık oksit bileşiklerinden meydana gelmektedir. TGO'nun kimyasal kararlılığı delaminasyon ve dökülme hasar oluşumu açısından önem taşımaktadır [14, 15, 19, 21, 71-88]. Genel olarak bağ kaplama kompozisyonunda ağırlık % 18-22 Cr, % 8-12 Al elementleri bulunmaktadır. 900 °C'nin üzerinde bağ tabakanın oksidasyonu ile oluşan ince Al₂O₃ tabakası üst tabakaya çok iyi yapışma göstermektedir. Al içeriğinin az olması veya servis koşullarında azalması halinde, kaplama prosesine bağlı olarak farklı karmaşık oksit bileşikleri oluşmakta ve oluşan iç gerilmelerin etkisi ile birlikte ara yüzeyde hasar oluşumuna neden olmaktadır [71-78].

Tablo 2.2. Ticari MCrAlY esaslı kaplama kompozisyonları [90,91]

| Elementler, % ağı. | Ni | Co | Cr | Al | Y | Ta |
|---|-------|-------|----|------|------|----|
| CoNiCrAlY Amdry 9951 (Sulzer Metco) | 32 | kalan | 21 | 8 | 0.5 | - |
| CoCrAlY | - | kalan | 25 | 14 | 0.5 | - |
| CoCrAlY PWA 1348-2 (Praxair) | - | kalan | 23 | 13 | 0.65 | - |
| NiCrAlY | kalan | - | 25 | 6 | 0.4 | - |
| NiCoCrAlY PWA 1365 (Praxair) | kalan | 23 | 17 | 12.5 | 0.5 | - |
| NiCrAlY* Amdry 962 (Sulzer Metco) | kalan | - | 22 | 10 | 1 | - |
| NiCrAlY Amdry 964 (Sulzer Metco) | - | kalan | 31 | 11 | 0.6 | - |
| NiCoCrAlY-Ta * Amdry 997 (Sulzer Metco) | kalan | 23 | 20 | 8.5 | 0.6 | 4 |
| NiCrAlY* Tafa NI343 | kalan | - | 20 | 10 | 0.8 | - |

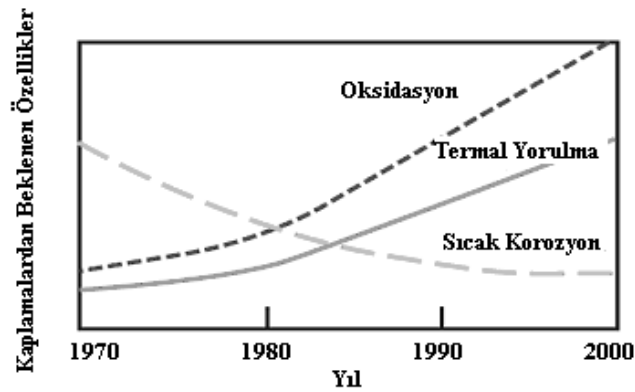
*[46], · [27]

Oksidasyon sıcaklığı $T \leq 1000$ °C olması halinde, ağı. %20'den az Co içeren kompozisyonlara sahip MCrAlY esaslı alaşımlarda yüksek sıcaklıklardan soğuma esnasında mikroyapıda $\gamma + \beta \rightarrow \gamma + \alpha(\sigma)$ faz dönüşümü gerçekleşmektedir (Şekil 2.5.). Bu faz dönüşümü sonucunda hacimsel değişimler meydana gelmekte ve bağ tabakanın ömrü kısalmaktadır. Dolayısıyla $T > 1000$ °C koşullarında süper alaşımlar üzerine yalnızca bağ tabaka kullanımı yeterli olmamakta bununla birlikte düşük termal iletkenliğe sahip ve iyi yapışma gösterecek bir seramik tabakanın kullanılması gerekmektedir [21,29, 68, 92,93].



Şekil 2.5. Ni-Cr-Al üçlü faz sisteminin 850 °C'de faz bölgeleri [92,93]

Üretim prosesine ve kimyasal kompozisyonuna bağlı olarak MCrAlY esaslı kaplamalardan yüksek oksidasyon direnci, altlık ve üst kaplama tabakası ile termal genişleme uyumu ve termal yorulma dayanımı göstermesi beklenmektedir. Artan türbin giriş sıcaklıkları sonucunda artan termal gerilmeler nedeniyle bağ tabakadan yüksek termal çevrim ömrü ve yüksek oksidasyon direnci (Şekil 2.6.) arzulanmaktadır [68,71-84].

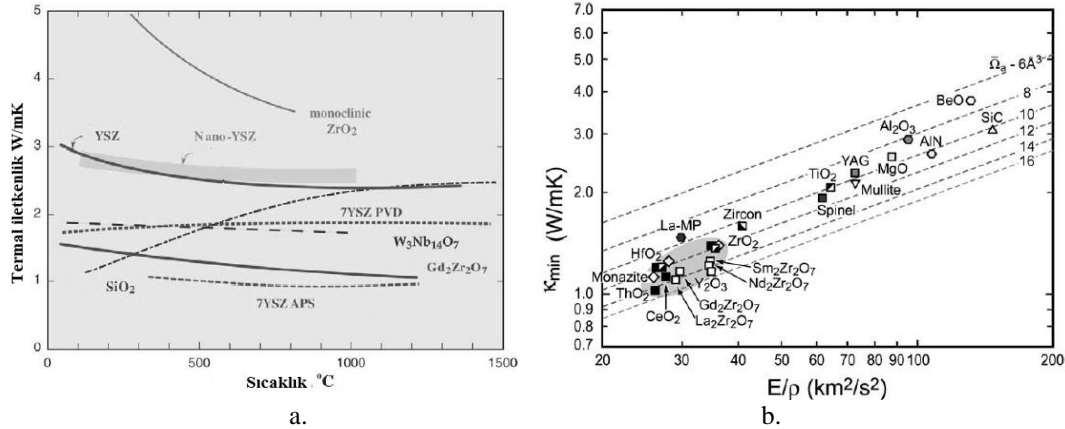


Şekil 2.6. MCrAlY esaslı kaplamalardan beklenen özellikler [68]

2.4. Stabilize Zirkonya Esaslı Seramik Kaplama Tabakası

TBK sistemlerinde MCrAlY esaslı bağ tabakanın üzerine genel olarak ağ. % 7-8 (mol.%4-4.5) Y_2O_3 ile stabilize ZrO_2 (YSZ) esaslı seramik tabaka sıcak gaz akışına karşı termal yalıtım görevi yapmaktadır [12-16, 61-64, 94, 95]. YSZ tüm seramikler arasında yüksek sıcaklıklarda en düşük termal iletkenliğe sahip seramiklerden bir tanesidir. APS ile üretilen YSZ kaplamaların termal iletkenlik katsayıları (1 W/mK), kütleli formdaki yapının (2.5 W/mK) %40'ı seviyesindedir. EBPVD prosesi ile üretilen YSZ kaplamalarda porozite morfolojisinden kaynaklı olarak termal iletkenlik (1.6 W/mK) daha yüksektir [14-16, 19, 63-64, 96-99]. Şekil 2.7a.'da sıcaklığa bağlı olarak farklı seramiklerin termal iletkenlik katsayısının değişimi sergilenmektedir. YSZ yüksek termal genişleme katsayısına ($\sim 11 \times 10^{-6} 1/^\circ C$) sahip olup, bu özelliği süper alaşım ($14-16 \times 10^{-6} 1/^\circ C$) altlık ile uyumlu bir termal genişleme davranışına olanak sağlamaktadır [14-16, 29]. Farklı Y_2O_3 oranları içeren YSZ esaslı seramiklerde sıcaklığa bağlı olarak termal genişleme katsayısı değişmektedir. Y_2O_3 oranı azaldıkça termal genişleme katsayısı artmaktadır [100].

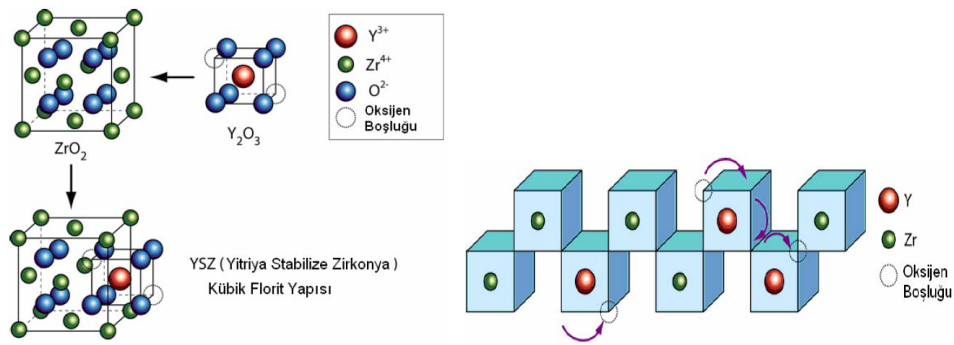
Yüksek sıcaklıklarda artan termal gerilmeler kaplama kesitinde mevcut çatlak ve porozite ile ilişkili olarak düşük şekil değiştirme toleransı göstermesi dökülme ve ayrılma problemlerinde önemli rol oynamaktadır. YSZ'nin elastik modülü 50 GPa olup yüksek sıcaklıklarda altlık ve bağ tabaka ile uyumlu bir davranış sergilemektedir. Termal bariyer kaplamaların tasarımında düşük yoğunlukta önemli bir faktör olup YSZ kaplamalar 6.4 Mg/m^3 yoğunlukları ile öne çıkan malzemeler arasındadır. Şekil 2.7b' de zirkonya esaslı seramikler TBK tasarımında yüksek elastik modül/yoğunluk ve düşük termal iletkenlik katsayılarıyla avantaj sağlamaktadır. YSZ aynı zamanda yüksek sertliğe sahiptir (14 GPa). Bu özelliği ile de erozif aşınmaya ve yabancı parçacıkların çarpmasına karşı direnç göstermektedir. YSZ'nin ergime sıcaklığı $2700 \text{ }^\circ\text{C}$ 'dir. Gelecekte yeni TBK kompozisyonları genel olarak zirkonat ($\text{X}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$; X:La, Gd, Nd, Sm) esaslı seramiklere doğru bir eğilim göstermektedir. Bunun yanında YSZ esaslı seramiklere farklı stabilizörler katılarak termal iletkenlikleri düşürülmekte ve termal genleşme katsayıları artırılmaktadır. Bu bağlamda CeO_2 önemli bir stabilizör olarak karşımıza çıkmaktadır [14,19, 61-64].



Şekil 2.7. a.Farklı seramiklerin sıcaklığa bağlı olarak değişen termal iletkenlik katsayıları [63], b.TBK tasarımında oksit seramiklerin elastik modül (E)/ yoğunluk (ρ) ile termal iletkenlik katsayılarına (k) bağlı olarak karşılaştırma [62-64]

Zirkonya (ZrO_2) kimyasal kompozisyona ve sıcaklığa bağlı olarak üç polimorfik kristal yapıya sahiptir. Bunlar monoklinik ($<1170^\circ\text{C}$), tetragonal ($1170\text{-}2370 \text{ }^\circ\text{C}$) ve kübik ($>2370 \text{ }^\circ\text{C}$) fazlardır (Şekil 2.9 a,b). Termal çevrim koşullarında zirkonya yapısında tetragonal (t) faz ile monoklinik (m) faz arasında marteitik dönüşüme benzer monoklinik (m)-tetragonal (t) faz dönüşümü gerçekleşmektedir. Bu dönüşüm kristal kafeste hacimsel %3-5 oranında değişimlere yol açmaktadır. Bu durum

kaplama yapısında mikro çatlak oluşumlarına ve çatlakların farklı doğrultularda ilerleyerek kaplamanın tabakaların dökülme veya ara yüzeylerden ayrılma gibi hasar oluşumlarına yol açmaktadır [14-16, 101-104]. Zirkonyanın yüksek sıcaklıklarda yapısal kararlılığını sağlamak amacıyla Y_2O_3 , CaO, CeO_2 , MgO gibi stabilizörler kullanılarak oda sıcaklığında yüksek sıcaklık kübik (k) fazı kararlı hale getirilmektedir. Stabilizasyon amacıyla katılan Y^{+3} , Ca^{+2} , Mg^{+2} gibi katyonlar kafeste anyon boşluklarının oluşmasına (Şekil 2.8) ve k fazın stabilizasyonuna yardım etmektedir. Bu nedenle YSZ yüksek oksijen geçirgenliğine sahiptir [101-104].

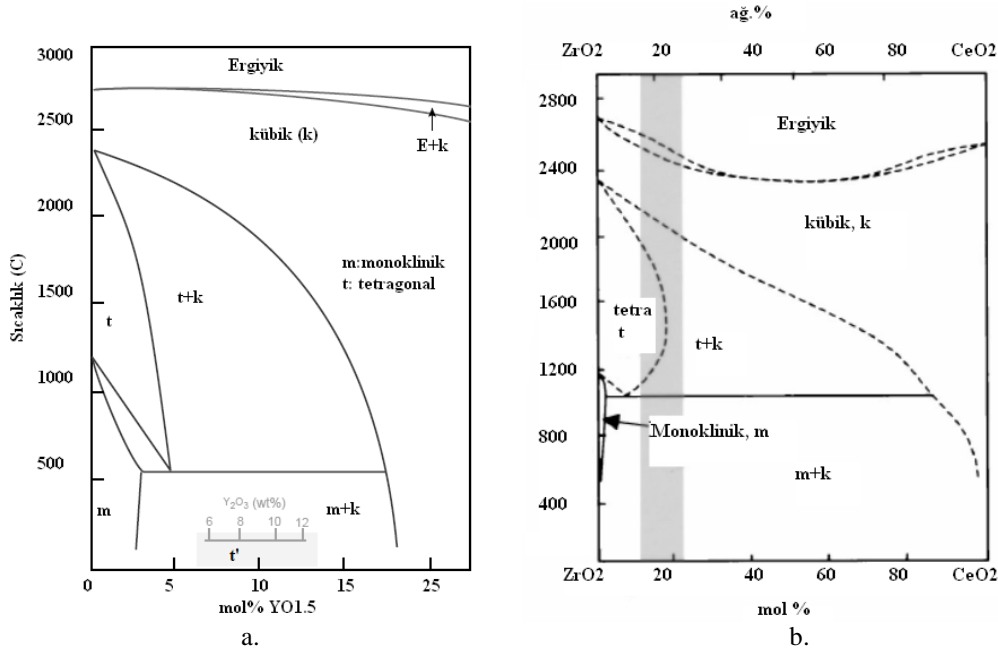


Şekil 2.8. ZrO₂ kafese Y₂O₃ girmesi ile oksijen boşluklarının oluşumu (Uni. of Cambridge)

ZrO₂'nin tamamen stabilizasyonu termal yorulma dayanımı açısından yeterli değildir. Bu nedenle kısmi stabilize zirkonya (mol. %4-4.5 veya ağırlık %7-8 Y₂O₃ ile), yüksek termal çevrim dayanımına sahip olması nedeniyle tercih edilmektedir. Kısmi stabilize zirkonya (ağırlık %7-8 YSZ), kübik (k) ve yarı kararlı tetragonal (t') fazından oluşmaktadır [101-104]. Zirkonya esaslı seramiklerde stabilizör olarak Y₂O₃ dışında CeO₂, MgO, Sc₂O₃, In₂O₃, CaO kullanılmaktadır [14-16]. Y₂O₃ ile stabilize zirkonya MgO, CaO ile stabilize ZrO₂ kaplamalara göre daha yüksek termal çevrim ömrü ve yüksek termal bariyer kabiliyeti özellikleri ile üstünlük göstermektedir. MgO (ağırlık %5-24) ve CaO (ağırlık %5) stabilizörler yüksek sıcaklıklarda buharlaşma göstermeleri ve termal çevrim ömürlerinin düşük olması nedeniyle tercih edilmemektedirler [14-16, 94, 95, 105, 106]. CeO₂; düşük termal iletkenlik, yüksek tokluk, yüksek termal şok direnci ve sıcak korozyon direnci ile birlikte Y₂O₃ stabilizöre alternatif bir aday konumundadır [105]. YSZ esaslı kaplamalar üstün performans özelliklerine karşın 1250 °C'nin üzerinde uzun süre çalışma şartlarında stabilizasyonunu kaybetmekte ve sinterleşme etkisiyle elastik modülleri yükselmektedir. Bunun yanında ara yüzey

oksidasyonu sonucunda termal gelişen oksit tabakası (TGO) kalınlaşması nedeniyle delaminasyon hasarları meydana gelmektedir [77-79, 81-87]. Türbin yakıt kirliliklerinden kaynaklı metal tuzları ile YSZ reaksiyona girerek sıcak korozyon ortamında stabilizasyonu düşmektedir [36, 37, 86]. $\text{CeO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (CSZ) esaslı kaplamalar YSZ esaslı kaplamalara göre daha yüksek termal genleşme katsayısı, düşük termal iletkenlik katsayısı, yüksek sıcaklıkta faz stabilitesi ve yüksek korozyon direnci göstermesi nedeniyle YSZ kaplamalara alternatif bir kaplama malzemesi olarak tercih edilmektedir [33-36, 94,95, 107-110].

Plazma sprey prosesi ile YSZ ve CSZ esaslı tozların püskürtülmesi esnasında yüzeye eriyik formunda ulaşan dropletler hızlı katılaşma etkisiyle faz kompozisyonunda yarı kararlı tetragonal (t') ve/ya kübik faz içermektedir. Yarı kararlı t' fazı hızlı soğuma etkisi ile monoklinik faza dönüşüm göstermemektedir. $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ve $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$ faz diyagramlarında (Şekil 2.9.a, b) mevcut faz yapıları görülmektedir. Buna karşın servis koşullarında t' fazı dönüştürülebilir (t) ve kübik (k) fazlara dönüşebilmektedir. Bu faz dönüşümünün gerçekleşmesi için çok uzun süreler gereksinim vardır. 1200 °C' de 100 saat ve 500 saat izotermal ısıtma sonrasında faz yapısı t , t' ve k fazlardan oluşmaktadır. 100 saat sonrasında monoklinik faz oranı artmaktadır. 1000 saat sonrasında ise m ve k faz miktarında önemli oranda artış meydana gelmektedir. 1200 °C'de katyon difüzyonu etkisiyle $t' \rightarrow t+k$ dönüşüme neden olmaktadır. Soğuma etkisiyle de $t-m$ dönüşümü gerçekleşmektedir. 1200 °C de düşük sürelerde t faz oranında az da olsa artış gözlenmektedir. 1000 saat sonrasında t faz oranı % 40'lara ulaşmaktadır. Tetragonal fazı faz diyagramında küçük bir alana sahip olması nedeniyle oda sıcaklığında kısa sürelerde kararlıdır. Sıcaklık 1300 °C'lere çıkıldığında t' ve t faz miktarı, monoklinik ve kübik faz oranlarının artışıyla birlikte düşmektedir. 5000 saat sonrasında dönüşüm gerçekleşmemektedir. $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$ faz diyagramından görüleceği üzere dönüştürülebilir tetragonal faz oluşumu veya hacimsel genleşmeye neden olan monoklinik faz dönüşümü için daha uzun süre ve daha yüksek sıcaklıklara gereksinim bulunmaktadır [32, 35, 103-105, 108-110].



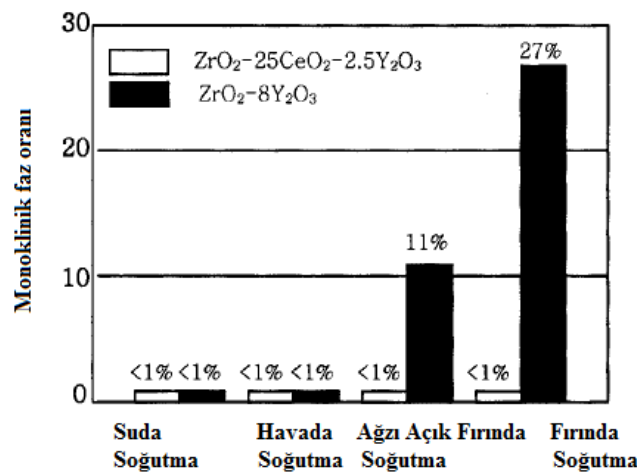
Şekil 2.9. a. ZrO₂- Y₂O₃ faz diyagramı [101- 103], b. ZrO₂- CeO₂ faz diyagramı [109,110]

TBK'larda, t-m faz dönüşümü sonucunda meydana gelen hacimsel değişim kaplama ömrünü kısaltmaktadır. CSZ esaslı kaplamalarda plazma sprej ile püskürtülmüş halde kristal yapısında kübik faz içermesine karşın YSZ esaslı kaplamalar k faz içermemektedir [32-35, 108]. CSZ kaplamaların püskürtülmüş halde X-Işınları Difraksiyon (XRD) patterninde t/k: 75/25, YSZ ise % 100 dönüştürülemeyen tetragonal faz içermektedir. Termal çevrim testleri sonrasında CSZ kaplamaların XRD patterninde kübik faz piki azalmaktadır. Termal şok sonrasında CSZ kaplamalarda t/k: 88/12 olup monoklinik faz gözlenmemektedir. Buna karşın YSZ kaplamalarda % 10-19 oranında monoklinik faz gözlenmektedir. CSZ kaplamaların 1300 °C de termal şok çevrim testlerinde daha az t-m faz dönüşümü gerçekleşmektedir. Görüleceği üzere CSZ kaplamalar YSZ kaplamalara göre t-m faz dönüşümüne daha az hassasiyet göstermektedir. YSZ kaplamalar 1500°C de 100 saat ısıtılma tabii tutulduğunda stabilizörün yeniden kafeste dağılması ile tane büyümesi gerçekleşmektedir. Bununla birlikte monoklinik faz oluşumu gözlenmektedir. Hızlı soğuma etkisiyle m fazı bastırılmaktadır. Daha hızlı bir soğutma ile daha az m fazı oluşturulabilmektedir. Kafes yapısında oksijen boşluğu konsantrasyonu faz dönüşümünde oldukça önemli rol oynamaktadır. Hızlı soğuma ile artan oksijen boşluğu konsantrasyonu martenzitik dönüşümü geciktirmektedir [32, 108].

CSZ ve YSZ esaslı kaplamalar sırasıyla fırında 1300 °C ve 1500 °C de 100 saat izotermal olarak ısıtıldıktan sonra farklı soğuma ortamlarında oda sıcaklığına soğutulmuştur. Kaplama yapısında mevcut monoklinik faz oranı kaplama dayanımı açısından oldukça önem taşımaktadır. Tetragonal fazın monoklinik faza dönüşümü esnasında hacimsel değişim kaplamada çatlak oluşumuna neden olmaktadır. Soğutma hızına bağlı olarak faz dönüşümleri incelendiğinde Şekil 2.10' da YSZ ve CSZ esaslı kaplamalarda 1300 °C de ısıtma sonrası suda, havada, ağzı açık fırın içinde, ağzı kapalı fırın içinde soğuma sonrası faz analizi (Eşitlik 2.1.) sonuçlarında monoklinik faz oranı %1'den düşüktür. 1500 °C de ısıtma sonrası soğuma koşullarında hızlı soğutma şartlarında monoklinik faz oranında önemli bir değişim gözlenmezken, ağzı açık fırın içinde soğutma koşullarında YSZ esaslı kaplamalarda monoklinik faz oranı % 11, ağzı kapalı fırın içinde soğuma koşullarında soğutulan YSZ kaplamalarda monoklinik faz oranı %27 olmasına karşın CSZ kaplamalarda % 1'den düşük seviyededir. Dolayısıyla termal bariyer kaplamalarda CeO₂ stabilizör kullanımı t-m faz dönüşümüne karşı daha az hassasiyet göstermektedir [102-108].

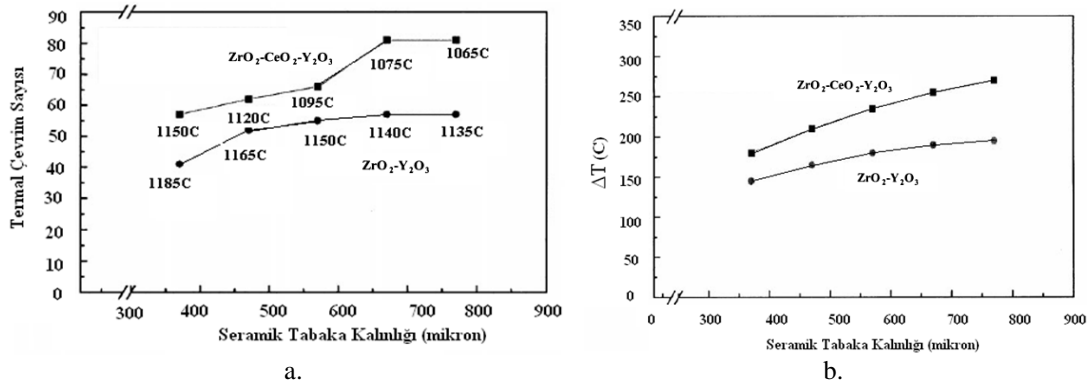
$$X_m: I_m(111) + I_m(11-1) / I_m(111) + I_m(11-1) + I_{c,t}(111) \quad \text{Eşitlik 2.1.}$$

Soğuma hızının artması faz dönüşümünü azaltmaktadır. Bu durumda oksijen boşlukları önemli bir rol oynamaktadır. Soğuma hızı ile oluşan oksijen boşlukları, martenzitik dönüşümünü sınırlamaktadır [108].



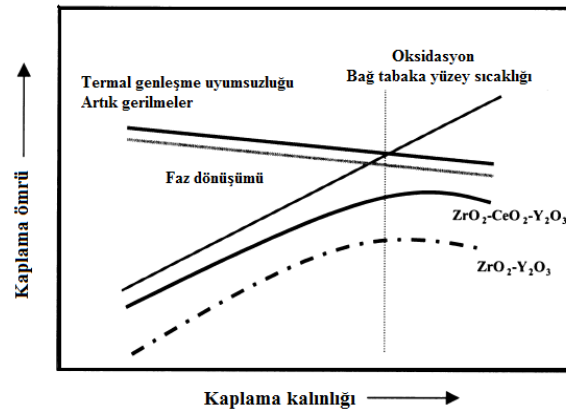
Şekil 2.10. YSZ ve CSZ kaplamalar 1500 °C de 100 saat izotermal olarak ısıtıldıktan sonra farklı soğuma ortamlarında oda sıcaklığına soğutma sonrası monoklinik faz oranı değişimi [108]

YSZ (ağ.% 8 $Y_2O_3-ZrO_2$) ile CSZ (ağ.% 25 CeO_2 -% 2.5 $Y_2O_3-ZrO_2$) esaslı termal bariyer kaplamalar termal çevrim testlerine (çevrim: 5 dakikada 1300 °C' ye çıkış ve 10 dak. bekleme sonrası 5 dak. içinde oda sıcaklığına soğutma) tabi tutularak kaplamalarda gözle görülebilir çatlak oluşumuna kadar termal çevrime devam edilmiştir. Şekil 2.11'den görüleceği üzere CSZ esaslı kaplamalar kullanılması halinde bağ tabaka yüzey sıcaklıkları daha düşüktür. Bağ tabaka yüzey sıcaklığı kaplama ömrü açısından oldukça önem taşımaktadır [32, 102-108].



Şekil 2.11. a.YSZ ve CSZ esaslı termal bariyer kaplamaların kalınlığa bağlı olarak termal çevrim ömürleri ve bağ tabaka yüzey sıcaklıkları, b. kalınlığa bağlı olarak termal şok dayanımları [32]

Şekil 2.11'de CSZ esaslı kaplamalar YSZ'ye göre kaplama kalınlığı artışına bağlı olarak daha fazla termal şok direnci göstermektedir. CSZ esaslı kaplamaların YSZ'ye göre daha fazla termal genişleme göstermesi nedeniyle bağ tabakanın oksidasyonu sonucu oluşan termal gerilmeler azaltılmaktadır. YSZ kaplamalarda sinterleşme CSZ'ye göre daha hızlı gerçekleşmekte dolayısıyla termal şok koşullarında artan gerilmeler kaplama ömrünü azaltmaktadır. Bu nedenle CSZ esaslı kaplamalar daha yüksek termal yalıtım kabiliyetine sahiptir. Sonuç olarak Şekil 2.12.'den görüleceği üzere CSZ esaslı kaplamaların YSZ kaplamalara göre daha yüksek performans göstermesi beklenmektedir. TBK'ların termal çevrim ömrü üzerinde bağ tabakanın yüzey sıcaklığına bağlı olarak oksidasyon en önemli etkiye sahiptir. Bunun yanında termal genişleme uyumsuzlukları ve artık gerilmeler ile faz dönüşümü kaplama ömrünü belirleyen faktörlerdir [32].



Şekil 2.12. Termal bariyer kaplamaların kullanım ömrünü sınırlayan faktörler [32]

Gaz türbin motorlarının çalışma şartlarında kullanılan bir TBK sisteminde bileşenlerin termo fiziksel özellikleri Tablo 2.3.'de sergilenmektedir.

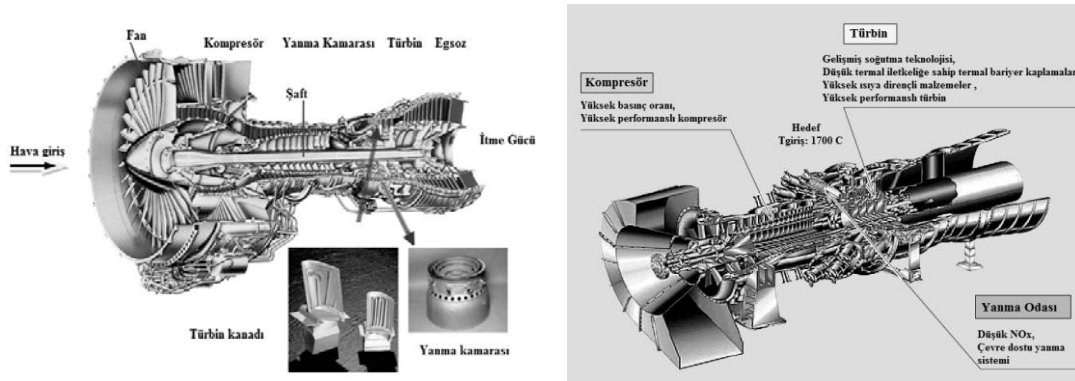
Tablo 2.3. TBK sistemini oluşturan malzemelerin fiziksel özellikleri [14,19, 63, 64, 94, 95]

| Malzeme | Ergime Nok. °C | Termal Genleşme Kats., α , °C ⁻¹ | Elastik Modül E, GPa | Poisson Oranı, ν |
|--|-------------------|---|-------------------------|-------------------------|
| Süper Alaşım | 1260-1350 | 15-16 | 197 | 0.3 |
| Bağ Tabaka | 1360 | 13-16 | 86-100 | 0.3 |
| TGO, (Al ₂ O ₃) | 2000 | 8-9 | 350-400 | 0.22 |
| Seramik Tabaka YSZ | 2700 | 10-11 | 40 | 0.22 |
| CeO ₂ | 2600 | 13 | 172 | 0.27-0.31 |

2.5. Gaz Türbin Motorları İçin Termal Bariyer Kaplama Gereksinimi

Gaz türbin motorlarının en yaygın kullanım alanları uçak jet motorları ve enerji çevrim santralleridir. Kullanım amacına bağlı olarak gaz türbin motorlarının tasarımları ve kullanım ömürleri çalışma şartlarına (yakıt türü, çalışma sıcaklığı ve süresine, çevrim türü) bağlı olarak değişmektedir. Enerji santrallerinde kullanılan gaz türbin motorları yüksek sıcaklıkta çok uzun süre ($1-5 \times 10^3$ saat) sabit termal gerilmeler altında çalışırken, uçak jet motorları sürekli manevra, kalkış ve iniş hareketleri esnasında ani değişken termal yükler etkisinde çalışmaktadır. Şekil 2.13.'den görüleceği üzere gerek uçak motorlarında gerekse enerji santrallerinde kullanılan gaz türbin motorlarında hasar oluşumu açısından en kritik bölgeler yüksek sıcaklık etkisine maruz kalan türbin kanatları ve yanma kamaralarıdır. Her iki türbin

sisteminde de kullanılan yakıt türüne bağlı olarak yanma kamaralarında ve türbin kesitlerinde yüksek sıcaklıklarda oldukça korozif ve agresif ortamlar oluşmaktadır. Bu nedenle sıcak kesit türbin parçalarının tasarımında sürünme, oksidasyon, korozyon, termal yorulma, termal şok, termal çevrim özellikleri gibi metalurjik faktörlerin göz önünde bulundurulması zorunludur [6-11]. Gaz türbin motorlarında en kritik bölgede görev yapan türbin kanatları (blade ve vane)'nın maliyeti 10000 \$/adet'e ulaşabilmektedir. Türbin kanadının yenisiyle değiştirilmesi 1.5-2.2 milyon \$'a ve çalışma koşullarında olası bir şekilde hasara uğraması durumunda ise onlarca milyon €'ya varan tamir maliyetlerine neden olabilmektedir. Genel olarak endüstriyel türbin sistemlerinde bakım maliyeti yaklaşık 5-10 milyar \$/yıl olarak tahmin edilmektedir [115]. Termal bariyer kaplama uygulamaları bakım sürelerinin uzamasına ve bakım maliyetlerinin düşmesine ve motor performansının artmasına neden olmaktadır.



Şekil 2.13. a. Uçak jet motorlarında kullanılan bir gaz türbin motor kesiti ve yüksek sıcaklık etkisine maruz kalan parçalar, b. Enerji santrallerinde kullanılmakta olan gaz türbin motor kesiti [11]

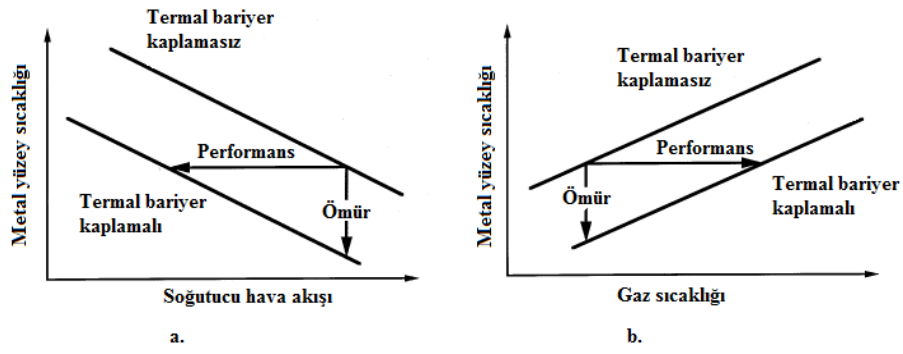
Bir uçak seyir halindeyken 4500 lt/saat yakıt (kerosen) tüketmektedir. Bu nedenle gerek yakıtın yanma verimliliğinin artırılması gerekse yakıt tüketimi ile ilişkili olarak çevreye zararlı emisyonların azaltılması için $T_{giriş}$ artırılması gerekmektedir. Yanma reaksiyonları türbinde yanma kamarasında gerçekleşmektedir. Gerekli ısının elde edilmesi hava/yakıt (45:1-130:1) oranına bağlıdır. Yanma reaksiyonu sonucunda sıcaklıklar 2000 °C'nin üzerine çıkmaktadır ki bu sıcaklıklar kullanılan alaşımların ergime noktasının üzerindedir. Enerji santrallerinde çok büyük kapasitede enerji üretimi doğrultusunda türbin giriş sıcaklıklarında küçük değişimler önemli oranda yakıt tasarrufu sağlanmasına ve termal verimlilik artışına neden olmaktadır. Termodinamik açıdan Brayton prosesinde verimlilik ($\eta = 1 - T_{çıkış}/T_{giriş}$) artışı türbin

giriş sıcaklığının artışı ile artmaktadır [6-10, 72, 73, 111]. Gaz türbin tasarımlarında türbin malzemelerindeki ve koruyucu kaplama uygulamalarındaki gelişmeler ile türbin giriş sıcaklıkları ise 700 °C'den 1400 °C'nin üzerine çıkarılmıştır [104]. Endüstriyel yer tipi gaz türbin motor sistemleri gerek boyutları gerekse tasarımı açısından uçaklarda kullanılan türbin sistemlerine göre oldukça büyük hacme ve kütleye sahiptir. Her iki türbin tasarımı da benzer şekilde kompresör, yanma odası, türbin ve egzoz bileşenlerinden oluşmaktadır. Yüksek sıcaklığa maruz kalan parçalarda nikel ve kobalt esaslı süper alaşımlar kullanılmaktadır. Yanma odalarında sıcaklıkların çok yüksek ve aynı zamanda korozif bir ortamın oluşması nedeni ile kullanılacak malzeme seçeneği metalurjik nedenlerden dolayı oldukça sınırlıdır. Benzer şekilde türbin kanatçıklarının yüksek rotasyon hızı ve yüksek sıcaklıkta gaz akış hızına maruz kalması nedeniyle yüzeyde koruyucu termal bariyer kaplamaların kullanılmasını zorunlu kılmaktadır. Türbin parçası tasarımlarında kullanılacak türbin alaşımı ve koruyucu yüzey kaplama kompozisyonu ve üretim tekniği, soğutucu hava gereksinimi esasları birlikte göz önünde tutulmaktadır [11-17, 62-71, 94, 95].

2.6. TBK Kullanımının Faydaları


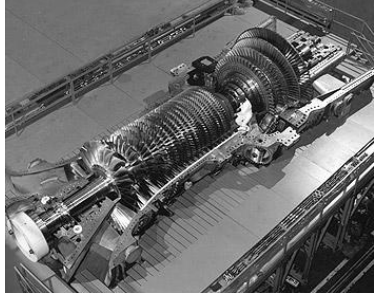
Gaz türbin motorlarının termal verimliliğinin gelişiminde termal bariyer kaplamalar ivmelendirici rol oynamaktadır. Hem uçak hem de enerji santrallerinde gaz türbin motor bileşenleri üzerine uygulanan termal bariyer kaplamaların karşılaştığı termal gerilmeler farklı çalışma koşulları nedeniyle farklılaşmaktadır. Enerji çevrim santrallerinde kullanılan gaz türbinlerine göre uçaklarda kullanılan gaz türbinleri daha yüksek sıcaklıklara ($T > 1200$ °C) ve daha fazla termal gradyentlere maruz kalmaktadır. Uçak türbin motoru kanatçıklarında kullanılan TBK sistemlerinde uçağın yüksek manevra kabiliyeti (ani irtifa değişimleri) nedeniyle termal çevrim ömrü daha fazla önem kazanmaktadır. Bunun yanında bağ tabaka oksidasyonu ile birlikte termomekanik yorulma davranışı kaplama ömrü açısından önemli faktörler arasındadır. Uçak motorlarında giriş sıcaklıkları çalışmaya başlamasından itibaren genel olarak 850-1700 °C arasında değişmektedir. Rolls Royce Trent 892'lerde türbin giriş sıcaklıkları kalkış esnasında 1500 °C seviyesine çıkmaktadır. Buna karşın endüstriyel enerji çevrim santrallerinde kullanılan gaz türbin motorlarının ilk çalışmaya başladığı andan itibaren 1200 °C'nin altında sabit sıcaklıklarda on binlerce saat durmaksızın çalışması gerekmektedir. Enerji santrallerinde kullanılan türbin

sistemlerinde kullanılan TBK'larda termal çevrim sayısına nazaran yüksek sıcaklıklarda çok uzun çalışma süresine bağlı olarak sinterleşme, faz dönüşümü ve oksidasyon gibi sıcaklık-zaman ilişkili hasar mekanizmaları önem kazanmakta ve zamana bağlı olarak gelişen termal gerilmeler meydana gelmektedir. Bunun yanında yanma odasında yakıt kirliliklerinden kaynaklı olarak sıcak korozyon problemleri ile karşılaşmaktadır. Kaplama tabakaları arasında karşılıklı difüzyon mekanizmaları da kaplama performansı açısından önem taşımaktadır [71-75]. Türbinin en yüksek sıcaklıklara ulaştığı ilk aşamasında dayanımı sağlamak oldukça kritik öneme sahiptir. Türbin kanatçıklarının yüzeylerinde termal bariyer kaplamaların soğutma sistemleri ile birlikte kullanılması yüzey sıcaklığının azaltılmasında etkili olmaktadır. Termal bariyer kaplamalar türbin parçalarının dış yüzeylerinde termal dayanımı artırırken bunun yanında metal yüzey sıcaklığını ve soğutucu hava gereksinimini düşürmektedir. Şekil 2.14'de görüleceği üzere kaplamalı ve kaplamasız türbin parçalarının performansları sergilenmektedir. TBK kullanımı ile türbin kanadı yüzeyinde sıcaklıklar artırılırken parçanın kullanım ömrü ve performansı artmaktadır. Bununla birlikte soğutucu hava gereksinimi azaltılmaktadır. Diğer yandan gaz sıcaklığının artması motorun termal verimliliğini geliştirmektedir [109, 113]. Günümüzde türbin giriş sıcaklıkları termal bariyer kaplamaların ve soğutma sistemlerin birlikte kullanılması ile birlikte 1400°C'nin üzerine çıkmıştır. Türbin giriş sıcaklıklarının yakın gelecekte 1700 °C olacağı tahmin edilmektedir. Yüksek itiş gücüne sahip uçak gaz türbin motorlarında kaplama ömrü 1000-10000 saat arasında değişirken endüstriyel enerji santrallerinde kullanılan türbinlerde ana bakım süreleri uçak türbinlerine göre en az beş kat daha uzun periyotlarda olmaktadır. Tablo 2.4'de havacılık ve endüstriyel gaz türbin motorlarının çalışma koşulları ile kullanılan TBK sistemlerinden beklenen teknik özellikler karşılaştırılmaktadır. Türbin parçalarının kullanım ömrü ve performansı termal bariyer kaplama kompozisyonuna, kalınlığa ve yüksek sıcaklıklarda kaplamaların mikroyapısal performansına bağlı olarak değişmektedir [6-10, 11-16, 29-30, 71-75, 94-100].



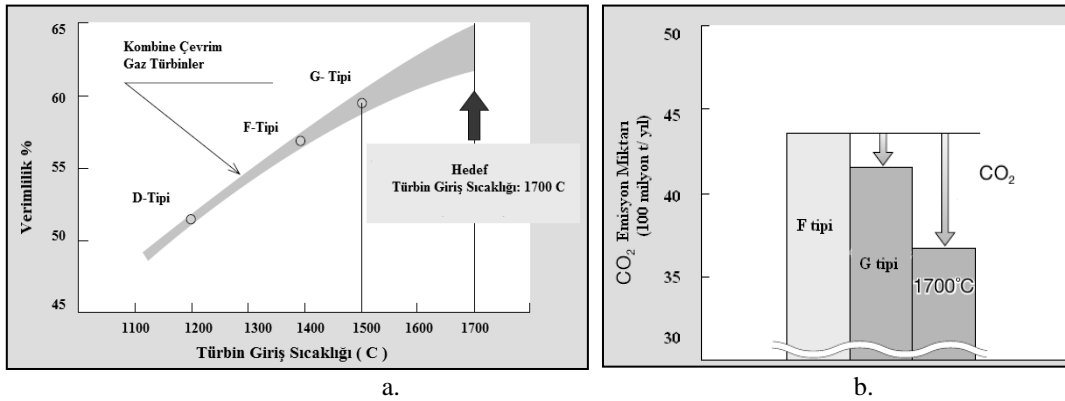
Şekil 2.14. Türbin parçalarının kullanım ömrü ve motor performansı üzerinde TBK etkisi, a. metal yüzey sıcaklığı-soğutucu hava akışı değişimi, b. metal yüzey sıcaklığı-gaz sıcaklığı değişimi [113].

Tablo 2.4. Uçak ve enerji çevrim santrallerinde kullanılan gaz türbin motorlarının çalışma koşullarının ve kullanılan termal bariyer kaplamalardan beklentilerin karşılaştırması [6-10, 11-16, 29, 30].

| Hedef | | Havacılık GT. | Enerji Santralleri GT. |
|---|--|--|---|
| Düşük | Yüksek | Rolls Royce Trent 900 | GE 9H |
| Yakıt tüketimi Emisyon Bakım giderleri | Termal verim $T_{giriş}$ Dayanım Perform. Ömür |  |  |
| Gaz Türbin Motorlarının Çalışma Şartları | | | |
| Yakıt türü | | Kerosen | Doğal gaz |
| Basınç oranı | | 16:1- 40:1 | 12:1 ile 17:1 arası |
| Türbin giriş sıcaklığı (°C) | | >1200 | <1200 |
| Türbin hızı (dev/dak.) | | 3000-3600 | 3000-15000 |
| Egzos sıcaklığı (°C) | | 400-550 | 530-600 |
| Göreceli Boyut | | 1x | 5x |
| Termal Bariyer Kaplamaların Çalışma Koşulları ve Beklentiler | | | |
| Termal çevrim sayısı | | 8000 | 2400 |
| Çevrim periyodu (saat) | | 1-15 | 100-500 |
| Toplam çalışma süresi (saat) | | <10 000 | >24 000 |
| Pik sıcaklıklarda çalışma süresi (saat) | | 300 | >24 000 |
| Seramik tabaka yüzey pik sıcaklığı (°C) | | >1200 | <1200 |
| Bağ tabaka yüzey pik sıcaklığı (°C) | | 1093 | 954 |

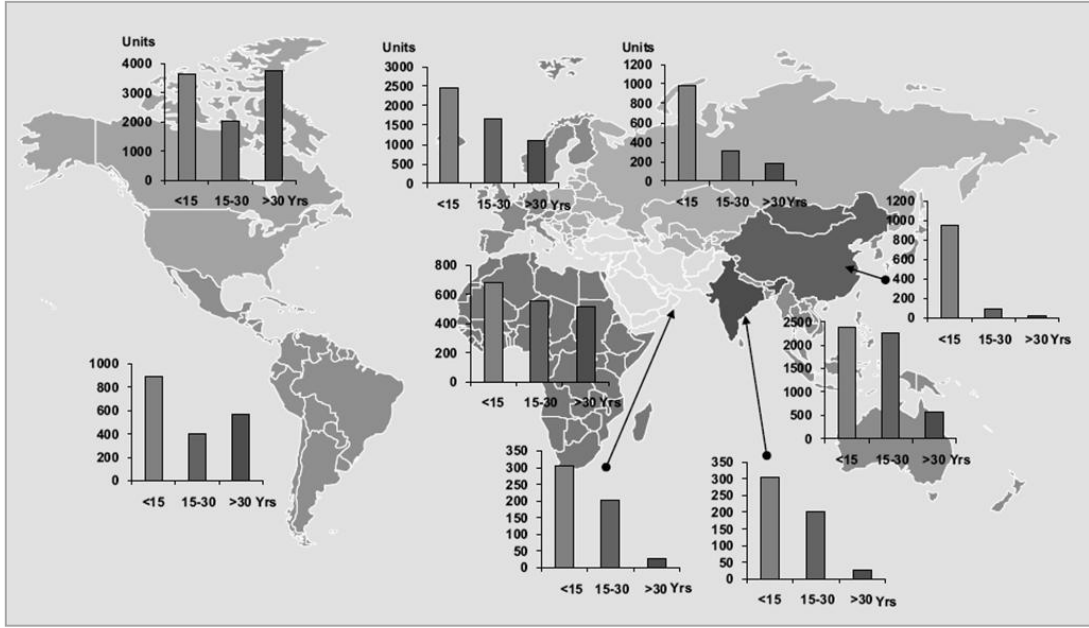
2.7. Küresel gaz türbin motorları pazarında gelecekte eğilimler

Türbin giriş sıcaklığının artışı ile türbinin termal verimliliği artmaktadır (Şekil 2.15a). Türbinin çalışması esnasında dışarı çıkardığı CO₂ ve NO_x gibi zararlı emisyonlara önlem alınması çevre kirliliği ve küresel ısınma açısından önem taşımaktadır. Enerji santrallerinde de yıllara bağlı olarak CO₂ emisyon miktarlarının değişimi Şekil 2.15b.de gösterilmektedir. Türbin giriş sıcaklıklarının artırılması ile birlikte F, G tipi (D<F<G<H türbin sınıfları alfabetik sıraya göre türbin giriş sıcaklıkları artışı) türbin ünitelerinde zararlı emisyon miktarlarında düşme sağlanmıştır [6-11]. Küresel gaz türbin motoru endüstrisinde 2009 yılı itibarıyla 46500 adet gaz türbini ünitesi bulunmaktadır. 2018 yılında bu sayının 57000 üniteye çıkacağı tahmin edilmektedir. Şekil 2.16' de kıtalara ve ülkelere bağlı olarak mevcut gaz türbin motorları sayısı ve yaklaşık türbin yaş aralıkları belirtilmektedir. Bu verilere bağlı olarak türbin endüstrisinde bakım harcamaları 18.3 milyar \$ (2009) seviyesinde olup, 25 milyar \$'a (2018) ulaşılacağı tahmin edilmektedir. Bakım sürelerini uzatmak ve bakım giderlerini azaltmak amacıyla yoğun çalışmalar sürdürülmektedir [1-4, 112].



2.15. Kombine çevrim enerji santrallerinde kullanılan türbin motorlarının giriş sıcaklığına bağlı olarak a. termal verimliliği b. CO₂ emisyon miktarı değişimi [11]

Şekil 2.16'de görüleceği üzere K.Amerika, Avrupa ve Pasifik Asya ülkeleri küresel gaz türbin pazarında önemli bir paya sahiptirler. Güç üretici türbin sistemleri pazarının büyüme hızı %4.1 oranındadır. Türkiye'nin de içinde bulunduğu bölgede yaklaşık 500 gaz türbin ünitesi bulunmakta olup bu sistemler ağırlıklı olarak 15-30 yaş arasındadır [112]. Dolayısıyla gelecek 10-15 yıl içerisinde bakım ve servis maliyetleri daha fazla önem kazanacaktır. Kaplama gereksinimi artacaktır.



Şekil 2.16. Küresel pazarda gaz türbin motorlarının a. sayıca ve yaşça yayılımı [Aerostrategy, 112]

Termal bariyer kaplamaların kullanımı gaz türbin motorlarında verim, yakıt tasarrufu, türbin parçalarının kullanım ömrü, bakım ve tamir süre ve maliyetlerinde önemli avantajlar sergilerken çevresel unsurlar açısından da olumlu sonuçlar vermektedir. Özetle gaz türbin motoru sektörü küresel enerji talepleri ile ilişkili olarak gelecek 10 yıl içerisinde hızlı gelişimine devam edecektir. Bu durum ülkemiz açısından da gerek termal bariyer kaplama malzemelerinin gelişimi, gerekse kaplama proses teknolojilerinin kullanılmasını ve geliştirilmesini zorunlu kılmaktadır.

BÖLÜM 3. TERMAL BARIYER KAPLAMALARIN ÜRETİM TEKNOLOJİLERİ

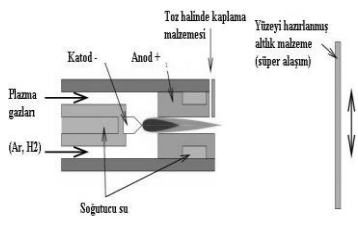
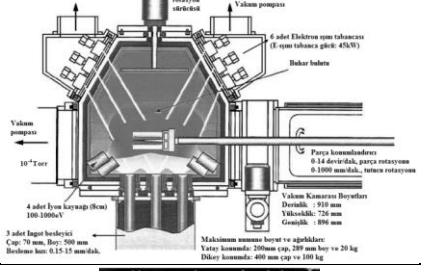
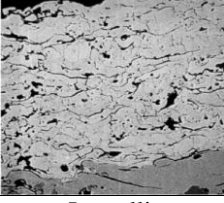
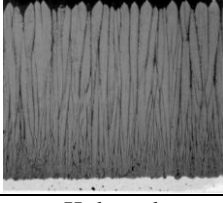
TBK kaplama tabakalarından beklenen özelliklere bağlı olarak proses türü belirlenmektedir. Kaplama prosesleri yatırım, uygulama maliyetleri ile mikroyapısal özelliklere bağlı olarak farklılıklar sergilemektedir. Seramik esaslı üst TBK katmanının üretiminde genel olarak iki tür kaplama prosesinden yararlanılmaktadır. Bu yöntemler: atmosferik plazma sprej (APS) prosesi (1960'lı yıllar), teknolojisi 1980'li yıllara dayanan elektron ışını ile fiziksel buhar biriktirme (EB-PVD) prosesidir. EBPVD prosesinin APS prosesine göre en önemli üstünlüğü mikroyapısal karakteristik özellikleri ile ilişkili olarak yüksek sıcaklıklarda çalışma koşullarında yüksek termal ve mekanik gerilmeler etkisi altında daha yüksek performansa sahip olmasıdır. Yatırım ve çalışma maliyetleri açısından değerlendirildiğinde APS prosesine olan ilgi daha fazladır [12-16, 19, 20, 97-100, 113-117]. Bağ tabakanın üretiminde ise atmosferik plazma sprej (APS), düşük basınçlı plazma sprej (LPPS), vakum plazma sprej (VPS), kontrollü atmosferde plazma sprej (KAPS) ve yüksek hızda oksijen yakıt sprej (HVOF) prosesleri kullanılabilir [12-16, 113-117]. Bu bağlamda APS prosesi kaplama üretim hızı, proses kontrol kabiliyeti ve üretim maliyetleri açısından hem seramik tabakanın hemde bağ tabakanın üretiminde atmosferik koşullarda boyutsal sınırlama olmaksızın üretime imkan vermesi nedeniyle daha fazla tercih edilmektedir.

3.1. TBK Üretim Proseslerinin Karşılaştırılması

Mikroyapısal açıdan değerlendirildiğinde EBPVD ile üretilen kaplamaların mikroyapısı kolonsal olup APS ile üretilen kaplamalar lamelli bir yapıya sahiptir. APS üretilen kaplamalara göre EBPVD prosesi ile üretilmiş kaplamalar daha yüksek deformasyon kabiliyeti göstermesi nedeniyle yüksek sıcaklıklarda termal çevrim koşullarında üstünlük sağlamaktadır [19,20, 113-117].

Tablo 3.1. de APS ve EBPVD prosesi ile üretilmiş kaplamalar ve proses özellikleri karşılaştırılmaktadır.

Tablo 3.1. APS ile EBPVD proseslerinin karşılaştırması [12-16, 19,20, 98-100, 113-117]]

| Proses | Atmosferik Plazma Sprey-APS | Elektron Işını ile Fiziksel buhar Biriktirme -EBPVD |
|---|--|--|
| Üretim Şematik |  |  |
| Mikroyapı kesiti |  |  |
| | Lamelli | Kolonsal |
| TBK kalınlığı | 150µm < t < 2mm | 50µm < t < 350µm |
| Proses Ortamı | Atmosferik | Vakum altı |
| Morfoloji | Oksit, ergimemiş parçacık, porozite, mikro çatlak | Kolonlar arası dikey porozite, Kolonsal uzunluk ve tekstüre |
| Üst kaplama yüzey özellikleri | Ek işlem gereksinimi var | Düzgün, pürüzsüz yüzey |
| Bağ kaplama yüzey özellikleri | Kumlanmış gibi, pürüzlü | Düz yüzey |
| Yapışma mekanizması | Mekanik | Kimyasal bağ |
| Proses için kaplama malzeme çeşitliliği | Yüksek | Sınırlı |
| Büyük parçalara uygulanabilirlik | Elverişli | Boyut sınırlaması var |
| Yatırım maliyeti | Düşük-Orta | Çok yüksek |
| Termal iletkenlik (W/mK) | 0.8-1.1 | 1.5-1.9 |
| Yüzey pürüzlüğü (µm) | 10 | 1 |
| Yapışma muk. (MPa) | 20-40 | 400 |
| Elastik modül (GPa) | 90 | 200 |
| Erozif aşınma hızı (Relatif) | 7x | 1x |
| Termal çevrim ömrü (Relatif) | 1x | 5x |

EBPVD prosesi vakum teknolojisinden kaynaklı ana kapital maliyetlerinin ve işletme maliyetlerinin oldukça yüksek olması endüstriyel kullanım alanını havacılık ve uzay çalışmalarıyla sınırlamaktadır. Bu proseste kaplanacak parçalar için rotasyon gerekmektedir. Dolayısıyla boyut ve ağırlık sınırlaması söz konusudur. Karmaşık geometriye sahip iç yüzeylerin kaplanmasında sınırlama söz konusudur. Yüzey özellikleri açısından değerlendirildiğinde EBPVD ile üretilen kaplamalar daha pürüzsüz ve düzgün bir yüzey eldesine imkan vermesi nedeniyle hareketli türbin kanatlarında aerodinamik açıdan üstünlük sağlamakta ve dolayısıyla da yüksek erozif aşınma direnci sergilemektedir. APS ile üretilen TBK'ların mikroyapıda porozite morfolojisi ve por dağılımı farklılıklarından kaynaklı olarak termal iletkenliği EBPVD ile üretilen TBK'ların termal iletkenliğinden daha düşüktür. Termal koruyuculuk özellikleri açısından bir avantaj teşkil etmektedir. Genel olarak EBPVD ile üretilen kaplama kalınlıkları 150-350 µm aralığında olmasına karşın APS prosesi için kalınlıklar 0.2-2mm aralığında değişmektedir. APS prosesinde kaplama yapısında porozite altlık yüzeyinde paralel olup ısı akışına direnç gösterirken, EBPVD prosesinde yüzeye dik olarak gelişen kolonlar arasındaki por yapısı ısı akışını azaltmakta zorlanmaktadır. Bu nedenle kaplama kalınlığı önemli rol oynamaktadır. EBPVD prosesinde kaplama kalınlığı azaldıkça termal iletkenlikte düşmektedir. Bunun nedeni kaplama oluşumunda kolonsal yapının dış bölgesinin daha kaba taneli yapıda olmasına karşılık iç yapının daha ince taneli yapıya sahip olmasıyla ilişkili olarak bu bölgede termal iletkenliğin daha düşük olmasıdır [19,20, 98-100, 113-117].

3.2. Plazma Sprey Kaplama Teknolojisi

APS teknolojisi, termal sprej (TS) kaplama teknolojileri ailesinin önemli bir parçasıdır. TS kaplama prosesleri metalik ve metalik olmayan toz/tel formundaki malzemelerin ergiyik/yarı ergiyik halde önceden yüzeyi hazırlanmış altlık üzerine hızla püskürtülerek yüzeyde hızlı katılma sonucunda kaplamanın biriktirilmesi esasına dayanmaktadır. TS prosesleri alev sprej, ark sprej ve plazma sprej olmak üzere üç ana grupta sınıflandırılmaktadır (Tablo 3.2.). TS prosesleri altlık yüzeyini termal etkilere, korozyona, aşınmaya karşı korumak amacıyla hızla yaygınlaşan bir kullanım alanına sahiptir. Bunun yanında aşınmış, boyutu değişmiş veya hasar görmüş parçalarda tamir ve dolgu amaçlı kaplama olanağı sağlamaktadır [118-125].

Tablo 3.2. Termal sprey proseslerinin sınıflandırılması [118-123]

| Proses | Alev Sprey | | Plazma Sprey | | Ark Sprey | |
|--|----------------------------------|---------------|-------------------------------------|---|----------------------|---------------------------------------|
| Reaksiyon | Yanma Reak. | | Plazma Oluşumu | | Elektrik Ark Oluşumu | |
| Sıcaklık | 2200-3900 °C | | 5500-11000 °C | | 5500 °C | |
| Parçacık Hızı | 30-180 m/sn, 600-1000 m/sn | | 240-1220 m/sn | | 240 m/sn | |
| Birikme Hızı | 7-14 kg/saat | | 5-23 kg/saat | | 16 kg/saat | |
| Hız/Ortam | Düşük hız | Yüksek hız | Atmosferik | Kontrollü Atmosfer | Atmosferik | Kontrollü Atmosfer |
| Proses Sınıfı | Toz alev sprej Tel alev sprej | HVOF D-gun | Düşük hızda APS Yüksek hızda APS | VPS- vakum LPPS- düşük basınç IPS-inert gaz SPS-koruyucu gaz KAPS-kont. atm. UPS- su altında | Ark sprej | -Vakum -Koruyucu gaz -İnert gaz |
| Özel Prosesler | | | | | | |
| Çözelti plazma sprej SPPS, Lazer plazma sprej LPS, Rf plazma sprej Rf-PS, Soğuk sprej-CS | | | | | | |

Termal sprey proseslerinde kaplamanın ergitilmesi için gerekli olan yüksek ısı, ark oluşumunu takiben plazma oluşumunda önemli rol oynayan Ar, He, H₂, N₂ plazma gazlarının karışımlarının iyonizasyon, dissosiyasyon reaksiyonları ile veya H₂, Kerosen, Bütan, Propan gibi gazların O₂ ile yanma reaksiyonu sonucunda veya elektrodlar arasında oluşan yüksek enerjili ark oluşumu ile elde edilmektedir. Yüksek kinetik enerjiye ve yüksek termal enerjiye ulaşan parçacıklar ergiyik veya kısmi ergiyik formda yüzeye belirli bir mesafeden püskürtülmektedir. Püskürtme esnasında ergiyik forma giren yapıya droplet adı verilmektedir. Dropletlerin yüksek hızda yüzeye çarpmasıyla birlikte hızlı katılaşma ($\approx 10^6$ K/sn) gerçekleşmektedir. Yüzeyde hızla katılaşan bu yapılar splat adı verilmektedir. Splatların birbiri üzerinde katılaşarak yapışması sonucunda yüzeyde karakteristik lamelli bir kaplama yapısı gözlenmektedir. Dropletin sahip olduğu kinetik ve termal enerji ile püskürtme esnasında ortam, altlık yüzeyi ve plazma jeti ile parçacık etkileşimleri kaplama kalitesini belirlemektedir. Plazma sprej prosesinin yüksek ısı girdisine (5500-11000 °C) sahip olması nedeniyle yüksek ergime noktasına sahip metalik, seramik, seramik+metalik ve çeşitli kompozit esaslı malzemelerin yüzeyde biriktirilmesine olanak sağlamaktadır. Yüzeyde püskürtme esnasında önemli bir ısı yükü veya termal gerilme sonucu distorsiyon söz konusu değildir. Plazma tabancalarında ve kaplama

ünitelerinde gelişmeler aracılığıyla kaplama kalitesi ve birikme veriminde önemli gelişmeler gözlenmektedir. Plazma sprej kaplama ünitelerinde robotik uygulamalar ve uygun proses parametreleri ile arzulanan kaplama özellikleri ve kaplama kalınlıkları elde edilebilmektedir. Kaplama mikroyapısı proses parametreleri ile kolaylıkla kontrol edilebilmektedir [40-41, 118-123].

3.2.1. Atmosferik plazma sprej (APS) prosesinin tarihsel gelişim süreci

APS; atmosfer koşullarında düşük hızlarda uygulanan bir plazma sprej prosesidir. Açık hava atmosferinde uygulanabilmesinden kaynaklı diğer plazma proseslerine göre en ekonomik prosesdir. Plazma jetine beslenen toz parçacıklar hava ile etkileşime girebilmektedir. Oksidasyon problemleri nedeniyle genellikle seramik ve oksidasyona dirençli kaplama malzemelerinin püskürtülmesinde kullanılmaktadır. Atmosferik plazma sprej (APS) prosesinin gelişimi 1939 ve 1951 yılları arasındadır. İlk plazma jeneratörü Almanya'da Reineke tarafından 1939 yılında geliştirilmiş olup ardından 1950'li yıllarda Fransa'da Snecma ve Amerika'da Plasmadyne firmalarında rastlanmaktadır. İlk ticari plazma sprej ile kaplama sistemlerinin kullanımı 1957 yılında Thermal Dynamic Cooperation (USA) firmasında görülmüştür. 1960'lardan 1990'lı yıllara kadar plazma sprej tekniği özellikle uzay ve havacılık endüstrilerinde termal bariyer kaplamaların üretimi ile ilişkili olarak hızlı bir gelişme göstermiştir. Bu gelişmeler doğrudan plazma tabanca tasarımlarında gelişmeler sonucu daha güçlü plazma tabancalarının üretimi ile yüzeye püskürtülen parçacık sıcaklıklarının ve hızlarının artırılabilmesine olanak sağlamıştır. 10-20kW güce sahip plazma tabancaları yerini, 1980'lerin sonunda 55kW güce sahip plazma sprej tabancalarına bırakmıştır. Plazma sprej tabancalarının gelişiminde farklı elektrod dizilimlerine sahip plazma tabancalarının tasarımı önemli rol oynamış, kaplama birikme veriminin ve toz püskürtme hızlarının artmasına, daha güçlü plazma tabancalarının ortaya çıkmasına neden olmuştur [129-131]. Bu doğrultuda farklı plazma sprej ekipman ve sistem üretici firmalar tarafından; 3MB, 7MB, 9MB (80kW), 11MB-ID, F4MB (45kW), Triplex-II, Triplex Pro-200 plazma tabancaları (Sulzer Metco), F1, F4, 3/7/9MB, P2, SG100, 3K Magnum, Delta plazma tabancaları (GTV), Plazjet-II HE, SG-100,SG-200 (Praxair) plazma tabancaları geliştirilmiştir [130-131].

3.2.2. Plazma sprey prosesinin avantajları ve pazar gücü

TS prosesleri arasında plazma sprey prosesi kaplanabilir malzeme çeşitliliği açısından oldukça önemli bir potansiyele sahiptir. Proses parametrelerinin kontrol edilebilmesi, otomasyon yeteneği, yatırım ve çalışma maliyetleri açısından yaygın olarak kullanılmaktadır. Küresel kaplama uygulamaları pazarında termal sprey proseslerinin kullanımı hızla artmaktadır. 1960'larda TS pazarı %15 plazma sprey, %15 elektrik ark sprey ve %70 tel ve alev spreyden oluşmaktayken, 2000'li yıllarda %48 plazma sprey, %25 yüksek hızda oksijen yakıt sprey (HVOF), %15 elektrik ark sprey, %8 toz ile alev sprey ve %4 tel ile alev sprey şeklinde değişim göstermektedir [129]. Dünyada plazma sprey teknolojisinin en yaygın kullanıldığı ve gelişiminde öncülük eden ülkeler Amerika, İsviçre, Fransa, Almanya ve Rusya'dır. 2004 yılında TS pazarında ürün ve servis hizmetleri kapsamında 5.4 milyar \$ değerinde olup Kuzey Amerika ve Batı Avrupa pazarının 2/3'nü oluşturmaktadır. TS pazarının %50'sini plazma sprey prosesleri oluşturmaktadır. Özellikle Kuzey Amerika pazarında yüksek performanslı seramik kaplamalar pazarı 2006 yılı için yaklaşık 1.3 milyar \$ değerinde olup 2012 yılı için 1.9 milyar \$ değerinde bir pazara sahip olacağı tahmin edilmektedir. Plazma sprey pazarı diğer seramik kaplama proseslerine göre türbin endüstrisinde hızla yaygınlaşan bir pazar olup bu kapsamda %65'in üzerinde pay sahibi olacağı izlenimi vermektedir. Freedonia Group tarafından yapılan araştırmalarda türbin endüstrisinde küresel pazar 2004 yılında 63 milyar \$ olup, yıllık büyüme oranı % 6.5 seviyesindedir. 2009 yılında 86.4 milyar \$'a ulaşmıştır [127, 129, 132-135].

3.3. Plazma Sprey Prosesinin Temel Esasları

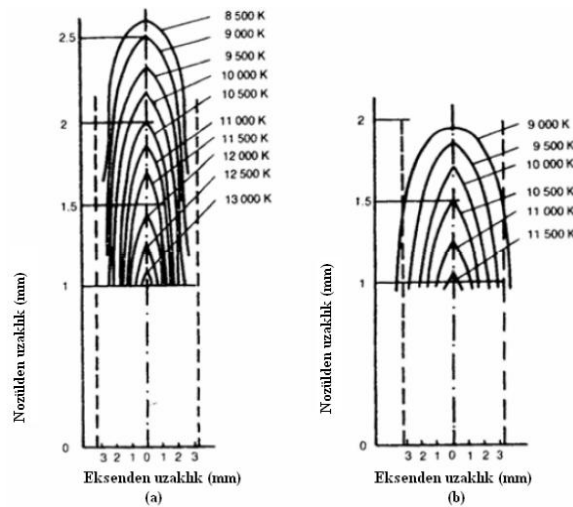
Plazma sprey prosesi ile kaplama üretimi üç aşamada incelenebilir. Plazmanın oluşumu, plazma toz etkileşimi ve kaplamanın oluşumu aşamalarıdır [118-123, 129, 133]. Plazma oluşumunda plazma arki, plazma tabancaları ve plazma gazlarının özellikleri ile plazma jeti karakteristik özellikleri, kaplamanın oluşum aşamasında ise plazma jeti ile toz parçacıklar arası etkileşimlerden, toz parçacıkların plazma jeti içerisinde ergime ve uçuş davranışlarından, dropletlerin yüzeye çarpma sonrasında deformasyonu, yassılaşıma davranışı ve katılaşma davranışlarından bahsedilmesi konunun iyi bir şekilde anlaşılması açısından önem taşımaktadır.

3.3.1. Plazma kavramı ve oluşumu

Amerikalı fizikçi Langmuir (1928), nötr atomlar ve moleküller yanında pozitif ve negatif yüklü parçacıklar (iyonlar ve elektronlar) içeren faz yapısına plazma adını vermiş, teknik anlamda plazma tanımı ise yüksek oranda iyonize edilmiş maddenin 4. hali olarak tanımlanmıştır. Bu yapı moleküllerden, atomlardan, iyonlardan, elektronlardan ve ışık kuantumlarından oluşmaktadır. Yaklaşık olarak plazmanın 1 cm³ hacminde 10⁹-10¹⁰ arasında yüklü parçacık bulunmaktadır. Plazma tabancasında anod ve katod elektodları arasında oluşan arkı takiben plazma gaz akışı esnasında meydana gelen iyonizasyon ve/veya dissosiyasyon reaksiyonları sonucunda plazma oluşmaktadır. Nozülünün (anod) önünde oluşan plazma jetinin, termal ve kinetik enerjisi doğrudan plazma akımı ve plazma gaz kompozisyonu (Ar, He, H₂, N₂) ve akış hızları ile ilişkilidir. Plazmanın sahip olduğu momentum; doğrudan plazma içine beslenen toz parçacığın hızını ve sıcaklığını belirlemektedir. Bu nedenle plazma gazlarının özellikleri ve karışım kompozisyonuna bağlı olarak oluşan plazma jeti karakteristik özellikleri üzerinde durulması gerekmektedir [119]. Bir gazın özellikleri her bir molekülünün hareketine bağlıdır. Moleküllerin hareketi esnasında karşılıklı olarak enerji değişimi gerçekleşmekte ve bu moleküllerin çarpışması sonucu titreşimler oluşmaktadır. Yeterli seviyede enerji sağlanması halinde moleküllerin hızı ve çarpışma sıklığı artmaktadır. Bunun sonucunda da yüksek sıcaklık ortaya çıkmaktadır. İki atomlu gazlarda (H₂, N₂) parçacıkların hızı çok yüksek seviyelere çıkabilmektedir. Dolayısıyla da moleküller karşılıklı çarpışmalar etkisiyle atomlarına ayrılmaktadır. Bu olay plazma arkının oluşum esnasında ayrışma (dissosiyasyon) olarak adlandırılmaktadır. Hidrojen (H₂) moleküllerinin ayrışması prosesi 2500-6000 K sıcaklık aralığında gerçekleşmektedir. Daha yüksek seviyede enerji sağlandığında daha yüksek hızlara ulaşılmakta ve bunun sonucunda da yalnızca moleküller ayrılmayacak aynı zamanda atomu çevreleyen elektronlar da yüksek enerji seviyesine çıkmaya zorlanacaktır. Elektronların üst enerji seviyesine çıkması için ayrışma prosesinden daha yüksek olan gerekli enerjiye iyonizasyon enerjisi adı verilmektedir. Bu işlemede iyonizasyon prosesi adı verilmektedir. Sonuç olarak ayrışma ve iyonizasyon prosesleri sonucu maddenin plazma hali ortaya çıkmakta ve elektriksel yüklü parçacıklar içermektedir. Plazma eş sayıda negatif ve pozitif yük içermesi nedeniyle nötr karakterdedir. [119, 120].

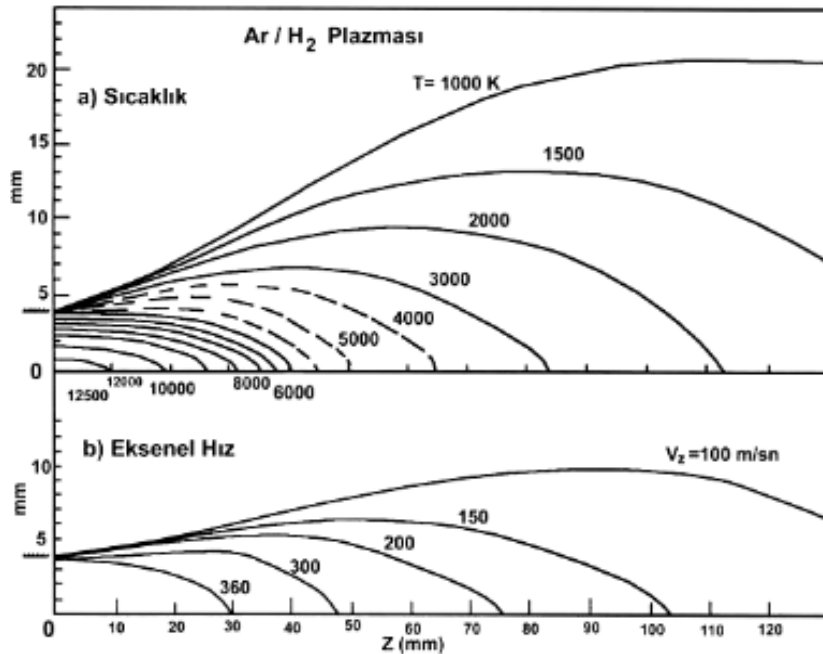
3.3.2. Plazma gazları ve plazma jeti karakteristik özellikleri

Plazma sprej tabancasında, elektrik arkı toryumlu tungsten esaslı bir katod ile bakır anod (nozül) arasında içinde ateşleme sonucunda oluşmaktadır. Plazma gazları nozüle girdiğinde elektrik arkı enerjisi yardımıyla sıcaklık yükselerek gazları ısıtmaktadır. Plazma ark merkezinde sıcaklıklar 30000 K (29727 °C)'e ulaşmaktadır. Bunun sonucunda tek atomlu gazlarda (Ar, He) iyonizasyon gerçekleşirken çift atomlu gazlarda (H₂, N₂) hem ayrışma hemde kısmi iyonizasyon gerçekleşmektedir. Ayrışma ve iyonizasyon prosesleri sonucuda plazma olduğu bölgeye plazma gaz transferinin devam etmesi ile nozülün ucundan yüksek termal hacim ve kinetik enerjiye sahip bir plazma ışını açığa çıkmaktadır. Ses üstü hızda açığa çıkan bu ışına plazma jeti adı verilmektedir. Kaplama oluşumu için, tozun plazma jeti merkezine taşıyıcı bir gaz aracılığıyla uygun şekilde beslenmesi, homojen bir şekilde ergitilmesi ve yüksek hızda yüzeye püskürtülerek hızla katılaşması gerekmektedir [119, 120]. Nozülden dışarı çıkan plazma jetinin sıcaklığı ve hızı temel karakteristik özellikleridir. Plazma jetinin sıcaklığı plazmayı oluşturan gazların iyonizasyon derecesine ve plazma tabancasının çalışma parametrelerine bağlıdır. Plazma gaz türü ve kompozisyonuna bağlı olarak plazma sıcaklıkları 5000 K ile 30000 K arasında değişmektedir. Plazma jeti çevresinde turbulans olmadan uzun izoterm laminar akış arzulanmaktadır. Aynı tip nozül ve aynı boyutlarda nozül için aynı akış hızında Ar ve N₂ plazma jetlerinin boyları ve sıcaklıkları birbirinden farklıdır (Şekil 3.1.).



Şekil 3.1. Plazma jetinin sıcaklık dağılımı a. Argon b. Azot [119]

Azot kullanılarak elde edilen plazma jetinin sıcaklığı Ar gazı ile üretilen plazma jetinden daha düşüktür. Plazma sıcaklıkları nozül merkezinde genel olarak 10000 K'nin üzerindedir. Argon plazması daha dar ve uzun, azot plazması daha kısa ve geniş formdadır. Ark akımının ve ark uzunluğunun artması ark sıcaklığını artırırken gaz akış hızının ve nozül çapının artması sıcaklığı düşürmektedir [136]. Plazma jetinin hızı, plazma gücünün artışıyla ve gaz akış hızıyla birlikte artmaktadır. Ark uzunluğu arttıkça plazma hızı azalmaktadır [137]. Toz besleme esnasında taşıyıcı gazın artması plazma sıcaklığını ve hızını azaltmaktadır. Plazma tabanca tasarımlarında genellikle hedef en yüksek parçacık püskürtme hızına ulaşmaktır. Püskürtme esnasında kaplama malzemesinin ergimesi için yeterli seviyede ısı transferinin sağlanacağı oranda plazma jetinin yüksek hız ile birlikte yüksek sıcaklığa sahip olması gerekmektedir [119]. Ar-H₂ plazmasının sıcaklık dağılımı ve plazma hızı Şekil 3.2.'de gösterilmektedir. Görüleceği üzere plazma sıcaklığı z=80mm (z: nozül ucundan uzaklık) sonrasında hızla düşmektedir. Bu nedenle uygun bir ergitme sağlayabilmek için toz besleme enjektörünün plazma jetinin merkezine yakın olması gerekmektedir [138].



Şekil 3.2. Plazma (Ar-H₂) jetinin sıcaklık dağılımı [138]

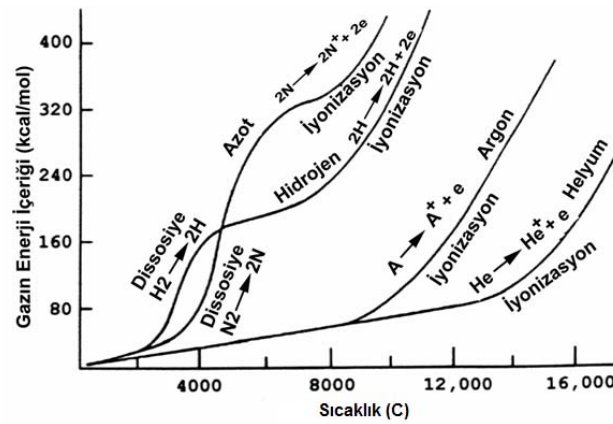
Günümüzde plazma oluşumunda tek atomlu (Ar, He) ve/veya çift atomlu olmak (H_2 , N_2) iki farklı tür gaz karışımları kullanılmaktadır. Plazma tabancasında gaz ortamı plazma oluşumunu, elektrodların oksidasyona karşı korunmasını ve soğumasına yardımcı olmaktadır. Plazma oluşumunda kullanılan gazların seçimi arzulanan plazma jeti sıcaklığı ve hızına bağlı olarak değişmektedir. Bunun yanında püskürtülecek malzemenin ve altlığın inertlik derecesi de önem taşımaktadır. Tablo 3.3.'de plazma gazlarının fiziksel ve kimyasal özellikleri sergilenmektedir. İki atomlu bir gazın plazma oluşumu reaksiyonu ile tek atomlu gazınki birbirinden farklıdır. İki atomlu gazlar plazma haline geçmek için önce moleküllerine ayrışmakta sonra iyonize olmaktadır. Buna karşın Ar, He gibi tek atomlu gazlar iyonize olduktan sonra kolaylıkla plazma haline geçiş yapabilmektedirler. Hidrojen ve azotu plazma haline geçirmek için çok fazla güç gereksinimi bulunmaktadır [119].

Tablo 3.3. Plazma gazlarının fiziksel ve kimyasal özellikleri [119]

| Karakteristik | Birim | Argon | Helyum | Azot | Hidrojen |
|---|-------------------|---------|---------|---------|----------|
| Molar ağırlık | kg/m ³ | 39.944 | 4.0002 | 28.016 | 2.0156 |
| Spesifik ısı kapasitesi | kJ/kgK , 20 °C | 0.511 | 5.223 | 1.046 | 14.268 |
| Termal iletkenlik | W/mK 0 °C | 0.01633 | 0.14363 | 0.02386 | 0.17543 |
| Sıcaklık | K | 14000 | 20000 | 7300 | 5100 |
| Ark voltajı | V | 40 | 47 | 60 | 62 |
| Ark gücü | kW | - | 50 | 65 | 120 |
| Gaz ısıtma için enerji faydalanma katsayısı | % | 40 | 48 | 60 | 80 |

Şekil 3.3'den görüleceği üzere plazma gazların kullanılması halinde plazma jetinin enerjisini (entalpisi) artmaktadır [41]. Şekil 3.3.'de plazma gazlarının ayrışma sıcaklıkları ve enerjilerinin Hidrojenin %90'ı 5000 K sıcaklığında ayrışırken, azot 8500 K sıcaklığında ayrışmaktadır. Bu farklılık gazların farklı ayrışma enerjilerinden kaynaklanmaktadır. Farklı entalpi ve plazma sıcaklıkları tek atomlu ve çift atomlu gazlar arasında önemli bir farklılık ortaya koymaktadır. Görüleceği üzere azot 8000 K sıcaklığında argona göre 5 kat daha yüksek entalpiye (enerji) sahiptir. İki atomlu gazlar ayrışma esnasında daha fazla enerji açığa çıkarmaktadırlar [41, 119]. Argona

çok düşük seviyelerde bile hidrojen veya helyum ilavesi plazma entalpisinin artmasına neden olmaktadır. Bu şekilde oluşan plazmadan toz parçacıklara ısı transferi daha artmaktadır. Dolayısıyla plazma sıcaklığı arttıkça tozlar tümüyle ve daha kolay eriyebilmektedir. Tablo 3.3'de görüleceği üzere plazma oluşumunda kullanılan gazların spesifik ısı kapasiteleri arasında belirgin bir farklılık görülmektedir. Helyum gazı yüksek spesifik ısı kapasitesine sahip olup hidrojen ile birlikte ısı transfer hızını artırmaktadır [41].



Şekil 3.3. Gaz sıcaklığına bağlı olarak plazma entalpisinin değişimi [41]

Plazma sprey uygulamalarında uygun gaz seçimi birçok faktöre (Tablo 3.4.) bağlı olmasına karşın püskürtülecek kaplama toz malzemesinin özellikleri ile arzulanan kaplama özellikleri öncelikli faktörlerdir. Proses ekonomisi açısından da uygun plazma gazı seçimi düşünülmesi gereken önemli unsurlar arasındadır. Proses ve ekipman üreticileri plazma tabancasına uygun plazma gaz türlerini ve karışım oran aralıklarını belirtmektedirler. Kullanıcı uygun gaz karışım oranları ile proses parametrelerini arzulanan kaplama özelliklerine bağlı olarak belirlemek zorundadır. En düşük maliyet ve en yüksek ısı transferi sağlayarak püskürtülecek tozların ergitilmesi düşüncesinde N₂-%5-10 H₂ karışımı avantaj sağlamaktadır. Buna karşın N₂-H₂ gaz karışımı azot ile reaksiyona girme riski taşıyan tozlar açısından uygun değildir [119]. Bunun yerine Ar-%5-10 H₂ gaz karışımı daha fazla tercih edilmektedir. Teorik araştırmalarda plazma gazı ile toz reaksiyonu istenmediği durumlarda Ar gazının yalnız başına kullanılması tavsiye edilmektedir. Helyum (He) gazının çok maliyetli olması nedeniyle He-H₂ karışımları kullanılmaktadır. Günümüzde argon en çok kullanılan plazma gazıdır. Diğer gazlarla ve tozlarla

reaksiyona girmemesi (inert), düşük ateşleme voltajlarında çalışabilmesi avantajları arasındadır. Bunun yanında tozların besleyiciden plazma jetine taşınmasında taşıyıcı gaz olarak da kullanılmaktadır. Gazların safiyeti gaz maliyetlerini önemli ölçüde etkilemektedir. Çok yüksek ergime noktasına sahip tozlar için yüksek safiyette gaz kullanılması önerilmektedir. Bunun yanında safiyeti düşük gazların kullanımı plazma tabancası elektrodlarının ömrünü azaltmaktadır [119]. Argonun düşük termal iletkenliği ve entalpisi nedeniyle termal verimliliği sınırlıdır. Bu doğrultuda Ar/H₂, Ar/He veya Ar/H₂/He gaz karışımları kullanılarak termal iletkenliği ve entalpisi artırılmaktadır [41, 119, 120]. Özellikle seri üretimlerde plazma ünitesini uygun karışım gazların kullanımı ekonomik açıdan daha avantajlıdır [119]. Plazma sprey prosesinde Ar yanında H₂ ve/ya He gazlarının kullanılması plazma jetinin oluşumunu, ark davranışını, plazma jeti ile çevreleyen atmosfer etkileşimini, enjekte edilen tozların sıcaklığını ve ivmelendirilmesini etkilemektedir. Bu nedenle farklı oranlarda gaz karışımları ile oluşturulan plazma sonucunda kaplamanın birikme verimi ve elektrod ömrü değişmektedir. Argon gazı nozül içerisinde ark stabilizasyonuna yardımcı olmakta ve akış momenti ile toz parçacıkların taşınmasını kontrol etmektedir. Argon gazı en yüksek moleküler ağırlığa sahip olup bunun yanında yüksek viskoziteye (10000 K'de 2.7×10^{-4} kg/ms) ve düşük termal iletkenliğe (10000 K'de 0.6 W/mK) sahiptir. Helyum ve hidrojen gazları plazma tabancasının gücünü artırmaktadır. Bununla birlikte yüksek termal iletkenlikleri (10000 K'de H₂: 3.7 W/mK, He.2.4 W/mK) nedeniyle toz parçacığa ısı transferini geliştirmektedirler. Helyum yüksek vizkoziteye sahiptir (10000 K'de 3.1×10^{-4} kg/ms, 15000 K'de 4.3×10^{-4} kg/ms). Oda sıcaklığından çok yüksek sıcaklıklara çıkıldığında viskozite nötr moleküller arasında (iki atomlu moleküller için) etkileşim ile kontrol edilmektedir. Sıcaklık artışıyla birlikte iyonizasyon başladığında viskozite düşmektedir. Bu düşüşün nedeni parçacıklar arasında çok uzun dizilime sahip coulomb kuvvetlerinin zayıflamasıdır. Helyum için bu durum yüksek iyonizasyon potansiyeline sahip olması nedeniyle 17000 K altında gözlemlenmemektedir. Bu nedenle plazma oluşumunda Ar gazının iletkenliğini artırmak için H₂ ve/veya vizkositesini artırmak amacıyla He gazı belirli karışım oranlarında kullanılmaktadır [139-144].

Tablo 3.4. Plazma gaz ve gaz karışımlarının karakteristik özelliklerinin karşılaştırması [141]

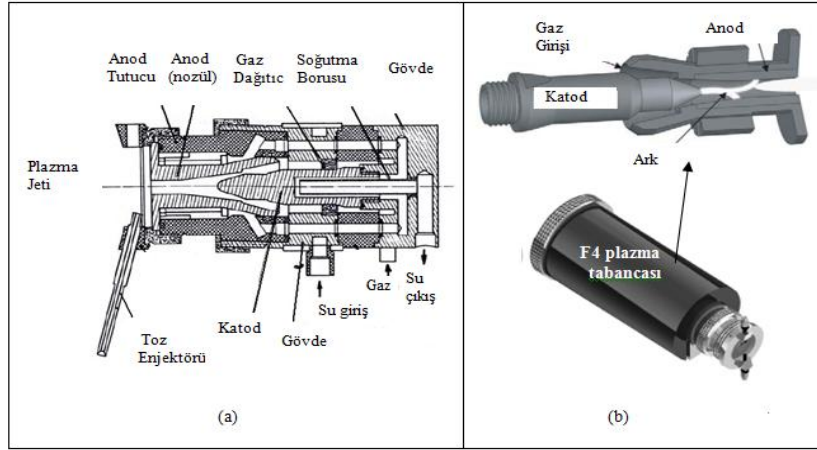
| Gaz Türü/ Gaz Karışım. | Ark Voltajı | Plazma Jeti Profili | | | Termal Verimlilik | Elektrod Aşınması | Maliyet | Gürültü |
|-----------------------------------|-------------|---------------------|-----------|--------|----------------------|----------------------|-----------|----------|
| | | Entalpi | Sıcaklık | Hız | | | | |
| Ar | En düşük | En Düşük | Yüksek | Orta | En Düşük | Düşük | Yüksek | En Düşük |
| Ar+He | Orta | Yüksek | En Yüksek | Yüksek | Orta | Orta | En Yüksek | Düşük |
| Ar+H ₂ | Orta | Yüksek | Orta | Yüksek | Orta | Orta | Yüksek | Orta |
| N ₂ | Yüksek | Orta | En Düşük | Düşük | Yüksek | Orta | Düşük | Yüksek |
| Hava | Yüksek | Orta | Orta | Orta | Orta | En Yüksek | En Düşük | Yüksek |
| CH ₄ - CO ₂ | En Yüksek | En Yüksek | Yüksek | Yüksek | En Yüksek | En Düşük | Düşük | Yüksek |

Stabilize zirkonya esaslı TBK tozlarının kaplanmasında Ar-H₂ karışımı ile N₂-H₂ karışımlarının kaplama yapısına etkisi incelenmiş N₂ birincil gaz, H₂ ikincil gaz olarak kullanılması halinde parçacık hızları Ar-H₂ karışımına göre daha yavaştır. [143, 144]. Ar-He gaz karışımıyla oluşan plazma jetlerinde gaz sıcaklığı ve termal iletkenlik Ar-N₂ karışımına göre daha yüksektir. Ar-He karışımı (800A, gaz akış hızları sırasıyla Ar:44 nlpm, He:20 nlpm) plazma jeti sıcaklık ve hızları nozül ucundan 2 mm uzaklıkta sıcaklık 15000 K olup nozül ucundan 30mm uzaklıkta sıcaklık 10000 K altına düşmektedir. Saf argon plazması ile karşılaştırıldığında Ar-He plazma jetinin sıcaklık ve hızları daha geniş bir profil sergilemektedir [145, 146]. Ar-He plazmalarında voltaj dalgalanmaları Ar-N₂ ve Ar-H₂ plazmalarına göre daha düşük seviyededir [147]. Ar-He plazması Ar-H₂ plazması ile karşılaştırıldığında tek atomlu gazlardan oluşması nedeniyle entalpisi daha düşüktür. Ar-H₂ plazmasında H₂'nin ayrışma reaksiyonu plazma entalpisini önemli ölçüde artırmaktadır [145-148].

3.3.3. Plazma arkı ve plazma tabancası özellikleri

Plazma sprey proseslerinde plazma tabancası ve ark oluşumu kaplama kalitesini etkileyen en önemli faktörler arasındadır. Şekil 3.4a'da Plasmatechnik Co. tarafından tasarlanmış F4 tipi tek anod ve katod içeren tipik bir plazma tabancası kesiti gösterilmektedir. Bu plazma tabancası içerisinde ark oluşumu (Şekil 3.4b); negatif katod (%2 toryum katkılı tungsten alaşımı) ile nozül içine yerleştirilmiş pozitif anod (bakır esaslı) arasında meydana gelmektedir [119, 129, 131].

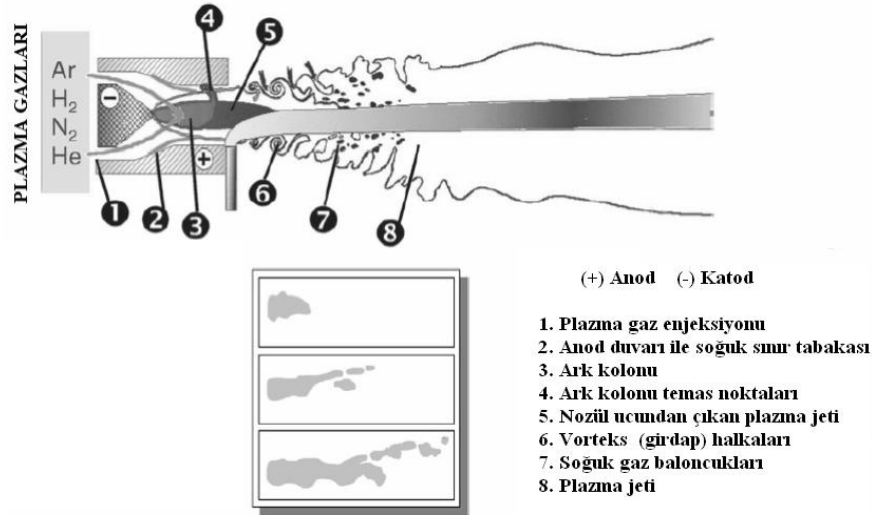
Püskürtülecek tozun türüne, boyutuna, ergime özelliklerine, birikme verimine bağlı olarak farklı elektrod dizilimine sahip farklı güçlerde plazma tabancaları geliştirilmektedir [119, 129- 131].



Şekil 3.4. F4 tipi plazma tabancası için (a) kesiti ve (b) ark oluşumu [119, 130, 131]

Plazma tabancasında konik biçimli katod ucunda ark oluşumu esnasında ark kolonlarının (Şekil 3.5. -3) oluşumu ve takiben plazma gazlarının beslenmesi sonucunda ark stabilitesi bozulmaktadır. Gaz akışının sürdüğü soğuk sınır hattı (Şekil 3.5. -2) boyunca yuvarlanma ve magneto hidrodinamik kuvvetlere yol açmaktadır. Bunun sonucunda da ark kolonu dalgalanmaları meydana gelmektedir. Ark oluşum bölgesinde uygulanan gerilim ve soğuk tabakanın kalınlığına bağlı olarak bu dalgalanma testere dişi şeklinde veya karışık bir (girdap akış) modunda süreklilik sağlamaktadır. Dalgalanmalar $\pm\%35$ oranında voltaj salınımlarına yol açmaktadır. Plazma tabancası tasarımına bağlı olarak farklı tür plazma gaz karışımları (Ar-H₂, N₂, H₂-N₂ ve Ar-He-H₂) ile voltaj dalgalanma aralığı $\pm\%15$ ve $\pm\%35$ arasında değişmektedir. Plazma jeti merkez sıcaklığı 8000 K'den yüksek olup plazma jeti boyu 15-60 mm arasında değişmektedir. Saf Ar ve Ar-He karışımlarında bu dalgalanma en fazla $\pm\% 20$ oranındadır. Voltaj dalgalanmaları gaz kompozisyonu, gaz akış hızı, ark akımı ve nozül çapı ile kontrol edilebilmektedir. Voltaj dalgalanmaları tozun ergitilmesi esnasında olumsuz etkiye sahiptir. Tabanca tasarımı ile ilişkili olarak plazma jeti hızı saf Ar kullanımı halinde 600 m/sn seviyelerindeyken, Ar-H₂ karışımında 2200 m/sn hızlara ulaşılabilir. Bu yüksek hızlar vorteks halkalarının (Şekil 3.5. -6) oluşmasına ve dolayısıyla da

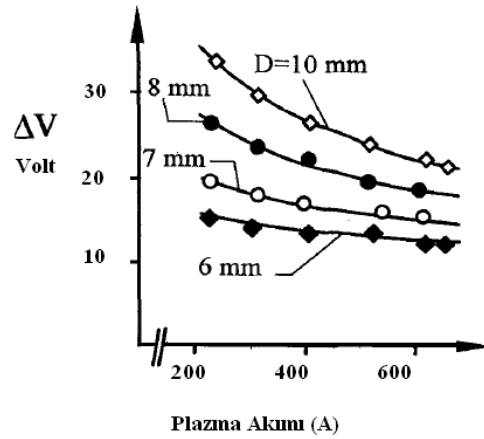
plazma jeti etrafında atmosfer ortamıyla ilişkili olarak girdaplara neden olabilmektedir. Bu girdaplar çevreden soğuk gaz baloncuklarını (Şekil 3.5. -7) içine çekerek plazma jeti sıcaklığını olumsuz etkilemektedir [149-153].



Şekil 3.5. Tipik DC ark plazma tabancasında ark dalgalanması ve plazma jeti [149-152]

Ark oluşum karakteri; argon gaz akış hızına bağlı olarak 3 farklı mod ile sınıflandırılmıştır. Düşük argon seviyelerinde düşük dalgalanma (titreşen) modu, argonun belirli bir sınır aştığı takdirde devirli (take over) mod ve yüksek argon akışlarında testre dişi biçiminde saldırgan (restrike) mod olarak tanımlanmaktadır. Ar-H₂ gaz karışımı ile çalışan F4 tipi tabancalar üzerinde voltaj dalgalanmaları üzerinde incelemelerde 27.8 V'da sapma % 5.6 oranında, 50V'da %17 seviyesindedir. Saf argon kullanılması halinde 120V seviyelerinde bile düşük seviyelerdedir. Ar-H₂ karışımı plazmada hidrojenin termal iletkenliğinin yüksek olması nedeniyle saldırgan mod şeklinde bir patern meydana gelmektedir. Hidrojen gaz akış hızının artması dalgalanmayı artırmaktadır. Bunun yanında argon gaz akış hızının belirli bir sınırın üzerinde artması da toplam gaz akışını artırdığı için dalgalanmaya katkı sağlamaktadır. Plazma jeti ve voltaj dalgalanmalarını sınırlamak için farklı tasarıma sahip tabancalar geliştirilmiştir [153-158]. Soğuk gaz sınır tabakasının kalınlığı arttığı takdirde yüksek voltaj sıçramalarına neden olmaktadır [152,153]. Ar-H₂ plazma tabancasında farklı nozül çaplarına ve plazma akımına bağlı olarak ΔV değişimi Şekil 3.6' da gösterilmektedir. Görüleceği üzere akım arttıkça ve nozül çapı küçüldükçe ΔV azalmaktadır [150].

Anod yüzey profili ark dalgalanmasına etki etmektedir. Anod yüzey profili değiştirilerek farklı ark temas noktaları tercihli olarak oluşturulabilmektedir [156]. Soğuk sınır tabaka kalınlığı ark akımı ve hidrojen gaz akışı arttığı takdirde azalmaktadır. Voltaj dalgalanması özellikle plazma jetine beslenen toz parçacıkların sıcaklığından daha fazla parçacık hızları üzerinde etkili olmaktadır. Voltaj dalgalanması N_2-H_2 plazmasında daha fazla olmasına karşın parçacık hızı dalgalanması $Ar-H_2$ plazmasına göre daha düşüktür [158].

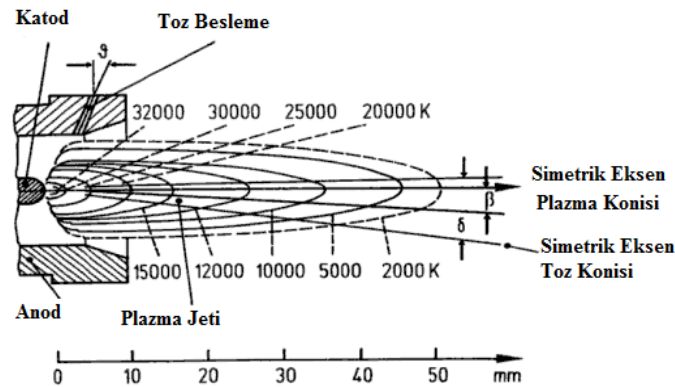


Şekil 3.6. Nozül çapının ve plazma akımının voltaj dalgalanmasına etkisi [158].

3.3.4. Plazma jeti ile toz etkileşimleri

Plazma sprej prosesinde plazma tabancasının hemen önünde oluşan yüksek kinetik ve termal enerjiye sahip plazma jeti merkezine taşıyıcı bir gaz aracılığıyla tozun beslenmesi sonucunda toz ile plazma jeti arasında termal ve kinetik etkileşimler meydana gelmektedir. Tozların plazma jeti içerisinde uçuşu esnasında sıcaklığı ve hızı, kaplamanın yapışma, birikme ve katılma davranışını belirlemektedir. Bunun yanında altlık yüzey özellikleri yüzeye çarparak deforme olan splatların birbirileri ile etkileşimini, yayılmasını ve mikroyapıda süreksizliklerin oluşumunda etkin rol oynamaktadır [40, 41, 119-121]. Tozun üretim şekli, boyut dağılımı, toz şekli plazma jeti içerisinde tozun uçuş özelliklerini etkilemektedir. Plazma sprej prosesi için kullanılacak toz türünün uygun akış özelliklerine sahip olması oldukça önem taşımaktadır. Bu nedenle toz boyutlarının olabildiğince homojen, küresel veya benzer şekillerde olması arzulanmaktadır. Çok farklı toz boyutlarında tozlar arasında ince tozlar için aşırı ısınma ve buharlaşma, kaba boyutlu tozlar için ise yetersiz ergime

durumu söz konusudur. Tozların plazma jeti içinde kalma süresi 10^{-4} - 10^{-2} sn arasında olup oldukça kısadır [119, 129]. Toz malzemesinin üretim yöntemine bağlı morfolojik yapısı, yoğunluğu ile boyut dağılımı plazma jeti içerisinde homojen ergime davranışı üzerinde etkili olmaktadır [41]. Farklı prosesler (milde öğütme ve atomizasyon prosesleri gibi) ile üretilmiş kaplama tozlarının püskürtülmesi kaplama mikroyapısında farklılıklara neden olabilmektedir [119-121, 129]. Plazma jetine tozun girişi kritik bir öneme sahiptir. Plazma jetinden toza yüksek verimlilikte ısı transferi, plazma jeti merkez eksenine besleme ile gerçekleşmektedir. Tozlar taşıyıcı bir gaz (Ar) eşliğinde nozülün ucundan plazma jetine toz enjektörü ile radyal olarak beslenmektedir. Toz parçacıklar dikey olarak plazma jeti eksenine yaklaştığında birçok faktöre bağlı olarak farklı uçuş yolunu takip etmektedir. Toz parçacıklarından oluşan plazma jeti sahip olduğu momentum ile konik bir formda yüzeye doğru hareket etmektedir (Şekil 3.7.). Tozların uçuş yolu simetrik bir ekseninde δ açısı ile değişmekte ve plazma jeti eksenine β açısı ile eğim yapmaktadır. Bu açılar tozların plazma jetine giriş açısı (ϕ) ve hızı, toz boyutu, plazma jeti hızı ve bu hızın plazma jetinde dağılımı ile ilişkilidir. Püskürtme koşullarında en düşük açısal sapma arzulanmaktadır. Toz simetri eksenine ile plazma simetri eksenine arasındaki açısal fark olabildiğince az olması gerekmektedir. Bu sayede plazma jetinin soğuk kısımlarında saçılan tanecik sayısı azalmaktadır [129]. Toz parçacıklarının uçuş yolunun biçimi kaplama birikme verimliliğini etkilemektedir. Plazma tabancasının geometrisi, toz enjeksiyonu, taşıyıcı gaz akış hızı, ark gücü ve plazma stabilitesi bunlardan en önemlileridir [119, 129].



Şekil 3.7. Plazma jetinin geometrisi ve sıcaklık dağılımı [129]

Toz parçacıkların hızı doğrudan plazma jetinin hızıyla orantılı olup plazma hızını kontrol eden parametreler parçacık hızını da kontrol etmektedir. Deneysel çalışmalar kaba toz parçacıkların hızlarının daha düşük olduğunu, ince parçacıkların ise daha yüksek hızla ivmelendiğini ve kendisini çevreleyen atmosfer etkisiyle de kolaylıkla hızını azalttığı sonucunu ortaya koymaktadır. Bu durum homojen olmayan tane boyut dağılımlarında saçılmanın artmasına neden olmaktadır. Parçacık hızı sprej mesafesinin artması ile nozülde uzaklaştıkça azalmaktadır. Parçacık hızı ile malzeme yoğunluğu arasındaki ilişkiye bağlı olarak nozülde uzaklaştıkça daha hafif yoğunluğa sahip tozlar ağır tozlara göre daha kolay yavaşlamaktadır. Tozlar nozülde belirli bir mesafeye kadar hızlarını artırabilmektedir. En uygun sprej mesafesi hızların en yüksek seviyeye ulaştığı mesafedir. Ortalama parçacık hızı plazma jeti dinamik özelliklerine bağlıdır. Tabanca gücü, nozül çapı ve geometrisi, taşıyıcı gaz akış hızı, besleme miktarı ve plazma gazları akış hızları ve sprej mesafesi ile kontrol edilebilmektedir. Plazma sprej sisteminde beslenen toz parçacıkların momentumu ile plazma jeti benzer karakterde olmalıdır. Bu durum taşıyıcı gaz ve enjektör kullanımı ile kontrol edilmektedir. Belirli bir boyut aralığında toz parçacıkların homojen olarak ergitilmesi toz parçacık hızı ve parçacıkların plazma jeti içinde kalma süresi ile ilişkilidir [119]. Plazma tabancalarında nozül çapları genel olarak 6 ile 9 mm arasındadır. Nozül çapının azalması aynı gaz akış hızları için parçacık hızının artmasına neden olmaktadır [119, 149].

Plazmadan parçacıklara olan ısı transferi plazmayı oluşturan gaz kompozisyonu ile ilişkilidir. Saf Ar gazı kullanılması durumunda ısı transferi en alt düzeydedir. Üçlü karışım gazları (Ar-He-H₂) kullanıldığında en üst seviyeye, Ar-He veya Ar-H₂ gibi ikili gaz karışımları kullanıldığında ise ortalama değerlerde ısı transferi gerçekleşmektedir. Plazma tabancasında saf Ar gazı kullanılması durumunda yalnızca $d < 40 \mu\text{m}$ boyutlu metalik toz parçacıklar ergitilebilmektedir. Bu nedenle seramik tozların DC ark plazma ile ergitilebilmesi için ikincil gaz (He, H₂) akışına mutlak gereksinim duyulmaktadır. Küçük boyutlu parçacıkların ergitilmesi daha kolay olmasına rağmen parçacık boyut aralığı seçimi plazma jeti içine toz parçacıkların penetrasyonu dolayısıyla da momentum nedeniyle sınırlanmaktadır. Boyut azaldığında taşıyıcı gaz hızı artırılmalıdır. Örneğin küçük boyutlu ($d < 5-10 \mu\text{m}$) tozlarda taşıyıcı gaz hızı plazma jetini etkilemektedir. Çok yüksek bir ısı

transferi düşük ısıl iletkenlikte bir parçacık (örneğin zirkonya gibi) için parçacık içi ısı dağılımının homojenliğini ve dolayısıyla da homojen ergimesini engellemektedir. Özellikle stabilize zirkonya esaslı kaplamalar için 11 µm-125 µm aralığında toz parçacıkların belirli bir kısmı tamamen ergimiş haldeyken daha büyük boyutlu parçacıklar kısmi ergimiş halde kalmaktadır. Bu durum poroziteli kaplamaların eldesi için arzulanan bir özelliktir. Kaplama oluşumunda ergimiş veya yarı ergimiş formdaki dropletlerin altlık yüzeyine çarpma ve sonrasındaki katılma ve splat morfolojisi kaplama mikroyapısını belirlemektedir [149].

Plazma jetinden toz parçacığa ısı transferi konusunda yapılan çalışmalarda ilk yaklaşım tozu eritmek için gerekli enerji sıcaklık ile, termal aktif plazma jeti uzunluğu ile ve termal iletkenlik katsayısı ile orantılı olup, plazma jeti hızı ile ters orantılıdır. Bu ilişki kapsamında yeterli ısıtma sağlanamaması tozun plazma içinde ergimesi için yeterli süre kalmamasına neden olmaktadır. Dolayısıyla da toz ve plazma arasında uygun olmayan bir ısı alışverişine yol açmaktadır. Plazmanın jeti üzerinde bir incelemede plazmanın termal iletkenlik katsayısı ile toz parçacığın termal iletkenlik katsayısı arasındaki oran göz önüne alınmış ve Bi ($\lambda_{plazma} / \lambda_{toz}$) kriteri olarak adlandırılmıştır. Düşük termal iletkenliğe sahip plazmada $Bi < 1$ (Ar, He, N₂ gibi) şeklindedir. Yüksek termal iletkenliğe sahip plazmada (H₂ gibi), $Bi > 1$ 'dir. Özellikle oksit esaslı malzemelerin ısıtılmasında tercih edilmektedir. $Bi < 1$ olması halinde plazmanın termal iletkenliği düşük olup, tozlar için yeterli ısı transferi gerçekleşmemektedir. Toz boyutunun artması halinde ergimemiş parçacık sayısı artmakta ve daha fazla poroziteye neden olmaktadır [119].

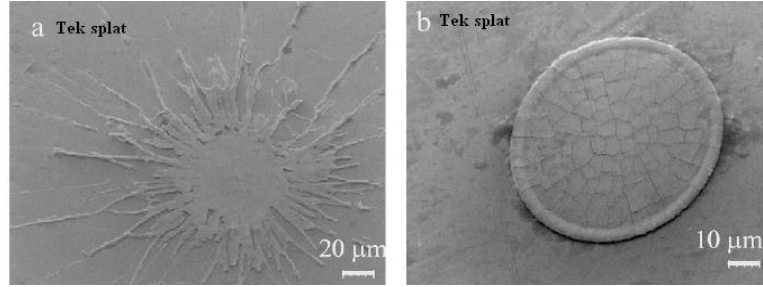
3.3.5. Splat oluşumu ve yüzey ile etkileşimleri

Plazma jeti içinde uçan parçacıkların altlık yüzeyine çarpması ile kinetik enerjileri termal ve deformasyon enerjisine dönüşmektedir. Yüzeyle temas eden droplet, üzerindeki ısının bir kısmını yüzeye aktarmakta ve ardından hızla soğuyarak katılmaktadır. Bu davranışı parçacık sıcaklığına, hızına ve dropletin soğuma hızına bağlı olarak değişmektedir. Püskürtme hareketi, tabanca hızı, tabanca ile altlık arası relatif hareket yanında toz parçacıkların plazma jeti içinde kalması ve ergimiş parçacıkların yüzeye çarpma açısı da (90° 'ye yakın olmalı) oldukça önem

taşımaktadır. Dropletlerin katılma süresi 10^{-10} ve 10^{-6} sn aralığında çok hızlı bir şekilde gerçekleşmektedir. Katılan yapıya splat adı verilmektedir. Ergiyik halde yüzeye gelen d çapındaki droplet çarpma sonrasında D çapında bir yayılmış tabaka meydana getirmektedir. Düz bir yüzeyde splat tabakasının oluşumu yüzeye çarpma basıncı ile ilişkili olarak şok dalgaları şeklinde yüzeyde dropletin saçılmasına neden olmaktadır. Yüzey pürüzlendirildiğinde katılma ve yayılma sınırlanmaktadır. Katılan dropletler yüzey pürüzlülüklerine tutunmakta ve mekanik bir yapışma meydana gelmektedir. Püskürtme esnasında çarpma basıncı altlık yüzeyinin temizlenmesine yardımcı olmaktadır. Parçacıkların yüzeye uygun bir şekilde yapışmanın sağlanabilmesi için belirli bir dinamik basınca gereksinim vardır. Parçacığın yüzeye çarparak deforme olmasıyla birlikte katılması ve yapışmasında bu dinamik basınç etkin rol oynamaktadır. Püskürtme parametrelerine bağlı olarak parçacık hızı kontrol edilmektedir. Birbiri üzerinde oluşan splatların katılması ile lamelli bir kaplama yapısının oluşumu meydana gelmektedir. Lameller arası mesafe toz boyutu ve katılma davranışı ile ilişkili olarak değişmektedir. Püskürtme esnasında altlık yüzeyine belirli miktarda ısı transferi olmaktadır. Genellikle bu transfer plazma jeti tarafından ve yüzeye çarpan ergiyik toz dropletleri tarafından sağlanmaktadır. Tabancanın gücünün artmasıyla birlikte altlığa ısı transferi artmakta ve püskürtme mesafesinin artması ile birlikte azalmaktadır [119]. Splatların yüzeye yapışma (adhezyon) özellikleri doğrudan altlık malzemenin yüzeyinin ön hazırlığı, ön ısıtma sıcaklığı ve yüzeyde oluşan oksit tabakasının morfolojisi ve kompozisyonu ile ilişkilidir. Altlığın ön ısıtılması genel olarak plazma jeti ile uygulanmaktadır. Dolayısıyla parça kalınlığı ve boyutlarına bağlı olarak yüzey oksit tabakasının oluşumunun kontrollü olması gerekmektedir. Püskürtme esnasında altlık ve kaplama sıcaklıkları arasındaki farklılık kaplama yapısında artık gerilmelerin oluşumuna neden olabilmektedir. Plazma tabancası gücü, plazmayı sıcaklığı, yüzey soğutma ve tabanca altlık arası mesafesine bağlı olarak gerilme miktarı değişmektedir [149].

Splatların katılma davranışı ve yassılaştırma morfolojisi kaplama özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Splat morfolojisi ve şekli yüzeye çarpan dropletlerin boyut, hız, sıcaklık ve gibi termodinamik özellikleri ile altlığın fiziksel ve yüzey topolojik özelliklerine bağlı olarak değişmektedir [159-168]. Zirkonya esaslı tozlar üzerinde yapılan çalışmalarda $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ gibi soğuk yüzeye çarpan dropletler oldukça

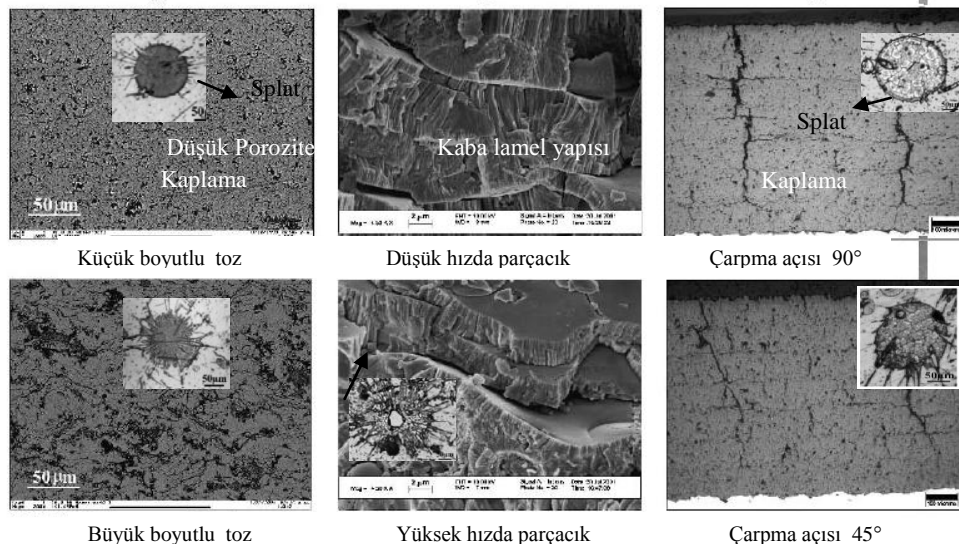
saçılmaktadır. Buna karşın 300 °C'nin üzerinde altlık sıcaklıklarında sıcak yüzeye çarpan dropletler disk şeklinde splatlar oluştuğu gözlemlenmiştir (Şekil 3.13). Altlık sıcaklığında değişimler splat morfolojisini önemli ölçüde etkilemektedir [161,165, 167].



Şekil 3.8. Farklı altlık sıcaklığına sahip yüzeylerde zirkonya esaslı splat ve birbiri üzerine yerleşmiş iki splat oluşumlarının yüzey profilometrisi ile elde edilmiş görüntüleri a. 100°C, b. 300°C [161].

Kaplamaların dayanımında iç gerilmeler etkin rol oynamaktadır. İç gerilmelerin oluşumu yüzeye hızla çarpan dropletlerin katılması sonrası hızla katılan splatların büzülmesi ile ve farklı termal genişleme özelliklerine sahip altlık ile kaplamanın soğuması esnasında gerçekleşmektedir. İç gerilmelerin etkisiyle altlık ile kaplama arasında yapışma özellikleri zayıflamaktadır [161, 168, 169]. Altlık sıcaklığının artırılması iç gerilmeleri sınırlamaktadır [168, 169]. Kaplama yapısında çekme gerilmeleri dikey çatlakların oluşmasına neden olurken basma gerilmeleri genel olarak delaminasyon olarak adlandırılan kaplamanın yüzeyden kalkması veya kaplama tabakalarının ayrılması problemlerini ortaya çıkartmaktadır [168]. Şekil 3.8b.'den görüleceği üzere sıcak altlık üzerinde splat oluşumu disk şeklinde ve saçılma göstermemektedir. Splat çerçevesi rahatlıkla görülebilmektedir. Bunun yanında merkeze göre kenarlar daha fazla kalınlığa sahiptir. Soğuk yüzeyde oluşan splat yapısında ise saçılma ve ayrılmalar gözlenmektedir. Özellikle soğuk altlıkta mikroçatlak yoğunluğu sıcak altlığa göre daha fazladır. Dolayısıyla soğuk altlık olması halinde katılma esnasında daha büyük gerilme gradyanları oluşmaktadır. Splatların saçılması kaplama dayanımını ve performansını azaltan birçok süreksizlik oluşumuna neden olabilmektedir. Saçılma gösteren splat oluşumları kaplama yapısında porozite oluşumuna da neden olmaktadır [161]. Farklı boyutlu tozlar ve yüzeye farklı açılarda çarpan dropletlerin katılması sonucu oluşan splat morfolojileri kaplamada mikroyapısal farklılıklara yol açmaktadır (Şekil 3.9). İnce

toz kullanımı halinde splatların birbirlerine iyi yapışma gösterdiği ve düşük lameller arası porozite içerdiği gözlenmektedir. Kaba taneli tozların kullanılması halinde yapışma özellikleri daha zayıf ve büyük boyutlu por yapıları gözlenmektedir. Bu durum saçılmış splat morfolojisinin neden olduğu splatlar arası temasın zayıf olmasından kaynaklanmaktadır. Yüzeye çarpan parçacık hızları da mikroyapısal özellikleri etkilemektedir. Düşük parçacık hızları, yüksek hızlarla karşılaştırıldığında farklı yapışma özellikleri göstermektedir. Splat kalınlıklarının düşük hızlarda daha kalın olması arayüzey temasını artırmaktadır. Yüksek güçte plazma ve yüksek besleme oranlarıyla birlikte farklı açılarda plazma jetine toz beslenmesi dropletlerin yüzeye çarpması sonucu segmente çatlak yapılarının oluşumuna neden olmaktadır [170-174].

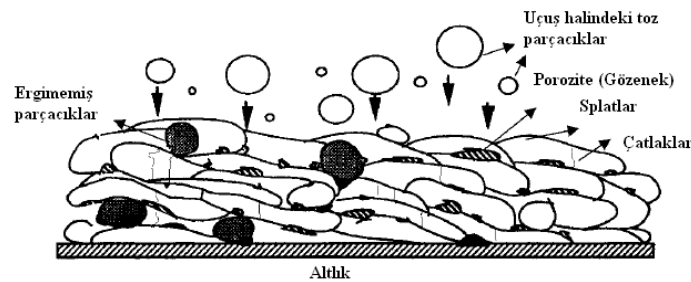


Şekil 3.9. Toz büyüklüğü, parçacık hızı ve çarpma açısının splat morfolojisine ve kaplama mikroyapısına etkisi [170].

Splatların katılması esnasında büzülme davranışı iç gerilmeler etkisiyle splatlar içinde çatlaklara ve dolayısıyla da mikro yapıdaki mikro çatlak oluşumlarına yol açmaktadır. Plazma jeti içerisinde toz parçacıklarının yetersiz ergimesinden kaynaklı olarak splatlar arasında ıslatma yeterli olmadığı takdirde yapışma özellikleri zayıflamakta ve mikroyapıda lameller arası porozite oluşmaktadır. Mikroyapıda sıkça karşılaşılan küresel por yapıları da toz parçacığının yetersiz ergimesi nedeniyle yüzeye çarpan splatın saçılması ile yüksek oranda deformasyonu sonucu merkez ortası açılması sonucu meydana gelmektedir [170].

3.3.6. Kaplama oluşumu ve mikroyapısal özellikler

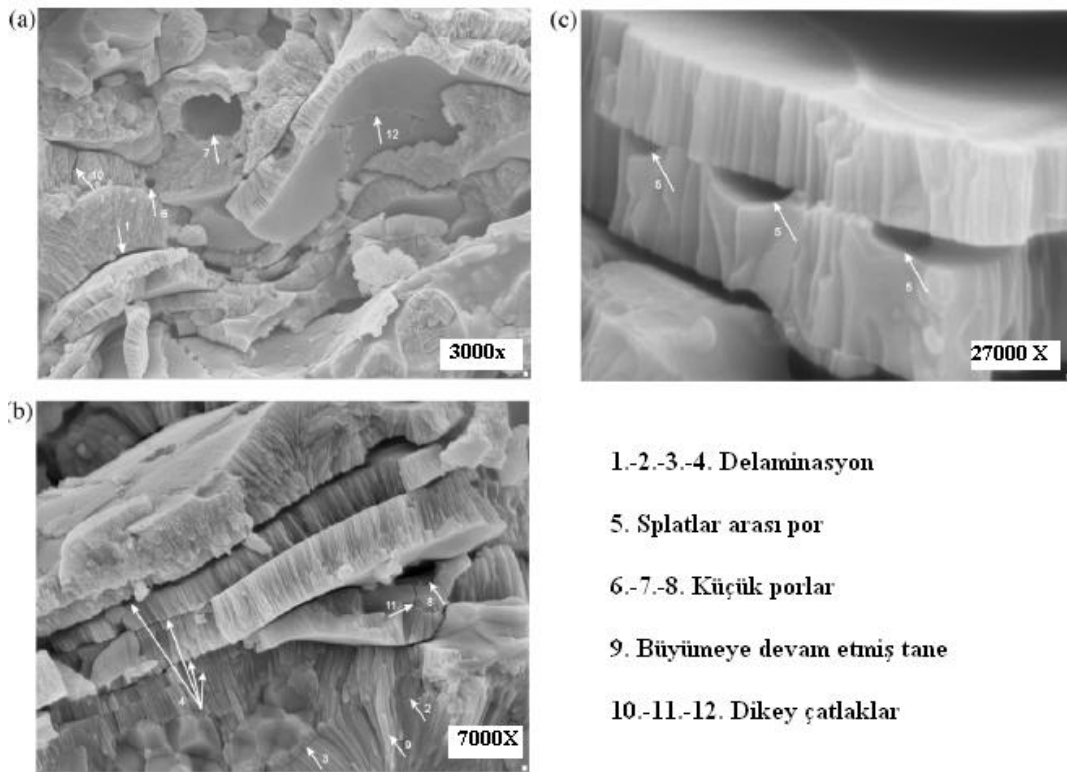
Plazma sprej prosesinde kaplama mikroyapısı genel olarak; plazma jeti oluşumunu takiben tozun plazma jetine beslemesi ile plazma jeti içinde tozun uçuş davranışından, tozun ergime davranışından, dropletlerin yüzeye çarpma sonrası deformasyon davranışından, dropletlerin hızla katılarak splat oluşumu ve splatlar arası etkileşimlerden etkilenmektedir. Plazma püskürtme prosesi için ideal durum plazma jetine enjekte edilen tüm toz parçacıklarının altlık yüzeyine ulaşana kadar geçen süre içinde ergime sıcaklığının üzerinde sıcaklıklara erişmesi ve toz parçacıklarının tamamen ergimiş halde olabildiğince yüksek hızlarda yüzeye ulaşması arzulanmaktadır [171-175]. Yüksek parçacık hızları parçacığın ergimesi için gerekli sürenin kısalmasına dolayısıyla yetersiz ergime oluşumlarına neden olabilmektedir. Görüleceği üzere uygun ergitme koşulları ile toz parçacıklarının ivmelendirilmesi arasında uyum kaplama yapısını belirlemektedir [119, 120, 129]. Plazma sprej ile üretilen lamelli kaplama yapısı oldukça heterojen bir yapıya sahiptir. Kaplama mikroyapısında proses parametrelerine bağlı olarak farklı boyut, biçim ve dağılımda porozite, çatlak, ergimemiş parçacık oluşumları gözlemlenmektedir (Şekil 3.10). Arzulanan kaplama kalınlığı ve birikme verimi; plazma tabancası proses parametrelerine bağlı olarak, toz besleme hızı, altlık yüzeyine göre tabancanın bağlı hızı ve paso sayısı ile kontrol edilmektedir [129, 171-175].



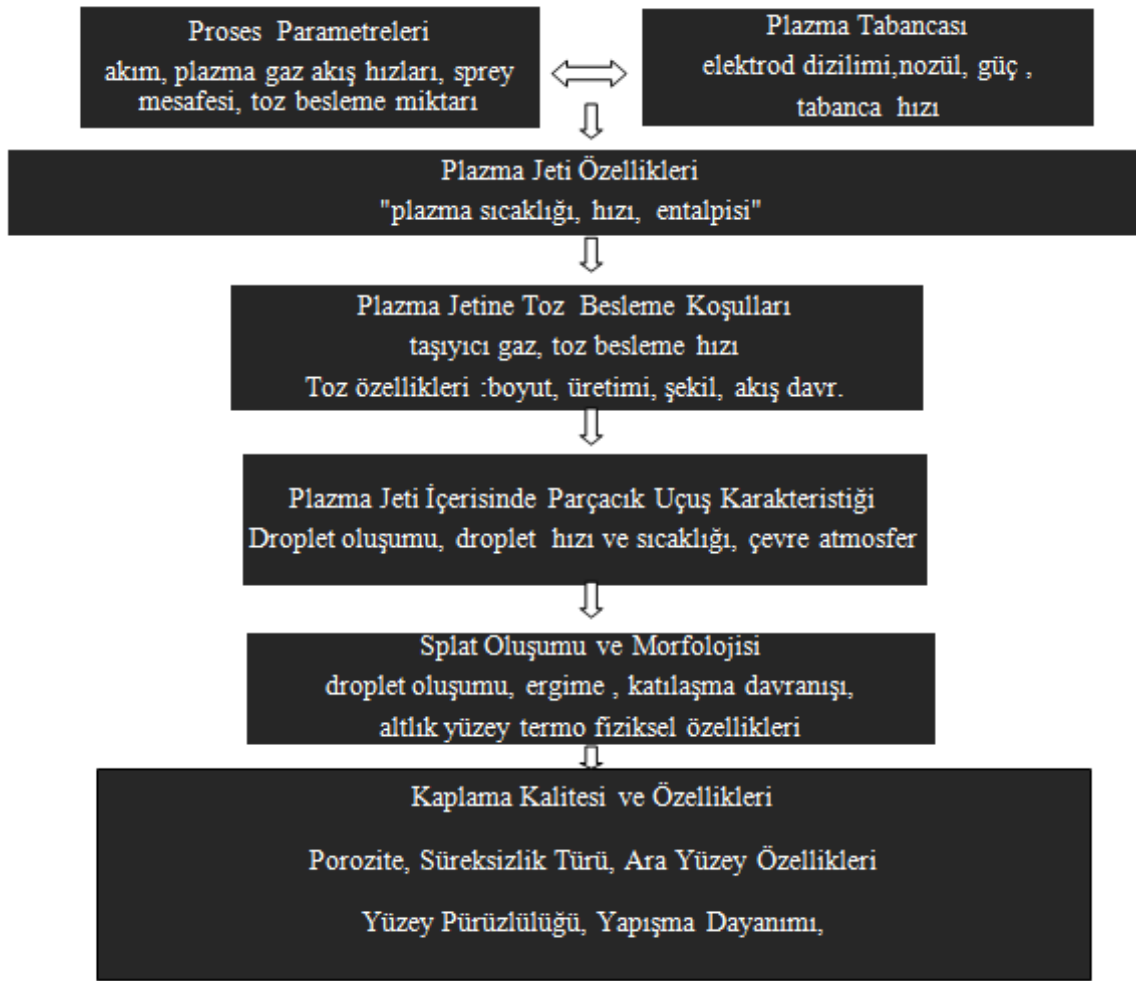
Şekil 3.10. Termal sprej prosesleri ile üretilen kaplamaların tipik mikroyapısal özellikleri [171]

Plazma sprej prosesi ile üretilen kaplamaların sertlik, porozite ve mekanik dayanım gibi özellikleri doğrudan mikroyapı ile ilişkilidir. Örneğin mikroyapıda porozite oluşumuna neden olan proses parametrelerinin belirlenmesi kaplama yoğunluğu ve yapışma özelliklerinin kontrol edilebilmesini sağlamaktadır. Bu nedenle mikroyapı

oluşumunu ve kaplama kalitesini etkileyen faktörlerin iyi bir şekilde anlaşılması gerekmektedir. Kaplama yapısında farklı konum ve boyutlarda mevcut birçok süreksizlik türü plazma tabanacası parametrelerine bağlı olarak kaplama performansını önemli ölçüde etkilemektedir [41, 119-121, 170-177]. Arayüzeye dik porlar ve çatlaklar kaplamanın rijitliğini azaltmaktadır. Bu durum termal şok direnci açısından oldukça önem taşımaktadır. Bu şekilde mevcut süreksizlik (segmentasyon çatlakları) yapısı bilinçli olarak üretilerek kaplama termal çevrim ömrü artırılmaya çalışılmaktadır. Termal yalıtım özelliği büyük boyutlu porozite ve delaminasyonlar ile geliştirilmektedir. Yatay çatlakların mevcudiyeti ise üst seramik tabaka ile ara bağ tabaka arasında gelişerek kaplamanın dökülmesine neden olmaktadır. Genellikle bu tür dökülme problemleri kaplamalarda açık kenarlarda daha fazla karşılaşılmaktadır. Şekil 3.11. de görüleceği üzere seramik kaplama tabakası birçok farklı boyutlarda ve konumlarda süreksizlik içermektedir [173]. Şekil 3.12’de kaplama kalitesine etki eden faktörler şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 3.11. Zirkonya esaslı termal bariyer kaplamanın kırılma kesiti görüntüleri ve mevcut süreksizlikler [173].



Şekil 3.12. Kaplama kalitesine ve dayanımına etki eden faktörler [41, 119-121, 129]

3.3.6.1. Kaplamanın yüzeye yapışması

Plazma sprej prosesi ile üretilen kaplamaların altlığa yapışma özellikleri oldukça karmaşık bir olgudur. Yapışmanın gerçekleşmesinde ergiyik formdaki parçacıkların mekanik olarak yüzeye tutunması, Van der Waals tipi kuvvet etkileşimleri ile fiziksel bağlanmanın gerçekleşmesi, kimyasal etkileşimler ile mikro kaynaklanmalar oluşması veya metalurjik prosesler ile mikro kaynak bağlantılarının güçlenmesi gibi faktörlerin etkin olduğu düşünülmektedir. Kaplama malzemesinin türüne ve altlık yüzey özelliklerine ve bunun yanında proses parametrelerine bağlı olarak yapışma özellikleri de değişmektedir. Metal yüzeylere seramik kaplamalar püskürtüldüğünde splatların yüzey pürüzlülüklerine mekanik tutunma davranışı öne çıkmaktadır. Metalik kaplamaların yüzey tutunmasında ise metalik bir bağ yapısının baskın olduğu düşünülmektedir. Kaplama kalınlığı yapışma özellikleri üzerinde etkili bir

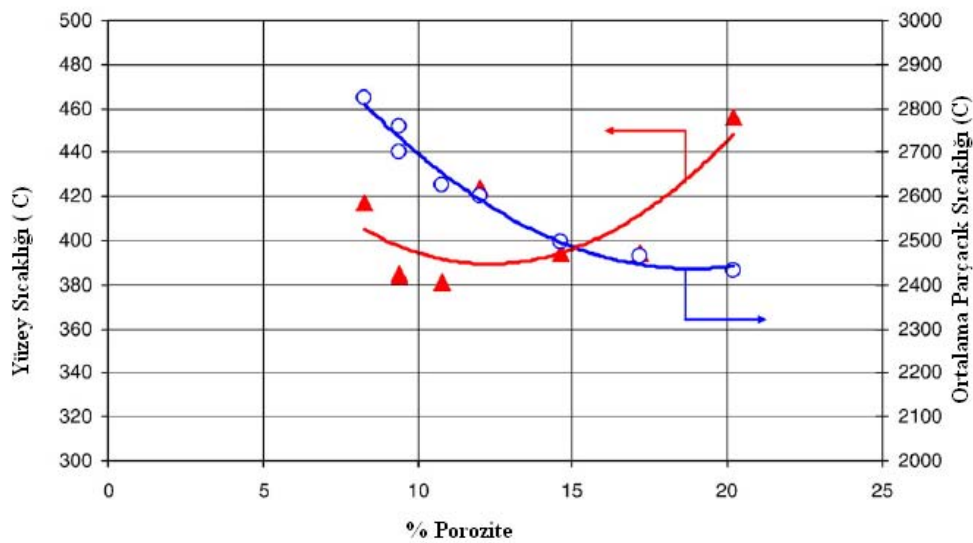
diğer önemli unsurdur. Kalınlık artması kaplama yapısında iç gerilmelerin artmasına neden olabilmektedir. En yüksek gerilmeler genel olarak arayüzeyde gerçekleşmektedir. Bunun yanısıra altlık yüzey özellikleri pürüzlülük ve altlık sıcaklığı yapışma özelliklerinde rol oynamaktadır. Yapışmanın iyileşmesinde kumlama en yaygın kullanılan yüzey pürüzlendirme tekniğidir. Kumlama kaplamanın yapışmasına zemin sağlamaktadır. Kontrollü ön ısıtma yapılması da yapışma özelliklerini geliştirmektedir. Kaplama proses parametrelerinin optimizasyonu da kaplama lamelleri arasındaki yapışma özellikleri açısından oldukça kritik öneme sahiptir [118-121].

3.3.6.2. Kaplama yoğunluğu ve mikroyapıda porozite kontrolü

Kaplama yoğunluğunun artması kaplama yapısında porozitenin azalması ile ilişkili olarak mekanik özellikleri iyileştirmektedir. Özellikle sertlik, aşınma direnci ve eğilme mukavemeti önemli ölçüde kaplama yoğunluğundan etkilenmektedir. Kaplama yoğunluğu ile porozite arasındaki ilişki proses parametreleri ile kontrol edilmektedir. Plazma gücünün artması yanında belirli bir seviyeye kadar gaz akış hacminin artması plazmanın ısıl kapasiteni artırmakta böylece toz parçacıkların ergimesi için daha fazla ısı transferi sağlanmaktadır. Gaz akış hacmi belirli bir sınır geçtiğinde plazma sıcaklığının düşmesine neden olduğu için kaplama yoğunluğu düşmektedir. Buna karşın daha yüksek plazma gücü daha yoğun kaplama eldesine olanak sağlamaktadır. Porozite oranı yüksek kaplamalar elde edilmek istendiğinde ise daha düşük plazma gücü ve daha plazma gaz akış hızları düşürülmektedir. Sprey mesafesi toz parçacıkların uçuş yolunda soğuma süresini belirlemektedir. Bu nedenle uzun sprej mesafeleri daha fazla soğumaya neden olmaktadır. Kısa mesafelerde ise plazma jeti yüzeye çarparak altlığın aşırı ısınmasına ve bunun sonucunda da aşırı ergime sonucu yoğunluğu az kaplama oluşumlarına yol açmaktadır. Mesafe çok kısa olduğunda kaplama aşırı ısınmaktan kaynaklı, mesafe uzak olması halinde soğuma etkisi nedeniyle kaplamaların yapışma dayanımı etkilenmektedir. Bu nedenle optimum sprej mesafesinin belirlenmesi oldukça önem taşımaktadır. Kaba taneli tozlar kullanılması halinde parçacıkların plazma jetinde kalma süreleri daha uzun süre tutulmalıdır. Bu nedenle sprej mesafesi artırılmaktadır [119].

Toz besleme miktarına bağlı olarak plazma jeti için yeterli seviyede ısı enerjisi gereksinimi bulunmaktadır. Bu ısı plazma gücü ve taşıyıcı gaz akış hacmiyle kontrol edilmektedir. Beslenen toz miktarının artması halinde taşıyıcı gaz hacmi artırılması gerekmektedir. Taşıyıcı gaz akışının artırılması parçacıklar üzerinde soğuma etkisini artırmaktadır. Plazma gücü parçacık sıcaklığını artıracak seviyede olması gerekmektedir. Taşıyıcı gaz akış hızı sadece tozların plazma jetine güvenilir bir şekilde taşınmasını sağlamakla kalmayıp aynı zamanda plazma jeti şeklini de etkilemektedir [119].

Proses parametrelerine bağlı olarak daha yüksek parçacık hızları, sıcaklıkları splat yapısının yüzeyde daha fazla yassılaştırmasına neden olmaktadır [173]. Böylelikle daha az poroziteli daha yoğun bir kaplama mikroyapısı kontrollü bir şekilde elde edilebilmektedir [178-182]. Buna karşın parçacık hızları artırıldığında lameller arası ve küresel por yapısında artış ve mikroyapıda kötü yapışma ve ergimemiş parçacıklar gözlemlenmektedir. Şekil 3.13.'de yüzey sıcaklığı ile parçacık sıcaklığı ilişkisine bağlı olarak porozite oranının değişimi sergilenmektedir. Yüzey sıcaklığının artmasıyla birlikte azalan parçacık sıcaklığının sonucunda porozite oranı artmaktadır. Dolayısıyla da termal iletkenlik azalmaktadır. Görüleceği üzere yüzey sıcaklığının artması porozite artışı üzerinde parçacık sıcaklığının azalmasına göre daha fazla etkiye sahiptir [178].



Şekil 3.13. Zirkonya esaslı termal bariyer kaplamaların üretiminde ortalama yüzey sıcaklığı ve parçacık sıcaklığının porozite oranına etkisi [178].

3.3.6.3. Kaplamaların birikme verimi

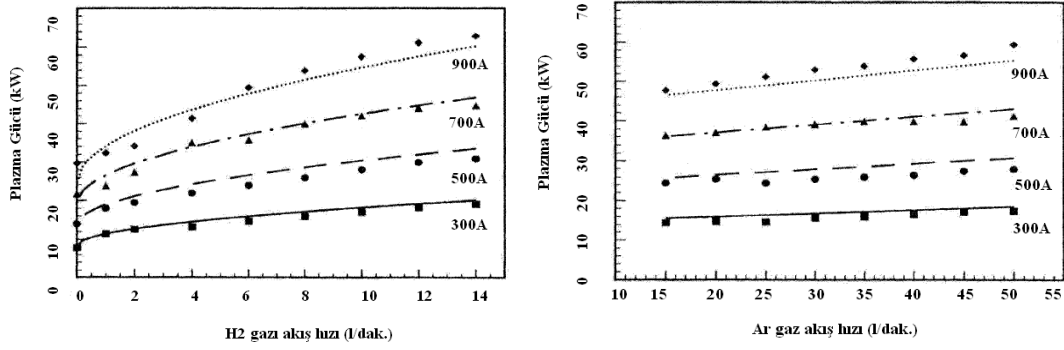
Birikme verimi proses parameterlerine ve toz besleme miktarını bağı olarak değişmektedir. Sprey mesafesinin değişimi porozite ve birikme verimini üzerinde etkili parametrelerdir. Düşük plazma gücü ve yüksek sprej mesafesi ile yapılan kaplamalarda birikme verimliliği hızla düşmektedir. Mesafenin artması parçacıkların soğumasına neden olduğu için porozite miktarını artırmaktadır [119-121, 178-182].

3.4. Plazma Sprej Proses Parametreleri ve Etkileri

Plazma sprej prosesi esnasında plazma jeti, toz ve akış özellikleri, altlık yüzey koşulları ile çevreleyen atmosfer arası etkileşimler kaplama yapısı üzerinde etkili olmaktadır. Buna bağı olarak proses içi bağımlı ve proses dışı bağımlı faktörler söz konusudur. Ekonomik ve teorik olarak tüm parametreler kontrol edilememektedir. Bununla birlikte proses parametreleri arasında plazma gücü, akım, birincil ve ikincil gaz akış hızı, taşıyıcı gaz akış hızı, toz besleme hızı, sprej mesafesi, altlık sıcaklığı ve sprej atmosferi gibi belirli proses parametreleri oldukça önem taşımaktadır. Belirtilen parametreler katılma hızını, birikme verimini, plazma jeti içerisinde tozların kalma süresini, hızını, sıcaklığı, plazma jetinin gaz kompozisyonunu ve ısı dağılımını etkilemektedirler [41, 119-121].

3.4.1. Plazma gücüne etki eden faktörler

Plazma gücü (kW); plazma prosesinde en önemli parametredir. Plazma tabacası tasarımına bağı olarak parametre değerleri farklılık göstermektedir. Plazma gücü doğrudan akım ile orantılı olarak değişmektedir. Şekil 3.14a'da plazma akımı ile farklı H₂ gaz akış hızlarının plazma gücüne etkisi sergilenmektedir. Bu bağlamda H₂ gazı akış oranındaki artış ile birlikte plazma gücü artmaktadır. Şekil 3.14b'de ise Ar gaz akış hızının plazma gücüne etkisi sergilenmektedir. Ar/ H₂ oranına bağı olarak hidrojen argona göre plazma gücü üzerinde daha fazla etkiye sahip olduğu görülmektedir. Bunun nedeni hidrojenin hem ayrışma hemde iyonizasyon reaksiyonu göstermesidir [181].

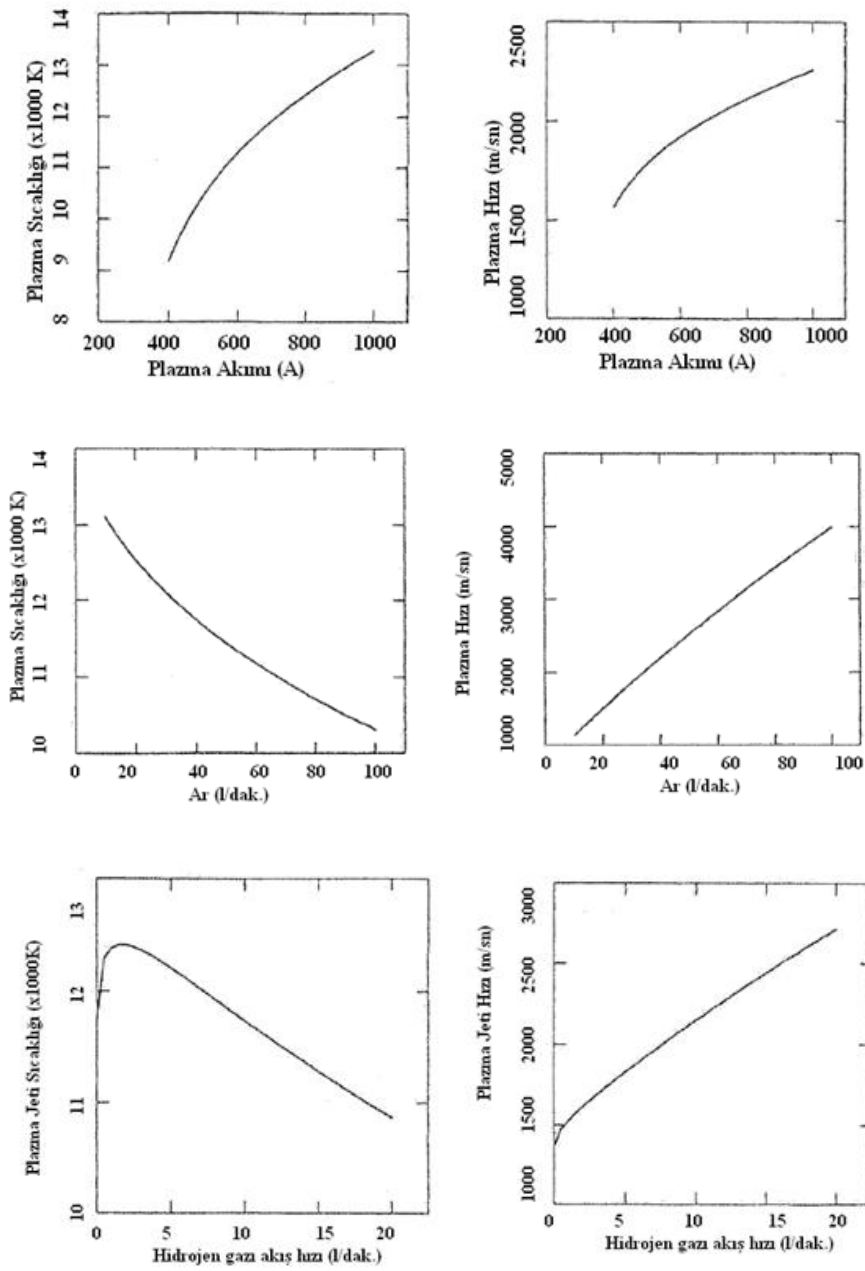


Şekil 3.14. Plazma gücü üzerinde akım ve plazma gazı akış hızlarının etkisi [181]

3.4.2. Plazma sıcaklığına ve hızına etki eden faktörler

Plazma akımının değişimi, sabit Ar gaz akış hızı ve sabit H₂ gaz akış hızı için Ar ve H₂ atomlarının iyonizasyon derecelerine bağlı olarak plazma sıcaklığını ve plazma hızını etkilemektedir (Şekil 3.15). Artan plazma akımı ile plazma enerjisi artmaktadır. Plazma enerjisinin artışı plazma sıcaklığını ve hızını artırmaktadır. Plazma sprey sistemlerinde birincil gaz olarak kullanılan argon (Ar) gazı sahip olduğu özellikler ve plazma jeti özelliklerine etkisi nedeniyle oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır.

Şekil 3.15b'de farklı Ar gaz akış hızları için plazma sıcaklığı, plazma hızı değişimi sergilenmektedir. Artan Ar gaz akış hızı ile birlikte plazma enerjisi artmaktadır. Ar gazı akış hızı artışı plazma sıcaklığını düşürürken, plazma hızında artışa neden olmaktadır. Isıtılması gereken plazma gaz miktarının artması plazma jetinin daha hızlı akışına neden olmaktadır. Hidrojen (H₂) gazı APS prosesinde genellikle ikincil plazma gazı olarak kullanılmaktadır. Hidrojen ayrışma ve iyonizasyon reaksiyonları sonucu plazma jetinin entalpisini artırmaktadır. Farklı hidrojen gaz akış oranlarının plazma sıcaklığı, plazma hızı ve sıcaklığına etkisi Şekil 3.15c'de gösterilmektedir [181].

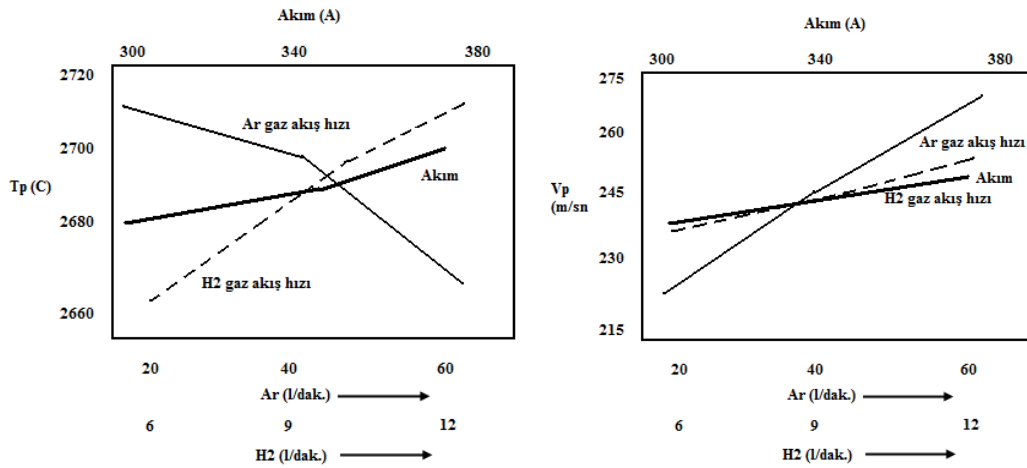


Şekil 3.15. Plazma sıcaklığına, hızına etki eden faktörler a. akım, b. Ar akış hızı, c. H₂ akış hızı [181]

3.4.3. Parçacık sıcaklığına ve hızına etki eden faktörler

Zirkonya (ZrO₂) esaslı toz parçacıklar üzerinde proses parametrelerinin etkisi üzerine yapılan bir çalışmada argon, hidrojen gaz akış hızlarının ve plazma akımının etkisi gösterilmektedir (Şekil 3.16.). Argon gaz akışının artması parçacık sıcaklıklarının düşmesine, parçacık hızlarının artmasına neden olmaktadır. Bu durum ZrO₂ esaslı tozların plazma jeti içinde çok hızlı hareketi sonucu yeterli ısı transferini sağlayamamasına neden olmaktadır. Argon gazının tek atomlu bir gaz olması

nedeniyle entalpisi düşük olup argon gaz akışının artması parçacık ile plazma jeti arasındaki etkileşimde ısı değişim verimini azaltmaktadır. Bununla birlikte argon gaz akışının artması parçacık sıcaklığını düşürmektedir. Hidrojen gaz akış hızının artışı parçacık sıcaklığında önemli artış sağlamaktadır. İki atoma sahip hidrojen gaz molekülünün yüksek entalpiye sahip olması nedeniyle iyonizasyon öncesi ayrışma reaksiyonu ile iki ayrı hidrojen atomuna ayrılmaktadır. Bu nedenle iyonizasyon potansiyeli daha yüksektir. Hidrojen gaz akış hızının artması ile plazma jetinden ZrO_2 parçacıklara daha fazla enerji transfer olmasına neden olacak dolayısıyla da parçacık sıcaklığı artacaktır. Hidrojen gazının termal iletkenlik ve özgül ısı kapasitesinin yüksek olması bu durumda etkili olmaktadır. Plazma akımının artması sıcaklığı artırmaktadır. Çünkü akım plazma jetinin sıcaklığını artırmakta dolayısıyla da parçacıklar daha fazla ısı enerjisi kazanmaktadır. Buna karşın hızın artması parçacıkların plazma jeti içerisinde kalma sürelerini azaltmaktadır [182].



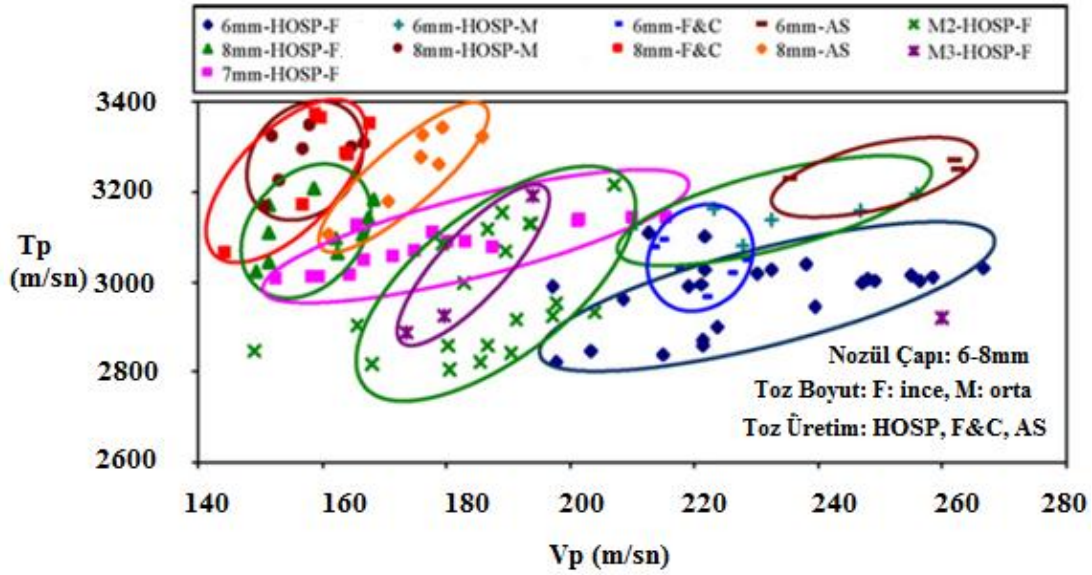
Şekil 3.16. Argon gaz akışı, hidrojen gaz akışı ve plazma akımının plazma sprey esnasında ZrO_2 parçacıklarının a. sıcaklığına ve b. hızına etkisi [182]

Hidrojen gaz akış hızının artması (6 l/dak.'dan 12l/dak.'ya) parçacık hızını 238 m/sn'den 248 m/sn'ye artırmaktadır. Bunun yanında plazma akımı 300A' den 380A'e yükseltildiğinde parçacık hızları 239.3 m/sn'den 247.3 m/sn'ye artmaktadır. Argon gaz akış hızı 30 l/dak'dan 60 l/dak.' ya çıkartıldığında en düşük ve en yüksek hız arasında 36 m/sn'lik fark oluşmaktadır. Bu durum parçacık hızları üzerinde argon gaz akış hızının daha fazla etkiye sahip olduğunu göstermektedir [182]. Plazma jetinin daha fazla kütle akış hızına sahip olması daha fazla ivmelenmeye neden

olmaktadır. Çünkü argonun moleküler ağırlığı ve kütleli akış hızı hidrojenden daha fazladır. Püskürtme esnasında argon iyonları hidrojene göre plazma jeti içerisindeki ZrO_2 parçacıklara daha fazla kinetik enerji sağlamaktadır. Diğer bir yandan entalpisinin yüksek hidrojenin iki atomlu bir gaz olması nedeniyle, hidrojen gazı akış hızı artması halinde plazma sıcaklığı artış göstermektedir. Bununla birlikte plazma tabancası içerisinde gazın genişleme hızı da plazma jeti hızının artışına neden olmaktadır. Hidrojen gaz akış hızının artması parçacık hızının da artmasına neden olmaktadır. Plazma akımının artması parçacık hızının artmasına neden olmaktadır. Akımın artışı toplam gücün artmasına neden olması ve bunun sonucunda da gaz iyonizasyonun artırması nedeniyle plazma jetinin hızı da artmaktadır [182].

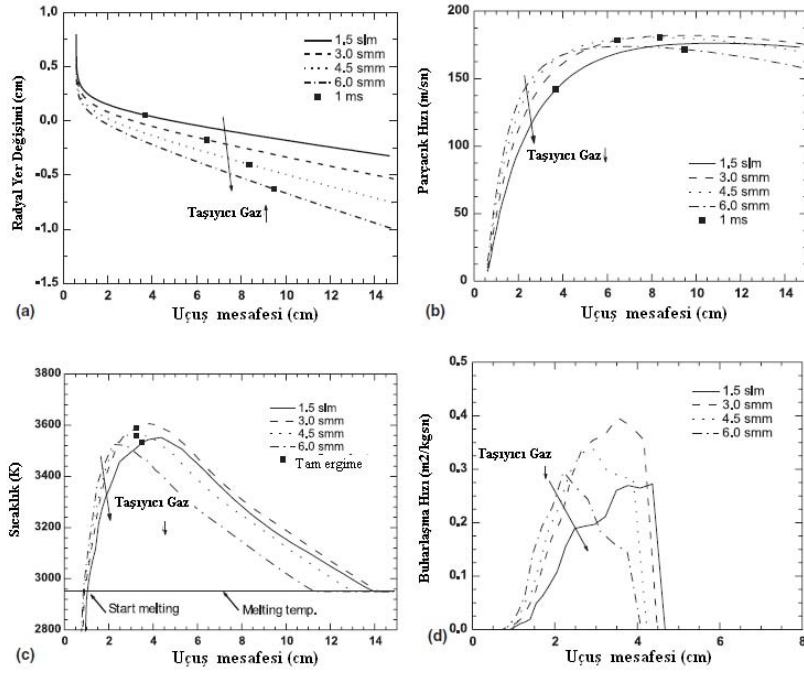
APS prosesinde tozlar enjektöre bir taşıyıcı gaz aracılığıyla taşınmaktadır. Enjeksiyon parametreleri toz parçacıkların plazma jeti içinde homojen dağılımı açısından önem taşımaktadır. Dolayısıyla taşıyıcı gaz tozların ısınması, ivmelenmesi ve birikme verimini etkilemektedir. Taşıyıcı gaz akış hızı en fazla sayıda toz parçacığının plazmaya beslenebilmesini sağlarken aynı zamanda uygun şekilde tozların ısınması ve hızlanmasını sağlaması gerekmektedir. Toz akış hızı; taşıyıcı gaz akış hızına, enjektör geometrisine ve konumuna, toz boyut dağılıma, plazma jeti momentumuna ve yoğunluğuna bağlıdır [183-185]. Taşıyıcı gaz akış hızı arttığı takdirde plazma jeti merkezinde parçacık hızları artış göstermektedir. Bu durum plazma jetinde hareketliliği artırmakta ve aksel sapmalarla karmaşaya neden olmaktadır. Taşıyıcı gaz akış hızının değişmesi parçacık hızını ve parçacıkların plazma jeti içerisindeki yörüngesini etkilemektedir. Çok sayıda parçacığın taşınması da plazma jetini rahatsız edecek dolayısıyla plazma jeti sıcaklığının düşmesine ve yeterli ısı transferi sağlayamadan soğuk halde parçacıkların püskürtülmesine neden olacaktır [183]. Plazma sprey esnasında uçan toz parçacık hızları artan ark akımı ile birlikte artış göstermektedir. Ark akımının yükselmesiyle hızlar arasındaki fark daha da artış göstermektedir. Bunun yanında püskürtme mesafesi arttıkça parçacık hızları düşmektedir. Farklı püskürtme mesafelerinde mesafe arttıkça parçacık sıcaklığı da düşmektedir. Nozül çapı küçüldüğünde parçacık hızlarında önemli bir artış (Şekil 3.17.) meydana gelirken, sıcaklıklar belirli plazma akımı sonrasında azalmaktadır [119, 179, 183]. Zirkonya esaslı toz parçacıkları üzerinde yapılan bir çalışmada taşıyıcı gaz akış hızının artırılması halinde parçacık hızı artış göstermekte (Şekil

3.18.) ve eksenden radyal olarak yer deęişimi artmaktadır. Bunun sonucunda plazma jetinin sıcaklığında düşme gözlenmektedir. Plazma jeti taşıyıcı gaz akış hızının etkisiyle soğumakta ve yörüngesel açıdan kararsızlaşmaktadır. NiCrAlY ve ZrO₂ tozların püskürtülmesi esnasında parçacık uçuş yörüngesi taşıyıcı gaz akış hızından etkilenmektedir. Plazma spray genişliği taşıyıcı gaz akış hızının artışıyla genişlemektedir [179, 183].

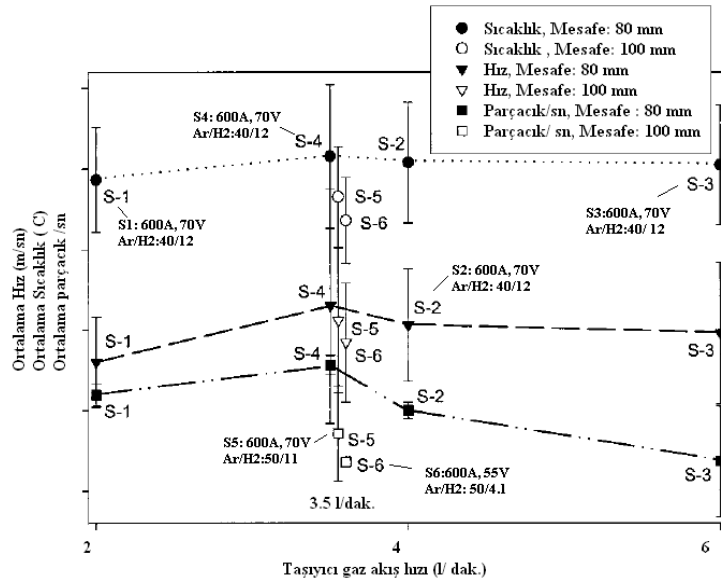


Şekil 3.17. Nozül ve toz üretim şeklinin parçacık sıcaklığı ve hızına etkisi [179]

ZrO₂-8 ağırlık % Y₂O₃ esaslı tozlar üzerinde yapılan bir çalışmada (Şekil 3.18.) taşıyıcı gaz akış hızı, spray mesafesi, tabanca gücü ve Ar/H₂ gaz oranları deęişiminin parçacık sıcaklığı, hızı ve yüzeyde kaplama birikme verimliliğine etkisi incelenmiştir. Plazma akımı ve toz besleme miktarı sabit tutularak farklı Ar/H₂ oranları, farklı taşıyıcı gaz akış hızları, farklı püskürtme mesafelerinde proses esnasında parçacık sıcaklığı ve hızına baęlı olarak kaplama yapıları ve birikme verimi incelenmiştir. Spray mesafesi 80 mm olması halinde ortalama sıcaklık ve hız ve merkez eksenden geçen saniyede ortalama parçacık sayısı taşıyıcı gaz akışı ile birlikte belirli bir sınıra (3.5 l/dak.) kadar artış göstermekte ardından düşmektedir. Buna ilave olarak daha düşük plazma gücü veya daha uzun spray mesafesi parçacık hızı, sıcaklığı ve parçacık sayısını düşürmektedir [171, 179, 183].



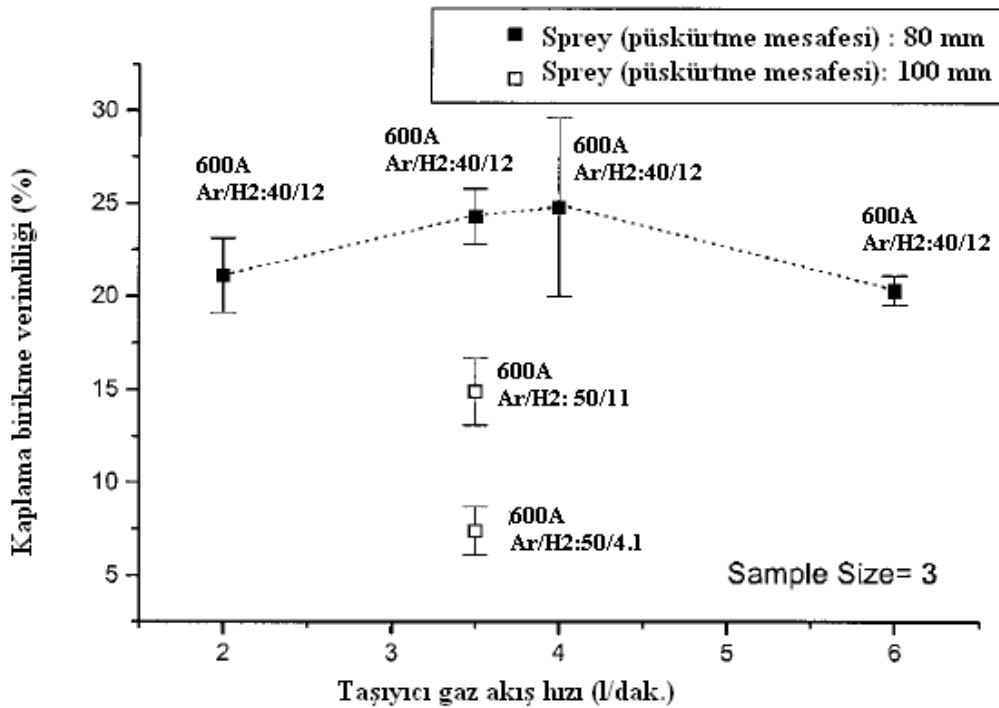
Şekil 3.18. Taşıyıcı gaz akış hızının değişimine bağlı olarak a. parçacık radyal yer değişimi b. parçacık hızı, c. parçacık sıcaklığı, d. buharlaşma hızı değişimi [183].



Şekil 3.19. Taşıyıcı gaz akış hızının, püskürtme mesafesinin ve Ar/H₂ oranının ZrO₂ esaslı tozların ortalama hız ve sıcaklığına etkisi [179]

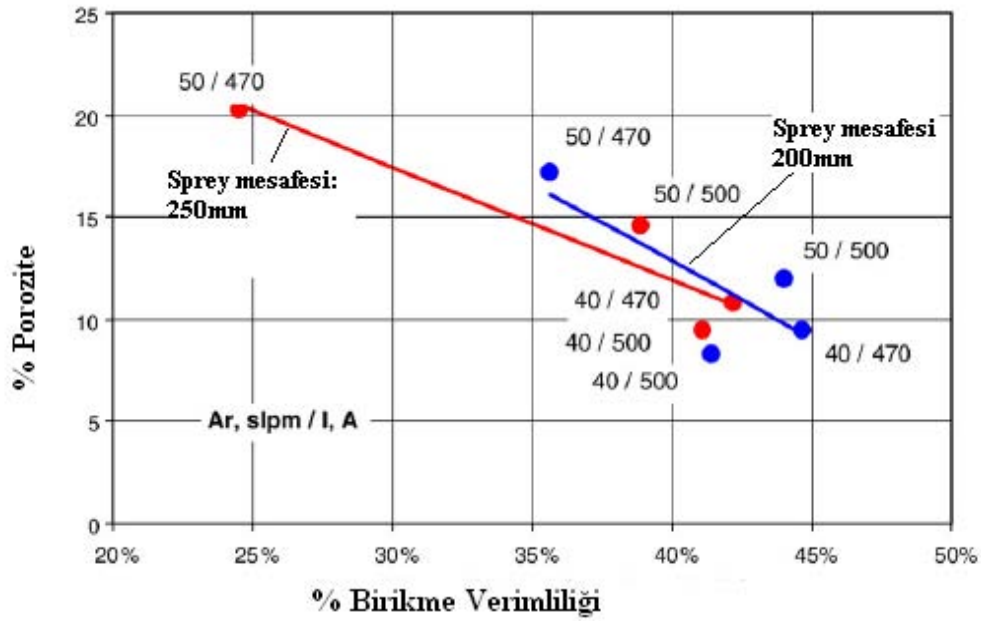
Birikme verimi 80 mm mesafeden püskürtme koşullarında artan taşıyıcı gaz akış hızıyla birlikte artış göstermektedir (Şekil 3.19). Taşıyıcı gaz akış hızı 6 l/dak. seviyesinde birikme verimi düşmektedir. Birikme verimi taşıyıcı gaz akış hızı değişimine bağlı olarak %25'e artış göstermektedir [171]. F4MB tipi plazma tabancası ile yapılan çalışmalarda 475A akım, Ar/H₂: 42/9 l/dak., toz besleme

miktarı 35 gr/dak. ve taşıyıcı gaz 1.7 l/dak., püskürtme mesafesi 140mm koşulları ile 605A akım, Ar/H₂: 37/12 l/dak., toz besleme miktarı 35 gr/dak. ve taşıyıcı gaz 1.3 l/dak., püskürtme mesafesi 140mm koşulları arasında birikme verimi sırasıyla %19 ve %44 olarak ölçülmüştür. Endüstriyel proseslerde ZrO₂ tozların yüzeyde birikme verimliliği % 20- 50 arasında değişmektedir [171, 186]. Şekil 3.20’da zirkonya esaslı termal bariyer kaplamaların üretiminde sprej mesafesinin porozite ve birikme verimliliği ile ilişkisi sergilenmektedir.

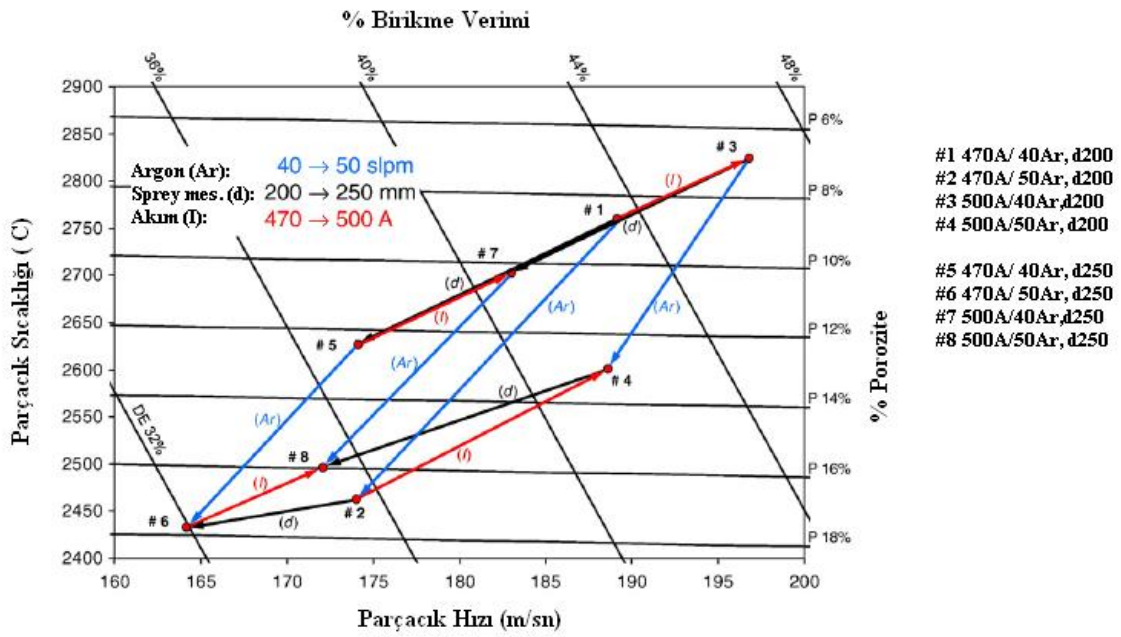


Şekil 3.20. Taşıyıcı gaz akış hızının, püskürtme mesafesinin ve Ar/H₂ oranının ZrO₂ esaslı tozların birikme verimine etkisi [171]

Zirkonya esaslı kaplamaların üretiminde sprej mesafesi, plazma akımı, argon gaz akış hızı parametrelerinin porozite ve birikme verimliliğine etkisi ile parçacık sıcaklığı ve hızı ile ilişkisi Şekil 3.21 ve 3.22’de gösterilmektedir [178]. Proses haritaları proses için en uygun çalışma parametrelerinin elde edilmesinde oldukça faydalı olmaktadır [178- 186].



Şekil 3.21. Zirkonya esaslı termal bariyer kaplamaların üretiminde spray mesafesinin porozite ve birikme verimliliği ile ilişkisi [178].



Şekil 3.22. Zirkonya esaslı termal bariyer kaplamaların üretiminde spray mesafesi, plazma akımı, argon gaz akış hızının porozite ve birikme verimliliğine etkisi ile parçacık sıcaklığı ve hızı ilişkisi [178].

BÖLÜM 4. PLAZMA SPREY PROSESİ İLE TBK ÜRETİMİNDE DENEYSEL TASARIM METHODU İLE OPTİMİZASYON

4.1. Deneysel Tasarım Esasları

Deneysel tasarımlar proses optimizasyonunda, proses değişkenlerinin tanımlanmasında ve prostedeki değişkenliğin azaltılmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. İstatistiksel deney tasarımlarında; tam faktoriyel, kesirli faktoriyel ve Taguchi metodu yöntemleri kullanılmaktadır. Bilimsel olarak deneysel tasarım yöntemleri 3 temel prensibe dayanmaktadır: deney tekrarı, deneyin sırasının rastgele yapılması ve deneyin bloklanmasıdır. Bloklamanın temel amacı bilinmeyen ve kontrol edilemeyen hataların deneyi etkilemesini önlemesidir. Deney sonrasında varyasyon analizinin yapılabilmesi için deney tekrarlarının artırılması önerilmektedir. Böylece deney istatistiksel olarak yorumlanabilmektedir [60]. Deney tasarımlarında kullanılan temel kavramlar: a.kalite: kullanım için uygunluk veya arzulanan özelliklerin eldesi olarak tanımlanmaktadır, b.kalite iyileştirmesi: ürün ve üretim sürecindeki değişkenliğin azaltılması veya kayıp fonksiyonlarının indirgenmesidir, c.kalite değişkeni: deney tasarımı yapılarak incelenmek istenen, süreçte iyileştirmeye tabi tutulan değişkendir, d.faktör: deneyde kalite değişkeni üzerinde etkisi bulunan kontrol edilebilen ve kontrol edilemeyen değişkenlerdir, e.seviye (düzey): kalite değişkeni üzerinde etkili olan faktörlerin eşit aralıklı olarak test edilecek değerleri temsil etmektedir [60, 187]. Taguchi methodu literatürde araştırmacılar tarafından en çok kullanılan deney tasarım yöntemlerinden bir tanesidir [47-60, 187-189].

4.1.1. Taguchi methodu ile deneysel tasarım

Taguchi methodu ile deneysel tasarım; bir süreci veya prosesi belirleyen değişkenlerin belirlenmesinde ve değişkenlerin etki eğilimlerinin ortaya çıkarılmasında deney sayısını azaltarak daha fazla bilgiye ulaşılmaya olanak sağlayan istatistiksel bir yaklaşımdır. Taguchi yaklaşımıyla deney tasarımının amacı; kontrol edilebilen, ölçülebilen parametreler için optimal düzey ve ayarların yapılması ve böylelikle kontrol edilemeyen (kalitesizlik yaratan) parametrelerin varyasyonunu (değişkenliğini) en aza indirmektir. Deneylerde kaç faktör olacağı ve bu faktörlerin düzeyleri önemlidir, bu düzey ve faktör sayısına göre Taguchi'nin hazırladığı farklı konfigürasyonlarda L8, L9, L16, L18, L27 gibi (ençok kullanılan) ortogonal deney dizilerinde, faktörlerin ve etkileşimlerin etkileri ile birlikte hesaplanmaktadır. Böylelikle kalite için en uygun, optimal düzeyler belirlenmektedir. Taguchi deney tasarımına göre tasarlanmış çalışmalarda sinyal/gürültü (S/N) oranlarından yola çıkılarak analizler gerçekleştirilmektedir. Bu analizlere göre belirli bir güven aralığında F-testi (doğrulama) deneyleri sonucunda elde edilen değerler yorumlanmaktadır. Taguchi, uygulamadaki problemleri, hedefin türüne göre üçe ayırmış ve her biri için farklı bir sinyal/gürültü oranı tanımlamıştır: En küçük en iyi: bu tür problemlerde, kalite değişkeni gözlem değerinin (Y) hedef değeri sıfırdır. S/N oranı = $-10 \cdot \log(\Sigma Y^2/n)$. En büyük en iyi: bu durumda Y'nin hedef değeri sonsuzdur, S/N oranı = $-10 \cdot \log[\Sigma(1/Y^2)/n]$. Hedef değer en iyi: bu tür problemlerde, Y için belli bir hedef değer verilmiştir. Bu durumda, S/N oranı = $10 \cdot \log(Y^2/S^2)$. Her üç problemde de amaç S/N oranını maksimize etmektir. Uygulamalarda yapılan deney sayısının azaltılması ve sonuçların hızla analiz edilebilmesi zaman ve maliyet açısından kazanç sağlamaktadır [60, 187].

4.2. APS ile TBK üretiminde Deneysel Tasarım Uygulama Örnekleri

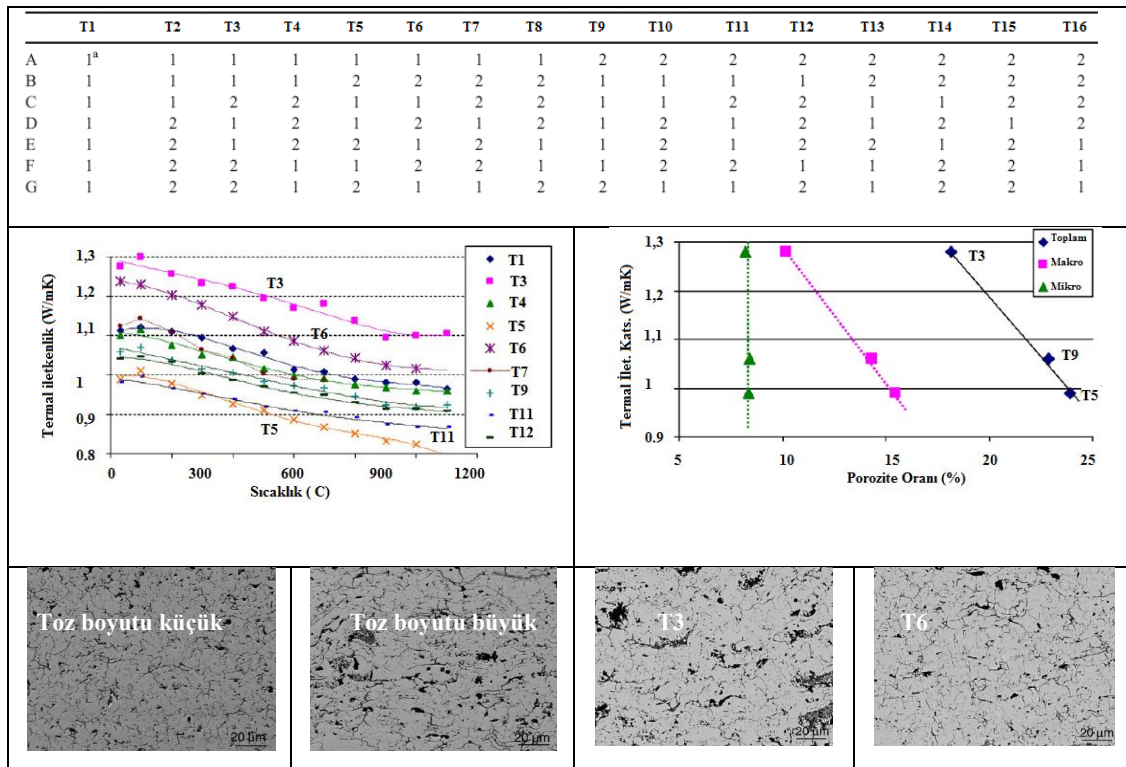
Plazma sprey kaplama prosesi ile üretilen kaplamaların mikroyapısını ve kaplama kalitesini etkileyen faktörler göz önüne alındığında; plazma karakteristikleri (plazma tabancası, gaz kompozisyonu, nozül vb.), altlık özellikleri (kumlama, altlık sıcaklığı, altlık yüzey profili vb.), toz besleme (toz boyutu, şekli üretim yöntemi, toz besleme miktarı, enjektör çapı, açısı, taşıyıcı gaz akış hızı), plazma-toz etkileşimleri ve

çalışma atmosferi kapsamında çok sayıda (>50) faktör karşımıza çıkmaktadır. Bu doğrultuda kaplama proses parametrelerinin optimizasyonu için deneysel tasarım yöntemlerinden yararlanılması kaçınılmazdır [49-57, 188-190]. Tablo 4.1'de plazma sprej prosesi ile kaplama üretimi ve optimizasyonu amacıyla yapılan çalışmalardan örnekler sunulmaktadır.

Tablo 4.1. Deneysel tasarım esasları ile yapılan çalışmalara örnekler

| Deneysel Tasarım (seviyefaktör) | Faktör/Parametreler | | İncelenen Faktör | Analiz | Referans |
|---------------------------------------|--|--|---|--|-------------------------------|
| L16 (2x7) | Ar, H ₂ Gaz Akış Hız Plazma Akımı, Sprey Mesafesi, Sprey Açısı, Tabanca Hızı, Soğutma Şekli | F4 tabancası Ar: 30-40 slpm H ₂ : 4-8 slpm I:500-600A D:80-110mm V:10-15mm/sn C: hava jeti-hava jeti+venturi | Pürüzlülük Birikme verimi Porozite Çatlak morfolojisi Termal iletkenlik | Anova Analizi Ra: 5,9-8,4µm %DE: %38-63 %Por: 14.5-24 λ:0,98-1,28W/mk | BERTRAND G. ve ark.2008 [49] |
| L8 (2x7) | Plazma Akımı Vakum Basıncı Ar, H ₂ Gaz Akış Hız Sprey Mesafesi, Taşıyıcı Gaz, Toz Besleme Hızı | I:650-720A P:60-120mbar Ar:60-40 l/dak. H ₂ :6-10 l/dak. D:240-300mm T _{Ar} : 2.8-4 l/dak. V _{besleme} : 3gr/dak. | Splat morfolojisi Eşdeğer splat çapı Splat yassılaşması Splat saçılması | Weighbull, T- test | MONTAVON G., ve ark.1995 [50] |
| L18 (2 ¹ x3 ⁷) | Ar, H ₂ gaz akış hızları, Plazma akımı, Sprey mesafesi, çalışma basıncı, Taşıyıcı gaz, Toz besleme hızı | | Porozite Mikrosertlik Oksit oranı | Anova analizi | LEE KH. ve ark.2007 [55] |
| L8(2x7) | Plazma akımı, voltajı, Ar, H ₂ Gaz Akış Hız Toz Boyutu, Toz Besleme Hızı, Sprey Mesafesi | I: 550-750A Ar: 55-65 l/dak. H ₂ :0-2 l/dak. V _{besleme} : 28-48gr/dak. D:50-75mm, Ø25-78µm | Porozite Mikrosertlik Oksit oranı Erime oranı | Pareto Analizi, Regresyon Analizi | AZARMI ve ark.2008 [59] |
| L9(3x4) | Plazma akımı, Voltajı, Ar, H ₂ Gaz Akış Hız Sprey Mesafesi | I:500, 550, 600A Ar:40, 45, 50 l/dak. H ₂ : 4,6,8 l/dak. D:80,100,120mm | Termal şok çevrim sayısı | Range analizi | CHEN H. ve ark.2010 [58] |
| L18 (2 ¹ x3 ⁷) | Plazma Akımı, Voltajı, Ar, Gaz Akış Hızları, Sprey Mesafesi, Taşıyıcı Gaz, Besleme Hızı, Tabanca Hızı | I:550, 600, 650A V:65-70-75 V Ar:50, 55, 60 l/dak. D:80,100,120mm Taş. Gaz: 5-6-7 l/dak. Tab. hızı:20-25-30 mm/sn Besleme hızı: 20-25-30 gr/dak. | Mikrosertlik | Regresyon Analizi Yanıt fonk. Anova | LİN ve ark. 2007 [190] |
| 5 seviye-3faktör | Plazma Akımı, H ₂ Gaz Akış Hızı, Toz Akış Hızı, | I: 466-634A H ₂ : % 5-16 Toz besleme: 40-80gr/dak. | Parçacık sıcaklığı ve hızı | Regresyon Analizi, Proses Haritaları | VAİDYA ve ark. 2008 [56] |
| L9 (2x3) | Plazma Akımı Ar ve H ₂ Gaz Akış | I:550-600A Ar:35-41 , H ₂ :10-12 slpm | Parçacık sıcaklığı ve hızı, birikme verimi | Pareto Analizi Regresyon Analizi | ZHAO ve ark.2006 [57] |

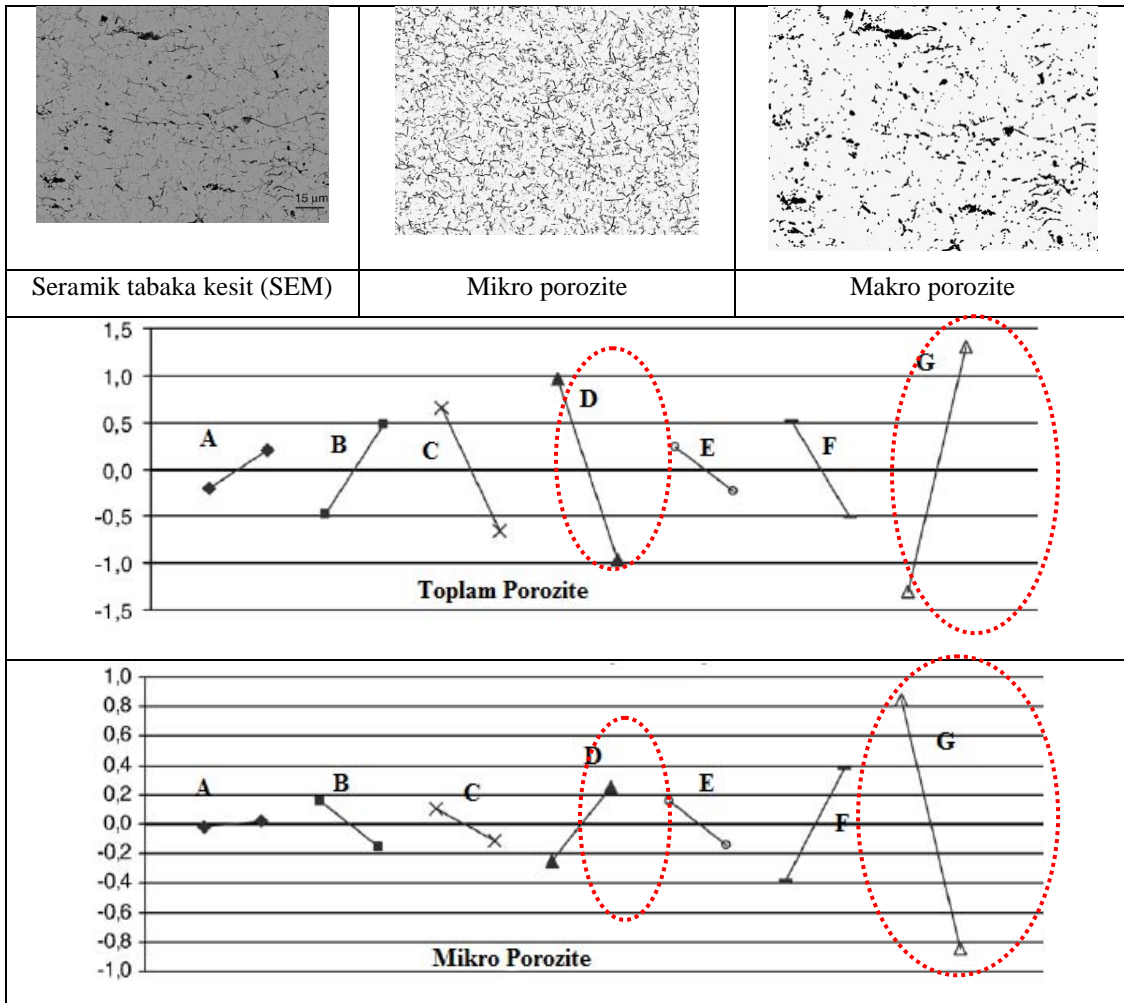
Bertrand G. ve ark. plazma sprey prosesi ile üretilmiş düşük termal iletkenliğe sahip termal bariyer kaplamaların termo fiziksel özellikleri ile mikroyapıları arasında korelasyon ilişkilerini araştırmışlardır [49]. Çalışmalarında Taguchi metodunu kullanmışlar ve L_{16} (7 faktör x 2 seviye) ortogonal dizi matrisine bağlı olarak üretilen kaplamaların pürüzlülük, birikme verimi, porozite, çatlak morfolojisi ve termal iletkenlik özelliklerine etki eden faktörleri belirlemişlerdir. Deneysel tasarımlarda kullandıkları faktörler: A:soğutma, B:sprey mesafesi, C:Sprey açısı, D: sekonder gaz akış hızı, E: relatif hız, F: plazma akımı, G: primer gaz akış hızı iki farklı seviyede uygulanmıştır (Tablo 4.1.). Şekil 4.1’de L_{16} deneysel tasarıma bağlı olarak üretilen kaplamaların termal iletkenlik değişimleri sergilenmektedir [49].



Şekil 4.1. Proses parametrelerinin termal iletkenlik katsayısına etkisi [49]

Şekil 4.1’den görüleceği üzere artan sıcaklıkla birlikte en düşük termal iletkenlik T5 ve T11 test koşullarında en yüksek ise T3 ve T6 test koşullarında elde edilmiştir. Bununla birlikte porozite oranı ve türüne bağlı olarak termal iletkenlik oranında değişimde makro porozite termal iletkenlik açısından önem taşımaktadır. Toz boyutunun azaltılması ile porozite boyutu da düşmektedir. Buna karşın iri toz

boyutları sonucunda porozite boyutu artırılmaktadır [49]. Termal iletkenlik üzerinde porozite boyutu ve oranını yanında çatlak morfolojide etkin rol oynamaktadır. Şekil 4.2'den görüleceği üzere kaplama yapısında iki tür porozite türü görüntü analizi tekniği ile belirlenmiştir. Porozite oranı üzerinde en etkili parametreler primer ve sekonder gaz akış hızlarıdır. Parçacık sıcaklığı ve hızına bağlı olarak gaz akış hızlarının değişimi porozite oranı ve türü üzerinde etkili olmaktadır [49].



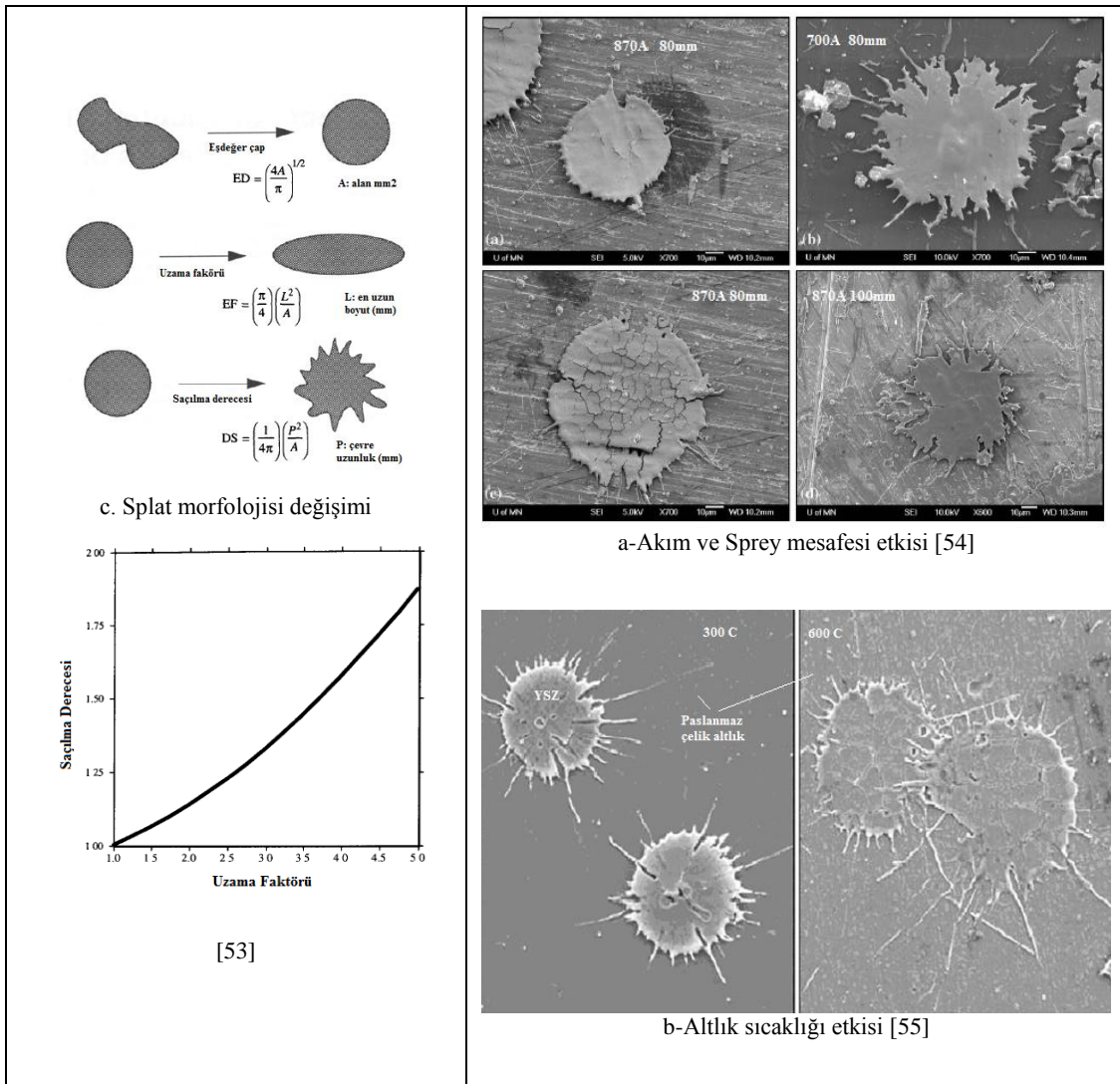
Şekil 4.2. Proses parametrelerinin porozite türü ve oranına etkisi [49]

Kaplama yüzey pürüzlülük değerleri (R_a); 5,9 ile 8,4 μm aralığında değişmektedir. Sprey mesafesinin artması plazma jeti içerisinde toz parçacıklarının daha uzun süre kalmasına olanak sağlaması nedeniyle erime oranı artmakta ve yüzeyde daha fazla yassılaştırmanın pürüzlülüğü azalttığı düşünülmektedir. Bunun yanında püskürtme koşullarında parçacık hızının 260m/sn'den 240 m'sn'ye düşmesi sonucunda saçılma

azaltmakta dolayısıyla da pürüzlülükte de azalmakta olduğu gözlenmektedir. Proses esnasında kaplamaların birikme verimi %38 ile %63 arasında değişmekte olduğu hesaplanmıştır. Primer ve sekonder gaz akış hızları birikme veriminde etki parametreler olup bunun yanında sprej açısının da etkin rol oynadığı gözlemlenmiştir. Sprej mesafesinin ve primer gaz akış hızının azaltılması sonucu parçacık sıcaklığının artması ile birlikte birikme veriminin artırdığı belirlenmiştir. Kaplamalarda porozite oranı % 14,5 ile % 24 aralığında ölçülmüştür. Primer ve sekonder gaz akış hızları porozite oranı üzerinde de etkili parametrelerdir. Yüksek Ar ve düşük H₂ gaz akış hızlarında yüksek porozite oranı elde edilmiştir. Yüksek parçacık hızı (270 m/sn) ve düşük parçacık sıcaklığı (2775 °C) nedeniyle ergimemiş parçacık oranı artmış ve porozite oranının artmasına neden olmuştur. Düşük Ar ve yüksek H₂ gaz akış hızlarında ve yüksek akım koşullarında mikro porozite oranı elde edilmiştir. Parçacık sıcaklıkları bu püskürtme koşullarında 2930 °C olup parçacık hızı ise 250 m/sn mertebesindedir. Soğuma hızı ve sprej açısı kaplama kesitinde çatlak yönlenmesini (>30°) ve morfolojisini etkilemektedir. Yüksek soğutma hızı splatların yüzeyde katılma hızı ve lameller arası yapılaşma özelliklerini etkilemektedir [49].

Montavon ve ark. ise vakum plazma sprej proses parametrelerinin splat morfolojisine etkisini taguchi metoduyla L8 (2seviye x 7faktör) ortogonal dizisi kullanarak incelenmişlerdir [50]. Splat yassılaştırma ve saçılma özelliklerine etki eden parametreleri belirlemişlerdir. En etkin parametrelerin parçacık hızı ve sıcaklığını belirleyen parametreler olduğunu gözlemlenmişlerdir. Vakum kamarası basıncı ile birlikte primer ve sekonder gaz akış hızları hızı yassılaştırma derecesini (eşdeğer çap) etkileyen en önemli faktörlerdir. Toz parçacık boyutu saçılma ve yassılaştırma davranışı üzerinde etkin faktörler arasındadır. Elsebaei ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada plazma jeti içerisinde uçuş esnasında ergime davranışı ve yüzey çarpma hızı ile ilişkili olarak yassılaştırma ve saçılma değişmektedir [51]. Plazma akımının artması parçacık sıcaklığını artırmakta ve porozite ve mikro çatlak oranını azaltmaktadır. Sprej mesafesinin artması parçacık sıcaklığını ve hızını düşürmektedir. Bu durum porozite boyutunu artırmaktadır. Parçacık sıcaklığı ve hızının artması toz boyutunun küçülmesi ile birlikte yassılaştırmayı daha artırmaktadır. Şekil 4.3a'da daha düşük akım koşullarında saçılma daha fazladır. Bunun etkisiyle

mikroyapıda ergimemiş parçacık sayısı ve porozite oranı artmaktadır [53]. Liu ve arkadaşları ise altlık sıcaklığının artmasının saçılmayı artırdığını gözlemlemişlerdir (Şekil 4.3b) [51-53]. Splat morfolojisi üzerine yapılan çalışmalarda farklı model yaklaşımları ortaya konulmuş ve uzama faktörü artışı ile birlikte saçılma derecesinin arttığı belirlenmiştir. Toz boyutu, spray açısı uzama faktörü üzerinde etkili parametrelerdir (Şekil 4.3c) [51-55].



Şekil 4.3. Splat morfolojisinin proses parametreleri ve altlık sıcaklığı ile değişimi [53-55]

Li ve arkadaşları homojen deneysel tasarım esaslarına bağlı olarak yitria ile stabilize zirkonya esaslı tozların plazma spray prosesi ile üretim optimizasyonu çalışmasında Akım, Ar, H₂, spray mesafesi ve besleme hızını ana parametreler olarak iki seviyede incelemişlerdir [54]. Lee, Azarni ve arkadaşları da benzer olarak deneysel

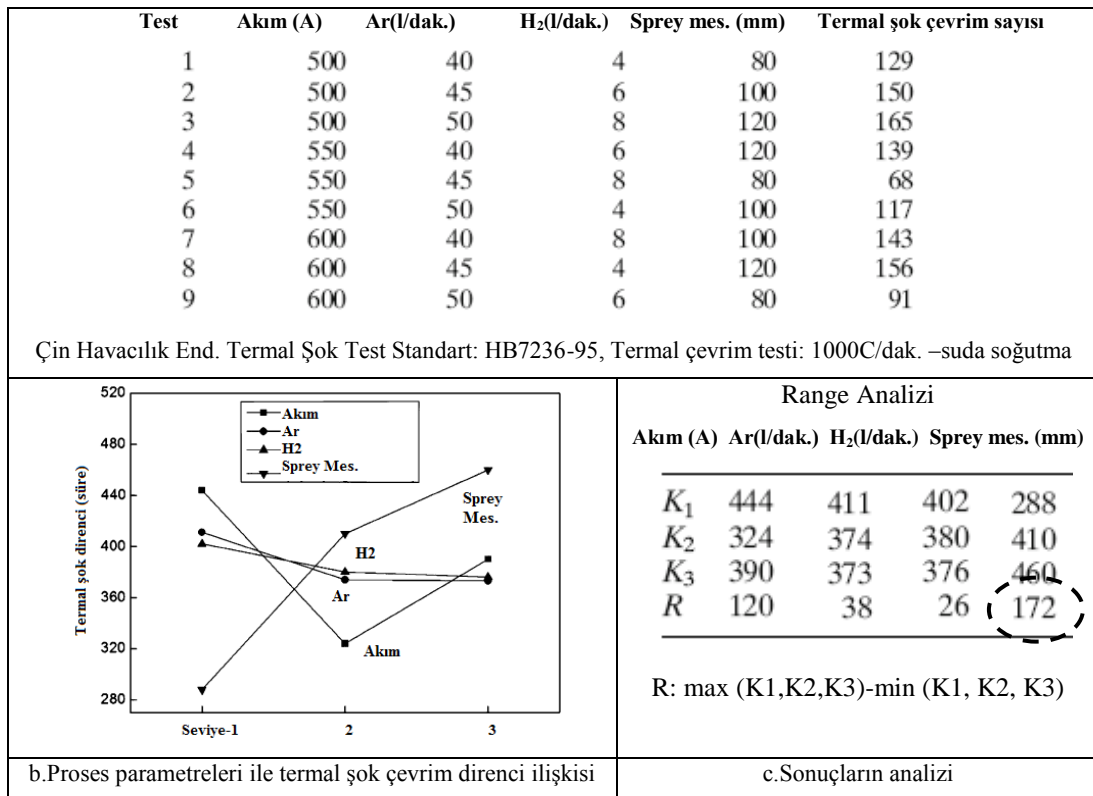
çalışmalarında Ar, H₂ gaz akış hızları, plazma akımı, sprej mesafesi, çalışma basıncı, taşıyıcı gaz, toz besleme hızını ele almıştır [55, 59]. Genel olarak her iki çalışmada da benzer şekilde porozite, mikro sertlik, birikme verimi ve ergime derecesine etki eden faktörler incelenmiştir. Li ve arkadaşları [54] proses parametrelerinin etkisini belirlemek amacıyla U10 (10²x5³) homojen tasarım matrisini kullanmışlardır. Bu matris tasarımında 10 deney yapılmaktadır. Bu tasarımda parametrelerden iki tanesi 10 seviyede, 3 tanesi ise 5 farklı seviyede matris dizilimine girmektedir. Şekil 4.4'de deneysel tasarım matrisi ve deney sonuçları sergilenmektedir. Deneysel çalışma sonucu elde edilen veriler regresyon analizi ile 1. dereceden 3. dereceye kadar polinomial eşitliklere dönüştürülmüş ve farklı güven aralıklarında elde edilen formülasyonlardan elde edilen sonuçlar arasında F testi en büyük olanı kabul edilmiştir. Elde edilen sonuçlara bağlı olarak porozite oranı artışına karşın birikme verimi düşmektedir. Birikme verimi artışı ve porozite oranı düşüşü mikro sertliği artırmaktadır [54].

| Test (g/dak.) | Akım (A) | Ar (l/dak.) | H ₂ (l/dak.) | Sprej Mes. (mm) | Besleme hızı |
|---------------|----------|-------------|-------------------------|-----------------|--------------|
| ST1 | 530 | 40 | 9.5 | 120 | 19.7 |
| ST2 | 540 | 35 | 14 | 100 | 47.8 |
| ST3 | 550 | 50 | 8 | 100 | 35.7 |
| ST4 | 560 | 30 | 11 | 130 | 39.7 |
| ST5 | 570 | 50 | 12.5 | 110 | 56.0 |
| ST6 | 580 | 35 | 12.5 | 90 | 23.7 |
| ST7 | 590 | 40 | 8 | 120 | 51.9 |
| ST8 | 600 | 45 | 14 | 130 | 31.7 |
| ST9 | 610 | 30 | 9.5 | 110 | 27.7 |
| ST10 | 620 | 45 | 11 | 90 | 43.8 |

| | | | |
|--|---|--|---|
| $F(x_1, x_2, \dots, x_5) = \sum_{i=1}^5 x_i + \sum_{i=1}^5 \sum_{i<j}^5 x_i x_j + \dots$ $+ \sum_{i=1}^5 \sum_{i<j}^5 x_i^{m-1} x_j + \sum_{i=1}^5 x_i^m$ <p style="text-align: center;">m:1-3</p> | F Testi Değerleri F(3,6, 0,95):4,76 F(2,7, 0,99): 9,55 F(5,4,0,99):15,52 | DeneySEL %DE: 47,9 %P:7.2 HV:689kg/mm ² | Formülasyon %DE:47,8 %P:7.3 HV:677 kg/mm ² |
| Birikme Verimi (DE) | Porozite (P) | Mikrosertlik (HV) | |
| $DE(x_1, x_2, \dots, x_5) = 18.39 + 5.54 \times 10^{-1} x_5 + 5.49 \times 10^{-6} x_1^2 x_3 - 7.71 \times 10^{-8} x_1^2 x_4 - 3.44 \times 10^{-4} x_3^2 - 9.15 \times 10^{-1}$ | $P(x_1, x_2, \dots, x_5) = 10.43 + 1.39 \times 10^{-4} x_3^3 - 2.77 \times 10^{-4} x_2^2 x_3 - 6.87 \times 10^{-5} x_3 x_5$ | $H_v(x_1, x_2, \dots, x_5) = 529.20 + 9.17 \times 10^{-4} x_1 x_2 x_3 - 4.93 \times 10^{-3} x_3^2 + 1.34 \times 10^{-3} x_2^2$ | |
| | | | |

Şekil 4.4. U₁₀ deneysel tasarım matrisine bağlı olarak proses parametrelerinin birikme verimi, mikrosertlik, porozite oranına etkisi [54]

Chen ve arkadaşları ise plazma sprej prosesi ile farklı parametreler ile üretilen termal bariyer kaplamaların termal şok çevrim ömrünü incelemiştir. Taguchi L9 (3 seviye x 4 faktör) ortogonal deneysel tasarıma bağlı olarak deney serileri Şekil 4.5’de sergilenmektedir. Termal şok çevrim test sayısına bağlı olarak Range analizi sonuçlarında termal şok direncine etkileyen en önemli parametreler sırasıyla sprej mesafesi, akım, Ar ve H₂ gaz akış hızı olarak belirlenmiştir. Parçacıkların plazma jeti içerisinde klama süresi ile ilişkili olarak ergime oranı termal şok dayanımına etki etmektedir [58].



Şekil 4.5. L9 ortogonal deneysel tasarım matrisine bağlı olarak proses parametrelerinin termal şok direncine etkisi [58]

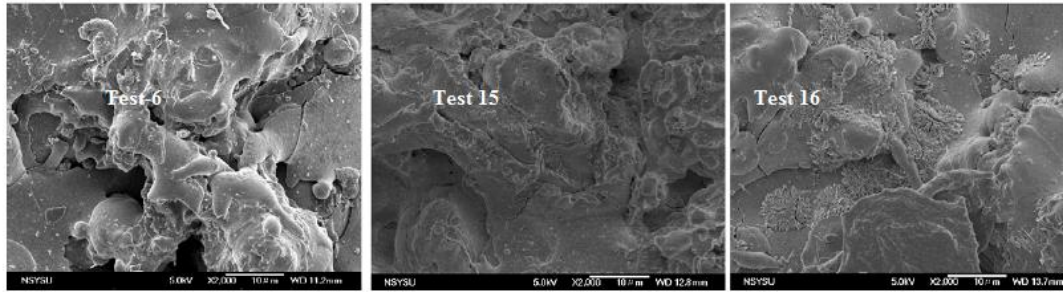
Lin ve arkadaşları [190] ise yanıt yüzey metodolojisi (response surface methodology) tekniği ile termal bariyer kaplamaların üretimi için plazma sprej parametrelerinin optimizasyonunu hedeflemiştir. Bu bağlamda L18 (2¹x3⁷) ortogonal dizisi kullanılmıştır (Şekil 4.6a). Proses parametrelerinin değişimine bağlı olarak üst yüzey SEM görüntülerinde (Şekil 4.6b) farklılıklar kolaylıkla gözlemlenebilmektedir. Box-Behnken yüzey yanıt metodolojisine bağlı olarak elde edilen veriler quadratik regresyon analizi ile test edilmiş ve sonuçları yorumlamak için proses parametreleri ile mikrosertlik ölçüm sonuçları arasında değişime bağlı

olarak yüzey kontür haritaları çıkarılmıştır (Şekil 4.6c). Çalışmalarda plazma sprey proses parametreleri arasında plazma akımı, toz besleme hızı ve primer gaz akış hızı mikrosertlik özellikleri açısından öncelikli parametrelerdir. Kontör grafikleri aracılığıyla proses parametrelerinin etkileri ve parametre seviyesine bağlı değişimler rahatlıkla gözlemlenebilmektedir [190].

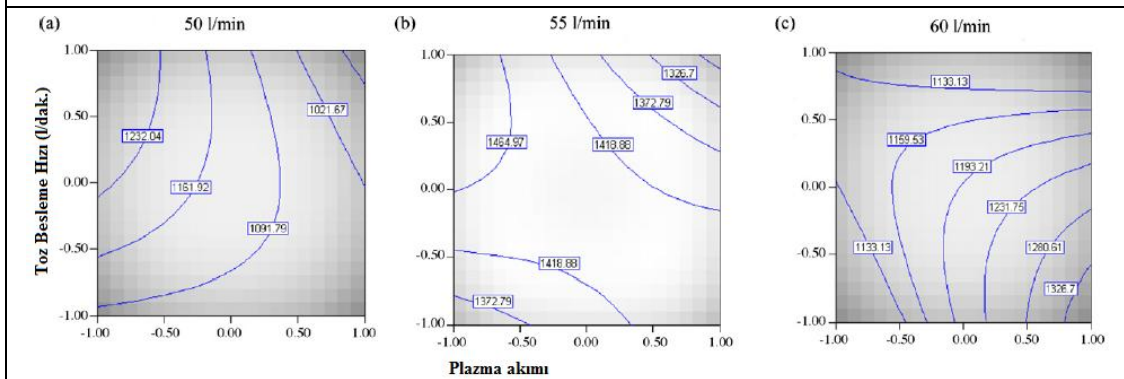
| Test | Plazma Sprey Proses Parametreleri | | | | | | | | Mikrosertlik (HV) kg/mm ² | | | | | | | Ort. | S. | S/N dB |
|-----------------|-----------------------------------|----|--------|----|----|-------|---|-------|--------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|-----|--------|
| | A | B | C | D | E | F | G | H | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | | | |
| 1 | 5 | 65 | 550 | 20 | 8 | 20 | 5 | 50 | 822 | 847 | 1312 | 1098 | 622 | 1201 | 1077 | 997 | 533 | 59.664 |
| 2 | 5 | 65 | 600 | 25 | 10 | 25 | 6 | 55 | 1129 | 1436 | 1032 | 1431 | 1381 | 1682 | 1682 | 1396 | 731 | 62.077 |
| 3 | 5 | 65 | 650 | 30 | 12 | 30 | 7 | 60 | 1264 | 1447 | 1291 | 831 | 1455 | 1326 | 949 | 1223 | 644 | 62.226 |
| 4 | 5 | 70 | 550 | 20 | 10 | 25 | 7 | 60 | 1003 | 1041 | 1319 | 1298 | 1027 | 1098 | 1066 | 1122 | 580 | 61.582 |
| 5 | 5 | 70 | 600 | 25 | 12 | 30 | 5 | 50 | 904 | 1066 | 1232 | 1125 | 1326 | 1046 | 1056 | 1108 | 573 | 61.431 |
| 6 | 5 | 70 | 650 | 30 | 8 | 20 | 6 | 55 | 1455 | 1183 | 888 | 805 | 1955 | 2160 | 1942 | 1484 | 834 | 61.944 |
| 7 | 5 | 75 | 550 | 25 | 8 | 30 | 6 | 60 | 1142 | 1120 | 1114 | 1340 | 1355 | 1251 | 912 | 1176 | 609 | 62.312 |
| 8 | 5 | 75 | 600 | 30 | 10 | 20 | 7 | 50 | 1595 | 1087 | 994 | 713 | 805 | 875 | 1027 | 1014 | 549 | 59.958 |
| 9 | 5 | 75 | 650 | 20 | 12 | 25 | 5 | 55 | 748 | 958 | 1142 | 994 | 962 | 779 | 1120 | 958 | 498 | 59.768 |
| 10 | 8 | 65 | 550 | 30 | 12 | 25 | 6 | 50 | 1724 | 1245 | 1540 | 1176 | 928 | 865 | 1036 | 1216 | 653 | 61.801 |
| 11 | 8 | 65 | 600 | 20 | 8 | 30 | 7 | 55 | 1463 | 1051 | 1120 | 989 | 1087 | 976 | 1238 | 1132 | 588 | 61.385 |
| 12 | 8 | 65 | 650 | 25 | 10 | 20 | 5 | 60 | 1087 | 1072 | 1093 | 967 | 1142 | 1407 | 1165 | 1133 | 585 | 61.554 |
| 13 | 8 | 70 | 550 | 25 | 12 | 20 | 7 | 55 | 1703 | 1271 | 1447 | 1189 | 1258 | 884 | 1672 | 1346 | 711 | 62.365 |
| 14 | 8 | 70 | 600 | 30 | 8 | 25 | 5 | 60 | 1032 | 1061 | 702 | 1071 | 850 | 794 | 721 | 890 | 465 | 59.587 |
| 15 | 8 | 70 | 650 | 20 | 10 | 30 | 6 | 50 | 932 | 984 | 975 | 1136 | 1092 | 944 | 1007 | 1010 | 518 | 60.690 |
| 16 | 8 | 75 | 550 | 30 | 10 | 30 | 5 | 55 | 1369 | 1648 | 1531 | 1426 | 1522 | 1540 | 1395 | 1490 | 764 | 64.180 |
| 17 | 8 | 75 | 600 | 20 | 12 | 20 | 6 | 60 | 821 | 1161 | 1297 | 1488 | 1434 | 1056 | 960 | 1173 | 619 | 61.772 |
| 18 | 8 | 75 | 650 | 25 | 8 | 25 | 7 | 50 | 1284 | 718 | 907 | 756 | 1304 | 839 | 1012 | 974 | 519 | 59.689 |
| 19 ^b | 8 | 65 | 591.45 | 30 | 10 | 26.42 | 6 | 54.53 | 1413 | 1474 | 1469 | 1418 | 1436 | 1441 | 1491 | 1449 | 29 | 63.215 |

a. Deneysel tasarım modeli

A: Katman sayısı, B: Volt, C: Akım, D: Tabanca hızı mm/sn, E: Sprey Mes.: cm, F: Toz besleme (gr/dak.), G: Taş. Gaz, H: Primer Gaz



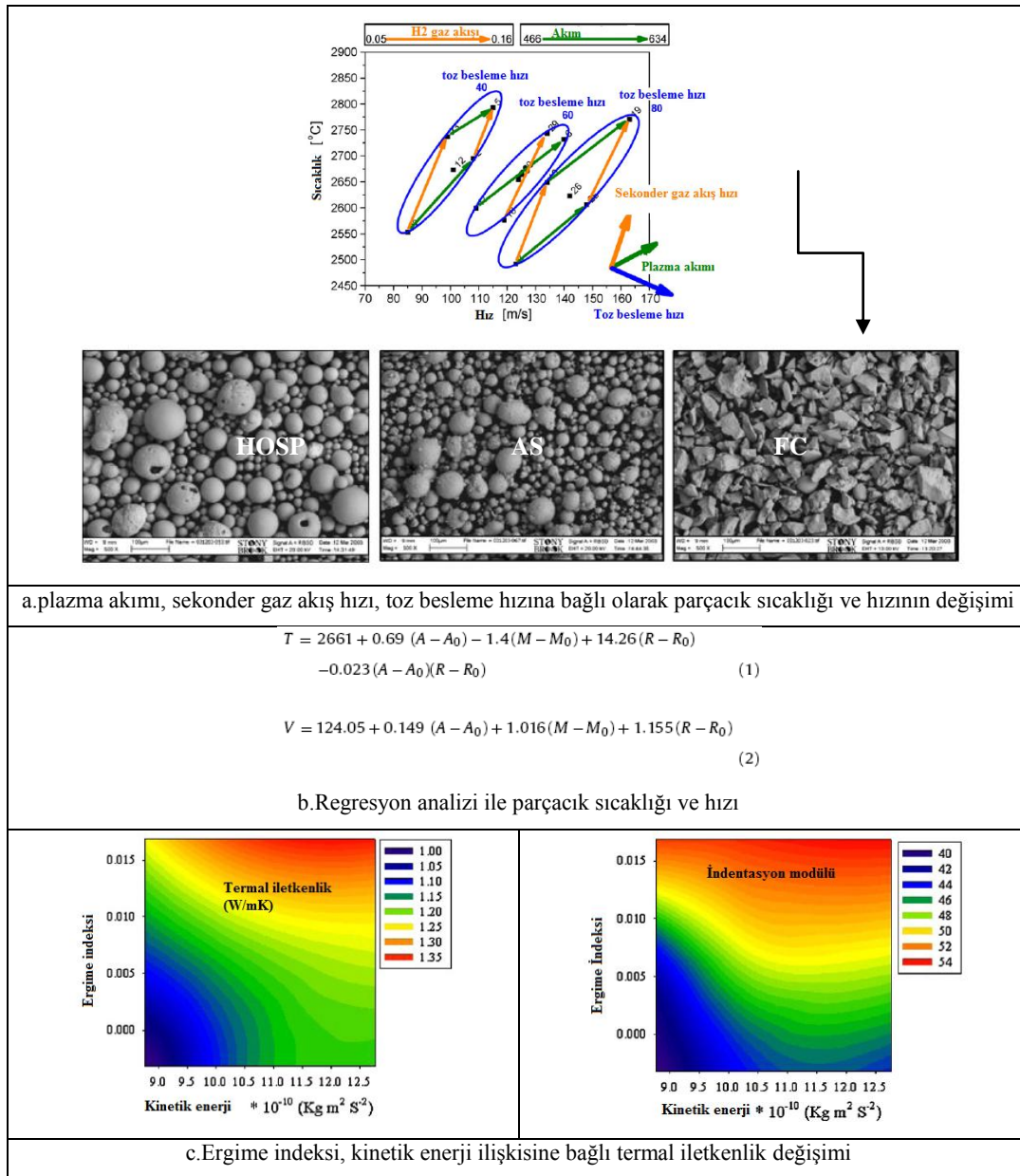
b. Farklı parametreler ile üretilmiş kaplamaların üst yüzey SEM görüntüleri



c. Plazma akımı, toz besleme hızı ve Ar gaz akış hızına bağlı olarak mikro sertlik kontör grafikleri

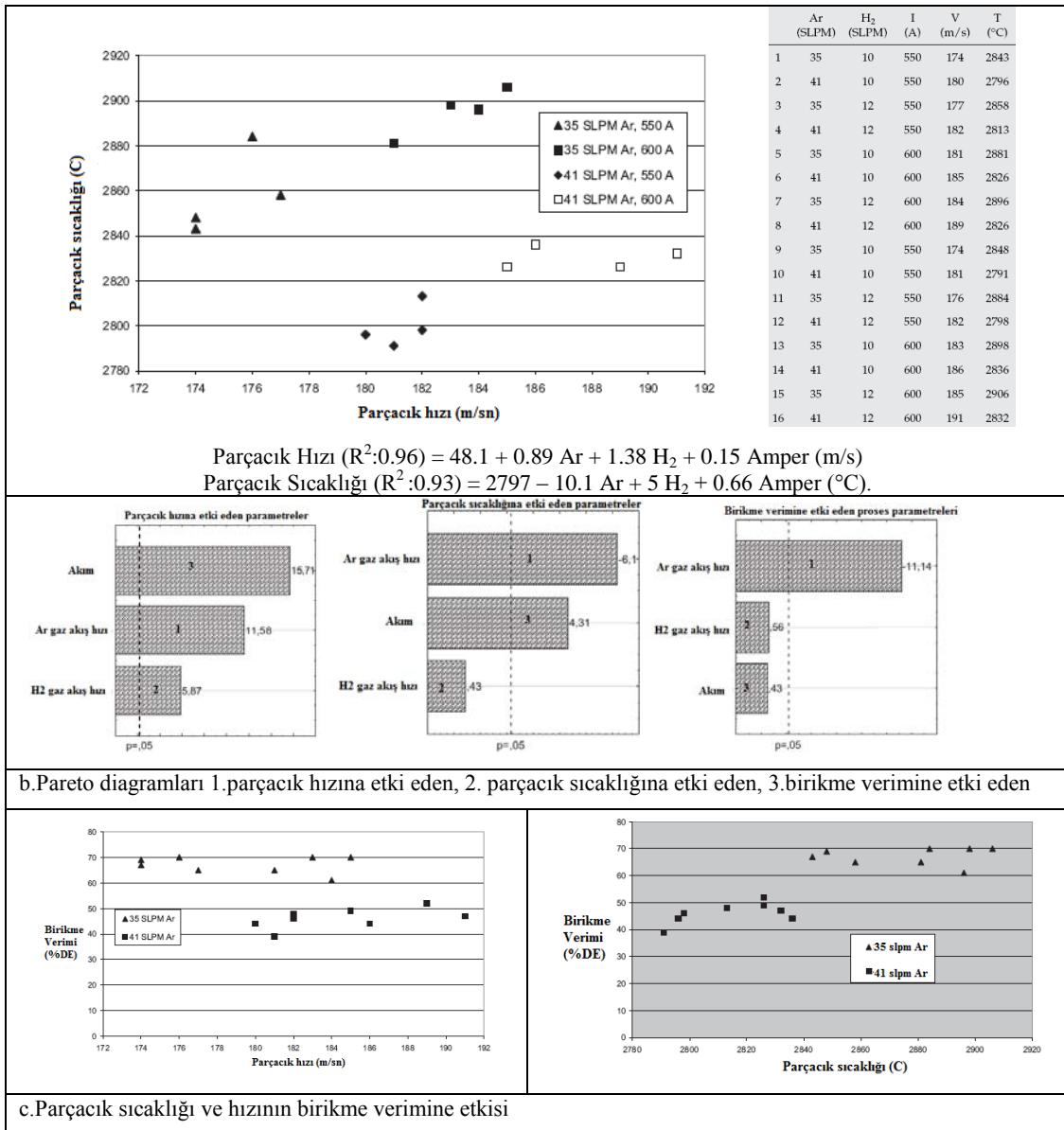
Şekil 4.6. L18 deneysel tasarım matrisine bağlı olarak proses parametrelerinin mikrosertliğe etkisi [190]

Vaidya ve arkadaşları [56] termal bariyer kaplamaların üretiminde plazma sprey proses parametrelerinin deneysel tasarım teknikleri ve proses haritaları optimizasyonu üzerine çalışmasında proses-mikroyapı-özellik ilişkilerini toz parçacıkların püskürtme esnasında parçacık sıcaklığı ve hızına bağlı olarak açıklamaktadır (Şekil 4.7a). Şekil 4.7c'de termal iletkenlik ve indentasyon modülünün ergime indeksine ve termal iletkenliğe bağlı değişimi proses haritalarında sergilenmektedir. Plazma jeti içerisinde tozların ergime indeksi ve kinetik enerjisi doğrudan mikroyapısal özellikleri belirlemektedir. Bu nedenle parçacık hızı ve sıcaklığı kaplama mikroyapı özellikleri ve kalitesi açısından önem taşımaktadır [56].



Şekil 4.7. Proses parametrelerinin parçacık sıcaklığına, hızına, termal iletkenliğe, indentasyon modülüne etkisi [56]

Zhao ve arkadaşları [57] YSZ esaslı tozların plazma sprey prosesi ile püskürtülmesi esnasında proses parametrelerinin parçacık sıcaklığına, hızına, birikme verimine etkisini incelemişlerdir (Şekil 4.8). Pareto analizi ile etkin parametrelerin etki seviyeleri belirlenmiş, regresyon analizi ile parçacık sıcaklığına ve hızına etki eden parametreler formüle edilmiştir. Görüleceği üzere yüksek Ar gaz akış hızı (slpm) parçacık hızını artırmakta, birikme verimini düşürmektedir [57].



Şekil 4.8. Proses parametrelerinin parçacık sıcaklığına, hızına, birikme verimine etkisi [57]

Taguchi methodu ile plazma sprej prosesinde termal bariyer kaplamaların üretiminde deneysel tasarım esaslarında temel ana başlıklar: 1. problemin tanımlanması, 2. amacın belirlenmesi, 3. proses performans karakteristiğinin seçilmesi, 4. performans karakteristiğini etkileyen faktörlerin seçilmesi, 5. faktörlerin düzeylerinin seçilmesi, 6. deney tasarımının (uygun ortogonal dizi) belirlenmesi, 7. test sonrası verilerin toplanması ve verilerin analiz edilmesi, 8. doğrulama deneylerinin yapılması olmak üzere 8 aşamada gerçekleştirilmektedir [230-232].

1. Problemin tanımlanması: Plazma sprej prosesinde prosesi etkileyen faktör sayısının fazlalığı nedeniyle ile tekrarlanabilir kaplama kalite düzeyinde kaplama üretiminde proses parametreleri ile mikroyapı ilişkisinde etkin faktör ve faktör seviyelerinin belirlenememesi nedeniyle yüksek sıcaklıklarda termal çevrim koşullarında kaplama dayanımının ve ömrünün azalması.
2. Amacın belirlenmesi: Plazma sprej prosesini etkileyen ana faktörlerin belirlenerek tekrarlanabilir kalite düzeyinde kaplama mikroyapısının üretimi ve termal çevrim dayanımının artırılması.
3. Performans karakteristiğinin seçimi: Plazma sprej prosesi ile kaplama performans karakteristiklerinin belirlenmesinde literatür araştırmaları, beyin fırtınası, süreç diyagramı ve neden-sonuç (Ishikawa, Balık kılıçığı) diyagramlarından yararlanılmaktadır. Yüksek yapışma mukavemeti ve yüksek termal çevrim ömrü kaplama performans karakteristikleridir.
4. Performans karakteristiğini etkileyen faktörlerin seçilmesi: Plazma sprej ile üretilen kaplamalarda porozite oranı ve porozite morfolojisi, kaplama kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, mikrosertlik, yapışma mukavemeti kaplama performansı ve ömrü açısından önem taşımaktadır. Plazma sprej prosesi ile püskürtme koşullarında parçacık sıcaklığı ve hızına bağlı olarak kaplama mikroyapısı ve yüzey özellikleri değişmektedir. Parçacık sıcaklığını ve hızını etkileyen faktörler sırasıyla plazma akımı, primer ve sekonder gaz akış hızı, sprej mesafesidir.

5. Faktör düzeylerinin seçilmesi: F4MB plazma tabancası ile üretilen kaplamaların proses parametre değerlerinin belirlenmesi tabanca tasarımı ile sınırlanmaktadır. Proses parametrelerinin seçiminde literatüre araştırmaları ile birlikte beyin fırtına sonucu balık kılçığı diyagramında mikroyapı veya prosesin kalitesini temsil eden, ana faktörler ve alt faktörler değerlendirilerek olan bu faktörlerin etki dereceleri öncelik sırasına koyulmuştur. Balık kılçığı diyagramına dayanarak deneyler sırasında değişken olarak alınacak faktörlere ve sabitlenmesi gereken faktörlere karar verilmiştir. Plazma akımı, sprej mesafesi, Ar ve H₂ plazma gazlarının akış hızları ve oranları proses açısından etki 4 faktör olarak belirlenmiştir. Faktörden her biri için en düşük, orta değer ve en yüksek olmak üzere üç seviyede belirlenmiştir. Faktör seviyesi belirleme aşamasında literatür bilgileri, plazma sprej tabancası kabiliyetine ve kullanım sınırlarına bağlı olarak: plazma akımı: 575, 600, 625A, Ar gaz akış hızı: 35, 45, 55 nlpm, H₂ gaz akış hızı: 4, 8, 12nlpm, sprej mesafesi 100, 150, 200mm aralıklarında faktör seviyeleri (eşit aralıkta) 3 seviyede belirlenmiştir.

6. Deney tasarımının belirlenmesi: Deneysel çalışmalarda sıkça kullanılan L9 ortogonal dizisi (3 seviyede 4 faktör) tercih edilmiştir. Ortogonal dizinin seçiminde faktör gurubunun toplam serbestlik derecesine bakılmaktadır. Faktör gurubunun serbestlik derecesi, tüm faktör ve etkileşimlerin serbestlik dereceleri toplamına eşittir. Toplam serbestlik derecesi dizilerden hangisine uygunsa o tercih edilmektedir. Toplam serbestlik derecesine 1 eklendiğinde deneme sayısına eşitse uygunluk sağlanmaktadır. Toplam serbestlik derecesi deneme sayısından büyük veya eşitse bir üst dizi uygundur. Uygun ortogonal dizinler serbestlik derecelerine göre belirlenmektedir. Her faktörün serbestlik derecesi faktör seviye sayısının bir eksiğidir. Bu durumda toplam serbestlik derecesi:

| | |
|--|-----------|
| A faktörü (Plazma akımı) | $3-1 = 2$ |
| B faktörü (Ar gaz akış hızı) | $3-1 = 2$ |
| C faktörü (H ₂ gaz akış hızı) | $3-1 = 2$ |
| D faktörü (sprej mesafesi) | $3-1 = 2$ |

Toplam Serbestlik Derecesi $2+2+2+2=8$

Toplam serbestlik derecesi, maksimum seçilecek ortogonal dizinin deneme sayısından bir eksik olacaktır. Bu durumda en küçük ortogonal dizin L9 (3x4) seçilmiştir (Tablo 4.2.) Serbestlik derecesi kısaca, hangi seviyenin en iyi sonucu vereceğini belirlemek için deneysel tasarım parametreleri arasında yapılması gereken karşılaştırma sayısıdır. Taguchi ortogonal L9 dizisi, çalışma için uygun olan tasarımlardan biridir. 9 deneyin imkan verdiği en büyük serbestlik derecesi 8'dir. Çalışma çerçevesinde gerek duyulan sekiz serbestlik derecesi dışında kalan serbestlik dereceleri ise hata değerinin hesaplanmasında kullanılmaktadır.

Tablo 4.2. L9 ortogonal dizi matrisi

| Test/Faktör | A | B | C | D |
|-------------|---|---|---|---|
| T1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| T2 | 1 | 2 | 2 | 2 |
| T3 | 1 | 3 | 3 | 3 |
| T4 | 2 | 1 | 2 | 3 |
| T5 | 2 | 2 | 3 | 1 |
| T6 | 2 | 3 | 1 | 2 |
| T7 | 3 | 1 | 3 | 2 |
| T8 | 3 | 2 | 1 | 3 |
| T9 | 3 | 3 | 2 | 1 |

7. Test sonrası verilerin toplanması, analizi: Multicoat plazma sprey kaplama ünitesinde F4MB plazma tabancası ile kaplama üretimi rassalaşma tekniğine bağlı olarak üretilmiştir. Rassallaşmada amaç hem deneydeki faktör düzeylerinden hem de bilinmeyen ya da kontrol edilemeyen faktörlerden etkilenmesini önlemektir. Bu doğrultuda deney sırası rasgele seçilerek yapılmakta ve veriler toplanmaktadır. Verilerin analizi, varyans analizi (ANOVA), üretilen kaplama mikroyapılarının performans özellikleri (Ra, kalınlık, birikme verimi, mikrosertlik, yapışma mukavemeti) arasındaki farklılığı ortaya koymak için kullanılan istatistik temelli bir metottur. S/N oranına bağlı olarak analiz yapılmaktadır. Sinyal/Gürültü oranı değeri küçük

olan değer iyi, büyük olan değer iyi, nominal değer iyi olarak kalite değerlerinin hedeflendiği değere göre farklı şekillerde hesaplanır ve analiz edilir Regresyon analizi ile proses parametreleri-mikroyapı ilişkileri arasında korelasyon katsayısı hesaplanmaktadır. Verilerin yorumlanması; Varyans analizi tablosu oluşturulduktan sonra, F testi hangi faktörlerin önemli olduğunu gösterir. F testi uygulanırken hesaplanan F değerleriyle, istenen güven aralığındaki F tablo değerleri karşılaştırılır. F değeri tablodaki değerden büyükse $1-\alpha$ güvenle kabul edilmektedir. Varyans analizi (ANOVA) tablosundan elde edilen F değeri, faktör ya da etkileşim varyansının hata varyansına oranıdır. F değeri (F_{α, v_1, v_2}) şeklinde tanımlanmaktadır. α : güvenilirlik aralığı, v_1 : faktörün serbestlik derecesi, v_2 : hata serbestlik derecesidir. Test ölçümlerinin güvenilirliği için belirlenen F değeri % 95 güven aralığında $F_{0,95}$: 4.26 (Tablo 4.3.) ve $F_{0,99}$:8.02 değeri ile karşılaştırılmaktadır.

8. Doğrulama deneylerinin yapılması: Optimum parametrelerin belirlenmesi sonrası kaplama üretimi ve sonuçların karşılaştırılması aşamasını kapsamaktadır.

Plazma sprej proses parametreleri ile performans özellikleri arasında ilişkilere ait diyagramlar çıkarılarak, proses haritaları oluşturulmakta ve yorumlanmaktadır. Parçacık sıcaklığı ve hızına etki eden proses parametrelerinin kontrol edilebilmesi kaplama dayanım karakteristiğinin yorumlanmasını kolaylaştırmaktadır.

Yapılacak deneylerde incelenmesi düşünülen faktörler ve seviyeleri matrisi Tablo 4.2'deki gibi öngörülmüştür. Tam faktoriyel deneysel yaklaşımları kullanılması durumunda 4 faktör 3 seviyede tek tip bir kaplama üretimi için $3^4 = 81$ adet deneyin yapılmasını gerektirmektedir. Deneysel çalışmada 2 farklı altlık ve iki farklı kaplama kompozisyonu kullanıldığında deney sayısı $81 \times 4 = 324$ 'e çıkmaktadır. Termal çevrim testi, ve yapışma testi ve mikroyapı için bir seride 3 numune üretildiğinde üretilmesi gereken numune sayısı 972 numuneye çıkmaktadır. Taguchi metodu ortogonal dizileri kullanılarak deney sayısı 36'ya (numune sayısı 108) düşürülmüştür. Kaplama konfigürasyonları sırasıyla: IN738/NiCrAlY/YSZ, AISI316/NiCrAlY/YSZ ve

IN738/NiCrAlY/CSZ, AISI316/NiCrAlY/CSZ olup her bir seri (3 adet: 1 mikroyapı inceleme-1termal çevrim testi-1yapışma testi) için 9 farklı parametre uygulanarak toplamda 108 adet kaplanmış numune üretilmiştir. Doğrulama deneyleri için ise optimum özelliklere sahip kaplama parametreleri ile 1'er adet numune üretilmiştir. Kaplamaların yüksek sıcaklıklarda termal çevrim performanslarının belirlenmesi amacıyla benzer şekilde L9 ortogonal dizilerinden yararlanılarak çevrim ömrü-kaplama özellikleri ilişkisi incelenmiştir. Parametrelerin veya faktörlerin proses değişkenlerine, kaplama mikroyapısına, termal çevrim ömrüne etkisini belirlemek amacıyla regresyon analizleri yapılmıştır. Regresyon analizi bağımlı değişken ile bir veya daha çok bağımsız değişken arasındaki ilişkiyi incelemek amacıyla kullanılan bir analiz yöntemidir. Deneylerin yapılması için harcanan zaman göz önüne alındığında Taguchi'nin geliştirdiği, deney sayısında azalma sağlayan yöntem sonuca daha kolay ve hızlı ulaşmayı sağlamaktadır [60, 187].

Tablo 4.3. F(%95) değerler tablosu [60, 187]

| V1/V2 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 120 |
|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 1 | 161 | 199 | 216 | 225 | 230 | 234 | 237 | 239 | 241 | 253 |
| 2 | 18.5 | 19.0 | 19.2 | 19.2 | 19.3 | 19.3 | 19.4 | 19.4 | 19.4 | 19.5 |
| 3 | 10.1 | 9.55 | 9.28 | 9.12 | 9.01 | 8.94 | 8.89 | 8.85 | 8.81 | 8.55 |
| 4 | 7.71 | 6.94 | 6.59 | 6.39 | 6.26 | 6.16 | 6.09 | 6.04 | 6.00 | 5.66 |
| 5 | 6.61 | 5.79 | 5.19 | 5.19 | 5.05 | 4.95 | 4.88 | 4.82 | 4.77 | 4.40 |
| 6 | 5.99 | 5.14 | 4.76 | 4.53 | 4.39 | 4.28 | 4.21 | 4.15 | 4.10 | 3.70 |
| 7 | 5.59 | 4.74 | 4.35 | 4.12 | 3.97 | 3.87 | 3.79 | 3.73 | 3.68 | 3.27 |
| 8 | 5.32 | 4.46 | 4.07 | 3.84 | 3.69 | 3.58 | 3.50 | 3.44 | 3.39 | 2.97 |
| 9 | 5.12 | 4.26 | 3.86 | 3.63 | 3.48 | 3.37 | 3.29 | 3.23 | 3.18 | 2.76 |
| 10 | 4.96 | 4.10 | 3.71 | 3.48 | 3.33 | 3.22 | 3.14 | 3.07 | 3.02 | 2.58 |
| 11 | 4.84 | 3.98 | 3.59 | 3.36 | 3.20 | 3.09 | 3.01 | 2.95 | 2.90 | 2.45 |
| 12 | 4.75 | 3.89 | 3.49 | 3.26 | 3.11 | 3.00 | 2.91 | 2.85 | 2.80 | 2.34 |
| 13 | 4.67 | 3.81 | 3.41 | 3.18 | 3.03 | 2.92 | 2.83 | 2.77 | 2.71 | 2.25 |
| 14 | 4.60 | 3.74 | 3.34 | 3.11 | 2.96 | 2.85 | 2.76 | 2.70 | 2.65 | 2.18 |
| 15 | 4.54 | 3.68 | 3.29 | 3.06 | 2.90 | 2.79 | 2.71 | 2.64 | 2.54 | 2.11 |
| 16 | 4.49 | 3.63 | 3.24 | 3.01 | 2.85 | 2.74 | 2.66 | 2.59 | 2.54 | 2.06 |
| 17 | 4.45 | 3.59 | 3.20 | 2.96 | 2.81 | 2.70 | 2.61 | 2.55 | 2.49 | 2.01 |
| 18 | 4.41 | 3.55 | 3.16 | 2.93 | 2.77 | 2.66 | 2.58 | 2.51 | 2.46 | 1.97 |
| 19 | 4.38 | 3.52 | 3.13 | 2.90 | 2.74 | 2.63 | 2.54 | 2.48 | 2.42 | 1.93 |
| 20 | 4.35 | 3.49 | 3.10 | 2.87 | 2.71 | 2.60 | 2.51 | 2.45 | 2.39 | 1.90 |
| 30 | 4.17 | 3.32 | 2.92 | 2.69 | 2.53 | 2.42 | 2.33 | 2.27 | 2.21 | 1.68 |

BÖLÜM 5. TERMAL BARIYER KAPLAMALARDA KARŞILAŞILAN HASAR TÜRLERİ VE DAYANIMI ETKİLEYEN FAKTÖRLER

Termal bariyer kaplamaların dayanımı ve kullanım ömrü türbin çalışma koşullarıyla ilişkili olarak çalışma sıcaklığı, çalışma süresi ve ortam koşullarına bağlı olarak değişmektedir. Genel olarak termal bariyer kaplamalarda meydana gelen hasarlar; termomekanik yorulma ve termal çevrim nedenli artan gerilmeler etkisi ile, faz dönüşümü sonucu hacimsel değişimler ile, sinterleşme etkisi ile rijitliğin artması ile, arayüzey oksidasyonu sonucu artan arayüzey gerilmeleri ile, sıcak korozyon ortamında mikroyapıda stabilizasyonun kaybolması ile artan difüzyonel hareketler ve kimyasal reaksiyonlar ile yapışma özelliklerinin zayıflaması ile, sıcak gaz akışı içerisinde uçan parçacıkların kaplama yüzeyinde erozif aşınmaya veya darbeye neden olması sonucunda ortaya çıkmaktadır. Enerji santrallerinde kullanılan türbin kanatçıklarına göre uçak motorlarında kullanılan türbin kanatçıkları ani irtifa değişimleri nedeniyle daha yüksek sıcaklıklara ve daha fazla termal çevrim etkisine maruz kalmaktadır. Bu nedenle uçak motorlarında kullanılan kaplamalarda termomekanik gerilmeler ve yüksek termal gradyentler hasar oluşumunda etkin rol oynamaktadır. Çalışma sıcaklıklarının daha yüksek olması oksidasyon hızını artırmakta ve ara yüzeyde oluşan oksit tabakasının kalınlaşması ile artan gerilmeler sonucunda kaplama yapısında yatay veya dikey çatlaklar oluşmasına neden olarak kaplamanın dökülmesine veya ayrılmasına neden olmaktadır. Buna karşın enerji santrallerinde türbin kanatçıkları üzerinde kullanılan kaplamalar binlerce saat durmaksızın sabit yüksek sıcaklıkta gaz akışına maruz kalmaktadır. Mikroyapıda faz dönüşümleri, sinterleşme etkisi ile deformasyon kabiliyetinin azalması ve oksidasyon reaksiyonları ile artan gerilmeler hasar oluşumuna neden olmaktadır. Türbin motorunda kullanılan yakıtlarda yanma esnasında yakıt kirliliklerinden kaynaklı sıcak korozyon ortamı TBK'nın stabilizasyonunu azaltmakta ve faz dönüşümlerinin

hızlandırarak hacimsel deęişimlere neden olmakta ve termal koruyuculuk özelliğini olumsuz etkilemektedir. Kaplamalarda hasar oluşumları tek bir nedenden meydana gelebildiđi gibi birden çok etken sonucunda da meydana gelebilmektedir. Bu nedenle kullanım koşullarına bađlı olarak kaplama kompozisyonu, kaplama prosesi ve kaplama mikroyapısal özelliklerinin uygunluđu oldukça önem taşımaktadır. APS ile üretilen termal bariyer kaplama mikroyapılarında porozite boyutu ve oranı, mikro ve makro çatlak morfolojisi, kaplama kalınlıkları, lameller arası yapışma özellikleri ile iç gerilmeler ve yüzey/arayüzey pürüzlülüđu kaplamanın dayanımını etkileyen faktörler arasındadır [19-28, 71, 74-89].

5.1. Süper Alaşım-Bađ Tabaka- Seramik Tabaka Arası Etkileşimler

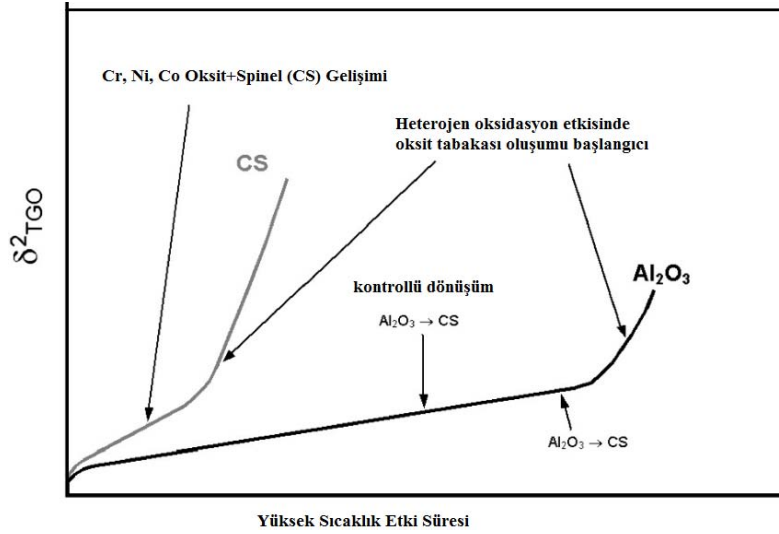
TBK sisteminde her bir tabakanın farklı mikroyapısal ve termofiziksel özelliklere sahip olması nedeniyle yüksek sıcaklık koşullarında tabakalar arası etkileşimler kaplama ömrü üzerinde etkili olmaktadır. Yüksek sıcaklıktaki gaz akışı öncelikle seramik tabaka yüzeyine etki etmektedir. Genel olarak kaplama hasarları ilk çalışma anında aniden artan termal ve mekanik gerilmeler etkisi ile meydana gelmektedir. Bu nedenle belirli bir süre orta-düşük sıcaklıklarda ön ısıtmanın yapılması kaplama yüzeyinde iç gerilmelerin azaltılmasına yardımcı olmaktadır. Servis koşullarında hava veya yakıt kirliliklerinden kaynaklı uçuşan parçacıkların motora girişı veya parça yüzeylerinden kopan parçacıkların yüksek bir momentum ve sıcak gaz akışı ile kaplama yüzeyine çarpması ve aşındırması sonucunda kaplama kalınlığının azalmasına neden olarak termal yalıtım kabiliyetini düşürmektedir. Oksidasyon ortamında artan ısı transferi ve oksijen difüzyonu ile metal yüzey sıcaklığının artmakta, ara yüzey oksidasyonunu hızlandırmaktadır. Seramik tabaka ile hemen altındaki bađ tabaka ara yüzeyinde oksijen difüzyonu sonucu kendiliğinden oluşan bir oksit tabakası meydana gelmektedir. Bu tabaka termal gelişen oksit (TGO) tabakası olarak tanımlanmaktadır. TGO'nın gelişimi ara yüzeyde iç gerilmeleri artırmakta ve seramik tabakanın dökülmesine neden olmaktadır [71, 77, 78]. TGO tabakasının termodinamik açıdan kararlılığı, bađ tabaka ile arasındaki difüzyon nedeniyle oluşan karmaşık oksit yapılarının etkisiyle belirli bir çalışma sıcaklığı ve süresi sonrasında kaybolmaktadır. Bađ tabaka kompozisyonunda mevcut Ni,Cr,Al gibi elementler mikroyapıda γ - (Ni), β -(Ni-Al/Cr) fazları içermektedir. Yüksek

sıcaklık koşullarında oksijen sıcak gaz akış yönünde kaplama kesitinde porozite ve mikro çatlaklar arasından ilerlerken, bağ tabaka yapısında ise Al yüzeye doğru difüze olmaktadır. Oksijen ile Al birlikte Al_2O_3 esaslı TGO tabakasını oluşturmaktadır. Al difüzyonu β -fazının tükenmesine neden olarak $NiCr_2O_4$, $NiCrO_3$, $NiCrO_4$, Cr_2O_3 , NiO , spinel gibi karmaşık oksit bileşiklerinin oluşumuna neden olmaktadır. Bu yapılar artan oksidasyon sıcaklığı ve süresi ile birlikte stabilitelerini koruyamamakta ve faz dönüşümleri meydana getirmektedirler. Bu faz dönüşümleri ara yüzeyde iç gerilmeleri artırarak çatlak oluşumuna neden olmaktadır. TGO/seramik tabaka ara yüzeyinde çatlak gelişimi ve ilerlemesi kaplamanın delaminasyonuna yol açmaktadır [71]. Bağ tabaka ile altlık alaşımı arasında mevcut elementlerin farklı kimyasal aktiviteleri birbirleri arasında difüzyona yol açmaktadır. Genel olarak süper alaşım altlıktan Ni elementi bağ tabakaya difüze olmaktadır. Bağ tabakadan ise Cr ve Al elementleri altlığa difüze olmaktadır. Altlıktan bağ tabakaya Ni elementinin difüzyonu süper alaşım altlıkta γ' -fazı tükenmesine yol açmakta ve altlığın sürünme ve termomekanik dayanımını azaltmaktadır [71-83].

5.2. Termal Gelişen Oksit Tabakası (TGO)

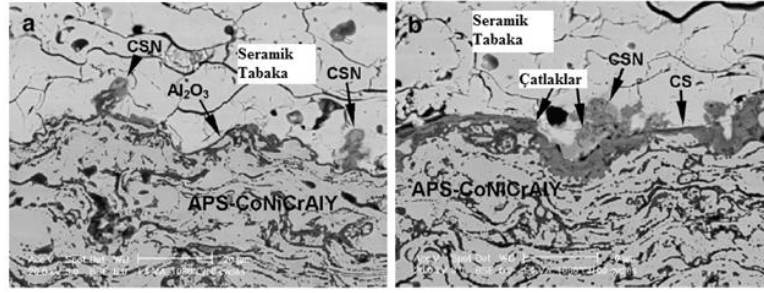
Termal gelişen oksit tabakasının termodinamik açıdan kararlılığı, gelişim hızı doğrudan oksidasyon sıcaklığına ve süresine bağlıdır. Seramik tabakanın yüzeyden ayrılarak dökülmesinde; TGO tabakasının kalınlığı, kimyasal kompozisyonu, faz yapısı ve difüzyon etkin rol oynamaktadır [71]. Şekil 5.1'de oksidasyon süresine bağlı olarak gelişen TGO kalınlaşması şematik olarak görülmektedir. TGO tabakasının oluşumu bağ tabaka kompozisyonuna bağlı olarak ilk oksit kompozisyonu ile birlikte belirli bir süre boyunca kararlı bir gelişim göstermekte ardından heterojen oksit oluşumları ile birlikte faz dönüşümü ve kalınlaşma gerçekleşmektedir [191-195]. Krom oksit ($(Cr,Al)_2O_3$), spinel ($Ni(Cr,Al)_2O_4$) ve nikel oksit (NiO) içerikli karma oksit (CS/N) bileşiklerinin oluşumu TGO kalınlığının hızlı artışına neden olurken, Al_2O_3 kalınlaşması daha yavaş gerçekleşmektedir. $Al_2O_3 \rightarrow CS$ dönüşümü sonrasında kalınlaşma artmaktadır. TGO kalınlaşması δ^2 (eşdeğer TGO kalınlığı) ile ilişkili olarak formüle (Eşitlik 5.1.) edilmiştir [192-195].

$\delta = \Sigma \text{TGO kesit alanı} / \Sigma \text{Seramik tabaka-bağ tabaka ara yüzey uzunluğu}$ Eşitlik 5.1.



Şekil 5.1. Yüksek sıcaklıkta kalma süresine bağlı olarak TGO tabakasının kalınlaşması [192-194]

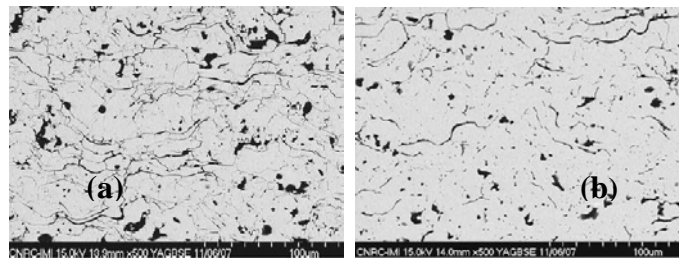
IN738 süper alaşım üzerine APS ile Ni-22Cr-10Al-1Y esaslı bağ tabaka (150 μm) ve ZrO₂-ağ.%8 Y₂O₃ (350 μm) esaslı seramik tabaka kaplanarak 1100 °C'de 100 saat izotermal oksidasyon koşullarına maruz kaldıktan sonrasında mikroyapı kesitinde bağ tabaka lamelleri arasında oksit bölgeleri ile bağ tabaka/seramik tabaka ara yüzeyinde TGO oluşumu görülmektedir [248]. Şekil 5.2'de ise termal çevrim etkisi sonrası TGO tabakasının kalınlaşması sergilenmektedir. Artan termal çevrim koşullarında TGO tabakasına yakın bölgelerde CS/N karma oksit bileşiklerinden oluşan bölgeler gözlenmektedir. Oksidasyon süresinin artmasına bağlı olarak Al₂O₃→CS dönüşümü TGO kalınlaşmasını kontrol etmektedir. Ara yüzeyde çatlak oluşumları TGO tabakasının oluşumunu ve kalınlaşmasını takiben artan iç gerilmeler sonucunda meydana gelmektedir [192-197]. 1050 °C de 480, 2800 ve 4490 saat sonrasında TGO kalınlıkları sırasıyla 6 μm , 11 μm , delaminasyon meydana geldiğinde ise 13 μm ölçülmüştür. TGO gelişimi esnasında bağ tabaka kompozisyonu da mevcut yüksek oranda Al içeren β fazı difüzyon nedeniyle hızla tükenmektedir [193]. 3000 saat sonrasında β fazı tamamen tükenmektedir. Benzer bir şekilde bağ tabaka ile altlık arasında da karşılıklı difüzyon nedeniyle β fazı tükenmiş bölgeler gözlenmektedir [192-197].



Şekil 5.2. APS prosesi ile üretilmiş bağ tabakasının yüzeyinde termal çevrim (1080 °C/ 1 saat) sonrası TGO tabakası a.10 çevrim, b. 100 çevrim sonrası [193]

5.3. Sinterleşme Etkisi

Plazma sprey prosesi ile üretilmiş zirkonya esaslı seramik tabaka lamelli bir mikro yapıya sahip olup, çok sayıda makro veya mikro çatlaklar ile farklı boyutlarda porozite içermektedir. Yüksek sıcaklıklarda uzun süre çalışma koşullarında sinterleşme etkisiyle çatlak iyileşmesi, splatlar arası bağ oluşumu ve tane irileşmesi gözlenmektedir. Sinterleşmenin seviyesi çıkılan sıcaklık ve bekleme süresiyle değişim göstermektedir. Sıcaklık artışıyla birlikte elastik modül ve sertlik artmakta dolayısıyla kaplamanın şekil değiştirme kabiliyeti azalmaktadır. Sinterleşme hızına bağlı olarak sertlik artışı kaplama yapısında artan gerilimler ile hasar oluşumuna neden olmakta ve kaplamanın kullanım ömrünü kısaltmaktadır. Porozitenin azalması termal iletkenliğin ve kaplama yoğunluğunun artmasına (Şekil 5.3.) neden olmaktadır. Bu durum termal bariyer kabiliyetini de olumsuz etkilemektedir [198-201]. APS ile üretilmiş YSZ tabakasının termal iletkenlik katsayısı sinterleşme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak 900, 1100,1320 C°'de 30 saat sinterleşme sonrasında sırasıyla 1W/mK'den 1.15'e, 1.19'a ve 1.5W/mK'e artış göstermektedir. Sertlik ise (Knoop) 4GPa'dan 7.5 GPa'a yükselmektedir. 1100 °C'de 120 saat sonrasında ise elastik modül 70GPa'dan 125 GPa'a artışa neden olmaktadır [196,197].



Şekil 5.3. APS prosesi ile üretilmiş YSZ kaplama a. püskürtülmüş hali, b. 1400 °C'de 20 saat sinterleme sonrası mikroyapı görüntüleri [257]

5.4. Faz Dönüşümü Etkisi

Stabilize zirkonya esaslı kaplama tabakasında sinterleme sıcaklığına ve termal çevrim koşullarına bağlı olarak mikroyapıda teragonal(t)-monoklinik(m) faz dönüşümü hacimsel % 3-5 oranında değişimlere neden olarak iç gerilmelerin etkisiyle kaplamanın dökülmesine veya makro çatlak oluşumlarına yol açmaktadır [97-100]. APS ile üretilmiş YSZ kaplamalara 1316 °C’de farklı sürelerde sinterleme sonrasında mikroyapıda monoklinik (m) faz oranı değişimi; ilk 5 saat içerisinde %2-3 mol, 100 saat sonrasında %7-8 mol ve 500 saat sonrasında %11-12 oranında artış meydana gelmiştir. Soğuma esnasında t-m faz dönüşümü etkisi ile kaplama yapısında dökülmeler gözlenmektedir [35, 102-104]. Termal çevrim koşullarında da benzer şekilde monoklinik faz oranı artışı dayanımı düşürmektedir [88, 95]. Tablo 5.1. ve Tablo 5.2. de YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların izotermal ısıtma (1250 °C de 1-10-100-1000 saat) ve termal çevrim (500 çevrim-1000 çevrim) sonrası faz yapısındaki değişimler sergilenmektedir. Tablo 5.1. de görüleceği üzere izotermal ısıtma süresinin artışı YSZ kaplamalarda monoklinik faz oranında CSZ kaplamalara göre daha fazladır. Bu durum kaplama performansını önemli ölçüde etkilemektedir [35].

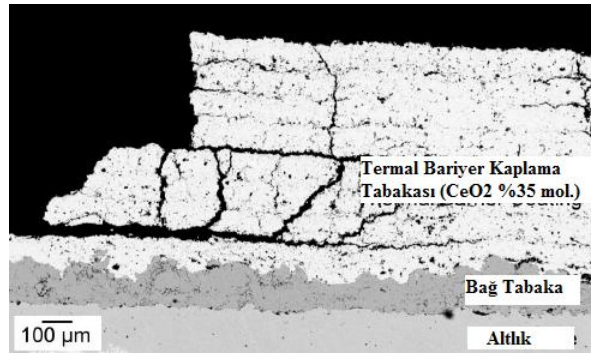
Tablo 5.1. YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların izotermal işlemler sonrası faz değişimleri [35]

| Kaplama/ Termal İşlem | Monoklinik | Tetragonal | | | Kübik | |
|---|------------|------------|---|----|-------|----|
| | m | t + t' | t | t' | k | k' |
| %4.5 mol (ağ. %7-8) Y ₂ O ₃ - ZrO ₂ (YSZ) | | | | | | |
| Püskürtülmüş halde | 3 | 91 | - | - | 6 | 0 |
| 1250 °C / 1 saat | 2 | 93 | - | - | 5 | 0 |
| 1250 °C / 10 saat | 2 | 91 | - | - | 7 | 0 |
| 1250 °C / 100 saat | 2 | 76 | - | - | 22 | 0 |
| 1250 °C / 1000 saat | 26 | 33 | - | - | 41 | 0 |
| %19.5 mol (ağ. %25) CeO ₂ - %1.5 mol (ağ. %2.5) Y ₂ O ₃ - ZrO ₂ (CSZ) | | | | | | |
| Püskürtülmüş halde | 0 | 100 | - | - | 0 | 0 |
| 1250 °C / 1 saat | 0 | 100 | - | - | 0 | 0 |
| 1250 °C / 10 saat | 0 | 100 | - | - | 0 | 0 |
| 1250 °C / 100 saat | 1 | 98 | - | - | 1 | 0 |
| 1250 °C / 1000 saat | 4 | 91 | - | - | 5 | 0 |

Tablo 5.2. YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların termal çevrim sonrası faz değişimleri [35]

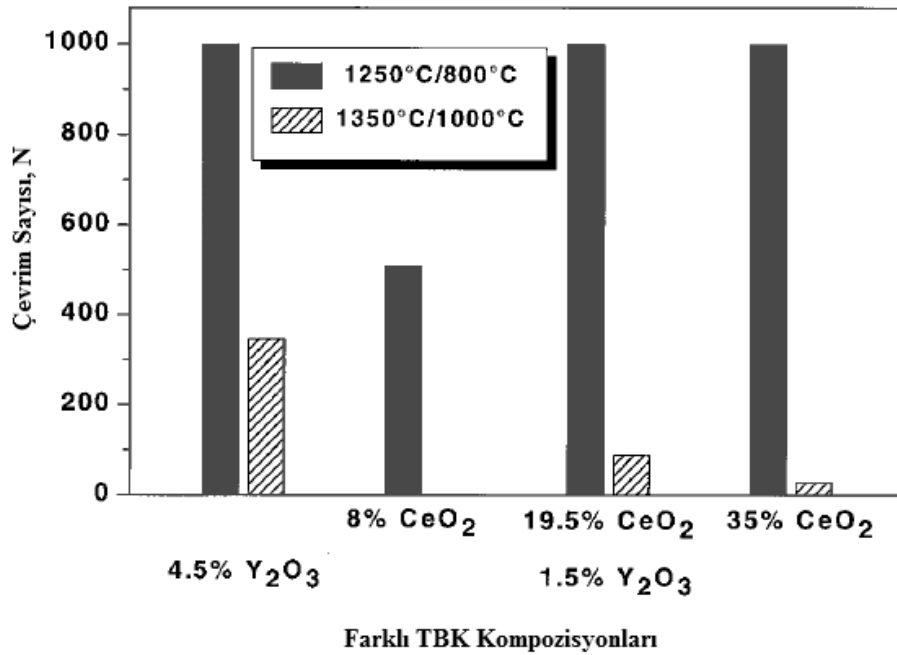
| Kaplama/ Termal İşlem | Monoklinik | Tetragonal | | | Kübik | |
|---|------------|------------|---|----|-------|----|
| | m | t + t' | t | t' | k | k' |
| %4.5 mol (ağ. %7-8) Y ₂ O ₃ - ZrO ₂ (YSZ) | | | | | | |
| Püskürtülmüş halde | 3 | 90 | - | - | 7 | 0 |
| 1250 °C / 1000 çevrim | 2 | 93 | - | - | 5 | 0 |
| %19.5 mol (ağ. %25) CeO ₂ - %1.5 mol (ağ. %2.5) Y ₂ O ₃ - ZrO ₂ (CSZ) | | | | | | |
| Püskürtülmüş halde | 1 | 99 | - | - | 0 | 0 |
| 1250 °C / 1000 çevrim | 1 | 99 | - | - | 0 | 0 |

Şekil 5.4'den görüleceği üzere % 35 mol. CeO₂-ZrO₂ esaslı kaplamalarda 1350 °C de 30 çevrim sonrası kaplama kesitinde hasar oluşumu görülmektedir. Kaplama mikro yapısında dikey ve yatay çatlaklar gözlenmektedir. Çatlakların ara yüzeye paralel olması kaplamanın dökülmesine neden olmaktadır. Kaplama kesitinde tabakalar arasında çatlak ilerlemesi kohezif dayanımın yeterli olmadığını göstermektedir. Tablo 5.2. de görüleceği üzere termal çevrim sonrası % 4.5 mol. Y₂O₃-ZrO₂ ve %19.5 mol. CeO₂-%1.5 mol Y₂O₃- ZrO₂ kaplamaların faz kompozisyonlarında monoklinik faz oranında artış gözlenmemektedir [35].

Şekil 5.4. % 35 mol. CeO₂-ZrO₂ 1350 °C de 30 çevrim sonrası kaplama kesitinde dikey/yatay çatlaklar sonucunda hasar oluşumu [35]

Şekil 5.5'den görüleceği üzere % 4.5 mol. Y₂O₃-ZrO₂ ve % 19.5 mol. CeO₂-%1.5 mol Y₂O₃- ZrO₂ kaplamaların iki farklı termal çevrim (1250 °C ve 1350 °C) koşullarında çevrim sayıları arasında belirgin bir farklılık gözlenmektedir. Seramik yüzey sıcaklığı 1250 °C ve altlık sıcaklığı 800 °C olması durumunda çevrim testlerinde 1000 çevrimde her iki kaplama kompozisyonu arasında Tablo 5.2. de

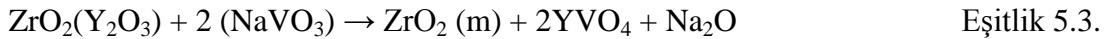
görülebileceği üzere monoklinik faz oranlarında farklılık gözlenmektedir. Bunun yanında seramik yüzey sıcaklığı 1350 °C ve altlık sıcaklığı 1000 °C olması durumunda çevrim testlerinde YSZ çevrim sayısı CSZ kaplamalara göre daha yüksektir. [35]. %8 mol. CeO₂ içeren TBK'lar 1250°C /800 °C de termal çevrim koşullarında 500 çevrim sonrasında hasara uğramıştır. Dolayısıyla TBK malzemesi olarak uygun değildir. Faz analizi çalışmalarında monoklinik faz %29 dan 500 çevrim sonrası %82 oranına ulaşmıştır (Tablo 5.2.). Monoklinik faz oranı artışı termal çevrim koşullarında t-m dönüşümü artırmakta ve ortaya çıkan gerilmeler etkisi ile kaplamanın hasara uğramasına neden olmaktadır. Buna karşın %4.5 mol Y₂O₃, %19 mol. CeO₂- %1.5mol Y₂O₃, %35 mol. CeO₂- içeren TBK'lar 1250 °C /800 °C de termal çevrim koşullarında 1000 çevrim sonrasında hasara uğramamıştır. 1350 °C /1000 °C de termal çevrim koşullarında ise en yüksek termal çevrim sayısına (350 çevrim) %4.5mol Y₂O₃ içeren TBK ulaşmıştır. Termal iletkenlik katsayısı CeO₂ miktarı ile birlikte azalmaktadır. Kaplamaların termal iletkenlik katsayısı $\lambda_{35\text{ CeO}_2} < \lambda_{20\text{ CeO}_2} < \lambda_{4.5\text{ Y}_2\text{O}_3}$ şeklindedir. Aynı kaplama kalınlığında üretilen kaplamalar için termal iletkenliğin düşük olması durumunda termomekanik gerilmeler artış göstermektedir [35].



Şekil 5.5. Farklı TBK kompozisyonlarının termal çevrim performanslarının karşılaştırılması [35]

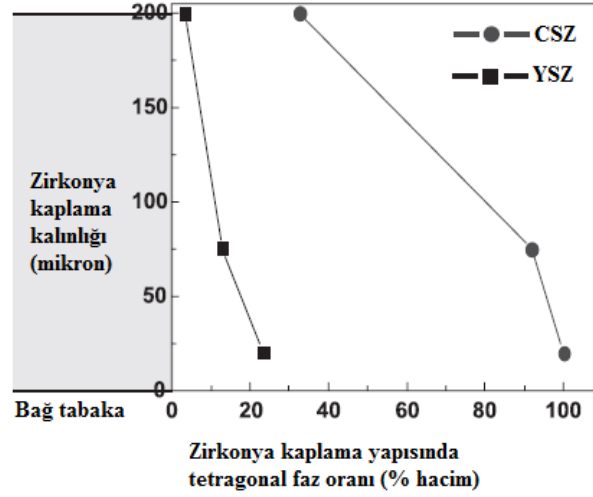
5.5. Sıcak Korozyon Ortamının Etkisi

Türbin yakıtlarında Na ve V gibi empüritelere yüksek sıcaklıklarda sıcak korozyona yol açmaktadır. Türbin kanadı yüzeyinde Na_2SO_4 ve V_2O_5 tuzlarının oluşumu sonrasında bu tuzların ergiyerek yüzeyde seramik tabaka porozitelerine penetre etmesi YSZ kaplamalarda stabilizasyonu engellemekte ve tetragonal veya kübik fazın monoklinik faza dönüşmesine neden olmaktadır. Bu faz dönüşümü hacimce genişlemeye (hacimce %3-5) neden olarak kaplamada çatlak oluşumu ve kaplamanın dökülmesine yol açmaktadır. 1050 °C de 40 saat sıcak korozyon sonrası YSZ kaplamanın mikro yapısına bakıldığında çubuk (rod) şeklinde ve kompozisyonu Y, V,O elementlerinden oluşan kristaller gözlenmektedir. Faz analizlerinde bu yapıların YVO_4 fazı olduğu belirlenmiştir [199-202]. Eşitlik 5.2. ve 5.3. de sıcak korozyon hasar oluşumuna neden olan reaksiyonlar gösterilmektedir [200-203].



Sıcak korozyon problemlerine karşı zirkonya esaslı kaplamalarda Y_2O_3 ile birlikte daha asidik CeO_2 stabilizörün kullanımı sıcak korozyona karşı direnç sağlamıştır. Kaplama mikroyapı özellikleri ile ilişkili olarak ZrO_2 -ağ.%25 CeO_2 -ağ.%2.5 Y_2O_3 (CSZ) kaplamaların sıcak korozyon davranışı incelendiğinde ZrO_2 -ağ.%7-8 Y_2O_3 (YSZ) kaplamalara benzer olarak sıcak korozyon ortamında V_2O_5 ile CeO_2 reaksiyona girerek CeOV_4 fazı oluşmakta ve stabilizasyonu engelleyerek tetragonal-monoklinik faz dönüşümünde hacim artışına neden olmaktadır. Bunun sonucunda kaplama hasara uğramaktadır. Şekil 5.6'da sıcak korozyon sonrası YSZ ve CSZ esaslı tabakalarda tetragonal faz oranlarının kalınlık boyunca değişimi sergilenmektedir. Görüleceği üzere CSZ kaplamalar daha az t-m faz dönüşümü sağlayarak korozyona karşı daha fazla direnç göstermektedir. Kaplama kesitinde özellikle yüzey bölgelerde daha fazla dönüşüm gerçekleşmektedir. Sıcak korozyon ortamında önemli bir husus kaplama mikroyapısında süreksizliklerdir. Lameller arası boşluklar, porozite, çatlaklar eriyik metal tuzların penetrasyonuna izin vermektedir.

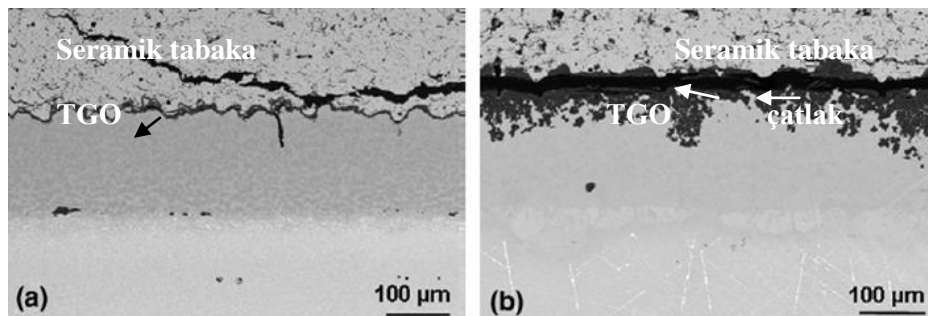
Bu nedenle yoğun yüzey tabakalarının oluşturulması veya yüzeyi açık süreksizliklerin tıkanması yoluyla penetrasyon geciktirilebilmekte veya engellenebilmektedir [202, 203].



Şekil 5.6. Plazma sprej prosesi ile üretilmiş YSZ ve CSZ termal bariyer kaplama kalınlığı boyunca sıcak korozyon sonrası tetragonal faz oranı değişimi [203]

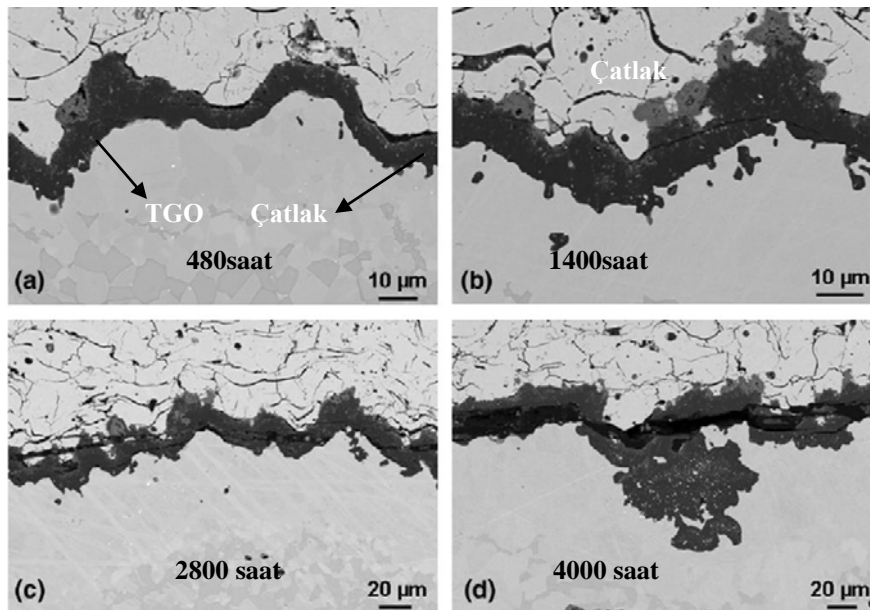
5.6. Servis Koşullarının TBK Ömrüne Etkisi

Farklı servis koşulları TBK yapısında meydana gelen çatlak oluşumu ve çatlak ilerleyişini etkilemektedir. Şekil 5.7’de yüksek sıcaklıklarda termal çevrim ve izotermal etki sonucu çatlak ilerleme yolları sergilenmektedir. Termal çevrim koşullarında çatlak oluşumu genellikle seramik tabaka içinde oluşurken, izotermal koşullarda çatlak oluşumu TGO tabakasıyla ilişkilidir [199].

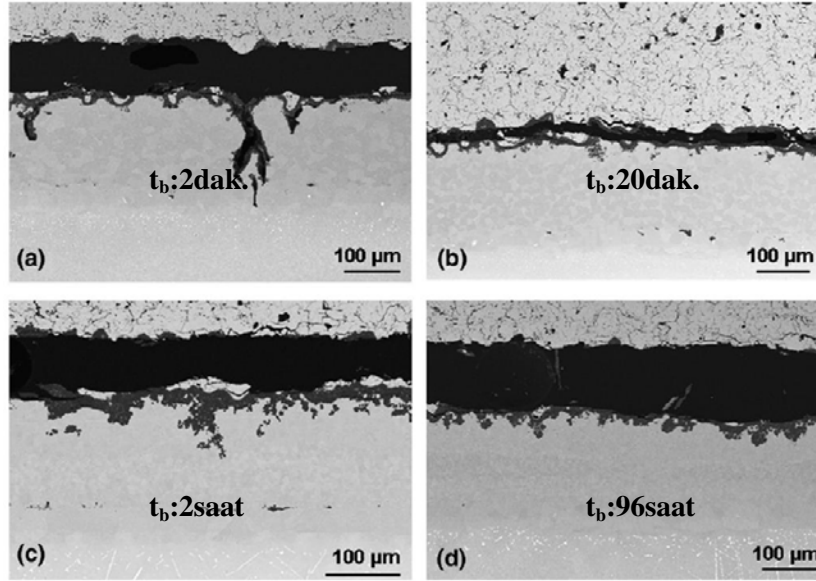


Şekil 5.7. Termal bariyer kaplamalarda farklı servis koşullarında hasar türleri a. termal çevrim b. izotermal [199]

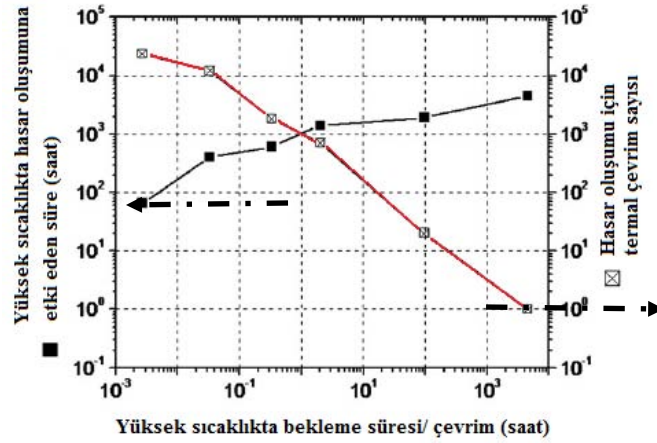
Şekil 5.8’de izotermal koşullarda farklı kalma sürelerinde ara yüzey değişimleri ve hasar oluşumları sergilenmektedir. Seramik tabaka ile TGO ara yüzeyinde ilk çatlak oluşumları 100 saat sonrasında gözlenmiştir. Sürenin artışı ile birlikte TGO içinde ve TGO-seramik tabaka ara yüzeyinde çatlaklar oluşmaktadır (Şekil 5.8b) [199]. Termal çevrim testlerinde sıcaklık gradyentinin ($\Delta T: T_{\max} - T_{\min}$) artışı çevrim sayısını azaltmaktadır [199, 200]. Termal çevrim performansının belirlenmesi üzerine yapılan testlerde 1050-60 °C ($\Delta T: 990$ °C.) arasında farklı bekleme sürelerinde (t_b : 2 dak., 20 dak., 2 sa., 96 sa.) uygulanarak çevrim tekrarlanmıştır. Şekil 5.9’da farklı bekleme sürelerinde termal çevrime maruz kalan kaplama kesit görüntüleri sergilenmektedir. Termal çevrim koşullarında hasar oluşumuna T_{\max} sıcaklığında bekleme süresinin etkisi gözlemlendiğinde 96 saat bekleme süresi ile yapılan çevrimlerde çatlak ilerleme yolunun değiştiği gözlenmiştir. Termal çevrim (t_b : 2 dak.) esnasında bağ kaplamada termal genleşme uyumsuzluğu nedeniyle artan termal gerilmeler sonucu arayüzeyde çatlak gözlenmiştir. Bekleme süresi 20 dakika ve 2 saat olması halinde delaminasyon kısmen TGO-seramik tabaka ara yüzeyinde kısmen seramik tabakada meydana gelmektedir (Şekil 5.9b,c). Bekleme süresinin artışıyla birlikte delaminasyon çatlağı izotermal koşullardaki gibi TGO tabakasında oluşmaktadır. Şekil 5.10’da termal çevrim sayısı ile bekleme süresi ilişkisine bağlı olarak hasara oluşumu ilişkisi gösterilmektedir [199].



Şekil 5.8. Termal bariyer kaplamalarda izotermal koşullarda 1050 °C’de farklı sürelerde ara yüzeyde çatlak oluşumları [19]



Şekil 5.9. 1050 °C’de farklı bekleme süresinde termal çevrime uğrayan termal bariyer kaplamaların arayüzey görüntüleri [199]



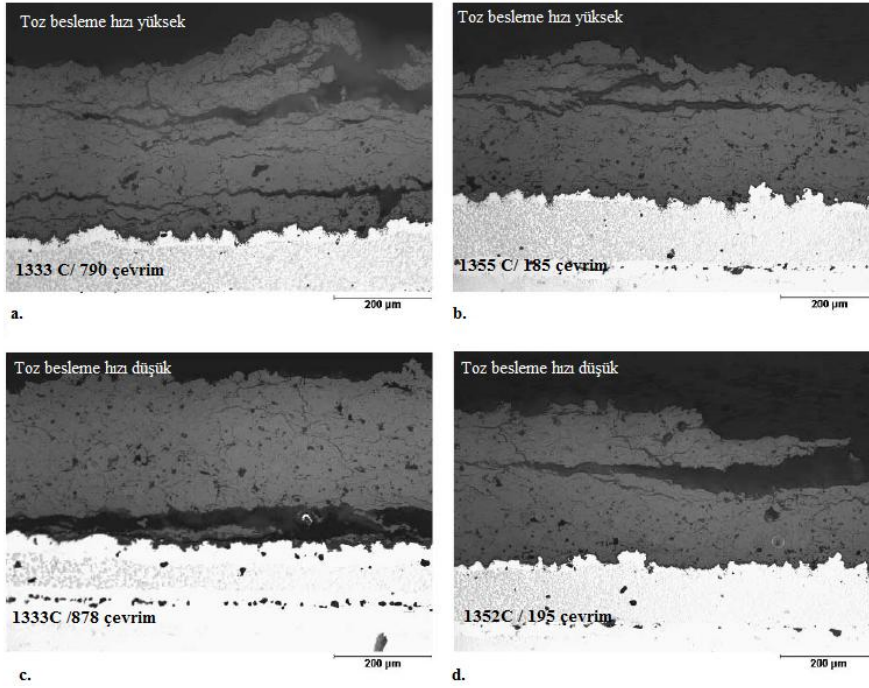
Şekil 5.10. Termal çevrim sayısı ile T_{max} da bekleme süresi ilişkisi [199]

5.7. Proses-Mikroyapı-Termal Çevrim Ömrü İlişkisi

Termal bariyer esaslı kaplamaların proses-mikro yapı özellikleri ve termal çevrim koşulları arasındaki ilişkiler çevrim ömrünü belirlemektedir. Sıcaklığın 1300 °C’nin altında genel olarak çatlak oluşumları seramik/bağ tabaka ara yüzeyine yakın bölgelerde meydana gelmektedir [197]. Çatlak gelişimi ve ilerleyişi genel olarak soğuma esnasında tabakalar arasında termal genleşme farklılıklarından kaynaklı oluşan termal gerilmeler ile TGO tabakası kalınlaşması sonucunda oluşmaktadır. Sıcaklığın 1300 °C’nin üzerine çıkması durumunda seramik tabakada splat lamelleri

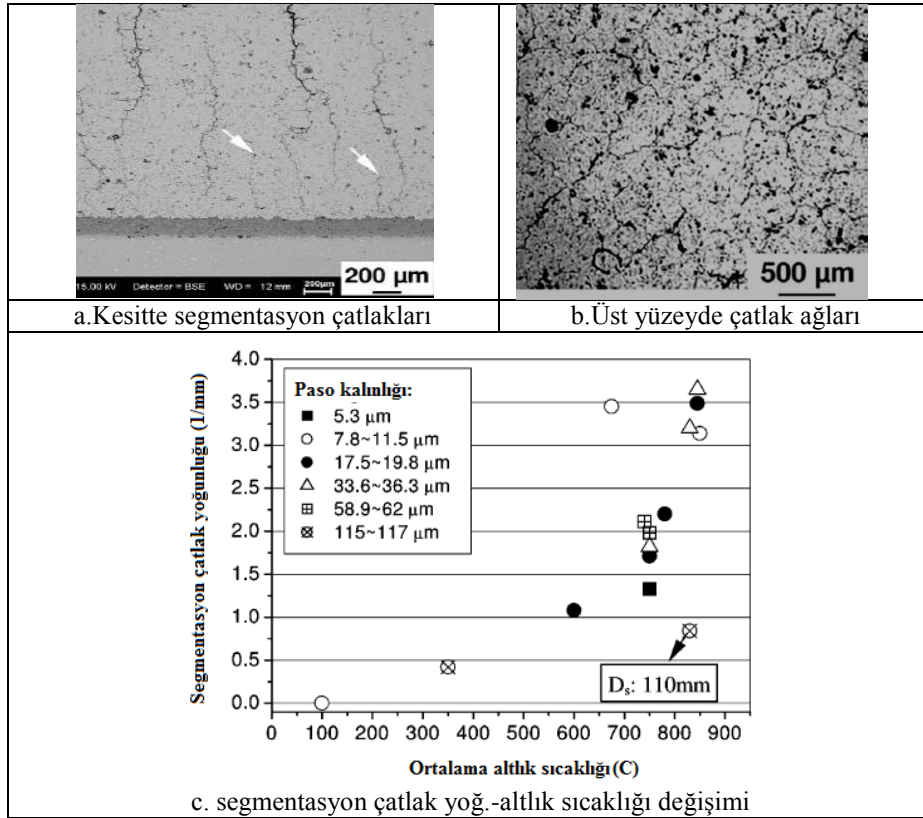
arasında dökülmeler gözlenmektedir. Termal yalıtım kabiliyetinin sınırlanmasında sinterleşme ve faz dönüşümü ($t' \rightarrow t+k$ (ısıtma) ve $t-m$ (soğutma)) hasar mekanizmaları etkin rol oynamaktadır [206-208]. Plazma sprey ile püskürtme esnasında splatların hızlı katılaşması sonucunda splat lamelleri arasında çekme gerilmeleri oluşmaktadır. Bu gerilmelerin belirli bir seviyeyi aşması durumunda lameller içi ve lameller arası çatlak oluşumlarına yol açmaktadır. Genellikle oluşan çatlaklar kaplama dikey kesiti boyunca uzanmaktadır. Altlık sıcaklığının artırılması dikey çatlak oluşumunu artırırken yatay çatlak oluşumlarını sınırlamaktadır. Yatay çatlak oluşumları kaplamaların termal şok ömrünü kısaltmaktadır. Kaplama yapısında mevcut porozite, mikro çatlak ağları elastik modülün düşmesi nedeniyle kaplamanın deformasyon kabiliyetini artırmakta ve termal çevrim ömrünü geliştirmektedir. Toz besleme miktarının değişimine bağlı olarak mikro çatlak yoğunluğu değiştirilebilmektedir. Toz besleme miktarının düşürülmesi veya altlık sıcaklığının artırılması sonucu mikro çatlak yoğunluğu artırılarak kaplama daha fazla deformasyon kabiliyetine sahip olmaktadır [208].

Şekil 5.11.'de farklı toz besleme hızlarında (APS-F4 ile) üretilmiş TBK'nın termal çevrim sonrası kesitleri görülmektedir. 1320-1350 °C yüzey sıcaklıklarında çevrim sayısı ($N > 700$); 1350 °C'nin üzerinde yüzey sıcaklıklarında termal çevrim koşullarına ($N < 200$) göre daha fazladır. Toz besleme hızına bağlı olarak karşılaştırdığımızda yüksek toz besleme hızları ile üretilen kaplamalarda sıcaklık 1350°C'nin üzerine çıkması durumunda çatlak oluşumu yüzeye yakın splatlar arasında ilerlerken 1320-1350°C arasında bağ tabaka/ seramik ara yüzeyine yaklaşmaktadır [208].



Şekil 5.11. Farklı toz besleme hızlarında üretilmiş YSZ esaslı kaplamaların termal çevrim sonrası kesit görüntüleri [208]

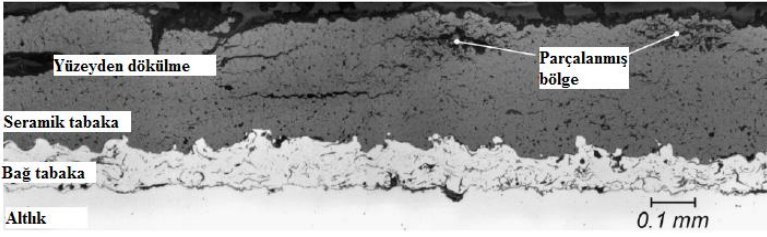
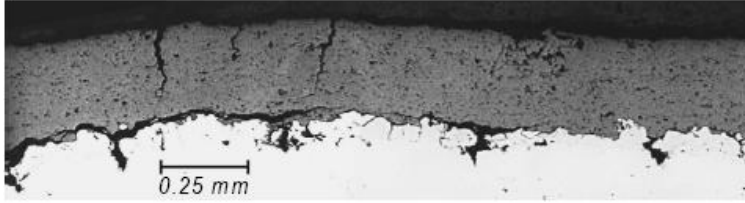



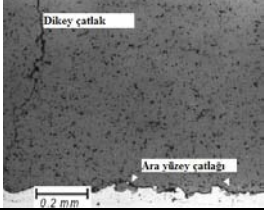

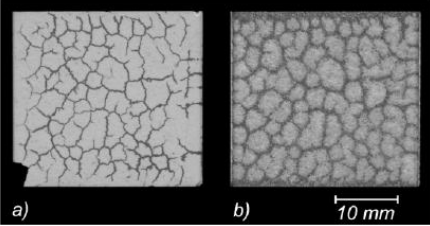
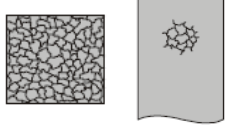
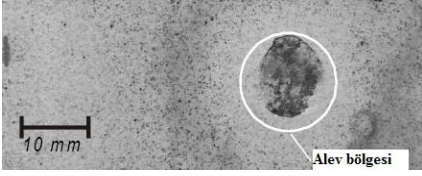
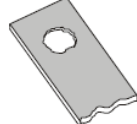
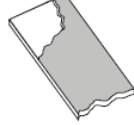
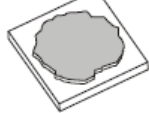
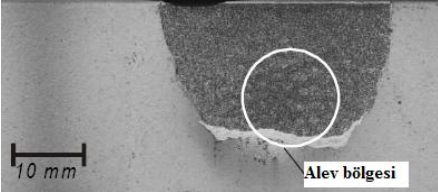
Altlık sıcaklığının ve splat sıcaklığının artırılması ile sıcak püskürtme koşullarında seramik kaplama kesitinde yüzeyden aşağı doğru uzanan dikey çatlaklar gözlenmektedir. Kalınlığın yarısına kadar uzanan bu dikey çatlak oluşumlarına segmente çatlaklar (Şekil 5.12a) denilmektedir [210, 211]. Mikro çatlak ağlarında olduğu gibi kaplamanın termal çevrim koşullarında dayanımını ve deformasyon kabiliyetini artırmaktadır [204]. Şekil 5.12c'den görüleceği üzere segmentasyon çatlakların artırılmasında paso kalınlığının artırılması da etkin olmaktadır [268, 269]. Termal çevrim testlerinde üst yüzey sıcaklığı 1250 °C, bağ tabaka yüzey sıcaklığı 950 °C olması durumunda 1500 çevrim kaplama dayanım göstermiş ve sadece kenarlarda düşük oranda dökülmeler gözlenmiştir [210, 211].



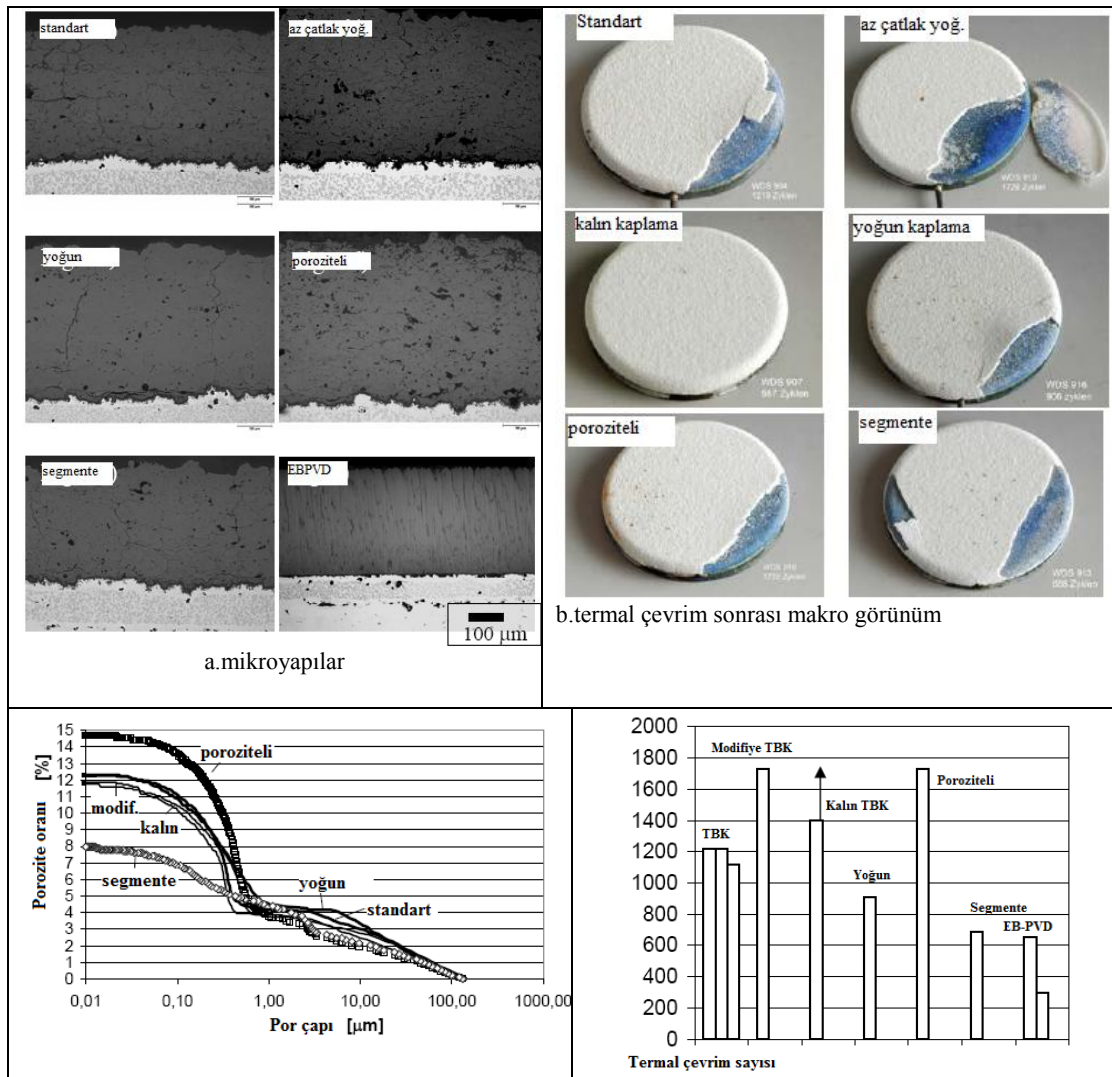
Şekil 5.12. Altlık sıcaklığının artırılması ile YSZ esaslı kaplamalarda oluşan segmentasyon çatlakları [210, 211]

Genel olarak termal çevrim testlerinde karşılaşılan hasar türleri Tablo 5.3.'de sergilenmektedir. Farklı termal yükleme süre ve sıcaklıklarında kaplama mikroyapısal özelliklerine bağlı olarak yüksek sıcaklıkta gaz akışına maruz kalan seramik bölgede merkez ve kenar bölgelerde, ara yüzeylerde, üst yüzeylerde farklı nedenlerle kaplama ayrılma ve dökülmeleri gözlenmektedir [212].

Tablo 5.3. Termal bariyer kaplamalarda görülen hasar modları [212]

| Hasar Tanımı | Hasar Kodu | Şematik Gösterim |
|--|---|---|
|  <p>Seramik üst tabakanın yüzeiden dökülmesi</p> <p>Seramik üst tabakanın yüzeiden ayrılması</p> <p>Seramik tabaka ile bağ tabaka arayüzeyi arasında çatlak oluşumu</p>  | |    |
| Seramik tabakada dikey çatlak oluşumu |  |  |
| Seramik tabakada segmentasyon çatlığı oluşumu |  |  |
| Seramik tabakada yüksek alev sıcaklığına maruz kalan bölgeden ayrılma |  |    |
| Seramik tabakada yüksek alev sıcaklığına maruz kalan kenar bölgeden ayrılma | | |
| Seramik tabakanın tüm kenar bölgelerde dökülmesi |  | |
| Bağ tabakanın bozunması (oksidasyon, ara yüzey oksit, altlık/bağ tabaka reak) | | |

VaBen ve Stover farklı proses ve proses parametreleri ile üretilen farklı porozite oranına ve kalınlığa sahip termal bariyer kaplamaların termal çevrim performansını incelemiştir (Şekil 5.13.). 1100 °C’de 24 saat fırında bekletildikten oda sıcaklığına soğumaya bırakıldıktan sonra yeniden ısıtılarak çevrimsel fırın testine tabi tutulan kaplamaların ömrü 450 saat ile 820 saat arasında değişmektedir. Brülör testinde ise 1250 °C’de 5 dakika ısıtma ardından 2 dakika soğutma sonrasında kaplamaların termal çevrim sayısı standart kaplamalarda $n < 1200$ çevrim, kalın kaplamalarda 1200-1400 çevrim, modifiye (çatlak yoğunluğu az) kaplamalarda ve poroziteli 1600 çevrim ile 1800 çevrim sayısı arasındadır. Buna karşın yoğun kaplamalarda $n < 1000$ çevrim olduğu gözlenmiştir [213].



Şekil 5.13. Farklı proses ve parametreleri ile üretilmiş farklı porozite ve kalınlıklarda termal bariyer kaplamaların termal çevrim testi (1250 C/5dak ısıtma-2 dak. soğutma) sonrası mikroyapı ve makro yapı görüntüleri [213]

Altlık sıcaklığının artması termal çevrim ömrünü kısaltmaktadır. Kaplama kalınlığının ve porozite oranının artması termal çevrim sayısının artışına neden olmaktadır. Buna karşın kaplama yapısında porozite azaltılması, yoğun kaplama üretimi sonrası termal çevrim performansı düşmektedir. Kaplama arayüzeyinde TGO tabakasının kalınlaşması da hasara uğrama süresinin kısalmasına neden olmaktadır [204-213]. Yüksek porozite oranına sahip ve düşük mikro çatlak yoğunluğuna sahip modifiye kaplamalar en yüksek termal çevrim performansı sergilemiştir. Üst yüzey sıcaklığının 1300 °C'nin üzerine çıkması mikro çatlakların iyileşmesi nedeniyle kaplamanın deformasyon kabiliyeti sinterleşme sonucunda azalmakta ve termal çevrim ömrü kısalmaktadır. Sıcaklığın artması TGO gelişimi ile birlikte kaplama kesitinde iç gerilmelerin artmasına neden olmakta ve dökülmelere yol açmaktadır [213].

Tablo 5.4. Termal bariyer kaplamaların termal çevrim test performanslarının karşılaştırılması [213]

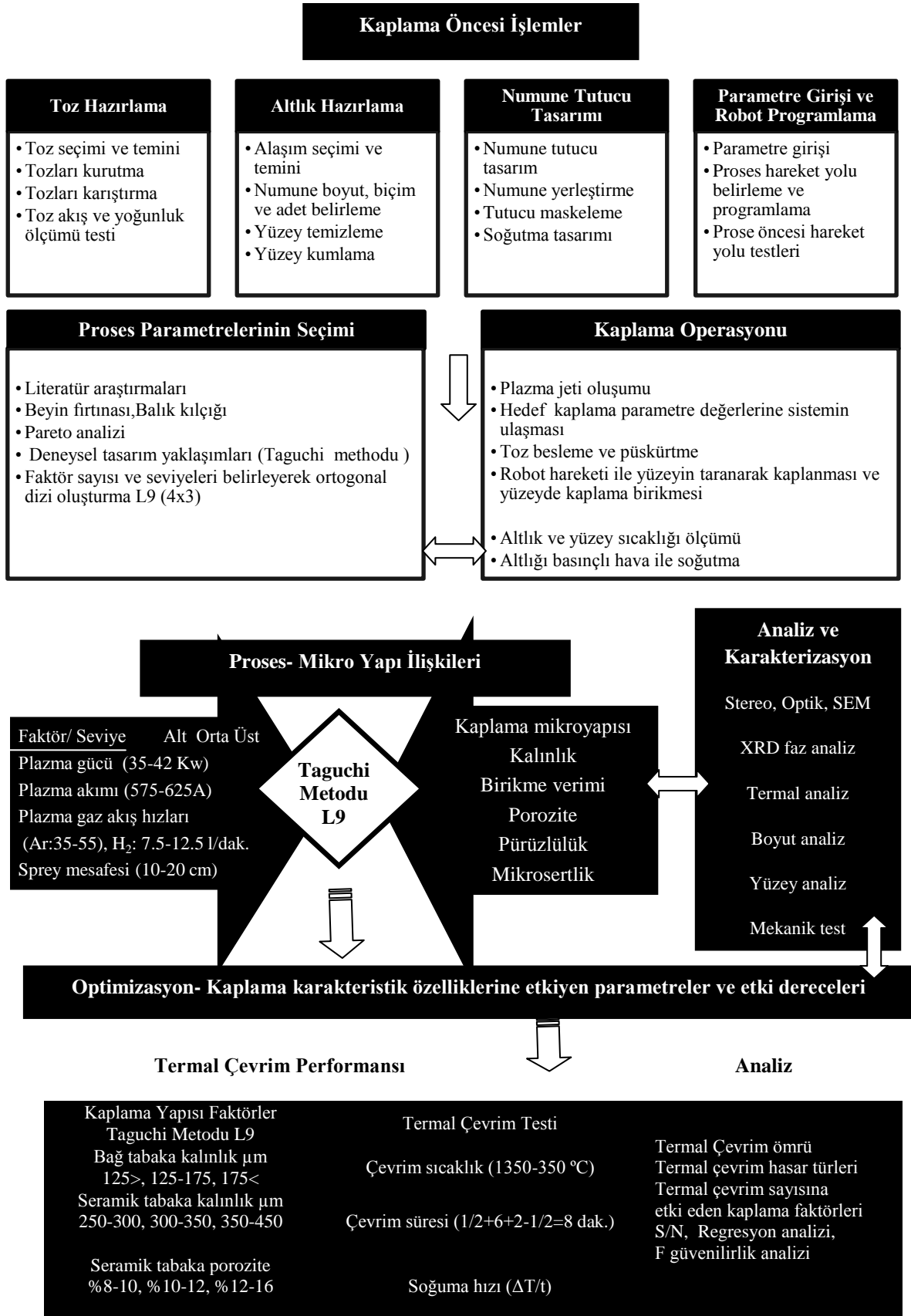
| TBK | Standart | Modifiye | Kalın | Yoğun | Poroz | Segmente | EB-PVD |
|------------------------|-----------|----------|-------|-------|-------|----------|-----------|
| T _{altlık} | 1016-1029 | 1052 | 1016 | 1044 | 1045 | 1053 | 1080 |
| T _{üst yüzey} | 1260 | 1256 | 1281 | 1244 | 1269 | 1225 | 1224-1336 |
| T _{arayüzey} | 1056-1061 | 1077 | 1036 | 1069 | 1070 | 1073 | 1108-1128 |
| Çevrim sayısı | 1116-1222 | 1728 | >1400 | 906 | 1733 | 688 | 655-300 |
| TGO (µm) | 6,4-7,2 | 7,3 | - | 6,8 | 6,3 | 4,4 | 2,6-4,8 |
| Kalınlık (µm) | 423 | 391 | - | 340 | 449 | 430 | 304-317 |

TGO tabakası oluşumunun yavaşlatılması, TGO kompozisyonun stabilitesi termal çevrim koşullarında kaplama dayanımı açısından oldukça önem taşımaktadır. Fırın testlerinde kaplama kalınlığının artması kaplama ömrünü kısaltmaktadır. Buna karşın segmente ve yoğun kaplamalarda ise performans artmaktadır. [209-213] Termal çevrim süresine bağlı olarak bağ tabaka ile seramik tabaka arayüzeyinde stabil olmayan oksit fazlarının oluşumu kaplamanın ayrılmasına ve/veya dökülmesine neden olmaktadır. Isı akışına, çıkılan sıcaklığa, kalma süresine ve soğutma ortam koşullarına bağlı olarak termal çevrim performansı değişmektedir [213].

BÖLÜM 6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1. Giriş

Deneysel çalışmalar; kaplama öncesi işlemler, kaplama işlemleri ve kaplama sonrası test ve karakterizasyon işlemleri olmak üzere üç aşamayı (Şekil 6.1.) kapsamaktadır. Ön hazırlık işlemleri sonrasında, APS proses parametreleri belirlenerek multicoat kaplama ünitesinde plazma sprey tabancası (F4MB) ile kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Taguchi L9 ortogonal dizileri (4 faktör x 3 seviye) kullanılarak deneysel tasarımlarda kaplama işlemleri farklı iki termal bariyer kaplama kompozisyonu (ağ.%7-8Y₂O₃-ZrO₂ ve ağ.%25 CeO₂-%2.5 Y₂O₃-ZrO₂ esaslı) ve farklı iki altlık malzemesi (AISI316, IN738) üzerinde üretimi ile proses parametrelerinin mikroyapıya etkilerinin belirlenmiştir. Optimizasyonu sonucu tekrarlanabilir kalitede kaplama üretimi gerçekleştirilmiştir. Kaplamalar üzerinde mikroyapı karakterizasyonu, yüzey analizi ve mekanik testler aracılığıyla kaplama-proses parametreleri arası ilişkileri ortaya çıkarılmıştır. IN738 altlık üzerinde kaplamaların termal çevrim koşullarında ömrünü ve hasar oluşumuna etkileyen faktörleri belirlemek amacıyla elde edilen optimum proses parametreleri ile L9 ortogonal dizilerinden yararlanılarak farklı bağ tabaka kalınlıklarında (125-175µm), farklı seramik tabaka kalınlıklarında (250-400 µm) ve farklı porozite oranlarında (%8-16) YSZ ve CSZ esaslı kaplamalar üretilmiştir. Termal çevrim koşullarında kaplamanın çevrim ömrüne etkisi incelenmiştir. Yüksek sıcaklıklarda izotermal ısıtma ve sıcak korozyon ortamlarında kaplamaların dayanım ve mikroyapısal özellikleri karşılaştırılmıştır. Porozite, kalınlık, kaplama birikme verimi, sertlik ve yapışma dayanımı özelliklerine etki eden proses parametreleri, sinyal/gürültü (S/N) oranları ve F güvenilirlik (Fisher Test) testleri yapılmıştır. Kaplamaların üretimi ve karakterizasyon çalışmaları Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü laboratuvarları ve Termal Sprey Teknolojileri Araştırma Merkezi'nde yapılmıştır.



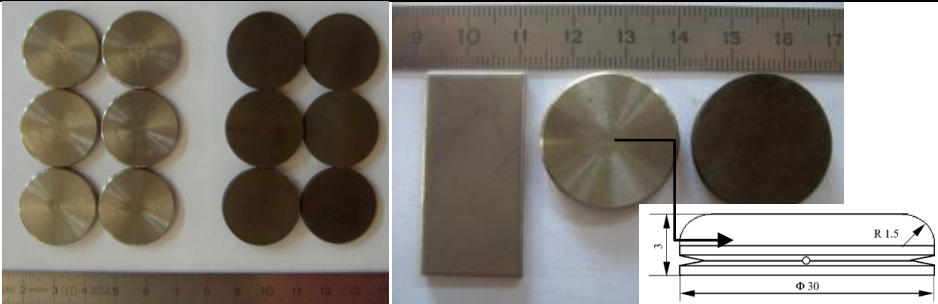
Şekil 6.1. Deneysel çalışma planı

6.2. Deneysel Kullanılan Malzemeler

6.2.1. Metalik esaslı türbin parçası (altlık) malzemeleri

Deneysel çalışmalarda altlık malzeme olarak yüksek sıcaklıklara dirençli iki tür alaşım kullanılmıştır. Inconel 738 nikel esaslı süper alaşım özellikle gaz türbin motorlarında türbin kesitlerinde çok uzun süre yüksek sıcaklığa maruz kalan türbin kanatçıklarında yaygın olarak kullanılan bir alaşımdır. AISI 316 östenitik paslanmaz çelik alaşım ise yüksek oksidasyon direnci nedeniyle altlık kompozisyonunun prosese etkisinin görülmesi amacıyla tercih edilmiştir. Deney numuneleri dikdörtgen (25x50mm) ve dairesel (25.4 mm çapında) formda olup, 4 mm kalınlığındadır. Tablo 6.1’de her iki alaşımın kimyasal kompozisyonu ve fiziksel özellikleri sergilenmektedir.

Tablo 6.1. Altlık malzemelerin kimyasal kompozisyonları ve fiziksel özellikleri [63, 65-67, 70,]

| Kimyasal Kompozisyon | | | | | | | | | | | | |
|--|----------------------------------|------------------------|---|--------------------------------|---------------------------------------|---------------------------|-----|-----|------|-------|------|-------|
| Alaşım | Standart | Cr | Co | Fe | W | Mo | Ti | Al | C | B | Ta | Ni |
| Nikel Esaslı Inconel Süper Alaşım | IN738 | 16 | 8.3 | 0.2 | 2.6 | 1.75 | 3.4 | 3.4 | 0.10 | 0.001 | 1.75 | kalan |
| Östenitik Paslanmaz Çelik | AISI 316 | 16.8 | - | kalan | - | 2.2 | - | - | 0.04 | - | - | 10.7 |
| Fiziksel Özellikler | | | | | | | | | | | | |
| Alaşım | Yoğunluk (kg/m ³) | Elastik Modül (GPa) | Termal Genleşme Katsayısı (1/°C) | Termal İletkenlik (W/mK) | Spesifik Isı Kapasitesi (J/kgK) | Ergime Noktası (°C) | | | | | | |
| IN738 | 8.23-8.44 x10 ³ | 211 | 12.8-14.3 x 10 ⁻⁶ | 9.8-11.4 | 401-435 | 1290-1350 | | | | | | |
| AISI316 | 8x10 ³ | 193 | 15.9 x 10 ⁻⁶ | 16.2 | 502 | 1375-1400 | | | | | | |
|  | | | | | | | | | | | | |

Yüksek sıcaklıklarda oksidasyon direnci açısından her iki alaşım kompozisyonu da yüksek oranda Cr (>%16) elementi içermektedir. Bunun yanında östenitik paslanmaz çeliklerde Ni, Mo elementleri, inconel süper alaşımında ise Co, W, Ta, Al, Ti gibi elementler yüksek sıcaklıklarda dayanım açısından önem taşımaktadır [65-68].

6.2.2. MCrAlY esaslı bağ tabaka malzemesi

Türbin alaşımı yüzeylerine termal bariyer kaplamaların uygulanmasında seramik tabakanın kaplanmasıdan önce bir ara bağ (yapışma) tabakası uygulanmaktadır. Bağ tabaka seramik tabakanın metalik esaslı altlık yüzeyine yapışmasını sağlamak ve yüksek sıcaklıklarda termal genişleme farklılığını azaltmak ve altlığın oksidasyon direncini artırmak amacıyla kullanılmaktadır. Bağ tabaka kaplama kompozisyonu MCrAlY esaslı olup M: Ni, Co veya bu elementlerin kombinasyonu şeklinde olabilmektedir. Kimyasal kompozisyonda Cr, Al ve Y elementleri özellikle oksijene karşı yüksek afiniteye sahiptir. Termodinamik açıdan kararlı oksit oluşumu sonucunda oksidasyon direncinin artmasına yardımcı olmaktadır [61-64]. Bağ tabaka kaplama malzemesi olarak deneysel çalışmalarda Amdry 962 (Sulzer Metco) kodu ile ticari olarak temin edilen NiCrAlY esaslı toz kullanılmıştır. Amdry 962 tozunun firma tarafından belirtilen kimyasal kompozisyonu ve teknik özellikleri Tablo 6.2.'de sergilenmektedir.

Tablo 6.2. MCrAlY bağ kaplama malzemesi kimyasal kompozisyonu, toz boyut dağılımı ve uygulamaları [90]

| MCrAlY | Ticari Kod | Kimyasal Kompozisyon (%ağ.) | | | | Uygulamalar |
|----------------|---------------------------------|-------------------------------|---------|--------------------|---|---|
| | | Ni | Cr | Al | Y | |
| NiCrAlY | Sulzer Metco Amdry 962 | kalan | 22 | 10 | 1 | GE B50A892 GE B50TF162 GE B50TF192, Class A Sneema DMR 33.090 Turbomeca LA 657 Ed. 1 PD2 Ind.0 Volvo PM 819-44 Williams WIMS 654, Class B |
| Toz Üretim | Toz Şekli | Toz Boyutu | Stok | Kaplama Prosesi | | |
| Gaz atomize | Küresel | D ₅₀ -75 +45 µm | 2.25 kg | Plazma Sprey | | |

6.2.3. Zirkonya esaslı termal bariyer kaplama malzemeleri

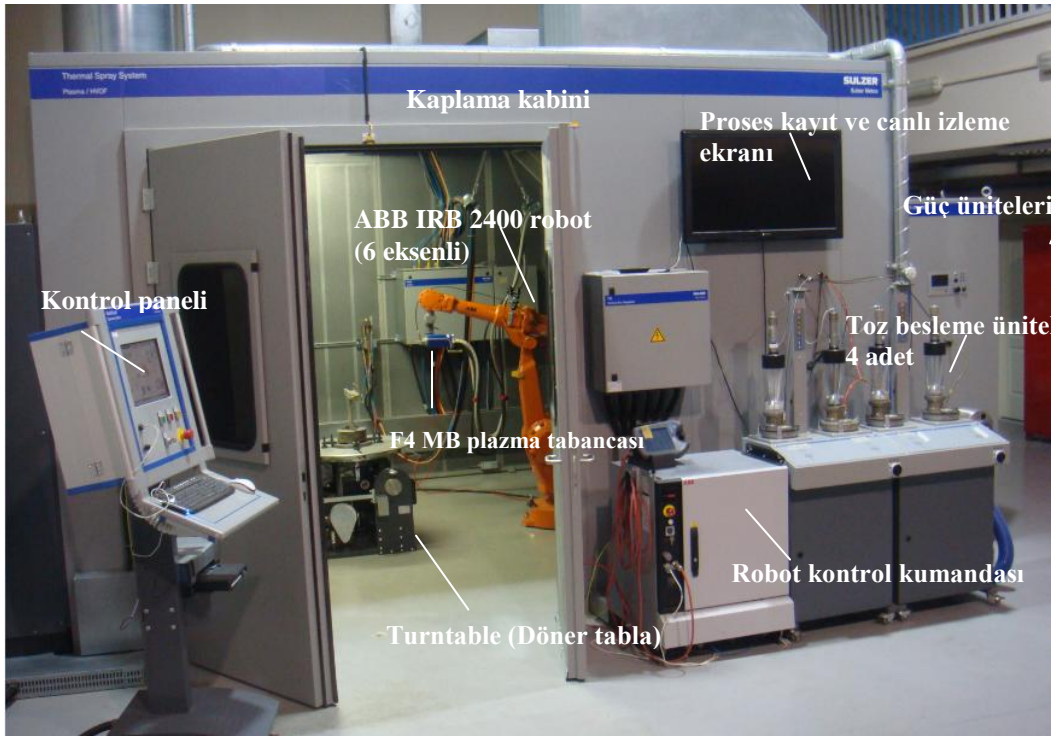
Genel olarak gaz türbin uygulamalarında en fazla tercih edilen termal bariyer kaplama malzemesi ağırlık %7-8 Y_2O_3 ile stabilize ZrO_2 (YSZ) olup, ağırlık %25 CeO_2 +%2.5 Y_2O_3 ile stabilize zirkonya (CSZ); sıcak korozyon direnci ve faz stabilitesi özellikleri ile YSZ'ye alternatif bir kaplama kompozisyonudur. Tablo 6.3'de YSZ ve CSZ esaslı kaplama malzemelerinin kimyasal kompozisyonları ve fiziksel özellikleri sergilenmektedir.

Tablo 6.3. Seramik kaplama malzemesi kimyasal kompozisyonu ve teknik özellikleri [14, 15, 61-64, 90]

| Kompozisyon | Kod | Kimyasal Kompozisyon (%ağı.) | | | Uygulamalar |
|---------------------------------|----------------------------------|--|--------------------------|----------------------|--|
| | | ZrO_2 | CeO_2 | Y_2O_3 | |
| ZrO_2 - Y_2O_3 | Sulzer Metco 204 NS | kalan | - | 8 | Chromalloy BZ-003 Type 52 GE A50TF278, Class B, S-1001 Honeywell M3978 Honeywell EMS 57750 Type I, C 1 Honeywell M3966, Type II Pratt & Whitney PWA 1375 U. S. Military Kelly AFB 97P1271 Volvo PM 819-20 Canada Pratt & Whitney CPW 673 GE A50TF278-50-S-4, Class B Honeywell EMS 57750, Type I, C 1 Pratt & Whitney PWA 1375 Siemens 83336AB, MS 201 |
| ZrO_2 - CeO_2 - Y_2O_3 | Sulzer Metco 205 NS | kalan | 25 | 2.5 | |
| Toz Üretim | Toz Şekli | Toz Boyutu | Stok | Kaplama Prosesi | |
| HOSP | Küresel | -125 +11 μ m | 2.25- 5.7 kg 5.67 kg | Plazma Sprey | |
| Tozların Fiziksel Özellikleri | | | | | |
| Seramik /Toz Kodu | YSZ/ 204NS ZrO_2 - Y_2O_3 | CSZ/ 205NS ZrO_2 - CeO_2 - Y_2O_3 | ZrO_2 | Y_2O_3 | CeO_2 |
| Yoğunluk (gr/cm^3) | 5.7-5.75 | > 6 | 5.68 123.218 g/mol | 5.03 225.81 g/mol | 7.65 172.115 g/mol |
| Termal iletkenlik (W/mK) | 1.8-2.2 | - | 1.8-2.2 | 8-12 | 2.77 |
| Termal genişleme ($10^{-6}K$) | 8-10.7 | 8-9 | 15.3 | 8.1 | 13 |
| Spesifik ısı ($J/kg K$) | 400-500 | - | ≈640 | - | ≈470 |
| Ergime Noktası (°C) | 2700 | 2400-2600 | 2700 | 2425-2439 | 2600 |

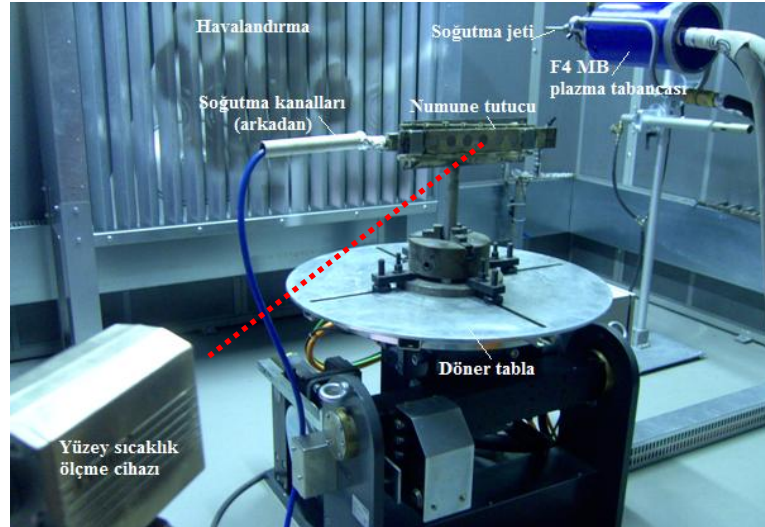
6.3. Kaplama Ünitesi ve Ekipmanları

Multicoat kaplama ünitesi (Sulzer METCO) bir kaç termal spreycaplama prosesinin (plazma spreycaplama, hvof, alev spreycaplama) tek kabin içinde çok amaçlı kullanımına olanak sağlayan teknik donanımlardan oluşmaktadır (Şekil 6.2.). Bunlar: kontrol paneli, plc kontrollü 6 eksenli bir robot ve döner tabla, robot kontrol kumandası, plazma tabancası, toz besleme ünitesidir. Bunun yanında sistem; güç sistemleri, elektrik ve gaz dağıtım merkezleri, kompresör, havalandırma, su filtre soğutma tesisat ve bağlantı ekipmanları içermektedir. Güç üniteleri TriStar IPS-500/200 model güç ünitesi 3x200 Volt, 3x352 Amper ve 50-60Hz frekans kapasitesine sahiptir.



Şekil 6.2. Multicoat (Sulzer Metco) kaplama ünitesi

Kaplama operasyonunun hassasiyeti ve homojen kaplama kalınlıklarının elde edilebilmesi amacıyla plazma tabancaları programlanabilir bir robot kolu üzerine sabitlenerek yüzeye püskürtme yapılmaktadır. ABB IRB 2400/16 IRC5 kontrol+flexpendant; 6 eksenli programlanabilir lojik kontrol (plc) sistemine ve yüksek hassasiyette konumlandırılabilme yeteneğine sahip bir robot kolu olup tekrarlanabilir kalitede kaplama üretiminde oldukça önem taşımaktadır. Kaplama esnasında kaplama yüzey sıcaklığı pirometre (LAND) ile ölçülmektedir (Şekil 6.3).



Şekil 6.3. Robot (ABB) koluna sabitlenmiş plazma tabancası ve döner tabla(Sulzer Metco)

6.3.1. Plazma Sprey tabancası

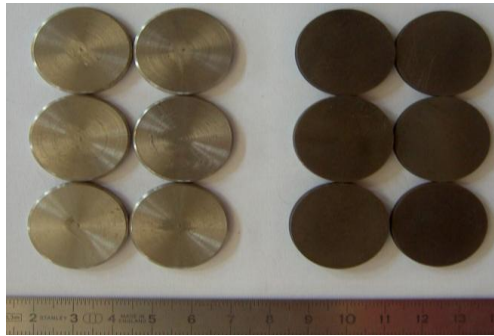
Termal bariyer kaplama üretimi için plazma sprej proseslerinde en yaygın kullanılan plazma tabancası F4MB (Sulzer Metco AG Switzerland) plazma tabancasıdır. F4MB tabancası 3 kg ağırlığında olup, 45-55 kW plazma gücüne sahip tek katod ve anod içeren elektrod sisteminden oluşmaktadır. Tabanca akışkan su ile soğutulmaktadır. Tabanca konfigürasyonunda; nozül ($\text{Ø}5\text{-}6\text{-}7\text{-}8$ mm), toz enjektör ($\text{Ø}1.5\text{-}1.8\text{-}2$ mm), enjektör tutucular ($75^\circ\text{-}90^\circ$ açılı) mevcuttur. Toz besleme Ar gazı ile yapılmaktadır. Püskürtme hızı 100 gr/dak'dır. F4 tabancası ile parçacık hızları 380 m/sn hızlara erişebilmektedir. F4 tabancasında çoğunlukla plazma oluşumunda kullanılan gazlar Ar-H₂ karışımıdır. Üretici firma parametreleri Ar/H₂>3.25 oranı olmasını önermektedir. En düşük sprej mesafesi 80 mm'dir.

6.4. Kaplama operasyonu öncesi altlık hazırlama işlemleri

Kaplama işlemlerinde kaplama öncesi işlemler kaplama yapışma kalitesi açısından önem taşımaktadır. Altlık yüzeyi temizleme ve yüzey kumlama aşamaları kaplamanın yüzeye iyi yapışma özelliklerini etkilemektedir. Yüzeylerde arzulanmayan oksit bileşikleri, yağ ve çeşitli kirliliklerin giderilmesi ve kumlama işlemi yüzeyin homojen bir şekilde pürüzlendirilmesi yapışma için uygun bir yüzey elde edilmesine olanak sağlamaktadır [214-217].

6.4.1. Yüzey temizleme

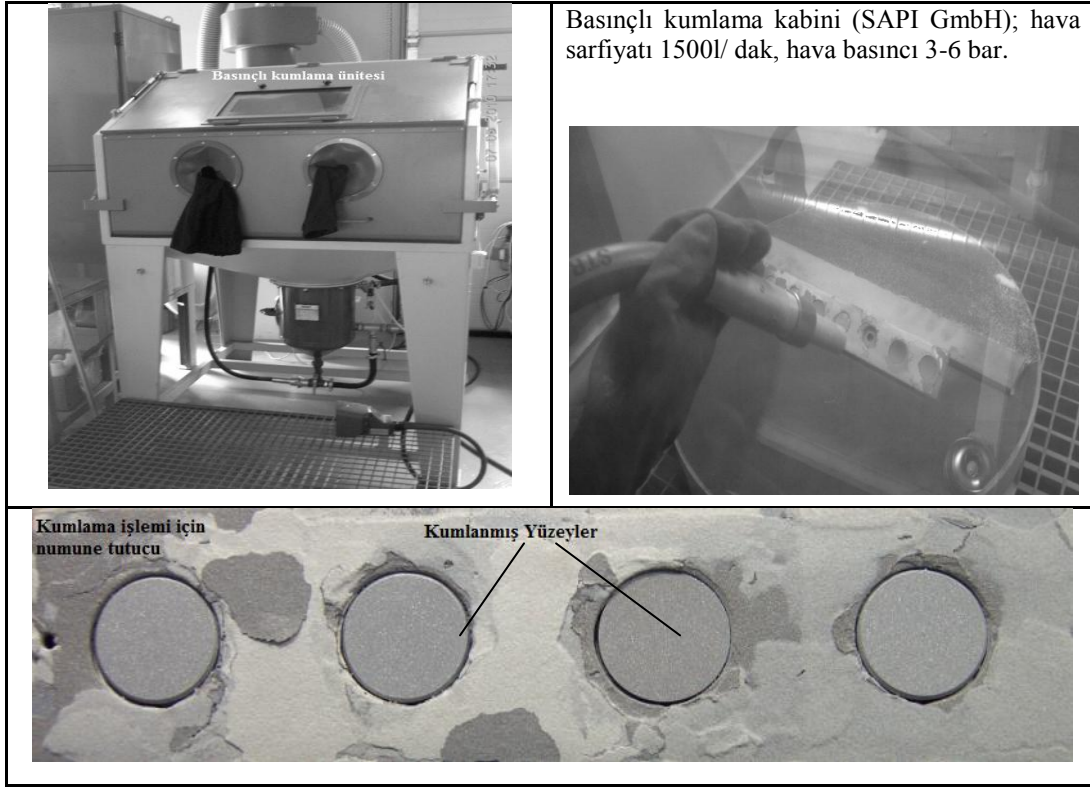
Kaplama öncesi metalik (AISI 316, IN738) numune yüzeyleri ultrasonik banyoda 1 saat bekletildikten sonra çıkarılarak etil alkole batırılarak 2 dakika bekletilip akışkan su ile yıkandıktan sonra kurutulmakta (ASTM E337), ve hava almayacak şekilde numune saklama kutularında muhafaza edilmektedir. Ultrasonik temizleme sisteminde bir sıvı içine koyulan numunelere yüksek frekanslı ses dalgaları (30000 Hz.) gönderilerek yüzeyde yüksek basınç dalgaları oluşturmakta ve kirliliklerin yüzeyden ayrılmasına (ASTM 4285), neden olmaktadır. Şekil 6.4'de kumlama öncesi yüzey temizliği (BS EN 13507: 2010) yapılmış numune görüntüleri görülmektedir.



Şekil 6.4. Yüzeyleri temizlenmiş numuneler

6.4.2. Yüzey kumlama

Kaplamaların altlık yüzeyine iyi yapışması için numune yüzeylerine kumlama yapılarak yüzeyde pürüzlülük oluşturulmaktadır. Kumlama kabini (Şekil 6.5.) içinde numune tutucuya yerleştirilen numunelerin kumlama işlemi: 3 bar basınç, 75° açı ve 200 mm mesafeden Al₂O₃ (60-80 mesh) ile kumlama yapılmıştır. Tekrarlanabilir ölçülerde yüzey pürüzlülüğü (Ra:4 µm) elde edilmiştir. Yüzey pürüzlülük Ra değerinin yüksek olması artık gerilmeleri artırmakta ve yapışma dayanımı azaltmaktadır. Kumlama basıncının artması yüzey pürüzlülük (Ra) değerini artırmaktadır. Ra>7 µm olması halinde artık gerilmeler en üst seviyeye çıkmaktadır. Yapışma mukavemeti açısından 75-90° açılarda kumlama işleminde ara yüzeyde daha az kirlilik gözlenmektedir. Kumlama sonrasında yüzeye basınçlı hava püskürtülerek artık parçalar uzaklaştırılmaktadır. ASTM 4417 yüzey temizliği esaslarına bağlı olarak kumlama ile kaplama başlama süresi arası en fazla 15 dakika olacak şekilde belirlenmiştir [214-218]].



Şekil 6.5. Kumlama ünitesi ve kumlama sonrası numune yüzey görüntüleri

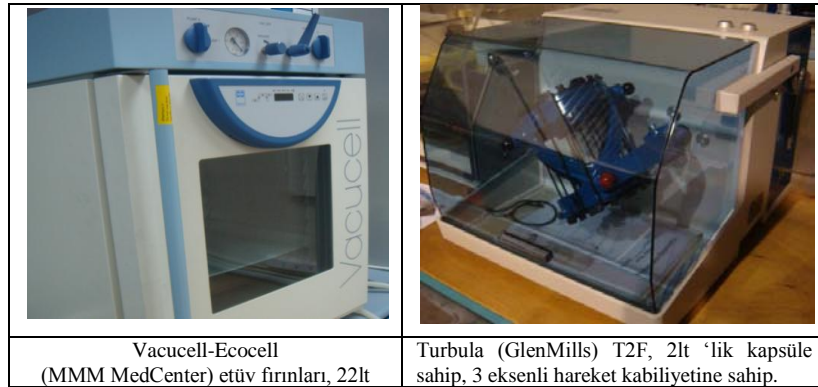
6.5. Kaplama Operasyonu Öncesi Tozların Hazırlanması

Kaplama operasyonuna başlamadan önce kaplama tozlarına bir takım ön hazırlık işlemleri uygulanmaktadır. Tozların kurutulması ve tozların karıştırılması kaplama mikro yapı özellikleri açısından önem taşımaktadır. Homojen dağılmış bir toz karışımının toz enjektöründen beslenmesi plazma jeti içinde homojen bir ergime davranışına yardımcı olmaktadır. Bu durum kaplama kalitesi açısından önem taşımaktadır. Toz boyut dağılımını belirlemek amacıyla lazer ile toz boyut dağılımı analizi yapılmaktadır.

6.5.1. Tozların kurutulması ve karıştırılması

Bağ tabaka ve seramik tabaka kaplama tozları kaplama prosesi öncesinde 4 saat 75-100 °C de etüv fırınında (Şekil 6.6a.) kurutulmaktadır. Toz morfolojisine bağlı olarak nem ve uçucu bileşikler uzaklaştırılarak tozların birbirine topaklanması engellenmeye ve akış özellikleri iyileştirilmeye çalışılmaktadır. Stok kutularında uzun süre bekleyen tozların plazma jetine beslenmesi esnasında homojen olmayan bir besleme söz konusu olabilmektedir. Tozların karışabilirliği tozların akış özelliklerine bağlıdır. Toz kütlesi akış kabiliyeti yüksek ise karışabilirliği de o kadar

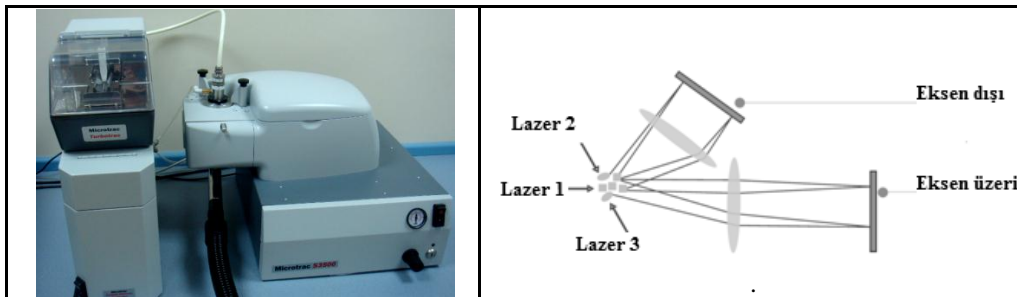
fazladır. Ayrıca karışma sırasında partiküllerin kazanacağı elektrik yükü de karışmada etkilidir. Toz kütlesi elektriksel olarak ne kadar az yüklenirse, o kadar iyi karışacaktır. Pratikte toz kütlelerinin iyi karışmasını sağlamak için uzun süre karıştırmak gerekmektedir. Şekil 6.6b'de görüleceği üzere kaplamada kullanılan tozlar, toz karıştırma cihazında (Turbula) iki saat karıştırılarak homojen boyutsal bir dağılıma ulaştırılarak toz besleme ünitesine yerleştirilmektedir.



Şekil 6.6. Tozların a.kurutulmasında kullanılan etüv fırını b. karıştırılması

6.5.2. Toz boyut analizi

Termal bariyer kaplama üretiminde kullanılacak tozların boyutları ve boyut dağılımları, plazma jeti içinde uçuş davranışlarını etkilemektedir. Toz boyutlarının çok küçük veya büyük boyutlu olması ile homojen olmayan bir toz boyut dağılımı kaplama birikme verimini ve kaplama özelliklerini olumsuz etkilemektedir. Deneysel çalışmalarda lazer ile toz boyut analiz cihazı Microtrac S3500 (ISO 13320-1) kullanılmıştır. Lazer ile toz parçacık boyut analizi ölçme cihazı 0.02- 2800 μm aralığında ölçüm yapılabilmektedir. Lazer dalga boyu 780nm, Lazer gücü: 30mW, İşlem süresi 10-30sn.



Şekil 6.7. Lazer toz boyut analizi ölçüm cihazı ve ölçüm tekniği

Kaplama tozları ticari ürünler olmasına ve boyut aralığı verilmesine karşın boyut dağılımının kontrolü proses kalitesi açısından önemlidir. Stoktan kutusundan rastgele alınan 50 gr'lık bir yığın cihazın haznesine yerleştirilmekte ve vakum ile içeri çekilen tozlar uçuşları esnasında lazer ışınları ile çarpışmakta ve lazer ışınlarının saçılmasına neden olmaktadır. Toz parçacıklar (refraktif indeks ve toz şekline bağlı olarak) ile etkileşime giren lazer (3 adet) ışınlarının saçılması (0°-160° aralığında) sonucu yansımalar iki adet dedektör aracılığıyla Mie teorisine göre ölçüm yapılmaktadır. Birincil lazer (eksen üzeri) ile lazer demeti ekseni üzerinde 60° ye kadar saçılmalar, ikinci lazer (eksen dışı) ile 60° üzeri yansıma ve saçılmalar ölçülmektedir. Üçüncü lazer aracılığıyla ise geri saçılan yansımalar ölçülmektedir [278]. Veriler istatistiksel olarak değerlendirilerek toz boyut dağılım grafiğini ve ortalama toz boyut aralıklarını (D_{10} , D_{50} , D_{90}) ve % ağırlık oranlarını veren sonuç raporunu ortaya çıkartmaktadır.

6.5.3. Kaplama tozlarının akış özellikleri ve yoğunluk ölçümü

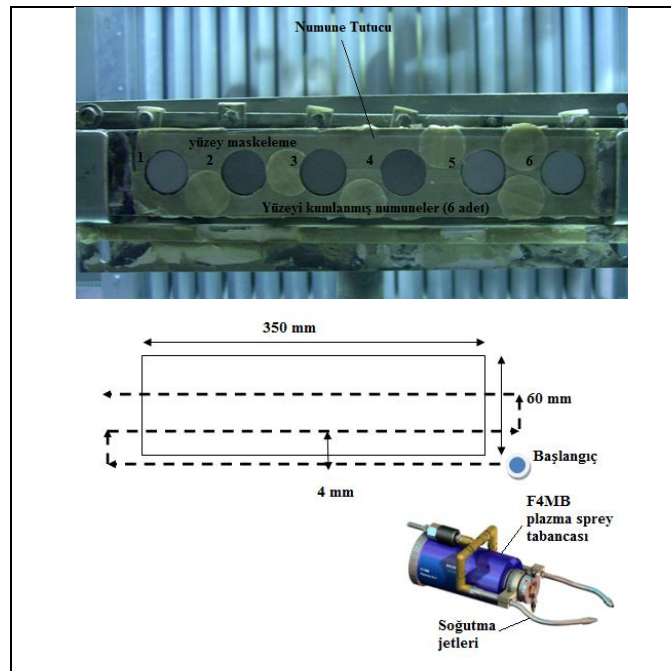
EN ISO4490 standartına göre toz akış ölçümü için toz stok kutusundan 50 gr'lık bir örnek alınarak test aparatının üzerindeki akış hunisinden boşaltılmaktadır. Tozun huniden boşalma süresi (hassasiyet 0.01sn) belirlenerek akış süresine bağlı olarak akış davranışı karakterize edilmektedir. En az 10 ölçüm sonucu alınarak ortalama alınması önerilmektedir. Test sonrası akış hunisi basınçlı hava ve alkol ile temizlenerek test tekrarlanmaktadır. DIN ISO 3923-2 standardı akışkan toz parçacıkların görünür yoğunluğunun belirlenmesinde pratik olarak kullanılan bir yöntemdir. Toz parçacık boyut dağılımında ve yapısında küçük farklılıklar da toz görünür yoğunluğuna etki eden faktörler arasındadır. Toz görünür yoğunluk ölçüm ünitesi üs tarafında huniden toz boşaltılarak alt tarafa yerleştirilmiş olan toz birikme kutusuna dolduktan sonra tartılmaktadır. En az 100 cm³ toz kullanılması gerekmektedir. Ölçüm sayısı artırılarak ortalama bir değer elde edilmektedir. Tartım için 0.05 gr hassasiyette terazi kullanılması gerekmektedir (Şekil 6.8).



Şekil 6.8. Kaplama tozlarının akış ve yoğunluk ölçümü ünitesi

6.6. Kaplama Operasyonu ve Tabanca Hareketi

Kumlanmış numunelerin kaplama operasyonu için özel bir numune tutucu tasarımı yapılmıştır. Proses esnasında tutucu ile numuneler arasında ısı transferinin azaltmak amacıyla arkadan soğutma kanalları açılarak homojen bir şekilde soğutma uygulanmıştır. Numune tutucu ön yüzeyinde ise operasyon sonrası yeni numunelerin kolaylıkla takılıp sökülmesi için numune tutucu yüzeyleri ısıya dirençli bantlar ile maskelenmiştir (Şekil 6.9).



Şekil 6.9. Numune tutucu ve plazma tabancasının yüzeyde ilerleme yolu

Numune tutucuya yerleştirilen numune yüzeylerinde plazma tabancasının 1 paso hareketi Şekil 6.9'da görülmektedir. Kaplamaların üretimi esnasında plazma tabancası yüzeyi labirent modelinde 4 mm aralıklar ile taramaktadır. Kaplama yolu numune tutucuya yerleştirilen numune sayısına (6 adet) bağlı olarak 60x350 mm olacak şekilde belirlenmiştir. Kaplama yüzeyinde paso sayısına, besleme miktarına, tabancanın yüzeye göre relatif hızına bağlı olarak kalınlığı değiştirilmektedir. Kaplama esnasında ön soğutma jetleri ile soğutma (2 bar basınçlı hava) uygulanmaktadır.

6.7. Analiz, Karakterizasyon Yöntem ve Ekipmanları

Proses parametreleri ile mikroyapı ilişkilerinin ortaya çıkarılmasında en önemli aşama analiz ve karakterizasyon aşamasıdır. Proses sonrası ve termal çevrim sonrası kaplamaların üst yüzey analizinde makro yüzey görüntüleri için stereo mikroskop (SM), yüzey pürüzlülüğünün belirlenmesi için yüzey profilometresi ile pürüzlülük değerleri (R_a, R_z, R_{max}) ölçülmüştür. Kaplama kesiti incelemelerinde (termal çevrim öncesi ve sonrası) numuneler metalografik hazırlık işlemlerinden (kesme, kalıplama, zımparalama ve parlatma) geçerek, optik mikroskop (SM) ve element analizi (EDX) yapabilen taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapı kesitleri incelenmiş, görüntü analizi kullanılarak porozite, oksit, ergimemiş parçacık mikro ve makro çatlak incelemeleri yapılmıştır. Termal spreyci prosesleri ile üretilen kaplamaların metalografisi oldukça hassas olup birçok detay içermektedir. Metalografik olarak mikroyapı hazırlama hassasiyeti ölçüm sonuçlarının güvenilirliği açısından oldukça önem taşımaktadır. Kaplama kalınlıkları ölçümü proses sonrasında ön kontrol amacıyla girdap akımları metoduyla, metalografik numune hazırlama sonrasında ise optik mikroskopta (OM) görüntü analizi yardımı ile ölçülmüştür. Birikme verimi hesaplamaları, toz besleme miktarı ve kaplama ağırlığı, proses süresi ilişkileri doğrultusunda hesaplanmıştır. Kaplamalarda kristal yapı, faz türleri ve faz dönüşümleri x-ışınları difraksiyon metodu (XRD, Cu $K\alpha$) ile belirlenmiştir.

6.7.1. Metalografik numune hazırlama

Kaplamaların heterojen bir yapıya sahip olması, kaplama mikroyapısında çeşitli boyut ve dağılımda çatlak porozite, oksit, ergimemiş veya kısmi ergimiş parçacık bulunması metalografik hazırlığın önemini ortaya çıkartmaktadır. Yanlış bir kesme,

kalıplama, zımparalama ve parlatma işlem prosedürü sonucu gerçek mikroyapının görüntülenmesini zorlaştırmakta ve hatalı görüntü oluşumuna sebep olabilmektedir. Bu nedenle TBK'nın metalografisinde metalografik numune kalitesini etkileyen faktörlerin belirlenmesi ve titizlikle uygulama yapılması gerekmektedir. Kaplamaların metalografik kalitesini etkileyen en önemli faktörler metalografiyi yapan kişinin bilgi ve tecrübesi başta olmak üzere, hassas ve uygun işlem kabiliyetine sahip ekipman, cihaz ve sarf malzemelerin uygun işlem prosedürü ile titizlikle uygulanması gerekmektedir. Örneğin kesme işlemi yapılırken püskürtme yönünde kesme diskinin hareketi kaplama yapısında çatlakların gelişimini ve kaplama yapısında lamellerin ayrılmalara yol açabilmektedir. Seramik tabakanın kesilmesi esnasında yüzey çatlak ve por morfolojisi yeni süreksizlik ve hataların oluşumunu etkileyebilmekte veya belirli bir tabakanın yüzeyden kontrolsüz bir şekilde uzaklaşmasına neden olabilmektedir. Bu nedenle hassas dönerik ilerleyen ve ince kesme diskleri (Al_2O_3) ile çalışılması tavsiye edilmektedir. Yanlış disk veya gereğinden kalın disk kullanımı aşırı ısınma, deformasyon ve kaba kesit yüzeylerinin oluşmasına neden olmaktadır. Soğutucu sıvı kullanılması yüzeyden ısının uzaklaşmasına yardımcı olmakta ve kesmeyi kolaylaştırmaktadır. Kesme işlemine seramik tabakadan başlanması ve yüzeyin kesme hareketine dik olması ve işlemin tekrarlanabilirliği açısından otomatik kesme ünitelerinin kullanılması tavsiye edilmektedir. Rotasyon hızı, kesme kuvveti ve işlem süresi önemli parametrelerdir. Bunun dışında kesme işlemi için numunenin soğuk kalıba alınarak kesmenin daha faydalı olduğu belirtilmektedir. Kalıplama işleminde özellikle seramik tabakanın metalografisinde soğuk kalıba alınması tavsiye edilmektedir. Sıcak bakalite alma işlemi esnasında ısıtma ve basınç etkisiyle porozite yapısı ve çatlak yapısı önemli ölçüde etkilenmektedir. Soğuk bakalite alma işlemi vakum altında yapılması bakalit içinde hava kabarcıklarını önlemektedir. Kaba ve ince zımparalama aşamalarında uygun olmayan parametreler yüzeyin eğimini, yüzeyde ağzı açık porozite boyutunun genişlemesine ve deformasyona neden olabilmektedir. SiC, Al_2O_3 ve ZrO_2 abrasif aşındırıcılar kullanılmasına otomatik zımparalama cihazlarında manyetik elmas diskler ile zımparalama hassas bir şekilde yapılabilmektedir. Parlatma aşamasında sırasıyla 9µm, 3µm ve 1µm elmas pasta veya solüsyonlar kaplama mikro yapısının ortaya çıkmasını sağlamaktadır [219-222].

6.7.1.1. Numune kesme

Büyük boyutlu ve kalın kesitli metalik esaslı altlık parçaların kesiminde genel amaçlı kullanılan kesme sistemi tercih edilmesine karşın plazma sprej prosesi ile üretilen seramik kaplamalı numunelerin kesimi esnasında hasara ve deformasyona uğramasını engellemek amacıyla hassas kesme (μm hassasiyeti) ünitesi kullanılmıştır. Kesme işlemi Accutom-5 (Struers) hassas kesme ünitesinde gerçekleştirilmiştir. Kesme esnasında bor katkılı su karışımı kullanılmıştır. Elmas disk (452Ca), 0.1 mm/sn ilerleme hızında, 2700 dev/dak. rotasyon hızında ve orta seviye kuvvet ile otomatik lineer olarak ilerleyerek kesimi tek aşamada tamamlanmıştır. Termal çevrim testlerine giren kaplanmış numunelerin kesimi için test sonrası kaplama dökülmelerini ve ayrılmaları engellemek için soğuk kalıba alındıktan sonra kesme işlemi tamamlanmıştır.

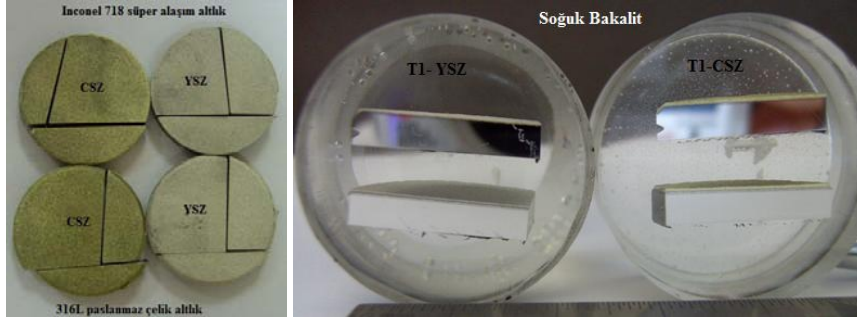
6.7.1.2. Numune bakalite alma

Seramik esaslı kaplamaların kırılğan yapısal özellikleri nedeniyle soğuk kalıba alma yöntemi tercih edilmektedir. Yüksek oranda porozite içeren numunelerin vakum ortamında soğuk kalıplanmasında Epovac (Struers) cihazı ile vakum altında şeffaf ve yavaş katılaşılan epofix reçine ve sertleştirici karışımı (25/3 hacim oranında) 3 dakika boyunca viskoz özellikleri kazanana kadar karıştırıldıktan sonra numune kalıpları (\emptyset 25 mm) içine emdirilmektedir. 8-12 saat bekleme sonrası kalıptan çıkarılmıştır (6.10b).

6.7.1.3. Numune zımparalama ve parlatma sistemleri

Numune zımparalama ve parlatma aşamasında TegraForce-5 hem tek tek, hem çok sayıda numunenin aynı anda metalografik incelemelere hazırlanmasında kullanılmıştır. Bu sistemde baskı gücünün her bir numune üzerine ayrı olarak uygulandığı tekli numune hazırlama sistemi ile max. 6 adede kadar numune hazırlanabilmektedir. Kalıplanmış numuneler numune tutucuya yerleştirildikten sonra belirlenmiş uygun parametreler (Tablo 6.4.) ile numune yüzeyleri zımparalanmış ve ardından parlatılmıştır. Zımparalama ve parlatma kademeleri arasında su, alkol ile yıkama ve kurutma uygulanarak yüzey bulaşmaları engellenmeye çalışılmıştır. Zımparalama aşamasında 220-600-1200(mesh) numaralı

manyetik diskler kullanılmıştır. Uygulamada kullanılan basınç, dönme hızı ve süresi kesit görüntülerine bağlı olarak belirlemiştir. Parlatma aşamasında sırasıyla 9-3-1 μ m boyutlarında elmas aşındırıcı içeren solüsyonlar kullanılmıştır.



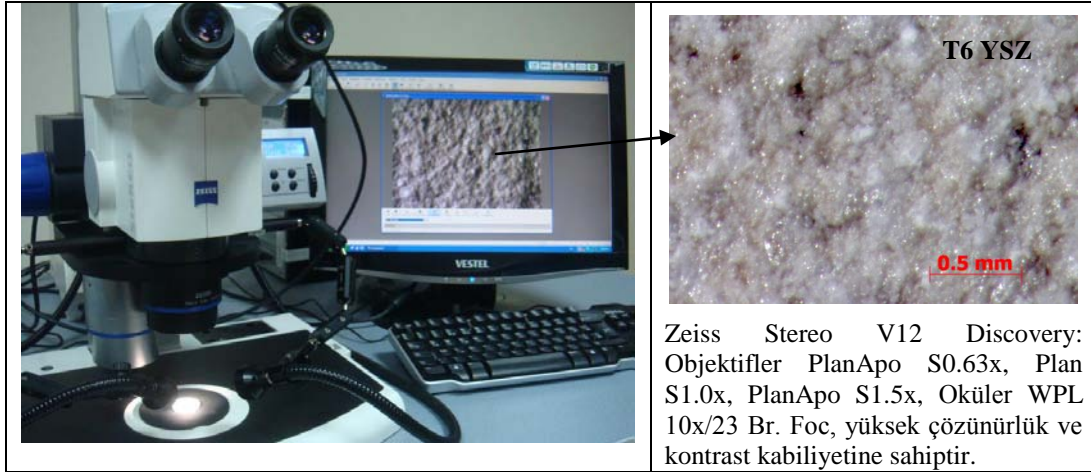
Şekil 6.10. a. Hassas kesme sonrası numune, b. soğuk kalıpta parlatılmış numuneler

Tablo 6.4. Zımparalama ve parlatma parametre değerleri

| Zımparalama Aşaması | | | | | |
|---------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------------|--------------|-----------|
| Zımpara (mesh) | Basınç (N/mm ²) | Rotasyon Hızı (rpm) | Süre (sn) | Su kullanımı | |
| MD Piano 220 | 40 | 150 | 120 | + | |
| 600 | 40 | | | + | |
| 1200 | 40 | | | + | |
| Parlatma Aşaması | | | | | |
| Marka (Struers) | Kumaş Türü | Elmas boyutu | Basınç (N/mm ²) | Hız (rpm) | Süre (sn) |
| MD Allegro | Dia Pro Allegro | 9 μ m | 35 | 300 | 180 |
| MD Dac | Dia Pro Dac | 3 μ m | | | 120 |
| MD Nap | Dia Pro Nap | 1 μ m | | | |

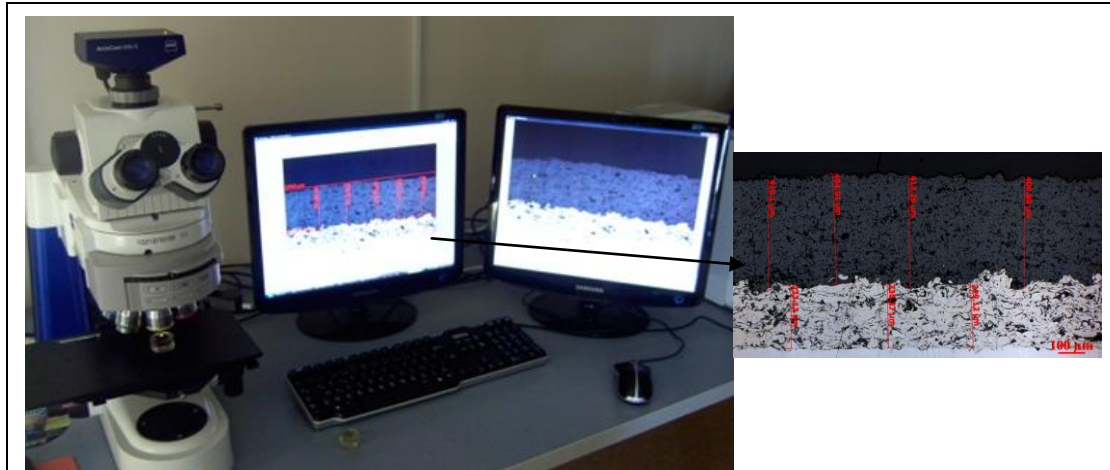
6.7.2. Kaplamaların karakterizasyonunda kullanılan mikroskoplar

Plazma sprey prosesi ile üretilmiş ve/veya test edilmiş kaplamaların metalografik numune hazırlama aşamasından sonraki en önemli aşaması mikroskop çalışmalarıdır [223-226]. Yüzey ve kesit görüntülerinin alınması için stereo (Şekil 6.11), optik ve elektron mikroskobu ile birlikte görüntü analizi yazılımları kullanılmıştır. APS ile üretilmiş kaplamaların makro üst yüzey morfolojisinin incelemesinde stereo mikroskop (Zeiss Stereo V12 mikroskop) kullanılmıştır.



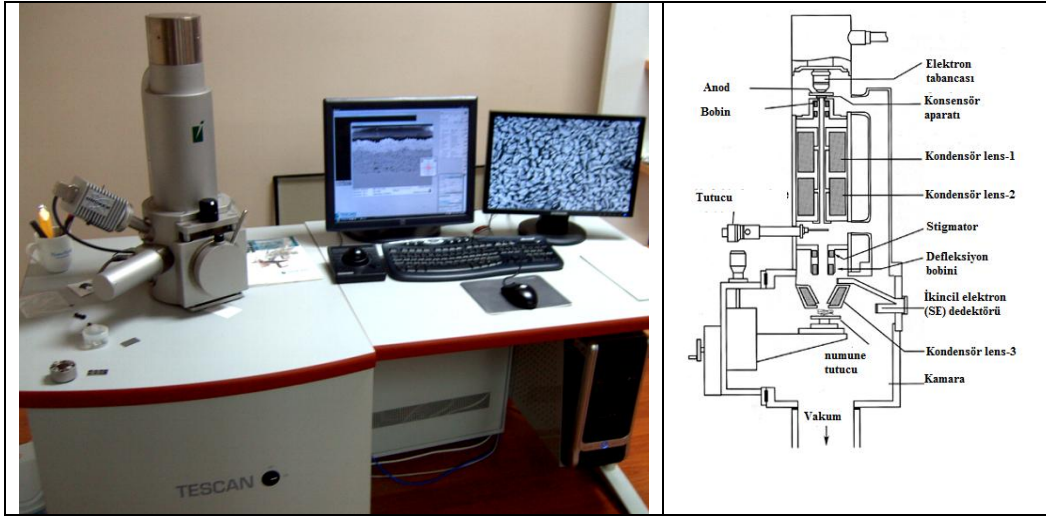
Şekil 6.11. Stereo mikroskop ve makro üst yüzey görüntüsü

Kaplamaların kesit incelemelerinde Şekil 6.12’de görülen optik mikroskop (Zeiss AXIO A1) kullanılmıştır. Kalınlık ölçümleri Axiovision Rel. 4.7 görüntü analiz yazılımı ile yapılmıştır. Optik mikroskop ile kaplamanın mikroyapı fotoğrafı uygun büyütmede (100X-200X) çekildikten sonra 6 farklı kesitten kaplama kalınlığı görüntü analizi programı ile ölçülmüştür. Kaplama değerlerinin ortalaması alınarak ortalama kaplama kalınlığı belirlenmiştir [226].



Şekil 6.12. Optik mikroskop özellikleri ve kalınlık ölçümü

Mikro yapı kesit ve üst yüzey incelemelerinde elektron mikroskobu kullanılmıştır [227]. Tescan taramalı elektron mikroskobu (Şekil 6.13.) tungsten filamanlı, 5-10-15-30 kV, 1000kx büyütme kabiliyetine sahip, üç seviye (yüksek; 9×10^{-3} Pa, orta; 3-150 Pa, düşük; 3- 500Pa) vakum alma kabiliyetine sahiptir.



Şekil 6.13. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

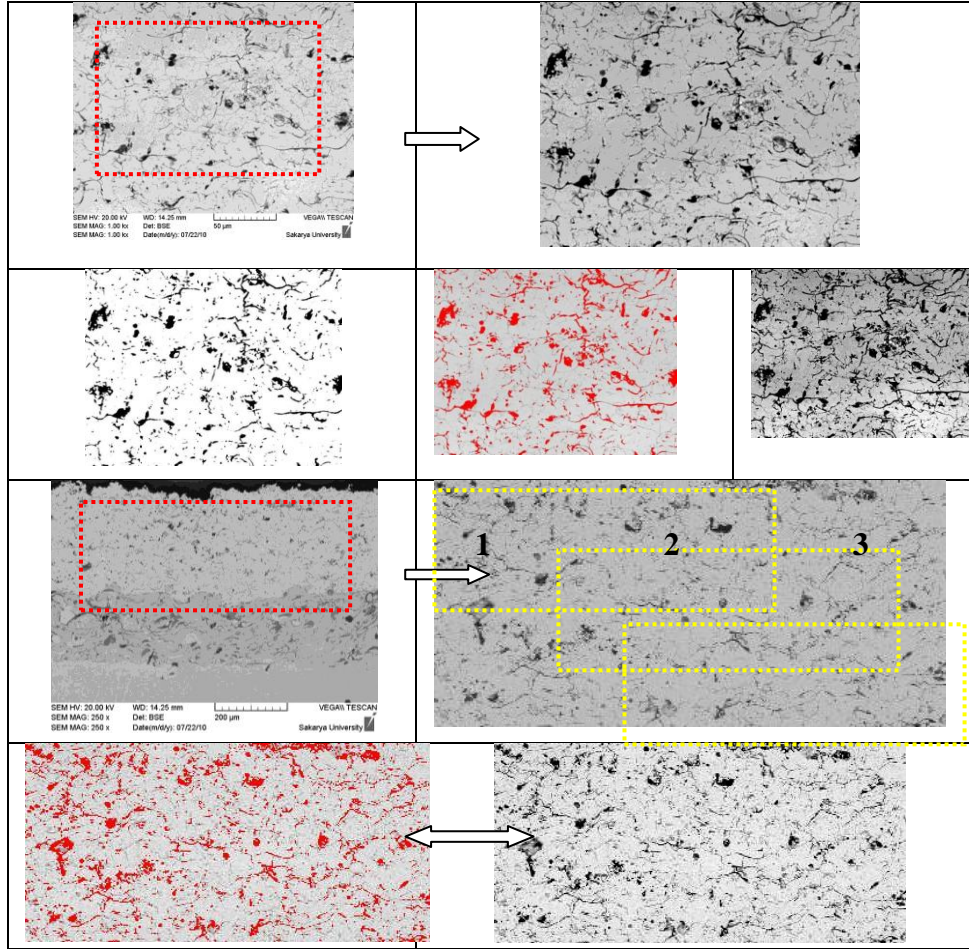
Seramik kaplamaların görüntülenmesinde orta yüksek vakum basınçlarında çalışılmıştır. Kaplamaların üst yüzey ve kesit farklı büyütmelerde görüntüleri SEM ile incelenmiştir. Bunun yanı sıra element analizleri EDX ile bölgesel, çizgisel ve noktasal ölçümler alınmıştır.

6.7.3. Kantitatif faz analizi

Plazma sprej ile üretilmiş kaplamaların termal çevrim öncesi ve sonrası kaplamaların faz analizinde X-ışınları kırınım (XRD) yöntemi kullanılmıştır. Numune üzerine gönderilen dalga boyu bilinen x-ışınları farklı açılarda Bragg kanununa ($n\lambda=2d\sin\theta$) göre malzemedeki düzlemler tarafından kırınıma uğratarak faz analiz patternleri oluşturulur. Kaplamaların XRD analizleri (Rigaku XRD-D/MAX/2200/PC cihazında) 2θ : $10-90^\circ$ aralığında Cu $K\alpha$ (40 kV, 36mA) radyasyonu ile $2^\circ/\text{dak.}$ hızda ilerleyerek gerçekleştirilmiştir. Zirkonyanın kantitatif faz analizi sonucunda tetragonal (t), monoklinik (m) ve kübik (k) faz oranları belirlenmiştir. Adımlı tarama tekniği ile düşük açılarda 2θ : $27-32^\circ$ açılarda t(111), k(111) ve m(111) ile m(111') pikleri, yüksek açılarda 2θ : $71-76^\circ$ açılarda t(400), t(004), k(400) pikleri göz önüne alınarak aşağıdaki formülasyona bağlı olarak monoklinik faz oranı hesaplanmıştır [228-230].

$$X_m = \frac{I_m(111) + I_m(111')}{I_m(111) + I_m(111') + I_{kt}(111)}$$

Eşitlik 6.1.



Şekil 6.15. Görüntü analizi ile porozite ölçüm cihazı

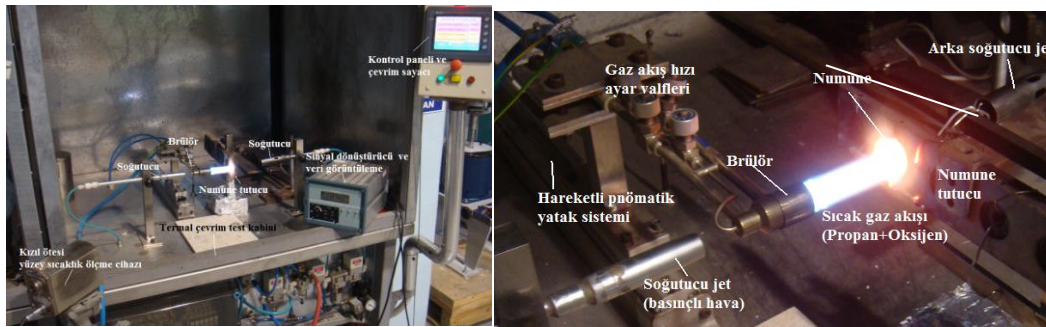
6.11. Birikme verimi ölçümü

Birikme verimi hesaplamaları altlık üzerinde proses süresince biriken kaplama ağırlığı (gr/dak) / toz besleme miktarı (gr/dak) oranı ile yapılmaktadır. Kaplamaların birikme verimi DIN EN ISO 17836 standartlarına bağlı olarak ölçülmüştür [237].

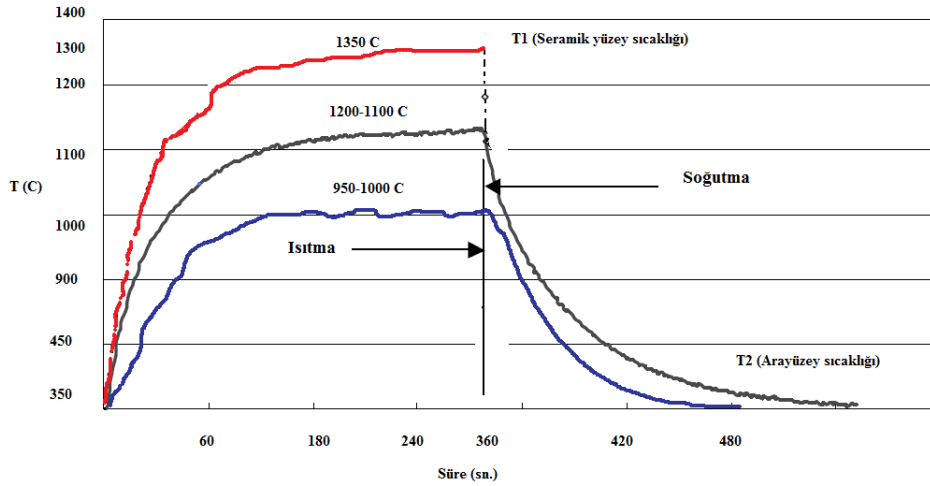
6.12. Termal çevrim testi

Termal çevrim testleri ile termal bariyer kaplamaların tekrarlı yüksek termal gradyentler etkisi altında çevrim ömrü belirlenmektedir. Bu test gaz türbin motorlarında yüksek sıcaklığa maruz kalan türbin kanadı gibi iş parçalarının maruz kaldığı çalışma şartlarını simule etmektedir [238]. Bir termal çevrim üç aşamadan meydana gelmektedir: ilk aşama kaplanmış numunenin ön yüzeyinde sıcaklığın belirlenen test sıcaklığına hızla ulaşması, ulaşılan sıcaklıkta belirli bir süre beklemesi ve yüksek test sıcaklığından düşük test sıcaklığına hızla soğuması şeklindedir.

Ardından ikinci çevrim için numune yeniden ısıtılmaya başlanmaktadır. Termal çevrimler esnasında meydana gelen gerilmeler kaplamanın altlık veya ara yüzeylerden ayrılmasına, dökülmesine neden olmaktadır. Kaplamanın termal çevrim ömrü test sıcaklığı ve belirlenmiş test sıcaklığında bekleme süresine bağlı olarak kaplamanın toplam yüzey alanından yüzdesel (%10) oranda dökülmesine, gözle görülür bir çatlak oluşumuna karşılık gelen çevrim sayısı ile sona erdirilmiştir. Termal çevrim testinde ünitesinde pnömomatik bir yatak üzerinde lineer hareket eden brülörde propan+oksijen+hava gaz karışımının yanması sonucu meydana gelen alev jetinin numune yüzeyine nüfuziyetini sağlayan termal çevrim test ünitesi (Şekil 6.16) kullanılmıştır. Test süresi ve gaz ayarları kontrol panelinde yapılmaktadır. Test esnasında sürekli olarak yüzey sıcaklıkları kaydedilmektedir. Numunelere 6 dakika (360sn) boyunca ön yüzeyde sıcaklık 1350 °C ve altlık arka yüzeyinde ise 900-1100 °C olacak şekilde ısıtma ile eş zamanlı olarak arka yüzeyden soğutma uygulanmaktadır. Isıtma süresinin (6 dak.) sonunda brülörün yüzeyden uzaklaşması ile numunenin her iki yüzeyine 2 dakika (120 sn) boyunca basınçlı (85 psi \approx 6 bar) hava ile soğutma uygulanarak numune yüzey sıcaklığı 350 °C' ye ulaştığından yeniden yüzey ısıtılmaya başlanarak bir çevrim tamamlanmaktadır. Bir termal bariyer kaplama sisteminde termal çevrim esnasında süreye bağlı olarak sıcaklık değişimleri Şekil 6.17'de görülmektedir.



Şekil 6.16. Termal çevrim (Burner rig) test ünitesi

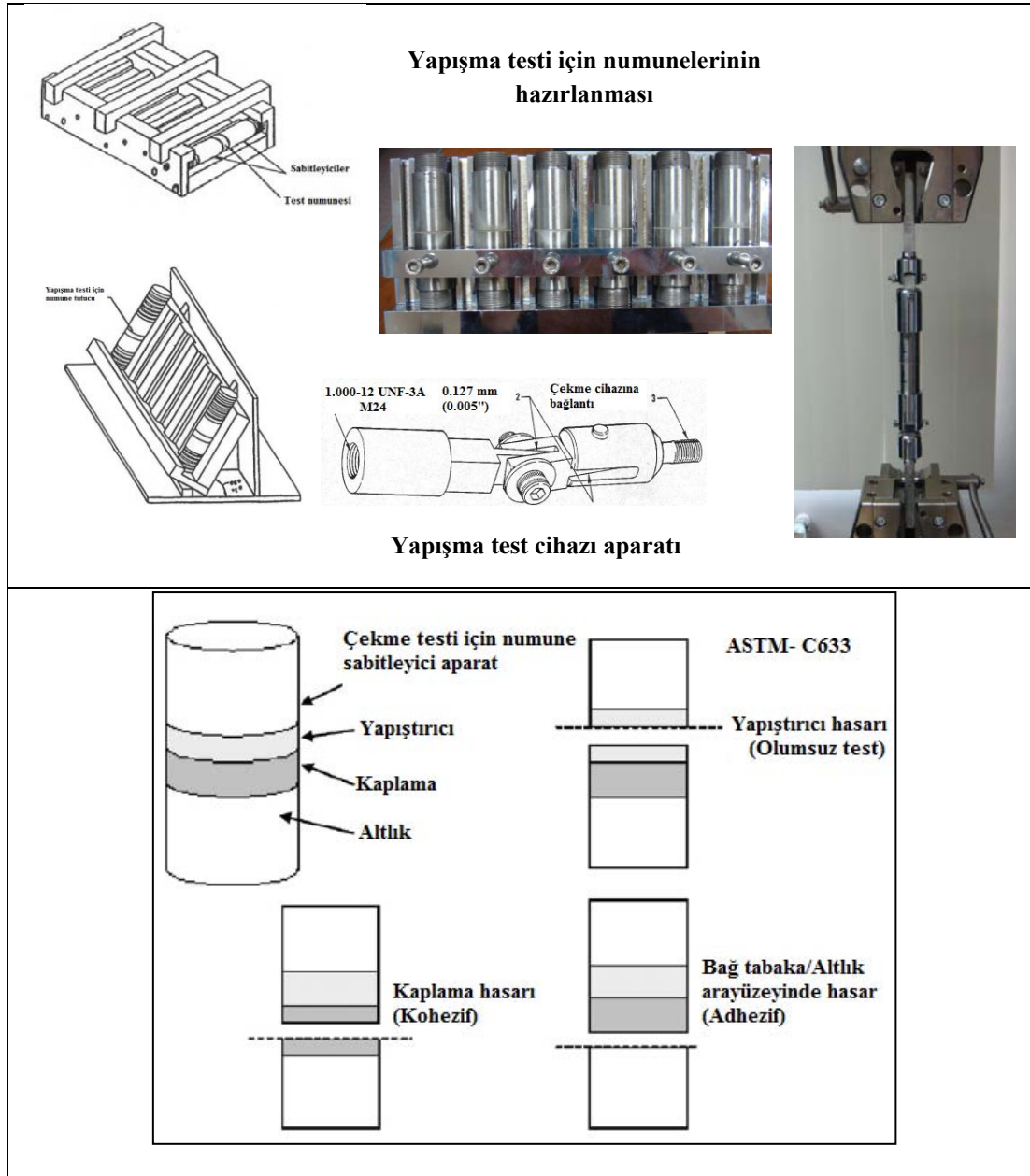


Şekil 6.17. Termal çevrim esnasında sıcaklık-zaman grafiği

6.13. Yapışma testi

Yapışma testleri DIN EN 582, ASTM4541, ASTM 4624, ASTM C633 standartlarına göre yapılmaktadır. Bu çalışmada ASTM C633 standardı kullanılmıştır. Kaplama yüzeylerine adhesif yapıştırıcı (A50TF175 CL-A, FM1000) sürülerek katılaşması için kürlenme (170-200 °C, 1-4 saat) yapılmaktadır. FM1000 için çekme testi 38 MPa üzerine dayanması gerekmektedir. Kaplamaların yapışma mekanizmaları mekanik, fiziksel, kimyasal ve difüzyon esaslarına bağlıdır. Termal spreycaplamaların yüzeye kilitlenmesinde yüzey pürüzlülüğü eriyik haldeki splatların hızlı katılaşması esnasında yüzeye yapışması ve kilitlenmesinde etkili olmaktadır. Splat morfolojisi, altlık yüzey özellikleri ile artık gerilmeler kaplama yapışma mukavemetini önemli ölçüde etkilemektedir. Kaplamanın yapışması altlık ve kaplama kompozisyonlarına, toz boyut ve şekil özelliklerine, yüzey temizliği ve kumlama işlemine, kaplama prosesine, kalınlığa ve ortam koşullarına bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Yapılan çalışmalarda bağ tabaka-seramik tabaka ara yüzeyinden ayrılma sonucu ölçülen yapışma dayanımları düşük, bağ tabaka-altlık ara yüzeyinden ayrılma sonucu ölçülen yapışma dayanımları yüksek çıkmaktadır. Pürüzlülüğün artması yapışma dayanımını artırmaktadır. APS ile üretilen kaplamaların (kalınlık: 120-410 µm, Ra:5.5.-7.5µm yapışma mukavemetleri 15-45 MPa aralığında kaplama özelliklerine bağlı olarak değişmektedir. Şekil 6.18'de görüleceği üzere numune tutucuda kürlenme sonrası çekmeye hazır numuneler özel çekme aparatı ile çekilerek yapışma dayanımları belirlenmektedir. Kürlenme süresi, sıcaklığı ve epoksi tipi yapıştırıcının

dayanımında oldukça önemli rol oynamaktadır. Kaplama yüzeylerine sürülen epoksinin kalınlığı ve sabitlenmesi test performansını etkilemektedir. Test yükleme hızı genel olarak 0.013-0.021 mm/sn'dir. Kaplama altlık ara yüzeyi veya kaplama kesitinden ayrılmalara bağlı olarak test sonuçları değişmektedir. Eğer test esnasında yapıştırıcıdan (epoksiden) ayrılma söz konusu olur ise testin tekrarlanması gerekmektedir [239-244].



Şekil 6.18. ASTM C633 standardına göre yapışma testi

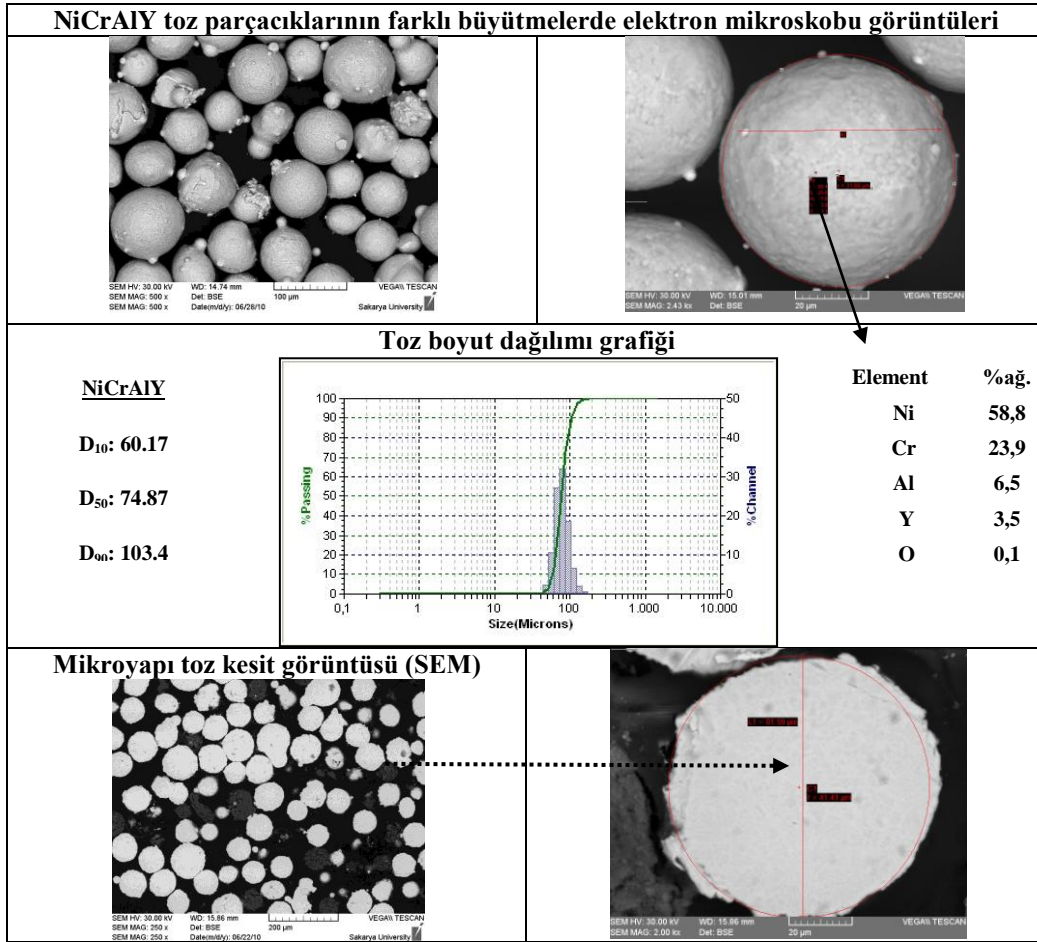
BÖLÜM 7. DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

7.1. Kaplama Tozlarının Karakterizasyonu

APS prosesi ile TBK'ların üretimi ve karakterizasyonu kapsamında deneysel çalışmalara öncelikli olarak kaplamalarda kullanılan tozların morfolojik özelliklerinin karakterizasyonu, toz ortalama boyut ve boyut dağılımının, akış özelliklerinin ve yoğunluklarının ölçülmesi ile başlanmıştır. Tozların termo fiziksel ve morfolojik özellikleri plazma jeti içinde uçuş davranışını belirlemekte dolayısıyla da birbiri üzerinde biriken splatların katılaşması sonrası kaplamaların mikroyapısal özelliklerini etkileyen en önemli unsurlar arasında yer almaktadır. Toz parçacıkların karakterizasyonu proses parametrelerinin seçimi açısından da kritik bir önem taşımaktadır. Aksi halde püskürtme esnasında tozun saçılması, buharlaşması, toz akışının kesilmesi, topaklanması ve benzeri olumsuzluklara karşı toz yapısı ve özelliklerinin uygunluğu kaplama kalitesi ve birikme verimi açısından göz önüne alınmak zorundadır.

7.1.1. NiCrAlY esaslı bağ tabaka tozların karakterizasyonu

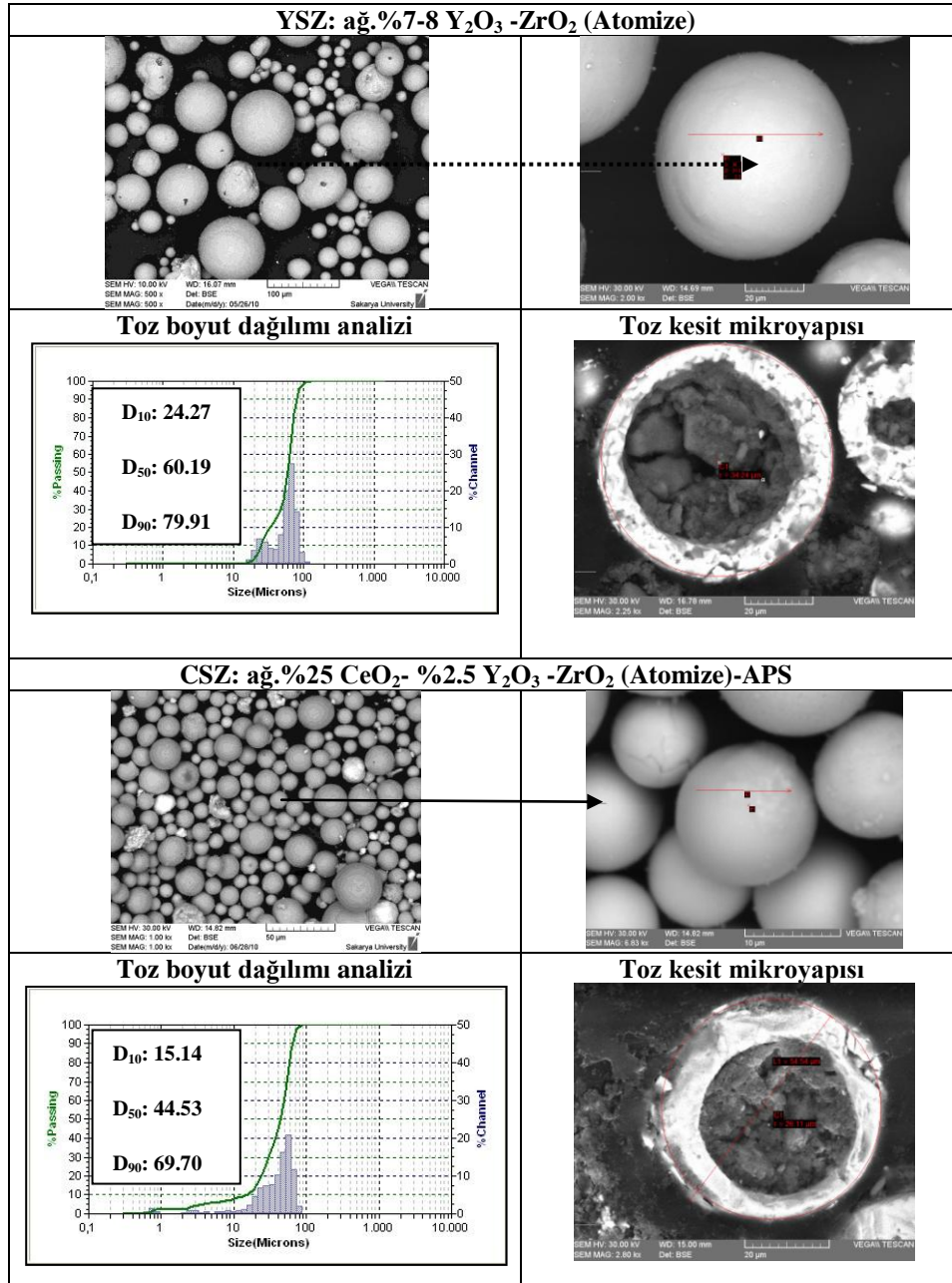
Deneysel çalışmalarda bağ tabakanın üretiminde ticari NiCrAlY (Amdry 962, Sulzer Metco) esaslı kaplama toz malzemesi kullanılmıştır. Mikroskopik (SEM) incelemelerde toz parçacıkların küresel formda olduğu, Şekil 7.1'de mikroyapı toz kesit görüntüsünden görüleceği üzere toz parçacıkların yoğun bir yapıya sahip olduğu ve gaz atomizasyonu tekniği ile üretilmiş olduğu belirlenmiştir. Tozun üzerinde noktasal element analizi kimyasal kompozisyonunda beklenildiği üzere genel olarak Ni, Cr, Al ve Y elementleri içermektedir. Noktasal element analizlerinde (EDX), O elementi içeriği oldukça düşük seviyededir. Lazer ile toz boyut analizi sonucunda ortalama toz boyut dağılımı (D_{50}) yaklaşık 75 μ m olarak belirlenmiştir. Genel dağılımda toz boyutları 60 ile 105 μ m aralığında değişmektedir.



Şekil 7.1. NiCrAlY bağ kaplama toz morfolojisi, kimyasal kompozisyonu, tane boyut dağılımı, elektron mikroskobu görüntüsü

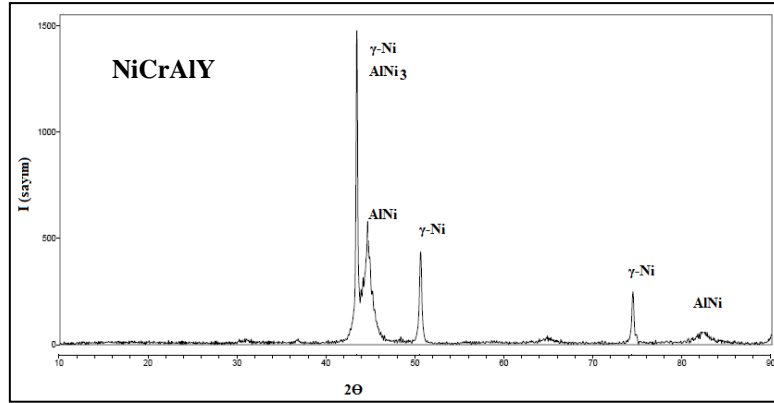
7.1.2. Zirkonya esaslı seramik tabaka tozlarının karakterizasyonu

Genel olarak TBK'larda seramik tabakanın üretiminde kullanılan toz kompozisyonu ağ. %7-8 Y_2O_3 ile stabilize ZrO_2 (YSZ, 204NS) olup, son dönemlerde sıcak korozyon direnci ve yüksek sıcaklıklarda faz stabilitesi özellikleri ile ağ.%25 CeO_2 +%2.5 Y_2O_3 ile stabilize zirkonya (CSZ, 205NS) alternatif bir kaplama malzemesi olarak düşünülmektedir. Şekil 7.2.'de YSZ ve CSZ esaslı tozların morfolojik yapısı ve element analizleri ile boyut dağılımları sergilenmektedir. Mikroskobik çalışmalarda her iki tozun kesit görüntülerinden HOSP tekniği ile üretilmiş olduğu gözlenmektedir. HOSP tekniği ile üretilen tozların içi boş ve küresel formdadır. Görüleceği üzere her iki toz da küresel formda olup ortalama toz boyut dağılımları sırasıyla D_{50} : 60 ve 45 μm ölçülmüştür. Görüleceği üzere YSZ esaslı tozların CSZ'ye göre nispeten daha küçük boyutlarda olduğu belirlenmiştir.

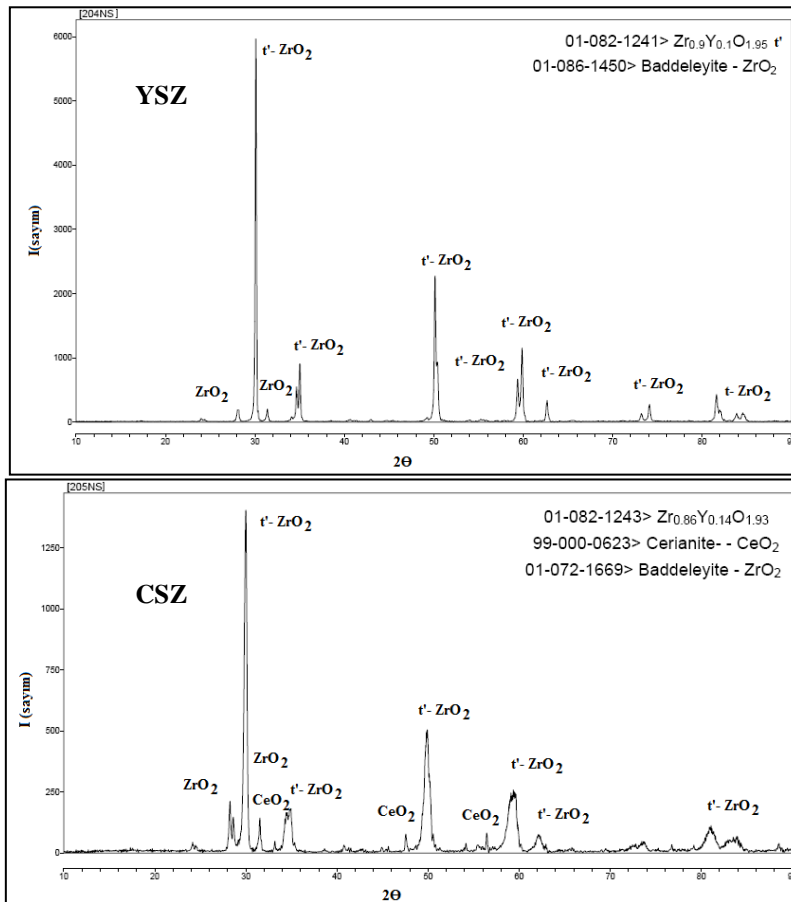


Şekil 7.2. YSZ ve CSZ esaslı TBK tozlarının morfolojik yapısı, kimyasal kompozisyonu, toz boyut dağılımı, elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 7.3. ve Şekil 7.4. de bağ tabaka ve seramik tabaka tozlarının x ışınları difraksiyon (XRD) paternleri görülmektedir. Amdry 962 toz ağırlıklı olarak NiAl₃ ve NiAl fazları içermekte, 204NS ve 205 NS ise t'-Zr_{0.86}Y_{0.14}O_{1.93}, t-ZrO₂ ve CeO₂ içerikli faz yapısına sahiptir. Her iki tozun faz analizinde de monoklinik (m) ve/veya kübik (k) faz yapıları gözlenmemektedir. Faz yapıları t'+t faz karışımından oluşmaktadır.



Şekil 7.3. NiCrAlY esaslı tozun XRD patterni



Şekil 7.4. a.YSZ ve b.CSZ tozlarının XRD patternleri

7.1.3. APS prosesinde toz morfolojisinin ve özelliklerinin etkisi

Atmosferik plazma sprey (APS) prosesi ile püskürtme koşullarında toz boyutunun küçük olması plazma jeti ile toz parçacıklar arasında yüksek ısı transferine olanak sağlamakta ve daha fazla ergimesine neden olmaktadır. Bunun yanında toz

boyutunun azalması plazma gücü içerisine uçuşan parçacık hızını da artırmaktadır. Dolayısıyla kaplamaların yüzeye çarpma, yassılaşıma, yapışma ve birikme özellikleri ile kaplama yoğunluğu özellikleri doğrudan toz boyut özellikleri ile birlikte değişmektedir. Bağ tabakada kullanılan metalik karakterde toz boyutlarının büyük boyutlarda olması plazma içinde yeterli ergime sağlanabilmesi için sprej mesafesinin yeteri uzunlukta olmasını, buna karşın parçacık hızının da oksitlenmeye karşı oldukça yüksek seviyede olmasını gerektirmektedir. Dolayısıyla yeterli plazma gücü ve besleme hızı ile birlikte daha kısa süre toz-plazma jeti etkileşimini gerektirmektedir. Bu durum proses parametrelerinin seçiminde göz önünde bulundurulması gereken unsurlardan bir tanesidir. Toz şekillerinin düzgün ve küresel formda olması toz akış özelliklerini iyileştirmektedir. Bu sayede plazma jetine besleme esnasında saçılmalar azalmakta ve plazma jeti içerisinde uçuş özelliklerini iyileştirmektedir. Toz akış testi sonuçlarına göre YSZ toz yığınının akış hızı (38-40sn/50gr), CSZ esaslı tozlardan (42-45sn/50gr) daha fazladır (ISO4490). NiCrAlY esaslı tozlarda ise 14-15sn/50 gr ortalama akış hızı ölçülmüştür. Görünür yoğunluk (Apparent Density) ölçüm sonuçları: d_{YSZ} (2.35-2.56 g/cm³) < d_{CSZ} (2.78-2,82 g/cm³) < $d_{NiCrAlY}$ (3,35-4.2 g/cm³) olarak belirlenmiştir (ISO3923). Deneysel çalışmalarda kullanılan toz morfolojisi ve boyutu plazma sprej prosesine uygun özellikler taşımaktadır.

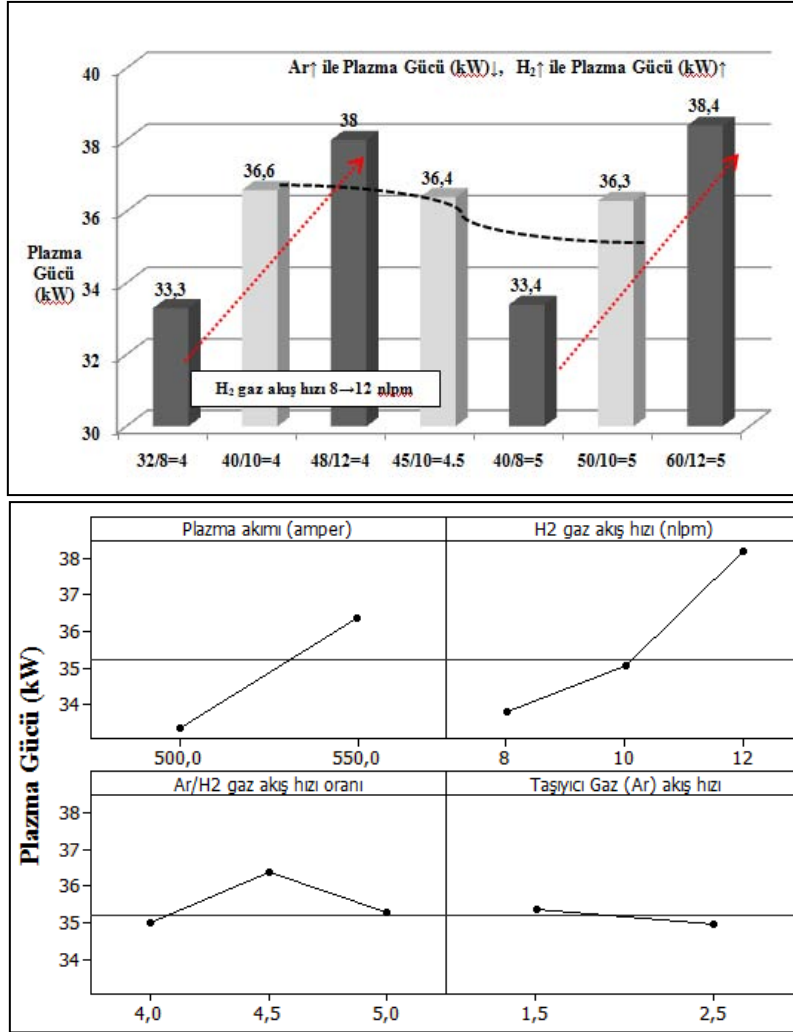
Tozların termo-fiziksel özellikleri de uçuş davranışı açısından göz önünde bulundurulması gereken unsurlar arasındadır. Y₂O₃ ve CeO₂ ile stabilize zirkonya esaslı iki farklı kimyasal kompozisyonuna sahip tozların termofiziksel özellikleri doğrudan plazma-toz etkileşimini ve dolayısıyla kaplama özelliklerini etkilemektedir. Kompozisyonda stabilizör CeO₂ içeriğinin artması toz yoğunluğunu artırmaktadır. Bunun yanında CeO₂'in termal genişleme özelliklerinin yüksek olması splat katılaşmasında ve yapışma esnasında altlık ile daha uyumlu bir termal genişleme davranışına katkı sağlaması beklenmektedir. Ergime sıcaklıkları açısından ele alındığında ise CSZ'nin YSZ'ye göre yaklaşık 100 °C daha düşük ergime sıcaklığına sahip olması aynı proses parametreleri ile püskürtme koşullarında daha yoğun ve düşük poroziteli seramik tabaka oluşumuna neden olacağı düşüncesini ortaya koymaktadır.

7.2. Plazma Gücüne Etki Eden Faktörler

Plazma sprej tabancası (F4MB) ile püskürtme koşullarında plazma gücü proses parametrelerine bağlı olarak değişmektedir. F4MB plazma tabancasında Ar-H₂ gaz karışımı kullanılmakta olup, tek anod tek katod elektrod düzenine sahiptir. Plazma akımı, voltajı, plazma gaz kompozisyonları, gaz akış hızları ve oranları, elektrod sayısı ve dizilimi plazma gücü üzerinde etkin rol oynamaktadır. Plazma tabancasında anod ile katod arasında olası voltaj dalgalanmalarının neden olduğu plazma jetinin kararsızlığı toz halindeki parçacıkların uçuş ve ergime davranışını olumsuz etkilemektedir. Bunun sonucunda yeterli ısı transferi sağlanamadan veya yeterli hıza ulaşmadan dropletlerin yüzeyde hızlı katılaşması sonucu birikme verimi, yapışma dayanımı azalmakta ve arzulan kaplama mikroyapısı elde edilememektedir. Plazma gücüne etki eden parametrelerin belirlenmesi amacıyla farklı plazma akımı, primer ve sekonder gaz akış hızlarında ve taşıyıcı gaz akış hızlarında ön deneme çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Tabanca set parametreleri; referans noktası olarak kabul edilerek plazma gücü üzerinde değişimler gözlemlenmiştir. Değişkenlerin (Tablo 7.1.) plazma gücüne etkisi belirlenmeye çalışılmıştır.

Tablo 7.1. Proses parametrelerinin plazma gücü üzerinde etkisi

| Test | Akım (A) | Volt (V) | Ar(nlpm) | H ₂ (nlpm) | Toplam Gaz Akış (nlpm) | Gaz Karışım Oranı | Taş. gaz (nlpm) | Toplam Ar (nlpm) | Plazma Gücü (kW) |
|------|----------|----------|----------|-----------------------|------------------------|-------------------|-----------------|------------------|------------------|
| T1 | 500 | 67,6 | 50 | 10 | 62,5 | 5 | 2,5 | 52,5 | 33,8 |
| T2 | 550 | 67 | 50 | 10 | 62,5 | 5 | 2,5 | 52,5 | 36,8 |
| T3 | 500 | 66,9 | 40 | 10 | 52,5 | 4 | 2,5 | 42,5 | 33,4 |
| T4 | 500 | 67 | 50 | 10 | 61,5 | 5 | 1,5 | 51,5 | 33,5 |
| T5 | 550 | 66,3 | 40 | 10 | 52,5 | 4 | 2,5 | 42,5 | 36,4 |
| T6 | 550 | 66,3 | 50 | 10 | 61,5 | 5 | 1,5 | 51,5 | 36,4 |
| T7 | 500 | 66 | 50 | 10 | 61,5 | 5 | 1,5 | 51,5 | 33 |
| T8 | 550 | 67,2 | 40 | 10 | 51,5 | 4 | 1,5 | 41,5 | 36,9 |
| T9 | 550 | 69,3 | 48 | 12 | 61,5 | 4 | 1,5 | 49,5 | 38 |
| T10 | 550 | 60,6 | 32 | 8 | 41,5 | 4 | 1,5 | 33,5 | 33,3 |
| T11 | 550 | 62,5 | 40 | 8 | 49,5 | 5 | 1,5 | 41,5 | 34,3 |
| T12 | 550 | 70 | 40 | 12 | 53,5 | 3,33 | 1,5 | 41,5 | 38,4 |
| T13 | 550 | 66,3 | 45 | 10 | 56,5 | 4,5 | 1,5 | 46,5 | 36,4 |



Şekil 7.5. Plazma gücüne etki eden faktörler ve eğilimleri

Gaz karışım oranlarının değişiminin plazma gücüne etkisi incelendiğinde T1 referans şartlarına (33.8kW) göre, T9 şartlarında 4.2 kW'lık bir artış meydana gelerek 38 kW'lık plazma gücüne erişilmiştir. Primer gaz akış hızının düşürülürken sekonder gaz akış hızının artışı plazma gücünün artışına neden olmuştur. T10 şartlarında primer ve sekonder gaz akış hızının birlikte azaltılması plazma gücünde önemli bir azalma meydana getirmiş ve 33.3 kW plazma gücü ölçülmüştür. Plazma gaz akış hızları oranı yanında Ar ve H₂ gaz akış hızlarının plazma gücüne etkisini belirlemek için farklı oranlarda gaz karışımlarının ile plazma gücüne etkisi incelenmiştir. Sabit H₂ gaz akış hızında (10 nlpm) farklı Ar gaz akış hızları için (40, 45, 50 nlpm) artan gaz akış oranı için karşılaştırılma yapıldığında Ar gaz akış hızının artması plazma gücünü sırasıyla 36.6, 36.4, 36.3 kW şeklinde değişmektedir. Görüleceği üzere plazma gücü Ar gaz akış hızı artışı ile birlikte azalmaktadır. H₂ gaz akış hızının artırılması ise

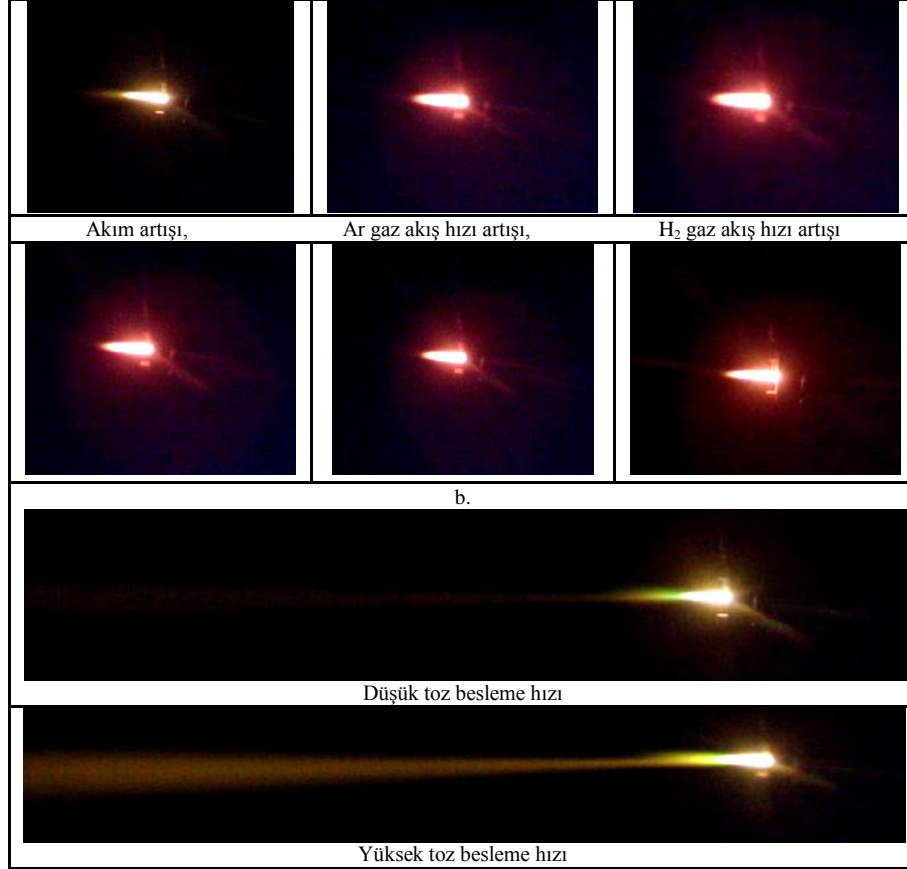
plazma gücünü artırmaktadır. En yüksek plazma gücüne 550A'de 60/12 Ar/H₂ oranında, en düşük plazma gücüne 32/8 oranında ulaşılmıştır. Yüksek H₂ gaz akış hızlarında artan Ar gaz akış hızı ile plazma gücünde belirli bir artış gözlenmektedir. Buna karşın düşük H₂ gaz akış hızlarında (8nlpm), Ar gaz akış hızı artışı ile plazma gücünde artış düşük seviyelerdedir. Bu durum toplam gaz akış hızının artışının plazma gücüne etkisinin bir göstergesidir. Şekil 7.5'de plazma gücüne etki eden faktörler ve eğilimleri birbirleri gösterilmektedir. Taşıyıcı gaz akış hızı artışı Ar gaz akış hızını artırması nedeniyle plazma gücünün düşüşüne neden olmaktadır. Gaz karışım oranının 4-4.5 arasında olması plazma gücünün artışına etki etmektedir. Ar-H₂ oranının artması plazma gücünü düşürmektedir. Düşük H₂ gaz akış hızlarında plazma gücü düşük seviyelerde olup artan H₂ gaz akışı ve artan plazma akımı ile plazma gücü artış göstermektedir. Yüksek Ar/H₂ oranlarında plazma gücü düşmektedir. H₂ gaz akış hızının artışı plazma gücünün artışında etkin rol oynamaktadır.

Korelasyon ilişkileri incelendiğinde plazma gücüne etki eden parametrelerin etki seviyeleri Eşitlik 7.1 ile hesaplanabilmektedir. Veriler arasındaki korelasyon katsayısının karesi, $R^2 = \%97.3$ ve $R^2_{adj.} = \%95,3$ standart sapma $S = 0,416391$ olarak hesaplanmıştır. Korelasyon katsayısı sonuçların güvenilirlik değerini ifade etmektedir. Yapılan analizlerde akım ve hidrojen gaz akış hızının plazma gücüne etkileyen en önemli parametreler olduğu belirlenmiştir.

$$\text{Plazma Gücü (kW)} = 0,0622 \text{ Akım (A)} - 0,538 \text{ Ar (nlpm)} + 1,29 \text{ H}_2(\text{nlpm}) + 0,408 \text{ Toplam Gaz Akış (nlpm)} + 1,63 \text{ Gaz Karışım Oranı} - 17,1 \quad \text{Eşitlik 7.1.}$$

Şekil 7.6. Plazma sprey parametrelerinin plazma jeti formuna etkisi sergilenmektedir. Plazma jeti artan voltaj ile birlikte uzamaktadır. Bunun yanında Ar gaz akış hızının artışı da plazma jetinin uzamasına ve genişlemesine neden olmaktadır. Belirli kritik bir gaz akış hızında sonra ise uzama durmaktadır. Şekil 7.6b'de ise plazma oluşumu sonrası toz besleme esnasında plazma jetinden uçan toz parçacıklar ve plazma huzmesi görülmektedir. Düşük toz besleme esnasında huzme daha dar ve ince iken yüksek toz besleme esnasında huzme genişlemekte ve artan toz besleme miktarı ile birlikte saçılma ve çatallaşma meydana gelmektedir.

Taşıyıcı gaz akış hızı kritik öneme sahip olup plazma jeti içerisinde tozların merkezden geçişine yardımcı olmaktadır. Kritik bir seviyenin üzerinde taşıyıcı gaz miktarı plazma jetinden ayrık bir saçılma meydana getirmektedir. Bu durum birikme verimini ve kaplama mikro yapısını olumsuz yönde etkilemektedir.



Şekil 7.6. Plazma sprej parametrelerinin plazma jeti formuna etkisi

7.3. Bağ Kaplama Tabakasının Üretimi

F4MB plazma sprej tabancası ile Tablo 7.2’de belirtilen farklı proses parametreleri ile NiCrAlY esaslı bağ tabakaları üretilerek mikroyapı incelemeleri yapılmıştır. Başlangıç referans proses parametreleri 500A akım, 50/10 Ar/H₂ gaz akış hızı oranı (nlpm), 120mm mesafe ve taşıyıcı gaz 2.5 nlpm olup toz besleme miktarı 40 gr/dak. olarak belirlenmiştir. Kaplama operasyonunda tabanca hızı 500 mm/sn ve yüzeyi 5 paso tekrarlı olacak şekilde tarayarak kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplama öncesi yüzey plazma jeti ile ön ısıtmaya tabi tutularak yüzey sıcaklığı 150 °C de kaplamaya başlanmıştır. Bu sayede yüzey gerilimleri azaltılmış ve yüzey aktive edilmiştir.





Farklı parametreler ile üretilen bağ tabakaların yüzey renginde ve yüzey morfolojisinde farklılıklar gözlenmektedir (Şekil 7.7.).

Tablo 7.2. Bağ tabaka üretiminde kullanılan farklı proses parametreleri

| Bağ Tabaka | Akım (Amper) | Voltaj (Volt) | Ar/H ₂ (nlpm/nlpm) | Mesafe (mm) | Taş.gaz (Ar) (nlpm) | Plazma Gücü (kW) | Kalınlık (µm) |
|------------|--------------|---------------|-------------------------------|-------------|---------------------|------------------|---------------|
| T1 | 500 | 67,6 | 50/10 | 120 | 2,5 | 33,8 | 300 |
| T2 | 550 | 67 | 50/10 | 120 | 2,5 | 36,8 | 235 |
| T3 | 500 | 66,9 | 40/10 | 120 | 2,5 | 33,4 | 185 |
| T4 | 500 | 66,6 | 50/10 | 100 | 2,5 | 33,3 | 320 |
| T5 | 500 | 67 | 50/10 | 120 | 1,5 | 33,5 | 20 |
| T6 | 550 | 66,3 | 40/10 | 120 | 2,5 | 36,4 | 150 |
| T7 | 550 | 66,9 | 50/10 | 100 | 2,5 | 36,7 | 190 |
| T8 | 550 | 66,3 | 50/10 | 120 | 1,5 | 36,4 | 95 |
| T9 | 500 | 66,2 | 40/10 | 100 | 2,5 | 33,1 | 200 |
| T10 | 500 | 66 | 40/10 | 120 | 1,5 | 33 | 145 |
| T11 | 500 | 67,2 | 50/10 | 100 | 1,5 | 33,6 | 165 |
| T12 | 550 | 66,2 | 40/10 | 100 | 2,5 | 36,4 | 170 |
| T13 | 550 | 67,2 | 40/10 | 120 | 1,5 | 36,9 | 85 |
| T14 | 550 | 66,3 | 50/10 | 100 | 1,5 | 36,3 | 75 |
| T15 | 500 | 66,2 | 40/10 | 100 | 1,5 | 33,1 | 45 |
| T16 | 550 | 66,6 | 40/10 | 100 | 1,5 | 36,6 | 70 |
| T17 | 550 | 69,3 | 48-12 | 100 | 1,5 | 38 | 100 |
| T18 | 550 | 60,6 | 32-8 | 100 | 1,5 | 33,3 | 46 |
| T19 | 550 | 62,5 | 40-8 | 100 | 1,5 | 34,3 | 65 |
| T20 | 550 | 70 | 60-12 | 100 | 1,5 | 38,4 | 100 |
| T21 | 550 | 66,3 | 45-10 | 100 | 1,5 | 36,4 | 185 |

Kaplama yüzeyinde plazma gücü yoğunluğu artışına bağlı olarak koyulaşma gözlenmektedir. Plazma akımının veya H₂ gaz akış hızının artması yanında toz besleme miktarının azalması plazma gücü yoğunluğunu artırmaktadır. Dolayısıyla parçacık başına düşen plazma gücü artmaktadır. Bu durum toz parçacıkların ergimesini kolaylaştırmaktadır. Metalik esaslı toz parçacıkların plazma jeti içerisinde kalma süresine bağlı olarak oksitlenme oranı değişmektedir. Bağ tabakanın üretiminde proses parametrelerinin optimizasyonunda parçacık hızları yüksek, bunun yanında yüksek plazma sıcaklığından ısı transferi ile ergimek için yeterli süreye gereksinim bulunmaktadır. Ortalama toz boyutlarının 75µm olduğu göz önüne alınırsa püskürtme koşullarında plazma gücü yeterli olmadığı takdirde mikroyapıda çok sayıda kısmi ergimiş veya ergimemiş parçacık gözlenmesi olasıdır. Bu durum

mikroyapıda porozite, oksit ve yüzey pürüzlülüğünü etkilemekte, splatlar arası yapışma özelliklerini zayıflatmaktadır. Şekil 7.7’de farklı plazma yoğunluğunda püskürtülen kaplama yüzey özellikleri incelendiğinde 33.8 kW plazma gücü (referans parametreler) ile üretilen kaplama yüzeyi daha kirlili gri renge olup, plazma gücü 33.1 kW’ye düşürüldüğünde ve toz besleme miktarı azaltılarak plazma yoğunluğu artırıldığında yüzey rengi gri-kahverengi arasında değişmektedir.

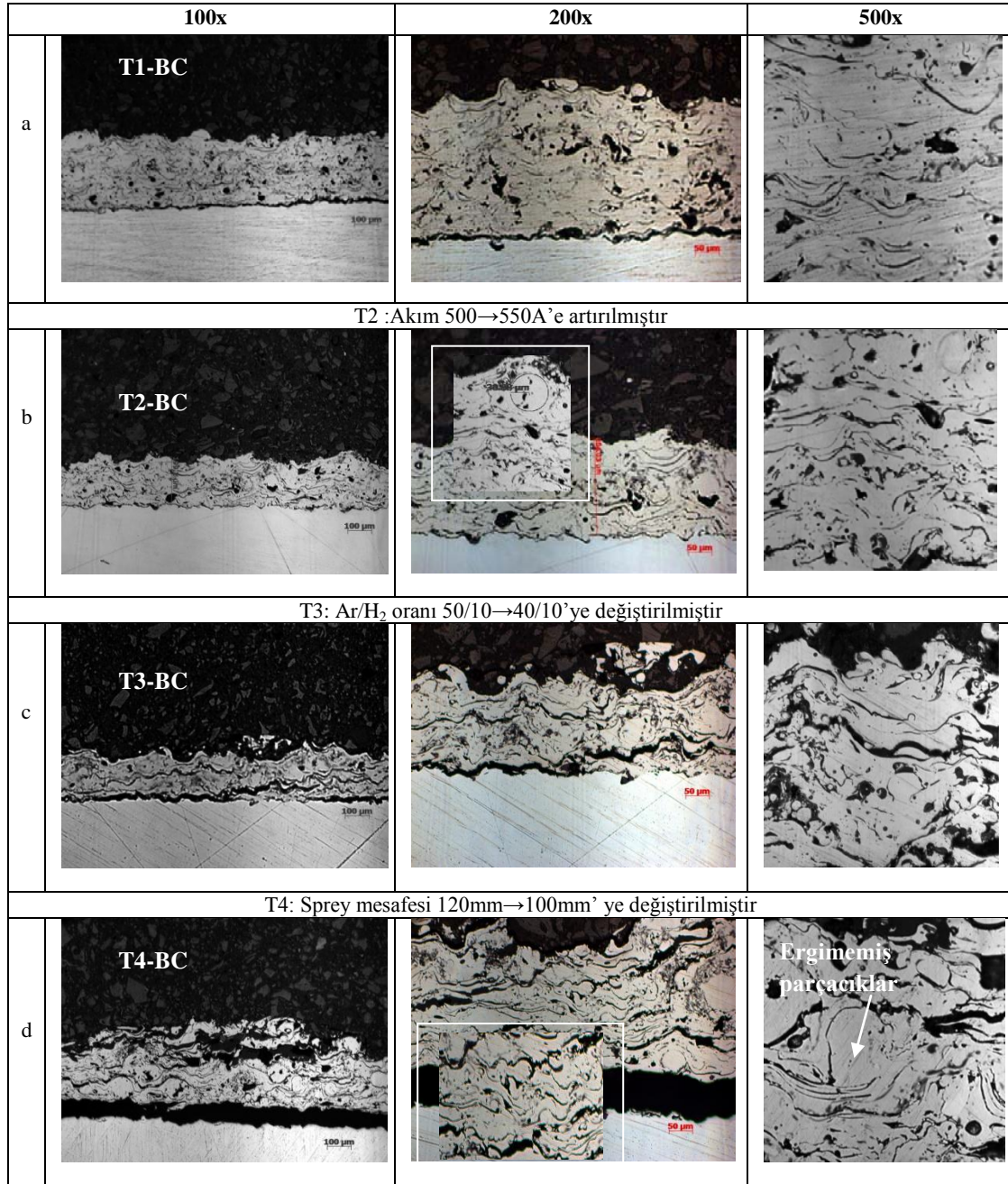
| | |
|--|---|
|  |  |
| 33.8 kW | 36.4 kW |
| T1 a-500A, Ar/H ₂ : 50/10, 120mm, 2.5nlpm | T12: c-550A, Ar/H ₂ : 40/10, 100mm, 2.5nlpm |
|  |  |
| 33.1 kW | 36.4 kW |
| T15 b-500A, Ar/H ₂ : 40/10, 100mm, 1.5nlpm | T21: d-550A, Ar/H ₂ : 45/10, 100mm, 1.5nlpm |

Şekil 7.7. Plazma gücünün yüzey morfolojisine etkisi

Plazma gücünü azaltılması ile plazma jeti içerisinde uçuşan parçacık hızı ve sıcaklığı azaltılmıştır. Ar gaz akış hızının azaltılması sonucunda plazma sıcaklığının artması ve bunun yanında mesafenin 100 mm’ye düşürülmesi plazma jeti içerisinde parçacıkların kalma süresini kısaltmıştır. Plazma akımının 550A’ye çıkarılması ve Ar gaz akış hızının 40 nlpm’e düşürülmesi sonucu plazma içinde parçacıkların sıcaklıkları ve hızları artmıştır. Sprey mesafesinin artması tozların ergimesi için yeterli sürenin kısılmasına neden olmaktadır. Bu durum oksit miktarının düşmesine neden olmaktadır. Kplama yüzey rengi kirlili kahverengi tonlardadır (Şekil 7.7c). Plazma gücü sabit (36.4 KW) tutulurken, Ar gaz akış hızı artırılarak, toz besleme miktarının azaltılması sonucunda yüzey daha koyu kahverengi tonuna kavuşmuştur (Şekil 7.7.d). Dolayısıyla plazma sıcaklığının ve plazma gücü yoğunluğunun artması sonucunda kaplama renginde koyulaşma gözlenmiştir.

Şekil 7.8.'de ile APS parametrelerinin (Tablo 7.2.) bağ kaplama (BC) mikroyapı ve birikme verimine etkisi incelenmiştir. 500A akım, 50/10 Ar/H₂ gaz akış hızı oranı (nlpm/nlpm), 120mm mesafe ve taşıyıcı gaz 2.5 nlpm, toz besleme miktarı 40 gr/dak. püskürtme koşullarında 5 paso sonucunda 300 µm kaplama kalınlığına (60µm/ paso) ulaşılmıştır. Akım 550A'e (Şekil 7.8b) çıkarıldığında kaplama kalınlığı 235 µm ölçülmüştür. Akım artışı ile birlikte plazma sprey hızının ve sıcaklığının artması daha fazla ergime ve yüzeye çarpması sonrası daha fazla yassılaşıma sonucu katılaştıran splatların etkisiyle kaplama yoğunluğu artmakta ve kaplama kalınlığını düşürmektedir. Parçacık hızının artması sonucunda hızlanan küçük boyutlu parçacıklar yeterli süre plazma jetinde kalamadıkları için yüzeye hızla ulaşmış ve kaplama kesitinde 25-30µm çapında ergimemiş parçacıklar halinde gözlenmektedirler. Splat lamelleri daha uzun ve yayılmış durumdadır. Kaplama yapısında daha az porozite gözlenmektedir. Şekil 7.8c'de Ar/H₂ gaz akış hızı oranı değiştirildiğinde, 185 µm kalınlığında bir kaplama üretilmiştir. Kaplama kesitinde splatlar arasında yeterli iç kohezyon kuvvetleri bu parametreler ile sağlanamamış ve splat lamelleri birbirinden ayrılmıştır. Şekil 7.8d'de sprey mesafesinin kısaltılması sonucunda kaplama kesitinde 320 µm kalınlık ölçülmüştür. Sprey mesafesinin 100 mm' ye düşürülmesi sonucunda daha fazla ergimemiş parçacık ve benzer şekilde splat ayrılmaları gözlenmiştir. Taşıyıcı gazın 1.5 nlpm'e düşürülmesi ile toz besleme miktarı 22 gr/dak.'ya düşürülmesi durumunda yüzeyde yeterli seviyede kaplama biriktirememiştir. Taşıyıcı gaz akış hızının 1.5nlpm'den yüksek olması sonucuna varılmıştır. Altlık yüzey pürüzlülüğünün (Ra<3µm) bağ tabakanın yapışması için yeterli olmadığı gözlenmiştir. Bu nedenle ikili proses değişkenlerinin kullanımı için altlık pürüzlülük değeri (Ra:4.5µm) artırılmıştır.

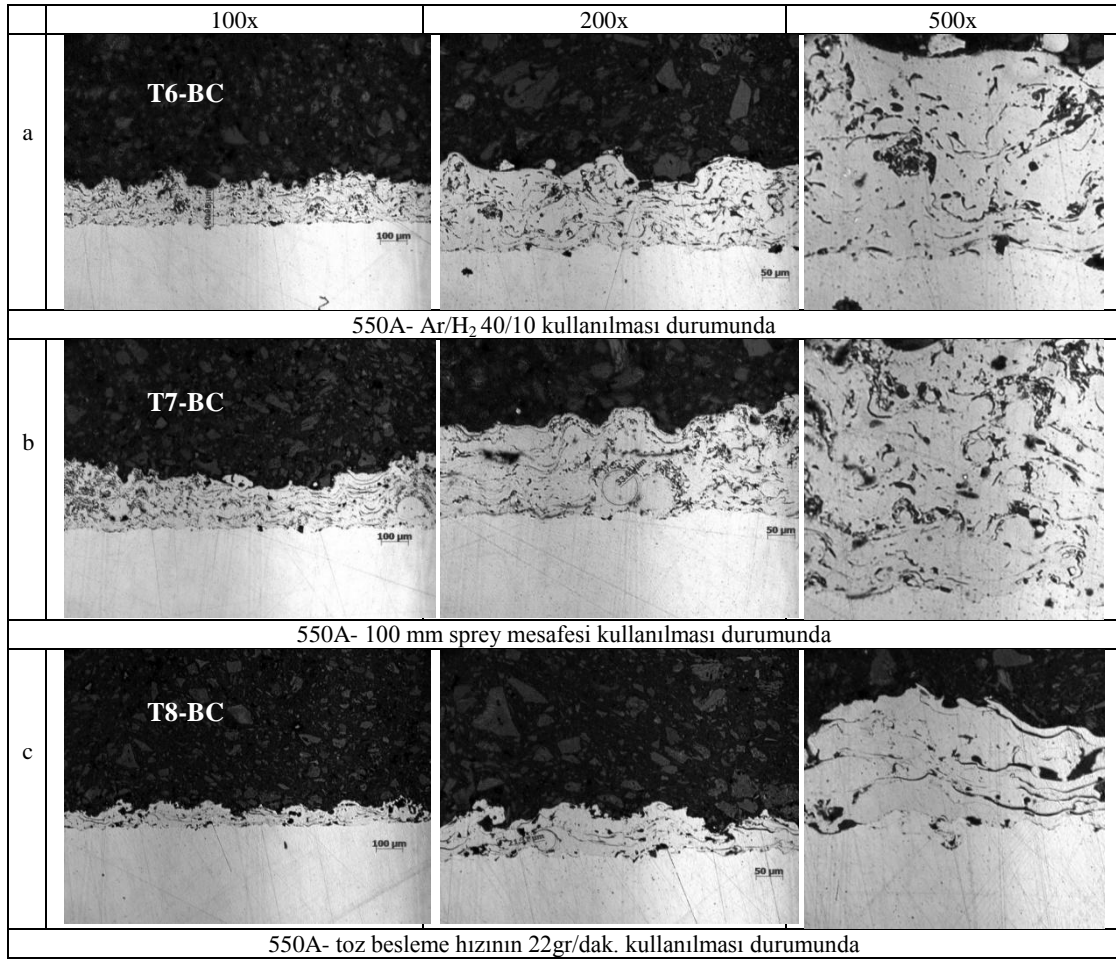
Proses parametrelerinin belirlenmesi ve optimizasyon çalışmalarında püskürtme hızı ve sıcaklığı oldukça önemli rol oynamaktadır. Buna bağlı olarak akım, mesafe, toz besleme miktarı ve gaz akış oranlarının birlikte değerlendirilerek optimum parametrelerin birlikte ele alınması gerekmektedir.



Şekil 7.8. Tekil değişkenli farklı proses parametreleri ile üretilmiş bağ kaplama tabakalarının mikroyapı kesitlerinin farklı büyütme ölçeklerinde görüntüleri

İkili proses değişkenlerinin bağ tabaka mikroyapı ve birikme verimine etkisi incelenmiştir. Şekil 7.9a'da akım 550A'ye yükseltirken bunun yanında gaz akış hızı oranı 40/10'a değiştirilmiştir. Bu durumda plazmanın jetinin hızı düşürülürken sıcaklığı artırılarak tozların daha yavaş uçuşuna neden olmaktadır. Böylelikle plazma jetinden toz parçacığına ergime için yüksek ısı transferi sağlanmaktadır. Kaplama kalınlığı 150µm olarak ölçülmüştür. Kaplama kesitinden görüleceği üzere ergime derecesi oldukça yüksek seviyededir. Splatlar arasında bir ayrılma söz konusu

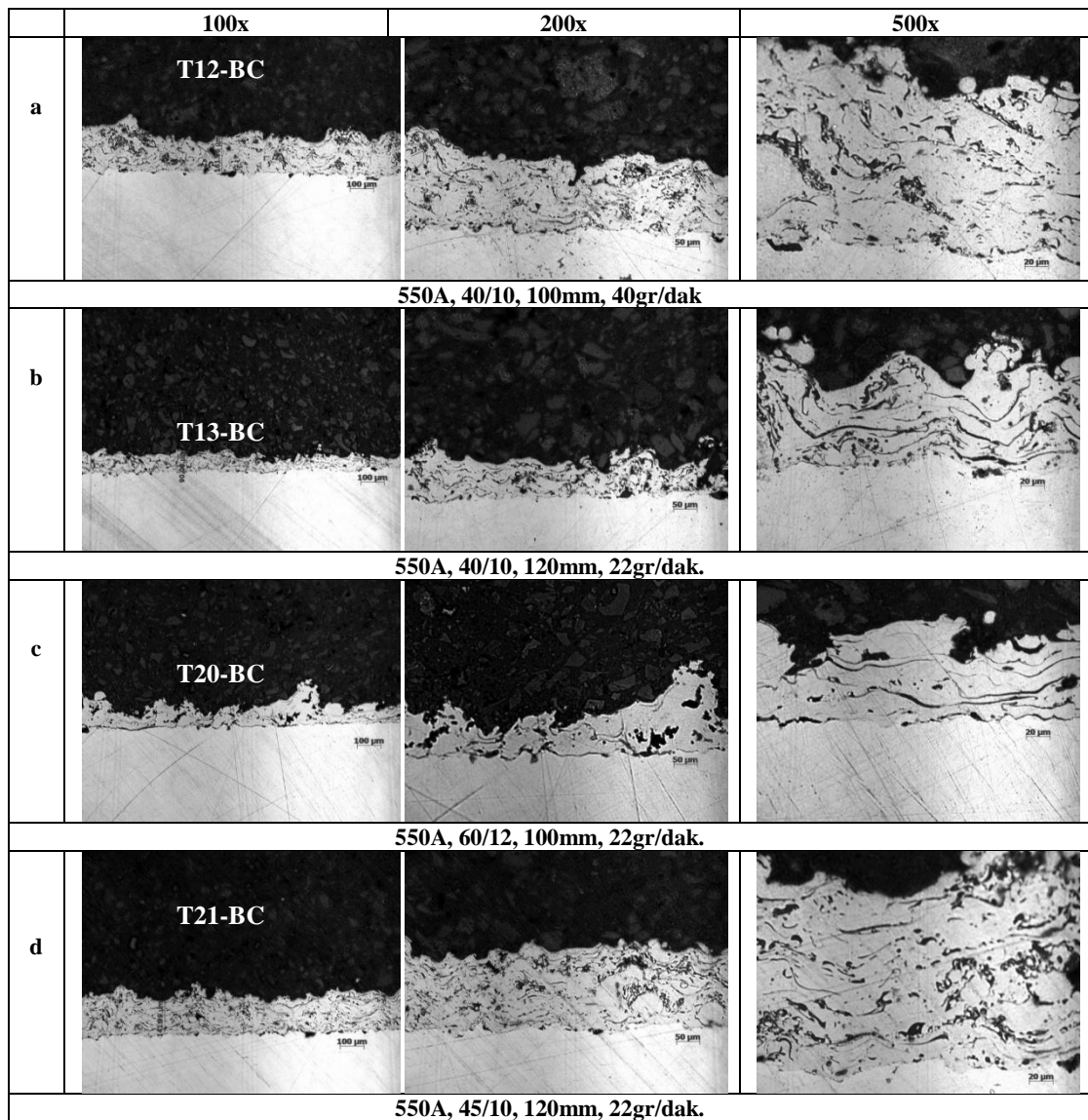
değildir. Şekil 7.9b’de akım ve sprej mesafesi birlikte değiştirilmiştir. Bu koşullar parçacıkların daha hızlı püskürtülmesine neden olmuştur. Sprej mesafesinin kısaltılması mikro yapıda ergimemiş parçacık sayısını artırmıştır. Kaplama kalınlığı 190 µm ölçülmüştür. Şekil 7.9c için proses parametrelerinde toz besleme miktarının düşürülmesi birikme verimini önemli ölçüde düşürmüştür. Kaplama kalınlığı 95µm ölçülmüştür. Plazma enerji yoğunluğunun artması ile splatların yassılaştmasında artış gözlenmektedir.



Şekil 7.9. İkili değişken farklı proses parametreleri ile üretilmiş bağ kaplama tabakalarının mikroyapı kesitlerinin farklı büyütme ölçeklerinde görüntüleri

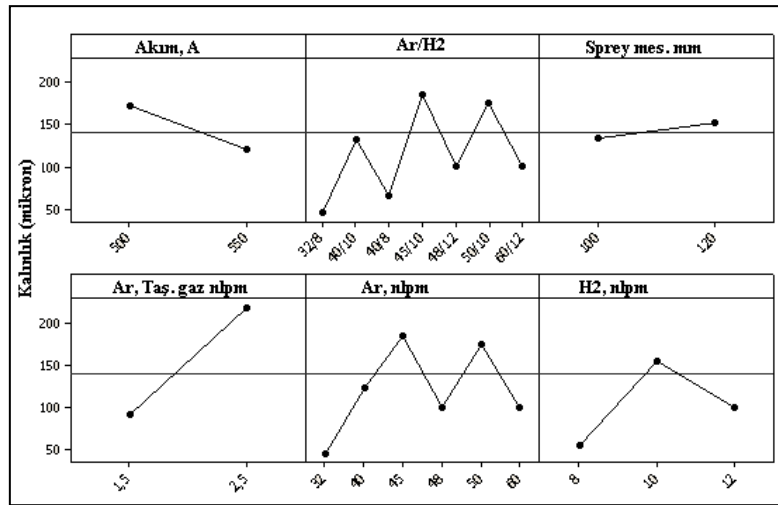
İkili değişkenlerin etkisi incelendiğinde bağ T6 ve T7 için belirtilen parametreler ön değerlendirmeye alınmıştır. Dolayısıyla plazma akımı ile plazma gücünün artırılması halinde sprej mesafesinin artırılması (120 ile 150mm arasında) gerekmektedir. Bunun yanında toz besleme hızının 30 gr/dak.’nın üzerinde olması gerektiği belirlenmiştir.

Şekil 7.10'de üçlü değişkenler ile bağ tabaka T12-T21 arasında plazma parametrelerinin mikroyapıya etkisi incelenmektedir. 100 mm sprej mesafesinden püskürtme koşullarında T12 (kaplama kalınlığı: 170 μ m) dışında kaplamalarda yeterli birikme verimi sağlanamamış ve arzulanan mikroyapı elde edilememiştir. 120mm sprej mesafesinde bağ tabaka-13'ün (Şekil 7.10b) kaplama kalınlığı 85 μ m ölçülmüştür. Şekil 7.10d'den görüleceği üzere bağ T21 proses parametrelerinde gaz akış hızı oranı ile birlikte plazma akımının artırılması ergimemiş parçacık sayısının artmasına neden olmuştur. Kaplama kalınlığı 185 μ m ölçülmüştür.



Şekil 7.10. Üç değişkenli farklı proses parametreleri ile üretilmiş bağ kaplama tabakalarının mikroyapı kesitlerinin farklı büyütmelerde görüntüleri

Plazma gaz akış hızları oranı bağ kaplama tabakasının birikme veriminde önemli bir etkiye sahiptir. Farklı gaz akış oranlarında üretilen kaplamalar arasında Ar gaz akış hızının artırılması durumunda kaplama birikme verimi düşmekte veya mikroyapıda ergimemiş parçacık sayısında artış gözlenmektedir. H₂ gaz akış hızının 8 nlpm'in altına düşmesi halinde birikme verimi önemli ölçüde düşmektedir. H₂ gaz akış hızı 12 nlpm olması durumunda (T20) ise parçacık sıcaklıklarının çok yükselmesi nedeniyle splat yassılaştırması artmaktadır. Kaplama kalınlığı 100 µm ölçülmüştür. Ar/H₂ gaz akış hızı oranı 45/10 nlpm olması halinde (T21) kaplama kesitinde ergimemiş parçacık sayısı oldukça yüksek olmasına karşın yüzeyde birikme sağlanmış ve kaplama kalınlığı 185µm ölçülmüştür. Şekil 7.11'de bireysel proses parametrelerinin ortalama bağ kaplama tabakası kalınlığına etkisi incelenmiştir. Görüleceği üzere akımın artışı kalınlığın azalmasına neden olmaktadır. Bununla birlikte sprey mesafesinin, taşıyıcı gaz akış hızının (toz besleme miktarı) artması kaplama kalınlığının artışına neden olmaktadır. Ar/H₂ oranı kritik öneme sahiptir.

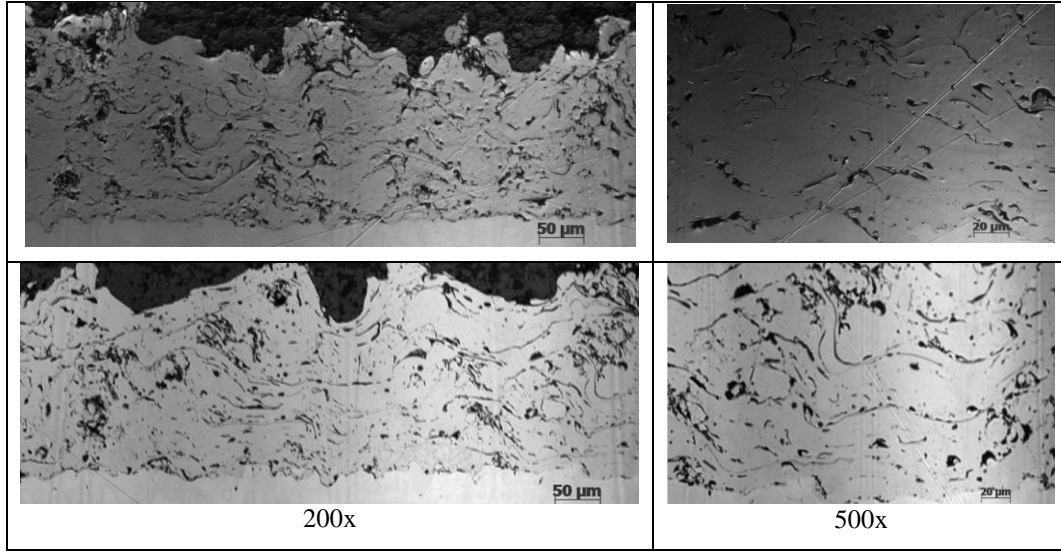


Şekil 7.11. Proses parametrelerinin bağ kaplama tabakası kalınlığına (birikme verimine) etkisi

H₂ gaz akış hızı 10 nlpm' de 100 µm'nun üzerine çıkmasına karşın kaplama kalınlığı H₂ gaz akış hızının artması veya azalması halinde düşmektedir. Bu değişim parçacıkların yeterli ısıya ulaşamaması veya aşırı ısınarak viskozitelerini kaybetmesinden kaynaklanmaktadır. Ar gaz akış hızı, <40 nlpm ve >50 nlpm olması durumunda kalınlık <100µm'dur. Toplam gaz akış hızının 50-60 nlpm'e kadar kaplama kalınlığında artışa neden olurken $N_{toplam} < 50nlpm$ ve $N_{toplam} > 60nlpm$ kaplama kalınlığı önemli ölçüde düşmektedir.

Toz besleme miktarının artması ve bunun yanında plazma jeti içerisinde yeterli ergime süresini kazanması kaplamanın yüzeyde birikmesine olanak sağlamakta ve kalınlık artışına neden olmaktadır. Ar/ H₂ gaz oranı 4.5'un üzerinde ve altında kaplama kalınlığı hızlı düşüş göstermektedir. Ar/ H₂ gaz oranı 4.5 ve Ar akış hızı 45-50 nlpm arasında en yüksek kaplama kalınlığına ulaşılmıştır. Ar akış hızının artırılması plazma içinde uçuşan parçacıkların sıcaklığını düşürürken aynı zamanda parçacık hızını artırmaktadır. Dolayısıyla yeterli süre plazma jeti içinde kalamayan parçacıklar etkisiyle kaplama kesiti mikro yapısında ergimemiş veya kısmi ergimemiş parçacık gözlenmektedir. Kaplama yüzey pürüzlülüğü artmaktadır. Düşük sprej mesafelerinde akım artışı ile birlikte kaplama kalınlığı düşmektedir. Bununla birlikte Ar gaz akış hızının azalması plazma gücünün düşmesine neden olduğu için kaplamanın birikme verimini düşürmektedir. Plazma gücü ile toz besleme miktarının kaplama kalınlığına etkisine bakıldığında taşıyıcı gaz artışı kalınlık artışına neden olmaktadır. Düşük plazma gücünde kaplama kalınlığındaki artış yüksek plazma gücüne göre daha fazladır. Bu durum parçacık sıcaklığı ve hızının yüksek plazma gücünde çok yüksek olması nedeniyle birikme verimini düşürmesinden kaynaklanmaktadır.

Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda optimum proses parametreleri 600 A (44.7 KW), gaz akış hızları oranı Ar/H₂: 42/11, toz besleme 35 gr/dak., sprej mesafesi 150 mm olarak belirlenmiştir. Şekil 7.12'de optimum proses parametreleri ile elde edilen mikro yapı görüntüsü sergilenmektedir. Mikro yapıda porozite miktarı ve ergimemiş parçacık sayısı önemli ölçüde azaltılabilmektedir. Altlık (IN738) ile kaplama ara yüzeyinde iyi bir yapışma söz konusudur. Hedeflenen 125-175µm aralığında tekrarlanabilir kaplama kalınlığına ulaşılmıştır. Splat lamellerinin kıvrımsı yapısı, ergime ve yassılaşıma davranışının yeterli olduğunu göstermektedir. Oksit düzeyi kabul edilir düzeydedir. Altlık ile bağ tabaka ara yüzeyinde kirlilik oldukça düşük seviyededir. Üst yüzeyde lamel kıvrımları seramik tabakanın yapışması için elverişli bir yüzey oluşturmaktadır.



Şekil 7.12. Optimize bağ tabaka mikroyapı kesit görüntüleri

7.4. Seramik Kaplama Tabakasının Üretimi Ve Optimizasyonu

Stabilize zirkonya esaslı seramik TBK tabakalarının üretimi ve optimizasyonunda taguchi deneysel tasarım esaslarından yararlanılmıştır. Plazma sprej prosesinde de kaplama kalitesini etkileyen faktör (kontrol edilebilen ve edilemeyen) sayısının 50'nin üzerinde olması nedeniyle prosesi etkileyen faktör sayısının sınırlanması ve faktör seviyelerinin belirlenmesi amacıyla beyin fırtınası ve balık kılçığı (Şekil 7.13) tekniklerinden yararlanılarak kaplama kalitesine etkileyen faktörler belirlenmiştir. Farklı iki tür altlık (AISI 316 ve IN738) üzerine uygulanan optimum özelliklere sahip NiCrAlY esaslı bağ tabakanın üzerine iki farklı kaplama kompozisyonunda (Y_2O_3 ve/veya CeO_2 ile stabilize) kaplama uygulanmıştır. Tablo 7.3'de Taguchi deneysel tasarım dizisi doğrultusunda üretilen kaplamalar için belirlenen proses parametreleri ve seviyeleri sergilenmektedir. Seviyeler 3 eş aralıkta olacak şekilde belirlenmiştir..

Tablo 7.3. Taguchi deneysel tasarım esaslarına göre etkin proses parametreleri ve seviyeleri

| Kod | A | | | B | | | C | | | D | | |
|--------|--------------|-----|-----|-----------|----|----|--------------|----|------|---------------------|----|----|
| Faktör | Akım (Amper) | | | Ar (nlpm) | | | H_2 (nlpm) | | | Sprej Mesafesi (cm) | | |
| Seviye | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| Değer | 575 | 600 | 625 | 35 | 45 | 55 | 7.5 | 10 | 12.5 | 10 | 15 | 20 |

Proses parametrelerine bağlı olarak plazma jeti ile etkileşim halindeki uçuşan tozların kinetik ve termal enerjileri; tozların ergime davranışını ve yüzeye çarpma sonrası splatların katılma ve yapışma davranışını etkilemektedir. Kaplamaların mekanik ve mikroyapısal özellikleri proses parametrelerine ve dolayısıyla da plazma jeti içerisinde uçuşan parçacık sıcaklığı (T_p) ve hızına (V_p) bağlı olarak değişmektedir. L. Zhao ve arkadaşlarının DPV2000 cihazı kullanarak ile F4 tabanca ile püskürtülen YSZ toz parçacıklar için elde edilen ölçümlerden regresyon analizi ile ortaya çıkarılan aşağıdaki formülasyonlardan (Eşitlik 7.2-3) yararlanılarak T_p ve V_p belirlemiştir [57]. Tablo 7.4. da taguchi L9 ortogonal dizisi doğrultusunda oluşturulan deneysel tasarım matrisi ve hesaplanan T_p ve V_p değerleri sergilenmektedir.

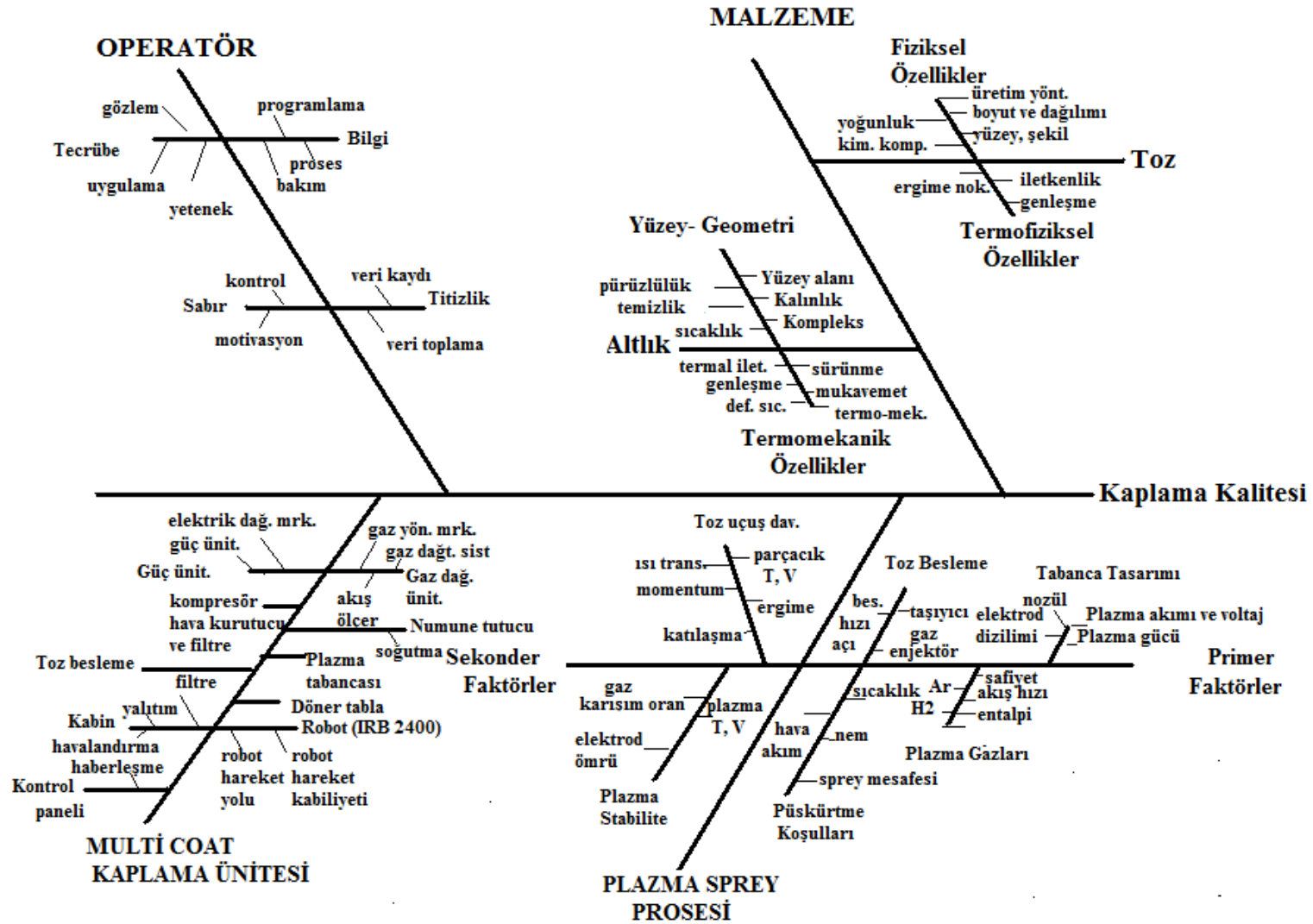
$$\text{Parçacık Hızı (R}^2\text{:0.96)} = 48.1 + 0.89 \text{ Ar} + 1.38 \text{ H}_2 + 0.15 \text{ Amper (m/s)} \quad \text{Eşitlik 7.2.}$$

$$\text{Parçacık Sıcaklığı (R}^2\text{:0.93)} = 2797 - 10.1 \text{ Ar} + 5 \text{ H}_2 + 0.66 \text{ Amper (}^\circ\text{C)} \quad \text{Eşitlik 7.3.}$$

Tablo 7.4. Deneysel tasarım parametrelerine bağlı olarak hesaplanan parçacık sıcaklığı ve hızı

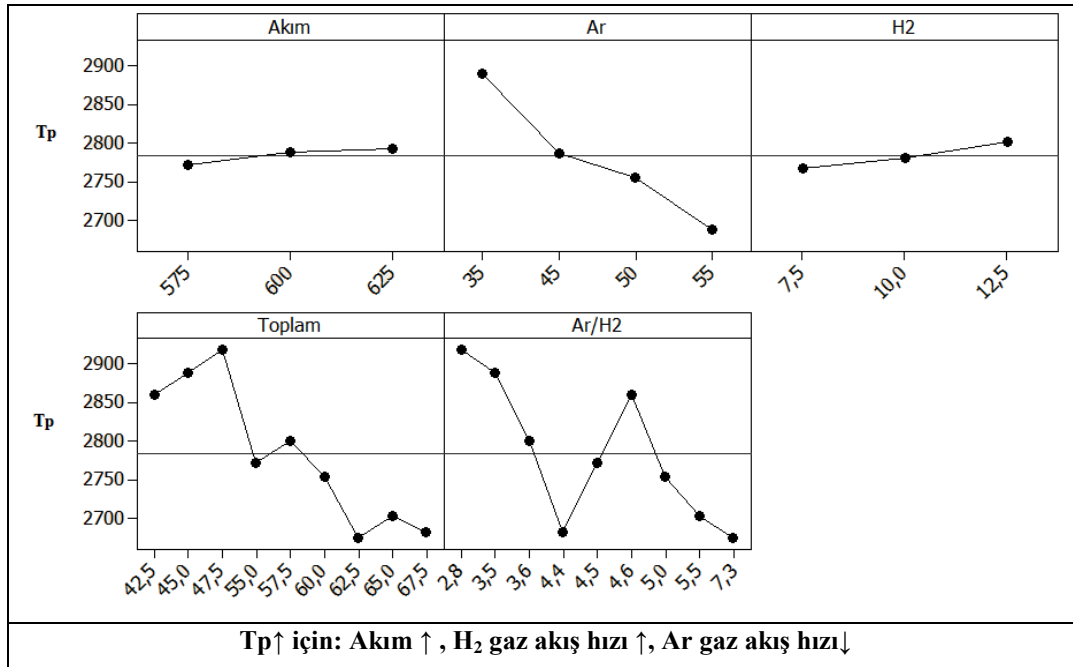
| Test | Plazma gücü (kW) | Akım (Amper) | Ar (nlpm) | H ₂ (nlpm) | Ar/H ₂ Oranı | Toplam gaz akışı | Sprey mesafesi (mm) | Parçacık Sıc. (C) T _p | Parçacık Hızı (m/sn) V _p |
|------|------------------|--------------|-----------|-----------------------|-------------------------|------------------|---------------------|----------------------------------|-------------------------------------|
| T1 | 35,4 | 575,0 | 35,0 | 7,5 | 4,6 | 42,5 | 100 | 2860,5 | 175,85 |
| T2 | 36,1 | 575,0 | 45,0 | 10,0 | 4,5 | 55 | 150 | 2772 | 188,2 |
| T3 | 39 | 575,0 | 55,0 | 12,5 | 4,4 | 67,5 | 200 | 2683,5 | 200,55 |
| T4 | 38,7 | 600,0 | 35,0 | 10,0 | 3,5 | 45 | 200 | 2889,5 | 183,05 |
| T5 | 39,3 | 600,0 | 45,0 | 12,5 | 3,6 | 57,5 | 100 | 2801 | 195,4 |
| T6 | 37,4 | 600,0 | 55,0 | 7,5 | 7,3 | 62,5 | 150 | 2675 | 197,4 |
| T7 | 41,2 | 625,0 | 35,0 | 12,5 | 2,8 | 47,5 | 150 | 2918,5 | 190,25 |
| T8 | 37 | 625,0 | 50,0 | 10,0 | 6 | 52,5 | 200 | 2754,5 | 200,15 |
| T9 | 39,5 | 625,0 | 55,0 | 10,0 | 5,5 | 65 | 100 | 2704 | 204,6 |

625A akım ile 35 nlpm (Ar) ve 12.5 nlpm (H₂) gaz akış hızlarında püskürtme koşullarında en yüksek parçacık sıcaklığına (2918,5 °C), 600A akım ile 55 nlpm (Ar) ve 7.5 nlpm (H₂) gaz akış hızlarında püskürtme koşullarında en düşük parçacık sıcaklığına (2675°C) ulaşılmaktadır. T9 test seris proses parametreleri ile en yüksek parçacık hızına ulaşılmaktayken (V_p: 204 m/sn), en düşük parçacık hızına ise T1 parametreleri ile ulaşılmaktadır (V_p:175m/sn). Parçacık hızları 175 m/sn ile 204 m/sn aralığında değişmektedir.



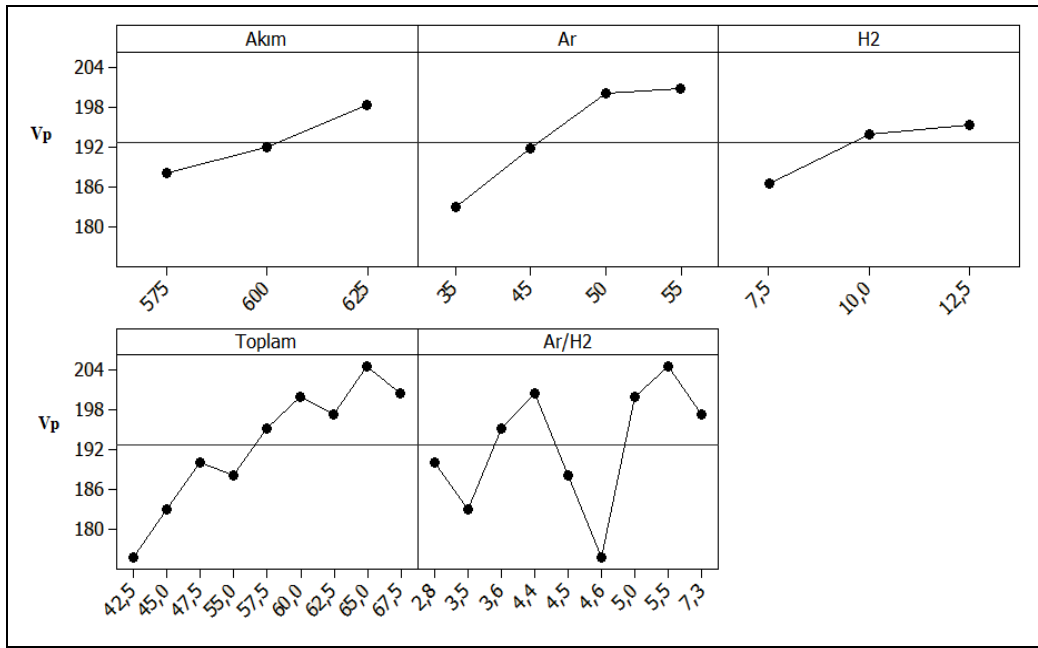
Şekil 7.13. Kaplama kalitesini etkileyen faktörler için balık kılıcı

Şekil 7.14’de parçacık sıcaklığına (T_p) etki eden parametreler ve ilişkileri sergilenmektedir. Yüksek parçacık sıcaklıkları ($T_p > 2800$ °C) düşük Ar gaz akış hızlarında ve yüksek H_2 gaz akış hızları ile elde edilmektedir. Plazma akımının artışı ile birlikte azalan Ar gaz akış hızı parçacık sıcaklığının artışında etkin rol oynamaktadır. Gaz karışım oranı azaldıkça T_p artış göstermektedir. Bununla birlikte toplam gaz akış hızı artışı da parçacık sıcaklığını azaltan faktörler arasındadır. Ar akış hızı düşürülürken H_2 gaz akış hızının artırılması parçacık sıcaklığının artışına neden olmaktadır. Buna karşın Ar gaz akış hızının artırılması parçacık sıcaklığının düşmesine etkin rol oynamaktadır. $40 \text{ n l p m} <$ Ar gaz akış hızlarında parçacık sıcaklıkları 2750 °C’nin altına düşmektedir. Akımın artışı ve Ar gaz akış hızının 40 n l p m ’in altında olması durumunda parçacık sıcaklıkları 2800 °C’nin üzerine çıkmaktadır. H_2 gaz akış hızı 8 n l p m ’in üzerinde Ar $< 40 \text{ n l p m}$ olması durumunda $2800-2850$ °C aralığındadır. Ar/ H_2 gaz akış oranına bağlı olarak parçacık sıcaklığı değişiminde $5-3$ Ar/ H_2 oranı aralığında artan akım ile birlikte T_p artmaktadır. Toplam gaz akış hızı göz önüne alındığında 65 n l p m üzerinde ve Ar $> 50 \text{ n l p m}$ olması durumunda T_p : $2700-2750$ °C aralığında yer almaktadır.



Şekil 7.14. Parçacık sıcaklığına (T_p) etki eden parametreler ve ilişkileri


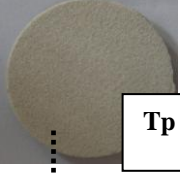



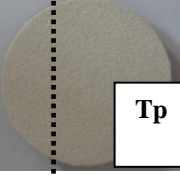

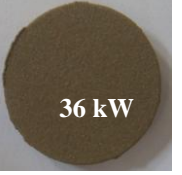

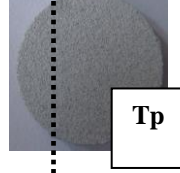

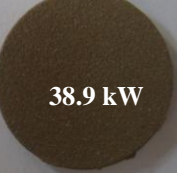

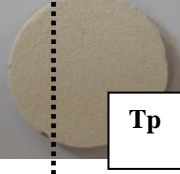

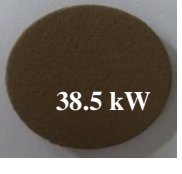

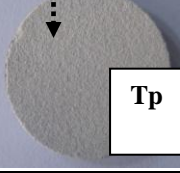







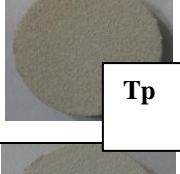







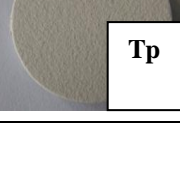


Şekil 7.15’de plazma jeti içinde uçuşan parçacık hızına (V_p), proses parametrelerinin etkisi sergilenmektedir. Akım, Ar ve H_2 gaz akış hızı artışı parçacık hızını artırmaktadır. Parçacık hızları 175 m/sn ile 205 m/sn hızları arasında proses parametrelerine bağlı olarak değişmektedir. En yüksek parçacık hızı en yüksek Ar gaz akış hızı (55nlpm) ile en yüksek akım (625A) şartlarında elde edilmiştir. Toplam gaz akış hızının artması V_p ’yi artırmaktadır.



Şekil 7.15. Parçacık hızına (V_p) etki eden parametreler ve ilişkileri

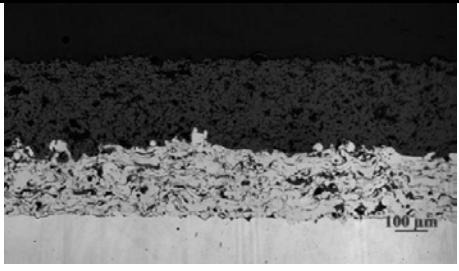
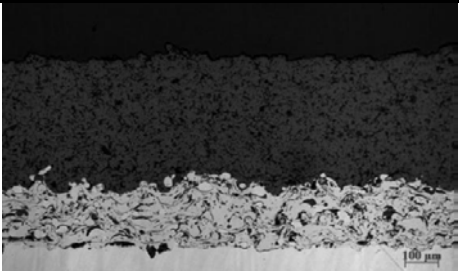
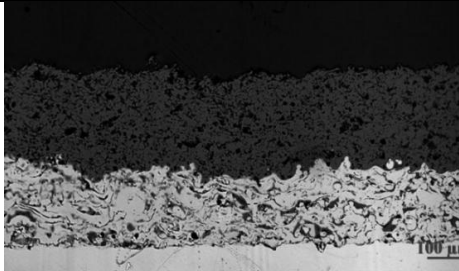
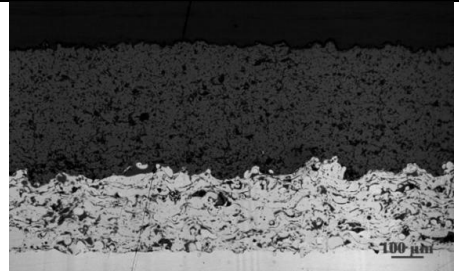
Tablo 7.5’de farklı proses parametreleri ile üretilmiş TBK ‘ların makro yüzey görüntüleri sergilenmektedir. Plazma gücü yoğunluğuna ve proses parametrelerine bağlı olarak kimyasal kompozisyonda stokiometrik değişimler (ZrO_{2-x} ve Y_2O_{3-x}) yüzey renginin değişimine neden olmaktadır. YSZ esaslı kaplamalar plazmanın gücüne bağlı olarak açık sarı ile kirli beyaz renk tonlarına sahip olurken, CSZ kaplamalarda açık sarı, kirli ve koyu yeşil tonlarında yüzey rengi gözlenmektedir.

Tablo 7.5. APS ile farklı altlıklar üzerine kaplanmış YSZ ve CSZ esaslı seramik kaplamaların makro yüzey görüntüleri

| | YSZ-s | YSZ-i | CSZ-s | CSZ-i |
|----|---|---|--|---|
| T1 |  35.4 kW |  TP Vp |  |  35.3kW |
| T2 |  36.1 kW |  TP Vp |  |  36 kW |
| T3 |  39 kW |  TP Vp |  |  38.9 kW |
| T4 |  38.7 kW |  TP Vp |  |  38.5 kW |
| T5 |  39.3 kW |  TP Vp |  |  39.2 kW |
| T6 |  37.4 kW |  TP Vp |  |  37.3 kW |
| T7 |  41.2 kW |  TP Vp |  |  41.1 kW |
| T8 |  37 kW |  TP Vp |  |  36.9 kW |
| T9 |  39.5 kW |  TP Vp |  |  39.5 kW |

7.4.1. Kaplamaların mikroyapısal karakterizasyonu

Bu bölümde L9 ortogonal deneysel tasarımına bağlı olarak farklı altlık malzemeler (i: inconel süper alaşım, s: paslanmaz çelik) üzerine üretilen iki farklı kaplama kompozisyonunun (YSZ, CSZ) mikroyapısal karakterizasyonu ve proses parametrelerinin mikro yapı özellikleri üzerinde etkileri açıklanmaktadır. Toplam 9 test serisi (T1, T2,.....T9) kapsamında temel plazma sprey parametreleri (primer, sekonder gaz akış hızları, sprey mesafesi, plazma akımı) deneysel tasarım matrisine bağlı olarak değiştirilerek kaplamalar üretilmiştir. Standartlaştırılmış metalografik numune hazırlama aşaması sonrasında optik ve elektron mikroskobu ile mikroskobik incelemeler aşağıda sergilenmektedir. Şekil 7.16'da T1 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri sergilenmektedir. Kaplama protokollerinde kaplamaların ortalama yüzey pürüzlülük ölçümleri, porozite oranları, kalınlıkları, birikme verimleri ve mikro sertlik ölçüm sonuçları görülmektedir. Şekil 7.16'dan görüleceği üzere T1 test parametreleri ile hedeflenen kaplama kalınlığına ve birikme verimine ulaşılmıştır. Kaplama kompozisyonu ve altlık farklılıkları kaplama özelliklerinde değişimlere yol açmıştır. Yüzey pürüzlülük ölçümleri püskürtülen tozların plazma jetinde homojen ergime davranışı hakkında bilgi vermektedir. Yüzey pürüzlülüğünün azalması parçacıkların daha fazla ergimiş olduğunun göstergesidir. Böylece yüzeye çarpan parçacıklar daha fazla yayılmakta ve yüzeyde viskoz akış göstermektedir. Yüzey pürüzlülüğü toz boyutundan etkilenmektedir. Bunun yanında kısmen ergimiş veya ergimemiş tozların çarpma esnasında yeteri kadar yassılaşıma gösterememesi nedeniyle yüzey pürüzlülüğü artmaktadır. Yüzey pürüzlülük ölçümleri sonuçlarında (Ra, Rz, Rmax) farklılıklar gözlenmiştir. YSZ esaslı kaplamaların paslanmaz çelik üzerinde seramik tabaka için pürüzlülük ölçümleri ortalama Ra: $7.41 \pm 0.52 \mu\text{m}$, Rz: $42,23 \pm 3,21 \mu\text{m}$, Rmax: $49.72 \pm 4.74 \mu\text{m}$, nikel esaslı inconel süper alaşım üzerinde ise Ra: $7.59 \pm 0.61 \mu\text{m}$, Rz: $43.48 \pm 4.51 \mu\text{m}$, Rmax: $53.97 \pm 7.72 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. YSZ kaplamalar için Ra ve Rz değerleri paslanmaz çelik altlığa göre inconel altlıklarda artış göstermektedir. CSZ esaslı kaplamalar için ölçüm sonuçları paslanmaz çelik altlıklarda Ra: $7.17 \pm 0.84 \mu\text{m}$, Rz: $38.33 \pm 3.75 \mu\text{m}$, inconel altlıklarda Ra: $6.93 \pm 0.43 \mu\text{m}$, Rz: $39.83 \pm 2.36 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Ra ve Rz değerleri arasındaki fark $\pm 1 \mu\text{m}$ seviyesindedir.

| T1 | YSZ | CSZ |
|--|--|---|
| Paslanmaz çelik altlık (s) |  |  |
| Ra | 7.41±0.52 µm | 7.17±0.84 µm |
| Rz | 42.23±3.21 µm | 38.33±3.75 µm |
| Rmax | 49.72±4.74 µm | 45.90±5.23 µm |
| %Por | %10-11 | %8-10 |
| Kalınlık | 273.83±6.11 µm | 373.33 ±4.90µm |
| %DE | %44 | %66 |
| HV_{0.1} | 730-800 | 855-940 |
| Süper alaşım altlık (f) |  |  |
| Ra | 7.59±0.61 µm | 6.93±0.43 µm |
| Rz | 43.48±4.51 µm | 39.83±2.36 µm |
| Rmax | 53.97±7.72 µm | 48.27±3.38 µm |
| %Por | %10-11 | %8-10 |
| Kalınlık | 278.50±9.42µm | 379.50±6.28 µm |
| %DE | %47 | %72 |
| HV_{0.1} | 880-1075 | 795-855 |
| Proses parametreleri 575A, Ar/H₂: 35/7.5 (nlpm), 100mm | | |
| T1 | YSZs + | CSZs + |
| ONAY | YSZi + | CSZi + |

Şekil 7.16. T1 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri

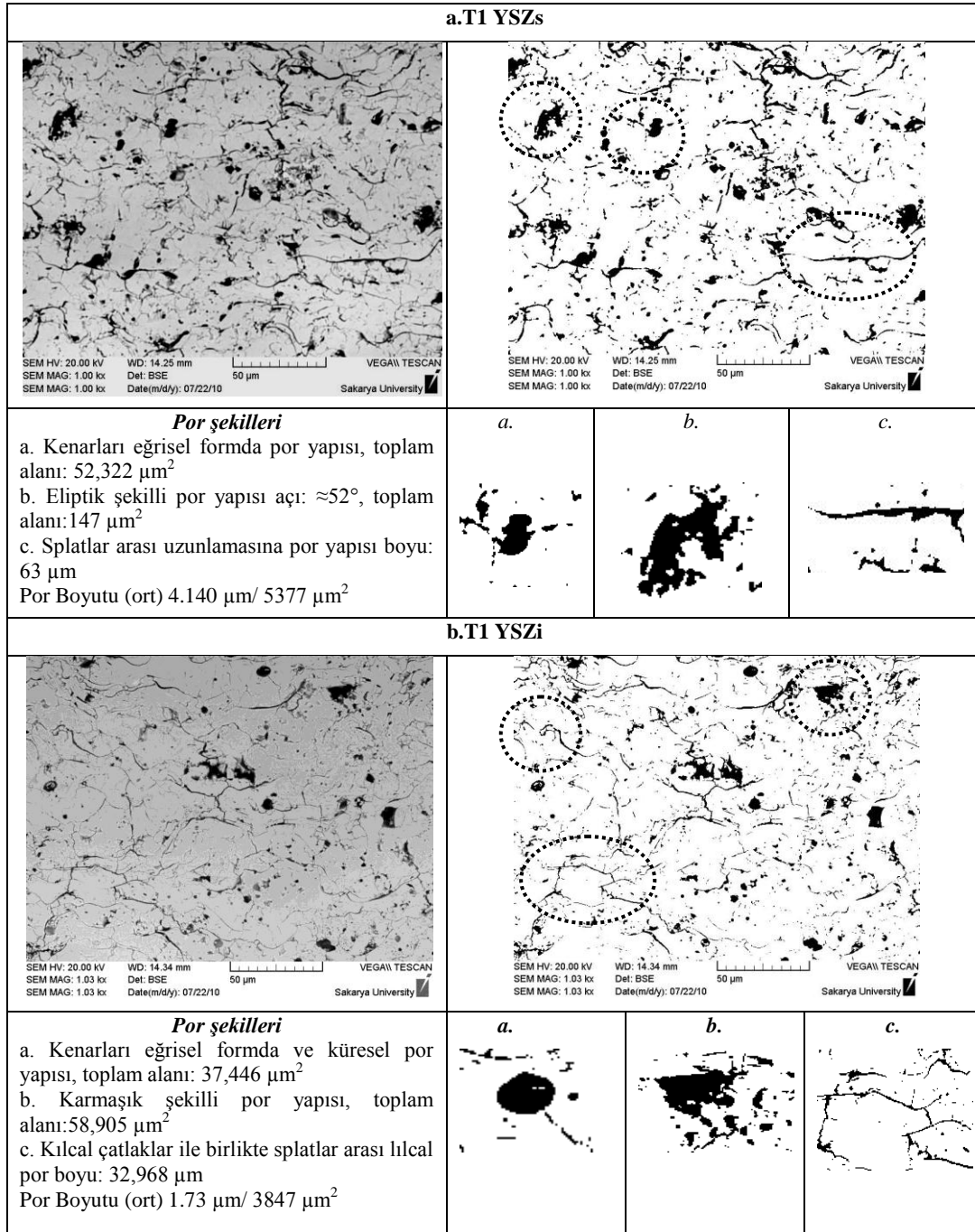
T1 test serisi için aynı altlık üzerine YSZ ve CSZ kaplamaların yüzey pürüzlülükleri karşılaştırıldığında CSZ esaslı kaplamalarda yüzey pürüzlülüğü hem paslanmaz çelik hem de inconel altlıklar için yapılan ölçümlerde daha düşük olduğu gözlenmektedir. Bu durum CSZ esaslı kaplamaların YSZ esaslı kaplamalara göre daha fazla ergime gösterdiğini işaret etmektedir. T1 test serisi için YSZ kaplamalarda en düşük Ra değeri 6.81 µm olup en yüksek Ra değeri 8.31 µm ölçülmüş, Rz ölçümlerinde ise en düşük 37.8 µm, en yüksek 48.90 µm ölçülmüştür. CSZ esaslı kaplamalarda ise en düşük Ra değeri 6.12 µm olup en yüksek Ra değeri 8.01 µm ölçülmüş, Rz

ölçümlerinde ise en düşük 33.5 μm , en yüksek 42.90 μm ölçülmüştür. Kaplama kalınlığı plazma tabancasının numune yüzeyinde paso sayısına ve toz besleme miktarına, nozül tipine, toz şekline, boyut dağılımına ve taşıyıcı gaz akış hızına bağlı olup kaplama birikme verimliliği ile ilişkilidir. Püskürtülen tozların plazma jeti içerisinde sıcaklığı ve hızı kaplama mikro yapısını önemli ölçüde etkilemektedir. Paso sayısının artması kaplama kalınlığını artırmaktadır. Toz besleme miktarının artırılması da kaplama kalınlığında artışa neden olmaktadır. Birikme verimliliği yüksek püskürtme mesafelerinde azalmaktadır. Splatların morfolojisi ve yassılaşıma davranışı da kaplama kalınlığı üzerinde etkili olmaktadır.

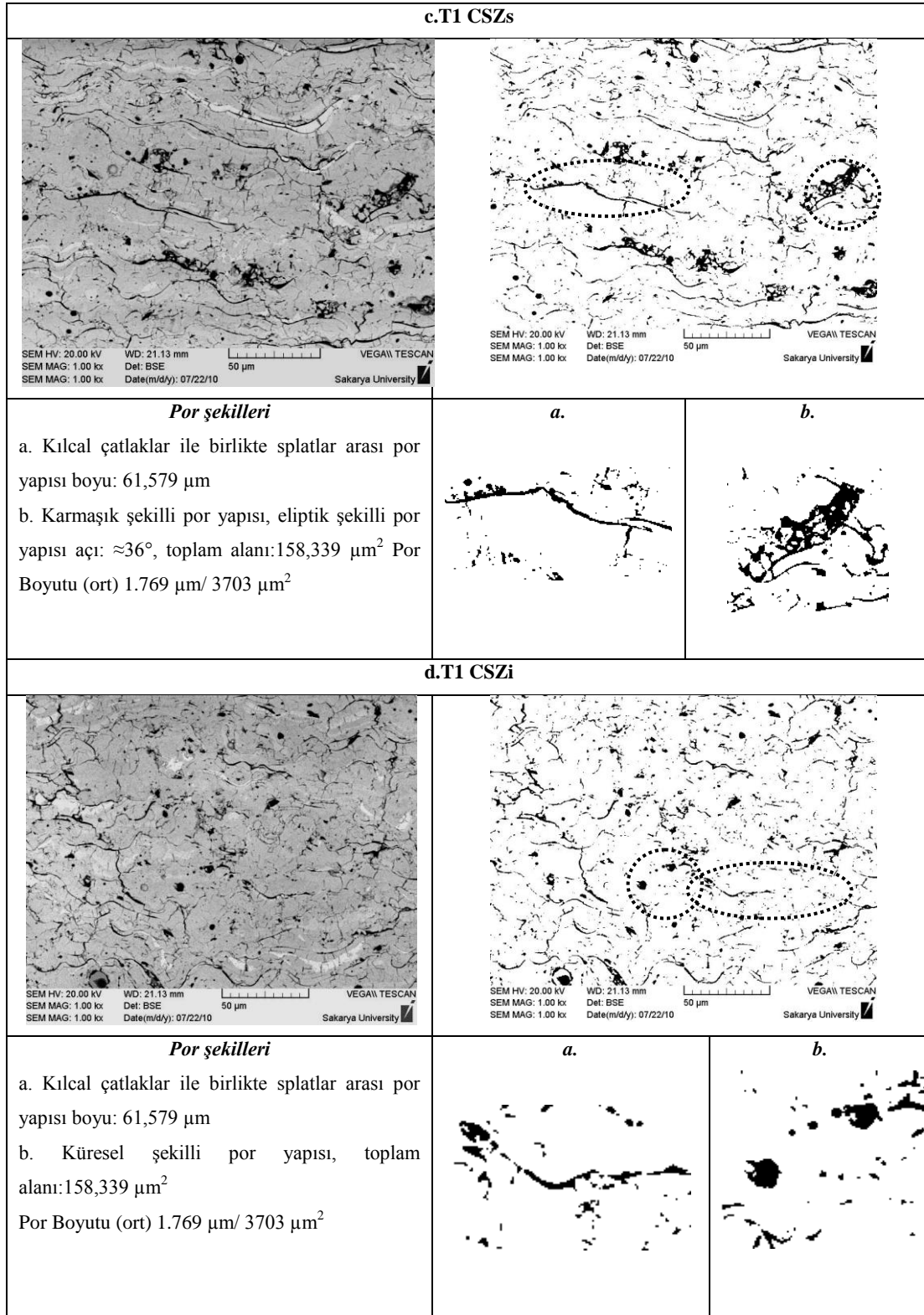
T1 test serisi üzerinde ölçüm sonuçlarına bağlı olarak kaplama kalınlıklarında belirgin farklılıklar gözlenmiştir. YSZ kaplamalar paslanmaz çelik ve inconel altlık üzerinde sırasıyla 273.83 \pm 6.11 μm ve 278.50 \pm 9.42 μm ölçülmüştür. Inconel altlık üzerinde YSZ esaslı kaplamaların kalınlıkları paslanmaz altlık üzerine göre daha kalındır. Bu durum paslanmaz çelik altlığın ısı iletim katsayısının inconel altlığa göre daha fazla olmasından kaynaklı altlık yüzeyinin daha fazla ısınması sonucu splatların çarpma sonrasında daha fazla yassılaşıma göstermesinden kaynaklanmaktadır. CSZ kaplamalarda da benzer bir şekilde inconel altlık üzerinde kaplama kalınlıkları paslanmaz altlık üzerine göre daha yüksektir, kaplama kalınlığı artış göstermiştir. CSZ kaplamalarda kaplama kalınlıkları paslanmaz çelik ve inconel altlık üzerinde sırasıyla 373.33 \pm 4.90 μm ve 379.50 \pm 6.28 μm ölçülmüştür. Paslanmaz çelik ve inconel altlıklar üzerinde YSZ ve CSZ esaslı kaplamalar arasında belirgin bir kalınlık farkı (\approx 100 μm) gözlenmektedir. Bunun iki nedeni bulunmaktadır: Altlık yüzeyinin daha fazla ısınması nedeniyle splatların yüzeye çarpması ile yassılaşıma sonucu paslanmaz çelikler üzerinde kaplama kalınlıkları daha düşük seviyededir. Diğer bir yandan YSZ kaplamaların ergime noktasının CSZ'ye göre daha yüksek olması birikme verimini düşürmekte ve kalınlıkların daha düşük olmasına neden olmaktadır. Kaplamaların birikme verimi YSZ kaplamalar için paslanmaz ve inconel altlık üzerinde sırasıyla birikme verimi %44 ve %47, CSZ kaplamalar için ise %66 ve %72 hesaplanmıştır. YSZ kaplamasının birikme verimi inconel altlıkta paslanmaz çelik altlığa göre %3 daha fazladır. CSZ kaplamalarda ise % 6 daha fazladır. Paslanmaz çelik altlık üzerinde CSZ kaplamaların YSZ kaplamalara göre birikme verimi % 22 daha yüksektir. Inconel altlık üzerinde ise % 30 daha yüksektir.

Termal bariyer kaplama mikroyapılarında porozite şekli, boyutu, dağılımı ve miktarı; termal yalıtım özelliği açısından ve termal çevrim ömrü açısından oldukça önem taşımaktadır. Mikroyapıda mikro çatlak ve porozite kaplamanın servis koşullarında şekil değiştirme kabiliyetine yardımcı olmaktadır. Bunun yanında porozite miktarı termal iletkenlik katsayısını, kırılma davranışını, erozif aşınma direncini de etkilemektedir. T1 test serisinde YSZs için ortalama porozite miktarı %11.34. Üç farklı por morfolojisi gözlenmektedir (Şekil 7.17). Kenarları eğrisel formda, eliptik şekilde ve splatlar arasında uzanmış şekillerde porlar mevcuttur. Por morfolojisi kaplamanın dökülmesine ve çatlak başlangıcına etki etmektedir. YSZi kaplamada ortalama porozite oranı % 9.98. Por morfolojisi küresel formda porlar ve mikroçatlak ile birlikte splatlar arasında uzanmış por yapıları gözlenmektedir. Her iki altlık üzerindeki YSZ esaslı kaplamalarda por morfolojileri birbirine benzer şekillerdedir. CSZs ve CSZi kaplamalarda porozite miktarı sırasıyla %9.62, %8.58 ölçülmüştür.

YSZ esaslı kaplamaların ortalama sertlik ölçüm sonuçları paslanmaz çelik altlık üzerinde 730-800 HV_{0.1}, inonel altlık üzerinde 880-1075 HV_{0.1} ölçülmüştür. Sertlik değerindeki bu artışın nedeni porozite miktarı ile ilişkilendirildiğinde porozite miktarının düşmesi sertlikte artışa neden olmuştur. CSZ esaslı kaplamalar için yapılan ortalama sertlik ölçümlerinde ise sırasıyla paslanmaz çelik altlık üzerinde 855-940 HV_{0.1}, inonel altlık üzerinde 795-855 HV_{0.1} aralığında ölçülmüştür. CSZ kaplamaların sertlikleri YSZ kaplamalara göre hem paslanmaz çelik altlık hemde inonel altlık üzerinde daha yüksek değere sahiptir. T1 test serisinde elde edilen bulgulara göre kaplamaların porozite miktarı ile birikme verimi ve kalınlık arasında ters orantılı bir ilişki göze çarpmaktadır. Her iki kaplama kompozisyonu için kaplamaların birikme verimi ve kalınlığı arttıkça porozite miktarı düşmektedir. Altlık malzemesinin kompozisyonu kaplama yapı ve özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Altlık malzemesinin plazma jeti ile etkileşimi sonucu yüzeyin ısınma ve soğuma davranışı splatların katılma davranışını etkilemektedir. Bu durum kaplama kesitinde porozite, yüzey pürüzlülüğü, kalınlık, birikme verimi ve sertlik özelliklerinin değişmesine neden olmaktadır.



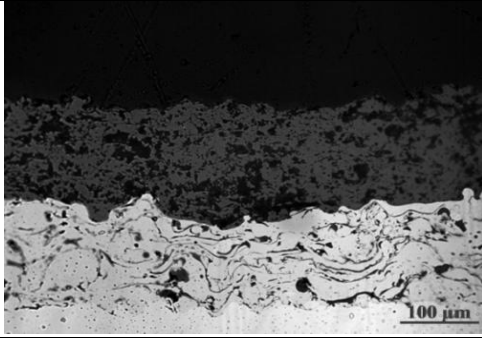
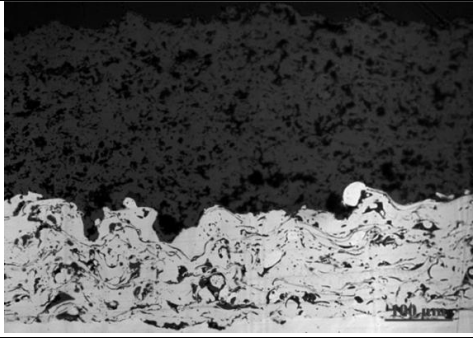
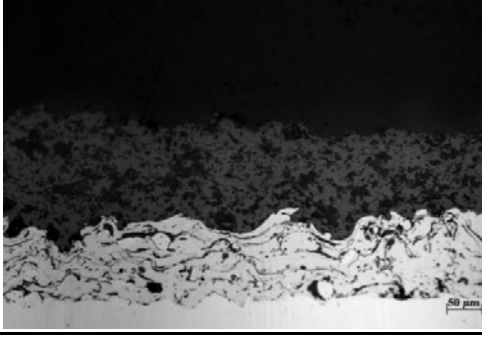
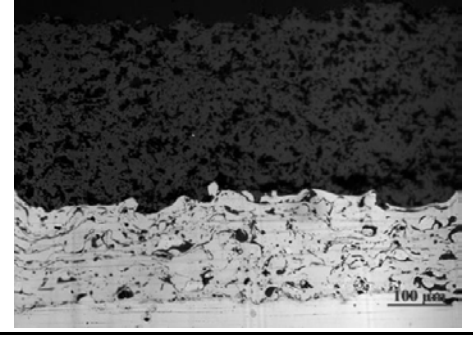
Şekil 7.17. T1 test serisi ile üretilen kaplamaların (YSZs ve CSZi) mikroyapısında porozite morfolojisi



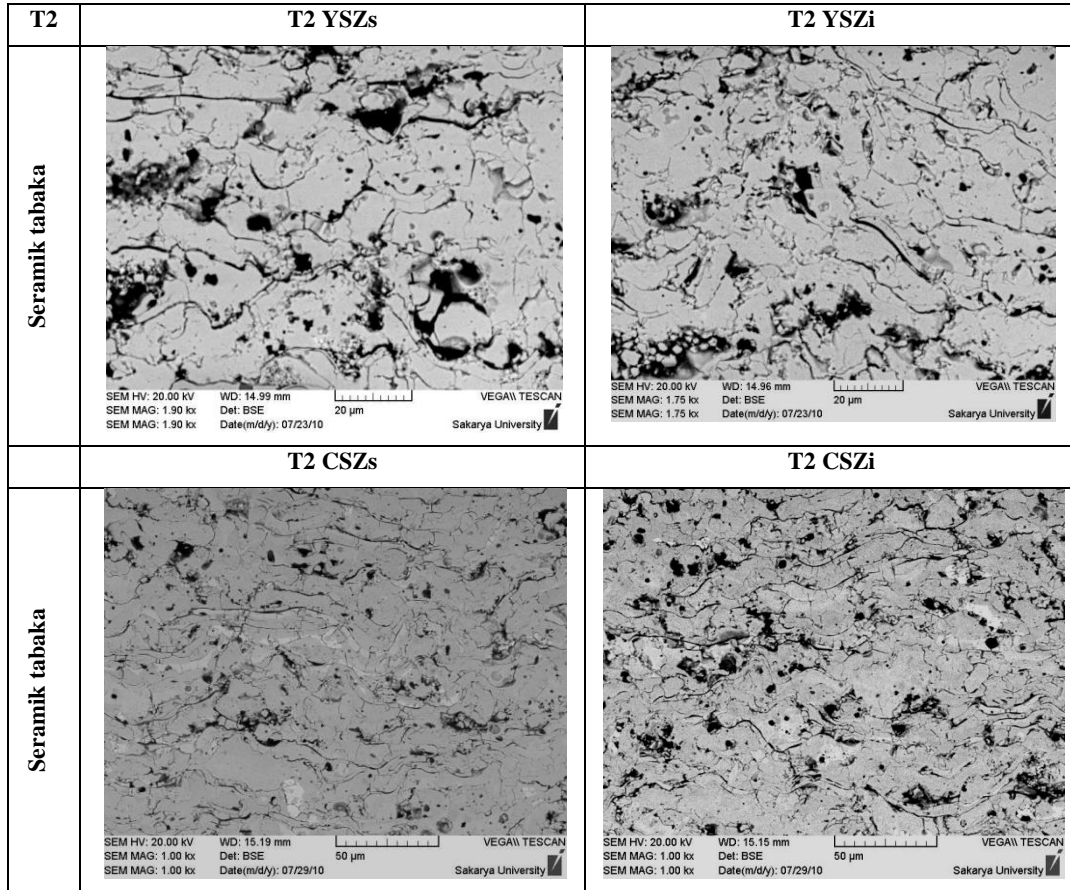
Şekil 7.17. T1 test serisi ile üretilen kaplamaların (YSZs ve CSZi) mikroyapısında porozite morfolojisi (devam)

T1 test serisi proses parametrelerinin farklı iki altlık üzerinde her iki tür kaplama kompozisyonu üzerine etkisi incelendiğinde 35.4 kW plazma gücü her iki kaplamanın paslanmaz çelik ve inconel çelik yüzeylerde birikmesine olanak sağlamıştır. Kaplamalar tipik plazma sprej prosesi ile üretilmiş heterojen ve lamelli bir yapıya sahiptir. Kaplama kalınlıkları (270-380 μm) hedeflenen değerler aralığındadır. Kaplamaların birikme verimliliği YSZ kaplamalarda % 44-47, CSZ kaplamalarda % 66-72 arasındadır. Kaplamaların porozite miktarı üzerinde Ar ve H₂ gaz akış hızları (nlpm) ve sprej mesafesi etkili olmaktadır. Her iki tür kaplama kesitinde görüntü analizi ile yapılan ölçümlerde % 9-11 aralığında porozite ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülük değerleri Ra $\approx 7 \pm 1 \mu\text{m}$, Rz $\approx 40 \pm 3 \mu\text{m}$ seviyesindedir. Porozite miktarına ve ergime davranışına bağlı olarak kaplama sertlikleri 780-920 HV_{0.1} aralığındadır.

T2 test serisinde (Şekil 7.18); T1 test serisinden farklı olarak plazma akımı sabit tutularak Ar gazı akış hızı 35nlpm'den 45 nlpm'e, H₂ gaz akış hızı 7.5 nlpm'den 10 nlpm'e yükseltilmiştir. Sprej mesafesi ise 100 mm'den 150 mm'ye artırılmıştır. Bununla birlikte plazma gücü 35.4 kW'dan 36 kW'a yükselmiştir. T2 test serisinde proses parametreleri ile farklı altlıklar üzerinde kaplamaların birikme veriminde farklılıklar gözlenmektedir. CSZ kaplamalarda hedeflenen kaplama kalınlıklarına ulaşılmasına karşın YSZ kaplamalarda kaplama kalınlıkları $\approx 100-150 \mu\text{m}$ daha düşük seviyededir. CSZ kaplamalarda YSZ'ye göre daha iyi bir birikme verimi gözlenmektedir. Her iki kaplama kompozisyonunda da T1 test serisine göre porozite oranları artış göstermiştir. Sprej mesafesinin artması ile birlikte Ar ve H₂ gaz akış hızlarının da artışı parçacıkların hızlanmasına etki etmesi nedeniyle porozite oranı artmıştır. YSZ kaplamalarda porozite oranı %13-15 arasında değişirken CSZ kaplamalarda ise %11-12 arasında ölçülmüştür (Şekil 7.19). Yüzey pürüzlülüğü YSZ kaplamalarda Ra $\approx 8 \mu\text{m}$, Rz $\approx 45 \pm 1 \mu\text{m}$, CSZ kaplamalarda Ra $\approx 7 \mu\text{m}$, Rz $\approx 39 \mu\text{m}$ ölçülmüştür. Kaplamaların sertlik ölçümleri YSZ kaplamalarda porozite miktarı ve morfolojisi ile ilişkili olarak 670-760 HV_{0.1}, CSZ kaplamalarda 800-920 HV_{0.1} aralığında ölçülmüştür.

| T2 | YSZ | CSZ |
|---|--|---|
| Paslanmaz çelik altlık |  |  |
| Ra | 8.01±0.50 µm | 6.92±0.31 µm |
| Rz | 46.23±3.21 µm | 39.43±2.03 µm |
| Rmax | 56.67±4.23 µm | 48±4.24 µm |
| %Por | %13-15 | %11-13 |
| Kalınlık | 163.17 ± 7.08 µm | 302.33 ± 7.61 µm |
| %DE | %28 | %50 |
| HV ₀₁ | 850-950 | 650-720 |
| Süper alaşım altlık |  |  |
| Ra | 7.89±0.50 µm | 6,94±0.62 µm |
| Rz | 44.12±1,75 µm | 39.97±3.37 µm |
| Rmax | 56.20±6.80 µm | 47.13±4.88 µm |
| %Por | %14-15 | %11-13 |
| Kalınlık | 151 ±4.29 µm | 286.67±13.91 µm |
| %DE | %27 | %44 |
| HV ₀₁ | 768 | 790-850 |
| Proses parametreleri 575A, Ar/H₂: 45/10 (nlpm), 150mm | | |
| T2 | YSZs - | CSZs + |
| ONAY | YSZi - | CSZi + |

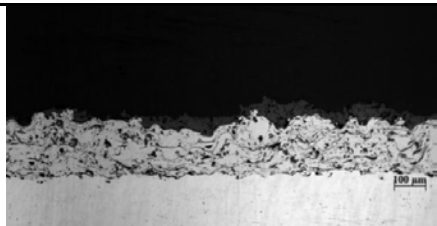
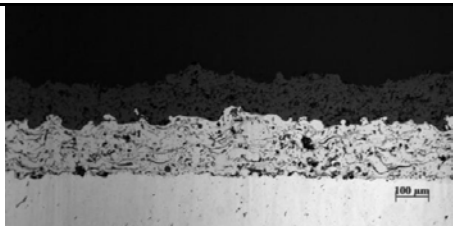
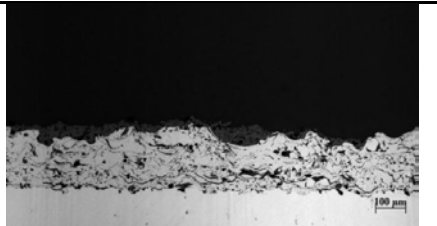
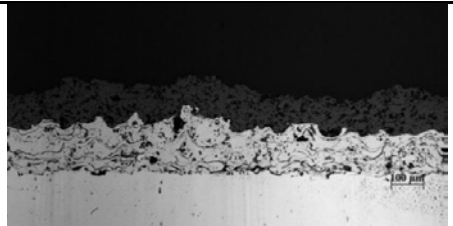
Şekil 7.18. T2 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri



Şekil 7.19 T2 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları

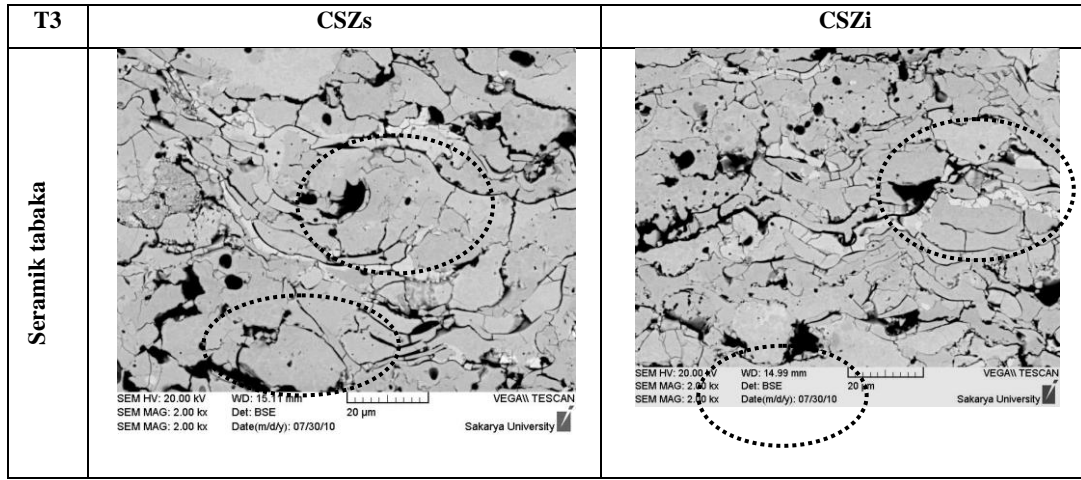
T3 test serisi ile; T2 test serisinden farklı olarak plazma akımı sabit tutularak Ar gazı akış hızı 45nlpm 'den 55 nlpm'e, H₂ gaz akış hızı 10 nlpm'den 12.5 nlpm' e yükseltilmiştir. Sprey mesafesi ise 150 mm'den 200 mm'ye artırılmıştır. Bununla birlikte plazma gücü 36 kW'dan 36.8 kW'a yükselmiştir. Plazmanın gücü artmasıyla birlikte plazma jeti hızı ve sıcaklığı da artmıştır. Her iki kaplama kompozisyonu içinde öncelikle göze çarpan birikme verimi önemli ölçüde düşmüştür (Şekil 7.20). T2 test serisi ile karşılaştırdığımızda YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların yüzey pürüzlülük değerlerinde $\approx 1\mu\text{m}$ artış gözlenmektedir. Bu durum parçacıkların yeterli süre plazma jetinde kalmadığını dolayısıyla ergimeden veya kısmi ergiyerek yüzeye ulaştığını ifade etmektedir. Kaplama kalınlıkları açısından değerlendirildiğinde özellikle YSZ kaplamaların paslanmaz çelik ve inconel altlık üzerinde kalınlıkları T2 test serisine göre $\approx 100\mu\text{m}$ azalma gözlenmektedir. Paslanmaz çelik yüzeyde $61\mu\text{m}$, inconel altlık yüzeyinde ise $38\mu\text{m}$ kaplama kalınlığı ölçülmüştür. YSZ kaplamaların birikme verimi %20'nin altında kalmıştır. Plazma jeti içerisinde hızı ve enerjisi artmış

parçacıkların birçoğunun yüzeye çarparak saçıldığı düşünülmektedir. CSZ esaslı kaplamaların kalınlık ölçümleri sonucunda paslanmaz çelik altlık üzerinde ortalama 141µm kaplama biriktiği, inconel altlık üzerinde ise ortalama 127µm kaplama kalınlığı belirlenmiştir. CSZ kaplamaların birikme verimi YSZ kaplamalara göre daha yüksektir. CSZ kaplama tozlarının daha fazla ergime göstermesi daha fazla kaplama birikmesine imkan sağlamaktadır. Bunun temel nedeni CSZ esaslı kaplamaların yoğunluklarının YSZ'ye göre daha fazla olması plazma jeti içinde kalma sürelerini ve hızlarını etkilemektedir.

| T3 | YSZ | CSZ |
|---|---|--|
| Paslanmaz çelik altlık |  |  |
| Ra | 9.29±0.58 µm | 8.62±0.76 µm |
| Rz | 48.10±3.58 µm | 48.63±3.97 µm |
| Rmax | 58.32±4.73 µm | 60.27±7.52 µm |
| %Por | %12-14 | %13-15 |
| Kalınlık | 61±4,90 µm | 141,33 ± 6,02 µm |
| %DE | %17 | %25 |
| HV _{0.1} | 450-500 | 840-930 |
| Süper alayım altlık |  |  |
| Ra | 9.07±0.34 µm | 8.75±0.58 µm |
| Rz | 48.55±2.44 µm | 48.13±3.80 µm |
| Rmax | 59.95±5.67 µm | 57.52±7.76 µm |
| %Por | %12-13 | %17-19 |
| Kalınlık | 38.7 ± 4.83 µm | 127±5.59 µm |
| %DE | %11 | %22 |
| HV _{0.1} | 500-530 | 1000-1050 |
| Proses parametreleri 575A, Ar/H₂: 55/12.5 (nlpm), 200mm | | |
| T3 | YSZs - | CSZs - |
| ONAY | YSZi - | CSZi - |

Şekil 7.20. T3 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri

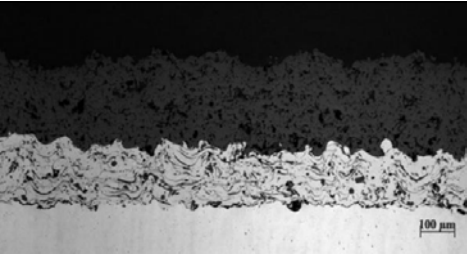
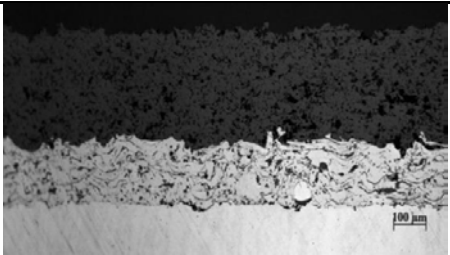
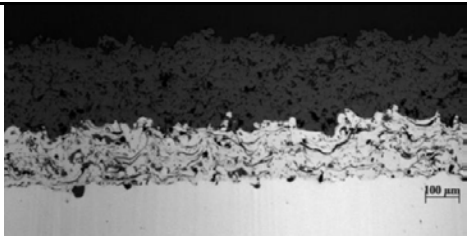
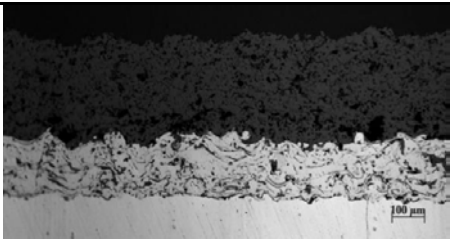
T3 test parametreleri ile toz parçacıkların plazma içindeki sıcaklıkları düşerken, parçacık hızı artmıştır. Sprey mesafesinin artması ile birlikte plazma jeti içerisinde kalma süresi artmıştır. CSZs ve CSZi için porozite morfolojisi benzer şekildedir. Kaplama mikroyapısında hızlı püskürtme nedeniyle çok sayıda ergimemiş parçacıklar gözlenmektedir. Bunun yanında ergimemiş parçacıklar arasında ve çevreleyen bölgelerinde farklı şekillerde porozite yapısı gözlemlenmektedir (Şekil 7.21).



Şekil 7.21. T3 test serisi ile CSZ esaslı seramik kaplamaların mikroyapısında kesit mikroyapıları

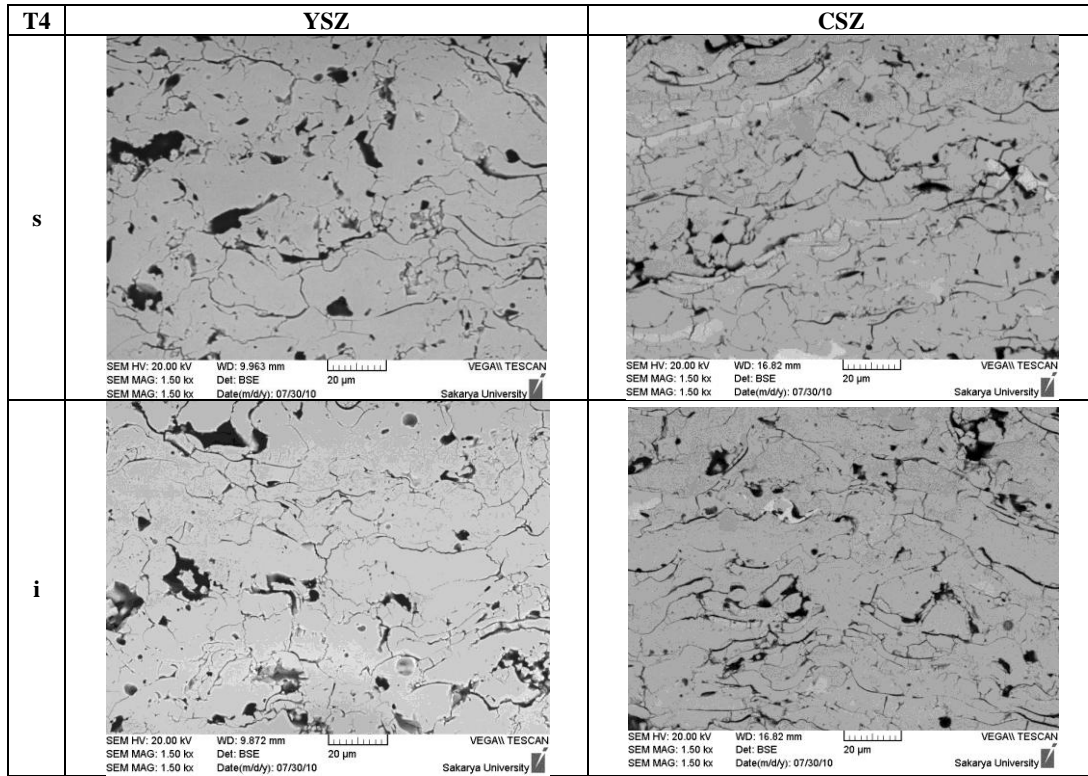
T1-T3 test serileri arasında değerlendirme yapıldığında 575A plazma akımı ile püskürtme koşullarında YSZ kaplamalar için T1 test serisi kabul edilirken, CSZ esaslı kaplamalar için ise T1 ve T2 test serileri kabul edilmiştir. Her iki kaplama türü içinde T3 test serisi parametrelerinin yeterli birikme verimini sağlayamaması ve mikroyapısal özellikleri nedeniyle uygun olmadığına karar verilmiştir.

600A plazma akımı ile püskürtme koşullarında T4-T6 test serilerinin proses parametreleri ile üretilen kaplamalar sergilenmektedir (Şekil 7.22). Her iki kaplama kompozisyonu içinde her iki altlık üzerinde arzulanan kaplama kalınlıkları elde edilebilmiştir. Görüleceği üzere CSZ esaslı kaplamaların birikme verimi YSZ'ye göre daha fazladır. Yüzey pürüzlülüğü CSZ kaplamalarda daha düşük seviyelerdedir. Süper alaşım altlık üzerinde sertlik ölçümleri paslanmaz çelik altlığa göre daha yüksek seviyededir.

| T4 | YSZ | CSZ |
|---|--|---|
| Paslanmaz çelik altlık |  |  |
| Ra | 8.99±0.84 µm | 7.36±0.60 µm |
| Rz | 49.17±1.94 µm | 40.48±2.44 µm |
| Rmax | 60.07±6.64 µm | 48.22±3.61 µm |
| %Por | %9-11 | %10-12 |
| Kalınlık | 231 ±6,07 µm | 296.50 ± 11.02 µm |
| %DE | %33 | %53 |
| HV _{0.1} | 900-950 | 540-600 |
| Süper alaşım altlık |  |  |
| Ra | 8.29±0.77 µm | 7.68±0.26 µm |
| Rz | 46.80±2.60 µm | 43.27±2.55 µm |
| Rmax | 55.97±7.38 µm | 54.78±6.34 µm |
| %Por | %8-11 | %10-12 |
| Kalınlık | 240 ±13.54 µm | 275.50 ±7.53µm |
| %DE | %37 | %42 |
| HV _{0.1} | 1000-1100 | 600-720 |
| Proses parametreleri 600A, Ar/H₂: 35/10 (nlpm), 200mm | | |
| T4 | YSZs + | CSZs + |
| ONAY | YSZi + | CSZi + |

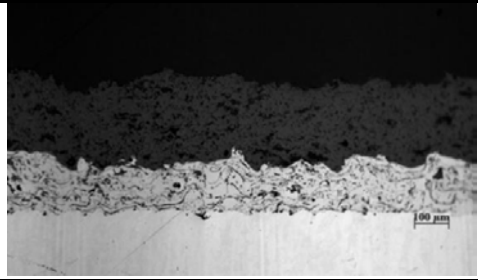
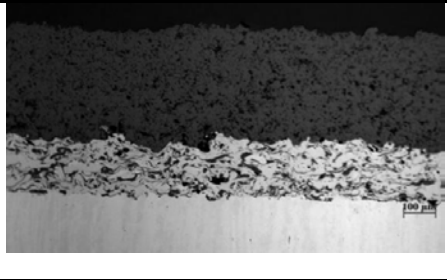
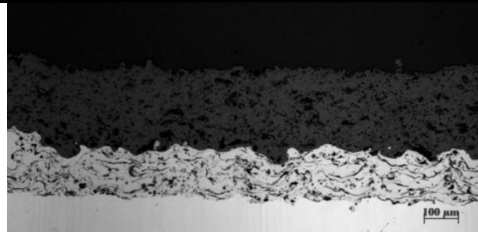
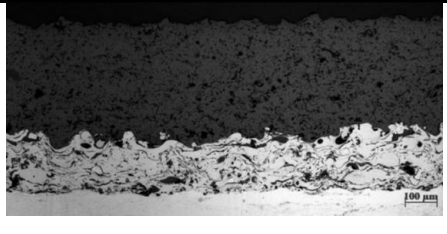
Şekil 7.22. T4 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri

CSZ esaslı kaplamalarda splatlar arası porlar gözlemlenirken, YSZ esaslı kaplamalarda daha fazla ergimemiş parçacık ve düzensiz şekilli ve büyük por morfolojisi gözlenmektedir. Plazma gücünün artışı ile daha iyi bir ergime gözlenmektedir, porozite oranı azalmaktadır (Şekil 7.23).



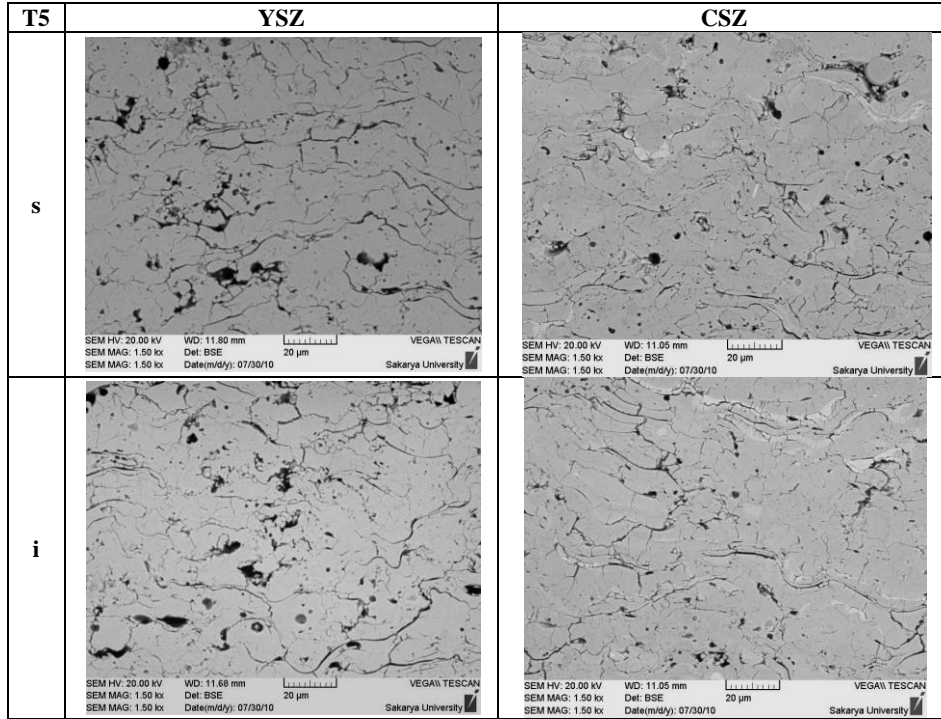
Şekil 7.23. T4 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları

T5 test serisi parametrelerinde T4'e göre parçacık sıcaklıkları düşerken parçacık hızı artmıştır. T5 test serisi proses parametreleri ile 39.2 kW plazma gücü ile püskürtülen iki tür kaplama kompozisyonu hem süper alaşım inconel altlık üzerinde hemde paslanmaz çelik altlık üzerinde hedeflenen kaplama kalınlığına ulaşmıştır. YSZ kaplamalar için kaplama kalınlıkları $\approx 250 \pm 13 \mu\text{m}$, CSZ kaplamalarda ise $\approx 350 \pm 13 \mu\text{m}$ ölçülmüştür. CSZ kaplama kalınlıkları YSZ kaplama kalınlıklarına göre %28 daha yüksektir. Kaplama kalınlıkları ile ilişkili olarak kaplamaların birikme verimliliği YSZ kaplamalarda %40-45 arasında CSZ kaplamalarda ise %58-61 arasındadır. Bu test serisi için YSZ kaplamalara göre CSZ esaslı kaplamalar daha fazla birikme verimine sahiptir (Şekil 7.24). Yüzey pürüzlülükleri arasında bir karşılaştırma yaptığımızda da CSZ esaslı kaplamaların daha iyi bir ergime davranışı sonucunda daha düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu gözlenmektedir.

| T5 | YSZ | CSZ |
|---|--|---|
| Paslanmaz çelik altlık |  |  |
| Ra | 7.58±0.58µm | 6.62±0.48µm |
| Rz | 41.48±2.62µm | 36.50±2.32µm |
| Rmax | 53.08±2.86µm | 43.58±4.17µm |
| %Por | %8-10 | %6-9 |
| Kalınlık | 251.67±13.66µm | 355.83±11.72µm |
| %DE | %39 | %61 |
| HV _{0.1} | 750-850 | 820-910 |
| Süper alayım altlık |  |  |
| Ra | 7.17±0.58µm | 6.72±0.53µm |
| Rz | 41.43±2.93µm | 38.28±3.58µm |
| Rmax | 49.65±4.87µm | 47.10±3.69µm |
| %Por | %7-10 | %6-9 |
| Kalınlık | 257.67±13.65µm | 347.17±13.27µm |
| %DE | %44 | %58 |
| HV _{0.1} | 850-1000 | 850-950 |
| Proses parametreleri 600A, Ar/H₂: 45/12.5 (nlpm), 100mm | | |
| T5 | YSZs + | CSZs + |
| ONAY | YSZi + | CSZi + |

Şekil 7.24. T5 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri

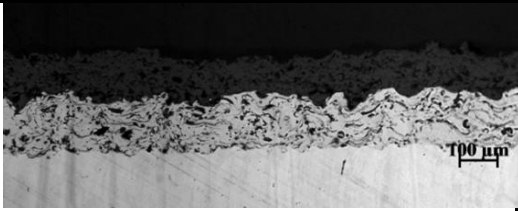
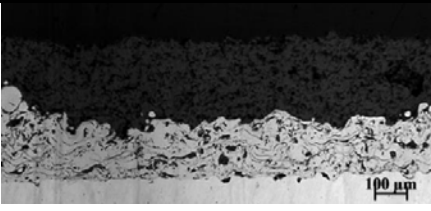
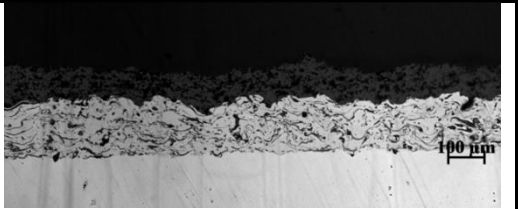
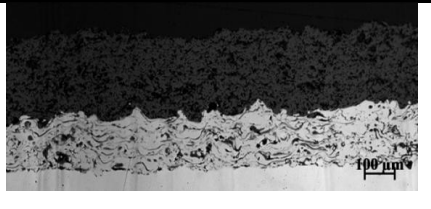
Şekil 7.25'den görüleceği üzere artan plazma gücü ile porozite oranı azalmaktadır. Proses parametrelerine bağlı olarak parçacık hızı artmış ve parçacık sıcaklığı ise T4 test serisine göre nispeten azalmıştır. Parçacık sıcaklığının 2800°C'nin üzerinde olması parçacıkların ergimesinde önemli rol oynamaktadır. Sprey mesafesinin kısalmasına karşın kaplama mikroyapısı daha yoğun bir yapıya sahiptir. CSZ esaslı kaplamalar daha iyi bir ergime oranına sahip olup kaplama yapısında YSZ'ye göre daha az porozite gözlenmektedir.



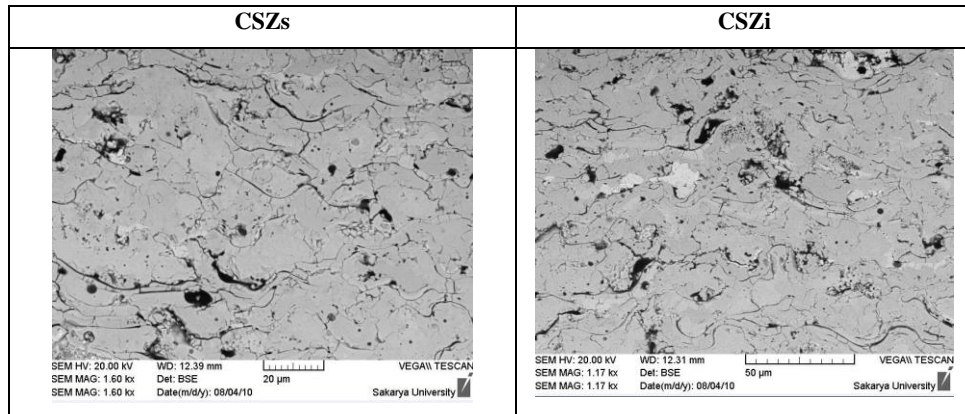
Şekil 7.25. T5 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları

T6 test serisi proses parametreleri ile elde edilen YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların yüzey pürüzlülük değerleri birbirine yakın seviyelerde olup $\approx Ra:7-8\mu m$ ve $\approx Rz:41-43\mu m$ aralığındadır. YSZ kaplamalarda arzulanan kaplama kalınlığına erişilememiştir. CSZ esaslı kaplamalarda hedefe ulaşılmış ve $\approx 250\pm 10\mu m$ kalınlık ölçülmüştür. YSZ kaplamaların birikme verimi %30'un altındadır. Buna karşın CSZ esaslı kaplamalarda birikme verimliliği $\%40\pm 3$ seviyesindedir. Kaplama sertlikleri YSZ için $430-560 HV_{0.1}$, CSZ kaplamalarda ise $630-740 HV_{0.1}$ arasındadır (Şekil 7.26).

T6 test parametreleri ile parçacık sıcaklığının $2700C$ 'nin altına düşmesi YSZ kaplamaların birikme verimini olumsuz etkilemiştir. Parçacık hızının artması ($V_p > 190 m/sn$) sonucunda mikro yapıda çok sayıda ergimemiş parçacık gözlenmektedir (Şekil 7.27).

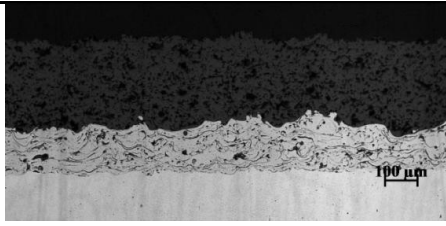
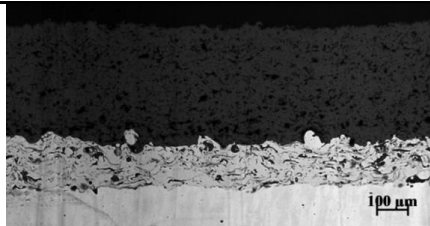
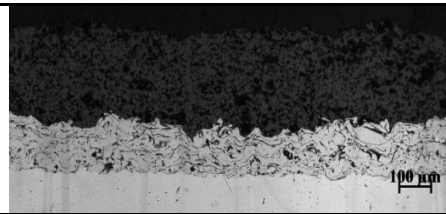
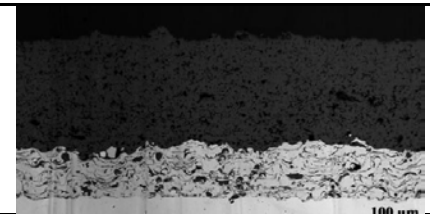
| T6 | YSZ | CSZ |
|---|---|--|
| Paslanmaz çelik altlık |  |  |
| Ra | 8.11±0.59µm | 7.45±0.44µm |
| Rz | 43.63±2.13µm | 41.80±4.41µm |
| Rmax | 54.10±5.05µm | 49.28±7µm |
| %Por | % 15-18 | % 10-12 |
| Kalınlık | 130±13.10µm | 248.33±10.33µm |
| %DE | %24 | %39 |
| HV _{0.1} | 380-450 | 630-650 |
| Süper alaşım altlık |  |  |
| Ra | 7.53±0.42µm | 7.56±0.35µm |
| Rz | 41.35±2.40µm | 41.52±1.81µm |
| Rmax | 50.65±6.52µm | 49.58±4.62µm |
| %Por | % 15-18 | % 10-12 |
| Kalınlık | 109.82±11.97µm | 266.17±4.79µm |
| %DE | %22 | %42 |
| HV _{0.1} | 420-525 | 670-725 |
| Proses parametreleri 600A, Ar/H₂: 50/10 (nlpm), 150mm | | |
| T6 | YSZs - | CSZs + |
| ONAY | YSZi - | CSZi + |

Şekil 7.26. T6 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri



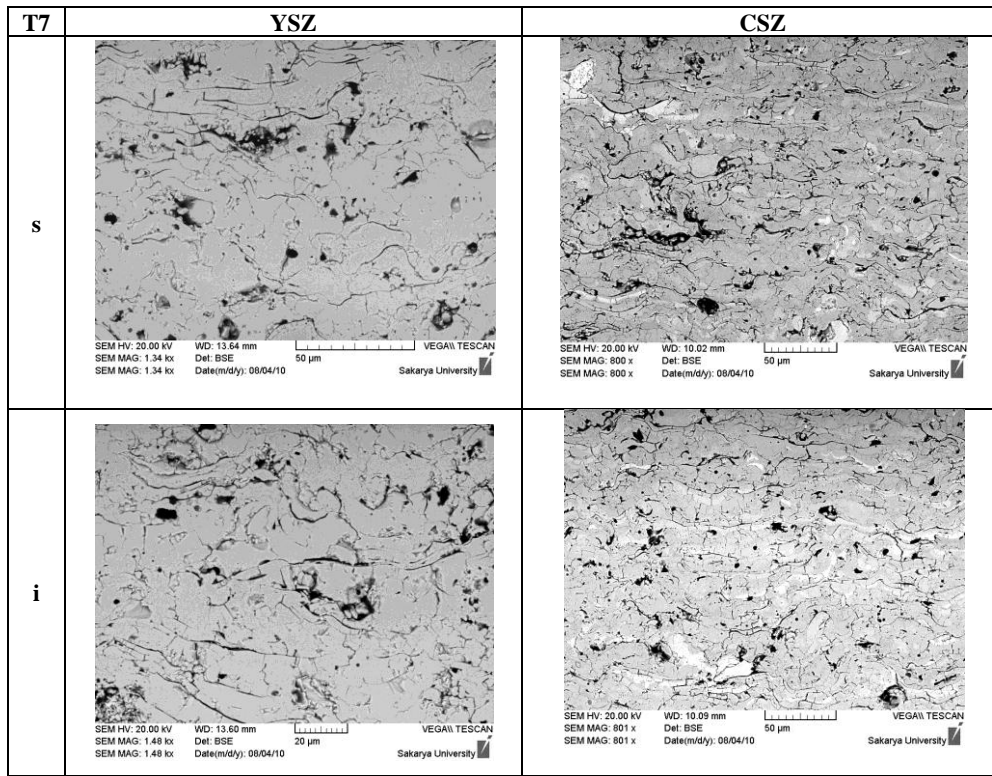
Şekil 7.27. T6 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları

625A plazma akımında püskürtme koşulları için T7-T9 test serileri arasında T7 test serisinde göre H₂ gaz akış hızı en yüksek seviyededir. Ar gaz akış hızı ise deneysel tasarım parametreleri arasında en düşük seviyededir. Dolayısıyla plazma jeti içerisinde toz parçacıkların sıcaklıkları oldukça artacak ve plazma jeti içerisinde hızı diğer test serilerine göre daha yavaş olup etkileşim süresi daha uzun olacaktır. Bu durum plazma jeti ile toz etkileşiminde ergimeyi kolaylaştıracaktır. YSZ ve CSZ esaslı kaplamalar için püskürtme mesafesi kaplamaların yüzeyde birikmesi için yeterli süreye olanak sağlamıştır. Dolayısıyla hedeflenen kaplama kalınlığına ve birikme verimine ulaşılabilmektedir. Her iki kaplama kompozisyonu için de proses parametrelerine bağlı olarak püskürtme mesafesi uygundur (Şekil 7.28).

| T7 | YSZ | CSZ |
|---|---|--|
| Paslanmaz çelik altlık |  |  |
| Ra | 7.48±0.22µm | 6.61±0.34µm |
| Rz | 42±1.54µm | 37.28±2.30µm |
| Rmax | 49.95±2.59µm | 43.90±3.96µm |
| %Por | %10.65 | %13.97 |
| Kalınlık | 280.33±11.52µm | 380.50±13.73µm |
| %DE | %53 | %66 |
| HV _{0.1} | 723 | 786 |
| Süper alaşım altlık |  |  |
| Ra | 7.58±0.37µm | 6.54±0.31µm |
| Rz | 43.25±2.17µm | 38.32±3.54µm |
| Rmax | 52.05±4.40µm | 52.77±13.98µm |
| %Por | %11.27 | %13.08 |
| Kalınlık | 282.33±13.78µm | 368.17±13.82µm |
| %DE | %56 | %64 |
| HV _{0.1} | 705 | 683 |
| Proses parametreleri 625A, Ar/H₂: 35/12.5 (nlpm), 150mm | | |
| T7 ONAY | YSZs + | CSZs + |
| | YSZi + | CSZi + |

Şekil 7.28. T7 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri

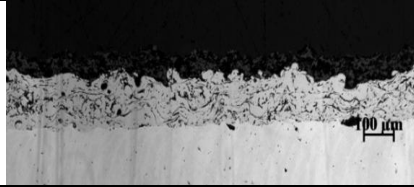
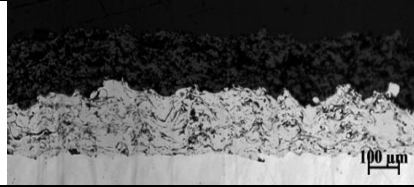
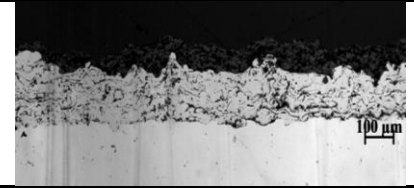
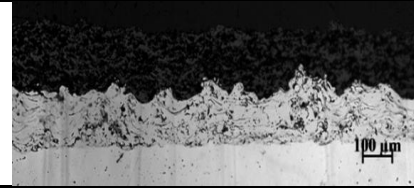
T7 test serisi mikro yapıları arasında karşılaştırma yapıldığında her iki kaplama mikro yapısı da tipik plazma sprej mikro yapısını yansıtmaktadır (Şekil 7.29). YSZ esaslı kaplamaların CSZ kaplamalara göre daha yoğun bir yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Buna karşın CSZ esaslı kaplama yapısında daha fazla mikro çatlak ve küçük boyutlu çok sayıda porozite gözlenmektedir. Bunun nedeni ergime noktasının daha düşük olması nedeniyle parçacıklar daha fazla ısınarak hızlı katılma esnasında splatlar büzülerek farklı boyut ve formlarda mikro çatlak ve porozite oluşumuna yol açmaktadır. Parçacık sıcaklıkları düşük Ar ve yüksek H₂ gaz akışı ile birlikte 2900 °C'nin üzerine çıkmaktadır. Bununla birlikte yüksek plazma gücü (41kW) ve yüksek parçacık hızı (≈ 190 m/sn) seviyesinde püskürtme koşullarında porozite oranı düşmekte ve yoğun bir kaplama yapısı elde edilebilmektedir (Şekil 7.29).



Şekil 7.29. T7 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları

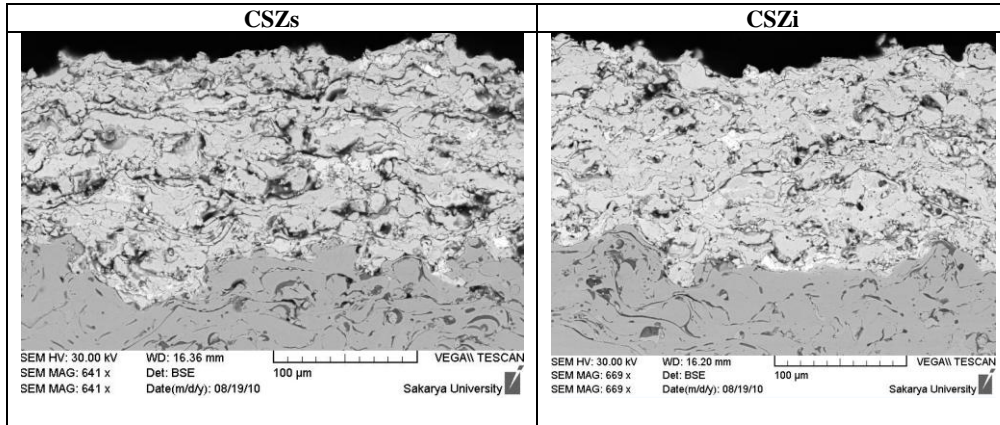
T8 proses parametrelerinin YSZ esaslı kaplamalar için uygun olmadığı gözlenmektedir. Arzulanan kaplama mikroyapısı ve birikme verimi elde edilememiştir. Plazma gücünün artırılması ve bunun yanında Ar gaz akışının

azaltılarak H₂ gaz akış hızının artırılması gerekmektedir. Diğer test serilerinde olduğu gibi CSZ gerek yüzey pürüzlülüğü gerekse birikme verimi açısından üstün olmasına karşın arzulanan mikroyapısal özellikler elde edilememiştir (Şekil 7.30).

| T8 | YSZ | CSZ |
|--|--|---|
| Paslanmaz çelik altlık |  |  |
| Ra | 8.43±0.21 μm | 7.77±0.25 μm |
| Rz | 44.42±1.16 μm | 42.72±2.12 μm |
| Rmax | 55.60±8.64 μm | 51.28±2.49 μm |
| %Por | %15.79 | %18-20 |
| Kalınlık | 73.33±4.18 μm | 168.83±10.59 μm |
| %DE | %19-22 | %32 |
| HV _{0.1} | 650-740 | 450-540 |
| Süper alaşım altlık |  |  |
| Ra | 7.42±0.62 μm | 7.88±0.51 μm |
| Rz | 45.97±1.29 μm | 43.28±3.36 μm |
| Rmax | 54.10±4.86 μm | 50.92±4.34 μm |
| %Por | %18.13 | %18-20 |
| Kalınlık | 81.33±12.89 μm | 170.17±11.21 μm |
| %DE | %19-22 | %33 |
| HV _{0.1} | 650-750 | 430-520 |
| Proses parametreleri 625A, Ar/H₂: 45/7.5 (nlpm), 200mm | | |
| T8 ONAY | YSZs - | CSZs +? |
| | YSZi - | CSZi +? |

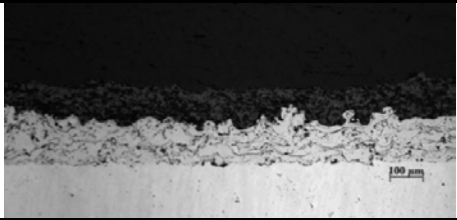
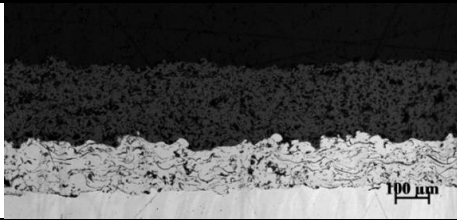
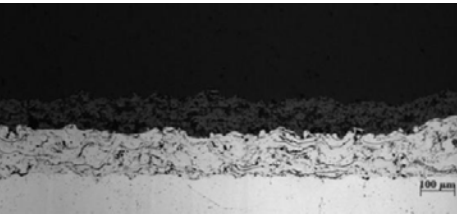
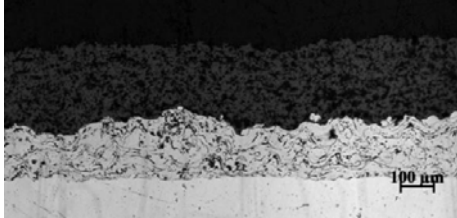
Şekil 7.30. T8 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri

Şekil 7.31’de elektron mikroskobu kesit görüntülerinde oldukça heterojen bir kaplama gözlenmektedir. Parçacık hızının 200 m/sn’nin üzerine çıkması ve bununla birlikte parçacık sıcaklığının 2800 °C’nin altında düşmesi ile ergimemiş parçacık sayısının artışı gözlenmektedir. Ara kesit yüzeyine bakıldığında pürüzlü yüzey yapışmaya yardımcı olmaktadır.

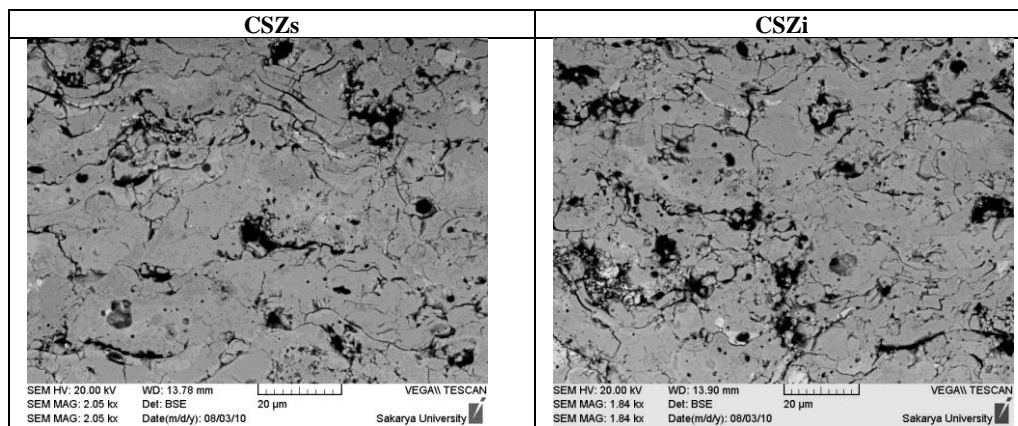


Şekil 7.31. T8 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları

T9 test serisi parametrelerinde Ar gaz akış hızı en üst düzeydedir. Hidrojen gaz akış hızı ise orta seviyededir. YSZ esaslı kaplamalar için T9 test serisi parametreleri uygun değildir. Ar gaz akış hızının çok yüksek olması plazma jetini hızlandırmış ve sıcaklığını düşürmüştür. Sprey mesafesinin 100 mm olması plazma jeti içerisinde toz parçacıkların kalma süresini kısaltmıştır. Bu durum yeterli ergime sağlanmadan yüzeye çarparak saçılmaya neden olmakta ve bununla birlikte splat lamellerinin birbiri üzerinde deformasyonuna neden olmaktadır. Dolayısıyla kaplama mikro yapısında lamel şekillerine bakıldığında hızlı katılma sonrası büzülmenin etkisiyle lamel yapısında belirgin deformasyonlar gözlenmektedir. Parçacıkların çok hızlı püskürtülmesi ergime için yeterli sürenin kısılmasıyla ilişkili olarak ergimemiş parçacık sayısı artmakta ve bununla birlikte poroziteli bir mikroyapıya neden olmaktadır. CSZ esaslı kaplamalar için T9 proses parametreleri kabul edilebilir düzeydedir (Şekil 7.32). Şekil 7.33'de kaplamaların kesit mikroyapıları sergilenmektedir.

| T9 | YSZ | CSZ |
|---|---|--|
| Paslanmaz çelik altlık |  |  |
| Ra | 7.97±0.48 µm | 7.18±0.37 µm |
| Rz | 43.77±5.05 µm | 40.20±1.43 µm |
| Rmax | 57.53±11.09 µm | 49.50±5.07 µm |
| %Por | %18.92 | %13.32 |
| Kalınlık | 107±10.09 µm | 239.83±15.85 µm |
| %DE | %25 | %39 |
| HV _{0.1} | 400-520 | 750-920 |
| Süper alaşım altlık |  |  |
| Ra | 7.45±0.18 µm | 7.08±0.28 µm |
| Rz | 39.88±0.77 µm | 39.72±2.49 µm |
| Rmax | 46.77±3.12 µm | 47.13±4.66 µm |
| %Por | %17.70 | %14.73 |
| Kalınlık | 94.33±13.08 µm | 264±5.93 µm |
| %DE | %23 | %44 |
| HV _{0.1} | 450-580 | 700-830 |
| Proses parametreleri 625A, Ar/H₂: 55/10 (nlpm), 100mm | | |
| T9 ONAY | YSZs - | CSZs +? |
| | YSZi - | CSZi + ? |

Şekil 7.32. T9 test serisi ile üretilen kaplamaların mikroyapıları ve özellikleri



Şekil 7.33. T9 test serisi ile üretilen seramik kaplamaların kesit mikroyapıları

7.4.2. Yüzey morfolojisi ve pürüzlülüğü etkileyen faktörler

TBK sistemlerinde genel olarak türbin kanatçıklarında aerodinamik koşullar nedeniyle düşük yüzey pürüzlülüğü arzulanmaktadır. Türbin içerisine emilen havanın veya yanma odasında mevcut yakıt kirlilikleri ve ya iç yüzey duvarlardan kopan parçacıkların yüksek ivmelenmesiyle yüzeye çarparak aşındırmasına karşı düşük yüzey pürüzlülüğü aerodinamik açıdan önem taşımaktadır. Aksi halde hızla çentik etkisi oluşturan kaba yüzeylerde aşınma hızlanmakta ve kaplama yüzeyinde erozif aşınma problemleri nedeniyle kesit azalmasına neden olmaktadır. Bu durum kaplamanın termal yalıtım kabiliyetinin düşmesine neden olmakta ve zamanla kaplamanın dökülerek hasarına yol açmaktadır [19, 39]. Plazma sprey prosesi ile elde edilen TBK kaplamaların yüzey pürüzlülüğünü etkileyen faktörler toz- plazma jeti etkileşimi ve droplet-altlık özellikleri etkileşimine bağlı olarak değişmektedir. Toz parçacıkların plazma jeti içinde hızına ve sıcaklığına bağlı olarak ergime davranışı ve altlık yüzeyine çarpma sonrası yassılaşıma ve hızlı katılaşma davranışı splatlar arasında mikroskopik seviyede temas noktalarının oluşumu sonucunda pürüzlülük seviyesi belirlenmektedir [50-53]. Altlık pürüzlülüğü, ön ısıtma, altlık sıcaklığı, sprey açısı, bağ tabaka kalınlığı ve kaplama kalınlığı da seramik tabaka yüzey pürüzlülüğü üzerinde etkili faktörlerdir. Püskürtme öncesi altlık yüzeyine ön ısıtma uygulanması daha yüksek kaplama yapışma dayanımına etki etmektedir. Yaklaşık $T > 200$ °C'nin üzerinde bir ısıtma seramik kaplamanın altlık yüzeyini ısıtma özelliklerini artırmakta ve daha fazla yayılmasına ve temas alanının artması ile birlikte yapışmanın artmasına neden olmaktadır [160-168, 216].

Tablo 7.6'da deneysel çalışmalarda proses parametrelerine bağlı olarak üretilen seramik tabaka yüzeylerinden alınan ortalama (9 ölçüm) yüzey pürüzlülük ölçüm sonuçları (R_a , R_z) sergilenmektedir. Farklı altlıkların yüzey pürüzlülüğüne etkisi değerlendirildiğinde IN738 alaşımı üzerinde YSZi kaplamaların yüzey pürüzlülüğü YSZs AISI 316 altlık üzerine göre daha düşük seviyelerdedir. Alaşımın termal iletkenlik katsayısı ve özgül ısı kapasitesine bağlı olarak altlık sıcaklığı yüzey pürüzlülüğünün değişimine etki etmektedir.

Parçacık sıcaklığı ve hızının artması ile birlikte altlığa ısı transferi artmakta, splat yayılması ve katılaşması esnasında splat morfolojisi değişmektedir. Bu durum birbiri üzerinde hızlı katılaşılan splatların oluşturduğu kaplamaların yüzey pürüzlülüğünün artmasına neden olmaktadır. Kaplama kompozisyonu ve toz boyutu ve boyut dağılımı da yüzey pürüzlülüğünü belirleyen faktörler arasındadır. Yapılan incelemelerde CSZ kaplamaların yüzey pürüzlülükleri YSZ'ye göre daha düşük seviyelerde olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 7.6. Ortalama yüzey pürüzlülük ölçüm sonuçları

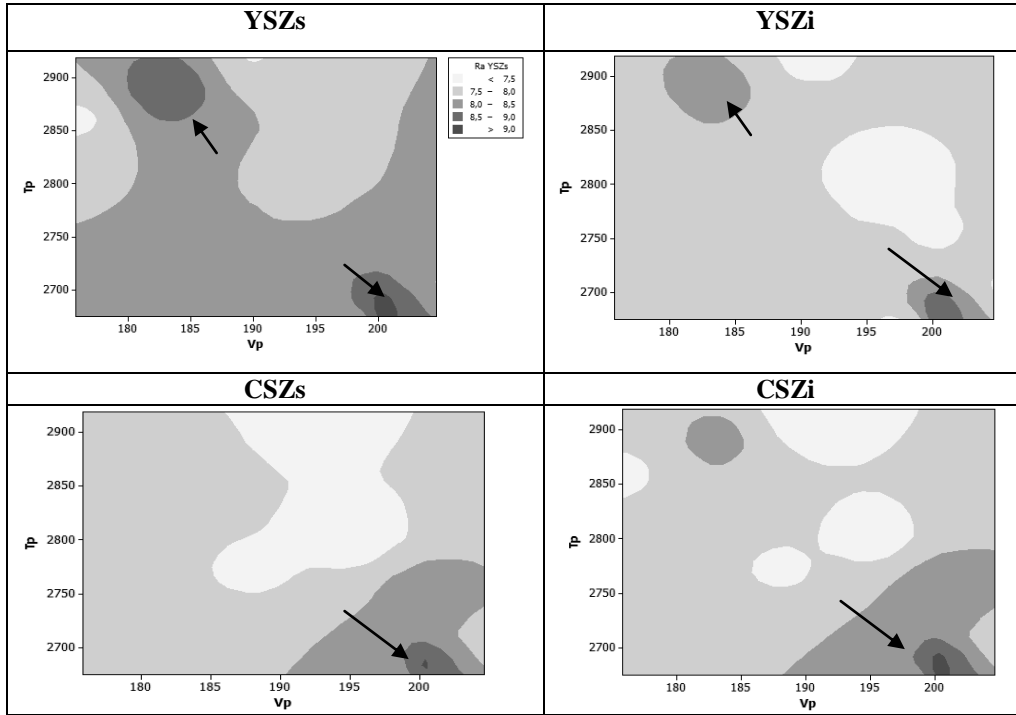
| RA | YSZs | YSZi | CSZs | CSZi | RZ | YSZs | YSZi | CSZs | CSZi |
|----|------|------|------|------|----|-------|-------|-------|-------|
| T1 | 7,41 | 7,59 | 7,17 | 6,93 | T1 | 42,23 | 43,48 | 38,33 | 39,83 |
| T2 | 8,01 | 7,89 | 6,92 | 6,94 | T2 | 46,23 | 44,12 | 39,43 | 39,97 |
| T3 | 9,29 | 9,07 | 8,62 | 8,75 | T3 | 48,1 | 48,55 | 48,63 | 48,13 |
| T4 | 8,99 | 8,29 | 7,36 | 7,68 | T4 | 49,17 | 46,8 | 40,48 | 43,27 |
| T5 | 7,58 | 7,17 | 6,62 | 6,72 | T5 | 41,48 | 41,43 | 36,5 | 38,28 |
| T6 | 8,11 | 7,36 | 7,45 | 7,56 | T6 | 43,63 | 41,35 | 41,8 | 41,52 |
| T7 | 7,48 | 7,39 | 6,61 | 6,54 | T7 | 42 | 43,25 | 37,28 | 38,32 |
| T8 | 8,43 | 7,42 | 7,77 | 7,88 | T8 | 43,98 | 45,97 | 42,72 | 43,28 |
| T9 | 7,97 | 7,45 | 7,18 | 7,08 | T9 | 43,77 | 39,88 | 40,2 | 39,72 |

| Time | YSZ-ss | YSZ-i |
|------|--------|-------|
| t1 | 7.41 | 7.59 |
| t2 | 8.01 | 7.89 |
| t3 | 9.29 | 9.07 |
| t4 | 8.99 | 8.29 |
| t5 | 7.58 | 7.17 |
| t6 | 8.11 | 7.36 |
| t7 | 7.48 | 7.39 |
| t8 | 8.43 | 7.42 |
| t9 | 7.97 | 7.45 |

| Time | YSZ-i | CSZ-i |
|------|-------|-------|
| t1 | 42.23 | 38.33 |
| t2 | 46.23 | 39.43 |
| t3 | 48.1 | 48.63 |
| t4 | 49.17 | 40.48 |
| t5 | 41.48 | 36.5 |
| t6 | 43.63 | 41.8 |
| t7 | 42 | 37.28 |
| t8 | 43.98 | 42.72 |
| t9 | 43.77 | 39.72 |

Std. Sapma:±0,5
Y/CSZs: paslanmaz çelik altlık üzeri, Y/CSZi: inconel altlık üzeri

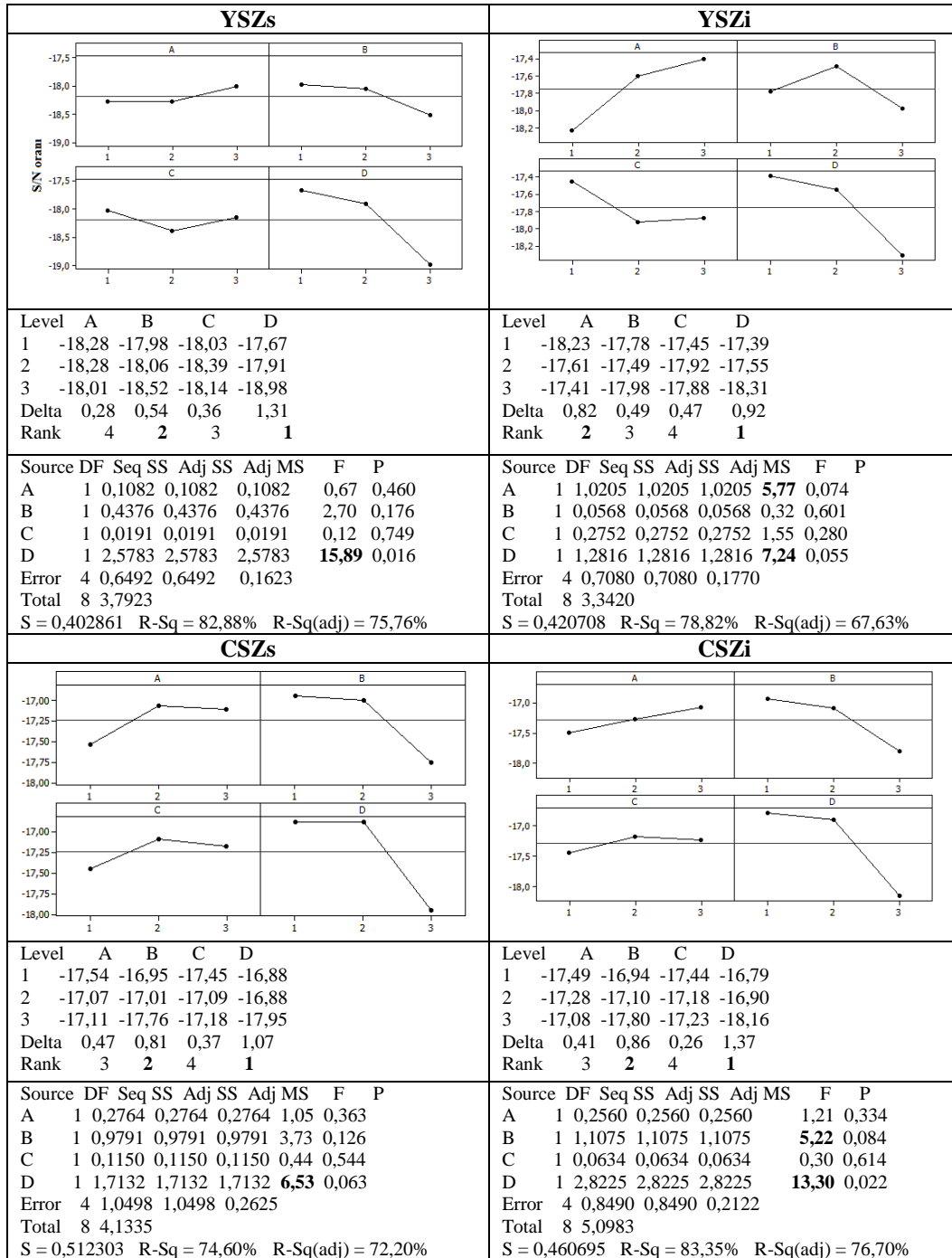
Şekil 7.34.'de parçacık sıcaklığı (T_p) ve hızına (V_p) bağlı olarak yüzey pürüzlülüğü (R_a) değişimi haritaları sergilenmektedir. Yüksek parçacık sıcaklıklarında veya yüksek parçacık hızlarında püskürtme koşullarında yüzey pürüzlülüğü artmakta olduğu gözlenmektedir.



Şekil 7.34. Tp ve Vp değişimine bağlı olarak yüzey pürüzlülüğü (Ra) değişimi haritaları

Şekil 7.35’de proses parametrelerinin S/N oranlarına (Küçük olan iyidir) bağlı olarak yüzey pürüzlülüğüne etkisi gösterilmektedir. Yapılan analizlerde en etkili parametreler sırasıyla spray mesafesi, Argon gaz akış hızı ve plazma akımıdır. Analiz sonuçlarına bağlı olarak spray mesafesinin ve Ar gaz akış hızının artırılması yüzey pürüzlülüğünü azalmasına neden olmaktadır. Yüzey pürüzlülüğünün düşük olması splatların yüksek seviyede yassılaştırılmasına, splatlar arasında mikroskobik seviyede daha fazla temas noktasının oluşmasına neden olarak kaplama kesitinde kohezyonun artmasına neden olmaktadır. Kohezyonun artması kaplamanın sertliğini ve elastik modülünün artışına neden olmaktadır. Bu deneysel tasarım parametrelerine bağlı olarak spray mesafesinin artırılması Ra değerinin azalmasına neden olmuştur. Bunun nedeni toz parçacıkların plazma jeti içinde daha uzun süre kalması ile ergime oranının artması ve yüzeye ulaştığında yassılaştırılmasıdır. Dolayısıyla birbiri üzerinde biriken splatlar arası temas noktası artmakta bunun sonucunda da yüzey pürüzlülüğü azalmaktadır. Plazma akımının artırılması ile artan plazma sıcaklığı ve hızı sonucunda yüzeye çarpan dropletlerin saçılması yüzey pürüzlülüğünü artırmaktadır. H_2 gaz akış hızının artışının etkisiyle artan parçacık sıcaklığı splatların yüzeye yayılmasını ve yassılaştırmasını artırmaktadır. Bu durum pürüzlülüğün azalmasına neden olmaktadır.

Plazma gazlarının Ar/H₂ oranı değişimi Ra üzerinde etkili önemli bir faktördür. Düşük yüzey pürüzlülüğü 575A, 55/10 gaz oranı, 20 cm ile elde edilebilirken, Yüksek yüzey pürüzlülüğü 600-625A, 45/7.5-10 gaz oranı, 10-15 cm parametreleri ile elde edilebilmektedir. Ortalama pürüzlülük değerlerine ise 600A, 45/12.5 gaz oranı 15 cm ile ulaşılabilmektedir.

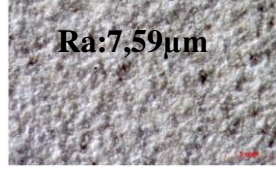

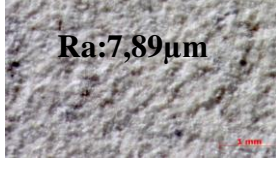

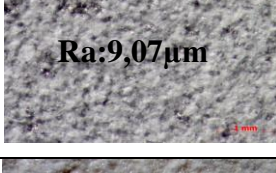

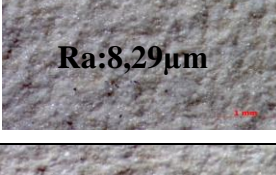

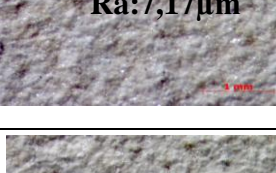

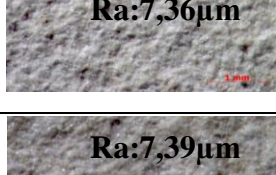

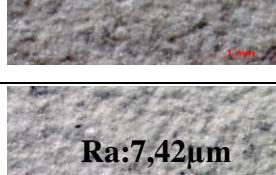
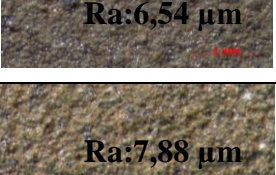






Şekil 7.35. Yüzey pürüzlülüğüne (Ra) etki eden faktörler ve S/N oranları

Yüzey pürüzlülüğü TBK sistemler için öncelikli bir özellik olmamakla birlikte yüzey pürüzlülüğü plazma içinde uçan parçacıkların hızına ve sıcaklığın bağlı olarak ergime oranı ve yüzeyde saçılma davranışı konusunda önemli bilgiler sunmaktadır. Bu doğrultuda Madejski çalışmalarında [245] eriyik haldeki dropletlerin yüzeye çarpmasını modelleyerek bir formülasyon oluşturmuştur. Bu formülasyonda splat çapı (D) ile başlangıç droplet çapı (d) arasında oluşan ilişkide $D/d = 1.2941 (\rho v_d / \mu)^{0.2} = 1.2941 (Re)^{0.2}$ belirtilen ρ : yoğunluk, μ : viskozite, v_d : çarpma hızıdır. Re ise Reynolds sayısıdır. Toz parçacıkların plazma jeti içerisinde hızlarının artması veya parçacıkların viskozitesinin azalması parçacığın yüzeyde yayılmasına neden olmaktadır. Bunun sonucunda yüzeye çarpan splat yassılaşıyor ve daha düşük yüzey pürüzlülüğünün oluşmasına neden olmaktadır. Aksi halde daha az yassılaşıma gösteren splatlar ise daha yüksek pürüzlülüğe yol açmaktadır [245-248]. Vardell ve arkadaşları da çalışmalarında parçacık sıcaklığı ve hızının artması halinde yassılaşıma derecesinin arttığını gözlemlemişlerdir [246]. Parçacıkların en yüksek hıza ve en düşük viskoziteye sahip olması için en yüksek plazma gücünde ve en kısa sprej mesafesinde püskürtülmesi gerektiği belirtilmektedir. Bu durumun tam tersinde ise en düşük parçacık hızı ve en yüksek viskozite elde etmek için en düşük plazma gücünde ve en yüksek sprej mesafesinde püskürtmek gerekmektedir. Deneysel çalışmalarda splat oluşumu ve katılma davranışında Reynolds sayısı (Re) da yassılaşıma üzerinde etkili bir parametredir. Re sayısının artması yassılaşıma derecesinin artmasına neden olmaktadır [245, 246, 248].

Tablo 7.7’de YSZi ve CSZi esaslı kaplamaların stereo mikroskop görüntüleri sergilenmektedir. Makro yüzey görüntülerine bakıldığında açık şekilde YSZ kaplama yüzeyinin CSZ kaplama yüzeylerine göre daha kaba bir yüzey morfolojisine sahip olduğu gözlenmektedir. CSZ toz boyutunun daha küçük olması yanında ergime noktasının YSZ’ye göre düşük olması kaplama yüzeyinde daha düşük pürüzlülük meydana getirmektedir. Püskürtme esnasında parçacık sıcaklığının artması ve porozite oranının azalması kaplama yüzey renginde koyulaşmaya neden olmaktadır. Bu durum ZrO_{2-x} ve Y_2O_{3-x} ’in stokiometrik özellikleri ile ilişkilidir. 2300-2700 °C aralığında stabil karakterde olan bu fazlar hızlı soğumanın etkisi ile yapıda oda sıcaklığında farklı stokiometrilere bulunabilmektedir. Oksijen konsantrasyonuna bağlı olarak yüzey rengi değişim göstermektedir.

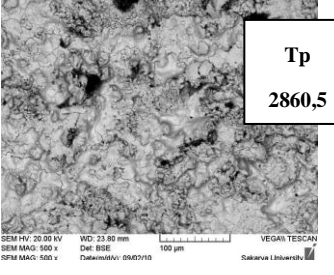
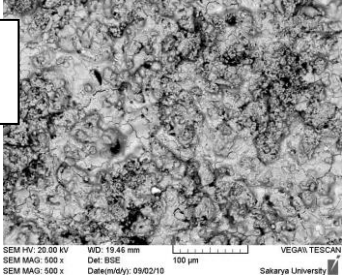
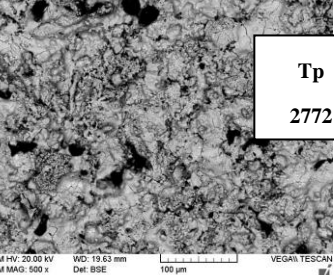
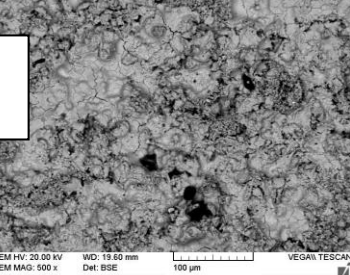
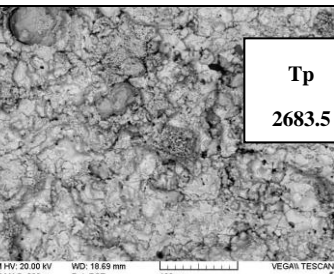
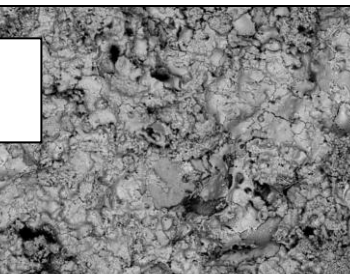
Tablo 7.7. Üst Yüzey Stereo Mikroskop Görüntüleri

| | YSZ-i | CSZ-i |
|----|---|---|
| T1 |  Ra:7,59µm |  Ra:6,93 µm |
| T2 |  Ra:7,89µm |  Ra:6,94 µm |
| T3 |  Ra:9,07µm |  Ra:8,75 µm |
| T4 |  Ra:8,29µm |  Ra:7,68µm |
| T5 |  Ra:7,17µm |  Ra:6,72 µm |
| T6 |  Ra:7,36µm |  Ra:7,56 µm |
| T7 |  Ra:7,39µm |  Ra:6,54 µm |
| T8 |  Ra:7,42µm |  Ra:7,88 µm |
| T9 |  Ra:7,45µm |  Ra:7,08 µm |

Plazma oluşumunda önemli birincil gaz Ar gaz akış hızının artması plazma jetinin hızını artırması nedeniyle parçacık hızını da artırmaktadır. Dolayısıyla plazma gaz akış hızı artışı plazma jeti uzunluğunu da artırmaktadır. Bunun sonucunda genişleyen plazma jeti içinde yüksek sıcaklık bölgesinde püskürtülen parçacıkların viskoziteleri düşürülmektedir. Eş zamanlı olarak plazma gücünün de artırılması plazma jeti sıcaklığını ve hızını artırmaktadır. Plazma sıcaklığının artması toz parçacıkların ergimesini kolaylaştırmakta ve parçacık viskozitesinin azalmasına neden olmaktadır. Vardell ve arkadaşları aynı plazma gaz akış hızı koşullarında sprey mesafesinin düşürülmesi sonucunda parçacık sıcaklığı ve hızının arttığını bunun sonucunda da parçacıkların yassılaştırılmasına etki ettiğini gözlemlemişlerdir. Dolayısıyla viskozitenin düşmesi sağlanarak parçacıkların yüzeye çarpması öncesinde kısmen veya tümüyle yeniden katılaşmanın önüne geçilmiştir. Vardell ve arkadaşları ile Pawlovski'nin incelemelerinde parçacık sıcaklığının ve hızının birlikte artması halinde yüzeye yüksek hızda ve yüksek sıcaklıkta dropletlerin çarpma sonucunda kinetik enerjinin ısı enerjisine dönüştüğünü ve bunun sonucunda da daha fazla yassılaştırmanın meydana geldiğini belirtmektedirler [40, 41, 50-53, 160-163].

Tablo 7.8.'de farklı altlıklar üzerine farklı plazma sprey parametreleri ile püskürtülmüş YSZ esaslı kaplamaların (T1-T3) üst yüzey SEM görüntüleri sergilenmektedir. T1 ve T2 parametrelerine bağlı olarak üretilen YSZ kaplamaların üst yüzeylerinde ağız açık porozite oranları karşılaştırıldığında paslanmaz çelik altlık üzerinde daha fazla porozite gözlenmektedir. Altlık malzemesinin özgül ısı kapasitesi ve termal iletkenlik özelliklerine bağlı olarak daha fazla ısınması ve ısıyı daha uzun süre saklayabilmesi nedeniyle splatların katılaşma davranışı etkilenmektedir.

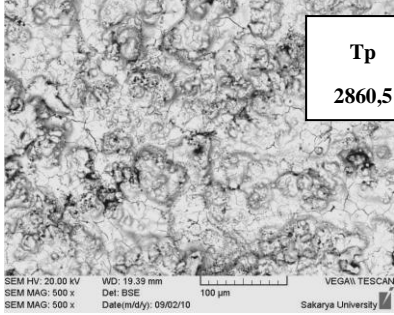
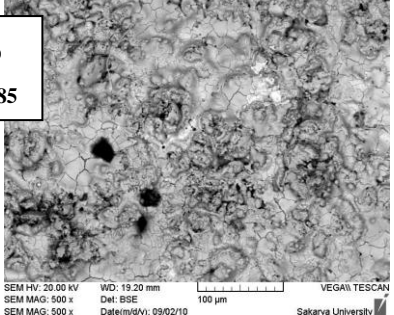
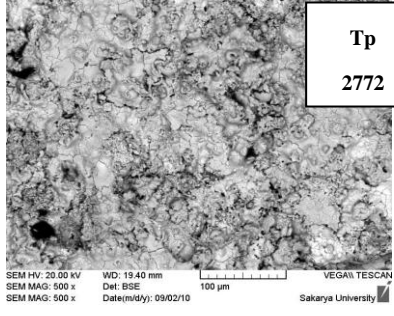
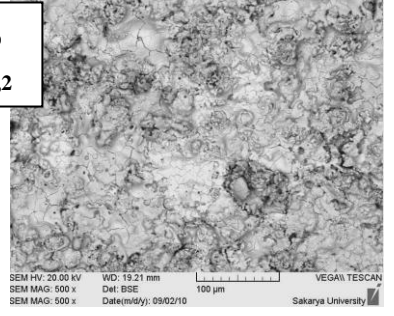
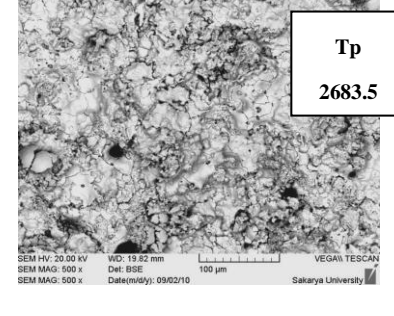
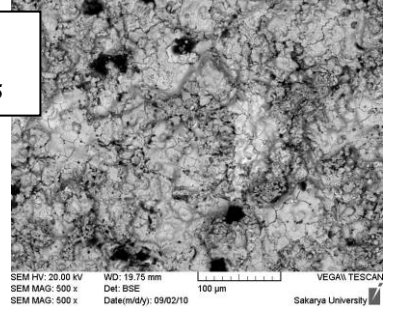
Tablo 7.8. APS ile farklı altlıklar üzerine kaplanmış YSZ ve CSZ esaslı seramik kaplamaların yüzey SEM görüntüleri

| | YSZs | YSZi |
|----|---|--|
| T1 |  |  |
| T2 |  |  |
| T3 |  |  |

T1 YSZs için daha fazla parçacık sıcaklıklarının yüksek olması iyi bir ergimenin göstergesidir. Bunun yanında eriyik haldeki dropletler sıcak altlık yüzeyine çarptıklarında yassılaşıma artmakta ve saçılmalar meydana gelmektedir. Bir sonraki dropletin yüzeye çarpması ile katılaştıran splatlar ve splat kolları arasında porozite meydana gelmektedir. Süper alaşım inconel altlık üzerine kaplanmış yüzey görüntüsüne bakıldığında (T1 YSZi), paslanmaz altlık üzerine kaplama yapısına göre daha yoğun bir yüzey gözlenmektedir. Yüzeyde daha fazla topaklanmış yapı gözlenmektedir. Bu yapılar hızlı katılma etkisiyle meydana gelmektedir. Eriyik haldeki droplet yüzeye çarptığında yayılmakta ve hızla büzülme göstererek katılmaya neden olmaktadır. T2 proses parametreleri ile plazma gücü artırıldığında (35.4kW'dan 36.1kW'ye) üst yüzey görüntülerde parçacık sıcaklığının düşmesi

yüzey porozite miktarının artmasına neden olmaktadır. 39 kW plazma gücünde kaplama yüzeyinde daha yoğun bir tabaka gözlenmektedir. Buna karşın parçacık hızının yükselmesi ve parçacık sıcaklığının düşmesi bazı parçacıkların ergimeden yüzeye ulaşmasına neden olmaktadır.

Tablo 7.8. APS ile farklı altlıklar üzerine kaplanmış YSZ ve CSZ esaslı seramik kaplamaların yüzey SEM görüntüleri (devam)

| | CSZs | CSZi | | | | |
|---------------|--|---|-----------|-----------|---------------|---------------|
| T1 |  <p>SEM HV: 20.00 kV SEM MAG: 500 x SEM MAG: 500 x</p> <p>WD: 19.33 mm Det: BSE Date(m/d/y): 09/02/10</p> <p>100 µm</p> <p>VEGA\\ TESCAN Sakarya University</p> |  <p>SEM HV: 20.00 kV SEM MAG: 500 x SEM MAG: 500 x</p> <p>WD: 19.20 mm Det: BSE Date(m/d/y): 09/02/10</p> <p>100 µm</p> <p>VEGA\\ TESCAN Sakarya University</p> | | | | |
| | <table border="1"> <tr> <td>TP</td> <td>Vp</td> </tr> <tr> <td>2860,5</td> <td>175,85</td> </tr> </table> | | TP | Vp | 2860,5 | 175,85 |
| TP | Vp | | | | | |
| 2860,5 | 175,85 | | | | | |
| T2 |  <p>SEM HV: 20.00 kV SEM MAG: 500 x SEM MAG: 500 x</p> <p>WD: 19.40 mm Det: BSE Date(m/d/y): 09/02/10</p> <p>100 µm</p> <p>VEGA\\ TESCAN Sakarya University</p> |  <p>SEM HV: 20.00 kV SEM MAG: 500 x SEM MAG: 500 x</p> <p>WD: 19.21 mm Det: BSE Date(m/d/y): 09/02/10</p> <p>100 µm</p> <p>VEGA\\ TESCAN Sakarya University</p> | | | | |
| | <table border="1"> <tr> <td>TP</td> <td>Vp</td> </tr> <tr> <td>2772</td> <td>188,2</td> </tr> </table> | | TP | Vp | 2772 | 188,2 |
| TP | Vp | | | | | |
| 2772 | 188,2 | | | | | |
| T3 |  <p>SEM HV: 20.00 kV SEM MAG: 500 x SEM MAG: 500 x</p> <p>WD: 19.82 mm Det: BSE Date(m/d/y): 09/02/10</p> <p>100 µm</p> <p>VEGA\\ TESCAN Sakarya University</p> |  <p>SEM HV: 20.00 kV SEM MAG: 500 x SEM MAG: 500 x</p> <p>WD: 19.75 mm Det: BSE Date(m/d/y): 09/02/10</p> <p>100 µm</p> <p>VEGA\\ TESCAN Sakarya University</p> | | | | |
| | <table border="1"> <tr> <td>TP</td> <td>Vp</td> </tr> <tr> <td>2683.5</td> <td>200.55</td> </tr> </table> | | TP | Vp | 2683.5 | 200.55 |
| TP | Vp | | | | | |
| 2683.5 | 200.55 | | | | | |

7.4.3. Kaplamaların mikro sertlik ölçüm sonuçları ve proses parametreleri ile ilişkileri

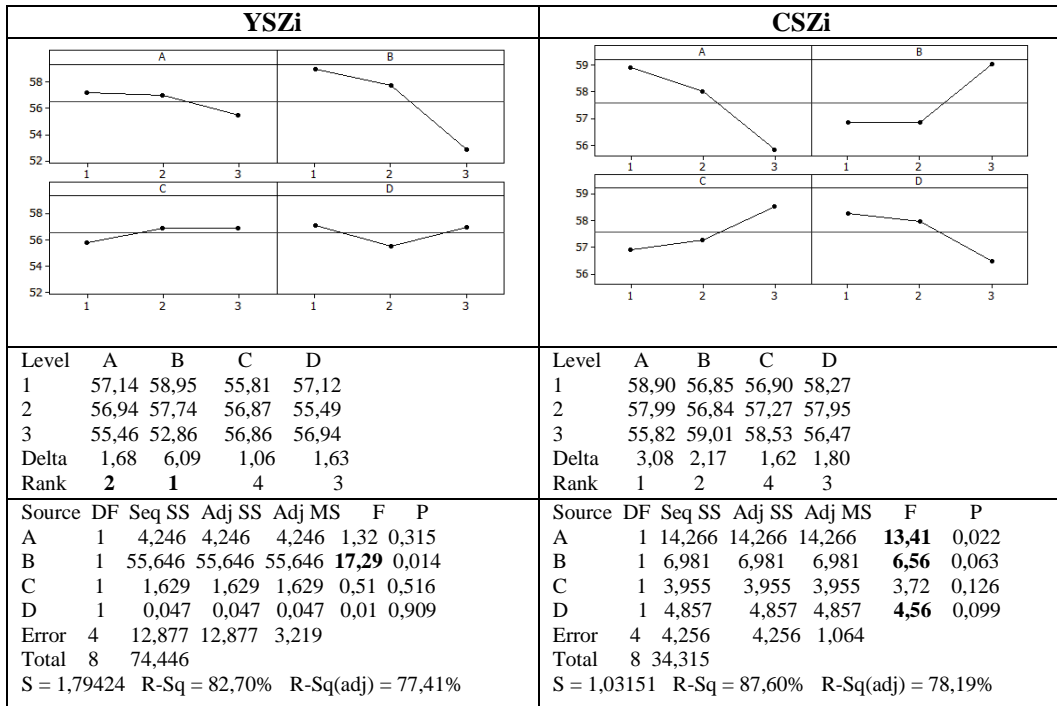
TBK sistemleri için yüksek mikrosertlik öncelikli özellik olmamasına karşın kaplamaların yüksek sıcaklıklarda elatik deformasyon kabiliyeti açısından göz önüne alınmaktadır. Heterojen kaplama mikroyapısına sahip seramik tabakada porozite, mikro çatlak morfolojisi mikrosertlik özelliklerini değiştirmektedir. Proses parametreleri ile mikrosertlik ilişkileri göz önünde bulundurulduğunda dropletlerin katılma davranışı sonucunda splat lamelleri arası kohezif yapışma özellikleri mikro sertlik ile doğrudan ilişkilidir. Splat temas noktalarının artması genel olarak sertlik artışında etkin rol almaktadır. Kaplamanın mikroyapısında farklı boyut ve dağılımda süresizlik mevcudiyeti sertlik ölçümlerini zorlaştırmaktadır. Tablo 7.9.'da Kaplama kesitinde 3 farklı bölgeden alınan 6 ölçümün ortalama mikrosertlik ($HV_{0.1}$) sonuçları sergilenmektedir. Görüleceği üzere sonuçlar oldukça değişkenlik sergilemektedir.

Tablo 7.9. Kaplamaların ortalama mikrosertlik ($HV_{0.1}$) ölçüm sonuçları

| Ort. $HV_{0.1}$ | YSZs | | | YSZi | | | CSZs | | | CSZi | | |
|-----------------|------|------|-----|------|------|-----|------|-----|-----|------|------|------|
| T1 | 733 | 801 | 794 | 879 | 1074 | 905 | 914 | 855 | 941 | 801 | 855 | 794 |
| T2 | 1020 | 847 | 839 | 808 | 752 | 745 | 684 | 646 | 705 | 847 | 823 | 789 |
| T3 | 495 | 458 | 475 | 510 | 512 | 526 | 802 | 830 | 914 | 999 | 1053 | 1023 |
| T4 | 896 | 1063 | 831 | 999 | 1074 | 989 | 574 | 516 | 558 | 592 | 750 | 568 |
| T5 | 603 | 823 | 759 | 808 | 932 | 999 | 720 | 832 | 908 | 847 | 950 | 863 |
| T6 | 324 | 432 | 317 | 354 | 406 | 380 | 530 | 552 | 544 | 905 | 932 | 886 |
| T7 | 794 | 611 | 684 | 702 | 679 | 814 | 780 | 794 | 796 | 620 | 679 | 702 |
| T8 | 847 | 618 | 587 | 582 | 759 | 678 | 484 | 348 | 471 | 455 | 462 | 475 |
| T9 | 340 | 382 | 582 | 629 | 363 | 417 | 896 | 923 | 727 | 787 | 696 | 831 |

Std. Sapma: ± 80

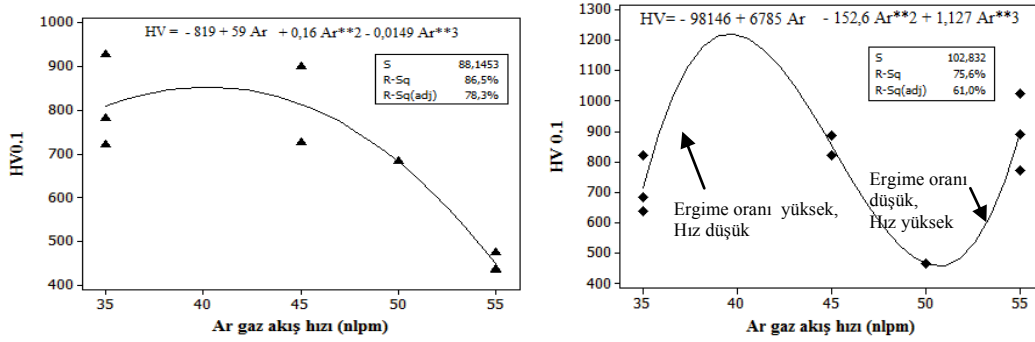
Mikrosertlik ölçüm sonuçları 300-1060 HV aralığında değişmektedir. T3-CSZ serisinde ve T4 YSZ serisinde en yüksek sertlik değerlerine ulaşılmıştır. T6 ve T8 serisinde ise sertlik değerleri düşmüştür. Şekil 7.36'da kaplamaların mikrosertliğine ($HV_{0,1}$) etki eden faktörler ve S/N oranları (Ortalama iyidir) sergilenmektedir. YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların S/N analizi sonuçlarında en etkili faktör başta Argon gaz akış hızı olmak üzere sırasıyla plazma akımı ve sprej mesafesi olarak belirlenmiştir. Yapılan sertlik ölçümlerinin %95 güvenilirlik aralığında yapıldığı F-testi sonuçları ile doğrulanmaktadır. Mikrosertlik ölçüm sonuçları altlık ve kaplama kompozisyonundan önemli ölçüde etkilenmektedir.



Şekil 7.36. YSZ, CSZ kaplamaların mikrosertliğine ($HV_{0,1}$) etki eden faktörler, S/N oranları ve F testi sonuçları

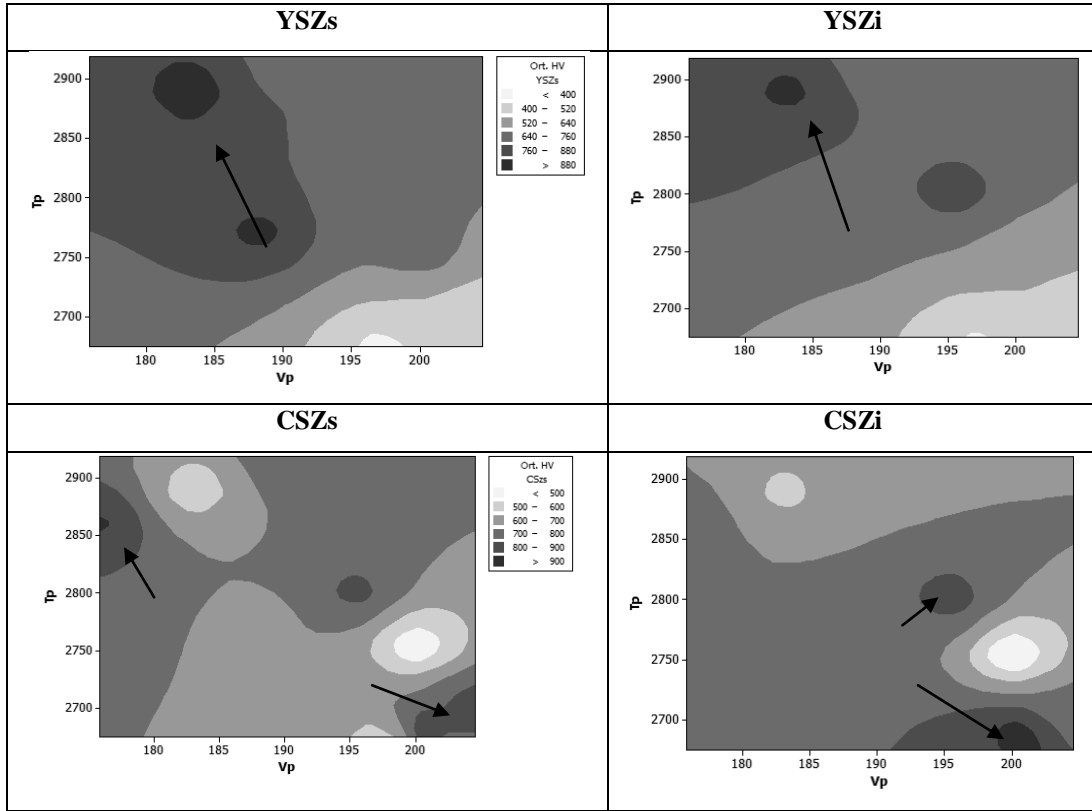
YSZ için Argon gaz akışının artması mikrosertliğin azalmasına (Şekil 7.37a.) neden olmaktadır CSZ için 35-40 nlpm, 50-55 nlpm akış hızlarında artışa, 40-50 nlpm arasında azalışa neden olmaktadır (Şekil 7.37b.). Bu durum YSZ için artan Ar gaz akış hızı ile parçacık hızının artması ergimemiş parçacık sayısını artırmakta ve dolayısıyla kaplama mikroyapısında porozite oranı artışı nedeniyle sertlik azalmaktadır. CSZ için ise yoğunluğu yüksek olan bu toz kompozisyonunu yeterli ivmelenmesine Ar gaz akış hızının yardımcı olduğu bilinmektedir. Yüzeye splatların iyi yapışma sağlamasında parçacık hızı önemli rol oynamaktadır.

Ar>50 nlpm olması durumunda parçacıkların ergime oranının düşük, parçacık hızlarının yüksek olması ve 35-40 nlpm Ar gaz akış hızı aralığında ergime oranı yüksek, parçacık hızı düşük olması sonucunda sertlik artışı sağlanırken 40-50 Ar akış hızı aralığında sertlik azalışı meydana gelmektedir.



Şekil 7.37a. YSZ, b. CSZ kaplamaların mikrosertliğine (HV_{0.1}), Ar gaz akış hızının etkisi

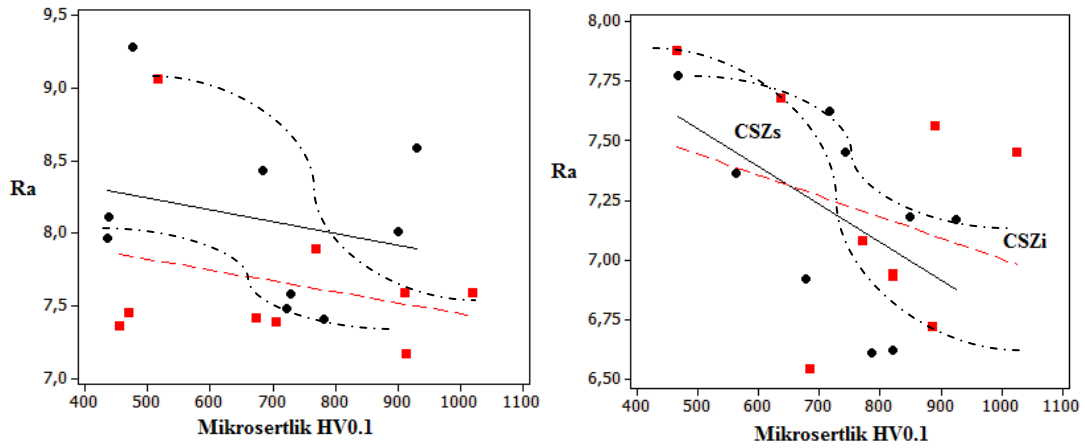
Ar gaz akışı sonrasında etkili faktörlerden bir tanesi de plazma akımı olup, akımın artışı etkisiyle artan parçacık sıcaklığı ve hızı yüksek plazma akımı ile püskürtme koşullarında mikro sertliğin azalmasına neden olduğu gözlenmektedir. H₂ gaz akış hızının artması parçacık sıcaklığını artırarak ergimesini kolaylaştırmakta ve yüzeye çarpma sonrasında splatların yassılaşılarak birbirleri üzerinde katılaşılarak yapışmasına olanak sağlaması nedeniyle sertliği artırmakta olduğu görülmektedir. Sprey mesafesinin artışı toz parçacıkların plazma jeti içerisinde kalma süresini artırmaktadır. Bu durum daha fazla ergime oranı artışına neden olarak sertlik artışına yol açmaktadır. Buna karşın yüksek sprej mesafeleri parçacık hızının düşmesine neden olmaktadır. Deneysel çalışmalarda CSZ esaslı kaplamaların daha iyi ergime oranı etkisiyle yüksek sertlik göstermesine karşın, YSZ kaplamalar ise yüksek parçacık hızları etkisiyle sertlik artışına katkı sağlamıştır. Ortalama mikrosertlik hedefi doğrultusunda YSZ için uygun proses parametreleri 575-600A, 45/10-12.5 gaz oranı, 10-15cm, CSZ için 600 A, 45/10 gaz oranı 15cm olarak belirlenmiştir. Şekil 7.38'de parçacık sıcaklığı ve hızı ilişkisine bağlı olarak kaplamaların ortalama HV_{0.1} değişim haritaları sergilenmektedir.



Şekil 7.38. Parçacık sıcaklığı ve hızı ilişkisine bağlı olarak kaplamaların mikrosertlik ($HV_{0.1}$) değişim haritaları

Görüleceği üzere YSZ kaplamaların mikrosertlikleri artan T_p ile birlikte artmaktadır. Paslanmaz çelik altlık üzerinde daha yüksek sertlik değerleri ölçülmüştür. Parçacık hızlarının 190 m/sn'nin üzerine çıkması durumunda mikrosertlik düşmektedir. CSZs esaslı kaplamaların sertlik ölçümleri CSZi esaslı kaplamalara göre daha düşük seviyededir. CSZi kaplamalar için en yüksek sertlik parçacık hızlarının çok yüksek ($V_p > 190$ m/sn) ve parçacık sıcaklıklarının ($T_p < 2750$ °C) olması halinde ve $V_p \approx 190$ m/sn ile $T_p \approx 2800$ °C olması halinde elde edilmektedir.

Şekil 7.39'da yüzey pürüzlülüğü ile mikrosertlik ilişkisinde yüzey pürüzlülüğü azaldıkça mikrosertlikte artış eğilimi (kesikli çizgi ile) gözlenmektedir. Veriler arası regresyon eğrileri (düz çizgi) doğrultusunda da benzer bir yaklaşım söz konusudur. Ergime oranının artışı ve splat temas noktalarının artması nedeniyle splatlar arası yapışma dayanımı artmaktadır. Bu durum pürüzlülüğü azaltırken sertliğin artışına neden olmaktadır.



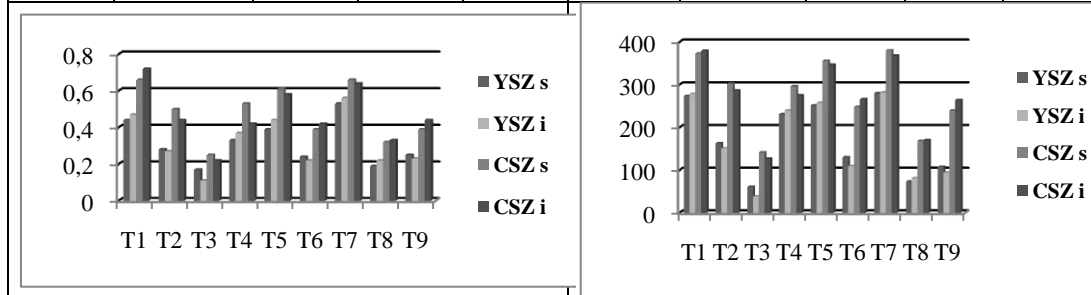
Şekil 7.39. Yüzey pürüzlülüğü ile mikrosertlik ilişkisi (a) YSZ, (b) CSZ.

7.4.4. Kaplamaların birikme verimi ve proses parametreleri ile ilişkileri

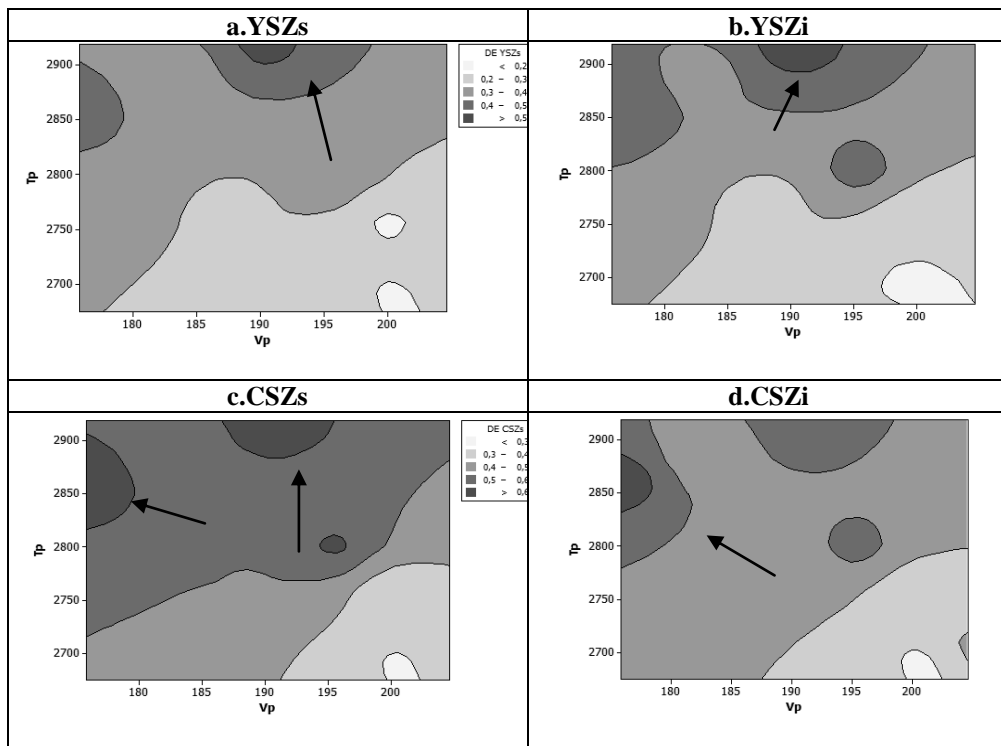
Kaplamaların birikme verimliliği (%DE) ve kaplama kalınlıkları plazma sprej proses parametrelerinden önemli ölçüde etkilenmektedir. Tablo 7.10'da kaplamaların birikme verimi ve kalınlık ölçüm sonuçları sergilenmektedir.

Tablo 7.10. Kaplamaların birikme verimi ve kalınlık ölçüm sonuçları

| Birikme Verimi (% DE) | | | | | Ortalama Kalınlık (μm) | | | | |
|-----------------------|------|------|------|------|-------------------------------------|--------|--------|--------|--------|
| Kaplama | YSZ | | CSZ | | Kaplama | YSZ | | CSZ | |
| Altlık | s | i | s | i | Altlık | s | i | s | i |
| T1 | 0,44 | 0,47 | 0,66 | 0,72 | T1 | 273,83 | 278,50 | 373,33 | 379,50 |
| T2 | 0,28 | 0,27 | 0,50 | 0,44 | T2 | 163,17 | 151,00 | 302,33 | 286,67 |
| T3 | 0,17 | 0,11 | 0,25 | 0,22 | T3 | 61,00 | 38,17 | 141,33 | 127,00 |
| T4 | 0,33 | 0,37 | 0,53 | 0,42 | T4 | 231,00 | 240,00 | 296,50 | 275,50 |
| T5 | 0,39 | 0,44 | 0,61 | 0,58 | T5 | 251,67 | 257,67 | 355,83 | 347,17 |
| T6 | 0,24 | 0,22 | 0,39 | 0,42 | T6 | 130,00 | 109,50 | 248,33 | 266,17 |
| T7 | 0,53 | 0,56 | 0,66 | 0,64 | T7 | 280,33 | 282,33 | 380,50 | 368,17 |
| T8 | 0,19 | 0,22 | 0,32 | 0,33 | T8 | 73,33 | 81,33 | 168,83 | 170,17 |
| T9 | 0,25 | 0,23 | 0,39 | 0,44 | T9 | 107,50 | 94,33 | 239,83 | 264,00 |



Ar ve H₂ gaz akış hızı, sprey mesafesi, plazma akımı, toz besleme miktarı birikme verimi ve kalınlık değişimini etkileyen öncelikli faktörlerdir. Parçacık hızı ve sıcaklığını etkileyen proses parametreleri birikme verimini ve kaplama kalınlığını değiştirmektedir. Şekil 7.40'da T_p, V_p bağlı olarak birikme verimliliği haritaları sergilenmektedir. Yüksek parçacık sıcaklığına bağlı olarak kaplamaların birikme verimi artmaktadır. Bu nedenle düşük Ar gaz akış hızına karşılık yüksek H₂ gaz akış hızı sonucunda parçacık sıcaklığının artması birikme veriminin artmasına neden olmaktadır. YSZ esaslı kaplamaların en yüksek birikme verimi T_p>2800 °C ve V_p:185-195m/sn aralığında, CSZ kaplamalarda ise T_p>2700 °C ve V_p:185-190 m/sn aralığında gözlenmektedir. Birikme verimliliği haritalarında koyu renkli alan büyüklüğüne bağlı olarak karşılaştırma yapıldığında CSZ kaplamaların birikme veriminin YSZ'ye göre daha fazla olduğu gözlenmektedir.



Şekil 7.40. T_p ve V_p değişimine bağlı olarak birikme verimi değişimi haritaları

CSZ esaslı kaplamaların ergime sıcaklığının ve toz boyutunun YSZ kaplamalara göre nispeten düşük olması daha hızlı bir şekilde ergime sonucunda birikme veriminin artışına neden olmaktadır. Bunun yanında CSZ toz boyutlarının YSZ'ye göre daha küçük olması püskürtme hızlarının azalmasına ve dolayısıyla da birikme veriminin yükselmesinde etkili bir diğer etkidir. Deneysel tasarım esasları doğrultusunda

proses parametrelerine bağılı olarak hesaplanan birikme verimliliği; YSZ kaplamalar için %11-%56 arasında, CSZ kaplamalarda ise %22-%72 arasında olup proses parametrelerine bağılı olarak deęişmektedir. Deneysel tasarım çalışmalarında plazma sprej prosesi esnasında sprej mesafesinin artırılması veya plazma gücünün azaltılması (düşük plazma akımı ve yüksek Ar gaz akış hızı ile) sonucunda birikme veriminin düştüğü gözlenmektedir. Düşük parçacık sıcaklığı ve yüksek parçacık hızlarında püskürtme koşullarında birikme verimi önemli ölçüde düşmektedir. Parçacık sıcaklığının düşük olduğu ve plazma gücünün azaltıldığı püskürtme koşullarında porozite boyutu ve oranı yükselmektedir. Ar plazma gaz akış hızının artırılması parçacık sıcaklığını azaltmakta ve birikme veriminin düşmesine neden olmaktadır. Plazma akımının artırılması sonucunda artan parçacık sıcaklığı ve hızı birikme veriminde artışa neden olmaktadır. Regresyon analizi sonuçlarına bakıldığında proses parametreleri ile birikme verimi arasında oldukça yüksek korelasyon gözlenmektedir.

$$\%DE_{YSZs} = 0,034 + 0,000298 \text{ Akım} - 0,0255 \text{ Ar} + 0,0764 \text{ H}_2 - 0,00114 \text{ Sprej Mes.} + 0,141 \text{ Ar/H}_2, R^2:\%98 \quad \text{Eşitlik 7.4.}$$

$$\%DE_{YSZi} = -0,161 + 0,000970 \text{ Akım} - 0,0279 \text{ Ar} + 0,0723 \text{ H}_2 - 0,00125 \text{ Sprej Mes.} + 0,134 \text{ Ar/H}_2, R^2:\%99 \quad \text{Eşitlik 7.5.}$$

$$\%DE_{CSZs} = 0,890 - 0,000249 \text{ Akım} - 0,0261 \text{ Ar} + 0,0607 \text{ H}_2 - 0,00162 \text{ Sprej Mes.} + 0,119 \text{ Ar/H}_2, R^2:\%98.9 \quad \text{Eşitlik 7.6.}$$

$$\%DE_{CSZi} = 0,660 + 0,000354 \text{ Akım} - 0,0232 \text{ Ar} + 0,0463 \text{ H}_2 - 0,00226 \text{ Sprej Mes.} + 0,113 \text{ Ar/H}_2, R^2:\%97.3 \quad \text{Eşitlik 7.7.}$$

Şekil 7.41.'da birikme verimliliğine (Yüksek olan iyidir) etki eden faktörlerin S/N oranları belirtilmektedir. Birikme verimliliği ölçüm sonuçlarının %95 güvenilirlik aralığında yapılan F-testi sonuçların bağılı olarak en fazla etkiyi Argon gaz akışı (B) ve sprej mesafesinin (D) yaptığı doğrulanmaktadır. En düşük etki ise H₂ gaz akış hızı deęişimi ile gerçekleşmektedir. Plazma akımının artırılması birikme verimini artırmaktadır. Yüksek plazma akımlarında artış azalmaktadır. Anova varyans analizi sonucu korelasyon katsayıları (R²) oldukça yüksek seviyelerdedir.

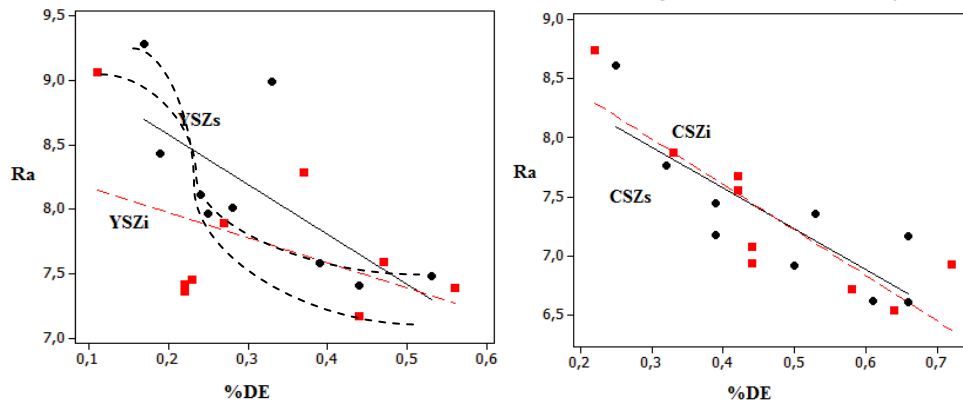
Altlık kompozisyonu kaplamaların birikme verimi üzerinde etkili olmaktadır. Paslanmaz çelik altlık üzerinde YSZ kaplamaların birikme verimi inconel altlık üzerine göre nispeten daha düşüktür. Altlık sıcaklığının ve parçacık sıcaklığının artması YSZ kaplamaların birikme verimini artırmaktadır. Dolayısıyla plazma jeti içinde uçulan parçacıkların yüzeye hızla çarpmasıyla başlayan ısı transferi termal iletkenliği yüksek olan AISI 316 alaşımının yüzeyini ısıtmaktadır. Yükselen yüzey sıcaklığının etkisi ile splat yassılaştırması ve saçılması artmakta ve daha fazla yüzey ile temas noktası meydana getirmektedir. Bu durum birikme veriminin azalmasına neden olmaktadır. IN738 alaşımının daha düşük termal iletkenliğe ve daha yüksek özgül ısı kapasitesine sahip olması nedeniyle YSZi için birikme verimi daha yüksektir. Buna karşın CSZ esaslı kaplamaların birikme verimi ile altlık ilişkisine bakıldığında, paslanmaz çelik altlık üzerinde birikme verimliliğinin daha fazla olduğu gözlenmektedir.

| YSZs | | | | | YSZi | | | | |
|--|---------|---------|---------|---------|--|---------|---------|---------|---------|
| B: 26.76, D: 12.71 | | | | | B: 41.41, D: 14.10 | | | | |
| S = 1,38521, R-Sq = 91,26%, R-Sq(adj) = 86,51% | | | | | S = 1,57701 R-Sq = 93,57% R-Sq(adj) = 87,14% | | | | |
| Level | A | B | C | D | Level | A | B | C | D |
| 1 | -11,193 | -7,425 | -11,317 | -9,117 | 1 | -12,368 | -6,743 | -10,954 | -8,818 |
| 2 | -10,068 | -11,220 | -10,909 | -9,656 | 2 | -9,639 | -10,552 | -10,925 | -9,854 |
| 3 | -10,660 | -13,276 | -9,695 | -13,149 | 3 | -10,318 | -15,030 | -10,446 | -13,653 |
| Delta | 1,125 | 5,851 | 1,622 | 4,032 | Delta | 2,728 | 8,286 | 0,507 | 4,835 |
| Rank | 4 | 1 | 3 | 2 | Rank | 3 | 1 | 4 | 2 |
| | | | | | | | | | |
| CSZs | | | | | CSZi | | | | |
| B: 24.04, D: 12.66 | | | | | B: 26.03, D: 34.50 | | | | |
| S = 1,30453 R-Sq = 90,24% R-Sq(adj) = 80,49 | | | | | S = 1,08436 R-Sq = 93,93% R-Sq(adj) = 87,85% | | | | |
| Level | A | B | C | D | Level | A | B | C | D |
| 1 | -7,224 | -4,244 | -7,228 | -5,360 | 1 | -7,712 | -4,755 | -6,673 | -4,905 |
| 2 | -5,996 | -6,737 | -6,571 | -5,936 | 2 | -6,600 | -7,164 | -7,266 | -6,181 |
| 3 | -7,228 | -9,466 | -6,648 | -9,151 | 3 | -6,879 | -9,273 | -7,253 | -10,105 |
| Delta | 1,233 | 5,222 | 0,657 | 3,790 | Delta | 1,111 | 4,518 | 0,593 | 5,200 |
| Rank | 3 | 1 | 4 | 2 | Rank | 3 | 2 | 4 | 1 |

Şekil 7.41. Kaplamaların birikme verimine etki eden faktörler ve S/N oranları, F değerleri

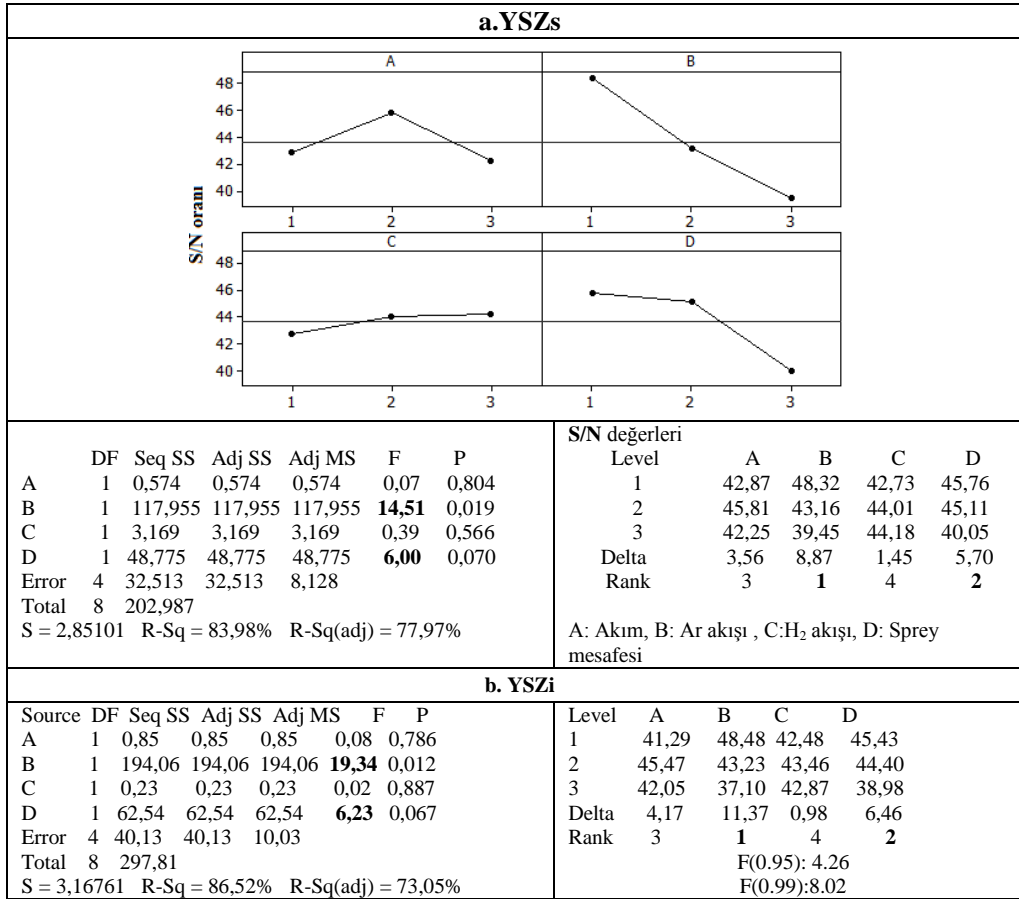
Sprey mesafesinin ve argon gaz akış hızının artırılması parçacıkların soğumasına neden olduğu için yeterli ısı transferi oluşmadığından yüzeye ulaşan splatların ergime oranı düşmekte ve splat lamelleri arasında porozite artışına neden olmaktadır. Dolayısıyla artan porozite oranı birikme verimini düşürmektedir. Kaplamaların birikme verimi ile porozite oranı arasında ters orantılı bir ilişki söz konusudur. Bu nedenle mikro yapısında yüksek oranda porozite içeren seramik kaplama tabakalarının üretiminde paso sayısı artırılarak arzulanan kaplama kalığı elde edilebilmektedir. En yüksek birikme verimi 600A, 35/10-12.5 gaz oranı, 10-15 cm ile erişilmiştir.

Şekil 7.42.'de birikme verimi ile yüzey pürüzlülüğü arasında regresyon analizi sonucunda birikme veriminin artması kaplamalarda yüzey pürüzlülüğünü düşürmektedir. Düşük birikme verimi değerlerinde ise yüzey pürüzlülük değerleri artmaktadır.



Şekil 7.42. Birikme verimi ile yüzey pürüzlülüğü ilişkisi a. YSZ, b. CSZ

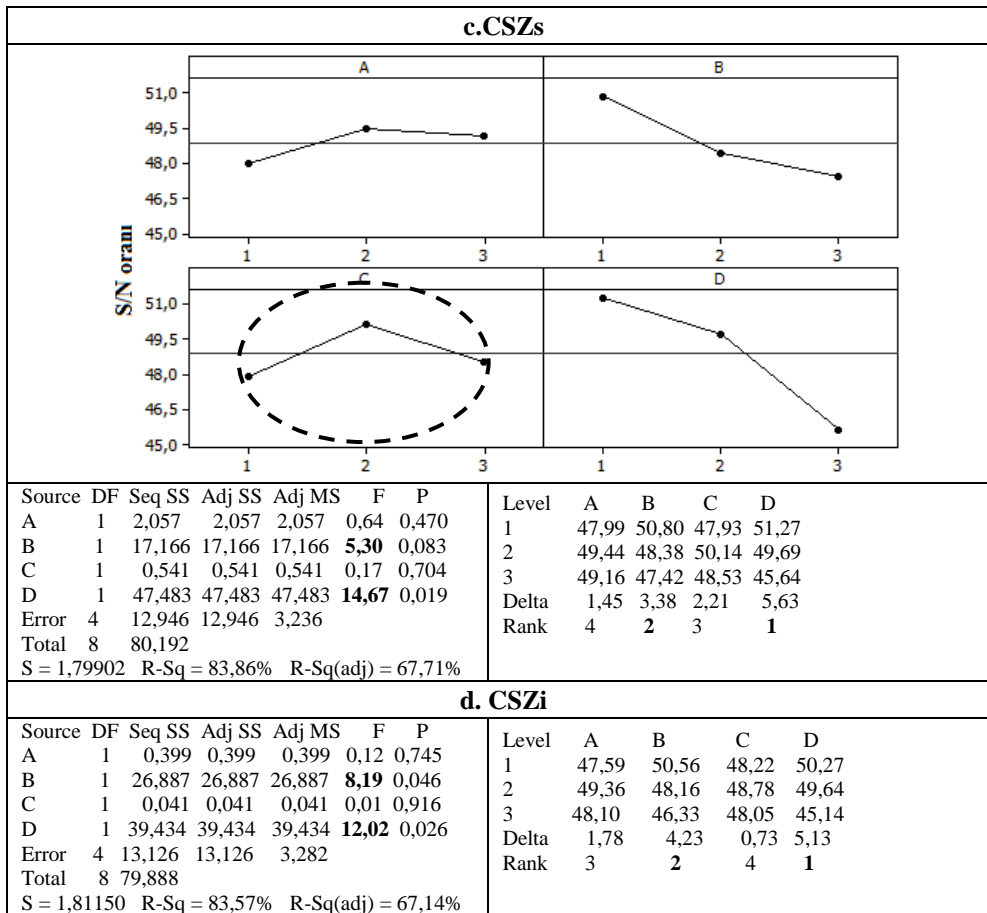
YSZs ve YSZi esaslı kaplamaların kalınlık ölçümleri (6 ölçüm) ile proses parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi Şekil 7.43a ve 7.43b'da verilmektedir. Görüleceği üzere argon gaz akış hızı ve sprej mesafesi kaplama YSZ kaplama kalınlığı üzerinde en yüksek etkiye sahip faktörlerdir. Yapılan ölçümlerde %95 güvenilirlik aralığında standart F testi değerinin ($F_{0,95}$: 4.26) üzerinde bir değere (B:14.51 ve 19,34, D:6 ve 6.23) ulaşılmış olup. Bu durum ölçüm sonuçlarının güvenilirliğinin bir göstergesidir. Argon gaz akış hızının ve sprej mesafesinin artışı ile kaplama kalınlıklarının azalmasına neden olmaktadır.



Şekil 7.43. Proses parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi ve S/N oranları a. YSZs, b. YSZi

Sabit toz besleme hızında argon gaz akış hızının artırılması sonucunda plazma jeti içerisinde uçan parçacık hızlarının artması nedeniyle yüzeye hızla çarpan parçacıklar saçılmaktadır. Bu nedenle yüzeyde yeterli düzeyde kaplama birikimi sağlanamamaktadır. Bunun yanında sprej mesafesinin artırılması parçacık hızlarının düşmesine neden olması nedeniyle birikme verimini azaltmaktadır. Plazma akımı artışı 600A'e kadar kalınlık artışına neden olurken 600A'in üzerinde kalınlıklarda azalma gözlenmektedir. Şekil 7.43c ve 7.43d'de CSZ esaslı kaplamaların kalınlık ölçümleri ile proses parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi sergilenmektedir. Kalınlık ölçümlerinde %95 güvenilirlik aralığında standart F testi değerinin ($F_{0,95}$: 4.26) üzerinde bir değere (D:14.67 ve 12,02, B: 5.3 ve 8.19) ulaşılmış olup güven aralığında çalışıldığı ispatlanmaktadır. En yüksek kaplama kalınlığı 600A, 35/12.5 gaz oranı, 10-15 cm parametreleri ile elde edilmiştir. Görüleceği üzere düşük Ar, yüksek H₂ gaz akış hızı kaplama kalınlığını ve dolayısıyla birikme verimini artırmaktadır.

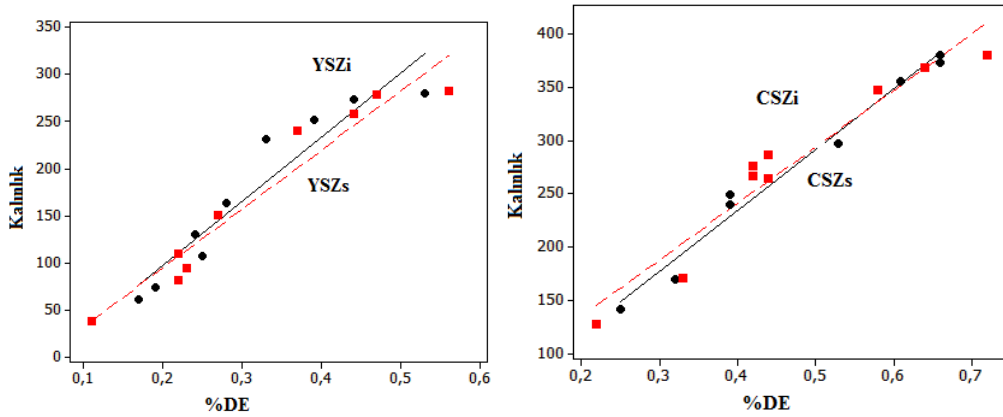
CSZ kaplama kalınlıkları üzerinde etkin faktörler arasında YSZ kaplama kalınlıklarına etki eden faktörlerden farklı olarak sprey mesafesi öncelikli faktör olarak belirlenmiştir. Etkin proses parametreleri sıralamasında D,B öncelikli faktörler olup, arkasından plazma akımı ve H₂ gaz akış hızı etkili olmaktadır. CSZ kaplama kalınlıkları artan sprey mesafesinden önemli ölçüde etkilenmektedir. Sprey mesafesinin artışı kaplama kalınlığının azalmasına neden olmaktadır. Bu durum daha küçük toz boyutuna ve daha düşük ergime noktasına sahip olan CSZ esaslı tozların plazma jeti içerisinde daha uzun süre kalması sonucunda yüksek ısı transferi etkisiyle viskoz özelliklerini kaybetmesinden kaynaklı olarak yüzeye çarpma esnasında saçılması sonucunda kaplama birikme verimini olumsuz etkilemektedir.



Şekil 7.43. Proses parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi ve S/N oranları c. CSZs, d. CSZi (Devam)

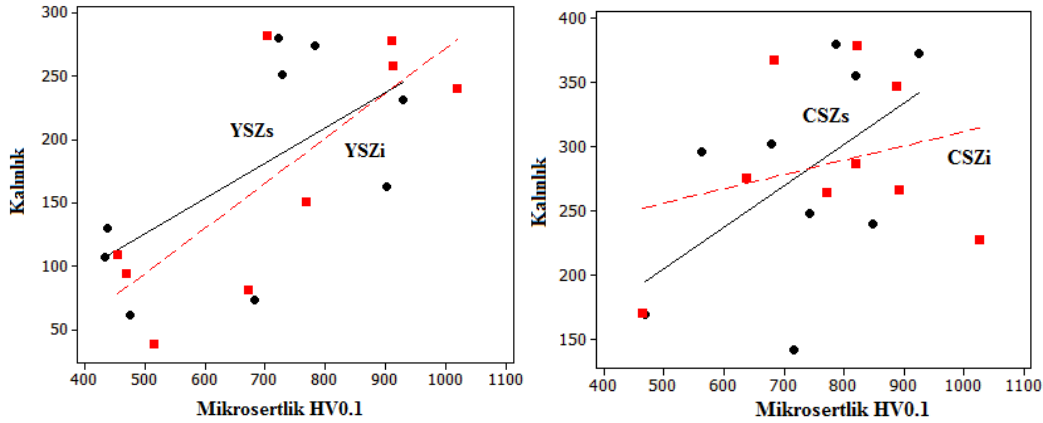
Argon gaz akış hızının (35-55 nlpm) artışı YSZ kaplamalarda olduğu gibi parçacık hızının artırması nedeniyle kalınlık düşmektedir. İki farklı kaplama türü üzerinde H₂ gaz akış hızının etkisi birbirinden nispeten farklılık arz etmektedir. H₂ gaz akış hızının artışı ile orta seviye hızlara kadar kalınlık artışı sağlanabilirken, yüksek H₂ gaz akış hızlarında kalınlık artan parçacık sıcaklığı ve düşük viskozite özellikleri nedeniyle azalma göstermektedir. Dolayısıyla aynı parametre koşullarında YSZ ve CSZ kaplamaların üretiminde H₂ gaz akış hızının CSZ kaplamalar için orta seviyelerde (8-10nlpm) olması gerekliliği ortaya çıkmaktadır.

Şekil 7.44'de kaplama birikme verimi ile kalınlık ilişkisi lineer regresyon analizi grafiğinde doğrusal olarak değişmektedir. Birikme verimi artışı kaplama kalınlığını artırmaktadır. Görüleceği üzere YSZ kaplamalar için inconel altlık üzerinde paslanmaz çelik altlığa göre daha fazla birikme verimi sonucunda daha fazla kalınlık elde edilebilmektedir. Benzer şekilde CSZ kaplamalarda da inconel altlık üzerinde birikme verimi daha yüksektir. YSZ ve CSZ kaplamalar karşılaştırıldığında CSZ birikme verimi ve kaplama kalınlıkları daha yüksektir.



Şekil 7.44. Birikme verimi ile kaplama kalınlığı ilişkisi

Şekil 7.45'de kaplama mikro sertliği ile kalınlık ilişkisi lineer regresyon analizi grafiğinde sergilenmektedir. Kalınlık artışı mikro sertliğin artışına neden olmaktadır. Birikme verimi ile ilişkili olarak ergime oranının artması splatlar arası teması artırarak sertlik artışına neden olmaktadır.



Şekil 7.45. Mikrosertlik ile kaplama kalınlığı ilişkisi

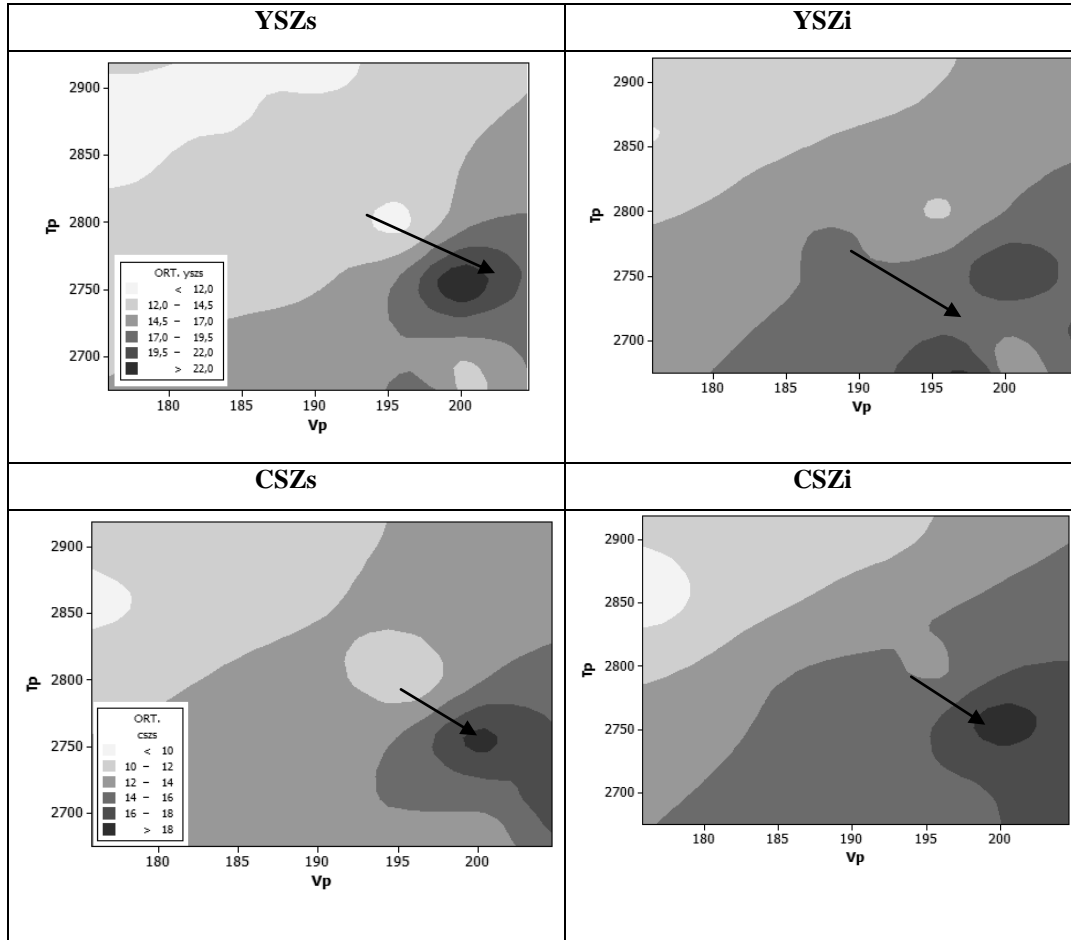
7.4.5. Kaplamaların porozite oranı ve proses parametreleri ile ilişkileri

Plazma sprey prosesi ile üretilen termal bariyer kaplama mikroyapısında termal yalıtım kabiliyeti porozite boyutu, oranı ve şekli ile ilişkilidir. Tablo 7.11’de görüntü analizi ile kaplama kesitinde ortalama porozite ölçüm sonuçları sergilenmektedir. Plazma sprey prosesinde mikroyapı oluşumunda parçacık hızı ve sıcaklığı porozite oranını belirlemektedir. Şekil 7.46’da T_p ve V_p değişimine bağlı olarak porozite değişim haritaları sergilenmektedir. Görüleceği üzere yüksek parçacık hızlarında ve düşük parçacık sıcaklıklarında porozite oranında artış gözlenmektedir. Genel olarak en yüksek porozite oranı $V_p > 195 \text{ m/sn}$ ve $T_p < 2800 \text{ }^\circ\text{C}$ koşullarında elde edilmektedir.

Plazma oluşumunda birincil gaz olan Ar gaz akış hızının artırılması halinde parçacık hızlarının artması sonucunda daha fazla porozite ve daha fazla ergimemiş parçacık mikroyapıda gözlenmektedir. Argon gaz akış hızının artması halinde plazma sıcaklığını azaltmakta ve bununla birlikte plazma jeti içerisinde uçan parçacıkların sıcak bölgede kalma süresi azalmaktadır. Parçacık sıcaklığının düşmesi sonucunda yeterli ısı transferi sağlanamadığından ergime oranı düşmekte ve splatlar arasında zayıf yapışmaya neden olmaktadır.

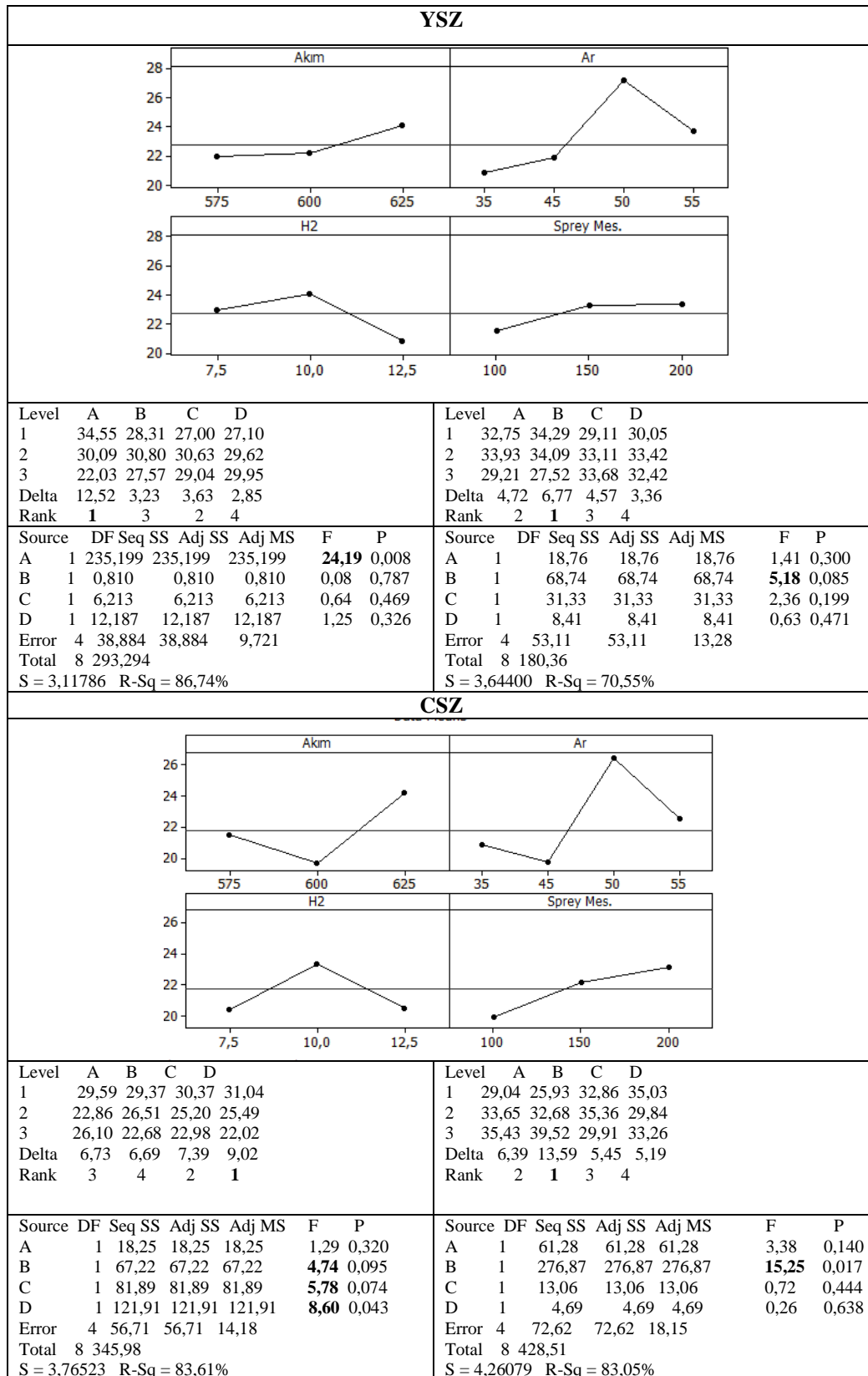
Tablo 7.11. Kaplamaların porozite oranı ölçüm sonuçları

| Porozite % | | | | | | | | | | | | |
|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Kaplama | YSZ | | | | | | CSZ | | | | | |
| Altlık | s | | | i | | | s | | | i | | |
| T1 | 11,517 | 11,566 | 10,942 | 9,75 | 9,86 | 10,324 | 9,592 | 9,709 | 9,561 | 8,781 | 8,018 | 8,953 |
| T2 | 13,815 | 13,805 | 14,082 | 15,073 | 15,067 | 15,422 | 12,26 | 12,228 | 13,084 | 12,608 | 13,469 | 12,712 |
| T3 | 12,988 | 13,439 | 13,408 | 12,766 | 12,429 | 12,024 | 11,47 | 13,844 | 14,334 | 18,971 | 18,816 | 19,572 |
| T4 | 11,37 | 11,91 | 11,79 | 11,189 | 11,452 | 11,428 | 10 | 11,646 | 9,944 | 10,941 | 10,277 | 10,583 |
| T5 | 11,03 | 11,654 | 11,606 | 12,476 | 12,095 | 12,381 | 10,939 | 10,159 | 11,385 | 12,300 | 12,812 | 12,744 |
| T6 | 17,268 | 18,618 | 17,419 | 19,816 | 20,98 | 21,393 | 14,623 | 13,197 | 12,758 | 17,296 | 17,620 | 17,187 |
| T7 | 11,956 | 10,646 | 12,348 | 11,382 | 11,032 | 11,4 | 11,552 | 11,57 | 12,672 | 10,542 | 10,226 | 9,189 |
| T8 | 24,418 | 24,955 | 21,849 | 19 | 19,753 | 18,416 | 18,931 | 17,398 | 18,899 | 18,899 | 18,833 | 18,362 |
| T9 | 15,587 | 18,736 | 17,723 | 18,49 | 18,177 | 16,42 | 16,046 | 17,376 | 17,501 | 19,636 | 19,480 | 19,618 |



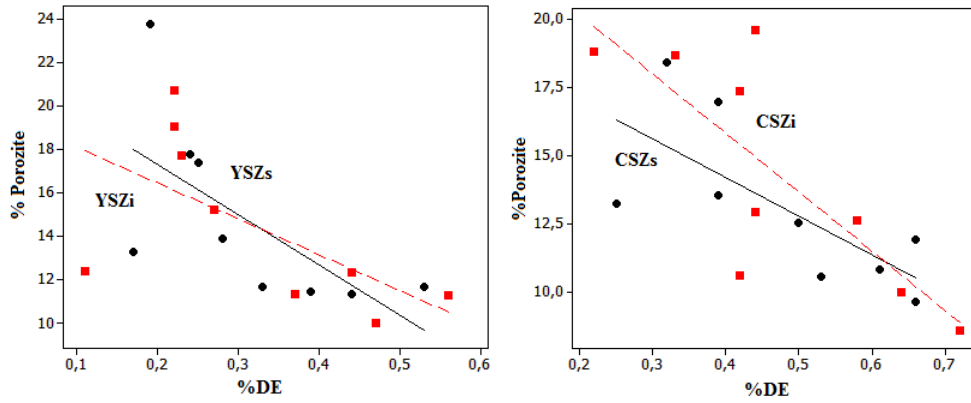
Şekil 7.46. Tp ve Vp değişimine bağlı olarak porozite oranı değişim haritaları

Şekil 7.47’de YSZ ve CSZ esaslı kaplamaların porozite oranına etkileyen faktörlerin S/N oranına (Yüksek olan iyidir) bağlı olarak değişimi sergilenmektedir. YSZ esaslı kaplamalarda plazma akımı ve Argon gaz akış hızı etkili parametreler olup, CSZ esaslı kaplamalarda ise Argon gaz akış hızı, sprej mesafesi ve H₂ gaz akış hızı etkili olmaktadır. Kaplama ve altlık kompozisyonu porozite oranını değiştirmektedir. Dropletlerin sıcaklığı ve hızı yanında altlık sıcaklığına bağlı olarak porozite oranı ve morfolojisi değişmektedir. Kaplamalar üzerinde yapılan porozite ölçümlerinde %95 güven aralığında çalışılmıştır. Plazma sprej proses parametreleri ile mikroyapıda porozite oranı kontrol edilebilmektedir. Toz parçacıkların plazma jeti içerisinde hızının ve sıcaklığının azaltılması ile porozite oranı artırılabilir. Sprej mesafesinin artırılması ile toz parçacıkların plazma jeti içerisinde sıcak bölgede kalma süresinin azaltılması veya sıcak gaz entalpisinin düşürülmesi ile parçacık sıcaklığının düşürülmesi sonucu porozite artışı sağlanabilmektedir. Mikroyapıda porozite oranı toz boyutundan etkilenmektedir. Toz boyutunun artması plazma jeti içerisinde tam ergimeyen tozlar nedeniyle splatlar arasında boşlukların oluşmasına ve dolayısıyla da porozite artışına neden olmaktadır. Porozite oranına etkileyen başlıca proses parametreleri sırasıyla Argon gaz akış hızı, sprej mesafesi, plazma gücü. Sprej mesafesi plazma prosesinde en etkili parametrelerden bir tanesidir. Sprej mesafesi toz parçacıkların plazma jeti içerisinde momentumunu ve akış davranışını belirlemektedir. Bu durum splatların yüzeye çarpması sonrası yassılaşıma davranışını ve lameller arası yapışma özelliklerini kontrol etmektedir. Splatların yassılaşıma davranışı kaplama yapısında doğrudan porozite oranını ve kohezif yapışma özelliklerini etkilemektedir. Plazma gücünün artırılması parçacık hızını ve sıcaklığını artırmaktadır. Dolayısıyla plazma gücü artışının birim zamanda ısı girdisini artırması nedeniyle parçacıkların sıcaklığının artması parçacıkların hızla ergimesine neden olmaktadır. Daha fazla yassılaşıma sonucu kaplama yapısında daha düşük porozite elde edilebilmekte ve birikme verimi artırılmaktadır. Plazma gücünün artışı porozite oranının azalmasında etkili faktörlerden bir tanesidir.



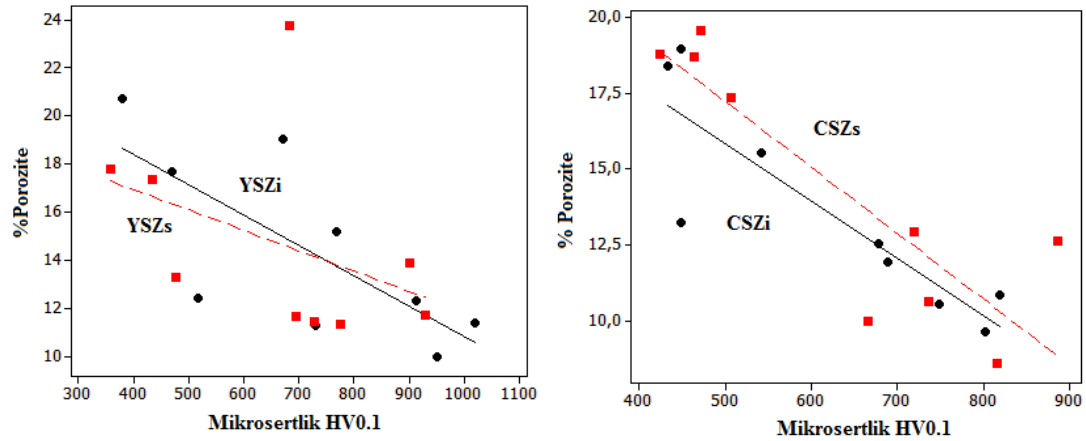
Şekil 7. 47. Kaplamaların porozite oranına etki eden faktörler, S/N oranları ve F testi

Porozite oranı kaplamaların birikme verimi arasındaki ilişki Şekil 7.48’de sergilenmektedir. Porozite artışı kaplamaların birikme verimini düşürmektedir. YSZ esaslı kaplamaların birikme veriminin daha düşük olması nedeniyle arzulanan kaplama kalınlığına ulaşılabilmek için daha fazla paso sayısına gereksinim duyulmaktadır. Analiz sonuçlarına bağlı olarak en yüksek porozite oranı 625A, 50/7.5 gaz oranı ve 10 cm püskürtme koşullarında erişilmiştir.

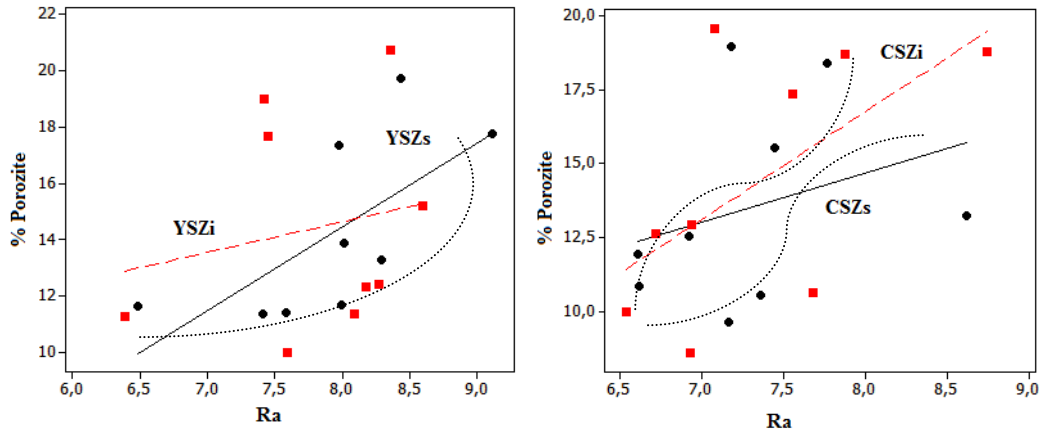


Şekil 7. 48. Kaplamaların porozite oranı ile birikme verimi ilişkisi

Şekil 7.49. ve Şekil 7.50.’de kaplamaların porozite oranı ile sertlik ve yüzey pürüzlülüğü ilişkileri sergilenmektedir. Görüleceği üzere azalan porozite oranına karşılık mikro sertlik artmaktadır. Benzer olarak yüzey pürüzlülüğü azalmaktadır. Bunun nedeni kaplamaların ergime oranına bağlı olarak splatlar arası artan temas noktaları ve katılma esnasında yüzeyde yassılaşıma davranışı yüzey pürüzlülüğünün ve porozitenin azalmasına neden olmaktadır.



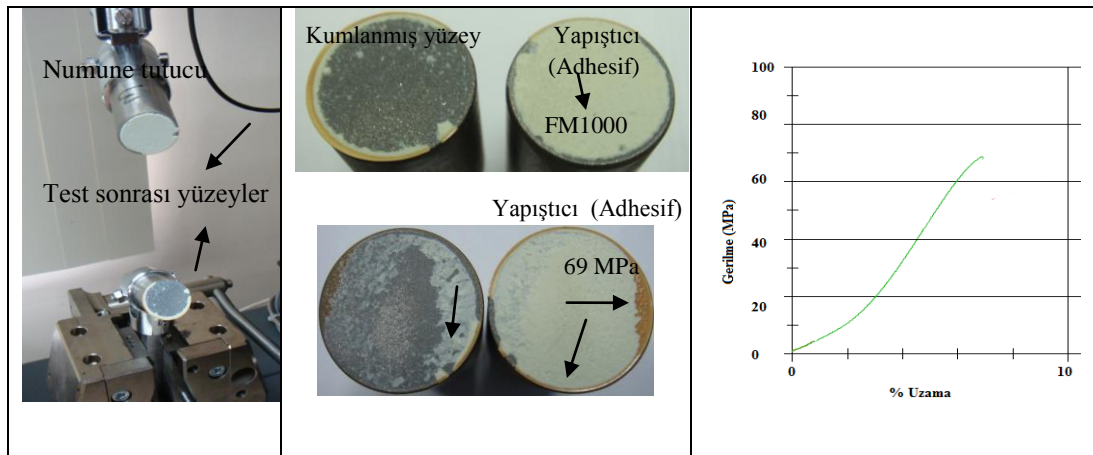
Şekil 7. 49. Kaplamaların porozite oranı ile mikrosertlik ilişkisi



Şekil 7. 50. Kaplamaların porozite oranı ile yüzey pürüzlülüğü ilişkisi

7.4.6. Kaplamaların yapışma dayanımı ve etki eden faktörler

Yapışma testlerinde öncelikler adhesifin yapışma dayanımı test edilmektedir. ASTM C633 standartlarına göre yapıştırıcının yapışma testi sonuçları en az 38 MPa olması beklenmektedir. FM1000 türü (viskoz özelliklere sahip) yapıştırıcı (adhesif) yüzeyi temizlenmiş ve kumlanmış çekme aparatı yüzeyleri arasında yerleştirilerek 200 °C'de 3 saat kürlendikten sonra üniversal çekme test cihazında 0.018 mm/sn hızda çekilerek 69-71 MPa çekme dayanımı göstermiştir. Şekil 7.51' de çekme testi sonrası yüzey görüntüleri sergilenmektedir.



Şekil 7.51. FM1000 yapıştırıcının yapışma dayanımı ve test sonrası yüzey görüntüleri

FM1000 yapıştırıcının dayanımı iki kez test edilerek doğrulanmıştır. Her iki test sonucu da kabul edilen seviyenin üzerindedir. Yüzey görüntülerine bakıldığında kürlenme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak yapıştırıcının kenar bölgelerde kürlenmenin

etkisi ile daha fazla katılaştığı ve renk değiştirdiği görülmektedir. Bu durum test sonuçlarında önemli bir farklılık arz etmemektedir. Test esnasında dikkat edilmesi gereken unsurlardan bir tanesi eksen kaçıklığının olmamasıdır. Test aparatları çekme çenelerine uygun şekilde sabitlenmeli ve sıkıştırılmalıdır. Aksi halde uygun olmayan moment etkisi test sonuçlarında büyük farklılıklar çıkarabilmektedir. Çekme testi sonucunda ortaya çıkan gerilme-%uzama diyagramında % uzama oranlarında belirli bir farklılık söz konusudur. Bunun nedeni yapıştırıcının kurlenme davranışı ve yüzey ile yapışma özelliklerine bağlı olarak değişmektedir. Termal bariyer kaplamaların yapışma dayanımının belirlenmesi için dairesel formda ($\varnothing 25.4\text{mm}$) numunelerin her iki yüzeyine FM1000 yerleştirilerek kürlenme yapıldıktan sonra teste tabi tutulmuşlardır. Yapılan testler sonucunda kaplamaların yapışma dayanımları 13- 25 MPa arasında değişmektedir. Test sonrası karşılıklı yüzeyler incelendiğinde genel olarak kaplamalarda kohezif bir ayrılma söz konusudur. Bu durum bağ tabakanın ara yüzeyde iyi bir yapışma gösterdiğini ifade etmektedir. Bunun yanında yüksek porozite içeren seramik tabaka yapısında artan çekme gerilmeleri etkisi ile seramik tabaka kesitinde kohezif ayrılmalara neden olmaktadır.

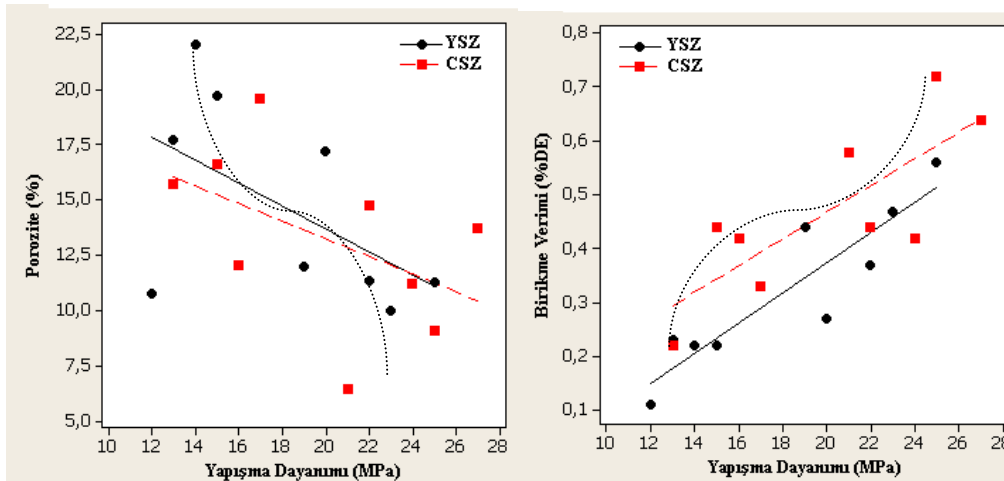
İç gerilmeler, splatlar arası temas noktaları, ergimemiş parçacıklar, porozite boyutu ve oranı, splatlar arası yapışma dayanımını etkilemektedir. Splatlar arası tutunmanın artması; kaplama yoğunluğunun artması ile yüksek hızda püskürtme koşullarında dropletlerin yüzeye çarpma sonrası yassılaşması ve birbiri üzerinde hızla katılarak yapışan splat lamelleri ile yapışma gerçekleşmektedir. Tablo 7.12'de süper alaşım altlık üzerine YSZ ve CSZ kaplamaların ortalama (3 kez) yapışma testi sonuçları sergilenmektedir. Yapışma dayanımına etki eden en önemli proses parametreleri Ar gaz akış hızı ve sprey mesafesidir. Plazma içersinde parçacıkların hızlanması ve plazma jeti ile etkileşim süresi yapışma dayanımında etkin rol oynamaktadır. Yüksek yapışma dayanımı için Ar gaz akış hızının 35-45 nlpm aralığında, sprey mesafesinin ise 150 mm ve altında olması gerekmektedir. Analiz sonuçlarına göre en yüksek yapışma mukavemeti 600A, 35/10-12.5 gaz oranı, 15cm püskürtme koşullarında gerçekleşmektedir.

Tablo 7.12. Ortalama yapışma mukavemeti sonuçları

| ASTM C633 | YSZ | CSZ |
|-----------|----------|----------|
| T1 | 23 22 22 | 25 26 25 |
| T2 | 19 20 20 | 22 23 22 |
| T3 | 12 12 13 | 13 13 13 |
| T4 | 21 22 21 | 24 24 23 |
| T5 | 19 19 20 | 21 22 21 |
| T6 | 14 14 13 | 16 15 16 |
| T7 | 25 25 25 | 27 28 27 |
| T8 | 15 15 15 | 17 17 18 |
| T9 | 13 13 14 | 15 15 16 |

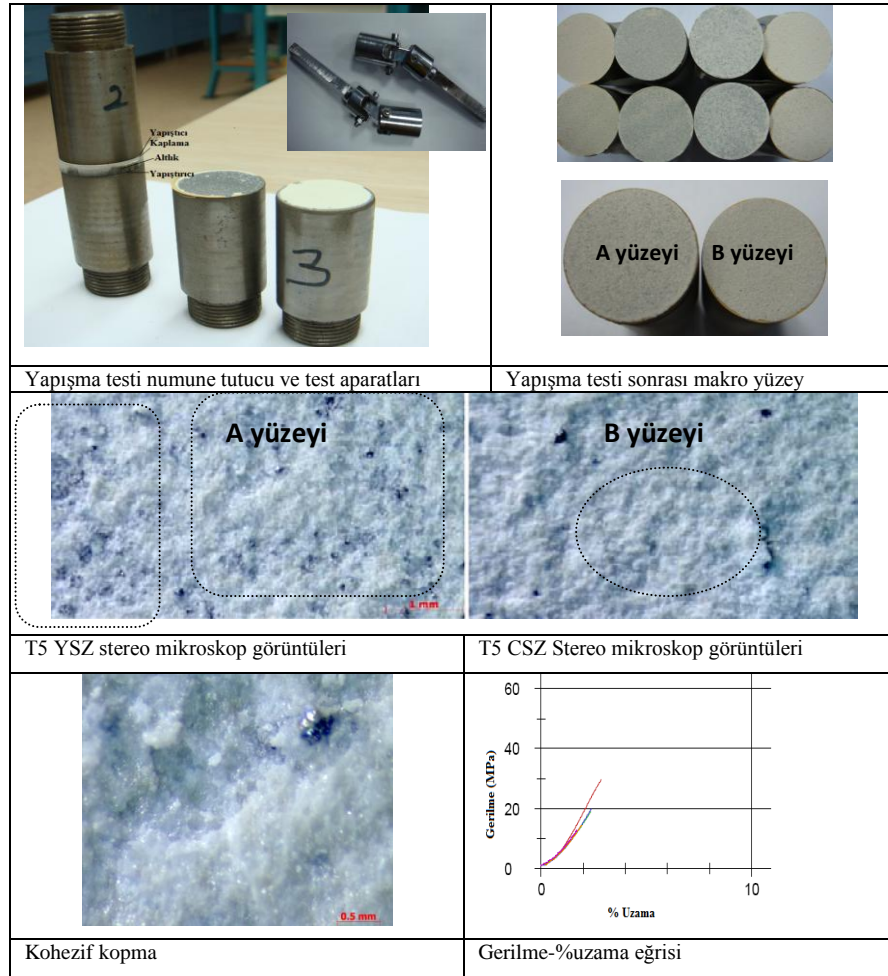
| | Akım | Ar | H ₂ | Sprey |
|------------|-------|-------|----------------|-------|
| Level Mes. | | | | |
| 1 | 24,95 | 27,35 | 25,08 | 25,03 |
| 2 | 25,12 | 25,80 | 24,67 | 25,63 |
| 3 | 24,59 | 23,52 | 25,04 | 23,98 |
| 4 | | 22,26 | | |
| Delta | 0,53 | 5,09 | 0,41 | |
| Rank | 3 | 1 | 4 | 2 |

Şekil 7.52’de yapışma dayanımı porozite ve birikme verimi ilişkisi sergilenmektedir. Porozite azalışı ve birikme verimi artışı yapışma dayanımını artırmaktadır.



Şekil 7.52. Yapışma dayanımı porozite (a) ve birikme verimi (b) ilişkisi

Şekil 7.53’de Yapışma testi sonrası yüzeylerin makro ve stereo mikroskop görüntüleri ve çekme testi eğrileri sunulmaktadır. Kohezif ayrılma noktaları makro yüzey görüntülerinde görülmektedir.



Şekil 7.53. Yapışma testi sonrası yüzeylerin makro görüntüleri ve çekme testi eğrileri

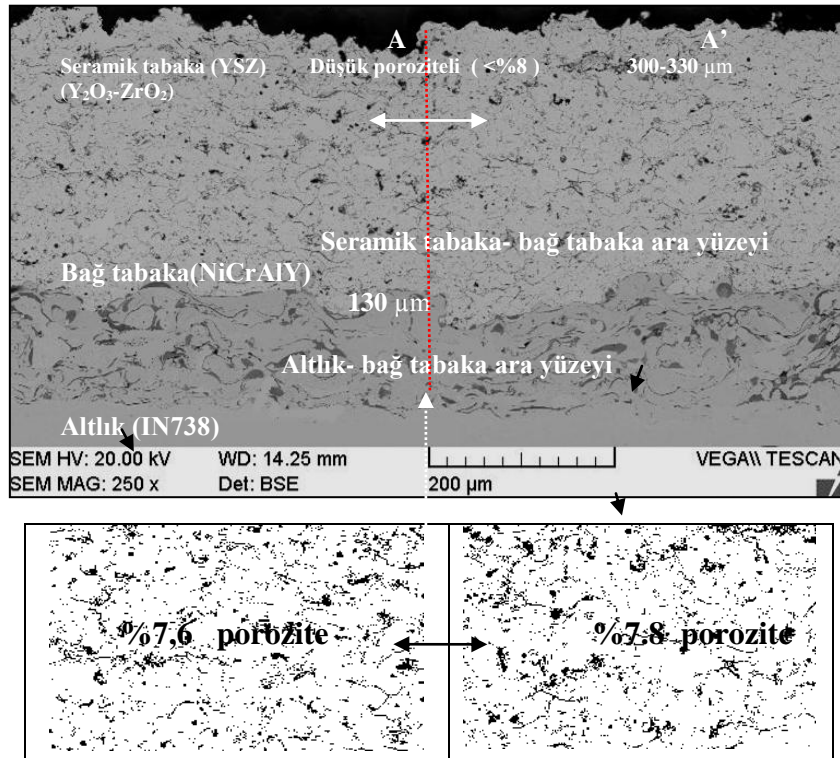
Hedef özellikler için uygun proses parametreleri ve korelasyon ilişkisi Tablo 7.13 de sergilenmektedir.

Tablo 7.13. Hedef özellikler için uygun proses parametreleri ve korelasyon ilişkisi

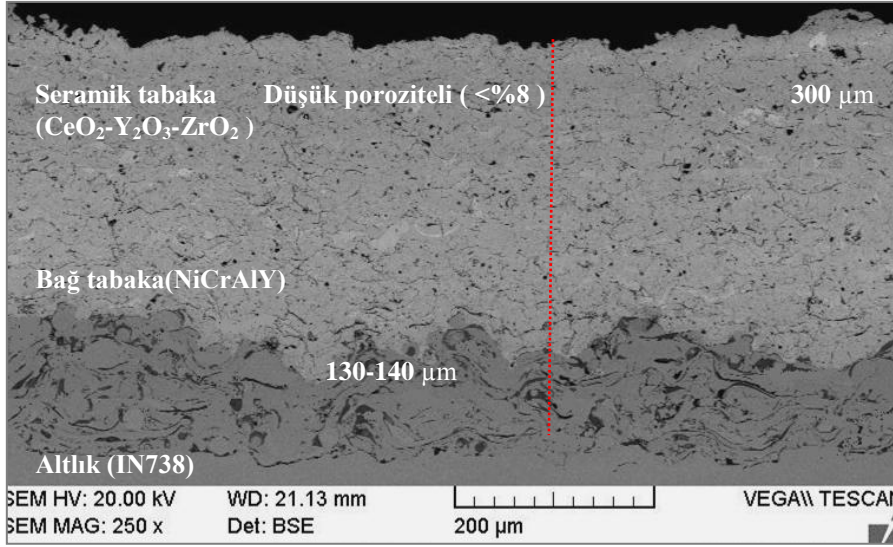
| Faktör | %DE | %Por | HV _{0,1} | R _a | Yapışma Muk. (MPa) |
|-------------------------------------|--------------------------------|------------------------------------|------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| R ² | 99-93 | 75-83 | 82-87 | 79-83 | 84-92 |
| Faktör | B,D | B,A | B | A, D | B |
| F (DEĞERİ) | B 14.5 – D 6 | B 5.18, 15.28 | B 17.26, | A 5.77 –D 7.24 B 5.22- D 13.3 | |
| Hedef | Yüksek | Yüksek | Ortalama | Düşük | Yüksek |
| Parametre Akım Gaz oranı Sprey mes. | 600, 35-45/12.5-10 10-15 | 575-625A, 50-55/7.5-10 15-20 | 600, 45/10 10-15 | 575, 55/10 15-20 | 600, 35-45/10-12.5 10-15 |

7.4.7. Optimum proses parametreleri ile üretilen kaplamalar

Şekil 7.54 ve 7.55’de optimum proses parametreleri ile üretilen kaplama kesitleri sergilenmektedir. Kaplama yapısında porozite oranının %8’in altında yoğun bir kaplama üretilimi için seçilen proses parametreleri Akım:600A, Plazma gaz akış hızları: Ar:35nlpm H₂ :12,5nlpm, sprey mesafesi 100 mm olarak belirlenmiştir. Ar gaz akış hızının düşük olması parçacık hızını düşürmekteyken, H₂ gaz akış hızının yüksek olması parçacık sıcaklığını artırmaktadır. Buna bağlı olarak plazma jeti içerisinde yeterli süre kalan parçacıkların ergime indeksi yükselmekte ve daha yoğun bir kaplama üretimine olanak sağlanmaktadır. YSZ ve CSZ esaslı kaplamalar 130 µm kalınlığında bağ tabaka üzerine 300-330µm kalınlık kesitinde ortalama % 7.6 oranında porozite içermektedir.

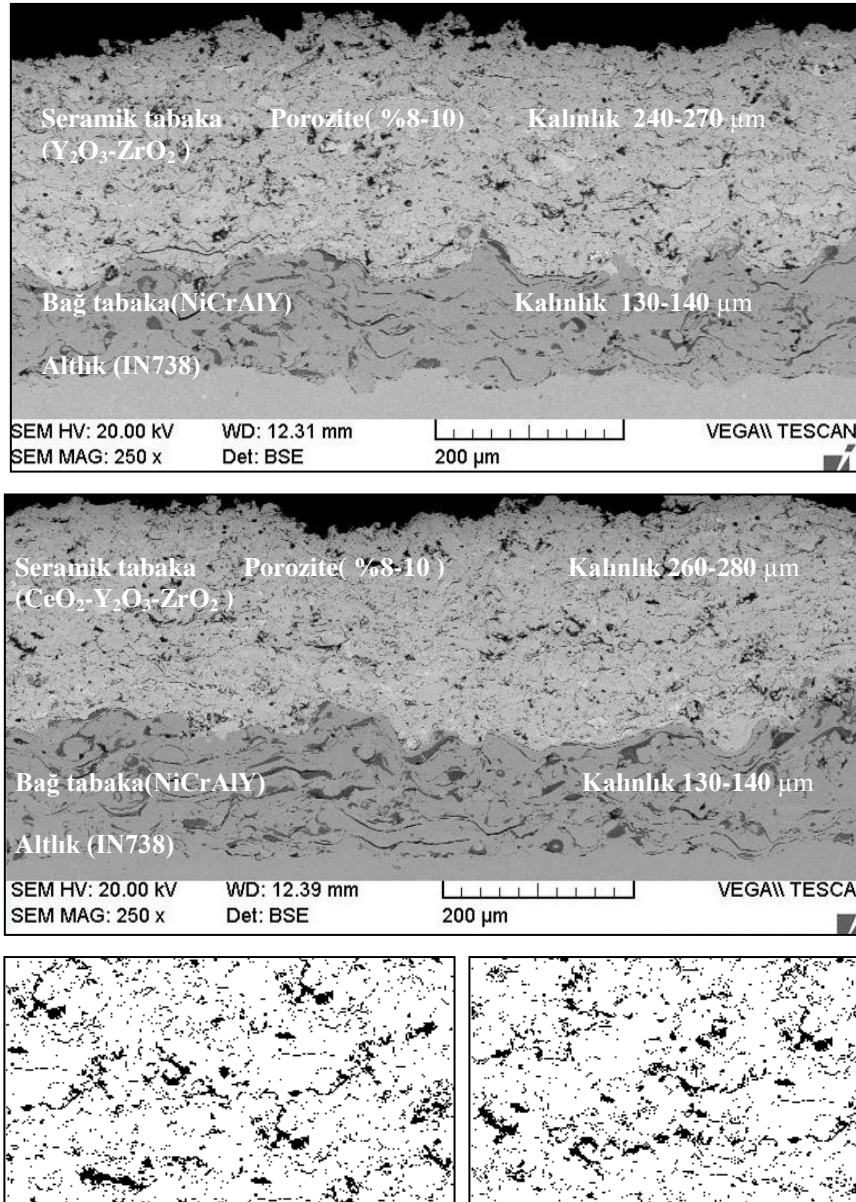


Şekil 7.54 Optimum proses parametreleri ile süper alaşım altlık üzerinde üretilen düşük poroziteli kaplama kesiti (üst), görüntü analizi ile YSZ seramik tabaka porozite ölçümü (alt).



Şekil 7.55. Optimum proses parametreleri ile süper alaşım altlık üzerinde üretilen düşük poroziteli kaplama kesiti

Şekil 7.56'de sırasıyla süper alaşım altlık üzerinde tekrarlanabilir kalitede %8-10 oranında poroziteye sahip YSZ ve CSZ esaslı seramik tabaka kesitleri sergilenmektedir. Seramik tabaka kalınlıkları 240-280 µm aralığında olup, Bağ tabaka kalınlığı 130-140µm arasında ölçülmüştür. Porozite oranının artırılması için gaz akış hızları Ar:45nlpm H₂:10nlpm ve sprej mesafesi 150 mm olarak belirlenmiştir. Bu doğrultuda parçacık hızı artırılarak sıcaklığı kısmen düşürülmüştür. Dolayısıyla mikroyapıda %8-10 aralığında bir porozite oranına ulaşılmıştır. Porozite oranını artırmak amacıyla akım 575A' e düşürülmüştür. Primer gaz akış hızı (Ar:55nlpm) artışına bağlı olarak parçacık hızı artırılmıştır. H₂ gaz akış hızı 10 nlpm, sprej mesafesi ise 150mm olmak koşuluyla porozite oranı % 10'un üzerine çıkmıştır (Şekil 7.56c).



Şekil 7.56. Optimum proses parametreleri ile süper alaşım altlık üzerinde üretilen %8-10 oranında poroziteli YSZ ve CSZ kaplama kesiti (üst), görüntü analizi ile seramik tabaka porozite ölçümü (alt).

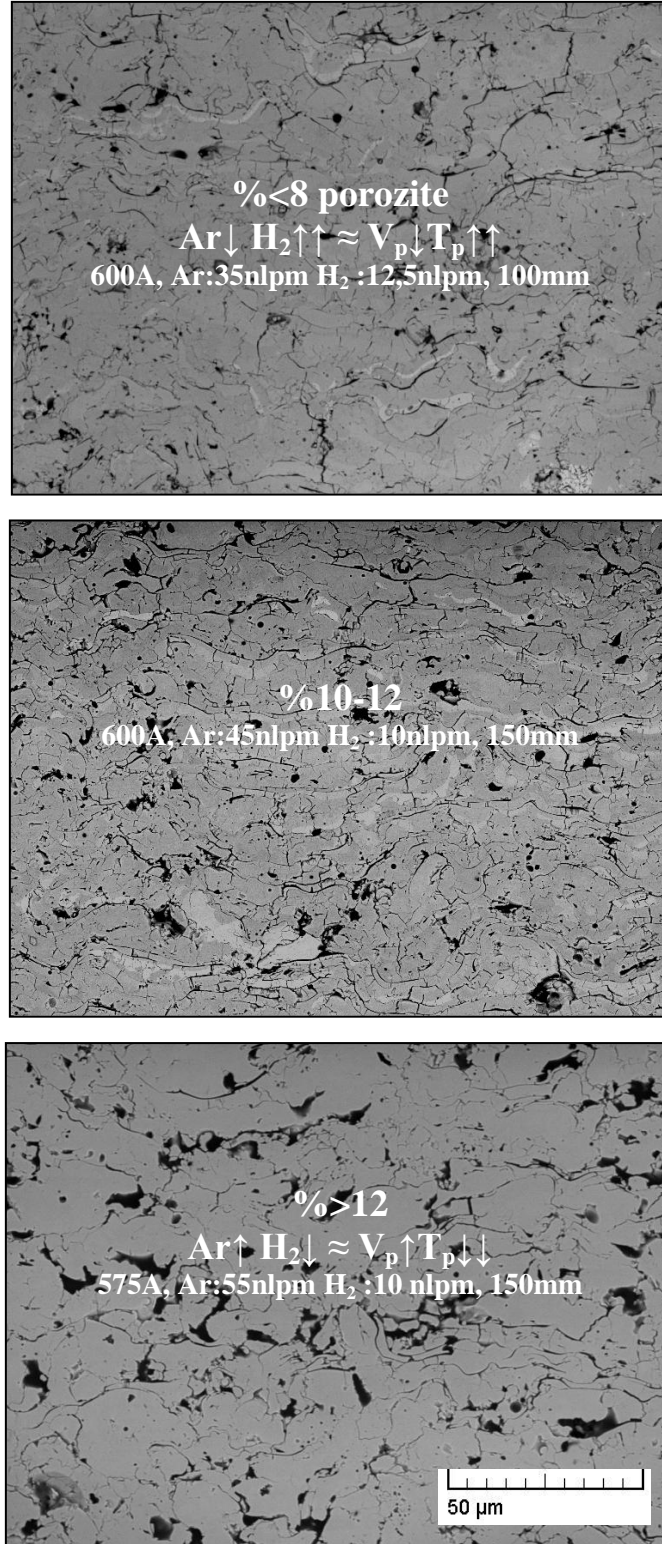
7.4.7.1.Kaplama kesitinde farklı oranlarda porozite eldesi

Termal bariyer kaplamaların kalınlığı boyunca mevcut porozitelerin boyutu, şekli, konumu ve oryantasyonu ile porozite oranı termal iletkenlik ve termal çevrim performansı üzerinde önemli rol oynamaktadır. Kaplama yapısında porozite boyutunun ve oranının artırılması termal iletkenliği düşürmesi nedeniyle seramik kaplama tabakasının termal yalıtım özelliğini iyileştirmektedir. Bunun yanında kesit boyunca porozitenin konumu termal yalıtım özelliği açısından oldukça etkili

olmaktadır. Porozitenin kaplama yüzeyinde olması halinde termal yalıtım özelliğini olumsuz etkilenmektedir. Kaplama yüzeyinde ağız açık porozite derinliğinin artması yalıtımı azaltmaktadır. Porozite şeklinin farklılıkları da termal yalıtım üzerinde etkili olmaktadır. Isı akışı farklı doğrultularda boyunca farklı termal iletkenlik değerlerinin oluşmasına neden olmaktadır. Özellikle ısı akışına paralel eliptik form yapısında porozite oluşması halinde termal iletkenlik en düşük seviyeye ulaşmaktadır. Bu tür porozite yapısını elde etmek amacıyla plazma sprej prosesinde püskürtme açısının 90° olması gerekmektedir.

Termal bariyer kaplamaların termal yalıtım etkisi plazma sprej prosesi esnasında paso (katman) sayısının artırılması ile geliştirilebilmektedir. Bununla birlikte porlar arası mesafenin azaltılması da olumlu etki göstermektedir. Toz boyutunun azaltılması ile daha ince lamelli yapı elde edilebilmektedir. Kaplama kalınlığı sabit tutulduğunda toz besleme miktarının düşürülmesi ve püskürtme hızının azaltılması bu tür por yapısının oluşmasına yardımcı olmaktadır. Kaplama yapısında porozite dışında mikro çatlak gibi süreksizliklerin şekli ve oryantasyonu da kaplamanın termal iletkenliği üzerinde etkili olmaktadır. Şekil 7.57’de farklı porozite oranlarına sahip seramik tabaka mikroyapıları sergilenmektedir.

Püskürtme koşullarında Ar gaz akışının azaltılarak H₂ gaz akışının artırılması ile parçacık sıcaklığının artırılması sonucun yüksek ergime oranı ile kaplama yapısında porozite oranı azaltılabilmektedir. Buna karşın Ar gaz akış hızının artırılması ile parçacık hızının artması sonucunda porozite oranı artmaktadır. Altlık yüzey sıcaklığının artması uçuşan parçacıkların yüzeye çarpma sonrası saçılmasına neden olduğu için porozite oranının artmasına neden olmaktadır.

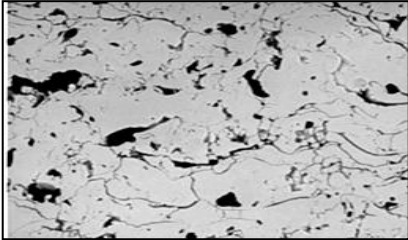
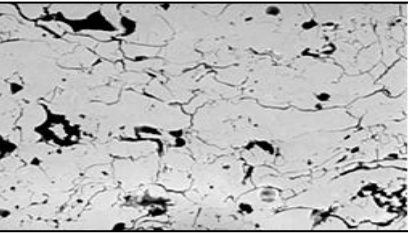
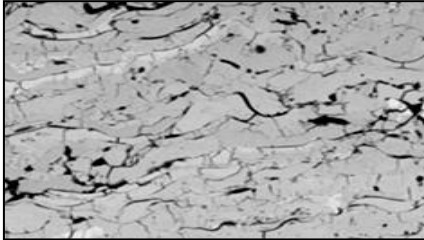
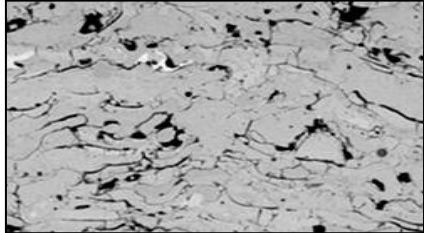


Şekil 7.57. 3 farklı porozite oranına sahip temel bariyer kaplama kesit mikroyapıları (1000x)

7.4.7.2. Doğrulama Testi

Doğrulama testi deneysel tasarımın son aşamasını oluşturmaktadır. Kaplamaların plazma sprej proses ile üretiminde deneysel tasarım tekniği kullanarak sonrasında belirlenen optimum parametreler ile elde edilen kaplamaların mikroyapısal özellikleri ve mekanik özellikleri doğrulama testleri yapılarak tekrarlanabilirliği kanıtlanmıştır. Tablo 7.14' de porozite, birikme verimi, yapışma dayanımı, mikro sertlik, yüzey pürüzlülüğüne bağlı olarak tekrarlanan karakterizasyon ve analiz sonuçları sunulmaktadır. Elde edilen veriler arası fark oldukça düşük seviyede olup kabul edilir düzeydedir.

Tablo 7.14. Doğrulama testi sonuçları

| Komp. | YSZi | | | | | | CSZi | | | | | |
|--|------|------|---|------|--------|--|------|------|--|------|--------|------|
| | Alt | | Orta | | Yüksek | | Alt | | Orta | | Yüksek | |
| Faktör/Seviye | UT | DT | UT | DT | UT | DT | UT | DT | UT | DT | UT | DT |
| Porozite (%) | 7.2 | 7 | 11.2 | 11.4 | 13.5 | 13.1 | 7.4 | 7.8 | 10.7 | 10.5 | 12.3 | 12.4 |
| Birikme Verimi (%) | 53 | 54 | 45 | 44 | 39 | 38 | 61 | 62 | 53 | 55 | 42 | 40 |
| Yapışma Dayanım (MPa) | 23 | 24 | 21 | 22 | 20 | 21 | 27 | 26 | 25 | 24 | 23 | 22 |
| Sertlik HV _{0.1} | 986 | 954 | 724 | 758 | 642 | 676 | 1002 | 998 | 833 | 842 | 684 | 692 |
| Yüzey Pürüz. Ra | 7.42 | 7.63 | 7.82 | 8.01 | 8.82 | 8.65 | 6.37 | 6.64 | 7.54 | 7.62 | 8.41 | 8.24 |
| Termal çevrim testleri için hazırlanan numunelerde, UT: uygulanmış test sonuçları, DT: doğrulama testi sonuçları | | | | | | | | | | | | |
|  | | |  | | |  | | |  | | | |

7.5. Kaplamaların Termal Çevrim Performansı

Termal çevrim performans testleri için optimize edilmiş sabit proses parametreleri ile farklı kalınlıklarda ($t < 125 \mu\text{m}$, $125-175 \mu\text{m}$, $175 \mu\text{m} < t$) bağ kaplama tabakaları üretilmiştir. Kaplama kalınlıkları paso sayısına bağlı olarak değiştirilmiştir. Bağ tabakaların üzerine YSZ (ZrO_2 -ağ.%8 Y_2O_3) ve CSZ (ZrO_2 -ağ.%25 CeO_2 -ağ.%2.5 Y_2O_3) esaslı seramik kaplama tabakaları farklı porozite oranlarında 3 farklı proses parametresi ile farklı kalınlıklarda püskürtülmüştür. Seramik tabaka kalınlıkları t_{ince} :250-300 μm , t_{orta} :300-350 μm , $t_{\text{yüksek}}$: 350-450 μm arasında olacak şekilde paso sayıları ile belirlenmiştir. Porozite oranları ise proses parametrelerine bağlı olarak optimizasyon çalışmalarından elde edilen veriler doğrultusunda seçilmiştir. Tablo 7.15’de termal çevrim testleri için deneysel tasarımda faktörler (A,B,C) ve seviyeleri (alt, orta, üst) sergilenmektedir.

Tablo 7.15. Termal çevrim testleri için deneysel tasarım faktörleri ve seviyeleri

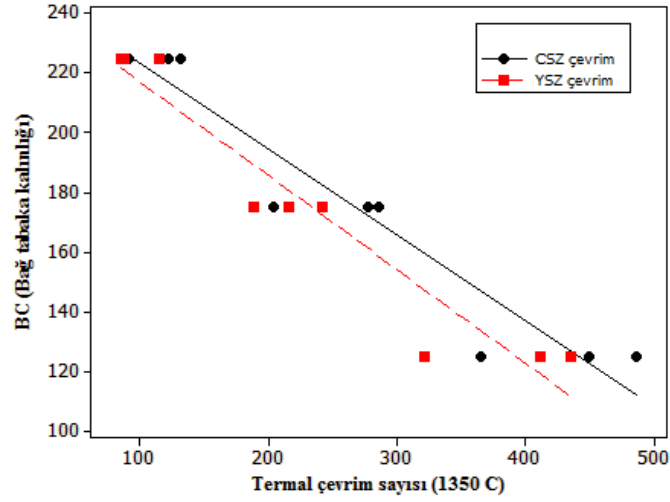
| Termal Çevrim Performans Testleri için Seviye ve Faktörler | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 |
|--|----------|----------|----------|
| A-Bağ tabaka kalınlık (μm) | <125 | 125-175 | >175 |
| B-Seramik tabaka kalınlık (μm) | 250-300 | 300-350 | 350-450 |
| C-Seramik tabaka porozite (%) | <8 | 10-12 | >12 |

Tablo 7.16.’de termal çevrim testleri için L9 deneysel tasarım matrisine bağlı olarak üretilen kaplamaların termal çevrim testi sonrası ömürleri ve altlık arka yüzey sıcaklıkları sergilenmektedir. Altlık arka yüzey sıcaklığı kaplama kompozisyonunun, porozite miktarının ve tabaka kalınlıklarının termal yalıtım kabiliyetine etkisi açısından önem taşımaktadır.

Tablo 7.16. Termal çevrim testleri için L9 deneysel tasarım matrisi ve termal çevrim ömrü sonuçları

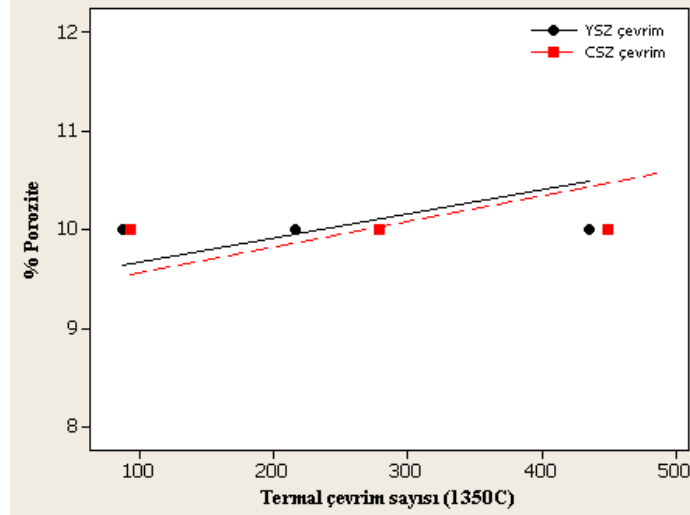
| Test No | Matris (L9 _{3x3}) | | | Bağ tabaka | Seramik Tabaka | Porozite (%) | Termal Çevrim | | T _{altlık} (arka yüzey) | |
|---------|-----------------------------|---|---|------------|----------------|--------------|---------------|-----|----------------------------------|------|
| | | | | | | | YSZ | CSZ | YSZ | CSZ |
| 1 | 1 | 1 | 1 | <125 | 250-300 | 8-10 | 321 | 365 | 1002 | 995 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | <125 | 300-350 | 10-12 | 435 | 449 | 985 | 974 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | <125 | 350-450 | >12 | 412 | 486 | 978 | 966 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 125-175 | 250-300 | 10-12 | 216 | 278 | 1016 | 998 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 125-175 | 300-350 | >12 | 242 | 286 | 1022 | 1012 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 125-175 | 350-450 | 8-10 | 189 | 204 | 1032 | 1023 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | >175 | 250-300 | >12 | 115 | 132 | 1048 | 1042 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | >175 | 300-350 | 8-10 | 88 | 122 | 1058 | 1050 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | >175 | 350-450 | 10-12 | 86 | 92 | 1057 | 1047 |

Bağ tabaka seramik tabakanın yüzeye yapışmasını kolaylaştırması yanında altlık süper alaşımın oksidasyon direncini de artırmaktadır. Bağ kaplama tabakasının kalınlığı termo-mekanik yorulma yüklerine maruz kalan parçalarda çatlak başlangıcı riski açısından önem taşımakta ve termal bariyer kaplamanın kullanım ömrünü belirlemektedir. Bağ tabaka kalınlığı artışı ile birlikte kaplamanın ömrü önemli ölçüde azalmaktadır (Şekil 7.60). Kaplamada çatlak oluşumu ve dökülmeler daha kısa sürede gerçekleşmektedir. Bu nedenle 180µm'nun altında bağ tabaka kalınlıkları tercih edilmelidir. 180µm'nun üzerinde kalınlıklarda termal genleşme ve bağ tabaka sürünme deformasyonu nedeniyle çevrimsel yüklemeler etkisiyle çatlak oluşumu hızlanmakta ve kaplama ömrü kısalmaktadır. Bağ tabaka ile seramik tabaka ara yüzey pürüzlülüğü de kaplama ömrü açısından önemli faktörlerden bir tanesidir. Yapışma dayanımının artması için yüksek bağ tabaka yüzey pürüzlülüğü arzulanmaktadır. Şekil 7.58'den görüleceği üzere her iki kaplama kompozisyonu içinde artan bağ tabaka kalınlığı termal çevrim ömrünü kısıtlamaktadır. CSZ kaplamaların termal çevrim ömrünün YSZ kaplamalara göre daha yüksek olduğu gözlenmektedir.

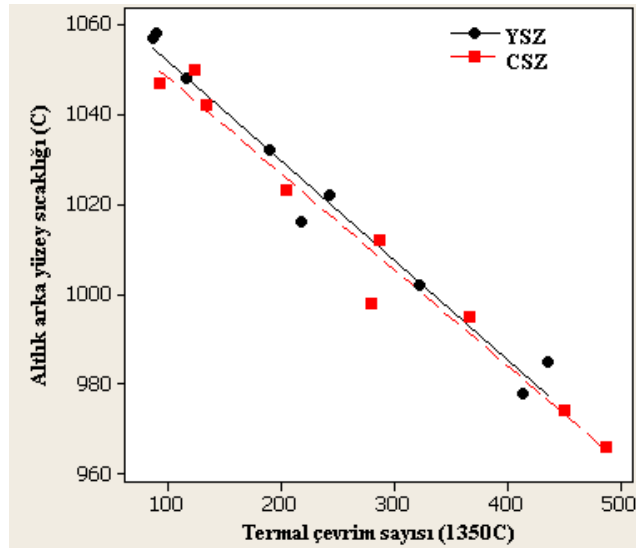


Şekil 7.58. Bağ tabaka kalınlığının termal çevrim ömrüne etkisi

Endüstriyel gaz türbin motorlarında bağ kaplama tabakalarının üretiminde çoğunlukla APS tercih edilmektedir. Termal yalıtım görevi yapan seramik kaplama tabakasında porozite miktarı, şekli ve boyutu kaplama ömrü üzerinde oldukça etkindir. Kaplama tabakasının termal yalıtım kabiliyeti kalınlık artışı ile orantılı olmasına karşı, yüksek sıcaklarda termal çevrim ve termo mekanik gerilmeler etkisiyle kalın kaplamalarda dayanımın düşmesine neden olmaktadır. Seramik tabaka porozite oranının termal çevrim ömrüne etkisi Şekil 7.59'da sergilenmektedir. Kaplama kesitinde porozite oranının artması kaplamanın çevrim ömrünü artırmaktadır. Kaplamanın termal iletkenliğinin porozite oranı artışı ile birlikte düştüğü göz önüne alınarak termal yalıtım kabiliyetini iyileştirdiği düşünülmektedir. Dolayısıyla altlık yüzeyine ısı transferi azalmakta ve kaplamanın termal çevrim ömrü artmaktadır. Şekil 7.60'da termal çevrim testleri esnasında araka yüzey sıcaklık ölçümleri doğrultusunda kaplamaların termal çevrim dayanımı ilişkisi sunulmaktadır. Altlık sıcaklığının artması çevrim ömrünü önemli ölçüde kısaltmaktadır.

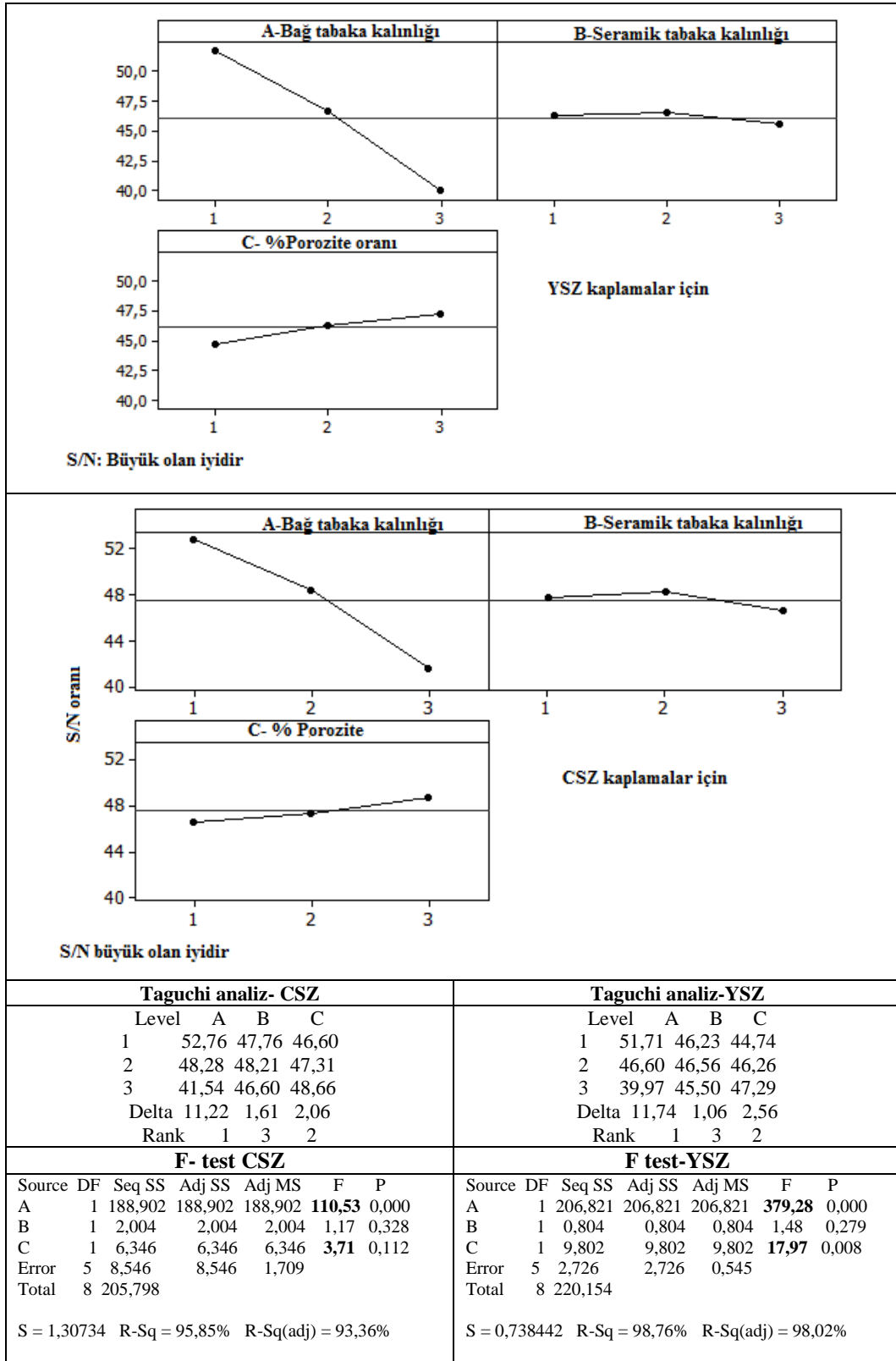


Şekil 7.59. Seramik tabaka porozite oranının termal çevrim ömrüne etkisi



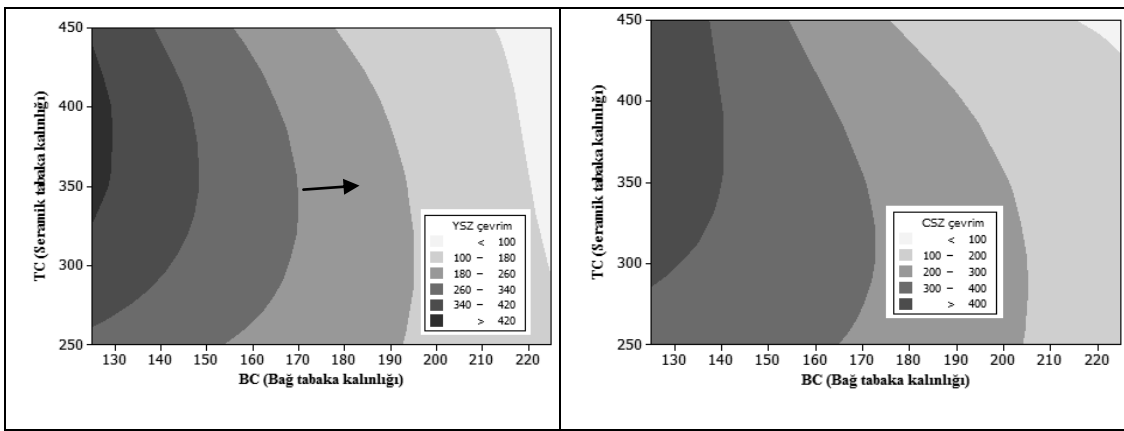
Şekil 7.60. Altlık sıcaklığı ile termal çevrim ömrü ilişkisi

Şekil 7.61’de Taguchi analizinde S/N oranına bağlı olarak faktörlerin termal çevrim ömrüne etkisi sergilenmektedir. Sırasıyla en etkin faktörler: bağ tabaka kalınlığı, seramik tabaka porozite oranı ve seramik tabaka kalınlığıdır. %95 güven aralığında bağ tabaka kalınlığının ve porozitenin etkisi doğrulanmaktadır.



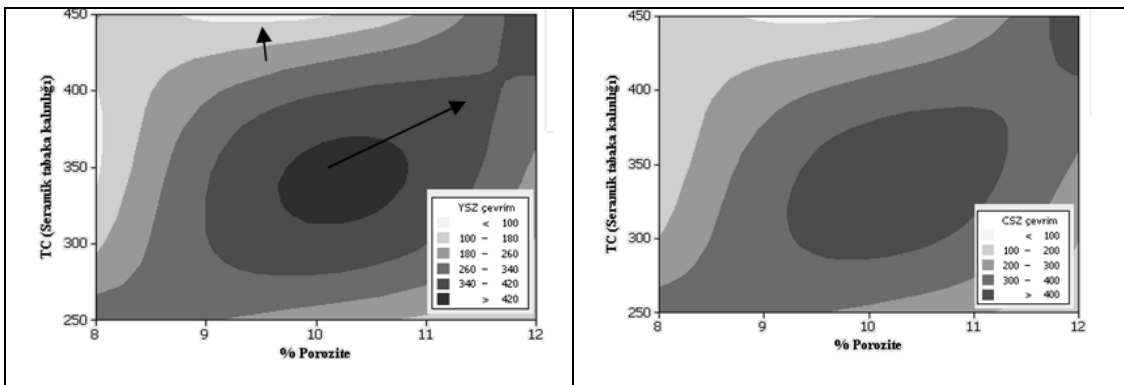
Şekil 7.61. Kaplamaların termal çevrim ömrüne S/N oranına bağlı olarak faktörlerin etkisi

Şekil 7.58’de bağ tabaka kalınlığı arttıkça termal çevrim ömrü azalmaktadır. Termal bariyer kaplama sistemlerinde bağ tabak kalınlığının 100-175 μ m kalınlık aralığında olması arzulanmaktadır. YSZ ve CSZ kaplama kalınlıklarının artması termal çevrim ömrü üzerinde belirgin bir etki oluşturmamıştır. Porozite oranı her iki kaplama kompozisyonu için de termal yalıtım kabiliyetini iyileştirmesi nedeniyle termal çevrim dayanımını artırmaktadır. Şekil 7.62.’de kaplamaların termal çevrim ömrüne kaplama tabaka kalınlıklarının etkisi sergilenmektedir. Görüleceği üzere bağ tabaka kalınlığı 180 μ m üzerinde çevrim sayısı düşmektedir.



Şekil 7.62. Kaplamaların termal çevrim ömrüne kaplama tabaka kalınlıklarının etkisi

Şekil 7.63’de kaplamaların termal çevrim ömrüne seramik tabaka kalınlıklarının ve seramik tabaka yapısında porozite oranının etkisi sergilenmektedir. Porozite oranının artışı çevrim ömrünü artırmaktadır. Kaplama kalınlığı 450 μ m sonrasında iç gerilmeler nedeniyle dayanımın düşmesine neden olmaktadır.



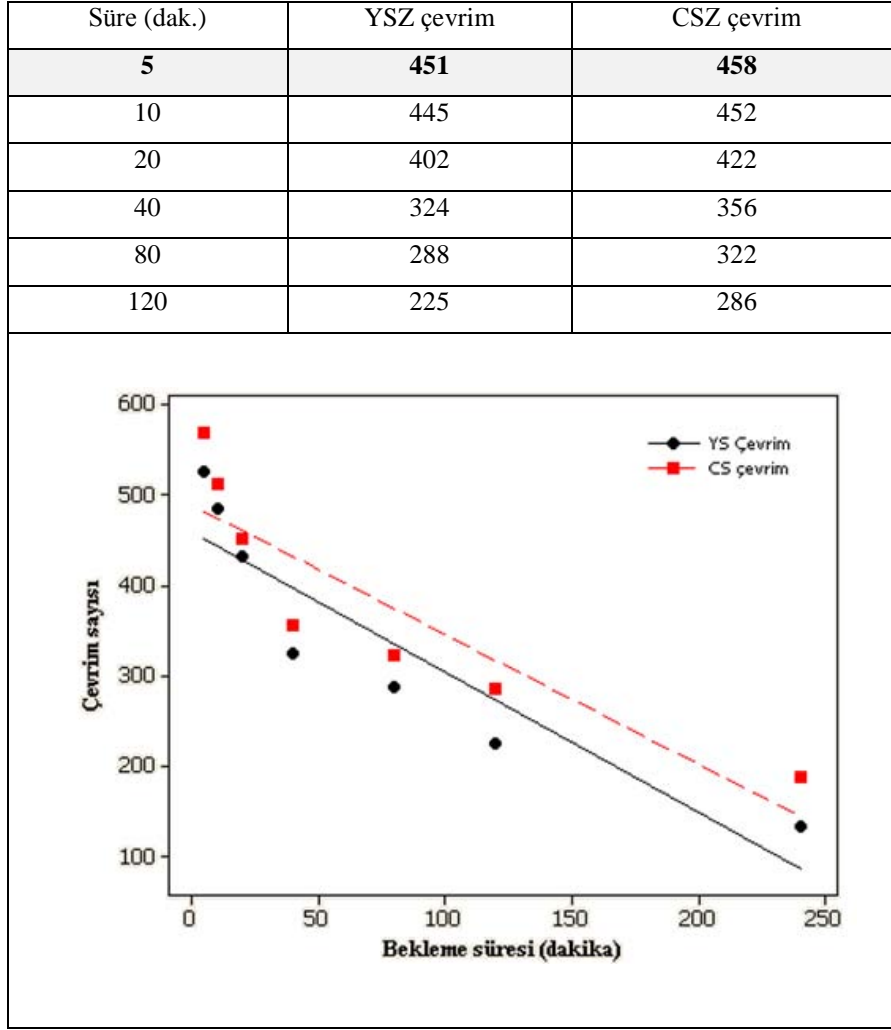
Şekil 7.63. Kaplamaların termal çevrim ömrüne seramik tabaka kalınlıklarının ve porozite oranının etkisi

Şekil 7.64’de kaplamaların termal çevrim ömrüne etki eden faktörlerin regresyon ve varyans analizi sonuçları sergilenmektedir. Her iki kaplama kompozisyonu için de faktörler ile termal çevrim ömrü arası korelasyon katsayısı %95’in üzerinde olup, F-testi sonuçları ile karşılaştırıldığında %95 güven aralığında çalışıldığı anlaşılmaktadır.

| Regresyon Analizi | | | | | | | | | | | |
|---|--------|---------|-------|--------------|---|----------------|---------|--------|-------|--------------|-------|
| YSZ çevrim ömrü* | | | | | CSZ çevrim ömrü* | | | | | | |
| = 3840 + 0,064 TC - 0,65 BC + 1,58 Por - 3,45 YSZ T _{altlık} | | | | | = 2999 + 0,016 TC - 1,46 BC + 7,64 Por - 2,53 CSZ T _{altlık} | | | | | | |
| Predictor | Coef | SE Coef | T | P | Predictor | Coef | SE Coef | T | P | | |
| Constant | 3840 | 2054 | 1,87 | 0,135 | Constant | 2999 | 1277 | 2,35 | 0,079 | | |
| TC | 0,0641 | 0,1197 | 0,54 | 0,621 | TC | 0,0159 | 0,1136 | 0,14 | 0,896 | | |
| BC | -0,650 | 1,457 | -0,45 | 0,678 | BC | -1,4617 | 0,9566 | -1,53 | 0,201 | | |
| Por | 1,584 | 9,975 | 0,16 | 0,882 | Por | 7,643 | 7,883 | 0,97 | 0,387 | | |
| YSZ Taltlık | -3,454 | 2,177 | -1,59 | 0,188 | CSZ Taltlık | -2,527 | 1,367 | -1,85 | 0,138 | | |
| S = 29,3022 R-Sq = 97,5% R-Sq(adj) = 95,1% | | | | | S = 27,8293 R-Sq = 98,1% R-Sq(adj) = 96,2% | | | | | | |
| Varyans Analizi | | | | | Varyans Analizi | | | | | | |
| Source | DF | SS | MS | F | P | Source | DF | SS | MS | F | P |
| Regression | 4 | 136013 | 34003 | 39,60 | 0,002 | Regression | 4 | 161904 | 40476 | 52,26 | 0,001 |
| Residual Error | 4 | 3434 | 859 | | | Residual Error | 4 | 3098 | 774 | | |
| Total | 8 | 139448 | | | | Total | 8 | 165002 | | | |
| Source | DF | Seq SS | | | | Source | DF | Seq SS | | | |
| TC | 1 | 204 | | | | TC | 1 | 8 | | | |
| BC | 1 | 128773 | | | | BC | 1 | 151686 | | | |
| Por | 1 | 4873 | | | | Por | 1 | 7561 | | | |
| YSZ Taltlık | 1 | 2162 | | | | CSZ Taltlık | 1 | 2648 | | | |
| *Termal çevrim testi 1350 C’de 5 dak. Isıtma 2 dakika soğutma şeklinde uygulanmıştır. | | | | | | | | | | | |

Şekil 7.64. Kaplamaların termal çevrim ömrüne etki eden faktörlerin regresyon ve varyans analizi sonuçları

Termal çevrim testlerinden elde edilen sonuçlara bağlı olarak bağ tabaka kalınlığı 125-150µm aralığında, seramik tabak kalınlığı 300-350µm ve seramik tabaka porozite oranı ise %10-12 aralığında en yüksek termal çevrim ömrü sergilemektedir. Her iki kaplama konfigürasyonu doğrulama testleri için farklı bekleme sürelerinde termal çevrim testine tabi tutulmuştur. Şekil 7.65.’de kaplamaların termal çevrim ömrüne bekleme süresinin etkisi sergilenmektedir. 1350 °C’de termal çevrim testlerinde bekleme süresinin artışı çevrim sayısını düşmesine neden olmaktadır.

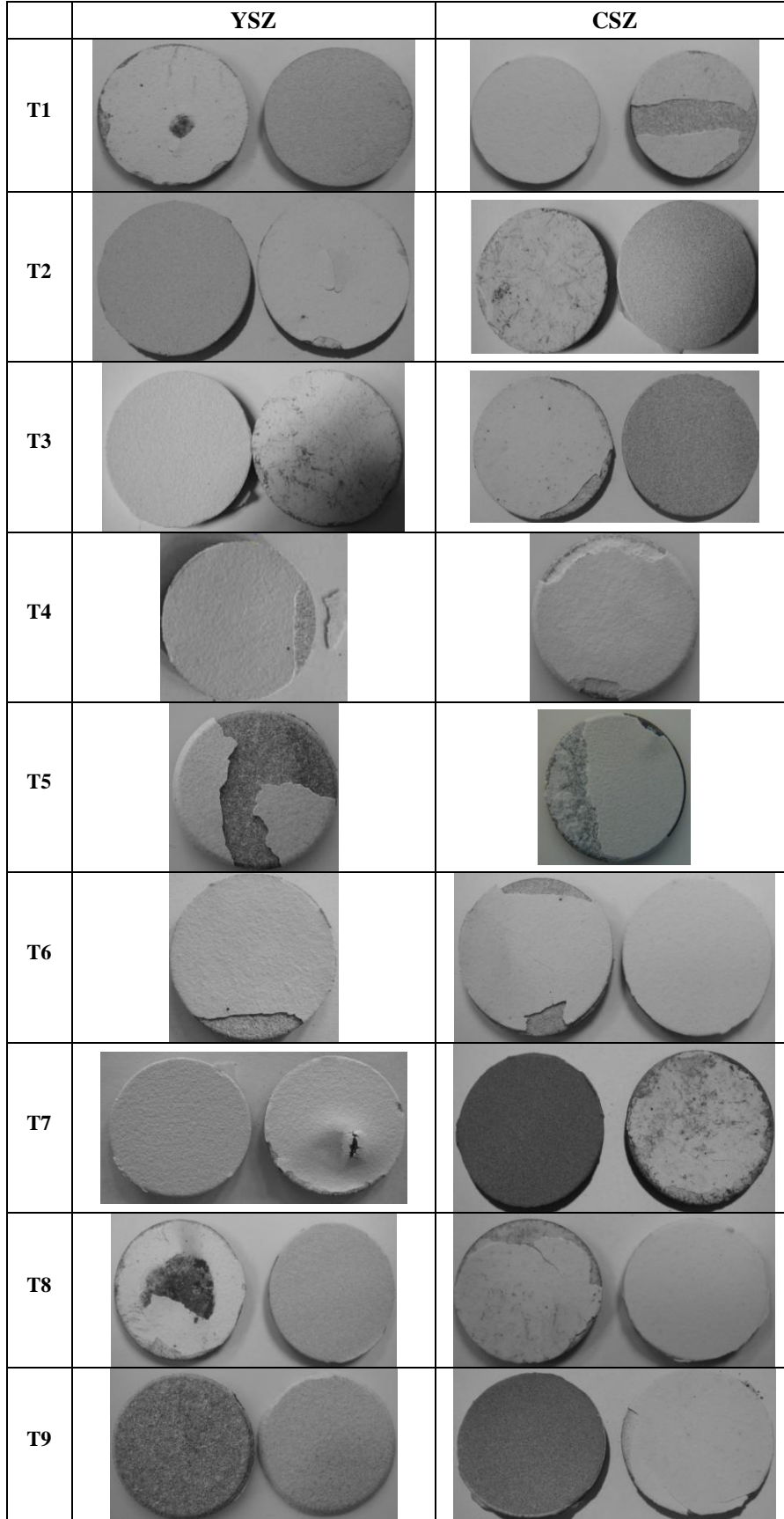


Şekil 7.65. Kaplamaların termal çevrim ömrüne bekleme süresinin etkisi

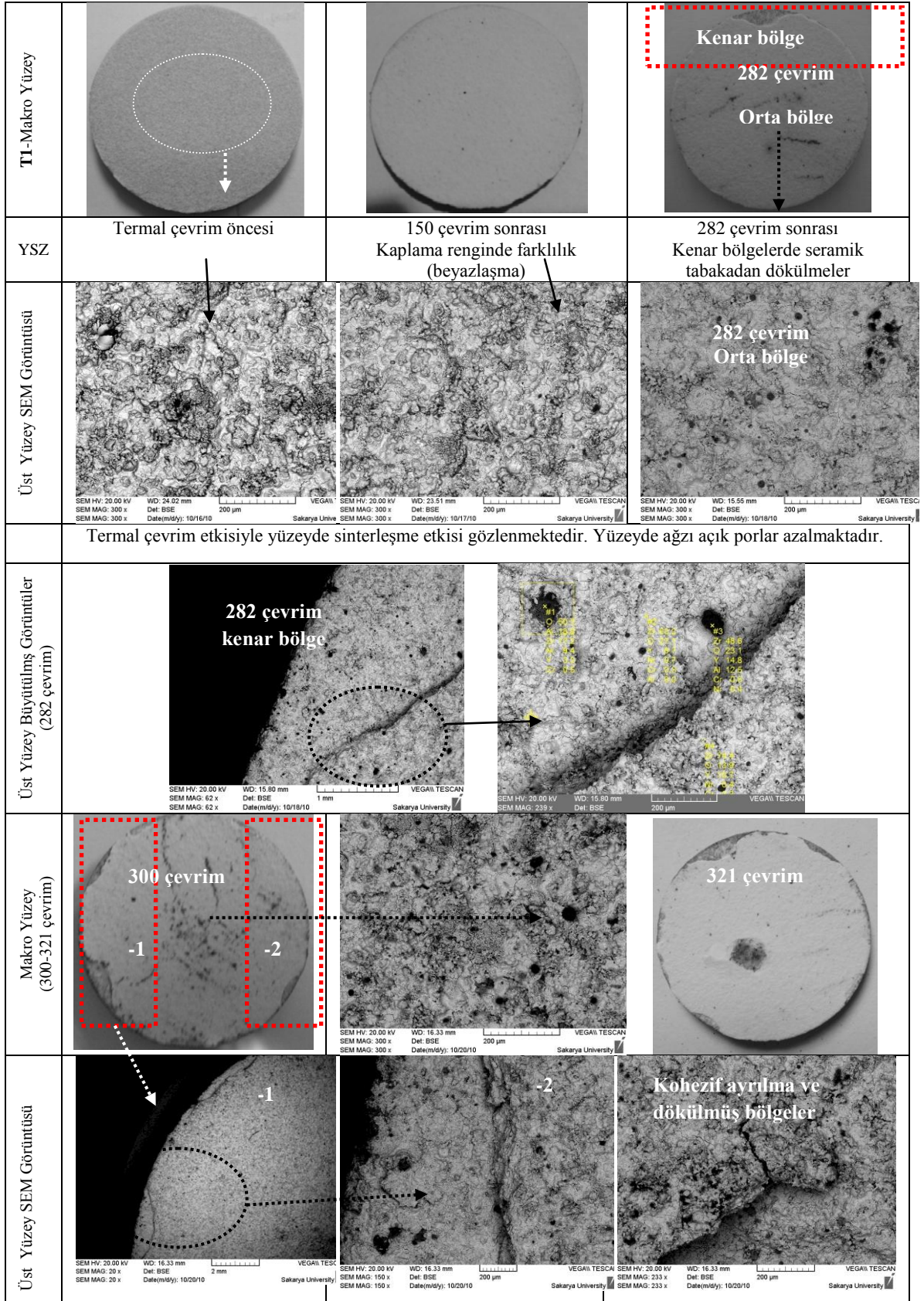
7.5.1. Termal çevrim testi sonrası makro ve mikroyapı incelemeleri

Termal bariyer kaplamalar genel olarak 1300 °C'nin üzerinde seramik tabakada artan iç gerilmeler etkisiyle yüzeyde ve kenar bölgelerde çatlak oluşumları sonrasında tabaka tabaka dökülmeye başlamaktadır. Hasar oluşumunda etkin olan mekanizmalar genel olarak sinterleşme ve faz dönüşümü ile kristal yapıda hacimsel değişimler ve kaplama kesitinde deformasyon kabiliyetinin azalmasıdır. Seramik üst tabaka yüzeyinde yüksek yüzey sıcaklığı bağ tabaka ile seramik tabakanın farklı termal genişleme özellikleri nedeniyle kaplama kesitinde yatay ve dikey doğrultularda farklı boyutlarda çok sayıda mikro ve makro çatlak oluşumlarına yol açmaktadır. Termal çevrimlere maruz kalan kaplamalarda bağ tabaka yüzeyinde oluşan TGO tabakasının etkisiyle soğuma esnasında çatlak oluşumu sonucunda kaplamanın ömrü

kısalmaktadır. Şekil 7.66'da farklı porozite ve kaplama kalınlığına sahip termal bariyer kaplamaların termal çevrim sonrası görüntüleri sergilenmektedir. İzotermal ısıl işlem koşullarından farklı olarak termal çevrim koşullarında kaplama kesitinde homojen olmayan ısı gradyentler ve iç gerilmeler meydana gelmektedir. Hasar oluşumu çevrim sayısı ve çalışma sıcaklığı ve etki süresi ile ilişkili olarak değişmektedir. 1350 °C'de 5 dakika ısıtma 2 dakika soğutma koşullarında hasar oluşumu 200-500 çevrim arasındadır. CSZ esaslı kaplamalar YSZ'ye göre daha üstün performans göstermiştir. Elde edilen en yüksek çevrim sayısı CSZ esaslı kaplamalarda 486, YSZ esaslı kaplamalarda 435 çevrimdir. Kaplamaların termal çevrim üzerinde bağ tabaka kalınlığını en önemli faktör olarak karşımıza çıkmıştır. Artan bağ tabaka kalınlığı sonucunda hasar oluşumu daha kısa sürede gerçekleşmiştir. Bunun yanında seramik tabakanın kalınlığı ve porozite oranı arasında karşılaştırma yapılacak olursa porozite oranının artması kaplamaların termal çevrim ömrünü artırmaktadır. %12'nin üzerinde porozite oranına sahip kaplamaların termal çevrim ömründe artış gözlenmektedir. Seramik tabaka kalınlığının artması termal çevrim etkisiyle meydana gelen iç gerilmelerin artışına karşılık dayanımı düşürmekte ve kaplamanın ayrılmasına veya dökülmesine neden olmaktadır. Şekil 7.67'de ince bağ tabaka (>120 µm) ve seramik tabaka kalınlığına (250-300µm) ve düşük poroziteye (<%8) sahip kaplamanın termal çevrim esnasında çevrim kademelerine bağlı olarak makro görüntüler ile birlikte hasar oluşumu sergilenmektedir.

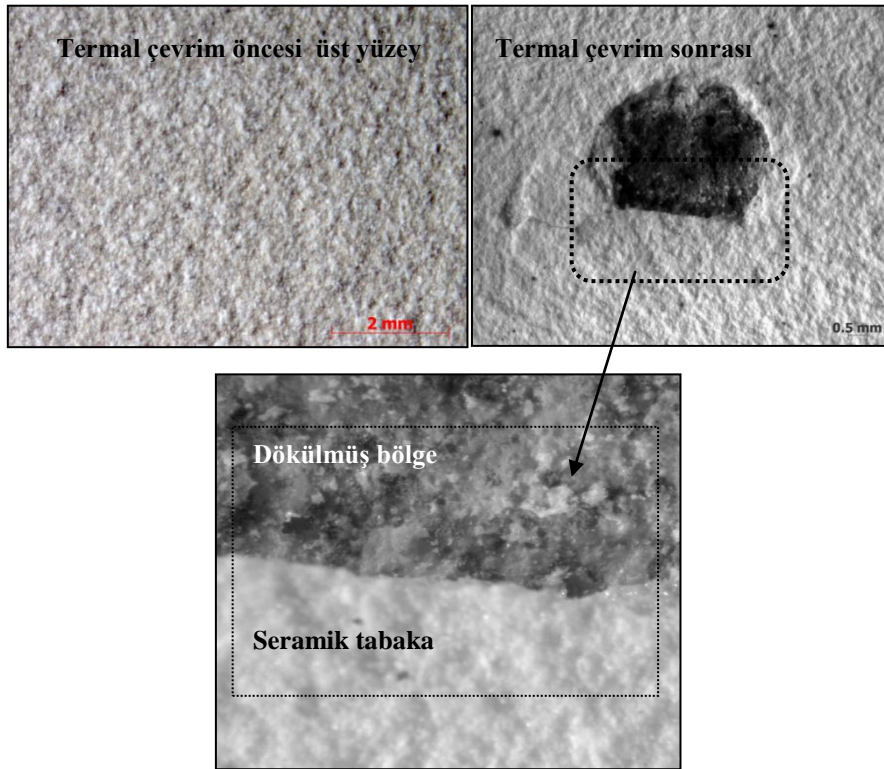


Şekil 7.66. Termal çevrim testi sonrası numunelerin görüntüleri



Şekil 7.67. Termal çevrim testi esnasında T1 YSZ için hasar oluşumu kademeleri

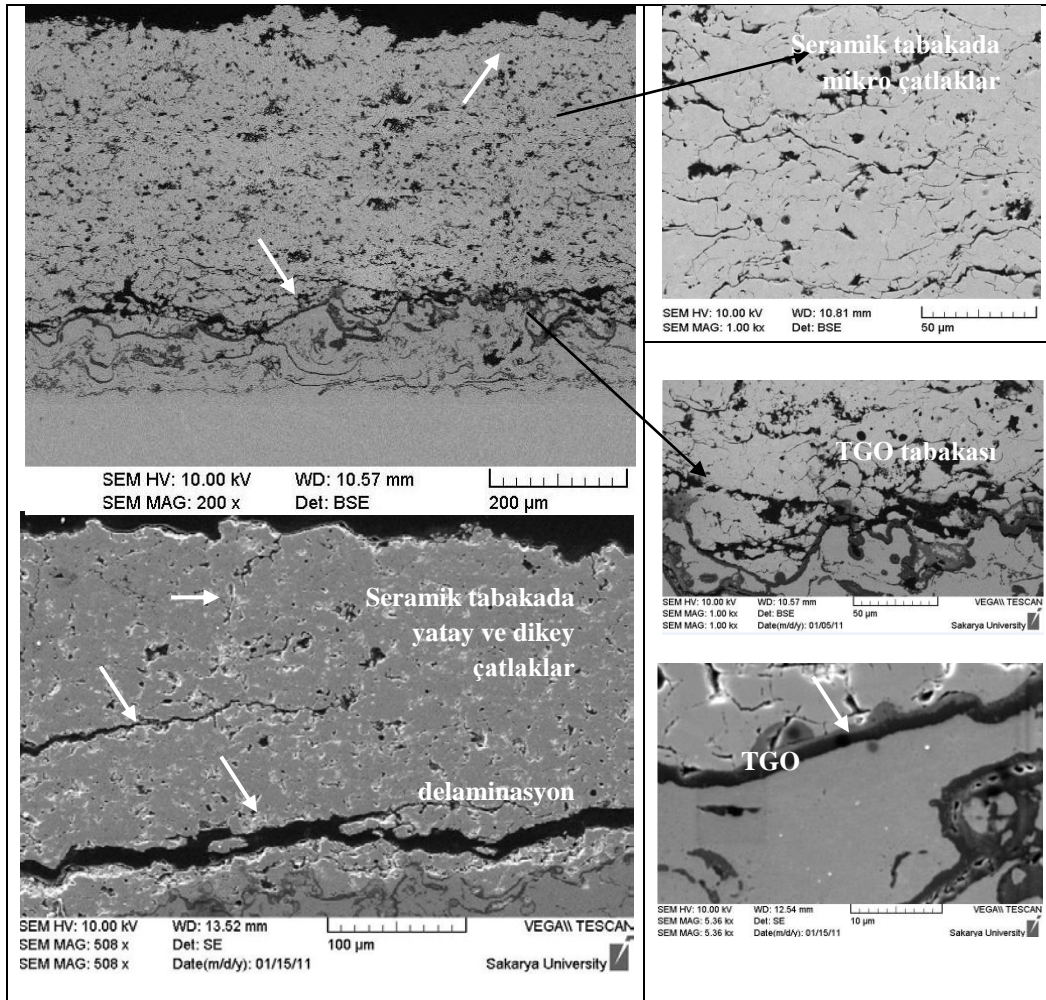
Termal çevrim öncesi gri renk tonuna sahip numune yüzeyi yüksek sıcaklığa maruz kalmasıyla birlikte renk değiştirerek beyazlaşmaktadır. T1 serisi YSZ kaplama sisteminde 150 çevrime kadar kaplamalarda dökülme ve gözle görülür bir çatlak oluşumu söz konusu değildir. Kaplamaların üst yüzey SEM görüntülerinde sinterleşmenin etkisiyle tane irileşmesi ve ağzı açık porozitelerin kapandığı gözlenmektedir. 282 çevrim sonrasında numunenin kenar bölgelerinde seramik tabakadan dökülmeler meydana gelmiştir. Dökülme kaplama yüzey alanının %5-10 arasında değişmektedir. 321 çevrim sonrası kenar bölgelerde seramik tabakadan dökülmeler artmıştır. SEM görüntülerinde seramik tabakalar arasında kohezif ayrılmalar sonucu kaplama dökülmeleri açık bir şekilde görülebilmektedir. 321 çevrim sonrası kaplamanın kenar bölgesinde dökülmeler ile birlikte orta bölgesinde dökülmeler gözlemlenmiş ve test sona erdirilmiştir (Şekil 7.68).



Şekil 7.68. Termal çevrim öncesi ve sonrası T1 YSZ serisi için stereo mikroskop (SM) görüntüleri


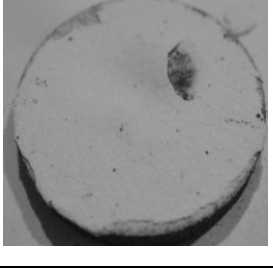

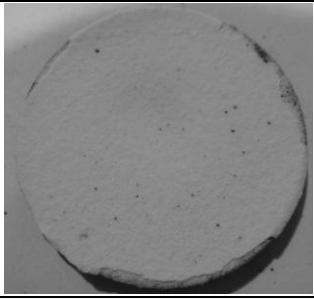
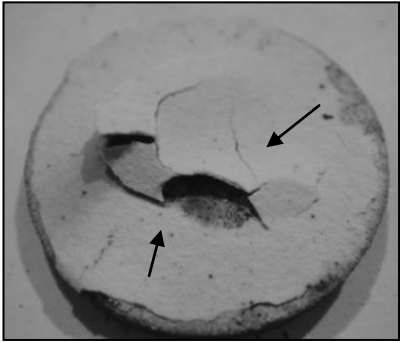
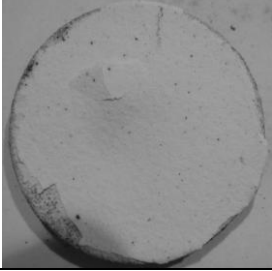
Şekil 7.69'da termal çevrim sonrası kesit SEM görüntüsü sergilenmektedir. Kaplamanın toplam kaplama kalınlığı 360-380 μm aralığında olup bağ tabaka 100-110 μm olup, seramik tabaka kalınlığı 250-270 μm arasında olup porozite %8'in

altındadır. Seramik tabaka ile bağ tabaka arayüzeyinde termal çevrim testleri sonrasında TGO tabakası rahatlıkla görülebilmektedir. Bunun yanında seramik tabakanın üst yüzeyinde yüksek sıcaklık nedeniyle sinterleşme sonucu kaplamanın deformasyon kabiliyetinin azalması ile çok sayıda mikro çatlak oluşumu ve çatlakların poroziteler ile birleşmesi ile makro yatay çatlak oluşumu gözlenebilmektedir. Termal çevrimler etisiyle lameller arası yapışma dayanımı azalarak kaplamanın dökülmesine neden olmaktadır. Bağ tabaka ile seramik tabaka ara yüzeyinde yatay makro çatlaklar gözlenmektedir. TGO oluşumunu takiben sinterleşen seramik tabaka ile arayüzeyde yatay çatlak oluşumları kaplama ömrünü sınırlamaktadır.



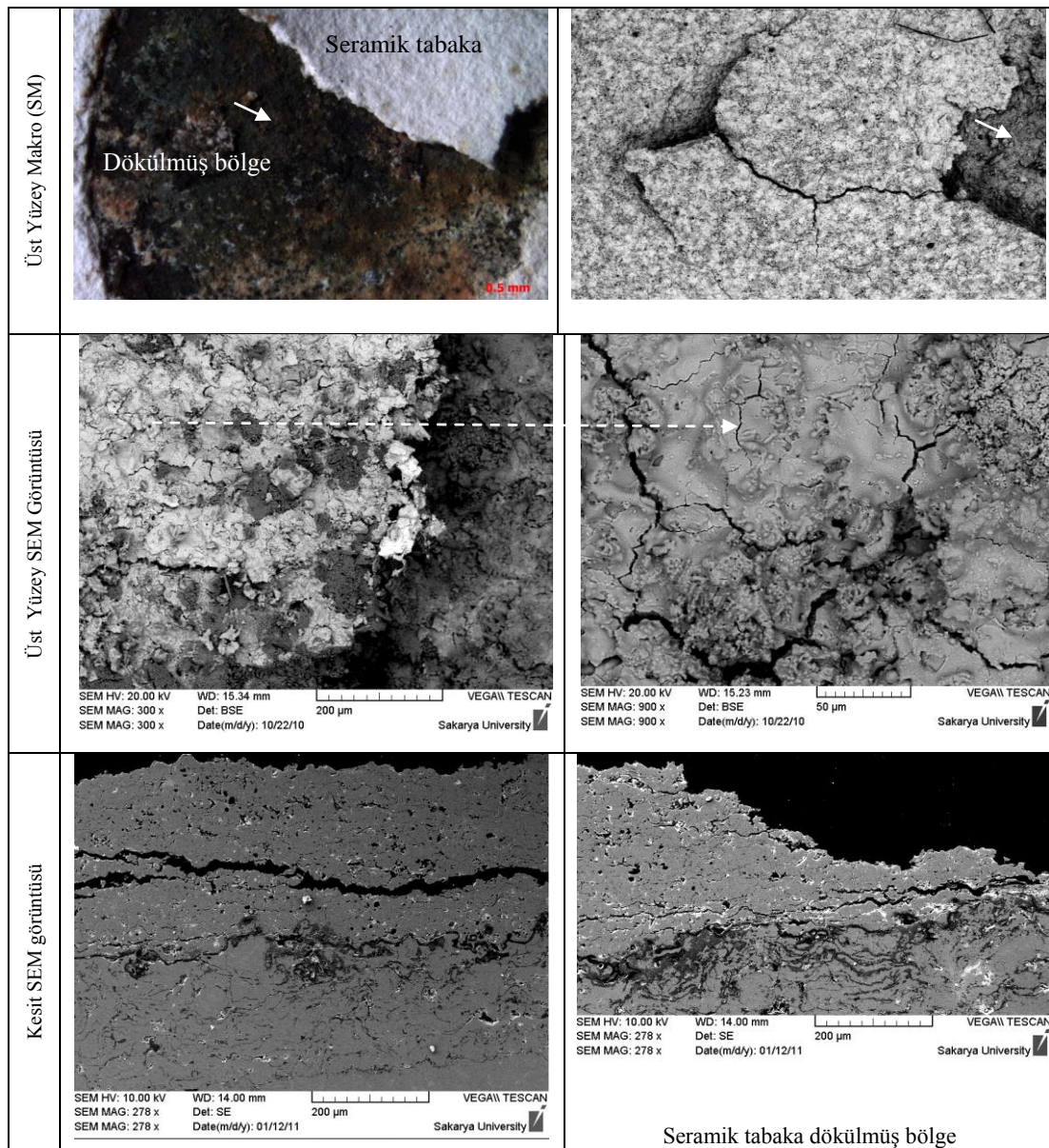
Şekil 7.69. Termal çevrim sonrası T1 YSZ kesit SEM görüntüsü

Şekil 7.70'de T8 YSZ serisi için termal çevrim esnasında alınan görüntüler sergilenmektedir. Bu seride bağ tabaka kalınlığı yüksek olup seramik tabaka kalınlığı ve porozite düşük seviyededir. Buna bağlı olarak termal çevrim testlerinde 50 çevrim sonrasında kenar bölgelerde dökülmeler gözlenmiştir. 68 çevrim sonrasında seramik tabakada lokal bir bölgede şişme ve ardından da 72 çevrim sonrasında dökülmeler başlamıştır. Yüksek sıcaklığa maruz kalan seramik yüzey görüntüsünde de kaplamada dökülen bölge daha fazla ısı etkisiyle hasar oluşumunu ivmelendirmiştir. 88 çevrim sonrasında kaplamada önemli oranda yüzeyden ayrılma çatlak ve dökülmeler gözlenmiştir. T8 serisinde bağ tabaka kalınlığının artması hasar oluşumunu hızlandırmıştır.

| | | |
|----------------|---|--|
| T8-Makro Yüzey |  |   |
| | Termal çevrim öncesi | 72 çevrim sonrası kaplamada bölgesel dökülmeler ile hasar |
| YSZ |  |  |
| | 52 çevrim kenar dökülmeleri | |
| |  | |
| | 68 çevrim sonrası orta bölgede şişme ve göçük bölgeleri, kenar dökülmelerinde artış | 88 çevrim sonrası seramik kaplama yüzeyinde bombeleşme, çatlak oluşumu, hasar: yüzeyden dökülme oranı %45 seviyesinde. |

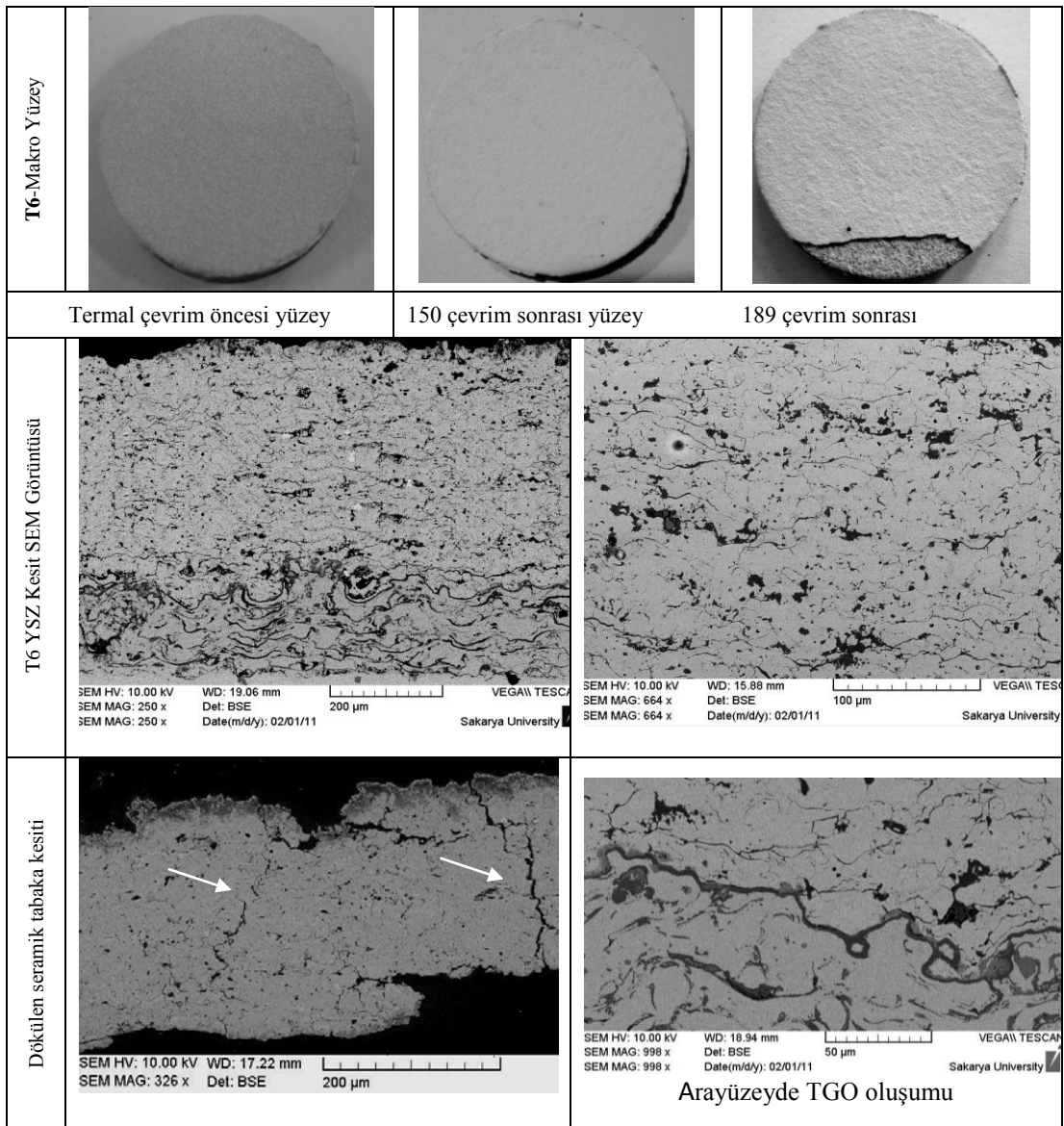
Şekil 7.70. Termal çevrim testi esnasında T8 YSZ için hasar oluşumu kademeleri

T8 serisinde toplam kaplama kalınlığı 480-500 μm arasındadır. Baę tabaka kalınlığı 210 μm olup seramik tabaka kalınlığın 300 μm 'dur. Porozite oranı % 8'in altındadır. Termal çevrim testi sonrası kaplamanın üst yüzey ve kesit SEM görüntüleri Şekil 7.71'de sergilenmektedir. Üst yüzeyde yüksek sıcaklık etkisiyle makro boyutlu çatlak ağı oluşmuştur. Termal genişleme davranışına baęlı olarak yatay çatlaklar TGO tabakasının üzerinde seramik tabakanın baę tabakaya yakın bölgelerinden ayrılarak dökülmelere yol açmaktadır. 88 çevrim sonrası kaplama yüzeyinde makro çatlak oluşumları ve dökülmeler sonucunda test sonlandırılmıştır.



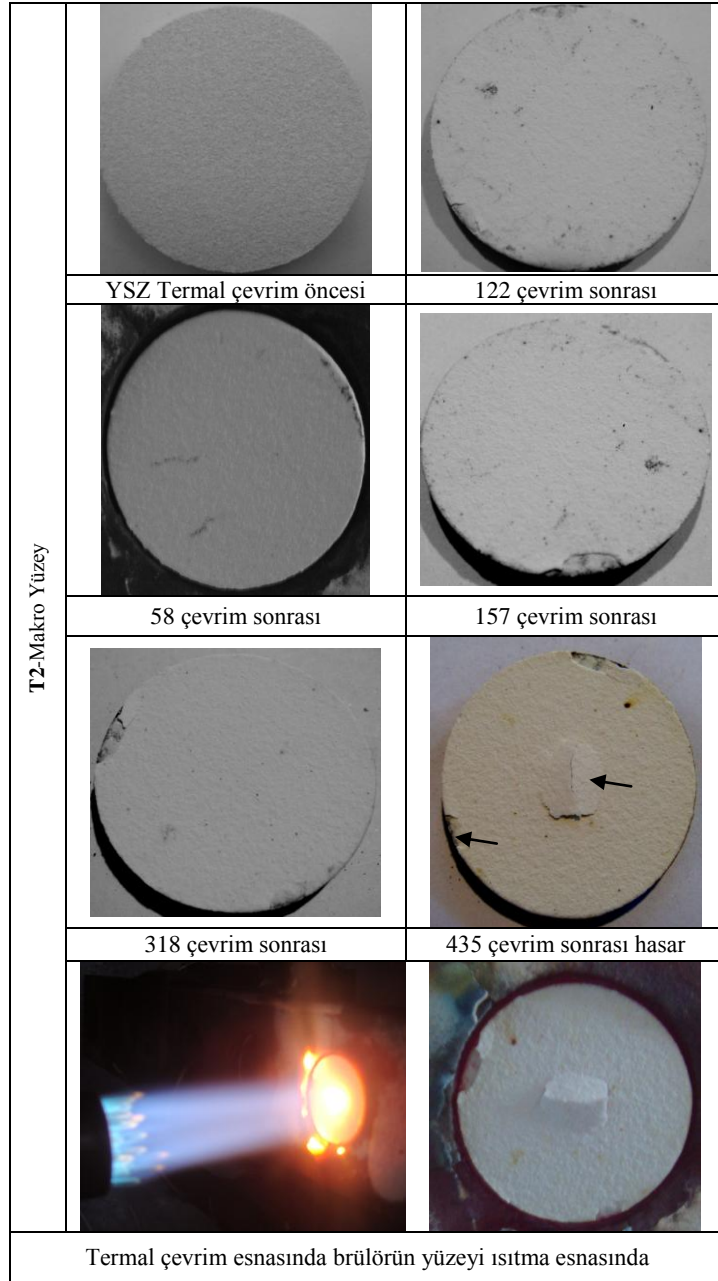
Şekil 7.71. Termal çevrim testi sonrası T8 YSZ esaslı kaplamanın üst yüzey ve kesit SEM görüntüleri

T6 serisinde toplam kaplama kalınlığı 530-540 μm arasındadır. Baę tabaka kalınlığı 165 μm , seramik tabaka kalınlığı 365-375 μm arasında olup porozite oranı % 8-10 arasındadır. 189 termal çevrim sonrası kaplama hasara uğramıştır. Dökülmeler seramik tabakada kenar bölgede görülmektedir. Dökülen seramik tabakada dikey çatlak oluşumları göze çarpmaktadır. Dökülme bölgesi yüzeyin yaklaşık %20'sini oluşturmaktadır. Ara yüzeyde TGO oluşumu mevcut olup bir ayrılma gözlenmemiştir (Şekil 7.72).



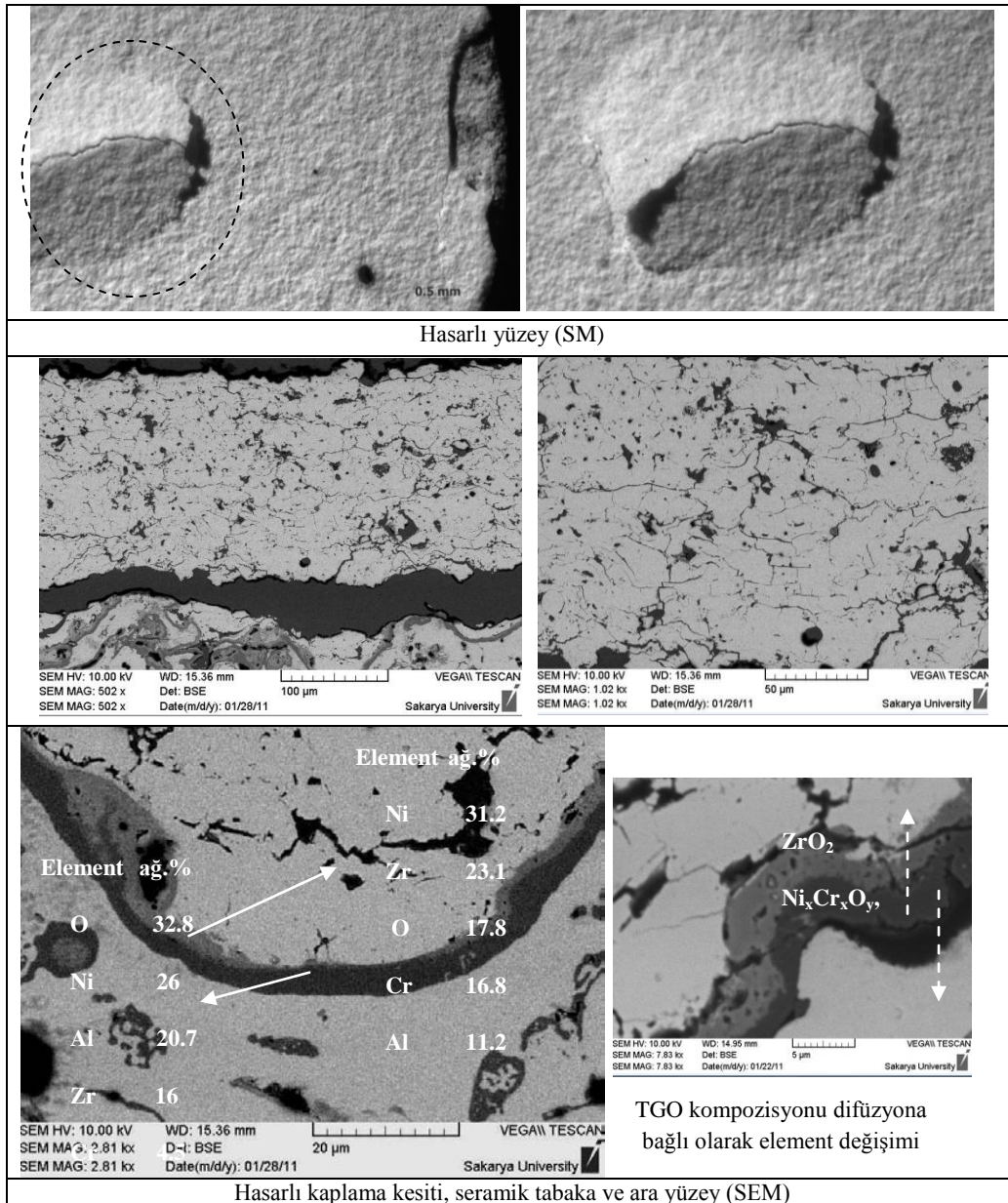
Şekil 7.72. Termal çevrim testi esnasında T6 YSZ için hasar oluşumu kademeleri

T2 serisinde toplam kaplama kalınlığı 445-460 μm arasındadır. Bağ tabaka kalınlığı 120 μm olup seramik tabaka kalınlığı 340 μm 'dur. Porozite oranı % 10-12 arasındadır. 122 çevrim sonrasında kenar bölgede dökülme gözlenmiştir (Şekil 7.73). 157 çevrim sonrasında dökülme oranında artış söz konusudur. 318 çevrim sonrasında ise farklı kenar bölgelerde dökülmeler gözlenmektedir. 435 çevrim sonrasında orta bölgede kaplama bombeleşerek dökülme başlamış ve test sona erdirilmiştir.



Şekil 7.73. Termal çevrim testi esnasında T2 YSZ için hasar oluşumu kademeleri

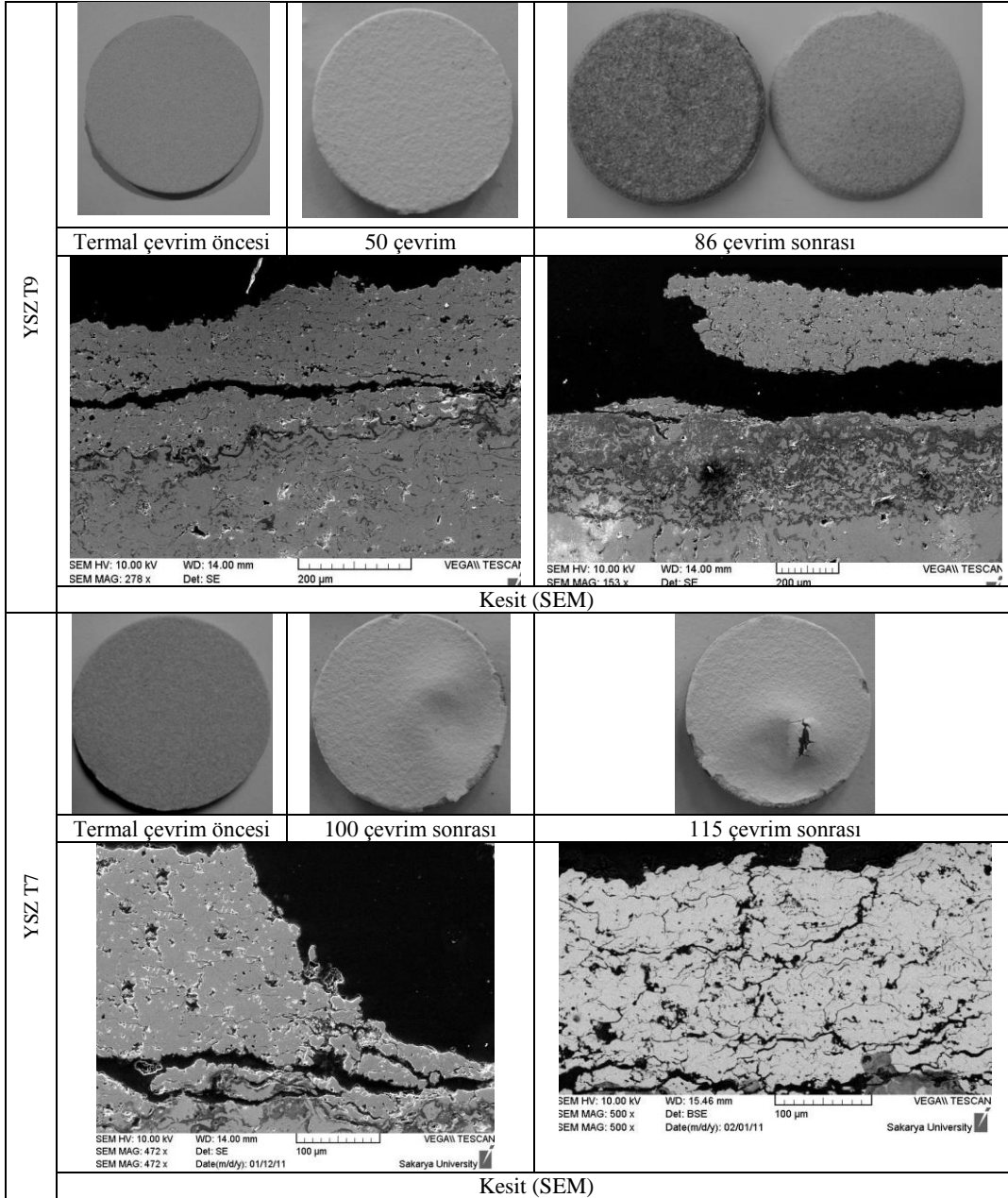
T2 serisinde YSZ esaslı kaplama yüzeyinde sterio mikroskop çalışmaları termal çevrim testi sonrası makro yüzey görüntülerinde kabarak bombeleşen ve sonrasında çatlayan lokal bölgede hasar oluşumu görülmektedir. Bunun yanında kenar bölgelerde %5 oranında dökülmeler söz konusudur. Elektron mikroskopu çalışmaları ara yüzeyde ayrılmalar ve seramik tabakada çok sayıda makro ve mikro boyutlu çatlaklar gözlenmektedir (Şekil 7.74.).



Şekil 7.74. Termal çevrim testi sonrası T2 YSZ esaslı kaplamanın üst yüzey SM ve kesit SEM görüntüleri

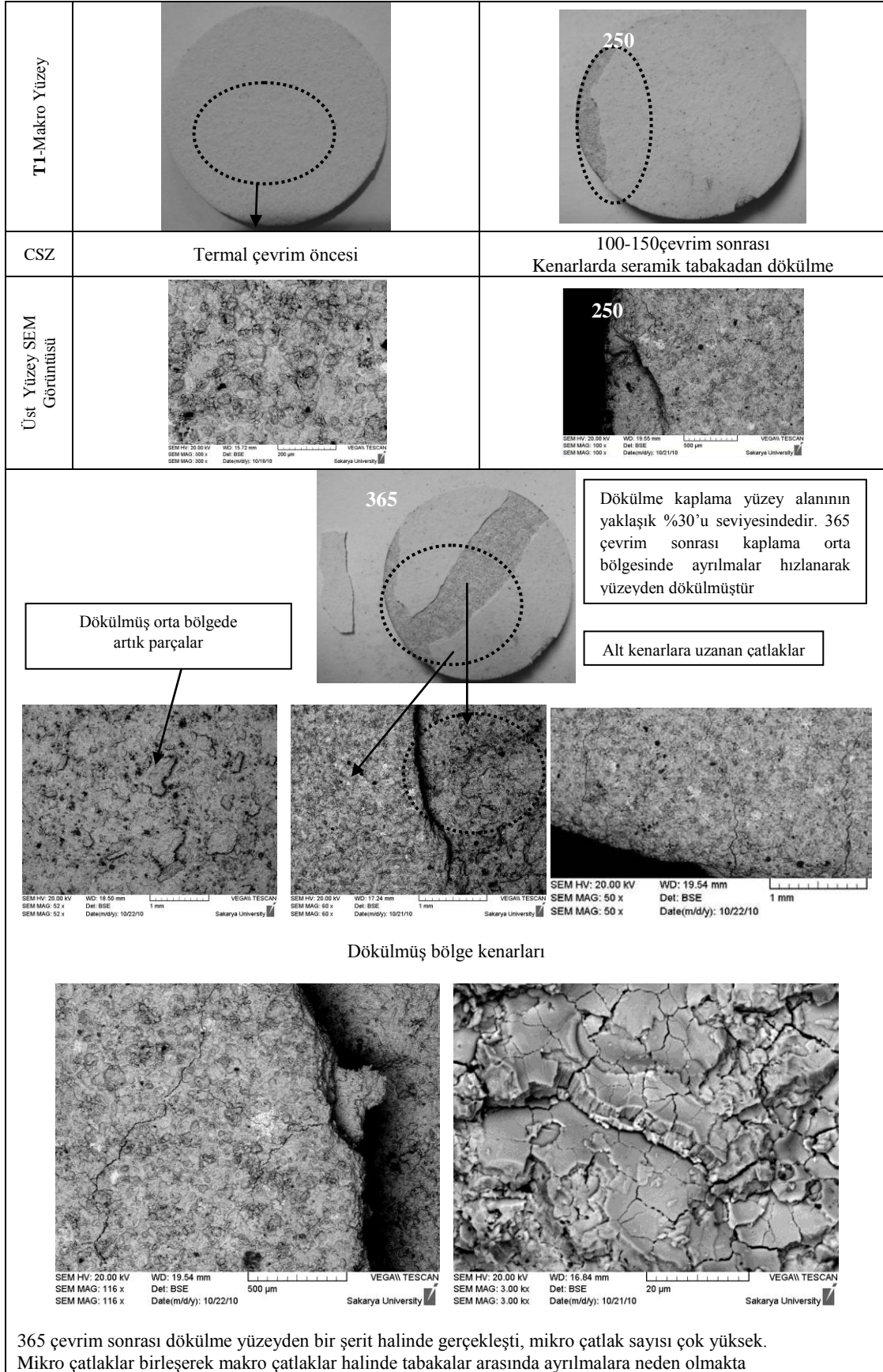
Çevrim sayısının (T2) artışına bağlı olarak yüksek sıcaklığa maruz kalma süresinin de artması ile birlikte ara yüzeyde TGO tabakasının gelişiminde kaplama kompozisyonunu oluşturan elementlerin difüzyonu termodinamik açıdan oksit oluşumlarında etkili olmuştur. Ni,Cr, Al elementleri yüksek sıcaklık ortamında seramik tabakadan oksijen difüzyonu sonucunda bağ tabaka yüzeyinde önce Al_2O_3 (koyu gri renk) sonrasında ise karma oksit bileşiklerin (açık gri) oluşumuna neden olmuştur. Termal gelişen oksit (TGO) taakası kalınlığı $3.5\mu m$ ile $6.5\mu m$ arasında değişmektedir.

T7 ve T9 test serilerinde YSZ kaplamaların termal çevrim ömrü 150 çevrimin altında sınırlı kalmıştır. Bağ tabaka kalınlığının $200\ \mu m$ 'nin üzerine çıkması termal çevrim koşullarında kaplama ömrünü kısıtlamıştır. Seramik tabaka ile bağ tabak arasında termal genleşme davranışı farklılıkları ile birlikte bağ tabaka kaplama kalınlığı yüksek sıcaklıklarda yüzeyden kaplamanın (T9 serisi için) ayrılmasına neden olduğu düşünülmektedir. T7 serisinde de kalın bağ tabakasının yüksek sıcaklık etkisiyle deformasyonu kaplama yüzeyinde deformasyona neden olmuş ve difüzyon etkisiyle lokal bölgede element kaybı sonucunda krater oluşumuna yol açarak hasar meydana getirmiştir. Elektron mikroskobu (SEM) görüntülerinde ara yüzey bağlantılarında da önemli oranda ayrılmalar söz konusudur. Termal genleşen altlık ve bağ tabaka yüzeyden seramik tabakanın ayrılmasına, kırılarak dökülmesine neden olmuştur (Şekil 7.75).



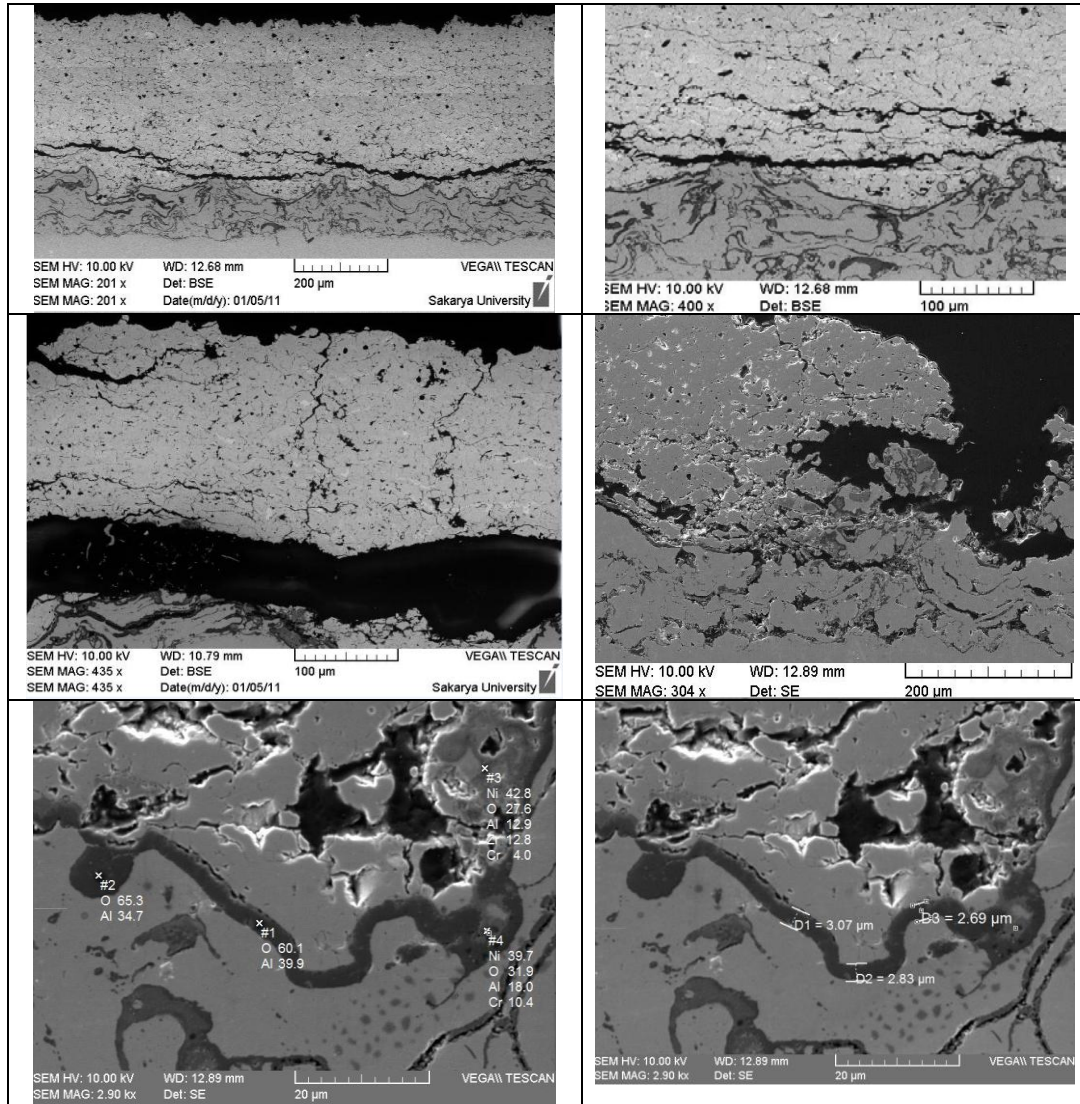
Şekil 7.75. Termal çevrim testi sonrası T7, T9 YSZ esaslı kaplamanın üst yüzey ve kesit SEM görüntüleri

CSZ esaslı kaplamaların termal çevrim ömürleri genel olarak YSZ kaplamalara göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Yapışma dayanımının artışı ile birlikte termal çevrim performansının artması beklenmektedir. CSZ kaplamaların püskürtme koşullarında iyi ergime indeksine sahip olması yanında daha yüksek hızlarda ivmelenmesi yapışma dayanımını artırmıştır. Bununla birlikte termal çevrim testlerinde hasar mekanizmalarında da farklılıklar gözlenmektedir. T1 CSZ serisinde termal çevrim ömrü 365 çevrim olarak belirlenmiştir. Hasar oluşum aşamaları Şekil 7.76'da açıklanmaktadır.



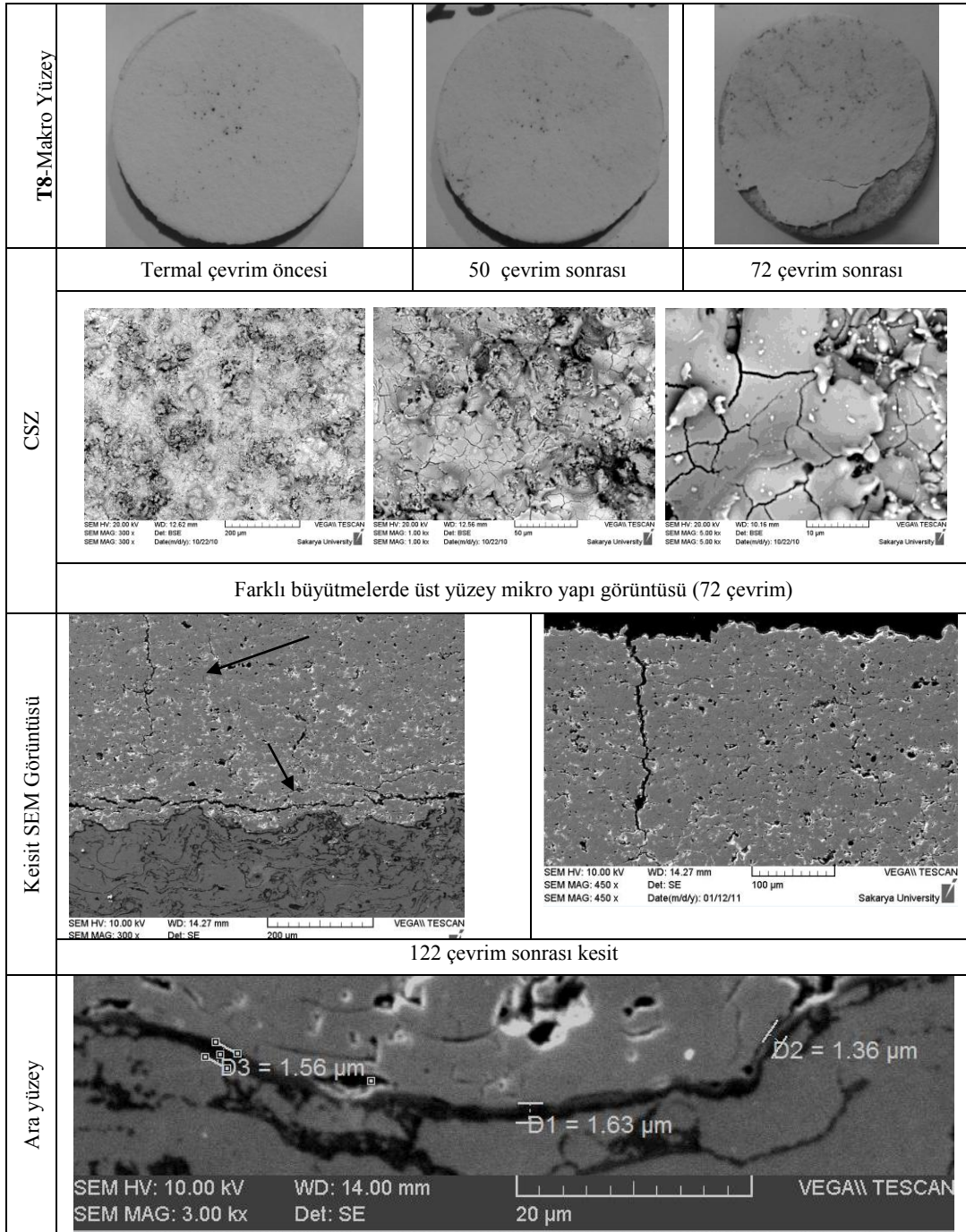
Şekil 7.76. Termal çevrim testi esnasında T1 CSZ için hasar oluşumu kademeleri

Şekil 7.77’de termal çevrim sonrası kaplamamın (T1CSZ) farklı büyütmelerde kesit SEM görüntüleri sergilenmektedir. Kaplama ara yüzey bölgesine yakın TGO tabakasının üzerinde yatay makro çatlaklar gözlenmiştir. Ayrılmış bölgelerde dikey çatlaklar göze çarpmaktadır. Yatay ve dikey çatlakların birleşerek yüzey kaplamamın ayrılmasına ve dökülmesine neden olduğu düşünülmektedir. TGO tabakası incelendiğinde oksit tabaka kalınlığı 2,5-3.2 μm olup Al_2O_3 kompozisyonunda olduğu tespit edilmiştir.



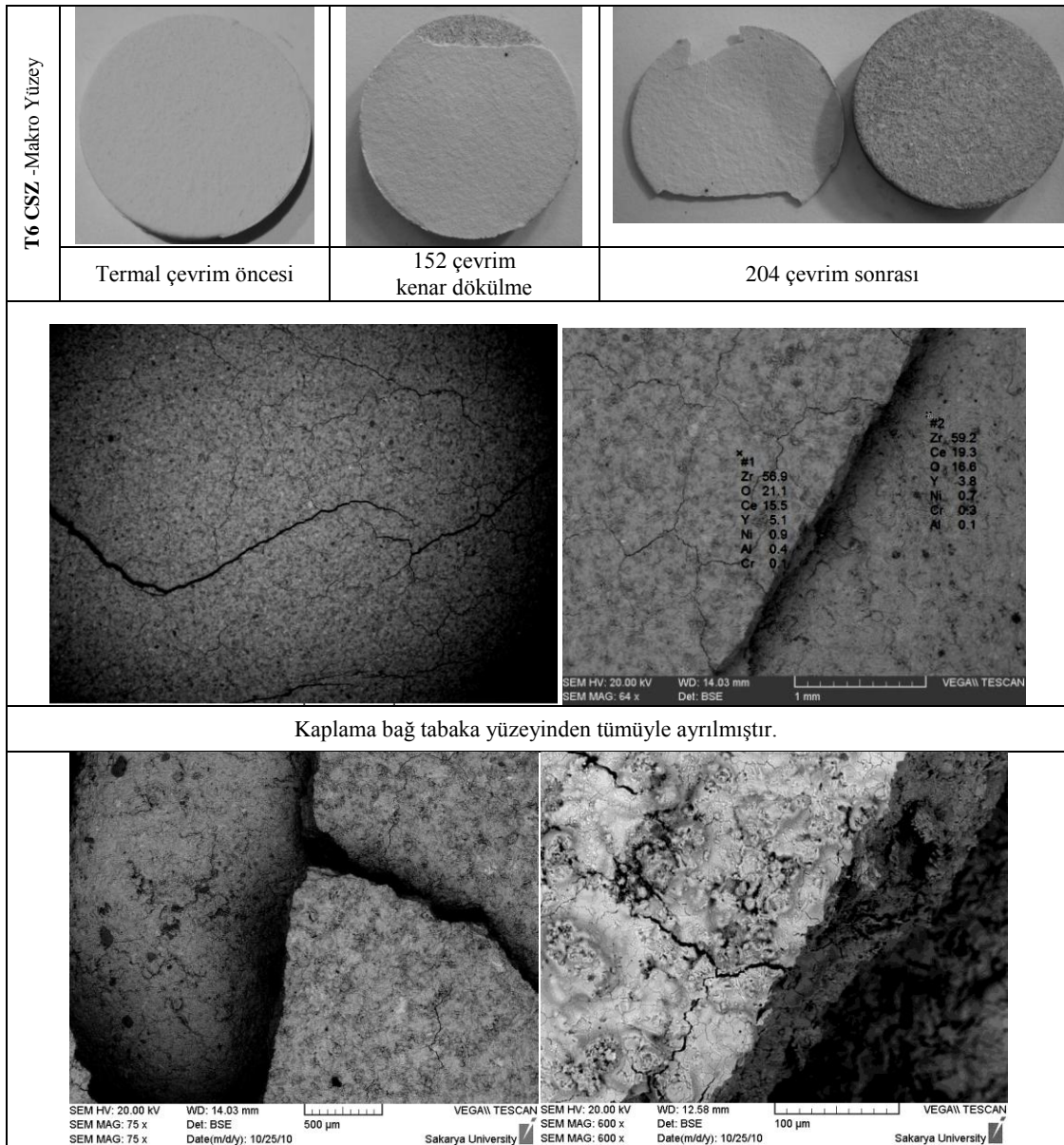
Şekil 7.77. Termal çevrim testi sonrası T1 CSZ esaslı kaplamamın arayüzey SEM görüntüleri

T8 test serisinde termal çevrim testleri sonrasında dikey çatlaklarda artış gözlenmiştir. T1 test serisine benzer şekilde kaplama kesitindeki çatlaklar birleşerek kaplamanın ayrılmasına ve dökülmesine neden olmuşlardır. TGO tabakasının kalınlığı 2 μm 'nin altındadır. EDX analizinde kimyasal kompozisyonunda ağırlıklı olarak Al ve O elementleri mevcut olup Al_2O_3 bileşiği olduğu belirlenmiştir (Şekil 7.78).



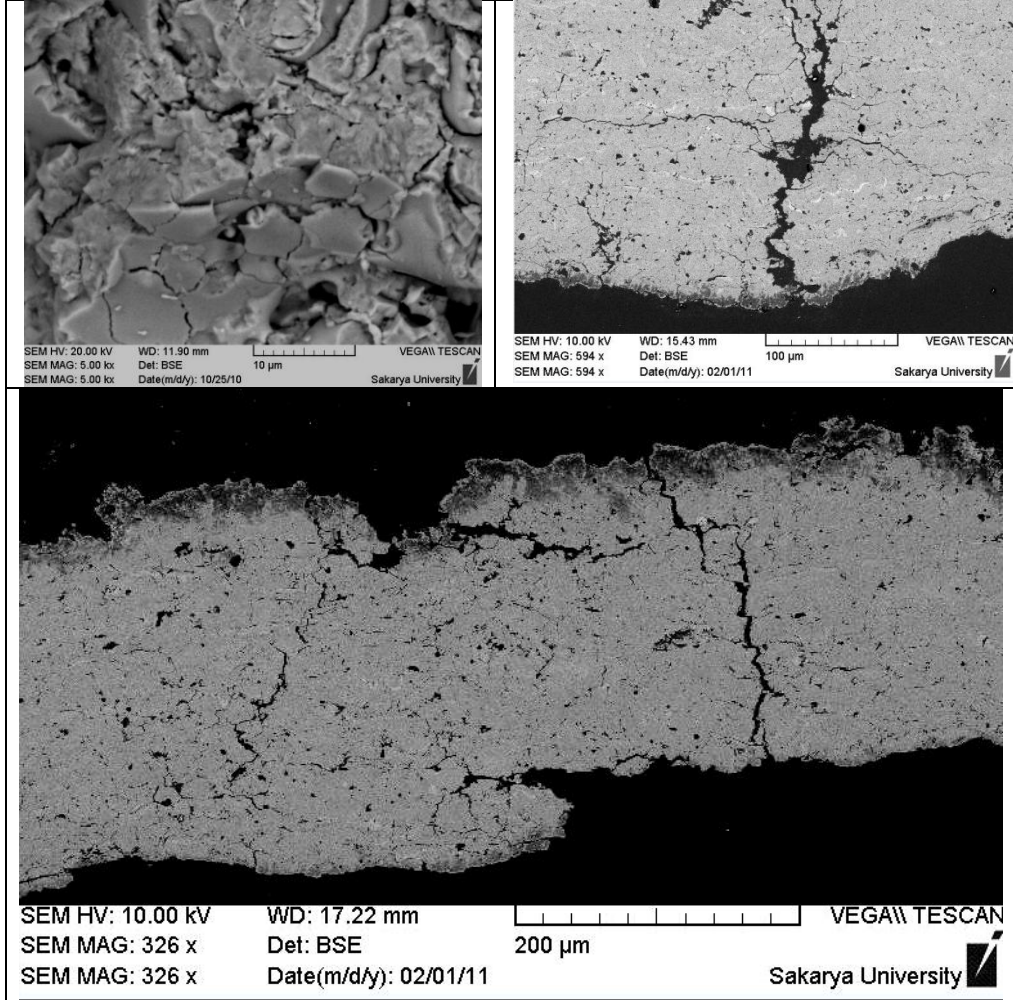
Şekil 7.78. Termal çevrim testi esnasında T8 CSZ için hasar oluşumu kademeleri

T8 test serisinde (Şekil 7.79.) termal çevrim testleri sonrasında kenar dökülmeleri ile başlayan hasar oluşumu 204 çevrim sonrasında seramik tabakanın yüzeyden ayrılması ile sona erdirilmiştir. Kaplama yüzeyinde mikro çatlak ağı ile birlikte makro çatlaklar rahatlıkla görülebilmektedir. Büyük büyütmelemede elde edilen görüntülerde dikey çatlakların benzer şekilde yataklar ile birleşerek ara kesitte ayrılmaya sebebiyet verdiği anlaşılmaktadır.



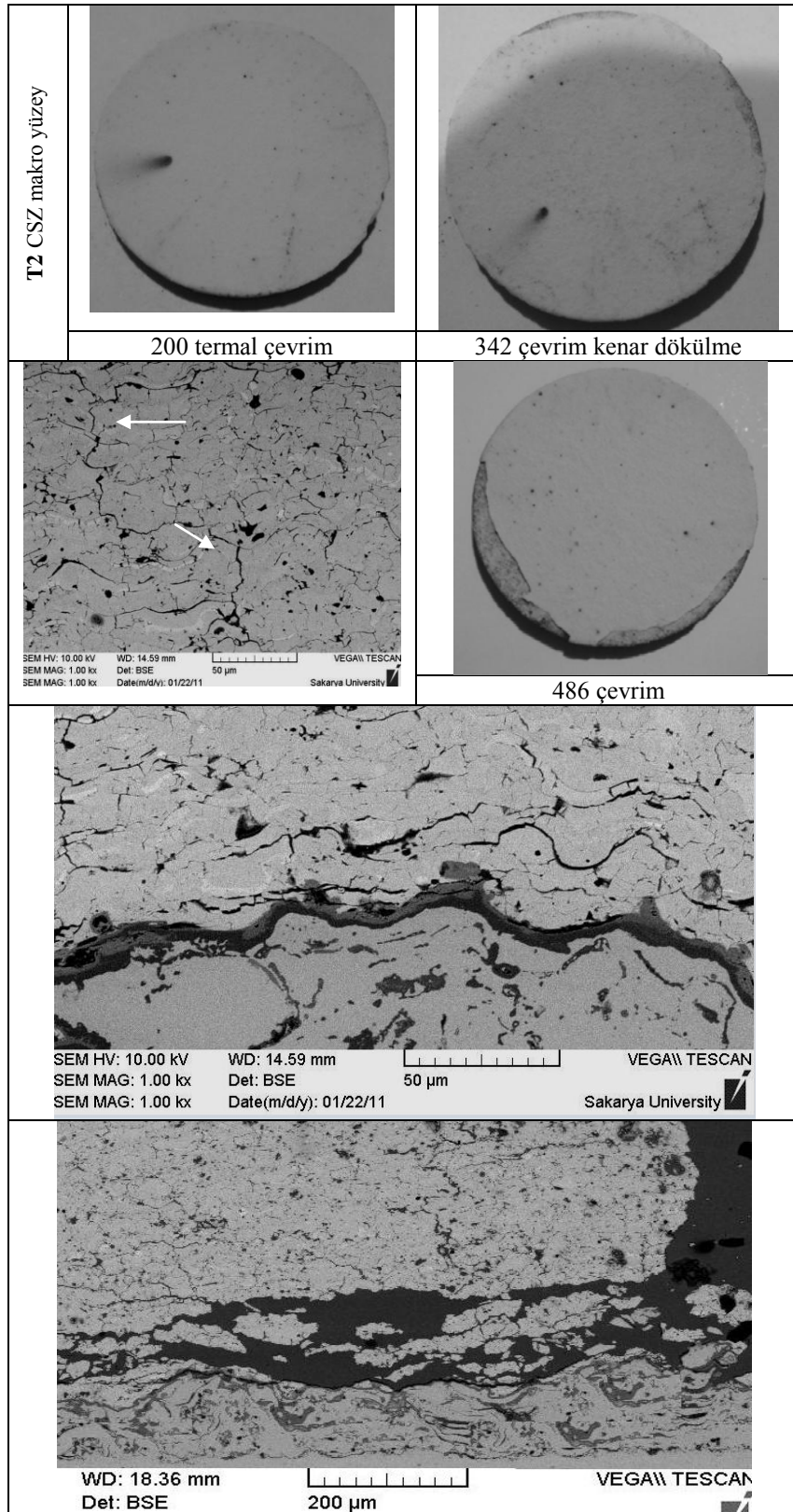
Şekil 7.79. Termal çevrim testi esnasında T6 CSZ için hasar oluşumu kademeleri

Şekil 7.80’de görüleceği üzere yüzeyde sinterleşme ile yoğunlaşan tabaka ve bunun yanında dökülen dalanmış çatlak yapısı sergilenmektedir. Hasar oluşumunda deformasyon özelliğini kaybeden üst yüzeyde makro dikey çatlaklar ile yatay çatlakların birleşmesi açıkça görülebilmektedir.



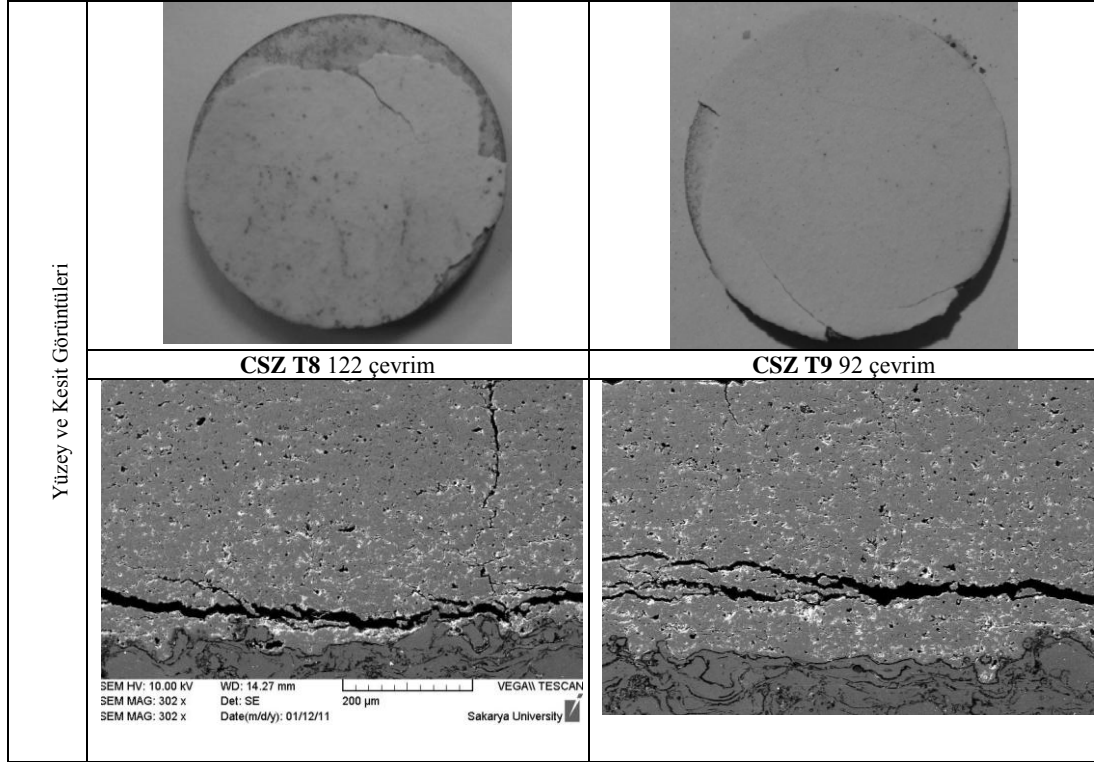
Şekil 7.80. Termal çevrim testi sonrası T6 CSZ esaslı kaplamanın yüzey ve kesit SEM görüntüleri

Tablo 7.81’de T3 CSZ serisi ile 486 çevrim sonrası kaplamada hasar oluşumu gözlenmiştir. Seramik tabakada benzer şekilde dikey çatlaklar gözlenmektedir. termal çevrim sayısına bağlı olarak TGO tabaka oluşumu mevcut olup karma oksit bileşiklerinden oluşmaktadır. TGO tabakasının gelişimi ile seramik tabaka ile TGO arayüzeyinde çatlak oluşumlarında artış gözlenmektedir. Artan iç gerilmeler ile kaplamada dökülmeler ile karşılaşmıştır.



Şekil 7.81. Termal çevrim testi esnasında T3 CSZ için hasar oluşumu kademeleri

T8 ve T9 CSZ serilerinde de (Şekil 7.82.) hasar oluşumlarında etkili faktör dikey ve yatay çatlaklar olup, hızla ilerleyen bu çatlaklar kaplamanın dökülmesinde etkin rol oynamaktadır. Her iki kaplamanın da termal çevrim ömrü 150 çevrimin altındadır. Bağ tabaka kalınlığının yüksek olması nedeniyle kaplama ömrü sınırlanmıştır.



Şekil 7.82. Termal çevrim testi esnasında T8 ve T9 CSZ için hasar oluşumu

7.6. XRD faz analizi çalışmaları

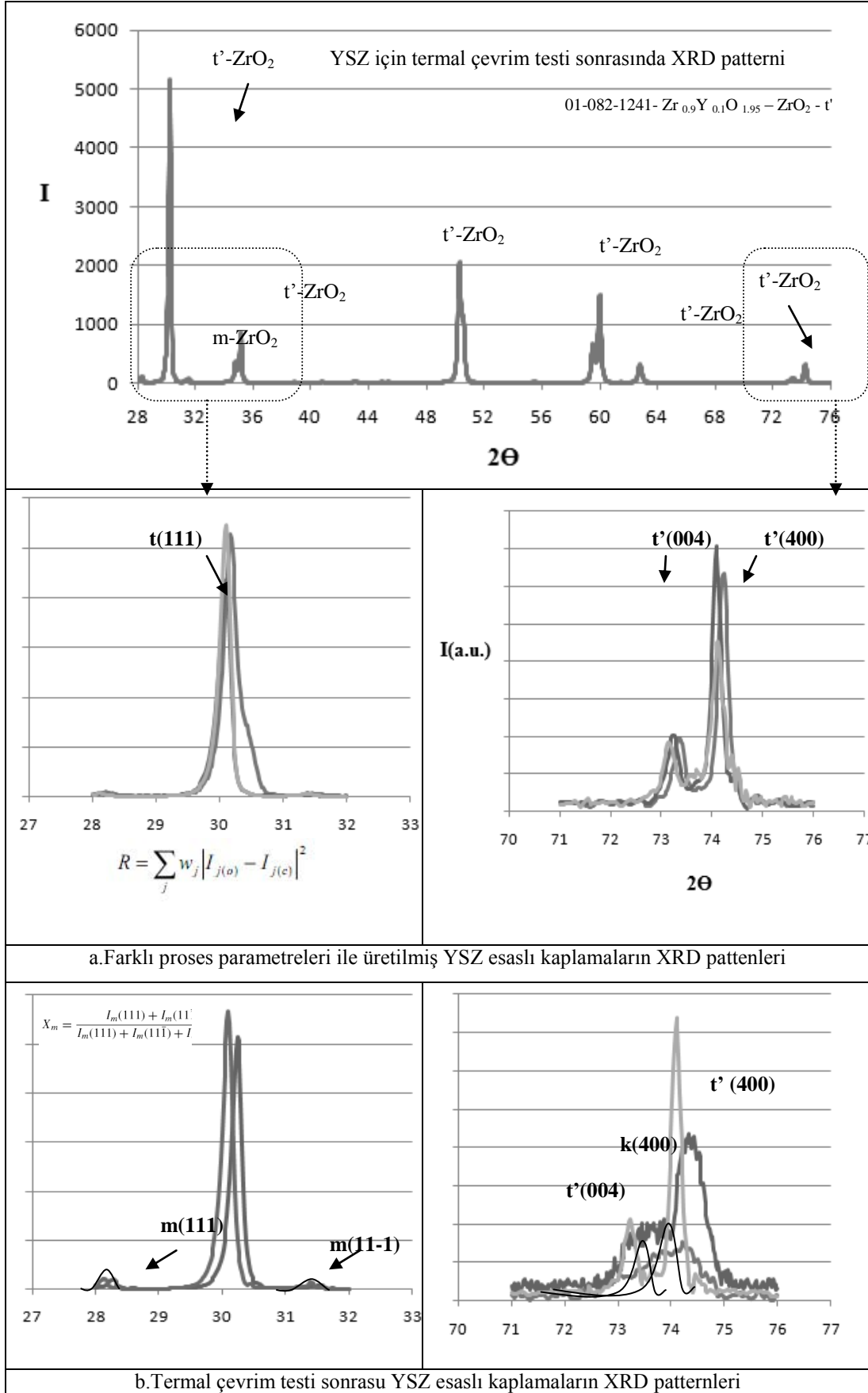
Şekil 7.83’de CeO_2 ve/veya Y_2O_3 stabilize ZrO_2 esaslı kaplamalarda kaplamaların termal çevrim testi öncesi ve sonrası XRD patternleri görülmektedir. Kaplamaların XRD patternleri düşük açılı ($28^\circ < 2\theta < 32^\circ$) ve büyük açılı ($71^\circ < 2\theta < 76^\circ$) bölgelerde olmak üzere iki kısımda incelenmiştir. Düşük açılı alanda (111) ve (11-1) düzlemlerinde tetragonal, kübik ve monoklinik fraz yapıları, büyük açılı alanda ise (400) ve (004) düzlemlerinde tetragonal ve kübik fazlar göz önüne alınmıştır. Püskürtülmüş haliyle YSZ kaplamaların XRD patternlerinde genel olarak tetragonal faz ve çok düşük oranlarda (<1%) monoklinik faz gözlemlenirken, CSZ esaslı kaplamalarda ise tetragonal (t+t’) ve kübik (k) fazlar gözlenmiştir. Monoklinik (m) faz oranı YSZ kaplamalarda termal çevrim testi sonrasında artış göstermiştir.

CSZ kaplamalarda termal çevrim testi sonrasında k faz oranında azalma gözlenmektedir. Bilindiği üzere termal bariyer kaplamaların kullanım ömrü üzerinde faz yapısında monoklinik faz oranı artışı ömrü kısaltmaktadır. Monoklinik fazın tetragonal faza dönüşümü esnasında meydana gelen %3-5 oranında hacimsel değişimler karşısında seramik tabakada çatlamlar ve dökülmeler gözlenmektedir. Bu bağlamda CSZ esaslı kaplamalarda faz dönüşüm hassasiyeti daha düşük seviyelerde olup termal çevrim testleri sonrasında daha yüksek ömür gözlenmiştir. Tablo 7.17’de termal çevrim öncesi ve sonrası faz oranları (Rietveld kantitatif analiz ile) sergilenmektedir.

Tablo 7.17. Termal çevrim öncesi ve sonrası faz oranları

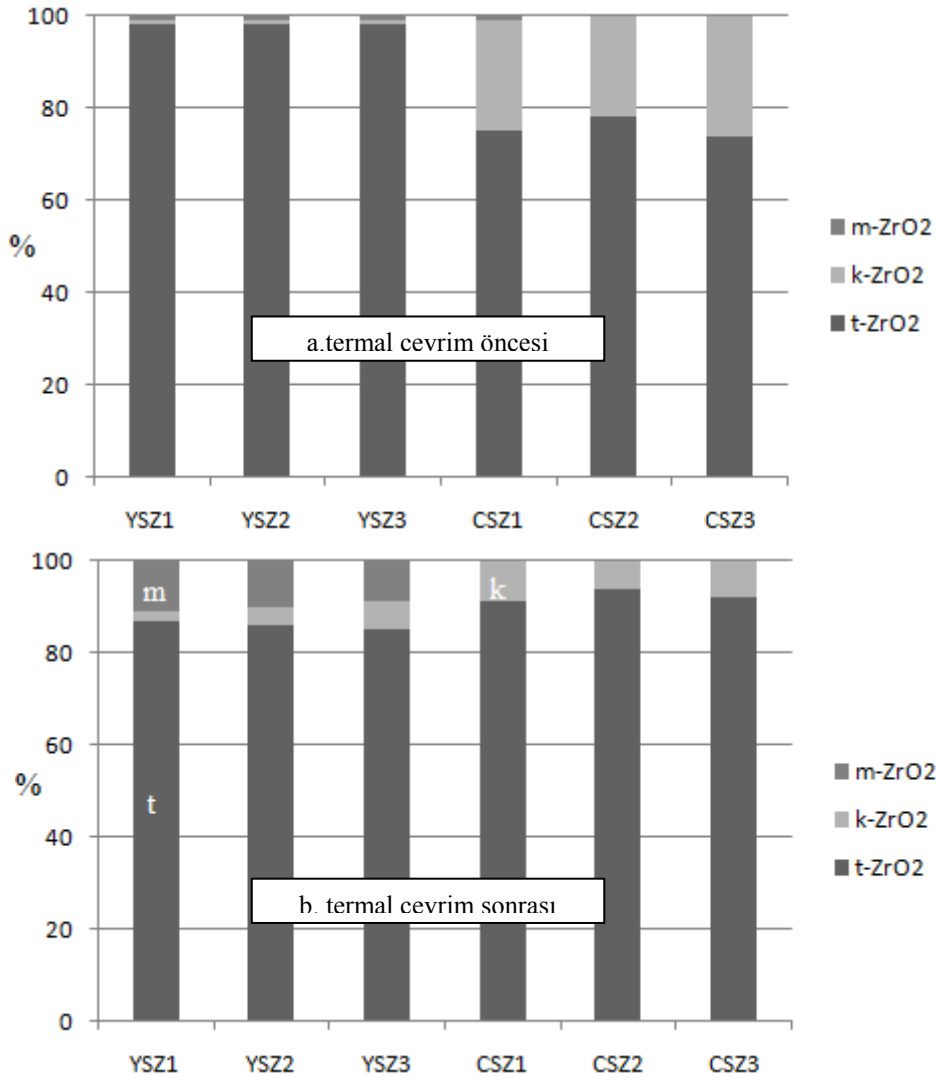
| Faz Oranı % | Termal çevrim öncesi | | | Termal çevrim sonrası | | |
|------------------|----------------------|--------------------|--------------------|-----------------------|--------------------|--------------------|
| | t-ZrO ₂ | k-ZrO ₂ | m-ZrO ₂ | t-ZrO ₂ | k-ZrO ₂ | m-ZrO ₂ |
| YSZ ₁ | 100 | 1 | <1 | 87 | 2 | 11 |
| YSZ ₂ | 100 | 1 | <1 | 86 | 4 | 12 |
| YSZ ₃ | 100 | 1 | <1 | 85 | 6 | 9 |
| CSZ ₁ | 75 | 24 | <1 | 91 | 9 | 0 |
| CSZ ₂ | 78 | 22 | <1 | 94 | 6 | 0 |
| CSZ ₃ | 74 | 26 | <1 | 92 | 8 | 0 |

CSZ esaslı kaplamalarda 1350 °’de termal çevrim testlerinden sonra yarı kararlı tetragonal faz CeO₂ ve Y₂O₃ stabilizörlerin difüzyonu sonucunda kübik ve tetragonal faza ayrılmaktadır. Bu esnada ortaya iki tür tetragonal faz çıkmaktadır. Bunlar: yüksek stabilizör etkisine sahip tetragonal faz ve düşük stabilizör etkisine sahip tetragonal fazlardır. Oda sıcaklığına soğuma esnasında kübik faz, yüksek stabilizör etkisine sahip tetragonal faza dönüşürken, düşük stabilizör etkisine sahip tetragonal faz monoklinik faza dönüşmektedir (Şekil 7.84).



Şekil 7.83. YSZ esaslı kaplamaların termal çevrim testi öncesi ve sonrasında XRD patternleri

ZrO₂-CeO₂ faz diyagramlarına baktığımızda CSZ kaplamalarda t-m dönüşümü için daha yüksek sıcaklıklara ve daha uzun sürelerle gereksinim olduğu görülmektedir. Bu durum karşısında CSZ kaplamaların YSZ kaplamalara göre daha yüksek termal yalıtım kabiliyetine sahip olması yanında daha yüksek termal çevrim ömrü gösterdiği gözlemlenmektedir. Yüksek sıcaklıklarda faz stabilitesi ile birlikte termal dayanım performansı artmaktadır. CeO₂ ve Y₂O₃ stabilize ZrO₂ esaslı kaplamalarda hızlı katılaşma sonrası Ce⁺⁴ redüklenerek Ce⁺³'e dönüşmektedir. Ce redüksiyonu etkisiyle kristal kafeste oksijen boşluklarının artışına neden olmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda uzun süreli oksidasyon sonrasında soğuma esnasında k-t faz dönüşümünde büzülme sonucunda Ce⁺³ katyonu, Ce⁺⁴'e dönüşmektedir. Soğuma hızına bağlı olarak t' fazı oranı artmaktadır.



Şekil 7.84. Termal çevrim öncesi ve sonrası kaplamaların faz analizi

BÖLÜM 8. GENEL SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Hızla gelişen ve kullanımı artan gaz türbin motorları pazarında termal bariyer kaplama sistemlerinin kullanımı için ekonomik üretim kabiliyeti açısından plazma sprej prosesi ile üretimi kapsamında ülkemizde de mevcut havacılık ve endüstriyel enerji çevrim santrallerinde kullanılan türbin motorları için tekrarlanabilir kalitede kaplama üretimi konusunda sistematik bir bilgi birikimi bu tez kapsamında gerçekleştirilmiştir. Plazma sprej prosesinde kaplama kalitesini doğrudan veya dolaylı olarak etkileyen kontrol edilebilen veya edilmesi güç birçok faktör (>50) göz önüne alındığında mikroyapısal özelliklerin kontrol edilebilirliği açısından çalışmanın gerekliliği ve TBK kullanımının ülkemiz açısından faydası ve önemi aşıkardır. Bu tez çalışmasında iki farklı TBK kompozisyonunun tekrarlanabilir üretim özellikleri ve termal çevrim performansları karşılaştırılmıştır. Türbin sistemlerinde yaygın kullanıma sahip geleneksel Y_2O_3 ile stabilize zirkonya (YSZ) kaplamalar ile bu kompozisyona alternatif olan Y_2O_3 - CeO_2 ile stabilize zirkonya (CSZ) kaplamaların üretimi başarı ile gerçekleştirilebilmiştir. Deneysel tasarım esasları doğrultusunda (L9 ortogonal dizisi: 4 temel proses parametresi, 3 seviye) üretilen kaplamaların pürüzlülük, mikrosertlik, birikme verimi, porozite ve yapışma dayanımı özellikleri ile proses parametreleri arası korelasyon ilişkileri ortaya konmuş, optimum proses parametreleri belirlenmiştir. Termal çevrim performans testleri ile kaplamaların dayanım özellikleri arasındaki farklılıklar tartışılmıştır. Deneysel sonuçlardan elde edilen genel sonuçlar aşağıda özetlenmektedir:

Yüzey pürüzlülüğü: Hareketli türbin kanatçıklarında kullanılan TBK sistemlerinde üst yüzey kaplama tabakasının maruz kaldığı aerodinamik koşullar nedeniyle düşük pürüzlülüğe sahip olması arzulanmakta ve erozif aşınma etkisiyle kaplama kesitinin düşmesi ile termal yalıtım kabiliyetinin azalması riskine karşı düşük yüzey pürüzlülüğünün yabancı madde çarpmalarına karşı yüzey direncini artırdığı bilinmektedir. APS prosesi açısından değerlendirildiğinde ise yüzey pürüzlülüğü

tozların plazma jeti içinde ergime oranı ve yüzeye ulaşması sonrası katılaşma, yassılaşma ve saçılma davranışları açısından değerlendirilmesinde önemli rol oynamaktadır. Tozların plazma jeti içerisinde uçuş davranışı yüzey pürüzlülüğünü doğrudan etkilemektedir. Parçacık sıcaklığının ve hızının çok düşük veya çok yüksek olması kaplama yapısında ergimemiş veya viskoz özellikleri azalmış splatların katılaşması sonucunda yüzey pürüzlülüğünü değiştirmektedir. Yüksek parçacık sıcaklıklarında veya yüksek parçacık hızlarında püskürtme koşullarında yüzey pürüzlülüğü artmaktadır. Toz ergime noktası, toz akış özellikleri ve yoğunluğu, altlık sıcaklığı, altlık kompozisyonu ve altlık termal özellikleri pürüzlülük açısından etkin faktörlerdir. Deneysel tasarımda kullanılan proses parametreleri aralığında elde edilen Ra pürüzlülük değeri 6-9 µm arasında değişmektedir. Düşük yüzey pürüzlülüğü 575A, 55/10 gaz oranı, 20 cm ile elde edilebilirken, Yüksek yüzey pürüzlülüğü 600-625A, 45/7.5-10 gaz oranı, 10-15 cm parametreleri ile elde edilebilmektedir. Analiz çalışmaları sonucunda yüzey pürüzlülüğü etkileyen en önemli proses parametresinin sprej mesafesi ve Ar gaz akış hızı olduğu belirlenmiştir. Ar gaz akış hızının artması pürüzlülüğü artırırken, sprej mesafesinin artması ise pürüzlülüğün düşmesine neden olmaktadır. CSZ esaslı kaplamaların yüzey pürüzlülüğü YSZ esaslı kaplamalara göre daha düşük olduğu gözlenmiştir. Bunun nedeni başlangıç CSZ tozlarının daha düşük boyutlu olması yanında CSZ tozlarının ergime noktasının YSZ'ye göre 100 °C daha düşük olması ve yoğunluğun daha fazla olması plazma jeti içerisinde kalma süresini artırmış ve ergime oranını yükselterek yüzey pürüzlülüğünün düşmesine neden olduğu sonucuna varılmıştır.

Mikrosertlik: TBK sistemlerinde yüksek mikrosertlik öncelikli hedeflenen bir özellik olmamasına karşın, kaplamanın sinterleşme davranışı, elastikiyet özellikleri, deformasyon direnci ve yapışma özellikleri açısından göz önüne alınmaktadır. Yüksek mikrosertlik kaplama rijitliğinin artmasına neden olduğu için arzulanmamaktadır. Bununla birlikte düşük sertlik ise kaplamanın deformasyon direncini azaltmaktadır. Deneysel çalışmalarda proses parametrelerine bağlı olarak TBK kesitinde 350-1060 HV_{0.1} aralığında sertlik ölçüm sonuçları elde edilmiştir. Ortalama bir sertlik aralığı (600-800 HV_{0.1}) hedeflenmiştir. Ortalama mikrosertlik hedefi doğrultusunda YSZ için uygun proses parametreleri 575-600A, 45/10-12.5 gaz oranı, 10-15cm, CSZ için 600 A, 45/10 gaz oranı 15cm olarak belirlenmiştir.

Plazma sprey prosesinde dropletlerin katılma davranışı sonucunda splatlar arası kohezif yapışma özellikleri mikro sertlik ile doğrudan ilişkilidir. YSZ esaslı kaplamalarda mikro sertliği belirleyen en önemli proses parametresi plazma jeti içinde toz parçacıkların yüzeye çarpma hızını belirleyen Ar gaz akış hızı iken, CSZ esaslı kaplamalarda ise sprey mesafesi ve H₂ gaz akış hızı etkin faktörlerdir. Toz yoğunluğuna, toz boyutuna, toz akış ve altlık özelliklerine bağlı olarak değişim söz konusudur. TBK mikroyapısından kaynaklı olarak farklı boyut ve dağılımda mevcut süreksizlikler nedeniyle mikrosertlik ölçümleri oldukça hassas yapılmak zorundadır. Kaplama yapısında arzulanan belirli boyut ve oranda porozite ve mikro çatlak ağları termal yalıtım özellikleri ve termal çevrim performansı açısından önem taşımaktadır. Splatlar arasında azalan mikro temas noktaları etkisi ile mikrosertlik ölçüm sonuçları önemli ölçüde etkilenmektedir. Ergime oranının yüksek olduğu CSZ esaslı kaplamalarda nispeten splat splat temasının daha yüksek olması mikrosertlik ölçümlerini artırmasına karşın porozite oranı mikrosertlik sonuçlarını değiştirmektedir. Mikrosertlik artışına bağlı olarak kaplamaların yüzey pürüzlülüğünde düşüş gözlenmektedir. Yüzey pürüzlülüğünün yüksek olduğu kaplamalarda splat saçılması ve droplet hızının uygun olmaması nedeniyle yetersiz ergime veya aşırı sıcaklığa ulaşan dropletin katılma morfolojisi ve yüzeyde viskoz akış özellikleri etkisi ile temas noktalarının önemli ölçüde azalarak sertlik düşüşüne neden olduğu düşünülmektedir.

Birikme verimi: APS prosesinde yüksek birikme verimi prosesin en önemli özelliklerinden bir tanesidir. Püskürtme parametrelerinin uygunluğu, tozların ergime oranı ve yüzeyde hızla birikmesi kaplama üretim ekonomisi açısından göz önüne alınmaktadır. Ar ve H₂ gaz akış hızı, sprey mesafesi, plazma akımı, toz besleme miktarı birikme verimi ve kalınlık değişimini etkileyen öncelikli faktörlerdir. Parçacık hızı ve sıcaklığını etkileyen proses parametreleri birikme verimini ve kaplama kalınlığını değiştirmektedir. Düşük Ar gaz akış hızına karşılık yüksek H₂ gaz akış hızı sonucunda parçacık sıcaklığının artması birikme veriminin artmasına neden olmaktadır. Birikme verimi ölçümleri %19-%72 arasında beslenen toz miktarı ile yüzeyde biriken kaplama miktarı oranına bağlı olarak hesaplanmıştır. Ar gaz akış hızı ve sprey mesafesi birikme verimini belirleyen faktörlerdir. CSZ esaslı kaplamaların birikme verimi YSZ'ye göre daha yüksek olduğu gözlenmiştir. En

yüksek birikme verimine 600A, 35/10-12.5 gaz oranı, 10-15 cm ile püskürtme koşullarında erişilmiştir. Birikme verimi artışı ile yüzey pürüzlülüğünün azaldığı, kaplama kalınlıklarının arttığı, mikrosertlik ölçümlerinde de nispeten artış gözlenmektedir.

Porozite oranı: TBK sistemlerinin performansını belirleyen en önemli özellik termal yalıtım ve termal çevrim performansı açısından seramik tabakada mevcut porozite boyutu, morfolojisi ve porozite oranıdır. Toz özelliklerine, püskürtme koşullarına ve altlık özelliklerine bağlı olarak porozite oranı değişmektedir. Kaplama yapısında farklı morfolojik porozite yapıları (splat lamelleri arası boşluklar, küresel formda poroziteler, mikro çatlak ağı boşlukları) mevcuttur. Yüksek parçacık hızlarında ve düşük parçacık sıcaklıklarında porozite oranında artış gözlenmektedir. Genel olarak en yüksek porozite oranı $V_p > 195 \text{ m/sn}$ ve $T_p < 2800 \text{ }^\circ\text{C}$ koşullarında elde edilmektedir. Deneysel çalışmalarda üretilen kaplamalarda porozite oranı %7-25 arasında görüntü analizi yöntemi aracılığı ile ölçülmüştür. Plazma akımı, Ar, H₂ ve sprey mesafesi porozite oranında birlikte etkin faktörlerdir. Plazma oluşumunda birincil gaz olan Ar gaz akış hızının artırılması halinde parçacık hızlarının artması sonucunda daha fazla porozite ve daha fazla ergimemiş parçacık mikroyapıda gözlenmektedir. Parçacık sıcaklığının düşmesi sonucunda yeterli ısı transferi sağlanamadığından ergime oranı düşmekte ve splatlar arasında zayıf yapışmaya neden olmaktadır. Yüksek porozite 625A, 50/10 gaz oranı ve 20 cm püskürtme koşullarında, düşük porozite ise 600A, 35/12.5 gaz oranı 10 cm'den püskürtme koşullarında elde edilmiştir. Porozite oranının artışı birikme verimini ve mikro sertliği düşürmektedir. Buna karşın porozite artışı ile pürüzlülük artmaktadır.

Yapışma dayanımı: TBK yapısı iki katmandan oluşan bir sistem olup katmanlar arası yapışma termal çevrim koşullarında kaplamaların dayanımı üzerinde önem taşımaktadır. Sabit kalınlıkta bağ tabaka üzerine farklı deneysel tasarım parametreleri ile üretilen sabit kalınlıklarda seramik tabakaların yapışma test sonuçlarına bağlı olarak CSZ kaplamaların daha yüksek yapışma mukavemetine sahip olduğu gözlenmiştir. Splatlar arası tutunmanın artması; kaplama yoğunluğunun artması ile yüksek hızda püskürtme koşullarında dropletlerin yüzeye çarpma sonrası yassılaşması ve birbiri üzerinde hızla katılarak yapışan splat lamelleri ile yapışma

gerçekleşmektedir. İç gerilmeler, splatlar arası temas noktaları, ergimemiş parçacıklar, porozite boyutu ve oranı, splatlar arası yapışma dayanımını etkilemektedir. Yapışma dayanımına etki eden en önemli proses parametreleri Ar gaz akış hızı ve sprej mesafesidir. Plazma içerisinde parçacıkların hızlanması ve plazma jeti ile etkileşim süresi yapışma dayanımında etkin rol oynamaktadır. Yüksek yapışma dayanımı için Ar gaz akış hızının 35-45 nlpm aralığında, sprej mesafesinin ise 150 mm ve altında olması gerekmektedir. Porozite azalışı ve birikme verimi artışı yapışma dayanımını artırmaktadır.

Mikroyapısal incelemeler: Kaplama kesitini iki kısımda incelemek gerekmektedir. Kaplama tabakaları ve arayüzey olmak üzere. Altlık-bağ tabaka arayüzeyinde iyi bir yapışma gözlenmekte ve kirlilik unsurları oldukça alt seviyede ve kabul edilir düzeydedir. Bağ tabaka-seramik tabaka ara yüzeyi iyi bir yapışmanın sağlanabilmesi için pürüzlü ve dalgalı bir forma sahiptir. Bağ kaplama tabakasında porozite ve oksit içeriği plazma sprej proses şartlarına bağlı olarak kabul edilir seviyededir. Seramik tabakada por ve mikro çatlak morfolojisi kaplamanın püskürtme koşullarına bağlı olarak değişmiştir. Bu durum kaplamanın termo-mekanik ve termo-fiziksel özelliklerini de etkilediği belirlenmiştir. Optimum proses parametreleri ile üretilen kaplama kesitleri Şekil 7.54-7.57’de sergilenmektedir. F4MB plazma sprej tabancası ile üretilen kaplamaların yapısında porozite oranının %8’in altında yoğun bir kaplama üretimi için seçilen proses parametreleri Akım:600A, Plazma gaz akış hızları: Ar:35nlpm H₂:12,5nlpm, sprej mesafesi 100 mm olarak belirlenmiştir. %8-10 porozite oranına sahip kaplamalar için proses parametreleri Ar:45nlpm H₂:10nlpm ve sprej mesafesi 150 mm olarak belirlenmiştir. %12 üzeri porozite oranı için proses parametreleri 575A, Ar:55nlpm H₂:10 nlpm, 150mm (Şekil 7.57.). Seramik tabaka kalınlıkları 240-280 µm aralığında olup, Bağ tabaka kalınlığı 130-140µm arasında ölçülmüştür.

Termal çevrim performansı: Termal çevrim performans testleri (1350 °C) için optimize edilmiş sabit proses parametreleri ile farklı kalınlıklarda (t<125 µm,125-175µm,175µm<t) bağ kaplama tabakaları üretilmiştir. Kaplama kalınlıkları paso sayısına bağlı olarak değiştirilmiştir. Bağ tabakaların üzerine YSZ (ZrO₂-ağ.%8 Y₂O₃) ve CSZ (ZrO₂-ağ.%25CeO₂ –ağ.%2.5 Y₂O₃) esaslı seramik kaplama

tabakaları farklı porozite oranlarında üç farklı optimum proses parametresi ile farklı kalınlıklarda püskürtülmüştür. Seramik tabaka kalınlıkları t_{ince} :250-300 μm , t_{orta} :300-350 μm , $t_{yüksek}$: 350-450 μm arasında olacak şekilde paso sayıları ile belirlenmiştir. Artan bağ tabaka kalınlığı ile termal çevrim ömrünü kısıtlamaktadır. CSZ kaplamaların termal çevrim ömrünün YSZ kaplamalara göre daha yüksek olduğu gözlenmektedir. Porozite oranı arttıkça termal çevrim ömrü artmaktadır. Altlık sıcaklığının artması ise termal çevrim ömrünü sınırlamakta ve azaltmaktadır. Yapılan testlerde en yüksek 486 en düşük 82 çevrimde kaplamalarda hasar gözlenmiştir.

Kaplamaların performansını etkileyen faktörler: Genel olarak kaplamalar termal çevrim testlerinde seramik tabakada dikey ve yatay çatlakların oluşumu ve birleşmesi sonucunda dökülmeler ile sonuçlanmıştır. Yüksek sıcaklıkta bağ tabaka yüzeyinde karma oksit tabakalarının oluşması termal genleşme uyumsuzlukları nedeniyle TGO ile seramik tabaka ara yüzeyinde makro yatay çatlak oluşumlarına neden olmuştur. Sinterleşme ve faz dönüşümü hasar oluşumunda etkin faktörlerdir. CSZ kaplamalar YSZ'ye göre daha yüksek dayanım ve yüksek sıcaklıklarda daha fazla faz stabilitesi göstermiştir. CeO_2 ve Y_2O_3 stabilize ZrO_2 esaslı kaplamalarda hızlı katılaşma sonrası Ce^{+4} redüklenerek Ce^{+3} 'e dönüşmektedir. Ce redüksiyonu etkisiyle kristal kafeste oksijen boşluklarının artmasına neden olmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda uzun süreli oksidasyon sonrasında soğuma esnasında k-t faz dönüşümünde büzülme sonucunda Ce^{+3} katyonu, Ce^{+4} 'e dönüşmektedir. Soğuma hızına bağlı olarak t' fazı oranı artmaktadır. Bu durum termal çevrim performansı açısından önem taşımaktadır. CSZ esaslı kaplamalarda t-m faz dönüşüm hassasiyeti daha düşük seviyelerde olup termal çevrim testleri sonrasında daha yüksek ömür gözlenmiştir. Literatür araştırmalarında 1350 °C'de termal çevrim testlerinde (Şekil 5.5.) termal çevrim ömrü CSZ kaplamalarda YSZ'ye göre daha düşük olmasına karşın F4 plazma tabancasının gücü ile ilişkili olarak optimize kaplama parametreleri ile elde edilen CSZ kaplamaların dayanım performansı YSZ kaplamaların üzerinde artırılabilmiştir. Bu durum CSZ kaplamaların YSZ'ye göre iyi bir alternatif potansiyel kaplama kompozisyonu olarak kullanılmasına olanak sağlayacağını ortaya koymaktadır.

Bu tez çalışmasından elde edilen bilgiler doğrultusunda, sistematik bir şekilde üretilmiş YSZ, CSZ kaplamalar yine tekrarlanabilir bir şekilde üretilebilmiştir. 1350 °C'de termal çevrim yükleme şartları altında test edildiğinde, yüksek sıcaklıkta geçen zamana ve tekrarlı termal gerilmelere bağlı süreçlerin birbiriyle etkileşimi ve hasar oluşumları tespit edilmiştir. Deneysel tasarım esaslarına bağlı olarak Taguchi metodu proses optimizasyonunda ve proses parametrelerinin etkisinin belirlenmesinde oldukça etkili bir yöntem olarak kullanılabilir. Bu tez çalışması daha sonraki çalışmalar için bir referans niteliği taşımaktadır. Plazma jeti içinde parçacıkların sıcaklıkları ve hızları ölçümüne bağlı olarak arzu edilen kaplama kalitesi kontrol edilebilmektedir.

Sonraki çalışmalar için öneriler aşağıda maddeler halinde sunulmaktadır:

1. Termal bariyer kaplamaların plazma sprey prosesi ile üretiminde deneysel olarak parçacık sıcaklığının ve hızının DPV 2000 veya Spraywatch ile ölçülmesi plazma karakteristikleri ve kaplama yapısının kontrolü için gelecek çalışmalarda düşünülmektedir.
2. Termal bariyer kaplamaların karakterizasyonu aşamasında kaplamanın ısı yalıtım özelliklerinin belirlenmesi amacıyla lazer fluks yöntemi ile termal iletkenlik ve ısı difüzyon katsayılarının belirlenmesi, termal analiz yöntemleri (dilatometre gibi) ile termal genleşme özelliklerinin belirlenmesi daha sonraki çalışmalar için düşünülmektedir.
3. Gelecekte artan gaz türbin motoru giriş sıcaklıkları (>1500 °C) ve agresif çalışma atmosferine bağlı olarak su buharı ortamında yüksek sıcaklıklarda termal çevrim koşullarına dayanıklı seramik/kompozit esaslı (Zirkonat (Zr_2O_7), Silikat (SiO_5), Müllit, Zirkon, BSAS vb.) kaplama kompozisyonlarının C/C, C/SiC, SiC/SiC, Si_3N_4 esaslı altlıklar üzerine kaplanması ile Çevresel Bariyer Kaplamaların (ÇBK) üretimi, derecelenmiş fonksiyonel kaplamaların üretimi ile kaplama tabakaları arası termal genleşme uyumsuzluklarının azaltılması hedeflenmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] FORECAST INTERNATIONAL, The market for gas turbine mechanical drive engines, 1-26, 2009.
- [2] BALEVIC, D., BURGER, R., FORRY, D., Heavy-duty gas turbine operating and maintenance considerations, General Electric Comp.,GER 3620K, 1-53, 2004.
- [3] FREEDONIA GROUP, World turbines to 2012-demand and sales forecasts, market share, market size, market leaders, Study-2315, 06, 2008.
- [4] POWERGEN WORLDWIDE, Industrial gas turbine maintenance market worth \$18 billion, 16 Şubat 2010.
- [5] HARADA, H., High temperature materials for gas turbines: the present and future, Proceedings of the International Gas Turbine Congress, Tokyo, Nov. 2-7, 1-9, 2003.
- [6] BATHIE, W.,W., Fundamentals of gas turbines, John Wiley and Sons, USA, 1-17, 1984.
- [7] LANGSTON, L., S., OPDYKE, G., Introduction to gas turbines for non-engineers, Global Gas Turbine News,Volume 37, No. 2, 1-5,1997.
- [8] MATTINGLY, J., D., Elements of propulsion: Gas turbines and rockets, AIAA Education Series, Chapter 1., 1-60, 2006.
- [9] COHEN, C., ROGERS, GFC., SARAVANAMUTTO, H.H., Gas turbine theory, Longman Group Ltd., 4-36, 1996.
- [10] BALSONE, S.J., Buckets and nozzles, The Gas Turbine Handbook, National Energy Technology Laboratory (NETL), 411-418, 2006.
- [11] ISHIKAWA, M., TERAUCHI M., KOMORI T., YASURAOKA J., Development of high efficiency gas turbine combined cycle power plant, Mitsubishi Heavy Industries, Ltd. Tech. Rev.,Vol. 45 No. 1, 15- 17, 2008.
- [12] POMEROY, M. J., Coatings for gas turbine materials and long term stability issues, Materials and Design 26,; 223–231, 2005.

- [13] LEE, K.N., Protecting coatings for gas turbines, *The Gas Turbine Handbook*, Nat. Energy Technology Laboratory (NETL), 419-436, 2006.
- [14] PADTURE, N.P., GELL M., JORDAN E.H., Thermal barrier coatings for gas-turbine engine applications, *Science* 296, 80-284, 2002.
- [15] JONES R.L., Thermal barrier coatings, *Metallurgical and Ceramic Coatings*, K. H. Stern, Ed., Chapman Hall, London, 194-235, 1996.
- [16] MILLER, R A., Current status of thermal barrier coatings-an overview, *Surf. Coat. Technol*, 30, 1-11, 1987.
- [17] GURRAPP, I., RAO A. S., Thermal barrier coatings for enhanced efficiency of gas turbine engines, *Surf. Coat. Technol.*, 201, 3016–3029, 2006.
- [18] SCHULZ, U., LEYENS, C., FRITSCHER, K., PETERS, M., SARUHAN-BRINGS, B., LAVIGNE, O., DORVAUX, J., POULAÏN, M., MÉVREL, R., CALIEZ, M., Some recent trends in research and technology of advanced thermal barrier coatings, *Aerospace Science and Technology* , Vol. 7, No. 1, pp. 73-80, 2003.
- [19] NICHOLLS, J.R., Advances in coating design for high performance gas turbines. *MRS Bull.* 28; 659–670, 2003.
- [20] NELSON, W.A., ORENSTEIN R.M., TBC experience in land-based gas turbines, *Journal of Thermal Spray Tech.*Vol. 6(2), 176- 180, 1997.
- [21] EVANS, A.G., MUMM, D.R., HUTCHINSON, J.W., MEIER, G.H., PETTIT, F.S., Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings, *Prog. Mater. Sci.* 46, 505-553, 2001.
- [22] SCHLICHTING, K.W., PADTURE, N.P., JORDAN, E.H., GELL, M., Failure modes in plasma sprayed thermal barrier coatings. *Mater. Sci. Eng. A342*, 120–130, 2003.
- [23] VABEN, R., STÖVER, D., Influence of microstructure on the thermal cycling performance of thermal barrier coatings, *ITSC -07: Global Coating Solutions*,417-422, 2007.
- [24] FUNKE, C., MAILAND, J.C., SIEBERT, B., VABEN, R., STÖVER, D., Characterisation of $ZrO_2-7 \text{ wt}\% Y_2O_3$ thermal barrier coatings with different porosities and FEM analysis of stress redistribution during thermal cycling of TBC's, *Surf. Coat. Technol.*, Vol 94-95, 106-111, 1997.
- [25] VABEN, R., TRÄGER, F., STOVER, D., Correlation between spraying conditions and micro crack density and their influence on thermal cycling life of thermal barrier coatings, *J. of Thermal Spraying Tech.*, Vol 13 (No. 3), 396 – 404, 2004.

- [26] GUO, H., KURODA, S., MURAKAMI, H., Microstructures and properties of plasma-sprayed segmented thermal barrier coatings, *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 89/ 4, 1432-1439, 2006.
- [27] TANG, F., AJDELSZTAJN, L., KIM, G.E., PROVENZANO, V., SCHOENUNG, J. M., Effects of variations in coating materials and process conditions on the thermal cycle properties of NiCrAlY/YSZ thermal barrier coatings, *Mat. Sci.Eng.: A*, Vol.425, 1-2, 94-106, 2006.
- [28] BRANDON, J.R., TAYLOR, R., Phase Stability of Zirconia-Based Thermal Barrier Coatings: Part I. Zirconia-Yttria Alloys, *Surf. Coat. Technol.*, Vol 46, No. 1, 75–90, 1991.
- [29] NICHOLLS, J.R., SIMMS, N.J., CHAN, W.Y., EVANS, H.E., Smart overlay coatings-concept and practice, *Surf. Coat. Technol.*, Vol. 149, Issues 2-3, 236-244, 2002.
- [30] GURRAPP, I., Thermal barrier coatings for hot corrosion resistance of CM 247 LC superalloy, *J. Mater. Sci. Lett.* 17, 1267-1269, 1998.
- [31] THORNTON, J., MAJUMDAR, A., McADAM, G., Enhanced cerium migration in ceria-stabilised zirconia , *Surf. Coat. Technol.* 94–95, 112-117, 1997.
- [32] LEE, C.H., KIM, H.K., CHOI, H.S., AHN, H.S., Phase transformation and bond coat oxidation behavior of plasma-sprayed zirconia thermal barrier coating, *Surf. Coat. Technol.* 12, 1-12, 2000
- [33] BRANDON, J.R., TAYLOR, R., Thermal properties of ceria and yttria partially stabilized zirconia thermal barrier coatings, *Surf. Coat. Technol.* 39–40,; 143–151, 1989.
- [34] CHOI, H., KIM, H., LEE, C., Phase evolutions of plasma sprayed ceria and yttria stabilized zirconia thermal barrier coating *J. of Mat. Sci. Lett.* 21, 1359 – 1361, 2002.
- [35] LANGJAHR, P. A., OBERACKER, R., HOFFMANN, M. J., Long-term behavior and application limits of plasma-sprayed zirconia thermal barrier coatings, *J. Am. Ceram. Soc.*, 84-6, 1301–1308, 2001.
- [36] INGO, G.M., RIGHINI, G., SCOPPIO, L., Chemical aspects in thermal treatments of ZrO_2 - CeO_2 - Y_2O_3 alloy, *App. Surf. Sci.* Vol. 55, Issue 4, 257-267, 1992.
- [37] ALTUNCU, E., ÜSTEL, F., ERDOĞAN, G., Sıcak korozyon ortamının plazma sprey tekniği ile üretilmiş termal bariyer kaplamalar üzerine etkileri, 11. Uluslar. Korozyon Semp. İzmir-KORSEM, 429-437, 2008.

- [38] REARDON, J. D., DORFMAN M. R., Advanced thermal barrier coating system, *J. of Materials For Energy Systems* Vol8-4, 414-419, 1987.
- [39] NICHOLLS, J.R., DEAKIN, M.J., RICKERBY, D.S., A comparison between the erosion behaviour of thermal spray and electron beam physical vapour deposition thermal barrier coatings, *Wear* 233–235, 352–361, 1999.
- [40] PAWLOWSKI, L., *The science and engineering of thermal spray coating*, John Wiley and Sons Ltd, England, 74-120, 2008.
- [41] HERMAN, R. B., *Plasma Spray Coating, Principles and Applications*, VCH, USA, 1-100, 1996.
- [42] GRUNLING, H.W., MANNSMANN, W., Plasma sprayed thermal barrier coatings for industrial gas turbines:morphology, processing and properties, *Journal De Physique IV*, Vol-3., 903-912, 1993.
- [43] KHAN N.A., LU J., Manipulation of air plasma spraying parameters for the production of ceramic coatings, *Journal of Materials Processing Technology*, Volume 209, Issue 5, 2508-2514, 2009.
- [44] RAMACHANDRAN, C., BALASUBRAMANIAN, V., ANANTHAPADMANABHAN, P., Multiobjective Optimization of Atmospheric Plasma Spray Process Parameters to Deposit Yttria-Stabilized Zirconia Coatings Using Response Surface Methodology, *J. of Thermal Spray*, Volume 20, Number 3, 590-607, 2011.
- [45] STECURA, S., Optimization of the NiCrAlY/ZrO₂-Y₂O₃ thermal barrier system NASA Report No. TM-86905. NASA, Cleveland, OH; 1985.
- [46] AHMANIEMI, S., VUORISTO, P., MÄNTYLÄ, T., LATOKARTANO, J., SALONEN, I., Optimisation of Robot Controlled Plasma Spraying of Thermal Barrier Coating for Gas Turbine Transition Duct- Proc of International Thermal Spray Conference, ITSC 2002, ed. E. Lugscheider, Essen, DVS, Düsseldorf, Germany, 208-212, 2002.
- [47] HEIMANN, R. B., Better quality control: Stochastic approaches to optimize properties and performance of plasma-sprayed coatings, *J. of Thermal Spray Technology* Volume 19(4) June 765-778, 2010.
- [48] KUCUK, C.C. BERNDT, U. SENTURK, LIMA R.S., Characterization of mechanical properties of tbc's via a taguchi experimental design, Proc. 1st ITSC, Thermal Spray Surf.Eng. via Appl.Res., Montreal, QC, Canada, May 9-11, 1211-1217, 2000.

- [49] BERTRAND, G., BERTRAND, P., ROY, P., RÍO, C., MEVREL, R., Low conductivity plasma sprayed thermal barrier coating using hollow psz spheres: Correlation between thermophysical properties and microstructure, *Surf.Coat.Tech.* 202, 1994–2001, 2008.
- [50] MONTAVON, G., BERNDT, C.C., CODDET, C., SAMPATH, S., HERMANH., Quality control of the intrinsic deposition efficiency from the controls of the splat morphologies and the deposit microstructure, *J. Thermal Spray Technology* Vol. 6(2), 153-166, 1997.
- [51] ELSEBAEÏ, A., HEBERLEÏN, J., ELSHAER, M., FAROUK, A., Comparison of in-flight particle properties, splat formation, and coating microstructure for regular and nano-ysz powders, *J. Thermal Spray Technology* Volume 19(1-2),1-10, 2010.
- [52] LIU, H., BUSSMANN, M., MOSTAGHÍMÍ, J., The Effect of Undercooling on Solidification of YSZ Splats, *J. Thermal Spray Technology* Volume 17(5-6), 646-654, 2008.
- [53] VARDELLE, M., VARDELLE, A., FAUCHAIS P., Spray parameters and particle behavior relationships during plasma spraying, *J. Them. Spray Technol.*, Vol 2 (No. 1),79-91, 1993.
- [54] LÍ, J.F., LÍAO, H.L., DÍNG, C.X., CODDET, C., Optimizing the Plasma spray process parameters of yttria stabilized zirconia coatings using a uniform design of experiments, *J. Mater. Proc. Tech.*, 160(1),34-42, 2005.
- [55] LEE K. H., YE K.H., KÍM S.T., JEON C.H., SONG Y. S., SEO J. H., KÍM B. Y., LEE M. H., CHO N.I., Y.LEE D., Application of taguchi method for optimization of vacuum plasma sprayed CoNiCrAlY coatings, *Solid State Phenomena*, Volumes 124 – 126, 1549-1552, 2007.
- [56] VAÍDYA, A., SRÍNÍVASAN, V., STREÍBL T., FRÍIS M., CHÍ W., SAMPATH S., Proces maps for plasma spraying of yttria-stabilized zirconia: An Integrated Approach to Design, Optimization and Reliability, *Mater. Sci. Eng. A*, 2008, 497(1-2), 239-253, 2008.
- [57] ZHAO, L., BOBZÍN, K., ERNST, F., LUGSCHEÍDER, E., Atmospheric plasma spraying of thermal barrier coating material ZrO_2 -7% Y_2O_3 using on-line particle monitoring, *Ad. Eng. Mat.* V8, No. 4, 268-270, 2006.
- [58] CHEN, H., HAO, Y., WANG, H., TANG, W., Analysis of the microstructure and thermal shock resistance of laser glazed nanostructured zirconia TBCs, *J. Therm. Spray Tech.*, Vol 19(No. 3), 558-565, 2010.

- [59] AZARMÍ, F., COYLE, T.W., MOSTAGHIMÍ, J., Optimization of atmospheric plasma spray process parameters using a design of experiment for alloy 625 coatings, *J. of Thermal Spray Technology*, Vol. 17(1), 144-155, 2008.
- [60] ROSS, P.J. *Taguchi Techniques for Quality Engineering*, McGraw Hill, New York, 1988.
- [61] CAO, X., Development of new thermal barrier coating materials for gas turbines, *Forschungszentrum Jülich 4127*, ISSN 0944-2952, 1-117, 2004.
- [62] ZHU, D., MILLER R. A., Thermal-barrier coatings for advanced gas-turbine engines, *MRS Bull.*, 25/7, 43–47, 2000.
- [63] LEVI, C. G., Emerging Materials and Processes for Thermal Barrier Systems, *Opin. Solid State Mater. Sci.*, 8,; 77–91, 2004.
- [64] ARKE, D. R., Materials selection guidelines for low thermal conductivity thermal barrier coatings, *Surf. Coat. Technol.*, 163, 67–74, 2003.
- [65] FAWLEY, R. W., *Superalloy Progress: in The Superalloys*, C. T. Sims, W. C. Hagel (Eds.). John Wiley and Sons: New York,; 3-29, 1972.
- [66] COLE, G.S., CREMESIO R.S., Solidification and structure control in superalloys, *The Superalloys*, NY: John Wiley Sons, 479-508, 1972.
- [67] CAMPELL, F.C., *Superalloys, Manufacturing Technology of Aerospace Structural Materials*, Elsevier, 211-270, 2006.
- [68] SCHILKE, P.W., *Advanced gas turbine materials and coatings*, General Electric Company, GER3569G,08, 1-25, 2004.
- [69] CARON, P., CHAN T., Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade applications, *Aerosp. Sci. Tech.* 3, 513–523, 1999.
- [70] BOYCE, M., P., *Gas turbine engineering handbook*, 2nd Edition, Gulf Professional Publishing, Houston Texas, 3-58, 2002.
- [71] STOVER, D., FUNKE, C., Directions of the development of thermal barrier coatings in energy applications, *Journal of Materials Processing Technology* 92-93, 195-202, 1999.
- [72] MUTASIM, Z., BRETNALL, W., Thermal barrier coatings for industrial gas turbine applications: an industrial note, *Journal of Thermal Spray Technology* Volume 6(1) 105-108, 1997.
- [73] STRANGMAN, T. E., *Thermal Barrier Coatings for Turbine Airfoils*, *Thin Solid Films*, Vol. 127, No. 1-2, 93-105, 1985.

- [74] PETERS, M., FRITSCHER, K., STAINNEK, G., KAYSSER, W.A., SCHULZ, U., Design and properties of thermal barrier coatings for advanced turbine engines, *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 28,357-362, 1997.
- [75] GLEESON, B., High temperature corrosion of metallic alloys and coatings, *Corrosion and Environmental Degradation, Materials Science and Technology* (SCHUTZE M. Ed.) Vol. 19, Wiley-VCH, Weinheim, 173-228, 2000.
- [76] SIVACKUMAR, R., MORDIKE, B. L., High Temperature Coatings For Gas Turbine Blades: A Review, *Surface and Coatings Technology*, (37), 139-160, 1989.
- [77] CHEN, W.R., WU, X. , MARPLE, B.R., PATNAIK, P.C, The growth and influence of thermally grown oxide in a thermal barrier coating, *Surface and Coatings Technology* 201, 1074-1079, 2006.
- [78] EVANS, A.G., HE, M.Y., HUTCHINSON, J.W., Mechanics-based scaling laws for the durability of thermal barrier coatings *Prog Mater Sci* 46, 249-271, 2001.
- [79] WRIGHT, I. G., PINT, B. A., Bond Coating Performance of Thermal Barrier Coatings for Industrial Gas Turbines, Part A:*J.Power and Energy, Proc.IMEchE*, Vol.219, 1-10, 2005.
- [80] SIVACKUMAR, R., MORDIKE, B. L., High Temperature Coatings For Gas Turbine Blades: A Review, *Surf.Coat.Tech.*, (37), 139-160, 1989.
- [81] BRANDL, W., TOMA, D., GRABKE, H.J., The characteristics of alumina scales formed on HVOF-sprayed MCrAlY coating. *Surf. Coat. Technol.* 108/109, 10–15, 1998.
- [82] BRANDL, W., GRABKE, H.J., TOMA, D. et al., The oxidation behaviour of sprayed MCrAlY coatings. *Surf. Coat. Technol.* 86/87, 41–47, 1996.
- [83] SHILLINGTON, E.A.G., CLARKE D.R., Spalling failure of a thermal barrier coating associated with aluminum depletion in the bond-coat, *Acta Mater.* 47, 1297-130, 1999.
- [84] RABIEI, A., EVANS A.G., Failure mechanisms associated with the thermally grown oxide in plasma-sprayed thermal barrier coatings, *Acta Mater.* 48, 3963-3976, 2000.
- [85] NAUMENKO, D., SHEMET, V., SINGHEISER, L., QUADAKKERS, W. J., Failure mechanisms of thermal barrier coatings on MCrAlY-type bond coats associated with the formation of the thermally grown oxide, *J Mater Sci.*, 44, 1687–1703, 2009.

- [86] RAMACHANDRA, C., LEE, K. N., TEWARI, S. N., Durability of TBCs with a surface environmental barrier layer under thermal cycling in air and in molten salt, *Surf. Coat. Tech.* 172,2-3, 150–157, 2003.
- [87] PATTERSON, T., LEON, A., JAYARAJ B., LIU J., SOHN Y.H., Thermal cyclic lifetime and oxidation behavior of air plasma sprayed CoNiCrAlY bond coats for thermal barrier coatings, *Surf.Coat.Tech.*, V203, Issues 5-7, 25, 437-441, 2008.
- [88] SCHIMITT, THOMAS K.G., HAINDL, L., FU D., Modifications of thermal barrier coatings (TBCs), *Surf. and Coat. Technol.*, Vol. 94-95, 149-154, 1997.
- [89] SUBANOVIC, M., SEBOLD, D., VASSEN, R, WESSEL E., NAUMENKO D., SINGHEISER L., QUADAKKERS W. J., Effect of manufacturing related parameters on oxidation properties of MCrAlY-bondcoats, *Materials and Corrosion* Vol. 59 Issue 6, 463 – 470, 2008.
- [90] SULZER METCO, Thermal spray materials guide, 2006.
- [91] PRAXAIR SURFACE TECH., TAFSA, Powder solutions catalog, 2010.
- [92] NAUMENKO, D., SHEMET V., SINGHEISER L., QUADAKKERS W. J., Failure mechanisms of thermal barrier coatings on MCrAlY-type bond coats associated with the formation of the thermally grown oxide, *J Mater Sci.*, 44, 1687–1703 ,2009.
- [93] DURAND, M. C., *The Microstructure of Superalloys*, Gordon and Breach Science Publishers, Amsterdam, 1997.
- [94] CLARKE, D. R., LEVI C. G, *Materials design for the next generation thermal barrier coatings*, *Ann. Rev. Mater. Res.*, 33, 383–417, 2003.
- [95] CLARKE, D. R., PHILLPOT S. R., *Thermal barrier coating materials*, *Mater.,Today*, 8/ 6, 22–9, 2005.
- [96] SCHULZ, U., SCHMUCKER M., *Microstructure of ZrO₂ thermal barrier coatings applied by EB-PVD*, *Mat. Sci. Eng.*, A276, 1–8, 2000.
- [97] LEYENS, C., SCHULZ, U., INT, B.A., WRIGHT I.G., *Influence of electron beam physical vapor deposited thermal barrier coating microstructure on thermal barrier coating system performance under cyclic oxidation conditions*, *Surf.Coat. Tech.* 120–121, 68–76, 1999.
- [98] RATZER-SCHEIBE, H.J., SCHULZ U., KRE T., *The effect of coating thickness on the thermal conductivity of EB-PVD PYSZ thermal barrier coatings*, *Surf.Coat. Tech.*, 200, 5636 – 5644, 2006.

- [99] NICHOLLS, J.R., LAWSON, K.J., JOHNSTONE, A., RICKERBY, D.S., Low thermal conductivity EB-PVD thermal barrier coatings, Mater. Sci. Forum 369–372, 595, 2001.
- [100] YASHI, H., SAITOU, T., MARUYAMA, N., INABA H., KAWAMURA K., MORI M., Thermal expansion coefficient of yttria stabilized zirconia for various yttria contents, Solid State Ionics, 176 (5-6), 613-619, 2005.
- [101] BBARAO, E. C., Sci.and Tech.of Zirconia, A. H. Heuer, L. W. Hobbs, Eds., American Ceramic Society, Columbus, OH, Vol. 3, 1-240, 1984.
- [102] MILLER, R.A., SMIALEK, J.L, GARLICK, R.G., Phase stability in plasma-sprayed partially stabilized zirconia yttria, Science and Technology of Zirconia, Advances in Ceramics, Vol. 3, A.H. Heuer and L.W. Hobbs (eds.), The American Ceramic Society, Columbus, OH, USA, 241-251, 1981.
- [103] BALLARD, J.D., DAVENPORT, J., LEWIS, C., NELSON, W., DOREMUS R.H., SCHADLER L.S., Phase stability of thermal barrier coatings made from 8 wt.% yttria stabilized zirconia: A technical note, Journal of Thermal Spray Technology, Volume 12(1), 34-37, 2003.
- [104] ILAVSKY, J., STALICK, J.K., Phase Composition and its changes during annealing of plasma-sprayed YSZ, Surf. Coat. Tech., 127, 120–129, 2000.
- [105] HUANG, P.J., SWAB, J.J., PATEL P.J, Evaluation of CeSZ Thermal Barrier Coatings for Diesels Proceed.of ITSC, DVS, 1179-1183, 2000.
- [106] RAMASWAMY, P., SEETHARAMU, S., VARMA, K. B.R., RAO K. J., Evaluation of CaO–CeO₂–partially stabilized zirconia thermal barrier coatings, Ceramics International, Vol. 25, Issue 4, 317-324, 1999.
- [107] BENNETT, A., Properties of thermal barrier coatings. Mater. Sci. And Technol. 2, 257–261, 1986.
- [108] MOON, J., CHOI H., LEE C., Cooling rate effects on the phase transformation of ZrO₂ base thermal barrier coatings coated by APS, Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 1, No. 1, 69-73, 2000.
- [109] MUROI, T., ECHIGOYA J., SUTO H., Structure and Phase Diagram of ZrO₂–CeO₂ Ceramics, Trans. Jpn. Inst. Metals, 29/ 8 634–641, 1988.
- [110] MERIANI, S., Features of the Ceria–Zirconia System, Mater. Sci. Eng. A, A109, 121–30, 1989.
- [111] ROLLS-ROYCE PLC, Compressors, combustion chamber, turbine, in Rolls-Royce The Jet Engine (4th edition), UK,19-59, 1986.

- [112] BIASI V., Gas turbine maintenance preview: Global markets 2009-2018, Gas Turbine World & AeroStrategy, Vol.29, No:6, Nov.-Dec. 1-8, 2009.
- [113] PETERS, M., LEYENS, C., SCHULZ, U., KAYSSER, W. A., EB-PVD thermal barrier coatings for aeroengines and gas turbines, Advanced Engineering Materials, Vol. 3, No. 4, 193-204, 2001.
- [114] BEELE W., MARIJNISSEN G. VAN LIESHOUT A., The evolution of thermal barrier coatings-status and upcoming solutions for today's key issues, Surf. Coat. Technol. 120–121, 61–6, 1999.
- [115] SOBOLEV, V.V., GUILMANY J.M., NUTTING J., High velocity oxy-fuel spraying: theory, structure–property relationships and applications, Maney Publishing, London, 1-397, 2004.
- [116] LIMA, C.R.C., GUILMANY J.M., Adhesion improvements of thermal barrier coatings with HVOF thermally sprayed bond coats, Surf. Coat. Technol. Vol. 201, Issue 8, 4694-4701, 2007.
- [117] ITOH, Y., SAITOH M., TAMURA M., Characteristics of MCrAlY coatings sprayed by high velocity oxygen-fuel spraying system, J. Eng. Gas Turbine Power 122, 43-49, 2000.
- [118] KARAOGLANLI, A.C., ALTUNCU E., OZDEMIR I., TURK A., USTEL F., Structure and Durability Evaluation of YSZ+Al₂O₃ Composite TBCs with APS and HVOF Bond Coats Under Thermal Cycling Conditions, Surf.Coat.Tech., doi:10.1016/j.surfcoat.2011.04.081. 2011.
- [119] MATEJKA, D., BENKO B., Plasma spraying of metallic and ceramic materials, John Wiley and Sons, UK, 11-51, 1989.
- [120] FAUCHAIS, P, VARDELLE A., DUSSOUBS B., Quo vadis plasma spraying, J. Thermal Spray Technol. 10,; 44–66, 2001.
- [121] DAVIS, J.R.(ed.), Introduction to thermal spray technology and surface science, Handbook of Thermal Spray Technology, ASM International: Materials Park, OH, 06994G, 1-14, 2004.
- [122] KNIGHT, R., SMITH R.W., Thermal spray forming of materials, powder metal technologies and applications, Vol 7, ASM Handbook, ASM International, 408–419, 1998.
- [123] TUCKER, R.C.,Thermal Spray Coatings, Surface Engineering, Vol 5, ASM Handbook, ASM International, 497– 509, 1994.
- [124] ÜSTEL, F., YÜKSEK E., ŞEKER Y., ALTUNCU E., Plazma Sprey Kaplamaların Teknolojik Uygulamaları Bölüm-I, Galvanoteknik Dergisi Kasım-Aralık 44-49, 2006.

- [125] ÜSTEL, F., YÜKSEK, E., ŞEKER, Y., ALTUNCU, E., Plazma Sprey Kaplamaların Teknolojik Uygulamaları Bölüm-II, Galvanoteknik Dergisi Ocak-Şubat, 14-17, 2007.
- [126] FAUCHAIS, P., MONTAVON G., Thermal and cold spray: recent developments, Key Engineering Materials, Vol.384, 1-59, 2008.
- [127] BOBZIN, K., WARDA, T., BRUHL, M., Significance of Plasma Spraying within Thermal Spray Technology, 8. Kolloquium, HVOF Spraying, Erding, Germany 5-6 Nov.; 37-51, 2009.
- [128] GELL, M., XIE L., MA, X., JORDAN, E. H., PADTURE, N.P. Highly durable thermal barrier coatings made by the solution precursor plasma spray process, Surf. and Coatings Technology 177 –178, 97–102 ,2004.
- [129] KNOTEK, O., Thermal spraying and detonation gun processes, BUNSHAH R. F. (Ed.), Handbook of Hard Coatings: deposition technologies, properties and applications, Materials Science and Processing Technology Series, Noyes, 77-107, 2001.
- [130] SCHEIN, J., ZIERHUT J., DZULKO M., FORSTER G., and LANDES K. D., Improved Plasma Spray Torch Stability Through Multi- Electrode Design, Contrib. Plasma Phys. 47, No. 7, 498 – 504, 2007.
- [131] SULZER METCO, Solution Flash, Anilox Roll Coating Solution, SF002, 1-4, 2005.
- [132] HANNEFORTH P., The global thermal spray industry -100 years of success; So what's next?, Advanced Materials Processes, 2006; 68-70.
- [133] FAUCHAIS, P., MONTAVON, G., VARDELLE, M., CEDELLE, J., Developments in direct current plasma spraying, Surface and Coatings Technology, 201 (5), 1908-1921, 2006.
- [134] McWILLIAMS A., High-performance ceramic coatings: markets and technologies, BCC Research, Report ID: AVM015D, 2007.
- [135] ROBERT S., Raymor Begins Thermal Spray Coatings Contracts with Siemens PG for Power Generation Turbines, RAYMOR Indust. Inc., 5th September 2005.
- [136] JAHN R.E. Temperature distribution and thermal efficiency of low power arc-heated plasma jets, Br. J. Appl. Phys. 14,; 585-588, 1963.
- [137] KASAHARA, E., HASUI A., EMORI Y., IYOSHI A., Studies on Plasma Jet, Bulletin of the Japanese Society of Mechanical Engineers, 77, 590-596, 1964.

- [138] VARDELLE, M., VARDELLE A., FAUCHAIS P. and BOULOS M. I., Plasma-particle momentum and heat transfer: modelling and measurements, *J. AIChE* 29, 236-24, 1983.
- [139] JANISSON, S., VARDELLE A., COUDERT J.F., MEILLOT E., PATEYRON B., and FAUCHAIS P., Plasma spraying using Ar-He-H₂ gas mixtures, *Journal of Thermal Spray Tech.*, Vol. 8(4); 545-552, 1999.
- [140] BOULOS, M.I., FAUCHAIS, P., PFENDER, E., *Thermal Plasma: Fundamental and Applications*, Vol 1, Plenum Press, NY,; 213-265,1994.
- [141] FRIDYAND, L.M., effect of reactive plasma-forming gases on plasma spray operating conditions: A Technical Note, *J. of Thermal Spray Tech.*, V4-2, 137-142, 1995.
- [142] PLANCHE, M.P., FAUCHAIS, P., COUDERT, J.F., BETOULE, O., VALETOU H. , Comparison of D.C. plasma jet velocity distributions for different plasma gas mixtures: Ar-H₂, Ar-He, Ar-He-H₂, *Proc. of the Seventh National Spray Conf.: Thermal Spray Industrial Applications*, C.C. Berndt and S. Sampath, Ed., ASM International,; 349–353, 1994.
- [143] NOGUÈS-DELBOS, E., GOUTIER, S., VARDELLE M., FAUCHAIS P., GRANGER P., LIMOGES F., Comparative study between Ar-H₂ and N₂-H₂ plasma gas mixtures: Application to ZrO₂-Y₂O₃ coatings, *Thermal Spray Crossing Border Proceeding CD*, Nedherland, ITSC 2008.
- [144] MARPLE, B.R., LIMA, R.S., MOREAU, C.S., KRUGER, S.E., XIE L., DORFMAN M.R., Ytria-stabilized zirconia thermal barriers sprayed using N₂-H₂ and Ar-H₂ plasmas: influence of processing and heat treatment on coating properties, *J. of Thermal Spray Tech.*, Vol. 16(5-6); 791-797, 2007.
- [145] SATO, T., SHIGETA M., KATO D., NISHIYAMA H., Mixing and magnetic effects on a nonequilibrium argon plasma jet, *Int. J. Therm. Sci.* 40, 273–278, 2001.
- [146] CHEN, W.L.T., HEBERLEIN, J., PFENDER E., Temperature and velocity measurement in turbulent argon-helium plasma jets, *ISPC10*, Bochum, 1.2-12.; 1-6, 1991.
- [147] PLANCHE, M.P., DUAN Z., LAGNOUX O., HEBERLEIN J., COUDERT J.F., PFENDER E., Study of arc fluctuations with different plasma spray torch configurations, 13th Int. symposium on plasma chemistry, Beijing, China.1460- 1465, 1997.
- [148] FINCKE, J.R., SWANK, S.D., HAGGARD D.C., Entrainment and demixing in subsonic argon/helium thermal plasma jets, *J. of Thermal Spray Tech.*, Vol 2-4, 345-350, 1993.

- [149] FAUCHAIS, P., Understanding plasma spraying, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 3, 86–108, 2004.
- [150] FAUCHAIS, P., COUDERT J.F., VARDELLE M., Transient Phenomena in Plasma Torches and in Plasma Sprayed Coating Generation, *J. Phys. IV France* 7, C4, 187-197, 1997.
- [151] PFENDER, E., CHANG, C.H., Plasma spray jet and plasma particle interaction: modelling and experiments, *Proceeding of 15th Spray Conference, Nice, France*, 315-327, 1998.
- [152] BISSON, J.F., GAUTHIER, B., MOREAU, C., Effect of plasma fluctuations on in-flight particle parameters, *Journal of Thermal Spray Technology* Volume 12(1), 38-43, 2003.
- [153] DONIER, J.L., HOLLENSTEIN, Ch., SALITO A., LOCH M., BARBEZAT G., Characterisation and origin of arc fluctuations in a F4 DC plasma torch used for thermal spraying, *High Temperature Materials Processes, Vol.5/4*, 1-13, 2001.
- [154] SCHEIN, J., ZIERHUT, J., DZULKO, M., FORSTER G., LANDES K.D., Improved Plasma Spray Torch Stability Through Multi-Electrode Design, *Contrib. Plasma Phys.* 47, No. 7,; 498 – 504, 2007.
- [155] ZIERHUT, J., HALBECK, P., LANDES K. D., BARBEZAT G., MULLER M and SCHUTZL M., Triplex an innovative three-cathode plasma torch, *Thermal spray: meeting the challenges of the 21st century vol 2*, ed C. Coddet, Ohio, USA, ASM International Materials Park, 1374–1379, 1998.
- [156] WUTZKE, S.A., PFENDER, E., ECKERT E.R.G., Study of electric arc behaviour with superimposed flow, *AIAA J* 5, 707–714, 1967.
- [157] DZULKO, M., Entwicklung des Mehranoden DC- Plasmagenerators DeltaGun, Ph.D. thesis UniBw- Munchen , 1-93, 2007.
- [158] NOGUÈS, E. FAUCHAIS P., VARDELLE M., GRANGER P. Relation between the arc root fluctuations, the cold boundary layer thickness and the particle thermal treatment, *J. Thermal Spray Tech.* 16 (5-6), 919-926, 2007.
- [159] BRINKIENE, K., KEZELIS, R. Correlations between processing parameters and microstructure for YSZ films produced by plasma spray technique, *Journal of the Europ. Ceramic Society* 24, 1095–1099, 2004.
- [160] MOSTAGHIMI J., CHANDRA S., Splat formation in plasma-spray coating process, *Pure Appl. Chem.*, Vol. 74, No. 3, 441–445, 2002.

- [161] SAMPATH, S., JIANG, X.Y., MATEJICEK, J., LEGER A.C., VARDELLE A. Substrate temperature effects on splat formation, microstructure development and properties of plasma sprayed coatings Part I: Case study for partially stabilized zirconia, *Materials Science and Engineering A272*, 181–188, 1999.
- [162] MCDONALD, A., MOREAU C., CHANDRA S., Thermal contact resistance between plasma-sprayed particles and flat surfaces *International Journal of Heat and Mass Transfer* 50, 1737–1749, 2007.
- [163] LIU, H., SALIMIJAZI H.R., BUSSMANN M., MOSTAGHIMI J., Experiments and modeling of rapid solidification of plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia. *Acta Materialia* Volume 57, Issue 20, December 6013-6021, 2009.
- [164] SALIMIJAZI, H.R., PERSHIN, L., COYLE, T.W., MOSTAGHIMI J., CHANDRA S., LAU Y.C., ROSENZWEIG L., MORAN E., Measuring substrate temperature variation during application of plasma-sprayed zirconia coatings, *J. Therm Spray Technol* 16, 580-587, 2007.
- [165] BIANCHI, L., BLEIN F., LUCCHESI P., VARDELLE M., VARDELLE A., FAUCHAIS P., in: C.C. Berndt, S. Sampath (Eds.), *Thermal Spray Industrial Applications*, ASM Int., Metals Park, OH, 569-574, 1994.
- [166] FUKUMOTO, M., KATOH, S., OKANE, I., Splat behavior of plasma sprayed particles on flat substrate surface. in: A. Ohmori (Ed.), *Proceedings of International Thermal Spray Conference*, Kobe, Japan, May 1995, Japan: Japan High Temperature Society, 353-358, 1995.
- [167] SAMPATH, S., JIANG, X.Y., Splat formation and microstructure development during plasma spraying: deposition temperature effects, *Materials Science and Engineering A* Volumes 304-306, 144-150, 2001.
- [168] LEVIT ,M., GRIMBERG I., WEISS B.Z., Residual micro- and macrostresses in the plasma- sprayed zirconia-based TBCs, *Mater. Lett.* 19, 48-52, 1994.
- [169] SCARDI, P., LEONI M., BERTAMINI L., Residual stress in plasma sprayed partially stabilised zirconia TBCs: influence of the deposition temperature, *Thin Solid Films* 278, 96-103, 1996.
- [170] KULKARNI, A. A., GOLAND A., HERMAN H., ALLEN A. J., ILAVSKY J, LONG G.G., DE CARLO F., Advanced microstructural characterization of plasma-sprayed zirconia coatings over extended length scales, *J. Thermal Spray Technology* Volume 14(2) 239-250, 2005.
- [171] KUCUK, A., LIMA, R.S., BERNDT C.C., Influence of plasma spray parameters on formation and morphology of ZrO_2 -8 wt% Y_2O_3 deposits, *J. Am. Ceram. Soc.* 84/4, 693-700, 2001.

- [172] McPHERSON, R., The relationship between the mechanism of formation, microstructure and properties of plasma sprayed coatings. *Thin Solid Films*, 83, 297–310, 1981.
- [173] FRIIS, M., PERSSON, Ch., WIGREN, J., Influence of particle inflight characteristics on the microstructure of atmospheric plasma sprayed yttria stabilized ZrO₂. *Surf. Coat. Technol.*, 141, 115–127, 2001.
- [174] KRAUSS, M., BERGMANN D., FRITSCHING U., Bauckhage K., In-situ particle temperature, velocity and size measurements in the spray forming process, *Mat. Science and Engineering A326*, 154–164, 2002.
- [175] ZHANG C., KANTA A.F., LI C.X., LI C.J., PLANCHE M.P., LIAO H., CODDET C., Effect of in-flight particle characteristics on the coating properties of atmospheric plasma-sprayed 8 mol% Y₂O₃–ZrO₂ electrolyte coating studying by artificial neural Networks, *Surface and Coatings Technology* 204, 463–469, 2009.
- [176] ILAVSKY J., ALLEN A.J., LONG G.G., KRUEGER S., BERNDT C.C., HERMAN H., Influence of spray angle on the pore and crack microstructure of plasma-sprayed deposits, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol 80, 733-742, 1997.
- [177] KULKARNI, A., VAIDYA, A., GOLAND, A., SAMPATH, S., HERMAN H., Processing effects on porosity-thermal conductivity correlations in plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia coatings, *Mater. Sci. Eng., A*, Vol 359 (No. 1-2), 100-111, 2003.
- [178] MAUER, G. VABEN, R., STOVER, D., Atmospheric plasma spraying of yttria-stabilized zirconia coatings with specific porosity, *Surface and Coatings Technology* 204, 172–179, 2009.
- [179] VAIDYA, A., SRINIVASAN V., STREIBL T., FRIIS M., CHI W., SAMPATH S., Process maps for plasma spraying of yttria-stabilized zirconia: An integrated approach to design, optimization and reliability, *Mater. Sci. Eng. A* 497, 239-253, 2008.
- [180] MAUER, G. VABEN R., STOVER D., Preliminary study on the TriplexPro (TM)-200 gun for atmospheric plasma spraying of yttria-stabilized zirconia, *Surf. Coat. Technol.* 202, 4374-4381, 2008.
- [181] ZHAO, Y.Y., GRANT P.S., and CANTOR B., Modeling and experimental analysis of vacuum plasma spraying part I: prediction of initial plasma properties at plasma gun exit, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 8, 497-513, 2000.
- [182] FANG, J.C., XU W.J., ZHAO Z.Y., ZENG H.P., In-flight behaviors of ZrO₂ particle in plasma spraying, *Surf. Coat. Tech.*, 201, 5671-5675, 2007.

- [183] XIONG, H.B., ZHENG L.L., SAMPATH S., WILLIAMSON R.L., FINCKE J. R. , Three-dimensional simulation of plasma spray: effects of carrier gas flow and particle injection on plasma jet and entrained particle behavior, *Int. J. of Heat and Mass Transfer* 47, 5189–5200, 2004.
- [184] VARDELLE, M., VARDELLE A., FAUCHAIS P., LI K.I., DUSSOUBS B., THERMELIS N.J., Controlling particle injection in plasma spraying, *J. Thermal Spray Technol.* 10, 267–28, 2001.
- [185] FINCKE, J.R., SWANK W.D., HAGGARD D.C., The influence of injector geometry and carrier gas flow rate on spray pattern, in: C.C. Berndt (Ed.), *A United Forum for Scientific and Technological Advances, Proceedings of the National Thermal Spray Conference, USA, ASM Int., OH, USA, 1997*; 335–342.
- [186] LEBLANC, L., MOREAU C., LEGOUX J.-G., ARSENAUL B., Characterization of plasma spray processes by monitoring the state of the sprayed particles, *Uni. Ther. Spray Conf.*, Edited by E. Lugscheider P.A. Kammer. German Weld.Soc., Dusseldorf, Germany, 329–334, 1999.
- [187] WU, Y. W., WU A., Taguchi method for Robust Design, ASME, New York, 2000.
- [188] NERTZ, J. E., KUSHNER B. A., ROTOLÍCO A. J., Taguchi analysis of thick thermal barrier coatings, in *Thermal Spray Research and Applications* . Edited by T. F. Bernecki. ASM Int., 669-673, 1991.
- [189] TAYLOR, T. A., APPLEBY D. L., WEATHERILL A. E. GRIFFITHS, J., Plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia coatings: structure-property relationships, *Surf. Coat. Technol.*, 43-44, 470-480, 1990.
- [190] LÍN, B.T., JEAN M.D., CHOU J.H., Using response surface methodology for optimizing deposited partially stabilized zirconia in plasma spraying, *Appl. Surf. Sci.*, 253(6), 3254- 3262, 2007.
- [191] SAREMI, M., AFRASIABI A., KOBAYASHI A., Bond coat oxidation and hot corrosion behaviour of plasma sprayed YSZ coating on Ni superalloy, *Transactions of JWRI*, v36-1, 41-45, 2007.
- [192] CHEN, W.R., WU X., B.R. MARPLE, NAGY D.R., PATNAIK P.C., Pre-oxidation and TGO growth behaviour of an air plasma sprayed thermal barrier coating, *Surf. Coat. Technol.* 202-16, 3787-3796, 2008.
- [193] CHEN, W.R., WU X., B.R. MARPLE, NAGY D.R., PATNAIK P.C., The growth and influence of thermally grown oxide in a thermal barrier coating, *Surf. Coat. Technol.* 201, 1074-1079, 2006.

- [194] CHEN, W.R., WU X., B.R. MARPLE, PATNAIK P.C, Oxidation and crack nucleation /growth in an air-plasma-sprayed thermal barrier coating with NiCrAlY bond coat, *Surf. Coat. Technol.* 197, 109-115, 2005.
- [195] FUNKE, C., SIEBERT B., VABEN R., STOVER D., Properties of ZrO₂-7wt.% Y₂O₃-thermal barrier coatings in relation to plasma spraying conditions, *Proc. 10th Natl. Thermal Spray Conf.*, Indianapolis, IN, USA, 277-284, 1997.
- [196] CHOI, S. R., ZHU D., and MILLER R. A., Effect of sintering on mechanical properties of plasma-sprayed zirconia-based thermal barrier coatings, *J. Am. Ceram. Soc.*, 88-10, 2859–2867, 2005.
- [197] EATON, H. E. and NOVAK R. C., Sintering studies of plasma-sprayed zirconia, *Surf. Coat. Technol.*, 32, 227–236, 1987.
- [198] LIMA, R.S., MARPLE B.R., Toward highly sintering-resistant nanostructured ZrO₂-7wt.% Y₂O₃ coatings for the applications by employing differential sintering, *J. Thermal Spray Tech.*, Vol. 17(5-6), 846-852, 2008.
- [199] TRUNOVA, O., BECK T., HERZOG R., STEINBRECH R.W., SINGHEISER L., Damage mechanisms and lifetime behavior of plasma sprayed thermal barrier coating systems for gas turbines—Part I: Experiments, *Surf. Coat. Tech.* 202, 5027–5032, 2008.
- [200] RAMACHANDRA, C., LEE K. N., TEWARI S. N., Durability of TBCs with a surface environmental barrier layer under thermal cycling in air and in molten salt, *Surf. Coat. Tech.* 172,2-3, 150–157, 2003.
- [201] BATISTA, C., PORTINHA A., RIBEIRO R.M., Evaluation of laser-glazed plasma-sprayed thermal barrier coatings under high temperature exposure to molten salts, *Surf. Coat. Tech.* 200, 6783–6791, 2006.
- [202] JONES, R.L., Some aspects of the hot corrosion of thermal barrier coatings, *J. Thermal Spray Tech.*, V6-1, 77-84, 1997.
- [203] PARK, S.Y., KIM J.H., KIM M.C., Microscopic observation of degradation behavior in yttria and ceria stabilized zirconia thermal barrier coatings under hot corrosion, *Surf. Coat. Technol.* 190, 357–365, 2005.
- [204] VABEN R., KERKHOFF G., STÖVER D., Development of a micromechanical life prediction model for plasma sprayed thermal barrier coatings, *Mater. Sci. Eng.*, A303(1-2), 100-109, 2001.

- [205] VABEN, R., BARBEZAT G., STÖVER D., Comparison of Thermal Cycling Life of YSZ and La₂Zr₂O₇-Based Thermal Barrier Coatings, in Materials for Advanced Power Engineering 2002, J. Lecomte-Becker, M. Carton, F. Schubert, and P.J. Ennis, ed., Schriften des Forschungszentrum Jülich, Reihe Energietechnik, Jülich, Germany, 21- 1, 511-21, 2002.
- [206] VABEN, R., CZECH N., MALLÉNER W., STAMM W., STÖVER D., Influence of impurity content and porosity of plasma sprayed yttria stabilised zirconia layers on the sintering behaviour, Surf. Coat. Technol., 141, 135-40, 2001.
- [207] MÜLLER, R.A., SMIALEK J.L, GARLICK R.G., Phase Stability in plasma-sprayed partially stabilized zirconia-yttria, Science and Technology of Zirconia, Advances in Ceramics, Vol. 3, A.H. Heuer and L.W.Hobbs, ed., The American Ceramic Soc., Columbus, OH, 241-51, 1981.
- [208] VABEN, R., TRAEGER F., STOVER D., Correlation between spraying conditions and microcrack density and their influence on thermal cycling life of thermal barrier coatings, J. Therm. Spray Tech., 13-3, 396-404, 2004.
- [209] WIGREN, J., VRIES, J.-F. DE, GREVING D., Effects of powder morphology, microstructure, and residual stresses on thermal barrier coating thermal shock performance, Thermal Spray: Practical Solutions for Engineering Problems, C.C. Berndt, ed., ASM International, Materials Park, OH, 855-61, 1996.
- [210] GUO, H.B., VABEN, R., STOVER D., Atmospheric plasma sprayed thick thermal barrier coatings with high segmentation crack density, Surf. Coat. Tech. 186, 353– 363, 2004.
- [211] BENGSTON, P., WIGREN, J., Segmentation cracks in plasma-sprayed thick thermal barrier coatings, Gas Turbine Materials Technology, P.J. Maziasz and I.G. Wright, ed., ASM International, Materials Park, OH, 92-101, 1999.
- [212] KOOLLOOS, M.F.J., Behaviour of low porosity microcracked thermal barrier coatings under Thermal Loading, PhD. Thesis, Technische Universiteit Eindhoven, NLR, Nedherland, March, 1-168, 2001.
- [213] VABEN R., STOVER D., Influence of microstructure on the thermal cycling performance of thermal barrier coatings, ITSC, M1394, 2007.
- [214] AMADA S., HIROSE H., Influence of grit blasting pre-treatment on the adhesion strength of plasma sprayed coatings: fractal analysis of roughness, Surface and Coatings Technology 102, 132–137, 1998.

- [215] PAWLOVSKI L., Quality improvement of coating by a prespray and postspray process, *J. Thermal Spray Tech.* V7-1, 3-6, 1998.
- [216] ASL K.Sh., SOHI M.H., Effect of grit blasting parameters on the surface roughness and adhesion strength of sprayed coating, *Surf. Interface Anal.* 42, 551–554, 2010.
- [217] AMADA S., HIROSE H., Influence of grit blasting pre-treatment on the adhesion strength of plasma sprayed coatings: fractal analysis of roughness, *Surface and Coatings Technology* 102, 132–137, 1998.
- [218] VARACELLE D.J., LUNDBERG L.B., HARTLEY L.S., WALKER J., RIGGS W.L., Surface Preparation via grit-blasting for thermal spraying, *OSTI*, 1-6, 1995.
- [219] MOSKAL G., WITALA B., ROZMYSOWSKA A., Metallographic preparation of the conventional and new TBC layers, *Arc. of Materials Science and Engineering*, Volume 39/1, 53-60, 2009.
- [220] BJERREGAL., GEELS K., OTTESEN B., RÜCKERT M., *Metallog Guide*, Struers A/S, Rodovre, Denmark, III eds, *Metallographic Guide*, Richard Larsen A/S, Denmark, (www.struers.com; www.prospecta.pl) 2001.
- [221] CEBULA D., WIDERMAN J., *Metallographic Investigations preparation and observation methods*, Office Gamma, Warsaw, 1999.
- [222] *Buehler's Technical Information Guide & Preparation Methods*, Buehler Ltd, Illinois, USA, www.buehler.com; 2000.
- [223] SAUER J.P., PUERTA D.G., BLANN G., Accepted practices of thermal spray technology, *Journal of Thermal Spray Technology* 15, 174, 2006.
- [224] GEELS K., The True Microstructure of Metals, *Struers Journal of Metallography* 35, 5-13, 2000.
- [225] ASTM E1920-03, Standard guide for metallographic preparation of thermal sprayed coatings, DOI: 10.1520/E1920-03R08, 2008.
- [226] SAUER J.P., LEONHARDT L.A., GEARY A.R., The metallographic characterization of thermal spray coating microstructures, *ITSC08*, 791-793, 2008.
- [227] SAUER J.P., How to characterize a thermal spray coating using electron microscopy, *IMR test lab notes*, 2010.
- [228] EVANS P.A., STEVENS R., BINNER J.P.G., Quantitative x-ray diffraction analysis of polymorphic mixes of pure zirconia, *Br. Ceram. Trans. J.*, 83-2, 39-43, 1984.

- [229] GARVIE, R.C., NICHOLSON P.S., Phase analysis in zirconia systems, *J. Ame. Cer. Soc.*, 55, 6, 303- 305, 1972.
- [230] TORAYA, H., YOSHIMURA M., SOMIYA S., Quantitative analysis of monoclinic-stabilized cubic ZrO_2 systems by x-ray diffraction, *J. Ame. Cer. Soc.*, 67, 9, C183-184, 1984.
- [231] VALENTE, T., Statistical evaluation of Vicker's indentation test results for thermally sprayed materials, *Surface and Coatings Technology* 90, 1-2, 14-20, 1997.
- [232] ASTM C1327-99, Standard test method for vickers indentation hardness of advanced ceramics, DOI: 10.1520/C1327-08.
- [233] LIMA, R.S., KUCUK A., BERNDT C.C., Evaluation of microhardness and elastic modulus of thermally sprayed nanostructured zirconia coatings, *Surface and Coatings Technology* 135-2.3. 166-172, 2001.
- [234] BLUNI, S.T., MARDER A.R., The use of quantitative image analysis for the characterization of a thermal spray coating' *Proceedings of the 4th NTSC*, Pittsburgh, PA, 89-96, 1991.
- [235] DESHPANDE, S., KULKARNI A., SAMPARTH S., HERMAN H., Application of image analysis for characterization of porosity in thermal spray coatings and correlation with small angle neutron scattering, *Surface and Coat. Technol.* 187-1, 6-16, 2004.
- [236] LEIGH, S.H., BERNDT C.C., Quantitative evaluation of void distributions within a plasma-sprayed ceramic. *J. Am. Ceram. Soc.* 82- 1, 17-21, 1999.
- [237] ANNINO, A., SAVIO M. Lo, OLIVERI M. E., Spray method: dependence of deposition efficiency on substrate temperature, *Appl. Phys. A* 52, 65-68, 1991.
- [238] VABEN, R., CERNUSCHI F., RIZZI G., SCRIVANI A., MARKOCSAN N., ÖSTERGREN L., KLOOSTERMAN A., MEVREL R., FEIST J., NICHOLLS J., Recent activities in the field of thermal barrier coatings including burner rig testing in the European Union, *Adv. Eng. Mat*, 10, No. 10, 907-92, 2008.
- [239] ASTM C633-01(2008) Standard test method for adhesion or cohesion strength of thermal spray coatings, DOI: 10.1520/C0633-01R08.
- [241] LEIGH, S.H., BERNDT C.C., A test for coating adhesion on flat substrates-A technical note, *J. of Thermal Spray Technol.*, V3-2, 1994, 184-190.

- [242] SOBOLEV, V.V., GUÍLEMANY J.M., NUTTING J., MÍGUEL J.R., Development of substrate-coating adhesion in thermal spraying, *Int. Mater. Rev.* 42-3, 117-136, 1997.
- [243] EVANS, K.A., Tensile bond strength variance of thermally sprayed coatings with respect to adhesive type, *Thermal Spray Practical Solutions for Engineering Problems*, Materials Park, Ohio, USA, 803-806, 1996.
- [244] WIGREN, J., TANG C., Quality considerations for the evaluation of thermal spray coatings, *J. of Thermal Spray Technol.*, V16-4, 533-540, 2007.
- [245] MADEJSKI, J., Solidification of droplets on a cold surface. *Int. J. Heat Mass Transfer* 19, 1009–1013, 1976.
- [246] BIANCHI L., LEGER A.C., VARDELLE M., VARDELLE A., FAUCHAIS P., Splat formation and cooling of plasma-sprayed zirconia, *Thin Solid Films* 305,35-47, 1997.
- [247] SOBOLEV V.V., GUÍLEMANY J.M., MARTIN A.J., Analysis of splat formation during flattening of thermally sprayed droplets, *Materials Lett.* Vol 29(1-3), 185-190, 1996.
- [248] ZHANG, H., WANG X.Y., ZHENG L.L.,JIANG X.Y., Studies of splat morphology and rapid solidification during thermal spraying, *Int. j. of Heat and Mass Trans.* 44, 4579-4592, 2001.

ÖZGEÇMİŞ

Ekrem ALTUNCU 26/05/1979 İzmit doğumlu olup, 1997 yılında İzmit Lisesi (Y.Dil Ağırlıklı)'den mezun olduktan sonra, 1997-2001 yılları arasında Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde lisans eğitimini tamamlamıştır. Ardından 2001-2004 yılları arasında Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde Yüksek Lisans eğitimini tamamlayarak, Yüksek Mühendis ünvanını almaya hak kazanmıştır. 2006-2011 yılları arasında Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde başladığı doktora çalışmalarına “Gaz Türbin Motorları İçin Plazma Sprey Prosesi ile YSZ ve CSZ esaslı Termal Bariyer Kaplamaların (TBK) Üretimi ve Karakterizasyonu ve Termal Çevrim Performansının Karşılaştırılması” konusunda devam etmiştir. 2004 yılında Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsünde Araştırma Görevlisi olarak, 2005 yılından beri de Kocaeli Üniversitesi, Asım Kocabıyık Meslek Yüksek Okulu Makine ve Metal Teknolojileri Bölümünde Öğretim Görevlisi olarak görev yapmakta olup termal sprej prosesleri (plazma sprej, yüksek hızda oksijen yakıt sprej, ark sprej, soğuk sprej) ile kaplama üretimi ve karakterizasyonu konularında çalışmalarını sürdürmekte olup, yurt içi ve yurt dışı bilimsel dergilerde yayınlanmış, ulusal ve uluslararası kongrelerde sunulmuş bildiri ve SCI kapsamında taranan dergilerde basılı makaleleri bulunmaktadır.