

**BİR TERMAL BARIYER KAPLAMA SİSTEMİNİN  
YORULMA DAVRANIŞININ İNCELENMESİ**

Serdar DALKILIÇ  
Doktora Tezi

Fen Bilimleri Enstitüsü  
Sivil Havacılık Anabilim Dalı  
Mart - 2007

## JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

**Serdar Dalkılıç'ın Bir Termal Bariyer Kaplama Sisteminin Yorulma Davranışının İncelenmesi** başlıklı **Sivil Havacılık** Anabilim Dalındaki, Doktora Tezi 21.02.2007 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	<b>Adı - Soyadı</b>	<b>İmza</b>
Üye (Tez Danışmanı)	: Yard. Doç. Dr. A. Akile TANATMIŞ	.....
Üye	: Prof. Dr. Nuran AY	.....
Üye	: Doç. Dr. Alpagut KARA	.....
Üye	: Yard. Doç. Dr. Dilek TURAN	.....
Üye	: Yard. Doç. Dr. Nedret AYDINBEYLİ	.....

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun  
..... tarih ve ..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

**Enstitü Müdürü**

## ÖZET

**Doktora Tezi**

### **BİR TERMAL BARIYER KAPLAMA SİSTEMİNİN YORULMA DAVRANIŞININ İNCELENMESİ**

**Serdar DALKILIÇ**

**Anadolu Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Sivil Havacılık Anabilim Dalı**

**Danışman: Yard. Doç. Dr. A. Akile TANATMIŞ  
2007, 149 sayfa**

Bu tezde, uçaklarda kullanılan gaz türbinli motorların türbin kanatçıklarına uygulanan bir termal bariyer kaplama sisteminin yorulma davranışı incelenmiştir. Bir termal bariyer kaplama sisteminin sabit yüksek sıcaklıkta düşük çevrimli yorulma (HT-LCF) özellikleri üzerine yapılan bir deneysel çalışma ve bu çalışma sonucunda elde edilen bulgular sunulmuştur. İncelenen TBC sistemi; yönlü katılaştırılmış nikel bazlı bir süperalaşım olan IN 100 DS altlığı, itriyum oksit ile kısmen kararlı hale getirilmiş zirkonyum oksitten (YPSZ) oluşan bir seramik üst kaplamaya ve NiCoCrAlY metalik bağ kaplamaya sahiptir. Her iki tabaka da elektron demetiyle fiziksel buhar çöktürme (EB-PVD) yöntemiyle uygulanmıştır. Deney numunelerinde oluşan hasarlar; mekanik gerilme, çevrim sayısı, termal bariyer kaplama etkisi ve yüksek sıcaklıkta geçen zaman açısından incelenmiştir. Numunelerin makro ve mikroyapılarındaki değişiklikler; taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji saçınımlı x ışını analizi (EDX) , x ışını difraksiyonu (XRD), optik mikroskop (OM) ve kızıl ötesi görüntüleme (IR) gibi çeşitli karakterizasyon teknikleri kullanılarak ve literatürdeki daha önce yapılan çalışmalarla karşılaştırılarak açıklanmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Gaz Türbini, Termal Bariyer Kaplama, Zirkonyum Oksit, NiCoCrAlY, Düşük Çevrimli Yorulma

## **ABSTRACT**

### **PhD Dissertation**

## **INVESTIGATION OF FATIGUE BEHAVIOR OF A THERMAL BARRIER COATING SYSTEM**

**Serdar DALKILIÇ**

**Anadolu University  
Graduate School of Sciences  
Civil Aviation Program**

**Supervisor: Asst. Prof. Dr. A. Akile TANATMIŞ  
2007, 149 pages**

In this dissertation, fatigue behavior of a thermal barrier coating system applied to the turbine blades of gas turbine aero-engines is investigated. An experimental study on the isothermal high temperature low cycle fatigue (HT-LCF) properties of a thermal barrier coating system and the results of this experimental study is presented. Investigated TBC system consists of a directionally solidified nickel based superalloy IN 100 DS substrate, a yttria partially stabilized zirconia (YPSZ) ceramic top coat and a NiCoCrAlY metallic bond coat. Both layers are applied by Electron Beam Physical Vapor Deposition (EB-PVD) method. Damages on test specimens are investigated in terms of mechanical stress, number of cycles, the effect of thermal barrier coating and time at high temperature. The macro and microstructural changes in the specimens are described by means of various characterization techniques such as Scanning Electron Microscope (SEM), Energy Dispersive X-ray Analysis (EDX), X-ray Diffraction (XRD), Optical Microscope (OM) and Infrared Imaging (IR) and by comparison of previous studies in the literature.

**Keywords:** Gas Turbine, Thermal Barrier Coating, Zirconium Oxide, NiCoCrAlY, Low Cycle Fatigue

## TEŞEKKÜR

Bu tezin hazırlanmasında çok değerli yardımlarından ve yönlendirmelerinden dolayı tez izleme komitesi üyeleri danışmanım Yard. Doç. Dr. A. Akile TANATMIŞ'a, Yard. Doç. Dr. Dilek TURAN'a ve Doç. Dr. Alpagut KARA'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Alman Akademik Değişim Servisi (DAAD)'nin sağlamış olduğu bir burs ile deneysel çalışmalarımı yaptığım Alman Havacılık ve Uzay Merkezi (DLR)'nde katıldığım araştırma projesini yöneten Dr. Marion BARTSCH'a, mikroyapısal incelemelerdeki katkılarından dolayı Dr. Bernd BAUFELD ve Luidmila CHERNOVA'ya teşekkür ederim.

Çalışmam boyunca bana her türlü desteği veren ve en az benim kadar bu çalışmaya emek sarf eden eşim ESRA ve oğlum BERKTUĞ'a sonsuz teşekkürler.

Serdar Dalkılıç

Mart 2007

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
<b>ÖZET</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>ii</b>
<b>TEŞEKKÜR</b> .....	<b>iii</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>iv</b>
<b>ŞEKİLLER DİZİNİ</b> .....	<b>vii</b>
<b>ÇİZELGELER DİZİNİ</b> .....	<b>xiv</b>
<b>SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ</b> .....	<b>xv</b>
<b>1. GİRİŞ</b>	<b>1</b>
1.1. Termal Bariyer Kaplama Sistemlerinin Tanıtılması.....	4
1.1.1. Üst kaplama.....	6
1.1.2. Bağ kaplama.....	8
1.2. Kaplama Teknikleri.....	9
1.3. Endüstriyel Gaz Türbini - Uçak Motoru Farkı.....	15
1.4. Termal Bariyer Kaplama Sistemlerine Uygulanan Testler ve Bu Konuda Yapılmış Çalışmalar.....	16
1.5. Düşük Çevrimli Yorulma Kavramı.....	21
<b>2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR</b>	<b>25</b>
2.1. Kullanılan Malzemeler ve Numune Hazırlama.....	25
2.2. Kullanılan Cihazlar.....	28
2.3. Yapılan Deneyler.....	30
2.3.1. Çekme-basma deneyleri.....	30
2.3.2. Isıl işlem.....	30
2.3.3. LCF deneyleri.....	31
2.3.4. Mikroyapısal incelemeler.....	32
2.3.5. Sertlik deneyleri.....	33
2.4. Deney Sonuçları.....	37
2.4.1. Çekme-basma deneylerinin sonuçları.....	37
2.4.2. LCF deneylerinin sonuçları.....	37
2.4.2.1. A01 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	38

2.4.2.2. A02 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	41
2.4.2.3. A03 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	46
2.4.2.4. A04 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	46
2.4.2.5. A05 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	49
2.4.2.6. A06 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	49
2.4.2.7. A07 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	52
2.4.2.8. A08 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	54
2.4.2.9. A09 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	55
2.4.2.10. A10 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	56
2.4.2.11. A11 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	57
2.4.2.12. A12 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	59
2.4.2.13. A13 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	60
2.4.2.14. A14 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	62
2.4.2.15. A15 numaralı numuneye ait sonuçlar.....	65
2.4.3. Mikroyapısal incelemelerin sonuçları.....	66
2.4.3.1. Seramik termal bariyer kaplama tabakası.....	66
2.4.3.2. Termal büyüyen oksit tabakası.....	71
2.4.3.3. Bağ kaplama ve altlık.....	75
2.4.4. Sertlik deneylerinin sonuçları.....	86
<b>3. DENEY SONUÇLARININ TARTIŞILMASI</b>	<b>88</b>
3.1. Çatlak Oluşumu.....	88
3.2. Mikroyapısal İncelemelerin Değerlendirilmesi.....	104
3.2.1. Seramik termal bariyer kaplama tabakası.....	105
3.2.2. Termal büyüyen oksit tabakası.....	112
3.2.3. Bağ kaplama ve altlık.....	118
3.3. Çatlak Oluşumu ve İlerlemesi ile Mikroyapı Arasındaki İlişki.....	121
3.3.1. A02 numaralı numune.....	121
3.3.2. A14 numaralı numune.....	123
3.3.3. A15 numaralı numune.....	126
<b>4. GENEL SONUÇ VE ÖNERİLER</b>	<b>129</b>
4.1. Genel Sonuçlar.....	129
4.2. Öneriler.....	131

<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>132</b>
-----------------------	------------

## ŞEKİLLER DİZİNİ

1.1.	Malzemelerin sıcaklık performansındaki gelişme.....	3
1.2.	Gaz türbinli bir uçak motoru.....	4
1.3.	Tipik bir TBC sistemi.....	5
1.4.	Bir TBC sisteminde sıcaklık gradyanı.....	6
1.5.	150 kW'lık bir EB-PVD kaplama cihazı.....	10
1.6.	Cihazın çöktürme odası ve çöktürme işleminin şematik gösterimi....	10
1.7.	Tipik bir EB-PVD kaplama mikroyapısı.....	11
1.8.	Çıplak ve EB-PVD yöntemiyle TBC uygulanmış türbin kanatçıkları.....	12
1.9.	Altlık sıcaklığı ve çöktürme odası basıncının kaplama Yoğunluğuna etkisi.....	13
1.10.	Yoğunluğun termal iletkenliğe etkisi.....	13
1.11.	Süreç parametrelerinin kaplama mikroyapısına etkisi.....	14
1.12.	Mikroyapı ve termal iletkenlik arasındaki ilişki.....	14
1.13.	Yaşlandırma sonucu oluşan morfolojik değişiklikler.....	15
1.14.	Termal bariyer kaplamalarda rastlanan tipik bir servis hasarı.....	16
1.15.	PS ve EB-PVD kaplamaların mikroyapısı ve hasar yerleri.....	17
1.16.	Bir sivil uçağın uçuş profili.....	23
2.1.	Numunenin teknik resmi ve kaplama öncesi görüntüsü.....	25
2.2.	Kaplanmış bir numune.....	26
2.3.	Ekstensometrenin numuneye takılmış hali.....	29
2.4.	Fırın kapakları açık halde deney düzeneği.....	29
2.5.	Fırın kapakları kapalı halde deney düzeneği.....	30
2.6.	Uzama ve kuvvet değerlerinin çevrim sayısı ile değişimi.....	32
2.7.	Kuvvet-derinlik eğrisi örneği.....	34
2.8.	Altlıktan başlayıp termal bariyer kaplamaya kadar uzanan bir sertlik ölçüm hattı.....	36
2.9.	Bağ kaplama ile difüzyon bölgesine uygulanan sertlik ölçümleri.....	36
2.10.	120000 LCF çevrimi sonrası A01 numaralı numunenin görünüşü...	39
2.11.	A01 numaralı numunede saptanan başlangıç safhasındaki bir çatlak.	39

2.12.	A01 numaralı numunede saptanan bağ kaplama içinde ilerleyen bir çatlak.....	40
2.13.	A01 numaralı numunede saptanan altlığa kadar ilerlemiş bir çatlak...	40
2.14.	225000 LCF çevrimi sonrasında A02 numaralı numunenin yüzeyi...	41
2.15.	A02 numaralı numune yüzeyinin optik mikroskop altındaki görüntüsü.....	42
2.16.	A02 numaralı numunede dalga şeklindeki pürüzlerin tepesindeki çatlaklar.....	42
2.17.	A02 numaralı numunede saptanan seramik kaplamanın altındaki çatlaklar.....	43
2.18.	A02 numaralı numunede saptanan bağ kaplama içinde ilerleyen bir çatlak.....	43
2.19.	A02 numaralı numunede saptanan bağ kaplamayı aşarak altlığa doğru ilerleyen bir çatlak.....	44
2.20.	A02 numaralı numunede saptanan bağ kaplamayı aşarak altlığa doğru ilerleyen bir diğer çatlak.....	44
2.21.	A02 numaralı numunede saptanan içi oksitlenmiş bir çatlak.....	45
2.22.	A02 numaralı numunede saptanan seramik tabakadaki çatlığın hemen altında ileri safhada oksitlenmiş bir çatlak.....	45
2.23.	A03 numaralı numunede 3107 LCF çevrimi sonrasında TBC sistemi (a) ve çerçeve içine alınmış bölgenin ayrıntılı görüntüsü (b).	47
2.24.	A04 numaralı numunede 225000 LCF çevrimi sonrasında TBC sistemi (a) ve çerçeve içine alınmış bölgenin ayrıntılı görüntüsü (b).	48
2.25.	A05 numaralı numunede 225000 çevrim sonrası TBC sistemi (a) ve TGO (b).....	50
2.26.	A06 numaralı numunede 475000 LCF çevrimi sonrasında TBC sistemi (a) ve çerçeve içine alınmış bölgenin ayrıntılı görüntüsü (b).	51
2.27.	A07 numaralı numunede 225000 çevrim sonrasında saptanan tek çatlak (a) ve çerçeve içine alınmış bölgenin ayrıntılı görüntüsü (b)..	53
2.28.	A08 numaralı numunede saptanan bağ kaplamayı aşarak altlığa doğru ilerleyen bir çatlak.....	55
2.29.	A09 numaralı numunede saptanan çatlaklar.....	56

2.30.	A10 numaralı numunede rastlanan çatlaklardan bazıları.....	57
2.31.	A11 numaralı numune yüzeyindeki buruşma.....	58
2.32.	A11 numaralı numunede saptanan farklı boyutlardaki çatlaklar.....	58
2.33.	A11 numaralı numune saptanan, numune merkezine doğru ilerleyen bir çatlak.....	59
2.34.	A12 numaralı numune yüzeyinde ekstensometre ayaklarının neden olduğu deformasyon.....	60
2.35.	A12 numaralı numunede saptanan çatlaklar.....	60
2.36.	A13 numaralı numune yüzeyinde ekstensometre ayaklarının neden olduğu deformasyon.....	61
2.37.	A13 numaralı numunede saptanan çatlaklar.....	62
2.38.	A14 numaralı numunenin yüzeyindeki çatlaklar.....	63
2.39.	A14 numaralı numunenin kızılötesi görüntüsü.....	63
2.40.	A14 numaralı numunede bağ kaplama içinde ve altlığa doğru ilerleyen çatlaklar.....	64
2.41.	A14 numaralı numunede seramik tabakadaki çatlak sonucu oksitlenmiş çatlaklar.....	64
2.42.	A14 numaralı numunede, diğer numunelerden farklı olarak altlık içinde yüklem eksenine paralel ilerleyen bir çatlak.....	64
2.43.	A14 numaralı numunede, yüklem eksenine paralel ilerlemiş ve aşırı oksitlenmiş bir çatlak.....	65
2.44.	A15 numaralı numunede saptanan çatlaklara örnekler ve yeni oluşan fazlar.....	66
2.45.	A15 numaralı numunenin seramik kaplama tabakasına ait XRD paterni.....	67
2.46.	950°C'ye 5 saat maruz kalmış A03 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	68
2.47.	950°C'ye 64 saat maruz kalmış A08 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	68
2.48.	950°C'ye 64 saat maruz kalmış A08 numaralı numunenin ayrıntılı görüntüsü.....	69

2.49.	950°C'ye 79 saat maruz kalmış A02 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	69
2.50.	950°C'ye 116 saat maruz kalmış A09 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	70
2.51.	950°C'ye 616 saat maruz kalmış A15 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	70
2.52.	Sırasıyla 5 saat, 79 saat ve 616 saat yüksek sıcaklığa maruz numunelerde görülen alüminyum tükenmesi.....	71
2.53.	A02 numaralı numuneye ait TGO tabakası.....	72
2.54.	A03 numaralı numunedeki Al, Cr ve Ti elementlerinin miktarları (%atom).....	76
2.55.	Bağ kaplama, difüzyon bölgesi ve altlığın mikroyapısı.....	77
2.56.	A03 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi.....	78
2.57.	A02 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi (a) ve bölgenin detaylı görünümü (b).....	78
2.58.	Yüksek sıcaklıkta yaklaşık 360 saat kalan A14 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi.....	79
2.59.	Yüksek sıcaklıkta yaklaşık 616 saat kalan A15 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi.....	79
2.60.	BC/DZ arayüzeyinde saptanan Cr zengin fazlar.....	80
2.61.	Şekil 2.60'da görülen fazlar üzerinde yapılan EDX analizinden elde edilen spektrum.....	80
2.62.	A14 numaralı numunede saptanan karbür fazları.....	81
2.63.	A15 numaralı numunede saptanan karbür fazları.....	82
2.64.	A03 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve $\gamma'$ çökeltileri	83
2.65.	A02 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve $\gamma'$ çökeltileri	83
2.66.	A14 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve $\gamma'$ çökeltileri	84
2.67.	A15 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve $\gamma'$ çökeltileri	85
2.68.	A15 numaralı numunede saptanan elementler ve miktarları.....	85
2.69.	A02 numaralı numunede yapılan sertlik ölçümü sonuçları.....	86
2.70.	A02 numaralı numunede bağ kaplama ve difüzyon bölgesindeki sertlik izleri.....	87

3.1.	A01 ve A07 numaralı numunelerin karşılaştırılması.....	89
3.2.	A01 ve A05 numaralı numunelerin maksimum kuvvetlerinin karşılaştırılması.....	90
3.3.	A01 ve A06 numaralı numunelerin minimum kuvvetlerinin karşılaştırılması.....	91
3.4.	Sadece bağ kaplama uygulanmış LCF numunesinde saptanan buruşma.....	93
3.5.	TGMF numunesinde kalkan TBC tabakasının altında saptanan buruşma.....	93
3.6.	12000 saat serviste kalan bir türbin kanatçığının mikroyapısı.....	94
3.7.	Sadece bağ kaplama uygulanmış LCF numunesinin arakesit resmi...	94
3.8.	A14 numaralı numunenin dış yüzeyi, ara kesiti ve numunenin kızılötesi görüntüsü.....	96
3.9.	Test edilmeden önce bir TGMF numunesinin yüzeyi ve kızılötesi görüntüsü.....	97
3.10.	Deney sonrası aynı numunenin yüzeyi.....	97
3.11.	Uzama kontrolü altında yorulmaya maruz kalan ve tekrarlı yumuşama özelliği gösteren bir malzemede ortalama gerilme gevşemesi.....	102
3.12.	Ortalama gerilme gevşemesi gösteren numunelerden A09 numaralı numuneye ait uzama-çevrim sayısı ve gerilme-çevrim sayısı eğrileri.....	104
3.13.	EB-PVD PYSZ seramik kaplamanın mikroyapısı.....	106
3.14.	EB-PVD seramik kaplamalarda sıcaklığa ve zamana bağlı morfolojik değişiklikler.....	107
3.15.	EB-PVD seramik kaplamalarda farklı sıcaklıklarda aynı süre içinde görülen morfolojik değişiklikler.....	108
3.16.	950°C'ye 5 saat maruz kalmış A03 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	109
3.17.	950°C'ye 64 saat maruz kalmış A08 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	109

3.18.	950°C'ye 64 saat maruz kalmış A08 numaralı numunenin ayrıntılı görüntüsü.....	110
3.19.	950°C'ye 79 saat maruz kalmış A02 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	110
3.20.	950°C'ye 116 saat maruz kalmış A09 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	111
3.21.	950°C'ye 616 saat maruz kalmış A15 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü.....	111
3.22.	LCF numunelerinde $\pm\%0.20$ ve $\pm\%0.25$ uzama aralıklarında TBC sisteminde hesaplanan gerilmeler.....	114
3.23.	İzotermal LCF deneyleri boyunca TGO büyümesi.....	114
3.24.	TBC/TGO arayüzeyinde ilerleyen bir çatlak.....	115
3.25.	TGO içinde ilerleyen bir çatlak.....	116
3.26.	TGO/BC arayüzeyinde ilerleyen bir çatlak.....	116
3.27.	A02 numaralı numuneye ait TGO tabakası.....	117
3.28.	Bağ kaplama, difüzyon bölgesi ve altlığın mikroyapısı.....	118
3.29.	BC/DZ arayüzeyinde saptanan Cr zengin fazlar.....	119
3.30.	A03 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve $\gamma'$ çökeltileri	120
3.31.	A02 numaralı tespit edilen çatlaklardan bazıları.....	121
3.32.	A02 numaralı numunede DZ/BC arayüzeyinde saptanan karbür fazları.....	122
3.33.	A02 numaralı numunede aşırı oksitlenmiş çatlağın başladığı noktada kırılan TGO tabakası.....	123
3.34.	A14 numaralı numunede saptanan farklı tipteki çatlaklardan bazıları.....	123
3.35.	A14 numaralı numunenin mikroyapısı.....	124
3.36.	İlerlemesi karbür fazları tarafından engellemiş bir çatlak.....	125
3.37.	Numune içinde yükleme eksenine paralel ilerleyen bir çatlağın oluşum safhaları.....	125
3.38.	A15 numaralı numunenin mikroyapısı.....	126
3.39.	A15 numaralı numunede saptanan çatlaklardan bazıları.....	127

3.40. BC/DZ arayüzeyine paralel ilerlemesi karbür fazları tarafından engellenen bir çatlak.....	128
---	-----

## ÇİZELGELER DİZİNİ

1.1.	YPSZ'nin özellikleri.....	7
2.1.	Deney numunelerinde kullanılan malzemelerin kimyasal bileşimi (% atom).....	26
2.2.	TBC sisteminin fiziksel özellikleri.....	27
2.3.	LCF numunelerinin 950°C'de elastisite modülü değerleri.....	37
2.4.	LCF deney listesi.....	38
2.5.	LCF deney listesi.....	54
2.6.	A02 numaralı numunede yapılan EDX analizi sonuçları (1-15. ölçüm noktaları).....	73
2.7.	A02 numaralı numunede yapılan EDX analizi sonuçları (16-21. ölçüm noktaları).....	74
2.8.	Saptanan elementler ve miktarları (%atom).....	81
3.1.	BC ve TBC tabakalarına sahip ve ısıl işlem görmemiş numunelere uygulanan deneyler.....	88
3.2.	Sadece bağ kaplama tabakasına sahip ve ısıl işlem görmemiş numunelere uygulanan deneyler.....	92
3.3.	Isıl işlem gördükten sonra test edilen numuneler ve deney şartları...	95

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

APS	: Air Plasma Sprey - Hava Plazma Sprey
CTE	: Coefficient of Thermal Expansion – Termal Genleşme Katsayısı ( $10^{-6}1/K$ )
CVD	: Chemical Vapour Deposition – Kimyasal Buhar Çöktürme
DLR	: Deutsches Zentrum für Luft und Raumfahrt – Alman Havacılık ve Uzay Merkezi
DS	: Directionally Solidified – Yönlü Katılaştırılmış
DZ	: Diffusion Zone – Difüzyon Bölgesi
E	: Elastisite modülü (MPa)
EB-PVD	: Electron Beam Physical Vapour Deposition – Elektron Demetiyle Fiziksel Buhar Çöktürme
EDX	: Energy Dispersive X-ray Analysis – Enerji Saçınımlı X ışını Analizi
ETOPS	: Extended Twin-Engine Operations – Genişletilmiş Çift Motorlu Operasyonlar
FAA	: Federal Aviation Administration – Federal Havacılık Dairesi
H	: Sertlik (MPa)
HCF	: High Cycle Fatigue - Yüksek Çevrimli Yorulma
HPT	: High Pressure Turbine – Yüksek Basınç Türbini
HT-LCF	: High Temperature Low Cycle Fatigue – Yüksek Sıcaklıkta Düşük Çevrimli Yorulma
IR	: Infrared – Kızılötesi
JAA	: Joint Aviation Authorities – Avrupa Havacılık Otoriteleri Birliği
LCF	: Low Cycle Fatigue - Düşük Çevrimli Yorulma
LPPS	: Low Pressure Plasma Spray – Düşük Basıncılı Plazma Sprey
OM	: Optical Microscope – Optik Mikroskop
OS	: Oda Sıcaklığı
SD	: Solidification Direction – Katılma Yönü
SE	: Secondary Electron – İkincil Elektron
SEM	: Scanning Electron Microscope – Taramalı Elektron Mikroskobu

SX	: Single Crystal – Tek Kristalli
TBC	: Thermal Barrier Coating – Termal Bariyer Kaplama
TGO	: Thermally Grown Oxide – Termal Büyüyen Oksit
TIT	: Turbine Inlet Temperature – Türbin Giriş Sıcaklığı
YAG	: Yttrium Aluminium Garnet – İtiryum Aluminyum Grena
YKB	: Yeniden Kristalleşme Bölgesi
YPSZ	: Ytria Partially Stabilized Zirconia – İtiryum Oksit ile Kısmen Kararlı Hale Getirilmiş Zirkonyum Oksit
XRD	: X-ray Diffraction – X ışınları Difraksiyonu
$\varepsilon$	: Uzama (%)
$\lambda$	: Termal iletkenlik (W/mK)
$\rho$	: Yoğunluk ( $\text{gr/m}^3$ )
$\sigma$	: Gerilme (MPa)
$\nu$	: Poisson oranı

## 1. GİRİŞ

Bir uçağın rekabet edebilirliğini doğrulamak tek bir parametreyle mümkün değildir. Bununla birlikte Direkt İşletme Gideri'nin, belirli bir uçak tipinin potansiyelini göstermede kullanışlı bir araç olduğu yaygın bir şekilde kabul görmektedir. Eğer yeni bir uçak pazara sunulacaksa, bir havayolunun dikkatini çekebilmesi için halen hizmette olan uçaklara nazaran Direkt İşletme Giderlerinde en az %5-10'luk bir avantaja sahip olması gerekir. Bir uçak motoru üreticisi için Direkt İşletme Giderlerini düşürmenin temel yolu ağırlık, sürüklenme ve özgül yakıt tüketimini düşürerek yakıt sarfiyatını kontrol etmektir. Yeni bir motor için özgül yakıt tüketiminde %2-3'lük bir iyileştirme ve %5'lik bir ağırlık azalımı gerçekçi bir tablodur [1].

Uçak motorları için ağırlık önemli olmasına rağmen, çalışma esnasında parçaların üzerine binen yüksek yükler ve yüksek çalışma sıcaklıklarından dolayı ağırlığı azaltmak için mevcut seçenekler uçakla karşılaştırıldığında daha azdır. Motorlar için ağırlığa bağlı en yaygın ölçüt itki/ağırlık oranı ya da başka bir deyişle özgül itkidir. Bu yüzden, örneğin çalışma gerilmelerini ya da sıcaklıklarını arttırarak daha yüksek bir itkiye ulaşmak, itki başına ağırlığı azaltmak kadar önemlidir. Özellikle ticari motorlarda güvenilirlik ve sağlamlık kilit üretim karakteristikleri haline gelmiştir. Geniş gövdeli ticari uçaklarda eğilim; Boeing 767, Airbus 310, Airbus 320, Boeing 777'de olduğu gibi çift motorlu tasarımlardır. Bu uçaklar deniz üzerinde uzun mesafeli rotalarda uçtuklarından yüksek bir motor güvenilirliğine ihtiyaç vardır. Amerikan Federal Havacılık Ajansı (FAA) ve Avrupa Havacılık Otoriteleri Birliği (JAA) bu tür motorlarda, uçak/motor kombinasyonu sertifikasyonu için katı ölçütlere sahiptir. Bu sınıflama Genişletilmiş Çift Motorlu Operasyonlar (ETOPS: Extended Twin-Engine Operations) olarak adlandırılmaktadır. ETOPS sınıflaması dakika cinsinden yapılır ve daha yüksek ETOPS sınıfları, toplam uçuşun deniz üzerinde yapılan kısmının daha uzun olmasını sağlar. Bu, ticari bir havayolu için çok önemli olan toplam yakıt giderlerini ve uçuş süresini etkiler [2].

Sağlamlık, özellikle türbin kısmında, bir motorun bakım için sökülmeden önce hizmette kaldığı süreyi belirtir. Son 30 yılda uçak motorlarının sağlamlığı

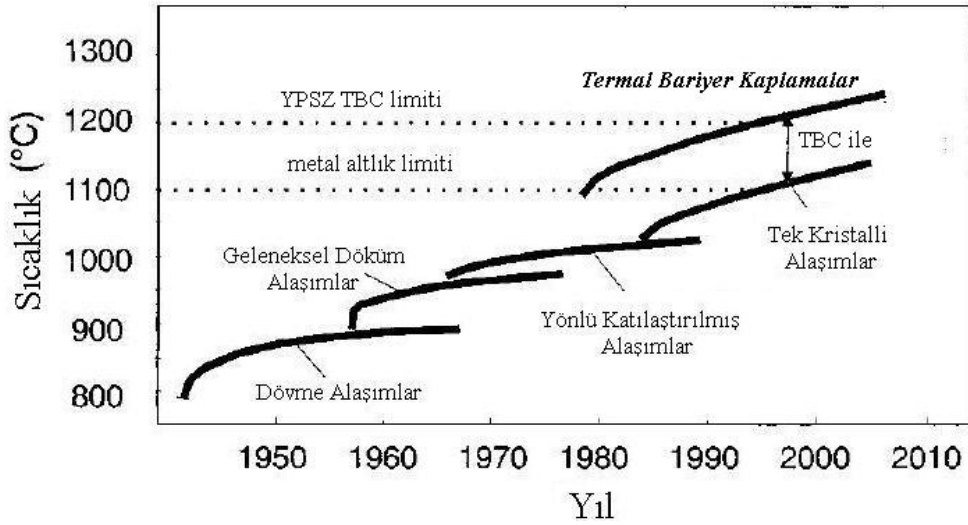
önemli bir şekilde gelişmiştir. Geliştirilmiş sağlamlık; işletme açısından önemli olan, uçaktan daha iyi faydalanma ve daha düşük işletme giderleri anlamına gelmektedir. Boeing 707 1950’de ilk hizmete girdiğinde motorlar, 500 saatlik bir çalışmadan sonra bakım için sökülüyordu. Sökümü gerektiren en büyük etken yüksek basınç türbini (HPT)’nin performansındaki bozulmaydı. Günümüzde Boeing 747 sınıfı bir motor 20000 saatten fazla uçakta kalmaktadır. Bu çarpıcı gelişme kısmen daha sağlam tasarımlara ve kısmen de daha iyi malzemelere bağlıdır. Yakıt ekonomisini iyileştirmek için motor çalışma sıcaklıklarının son derece yükseldiği göz önünde bulundurulduğunda, daha iyi malzemelerin etkisi daha açık bir hal almaktadır [2].

Fakat motorlar sadece güvenilir, yakıt açısından ekonomik ve karlı olmamalı, aynı zamanda çevresel açıdan da kabul edilebilir olmalıdır. Emisyon açısından azot oksitler ve karbon dioksit en önemli olanlardır. Motor performansını arttırmada önemli role sahip olan basınç ve çalışma sıcaklığının artırılmasıyla beraber emisyon miktarı artan NO<sub>x</sub> önemli bir sorundur [1].

Uçak motorlarının yüksek basınç türbin paleleri (blade) ve kanatçıkları (vane) en yüksek gerilmelere maruz kalan parçalardır. Nikel bazlı süper alaşımlardan yapılan dahili olarak soğutulan profiller yaklaşık 1000°C’de çalışmakta ve kısa sürelerde alaşımın ergime noktasının %90’ı olan 1100°C’ye maruz kalmaktadır [1,3-5]. Bu sıcaklıklara ancak çok karmaşık soğutma sistemleri sayesinde ulaşılmaktadır. Fakat bu soğutma sistemi tarafından ısı enerjisi 1MW/m<sup>2</sup> oranında profillerden çekilmekte, bu da motorun toplam yakıt verimini azaltmaktadır [1]. Malzeme sıcaklığının hassas bir şekilde kontrol edilmesinin gereksinimi basit bir kuralla açıklanabilir: Sıcaklıktaki her 10-15°C’lik bir artış kanatçığın sürünme ömrünü yarıya indirmektedir [1,3].

Günümüzde türbin giriş sıcaklıkları (TIT) 1400°C’yi geçmektedir [1,6]. Fakat itki/ağırlık oranındaki hedeflenen gelişmeler daha yüksek türbin giriş sıcaklıkları gerektirir. Gelecekte türbin giriş sıcaklıklarının 1600°C’yi aşması beklenmektedir [6-10]. Bu yüksek sıcaklıklara ancak ekonomik olmayan gelişmiş soğutma sistemleri veya geliştirilmiş yüksek sıcaklık malzemeleri kullanılarak ulaşılabileceği açıktır. Geleneksel döküm alaşımlardan yönlü olarak katılaştırılmış (DS) ve tek kristalli (SX) alaşımlara geçiş, malzeme performansında gerçekten

çarpıcı iyileşmeler sağlamıştır (Şekil 1.1) [3]. Fakat bu malzemeler şu an ergime noktalarının yaklaşık %90'ına yaklaşan sıcaklıklarda çalıştılarından performanslarında olası gelişmeler pek mümkün gözükmemektedir. Ayrıca günümüzde kullanılan daha verimli soğutma geometrilerine sahip kanatçık tasarımları ve parça yüzeyinin soğutma delikleri tarafından soğutulmasını öngören “film soğutma” yaklaşımları da artık en olgun hallerine ulaşmıştır [11].

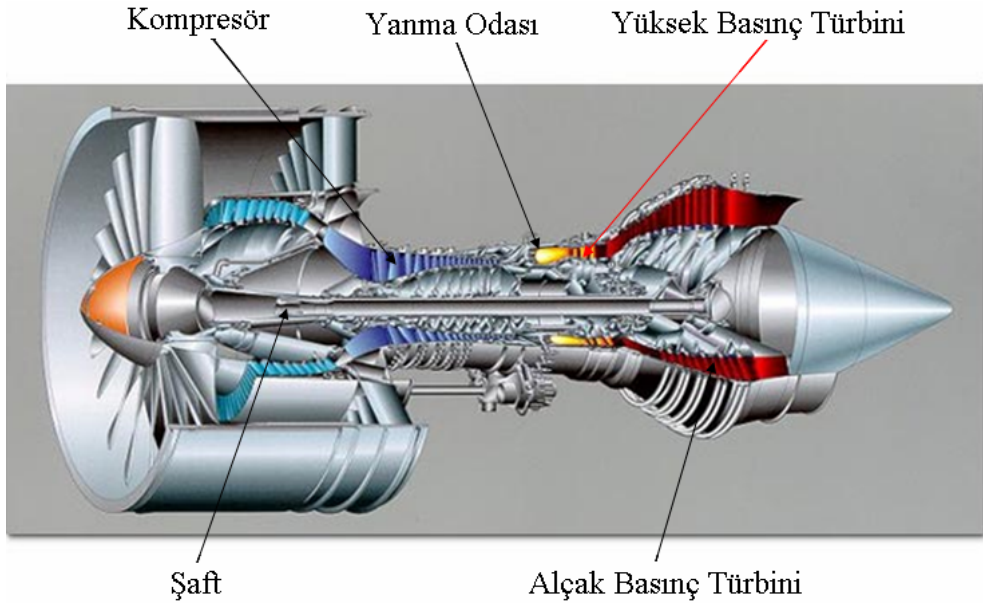


Şekil 1.1. Malzemelerin sıcaklık performansındaki gelişme [3]

En makul yaklaşım termal bariyer kaplamaların (TBC-Thermal Barrier Coatings) kullanılmasıdır. Termal bariyer kaplamalar; gelişmiş türbinli motorların yanma odası ve türbin gibi sıcak bölümlerinde (Şekil 1.2), parçaları sıcak gazların olumsuz etkilerinden korumak amacıyla kullanılan ve iki ya da daha fazla katmandan oluşan koruyucu kaplamalardır. Bu kaplamaların sıcaklığı izole etme özelliği; belirli bir metal sıcaklığı için daha az soğutma havasının kullanılmasına izin vererek performansın iyileştirilmesini sağlar veya belirli bir soğutma havası akışı için metal sıcaklığını düşürerek parça ömrünün arttırılmasını sağlar [3,11,13]. Dahası, belirli bir soğutma havası akışı için daha yüksek gaz sıcaklıklarına izin vereceğinden daha yüksek motor itkisi elde edilebilir [3].

Yanma sıcaklığının arttırılması ve soğutma havası miktarının azaltılması sonucu yakıt tüketimi azalır [6,13-15]. Bu tür kaplamaların yanma odası ve türbin kanatçıklarına uygulanmasıyla, bir işletme yakıt giderlerinde %1-2'lik bir tasarruf elde edebilir. Bu oran küçük gözükmesine rağmen bazı işletmeler için yılda 10

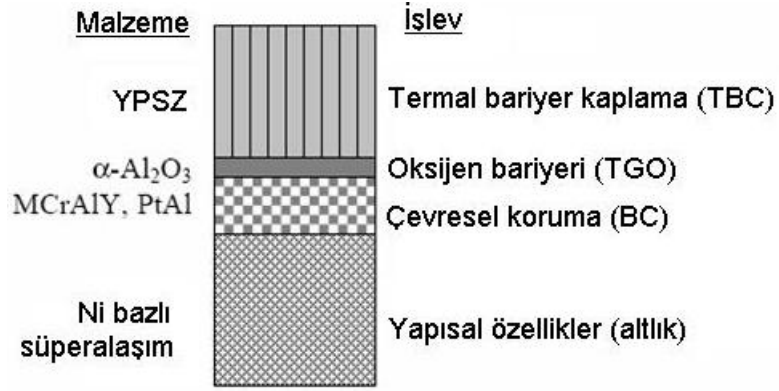
milyon ABD dolarından fazla tasarruf anlamına gelmektedir [14]. Gaz türbinli motorda termal bariyer kaplama sayesinde çalışma sıcaklığının artması yakıt verimini arttırmakla kalmaz, aynı zamanda emisyon miktarını da azaltır [16,17,18]. Termal bariyer kaplamalar altlık malzemesinin sıcaklığını düşürür; malzemeyi yanmış gazların olumsuz etkilerinden (sıcak korozyon, oksitlenme) ve aşınmadan korur [18].



Şekil 1.2. Gaz türbinli bir uçak motoru [12]

### 1.1. Termal Bariyer Kaplama Sistemlerinin Tanıtılması

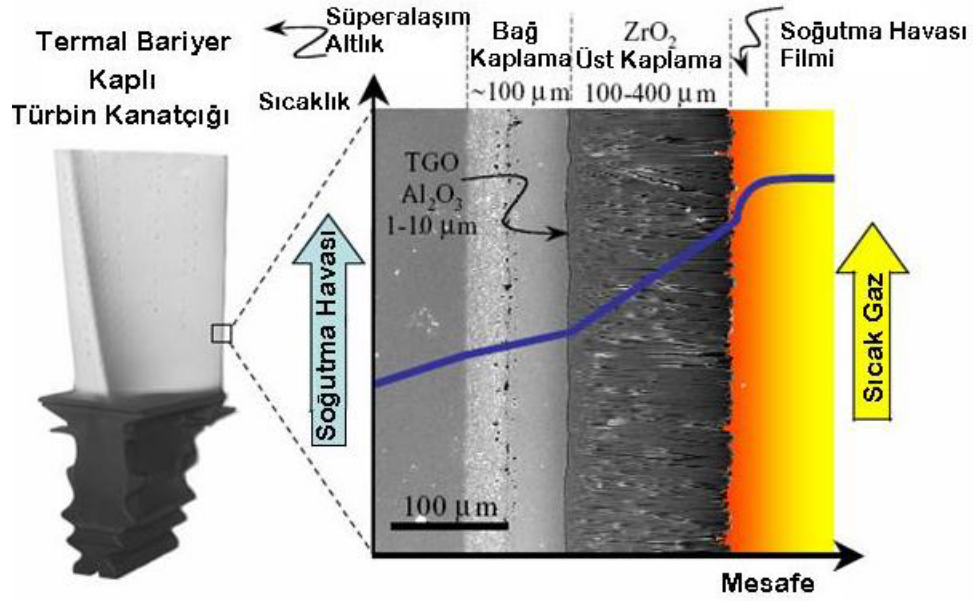
Termal bariyer kaplama (TBC) sistemleri tipik olarak; mekanik özellikleri ve kanatçık geometrisini sağlayan Ni bazlı bir süper alaşım altlıktan, sıcaklık yalıtımı sağlayan seramik bir üst kaplamadan, seramik üst kaplamanın metalik altlığa yapışmasını sağlayan ve altlığı oksitlenmeye karşı koruyan bir bağ kaplamadan (BC) ve kaplama işlemi esnasında oluşup servis esnasında bağ kaplamanın oksitlenmesiyle büyüyen bir “termal büyüyen oksit” (TGO)’den oluşur (Şekil 1.3.) [19].



**Şekil 1.3.** Tipik bir TBC sistemi [19]

Genelde itriyum oksit ile kısmen kararlı hale getirilmiş zirkonyum oksitten (YPSZ) oluşan seramik üst kaplama düşük bir iletkenliğe, yanmış gaz atmosferine karşı kimyasal eylemsizliğe, Ni bazlı süper alaşımlarınkine yakın oldukça yüksek bir termal genleşme katsayısına sahiptir. Türbin kanatçıklarının olumsuz çevresel etkilerden korunması için üzerlerine oksitlenme direncine sahip bir bağ kaplama uygulanır. Bağ kaplama seramik üst kaplamanın altlığa yapışmasını sağlamak için tasarlanmış olmakla birlikte, seramik ile metalik altlık arasında gerçek bağlayıcı tabaka tipik olarak ve tercihen  $\alpha$ -alüminyum oksitten (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) oluşan termal büyüyen oksit (TGO)'dir. Termal bariyer kaplama sistemlerinin bu dört bileşeni (altlık, bağ kaplama, TGO ve üst kaplama) yapı olarak dinamik ve birbirleriyle etkileşim içindedirler [9,19-28].

Termal bariyer kaplamalar, dahili olarak soğutulan bir türbin kanatçığının metal yüzey sıcaklığını kullanılan kaplama malzemesi ve tekniğine bağlı olarak, 170°C [29-32] ile 200°C [33-36] düşürme potansiyeline sahiptir (Şekil 1.4).



Şekil 1.4. Bir TBC sisteminde sıcaklık gradyanı

### 1.1.1. Üst kaplama

Düşük bir ısı iletkenliğe sahip kaplamalardan elde edilecek faydalar açıktır. Belirli bir kaplama kalınlığı için daha geniş bir sıcaklık farkı sağlar ya da belirli bir sıcaklık farkı için daha ince kaplamaların kullanımına izin verirler. Bağ kaplama ve üst kaplamanın, dönen bir kanatçığa iletilen merkezkaç yükleri arttırdığı göz önünde bulundurulduğunda ikinci özelliğin önemi daha çarpıcı hale gelmektedir. Şöyle ki; 125  $\mu\text{m}$  kalınlığındaki bir kaplama dönen bir kanatçığa yaklaşık %10'luk bir gerilme eklemektedir. Bu tür uygulamalarda termal bariyer kaplamalar kendi yüklerini mekanik olarak taşıyacak yeterli kapasiteye sahip olmadıklarından, kaplamanın ilave yükü süper alaşım altlık tarafından taşınır ve bu da makul gerilme seviyelerinin sağlanabilmesi için daha yüksek yapısal ağırlık anlamına gelmektedir. Dahası, belirli şartlar altında daha düşük ısı iletkenlik daha düşük metal yüzeyi sıcaklığı sağlar. Hücum kenarı sıcaklık profili hesaplamaları, termal bariyer kaplamanın ısı iletkenliği azaldığında ilave bir sıcaklık düşüşü olduğunu göstermektedir. Dikkate değer bir şekilde seramiğin dış yüzey sıcaklığı, azalan ısı iletkenliğe bağlı olarak artmaktadır. Çünkü ısı akışı sabit kalmaktadır. Artan yüzey sıcaklığı seramiğin yüksek sıcaklık kararlılığını olumsuz yönde etkiler veya sinterlenmeyi artırarak kaplamanın ısı iletkenliğini artırır [37].

Sonuç olarak bir termal bariyer kaplama sisteminde üst kaplama olarak kullanılacak malzeme seçimi oldukça önem kazanmaktadır.

İtiryum oksit ile kısmen kararlı hale getirilmiş zirkonyum oksit (YPSZ) kaplamalar, dönen türbin parçaları üzerinde bu güne kadar en dayanıklı kaplama olma özelliğine sahiptirler [38,39]. İyi bir kimyasal kararlılığa, yüksek bir ergime noktasına, süper alaşım altlığına yakın yüksek bir termal genleşme katsayısına, düşük bir ısı iletkenliğe ve iyi bir erozyon direncine sahip olması YPSZ'yi günümüzde en yaygın kullanılan termal bariyer kaplama malzemesi yapmıştır [22,40-51].

Saf zirkonya gaz türbinli motorların çalışma sıcaklığı bölgesinde faz dönüşümüne uğrar. 2370°C'nin üzerinde saf zirkonya kübik yapıdadır. Soğurken (2370°C'nin altına) tetragonal zirkonya fazına dönüşür ve soğuma devam ederken yaklaşık 1200°C civarında monoklinik zirkonya fazına dönüşür. Tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm esnasında %3-5'lik bir hacimsel genleşme görülür ve bu da seramik tabakanın çatlayarak bağ kaplamadan ayrılmasına neden olur. Saf zirkonyaya ağırlık olarak %6-8 itriya eklenerek yarı kararlı bir t' fazı elde edilir. [3,7,14,22,51-54]. YPSZ'nin özellikleri Çizelge 1.1'de özetlenmiştir. [40,43,45,46,48].

**Çizelge 1.1.** YPSZ'nin özellikleri

Ergime Noktası	2700°C (2973K)
Termal Genleşme Katsayısı	9-11 x 10 <sup>-6</sup> /°C
Isıl İletkenlik (25°C-1000°C)	0,8-1,0 W/mK (PS) 1,5-1,9 W/mK (EB-PVD)
Young Modülü	35-60 GPa

Termal bariyer kaplamaların performansını arttırmak için çeşitli malzeme araştırmaları yapılmıştır. Zirkonyayı kararlı hale getirmek için CeO<sub>2</sub> bazlı seramikler, lantanyum zirkonat gibi piroklor oksitler, YAG (İtiryum Alüminyum Garnet) bazlı seramikler ya da itriya, iterbiya, seriya, indiya, skandiya veya magnezya gibi zirkonya içeren birinci metalik oksitler denenmiş; ya da kaplamanın foton ve fonon ısı iletkenliğini azaltmak için serya, erbiya, neodimya,

gadalinya, disprosya, yuropya gibi ikinci ve üçüncü metalik oksitler denenmiştir. Fakat yeni bir seramik malzeme arayışı bir sistem yaklaşımını gerektirir. Termofiziksel özellikler (temelde ısıl iletkenlik ve termal genleşme), faz kararlılığı, sinterlenme ve erozyon direnci, yanmış gaz ortamına karşı kimyasal atalet, bağ kaplama ve alümina (TGO) tabakalarıyla kimyasal uyum ve hiç şüphesiz ki ekonomi ve bulunabilirlik gibi özelliklerin de göz önünde bulundurulması gerekmektedir [37,49,55-58].

### 1.1.2. Bağ kaplama

Zirkonyanın yüksek iyonik iletkenliğinden dolayı oksijen seramik tabakadan metalik yüzeye doğru kolayca difüze olabilir ve bir oksit tabakası oluşturur. Yeterli yüksek sıcaklık ve sıcak gaz korozyonu direncini garanti etmek için metaller, uzun süre boyunca TGO oluşumunu sağlayacak ve altlık alaşımında tükenmeye (depletion) neden olmayacak kadar yüksek Al içeren bir tabakayla kaplanır. Bağ kaplama olarak adlandırılan bu tabaka ayrıca metal ve seramiğin farklı genleşme katsayılarının ayarlanmasına da yardımcı olur [4,19]. Bağ kaplama alaşımı, diğer oksitlere nazaran tercihen  $\alpha$ -alümina oluşumunu sağlamak için yerel bir Al deposu olarak tasarlanmıştır. Düşük oksijen difüzyon hızı ve üstün yapışma özellikleri nedeniyle alümina tercih edilen oksittir. [59]. Gaz türbinli motorlarda kullanılan bağ kaplamalar genelde MCrAlY kaplamalar ve basit ya da Pt ile modifiye edilmiş alüminid kaplamalardır [22,28,47,59-64].

MCrAlY kaplamalar genelde NiCoCrAlY sisteminden oluşur. Bu tür kaplamalar genelde  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al ve  $\beta$ -NiAl olmak üzere iki fazdan oluşurlar. TGO'nun yapışmasını arttırmak için düşük konsantrasyonlarda Y eklenir [59]. Ni -%23Co -%15Cr -%12.5Al -%0.5Y'dan oluşan nominal kompozisyon yeterli oksitlenme ve sıcak korozyon direncine sahiptir ve kanatçıkların korunması için tatminkar olduğunu ispatlamıştır [30].

Alüminid kaplamalar tipik difüzyon kaplamalarıdır. Pt eklenmesi sayesinde TGO'nun bağ kaplamaya yapışması iyileşerek kaplamanın oksitlenme ve korozyon direnci artar [65-68]. En yaygın Pt alüminidleri  $\beta$  fazda (Ni,Pt)Al kaplamalardır. İlk önce 8-10  $\mu$ m kalınlığında bir platin tabakası elektroliz yoluyla kaplanır. Bu işlemi, ayrı bir ısıl işlem olarak ya da alüminyumlama işlemi ile

kombine olarak bir difüzyon işlemi izler. Alüminyumlama paket sementasyon ya da Kimyasal Buhar Çöktürme (CVD) işlemiyle yapılır [4,44].

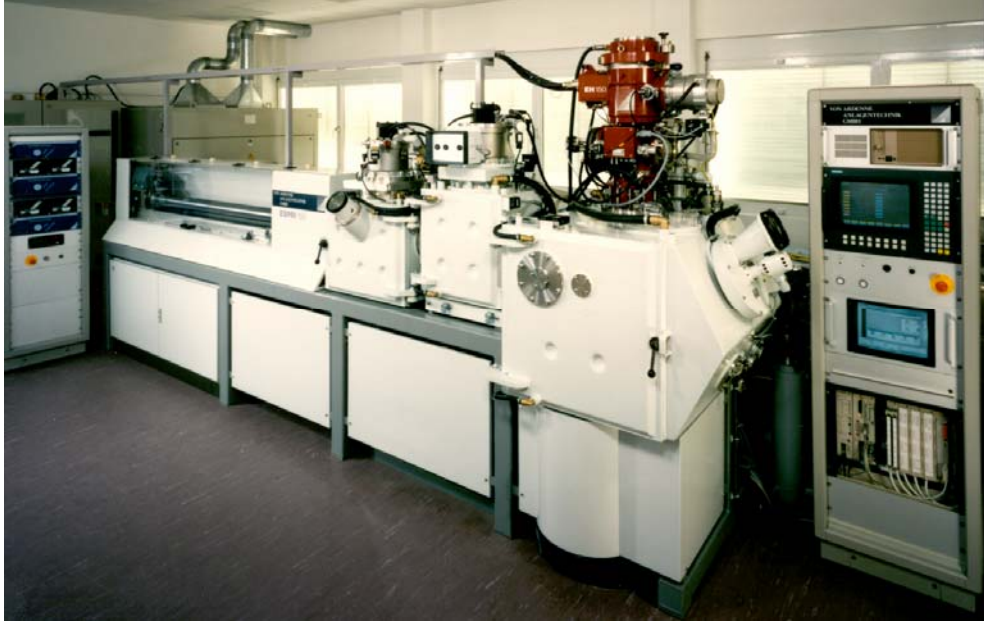
## 1.2. Kaplama Teknikleri

Günümüzde termal bariyer kaplama sistemlerinin uygulanmasında iki temel yöntem kullanılmaktadır: Plazma Sprey (Doğrudan hava içinde –APS veya bir vakum odasında -LPPS) ve Elektron Demetiyle Fiziksel Buhar Çöktürme (EB-PVD). APS ve EB-PVD seramik üst kaplama uygulamalarında, LPPS ve EB-PVD MCrAlY tipi bağ kaplamalarda, paket sementasyon veya CVD de alüminid bağ kaplamalarda kullanılır [22].

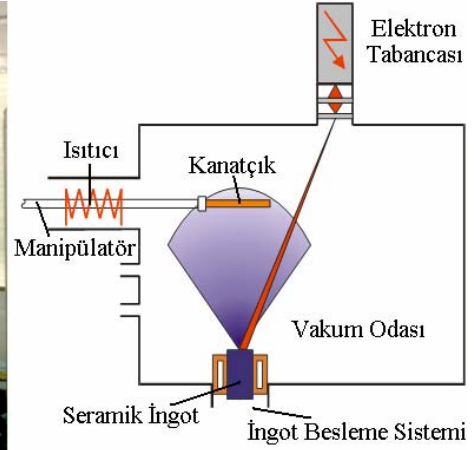
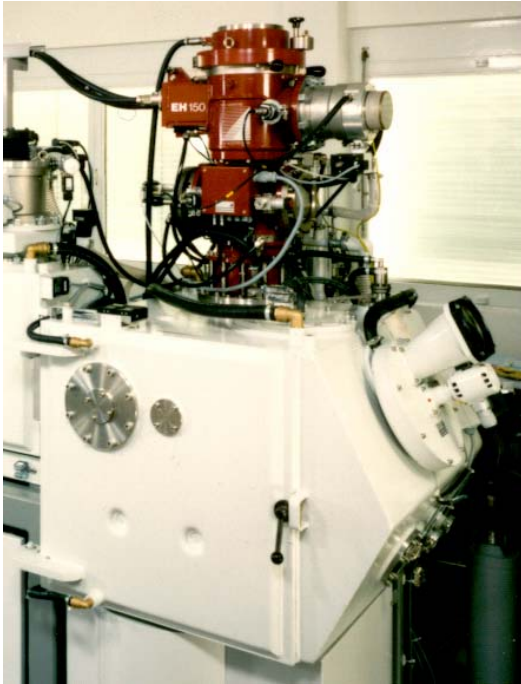
Plazma sprej aslında termal sprej yönteminin bir çeşididir. Kaplama malzemesi sıcak plazma alevi içine beslenir; yarı plastik bir hale gelene kadar ısıtılır ve altlık malzemesine doğru hızla püskürtülür. Çarpma sonucunda sıcak parçacıklar altlık malzemesine ve daha sonra birbirlerine yapışarak kaplama tabakasını oluştururlar [29]. Plazma sprej kaplamaların yapısı ara yüzeye paralel gözenekler ve çatlaklardan oluşur. Bu yüzden ısıl iletkenlikleri daha düşüktür. Kaplama kompozisyonu esnek ve ekonomik bir tekniktir [6,7,46,48].

PS termal bariyer kaplamalar 1970'lerden beri yanma odası, yüksek basınç türbini nozul kılavuz kanatçıklarının platformları gibi statik parçalarda kullanılmaktadır. Fakat PS kaplamalar kötü yüzey kaliteleri, düşük erozyon direnci ve zayıf mekanik özellikleri nedeniyle yüksek basınç türbini profillerine uygulanamamıştır. Son yıllarda geliştirilen EB-PVD tekniği sayesinde termal bariyer kaplamaların bu tür parçalara uygulanması sağlanmıştır [69].

EB-PVD işlemi esnasında yüksek enerjili elektron demeti, bir vakum odası içindeki seramik kaynak ingotu ergitir ve buharlaştırır. Termal bariyer kaplamanın sürekli büyümesi için buharlaşma esnasında ingotlar potaların içine alttan beslenir. Belirli bir zirkonya stoikometrisi elde edebilmek için çöktürme odasının içine kontrol edilen miktarlarda oksijen verilir. Önceden ısıtılmış altlıklar bu buhar bulutu içine yerleştirilir ve buhar yaklaşık 100-250 nm/sn'lik hızla malzeme üzerine çöktürülür [1,3,47,70]. Şekil 1.5'de Alman Havacılık ve Uzay Merkezi (DLR)'nde kullanılan 150 kW'lık bir kaplama cihazı ve Şekil 1.6'da da cihazın çöktürme odası ve çöktürme işleminin şematik gösterimi verilmiştir.



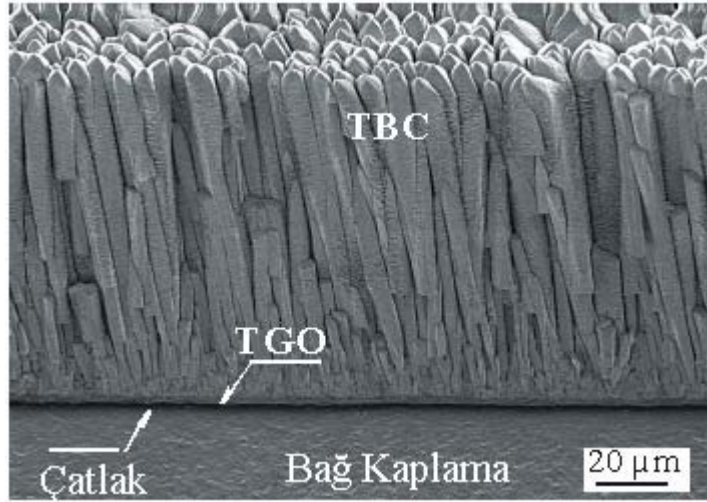
Şekil 1.5. 150 kW'lık bir EB-PVD kaplama cihazı [12]



Şekil 1.6. Cihazın çöktürme odası ve çöktürme işleminin şematik gösterimi [12]

EB-PVD yöntemiyle seramik kaplamada kolonlu bir yapı elde edilir. Bu yapı altlığa kimyasal olarak çok iyi bağlanmasına rağmen kolonlar arası bağ zayıf olduğundan yüksek bir uzama (strain) toleransına sahiptir. Şekil 1.7'de kaplamanın tipik bir mikroyapısı görülmektedir. Üstün yüzey kalitesi türbin

kanatçıkları etrafındaki aerodinamik akımın bozulmasını önler. Kaplama tekniğinin doğasından dolayı soğutma delikleri açık kalır. Altlık sıcaklığı ve çöktürme oranı gibi süreç parametrelerinin ayarlanmasıyla çöktürülmüş seramiklerin mikroyapısını kontrol etmek mümkündür. Altlığa yapışma mukavemeti yüksektir ve sağlam bir kaplamadır. İyi bir termal şok direncine ve erozyon direncine sahiptir [3,6-9,15,26,28,29,39,41,44,46,47,52,64,71-84].

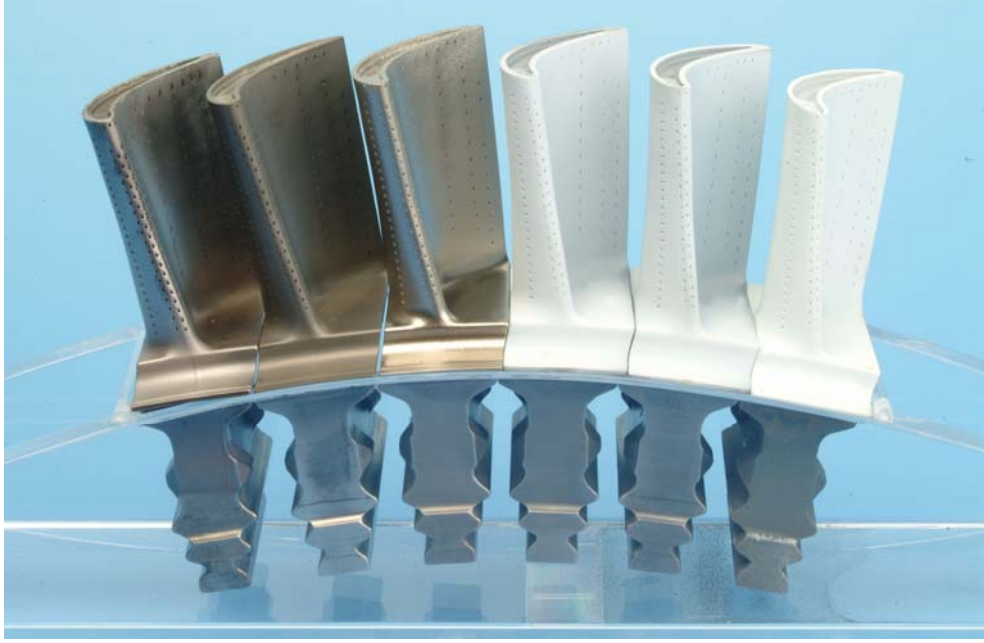


Şekil 1.7. Tipik bir EB-PVD kaplama mikroyapısı [12]

Tüm bu özellikler EB-PVD kaplamaların, türbin kanatçıkları gibi son derece yüksek termal ve mekanik yüklere maruz kalan parçalarda tercih edilmesini sağlamıştır [85]. Şekil 1.8’de çiplak ve EB-PVD yöntemiyle termal bariyer kaplama uygulanmış türbin kanatçıkları görülmektedir. Bununla birlikte EB-PVD’nin yatırım ve işletme maliyetleri yüksektir (yatırım maliyeti 25 milyon dolardan fazladır), kaplanacak yüzeyin doğrudan görülmesi gerektiğinden karmaşık şekilli parçaları kaplama yeteneği düşüktür [42,85].

APS yöntemiyle üretilen termal bariyer kaplamaların ısı iletkenliği 25°C’de 0.8-1.0 W/mK arasındadır. Bu EB-PVD’ler için kaydedilen 1.5-1.9 W/mK değerinden çok daha düşüktür. Bu yüzden APS kaplamalar mükemmel termal koruma sağlar. Bununla birlikte kullanımları zayıf pullanma (spallation: seramik tabakanın pul pul dökülmesi) direnciyle sınırlıdır. Fakat EB-PVD kaplamalar APS’ye göre çok daha yüksek (8-10 kat) pullanma ömrüne sahiptir.

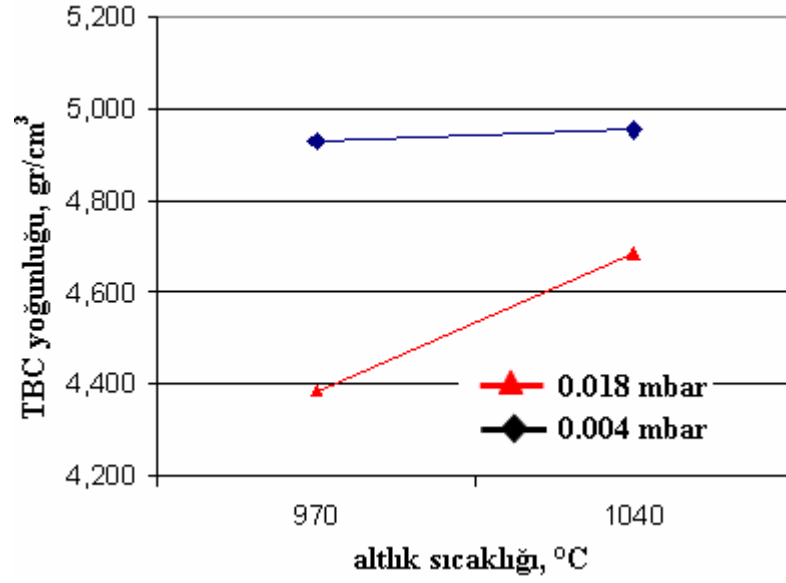
Bu yüzden son derece yüksek termal çevrimlerin olduğu gaz türbinli motor uygulamaları için tercih edilirler [22].



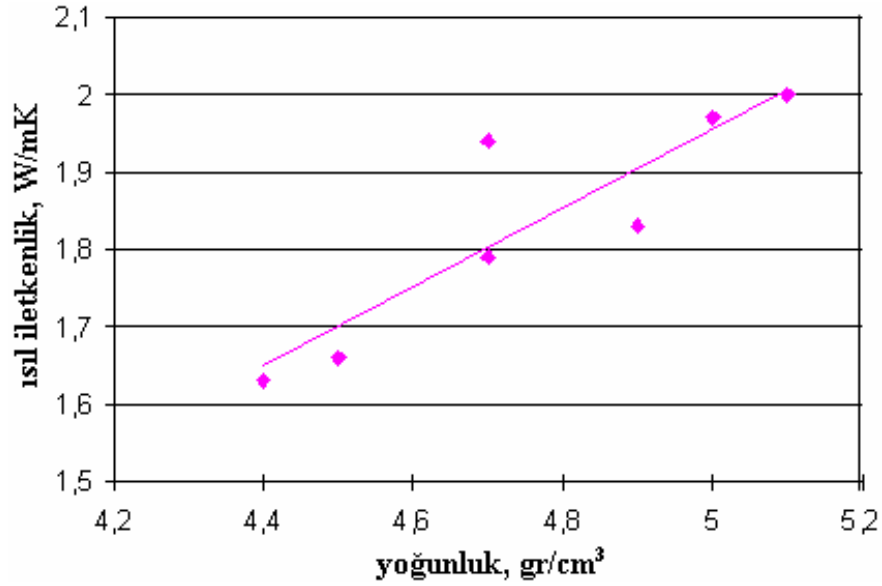
Şekil 1.8. Çıplak ve EB-PVD yöntemiyle TBC uygulanmış türbin kanatçıkları [12]

EB-PVD yöntemiyle üretilen kaplamanın morfolojisi; kaplanacak altlığın dönüş hızı, buhar geliş açısı, altlık sıcaklığı, çöktürme odası basıncı ve çöktürme hızı gibi süreç parametreleri ve altlık geometrisi, altlık ve yüzeyin kimyası, yüzey pürüzlülüğü ve üst kaplamada kullanılan stabilizör malzeme gibi altlık ve kaplama parametreleriyle kontrol edilebilmektedir [12].

Örneğin yüksek dönüş hızları kaba bir kolonsal yapı (kolon çapı  $>10\mu\text{m}$ ) verirken düşük dönüş hızlarında yapı daha incelmektedir (kolon çapı  $\sim 1\mu\text{m}$ ). Şekil 1.9'da altlık sıcaklığı ve çöktürme odası basıncının kaplama yoğunluğuna etkisi gösterilmiştir. Şekil 1.10'da ise kaplama yoğunluğunun kaplamanın ısı iletkenliğini ne şekilde etkilediği görülmektedir. Şekillerden de görüleceği üzere kaplama yoğunluğu arttıkça ısı iletkenlik artmaktadır. Düşük bir yoğunluk için daha yüksek bir vakum ve daha düşük bir altlık sıcaklığı gerekmektedir.

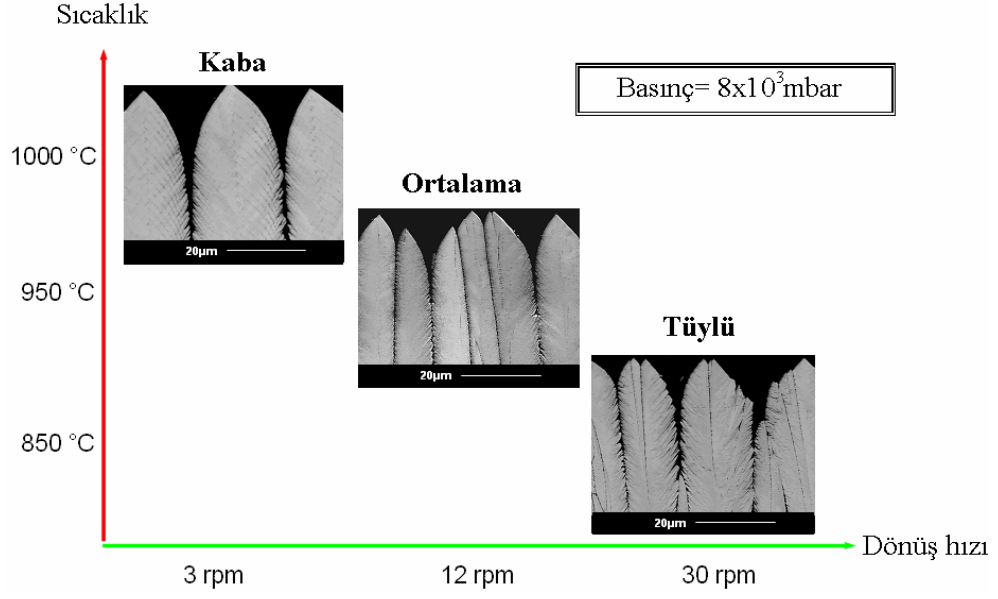


Şekil 1.9. Altık sıcaklığı ve çöktürme odası basıncının kaplama yoğunluğuna etkisi [12]

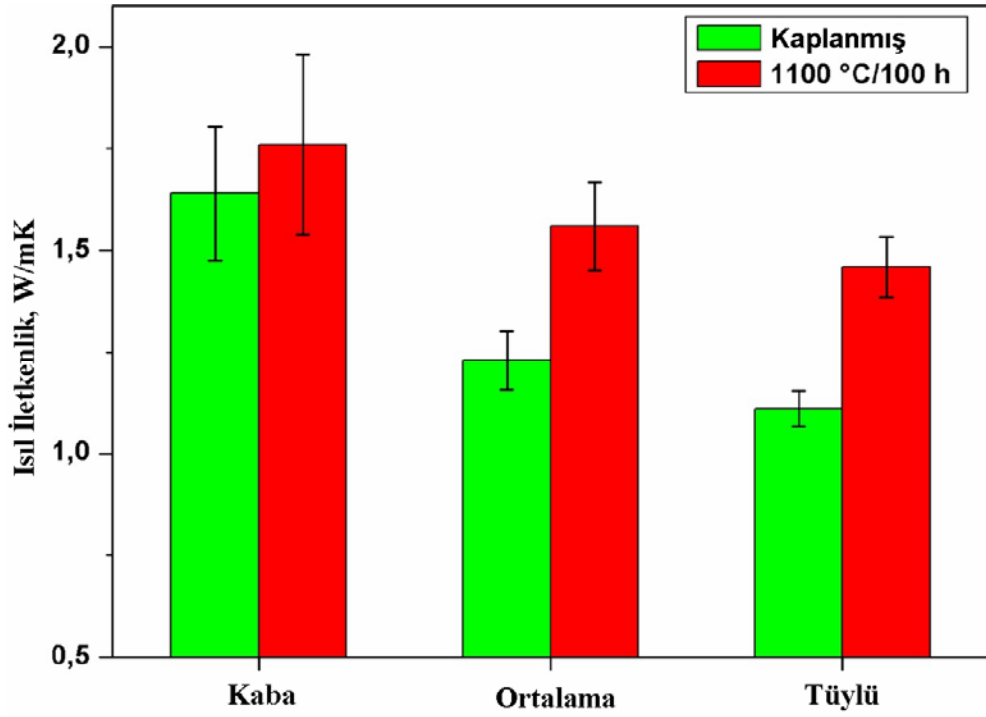


Şekil 1.10. Yoğunluğun ısı iletkenliğe etkisi [12]

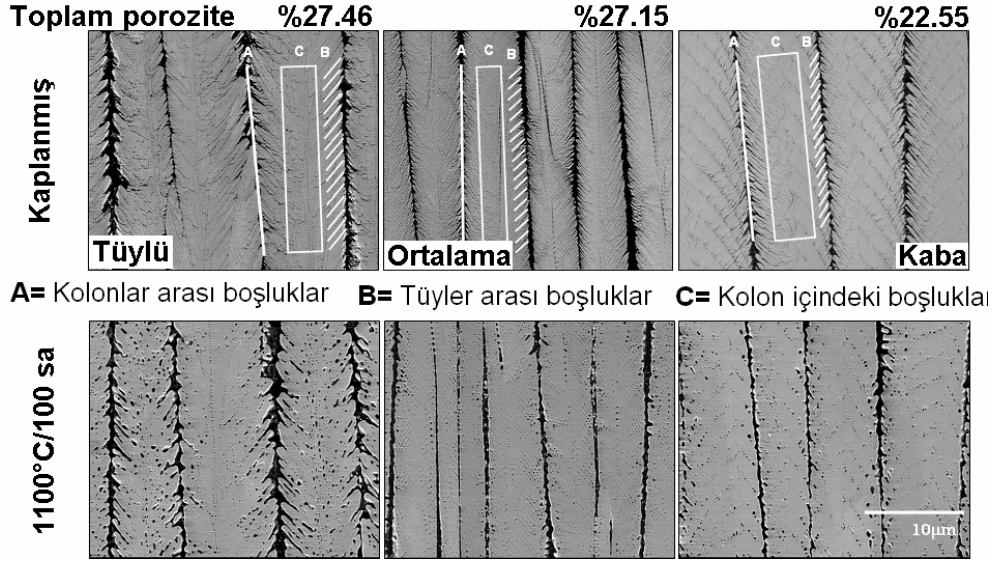
Şekil 1.11’de süreç parametrelerinin kaplama mikroyapısı üzerindeki etkisi görülmektedir. Hem kaplanmış durumda hem de yaşlandırılmış halde, tüylü (feathery) bir mikroyapı daha düşük bir ısı iletkenlik sağlamaktadır (Şekil 1.12). Yaşlandırma işleminin neden olduğu morfolojik değişiklikler Şekil 1.13’de görülmektedir. Tüylü bir yapının daha düşük ısı iletkenlik sağlaması porozite oranının yüksek olmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 1.11. Süreç parametrelerinin kaplama mikroyapısına etkisi [12]



Şekil 1.12. Mikroyapı ve ısı iletkenlik arasındaki ilişki [12]



Şekil 1.13. Yaşlandırma sonucu oluşan morfolojik değişiklikler [12]

Bu gün EB-PVD kaplamalar Pratt & Whitney 4000 serisi, General Electric/SNECMA'nin CFM56-7 sürümü ve daha birçok uçak motorunda, gelişmiş motor tasarımının bir parçası olarak kullanılmaktadır [7].

Son zamanlarda APS ve EB-PVD tekniklerinin eksik yönlerini tamamlamak için Glancing Angle Deposition [16], Electron Beam Directed Vapor Deposition [22], Electrostatic Spray Assisted Vapor Deposition [42], Solution Precursor Plasma Spray [46], Plasma Assisted Physical Vapor Deposition [52], Plasma Assisted (or Enhanced) Chemical Vapor Deposition [40,85,86] teknikleri üzerinde çalışmalar yapılmaktadır.

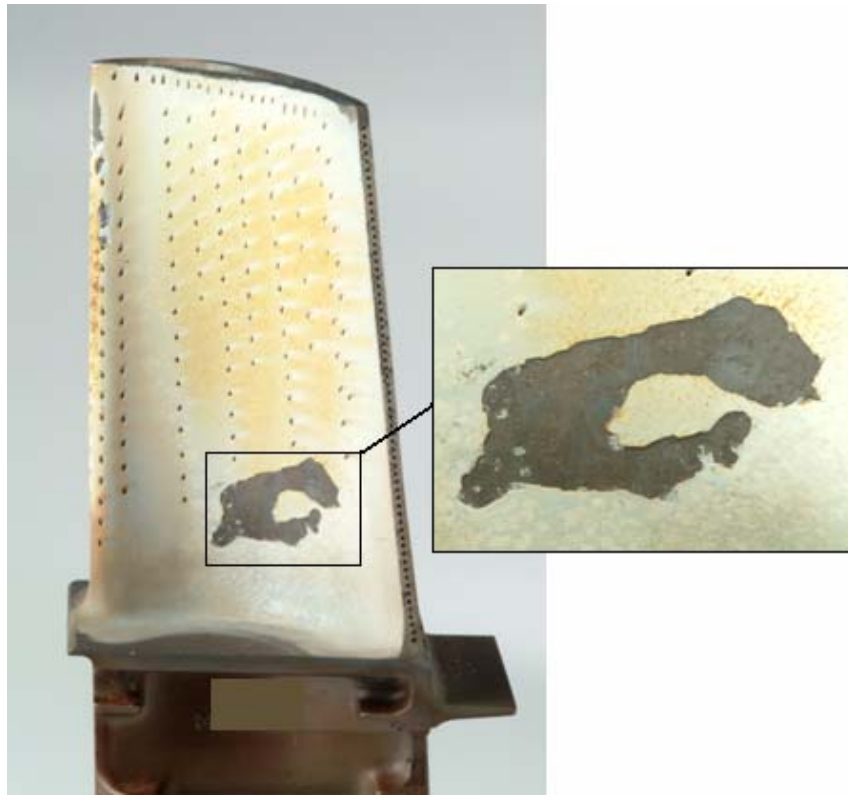
### 1.3. Endüstriyel Gaz Türbini - Uçak Motoru Farkı

Termal bariyer kaplamalar gelişmiş gaz türbinli uçak motorlarının performansında önemli bir role sahiptir ve günümüzde güç üretiminde kullanılan endüstriyel gaz türbinlerinde de kullanılmaya başlanmıştır. Her iki uygulama sahasında da termal bariyer kaplamalardan beklenen işlev aynı olsa da, hasar mekanizmaları aşağıda bahsedilen nedenlerden dolayı çok farklıdır. Çalışma sıcaklığı, frekans ve termal çevrim sayısı endüstriyel gaz türbinlerinde çok daha düşüktür. Termal bariyer kaplamalar yüksek basınç türbininin birinci kademe kanatçıklarında kullanıldığından, oldukça yıpratıcı bir yanmış gaz ortamına maruzdurlar. Bu ortamın kompozisyonu büyük ölçüde yakılan yakıtın tipine ve

motora alınan havayla yakıtın kirlilik oranına bağlıdır. Uçak motorlarında yüksek bir saflık oranına sahip yakıtlar kullanılırken endüstriyel gaz türbinlerinde yüksek miktarlarda sülfür ve vanadyum gibi katkıları içeren yakıtlar kullanılmaktadır [29,87,88]. Bu yüzden tez çalışmasında termal bariyer kaplamaların uçak motoru uygulamaları ele alınmıştır.

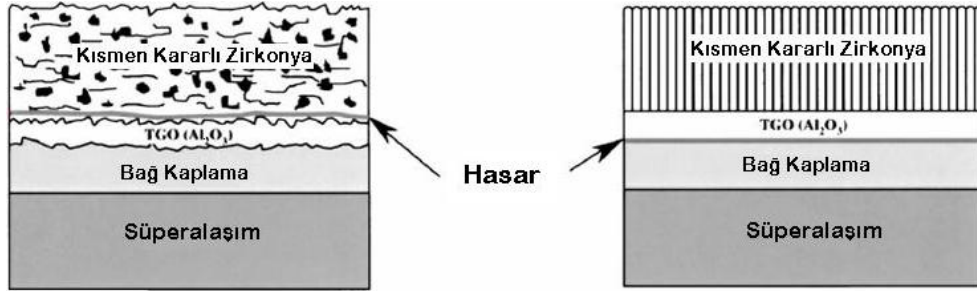
#### 1.4. Termal Bariyer Kaplama Sistemlerine Uygulanan Testler ve Bu Konuda Yapılmış Çalışmalar

Termal bariyer kaplamaların mevcut uygulamalarda ve tasarlanan yeni nesil motorlarda önemli bir role sahip olduğu açıktır. Bununla birlikte sağlamlık ve güvenilirlik konuları termal bariyer kaplamalardan elde edilecek kazanımları sınırlamaktadır. Çünkü günümüzde güvenilir bir ömür tahmini olmadığından bu kaplamaların potansiyeli tam olarak kullanılamamaktadır. Termal bariyer kaplamalardaki hasar mekanizmalarının iyi bir şekilde anlaşılması, kaplamanın sağlamlığının ve güvenilirliğinin artırılması için kilit faktördür [89,90].



Şekil 1.14. Termal bariyer kaplamalarda rastlanan tipik bir servis hasarı [12]

Termal bariyer kaplama sistemlerinde servis hasarı tipik olarak seramik tabakanın pullanarak kalkması (spallation) şeklindedir [74,91,92]. Şekil 1.14’de bir türbin kanatçığına uygulanmış ve servis esnasında pullanarak kalkmış bir TBC görülmektedir. Hasar çoğunlukla bağ kaplama/seramik üst kaplama ara yüzeyinde başlar. Plazma sprej yöntemiyle üretilmiş kaplamalar için araştırmacılar hasarlanmanın ya TGO içinde ya da seramik kaplama içinde, fakat TGO ara yüzeyine çok yakın bölgelerde başladığını göstermişlerdir. Bu başlangıç çatlakları birbirleriyle birleşip seramik tabaka içinde ara yüzeye paralel bir şekilde ilerler ve seramik tabaka üzerindeki basma yüklerinden dolayı kaplamanın kalkmasına neden olurlar [36,74,93]. Diğer yandan EB-PVD kaplamalar TGO/bağ kaplama ara yüzeyi boyunca çatlayarak hasarlanırlar [19,20,26,41,61,93-98]. Hasar yerlerindeki bu fark temelde kaplamaların mikroyapılarındaki farktan kaynaklanmaktadır. PS kaplamalar, oldukça düzgün bir dağılıma sahip mikro çatlaklar nedeniyle gözenekli (porlu) bir yapıya sahipken, EB-PVD kaplamalar genelde altlık yüzeyine dik bir şekilde büyüyen ve birbirleriyle zayıf bir bağla bağlanan kolonsal tanelerden oluşur. Şekil 1.15’de PS ve EB-PVD kaplamaların mikroyapısı ve hasar yerleri şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 1.15. PS ve EB-PVD kaplamaların mikroyapısı ve hasar yerleri [93]

Bir termal bariyer kaplama sisteminin hasar mekanizması kullanılan altlık malzemesine, bağ kaplama tipine, çöktürme tekniğine, maruz kaldığı termal ve mekanik yüklere ve çevre şartlarına bağlıdır. Bu çalışmada uçak gaz türbinli motorlarının yüksek basınç türbinlerine EB-PVD yöntemi ile uygulanan ve MCrAlY tipi bağ kaplama ile itriyum oksit ( $Y_2O_3$ ) ile kısmen kararlı hale

getirilmiş zirkonyum oksit ( $ZrO_2$ ) üst kaplamaya sahip termal bariyer kaplamalar incelenmiştir.

Termal bariyer kaplama sistemlerine uygulanan testlere bakıldığında;

- elastisite modülü, yapışma mukavemeti, akma gerilmesi, kırılma özellikleri, sertlik gibi mekanik özelliklerin incelenmesi için 4 nokta bükme testleri [99,100,101], sertlik testleri [27,35,102], ara yüzey tokluk testi [103,104], erozyon testi [82], doğrudan çekme testi [105], sürünme testi [106], ısı iletkenlik testi [107],
- sabit sıcaklıkta oksitlenme davranışlarını incelemek için izotermal yaşlandırma testleri [04,41,63,71,90],
- termal çevrimler (ısıtma-soğutma) ve termal şok altındaki yorulma davranışlarını incelemek için Termal Yorulma (TF) testleri [15,21,28,47,56,62,63,64,75,76,80,90,108,109],
- dışarıdan uygulanan mekanik yüklerin termal yorulma davranışını nasıl etkilediğini incelemek için de Termal Mekanik Yorulma (TMF) testleri [74,78,110]

yapıldığı görülmektedir. Bu referanslar sadece tezde incelenen EB-PVD yöntemiyle üretilen ve MCrAlY tipi bağ kaplamaya sahip sistemleri içermektedir. Bunların dışında PS kaplamaları konu alan testler [34,46,111,112,113,114] ve Pt ile modifiye edilmiş alüminid bağ kaplamaları içeren testler [20,66,70,92,94,95,115,116] literatürde bulunabilir.

Bu yapılan testler ışığında bir termal bariyer kaplama sistemindeki hasar modları ya da kaplamanın ömrüne etki eden faktörler şu şekilde özetlenebilir:

1. Seramik üst kaplama, bağ kaplama, termal büyüyen oksit (TGO) ve altlık alaşımının termal genişleme katsayıları arasındaki fark yüzünden oluşan basma gerilmeleri [7,17,44,48,56,97,103].
2. Bağ kaplamanın oksitlenmesi: Yüksek sıcaklıkta geçen zamana bağlı bir hasar parametresi olan TGO kalınlığı, bağ kaplamanın oksitlenmesinden dolayı oluşan hasarla ilişkilidir [7,17,37,44,56,103,117,118].

3. Seramik üst kaplamanın sinterlenerek yoğunlaşması ve bunun sonucunda elastik modülün artarak uzama (strain) toleransının azalması [7,56,108,119].
4. Altlık, bağ kaplama ve üst kaplamadaki sürünmenin gerilme dağılımında değişikliğe neden olması [7,17,118,119].
5. Bağ kaplama, TGO ve üst kaplamadaki faz dönüşümleri: 1200 °C'nin üzerindeki termal çevrimler kısmen kararlı tetragonal zirkonyadan monoklinik zirkonya fazına dönüşüme neden olur. Bu faz dönüşümü esnasındaki hacim değişiklikleri sonucunda yerel gerilmelerde artış görülür [7,17,20,108,119,120]. TGO'nun sürekli büyümesi sonucunda bağ kaplamada alüminyumun tükendiği bir bölge oluşur (Al depleted zone). Bağ kaplamadaki Al miktarı, sürekli bir alüminyum oksidin oluşumuna yetecek seviyenin altına düştüğünde  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yerine daha az koruyucu Ni ve Co içeren spineller, Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> (YAG) ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oluşur. Bu fazların oluşumu TGO'nun yapısal bütünlüğünü olumsuz etkiler, hızlı oksijen difüzyonu yolları oluşturarak yerel oksitlenmeyi artırır [19,21,48,80,108].
6. Homojen bir TGO oluşması ve bağ kaplamaya iyi yapışması, bağ kaplamanın yüzey kalitesine bağlıdır [17,108,121,122,123]. Gerek kaplamanın imalatı, gerekse servis esnasında bağ kaplama yüzeyinde oluşan pürüzler (mesela gömülü (embeded) oksitler ve buruşma) seramik kaplamanın yapışmasını etkiler [37,93] Buruşma (rumpling); tekrarlı oksitlenme sonucunda bağ kaplama yüzeyinin pürüzlenmesi, buruşması olarak tanımlanmaktadır.
7. TGO'nun sürekli genişlemesinden dolayı hacim değişikliğinin sonucunda TGO'da oluşan gerilmeler (TGO growth stress) [48,97,108].
8. Tane sınırlarında oksijen difüzyonu ve kükürt segregasyonu: Kükürt TGO'nun yapışma mukavemetini azalttığı için bağ kaplama malzemesindeki kükürt miktarı 1 ppm'in altında tutulur ya da Y ve Zr gibi reaktif elementler katılır [48,108,123].
9. Bağ kaplama tane sınırlarında kavite oluşumu, TGO/bağ kaplama ara yüzeyinde boşluk (void) oluşumu [108].

10. Termal ve mekanik yorulma [17,21,97,123].

Yukarıda bahsedilen hasar modları ve birbirleriyle etkileşimi tam olarak anlaşılammış olmakla beraber, bazı hasar mekanizmaları ortaya atılmıştır.

Termal yorulmaya maruz kalan bir termal bariyer kaplama sisteminde, ısıtma işlemi esnasında üst kaplama ile bağ kaplamanın ısıl genişleme katsayıları arasındaki farktan dolayı ilk önce üst kaplamada sütünsal tane sınırları boyunca mikro çatlaklar oluşur. Daha sonra tüm üst kaplama boyunca büyüyerek TGO'ya ulaşırlar. TGO tabakasındaki bu çatlaklar, altlarındaki bağ kaplamanın anormal bir şekilde oksitlenmesine ve hacimdeki artıştan dolayı gerilmelerin oluşmasına neden olur. Bu nedenle üst kaplama/bağ kaplama ara yüzeyi zayıflar. Takip eden soğutma işlemi esnasında oluşan basma yönündeki termal gerilmeler üst kaplamayı bağ kaplamadan ayırmaya çalışır ve sonuçta termal bariyer kaplama sisteminin hasarlanmasına neden olur [15,75,76,81,124,125].

Bu modeller üst kaplama ve bağ kaplama ara yüzeyindeki oksitlenmeyi ve kaplama içinde çeşitli nedenlerle oluşan gerilme veya uzamaları içermektedir. Sadece termal gerilmelerin analizi için numuneler, dışarıdan herhangi bir gerilme veya uzama uygulanmadan test edilmektedir [114]. Oysa ki bir termal bariyer kaplama sisteminde termal ve mekanik yorulma kombinasyonunun temel ömür belirleyici faktör olduğu düşünülmektedir [65,74,116].

Servis esnasındaki termal ve mekanik yüklemeyi ve bunlar arasındaki faz açısını simüle eden termal mekanik yorulma (TMF) testlerinin, gaz türbininin çalışma şartlarını iyi bir şekilde yansıttığı düşünülmektedir. TMF testleri, termal bariyer kaplama sistemlerinin sağlamlık testleri ve mekanizma bazlı ömür modellemeleri için elverişlidir. Bununla birlikte termal bariyer kaplama sistemlerinin TMF testleriyle ilgili açık literatürde çok fazla yayın yoktur. Bunun temel nedeni TMF testinin deneysel sürecidir. Termal bariyer kaplama sistemlerinin doğası, özellikle üst kaplamanın düşük ısıl iletkenliği, ısıtma tekniğini bir sorun haline getirmektedir. Servis şartlarına benzetmek için 1000°C gibi yüksek sıcaklıklara kadar kontrollü bir şekilde hızlı ısıtma ve hızlı soğutma gerekir. Bu nedenle çok güçlü ısıtma ve soğutma cihazlarına ihtiyaç vardır. Sıcaklık ve ısıtma hızının yanında servistekine benzer bir sıcaklık gradyanı tüm kaplama kalınlığı boyunca oluşturulmalıdır [65,74,116].

### 1.5. Düşük Çevrimli Yorulma Kavramı

Havacılık ve uzay mühendisliği uygulamalarının çoğunda uygulanan gerilmeler sabit değildir. Aksine yükler düzensiz bir şekilde dalgalanmaktadır. Tekrarlı yükleme şartları altında hasarlanma, genelde sabit yükleme şartları altında umulan gerilme seviyelerinden daha düşük değerlerde gerçekleşmektedir. Bu fenomen yorulma olarak adlandırılmakta ve servis hasarlarının büyük bir kısmını oluşturmaktadır [126].

Bir yorulma hasarı modu, düşük gerilme yükleri altında ve yüksek çevrim sayısında görülüyorsa buna Yüksek Çevrimli Yorulma (HCF) adı verilmektedir. HCF, standart gerilme-çevrim sayısı (S-N) eğrisinin sağ kısmında görülür ve hasara kadar geçen çevrim sayısı  $10^7$  civarındadır. HCF'de ömrün büyük bir kısmı çatlak oluşumu ve kısa çatlak ilerlemesi safhalarında geçmektedir. Eğer bir parçaya uygulanan tekrarlı gerilmeler çok yüksekse (LCF), çevrim başına biriken deformasyon enerjisi HCF yüklemesine nazaran çok daha yüksek olacaktır. Bu nedenle Düşük Çevrimli Yorulma (LCF) koşulları altında parça; ömrünün çok az bir bölümünü çatlak oluşum safhasında, büyük bir kısmı ise yorulma hasarının çatlak ilerleme safhasında harcayacaktır [126-128].

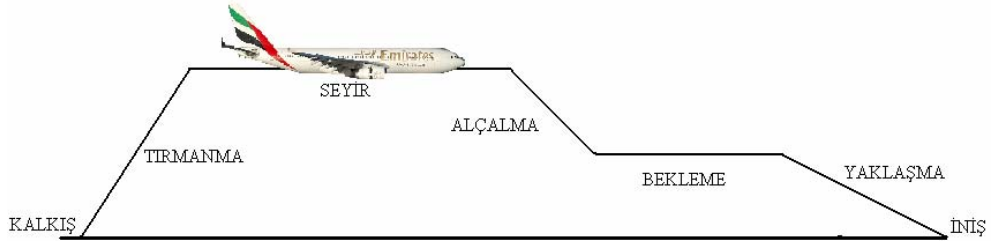
Tekrarlı yükleme esnasında, yüksek gerilme genliklerinin veya gerilme konsantrasyonlarının neticesinde büyük bir plastik deformasyon oluştuğunda yorulma ömrü kısılacaktır. Bu durumda yorulma tasarımı LCF yaklaşımını gerektirir [146]. Gaz türbini parçaları için tasarlanan yükler çoğunlukla, malzemenin gerilme-deformasyon eğrisinin elastik bölgesinde yer alırlar. Bazı durumlarda tekrarlı yumuşama oldukça yüksek bölgesel plastik deformasyona neden olabilir [126]. Örneğin, gaz türbinli motorların türbin kanatçıklarında kullanılan süperalaşımın yüksek sıcaklıkta LCF özellikleri üzerine yapılan bir çalışmada, LCF deneylerinde kullanılan gerilme aralıklarının bir kısmı malzemenin deney sıcaklığındaki akma gerilmesinden daha düşük, bir kısmı da akma gerilmesinin hemen üzerindedir [129].

LCF genelde  $10^5$  çevrimden daha kısa bir sürede hasarlanmaya neden olur. Ara bölge ( $10^5$ - $10^7$ ) ise tasarım uygulamasına bağlı olarak her iki hasar moduna da girebilir. Fakat önemli olan tekrarlı yükün kaç kere uygulandığı değil, yükün her uygulandığında ne kadar hasar biriktiğidir. Kritik gaz türbini parçaları için LCF

ile HCF’i birbirinden ayırırken, tekrarlı yükün kaynaklarını tanımlamak daha uygun olacaktır [126]. LCF tipik olarak pilotun gaz kolu hareketlerinden ve büyük yüklerin uygulanmasından kaynaklanır. HCF problemine ise genelde balanssızlık, hatalı hizalama, gevşek bağlantılar ve motor içindeki düzensiz hava akışı gibi titreşim kaynakları neden olmaktadır. Örneğin 34 sabit kanatçıktan oluşan bir türbin statoru arkasındaki 19400 rpm’de dönen bir türbin diski üzerindeki her kanatçık saatte 39,6 milyon yük çevrimine maruz kalmaktadır [126,128].

Daha önce belirtildiği üzere yorulma; bir parça, motorun maruz kaldığı çalışma şartlarındaki değişikliklerin neticesinde merkezkaç, termal veya basınç kuvvetlerinden kaynaklanan dalgalı gerilmelere maruz kaldığında oluşur. Pilotun gaz kolunu hareket ettirmesinden kaynaklanan motor parametrelerindeki değişiklikler, genelde bu yükler üzerinde en büyük etkiye sahiptir. Motor durgun halden maksimum devrine hızlanıp, sonra tekrar durgun hale döndüğünde bir “komple” ya da “ana” çevrim (çalışma-durma çevrimi) oluşur. Çeşitli boyutlarda tali çevrimler, tüm diğer gaz kolu hareketlerinden kaynaklanmaktadır. Bu nedenle bir gaz türbinli motor için LCF, çoğunlukla gaz kolu hareketinden kaynaklanan devir, parçalardaki sıcaklık dağılımı veya motor dahili basıncındaki değişikliklerden kaynaklanmaktadır. Bu, uçağın uçuş zarfının farklı bir noktasına manevra yapmasıyla yani irtifa veya hızındaki bir değişik olduğunda ortaya çıkar. Bu iki etken savaş uçaklarında çok daha sık görüldüğünden, bu uçakların motorlarında LCF daha da büyük bir önem taşımaktadır [126,127].

Sivil uçaklarda ise uçuş profili savaş uçakları kadar karmaşık değildir ve uçuş esnasındaki gaz kolu hareketleri çok daha azdır. Şekil 1.16’da görüldüğü gibi bir sivil uçak için temel değişkenlerden birisi seyir safhasının uzunluğudur. Gaz kolu hareketlerinin ve dolayısıyla yorulma hasarının büyük bir kısmı kalkış, tırmanma, alçalma, bekleme ve iniş safhalarında oluşmaktadır. Genelde bu safhaların uzunluğu her sortide aynıdır. Fakat seyir safhasının uzunluğu görev tipine (kısa menzil-uzun menzil) bağlı olarak değişmektedir. Bu nedenle, çoğunlukla kısa menzilli uçuşlarda kullanılan uçakların motorları, uzun menzilli uçuşlarda kullanılan aynı uçak-motor kombinasyonuna göre, uçuş saati başına daha fazla yorulma hasarına maruz kalmaktadır [127].



Şekil 1.16. Bir sivil uçağın uçuş profili [130]

Gaz türbinli motorlarda kullanılan yüksek dayanımlı nikel bazlı süperalaşımların LCF davranışları hakkında yapılmış birçok çalışma bulunmaktadır. Bunların bazılarını 129-133. referanslarda ulaşılabilir. Daha düşük bir yakıt tüketimi ve/veya daha yüksek bir itki elde etmek için türbin giriş sıcaklığının birçok gelişmiş malzemenin ergime sıcaklığının üzerine çıkması, sıcak bölüm parçalarında termal bariyer kaplama (TBC) sistemlerinin kullanılmasını gerekli hale getirmiştir. Bununla birlikte kaplama altlık malzemesine yapışık kalmaz, pullanıp kalkarsa altlığın yüksek sıcaklıkta ömrü kısalmaktadır.

Artan dayanıklılık ve güvenilirlik gereklerini yerine getirmek için, sadece bu süperalaşımların değil, üzerlerine uygulanan termal bariyer kaplama sistemlerinin de hasar mekanizmasının anlaşılması büyük önem taşımaktadır. Bir termal bariyer kaplama (TBC) sisteminin servis hasarının (çoğunlukla pullanma) açıklanması için birçok araştırmacı farklı termal bariyer kaplama sistemlerinin izotermal yaşlandırma, termal yorulma veya termo mekanik yorulma davranışlarını incelemişlerdir. Bu çalışmalara ait bilgiler bölüm 1.4'de verilmiştir. Ayrıca, bir kaplama sisteminin süperalaşımların yorulma özelliklerine olan etkileri üzerine yapılan çalışmalar da mevcuttur [134-136]. Fakat açık literatürde, bir termal bariyer kaplama sisteminin düşük çevrimli yorulma davranışı üzerine yapılmış bir çalışmaya rastlanılmamıştır.

LCF, gaz türbinli motor kanatçıklarının temel ömür belirleyici hasar modlarından birisi olduğundan, bu parçalar üzerine uygulanan termal bariyer kaplama sistemlerindeki hasar birikiminin benzer yükleme şartları altında incelenmesinin, TBC sistemlerinin servis hasar mekanizmalarının anlaşılmasına yardımcı olacağı düşünülmektedir.

Termal bariyer kaplama sistemlerindeki servis şartları altındaki hasar mekanizmaları tam olarak anlaşılabilirse daha güvenilir ömür tahminleri yapılabilir. Bu sayede termal bariyer kaplamaların potansiyelinden daha iyi faydalanılabilir. Yeni nesil motorlarda termal bariyer kaplamalar artık motor tasarımının bir parçası olduğundan, üreticiler bu güvenilir ömür belirlemeler sayesinde motor performanslarını daha da iyileştirebilirler. Daha ekonomik, güçlü ve çevreci bir motor her zaman için, oldukça çetin bir rekabetin yaşandığı havayolu taşımacılığı pazarındaki işletmelerin dikkatini çekecektir.

Bu çalışmada, yönlü katılaştırılmış nikel bazlı bir süperalaşım olan IN 100 DS üzerine uygulanmış, YPSZ seramik üst kaplama ve NiCoCrAlY metalik bağ kaplamaya sahip bir TBC sisteminin sabit yüksek sıcaklıkta düşük çevrimli yorulma (HT-LCF) özellikleri üzerine yapılan bir deneysel çalışma ve bu çalışma sonucunda elde edilen bulgular sunulmuştur.

Tamamen özdeş deney numuneleri ilk önce mekanik gerilmelerin ve çevrim sayısının izotermal LCF şartları altında hasar oluşumuna etkisinin incelenmesi için farklı yükleme şartları ve çevrim sayılarında test edilmiştir. Daha sonra seramik termal bariyer kaplamanın aynı şartlar altında hasar oluşumuna etkisinin incelenmesi için diğer numunelerden farklı olarak sadece bağ kaplamaya sahip bir grup numune test edilmiştir.

Daha önce belirtildiği üzere, bir uçağın uçuş profilinin en uzun bölümünü oluşturan seyir bölümünde genelde yorulma hasarı oluşmamaktadır. Fakat bu süre esnasında, termal bariyer kaplama sisteminde yüksek sıcaklıkta geçen zamana bağlı hasar parametreleri önemli bir rol oynamaktadır. Bu parametrelerin de düşük çevrimli yorulma hasarına etkisini göz önünde bulundurabilmek için, bir grup numuneye izotermal LCF testleri öncesi ısıtma işlemi uygulanmıştır.

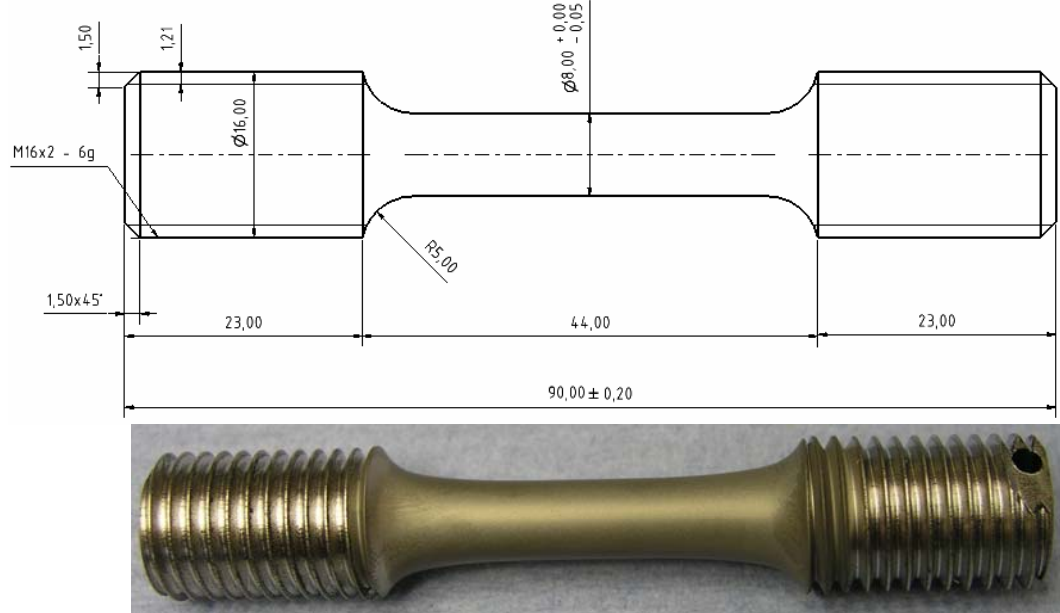
Deney numunelerinde oluşan hasarlar, mekanik gerilme, çevrim sayısı, termal bariyer kaplama etkisi ve yüksek sıcaklıkta geçen zaman açısından incelenmiştir. Numunelerin makro ve mikroyapılarındaki değişiklikler; taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji saçınımlı x ışını analizi (EDX) , x ışını difraksiyonu (XRD), optik mikroskop (OM) ve kızıl ötesi görüntüleme (IR) gibi çeşitli karakterizasyon teknikleri kullanılarak ve literatürdeki daha önce yapılan çalışmalarla karşılaştırılarak açıklanmıştır.

## 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışma, yönlü katılaştırılmış nikel bazlı bir süperalaşım olan Inconel 100 (IN 100 DS) üzerine uygulanan, seramik termal bariyer kaplama ve metalik bağ kaplamaya sahip bir TBC sisteminin yüksek sıcaklıkta düşük çevrimli yorulma (HT-LCF) özellikleri üzerine yapılan bir çalışmadır. Araştırmanın ilgi alanı süperalaşım altlıktan ziyade TBC sistemindeki hasardır. Çünkü servis esnasında TBC sistemi, üzerine uygulandığı kanatçıktan daha önce hasarlanmaktadır.

### 2.1. Kullanılan Malzemeler ve Numune Hazırlama

[100] yönünde katılaştırılmış kristallere sahip 24 mm uzunluğunda, yönlü katılaştırılmış nikel bazlı bir süper alaşım olan Inconel 100 (IN 100 DS)'den imal edilmiş çubuklar, bilgisayar kontrollü bir torna tezgahında işlenerek 8 mm çapa ve 90 mm uzunluğa sahip silindirik 15 adet LCF numunesi (A01-A15) hazırlanmıştır. Şekil 2.1'de numunenin ölçülerini gösteren bir teknik resim ve kaplama öncesi numuneye ait bir fotoğraf görülmektedir.



Şekil 2.1. Numunenin teknik resmi ve kaplama öncesi görüntüsü

Daha sonra numune yüzeyleri ultrasonik temizleme yöntemi ile temizlenerek yaklaşık 120 µm kalınlığında bir NiCoCrAlY bağ kaplama ile

kaplanmıştır. Kaplama işleminden sonra bağ kaplama bilye ile dövme (shot peening) yöntemiyle yoğunlaştırılmıştır. Daha sonra 1080°C’de 4 saat boyunca vakum altında ısıtılarak uygulanarak yoğunlaştırma işlemi sonrasında oluşan gerilmeler giderilmiş ve bozulan mikroyapının yeniden kristalleşmesi sağlanmıştır. Bu işlemten sonra; yaklaşık 200 µm kalınlığında, ağırlık olarak %7 itriyum ile kısmen kararlı hale getirilmiş zirkonyum oksit (7 wt % YPSZ) içeren seramik üst kaplama (termal bariyer kaplama), bir vakum odasında yaklaşık 10<sup>-2</sup> mbar’lık bir oksijen basıncı altında ve 1000°C sıcaklıkta çöktürülmüştür. Kaplama işlemi sonrasında numune hızlı bir şekilde (ilk dakikada yaklaşık 400 K) soğutulmuştur. Her iki tabaka da EB-PVD tekniği kullanılarak hazırlanmıştır. Şekil 2.2’de kaplanmış bir numune görülmektedir.

Çizelge 2.1’de deney numunelerinde kullanılan malzemelerin kimyasal bileşimleri % atom cinsinden verilmiştir. Çizelge 2.2’de kullanılan TBC sistemini oluşturan malzemelere ait termal genleşme katsayısı (CTE), termal iletkenlik ( $\lambda$ ), yoğunluk ( $\rho$ ), ısı kapasitesi ( $c_p$ ), elastisite modülü (E) ve Poisson oranı ( $\nu$ ) listelenmiştir. Numunelerin kaplama uygulama şartlarında (1000°C homojen sıcaklık) herhangi bir gerilmeye maruz kalmadığı ve oda sıcaklığı (OS) ile 1000°C arasındaki sıcaklık bağımlılığının lineer olduğu varsayılmıştır.



Şekil 2.2. Kaplanmış bir numune

Çizelge 2.1. Deney numunelerinde kullanılan malzemelerin kimyasal bileşimi (% atom)

	Ni	Co	Cr	Al	Ti	Mo	V	Zr	Y	O
<b>Altık</b>	55	15	9	14	5	1	1			
<b>BC</b>	45	16	12	25						
<b>TBC</b>								23	3	74

**Çizelge 2.2.** TBC sisteminin fiziksel özellikleri [137]

	<b>Altlık</b> OS → 1000 °C	<b>Bağ Kaplama</b> OS → 1000 °C	<b>TGO</b> OS → 1000 °C	<b>TBC</b> OS → 1000 °C
CTE [ $10^{-6}$ 1/K]	11,5 → 18,8	8,6 → 16,6	6 → 8,7	9 → 11,5
$\lambda$ [W/mK]	15 → 30	8,7 → 27,5	23 → 5	1,88 → 1,60
$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	7,75 → 7,29	7,80 → 7,43	4	5,00 → 4,84
$c_p$ [J/kg K]	400 → 580	390 → 700	769 → 1261	500 → 630
E izotropik [GPa]	215 → 148	140 → 70	360 → 320	13 → 16
E SD* [GPa]	120 → 80			
$\nu$	0,3	0,322 → 0,351	0,24	0,22 → 0,28

\*SD = katılaşma yönü

Test edilen numunelerin mikroyapısal incelemelerini yapmak üzere, ilk önce 23 mm uzunluğunda bir numune 0,5 mm çaplı elmas bir tele sahip otomatik kesme makinesiyle kesilmiş, daha sonra aynı makine ile boylamasına eksen üzerinde kesit alınmıştır. Kesiti hazırlanan numune daha sonra iletken parçacıklar içeren fenolik bir toz bileşik kullanılarak 180°C sıcaklık ve 30 kN kuvvet altında sıcak preslenerek kalıplanmıştır.

Optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılacak incelemeler için ilk önce numune kesiti sırasıyla 400, 800, 1200, 2500 ve 4000'lik silisyum karbür zımpara kağıtlarıyla zımparalanmış, daha sonra 3  $\mu$ m çapa sahip elmas parçacıklar içeren bir sprey ve en sonunda da 0,3  $\mu$ m çapa sahip alüminyum oksit parçacıkları içeren bir solüsyon kullanılarak parlatılmıştır.

Bazı numuneler 5/6 hidroklorik asit ve 1/6 nitrik asit solüsyonu (bire bir oranda su ile seyreltilmiş) ile kimyasal olarak dağlanmış. Numuneler optik mikroskopta incelendikten sonra elektriksel iletkenlik sağlamak amacıyla bir altın-paladyum alaşımı ile kaplanarak SEM incelemeleri için hazırlanmıştır.

X ışını difraktometresi için numune hazırlanırken, test edilmiş bir LCF numunesinden boylamasına eksen üzerinde 23 mm uzunluğunda bir kesit alınmış ve daha sonra aynı numune preslenerek seramik tabakanın pullanarak kakması sağlanmıştır. Kalkan seramik tabakaları toz haline getirilerek incelenmiştir.

## 2.2. Kullanılan Cihazlar

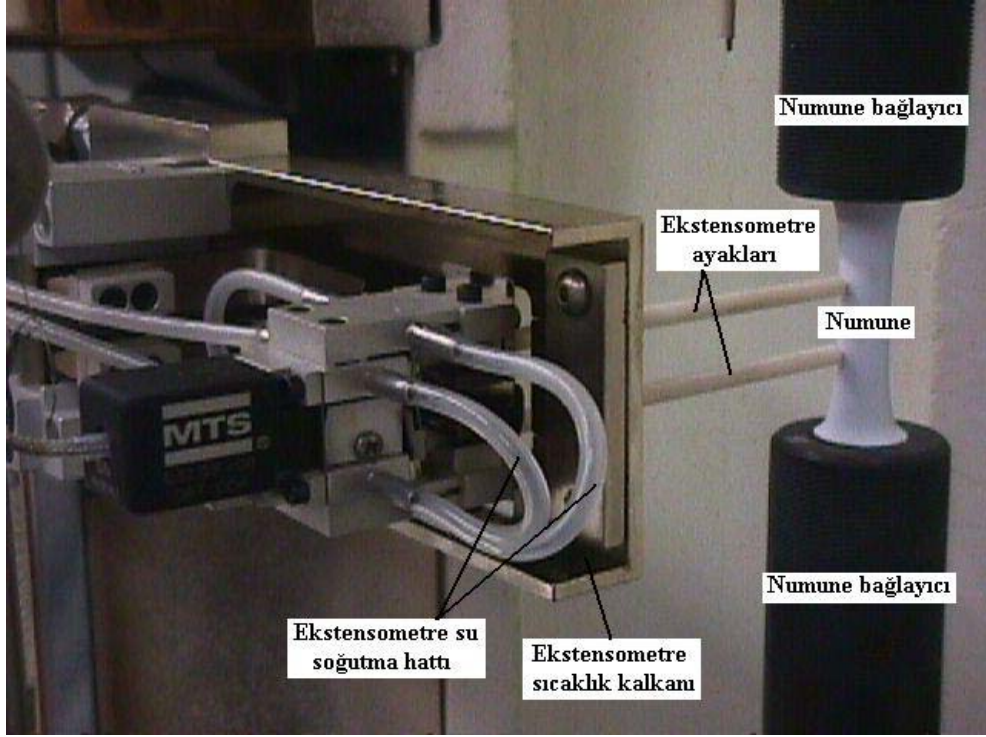
Çekme deneyleri ve uzama (strain) kontrollü HT-LCF (Yüksek Sıcaklıkta Düşük Çevrimli Yorulma) deneyleri bilgisayar kontrollü bir servo hidrolik deney cihazında (Instron 8800) gerçekleştirilmiştir. Uzama, 12 mm ölçüm aralığına sahip bir MTS yüksek sıcaklık ekstensometresi ile ölçülmüştür.

Numuneyi deney sıcaklığına ısıtmak için bir Instron SFL üç bölgeli fırın ve fırın sıcaklığını kontrol etmek için de bir Eurotherm 2704 sıcaklık kontrolörü kullanılmıştır. Numune yüzeyindeki sıcaklık 0,35 mm çapında S tipi bir termo eleman ve analog bir ölçüm cihazı ile ölçülerek kaydedilmiştir. Termo elemanın pozitif kutbu Pt ve %10 Rh alaşımı, negatif kutbu ise saf Pt'dir. Bu tür bir termo elemanla 1600°C'ye kadar olan sıcaklıklar güvenilir bir şekilde ölçülebilmektedir [138].

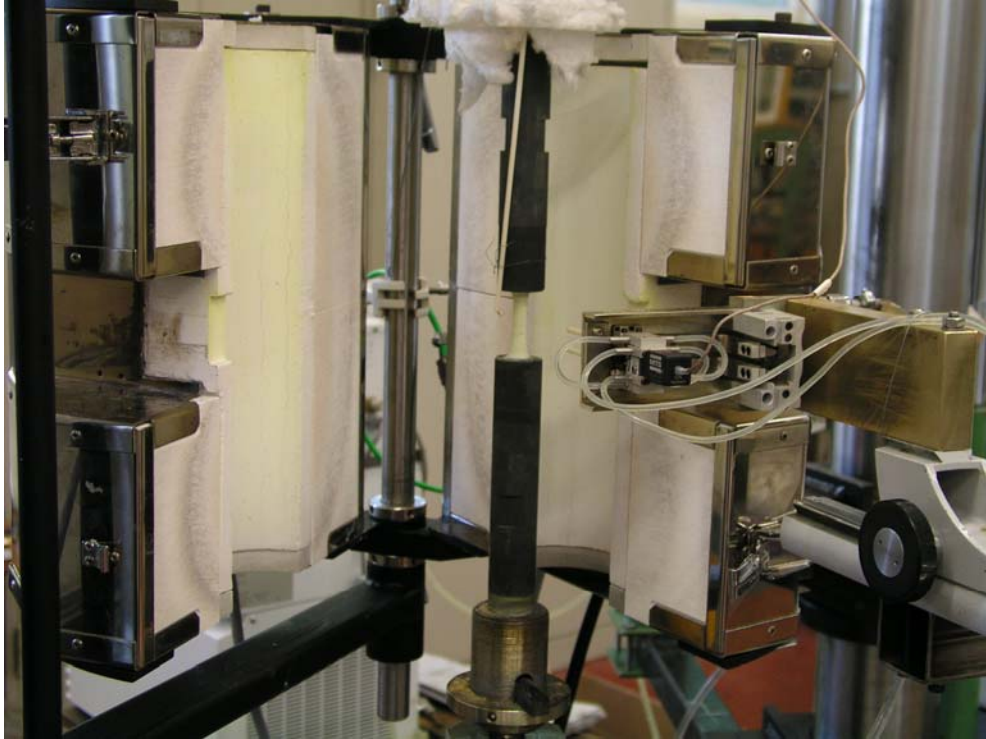
Ekstensometrenin numuneye takılmış hali Şekil 2.3'de, deney düzeneğinin genel görünümü fırın kapakları açık halde Şekil 2.4'de ve fırın kapakları kapalı halde Şekil 2.5'de görülmektedir.

Numunelerin mikroyapısı Leica Wild M8 model stereo optik mikroskop, LEO Gemini taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Siemens Aktiengesellschaft D5000 x ışını difraktometresi (XRD) ile incelenmiştir. Enerji saçınımlı x ışını element analizleri (EDX), SEM cihazına bağlanmış bir Oxford spektrometresi (Oxford Instruments, High Wycombe, UK) ile gerçekleştirilmiştir.

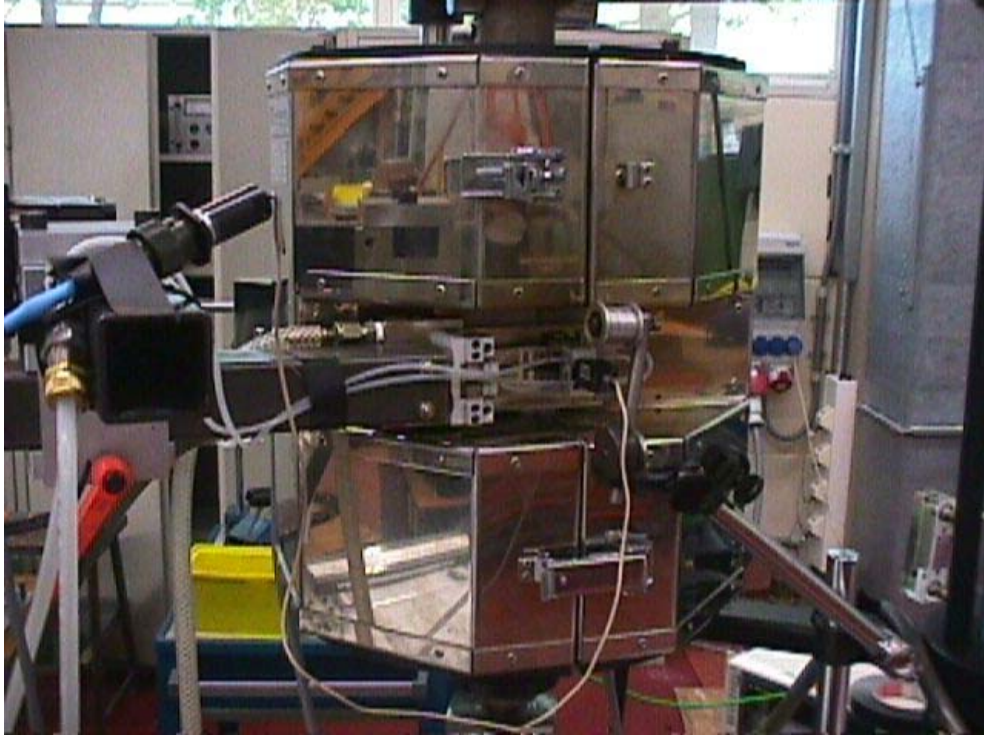
Sertlik ölçümleri SURFACE adlı nanometroloji çalışmaları yapan özel bir enstitüye yaptırılmıştır. Sertlik ölçümlerinde Berkovich elmas sert uç ile Nanoindenter XP (MTS) cihazı kullanılmıştır.



Şekil 2.3. Ekstensometrenin numuneye takılmış hali



Şekil 2.4. Fırın kapakları açık halde deney düzeneği



**Şekil 2.5.** Fırın kapakları kapalı halde deney düzeneği

### **2.3. Yapılan Deneyler**

Bu bölümde yapılan çekme-basma deneyleri, ısıl işlem, LCF deneyleri, mikroyapısal incelemeler ve sertlik deneyleri verilmiştir.

#### **2.3.1. Çekme-basma deneyleri**

Ekstensometrenin kalibre edilmesi ve çekme ve basma yükleri altında ekstensometre ayaklarının numune üzerinde kaymadığından emin olmak için oda sıcaklığında ve  $950^{\circ}\text{C}$ 'de çekme-basma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Çekme deneyleri boyunca servo hidrolik deney cihazı tarafından ölçülen kuvvet değerleri ile ekstensometre tarafından ölçülen uzama değerleri numunelerin elastisite modülleri hesaplanmıştır.

#### **2.3.2. Isıl işlem**

Uçağın seyir safhasında (genelde gaz kolu sabittir ve yorulma hasarı oluşmamaktadır) geçirdiği zamanı hesaba katmak iki numuneye LCF deneylerinden önce ısıl işlem uygulanmıştır. Isıl işlem numunenin  $1000^{\circ}\text{C}$ 'de 24

saat tutulması, oda sıcaklığına doğal soğuma ve tekrar 1000°C'ye ısıtma şeklinde gerçekleştirilmiştir. 1000°C'de geçen zaman numunelerden birisi için 250 saat, diğer için 500 saattir.

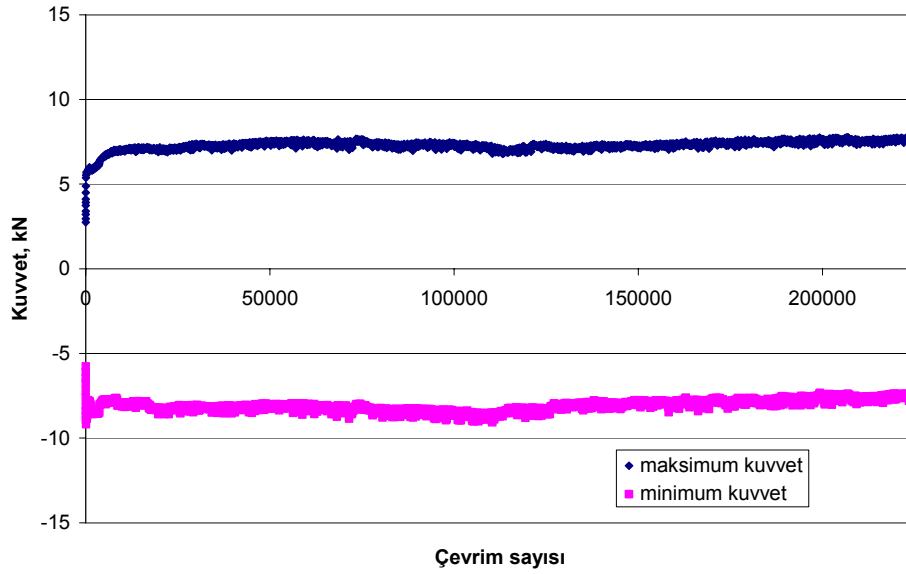
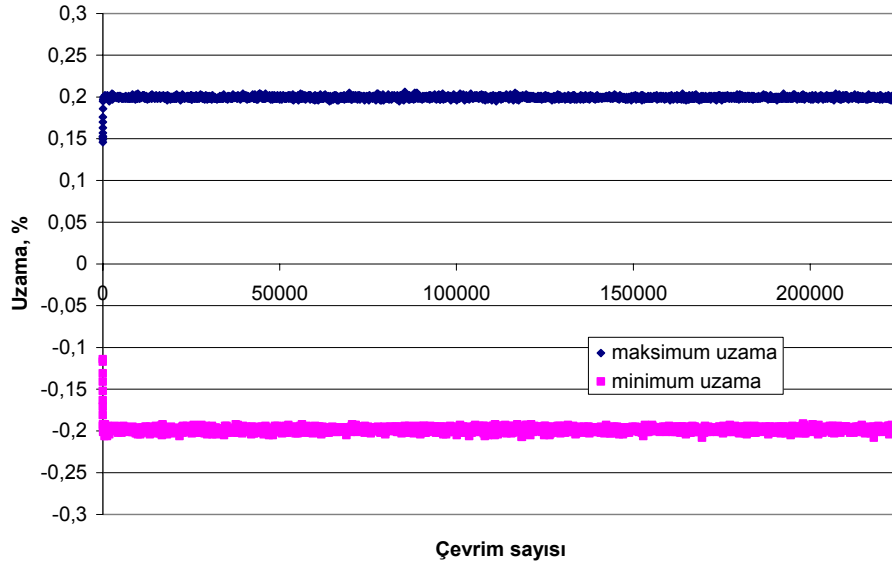
### 2.3.3. LCF deneyleri

Uzama (strain) kontrollü yüksek sıcaklıkta düşük çevrimli yorulma (LCF) deneyleri bilgisayar kontrollü bir servo hidrolik deney cihazında gerçekleştirilmiştir. Numuneye uygulanan maksimum ve minimum uzama değerlerinin, çok kısa bir sürede numunenin kırılmasına neden olacak şekilde yüksek gerilmeler oluşturmaması gerekmektedir. Çünkü servis esnasında, kaplama tabakası uygulandığı türbin kanatçığından önce hasarlanmaktadır. Bu nedenle uzama değerleri, %+0,35 ve %-0,35 arasında seçilmiştir.

Deney sıcaklığı 950°C'dir. Deney sıcaklığının, kaplama sıcaklığı olan 1000°C'ye yakın bir değer seçilmesi ve ısıtma işleminin yavaş (yaklaşık 2 saat) olması sayesinde numuneler üzerinde deney sıcaklığında çok düşük bir miktarda kalıntı gerilme olduğu düşünülmektedir. Ayrıca bağ kaplamanın oksitlenme direncinin artan sıcaklıkla birlikte azalması deney sıcaklığının 950°C olarak seçilmesine neden olmuştur.

LCF deneyleri üçgen dalga formunda 1 Hz frekansta gerçekleştirilmiştir. Daha yüksek frekanslar kullanıldığında deney süresi azaltılabilecektir. Fakat servo hidrolik deney makinelerinin frekanslarının sınırlı olması, yüksek frekansla birlikte önem kazanan deney sisteminin mekanik eylemsizliği ve yüksek sıcaklıkta geçen zamanın malzeme mikroyapısında önemli değişikliklere neden olamayacak kadar kısılması ve bu yüzden deneylerin gerçek servis şartlarından biraz daha uzaklaşması gibi nedenlerle deneyler 1 Hz frekansta gerçekleştirilmiştir.

LCF deneyleri bilgisayar kontrollü bir servo hidrolik deney cihazında ve uzama kontrolü altında yapılmıştır. SAX isimli bir Instron yazılımı üçgen dalga formunu ve 1 Hz'lik frekansı sağlamak için kullanılmıştır. Her deney esnasında uzama, kuvvet ve servo hidrolik silindirin deplasmanı her 100 çevrimde ve kuvvet genliğinde %5'i aşan değişimlerde otomatik olarak kaydedilmiştir. Şekil 2.6'da örnek bir uzama-çevrim sayısı ve kuvvet-çevrim sayısı grafiği verilmiştir.



Şekil 2.6. Uzama ve kuvvet değerlerinin çevrim sayısı ile değişimi

### 2.3.4. Mikroyapısal incelemeler

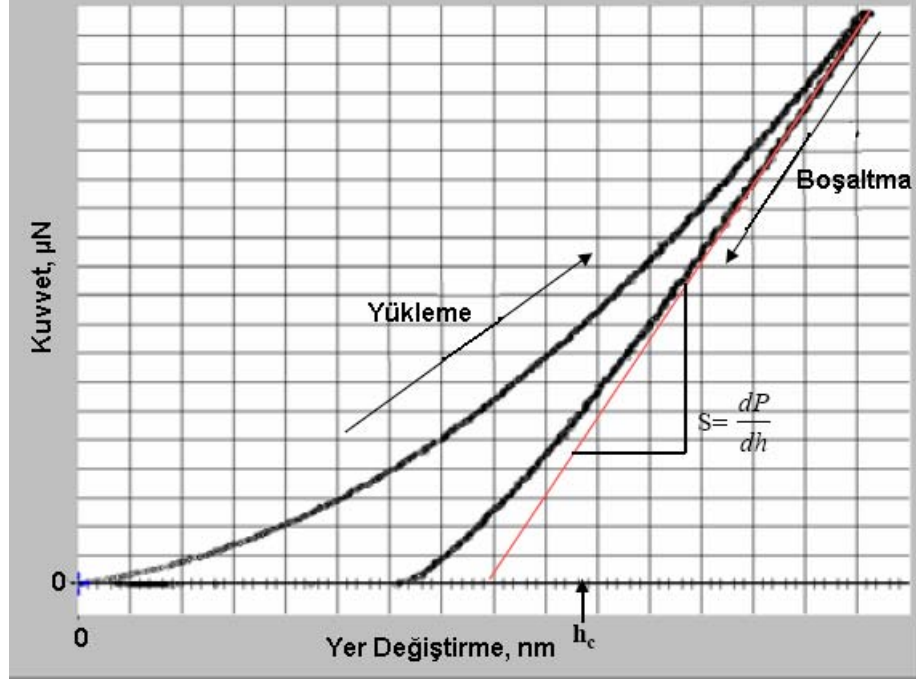
LCF deneylerinden sonra numunelerin yüzeylerinde ve içinde oluşan makro ve mikroyapısal değişimler optik mikroskop ve SEM ile incelenmiştir. SEM incelemelerinde, yüzeyleri parlatıldıktan sonra dağlanmış numuneler için 10 kV, diğer numuneler için 5kV, EDX analizleri için 15 kV'luk voltaj uygulanmıştır. Tüm SEM görüntüleri ikincil elektron (SE) detektörü ile alınmıştır.

Numunelerin termal bariyer kaplama, bağ kaplama, termal büyüyen oksit tabakalarıyla altlıklarının kimyasal bileşimlerinde LCF deneyleri esnasında maruz kalınan yüksek sıcaklıklardan dolayı oluşan değişiklikleri incelemek için EDX analizleri yapılmıştır. Ayrıca termal bariyer kaplama tabakası, herhangi bir faz değişikliği olup olmadığını saptamak amacıyla  $CuK_{\alpha}$  radyasyonu kullanılarak X ışını difraktometresi (XRD) ile incelenmiştir.

LCF deneyleri sonrasında, numunelerde termal bariyer kaplama tabakası ile bağ kaplamanın birbirinden ayrılıp ayrılmadığını incelemek için numunelerin yüzeyi kızıl ötesi kamera ile incelenmiştir.

### 2.3.5. Sertlik deneyleri

Sertlik deneyleri SURFACE adlı nanometroloji çalışmaları yapan özel bir enstitüye yaptırılmıştır. Nanoindentör, hem sertlik hem de kazıma (scratch) deneylerinde kullanılabilen yüksek çözünürlüklü bir nano mekanik test cihazıdır. Atomik kuvvet mikroskobuna benzer şekilde anlık (in situ) görüntüler alabilmektedir. Cihaz sertlik modunda kuvvet kontrolü altında çalışmakta ve aynı zamanda yer değiştirmeyi de ölçmektedir. Sert uç numuneye batırılmakta ve daha sonra uygulanan kuvvetin azaltılmasıyla geri çekilmektedir. Uygulanan kuvvet ( $F$ ) ve malzeme içine penetrasyon derinliği ( $h$ ) sürekli gözlenmektedir. Daha sonra toplanan verilerden bir kuvvet-derinlik eğrisi oluşturulabilir. Şekil 2.7’de örnek bir kuvvet-derinlik eğrisi verilmiştir. Burada kuvvet sabit bir hızla maksimum değerine kadar arttırılmış (yükleme), bu değerde belirli bir süre kalmış ve daha sonra yüklem hızı ile aynı hızda sıfıra indirilmiştir (boşaltma). Numunenin sertliği ( $H$ ) ve indirgenmiş elastisite modülü ( $E_r$ ) bu eğri yardımıyla hesaplanabilmektedir [139].



Şekil 2.7. Kuvvet-derinlik eğrisi örneği [139]

İndirgenmiş elastisite modülü aşağıdaki denklem tarafından tanımlanmaktadır:

$$E_r = S \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}} \quad (2.1)$$

Burada  $S$  boşaltma katılığını (stiffness) ( $dP/dh$ ) ve  $A$  da temas alanını temsil etmektedir. İndirgenmiş modül ile elastisite modülü arasındaki bağıntı aşağıdaki denklemle açıklanabilir:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu_1^2)}{E_1} + \frac{(1 - \nu_2^2)}{E_2} \quad (2.2)$$

Bu denklemde 1 alt indisi sert uç malzemesini, 2 alt indisi de sertliği ölçülen malzemeyi temsil etmektedir ve  $\nu$  de Poisson oranıdır. Elmas bir sert uç için  $E_1$  değeri 1140 GPa ve  $\nu_1$  değeri de 0.007'dir. Bir çok malzeme için Poisson oranı 0 ile 0,5 arasında değişmektedir [139].

Boşaltma katılığı ( $S$ ), boşaltma eğrisinin aşağıdaki denkleme uyarlanmasıyla hesaplanır:

$$P = A(h - h_f)^m \quad (2.3)$$

Burada  $A$ ,  $h_f$  ve  $m$  keyfi sabitlerdir. Denklem (2.3)'ün türevi ise katılığı vermektedir:

$$S = \frac{dP}{dh}(h_{\max}) = mA(h_{\max} - h_f)^{m-1} \quad (2.4)$$

Sertlik, maksimum kuvvetin temas alanına oranı olarak tanımlanmaktadır:

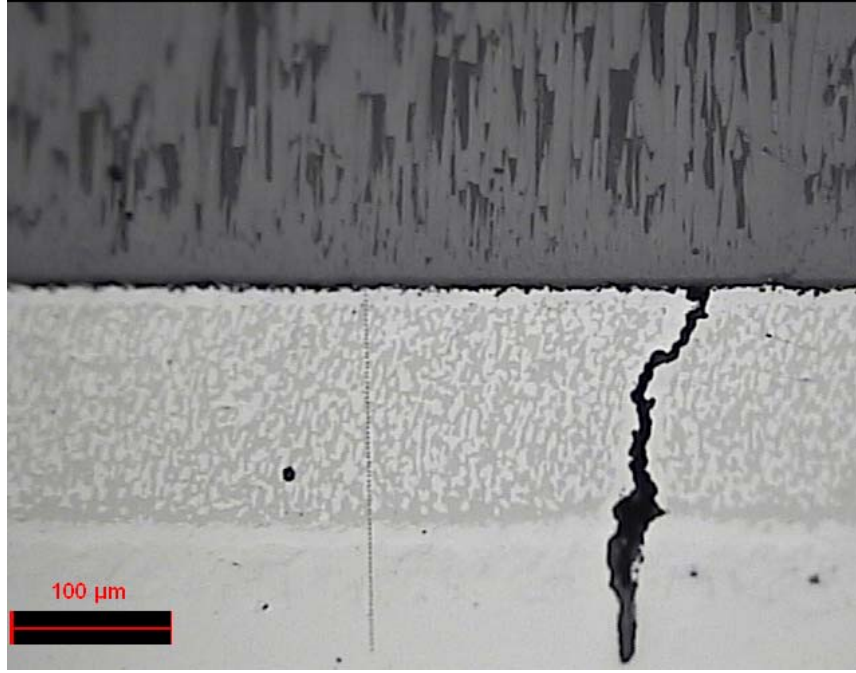
$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (2.5)$$

Temas alanı bir uç kalibrasyonu fonksiyonu olan  $A(h_c)$  fonksiyonu tarafından belirlenir. Burada  $h_c$  temas derinliği aşağıdaki formül yardımıyla saptanmaktadır:

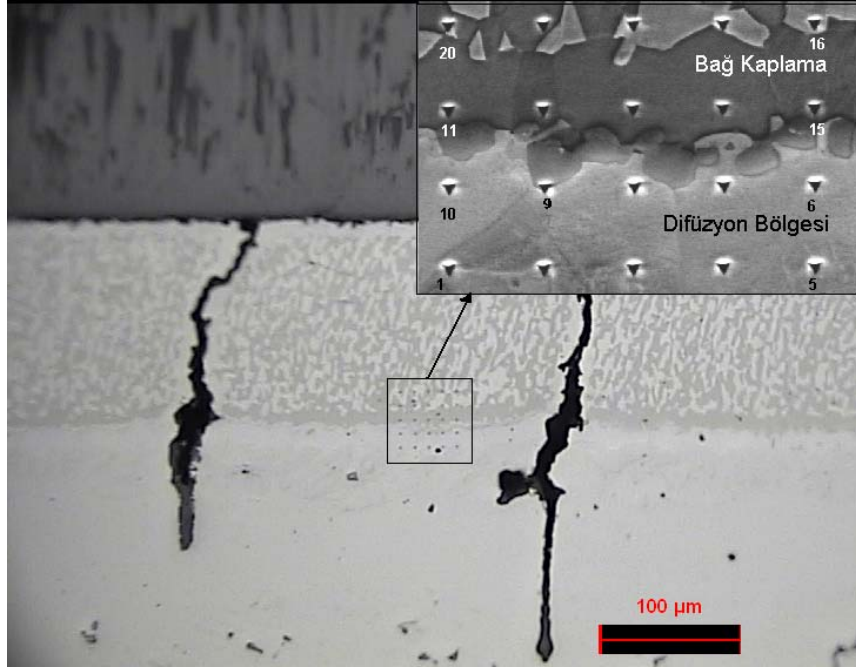
$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (2.6)$$

Kenar etkilerini hesaba katmak için geometrik sabit  $\varepsilon$  0,75 alınarak temas çevresindeki yüzey eğilmesi belirlenmiştir [139].

Sertlik, elmas bir Berkovic uç kullanılarak Indenter XP (MTS) cihazı ile ölçülmüştür. Sertlik izinin derinliği 260 nm ve izler arası mesafe de 3  $\mu\text{m}$ 'dir. Şekil 2.8'de görüldüğü üzere sertlik altlıktan başlayıp seramik termal bariyer kaplama dahil olmak üzere bir hat üzerinde ölçülmüştür. Bunun haricinde difüzyon bölgesi (DZ) ve bağ kaplama üzerinde 5x5 düzeninde ikinci bir sertlik ölçüm seti uygulanmıştır. Sol en alttaki sertlik izi birinci izdir ve sağa doğru ilerlemektedir. Daha sonra bir üst satıra atlamakta ve bu sefer sağdan sola doğru ilerlemektedir (Şekil 2.9).



Şekil 2.8. Altlıktan başlayıp termal bariyer kaplamaya kadar uzanan bir sertlik ölçüm hattı



Şekil 2.9. Bağ kaplama ile difüzyon bölgesinde yapılan sertlik ölçümleri

## 2.4. Deney Sonuçları

Bu bölümde yapılan çekme-basma deneyleri, LCF deneyleri, mikroyapısal incelemeler ve sertlik deneylerinin sonuçları verilmiştir.

### 2.4.1. Çekme-basma deneylerinin sonuçları

Daha önce belirtildiği üzere, çekme deneyleri boyunca servo hidrolik deney cihazı tarafından ölçülen kuvvet değerleri ile ekstensometre tarafından ölçülen uzama değerleri kullanılarak numunelerin elastisite modülleri Hooke Kanunu yardımıyla hesaplanmıştır. LCF numunelerinin 950°C’de hesaplanan elastisite modülü değerleri Çizelge 2.3.’de verilmiştir. Elastisite modülü değerleri arasındaki küçük farkların ölçüm hatalarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

**Çizelge 2.3.** LCF numunelerinin 950°C’de elastisite modülü değerleri

Numune	A01	A02	A03	A04	A05	A06	A07	A08
E, GPa	76	74	79	83	74	74	72	81
Numune	A09	A10	A11	A12	A13	A14	A15	
E, GPa	80	74	83	81	74	70	77	

Ayrıca akma gerilmesinin belirlenmesi için kaplama uygulanmamış üç numuneye, kırılma oluşana kadar çekme deneyi yapılmış ve 950°C’deki akma gerilmesinin yaklaşık 200 MPa olduğu saptanmıştır.

### 2.4.2. LCF deneylerinin sonuçları

Bu bölümde test edilen 15 adet numuneye ait LCF deney sonuçları verilmiştir. Test edilmiş her numune için yükleme şartları, uzama aralığı, çevrim sayısı ve 950 °C’de geçen toplam zaman Çizelge 2.4’de listelenmiştir.

**Çizelge 2.4.** LCF deney listesi

Numune No	Yükleme	Uzama , %		Çevrim Sayısı	950°C'de Geçen Toplam Zaman
		Maks	Min		
A01	çekme-basma	+0,20	-0,20	120000	39 saat
A02	çekme-basma	+0,25	-0,25	225000	79 saat
A03	çekme-çekme	+0,25	+0,10	3107	5 saat
A04	basma-basma	-0,10	-0,25	225000	70 saat
A05	çekme-çekme	+0,25	+0,10	225000	82 saat
A06	basma-basma	-0,02	-0,25	475000	214 saat
A07	çekme-basma	+0,20	-0,20	225000	90 saat
A08	çekme-basma	+0,10	-0,35	225000	64 saat
A09	çekme-basma	+0,35	-0,10	225000	116 saat
A10	çekme-basma	+0,30	-0,20	225000	68 saat
A11 <sup>1</sup>	çekme-basma	+0,25	-0,25	47870	20 saat
A12 <sup>1</sup>	çekme-basma	+0,18	-0,18	200000	63 saat
A13 <sup>1</sup>	çekme-basma	+0,07	-0,28	225000	141 saat
A14 <sup>2</sup>	çekme-basma	+0,25	-0,25	225000	250+90 saat
A15 <sup>3</sup>	çekme-basma	+0,25	-0,25	225000	500+116 saat

1= sadece bağ kaplama uygulanmış numune, 2= 1000°C'de 250 saat yaşlandırılmış numune, 3= 1000°C'de 500 saat yaşlandırılmış numune.

#### **2.4.2.1. A01 numaralı numuneye ait sonuçlar**

Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,65 mm, ve kesit alanı 58,76 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 76,2 GPa'dır. İlk LCF deneyi % 0,20'lik bir uzama genliğinde gerçekleştirilmiştir. Bu değer çekme ve basma yönünde 152,4 MPa (8,95 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

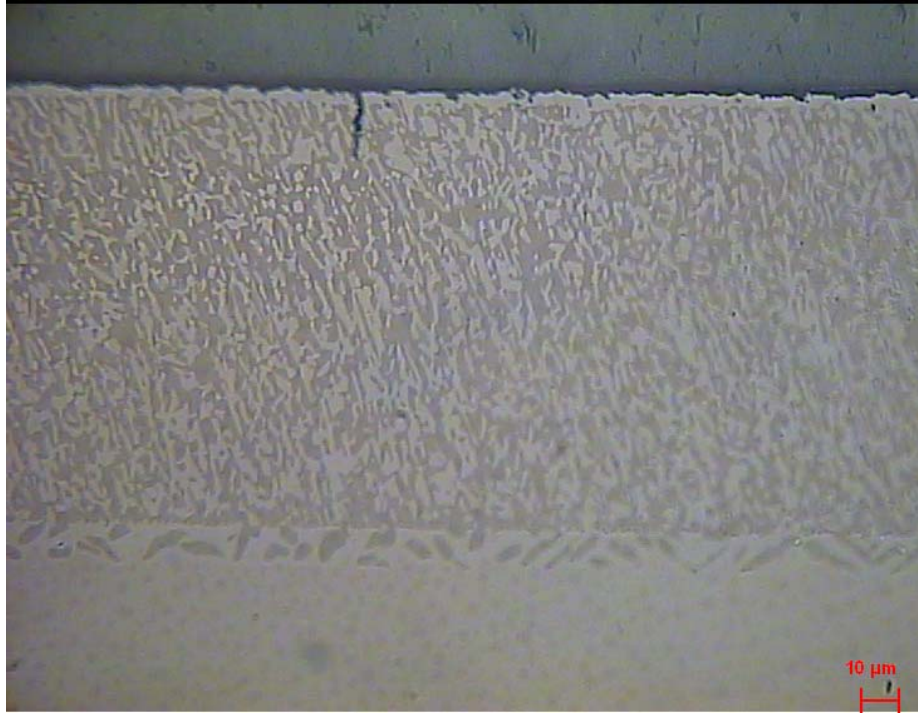
Numune toplam 120000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 39 saattir. Daha sonra yüklem eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve optik mikroskop altında incelenmiştir.

120000 LCF çevrimi sonunda numune yüzeyinde hiçbir hasara rastlanmamıştır (Şekil 2.10). Görülen pullanma, numune bağlayıcıların servo hidrolik deney cihazından sökülmesi esnasında oluşmuştur.

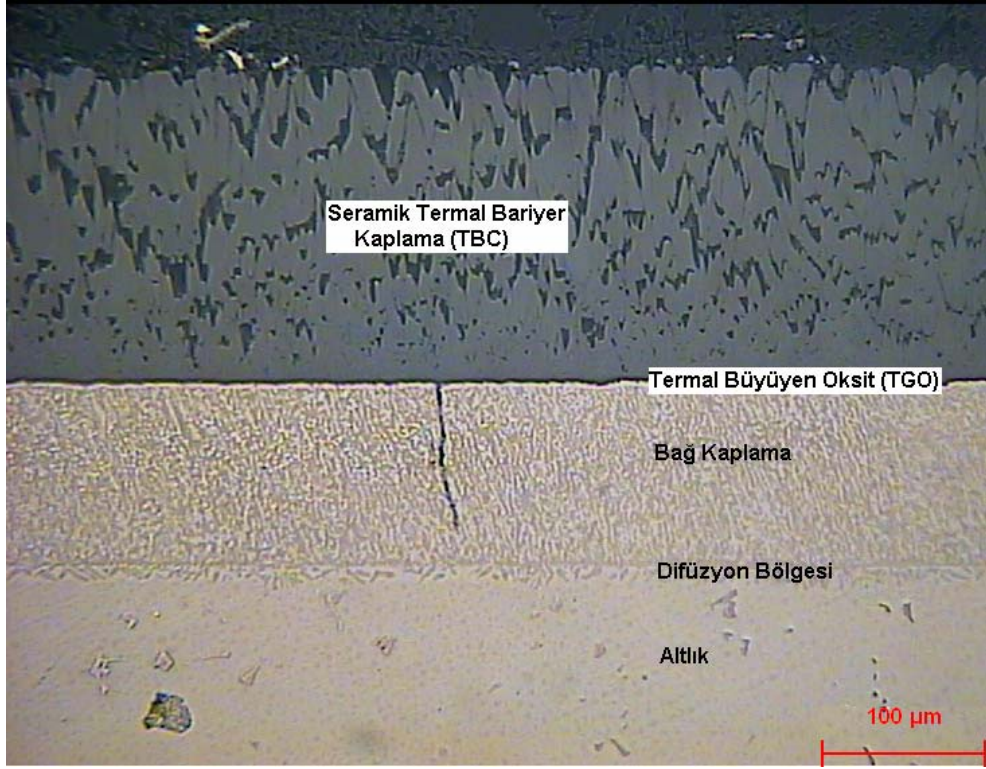


**Şekil 2.10.** 120000 LCF çevrimi sonrası A01 numaralı numunenin görünüşü

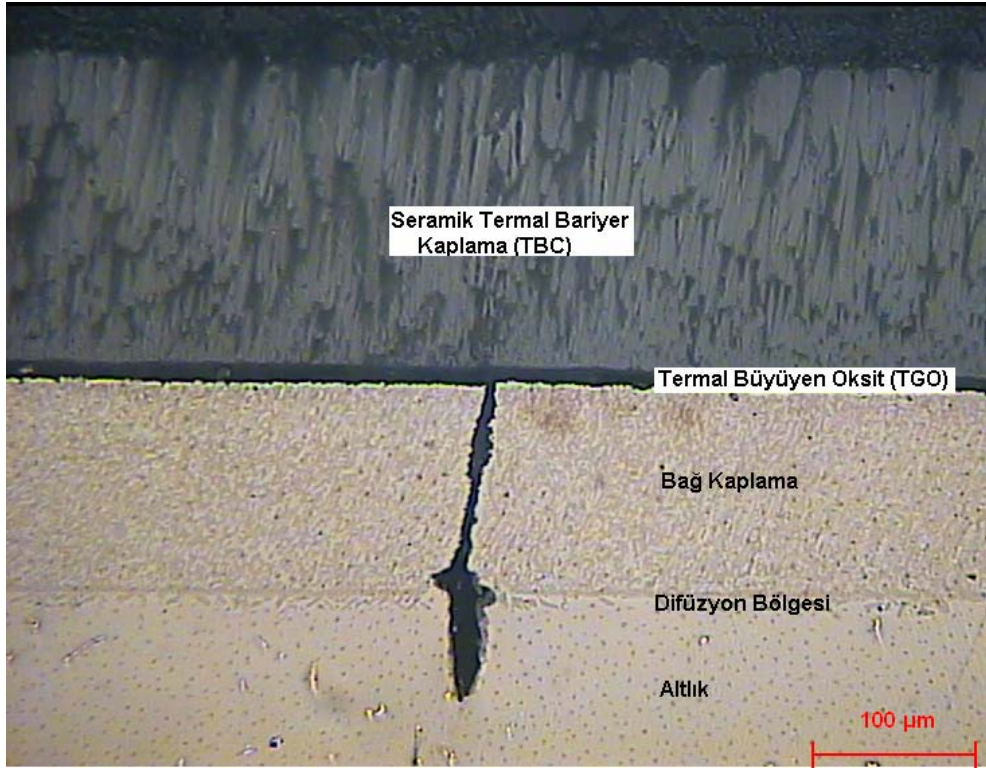
Mikroyapısal incelemelerde, farklı boyutlarda birçok çatlak saptanmıştır. Çatlakların TGO içinde ya da TGO/bağ kaplama ara yüzeyinde başladığı (Şekil 2.11) ve daha sonra bağ kaplama ve hatta altlığa doğru ilerlediği (Şekil 2.12 ve 2.13) düşünülmektedir.



**Şekil 2.11.** A01 numaralı numunede saptanan başlangıç safhasındaki bir çatlak



Şekil 2.12. A01 numaralı numunede saptanan bağ kaplama içinde ilerleyen bir çatlak



Şekil 2.13. A01 numaralı numunede saptanan altlığa kadar ilerlemiş bir çatlak

#### 2.4.2.2. A02 numaralı numuneye ait sonuçlar

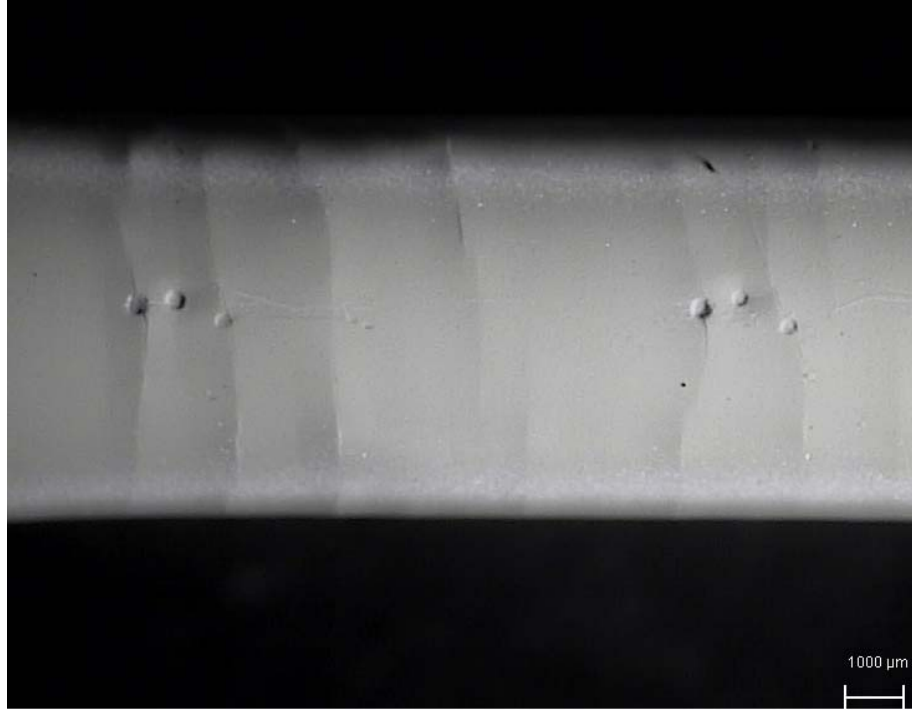
Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,70 mm, ve kesit alanı 59,44 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 74,7 GPa'dır. İkinci LCF deneyi % 0,25'lik bir uzama genliğinde gerçekleştirilmiştir. Bu değer çekme ve basma yönünde 186,7 MPa (11,1 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 79 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve optik mikroskop altında incelenmiştir.

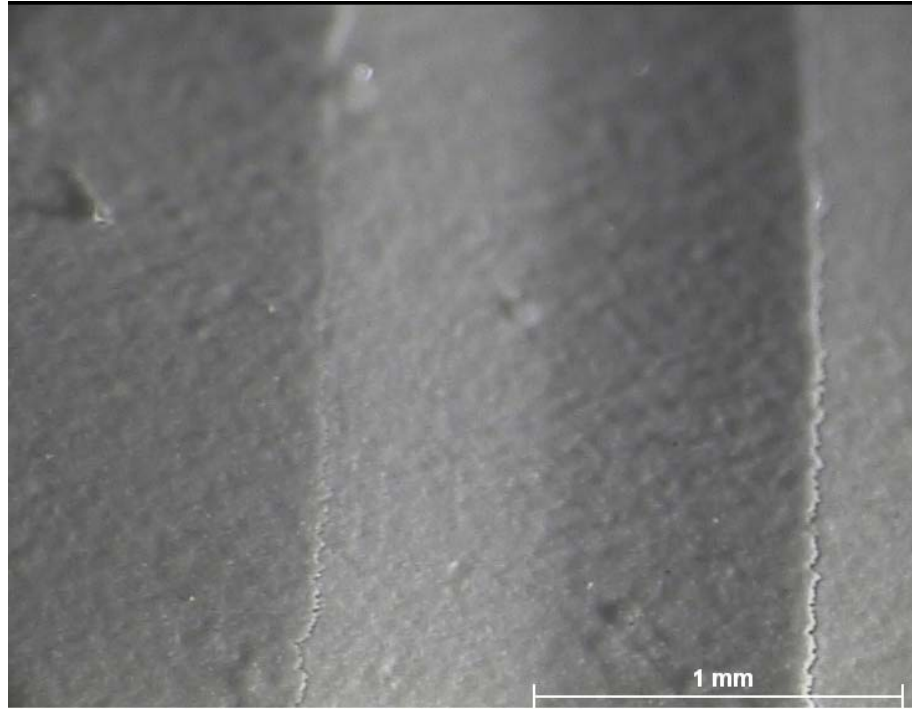
225000 LCF çevrimi sonunda numune yüzeyinde çıplak gözle de görülebilen dalga dalga pürüzlenmeler oluşmuştur (Şekil 2.14 ve 2.15). Ayrıca bu şekillerde ekstensometre ayaklarının seramik yüzey üzerinde bıraktığı izler de görülmektedir. Daha yüksek bir büyütme ile bu dalga şeklindeki pürüzlerin tepesinde ve tam bu pürüzlerin altına denk gelen bölgede seramik kaplama tabakasının altında birçok çatlak gözlenmiştir (Şekil 2.16 ve 2.17).



Şekil 2.14. 225000 LCF çevrimi sonrasında A02 numaralı numunenin yüzeyi



Şekil 2.15. A02 numaralı numune yüzeyinin optik mikroskop altındaki görüntüsü

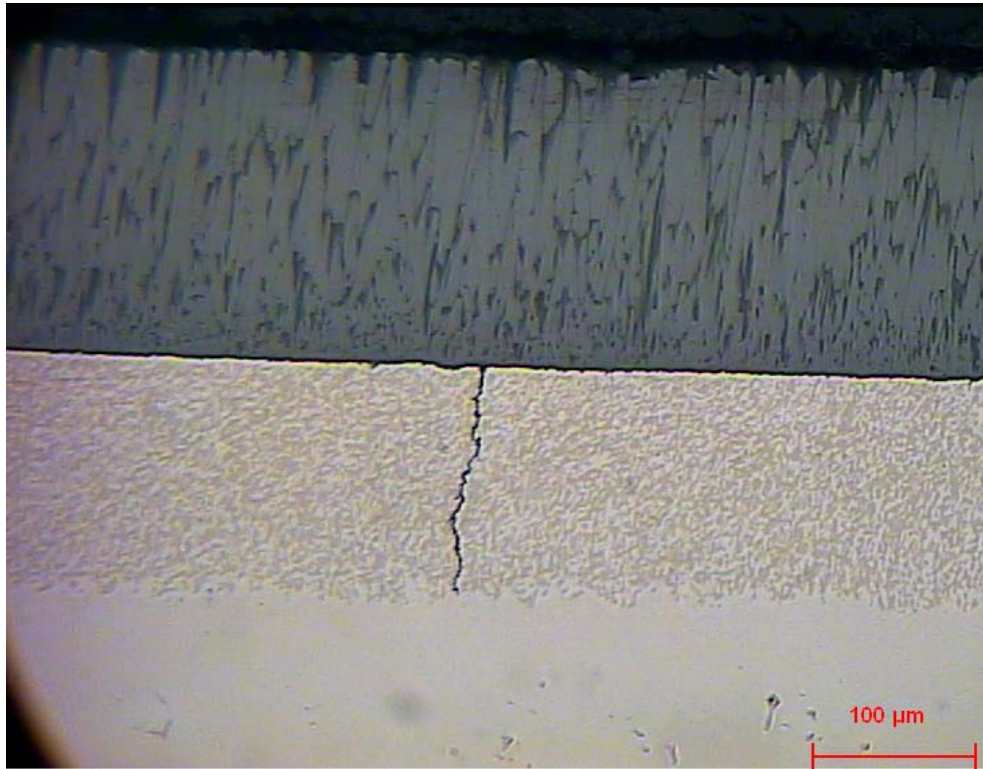


Şekil 2.16. A02 numaralı numunede dalga şeklindeki pürüzlerin tepesindeki çatlaklar

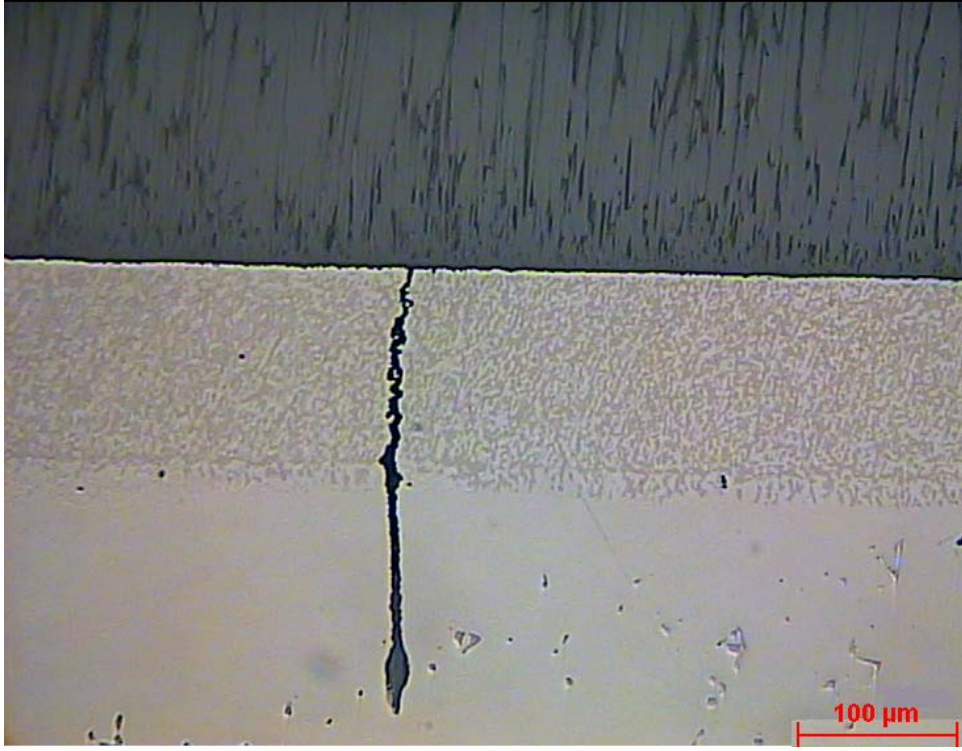
Numunenin kesiti incelendiğinde ilk numunedekine benzer birçok çatlığa rastlanmıştır. Fakat bu sefer çatlak sayısı çok daha fazla ve çatlaklar daha çok oksitlenmiştir. Şekil 2.18-22’de, A01 numaralı numunedekine benzer şekilde bağ kaplama ve altlık içinde çatlak ilerleyen çatlaklara örnekler verilmiştir.



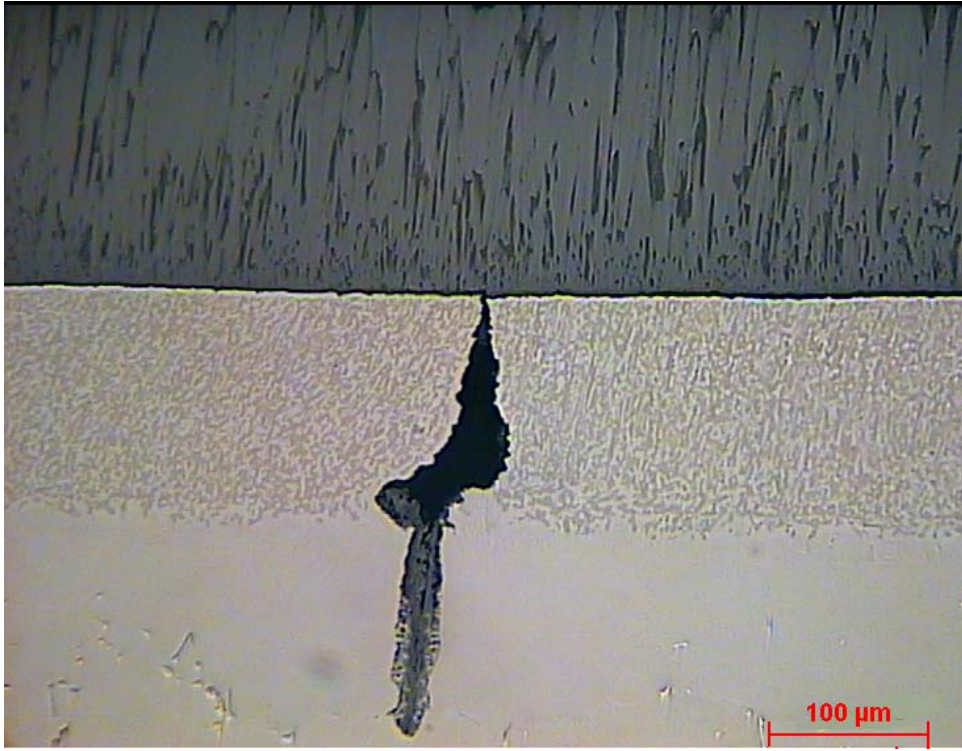
Şekil 2.17. A02 numaralı numunede saptanan seramik kaplamanın altındaki çatlaklar



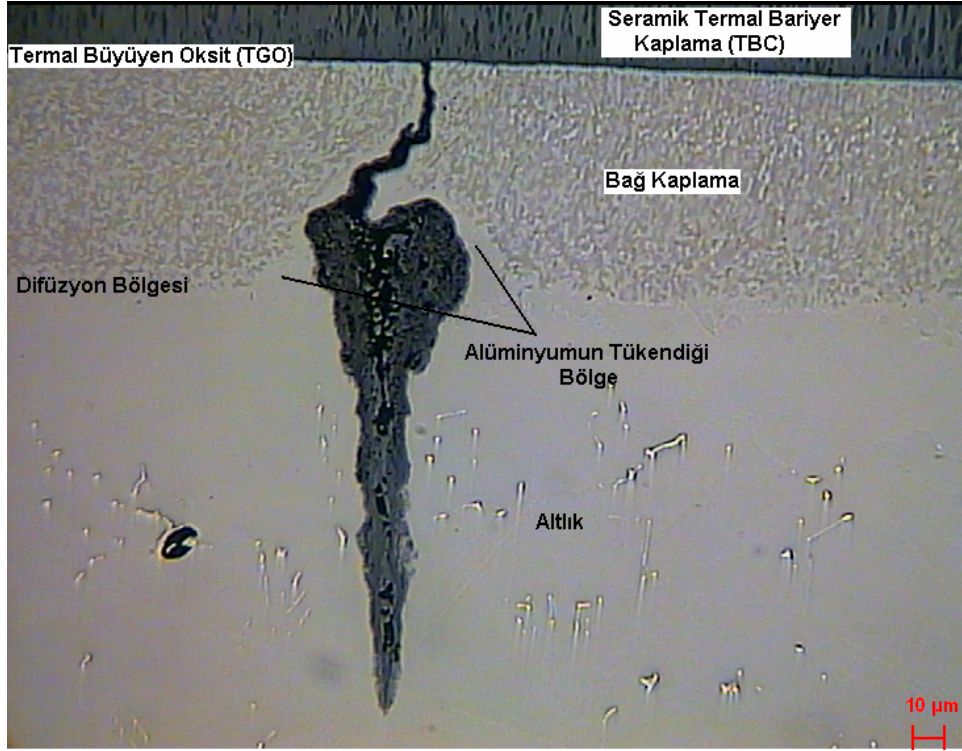
Şekil 2.18. A02 numaralı numunede saptanan bağ kaplama içinde ilerleyen bir çatlak



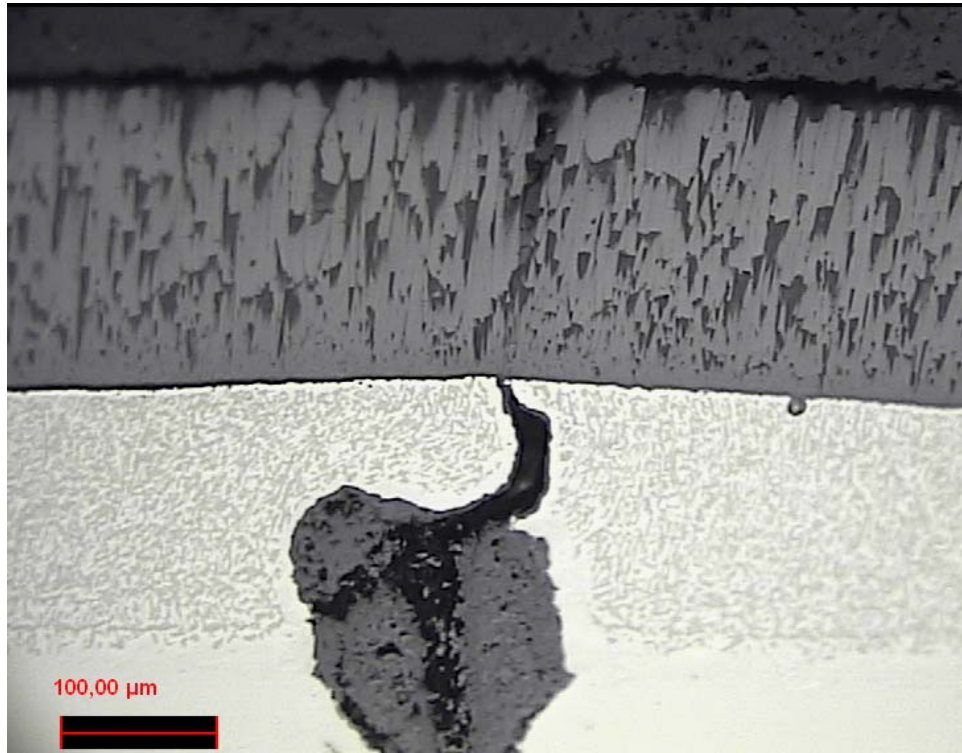
Şekil 2.19. A02 numaralı numunede saptanan bağ kaplamayı aşarak altlığa doğru ilerleyen bir çatlak



Şekil 2.20. A02 numaralı numunede saptanan bağ kaplamayı aşarak altlığa doğru ilerleyen bir diğer çatlak



Şekil 2.21. A02 numaralı numunede saptanan içi oksitlenmiş bir çatlak



Şekil 2.22. A02 numaralı numunede saptanan seramik tabakadaki çatlakın hemen altında ileri safhada oksitlenmiş bir çatlak

#### **2.4.2.3. A03 numaralı numuneye ait sonuçlar**

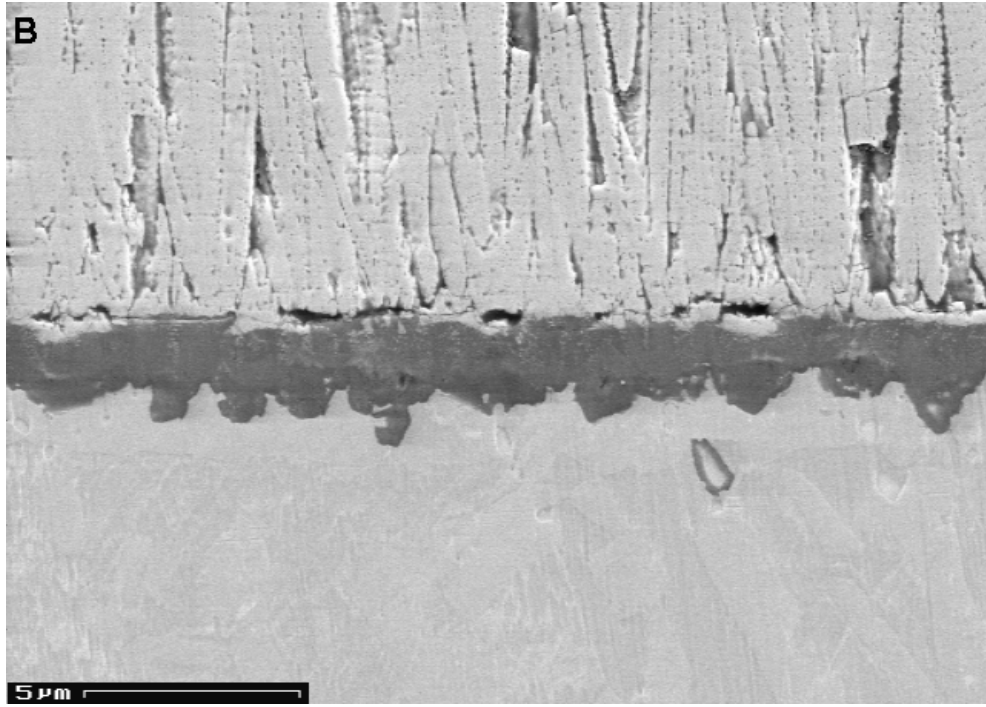
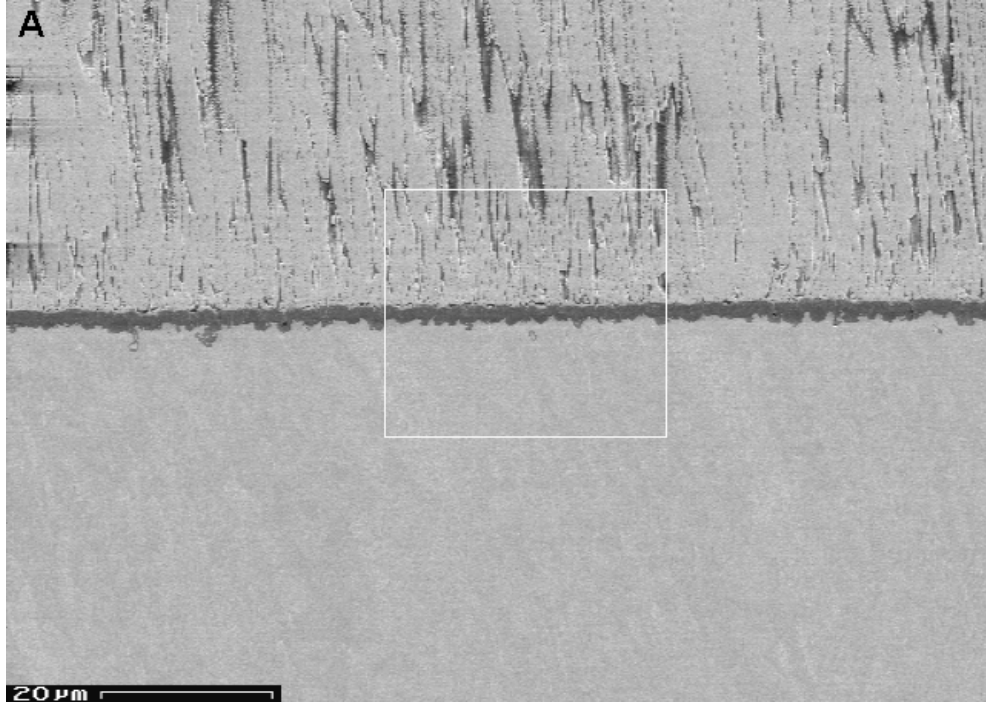
Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,70 mm, ve kesit alanı 59,44 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 79 GPa'dır. Uzama aralığı ve çevrim sayısının artırılmasının sonucu görüldükten sonra mekanik yüklemenin şeklinin etkisi araştırılmak istenmiştir. Bu yüzden üçüncü numune çekme-çekme yükleri altında test edilmiştir. Numune üzerine herhangi bir basma gerilmesi gelmesini önlemek için minimum uzama % 0 yerine % 0,10 olarak ayarlanmıştır. Maksimum uzama değeri ise % 0,25'dir. Bu uzama değerlerine karşılık gelen mekanik gerilmeler ise sırasıyla 79 MPa (4,7 kN) ve 197,5 MPa (11,7 kN)'dir.

Deney 3107 LCF çevrimi sonunda kullanılan deney yazılımı tarafından otomatik olarak durdurulmuştur. 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 5 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve optik mikroskop altında incelenmiştir. Optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu ile yapılan incelemeler sonucunda TBC sisteminde hiçbir çatlığa rastlanmamıştır (Şekil 2.23).

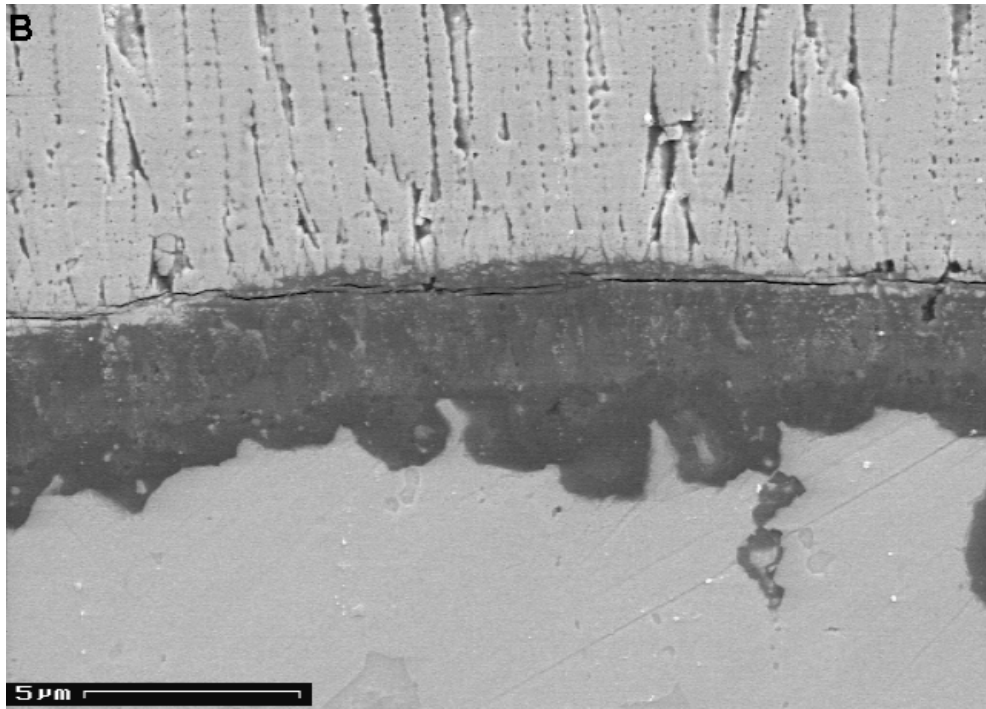
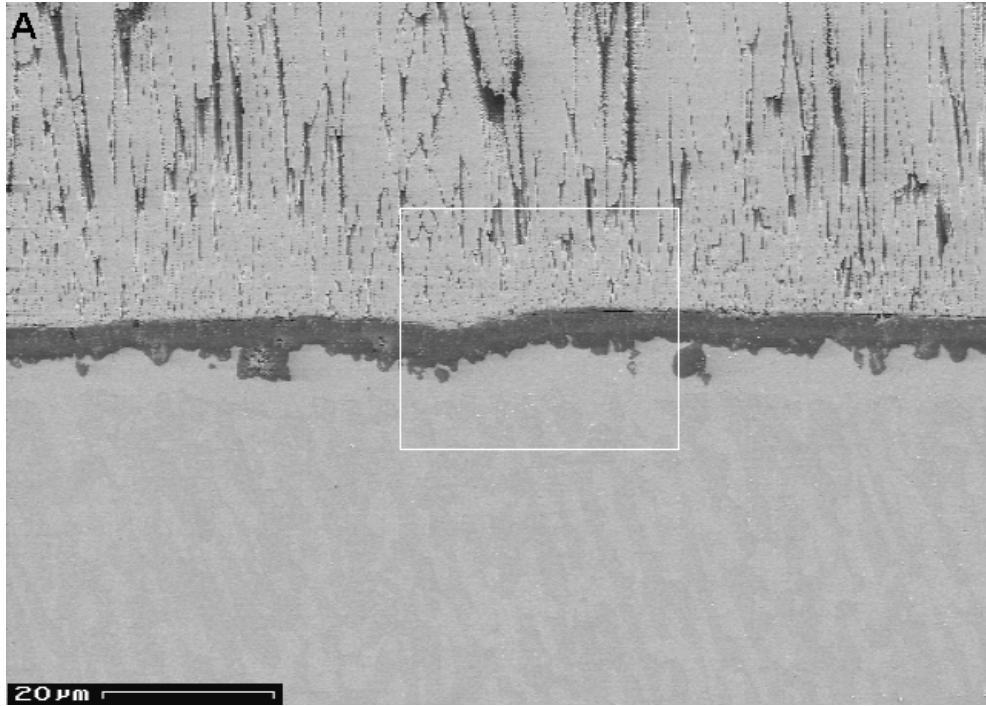
#### **2.4.2.4. A04 numaralı numuneye ait sonuçlar**

Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,70 mm, ve kesit alanı 59,44 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 83 GPa'dır. Mekanik yüklemenin şeklinin etkisini araştırmaya devam etmek için bu numune de basma-basma yükleri altında test edilmiştir. Numune üzerine herhangi bir çekme gerilmesi gelmesini önlemek için maksimum uzama % 0 yerine % -0,10 olarak ayarlanmıştır. Minimum uzama değeri ise % -0,25'dir. Bu uzama değerlerine karşılık gelen mekanik gerilmeler ise basma yönünde sırasıyla 83 MPa (4,9 kN) ve 207,5 MPa (12,3 kN)'dir.

Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 70 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Yapılan incelemeler TBC sisteminde herhangi bir çatlığa rastlanmamıştır (Şekil 2.24).



**Şekil 2.23.** A03 numaralı numunede 3107 LCF çevrimi sonrasında TBC sistemi (a) ve çerçeve içine alınmış bölgenin ayrıntılı görüntüsü (b)



**Şekil 2.24.** A04 numaralı numunede 225000 LCF çevrimi sonrasında TBC sistemi (a) ve çerçeve içine alınmış bölgenin ayrıntılı görüntüsü (b)

#### **2.4.2.5. A05 numaralı numuneye ait sonuçlar**

Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,70 mm, ve kesit alanı 59,44 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 74 GPa'dır. İlk çekme-çekme yükleri altında yapılan deney (A03 numaralı numune) sadece 3107 çevrim sonucunda bilgisayar tarafından otomatik olarak sonlandırıldığından, bu deneyin tekrarlanmasına karar verilmiştir. Numune üzerine herhangi bir basma gerilmesi gelmesini önlemek için minimum uzama % 0 yerine % 0,10 olarak ayarlanmıştır. Maksimum uzama değeri ise % 0,25'dir. Bu uzama değerlerine karşılık gelen mekanik gerilmeler ise sırasıyla 74 MPa (4.4 kN) ve 185 MPa (11 kN)'dir.

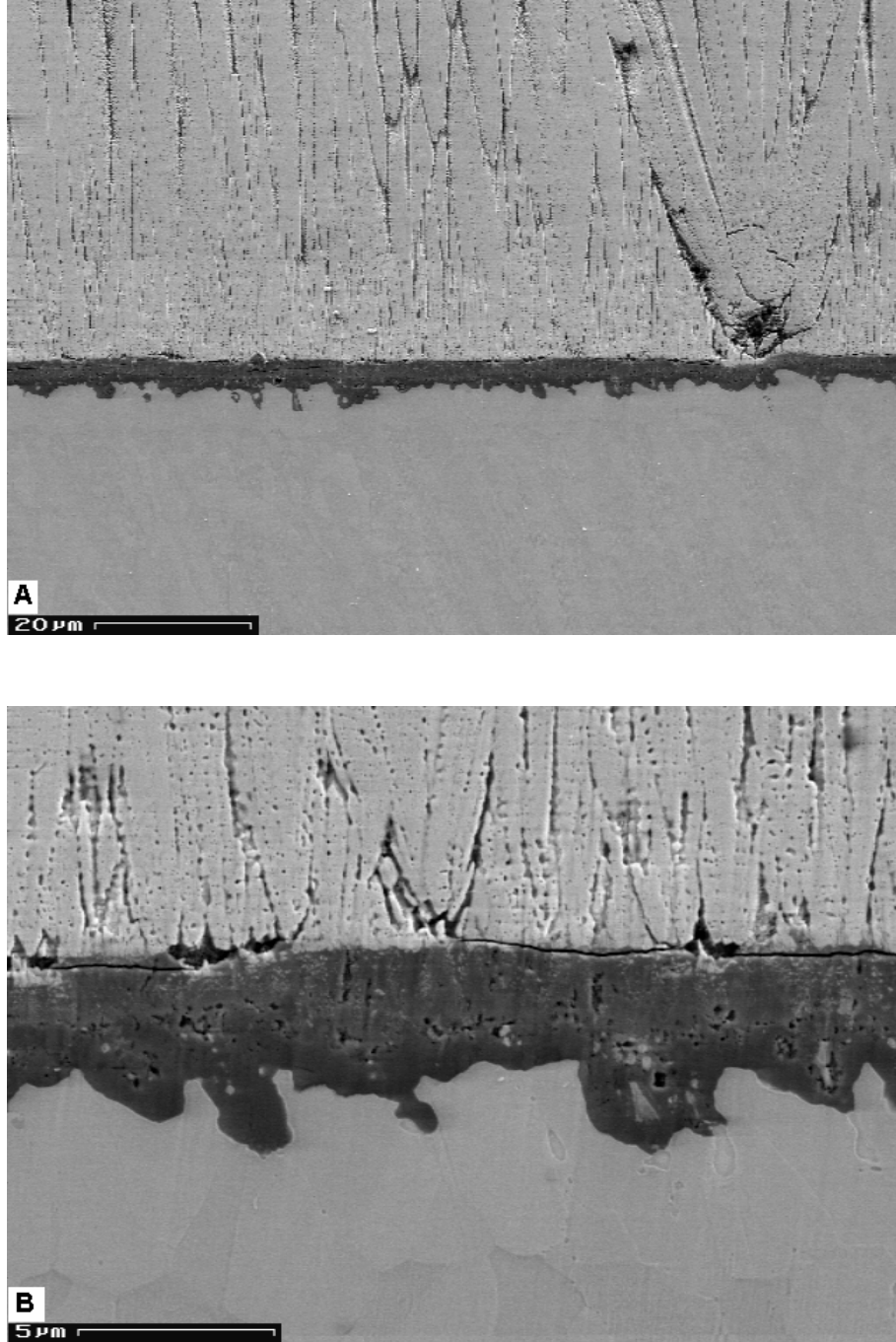
Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 82 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Tıpkı bir önceki çekme-çekme yükleri altında yapılan deneyde (A03 numaralı numune) olduğu gibi TBC sisteminde bir çatlığa rastlanmamıştır (Şekil 2.25).

#### **2.4.2.6. A06 numaralı numuneye ait sonuçlar**

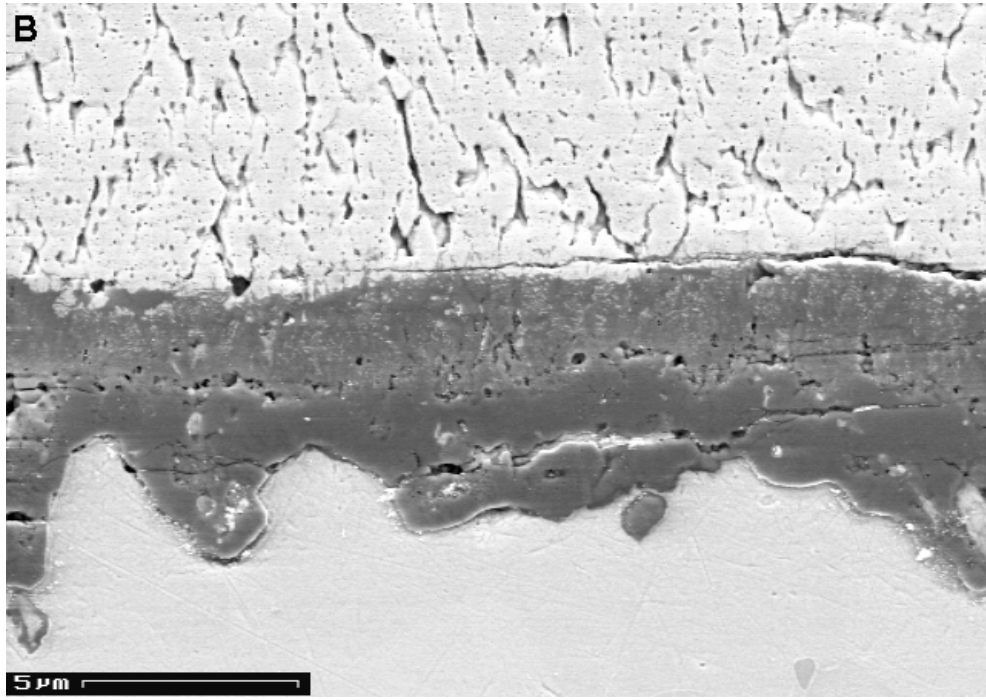
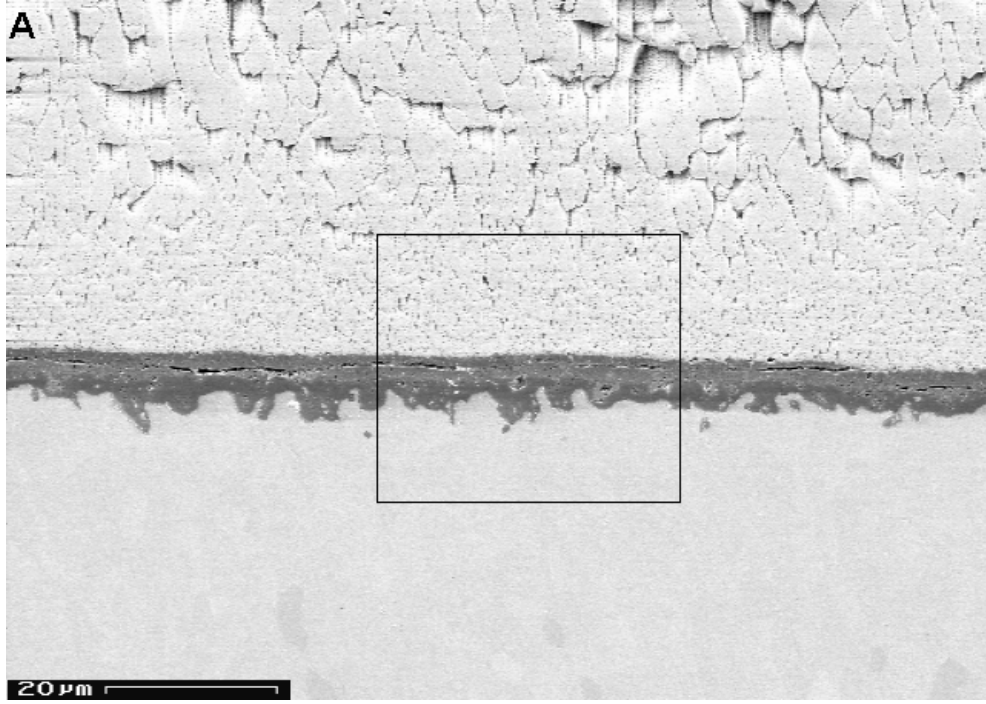
Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,65 mm, ve kesit alanı 58,76 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 74 GPa'dır. Daha önce belirtildiği üzere çekme-çekme ve basma-basma gerilmeleri altında 225000 LCF çevrimi boyunca yapılan deneyler sonucunda TBC sisteminde herhangi bir çatlığa rastlanmamıştır. Bu yüzden basma-basma gerilmeleri altında yapılan deneyi daha fazla çevrim sayısı boyunca tekrarlamakta fayda görülmüştür. Numune üzerine herhangi bir çekme gerilmesi gelmesini önlemek için maksimum uzama % 0 yerine % -0.02 olarak ayarlanmıştır. Minimum uzama değeri ise % -0.25'dir. Bu uzama değerlerine karşılık gelen mekanik gerilmeler ise çekme yönünde sırasıyla 14,8 MPa (0,87 kN) ve 185 MPa (10,8 kN)'dir.

Numune toplam 475000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 214 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında

incelenmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda TBC sisteminde herhangi bir hasara rastlanmamıştır (Şekil 2.26).



Şekil 2.25. A05 numaralı numunede 225000 çevrim sonrası TBC sistemi (a) ve TGO (b)

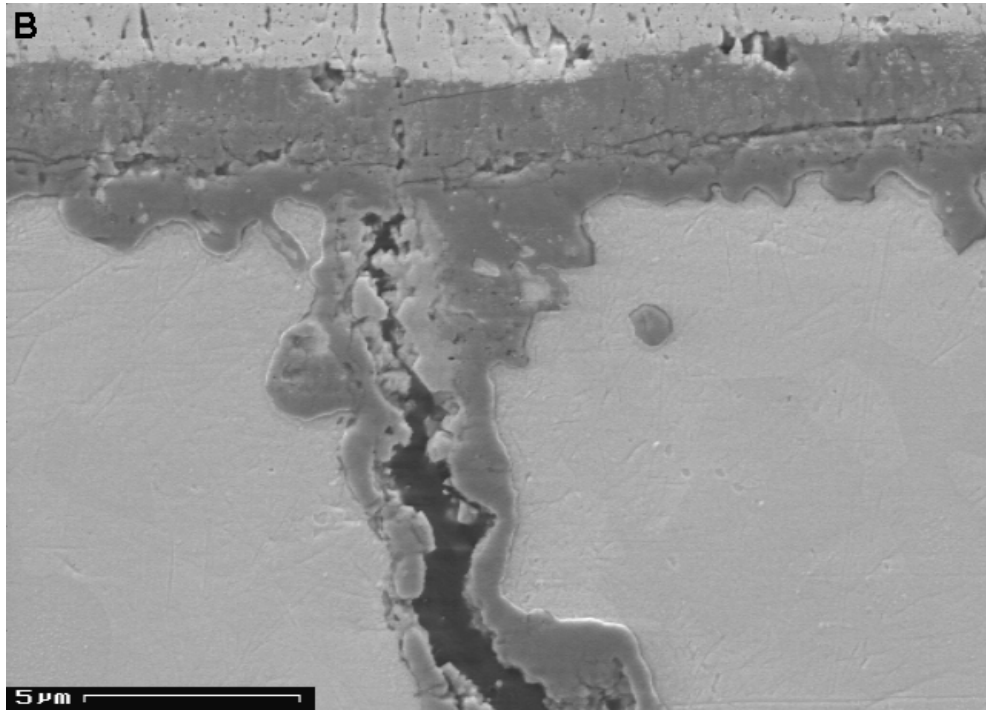
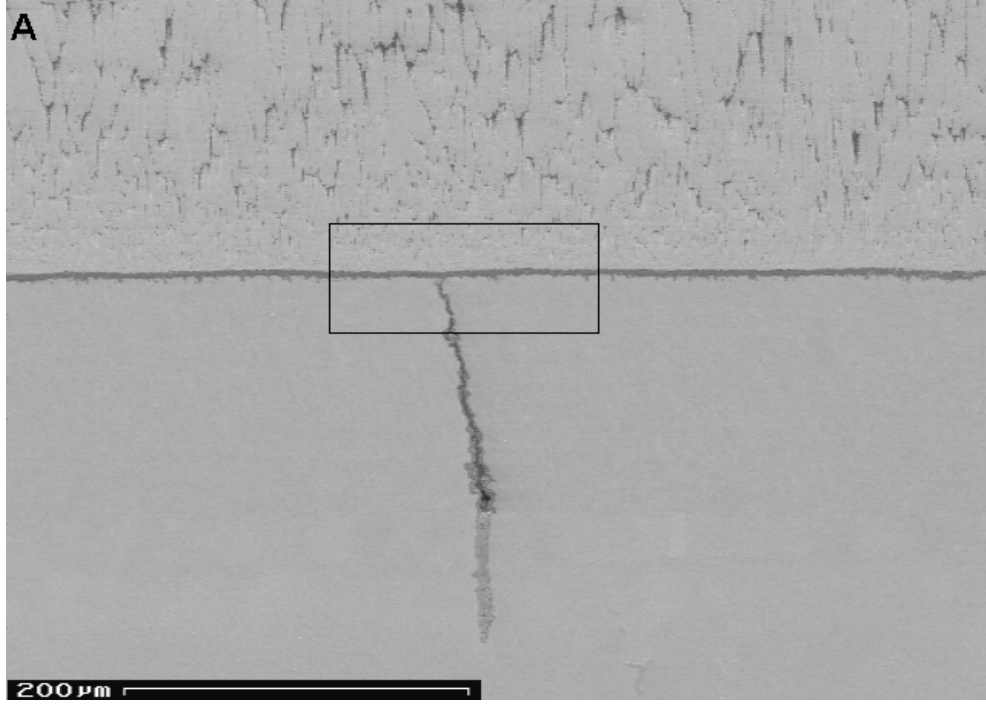


Şekil 2.26. A06 numaralı numunede 475000 LCF çevrimi sonrasında TBC sistemi (a) ve çerçeve içine alınmış bölgenin ayrıntılı görüntüsü (b)

#### 2.4.2.7. A07 numaralı numuneye ait sonuçlar

Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,65 mm, ve kesit alanı 58,76 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 72 GPa'dır. Daha önce belirtildiği üzere ilk deneyden (A01 numaralı numune) sonra TBC sisteminde bazı çatlaklara rastlanmıştır. Bu yüzden bu deney aynı yükleme koşulları altında, fakat daha fazla çevrim sayısı boyunca gerçekleştirilmiştir. Bu şekilde çevrim sayısının hasar oluşumuna etkisi saptanabilecektir. Deney % 0,20'lik bir uzama genliğinde gerçekleştirilmiştir. Bu değer çekme ve basma yönünde 144 MPa (8.46 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 90 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Numunede, aynı uzama aralığında, fakat daha kısa süre test edilmiş A01 numaralı numunede gözlenen çatlaklara benzer sadece bir adet çatlak saptanmıştır (Şekil 2.27).



Şekil 2.27. A07 numaralı numunede 225000 çevrim sonrasında saptanan tek çatlak (a) ve çerçeve içine alınmış bölgenin ayrıntılı görüntüsü (b)

### 2.7.8. A08 numaralı numuneye ait sonuçlar

Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,64 mm, ve kesit alanı 58,63 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 79,75 GPa'dır. Hatırlanacağı üzere sadece çekme-çekme ve sadece basma-basma yükleri altında test edilen numunelerde (A05 ve A06) herhangi bir çatlığa rastlanmamıştır. Çizelge 2.5 incelendiğinde bu numuneye kadar test edilen ve çatlığa rastlanan numunelerde (A01, A02 ve A07) uzama aralığının ( $\Delta\varepsilon$ ) en az %0,40 olduğu görülmektedir. Oysa sadece çekme yükleri altında test edilen numunede bu değer %0,15 ve sadece basma yükleri altında test edilen numunede de %0,25'dir.

Çizelge 2.5. LCF deney listesi

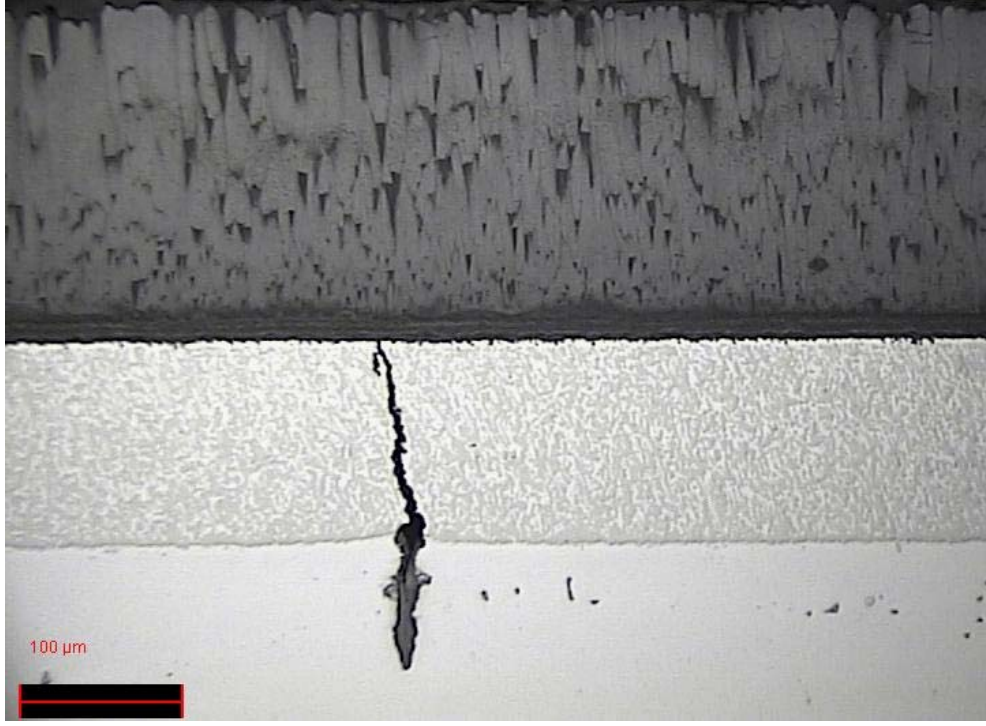
Nu-mune	Yükleme	Uzama, %		Kuvvet, kN		$\Delta\varepsilon$ , %	$\Delta F$ , kN	Çevrim sayısı
		Maks	Min	Maks	Min			
A01	çekme-basma	+0,20	-0,20	8,5	-8,0	0,40	16,5	120000
A02	çekme-basma	+0,25	-0,25	11,6/8,3	-9,2/-12,1	0,50	20,8/20,4	225000
A03	çekme-çekme	+0,25	+0,10	10,0	3,6	0,15	6,4	3107
A04	basma-basma	-0,10	-0,25	-1,6	-7,4	-0,15	-5,8	225000
A05	çekme-çekme	+0,25	+0,10	9,6/10,0	2,8/3,2	0,15	6,8	225000
A06	basma-basma	-0,02	-0,25	-1,3/1,4	-8/-6,8	-0,27	-6,7/8,2	475000
A07	çekme-basma	+0,20	-0,20	7,2	-8,5	0,40	15,5	225000
A08	çekme-basma	+0,10	-0,35	5,5/7,3	-12,6/-10,5	0,45	18,1/17,8	225000
A09	çekme-basma	+0,35	-0,10	12/9,7	-4,7/-7,0	0,45	16,7	225000
A10	çekme-basma	+0,30	-0,20	12,6/9,6	-9,5	0,50	22,1/19,1	225000
A11 <sup>1</sup>	çekme-basma	+0,25	-0,25	9,1	-14,8	0,50	23,9	47870
A12 <sup>1</sup>	çekme-basma	+0,18	-0,18	11,1	-4,1	0,36	15,2	200000
A13 <sup>1</sup>	çekme-basma	+0,07	-0,28	4,0	-10,0	0,35	14,0	225000
A14 <sup>2</sup>	çekme-basma	+0,25	-0,25	10/7,2	-10,0	0,50	20,0/17,2	225000
A15 <sup>3</sup>	çekme-basma	+0,25	-0,25	9,6/7,6	-12/-13,6	0,50	21,6/21,2	225000

1= sadece bağ kaplama uygulanmış numune, 2= 1000°C'de 250 saat yaşlandırılmış numune, 3= 1000°C'de 500 saat yaşlandırılmış numune.

Bu yüzden A08 numaralı numuneye uygulanacak gerilme aralığının %0,40'dan düşük olmamasına dikkat edilmiş ve basma yönündeki yüklerin etkisinin incelenmesi için numune %+0,10 ve %-0,35 uzama aralığında ( $\Delta\varepsilon = %0,45$ ) test edilmiştir. Bu değer çekme yönünde 79,75 MPa (4,67 kN) ve basma yönünde de 279 MPa (16,3 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 64 saattir. Daha sonra yüklemeye eksenine paralel

kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Numunede benzer boyutlarda 4 adet çatlak saptanmıştır. Bunlardan bir tanesi Şekil 2.28’de görülmektedir.

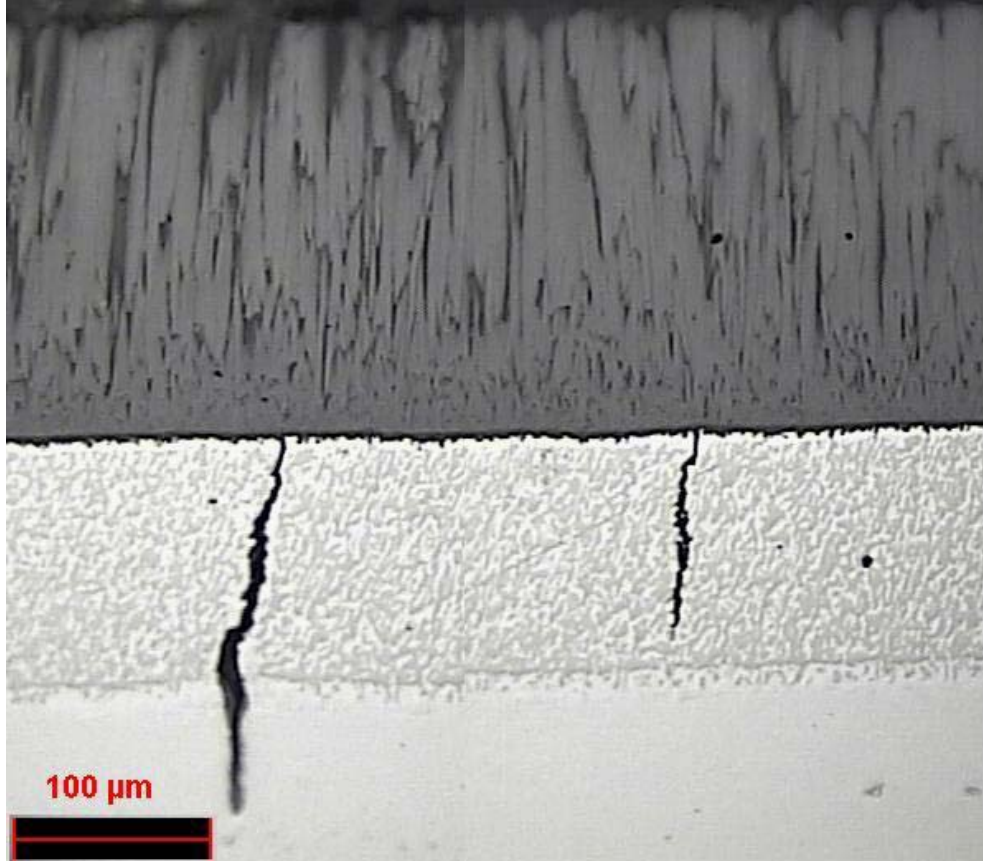


Şekil 2.28. A08 numaralı numunede saptanan bağ kaplamayı aşarak altlığa doğru ilerleyen bir çatlak

#### 2.4.2.9. A09 numaralı numuneye ait sonuçlar

Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,61 mm, ve kesit alanı 58,22 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 80 GPa'dır. Bu numune de bir önceki numune ile aynı  $\Delta\epsilon$  değerinde fakat bu sefer basma yönündeki yüklerin etkisinin incelenmesi için %+0,35 ve %-0,10 uzama aralığında test edilmiştir. Bu değer çekme yönünde 280 MPa (16,3 kN) ve basma yönünde de 80 MPa (4,65 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 116 saattir. Daha sonra yüklemeye eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Numunede birisi sadece bağ kaplama içinde diğeri de altlığa kadar ilerlemiş 2 adet çatlak saptanmıştır (Şekil 2.29).



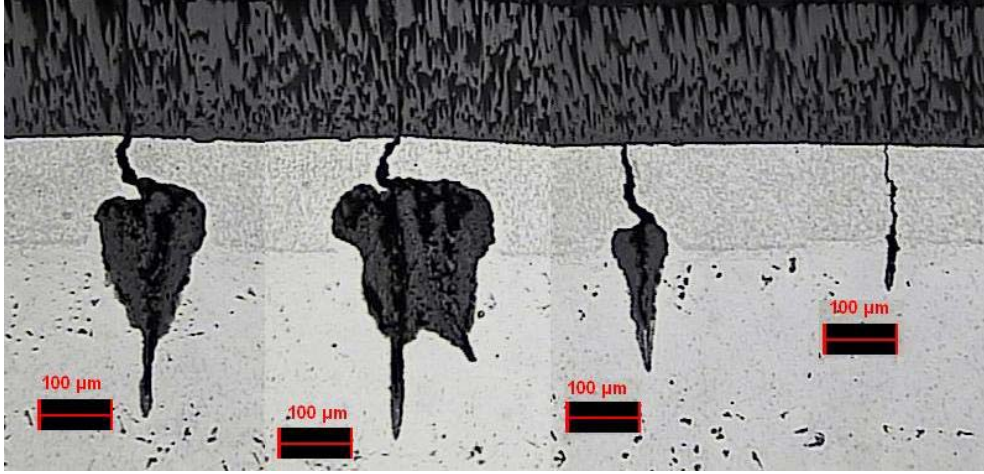
Şekil 2.29. A09 numaralı numunede saptanan çatlaklar

#### 2.4.2.10. A10 numaralı numuneye ait sonuçlar

Numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,61 mm, ve kesit alanı 58,22 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 74 GPa'dır. A08 ve A09 numaralı numunelerde  $\Delta\varepsilon = \%0,45$  olacak şekilde uzama aralığı ayarlanmış, hem basma hem de çekme gerilmeleri numune içinde çatlığa neden olmuştur. Fakat her iki numune yüzeyinde de herhangi bir hasara rastlanmamıştır. Daha önce test edilen numunelerin içinde sadece bir tanesinde (A02 no'lu numune) yüzey çatlaklarına rastlanmıştır. Bu numuneye uygulanan deneydeki  $\Delta\varepsilon$  değeri  $\%0,50$ 'dir. Yeni yapılacak deney de aynı  $\Delta\varepsilon$  değerini verecek şekilde  $\%+0,30$  ve  $\%-0,20$  uzama aralığında gerçekleştirilmiştir. Bu değerler çekme yönünde 222 MPa (12,9 kN) ve basma yönünde de 148 MPa (8,61 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 69 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel

kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Hem numune yüzeyinde hem de numune içinde A02 no'lu numunedekine benzer çatlaklara rastlanmıştır ve bunların bir kısmı Şekil 2.30'da görülmektedir.



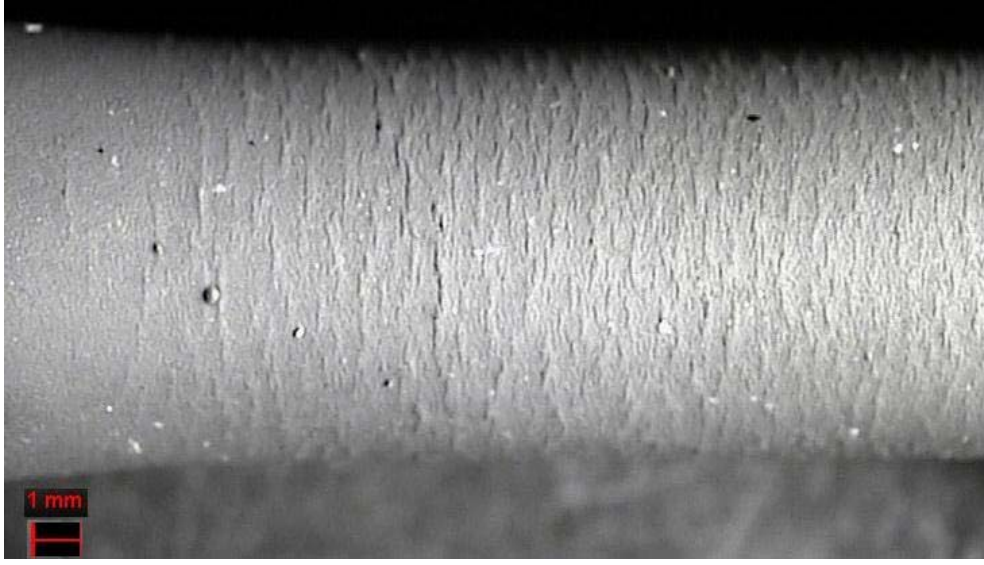
Şekil 2.30. A10 numaralı numunede rastlanan çatlaklardan bazıları

#### 2.4.2.11. A11 numaralı numuneye ait sonuçlar

Şu ana kadar yapılan deneylerde seramik kaplama ve bağ kaplamadan oluşan bir termal bariyer kaplama sistemine sahip numuneler farklı yükleme şartları altında test edilmiştir. Burada ise sadece bağ kaplamaya sahip bir numune benzer şartlar altında test edilerek seramik kaplamanın çatlak oluşumuna olan etkisi araştırılmıştır.

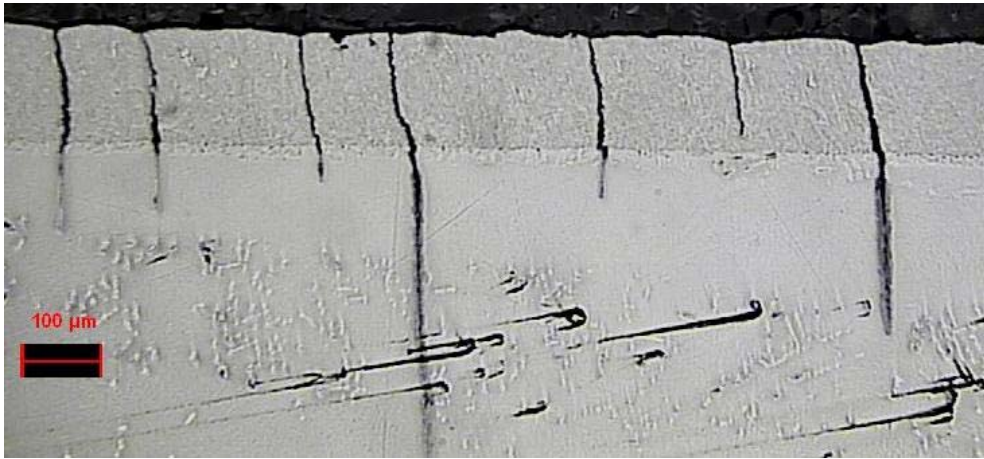
Numunenin çapı bağ kaplama (BC) dahil 8,23 mm, ve kesit alanı 53,19 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 82,7 GPa'dır. Numune %±0,25 uzama aralığında test edilmiştir. Bu değerler çekme ve basma yönünde 206,7 MPa (11 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Deney 47870 çevrim sonunda bilgisayar programı tarafından otomatik olarak durdurulmuştur. 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 20 saattir. Numune yüzeyinde, TGMF numunelerinde kalkmış seramik tabakasının altındaki bağ kaplama yüzeyinde oluşan buruşmaya (rumpling) benzer bir deformasyon oluşmuştur (Şekil 2.31). Buruşma numune merkezinde daha yoğunken, daha soğuk olan uç kısımlarda seyrelmektedir.



Şekil 2.31. A11 numaralı numune yüzeyindeki buruşma

Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Numune içinde farklı boyutlarda birçok çatlığa rastlanmıştır. Bunların bir kısmı sadece bağ kaplama içinde kalırken bazıları altlık içinde derinlere kadar ilerlemektedir. Yüksek sıcaklıkta geçen zaman düşük olduğundan çatlaklarda aşırı bir oksitlenmeye rastlanmamıştır (Şekil 2.32 ve 2.33).



Şekil 2.32. A11 numaralı numunede saptanan farklı boyutlardaki çatlaklar

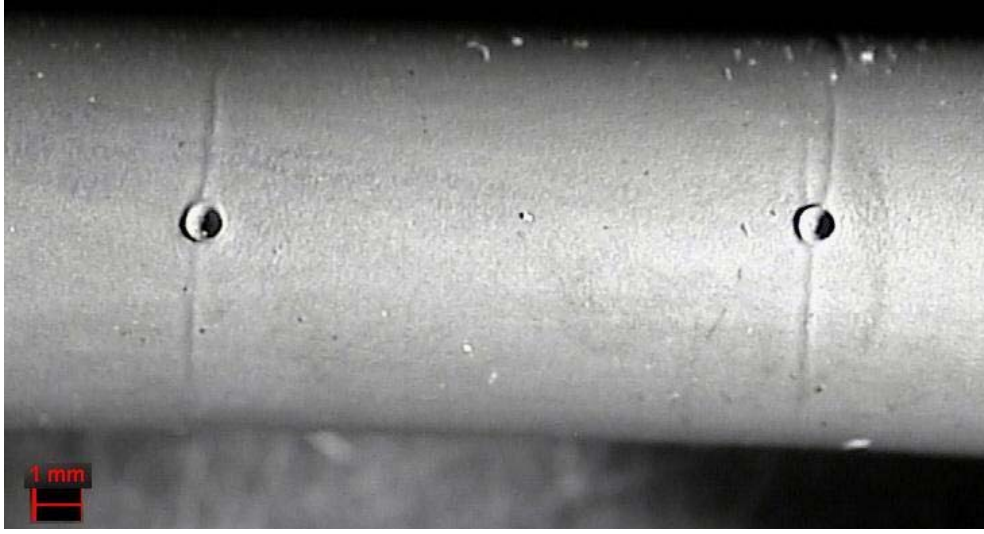


Şekil 2.33. A11 numaralı numune saptanan, numune merkezine doğru ilerleyen bir çatlak

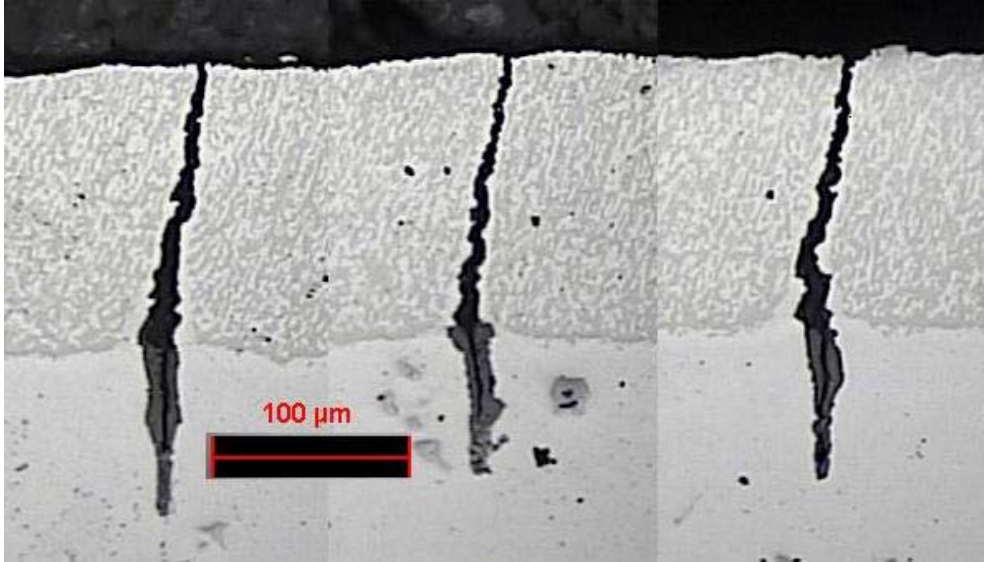
#### 2.4.2.12. A12 numaralı numuneye ait sonuçlar

Numunenin çapı bağ kaplama (BC) dahil 8,22 mm, ve kesit alanı 53,07 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 81,2 GPa'dır. Seramik kaplama uygulanmamış numunede sadece 47870 çevrim sonrasında altlığın derinlerine kadar ilerleyen çatlakların saptanması üzerine, bir sonraki numunenin daha düşük bir uzama aralığında test edilmesine karar verilmiştir. Numune %± 0,18 uzama aralığında test edilmiştir. Bu değerler çekme ve basma yönünde 146,1 MPa (7,75 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Numune toplam 200000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 64 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve optik mikroskop altında incelenmiştir. Numune yüzeyinde sadece ekstensometre ayaklarının temas ettiği bölgede deformasyon oluşmuş, numune içinde ise sadece 3 çatlağa rastlanmıştır (Şekil 2.34 ve 2.35).



Şekil 2.34. A12 numaralı numune yüzeyinde ekstensometre ayaklarının neden olduğu deformasyon

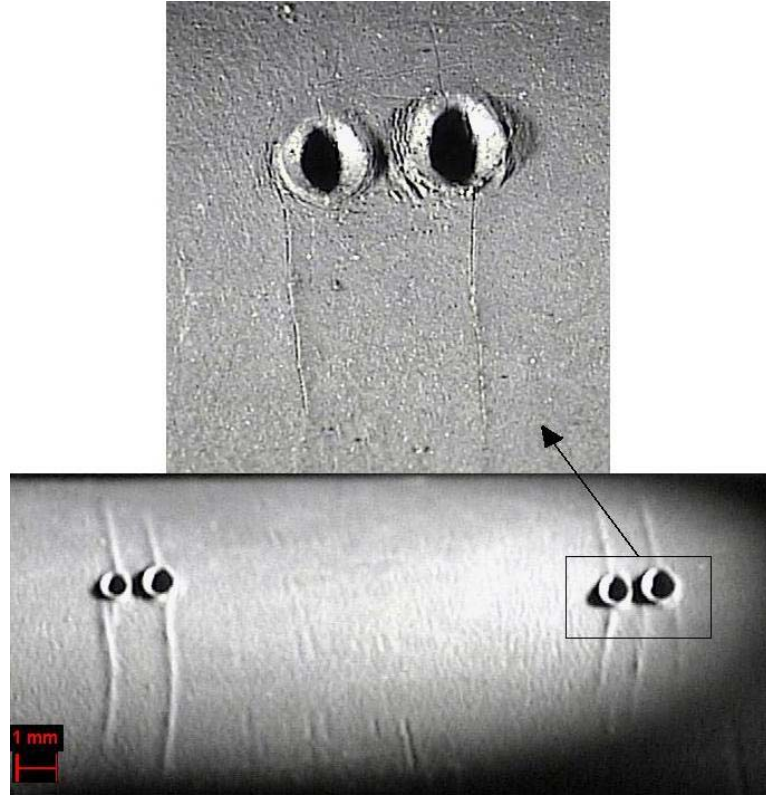


Şekil 2.35. A12 numaralı numunede saptanan çatlaklar

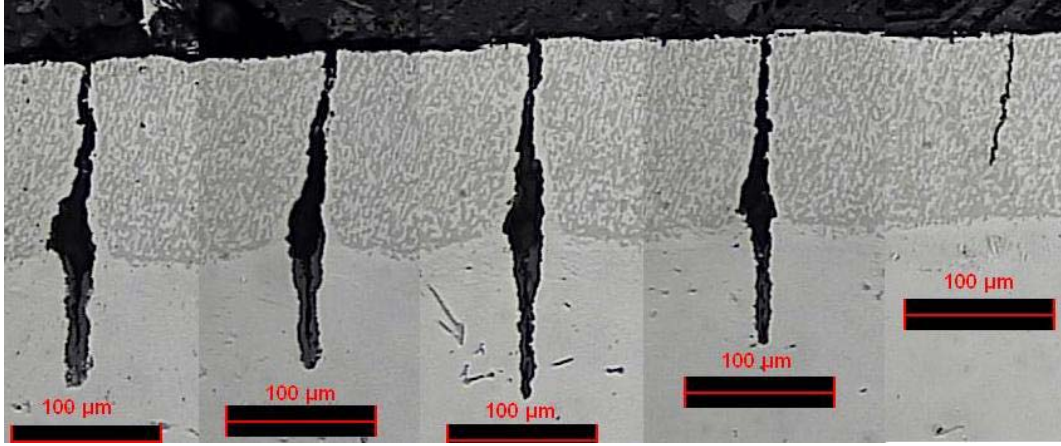
#### 2.4.2.13. A13 numaralı numuneye ait sonuçlar

Numunenin çapı bağ kaplama (BC) dahil 8,23 mm, ve kesit alanı 53,19 mm<sup>2</sup>'dir. 950°C'de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 76 GPa'dır. Hatırlanacağı üzere bir önceki numune %± 0,18 uzama aralığında ( $\Delta\varepsilon = \%0,36$ ) test edilmiştir ve birtakım çatlaklara rastlanmıştır. Bu numune ise benzer bir  $\Delta\varepsilon$  değerinde fakat basma yüklerinin etkisini incelemek için %+0,07 ve %-0,28 uzama aralığında test edilmiştir. Bu değerler çekme yönünde 53,2 MPa

(2,83 kN) ve basma yönünde de 212,8 MPa (11,3 kN)'lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir. Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C'de geçen toplam süre yaklaşık 141 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Numune yüzeyinde sadece ekstensometre ayaklarının temas ettiği bölgede deformasyon oluşmuş, numune içinde ise sadece 5 çatlığa rastlanmıştır (Şekil 2.36 ve 2.37).



**Şekil 2.36.** A13 numaralı numune yüzeyinde ekstensometre ayaklarının neden olduğu deformasyon

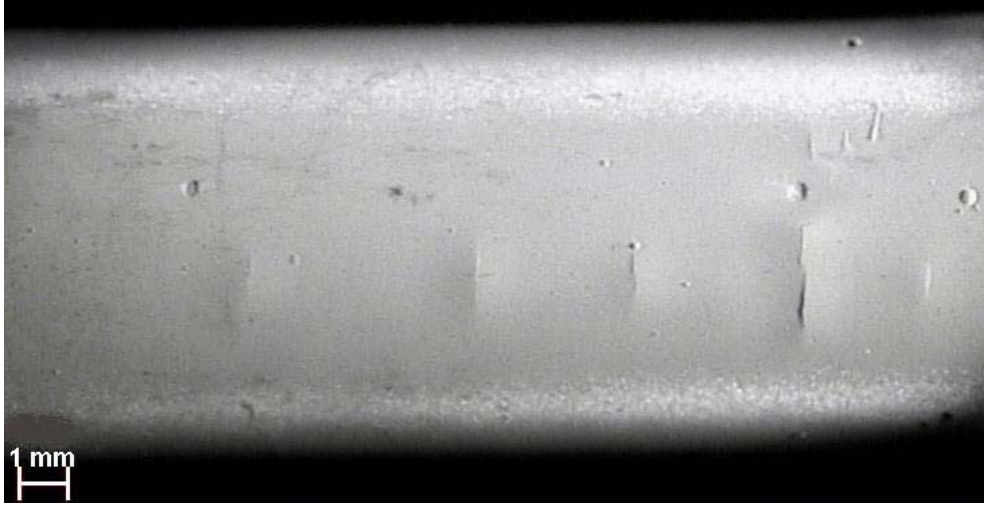


Şekil 2.37. A13 numaralı numunede saptanan çatlaklar

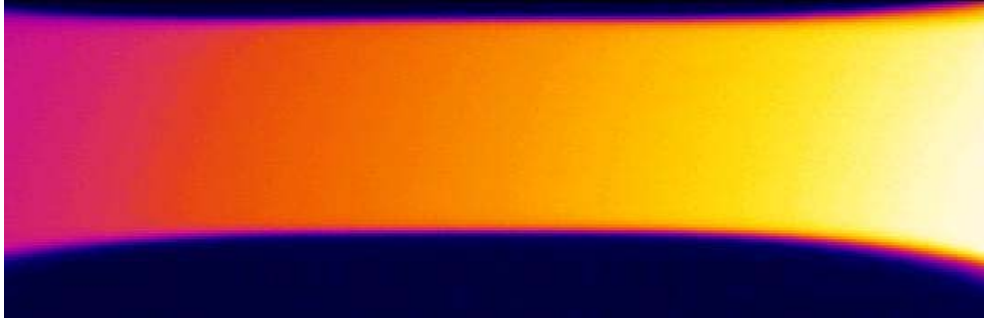
#### 2.4.2.14. A14 numaralı numuneye ait sonuçlar

1000°C’de 250 saat ısıtılma görmüş bu numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,63 mm, ve kesit alanı 58,49 mm<sup>2</sup>’dir. 950°C’de hesaplanan elastisite modülü değerlerinin medyanı 70 GPa’dır. Numune %±0,25 uzama aralığında test edilmiştir. Bu değerler çekme ve basma yönünde 175 MPa (10,2 kN)’lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C’de geçen toplam süre yaklaşık 90 saattir. Daha sonra yükleme eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Numune yüzeyinde bir takım çatlaklara rastlanmıştır (Şekil 2.38), fakat kızıl ötesi kamera ile yapılan incelemelerde bu çatlakların altında herhangi bir delaminasyona rastlanmamıştır (Şekil 2.39). TBC sistemi oluşan çatlaklara rağmen altlığa yapışık kalmıştır.

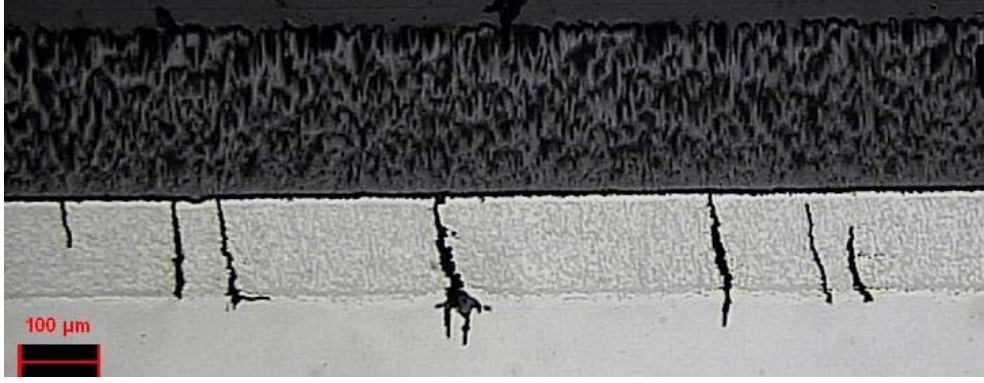


**Şekil 2.38.** A14 numaralı numunenin yüzeyindeki çatlaklar

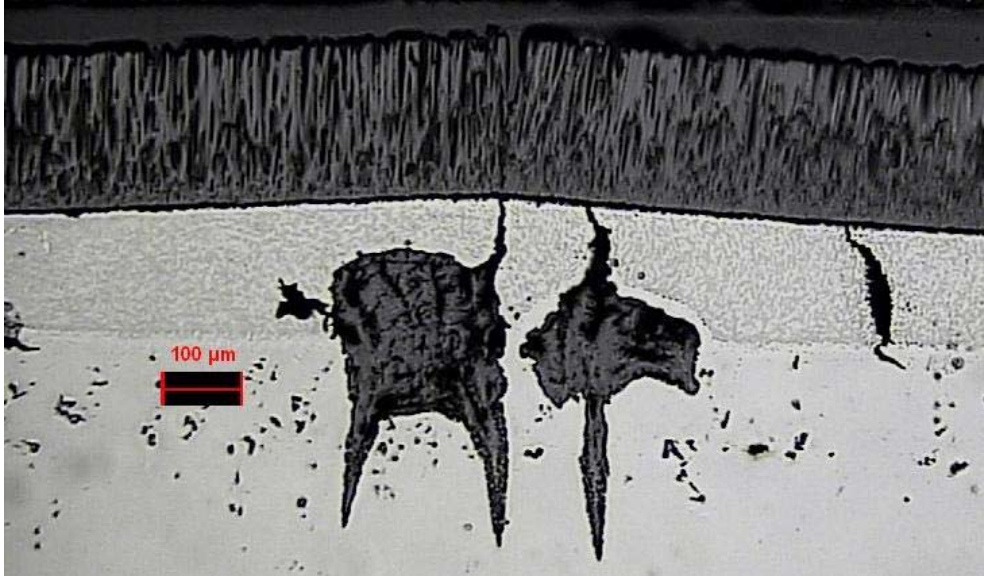


**Şekil 2.39.** A14 numaralı numunenin kızılötesi görüntüsü

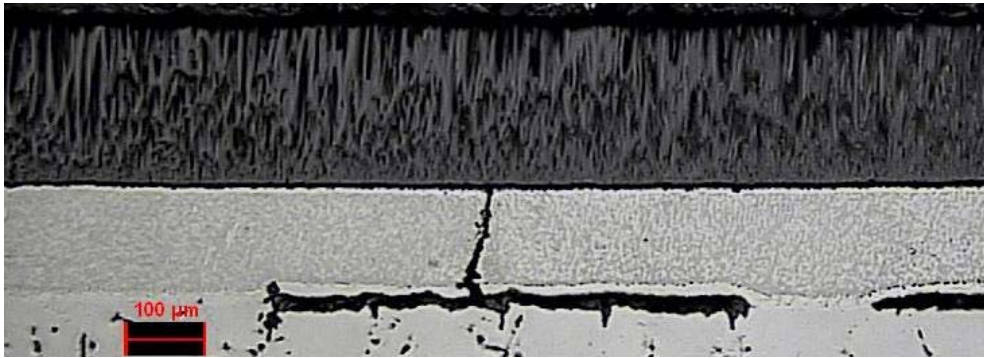
Numune kesitinde ise farklı safhalarda ilerleyen çatlaklar gözlenmiştir. Benzer yükleme şartları altında fakat ısıl işlem uygulanmadan test edilen numunelerden farklı olarak çatlaklar numunenin boylama eksenine hem dik hem de paralel yönde ilerlemiştir. Aşağıdaki resimlerde numunede saptanan farklı boyutlardaki çatlaklara örnekler verilmiştir.



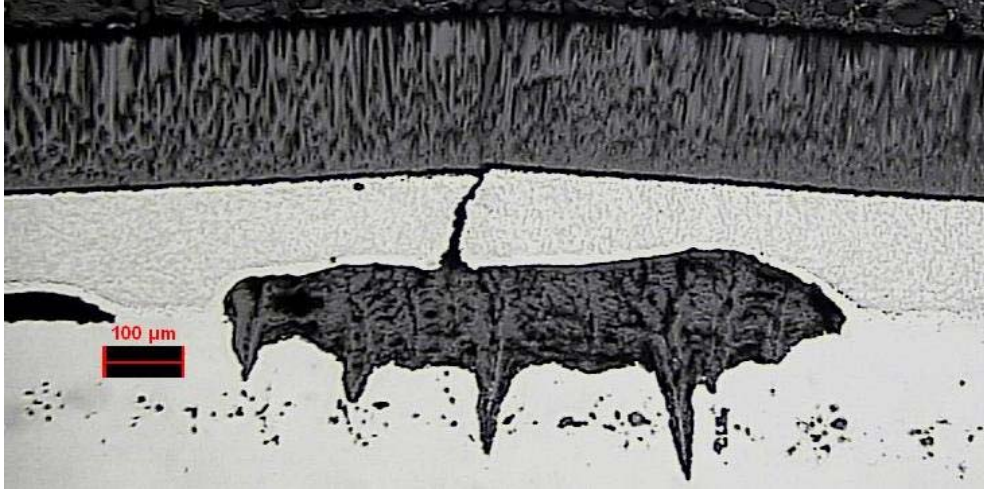
Şekil 2.40. A14 numaralı numunede bağ kaplama içinde ve altına doğru ilerleyen çatlaklar



Şekil 2.41. A14 numaralı numunede seramik tabakadaki çatlak sonucu oksitlenmiş çatlaklar



Şekil 2.42. A14 numaralı numunede, diğer numunelerden farklı olarak altlık içinde yükleme eksenine paralel ilerleyen bir çatlak



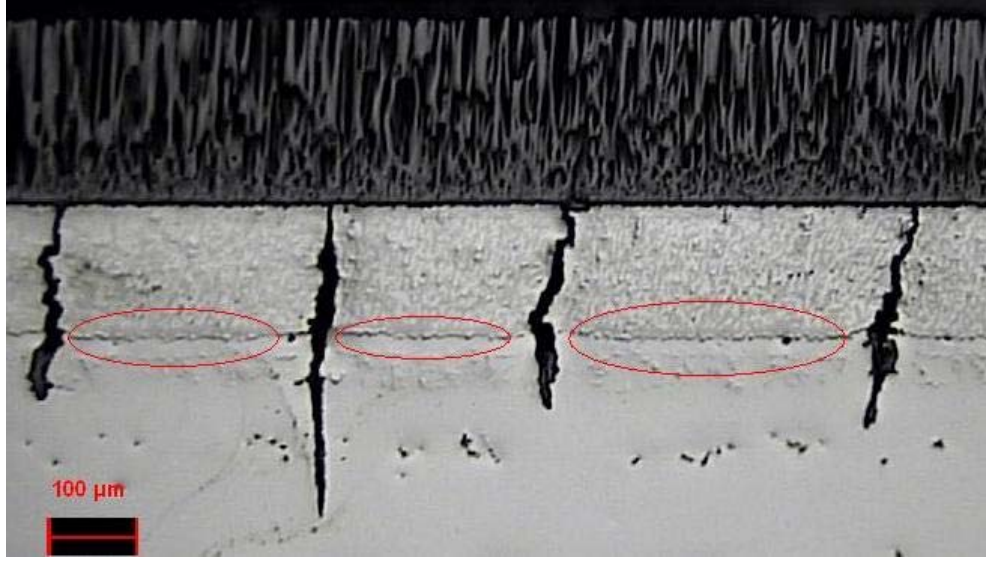
Şekil 2.43. A14 numaralı numunede, yüklem eksenine paralel ilerlemiş ve aşırı oksitlenmiş bir çatlak

#### 2.4.2.15. A15 numaralı numuneye ait sonuçlar

1000°C’de 500 saat ısıtıl işlem görmüş bu numunenin çapı termal bariyer kaplama (TBC) sistemi dahil 8,66 mm, ve kesit alanı 58,9 mm<sup>2</sup>’dir. 950°C’de ölçülen elastisite modülü değerlerinin medyanı 77 GPa’dır. Numune %±0,25 uzama aralığında test edilmiştir. Bu değerler çekme ve basma yönünde 192,5 MPa (11,3 kN)’lık bir mekanik gerilmeye karşı gelmektedir.

Numune toplam 225000 LCF çevrimi boyunca test edilmiştir ve 950°C’de geçen toplam süre yaklaşık 116 saattir. Daha sonra yüklem eksenine paralel kesilmiş bir numunenin kesiti parlatılmış ve mikroskop altında incelenmiştir. Numune yüzeyinde herhangi bir çatlığa rastlanılmamıştır.

Numune kesitinde ise bağ kaplamayı aşır altlığa doğru ilerleyen çatlaklar gözlenmiştir. Aynı yüklem şartları altında, fakat 250 saat ısıtıl işlem uygulanıp test edilen numuneden farklı olarak çatlaklar sadece numunenin boylama eksenine dik yönde ilerlemiştir. Şekil 2.44’de numunede saptanan çatlaklara örnekler verilmiştir. Bağ kaplama ile altlık arayüzeyinde ortaya çıkan yeni faz (işaretleli bölgeler) dikkat çekmektedir.



Şekil 2.44. A15 numaralı numunede saptanan çatlaklara örnekler ve yeni oluşan fazlar

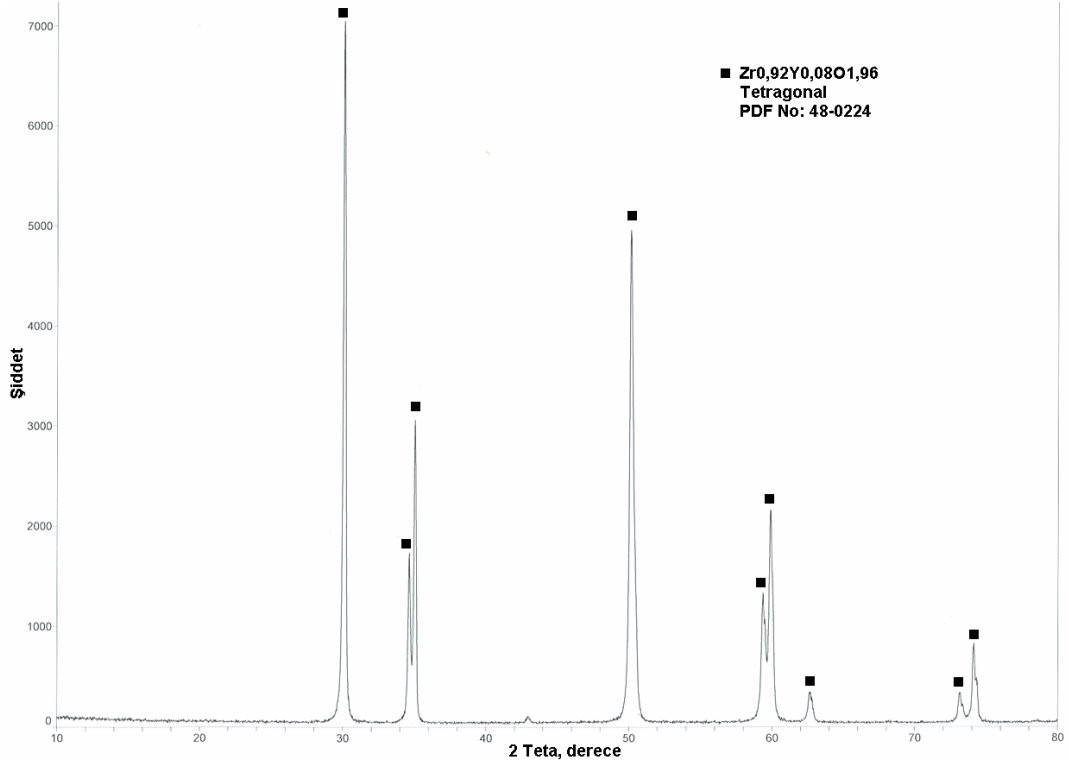
### 2.4.3. Mikroyapısal incelemelerin sonuçları

Çalışmanın bu bölümünde test edilen numunelerin seramik termal bariyer kaplama, termal büyüyen oksit ve bağ kaplama tabakalarıyla altlıklarında deney boyunca oluşan mikroyapısal değişiklikler incelenmiştir.

#### 2.4.3.1. Seramik termal bariyer kaplama tabakası

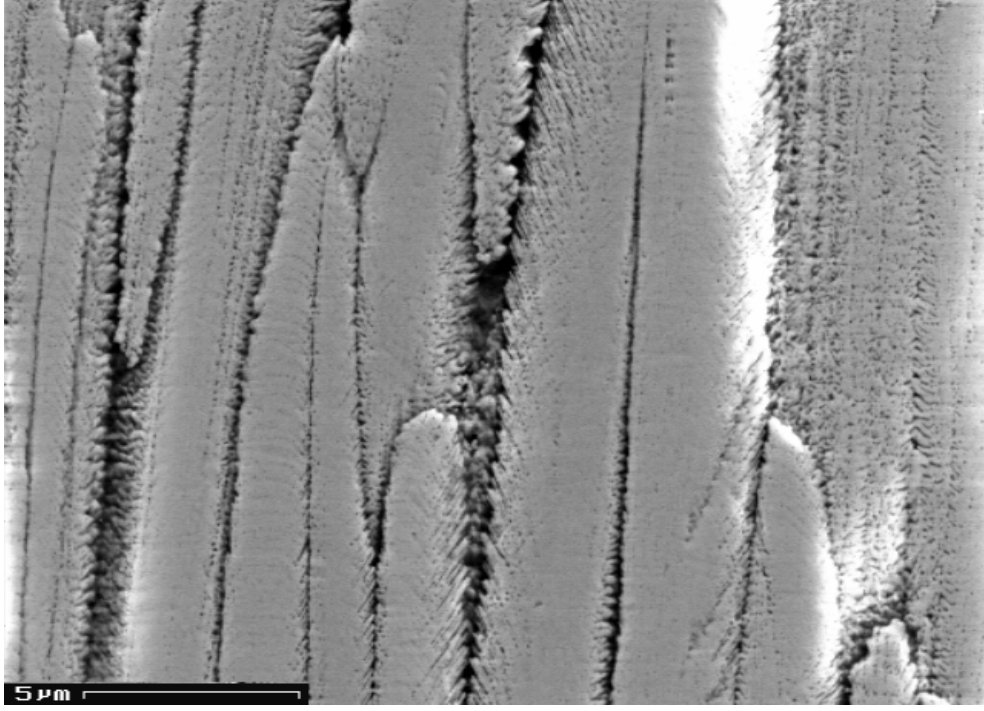
EB-PVD yöntemiyle üretilmiş termal bariyer kaplamalardaki  $Y_2O_3$  miktarı kübik faz veya tetragonal ( $t'$ ) faz oluşumunu belirlemektedir. Adından da anlaşılacağı üzere kısmen kararlı zirkonya kaplamalar, tetragonal fazın kararlı olduğu sıcaklıkların üzerindeki çalışma sıcaklıklarında faz dönüşümüne uğrarlar.

Gerçekleştirilen izotermal LCF deneyleri sonrasında seramik termal bariyer kaplama tabakasında herhangi bir faz dönüşümü olup olmadığını saptamak için en uzun süre (616 saat)  $950^\circ C$ 'ye maruz kalmış numune olan A15 numaralı deney numunesi  $CuK_\alpha$  radyasyonu kullanılarak X ışını difraktometresi ile analiz edilmiştir.  $2\theta$  aralığı  $10^\circ - 80^\circ$  dir. Şekil 2.45'de görüldüğü üzere, elde edilen XRD paterninde sadece tetragonal zirkonya fazı saptanmıştır.

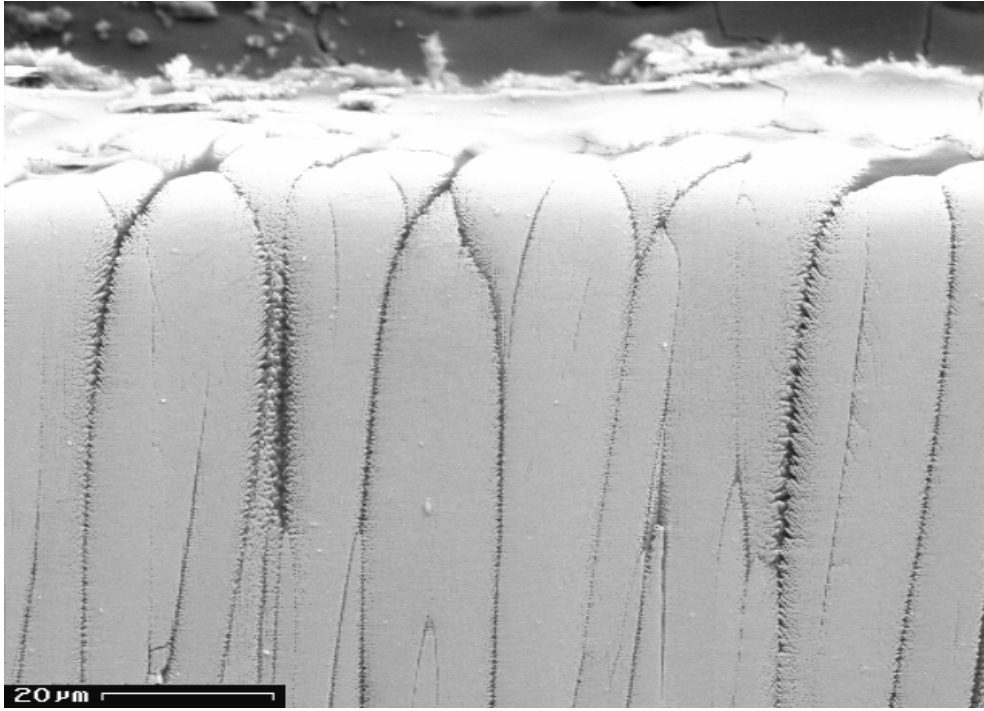


**Şekil 2.45.** A15 numaralı numunenin seramik kaplama tabakasına ait XRD paterni

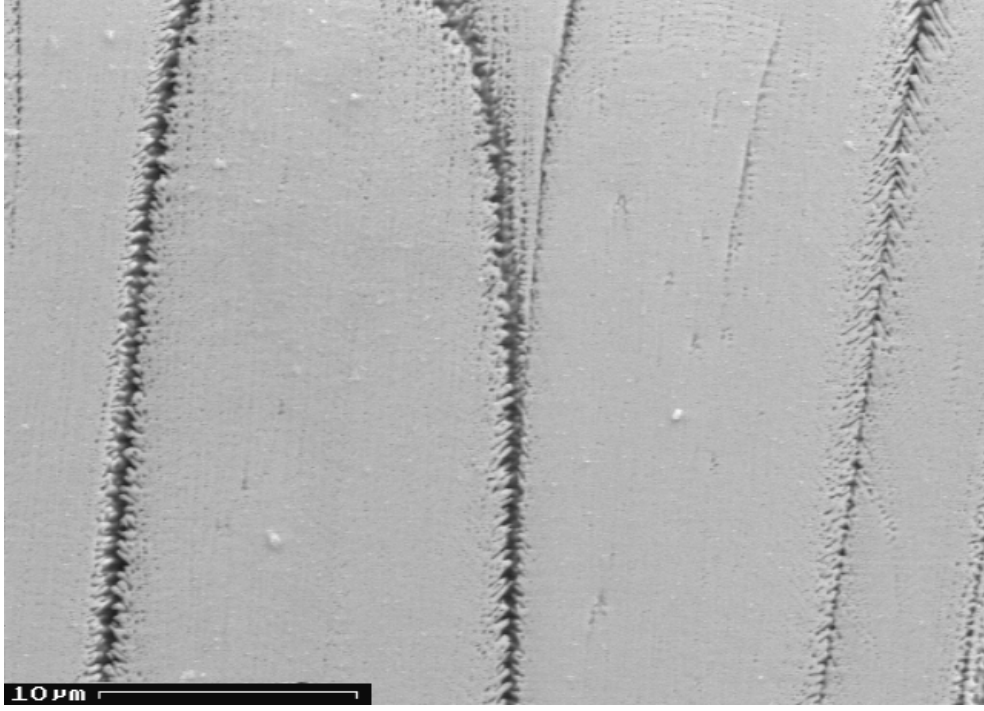
Ayrıca artan sıcaklıkla beraber bir diğer olumsuz mekanizma olan sinterlenme görülür. Tez çalışmasında gerçekleştirilen izotermal LCF deneyleri sonucunda da seramik termal bariyer kaplama tabakasında sinterlenme etkileri görülmektedir. Aşağıdaki şekillerde sırasıyla 5 saat, 64 saat, 79 saat, 116 saat ve 616 boyunca yüksek sıcaklığa maruz kalmış numunelere ait SEM resimleri verilmiştir.



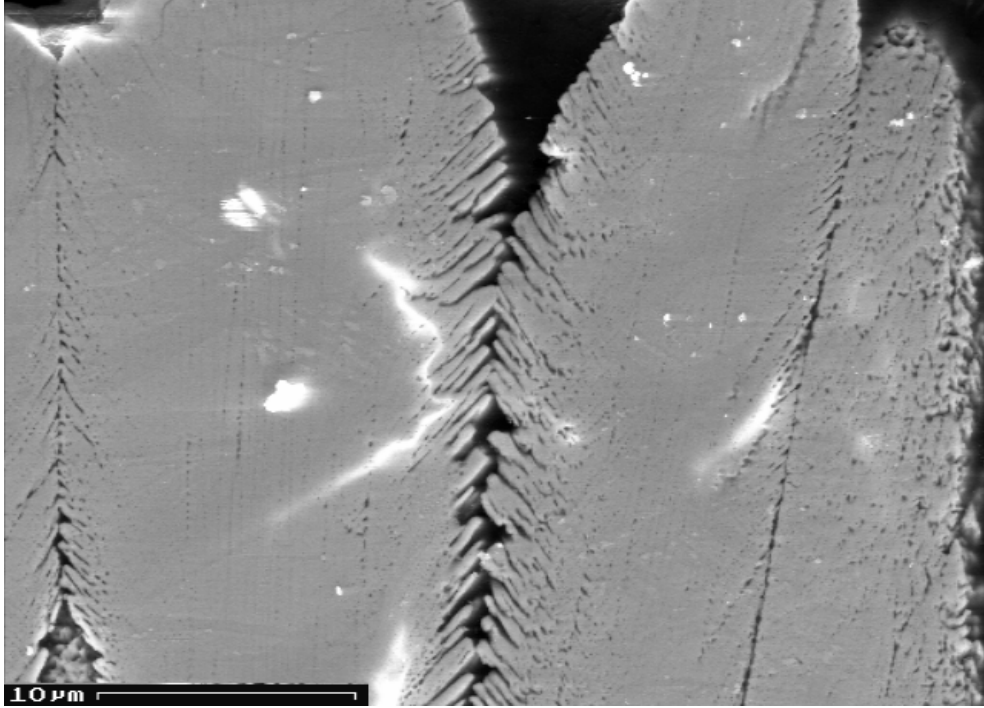
Şekil 2.46. 950°C'ye 5 saat maruz kalmış A03 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü



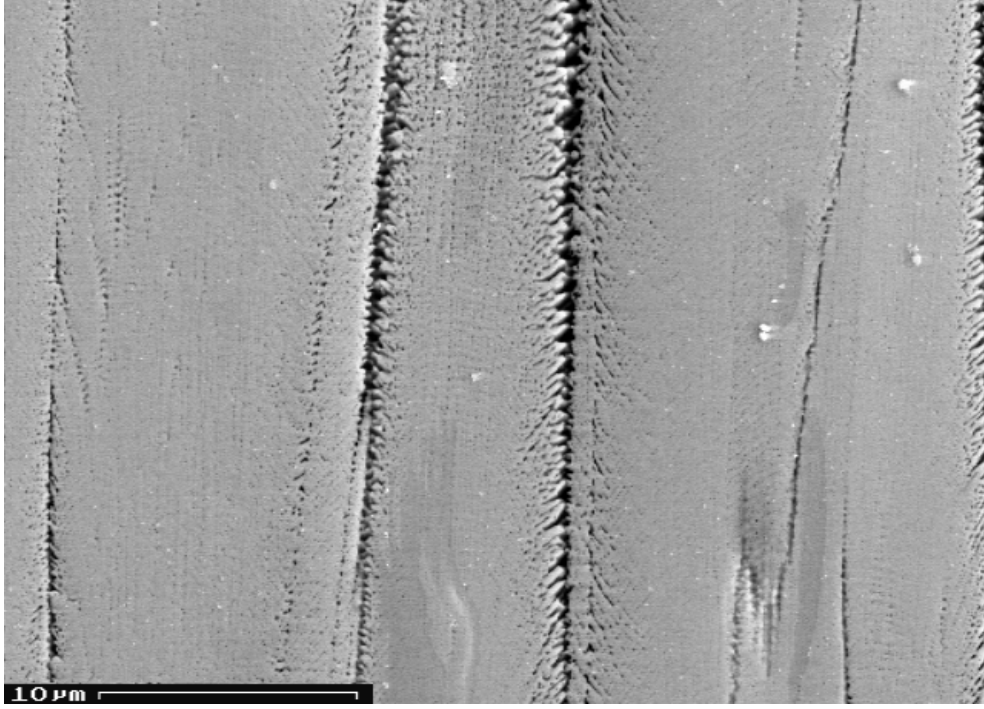
Şekil 2.47. 950°C'ye 64 saat maruz kalmış A08 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü



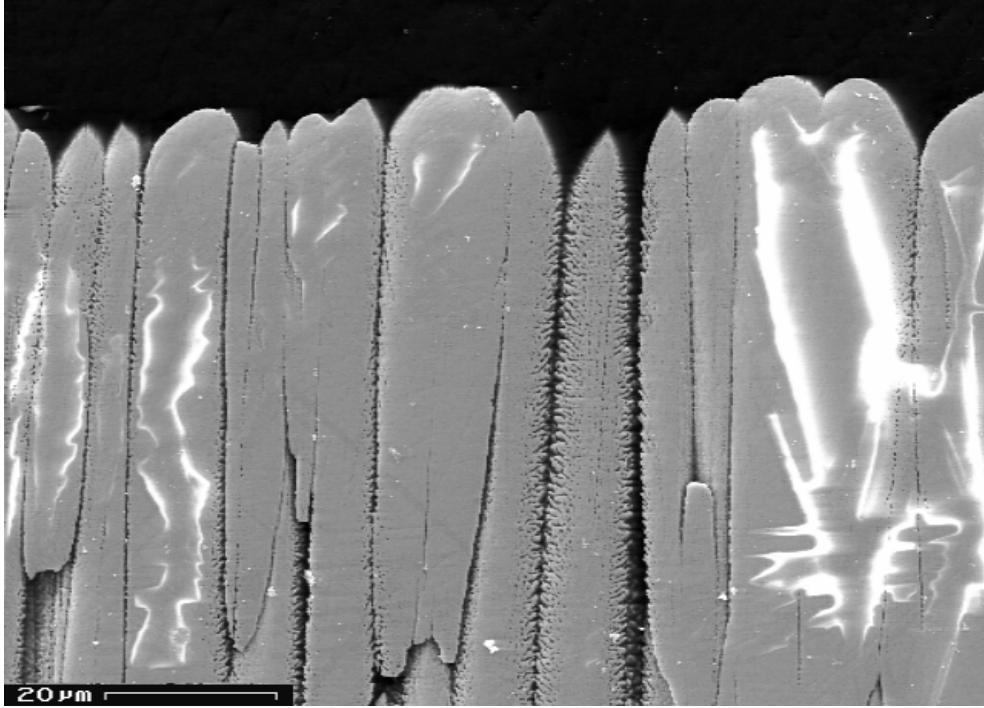
Şekil 2.48. 950°C'ye 64 saat maruz kalmış A08 numaralı numunenin ayrıntılı görüntüsü



Şekil 2.49. 950°C'ye 79 saat maruz kalmış A02 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü



Şekil 2.50. 950°C'ye 116 saat maruz kalmış A09 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü

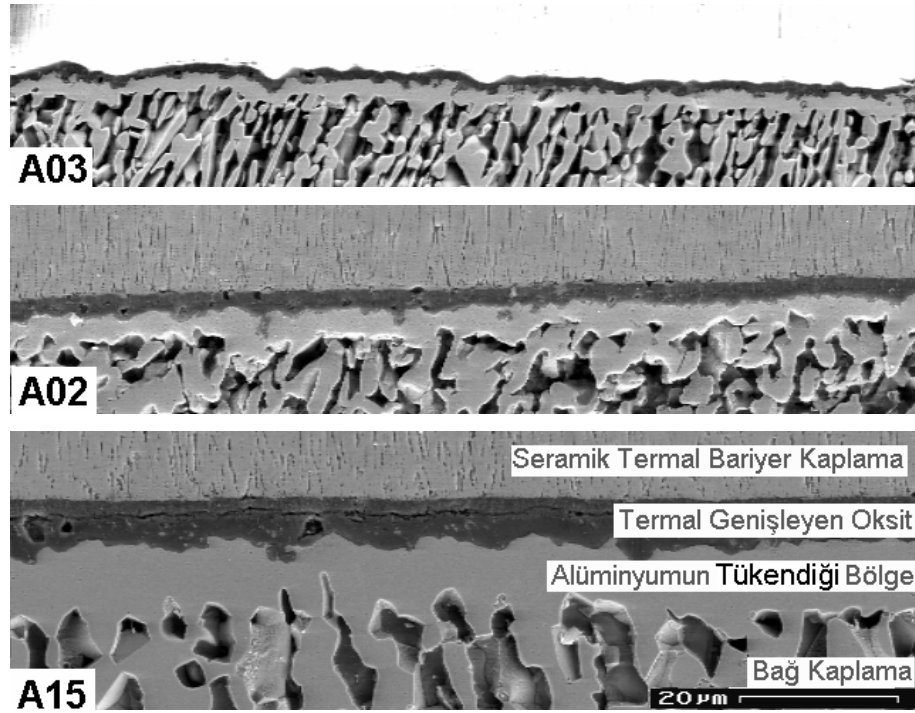


Şekil 2.51. 950°C'ye 616 saat maruz kalmış A15 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü

### 2.4.3.2. Termal büyüyen oksit tabakası

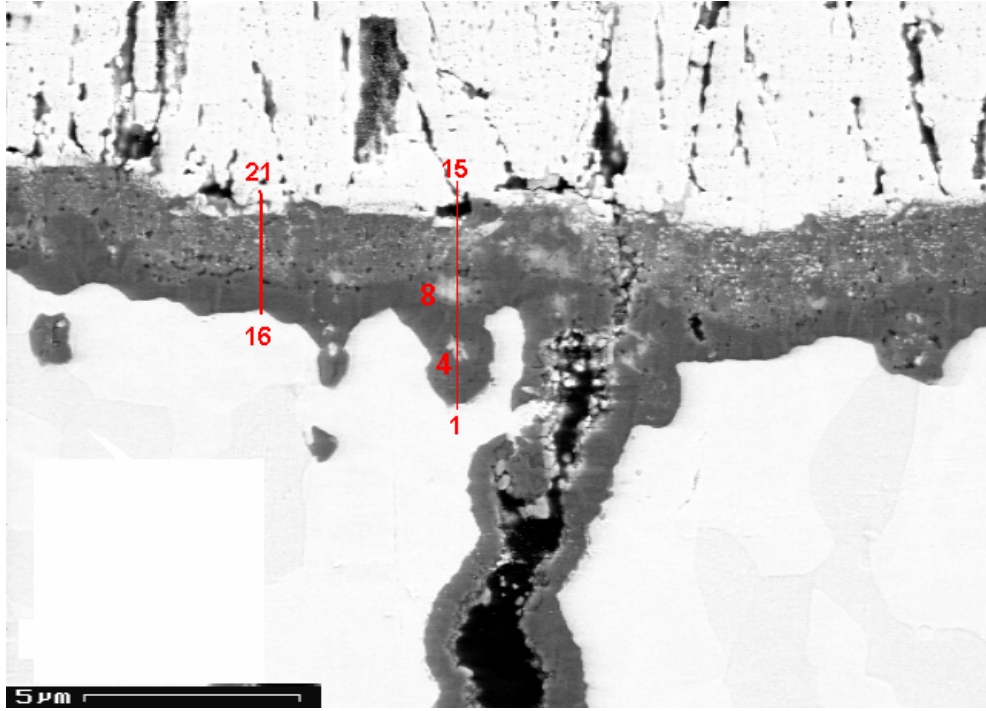
Seramik termal bariyer kaplama tabakası uygulanırken altlık ve bağ kaplama yüksek sıcaklıklarda ısıtılmaktadır. Zirkonya üst kaplamanın yüksek derecede porlu olması ve yüksek iyonik iletkenliğinden dolayı, oksijen kolayca metalik bağ kaplamaya difüze olabilir. Metalik bağ kaplamanın oksitlenmesiyle bir oksit (TGO) tabakası oluşur ve bu tabaka servis esnasında karşılaşılan yüksek sıcaklıklarda büyür.

Yüksek miktarda Al içeren bağ kaplamadaki Al, servis esnasındaki yüksek sıcaklıklardan dolayı altlığa ve TGO tabakasına difüze olur ve bunun neticesinde bağ kaplamadaki Al miktarı azalır. Aşağıdaki şekilde 950°C’de sırasıyla yaklaşık 5 saat, 79 saat ve 616 saat kalmış numunelere ait SEM resimleri verilmiştir. Numuneler kimyasal olarak dağlanmıştır ve tüm resimler aynı ölçeğe sahiptir. Termal büyüyen oksit tabakasının kalınlığı sırasıyla yaklaşık 1,3 µm, 2,2 µm, 5,20 µm ve alüminyumun tükendiği bölgenin kalınlığı da yine sırasıyla yaklaşık 2,0 µm, 4,0 µm ve 9,0 µm’dir. Sıcaklıkta geçen zamana bağlı olarak hem TGO tabakasının hem de alüminyumun tükendiği bölgenin kalınlığının arttığı görülmektedir.



Şekil 2.52. Sırasıyla 5 saat, 79 saat ve 616 saat yüksek sıcaklığa maruz numunelerde görülen alüminyum tükenmesi

Şekil 2.53'de A02 numaralı numunede oluşan TGO tabakası görülmektedir. 1-15. ölçüm noktaları tabakanın bağ kaplamaya doğru anormal bir şekilde büyüyen kısmına aittir ve Çizelge 2.6'da bu bölgede tespit edilen elementler ve miktarları verilmiştir. 16-20. ölçüm noktaları ise oksit tabakasının normal büyüyen bir bölgesine aittir ve Çizelge 2.7'de de bu bölgede tespit edilen elementler ve miktarları verilmiştir.



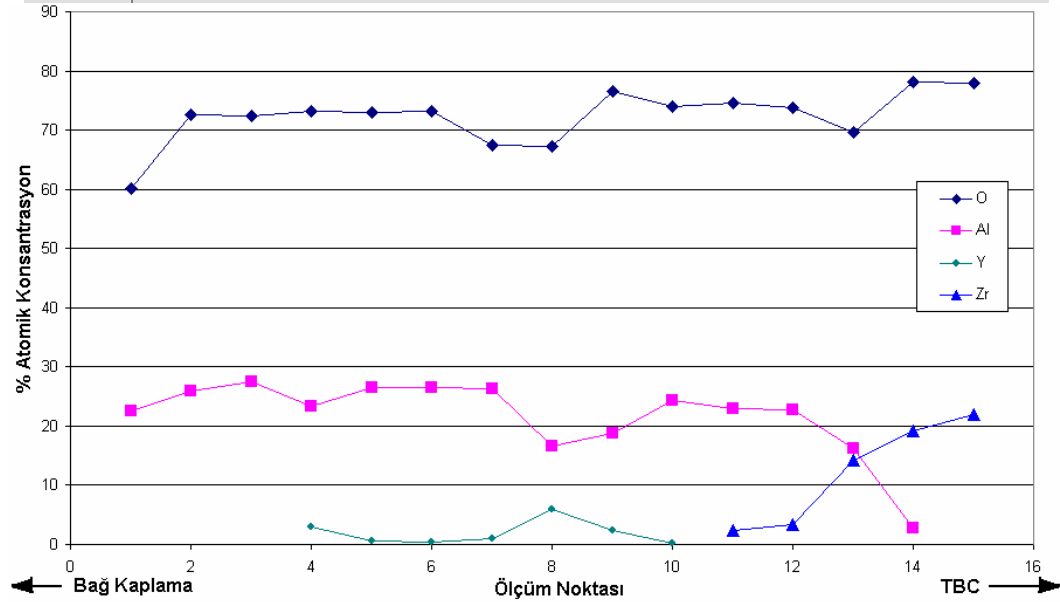
Şekil 2.53. A02 numaralı numuneye ait TGO tabakası

İlk ölçümün yapıldığı yer (1 numaralı nokta) TGO tabakasının bağ kaplamaya yakın bir noktasıdır. Bu noktada tespit edilen yüksek oranlardaki O ve Al elementleri, TGO tabakasının bu kısmının baskın olarak alüminyum oksitten oluştuğunu göstermektedir. Bununla beraber tespit edilen Cr, Co ve Ni elementleri, tıpkı literatürde belirtildiği üzere bağ kaplamadaki Al tükenmesinden dolayı oluşan farklı oksitlerin göstergesidir. 2-6 arasındaki ölçümler bu bölgenin yoğun alümina tabakası olduğunu göstermektedir. 4. ve 8. ölçüm noktasındaki yüksek kontrast itriyum içeriğinden kaynaklanmaktadır. 7-10 arasında tespit edilen yüksek Al ve O miktarları bu bölgenin baskın olarak alüminyum oksitten

oluşturduğunu, bununla birlikte V, Cr ve Y gibi alaşım elementleri içeren farklı fazların (muhtemelen oksit) oluşumunu göstermektedir.

**Çizelge 2.6.** A02 numaralı numunede yapılan EDX analizi sonuçları (1-15. ölçüm noktaları)

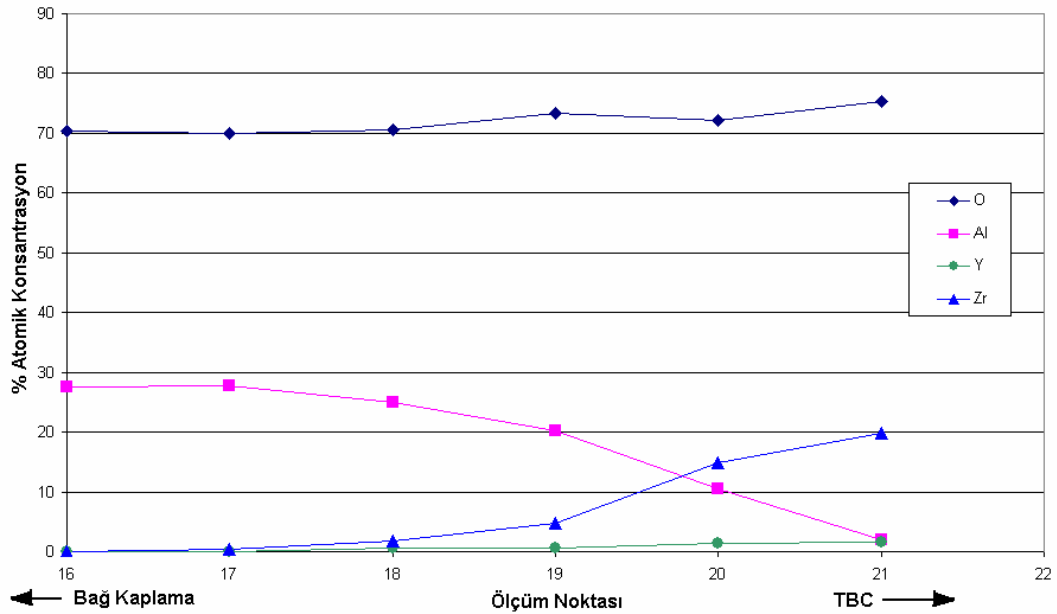
Nokta	O	Al	V	Cr	Co	Ni	Y	Zr	Pd
1	60,15	22,54		2,61	6,89	7,81			
2	72,63	25,86				1,50			
3	72,48	27,52							
4	73,27	23,35					3,01		0,38
5	72,97	26,46					0,56		
6	73,12	26,50					0,38		
7	67,41	26,37	0,86	4,30			1,06		
8	67,21	16,69	6,42	3,79			5,88		
9	76,49	18,77	2,30				2,44		
10	73,93	24,39	0,25	1,89			0,17		0,38
11	74,67	22,86						2,47	
12	73,83	22,82						3,35	
13	69,60	16,24						14,16	
14	78,23	2,68						19,09	
15	77,96							22,04	



11. noktadan itibaren TGO tabakasında, seramik TBC tabakasından gelen zirkonyum miktarı artmaktadır. 11 ve 12. ölçüm noktalarında tespit edilen element ve miktarları bu bölgenin bir miktar zirkonyum içeren alüminyum oksitten oluştuğunu göstermektedir. 14 ve 15. noktalarda tespit edilen yüksek O ve Zr miktarları ise bu bölgenin zirkonyum oksitten oluştuğunu göstermektedir. Şekil 2.53’de de son iki ölçümüm seramik tabaka üzerinde yapıldığı görülmektedir. 13. noktada ise birbirine yakın Al ve Zr miktarları bu bölgede alüminyum oksit ve zirkonyum oksitten oluşan iki farklı faz olabileceğinin göstergesidir.

**Çizelge 2.7.** A02 numaralı numunede yapılan EDX analizi sonuçları (16-21. ölçüm noktaları)

Nokta	O	Al	Ti	V	Cr	Co	Ni	Y	Zr
16	70,35	27,49	0,00	0,03	0,90	0,58	0,50	0,09	0,07
17	70,03	27,83	0,00	0,05	1,20	0,24	0,17	0,08	0,40
18	70,61	25,00	0,02	0,03	1,06	0,59	0,42	0,50	1,77
19	73,37	20,19	-0,02	0,04	0,36	0,32	0,49	0,54	4,71
20	72,09	10,43	0,11	-0,06	0,38	0,28	0,55	1,39	14,83
21	75,40	2,00	0,02	-0,11	0,46	0,21	0,56	1,58	19,88



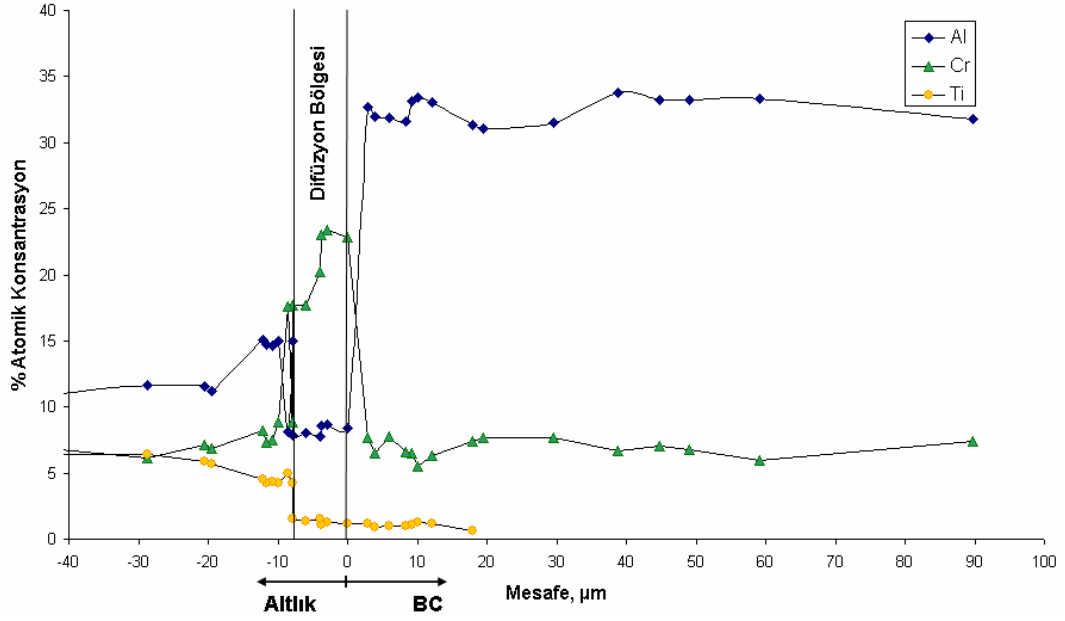
16. ve 17. ölçüm noktalarında tespit edilen yüksek oranlardaki O ve Al elementleri, TGO tabakasının bu kısmının baskın olarak alüminyum oksitten oluştuğunu göstermektedir. Bu bölgede oksit tabakası normal büyümekte ve hemen altındaki bağ kaplamada yoğun bir Al tükenmesi olmadığını

göstermektedir. Ayrıca tespit edilen Cr, Co ve Ni gibi elementlerin yok sayılabilecek düzeyde düşük miktarları bu bölgenin saf alüminyum oksitten oluştuğunu göstermektedir. 18. ölçüm noktasından itibaren artan zirkonyum ve itriyum miktarları da termal büyüyen oksit tabakasının karışık bölgesinin başladığını göstergesidir. Seramik üst kaplamaya yaklaştıkça artan zirkonyum miktarı 20. ölçüm noktasında alüminyum ve zirkonyum içeren farklı fazların (muhtemelen oksit) varlığını göstermektedir. Seramik kaplama üzerinde yapılan son ölçüm noktasında tespit edilen yüksek O ve Zr miktarları bu bölgenin zirkonyum oksitten oluştuğunu göstermektedir.

#### **2.4.3.3. Bağ kaplama ve altlık**

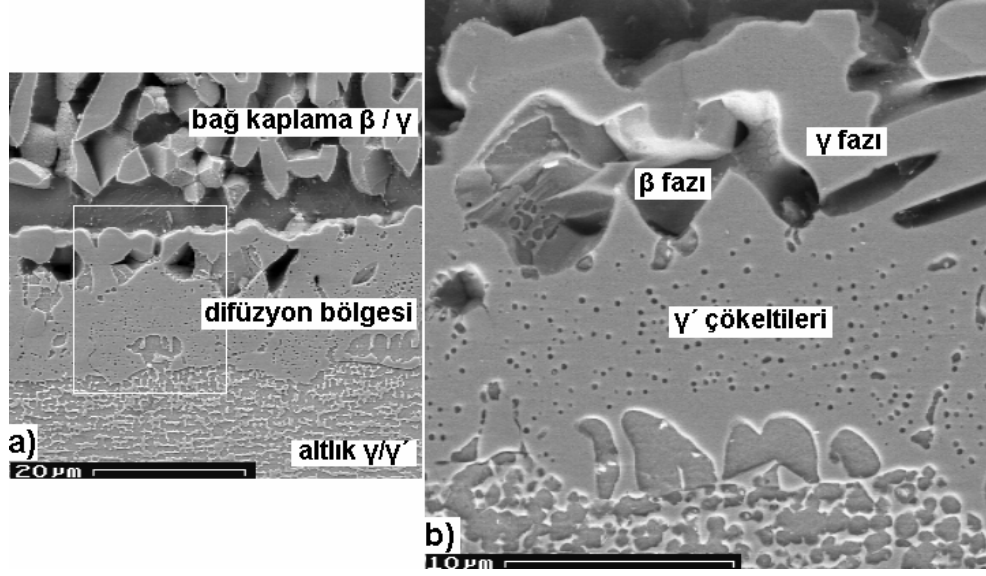
Yapılan EDX ölçümlerine göre kaplandıktan sonra hiçbir işlem görmemiş bir numunede altlığın yaklaşık bileşimi % atom cinsinden  $Ni_{55}Co_{15}Cr_9Al_{14}Ti_5Mo_1V_1$  şeklinde ve bağ kaplamanınki de  $Ni_{45}Co_{16}Cr_{12}Al_{25}$  şeklindedir. Bununla birlikte bağ kaplama içinde az miktarda Y ve altlıkta da C mevcuttur ve her iki elementin miktarı da %1'den küçüktür. Ayrıca bağ kaplama ile altlık arasındaki difüzyondan dolayı, bağ kaplamanın altlığa yakın kısımlarında (difüzyon bölgesi) Ti ile küçük miktarlarda V ve Mo tespit edilmiştir. Bu elementlerin miktarları BC yüzeyine doğru çıkıldıkça azalmaktadır. Numunenin maruz kaldığı yüksek sıcaklıktaki zamana bağlı olarak bağ kaplama ve altlık arasındaki difüzyon sonucu element dağılımı ve kimyasal bileşim değişmektedir.

Şekil 2.54'de A03 numaralı numunede Al, Cr ve Ti elementlerinin EDX yöntemiyle ölçülen miktarları (% atom) verilmiştir. Şeklin daha anlaşılır olması nedeniyle saptanan Co, Ni, Mo ve V elementleri şekle dahil edilmemiştir. Şeklin yatay eksenindeki sıfır noktası bağ kaplama/altlık arayüzeyini, pozitif değerler bağ kaplamayı ve negatif değerler de altlığı temsil etmektedir. Şekilden de görüldüğü üzere Al miktarı bağ kaplamadan difüzyon bölgesine geçerken önemli oranda düşmüş, difüzyon bölgesi içinde sabit kalmış ve altlığa doğru tekrar bir miktar artmıştır. Cr miktarı ise bağ kaplamadan difüzyon bölgesine geçerken yükselmiş, difüzyon bölgesinden altlığa geçerken tekrar bağ kaplamadakine yakın bir değere düşmüştür. Ti miktarı da difüzyon bölgesinde bağ kaplamadakine benzer bir miktara sahipken, altlığa geçer geçmez hissedilir bir şekilde artmıştır.



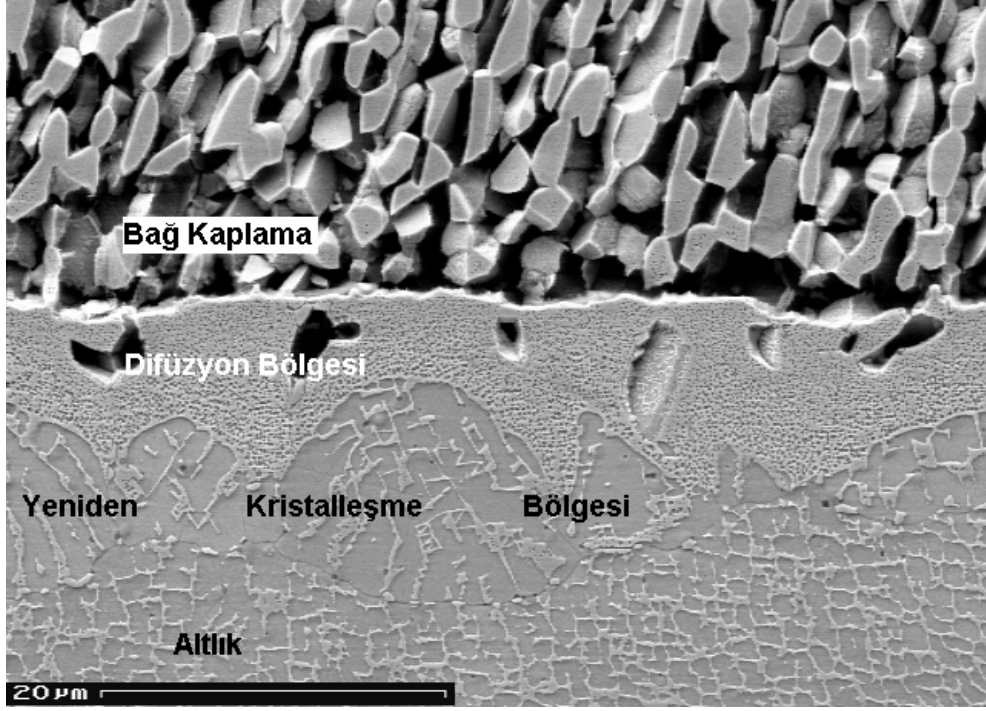
Şekil 2.54. A03 numaralı numunedeki Al, Cr ve Ti elementlerinin miktarları (% at)

Altılık, literatürde [141] belirtildiği üzere karbür segregasyonları ve ötektik bölgeler içeren karakteristik kübik  $\gamma/\gamma'$  yapısına ( $\text{Ni}/\text{Ni}_3\text{Al}$ ) sahiptir. Bağ kaplamadaki temel fazlar ise  $\beta$  NiAl ve  $\gamma$  Ni'dir [142]. Kaplama ile altılık arasında, kaplamanın uygulanması esnasında maruz kalınan yüksek sıcaklık sonucu oluşan ve kalınlığı 7-12  $\mu\text{m}$  arasında değişen bir difüzyon bölgesi (DZ) oluşmuştur. Bu bölgenin kalınlığı LCF testleri ya da ısıl işlem sonucunda değişmemektedir. Difüzyon bölgesi temelde  $\gamma$  fazı ve  $\beta$  fazından oluşmaktadır ve ayrıca  $\gamma$  taneleri içinde  $\gamma'$  çökeltileri ve Cr açısından zengin fazlar içermektedir. Şekil 2.55a'da altılıktaki  $\gamma/\gamma'$  yapısı, bağ kaplamadaki  $\beta$  ve  $\gamma$  fazları ve difüzyon bölgesi görülmektedir. Difüzyon bölgesi Şekil 2.55b'de verilmiştir. Burada da difüzyon bölgesi içindeki  $\beta$  ve  $\gamma$  fazları ile  $\gamma'$  çökeltileri görülmektedir. Şekillerdeki  $\beta$  fazlarının yoğun bir şekilde dağıldığı görülmektedir.



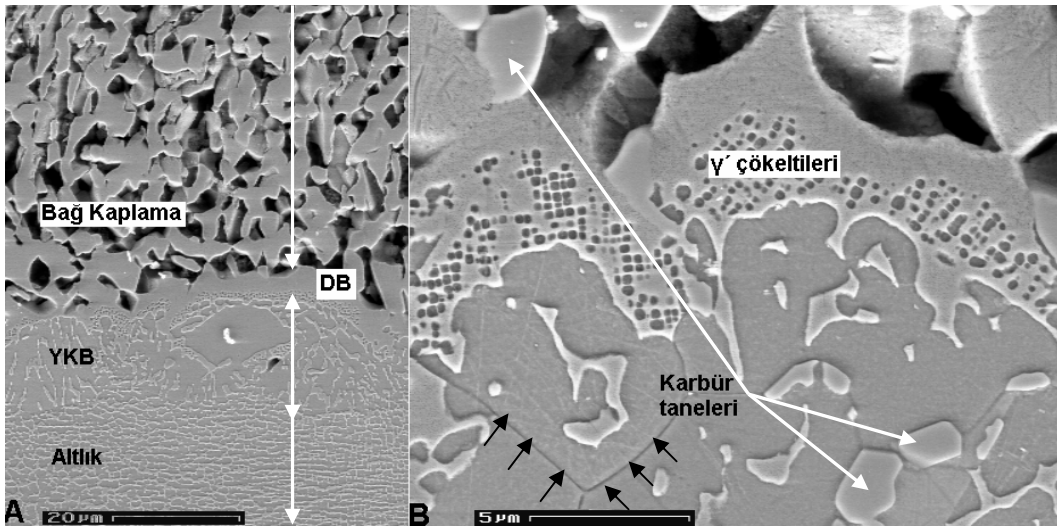
Şekil 2.55. Bağ kaplama, difüzyon bölgesi ve altlığın mikroyapısı

Numunenin maruz kaldığı yüksek sıcaklıkta geçen zaman arttıkça difüzyon bölgesi içindeki  $\beta$  tanelerinin sayısı azalmakta ve 500 saatlik ısıtma işlemi sonucunda tamamen ortadan kalkmaktadır. Ayrıca tüm numunelerde difüzyon bölgesi ile altlık arasında yeniden kristalleşen tanelerin bulunduğu bir bölge (yeniden kristalleşme bölgesi) saptanmıştır. Bu bölge tamamen düzensizdir, aynı numune içinde farklı büyüklüklere sahiptir ve numunenin bazı bölgelerinde bulunmamaktadır. Bu yüzden yeniden kristalleşme bölgesinin numunelerin işlenmesi esnasında oluştuğu düşünülmektedir. LCF numuneleri yaklaşık 24 mm çapa sahip IN 100 DS çubukların torna tezgahında işlenmesiyle hazırlanmıştır. Oldukça sert olan numunelerin yüzeyi, çok hassas bir işlem olmayan tornalama esnasında deforme olmaktadır. Daha sonra kaplama işlemi ve diğer ısıtma işlemleri esnasındaki yüksek sıcaklıkların, deforme olan bölgelerdeki tanelerin bölgesel bir şekilde yeniden kristalleşmesine neden olduğu düşünülmektedir. Yeniden kristalleşen tanelerinin sayısı ve büyüklüğü, numunenin maruz kaldığı yüksek sıcaklıkta geçen zamanla doğru orantılı bir şekilde değişmektedir. Şekil 2.56'da yüksek sıcaklıkta yaklaşık 5 saat kalan A03 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi görülmektedir.



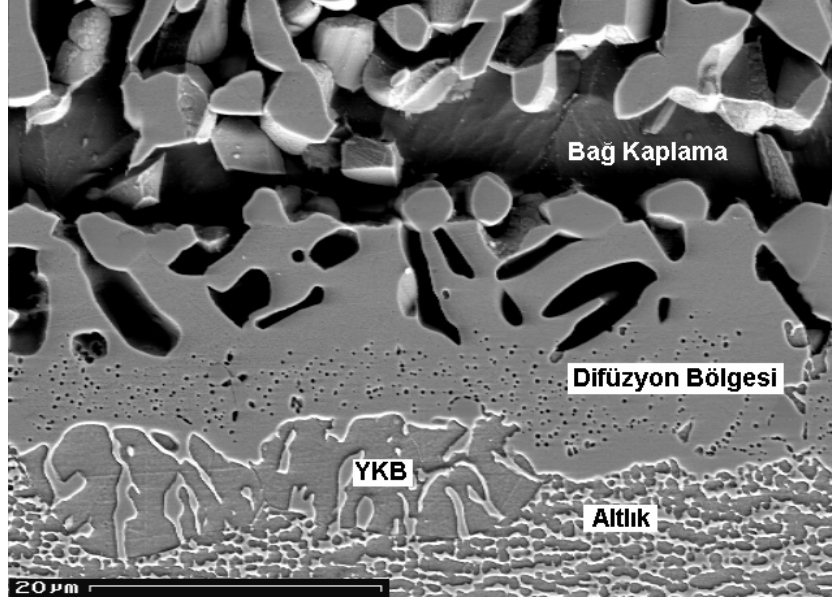
Şekil 2.56. A03 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi

Şekil 2.57a'da yüksek sıcaklıkta yaklaşık 80 saat kalan A02 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi ve 2.57b'de de bu bölgenin detaylı bir resmi verilmiştir. Şekil 2.57b'de görüldüğü üzere karbür taneleri yeniden kristalleşme bölgesindeki (YKB) tane sınırlarında toplanmıştır. Şekilde tane sınırları koyu renk ok işaretleriyle gösterilmiştir.

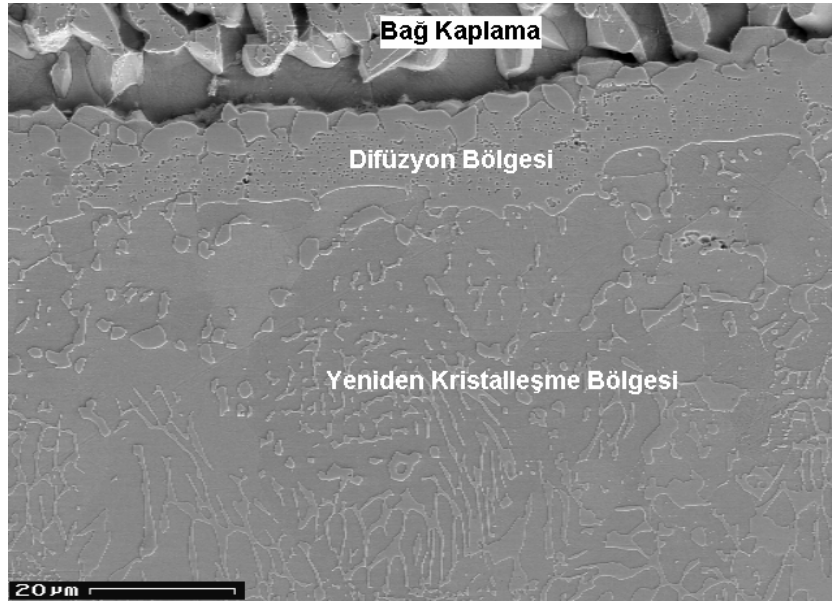


Şekil 2.57. A02 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi (a) ve bölgenin detaylı görünümü (b)

Şekil 2.58 ve 2.59’da ise sırasıyla A14 ve A15 numaralı numunelerin bağ kaplama, difüzyon bölgesi ve yeniden kristalleşme bölgesini gösteren SEM görüntüleri verilmiştir. A15 numaralı numunede (Şekil 2.59), LCF testlerinden önce uygulanan 500 saatlik ısıl işlemin etkisiyle yeniden kristalleşme bölgesinin iyice büyüdüğü ( $>50 \mu\text{m}$ ) görülmektedir. Ayrıca difüzyon bölgesi içinde herhangi bir  $\beta$  fazı bulunmamaktadır.

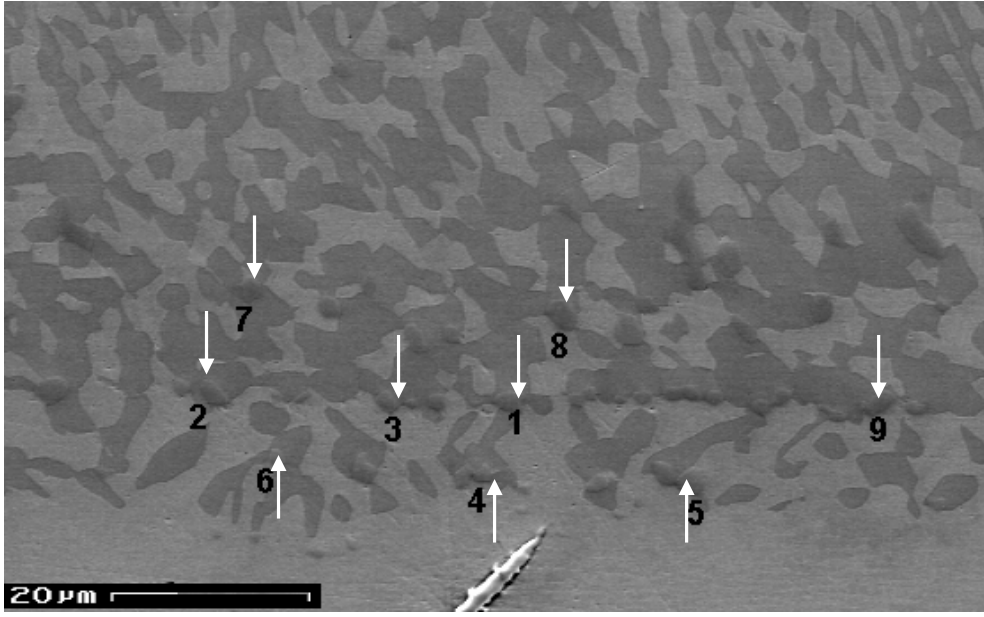


Şekil 2.58. Yüksek sıcaklıkta yaklaşık 340 saat kalan A14 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi

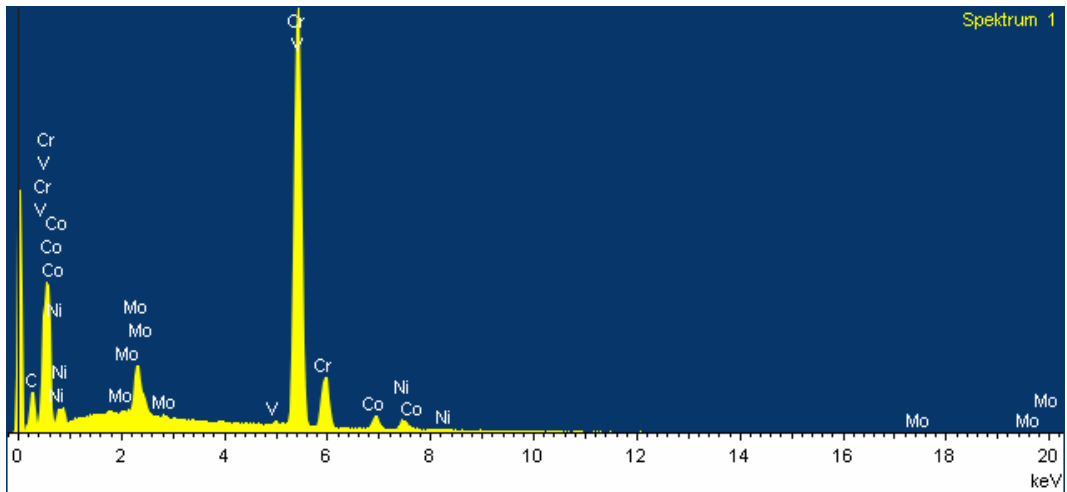


Şekil 2.59. Yüksek sıcaklıkta yaklaşık 616 saat kalan A15 numaralı numunede saptanan yeniden kristalleşme bölgesi

Şekil 2.60'da A02 numaralı numunede bağ kaplamanın difüzyon bölgesine yakın yerlerinde ve difüzyon bölgesinde tespit edilen yeni fazlar görülmektedir. Şekil 2.61'de ise bu fazlar üzerinde yapılan EDX analizleri sonucu elde edilen spektrum ve Çizelge 2.8'de de saptanan elementler ve miktarları verilmiştir. EDX ölçümlerinden de görüldüğü üzere bu fazların yaklaşık bileşimi % atom cinsinden  $C_{25}Cr_{65}Co_4Ni_3Mo_2$  ve V'dir.



Şekil 2.60. A02 numaralı numunede BC/DZ arayüzeyinde saptanan Cr zengin fazlar

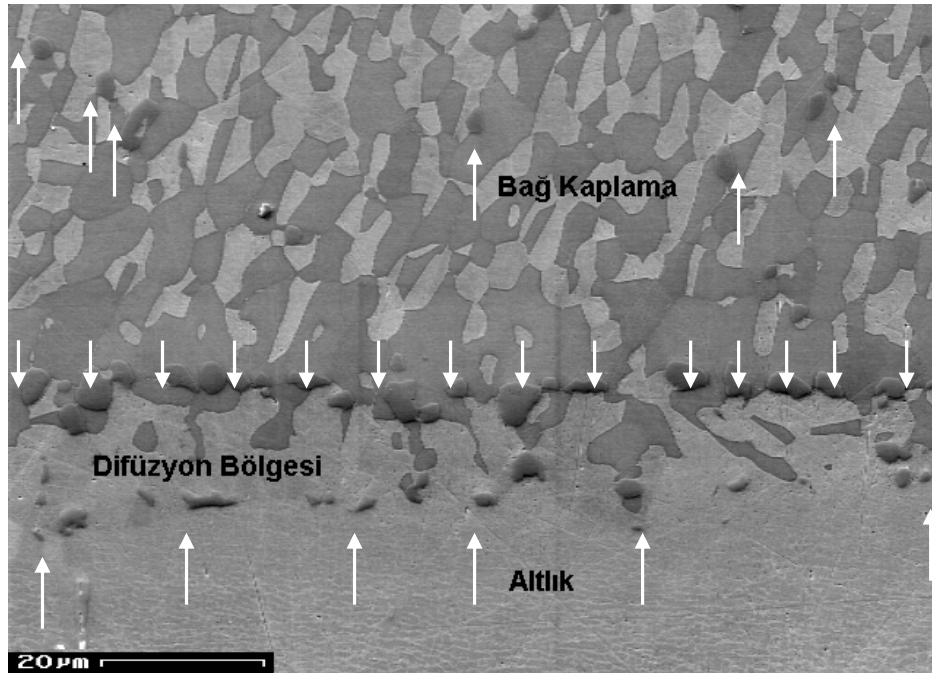


Şekil 2.61. Şekil 2.60'da görülen fazlar üzerinde yapılan EDX analizinden elde edilen spektrum

**Çizelge 2.8.** Saptanan elementler ve miktarları (%atom)

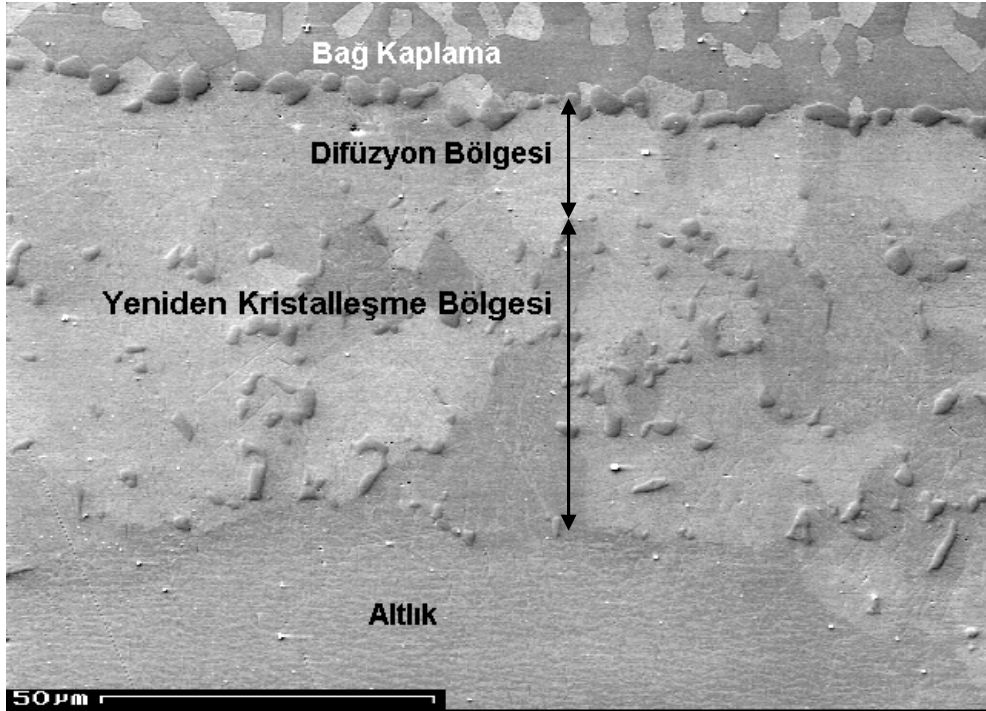
Nokta	C	V	Cr	Co	Ni	Mo
1	22.42	0.55	67.52	3.94	2.96	2.60
2	23.83	0.47	65.87	4.73	2.86	2.25
3	25.08	0.43	64.62	4.54	3.17	2.17
4	25.53	0.64	63.09	4.48	3.03	3.23
5	24.70	0.52	64.09	5.16	2.61	2.91
6	25.64		63.95	3.86	3.01	3.53
7	24.32	0.46	65.90	4.55	2.88	1.89
8	22.50		68.56	5.68	3.26	
9	25.36	0.75	64.05	4.88	3.00	1.97

Şekil 2.62’de 950°C’de 250 saat ısıtma işlemi gördükten sonra 225000 çevrim boyunca test edilen A14 numaralı numunenin mikroyapısı görülmektedir. Bağ kaplamadaki açık renkler  $\gamma$  fazları, yüksek renkler ise  $\beta$  fazlarıdır. Cr açısından zengin fazların tıpkı A02 numaralı numunedekine benzer şekilde BC/DZ arayüzeyinde bir zincir oluşturdukları görülmektedir. Fakat LCF deneylerinden önce uygulanan ısıtma işleminin etkisiyle ikinci bir karbür zinciri de DZ/altlık arayüzeyinde saptanmıştır. Bu fazlara seyrek bir şekilde de olsa bağ kaplama içinde de rastlanmaktadır.



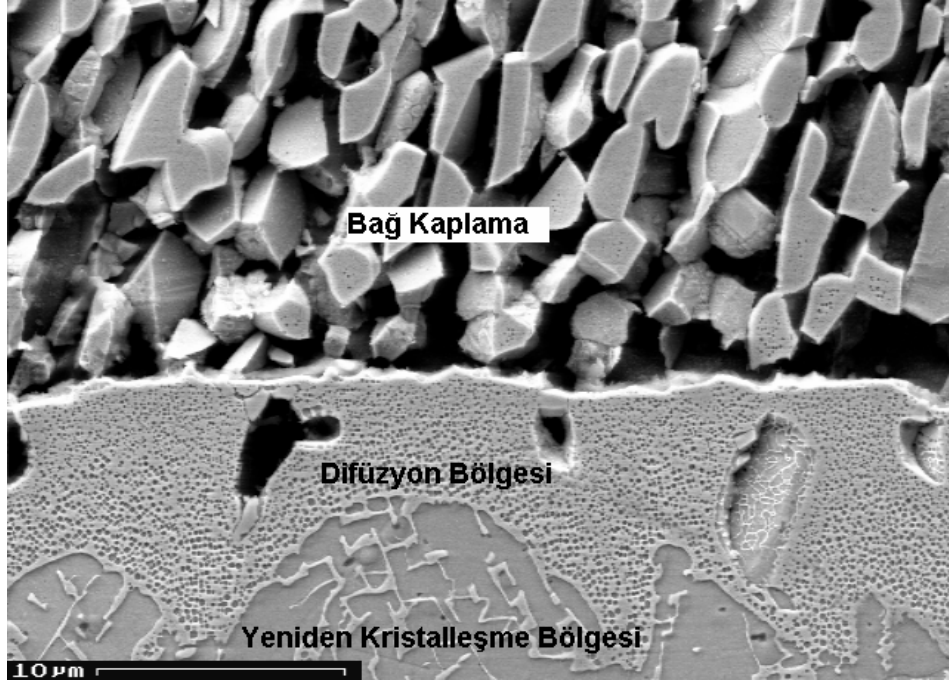
**Şekil 2.62.** A14 numaralı numunedeki saptanan karbür fazları

Şekil 2.63'de ise 950°C'de 500 saat ısıtılardan sonra 225000 çevrim boyunca test edilen A15 numaralı numunenin mikroyapısı görülmektedir. Bu numunede karbür taneleri yine BC/DZ arayüzeyinde bir zincir oluşturmuştur; fakat 500 saatlik ısıtılardan etkisiyle A014 numaralı numunede saptanan DZ/altlık arayüzeyindeki ikinci karbür zincirinin yeniden kristalleşme bölgesi içinde dağılarak bir karbür ağı oluşturduğu görülmektedir. Yeniden kristalleşme bölgesindeki karbür fazlarının tane sınırlarında yerleştikleri dikkati çekmektedir.



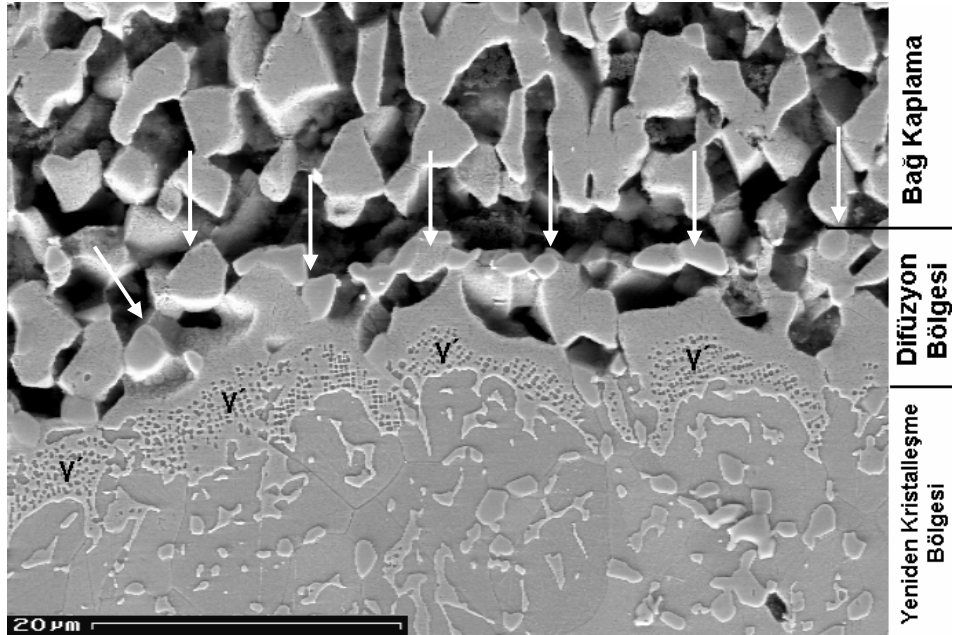
Şekil 2.63. A15 numaralı numunede saptanan karbür fazları

Numunelerin mikroyapısal incelemelerinde bağ kaplama ve difüzyon bölgesindeki  $\gamma$  taneleri içinde saptanan çökeltiler literatürde  $\gamma'$  fazı olarak adlandırılmaktadır ve genelde  $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$  bileşimine sahiptir [143]. LCF numunelerinde yapılan incelemelerde, yüksek sıcaklıkta sadece 5 saat kalan A03 numaralı numunede  $\gamma'$  çökeltilerinin difüzyon bölgesi içinde düzenli bir şekilde dağıldığı ve yaklaşık 15  $\mu\text{m}$  kalınlığa sahip bir bölgede bağ kaplama içinde görülmektedir (Şekil 2.64).



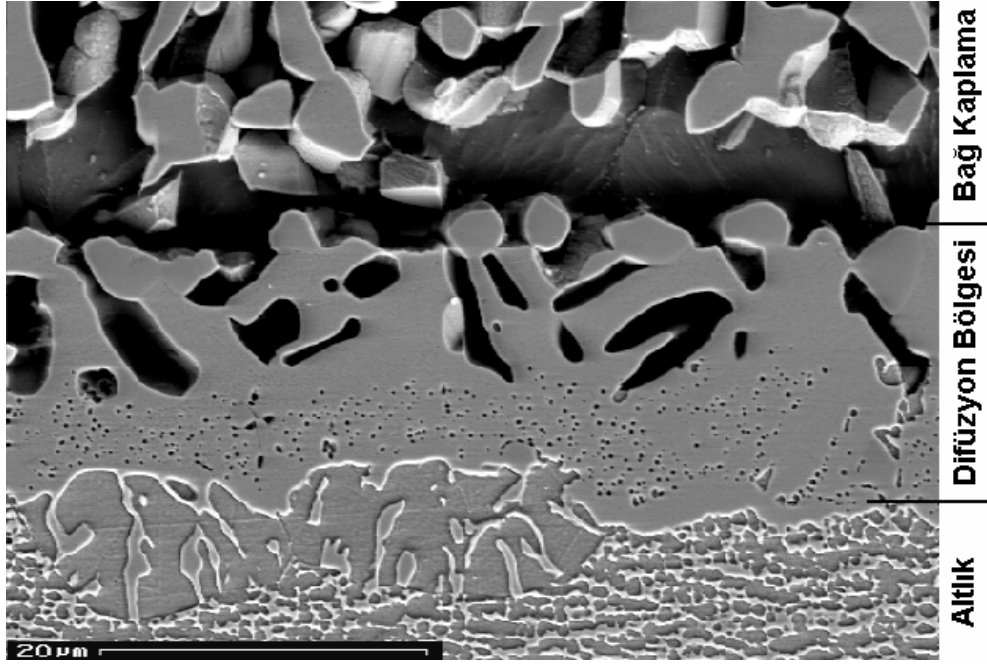
Şekil 2.64. A03 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve  $\gamma'$  çökeltileri

Yüksek sıcaklıkta yaklaşık 80 saat kalan A02 numaralı numunede  $\gamma'$  çökeltilerinin bulunduğu bölge daralmakta ve bu fazlara sadece DZ/altlık arayüzeyinde rastlanılmaktadır. Bağ kaplama içinde herhangi bir  $\gamma'$  fazı saptanmamıştır (Şekil 2.65). Karbür fazları oklarla işaretlenmiştir.



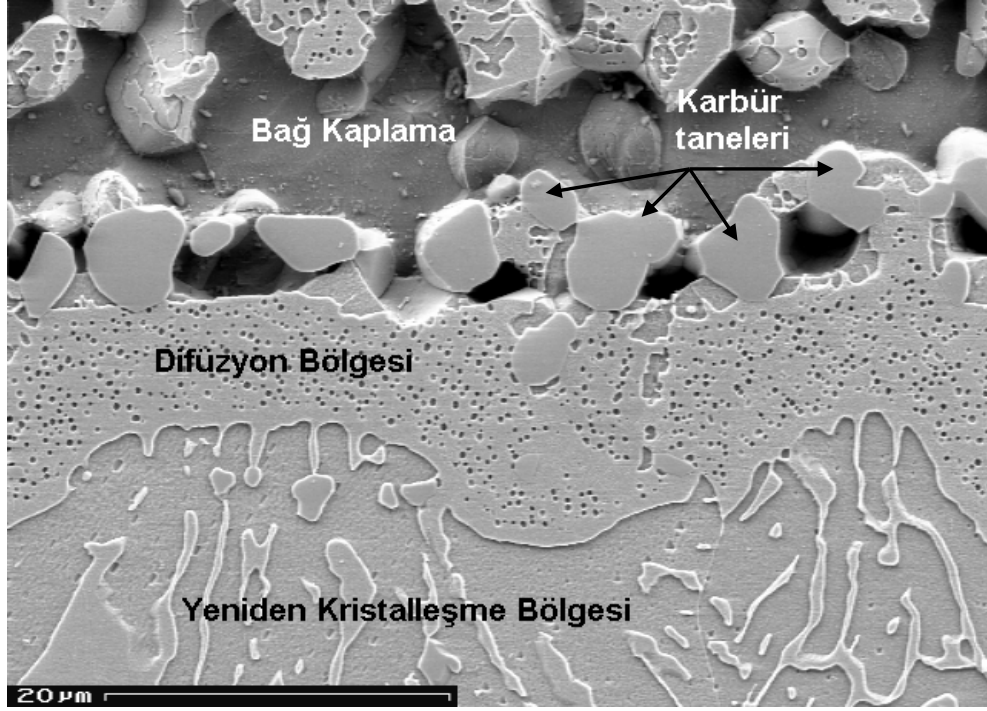
Şekil 2.65. A02 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve  $\gamma'$  çökeltileri

250 saat ısıtıl işlem gördükten sonra test edilen A14 numaralı numunede (yüksek sıcaklıkta toplam 340 saat) difüzyon bölgesi içinde ve düzensiz bir şekilde dağılmış  $\gamma'$  çökeltileri tespit edilmiştir ve bağ kaplamada yine herhangi bir  $\gamma'$  fazına rastlanmamıştır (Şekil 2.66).  $\gamma'$  çökeltilerinin difüzyon bölgesinin  $\gamma$  fazı üzerinde oluştuğu dikkat çekmektedir.

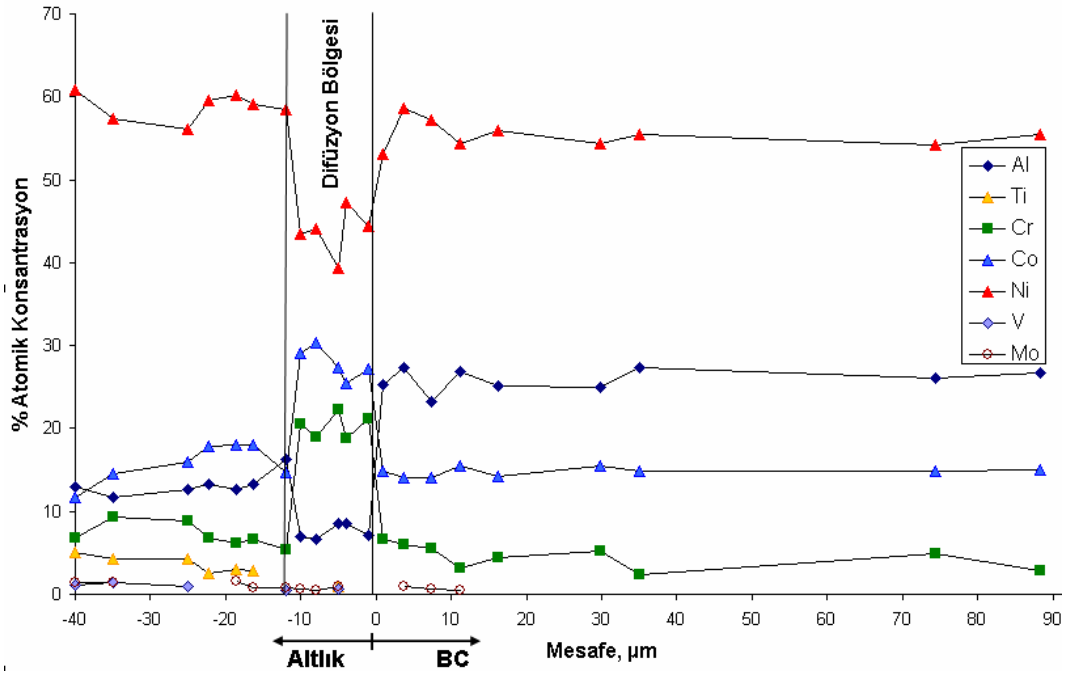


Şekil 2.66. A14 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve  $\gamma'$  çökeltileri

Şekil 2.67'de görüldüğü üzere 500 saat ısıtıl işlem gördükten sonra test edilen A15 numaralı numunede (yüksek sıcaklıkta toplam 616 saat) difüzyon bölgesi içinde ve bağ kaplama içinde  $\gamma'$  çökeltileri tespit edilmiştir.



Şekil 2.67. A15 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve  $\gamma'$  çöktelleri



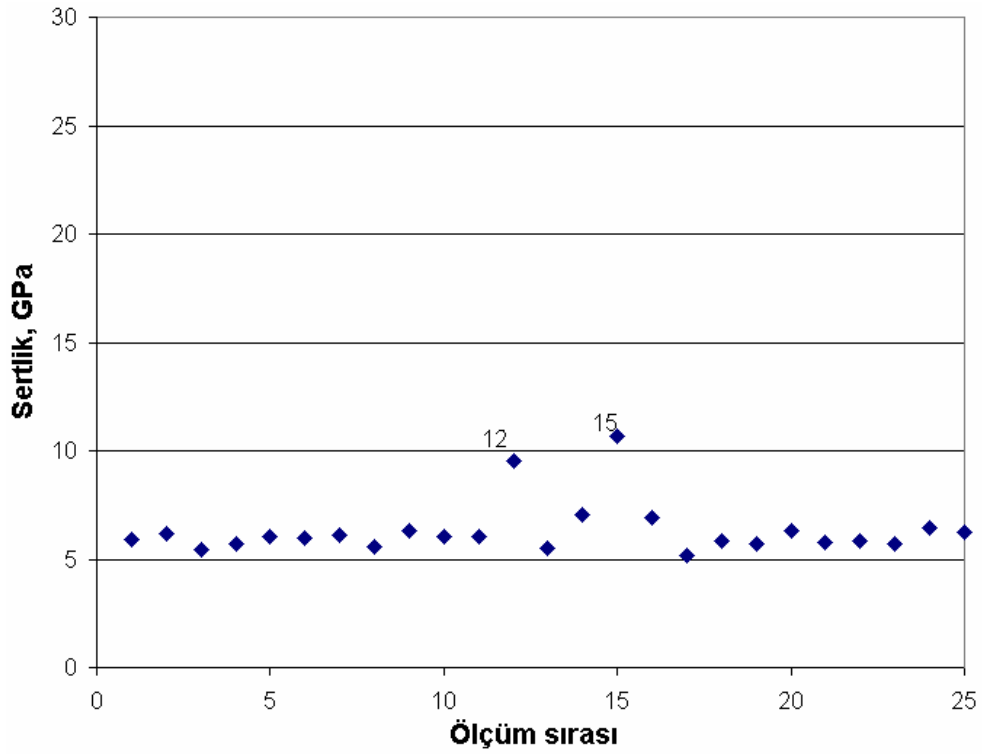
Şekil 2.68. A15 numaralı numunede saptanan elementler ve miktarları (%atom)

Şekil 2.68'de A15 numaralı numunede EDX yöntemiyle saptanan elementler ve miktarları (% atom) verilmiştir. Şeklin yatay eksenindeki sıfır

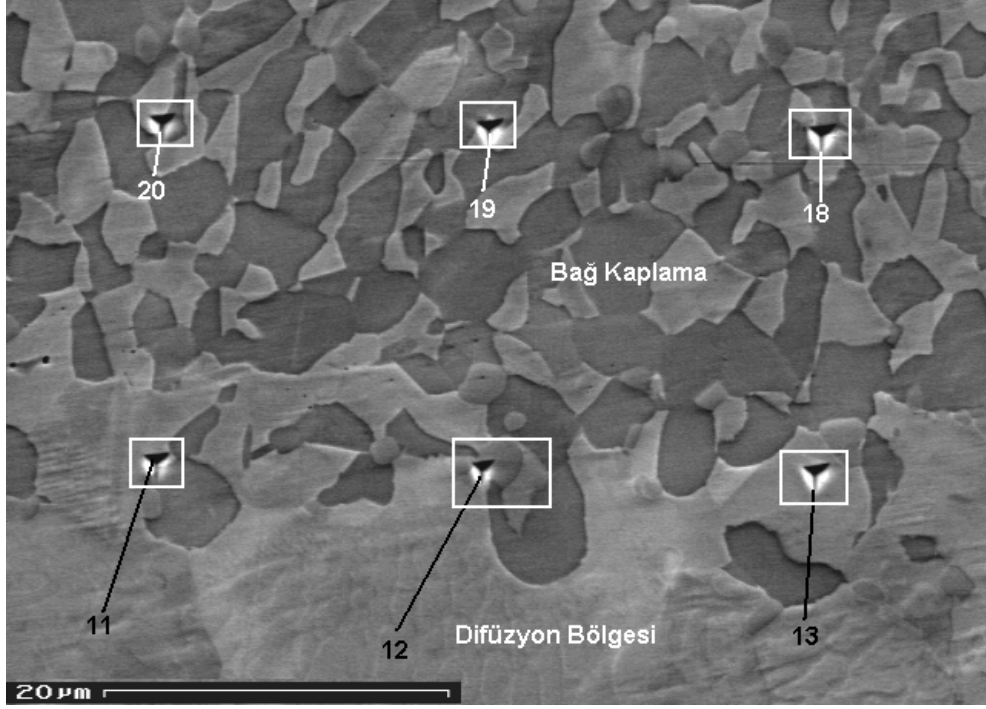
noktası bağ kaplama/altlık arayüzeyini, pozitif değerler bağ kaplamayı ve negatif değerler de altlığı temsil etmektedir. Şekil 2.68’de de görüldüğü üzere difüzyon bölgesinin kalınlığı yaklaşık 12 µm’dir ve Şekil 2.67’de görülen difüzyon bölgesinin kalınlığı ile uyuşmaktadır. Difüzyon bölgesinin altında yer alan yeniden kristalleşme bölgesinde ise kayda değer bir element difüzyonu görülmemektedir.

#### 2.4.4. Sertlik deneylerinin sonuçları

Şekil 2.69’da A02 numaralı numunede yapılan sertlik ölçümlerinin sonucu verilmiştir. Şekil 2.70’de de görüldüğü üzere sertlik değerlerinin daha yüksek olduğu 12. ve 15. ölçümlerin DZ/BC arayüzeyindeki karbürlerin üzerine denk gelen izlere ait olduğu düşünülmektedir.



Şekil 2.69. A02 numaralı numunede yapılan sertlik ölçümü sonuçları



Şekil 2.70. A02 numaralı numunede bağ kaplama ve difüzyon bölgesindeki sertlik izleri

### 3. DENEY SONUÇLARININ TARTIŞILMASI

Tez çalışmasının bu bölümünde; yapılan LCF deneylerinin sonuçları ilk olarak mekanik gerilmelerin çatlak oluşumuna etkisi, TBC tabakasının çatlak oluşumuna etkisi ve yüksek sıcaklıkta geçen zamanın çatlak oluşumuna etkisi açısından değerlendirilmiştir. Daha sonra termal bariyer kaplama, termal genişleyen oksit ve bağ kaplama tabakalarıyla altlık mikroyapısında LCF deneyleri boyunca gözlemlenen değişiklikler ve bu değişikliklerin çatlak oluşumuna etkisi incelenmiştir. Son olarak da oluşan mikroyapısal değişiklikler ile çatlak oluşumu ve ilerlemesi arasındaki ilişki ele alınmıştır.

#### 3.1. Çatlak Oluşumu

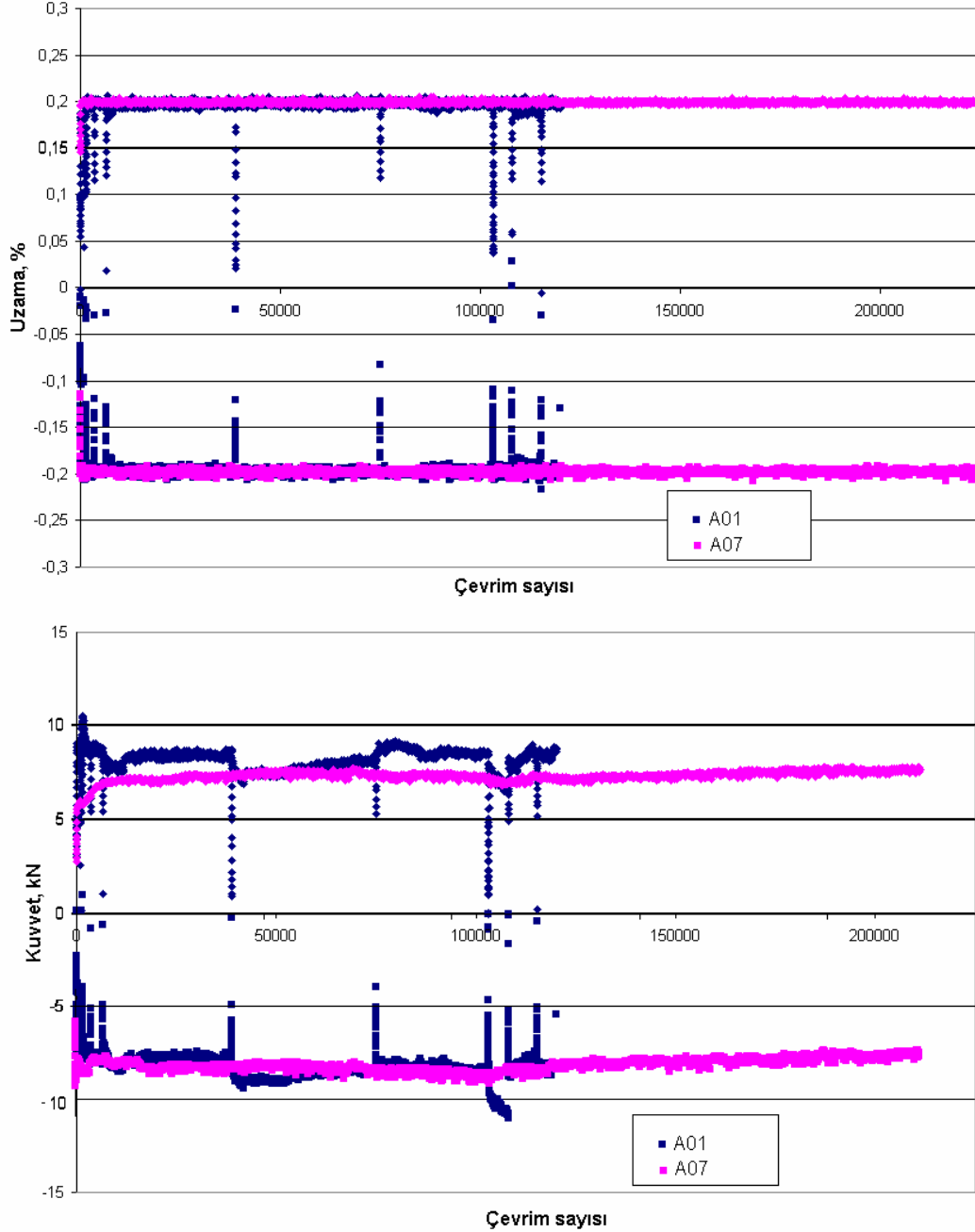
Aşağıdaki çizelgede hem bağ kaplama hem de seramik termal bariyer kaplama tabakasına sahip ve hiçbir ısıl işlem görmeksizin test edilen numuneler ve deney şartları listelenmiştir. LCF deneyleri sonucunda bu numunelerden A01, A02, A07, A08, A09 ve A10'da çatlaklara rastlanırken, diğer numunelerde herhangi bir çatlakla rastlanılmamıştır.

**Çizelge 3.1.** BC ve TBC tabakalarına sahip ve ısıl işlem görmemiş numunelere uygulanan deneyler

Nu- mune	Yükleme	Uzama , %		Kuvvet, kN		$\Delta\epsilon$ , %	$\Delta F$ , kN	Çevrim sayısı
		Maks	Min	Maks	Min			
A01	çekme-basma	+0,20	-0,20	8,5	-8,0	0,40	16,5	120000
A02	çekme-basma	+0,25	-0,25	11,6/8,3	-9,2/-12,1	0,50	20,8/20,4	225000
A03	çekme-çekme	+0,25	+0,10	10,0	3,6	0,15	6,4	3107
A04	basma-basma	-0,10	-0,25	-1,6	-7,4	-0,15	-5,8	225000
A05	çekme-çekme	+0,25	+0,10	9,6/10,0	2,8/3,2	0,15	6,8	225000
A06	basma-basma	-0,02	-0,25	-1,3/1,4	-8,0/-6,8	-0,25	-6,7/8,2	475000
A07	çekme-basma	+0,20	-0,20	7,2	-8,5	0,40	15,5	225000
A08	çekme-basma	+0,10	-0,35	5,5/7,3	-12,6/-10,5	0,45	18,1/17,8	225000
A09	çekme-basma	+0,35	-0,10	12/9,7	-4,7/-7,0	0,45	16,7	225000
A10	çekme-basma	+0,30	-0,20	12,6/9,6	-9,5	0,50	22,1/19,1	225000

Daha önce belirtildiği gibi uzama genliğinin %0,20'den %0,25'e ve çevrim sayısının 120000'den 225000 çıkarılması çatlakların sayısı ve boyutlarında bir artışa neden olmuştur. Aynı uzama aralığında, fakat farklı çevrim sayısı boyunca test edilen A01 ve A07 numaralı numuneleri karşılaştırarak, çevrim sayısının arttırılmasının etkisi saptanabilir. Ancak şaşırtıcı bir şekilde; A07 daha

fazla çevrim sayısına sahip olmasına rağmen sadece bir çatlak görülmüşken, A01 daha fazla çatlığa sahiptir. Bu nedenle deney boyunca numunelerin maruz kaldıkları gerçek uzama ve mekanik yükü karşılaştırmak için, her iki numuneye ait uzama ve kuvvet eğrileri Şekil 3.1’de toplanmıştır.



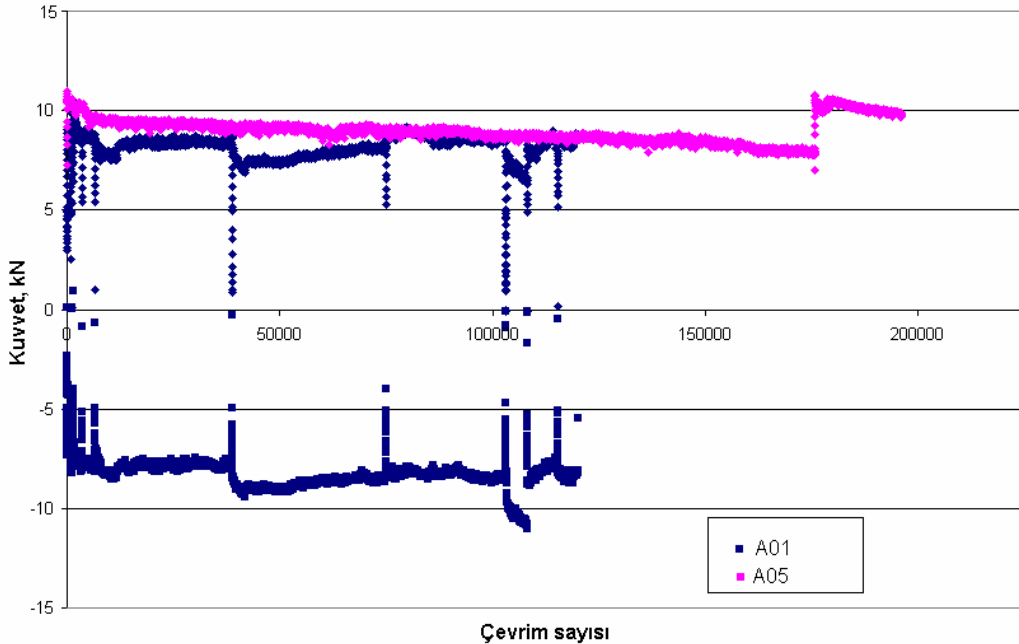
Şekil 3.1. A01 ve A07 numaralı numunelerin karşılaştırılması

Şekil 3.1’de görüldüğü gibi her iki numunenin uzama eğrileri mükemmel bir şekilde çakışmaktadır. Bu, ekstensometre tarafından ölçülen uzama

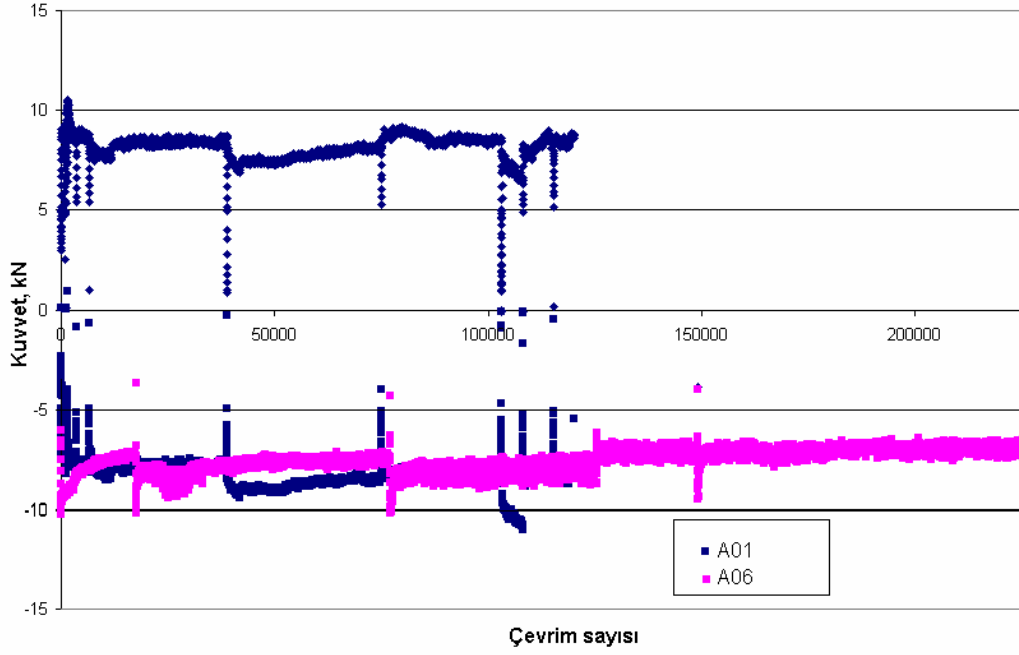
değerlerinin aynı olduğunu göstermektedir. Bununla birlikte numuneler farklı yüklere, dolayısıyla da farklı mekanik gerilmelere maruz kalmışlardır. Bunun nedeni ekstensometre tarafından ölçülen uzama miktarı ile numunenin maruz kaldığı gerçek uzama miktarının farklı olmasıdır. A01'nin A07'den hem çekme hem de basma yönünde daha yüksek gerilmelere maruz kaldığı açıkça görülmektedir. A01'de daha düşük çevrim sayısına rağmen niçin daha fazla çatlak saptandığı bu şekilde açıklanmaktadır.

Aynı çevrim sayısına sahip A02 ve A07 karşılaştırıldığında (Çizelge 3.1); daha yüksek bir uzama genliğinde test edilmiş olan A02'de daha fazla çatlakla rastlandığı görülmektedir. Sonuç olarak, aynı çevrim sayısı için uzama genliği ve dolayısıyla mekanik gerilmelerin büyük bir etkisi olduğu söylenebilir.

Yükleme yönünün etkisini incelemek için, bazı çatlaklara sahip olan A01 numaralı numune referans alınmıştır. A05 çekme-çekme yüklemesi altında ve +%0,10 ile +%0,25 uzama aralığında test edilmiştir. Şekil 3.2'de iki numuneye ait maksimum kuvvetler karşılaştırılmıştır. A06 ise basma-basma yüklemesi altında ve -%0,02 ile -%0,25 uzama aralığında test edilmiştir. Şekil 3.3'de de iki numuneye ait minimum kuvvetler karşılaştırılmıştır.



Şekil 3.2. A01 ve A05 numaralı numunelerin maksimum kuvvetlerinin karşılaştırılması



Şekil 3.3. A01 ve A06 numaralı numunelerin minimum kuvvetlerinin karşılaştırılması

Şekillerden de görüldüğü gibi; A05 numaralı numune A01'den daha yüksek çekme gerilmelerine ve A06 numaralı numune de A01 ile neredeyse aynı hatta bazen daha yüksek basma gerilmelerine maruz kalmıştır. Ayrıca hiçbir çatlığa rastlanmayan A05 ve A06 numaralı numuneler A01'den daha fazla bir çevrim sayısına sahiptir. Bununla birlikte, çekme-çekme ya da basma-basma yüklerinin daha yüksek çevrim sayısına rağmen herhangi bir çatlığa neden olmadığı sonucuna varmadan önce, bu iki numuneye uygulanan maksimum ve minimum uzamaların farkına ( $\Delta\varepsilon$ ) dikkat etmek gerekir.  $\Delta\varepsilon$  değeri A05 için %0,15 ve A06 için % 0,25 iken çatlığa rastlanan numunelerde (A01, A02 ve A07) bu değer sırasıyla %0,40 %0,50 ve %0,40'dır.

Bu nedenle, çekme ya da basma yönündeki gerilmelerin çatlak oluşturup, oluşturamayacağını saptayabilmek için  $\Delta\varepsilon$  değeri %0,40'dan küçük olmayacak şekilde numuneler test edilmelidir. Fakat sadece basma ya da sadece çekme yönünde % 0,40'lık bir uzama miktarı numunenin çok yüksek gerilmelere maruz kalıp, daha kaplama tabakalarında bir hasar oluşmadan numunenin kırılmasına neden olacağından, A08 numaralı numune % 0,10 ve % -0,35 uzama aralığında ve

A09 numaralı numune de % 0,35 ve % -0,10 uzama aralığında test edilmiştir (Çizelge 3.1).

Bu numunelerin her ikisinde de çatlağa rastlanması, yüksek sıcaklıkta LCF deneyleri esnasında çatlak oluşumunda sadece mekanik gerilmelerin mutlak miktarı değil, aynı zamanda maksimum ve minimum gerilmeler arasındaki farkın da önemli olduğunu göstermektedir.

Örneğin A01 numaralı numunede 8,5 kN'luk çekme ve 8,0 kN'luk basma kuvvetleri çatlak oluşturmuşken; A05 numaralı numunedeki 9,6-10,0 kN'luk çekme kuvvetleri veya A06 numaralı numunedeki -8,0 kN'luk basma kuvvetleri çatlak oluşturamamıştır. Bunun nedeni A01'deki maksimum ve minimum kuvvetler arasındaki fark ( $\Delta F$ ) 16,5 kN iken bu değer A05'de 6,8 kN ve A06'da da 6,7-8,2 kN civarında olmasıdır.

Sadece bağ kaplamaya sahip numunelerden (Çizelge 3.2) elde edilen sonuçlar, seramik termal bariyer kaplama tabakasının izotermal LCF deney şartlarında çatlak oluşumuna etkisini saptamayı amaçlamaktadır. A11 numaralı numune bir takım çatlaklara rastlanan ve TBC takasına da sahip A02 numaralı numune ile aynı yükleme şartları altında test edilmek istenmiştir.

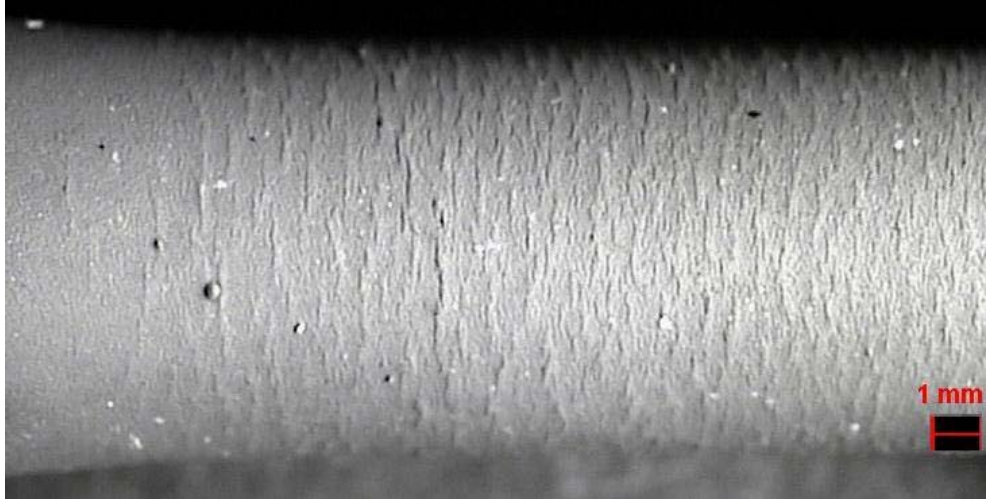
**Çizelge 3.2.** Sadece bağ kaplama tabakasına sahip ve ısıl işlem görmemiş numunelere uygulanan deneyler

Nu- mune	Yükleme	Uzama, %		Kuvvet, kN		$\Delta\varepsilon$ , %	$\Delta F$ , kN	Çevrim sayısı
		Maks	Min	Maks	Min			
A11	çekme-basma	+0,25	-0,25	9,1	-14,8	0,50	23,9	47870
A12	çekme-basma	+0,18	-0,18	11,1	-4,1	0,36	15,2	200000
A13	çekme-basma	+0,07	-0,28	4	-10	0,35	14	225000

Deney henüz 50000 çevrime ulaşmadan A11 numaralı numunenin arakesiti incelendiğinde, bazıları altlığın derinlerine kadar uzanan birçok çatlığın saptanması, seramik termal bariyer kaplama tabakasının çatlak oluşumunu geciktirdiğini göstermektedir.

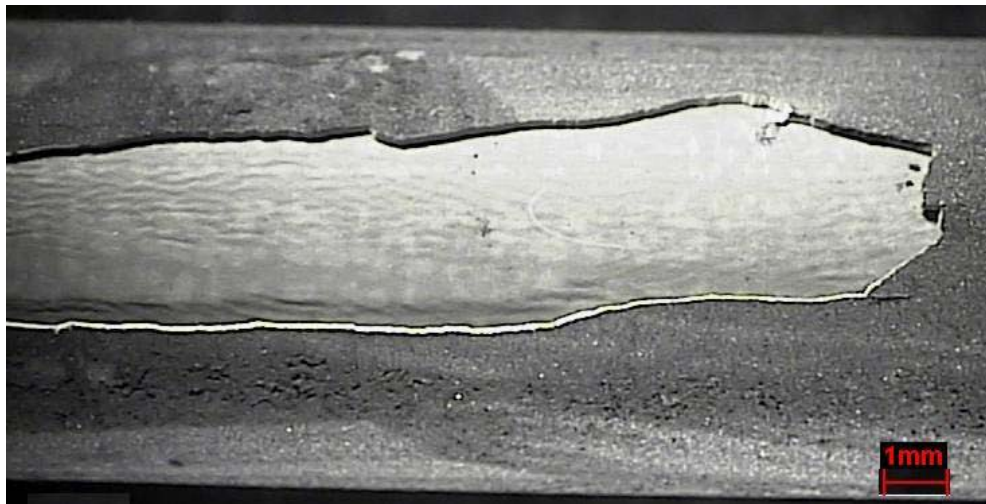
Ayrıca sadece bağ kaplama tabakasına sahip diğer iki numunenin de (A12 ve A13), seramik kaplama tabakasına da sahip A07 numaralı numuneden daha düşük  $\Delta\varepsilon$  ve  $\Delta F$  değerleri altında ve aynı çevrim sayısı boyunca test edilmelerine

rağmen (hatta A12 25000 çevrim daha az) daha fazla çatlığa rastlanması yukarıdaki saptamayı desteklemektedir.



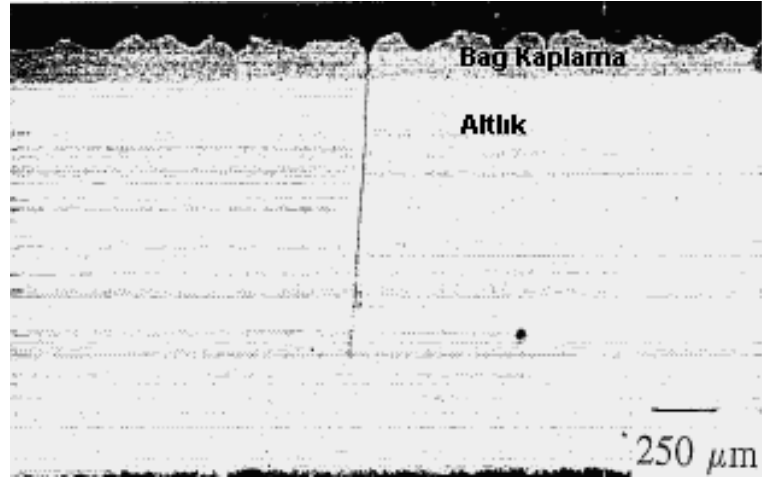
**Şekil 3.4.** Sadece bağ kaplama uygulanmış LCF numunesinde saptanan buruşma

Sadece bağ kaplama uygulanmış numunelerin dış yüzeyleri incelendiğinde tıpkı TGMF numunelerinde olduğu gibi buruşma (rumpling) gözlenmiştir (Şekil 3.1). TGMF deney şartlarında buruşma ancak pullanarak kalkan ya da bağ kaplamanın üst kaplamadan tabaka olarak ayrılması sonucu, seramik tabakanın altında kalan bağ kaplama tabakasında görülmektedir (Şekil 3.5).

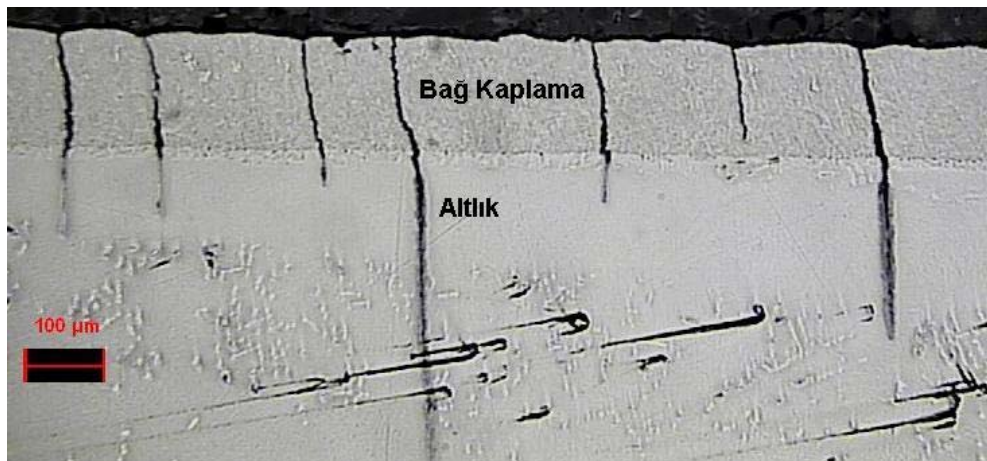


**Şekil 3.5.** TGMF numunesinde kalkan TBC tabakasının altında saptanan buruşma

Metalik koruyucu kaplamaların buruşması, servis esnasında türbin kanatçıklarında sık rastlanılan bir durumdur. Buruşmuş yüzeylerdeki vadiler gerilme yoğunlaşma bölgeleri ve altlığa kadar ilerleyen yorulma çatlakları için başlangıç noktalarıdır. Şekil 3.6'da 12000 saat serviste kalmış bir türbin kanatçığında saptanan buruşma ve bundan kaynaklanan bir çatlak görülmektedir. Benzer bir buruşma ve çatlaklar sadece bağ kaplama uygulanmış LCF numunesinde de gözlenmiştir (Şekil 3.7). Buruşma olayının bir diğer olumsuz sonucu da oksitleyici ortama maruz kalan yüzey alanını artırarak koruyucu kaplamada oksitlenmeyi ve alüminyum seyrelmesini hızlandırmasıdır [144].



Şekil 3.6. 12000 saat serviste kalan bir türbin kanatçığının mikroyapısı [144]



Şekil 3.7. Sadece bağ kaplama uygulanmış LCF numunesinin mikroyapısı

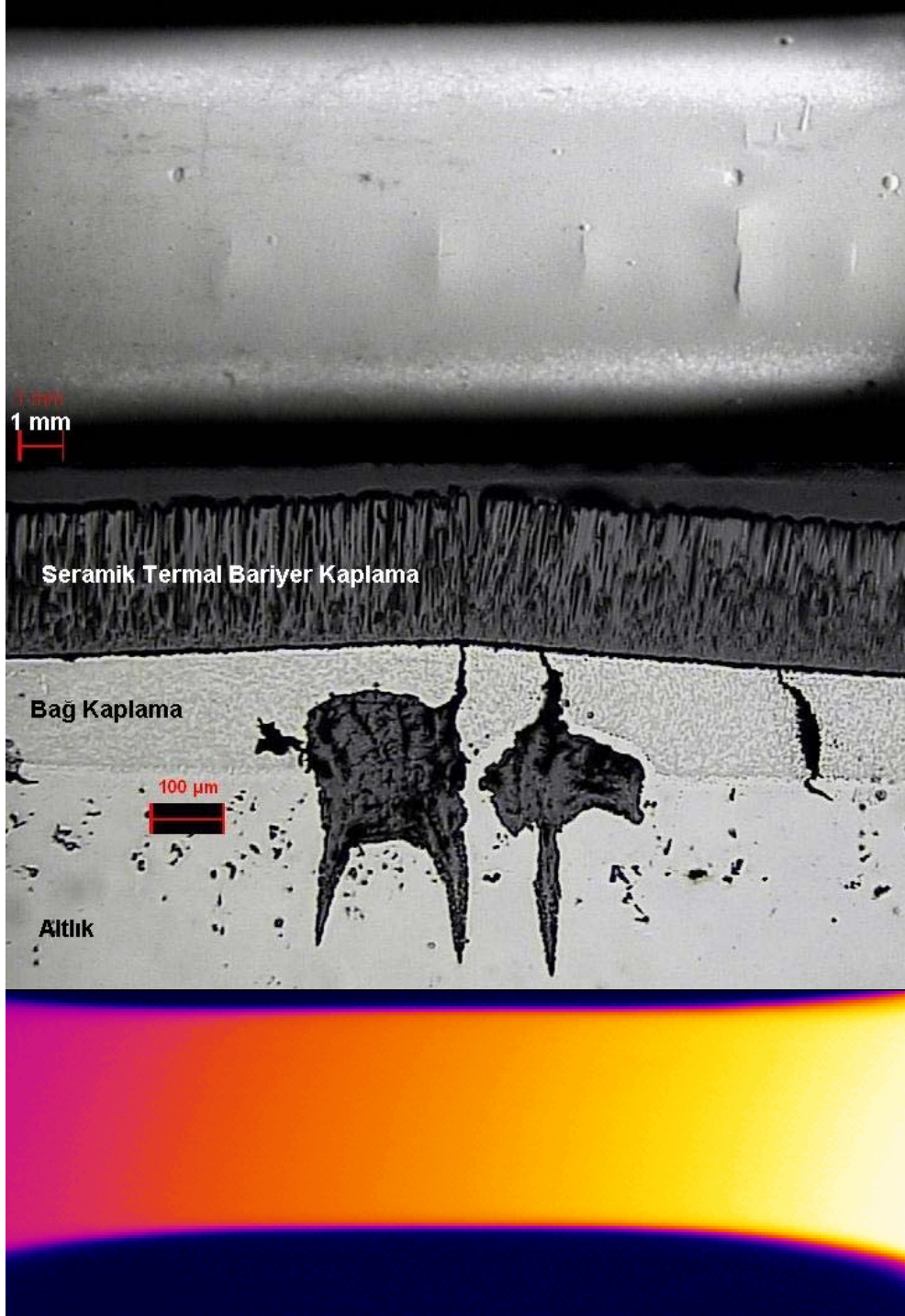
Laboratuar deneylerinde buruşma; termal mekanik yorulma, termal gradyanlı yorulma ve hatta termal yorulma deneylerinde gözlenmiştir [145]. Bu deneylerin ortak yanları hepsinde bir ısıtma-soğutma çevriminin olması, yani numunelerin termal yorulmaya maruz kalmış olmasıdır. Sadece bağ kaplamaya sahip LCF numunelerinde de benzer şekilde buruşmaya rastlanması, bu tür bir deformasyonun aynı zamanda izotermal düşük çevrimli yorulma şartları altında da oluşabileceğini göstermektedir.

LCF deney paketinin son grubunda, seramik termal bariyer kaplama uygulanmış iki numune 1000°C'de sırasıyla 250 saat ve 500 saat boyunca yaşlandırılmış ve test edilmiştir. Deney şartları Çizelge 3.3'de verilmiştir. 250 saat yaşlandırılmış numunede (A14), diğer numunelerden farklı olarak bağ kaplama ile altlık arasındaki difüzyon bölgesinde ve yükleme eksenine paralel çatlaklar oluşmuştur. 500 saat yaşlandırılmış numunede ise bu tür çatlaklara rastlanmamaktadır. Fakat yaşlandırma işleminin etkisi numunelerin mikroyapısı üzerinde büyük değişikliklere neden olmuştur ve bunlar bir sonraki bölümde ele alınmıştır.

**Çizelge 3.3.** Isıl işlem gördükten sonra test edilen numuneler ve deney şartları

Nu- mune	Yükleme	Uzama , %		Kuvvet, kN		$\Delta\varepsilon$ , %	$\Delta F$ , kN	Çevrim sayısı
		Maks	Min	Maks	Min			
A14	çekme-basma	+0,25	-0,25	10,0/7,2	-10,0	0,50	20,0/17,2	225 000
A15	çekme-basma	+0,25	-0,25	9,6/7,6	-12,0/-13,6	0,50	21,6/21,2	225 000

Gerçekleştirilen LCF deneyleri sonucunda, laboratuar ortamı ve deney şartları altında hiçbir numunede seramik kaplama bağ kaplamadan pullanarak kalkmamış (spallation) ve hatta ayrılmamıştır (delamination). Sadece  $\pm\%$  0,25 uzama aralığında test edilen A02 numaralı numunede,  $+\%$  0,30 ve  $-\%$  0,20 uzama aralığında test edilen A10 numaralı numunede ve 1000°C'de 250 saat yaşlandırıldıktan sonra  $\pm\%$  0,25 uzama aralığında test edilen A14 numaralı numunelerde seramik kaplamanın yüzeyinde çatlaklara rastlanmıştır.

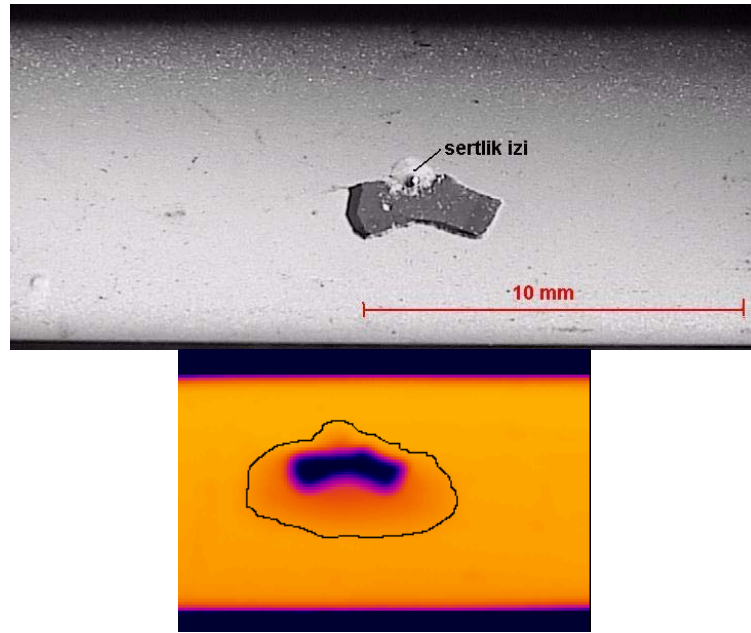


Şekil 3.8. A14 numaralı numunenin dış yüzeyi, ara kesiti ve numunenin kızılötesi görüntüsü

Şekil 3.8’de görüldüğü üzere A14 numaralı numunede bazı bölgelerde seramik kaplama yüzeyinde çatlaklar oluşmuştur. Bağ kaplama 950°C’de oldukça yumuşaktır. LCF çevriminin basma kısmında yumuşak bağ kaplama normalde

esneyebilmektedir; fakat bağ kaplama içinde oluşan ve aşırı derecede oksitlenen çatlaklar bağ kaplama ile birlikte esnemediğinden, bağ kaplamanın çatlakların üzerinden yukarı doğru şekil değiştirmesine ve üzerindeki, seramik kaplamayı yukarı doğru kaldırarak çatlatmasına neden olmaktadır. Buna rağmen hem arakesit resminde hem de kızılötesi görüntüde seramik kaplama ile bağ kaplamanın birbirinden ayrılmadığı görülmektedir.

Şekil 3.9'da test edilmeden önce bir sert uç ile seramik kaplamasının bir kısmı pullanarak kaldırılmış ve sertlik izi etrafında da bağ kaplamadan ayrılmış (delamine olmuş) bir TGMF numunesinin optik ve kızılötesi görüntüsü verilmiştir. Şekil 3.10'da görüldüğü üzere deney sonucunda büyük bir bölgede seramik kaplama kalkmış ve kızılötesi görüntüde net bir şekilde görülen bölgede gerçekten bir delaminasyon olduğu doğrulanmıştır.



Şekil 3.9. Test edilmeden önce bir TGMF numunesinin yüzeyi ve kızılötesi görüntüsü



Şekil 3.10. Deney sonrası aynı numunenin yüzeyi

Yorulma tasarımındaki klasik yaklaşımlar hasarlanmaya kadar geçen toplam yorulma ömrünün, tekrarlı gerilme aralığı (S-N eğrisi yaklaşımı) ya da (plastik ya da toplam) uzama aralığı cinsinden nitelendirilmesini içermektedir. Yüksek çevrimli ve düşük gerilmeli yorulma şartları altında malzeme esasen elastik şekilde deforme olur. Bu tür “yüksek çevrimli yorulma” şartları altında hasarlanmaya kadar geçen zaman ya da çevrim sayısı gerilme aralığı cinsinden nitelendirilir. Bununla birlikte düşük çevrimli yorulma şartlarındaki gerilmeler genelde hasar oluşmadan önce plastik deformasyona neden olabilecek kadar yüksektir. Bu şartlar altında yorulma ömrü uzama aralığı cinsinden nitelendirilir [146].

Gerilme ömrü yaklaşımına (S-N eğrisi yaklaşımı) göre maksimum ve minimum gerilmelerin birbirine eşit olduğu (fully-reversed) ve sabit genlikli bir yorulma deneyinde gerilme genliği ( $\sigma_a = \Delta\sigma/2$ ) ile hasar oluşuncaya kadar oluşan yük değişimleri sayısı ( $2N_f$ ) arasındaki bağlantı şu şekilde ifade edilebilir:

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b \quad (3.1)$$

Burada  $\sigma'_f$  yorulma dayanımı katsayısıdır ve monotonik çekme deneyinde bir çok metal için gerçek kırılma dayanımına ( $\sigma_f$ ) eşittir ve  $b$  de yorulma dayanımı üssü ya da Basquin üssü olarak bilinir [146].

Yukarıdaki yorulma ömrü ifadesi tamamen tersinir yorulma yükleri için yani ortalama gerilmenin ( $\sigma_m$ ) sıfır olduğu durumlar için geçerlidir. Fakat bu tür bir durum birçok uygulamayı temsil etmemektedir. Uygulanan yorulma çevriminin ortalama gerilme seviyesinin, birçok mühendislik malzemesinin yorulma davranışını etkilediği düşünülmektedir. Bu durumda gerilme aralığı ( $\Delta\sigma$ ), gerilme genliği ( $\sigma_a$ ) ve ortalama gerilme ( $\sigma_m$ ) şu şekilde ifade edilmektedir:

$$\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}, \sigma_a = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2}, \sigma_m = \frac{\sigma_{\max} + \sigma_{\min}}{2} \quad (3.2)$$

Burada  $\sigma_{\max}$  ve  $\sigma_{\min}$  terimleri sırasıyla maksimum ve minimum gerilme miktarlarını göstermektedir. Ortalama gerilme ayrıca yük oranı ( $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$ ) ile de tanımlanabilir. Bu ifadeyle tam tersinir bir yükleme için  $R = -1$ , sıfır çekme yükü için  $R = 0$  ve statik yükleme için de  $R = 1$  olacaktır. Ortalama gerilme arttığında yorulma ömründe bir azalma gözlenmektedir [146].

Coffin ve Manson birbirlerinden bağımsız bir şekilde termal yorulma sorunları üzerinde çalışırken, yorulma ömrünün plastik uzama genliğini temel alan bir şekilde tanımlanmasını ön görmüşlerdir. Plastik uzama genliğinin ( $\Delta\varepsilon_p/2$ ) logaritması ve hasar oluşuncaya kadar oluşan yük değişimleri sayısının ( $2N_f$ ) logaritması grafiği çizildiğinde metalik malzemeler için lineer bir bağıntı ortaya çıkmıştır:

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f (2N_f)^c \quad (3.3)$$

Burada  $\varepsilon'_f$  yorulma süneklik katsayısı ve  $c$  de yorulma süneklik üssüdür. Genelde  $\varepsilon'_f$  monotonik çekmedeki gerçek kırılma sünekliğine ( $\varepsilon_f$ ) eşittir ve  $c$  de bir çok metal için -0,5 ile 0,7 arasındadır [146].

Sabit uzama genliği altında yapılan bir deneyde toplam uzama genliği ( $\Delta\varepsilon/2$ ), elastik uzama genliği ( $\Delta\varepsilon_e/2$ ) ile plastik uzama genliğinin ( $\Delta\varepsilon_p/2$ ) toplamı şeklinde yazılabilir:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_p}{2} \quad (3.4)$$

$$\frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} = \frac{\sigma_a}{E} \quad (3.5)$$

Burada  $E$  Young modülüdür. Denklem (3.3)'de verilen Coffin-Manson bağıntısı toplam yorulma ömrünü tanımlamak için uygun bir ifadedir. Denklem (3.1)'de verilen Basquin eşitliği ve (3.5) kullanılarak şu ifade elde edilir:

$$\frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b \quad (3.6)$$

Denklem (3, 4 ve 6) bir araya getirildiğinde aşağıdaki ifade elde edilir:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \varepsilon'_f (2N_f)^c \quad (3.7)$$

Denklemin sağ tarafındaki birinci ve ikinci terimler, toplam uzama genliğinin elastik ve plastik bileşenleridir. Denklem (3.7) yorulma tasarımında uzama ömrü yaklaşımı için bir temel oluşturmaktadır [146].

LCF deneylerinde, numuneler kırılmadan deneyler sonlandırılmıştır. Daha önce belirtildiği üzere servis esnasında kaplama tabakaları altlıktan daha önce hasarlanmaktadır. İzotermal LCF şartları altında termal bariyer kaplama

sistemlerinde oluşan hasarlar incelenmek istendiğinden altlık hasarlanmadan önce deneyler durdurulmuş ve deney numunelerinin LCF ömürleri elde edilmemiştir.

Bununla birlikte numune içinde oluşan çatlaklar radyal yorulma çatlaklarıdır ve farklı uzama şartları altında farklı büyüklükte çatlaklara rastlanmaktadır. Bazen numune derinliklerine doğru ilerleyen çatlakların mevcudiyeti, deneyin devamı durumunda numunenin yorulma ömrünü doldurarak kırılacağını göstermektedir. Bu nedenle deney numunelerinde rastlanan çatlakların büyüklüğünün yorulma ömrü konusunda bilgi verdiği düşünülmektedir ve çatlak oluşumunda uygulanan uzama aralığının etkisi Denklem (3.7) ile açıklanabilmektedir.

Denklemden görüldüğü üzere uzama aralığı ( $\Delta\varepsilon$ ) arttıkça yorulma ömrü azalmaktadır. Aynı şekilde  $\Delta\varepsilon$  değerinin %0,40'ın altında olan deneylerde hiçbir çatlığa rastlanmamıştır ve  $\Delta\varepsilon$  değeri yükseldikçe çatlak sayısı ve boyutu artmıştır.

Yüksek sıcaklıktaki bir alışımda yorulma çatlak başlangıcı sıcaklık, uygulanan gerilme seviyesi ve çevreye bağlı olan birçok mikroskobik süreç tarafından etkilenmektedir. Yüksek sıcaklıkta kırılmaya neden olan mekanizmalar çevrimden ziyade zamana bağlı bir hale gelmektedir. Zamana bağlı süreçler sürünme ve/veya çevre tarafından kontrol edilmektedir ve her ikisi de genelde termal olarak harekete geçmektedirler [146].

Daha düşük sıcaklık ve daha yüksek çevrim frekanslarında yorulma çatlak ilerlemesi esasen zamana bağlıdır ve gerilme şiddeti faktörü aralığı ( $\Delta K$ ) hala kontrol eden parametre konumundadır. Çok yüksek sıcaklıklar ve düşük frekanslarda ise çatlak ilerlemesi tamamen zamana bağlı süreçler tarafından kontrol edilmektedir [146].

Çatlak ilerlemesinin mekanik yorulma ve zamana bağlı sürünme bileşenlerinin toplamı, toplam çatlak ilerleme hızını vermektedir:

$$\left(\frac{da}{dN}\right) = \left(\frac{da}{dN}\right)_F + \left(\frac{da}{dN}\right)_{CR} \quad (3.8)$$

Burada  $da/dN$  çevrim başına yorulma çatlak boyutundaki değişimi,  $a$  çatlak boyutunu,  $N$  yorulma çevrim sayısını,  $F$  ve  $CR$  indisleri de sırasıyla yorulma ve sürünmeyi temsil etmektedir. Yüksek sıcaklıktaki çatlakın yorulma bileşeni şu şekilde de ifade edilebilir [146]:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_F = C(\Delta K)^m \quad (3.9)$$

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min}, \quad K_{\max} = Y\sigma_{\max}\sqrt{\pi a} \quad \text{ve} \quad K_{\min} = Y\sigma_{\min}\sqrt{\pi a} \quad (3.10)$$

Burada  $K_{\max}$  ve  $K_{\min}$  sırasıyla maksimum ve minimum nominal gerilmelere ( $\sigma_{\max}$  ve  $\sigma_{\min}$ ) karşılık gelen maksimum ve minimum gerilme şiddet faktörleri ve  $Y$  de plaka için sonlu boyut düzeltme faktörüdür.  $C$  ve  $m$  ise malzeme özellikleri ve mikroyapı, yorulma frekansı, ortalama gerilme ya da yük oranı, çevre ve deney sıcaklığının fonksiyonu olan deneysel sabitlerdir. Denklem (3.9 ve 3.10) bir araya getirildiğinde:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_F = C(Y\Delta\sigma\sqrt{\pi a})^m \quad (3.11)$$

ifadesi ortaya çıkar [146].

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{CR} = \int_0^{1/v_c} \frac{da}{dt} (P_{CR}) dt \quad (3.12)$$

yazılabilir. Burada  $P_{CR}$  sürünme kırılma parametresidir. Denklem (3.11 ve 3.12) de bulunan ifadeler Denklem (3.8)'de yerine konduğunda toplam yorulma çatlak hızı şu hali alır [146]:

$$\left(\frac{da}{dN}\right) = C(Y\Delta\sigma\sqrt{\pi a})^m + \int_0^{1/v_c} \frac{da}{dt} (P_{CR}) dt \quad (3.13)$$

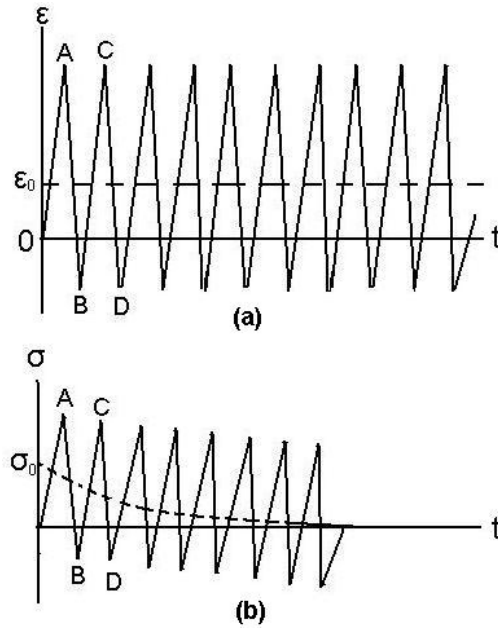
Denklem (3.13)'de görüldüğü üzere gerilme aralığının ( $\Delta\sigma$ ) dolayısıyla uzama aralığının ( $\Delta\varepsilon$ ) artırılması çatlak ilerleme hızını arttırmaktadır. Aynı şekilde, yapılan deneylerin sonuçlarında  $\Delta\varepsilon$  değeri arttıkça numunelerde rastlanan çatlak sayısı ve boyutunun arttığı saptanmıştır.

Oda sıcaklığındaki yorulma çatlak ilerlemesini tanımlamada lineer elastik kırılma mekaniği geniş ölçüde kullanılmakla beraber, yüksek sıcaklıktaki yorulma hasarı için benzer uygulamalar yapılırken dikkatli olunmalıdır. Bununla birlikte sıcaklığın arttırılması ve çevrim frekansının azaltılması çevresel etkiler ve hasar süreçlerinin sonucunda yorulma çatlak ilerlemesi hızını arttırmakta ve dolayısıyla yorulma ömrünü azaltmaktadır [146].

Bu nedenle oda sıcaklığındaki yorulma ömrünü tanımlayan Denklem (3.7) ve yine oda sıcaklığındaki çatlak ilerleme hızı bağıntısından türetilen ve yüksek

sıcaklıktaki çatlak ilerleme hızını veren (3.13)'ün deney sonuçlarının yorumlanması için kullanılmasında bir sakınca görülmemektedir.

LCF deneyleri sonucunda sadece kaplama sisteminde değil, aynı zamanda altlıkta da bir takım değişiklikler görülmektedir. Yüksek sıcaklıktaki tekrarlı gerilmeler sonucunda asimetrik uzama şartlarında (maksimum ve minimum uzama değerlerinin ve dolayısıyla çekme ve basma yönünde oluşan mekanik gerilmelerin birbirine eşit olmadığı) test edilen numunelerde ortalama gerilme gevşemesi görülmektedir.

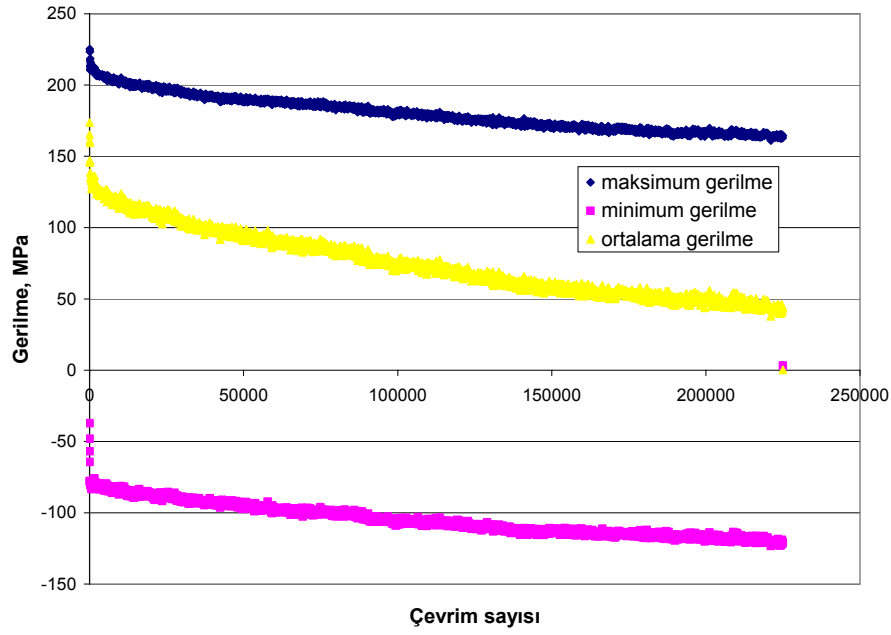
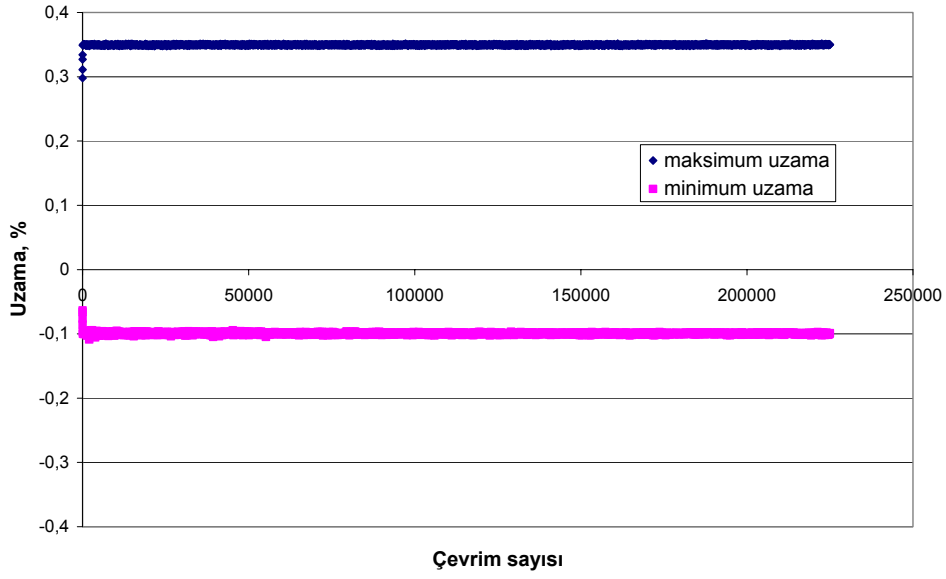


**Şekil 3.11.** Uzama kontrolü altında yorulmaya maruz kalan ve tekrarlı yumuşama özelliği gösteren bir malzemede ortalama gerilme gevşemesi [146]

Sünek bir katı malzeme sabit genlikli tekrarlı uzamaya maruz kalıyorsa ve ortalama uzama çekme yönünde ise (Şekil 3.11a), malzeme tekrarlı yumuşama özelliği gösterdiğinde C uzama seviyesindeki akma gerilmesinin A noktasındakinden daha düşük olması beklenmektedir. Çekme yönündeki bir ortalama uzama seviyesinde, basma yönündeki benzer davranış eğilimi çok belirgin değildir. Bunun neticesinde C noktası ile D noktası arasındaki histeresis eğrisi (hysteresis loop), neredeyse A ile B noktası arasındaki ile aynı olacaktır. Bu süreç sonucunda uzama çevrimi sayısı arttıkça ortalama gerilmede sürekli bir azalma görülecektir (Şekil 3.11b). Ortalama gerilmedeki azalma miktarı, ortalama gerilme seviyesi sıfıra yaklaştıkça sürekli küçülecektir. Ortalama gerilme

gevşemesi aynı zamanda tekrarlı sertleşme özelliği gösteren malzemelerde de görülmekle beraber, mekanizmalar burada daha az belirgindir [146].

Ortalama gerilme gevşemesi gösteren LCF numunelerinden A09 numaralı numuneye ait gerilme-çevrim sayısı eğrisi Şekil 3.12’de görülmektedir. Numune +% 0,35 ve -% 0,10 uzama aralığında (çekme yönünde ortalama gerilme) test edilmiştir. Bilgisayar tarafından deney boyunca otomatik olarak kaydedilen kuvvet değerleri kullanılarak gerilmeler hesaplanmış ve gerilme-çevrim sayısı eğrisi oluşturulmuştur.



Şekil 3.12. Ortalama gerilme gevşemesi gösteren numunelerden A09 numaralı numuneye ait uzama-çevrim sayısı ve gerilme-çevrim sayısı eğrileri

### 3.2. Mikroyapısal İncelemelerin Değerlendirilmesi

Mikroyapısal incelemelerin değerlendirilmesi bölümünde test edilen numunelerin seramik termal bariyer kaplama, termal genişleyen oksit ve bağ

kaplama tabakalarıyla altlıklarında deney boyunca oluşan mikroyapısal değişiklikler değerlendirilmiştir.

### 3.2.1. Seramik termal bariyer kaplama tabakası

EB-PVD yöntemiyle üretilmiş termal bariyer kaplamalardaki  $Y_2O_3$  miktarı kübik zirkonya fazı (ağırlık olarak %20) veya tetragonal zirkonya ( $t'$ ) fazı (ağırlık olarak %6-8) oluşumunu belirlemektedir [147]. Adından da anlaşılacağı üzere kısmen kararlı zirkonya kaplamalar, tetragonal fazın kararlı olduğu sıcaklıkların üzerindeki çalışma sıcaklıklarında faz dönüşümüne uğrarlar.

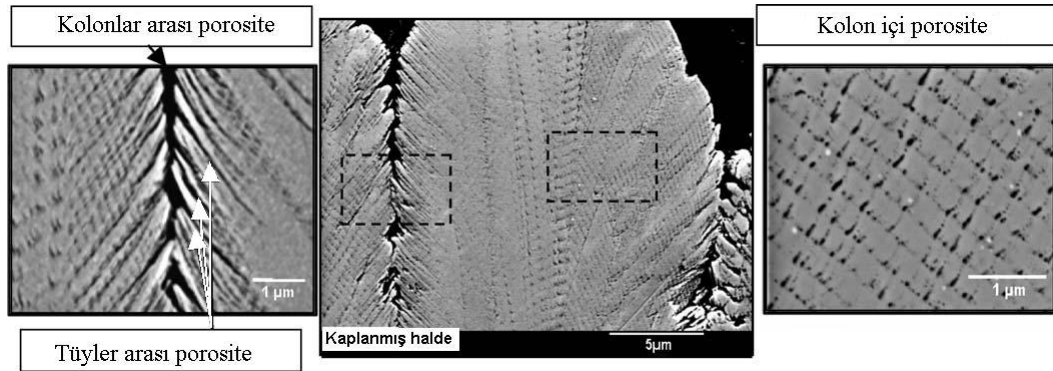
Faz dönüşüm sıcaklıkları için farklı araştırmacılar farklı sonuçlar elde etmişlerdir. Örneğin bir çalışmada tetragonal zirkonya fazının  $1400^{\circ}C$ 'ye kadar kararlı olduğu belirtilmişken [148], bir grup çalışmada bu sıcaklık  $1100^{\circ}C$  olarak verilmiştir [149-151]. Bir grup araştırmacı da  $1200^{\circ}C$ 'nin üzerinde faz dönüşümü saptamışlardır [152]. EB-PVD yöntemiyle hazırlanmış ağırlık olarak %7  $Y_2O_3$  içeren kısmen kararlı zirkonya kaplama tabakası üzerinde yapılan bir çalışmada  $1050^{\circ}C$ 'de 300 çevrimden sonra monoklinik ve kübik zirkonya fazları görülmüştür. Termal çevrim 5 dakikada  $1050^{\circ}C$ 'ye ısıtma, 40 dakika sabit yüksek sıcaklık ve 20 dakikada oda sıcaklığına soğutma şeklindedir. Bu durumda 300 termal çevrim sonrasında numune yaklaşık 200 saat boyunca  $1050^{\circ}C$ 'ye maruz kalmıştır [153].

Yapılan farklı çalışmalardaki farklı sıcaklıkların sebebi; kararlılaştırıcı malzeme miktarı, yüksek sıcaklıkta geçen süre, tane boyutu, morfoloji, soğutma hızı ve kaplama tabakasındaki gerilmelerdir [148,153].

Yapılan bu çalışmalar ışığında tez çalışmasında gerçekleştirilen izotermal LCF deneyleri sonrasında seramik termal bariyer kaplama tabakasında herhangi bir faz dönüşümü beklenmemektedir. Çünkü deney sıcaklığı  $950^{\circ}C$ 'dir ve literatürde saptanan en düşük faz dönüşüm sıcaklığından çok daha düşük bir sıcaklıktır. Bununla birlikte en uzun süre (616 saat)  $950^{\circ}C$ 'ye maruz kalmış numune olan A15 numaralı deney numunesi  $CuK_{\alpha}$  radyasyonu kullanılarak X ışını difraktometresi ile analiz edilmiştir. Elde edilen XRD paterninde sadece tetragonal zirkonya fazı görülmüştür (Şekil 2.45).

Ayrıca artan sıcaklıkla beraber bir diğer olumsuz mekanizma olan sinterlenme görülür. Yüksek sıcaklıklarda difüzyon hızlanır ve buna bağlı olarak porlar ve kolonlar arası boşluklar yok olur. Kaplamanın yoğunlaşması elastik modülü artırarak kaplamanın uzama toleransını azaltır. Kaplamanın sinterlenmesi aynı zamanda termal iletkenliği artırır. Bu da aynı miktardaki soğutma havası için daha yüksek metal sıcaklıkları ve dolayısıyla daha kalın bir TGO tabakası anlamına gelmektedir.

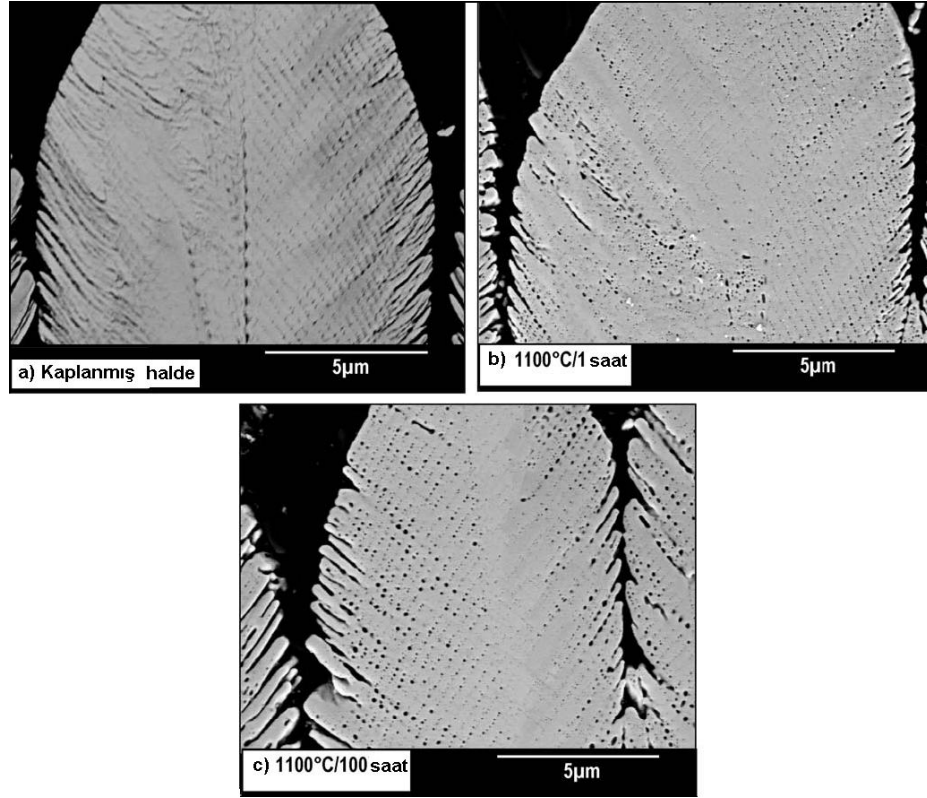
EB-PVD yöntemiyle üretilen seramik kaplamalar sütunsal bir yapıya sahiptirler ve hem kolonlar arası boşluk (porozite) hem de kaplama sürecinde numunenin döndürülmesinden dolayı oluşan kolonlar içi porozite malzemeye düşük bir termal iletkenlik özelliği katmaktadır (Şekil 3.13). Fakat servis esnasında maruz kalınan sıcaklıktan kaynaklanan sinterlenmeden dolayı hem kolonlar arası hem de kolonlar içi porozite azalmaktadır [154]. EB-PVD yöntemiyle hazırlanmış kısmen kararlı zirkonya kaplamalarda 800°C dolaylarında sinterlenmenin başladığı belirtilmiştir [155].



Şekil 3.13. EB-PVD PYSZ seramik kaplamanın mikroyapısı [154]

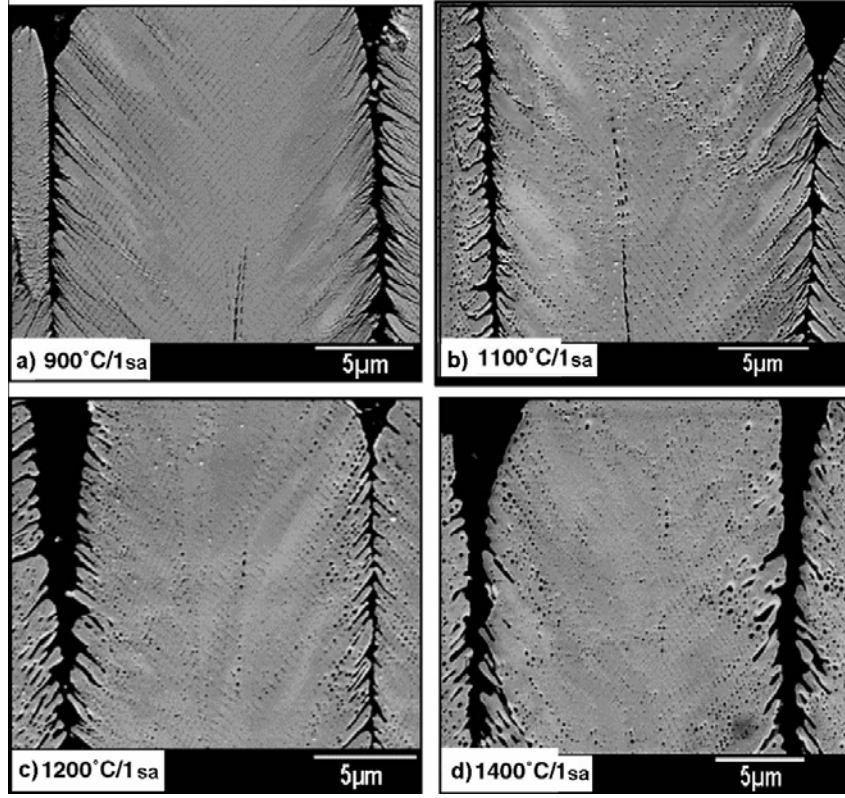
Sinterlenme hem sıcaklığa hem de belirli bir sıcaklıkta geçen zamana bağlıdır. Şekil 3.14’de görüldüğü üzere 1100°C’de 1 saat yaşlandırılan kaplamada tüpler arası porozite ve kolon içi kapalı porozite daha kaba bir hal almış ve bununla birlikte aynı sıcaklıkta 100 saat süren yaşlandırma belirgin bir porozite değişikliği yaratmamıştır. Bu, atomik difüzyonun daha hedef sıcaklığa ulaşmadan önce ısıtma periyodu esnasında oluştuğunu göstermektedir. Yüksek sıcaklıkta geçen 1 saat sonunda açık ve kapalı porozitenin yüzey konfigürasyonu kısmen

denge haline ulaşmıştır. Por yüzeylerinde mevcut olan kimyasal potansiyel atomik difüzyonun devamını sağlayacak kadar yüksek değildir [154]. Yaşlanma sürecinin %75'lik kısmı ısıl işlemin ilk 100 saatinde tamamlanmaktadır. Örneğin EB-PVD TBC'nin termal iletkenliği 1038C'de 30 saat içinde %8, 70 saat içinde %10 artmaktadır [156].



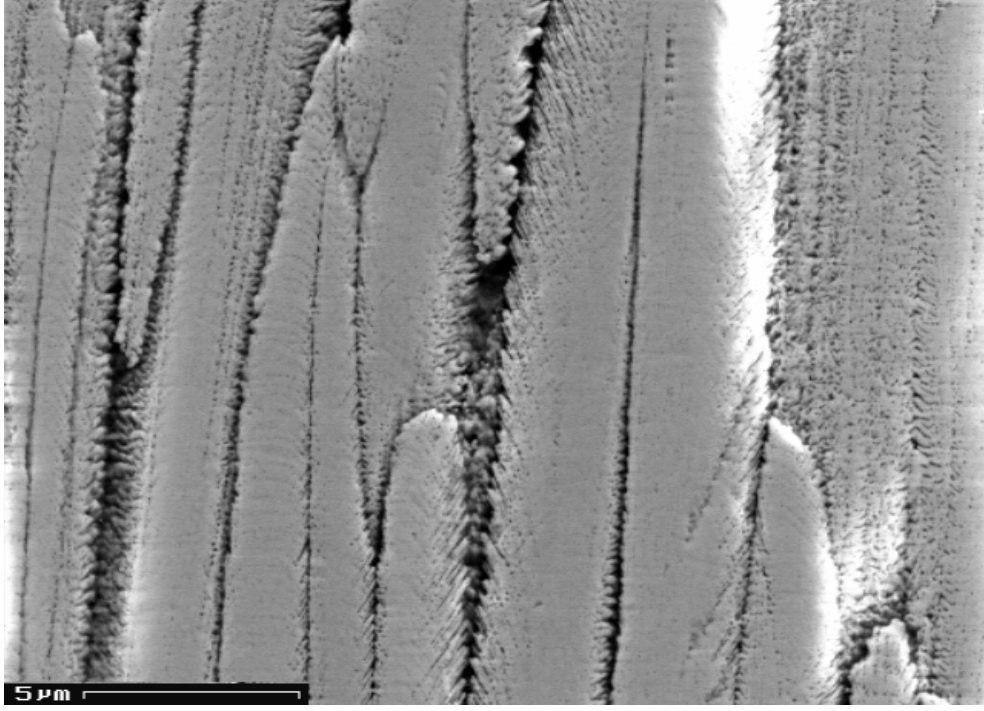
Şekil 3.14. EB-PVD seramik kaplamalarda sıcaklığa ve zamana bağlı morfolojik değişiklikler [154]

Şekil 3.15'de de sırasıyla 900°C, 1100°C, 1200°C ve 1400°C'de 1 saat boyunca yaşlandırılmış numunelere ait SEM resimleri verilmiştir. Mikroyapısal incelemeler porozitenin morfolojisi ve dağılımındaki en büyük değişikliklerin 900°C ile 1100°C arasında gerçekleştiğini göstermektedir [154].

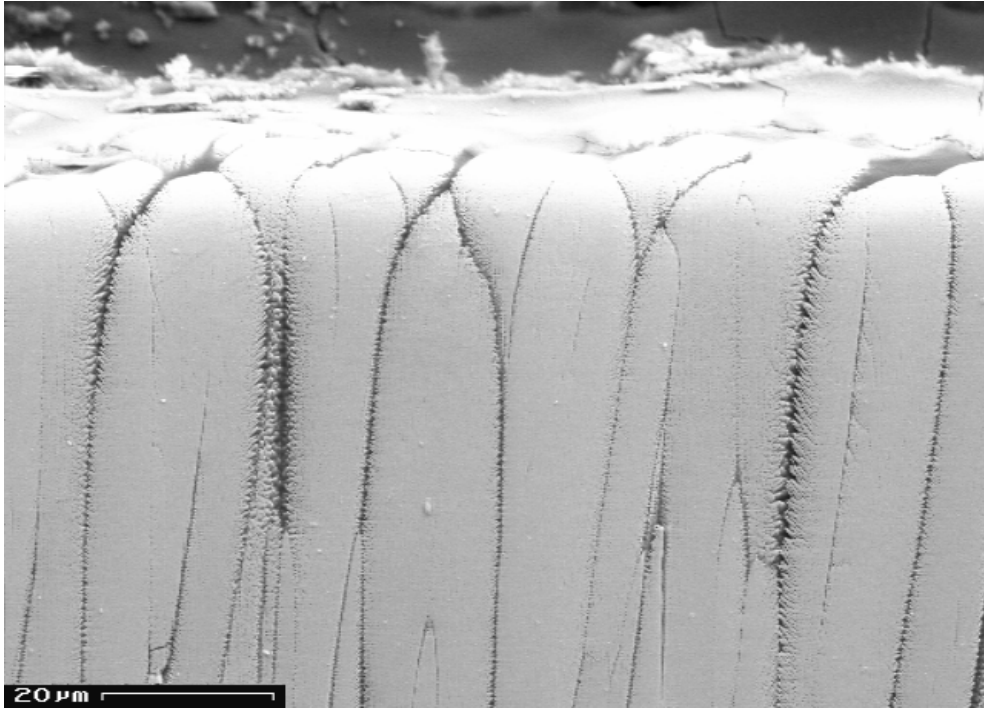


Şekil 3.15. EB-PVD seramik kaplamalarda farklı sıcaklıklarda aynı süre içinde görülen morfolojik değişiklikler [154]

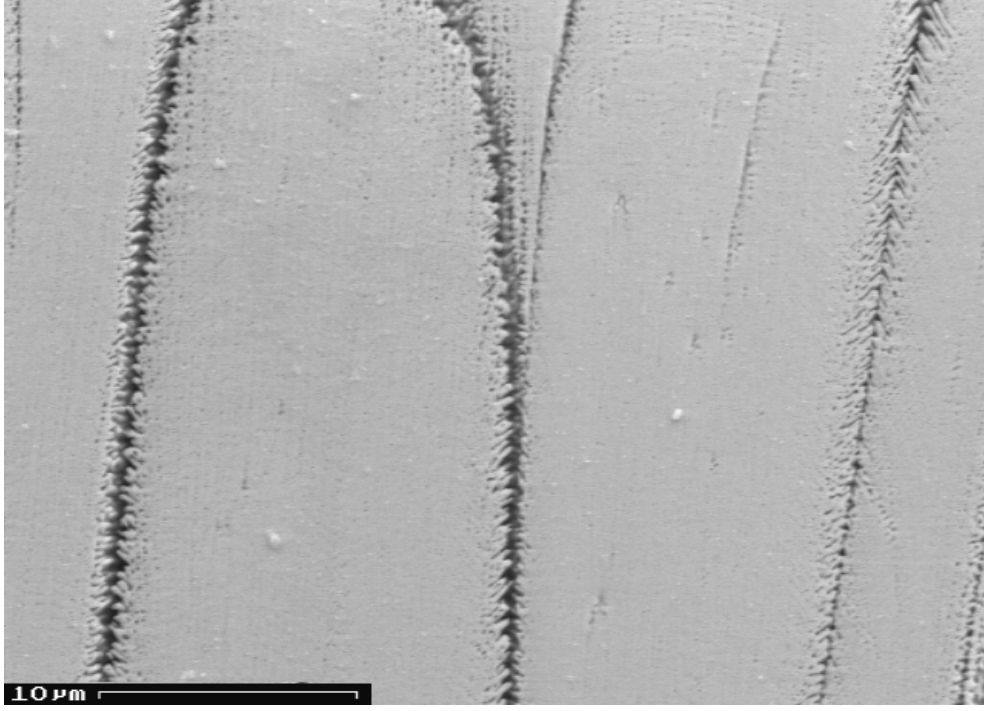
İzotermal LCF deneyleri sonucunda da seramik termal bariyer kaplama tabakasında sinterlenme etkileri görülmektedir. 950°C’de sadece yaklaşık 5 saat kalan A03 numaralı numunede bile sinterlenme görülmektedir ve 950°C’de geçen zaman arttıkça sinterlenmede çok belirgin değişiklik görülmemektedir. Aşağıdaki şekillerde sırasıyla 5 saat, 64 saat, 79 saat, 116 saat ve 616 boyunca yüksek sıcaklığa maruz kalmış numunelere ait SEM resimleri verilmiştir. Deney sıcaklığı, literatürde porozite morfolojisi ve dağılımındaki en büyük değişikliklerin yaşandığı sıcaklık aralığı olan 900°C ile 1100°C arasındadır. Ayrıca farklı süreler boyunca sıcaklığa maruz kalmış numunelerin porozite miktarlarında belirgin değişikliklerin olmaması da literatürdeki bulguları desteklemektedir.



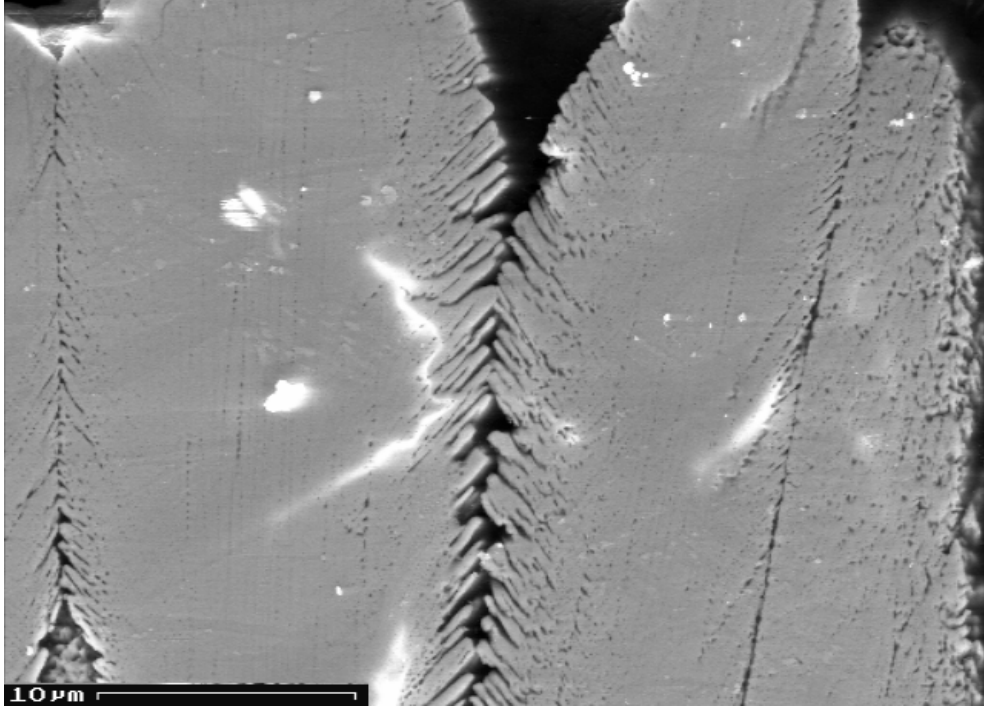
Şekil 3.16. 950°C'ye 5 saat maruz kalmış A03 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü



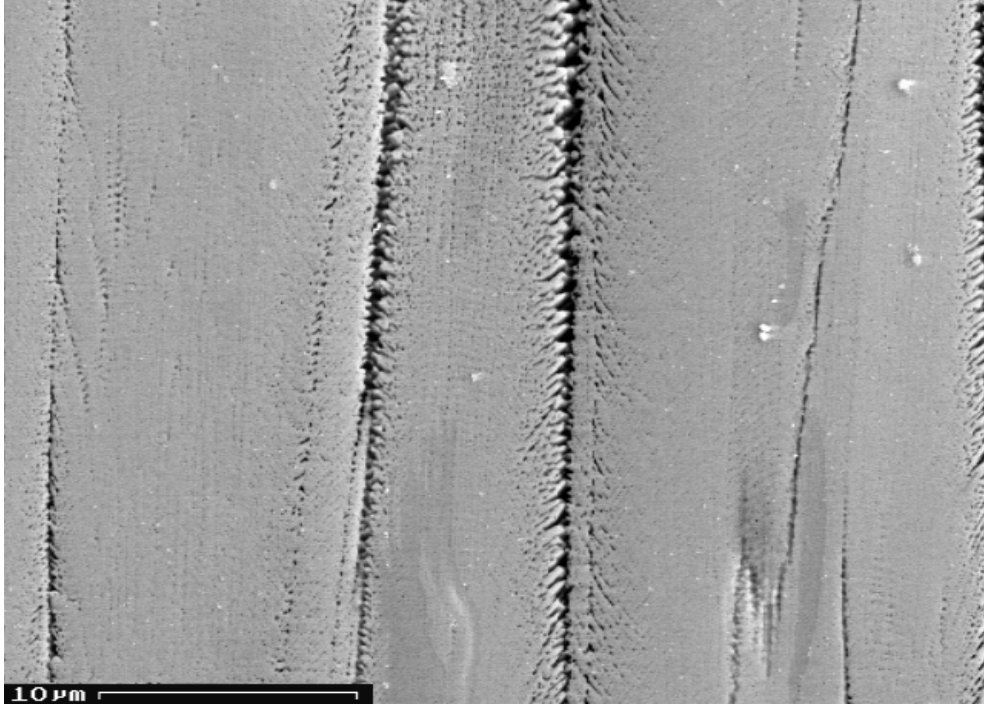
Şekil 3.17. 950°C'ye 64 saat maruz kalmış A08 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü



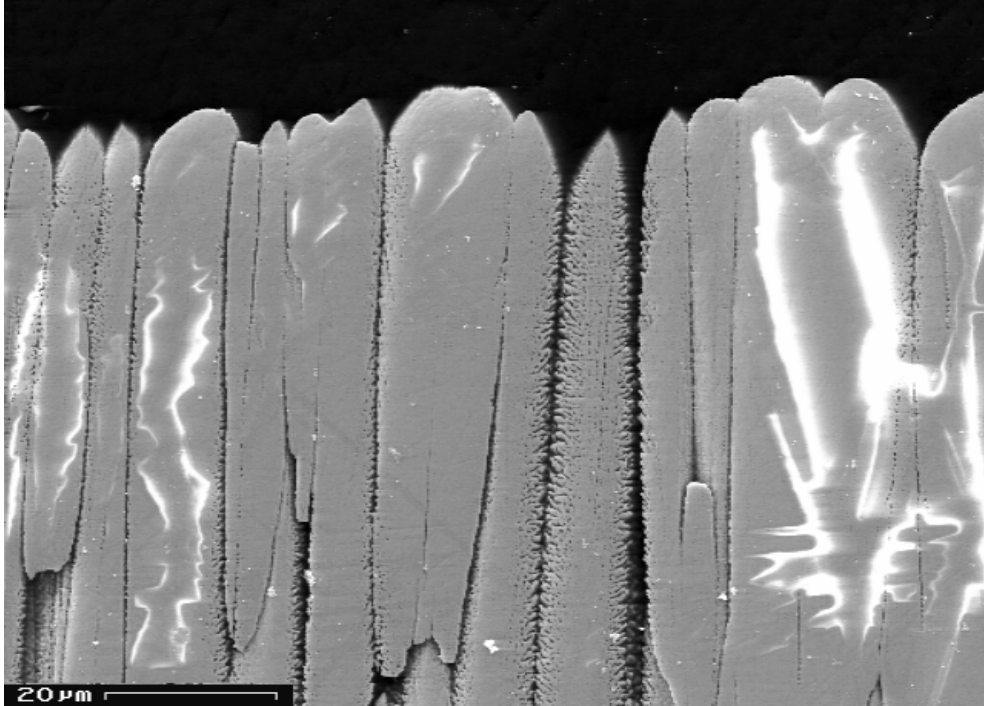
Şekil 3.18. 950°C'ye 64 saat maruz kalmış A08 numaralı numunenin ayrıntılı görüntüsü



Şekil 3.19. 950°C'ye 79 saat maruz kalmış A02 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü



Şekil 3.20. 950°C'ye 116 saat maruz kalmış A09 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü



Şekil 3.21. 950°C'ye 616 saat maruz kalmış A15 numaralı numuneye ait SEM görüntüsü

Yüzey enerjisindeki azalma ve dolayısıyla yüzey difüzyonu sinterlenme için temel nedendir ve porların yüzey alanında değişikliklere neden olmaktadır.

Belirli bir hacim için en düşük yüzey alanı elde edilene kadar morfolojideki bu değişim devam etmekte ve sonunda bir denge şekli oluşmaktadır [154].

### 3.2.2. Termal büyüyen oksit tabakası

Seramik termal bariyer kaplama tabakası uygulanırken altlık ve bağ kaplama yüksek sıcaklıklara ısıtılmaktadır. Zirkonya üst kaplamanın yüksek derecede porlu olması ve yüksek iyonik iletkenliğinden dolayı, oksijen kolayca metalik bağ kaplamaya difüze olabilir. Metalik bağ kaplamanın oksitlenmesiyle bir oksit (TGO) tabakası oluşur ve bu tabaka servis esnasında karşılaşılan yüksek sıcaklıklarda büyür. Metalik bağ kaplama ile seramik üst kaplama arasındaki gerçek bağlayıcı TGO tabakasıdır. TGO tabakası yavaş, üniform ve kusursuz bir şekilde büyüyen homojen ve yoğun bir oksit tabakası şeklinde olmalıdır. Bu gereksinimler için alüminyum oksit diğer oksitlere (krom oksit, nikel oksit vb.) göre daha uygundur. Düşük oksijen difüzyon hızına ve yüksek bir termal kararlılığa sahip olduğundan  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en arzu edilen fazdır [157-159].

Yüksek sıcaklıkta alümina oluşumu sırasıyla  $\gamma$ ,  $\delta$ ,  $\theta$  ve en son  $\alpha$  fazlarını takip eder. Yarı kararlı fazların büyüme hızı kararlı yüksek sıcaklık  $\alpha$ -alümina fazına göre daha büyüktür.  $\theta$ -alüminanın 1000°C sıcaklıkta birkaç saat içinde  $\alpha$ -alüminaya dönüştüğü kabul edilmektedir [160]. EB-PVD yöntemiyle üretilmiş YPSZ üst kaplama ve NiCoCrAlY bağ kaplamaya sahip TBC sistemlerinde yapılan yaşlandırma deneylerinde 1100°C'de 10, 100 ve 200 saat oksitlendirilmiş numunelerde TGO tabakasının  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fazından oluştuğu saptanmıştır [161].

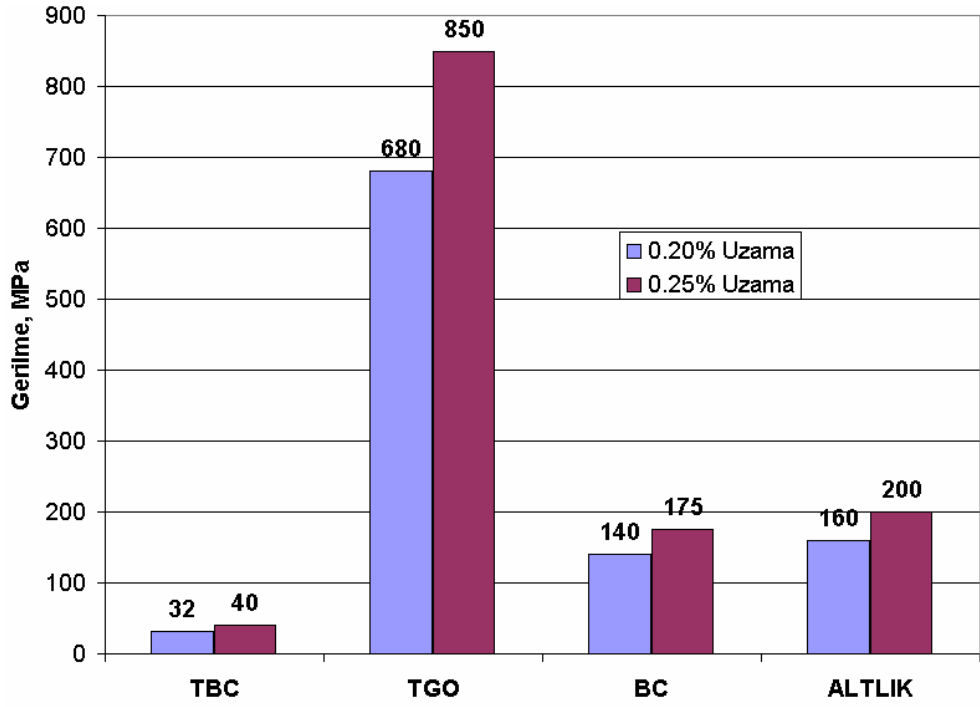
Yüksek miktarda Al içeren bağ kaplamadaki Al, servis esnasındaki yüksek sıcaklıklardan dolayı altlığa ve TGO tabakasına difüze olur ve bunun neticesinde bağ kaplamadaki Al miktarı azalır. Bağ kaplamadaki Al miktarı sürekli bir Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tabakası oluşumunu sağlayamaz hale gelir ve bağ kaplamada  $\gamma$  fazı oluşur. Al seyrelmesi Ni ve Co içeren spineller, Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>3</sub> ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gibi diğer oksitlerin oluşmasına neden olur. Bu fazların oluşumu TGO'nun yapısal bütünlüğünü olumsuz yönde etkiler, mukavemeti ve TBC tabakasına yapışması bozulur ve oksitlenme artar [162,163].

Seramik üst kaplama ile metalik altlık arasındaki termal genleşme farklılıklarından dolayı TGO tabakasında basma yönünde 3-5 GPa gerilmeler

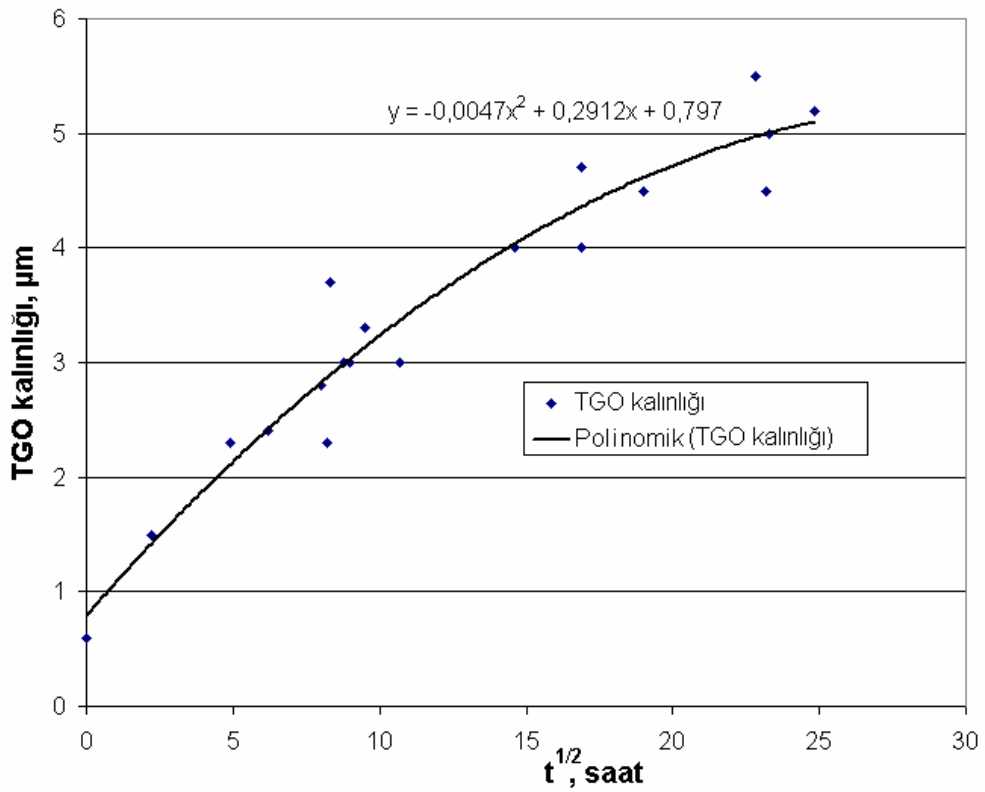
oluşur. Ayrıca TGO tabakasının genişlemesi esnasında oluşan gerilmeler de 1 GPa dolaylarındadır. BC/TC arayüzeyinde büyük kalıntı gerilmelere neden olmaktadır. Buna ilaveten termal yorulma şartları altında soğuma esnasında termal gerilmelerden dolayı TGO/BC arayüzeyinde mikro çatlaklar oluşur ve çevrim sayısıyla beraber bu çatlaklar TGO içinde ya da TGO/BC arayüzeyinde ilerleyerek sonuçta TBC tabakasının pullanarak kalkmasına neden olurlar. Bu yüzden bir TBC sisteminin performansı büyük ölçüde TGO'nun morfolojisi, büyüme hızı, gerilmeler, yapışma performansı ve diğer yapısal karakteristiklerine bağlıdır [162,164-169].

TBC sistemlerinde pullanmanın sebeplerini açıklayan modellerde soğuma esnasında termal genişleme farklılıklarından dolayı TBC tabakasında görülen basma yönündeki gerilmeler ya da TGO tabakasının belirli kalınlığa ulaşması göz önünde bulundurulmaktadır [167,170]. 10-15µm TGO kalınlığı TBC sisteminin emniyetli şekilde görevini yapabilmesi için sınırdır [150,167,171]. FE hesaplamaları bir TBC sisteminde en yüksek gerilmelerin TGO tabakasında oluştuğunu göstermektedir [150]. Benzer şekilde yapılan deneylerde de en yüksek gerilmelere TGO tabakasında rastlanmıştır. Şekil 3.22'de  $\pm 0,20$  ve  $\pm 0,25$  uzama aralıklarında seramik termal bariyer kaplama, TGO tabakası, bağ kaplama ve süperalaşım altlık üzerinde 950°C'de oluşan gerilmeler gösterilmiştir.

EB-PVD yöntemiyle üretilmiş YPSZ üst kaplama ve NiCoCrAlY bağ kaplamaya sahip TBC sistemlerinde yapılan tekrarlı ve izotermal oksitlenme deneylerinde alümina tabakasının büyümesinin parabolik olduğu saptanmıştır [172,173]. Bu, TGO büyümesinin difüzyon tarafından kontrol edildiğini göstermektedir [172,173]. Benzer şekilde izotermal LCF deneyleri sonucunda da TGO büyümesinin parabolik olduğu görülmektedir (Şekil 3.23).



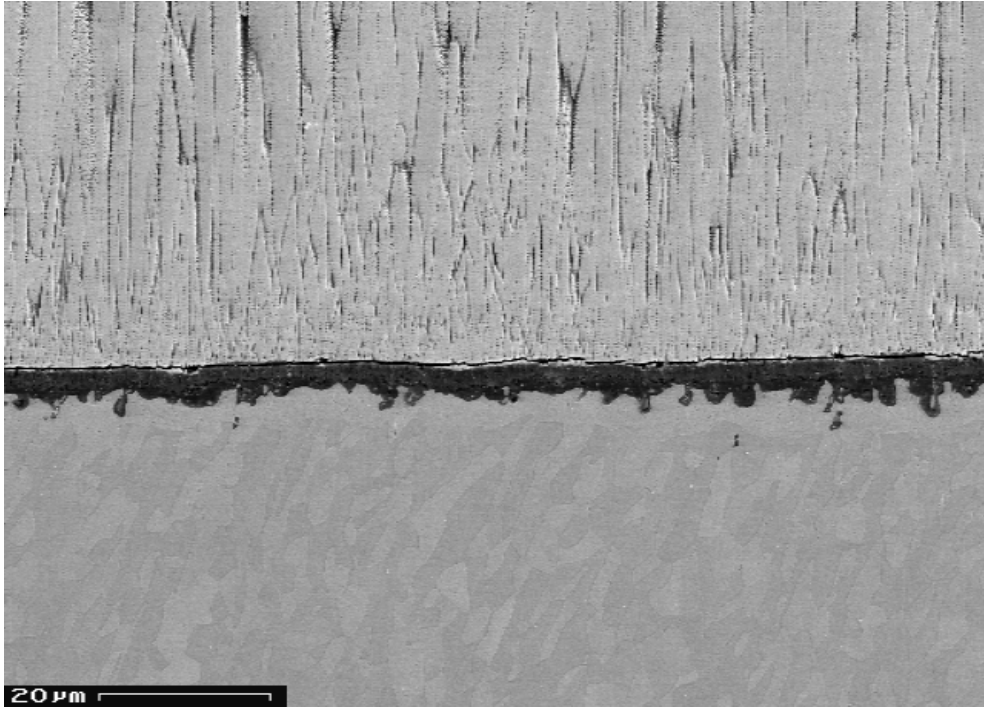
Şekil 3.22. LCF numunelerinde  $\pm 0.20\%$  ve  $\pm 0.25\%$  uzama aralıklarında TBC sisteminde hesaplanan gerilmeler



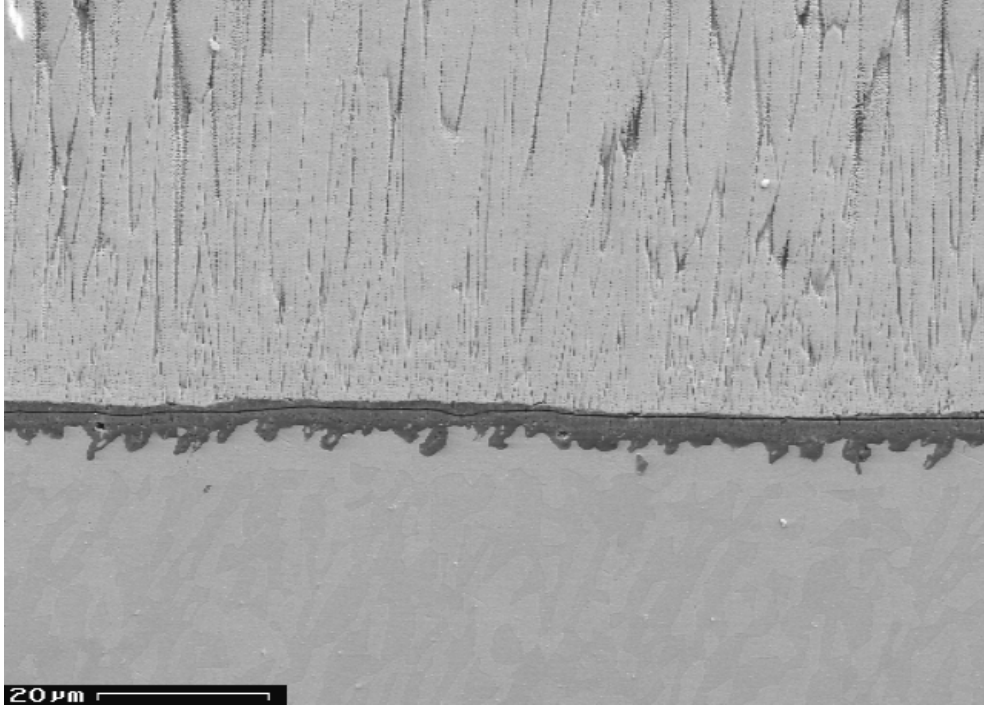
Şekil 3.23. İzotermal LCF deneyleri boyunca TGO büyümesi

Nikel bazlı bir süper alaşım altlık, EB-PVD yöntemiyle çöktürülmüş NiCoCrAlY bağ kaplama ve itriyum oksit ile kısmen kararlı hale getirilmiş zirkonyum oksit üst kaplamadan oluşan bir TBC sistemi izotermal yaşlandırma ve termal yorulma şartları altında test edilmiştir. 5000 saat izotermal yaşlandırma şartları altında hasar oluşumu için 1050°C veya daha yüksek bir sıcaklığa ihtiyaç duyulduğu tespit edilmiştir. Termal yorulma şartları altında ise 1000°C’de 1728 saat sonunda hasar oluşmuştur. Her iki deney şartları altında da oluşan çatlaklar TGO içinde ya da TGO/BC arayüzeyindedir [174].

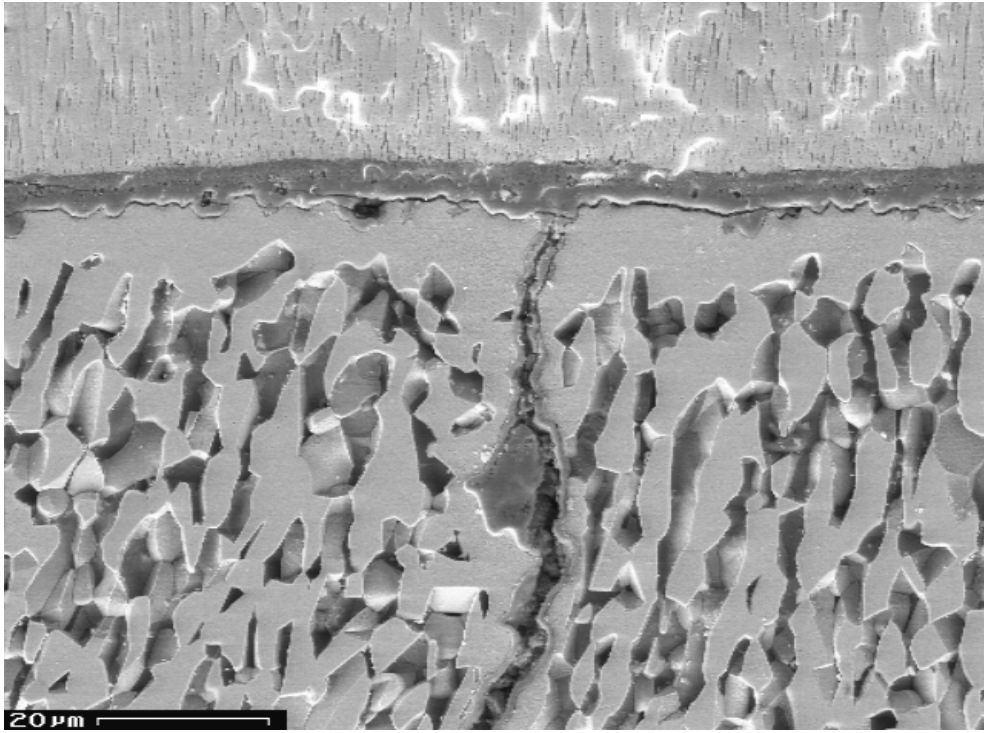
Benzer şekilde 950°C sabit sıcaklık altında gerçekleştirilen LCF deneyleri sonucunda da kaplama tabakası kalkmamıştır. Hem deney sıcaklığı hem de deney süresinin yukarıda örnek gösterilen çalışmadaki değerlerden daha düşük olması bunu açıklamaktadır. TGO/BC arayüzeyinde (Şekil 3.24) , TGO içinde (Şekil 3.25) ve en yoğun olarak da TBC/TGO arayüzeyinde (Şekil 3.26) çatlaklara rastlanmıştır.



Şekil 3.24. TBC/TGO arayüzeyinde ilerleyen bir çatlak

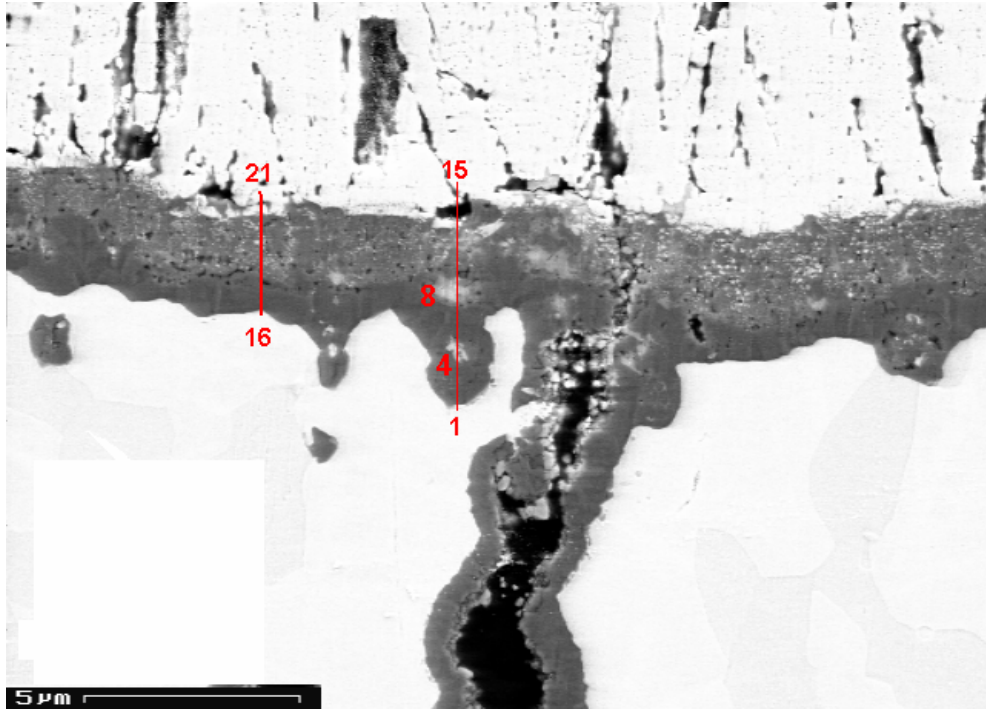


Şekil 3.25. TGO içinde ilerleyen bir çatlak



Şekil 3.26. TGO/BC arayüzeyinde ilerleyen bir çatlak

Çalışmada kullanılan TBC sistemine benzer bir sistem (nikel bazlı bir süper alaşım altlık, EB-PVD yöntemiyle çöktürülmüş NiCoCrAlY bağ kaplama ve itriyum oksit ile kısmen kararlı hale getirilmiş zirkonyum oksit üst kaplama) üzerinde yapılan mikroyapısal incelemeler, kaplamanın üretiminden hemen sonra TGO tabakası içinde zirkonya tanecikleri içeren bir karışık bölgenin (mixed zone) oluştuğunu ve bu bölgenin çok az büyüdüktan sonra 1050°C’de 1500 saat boyunca neredeyse sabit kaldığını göstermektedir. Bu karışık bölgenin hemen altında saf  $\alpha$ -alumina saptanmıştır [175]. Aynı oluşum Şekil 3.27’de verilen A02 numaralı deney numunesine ait TGO tabakasında görüldüğü üzere izotermal LCF deney şartlarında da saptanmıştır. Şekilde yüksek kontrasta sahip bölgelerin yapılan EDX analizleri (Çizelge 2.6 ve 2.7) sonucunda Zr açısından zengin bölgeler olduğu saptanmıştır.



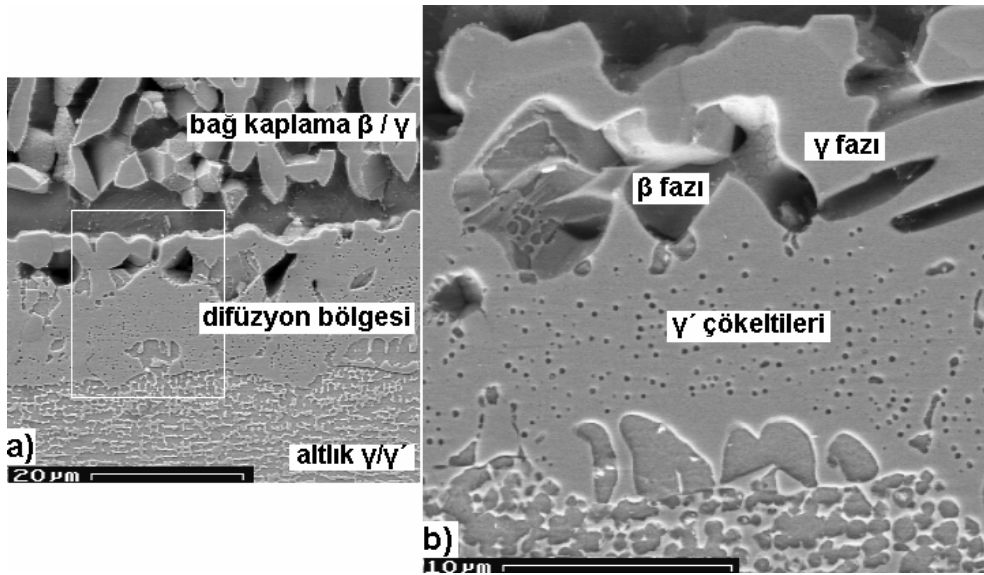
Şekil 3.27. A02 numaralı numuneye ait TGO tabakası

Sonuç olarak çalışmadaki deney şartları altında TGO tabakasında, seramik kaplamanın ayrılmasına (delamination) veya pullanarak kalkmasına (spallation) neden olacak herhangi bir faz değişikliği ya da benzeri bir mikroyapısal bozulma görülmemiştir. Deneyler esnasında numunelerin oda sıcaklığına sadece bir kere ve

yavaş yavaş soğutulması (termal şok yok) numunelerin kaplama uygulandıktan hemen sonraki hallerine dönmesini sağlamıştır. Hızlı ısıtma ya da hızlı soğutmadan kaynaklanan termal şokların ve tekrarlı termal yüklerin olmayışı ve TGO tabakasının literatürde belirtilen riskli kalınlığa ulaşmayışından dolayı büyüme gerilmelerinin (growth stres) düşük olması sebebiyle seramik tabaka ile TGO tabakası birbirlerine yapışık halde kalmışlardır.

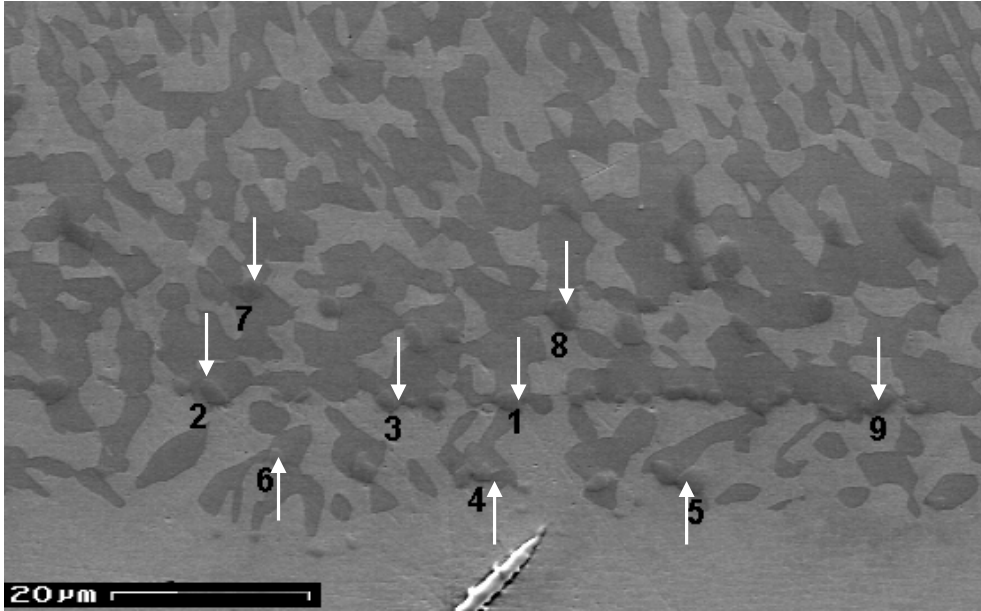
### 3.2.3. Bağ kaplama ve altlık

Altılık, daha önce de belirtildiği üzere karbid segregasyonları ve ötektik bölgeler içeren karakteristik kübik  $\gamma/\gamma'$  yapısına (Ni/Ni<sub>3</sub>Al) sahiptir [141]. Bağ kaplamadaki temel fazlar ise  $\beta$  NiAl ve  $\gamma$  Ni'dir [142]. Kaplama ile altlık arasında alüminyumun seyreltiği bir difüzyon bölgesi (DZ) oluşmuştur. Bu bölge temelde  $\gamma$  fazı ve  $\beta$  fazından oluşmaktadır ve ayrıca  $\gamma$  taneleri içinde  $\gamma'$  çökeltileri ve Cr açısından zengin fazlar içermektedir. Numunenin maruz kaldığı yüksek sıcaklıktaki zamana bağlı olarak difüzyon bölgesinin kalınlığı 7-12  $\mu\text{m}$  arasında değişmektedir. Şekil 3.28a'da altlıktaki  $\gamma/\gamma'$  yapısı, bağ kaplamadaki  $\beta$  ve  $\gamma$  fazları ve difüzyon bölgesi görülmektedir. Difüzyon bölgesi Şekil 3.28b'de verilmiştir. Burada da difüzyon bölgesi içindeki  $\beta$  ve  $\gamma$  fazları ile  $\gamma'$  çökeltileri görülmektedir. Şekillerdeki  $\beta$  fazlarının yoğun bir şekilde dağıldığı görülmektedir.



Şekil 3.28. Bağ kaplama, difüzyon bölgesi ve altlığın mikroyapısı

Şekil 3.29’da A02 numaralı numunede bağ kaplamanın difüzyon bölgesine yakın yerlerinde ve difüzyon bölgesinde tespit edilen yeni fazlar görülmektedir. Çizelge 2.8’de bu fazlar üzerinde yapılan EDX analizleri sonucu saptanan elementler ve miktarları verilmiştir. Cr zengin arametalik fazlar (yaklaşık %65 Cr ve %25 C) literatürde  $M_{23}X_6$  olarak tanımlanmaktadır [176]. Burada M genelde krom ve X de karbondur. Bu fazdaki karbon içeriği, altlıktaki karbürlerin daha yüksek Cr aktivitesi olan bölgelere hızlı bir şekilde difüzyonundan kaynaklanmaktadır [176]. Şekil 2.99 ve Şekil 2.100’den hatırlanacağı üzere bu fazlar bağ kaplama ve difüzyon bölgesindeki fazlardan daha yüksek bir sertlik değerine sahiptirler.

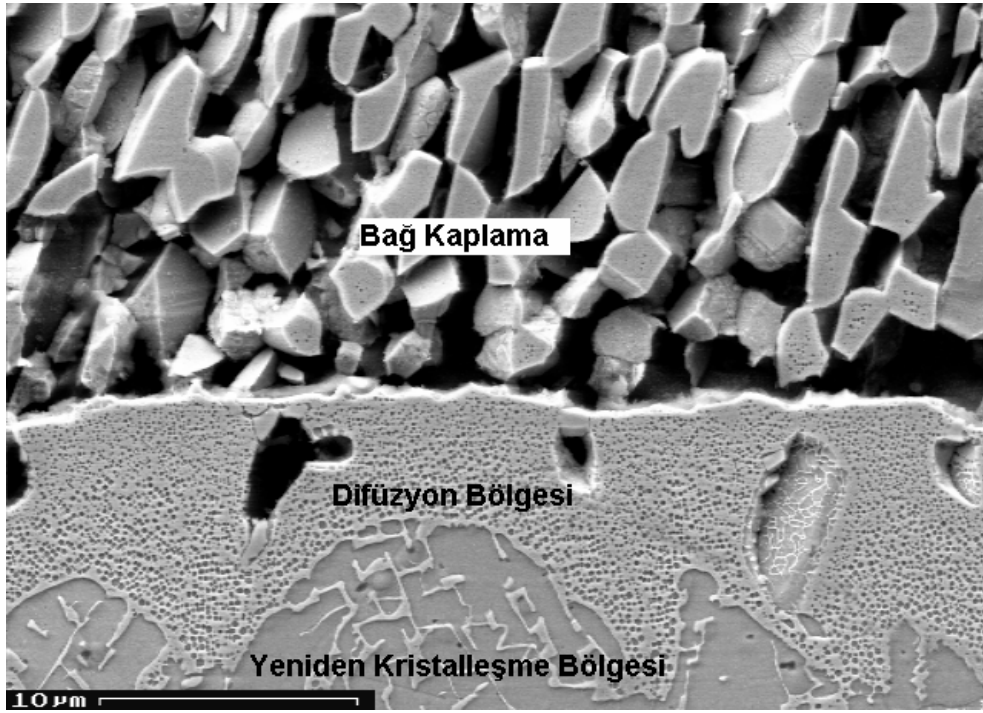


Şekil 3.29. BC/DZ arayüzeyinde saptanan Cr zengin fazlar

Numunelerin mikroyapısal incelemelerinde bağ kaplama ve difüzyon bölgesindeki  $\gamma$  taneleri içinde saptanan çökeltiler literatürde  $\gamma'$  fazı olarak adlandırılmaktadır ve genelde  $Ni_3(Al,Ti)$  bileşimine sahiptir [143].  $\gamma'$  fazlarının oluşumu ve dağılımında titanyumun büyük bir etkisi bulunmaktadır. Atomik olarak yaklaşık %1'lik bir Ti miktarı bile bu fazların oluşumu için yeterlidir. Ti ile birlikte Ni  $\gamma'$  fazının oluşumunu ve kararlılığını kontrol etmektedir. Yeterli miktarlarda Ni ve Ti içeren bölgelerde  $\gamma'$  fazı oluşmaktadır. Örneğin 1000°C sabit sıcaklık altında ve %35'in üzerinde sabit bir Ni miktarında  $\gamma'$  oluşumu Ti

miktarıyla doğru orantılıdır. Bu sıcaklıkta Ni miktarı arttıkça  $\gamma'$  fazını kararlı hale getirmek için gerekli Ti miktarı azalmaktadır [177].

LCF numunelerinde yapılan incelemeler,  $\gamma'$  fazının oluşumunun bileşime ve yüksek sıcaklıkta geçen zamana bağlı olduğunu göstermektedir. Ti miktarının atomik olarak %1'den büyük olduğu bölgelerde  $\gamma'$  fazı saptanmıştır. Örneğin yüksek sıcaklıkta sadece 5 saat kalan A03 numaralı numunede  $\gamma'$  çökeltilerinin difüzyon bölgesi içinde düzenli bir şekilde dağıldığı ve yaklaşık 15  $\mu\text{m}$  kalınlığa sahip bir bölgede bağ kaplama içinde görülmektedir (Şekil 3.30).



Şekil 3.30. A03 numaralı numunede görülen difüzyon bölgesi ve  $\gamma'$  çökeltileri

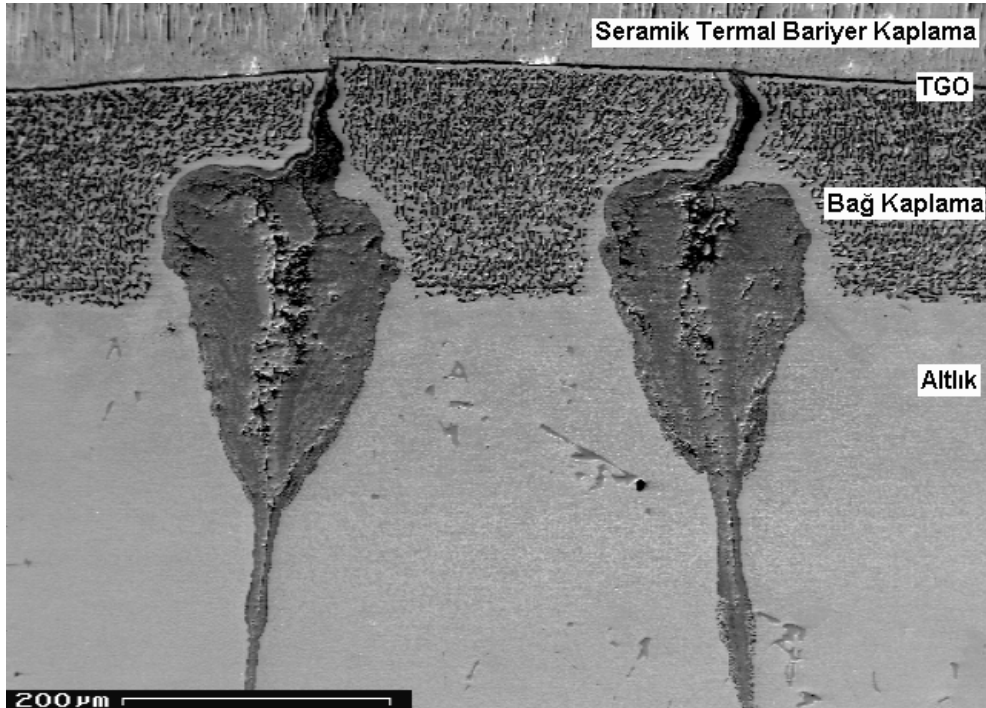
Sonuç olarak yüksek sıcaklıkta geçen zamana ve dolayısıyla difüzyon prosesi sonucunda malzemenin lokal bileşimindeki değişikliklere bağlı olarak difüzyon bölgesinin yapısının değiştiği görülmektedir. Yüksek sıcaklıkta geçen zaman arttıkça, difüzyon bölgesi ve bağ kaplama içindeki  $\gamma'$  çökeltileriyle karbür fazlarının büyüklüğü ve dağılımının değiştiği saptanmıştır. Bu mikroyapısal değişikliklerin çatlak ilerlemesinde önemli bir rol oynadığı düşünülmektedir.

### 3.3. Çatlak Oluşumu ve İlerlemesi ile Mikroyapı Arasındaki İlişki

Farklı süreler boyunca sıcaklığa maruz kalmış ve aynı uzama aralığında ( $\pm\%0,25$ ) test edilmiş numuneler incelenmiştir. Isıl işlem uygulanmaksızın test edilen numune grubunu A02 numaralı numune temsil etmektedir. Ele alınan diğer numuneler ise LCF deneyinden önce 250 saat ısıl işleme maruz kalmış A14 numaralı numune ve 500 saat ısıl işleme maruz kalmış A15 numaralı numunelerdir. Tüm numunelerde çatlaklar TGO/BC arayüzeyinde başlamaktadır. Bağ kaplama yüzeyindeki pürüzler çentik etkisi göstererek çatlak başlangıcı için gerilme konsantrasyonları oluşturmaktadır. Daha sonra bu yorulma çatlakları 950°C’de oldukça yumuşak olan bağ kaplama boyunca yüklem eksenine dik bir şekilde ilerlemekte ve yüksek sıcaklıkta maruz kalınan süreye bağlı olarak difüzyon bölgesi ve altlıkta farklı şekillerde ve hızlarda ilerlemektedir.

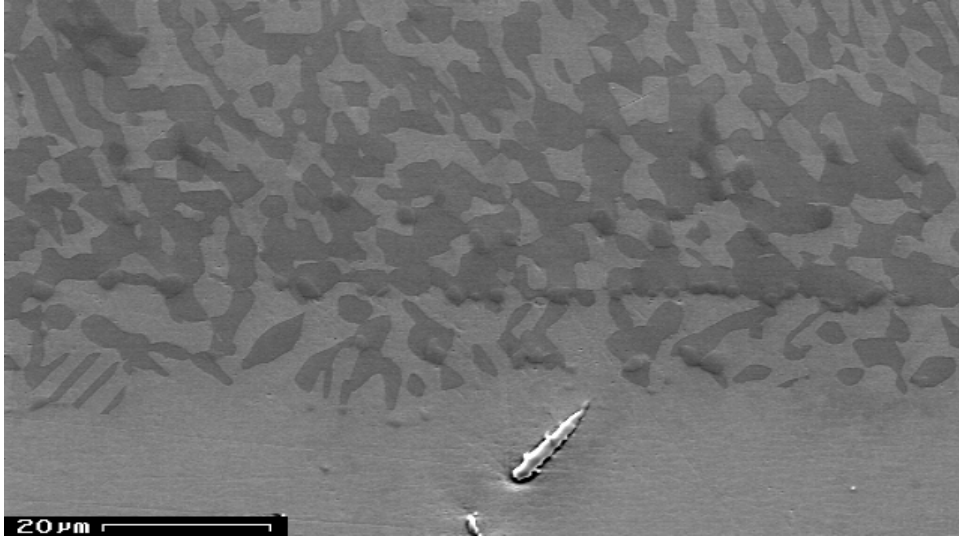
#### 3.3.1. A02 numaralı numune

Şekil 3.31’de numunede saptanan çatlaklara örnekler verilmiştir. Bu numunede çatlaklar bağ kaplama boyunca ilerleyerek difüzyon bölgesine ulaşmaktadır.



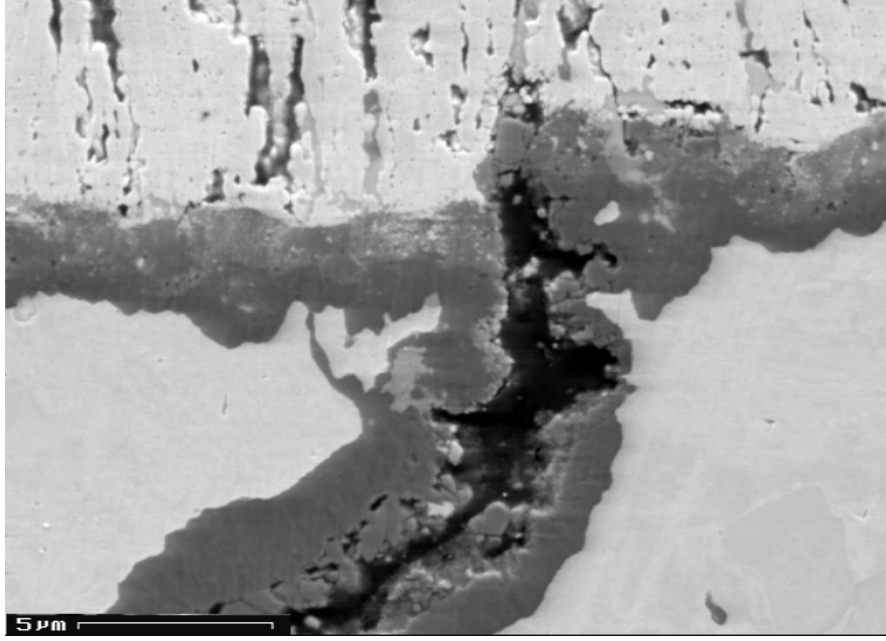
Şekil 3.31. A02 numaralı tespit edilen çatlaklardan bazıları

Normal şartlar altında bir yorulma çatlakları daha sert olan bir bölgeye ulaştığında yön değiştirmektedir.  $\gamma'$  fazı bir çökeltme fazı olduğundan daha sert olduğu düşünülmektedir. Bu durumda çatlakların BC/DZ arayüzeyine paralel ilerleyecek şekilde yön değiştirmesi beklenmektedir. Fakat difüzyon bölgesindeki sert karbür fazları çatlakların arayüzeyine paralel ilerlemesine engel olmaktadır. Bu yüzden çatlak henüz tam bir zincir oluşturamamış karbürlerin arasından ilerleyerek altlığa ulaşmaktadır (Şekil 3.32).



Şekil 3.32. A02 numaralı numunede DZ/BC arayüzeyinde saptanan karbür fazları

Çatlakların başladığı TGO/BC arayüzeyine bakıldığında TGO tabakasının çatladığı görülmektedir (Şekil 3.33). Bu yüzden TGO oksijen bariyeri görevini yerine getirememekte, zaten oksijen difüzyonuna açık olan seramik tabaka boyunca difüze olan oksijen çatlakları aşırı derecede oksitlendirerek hacimsel olarak genişlemesine neden olmaktadır. Genişleyen oksitlenmiş çatlak yumuşak bağ kaplama tabakası içine doğru şişmektedir.



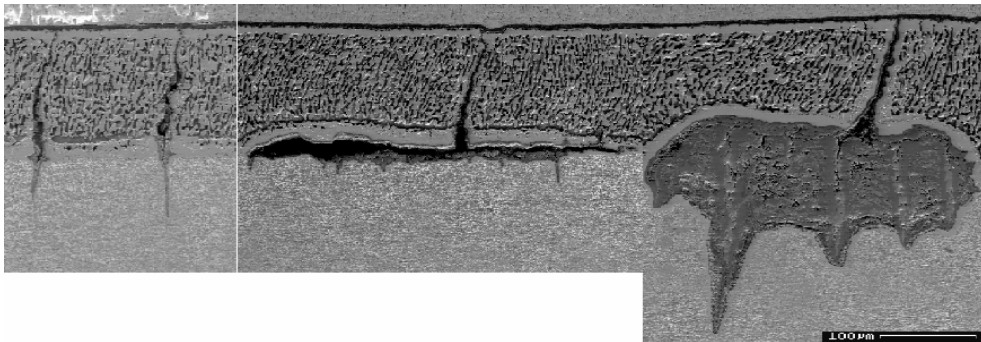
**Şekil 3.33.** A02 numaralı numunede aşırı oksitlenmiş çatlağın başladığı noktada kırılan TGO tabakası

### 3.3.2. A14 numaralı numune

Bu numunede üç farklı çatlak tipine rastlanmıştır:

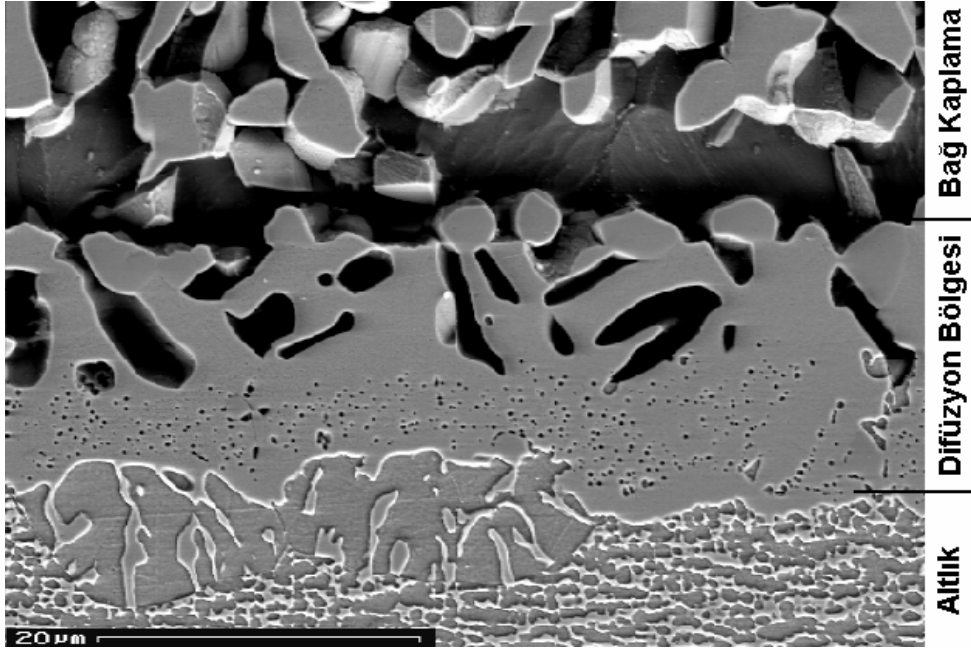
1. Tıpkı A02 numaralı numunedekine benzer şekilde bağ kaplamayı aşır altlığa uzanan çatlaklar.
2. Bağ kaplamayı aştıktan sonra difüzyon bölgesi içinde arayüzeye paralel ilerleyen çatlaklar.
3. Difüzyon bölgesi içinde arayüzeye paralel ilerleyen ve aynı zamanda aşırı derecede oksitlenerek altlığa doğru ilerleyen çatlaklar.

Şekil 3.34’de bu çatlaklara örnekler verilmiştir.

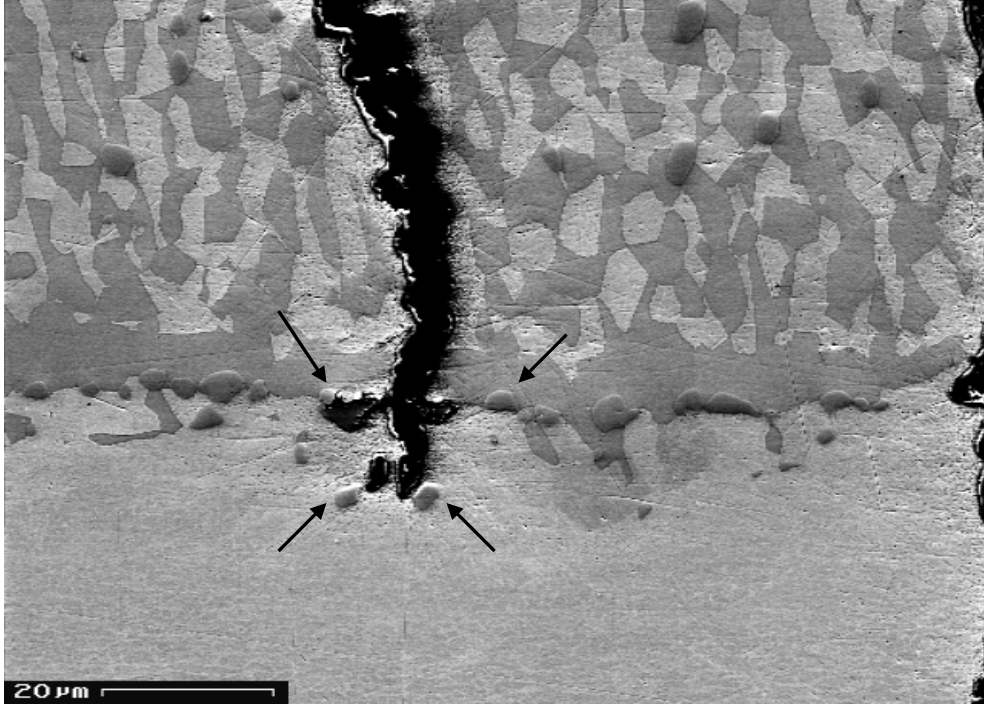


**Şekil 3.34.** A14 numaralı numunede saptanan farklı tipteki çatlaklardan bazıları

Bu numunede 250 saatlik ısıtıl işlemin etkisiyle difüzyon bölgesinde alüminyumun seyreltiği bir bölge oluşmuştur (Şekil 3.35). Bağ kaplamayı aşır BC/DZ arayüzeyine gelen çatlak sert karbür zinciri yüzünden arayüzeyde ilerleyememektedir ve karbür zinciri arasından geçip difüzyon bölgesine ulaşmaktadır. DZ/altlık arayüzeyinde oluşan sert ikinci karbür zinciri ve yine sert  $\gamma'$  fazı çatlakın yüklem eksenine dik ilerlemesini yavaşlatmakta ve çatlakın daha yumuşak olan difüzyon bölgesi içinde ve arayüzeye paralel ilerlemesine neden olmaktadır. Şekil 3.36'da yüklem eksenine dik ve paralel yönde ilerlemesi karbür fazları tarafından engellemiş bir çatlak görülmektedir.

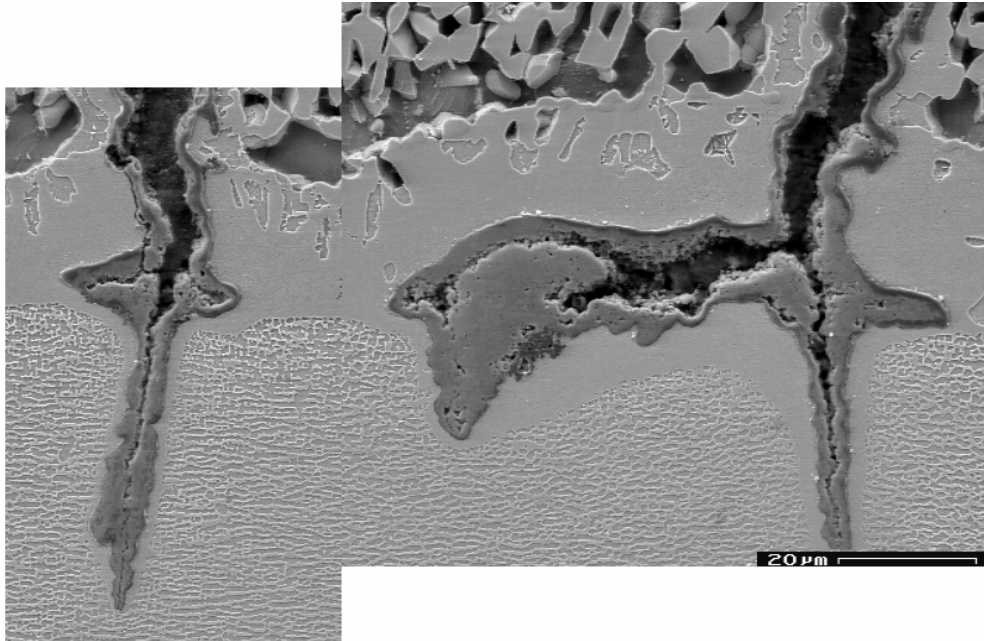


Şekil 3.35. A14 numaralı numunenin mikroyapısı



Şekil 3.36. İlerlemesi karbür fazları tarafından engellenmiş bir çatlak

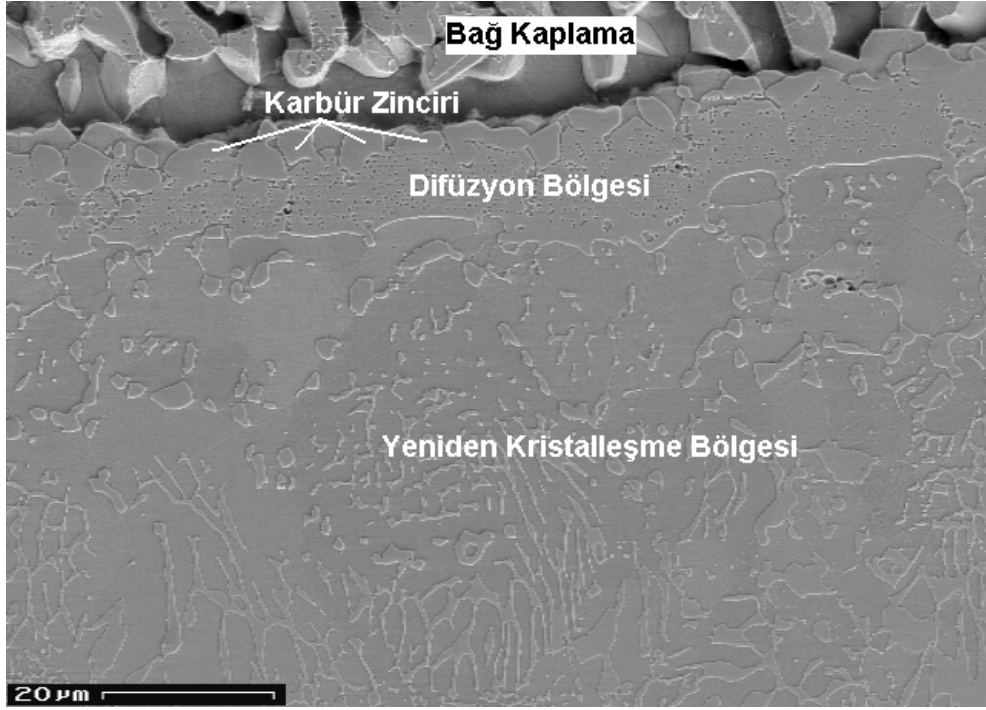
Şekil 3.37’de numune içinde yükleme eksenine paralel ilerleyen bir çatlağın oluşum safhaları görülmektedir. Daha sonra bu çatlak, eğer TGO tabakasında bir çatlak varsa aşırı derecede oksitlenerek genişlemektedir.



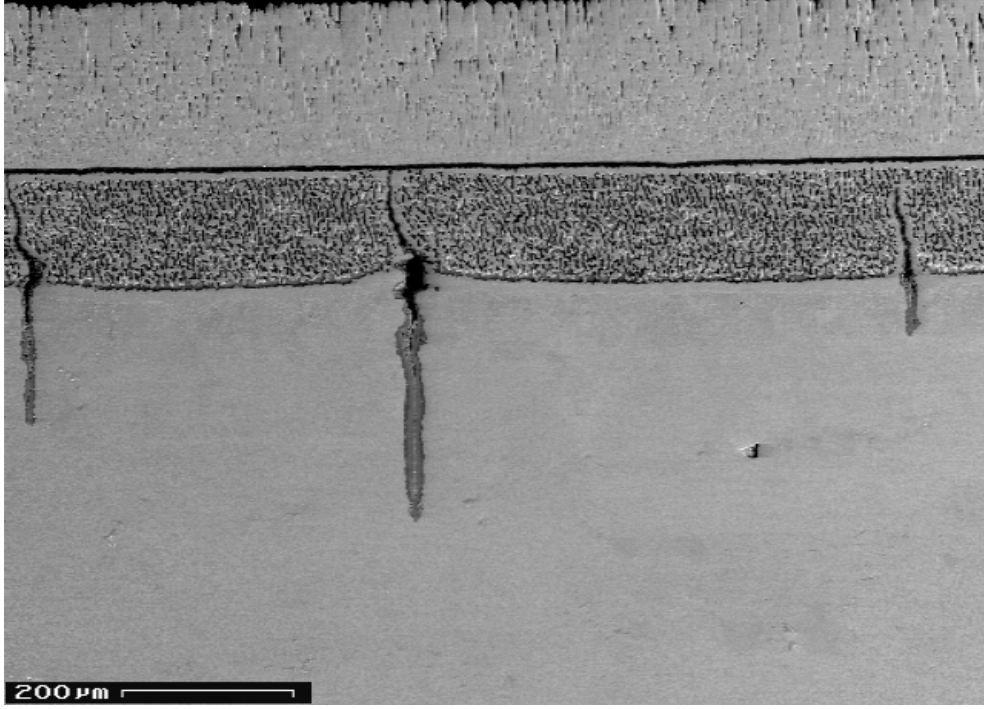
Şekil 3.37. Numune içinde yükleme eksenine paralel ilerleyen bir çatlağın oluşum safhaları

### 3.3.3. A15 numaralı numune

Daha önce de belirtildiği üzere bu numunede 500 saat yaşlandırmanın etkisiyle oldukça büyük bir yeniden kristalleşme bölgesi (Yaklaşık 60  $\mu\text{m}$ ) saptanmıştır. Ayrıca difüzyon bölgesinin içinde herhangi bir  $\beta$  fazı bulunmamaktadır ve bölgenin her tarafı  $\gamma'$  fazlarıyla kaplıdır (Şekil 3.38). Tez çalışmasının ikinci bölümündeki Şekil 2.102'den de hatırlanacağı üzere; BC/DZ arayüzeyinde yine bir karbür zinciri saptanmıştır; fakat A14 numaralı numunede saptanan ikinci karbür zincirinin yok olduğu ve karbürlerin yeniden kristalleşme bölgesi içine dağıldığı görülmektedir. Şekil 3.39'da bu numunede saptanan çatlaklara örnek verilmiştir.



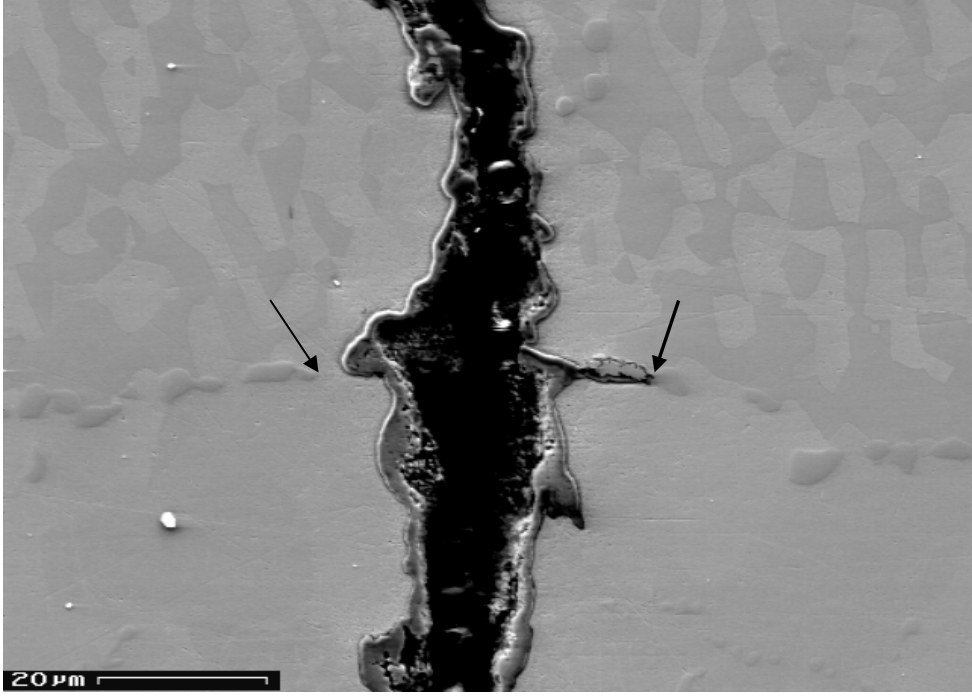
Şekil 3.38. A15 numaralı numunenin mikroyapısı



Şekil 3.39. A15 numaralı numunede saptanan çatlaklardan bazıları

Şekil 3.40'da görüldüğü üzere bağ kaplamayı geçip BC/DZ arayüzeyine gelen çatlak buradaki sert karbür zinciri yüzünden arayüzeye paralel ilerleyememektedir ve difüzyon bölgesine ulaşmaktadır.

Bu bölgedeki  $\gamma'$  fazları çatlağın arayüzeye paralel ilerlemesine engel olmakta ve çatlak  $\gamma'$  fazları arasından yeniden kristalleşme bölgesi içine doğru ilerlemektedir. Yeniden kristalleşme bölgesi içinde bir ağ oluşturan sert karbürler çatlağın yön değiştirmesini önlemekte ve çatlak altlığa doğru yüklem eksenine dik bir şekilde ilerlemektedir.



Şekil 3.40. BC/DZ arayüzeyine paralel ilerlemesi karbür fazları tarafından engellenen bir çatlak

## 4. GENEL SONUÇ VE ÖNERİLER

### 4.1. Genel Sonuçlar

Yönlü katılaştırılmış nikel bazlı bir süperalaşım olan Inconel 100 (IN 100 DS) altlık, YPSZ termal bariyer kaplama ve NiCoCrAlY bağ kaplamadan oluşan bir TBC sistemine sahip numunelerle 950°C’de LCF deneyleri yapılmıştır. Bu deneylerin ve deneyler sonucunda numunelerin mikroyapısında oluşan değişikliklerin incelenmesi ile bulunan sonuçlar aşağıda verilmiştir.

1. Seramik termal bariyer kaplama tabakasına sahip numunelerde;  $\pm 0,20$  ( $\Delta\varepsilon = \%0,40$ ) ve  $\pm 0,25$  ( $\Delta\varepsilon = \%0,50$ ) uzama aralıklarında test edilen numunelerde çatlaklar saptanmıştır. Çatlak sayısı ve çatlak boyutu uzama aralığıyla doğru orantılı bir şekilde değişmektedir. Çatlaklar TGO/BC arayüzeyinde başlamakta ve altlığa doğru yüklem eksenine dik bir şekilde ilerlemektedirler.
2. Çekme ya da basma yönünde bir ortalama gerilme oluşacak şekilde test edilen numuneler, ortalama gerilme sıfır olacak şekilde test edilen numunelerle aynı  $\varepsilon_{\max}$  veya  $\varepsilon_{\min}$  değerlerinde test edildiklerinde herhangi bir çatlak saptanmamıştır. Bu tür deneylerde çatlak, ancak uzama aralığının  $\%0,40$ ’dan büyük olduğu ( $\Delta\varepsilon > \%0,40$ ) deneylerde oluşmuştur.
3. Yalnızca bağ kaplamaya sahip numunelere yapılan deneylerde çok daha düşük uzama aralıklarında ve daha küçük çevrim sayısından sonra çatlakların saptanmış olması, seramik termal bariyer kaplama tabakasının çatlak oluşumunu geciktirdiğini göstermektedir.
4. Yalnızca bağ kaplamaya sahip numunelerin yüzeylerinde LCF deneyleri sonrasında buruşma saptanmıştır. Buruşma TBC sistemine sahip türbin kanatçıklarında görülen tipik servis hasarlarından birisidir.
5. 250 saat ısıtıl işlem gördükten sonra test edilen numunede, diğer numunelerden farklı olarak yüklem eksenine paralel çatlaklara rastlanmıştır.
6. Numunelerin seramik termal bariyer kaplama tabakalarında LCF deneyleri sonucunda bir miktar sinterlenme görülmüş, fakat herhangi bir faz

dönüşümü oluşmamıştır. XRD analizlerinde sadece tetragonal zirkonya fazı saptanmıştır.

7. Numunelerin TGO tabakalarında, seramik kaplamanın ayrılmasına ya da pullanarak kalkmasına neden olacak herhangi bir faz değişikliği ya da benzeri bir mikroyapısal bozulma görülmemiştir.
8. Altlık karbid segregasyonları ve ötektik bölgeler içeren karakteristik kübik  $\gamma/\gamma'$  yapısına (Ni/Ni<sub>3</sub>Al) sahiptir. Bağ kaplamadaki temel fazlar ise  $\beta$  NiAl ve  $\gamma$  Ni'dir. Kaplama ile altlık arasında alüminyumun seyreltiği bir difüzyon bölgesi (DZ) oluşmuştur. Bu bölge temelde  $\gamma$  fazı ve  $\beta$  fazından oluşmaktadır ve ayrıca  $\gamma$  taneleri içinde  $\gamma'$  çökeltileri ve Cr açısından zengin fazlar içermektedir. Numunenin maruz kaldığı yüksek sıcaklıktaki zamana bağlı olarak difüzyon bölgesinin kalınlığı 7-12  $\mu$ m arasında değişmektedir.
9. Yüksek sıcaklıkta geçen zamana ve dolayısıyla difüzyon prosesi sonucunda malzemenin lokal bileşimindeki değişikliklere bağlı olarak difüzyon bölgesinin yapısının değiştiği görülmüştür. Yüksek sıcaklıkta geçen zaman arttıkça, difüzyon bölgesi ve bağ kaplama içindeki  $\gamma'$  çökeltileriyle karbür fazlarının büyüklüğü ve dağılımının değiştiği saptanmıştır. Bu mikroyapısal değişiklikler, çatlak ilerlemesinde önemli bir rol oynamaktadır. Örneğin 250 saat ısıtıl işlem gördükten sonra test edilen numunede hem altlığa doğru dik ilerleyen çatlaklar hem de yüklem eksenine paralel ilerleyen çatlaklar tespit edilmiştir. Fakat 500 saat ısıtıl işlem gördükten sonra test edilen numunede sadece yüklem eksenine dik ilerleyen çatlaklara saptanmıştır. Aynı çevrim sayısı boyunca ve aynı uzama aralığında test edilen numunelerde, yüksek sıcaklıkta geçen süre arttıkça çatlak boyunun küçüldüğü saptanmıştır.

Sonuç olarak, bu çalışmada kullanılan izotermal düşük çevrimli yorulma deneylerinden elde edilen sonuçlar, literatürde bulunan termal yorulma, termal gradyanlı yorulma ve izotermal yaşlandırma deneyleri gibi farklı deneylerden elde edilen sonuçlarla birlikte türbin kanatçığı tasarımcıları için ömür belirlemede kullanılabilecek faydalı bir veri kaynağı oluşturmaktadır.

## 4.2. Öneriler

Laboratuvar deneylerinden elde edilen verilerle bir ömür belirlenirken farklı mekanizmaların birbiriyle etkileşimi, uygulanan mekanik ve termal yüklerin servis esnasında oluşan gerçek yüklerle benzerliği, gerçek türbin kanatçıklarının maruz kaldığı çevresel şartlar gibi birçok etken göz önünde bulundurulmalıdır.

Yüksek sıcaklığa maruz kalan çok katmanlı malzemeler; difüzyon, çökeltme, fazların çözülmesi gibi zaman ve sıcaklığa bağlı mikroyapısal değişimler göstermektedirler. Malzemedeki bu değişimler genelde arayüzeylerde görülmekle beraber, katmanlı bir yapıda geniş bölgeleri etkilemektedirler. Bu çeşit bir mikroyapısal değişime ilaveten, birçok yüksek sıcaklık malzemesi tekrarlı termal ve mekanik yüklere maruz kalmaktadır. Zamana bağlı hasarlarla tekrarlı mekanik yüklerin oluşturduğu hasarlar lineer değildir.

Zamana ve çevrim sayısına bağlı süreçlerin birbiriyle etkileşimi, uzun servis ömrü boyunca bir ömür tahmini yapmada yaygın olarak kullanılan hızlandırılmış deney yaklaşımlarını geçersiz hale getirebilir. Bu yaklaşımlar tipik olarak deney sıcaklığının artırılmasını (hasar mekanizmalarını değiştirmeyecek şekilde sınırlandırılmış) veya tekrarlı mekanik yükün frekansının artırılmasını (ancak zamana bağlı süreçler ihmal edilebildiğinde) içermektedir.

Test süresinin kısaltılması için, mekanik yük uygulanmadan önce ısıl işlem ve artırılmış frekans kombine edilebilir. Böylece hem zamana bağlı hasar mekanizmaları göz önünde bulundurulmuş olacak, hem de aynı anda birçok numune ısıl işleme maruz tutularak zaman kazanılacaktır.

Bu tez çalışmasından elde edilen sonuçlar ışığında, sistematik bir şekilde yaşlandırılmış numuneler yine sistematik bir şekilde değişik mekanik yükleme şartları altında test edildiğinde, yüksek sıcaklıkta geçen zamana ve tekrarlı mekanik yüklere bağlı süreçlerin birbiriyle etkileşimi daha iyi saptanabilir. Böylece, termal bariyer kaplama sistemleri ve daha birçok çok katmanlı malzeme sistemleri için bir hasar mekanizması modellenilebilecektir.

## KAYNAKLAR

- [1] Kaysser, W.A., Peters, M., Fritscher, K. ve Schulz, U., *Processing, characterisation and testing of EB-PVD Thermal Barrier Coatings*, AGARD SMP Meeting on “Thermal Barrier Coatings”, Denmark., 1997.
- [2] Williams, J.C. ve Edgar, E.A., *Progress in structural materials for aerospace systems*, Acta Materialia **51**, 5775-5799, 2003.
- [3] Peters, M., Leyens, C., Schulz, U ve Kaysser, W.A., *EB-PVD thermal barrier coatings for aeroengines and gas turbines*, Advanced Engineering Materials, **3 (4)**, 193-204, 2003.
- [4] Schmitt, G. ve Hertter, M., *Improved oxidation resistance of thermal barrier coatings*, Surface and Coatings Technology, **120-121**, 84-88, 1999.
- [5] Horne, D.F., *Aircraft production technology*, Cambridge University Press, UK, 1985.
- [6] Leyens, C., Fritscher, K., Gehrling, R., Peters, M. ve Kaysser, W.A., *Oxide scale formation on an MCrAlY coating in various H<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O atmospheres*, Surface and Coatings Technology, **82**, 133-144, 1996.
- [7] Beele, W., Marijnissen, G. ve Lieshot, A., *The evolution of thermal barrier coatings-status and upcoming solutions for today's key issues*, Surface and Coatings Technology, **120-121**, 61-67, 1999.
- [8] Schulz, U., *Phase transformation in EB-PVD yttria partially stabilized zirconia thermal barrier coatings during annealing*, Journal of American Ceramic Society, **83**, 904-910, 2000.
- [9] Kaysser, W.A., Bartsch, M., Krell, T., Fritscher, K., Leyens, C., Schulz, U. ve Peters, M., *Ceramic thermal barriers for demanding turbine applications*, Ceramic Forum International, **6**, 32-36, 2000.
- [10] Schulz, U., Krell, T., Leushake, U. ve Peters, M., *Graded design of EB-PVD thermal barrier coating*, AGARD SMP Meeting on “Thermal Barrier Coatings”, Denmark, 1997.
- [11] Hass, D.D., *Thermal barrier coatings via directed vapour deposition*, A Dissertation the Faculty of the School of Engineering and Applied Science, University of Virginia, USA., 2001.

- [12] Bartsch, M., Schulz, U. ve Saruhan, B., *EB-PVD Thermal Barrier Coatings for Gas Turbines- Processing and Lifetime Assessment*, Proceeding of the Summer School of the EU Project "SICMAC" (HPRN-CT-2082-20203), 191-214, Mao Minorca Island, Spain, 2006.
- [13] Morrell, P. ve Rickerby, D.S., *Advantages / disadvantages of various TBC systems as perceived by the engine manufacturer*, AGARD SMP Meeting on "Thermal Barrier Coatings", Denmark, 1997.
- [14] Alperiné, S., Derrien, M., Jaslier, Y. ve Mévrel, R., *Thermal barrier coatings: the thermal conductivity challenge*, AGARD SMP Meeting on "Thermal Barrier Coatings", Denmark, 1997.
- [15] Xu, H., Gong, S. ve Deng, L., *Preparation of thermal barrier coatings for gas turbine blades by EB-PVD*, Thin Solid Films, Vol 334, 98-102, 1998.
- [16] Harris, K.D., Vick, D., Gonzales, E.J., Smy, T., Robbie, K. ve Brett M.J., *Porous thin films for thermal barrier coatings*, Surface and Coatings Technology, **138**, 185-191, 2001.
- [17] Zou, Y.C., Hashida, T., *Coupled effects of temperature gradient and oxidation on thermal stress in thermal barrier coating system*, International Journal of Solids and Structures, **38**, 4235-4264, 2001.
- [18] Sharafat, S., Kobayashi, A., Chan, Y. ve Ghoniem, N.M., *Plasma spraying of micro-composite thermal barrier coatings*, Vacuum, **65 (3-4)**, 415-425, 2001.
- [19] Lau, H., Leyens, C., Kaden, U., Schulz, U., Münzer, J., Friedrich, C. ve Cosack, T., *Influence of bondcoat pre-treatment on the cyclic lifetime of EB-PVD TBCs*, Materials Week 2001-Proceedings, Werkstoff-Informationsgesellschaft mbH, Frankfurt, Germany, 1-8, 2002.
- [20] Guerre, C., Molins, R. ve Remy, L., *Study of the coating stability of a TBC system*, Materials at High Temperatures, **17(2)**, 197-204, 2000.
- [21] Chen, X.Q. ve Newaz, M., *Oxidation and damage of EB-PVD thermal barrier coatings under thermal cycling*, Journal of Materials Science Letters, **20**, 93-95, 2001.

- [22] Hass, D.D., Slifka, A.J. ve Wadley, H.N.G., *Low thermal conductivity vapour deposited zirconia microstructures*, Acta Materialia, **49**, 973-983, 2001.
- [23] Karlsson, A.M. ve Evans, A.G., *A numerical model for the cyclic instability of thermally grown oxides in thermal barrier systems*, Acta Materialia, **49**, 1793-1804, 2001.
- [24] Karlsson, A.M. ve Evans, A.G., *A numerical model of ratcheting in thermal barrier systems*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Materials Research Society, USA, **645E**, M9.4.1-6, 2001.
- [25] Selçuk, A. ve Atkinson, A., *Analysis of the Cr<sup>3+</sup> luminescence spectra from thermally grown oxide in thermal barrier coatings*, Materials Science and Engineering A, **335**, 147-156, 2002.
- [26] Hutchinson, J.W. ve Evans, A.G., *On the delamination of thermal barrier coatings in a thermal gradient*, Surface and Coatings Technology, **149**, 179-184, 2002.
- [27] Bouyakis, K.-D., Lontos, A., Michailidis, N., Knotek, O., Lugscheider, E., Bobzin, K. ve Etzkorn, A., *Determination of mechanical properties of electron beam-physical vapour deposition-thermal barrier coatings (EB-PVD-TBCs) by means of nanoindentation and impact testing*, Surface and Coatings Technology, **163-164**, 75-80, 2003.
- [28] Schulz, U., Lau, H., Rätzer-Schibe, H.-J. ve Kayser W.A., *Factors affecting cyclic lifetime of EB-PVD thermal barrier coatings with various bond coats*, Zeitschrift für Metallkunde, **94 (6)**, 649-654, 2003.
- [29] Bornstein, N. ve Marcin, J., *Pratt & Whitney thermal barrier coatings*, Advanced Turbine Systems Annual Program Review, National Technical Information Service, USA, 1-14, 1996.
- [30] Goward, G.W., *Progress in coatings for gas turbine airfoils*, Surface and Coatings Technology, **108-109**, 73-79, 1998.
- [31] Ma, X.Q. ve Takemoto, M., *Quantitative acoustic emission analysis of plasma sprayed thermal barrier coatings subjected to thermal shock tests*, Materials Science and Engineering A, **308**, 101-110, 2001.

- [32] Thompson, J.A. ve Clyne, T.W., *The effect of heat treatment on the stiffness of zirconia top coats in plasma sprayed TBCs*, *Acta Materialia*, **49**, 1565-1575, 2001.
- [33] Marple, B.E., Voyer, J., Moreau, C. ve Nagy, D.R., *Corrosion of thermal barrier coatings by vanadium and sulphur compounds*, *Materials at High Temperatures*, **17(3)**, 397-412, 2000.
- [34] Evans, H.E. ve Taylor, M.P., *Diffusion cells and chemical failure of MCrAlY bond coats in thermal barrier coating systems*, *Oxidation of Metals*, **55**, 17-34 (2001).
- [35] Singh, J.P., Nair, B.G., Rensch, D.P., Sutaria, M.P. ve Grimsditch, M.H., *Damage Evolution and stress analysis in zirconia thermal barrier coatings during cyclic and isothermal oxidation*, *Journal of American Ceramic Society*, **84 (10)**, 2385-2393, 2001.
- [36] Schlichting, K.W., Vaidyanadhan, K., Sohn, Y.A., Jordan, E.H., Gell, M. ve Padture, N.P., *Application of Cr<sup>3+</sup> photoluminescence piezo-spectroscopy to plasma sprayed thermal barrier coatings for residual stress measurement*, *Materials Science and Engineering A*, **291**, 68-77, 2000.
- [37] Leyens, C., Schulz, U., Fritscher, K., Bartsch, M., Peters, M. ve Kaysser, W.A., *Contemporary materials issues for advanced EB-PVD thermal barrier coating systems*, *Zeitschrift für Metallkunde*, **92 (7)**, 762-771, 2001.
- [38] Schulz, U., Fritscher, K., Leyens, C. ve Peters, M., *Influence of processing on microstructure and performance of EB-PVD thermal barrier coatings*, *Proceedings of ASME TURBOEXPO 2000*, GT-0579 ASME, USA, 8p, 2000.
- [39] Schulz, U., Münzer, J. ve Kaden, U., *Influence of deposition conditions on density and microstructure of EB-PVD TBCs.*, *Ceramic Engineering and Science Proceedings* **23 (4)**, 353-360, 2002.
- [40] Bertrand, G., Mevrel, R., *Zirconia coatings realized by microwave plasma-enhanced chemical vapour deposition*, *Thin Solid Films*, **292**, 241-246 (1997).
- [41] Leyens, C., Schulz, U., Pint, B.A. ve Wright, I.G., *Influence of electron beam physical vapour deposited thermal barrier coating microstructure on*

- the thermal barrier coating system performance under cyclic oxidation conditions*, Surface and Coatings Technology, **120-121**, 68-76, 1999.
- [42] VYAS, C.D. ve CHOY, K.-L., *Structural characterisation of thermal barrier coatings deposited using electrostatic spray assisted vapour deposition method*, Materials Science and Engineering A, **227**, 206-212, 2000.
- [43] Rybnikov, A.I., Getsov, L.B. ve Malashenko, I.S., *Thermal cyclic response of EB-PVD yttria-stabilized zirconia/CoCrAlY coatings*, Thin Solid Films, **270**, 247-252, 1995.
- [44] Bouhanek, K., Adesanya, O.A., Stott, F.H., Skelton, P., Lees, D.G. ve Wood, G.C., *Isothermal and thermal cyclic oxidation behaviour of thermal barrier coatings: Pt aluminide bond coats*, Materials at High Temperatures, **17(2)**, 185-196, 2000.
- [45] Zhu, D., Miller, R.A., Nagaraj, B.A. ve Bruce, R.W., *Thermal conductivity of EB-PVD thermal barrier coatings evaluated by steady-state laser heat flux technique*, Surface and Coatings Technology, **138**, 1-8, 2001.
- [46] Padture, N.P., Schkichting, K.W., Bhatia, T., Öztürk, A., Cetegen, B., Jordan, E.H., Gell, M., Jiang, S., Xiao, T.D., Strutt, P.R., Garcia, E., Miranzo, P. ve Osendi, I., *Towards durable thermal barrier coatings with novel microstructures deposited by solution Precursor plasma spray*, Acta Materialia, **49**, 2251-2257, 2001.
- [47] Schulz, U., Menzebach, M., Leyens, C. ve Yang, Y.O., *Influence of substrate material on oxidation behaviour and cyclic lifetime of EB-PVD TBC systems*, Surface and Coatings Technology, **146-147**, 117-123, 2001.
- [48] Padture, N.P., Gell, M. ve Jordan, E.H., *Thermal barrier coatings for gas-turbine applications*, Science Reviews MS No. 68609, 2002.
- [49] Schulz, U., Fritscher, K. ve Kaysser, W.A., *Cyclic lifetime of PYSZ and CeSZ EB-PVD TBC systems on various Ni-superalloy substrates*, COST 2002, Liege, **21(1)**, 483-492 (2002).
- [50] Dietrich, M., Verlotski, V., Vaßen, R. ve Stöver, D., *Metal-glass based composites for novel TBC systems*, Mat.-wiss. U. Werkstofftech, **32**, 669-672, 2001.

- [51] Immarigeon, J-P., Parameswaran, D., Chow, D. ve Morphy, D.D., *Evaluation of thermal barrier coatings from burner rig tests*, AGARD SMP Meeting on “Thermal Barrier Coatings”, Denmark, 1997.
- [52] Matthews, A., Young, S.J., Joseph, M., Rebholz, C., Schneider, J.M. ve Dowe, S.J., *Partially yttria-stabilized zirconia coatings produced under plasma-assisted EB-PVD with bipolar pulsed bias and under electron bombardment-assisted positive bias conditions*, Surface and Coatings Technology, **94-95**, 123-130, 1997.
- [53] Stevens, R., *Zirconia and zirconia ceramics*, Magnesium Elektron Ltd, UK, 1997.
- [54] Wang, H. ve Dinwiddie, B., *Characterisation of thermal barrier coatings using thermal methods*, Advanced Engineering Materials, **3 (7)**, 465-468, 2001.
- [55] Leoni, M., Jones, R.L., ve Scardi, P., *Phase stability of Scandia-yttria-stabilized zirconia TBCs*, Surface and Coatings Technology, **108-109**, 107-113, 1998.
- [56] Lee, C.H., Kim, H.K., Choi, H.S. ve Ahn, H.S., *Phase transformation and bond coat oxidation behaviour of plasma sprayed zirconia thermal barrier coating*, Surface and Coatings Technology, **124**, 1-12, 2000.
- [57] Chen, X., Hutchinson, J.W. ve Evans, A.G., *Simulation of the high temperature impression of thermal barrier coatings with columnar microstructure*, Acta Materialia, **52**, 565-571, 2004.
- [58] Johner, G. ve Schweitzer, K.K., *Thermal barrier coatings for jet engine improvement*, Thin Solid Films, **119 (3)**, 301-315, 1984.
- [59] Evans, A.G., He, M.Y. ve Hutchinson, J.W., *Mechanics-based scaling laws for the durability of thermal barrier coatings*, Progress in Materials Science, **46**, 249-271 (2001).
- [60] Leyens, C., Wright, I.G. ve Pint, B.A., *Hot corrosion of EB-PVD TBC system at 950°C*, Oxidation of Materials, **54 (5/6)**, 401-424, 2000.
- [61] Tolpygo, V.K., Clarke, D.R. ve Murphy, K.S., *Oxidation induced failure of EB-PVD TBCs*, Surface and Coatings Technology, **146-147**, 124-131, 2001.

- [62] YANAR, N.M., MEIER, G.H. ve PETIT, F.S., *The influence of platinum on the failure of EBPVD YSZ TBCs on NiCoCrAlY bond coats*, Scripta Materialia, **46**, 325-330, 2002.
- [63] Kim, G.M., Yanar, N.M., Hewitt, E.N., Petit, F.S. ve Meier, G.H., *The effect of the type of thermal exposure on the durability of TBCs*, Scripta Materialia **46**, 489-495, 2002.
- [64] Lau, H., Leyens, C., Schuly, U. ve Friedrich, C., *Influence of boncoat pre-treatment and surface topology on the lifetime of EB-PVD TBCs*, Surface and Coatings Technology, **165**, 217-223, 2003.
- [65] Zhang, Y.H., Knowles, D.M. ve Whithers, P.J., *Microstructural development in Pt-aluminide coating on CMSX-4 superalloy during TMF*, Surface and Coatings Technology, **107**, 76-83, 1998.
- [66] Angenete, J. ve Stiller, K., *SEM and TEM studies of PtAl diffusion coatings under isothermal oxidation*, Materials at High Temperatures, **17(2)**, 179-184, 2000.
- [67] Haynes, J.A., *Potential influences of bond coat impurities and void growth on premature failure of EB-PVD TBCs*, Scripta Materialia, **44**, 1147-1152, 2001.
- [68] Angenete, J. ve Stiller, K., *A comparative study of two inward grown Pt modified Al diffusion coatings on a single crystal Ni base superalloy*, Materials Science and Engineering A, **316**, 182-194, 2001.
- [69] Nicholls, J.R., Lawson, K.J., Rickerby, D.S. ve Morrell, P., *Advanced Processing of TBC's for reduced thermal conductivity*, AGARD SMP Meeting on "Thermal Barrier Coatings", Denmark, 1997.
- [70] Ali, M.Y., Chen, X. ve Newaz, G.M., *Oxide layer development under thermal cycling and its role on damage evolution and spallation in TBC system*, Journal of Materials Science, **36**, 4535-4542, 2001.
- [71] Andritschky, M., Teixeira, V., Rebouta, L., Buchkremer, H.P. ve Stovöver, D., *Adherence of combined physically vapour-deposited and plasma-sprayed ceramic coatings*, Surface and Coatings Technology, **76-77**, 101-105, 1995.

- [72] Reinhold, E., Botzler, P. ve Deus, C., *EB-PVD process management for highly productive zirconia thermal barrier coating of turbine blades*, Surface and Coatings Technology, **120-121**, 77-83 (1999).
- [73] Schulz, U. ve Schmücker, M., *Microstructure of ZrO<sub>2</sub> thermal barrier coatings applied by EB-PVD*, Materials Science and Engineering A, **276**, 1-8, 2000.
- [74] Tzimas, E., Müllejans, H., Peteves, S.D., Bressers, J. ve Stamm, W., *Failure of thermal barrier coating systems under cyclic thermomechanical loading*, Acta Materialia, **48**, 4699-4707, 2000.
- [75] Bi, X., Xu, H. ve Gong, S., *Investigation of the failure mechanism of thermal barrier coatings prepared by electron beam physical vapor deposition*, Surface and Coatings Technology, **130**, 122-127, 2001.
- [76] Xu, H., Guo, H., Liu, F. ve Gong, S., *Development of gradient thermal barrier coatings and their hot-fatigue behavior*, Surface and Coatings Technology, **130**, 133-139, 2000.
- [77] Wahl, G., Nemetz, W., Giannozzi, M., Rushworth, S., Baxter, D., Archer, N., Cernuschi, F. ve Boyle, N., *Chemical deposition of TBC: An alternative process for gas turbine components*, Proceedings of ASME TURBOEXPO 2000, GT-77, ASME, USA, 6p, 2000.
- [78] Peichl, A., Beck, T. ve Vöhringer, O., *Behavior of an EB-PVD thermal barrier coating system under thermal-mechanical fatigue loading*, Surface and Coatings Technology, **162**, 113-118, 2003.
- [79] Guo, H., Xu, H., Bi, X. ve Gong, S., *Preparation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YSZ composite coating by EB-PVD*, Materials Science and Engineering A, **325**, 389-393, 2002.
- [80] Li, M.H., Sun, X.F., Gong, S.K., Yhang, Z.Y., Guan, H.R. ve Hu, Z.Q., *Phase transformation and bond coat oxidation behavior of EB-PVD thermal barrier coating*, Surface and Coatings Technology, **176**, 209-214 (2004).
- [81] Xu, H.B., Gong, S.K. ve Guo, H.B., *Hot-fatigue behaviour of thermal barrier coatings by EB-PVD*, High-Temperature Fatigue Proceedings of CAMP 2002 (Ed: BIALLAS, G., MAIER, H.J., HAHN, O., HERRMAN, K.

ve VOLLERSTEN, F.), Bonifatius GmbH. Druck. Verlag, Paderborn, Germany, 215-225, 2002.

- [82] Nicholls, J.R., Deakinand, M.J. ve Rickerby, D.S., *A Comparison between the erosion behaviour of thermal spray and electron physical beam vapour deposition thermal barrier coatings*, *Wear*, **233-235**, 352-361, 1999.
- [83] Bartsch, M. ve Baufeld, B., *Effects of controlled thermal gradients in thermal mechanical fatigue*, 5. International Conference on Low Cycle Fatigue (Editörler: Portella, P.d., Şehitoğlu, H. ve Hatanaka, K.), Deutscher Verband für Materialforschung und –prüfung e.V., Berlin, Germany, 183-188, 2003.
- [84] Bartsch, M., Baufeld, B., Mull, K. ve Sick, C., *Thermal-mechanical fatigue testing of TBC systems with controlled thermal gradients*, *Materials Week Proceedings*, <http://www.materialsweek.org/proceedings/>, 2001.
- [85] Preauchat, B. ve Drawin, S., *Properties of PECVD deposited thermal barrier coatings*, *Surface and Coatings Technology*, **142-144**, 835-842, 2001.
- [86] Chevillard, S., Drawin, S. ve Vidal-Setif, M.H., *Plasma assisted CVD of thick yttria partially stabilized zirconia coatings*, AGARD SMP Meeting on “Thermal Barrier Coatings”, Denmark, 1997.
- [87] Leyens, C., Wright, I.G. ve Pint, B.A., *Hot corrosion of EB-PVD TBC system at 950°C*, *Oxidation of Materials*, **54 (5/6)**, 401-424, 2000.
- [88] Bornstein, N. ve Marcin, J., *Pratt & Whitney thermal barrier coatings*, *Advanced Turbine Systems Annual Program Review*, National Technical Information Service, USA, 1-14, 1996.
- [89] Freborg, A.M., Ferguson, B.L., Brindley, W.J. ve Petrus, G.J., *Modeling oxidation induced stresses in thermal barrier coatings*, *Materials Science and Engineering A*, **245**, 182-190, 1998.
- [90] Vaßen, R., Kerkhoff, G. ve Stöver, D., *Development of a micromechanical life prediction model for plasma sprayed thermal barrier coatings*, *Materials Science and Engineering A*, **303**, 100-109, 2001.

- [91] Balke, H., Hofinger, I., Häusler, C., Bahr, H.-A., Weiß, H.-J. ve Kirchhoff, G., *Fracture mechanical damage modeling of thermal barrier coatings*, Archive of Applied Mechanics, **70**, 193-200, 2000.
- [92] Tolpygo, V.K., Clarke, D.R. ve Murphy, K.S., *Oxidation-induced failure of EB-PVD thermal barrier coatings*, Surface and Coatings Technology, **146-147**, 124-131, 2001.
- [93] Gell, M., Fordan, E., Vaidyanadhan, K., Mccarron, K., Barber, B., Sohn, Y.H. ve Tolpygo, V.K., *Bond strength, bond stress and spallation mechanisms of thermal barrier coatings*, Surface and Coatings Technology, **120-121**, 53-60, 1999.
- [94] Banks, J.P., Saunders, S.R.J. ve Chunnillal, C.J., *Adhesion of thermal barrier coatings – the development of metastable alumina*, Materials at High Temperatures, **17(2)**, 225-230, 2000.
- [95] Ibegazene-Quali, F., Mevrel, R., Rio, C. ve Renollet, Y., *Microstructural evolution and degradation modes in cyclic and isothermal oxidation of an EB-PVD thermal barrier coating*, Materials at High Temperatures, **17(2)**, 205-218, 2000.
- [96] Jordan, E., Gell, M. ve Clarke, D., *University contributions to the effective use of thermal barrier coatings in ATS engines*, AGTSR Contract 95-01-SR030, 2000.
- [97] Vasinonta, A. ve Beuth, J.L., *Measurement of interfacial toughness in thermal barrier coating systems by indentation*, Engineering Fracture Mechanics, **68**, 843-860, 2001.
- [98] Rösler, J., Bäker, M. ve Volgmann, M., *Stress state and failure mechanisms of thermal barrier coatings: Role of creep in thermally grown oxide*, Acta Materialia, **49**, 3659-3670, 2001.
- [99] Andritschky, M., Alpuim, P., Stöver, D. ve Funke, C., *Study of the mechanics of the delamination of ceramic functional coatings*, Materials Science and Engineering A, **271**, 62-69, 1999.
- [100] KHOR, K.A., GU, Y.W. ve DONG, Z.L., *Mechanical behavior of functionally graded YSZ/NiCoCrAlY composite coatings*, Surface and Coatings Technology, **139**, 200-206, 2001.

- [101] Thurn, G., Schneider, G.A., Bahr, H.-A. ve Aldinger, F., *Toughness anisotropy and damage behaviour of plasma sprayed ZrO<sub>2</sub> thermal barrier coatings*, Surface and Coatings Technology, **123**, 147-158, 2000.
- [102] Lugscheider, E., Bobzin, K., Bärwulf, S. ve Etzkorn, A., *Mechanical properties of EB-PVD thermal barrier coatings by nanoindentation*, Surface and Coatings Technology, **138**, 9-13, 2001.
- [103] Handoko, R.A., Beuth, J.L., Meier, G.H., Petiti, F.S. ve Stiger, M.J., *Mechanisms for interfacial toughens loss in thermal barrier coating systems*, Proceedings of the Materials Division Symposium on Durable surfaces, ASME, USA, 19p, 2000.
- [104] Qian, G., Nakamura, T., Berndt, C.C. ve Leigh, S.S., *Tensile toughness test and high temperature failure analysis of thermal barrier coatings*, Acta materialia, **45**, 1767-1784, 1997.
- [105] Andritschky, M., Teixeira, V., Rebouta, L., Buchkremer, H.P. ve Stöver, D., *Adherence of combined physically vapour-deposited and plasma-sprayed ceramic coatings*, Surface and Coatings Technology, **76-77**, 101-105, 1995.
- [106] Martin, U., Jerenz, M., Mühle, U. ve Oettel, H., *Microstructure and modelling of the high temperature deformation behaviour of TBC coated superalloys*, Surface and Coatings Technology, **153**, 304-312, 2002.
- [107] Zhu, D. ve Miller, R.A., *Thermal conductivity and elastic modulus evolution of thermal barrier coatings under high heat flux conditions*, Journal of Thermal Spray Technology, **9**, 122-127 (2001).
- [108] Sohn, Y.H., Kim, J.H., Jordan, E.H. ve Gell, M., *Thermal cycling of EB-PVD/MCrAlY thermal barrier coatings: I. Microstructural development and spallation mechanisms*, Surface and Coatings Technology, **146-147**, 70-78, 2001.
- [109] Guo, H., Gong, S. ve Xu, H., *Evaluation of hot fatigue behaviors of EB-PVD gradient thermal barrier coatings*, Materials Science and Engineering A, **325**, 261-269 (2002).
- [110] Zamrik, S.Y., *Thermomechanical fatigue life prediction model for advanced gas turbine materials*, Advanced Turbine Systems Annual Review, 1999.

- [111] Annigeri, R., Dimascio, P.S., Orenstein, R.M. ve Zuiker, J.R., *Life assessment of thermal barrier coatings for gas turbine applications*, Proceedings of ASME TURBOEXPO 2000, GT-580 ASME, USA, 8p, 2000.
- [112] Herzog, R., Heckman, S., Steinbrech, R., Sebold, D., Quadakkers, W.J., Schubert, F., Singheiser, L., Echsler, H. ve Schütze, M., *Contribution to life prediction of thermal barrier coatings: A concept of accumulated damage*, Materials Week Proceedings, <http://www.materialsweek.org/proceedings/> 2001.
- [113] Taylor, M.P., Niranatlumpong, P., Evans, H.E. ve Ponton, C.B., *Observations of the spallation modes in an overlay coating and the corresponding thermal barrier coating system*, Materials at High Temperatures, **17(2)**, 219-224, 2000.
- [114] Baufeld, B., Tzimas, E., Müllejans, H., Peteves, S.D., Bressers, J. ve Stamm, W., *Thermal-mechanical fatigue of MAR-M 509 with a thermal barrier coating*, Materials Science and Engineering A, **315**, 231-239, 2001.
- [115] Wright, P.K., *Influence of cyclic strain on life of a PVD TBC*, Materials Science and Engineering A, **245**, 191-200, 1998.
- [116] Baufeld, B., Tzimas, E., Hähner, P., Müllejans, H., Peteves, S.D. ve Moretto, P., *Phase angle effects on damage mechanisms of thermal barrier coatings under thermomechanical fatigue*, Scripta Materialia, **45**, 859-865, 2001.
- [117] Wang, X., Mai, J. ve Xiao, P., *Non destructive evaluation of thermal barrier coatings using impedance spectroscopy*, Journal of European Ceramic Society, **45**, 855-859, 2001.
- [118] Kokini, K., Banerjee, A. ve Taylor, T.A., *Thermal fracture of interfaces in precracked of thermal barrier coatings*, Materials Science and Engineering A, **323**, 70-82, 2002.
- [119] Bartsch, M., Marci, G., Mull, K. ve Sick, C., *Fatigue testing of ceramic thermal barrier coatings for gas turbine blades*, Advanced Engineering Materials, **1(2)**, 127-129, 1999.
- [120] Marinenko, R.B., Verkouteren, J.R. ve Bright, D.S., *Microstructural characterization of yttria-doped zirconia coatings with electron microprobe*

*wavelength dispersive compositional mapping*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol 645E, Materials Research Society, M9.7.1-7, USA, 2001.

- [121] Strauss, D., Müller, G., Schumacher, G., Angelko, V., Stamm, W., Clemens, D. ve Quaddakers, W.J., *Oxide scale growth on MCrAlY bond coatings after pulsed electron beam treatment and deposition of EBPVD-TBC*, Surface and Coatings Technology, **135**, 196-201, 2001.
- [122] Haynes, J.A., Lance, M.J., Pint, B.A. ve Wright, I.G., *Characterization of commercial EB-PVD TBC systems with CVD (Ni,Pt)Al bond coatings*, Surface and Coatings Technology, **146-147**, 140-146, 2001.
- [123] Zhou, Y.C. ve Hashida, T., *Thermal fatigue failure induced by delamination in thermal barrier coating*, International Journal of Fatigue, **24**, 407-417, 2002.
- [124] Schmitt-Thomas, Kh.G., Haindl, H. ve Fu, D., *Modifications of thermal barrier coatings (TBCs)*, Surface and Coatings Technology, **94-95**, 149-154, 1997.
- [125] Gu, S., Lu, T.J., Hass, D.D. ve Wadley, H.H.G., *Thermal conductivity of zirconia coatings with zig-zag pore microstructures*, Acta Materialia, **49**, 2539-2547, 2001.
- [126] Beres, W., RTO Technical Report 28 “*Recommended practices for monitoring gas turbine engine life consumption*”, Chapter 4 Modes of Gas Turbine Component Life Consumption, Canada Communication Group Inc., Canada, 2000.
- [127] Naeem, M., Singh, R. ve Probert, D., *Implications of engine deteriorations for a high-pressure turbine-blade’s low-cycle fatigue (LCF) life-consumption*, International Journal of Fatigue, **21**, 831-847, 1999.
- [128] Beres, W., RTO Technical Report 28 “*Recommended practices for monitoring gas turbine engine life consumption*”, Chapter 5 Mechanics of Materials Failure, Canada Communication Group Inc., Canada 2000.
- [129] Anonim, <http://homepage.ntlworld.com/t.woof/aircraft/aircraft.htm>
- [130] He, L.Z. ve diğerleri, *High temperature low cycle behaviour of Ni-base superalloy M963*, Materials Science and Engineering A, **402**, 33-41, 2005.

- [131] Wan, J.S., ve YUE, Z.F., *A low-cycle fatigue life model of nickel-based single crystal superalloys under multiaxial stress state*, Materials Science and Engineering A, **392**, 145-149, 2005.
- [132] Zou, H. ve diğeri, *Deformation microstructures after low-cycle fatigue in a fourth-generation Ni-base SC superalloy TMS-138*, Materials Science and Engineering A, **381**, 20-27 (2004).
- [133] WAHI, R.P. ve diğeri, *Damage mechanisms of single and polycrystalline nickel base superalloys SC16 and IN738LC under high temperature LCF loading*, International Journal of Fatigue, **19**, 89-94, 1997.
- [134] Kowalevski, R. ve Mughrabi, H., *Influence of a plasma sprayed NiCrAlY coating on the low-cycle fatigue behaviour of a directionally solidified nickel-base superalloy*, Materials Science and Engineering A, **247**, 295-299, 1998.
- [135] Totemeier, T.C. ve King, J.E., *Isothermal fatigue of an aluminide coated single-crystal superalloy: Part I*, Metallurgical and Materials Transactions A, **27A**, 353-361, 1996.
- [136] Totemeier, T.C. ve King, J.E., *Isothermal fatigue of an aluminide coated single-crystal superalloy: Part II*, Metallurgical and Materials Transactions A, **27A**, 353-361, 1996.
- [137] Baufeld, B., Bartsch, M., Dalkılıç, S. ve Heinzelmann, M., *Defect evolution in thermal barrier coating systems under multi-axial thermomechanical loading*, Surface and Coatings Technology, **200**, 1282-1286, 2005.
- [138] Anonim, <http://www.thermocoax.com>
- [139] Pfaff, H., *Sample Analysis Report*, SURFACE NanoLAB, Almanya, 2006
- [140] Aerospace Structural Metals Handbook Volume 5, Code 4212, page 25, Editörler: William F.B., Chuck G., Ho, C.Y., Yayıncı: CINDAS/USAF CRDA Handbooks Operation Purdue University, 1998.
- [141] Tawancy, H.M., Abbas, N.M. ve Al-Mana, A., *Thermal stability of advanced Ni-base superalloys*, Journal of Materials Science, **29**, 2445-2458, 1994.

- [142] Fritscher, K. ve Leyens, C., *Adhesion and interface problems of EB-PVD thermal barrier coatings*, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, **28**, 389-391, 1997.
- [143] Ricks, R.A., Porter, A.J. ve Ecob, R.C., *The growth of  $\gamma'$  precipitates in nickel-base superalloys*, *Acta Metallurgica*, **31**, 43-53, 1983.
- [144] Pennefather, R.C. ve Bone, D.H., *Mechanical degradation of coating systems in high temperature cyclic oxidation*, *Surface and Coatings Technology*, **76-77**, 47-52, 1995
- [145] Bartsch, M. ve Baufeld, B., *Effects of controlled thermal gradients in thermal mechanical fatigue*, 5. International Conference on Low Cycle Fatigue (Editörler: Portella, P.d., Şehitoğlu, H. ve Hatanaka, K.), Deutscher Verband für Materialforschung und -prüfung e.V., Berlin, Germany, 183-188, 2003.
- [146] Suresh, S., *Fatigue of materials*, Cambridge University Press, A.B.D., 1992.
- [147] Schulz, U., *Phase transformation in EB-PVD yttria partially stabilized zirconia thermal barrier coatings during annealing*, *Journal of American Ceramic Society*, **83**, 904-910, 2000.
- [148] Matthews, A., Young, S.J., Joseph, M., Rebholz, C., Schneider, J.M. ve Dowey, S.J., *Partially yttria-stabilized zirconia coatings produced under plasma-assisted EB-PVD with bipolar pulsed bias and under electron bombardment-assisted positive bias conditions*, *Surface and Coatings Technology*, **94-95**, 123-130, 1997.
- [149] Leoni, M., Jones, R.L., ve Scardi, P., *Phase stability of Scandia-yttria-stabilized zirconia TBCs*, *Surface and Coatings Technology*, **108-109**, 107-113, 1998.
- [150] Peters, M., Leyens, C., Schulz, U ve Kaysser, W.A., *EB-PVD thermal barrier coatings for aeroengines and gas turbines*, *Advanced Engineering Materials*, **3 (4)**, 193-204, 2003.
- [151] Marinenko, R.B., Verkouteren, J.R. ve Bright, D.S., *Microstructural characterization of yttria-doped zirconia coatings with electron microprobe wavelength dispersive compositional mapping*, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol 645E*, Materials Research Society, M9., 7.1-7, USA, 2001.

- [152] Dietrich, M., Verlotski, V., Vaßen, R. ve Stöver, D., *Metal-glass based composites for novel TBC systems*, Mat.-wiss. U. Werkstofftech, **32**, 669-672, 2001.
- [153] Li, M.H., Sun, X.F., Gong, S.K., Yhang, Z.Y., Guan, H.R. ve Hu, Z.Q., *Phase transformation and bond coat oxidation behavior of EB-PVD thermal barrier coating*, Surface and Coatings Technology, **176**, 209-214, 2004.
- [154] Renteria, A.F. ve Saruhan B., *Effect of ageing on microstructure changes in EB-PVD manufactured standard PYSZ top coat of thermal barrier coatings*, Journal of European Ceramic Society, **26**, 2249-2255, 2006.
- [155] Fritscher, K. ve diğerleri, *Impact of thermal exposure of EB-PVD TBCs on Young's modulus and sintering*, Ceramic Engineering and Science Proceedings, 13-18 Ocak 2002, Cocoa Beach, USA, 2002.
- [156] Wang, H. ve Dinwiddie, B., *Characterisation of thermal barrier coatings using thermal methods*, Advanced Engineering Materials, **3 (7)**, 465-468, 2001.
- [157] Leushake, U. ve diğerleri, *Microstructure and phase stability of EB-PVD alumina and alumina/zirconia for thermal barrier coating applications*, Surface and Coatings Technology, **94-95**, 131-136, 1997.
- [158] Schmitt-Thomas, Kh.G., Haindl, H. ve Fu, D., *Modifications of thermal barrier coatings (TBCs)*, Surface and Coatings Technology, **94-95**, 149-154, 1997.
- [159] Evans, A.G., He, M.Y. ve Hutchinson, J.W., *Mechanics-based scaling laws for the durability of thermal barrier coatings*, Progress in Materials Science, **46**, 249-271, 2001.
- [160] Banks, J.P., Saunders, S.R.J. ve Chunnillall, C.J., *Adhesion of thermal barrier coatings – the development of metastable alumina*, Materials at High Temperatures, **17(2)**, 225-230, 2000.
- [161] Mumm, D.R. ve Evans, A.G., *On the role of imperfections in the failure of a thermal barrier coating made by electron beam deposition*, Acta Materialia, **48**, 1815-1827, 2000.

- [162] Chen, X.Q. ve Newaz, M., *Oxidation and damage of EB-PVD thermal barrier coatings under thermal cycling*, Journal of Materials Science Letters, **20**, 93-95, 2001.
- [163] Padture, N.P., Gell, M. ve Jordan, E.H., *Thermal barrier coatings for gas-turbine applications*, Science Reviews MS No. 68609, 2002.
- [164] Wang, J.S. ve Evans, A.G., *Effects of strain cycling on buckling, cracking and spalling of a thermally grown alumina on a nickel-based bond coat*, Acta Materialia, **47**, 699-710, 1998.
- [165] Wang, X., Mei, J. ve Ping, X., *Non-destructive evaluation of thermal barrier coatings using impedance spectroscopy*, Journal of European Ceramic Society, **21**, 855-859, 2001.
- [166] Karlsson, A.M. ve Evans, A.G., *A numerical model of ratcheting in thermal barrier systems*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Materials Research Society, USA, **645E**, M9.4.1-6, 2001.
- [167] Ali, M.Y., Chen, X. ve Newaz, G.M., *Oxide layer development under thermal cycling and its role on damage evolution and spallation in TBC system*, Journal of Materials Science, **36**, 4535-4542, 2001.
- [168] Singh, J.P., Nair, B.G., Rensch, D.P., Sutaria, M.P. ve Grimditch, M.H., *Damage Evolution and stress analysis in zirconia thermal barrier coatings during cyclic and isothermal oxidation*, Journal of American Ceramic Society, **84(10)**, 2385-2393, 2001.
- [169] Selçuk, A. ve Atkinson, A., *Analysis of the Cr<sup>3+</sup> luminescence spectra from thermally grown oxide in thermal barrier coatings*, Materials Science and Engineering A, **335**, 147-156, 2002.
- [170] Baufeld, B., Tzimas, E., Müllejans, H., Peteves, S.D., Bressers, J. ve Stamm, W., *Thermal-mechanical fatigue of MAR-M 509 with a thermal barrier coating*, Materials Science and Engineering A, **315**, 231-239, 2001.
- [171] Leyens, C., Schulz, U., Pint, B.A. ve Wright, I.G., *Influence of electron beam physical vapour deposited thermal barrier coating microstructure on the thermal barrier coating system performance under cyclic oxidation conditions*, Surface and Coatings Technology, **120-121**, 68-76, 1999.

- [172] Ibegazene-Quali, F., Mevrel, R., Rio, C. ve Renollet, Y., *Microstructural evolution and degradation modes in cyclic and isothermal oxidation of an EB-PVD thermal barrier coating*, *Materials at High Temperatures*, **17(2)**, 205-218, 2000.
- [173] Sohn, Y.H., Kim, J.H., Jordan, E.H. ve Gell, M., *Thermal cycling of EB-PVD/MCrAlY thermal barrier coatings: I. Microstructural development and spallation mechanisms*, *Surface and Coatings Technology*, **146-147**, 70-78, 2000.
- [174] Echsler, H. ve diğerleri, *Cracking in and around the thermally grown oxide in thermal barrier coatings: A comparison of isothermal and cyclic oxidation*, *Journal of Materials Science*, **41(4)**, 1047-1058, 2006.
- [175] Schulz, U., Menzebach, M., Leyens, C. ve Yang, Y.O., *Influence of substrate material on oxidation behaviour and cyclic lifetime of EB-PVD TBC systems*, *Surface and Coatings Technology*, **146-147**, 117-123, 2001.
- [176] Baufeld, B. ve Schmücker, M., *Microstructural evolution of a NiCoCrAlY coating on an IN100 substrate*, *Surface and Coatings Technology*, **199**, 49-56, 2005.
- [177] Baufeld, M., Bartsch, M., Broz, P. ve Schmücker, M., *Microstructural changes as postmortem temperature indicator in Ni-Co-Cr-Al-Y oxidation protection coatings*, *Materials Science and Engineering A*, **384**, 162-171, 2004.