

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NİKEL ESASLI SÜPER ALAŞIMLARA KİMYASAL BUHAR
BİRİKTİRME YÖNTEMİ İLE ALÜMİNİT TABAKA KAPLANMASI**

AHMET ARDA İNCEYER
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2021

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

NİKEL ESASLI SÜPER ALAŞIMLARA
KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME
YÖNTEMİ İLE ALÜMİNİT TABAKA
KAPLANMASI

AHMET ARDA İNCEYER
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
PROF. DR. METİN USTA
II. DANIŞMANI
DOÇ. DR. HAVVA KAZDAL ZEYTİN

GEBZE

2021

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**CHEMICAL VAPOR ALUMINIZING OF
NICKEL BASE SUPERALLOYS**

AHMET ARDA İNCEYER
A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE
DEPARTMENT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
PROF. DR. METİN USTA
II. THESIS SUPERVISOR
ASSOC. PROF. DR. HAVVA KAZDAL ZEYTİN

GEBZE
2021

GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ	YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU
----------------------------------	--------------------------------------

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 27/05/2021 tarih ve 2021/06 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 10/06/2021 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Ahmet Arda İnceyer'in tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. Metin USTA

ÜYE

: Doç. Dr. Kemal KORKMAZ

ÜYE

: Doç. Dr. Salih DURDU

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

Uçak motor türbin kanatlarında kullanılan tek kristal nikel esaslı süper alaşımların çalışma ortamında maruz kaldıkları zorlayıcı etmelerden (yüksek sıcaklık, oksidasyon, korozyon) korunması amacı ile yüzeylerine termal bariyer kaplama uygulanmaktadır. Termal bariyer kaplamaların yapısındaki bağlanma tabakası, kaplamanın ömür ve performansı açısından kritik öneme sahiptir. Günümüzde, oksijenli ortamda yüzeyinde kararlı-koruyucu $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ oksit tabakası oluşturma kabiliyetine, yüksek sertliğe ve ergime noktasına, göreceli olarak düşük yoğunluğa sahip olması nedeni ile difüzyon yöntemleri ile üretilen nikel alüminit (NiAl) bağlanma tabakaları tercih edilmektedir.

Tez kapsamında, CMSX-4 tek kristal nikel esaslı süper alaşım altlık malzemesi yüzeyinde yüksek sıcaklık-yüksek aktivite kimyasal buhar biriktirme (KBB) prosesi ile NiAl kaplamalar elde edilmiştir. Kaplama prosesleri 1070°C sıcaklıkta 4 ve 6 saat uygulanmıştır. NiAl kaplanmış numunelere 1050°C ve 1100°C sıcaklıklarda 2 saat ısıtım işlemi uygulanmıştır. KBB prosesi süresinin ve ısıtım işlemi sıcaklığının kaplamanın faz çeşidi, elementel dağılımı, mikroyapısı ve sertliği üzerine etkisi incelenmiştir. Uygulanan karakterizasyon işlemleri (SEM, EDS, XRD, Vickers sertlik analizleri) sonucunda, 4 saatlik prosesi ile elde edilen NiAl kaplamanın yapısında gevrek özellik gösteren $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazının oluştuğu saptanmıştır. Uygulanan harici ısıtım işlemi prosesleri $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazının istenilen $\beta\text{-NiAl}$ fazına dönüşmesine ve kaplamanın difüzyon bölge kalınlığının artmasına neden olmuştur. Faz dönüşümü 4 saat KBB prosesi ile elde edilen kaplamanın sertliğini düşürmüştür. Ayrıca, ısıtım işlemi sıcaklığının 1050°C sıcaklıktan 1100°C'ye çıkarılması 4 saatlik prosesi ile elde edilen kaplamanın dış tabaka yapısındaki topolojik sıkı paket fazların yoğunluğunu arttırmıştır. Diğer yönden, 6 saatlik prosesi ile elde edilen kaplamanın dış tabakasının istenilen $\beta\text{-NiAl}$ fazından oluştuğu saptanmıştır. Bu durum 6 saat KBB prosesi ile elde edilen kaplamaya harici ısıtım işlemi uygulama ihtiyacını gidermiştir.

Anahtar Kelimeler: Tek kristal nikel esaslı süper alaşım (CMSX-4), kimyasal buhar biriktirme, yüksek sıcaklık-yüksek aktivite nikel alüminit kaplama, ısıtım işlemi, faz dönüşümü.

SUMMARY

Single crystal nickel base superalloys (SCNBs) used in aero-engine turbine blades are exposed to compelling factors such as high temperature, oxidation and corrosion. Thermal barrier coatings (TBCs) are applied to the surface of SCNBs turbine blades to protect them against these compelling factors. Bond coat in the structure of TBCs is important for the lifetime and performance of TBCs. Nowadays, nickel aluminide (NiAl) bond coat produced via diffusion coating methods are preferred due to its ability to form a stable-protective α -Al₂O₃ oxide layer, high hardness, high melting point, and relatively low density.

Within the scope of the thesis, NiAl coatings were obtained on the surface of CMSX-4 alloy via high temperature-high activity chemical vapor aluminizing (CVA) process. CVA coating processes were carried out for 4 and 6 hours at 1070°C. Heat treatment (HT) processes for 2 hours at 1050°C and 1100°C were subsequently applied to the NiAl-coated specimens. The effects of CVA process time and HT temperature on phase type, elemental distribution, microstructure, and hardness of the coatings were investigated. As a result of applied characterization processes (SEM, EDS, XRD, Vickers hardness analyses), it was determined that Al-rich brittle δ -Ni₂Al₃ phase was formed in the four-hour CVA coating structure. The additional HT processes caused the phase transformation from the δ -Ni₂Al₃ to the β -NiAl phase and an increase in the thickness of inter-diffusion zone. The phase transformation induced to decrease the hardness of the four-hour CVA coating. In addition, the increment in HT temperature from 1050°C to 1100°C increased the density of topologically close-packed phases in the additive layer of the four-hour CVA coating. On the other side, it was determined that the additive layer of the six-hour CVA coating consisted of the desired β -NiAl phase. This situation eliminates the need for additional HT process to the six-hour CVA coating.

Keywords: Single crystal nickel base superalloy (CMSX-4), chemical vapor aluminizing, high temperature-high activity nickel aluminide coating, heat treatment, phase transformation.

TEŞEKKÜR

Tez sürecim boyunca bilgi ve tecrübelerini paylaşan, her konuda desteğini ve ilgisini esirgemeyen, karşılaştığım her türlü problemde yol gösterici olan danışmanım Prof. Dr. Metin USTA'ya şükranlarımı sunarım.

Tez sürecim boyunca bilgi ve deneyimlerini esirgemeyen, her konuda destek olan, bu uzun yolculukta karşılaştığım problemlerde yaratıcı fikirleri, bilgi ve becerileri ile her zaman yol gösterici olan eş danışmanım Doç. Dr. Havva KAZDAL ZEYTİN'e şükranlarımı sunarım.

Tezin her aşamasında destekleri ve yardımları için TÜBİTAK-MAM Kritik Metalik Malzemeler Grubu üyelerine teşekkürlerimi sunuyorum. Ayrıca, değerli destekleri için özellikle Gökhan GÜVEN'e teşekkürü bir borç bilirim.

Tez sürecindeki değerleri destekleri için Dr. Salim Levent AKTUĞ'a teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca, laboratuvar çalışmalarındaki yardımları için Uzman Ahmet NAZIM ve Ömer Faruk DENİZ'e teşekkürü borç bilirim.

Son olarak, hayatımın her aşamasında sonsuz desteklerini, sevgilerini ve fedakarlıklarını esirgemeyen değerli aileme en büyük şükranlarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
TABLolar DİZİNİ	xvi
1. GİRİŞ	1
2. UÇAK GAZ TÜRBİN MOTORLARI ve NİKEL ESASLI SÜPER ALAŞIMLAR	3
2.1. Uçak Gaz Türbin Motorları	3
2.2. Nikel Esaslı Süper Alaşımlar	4
2.2.1. Uçak Motorlarının Türbin Kanat Uygulamaları için Nikel Esaslı Süper Alaşımların Üretimi	5
2.2.2. Tek Kristal Nikel Esaslı Süper Alaşımların Mikroyapısal Özellikleri ve Alaşım Elementi Etkileri	7
2.2.2.1. Mikroyapısal Özellik	7
2.2.2.2. Alaşım Elementi Etkileri	9
2.2.3. Nikel Esaslı Süper Alaşımların Mukavemetlendirme Mekanizmaları	13
3. TERMAL BARIYER KAPLAMALAR	15
3.1. Termal Bariyer Kaplamaların Yapısı	16
3.1.1. Seramik Üst Katman	16
3.1.2. Bağlanma Tabakası	18
3.1.3. Termal Büyüyen Oksit Tabakası	20
4. NİKEL ALÜMİNİT BAĞLANMA TABAKASI	21
4.1. Nikel Alüminit Bağlanma Tabakasının Üretim Yöntemleri	24
4.1.1. Kutu Sementasyon Prosesi	25
4.1.2. Kimyasal Buhar Biriktirme Prosesi	26

4.2. Nikel Alüminit Kaplamanın Mikroyapısal Özelliği	28
4.3. Nikel Alüminit Kaplamanın Alaşım veya Reaktif Elementler ile Katkılanması	34
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	37
5.1. Kullanılan Alaşım	37
5.2. Kaplama Prosesleri	37
5.3. Isıl İşlem Prosesleri	39
5.4. Metalografik Çalışmalar	39
5.5. Karakterizasyon İşlemleri	40
6. SONUÇLAR ve TARTIŞMA	41
6.1. Kimyasal Buhar Biriktirme Proses Süresinin Nikel Alüminit Kaplama Üzerine Etkisi	41
6.2. Isıl İşlem Proseslerinin Nikel Alüminit Kaplamanın Üzerine Etkisi	49
6.3. Kaplama ve Isıl İşlem Proses Parametrelerinin Nikel Alüminit Kaplamanın Sertliği Üzerine Etkisi	56
7. GENEL SONUÇLAR	58
KAYNAKLAR	60
ÖZGEÇMİŞ	66

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler ve</u> <u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklamalar</u>
°C	: Santigrat derece
γ	: Östenit
γ'	: Birincil östenit
μ	: Mikron
μm	: Mikrometre
β	: Beta
δ	: Delta
°	: Derece
Al	: Alüminyum
APS	: Atmosferik plazma sprej
B:	: Bor
C	: Karbon
Co	: Kobalt
Cr	: Krom
dk.	: Dakika
D_{Ni}	: Nikel elementinin difüzyon katsayısı
D_{Al}	: Alüminyum elementinin difüzyon katsayısı
EDFBB	: Elektron demeti ile fiziksel buhar biriktirme
EDS	: Enerji dağılım spektroskopisi
Hv	: Vickers sertliği
Hf	: Hafniyum
K	: Kelvin
kV	: Kilovolt
KYM	: Kübik yüzey merkezli
KBB	: Kimyasal buhar biriktirme
mA	: Miliamper
Mo	: Mobilden
Nb	: Niyobyum

Ni	: Nikel
NiAl	: Nikel alüminit
ppm	: Milyonda bir
Re	: Renyum
Ru	: Rutenyum
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
Ta	: Tantalyum
TBO	: Termal büyüyen oksit
Ti	: Titanyum
TSP	: Topolojik sıkı paket
V	: Vanadyum
W	: Volfram
XRD	: X-ışını difraksiyonu

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Uçak gaz türbin motorunun şematik gösterimi.	4
2.2: Nikel esaslı süper alaşım malzemelerin üretim yöntemlerinde yaşanan gelişmelere bağlı olarak; a) Malzemenin çalışma sıcaklığındaki değişim, b) Uçak motor performansındaki değişim.	6
2.3: Döküm yöntemi ile üretilen farklı tane yapısına sahip türbin kanatları; a) Eş eksenli tane yapısı, b) Yönlendirilmiş tane yapısı, c) Tek kristal tane yapısı.	6
2.4: a) Bridgman fırınının şematik gösterimi; b) Tek kristal katılaşması.	7
2.5: Tek kristalli nikel esaslı süper alaşımların mikroyapısı (γ : östenit, γ' : birincil östenit).	8
2.6: Östenit ve birincil östenit fazlarının kristal kafes sistemleri; a) Östenit fazı, b) Birincil östenit fazı.	8
2.7: Nikel esaslı süper alaşımların yapılarında bulunan alaşım elementleri ve elementlerin yapıya etkileri.	9
2.8: Topolojik sıkı paket (TSP) fazlar.	10
2.9: Farklı jenerasyon tek kristal nikel esaslı süper alaşımların maksimum çalışma sıcaklıkları (Maksimum çalışma sıcaklıkları 1000 saat-137MPa gerilme koşulları altında malzemenin dayanabileceği maksimum sıcaklık değeri ile ölçülmektedir.).	12
2.10: γ' fazının morfolojisinin ve hacim oranının tek kristalli nikel esaslı süper alaşımın sürünme dayanımı üzerine etkisi; a) γ' , γ ve $\gamma' + \gamma$ fazlarının minimum sürünme hızlarının karşılaştırılması, b) γ' faz hacim oranının iki farklı tek kristalli alaşımın (TMS-75, TMS-82) sürünme kopması ömrüne etkisi, c) başlangıç γ' faz boyutunun Mar-M200 alaşımının sürünme ömrüne etkisi (γ : östenit, γ' : birincil östenit).	14
3.1: Nikel esaslı süper alaşım malzemelerin çalışma sıcaklığına termal bariyer kaplamaların etkisi.	15

3.2:	Türbin kanatlarına uygulanan termal bariyer kaplamanın SEM kesit görüntüsü (Kaplama kesiti boyunca mavi çizgi ile gösterilen eğri sıcaklık gradyanını ifade etmektedir.).	16
3.3:	Difüzyon kaplamalarının oluşumunun şematik gösterimi.	20
4.1:	Cr, Al, Si, Ni elementlerinin oksitlerinin 1000°C sıcaklıkta parabolik hız sabitlerinin karşılaştırılması (Alüminanın hız sabiti 1 kat olarak kabul edilmiştir.).	21
4.2:	Ni-Al faz diyagramı.	22
4.3:	NiAl bağlanma tabakası yüzeyinde TBO oluşumunun şematik gösterimi.	24
4.4:	Difüzyon kaplama yöntemleri.	24
4.5:	Kutu sementasyon yöntemleri; a) Parça kaplama kaynağı içerisinde gömülü halde, b) Parça kaplama kaynağı dışında.	26
4.6:	KBB prosesinin şematik gösterimi; a) Düşük Al aktiviteli proses, b) Yüksek Al aktiviteli proses.	28
4.7:	Nikel esaslı süper alaşım üzerine uygulanmış nikel alüminit kaplamanın SEM kesit görüntüsü.	29
4.8:	NiAl kaplama özelliklerini etkileyen KBB proses parametreleri.	30
4.9:	Farklı proses aktivite koşulları altında NiAl kaplama yapıları; a) Düşük aktivite, b) Yüksek aktivite.	32
4.10:	CMSX-4 alaşımına 1050°C’de farklı sürelerde uygulanmış KBB işlemi ile elde edilen kaplamaların SEM görüntüleri; a) 1 saat, b) 2 saat, c) 4 saat, d) 8 saat.	33
4.11:	Isıl işlem prosesinin kaplama yapısına etkisinin şematik gösterimi.	34
5.1:	a) TÜBİTAK-MAM-Malzeme Enstitüsü yüksek sıcaklık araştırma-geliştirme mükemmeliyet merkezinde bulunan KBB kaplama cihazı, b) Kaplamanın gerçekleştiği bölge.	38
6.1:	Farklı sürelerde elde edilen Ni-Al kapmaların SEM görüntüleri (1500x); a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat kaplama, b) 1070°C sıcaklıkta 6 saat kaplama.	42
6.2:	Şekil 6.1’deki SEM kesit görüntülerindeki belirtilen alanlardan alınmış olan EDS analiz sonuçları; a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB, b) 1070°C sıcaklıkta 6 saat KBB.	44

6.3:	1070°C sıcaklıkta 4 ve 6 saat kaplama prosesleri sonucunda elde edilen NiAl kaplamaların XRD analizleri; a) 1 numaralı numunelerin XRD analiz sonuçları, b) 2 numaralı numunenin (1 numaralı numune: 1070°C sıcaklıkta 4 saat kaplama, 2 numaralı numune: 1070°C sıcaklıkta 6 saat kaplama).	47
6.4:	NiAl kaplamaların oluşum mekanizmalarının şematik gösterimi (DT: Dış tabaka, DB: Difüzyon bölgesi, TSP: Topolojik sıkı paket).	48
6.5:	6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın (2 numaralı numune) difüzyon bölge XRD analiz sonucu (TSP: topolojik sıkı paket).	48
6.6:	1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıl işlem sonrası kaplamaların SEM kesit görüntüleri (1000x); a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıl işlem, b) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıl işlem.	50
6.7:	Şekil 6.6'daki SEM kesit görüntülerindeki belirtilen alanlardan alınmış olan EDS analiz sonuçları; a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıl işlem, b) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1100°C'de 2 saat ısıtıl işlem.	51
6.8:	1050°C ve 1100°C sıcaklıkta uygulanan ısıtıl işlem prosesleri sonucunda elde edilen NiAl kaplamaların XRD analiz sonuçları; a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıl işlem (3 numaralı numune); b) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıl işlem (4 numaralı numune).	55
6.9:	4 ve 6 saat KBB prosesleri ile elde edilmiş NiAl kaplamaların sertlik profilleri; a) 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplama, b) 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplama.	56
6.10:	Isıtıl işlem prosesleri sonrasında 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplama sertlik profilleri; a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıl işlem, b) 1070°C sıcaklıkta 6 saat KBB + 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtıl işlem.	57

TABLÖLAR DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Bazı tek kristal nikel esaslı süper alaşımların kimyasal kompozisyonları (% ağı.)	12
3.1: EB-FDD ve APS yöntemi ile üretilen termal bariyer kaplamaların oda sıcaklığındaki özelliklerinin kıyaslanması.	19
4.1: Türbin kanatlarına uygulanan nikel alüminit bağlama tabakasından istenilen özellikler.	23
4.2: Farklı nikel alüminit kaplama yöntemlerinin avantaj ve dezavantajları.	27
5.1: CMSX-4 alaşımının nominal kompozisyonu.	37
5.2: Numunelere uygulanan kaplama ve ısıtma işlem parametreleri.	39
6.1: 4 ve 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamaların difüzyon bölgesi EDS analiz sonuçları.	46
6.2: Şekil 6.1a'da SEM görüntüsü verilmiş kaplamanın dış tabaka yapısındaki çökelti bölgesinden alınmış olan EDS analiz sonucu.	46
6.3: 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın ısıtma işlem prosesi öncesinden ve sonrasında dış tabaka yapılarındaki elementel konsantrasyon değerleri (% atomik).	53
6.4: Şekil 6.1a ve 6.6a'da SEM görüntüleri verilmiş kaplamaların dış tabaka yapılarındaki çökelti bölgelerinden alınmış olan EDS analiz sonuçları.	54

1. GİRİŞ

Uçak motor türbin kanatları çalışma ortamında yüksek sıcaklığa, mekanik gerilmeye, oksidasyona ve korozyona maruz kalmaktadır. Nikel esaslı süper alaşımlar yüksek yoğunluğa sahip olmalarına rağmen, yüksek sıcaklık mekanik, korozyon ve oksidasyon özellikleri nedeniyle uçak motorlarının türbin kanat uygulamaları için vazgeçilmez malzeme grubudur. Nikel esaslı süper alaşımların yüksek sıcaklıklardaki üstün performansları yapılarında bulunan ve östenit (γ) matrisi ile uyumlu olan L_{12} kristal sistemine sahip birincil östenit (γ' - Ni_3Al) çökeltilerinin varlığı ile açıklanabilmektedir [1–4].

Uçak motorlarının verimliliğinin artırılması ve yakıt tüketiminin düşürülmesi amacı ile geçmişten günümüze türbin giriş sıcaklığının artırılması yönünde çalışmalar yapılmıştır. Bu kapsamda, 1940'lı yıllardan itibaren her 10 yılda türbin giriş sıcaklığı yaklaşık olarak $100^{\circ}C$ arttırılmıştır. Günümüzde türbin giriş sıcaklığı $1500^{\circ}C$ mertebelerine ulaşmıştır ve bu sıcaklık değerinin daha da arttırılması üzerine sürekli olarak çalışmalar yapılmaktadır. Nikel esaslı süper alaşımların belirtilen yüksek sıcaklıklarda çalışabilmeleri için termal bariyer kaplamalar uygulanmaktadır. Termal bariyer kaplamalar seramik üst tabaka, termal olarak büyüyen oksit tabakası ve bağlanma tabakası olmak üzere birden fazla tabakadan oluşmaktadır. Termal bariyer kaplamalar, düşük ısı iletkenliğe sahip seramik tabaka içermeleri nedeni ile altlık malzemenin yüzeyine ulaşan sıcaklık değerini kaplamaların kalınlığına ve ısı iletkenlik değerine bağlı olarak 300K değerine kadar düşürmektedir. Böylece, nikel esaslı süper alaşım malzemeler termal bariyer kaplama uygulamaları ile ergime sıcaklıklarının üstündeki sıcaklıklarda kullanılabilmektedir [4–8]

Termal bariyer kaplamaların bağlanma tabaka malzemesi olarak MCrAlY ve NiAl tercih edilmektedir. M simgesi Ni elementini temsil etmektedir. Fakat, zaman içerisinde türbin giriş sıcaklık değerinin yükseltilmesi ile NiCrAlY bağlanma tabakasının göreceli olarak düşük ergime sıcaklığına ($1400^{\circ}C$) sahip olması nedeni ile ihtiyaçları karşılayamaz duruma gelmiştir. Bu neden ile, günümüzde uçak motor türbin kanatları için termal bariyer kaplama uygulamalarında difüzyon yöntemi ile üretilen göreceli olarak yüksek ergime sıcaklığına ($1638^{\circ}C$) sahip nikel alüminit (NiAl) bağlanma tabakası daha çok tercih edilmektedir [6].

CMSX-4 yapısında %3 oranında Re elementi içeren 2. jenerasyon tek kristal nikel esaslı süper alaşımdır. CMSX-4 süper alaşımı turbofan ve turboşaft tipi uçak motorlarının türbin kanatlarında kullanılır. Termal bariyer kaplamaların ZrO_2 seramik tabakasının gözenekli olması nedeni ile bağlanma tabakası altlık metalinin oksidasyon ve korozyondan korunması açısından kritik öneme sahiptir. Ayrıca, kaplamalar çalışma ortamında mekanik gerilmeye maruz kalmaktadır. Bu bağlamda, termal bariyer kaplamaların kullanım ömrü açısından bağlanma tabakasının faz çeşidi, sertliği (gevrek ve/veya sünek faz içermesi) ve mikroyapı özellikleri önem arz etmektedir. Tez kapsamında, CMSX-4 malzemesi üzerine farklı sürelerde kimyasal buhar biriktirme (KBB) yöntemi ile NiAl kaplama yapılmıştır. Kaplama prosesi sonrasında NiAl kaplanmış numunelere farklı sıcaklıklarda ısıtma işlemi uygulanmıştır. KBB proses süresinin ve ısıtma işlem sıcaklıklarının NiAl kaplama özelliklerine (sertlik, faz çeşidi, mikroyapı, çökelti yoğunluğu) etkisi taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışını difraksiyonu (XRD), enerji dağılım spektroskopisi (EDS) ve Vickers sertlik analiz yöntemleri kullanılarak incelenmiştir.

2. UÇAK GAZ TÜRBİN MOTORLARI ve NİKEL ESASLI SÜPER ALAŞIMLAR

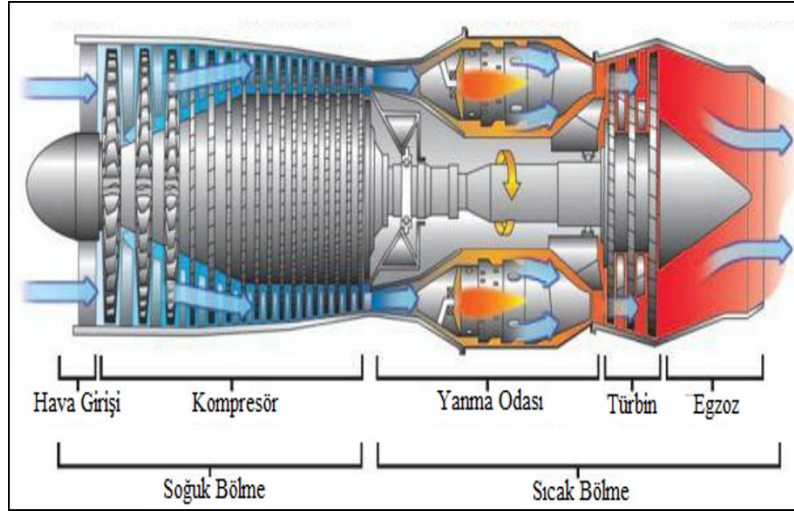
2.1. Uçak Gaz Türbin Motorları

Uçakların gaz türbin motorları yakıtın yanması ile ortaya çıkan kimyasal enerjinin mekanik enerjiye çevrilmesi prensibi ile çalışmaktadır. Bu prensip doğrultusunda, motor bünyesinde bulunan beş temel bölmede farklı prosesler meydana gelmektedir [9, 10]:

- Hava Giriş Bölmesi: Bu bölgede bulunan fanlar yardımı ile atmosferdeki hava motor bünyesine alınmaktadır.
- Kompresör Bölmesi: Kompresör disk ve kanatlarından meydana gelmektedir. Hava giriş bölgesinden gelen hava kompresör diski ve kanatları vasıtası ile sıkıştırılıp basıncı artırılır. Sıkıştırılmış havanın sıcaklığı 500°C seviyelerine çıkmaktadır.
- Yanma Bölgesi: Kompresörden gelen sıkışmış hava uçak yakıtı ile karıştırılarak ateşleme meydana gelir. Ateşleme ile havanın sıcaklığı yaklaşık 1800-2000°C civarlarına yükselmektedir.
- Türbin Bölmesi: Yanma bölgesinde sıcaklığı yüksek olan genişmiş gaz türbin bölgesine doğru akışa geçip türbin kanatlarını harekete geçirmektedir. Türbin diski, kanatları ve şaft yardımı ile kimyasal enerji mekanik enerjiye çevrilir.
- Egzoz Bölümü: Türbin bölgesinden çıkan atık gazlar, motorun son kısmında bulunan egzoz tarafından dışarıya atılmaktadır.

Şekil 2.1’de gaz türbin motorlarının şematik gösterimi verilmektedir [11]. Titanyum alaşımları düşük yoğunlukları, yüksek spesifik mukavemetleri ve yorulma dayanımları nedeniyle motorun fan ve kompresör kısımlarında tercih edilmektedir. Titanyum alaşımlarının oksidasyon dayanımlarının kötü olması bu malzemelerin kullanım sıcaklıklarını 700°C ile sınırlamaktadır. Seramikler mükemmel oksidasyon ve sürünme dayanımına sahip olmalarına rağmen, sahip oldukları düşük tokluk ve

yorulma özellikleri nedeni ile türbin bölmesinde kullanımları tercih edilmemektedir. Bu durumda, nikel esaslı süper alaşımlar gösterdikleri yüksek sıcaklık özellikleri nedeni ile türbin disk ve kanat uygulamalarında tercih edilen tek malzeme grubudur [9].



Şekil 2.1: Uçak gaz türbin motorunun şematik gösterimi.

2.2. Nikel Esaslı Süper Alaşımlar

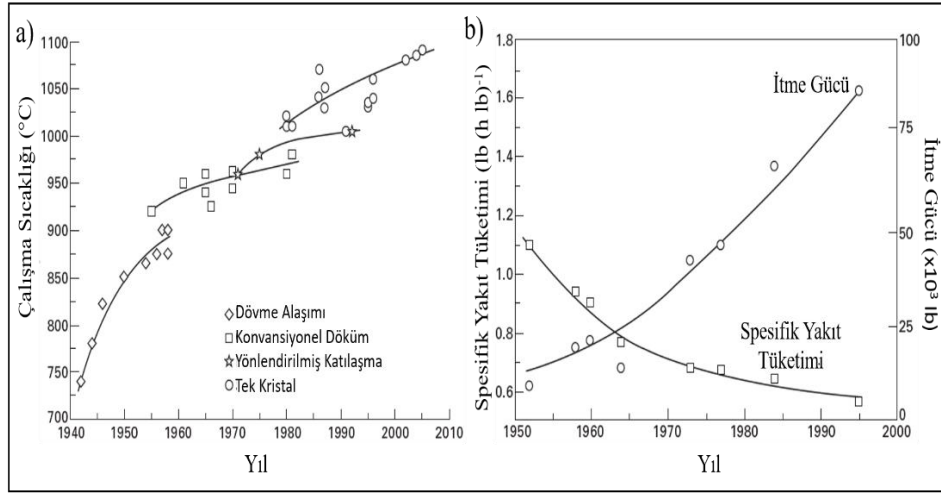
Süper alaşım terimi, ilk olarak II. Dünya Savaşı'ndan kısa bir süre sonra kullanılmaya başlanmıştır. Bu terim, metalurjistler ve mühendisler tarafından yüksek sıcaklıklarda kullanılmak için tasarlanmış olan metalik alaşım grubu olarak tanımlanmaktadır. Nikel esaslı süper alaşımlar yüksek sıcaklıklardaki üstün mekanik özellikleri nedeni ile 540°C'den yüksek sıcaklıklarda yük altında kullanılabilen metalik alaşımlardır. Bu alaşımların temel elementi Ni olmakla beraber yapılarında 5-10 farklı alaşım elementi (Mo, W, Ti, Al, Re, Ru, Ta, Co, Cr, Hf) içerebilmektedir [12-14].

Nikel esaslı süper alaşımların tarihsel gelişimi jet motorlarına duyulan ihtiyacın artması nedeniyle 1940'ların ilk yıllarından itibaren başlamıştır. Bu tarihlerden itibaren, nikel esaslı süper alaşımlar yüksek itme gücüne sahip uçak motorlarının üretilmesi açısından kritik öneme sahip malzeme grubu olmuştur [9].

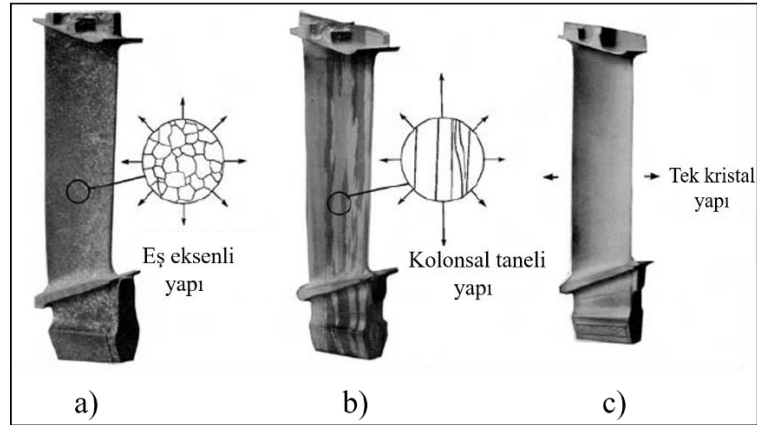
2.2.1. Uçak Motorlarının Türbin Kanat Uygulamaları için Nikel Esaslı Süper Alaşımların Üretimi

Nikel esaslı süper alaşımların tarihsel gelişimi boyunca üretim yöntemlerinde meydana gelen değişimlerin temel nedeni uçak motor performansının iyileştirilmesi olmuştur. Nikel esaslı süper alaşım türbin kanatları ilk olarak dövme yöntemi ile üretilmeye başlanmıştır. Özellikle uçak motor türbin kanatları gibi kompleks şekle sahip parçaların üretiminde dövme yöntemi yüksek maliyete ve aynı zamanda yüksek oranda malzeme kaybına neden olmaktaydı. Vakum teknolojisinde yaşanan gelişmeler nedeni ile 1950'li yıllarda türbin kanatları döküm yöntemi ile üretilmeye başlanmıştır. Döküm yöntemi ile parçalarının üretim maliyetleri azalmakta ve aynı zamanda dövme yöntemi ile üretilen parçalara göre sürünme dayanımları ve yüksek sıcaklık mukavemet değerleri yüksek olan parçalar elde edilmiştir. Uçakların gaz türbin motorlarının çalışma sıcaklığının arttırılarak hem motor performansında hem de yakıt tüketiminde iyileştirilmeler yapılması amacı ile 1970'lerde yönlendirilmiş katılaşma ile kolonsal tane yapısına sahip nikel esaslı süper alaşım türbin kanatları üretilmeye başlamıştır. Bu yöntem çalışma ortamında tek eksenli gerilmeye maruz kalan türbin kanatları için geliştirilmiştir. Yönlendirilmiş katılaşma yöntemi ile kolonsal tanelerin türbin kanatlarının çalışma koşullarında maruz kaldıkları çekme tarzındaki merkezkaç kuvveti yönünde yönlendirilmesi, mikroyapı sadece çekme tarzındaki merkezkaç kuvveti yönünde tane sınırlarını içermesi ve diğer bütün doğrultulardaki tane sınırlarının ortadan kaldırılması ile nikel esaslı süper alaşım türbin kanatlarının sürünme dayanımları ve yüksek sıcaklık mukavemet değerleri büyük oranda iyileştirilmiştir. Ayrıca, yönlendirilmiş taneler ile daha iyi ısı akışı kontrolü sağlandığı için malzemenin termal yorulma özelliği de geliştirilmiştir. Nikel esaslı süper alaşımların döküm yöntemi ile üretimi açısından meydana gelen son ve en önemli gelişme yönlendirilmiş katılaşma yöntemi ile tek kristal türbin kanatlarının üretilmeye başlanmasıdır. Türbin kanatlarının tek kristalli olarak üretilmesi ile malzemenin mikroyapısındaki uygulanan gerilmeye dik yöndeki tane sınırları ortadan kaldırılarak sürünme dayanımı ve yüksek sıcaklık mukavemeti daha üst seviyelere çıkarılmıştır. Tek kristalli üretim yöntemi ile yapıdaki tane sınırları tamamen ortadan kaldırıldığı için günümüzde uçak motor türbin kanatları tek kristalli olarak üretilmektedir. [12, 15-18]. Şekil 2.2'de nikel esaslı süper alaşımların döküm yöntemindeki gelişmelere bağlı olarak yıllar içerisindeki çalışma sıcaklıklarındaki

değişim ve uçak motorlarındaki performans değişimi ve Şekil 2.3'te farklı mikroyapısal özelliklere sahip türbin kanatları şematik olarak gösterilmektedir [9].



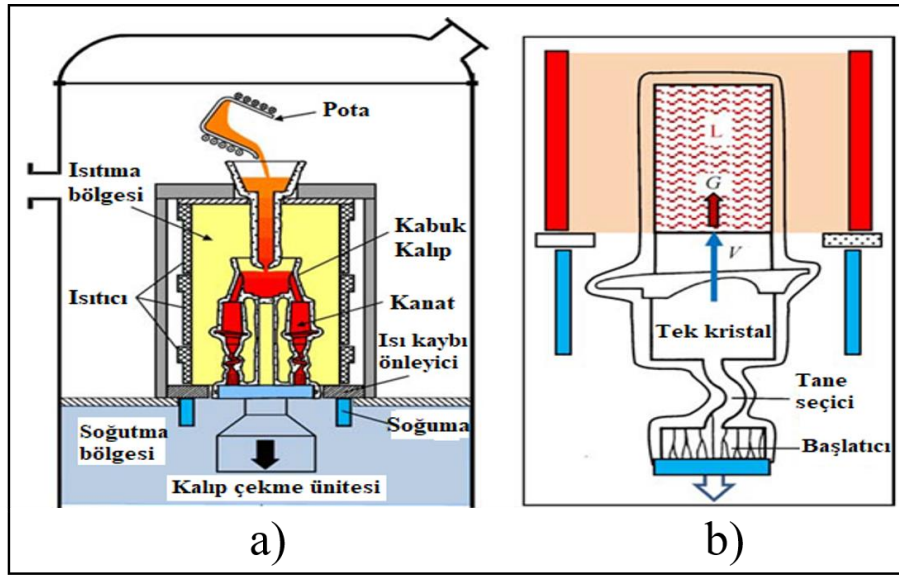
Şekil 2.2: Nikel esaslı süper alaşım malzemelerin üretim yöntemlerinde yaşanan gelişmelere bağlı olarak; a) Malzemenin çalışma sıcaklığındaki değişim, b) Uçak motor performansındaki değişim.



Şekil 2.3: Döküm yöntemi ile üretilen farklı tane yapısına sahip türbin kanatları; a) Eş eksenli tane yapısı, b) Yönlendirilmiş tane yapısı, c) Tek kristal tane yapısı.

Tek kristal türbin kanatlarının üretiminde hassas döküm yöntemi kullanılır. Hassas döküm yöntemi prensiplerine uygun olarak seramik kalıp hazırlama işlemi yapılmaktadır. Seramik kalıp hazırlama işlemi ardından tek kristalli türbin kanadı üretimi için Bridgman prosesi kullanılmaktadır. Bu proses kalıbın radyasyon ile ısıtılıp soğutulması prensibine dayanmaktadır. Bu yöntemde kalıp bakır soğutucu levha üzerine konulur. Fırının ısıtma bölgesinde kalıp döküm işleminden önce yaklaşık 1500°C sıcaklığa kadar ısıtılmaktadır. Kalıp ısınması tamamlandıktan sonra ergiyik

haldeki nikel esaslı süper alaşım kalıba dökülür. Seramik kalıp tamamen dolduktan sonra, kalıp 2-4 mm/s hızla fırının soğuk bölgesine çekilir. Kalıbın aşamalı olarak aşağı çekilmesi ile sistemde sıcaklık gradyanı meydana getirilerek yönlendirilmiş katılaşma sağlanmaktadır. Sistemde oluşturulan sıcaklık gradyanı ile katılaşmanın yönü kontrol edilir. Kalıbın alt kısmında bulunan domuz kuyruğuna benzer tane seçici vasıtası ile çekirdeklenen tanelerden biri seçilip belirlenen doğrultuda büyütülmektedir. Yöntemde, en fazla aşırı soğumanın olduğu bölge kalıp ile soğutma plakasının temas ettiği bölgedir. Bu bölgede çekirdeklenen tane sayısı fazladır. Tane seçiciye bağlı olan başlatıcı yardımı ile mümkün olan en az sayıda kolonsal tane seçiciye gönderilir ve tane yönlenmesinin [001] doğrultusundan minimum sapma açısına sahip olması sağlanmaktadır [17, 19]. Şekil 2.4'te Bridgman prosesi şematik olarak gösterilmektedir [16].



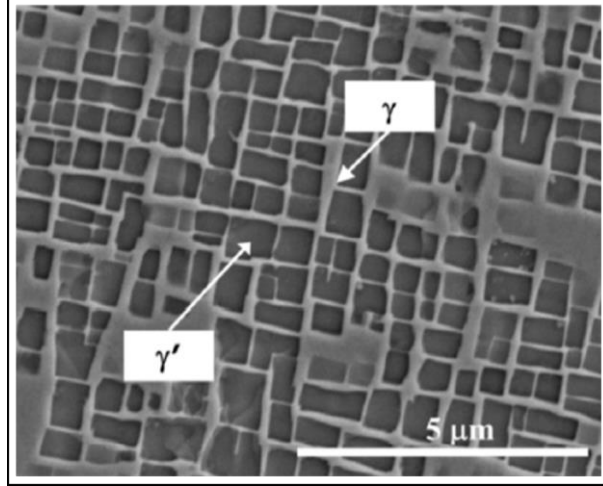
Şekil 2.4: a) Bridgman fırınının şematik gösterimi, b) Tek kristal katılaşması.

2.2.2. Tek Kristal Nikel Esaslı Süper Alaşımların Mikroyapısal Özellikleri ve Alaşım Elementi Etkileri

2.2.2.1. Mikroyapısal Özellik

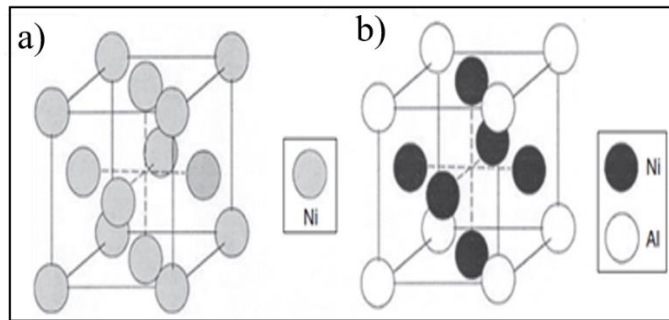
Nikel esaslı süper alaşımlar temel olarak γ ve γ' -Ni₃Al fazlarından meydana gelmektedir. γ fazı malzemenin matris fazını oluşturmaktadır. γ' fazı matris içerisinde

kübik morfolojideki çökeltiler şeklinde bulunmaktadır. Şekil 2.5'te tek kristal nikel esaslı süper alaşım mikroyapısı gösterilmektedir [19]. Mikroyapıdaki kübik şeklindeki çökeltiler γ' fazını, çökeltiler arasındaki kanallar ise γ fazını temsil etmektedir.



Şekil 2.5: Tek kristalli nikel esaslı süper alaşım mikroyapısı (γ : östenit; γ' : birincil östenit).

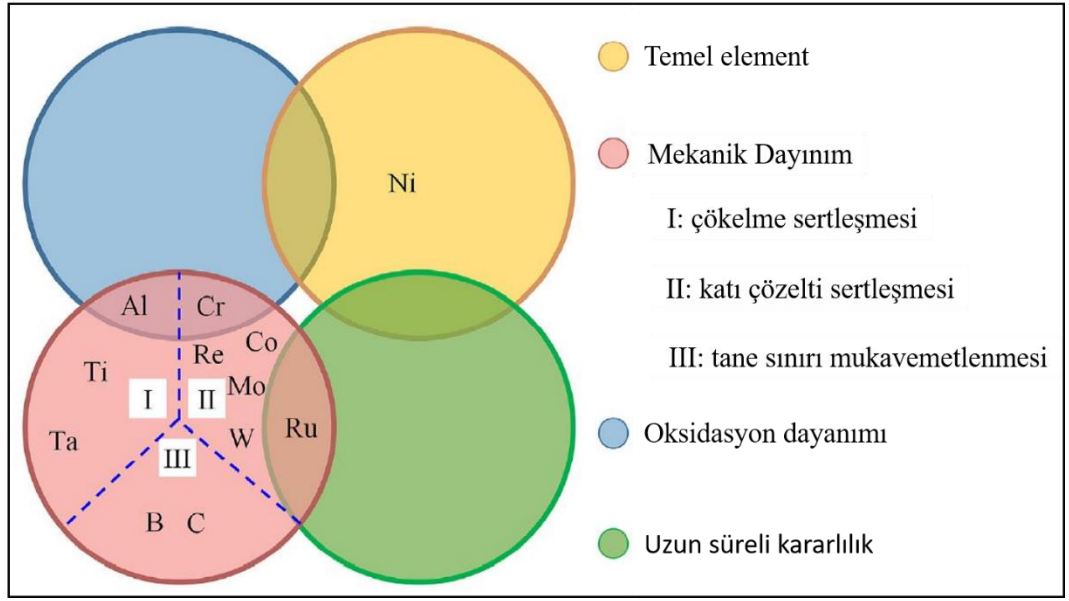
γ fazı kübik yüzey merkezli (KYM) kristal sistemine sahip, manyetik özellik göstermeyen ve sünekliliği yüksek olan bir fazdır. γ' fazı ısıtılma veya katılaşma prosesleri sırasında γ matris içerisindeki çözünme sıcaklıklarının altında oluşmaya başlamaktadır. Ni_3Al kimyasal bileşimine ve $L1_2$ düzenli KYM kristal sistemine sahiptir. Şekil 2.6'da γ ve γ' fazlarının kristal sistemleri şematik olarak gösterilmektedir [20].



Şekil 2.6: Östenit ve birincil östenit fazlarının kristal kafes sistemleri; a) Östenit fazı, b) Birincil östenit fazı.

2.2.2.2. Alařım Elementi Etkileri

Nikel esaslı süper alařımların yapılarındaki alařım elementleri γ ve γ' fazlarının oluşmasına neden olmaktadır. Ayrıca, bazı alařım elementlerinin atomik boyutlarının küçük olması nedeni ile γ fazlarının tane sınırlarına segregasyon olurlar. Şekil 2.7’de nikel esaslı süper alařım yapısında bulunan elementler ve bu elementlerin alařım yapısına etkileri gösterilmektedir [14].

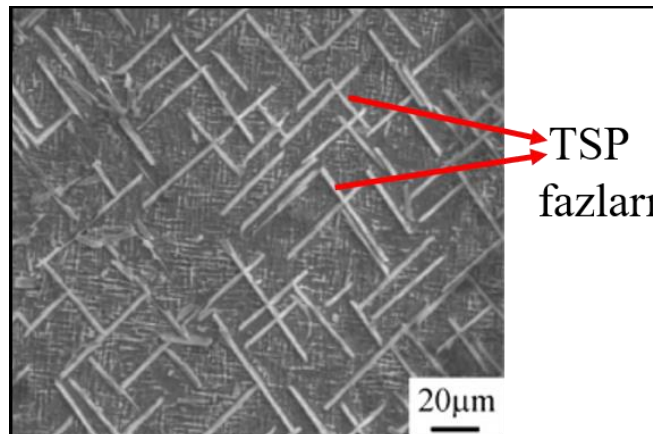


Şekil 2.7: Nikel esaslı süper alařımların yapılarında bulunan alařım elementleri ve elementlerin yapıya etkileri.

Nikel esaslı süper alařımların yapısına eklenen Al, Ti, Nb, Ta elementleri yapı içerisinde γ' çökeltilerinin oluşumuna katkı sağlarken; Mo, Cr, W, Re, Ni, Ru gibi alařım elementleri de γ matrisinin oluşumuna katkı sağlamaktadır. Atomik çapı küçük olan B, C, Zr gibi elementler de γ fazlarının tane sınırlarına segregasyon olurlar. Cr ve Al elementleri malzemenin oksidasyon ve korozyon dayanımını arttırmaktadır. Ayrıca, yapıya yaklaşık olarak %6 oranında eklenen Al elementi γ' fazı oluşumuna katkı sağlamaktadır. Yapıya küçük oranda eklenen C, B, Zr ve Hf gibi alařım elementleri tane sınırlarında borür ve karbürler meydana getirmektedir. Karbon elementinin Hf, Ti, Ta, Cr, Zr gibi alařım elementlerine afinitesinin yüksek olması nedeni ile katılaşma veya ısıtılma süreçlerinde tane sınırlarında farklı kimyasal bileşimlerde ($M_{23}C_6$, MC, M_7C_3 , M_6C) karbürler meydana getirmektedir [21, 22].

Nikel esaslı süper alaşımların yüksek sıcaklık dayanımlarının iyileştirilmesi amacı ile yapılarına refrakter elementler (W, Re, Ta, Nb, Mo vb.) eklenmektedir. Ayrıca, çalışma ortamında malzemeyi çevresel etkilerden korumak amacı ile Cr elementi eklenmektedir. Nikel esaslı süper alaşımlar yüksek sıcaklıklara uzun süre maruz kaldıklarında yapılarında refrakter elementlerce zengin TSP fazları (σ , μ , P, R, Laves vb.) meydana gelmektedir. Bu elementler yapıda plaka, iğnemi ve düzensiz kürecik şeklindeki morfolojilerde oluşabilir. Topolojik sıkı paket (TSP) fazlarını meydana getiren refrakter elementlerin difüzyon hızlarının düşük olması nedeni ile bu fazların oluşumu için yüksek sıcaklık ve uzun süre gerekmektedir. Sıcaklık ve süre dışında, malzemeye uygulanan gerilim TSP fazların oluşmasında etkilidir. Malzeme üzerine uygulanan gerilim refrakter elementlerin difüzyonunu hızlandırması nedeni ile TSP fazların oluşumunu kolaylaştırmaktadır. TSP fazlarının oluşması γ matrisin refrakter elementlerce fakirleşmesine neden olması, TSP fazlarının refrakter elementlerce zengin olmaları nedeni ile gevrek özellik göstermeleri, TSP fazları ile γ' fazları arasındaki büyük miktardaki kafes parametre farklılığı nedeni ile fazların arayüzünde yüksek miktarda gerilme oluşturarak çatlak başlangıç bölgeleri oluşturmaları nedenleri ile TSP fazların yapıda oluşması istenmemektedir [21, 23, 24, 25].

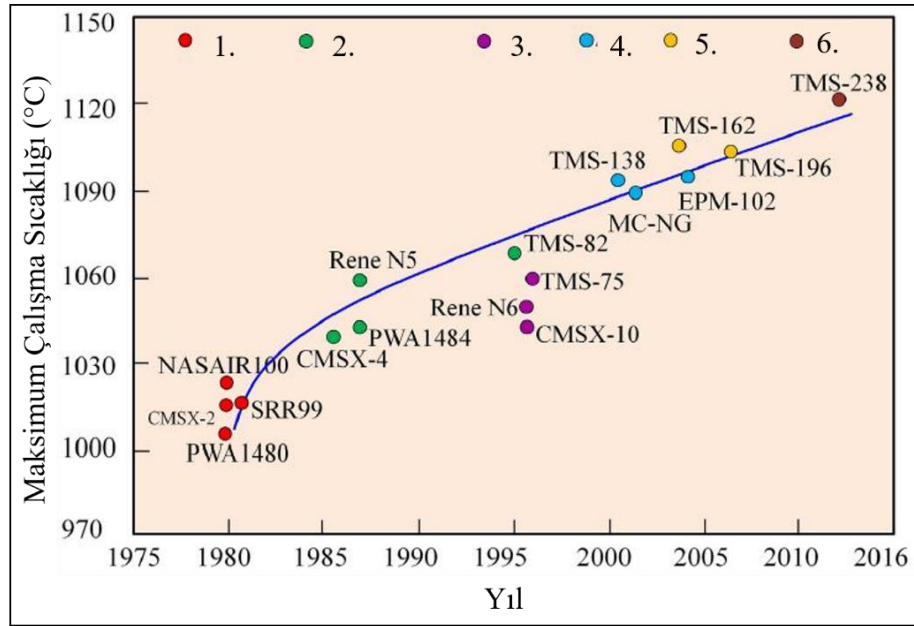
Şekil 2.8’de Sugui ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada %6 Cr, %4 Co, %6 Al, %5 Ta, %4 W içeren tek kristalli nikel esaslı süper alaşım 1040°C sıcaklığa 200 saat maruz kalması sonucunda elde edilmiş olan TSP fazları gösterilmektedir [25].



Şekil 2.8: Topolojik sıkı paket (TSP) fazlar.

Tek kristalli nikel esaslı süper alaşım üretimi ilk olarak 1980'li yıllarda PWA1480 alaşımı ile başlamıştır. Bu tarihlerden günümüze alaşımın kimyasal ve mekanik özellikleri geliştirilerek farklı jenerasyon alaşımlar geliştirilmiştir. Şekil 2.9'da bazı tek kristal nikel esaslı süper alaşımların 137 MPa gerilme altında 1000 saat sürünme ömrü için sıcaklık değerleri verilmiştir [14]. 1. jenerasyon alaşım için maksimum çalışma sıcaklığı 1000°C iken, 6. jenerasyon alaşımlar için bu değer 1120°C'dir. Bu farklılığın temel sebebi alaşımlar arası farklılaşan kimyasal kompozisyonudur. Bu amaç doğrultusunda aşağıda belirtilmiş olan kimyasal kompozisyon değişimleri uygulanmıştır [14, 22, 23]:

- Cr elementinin TSP fazlarının oluşumuna katkı sağladığı için yeni jenerasyon alaşımlarda daha az bulunmaktadır.
- Ti elementi alaşım yapısında TSP fazlarını oluşturmaya yatkınlığı ve oksijenli ortamda yüzeyde oluşan kararlı oksit tabakasının büyüme hızını arttırması nedeni ile Cr elementi gibi yeni jenerasyon alaşımlarda az miktarda bulunmaktadır.
- 2. Jenerasyon alaşımlara %3 oranında Re elementi eklenmiştir. Re elementinin ilavesi 2. jenerasyon alaşımların maksimum çalışma sıcaklığını 1. Jenerasyon alaşımlara göre 30°C arttırmıştır.
- Re elementinin eklenmesi ile 2. ve 3. jenerasyon alaşımların TSP fazları oluşturma yatkınlığı 1. alaşımlara göre daha fazladır. Bu olumsuzluğun giderilmesi amacı ile 4. jenerasyon alaşımlara %3 oranında Ru elementi ilave edilmiştir. Ru elementi W ve Re gibi TSP fazlarının oluşumuna katkı sağlayan elementlerin γ matris içerisinde çözünürlüğünü arttırmıştır. Ru elementi ilavesi ile 4. jenerasyon alaşımların dayanım sıcaklık sınır değeri (1080°C) 3. jenerasyon alaşımlara göre 20°C artmıştır.
- 5. ve 6. jenerasyon alaşımlarda Re, Ru ve diğer elementlerin kompozisyonları oldukça iyi ayarlanarak dayanım sıcaklık sınır değeri 1120°C'ye yükseltilmiştir.



Şekil 2.9: Farklı jenerasyon tek kristal nikel esaslı süper alaşımların maksimum çalışma sıcaklıkları (Maksimum çalışma sıcaklıkları 1000 saat-137MPa gerilme koşulları altında malzemenin dayanabileceği maksimum sıcaklık değeri ile ölçülmektedir.).

Tablo 2.1’de farklı jenerasyon tek kristal nikel esaslı süper alaşımların kimyasal kompozisyon değerleri verilmektedir [26, 27].

Tablo 2.1: Bazı tek kristal nikel esaslı süper alaşımların kimyasal kompozisyonları (% ağı.).

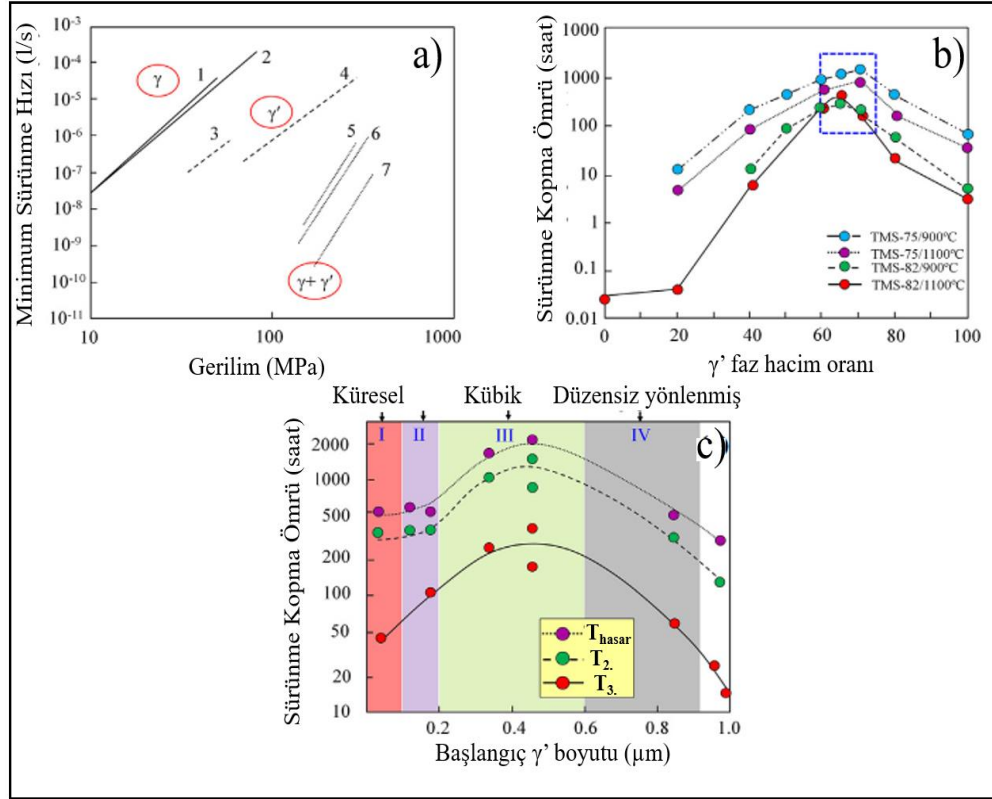
Alaşım	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Ti	Ru	Hf	Nb
CMSX-2 (1. nesil)	8	5	0.6	8	6		5.6	1			
CMSX-4 (2. nesil)	6.5	9	0.6	6	6.5	3	5.6	1		0.1	
CMSX-10 (3. nesil)	2	2	0.4	5	8	6	5.7	0.2		0.03	0.1
TMS-138 (4. nesil)	2.9	5.8	2.9	5.9	5.6	4.9	5.9		2	0.1	
TMS-162 (5. nesil)	2.9	5.8	3.9	5.8	5.6	4.9	5.8		6	0.1	
TMS-238 (6. nesil)	4.6	6.5	1.1	4	7.6	6.4	5.9		5	0.1	

2.2.3. Nikel Esaslı Süper Alaşımların Mukavemetlendirme Mekanizmaları

Nikel esaslı süper alaşımlarda temel olarak üç farklı mukavemetlendirme mekanizması mevcuttur. Bu mekanizmalar [28];

- Çökelme sertleşmesi (γ' fazlarının oluşması),
- Katı çözeltili sertleşmesi,
- Diğer fazların (borür, karbür vb.) oluşumu.

Nikel esaslı süper alaşımların birincil sertleştirme mekanizması yapıda γ' çökeltilerinin oluşmasıdır. Çökeltiler yapı içerisinde kübik morfolojide oluşmaktadır ve γ matrisi ile uyumludur. γ' fazı hem oda sıcaklığında hem de yüksek sıcaklıklarda dislokasyonların kaymasına engel oluşturmaktadır. Malzemenin yorulma, sürünme, akma, çekme dayanımını artırıcı etkiye sahiptir. Sürünme dayanımının ön plana çıktığı türbin kanatlarında kullanılan alaşımlarda %70 oranına kadar γ' fazı içermektedir. Çökeltilerin malzemenin mekanik özellikleri üzerinde etkinlik derecesi çökeltilerin boyutuna, morfolojisine ve hacim oranına bağlı olarak değişim göstermektedir [22, 27, 28]. Şekil 2.10'da γ' fazının morfolojisinin, hacim oranının tek kristalli nikel esaslı süper alaşımın sürünme dayanımı üzerine etkisi verilmektedir [14].

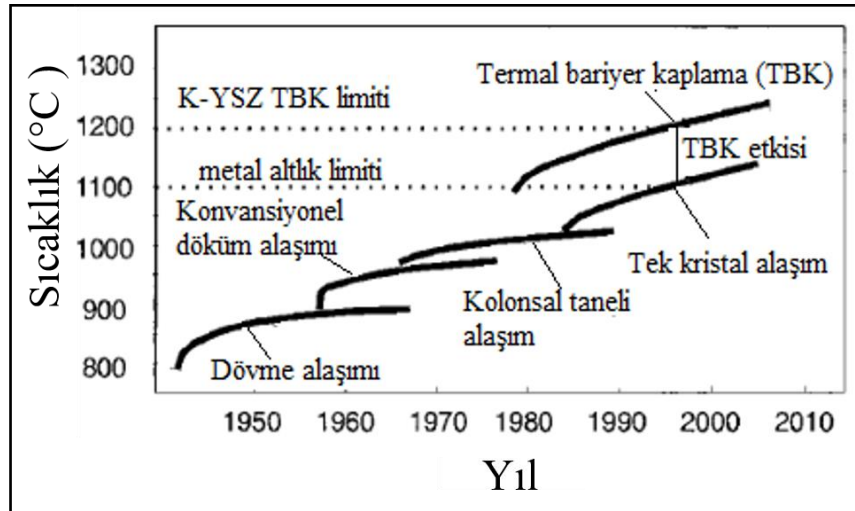


Şekil 2.10: γ' fazının morfolojisinin ve hacim oranının tek kristalli nikel esaslı süper alaşımın sürünme dayanımı üzerine etkisi; a) γ' , γ ve $\gamma' + \gamma$ fazlarının minimum sürünme hızlarının karşılaştırılması, b) γ' faz hacim oranının iki farklı tek kristalli alaşımın (TMS-75, TMS-82) sürünme kopması ömrüne etkisi, c) Başlangıç γ' faz boyutunun Mar-M200 alaşımının sürünme ömrüne etkisi (γ : östenit, γ' : birincil östenit).

3. TERMAL BARIYER KAPLAMALAR

Termal bariyer kaplamalar yüksek sıcaklıklarda çalışan malzemelerin maruz kaldıkları sıcaklık değerlerini düşürmek ve malzemenin yüksek sıcaklıklardaki çalışma ömrünü arttırmak için kullanılan kaplamalardır. Termal bariyer kaplamaların havacılık sanayi uygulamalarına ilk olarak 1960'lı yıllarda X15 roket motorlu araştırma uçağının egzoz nozulları ile başlanmıştır. 1970'lerin ortalarında termal bariyer kaplamalar uçak motorlarının türbin bölmesindeki parçaların kaplama işleminde, 1980'li yıllarda ise endüstriyel gaz türbin motorlarının parçalarının kaplama işlemlerinde kullanılmaya başlanmıştır [4, 29].

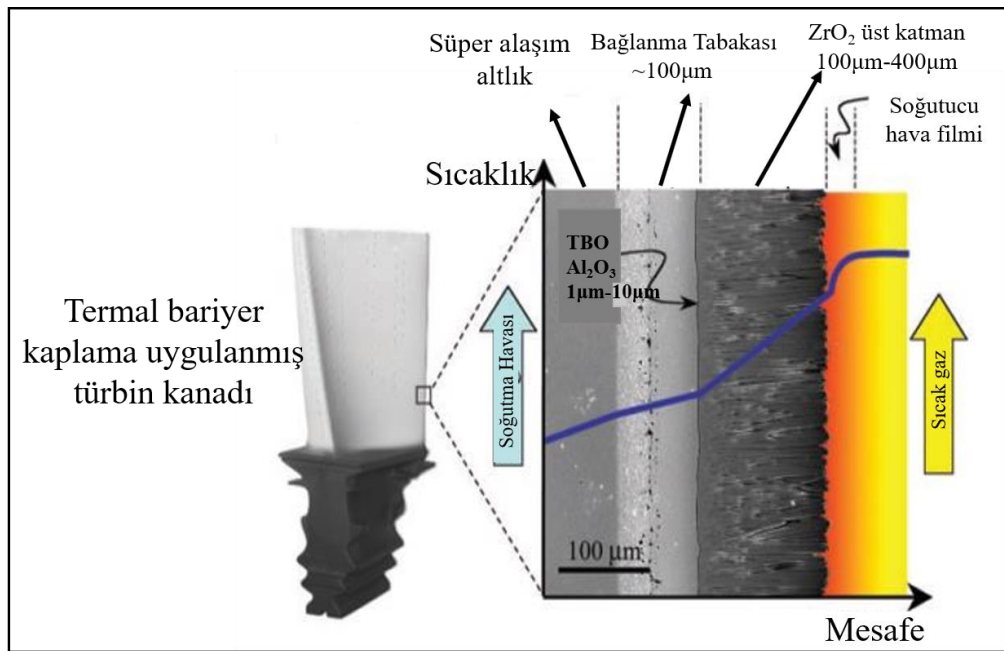
Uçak motorlarının türbin bölmesinde kullanılan nikel esaslı süper alaşımların yüksek sıcaklıklardan korunması amacı ile yüzeylerine termal bariyer kaplamalar uygulanmaktadır. Termal bariyer kaplama ve soğutma kanallarının yardımı ile türbin kanadının yüzey sıcaklığı 300°C sıcaklık değerine kadar azaltılabilmektedir. Böylece, tek kristalli nikel esaslı süper alaşım malzemeler ergime sıcaklığının (değişen kimyasal kompozisyonlarına bağlı olarak 1320-1450°C arasında) üstündeki sıcaklıklarda kullanılabilmektedir [5, 29]. Şekil 3.1'de termal bariyer kaplamanın nikel esaslı süper alaşımlar malzemelerin çalışma sıcaklığı üzerindeki etkisi gösterilmektedir [30].



Şekil 3.1: Nikel esaslı süper alaşım malzemelerin çalışma sıcaklığına termal bariyer kaplamaların etkisi.

3.1. Termal Bariyer Kaplamaların Yapısı

Termal bariyer kaplamalar bağlanma tabakası, termal olarak büyüyen oksit ve seramik üst katman olmak üzere üç farklı tabakadan meydana gelmektedir. Termal bariyer kaplamalar, yapılarında oluşan termal gerilme değerinin düşürülmesi, kaplamanın oksidasyon ve korozyon dayanımının iyileştirilmesi amacı ile çok katmanlı olarak tasarlanmaktadır [6]. Şekil 3.2’de termal bariyer kaplamanın SEM kesit görüntüsü verilmektedir [5].



Şekil 3.2: Türbin kanatlarına uygulanan termal bariyer kaplamanın SEM kesit görüntüsü (Kaplama kesiti boyunca mavi çizgi ile gösterilen eğri sıcaklık gradyanını ifade etmektedir.).

3.1.1. Seramik Üst Tabaka

Şekil 3.2’den görüldüğü üzere, termal bariyer kaplamanın yapısında bulunan seramik üst tabaka ortam ile direkt temas halindedir. Bu tabakanın kalınlığı 100-400 µm arasında değişmektedir. Günümüzde seramik üst katman malzemesi olarak genellikle ağırlıkça %7-8 oranında itriyum oksit (Y₂O₃) ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit (ZrO₂) kullanılmaktadır. Y₂O₃ ile stabilize edilmiş ZrO₂’nin düşük termal iletkenliğe (%100 yoğun olması durumunda 2.3 W/mK), nikel esaslı süper

alaşım malzemeye yakın değerde termal genleşme katsayısına, 14 GPa gibi yüksek sertliğe, yüksek ergime sıcaklığına (2700°C), göreceli olarak düşük yoğunluğa sahip olmaları (6.4 g/cm³) yaygın olarak kullanılmalarına neden olmaktadır [5].

Zirkonyum oksidin yapısında meydana gelen polimorfik dönüşüm nedeniyle yüksek sıcaklıklarda saf olarak kullanımı tercih edilmemektedir. Yüksek sıcaklıklardan oda sıcaklığına soğuma sırasında yaklaşık olarak 950°C sıcaklıkta tetragonal kristal yapıdan monoklinik kristal yapıya dönüşüm nedeni ile zirkonyum oksit yapısında %3-5 oranında hacimsel genleşme meydana gelmektedir. Hacimsel genleşme kaynaklı yapıda oluşan gerilme malzemenin hasara uğramasına (çatlak oluşumu) hızlandırıcı etki göstermektedir. Kristal yapı dönüşümü nedeni ile ZrO₂ yapısında gözlenen olumsuzlukların engellenmesi amacı ile zirkonyum oksit CaO, Y₂O₃, CeO₂, Sc₂O₃ ve In₂O₃ gibi oksitler ile stabil edilmektedir. İtiryum oksit (Y₂O₃), uzun süre kararlılık göstermesi ve ZrO₂ ile buhar basınçlarının benzerlik göstermesi (kaplamanın buhar biriktirme yöntemi ile üretilmesinde kolaylık sağlaması) nedeni ile en çok tercih edilen stabilizasyon oksididir [4, 29].

Termal bariyer kaplamaların seramik üst tabakası yaygın olarak ED-FBB (elektron demeti ile fiziksel buhar biriktirme) ve atmosferik plazma sprej (APS) yöntemleri ile üretilmektedir. Farklılaşan üretim yöntemleri kaplamanın özelliklerinde değişim meydana getirmektedir. ED-FBB yöntemi ile üretilen kaplamalar kolonsal tane yapısına sahip ve APS yöntemi ile üretilen kaplamalara göre gerinim toleransı daha iyidir. APS yöntemi ile üretilen kaplamalar katmanlı tane yapısına sahip (splat morfolojisi) ve ED-FBB yöntemi ile üretilen kaplamalara göre elastiklik modülü daha yüksek, termal iletkenlik değeri daha düşüktür. APS yöntemi ile üretilen kaplamalarda tane sınırlarının çatlak başlangıç bölgesi oluşturması, oluşan çatlakların yüksek sıcaklıklarda ilerleyip kaplama yapısında delaminasyon meydana getirmesi ve aynı zamanda ED-FBB yönteminin karmaşık ve pahalı bir yöntem olması çözelti ve süspansiyon öncü maddeli plazma sprej metotların geliştirilmesine neden olmuştur. Bu yöntemler ile kullanılan toz boyunun nano seviyelere indirilmesi ile üretilen kaplamanın mukavemetinde, termal şok ve termal iletkenlik özelliklerinde iyileştirmeler sağlanmıştır [32, 33, 34].

Yeni jenerasyon jet motorlarında performans ve verimliliğinin artırılması amacı ile motorun çalışma sıcaklığını 1500°C üzerine çıkarma amaçlanmaktadır. Bu durum nikel esaslı süper alaşım üzerine uygulanan termal bariyer kaplamaların geliştirilmesi ihtiyacını doğurmuştur. Günümüzde, seramik üst tabaka malzemesi olarak yaygın

kullanılan yaklaşık ağırlıkça %8 oranında Y_2O_3 ile stabilize edilmiş ZrO_2 'nin $1300^\circ C$ üzerinde sinterlemeye uğraması ve faz kararlılığını kaybetmesi nedeni ile yeni jenerasyon jet motorlarında kullanılacak termal bariyer kaplamaların seramik üst katman malzemesi için piroklor oksit ($A_2B_2O_7 - La_2Zr_2O_7$), nadir toprak alüminyum oksitleri, perovskit oksitleri, metal fosfatlar, nadir toprak silikatları, Y-Si-O-N oksinitrürler gibi farklı çeşit malzemeler üzerinde çalışmalar sürdürülmektedir [35, 36].

3.1.2. Bağlanma Tabakası

Bağlanma tabakası 100 mikrona kadar kalınlığa sahip metalik tabakadır. Seramik üst tabakanın gözenekli yapıda olması nedeni ile bağlanma tabakası termal bariyer kaplamaların oksidasyon ve korozyon dayanımı açısından kritik öneme sahiptir. Ayrıca, bağlanma tabakası seramik üst tabakanın altlık malzemeye yapışma mukavemeti açısından da büyük önem arz etmektedir [5, 30]. Metalik bağlanma tabakaları iki farklı grupta incelenmektedir. Bunlar;

- Yüzey üstü kaplamaları,
- Difüzyon kaplamalarıdır.

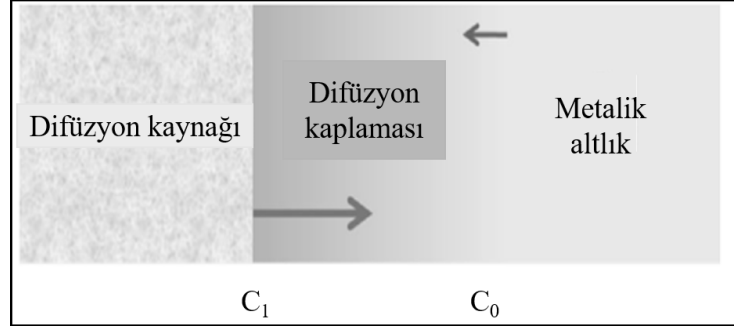
Yüzey üstü kaplamalar MCrAlX kimyasal bileşimine sahip kaplamalardır. M harfi süper alaşım çeşidine göre Ni, Co, Fe; X harfi ise Si, Hf, Zr, Y gibi reaktif elementleri simgelemektedir. MCrAlX sınıfında genel olarak MCrAlY bileşimine sahip bağlanma tabakası tercih edilmektedir. Yapıdaki Cr (ağırlıkça %16-24 aralığında) ve Al (ağırlıkça %8-16 aralığında) elementleri oksitleyici ortamda bağlanma tabakasının yüzeyinde oksit tabakası meydana getirerek kaplamanın oksidasyon ve korozyona karşı dayanımını artırırken; Y elementi (ağırlıkça %0.3-1.0 aralığında) oksit oluşumu için çekirdekleyici bölgeler oluşturarak oksit oluşumunu kolaylaştırma, oksidin bağlanma tabakasına yapışma mukavemetini artırma ve kaplamanın termal şok dayanımını geliştirmektedir. MCrAlX bağlanma tabakası plazma sprej, yüksek hızda oksit-yakıt püskürtme, elektron demeti ile fiziksel buhar biriktirme yöntemleri ile üretilmektedir. Bu tür kaplamalar altlık metali ile herhangi bir etkileşimde bulunmaz. Yüksek sıcaklıklara maruz kaldıkları zaman altlığa difüze

olma durumları söz konusu olabilmektedir. Uçak motorlarının türbin giriş sıcaklıklarının 1500°C mertebelerine çıkarılması ile göreceli olarak düşük ergime sıcaklığına (1400°C) sahip NiCrAlY bağlanma tabakası ihtiyaçları karşılayamaz duruma gelmiştir. Bu durum difüzyon prosesi ile üretilen bağlanma tabakalarının geliştirilmesine yol açmıştır. [6, 28, 37]. Tablo 3.1’de yüzey üstü ve difüzyon kaplamalarının birbirlerine göre avantaj ve dezavantajları verilmiştir [28].

Tablo 3.1: Yüzey üstü ve difüzyon kaplamalarının avantaj ve dezavantajları.

Kaplama Çeşidi	Avantajlar	Dezavantajlar
Yüzey Üstü Kaplamalar	• Daha iyi korozyon dayanımı. • Altlık metal ile daha az etkileşim. • Daha esnek kompozisyon. • Kaplamaların tamiri ve tekrar üretililebilmeleri daha kolay.	• Kaplamanın zayıf yapışması.
Difüzyon Kaplamaları	• Üretim teknikleri fazla. • Mükemmel yapışma. • Daha iyi yüzey özellikleri (ör; pürüzlülük).	• Altlık ile etkileşim nedeni altlığın mekanik özelliğinde azalma.

Difüzyon prosesi ile kaplama üretiminin temel prensibi altlık yüzeyinin kaplamanın yapılması istenen element bakımından zenginleştirilmesidir. Difüzyon kaplamaları yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir. Sıcaklık ve elementlerin kaplama-altlık arasındaki konsantrasyon farkları nedeni ile yüzeyde zengin olan element altlık malzemesine doğru, altlık malzemesinin alaşım elementleri ise malzemenin yüzeyine doğru difüze olurlar. Difüzyon proseslerinin hızlarına göre, yüzeyden altlığa doğru veya altlıktan yüzeye doğru gerçekleşen difüzyon prosesi kaplamanın oluşumu sırasında baskın olmaktadır. Uçak motor türbin kanat uygulamalarında yüzeyinde oluşturduğu kararlı oksit (α -Al₂O₃) nedeni ile difüzyon kaplaması olarak alüminit kaplamalar tercih edilmektedir. Şekil 3.3’te difüzyon yöntemi ile kaplama oluşum prensibi şematik olarak gösterilmektedir [38].



Şekil 3.3: Difüzyon kaplamalarının oluşumunun şematik gösterimi.

3.1.3. Termal Büyüyen Oksit Tabakası

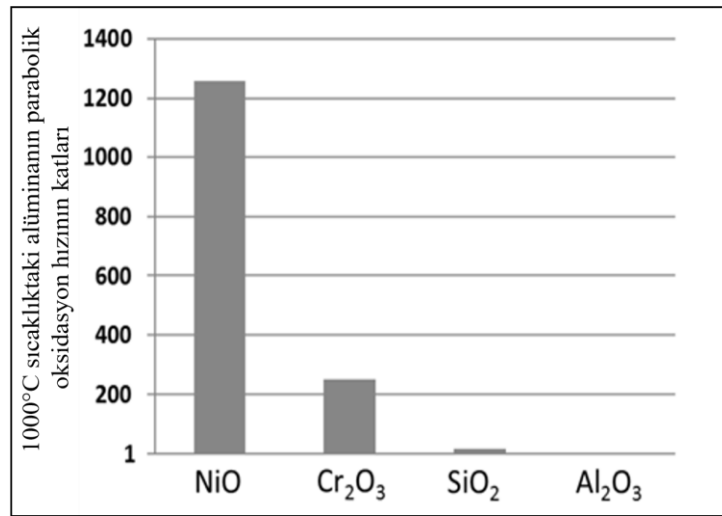
Termal bariyer kaplamalar oksijenli ortamda 700°C'den yüksek sıcaklıklara maruz kalmaları durumunda yapıda termal büyüyen oksit tabakası (TBO) meydana gelmektedir. TBO tabakası şekil 3.2'de gösterilmektedir. Kaplamanın oksidasyon ve korozyon dayanımı açısından oluşan oksit kararlı, koruyucu ve yavaş büyüme özelliği göstermelidir. Termal büyüyen oksidin oluşumu ve büyümesi aşağıdaki belirtilen iki farklı parametre ile kontrol edilmektedir:

- Oksidi oluşturacak olan elementin (Al, Cr vb.) bağlanma tabakası yüzeyine doğru difüzyonu,
- Oksijen elementinin seramik üst katman yapısından bağlanma tabakası yüzeyine doğru difüzyonu.

Yukarıda belirtilen iki parametrenin gerçekleşmesi durumunda bağlanma tabakası-seramik üst katman arasındaki bölgede TBO veya TBO tane sınırlarında yeni oksitler meydana gelmektedir [5].

4. NİKEL ALÜMİNİT BAĞLANMA TABAKASI

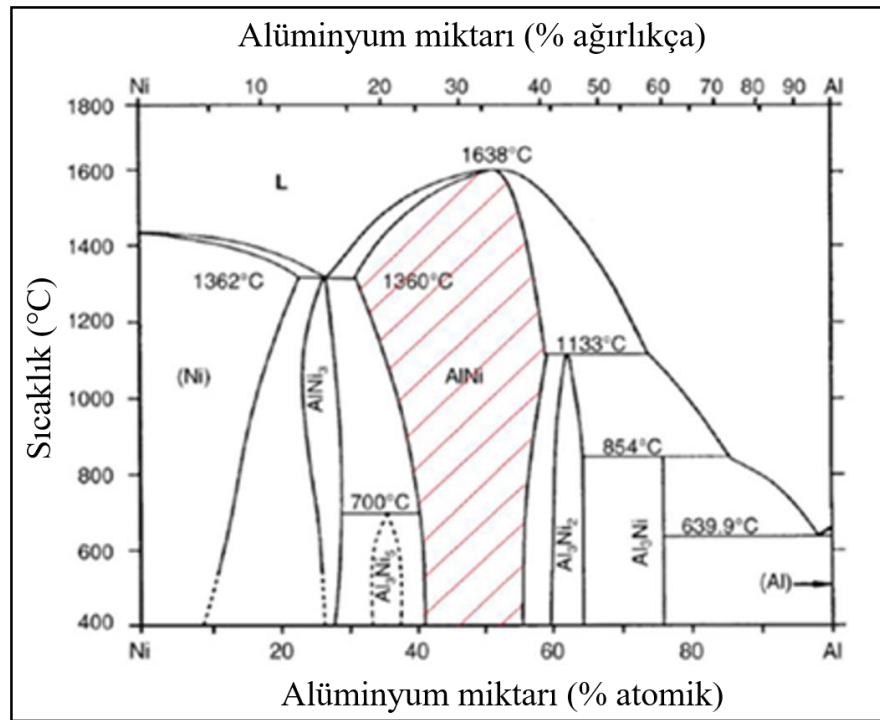
Uçak motorlarının türbin kanatları çalışma ortamında yüksek sıcaklıklara, atmosfer nedenli kirliliklere, yakıtın yanması ile oluşan empüritelere ve oksidasyona maruz kalmaktadır. Termal bariyer kaplamaların yapısındaki ZrO_2 seramik tabakanın gözenekli olması nedeni ile bağlanma tabakası altlık metalini oksidasyon ve korozyondan korumaktadır. Bu kapsamda, bağlanma tabakasının yüzeyinde 1-10 μm kalınlığa sahip kararlı, koruyucu ve yavaş büyüme hızına sahip TBO tabakasının oluşturulması önem arz etmektedir. Şekil 4.1’de süper alaşım altlık bünyesindeki alaşım elementlerinin (Al, Si, Cr) oksitlerinin büyüme hızları karşılaştırılması verilmiştir. Al_2O_3 oksidinin diğer Cr_2O_3 ve SiO_2 oksitlerden yavaş büyüme hızına sahip olması (Şekil 4.1), Cr_2O_3 oksidinin 1323K’den yüksek sıcaklıklarda CrO_3 ’e dönüşerek uçucu hale gelmesi [39], Al_2O_3 oksidinin 1000°C’den yüksek sıcaklıklarda en kararlı oksit formu olan $\alpha-Al_2O_3$ oluşması, Al_2O_3 oksidinin ($PBO_{Al/Al_2O_3} = 1.28$) Pilling-Bedworth oranının Cr_2O_3 ’ten ($PBO_{Cr/Cr_2O_3} = 1.99$) daha az olması yani koruyuculuğunun daha iyi olması [40] gibi nedenler dolayısı ile bağlanma tabakası yüzeyinde $\alpha-Al_2O_3$ oluşumu istenmektedir. Bu durum nikel esaslı süper alaşımların yüzeylerinin alüminyum açısından zenginleştirme ihtiyacını doğurmuştur. Malzemenin yüzeyinin alüminyum açısından zenginleştirilmesi ile yüzeyde nikel alüminit (NiAl) tabakası elde edilmektedir [41].



Şekil 4.1: Cr, Al, Si, Ni elementlerinin oksitlerinin 1000°C sıcaklıkta parabolik hız sabitlerinin karşılaştırılması (Alüminanın hız sabiti 1 kat olarak kabul edilmiştir.).

NiAl yüksek ergime sıcaklığına (1638°C), göreceli olarak düşük yoğunluk (5.9 g/cm³) ve yüksek elastisite modülüne (240 GPa), 1200°C sıcaklıkta iyi oksidasyon dayanımına sahip intermetalik bir bileşiktir. Sahip olduğu bu özellikler nedeni ile uçak motorlarının türbin kanatlarına uygulanan termal bariyer kaplamaların bağlanma tabaka malzemesi olarak kullanımı tercih edilmektedir [6, 42].

Şekil 4.2’de Ni-Al faz diyagramı verilmektedir [28]. NiAl intermetalik bileşiği yapısındaki değişen nikel ve alüminyum içeriğine göre farklı kimyasal bileşimlerde (AlNi, Al₃Ni₂, Al₃Ni, AlNi₃ vb.) oluşabilmektedir. δ-Ni₂Al₃ fazının gevrek özellik göstermesi ve düşük ergime sıcaklığına sahip olması (1133°C), Ni₃Al fazının düşük alüminyum içeriğine sahip olması nedeni ile bağlanma tabakasında β-NiAl fazı tercih edilmektedir [38, 43]. Tablo 4.1’de türbin kanatlarına uygulanan NiAl bağlanma tabakasından istenilen özellikler verilmektedir.

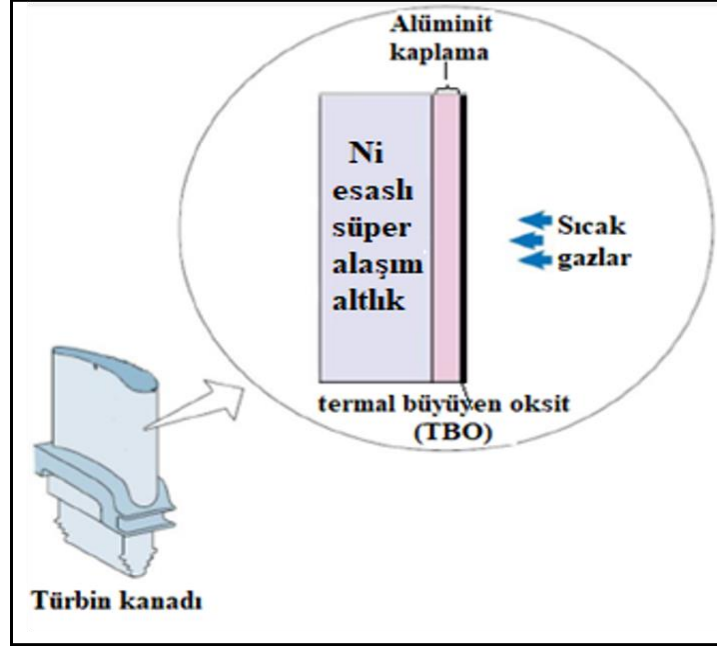


Şekil 4.2: Ni-Al faz diyagramı.

Tablo 4.1: Türbin kanatlarına uygulanan nikel alüminit bağlanma tabakasından istenilen özellikler.

Kaplama Özelliği	Gereksinimler
Oksidasyon ve Korozyon Dayanımı	• Termodinamik olarak kararlı oksit oluşturma • Yavaş büyüyen oksit tabakası • Oksidin bağlanma tabakasına yapışma mukavemetinin iyi olması • Bağlanma tabakasının oksit oluşturan elementi yüksek oranda içermesi
Kararlılık	• Kaplamada istenmeyen faz dönüşümlerinin olmaması • Kullanım sıcaklığında ara yüzeylerde düşük difüzyon hızı • Ara yüzeyde yeterli kompozisyon kararlılığı • Minimum gevrek faz oluşumu
Yapışma	• Kaplamanın altlığa yapışma mukavemetinin iyi olması • Termal gerilmelerin düşük olması için altlık ile kaplamanın özelliklerinin eşleşmesi • Yüzey koşullarının optimum olması
Yapısal Özellikler	• Kaplamanın çalışma ortamında maruz kaldığı gerilmelere (sürünme, yorulma, darbe vb.) dayanıklı olması

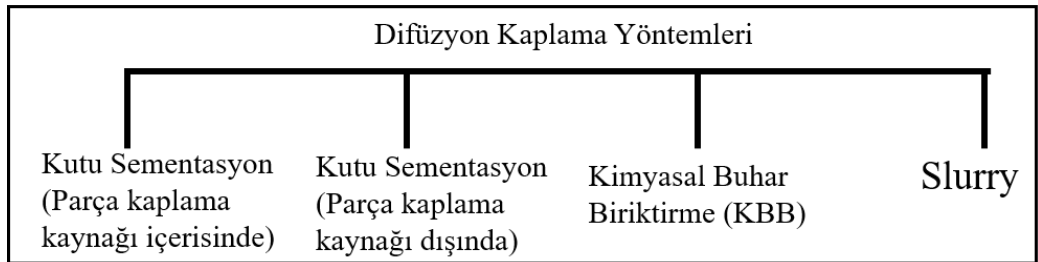
Türbin kanatlarının yüzeyine kaplanan Al'ce zengin NiAl bağlanma tabakası yüksek sıcaklıkta oksijene maruz kaldığı durumda yüzeyinde ince, koruyucu, termodinamik olarak kararlı ve yapışma mukavemeti iyi olan Al_2O_3 tabakası meydana getirmektedir. Oluşan Al_2O_3 koruyucu oksit tabakası bağlanma tabakası ve altlık metalini oksidasyona karşı korumaktadır [28, 41]. Şekil 4.3'te NiAl tabakanın yüzeyinde oluşan oksit tabakası şematik olarak gösterilmektedir [28].



Şekil 4.3: NiAl bağlanma tabakası yüzeyinde TBO oluşumunun şematik gösterimi.

4.1. Nikel Alüminit Bağlanma Tabakasının Üretim Yöntemleri

Nikel esaslı süper alaşım altlık yüzeyinde NiAl kaplama difüzyon kaplama yöntemleri ile üretilmektedir. Kullanılan yöntemlerin temel amacı altlık metal yüzeyini koruyucu oksit oluşturan Al elementi açısından zengin hale getirmektir. Şekil 4.4'te NiAl kaplama üretiminde kullanılan difüzyon kaplama yöntemleri gösterilmektedir [29].



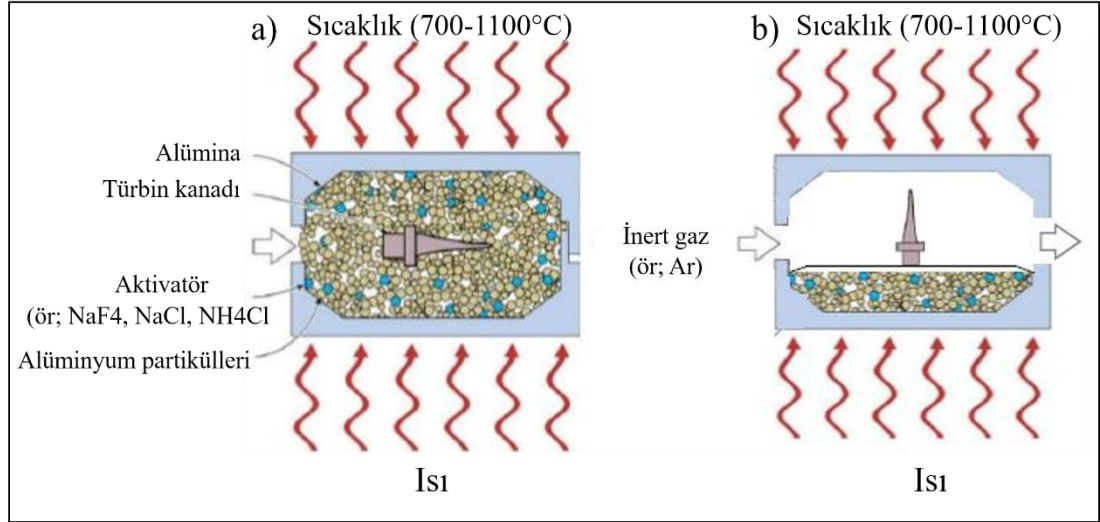
Şekil 4.4: Difüzyon kaplama yöntemleri.

4.1.1. Kutu Sementasyon Prosesi

Kutu sementasyon yöntemleri kaplanacak olan parça kaplama kaynağının içinde ve dışında olacak şekilde iki farklı şekilde uygulanmaktadır. Şekil 4.5'te kutu sementasyon yöntemleri şematik olarak gösterilmektedir [28]. Kaplama işleminde önce, parçada kaplama oluşumunun istenmediği kısımlara maskeleme uygulanır. Kaplama kaynağı aktivatör, alümina gibi inert bileşikler ve alüminyum kaynağından meydana gelmektedir. Aktivatör alüminyum ile reaksiyona girerek alüminyum klorür oluşumuna katkı sağlarken, inert bileşikler fırın ortamında gaz transferi için sinterleme oluşumunu engellemektedir. Kaplamaların tekrar üretilebilirliği, düşük üretim maliyeti ve yöntemin basitliği parça kaplama kaynağının içinde gömülü halde bulunan kutu sementasyon yönteminin avantajlarıdır. Fakat, parçanın kaplama kaynağı içerisinde gömülü halde kaplama yapılan yöntemin aşağıdaki dezavantajları içermesi nedeni ile türbin kanatlarının kaplanması için uygun değildir [29]:

- Kaplama kaynağı içerisindeki partiküllerin NiAl kaplama yapısına geçmesi kaplamanın yüzeyinde sürekli ve koruyucu Al_2O_3 tabakasının oluşumunu engellemektedir.
- Parçanın kaplama kaynağı ile teması nedeni ile türbin kanatlarındaki soğutma kanallarının kaplanması için engel oluşturmaktadır.
- Üretilen kaplamaların kompozisyonları sınırlıdır.
- Sistemde difüzyonun sınırlı olması nedeni ile belirli aralıklarda kaplama kalınlığı elde edilir.

Yukarıda belirtilen nedenlerden dolayı türbin kanat uygulamaları açısından kaplanacak metalin kaplama kaynağının dışarısında olan yöntem geliştirilmiştir. Bu yöntemde, parça kaplama kaynağı ile temas halinde olmadığı için türbin kanatlarının soğutma kanalları kaplanabilmekte ve kaplama yapısına kaynak içerisinden partiküllerin NiAl kaplama yapısına geçişi engellenmiştir [44].



Şekil 4.5: Kutu sementasyon yöntemleri; a) Parça kaplama kaynağı içerisinde gömülü halde, b) Parça kaplama kaynağı dışında.

4.1.2. Kimyasal Buhar Biriktirme Prosesi

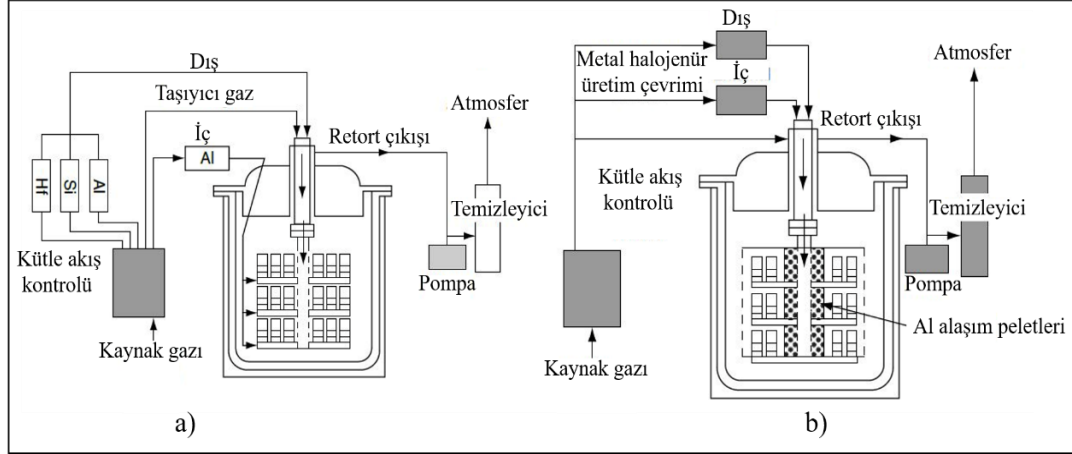
Şekil 4.5'te gösterilen difüzyon kaplama yöntemlerinden türbin kanat uygulamaları için KBB prosesi yaygın olarak kullanılmaktadır. KBB yönteminin yüksek maliyet, düşük biriktirme hızı gibi olumsuz özelliklerinin olmasına rağmen; iyi proses kontrolü, prosesin tekrarlanabilirliği, reaksiyona girecek ürünlerin reaksiyon bölmesi dışında sentezlenmesi nedeni ile birden fazla elementin yüzeyde biriktirilebilmesi, kaplamaların altlık yüzeyine yapışması ve homojenliğinin iyi olması, ısıtılma işlemi prosesi için harici bir cihaza ihtiyaç duyulmadan reaksiyon çemberinde gerçekleştirilmesi kimyasal buhar biriktirme yönteminin üstünlükleridir [43]. Ayrıca, KBB yöntemi ile türbin kanatlarındaki soğutma kanalları homojen bir şekilde kaplanabilmektedir. Tablo 4.2'de NiAl kaplama proseslerinin birbirlerine göre avantaj ve dezavantajları verilmektedir [28].

Tablo 4.2: Farklı nikel alüminit kaplama yöntemlerinin avantaj ve dezavantajları.

Proses Çeşidi	Avantajlar	Dezavantajlar
Kutu Sementasyon (parça kaplama kaynağı içerisinde)	• Göreceli olarak ucuz maliyet • Proses kolaylığı • Göreceli olarak yüksek biriktirme hızı	• Soğutma kanallarının kaplama zorluğu • Kaplama saflık ve homojenlik eldesinin zor olması • Reaktif veya alaşım elementlerin Al ile birlikte biriktirme zorluğu
Kutu Sementasyon (parça kaplama kaynağı dışında)	• Göreceli olarak ucuz maliyet • Göreceli olarak basit proses.	• Reaktif veya alaşım elementlerin Al ile birlikte biriktirme zorluğu
Kimyasal Buhar Biriktirme (KBB)	• Kompleks şekilli parçaların kaplanabilmesi. • Soğutma kanallarının homojen kaplanabilmesi. • Homojen ve yüksek yoğunlukta kaplama eldesi.	• Yüksek maliyet • Düşük basınç gereksinimi. • Proses parametrelerinin optimizasyon zorluğu • Düşük biriktirme hızı

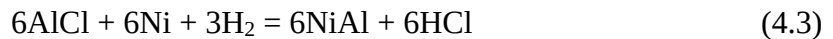
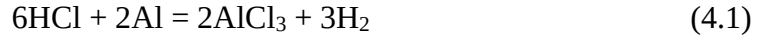
KBB prosesi NiAl kaplamanın yüksek veya düşük Al aktivitesinde gerçekleştirilme durumuna göre modifiye edilmektedir. Düşük aktivite prosesinde $AlCl_3$ gazı harici bir klorinatör içerisinde üretilmektedir. HCl gazı yaklaşık olarak $300^\circ C$ sıcaklıkta Al peletlerinin bulunduğu ortama gönderilir ve gerçekleşen reaksiyon ile $AlCl_3$ gazı meydana gelmektedir. $AlCl_3$ gazı taşıyıcı gazlar yardımı ile (Ar, H_2 vb.) reaksiyon çemberine gönderilir. Reaksiyon çemberinde $AlCl_3$ gazı türbin kanadı yüzeyinde Ni elementi ile reaksiyona girerek NiAl kaplama oluşturur. Yüksek Al aktivitesi ile yapılan proste, harici olarak Al alaşımından oluşan peletler reaksiyon

çemberinde gaz akışının olduğu bölgelere yerleştirilir. Her iki proste parçanın iç ve dış yüzeyleri farklı $AlCl_3$ üretim çevrimi ile kaplanabilmektedir [45]. Şekil 4.6’da KBB prosesleri şematik olarak gösterilmektedir [29].



Şekil 4.6: KBB prosesinin şematik gösterimi; a) Düşük Al aktiviteli proses, b) Yüksek Al aktiviteli proses.

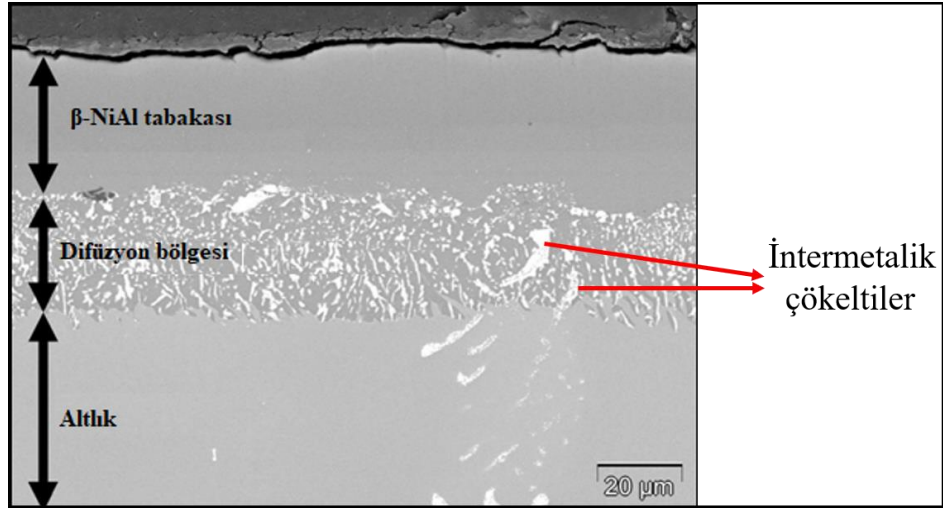
Reaksiyon çemberinde aşağıda belirtilmiş reaksiyonlar sonucunda nikel esaslı süper alaşım türbin kanadı yüzeyinde NiAl kaplama elde edilmektedir [29]:



4.2. Nikel Alüminit Kaplamanın Mikroyapısal Özelliği

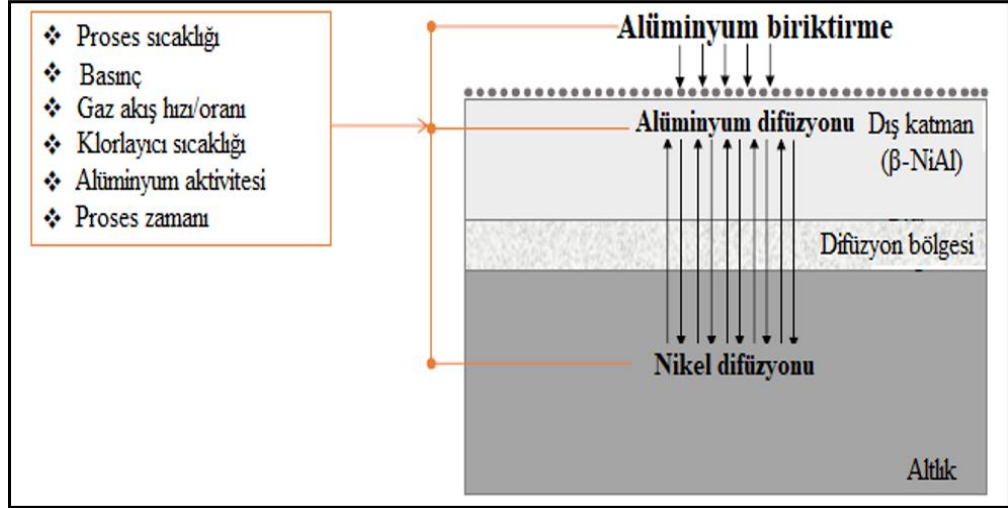
NiAl kaplama temel olarak dış tabaka ve difüzyon tabakasından meydana gelmektedir. KBB prosesinin yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi nedeni ile altlık ile kaplama arasında elementel difüzyon gerçekleşmektedir. Kaplama prosesi sırasında nikel esaslı süper alaşım altlık yapısındaki Ni elementinin kaplama yüzeyine difüzyonu nedeniyle $\gamma + \gamma'$ fazı NiAl fazına dönüşmektedir. NiAl fazında çökelti oluşumuna sebebiyet veren (Re, Cr, Co, Mo, W vb.) elementlerin çözünürlüklerinin düşük olması nedeni ile dış tabaka ile altlık arasında intermetalik çökelti içeren difüzyon tabakası meydana gelmektedir [29]. Şekil 4.7’de nikel esaslı süper alaşım

üzerine uygulanmış olan NiAl kaplamanın SEM kesit görüntüsü verilmektedir [46]. Difüzyon bölgesinde beyaz renkli intermetalik çökeltiler gözlenmektedir.



Şekil 4.7: Nikel esaslı süper alaşım üzerine uygulanmış nikel alüminit kaplamanın SEM kesit görüntüsü.

Bütün kaplama proseslerinde olduğu gibi, KBB proses parametreleri NiAl tabakanın özelliklerinde değişimler meydana getirmektedir. Değişen proses parametreleri kaplama yapısında oluşan fazların kimyasal kompozisyonu, kaplamanın kalınlığı ve oksidasyon dayanımı gibi birçok özellik üzerinde etkilidir. Şekil 4.8’de NiAl kaplamanın özellikleri üzerinde etkili olan KBB proses parametreleri şematik olarak gösterilmektedir [28].



Şekil 4.8: NiAl kaplama özelliklerini etkileyen KBB proses parametreleri.

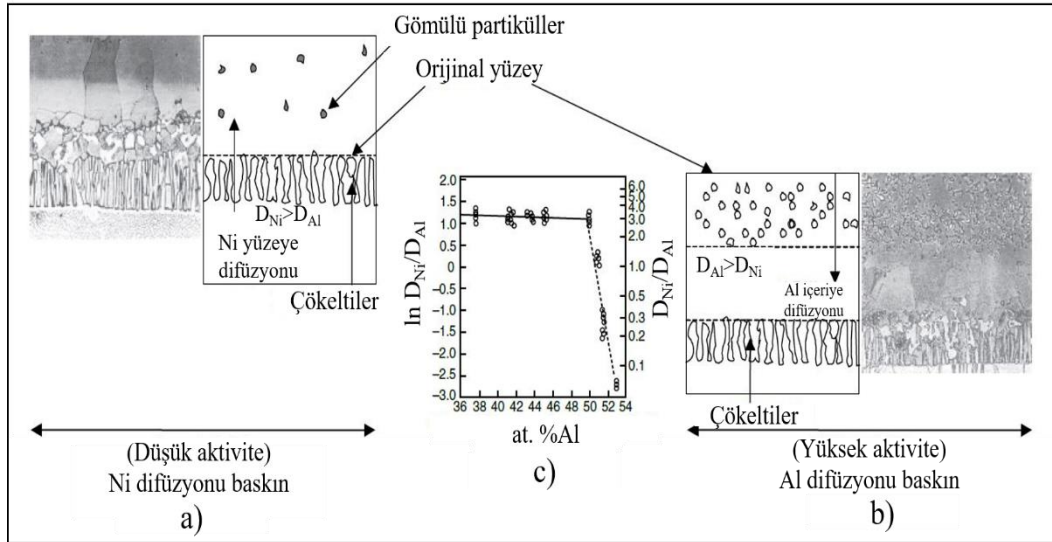
NiAl kaplamanın ana fazı KBB prosesinin sıcaklığı ve aktivitesine bağlı olarak değişim göstermektedir. Şekil 4.8’de görüldüğü üzere, proses sırasında Al elementi altlığa doğru, Ni elementi ise altlıktan kaplama yüzeyine doğru difüze olmaktadır. KBB prosesi sırasında Ni veya Al elementinin difüzyonunun baskın olma durumu prosesin sıcaklığına ve aktivitesine bağlı olarak değişim göstermektedir. NiAl kaplama üç farklı KBB prosesi ile üretilmektedir [29, 38, 43]:

- Yüksek sıcaklık-düşük aktivite KBB prosesi,
- Düşük sıcaklık-yüksek aktivite KBB prosesi,
- Yüksek sıcaklık-yüksek aktivite KBB prosesi.

Kaplama kaynağının Al içeriği atomik olarak %60’dan fazla olduğu durumda yüksek aktivite, az olduğu durumda düşük aktivite olarak adlandırılır [47]. Ayrıca, 950°C altındaki kaplama prosesi düşük sıcaklık, 1000-1100°C arasındaki sıcaklıklarda yapılan kaplama prosesi ise yüksek sıcaklık olarak adlandırılmaktadır. Al ve Ni elementlerinin difüzyonu konsantrasyon gradyanına ve NiAl intermetalik kaplama oluşum enerjisine bağlı olarak gerçekleşmektedir. Al ve Ni elementlerinin difüzyonu aşağıda verilmiş olan Arrhenius denklemi ile karakterize edilmektedir [48, 49]:

$$D = A \exp (-Q/RT) \quad (4.4)$$

Arrhenius denkleminde D difüzyon katsayısını, A frekans faktörünü ve Q aktivasyon enerjisini simgelemektedir. Arrhenius eşitliğine göre, Al ve Ni elementlerinin difüzyon katsayılarının sıcaklığa bağlı olarak değiştiği görülmektedir. Al ve Ni elementlerinde sıcaklığa bağlı olarak meydana gelen difüzyon hızlarındaki değişim, Ni-Al kaplama yapısında oluşan fazların değişimine sebebiyet vermektedir. Al elementinin difüzyon hızı 1223K sıcaklığının altındaki sıcaklık değerlerinde Ni elementinin difüzyon hızından fazladır. Fakat, 1323K sıcaklığında Al ve Ni elementlerinin difüzyon hızları neredeyse birbirine eşit durumdadır [48, 50]. Düşük sıcaklık-yüksek aktivite prosesinde ($<950^{\circ}\text{C}$), Al elementinin difüzyon hızı Ni elementinden yüksek olduğu için kaplama Al elementinin içeriye difüzyonu nedenli büyüme göstermektedir. Al elementinin difüzyonunun baskın olması nedeni ile kaplama yapısında Al elementi açısından zengin $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazı oluşmaktadır. Tam tersi, yüksek sıcaklık-düşük aktivite prosesinde Ni elementinin kaplama yüzeyine doğru difüzyonu baskın olduğu için kaplama yapısında $\beta\text{-NiAl}$ fazı oluşmaktadır. Fakat, yüksek sıcaklık-yüksek aktivite prosesinde ($>1000^{\circ}\text{C}$), Ni elementinin difüzyon hızı düşük sıcaklık-yüksek aktivite prosesine göre daha hızlıdır ve Al elementinin difüzyon hızı ile karşılaştırılabilir durumdadır. Yüksek sıcaklık-yüksek aktivite prosesinde, NiAl kaplama prosesin başlangıcında Al elementinin altlığa doğru, prosesin devamında ise Ni elementini kaplama yüzeyine doğru difüzyonu nedenli büyüme gösterir [51, 52]. Böylece, yüksek sıcaklık-yüksek aktivite prosesi ile elde edilen kaplama yapısı, proses süresine ve sıcaklığına bağlı olarak yalnızca $\beta\text{-NiAl}$ veya $\beta\text{-NiAl}$ - $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazlarını birlikte içerebilir. Şekil 4.9’da düşük ve yüksek aktiviteli proses ile oluşan kaplama yapıları şematik olarak gösterilmektedir [29].

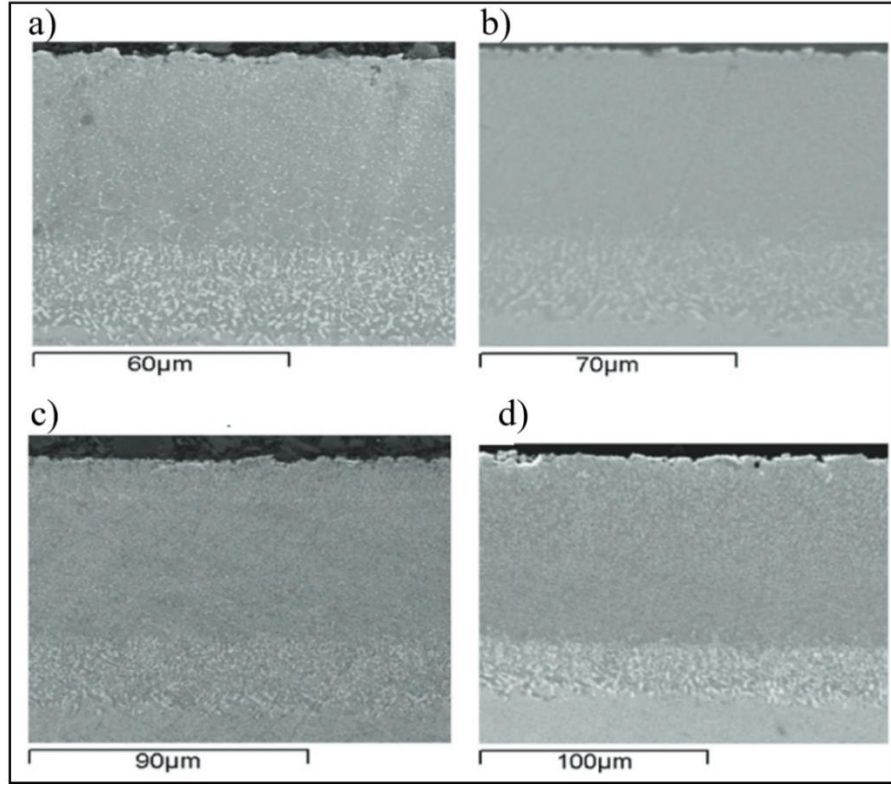


Şekil 4.9: Farklı proses aktivite koşulları altında NiAl kaplama yapıları; a) Düşük aktivite, b) Yüksek aktivite.

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile NiAl kaplanması işleminde katı halde difüzyon söz konusudur. Kaplama kalınlığındaki değişim temel olarak aşağıdaki verilen eşitliğe bağlı olarak gerçekleşmektedir:

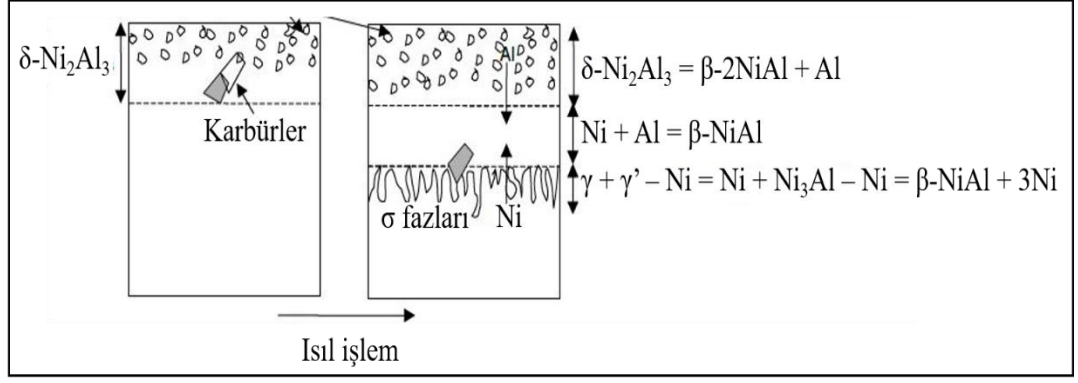
$$x^2 \approx Dt \quad (4.5)$$

Yukarıdaki verilen eşitlikte; x kaplama kalınlığını, D difüze olan elementin difüzyon katsayısını, t ise kaplama prosesinin zamanını simgelemektedir. Eşitlik 4.1'e göre, KBB proses zamanının artması ile elde edilen NiAl kaplamanın kalınlığı artmaktadır. Proses zamanı ile kaplama kalınlığının karesi arasında lineer bir ilişki söz konusudur. Şekil 4.10'da Bradshaw ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada CMSX-4 tek kristal alaşım yüzeyine 1050°C sıcaklıkta ve farklı sürelerde uygulanmış KBB yöntemi ile elde edilmiş NiAl kaplamaların SEM görüntüleri verilmektedir [53]. Mikroyapılar incelendiğinde, proses süresinin artması ile elde edilen kaplamaların kalınlığının arttığı gözlenmektedir.



Şekil 4.10: CMSX-4 alaşımına 1050°C’de farklı sürelerde uygulanmış KBB işlemi ile elde edilen kaplamaların SEM görüntüleri; a) 1 saat, b) 2 saat, c) 4 saat, d) 8 saat.

Yüksek aktiviteli proses sonucunda elde edilen $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazı gevrek özellik göstermesi ve göreceli olarak düşük ergime sıcaklığına (1133°C) sahip olması nedeni ile türbin kanatlarının endüstriyel uygulamalarında tercih edilmemektedir. $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazı 1100°C sıcaklığa yakın sıcaklıklarda birkaç saat ısıtma işlemi ile istenilen $\beta\text{-NiAl}$ fazına dönüştürülür. Isıtma işlemi sırasında konsantrasyon gradyanlarına bağlı olarak Al elementinin altlığa doğru, Ni elementinin kaplama yüzeyine doğru difüzyonu nedenli kaplama yapısında faz dönüşümü meydana gelmektedir. Ni elementinin kaplama yüzeyine difüzyonu nedenli altlık yapısındaki $\gamma + \gamma'$ fazı NiAl fazına dönüşüm göstermektedir. Bu durum kaplamanın difüzyon bölge kalınlığında artış meydana getirmektedir [47, 53]. Isıtma işleminin kaplama yapısına etkisi Şekil 4.11’de şematik olarak gösterilmektedir [29].



Şekil 4.11: Isıl işlem prosesinin kaplama yapısına etkisinin şematik olarak gösterimi.

4.3. NiAl Kaplamanın Alaşım veya Reaktif Elementler ile Katkılanması

NiAl kaplama yapısına reaktif veya alaşım elementinin eklenmesi ile oksit tabakanın kaplama yüzeyine yapışma mukavemeti arttırarak ve oksit tabakanın büyüme hızı azaltarak nikel alüminit kaplamanın korozyon ve oksidasyon dayanımını iyileştirmektedir [4, 29].

NiAl kaplama bünyesine Hf, Zr, Y, Si vb. reaktif elementler küçük oranlarda eklenmektedir. Bu elementler kaplama yapısına iki farklı yöntem ile eklenmektedir. Birinci yöntem, reaktif elementlerin altlık yapısına eklenmesi ve yüksek sıcaklıklarda altlık yapısında bulunan reaktif elementlerin kaplama-oksit ara yüzeyine difüze olmasıdır. İkinci yöntem ise, kaplama oluşumu sırasında kaplama yapısına eklenmeleridir. İkinci yöntem β -NiAl fazının alaşım elementi çözünürlüğünün düşük olması nedeni ile birinci yönteme göre daha zordur. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile reaktif elementler kaplama yapısına eklenebilmektedir. Bu işlem için sisteme harici bir reaktör bağlanır ve reaktöre HCl gazı verilerek HfCl_4 , ZrCl_4 gibi gazlar üretilir. Bu şekilde Hf, Zr gibi elementler Al elementi ile aynı anda altlık yüzeyinde biriktirilir. Hf elementi oksit tabakanın büyüme hızını azaltan en etkin element olması nedeni ile sıklıkla kullanılmaktadır [4, 29, 43, 54]. Reaktif elementler oksit/kaplama ara yüzeyinde boşluk oluşumunu engelleme, oksit/kaplama ara yüzeyine sülfür elementinin segregasyonunu engelleme, oksijenin içeriye doğru ve alüminyum elementinin kaplama yüzeyine doğru difüzyonunu kısıtlayıcı etki göstererek alümina tabakasının büyüme hızını azaltır. Böylece, kaplamanın oksidasyon ve korozyon özelliklerini geliştirirler [4, 28, 29].

NiAl kaplama yapısına reaktif elementler haricinde Ru, Cr, Pt, Pd gibi alařım elementleri eklenmektedir. Bu elementler reaktif elementler ile benzer etkiler göstermektedir. Endüstriyel anlamda en çok platin elementi tercih edilmektedir. Yapılan alıřmalar dođrultusunda, platin elementinin nikel alüminit kaplama yapısına eklenmesi oksit tabakası ile kaplamanın yapışma mukavemetini arttırdığı saptanmıştır. Fakat, platin elementinin kaplamanın oksidasyon ve korozyon dayanımını iyileřtirme mekanizması net olarak saptanamamıştır. Bu konu üzerinde yapılan alıřmalar dođrultusunda Pt elementinin kaplamanın oksidasyon ve korozyon dayanımı iyileřtirmesi üzerine ortaya atılan farklı yaklaşımlar ařađıda verilmektedir [29, 55-57]:

- Altlık metalinde bulunan Cr, Mo, V, W gibi topolojik sıkı paket fazları oluřturan elementlerin kaplamanın dıř yüzeyine difüze olmasını engellemektedir. Topolojik sıkı paket fazların dıř tabakada oluřumunu engelleyerek kaplamanın kararlılıđını geliřtirmektedir.
- Kaplama bünyesinde Al elementinin difüzyonu için gerekli aktivasyon enerjisini azaltarak yapıdaki Al difüzyonunu arttırmaktadır. Bu durum oksidasyonun bařlangı safhasında hızlı bir řekilde yüzeyde α -Al₂O₃ oluřumuna neden olmaktadır.
- Pt elementi kaplama yüzeyinde oksidasyonun bařlangı safhasında α -Al₂O₃ oluřumuna neden olduđu için oksit filmin büyüme gerilmesini azaltıcı etki göstermektedir.
- Pt elementi kaplama yapısında Al elementini bađlayarak Pt-Al ierikli fazlar oluřturmaktadır. Bu durum alüminyum aktivitesini azaltarak altlık metalinden nikelin kaplama bünyesinde difüzyonu için gerekli itici gücü azaltmaktadır.
- Pt elementi β -NiAl yapısını stabilize ederek oksidasyon sırasında β fazının γ' fazına dönüşümünü engellemektedir.
- Oksit-kaplama ara yüzeyine sülfür (S) elementinin segregasyonunu engelleyerek oksit tabakanın yapışma mukavemetini arttırmaktadır.
- Oksit tabaka ile kaplama arasındaki porozite oluřumunun engellenmesi ile oksit tabakasının kaplama tabakasına bađlanma mukavemetini iyileřtirmektedir.

Platin ile modifiye edilmiş kaplamalar oksidasyon dayanımı aısından üstün özellikler göstermesine rađmen, platin elementinin yüksek maliyeti ve kaplama

bünyesinde $PtAl_2$ gevrek fazın oluşması platin modifiyeli NiAl kaplamasının dezavantajlarıdır. Kaplama yapısında oluşan $PtAl_2$ gevrek fazı, termal çevrim nedeni ile kaplama plastik deformasyona uğrama hassasiyetini arttırmaktadır. Platin modifiyeli kaplamaların sınırlayıcı etmenleri nedeni ile güncel olarak bu kaplamaların yerini alma potansiyeli olan iridyum, paladyum ve rodyum gibi farklı elementler ile modifiye edilmiş kaplamalar üzerine çalışmalar sürdürülmektedir [58-60].

Yüksek sıcaklık altında kaplama yüzeyinde $\alpha-Al_2O_3$ oluşumu nedenli meydana gelen düzlemsel gerilmelerin oluşması, kaplama yapısında faz dönüşümlerinin gerçekleşmesi ve kaplama ile altlık arasında asimetric difüzyonel proseslerin nedeni ile bağlanma tabakası plastik deformasyona uğramaktadır. Bağlanma tabakasının plastik deformasyona uğraması termal bariyer kaplamaların hasarına neden olmaktadır. Bağlanma tabakasının plastik deformasyona uğrama durumu tabakanın mekanik ve yüksek sıcaklık özelliklerine bağlıdır. NiAl tabakaya Ru ilavesi ile oluşan RuAl tabakasının sürünme dayanımı NiAl tabakasından daha iyi nedeni ile kaplamanın plastik deformasyona uğramasını engellemektedir [61].

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Kullanılan Alaşım

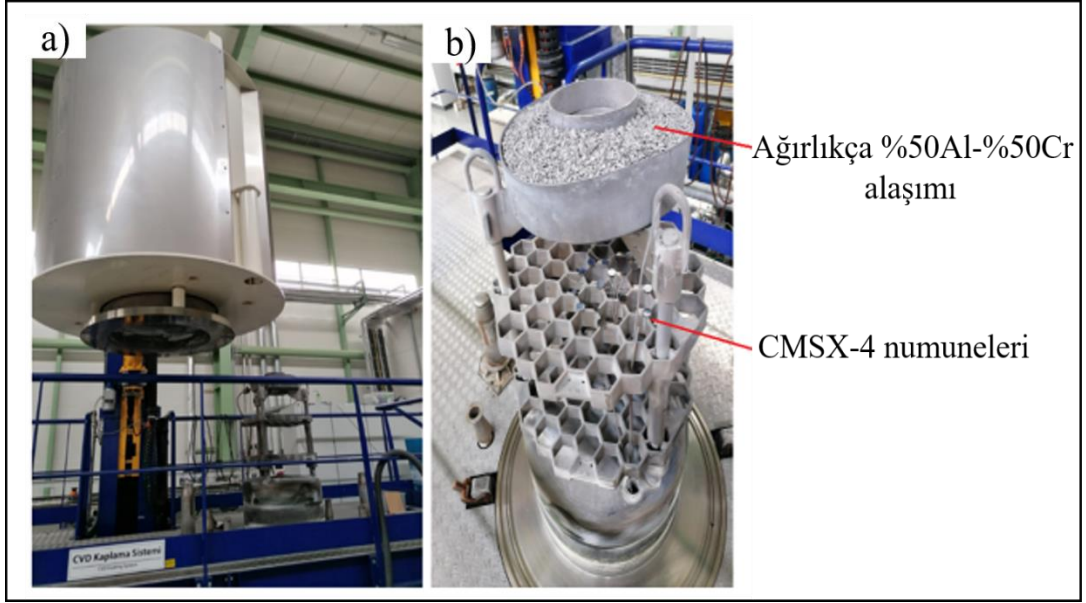
Tez kapsamında, altlık malzemesi olarak 2. nesil tek kristal Cannon-Muskegon şirketi tarafından üretilen CMSX-4 alaşımı kullanılmıştır. 1. nesil tek kristalli alaşımların (CMSX-2, CMSX-3 vb.) Co oranının arttırılması, Cr oranının azaltılması ve yapısına %3 oranında Re elementi ilavesi ile 2. nesil tek kristalli alaşım olan CMSX-4 geliştirilmiştir. Renyum elementi ilavesi ile malzemenin yüksek sıcaklık kullanım sıcaklığı 1. nesil tek kristal alaşımlara göre geliştirilmiştir [6, 26, 62]. Tablo 5.1’de CMSX-4 alaşımının nominal kompozisyon değeri verilmektedir.

Tablo 5.1: CMSX-4 alaşımının nominal kompozisyonu.

Element	% ağırlık	% atomik
Cr	6.5	7.5
Co	9	10
W	6	2.1
Re	3	1
Mo	0.6	0.3
Al	5.6	12.6
Ti	1.0	1.3
Ta	6.5	2.2
Hf	0.1	0.03
Ni	61,7	63

5.2. Kaplama Prosesleri

CMSX-4 altlık üzerine KBB (kimyasal buhar biriktirme) yöntemi ile NiAl tabaka kaplanmıştır. Şekil 5.1a’da kimyasal buhar biriktirme cihazı ve şekil 5.1b’de ise kaplama uygulanacak yüzeyi hazır hale getirilmiş numuneler gösterilmektedir.



Şekil 5.1: a) TÜBİTAK-MAM-Malzeme Enstitüsü yüksek sıcaklık araştırma-geliştirme mükemmeliyet merkezinde bulunan KBB kaplama cihazı, b) Kaplamanın gerçekleştiği bölge.

Şekil 5.1b’de görüldüğü üzere, yüzeyi hazırlanmış disk şeklinde CMSX-4 numuneleri bir platform üzerine yerleştirilmektedir. Kaplama prosesi başlamadan önce, cihaz vakuma alınıp içerisindeki oksijen kaplamanın olduğu hazneye verilen argon gazı ile süpürülmektedir. Oksijen oranı ppm altı seviyelere indirilmektedir. Böylece, KBB prosesi sırasında kaplamanın oksitlenmesi engellenmektedir. Süpürme işleminden sonra, argon gazı ile ortam atmosfer basıncına getirilir ve hazne işlem sıcaklığına ısıtılmaktadır. Hazne işlem sıcaklığına getirildiğinde kaplamanın olduğu bölgeye HCl gazı gönderilmektedir. Kaplama sırasında hazneye verilen HCl gazı ile alüminyum kaynağı (ağırlıkça %50Al-%50Cr granülleri) reaksiyona girer ve fırın ortamında $AlCl_3$ oluşmaktadır. Oluşan alüminyum klorür gazı altlık yüzeyine yönlendirilir ve nikel esaslı süper alaşım altlık yapısındaki Ni elementi ile reaksiyona girerek altlık üzerine NiAl tabakası oluşturulmaktadır. Kaplama işlemi sonunda numuneler KBB reaktörü içerisinde soğutulmuştur. KBB proses süresinin NiAl kaplama yapısına etkisinin incelenmesi amacı ile CMSX-4 numunelerine 1070°C sıcaklıkta 4 ve 6 saat süreler ile kaplama prosesi uygulanmıştır. Kaplama prosesleri yüksek sıcaklık-yüksek aktivite koşulları altında gerçekleştirilmiştir.

5.3. Isıl İşlem Prosesleri

NiAl kaplanmış numunelere 1050°C ve 1100°C sıcaklıklarda 2 saat süre ile ısıtım işlemi prosesleri uygulanmıştır. Isıtım işlemi prosesleri KBB reaktöründe argon atmosferi ve atmosfer basıncı koşulları altında uygulanmıştır. Isıtım işlemi prosesleri sonucunda numuneler KBB reaktörü içerisinde soğutulmuştur. Farklı sıcaklıklarda uygulanan ısıtım işlemi prosesinin kaplama kalınlığına, kaplama yapısında oluşan fazlar üzerine etkisi incelenmiştir. Tablo 5.2’de numunelere uygulanan kaplama ve ısıtım işlemi parametreleri verilmektedir.

Tablo 5.2: Numunelere uygulanan kaplama ve ısıtım işlemi parametreleri.

Numuneler	Kaplama ve ısıtım işlemi parametreleri
1	1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB
2	1070°C sıcaklıkta 6 saat KBB
3	1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi
4	1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi

5.4. Metalografik Çalışmalar

NiAl kaplama prosesi öncesinde 6 mm kalınlığa, 25 mm çapa sahip disk şeklinde CMSX-4 altlık malzemelerine yüzey hazırlama işlemleri yapılmıştır. Disk şeklindeki numuneler sırasıyla 120-180-240-320-400-600-800-1200 mesh SiC zımpara ile zımparalanmıştır. Zımparalama işleminde sonra, numuneler aseton ile dolu cam kaba alınarak 8 dakika (480 saniye) ultrasonik temizleme işlemi uygulanmıştır. Ultrasonik olarak temizlenen numuneler aseton dolu cam kaptan alınarak basınçlı hava uygulanarak kurutulmuştur. Kurutulan numunelere kaplama prosesleri uygulanmıştır.

Kaplama işleminden ardından numuneler karakterizasyon işlemleri için hazırlanmıştır. Numuneler kesitinden mikroyapı incelemesi için ATM Brilliant 220 kesme cihazı ile kesilmiştir. Kesilen numuneler ATM Opal 460 cihazı kullanılarak sıcak bakalite alınmıştır. Bakalite alınan numuneler sırasıyla 120-180-240-320-400-600-800-1200-2500 mesh SiC zımpara ile zımparalanmıştır. Zımparalama işlemi ardından, numuneler 5N yük altında 180 saniye (3 dakika) süresince ATM

Diamantschmiermittel otomatik parlatma cihazı ile parlatılmıştır. Parlatma işleminde Buehler Masterpolish 0,05 μ kolloidal silika kullanılmıştır.

5.5. Karakterizasyon İşlemleri

Numune hazırlama işlemleri sonrasında optik mikroskop (Olympus-BX53M) ile kaplama kalınlık ölçümleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM, Philips XL30S FEG) ile kaplamaların kesit görüntüleri ve EDS (Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi) analizleri alınmıştır.

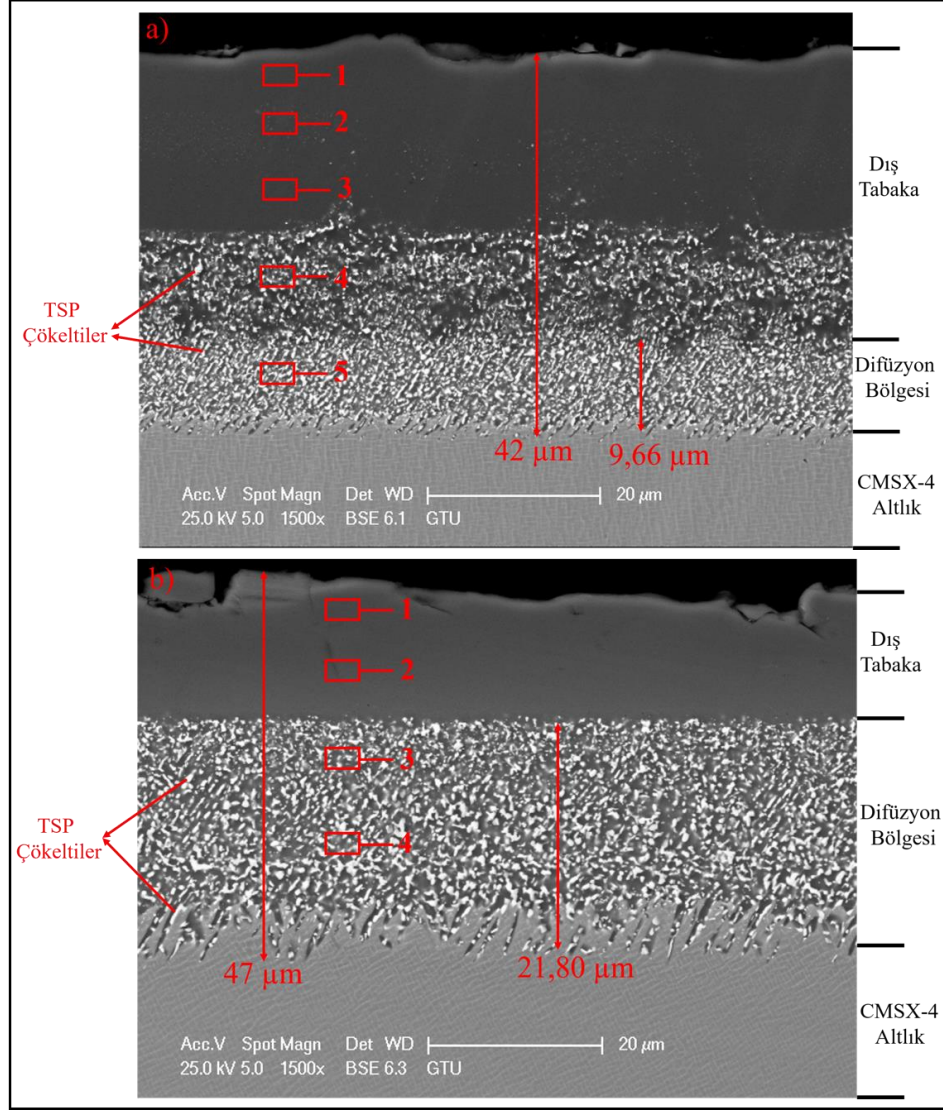
Kaplama yapısındaki fazların tayini için XRD (Rigaku, Smartlab) analizi yapılmıştır. XRD analizi 20°-100° arası 3°/dk hızla taranarak gerçekleştirilmiştir. NiAl kaplamanın difüzyon bölgesindeki topolojik sıkı paket fazların varlığının saptanması amacı ile 6 saatlik KBB prosesi ile NiAl kaplanmış numunenin difüzyon bölgesine XRD analizi (Rigaku, Smartlab) uygulanmıştır. Difüzyon bölge XRD analizi öncesi NiAl kaplamanın dış tabakası 1200 mesh SiC zımpara ile zımparalanmıştır. Zımparalama ardından kolloidal silika ile parlatma yapılmıştır. Difüzyon bölgesindeki topolojik sıkı paket fazlara ait piklerin daha belirgin elde edilmesi amacı ile XRD analizi 1°/dk hız ile taranarak yapılmıştır. XRD analizleri 200 mA tüp akımı, 45 kV tüp voltajı koşulları altında gerçekleştirilmiştir.

Uygulanan farklı kaplama ve ısıtma işlem parametrelerinin kaplamanın sertliğine etkisinin incelenmesi amacı ile Vickers sertlik ölçümleri yapılmıştır. Sertlik ölçümleri 10 gram yük kullanılarak parlatılmış olan kesitten alınmıştır ve kaplama yüzeyinden altlığa doğru gerçekleştirilmiştir.

6. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

6.1. Kimyasal Buhar Biriktirme Proses Süresinin Nikel Alüminit Kaplama Üzerine Etkisi

Şekil 6.1’de CMSX-4 altlık üzerine 1070°C sıcaklıkta 4 ve 6 saat kaplama işlemi sonrasında elde edilen NiAl kaplamaların SEM kesit görüntüleri verilmiştir. NiAl kaplamalar dış tabaka ve difüzyon bölgesi olmak üzere iki farklı tabakadan meydana gelmektedir. Kaplama prosesi sırasında Ni elementinin konsantrasyon gradyanına bağlı olarak altlıktan kaplama yüzeyine doğru difüzyonu nedenli CMSX-4 altlık yapısında $\gamma + \gamma'$ fazı NiAl fazına dönüşmektedir. Normal koşullarda $\gamma + \gamma'$ altlık yapısında çözelti içerisinde bulunan çökelti oluşturan elementlerin (Cr, Co, Ta, Re, Mo) NiAl fazındaki çözünürlüklerinin $\gamma + \gamma'$ fazına göre düşüktür. Bu durumda, çökelti oluşturan elementler NiAl matris içerisinde refrakter elementlerce zengin TSP fazlarını meydana getirirler. TSP fazlarının yoğun olduğu bölge kaplamanın difüzyon bölgesini oluşturmaktadır (TSP fazları SEM mikroyapılarında gösterilmektedir.) [51, 53].

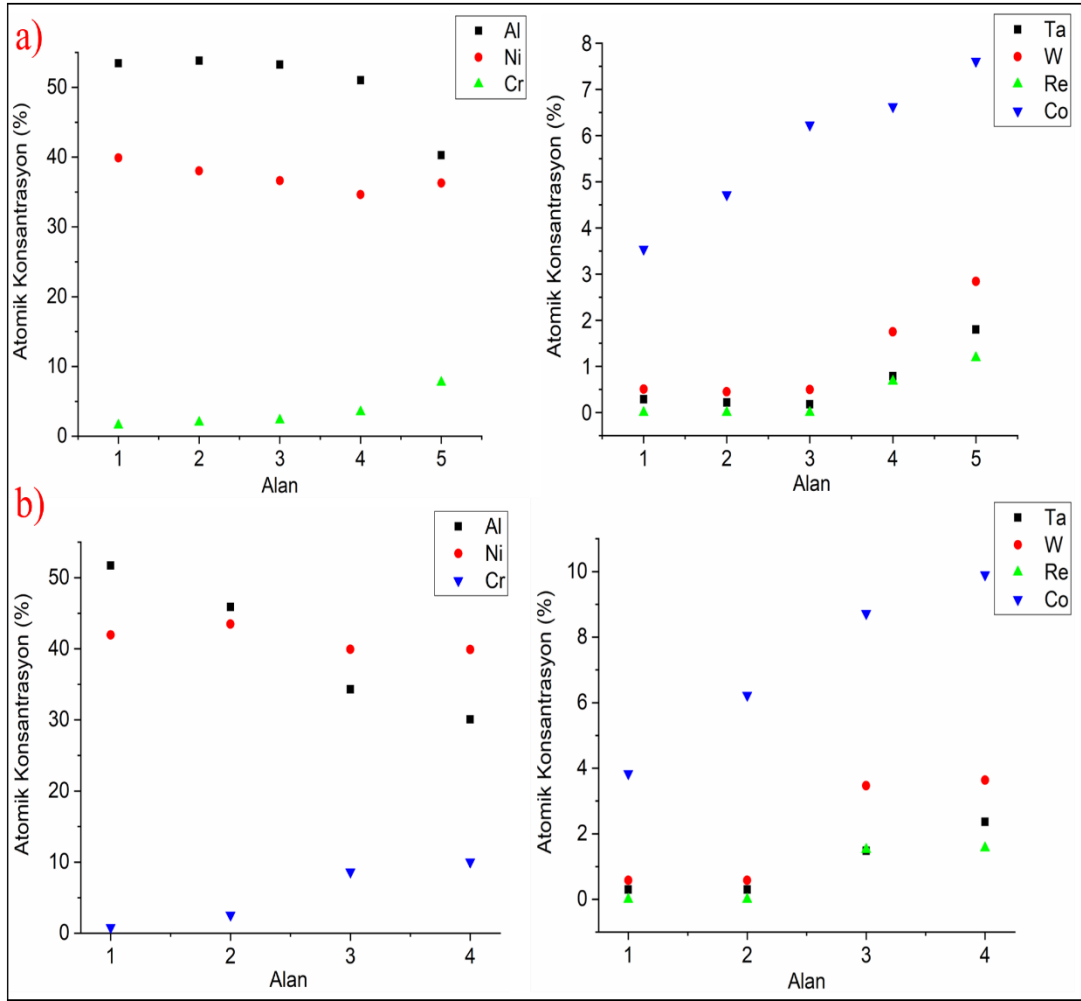


Şekil 6.1: Farklı sürelerde elde edilen NiAl kapmaların SEM görüntüleri (1500x); a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat kaplama, b) 1070°C sıcaklıkta 6 saat kaplama.

Şekil 6.2’de 4 ve 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamaların kesit görüntülerinde belirtilmiş olan alanlardan alınmış olan EDS analiz sonuçları verilmektedir. KBB kaplama prosesi katı fazda difüzyon prensibine bağlı olması nedeni ile kaplama yüzeyinden altlığa doğru gidildikçe Al oranı azalmaktadır. Ayrıca, kaplamanın difüzyon bölgesindeki çökelti oluşturan elementlerin içeriğinin yüksek olması bu bölgelerde TSP çökeltilerin varlığını ispatlamaktadır. Şekil 6.2’de verilen EDS analizindeki Al ve Ni elementlerinin atomik konsantrasyonlarına ve Şekil 6.3’te verilen XRD analizlerine göre, 4 saat KBB prosesi ile elde edilen kaplamanın dış tabakası δ -Ni₂Al₃ fazından oluşmaktadır. Tam tersi, 6 saat KBB prosesi ile elde edilen kaplamanın dış tabakası Al elementi açısından bir miktar zengin β -NiAl fazından

oluşmaktadır. Şekil 6.2'deki 4 ve 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamalardan alınmış olan EDS analizleri karşılaştırıldığında, proses süresinin 6 saate çıkarılması ile kaplama yapısındaki Ni elementinin altlıktan kaplama yüzeyine difüzyonu ve Al elementinin kaplama yüzeyinden altlığa difüzyonu nedenli 6 saatlik proses ile elde edilen kaplama yapısındaki Ni elementinin miktarı artarken, Al elementi miktarı azalmıştır. Böylece, 6 saatlik yüksek sıcaklık-yüksek aktivite prosesi ile doğrudan kaplama yapısında istenilen faz olan β -NiAl fazı elde edilmiştir.

4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın dış tabakası δ -Ni₂Al₃ fazından oluşması proses sırasında Al elementinin altlığa doğru difüzyonunu baskın olduğunu göstermektedir [52]. Fakat, 6 saatlik KBB prosesi ile elde edilen kaplamanın difüzyon bölge kalınlığının 4 saatlik proses ile elde edilen kaplamaya göre yaklaşık 12 μ m fazla olması ve kaplamanın dış tabaka yapısının β -NiAl fazından oluşması 4 ile 6 saat proses süresi arasında Ni elementinin altlıktan kaplama yüzeyine doğru difüzyonunun baskın olduğunu göstermektedir. Das ve arkadaşları tarafında yapılan çalışmada [51] rapor edildiği gibi, proses süresinin artması ile Al kaynağındaki Al elementinin miktarı azalmaktadır. Al elementinin Al kaynağındaki azalmasına bağlı olarak, 4 saatlik procesten sonra kaplamanın büyüme mekanizması muhtemelen düşük aktiviteli proseslerdeki benzer şekilde gerçekleşmiştir. Yani, kaplama Ni elementinin kaplama yüzeyine difüzyonu ile büyüme göstermektedir. Proses süresinin artması ile dış tabaka kalınlığını azalması kaplama yüzeyinde yeni NiAl tabakalarının oluşmadığını göstermektedir (Şekil 6.1). Bu durum, 4 saatlik kaplama yapısındaki TSP çökeltilerinin Ni elementinin kaplama yüzeyine doğru difüzyonunu zorlaştırması ve göreceli olarak Ni elementinin δ -Ni₂Al₃ fazında yavaş difüze olması ile açıklanabilmektedir. Böylece, proses süresinin artması dış tabaka kalınlığının azalmasına sebebiyet vermiştir. EDS, XRD, SEM analizler sonuçlarına göre, 4 saatlik proses sırasında Al elementinin altlığa doğru difüzyonunu baskın olduğu, 4 saat proses süresinde sonra ise Ni elementinin kaplama yüzeyine doğru difüzyonunun baskın olduğu sonucuna varılmıştır. Şekil 6.4'te kaplamanın oluşum mekanizması şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.2: Şekil 6.1’deki SEM kesit görüntülerindeki belirtilen alanlardan alınmış olan EDS analiz sonuçları; a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB, b) 1070°C sıcaklıkta 6 saat KBB.

Şekil 6.2’deki 4 ve 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamaların difüzyon bölge EDS analiz sonuçları difüzyon bölge matrislerinin β -NiAl fazından oluştuğunu göstermektedir. Fakat, 4 saatlik proses ile elde edilen kaplamanın difüzyon bölgesi Al elementi açısından bir miktar zengin olan β -NiAl fazından oluşurken, 6 saatlik proses sonucunda elde edilen kaplamanın difüzyon bölgesi ise Ni elementi açısından bir miktar zengin olan β -NiAl fazından meydana gelmektedir. Proses süresinin 4 saatten 6 saate çıkarılması ile kaplamanın difüzyon bölgesindeki Ni elementinin konsantrasyonu artarken, Al elementinin konsantrasyonu azalmıştır. Bu sonuç, 6 saatlik proses sırasında Ni elementinin altlıktan kaplama yapısına, Al elementinin ise kaplama yapısından altlığa doğru daha fazla miktarda difüze olduklarını doğrulamaktadır.

Rae ve arkadaşları-Dubiel ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalarda, CMSX-4 alaşımı yüzeyinde elde edilmiş nikel alüminit kaplamanın difüzyon bölgesinin NiAl matris fazı ve μ , σ , P, R gibi topolojik sıkı paket fazlardan meydana geldiğini belirtmişlerdir [63-64]. Şekil 6.5'te 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın difüzyon bölgesinden alınmış XRD analiz sonucu verilmektedir. XRD analiz sonucu kaplamanın difüzyon bölgesinin β -NiAl matris fazı ve TSP çökeltilerinden oluştuğunu göstermektedir.

4 ve 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın difüzyon bölgelerinden alınmış olan EDS analiz sonuçları Tablo 6.1'de verilmektedir. Tablo 6.1'deki EDS analiz sonucuna göre, 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın difüzyon bölgesi çökelti oluşturan elementler açısından daha zengin duruma geldiği görülmektedir. Bu değişim kaplama proses süresinin artması ile altlık yapısındaki çökelti oluşturan elementlerin kaplamaya doğru daha fazla miktarda difüze olmaları ile açıklanabilmektedir. Difüzyon bölgesinde Cr ve Co elementlerinin konsantrasyon değişimleri Re, W, Ta elementlerine göre daha belirgindir. Ta, W, Re elementlerinin atomik ağırlıklarının Cr ve Co elementlerinden fazla olması nedeni ile göreceli olarak bu elementlerin difüzyonları Cr ve Co elementlerine göre daha kısıtlıdır. Ayrıca, difüzyon bölge EDS analizleri bu bölgelerde meydana gelen TSP çökeltilerinin başlıca Cr ve Co açısından zengin olduğunu göstermektedir. Ayrıca, Şekil 6.1a'da 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın dış tabakasında çökeltilerin olduğu gözlenmektedir. Çökeltilerin boyutlarının küçük olması nedeni ile nokta EDS analizi ile kimyasal kompozisyonları tam olarak belirlenemediği için alan EDS analizi alınmıştır. 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilen NiAl kaplamanın dış tabaka yapısındaki çökelti içeren bölgeden alınmış EDS analizi Tablo 6.2'de verilmektedir. Alan EDS analiz sonucu çökelti bulunan bölgenin matrisinin δ -Ni₂Al₃ fazı olduğunu göstermektedir. Ni elementi Cr ve Co elementleri ile benzer atomik ağırlığa sahiptir [51]. Böylece, Ni elementi kaplama prosesi sırasında Cr ve Co elementleri ile birlikte kaplama yüzeyine doğru difüze olur. W, Ta, Re gibi diğer alaşım elementlerinin atomik ağırlıkları Cr, Co ve Ni elementine göre fazladır. Bu neden ile, 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın dış tabaka yapısında gözlenen çökeltiler Ta, W, Re elementleri yerine Cr ve Co elementleri açısından zengindir. Kaplama prosesi sırasında Cr ve Co elementlerinin Ni elementi ile birlikte kaplama yüzeyine doğru difüze olarak yeni TSP çökeltilerini oluşturmaları, 6 saatlik KBB prosesi ile elde edilen kaplamanın dış tabaka kalınlığının azalmasına katkı sağlamaktadır. Şekil 6.2'de EDS

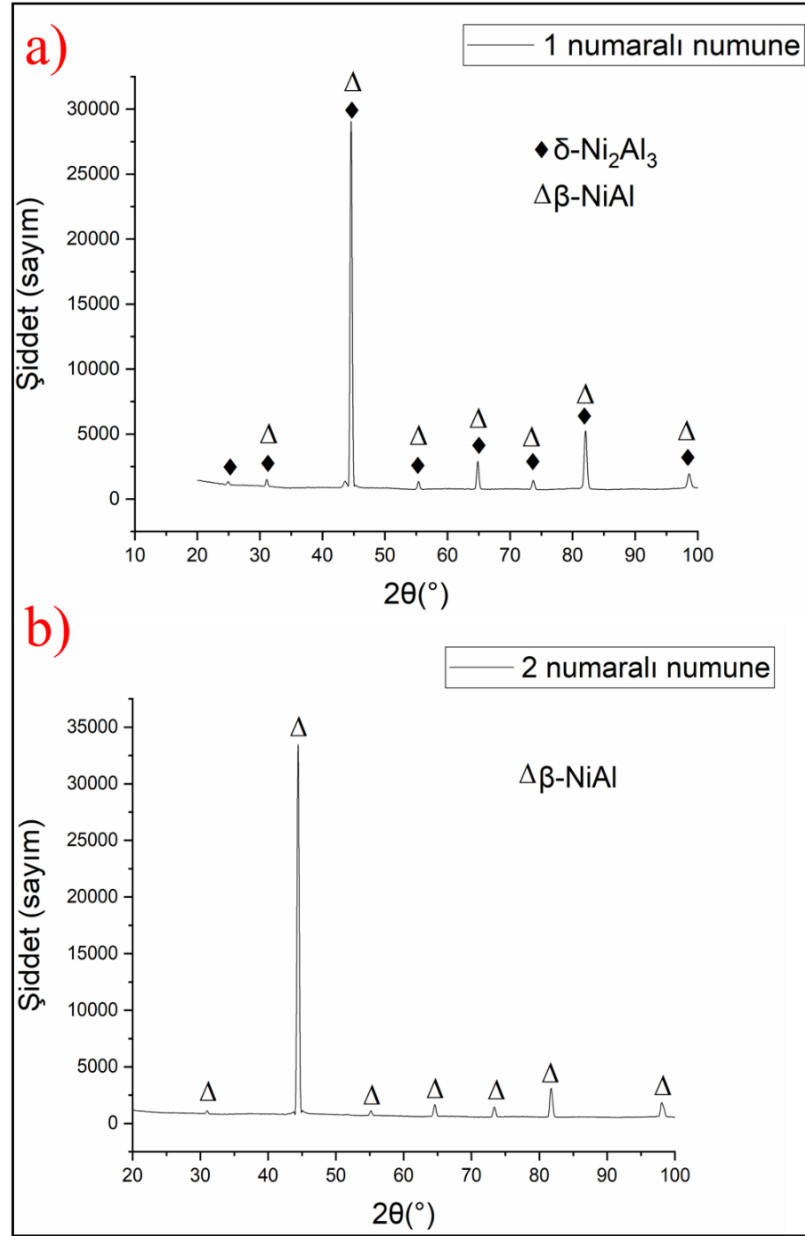
analiz sonuçlarına göre, 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın dış tabakasındaki Cr ve Co elementlerinin içeriği (Şekil 6.2’b deki Alan 2’nin Cr ve Co içeriği sırasıyla %2,57, %6,23) 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamadan (Şekil 6.2’a daki Alan 2’deki Cr ve Co içeriği sırasıyla %2, %4,72, Alan 3’deki Cr ve Co içeriği sırasıyla %2,31, %6,23) fazla olmasına rağmen, 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın dış tabakasında çökelti oluşumu gözlenmemektedir (Şekil 6.1b). Bu farklılık, 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın dış tabaka fazı olan β -NiAl fazının alaşım elementi çözebilme kabiliyetinin, 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın dış tabaka fazı olan δ -Ni₂Al₃ fazından daha iyi olması ile açıklanabilmektedir [65].

Tablo 6.1: 4 ve 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamaların difüzyon bölge EDS analiz sonuçları.

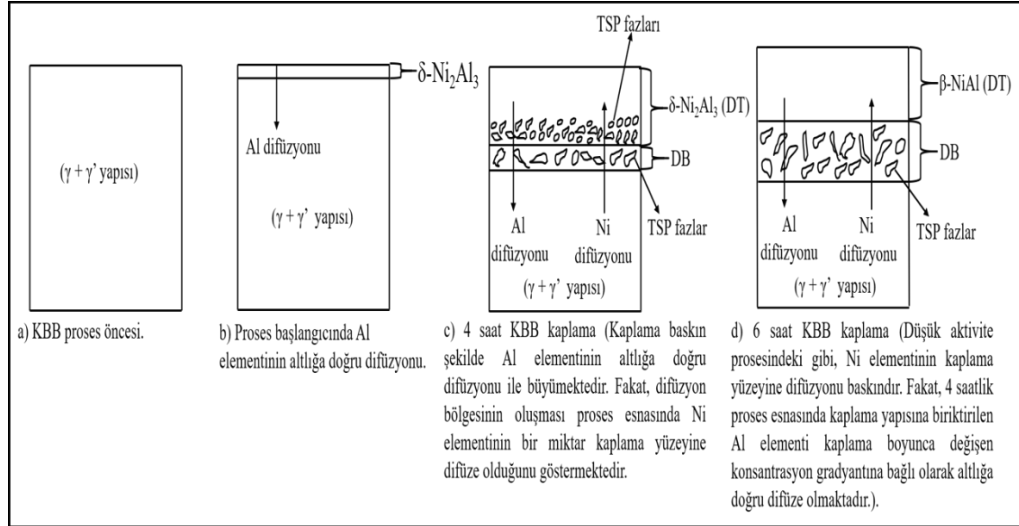
Şekil 6.1a’da belirtilmiş 5 numaralı alanın EDS analiz sonucu (1070°C’de 4 saat KBB)							
Alan	Elementel Konsantrasyon (% atomik)						
	Al	Ni	Cr	Ta	W	Re	Co
5	40,28	36,29	7,73	1,8	2,84	1,19	7,61
Şekil 6.1b’de belirtmiş 4 numaralı alanın EDS analiz sonucu (1070°C’de 6 saat KBB).							
Alan	Elementel Konsantrasyon (% atomik)						
	Al	Ni	Cr	Ta	W	Re	Co
4	30,07	39,9	10,02	2,36	3,64	1,57	9,9

Tablo 6.2: Şekil 6.1a’da SEM görüntüsü verilmiş kaplamanın dış tabaka yapısındaki çökelti bölgesinden alınmış olan EDS analiz sonucu.

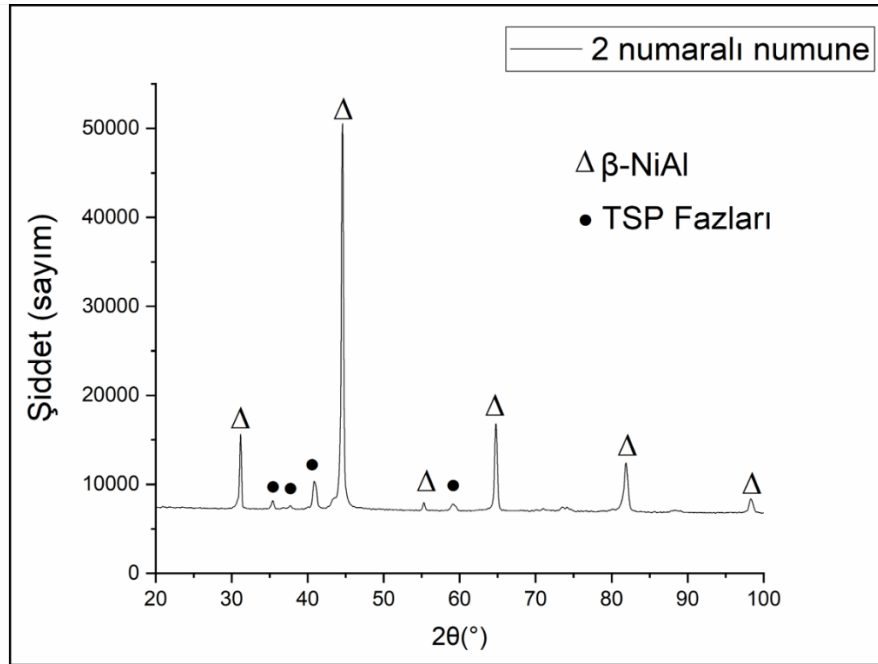
Şekil 6.1a’da belirtilmiş 4 numaralı alanın EDS analiz sonucu (1070°C’de 4 saat KBB)							
Alan	Elementel Konsantrasyon (% atomik)						
	Al	Ni	Cr	Ta	W	Re	Co
4	51,02	34,63	3,48	0,79	1,75	0,68	6,63



Şekil 6.3: 1070°C sıcaklıkta 4 ve 6 saat kaplama prosesleri sonucunda elde edilen NiAl kaplamaların XRD analiz sonuçları; a) 1 numaralı numunelerin XRD analizi, b) 2 numaralı numunenin (1 numaralı numune: 1070°C sıcaklıkta 4 saat kaplama, 2 numaralı numune: 1070°C sıcaklıkta 6 saat kaplama).



Şekil 6.4: NiAl kaplamaların oluşum mekanizmalarının şematik gösterimi (DT: Dış tabaka, DB: Difüzyon bölgesi, TSP: Topolojik sıkı paket).



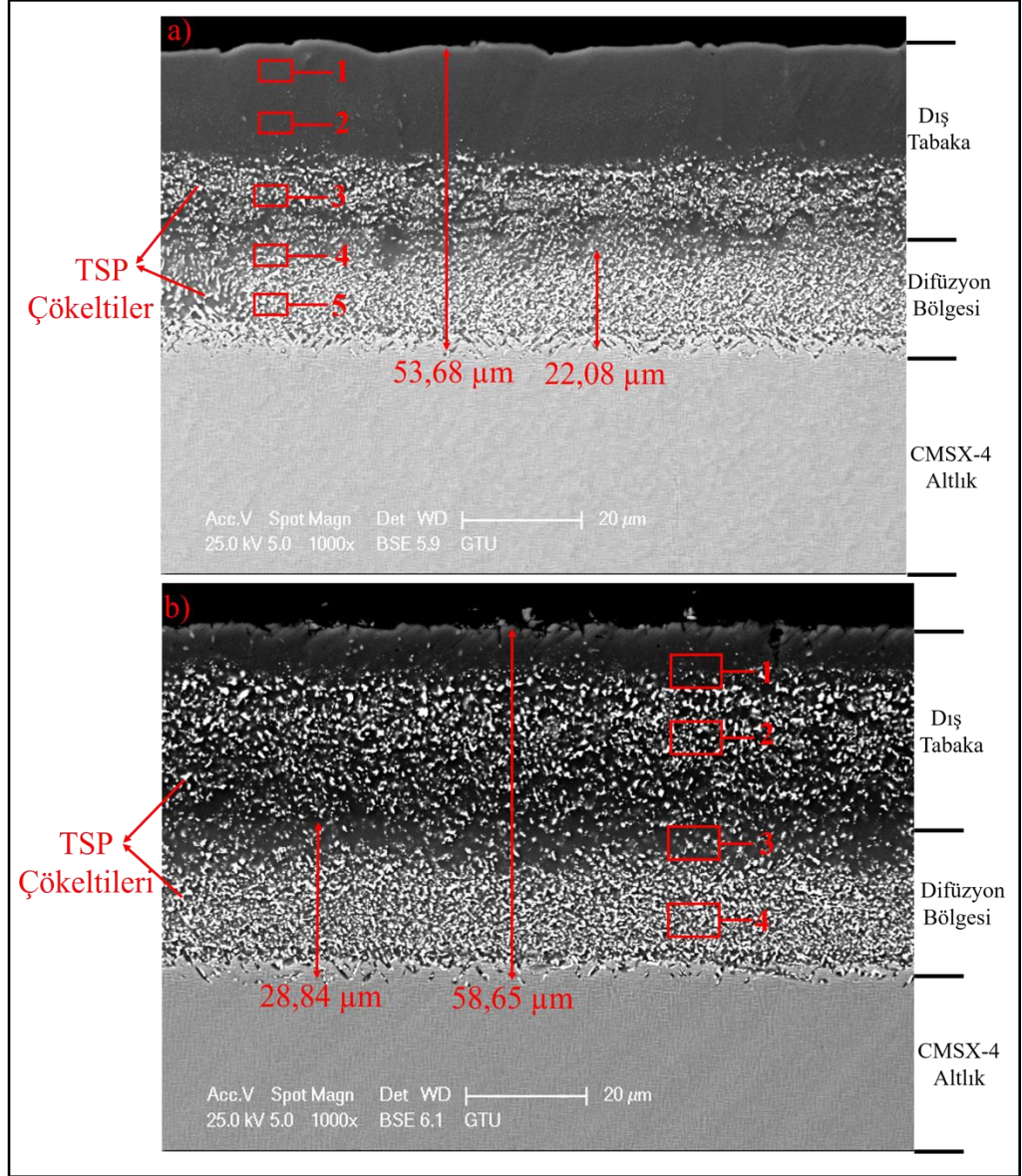
Şekil 6.5: 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın (2 numaralı numune) difüzyon bölge XRD analiz sonucu (TSP: topolojik sıkı paket).

6.2. Isıl İşlem Proseslerinin Nikel Alüminit Kaplama Üzerine Etkisi

Difüzyon prosesi temel olarak sıcaklık ve süreye bağlıdır. Kaplama prosesi sonrası uygulanan ısıtım işlemi, kaplama yapısındaki elementlerin difüze olabilmesi için harici sıcaklık ve süre sağlamaktadır. Bu esnada, elementler konsantrasyon gradyanlarına göre kaplama yüzeyine veya altlığa doğru difüze olmaktadır. Isıtım işlemi sırasında altlık yapısından Ni elementinin kaplama yüzeyine doğru, Al elementinin ise kaplama yüzeyinden altlığa doğru difüze olmaktadır. Ayrıca, çökelti oluşumuna sebebiyet veren elementler de kaplama yüzeyine doğru difüze olmaktadır. Yüksek sıcaklık-yüksek aktivite prosesi sonrasında uygulanan ısıtım işleminin temel amacı kaplama yapısında istenilen β -NiAl fazının elde edilmesidir. Karakterizasyon işlemleri sonucunda, 6 saatlik KBB kaplama yapısında direkt olarak β -NiAl fazının oluştuğu tespit edilmiştir. Bu nedenle 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamaya harici ısıtım işlemi gerekliliği mevcut değildir. Bu kapsamda, 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş olan NiAl kaplama üzerine ısıtım işlemi sıcaklığının incelenmesi amacıyla 1050°C ve 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi prosesi uygulanmıştır.

Şekil 6.6'da 1050°C ve 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi sonrası elde edilen kaplamanın SEM kesit görüntüsü verilmektedir. Isıtım işlemi öncesi ve sonrasında elde edilen SEM görüntüleri karşılaştırıldığında (Şekil 6.1 ve 6.6), her iki sıcaklıkta yapılan ısıtım işlemi proseslerinin kaplamanın difüzyon bölgesi ve toplam kalınlığını arttırdığı gözlenmektedir. Isıtım işlemi prosesi sırasında Ni elementi kaplama ile altlık arasındaki konsantrasyon farkına bağlı olarak altlık yapısından kaplama yüzeyine doğru difüze olmaktadır. Ni elementinin altlıktan kaplama yüzeyine difüzyonu nedeniyle altlık yapısındaki $\gamma + \gamma'$ fazı NiAl fazına dönüşüm göstermektedir. $\gamma + \gamma'$ - NiAl faz dönüşümü nedeniyle ısıtım işlemi prosesi sonrası NiAl kaplamaların difüzyon bölgesi kalınlıkları artmaktadır [53].

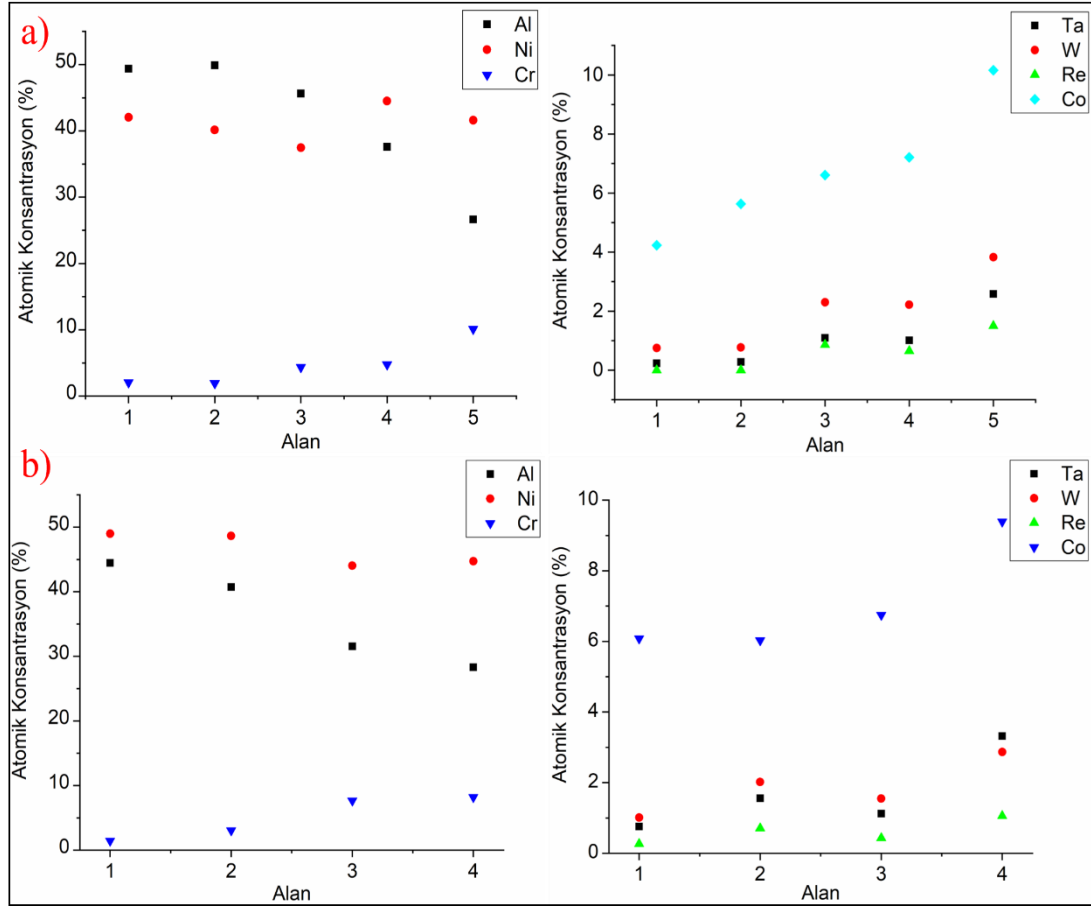
Arrhenius eşitliğine göre, ısıtım işlemi sıcaklığının 1050°C sıcaklıktan 1100°C sıcaklığa yükseltilmesi elementlerin difüzyon katsayılarını arttırmaktadır. 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi sonucu elde edilen kaplamanın difüzyon bölgesi kalınlığı, 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi ile elde edilen kaplamadan daha fazladır. Bu değişim ısıtım işlemi sıcaklığının artmasının Ni elementinin altlıktan kaplama yüzeyine doğru difüzyonunu arttırdığını göstermektedir.



Şekil 6.6: 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtılma sonrası kaplamaların SEM kesit görüntüleri (1000x); a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtılma işlemi, b) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtılma işlemi.

Şekil 6.7’de, Şekil 6.6’a ve b’de belirtilmiş olan alanlardan alınmış EDS analiz sonuçları verilmektedir. Isıl işlem öncesi EDS analizleri ile karşılaştırıldığında, 1050°C ve 1100°C sıcaklıkta uygulanan ısıtılma işlemi kaplama boyunca Al ve Ni elementlerinin konsantrasyonlarında değişim meydana getirmiştir. 1050°C’de 2 saat ısıtılma işlemi prosesi kaplamanın dış tabaka yapısında Al oranını azaltırken, Ni oranını arttırmıştır. Bu değişim elementlerin konsantrasyon gradyanlarına bağlı olarak ısıtılma sırasında altlıktan kaplama yüzeyine ve kaplama yüzeyinden altlığa doğru difüze olmaları ile açıklanabilmektedir. Ayrıca, ısıtılma sırasında Ni elementinin altlıktan kaplamaya doğru difüzyonu nedeniyle difüzyon bölgesindeki konsantrasyonu artarken,

Al elementinin de kaplamadan altlığa doğru difüzyonu kaynaklı difüzyon bölgesindeki konsantrasyonu azalmıştır.



Şekil 6.7: Şekil 6.6'daki SEM kesit görüntülerindeki belirtilen alanlardan alınmış olan EDS analiz sonuçları; a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıl işlem, b) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1100°C'de 2 saat ısıl işlem.

Tablo 6.3'te ısıl işlem prosesleri öncesinde ve sonrasında kaplamanın dış tabaka yapısındaki çökelti oluşturan elementlerin konsantrasyonları verilmektedir. Tablo 6.3'teki EDS analiz sonuçlarına göre, ısıl işlem prosesinin kaplamanın dış tabaka yapısını çökelti oluşturan elementler, özellikle Cr ve Co, açısından zenginleştirmektedir. Aynı zamanda, ısıl işlem sıcaklığının 1050°C'den 1100°C'ye artırılması kaplamanın dış tabaka yapısını özellikle Cr ve Co elementleri açısından zenginleştirilmiştir. Co ve Cr elementlerinin Ni elementi ile atomik ağırlıklarının benzer olması nedeni ile ısıl işlemin Cr ve Co elementinin konsantrasyonlarının değişimi üzerine etkisi daha belirgin olarak görülmektedir. Ta, Re, W gibi elementlerin atomik ağırlıkları Cr, Co ve Ni elementlerinden fazla olması nedeni ile bu elementlerin

ısıtıl işlem ile kaplama yapısındaki konsantrasyonlarında kayda değer bir değişim gözlenmemiştir.

1050°C sıcaklıkta 2 saat uygulanan ısıtıl işlem prosesi öncesi ve sonrasındaki 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın dış tabakasında çökteltelerin bulunduğu bölgelerinden alınan EDS analizler sonuçları Tablo 6.4'te verilmektedir. Tablo 6.4'teki EDS analiz sonuçlarına göre, 1050°C 'de uygulanan ısıtıl işlem prosesinden sonra, 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın dış tabaka yapısındaki çöktelti gözlenen bölgelerde çöktelti oluşumuna neden olan elementlerin içeriğinin arttığı gözlenmektedir. Fakat, ısıtıl işlem sonrasında oluşan β -NiAl fazının alaşım elementi çözebilme kabiliyetinin δ -Ni₂Al₃ fazından iyi olması [47, 65] nedeni ile kaplamanın dış tabaka yapısındaki çöktelti yoğunluğu kayda değer bir şekilde değişmemiştir.

Şekil 6.7'deki EDS analiz sonuçları 1100°C sıcaklıktaki ısıtıl işlem prosesi ile elde edilen kaplama dış tabaka yapısındaki çöktelti oluşturan elementlerin konsantrasyonu, özellikle Cr ve Co, 1050°C ısıtıl işlem ile elde edilen kaplamaya göre daha fazla olduğunu göstermektedir. Böylece, 1100°C sıcaklıkta 2 saat uygulanan ısıtıl işlem kaplamanın dış tabaka yapısındaki TSP çöktelti yoğunluğunu arttırmıştır (Şekil 6.6b). Çökteltelerin olduğu bölgeden alınmış alan EDS analizi çökteltelerin özellikle Cr ve Co elementleri açısından zengin olduğunu göstermektedir. Dış tabaka yapısında yüksek TSP çöktelti yoğunluğu aşağıda belirtilen iki nedenden dolayı istenilen bir durum değildir:

- Dış tabaka yapısındaki TSP fazları kaplamanın gevrekleşmesine neden olmaktadır.
- TSP fazları ile matris fazı farklı elektrokimyasal potansiyele sahip olması nedeni ile TSP fazlarının dış tabaka yapısındaki varlığı kaplamanın korozyon dayanımını düşürücü etki göstermektedir.

Tablo 6.3: 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın ısıtıl işlem prosesleri öncesinden ve sonrasında dış tabaka yapılarındaki elementel konsantrasyon değerleri (% atomik).

Şekil 6.1a'da belirtilmiş alanların EDS analiz sonucu (1070°C'de 4 saat KBB)							
Alan	Elementel Konsantrasyon (% atomik)						
	Al	Ni	Cr	Ta	W	Re	Co
1	53,44	39,91	1,58	0,29	0,51	-	3,54
2	53,83	38,02	2	0,22	0,45	-	4,72
Şekil 6.6a'da belirtmiş alanların EDS analiz sonucu (1070°C'de 4 saat KBB + 1050°C'de 2 saat ısıtıl işlem).							
Alan	Elementel Konsantrasyon (% atomik)						
	Al	Ni	Cr	Ta	W	Re	Co
1	49,36	42,03	2,06	0,23	0,75	-	4,23
2	49,91	40,14	1,95	0,28	0,77	-	5,63
Şekil 6.6b'de belirtmiş alanların EDS analiz sonucu (1070°C'de 4 saat KBB + 1100°C'de 2 saat ısıtıl işlem).							
Alan	Elementel Konsantrasyon (% atomik)						
	Al	Ni	Cr	Ta	W	Re	Co
1	44,45	48,97	1,43	0,29	0,38	0,27	3,86
2	40,73	48,64	3,06	0,48	0,40	0,71	5,75

Tablo 6.4: Şekil 6.1a ve 6.6a’da SEM görüntüleri verilmiş kaplamaların dış tabaka yapılarındaki çökelti bölgelerinden alınmış olan EDS analiz sonuçları.

Şekil 6.1a’da belirtilmiş alanların EDS analiz sonucu (1070°C’de 4 saat KBB)							
Alan	Elementel Konsantrasyon (% atomik)						
	Al	Ni	Cr	Ta	W	Re	Co
4	51,02	34,63	3,48	0,79	1,75	0,68	6,63
Şekil 6.6a’da belirtmiş alanın EDS analiz sonucu (1070°C’de 4 saat KBB + 1050°C’de 2 saat ısıtım işlemi).							
Alan	Elementel Konsantrasyon (% atomik)						
	Al	Ni	Cr	Ta	W	Re	Co
3	45,63	37,48	4,35	1,09	2,3	0,86	6,61

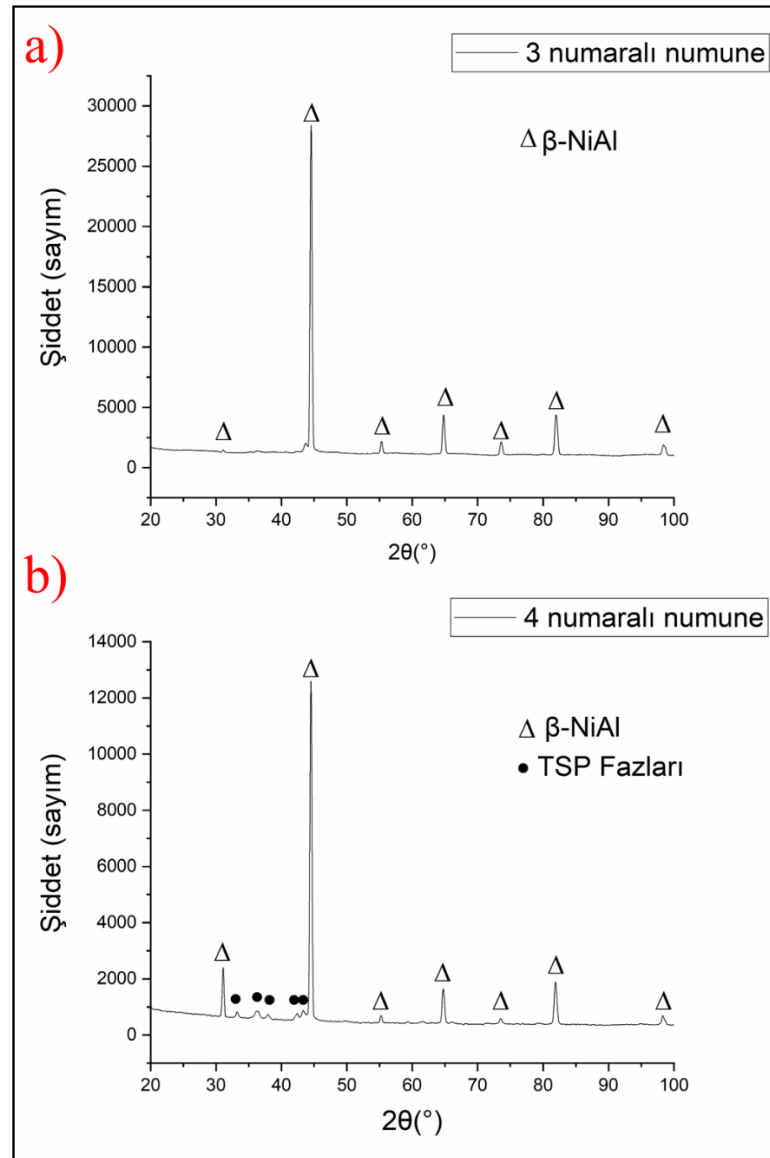
Şekil 6.7’de verilmiş olan EDS analizlerindeki Al ve Ni elementlerinin atomik konsantrasyonları ve Şekil 6.8’deki XRD analizleri 1050°C ve 1100°C’de 2 saat ısıtım işlemi sonrası kaplamaların dış tabaka fazlarının β -NiAl olduğunu göstermektedir. Isıtım işlemi prosesi Al elementinin altlığa doğru, Ni elementinin ise kaplama yüzeyine doğru daha fazla miktarda difüzyonuna imkan sağlaması nedeni ile 4 saatlik kaplama yapısında δ -Ni₂Al₃- β -NiAl faz dönüşümü meydana gelmiştir. 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi sonrasında elde edilen kaplamanın XRD sonucunda TSP fazlarına ait pikler saptanmıştır (Şekil 6.8b). Çöktirilerin kaplamanın dış tabaka yapısında yoğun bulunması ve kaplama yüzeyine yakın olması nedeni ile XRD analizinde çöktirilere ait pikler elde edilmiştir.

Mojaddami ve arkadaşlarının çalışmalarında [47] rapor ettikleri gibi, ısıtım işlemi prosesi kaplamanın kalınlığını arttırmaktadır. Isıtım işlemi prosesi ile kaplama kalınlıklarındaki değişim difüzyon bölge kalınlıklarının artmasına bağlıdır. Fakat, difüzyon bölge kalınlıklarının artması aşağıda belirtilmiş olan olumsuz etkileri beraberinde getirmektedir [23, 25, 65, 66]:

- Bazı durumlarda, toplam kaplama kalınlığı endüstrideki spesifikasyonlarda belirtilen kalınlık aralığı aşabilmektedir.

- TSP fazlarının çatlak bölgesi ve çatlak ilerleme yolu oluşturmaları nedeni ile difüzyon bölgesinin kalınlığının artması kaplamanın hasara uğramasını kolaylaştırmaktadır.
- Isıl işlem sırasında altlıktan kaplama yapısına çökelti oluşturan elementlerin difüzyonu altlık malzemenin dayanımını düşürücü etki göstermektedir.

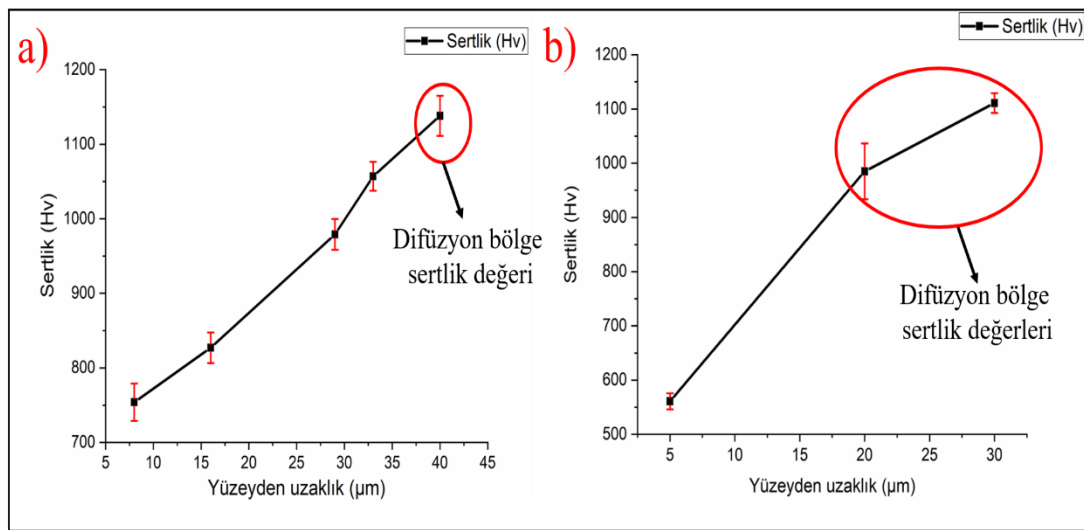
Isıl işlem parametreleri yukarıda belirtilen olumsuz etkileri minimuma indirmek için uygun bir şekilde tasarlanmalıdır.



Şekil 6.8: 1050°C ve 1100°C sıcaklıkta uygulanan ısıl işlem prosesleri sonucunda elde edilen NiAl kaplamaların XRD analiz sonuçları; a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıl işlem (3 numaralı numune); b) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıl işlem (4 numaralı numune).

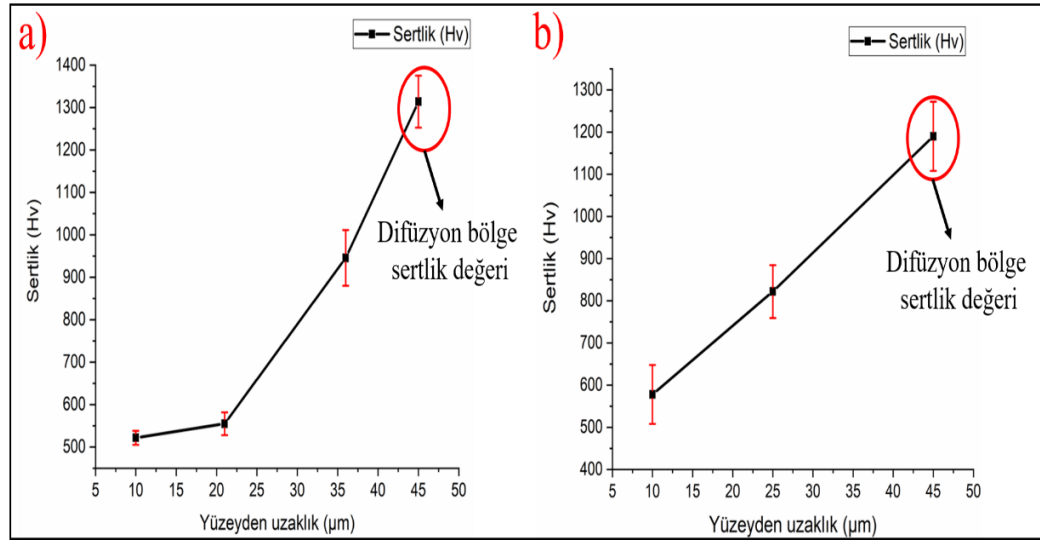
6.3. Kaplama ve Isıl İşlem Proses Parametrelerinin Nikel Alüminit Kaplamanın Sertliği Üzerine Etkisi

Şekil 6.9'da 4 ve 6 saat KBB prosesi ile elde edilen kaplamaların sertlik-yüzeyden uzaklık (μm) profilleri verilmektedir. Şekiller üzerinde difüzyon bölge sertlikleri belirtilmiştir. Diğer sertlik değerleri dış tabakadan alınmıştır. 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilen kaplamanın dış tabaka sertliği 754Hv değerindedir (Şekil 6.9a). Proses süresinin 6 saate çıkarılması ile kaplamanın dış tabaka sertlik değeri 561Hv değerine düşmüştür (Şekil 6.9b). Bozza ve arkadaşları yaptıkları çalışmada [65], ısıtma işlem kaynaklı $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazından $\beta\text{-NiAl}$ fazına dönüşümünün kaplama sertliğinin azalmasına neden olduğunu saptamışlardır. Ayrıca, Grimme ve arkadaşları yaptıkları çalışmada [67], $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazının Al içeriğinin fazla olması nedeni ile $\beta\text{-NiAl}$ fazına göre sertliğinin yüksek olduğunu rapor edilmiştir. 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın yapısında $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazının varlığı nedeni ile sertlik değeri 6 saat KBB prosesi ile elde edilen kaplamaya göre daha yüksektir. 4 saatlik kaplama yapısındaki dış tabaka sertlik değerinin yükselmesi yüzeyden içeriye doğru artan alaşım elementi konsantrasyonuna ve dış tabaka yapısındaki TSP fazlarının varlığına bağlıdır. Ayrıca, her iki kaplama çeşidi için difüzyon bölge sertlikleri 1000Hv değerinden fazladır. Kaplama yapısındaki difüzyon bölge sertliklerinin fazla olması TSP fazlarının varlığından kaynaklanmaktadır [65, 66].



Şekil 6.9: 4 ve 6 saat KBB prosesleri ile elde edilmiş NiAl kaplamaların sertlik profilleri; a) 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplama, b) 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş kaplama.

Şekil 6.10'da 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamaya uygulanan 1050°C ve 1100°C sıcaklıklarda 2 saat ısıtım prosesleri sonucunda elde edilen kaplamaların sertlik-yüzeyden uzaklık (μm) grafikleri verilmiştir. Şekiller üzerinde difüzyon bölge sertlik değerleri belirtilmiştir. Diğer sertlik değerleri kaplamanın dış tabaka yapısından alınmıştır. 1050°C ve 1100°C sıcaklıklarda uygulanan ısıtım işlemleri kaplamanın sertlik değerini düşürmüştür. Bu durum ısıtım işlemi sonucunda $\delta\text{-Ni}_2\text{Al}_3$ fazının $\beta\text{-NiAl}$ fazına dönüşmesi ile açıklanabilmektedir [65]. Kaplamaların dış tabaka sertlik değerleri kaplamanın yüzeyden altlığa doğru gidildikçe artış göstermesinin nedeni kaplamanın dış tabaka yapısında artış gösteren alaşım elementi miktarına ve TSP çökeltilerinin varlığına bağlıdır. Isıtım işlemi sonrası elde edilen kaplamaların yüzeylerinden yaklaşık 10 ve 25 μm mesafedeki sertlik değerleri kıyaslandığında, 1100°C sıcaklıkta ısıtım işlemi sonrası elde edilen kaplamanın dış tabaka yapısındaki TSP çökeltilerinin yoğunluğunun fazla olması nedeni ile sertlik değerleri daha fazladır (Şekil 6.10a ve b). Isıtım işlemi uygulanmış kaplamaların difüzyon bölgeleri en yüksek sertlik değerlerine sahiptir. Difüzyon bölgelerindeki sertlik değerinin yüksek olması bu bölgelerdeki yoğun miktarda TSP çökeltilerinin varlığına bağlıdır [65, 66].



Şekil 6.10: Isıtım işlemi prosesleri sonrasında 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplama sertlik profilleri; a) 1070°C sıcaklıkta 4 saat KBB + 1050°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi, b) 1070°C sıcaklıkta 6 saat KBB + 1100°C sıcaklıkta 2 saat ısıtım işlemi.

7. GENEL SONUÇLAR

Tez kapsamında altlık malzemesi olarak uçak motorlarının türbin kanatlarında kullanılan CMSX-4 (2. jenerasyon tek kristalli nikel esaslı süper alaşım) alaşımı tercih edilmiştir. Alaşımın yüzeyinde KBB yöntemi ile NiAl kaplanmıştır. KBB proses süresinin kaplama yapısına etkisinin incelenmesi amacı ile KBB prosesi 4 ve 6 saat süreler ile uygulanmıştır. Kaplama prosesleri ardından, 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın yapısına ısıtılma işlemi ve ısıtılma işlemi proses sıcaklığının etkisinin incelenmesi amacı ile 1050°C ve 1100°C sıcaklıklarda 2 saat ısıtılma işlemi prosesleri uygulanmıştır. Kaplama ve ısıtılma işlemi prosesleri ardından, NiAl kaplamalar SEM, XRD, EDS ve Vickers sertlik analiz yöntemleri ile sistematik olarak karakterize edilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda aşağıda belirtilmiş olan genel sonuçlar elde edilmiştir;

- 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın dış tabaka ana fazı δ -Ni₂Al₃ fazı iken, 6 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın dış tabaka ana fazı β -NiAl fazıdır.
- 6 saatlik KBB prosesi ile elde edilen kaplamanın difüzyon bölge kalınlığı 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilen kaplamadan daha fazladır.
- 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın difüzyon bölgesi β -NiAl matris fazı ve TSP çökeltilerinden oluşmaktadır.
- 6 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş kaplamanın difüzyon bölgesindeki çökelti oluşumuna neden olan elementlerin içeriği 4 saat KBB prosesi ile elde edilen kaplamanın difüzyon bölgesinden fazladır.
- 6 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplama yapısında β -NiAl fazının elde edilmesi, faz dönüşümü için gerekli olan harici ısıtılma işlemi proses ihtiyacı mevcut değildir.
- 1050°C ve 1100°C sıcaklıklarda 2 saat uygulanan ısıtılma işlemi prosesleri 4 saat KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplama yapısında δ -Ni₂Al₃ fazının β -NiAl fazına dönüşmesine neden olmuştur. Faz dönüşümü nedeniyle kaplamaların dış tabaka sertlik değerleri azalmıştır.
- Isıtılma işlemi prosesleri 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın difüzyon bölge kalınlığında artış meydana getirmiştir.

- 1100°C’de 2 saat uygulanan ısıtım işlem prosesi sonucunda elde edilmiş NiAl kaplamanın difüzyon bölge kalınlığı 1050°C’de 2 saat uygulanan ısıtım işlem prosesi sonucunda elde edilmiş NiAl kaplamadan fazladır.
- Isıtım işlem prosesi NiAl kaplama yapısındaki Ni oranını arttırmakta, Al oranını ise azaltmaktadır. 1100°C sıcaklıkta uygulanan ısıtım işlem prosesi kaplama yapısındaki Ni ve Al elementlerinin konsantrasyonuna etkisi daha baskındır.
- Isıtım işlem sıcaklığının 1050°C’den 1100°C’ye çıkarılması 4 saatlik KBB prosesi ile elde edilmiş NiAl kaplamanın dış tabaka yapısındaki TSP çökelti yoğunluğunu arttırmıştır.
- KBB prosesi süresinin 4 saatten 6 saate çıkarılması kaplamanın dış tabaka sertlik değerini azaltmıştır.
- Kaplamaların difüzyon bölgeleri TSP çökeltilerini içermeleri nedeni ile sertlik değerleri dış tabaka yapısından fazladır.
- NiAl kaplamaların dış tabaka yapılarındaki sertlik değerleri, tabakanın yüzeyinden difüzyon bölgesine doğru gidildikçe değişen alaşım elementi miktarlarına ve/veya çökelti bulundurma durumlarına bağlı olarak artmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Tao X. P., Wang X. G., Zhou Y. Z., Tan K. J., Liang J. J., Yang Y. H., Liu J. L., Liu J. D., Li J. G., Sun X. F., (2020), “Effect of Pt-Al bond-coat on the tensile deformation and fracture behaviors of a second-generation SX Ni-based superalloy at elevated temperatures”, *Surface and Coatings Technology*, 389 (125640), 1-11.
- [2] Shang Z., Wei X., Song D., Zou J., Liang S., Liu G., Nie L., Gong X., (2020), “Microstructure and mechanical properties of a new nickel-based single crystal superalloy”, *Journal of Materials Research and Technology*. 9(5), 11641–11649
- [3] Yu H., Xu W., van der Zwaag S., (2020), “Microstructure and dislocation structure evolution during creep life of Ni-based single crystal superalloys”, *Journal of Materials Research and Technology*, 45, 207–214.
- [4] Xu H., Guo H., (2011), “Thermal Barrier Coatings”, 1st Edition, Woodhead Publishing.
- [5] Padture N. P., (2002), “Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications”, *Science*, 296(5566), 280-284.
- [6] Liu Q., Huang S., He A. (2019), “Composite ceramics thermal barrier coatings of yttria stabilized zirconia for aero-engines”, *Journal of Materials Science & Technology*, 35(12), 2814-2823.
- [7] Wang-Koh Y. M., (2016), “Understanding the yield behaviour of L12-ordered alloys”, *Materials Science and Technology*, 33(8), 934-943.
- [8] Song H., Lee J., Yun J., Park S., Kim Y., Kum K. S., Lee Y. Z., Seok C. S., (2020), “Oxide Layer Rumpling Control Technology for High Efficiency of Eco-Friendly Combined-Cycle Power Generation System”, *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing Green Technology*, 7, 185–193.
- [9] Reed R. C., (2006), “The Superalloys, Fundamentals and Applications”, 1st Edition, Cambridge University Press.
- [10] Wang S., (2005), “Development of a γ' Precipitation Hardening Ni-Based Superalloy for Additive Manufacturing”, *Yüksek Lisans Tezi*, Chalmers University of Technology.
- [11] Vimal R. K., Dhanjayan G., (2018), “Improving fatigue life of gas turbine fan blade using advanced composite materials” *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 455(1), 012035.
- [12] Nowotnik A., (2016), “Nickel-Based Superalloys”, *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*.

- [13] El-Bagoury N., (2016), “Ni Based Superalloy: Casting Technology, Matallurgy, Development, Properties and Applications”, *International Journal of Engineering Sciences & Research Technology*, 5(2), 108-152.
- [14] Long H., Mao S., Liu Y., Zhang Z., Han X., (2018), “Microstructural and compositional design of Ni-based single crystalline superalloys — A review”, *Journal of Alloys and Compounds*, 743, 203–220.
- [15] Mouritz A. P., (2012), “Introduction to Aerospace Materials”, 1st Edition, Woodhead Publishing.
- [16] Ma D., (2017), “Novel casting processes for single-crystal turbine blades of superalloys”, *Frontiers of Mechanical Engineering*, 13(1), 3–16.
- [17] Kubiak K., Szeliga D., Sieniawski J., Onyszko A., (2015), “The Unidirectional Crystallization of Metals and Alloys (Turbine Blades)”. In: P. Rudolph, Editors, “Handbook of Crystal Growth” Elsevier BV.
- [18] Perrut M., Caron P., Thomas M., Couret A. (2018), “High temperature materials for aerospace applications: Ni-based superalloys and γ -TiAl alloys” *Comptes Rendus Physique*, 19, 657-671.
- [19] Angel N. M., Basak A., (2020), “On the Fabrication of Metallic Single Crystal Turbine Blades with a Commentary on Repair via Additive Manufacturing”, *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 4(4), 101.
- [20] Romero-Jabalquinto A., Velasco-Téllez A., Zambrano-Robledo P., Bermúdez-Reyes B. (2016), “Feasibility of manufacturing combustion chambers for aeronautical use in Mexico”, *Journal of Applied Research and Technology*, 14(3), 167–172.
- [21] Donachie M.J., Donachie S.J., (2002), “Superalloys: A Technical Guide”, 2nd Edition, ASM International.
- [22] Pollock T. M., Tin S., (2006) “Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power*”, 22(2), 361–374.
- [23] Wilson A. S., (2016), “Formation and effect of topologically close-packed phases in nickel-base superalloys”, *Materials Science and Technology*, 33(9), 1108–1118.
- [24] Belan J., (2016), “GCP and TCP Phases Presented in Nickel-base Superalloys” *Materials Today: Proceedings*, 3(4), 936–941.
- [25] Sugui T., Minggang W., Tang L., Benjiang Q., Jun X., (2010), “Influence of TCP phase and its morphology on creep properties of single crystal nickel-based superalloys”, *Materials Science and Engineering: A*, 527(21-22), 5444–5451.

- [26] Günay G., (2017), “The Study of Heat Treatment Process Parameters in Ni-Based Single Crystal CMSX-4 Superalloys”, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Teknik Üniversitesi.
- [27] Simmonds S., (2013), “Formation and Avoidance of Surface Defects During Casting and Heat-Treatment of Single Crystal Nickel-Based Superalloys”, Doktora Tezi, University of Leicester.
- [28] Ertürk U., (2017), “Production and Development of Aluminide Coatings by Chemical Vapour Deposition on Nickel Based Superalloys for Turbine Engine Applications”, Yüksek Lisans Tezi, Middle East Technical University.
- [29] Bose S., (2007), “High Temperature Coatings”, 1st Edition, Butterworth-Heinemann.
- [30] Peters M., Leyens C., Schulz U., Kaysser W. A., (2001), “EB-PVD Thermal Barrier Coatings for Aeroengines and Gas Turbines. Advanced Engineering Materials”, 3(4), 193–204.
- [31] Nicholls J. R., Lawson K. J., Johnstone A., Rickerby D. S., (2002), “Methods to reduce the thermal conductivity of EB-PVD TBCs”, Surface and Coatings Technology, 151-152, 383–391.
- [32] Gleeson B., (2006), “Thermal Barrier Coatings for Aeroengine Applications”, Journal of Propulsion and Power, 22(2).
- [33] Osorio J. D., Toro A., Hernández-Ortiz J. P., (2012), “Thermal Barrier Coatings for Gas Turbine Applications: Failure Mechanism and Key Microstructural Features”, Dyna, 79(176), 149-158.
- [34] Fan W., Bai Y. (2016), “Review of suspension and solution precursor plasma sprayed thermal barrier coatings” Ceramics International, 42(13), 14299–14312.
- [35] Liu B., Liu Y., Zhu C., Xiang H., Chen H., Sun L., Zhou Y., (2018), “Advances on strategies for searching for next generation thermal barrier coating materials” Journal of Materials Science & Technology 35, 833-851.
- [36] Johari A. D., Rahman M., (2015), “A review of advance thermal barrier coating architecture”, The 3rd National Graduate Conference, 131-138, Selangor, Malezya, 8-9 April.
- [37] Schulz U., Leyens C., Fritscher K., Peters M., Saruhan-Brings B., Lavigne O., Caliez M., (2003), “Some recent trends in research and technology of advanced thermal barrier coatings”, Aerospace Science and Technology, 7(1), 73–80.
- [38] Kadir N., Manap A., Satgunam M., Afandi N. M., (2018), “Review on Nickel Aluminide based Bond Coat Properties and Oxidation Performance for Thermal Barrier Coating (TBC) Application”, International Journal of Engineering & Technology, 7(4.35), 624-628.

- [39] Yamauchi A., (2003), “Evaporation of Cr_2O_3 in Atmospheres Containing H_2O ”, *Oxidation of Metals*, 59(5/6), 517–527.
- [40] Xu C., Gao W., (2000), “Pilling-Bedworth ratio for oxidation of alloys”, *Materials Research Innovations*, 3(4), 231–235.
- [41] Bouchaud B., Balmain J., Pedraza F. (2008), “Cyclic and Isothermal Oxidation at 1,100 °C of a CVD Aluminised Directionally Solidified Ni Superalloy”, *Oxidation of Metals*, 69(3-4), 193–210.
- [42] Aliofkhazraei M., (2015), “Superalloys”, 1st Edition, IntechOpen Publisher.
- [43] Strakov H., Papageorgiou V., Bonetti R., Lieberman V., Scott A., (2012), “Advanced Chemical Vapor Aluminizing Technology: Co-Deposition Process and Doped Aluminized Coatings”, *ASME Turbo Expo*, 1-7, Copenhagen, Denmark, 11-15 June.
- [44] Parzuchowski R. S., (1977), “Gas phase deposition of aluminum on nickel alloys”, *Thin Solid Films*, 45(2), 349–355.
- [45] Warnes B. M., Punola D. C., (1997), “Clean diffusion coatings by chemical vapor deposition”, *Surface and Coatings Technology*, 94-95, 1–6.
- [46] Poupard S., Martinez J. F., Pedraza F., (2008), “Soft Chemical Stripping of Aluminide Coatings and Oxide Products on Ni Superalloys”, *Surface and Coatings Technology*, 202(13), 3100-3108.
- [47] Mojaddami M., Rastegari S., Arabi H., Rafiee H., (2012), “Effect of heat treatment on coating microstructure applied by high activity diffusion process on IN738LC”, *Surface Engineering*, 28(10), 772-777.
- [48] Squillace A., Bonetti R., Archer N. J., Yeatman J. A., (1999), “The control of the composition and structure of aluminide layers formed by vapour aluminising”, *Surface and Coatings Technology*, 120-121, 118–123.
- [49] Marino K. A., Carter E. A., (2008), “First-principles characterization of Ni diffusion kinetics in β -NiAl”, *Physical Review B*, 78(184105), 1-11.
- [50] Xu Z., Wang Z., Niu J., He L., Mu R., Wang K., (2015), “Effects of deposition temperature on the kinetics growth and protective properties of aluminide coatings”, *Journal of Alloys and Compounds*, 632, 238–245.
- [51] Das D. K., Joshi S. V., Singh V., (1998), “Evolution of aluminide coating microstructure on nickel-base cast superalloy CM-247 in a single-step high-activity aluminizing process”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29(8), 2173–2188.

- [52] Rafiee H., Rastegari S., Arabi H., Mojaddami M., (2010), "Effect of Temperature and Al-Concentration on Formation Mechanism of An Aluminide Coating Applied on Superalloy IN738LC Through A Single-Step High Activity Gas Diffusion Process", *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, 7(4), 42-49.
- [53] Bradshaw A., Simms N. J., Nicholls J. R., (2013), "Development of hot corrosion resistant coatings for gas turbines burning biomass and waste derived fuel gases", *Surface and Coatings Technology*, 216, 8–22.
- [54] Romanowska J., Morgiel J., Kolek Ł., Kwolek P., Zagula-Yavorska M., (2018), "Effect of Pd and Hf co-doping of aluminide coatings on pure nickel and CMSX-4 nickel superalloy", *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 18(4), 1421–1429.
- [55] Das D. K., (2013), "Microstructure and high temperature oxidation behavior of Pt-modified aluminide bond coats on Ni-base superalloys", *Progress in Materials Science*, 58(2), 151–182.
- [56] Xu Z., Wang Z., Niu J., Dai J., He L., Mu R., (2016), "Phase structure, morphology evolution and protective behaviors of chemical vapor deposited (Ni, Pt)Al coatings", *Journal of Alloys and Compounds*, 676, 231–238.
- [57] Pauletti E., d' Oliveira A. S. C. M., (2017), "Influence of Pt concentration on structure of aluminized coatings on a Ni base superalloy", *Surface and Coatings Technology*, 332, 57–63.
- [58] Zagula-Yavorska M., (2018), "Oxidation Behavior of Non-Modified and Rhodium- or Palladium-Modified Aluminide Coatings Deposited on CMSX-4 Superalloy", *Metals*, 8(8), 613.
- [59] Zagula-Yavorska M., Wierzbińska M., Gancarczyk K., Sieniawski J., (2016), "Degradation of nonmodified and rhodium modified aluminide coating deposited on CMSX 4 superalloy", *Journal of Microscopy*, 263(1), 118–123.
- [60] Wu F., Murakami H., Harada H., (2003), "Cyclic Oxidation Behavior of Iridium-Modified Aluminide Coatings for Nickel-Base Single Crystal Superalloy Tms-75", *Mater. Transactions*, 44(9), 1675–1678.
- [61] Tryon B., Feng Q., Pollock T. M., Wellman R. G., Nicholls J. R., Murphy K. S., Levi C. G., (2006), "Multilayered ruthenium-modified bond coats for thermal barrier coatings", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(11), 3347-3358.
- [62] Web 1, (2020), <https://cannonmuskegon.com/cmsx-4/>, (Erişim Tarihi: 29.09.2020).
- [63] Rae C. M. F., Hook M. S., Reed R. C., (2005), "The effect of TCP morphology on the development of aluminide coated superalloys", *Materials Science and Engineering: A*, 396(1-2), 231–239.

- [64] Dubiel B., Moskalewicz T., Swadzba L., Czyrska-Filemonowicz A., (2008), “Analytical TEM and SEM characterisation of aluminide coatings on nickel based superalloy CMSX-4”, *Surface Engineering*, 24(5), 327–331.
- [65] Bozza F., Bolelli G., Giolli C., Giorgetti A., Lusvarghi L., Sassatelli P., Thoma M., (2014) “Diffusion mechanisms and microstructure development in pack aluminizing of Ni-based alloys”, *Surface and Coatings Technology*, 239, 147–159.
- [66] Yavorska M., Sieniawski J., (2011), “Thermal Stability of Microstructure of Aluminide Layer Deposited by CVD Method on CMSX 4 Nickel Base Superalloy”, *Materials Science Forum*, 674, 89–96.
- [67] Grimme C., Oskay C., Mengis L., Galetz M. C., (2021), “High temperature wear behavior of δ -Ni₂Al₃ and β -NiAl coatings formed on pure nickel using pack cementation process and diffusion heat treatment”, *Wear*, Article in press.

ÖZGEÇMİŞ

Ahmet Arda İNCEYER 1994 yılında Adana’da doğdu. 2012 yılında Mehmet Orhun Yaylacı Anadolu Lisesi’nden mezun olmuştur. 2018 yılında Yıldız Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nden ikinci öğretim programları kapsamında bölüm birincisi olarak mezun olmuştur. 2018 yılında Yıldız Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nde yüksek lisans eğitime başlamıştır. 2019 yılında yüksek lisans eğitimi için Gebze Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü’ne geçiş yapmıştır. Tez kapsamındaki çalışmalar TÜBİTAK-Marmara Araştırma Merkezi Malzeme Enstitüsü’nde gerçekleştirilmiştir. 2019 yılından itibaren Gebze Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde araştırma görevlisi olarak çalışmaktadır.