

به نام خدا



# مرکز دانلود رایگان مهندسی متالورژی و مواد

[www.Iran-mavad.com](http://www.Iran-mavad.com)



## Investigation of sintering effect on structure and properties of nanostructured YSZ TBC

Paper Presenter: Hamed Qazi Lavasani<sup>1</sup>  
Zia Valefi<sup>2</sup>, Naser Ehsani<sup>3</sup>  
Maleq Ashtar University

Hamedqazilavasani@gmail.com

### Abstract

YSZ TBCs Are Used widely in gas turbine in order to decrease components temperature. Recently nanostructured coatings took researcher's attention because of its low thermal conductivity and high toughness. Working condition of turbine causes coating to be sintered. Sintering changes coating's structure and this affects on properties. In this study, structure changes during sintering of nanostructured coating have been investigated. Porosity measurement and microhardness are done as a representative of properties. This research shows that coating's structure and its properties alter intensively in the first 10 hour and then it becomes constant.

Keywords: YSZ TBCs, Nanostructured TBCs, Sintering, Plasma Spray.

---

<sup>1</sup> -Ms Student, Recognition and Selection materials

<sup>2</sup> -PHD, Material engineering

<sup>3</sup> -PHD, Material engineering

## بررسی اثر زینترینگ روی ریزساختار و خواص پوشش های YSZ TBC نانوساختار

ارئه دهنده مقاله: حامد قاضی لواسانی<sup>۱</sup>

ضیاء والفی<sup>۲</sup>، ناصر احسانی<sup>۳</sup>

دانشگاه صنعتی مالک اشتر

Hamedqazilavasani@gmail.com

### چکیده

پوشش های YSZ TBC به منظور کاهش درجه حرارت رسیده به زیرلایه در توربین های گازی به طور گسترده ای استفاده می-شوند. اخیراً پوشش های نانوساختار به دلیل هدایت حرارتی کمتر و چقرمگی شکست بالاتر مورد توجه محققان قرار گرفته اند. شرایط کاری توربین سبب زینترینگ پوشش می شود. زینترینگ سبب تغییر ریزساختار پوشش می شود و خواص آن را تغییر می-دهد. در این مطالعه ریزساختار پوشش نانوساختار قبل و بعد از زینترینگ مورد بررسی قرار گرفته است. به منظور بررسی دقیق تر اندازه گیری درصد تخلخل و سختی سنجی نیز انجام شده است. این تحقیق نشان داد که ریزساختار و خواص پوشش در ده ساعت اول تغییر زیادی می کند و سپس به پایدار می رسد.

واژه های کلیدی: پوشش های YSZ TBC، پوشش نانوساختار، زینترینگ، پلاسما اسپری.

<sup>۱</sup>-دانشجوی کارشناسی ارشد، گرایش شناسایی و انتخاب مواد

<sup>۲</sup>-استادیار، مهندسی مواد

<sup>۳</sup>-استاد، مهندسی مواد

## مقدمه

پوشش سپر حرارتی در صنایع استراتژیک کاربرد زیادی دارد. هدف اصلی این پوشش حفاظت از زیرلایه فلزی در مقابل حرارت است. عمده کاربرد آن، قطعات توربین گازی مورد استفاده در صنایع تولید برق و موتور هواپیما می باشد. پوشش سپر حرارتی از دو جزء اصلی تشکیل می شود. جزء اول لایه واسط<sup>۱</sup> نامیده می شود و بین زیرلایه و پوشش بالایی<sup>۲</sup> قرار می گیرد. وظیفه آن افزایش چسبندگی پوشش سپر حرارتی و جلوگیری از اکسیداسیون زیرلایه است. این لایه از عناصر MCrAlY تشکیل شده است که به جای M معمولاً از Ni و Co استفاده می شود. جنس پوشش بالایی زیرکونیای پایدار شده با ۶ تا ۸ درصد وزنی ایتریا است (Hardwicke, Lau, 2013).

پوشش سپر حرارتی با ساختار نانو، هدایت حرارتی کمتر و خواص مکانیکی بهتری نسبت به پوشش مرسوم دارد. هدایت حرارتی کمتر پوشش نانوساختار به علت ریز شدن ساختار پوشش که نتیجه آن افزایش پراکنده ساختن امواج حامل حرارت است (Klemens, Gell, 1998). مقاومت به شوک حرارتی و فرسایش از خواص مهم مکانیکی در پوشش سپر حرارتی محسوب می شود. در مقالات بسیاری افزایش مقاومت به شوک ۲ تا ۴ برابر گزارش شده است. علت افزایش مقاومت به شوک در افزایش مقاومت به رشد ترک پوشش نانو است (Lima, Marple, 2006, 2008).

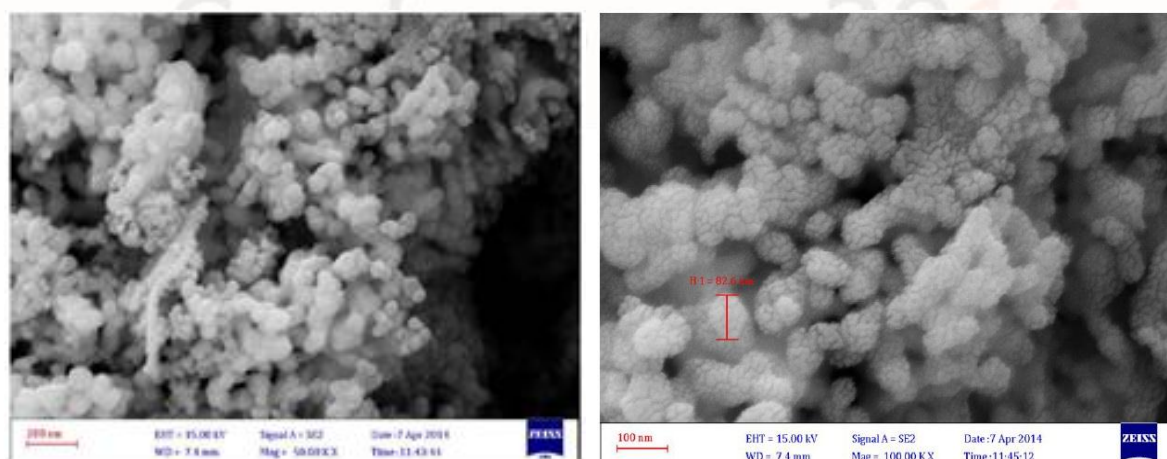
زینترینگ (Sintering) عملی است که در شرایط سرویس برای پوشش اتفاق می افتد. حضور در شرایط حرارتی موتور جت هر ماده ای را زینتر می کند. پوشش سپر حرارتی نیز با توجه به وجود حفرات و ترک های بسیار همانند یک قطعه متخلخل تحت زینتر قرار می گیرد (Helminiak et al, 2012). زینترینگ، ریزساختار پوشش را تغییر می دهد و با توجه به تغییر ریزساختار خواص حرارتی و مکانیکی پوشش تغییر می کند. طبق تحقیقات چوی در سال ۲۰۰۵، ۱۰۰ ساعت زینترینگ پوشش مرسوم در دمای ۱۳۱۶ °C سبب افزایش سختی از ۲/۲ به ۴/۵ Gpa می شود، همچنین ۳۰ ساعت زینترینگ موجب افزایش هدایت از ۱ به ۱/۵  $\frac{W}{mk}$  شد (Choi, Zhu, Miller, 2005). تحقیقات در مورد پوشش نانوساختار و اثر زینترینگ بر خواص آن کمتر صورت گرفته است. هدف این مطالعه بررسی ریزساختار پوشش تولیدی نانوساختار قبل و بعد از زینترینگ است. به منظور کنترل زینترینگ و تأثیر آن بر خواص از اندازه گیری درصد تخلخل و سختی سنجی کمک گرفته شد.

<sup>1</sup> Bond coat

<sup>2</sup> Top coat

## روش پژوهش

پودر YSZ نانو، با اندازه متوسط ذرات ۸۵ nm و ترکیب شیمیایی  $\text{ZrO}_2$ - (7-8) %wt  $\text{Y}_2\text{O}_3$  مورد استفاده قرار گرفت. در شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی<sup>۱</sup> پودر نانو قابل مشاهده است. لایه نشانی توسط روش پاشش پلاسمای اتمسفری با دستگاه (Metco A-3000s (Plasma Technik با تفنگ F4 انجام شد. فاصله پاشش، نرخ تزریق پودر، نرخ گاز هیدروژن و شدت جریان به ترتیب ۸ cm،  $20 \text{ g/min}$ ،  $8 \text{ l/min}$  و ۶۰۰ آمپر است. لایه نشانی بر روی سوپر آلیاژ اینکونل ۷۳۸ انجام شده است که ترکیب شیمیایی آن جدول ۱ آمده است. ضخامت لایه بین ۳۵۰ تا ۴۵۰ میکرومتر است. زیترینگ در کوره اتمسفر محیط به مدت‌های ۱۰، ۵۰، ۱۰۰ و ۱۵۰ ساعت در دمای  $1100^\circ\text{C}$  انجام شد. به منظور بررسی ریزساختاری از میکروسکوپ نوری و الکترونی گسیل میدانی استفاده گردید. اندازه‌گیری درصد تخلخل توسط نرم‌افزار آنالیزگر تصویر انجام شد. این کار با نرم‌افزار Clemex Vision 3.5 و بر طبق استاندارد ASTM E2109 انجام شد. اندازه‌گیری درصد تخلخل توسط عکس‌های میکروسکوپ نوری با بزرگ‌نمایی ۴۰۰ برابر انجام شد. میکروسکوپ نوری توانایی نمایش نانو حفرات را ندارد، در نتیجه درصد تخلخل اندازه‌گیری شده مربوط به حفرات میکرونی می‌باشد. به منظور کاهش درصد خطا، هر نتیجه گزارش شده، حاصل اندازه‌گیری از ۱۵ عکس مختلف است.



شکل ۱- تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی از آگلومره پودر نانو.

<sup>1</sup> FESEM



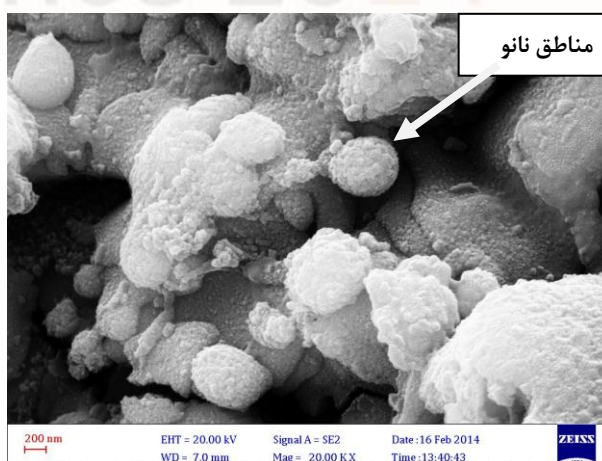
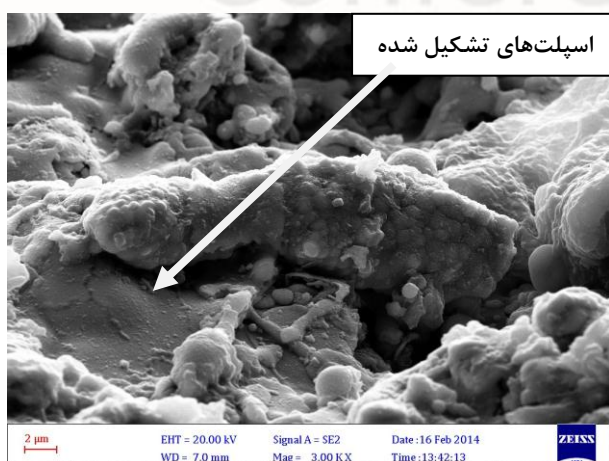
جدول ۱- ترکیب شیمیایی اینکونل ۷۳۸

عنصر	C	Al	Co	Cr	Mo	Nb	Ta	Ti	W	Ni
درصد وزنی	۰/۱۰	۳/۴۵	۸/۳۲	۱۶/۰۹	۱/۷۰	۰/۷۵	۱/۷۳	۳/۳۴	۲/۵۶	باقیمانده (۶۲)

تجزیه و تحلیل داده‌ها:

پس از لایه نشانی:

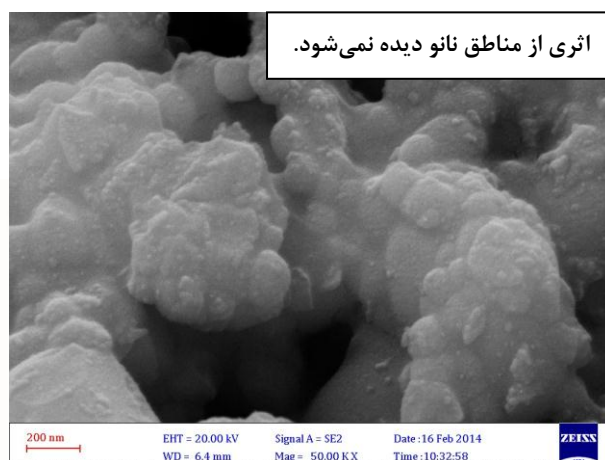
شکل ۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی از سطح رویی پوشش را نشان می‌دهد. در شکل الف ذرات ذوب نشده (منطقه نانو) و ب ذرات ذوب شده (زمینه) را نشان داده شده‌اند. پوشش نانو ساختار از دو منطقه ذرات ذوب شده و ذوب نشده تشکیل می‌شوند. ذرات ذوب شده همان اسپلت‌ها هستند که در پوشش مرسوم نیز وجود دارند و به عنوان زمینه در پوشش نانو ساختار شناخته می‌شوند. ذرات ذوب نشده نیز همان ذرات اولیه نانو هستند که حین پاشش ذوب نشده‌اند. این ذرات مناطق نانو را تشکیل می‌دهند (Lima, Marple, 2006). برای تشکیل مناطق نانو تنظیم دقیق پارامترهای پاشش به طوری که ذرات کاملاً ذوب نشوند لازم است. بدین منظور از افزایش سرعت ذرات و یا کاهش دمای ذرات نسبت به پوشش‌دهی مرسوم استفاده می‌کنند. این کار را با کاهش نرخ تزریق گاز هیدروژن انجام می‌دهند (Lima, Marple, 2008).



شکل ۲- تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی از سطح روی پوشش، قبل از زینتر.

### پس از زینترینگ:

شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی بعد از ۱۵۰ ساعت زینترینگ را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود زینترینگ سبب رشد ذرات و بهم پیوستن آنها شده است و اثری از ذرات نانو دیده نمی‌شود، در واقع مناطق نانو کاملاً از بین رفته‌اند.

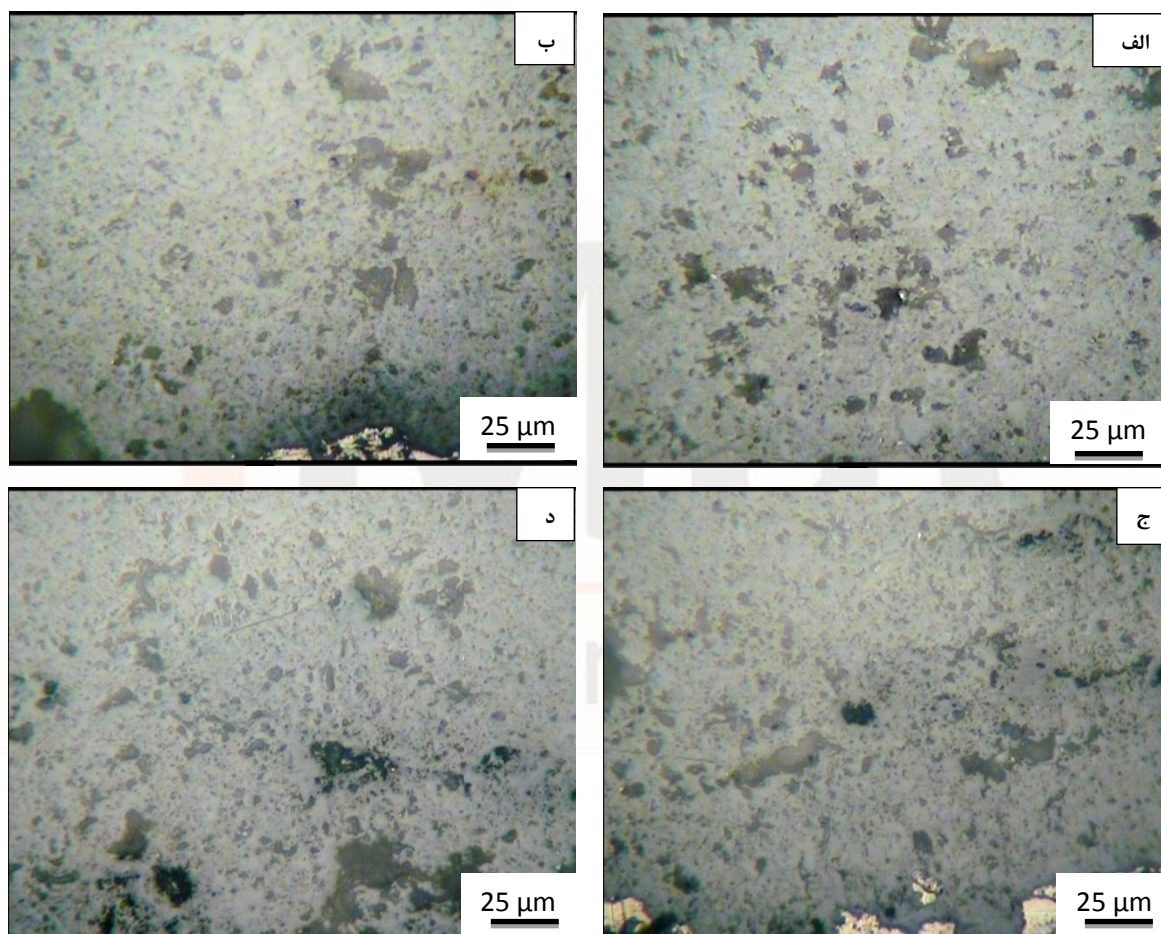


شکل ۳- تصویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی پس از ۱۵۰ ساعت زینترینگ.

شکل ۴ تصاویر میکروسکوپ نوری پوشش زینتر شده به مدت‌های ۰، ۱۰، ۵۰ و ۱۵۰ ساعت را نشان می‌دهد. این تصاویر با بزرگنمایی ۴۰۰ برابر تهیه شده‌اند و نانو حفرات را نشان نمی‌دهند. همانطور که در تصاویر ملاحظه می‌شود عملیات زینتر در ده ساعت اول سبب افزایش درصد حفرات با اندازه ریز شده است. نتیجه اندازه‌گیری درصد تخلخل نیز این افزایش را تأیید می‌کند. شکل ۵ نتیجه اندازه‌گیری درصد تخلخل را نشان می‌دهد. با ادامه زینترینگ تا ۵۰ ساعت درصد حفرات بیشتر می‌شود. ادامه زینترینگ تغییری در درصد تخلخل ایجاد نمی‌کند. همانطور که گفته شد نمونه‌های نانو ساختار متشکل از دو منطقه نانو و اسپلت (زمینه) هستند. نرخ زینتر در این دو منطقه متفاوت است. سرعت زینترینگ منطقه نانو به دلیل انرژی سطحی بیشتر ذرات تندتر است در نتیجه سرعت افزایش دانسیته بیشتر می‌باشد. سرعت بالای زینتر در این منطقه سبب تولید تخلخل‌های بزرگ‌تری می‌کند. در واقع نانو تخلخل‌ها که در عکس‌های با بزرگنمایی کم قابل مشاهده نیستند به یکدیگر رسیده و تشکیل حفرات بزرگ‌تری را می‌دهند که قابل مشاهده‌اند؛ در نتیجه درصد تخلخل افزایش می‌یابد (Lima, Marple, 2006, 2008).

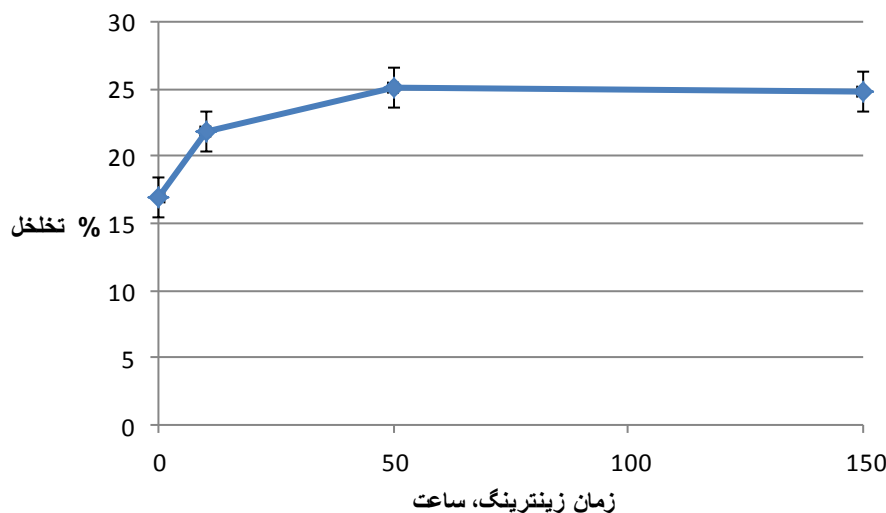
طبق تحقیقات چوی انرژی فعال‌سازی زینتر بسیار کمتر از سد انرژی نفوذ یونها در داخل کریستال است. در نتیجه نفوذ از طریق مسیرهای کم انرژی مثل مرز دانه‌ها اتفاق می‌افتد. با توجه به افزایش مرز دانه‌ها در پوشش نانو ساختار سرعت زینتر بیشتر

خواهد بود. شکل ۶ نمودار تغییرات سختی در اثر زینترینگ را نشان می‌دهد. افزایش سختی در ده ساعت اتفاق افتاد و پس از آن به پایداری رسید. افزایش سختی در ده ساعت اول به علت زینتر شدن مناطق نانو است. در واقع با زینتر شدن مناطق نانو دانسیته پوشش بیشتر می‌شود (Choi, 2005).

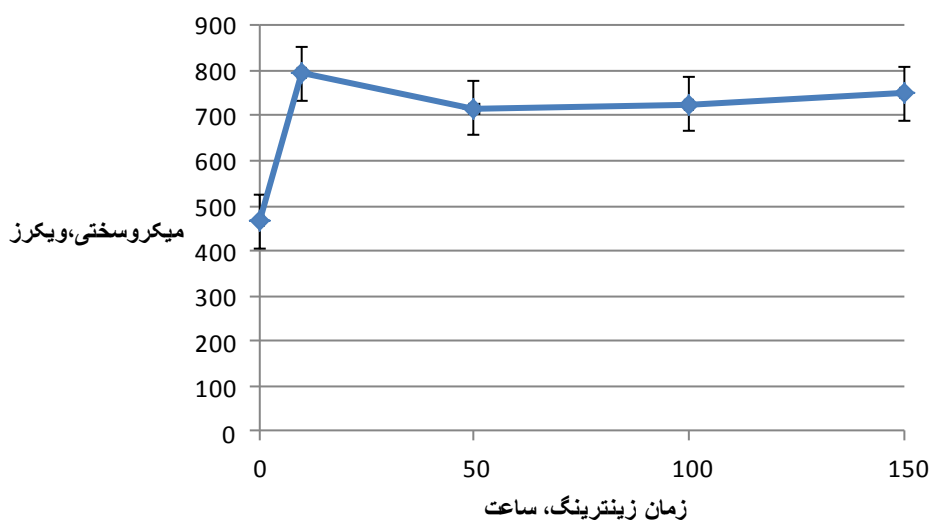


شکل ۴- تصاویر میکروسکوپ نوری پوشش زینتر شده به مدت‌های (الف) ۰، (ب) ۱۰، (ج) ۵۰ و (د) ۱۵۰ ساعت، افزایش درصد تخلخل در ده ساعت اول دیده می‌شود و پس از آن تغییر محسوسی وجود ندارد.





شکل ۵: نمودار تغییرات درصد تخلخل پوشش در اثر زینترینگ بر واحد زمان.



شکل ۶: نمودار تغییرات سختی در اثر زینترینگ بر واحد زمان.

### نتیجه‌گیری

از بررسی‌های ریزساختاری پوشش نانوساختار قبل و بعد از زینترینگ و همچنین اندازه‌گیری درصد تخلخل و سختی سنجی حین زینترینگ نتایج زیر به دست آمد:

۱. پوشش نانوساختار از مناطق نانو و زمینه (اسپلت) تشکیل شده است. ۱۵۰ ساعت زینترینگ موجب از بین رفتن مناطق نانو می‌شود.

۲. زینترینگ سبب تغییرات درصد تخلخل و سختی در ده ساعت اول می‌شود و پس از آن تا انتهای عملیات به پایداری می‌رسد. درصد تخلخل و سختی در ده ساعت اول به ترتیب به اندازه ۵ درصد و ۳۵۰ ویکرز افزایش یافت.

#### منابع

- Hardwicke C. U., Lau Y. (2013) Advances in Thermal Spray Coatings for Gas Turbines and Energy Generation: A Review, Journal of Thermal Spray, vol. 22, No. 5, pp. 564-576.
- Klemens P.G., Gell M. (1998) Thermal conductivity of thermal barrier coatings, Materials Science and Engineering A, Vol. 245, pp. 143-149.
- Lima R.S., Marple B.R. (2008) Nanostructured YSZ thermal barrier coatings engineered to counteract sintering effects, Materials Science and Engineering A. v. 485, pp.182-193.
- Lima R.S., Marple B.R. (2007) Thermal Spray Coatings Engineered from Nanostructured Ceramic Agglomerated Powders for Structural Thermal Barrier and Biomedical Applications: A Review, Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 16, No. 1, pp. 40-63.
- Helminiak M. A., Yanar N. M., Pettit F. S., Taylor T. A., Meier G. H. (2012) Factors affecting the microstructural stability and durability of thermal barrier coatings fabricated by air plasma spraying, Materials and Corrosion, Vol. 63, pp. 1-11.
- Choi S. R., Zhu D., Miller R. A. (2005) Effect of Sintering on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Zirconia-Based Thermal Barrier Coatings, Journal of America Ceramics Society, Vol. 88, No. 10, pp. 2859-2867.
- Lima R.S., Marple B.R. (2008) Toward Highly Sintering-Resistant Nanostructured  $ZrO_2$ -7wt.% $Y_2O_3$  Coatings for TBC Applications by Employing Differential Sintering, Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 17, pp. 846-852.