

اعمال، مشخصه‌یابی، بررسی ریزساختاری و مقایسه رفتار شوک حرارتی پوشش‌های سد حرارتی دو لایه و درجه بندی شده حاصل از تغییر تدریجی ترکیب شیمیایی لایه‌های فلز/سرامیک

نسیم نایب پاشایی^{۱*}، سید حسین سیدین^۲، محمدرضا ابوطالبی^۲، حسین سرپولکی^۲، سید محمد مهدی هادوی^۳

^۱ دکتری، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

^۲ استاد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

^۴ دانشیار، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه مالک اشتر

* nayeypashae@alumni.iust.ac.ir

چکیده:

پوشش‌های سد حرارتی با هدف عایق کردن اجزای موجود در بخش‌های داغ توربین‌های گازی در جهت افزایش دمای کاری و بازدهی این قطعات مورد استفاده قرار می‌گیرند. در این پژوهش، پوشش‌های سد حرارتی معمولی و درجه‌بندی شده از جنس NiCrAlY/YSZ به روش پوشش پلاسمایی بر روی زیرلایه از جنس سوپر آلیاژ Hastelloy-X اعمال شد. نمونه‌ها تحت شوک حرارتی با سیکل معین قرار گرفتند. بررسی متالوگرافی نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی و تشخیص فازهای تشکیل شده در سطح به وسیله آنالیز تفرق اشعه ایکس انجام شد. پس از مشخصه‌یابی ترکیبی و ساختاری، تنش ناشی از شوک حرارتی در آنها به کمک روشی نوین اندازه‌گیری شد. در این تحقیق از روش نانوفرورونده برای اندازه‌گیری تنش پسماند در پوشش‌های سد حرارتی بهره برده شده. نتایج آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که در پوشش درجه بندی شده ریزساختار، تخلخل و ترکیب شیمیایی بطور تدریجی تغییر می‌کند. بررسی سطح ظاهری نمونه‌ها پس از اعمال شوک حرارتی نشان داد که جدایش و لایه لایه شدن در پوشش سد حرارتی دو لایه در مناطق وسیع تری نسبت به پوشش‌های درجه‌بندی شده اتفاق افتاده است. نتایج اندازه‌گیری تنش به روش نانوفرورونده حاکی از آن بود که روش طراحی شده برای اندازه‌گیری تنش بر خلاف سایر روش‌های متداول بدون تخریب نمونه قادر به اندازه‌گیری تنش در امتداد عمق نمونه با دقت قابل قبول می‌باشد.

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۲ مرداد ۱۳۹۶

پذیرش: ۲۸ آذر ۱۳۹۶

کلید واژه:

سیستم پوشش سد حرارتی
درجه‌بندی شده، شوک حرارتی،
تنش پسماند، نانوفرورونده

منظور ایجاد یک عایق حرارتی در محفظه داغ توربین‌های

گازی مورد توجه قرار گرفته است. بازده کاری توربین‌های

گازی وابسته به دمای گاز داغ ورودی به توربین است و با

۱- مقدمه

در سال‌های اخیر استفاده از پوشش‌های سد حرارتی به



سرامیکی و لایه واسط فلزی می‌شود. با توجه به آنکه این لایه در اثر حرارت ایجاد می‌شود به آن لایه اکسید رشد یافته حرارتی (TGO)^۱ گفته می‌شود [۱۰-۱۱].

خواص منحصر بفرد پوشش‌های سد حرارتی بکار رفته در قسمت‌های داغ توربین‌های زمینی و هوایی باعث شده است تا در سال‌های اخیر تحقیقات گسترده بر روی این گروه از پوشش‌های دما بالا انجام شود. با وجود آنکه کاربردهای پوشش‌های سد حرارتی به طور گسترده‌ای افزایش یافته است، اما همچنان شکست زود هنگام ناشی از پوسته شدن پوشش حین کارکرد که می‌تواند فلز بدون پوشش TBC را به طور خطرناکی در معرض گازهای داغ قرار دهد، از اهمیت خاصی برخوردار است. عدم تطابق انبساط حرارتی دو لایه فلزی و سرامیکی در فصل مشترک آنها و رشد لایه TGO^۲ در اثر اکسیداسیون لایه واسط منجر به ایجاد ترک، لایه لایه شدن و پوسته شدن پوشش طی سیکل‌های حرارتی می‌گردد. در نتیجه مطالعات روی بهبود چقرمگی شکست و استحکام چسبندگی پوشش‌های سد حرارتی متمرکز شده است تا عمر کاری و قابلیت اطمینان این پوشش‌ها در دماهای بالا افزایش یابد [۷-۸، ۱۲].

از تکنیک‌های موثر در بهبود عملکرد، بهبود رفتار شوک حرارتی پوشش‌ها و در نتیجه بهبود حفاظت محیطی و افزایش عمر مفید قطعات بخش‌های داغ توربین‌ها، درجه‌بندی نمودن پوشش سد حرارتی است که در کنار عواملی همچون اصلاح ترکیب شیمیایی لایه واسط، اصلاح نوع اکسید محافظ، کنترل دما و تغییرات آن و نیز بهینه سازی روش‌های اعمال پوشش می‌تواند در طراحی و توسعه

افزایش دمای گاز، بازده کاری توربین افزایش می‌یابد. استفاده از پوشش‌های سد حرارتی موجب ایجاد شیب حرارتی و در نتیجه کاهش دمای زیرلایه نسبت به دمای سطح پوشش می‌شود. کاهش دمای زیرلایه موجب افزایش بازده کاری توربین و کاهش میزان جریان خنک کننده می‌شود [۱-۳]. از جمله مزایای پوشش‌های سد حرارتی می‌توان به افزایش دمای گاز داغ بدون افزایش دمای زیرلایه (افزایش راندمان)، کاهش جریان گاز خنک کننده بدون تغییر دادن دمای گاز (افزایش راندمان)، کاهش دمای زیرلایه بدون تغییر دادن جریان گاز خنک کننده (افزایش عمر قطعات)، کاهش تنش‌های حرارتی اجزاء توربین (افزایش عمر قطعات) و استفاده از سوخت‌های مختلف به دلیل محافظت بهتر زمینه در مقابل خوردگی و اکسیداسیون (کاهش هزینه‌ها) اشاره نمود [۴-۶].

پوشش‌های سد حرارتی اغلب از دو لایه تشکیل شده‌اند: لایه رویی- لایه رویی سرامیکی معمولاً از جنس اکسید زیرکونیم (ZrO_2) به همراه ۶-۸٪ اکسید ایتریوم جهت پایدارسازی فاز تتراگونال زیرکونیا است. وظیفه اصلی آن کاهش دمای سطح قطعه است [۷-۸]. لایه واسط- ترکیب لایه واسط برای سوپراآلیاژهای پایه نیکل به صورت $MCrAlY$ ($M = Co, Ni, Co/Ni$) است. وظیفه این لایه فراهم نمودن شرایط سطحی مناسب برای چسبیدن لایه رویی به زیرلایه است. لایه واسط، علاوه بر کاهش عدم تطابق مابین لایه رویی سرامیکی و زیرلایه سوپراآلیاژی، مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی داغ را ایجاد می‌کند [۳، ۹]. همچنین در دماهای بالا اکسیداسیون لایه واسط منجر به تشکیل یک لایه اکسیدی در فصل مشترک لایه رویی

¹ Thermally Grown Oxide

² Thermally Grown Oxide



نانوفروورونده برای تعیین خواص مکانیکی مواد جامد بالک، لایه‌های نازک و پوشش‌ها بسیار مورد توجه قرار گرفته است. این روش قابلیت تعیین تنش در ابعاد میکرو/نانو را فراهم می‌سازد [۱۴، ۱۷].

روش نانوفروورونده در سال‌های اخیر بسیار مورد توجه قرار گرفته است [۱۵، ۱۸]. روش نانوفروورونده اغلب برای تعیین خواص مکانیکی مواد جامد بالک، لایه‌های نازک و پوشش‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱۴]. این روش قابلیت تعیین تنش در ابعاد میکرو/نانو را فراهم می‌سازد [۱۹]. روش نانوفروورونده ابزار بسیار قدرتمندی برای تعیین خواص مکانیکی مواد در ابعاد بسیار کوچک است. این روش در واقع مقاومت حرکت یک پروب الماسی را در تماس با یک سطح بر اثر اعمال نیرو در ابعاد نانومتری نشان می‌دهد [۱۹].

به طور کلی، تکنیک نانوفروورونده دو روش برای تعیین تنش دارد: الف- برآورد تنش با استفاده از تکنیک شکست فرورفتگی^۷ و ب- تعیین تنش با استفاده از منحنی P-h فرورونده. روش اول شامل فرورودن فرورونده در ناحیه تحت تنش است تا ترک‌های شعاعی در مرکز محل فرورفتگی ایجاد شود. طول این ترک‌ها به اندازه و علامت تنش محل فرورفتگی حساس است. با اندازه گرفتن طول ترک فرورفتگی‌ها روی سطوح دارای تنش و مقایسه آن با طول ترک روی سطح نمونه بدون تنش، مقدار تنش برآورد می‌شود. بدیهی است که روش‌های توسعه یافته در این تکنیک فقط می‌توانند برای مواد ترد نظیر سرامیک‌ها مورد استفاده قرار گیرد که در آنها هنگامی که بار فرورونده از حد آستانه مشخصی بیشتر شود ترک خوردن ایجاد می‌شود.

7 indentation fracture technique

پوشش‌های نوین با کارایی بالا نقش تعیین کننده‌ای داشته باشد. پوشش سد حرارتی درجه‌بندی شده از پاشش لایه‌های مخلوط با تغییر تدریجی ترکیب فلز و سرامیک حاصل می‌شود، بدین ترتیب که ترکیب پوشش در جهت ضخامت از ۱۰۰ درصد لایه واسط فلزی که مستقیماً بر روی فلز زمینه اعمال می‌شود تا ۱۰۰ درصد لایه رویی سرامیکی برای پوشش نهایی تغییر می‌کند. برای تهیه این نوع پوشش، فرایند پاشش پلاسمایی به دلیل سهولت تأمین پودرهای متفاوت به طور همزمان و قابلیت اجرا برای زیرلایه‌های مختلف به طور گسترده‌ای مورد استفاده قرار گرفته است [۷، ۱۲-۱۳].

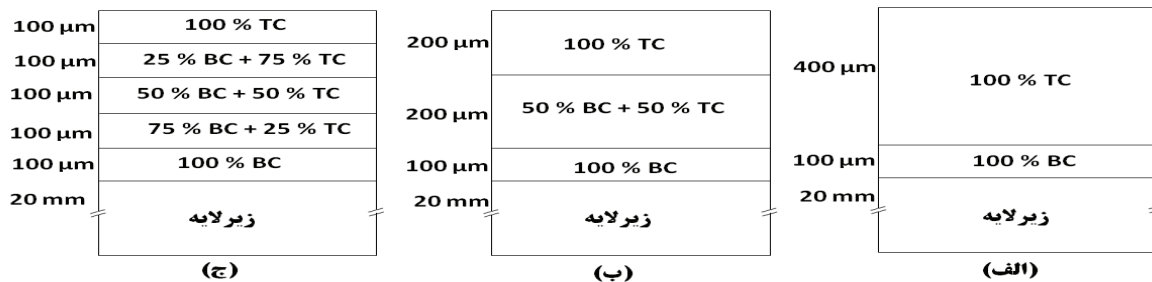
امروزه روش‌های مختلفی برای اندازه‌گیری تنش وجود دارد [۱۴-۱۵]. روش‌های اندازه‌گیری تنش در پوشش‌ها معمولاً به دو گروه روش‌های مخرب و روش‌های غیرمخرب تقسیم می‌شوند. روش‌های غیرمخرب معمولاً برخی پارامترهای مرتبط با تنش را اندازه‌گیری می‌کنند [۱۶]. برخی از روش‌های اندازه‌گیری تنش عبارتند از: پراش پرتو ایکس^۱، روش سوراخکاری^۲، حذف لایه^۳، پراش نوترون^۴، طیف سنجی رامان^۵، نانوفروورونده^۶ که بعضی از آن‌ها مخرب و بعضی غیرمخرب می‌باشند. هر یک از این روش‌ها مزایا و معایب متعددی دارند [۱۴-۱۵]. اغلب روش‌های اندازه‌گیری تنش قادر به محاسبه مقادیر تنش در سطح نمونه می‌باشند و روش‌های مربوط به اندازه‌گیری تنش در عمق نمونه غالباً منجر به تخریب قطعه می‌شوند. در سال‌های اخیر روش

- 1 X-Ray Diffraction
- 2 hole-drilling
- 3 layer removal
- 4 neutron diffraction
- 5 Raman spectroscopy
- 6 Nanoindentation



ساختاری پوشش‌های سد حرارتی معمولی و درجه‌بندی شده به روش پاشش پلاسمایی اعمال می‌باشد. همچنین نتایج مطالعات قبلی نشان داده‌است که تنش پسماند ایجاد شده در هر پوشش، به میزان قابل توجهی به پارامترهای فرایند پوشش‌دهی، آماده‌سازی سطح زیرلایه و نوع ماده پوشش وابسته است. بنابراین لزوم تعیین تنش پسماند برای شرایط مشخص هر مطالعه مطرح می‌گردد. علاوه بر این، مطالعات قبلی مربوط به اندازه‌گیری تجربی تنش پسماند در پوشش و روش‌های پوشش‌دهی متفاوت، تنها محدود به اندازه‌گیری تنش پسماند سطحی و یا میانگین توزیع تنش پسماند در راستای ضخامت پوشش با روش مکانیکی لایه‌برداری پوشش است که نتایج دقیقی ارائه نمی‌دهد [۱۴، ۲۰-۲۲]. از این‌رو در این پژوهش روش تجربی جدیدی بر مبنای کار Mao و همکاران [۲۱] به منظور اندازه‌گیری تنش پسماند با استفاده از روش نانوفرورونده در راستای ضخامت بدون تخریب نمونه و با دقت قابل قبول بررسی شده است.

هنگامیکه فرورفتگی با نیروی متوسط روی سطح مواد ترد ایجاد می‌شود، اثر دایمی با ترک‌های شعاعی در گوشه فرورفتگی ایجاد می‌شود [۱۴]. روش دیگر بر پایه اثر تنش بر منحنی $P-h$ است. تنش اثر قابل ملاحظه‌ای بر سطح تماس، منحنی بارگذاری و منحنی باربرداری نانوفرورونده دارد، که برای تعیین تنش مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱۴-۱۵]. منحنی $P-h$ فرورونده حاوی اطلاعات بسیاری درباره رفتار تغییر فرم مواد مورد آزمایش است. این منحنی نه تنها برای تحلیل خواص مکانیکی همانند مدول الاستیک، سختی، توان کارسختی و چقرمگی شکست، بلکه برای تعیین تنش ماده مورد استفاده قرار می‌گیرد. مطالعات تئوری و تجربی نشان می‌دهد که تنش اثر قابل ملاحظه‌ای بر منحنی $P-h$ مربوط به خواص مکانیکی اندازه‌گیری شده با استفاده از نانوفرورونده دارد. روش‌های متعددی برای تعیین تنش پسماند از منحنی‌های $P-h$ فرورونده توسعه یافته‌اند [۱۵]. در این پژوهش، هدف اعمال و مشخصه‌یابی ترکیبی و



شکل ۱- تصویر شماتیک مجموعه سیستم پوشش سد حرارتی شامل زیر لایه و لایه‌های تشکیل دهنده پوشش (الف) پوشش سد حرارتی دولایه، (ب) پوشش سد حرارتی درجه‌بندی شده سه لایه و (ج) پوشش سد حرارتی درجه‌بندی شده پنج لایه

درجه بندی شده روی نمونه مورد نظر و آنالیز مشخصات پوشش است. در این بخش توزیع حرارت و تنش در دو نوع سیستم پوشش سد حرارتی معمولی و درجه‌بندی شده

۲- فعالیت‌های تجربی

در این مطالعه هدف اعمال پوشش سد حرارتی معمولی و



مستطیل شکل به طول و عرض ۵ میلی‌متر و ۸ میلی‌متر و ضخامت در حدود ۵ میلی‌متر آماده شدند. به منظور بررسی دقیق‌تر ترکیب سوپرآلیاژ زیرلایه، از آنالیز اسپکتروفوتومتری نشر اتمی استفاده شد که نتایج آن در جدول ۱ آمده است. سطح جانبی نمونه‌های مربوط به انجام تست نانوفرورونده، پس از Wire Cut، تحت سنباده‌زنی با درجات مختلف از ۶۰ تا ۱۲۰۰ قرار گرفت و سپس پولیش توسط خمیر الماس ۱ میکرون و پارچه ماهوت روی این سطوح انجام شد تا کاملاً براق شود. این آماده‌سازی اولیه به منظور یکنواختی و بررسی لایه‌ها پس از انجام فروروندگی در سطح جانبی انجام شد. برای آماده‌سازی مواد اولیه پاشش، پودرهای مواد اولیه با مشخصات مورد نظر مطابق با جدول ۲ تهیه شدند. به منظور آماده‌سازی پودرهای کامپوزیتی 50% 8YSZ NiCrAlY+25%، 75% NiCrAlY+50% 8YSZ و 8YSZ NiCrAlY+75% 25% از روش آلیاژسازی مکانیکی استفاده شد. به این منظور پودرهای 8YSZ و NiCrAlY با نسبت‌های مورد نظر و با گلوله‌های آلومینایی درون آسیاب گلوله‌ای ریخته شدند و به مدت یک ساعت و با سرعت ۱۸۰ دور بر دقیقه مخلوط گردیدند. فرآیند پوشش دهی با استفاده از دستگاه پاشش پلاسمایی اتمسفری (APS) مجهز به تفنگ Metco 3MB انجام گرفت. به منظور بهبود چسبندگی پوشش، سطح زیرلایه قبل از انجام فرآیند پوشش دهی توسط ذرات آلومینا (ذرات ساییده آلومینا با اندازه ۸۰۰-۷۰۰ میکرومتر) ذره‌پاشی شد تا زبری سطح به حدود ۴-۶ میکرومتر برسد. در مرحله بعد سطح زیرلایه با استفاده از محلول آلی (استون) شستشو داده

² Atmospheric Plasma Spray

بررسی شده است. به منظور ایجاد هندسه مدل از ساختار چندلایه پوشش مطابق با شکل ۱ استفاده شد. در سیستم‌های پوشش سد حرارتی مورد مطالعه جنس زیرلایه سوپرآلیاژ Hastelloy-x است. در سیستم دولایه، پوشش متشکل از لایه واسط NiCrAlY و لایه رویی سرامیکی زیرکونیای تقویت شده با ایتریا (8YSZ)^۱ است. در سیستم درجه‌بندی شده، پوشش متشکل از لایه واسط، لایه / لایه‌های کامپوزیتی و نهایتاً لایه رویی سرامیکی است. جنس لایه‌های فوق‌الذکر به ترتیب ترکیب NiCrAlY، لایه / لایه‌های کامپوزیتی متشکل از لایه واسط و لایه رویی سرامیکی و نهایتاً لایه سرامیکی زیرکونیای تقویت شده با ایتریا (8YSZ) می‌باشد که دارای ضخامت‌های معین مطابق با شکل ۱-ب و شکل ۱-ج هستند. در این پژوهش، دو دسته پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه و پنج لایه در نظر گرفته شدند. در سیستم پوشش درجه‌بندی شده، سه ترکیب مختلف 50% 8YSZ NiCrAlY+25%، 75% NiCrAlY+50% 8YSZ و 8YSZ NiCrAlY+75% 25% به عنوان لایه کامپوزیتی بین لایه‌ها در نظر گرفته شد. نمونه‌ای از پوشش سد حرارتی درجه‌بندی شده در شکل ۱-ب و شکل ۱-ج نشان داده شده است.

در این تحقیق از سوپر آلیاژ Hastelloy-x به عنوان زیرلایه استفاده شد. به منظور انجام آزمایش‌ها، قطعه‌ای از جنس سوپرآلیاژ Hastelloy-x تهیه گردید. به وسیله ماشینکاری و wire cut نمونه‌هایی دیسکی شکل به قطر ۲۰ میلی‌متر و ضخامت ۴۰ میلی‌متر و نمونه‌های مکعب

¹ Yttria-stabilized zirconia



شد تا هرگونه چربی زدوده شود. زیرلایه قبل از فرآیند پارامترهای مربوط به دستگاه پاشش پلاسمای لایه‌ها در پاشش دهی تا دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد پیش گرم شد. جدول ۳ گزارش شده است.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ Hastelloy مورد استفاده در این تحقیق.

عنصر	Si	Mn	Cr	Mo	Cu	Fe	Co	Ti	Al
درصد وزنی	۰/۴۴	۰/۶۹	۲۱/۹	۸/۹	۰/۱۰	۱۷/۲	۰/۶۳	۰/۰۰۶	۰/۱۵
عنصر	Nb	W	V	C	P	S	Sn	Hf	Mg
درصد وزنی	۰/۱۷	۰/۵۰	۰/۰۳	۰/۰۶	۰/۰۰۷	۰/۰۰۴	۰/۰۰۵	<۰/۰۰۵	۰/۰۱
عنصر	Ta	Zr	B	Pb	Ni				
درصد وزنی	<۰/۰۰۵	Trace	-	۰/۰۱	Base				

جدول ۲- مشخصات پودرهای مورد استفاده در پاشش پلاسمایی

اندازه ذرات پودرها (میکرومتر)	مورفولوژی	نام تجاری پودر	ترکیب شیمیایی	لایه
۴۰-۷۵	کروی	Metco 204 -NS	ZrO ₂ -8wt% Y ₂ O ₃	لایه رویی
۱۱-۱۰۶	کروی	AMDRY 962	Ni-22Cr-10Al-1Y	لایه واسط

جدول ۳- پارامترهای مورد استفاده برای پاشش پلاسمایی اتمسفری

پارامتر	واحد	NiCrAlY (Amdry962)	75 NiCrAlY +25 YSZ	50 NiCrAlY + 50 YSZ	25 NiCrAlY + 75 YSZ	YSZ (metco204Ns)
جریان	A	۴۵۰	۴۵۰	۵۰۰	۵۰۰	۵۰۰
ولتاژ	V	۵۰	۵۰	۵۵	۵۵	۵۵
نرخ شارش گاز آرگون	SCFH ¹	۸۵	۸۵	۸۰	۸۰	۸۰
نرخ شارش گاز هیدروژن	SCFH	۱۵	۱۵	۱۵	۱۵	۱۵
نرخ شارش گاز حامل پودر (آرگون)	SCFH	۳۰	۳۰	۳۰	۳۰	۳۰
نرخ تغذیه پودر	lb/hr	۱۵	۱۵	۲۰	۲۰	۲۵
فاصله پاشش	Cm	۱۲	۱۰	۱۰	۸	۸

¹ Standard Cubic Feet per Hour



۲-۱- اعمال شوک حرارتی

سیکل حرارتی روی سطح لایه رویی شامل سه مرحله اصلی است. سیکل حرارتی شامل گرمایش از دمای ۲۵ درجه سانتیگراد تا ۱۱۵۰ درجه سانتیگراد (دمای کاری اجزای داغ موتور هواپیما [۶]) در ۳۰۰ ثانیه، نگهداری در دمای ۱۱۵۰ درجه سانتیگراد و در نهایت مرحله سرمایش از ۱۱۵۰ درجه سانتیگراد تا ۲۵ درجه سانتیگراد طی ۳۰۰ ثانیه است (شکل ۲).

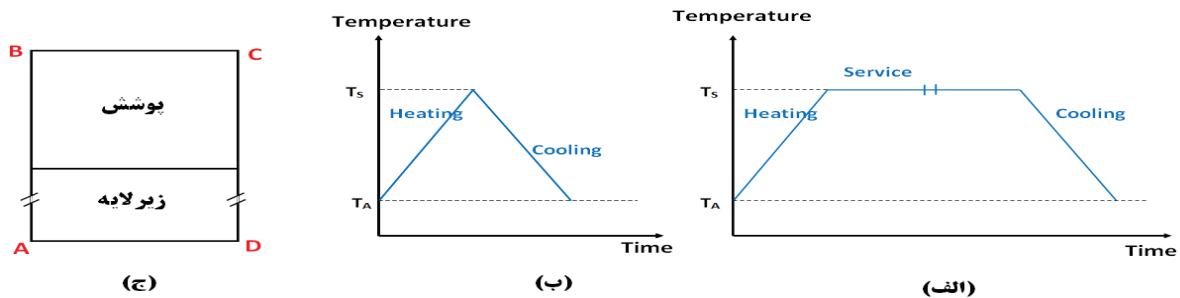
این سیکل حرارتی در دو حالت در نظر گرفته شد: تشکیل لایه اکسیدی و عدم تشکیل لایه اکسیدی (حالت شوک). سیکل حرارتی در حالت تشکیل لایه اکسیدی دارای سه مرحله گرمایش، حالت مانا و سرمایش است در حالیکه در حالت شوک بدون رشد لایه اکسیدی از مرحله دوم بارگذاری صرفنظر کردیم. به منظور مطالعه رفتار شوک حرارتی، هر یک از سیکل‌های حرارتی (حاوی توقف در زمان اکسیداسیون و فاقد زمان توقف) تا ۴۵ بار تکرار شد. پس از این مرحله، عملیات بررسی مشخصات لایه‌ها انجام پذیرفت.

۲-۲- مشخصه‌یابی پوشش سد حرارتی

۲-۲-۱- متالوگرافی

در این پژوهش به منظور جلوگیری از کنده شدن و یا تخریب لایه‌ها نمونه‌ها به گونه‌ای مانت شدند که سطح پوشش‌دهی شده داخل ماده مانت قرار گیرد و سپس نمونه همراه با مانت دو نیم شد. سنباده‌زنی نمونه‌های مانت شده به وسیله سنباده‌هایی با مش‌های مختلف از ۶۰ تا ۲۵۰۰ صورت گرفت، سپس نمونه‌ها توسط خمیر الماس ۱ میکرون و پارچه ماهوت پولیش داده شدند تا سطح تمامی نمونه‌ها کاملاً براق شود.

برای مشاهده ریزساختار لایه‌های تشکیل شده روی سطح نمونه، با استفاده از میکروسکوپ نوری مدل Meiji مجهز به دوربین ویدئویی متصل به کامپیوتر، تصاویر ریز ساختاری از مقاطع عمودی نمونه تهیه گردید.



شکل ۲- سیکل دما- زمان اعمالی بر روی لایه سطحی پوشش سد حرارتی (الف) با زمان اکسیداسیون و تشکیل TGO و (ب) فاقد زمان اکسیداسیون و عدم تشکیل TGO و (ج) تصویر شماتیک سیستم پوشش و زیرلایه

میلی آمپر، طول موج اشعه ۱/۵۴ آنگستروم و لامپ کاتد مسی و فیلتر نیکل استفاده شد. برای این منظور نمونه‌های در نظر گرفته شده برای بررسی‌های فازی و سطحی تحت

۲-۲-۲- پراش اشعه ایکس (XRD)

به منظور شناسایی فازهای موجود در نمونه از دستگاه XRD با ولتاژ ۱۰ و ۴۰ کیلوولت، شدت جریان ۲۵ و ۳۰



$$E = \frac{1 - \vartheta^2}{\left(\frac{1}{E_r}\right) - \left(\frac{1 - \vartheta_i^2}{E_i}\right)} \quad (1)$$

که در آن E_r مدول الاستیک کاهش یافته^۲، و E_s به ترتیب مدول الاستیک و ضریب پواسون برای نمونه تحت آزمون هستند و v_i و E_i به ترتیب مدول الاستیک و ضریب پواسون برای فرورونده هستند. برای فرورونده الماس $E_i = 1141 \text{ GPa}$ و $v_i = 0.07$ [۱۴، ۲۴-۲۵] در نظر گرفته می شود. در پوشش سد حرارتی $v_s = 0.2$ [۲۶] است.

در روش نانوفرورونده، سختی به صورت بار تقسیم بر سطح تماس تصویر شده فرورفتگی تعریف می شود و در حقیقت فشار متوسطی است که ماده تحت بار می تواند تحمل کند. سختی از رابطه ۲ محاسبه می گردد [۱۴، ۲۳-۲۴]:

$$H = \frac{P_{\max}}{24.5h_c^2} \quad (2)$$

که در آن P_{\max} بیشینه بار و h_c عمق تماس نفوذ است [۱۴، ۲۳-۲۴]. مقادیر متوسط مدول یانگ و سختی برای محاسبات تافنس شکست و تنش مورد استفاده قرار می گیرند. هنگام اعمال فرورونده بر کوویچ معمولاً ترک هایی بر روی نمونه ایجاد می شوند. در حالتی که فرض شود که هیچگونه تنشی در ماده وجود نداشته باشد، رابطه مابین تافنس شکست K_{IC} و میانگین طول ترک های ایجاد شده c از رابطه ۳ پیروی می کند [۱۴، ۲۷]:

$$K_{IC} = \gamma \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \frac{P}{c^{2/3}} \quad (3)$$

هنگامی که پوشش سد حرارتی حاوی تنش می باشد و

آنالیز قرار گرفتند. در نهایت الگوی پراش اشعه X از سطح نمونه ها تهیه و بر اساس الگوی به دست آمده شناسایی فازها با استفاده از کارت های استاندارد انجام شد.

۲-۲-۳- میکروسکوپ الکترونی روبشی

از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Tescan Vega، مجهز به آشکارساز EDS (Inca OXFORD) برای بررسی و تعیین ضخامت لایه ها، مورفولوژی سطح و آنالیز لایه ها استفاده گردید.

سطح مقطع نمونه ها پس از آماده سازی متالوگرافی مورد بررسی قرار گرفت و تصاویری به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی از آنها تهیه گردید. با توجه به تصاویر، ضخامت لایه های تشکیل شده اندازه گیری شد؛ همچنین تصاویر دیگری از سطح نمونه های پوشش دهی شده تهیه گردید و نقشه توزیع عناصر به وسیله آنالیز کننده EDS انجام شد.

۲-۲-۴- محاسبه تنش به روش نانوفرورونده

در این مطالعه، مبنای اندازه گیری تنش به روش نانوفرورونده، رویکرد موسوم به روش شکست فرورونده^۱ می باشد. در این رویکرد، هنگامی که یک ماده ترد با یک نیروی متوسط تحت فروروندگی قرار می گیرد، یک اثر دائمی با ترک های شعاعی در امتداد گوشه های اثر فرورونده ایجاد می شود.

به منظور محاسبه تنش با این روش لازم است که نخست خواص مکانیکی ماده نظیر مدول یانگ، سختی و تافنس شکست محاسبه شود تا در مرحله بعد در محاسبه تنش مورد استفاده قرار گیرند. از رابطه ۱ مدول الاستیک نمونه تحت آزمون فرو رفتگی محاسبه می شود [۱۴، ۲۳]:

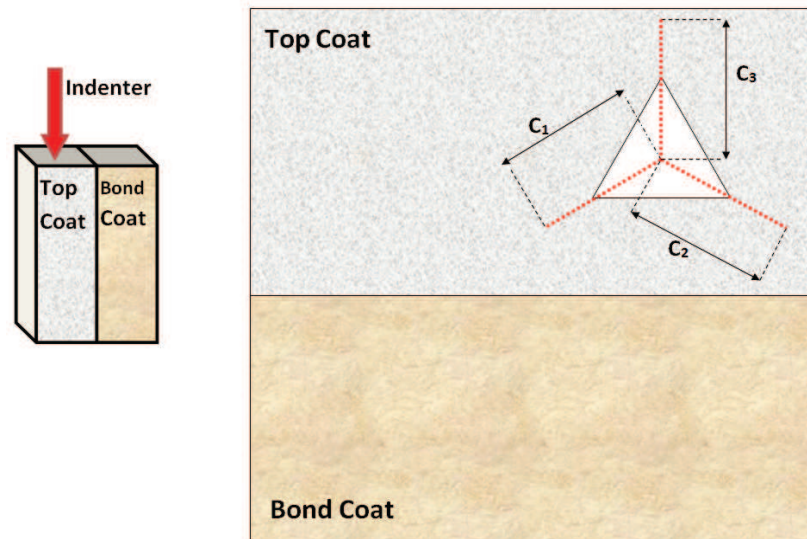
² reduced modulus

¹ indentation fracture technique



$$K_{IC} = \delta \left(\frac{E}{H} \right)_i^{1/2} \frac{P}{c^{2/3}} + \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sigma c^{1/2} \quad (4)$$

فرورونده مطابق با شکل ۳ در راستای عمود بر سطح مقطع لایه‌های پوشش اعمال می‌شود، چقرمگی شکست در راستای عمود بر پوشش از رابطه ۴ به دست می‌آید [۲۳، ۱۴]:



شکل ۳- طرح شماتیک اعمال فرورونده بر کوویچ در راستای عمود بر لایه رویی

عرض از مبدا معادله ۵ هستند. بمنظور دستیابی به رابطه خطی بهتر، مجموعه‌ای از تست‌های فرورونده بایستی تحت بارهای مختلف انجام شود. در مرحله بعد به نتایج نمودار خطی برازش می‌شود. K_{IC} و σ نمونه به ترتیب از روی عرض از مبدا و شیب معادله خطی برازش شده به نمودار تعیین می‌شوند.

۲-۲-۴-۱- انجام آزمون نانوفرورونده

به منظور اندازه‌گیری تنش به روش نانوفرورونده از یک دستگاه Triboscope system (Hyston Inc. USA) دارای فرورونده بر کوویچ استفاده شد. دستگاه مجهز به میکروسکوپ نیروی اتمی (NanoScope E, Digital Instruments, USA) بود که بمنظور بررسی توپوگرافی سطحی نمونه تحت آزمون مورد استفاده قرار

که در آن c میانگین طول ترک‌های ایجاد شده از مرکز فرورفتگی تا نوک ترک $c = (c_1 + c_2 + c_3)/3$ برای ترک‌های شعاعی c_1 ، c_2 و c_3 است، P بار اعمالی و γ ثابت تجربی است که به هندسه فرورونده وابسته است و برای فرورونده بر کوویچ $\alpha = 0.016$ و H به ترتیب مدول یانگ و سختی نمونه تحت آزمایش هستند [۲۳، ۱۴]. بنابراین مطابق با رابطه ۵ خواهیم داشت [۲۳، ۱۴]:

$$\frac{P}{c^{3/2}} = \left(\frac{K_{IC}}{X_i} \right) + \left(-\frac{2\sigma}{\sqrt{\pi}X_i} \right) c^{1/2} \quad (5)$$

که در آن $X_i = \delta \left(\frac{E}{H} \right)_i^{1/2}$ می‌باشد [۲۳، ۱۴]. رابطه ۵ نشان دهنده رابطه خطی مابین $P/c^{3/2}$ و $c^{1/2}$ است. به ترتیب نشان دهنده شیب و $\left(-\frac{2\sigma}{\sqrt{\pi}X_i} \right)$ و $\left(\frac{K_{IC}}{X_i} \right)$



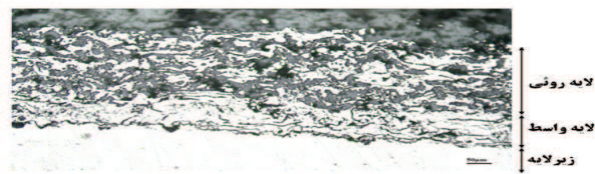
۳- نتایج و بحث

۳-۱- مطالعات متالوگرافی

شکل ۴- الف تصویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه پوشش سد حرارتی دولایه معمولی را نشان می‌دهد. با توجه به این تصاویر، ملاحظه می‌گردد که در نمونه پاشش پلاسمایی شده سه منطقه لایه رویی، لایه واسط و زیرلایه دیده می‌شود. نواحی روشن معرف فازهای فلزی و نواحی خاکستری تیره معرف فازهای سرامیکی و نقاط سیاه رنگ نیز بیانگر حفره‌های موجود در پوشش می‌باشند.



(ب)



(الف)

شکل ۴- تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه پوشش سد حرارتی (الف) دو لایه معمولی و (ب) درجه بندی شده سه لایه

در شکل ۴- الف لایه واسط به رنگ روشن تر دیده می‌شود و ساختار لایه‌ای دارد. این ساختار لایه‌ای شامل اسپلت‌های روی هم قرار گرفته تقریباً موازی با سطح زیرلایه است. چنین ریزساختاری از ویژگی‌های اصلی پوشش‌های پاشش پلاسمایی است که در تحقیقات سایر پژوهشگران [۲۸-۳۰] نیز به آن اشاره شده است. مطابق با شکل ۴- ب در تصویر میکروسکوپ نوری مربوط به ریزساختار پوشش‌های سد حرارتی درجه بندی شده، لایه‌ها بخوبی بر روی هم با زبری معینی قرار گرفته‌اند. پوشش‌ها ساختار لایه‌ای دارند و هر لایه شامل میکروتراک‌ها و حفراتی می‌باشد که به رنگ سیاه دیده

می‌گردد. نرخ بارگذاری 5 mNs^{-1} و زمان مکث ۵ ثانیه و نرخ باربرداری 5 mNs^{-1} در نظر گرفته شد. در دمای اتاق مجموعه‌ای از نیروهای در بازه $500 \mu\text{N}$ تا $10000 \mu\text{N}$ با فواصل $1000 \mu\text{N}$ در راستای عمود بر سطح مقطع لایه رویی پوشش سد حرارتی به نمونه اعمال شد تا اثر فرورونده با ترک‌های شعاعی در گوشه فرورفتگی بر روی نمونه ایجاد شود. نرم افزار پردازش تصویر Matlab به منظور تعیین راستا و طول ترک‌ها در نمونه‌های تحت آزمون نانوفرورونده مورد استفاده قرار گرفت. نمونه‌های مورد بررسی تحت سیکل حرارتی معرفی شده قرار گرفته بودند.

می‌شوند. در پوشش‌های سد حرارتی درجه بندی شده حد فاصل مشخصی بین لایه‌های مختلف کامپوزیتی درجه بندی شده دیده نمی‌شود. این تغییر تدریجی لایه‌های مختلف باعث تغییر تدریجی خواص فیزیکی و مکانیکی در این لایه‌ها شده است. امتیاز اصلی پوشش‌های درجه بندی شده مقاومت بالای آنها در برابر محیط‌هایی با گرادیان درجه حرارت بالا (تغییرات دمایی بالا) می‌باشد، به گونه‌ای که مولفه سرامیکی ماده به دلیل ضریب هدایت حرارتی پایین باعث مقاومت در برابر دماهای بالا می‌گردد. از سوی دیگر، مولفه فلزی باعث جلوگیری از رشد ترک و شکست ماده در اثر تنش‌های حرارتی می‌شود [۷، ۳۱].



۳-۲- نتایج پراش اشعه ایکس

آنالیز پراش اشعه ایکس^۱ (XRD) به منظور تشخیص فازهای پودر اولیه لایه رویی پاشش شده و لایه رویی ایجاد شده بلافاصله پس از اعمال پوشش (as-sprayed) انجام شد و نتایج در شکل ۵ نشان داده شده است. همانگونه که در این شکل دیده می‌شود، ماده اولیه و پوشش ایجاد شده دارای ترکیب شیمیایی اکسید زیرکونیم با ساختار غالب تتراگونال (استحاله ناپذیر (پایدار) و استحاله پذیر (نیمه پایدار) در پوشش ایجاد شده می‌شود [۳۲]. در پوشش‌های سد حرارتی پاشش پلاسمایی شده، حین اعمال پوشش، سرمایه‌ش سریع منجر به تشکیل فاز تتراگونال استحاله پذیر (نیمه پایدار) (t') به جای تشکیل فاز تتراگونال استحاله ناپذیر (پایدار) (t) می‌گردد. به عبارت دیگر، انجماد سریع که هنگام فرآیند پاشش حرارتی رخ می‌دهد توزیع ایتربای پودر اولیه را در فاز تتراگونال حفظ می‌کند و منجر به حفظ فاز تتراگونال استحاله پذیر (نیمه پایدار) در دمای اتاق می‌شود [۳۲، ۳۵]. بنابراین اگر پوشش YSZ در شرایط نیمه پایدار باشد و ترکیب شیمیایی آن برابر با ترکیب شیمیایی فاز پایدارتر در دماهای بالاتر باشد ترکیب شیمیایی ماده در دمای اتاق، به جای آن که فقط فاز تتراگونال باشد که در دمای اتاق پیش بینی می‌شود، مخلوطی از فازهای مکعبی و تتراگونال خواهد بود [۳۲].

گزارش شده است که حین سرویس و حین قرار گرفتن در معرض دماهای بالا (دمای بالاتر از ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد) و سیکل‌های حرارتی، حذف و تهی شدن ایتربیم (Y) از YSZ منجر به تشکیل فاز مونوکلینیک حین سرمایه‌ش تا دمای اتاق می‌شود [۳۲، ۳۵]. در نتیجه، حین سرد کردن فاز مونوکلینیک از فاز تتراگونال تهی شده از ایتربیم^۲ تشکیل

(شکل ۵- شکل ۵- ب). مطابق با دیاگرام فاز تعادلی زیرکونیا - ایتربیم، فاز پایدار زیرکونیا حاوی ۸ درصد وزنی زیرکونیا در دمای اتاق فاز تتراگونال است [۳۲]. فاز تتراگونال استحاله ناپذیر (پایدار)، فاز

معمول زیرکونیا پاشش پلاسمایی شده است که در نتیجه سرمایه‌ش سریع ذرات مذاب برخوردی به سطح شکل می‌گیرد [۳۳-۳۴]. در فرآیند پاشش پلاسمایی مقدار زیاد Y_2O_3 (۸ درصد وزنی) در YSZ پایداری فاز دمای بالای ZrO_2 تتراگونال را پس از سرد شدن افزایش می‌دهد. پاشش پلاسمایی به عنوان یک فرآیند انجماد سریع اغلب منجر به تشکیل فازهای استحاله پذیر (نیمه پایدار) در پوشش می‌شود [۳۲]. در پوشش‌های سد حرارتی پاشش پلاسمایی شده، حین اعمال پوشش، سرمایه‌ش سریع منجر به تشکیل فاز تتراگونال استحاله پذیر (نیمه پایدار) (t') به جای تشکیل فاز تتراگونال استحاله ناپذیر (پایدار) (t) می‌گردد. به عبارت دیگر، انجماد سریع که هنگام فرآیند پاشش حرارتی رخ می‌دهد توزیع ایتربای پودر اولیه را در فاز تتراگونال حفظ می‌کند و منجر به حفظ فاز تتراگونال استحاله پذیر (نیمه پایدار) در دمای اتاق می‌شود [۳۲، ۳۵]. بنابراین اگر پوشش YSZ در شرایط نیمه پایدار باشد و ترکیب شیمیایی آن برابر با ترکیب شیمیایی فاز پایدارتر در دماهای بالاتر باشد ترکیب شیمیایی ماده در دمای اتاق، به جای آن که فقط فاز تتراگونال باشد که در دمای اتاق پیش بینی می‌شود، مخلوطی از فازهای مکعبی و تتراگونال خواهد بود [۳۲].

گزارش شده است که حین سرویس و حین قرار گرفتن در معرض دماهای بالا (دمای بالاتر از ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد) و سیکل‌های حرارتی، حذف و تهی شدن ایتربیم (Y) از YSZ منجر به تشکیل فاز مونوکلینیک حین سرمایه‌ش تا دمای اتاق می‌شود [۳۲، ۳۵]. در نتیجه، حین سرد کردن فاز مونوکلینیک از فاز تتراگونال تهی شده از ایتربیم^۲ تشکیل

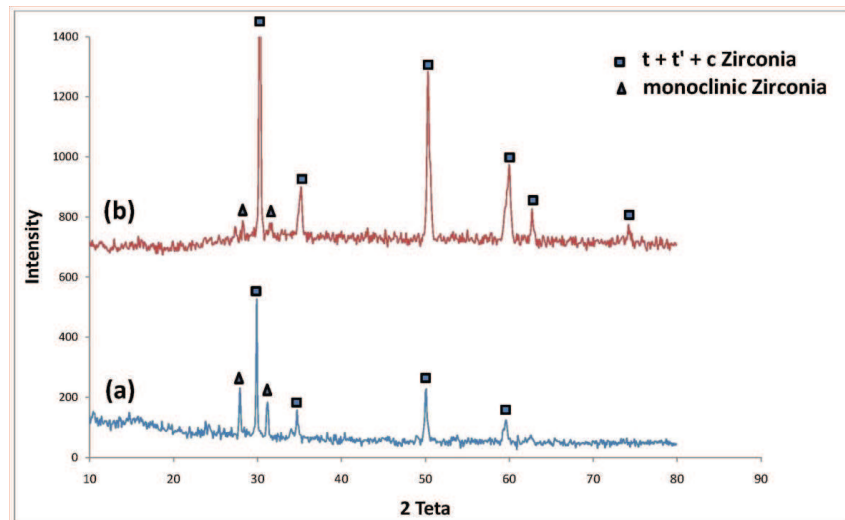
^۱ X-Ray Diffraction Analysis

^۲ Y-depleted tetragonal phase



فاز مونوکلینیک تشکیل شده پایین تر خواهد بود [۷, ۳۱].

می شود [۳۶]. گزارش شده است که هر چه میزان غلظت عناصر پایدار کننده در زیرکونیای تتراگونال بالاتر باشد کسر



شکل ۵- الگوی آنالیز XRD از الف) پودر اولیه لایه رویی پاشش شده و ب) سطح پوشش سد حرارتی بلافاصله پس از پاشش

حرارتی منجر به تشکیل ترکیبات نیمه پایدار می شود و به پارامترهای پاشش حساس است. حتی در حالتی که نمونه ها با پارامترهای پاشش تا حد امکان مشابه (توان منبع یکسان، فاصله پاشش مشابه و ...) اعمال پوشش شوند، از اختلاف در خواص پودر اولیه نمی توان صرف نظر نمود. این تغییرات در خواص پودر اولیه منجر به ریزساختارهای متفاوت (تخلخل ها و ویژگی های حفرات) در پوشش های ایجاد شده می شود. بنابراین پوشش ها از نقطه نظر خواصی همچون هدایت حرارتی متفاوت خواهند بود. هدایت حرارتی بطور قابل توجهی بر سابقه حرارتی پوشش تاثیرگذار خواهد بود و می تواند منجر به ترکیبات فازی متفاوتی در حالت بلافاصله پس از اعمال پوشش شود [۳۲].

حضور مقادیر بالای فاز مکعبی و فاز مونوکلینیک به دلیل خواص مکانیکی پایین تر این دو فاز در مقایسه با فاز تتراگونال نامطلوب است. همچنین تغییرات حجمی مرتبط با

تحقیقات گسترده ای در ارتباط با پایداری فازی پوشش های سد حرارتی پاشش پلاسمایی شده انجام شده است [۳۷-۳۸]. در پژوهش های مختلف، در آنالیز پراش اشعه ایکس پوشش های سد حرارتی بلافاصله پس از اعمال پوشش (as-sprayed) نتایج متعدد و متنوعی گزارش شده است [۳۶]. برخی در لایه TC وجود مخلوطی از فازهای تتراگونال و مکعبی را گزارش نموده اند [۳۶]. برخی محققین گزارش نموده اند که TC منحصراً حاوی فاز تتراگونال است [۳۹] و عده ای دیگر گزارش نموده اند که لایه TC حاوی مقادیر قابل توجهی فاز مونوکلینیک در شرایط as-sprayed است [۳۲]. اندازه دانه های مختلف، مورفولوژی و نرخ سرد کردن متفاوت ممکن است دلیل اصلی برای این تفاوت ها باشد [۳۹]. اختلاف ها در ترکیب شیمیایی و ریزساختار نه تنها به میزان پایدار کننده بلکه به پودر اولیه و حضور ذرات ذوب نشده و یا ذرات نیمه ذوب شده بستگی دارد [۳۶]. پاشش



استحاله فازی منجر به جوانه‌زنی و رشد ترک می‌شود که باعث تخریب پوشش خواهد شد. بنابراین، اطلاع از استحاله فازی برای برآورد عمر مفید پوشش ضروری است [۳۶]. همانگونه که پیش‌تر اشاره شد حذف ایتریا از فاز تتراگونال بسیار اهمیت دارد [۳۲]، هنگام سرمایش تا دمای اتاق فاز تتراگونال ممکن است به فاز مونوکلینیک استحاله یابد. این استحاله توام با افزایش حجمی است که می‌تواند تنش‌های قابل ملاحظه‌ای را القا کند و احتمالاً باعث جوانه‌زنی و رشد ترک درون پوشش سد حرارتی شود و بنابراین عمر مفید پوشش را کاهش دهد. بعلاوه، زینتر شدن در دمای بالا می‌تواند بطور قابل ملاحظه‌ای بر کارایی پوشش سد حرارتی از طریق کاهش نسبی حجم تخلخل‌ها و حد تحمل کرنش تاثیر بگذارد [۴۰].

گزارش شده است که دوام پوشش‌های سد حرارتی زیرکونیایی وابسته به کسر حجمی فازهای اولیه موجود در سیستم است. مشاهده شده است که ۱۰-۵ درصد حجمی ایتریا از طریق انشعاب ترک و رهاسازی تنش‌های داخلی با استحاله کنترل شده فاز تتراگونال به فاز مونوکلینیک موجب بهبود تافنس و افزایش عمر پوشش سد حرارتی می‌شود [۴۱]. نتایج نشان داد که در دماهای بالا (حدود ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد) ترکیب فاز و میزان ایتریای فاز تتراگونال ممکن است به سرعت و بطور قابل ملاحظه‌ای تغییر کند و در دماهای بسیار پایینتر نیز برخی تغییرات ترکیب شیمیایی مشهود است [۳۲].

سرعت‌های سرمایش متفاوت حین فرآیند پاشش پلاسمایی و یا عملیات حرارتی پوشش‌های سد حرارتی YSZ می‌تواند باعث ایجاد خواص فیزیکی و شیمیایی

متفاوتی شود [۴۰]. هنگامی که نمونه‌ها تحت سرمایش سریع توسط جت هوایی حین پاشش قرار می‌گیرند اسپلت‌های مذاب به سرعت سرد می‌شوند و بنابراین، جاهای خالی اکسیژن بسیاری در دماهای بالا تشکیل می‌شود که تمایل دارند تا در دمای اتاق نیز باقی بمانند و مانع از استحاله تتراگونال به مونوکلینیک می‌شوند و در نتیجه پوشش عمدتاً از فاز تتراگونال استحاله پذیر (نیمه پایدار) ($t'-ZrO_2$) همراه با مقادیر ناچیزی فازهای مکعبی و مونوکلینیک تشکیل خواهد شد در حالیکه اثری از تتراگونال وجود ندارد. از سوی دیگر، سرعت سرمایش کم، سطح جاهای خالی اکسیژنی را کاهش می‌دهد و منجر به ترغیب استحاله فازی تتراگونال به مونوکلینیک می‌شود و تنش‌های فشاری را در پوشش as-sprayed محتمل می‌سازد. انتظار می‌رود که در سرعت‌های سرمایش آهسته‌تر میزان فاز مونوکلینیک بالاتر باشد. به عبارت دیگر، می‌توان فرض نمود که اساساً فاز مونوکلینیک مرتبط با ذرات ذوب نشده و یا نیمه ذوب شده موجود در ریزساختار پوشش باشد [۴۰، ۴۲].

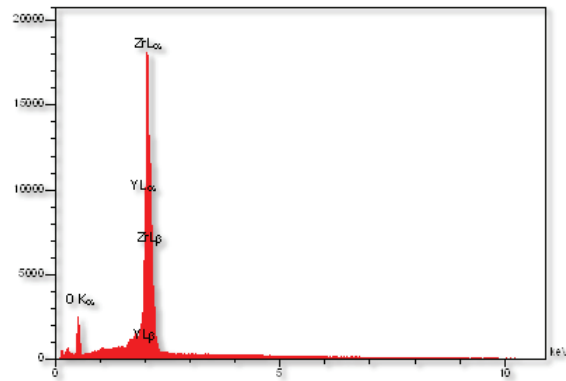
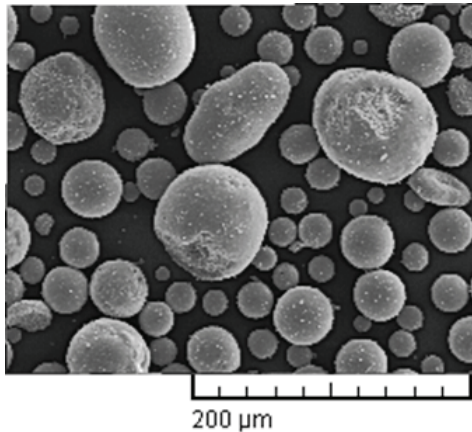
۳-۳- نتایج بررسی‌های میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM)

در این قسمت تصاویر و نتایج حاصل از بررسی‌های انجام شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی بر روی نمونه‌های پوشش‌دهی شده و پودر اولیه YSZ مورد استفاده در این تحقیق و آنالیز نقطه‌ای از مقطع نمونه‌های پوشش‌دهی شده ارائه می‌گردد.

توزیع ذرات و مورفولوژی پودر YSZ مورد استفاده در این تحقیق همراه با آنالیز عنصری آن در شکل ۶ نشان داده شده



تولید پوشش با چسبندگی مطلوب، برای اعمال پوشش به روش پاشش پلاسمایی مناسب است [۴۲]. آنالیز عنصری نیز ترکیب پودر YSZ را به طور کیفی تایید می نماید.

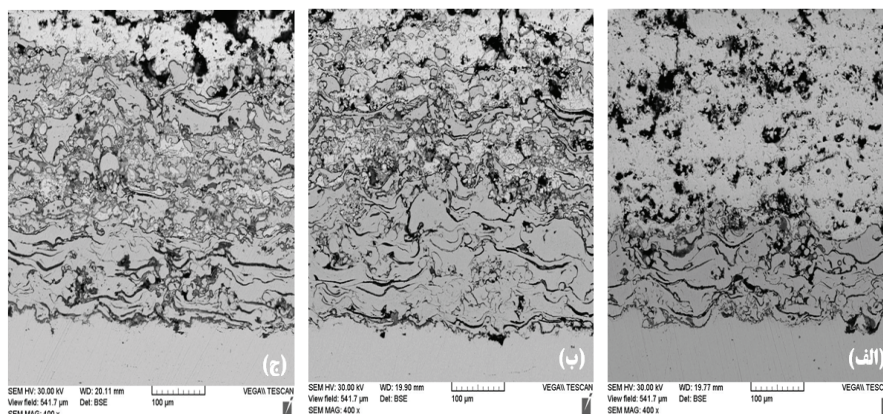


شکل ۶- تصویر میکروسکوپ الکترونی و آنالیز EDS پودر YSZ اولیه مورد استفاده.

می دهد. پوشش رویی به عنوان عایق حرارت ایفای نقش می کند و لایه واسط یک پوشش با مقاومت خوب در برابر اکسیداسیون است که انطباق لایه رویی سرامیکی و ساختار فلزی زیر لایه را به عنوان واسطه فراهم می سازد. همانگونه که در تصویر مشاهده می گردد، فصل مشترک مابین لایه رویی و لایه واسط به وضوح قابل تشخیص می باشد.

است. همانگونه که در این شکل مشاهده می شود ذرات پودرها شبه کروی هستند و توزیع اندازه ذره میکرونی در دامنه ۱۰۶- ۱۵ میکرومتر دارند که از نقطه نظر راندمان اعمال پوشش و

شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع پولیش شده نمونه های پوشش سد حرارتی دو لایه معمولی و پوشش های درجه بندی شده سه و پنج لایه را نشان می دهد. شکل ۷- الف نمونه پوشش سد حرارتی دو لایه معمولی پاشش پلاسمایی شده شوک حرارتی دیده شامل لایه واسط (NiCrAlY) و لایه رویی سرامیکی (YSZ) را نشان



شکل ۷- تصاویر حاصل از الکترونی میکروسکوپ الکترونی روبشی در نمونه های پوشش سد حرارتی الف) دو لایه معمولی، ب) درجه بندی شده سه لایه و ج) درجه بندی شده پنج لایه



شکل ۷-ب و شکل ۷-ج به ترتیب تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح مقطع پولیش شده نمونه پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه و پنج لایه پاشش پلاسمایی شده شوک حرارتی دیده شامل لایه واسط (NiCrAlY) و لایه رویی سرامیکی (YSZ) و لایه / لایه‌های کامپوزیتی را نشان می‌دهد. مطابق با این تصاویر لایه‌ها بخوبی بر روی هم با زبری معینی قرار گرفته و حد فاصلی بین لایه‌های مختلف دیده نمی‌شود. پوشش‌ها ساختار لایه‌ای دارند و هر لایه شامل میکروتراک‌ها و حفرات می‌باشد که با رنگ سیاه دیده می‌شوند. لایه YSZ ساختاری نسبتاً متخلخل دارد و این تخلخل بطور پیوسته در سراسر لایه پراکنده شده است. در لایه NiCrAlY تخلخل کمتری دیده می‌شود و دارای ساختار لایه‌ای و موج می‌باشد. ساختار لایه‌ای پوشش با موج‌های ظریف در لایه NiCrAlY معرف آن است که ذرات پودرهای فلزی به خوبی در شعله ذوب و بر روی فلز زمینه مسطح شده‌اند و تقریباً هیچ ذره ذوب نشده‌ای دیده نمی‌شود.

در فرآیند پاشش پلاسمایی از انرژی حرارتی یک جت پلاسمای برای ذوب و پرتاب مواد با سرعت بالا بر روی زیرلایه استفاده می‌شود. بر این اساس، ذرات پودری تزریق شده به داخل پلاسمای در طی گذر از میان آن ذوب شده و با سرعت زیاد به سمت زیرلایه پرتاب می‌شوند. این ذرات با برخورد به سطح، پهن شده و با سرعت سرمایش بالا به شکل اسپلت منجمد می‌شوند.

در لایه مختلط کامپوزیتی از پوشش‌های سد حرارتی درجه بندی شده ذرات پودر فلزی که به خوبی ذوب شده‌اند به صورت رگه‌هایی دیده می‌شوند، اما مقداری از

پودرهای فلزی که به خوبی ذوب نشده به صورت ذرات نیمه گرد بین اسپلت‌ها محصور شده‌اند. وجود این ذرات ذوب نشده یا نیمه مذاب را می‌توان اینگونه توجیه کرد که ذرات پودر، یا کاملاً در مرکز شعله که از دمای کافی برای ذوب ذرات برخوردار است قرار نگرفته‌اند (خارج از هندسه مؤثر شعله) و یا مدت زمان باقی ماندن آنها در شعله کافی نبوده است. در واقع تا حد زیادی علت این پدیده در پوشش سد حرارتی درجه بندی شده به پارامترهای اسپری طی پاشش همزمان دو پودر فلزی و سرامیکی برمی‌گردد زیرا تنظیم مناسب این پارامترها به دلیل خواص کاملاً متفاوت پودرهای فلزی و سرامیکی پوشش سد حرارتی درجه بندی شده چندان آسان نمی‌باشد. به نظر می‌رسد ذرات سرامیکی که نقطه ذوب بالاتری نسبت به ذرات فلزی دارند با جذب مقداری از حرارت ورودی به خود مانع از ذوب کامل ذرات پودر شده‌اند. این امر موجب می‌شود که ذرات در حین برخورد با زیرلایه حالت نیمه مذاب داشته باشند و به طور کامل پخش نشوند [۳، ۷].

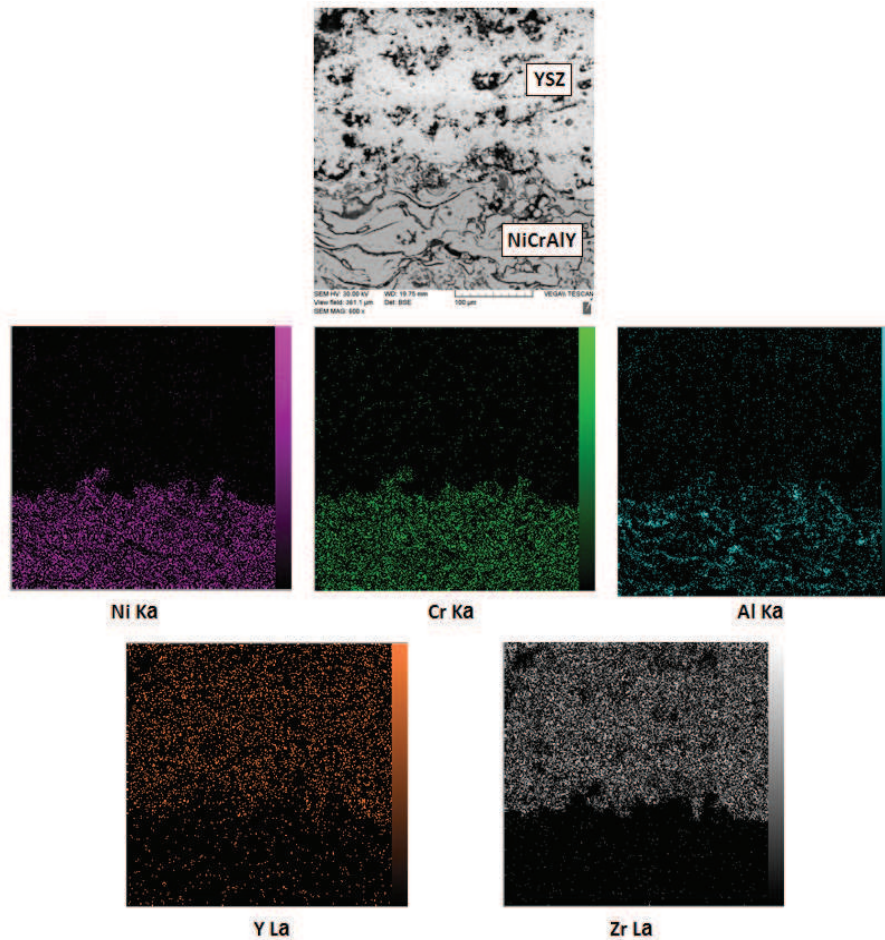
مزایای این ساختار عبارتند از: سمت لایه NiCrAlY استحکام مکانیکی و هدایت حرارتی کافی وجود دارد پس می‌تواند به عنوان یک فلز سازه‌ای به کار برده شود، در حالی که سمت YSZ شرایط مقاومت حرارتی بسیار خوب می‌تواند عایق سازی پوشش سد حرارتی را تأمین کند. توزیع تدریجی دو فاز در پوشش می‌تواند به میزان قابل توجهی تنش‌های حرارتی بزرگ را که به دلیل تفاوت فاحش ضرایب انبساط حرارتی مدول الاستیک دو فاز NiCrAlY و YSZ به وجود می‌آیند، کاهش دهد [۳۱، ۴۳]. در پوشش‌های سد حرارتی



نشان می‌دهد. این تصویر نشان دهنده توزیع ترکیب شیمیایی عناصر در امتداد پوشش است. عناصر Ni، Cr و Al در لایه واسط و عناصر Y و Zr در لایه رویی متمرکز شده‌اند. نقشه توزیع عنصری نشان دهنده مرزی است که Ni، Cr، Al در لایه واسط زیرین و Y و Zr در لایه رویی بالایی متمرکز می‌باشند.

درجه‌بندی شده ترک‌های اولیه معمولاً در لایه YSZ و یا لایه زیرین آن که شامل مقدار بیشتری سرامیک است تشکیل می‌شوند و اشاعه می‌یابند [۳۱، ۴۳].

شکل ۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه همراه با نقشه توزیع عنصری برای عناصر Ni، Cr، Al، Y و Zr در سطح مقطع پولیش شده پوشش دو لایه معمولی را



شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه دو لایه معمولی همراه با نقشه توزیع عنصری

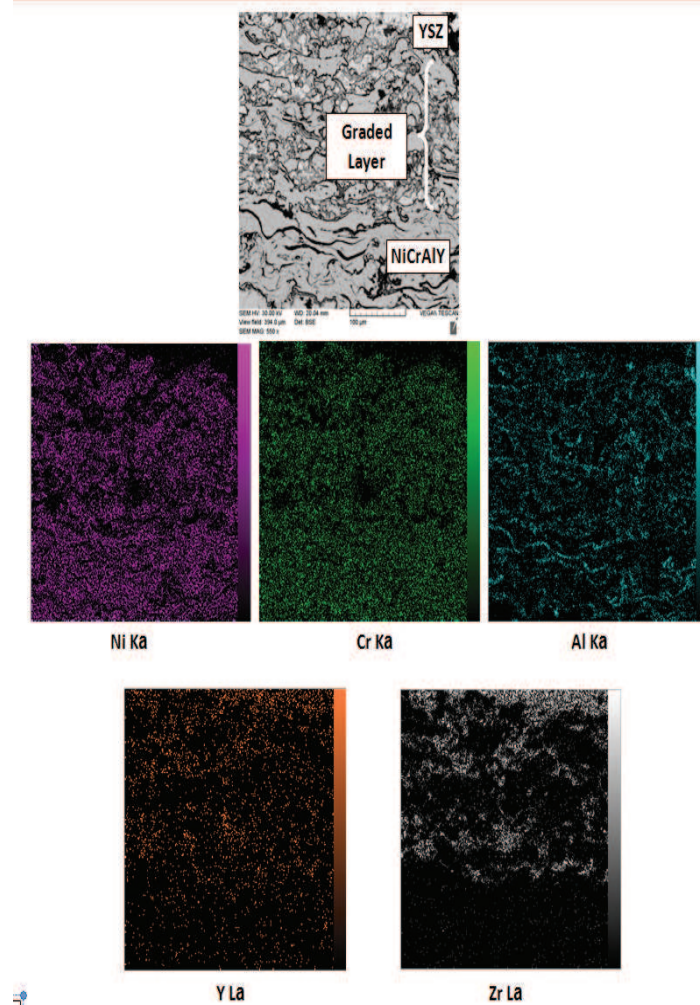
مشاهده می‌شود، توزیع عناصر Ni، Cr، Al و نشان می‌دهد که این عناصر عمدتاً در لایه واسط متمرکز شده‌اند ولی به طور پراکنده در لایه‌های درجه بندی شده اعمالی نیز مشاهده می‌شوند.

شکل ۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه همراه با نقشه توزیع عنصری برای عناصر Ni، Cr، Al، Y و Zr به ترتیب در سطح مقطع پولیش شده پوشش درجه‌بندی شده پنج لایه را نشان می‌دهد. همانگونه که



NiCrAlY و بیشترین میزان این عنصر در فصل مشترک
YSZ / لایه کامپوزیتی تعیین شده است. این امر موید
دستیابی به ساختار درجه بندی شده است.

مطابق با شکل ۹ در پوشش سد حرارتی درجه بندی شده
نقشه توزیع عنصری Zr نشان دهنده آن است که حداقل
مقدار این عنصر در فصل مشترک لایه کامپوزیتی / 100%



شکل ۹- تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع نمونه درجه بندی شده پنج لایه همراه با نقشه توزیع عنصری

که در شکل ۱۰ مشاهده می شود، جدایش و لایه لایه
شدگی در پوشش سد حرارتی دولایه در مناطق وسیع تری
نسبت به پوشش های درجه بندی شده اتفاق افتاده است. با
توجه به شکل می توان اظهار نمود که نمونه پوشش سد
حرارتی درجه بندی شده پنج لایه پس از اعمال ۴۵ چرخه

۳-۴- رفتار شوک حرارتی

شکل ۱۰ ظاهر نمونه های پوشش سد حرارتی دولایه
معمولی و پوشش های سد حرارتی درجه بندی شده را پس
از اعمال چرخه شوک حرارتی نشان می دهد. چرخه شوک
حرارتی در همه نمونه ها تا ۴۵ سیکل تکرار شد. همانگونه



از پوشش درجه‌بندی شده سه لایه بجز لایه‌ها دست نخورده باقی مانده است. به عبارت دیگر، به دلیل شیب تند تغییرات CTE از لایه واسط به لایه سرامیکی، پوشش دو لایه به راحتی حین فرآیند سرمایش جدا می‌شود.



شکل ۱۰- سطح نمونه پوشش درجه‌بندی شده پس از اعمال شوک حرارتی در حالت الف) پوشش دولایه معمولی، ب) پوشش درجه بندی شده سه لایه و ج) پوشش درجه بندی شده پنج لایه

فصل مشترک NiCrAlY/YSZ اتفاق می‌افتد در حالی که شکست گسستگی (cohesive mode) درون لایه YSZ اتفاق می‌افتد. در پوشش FG-TBC شکست گسستگی (cohesive mode) رخ می‌دهد. نکته قابل ملاحظه آن است که در هیچ حالتی شکست در فصل مشترک زیرلایه/ لایه واسط اتفاق نمی‌افتد [۲۸-۲۹].

۳-۵- تعیین تنش به روش نانوفرورونده

در این مطالعه تنش در سیستم پوشش سد حرارتی با استفاده از روش نانوفرورونده تعیین شد. در این راستا، با استفاده از رویکرد تکنیک شکست نانوفرورونده، منشا اثر فرورونده از نقطه نظر طول ترک‌های ایجاد شده در رئوس فرورفتگی مثلی ایجاد شده مورد بررسی قرار گرفت. به این منظور نمونه پوشش سد حرارتی درجه بندی شده شامل سه لایه متشکل از زیرلایه، لایه واسط، لایه کامپوزیتی و نهایتاً لایه سرامیکی در نظر گرفته شد. جنس لایه‌های فوق‌الذکر به ترتیب سوپرآلیاژ Hastelloy، ترکیب NiCrAlY، لایه کامپوزیتی 50% NiCrAlY + 50% YSZ و لایه

شوک حرارتی تقریباً دست نخورده باقی مانده است. از اینرو، می‌توان تایید نمود که پوشش سد حرارتی دولایه مقاومت کمتری در مقابل لایه لایه شدگی نسبت به پوشش درجه‌بندی شده دارد. مطابق با شکل ۱۰ بخش‌های وسیعی

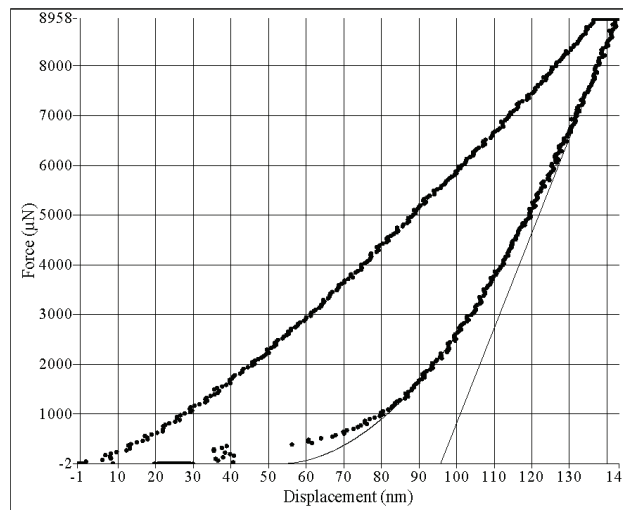
در پوشش‌های سد حرارتی درجه بندی شده از آنجایی که لایه‌ها با ترکیبات شیمیایی مختلف که تغییرات تدریجی از فلز تا سرامیک را دارد روی سطح نشانده می‌شود، تنش‌ها در پوشش کاهش می‌یابد و بنابراین استحکام چسبندگی افزایش می‌یابد. ترکیب شیمیایی لایه‌ها در پوشش FG-TBC بطور تدریجی تغییر می‌کند و در نتیجه تنش‌های کششی ناشی از عدم تطابق ترکیب شیمیایی در فصل مشترک کاهش می‌یابد. به دلیل رفتار فلزی لایه واسط، تافنس شکست آن بسیار بزرگتر از لایه رویی با خواص سرامیکی است. در نتیجه، حضور لایه NiCrAlY در لایه FG-TBC تافنس شکست کلی پوشش را بهبود می‌بخشد و نرخ رشد ترک را کاهش می‌دهد.

گزارش شده است [۲۸-۲۹] که ساختار توپوگرافی نمونه‌های پس از شوک حرارتی حاکی از بروز شکست ناشی از شوک حرارتی در دو حالت لایه لایه شدگی (adhesive mode) و گسستگی (cohesive mode) در نمونه پوشش دو لایه معمولی است. در پوشش دو لایه معمولی، شکست لایه لایه شدگی (adhesive mode) در



شکل ۱۱ منحنی بار- عمق نفوذ نانوفرورونده حاصل از اعمال فرورونده بر کوویچ عمود بر سطح مقطع لایه رویی در سیستم پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده به ازای نیروی ماکزیمم ۹۰۰۰ میکرو نیوتن را نشان می‌دهد. در این نمودار سه بخش اصلی شامل مرحله بارگذاری، مکث در بار ماکزیمم و باربرداری مشاهده می‌شود. شیب نمودار در بخش اولیه از منحنی باربرداری معرف سفتی تماس (S) می‌باشد.

زیرکونیا تقویت شده با ایتریا (8YSZ) می‌باشد. نمونه مورد آزمایش تحت چرخه شوک حرارتی معرفی شده در روش تحقیق قرار گرفته و حاوی لایه TGO بود. نانوفرورونده با نیروهای مختلف در راستای عمود بر سطح مقطع نمونه پوشش سد حرارتی درجه بندی شده شوک دیده سه لایه و در نقاط مختلف در محدوده لایه رویی (TC) اعمال شد. خروجی سیستم نافرورونده نمودار نیرو- عمق نفوذ نانوفرورونده بود. این نمودار حاوی اطلاعات ارزشمندی در ارتباط با خواص مکانیکی لایه رویی پوشش است.

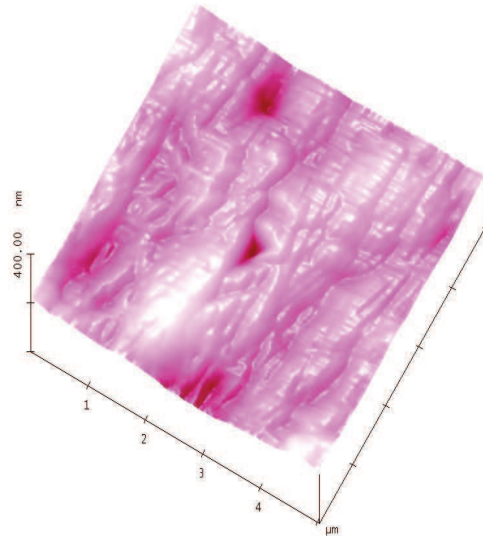
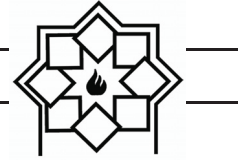


شکل ۱۱ - منحنی بار - عمق نفوذ نانوفرورونده حاصل از اعمال فرورونده بر کوویچ در راستای عمود بر سطح مقطع لایه رویی در سیستم پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده به ازای نیروی ماکزیمم ۹۰۰۰ میکرو نیوتن.

مطابق با شکل ۱۲ هیچگونه انباشت^۱ و یا فرورفتگی^۲ قابل ملاحظه‌ای در اطراف محل منشا اثر فرورونده مشاهده نمی‌شود، بنابراین فرمول‌های ارائه شده در بخش روش تحقیق بدون نیاز به انجام اصلاحات بر روی سطح تماس تصویر شده فرورونده (A_c) قابل کاربرد خواهند بود [۴۴].

دستگاه نانوفرورونده مجهز به میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) جهت کنترل و بررسی منشا اثر نفوذ در ابعاد نانو، ردیابی راستا و طول ترک‌های ایجاد شده بر روی سطح نمونه می‌باشد. شکل ۱۲ نمونه‌ای از تصاویر حاصل از میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) را در نیروی ۶۰۰۰ میکرونیوتن نشان می‌دهد.

¹ Pile up
² Sink in



شکل ۱۲- تصویر AFM از اثر فرورونده بر کوویچ در راستای عمود بر سطح مقطع لایه رویی در سیستم پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده به ازای نیروی ۶۰۰۰ میکرونیوتن.

با استفاده از نمودار نیرو-جابجایی و با استفاده از روابط ارائه شده در بخش روش تحقیق سختی و مدول یانگ لایه سطحی محاسبه شد. نتایج در جدول ۴ گزارش شده است. مقدار متوسط سختی و مدول یانگ در محاسبه تافنس شکست و تنش لایه رویی پوشش سد حرارتی مورد استفاده قرار می‌گیرند.

جدول ۴- نتایج محاسبه مدول یانگ و سختی در پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده

P	E_r	E_i	ν_i	ν	E	H
4000	170	1141	0.07	0.25	198.81	10.03
5500	215.7	1141	0.07	0.25	264.64	13.3
6500	238.8	1141	0.07	0.25	300.44	14.68
8000	167.1	1141	0.07	0.25	194.84	10.9
8500	199.6	1141	0.07	0.25	240.73	13.84
9000	217.5	1141	0.07	0.25	267.37	14.54
9500	130.7	1141	0.07	0.25	146.94	7.18
10000	129.4	1141	0.07	0.25	145.29	7.35

تصاویر، طول ترک‌های شعاعی در سه راستای C_1 ، C_2 و C_3 تعیین شد و مقدار میانگین طول ترک C در محاسبات تنش مورد استفاده قرار گرفت. نتایج در جدول ۵ گزارش شده است.

با استفاده از تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) و نرم‌افزار پردازش تصاویر، راستا و اندازه ترک‌های شعاعی در امتداد رئوس اثر فرورونده تعیین شد. با استفاده از تصاویر میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) و نرم‌افزار پردازش

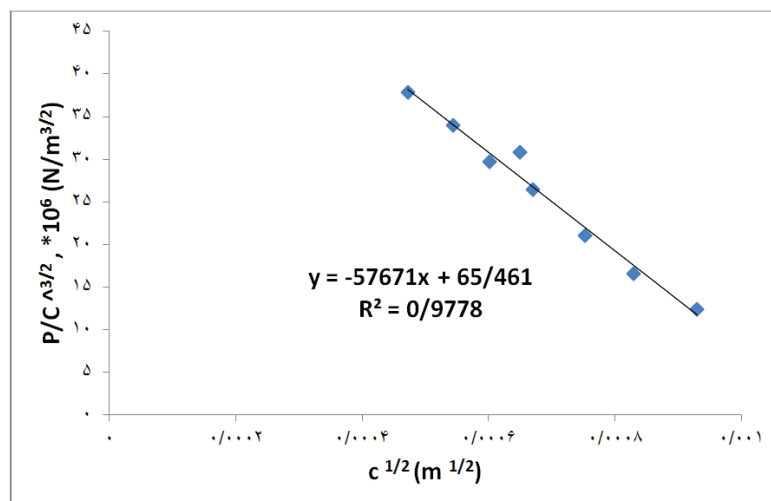


جدول ۵- نتایج محاسبه طول میانگین ترک در پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده

P (μN)	C ₁ (μm)	C ₂ (μm)	C ₃ (μm)	C _{avg} (μm)	C _{avg} (m)	P/C ^{1.5} (N/m.m ^{0.5})* 10 ⁶	C ^{0.5} (m)
4000	0.2	0.2	0.27	0.23	2.23E-07	37.90	0.00047
5500	0.37	0.26	0.26	0.30	2.30E-07	34.04	0.00055
6500	0.43	0.33	0.33	0.36	3.63E-07	29.68	0.00060
8000	0.56	0.43	0.36	0.45	4.51 E-07	26.50	0.00067
8500	0.6	0.33	0.34	0.42	4.23E-07	30.86	0.00065
9000	0.7	0.57	0.43	0.57	5.67E-07	21.10	0.00075
9500	0.9	0.67	0.5	0.69	6.91 E-07	16.57	0.00083
10000	1.1	0.8	0.7	0.87	8.71E-07	12.39	0.00093

شده است. در مرحله بعد با معادل قرار دادن عدد شیب نمودار با عبارت $\left(-\frac{2\sigma}{\sqrt{\pi X_i}}\right)$ مقدار تنش در راستای محور X در محدوده پوشش رویی نمونه پوشش سد حرارتی سه لایه شوک دیده تعیین می‌شود. نتایج محاسبات مربوط به تعیین تنش در لایه رویی پوشش سد حرارتی درجه‌بندی شده سه لایه شوک دیده در جدول ۷ و نتایج محاسبات مربوط به تعیین تافنس شکست در جدول ۸ گزارش شده است.

با رسم نمودار P/C^{1.5} بر حسب C^{0.5} و برازش نمودن خط به داده‌ها، شیب و عرض از مبدا خط حاصل به دست خواهد آمد. شکل ۱۳ نمودار مربوطه را نشان می‌دهد. در شکل ۱۳ شیب خط برازش شده به داده‌ها برابر با $\left(-\frac{2\sigma}{\sqrt{\pi X_i}}\right)$ و عرض از مبدا معادله برازش شده معادل با $\left(\frac{K_{IC}}{X_i}\right)$ است. با استفاده از مقادیر متوسط سختی و مدول یانگ محاسبه شده در جدول ۵ مقدار ثابت X تعیین می‌شود. نتایج محاسبات انجام شده در جدول ۶ گزارش



شکل ۱۳- رابطه مابین P/C^{1.5} و C^{0.5} هنگامی که نافرورونده عمود بر سطح مقطع لایه رویی پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده وارد می‌شود.



جدول ۶- نتایج محاسبه طول میانگین ترک در پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده

P (μN)	C ₁ (μm)	C ₂ (μm)	C ₃ (μm)	C _{avg} (μm)	C _{avg} (m)	P/C ^{1.5} (N/m.m ^{0.5})* 10 ⁶	C ^{0.5} (m)
4000	0.2	0.2	0.27	0.23	2.23E-07	37.90	0.00047
5500	0.37	0.26	0.26	0.30	2.30E-07	34.04	0.00055
6500	0.43	0.33	0.33	0.36	3.63E-07	29.68	0.00060
8000	0.56	0.43	0.36	0.45	4.51 E-07	26.50	0.00067
8500	0.6	0.33	0.34	0.42	4.23E-07	30.86	0.00065
9000	0.7	0.57	0.43	0.57	5.67E-07	21.10	0.00075
9500	0.9	0.67	0.5	0.69	6.91 E-07	16.57	0.00083
10000	1.1	0.8	0.7	0.87	8.71E-07	12.39	0.00093

جدول ۷- نتایج محاسبه پارامتر x در لایه رویی پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده

α	E _{avg} (GPa)	H _{avg} (GPa)	E/H	X
0.016	219.882	11.478	19.1700	0.070

جدول ۸- نتایج محاسبه تنش در لایه رویی پوشش سد حرارتی درجه بندی شده سه لایه شوک دیده

α	E _{avg} (GPa)	H _{avg} (GPa)	X	عرض از مبدا
0.016	219.882	11.478	19.1700	65.461

سرامیکی YSZ، لایه واسط NiCrAlY و زیر لایه Hastelloy-x است. در این پژوهش با توجه به محدودیت عمده روش‌های اندازه‌گیری تنش در تخمین این کمیت در سطح نمونه، با استفاده از روش نانوفرورونده، اندازه‌گیری تنش در امتداد ضخامت پوشش امکان پذیر شد. از مجموع نتایج حاصل از این تحقیق موارد زیر به عنوان نتیجه‌گیری کلی قابل ارائه است:

- نتایج آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که در پوشش درجه بندی شده ریزساختار، تخلخل و ترکیب شیمیایی بطور تدریجی تغییر می‌کند.
- نتایج آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان داد که در پوشش سد حرارتی درجه‌بندی شده نقشه توزیع عنصری Zr نشان دهنده آن است که حداقل مقدار این

مقدار تافنس محاسبه شده در تطابق قابل قبولی با مقادیر گزارش شده قبلی است [۲۳، ۴۵]. تفاوت اندک در مقادیر محاسبه شده و مقادیر گزارش شده می‌تواند به علت اختلاف در میزان تخلخل پوشش‌ها و وجود احتمالی ساختارهای غیرهموزن در پوشش باشد [۴۶].

در پایان سیکل حرارتی تشکیل TGO تنش‌ها در لایه رویی غالباً فشاری هستند. مقدار عددی متوسط تنش در این محدوده ۰/۱۵۱ مگاپاسکال است که در تطابق با نتایج گزارش شده است [۲۳، ۴۵].

۴- نتیجه‌گیری

هدف از این مطالعه اعمال و مشخصه‌یابی پوشش سد حرارتی معمولی و درجه بندی شده شامل لایه رویی



- [3] D. R. Clarke and S. R. Phillpot, "Thermal barrier coating materials". *Materials Today*, Vol. 8(6): pp. 22-29. 2005.
- [4] W. Smarsly, "Coatings for Advanced Aero Engine Materials". presented at the 8th HIPIMS Conference, University Sheffield, UK, 2009.
- [5] Vaßen, R., Jarligo, M. O., Steinke, T., Mack, D.E. and Stöver, D., Overview on advanced thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 205(4), pp.938-942, 2010.
- [6] ا. کیوانی، م. بهامیران، "بررسی رفتار انبساط حرارتی پوشش های سد حرارتی زیرکونیای پایدار شده با ایتریا و سریا"، علم و مهندسی سرامیک، (2)5، ۷۳-۸۲، ۱۳۹۵.
- [7] B. Goswami, A. K. Ray, and S. Sahay, "Thermal barrier coating system for gas turbine application-A review". *High Temperature materials and processes*, Vol. 23(2): pp. 73-92, 2004.
- [8] Y. Tamarin, "Protective coatings for turbine blades", ASM international, 2002.
- [9] M. Hetmańczyk, L. Swadźba, and B. Mendala. "Advanced materials and protective coatings in aero-engines

عنصر در فصل مشترک لایه کامپوزیتی / 100% NiCrAlY و بیشترین میزان این عنصر در فصل مشترک YSZ / لایه کامپوزیتی تعیین شده است. این امر موید دستیابی به ساختار درجه بندی شده است.

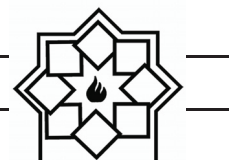
- بررسی سطح ظاهری نمونه‌ها پس از اعمال شوک حرارتی نشان داد که جدایش و لایه لایه شدگی در پوشش سد حرارتی دولایه در مناطق وسیع‌تری نسبت به پوشش‌های درجه بندی شده اتفاق افتاده است که این پدیده با نتایج شبیه سازی توافق دارد.

- آنالیز پراش اشعه ایکس از ماده اولیه و سطح پوشش اعمال شده حاکی از آن بود که ماده اولیه و پوشش ایجاد شده دارای ترکیب شیمیایی اکسید زیرکونیم با ساختار غالب تتراگونال (استحاله ناپذیر و استحاله پذیر) و فاز مکعبی همراه با فاز مونوکلنیک هستند.

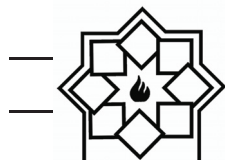
- نتایج اندازه گیری تنش پسماند به روش نانوفرورونده حاکی از آن است که روش طراحی شده با دقت مناسبی قادر به اندازه گیری تنش در در امتداد پوشش می‌باشد.

مراجع

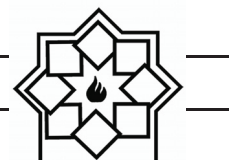
- [1] N. Curry, "Design of Thermal Barrier Coating Systems." PhD diss., University West, 2014
- [2] G. C.Chang, W. Phucharoen, and R. A. Miller, "Behavior of thermal barrier coatings for advanced gas turbine blades". *Surface and Coatings Technology*, Vol. 30(1): pp. 13-28, 1987.



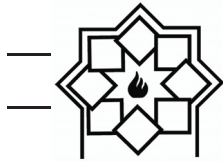
- shock behavior of 8YSZ and double-ceramic-layer $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7/8\text{YSZ}$ thermal barrier coatings fabricated by atmospheric plasma spraying". *Ceramics International*, Vol. 38(5): pp. 3595-3606, 2012.
- [14] L.-N. Zhu, et al., "Measurement of residual stresses using nanoindentation method". *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, Vol. 40(2): pp. 77-89. 2015.
- [15] F. Yang, et al., "Residual Stress Determination Using Nanoindentation Technique", in *Micro and Nano Mechanical Testing of Materials and Devices*. Springer US, pp. 136-150. 2008.
- [16] J. Zhu, et al., "Cross-Sectional Residual Stresses in Thermal Spray Coatings Measured by Moiré Interferometry and Nanoindentation Technique". *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 21(5): pp. 810-817, 2012.
- [17] Q. Meng, et al., "Influence of the residual stress on the nanoindentation-evaluated hardness for zirconiumnitride films". *Surface and Coatings Technology*, Vol. 206(14), pp. 3250-3257, 2012.
- application." *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* Vol. 24(1): 372-381, 2007.
- [10] C., E. Karaoglanli, I. AltuncuOzdemir, A. Turk, and F. Ustel, "Structure and durability evaluation of YSZ + Al_2O_3 composite TBCs with APS and HVOF bond coats under thermal cycling conditions". *Surface and Coatings Technology*, Vol. 205, pp. S369-S373, 2011.
- [11] W. R. Chen, R. Archer, X. Huang, and B. R. Marple "TGO growth and crack propagation in a thermal barrier coating". *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 17(5-6): pp. 858-864, 2008.
- [12] V. Stathopoulos, V. Sadykov, S. Pavlova, Y. Bepalko, Y. Fedorova, L. Bobrova, A. Salanov, A. Ishchenko, V. Stoyanovsky, T. Larina, and V. Ulianitsky, "Design of functionally graded multilayer thermal barrier coatings for gas turbine application". *Surface and Coatings Technology*, Vol. 295: pp. 20-28, 2016.
- [13] L. Wang, Y. Wang, X. G. Sun, J. Q. He, Z. Y. Pan, and C. H. Wang. "Thermal



- Y. Zhang, W. G. Mao, and Chunsheng Lu. "Fracture characteristics of freestanding 8 wt% $Y_2O_3-ZrO_2$ coatings by single edge notched beam and Vickers indentation tests." *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 581, 140-144. 2013.
- [24] E. Langroudi, "A Brief Review of Nanoindentation Technique and its Applications in Hybrid Nanocomposite Coatings". *International Journal of Bio-Inorganic Hybrid Nanomaterials*, Vol.2(2), pp. 337-344, 2013.
- [25] Q. N. Meng, et al., "Influence of the residual stress on the nanoindentation-evaluated hardness for zirconiumnitride films", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 206(14): pp. 3250-3257, 2012.
- [26] X. Zhao, and P. Xiao, "Residual stresses in thermal barrier coatings measured by photoluminescence piezospectroscopy and indentation technique". *Surface and Coatings Technology*, Vol.201(3-4), pp. 1124-1131, 2006.
- [27] Y. Liu, "Fracture Toughness Assessment of Shales by Nanoindentation, in [18] J. Dean, G. Aldrich-Smith, and T. W. Clyne, "Use of nanoindentation to measure residual stresses in surface layers". *Acta Materialia*. Vol.59(7): pp. 2749-2761, 2011.
- [19] W. Chen, et al., TGO growth and crack propagation in a thermal barrier coating. *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 17(5-6): pp. 858,2008.
- [20] Y. Liu, "Fracture toughness assessment of shales by nanoindentation." Master's thesis, University of Massachusetts Amherst, Amherst, MA. 4 (2015).
- [21] W. Mao, et al., "Evaluation of microhardness, fracture toughness and residual stress in a thermal barrier coating system: A modified Vickers indentation technique". *Surface and Coatings Technology*, Vol.206(21): pp. 4455-4461, 2012.
- [22] X. Zhao, and P. Xiao, "Residual stresses in thermal barrier coatings measured by photoluminescence piezospectroscopy and indentation technique". *Surface and Coatings Technology*, Vol.201(3): pp. 1124-1131, 2006.
- [23] J. Wan, M. Zhou, X. S. Yang, C. Y. Dai,



- composition and its changes during annealing of plasma-sprayed YSZ. *Surface and Coatings Technology*, Vol.127(2-3): pp. 120-129, 2000.
- [33] S. Bose, *High Temperature Coatings*. Elsevier Science. 2011
- [34] ح. زرگر، ح. سربولکی، ح. رضایی، "آشنایی با پوشش‌های سرامیکی محافظ حرارت و روش‌های اعمال"، فصلنامه سرامیک ایران، شماره ۵۶، ص. ۵۹-۴۵، ۱۳۸۵.
- [35] Jan Ilavsky, J. W., Judith K. Stalick, "Thermal spray yttria-stabilized zirconia phase changes during annealing". *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol.10 (3): pp. 497-501, 2001.
- [36] J.D.Osorio, et al., "Phase transformations in air plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia thermal barrier coatings". *DYNA*, Vol.81: pp. 13-18, 2014.
- [37] S. T. Aruna, N. Balaji, and K. S. Rajam, "Phase transformation and wear studies of plasma sprayed yttria stabilized zirconia coatings containing various mol% of yttria", *Materials Characterization*, Vol. 62(7): pp. 697-705, 2011.
- [38] X. Xinhua, Z. Jingchuan, Y. Zhongda, & Department of Civil and Environmental Engineering", University of Massachusetts Amherst. 2015
- [28] A. M. Khoddami, A. Sabour, and S. M. M. Hadavi, "Microstructure formation in thermally-sprayed duplex and functionally graded NiCrAlY/Yttria-Stabilized Zirconia coatings", *Surface and Coatings Technology*, Vol.201(12), pp. 6019-6024, 2007.
- [29] B. Saeedi, A. Sabour, A. Ebadi, and A. M. Khoddami, "Influence of the Thermal Barrier Coatings Design on the Oxidation Behavior", *J. Mater. Sci. Technol.*, Vol.25(04): pp. 499-507, 2009.
- [30] ر. احمدی پیدانی، ر. شجاع رضوی، ر. مظفری نیا و ح. جمالی، "اعمال و مشخصه‌یابی پوشش‌های سد حرارتی زیرکینایی پایدارشده با سریا و ایتریا روی سوپرآلیاژ اینکونل ۷۳۸"، نشریه علوم و مهندسی سطح، (۸) ۱۶، ص. ۴۴-۳۳، ۲۰۱۳.
- [31] A. D. Johari, and M. M. Rahman, "A review of advance thermal barrier coating architecture, in The 3rd National Graduate Conference (NatGrad2015)", Universiti Tenaga Nasional, Putrajaya Campus. 2015
- [32] J. Ilavsky, and J. K. Stalick, "Phase



- Technology, Vol.16(1): pp. 40-63. 2007.
- [43] D. Jha, T. Kant, and R. Singh, "A critical review of recent research on functionally graded plates". *Composite Structures*, Vol.96, pp. 833-849, 2013.
- [44] Zhu, Li-na, Bin-shi Xu, Hai-dou Wang, and Cheng-biao Wang. "Measurement of residual stress in quenched 1045 steel by the nanoindentation method." *Materials Characterization* Vol. 61(12) pp. 1359-1362, 2010.
- [45] Marinis, S. A. Aquilino, P. S. Lund, D. G. Gratton, C. M. Stanford, A. M. Diaz-Arnold, and F.Qian, "Fracture toughness of yttria-stabilized zirconia sintered in conventional and microwave ovens", *Journal of Prosthetic Dentistry*, Vol. 109(3), pp. 165-171, 2013.
- [46] A. M. Limarga, S. Widjaja, and T. H. Yip, "Mechanical properties and oxidation resistance of plasma-sprayed multilayered Al₂O₃/ZrO₂ thermal barrier coatings". *Surface and Coatings Technology*, Vol. 197(1), pp. 93-102, 2005.
- L. Zhonghong, "Fabrication and microstructure of ZrO₂/NiCrCoAlY graded coating by plasma spraying". *Surface and Coatings Technology*, Vol.88(1-3): pp. 66-69, 1997.
- [39] U. Schulz, "Phase Transformation in EB-PVD Ytria Partially Stabilized Zirconia Thermal Barrier Coatings during Annealing", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.83(4): pp. 904-910, 2000.
- [40] G. Di Girolamo, et al., Phase evolution and thermophysical properties of plasma sprayed thick zirconia coatings after annealing. *Ceramics International*, Vol.36(8): pp. 2273-2280. 2010.
- [41] B. Goswami, A. Ray, S. Sahay. "Thermal Barrier Coating System for Gas Turbine Application- A Review". *High Temperature Materials and Processes*, Vol. 23(2), pp. 73-92, 2011.
- [42] R. S. Lima, B. R. Marple, "Thermal Spray Coatings Engineered from Nanostructured Ceramic Agglomerated Powders for Structural, Thermal Barrier and Biomedical Applications: A Review". *Journal of Thermal Spray*