



## Effect of Sintering Temperature of YSZ Coating on Inconel 738 Low Carbon Superalloy by Electrophoretic Method

Hasan Ezzati<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Faculty Member, Department of Materials and Metallurgical Engineering, Technical and Vocational University (TVU), Tehran, Iran.

### ARTICLE INFO

#### Article Type:

Original Research

**Received:** 10.10.2023

**Revised:** 12.09.2023

**Accepted:** 01.30.2024

#### Keyword:

Thermal Barrier Coating  
Yttria Stabilized Zirconia  
Electrophoretic Deposition  
Inconel 738 Low Carbon  
8YSZ Coating  
Sintering

#### \*Corresponding Author:

Hasan Ezzati

**Email:** [hezzati@tvu.ac.ir](mailto:hezzati@tvu.ac.ir)

### ABSTRACT

Yttria stabilized Zirconia (YSZ) coatings are used as thermal barrier coatings in aerospace and gas turbine industries. In this study, the application of zirconia coatings stabilized with 8% weight of yttria was investigated using the electrophoretic deposition (EPD) method in a solution containing acetone and ethanol with a volume fraction of 3 to 1 on the substrate of Inconel 738 low carbon alloy. The present research studied the effect of process parameters of sintering temperature, surface roughness, and adhesion. In addition, the coating structure was studied using X-ray diffraction analysis (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The results showed that the coated samples' hardness, adhesion, and surface roughness were determined after sintering at 900, 1050, and 1200 °C for 2 and 4 hours. As the temperature increases, the hardness and stickiness of the sample increase, and the surface roughness decreases. This increase in the hardness and adhesion of the coating surface at the sintering temperature of 1200 °C and in 4 hours is greater than that in 2 hours.



---

**EXTENDED ABSTRACT**

---

**Introduction**

Thermal barrier coatings (TBCs) represent one of the most important applications of zirconia-based ceramics. Yttria-stabilized zirconia (YSZ) ceramic deposits are often applied as thermal barrier coatings (TBCs) for thermal insulation in the hot areas of gas turbine components. YSZs are also used for thermal barrier coatings and optical applications. Various techniques, namely sol-gel method, spray pyrolysis, electrochemical vapor deposition, plasma spraying, and slurry coating have been reported for making homogeneous and impervious YSZ films with desired properties. YSZ methods ordinarily require sophisticated and expensive equipment, making them either undesirable or impracticable for implementation in manufacturing processes. The EPD technique has attracted attention as a convenient method of producing relatively uniform deposition films of particles within a short time interval and at a low cost.

Electrophoretic deposition consists of two separate processes:

- 1- Electrophoresis
- 2- Electrophoresis deposition in which colloidal particles suspended in a liquid medium migrate under the influence of an electric field and coagulated particles deposit on the surface of a dense material (Figure 1). The bond between the particles of the coating after deposition is weak and the coating is easily washed away and destroyed. For this reason, sintering is usually used to compress and improve the adhesion between the substrate and the coating.

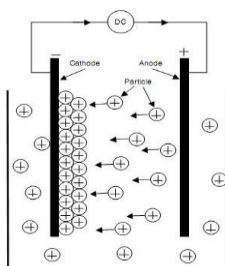


Figure 1. Schematic drawing of electrophoretic deposition cell.

**Methodology**

In this study, Inconel 738LC was used as a base metal. Table 1 shows the chemical composition of the base metal. 2 gr, 8YSZ powders in suspension were added to a 250 ml beaker with 75 ml acetone and 25 ml ethanol. The mixture was ultrasonicated for 10 min to form a stable suspension. The pH value of the 8YSZ suspension was monitored using a pH meter (Metrohm 827 pH Lab). In the EPD process, a DC voltage of 25–300 V was applied for 1–10 min with a regulated DC power supply (Mastech DC Power Supply Hy 30001E). The surface areas of the deposition substrate and the IN738LC electrodes were 0.1 cm<sup>3</sup> and the anode electrode Ni (purity, 99/9) was 0.8 cm<sup>3</sup>. The electrodes were set parallel to each other with a separation distance of 10 mm and immersed into the 8YSZ suspension, and optical

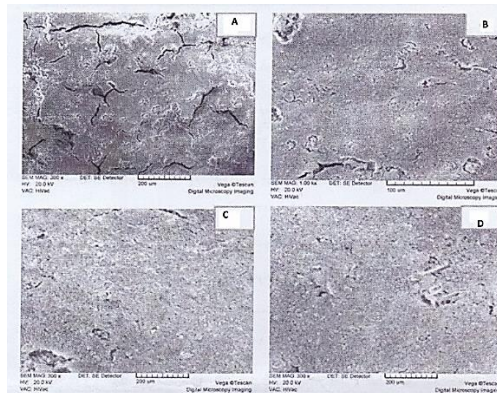
images were recorded and scanned into a computer. The morphology of the film obtained via EPD was examined by a scanning electron microscope.

**Table 1. Chemical composition of Inconel 738 LC.**

Ni	B	Zr	Fe	Ta	Nb	W	Mo	C	Ti	Al	Cr	Co
Rem	0.01	0.1	0.5	1.75	0.9	2.6	1.75	0.11	3.4	3.4	16	8.5

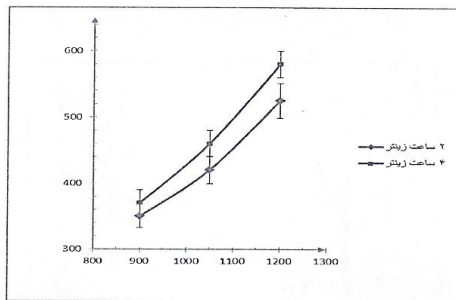
## Results and discussion

Figure 2 shows an SEM image of the 8YSZ surface for operation modes without sintering and with sintering operation at temperatures of 900 and 1050, 1200 ° C for 2 hours. As shown, in the example where the fusion of Taft operations was not performed, the coating surface was porous (Figure A). In the next sample at 900 ° C, sintering of the coating was not significant and since it was smooth, a uniform surface was created (Figure B). In the sample where the sintering temperature increased to 1050 ° C, the coverage quality improved and the porosity in the coating was reduced (Figure C). In the sample where the sintering temperature reached 1200 ° C, the surface quality was good and had the minimum porous surface (Figure D). Taft sample fusion at temperatures over 1200 ° C was not suitable because of the high temperatures and the resulting plastic form.



**Figure 2. SEM image of the surface, (a) - without Sintering (b) -Sintering operation at 900 ° (C) -Sintering operation at 1050 ° C (D)-Sintering operation at 1200 ° C for 2 h.**

Figure 3 shows the changes in micro-hardness of coatings with sintering at 900, 1050, and 1200 ° C temperatures for 2 and 4 hours. Micro-hardness measurement was performed with a 100gr load for 10 seconds to cross-cover. It can be observed that the sample hardness was 60 Vickers without the sintering operations. However, by sintering operations, the hardness increased. Therefore, if the sintering increases from a temperature of 900 to 1200 ° C, its hardness increases from 345 to 540 Vickers. However, increasing the sintering (from 2 to 4 hours) to bind the particles together and create a smooth, uniform surface, hardness will increase.



**Figure 3.** Changes in micro-hardness of coatings with sintering at 900, 1050, and 1200 °C temperatures for 2 and 4 hours.

Table 2 demonstrates the surface roughness parameters (average surface roughness ( $R_a$ ) and the difference between the highest peak and the lowest valley ( $R_z$ )) provided for the sintering temperature (5 tests were performed for each sample, and the results mean is provided). It can be observed that this gradually provides a smoother surface and becomes less porous with increasing temperature. As a result, the surface roughness of the coated samples increased at 900 °C but coating surface roughness at 1200 °C sintering was reduced.

**Table 2.** Surface roughness parameters.

$R_z(\mu\text{m})$	$R_a(\mu\text{m})$	T(°C)
9/1	1/87	900
8/7	1/64	1050
6/31	1/2	1200

### Conclusion

- The best sintering temperature is at 1200 degrees Celsius for 4 hours. At this temperature, the coating has the lowest amount of porosity, and increasing the temperature to over 1200 degrees Celsius causes the sample to become pasty and melt locally.
- The hardness of the coating surface increases from 345 to 540 Vickers by increasing the firing temperature from 900 to 1200 degrees Celsius. The hardness of the coating surface increases more during the sintering time of 4 hours compared to 2 hours.
- The surface roughness of the samples sintered at 1200 degrees Celsius is reduced compared to the samples sintered at 900 degrees Celsius due to having a smoother surface as well as less porosity.
- The highest resistance to thermal shock is for the samples covered in suspensions with pH=4 and 3 and the lowest thermal cycle belongs to the samples tested in suspensions with pH=10; thus, against thermal shock, it resists and has more adhesion.



## اثر دمای تفجوشی بر پوشش YSZ اعمالی روی سوپر آلیاژ اینکونل ۷۳۸ کم کربن به روش الکتروفوریتیک

حسن عزتی\*<sup>۱</sup>

۱- عضو هیئت علمی، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه فنی و حرفه‌ای، تهران، ایران.

### چکیده

### اطلاعات مقاله

پوشش‌های زیرکونیایی پایدار شده با ایتریا (YSZ) در زمره‌ی پوشش‌های سد حرارتی قرار می‌گیرند و به‌طور وسیع در صنایع هوافضا و توربین‌های گازی استفاده می‌شوند. پایداری در شرایط کاری دما بالای این پوشش‌ها همواره مدنظر محققین بوده است. در این پژوهش اعمال پوشش‌های زیرکونیایی پایدار شده با ۸ درصد وزنی ایتریا با استفاده از روش لایه نشانی الکتروفوریتیک در یک محلول حاوی استون و اتانول با نسبت حجمی ۳ به ۱ روی زیر لایه آلیاژ اینکونل ۷۳۸ کم کربن مورد بررسی قرار گرفته است. اثر پارامترهای فرآیند دمای تفجوشی، زبری و چسبندگی سطح، مورد مطالعه قرار گرفت. همچنین ساختار پوشش با استفاده از آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مطالعه گردید. به‌منظور تعیین سختی، چسبندگی و زبری سطح نمونه‌های پوشش داده‌شده، بعد از عملیات تفجوشی در دمای ۱۰۵۰، ۹۰۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ و ۴ ساعت، مشاهده شد با افزایش دما، سختی و چسبندگی نمونه افزایش می‌یابد و زبری سطح کاهش می‌یابد. این افزایش سختی و چسبندگی سطح پوشش در دمای تفجوشی ۱۲۰۰ °C و در مدت‌زمان ۴ ساعت بیشتر از ۲ ساعت است.

نوع مقاله: مقاله پژوهشی

دریافت مقاله: ۱۴۰۲/۰۷/۱۸

بازنگری مقاله: ۱۴۰۲/۰۹/۱۸

پذیرش مقاله: ۱۴۰۲/۱۱/۱۰

### کلید واژگان:

پوشش‌های سد حرارتی  
زیرکونیایی پایدار شده با ایتریا  
لایه نشانی الکتروفوریتیک  
اینکونل ۷۳۸ کم کربن  
پوشش YSZ  
تفجوشی

\*نویسنده مسئول: حسن عزتی

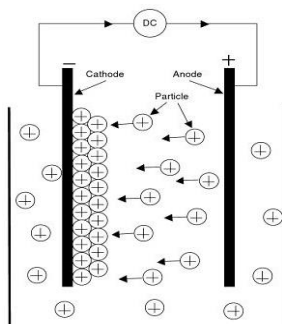
پست الکترونیکی:

[hezzati@tvu.ac.ir](mailto:hezzati@tvu.ac.ir)



## مقدمه

سوپرآلیاژ پایه نیکل (اینکونل) یکی از سوپرآلیاژهای مهم پایه نیکل می‌باشد که از آن برای تولید پره‌های متحرک ردیف اول توربین گازی استفاده می‌شود [۱]. افزایش دمای کاری به‌منظور افزایش بازدهی توربین‌های گازی و موتورهای جت باعث شده است تا قطعات و اجزای این تجهیزات در دماهای بالا و نزدیک نقطه ذوب خود کار کنند [۲]. اعمال پوشش‌های محافظ خاص بر روی قطعات ساخته شده از آلیاژهای آهنی و غیر آهنی، امکان استفاده از این قطعات را در محیط‌های مخرب و تحت شرایط حاد میسر می‌سازد [۳]. رسوب‌گذاری الکتروفوریتیک<sup>۱</sup> یک روش بسیار قوی برای تولید فیلم‌های ضخیم و نازک می‌باشد [۴]. مکانیسم EPD شامل دو مرحله است. در مرحله اول میدان الکتریکی که بین دو الکترود اعمال می‌شود، باعث انتقال ذرات باردار شده معلق موجود در محلول به سمت الکترود با بار مخالف می‌شود (الکتروفورسیس)<sup>۲</sup> در مرحله دوم ذرات در کنار الکترود تجمع می‌کند و یک لایه نسبتاً فشرده و یکنواخت روی الکترود تشکیل می‌دهند (لایه نشانی)<sup>۳</sup> [۵].



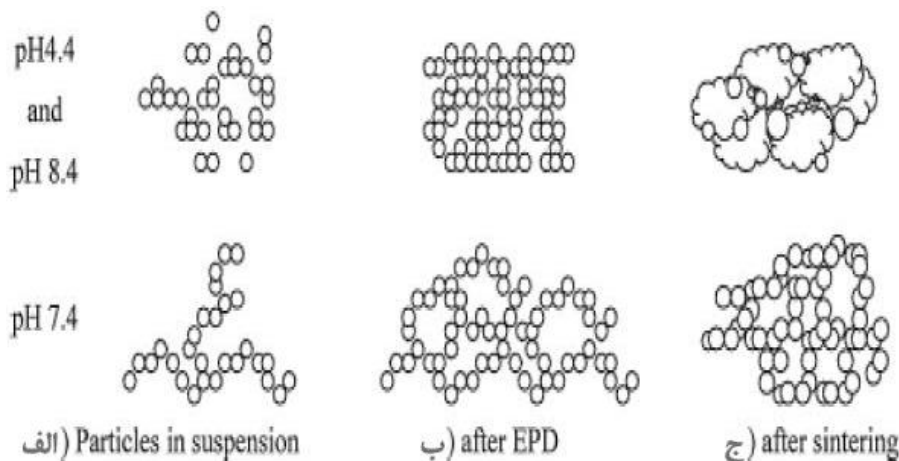
شکل ۱. شماتیک از فرآیند لایه‌نشانی الکتروفوریتیک [۴].

پیوند بین ذرات پوشش بعد از رسوب‌گذاری ضعیف بوده و پوشش به‌راحتی شسته شده و از بین می‌رود. به همین علت معمولاً برای فشرده‌گی و بهبود چسبندگی بین زیر لایه و پوشش، از عملیات تف جوشی استفاده می‌شود. اگر پوشش اولیه ایجاد شده مناسب نباشد، عملیات تف جوشی که آن را عملیات ثانویه یا بهینه‌سازی نیز می‌نامند تأثیری بر ایجاد پوشش یکنواخت و سالم ندارد. یکی از مشخصه‌های مهم تف جوشی حساسیت شدید پیشرفت آن نسبت به دما است. در عملیات تف جوشی، قطعه رسوب‌گذاری شده در یک کوره کنترل شده تا دمایی در حدود ۷۰٪ تا ۸۰٪ دمای ذوب آن حرارت داده می‌شود و به مدت کافی در این دما باقی می‌ماند و سپس به حالت کنترل شده سرد می‌گردد. در مورد موادی که اختلاف نقطه ذوب بالایی دارند، دمای تف جوشی باید از نقطه ذوب مواد تشکیل‌دهنده پایین‌تر باشد [۶].

<sup>1</sup> Electrophoretic deposition (EPD)

<sup>2</sup> Electrophoresis

<sup>3</sup> Deposition



شکل ۲. شماتیکی از اثر pH و آگلومره شدن ساختار ذرات قبل و بعد از تف جوشی در EPD [۶].

### روش تحقیق

از سوپر آلیاژ اینکونل ۷۳۸ کم کربن با ترکیب شیمیایی مندرج در جدول ۱ به عنوان زیر لایه استفاده شده است. نمونه‌های مکعبی با سطح مستطیل شکل بعد از برش از یک میله بعد از سمباده زنی، به مدت ۲۰ دقیقه در حمام تمیزکاری مافوق صوت حاوی استن و اتانول چربی زدایی و تمیزکاری شدند. پودر ۸ (sigma-aldrich) YSZ به کار رفته دارای اندازه دانه ۷۰۰ nm بود. حمام لایه‌نشانی با افزودن نانو پودرهای زیرکونیای پایدار شده با ۸ درصد وزنی ایتربا (YSZ) به مخلوطی از استون و اتانول با نسبت حجمی ۳ به ۱ و به ترتیب با خلوص ۹۸/۹۹٪ و ۹۹/۹۶٪ به دست آمد. آند سلول الکتروفورسیس از جنس نیکل دارای سطح ۱×۳×۳ سانتی‌متر و کاتد از جنس اینکونل ۷۳۸ کم کربن دارای سطح مؤثر ۴/۱×۲ سانتی‌متر انتخاب گردید. فاصله آند و کاتد ۱۰ میلی‌متر تعیین شد و زمان لایه‌نشانی یک دقیقه در نظر گرفته شد [۷]. از یک منبع تغذیه ۴۰ ولت-۵ آمپر (PRECISION DC POWER SUPPLY, PS-۴۰۵) با جریان DC برای ایجاد میدان الکتریکی استفاده شده است. pH متر دیجیتالی (Metrohm ۸۲۷ PH Lab) جهت کنترل pH سوسپانسیون استفاده شد.

جدول ۱. آنالیز اسمی سوپر آلیاژ اینکونل ۷۳۸ کم کربن.

عناصر	AL	Cr	Co	Mo	W	Nb	C	Ta	Ti	Zr	Ni
درصد وزنی	۳/۴	۱۶	۸/۵	۱/۷۵	۲/۶	۰/۹	۰/۱۱	۱/۷	۳/۴	۰/۰۵	بقیه

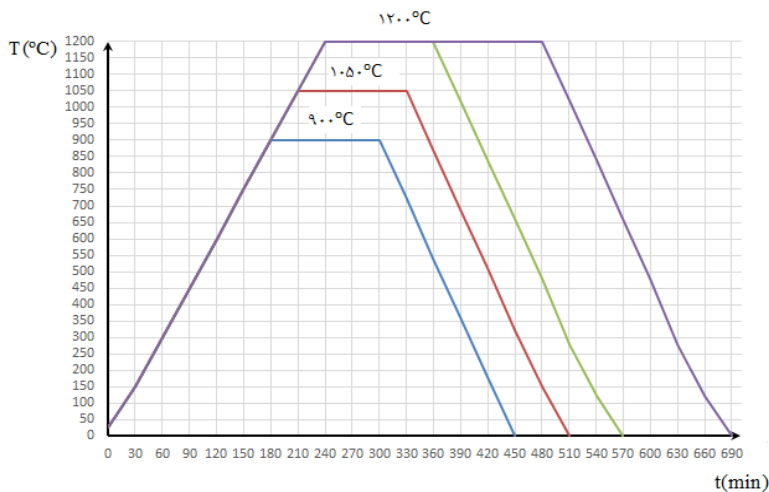
برای فشردگی و بهبود چسبندگی بین زیر لایه و پوشش نمونه‌ها در کوره عملیات حرارتی (کوره مافلی/الکتریکی تک فاز مدل SAM-MUF-۱۱X با دمای کاری حداکثر ۱۳۰۰°C) در دمای ۱۲۰۰°C با نرخ گرمایش ۵°C/min قرار داده می‌شود. به منظور تعیین سختی نمونه‌های پوشش داده‌شده، بعد از مرحله عملیات حرارتی، آزمایش ریز سختی (دستگاه سختی سنج یونیورسال دیجیتالی مدل SUH-۲۰۰) و شوک حرارتی بر روی نمونه انجام شده است. برای مطالعه ساختار کلی پوشش، از دستگاه پراش اشعه ایکس استفاده شده است. برای انجام آزمایش‌هایی از پرتو  $\text{CuK}\alpha$  و ولتاژ ۴۰ کیلو ولت و جریان ۴۰ میلی آمپر با طول موج ۰/۱۵۴ نانومتر و طول گام ۰/۰۵ درجه بر ثانیه و از زاویه ۲۰ تا ۱۲۰ درجه استفاده شد. برای تهیه تصاویر میکروسکوپی با بزرگنمایی مطلوب و بررسی مورفولوژی پودر، از دستگاه SEM مدل

OXFORD استفاده گردید. برای اندازه‌گیری زبری سطح از دستگاه زبری‌سنج مدل (Taylor Hobson) SURTRONIC۲۵ ساخت کشور انگلستان استفاده شد. برای هر نمونه ۵ آزمایش انجام شده و میانگین نتایج آن ارائه شده است.

## نتایج و بحث

### کوره عملیات حرارتی

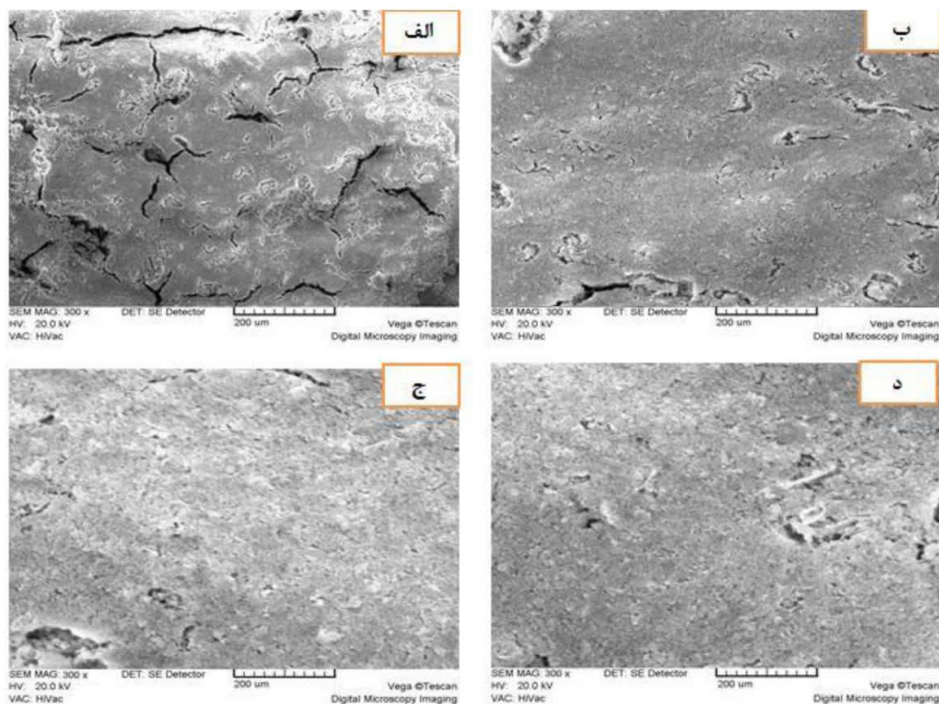
پیوند بین ذرات پوشش بعد از رسوب‌گذاری ضعیف بوده و پوشش به راحتی شسته شده و از بین می‌رود. به همین علت معمولاً برای فشردگی و بهبود چسبندگی بین زیر لایه و پوشش، نمونه‌ها در کوره و تحت دمای بالا تفت جوشی شدند. شکل ۳ نمودار سیکل عملیات حرارتی نمونه‌ها را در سه دمای ۹۰۰، ۱۰۵۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد با نرخ گرمایش  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  در مدت‌زمان ۲ ساعت عملیات تفت جوشی نشان می‌دهد. نمودار نشان می‌دهد که  $180\text{ min}$  طول می‌کشد تا کوره به دمای  $900^{\circ}\text{C}$ ،  $210\text{ min}$  به دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  و  $240\text{ min}$  به دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  برسد، در این دماها به مدت ۲ ساعت عملیات تفت جوشی صورت گرفته و سپس نمونه‌ها در داخل کوره با نرخ سرد شدن  $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$  سرد شده و بعد از کوره خارج می‌شود. همچنین نمودار سیکل عملیات حرارتی نمونه‌ها را در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  با نرخ گرمایش  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  به مدت ۲ و ۴ ساعت تفت جوشی مورد بررسی قرار گرفته است.



شکل ۳. نمودار سیکل عملیات حرارتی نمونه‌ها در دماهای ۹۰۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد در مدت‌زمان ۲ ساعت و  $1200^{\circ}\text{C}$  در مدت‌زمان ۲ و ۴ ساعت عملیات تفت جوشی.

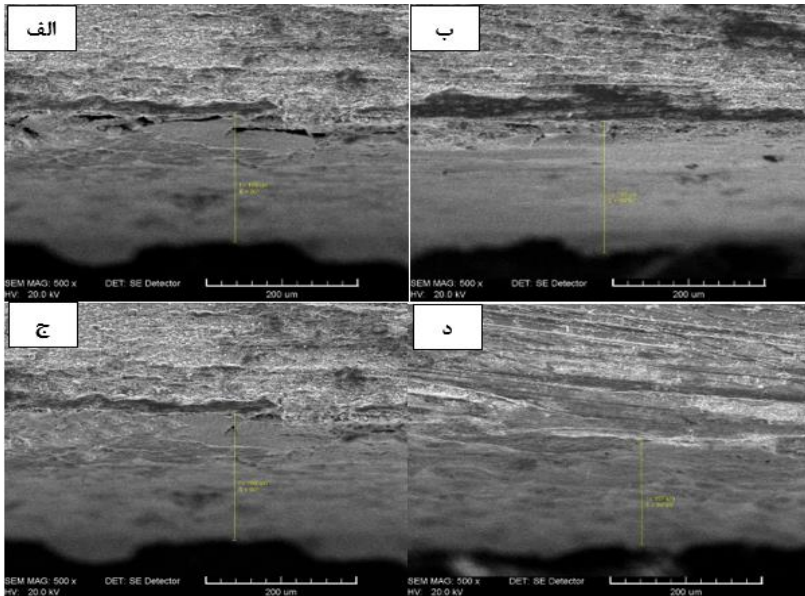
شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح پوشش ۸YSZ را برای حالت‌های بدون عملیات تفت جوشی و با عملیات تفت جوشی در دماهای  $900^{\circ}\text{C}$ ،  $1050^{\circ}\text{C}$  و  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت نشان می‌دهد. با توجه به شکل مشاهده می‌شود در نمونه‌ای که عملیات تفت جوشی بر روی آن انجام نگرفته، سطح پوشش متخلخل است (شکل الف). در نمونه بعدی که در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  تفت جوشی شده، پوشش تشکیل شده است اما قابل توجه نیست. چراکه سطح ایجاد شده صاف و یکنواخت نیست (شکل ب). در نمونه‌ای که دمای تفت جوشی به  $1050^{\circ}\text{C}$  افزایش یافته است کیفیت سطح

پوشش بهبودیافته و تخلخل در سطح پوشش کاهش یافته است (شکل ج). در نمونه بعدی که دمای تف جوشی به  $1200^{\circ}\text{C}$  می‌رسد، کیفیت سطح پوشش مناسب و دارای کمترین تخلخل سطحی است (شکل د). نمونه تف جوشی شده در دمای بیش از  $1200^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد نیز به علت دمای بالا و در نتیجه خمیری شدن موضعی نمونه مناسب نمی‌باشد [۸]. بنابراین دمای تف جوشی را نمی‌توان به بیش از  $1200^{\circ}\text{C}$  افزایش داد (نمودار سیکل عملیات حرارتی در شکل ۳ آورده شده است).



شکل ۴. تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح پوشش، الف- بدون عملیات تف جوشی ب- عملیات تف جوشی در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  ج- عملیات تف جوشی در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  د- عملیات تف جوشی در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت.

شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع پوشش YSZ را برای حالت‌های بدون عملیات تف جوشی و با عملیات تف جوشی در دماهای  $1200^{\circ}\text{C}$ ،  $1050^{\circ}\text{C}$  و  $900^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت نشان می‌دهد. با توجه به شکل مشاهده می‌شود در نمونه‌ای که عملیات تف جوشی بر روی آن انجام نگرفته، سطح مقطع پوشش متخلخل است و دارای چسبندگی بین زیر لایه و پوشش نیست (شکل الف). در نمونه بعدی که در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  تف جوشی شده، پوشش تشکیل شده است و چسبندگی بهبود یافته اما قابل توجه نیست. چرا که سطح مقطع ایجاد شده یکنواخت نیست (شکل ب). در نمونه‌ای که دمای تف جوشی به  $1050^{\circ}\text{C}$  افزایش یافته است کیفیت سطح مقطع پوشش بهبود یافته و تخلخل در سطح مقطع پوشش کاهش پیدا کرده است (شکل ج). در نمونه بعدی که دمای تف جوشی به  $1200^{\circ}\text{C}$  می‌رسد، کیفیت سطح مقطع پوشش مناسب و دارای کمترین تخلخل است و چسبندگی بین زیر لایه و پوشش مناسب است و ضخامت پوشش با افزایش دما از  $900^{\circ}\text{C}$  به  $1200^{\circ}\text{C}$  مطابق جدول ۲ کاهش می‌یابد (شکل د).

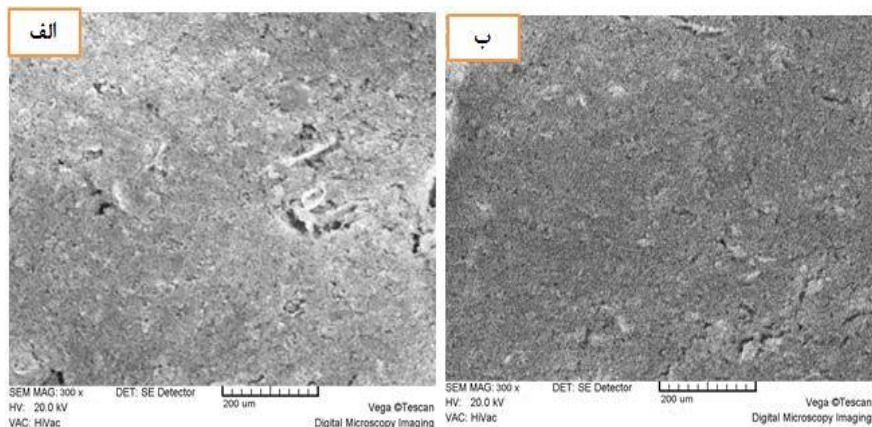


شکل ۵. تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح مقطع پوشش، الف- بدون عملیات تف جوشی ب- عملیات تف جوشی در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  ج- عملیات تف جوشی در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  د- عملیات تف جوشی در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت.

جدول ۲. نتایج حاصل از ضخامت از سطح مقطع پوشش.

دمای تف جوشی ( $^{\circ}\text{C}$ )	بدون تف جوشی	۹۰۰	۱۰۵۰	۱۲۰۰
ضخامت پوشش ( $\mu\text{m}$ )	۲۴۵	۱۷۳	۱۵۸	۱۱۰

شکل ۶ تصویر میکروسکوپ الکترونی از سطح پوشش تف جوشی شده در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ و ۴ ساعت را نشان می‌دهد. شکل الف سطح پوشش نمونه‌ای را نشان می‌دهد که در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت تف جوشی شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود سطح پوشش بسیار مناسب و دارای تخلخل سطحی کمی می‌باشد، اما با افزایش زمان عملیات تف جوشی از ۲ ساعت به ۴ ساعت (شکل ب) ملاحظه می‌شود که تعداد و میزان تخلخل‌های سطح پوشش کاهش بیشتری یافته و باعث یکنواختی بیشتر سطح پوشش ۸YSZ می‌گردد؛ لذا با عملیات تف جوشی در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت یکنواختی سطح پوشش بیشتر شده و سطح یکنواخت‌تر می‌گردد (نمودار سیکل عملیات حرارتی در شکل ۳ آورده شده است).

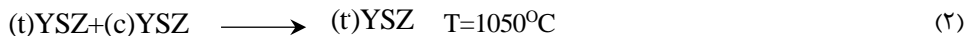
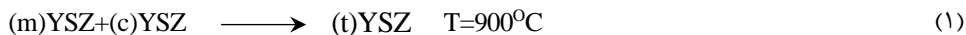


شکل ۶. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح پوشش YSZ8، عملیات تف جوشی در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد، الف- به مدت ۲ ساعت ب- به مدت ۴ ساعت.

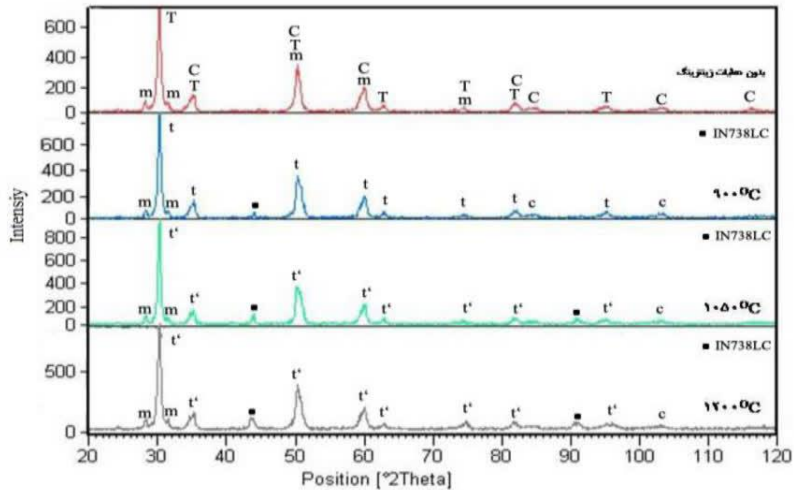
### بررسی XRD از سطح پوشش YSZ ۸

زیرکونیوم خالص در دمای اتاق دارای شبکه کریستالی مونوکلینیک می‌باشد. زیرکونیا در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  از ساختار شبکه مونوکلینیک به تتراگونال تغییر ساختار می‌دهد، این تغییر ساختار با تغییر زیادی در پارامتر شبکه همراه است. یکی از پیامدهای این تغییر ساختار، انبساط حجمی بزرگی است که در هنگام سرد کردن رخ می‌دهد. ساختار تتراگونال در دمای  $2370^{\circ}\text{C}$  به ساختار مکعبی تبدیل می‌شود [۹].

شکل ۶ نمودار XRD از سطح پوشش ۸YSZ را قبل و بعد از عملیات تف جوشی در دمای ۹۰۰، ۱۰۵۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود زیرکونیا پایدار شده با ایترا قبل از عملیات تف جوشی دارای شبکه کریستالی مونوکلینیک، تتراگونال و مکعبی است. با انجام عملیات تف جوشی تا دمای  $900^{\circ}\text{C}$  ساختار شبکه مونوکلینیک و مکعبی به ساختار تتراگونال تعادلی و سپس با افزایش دمای تف جوشی تا دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  به ساختار شبکه تتراگونال غیرتعادلی YSZ (t') تبدیل می‌شود.



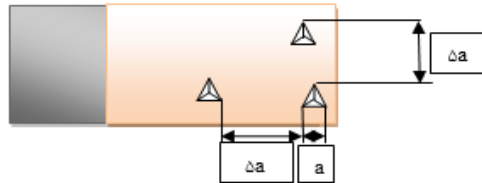
الگوی آنالیز XRD از سطح پوشش YSZ در شکل ۷ نشان داده می‌شود. معمولاً انتظار می‌رود بعد از EPD از پوشش YSZ پیکی از زیرکونیای مونوکلینیک ( $m\text{-ZrO}_2$ ) وجود نداشته باشد؛ اما در این تحقیق علاوه بر ساختار غالب غیرتعادلی زیرکونیا ( $t'\text{-ZrO}_2$ ) اندکی ساختار مونوکلینیک نیز وجود دارد. یکی از علل تشکیل ساختار غالب  $t'\text{-ZrO}_2$  می‌تواند آن باشد سرد شدن ذرات، بعد از فرآیند تف جوشی در دمای بالا، بسیار سریع است بنابراین از تبدیل ساختار مکعبی دمای بالای  $\text{ZrO}_2$  به ساختار تعادلی تتراگونال جلوگیری می‌کند و به جای آن ساختار  $t'$  تشکیل می‌شود و یا ممکن است مقدار زیاد  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (۸ درصد وزنی) در YSZ پایداری ساختار دمای بالای  $\text{ZrO}_2$  (مکعبی+تتراگونال) را بعد از خنک شدن افزایش دهد [۱۰]



شکل ۷. نمودار الگوی پراش ایکس از نمونه‌ها قبل و بعد از عملیات تف جوشی، در دمای ۹۰۰، ۱۰۵۰ و ۱۲۰۰ به مدت ۲ ساعت.

### ریز سختی سنجی

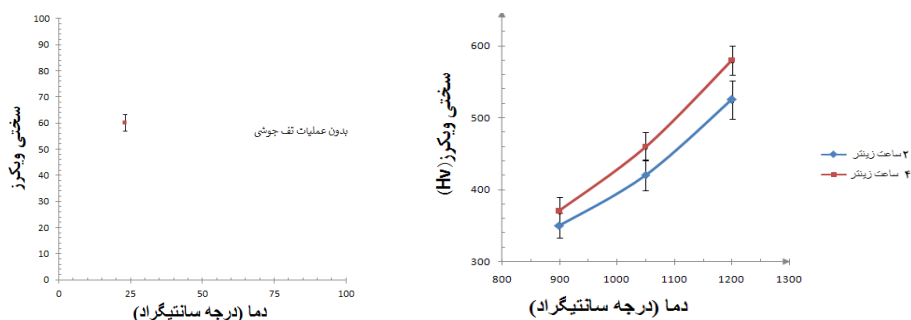
به منظور تعیین سختی نمونه‌های پوشش داده شده، بعد از مرحله تف جوشی آزمایش ریزسختی بر روی سطح مقطع نمونه‌های مانع سرد شده، مطابق با استاندارد (ASTME-۱۸-۰۲) [۱۱]، سنباده‌زنی و پولیش شدند. همچنین بار اعمالی ۱۰۰ gf به مدت زمان اثر ۱۰ ثانیه در نظر گرفته شده و روی هر نمونه ۵ مرتبه تست انجام شده است. فاصله بین دو اثر فرورونده، حداقل ۵ برابر قطر یک فرورونده در نظر گرفته شد تا از اثر احتمالی میدان تنشی، ممانعت به عمل آید. پس از حذف بیشینه و کمینه اعداد سختی، در نهایت میانگین عدد سختی گزارش شده است.



شکل ۸. شماتیکی از تست ریز سختی.

شکل ۹ تغییرات ریز سختی پوشش‌های تف جوشی شده در دماهای تف جوشی ۹۰۰، ۱۰۵۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد و در مدت زمان ۲ و ۴ ساعت را نشان می‌دهد. لذا سختی نمونه بدون عملیات تف جوشی ۶۰ ویکرز است؛ اما با انجام عملیات تف جوشی سختی افزایش می‌یابد. به طوری که اگر دمای تف جوشی از ۹۰۰ به ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یابد سختی آن از ۳۴۵ به ۵۴۰ ویکرز افزایش پیدا می‌کند. این در حالی است با افزایش زمان تف جوشی (از ۲ به ۴ ساعت) به دلیل اتصال ذرات به هم و به وجود آوردن سطحی کاملاً صاف و یکنواخت میزان سختی بیشتر افزایش پیدا

می‌کند. مقادیر به دست آمده از تست ریزسختی در این مطالعه، بیشتر از نتایج به دست آمده توسط وانگ<sup>۱</sup> و همکارانش [۶] است.



شکل ۹. نمودار ریزسختی سطح مقطع پوشش ۸YSZ با بار اعمالی ۱۰۰ gr به مدت ۱۰ ثانیه، نمونه‌های بدون تفجوشی و تفجوشی شده در دمای ۹۰۰، ۱۰۵۰، ۱۲۰۰ °C درجه سانتیگراد به مدت ۲ و ۴ ساعت.

جدول ۳. نتایج حاصل از ریزسختی از سطح پوشش نمونه‌ها در مدت زمان ۲ ساعت تفجوشی.

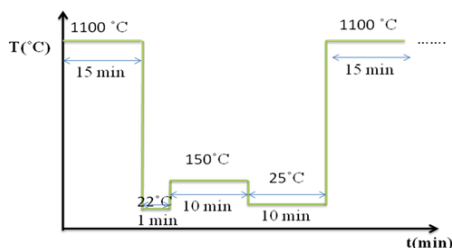
دما (°C)	بدون تفجوشی	۹۰۰	۱۰۵۰	۱۲۰۰
سختی ویکرز (HV)	۶۰	۳۴۵	۴۲۰	۵۴۰

جدول ۴. نتایج حاصل از ریزسختی از سطح پوشش نمونه‌ها در مدت زمان ۴ ساعت تفجوشی.

دما (°C)	بدون تفجوشی	۹۰۰	۱۰۵۰	۱۲۰۰
سختی ویکرز (HV)	۶۰	۳۷۰	۴۶۰	۵۹۰

### آزمایش مقاومت به شوک حرارتی

برای آزمایش چسبندگی در این تحقیق از روش شوک حرارتی استفاده شد. بدین صورت که ابتدا نمونه‌های پوشش داده شده مطابق استاندارد ASTM E۱۸-۰۲ [۱۱] تا دمای ۱۱۰۰ °C به مدت ۱۵ دقیقه گرم شده و سپس در آب (دمای محیط) سرد شدند. شکل ۱۰ مراحل یک سیکل آزمایش شوک حرارتی را نشان می‌دهد [۱۲].

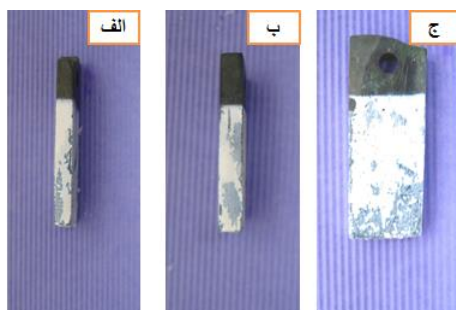


شکل ۱۰. نمودار یک سیکل از عملیات حرارتی برای تست شوک حرارتی.

<sup>1</sup> Wang

شکل ۱۰ آزمایش شوک حرارتی ۳ نمونه لایه‌نشانی شده را در سوسپانسیون استون و اتانول با نسبت حجمی ۳ به ۱ و با ۱۰ و  $\text{pH}=3.4$  و عملیات تفجوشی در دمای  $120^{\circ}\text{C}$  برای مدت زمان ۴ ساعت نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، پوشش نمونه‌های ۱ و ۲ که در محلول با ۴ و  $\text{pH}=3$  لایه‌نشانی شده‌اند. هیچ پدیده قابل ذکری که بتوان با چشم غیرمسلح بیان کرد تا سیکل چهارم از این نمونه آزمایشی دیده نشد؛ اما در سیکل پنجم یکسری برآمدگی در وسط لایه سرامیکی ظاهر شده و در ادامه از همین منطقه، پوسته‌های متورق شده دیگری از سطح جدا شدند و در مرحله هفتم ۵۰ درصد سطح پوشش از نمونه جدا است. برخلاف دو نمونه آزمایشی قبل سوسپانسیونی که با  $\text{pH}=10$  لایه‌نشانی شده (نمونه ۳)، قسمت زیادی از پوشش در سیکل چهارم (بالای ۵۰ درصد) به یک‌باره از دست می‌رود؛ بنابراین بیشترین مقاومت به شوک حرارتی برای نمونه‌هایی است که در سوسپانسیون‌هایی با ۴ و  $\text{pH}=3$  پوشش شده و کمترین سیکل حرارتی متعلق به نمونه‌های آزمایش شده در سوسپانسیون‌هایی با  $\text{pH}=10$  می‌باشد.

پوشش‌هایی که دچار ترک خوردگی و تاول‌زدگی شده‌اند دارای چسبندگی مناسبی نمی‌باشند، چرا که کنده شدن را می‌توان ناشی از تنش بین پوشش و زیر لایه در هنگام شوک حرارتی دانست. این تنش‌ها باعث گسترش ریزترک‌ها اتصال به هم و سپس تکثیر ترک‌های بزرگ می‌شود. از این‌رو پوشش نمونه‌های ۱ و ۲ در مقایسه با نمونه ۳ دارای چسبندگی بهتری است.



شکل ۱۲. الف- نمونه ۱ بعد از ۶ مرحله آزمایش ب- نمونه ۲ بعد از ۷ مرحله آزمایش ج- نمونه ۳ بعد از ۴ مرحله آزمون شوک حرارتی.

### زبری سنجی

برای اندازه‌گیری زبری از روش‌های تماسی و غیرتماسی استفاده می‌کنند. در تجهیزات معمول برای اندازه‌گیری زبری که به زبری‌سنج یا Roughness tester معروف هستند از روش تماسی استفاده می‌شود. در این روش یک هد نظیر سوزن‌های گرافافون بر روی سطح حرکت کرده و با توجه به تعداد نوسانات و حداکثر جابجایی می‌توان زبری سطح را مشخص کرد [۱۲].

جدول ۵ پارامترهای زبری سطح (زبری متوسط سطح  $(R_a)$  و اختلاف بلندترین قله و پست‌ترین دره  $(R_z)$ ) را برای دماهای مختلف تفجوشی ارائه می‌کند، مشاهده می‌شود با افزایش دما به تدریج سطح صاف‌تر و هموارتر گردیده و تخلخل آن کمتر می‌شود. در نتیجه زبری پوشش سطح نمونه‌های تفجوشی شده در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  افزایش یافته و زبری پوشش سطح نمونه‌هایی که در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  تفجوشی شده‌اند، کاهش می‌یابد.

## جدول ۵. نتایج حاصل از زبری سنجی برای دماهای تفت جوشی مختلف در غلظت ۲۰gr/lit.

Rz( $\mu\text{m}$ )	Ra( $\mu\text{m}$ )	دمای تفجوشی ( $^{\circ}\text{C}$ )
۹/۱	۱/۸۷	۹۰۰
۸/۷	۱/۶۴	۱۰۵۰
۶/۳۱	۲/۱	۱۲۰۰

## نتیجه گیری

در این مقاله پوشش‌های زیرکونیای پایدار شده با ۸ درصد وزنی ایتریا در یک محلول حاوی استون و اتانول با نسبت حجمی ۳ به ۱ روی سطح سوپر آلیاژ اینکونل ۷۳۸ کم کربن توسط فرآیند EPD ساخته شد، اثر پارامترهای فرآیند دمای تفجوشی، زبری و چسبندگی سطح، مورد مطالعه قرار گرفت. همچنین مورفولوژی ریزساختار پوشش با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی و آنالیز پراش اشعه ایکس مورد ارزیابی قرار گرفت. به منظور تعیین سختی، چسبندگی و زبری سطح نمونه‌های پوشش داده شده، بعد از عملیات تفجوشی در سه دمای ۹۰۰، ۱۰۵۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ و ۴ ساعت، مورد مشاهده قرار گرفت و نتایج به دست آمده نشان می‌دهد که با افزایش دما، سختی و چسبندگی نمونه افزایش می‌یابد و زبری سطح کاهش می‌یابد. این افزایش سختی و چسبندگی سطح پوشش در دمای تفجوشی  $1200^{\circ}\text{C}$  و در مدت زمان ۴ ساعت بیشتر از ۲ ساعت است.

- ۱- دمای تفجوشی تأثیر بسیار زیادی بر کیفیت پوشش دارد ولی تأثیر آن بر ضخامت پوشش کمتر است.
- ۲- بهترین کیفیت سطح پوشش از لحاظ صاف و یکنواختی در بین دماهای مختلف ۹۰۰، ۱۰۵۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد، دمای تفجوشی  $1200^{\circ}\text{C}$  می‌باشد. افزایش دما بیش از ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد باعث خمیری شدن و ذوب شدن موضعی نمونه می‌شود.
- ۳- با افزایش دمای تفجوشی از ۹۰۰ به  $1200^{\circ}\text{C}$  چسبندگی پوشش به زیرلایه بیشتر است
- ۴- دمای تفجوشی ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد در مدت زمان ۲ و ۴ ساعت بهترین مدت زمان ۴ ساعت است؛ زیرا در این دما، پوشش کمترین مقدار تخلخل را دارد
- ۵- سختی سطح پوشش با افزایش دمای تفجوشی از ۹۰۰ به ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد از ۳۴۵ به ۵۴۰ ویکرز افزایش می‌یابد همچنین برای مدت زمان‌های طولانی‌تر تفجوشی (زمان ۴ ساعت در مقایسه با ۲ ساعت)، سختی سطح پوشش بیشتر افزایش می‌یابد.
- ۶- زبری سطح پوشش برای نمونه‌های تفجوشی شده در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  در مقایسه با نمونه‌های تفجوشی شده در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  و ۹۰۰ به دلیل داشتن سطحی صاف‌تر و هموارتر و همچنین تخلخل کمتر، کاهش می‌یابد.
- ۷- بیشترین مقاومت به شوک حرارتی برای نمونه‌هایی است که در سوسپانسیون استون و اتانول با نسبت حجمی ۳ به ۱ و با ۴ و ۳ pH پوشش شده و کمترین سیکل حرارتی متعلق به نمونه‌های آزمایش شده در سوسپانسیون با ۱۰ pH می‌باشد، در نتیجه در برابر شوک حرارتی مقاومت می‌کند و دارای چسبندگی بیشتری می‌باشد.

## References

- [1] Yoo, J. H., & Gao, W. (2002, August 18-22). *Electrical properties of PZT micro tubes fabricated by electrophoretic deposition* [Conference session]. *Electrophoretic Deposition: Fundamentals and Applications*, Banff, Alberta, Canada.
- [2] Goward, G. W. (1998). Progress in coatings for gas turbine airfoils. *Surface and Coatings Technology*, 108-109, 73-79. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(98\)00667-7](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(98)00667-7)

- [3] Lazić, M. S., Simović, K., Mišković-Stanković, V. B., Jovanić, P., & Kićević, D. (2004). The influence of the deposition parameters on the porosity of thin alumina films on steel. *Journal of the Serbian Chemical Society*, 69(3), 239-249. <https://doi.org/10.2298/JS-C0403239L>
- [4] Besra, L., & Liu, M. (2007). A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD). *Progress in Materials Science*, 52(1), 1-61. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.07.001>
- [5] Sarkar, P., & Nicholson, P. S. (1996). Electrophoretic Deposition (EPD): Mechanisms, Kinetics, and Application to Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 79(8), 1987-2002. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1996.tb08929.x>
- [6] Wang, Y., & Xu, Z. (2006). Nanostructured Ni-WC-Co composite coatings fabricated by electrophoretic deposition. *Surface and Coatings Technology*, 200(12-13), 3896-3902. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.06.025>
- [7] Guo, F., Javed, A., Shapiro, I. P., & Xiao, P. (2012). Effect of HCl concentration on the sintering behavior of 8mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> stabilized ZrO<sub>2</sub> deposits produced by electrophoretic deposition (EPD). *Journal of the European Ceramic Society*, 32(1), 211-218. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.08.011>
- [8] Witz, G., Shklover, V., Steurer, W., Bachegowda, S., & Bossmann, H-P. (2007). Phase Evolution in Ytria-Stabilized Zirconia Thermal Barrier Coatings Studied by Rietveld Refinement of X-Ray Powder Diffraction Patterns. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(9), 2935-2940. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2007.01785.x>
- [9] Negishi, H., Yamaji, K., Sakai, N., Horita, T., Yanagishita, H., & Yokokawa, H. (2004). Electrophoretic deposition of YSZ powders for solid oxide fuel cells. *Journal of Materials Science*, 39(3), 833-838. <https://doi.org/10.1023/B:JMSE.0000012911.86185.13>
- [10] Low, S. R. (2001). *Rockwell Hardness Measurement of Metallic Materials*. NIST. <https://www.nist.gov/publications/nist-recommended-practice-guide-rockwell-hardness-measurement-metallic-materials>
- [11] American Society for Testing and Materials. (2017). Standard Test Methods for Rockwell Hardness and Rockwell Superficial Hardness of Metallic Materials (ASTM E18-02). ASTM. <https://www.astm.org/e0018-02.html>
- [12] Bhallamudi, V. P. (2000). *Coating high temperature lead wires with electrically insulating alumina by electrophoretic deposition and slurry coating* [Master, The Ohio State University]. Ohio, United States. [https://etd.ohiolink.edu/acprod/odb\\_etd/etd/r/1501/10?clear=10&p10\\_accession\\_num=osu1311955861](https://etd.ohiolink.edu/acprod/odb_etd/etd/r/1501/10?clear=10&p10_accession_num=osu1311955861)