

ÖZET

KROM İÇERMİYEN SİLİKAT BAZLI SULU BULAMAÇ BİLEŞİMLERİ

- 5 Krom içermeyen silikat bazlı belirli bir bağlayıcıya dayanan bir bileşim açıklanmaktadır. Tek parçalı bulamaç bileşimi alüminyum veya alüminyum alaşım tozuyla birlikte lityum katkılı potasyum silikat içeren sulu bir solüsyondur. Tek parçalı bulamaç bileşimi azaltılmış kaplama kalınlığında
- 10 geliştirilmiş performans sergileyen karşılık gelen bir kaplama üretmektedir.

İSTEMLER

1. Bir substrat üzerinde kaplama üretimi için sulu bulamaç bileşimi olup, özelliği aşağıdakileri içermesidir:

5

lityum katkılı potasyum silikata ait sulu solüsyonu içeren bir bağlayıcı; bağlayıcı krom eksikliği **ile karakterize edilmektedir**; ve

10

bağlayıcıyla birleştirilen bir alüminyum veya alüminyum alaşımı tozu; burada alüminyum veya alüminyum alaşımı tozu ve bağlayıcı tek parça bileşime dahil edilmektedir; alüminyum veya alüminyum alaşımı tozu ve bağlayıcı önceden belirlenen ağırlık oranında bulunmaktadır;

15

burada lityum katkılı potasyum silikat $K_2O:Li_2O$ ağırlığı olarak 7:1 ila 11:1 oranında potasyum ve lityum içermektedir ve ayrıca burada silikatın potasyuma oranı $SiO_2:K_2O$ olarak ağırlıkça 2.4:1 ila 2.8:1. olmasıdır.

20

2. İstem 1'e göre bulamaç olup, özelliği bulamaçtaki alüminyum veya alüminyum alaşımı tozu içeriğinin bulamacın toplam ağırlığına bağlı olarak %30-50 arasında ağırlıkta (%ağırlıkça) olmasıdır.

25

3. Önceki istemlerden herhangi birine göre bulamaç olup, özelliği alüminyum veya alüminyum alaşımı tozunun parçacık boyut dağılımının 50. yüzdelik dilimi 4 ila 7 μm arasında çapa sahip olacak şekilde ve parçacık boyut dağılımının 90. yüzdelik diliminin 11.5-15.5 μm 'e eşit veya bundan daha az çapa sahip olacak şekilde **karakterize edilen** parçacık boyut dağılımını içermesidir.

30

4. İstemler 1 veya 2'den herhangi birine göre bulamaç olup, özelliği alüminyum veya alüminyum alaşımı tozunun parçacık boyut dağılımının 50. yüzdelik dilimi 3.9 ila 4.5 μm arasında çapa sahip olacak şekilde ve parçacık boyut dağılımının 90. yüzdelik diliminin 9.0 μm 'e eşit veya bundan daha az çapa sahip olacak şekilde **karakterize edilen** parçacık boyut dağılımını içermesidir.
- 5
- 10 5. Önceki istemlerden herhangi birine göre bulamaç olup, özelliği lityum katkılı potasyum silikat ve alüminyum veya alüminyum alaşımı tozunun 0.18:1 ila 0.46:1 silikat ila alüminyum veya alüminyum alaşımı tozu ağırlık oranında bulunmasıdır.
- 15
6. Önceki istemlerden herhangi birine göre bulamaç olup, özelliği ayrıca krom içermeyen aşınma inhibitörleri içermesidir.
- 20

TARİFNAME

KROM İÇERMİYEN SİLİKAT BAZLI SULU BULAMAÇ BİLEŞİMLERİ

5 Buluşun Sahası

Mevcut buluş mükemmel aşınma ve ısı direnci sergileyen ve geleneksel kromat içeren kaplamalarla değiştirilebilen koruyucu kaplamaların üretiminde uygun olan ve krom içermeyen yeni silikat bazlı bulamaç formülasyonlarıyla ilgilidir.

Buluşun Alt Yapısı

Krom bazlı alüminyum-seramik kaplama bileşimleri iyi bilinmektedir ve oldukça aşınma dirençli ve ısı dirençli olan kaplamaları oluşturmak için onlarca yıldır endüstriyel standart olarak düşünülmektedir. 40 yıl öncesinde Allen'e ait US Patenti No. 3,248,251 alüminyum-seramik krom bazlı kaplamaların yapışma ve esaniyeekliği korurken yıpranmaya, ısıya ve aşınmaya karşı direnç sergilediğini onaylamaktadır ve açıklamaktadır. Bu tür özellikler alüminyum-seramik kaplamaların çeşitli uygulamalarda yaygın olarak kullanılmasını sağlamaktadır. Günümüzde bu kaplamalara yüksek ısıya ve aşındırıcı ortamlara maruz kalan çeşitli uçak motoru bileşenlerinin korunması konusunda uçak endüstrisinde orijinal ekipman üreticileri (OEM'ler) tarafından güvenilmektedir. Savunma Bakanlığı (DoD) karargah tesisi ayrıca alüminyum-seramik bazlı kaplamaları son derece ihtiyaç duyulan maddelerin üretiminin bir parçası olarak kullanmaktadır. Buna ek olarak, otomobil endüstrisi ve diğer çeşitli endüstriler alüminyum-seramik kaplamaları rutin biçimde yüksek performanslı koruyucu kaplama olarak kullanmaktadır.

35 Geleneksel alüminyum-seramik kaplama tipik olarak metalik

alüminyum tozuyla doldurulan bir kromat-fosfat bağlayıcıdan oluşmaktadır. İyileştirme yoluyla, bağlayıcı alüminyum toz parçacıklarıyla gömülen bir matris oluşturmaktadır. Kromatı pasif duruma getirilmiş alüminyum pigment ağı etkin aşınma koruması kazandırırken, matris kaplamaya mekanik bütünlük sağlamaktadır. Kuru çakıl veya cam boncuk püskürtme işlemiyle Al-dolgulu kaplamanın baskı makarasıyla perdahlanması kaplamayı iletken, galvanik olarak aktif ve tüm çeliklere karşı korumalı (başka bir deyişle katotla ilgili olarak koruyucu) kılmak üzere sıkıştırmaktadır. Serme Tel® endüstride bu tip kaplamalar için performans standardı olarak bilinmektedir. Belirli uygulamaya ve hizmet koşullarına bağlı olarak, kaplama yeterli aşınma korumasını sağlamak için tek başına kullanılabilir. Alternatif olarak, kaplama üst kaplamalarla ve/veya sızdırmazlık maddeleriyle mühürlenmiş bir astar katmanı olarak işlev gören kaplama sisteminin bir parçası olarak kullanılabilir. Astar katmanındaki gözenekliliğin ve boşlukların sızdırmaz hale getirilmesiyle, üst kaplama ek bariyer koruması sağlamaktadır; böylelikle diğer işlevsel özellikleri (örneğin düzgünlük, sıcaklık direnci vb. gibi) ve görsel görünüşünü geliştirmesinin yanı sıra kaplama sisteminin tamamının aşınma koruma hareketini uzatmaktadır.

Alüminyum-seramik kaplamaların yaygın kullanımına rağmen, altı değerlikli krom Cr(VI) çevreye zararlı bir madde olarak tanımlanmaktadır. Sonuç olarak bunların DoD, Hava Kuvvetleri ve OEM'lerin politikalarındaki son deęişiklere göre bertaraf edilmesi hedeflenmektedir. En azından Cr-bazlı bağlayıcılara sahip alüminyum-seramik kaplamalarla aynı özellikleri sergileyebilen Cr içermeyen yüksek performanslı kaplamalara ihtiyaç konusundan bir etki yaratılmaktadır.

Altı değerlikli krom Cr(VI)'nin çevreye zararlı bir madde olarak tanımlanmasına cevaben, çeşitli Cr içermeyen

kaplamalar potansiyel yedek kaplamalar olarak incelenmektedir. Örneğin düşünülen bir alternatif Cr içermeyen kaplama fosfat bazlı bir bağlayıcıya sahip alüminyum seramik astar kaplama katmanıdır. Cr(VI) içermeyen üst kaplamayla birlikte kullanılan kaplama Serme Tel® astar katmanlı sabit markalı kaplama sistemleriyle karşılaştırılabilen uygulama özellikleri (örneğin kalınlık, pürüz, galvanik aktivite) ve performans (örneğin tuz püskürtme aşınma direnci, yüksek sıcaklık oksitlenme direnci, aşınma direnci, mekanik özellikler) sağlamaktadır. Bunun yanında tek başına kullanıldığında, fosfat bazlı bağlayıcıya sahip bu astar tabakalar ASTM B117 başına Tuz Püskürtme testinde 500 saate kadar maruz kaldığında aşınma direnci sergilemektedir. Bununla birlikte astar tabaka olarak, 1000 saate kadar daha uzatılmış test sürelerine maruz kaldığında alanda ve çizilen bölgede kırmızı pas geliştirmektedir. Bu yaklaşımla ilgili başka bir dezavantaj alüminyum metal üzerinde pasifleştirici etkiye sahip Cr(IV) türlerinin eksikliğinde su bazlı bir bulamaçtaki fosfat bağlayıcıyla alüminyum parçacıklarının belirgin etkileşiminden ortaya çıkmaktadır. Alüminyum parçacıklarıyla fosfat bağlayıcının bu ters etkileşimi sonucunda, astar tabaka bulamacı "tek parçalı" bileşim olarak tutulamamaktadır; burada tüm yapılandırıcılar bileşimdeki diğer yapılandırıcıları olumsuz şekilde etkileyen yapılandırıcı maddelerden biri veya daha fazlası olmadan tek bir formülasyon halinde birbirine karıştırılabilmektedir. Daha çok bulamacın iki parçalı bulamaç halinde saklanması gerekmektedir; burada bağlayıcı ve Al karıştırıldığında kullanım noktasına kadar alüminyum tozu sulu bağlayıcıdan ayrı tutulmaktadır. Bununla birlikte karışık bulamacın kap ömrü sadece yaklaşık 8 saattir; bunun ötesinde karışımın hızlı şekilde bozulması gözlemlenmektedir ve parçacık boyutunda belirgin bir artışa yol açan Al parçacıkları kümelenmesi şeklinde kendini göstermektedir. Fosfat-bazlı bağlayıcıları kullanan alüminyum seramik

5 kaplamalarıyla ilgili bazı spesifik deęişikliklerin kap ömrünü 24 saat üzerinde geliştirebilmesine rağmen, bulamaçların fosfat bağlayıcıyla alüminyum parçacıklarının ters etkileşiminden kaçınmak için istenmeyen şekilde iki parçalı bulamaç halinde kalması gerekmektedir.

10 Başka bir alternatif olarak, silikat bazlı bağlayıcılar içeren alüminyum seramik kaplamalar düşünülmektedir. Bir tip Cr içermeyen silikat bazlı bağlayıcı genellikle US Patenti İlan No. 2006/0166014'de açıklanmaktadır. Bununla birlikte, astar tabaka performansının yeterli aşınma direnci özellikleri için gerekli olan en az 50,8 µm (2 mil) arttırılmış kaplama kalınlığıyla katman kalınlığına bağlı olduğu görülmektedir.

15 Azaltılmış kaplama kalınlığında aşınma ve ısı direnci dahil olmak üzere geliştirilmiş mekanik ve işlevsel özellikler sağlayabilen geliştirilmiş tek parçalı Cr içermeyen kaplamalara sürekli ihtiyaç duyulmaktadır.

20

Buluşun Kısa Açıklaması

25 Buluş kısmen özel özelliklere sahip kaplamaları üretmek için kullanılan bir bulamaç formülasyonu ile ilgilidir. Aşağıdaki açıklamada bir mikron bir mikrometreye eşittir. Başlatıcı bağlayıcı maddelerle ve spesifik bağlayıcı madde ve metalik seramik toz kombinasyonlarıyla ilgili seçimlerin özellikle hava-uzay uygulamaları için avantajlı olan mükemmel özelliklere sahip kaplı bir ürünle sonuçlanacak şekilde

30 kaplamanın biçimini ve mikro yapısını etkilediği bulunmuştur.

Alüminyum tozuyla birlikte lityum katkılı potasyum silikat olan krom içermeyen silikat bazlı bir bağlayıcının kullanılmasının yapışma ve esaniyeeklięi korurken özellikle

aşınma ve ısı maruziyetine direnç gibi geliştirilmiş işlevsel özellikler sergileyen seramik bir kaplamayı oluşturduğu saptanmaktadır. Kaplama katmanı kesintisiz, yoğun ve hatasızdır. Bulamaç hem toz hem de bağlayıcı içerebilmektedir, böylelikle başlangıç malzemesi içerisinde tüm bileşenlerin tek bir formülasyon olarak önceden karıştırıldığı tek parçalı bir bileşimdir. Tek parçalı bileşim uzun raf ömrü sergilemek için yeterince sabit kalmaktadır.

10

Mevcut buluş, bir substrat üzerinde bir kaplama üretilmesine yönelik aköz bir bulamaç bileşimidir ve istem 1'de tanımlandığı gibi sağlanır.

15 **Şekillerin Kısa Açıklaması**

Tarifname en azından bir tane renkli fotoğraf içermektedir. Bu patentin veya patent ilanının renkli fotoğraflı kopyaları talep üzerine ve gerekli ücretin ödenmesiyle Ofis tarafından sağlanacaktır.

20

Buluşun amaçları ve avantajları ekteki çizimlerle birlikte tercih edilen düzenlemelerin aşağıdaki detaylı açıklamasından daha iyi anlaşılacaktır; burada benzer numaralar genelinde aynı özellikleri belirtmektedir ve burada:

25

Şekiller 1(a) ve 1(b) mevcut tarifnamedeki bulamaçtan hazırlanan bir kaplama için sırasıyla X500 ve X2000 büyütülmüş üstten görünüşlü SEM görüntülerini göstermektedir;

30

Şekiller 2(a) ve 2(b) mevcut tarifnamedeki başka bir bulamaçtan hazırlanan başka bir kaplama için sırasıyla X500 ve X2000 büyütülmüş üstten görünüşlü SEM görüntülerini göstermektedir;

Şekiller 3(a) ve 3(b) cam boncuklarla perdahlandıktan sonra

35

Şekiller 1(a) ve 1(b)'deki kaplama örneğiyle ilgili sırasıyla

X500 ve X2000 büyütülmüş üstten görünüşlü SEM görüntülerini göstermektedir;

Şekiller 4(a) ve 4(b) sırasıyla cam boncuklarla perdahlanmadan önce ve sonra Şekiller 1(a) ve 1(b)'deki
5 kaplama örneğiyle ilgili X1000 kez büyütülmüş çapraz kesit SEM görüntülerini göstermektedir;

Şekiller 5(a)-5(d) Karşılaştırmalı Örnek 1'deki ticari olarak elde edilebilen Cr içermeyen silikat bağlayıcı bazlı bulamaçtan üretilen ve 1000 saat süreyle Tuz Püskürtme
10 işlemine tabi tutulan farklı kalınlıklara sahip kaplamaları göstermektedir;

Şekiller 6(a)-(d) Isı artı Tuz Püskürtme işlemine 400 saat tabi tutulan farklı kalınlıklara sahip Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplamayı göstermektedir;

Şekiller 7(a) ve 7(b) karışık Na-Li silikat bağlayıcılarına dayanan iki bulamaçtan üretilen ve Isı artı Tuz Püskürtme işlemine 168 saat süreyle tabi tutulan kaplamaları göstermektedir;

Şekiller 8(a) ve 8(b) bulamaca dayanan Li silikat
20 bağlayıcıdan üretilen kaplamanın optik mikroskop resimlerini göstermektedir: 8(a) X6 büyütülmüş çapraz taramalı yapışma testinin sonuçlarını göstermektedir ve 8(b) X40 büyütülmüş kaplama yüzeyinin biçimini göstermektedir;

Şekil 9(a) ve 9(b) tuz püskürtme testinden sonra ve ısı artı
25 tuz püskürtme testinden sonra Li silikat bazlı bağlayıcıları kullanan kaplamaları göstermektedir;

Şekil 10 Na silikat bazlı bağlayıcıyı kullanan kaplamalar için tuz püskürtme testinin sonuçlarını göstermektedir;

Şekil 11 Na silikat bazlı bağlayıcıyı kullanan ısı artı tuz
30 püskürtme testinin sonuçlarını göstermektedir;

Şekil 12 K silikat bazlı bağlayıcıyı kullanan kaplamalar için X6 büyütülmüş çapraz taramalı yapışma testinin sonuçlarını göstermektedir;

Şekil 13(a) ve 13(b) tuz püskürtme testinden sonra ve ısı
35 artı tuz püskürtme testinden sonra K silikat bazlı

- bağlayıcıları kullanan kaplamaları göstermektedir;
Şekiller 14(a) ve 14(b) mevcut buluştaki kaplama formülasyonunun optik mikroskop resimlerini göstermektedir:
14(a) X40 büyütülmüş kaplama yüzeyinin biçimini
5 göstermektedir ve 14(b) X6 büyütülmüş çapraz taramalı yapışma testinin sonuçlarını göstermektedir;
Şekiller 15(a) ve 15(b) mevcut buluştaki kaplamayla ilgili tuz püskürtme testinin ve ısı artı tuz püskürtme testinin sonuçlarını göstermektedir;
- 10 Şekiller 16a-16c X40 büyütülmüş mevcut tarifnamedeki çeşitli kaplama formülasyonlarının yüzey şeklini göstermektedir;
Şekiller 17(a)-17(e) 1000 ve 1700 saat maruziyetten sonra mevcut tarifnamedeki kaplamalarla ilgili tuz püskürtme testi sonuçlarını göstermektedir;
- 15 Şekiller 18(a)-18(b) mevcut tarifnamedeki kaplamalar için ısı artı tuz püskürtme testinin sonuçlarını göstermektedir;
Şekiller 19(a) ve 19(b) Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplama için kaynayan suya daldırma testinin sonuçlarını göstermektedir;
- 20 Şekiller 20(a) ve 20(b) mevcut tarifnamedeki kaplamalar için kaynayan suya daldırma testinin sonuçlarını göstermektedir;
Şekil 21 Karşılaştırmalı Örnek 1 kaplama yüzeyindeki kaplamanın X40 büyütülmüş optik mikroskop resmini göstermektedir;
- 25 Şekiller 22(a), 22(b) ve 22(c) test edilen diğer kaplamalarla karşılaştırılan mevcut tarifnamedeki kaplamalardan biri için döngüsel ısı ve tuz maruziyet testiyle ilgili sonuçları göstermektedir.

30 **Buluşun Detaylı Açıklaması**

Bu buluştaki çeşitli elemanların ilişkisi ve işlevi aşağıdaki detaylı açıklamadan daha iyi anlaşılmaktadır. Bununla birlikte, aşağıda açıklandığı gibi bu buluşun düzenlemeleri
35 sadece örnek yoluyla gerçekleştirilmektedir.

Mevcut buluştaki sulu bulamaç bileşimi örnek yoluyla demir alaşımları, nikel alaşımları, nikel-kobalt alaşımları ve diğer metalik (alüminyum alaşımları, kobalt alaşımları vb. gibi) ve metalik olmayan termal olarak sabit yüzeyler (seramikler gibi) dahil olmak üzere çeşitli katı substratlara koruyucu bir kaplama uygulamak için kullanılabilir. Demir alaşımı substratları tercih edilirken, katı substratın tercihen yaklaşık 343.3°C (650°F) kaplama işlemi sıcaklığına dayanabilmesi şartıyla herhangi katı bir substrat mevcut buluştaki kaplama uygulaması için uygun olabilmektedir.

Mevcut buluşun bir açısına göre kaplamanın üretimi için sulu bulamaç bileşimi bir silikat bağlayıcıyı ve önceden belirlenen ağırlık oranında bağlayıcıyla birleştirilen alüminyum veya alüminyum alaşım tozunu içermektedir. Silikat bağlayıcı Cr içermemektedir ve bu nedenle çevresel olarak güvenli bir malzemedir. Cr içermeyen silikat bağlayıcı lityum katkılı potasyum silikata ait sulu bir solüsyondur. "Lityum katkılı potasyum silikat" burada kullanıldığı şekliyle iyileştirilen silikat matrisinin yanı sıra önceden belirlenen miktarlarda lityum iyonunun silikat yapısındaki potasyum iyonlarıyla değiştirilmesi anlamına gelmektedir. Silikat 11:1-7:1 aralığında $K_2O:Li_2O$ oranında potasyum ve lityum içermektedir; buradaki tüm oranlar ağırlık olarak ifade edilmektedir. Silikat-potasyum oranı $Si_2O:K_2O$ 2.4:1 ile 2.8:1 arasındadır. En çok tercih edilebilen silikat bileşimi 2.1:1-2.6:1 aralığında $Si_2O:Me_2O$ ağırlık oranında temsil edilebilmektedir; burada $Me_2O = K_2O + Li_2O$.

Mevcut buluşta keşfedildiği gibi, örneklerde gösterileceği gibi burada birleştirilen alüminyum tozuyla lityum katkılı potasyum silikat bazlı bağlayıcının kullanılması diğer silikatlara dayanan bağlayıcılarla karşılaştırıldığında

kaplamaların yapısal ve yapışma özelliklerinin yanı sıra işlevsel özelliklerdeki (örneğin aşınma direnci, aşınma-ısı direnci) gelişmelerde şaşırtıcı şekilde sinerjistik bir etki sağlamaktadır. Bireysel lityum silikat ve potasyum silikata dayanan bağlayıcılarla karşılaştırıldığında, bu sinerji en çok fark edilen etkidir.

Tercih edilen bir düzenlemede, bulamacın toplam ağırlığına bağlı olarak alüminyum tozu bulamaçta yaklaşık %20-60, daha tercihen %30-50 ve en çok tercihen %35-45 aralığında bulunmaktadır.

Mevcut buluş bulamaçlarında lityum katkılı potasyum silikat-alüminyum tozu oranı, Li-katkılı K silikat:Al yaklaşık 0.12:1-0.50:1, daha tercihen 0.18:1-0.46:1 ve en çok tercihen 0.22:1-0.37:1 arasındadır.

Mevcut buluştaki bulamaç bileşimlerinin dengesi suyu yapılandırmaktadır, bu sulu bir bağlayıcı oluşturmak için Li-katkılı silikatu çözmektedir. İsteğe bağlı olarak, bu sahada bilinen diğer işlevsel katkı maddeleri bağlayıcıyla birleştirilebilmektedir. Örnek yoluyla, aşınma inhibitörleri ayrıca metal substrat aşınmasını önlemek veya pasif hale getirmek için kullanılabilir. Yüzey aktif maddeler ayrıca örneğin bulamacın püskürtülebilirliği, substrat ıslatma ve film oluşturma özellikleri gibi özellikleri geliştirmek amacıyla kullanılabilir. Bağlayıcı ve alüminyum parçacıkları tek parça bileşim bulamacının içerisinde dağıtılmaktadır. Mevcut buluş bulamaçlarında Al parçacıklarının bağlayıcıyla temas ettiğinde yeterli sabitlik sergilediği keşfedilmiştir. Gözlemlenebilir kimyasal reaksiyon belirteçleri (örneğin gaz yayılması, yoğunluk genleşmesi, sıcaklık artışı, viskozite artışı gibi) bulunmamaktadır. Buna göre, mevcut buluş birbirinden ayrılan bağlayıcının ve alüminyum tozunun saklanması ve bu sahada

bilinen bulamaçlara dayanan Cr içermeyen bazı fosfat bağlayıcıların durumunda olduğu gibi - bulamacın bir substrata uygulanmasından önce bağlayıcı ve tozun karıştırılması işleminin ertelenmesini gerektirmemektedir.

5 Mevcut buluştaki tek parça bulamaç bileşimi çevre koşulları altında birkaç aylık nispeten uzun raf ömrüne sahiptir.

Tercih dilen bir düzenlemede mevcut buluştaki bulamaç bileşimlerinin alüminyum parçacıklarıyla birleştirildiğinde 10 astar tabaka bileşimlerinin oluşturulmasında özellikle faydalı olmasına rağmen, mevcut buluşun uygun olan herhangi metalik parçacıkların kullanımını tasarladığı bilinmelidir. Örneğin çeşitli alüminyum alaşımlarına ait ince parçacıklar (alüminyum silikon, alüminyum bakır veya alüminyum magnezyum 15 gibi) mevcut buluştaki lityum katkılı potasyum silikat bazlı bağlayıcıyla kullanılabilir. Bulamaç ve kaplama bileşimlerinde kullanılabilen diğer örnek metal tozlar çinko, nikel ve silikondur. Spesifik tipte metal tozunun seçilmesi bu sahada bilindiği gibi son kullanım uygulamasında istenilen 20 işlevsel özellikler ve bu metal tozlardan herhangi birinin kullanımından kaynaklanan özellikler dahil olmak üzere çeşitli faktörlere bağlı olabilmektedir.

Diğer uygulamalarda, seramik tozları örnek yoluyla ancak 25 yorucu bir liste oluşturulmak istenmeksizin mevcut buluşun bağlayıcısıyla birleştirilebilen alüminyum oksit, zirkonyum oksit, silikon oksit, krom oksit, silikon karbit veya boron nitriti içerebilmektedir. Belirli bir seramik malzemenin seçilmesi kaplanan kısım ile ilgili beklenen hizmet koşulları 30 dahil olmak üzere çeşitli faktörlere bağlı olabilmektedir.

Al parçacıkları mevcut buluş bulamaçlarında kullanıldığında, bu tür parçacıklar küresel atıl gaz püskürtülmüş, hava püskürtülmüş ince parçalar veya karışımları olabilmektedir. 35 Alüminyum parçacıkları tercihen silikat bazlı bağlayıcının

içinde dağılmak için uygun olan büyüklüğe sahiptir. Pigment tozları ve pigment içeren bulamaçlar gibi, parçacıklı sistemler için parçacık büyüklüğü ve parçacık boyut dağılımı için ölçülen mutlak sayıların test ve/veya ölçüm tekniğine ve
5 aracına bağlı olduğu iyi bilinmektedir. Buna bağlı olarak, burada açıklandığı gibi mevcut buluştaki parçacık boyutuyla ilgili D50 ve D90 sayıları parçacık ölçme aleti olarak MicroTrac SRA Parçacık Analizörü kullanan lazer ayrıştırma teknikleri aracılığıyla elde edilmektedir. Burada
10 kullanıldığı gibi, "D50" medyan parçacık boyutu karşılık gelmektedir; burada parçacıkların yüzde 50'si medyan parçacık boyutundan daha küçüktür ve yüzde 50'si daha büyüktür ve "D90" 90. yüzdelerdeki parçacık boyutuna karşılık gelmektedir; burada parçacıkların yüzde doksanı 90. yüzdelerdeki
15 dilimdeki parçacık boyutundan daha küçüktür.

Bir düzenlemede hava püskürtülmüş alüminyum tozu, parçacık boyut dağılımının 50.yüzdelerdeki dilimi yaklaşık 4-7 mikron arasında çapa sahip olmasıyla tanımlanan ve parçacık boyut
20 dağılımının 90. yüzdelerdeki diliminin yaklaşık 11.5-15.5 mikrondan daha az veya buna eşit çapa sahip olmasıyla tanımlanan parçacık boyut dağılımını içermektedir; bu toz ayrıca Al tozu "Tip AA" olarak adlandırılacaktır. Başka bir düzenlemede küresel atıl gaz püskürtülmüş alüminyum tozu,
25 parçacık boyut dağılımının 50. yüzdelerdeki diliminin yaklaşık 3.9-4.5 mikron arasında çapa sahip olmasıyla tanımlanan ve parçacık boyut dağılımının 90. yüzdelerdeki diliminin yaklaşık 9.0 mikrondan daha az veya buna eşit çapa sahip olmasıyla tanımlanan parçacık boyut dağılımını içermektedir; bu toz
30 ayrıca burada Al tozu "Tip SA" olarak adlandırılacaktır. Alüminyum tozu Tip SA, Tip AA tozundan daha incedir.

Mevcut buluşun bulamaç bileşimleri püskürtme, fırçalama, daldırma, daldırma-eğirme ve benzerleri gibi bu sahada
35 bilinen geleneksel çok sayıda teknikle bir substrata

uygulanabilmektedir. Uygulanan katman kurutulmaktadır ve ardından iyileştirilmektedir. Bağlayıcı solüsyonu kabul edilebilir mekanik dayanıma, esaniyeekliğe ve kimyasal dirence sahip kesintisiz bir matris oluşturmak için kurutma ve iyileştirme döngüsü altında polimerleşmektedir ve sertleşmektedir. Al parçacıkları matrise gömülmektedir. Bu alanda uzman olan kişilerce açık olduğu üzere, uygulanabilen iyileştirme rejimleri daha kısa süre için yüksek sıcaklıkları veya daha uzun süre için düşük sıcaklıkları içerebilmektedir.

10

Kaplama genellikle 20,3-40,6 μm (0.8-1.6 mil) arasında tercih edilebilir kalınlıkla birlikte 12,7 ile 76,2 μm arasında kalınlığa uygulanmaktadır. Bu tür bir kaplama kalınlığı bir katmanda (yani bir uygulama - kurutma - iyileştirme döngüsü)

15

veya istenildiğinde iki veya daha fazla döngüye sahip çoklu katmanlarda yapılandırılabilir. Minimum kalınlık substratı kaplayan kesintisiz bir katmanın sağlanması ihtiyacıyla belirlenmektedir. Astar tabakanın maksimum kalınlığı genellikle çok katmanlı kaplama sisteminin

20

tamamının hedeflenen veya belirlenen kalınlığıyla belirlenmektedir. Belirli bir uygulama için işlevsel gereksinimler aşan bir kaplamanın uygulanmaması yaygındır ve istenmemektedir. Örneğin türbin kompresörü uygulamaları için tipik kaplama kalınlıkları 3 milden (75 μm) daha azdır, buna

25

karşın bazı bileşenlerde (örneğin kompresör paleleri ve kanatları) kaplama kalınlığı tipik olarak 2 milden az olmalıdır.

30

Ayrıca Örneklerde gösterileceği gibi, mevcut buluştaki Cr içermeyen kaplamalar test edilen diğer Cr içermeyen kaplamalarla karşılaştırıldığı gibi düşük kalınlıklarda gerekli işlevsel koruyucu performansı sağlamaktadır. Mevcut buluş bulamaçlarına dayanan Li-katkılı K silikat bağlayıcı 50,8 μm 'den (2 mil) az kalınlıkta çeşitli OEM şartlarını

karşılıyan bir sadece astar tabakayı oluşturabilmektedir. Örneğin kaplama 1,000 saat üzerinde (ASTM B117) aşınma direnci, ısı-aşınma döngülerinde yüksek direnç, kaynayan suya ve diğer motor sıvılarına karşı düşük aşınma hızı ve direnci sergilemektedir. Bu tür bir salt-astar tabakası substrata yapışmasıyla kaplamaya karşı gerekli mekanik gücü sağlayan bir matris içermektedir. Li-katkılı K silikat bazlı katmanın iyileştirilmesiyle, cam-seramik matrisin oluşması geleneksel silikat bazlı katmanlar üzerinde fark edilir ölçüde geliştirilen yapısal bütünlüğe sahip olacak şekilde meydana gelmektedir.

Mevcut tarifnamedeki kaplamaların yüzey biçimi ve mikro yapısı şimdi açıklanacaktır. Optik mikroskopi ve taramalı elektron mikroskopi (SEM) analizi burada tartışılan tüm kaplamalar için yüzey biçimini ve mikro yapısını incelemek için gerçekleştirilmektedir. Şekiller 1(a)-1(b) ve Şekiller 2(a)-2(b) iyileştirilmiş konumdaki Li-katkılı K silikat bazlı Cr içermeyen kaplamaların yüzey biçimleriyle ve mikro yapılarıyla ilgili SEM mikro fotoğraflarını göstermektedir. Özellikle Şekiller 1(a) ve 1(b) mevcut tarifnamedeki bulamaç bileşiminden hazırlanan kaplama için sırasıyla X500X ve X2000 büyütülmüş SEM üstten görünüş görüntülerini göstermektedir; burada bu bulamaçtan türetilen bulamaç ve kaplama "58A" olarak belirtilmektedir. 58A bulamacı Tip AA alüminyum tozu kullanmaktadır. 58A bulamacındaki alüminyum tozu yoğunluğu bulamacın toplam ağırlığına dayanarak %36'dır. Silikat bazlı bağlayıcının Al parçacıklarına ağırlık oranı 0.34:1'dir (Tablo 1).

58A sulu bulamaçtan üretilen kaplama 58A bulamacın (1010) düşük karbon çelik substratlarının üzerine püskürtülmesiyle hazırlanmaktadır. Substratlar kaplama püskürtme işleminden önce alüminyum oksit aracıyla (0,07 mm (220 ağ gözü) büyüklüğü) kum-püskürtme yoluyla yağdan arındırılmaktadır ve

aşındırılmaktadır. Sulu bulamaç 15 dakika süreyle 79,4°C'de (175°F) kurumaya bırakılmaktadır ve daha sonra ardından 30 dakika süreyle 343,3°C'de (650°F) iyileştirilmektedir.

5 Şekiller 2(a) ve 2(b) "**87A**" olarak belirtilen bir formülasyona sahip mevcut tarifnamedeki bulamaçtan hazırlanan kaplama için sırasıyla X500 ve X2000 büyütülmüş üstten SEM görünüşlerini göstermektedir (Tablo 1). **87A** Tip SA küresel alüminyum tozunu kullanmaktadır. Al yoğunluğu ve silikat

10 bazlı bağlayıcının alüminyum parçacıklarına ağırlık oranı **58A** formülasyonu ile aynıdır. Kapsama **87A 58A** bileşimine benzer şekilde uygulanmaktadır. Şekiller 2(a) ve 2(b)'de görülebildiği gibi, daha küçük küresel Tip SA parçacıklarını kullanan bulamaç **87A** daha büyük Tip AA alüminyum

15 parçacıklarını kullanan **58A** bulamacıyla karşılaştırıldığında daha yoğun ambalajlı bir kaplama üretmektedir. Daha küçük Al parçacığı ayrıca Tablo 1'de gösterildiği gibi daha düzgün yüzey perdahına ve daha ince iyileştirilmiş kaplamalara çevrilmektedir. Burada gerçekleştirilen tüm testler için

20 yüzey pürüz ölçümleri ("Ra") Mitutoyo SurfTest 301 (5,1 mm emine ve 0.030'' (0.76 mm) kesitte) ile gerçekleştirilmektedir. Burada gerçekleştirilen tüm kaplama katmanları için kalınlık ölçümleri FisherScope MMS® alet düzeneğiyle ölçülmektedir.

25

Tablo 1

Kaplama Formülasyonu	Al Toz Tipi	Al içeriği (%ağr)	Silikat/Al Oranı	Kalınlık μm (mil)	Ra, iyileştirildiği şekliyle μm (μin)
58.A	AA	36	0.34:1	35,6 (1.4)	0,94-1,12 (37-44)
87A	SA	36	0.34:1	27,9-30,5	0,66-0,74 (26-29)

				(1.1- 1.2)	
--	--	--	--	---------------	--

Uygulanan kaplamaların mikro yapısı üzerindeki Al parçacıklarıyla ilgili parçacık boyutunun ve biçiminin aynı etkisi ayrıca mevcut tarifnamedeki diğer bileşimler için gözlemlenmektedir.

Örneğin **58A** ve **87A** kaplamalarına ek olarak, **131A** ve **131C** olarak belirtilen diğer iki bulamaç bileşimi (Tablo 2’de gösterilen) **58A** ve **87A** kaplama örneklerine göre yukarıda açıklandığı gibi düşük karbon çelik substratların üzerine kaplanmaktadır. Hem **131A** hem de **131C** bulamaçları Tablo 1’deki formülasyonlar için gösterilenden daha az silikat-Al oranına ve Tablo 1’deki formülasyonlar için gösterilenden daha fazla Al içeriğine sahip Li-katkılı K silikat bazlı bağlayıcı kullanmaktadır. **131A** ve **131C** formülasyonları **131C** kaplama örneğinden daha büyük Al parçacıklarını (yani **58A** ’daki aynı parçacık büyüklüğü) **131A** haricinde birbirinin aynısıdır. 52A ve 52B olarak belirtilen diğer iki bulamaç bileşimi (ayrıca Tablo 2’de gösterilmektedir) düşük karbon çelik substratlarına kaplanmaktadır; bu bileşimler daha fazla Al içeriğine ve karşılık gelecek şekilde daha az Li-katkılı K silikat-Al oranına sahiptir. Tablo 1 ile uyumlu olarak, Tablo 2’deki formülasyonlar daha küçük Al parçacıklarınının (yani Al Tozu Tip SA) daha düzgün iyileştirilmiş kaplamalar sağladığını göstermektedir.

Tablo 2

Kaplama Formülasyonu	Al Toz Tipi	Al içeriği %ağr	Silikat/Al Oranı	Kalınlık μm (mils)	Ra iyileştirildiği şekliyle μm (μin)
131A	AA	40	0.29:1	45,7-	0,71-0,74

				48,3 (1.8- 1.9)	(28-29)
131C	SA	40	0.29:1	45,7- 48,3 (1.8- 1.9)	0,51-0,56 (20-22)
52A	AA	42	0.27:1	20,3- 25,4 (0.8- 1.0)	0,86-0,99 (34-39)
52B	SA	44	0.25:1	33,0- 35,6 (1.3- 1.4)	0,58-0,66 (23-26)

Kromat içeren SermeTel W® sabit markasına ve önceki teknikteki Cr içermeyen astar kaplamalarına benzer mevcut buluştaki As-iyileştirilmiş Cr içermeyen astar tabakaları 5 elektrikselsel olarak iletken ve dolayısıyla sadece bariyer koruması sağlayabilmektedir; ancak substrata galvanik aşınma kaplaması sağlayamamaktadır. Bununla birlikte, kaplamalar örneğin 537,8°C (1000°F) sıcaklıklarda düşük işlem basıncında veya ısısında bir aşındırma aracı kullanılarak cam 10 boncuklarla perdahlama gibi bu amaç için bu sahada yaygın olarak kullanılan herhangi bir işlemle elektrikselsel olarak iletken hale getirilebilmektedir. İşlemler bu nedenle altta yatan substratın aşınmasına karşı galvanik olarak koruyucu olan yeni kaplamaları verebilmektedir.

15

Mevcut buluş kaplamalarının cam boncuklarla perdahlanması kaplamaları iletken kılmaktadır. Bu bağlamda 5 Ω'den daha az ölçümler tipik olarak elde edilebilmektedir, burada genellikle OEM Şartlarının gerektirdiği 15 Ω'den daha düşük

bir deęerin oldukça altındadır. Kumla perdahlanan kaplamaların elektrik direnci 2,54 cm (bir inç) uzaktaki kaplamanın yüzeyine yerleřtirilen miller ieren standart bir diren ölçerle ölçölmektedir.

5

řekiller 3(a) ve 3(b) cam boncuklarla as-perdahlanan kaplama **58A** için sırasıyla X500 ve X2000 büyütölmüş üstten görünüřlü SEM mikro fotoęraflarını göstermektedir. Genelde

10

bakıldıęında, perdahlama işleminin basınlı araç paracıklarından kaplamaya uygulanan enerji alüminyum paracığın řeklini deęiřtirmektedir, böylelikle kaplamanın sıkılařtırılmasına sebep olmaktadır. řekiller 3(a) ve 3(b)'den göröldüęü gibi, perdahlama as-iyileřtirilmiş kaplamayı sıkılařtırmaktadır ve deęiřtirilmiş bir kaplama

15

katmanını oluřturmaktadır. Spesifik olarak, sıkılařtırma işleminin kaplama yüzeyinin mikro yapısında önemli bir deęiřiklik yaratmaktadır. Alüminyum paracıkları düzleřtirilmektedir, bu kaplamanın sıkılařmasıyla ve gözeneklerin kapanmasıyla sonuçlanmaktadır. Bu deęiřiklikler alüminyum paracıkları

20

arasında sürekli temas saęlamaktadır, böylelikle kaplamaları iletken kılmaktadır. řekiller 3(a) ve 3(b)'ye benzer olarak, perdahlanan mevcut buluřtaki dięer kaplamalar için SEM mikro fotoęrafları ayrıca uygun paracık řekli deęiřimi, gözenek kapanması ve katman sıkılařması sergilemektedir.

25

As-iyileřtirilmiş ve boncukla perdahlanmış kořullardaki **58A** kaplama apraz kesitleri için SEM verilerinden göröldüęü gibi (sırasıyla řekiller 4(a) ve 4(b)), boncuk etkisi altındaki kaplama mikro yapısındaki deęiřim sadece yüzeyde meydana

30

gelmemektedir; ancak ayrıca yaklaşık 15-20 µm belirgin derinlikte meydana gelmektedir. řekil 4(b)'deki perdahlanmış kaplamanın daha yoęun daha az gözenekli katmanını substrat için ek bariyer koruma faydasını saęlayabilmektedir.

Aşağıdaki örneklerde gösterileceği ve tartışılacağı gibi, buluş sahipleri mevcut buluşun bulamaç bileşimlerini diğer bulamaç bileşimleriyle karşılaştırmak için yoğun deneyler gerçekleştirmektedir. Karşılaştırmalı Örnekler sadece Li 5 iyonları içeren silikat bazlı bağlayıcı veya sadece K iyonları içeren silikat bazlı bağlayıcı kullanımının zayıf mekanik ve işlevsel özellikler ürettiğini açıkça göstermektedir. Bununla birlikte, silikat bazlı bağlayıcı yapısında önceden belirlenen miktarlardaki K ve Li 10 kombinasyonu matrisin mekanik özelliklerini ve kaplamaların işlevsel performansını geliştiren sinerjistik bir etki yaratmaktadır. Herhangi belirli bir teoriye bağlı kalmaksızın, en azından kısmen iyileştirilen silikat cam matris yapısında K iyonları için kısmi Li iyon değişimiyle bu 15 sinerjistik etkiye neden olunduğuna inanılmaktadır.

Yüzey biçimi ve mikro yapısı incelendiğinde yukarıda açıklanan metodolojinin test edilmesi ayrıca aşağıda açıklanan örneklerde formüle edilen çeşitli bulamaçlar 20 tanımlanırken kullanılmaktadır. Buna ek olarak bulamaçlar ayrıca pH değeri, viskozite, özgül ağırlık ve katı içerikleriyle karakterize edilmektedir. Bu parametreler D50 ve D90 ile birlikte sabitliği ve bulamaçların olgunlaşmasını test etmek üzere izlenmektedir.

25 Karşılaştırmalı Örnekler 1-5 ve İşlem Örnekleri 1-4'deki kaplamaların her biri ilgili substratlara uygulanmaktadır ve benzer şekilde iyileştirilmektedir. Spesifik olarak, 1010 ve 4130 çelik paneller öncelikle 0,15 mm (100 ağ gözü) ağ ile 30 kum püskürtme yoluyla yüzey işlemine tabi tutulmaktadır. Test edilecek olan bulamaç daha sonra panellere püskürtülmektedir. Bundan sonra, bulamacın 79,4°C'de (175 F) 15 dakika süreyle kurutulmasına izin verilmektedir ve ardından sadece astar katmanlarını oluşturmak için 0.5 saat süreyle 343,3°C'de (650

F) iyileştirilmektedir.

Ardından mevcut buluştaki koruyucu kaplamaların performansını değerlendirmek için çeşitli testler yönetilmektedir.

5 Özellikle spesifik ve oldukça zahmetli bir dizi test çeşitli gaz türbinli motor parçalarını korumak için bu kaplamaların uygunluğunu göstermek amacıyla gerçekleştirilmektedir. Tipik olarak, türbin kompresörlü kaplama uygulamalarıyla ilgili gereksinimler ısı ve tuz püskürtmeye birleşik döngüsel maruziyet altında aşınma direncinin yanı sıra nispeten yüksek aşınma direncini, baz metale karşı koruma (yani kaplı ve çizici ile işaretlenmiş "X" panelleri ASTM B117 Tuz Püskürtme testinde 1,000 saate kadar herhangi bir metal substrat paslanması sergilememelidir), ısı direncini içermektedir.

10 Buna ek olarak, kaplamaların sıcak suya ve motor sıvısı maruziyetine karşı dirençli olması gerekmektedir. Aşağıdaki işlem örneklerinde gösterileceği gibi, mevcut buluştaki Cr içermeyen bulamaçlardan türetilen kaplamalar bu zahmetli gereksinimleri karşılayabilmektedir ve aşabilmektedir. Bunun yanında, mevcut buluş bulamaçları SermeTel® kaplamasını içeren sabit marka Cr(VI) ile eşit düzeyde gerçekleştirilmektedir ve test edilen önceki tekniğe ait diğer çeşitli Cr içermeyen kaplamaları daha iyi hale getirmektedir.

25

Hazırlanan kaplamaların mekanik ve işlevsel özellikleri aşağıdaki gibi test edilmektedir. Kaplamaların bir substrata ve iç katmana yapışması çapraz tarama bandıyla (ASTM D3359'a göre) ve bükme testleriyle test edilmektedir. ASTM D3359 test yönteminde, 1 mm ayrı olan çizme eğrilerine ait enine kesit ağ dizgesi substrat aracılığıyla kaplama halinde ayrılmaktadır. ASTM D 3359 ile tanımlandığı gibi standart yapışkan bant daha sonra ağ dizgesine uygulanmaktadır ve 180° açıda kaldırılıp çıkarılmaktadır. Yapışma bantla çıkarılan

30

kaplam miktarıyla belirlenmektedir. Ayrıca çapraz tarama bölgesinin optik mikroskop değerlendirmesi (X6) gerçekleştirilmektedir ve oldukça bilgilendirici bulunmaktadır. Bükme testinde, kaplanan panelin 5,59 mm (0.22'') çapında mandrelin etrafında 90°C bükülmesi işlemi 5 çatlama, soyma veya katmanlara ayırma gibi herhangi bir kusur açısından bükülen kısmın etrafındaki alanın değerlendirilmesiyle gerçekleştirilmektedir.

10 1010 Panellerin üzerindeki perdahlanmış (0,07 mm (220 ağ gözü) ağ) ve çizici ile işaretlenmiş kaplamalarla ilgili tuz püskürtme deneyi en az 1000 saat süreyle ve bazı durumlarda 1,500 saatin üzerinde ASTM B117 aracılığıyla gerçekleştirilmektedir. 4130 Panellerin üzerindeki 15 kaplamaların ısı direnci 500 saatten daha fazla bir sürede 454,4°C'de (850°F) test edilmektedir. Tuz püskürtme işlemiyle birleştirilen ısı direnci (371,1°C (700°F)/23 saat + 579,4°C (1075°F/4 saat) 1010 panellerinin üzerindeki as- iyileştirilmiş (343,3°C (650°F)/0.5 saat) ve sonradan 20 iyileştirilmiş (537,8°C (1000°F)/90 dk) kaplamalar kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Isıya tabi tutulduktan sonra, kaplamalar çizici ile işaretlenmektedir ve 400 saat süreyle tuz püskürtmeye (ASTM B117'ye göre) tabi tutulmaktadır.

25

Döngüsel ısı ve tuz püskürtme testi kaplanan ve çizici ile işaretlenen 4130 paneli kullanmaktadır. Örnekler 7.5 saat süreyle 454,4°C'de (850°F) ısıtılmaktadır, daha sonra oda sıcaklığına soğutulmaktadır ve 15.5 saat süreyle tuz sisine 30 yerleştirilmektedir; örnekler iyonu giderilmiş H₂O ile durulanmaktadır ve bir sonraki döngü parçasına girmeden önce kurutulmaktadır. Toplam 10 döngü gerçekleştirilmektedir.

Sıcak su direnci testiyle ilgili olarak, 1010 panel

5 üzerindeki kaplamalar 10 dakika süreyle kaynayan H2O içine yerleştirilmektedir, daha sonra soğutulmaktadır ve 3 saat süreyle havayla kurutulmaktadır, ardından yukarıda açıklandığı gibi çapraz tarama ve bükme yapışma testleri gerçekleştirilmektedir.

10 Yakıt direnci testi oda sıcaklığında 24 saat süreyle daldırılan kaplanan 1010 panel üzerinde gerçekleştirilmektedir.

Sıcak yağ direnci testi 8 saat süreyle 204,4°C (400°F) SAE Di-ester test sıvısına daldırılan kaplanan 1010 panel üzerinde gerçekleştirilmektedir.

15 Kaplamaların aşınma direnci 172,4 kPa (25 psi) basınçta 50 µm Al2O3 aracı kullanılarak test edilmektedir. Bu tür aşınma testi koşulları temel OEM'lerden biri için gerekmektedir.

20 Yeni bulamaç ve kaplama formülasyonu ile ilgili tercih edilen düzenlemeler yukarıda belirtilmesine rağmen, aşağıdaki örneklerin diğer silikat bazlı bulamaçlarla ve kaplamalarla birlikte mevcut buluş bulamaçlarıyla ve kaplamalarıyla karşılaştırma için bir temel sağlaması beklenmektedir; ancak bunların buluşu sınırlandırarak şekilde yapılandırılması beklenmemektedir.

KARŞILAŞTIRMALI ÖRNEK 1

30 Ticari olarak elde edilebilen Cr içermeyen bulamaç Al parçacıklarıyla karıştırılan silikat bazlı bir bağlayıcı içermesi açısından test edilmektedir. Mevcut örnekte kullanılan bulamaç ölçülen 11.46 pH değerine, ölçülen 1.52 g/cc özgül ağırlığa, #2 Zahn kap viskozitesi = 19 saniye, %Katılar = ağırlıkça %54.9 ve ölçülen 5.7 µm D50 ve ölçülen

13.7 µm D90 ile tanımlanan PSD'ye sahiptir.

5 Bulamaçtaki bağlayıcı bileşimi 5:1 Na:Li ağırlık oranında bulunan bir sodyum ve lityum silikat karışımıdır. Bu bulamaçtan türetilen kaplamalar yukarıda açıklandığı gibi uygulanmaktadır ve iyileştirilmektedir ve üretici önerileriyle mutabıktır.

10 Bu kaplamaların mekanik özelliklerinin (örneğin yapışma, bükülme, aşınma direnci) tatmin edici bulunmasına rağmen, kaplamaların işlevsel özelliklerinde daha belirgin sınırlamalara sahip oldukları gözlemlenmektedir.

15 Aşınma direnci performansı (ASTM B117'ye göre) 27,9-68,6 µm (1.1 mil-2.7 mil) aralığında farklı kaplama kalınlıklarına sahip 1010 çelik panel üzerinde hazırlanan kaplamalarda test edilmektedir. Perdahlanan ve "X" ile işaretlenen paneller 1000 saat süreyle kesintisiz püskürtülen sodyum klorit sisine tabi tutulmaktadır. Çizici ile işaretlenen ve çevreleyen 20 alandaki aşınma seviyeleri daha sonra gözlemlenmektedir. Örnek sonuçlar Şekiller 5(a)-5(d)'de gösterilmektedir. Sonuçlar, 1000 saat maruziyet için gerekli aşınma korumasını sağlamak için nispeten kalın kaplamaların uygulanması gerektiğini belirtmektedir. Spesifik olarak, gerekli kaplama 25 kalınlığı yaklaşık 40,6 (1.6 mil) veya daha fazladır (Şekil 5 a-c); buna karşın panelde çiziciyle "X" işaretli ve çevrelenen alandaki kırmızı pas daha az kalınlıktaki kaplamalar için gözlemlenmektedir (Şekil 5d).

30 Minimum kalınlık sınırlarına sahip bu kaplamaların ısı artışı aşınma direnci testinde çok kötü performans gösterdiği saptanmaktadır. Bu test 33,0 µm (1.3 mil), 43,2 µm (1.7 mil), 48,3 µm (1.9 mil) ve 55,9 µm (2.2 mil) ilgili kalınlığa sahip 4 kaplama örneğinde gerçekleştirilmektedir. Kaplanan her

panel 23 saat süreyle 371, 1°C (700°F) ve ardından 4 saat süreyle 579,4°C (1075°F) fırında ısıtılmaktadır. Isı maruziyetinden sonra, kaplanan paneller ASTM B-117'ye göre 400 saat süreyle kesintisiz tuz sisine tabi tutulmaktadır.

5 Sonuçlar Şekiller 6(a)-6(d)'de gösterilmektedir. Kaplamanın sadece kaplama kalınlığı 2 milden fazlayken (Şekil 6(d)) 400 saat süreyle gerekli tuz sisi işlemiyle bu testi geçebildiği gözlemlenmektedir. Paneldeki çizici ile işaretli ve çevreleyen alandaki kırmızı pas sırasıyla sadece 48 ve 96
10 saatlik tuz püskürtme işleminden sonra Şekiller 6(a) ve 6(b)'de gösterilen diğer paneller için gözlemlenmektedir. Paneldeki çizici ile işaretli ve çevreleyen alandaki kırmızı pas ayrıca 48,3 µm (1.9 mil) kaplama kalınlığına sahip Şekil 6(c)'de gösterilen panel için gözlemlenmektedir.

15

Yukarıdaki testler bu astar tabakası performansının büyük ölçüde kaplamanın kalınlığına bağlı olduğunu açıkça göstermektedir; tatmin edici aşınma ve ısı artı aşınma direnci en az 50,8 µm (2 mil) nispeten kalın bir kaplama
20 gerektirmektedir. Bu kalınlık sınırlamaları potansiyel olarak belirli uygulamalar için dezavantaj yaratmaktadır.

Buna bağlı olarak, Karşılaştırmalı Örnek 1'deki deney sonuçları bu tür krom içermeyen karışık Na-Li silikat bazlı
25 ticari olarak elde edilebilir kaplamaların döngüsel ısı-aşınma testlerinde yeterli performansın yanı sıra 1000 saate kadar aşınma direnci sağlayabildiği ve bazı OEM Uçak Şartnamelerini karşıladığı belirtilmektedir; astar tabakası performansının katman kalınlığına son derece bağlı olduğu
30 bulunmaktadır. OEN Hava Şartnamelerini karşılamak için en az 50,8 µm (2 mil) arttırılmış kaplama kalınlığı gerekmektedir. Ayrıca, kaplamaların mikro yapısal modeli burada kaplama katmanının içerisindeki rastgele konumlardaki bitişik olmayan çatlak dizileri olarak tanımlanan "çamur çatlama" olarak

adlandırılan durumu sergilemektedir. Çamur çatlağının biçiminin çeşitli fiziksel kaplama özelliklerine zarar verdiği inandırılmaktadır. Örneğin çamur çatlağının kaynayan suya maruz kaldığında kaplamanın kalitesiz şekilde yapışmasına sebep olduğu saptanmaktadır. Buna ek olarak, çamur çatlaması gözlemlenen ısı-aşınma testlerine karşı azalan dirençten sorumlu olabilmektedir.

Bunun yanında, ek veriler (aşağıda Örnek 3'de tartışılacağı gibi) diğer testlerdeki performansla ilgilidir ve mevcut buluşun kaplama bileşimleriyle karşılaştırıldığında bu belirli kaplama bileşiminde sınırlamalar göstermektedir.

KARŞILAŞTIRMALI ÖRNEK 2

Karşılaştırmalı Örnek 1'deki karışık Na-Li silikat bazlı bağlayıcı formülasyonundaki nispi Na ve Li miktarları, geliştirilmiş performansa ulaşıp ulaşılmadığını belirlemek üzere değiştirilmektedir. Bulamaçlar %40 içerik ağırlığında bulamaç formülasyonu ile birleştirilen Al tozuyla sulu Na silikat ve Li silikat solüsyonlarından oluşan karışımlar kullanılarak hazırlanmaktadır. 8.2 SiO₂:Li₂O oranına sahip Li silikat ve 3.2 SiO₂:Na₂O oranında Na silikat kullanılmaktadır. Bir bulamaç %70 ağırlığında Na silikat ve %30 ağırlığında Li silikat karışımı kullanılarak hazırlanmaktadır (bulamaç ayrıca burada "Na-Li Sil A" olarak adlandırılmaktadır) ve başka bir bulamaç %50 ağırlığında Na silikat ve %50 ağırlığında Li silikat karışımı kullanılarak hazırlanmaktadır (bulamaç ayrıca burada "Na-Li Sil B" olarak adlandırılmaktadır). Her iki bulamaç da yaklaşık 0.34:1'e eşit alüminyum parçacıkların karışık Na-Li silikatlara aynı ağırlık oranına sahiptir ve Tip AA alüminyum tozu kullanılmaktadır (başka bir deyişle parçacık boyut dağılımının 50. yüzdeleri dilimi yaklaşık 4 ila 7 mikron arasında çapa sahiptir ve parçacık boyut dağılımının 90. yüzdeleri dilimi

yaklaşık 11.5-15.5 mikrona eşit veya bundan daha az çapa sahiptir). Bulamaçların her biri yaklaşık 25,4 µm (1.0 mil) kalınlığa sahip 1010 çelik panel üzerine kaplanmaktadır ve ardından test edilmektedir.

5

İçerisinde ASRM B117'ye göre 1,000 saatin üzerinde bir sürede çiziciyle işaretlenen veya çevreleyen alanda hiç kırmızı pas gelişmediği durumda, hem Na-Li Sil A hem de Na-Li Sil B kaplamalarının iyi yapışma özellikleri ve tuz püskürtme deneyinde iyi performans sergilemesine rağmen, tuz püskürtme işlemiyle birleştirilen ısı direnci (371,1°C (700°F)/23 saat + 579,4°C (1075°F)/4 saat) testiyle ilgili sonuçlar tatmin edici değildir. Sadece 48 saat sonra her iki kaplama için alanda ve çiziciyle işaretlenen bölgede belirgin miktarlarda pas gelişmektedir ve paneller tuz sisine 168 saat maruz kaldıktan sonra tamamen paslı hale gelmektedir (Na-Li Sil A kaplaması için ba Şekil 7(a)'ya bakınız ve Na-Li Sil B kaplaması için Şekil 7(b)'ye bakınız).

10

15

20

25

Karşılaştırmalı Örnek 1 ve Karşılaştırmalı Örnek 2'deki verilerle birleştirilen bu sonuçlar, yoğunluklarına aldirmeden bir Na ve Li silikat karışımını kullanan silikat bazlı Cr içermeyen bağlayıcılar içeren bulamaçların minimum kalınlık gereksinimlerine sahip olduğunu ve azaltılmış kaplama kalınlığında kullanıldığında aşınma direnci performansının sergilenmesinde başarısız olduğunu belirtmektedir.

KARŞILAŞTIRMALI ÖRNEK 3

30

Lityum silikat bazlı bağlayıcılar 8.2 SiO₂:Li₂O oranında sulu Li silikat solüsyonunu kullanarak hazırlanmaktadır (Karşılaştırmalı Örnek 2'de kullanılanın aynısı). Tip AA ve Tip SA alüminyum tozu çeşitli kaplama formülasyonlarının

hazırlanmasında kullanılmaktadır. Formülasyonlardaki alüminyum içeriği bulamacın toplam ağırlığına bağlı olarak %35 ağırlığında ve %40 ağırlığında içeriğe sahiptir; böylelikle Li silikat:Al oranı sırasıyla yaklaşık 0.34:1 ve yaklaşık 0.26:1'e eşittir. Formülasyonlara ait bulamaçlardan bazıları ayrıca örneğin Cr içermeyen aşınma önleyici bileşikler gibi çeşitli katkı maddelerini içermektedir. Bulamaçlar test edilen kaplamalar oluşturmak üzere yukarıda açıklandığı gibi 1010 çelik panele uygulanmaktadır.

5

Tüm örnekler tatmin edici bükme yapışma testleri sergilemektedir. Bununla birlikte, çapraz taramalı yapışma testi %40 alüminyum içeriğinde (yani daha az silikat:Al oranıyla) ve daha büyük Al parçacıklarıyla bilen bozulan substratta daha çok zayıf kaplama yapışma özelliği göstermektedir. Şekil 8a'da görüldüğü gibi, çapraz taramalı modelde kaplamadan ağır kayıp gözlemlenmektedir. Herhangi belirli bir teoriye bağlı kalmadan, bu zayıf yapışmaya Li silikat bazlı kaplamalarda gözlemlenen yoğun "çamur çatlamasının" (bakınız Şekil 8b'deki optik mikroskop mikro fotoğraf) sebep olduğu varsayılmaktadır.

15

20

25

Li silikat bazlı formülasyonlar için aşınma direnci %35 ağırlığında Al tozu içeren tüm formülasyonların tuz sisine sadece 500 saat maruz kaldıktan sonra çiziciyle işaretlenen alanda kırmızı pasa sahip olduğunu göstermektedir. Alüminyum içeriğinin %40 ağırlığında arttırılması aşınma direncinde belirgin bir artışa yol açmaktadır, burada 1200 saate kadar hiç kırmızı pas gelişimi gözlemlenmemektedir.

30

Alüminyum içeriğinin %40 arttırılması işleminin tuz püskürtme aşınma sonuçlarını geliştirmesine rağmen, tüm Li silikat-bazlı formülasyonlar ısı artı tuz püskürtme deneyinde zayıf performans sergilemektedir. Şekil 9 tuz maruziyetinden sadece 48 saat sonra çiziciyle işaretlenen yerde veya alanda gelişen

35

kırmızı pası göstermektedir. Şekil 9 ısı artı tuz püskürtme deneyine tabi tutulan Li silikat-bazlı formülasyonlar için diğer test panellerinde gözlemlenen aşınma tespitini örneklemektedir. Çeşitli aşınma inhibitörlerinin birleştirilmesi örneğin Cr içermeyen aşınma önleyici pigment HEUCOPHOS®ZPA gibi Li silikat bazlı kaplamaların performansını geliştirmek amacıyla denenmektedir. Bununla birlikte, inhibitörlerin hiçbiri kaplamalar üzerinde herhangi bir pozitif etki göstermemektedir.

10

KARŞILAŞTIRMALI ÖRNEK 4

Sodyum silikat bazlı bağlayıcılar 3.2 SiO₂:Na₂O ağırlık oranına sahip yüksek modül Na silikata ait sulu bir solüsyon kullanılarak hazırlanmaktadır. Her iki tip alüminyum tozu (yani tip AA ve daha ince parçacıklı Tip SA) çeşitli kaplama formülasyonlarının hazırlanmasında kullanılmaktadır. Formülasyonlardaki alüminyum içeriği bulamacın toplam ağırlığına bağlı olarak %35 ağırlığında ve %40 ağırlığında içeriğe sahiptir; Na silikat-Al oranı 0.47:1-0.34:1 arasında değişmektedir. Formülasyonlardan bazıları ayrıca örneğin Cr içermeyen aşınma inhibitörleri gibi çeşitli katkı maddelerini içermektedir. Bulamaçlar 27,9-43,2 µm (1.1-1.7 mil) arasında kalınlıklara sahip kaplamaları oluşturmak için 1010 çelik panele uygulanmaktadır. Kaplamalar ardından test edilmektedir.

25

Tüm kaplamalar hem çapraz tarama hem de bükme yapışma deneylerine dayanarak 1010 substratta kabul edilebilir yapışma sergilemektedir. Bununla birlikte, Na silikat-bazlı kaplamaların tümü tuz püskürtme deneylerine ve ısı artı tuz püskürtme deneyine dayanarak zayıf aşınma direnci sergilemektedir. Şekil 10 Na-silikat bazlı kaplamaların tümü için sadece 380 saatlik maruziyet süresinden sonra zayıf tuz

30

püskürtme performansının örneğidir. Çiziciyle işaretlenen bölgede veya alanda pas gözlemlenmektedir. Şekil 11 tuz püskürtme işlemine sadece 168 saat maruz kaldıktan sonra ve ayrıca 288 saatlik artan maruziyet süresinde bozulduğu gözlemlenen zayıf ısı artı tuz püskürtme performansı ile ilgili örnektir.

Aşınma önleyici pigment HEUCOPHOS® ZPA gibi çeşitli aşınma inhibitörlerinin ve katkı maddelerinin sokulmasıyla Na silikat-bazlı kaplamaların performansını geliştirmek için girişimde bulunmaktadır. Bununla birlikte, inhibitörlerin ve katkı maddelerinin hiçbiri kaplamalarda gerekli aşınma direncini sağlamamaktadır.

15 **KARŞILAŞTIRMALI ÖRNEK 5**

Potasyum silikat bazlı bağlayıcılar 2.5 SiO₂:K₂O ağırlık oranına sahip sulu K silikat solüsyonu kullanarak hazırlanmaktadır. Tip AA alüminyum tozu bulamacın toplam ağırlığına bağlı olarak formülasyonlarda ağırlık olarak %40 Al içeriğine sahip kaplama bileşimlerini hazırlamak için kullanılmaktadır; burada K silikat:Al oranı 0.20:1-0.25:1 arasındadır. Bulamaçlar ardından test edilen 35,6-40,6 µm (1.4-1.6 mil) kalınlığa sahip kaplamalar oluşturmak için yukarıda açıklandığı gibi 1010 çelik panele uygulanmaktadır.

K silikat bazlı kaplamaların Şekil 12'de gösterildiği gibi substrata zayıf yapışma sergilediği gözlemlenmektedir. Bu kaplamaların aşınma direnci açısından düşünüldüğünde, K silikat bazlı kaplamaların Na silikat bazlı kaplamalardan daha iyi performans göstermesine rağmen hali hazırda belirgin miktarda kırmızı pas ASTM B117'ye göre 100 saatlik tuz püskürtme işleminden sonra gözlemlenmektedir (Şekil 13(a)). Şekil 13b ayrıca ısı artı tuz püskürtme testlerinde başarısız

olan K silikat bazlı kaplamaları göstermektedir.

ÖRNEK 1

5 Mevcut buluş prensiplerine göre lityum katkılı potasyum silikat bazlı Cr içermeyen bulamaç 2.4:1 ağırlık oranında $\text{Si}_2\text{O}:\text{Me}_2\text{O}$ sahip lityum katkılı K silikata ait sulu solüsyon kullanılarak hazırlanmaktadır; burada $\text{M}_2\text{O} = \text{K}_2\text{O} + \text{Li}_2\text{O}$ ve $\text{K}_2\text{O}:\text{Li}_2\text{O}$ oranı = ağırlık olarak 8.2:1'dir. Tip AS alüminyum

10 tozu bulamacın toplam ağırlığına bağlı olarak %40 ağırlık miktarında Al içeriğine sahip bu bulamacın hazırlanmasında kullanılmaktadır; böylelikle Silikat:Al oranı 0.34:1'e eşittir; bu bulamaç ayrıca burada "32D" olarak adlandırılmaktadır. Bulamaç yaklaşık 1.0-1.1 mil kalınlığına

15 sahip kaplamaları oluşturmak için yukarıda açıklandığı gibi 1010 ve/veya 4130 çelik panele uygulanmaktadır. Kaplamalar ardından test edilmektedir.

32D bulamacından türetilen kaplamaların düzgün olduğu ve

20 optik mikroskopıyla gösterildiği gibi hiç hata sergilemediği gözlemlenmektedir (Şekil 14a). 32D kaplamaları çelik substratlara mükemmel yapışma sergilemektedir (Şekil 14b). Bireysel olarak dikkate alındığında, Li silikat (bakınız Şekil 8a) bazlı bağlayıcılar ve K silikat (bakınız Şekil 12)

25 bazlı bağlayıcılar nispeten zayıf bağlanma sergilemektedir, bireysel Li ve K silikat bazlı bağlayıcılarla karşılaştırıldığında iyileştirilmiş Li katkılı K silikat bağlayıcıyla oluşturulan matrisin yapı ve mekanik özelliklerinde açık şekilde kritik bir fark bulunmaktadır.

30 Herhangi belirli bir teoriye bağlı kalmaksızın, bu yapısal sinerji iyileştirilen silikat cam matris yapısındaki K iyonları için kısmi Li değişimine katkıda bulunabilmektedir ve kendisini matrisin mekanik özelliklerinde etkili bir gelişme olarak göstermektedir; dolayısıyla kaplamaya mükemmel

35 yapışma sağlamaktadır.

Kaplamalar 32D tüm performans testlerinden geçmektedir. Hem bireysel K silikat hem de Li silikat bağlayıcılarla karşılaştırıldığında Li katkılı K silikat bağlayıcının aynı 5 sinerjistik davranışı ayrıca kaplamalarda aşınma direnci ve ısı artı aşınma direnci performansı olarak gözlemlenmektedir: mevcut buluş formülasyonları bu testlerde belirgin şekilde daha iyi performans sergilemektedir.

10 1200 Saate kadar tuz püskürtme deneyine maruz kaldıktan sonra ASTM B117'ye dayanan aşınma direnci testleri (Şekil 15(a)) çiziciyle işaretlenen bölgede veya alanda herhangi bir pasın bulunmadığını belirtmektedir. Şekil 15(b) 400 saatlik ısı artı tuz püskürtme işleminde herhangi bir aşınma 15 sergilememektedir. Mevcut buluşun kaplama formülasyonu Karşılaştırmalı Örnekler 1-5'dekilerle karşılaştırıldığında tüm testlerde mükemmel performans sergilemektedir. Tekrar her biri sırasıyla Karşılaştırmalı Örnekler 3 ve 5'de ayrı olarak test edildiğinde, Li katkılı K silikata dayanan bir 20 bağlayıcının sinerjistik performansı bireysel Li ve K silikatların zayıf performans sonuçları kapsamında beklenmemektedir. Bunun yanında yeni kaplama kalınlığının Karşılaştırmalı Örnek 1'de kullanılan kaplama kalınlığının neredeyse yarısı kadar olmasına rağmen, yeni kaplamanın 25 performansı Karşılaştırmalı Örnek 1'de fazlasıyla gerçekleştirilmektedir. Açık şekilde, mevcut buluşun yeni formülasyonları geliştirilmiş işlevsel performans elde etmektedir.

30 **ÖRNEK 2**

Tablo 1'de gösterilen bileşimlerle birlikte **58A** ve **87A** kaplamaları ayrıca bir dizi performans testine tabi tutulmaktadır; burada test koşulları ve işlemleri önceden 35 açıklanan çeşitli OEM Şartnamelerinin parçalarıdır. Mevcut

- tarifnamede "47A" olarak adlandırılan diğer kaplama formülasyonu ayrıca genişletilmiş deneye dahil edilmektedir. 47A bulamaç formülasyonu Tip AA alüminyum tozunu kullanan ve %35 ağırlık içeriğinde alüminyuma sahip olan Li katkılı K silikat bazlı Cr içermeyen bir formülasyondur. 47A bulamacı yaklaşık 0.42:1 oranında silikat ve alüminyum içermektedir. 47A bulamacından oluşturulan kaplamalar yaklaşık 22,9-27,9 µm (0.9-1.1 mil) arasında bir kalınlığa sahiptir.
- 10 Örnek 1'deki yeni kaplamada olduğu gibi, bu Örnek 2'deki üç bulamacın hepsi sırasıyla Şekiller 16(a)-16(C)'deki optik mikroskop verileriyle (40X büyütme) gösterildiği gibi yoğun ve kusursuz kaplamalar oluşturarak substratların düzgün şekilde kaplanmasını sağlamaktadır. Mevcut tarifnamedeki kaplamaların tümüyle aynı şekilde (bakınız örnek yeni kaplama 32A olarak), 47A, **58A** ve **87A** kaplamaları ayrıca Karşılaştırmalı Örnekler 1-5'deki kaplamaların hepsiyle karşılaştırıldığında geliştirilmiş yapışma sergilemektedir.
- 20 Aşınma direnci testindeki üstün performans açıklanan kaplamalar için gözlemlenmektedir. Şekiller 17(a), 17(b) ve 17(c) 47A, **58A** ve **87A** kaplamalarına karşılık gelmektedir ve 47A, **58A** ve **87A** kaplamaları 1000 saatlik tuz sisi işlemine tabi tutulduktan sonra çiziciyle işaretlenen bölgede veya alanda kırmızı pas eksikliği sergilemektedir. Şekiller 17(d) ve 17(e) **58A** ve **87A** kaplamalarına karşılık gelmektedir ve 1700 saatlik tuz sisi işleminden sonra çiziciyle işaretlenen bölgede veya alanda kırmızı pas eksikliği sergilemektedir. Şekiller 17(a)-17(e)'de gösterilen kaplamaların kalınlığı 1.0-1.4 mil arasındadır.

Mevcut tarifnamedeki kaplamalarla ilgili benzer yüksek performans sonuçlarına ısı artı tuz püskürtme deneyiyle ulaşılmaktadır. Şekiller 18(a) ve 18(b) çiziciyle işaretlenen

bölgede veya alanda hiç kırmızı pas oluşumu sergilememektedir ve belirgin miktarlarda ısı artı tuz püskürtme testinden beyaz pas önleyici aşınma ürünleri sergilememektedir; böylelikle Karşılaştırmalı Örnek (1)'dekiyle aynı kalınlıkta 5 kaplama gerçekleştirilmektedir.

Ayrıca kaplamada renk değişimi gözlenmemesi, 454,4°C'de (850°F) uzatılmış ısı işleminden sonra (500 saatin üzerinde) bir substrattan kabarma veya ayrılma durumlarıyla karakterize 10 edilen, mevcut tarifnamedeki tüm kaplamaların mükemmel ısı direnci sergilediği bulunmaktadır.

ÖRNEK 3

15 Mevcut tarifnamedeki kaplamalar ayrıca test edilmektedir ve Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplamanın performansı ile karşılaştırılmaktadır. Sıcak suya daldırma deneyleri, içerisinde 1010 panel kaplamasının 10 dakika süreyle kaynayan suya yerleştirildiği, daha sonra soğutulduğu ve 3 saat 20 süreyle havayla kurutulduğu şekilde yönetilmektedir; ardından çapraz tarama ve bükme yapışma deneyleri gerçekleştirilmektedir. Şekiller 19(a) ve 19(b) suya daldırma işlemlerinden önce ve sonra Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplamayla (53,3 µm (2.1 mil) kalınlığında) ilgili çapraz 25 tarama ve bükme yapışma testlerinin (6X büyütmede optik mikroskop) sonuçlarını göstermektedir ve Şekiller 20(a) ve 20(b) mevcut tarifnamedeki **58A** kaplamayla (33,0 µm (1.3 mil) kalınlığında) ilgili çapraz taramalı yapışma testinin (6X büyütmede optik mikroskop) sonuçlarını göstermektedir. Bu 30 verilerden görüldüğü üzere Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplama bozulmaktadır, buna karşın mevcut tarifnamedeki kaplamaya dayanan Li katkılı K silikat bağlayıcı kaynayan su maruziyetinden etkilenmemektedir. Herhangi bir teoriye bağlı kalmaksızın, bu testteki Karşılaştırmalı Örnek 1'deki

kaplamaların kalitesiz performansı biçimlerine atfedilebilmektedir. Spesifik olarak, belirgin "çamur çatlaması" optik mikroskop altında gözlemlendiği gibi Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplamanın katmanlarında gözlemlenmektedir (bakınız Şekil 21). Bunun yanında, bu tür çatlaklara suyun girmesi substrata yapışma durumunu bozabilmektedir. Aynı zamanda, "çamur çatlaması" içermeyen mevcut tarifnamedeki kaplamalar (bakınız Şekil 16) su sızmasına karşı mükemmel direnç göstermektedir; dolayısıyla iyi yapışma özelliklerini korumaktadır.

Daha sonra, döngüsel ısı ve tuz püskürtmeye maruz bırakma deneyleri gerçekleştirilmektedir. Kromat-fosfat bazlı bir kaplama olan SermeTel® W kaplaması döngüsel ısı artı tuz püskürtme testiyle ilgili OEM gereksinimlerini karşıladığı iyi bilindiği üzere sabit marka olarak kullanılmaktadır. Test kaplanan ve çiziciyle işaretlenen 4130 çelik panel kullanılmaktadır. Örnekler 7 saat süreyle 454,4 °C'ye (850°F) ısıtılmaktadır, oda sıcaklığına soğutulmaktadır ve daha sonra 15.5 saat süreyle tuz sisine (ASTM B117'ye göre) yerleştirilmektedir. Örnekler bunun ardından iyonu giderilmiş H₂O ile durulanmaktadır ve bir sonraki ısıl kısma girmeden önce kurutulmaktadır. Bu tür toplam 10 döngü gerçekleştirilmektedir. Şekiller 22(a), 22(b) ve 22(c) sırasıyla 43,2 µm (1.7 mil) kalınlığındaki Karşılaştırmalı Örnek 1 kaplamasıyla, 30,5 µm (1.2 mil) kalınlığındaki mevcut tarifnamedeki **58A** kaplamasıyla ve 48,3 µm (1.9 mil) kalınlığındaki sabit marka kaplaması SermeTel® W ile ilgili sonuçları göstermektedir. Görülebildiği gibi, **58A** kaplaması bozulmamaktadır ve **58A** kaplamasından 12,7 µm (0.5 mil) daha kalın olan Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplamadan daha iyi performans göstermektedir: **58A** kaplaması Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplamadan daha az beyaz aşınma ve daha az kararma sergilemektedir. Avantajlı olarak, **58A** kaplamasının

SermeTel® W sabit markalı kaplamaya benzer şekilde davrandığı gözlemlenmektedir.

Farklı sıvı daldırma testleri ayrıca gerçekleştirilmektedir, çünkü standart motor sıvılarına olan direnç uçak motoru uygulamalarındaki kaplama hizmeti için gereklidir. Yakıt B daldırma testi oda sıcaklığında 24 saat süreyle daldırılan kaplı 1010 panel üzerinde gerçekleştirilmektedir. Sıcak yağ direnci testi 8 saat süreyle 204,4°C'de (400°F) SAE di-ester test sıvısına daldırılan kaplı 1010 panel üzerinde gerçekleştirilmektedir. Yakıt B ve sıcak SAE di-ester test sıvısına daldırma işlemine tabi tutulduktan sonra, **58A** kaplamayla ilgili herhangi bir kabarma, parçalanma veya yapışmaya yönelik herhangi bir bozulma gözlemlenmemektedir. **58A** kaplama Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplamaya ve ayrıca bu daldırma deneylerinde sabit marka olarak kullanılan SermeTel® W'ye benzer şekilde davranmaktadır.

Aşınma direnci (ER) ayrıca 172,4 kPa'da (25 psi) 50 µm Al₂O₃ aracı kullanılarak gerçekleştirilmektedir. ER önceden belirlenen miktarda kaplama malzemesini substratın altında aşındırması gereken ve Al₂O₃ gramı başına kaplama ağırlık kaybı birimi olarak ifade edilen Al₂O₃ aracının miktarına dayanarak belirlenmektedir. Tekrar kromat-fosfat bazlı kaplama SermeTel® W sabit marka olarak kullanılmaktadır, çünkü OEM Şartnamelerini karşıladığı bilinmektedir. Li katkılı K silikat bağlayıcı bazlı kaplamaların Karşılaştırmalı Örnek 1'deki kaplamaya ve SermeTel® W kaplamalarına benzer şekilde performans gösterdiği saptanmaktadır. Örneğin ER sonuçları sırasıyla **58A**, Karşılaştırmalı Örnek 1 kaplaması ve SermeTel® W için 160 µg/g, 150 µg/g ve 200 µg/g Al₂O₃ aşındırma aracı olarak belirlenmektedir.

ÖRNEK 4

Örnek 1 ve Örnek 2'deki Cr içermeyen bulamaçlara dayanarak geliştirilmiş Li katkılı K silikat bağlayıcıyla ilgili sabitlik ve raf ömrü verileri değerlendirilmektedir. Sonuçlar Tablo 3'de sunulmaktadır. Verilerden görüldüğü üzere, tüm bulamaçlar sabittir: ince ve adaha aktif Tip SA parçacıkları (**87A**'da kullanılan) dahil olmak üzere herhangi bir Al parçacığı kümelenmesi gözlemlenmemektedir. Sonuçlar bulamaçların tek parça bulamaç bileşimi olarak kullanılmasını sağlayan yeterli raf ömrü göstermektedir.

Tablo 3. Mevcut Tarifnamedeki Lityum Katkılı Potasyum Silikat-Bazlı Cr İçermeyen Bulamaçlar: Sabitlik Ve Raf Ömrü

Bulamaç	Raf Ömrü	pH	D50, μm	D90, μm
32D	yapıldığı gibi	11.60	5.8	13.2
	3 ay	11.63	5.5	12.5
	6 ay	11.53	5.5	13.0
47A	yapıldığı gibi	11.50	6.0	13.2
	4 ay	11.52	5.5	13.1
	6 ay	11.52	5.5	12.9
58A	yapıldığı gibi	11.55	5.7	13.1
	3.5 ay	11.53	5.1	12.4
	5.5 ay	11.50	5.2	12.4
87A	yapıldığı gibi	11.57	4.5	9.0
	2.5 ay	11.53	4.3	8.2
	5 ay	11.52	4.2	8.2

15

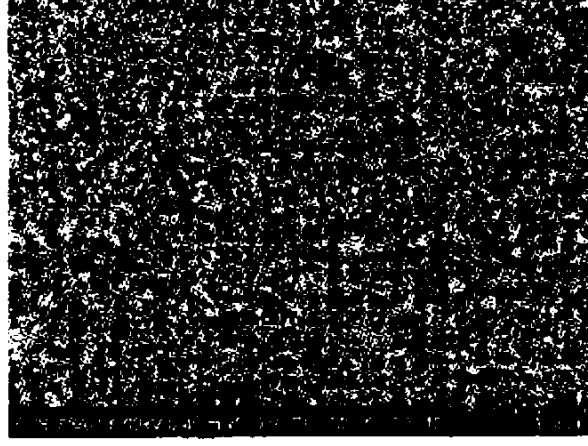
Mevcut buluşta, Cr içermeyen tek parça bulamacın yeni formülasyonunun en zorlayıcı OEM şartnamelerine uyan yüksek

performanslı salt-astar katmanını oluşturabildiği bulunmaktadır. Örnekler yeni formülasyonun esasen diğer kaplamalardan daha az kaplama kalınlığındaki diğer silikat bazlı Cr içermeyen tipte kaplamalardan üstün olduğunu göstermektedir. Spesifik olarak, örnekler silikat bazlı bağlayıcı matristeki lityum iyonlarına ve potasyum iyonlarına ait sinerjistik kombinasyonun eşsiz olduğunu ve diğer alkali metal kombinasyonlarına sahip silikat bağlayıcıların yanı sıra bireysel alkali metal silikat bazlı bağlayıcılardan üstün performans sergilediğini göstermektedir.

Buluşun belirli düzenlemeleri olarak düşünülenlerin gösterilmiş ve açıklanmış olmasına rağmen, formunda veya detaylarında birçok modifikasyon ve değişimin, istemlerde tanımlandığı gibi buluşun kapsamından sapılmaksızın kolaylıkla uygulanabileceği anlaşılacaktır.

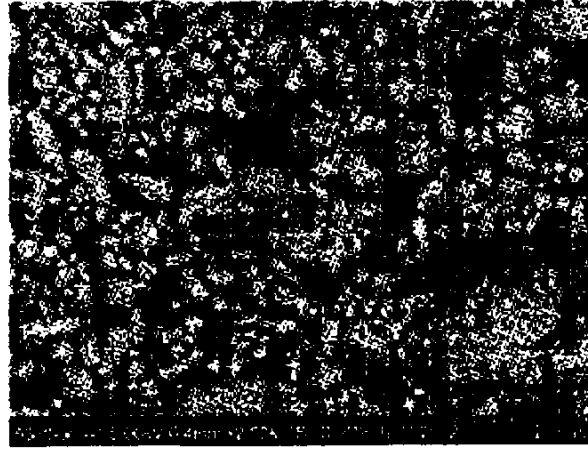
Kaplamaya dayalı Lityum katkılı Potasyum Silikatın üstten görünüşlü SEM görüntüleri: büyütülmüş X500 (a) ve X2000 (b)'deki 58 A bileşimi

X500



ŞEKİL1(a)

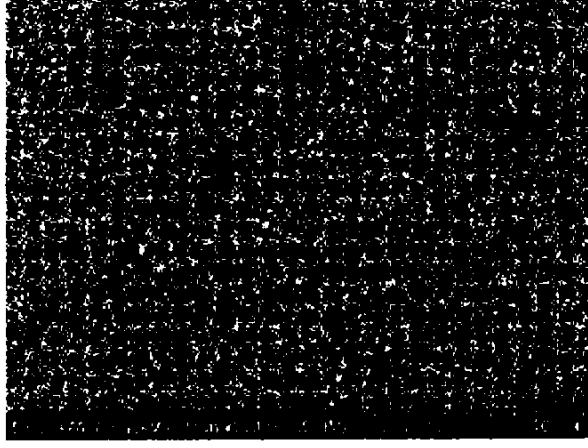
X2000



ŞEKİL1(b)

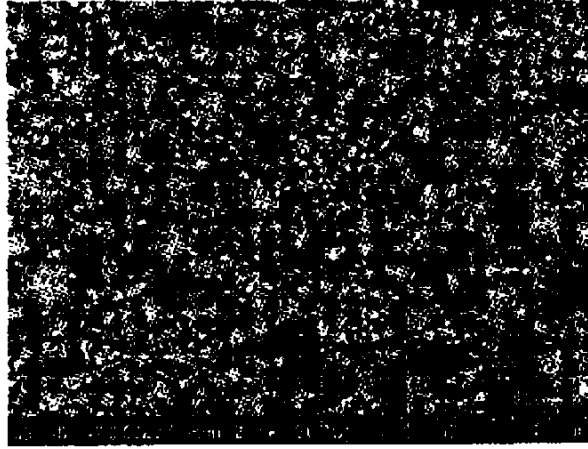
Kaplamaya dayalı Lityum katkılı Potasyum Silikatın üstten görünüşü
SEM görüntüleri: büyütülmüş X500 (a) ve X2000 (b)'deki 87 A bileşimi

X500



ŞEKİL 2(a)

X2000



ŞEKİL 2(b)

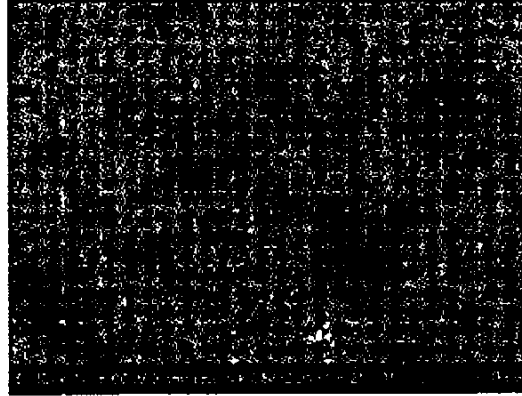
Cam boncuklarla perdahlandıktan sonra kaplamaya dayalı Li-katkılı K Silikatın üstten görünüşlü SEM görüntüleri: X500 (a) ve X2000 (b) büyümeleri

X500



ŞEKİL 3 (a)

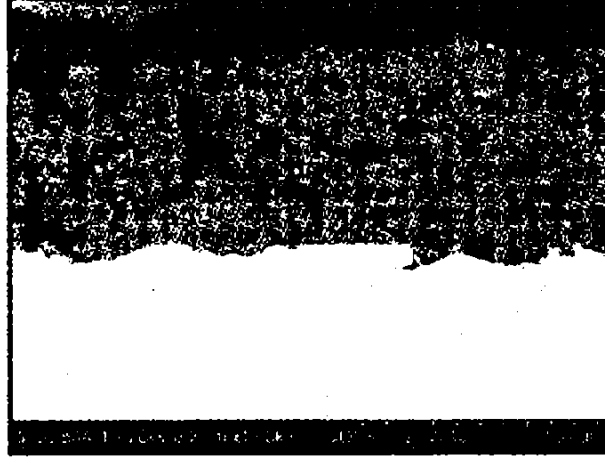
X2000



ŞEKİL 3 (b)

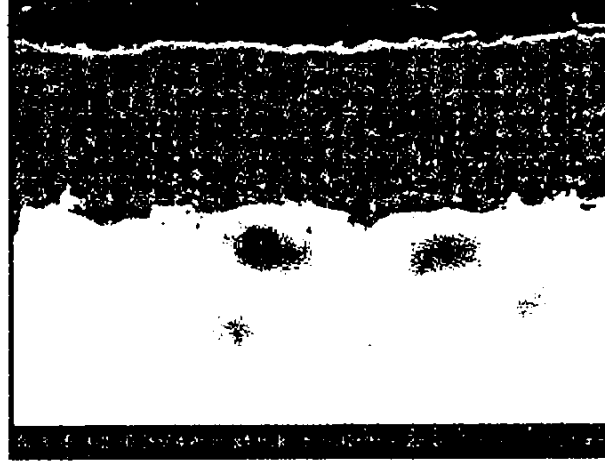
Cam boncuklarla perdahlanmadan sonra (b) ve sertleştirilmiş (a) Li-katkılı K Silikatın çapraz kesitli SEM görüntüleri

X1000



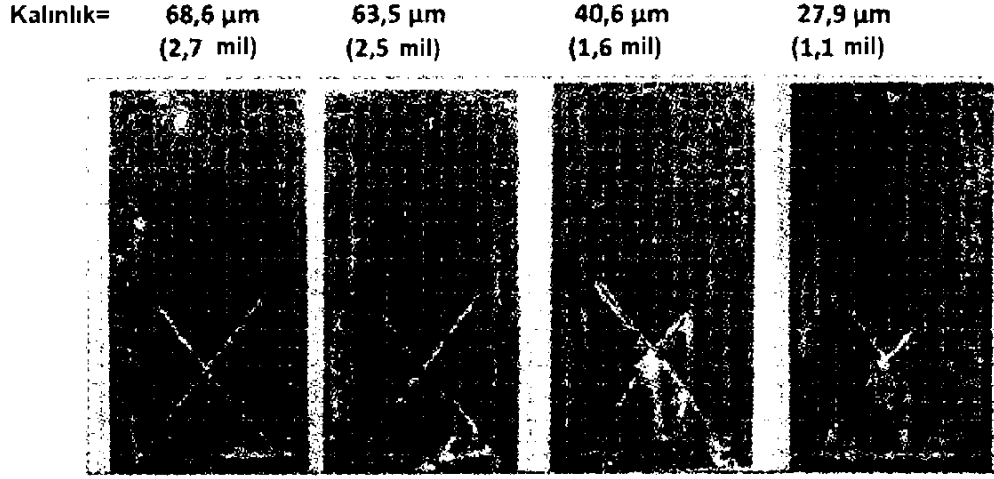
ŞEKİL 4(a)

X1000



ŞEKİL 4(b)

1010 çelik paneller üzerine AiSeal 5K kaplamaları: 1000 saat süreyle Tuz Püskürtme işlenir



ŞEKİL 5 (a)

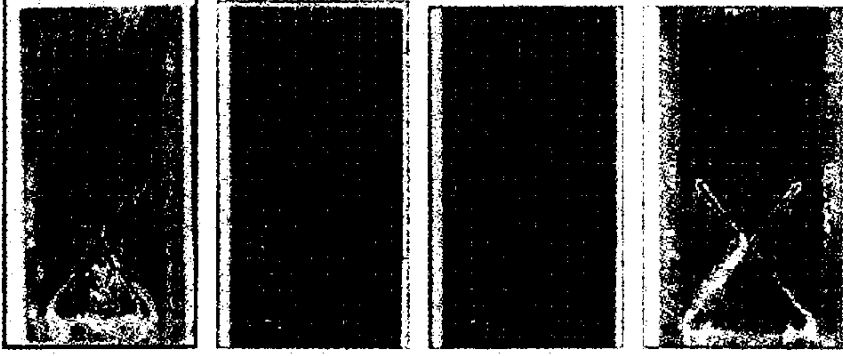
ŞEKİL 5 (b)

ŞEKİL 5 (c)

ŞEKİL 5 (d)

Isı (700F/23 saat + 1075F/4.5 saat) + 400 saat Tuz Püskürtme işleminden sonra 1010 çelik panellere üzerine AlSeal 5K kaplamaları

Kalınlık= 33,0 μm (1,3 mil) 43,2 μm (1,7 mil) 48,3 μm (1,9 mil) 55,9 μm (2,2 mil)



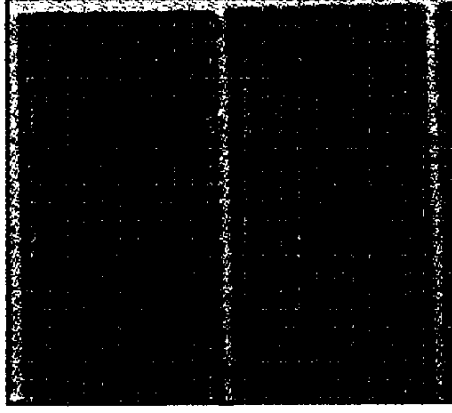
ŞEKİL 6(a)

ŞEKİL 6(b)

ŞEKİL 6(c)

ŞEKİL 6(d)

Isı (700F/23 saat + 1075F/45 saat)+ 168saat Tuz Püskürtme işleminden sonra 1010 çelik paneller üzerine dayanan karışık Na-Li silikat bağlayıcıları

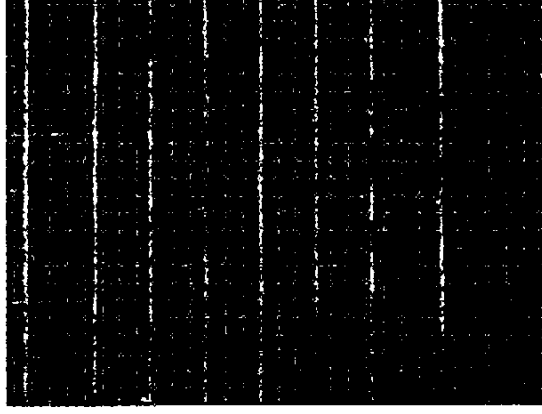


ŞEKİL 7(a)

ŞEKİL 7(b)

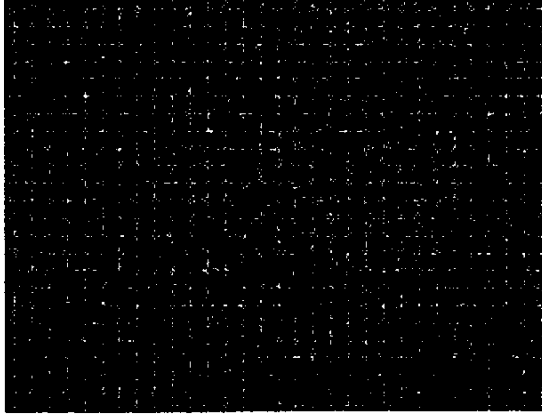
1010 elik paneller zerine dayanan Lityum silikat baėlayıcı: optik mikroskop altında apraz taramalı (a) ve iřlenmiř kaplama yzeyi (b)

X6



ŐEKİL 8 (a)

X40

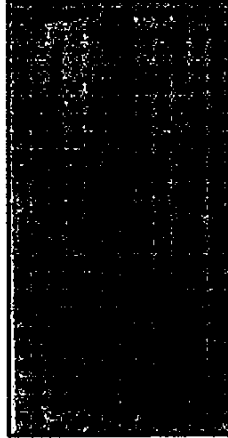


ŐEKİL 8 (b)

1000 saat Tuz Püskürtme işleminden (a) sonra ve Isı (700F/23 saat + 1075F/4.5 saat) + 48 saat Tuz Püskürtme işleminden (b) sonra 1010 çelik paneller üzerine Li silikat bazlı bağlayıcı-ağırlıkça %40 Al kaplamaları

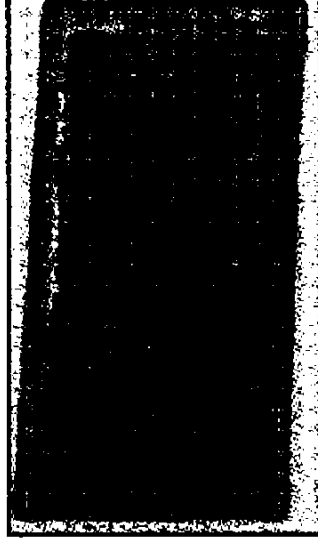


ŞEKİL 9(a)



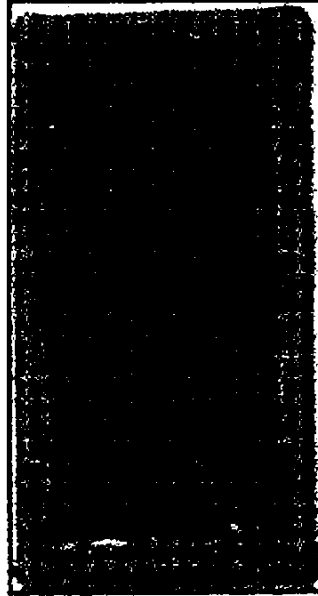
ŞEKİL 9(b)

380 saat sonra Tuz Püskürtme işlenminden sonra 1010 çelik paneller üzerine kaplamaya dayanan sodyum silikat bazlı bağlayıcı



ŞEKİL 10

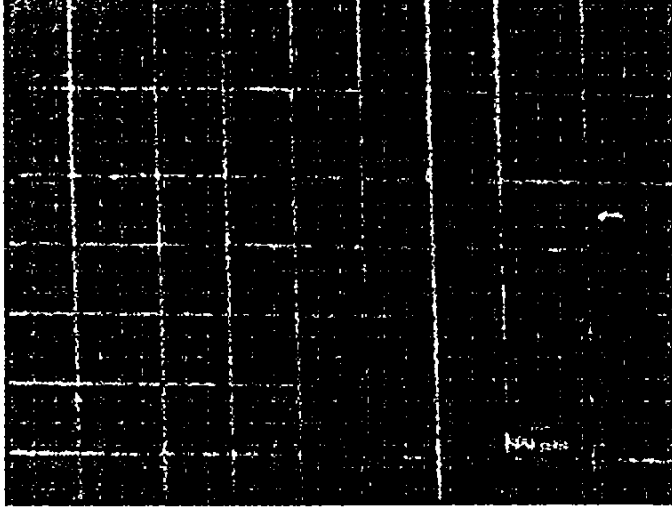
Isı (700F/23 saat + 1075F/ 4.5 saat) + 168 saat Tuz Püskürtme işlenminden sonra 1010 çelik paneller üzerine kaplamaya dayanan sodyum silikat bazlı bağlayıcı



ŞEKİL 11

1010 elik paneller zerinde kaplamaya dayanan potasyum silikat bazlı baėlayıcı: apraz taramalı yapışma testinden sonra optik mikroskop

X6



ŐEKİL 12

1000 saat Tuz püskürtme işleminden (a) sonra ve Isı (700F/23 saat + 1075F/4.5 saat) + 400 saat Tuz Püskürtme işleminden (b) sonra 1010 çelik paneller üzerinde kaplamaya dayanan potasyum silikat bazlı bağlayıcı



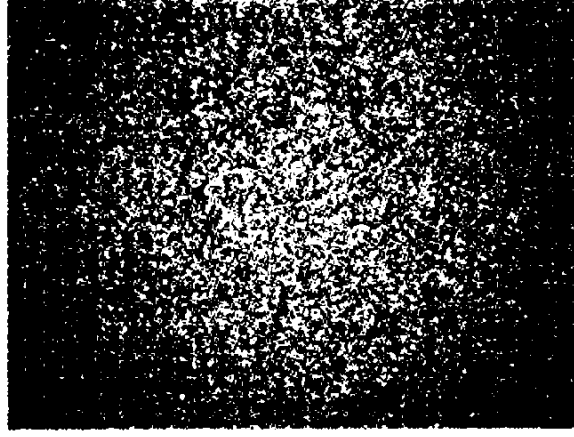
ŞEKİL 13(a)



ŞEKİL 13(b)

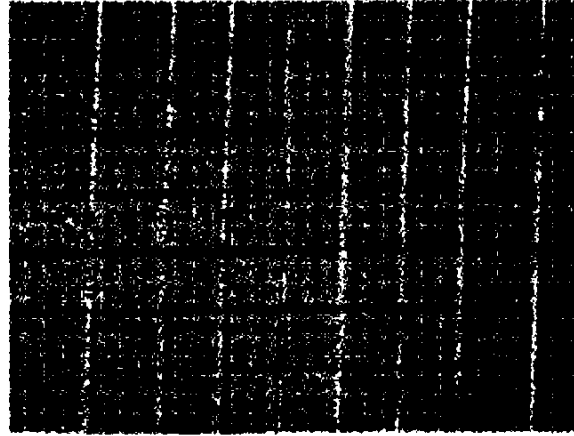
işlenmiş kaplamanın (a) optik mikroskobu ve
çapraz taramalı yapışma testinden (b) sonra
kaplama 32D'ye dayanan Lityum katkılı Potasyum
Silikat bağlayıcı

X40



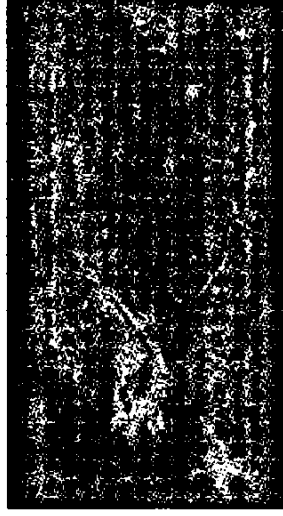
ŞEKİL 14(a)

X6

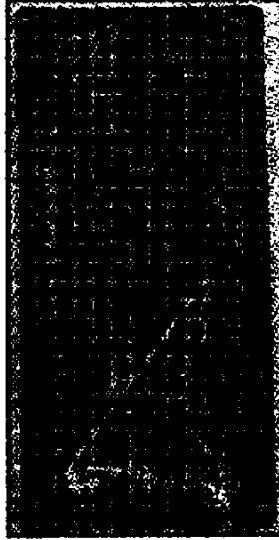


ŞEKİL 14(b)

1200 saat Tuz Püskürtme işleminden (a) sonra ve Isı (700F/23 saat + 1075F/4.5 saat) + 400 saat Tuz Püskürtme işleminden (b) sonra kaplama 32D'ye dayanan Lityum katkılı Potasyum Silikat bağlayıcı

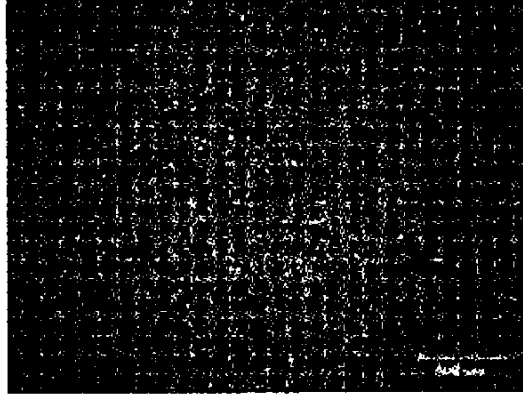


ŞEKİL 15(a)

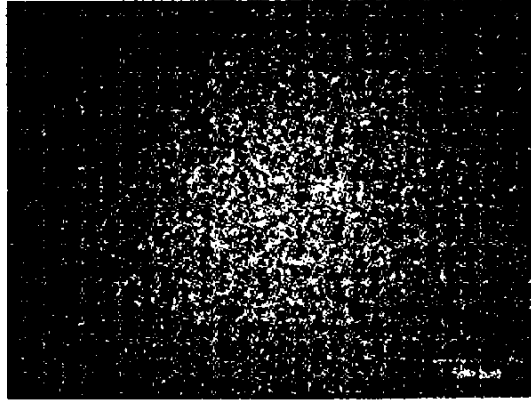


ŞEKİL 15(b)

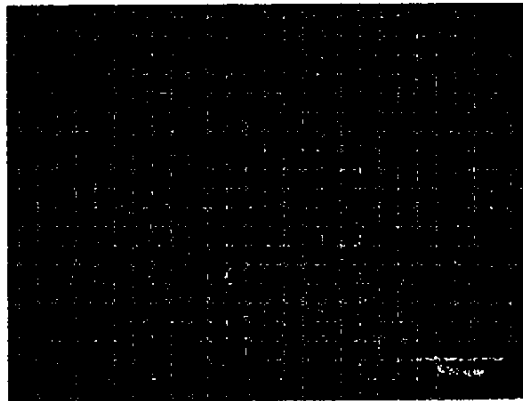
işlenmiş kaplamalar 47 (a), 58A (b) ve 87A (c)'nin optik mikroskop resimlerinin (X40) kaplanmasına dayanan Lityum katkılı Potasyum Silikat bağlayıcı



ŞEKİL 16(a)



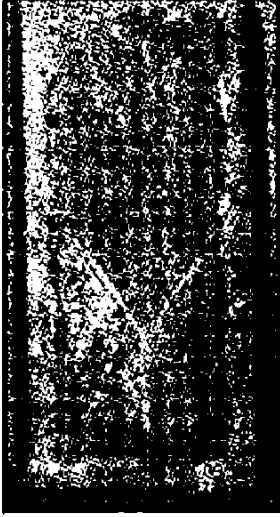
ŞEKİL 16(b)



ŞEKİL 16 (c)

Kaplamaya dayanan Lityum katkılı Potasyum Silikat bağlayıcı: 1000 saate yönelik Tuz Püskürtme ve 1700 saate yönelik 58A (d) ve 87A (e) işleminden sonra 47A(a),58A(b) ve 87A(c) kaplamaları

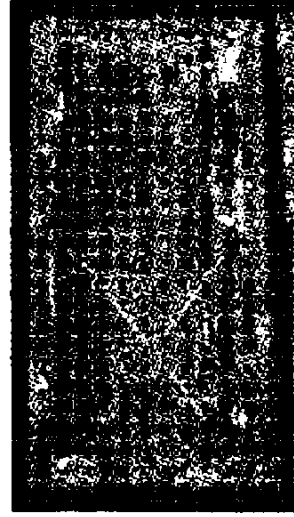
Tuz Püskürtme içinde 1000 saat sonra



ŞEKİL17(a)

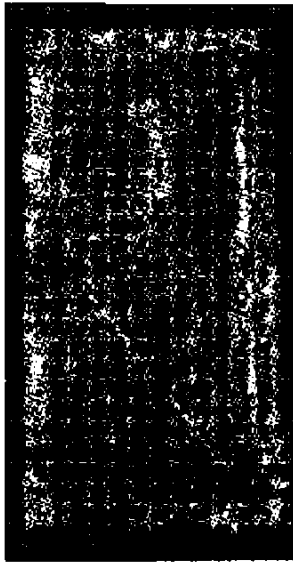


ŞEKİL 17(b)

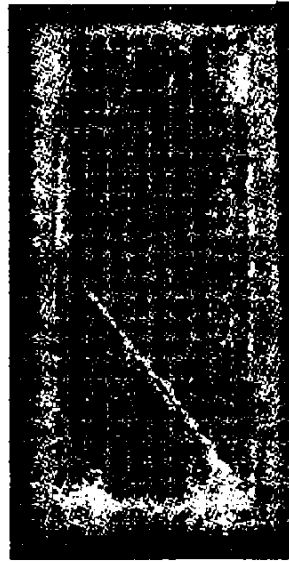


ŞEKİL17(c)

Tuz Püskürtme içinde 1700 saat sonra

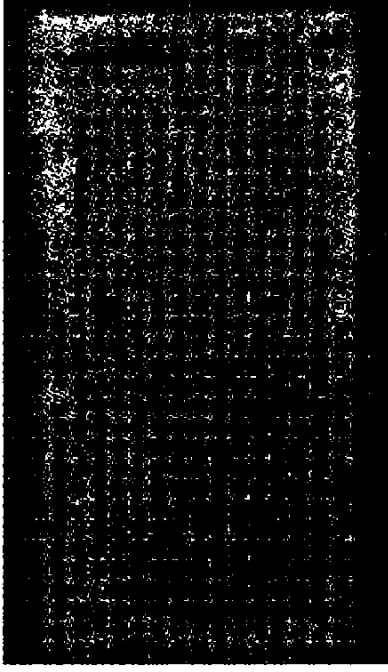


ŞEKİL 17(d)

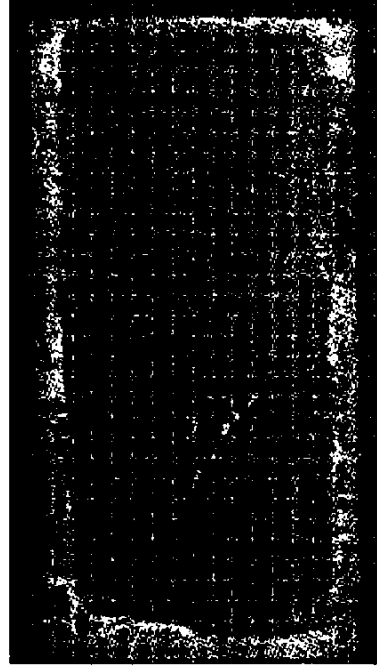


ŞEKİL 17(e)

Isı (700F/23 saat + 1075F/4.5 saat) + 400 saat Tuz Püskürtme işleminden sonra kaplamaya dayanan Lityum katkılı Potasyum Silikat : 58A (a) ve 87A (b)



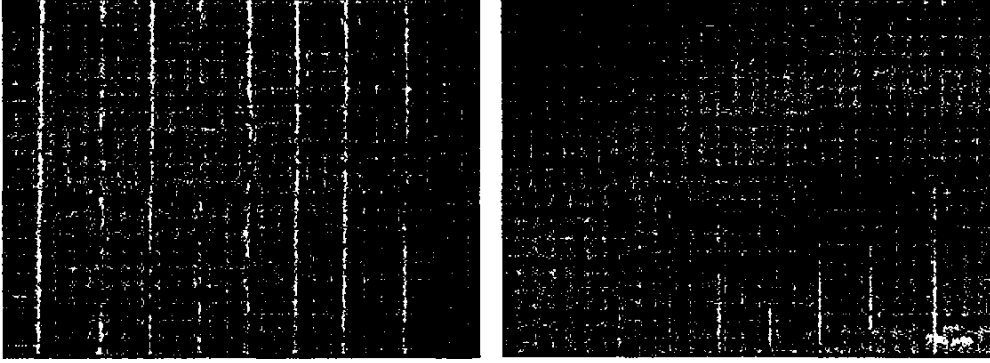
ŞEKİL 18(a)



ŞEKİL 18(b)

1010 çelik paneller üzerindeki AlSeal 5K kaplamaları: kaynayan suya daldırmadan önce ve sonra çapraz taramalı alanın optik mikroskobu

X6

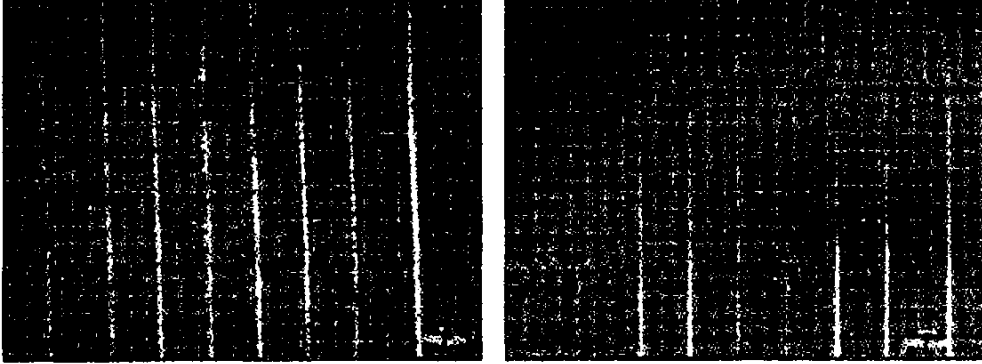


ŞEKİL 19(a)

ŞEKİL 19(b)

1010 çelik paneller üzerindeki kaplama 58A'ya dayanan Lityum katkılı Potasyum Siilikat: kaynayan suya daldırmadan önce ve sonra çapraz taramalı alanın optik mikroskobu

X6

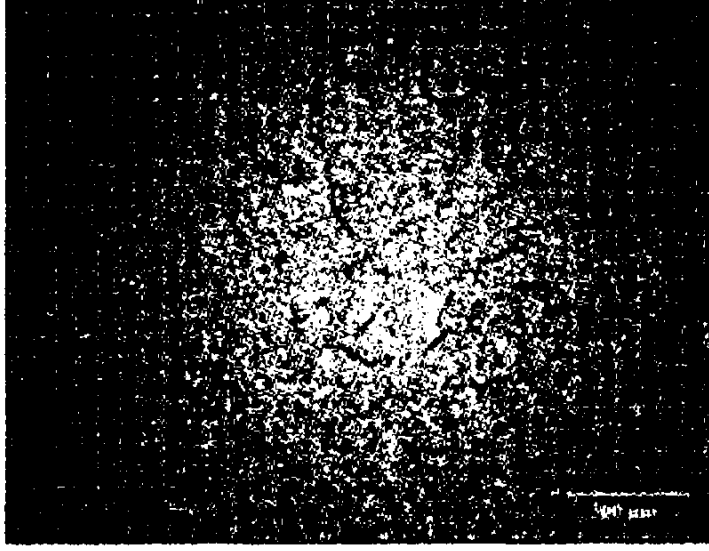


ŞEKİL 20(a)

ŞEKİL 20(b)

1010 elik zerindeki AlSeal 5K iřlenmiř kaplama: optik mikroskop

X40



ŐEKİL 21

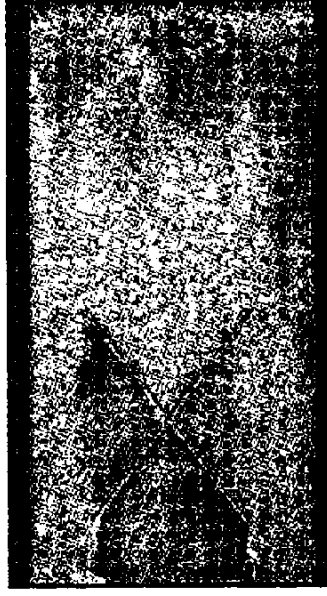
10 döngüden sonra Siklik Isı + Tuz Püskürtme testi : AlSeal 5K (a), 58A (b) ve SermeTel® W (c)

Kalınlık= 1.7 mil



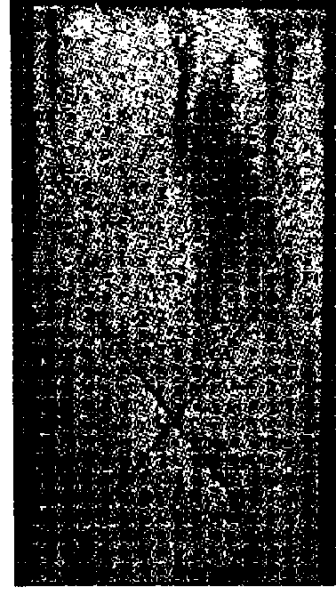
ŞEKİL 22(a)

1.2 mil



ŞEKİL 22(b)

1.9 mil



ŞEKİL 22(c)