

GÖZENEK OLUŞTURUCU İLAVESİYLE TÜRBİN MOTOR BİLEŞENLERİ İÇİN GÖZENEKLİ MÜLLİT SERAMİK ÜRETİMİ

Elif EREN GÜLTEKİN¹ (ORCID: 0000-0002-7822-4392)*
Gülsüm TOPATEŞ² (ORCID: 0000-0003-4453-8219)

¹Selçuk Üniversitesi, Sivil Havacılık Yüksekokulu, Uçak Gövde Motor Bakım Bölümü, Selçuklu/Konya, Türkiye
²Ankara Yıldırım Beyazıt Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Metalürji-Malzeme Mühendisliği Bölümü, Keçiören/Ankara, Türkiye

Geliş / Received: 21.05.2018
Kabul / Accepted: 24.10.2018

ÖZ

Müllit, düşük ısıl genleşme, düşük ısıl iletkenlik, mükemmel sürünme direnci, yüksek sıcaklık mukavemeti ve iyi kimyasal kararlılık gibi özellikleri nedeniyle ileri teknoloji yapısal ve fonksiyonel seramikler için kullanılan bir malzemedir. Havacılık sektöründe kullanılan metal malzemelerin veya gelecekte kullanım potansiyeli bulunan Si_3N_4 , SiC gibi seramiklerin müllit esaslı seramikler ile kaplanmasına yönelik çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmada, türbin motor bileşenleri için kaplama malzemesi olarak kullanılacak gözenekli müllit seramikler, kısmi sinterleme ve gözenek oluşturucu ilavesiyle üretilmiştir. PMMA (polimetilmetaakrilat) küreleri ve karbamid gözenek oluşturucu olarak eklenmiş, gözenek tipinin ve büyüklüğünün etkileri araştırılmıştır. İki farklı tane boyutunda PMMA ve karbamid olmak üzere üç farklı gözenek oluşturucu hacimce % 5 oranında kullanılmıştır. Ortalama tane boyutu PMMA küreleri için 40 ve 400 μm , karbamid için ise 1000 μm 'dir. Üretilen numunelerin gözenekli % 30-40 arasında değişirken, gözenek büyüklüğü gözenek oluşturucu tipine bağlı olarak 1-500 μm arasında ölçülmüştür. Numunelerin elastisite modülü ultrasonik yöntemle ölçülmüş, mikroyapısal gelişimi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiş, gözenek büyüklüğü ve dağılımı civa porozimetresi ile belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Gözenekli müllit, PMMA, karbamid, ultrasonik karakterizasyon, türbin motoru bileşeni

PRODUCTION OF POROUS MULLITE CERAMICS FOR TURBINE ENGINE COMPONENTS PRODUCED BY PORE FORMER ADDITION

ABSTRACT

Mullite is a material used for advanced structural and functional ceramics due to its favourable properties such as low thermal expansion, low thermal conductivity, excellent creep resistance, high-temperature strength and good chemical stability. Several studies have been performed to coat metallic materials or Si_3N_4 , SiC ceramics that have potential usage in aviation industry with mullite based ceramics. In this study, porous mullite ceramics for used as coating layers for turbine engine components were fabricated by partial sintering and pore former addition. PMMA sphere and carbamide were added as pore formers and the effects of pore former type and size were investigated. Three different pore formers: PMMA with two different particle sizes and carbamide were used 5 vol. % as pore former additives. The average particle size PMMA spheres were 40 and 400 μm , carbamide was 1000 μm . The porosity of fabricated components varied between 30-40 % whereas pore size changes from 1-500 μm depending on the pore former type. Elastic modulus of the components was measured by ultrasonic method, microstructural development was investigated by scanning electron microscopy (SEM), pore size and distribution was determined by mercury porosimeter.

Keywords: Porous mullite, PMMA, carbamide, ultrasonic, turbine engine component

*Corresponding author / Sorumlu yazar. Tel.: 0332-2231056 ; e-mail / e-posta: egultekin@selcuk.edu.tr

1. GİRİŞ

Son yıllarda, katalizör ve membran destekleri, sıcak gaz filtreleri, türbin motorları için ısı değiştiriciler ve bazı eriyik metal filtreleri gibi birçok endüstri alanında gözenekli seramikler kullanılmaya başlanmıştır. Müllit, yüksek mukavemeti, düşük ısıl genleşmesi, yüksek ısıl şok direnci, yüksek refrakterliği ve iyi sürünme direnci nedeniyle gözenekli seramiklerin üretimi açısından önemli malzemelerden birisidir [1]. Bilindiği üzere, gözenek oluşturuca ilavelerin eklenmesi, doğrudan köpüklenme yöntemi, polimerik sünger yöntemi, dondurularak döküm, jel döküm gözenekli seramiklerin üretiminde kullanılan başlıca yöntemlerdendir [2].

Gözenekli müllitler; katalizör destekleri, parçacık filtreler, gaz membranları, geleneksel seramiklerin pişirilmesi için fırın malzemeleri ve türbin motoru bileşenleri gibi farklı uygulamalarda kullanıma sahiptir [3-4].

Seramik termal bariyer kaplamalar (TBK), dizel motorlar, gaz türbinleri ve uçak motorları gibi yüksek sıcaklık uygulamaları için performansın yükselmesini sağlamaktadır [5]. Türbin parçaları üzerinde seramik TBK uygulanmasına yönelik ilk araştırmalar, kullanılan türbin malzemelerinin sıcaklık sınırlılıkları nedeniyle yapılmıştır. Havacılık uygulamaları için en eski seramik kaplamalar, Ulusal Havacılık Danışma Komitesi (NACA) tarafından geliştirilen frit emaye ve X-15 roket uçağının egzoz nozülü üzerindeki kalsine stabilize zirkonya kaplamadır. Uçakların jet motor parçaları, mekanik, kimyasal ve ısıl gerilmelere maruz kalmaktadır [6]. TBK'ler ısıtma ve soğutma için ısı transferi sağlamak amacıyla kullanılmaktadır [5]. Al_2O_3 , TiO_2 , müllit, $CaO/MgO+ZrO_2$, YSZ , CeO_2+YSZ , zirkon ve $La_2Zr_2O_7$ gibi çeşitli seramik kaplamalar, TBK malzemeleri olarak kullanılmıştır. TBK malzemelerinin seçimi bazı temel gereksinimlerle sınırlıdır: (1) yüksek erime noktası, (2) oda sıcaklığı ve çalışma sıcaklığı arasındaki faz dönüşümünün olmaması, (3) düşük ısı iletkenliği, (4) kimyasal kararlılık, (5) metalik alt tabaka ile ısıl genleşme uyumu, (6) metalik alt tabakaya iyi yapışma ve (7) gözenekli mikro yapının düşük sinterleme hızı şeklindedir [6]. Kokini vd. ZrO_2 ve müllit TBK'lerin performanslarını karşılaştırmışlardır. Müllitin ZrO_2 'ye kıyasla düşük ısıl genleşme katsayısına ve yüksek ısıl iletkenliğe sahip olması ($800\text{ }^\circ\text{C}$ 'de; $\alpha_{ZrO_2}=0,8 \times 10^{-5}/\text{K}$ ile $\alpha_{\text{müllit}}=0,45 \times 10^{-5}/\text{K}$ ve $k_{ZrO_2}=0,5\text{ W/m.K}$ ile $k_{\text{müllit}}=1,3\text{ W/m.K}$) nedenleriyle müllit yüzey sıcaklığını daha az arttırmış, soğutma sırasında yüzeyde basma kuvvetlerinin oluşmasıyla yüzey çatlak oluşum ihtimalini azaltmıştır. Bu da müllit seramiklerinin, özellikle dizel motorlarda ZrO_2 yerine tercih edilebileceğini göstermektedir [5].

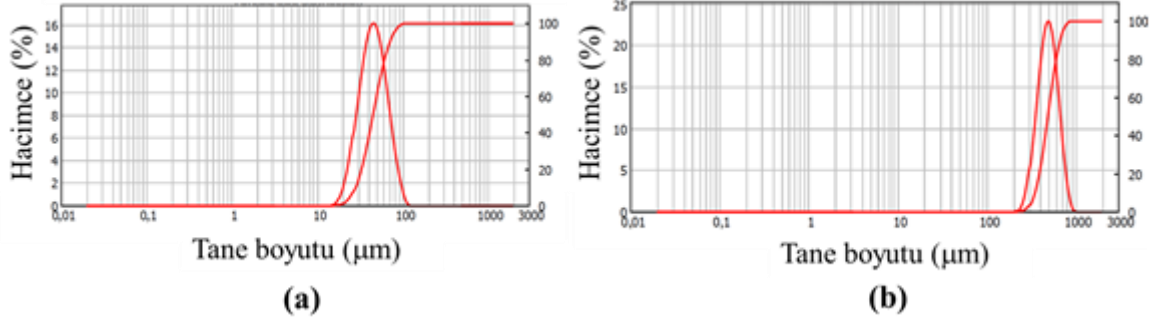
TBK'lerde ani sıcaklık değişimleri sonrasında iç gerilme, faz dönüşümü, bağ tabakası yüzeyinde oluşan oksit tabakası ve sinterlenme gibi hasar türleri meydana gelir. Isıl çevrimler sonucu makro çatlaklar oluşabilir ya da sinterlenme ile kaplamadaki gözenekler kapanmaya başlar, bunun sonucunda TBK elastik özelliklerini kaybeder ve yüzeyde dökülme, ufanma meydana gelir [7]. TBK yapısında başlangıçta gözenek oluşturulması ile sinterleme hasarının önüne geçilmesi sağlanabilir.

Bu çalışmada, gözenek oluşturuca ilavelerin müllit seramiklerine etkisi ultrasonik test yöntemi, taramalı elektron mikroskopu ve civa porozimetresiyle incelenmiştir. Makro PMMA ve karbamit ilaveli numunelerde ultrasonik dalga iletiminin büyük boyuttaki kapalı gözenekler nedeniyle engellenmesine bağlı olarak elastisite ölçümü gerçekleştirilememiştir. Mikro PMMA içeren müllit seramiklerde ölçülen değer ise, literatürde belirtilen 30 GPa [5, 6] elastisite modülü değerinin üzerindedir.

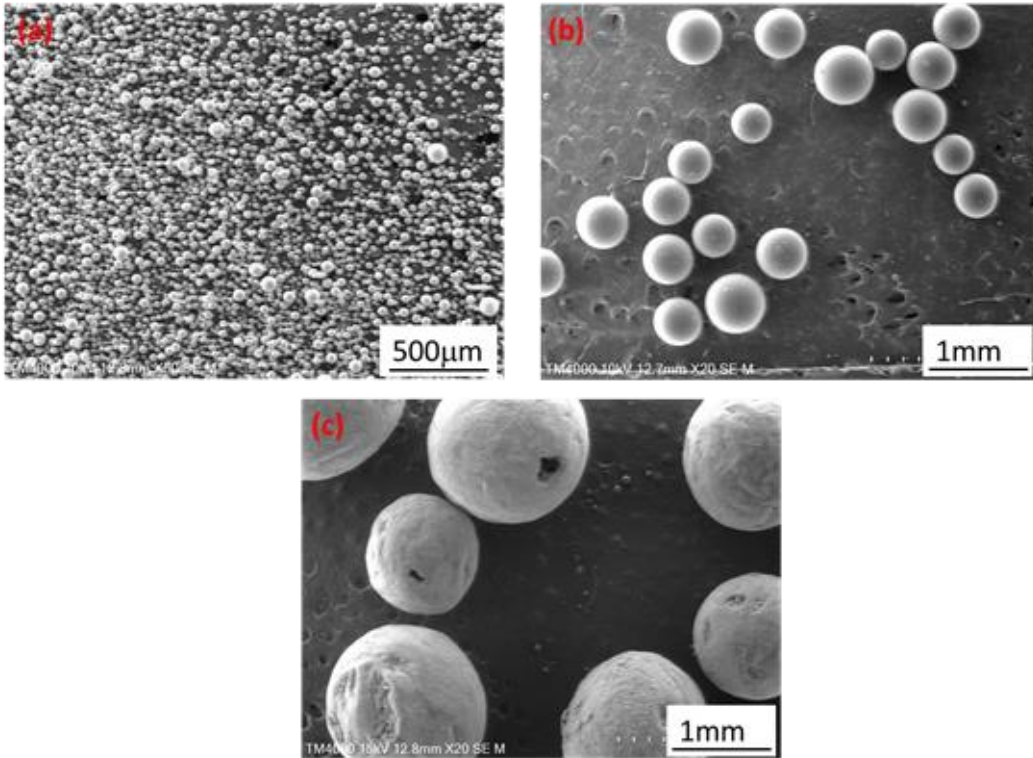
2. MATERYAL VE METOT

Müllit kaynağı olarak müllit tozu (Nabaltec, M72) kullanılmıştır. Üç farklı gözenek oluşturuca; mikro ve makro polimetil metakrilat (PMMA) ve karbamit hacimce % 5 olacak şekilde kuru karıştırma ile müllit tozuna eklenmiştir. Deneylerde kullanılan PMMA tozlarının tane boyut dağılımları Malvern Hydro 2000G tane boyut ölçüm cihazıyla ölçülmüştür (Şekil 1a ve b). Karbamit sıvılarda çözüldüğü için tane boyut dağılımı ölçülemez ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile diğer gözenek oluşturuca ilavelerle birlikte incelenmiştir (Şekil 2). Gözenek oluşturuca ilave edilen müllit tozları 50 MPa basınçla tek eksenli preste şekillendirilmiş, gözenek oluşturuca ilavelerinin 600 $^\circ\text{C}$ 'de uzaklaştırılmasından sonra azot atmosferinde 1540 $^\circ\text{C}$ 'de 3 saat süreyle sinterlenmiştir. Tüm numunelerden beşer adet hazırlanmıştır.

GÖZENEK OLUŞTURUCU İLAVESİYLE TÜRBİN MOTOR BİLEŞENLERİ İÇİN GÖZENEKLİ MÜLLİT SERAMİK ÜRETİMİ



Şekil 1. PMMA tozlarının tane boyut dağılımları (a) Mikro ve (b) Makro



Şekil 2. Kullanılan gözenek oluşturucu ilavelerim SEM ikincil elektron görüntüleri (a) Mikro PMMA, (b) Makro PMMA ve (c) Karbomit

Standart ve üç gözenek oluşturucu ile hazırlanan numunelerin yığınsal yoğunluk (g/cm^3), göreceli yoğunluk (%) ve gözenek miktarı (%) değerleri EN ISO 10545.3 standardı [8] kapsamında, Arşimet prensibine göre suya daldırma metoduyla hesaplanmıştır.

Standart ve ilaveli müllit numunelerin ultrasonik süre ölçümleri için Olympus Panametrics Model 5800 Computer Controlled Pulser/Receiver (darbe-yankı yöntemi, A-tarama) ve dijital osiloskop (Tektronix TDS 1012) kullanılmıştır. Probların merkez frekansları, boyuna dalgalar için 5 MHz ve enine dalgalar için 2,25 MHz şeklindedir. Numunelerin kalınlığı kumpas (0,01 mm hassaslıkta Mitutoyo) ile ölçülmüştür. Ultrasonik dalgaların numunelerin kalınlığı boyunca ilerleme hızı [9]:

$$V = \frac{2 \times d}{t} \quad (1)$$

Burada, d: numune kalınlığı (mm), t: ultrasonik dalganın ilerleme süresi (ns) ve V: ultrasonik dalganın ilerleme hızıdır (m/s) [9]. Bu analizde kullanılan numunelerin izotropik olduğunu varsayarsak, elastisite modülünü hesaplamak için standart hız-esneklik formülleri kullanılabilir. Bu formüller:

E. EREN GÜLTEKİN, G. TOPATEŞ

$$E = \frac{v_l^2 \rho (1 + \sigma)(1 - 2\sigma)}{(1 - \sigma)} \quad (2)$$

$$\sigma = \frac{(1 - 2b^2)}{(2 - 2b^2)} \quad (3)$$

v_l boyuna dalga hızı (m/s), v_s enine dalga hızı (m/s), E elastisite modülü (paskal), σ Poisson oranı ve $b = v_s/v_l$ şeklindedir [10].

Hazırlanan numunelerin mikroyapı incelemeleri Zeiss marka EVO LS10 taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) gerçekleştirilmiştir. Ortalama gözenek boyutunu ölçmek için ise Micromeritics marka Auto Pore 9500 V1.09 model civa porozimetresi kullanılmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

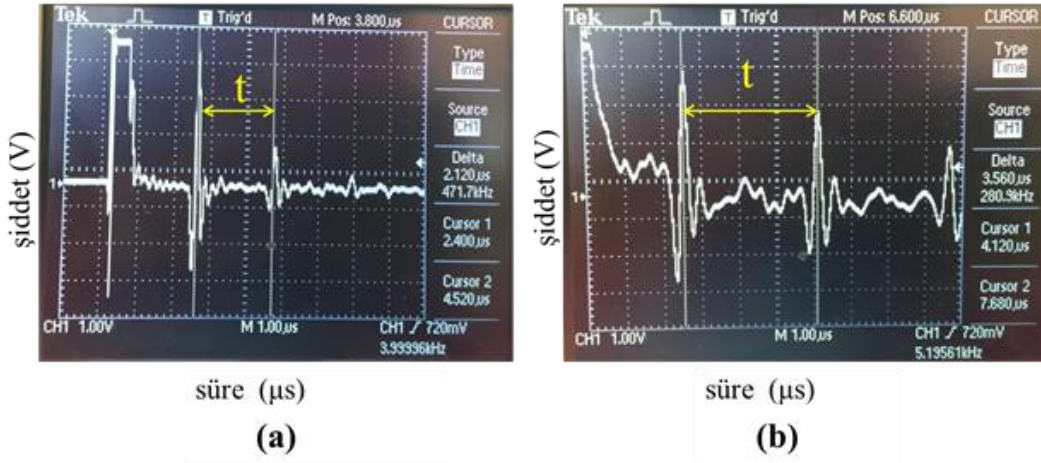
Numunelerin yoğunluk değerleri Tablo 1’de görülmektedir. Hacimce eşit miktarda gözenek oluşturuucu ilavesi yapıldığından ilave cinsine bağlı olmaksızın benzer yığınsal yoğunluk, açık gözenek ve bağlı yoğunluk değerleri ölçülmüştür. Gözenek oluşturuucu içermeyen müllit 2,19 g/cm³ yığınsal yoğunluk değerine sahipken hacimce % 5 gözenek oluşturuucu ilavesi sonrasında yığınsal yoğunluk değerleri yaklaşık olarak 1,95 g/cm³ olarak ölçülmüştür. PMMA ve karbamat içeren numunelerin açık gözenek ve bağlı yoğunluk değerleri de birbirine yakın çıkmıştır. İlave ile açık gözenek değerleri % 36-37’ye çıkarken, bağlı yoğunluk değerleri ise % 61-62’ye düşmüştür. Artan gözenek boyutu ile yoğunluk değerlerindeki standart sapmanın arttığı gözlemlenmiştir. Kuru karıştırma sonucu gözenek oluşturuucu ilaveler toz içinde eşit dağıtılamamış, bu nedenle de ölçülen özelliklerde numuneye bağlı olarak farklılaşmalar görülmüştür.

Tablo 1. Numunelerin yığınsal yoğunluk, açık gözenek ve bağlı yoğunluk değerleri

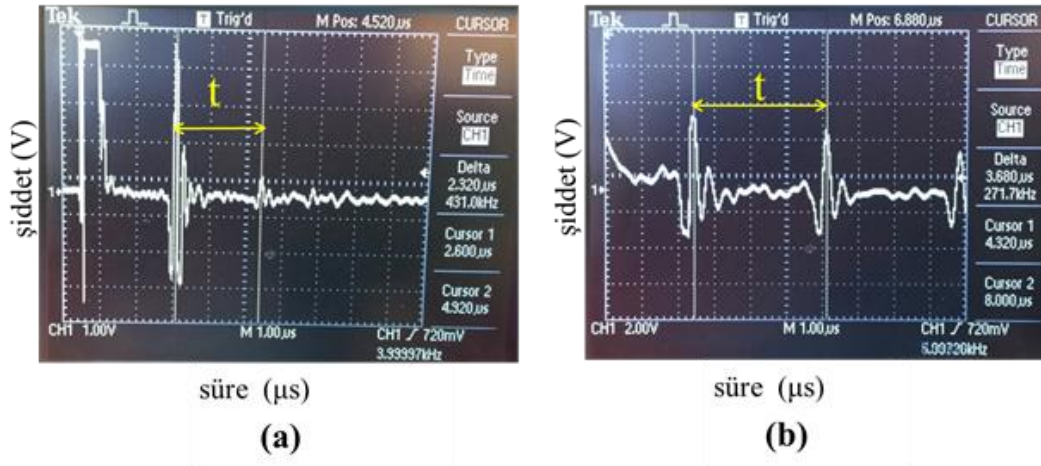
Numune	Yığınsal Yoğunluk (g/cm ³)	Açık Gözenek (%)	Bağlı Yoğunluk (%)
Standart Müllit	2,19 (± 0,05)	29,71 (± 1,7)	70,29 (± 1,7)
Müllit+mikro PMMA	1,93 (± 0,01)	37,87 (± 0,4)	61,90 (± 0,3)
Müllit+makro PMMA	1,95 (± 0,02)	36,90 (± 1,6)	62,48 (± 0,8)
Müllit+karbamat	1,92 (± 0,11)	37,78 (± 1,9)	61,49 (± 3,6)

Standart müllit içeren numunelerin ultrasonik boyuna ve enine dalga ilerleme süreleri ölçülmüştür (Şekil 3). Standart müllit numunesiyle aynı kalınlıkta mikro PMMA içeren numunelerde ise artan gözenek miktarına bağlı olarak dalga ilerleme süreleri artmaktadır (Şekil 4). Mikro PMMA ilaveli müllit numunelerde ultrasonik dalga ilerleme süresi, SEM ile tespit edilen kapalı gözenek boyutlarının çok küçük olması nedeniyle dalgaların ilerlemesini engellememiştir (Şekil 7b). Eren’in tezinde hata oluşturmak amacıyla porselen karo granüllerine PMMA ilave edilerek şekillendirilen numuneler 1220°C’de sinterlenmiştir. Oluşturulan gözenekler, ultrasonik dalgaların ilerlemesini engellemektedir. Bu nedenle elde edilen ultrasonik sinyallerden başlangıç ve çıkış pikleri arasındaki dalga ilerleme süresi, hatalı bölgede ölçülememiştir. Proben konumu değiştirildiğinde oluşan hata piklerinin şekilleri de değişmektedir. Bu durum PMMA küreciklerinin, granüllerin arasında çok fazla dağılmasının bir sonucu olarak farklı yüksekliklerden sinyal alınmasından kaynaklanabilir [11]. Benzer durum makro PMMA ve karbamat ilaveli müllit numuneler de de gözlenmiştir. Makro PMMA ilaveli müllit numunelerinde kapalı gözenek boyutu oldukça büyüktür (Şekil 7c), karbamat ilaveli müllit numunelerinde ise gözenek boyutu cihazın ölçüm limitinin dışında olduğu için Şekil 7d’de görülmemektedir. Makro PMMA ve karbamat ilaveli müllit numunelerde, oluşturulan büyük kapalı gözenekler ultrasonik dalgaların ilerlemesini engelleyecek boyutta oldukları için dalga ilerleme süreleri tespit edilememiştir (Şekil 5 ve 6).

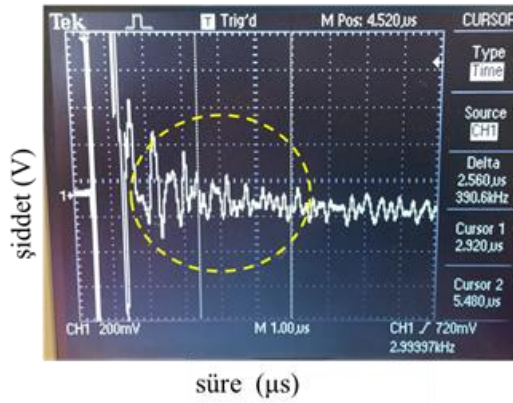
GÖZENEK OLUŞTURUCU İLAVESİYLE TÜRBİN MOTOR BİLEŞENLERİ İÇİN GÖZENEKLİ MÜLLİT SERAMİK ÜRETİMİ



Şekil 3. Standart müllit numune için sinyallerin (a) boyuna dalga ilerleme süresi, (b) enine dalga ilerleme süresi

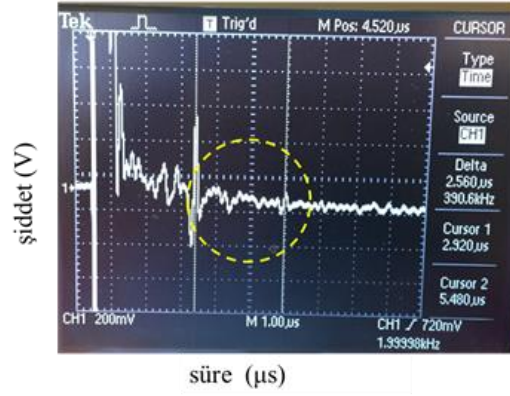


Şekil 4. Hacimce % 5 mikro PMMA ilaveli müllit numune için sinyallerin (a) boyuna dalga ilerleme süresi, (b) enine dalga ilerleme süresi

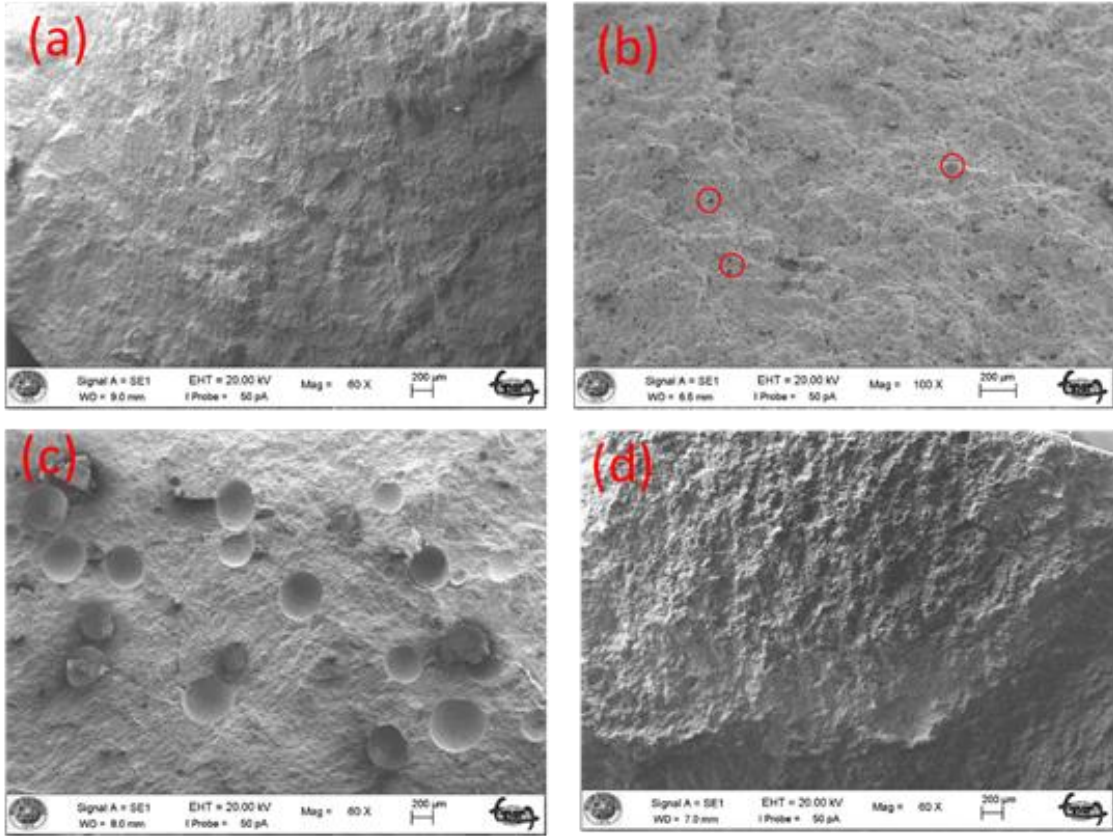


Şekil 5. Hacimce % 5 makro PMMA ilaveli müllit numune için sinyallerin boyuna dalga ilerleme süresi

E. EREN GÜLTEKİN, G. TOPATEŞ

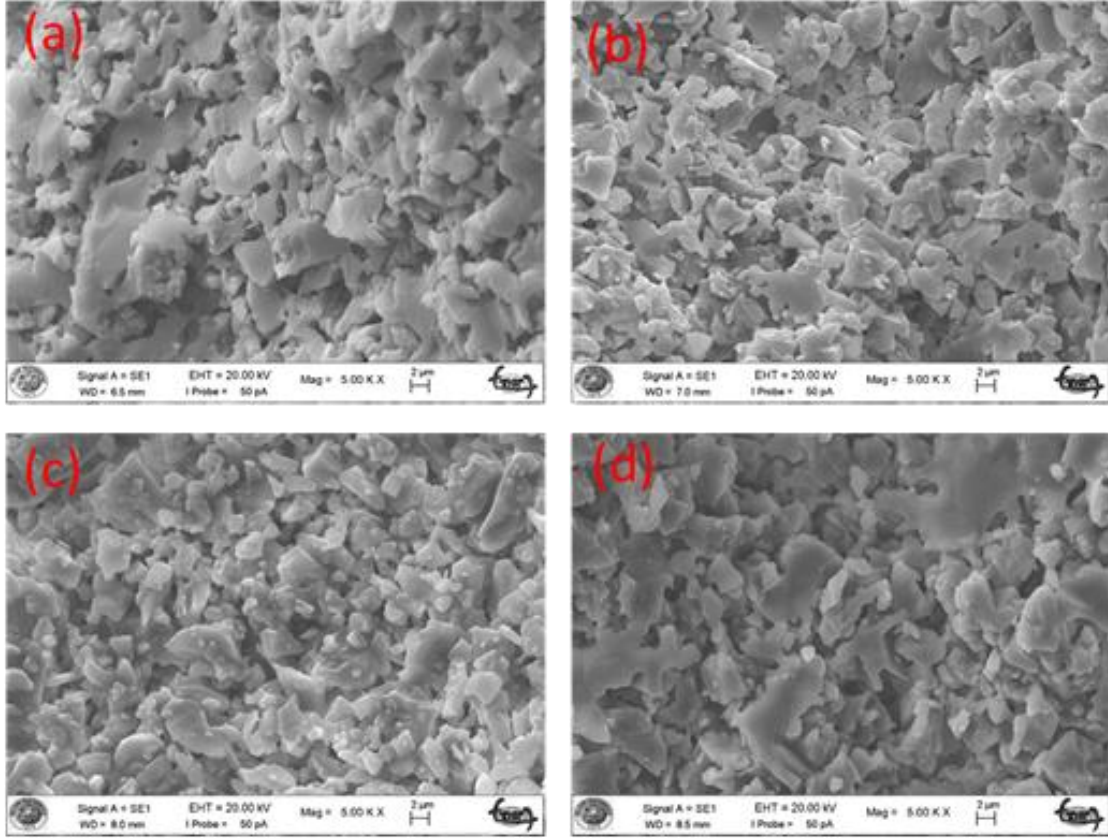


Şekil 6. Hacimce % 5 karbamit ilaveli müllit numune için sinyallerin boyuna dalga ilerleme süresi



Şekil 7. Numunelere ait SEM görüntüleri (a) standart, (b) % 5 mikro PMMA ilaveli, (c) % 5 makro PMMA ilaveli, (d) % 5 karbamit ilaveli

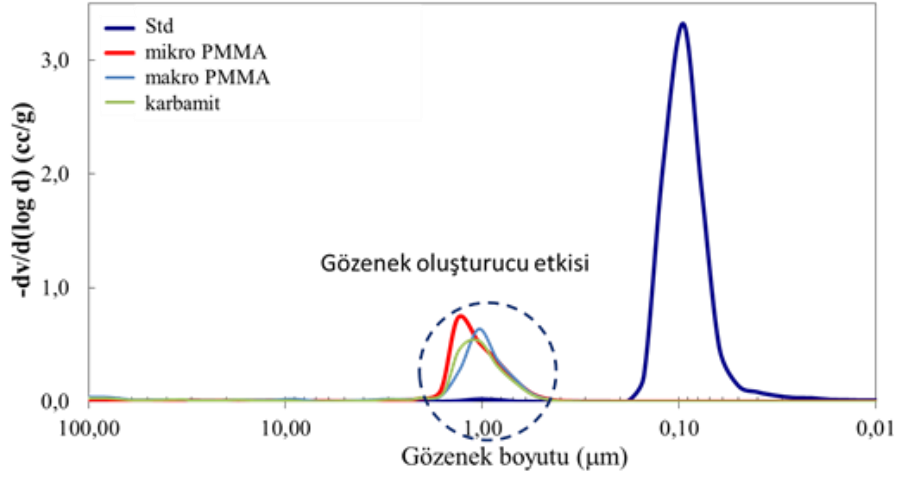
GÖZENEK OLUŞTURUCU İLAVESİYLE TÜRBİN MOTOR BİLEŞENLERİ İÇİN GÖZENEKLİ MÜLLİT SERAMİK ÜRETİMİ



Şekil 8. Mikroyapılar (a) standart, (b) %5 mikro PMMA ilaveli, (c) %5 makro PMMA ilaveli, (d) %5 karbamat ilaveli

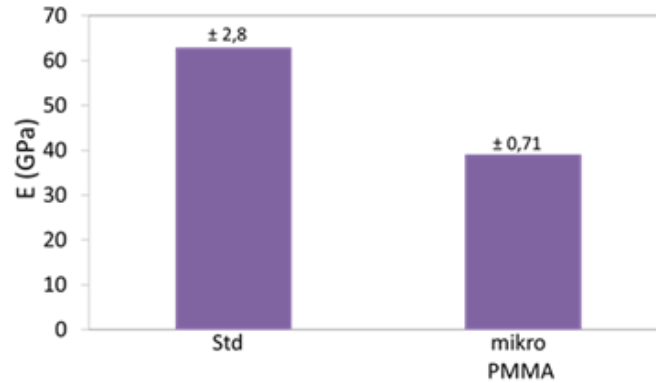
Yüksek büyütmede mikroyapılar incelendiğinde ise müllit tanelerinin keskin köşeleri nedeniyle küresel olmayan mikro boyutta gözenekler tüm numuneler için göze çarpmaktadır (Şekil 8). Müllit tanelerinin boyutları eş olmayıp, yapı içinde büyük boyutta (10 μm) tanelerin yanında, oldukça ince (< 1 μm) tanelerinde olduğu görülmektedir. Benzer farklılaşma Medvedovski (2006) tarafından yapılan çalışmada da görülmüştür [12]. Bunun dışında gözenekli yapı elde etmek amacıyla sinterlemenin düşük sıcaklıkta yapılması ve herhangi bir sinterleme ilavesinin yapılmaması nedeniyle taneler arası difüzyon, boyun vermenin kısmen oluşmadığı görülmüştür.

Numunelerin gözenek boyut ve dağılımları civa porozimetresi ile ölçülmüş ve sonuçlar Şekil 9'daki grafikte gösterilmiştir. Standart müllit için ortalama gözenek boyutu 0,1 μm olarak ölçülmüştür, mikroyapı ile kıyaslandığında bu değer tutarlıdır. Gözenek oluşturucu ilavesi ile gözenek boyutunu 1 μm 'ye çıkmasına karşın, kullanılan gözenek oluşturucu ilavelerin boyutu ile ölçülen değer tutarlı değildir. Ayrıca, Şekil 7c'de verilen mikroyapıda 200 μm civarında gözenek boyutunun yapıda olduğu görülmüştür. Numunelerin açık gözenek ve bağlı yoğunluk değerlerine bakıldığında ise kapalı gözeneklerin % 1 civarında olduğu görülmüştür. Civa porozimetresi ile gerçek değerden daha küçük boyutta gözenek ölçülmesinin nedeni cihazın çalışma prensibinden kaynaklanmaktadır. Porozimetre, malzemedeki gözenekleri silindir gibi eş boyutlu olarak kabul eder ve ölçüm sırasında civanın gözeneğe ilk sızdığı bölgedeki boyutu gözenek boyutu olarak kabul eder. Fakat gerçekte gözenekler düzensiz şekildedir ve bu nedenle ölçülen ile gerçek boyut arasında özellikle gözenek şekli düzenli değilse farklılaşmalar görülür.



Şekil 9. Numunelerin gözenek boyutu ve dağılımı

Gözenekli seramiklerde ultrasonik dalga hızı, gözenek miktarına, boyutuna ve boyut dağılımına bağlı olarak değişmektedir [13]. Ultrasonik dalga hızlarının ve elastisite modülünün gözenek miktarındaki artışa bağlı düştüğü belirtilmektedir [14-16]. Hem boyuna, hem de enine dalga ilerleme süreleri ölçülen standart ve mikro PMMA içeren numuneler için elastisite modülleri Eşitlik 1-3 kullanılarak hesaplanmış ve sonuçlar Şekil 10'da PMMA ilavesiyle gözeneklerde gerek miktar gerek boyut olarak gerçekleşen artışlar elastisite modülünün standart müllit numunesine kıyasla düşük elde edilmesine neden olmuştur. Literatür çalışmaları incelendiğinde, yığınsal yoğunluğu $3,15 \text{ g/cm}^3$ olan müllitin elastisite modülü 227 GPa olarak ölçülmüşken, $3,01 \text{ g/cm}^3$ 'e yoğunluk değerinde elastisite modülü 195 GPa'a düşmüştür [17-18]. Düşük yoğunluğa (% 47,8 gözenek) sahip müllit seramiklerinde ise 21 GPa elastisite modülü elde edilmiştir [19]. Yapılan çalışmada ise Mikro PMMA ilaveli numunelerde elde edilen yaklaşık 40 GPa elastisite modülü, literatürdekinden (30 GPa) yüksek değerdedir [5-6].



Şekil 10. Ultrasonik yöntemle ölçülen elastisite modül değerleri

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, türbin motor bileşenleri için gözenekli müllitlerin üretimi gerçekleştirilmiş ve üretilen numuneler ultrasonik tahribatsız test yöntemiyle incelenmiştir. Gözenek oluşturuıcı ilavesi sonrasında açık gözenek değerleri % 29'dan % 37'ye çıkmıştır. Sinterleme ilavesi kullanılmaması nedeniyle kısmi sinterlemeye ulaşılmıştır. Makro PMMA ve karbamit ilaveli numunelerde oluşan kapalı gözenekler ultrasonik sinyallerin iletimini engellemiştir ve bu nedenle elastik özellikler ölçülemediği görülmüştür. Gözenek oluşturuıcı olarak mikro PMMA kullanıldığında standart müllit numunelere kıyasla gözeneklilik artmıştır ve gözenekliliğin artmasına bağlı olarak da elastisite modülü azalmıştır. Ancak elde edilen değer, literatürde belirtilen değerden üstündür.

GÖZENEK OLUŞTURUCU İLAVESİYLE TÜRBİN MOTOR BİLEŞENLERİ İÇİN GÖZENEKLİ MÜLLİT SERAMİK ÜRETİMİ**TEŞEKKÜR**

Çalışmaya, finansal destek veren Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne (Yayın Atıf Projeleri No: 16611899 ve No: 18601007), deneylere destek sağlayan Eskişehir Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'ne teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] BAI, J., "Fabrication and Properties of Porous Mullite Ceramics from Calcined Carbonaceous Kaolin and α - Al_2O_3 ", *Ceram. Int.*, 36, 673-678, 2010.
- [2] LI, N., ZHANG, X.-Y., QU, Y.-N., XU, J., MA, N., GAN, K., HUO, W.-L., YANG, J.-L., "A Simple and Efficient Way to Prepare Porous Mullite Matrix Ceramics via Directly Sintering SiO_2 - Al_2O_3 Microspheres", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 36, 2807-2812, 2016.
- [3] DING, S., ZENG, Y.-P., JIANG, D., "Fabrication of Mullite Ceramics with Ultrahigh Porosity by Gel Freeze Drying", *J. Am. Ceram. Soc.*, 90(7), 2276-2279, 2007.
- [4] Patent, US20080072551A1 - Highly Porous Mullite Particulate Filter Substrate, Priority date : 2002-10-28
- [5] KOKINI, K., TAKEUCHI, Y.R., CHOULES, B.D., "Surface Thermal Cracking of Thermal Barrier Coatings Owing to Stress Relaxation: Zirconia vs. Mullite", *Surf. Coat. Tech.*, 82, 72-82, 1996.
- [6] CAO, X.Q., VASSEN, R., STOEVER, D., "Ceramic Materials for Thermal Barrier Coatings", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 24, 1-10, 2004.
- [7] EVANS, A.G., MUMM, D.R., HUTCHISON, J.W., MEIER, G.H., PETIT, F.S., "Mechanisms Controlling the Durability of Thermal Barrier Coatings", *Prog. Mater. Sci.*, 46(5), 505-553, 2001.
- [8] FRAGASSA, C., "Limits in Application of International Standards to Innovative Ceramic Solutions", *Int. J. Qual. Res.*, 9(2), 279-298, 2015.
- [9] MEDDING, J.A., *Nondestructive Evaluation of Zirconium Phosphate Bonded Silicon Radomes*, Phd. Thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, Virginia, U.S.A., 1996.
- [10] KULKARNI, N., MOUDGIL, B., BHARDWAJ, M., "Ultrasonic Characterization of Green and Sintered Ceramics: I, Time Domain", *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 73, 146-153, 1994.
- [11] EREN, E., *Seramik Karoların Ultrasonografik Tahribatsız Muayene Metodu ile İncelenmesi*, Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Türkiye, 2011.
- [12] MEDVEDOVSKI, E., "Alumina-mullite Ceramics for Structural Applications", *Ceram. Int.*, 32, 369-375, 2006.
- [13] SHIBATA, T., ISHIHARA, M., "Ultrasonic Signal Characteristics by Pulse-echo Technique and Mechanical Strength of Graphite Materials with Porous Structure", *Nucl. Eng. Des.*, 203, 133-141, 2001.
- [14] DÍAZ, A., HAMPSHIRE, S., "Characterisation of Porous Silicon Nitride Materials Produced with Starch", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 24, 413-419, 2004.
- [15] YANG, J.-F., OHJI, T., KANZAKI, S., DÍAZ, A., HAMPSHIRE, S., "Microstructure and Mechanical Properties of Silicon Nitride Ceramics with Controlled Porosity", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 85(6), 1512-1516, 2002.
- [16] YOSHIMURA, H.N., MOLISANI, A.L., NARITA, N.E., CESAR, P.F., GOLDENSTEIN, H., "Porosity Dependence of Elastic Constants in Aluminum Nitride Ceramics", *Mater. Res.*, 10(2), 127-133, 2007.
- [17] LEDBETTER, H., KIM, S., BALZAR, D., "Elastic Properties of Mullite", *J. Am. Ceram. Soc.*, 81(4), 1025-1028, 1998.
- [18] OSENDI, M.I., BAUDIN, C., "Mechanical Properties of Mullite Materials", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 16(2), 217-224, 1996.
- [19] GREGOROVÁ, E., PABST, W., UHLIROVA, T., NECINA, V., VESELY, M., SEDLAROVA, I., "Processing, Microstructure and Elastic Properties of Mullite-based Ceramic Foams Prepared by Direct Foaming with Wheat Flour", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 36, 109-120, 2016.