

ÖZET

W-NI PÜSKÜRTME HEDEFİ

- 5 Buluş, W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik yöntem ve bunun kullanılması ile ilgilidir. Buluş ayrıca Ni (W) fazı, W fazı ayrıca entermetalik fazları olmayan veya %10'un altında olan %45 ila 75 arasında W, kalanı Ni olan ayrıca bilinen kirleri içeren püskürtme hedefi ile ilgilidir.

İSTEMLER

1. %45 ile 75 arasında W, kalanı Ni ayrıca mutlak kirlere oluşan püskürtme hedefi **olup, özelliği**; ölçülen ortalama yüzey miktarının Ni (W) fazı, W fazı ayrıca hedef malzemesin kesit yüzeyi içermemesi veya %10'un altında entermetalik faz içermesi **ile karakterize edilmektedir.**
2. İstem 1'e göre püskürtme hedefi **olup, özelliği**; oksijen miktarı 100 µg/g altında olması **ile karakterize edilmektedir.**
3. İstem 1 veya 2'ye göre püskürtme hedefi **olup, özelliği**; sertliği 500 HV10 altında olması **ile karakterize edilmektedir.**
4. İstem 1 ila 3'ten birine göre püskürtme hedefi **olup, özelliği**; boru şeklinde püskürtme hedefi olması **ile karakterize edilmektedir.**
5. İstem 1 ila 4'ten birine göre püskürtme hedefi **olup, özelliği**; tek parçalı boru şeklinde püskürtme hedefi söz konusu olması **ile karakterize edilmektedir.**
6. İstem 1 ila 5'ten birine göre püskürtme hedefi **olup, özelliği**; hedef malzemenin kesit yüzeyinde ölçülen W fazının yüzey miktarının %15 ila %45 arasında olması **ile karakterize edilmektedir.**
7. İstem 1 ila 6'dan birine göre püskürtme hedefi **olup, özelliği**; W fazının ortalama tane boyunun 40 µm küçük olması **ile karakterize edilmektedir.**
8. İstem 1 ila 7'den birine göre püskürtme hedefi **olup, özelliği**; Ni(W) fazında bulunan dokunun <110> ana deformasyon yönüne paralel olması **ile karakterize edilmektedir.**
9. İstem 1 ila 8'den birine göre püskürtme hedefi **olup,**

özelliği; elektrokrom katmanın ayrılması için kullanılmasıdır.

10. İstem 1 ila 8'den birine göre püskürtme hedefi **olup, özelliği;** güneş enerjisini emen katmanların, yüksek sıcaklık oksidasyonuna veya difüzyon bariyeri katmanlarına karşı koruyucu katmanların ayrılması için kullanılmasıdır.
11. W-Ni püskürtme hedefinin toz metalurjik yönlendirici üzerinden üretilmesine yönelik yöntem **olup, özelliği;** en azından aşağıdakilerden birini içermesidir:
- 10 - W tozu ve Ni tozundan oluşan toz karışımının sıkıştırma adımı basınç, sıcaklık veya basınç ve sıcaklık uygulamasıyla ham madde olarak sıkıştırılmaktadır.
- 15 - Elde edilen ham madde soğuma adımında en azından 900 ila 750°C arasındaki sıcaklık aralığında 30K/dakikadan yüksek soğuma oranında soğutulur.
12. İstem 11'e göre W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik yöntem **olup, özelliği;** sıkıştırma adımının sinterlemeyle 1100 ila 1450°C sıcaklıkta gerçekleştirilmesi **ile karakterize edilmektedir.**
- 20 13. İstem 11 veya 12'den birine göre W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik yöntem **olup, özelliği;** sıkıştırma adımı ile soğutma adımı arasında elde edilen ham maddenin termomekanik veya termik işleminin gerçekleştirilmesi **ile karakterize edilmektedir.**
- 25 14. İstem 13'e göre W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik yöntem **olup, özelliği;** termomekanik veya termik işlemin 970 ile 1450°C arasında bir sıcaklıkta gerçekleştirilmesi **ile karakterize edilmektedir.**
- 30 15. İstem 13 veya 14'den birine göre W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik yöntem **olup, özelliği;** termomekanik veya termik işleminin en az bir dövme adımı içermesi **ile karakterize edilmektedir.**

TARİFNAME

W-NI PÜSKÜRTME HEDEFİ

5 Buluş, W-Ni püskürtme hedefi ayrıca elektrokromik katmanların üretilmesi için kullanımıyla ilgilidir. Buluş ayrıca toz metalurjik yönlendirici üzerinden W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik yöntemle ilgilidir.

Elektrokromik tutum, tesis edilen alanla veya elektrik
10 akımıyla endüklenen bir malzemenin optik özelliklerinin kalıcı ve tersine değişiklikleri olarak tanımlanabilir. Bu tür mevcut renk değişimlerinin avantajları örneğin devreleme süreleri çok kısa iken çok yüksek muhtemel kontrastlar ayrıca elektrokrom malzemelerin katman açısına ilişkin kısıtlama olmamasıdır. Bu
15 avantajlar elektrokrom malzemeleri, özellikle elektrokrom katmanları elektrokromlu ekranlarda kullanılmasını cazip kılar ve bir diğer sonucu da örneğin akıllı camlardır ("Smart Glass").

Elektrokrom katmanlar veya katman sistemleri fiziksel gaz
20 fazının ayrılması (physical vapor deposition = PVD) yöntemiyle üretilir. Bu sırada bir hedeften gaz aşamasına katman oluşumunun katmanı oluşturan parçacıklarının kontrol edilmesiyle ve kaplanacak substratın yoğuşmasıyla gerçekleştirilen kaplama yöntemi söz konusudur. Bu yöntemin
25 amacı eşit katman kalınlığına sahip homojen katmanlar ayrıca homojen bileşimler ayırmaktır.

Bilindiği gibi elektrokrom tutum sergileyen katmanlar örneğin WO_3 , MoO_3 , V_2O_5 , TiO_2 , Nb_2O_5 ve NiO_xH_y gibi geçiş metal oksitlerinde görülmektedir. Volfram oksit WO_3 H^+ veya Li^+
30 iyonlarının oluşturulmasıyla katodik boyanır, buna karşın NiO_x Li^+ iyonlarının oluşmasıyla boyanır. Bu iki oksitin elektrod katmanı olarak birleşimi verimli elektrokrom ekranlar veya camlarda kullanım için en iyi şekilde uygundur. Devreleme tutumu ve elektrokrom ekranının istikrarını daha da
35 iyileştirebilmek için diğer iyileştirmeye örneğin saf NiO_x

katmanları yerine W-Ni karışık oksitler kullanılarak ulaşılabilir.

W-Ni katışık oksitlerden elektrokrom katmanlar uzun yıllardır bilinmektedir ve örneğin "Lee, *Electrochromic behavior of Ni-W oxide electrodes, Solar Energy Materials and Solar Celis* 39 (1995) 155-166" açıklanmaktadır. Burada W/Ni'ye W alaşımlı NiO_x (W-Ni karışık oksit) atomik oranının yaklaşık 0,33 olması özellikle avantajlıdır. Bu oranda yük transferi direnci elektrokrom katmanının olabildiğince hızlı optik devreleme tutumu sağlamak için optimumdur.

Bu şekilde üretilen elektrokrom katmanlar için örneğin reaktif magnetron püskürtücü üzerinden W-Ni alaşımından oluşan püskürtme hedefi oksijen altında W-Ni karışık oksit katmana taşınabilir. Oksitli hedefler tekniğin bilinen durumundan tanınmaktadır. Elektrokromlu düzeneklerin üretilmesi örneğin elektrokrom camlar için örneğin EP 1 696 261 A1 veya US 2010 0245973 A1 sayılı patentlerde açıklanmaktadır.

Elektrokromlu malzemelerin üretilmesine yönelik Ni oksit katmanların asıl metal hedeften ayrılması WO 2000 71777 A1 sayılı patentte açıklanmaktadır. Bir diğer elementin cüzi miktarda eklenmesiyle hedefteki ferromanyetiğin azaltılması veya önlenmesi amaçlanmaktadır. Bu örneğin W'nin Ni'ye %7 oranında eklenmesinde Ni alaşım kristalinin küri sıcaklığının azaltılmasıyla gerçekleştirilir. Bu ilişki açıkça W-Ni faz diyagramında (bkz. Şekil 1) da görülmektedir.

O anda kullanılan W-Ni alaşımlardan püskürtme hedefi tercihen termik püskürtme üzerinden üretilmektedir. Ni ve W tozunun başlangıç malzemesi olarak hedefin üretilmesine yönelik kullanılmasının sonucunda ferromanyetik özellikler gösteren hedef malzemede kısmen saf nikel edinilir. Bu ferromanyetik kısımlar, bu nedenle farklı kaplama türleri oluştuğu ve ayrılan katmanların homojenliği olumsuz etkilendiği için magnetron püskürtücüler için dezavantajlıdır.

Ayrıca termik püskürtme yönteminde sadece sınırlı yükseklikte malzeme yoğunluğu ayarlanabilir. Püskürtme malzemesinin düşük

yoğunluğa sahip olması da kaplama türlerini olumsuz etkilemektedir. Ayrıca termik püskürtmeyle sadece sınırlı malzeme yoğunlukları ayarlanabilir, bu da malzeme sarfiyatını ve hedefin kullanım süresini kısıtlar. Üretime bağlı olarak

5 püskürtme tozunun içerdiği metal kirlerin doğrudan üretilen hedef malzemede oluşması bir diğer dezavantajdır. Püskürtülen katmanlardaki kirler optik katman özelliklerini olumsuz etkileyebilir.

Termik püskürtmede hedef malzemede birikebilecek ek ametal,

10 özellikle oksitli veya yalıtkan maddelerin bileşimleri veya fazları püskürtme sırasında parçacık sayılarının artmasına neden olur bu da püskürtülen katmanı (yapışma, özel elektrik direnci, katman homojenliği) ve kaplama sürecini (yüksek Arc oranları) olumsuz etkileyebilir.

15 W ve Ni'den püskürtme hedeflerinin üretilmesine yönelik diğer seçenekler JP 2000 169923 A, US 2009 022614 A1, JP 2009 155722 A ayrıca WO 2010 119785 A1 sayılı patentte belirtilmektedir. JP 2000 169923 A sayılı patent eriyik metalurjik üretimini, US 2009 022614 A1 ve JP 2009 155722 A sayılı patentler %20'nin

20 (%44) altında olan düşük W miktarlı W-Ni püskürtme hedeflerinin toz metalurjik üretimini açıklamaktadır. WO 2010 119785 A1 sayılı patent %70'ten (%88) fazla çok yüksek W miktarına sahip W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesini göstermektedir.

25 Yukarıda da açıklandığı üzere örneğin 0,33 gibi yeteri kadar yüksek W/Ni oranları elektrokrom katmanlarına uygulamak için optimumdur. Bu oran Ni'deki W miktarı yaklaşık %50'ye denktir. Faz diyagramından (bkz. Şekil 1) görüldüğü üzere %30'luk W miktarında entermetalik fazlar oluşur. Özellikle kırılğan Ni_4W

30 fazlarının meydana gelmesi önlenemez, yüksek W miktarlarında örneğin NiW veya NiW_2 de bulunabilir.

Entermetalik faz kavramı ile ikili, üçlü veya çok katmanlı sistemlerin meydana gelebileceği ve bunların bulunma aralığı saf bileşenlere kadar devam etmeyen fazlar kastedilmektedir.

35 Genellikle saf bileşenlerden farklı kristal yapıları bulunan

kristal yapılara ayrıca ametal bağlantı tipleri miktarlarına sahiptir. Entermetalik fazlar özellikle yabancı değerlikli bileşimler ve nihai homojenlik alanları yani dar stokiyometri bileşimleri işaretlenmektedir. Entermetalik fazlar genellikle

5 kırılıgandır, yani düşük toklukludur, bunun sonucunda da hedef malzemesinde olumsuz etkiler söz konusudur.

Buluşun amacı açıklanan uygulamalar için belirtilen dezavantajlar önlenerek optimum bileşim aralıklı ayrıca özellik profilli ve dokulu (mikro dokular da dahil) W-Ni

10 püskürtme hedefi hazırlamaktır. Buluşun başka bir amacı da belirtilen dezavantajlar önlenerek W-Ni püskürtme hedefi için üretim yöntemi hazırlamaktır. Buluş konusu üretim yöntemi, W-Ni püskürtme hedefinin yüksek saflık dereceli ayrıca homojen ve ince tanecikli dokulu üretilmesine olanak sağlamalıdır.

15 Ayrıca üretim yöntemi uygun maliyetli ve yenilenebilir olmalıdır.

Amaca bağımsız istemlerle ulaşılır. Avantajlı tasarımlar bağımlı istemlerle elde edilmektedir.

Buluş konusu püskürtme hedefi %45 ila 75 arasında W, kalanı Ni

20 ayrıca mutat kirler içermektedir. Ölçülen ortalama yüzey miktarının Ni (W) fazı, W fazı ayrıca hedef malzemesin kesit yüzeyi içermemesi veya %10'un altında entermetalik faz içermesi ile karakterize edilmektedir.

Faz diyagramında (Şekil 1) da görüldüğü üzere Ni (W) fazında

25 saf Ni fazı veya W alaşımlı Ni alaşım kristali, tercihen W ile doygun hale getirilmiş Ni alaşım kristali söz konusudur. W ile doygun hale getirme yaklaşık %35 (%15) sağlanmaktadır (bkz. Şekil 1). W fazı, Ni için çok düşük çözünürlüğe sahiptir. Entermetalik fazlarda örneğin entermetalik Ni₄W fazı söz konusu

30 olabilir, fakat Ni-W sisteminde ve özellikle amaçlanan bileşim alanında diğer entermetalik fazlar (NiW, NiW₂) da mümkündür. Entermetalik faz oranı %10'dan fazla olduğunda bu bir yandan kalan hedef için farklı püskürtme oranı nedeniyle entermetalik fazların hedef malzemenin üzerine düzensiz taşınmasına ve

35 ayrılan katmanın kalınlığında dalgalanmaların oluşmasına neden

olabilir. Ayrıca hedef malzemenin dokularında bulunan entermetalik kırılğan fazlar kıvılcım oluşumuna (bir elektrik arkıyla lokal eritme) veya güçlü parçacık oluşumuna neden olabilir. Diğer yandan entermetalik fazların düşük tokluğu nedeniyle hedef ürünün kullanımı zorlaşır.

5 Tercihen buluş konusu püskürtme hedefinde hedef malzemenin kesit yüzeyinde entermetalik fazın ölçülen ortalama değeri %5'in altındadır.

Entermetalik fazların buluş konusu püskürtme hedefinde oluşması röntgen ışını difraksiyonuyla (XRD) (ilgili radyografi kanıt sınırı dikkate alınarak) çok kolay bir şekilde nispi JCODS kartları kullanarak kanıtlanabilir veya ortadan kaldırılabilir.

10 Buluş konusu püskürtme hedefinin entermetalik fazları oranını belirlemek için bir kesit yüzeyindeki ortalama yüzey oranı analiz edilir. Bunun için metalografik perdah üretilir ve ışık veya ağır elektron mikroskopuyla incelenir. Metalografik perdah altında üç boyutlu hedef malzemesiyle iki boyutlu kesim anlaşılmalıdır. Ticari olarak temin edilebilen görüntü değerlendirme yazılımıyla bu şekilde üretilen mikroskobik kayıtlarda yüzey analizi yapılabilir. Bu, belirtilen dokuların münferit faz oranlarının belirlenmesine yönelik görüntü analizi üzerinden tipik olarak incelenecek fazın kontrast hale getirilmesiyle gerçekleştirilir. Uygun asitle aşındırma yöntemiyle zor ayırt edilebilen fazlar biraz daha kontrast hale getirilebilir. Mevcut durumda entermetalik Ni_4W fazı asitle aşındırılarak ilgili uygun asit çözeltisi (örn. 85 ml amonyak çözeltisi ve 5 ml %30'luk hidrojen peroksit) ile Ni alaşım kristalinden (Ni (W) fazı, W ile doymun hale getirilen Ni alaşım kristali) ayırt edilebilir ve yüzey oranı belirlenebilir. Dokunun durumuna göre alternatif asit çözeltileri ve yöntemler de düşünülebilir. Ortalama yüzey oranı aritmetik ortalama olarak 1000 katı büyütülen metalografik perdahın yüzey oranınının 100 x 100jxm boyutlu 5 görüntü kesitine ilişkin ölçülen 5 ölçümünden hesaplanır.

35

W-Ni sisteminde meydana gelen Ni içeren entermetalik faz ferromanyetik olmadığı için entermetalik fazın oluşmasının, buluş konusu püskürtme hedefinin manyetik özelliklerine ilişkin olumsuz etkisi yoktur.

5 Püskürtme hedefinde W miktarı %45'ten az olduğunda Şekil 1'deki faz diyagramından da görüldüğü üzere tercihen kırılğan olan Ni_4W fazı oluşur. Daha düşük W oranlarında ferromanyetik Ni fazı meydana gelebilir. W miktarı %75'ten fazla olduğunda hedef malzemenin sertliği optimum ve ekonomik işlenebilirlik 10 sağlayabilmek için çok yüksektir. Ayrıca entermetalik fazın oluşmasında NiW ve NiW_2 bu miktarda aşırı azaltılmıştır. Ek olarak optimum çalışma prensibi için %45'ten az ayrıca %75'ten fazla W miktarlarında püskürtme hedefiyle ayrılan elektrokrom katmanında gereken optimum W/Ni oranına artık ulaşılamaz.

15 Mutat kirler ile üretime bağlı olan kullanılan ham maddeyle belirlenen gaz veya bunlara eşlik eden elementler belirtilmektedir. Buluş konusu püskürtme hedefindeki bu tür kirlerin oranı tercihen gazlar (C, H, N, O) için 100 $\mu\text{g/g}$ ($\mu\text{m}'\text{ye}$ denktir) ayrıca diğer elementler için 500 $\mu\text{g/g}$ 20 altındaki bir aralıktadır. Kimyasal element analizine yönelik uygun yöntemler bilindiği üzere analiz edilen kimyasal elemana bağlıdır. Buluş konusu iletken hedef malzemenin kimyasal analizi için ICP-OES (endüktif olarak bağlı plazma ile optik emisyon spektrometrisi), RFA (röntgen ışını flüoresans analizi) ve GDMS (Glow Discharge Mass Spectrometry) 25 kullanılmaktadır.

Buluş konusu püskürtme hedefinin oksijen miktarı tercihen 100 $\mu\text{g/g}$ altında, özellikle tercih edildiği üzere 90 $\mu\text{g/g}$ altında, bilhassa tercih edildiği üzere 50 $\mu\text{g/g}$ altındadır.

30 Oksijen miktarı ICP-OES üzerinden kolayca belirlenebilir. Buluş konusu püskürtme hedefinin sertliğinin tercihen 500 HV10 altında olması ile karakterize edilmektedir.

500 HV10'dan daha düşük sertliklerde hedef malzemenin yeterli tokluğunun optimum olarak sağlanabildiği tespit edilmiştir.

35 Böylece üretim sürecinde kullanım örneğinin optimum uygulanan

mekanik işlemede kolaylaştırılır. Özellikle tek parça halindeki boru hedefi olarak bir uygulama biçiminde kullanılması sırasında 500 HV10'dan daha az sertlikle kullanım belirgin şekilde kolaylaştırılmaktadır.

- 5 HV10'daki (Vicker sertlik birimi) sertlik burada 5 sertlik ölçümünün aritmetik ortalama olarak değerlendirilmelidir. Buluş konusu püskürtme hedefinin bağıl yoğunluğu tercihen %96'nın üzerindedir. Bağıl yoğunluğun %99'un üzerinde olması özellikle avantajlıdır.
- 10 Hedefin yoğunluğu ne kadar yüksek olursa özellikleri de o kadar avantajlı olur. Bağıl yoğunluğu düşük olan hedeflerde gözenek miktarı daha yüksek olur, bunlar görünür sızıntılar veya kir kaynakları ve püskürtme işlemi sırasındaki parçacıklar olabilir. Ayrıca yoğunluğu düşük olan hedefler su ve diğer kirlilikleri almaya meyilli olur, bu da zor kontrol edilebilir işlem parametrelerine neden olabilir. Ayrıca püskürtme işlemi sırasında düşük yoğunluklu malzemelerin taşınma oranı da yüksek yoğunluklu malzemelere kıyasla düşüktür.
- 15
- 20 Bağıl yoğunluk bilindiği üzere arşimet prensibine göre kaldırma yöntemiyle kolayca belirlenebilir. Farklı kaplama sistemlerinde ayrıca farklı geometriye sahip kaplamalar için buluş konusu püskürtme hedefi oluşturularak buluş konusu püskürtme hedefine ilişkin çeşitli geometrik talepler sağlanabilir. Böylece yassı hedef biçiminde örneğin plaka veya disk, çubuk biçiminde boru hedef veya karmaşık biçimlendirilmiş başka bir gövde bulunabilir. Tercihe buluş konusu püskürtme hedefi boru biçiminde püskürtme hedefidir.
- 25
- 30 Boru hedefi olan biçimle yassı hedefe kıyasla daha yüksek faydalanma sağlanır. Boru hedefi olarak biçimlendirilerek ayrıca püskürtme hedefinin özelliklerine ilişkin olarak diğer özel avantajlar meydana gelir. Hacim oranına yönelik özellikle uygun yüzey, özellikle düşük duvar kalınlıklarında üretim
- 35 yöntemi sırasında özellikle iyi gaz verme tutumu meydana

gelir. Böylece özellikle düşük miktarda gaz halindeki kirler, özellikle oksijen gerçekleştirilebilir.

Ayrıca tercih edildiği üzere buluş konusu püskürtme hedefinde tek parçalı boru hedefleri söz konusudur. Tercih edilen tek parçalı boru hedefi biçimlendirmesiyle, münferit hedef parçalar (segmentler) arasında (örneğin derzler, arkadan kesimler, lehim malzemesi kalıntıları, derz kısımlarındaki kirler) kesinti kalmadığı için geniş yüzeyli substratlarda özellikle homojen katmanlar ayrılabilir.

10 Tek parçalı boru hedefi olarak oluşturma, kaplama işlemi sırasında çok parçalı boru hedefi olarak oluşturmaya kıyasla münferit hedef parçalarının farklı sıcaklık veya sıcaklık döngüleri nedeniyle kayması önlenir. Ayrıca hedef malzemenin kimyasal saflığa veya mikro konstrüksiyona ilişkin homojenliği tek parçalı oluşturulan boru hedeflerinde çok parçalı oluşturulan boru hedeflerine göre daha iyidir.

Buluş konusu püskürtme hedefi sadece tek parçalı boru hedefi şeklinde oluşturulmaz. Bunlar hem tek veya çok parçalı boru hedefi olabilir hem de uzunluğu boyunca farklı kısımlarda farklı dış çapları veya bağıl yoğunlukları olabilir ("köpek kemiği" / "Dog Bone" hedefi). Bu tür uygulama biçimiyle örneğin püskürtme hedefinin hedef malzemenin uçlarına ("cross-corner etkisi") düzensiz uygulanması azaltılabilir veya büyük ölçüde önlenir. Çapı farklı olan alanları olan hedefler de hem tek hem de çok parçalı oluşturulabilir.

Ayrıca buluş konusu püskürtme hedefi korozyona dayanıklı koruyucu düzenek örneğin boya katmanı veya plastik kaplama şeklinde en azından kısmen iç çapın parçalarında bulunabilir. Buluş konusu püskürtme hedefinde tercihen hedef malzemesinin kesit yüzeyinde W fazına ilişkin ölçülen yüzey oranı %15 ila %45 arasındadır.

%15'ten küçük W fazının yüzey oranı, yüksek orana sahip kırılğan Ni₄W fazı veya ferromanyetik Ni fazı ile birleşebilir ve buna göre kötü püskürtme tutumuna ve ilk olarak hedef malzemesinin düşük tokluğuna neden olabilir. W fazına ilişkin

yüzey oranları %45'ten fazla olduğunda bu hedef malzemenin ve işlenebilirliğin sertliğine olumsuz etki edebilir.

W fazının faz oranı da entermetalik fazın yüzey oranı gibi metalografik mikrografın uygun değerlendirmesi üzerinden

5 yukarıda açıklandığı üzere belirlenebilir.

Buluş konusu püskürtme hedefinde W fazının ortalama tane boyu tercihen 40 μm 'den küçüktür, ayrıca tercih edildiği üzere 20 μm daha küçüktür.

40 μm , ayrıca tercih edildiği üzere 20 μm küçük W fazının 10 ortalama tane boyu özellikle düzenli püskürtme tutumuna ve böylece özellikle düzenli yoğunluğa sahip özellikle homojen katmanların ayrılmasına neden olur. Ayrıca W fazının kertik tesisi düşük tutulur ve bunun sonucunda hedef malzemesinin yeterli tokluğu optimum sağlanır.

15 W fazının birçok taneli aglomeraları çapta 40 μm olan boyutları aşabilir, bu tür aglomeralar buluş konusu püskürtme hedefindeki W fazının münferit taneleri olarak anlaşılmamalıdır.

W fazının ortalama tane boyutu kolayca bir kesim hattı yöntemi 20 üzerinden örneğin ASTM E112-12 sayılı patentte belirtildiği üzere bir metalografik mikrografla belirlenebilir.

Buluş konusu püskürtme hedefinde tercihen Ni (W) fazında bulunan doku <110> ana deformasyon yönüne doğru paraleldir.

Buluş konusu püskürtme hedefinde tercihen W fazında bulunan 25 doku <100> ana deformasyon yönüne paralel veya <111> ana deformasyon yönüne paraleldir veya belirtilen dokudaki miktarlar ana deformasyon yönüne paraleldir.

Boru şeklindeki püskürtme hedefi tercih edildiği durumlarda özellikle tek parçalı boru hedefinde radyal yön ana 30 deformasyon yönüdür. Plaka şeklindeki hedef durumunda normal düzencek ana deformasyon yönüdür.

Kristalli malzemenin dokusu bilindiği üzere ticari olarak temin edilebilen EBSD (Electron Backscatter Diffraction = geri saçılmalı elektron kırınımı yazılımı) yardımıyla taramalı 35 elektron mikroskopunda ölçülebilir. Mevcut durumda farklı

kristalografiye sahip birçok farklı muhtemel fazda münferit fazların (örn. W fazı, N (W) fazı) dokusu belirlenebilir. Bunlar özellikle optimum termomekanik işlem bağlamında buluş konusu üretim yönteminin bir parçası olarak eşit ve sağlam ayarlanabildiği için Ni (W) fazının dokusunun buluş konusu püskürtme hedefinin karakterize edilmesi için en iyi şekilde uygun olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca opsiyonel termomekanik işlem bağlamında deformasyon tercihen bu fazda gerçekleştirilmektedir, böylece istenen doku yeniden üretilebilecek şekilde ayarlanabilir.

Buluş konusu W Ni püskürtme hedefinde elektrorkom katmanın ayrılması için tercihen kullanılabilir. Birçok farklı püskürtme hedefinin (Co püskürtme) püskürtülmesinden feragat edilebilir. Ayrıca örneğin düz cam gibi geniş yüzeyli substratların kaplanması tercih edilen uygulamayla boru şeklinde püskürtme hedefi olarak, ayrıca tek parçalı boru hedefi olarak özellikle uygundur.

Muhtemel olarak buluş konusu W Ni püskürtme hedefi için diğer tercih edilen kullanımlar güneş ışığını emen katmanların ayrılması, yüksek sıcaklık oksidasyonuna karşı koruyucu katmanlar veya difüzyon bariyeri katmanlarıdır.

W-Ni püskürtme hedefinin toz metalurjik yönlendirici üzerinden üretilmesine yönelik buluş konusu yöntem en az aşağıdakilerden birini içermesi ile karakterize edilmektedir:

W tozu ve Ni tozundan oluşan toz karışımının sıkıştırma adımı basınç, sıcaklık veya basınç ve sıcaklık uygulamasıyla ham madde olarak sıkıştırılmaktadır.

Elde edilen ham madde soğuma adımı en azından 900 ila 750°C arasındaki sıcaklık aralığında 30K/dakikadan yüksek soğuma oranında soğutulur.

W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu yöntemin bir parçası olarak sıkıştırma adımı ilgili toz karışımının basınç, sıcaklık veya basınç ve sıcaklık uygulamasıyla ham madde olarak sıkıştırılır ve kompreslenir.

Bu örneğin presleme ve sinterleme, sıcak pres, soğuk izostatik presleme, sıcak izostatik presleme veya Spark Plasma Sintern (SPS) veya bunların birleşimi veya toz karışımlarının sıkıştırılmasına yönelik farklı tasarlanan işlem adımlarıyla yapılabilir.

5

Buluş konusu yöntem için kullanılabilen toz karışımının üretilmesi tercihen ilgili miktarın tartılması üzerinden W ayrıca Ni tozu ve karışımları uygun bir karıştırma ünitesinde toz karışımındaki bileşenlerin homojen dağılması sağlanana kadar karıştırılır. Toz karışımı olarak W ve Ni bileşenlerini içeren mevcut buluş kapsamında ön ve karıştırılmış toz anlaşılmalıdır. Bu şekilde üretilen toz karışımı sıkıştırma adımının gerçekleştirilmesi için tercihen bir kalıba doldurulur. Kalıp olarak hem soğuk izostatik presleme, sıcak pres kalıbı veya Spark-Plasma sinterleme tesisinde kalıp veya hortum hem de bidon sıcak izostatik preslemedeki bidon kast edilmektedir.

10

15

E edinilen ham maddenin en azından 900 ila 750°C arasındaki sıcaklık aralığında 30K/dakikadan yüksek soğuma oranında soğutulduğu W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu yöntemin bir parçası olarak soğuma adımı örneğin Ni_4W gibi istenmeyen entermetalik fazların meydana gelmesi, özellikle oluşması geniş ölçüde önlenir. Buluş konusu yöntemle üretilen W-Ni püskürtme hedefinde yüksek miktardaki entermetalik faz bir yandan kalan hedef için farklı püskürtme oranları böylece hedef malzemesi üzerinden düzensiz taşıma ve ayrılan katman kalınlığında dalgalanmalara neden olabilir. Ayrıca taşıyıcı malzemenin dokularında bulunan entermetalik kırılğan fazlar kıvılcım oluşumuna veya güçlü parçacık oluşumuna neden olabilir. Diğer yandan entermetalik fazların düşük tokluğu nedeniyle bu tür püskürtme hedefinin kullanımı zorlaşır.

20

25

30

Bu tür bir soğutma adımı hava, su veya yağın soğutulması gerçekleştirilebilir. Bu tür soğutma adımında entermetalik fazların oluşması optimum şekilde önlenebilir ve yöntemle

35

üretileen püskürtme hedefinde mikro yapılı ve mekanik özellikli mümkün olan iyi kombinasyonu vardır.

5 Açıklanan malzeme özellikleri ve hedefin mikro yapısının özellikle optimum şekilde ayarlanabilmesi için ayrıca tercih edildiği üzere bu tür soğutma adımında elde edilen ham madde en azından 900 ile 750°C arasında bir sıcaklık aralığında 50K/dakikadan yüksek soğutma oranında soğutulur.

10 Bilhassa tercih edildiği üzere açıklanan malzeme özellikleri ve hedefin mikro yapısının özellikle optimum şekilde ayarlanabilmesi için ayrıca tercih edildiği üzere bu tür soğutma adımında elde edilen ham madde en azından 1000 ile 600°C arasında bir sıcaklık aralığında 30 K/dakikadan yüksek; genellikle tercihen 50K/dakikadan yüksek soğutma oranında soğutulur.

15 W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu yöntemde sıkıştırma adımı sinterlemeyle 1100 ila 1450°C sıcaklıklarında gerçekleştirilmesinin özellikle avantajlı olduğu kanıtlanmıştır. Burada sinterleme olarak basınçsız sinterleme olarak tanımlanan sinterleme işlemi 2 MPa'dan daha az basınç, tercihen atmosferik basıncının altındaki bir basınç anlaşılmalıdır.

25 Bu sıcaklıklarda sıkıştırılarak mevcut toz karışımının sabit faz sinterlemede çok yüksek bağıl yoğunlukta gerçekleştirilmesi optimum şekilde sağlanmaktadır. 1100°C'nin altında sıkıştırıldığında ulaşılabilen yoğunluk çok düşük olabilir, 1450°C'den yüksek sıcaklıklarda hedef malzemenin mekanik istikrarına ilişkin zararlar meydana gelebilir. Belirtilen sıcaklık aralığında sıkıştırmada optimum ulaşılan yüksek yoğunluk kombinasyonları ve optimum mekanik özellikler sağlanır.

35 W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu yöntem tercihen sıkıştırma adımı ile soğutma adımı arasında elde edilen ham maddenin termomekanik veya termik işlemi gerçekleştirilmektedir. Bu tür termomekanik veya termik işleme örneğin yoğunluğun daha da artırılması ve/veya dokunun

daha da homojenleştirilmesi gibi avantajlı özellikler elde edilebilir. Tercihen ilgili termomekanik veya termik işleme gerekirse entermetalik faza ilişkin mevcut düşük miktarlar hedef malzemenin dokusuna homojen yayılabilir ve bunun olumsuz etkileri de minimize edilebilir. Bu hassas dağılımla püskürtme sırasında engebesiz daha eşit uygulama sağlanır.

5 W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik yöntem için uygulanan termomekanik veya termik işlem 970 ile 1450°C arasındaki sıcaklıkta gerçekleştirilmesi özellikle

10 avantajlıdır. Belirtilen sıcaklık aralığındaki termomekanik veya termik işlem iki fazlı alanda W (Ni) + Ni (W) gerçekleşir ve tercih edilen durumda istenmeyen diğer kırılğan entermetalik fazlar oluşmaz veya esasen oluşmamasını sağlar. En iyi durumda bu tür termomekanik veya termik işleme

15 sıkıştırmadan sonra bulunabilecek entermetalik fazlar geniş ölçüde ayrılabilir.

İstenmeyen kırılğan entermetalik fazların büyük ölçüde önlenmesiyle buluş konusu yöntemle üretilen W-Ni püskürtme hedefinin biçimi özellikle iyi bir şekilde değiştirilebilir.

20 Bu büyük formatlı püskürtme hedefinin ve özellikle uzun ve tercihen tek parçalı boru hedeflerinin üretilmesini kolaylaştırır ve ulaşılabilir son geometri yakınlığına avantajlı etki eder.

Mevcut buluş kapsamında termomekanik veya termik işlemin uygulanması için uygun yöntemler örneğin haddeleme, ekstrüzyon presi, dövme, akıtarak şekillendirme (Flowforming) veya sıcak izostatik preslemedir (HIP).

25 Mevcut buluş kapsamında termomekanik veya termik işlem bir veya çok kademeli süreç olarak uygulanabilir. Birçok uygun yöntemin kombinasyonu da mümkündür. Böylece termomekanik veya termik işlem hedef malzemesinin deformasyonunu içermeyen veya esasen kapsamayan bir veya birçok kısmi adım içerebilir.

30 Hem tek hem de çok kademeli termomekanik veya termik işlemlerde tercihen deformasyon oranları (enkesit indirgeme) %20 ile 80

35 arasında sıkıştırılarak elde edilen ham maddeye uygulanabilir.

Belirtilen deformasyon oranları hem münferit adımda hem de birçok adım üzerinden dağıtılarak uygulanabilir.

%20 ile %80 arasındaki deformasyon oranlarında hedef malzemenin gereken yoğunluğuna özellikle optimum şekilde ulaşılabilir, buna ek olarak %20 ile 80 arasındaki deformasyon oranları ekonomik açıdan özellikle avantajlıdır.

Termomekanik veya termik işlemin buluş konusu yöntemde W-Ni püskürtme hedeflerinin üretilmesi için en az bir dövme adımı içermesinin özellikle avantajlı olduğu tespit edilmiştir.

10 en az bir dövme adımı içeren termomekanik veya termik işleme özellikle isabetli olarak tanımlanan deformasyon oranları hedef malzemeye uygulanabilir. Böylece örneğin çok güçlü katılaşma ve bunun sonucunda uygulanabilir biçim değiştirme kuvvetlerinin aşılması önlenebilir.

15 En az bir dövme adımı içeren termomekanik veya termik işleme hem hedef malzemenin mekanik özelliklerine hem de püskürtme özelliklerine olumlu etki edebilecek dokular isabetli bir şekilde ayarlanabilir.

Ayrıca bir veya birçok dövme adımı üzerinden biçimi değiştirilen malzemenin kalınlığının uzunluğu boyunca değişiklik göstermesi ve isabetli bir şekilde ayarlanabilmesi mümkündür, bu da özellikle püskürtme ürünlerinin artırılması için kullanılabilir (farklı dış çaplara sahip farklı alanların uzunluğu üzerinden, "köpek kemiği" / "Dog Bone" hedefi).

25 Ayrıca döverek diğer mekanik işlemler veya hedef malzemenin diğer termomekanik veya termik işlemleri için uygun ve eşit yüzey kaliteli, yüksek diklik ve iyi yuvarlaklık sağlanabilir. Buluş konusu püskürtme hedefinin üretilmesi için yöntem ayrıca aşağıdaki adımları içerebilir:

30 Mekanik işleme

Bir veya birçok destek elemanına uygulama

Hem tane paketlenme adımından, soğutma adımından veya opsiyonel termomekanik veya termik işlemden sonra elde edilen ham maddenin mekanik veya hedef malzemenin işlenmesi istenebilir

veya gerekeli olabilir. Bu tür mekanik işlemeyle örneğin talaşlı imalat, taşlama, cilalama üzerinden hem son geometri ayarlanabilir ya da net bir şekilde belirtilebilir hem de örneğin talep edilen belli bir yüzey kalitesi ayarlanabilir.

5 Buluş konusu yöntemle üretilen püskürtme hedefi ayrıca bir veya birçok uygun destek elemanı ile uygulanabilir. Bu örneğin tutturma adımıyla yapılabilir. İlgili destek elemanları örneğin farklı geometriye sahip arka plakalar veya tercih edilen durumda boru şeklinde püskürtme hedefleri, özellikle
10 bir destek borusunun tek parçalı boru hedefi, destek, flanş veya başka türlü oluşturulan bağlantı parçaları gibi tüm borudan geçişli olmayan destek elemanları şeklinde oluşturulan bağlantı parçaları ve çok parçalı destek boruları veya elemanları olabilir.

15 Uygun destek elemanları örneğin paslanmaz çelik, Cu, Cu alaşımları, Ti veya Ti alaşımlarından üretilebilir. İlgili destek elemanlarını üretmek için diğer malzemeler de kullanılabilir.

Tutturma adımı için tercihen örneğin indiyum gibi erime
20 noktası düşük elementler veya alaşımlar kullanılır. Ek olarak daha iyi ıslatmak için opsiyonel örneğin Ni gibi yapıştırma araçları kullanılabilir. Uygulama tutturma adımı yerine ilgili destek elemanlarına kaynak veya yapıştırma veya örneğin vidalama veya sıkıştırma gibi şekilsel sabitlemeli bağlantı
25 üzerinden yapılabilir.

Korozyona dayanıklı koruyucu düzeneklerin uygulanması da örneğin boya veya plastik kaplama şeklinde en azından hedef malzemenin iç çapının parçalarında başka bir adım olarak buluş
30 konusu yöntem kapsamında W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesi için mümkündür.

Tercih edilen durumda W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu yöntemle %45 ile 75 arasında, kalanı Ni ayrıca mutat kirleri içeren püskürtme hedefi üretilir. Bu durumda buluş konusu yöntemin uygulanmasıyla üretilen W-Ni

püskürtme hedefinin Ni (W) fazı, W fazı ayrıca hedef malzemenin kesit yüzeyinde entermetalik fazların ölçülen ortalama yüzey miktarını içermeyen veya bunu %10'un altında içermesi sağlanır. Yüzey miktarı olarak 1000 katı büyütülen 5 metalografik perdahın 100 x 100 p.m boyutunda 5 görüntü kesitinde ölçülen yüzey miktarının 5 ölçümünün aritmetik ortalamasının hesaplanması anlaşılmaktadır.

W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu yöntemle bu yöntemle üretilen W-Ni püskürtme hedeflerinin 10 bağıl yoğunluğunun %96'dan fazla olması sağlanabilir. Buluşun özellikle tercih edilen uygulamalarında bağıl yoğunluklar %99'un üzerine ulaşabilmelidir.

Elde edilen hedef malzemesinin saflığı ve mekanik özellikleri W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu 15 yöntemle optimize edilebilir.

Bu şekilde üretilen püskürtme hedefinde buluş konusu yöntem kirlilik miktarının çok düşük olmasını sağlar, örneğin oksijen miktarının 100 µg/g altında, özellikle tercih edildiği üzere 90 µg/g altında, ayrıca tercih edildiği üzere 75 µg/g altında, 20 bilhassa tercih edildiği üzere 59 µg/g altındadır. Kırılgan entermetalik fazların oluşturulmasının büyük ölçüde önlenmesi ayrıca tercihen buluş konusu yöntemle üretilen W-Ni püskürtme hedefinin sertliğinin optimize edilmesine de neden olur.

Tercih edilen durumda W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine 25 yönelik buluş konusu yöntemle %45 ile 75 arasında, kalanı Ni ayrıca mutata kirleri içeren püskürtme hedefi üretilir. Bu durumda buluş konusu yöntemle tercihen 500 HV10'un altında bir sertliğe ulaşılmaktadır.

Tercih edilen durumda W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine 30 yönelik buluş konusu yöntemle %45 ile 75 arasında, kalanı Ni ayrıca mutata kirleri içeren püskürtme hedefi üretilir. Bu durumda buluş konusu yöntemle hedef malzemenin kesit yüzeyinde ölçülen yüzey miktarı W fazında %15 ile %45 arasına ulaşır.

Tercih edilen durumda W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine 35 yönelik buluş konusu yöntemle %45 ile 75 arasında, kalanı Ni

ayrıca mutat kirleri içeren püskürtme hedefi üretilir. Bu durumda buluş konusu yöntemle W fazının ortalama tane boyu 40 µm'den küçük, ayrıca tercihen 20 µm'den küçük olması sağlanır. Tercih edilen durumda termomekanik işlemin gerçekleştiği W-Ni

5 püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu yöntemin uygulanmasında bu şekilde üretilen W-Ni püskürtme hedefinde Ni (W) fazında bulunan doku <110> ana deformasyon yönüne paraleldir.

Tercih edilen durumda termomekanik işlemin gerçekleştirildiği

10 W-Ni püskürtme hedefinin üretilmesine yönelik buluş konusu yöntemin uygulanmasında bu şekilde üretilen W-Ni püskürtme hedefinde W fazında bulunana doku <100> ana deformasyon yönüne paraleldir veya <111> ana deformasyon yönüne paraleldir veya belirtilen doku bileşenlerindeki miktarlar ana

15 deformasyon yönüne paraleldir.

Boru şeklindeki püskürtme hedefi tercih edildiği durumlarda özellikle tek parçalı boru hedefinde radyal yön ana deformasyon yönüdür. Plaka şeklindeki hedef durumunda normal düzencek ana deformasyon yönüdür.

20 Buluş aşağıda üretim örnekleri ve şekillerin yardımıyla daha ayrıntılı açıklanacaktır.

UYGULAMA ÖRNEKLERİ

Uygulama örnekleri Tablo 1'de özetlenmiştir.

Tablo 1: * buluş konusu örnekleri işaret eder

Örnek	W [wt%]	Ni [wt%]	Sinterleme sıcaklığı [°C]	Termomekanik veya işlem, soğutma	Dönüştürme derecesi [%]	Yoğunluk [%]	Yüzey W-fazı [%]	W fazının tane boyutu [µm]	Enterm. yüzey fazı [%]	Doku Ni (W)	Sertlik	Miktar [µg/g]
1 *	60	40	1350	Dövmeye, 1300°C, 25 havayı soğutma	25	99,7	30	15	7	<11.0>	344	9
2 *	60	40	1350	Dövmeye, 1250°C, 25 tavlama 1000°C 1 sa, havayı soğutma	25	99,7	29	14	<5	<11.0>	331	11
3 *	70	30	1350	Dövmeye, 1300°C, 50 havaya soğutma	50	99,5	39	19	8	<11.0>	442	70
4	43	57	1350	Yok, Fırının soğutulması	0	78	8	13	12	Yok	163	268
5	60	40	1200	Yok, Fırının soğutulması	0	77	30	15	15	Yok	165	96
6	60	40	1000	Dövmeye, 1300°C 25 (pişirme), fırının	25	65	-	-	-	-	74	120

Örnek 1:

Ham madde olarak Fisher uyarınca 4 µm tane boyutlu W metal tozu ve Fisher uyarınca 4,2 µm tane boyutlu Ni metal tozu kullanıldı. Tozlar %60 W ve %40 Ni oranında kapalı bir kaba

5

dolduruldu ve 1 sa çalkalayıcıda karıştırıldı. Çapı 300 mm olan tek tarafı kapalı kauçuk hortumda ortaya 141 mm çaplı çelik mastar konumlandırıldı. Toz karışımı çelik çekirdek ve kauçuk çeperi arasındaki bir ara bölüme dolduruldu ve kauçuk hortumun açık ucu bir kauçuk kapakla kapatıldı.

10

Kapatılan kauçuk hortum soğuk izostatik faza konumlandırıldı ve 200 MPa basınçla bağıl yoğunluğu %61 ve dış çapı 240 mm olan boru demir külçesi şeklinde yaş kütle olarak preslendi.

Bu şekilde üretilen yaş kütle dolaylı sinterleme fırınında 1350°C sıcaklıkta sinterlendi. Sinterlemeden sonraki bağıl

15

yoğunluk %95'tir.

Sinterlendikten sonra boru demir külçesinin her tarafı mekanik olarak dış çapı 200 mm, iç çapı 127 mm ve uzunluğu 900 mm olan bir geometride işlendi.

20

Bunun bir diğer sonucu olarak boru demir külçesi 1300°C sıcaklıkta ısıtıldıktan sonra bir mandrelle dövüldü, böylece havayla soğutulan uzunluğu 1200 mm, dış çapı 180 mm ve iç çapı 120 mm olan boru oluşturuldu. 900 ila 750°C arasındaki bir sıcaklık aralığında 37 K/dak soğutma hızı gerçekleştirildi.

25

Dövüldükten sonra hedef malzemenin bağıl yoğunluğu %99,7, sertliği 344 HV10'dur. Oksijen miktarı 9 µg/g olarak ölçüldü.

Doku ölçümünde tercih edilen oryantasyon <110> yönünde Ni(W) fazında tespit edilebildi. W fazının yüzeyi %30, ortalama tane boyu 15 µm'dir. Entermetalik fazın yüzey miktarları %7'dir.

Örnek 2:

30

Örnek 1'e benzer şekilde bir boru demir külçesi üretildi:

Bunun bir diğer sonucu olarak boru demir külçesi 1250°C sıcaklıkta bir mandrelle dövüldü, böylece uzunluğu 1200mm, dış çapı 180 mm ve iç çapı 120 mm olan boru oluşturuldu. Ayrıca

tavlama işlemleri bir saat boyunca 1000°C'de bir saat sürdürüldü, ardından havayla soğutuldu. 900 ila 750°C arasındaki bir sıcaklık aralığında 58K/dak soğutma hızı gerçekleştirildi.

5 Ardından hedef malzemenin yoğunluğu %99,7, sertliği 331 HV10'dur. Oksijen miktarı 11 µg/g olarak ölçüldü. Doku ölçümünde tercih edilen oryantasyon <110> yönünde Ni(W) fazında tespit edilebildi. W fazının yüzeyi %29, ortalama tane boyu 14 µm. Entermetalik fazın yüzey miktarları %5, yani bu entermetalik faz miktarlarının XRD ile ölçülemediği anlamına gelir.

Örnek 3:

Örnek 1 ve 2'ye benzer olarak bir boru demir külçesi üretildi, W ve Ni tozu %70 W ve %30 Ni oranında kullanıldı.

15 Bunun bir diğer sonucu olarak boru demir külçesi 1300°C sıcaklıkta bir mandrelle dövüldü, böylece havayla soğutulan uzunluğu 1200 mm, dış çapı 180 mm ve iç çapı 120 mm olan boru oluşturuldu. 900 ila 750°C arasındaki bir sıcaklık aralığında 34K/dak soğutma hızı gerçekleştirildi.

20 Ardından hedef malzemenin yoğunluğu %99,5, sertliği 442 HV10'dur. Oksijen miktarı 70 µg/g olarak ölçüldü.

Doku ölçümünde tercih edilen oryantasyon <110> yönünde Ni(W) fazında tespit edilebildi. W fazının yüzeyi %39, ortalama boyut 19 µm. Entermetalik fazın yüzey miktarları %8'dir.

Örnek 4:

25 Örnek 1 ila 3'e benzer olarak bir boru demir külçesi üretildi, W ve Ni tozu %43 W ve %57 Ni oranında kullanıldı. Termomekanik veya termik işlem yapılmadı. Sinterlendikten sonra fırında soğutuldu; burada 900 ile 750°C arasındaki bir sıcaklık aralığında 10 K/dak soğutma oranına ulaşıldı Sinterlendikten sonra hedef malzemenin bağıl yoğunluğu %78, sertliği 163 HV10'dur. Düşük sertlik değeri düşük yoğunlukla nedenlendirilmektedir. Oksijen miktarı 268 µg/g olarak ölçüldü.

W fazının yüzeyi %8, ortalama tane boyu 18 µm. Entermetalik fazın yüzey miktarları %12'dir.

Örnek 5:

5 Örnek 1 ve 2'ye benzer boru demir külçesi üretildi, fakat 1200°C sıcaklıkta sinterlendi. Termomekanik veya termik işlem yapılmadı. Sinterlendikten sonra fırında soğutuldu; burada 900 ile 750°C arasındaki bir sıcaklık aralığında 10 K/dak soğutma oranına ulaşıldı. Sinterlendikten sonra hedef malzemenin bağıl yoğunluğu %77, sertliği 165 HV10'dur. Düşük sertlik değeri 10 düşük yoğunlukla nedenlendirilmektedir. Oksijen miktarı 96 µg/g olarak ölçüldü.

W fazının yüzeyi %30, ortalama boyut 15 µm. Entermetalik fazın yüzey miktarları %15'dir.

Örnek 6

15 Örnek 1 ve 2'ye benzer boru demir külçesi üretildi, fakat 1000°C sıcaklıkta sinterlendi. Sinterlendikten sonra fırında soğutuldu; burada 900 ile 750°C arasındaki bir sıcaklık aralığında 10 K/dak soğutma oranına ulaşıldı Sinterlendikten sonra hedef malzemenin bağıl yoğunluğu %77, sertliği 74 20 HV10'dur. Oksijen miktarı 120 µg/g olarak ölçüldü. Bunun bir diğer sonucu olarak boru demir külçesi 1300°C'de bir mandrel üzerinden dövülmeye çalışıldı, hedef malzeme mekanik olarak başarısız olduğu için deney sonlandırıldı. Doku ayrıca faz 25 miktarları ve tane boyutu için herhangi bir değer belirlenemedi.

Şekiller:

Şekil 1: Ni(W) sisteminin faz diyagramı (kaynak: ASM International's Binary Alloy Phase Diagrams, Second Edition) buluş konusu bileşim alanında işaretlenmiştir.

30 Şekil 2: Buluş konusu olmayan %60 W, %40 Ni'li W-Ni püskürtme hedefinin dokusu %25'lik 85 ml NH₄OH + 5 ml H₂O₂ çözeltisiyle dağıldı. Entermetalik fazın yüzey miktarı

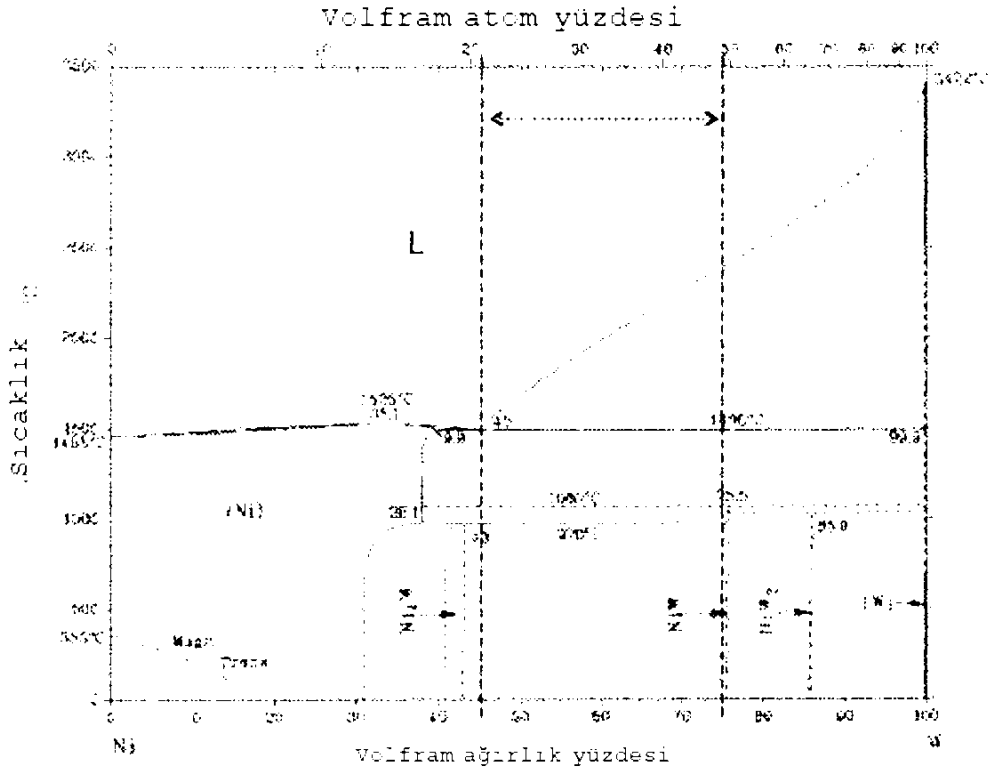
%11,7, W fazının yüzey miktarı %22,9, kalanı Ni(W).

5 Şekil 3: Buluş konusu %60 W, %40 Ni'li W-Ni püskürtme hedefinin dokusu %25'lik 85 ml NH₄OH + 5 ml H₂O₂ çözeltisiyle dağıldı. Değerlendirilebilir entermetalik faz miktarı yok, W fazı yüzey %29,5, kalanı Ni(W).

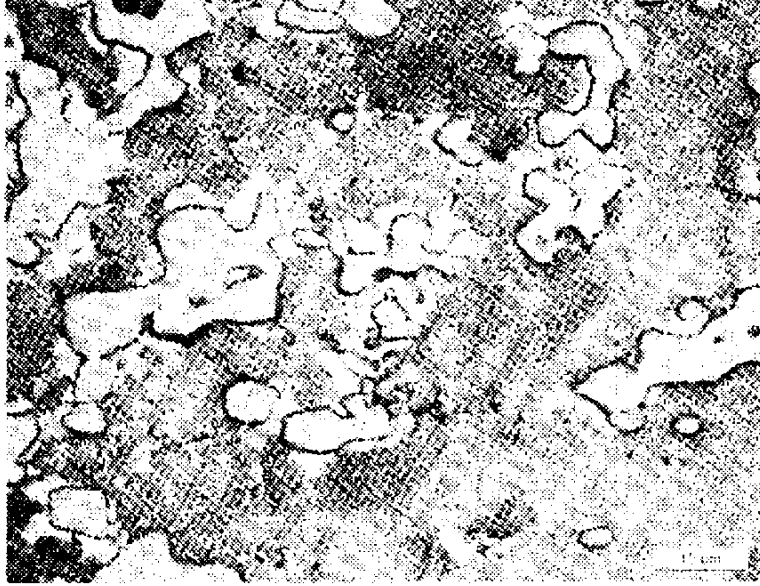
Şekil 4: Buluş konusu olmayan W-Ni püskürtme hedefinin numunesinin röntgen ışını difraksiyonu, entermetalik faz (Ni₄W) miktarları %10'dan (yüzey) daha fazladır.

10 Şekil 5: Buluş konusu W-Ni püskürtme hedefinin numunesinin röntgen ışını difraksiyonu, entermetalik faz (Ni₄W) miktarı tespit edilemedi.

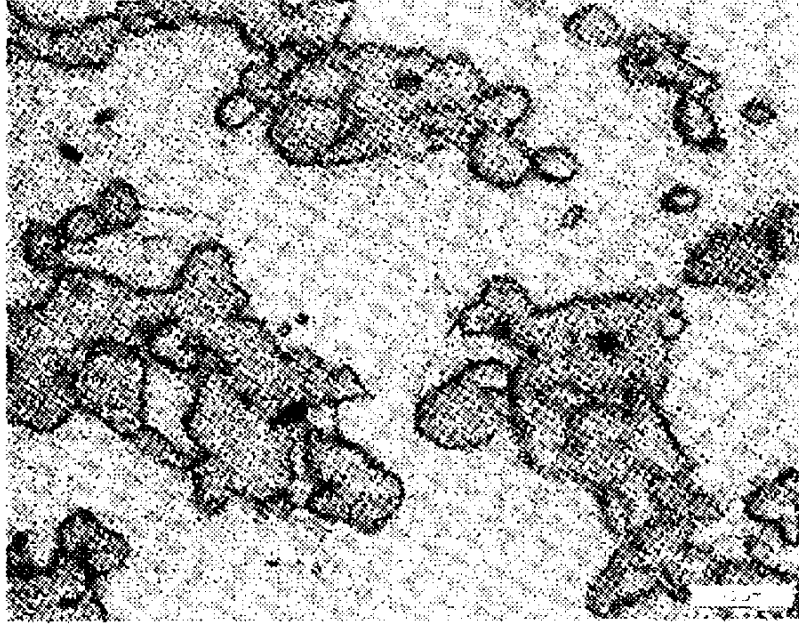
Gösterilen kırınım görüntüsünün değerlendirilmesi için JCPDS kartları 03-065-2673 (Ni₄W), 00-004-0806 (W) ayrıca 03-065-4828 (Ni₁₇W₃, Ni(W) uygun, W ile doymuş hale getirilen Ni karışım kristali) kullanılır.



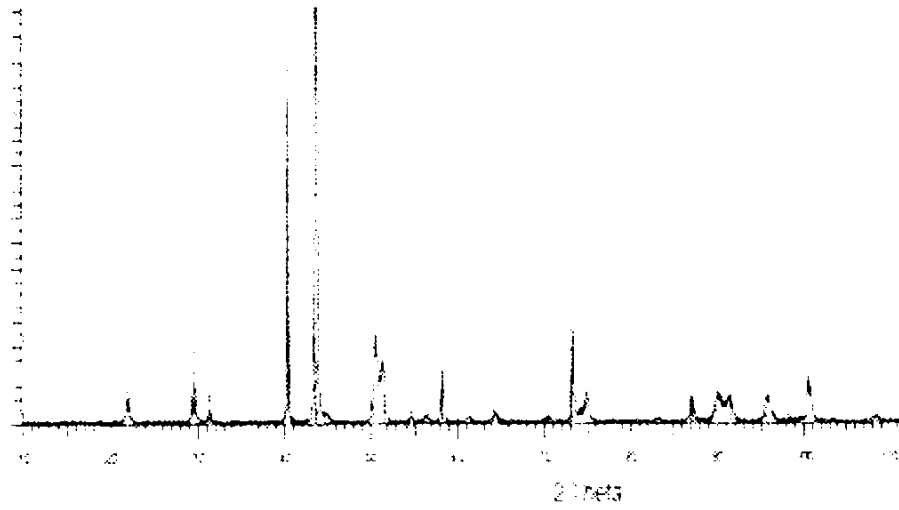
Şekil 1



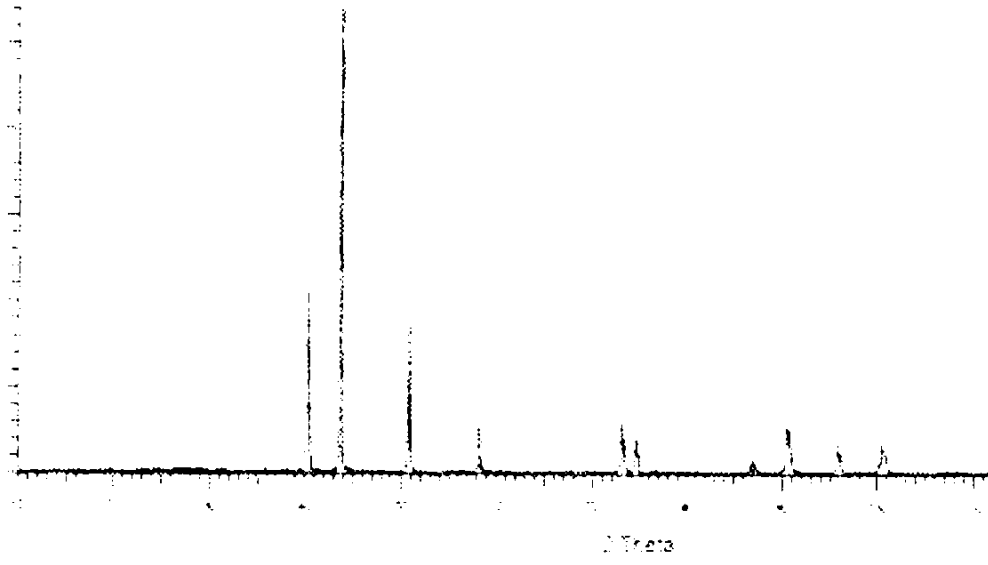
Şekil 2



Şekil 3



Şekil 4



Şekil 5