

**T.C.**  
**FIRAT ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**



**ZR ESASLI NANO GÖZENEKLİ GETTER MALZEMELERİNİN  
ÜRETİLMESİ VE MİKRO YAPI ÖZELLİKLERİNİN  
İNCELENMESİ**

**Mehmet ÖNGEL**

Yüksek Lisans Tezi

**METALÜRJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Teknolojileri

Seramik

HAZİRAN 2020

**T.C.**  
**FIRAT ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı  
Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Teknolojileri

Yüksek Lisans Tezi

# **ZR ESASLI NANO GÖZENEKLİ GETTER MALZEMELERİNİN ÜRETİLMESİ VE MİKRO YAPI ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Tez Yazarı  
**Mehmet ÖNGEL**

Danışman  
Doç. Dr. İlyas SOMUNKIRAN

HAZİRAN 2020  
ELAZIĞ

## BEYAN

Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım “Zr Esaslı Nano Gözenekli Getter Malzemelerinin Üretilmesi Ve Mikro Yapı Özelliklerinin İncelenmesi” Başlıklı Yüksek Lisans Tezimin içindeki bütün bilgilerin doğru olduğunu, bilgilerin üretilmesi ve sunulmasında bilimsel etik kurallarına uygun davrandığımı, kullandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi, maddi ve manevi desteği olan tüm kurum/kuruluş ve kişileri belirttiğimi, burada sunduğum veri ve bilgileri unvan almak amacıyla daha önce hiçbir şekilde kullanmadığımı beyan ederim.

22/06/2020

**Mehmet ÖNGEL**



# ÖNSÖZ

---

Bu çalışmada, ZrVFe alaşımlı getter malzemesi toz metalürjisi yöntemiyle üretilerek presleme ve sıcaklık değerleri araştırılmıştır. Üretilen getter malzemelerin Presleme ve sinterleme sıcaklığı değişiminin yoğunluk, porozite, sertlik ve mikroyapıya etkisi incelenmiştir.

Tez çalışmam boyunca benden yardım ve desteklerini esirgemeyen değerli danışman hocam Doç. Dr. İlyas SOMUNKIRAN'a, bilgi ve fikirlerinden yararlandığım Doç. Dr. Cenk AKTAŞ'a ayrıca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen Tan Çelik A.Ş. ailesine ve sabırlarından dolayı Aileme teşekkürlerimi ve şükranlarımı sunarım.

Bu tez çalışması, Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (FÜBAP) koordinatörlüğü tarafından TEKF.19.04 proje numarasıyla desteklenmiştir.

**Mehmet ÖNGEL**  
ELAZIĞ, 2020

# İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖNSÖZ.....	iv
İÇİNDEKİLER .....	v
ÖZET .....	vii
ABSTRACT.....	viii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR .....	xii
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....</b>	<b>2</b>
<b>3. TOZ METALURJİSİ .....</b>	<b>5</b>
3.1. Metal Tozlarının Üretim Yöntemleri.....	5
3.2. Metal Tozlarının Karıştırılması .....	6
3.3. Metal Tozlarının Şekillendirilme Süreçleri .....	6
3.4. Sinterleme.....	7
<b>4. MATERYAL VE METOT .....</b>	<b>9</b>
4.1. Getter Malzemeler .....	9
4.2. Getter Malzeme Çeşitleri.....	10
4.2.1. Flashed Getters.....	10
4.2.2. Non-Evaporable Getters (NEG) .....	11
4.3. Getter Malzemesi Olarak Kullanılan Metallerin Özellikleri.....	15
4.3.1. Tantal .....	15
4.3.2. Kolombiyum .....	15
4.3.3. Zirkonyum.....	15
4.3.4. Toryum.....	17
4.3.5. Titanyum .....	17
4.3.6. Alüminyum .....	17
4.3.7. Magnezyum.....	17
4.3.8. Baryum.....	17
4.3.9. Fosfor .....	17
4.4. Deneysel Çalışmalar .....	18
4.4.1. Çalışmada Kullanılan Metal Tozları .....	18
4.4.2. Numunelerin Üretim Aşamaları .....	19
4.4.3. Metal Tozlarının Boyut ve Oranlarının Belirlenmesi .....	19
4.4.4. Metal Tozlarının Karıştırılması .....	19
4.4.5. Metal Toz Karışımlarının Preslenmesi .....	20
4.4.6. Preslenmiş Kompakt Yapıların Sinterleme Çalışmaları .....	20
4.4.7. Mikroyapı İncelemeleri .....	21
4.4.8. SEM-EDS İncelemeleri .....	21
4.4.9. Sertlik Ölçümleri.....	22
4.4.10. Yoğunluk Ölçümü ve Porozite Hesabı.....	22

<b>5. BULGULAR VE TARTIŞMA .....</b>	<b>24</b>
5.1. Mikroyapı Sonuçları .....	24
5.2. SEM - EDS Sonuçları.....	28
5.3. Numunelerin Yoğunluk ve Porozite Sonuçları .....	48
5.4. Makro Sertlik Analizi Sonuçları.....	52
<b>6. SONUÇLAR.....</b>	<b>54</b>
ÖNERİLER .....	56
KAYNAKLAR.....	57
ÖZGEÇMİŞ .....	59



## ÖZET

---

### Zr Esaslı Nano Gözenekli Getter Malzemelerinin Üretilmesi Ve Mikro Yapı Özelliklerinin İncelenmesi

**Mehmet ÖNGEL**

Yüksek Lisans Tezi

FIRAT ÜNİVERSİTESİ

Fen Bilimleri Enstitüsü

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Teknolojileri

Haziran 2020, Sayfa: xii + 58

---

Toz metalürjisi ile üretimi yapılan ve geniş uygulama alanına sahip gaz giderici olarak da bilinen ‘Getter’ malzemeler vakum ortamını korumak için büyük önem arz etmektedir. Vakum sisteminin çalışma şekline bağlı olarak farklı tiplerde gaz giderici malzemeler geliştirilmiştir. Buharlaşmayan gaz giderici olarak da bilinen ‘Non-Evaporable Getter’ malzemeler en çok elektronik alanda yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bu çalışmada, tane boyutu 60-100 nm aralığındaki Zirkonyum, Vanadyum ve Demir tozları, toz metalürjisi yöntemiyle üretilerek presleme ve sıcaklık değerleri araştırılmıştır. Üretilen getter malzemelerin Presleme ve sinterleme sıcaklığı değişiminin yoğunluk, porozite, sertlik ve mikroyapıya etkisi incelenmiştir. Artan presleme basıncı ve sinterleme sıcaklığı etkisi ile sertlik değeri ve yoğunluğunun arttığı, gözenekliliğin azaldığı belirlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Buharlaşmayan gaz giderici, Zr-V-Fe, Toz Metalürjisi

## ABSTRACT

---

### Production Of Zirconium Based Nano Porous Getter Materials And Investigation Of Microstructure Properties

**Mehmet ÖNGEL**

Master's Thesis

FIRAT UNIVERSITY

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Metallurgical and Materials Engineering

Metallurgical and Materials Engineering Technologies

June 2020, Pages: xii + 58

---

The protection of the vacuum environment of Getter, also known as degasser of powder metallurgy, is of great importance. Depending on the way the vacuum system works, different types of degassing materials have been developed. The materials of 'Non-Evaporable Getter', also known as non-evaporative degasser, are widely used in the electronic field.

In this study, zirconium, vanadium and iron powders in the range of 60-100 nm are produced by powder metallurgy method and pressing and temperature values are investigated. The effects of pressing and sintering temperature changes of the produced getter materials on density, porosity, hardness and microstructure were investigated. It was determined that the hardness value and density increased and porosity decreased with the effect of increasing pressing pressure and sintering temperature.

**Keywords:** Non-Evaporable Getter, Zr-V-Fe, Powder Metallurgy

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 3.1. T/M prosesinin kavramsal gösterimi .....	5
Şekil 3.2. Tek yönlü presleme işlem basamakları .....	6
Şekil 3.3. Küresel bronz parçacıkların sinter sonrası boyun oluşumunun TEM görüntüsü .....	7
Şekil 3.4. Boyun Bölgesinde Gerçekleşen Muhtemel Sinterleme Mekanizmaları .....	8
Şekil 4.1. Getter Malzemesinin Vakum Sistemine Uygulama Görüntüsü .....	9
Şekil 4.2. Flashed Getter Uygulama Görüntüleri .....	11
Şekil 4.3. Buharlaşmayan Alıcıların Aktivasyon Süreci .....	12
Şekil 4.4. St707'ye Ait Çeşitli Form Görüntüleri .....	13
Şekil 4.5. St707'nin Yüzey Kompozisyonu ve Aktivasyon Sıcaklığını Göstermekte .....	13
Şekil 4.6. St 172'ye ait pompalama hızı ve adsorbe miktarları verilmiştir .....	14
Şekil 4.7. Deneysel çalışmaların akış şeması .....	18
Şekil 4.8. Karıştırıcı geometrileri .....	20
Şekil 4.9. Specac hidrolik pres .....	20
Şekil 4.10. Nevola <sup>TM</sup> marka atmosfer kontrollü fırın .....	21
Şekil 4.11. Bulut Makina <sup>TM</sup> (Fırat Üniversitesi) - Emcotest durajet marka sertlik ölçme cihazları .....	22
Şekil 4.12. AND / GR 200 marka hassas terazi .....	22
Şekil 5.1. 1 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	24
Şekil 5.2. 2 numaralı (1400 °C, 452 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	24
Şekil 5.3. 3 numaralı (1400 °C, 490 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	25
Şekil 5.4. 4 numaralı (1400 °C, 527 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	25
Şekil 5.5. 5 numaralı (1400 °C, 565 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	26
Şekil 5.6. 6 numaralı (1250 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	26
Şekil 5.7. 7 numaralı (1300 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	27
Şekil 5.8. 8 numaralı (1350 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	27
Şekil 5.9. 9 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100) .....	28
Şekil 5.10. 1 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü .....	28
Şekil 5.11. 1 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin EDS analizi .....	29
Şekil 5.12. 1 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin toz dağılımı .....	30
Şekil 5.13. 2 numaralı (1400 °C, 452 MPa) numunenin SEM görüntüsü .....	31
Şekil 5.14. 2 numaralı (1400 °C, 452 MPa) numunenin EDS analizi .....	31
Şekil 5.15. 2 numaralı (1400 °C, 452 MPa) numunenin toz dağılımı .....	32
Şekil 5.16. 3 numaralı (1400 °C, 490 MPa) numunenin SEM görüntüsü .....	33
Şekil 5.17. 3 numaralı (1400 °C, 490 MPa) numunenin EDS analizi .....	33
Şekil 5.18. 3 numaralı (1400 °C, 490 MPa) numunenin toz dağılımı .....	34
Şekil 5.19. 4 numaralı (1400 °C, 527 MPa) numunenin SEM görüntüsü .....	35
Şekil 5.20. 4 numaralı (1400 °C, 527 MPa) numunenin EDS analizi .....	35
Şekil 5.21. 4 numaralı (1400 °C, 527 MPa) numunenin toz dağılımı .....	36
Şekil 5.22. 5 numaralı (1400 °C, 565 MPa) numunenin SEM görüntüsü .....	37
Şekil 5.23. 5 numaralı (1400 °C, 565 MPa) numunenin EDS analizi .....	37
Şekil 5.24. 5 numaralı (1400 °C, 565 MPa) numunenin toz dağılımı .....	38
Şekil 5.25. 6 numaralı (1250 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü .....	39

Şekil 5.26. 6 numaralı (1250 °C, 415 MPa) numunenin EDS analizi .....	39
Şekil 5.27. 6 numaralı (1250 °C, 415 MPa) numunenin toz dağılımı .....	40
Şekil 5.28. 7 numaralı (1300 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü.....	41
Şekil 5.29. 7 numaralı (1300 °C, 415 MPa) numunenin EDS analizi .....	41
Şekil 5.30. 5 numaralı noktanın EDS analizi.....	42
Şekil 5.31. 6 numaralı noktanın EDS analizi.....	42
Şekil 7.32. 7 numaralı noktanın EDS analizi.....	43
Şekil 5.33. 8 numaralı noktanın EDS analizi.....	43
Şekil 5.34. 8 numaralı (1350 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü.....	44
Şekil 5.35. 8 numaralı (1350 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü.....	44
Şekil 5.36. 8 numaralı (1350 °C, 415 MPa) numunenin toz dağılımı .....	45
Şekil 5.37. 9 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü.....	46
Şekil 5.38. 9 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin EDS analizi .....	46
Şekil 5.39. 9 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin toz dağılımı .....	47
Şekil 5.40. Presleme basıncının poroziteye olan etki grafiği.....	48
Şekil 5.41. Presleme basıncının yoğunluğa olan etki grafiği.....	49
Şekil 5.42. Sinterleme Sıcaklığının poroziteye olan etki grafiği .....	50
Şekil 5.43. Sıcaklığın yoğunluğa olan etki grafiği .....	51
Şekil 5.44. Presleme basıncının sertliğe olan etki grafiği.....	52
Şekil 5.45. Sinterleme Sıcaklığının sertliğe olan etki grafiği .....	53

## TABLolar LİSTESİ

Sayfa

---

<b>Tablo 4.1.</b> Getter Malzeme Çeşidine Göre Absorbe Edeceği Gaz Türü Ve Miktarları .....	10
<b>Tablo 4.2.</b> Zirkonyum tozlarının gaz türü ve absorbe edeceği miktarlar. ....	16
<b>Tablo 4.3.</b> Metal toz tane büyüklükleri .....	18
<b>Tablo 4.4.</b> Üretim Parametreleri .....	19
<b>Tablo 5.1.</b> Presleme Basınç miktarına göre ortaya çıkan porozite miktarı.....	48
<b>Tablo 5.2.</b> Presleme Basınç miktarına göre ortaya çıkan yoğunluk miktarı.....	49
<b>Tablo 5.3.</b> Sıcaklık miktarına göre ortaya çıkan porozite miktarı .....	50
<b>Tablo 5.4.</b> Presleme Basınç miktarına göre ortaya çıkan sertlik miktarı.....	52
<b>Tablo 5.5.</b> Sinterleme Sıcaklığı değerine göre ortaya çıkan sertlik miktarı .....	53

## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

---

°C	: Santigrat derece
Al	: Alüminyum
Ar	: Argon
Ba	: Baryum
Ca	: Kalsiyum
CO	: Karbon monoksit
CO <sub>2</sub>	: Karbon dioksit
Fe	: Demir
H <sub>2</sub> O	: Su
He	: Helyum
HF	: Hidroflorik Asit
HNO <sub>3</sub>	: Nitrik Asit
KgF	: Kilogram Kuvvet
Kr	: Kripton
MPa	: Megapaskal
N	: Azot
Ni	: Nikel
O <sub>2</sub>	: Oksijen
Th	: Toryum
ThO <sub>2</sub>	: Toryum Oksit
Ti	: Titanyum
V	: Vanadyum
Xe	: Ksenon
Zr	: Zirkonyum

### Kısaltmalar

---

EDS	: Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
T/M	: Toz Metalurjisi

# 1. GİRİŞ

Gaz giderici malzemelerin kullanımı, bazı katı maddelerin adsorpsiyon, emilim veya tıkanıklık ile serbest gazları toplayabilme yeteneğine dayanmaktadır. Bu etki, egzoz periyodunu kısaltmak ve yüksek bir vakumu veya asal gaz atmosferinin saflığını geliştirmek ve korumak için elektronik alanında yaygın olarak kullanılmaktadır.

Gözenekli gaz gidericiler, genellikle bu amaç için ısıtılan, tüpün sıcak elektrotları üzerine monte edilen tabakalar veya gaz emici metallerin telleridir. Bazı durumlarda ısıtma ayrı bir ısıtma kaynağı ile gerçekleştirilir.

Kaplama gaz gidericileri genellikle, hizmet esnasında sürekli olarak 200 ve 1.200 °C arasındaki sıcaklıklarda muhafaza edilen vakum tüplerinin elektrotlarına uygulanır. Bu tür alıcılar genellikle elektrot yüzeyleri üzerinde sintirlenen uçucu olmayan metal tozlarından oluşur.

Buharlaşılabilen gaz gidericiler de, kimyasal olarak aktif, nispeten uçucu metaller çoğunlukla alkali toprak grubunun metalleri, pompalama işleminin sonunda desteklerini ısıtmak suretiyle buharlaşır. Yoğuşmadan önceki ve sonraki metal buharı, soy gazın dışındaki tüm kalıntılarla tek başına reaksiyona girer ve borunun tüm soğuk kısımları üzerinde, özellikle de boru cidarları üzerinde, alıcı ayna olarak adlandırılır. Bu yüzey, geniş alanı nedeniyle, tüpün ömrü boyunca serbest bırakılan kimyasal veya fiziksel olarak gazları bağlayabilmektedir. Püskürtme mekanizmasına ve gazların hareketine bağlı olarak malzeme iki gruba ayrılabilir: korozyon tipi ve çözelti tipi. Bu açıdan bakıldığında, baryum (Ba), gazlar ve zirkonyum (Zr) tarafından kimyasal korozyonun tipik bir örneğidir ve bir metaldeki gazların bir solüsyonudur. Oksit film, gözenek ve tutarsızsa korozyon meydana gelir, bu nedenle oksidasyona uğrayacak metalinkinden daha küçükse, genellikle oksidasyonun önüne geçmez. Bu durumda, çevredeki atmosferden gaz emilimi kesintisiz devam edebilir, alkali ve alkali toprak metallerin oksitleri metalden daha az hacme sahiptir.

Uzun zamandan beri neredeyse tüm metallerin (tamamen gazdan arındırıldıktan sonra) yüzeylerindeki gazları emebileceği bilinmektedir (Espe, 2016).

## 2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Bu bölümde Zr esaslı V-Fe alaşımlar ve Buharlaşmayan Getter üzerine yapılmış çalışmalar incelenerek literatür özetleri verilmiştir.

Roupcová ve Schneeweiss yaptıkları çalışmada hidrürlenme ve vakumla dehidrasyon çevrimlerinden sonra Zr-V-Fe getter'lerin faz bileşimindeki değişiklikler incelenmiştir (Roupcová and Schneeweiss 2010).

Zhang ve arkadaşları Ti – Mo getter'in pompalama özelliklerini araştırmak için, toz metalurjisi teknolojisi ile ağırlıkça % Ti-7.5 Mo getter hazırlanmış. Aktivasyon sıcaklığı, çalışma sıcaklığı ve havayla pişirme işleminin hidrojen pompalama özelliklerine etkisi incelenmiş. Yapılan çalışmada, oda sıcaklığında pompalama özelliğinin, etkinleştirme sıcaklığının 500 °C'den 750 °C'ye yükselmesiyle arttığını ve ardından sıcaklık 800 °C'ye yükseldiğinde neredeyse sabit kaldığını ortaya koyulmuştur. Çalışma sıcaklığı ne kadar yüksek olursa, pompalama özelliği o kadar iyi olur, ancak özel bir karakteristik olarak, sonuçlar getter için çalışma sıcaklığının 300 °C'yi geçmediğini göstermektedir. Özellikle, fırında pişirilmemiş bir getter ile kıyasla, hava ile pişirme işleminden sonra dikkat çeken bir gelişme gösteren getter'in pompalama özellikleri de tartışılıp analiz edilmiş (Zhang et al. 2009).

ZHOU hong-gou ve arkadaşları Ti-Mo alaşımlı getterlerde Mo'nun Mikroyapı evrimi, gözeneklilik ve hidrojen emilim özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Sonuçlar, Mo ilavesinin Ti-Mo alıcılarının ossifikasyon sürecini uzattığını ve önemli miktarda sinterlenmiş gözeneklerle arttığını göstermektedir. Mo içeriği arttıkça, getterlerin gözenekliliği ağırlıkça yaklaşık % 7,5'e maksimum değere ulaştığında, hidrojen emme özelliği en maksimum seviyede olur ve sonrasında düşer. Oda sıcaklığında, getterlerin hidrojen emme özelliği, Mo içeriği arttıkça kademeli olarak artar. Ancak, içeriği ağırlıkça % 2,5'in altına düşmeden önce eğilim belli olmuyor. Bu çalışmadaki tartışma, farklı aktivasyon koşulları altında (500-750 °C) getterlerin hidrojen emilim özelliklerini içeren yukarıda belirtilen olaylar hakkında yapılmıştır (Hong-guo et al. 2007).

Ling-Hui Wu ve arkadaşları, Al alaşımı ve CuCrZr alaşımı üzerinde yetiştirilen Ti-Zr-V Buharlaşmayan gaz gidericiler (NEG) filmlerin sentezi üzerine çalışma yapmışlar. Çalışmada, Ti-Zr-V getter filmlerin davranışlarının ve mikro yapılarının, alt tabakanın yüzey pürüzlülüğünden etkilenip etkilenmediği incelenmiş. Sonuçlar, kullanılan Ti-Zr-V tozları nanokristal yapıya sahip olduklarını, tane boyutlarının büyüklükleri ile yüzey pürüzlülüğünün doğru orantılı olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, Ti-Zr-V NEG filmlerinin metalik duruma indirgenmesinin, filmlerde yüzey kusurlarının varlığından etkilendiği bulunmuş. Yüzey kusurları, imalat işleminden üretilen

orijinal substrat üzerinde mikro gözeneklerin, gözeneklerin ve mikro çatlakların varlığından kaynaklandığı tespit edilmiştir (Wu et al. 2017).

Chien-Cheng Li ve Arkadaşları, Buharlaşmayan gözenekleri Ti-Zr-V alaşımlı Getter filmlerinin hazırlanması ve karakterizasyonu üzerine çalışma yapmıştır. Bu çalışmada, Silikon yüzeylerde yüksek gözenekli TiZrV film alıcıları, geliş açısı dc magnetron püskürtme yöntemiyle başarılı bir şekilde büyütülmüştür. Geliş açısı, normal yüzeye substrat ile hedef için normal yüzey arasındaki açı olarak tanımlanır. Gözenekli TiZrV filmleri üreten ana biriktirme parametreleri, püskürtme gazı Ar basıncı ve oda sıcaklığında geliş açısıdır. Geliş açısı arttıkça TiZrV filmlerin gözenekliliği ve özellikli yüzey alanı da artar. Yoğun ve gözenekli TiZrV filmlerin özellikli yüzey alanı sırasıyla 2 m<sup>2</sup> / g ve 13 m<sup>2</sup> / g'dir. Sütun genişliğinin çapı ve gözenekli filmin sütun kristalleri arasındaki mesafeler sırasıyla 200 nm ve 50 nm'dir. Yoğun TiZrV filmlerin sütun genişliği yaklaşık 100 nm'dir. Gözenekli TiZrV filmleri, yoğun TiZrV filmlerinden daha fazla oksijen emme kabiliyetine sahip olduğu gözlemlenmiştir (Li et al. 2006).

Kazuhiko Mase ve Arkadaşları, düşük maliyetli, yüksek performanslı, tahliye edilemeyen alıcı (NEG) pompaları, ağırlıkça % 70 Zr, ağırlıkça % 24,6 V ve ağırlıkça % 5,4 Fe, dış çapları 70, 152 ve 203mm (sırasıyla DN 40 CF, DN 100 CF ve DN 160 CF) çukur flanş içeren ticari Buharlaşmayan Getter (NEG) hapları kullanılarak yapılmış. Bir tantal ısıtıcı 400 ° C'de 30 dakika aktive edildikten sonra, orifis yöntemiyle ölçülen bir DN 40 CF NEG pompanın pompalama hızı 47 idi. H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO ve CO<sub>2</sub> gazları için -40, 8-6, 24-17 ve 19-15 L / s. DN 100 CF ve DN 160 CF kullanan NEG pompaları da geliştirilmiştir ve pompalama hızları tahmin edilmiştir. Bu NEG pompaları, VSX kiriş hatlarındaki püskürtme pompalarına elverişli alternatiflerdir. Çünkü aktivasyon süresi dışında hidrokarbon üretmezler. NEG pompaları ayrıca hızlandırıcılar, ön uçlar, son istasyonlar ve diferansiyel pompalama sistemleri için de kullanılabilirliği belirtilmiştir (Mase et al. 2016).

Keiji NAITO ve Arkadaşları, Metalik bir Getter ile Oksijenin İnert Gazın Saflaştırılması başlığıyla yaptığı çalışmada, Oksijenin inert gazdan metalik alıcı tarafından çıkarılma oranı sürekli olarak ölçülmüş ve saflaştırma oranını açıklamak için seyreltme modeli kullanılmıştır. Oksijenin giderilme oranı akış hızı ile arttığı, inert gazda bulunan hidrojen ve su buharının oksijen kısmi basıncını azaltmada çok etkili olduğu bulunmuştur. Bir titanyum alıcı ile oksijenin ayrılma oranı, yaklaşık 800 °C'nin altındaki sıcaklıkla artarken, yaklaşık 800 °C'nin üzerinde durduğu tespit edilmiştir (Naito et al. 1974).

R. K. Sharma yaptığı çalışmada, Uzun UHV borularının, büyük boyutlu yüzey ve iç yüzeylerinin kaplanması için silindirik tipte püskürtme DC magnetron bazlı püskürtme sisteminin tasarımı ve geliştirilmesi incelenmiştir. Bu kapsamda çeşitli üçlü getter formlar üretilip testleri yapılmıştır. Yapılan test ve araştırmalar sonucunda, çoğu Buharlaşmayan Getter (NEG)

malzemededen, TiVZr alařımı iin en dşük Aktivasyon sıcaklıęı (TA) (160 °C -180 °C) elde edildi. NEG pompası da geliřtirildi ve 24 saatlik aktivasyondan sonra 10-12 mbar derecesinde ařırı yksek vakum elde edildi. Ayrıca kaplanmamıř ve kaplanmış ince filmlerin ikincil elektron verimi (SET) lümü de rapor edilmiřtir (R. K. Sharma 2014).

El-Mostafa Bourim ve Arkadařları, Buharlařmayan gaz giderici (NEG) filmlerin geliřtirilmesi, ortamdaki gazı emme performansları ve karakterizasyonları hakkında alıřma yapmıřlardır (Bourim, Kim, and Chung 2018).

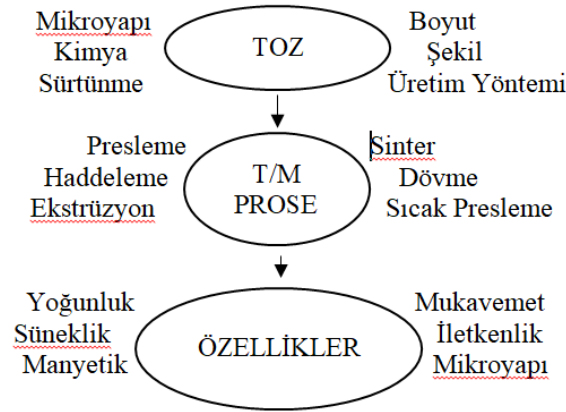
I. Hsu ve B. Mills yaptıkları alıřmada, SAES řirketi tarafından buharlařmayan gaz giderici olarak retilmiř, St707 modelinin Hidrojen kapasitesi ve emilim oranlarını incelemiřtir (Hsu and Mills 2010).

H. Cui ve Arkadařları, ZrVFe alařımlı Getter malzemesinin yzeyini akımsız kaplama yntemiyle Nikel kaplanarak, Nikel 'siz getter'e gre daha yksek emme hızı ve Anti – Oksit zellięini geliřtirmiřlerdir (Cui et al. 2014).

### 3. TOZ METALURJİSİ

Toz Metalurjisi (T/M); tozların belirlenen değerlerde harmanlanarak, hassasiyeti yüksek kalıplarda, istenilen basınç değerlerinde preslenmesi, sıcaklık ve atmosfer kontrollü fırınlarda sinterleme yapılması ile süreci tamamlanan bir malzeme üretim yöntemidir (Yıldırım S. 1999).

Nihai ürün için çok düşük tolerans değerleri ile üretim yapabilme teknolojisi olan T/M, diğer üretim yöntemlerinden oldukça farklı ve sürekli kendini yenileyen bir teknik olarak kullanılmaktadır. Bu yöntemin başlangıç ve ana malzemesi, çeşitli yöntemlerle 1 mm'den küçük boyutlara ayrılmış toz parçacıklarıdır. Kullanılan tozlar sadece metalik olmamakla beraber, seramik ve polimer gibi farklı fazların oluşturduğu gruplarda vardır (German, 1984). T/M'nin kavramsal 3 fazı Şekil 3.1'de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. T/M prosesinin kavramsal gösterimi (German, 1984)

#### 3.1. Metal Tozlarının Üretim Yöntemleri

Metal tozlarının üretim yöntemleri hakkında bilgi sahibi olmak, gerek nihai ürün gerekse de tozların özelliklerini anlamak açısından büyük öneme sahiptir. Tüm malzemeler toz haline getirilebilir olsa da, tozların üretimi ve yöntem süreçleri malzemenin kendine has özelliklerine bağlıdır. Metal tozların üretiminde temel olarak kullanılan 4 çeşit yöntem vardır.

- Kimyasal tepkimelerle toz üretimi
- Elektroliz Yöntemi
- Atomizasyon Yöntemi
- Mekanik Öğütme ve Mekanik Alaşımlama

Üretim süreçleri çoğunlukla iki veya üç farklı yöntemin bileşimidir.

Temel toz üretimlerine ek olarak, üretim sonrasında uygulanan bir takım yöntemler bulunmaktadır. Bunlar genellikle ikincil işlem olarak bilinir. Kompozit toz üretimi bunlara örnektir (Mert CANARAN, 2002)

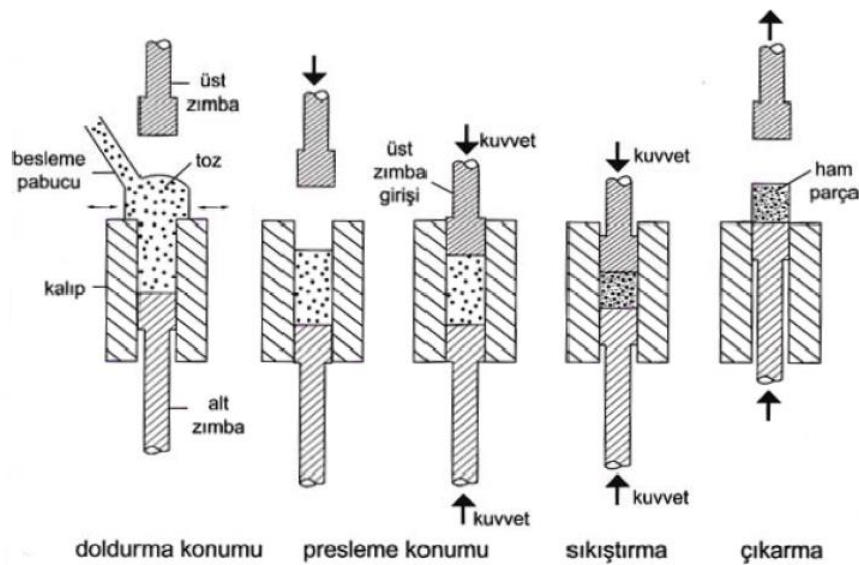
### 3.2. Metal Tozlarının Karıştırılması

TM’de nihai parça içerisinde ihtiva ettiği elementlerin homojen bir şekilde karıştırılması, preslenmesi ve sinterleme sürecindeki mukavemeti sağlamak için bu bileşenlerin karıştırılması gerekir (ASM, 1998). Nihai malzemenin performansını arttırmak için; yağlayıcılar, bağlayıcılar, grafit, işlenebilirlik iyileştirici ilaveler katılabilir (Şalak, 1995).

### 3.3. Metal Tozlarının Şekillendirilme Süreçleri

Şekillendirme işlemi için en yaygın şekilde kullanılan yöntem kalıp içerisinde sıkıştırma işlemidir. Uygulanan basınç ile beraber; partiküller önce birbirini üzerinden kayıp daha sonra basıncın yükseltilmesiyle birlikte partiküllerin şekil değişimiyle yoğunlaşmış olurlar. Presleme sonrası parça istenilen mukavemet ve gözeneklilik değerlerini sağlamış olacaktır (Saritaş, S., Türker, M., Durlu 2008).

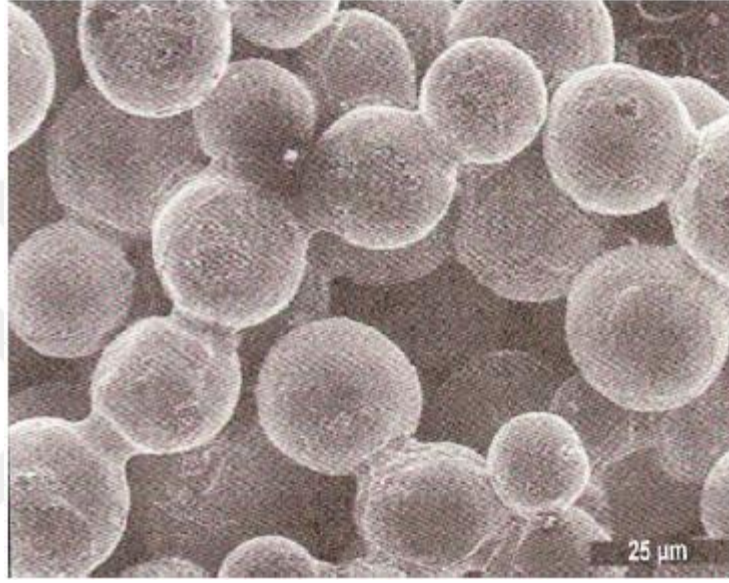
Preslemede pek çok alternatif mevcuttur. Bunlar; kalıbın ve tozların ısıtılması, yumuşak ve sert kalıpların kullanılması, kalıpların veya tozların yağlanması ve basınç altında bekleme süresinin değiştirilmesidir (Saritaş, S., Türker, M., Durlu 2008). Genellikle Rijit kalıplar, mekanik ve hidrolik presler kullanılmıştır (Newkirk, J.W., Kosher 2004). Şekil 3.2’de tek yönlü presleme işleminin basamakları şematik olarak görülmektedir.



Şekil 3.2. Tek yönlü presleme işlem basamakları (Saritaş, S., Türker, M., Durlu 2008)

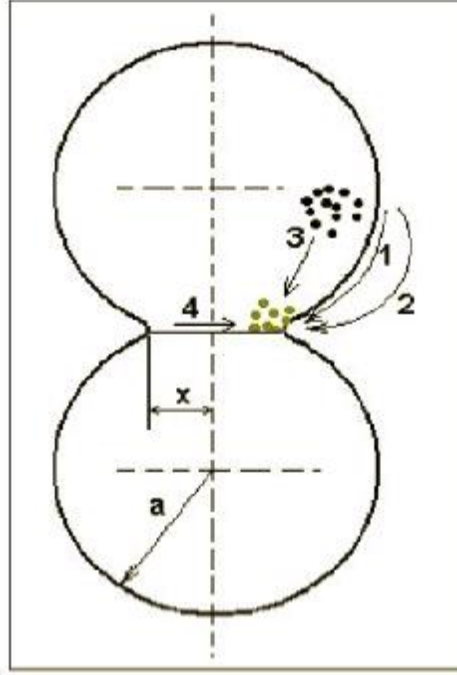
### 3.4. Sinterleme

Sinterleme, presleme sonrası istenilen şekli verilmiş malzemenin mukavemet ve özelliklerinin daha fazla iyileştirilmesi için yapılan ısıtma işlemidir. Sinterleme işlemi, ergime sıcaklığının altında katı halde birbirine temas eden parçacıkların hareketleriyle oluşur. Bazı durumlarda sıvı faz oluşumu gözlemlenebilir. Şekil 3.3. te verilen TEM görüntüsünde küresel parçacıkların boyun oluşumu izlenmektedir (Saritaş, S., Türker, M., Durlu 2008).



**Şekil 3.3.** Küresel bronz parçacıkların sinter sonrası boyun oluşumunun TEM görüntüsü (Saritaş, S., Türker, M., Durlu 2008)

Yüzey enerjisi oluşturma ve malzemeye enerji verme işlemine toz üretimi denir. Sinterleme, yüksek sıcaklık altında parçacıkların yüzey enerjisinin ve atomların yayılımının azalmasıyla gerçekleşir. Bu yüzey enerjisi sinterleme ile giderilir. Parçacık boyutu ile birim hacimdeki yüzey enerjisi ters orantılıdır. Bu sebeple, özgül yüksek alanına sahip küçük boyuttaki parçacıklar daha yüksek enerjiye sahip olur ve sinterlenme süresi daha hızlıdır. Sinterleme esnasında yüzey enerjisinin tamamı harcanmaz. Kristal yapıları katılarda, parçacıkların temas ettiği noktalarda tane sınırları oluşmaktadır. Tane sınırlarında meydana gelen boyun büyümesinde tane sınır enerjisi artarken, yüzey enerjisini azaltır. Şekil 3.4'te sinterleme sırasında meydana gelen farklı atomik hareket paternleri görülmektedir (Saritaş, S., Türker, M., Durlu 2008).



**Şekil 3.4.** Boyun Bölgesinde Gerçekleşen Muhtemel Sinterleme Mekanizmaları: 1)Yüzey Difüzyonu, 2) Buharlaşıma ve Yoğunlaşma, 3) Kütle Difüzyonu, 4) Tane Sınır Difüzyonu (Thümmeler, F., Oberacker 1993)

Temelde, sinterleme prosesi iki farklı şekilde incelenebilir;

- Katı hal sinterlemesi
- Sıvı faz sinterlemesi

Sıvı faz sinterlenmesi, sıkıştırılmış numunenin içerisinde sıvı fazın bulunmasıyla gerçekleşir (Kang 2005).

Katı hal sinterlemesi, ergime sıcaklığı altında, atmosfer korumalı ortamda gerçekleşir. İşlem sonunda; yüzey alanında azalma, sıkıştırılmış malzemenin dayanımında artış ve numunede büzülme meydana gelir. Uzun süren sinter prosesinde gözeneklilik düşerken, gözenek şekilleri düzgünleşir (Upadhyaya 2000).

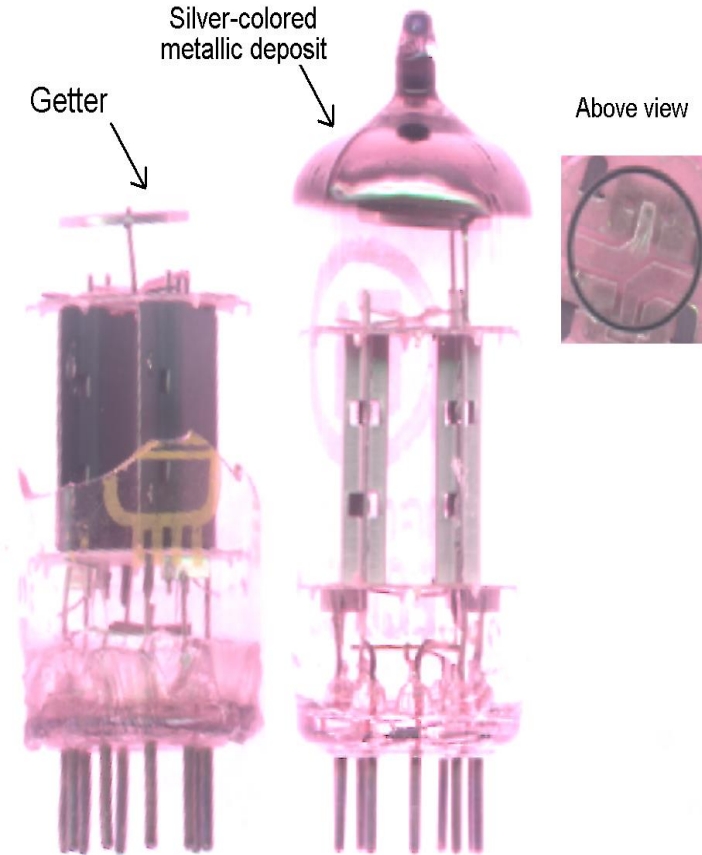
## 4. MATERYAL VE METOT

Bu bölümde tez çalışmasında kullanılan getter malzemelerin tanımı, çeşitliliği, kullanım alanları ve yapılan deneysel çalışmalar irdelenmiştir.

### 4.1. Getter Malzemeler

Gaz giderici de olarak bilinen bu malzemelerin kullanımı, bazı katı maddelerin adsorpsiyon, emilim veya tıkanıklık ile serbest gazları toplayabilme yeteneğine dayanmaktadır. Sızdırmaz hale getirilmiş cihazların içindeki vakum ortamını geliştirmek ve korumak için, Getter malzemeler önemli bir rol oynamaktadır.

Getter malzeme, vakum altında bir kimyasal reaksiyon ile  $O_2$ ,  $H_2O$ ,  $CO$ ,  $CO_2$  ve  $N_2$  gibi tüm aktif gazları absorblayabilir (Getter material, 2018). Şekil 4.1’de Getter malzemesinin vakum sistemine uygulama görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4.1. Getter Malzemesinin Vakum Sistemine Uygulama Görüntüsü (Getter, 2018)

**Tablo 4.1.** Getter Malzeme Çeşidine Göre Absorbe Edeceği Gaz Türü Ve Miktarları (Getter Materials, 2018)

Getter Malzemeler	Gaz Türleri	Getter Kapasitesi (Pa-I/mg)
Alüminyum	Oksijen (O <sub>2</sub> )	1.00
Baryum	Karbon Dioksit (CO <sub>2</sub> )	0.69
	Hidrojen (H <sub>2</sub> )	11.5
	Nitrojen (N <sub>2</sub> )	1.26
	Oksijen (O <sub>2</sub> )	2.00
Magnezyum	Oksijen (O <sub>2</sub> )	2.70
Nadir Dünya Elementleri (Seryum, lantan)	Karbon Dioksit (CO <sub>2</sub> )	0.29
	Hidrojen (H <sub>2</sub> )	6.13
	Nitrojen (N <sub>2</sub> )	0.43
	Oksijen (O <sub>2</sub> )	2.80
Titanyum	Hidrojen (H <sub>2</sub> )	27.00
	Nitrojen (N <sub>2</sub> )	0.85
	Oksijen (O <sub>2</sub> )	4.40

Tablo 4.1’de Getter malzemelerde kullanılan malzemenin cinsine göre emebileceği gaz türü ve miktarı hakkında bilgi verilmiştir.

## 4.2. Getter Malzeme Çeşitleri

Atmosfer tarafından kirlenmekten kaçınmak için getter malzemeler vakum sistemine inaktif bir şekilde sokulmalı ve vakum tahliye edildikten sonra aktif hale getirilmelidir. Bu olay genellikle ısı ile yapılır.

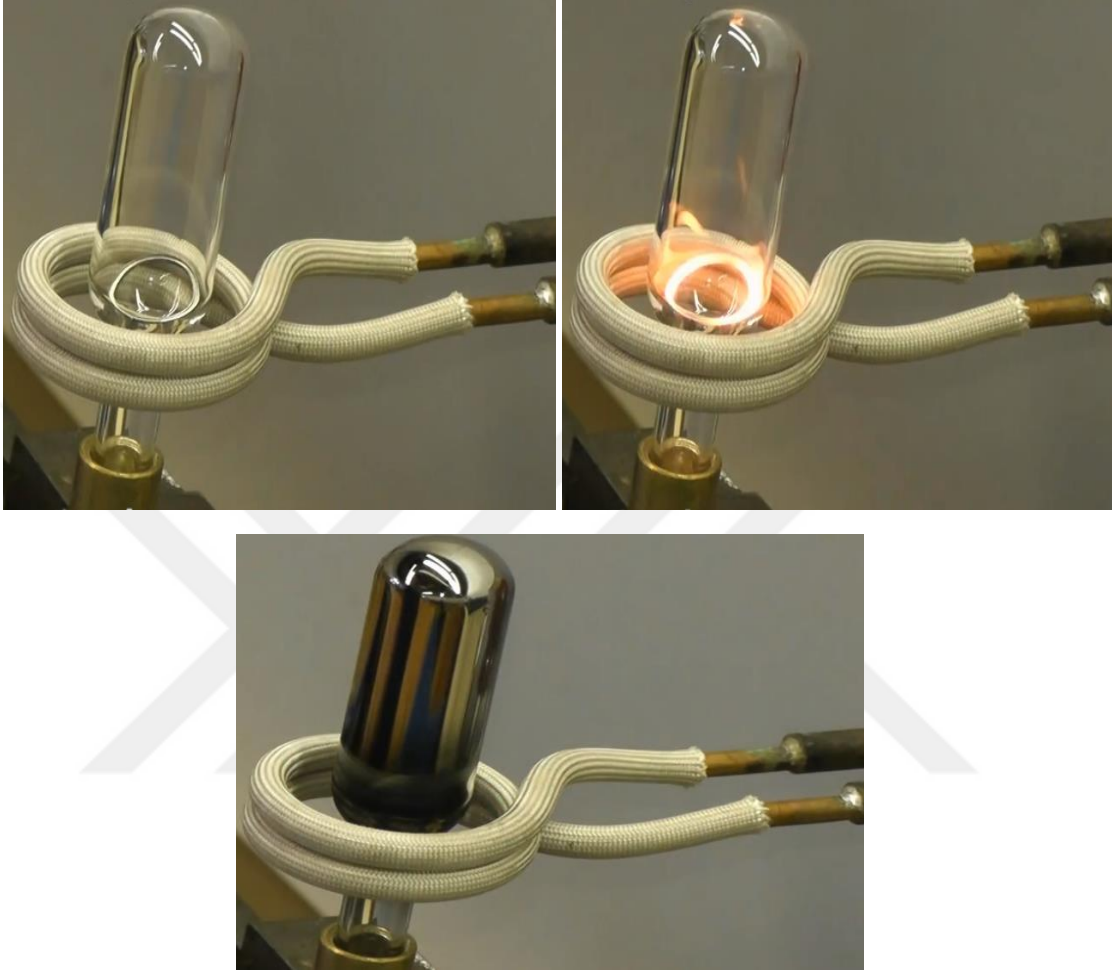
Farklı türlerde Getter malzemeler kullanılmaktadır.

- Flashed getters
- Non-evaporable getters (NEG)

### 4.2.1. Flashed Getters

Buharlaştırılabilen gaz giderici malzemeler olarak da bilinen bu yapılar, Montaj sırasında alıcı madde bir rezervuarda inaktif halde tutulur, daha sonra ısıtılır ve ilk boşaltımdan sonra genellikle indüksiyonla ısıtılarak buharlaştırılır.

Buharlaştırılmış alıcı, genellikle bir uçucu metal, herhangi bir artık gaz ile anında reaksiyona girer, daha sonra ince bir kaplamada tüpün serin duvarları üzerinde yoğunlaşır. Bu, düşük güçteki vakum tüplerinde kullanılan en yaygın tiptir (Espe, 2016).



**Şekil 4.2.** Flashed Getter Uygulama Görüntüleri (Induction Getter Flash, 2018)

Şekil 4.2’de görüntülediği gibi Flashed Getter sistemleri, X-ışını tüpleri, elektronik tüpler, güneş tüpler ve CRT gibi sızdırmaz çeşitli cihazlar için bir çözümdür (Getter material, 2018).

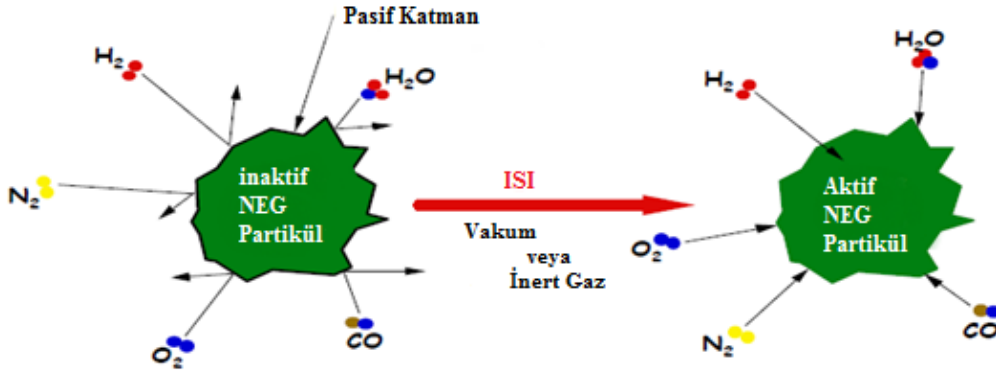
#### **4.2.2. Non-Evaporable Getters (NEG)**

Buharlaşmayan gaz giderici malzemeler olarak da bilinen bu yapılar, gaz moleküllerinin emerek ya da bağlayarak vakumun kurulumu ve korunmasını sağlayan gaz giderici malzeme çeşididir. Çoğunlukla gözenekli alaşımlar veya Al, Zr, Ti, V ve Fe’nin toz karışımlarıdır. Birçok vakum sisteminin performansını geliştirmek için önemli araçlardır (Non-Evaporable Getter, 2018).

Gazlar, NEG'lerle 4 ayrı şekilde etkileşime girer;

- a) H ve İzotopları reversibly şekilde depolanmasıyla,
- b) CO, CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> ve N<sub>2</sub> Kimyasal bağlarla irrevesiribly ile yüzeye tutunmasıyla,(Vakum içerisinde lazerle ve indüksiyon ile salınabiliyor)
- c) H<sub>2</sub>O, Hidrokarbonlar reversibly ve irreversibly şeklinde bağlanabiliyor. Hidrokarbonların bağlanması oldukça yavaş olur
- d) Nadir olan gazlar (Ar, He, Kr, Xe) absorbe edilemez (Bertolini, 2002).

Non-Evaporable Getters malzemeler vakumsuz ortam dışında beklendiğinden dolayı gözenekleri tıkalı halde durmaktadır. Getter malzememizi kullanabilmemiz için aktif hale getirmemiz gerekmektedir. Bu süreç genellikle ısı ile yapılmaktadır. Isı uygulanmasının ardından Getter malzemenin gözeneklerindeki gazlar dışarı çıkarak malzeme kullanıma hazır hale gelecektir. Bu süreç vakum sisteminde gerçekleşmektedir. Şekil 4.3'de verilmiş olan gösterimde inaktif durumdaki NEG tablet ısı yardımı ile aktif durumu geçmekte ve böylece ortamdaki aktif gazları toplayabilme yeteneği kazanmaktadır.



Şekil 4.3. Buharlaşmayan Alıcıların Aktivasyon Süreci (Bertolini, 2002)

Yüksek sıcaklıklarda buharlaşmadan çalışan Getter malzemeler genel olarak özel bir alaşımdan oluşur.

Yaygın alaşımlar, St (Stabil) formunun ismini bir sayı ile takip eder:

- St 707 % 70 zirkonyum ,% 24.6 vanadyum ve demir ile dengelenmiş,
- St 787 % 80.8 zirkonyum ,% 14.2 kobalt ve mischmetal ile dengelenmiş,
- St 101 % 84 zirkonyum ve % 16 alüminyumdur (Claudio Boffito, Rho; Alessio Corazza, como; Stefano Tominetti, Milan n.d.).

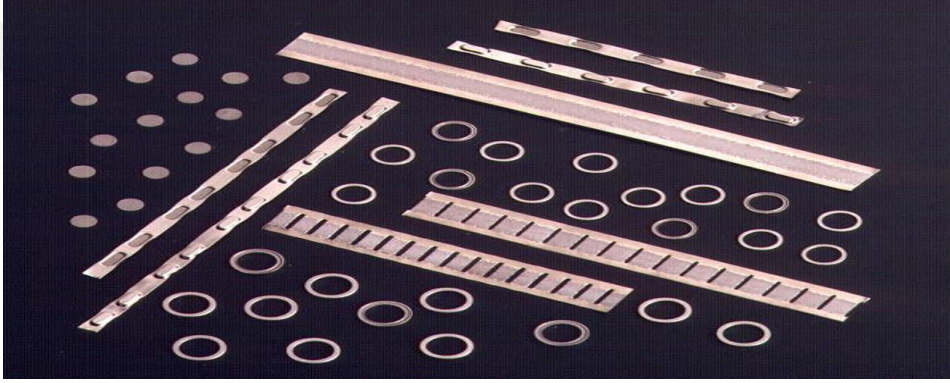
(mischmetal; Nadir toprak elementlerinden oluşan bir alaşımdır. Aynı zamanda seryum mischmetal veya nadir toprak mischmetal denir.)

## ST101

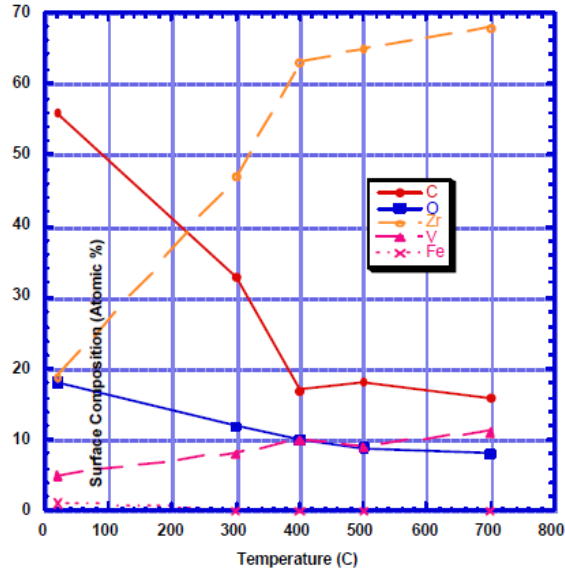
% 84 zirkonyum ve % 16 alüminyum alaşımlarından oluşmuştur. Bu malzemelerin çalışma sıcaklığı 0 °C – 450 °C aralığındadır. ST101 malzemesi yüksek oranlarda CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, N<sub>2</sub> ve O<sub>2</sub> 'yi absorbe eder. Aktivasyon sıcaklığı 550 °C – 900 °C arasındadır. (Bertolini 2002).

## ST707

% 70 zirkonyum ,% 24.6 vanadyum ve %5.4 Fe Alaşımlarından oluşur (Bertolini, 2002). ST707 Çalışma Sıcaklığı 20 °C. – 100 °C arasındadır. Yüksek oranlarda CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, N<sub>2</sub> ve O<sub>2</sub> 'yi absorbe eder. St707'ye ait Çeşitli formlarda üretilen getter malzemeleri Şekil 4.4'de görüntülenmiştir.



Şekil 4.4. St707'ye Ait Çeşitli Form Görüntüleri (BERTOLİNİ, 2002)

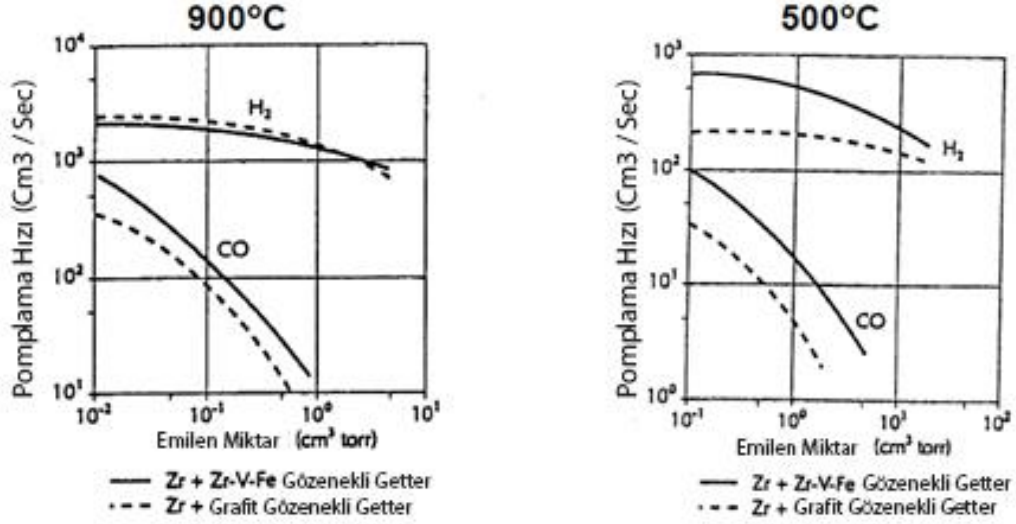


Şekil 4.5. St707'nin Yüzey Kompozisyonu ve Aktivasyon Sıcaklığını Göstermekte (Bertolini 2002)

Şekil 4.5'deki Grafikte, ST707'nin 400 °C. da yüzeyindeki Zr'un artmasıyla birlikte diğer elementlerin yüzeydeki tutumunu göstermektedir.

## ST172

ST707 ve Zr-V-Fe alaşımına dayanan sinterlenmiş bir yapıdır. Sinterlenme amacı; büyük miktarda yüzey alanı, yüksek gözenekli ve iyi mekanik mukavemetli yapıya sahip getter üretmek. Alaşım, yüksek miktarda emdirilmiş gaz türü difüzyonu ile karakterize edilir (Bertolini, 2002).



Şekil 4.6. St 172'ye ait pompalama hızı ve adsorbe miktarları verilmiştir. (Bertolini 2002)

Şekil 4.6'de St172'ye ait malzemelerin pompalama hızı ve adsorbe miktarları verilmiştir. En yüksek pompalama hızları ve kapasitesi 800 ila 900 °C aktivasyon sıcaklıklarında elde edilir. Bununla birlikte, ST172 400 °C ile 500 °C kadar düşük bir seviyede aktive edilebilir.

## ST175

Titanyum ve Molibden tozlarının karışımına dayanan gözenekli, sinterlenmiş bir yapıdır (Bertolini 2002). Sinterleme prosesi, geniş yüzey alanlarına, yüksek gözenekliliğe ve iyi mekanik mukavemete sahip bir geter üretmektir. Bu alaşım, adsorbe edilmiş gazların ST172'den daha yüksek difüzyonuna sahiptir. St175 isimli Getter malzemeler, Lambalar, elektronik tüpler, güneş kolektörleri, vakum yalıtımlı cihazlar, sensörler vb. alanlarda kullanıma sahiptir. (Getter material, 2018).

### **4.3. Getter Malzemesi Olarak Kullanılan Metallerin Özellikleri**

Gaz giderici olarak vakum sistemine dâhil edilen bazı metallerin; çalışma sıcaklıkları, kullanım alanları, avantaj ve dezavantajları hakkında bilgi verilmiştir.

#### **4.3.1. Tantal**

Bazı metaller, kütle hacminde çözelti ile gazları, hatta soy gazları bile tutabilmektedir. Bu özellik dikkate alındığında; tantal, yüksek güç ileten tüplerin yapımında baskın bir rol oynamaktadır. Yüksek bir vakumda 1.600 ila 2.000 °C sıcaklıkta birkaç saat süreyle gazdan arındırıldıktan sonra, tantal, kendi hacminin birkaç yüz katına kadar olan miktarlarda gazları emebilir. Tantal için optimum alma sıcaklığı, 1000 °C civarındadır. 1,500 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda, dönüş hareketi tersine çevrilir.

Tantal için gerekli olan yüksek gazdan arındırma sıcaklığı nedeniyle, sadece molibden veya tungsten tantal tozu için bir baz metal olarak kullanılabilir. Tantal, gevrekleşme ve bunun sonucu olarak bu gazın tahrip olması nedeniyle asla hidrojenle ateşlenmemelidir. Ana dezavantajı yüksek çalışma sıcaklığıdır (Espe, 2016).

#### **4.3.2. Kolombiyum**

Son yıllarda, vakum tekniği için kolombiyum gaz giderici tabletler piyasaya sürülmüştür. Bu tabletlerinin yaklaşık olarak üç ila beş milimetre çapında ve bir ila üç milimetre yüksekliğinde ve oksit barındırmayan kolombiyum metalinden oluşur. Kolombiyum için çalışma sıcaklığı 400'ün üzerinde ve 900 °C'den düşük olmalıdır. Kolombiyum tabletlerdeki gazı dışarı atmak için 1.650 °C'lik bir sıcaklığa ihtiyaç vardır, çünkü bu sıcaklıkta tıkanmış ve emilen gazlar dışarı atılır ve kolombiyum oksit uçurulur. 1.650 °C'den daha düşük bir sıcaklık, bu kolombiyum oksitin çıkarılmasını gerçekleştirmeyecektir (Espe, 2016).

#### **4.3.3. Zirkonyum**

Son on yılda geniş kullanım alanına giren zirkonyum gaz giderici de özelliklere sahiptir. O, N, CO ve CO<sub>2</sub> gibi gazlarla çok kararlı katı çözeltiler (veya bileşikler) oluşturur. Zirkonyum metali tantalden daha ucuzdur ve daha düşük çalışma sıcaklıkları gerektirir. Zirkonyum katı metal formda (levhalar veya teller) temin edilebilir. Zirkonyum için uygun çıkış sıcaklığı, zirkonyum metali veya zirkonyum metali veya zirkonyum tozunun uygulandığı baz metalin doğrudan veya dolaylı olarak ısıtılmasıyla elde edilen 1,000 °C ve 1.700 °C arasındadır. Getter malzemesini bu

sıcaklık aralığında ısıtmak için tavsiye edilmediği düşünüldüğünde, zirkonyum tepeciğinin yüzeyini aktive etmek için minimum 700 °C'lik bir aşınma sıcaklığı düşünülmelidir.

Zr'deki H<sub>2</sub>'nin oda sıcaklığında çözünürlüğü, 1 atmosferde kendi hacminin 1.500 katıdır. Emme 300 ila 400 °C' da başlar ve 500 ° C'de tamamlanır. Sıcaklık arttıkça, metal H<sub>2</sub>'i serbest bırakır, ancak 850 °C'de H<sub>2</sub> alfadan beta Zr'ye geçiş sırasında tekrar alınır. 850 °C'nin üstünde H<sub>2</sub> gelişmiştir. Sıcaklıkta azalma ile emilim ve desorpsiyon geri dönüşümlüdür Yüksek sıcaklığa ön ısıtma, daha düşük sıcaklıklarda H<sub>2</sub>'nin emilmesi için gerekli bir koşuldur. Yüksek bir sıcaklıktan (1.200 °C'nin üzerinde) oda sıcaklığına hızlı geçiş sırasında, büyük miktarda H<sub>2</sub> hızlı bir şekilde alınır.

Oksijen ve N, Zr'de homojen olarak çözülür. Kalın beyaz bir oksit tabakayla kaplı bir Zr çubuğu vakumda ısıtıldığında, metalik parlaklık tekrar ortaya çıkar. Su buharı 200 ila 250 °C arasında temizlenir H<sub>2</sub>'i bağlamak için Zr alıcısının bir kısmının işlem sırasında düşük bir sıcaklıkta (yaklaşık 400 °C) kalmasına dikkat edilmelidir. O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> ve diğer gazları emmek için başka bir parça daha yüksek sıcaklıklarda (yaklaşık 800 °C) olmalıdır.

Zirkonyumun bir alıcı olarak en büyük dezavantajı, hidrojenin emilmesi için optimum sıcaklığın, oksijenin, nitrojenin ve karbon oksitlerinin etkili bir şekilde temizlenmesi için çok düşük olmasıdır. Öncelikle, zirkonyum kaplı parça 300 °C'yi aşan bir sıcaklıkta çalışacaksa, hidrojeni absorbe etmek için ek bir düşük sıcaklıklı Zr-alıcı veya baryum veya baryum-magnezyum tipi bir alıcı eklenmelidir. Bu önlemin gerekli olup olmadığı, tüp ve içinde bulunan su buharı veya saf hidrojen miktarına bağlıdır (Espe, 2016). Tablo 4.2'de zirkonyum tozlarının sıcaklık miktarına göre absorbe edebileceği gaz miktarı ve çeşitlerini hakkında bilgi verilmiştir.

**Tablo 4.2.** Zirkonyum tozlarının gaz türü ve absorbe edeceği miktarlar. (Espe, 2016)

Gaz	Sıcaklık °C	Gaz Absorbe (cu em × mm Hg per mg Zr)
O <sub>2</sub>	25	0.38
	400	1.99
N <sub>2</sub>	500	0.11-1.0
	800	1.46
CO	25	0
	500	0.43
	800	3.65
CO <sub>2</sub>	25	0
	500	0.57
	800	3.04
H <sub>2</sub>	25	0.09
	350	13.33

#### **4.3.4. Toryum**

II. Dünya Savaşı sırasında, toryum, toryum alaşımları ve bunların diğer gaz giderici malzemelerle karışımları, vakum tüplerinde kullanılmak üzere Almanya'da geliştirilmiştir. Toryum metali, Ca ile ThO<sub>2</sub>'nin indirgenmesiyle üretilir. Toz haline getirilmiş Th, çok piroforiktir; sadece sürtünme ile yanıcıdır (Espe, 2016).

#### **4.3.5. Titanyum**

Titanyum, gözenekli ya da kaplama gaz giderici malzemelerde kullanılmaktadır. Şu anda titanyum levha, emilen gaz birimi başına zirkonyumdan daha pahalıdır (Espe, 2016).

#### **4.3.6. Alüminyum**

Saf halindeki alüminyum, özellikle buhar basıncı çok düşük olduğu için, bir buharlaşabilen gaz giderici olarak kullanılmaz. Sadece 1,300 °C üzerinde yeterince buharlaşır, ki bu Ni gibi geleneksel baz metaller için çok yüksektir (Espe, 2016).

#### **4.3.7. Magnezyum**

Saf magnezyum, uygun formda kullanılabilirlik gibi bir alıcı malzeme için çok sayıda arzu edilir özelliklere sahiptir ve 500 °C civarında uygun sıcaklıklarda vakum altında nispeten stabil ve uçuculuktur. Ne yazık ki, magnezyumun absorbe gücü yüksek değildir, çünkü çoğu gaz sadece fiziksel olarak emilir. Sonuç olarak, magnezyum kendi başına yüksek vakumlu tüplerde kullanılmamaktadır (Espe, 2016).

#### **4.3.8. Baryum**

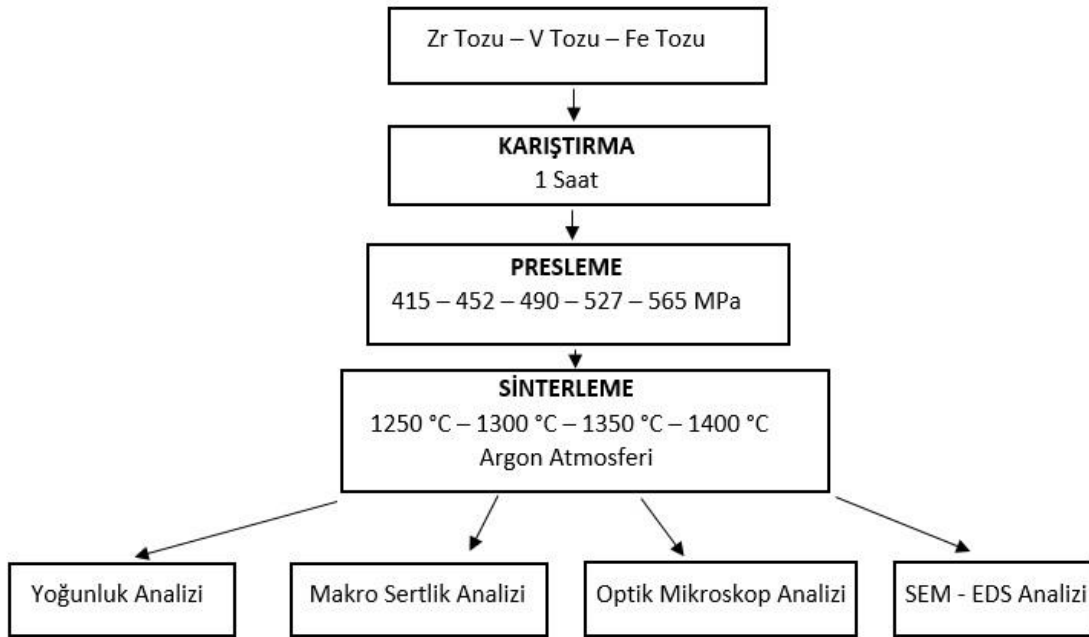
Baryum, çoğu buharlaşabilen gaz gidericinin aktif bileşeni olarak kullanılabilir. Alüminyum, magnezyum, tantal, toryum, stronsiyum veya kalsiyum ile kombinasyon halinde bulunmaktadır. Saf baryumun buharlaşabilen gaz gidericileri, korumasız baryumun oda sıcaklığında oksijen veya su buharı ile reaksiyona girerek inaktif hale gelmesi dezavantajına sahiptir (Espe, 2016).

#### **4.3.9. Fosfor**

Fosfor, nispeten yüksek bir buhar basıncına sahiptir. Bu nedenle radyo iletme, x-ışını veya diğer yüksek vakumlu boşaltma tüplerinde kullanılmaz. Ucuz ve kullanımı kolay, özellikle 90 ila 250 volt gerilimle 60 watt'ın altındaki tiplerde, yüksek vakumlu ve gazlı lambalar için kullanılır (Espe, 2016).

#### 4.4. Deneysel Çalışmalar

Bu çalışmada, ZrVFe alaşımının toz metalürjisi yöntemiyle gözenekli yapıda üretimi amaçlanmıştır. Bu amaçla hazırlanan zirkonyum, vanadyum ve demir tozları kuru karıştırılmış ve karıştırma sonrası preslenip sinterlenmiştir. Sinterleme sonrası numunelerin, optik görüntüleri alınmış, yoğunluk ve sertlik analizleri yapılmıştır. Şekil 4.7’de deneysel çalışmaların detayları akış şeması halinde verilmiştir.



Şekil 4.7. Deneysel çalışmaların akış şeması

##### 4.4.1. Çalışmada Kullanılan Metal Tozları

Bu çalışmada, kullanılan metal tozları Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (FÜBAP) biriminde yapılan TEKF.19.04 nolu proje kapsamında firmalardan temin edilmiştir. Temin edilen toz özellikleri tablo 4.3’de gösterilmiştir.

Tablo 4.3. Metal toz tane büyüklükleri

Çalışmalarda Kullanılan Metal Tozlarının Tane Büyüklükleri (nm)		
Zirkonyum	Vanadyum	Demir
78	50	90-100

#### 4.4.2. Numunelerin Üretim Aşamaları

Numunelerin detaylı üretim parametreleri tablo 4.4’de verilmiştir.

**Tablo 4.4.** Üretim Parametreleri

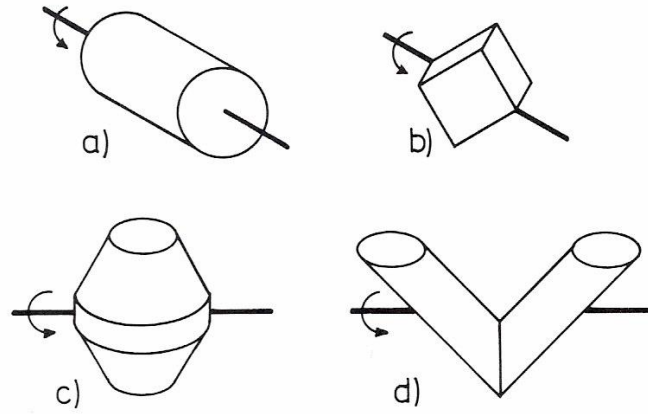
No	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Süresi (Dk)	Presleme Basıncı (MPa)	Zr (%)	V (%)	Fe (%)
1	1400 (5 °C/dk)	60	415	70	24,6	5,4
2	1400 (5 °C/dk)	60	452	70	24,6	5,4
3	1400 (5 °C/dk)	60	490	70	24,6	5,4
4	1400 (5 °C/dk)	60	527	70	24,6	5,4
5	1400 (5 °C/dk)	60	565	70	24,6	5,4
6	1250 (5 °C/dk)	60	415	70	24,6	5,4
7	1300 (5 °C/dk)	60	415	70	24,6	5,4
8	1350 (5 °C/dk)	60	415	70	24,6	5,4
9	1400 (5 °C/dk)	60	415	70	24,6	5,4

#### 4.4.3. Metal Tozlarının Boyut ve Oranlarının Belirlenmesi

Literatür taraması sonucu hedeflenen toz oranları ve boyutları yukarıdaki tablolarda detaylı verilmiştir. (Tablo 4.3 ve Tablo 4.4)

#### 4.4.4. Metal Tozlarının Karıştırılması

Hedeflenen oranlarda hazırlanan tozlar (Tablo 4.3), aşağıdaki karıştırma geometrilerinden (Şekil 4.8) çift koni tasarımı örnek alınarak yapılan karıştırma kabında 2 saat boyunca karıştırıldı. Bu işlemin homojen bir şekilde gerçekleşebilmesi için karıştırma kabının içerisine seramik bilyeler bırakıldı. Şekil 4.8’da tozların karıştırma şekilleri hakkında bilgiler verilmiştir.



Şekil 4.8. Karıştırıcı geometrileri a) silindirik, b) döner küp, c) çift koni, d) V tipi (German, 1984)

#### 4.4.5. Metal Toz Karışımlarının Preslenmesi

Belirlenen hedeflerde karışımları tamamlanan tozlar, 13 mm çaplı silindirik kalıp içerisinde bırakılan tozlar, 15 ton kapasiteli Specac marka hidrolik preste (Şekil 4.9) oda sıcaklığında, sırasıyla; 415, 452, 490, 527 ve 565 MPa aksel basıncı değerlerinde preslenerek kompakt yapılar üretilmiştir.



Şekil 4.9. Specac hidrolik pres

#### 4.4.6. Preslenmiş Kompakt Yapıların Sinterleme Çalışmaları

Preslenmiş kompakt yapılar Nevola™ marka fırında (Şekil 4.10) 1250 °C - 1400 °C sıcaklık aralığındaki değerlere 5°C/dk. hız ile çıkarak maksimum sıcaklıkta 60 dakika bekleme ile sinterleme işlemi tamamlanmıştır. Soğutma işlemi oda sıcaklığında serbest olarak ayarlanmıştır. Fırın atmosferi sinterleme süresi boyunca ısıtma ve soğutma işlemlerinde 1 bar Argon gazı ile koruma altına alınmıştır.



Şekil 4.10. Nevola™ marka atmosfer kontrollü fırın

#### 4.4.7. Mikroyapı İncelemeleri

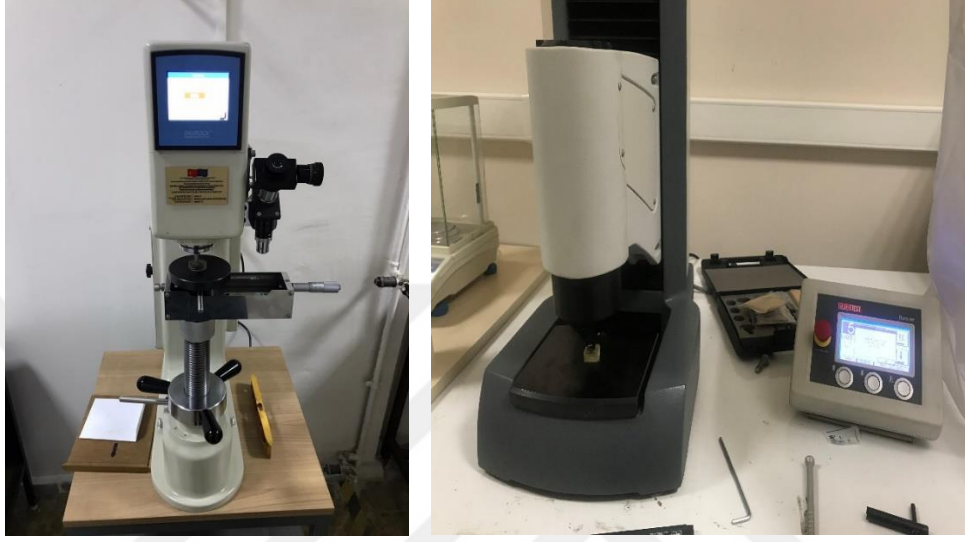
Metalografik incelemeler için numune yüzeyleri sırasıyla 60, 120, 240, 600, 800, 1200, 2500 mesh'lik zımparalar kullanılarak temizleme işlemi yapıldıktan sonra 3 µm'lik elmas pasta ile parlatma işlemi tamamlanmıştır. Mikroyapı incelemelerinde; Fırat Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'ndeki Nikon Eclipse MA 100 marka optik mikroskobu kullanılırken, Görüntü almak için Nikon MA/200 marka optik mikroskobundan yararlanılmıştır.

#### 4.4.8. SEM-EDS İncelemeleri

Mikro yapı incelemeleri için hazırlanan numune yüzeyleri hazırlanan 90 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HF çözeltisine daldırılarak dağlama işlemi yapılmıştır. Dağlanan numuneler, Munzur Üniversitesindeki SEM-EDS cihazı ile görüntüleri alınmıştır.

#### 4.4.9. Sertlik Ölçümleri

Numunelerin makro sertlik ölçümleri şekil 4.11’de verilen Fırat Üniversitesi, Organize Sanayi Bölgesi Meslek Yüksek Okulu laboratuvarı ve Munzur Üniversitesi Laboratuvarında bulunan sertlik ölçme cihazlarıyla yapıldı. Sertlik Ölçümlerinde Brinell (HB) sertlik yöntemi kullanılmıştır.



Şekil 4.11. Bulut Makina™ (Fırat Üniversitesi) - Emcotest durajet marka sertlik ölçme cihazları

#### 4.4.10. Yoğunluk Ölçümü ve Porozite Hesabı

Yoğunluk ölçüm işlemleri, 1/1000 hassaslığındaki “AND / GR 200” marka toz tartım cihazında (Şekil 4.12) yapıldı. Üretilen numunelerin genel gözeneklilik oranı eşitlik (4.1) ve porozite miktarı eşitlik (4.2) yardımıyla hesaplanmıştır.



Şekil 4.12. AND / GR 200 marka hassas terazi

Yoğunluk miktarı için arşimet prensibinden yararlanılmıştır. Porozite miktarının ölçümü için, görünür yoğunluğun teorik yoğunluğa oranlanması kullanılır. Bu işlemler için kullanılan denklemler şu şekildedir:

$$P = \frac{A}{(A-B)} \times (Po - d) + d \quad (4.1)$$

Burada,

P = Numunenin Yoğunluğu [g/cm<sup>3</sup>]

A = Numunenin Havadaki Ağırlığı [g]

B = Numunenin Su içerisindeki Ağırlığı [g]

Po = Suyun Yoğunluğu [g/cm<sup>3</sup>]

d = Havanın Yoğunluğu [g/cm<sup>3</sup>]

$$\% \varepsilon = \left(1 - \frac{d}{d_o}\right) \times 100 \quad (4.2)$$

Burada,

% ε = Porozite oranı,

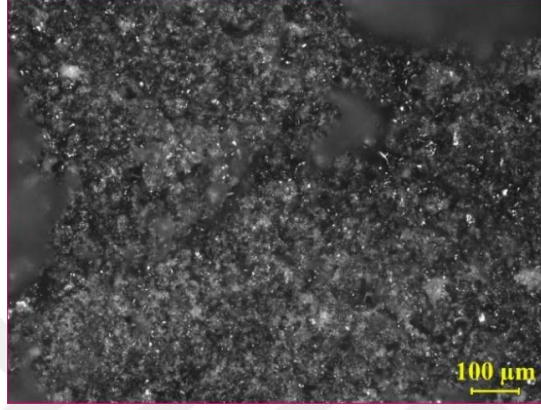
d = Numunenin arşimet prensibiyle hesaplanan yoğunluğu,

d<sub>o</sub> = Teorik yoğunluk

## 5. BULGULAR VE TARTIŞMA

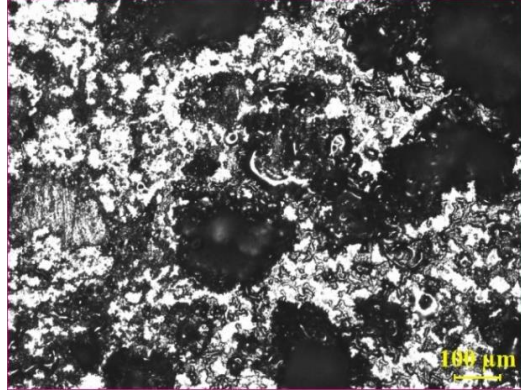
Bu bölümde, deneysel çalışmalarını yapmış olduğumuz Getter malzemelerin mikroyapı görüntüleri, SEM-EDS analizi, sertlik ve yoğunluk ölçümleri irdelenmiştir.

### 5.1. Mikroyapı Sonuçları



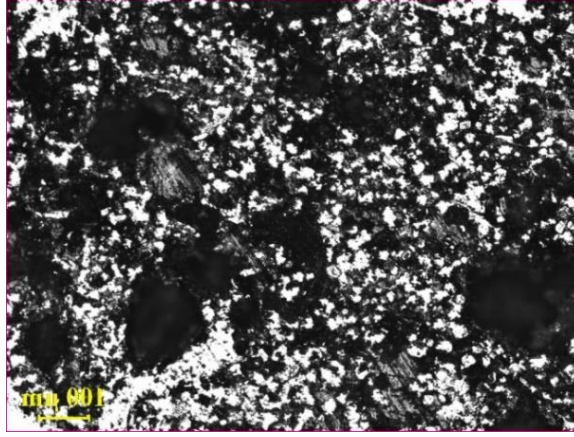
Şekil 5.1. 1 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

Şekil 5.1.'de optik görüntüsü incelenen numunede, presleme basıncının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. Düşük presleme basıncından dolayı gözenekli bir yapı tespit edilmiştir. Yapıda 1400 °C sinterleme sıcaklığının etkisiyle oksit oluşumu görülmektedir.



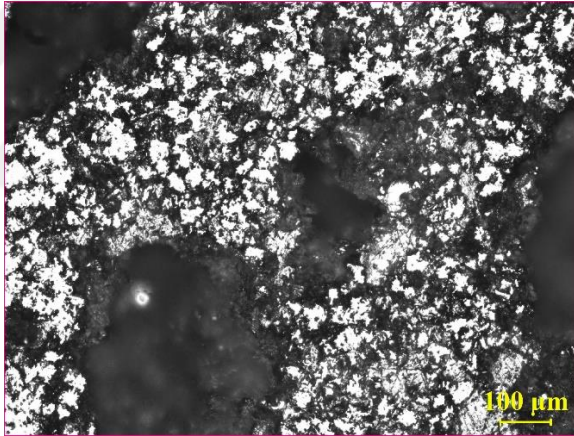
Şekil 5.2. 2 numaralı (1400 °C, 452 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

Şekil 5.2.'de optik görüntüsü incelenen numunede, presleme basıncının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. Presleme basıncının 415 MPa seviyesinden 452 MPa seviyesine artmasıyla gözeneklilik miktarından azalma tespit edilmiştir. Buna bağlı olarak numunede yoğunluk artışı görüntülenmektedir. Sinterleme sıcaklığının etkisiyle oksit oluşumu 2 numaralı numunede de mevcuttur.



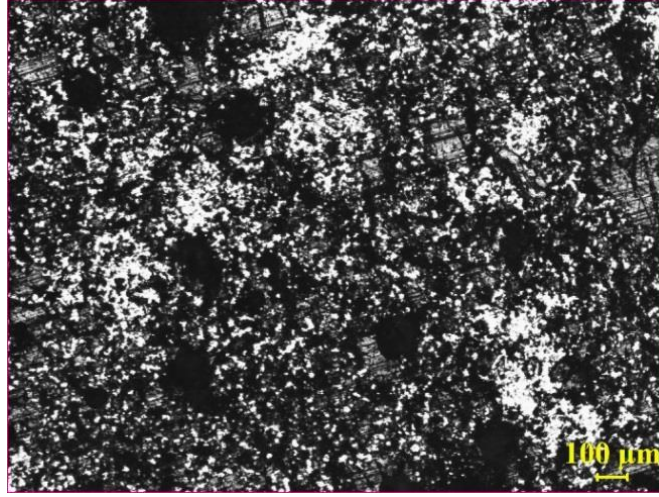
**Şekil 5.3.** 3 numaralı (1400 °C, 490 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

Şekil 5.3.'de optik görüntüsü incelenen numunede, presleme basıncının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. Presleme basıncının artmasıyla tanelerin birbirlerine yakınlaşmaları görüntülenmiştir. Tanelerin yakınlaşmasına bağlı olarak gözenek miktarında azalma tespit edilmiştir.



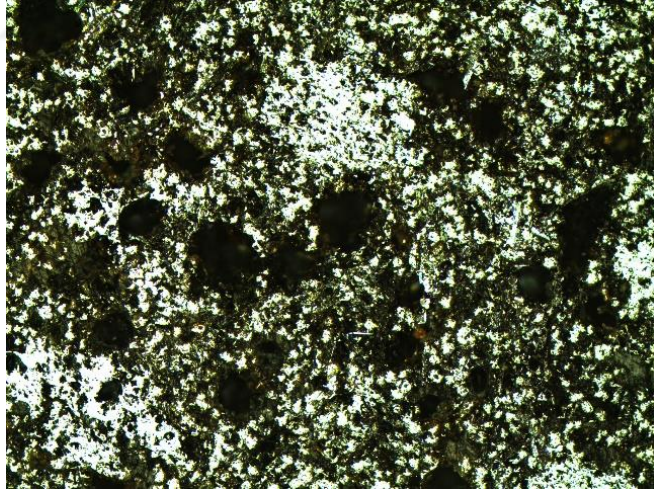
**Şekil 5.4.** 4 numaralı (1400 °C, 527 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

Şekil 5.4.'de optik görüntüsü incelenen numunede, presleme basıncının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. Presleme basıncının 527 MPa seviyesine çıkarılmasıyla tanelerde küreselleşme ve boyun oluşumları tespit edilmiştir. Boyun oluşumunun malzemedeki gözenek miktarını düşürdüğü aynı zamanda yoğunluk ve sertlik değerlerini arttırdığı gözlemlenmiştir.



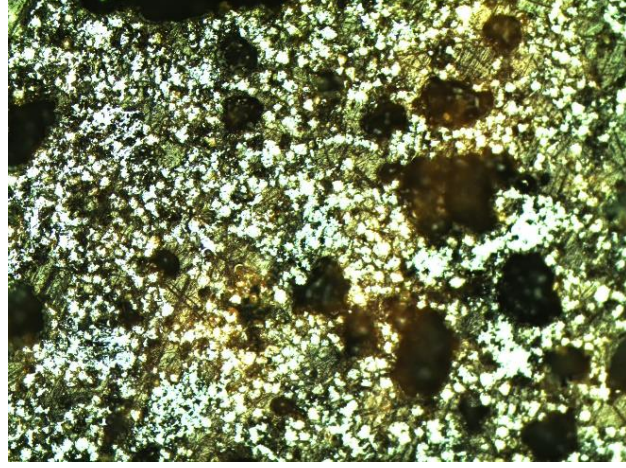
**Şekil 5.5.** 5 numaralı (1400 °C, 565 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

Şekil 5.5.'de optik görüntüsü incelenen numunede, presleme basıncının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. Yaptığımız çalışmada, Presleme basıncının en yüksek değerinde 565 MPa seviyesinde olduğu numunede, tanelerde basıncın etkisiyle küreselleşme ve gözenek miktarında düşüş görülmektedir. Yapılan makro sertlik ve Arşimet yoğunluk ölçümleri bu sonuçları desteklemektedir.



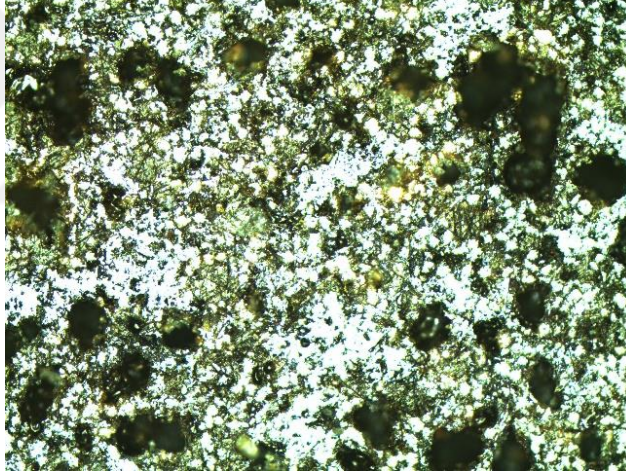
**Şekil 5.6.** 6 numaralı (1250 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

Şekil 5.6.'da optik görüntüsü incelenen numunede, sinterleme sıcaklığının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. Oksit oluşumu devam etmekte ve şekil 5.6'da koyu renkle görüntülenmektedir.



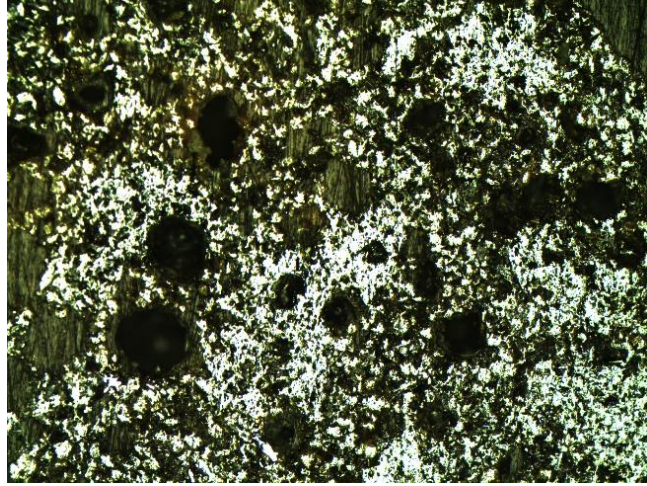
**Şekil 5.7.** 7 numaralı (1300 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

Şekil 5.7.'de optik görüntüsü incelenen numunede, sinterleme sıcaklığının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. 6 numaralı (1250 °C) numuneye kıyasla gözenek miktarında artış görüntülenmiştir.



**Şekil 5.8.** 8 numaralı (1350 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

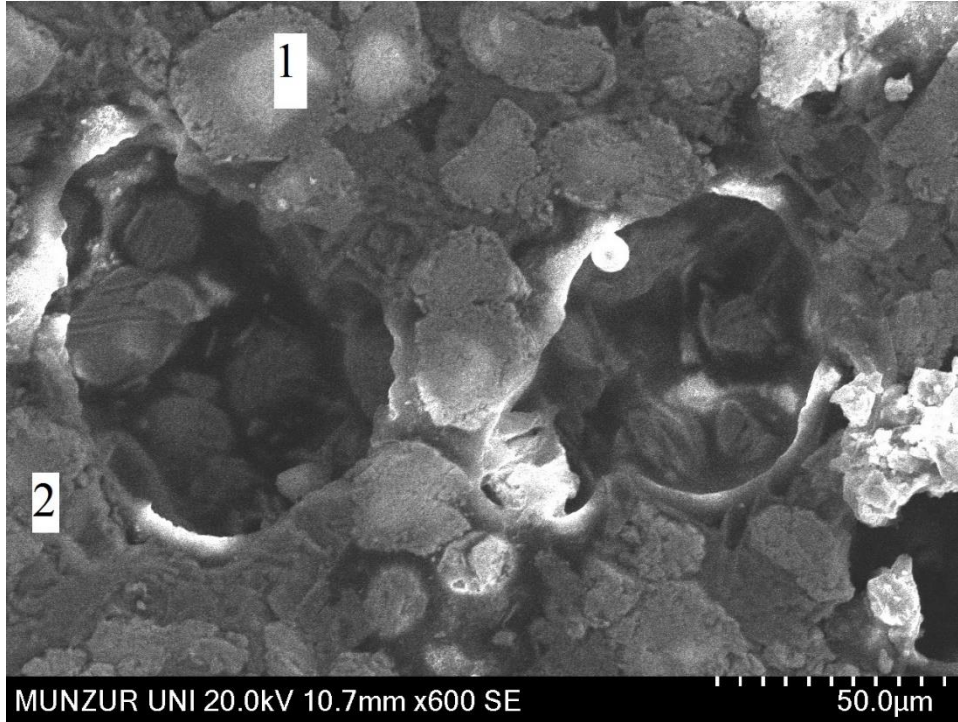
Şekil 5.8.'de optik görüntüsü incelenen numunede, sinterleme sıcaklığının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. 7 numaralı (1300 °C) numuneye kıyasla gözenek miktarında düşüş gözlemlenmiştir. Şekil 5.7 incelendiğinde taneler arasında boyun oluşumu başladığı gözlemlenmiştir.



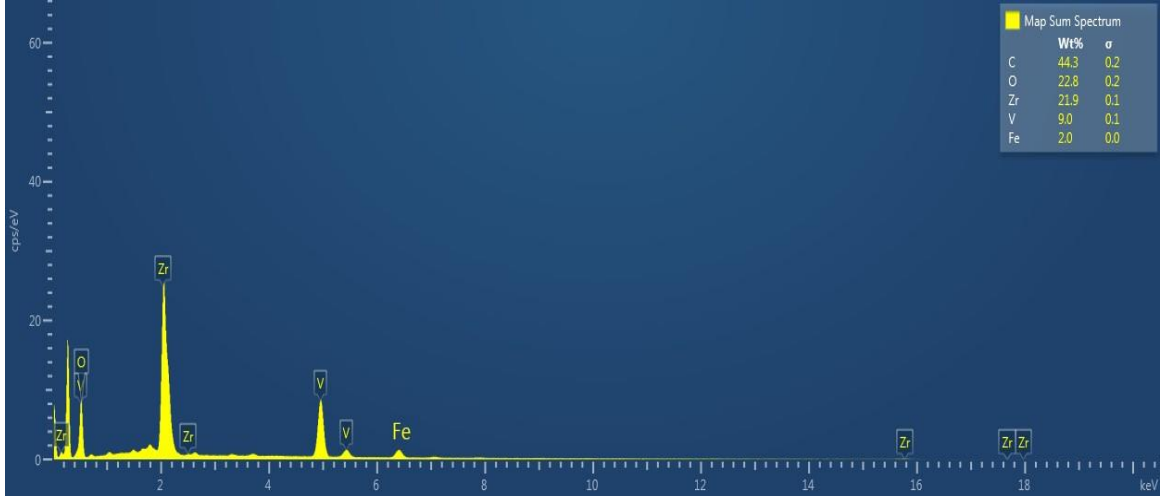
**Şekil 5.9.** 9 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin optik mikroskop görüntüleri (x100)

Şekil 5.9.'da optik görüntüsü incelenen numunede, sinterleme sıcaklığının gözenek miktarına etkisi incelenmiştir. Taneler sinterleme sıcaklığının etkisiyle küreselleşmeye başladığı gözlemlenmiştir. Sıcaklık artışı, numunenin sertlik ve yoğunluğuna olumlu katkı sağlarken, gaz absorbe edebilme yeteneğini olumsuz yönde etkilemektedir.

## 5.2. SEM - EDS Sonuçları



**Şekil 5.10.** 1 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü

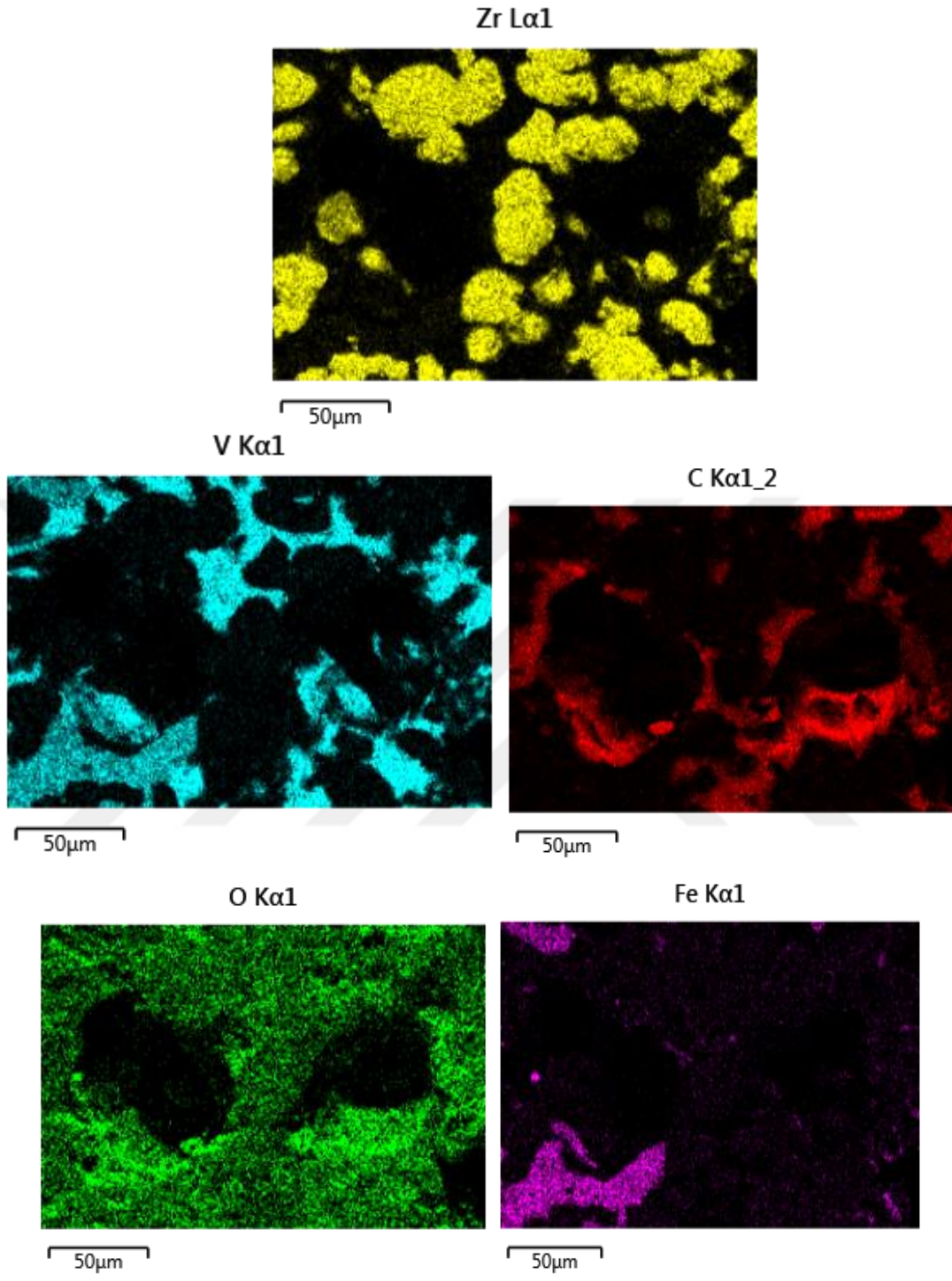


**Şekil 5.11.** 1 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin EDS analizi

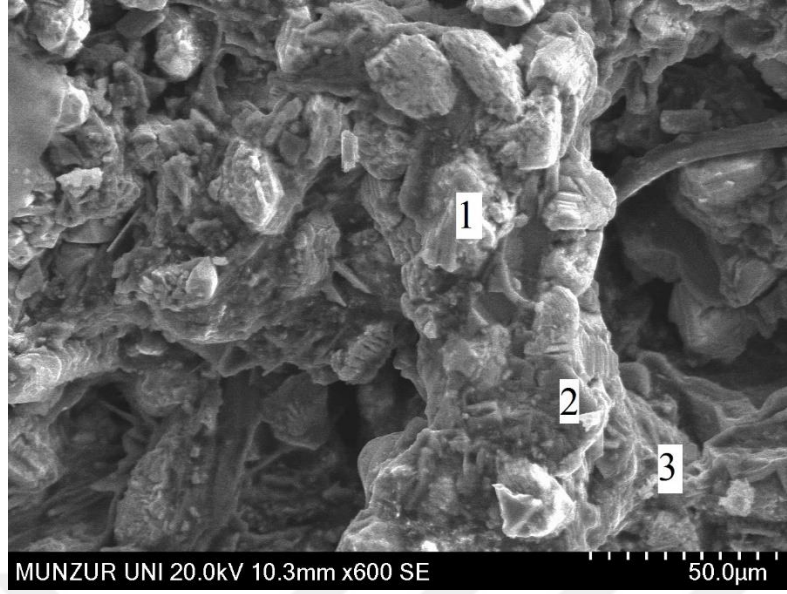
Şekil 5.10’da SEM görüntüsü alınan numunelerin gözenek karakteristiği ve toz dağılımları tespit edilmeye çalışılmıştır. 1400 °C Sinterleme sıcaklığından dolayı gözeneklerde küreselleşme ve küçülme tespit edilmiştir. SEM fotoğrafı incelendiğinde 1 numaralı noktadaki yapı Zr, 2 numaralı noktadaki yapı V içermektedir.

Şekil 5.11’de SEM görüntüsü alınan numunenin EDS analizi çıkarılmıştır. Alınan analizde C miktarının yüksek olduğu ve gözeneklere epoksi malzemesinin nüfus ettiği görüntülenmiştir.

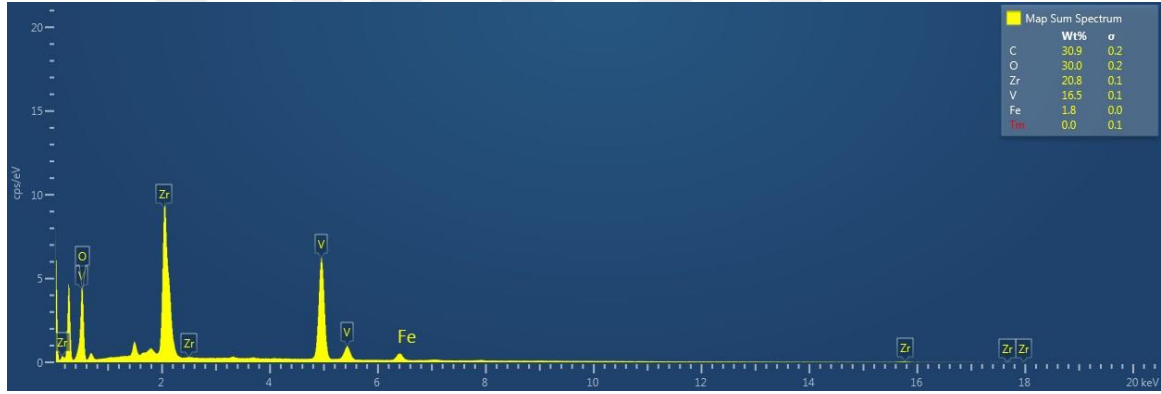
Şekil 5.12. EDS analizlerinde toz tanelerinin dağılımı görüntülenmiştir. Analizlerde tespit edilen Karbon elementinin yüzeyde tespit edilmesi, soğuk bakalite alınma işlemi sırasında epoksinin gözeneklere nüfus etmesinden kaynaklanmaktadır. Bu durum görüntü alınma ve inceleme sırasında olumsuz sonuçlar ortaya çıkarmaktadır.



Şekil 5.12. 1 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin toz dağılımı

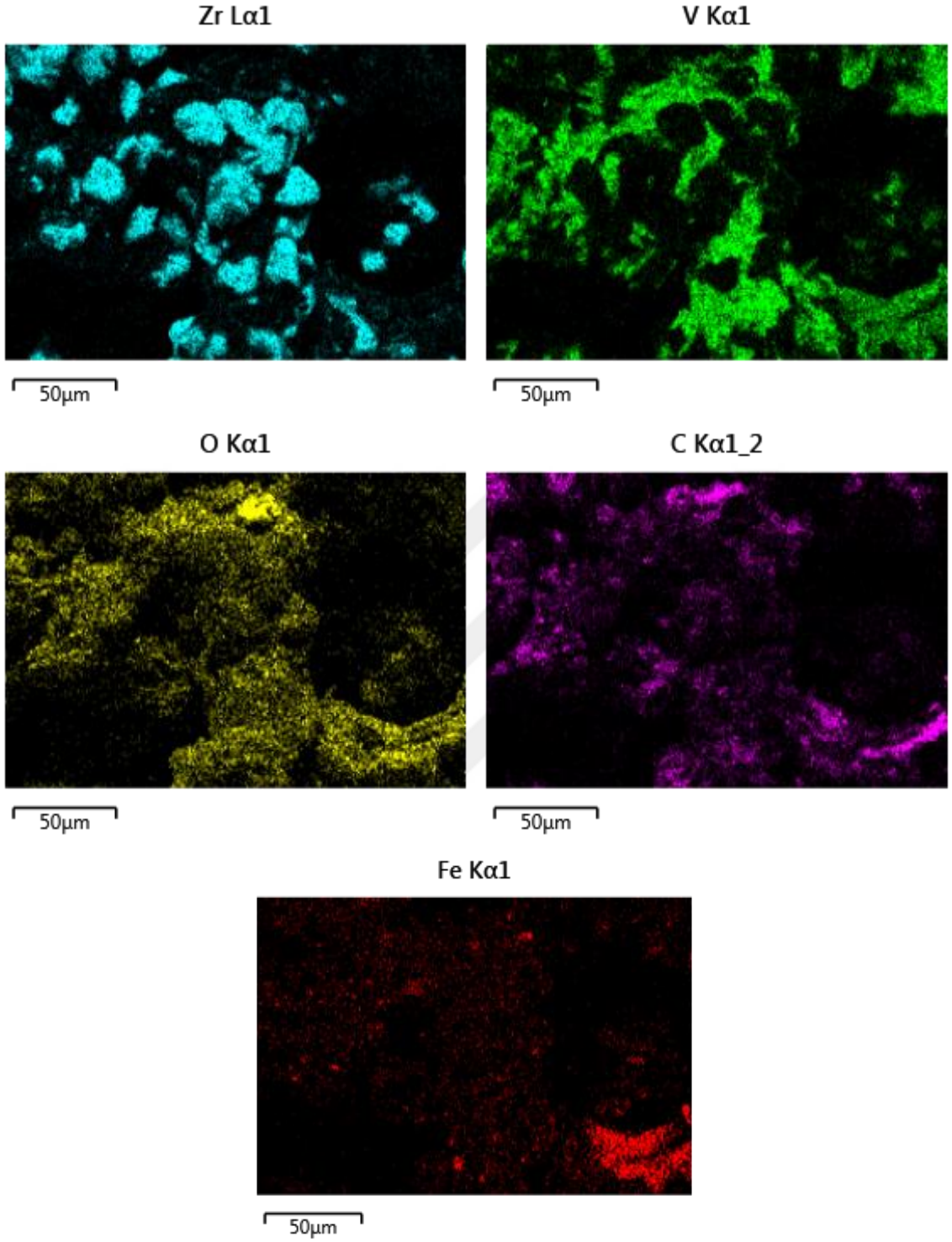


Şekil 5.13. 2 numaralı (1400 °C, 452 MPa) numunenin SEM görüntüsü



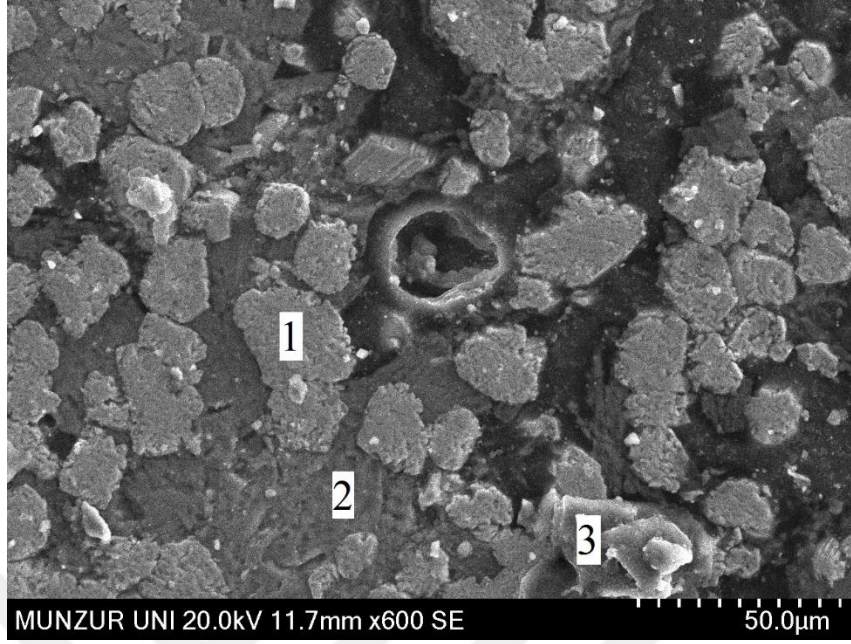
Şekil 5.14. 2 numaralı (1400 °C, 452 MPa) numunenin EDS analizi

Şekil 5.13 ve Şekil 5.14’de SEM-EDS analizi alınan 2 numaralı numunenin gözenek karakteristiği ve toz dağılımları tespit edilmeye çalışılmıştır. SEM fotoğrafı incelendiğinde, 1400 °C Sinterleme sıcaklığı ve 452 MPa presleme değerinden dolayı gözeneklerde küreselleşme tespit edilmiştir. 1 numaralı noktadaki yapı Zr, 2 numaralı noktadaki yapı V yapısına sahip olduğu ve 3 numaralı noktada Fe tozunun yoğunlaştığı Şekil 5.15 de detaylı gözükmemektedir.

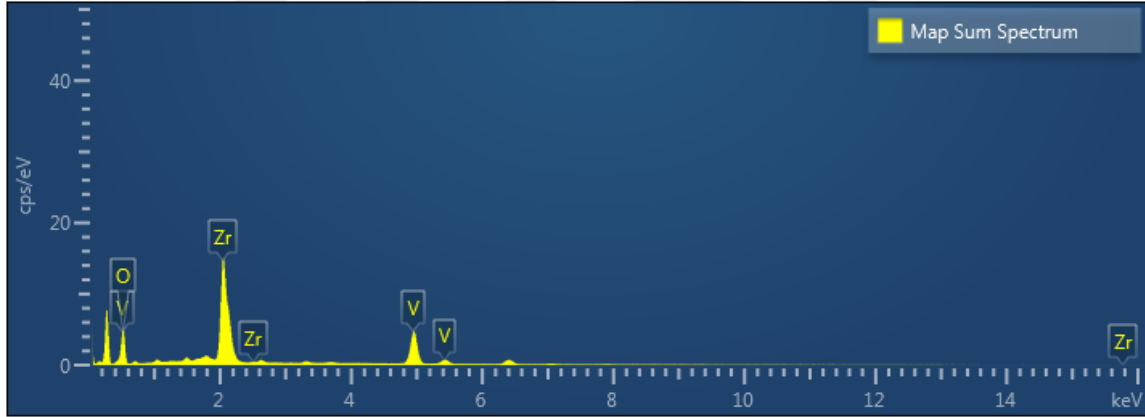


**Şekil 5.15.** 2 numaralı (1400 °C, 452 MPa) numunenin toz dağılımı

Şekil 5.15’de görüntülenen analizlerde tespit edilen Zr ve V tozlarının homojen dağılması, tozların karıştırılma sürecinin olumlu geçtiğinin göstergesi olarak değerlendirilebilir. EDS fotoğrafları incelendiğinde, Fe tozları V tozlarının olduğu bölgelerde yoğunlaşması görüntülenmiştir.

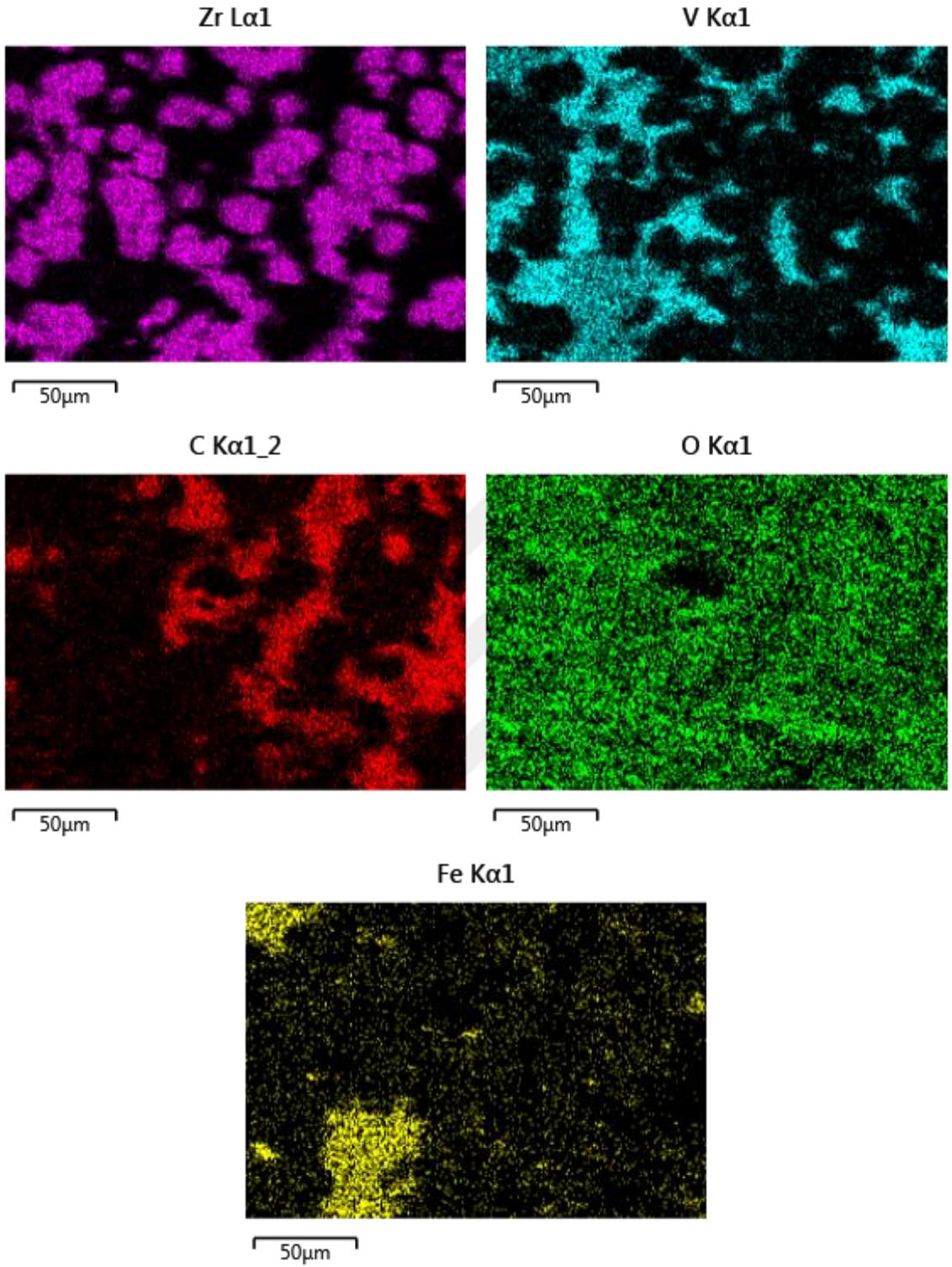


Şekil 5.16. 3 numaralı (1400 °C, 490 MPa) numunenin SEM görüntüsü



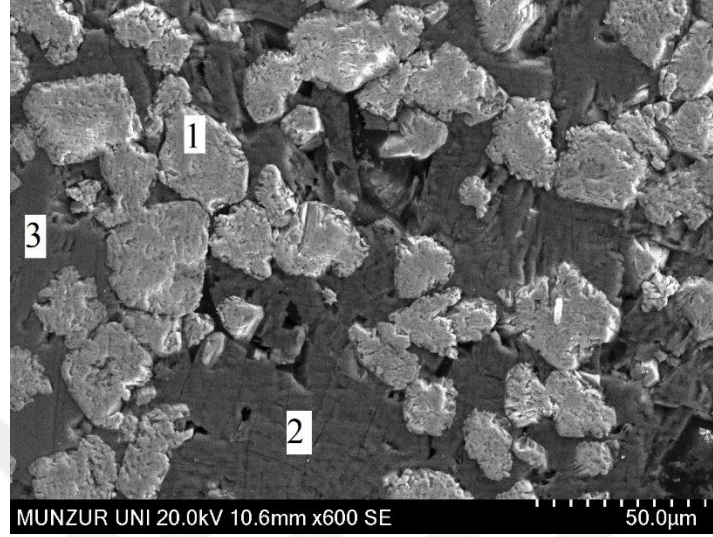
Şekil 5.17. 3 numaralı (1400 °C, 490 MPa) numunenin EDS analizi

Şekil 5.17’de SEM görüntüsü alınan 3 numaralı numune üzerinde bulunan 1,2 ve 3 numaralı noktalar sırasıyla Zr, V ve Fe olmak üzere dağılmışlardır. Şekil 5.17’de SEM görüntüsünün EDS analizi verilmiştir. Presleme basıncının (490 MPa) etkisiyle Zr tanelerinde bozulma ve birbirlerine yakınlığı gözlemlenmiştir.

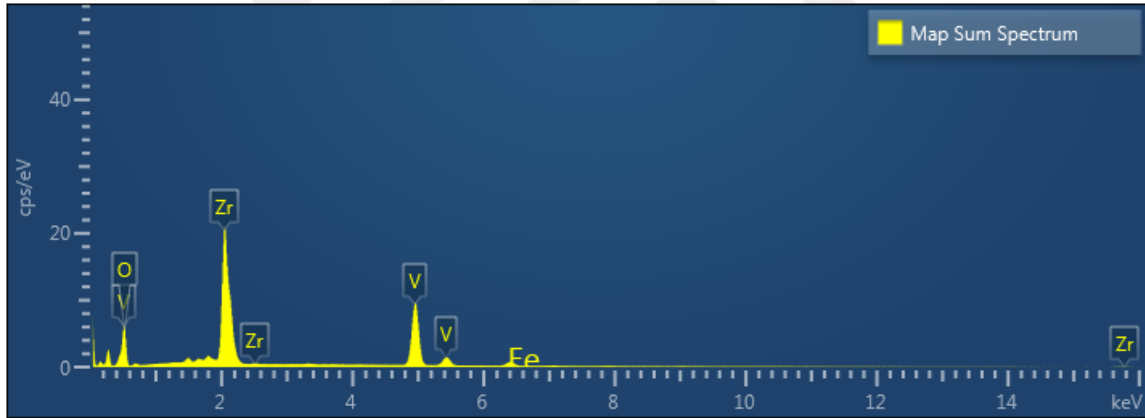


Şekil 5.18. 3 numaralı (1400 °C, 490 MPa) numunenin toz dağılımı

Şekil 5.18 'de EDS analizleri incelendiğinde Zr tanelerinin presleme basıncının etkisiyle yakınlığı, V tanelerinin küçüldüğü görüntülenmektedir. EDS fotoğrafları incelendiğinde, Fe tozları V tozlarının bulunduğu bölgelerde yoğunlaşmaya devam etmektedir.

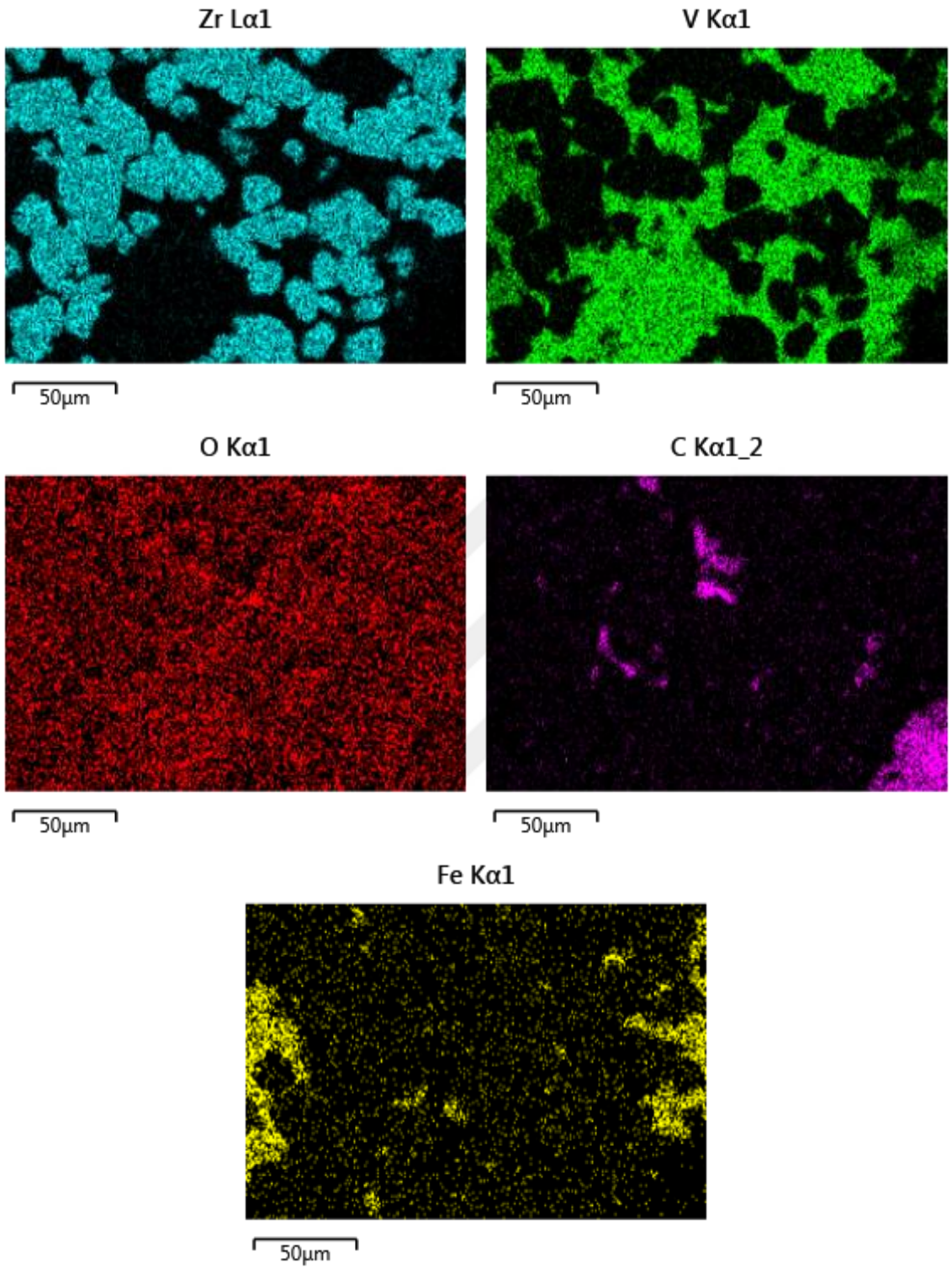


Şekil 5.19. 4 numaralı (1400 °C, 527 MPa) numunenin SEM görüntüsü



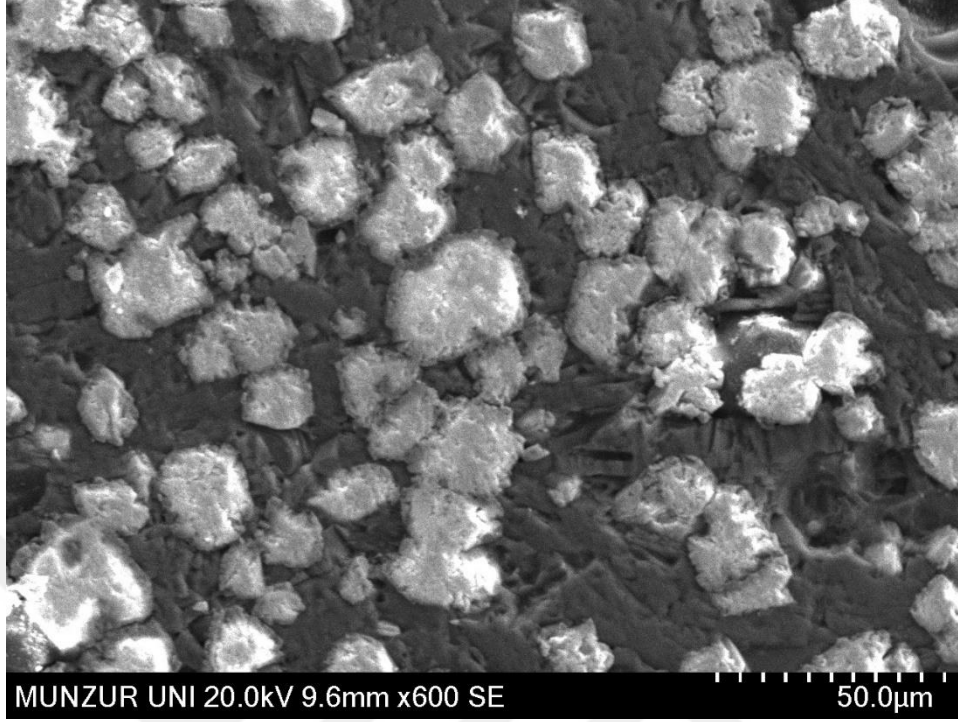
Şekil 5.20. 4 numaralı (1400 °C, 527 MPa) numunenin EDS analizi

Şekil 5.19’da SEM görüntüsü incelenen 4 numaralı numune üzerinde bulunan 1 ve 2 numaralı noktalar sırasıyla Zr ve V olmak üzere dağılmışlardır. 3 numaralı nokta ise Fe tozlarının yoğunlaştığı bölgedir. Şekil 5.20’de verilen EDS analizinde SEM görüntüsündeki alanın çoğunluğunu Zr taneleri oluşturmaktadır. Presleme basıncının (527 MPa) etkisiyle Zr tanelerinde bozulma artarak devam ederken taneler birbirlerine yakınlaştığı görülmektedir.

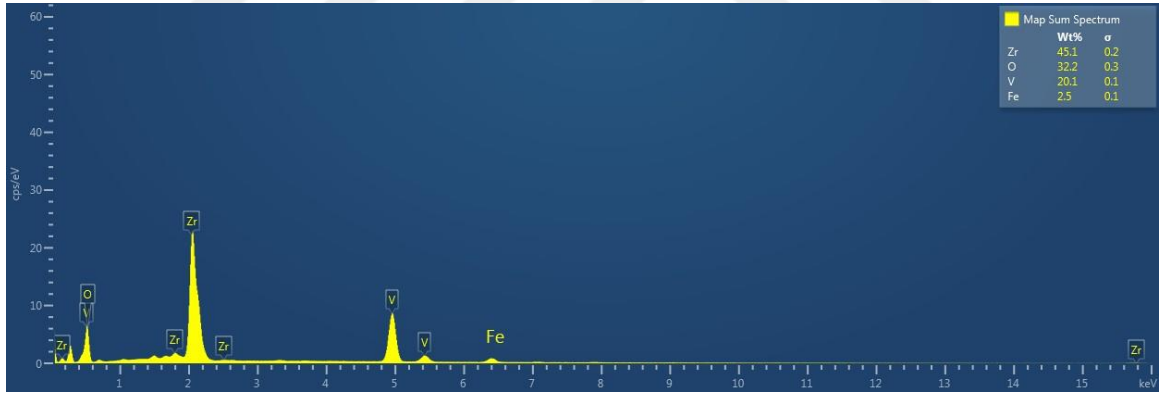


Şekil 5.21. 4 numaralı (1400 °C, 527 MPa) numunenin toz dağılımı

Şekil 5.21'de görüntülenen EDS analizlerinde tozların dağılımı hakkında bilgiler verilmiştir.

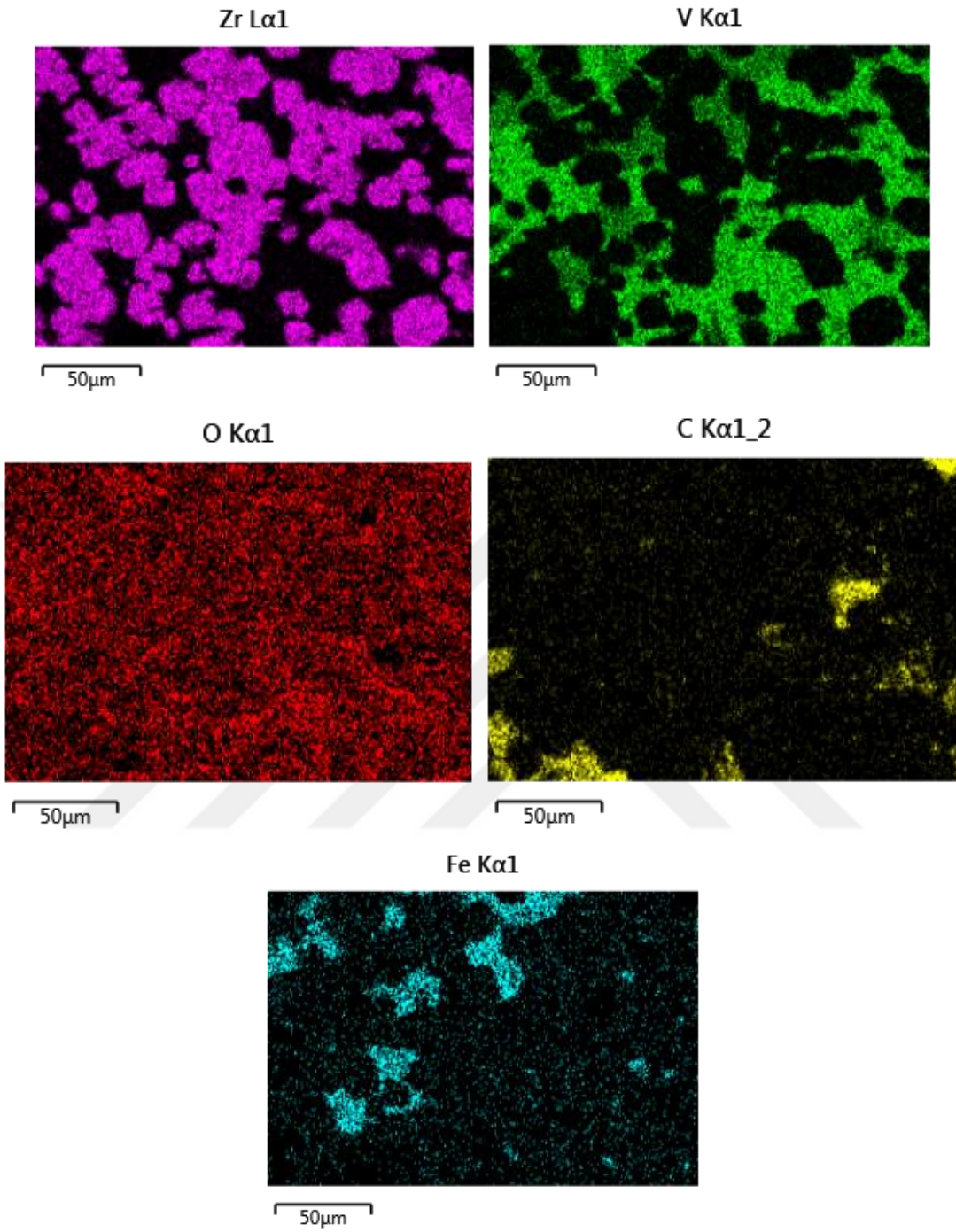


Şekil 5.22. 5 numaralı (1400 °C, 565 MPa) numunenin SEM görüntüsü



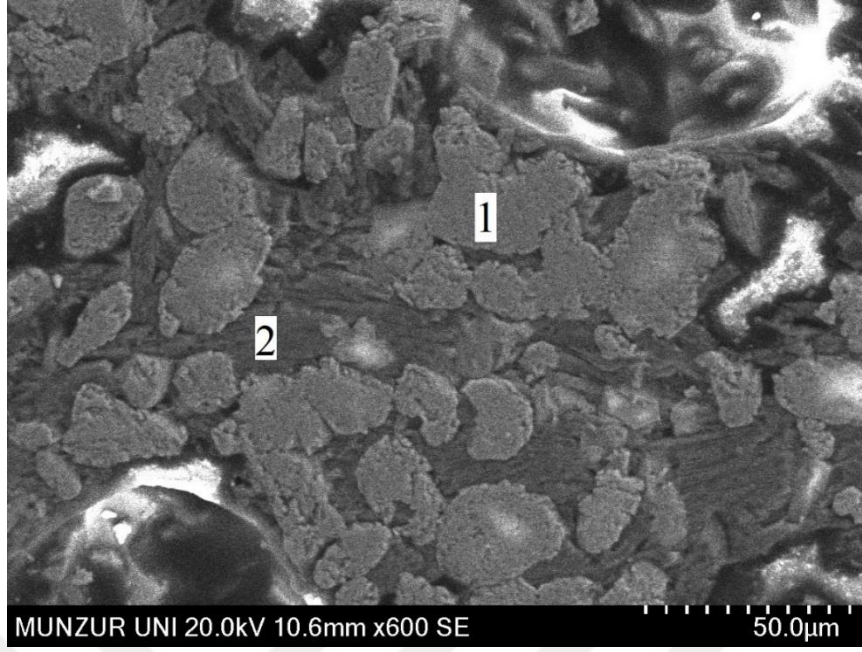
Şekil 5.23. 5 numaralı (1400 °C, 565 MPa) numunenin EDS analizi

5 numaralı numunenin SEM görüntüsü Şekil 5.22.'de verilmiştir. Bu tez çalışmasında en yüksek presleme değeri olan 565 MPa bu malzeme üzerinde uygulanmış, sıcaklık 1400 °C'de sabit tutulmuştur. Artan presleme değeri ve yüksek sıcaklık etkisiyle Zr tanelerinde yaklaşma meydana gelmiştir. Bununla birlikte Zr tanelerinde şekil değişikliği ve porozite kaybı görülmektedir. Şekil 5.23'de verilen EDS analizinde yapının %45.1'i Zr, %20.1'i V ve %2.5'i Fe olduğu görüntülenmektedir.

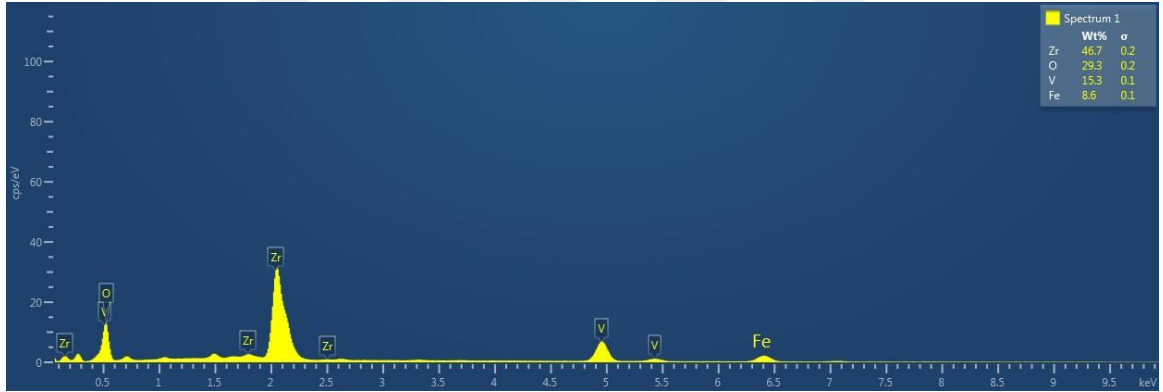


Şekil 5.24. 5 numaralı (1400 °C, 565 MPa) numunenin toz dağılımı

Şekil 5.24'te görüntülenen analizlerde tespit edilen Zr ve V tozlarının homojen dağılması, tozların karıştırılma sürecinin olumlu geçtiğinin göstergesi olarak değerlendirilebilir. Epoksi malzemesinin gözeneklere nüfus etmesinden kaynaklı C elementi analizlerde görüntülenmiştir. Fe tozları V tozlarının olduğu bölgelerde yoğunlaşmaya devam etmektedir.

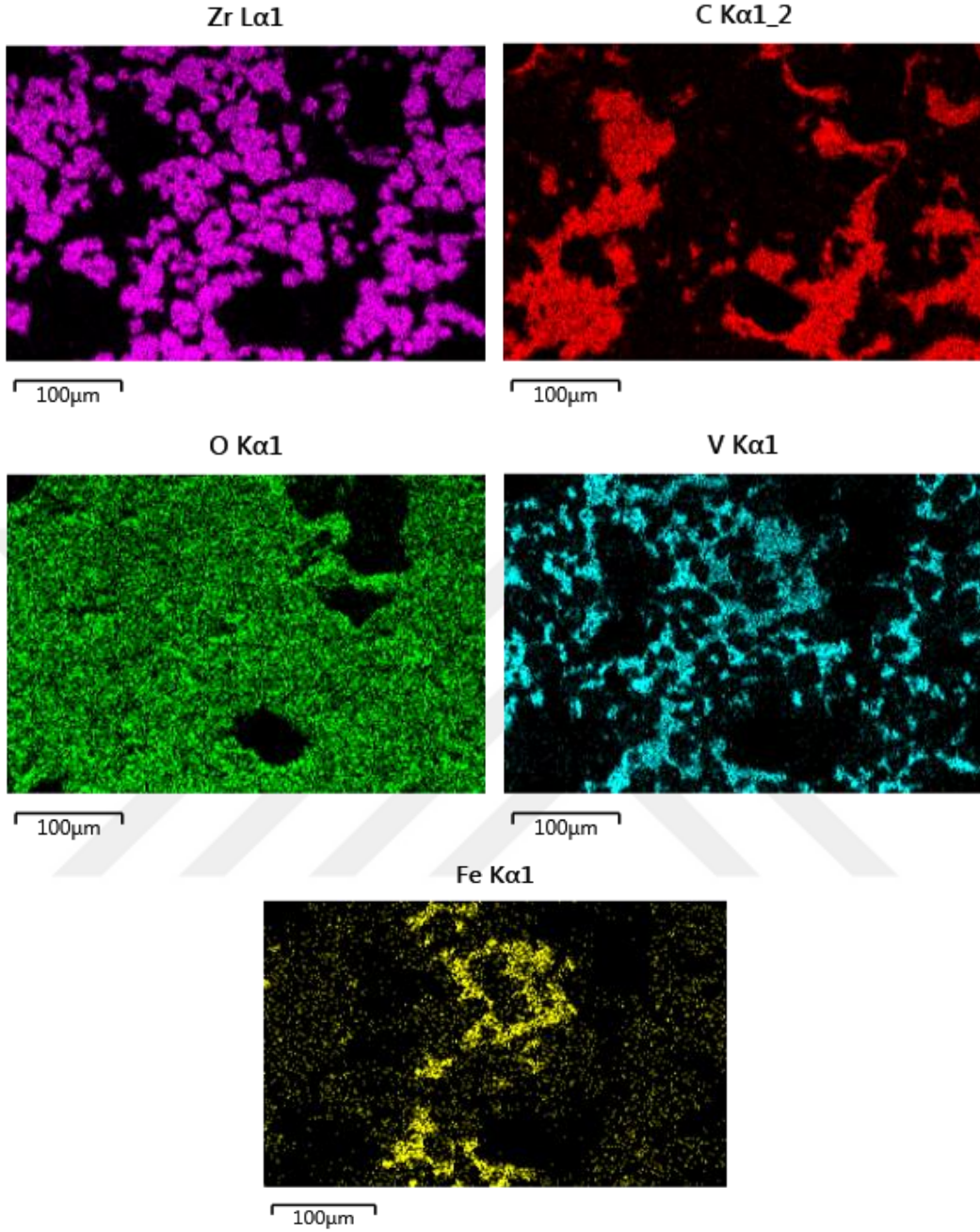


Şekil 5.25. 6 numaralı (1250 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü



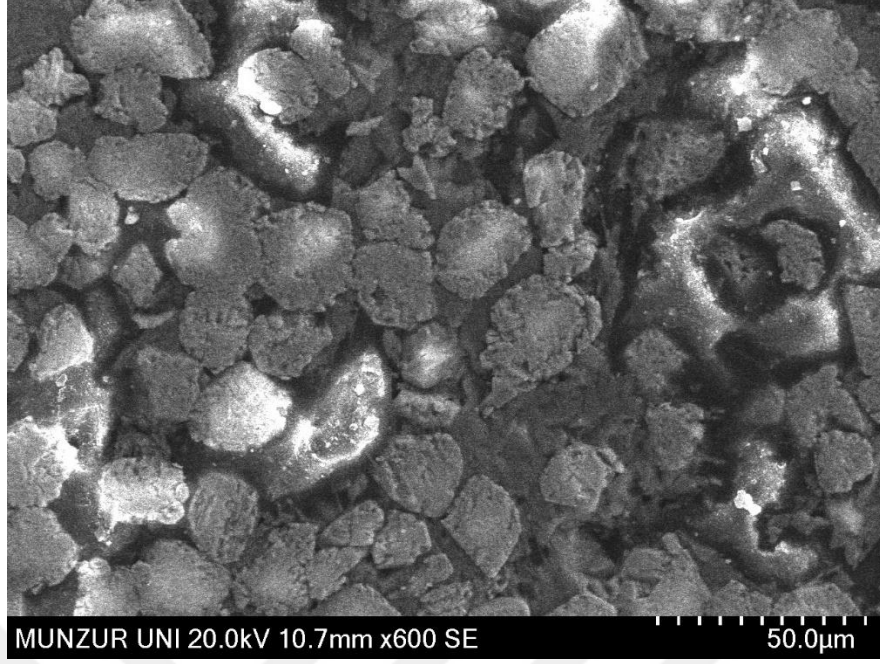
Şekil 5.26. 6 numaralı (1250 °C, 415 MPa) numunenin EDS analizi

6 numaralı numunenin SEM görüntüsü Şekil 5.25’de verilmiştir. 1 ve 2 numaralı noktalar sırasıyla Zr ve V tanelerinin yoğunlaştığı bölgeleri göstermektedir. Şekil 5.26’da verilen EDS analizinde bu yoğunlaşma görüntülenmektedir. Presleme basıncının ve sinterleme sıcaklığının en düşük değerinde olan numunenin, presleme basıncı 415 MPa değerinde iken sinterleme sıcaklığı 1250 °C ‘de sabit tutulmuştur. Alınan görüntülerde, gözenek miktarındaki artış 1, 2, 3, 4 ve 5 numaralı numunelere kıyasla daha fazla olduğu gözlemlenmektedir. Malzemenin gaz absorbe etme miktarı gözenek miktarı ve boyutu ile doğru orantılı olduğundan dolayı bu numunede yüksek performans beklenmektedir.



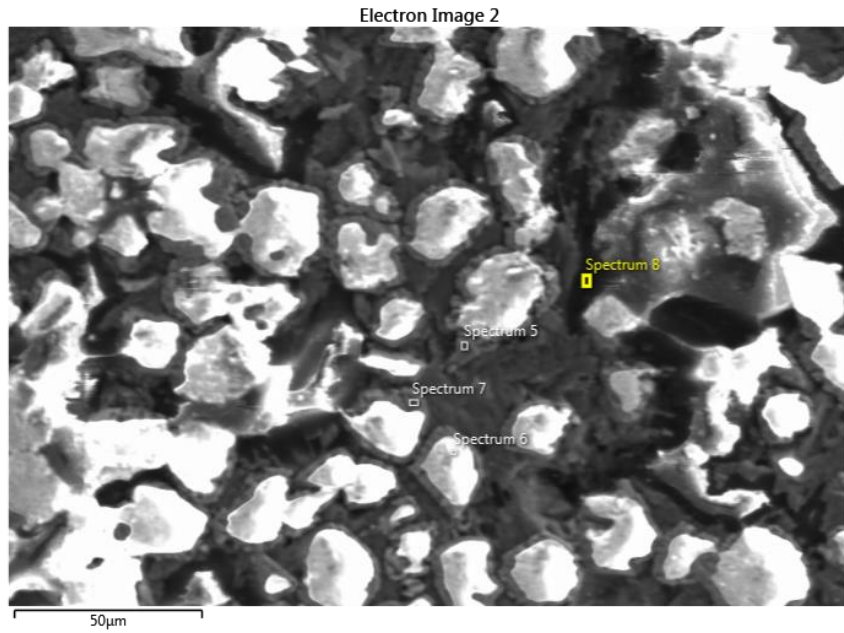
Şekil 5.27. 6 numaralı (1250 °C, 415 MPa) numunenin toz dağılımı

Şekil 5.27’de incelenen EDS analizinde Zr ve V tanelerinin yapıya homojen bir şekilde dağıldı görüntülenmiştir. Diğer numunelerde olduğu gibi Fe tanelerinin büyük çoğunluğu homojen olarak dağılım gösterse de bazı bölgelerde yoğunlaşmaların olduğu gözlemlenmiştir. C elementinin alınan görüntüde fazla görüntülenmesinin nedeni, epoksi malzemesinin gözeneklerin tamamına nüfus etmesinden kaynaklanmaktadır.

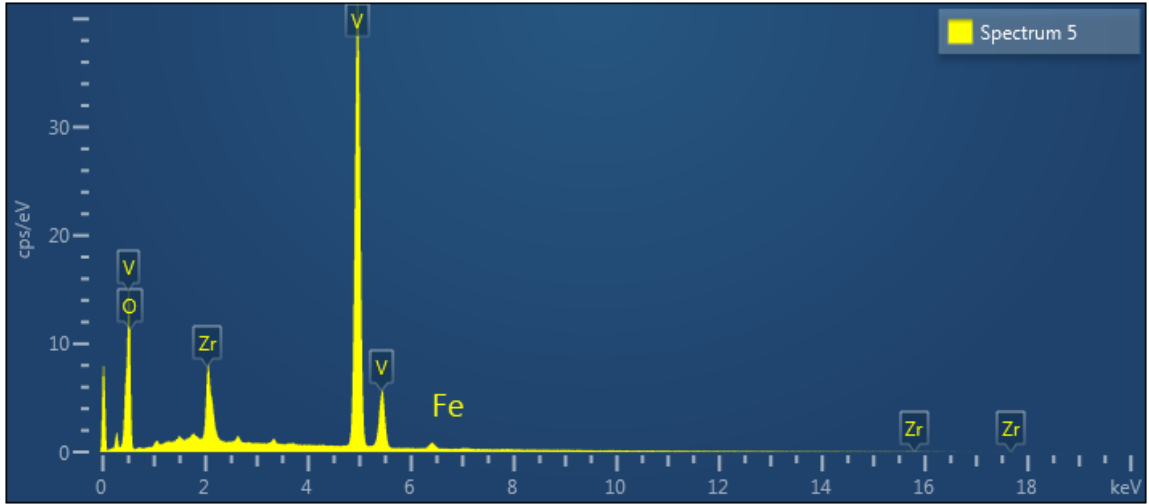


**Şekil 5.28.** 7 numaralı (1300 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü

1300 °C’de sinterleme işlemi yapılan numunemizin SEM görüntüsü Şekil 5.28’de verilmiştir. 6 ve 7 numaralı numunelerdeki boşluk miktar ve şekilleri benzerlik göstermektedir. Gözenek boyutları ve sayısı bakımından diğer numunelere oranla daha zengin bir yapıya sahip oldukları yorumlanabilir. Şekil 5.29’da verilen SEM fotoğrafında EDS analizleri alınan noktalar gösterilmiştir.

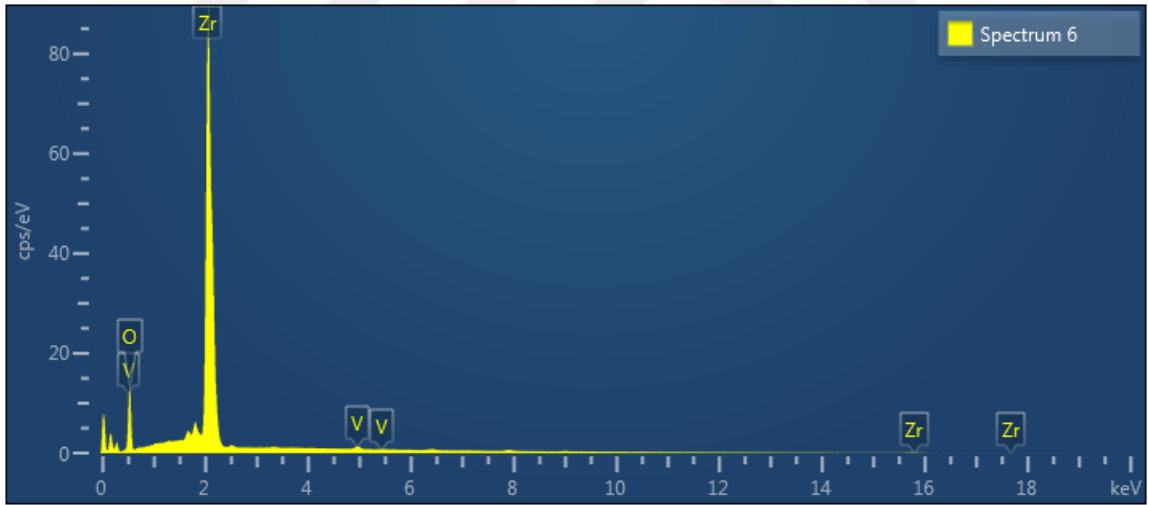


**Şekil 5.29.** 7 numaralı (1300 °C, 415 MPa) numunenin EDS analizi



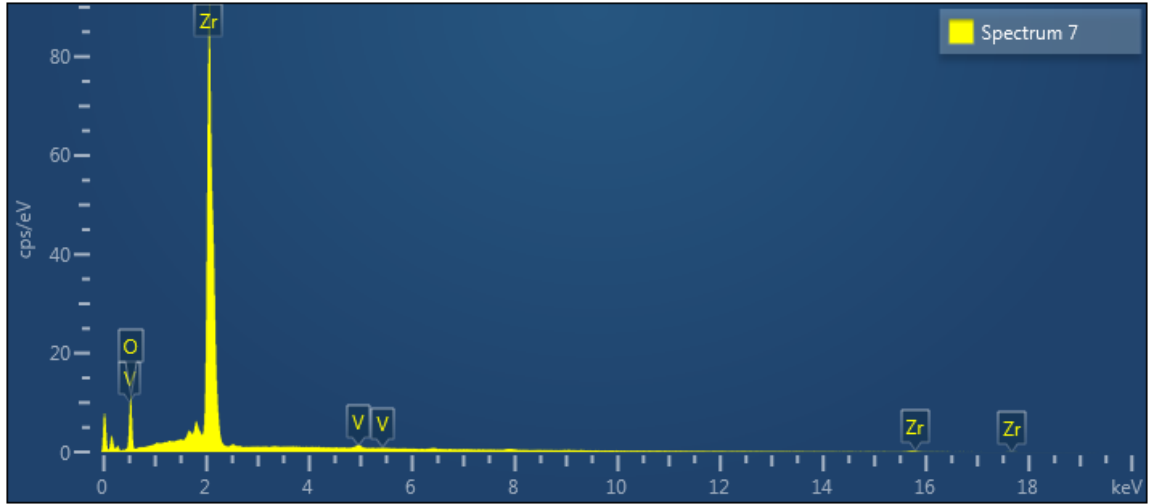
**Şekil 5.30.** 5 numaralı noktanın EDS analizi

Şekil 5.30'da görüntülenen 5 numaralı noktanın EDS analizinde; %55,79 V, %9 Zr, %33,91 O ve %1,30 Fe bulunmaktadır.



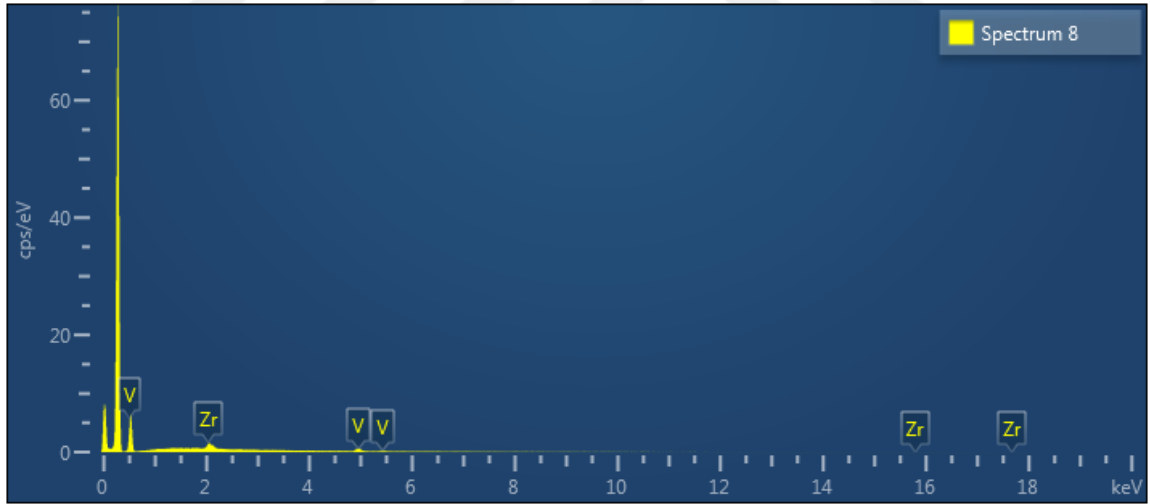
**Şekil 5.31.** 6 numaralı noktanın EDS analizi

Şekil 5.31'de görüntülenen 6 numaralı noktanın EDS analizinde; %68,92 Zr, %30,25 O, %0,50 V ve %0,33 Fe bulunmaktadır.



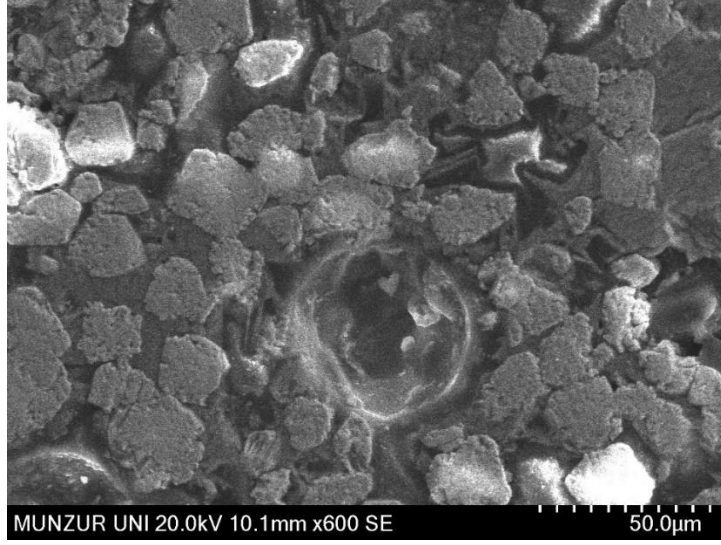
Şekil 7.32. 7 numaralı noktanın EDS analizi

Şekil 5.32’de görüntülenen 7 numaralı noktanın EDS analizinde; %71,57 Zr, %27,51 O, %0,61 V ve %0,32 Fe bulunmaktadır.



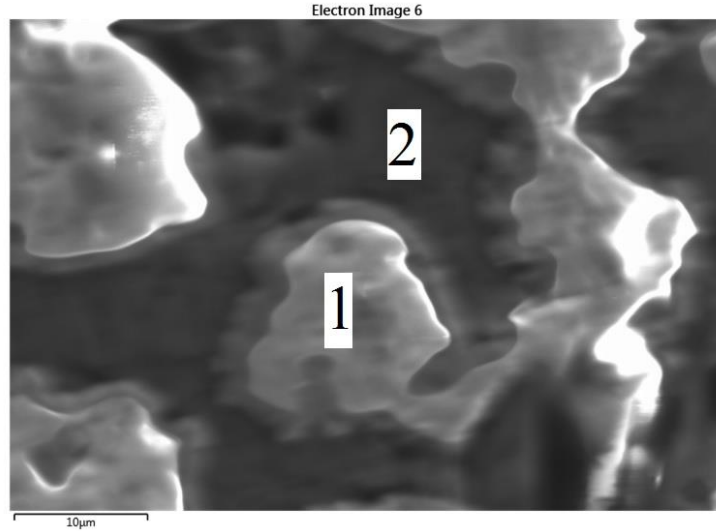
Şekil 5.33. 8 numaralı noktanın EDS analizi

Şekil 5.33’de görüntülenen 8 numaralı noktanın EDS analizinde; %97,55 C, %1,5 Zr ve %0,96 V bulunmaktadır.



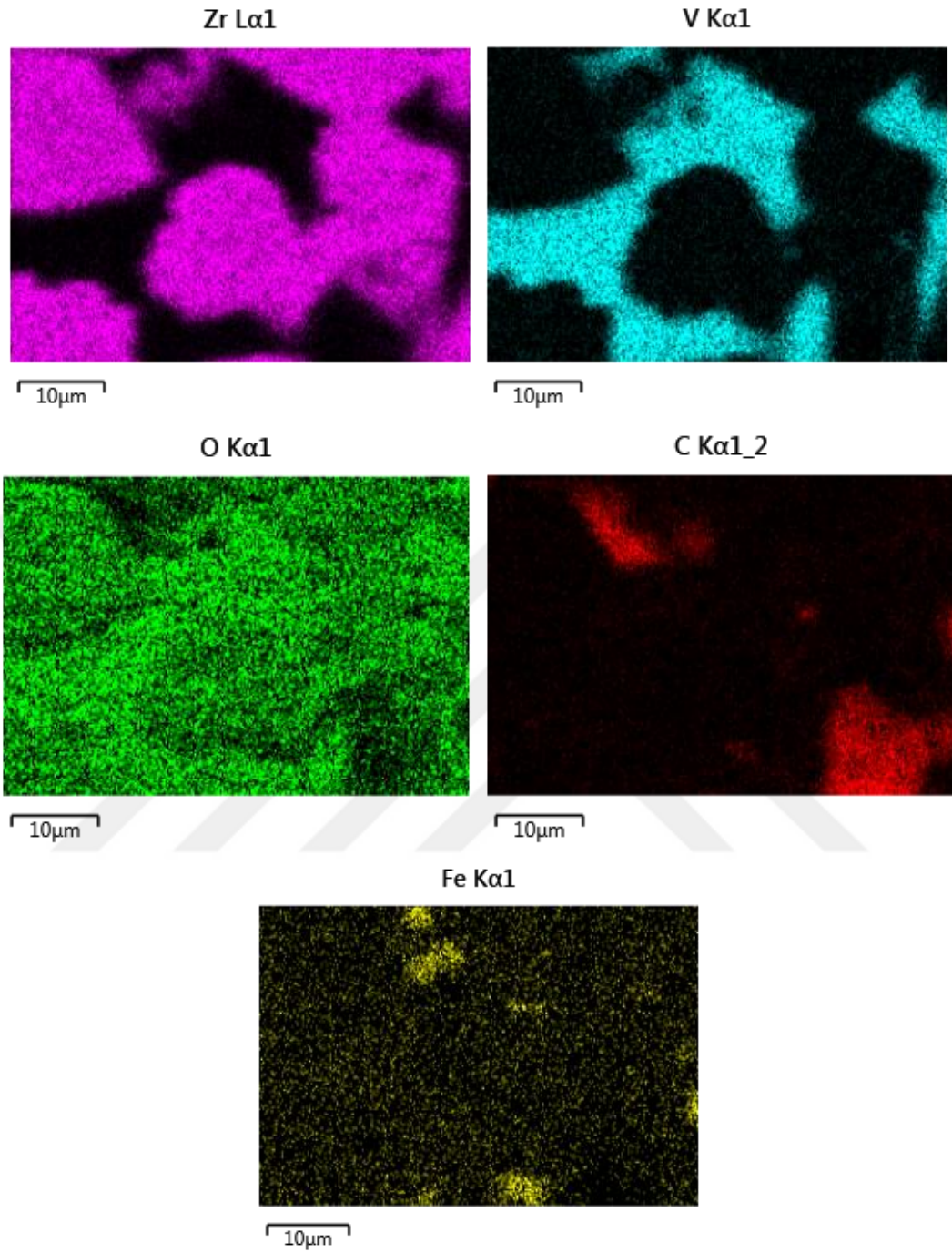
**Şekil 5.34.** 8 numaralı (1350 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü

1350 °C’de sinterleme işlemi yapılan numunemizin SEM görüntüsü Şekil 5.34’ de verilmiştir. Taneler arasında boyun verme işlemi görüntülenmiştir. Boyun oluşumundan dolayı malzemede sertlik değerinde artışı gözlemlenebilir.



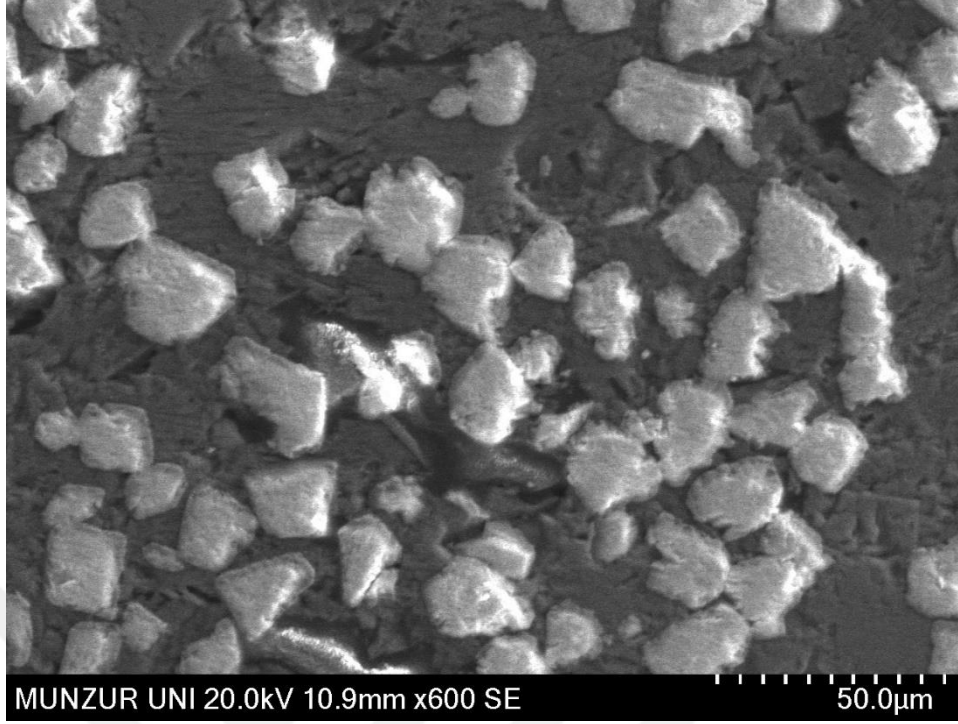
**Şekil 5.35.** 8 numaralı (1350 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü

Şekil 5.35 ‘de görüntülenen 1 ve 2 numaralı yapılar sırasıyla Zr ve V ‘a aittir. Fe ile birlikte tüm yapılar homojen bir şekilde malzeme içerisinde yayılması sağlanmıştır. Şekil 5.36’da detaylı olarak görüntülenmektedir.



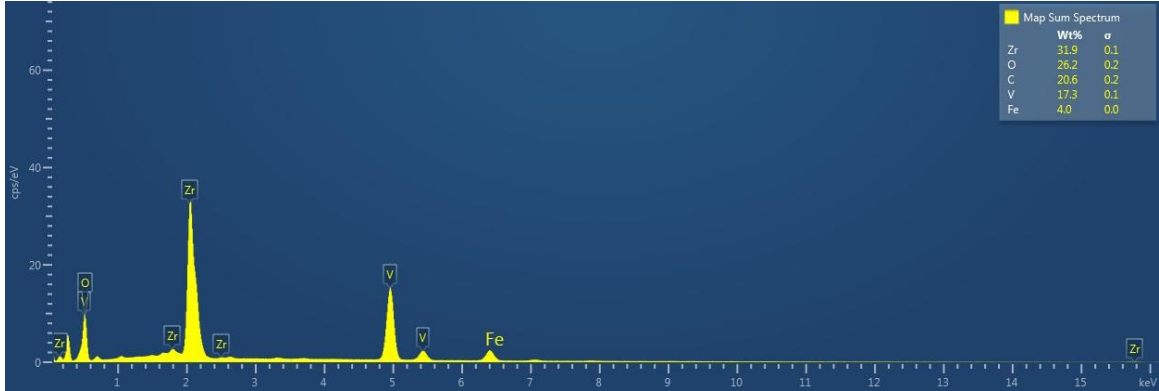
**Şekil 5.36.** 8 numaralı (1350 °C, 415 MPa) numunenin toz dağılımı

Şekil 5.36'da verilen EDS analizlerinde, tozların dağılımları incelenmiştir. Zr ve V tanelerinin boyun verdiği ve Fe tozlarının V tozlarının olduğu bölgelerde yoğunlaştığı görüntülenmiştir.



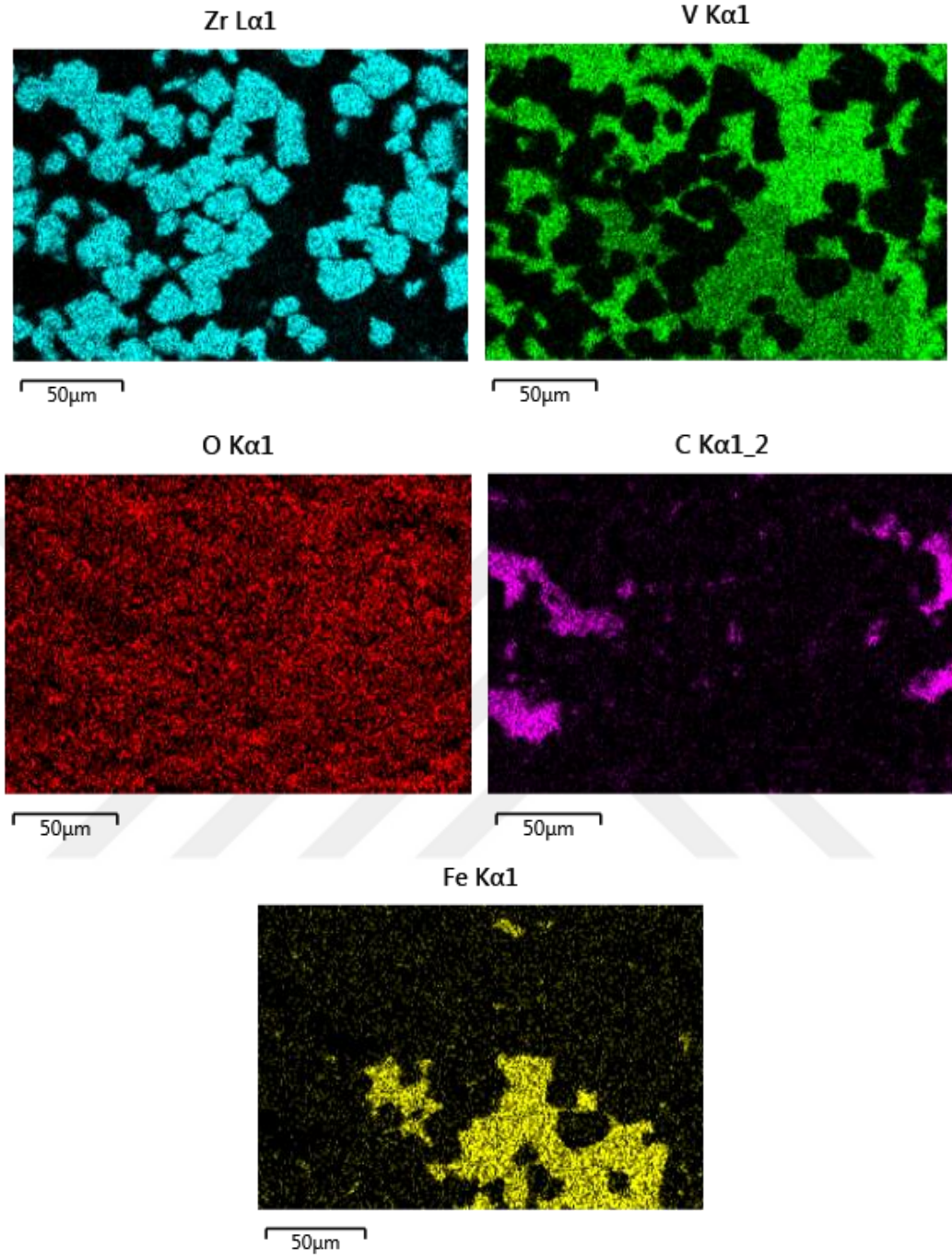
Şekil 5.37. 9 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin SEM görüntüsü

1400 °C’de sinterleme işlemi yapılan numunemizin SEM görüntüsü Şekil 5.37’ de verilmiştir. Taneler sıcaklığın etkisiyle küreselmeye başladığı görüntülenmiştir. Boyun oluşumunun ve porozite miktarının 8 numaralı numuneye göre daha az olduğu gözükmemektedir.



Şekil 5.38. 9 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin EDS analizi

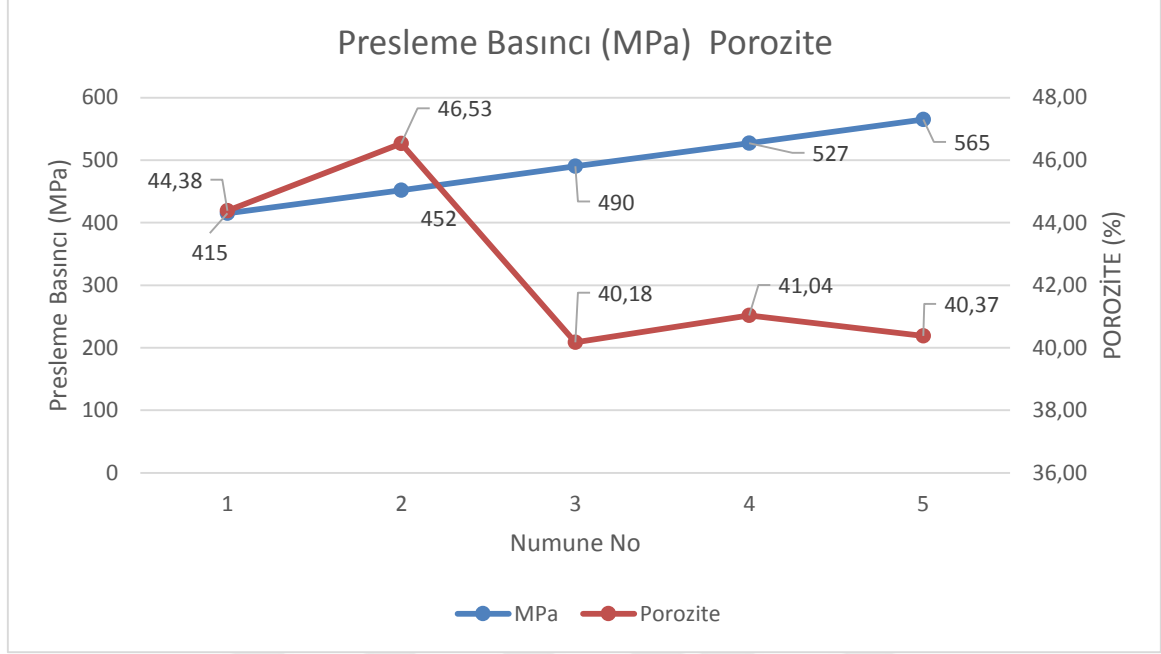
Şekil 5.38’de 1400 °C sıcaklıkta 415 MPa basınç altında preslenen numunenin EDS analizi verilmiştir. Alınan analizde Zr ve V tanelerinin yapı içerisinde yoğunlaştığı görüntülenmiştir.



Şekil 5.39. 9 numaralı (1400 °C, 415 MPa) numunenin toz dağılımı

Şekil 5.39’da verilen EDS analizinde tozların dağılımı incelenmiştir. Zr ve V tanelerinin yapı içerisinde homojen dağıldığı görüntülenmiştir. Fe tozları yapı içerisinde V tanelerinin olduğu bölgede yoğunlaştığı dikkat çekmektedir.

### 5.3. Numunelerin Yoğunluk ve Porozite Sonuçları



Şekil 5.40. Presleme basıncının poroziteye olan etki grafiği

Şekil 5.40'da verilen grafikte, değişken değerlerdeki presleme basıncının poroziteye olan etkisi incelenmiştir. Presleme basıncının artmasıyla ve sinterleme sıcaklığının da etkisiyle Zr tanelerinin boyun verme oluşumlarının başladığı mikroyapı incelemelerinde görüntülenmiştir. Buna bağlı olarak yapıda gözenek kaybı meydana gelmektedir. Gözeneklilik getter malzemeler için performans açısından önemli bir faktör olduğundan dolayı şekildeki grafikte istenilen poroziteye 415 MPa presleme değeri ile ulaşılmıştır. Tablo 5.1'de uygulanan basınç miktarına göre ortaya çıkan porozite miktarı verilmiştir.

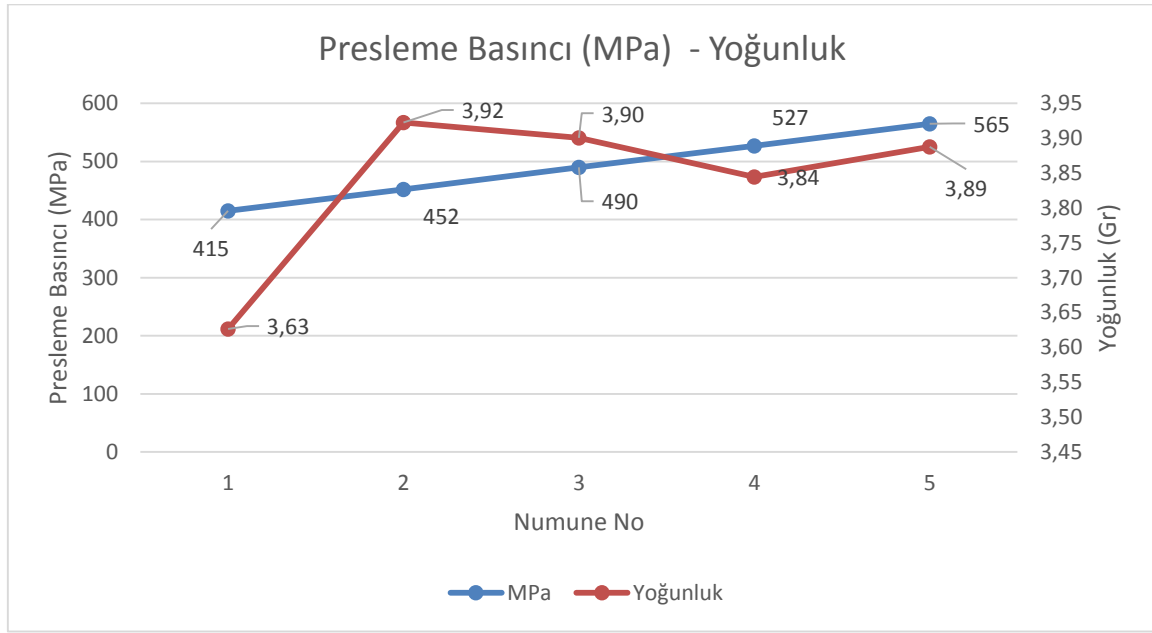
Tablo 5.1. Presleme Basınç miktarına göre ortaya çıkan porozite miktarı

Basınç (MPa)	Porozite (%)
415	44,38
452	39,83
490	40,18
527	41,04
565	40,37

**Tablo 5.2.** Presleme Basınç miktarına göre ortaya çıkan yoğunluk miktarı

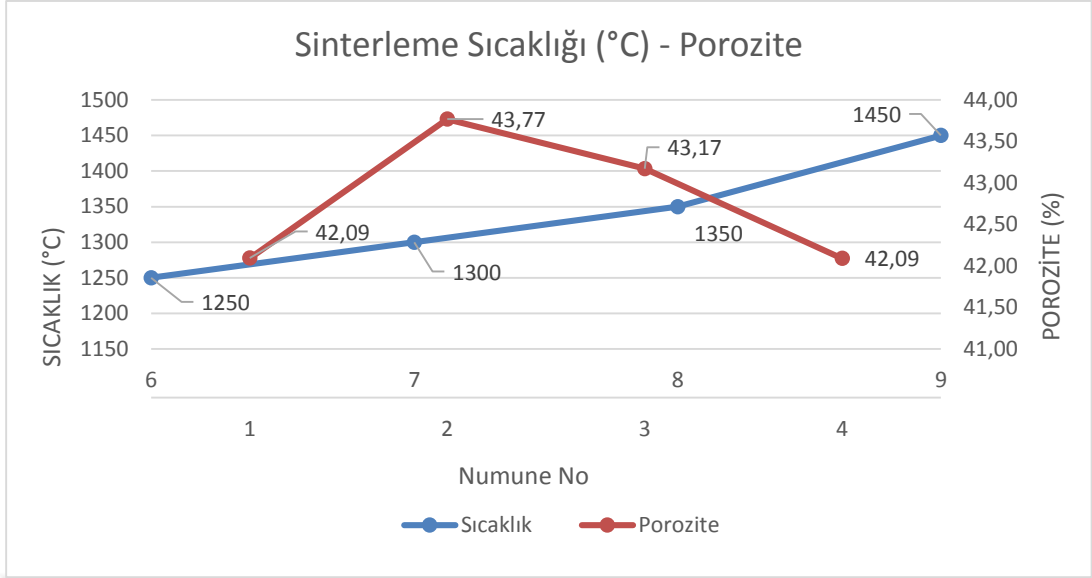
Basınç (MPa)	Yoğunluk (Gr)	Teorik Yoğunluk (Gr)
415	3,63	
452	3,92	
490	3,90	6,52
527	3,84	
565	3,89	

Tablo 5.2’de numunenin teorik yoğunluğu ve uygulanan basınç miktarına oranla ortaya çıkan yoğunluk miktarları verilmiştir.



**Şekil 5.41.** Presleme basıncının yoğunluğa olan etki grafiği

Şekil 5.41’de verilen grafikte, değişken değerlerdeki presleme basıncının yoğunluğa olan etkisi incelenmiştir. Şekilde grafikte yoğunluk değeri, Şekil 5.40 ‘daki porozite grafiği ile birbirini desteklemektedir. Presleme basıncının artışına bağlı olarak numunedeki yoğunluk değerinde arttığı görüntülenmiştir.

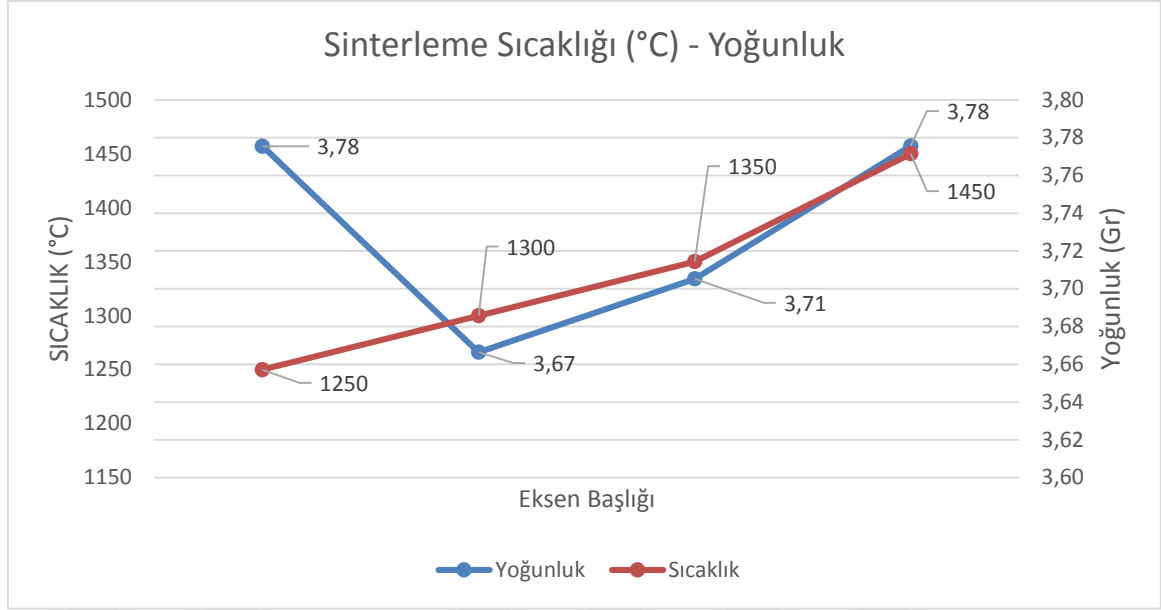


**Şekil 5.42.** Sinterleme Sıcaklığının poroziteye olan etki grafiği

Şekil 5.42’de verilen grafikte, değişken değerlerdeki sinterleme sıcaklığının poroziteye olan etkisi incelenmiştir. Şekildeki grafikte, 1250 °C ve 1300 °C sinterleme sıcaklıklarında malzemede porozite artışı gözlemlenmiştir. 8 numaralı (1350 °C) numunede porozite düşmesinin sebebi, sıcaklığın etkisiyle Zr taneleri arasında boyun oluşumu görüntülenmiştir. Taneler arası bu etkileşim gözenek miktarında düşüklüğe sebep olurken bu sıcaklıkla beraber porozite miktarı düşüşe geçmiştir. Tablo 5.3’de sıcaklığın poroziteye olan etki değerleri verilmiştir.

**Tablo 5.3.** Sıcaklık miktarına göre ortaya çıkan porozite miktarı

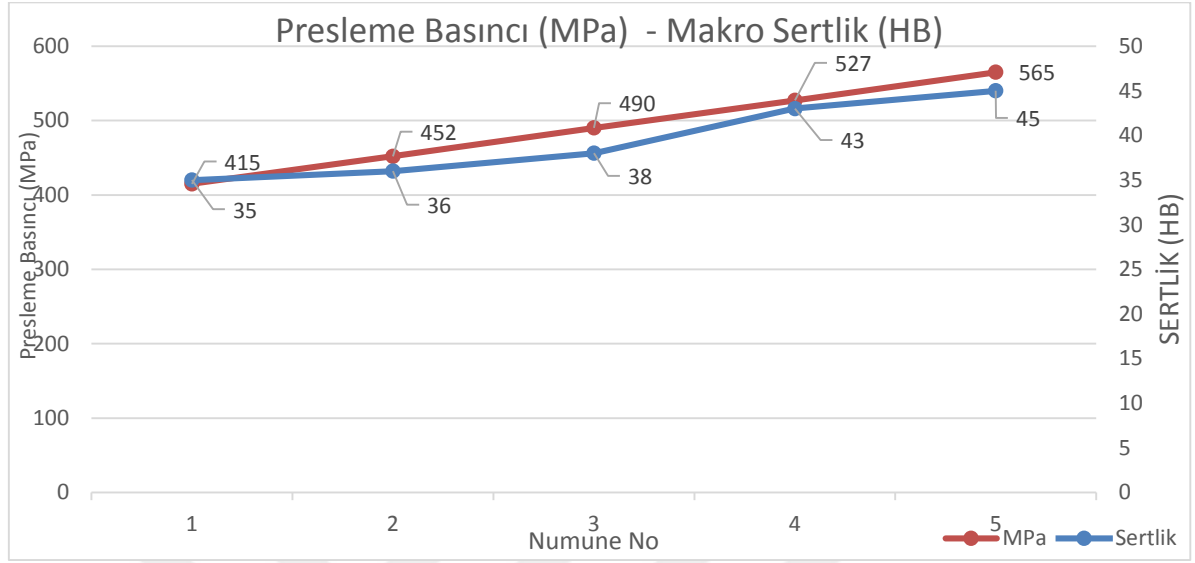
Sıcaklık (°C)	Porozite (%)
1250	42,09
1300	43,77
1350	43,17
1400	42,09



**Şekil 5.43.** Sıcaklığın yoğunluğa olan etki grafiği

Şekil 5.43’de verilen grafikte, değişken değerlerdeki sinterleme sıcaklığının yoğunluğa olan etkisi incelenmiştir. Şekildeki grafikte ilk olarak 1250 °C ve 1300 °C sinterleme sıcaklıklarında arasındaki yoğunluk miktarındaki düşüş dikkat çekmektedir. Porozite miktarındaki artış yoğunluk grafiğine yansımaktadır. 1300 °C sinterleme sıcaklığı sonrasında malzemedeki yoğunluk artışı, Zr tanelerinin birbirine yaklaşması, boyun oluşumu ve V tanelerinin küçülmesinden kaynaklanmaktadır.

#### 5.4. Makro Sertlik Analizi Sonuçları

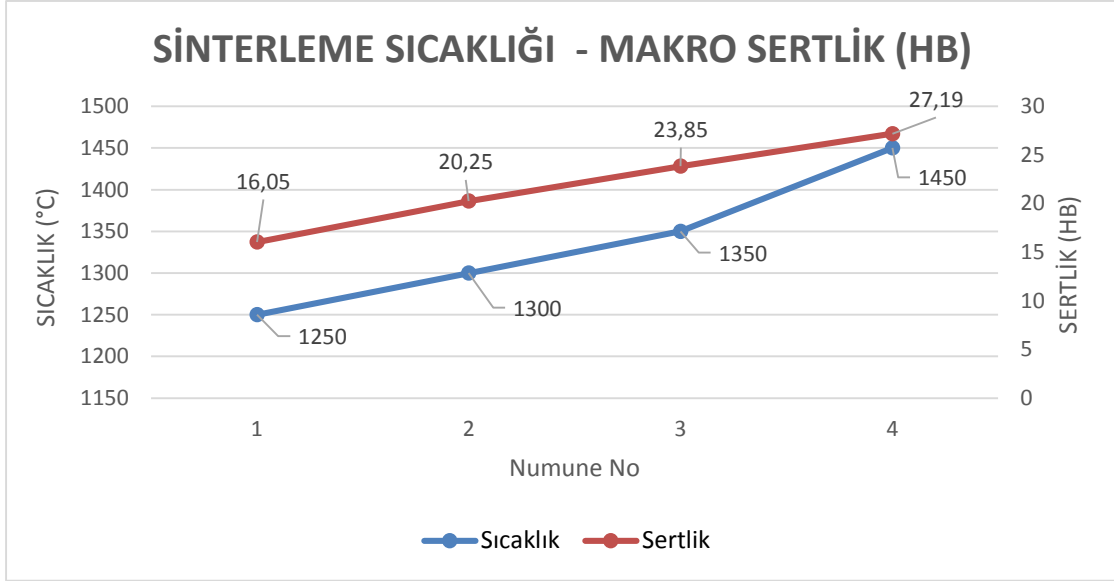


Şekil 5.44. Presleme basıncının sertliğe olan etki grafiği

Şekil 5.44’de verilen grafikte, değişken değerlerdeki presleme basıncının, makro sertliğe olan etkisi incelenmektedir. Presleme basıncındaki değer artışı ile birlikte sertlik eğrisinde lineer bir artış gözlemlenmektedir. Taneler arası boyun oluşumları bu grafiği desteklemektedir. Tablo 5.4’de presleme basınç miktarına göre ortaya çıkan makro sertlik ve yoğunluk miktarları verilmiştir.

Tablo 5.4. Presleme Basınç miktarına göre ortaya çıkan sertlik miktarı

Basınç (MPa)	Makro Sertlik (HB)	Yoğunluk (Gr)	Teorik Yoğunluk (Gr)	Sıcaklık (°C)
415	35	3,63		
452	36	3,92		
490	38	3,90	6,52	1400
527	43	3,84		
565	45	3,89		



**Şekil 5.45.** Sinterleme Sıcaklığının sertliğe olan etki grafiği

Şekil 5.45’de verilen grafikte, değişken değerlerdeki sinterleme sıcaklığının, makro sertliğe olan etkisi incelenmektedir. Sinterleme sıcaklığındaki değer artışı ile birlikte sertlik eğrisinde lineer bir artış gözlemlenmektedir. Taneler arası boyun oluşumları ve taneler arası gözenek miktarının azalması bu grafiği desteklemektedir. Tablo 5.5’de sinterleme sıcaklık miktarına göre ortaya çıkan makro sertlik ve yoğunluk miktarları verilmiştir.

**Tablo 5.5.** Sinterleme Sıcaklığı değerine göre ortaya çıkan sertlik miktarı

Basınç (MPa)	Makro Sertlik (HB)	Yoğunluk (Gr)	Teorik Yoğunluk (Gr)	Sıcaklık (°C)
415	16,05	3,78	6,52	1250
	20,25	3,67		1300
	23,85	3,71		1350
	27,19	3,78		1400

## 6. SONUÇLAR

Toz metalürjisi yöntemi kullanılarak üretilen numuneler üzerinde yapılan incelemeler neticesinde; presleme basıncı ve sıcaklık değerlerinin farklı olmasından kaynaklı farklı sonuçlar elde edildiği gözlemlenmiştir.

Sonuçlar ayrıntılı olarak ele alındığında;

Sinterleme işleminde kullanılan argon beslemeli fırın, oksit oluşumunu önlemek için yetersiz kalmıştır. Bundan dolayı sinterleme işlemi başlamadan önce fırın iç atmosferini temizlemek amacıyla vakum pompası kullanılmıştır. Sinterleme işlemi başlamadan önce 20 dakika boyunca fırın içerisindeki gazların fırının üst tarafından çekilerek temizlenmesi ve aynı zamanda içeriye 1 bar basınçta fırının alt kısmından argon gazı verilerek ortamın tamamen saflaştırılması amaçlanmıştır. Yapılan tüm işlemler malzemenin oksitsiz bir şekilde üretilmesine katkı sağlamamış ve malzemeler sinterleme işlemi sonrası oksitlenmiştir.

Mikroyapı incelemeleri için bakılan yüzeyde oksit tabakaları görülmüştür. Bu tabakalar malzemenin iç yapısını inceleme noktasında engeller oluşturmuştur. Oksit tabakasından dolayı netliği sağlanamayan yüzeyden görüntü alma şansımız kalmamıştır.

SEM-EDS görüntülerinde parlak alanları detaylı olarak inceleme altına aldığımızda, bu alanların epoksi malzemesi olduğu tespit edilmiştir. Soğuk bakalit işlemi sırasında epoksi reçinenin gözeneklerden içeri nüfus etmesiyle ortaya çıktığı düşünülmektedir.

EDS analizlerindeki görüntülerde, toz karışımlarının homojen bir şekilde malzemeye yayıldığı tespit edilmiştir. Toz karışımı sırasında kullanılan seramik bilyalar homojen bir karıştırma noktasındaki faydaları tekrardan ortaya çıkmıştır.

Presleme basıncının yoğunluk üzerindeki etkileri gözlemlenmiştir. Bu kapsamda sabit sinterleme sıcaklığındaki numunenin presleme basıncının artmasıyla beraber, numunelerdeki yoğunluk miktarının da arttığı gözlemlenmiştir.

Presleme basıncıyla beraber artış gösteren yoğunluk miktarına bağlı olarak porozite miktarına düşüş gözlemlenmiştir.

Presleme basıncının yoğunluk ve poroziteye etki sonuçları incelendiğinde, en yüksek porozite ve en düşük yoğunluk değeri olan 415 MPa en uygun basınç değeri kabul edilmiştir. bu basınç değeri üzerinden farklı sıcaklık değerleri incelenmiştir. Bunlar neticesinde;

Sıcaklık değerinin artmasıyla yoğunluk miktarında artış ve porozite miktarında düşüş gözlemlenmiştir.

Üretilen numuneler sıcaklık ve presleme değerlerindeki artışa benzer tepkiler vermektedir.

Gaz absorbe edici getter malzemelerinde, üretilen numunedeki gözenek miktarının fazla olması, o malzemenin performansına olumlu etki kazandırmaktadır. Bu yüzden yapılan analiz ve incelemeler sonucunda, Getter yapısına en uygun gözenekli malzemeyi 1300 °C sinterleme sıcaklığı ve 415 MPa presleme basınç değerleriyle üretildiği tespit edilmiştir.



## ÖNERİLER

Ayrıca bu kapsamda yapılacak yeni çalışmalara ek olarak;

Sinterleme işlemi sırasında oksit oluşumunun önüne geçmek için mutlaka kullanılacak fırın tipinin vakumlu bir sinter fırını olması gerekmektedir.

Sinterleme işlemine ek olarak fırın içerisindeki havanın argon ve vakum pompası yardımıyla temizlemesi, sinterlenecek numunenin etrafına oksijeni çekecek Ti, Cu talaşları bırakılabilir.

Zımparalama ve dağlama işlemleri için numunelerin bakalite alınması durumunda epoksinin numune üzerindeki gözeneklere girme olasılığı çok yüksek. Önerimiz, numunenin bakalite alınmaması ya da çok dikkatli bir şekilde bakalit işleminin yapılması gerekmektedir.

Tez çalışmasında yaptığımız analizlere ek olarak farklı analiz çeşitleri de (BET Analizi, XRD Analizi, vs.) uygulanabilir.

Tez çalışmasında literatür çalışmalarından referans alınarak 60 - 100 nm toz boyutları kullanıldı. Diğer çalışmalarda daha farklı toz boyutları kullanılabilir.

Alaşım elementlerinde farklı toz çeşitleri ile çalışmalar yapılabilir.

## KAYNAKLAR

- ASM Metals Handbook. 1998. "Powder Metal Technologies and Applications Volume 7. ASM International, 1146" In USA.
- Bertolini, Lou. 2002. "Non-Evaporable Getter Pumps Non-Evaporable Getters ( NEG )" (June): 1–34.
- Bourim, El Mostafa, Hee Yeoun Kim, and Nak Kwan Chung. 2018. "Development and Characterization of Non-Evaporable Getter Thin Films with Ru Seeding Layer for MEMS Applications" *Micromachines* 9(10): 1–20.
- Claudio Boffito, Rho; Alessio Corazza, como; Stefano Tominetti, Milan, all of Italy. "Nonewaporable Getter Alloys" : 15.
- <https://patentimages.storage.googleapis.com/ed/c5/ff/aa172b18e39fa6/US5961750.pdf>.
- Cui, H. et al. 2014. "Effects of Electroless Nickel on H<sub>2</sub>, Co, CH<sub>4</sub> Absorption Properties of Zr-V-Fe Powder." *Vacuum* 108: 56–60.
- Espe, Werner. 2016. "Getter Materials Typical Ba Flash Getters for Glass Bulbs (Upper Row) and Getter Strip Assemblies" (October 1950): 1–13.
- <http://www.thevalvepage.com/valvetek/getter/getter.htm>.
- German, R.M. 1984. *Powder Metalurgy Science. MPIF, 278.* USA.
- Getter 2018. <https://en.wikipedia.org/wiki/Getter> (Mart 25, 2018).
- Getter Material 2018. <https://www.saesgetters.com/products-functions/products/getters> (Mart 20, 2018).
- Getter Materials 2018. <https://vacaero.com/information-resources/vac-aero-training/1166-getter-materials.html> (Mart 23, 2018).
- Hong-guo, Zhou et al. 2007. "Effects of Mo on the Microstructure and Hydrogen Sorption Properties of Ti-Mo Getters" *Chinese Journal of Aeronautics* 20: 172–76.
- Hsu, Irving, and BE Mills. 2010. "Hydrogen Capacity and Absorption Rate of the SAES St707TM Non-Evaporable Getter at Various Temperatures" (August). <http://prod.sandia.gov/techlib/access-control.cgi/2010/105402.pdf>.
- Induction Getter Flash 2018. <https://www.youtube.com/watch?v=gQBmt-z0w9g> (Mart 26, 2018).
- Kang, S.J.L. 2005. "Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure" *Elsevier*.
- Li, Chien Cheng, Jow Lay Huang, Ran Jin Lin, and Ding Fwu Lii. 2006. "Preparation and Characterization of Non-Evaporable Porous Ti-Zr-V Getter Films" *Surface and Coatings Technology* 201(7 SPEC. ISS.): 3977–81.
- Mase, Kazuhiko et al. 2016. "Development of Low-Cost, High-Performance Non-Evaporable Getter (NEG) Pumps" *AIP Conference Proceedings* 1741: 1–5.
- Mert CANARAN. 2002. "Mekanik Alaşımlamanın Volfram Ağır Alaşımlarının Yüksek Sıcaklık Sinterleme Davranışlarına Olan Etkilerinin İncelenmesi" İstanbul Teknik Üniversitesi.
- Naito, Keiji, Toshihide Tsuji, Tsuneo Matsui, and Katsumi Une. 1974. "Purification of Inert Gas: Removal of Oxygen with a Metallic Getter" *Journal of Nuclear Science and Technology* 11(1): 22–28.
- Newkirk, J.W., Kosher, R.A. 2004. "Designing with Powder Metallurgy Alloys" In *Handbook of Mechanical Alloy Design, Eds. Totten, G.E., Xie, L. and Funatani, K, M. Dekker, Newyork.*
- Non-Evaporable Getter 2018. [https://en.wikipedia.org/wiki/Non-Evaporable\\_Getter](https://en.wikipedia.org/wiki/Non-Evaporable_Getter) (Nisan 15, 2018).
- R. K. Sharma. 2014. "Development and Characterization of New Non-Evaporable Getter Coatings: To

- Achieve Extreme High Vacuum By” (October). <http://hdl.handle.net/10603/79592>.
- Roupcová, P., and O. Schneeweiss. 2010. “Changes in Phase Composition of Zr-Fe-V Getter after Hydriding and Vacuum Dehydriding Cycles” *Journal of Alloys and Compounds* 492(1–2): 160–65.
- Šalák, A. 1995. “Ferrous Powder Metallurgy. Cambridge International Science Publishing, 450” In England.
- Sarıtaş, S., Türker, M., Durlu, N. 2008. *Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri*. Uyum Ajans. Ankara.
- Thümmel, F., Oberacker, R. 1993. Introduction to Powder Metallurgy *The Institute of Materials Series on Powder Metallurgy*. London.
- Upadhyaya, G.S. 2000. *Sintered Metallic and Ceramic Materials: Preparation, Properties, and Applications*, Wiley. New York.
- Wu, Ling Hui et al. 2017. “Synthesis of Ti-Zr-V Non-Evaporable Getter Thin Films Grown on Al Alloy and CuCrZr Alloy” *Key Engineering Materials* 730: 87–94.
- Yıldırım S. 1999. “Fe-Ferrokrom Tozundan Elde Edilen Kompozitin Mekanik Özelliklerinin Araştırılması’ Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,.”
- Zhang, Y. et al. 2009. “Preparation and Pumping Characteristics of Ti-7.5 Wt.%Mo Getter” *Journal of Alloys and Compounds* 485(1–2): 200–203.

# ÖZGEÇMİŞ

**Mehmet ÖNGEL**

## KİŞİSEL BİLGİLER

---

**Doğum Yeri** : Elazığ  
**Doğum Yılı** : 1994  
**Uyruğu** : Türkiye Vatandaşı  
**Adres** : Üniversite Mahallesi Namık Çiftçi Caddesi No:103 Kat:2 ELAZIĞ/MERKEZ  
**E-posta** : mehmetongell@gmail.com  
**Yabancı Diller** : İngilizce (Düzey: orta)

## EĞİTİM BİLGİLERİ

---

**Lisans** : Fırat Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği /  
2012 – 2016  
**Lise** : Balakgazi Lisesi / 2008 – 2012

## İŞ DENEYİMİ

---

**B. 2017 – 2018** : Mert Döküm / Metalurji ve Malzeme Mühendisi  
**B. 2018 – Devam** : Tan Çelik A.Ş. / Ar-Ge Mühendisi