

T.C.
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%18,79 Mn-%4,53Ni ALAŞIMINDA TERMAL ETKİ İLE OLUŞAN FAZ
DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

DİLEK TÜRK

EYLÜL 2013

Fizik Anabilim Dalında Dilek TÜRK tarafından hazırlanan Fe-%18,79Mn-%4,53Ni ALAŞIMINDA TERMAL ETKİ İLE OLUŞAN FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Saffet NEZİR

Anabilim Dalı Başkanı

Bu tezi okuduğumuzu ve tezin **Yüksek Lisans Tezi** olarak bütün gereklilikleri yerine getirdiğini onaylarım.

Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ YAĞCI

Tez Danışmanı

Juri Üyeleri

Başkan : Doç. Dr. Emre GÜLER _____

Üye : Yrd.Doç. Dr. Erdem YAŞAR _____

Üye (Danışman) : Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ YAĞCI _____

..../..../ 2013

Bu tez ile Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini onaylamıştır.

Doç. Dr. Erdem Kamil YILDIRIM

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ÖZET

Fe-%18,79Mn-%4,53Ni ALAŞIMINDA TERMAL ETKİ İLE OLUŞAN FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

TÜRK, Dilek

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ YAĞCI

Eylül 2013, 78 sayfa

Bu çalışmada, Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımında termal etki ile oluşan faz dönüşümlerinin kristalografik ve manyetik özellikleri araştırıldı. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile termal etkili martensitelerin mikro yapıları incelendi. Mikro yapı incelemelerinde, termal etkili martensite yapı miktarının uygulanan sıcaklık derecelerinin artması ile arttığı gözlemlendi. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının manyetik özellikleri Manyetik Alınganlık tekniği ve Mössbauer Spektrometresi tekniği yoluyla araştırıldı ve austenite faz içerisinde oluşan termal etkili martensite fazın hacim yüzdeleri bulundu. X-ışını tekniği ile örgü parametrelerinde meydana gelen değişimler tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: Austenite, Martensite, Martensitik Faz Dönüşümü, Termal Etkili Martensite, Manyetik Alınganlık, Mössbauer Spektrometresi, SEM, X-ışını kırınımı.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF PHYSICAL PROPERTIES OF THERMALLY INDUCED PHASE TRANSFORMATIONS IN Fe-%18.79Mn-%4.53Ni ALLOY

TÜRK, Dilek

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Msc. Thesis

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Nermin KAHVECİ YAĞCI

September 2013, 78 pages

In this study, the micro structure and magnetic properties of thermally induced phase transformation were investigated in Fe-%18,79Mn- %4,53Ni alloy. Micro structures of thermal martensites were observed with Scanning Electron Microscope (SEM) and it was observed that the amount of martensite was increased by the increment of the applied temperature. Mössbauer spectroscopy was used to determine volume fraction of thermally induced martensite and retained austenite phases. XRD analysis method was used to determine the changes in lattice parameters of observed phases.

Key Words: Austenite, Martensite, Martensitic Phase Transformation, Thermally Induced Martensite, Magnetic Susceptibility, Mössbauer Spectroscopy, SEM, XRD.

Sevgili Anneme,

TEŐEKKÜR

Tezimin hazırlanması esnasında bana yol gösterip bilimsel deney imkanlarını kullanmama olanak saęlayan, alıőmalarımnda büyük emeęi olan tez danıőmanım, kıymetli hocam Sayın Yrd. Do. Dr. Nermin KAHVECİ YAęCI'ya teőekkür ederim.

alıőmalarım sırasında bilimsel desteklerini hi esirgemeyen, tecrübe ve bilgilerinden istifade ettięim saygıdeęer hocam Yrd. Do. Dr. Erdem YAŐAR'a; araőtırmalarımna kattıęı deneysel bilgi ve yorumlarından dolayı Sayın Do. Dr. Emre Güler'e ve Fizik bölümündeki tüm hocalarıma sonsuz teőekkürlerimi sunarım.

Bu alıőma Kırıkkale Üniversitesi 2008/33 numaralı BAP projesi tarafından desteklenmiőtir.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iv
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
SİMGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
1.1. Kaynak Özetleri	2
1.2. Çalışmanın Amacı	3
2. GENEL BİLGİLER	5
2.1. Metal ve Metal Alaşımları.....	5
2.2. Kristal ve Kristal Yapılar.....	5
2.2.1. Kristal Örgü ve Birim Hücre	7
2.2.2. Kristal Sistemleri.....	8
2.2.3. Metallerde Basit Kristal Yapılar	10
2.2.4. Kristal Doğrultu ve Düzlemleri.....	13
2.3. Kristallerde Kırınım Olayı ve Yapı Tayini.....	15
2.3.1. Kırınım Şiddeti ve Yapı Çarpanı.....	19
2.4. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri.....	22
2.5. Martensite Faz Dönüşümlerinde Termodinamik Etkiler	23
2.6. Martensitik Dönüşümlerde Örgü Kusurlarının Etkisi.....	26
2.7. Martensitik Faz Dönüşümleri ve Manyetiklik.....	28
2.7.1. Katı Cisimlerin Manyetik Özellikleri.....	28
2.7.2. Manyetik Alınganlık.....	28
2.7.3. Manyetizmanın Temelleri.....	29
2.7.4. Manyetizma Türleri.....	29
2.7.4.1. Diyamanyetizma.....	30
2.7.4.2. Paramanyetizma.....	31

2.7.4.3. Ferromanyetizma.....	32
2.7.5. Mössbauer Yöntemi ve Manyetik Özelliklerin İncelenmesi.....	33
2.7.5.1. Mössbauer Spektrumunun Elde Edilmesi.....	39
3. DENEYSEL YÖNTEM.....	41
3.1. Numunelerin Hazırlanması.....	41
3.2. Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Yöntemi.....	42
3.3. Mössbauer Spektrometresi.....	45
3.4. X-Işını Toz Kırınımı Ölçüm Yöntemi.....	46
3.5. Manyetik Alınganlık Ölçümleri.....	47
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	52
4.1. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımında Oluşan Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi.....	52
4.2. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi ile İncelenmesi.....	56
4.3. Fe%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının X-Işını Toz Kırınım Ölçümlerinin İncelemesi.....	61
4.4. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımında Manyetik Alınganlığın İncelenmesi.....	67
5. SONUÇ.....	71
KAYNAKLAR.....	73

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Atomik dizilme a) kristaller b) aynı kompozisyonun cam yapısı.....	6
2. 2. a) Üç-boyutlu kristal örgü b) Örgü öteleme vektörleri.....	8
2. 3. Yedi kristal sistem.....	9
2. 4. Metallerde atomların yerleşim şekli a) f.c.c. b) h.c.p. c) b.c.c.....	11
2. 5. a) bir sıkı-paket düzlemde atomların yerleşimi b) iki sıkı-paket düzlemin yerleşimi c) ardışık düzlemlerin yığılımı.....	12
2. 6. a) Kristal örgü koordinatları b) kristal doğrultular.....	14
2.7. Kübik kristalde a) doğrultular b) düzlemler.....	15
2.8. Bir parçacığın üzerine gelen dalga demetini saçılması olayı.....	16
2.9. Bir kristalin üzerine gelen dalga demetinin saçılması olayı.....	17
2.10. Bragg kanununun şematik açıklaması.....	17
2.11. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi, b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.....	24
2.12. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi.....	26
2.13. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi.....	32
2.14. Mössbauer spektrumu.....	34
2.15. Radyoaktif ^{57}Co izotopunun, kararlı ^{57}Fe izotopuna bozunma şeması.....	35
2.16. Uyarılmış durumdan taban duruma geçiş.....	36
2.17. Gama fotonu yayınlayan çekirdek.....	36
2.18. Yayınlama ve soğurma çizgileri.....	38
2.19. Fe'in nükleer enerji seviyelerinin manyetik alanda yarılmaları ve bu yarılmalara karşılık gelen spektrum çizgileri.....	40
3.1. İnce metal yaprak tarafından gelen elektronların saçılımı.....	42
3.2. Taramalı elektron mikroskobu (JEOL5600).....	43
3.3. Taramalı elektron mikroskobu.....	44
3.4. Manyetik alınganlık ölçüm sistemi.....	48
3.5. Manyetik alınganlık ölçüm sistemi şeması.....	48

4.1. Austenite yapıdaki Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının SEM görüntüsü.....	52
4.2. 700 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının SEM görüntüsü.....	54
4.3. 800 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının SEM görüntüsü.....	54
4.4. 900 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının SEM görüntüsü	55
4.5. 1000 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının SEM görüntüsü.....	55
4.6. Austenite yapıdaki Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının Mőssbauer spektrumu.....	57
4.7. 700 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının Mőssbauer spektrum.....	57
4.8. 800 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının Mőssbauer spektrumu.....	58
4.9. 900 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının Mőssbauer spektrumu.....	58
4.10. 1000 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının Mőssbauer spektrumu.....	59
4.11. Austenite yapıdaki Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının X ıřını kırınım deseni.....	61
4.12. 700 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının X ıřını kırınım deseni.....	62
4.13. 800 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının X ıřını kırınım deseni.....	62
4.14. 900 °C ‘de ısıl iřlem uygulanmıř Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının X ıřını kırınım deseni.....	63
4.15. 1000 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının X ıřını kırınım deseni.....	63
4.16. 700 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının DC manyetik alınganlıęı.....	68
4.17. 1000 °C’de ısıl iřlem uygulanmıř Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alařımının DC manyetik alınganlıęı.....	69

ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE

Sayfa

- 4.1. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımında ölçülen bazı Mössbauer spektroskopisi parametreleri.....60
- 4.2. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının a) Austenite, b) 700 °C, c) 800 °C, d) 900 °C, e) 1000 °C'de X-ışını kırınım sonuçları ve örgü parametreleri.....65
- 4.3. Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C'de X-ışını kırınım sonuçları ve örgü parametreleri.....66
- 4.4. Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının farklı sıcaklık uygulanan numunelere ait austenite ve martensite fazı için hesaplanan a_{γ} , $a_{\alpha'}$ a_{ϵ} ve c_{ϵ} örgü parametreleri...67

SİMGELER DİZİNİ

γ	Yüz merkezli kübik yapı
α	Hacim merkezli tetragonal yapı
α'	Hacim merkezli kübik yapı
ϵ	Sıkı Paketlenmiş hekzagonal yapı
T_0	Austenite ve martensite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
M_s	Austenite-martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
M_f	Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
A_s	Martensite-austenite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
$\Delta G_{\alpha-\gamma}$	Kimyasal serbest enerji değişimi
G_γ	Ana fazın kimyasal serbest enerji değişimi
G_α	Ürün fazın kimyasal serbest enerji değişimi
E	Sistemin kinetik ve potansiyel enerjileri toplamı
T	Mutlak sıcaklık
H	Entalpi
S	Entropi
E	İç Enerji
$^\circ\text{C}$	Santigrat
dak	Dakika
a_γ	Austenite fazın örgü parametresi
c_ϵ	Martensite fazın örgü parametresi
a_ϵ	Martensite fazın örgü parametresi
h,k,l	Miller indisleri

1.GİRİŞ

Metal alařımları insanlıđın ihtiya duyduđu birok alanda temel malzeme grubunu oluřturmuř bu sebeple gemiřten gnmze ok sayıda bilimsel arařtırmaya konu olup insanlıđın geliřimine byk katkılar sađlamıřtır. Nitekim, birok tarihi ađ adları o dnemde geliřtirilip kullanılan malzemelere atfen verilmiřtir.

Bilim adamları ok uzun yıllardır metal ve metal alařımlarının daha dayanıklı ve kullanıřlı olması iin arařtırmalar yapmıřlardır. eřitli mekanik ve ısıl etkilere maruz bırakılan metal ve metal alařımlarının i yapısında nemli deđiřiklikler meydana geldiđi gzlenmiř, bu deđiřimlerin atomik boyuttaki nedenleri zel bir arařtırma alanı oluřturmuřtur [1].

İlk ađlardan itibaren yumuřak demirin bazı fiziksel etkiler uygulanarak sertleřtirildiđi bilinmektedir. 19.yy'da malzeme bilimi ile uđrařan arařtırmacılar demirde gzlenen sertleřme gibi makroskopik deđiřimlerin aslında malzemenin i yapısında meydana gelen mekanik deđiřimler sonucu oluřtuđunu yaptıkları alıřmalarla gstermiřlerdir. Malzemenin mikro yapısında meydana gelen bu deđiřimlerin ihtiyalara cevap verir nitelikte olması iin, deđiřimler istenilen řekilde kontroll alıřmalarla gerekleřtirilir. Bu konu zerindeki ilk alıřmalar 1861'de Henry Sorby ile bařlamıřtır, daha sonra Alman metalagrof Adolf Martens ile devam etmiřtir. Metal alařımındaki fiziksel etkiler sonucu atomların komřulukları aynı kalarak kristal yapının deđiřtiđi dnřmlere martensitik dnřmler denir. İlk kez Adolf Martens tarafından gzlenmiř ve onun adı ile anılmıřtır [2].

Martensitik dnřmlerde belli bir kristal yapıya sahip alařım sıcaklık basın gibi fiziksel etkiye maruz kaldıđında, dřk serbest enerjili dřk sıcaklık fazındaki yeni bir kristal yapıyı tercih eder. Ana faz ile rn faz arasındaki bu enerji farkı martensitik dnřmn meydana gelmesine sebep olur. Yksek sıcaklık fazına austenite [ana faz], dřk sıcaklık fazına martensite (rn faz) adı verilir. Faz dnřm iki faz arasında ortaya ıkan serbest enerji farkından meydana gelir.

Metal ve alařım sistemlerindeki faz dnřmleri; ekirdeklenme-byme dnřmleri ve martensitik dnřmler olmak zere iki sınıfa ayrılır. ekirdeklenme-byme dnřmleri sabit sıcaklıkta termal etkileřme ile difzyonlu olarak meydana gelirken martensitik dnřmler, sistemin sıcaklıęı deęiřtirilerek veya dıř zor uygulanarak meydana gelebileceęi gibi her iki etkinin birlikte uygulanması ile de gerekleřebilir. Sıcaklık etkisiyle oluřan martensitik dnřmler alařım sistemlerine gre atermal ve izotermal olarak gerekleřir [3]. Atermal zellik gsteren martensite dnřmler zamandan baęımsız olarak oluřurken izotermal zellik gsteren martensite dnřmler ise zamana baęlı olarak oluřur.

Fe bazlı alařımlarda ortaya ıkan martensitik dnřmler genellikle yz merkezli kbik (f.c.c.) yapıdaki ana fazın, hacim merkezli kbik (b.c.c.), hacim merkezli tetragonal (b.c.c.) veya sıkı paketlenmiř hegzagonal (h.c.p.) yapılarıdaki rn faza dnřm řeklinde ortaya ıkar. Bu gne kadar yapılan arařtırmalarda, Fe-Mn bazlı alařımlarda meydana gelen γ (f.c.c.) \rightarrow ϵ (h.c.p.) faz dnřmleri zerindeki alařımlara ilave edilen elementlerin yzde oranlarının etkisi ve alařımdaki kusurların h.c.p. fazının oluřumundaki etkisi incelenmiřtir. Yapılan arařtırmalarda Fe-Mn bazlı alařımlarda oluřan ϵ martensite ynelimleri deneysel ve teorik bulgular ile birlikte deęerlendirilip ortaya konulmuř ve dnřmn kristalografisi aıklanmıřtır.

1.1. Kaynak zeti

Metal alařımlarının fiziksel etkilere maruz bırakılması sonucu kristal yapısının deęiřtięi martensitik dnřm yapısı ile austenite yapı arasındaki fark atomik ynelimleridir. Bu iki faz arasındaki ynelim iliřkisini ilk olarak deneysel alıřmalarında Kurdujumov-Sachs ve Wasserman tespit etmiřtir. 1920'lerin bařlarında demir alařımlarında martensitik dnřmlerin kristalografisi zerine ilk olarak alıřmalar yapan bilim adamı ise Bain olmuřtur, sonrasında Wechler, Lieberman, Read [4] ve Bowles ve Mckenzie [5,6] bu konuda alıřmalar ortaya koymuřlardır.

Cotes ve arkadařları [7], Fe-%13,7Mn alařımının manyetik zelliklerini X-ıřını kırınımı ve Mssbauer Spektrometresi ile incelemiřlerdir. Fe-Mn alařımlarında

üçüncü elementin eklenmesi alaşımın fiziksel ve mekanik özelliklerini etkiler. Bu nedenle Fe-Mn-X alaşımları yoğun şekilde çalışılmaktadır.

1998 yılında J. H. Jun, D. K. Kong ve C. S. Choi tarafından yapılan Fe-Mn-Co alaşımlarında mikroyapısal özellikler ve ısı işlemlerin malzeme tarafından mekanik enerjiye titreşim artışı sonucu dönüştürülmesinin martensitik faz dönüşümüne bağlılığını incelediler [8].

2003 yılında P. Marinelli, A. Fernandez ve M. Sade Fe-Mn-Co alaşımlarında termal etkili martensitik alaşımları incelemişlerdir [9].

Sarı ve arkadaşları Fe-Mn alaşımlarında Mo ve Co'nun martensitik dönüşüm ve manyetik özelliklerine etkisini araştırmışlardır [10]. Yapılan çalışmalarda, Fe-Mn bazlı alaşımlarda meydana gelen γ (f.c.c.), ϵ (h.c.p.) faz dönüşümü ilave olunan elementin yüzde oranının dönüşümü nasıl etkilediği ve alaşım içinde oluşan kusurları incelemişlerdir [11].

1.2. Çalışmanın Amacı

Yeni bir malzemenin fiziksel özellikleri hakkında bilgi edinmek için çeşitli deneysel yöntemler geliştirilmiştir özellikle 1950'li yıllardan sonra elektron mikroskop yöntemlerinin geliştirilmesi ile birlikte malzeme bilgisindeki araştırmalar büyük hız kazanmıştır.

Teknolojik çalışmalarda malzemenin kullanım amacına göre saf metaller yerine bunların alaşımları da kullanılmaktadır. Bir metalin yapısına başka bir malzeme karıştırılarak yeni ve farklı amaçlara uygun fiziksel değişimler elde edilebilmektedir. Martensite faz dönüşümleri ilk olarak demir ve demir bazlı alaşımlarda gözlemlendiğinden ve sanayideki öneminden dolayı çalışmalardaki yoğunluk özellikle demir alaşımları üzerinde toplanmıştır. Böylece dönüşümler demir alaşımlarına kaliteli malzeme özelliği kazandırdığı gibi birçok metal alaşımlarına da teknolojik ve fiziksel özellikler kazandırmıştır. Martensitik faz dönüşümleri son yıllarda özellikle şekil hatırlama özelliğine sahip yeni malzeme yapımında büyük teknolojik önem

taşımaktadır. Bu nedenle katı hal fiziğinde üzerinde çokça araştırmaların yapıldığı bir konudur. Yapılan akademik çalışmalarda demirde gözlenen sertleşme gibi makroskopik değişimlerin aslında malzemenin iç yapısında meydana gelen mekanik değişimler sonucu olduğu gözlenmiş ve atomik boyutta nedenleri açıklanmaya çalışılmıştır.

Metal alaşımlarının fiziksel etkilere maruz bırakılması sonucu atomların komşuluklarının aynı kalıp kristal yapısının değiştiği martensitik dönüşüm yapısı ile austenite yapı arasındaki fark atomik yönelimleridir. Bir kristal ya da amorf yapı içerisindeki atomların dizilme şekilleri, katının hem fiziksel hem de mekanik özelliklerini etkiler. Malzemenin mikro yapısında meydana gelen bu değişimlerin ihtiyaçlara cevap verir nitelikte olması için, değişimler istenilen şekilde kontrollü çalışmalarla gerçekleştirilir. Dolayısı ile bu yüksek lisans çalışmasında amaç farklı sıcaklıklara maruz bırakılan Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımında görülen mikro yapısal özellikler ve bunun sonucunda oluşan makroskopik şekil değişikliklerinin nedeni olan faz dönüşümlerini araştırmaktır. Isıl etki karşısında maddenin davranışı ve mikro yapı değişimleri SEM, Mössbauer, X-ışını toz kırınımı ve manyetik alınganlık yöntemleri ile incelenmiştir.

2. GENEL BİLGİLER

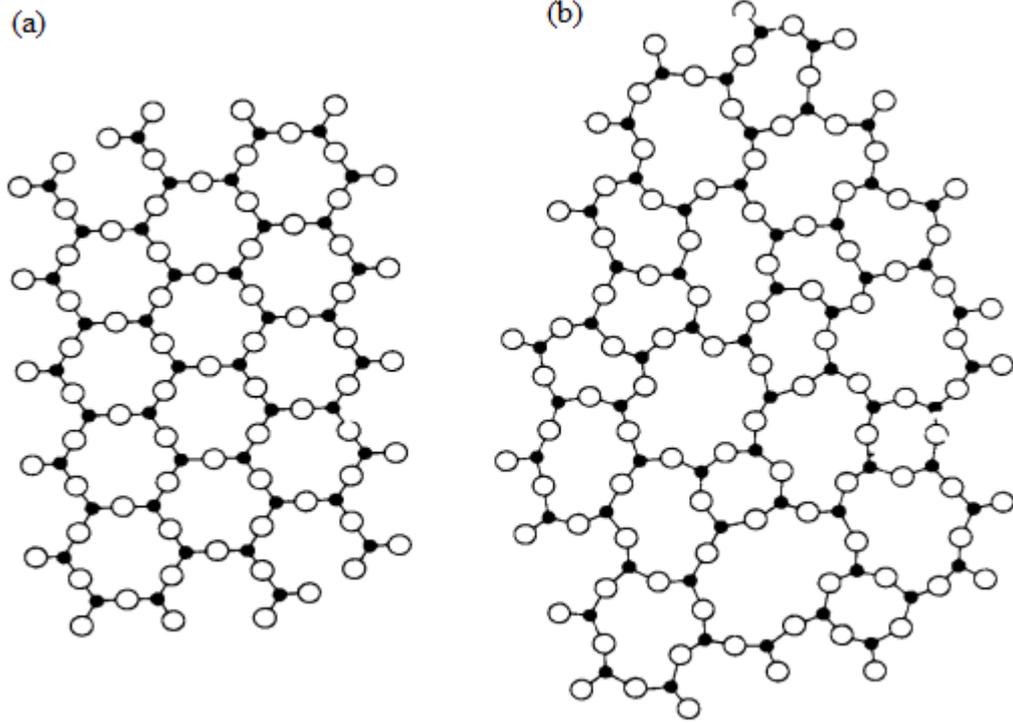
2.1. Metal ve Metal Alaşımaları

Verilen elektriksel yükün tamamını veya bir kısmını istenilen noktaya taşıyan yani elektriği iyi ileten katıya “metal” veya “iletken” denir. Doğal hali ile iletkenliği olmayan yani valans bandı ile iletkenlik bandı arasındaki enerji aralığı olan ancak dışarıdan yapılan termodinamik etkiyle veya malzeme ekleme etkisiyle iletkenlik kazanan maddelere “yarı iletken” denir. En az biri metal olmak üzere iki veya daha fazla elementten oluşan ve metal olma özelliği gösteren maddeye “alaşım” denir. Teknolojik uygulamalarda, bilimsel araştırmalarda malzemenin fiziksel ve mekanik özellikleri değiştirilerek ihtiyaçlara cevap verir nitelikte daha elverişli, çok sayıda değişik özelliklerde malzeme üretmek, malzemenin maliyetini düşürmek, malzemeyi aşınma ve dış şartların yıpratıcı etkilerinden korumak amacı ile alaşım yapılır.

Metaller katı durumda kristal yapıdadırlar, yani maddeyi oluşturan atomlar üç boyutlu bir düzen içinde bulunurlar. Atomların kristal içindeki dizilim şekilleri katının hem fiziksel hem de mekanik özellikleri hakkında bilgi verir [12].

2.2. Kristal ve Kristal Yapılar

Katılar atom veya atom gruplarından oluşan temel birimlerin düzenli tekrarı ile oluşmuştur. Bu temel birimler rastgele dağılmayıp birbirlerine göre oldukça düzenli konumda bulunurlar. Atom ve atom gruplarının bu şekilde üç boyutlu periyodik bir düzen içerisinde yerleştiği katı cisimlere kristal denir. Kristal kafes olarak da adlandırılan bu yapı türü normal katılma şartları altında, metallerde, seramik materyallerde ve bazı polimerlerde görülür. Bazı katılarda ise atomlar rast gele dizilmiş olabilirler. Bu katılarda atomların uzun mesafede atomik düzeni (periyodikliği) olmayıp tüm yapı için geçerli olmayan kısa mesafeli düzenler görülür, bunlar kristal yapı değildir. Böyle cisimlere amorf cisimler denir [13].



Şekil 2.1. Atomik dizilme a) kristaller b) aynı kompozisyonun cam yapısı.

Şekil 2.1. a'da, iki farklı atomun iki-boyutlu simetrik dizilimi vardır. Bu dizilimin temeli, üç tane büyük atomların oluşturduğu üçgensel bölge içinde küçük bir atomun yerleşimi ile oluşur. Bu geometrik diziliş, kısa mesafeli diziliş düzenidir (short-range ordering). Bu üçgensel grup birbirlerine bağlı olarak aynı geometride yani düzenli dizilerek uzun mesafeli düzeni (long-range ordering) oluştururlar.

Şekil 2.1. b'de ise kısa mesafeli diziliş vardır ancak uzun mesafede düzenli diziliş yoktur. Bu atomik düzen ise tipik cam yapısını yani amorf yapıyı temsil eder.

İdeal bir kristal, atomların veya özdeş yapı birimlerinin uzayda periyodik tekrarı ile elde edilir. Gerçek katılar çok seyrek olarak kusursuz tek kristaller halinde bulunurlar, yani tabiatta ideal kristal bulmak pek mümkün değildir. Her katı maddede az ya da çok yapı bozuklukları vardır. Bu yapı bozuklukları ideal bir kristal yapının matematiksel tanımından çok küçük ayrılmalar oluşturmakla birlikte kristalin fiziksel

özelliklerinde büyük deęişikliklere yol açarlar. İdeal kristalden sapmaya örnek verecek olursak,

a) Kristalin yüzeyinde periyodiklik sona erer ve yüzeye yakın atomlar derinlekilerden farklı bir çevre içindedir. Bu nedenle de farklı davranırlar.

b) İdeal kristalde atomların denge konumlarında hareketsiz oldukları kabul edilir. Ancak termal titreşimler atomların denge konumları civarında küçük salınım hareketleri yapmalarına sebep olur.

c) Gerçek kristallerin içerisinde her zaman azda olsa yabancı atomların bulunması mükemmellikten sapmaya bir başka örnektir.

d) Kristallerde farklı yoğunluklarda olmakla beraber her zaman noktasal, çizgisel veya düzlemsel kusurlar bulunabilir.

İdeal kristallerin fiziksel özelliklerinin araştırılması veya matematiksel olarak ifade edilmesi kolaydır. Ancak gerçek katıların elektronik, optik, manyetik ve mekanik özellikleri katıdaki kristal kusurlarına yakından bağlıdır. Bu yüzden bu kusurlar işleri zorlaştırmakla birlikte çoğu zaman aranan bir özelliktir [14].

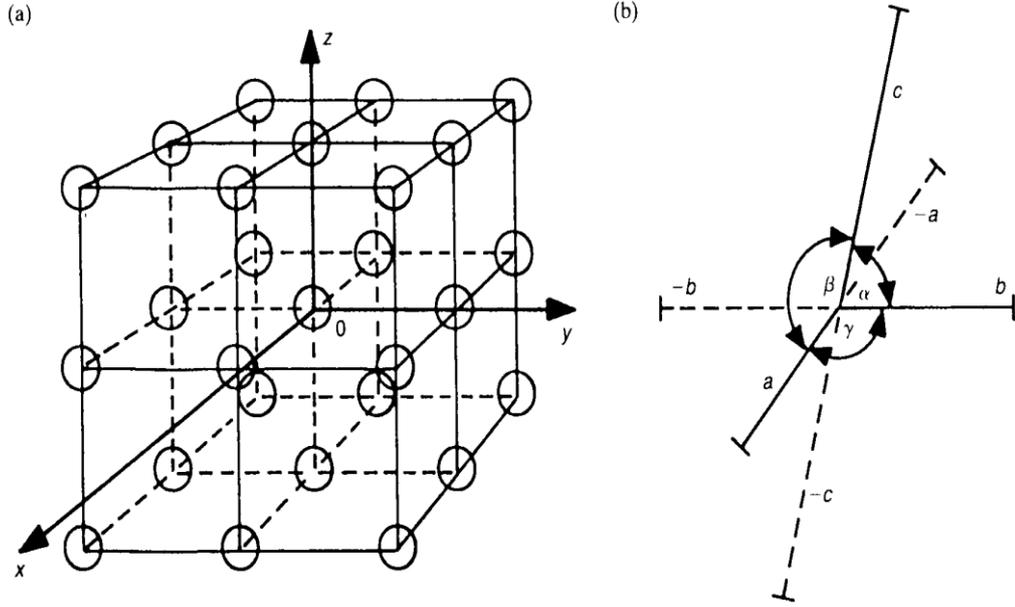
2.2.1. Kristal Örgü ve Birim Hücre

Kristalografı daha çok kristalin geometrik özellikleri ile ilgilenilir. Bu yüzden her atom, o atomun denge konumuna yerleştirilen geometrik bir nokta ile temsil edilir. Böylece kristalinki ile aynı geometrik özelliklere sahip noktaların bir deseni elde edilir. Bu geometrik desene kristal örgü veya sadece örgü (lattice) adı verilir. İdeal bir kristal, kristal örgü noktalarına yerleştirilen atomlar tarafından oluşturulur [13].

Bir kristal örgüde atomların yerini tayin etmek için özdeş örgü noktalarından biri koordinat başlangıcı olarak seçilir. Bu koordinat başlangıcından çıkan ve aynı doğrultu üzerinde bulunmayan üç komşu örgü noktasına giden **a**, **b**, **c** örgü öteleme vektörleri seçilir ve bu vektörler kullanılarak herhangi bir örgü noktasının yeri

$$\mathbf{R} = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} + w\mathbf{c} \quad (2.1)$$

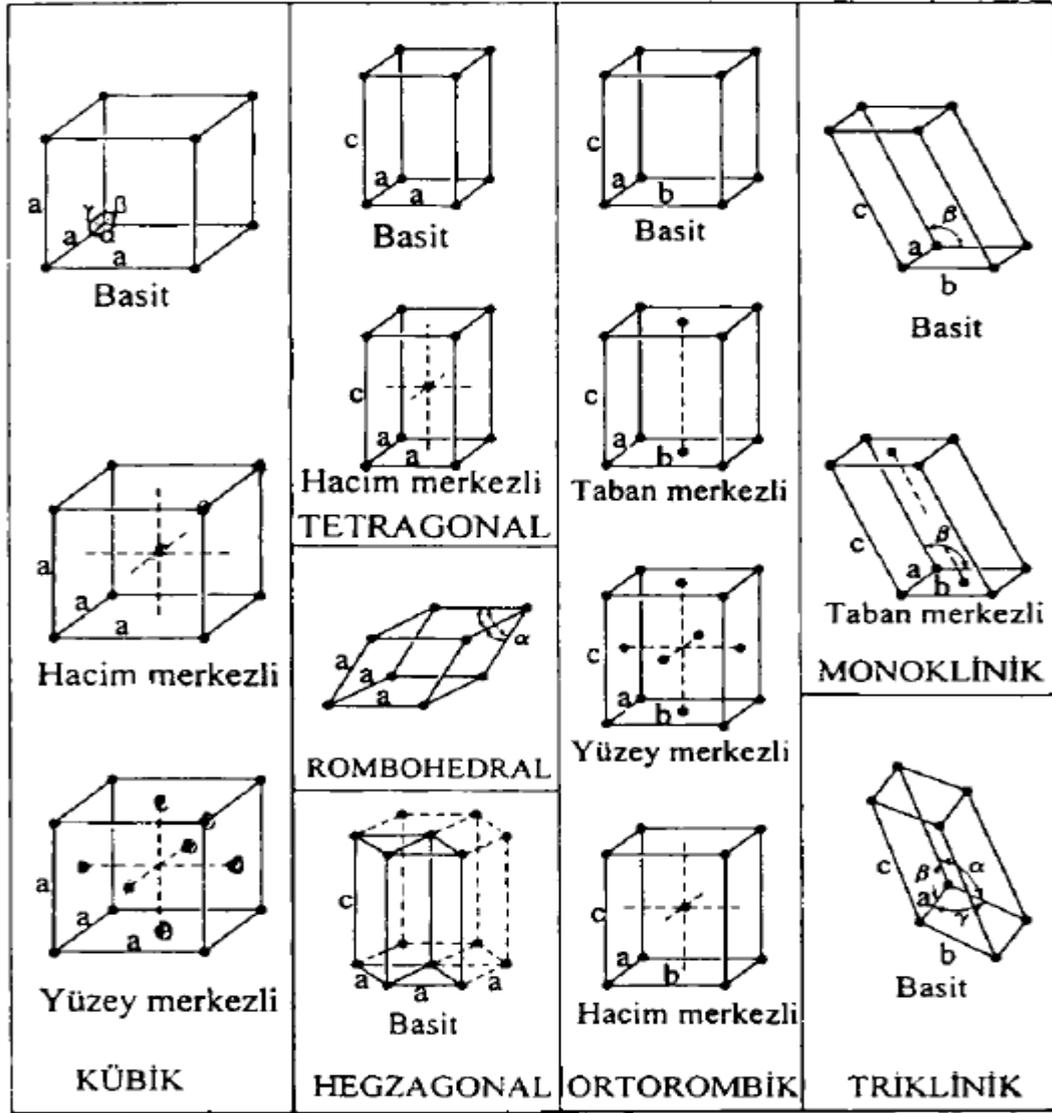
yer vektörü ile verilir. Burada u , v ve w tam sayı değerleri alır. Bu eşitlikte \mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c} örgü öteleme vektörleri tarafından belirlenen paralel yüzlüye birim hücre denir. Birim hücre kristal yapının küçük birimidir ve periyodik tekrarı ile kristal oluşur. Yani birim hücrenin bütün örgü öteleme vektörleri doğrultusunda teker teker periyodik olarak ötelenmesiyle kristal oluşur [13].



Şekil 2.2. a) Üç-boyutlu kristal örgü b) Örgü öteleme vektörleri.

2.2.2. Kristal Sistemleri

Çok farklı kristal yapıların mevcut olması nedeniyle atomik düzenlenime göre kristal yapıların gruplandırılması gerekir. Bu gruplama birim hücre geometrisine bağlı olarak 6 örgü parametresi ile tanımlanır. Bunlar a , b ve c şeklinde birim hücrenin kenar uzunlukları ile α , β ve γ şeklinde üç eksenler arası açılardan oluşur. Birim hücrenin şekil ve simetrisine sahip 7 kristal sistemi mevcuttur (Şekil 2.3.) [13].



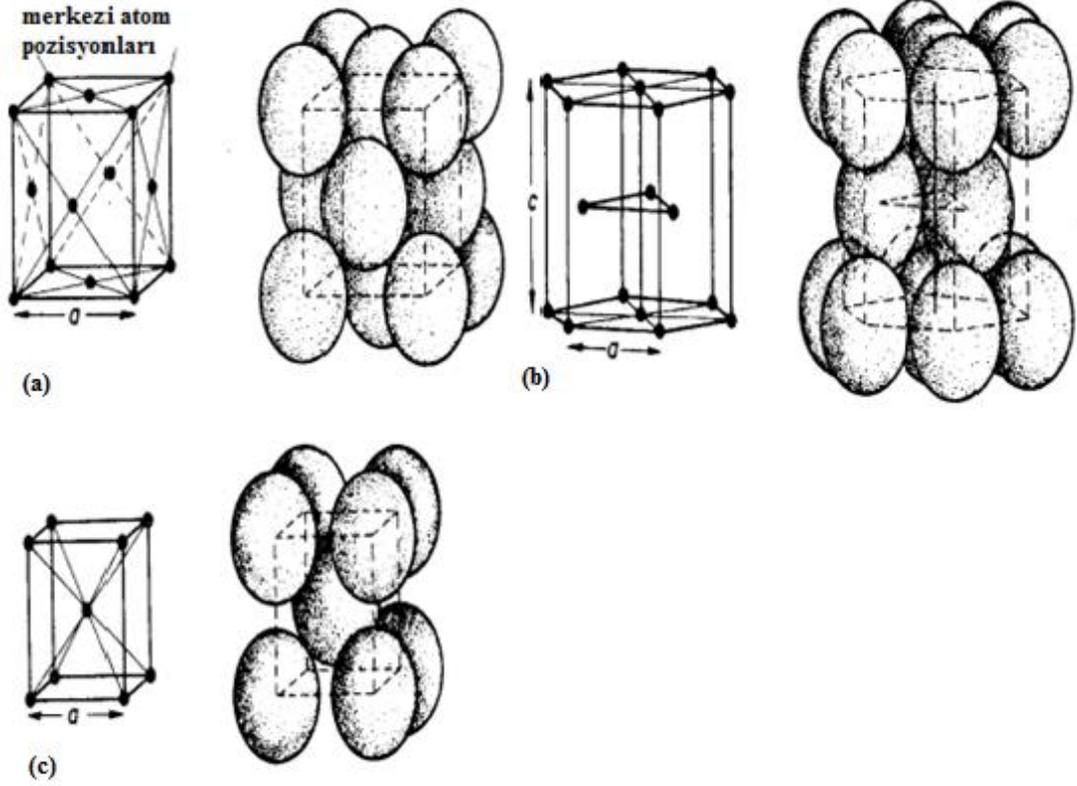
Şekil 2.3. Yedi kristal sistem

Sistem	Eksen	Eksenler Arası Aç
Kübik	$a=b=c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Tetragonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Ortorombik	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Trigonal [rombohedral]	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$
Hekzagonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \quad \gamma = 120^\circ$
Monoklinik	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$
Triklinik	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$

Kristal yapılar incelenirken kristal yapıyı karakterize eden önemli diğer iki özellikte koordinasyon sayısı (CN) ve atomik paketleme faktörüdür (APF). Koordinasyon sayısı, kristalde yer alan herhangi bir atoma eşit uzaklıktaki en yakın komşu atomların sayısıdır. Atomik paketleme faktörü ise birim hücredeki doluluk oranıdır ve $(APF = \text{birim hücredeki atomların hacmi} / \text{birim hücrenin hacmi})$ şeklinde verilir.

2.2.3. Metallerde Basit Kristal Yapılar

Metal iyonları çok küçüktür ve çapları 0,25 nm mertebesindedir. Bu nedenle 1mm^3 metalde yaklaşık 1020 atom bulunur. Metalik bağ incelendiğinde, iyonların gelişigüzel dağılmadığı ve oldukça düzenli bir şekilde yerleştiği görülür. Bu yerleşim öyle ortaya çıkar ki iyonlar bir araya geldiklerinde en küçük hacim oluşturacak şekilde yerleşirler. Sonuçta belirli bir düzen ile ortaya çıkan bu yerleşim metal kristalini ortaya çıkarır. Eğer iyonların oluşturdukları özdeş birim hücreli kristal dikkate alınır, eşit büyüklükteki kürelerin bir araya gelerek en küçük hacim içerisine girmelerinin yalnızca iki yolu olduğu görülür. Bu iki yerleşim düzeninden birincisi yüz merkezli kübik (f.c.c.), diğeri de sıkı-paketlenmiş hegzagonal (h.c.p.) şekillerdir (Şekil 2.4.). Aynı şekilde görülen üçüncü bir kristalografik oluşum cisim merkezli kübik (b.c.c.) olarak isimlendirilir. Bu yerleşimde sıkı-paketlenme gözlenmez ancak yine de pek çok metal için bu tür bir yerleşim söz konusudur. Bu üç türün dışında sayıları azda olsa metal kristallerinde, ortorombik (galyum, uranyum), tetragonal (indiyum, paladyum) ve rombohedral kristal yapılarına da rastlanır.

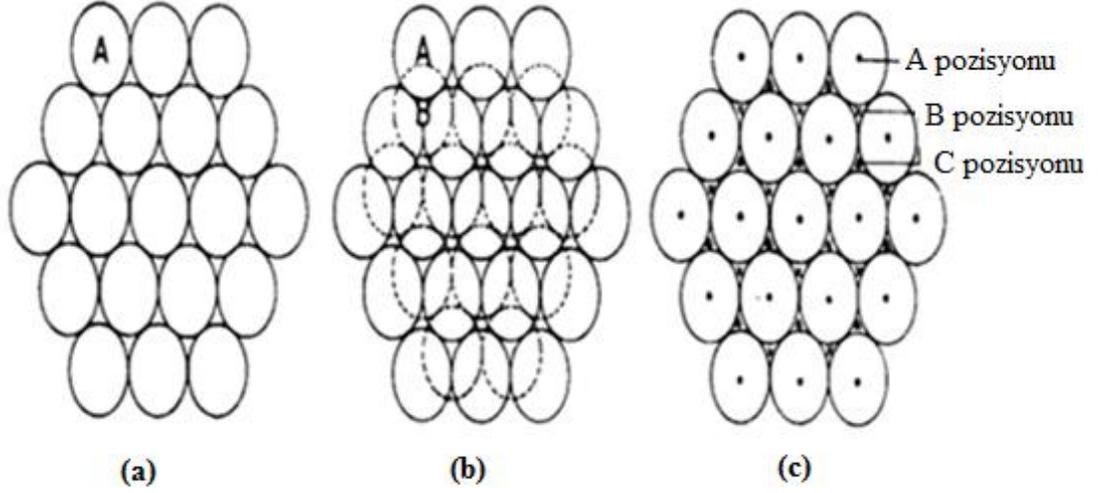


Şekil 2.4. Metal kristallerinde atomların yerleşim şekli a) f.c.c. b) h.c.p. c) b.c.c.

Sıkı-paket düzlemlerinin farklı yığılması (h.c.p.) ve (f.c.c.) yapılar arasında farka sebep olur. Düzlemde her küre altı küreye değecek şekilde sıkı-paket tabakası oluşturur. Böyle bir tabaka (h.c.p.) yapının taban düzlemi veya (f.c.c.) yapının (111) düzlemi olur. Bu tabakanın üstüne ikinci bir tabaka her küre tabandaki üç küreye değecek şekilde yerleşir, bunun üstüne üçüncü tabaka iki değişik şekilde yerleşebilir.

1) Üçüncü tabakadaki kürelerin, ikinci tabaka kurulurken işgal edilmemiş olan birinci tabakadaki boşlukların üstüne yerleşmesi sonucunda (f.c.c.) yapı oluşur.

2) Üçüncü tabakadaki atomlar birinci tabakadaki atomların üstüne gelecek şekilde yerleşir ve bunun sonucu olarak da (h.c.p.) yapı oluşur (Şekil 2.5.).



Şekil 2.5. a) Bir sıkı-paket düzlemde atomların yerleşimi
 b) İki sıkı-paket düzlemin yerleşimi
 c) Ardışık düzlemlerin yığılımı

Şekil 2.5. dikkate alındığında bir (h.c.p.) yapıda atomların yığılma düzeni ABABAB... veya ACACAC... şeklinde iken (f.c.c.) yapıda bu düzen ABCABC... şeklinde olacaktır.

Cu, Al, Fe(γ), Au ve Ag gibi bazı metaller yüz merkezli kübik (f.c.c) yapıda kristalleşir. Bu yapıda birim hücre başına dört atom düşer. Bunlardan biri, sekiz köşede bulunan ve her biri sekiz birim hücre tarafından ortaklaşa kullanılan köşe atomlarından gelir. Diğer üçü ise altı yüzün merkezinde bulunan ve her biri iki birim hücre tarafından ortaklaşa kullanılan yüz merkezlerindeki atomlardan gelir. Bu yapıda birim hücrenin kenar uzunluğu a ve atomik yarıçap R ise;

$$a = 2R\sqrt{2} \quad (2.2)$$

bağıntısı mevcuttur. Eğer örgü parametreleri biliniyorsa metal atomlarının küresel oldukları varsayımı ile yarıçapları hesaplanabilir. Öte yandan (f.c.c.) yapı için koordinasyon sayısı 12 iken doluluk oranı 0,74'dür.

Fe(α) ile Li, Na, Cs ve K gibi alkali metaller cisim merkezli kübik yapıda kristalleşir. Bu yapıda birim hücre başına iki atom düşer bunlardan biri küpün merkezindeki atom iken diğeri sekiz birim hücre tarafından paylaşılan köşe atomlarıdır. Bu yapıda birim hücre uzunluğu ve atomik yarıçap arasındaki bağıntı,

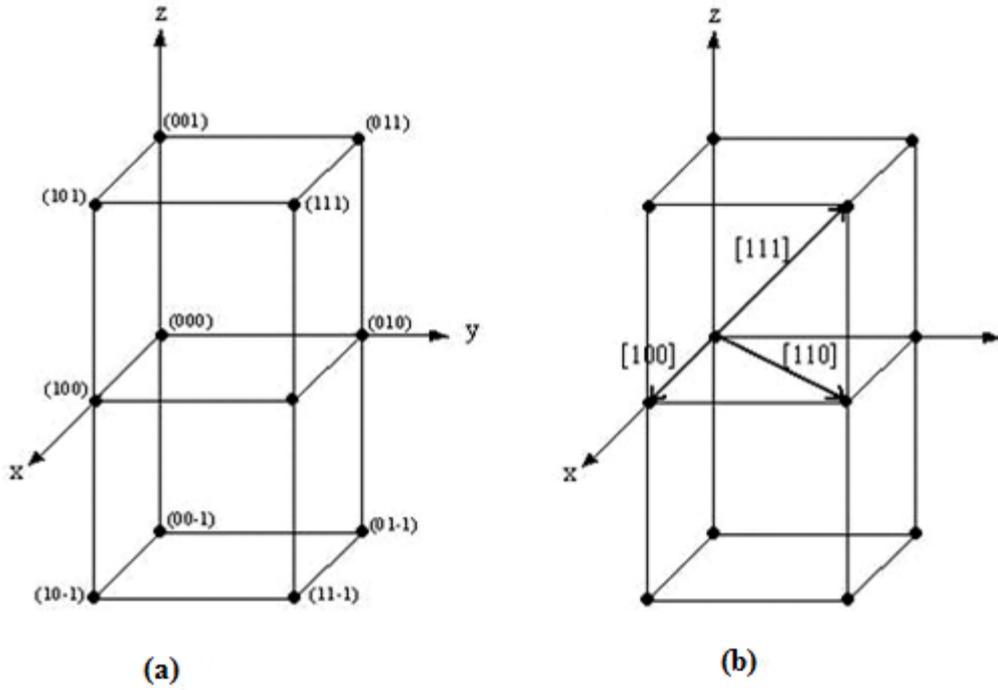
$$a = 4R/\sqrt{3} \quad (2.3)$$

şeklindedir. Ayrıca (b.c.c.) yapıda koordinasyon sayısı 8 iken doluluk oranı 0,68 dir. Be, Mg, Sc, Ti, Co, ve Zn gibi bazı metaller (h.c.p.) yapıda kristalleşir. Bu yapıda a ve c şeklinde iki örgü parametresi vardır. Eğer yapı ideal bir sıkı-paket yapı ise c/a oranı 1,633 olmalıdır. Metalik kristallerde bu oran eksenler oranı olarak isimlendirilir ve hiçbir zaman ideal değeri olan 1,633 değerinde değildir. Bu yüzden yapıların ideal sıkı-paket yapılar olduğu söylenemez.

2.2.4. Kristal Doğrultu ve Düzlemleri (Miller İndisleri)

Silika cam gibi yapısal olarak düzensiz maddelerde fiziksel özellikler ölçme doğrultusundan bağımsızdır, böyle maddelere izotropik denir. Buna karşın çoğu tek kristallerde atomların yığılım ve periyodikliğinden dolayı fiziksel özellikler yönetime bağlıdır, böyle kristallere anizotropik denir. Bu nedenle kristallerdeki fiziksel özellikler, belirli kristal doğrultu ve düzlemler ile sayısal olarak ifade edilmelidir.

Kristal yapıda bir doğrultuyu tanımlamak için o doğrultuya paralel orijinden bir doğru çizilir ve bu doğru üzerinde bir noktanın koordinatlarından faydalanılır. Sözü edilen noktanın koordinatları; (u, v, w) ise (u, v, w) doğrultu indisleri olur. Sözü edilen bir doğrultu özel bir doğruya değil sözü edilen doğruya paralel doğrultuların tamamını temsil eder. Birim hücre dönme simetrisine sahipse bu simetriden dolayı eşdeğer olan birçok paralel olmayan doğrultu vardır. Kübik kristalde (100), (010), (001), (100), (0 $\bar{1}$ 0) ve (00 $\bar{1}$) kristalografik olarak eşdeğer doğrultulardır. Bu durumda bütün eşdeğer doğrultular < u v w > şeklinde topluca temsil edilir. Benzer şekilde küp için <111> ve <100> şeklinde eşdeğer doğrultu takımları verilebilir [13].

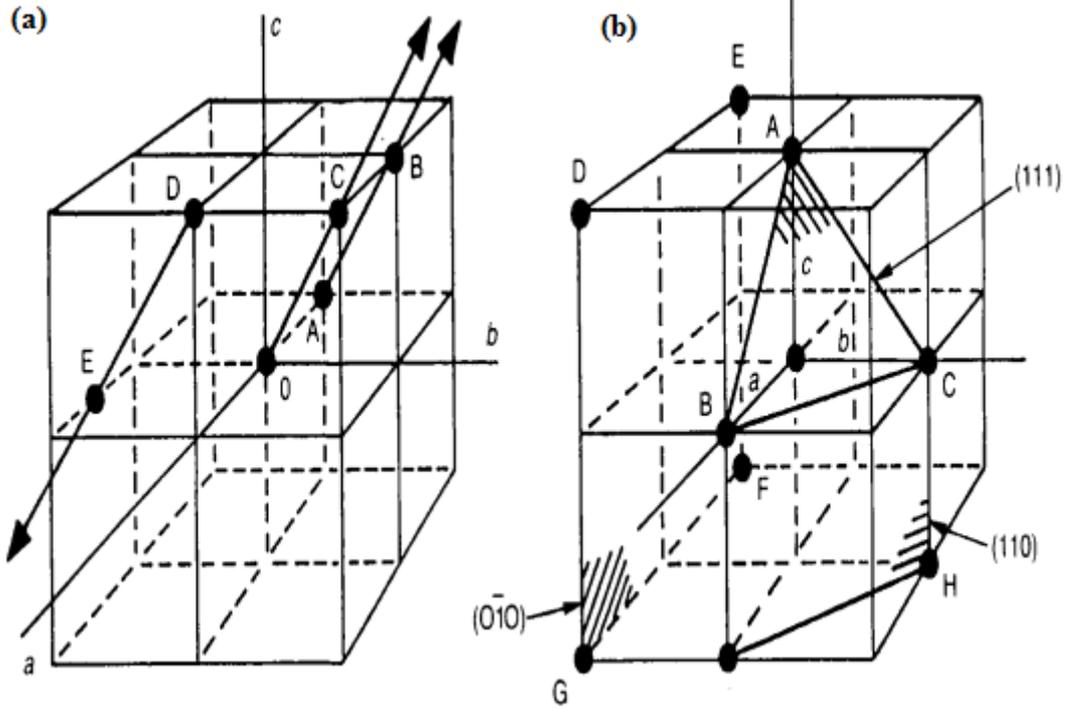


Şekil 2. 6. a) Kristal örgü koordinatları b) Kristal doğrultular

Kristal düzlemler, düzlemin kristal eksenlerini kestiği noktaların koordinat başlangıcına uzaklığı cinsinden ifade edilebilir. Kristal eksenlerine paralel düzlemler ise eksenleri sonsuzda keser. Sonsuzluklarla yapılan işlemde, düzlemin eksenleri kestiği uzaklıkların terslerinden türetilen büyüklükler ile miller indisleri tanımlanır.

Herhangi bir düzlemin miller indislerini tayin etmek için;

- 1) Düzlemin a, b, c eksenlerini kestiği noktaların yerleri sırasıyla örgü sabitleri cinsinden bulunur ve bu kesim noktalarına sırasıyla x, y, z denir.
- 2) x/a , y/b , z/c oranları teşkil edilir.
- 3) Bu oranların tersleri alınarak a/x , b/y ve c/z oranları elde edilir.
- 4) Bu oranların ortak bir çarpanla çarpılması sonucu en küçük tamsayılar elde edilir ve düzlemin miller indisleri (hkl) şeklinde ifade edilir [13].



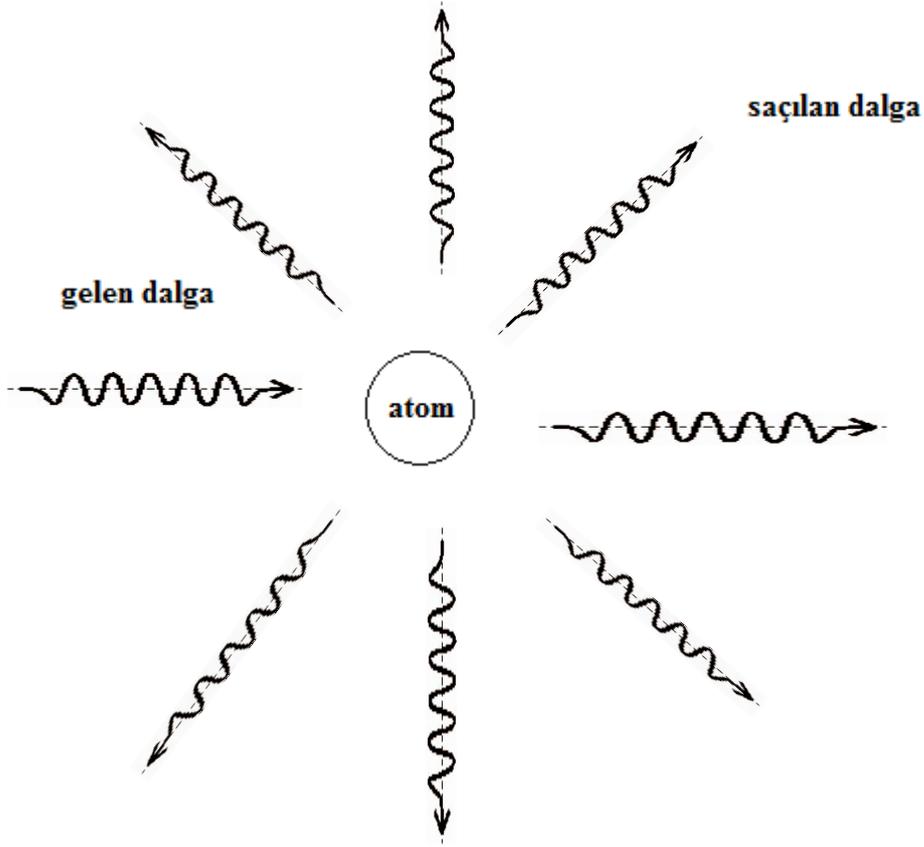
Şekil 2.7. Kübik kristalde a) Doğrultular b) Düzlemler.

Miller indisleri (hkl), bir tek düzlemi temsil ettiği gibi paralel düzlemlerin bütün takımını da temsil edebilir. Birim hücre dönme simetrisine sahipse bu simetriden dolayı birçok paralel olmayan düzlem eşdeğer hale gelir. Bütün bu düzlemler aynı miller indisleri ile temsil edilebilir. Bu yüzden {hkl} indisleri dönme simetrisine sahip (hkl) düzlemine eşdeğer bütün düzlemleri temsil eder. Kübik sistemde {100} indisleri (100), (010), (001) düzlemlerini ve bunların eksi işaretli olanları da dahil olmak üzere toplam 6 düzlemin hepsini birden temsil eder.

2.3. Kristallerde Kırınım Olayı ve Yapı Tayini

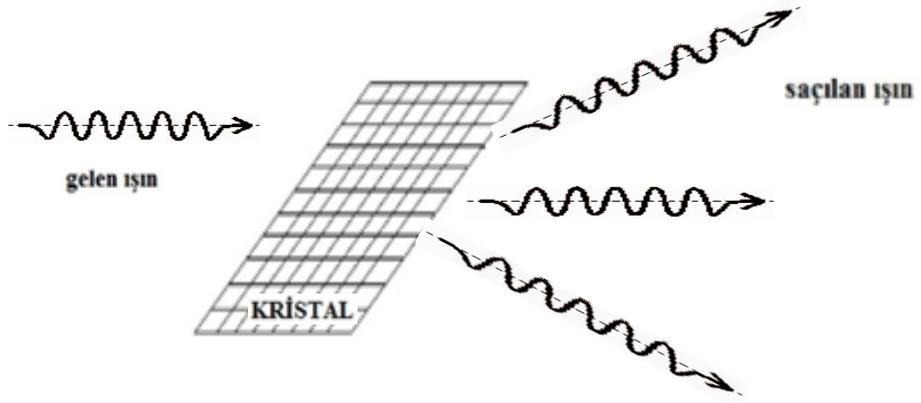
Kristallerin fiziksel özellikleri kristal yapısına bağlıdır. Bir kristalin yapısını doğrudan mikroskopla belirlemek nerdeyse imkansızdır. Kristal yapıların deneysel olarak belirlenmesinde, kristal atomlarıyla etkileşen dalgaların kırınım olayından yararlanılır. Kırınım olayı gelen ışının kristalin atomları tarafından saçılması ve

saçılan ışınların girişimi olarak iki adımda oluşur. Bir dalga, bir parçacıkla (atom) etkileştiğinde atom dalga demetini bütün yönlerde düzensiz olarak saçar (Şekil2.8).



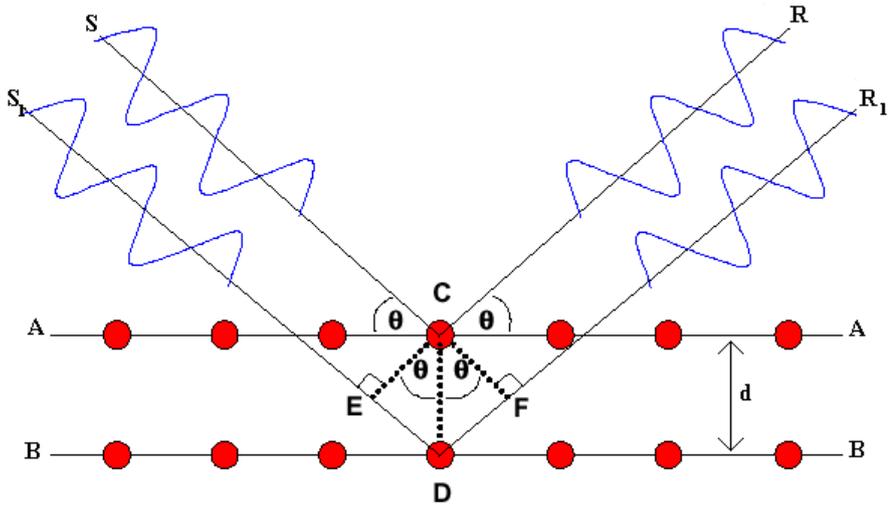
Şekil 2.8. Bir parçacığın üzerine gelen dalga demetini saçılması olayı.

Atomu saran elektronlar demete eşlik eden elektrik alanın etkisi altında ivmeli harekete zorlanırlar. İvmelenen elektronlar kararsız yapıdadırlar ve tekrar kararlı hale gelebilmek için elektromanyetik ışınım yaparlar buda düzensiz olarak her yönde saçılma şeklinde ortaya çıkar. Kristal katı üzerine ışık düşürüldüğünde ise parçacığın tersine saçılan ışınların rastgele değil bazı yönlerde olduğu görülmektedir. Bunun nedeni ise kristalde atomlar belirli bir düzen içinde yerleşmişlerdir ve saçılan ışınlar sadece yapıcı girişim oluşturabildikleri yerlerde saçılabilmekte aksi takdirde bir saçılma meydana gelmemektedir (Şekil 2.9.) [15].



Şekil 2.9. Bir kristalin üzerine gelen dalga demetinin saçılması olayı.

Bu kırınım, Bragg şartı ile sağlanır. Bir kristal yapıda birbirine paralel atomik düzlemlerden iki tanesi AA ve BB olsun, Tek dalga boyu X-ışını demeti bu düzlemlere θ açısı ile düşürülsün, gelen ışınların geliş doğrultusuna dik bir dalga cephesi S, S₁ olsun ve C, D noktalarında kristalin atomları bulunsun. Dalga cephesi kristale çarptığında saçılan bir dalga cephesinin ortaya çıkmasına sebep olacaktır.



Şekil 2.10. Bragg Kanunu'nun şematik açıklaması

SC yolu ile S₁D yolu arasında ED kadarlık bir yol farkı vardır. Yine aynı şekilde CR yolu ile DR₁ yolu arasında DF kadarlık yol farkı vardır. Bu farkların iki düzlem arasındaki d yolu ile ECD açısına eşit olan ışının gelme açısı θ cinsinden,

$$ED = DF = d \sin \theta \quad (2.4)$$

olduğu görülür.

Her iki düzlemde gelen ışınların birbirlerini güçlendirme şartı,

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.5)$$

şeklinde yol farkı dalga boyunun tam katlarına eşit olacak şekilde verilir. Burada,

n: tamsayı n=0,1,2,3 ...

λ : ışının dalga boyu

d: düzlemler arası uzaklık

bağıntıyı sağlayan uygun θ açılarında saçılma meydana gelir. Öteki açılarda yansıyan ışınlar yıkıcı girişim oluşturur ve yansımış ışın görülmez. Birinci mertebeden yansımalar için n = 1 alındığında

$$2d \sin \theta = \lambda \quad (2.6)$$

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d} \quad (2.7)$$

olurken, $\sin \theta$ 1'den büyük olamayacağından $\lambda \leq 2d$ şartı ortaya çıkar ve bu durumda Bragg yansıması olur. Bragg kanunu kristal örgüdeki periyodikliğin bir sonucudur.

2.3.1. Kırınım Şiddeti ve Yapı Çarpanı

Bragg yasası kırınım geometrisi ile ilgilidir. Kırınımında şiddet saçılma genliğinin karesiyle orantılıdır ve kırılma düzlemlerindeki atomların dizilimine bağlıdır. Saçılma genliği birim hücrelerin yığılımının yanı sıra atomların konum ve sayısına bağlıdır. Kristal içindeki bir dV hacim elemanı tarafından saçılan dalganın genliği, hacim elemanındaki elektron yoğunluğu ile doğru orantılıdır [13].

Saçılma genliği,

$$A = N \int_{\text{hücre}} dV n(r) e^{-i\Delta\vec{k}\cdot\vec{r}} = NF_{hkl} \quad (2.8)$$

şeklinde verilir. Burada,

N ; birim hücre sayısı,

$n(r)$; elektron yoğunluğu,

F_{hkl} ; yapı faktörü

Elektron yoğunluğu $n(r)$ olan hücrenin her j atomuna eşlik eden n_j elektron yoğunluğu fonksiyonlarının toplamı olarak yazmak yararlı olur. Başlangıç noktasından bir J atomuna giden yer vektörü r_j ise r noktasında $n(r)$ ye katkı $n_j(r - r_j)$ olacaktır. Hücredeki tüm atomlar için elektron yoğunluğu r_j ; başlangıç noktasından j atomuna giden yer vektörü ise r de $n(r)$ 'ye katkı $n_j(r - r_j)$ olur.

Hücredeki tüm atomlar için;

$$n(r) = \sum_{j=1}^s n_j(r - r_j) \quad (2.9)$$

şeklinde verilir.

Bu durumda yapı faktörü,

$$F_{hkl} = \int dv \left[\sum_{j=1}^s n_j (r - r_j) \right] e^{-i\vec{G}\vec{r}} \quad (2.10)$$

($\Delta\vec{k} = \vec{G}$ kırınım şartı)

$$= \sum_{j=1}^s dv n_j (r - r_j) e^{-i\vec{G}\vec{r}} \quad (2.11)$$

$$g = r - r_j \Rightarrow r = g + r_j \quad (2.12)$$

vektörünü tanımlar ve 2.11. denkleminde yerine yazarsak,

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^s \int dv n_j (g) e^{-i\vec{G}(g+r_j)} \quad (2.13)$$

$$= \sum_{j=1}^s e^{-i\vec{G}r_j} \int dv n_j (g) e^{-i\vec{G}g} \quad (2.14)$$

olacaktır. Burada,

$$f_j = \int dv n_j (g) e^{-i\vec{G}g} \quad (2.15)$$

şeklinde saçılan atomların özellikleri ile ilgili atomik yapı çarpanı tanımlanır. Böylece yapı çarpanı atomik yapı çarpanı cinsinden,

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^s f_j e^{-i\vec{G}r_j} = \sum_{j=1}^s f_j e^{-2\pi i(x_j h + y_j k + z_j l)} \quad (2.16)$$

şeklinde ifade edilir [13].

F_{hkl} yapı çarpanının sıfır olması halinde, uzay örgüsünün izin verdiği bir G yansımada, saçılan ışının şiddeti sıfır olur. Yapı çarpanı, uzay örgüsünün izin verdiği yansımaların bazılarını yok eder. Bu kayıp yansımalar, kristal yapının tanınmasında bize yardımcı olur.

Cisim merkezli kübik (b.c.c.) yapı için yapı çarpanını hesaplamak istersek; birim hücrede özdeş iki atom vardır ve bu atomlar,

$$x_1 = y_1 = z_1 = 0 \quad \text{ve} \quad x_2 = y_2 = z_2 = \frac{1}{2} \quad (2.17)$$

konumunda yer alır. Bu durumda yapı çarpanı ifademiz;

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^s f_j e^{-2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)} \quad (2.18)$$

$$= f_1 e^{-2\pi i(0)} + f_1 e^{-2\pi i \frac{1}{2}(h+k+l)} \quad (2.19)$$

$$F_{hkl} = f_1 + e^{-i\pi(h+k+l)} \quad (2.20)$$

$$(h+k+l) = n \Rightarrow F_{hkl} = f_1(1 + e^{-in\pi}) \quad (2.21)$$

$$n = (h+k+l) \quad \text{tek sayı ise;} \quad F_{hkl} = 0 \rightarrow \text{yansıma vermez.}$$

$$n = (h+k+l) \quad \text{çift sayı ise;} \quad F_{hkl} = 2f_1 \rightarrow \text{yansıma verir.}$$

Örneğin Na atomu (b.c.c) yapıda kristalleşir ve kırınım deseninde (100), (300), (111), (210), ... gibi noktalar bulunmazken, (200), (110), (222),... gibi noktalar bulunur (yansıma vermektedir) [13].

2.4. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri

Bir madde içinde atom veya molekül topluluğunun homojen dağılımına “faz” denir. Faz madde içinde kristal özellikleri ve atomların kendi içinde homojen olan fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan bir bölgedir [16].

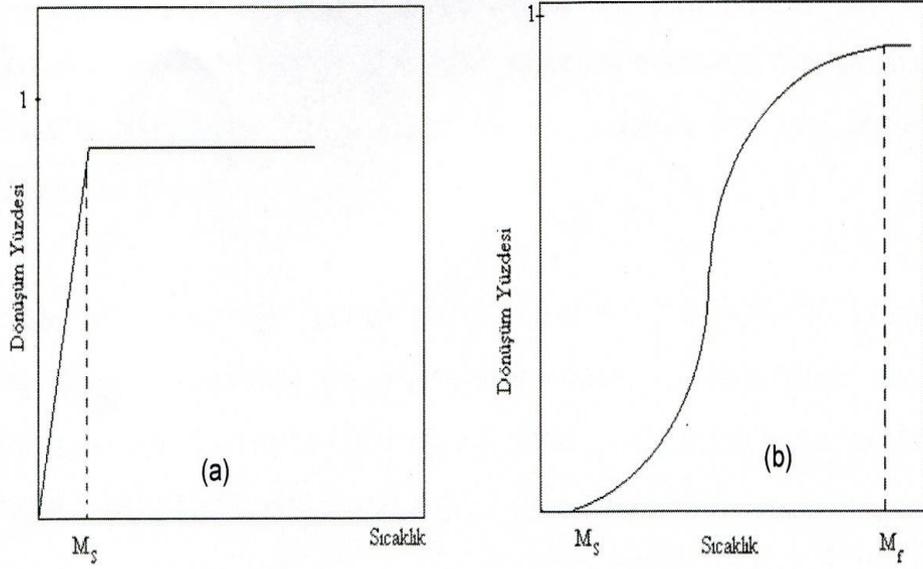
Bu fazlar hacim, basınç, sıcaklık, enerji gibi termodinamik özelliklerle karakterize edilirler. Yüksek sıcaklıktaki kristal yapıdaki numunenin, sıcaklık basınç ve dış zorun etkisiyle kristal yapısı değiştirilebilir. Yüksek sıcaklık fazındaki numune, daha düşük sıcaklıktaki serbest enerjiyi tercih ederek farklı bir kristal yapı oluşturur. Yüksek sıcaklıktaki fazına austenite (ana faz), düşük sıcaklıktaki fazına da martensite (ürün faz) denir. Yalıtılmış bir fazın serbest enerjisi minimum ise o faz karardır. Sıcaklık, basınç, elektrik ve manyetik alan gibi değişkenlerin sisteme etki etmesiyle sistemin serbest enerjisi düzgün ve sürekli olarak değişir. Buna bağlı olarak fazın yapısal detayları da değişir. Bu olay “faz dönüşümü” veya “faz geçişi” olarak adlandırılır. Faz dönüşümlerinin sınıflandırılması, termodinamik nicelikler ile serbest enerji fonksiyonu arasındaki bağıntılar yardımıyla yapılır. Bu sınıflandırmada, faz geçişinin mertebesi serbest enerji fonksiyonunun türevinin mertebesi ile aynıdır.

Faz dönüşümü, atomların komşuluklarının yer değiştirip değiştirmemesine göre iki ana gruba ayrılır [2]. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine yayılmalı [difüzyonlu] faz dönüşümleri, atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de yayılmasız (difüzyonsuz) faz dönüşümleri denir. Metalik sistemlerdeki faz dönüşümleri çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri, martensitik dönüşümler olmak üzere iki ana sınıfa ayrılır. Dışarıdan uygulanan fiziksel etkiler austenite (ana faz) ve martensite (ürün faz) fazlar arasında serbest enerji farkı ortaya çıkarır. Ana faz ve ürün faz arasındaki bu enerji farkı ise martensitik dönüşümün meydana gelmesine sebep olur [29,2]. Faz dönüşümü, iki faz arasındaki serbest enerji farkından meydana gelir. Serbest enerji sıcaklık ve basınçtan etkilenir. Bir faz dönüşümü sıcaklık ve basıncın yanında dış zor ve yapı kusurları gibi diğer faktörlerden de etkilenir. Dolayısıyla dönüşümün hangi şartlar altında gerçekleştiğini bilmek önemlidir.

2.5. Martensite Faz Dönüşümlerinde Termodinamik Etkiler

Fe alaşımları 1535 °C’de erir. Havasız ortamda oda sıcaklığına soğutulurken yaklaşık 900 °C civarında yüz merkezli kübik (f.c.c) yapıda kristalleşir. Alaşımın bu fazına “austenite “ adı verilir. Austenite fazdaki alaşım, uygulanan fiziksel etkenler sebebi ile hacim merkezli tetragonal (b.c.t), sıkı paketlenmiş heksagonal (h.c.p) veya hacim merkezli kübik (b.c.c) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına “martensite” adı verilir [17]. Austenite kristal yapının, martensite kristal yapıya dönüşmesi şeklinde gerçekleşen, dönüşüm sonrasında atomlar dönüşümden önceki komşuluklarını korudukları ve yalnızca atomlar arası uzaklıktan çok olmayan uzaklıklarda yer değiştirdiklerinde austenite-martensite faz dönüşümüne difüzyonsuz faz dönüşümü denir. Faz dönüşümü sırasında kristali oluşturan atomların birbirine göre konumları ya da komşulukları değişiyorsa bu tür dönüşümlere difüzyonlu faz dönüşümü denir [18]. Austenite, martensiteye dönüşünce ana kristal yapı tümü ile ürün kristale dönüşmez. Martensite kristalleri düzgün olmayan bir dağılımla, austenite içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkar. Austenite içinde martensitenin kaplayacağı hacim, dönüşümü oluşturan etkenin büyüklüğüne bağlıdır [16]. Austenitenite-martensite faz dönüşümlerinde soğuma ile oluşturulan martensitelerin oluşmaya başlaması dönüşüm sıcaklığı olarak bilinen M_s sıcaklığında, dönüşümün tamamlanması da M_f sıcaklığında gerçekleşir.

Difüzyonsuz faz dönüşümlerinde Martensitik dönüşüm, termal olarak incelendiğinde kinetik açıdan sıcaklık zaman ilişkisine bağlı olarak ikiye ayrılmıştır. Zamana bağlı olmayıp sadece sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse atermal dönüşüm, hem zamana hem de sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse izotermal dönüşüm olarak adlandırılır. Dönüşümün atermal veya izotermal olması alaşımın kimyasal bileşimine bağlıdır. Şekil 2.15. a’da atermal dönüşümünün zamanla değişimi Şekil 2.23. b’de ise izotermal dönüşümünün zamanla değişimi görülmektedir.



Şekil 2.11. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi,
b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi

Atermal dönüşümde austenite (ana faz) durumunda olan numune soğutularak M_s sıcaklığına geldiğinde martensiteye (ürün faz) dönüşmeye başlar. Numune soğutulmaya devam edilirse M_f sıcaklığına geldiğinde dönüşecek oranın tamamı martensite dönüşmüş olur. Sıcaklık değişimi ile oluşan martensite fazın oluşmaya başladıktan daha düşük sıcaklarda yeni patlamalar oluşabilir. Austenite – Martensite faz dönüşümleri genellikle, çok kısa bir zaman aralığı içinde patlama şeklinde ve atermal olarak meydana gelir [19]. Martensite yapının oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha düşük sıcaklıklarda patlama şeklinde bir kez oluşan martensiteler düşük sıcaklıklarda hacimce bir büyüme göstermez [29,30].

Bunshah ve Mehl [29] demir ve demir alaşımlarında ısısal etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerini 10^{-7} sn gibi kısa bir zamanda ortaya çıktığını ölçmüşlerdir. Dışarıdan uygulanan fiziksel etkiler austenite (ana faz) ve martensite (ürün faz) fazlar arasındaki serbest enerji farkını ortaya çıkarır. Ana faz ve ürün faz arasındaki bu enerji farkı ise martensitik dönüşümün meydana gelmesine sebep olur [29,2]. Faz dönüşümü, iki faz arasındaki serbest enerji farkından meydana gelir [29].

Bir fazdan diğeri bir faza dönüşüm olabilmesi için sistemin son faza göre kararsız olması gerekir. Sabit sıcaklık ve basınçta sistemin kararlılığı,

$$G = H - TS \quad (2.22)$$

şeklinde tanımlanan Gibbs Serbest Enerjisi'nin en küçük değeri ile belirlenir. Burada H entalpi, T mutlak sıcaklık, S ise sistemin entropisidir. Entalpi sistemin ısı miktarının bir ölçüsüdür,

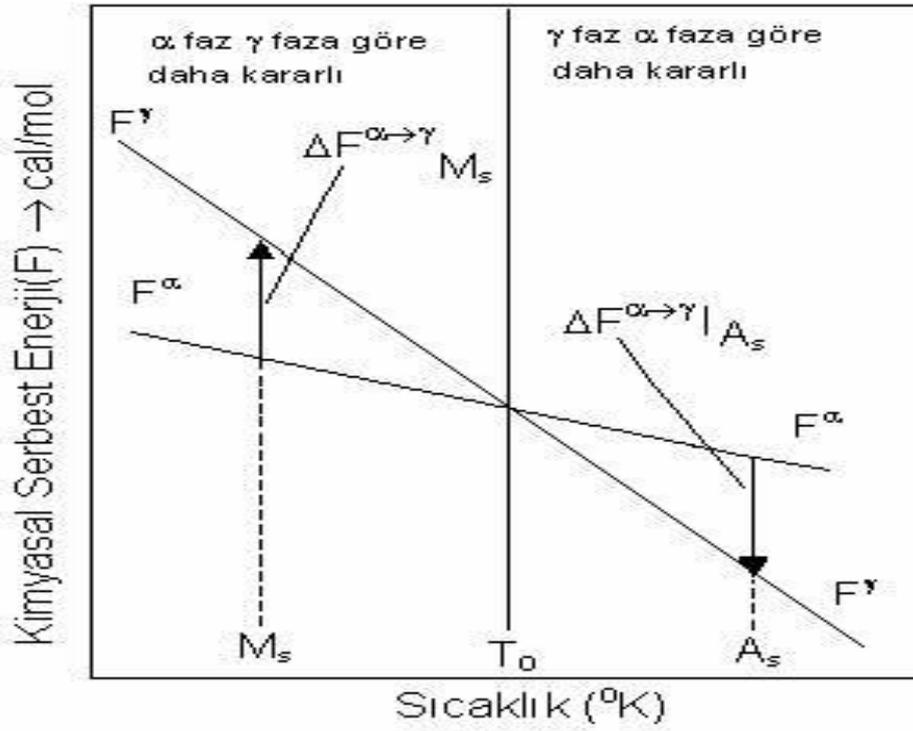
$$H = E + PV \quad (2.23)$$

şeklinde verilir. Bu eşitlikte E sistemin iç enerjisini, P basıncı, V hacmi ifade eder. İç enerji, bir sistemdeki atomların kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamından oluşur. Kinetik enerji, katıda atomların titreşimlerinden doğarken potansiyel enerji sistemdeki atomlar arası bağlar ve etkileşimlerden kaynaklanır. Sistemin iç enerjisindeki değişime bağlı olarak ısı miktarı değiştiğinde faz dönüşümü meydana gelir. Isı miktarı denklem (2.58.)'de gösterildiği gibi sabit basınç altında sistemin hacmindeki değişime de bağlıdır. Ancak katılarda, PV terimi E ile kıyaslandığında ihmal edilebilir ve $H \cong E$ alınabilir [19].

Fazlar arasındaki serbest enerji değişimi,

$$\Delta F^{A \rightarrow M} = F^A - F^M \quad (2.24)$$

şeklinde verilebilir. Burada F^A ve F^M sırasıyla ana ve ürün fazın serbest enerjileridir. Denge sıcaklığı olarak tanımlanan T_0 sıcaklığında iki fazın serbest enerjileri eşit ve farkları sıfırdır. T_0 denge sıcaklığının altında fark sıfırdan büyüktür ve ürün faz serbest enerjisi daha küçük olduğu için daha karardır. T_0 'ın üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçüktür ve ana faz daha karardır. Minimum serbest enerji kuralına göre bir sistem birçok değişik durumlara izin verirse sistemin bu durumlardan en düşük serbest enerjili olanını seçmesi beklenir. Serbest enerji farkı denklem (2.59)'da verildiği gibi faz dönüşümü için gerekli olan "sürücü kuvvet" olarak adlandırılır [19].



Şekil 2.12. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi [30]

2.6. Martensitik Dönüşümlerde Örgü Kusurlarının Etkisi

Katılar atomik dizilimlerinde bir takım kusurlar içerir. Gerek katılma sürecinde gerekse ısı, dış zor ve basınç gibi sonradan yapılan etkilerle ortaya çıkan bu kusurlar; noktasal kusurlar, çizgisel kusurlar, iki-boyutlu yüzeysel kusurlar ve üç boyutlu hacimsel kusurlar olmak üzere dört grupta toplanabilir. Bu kusurlar, katının mekanik ve fiziksel davranışları üzerinde önemli etkilere sahiptir [15]. Martensitik dönüşümlerde ana fazın mikro yapısal özellikleri önemlidir. Dönüşüm öncesi ana fazda bulunan örgü kusurlarının martensitik dönüşüm süresince atomların düzenli bir şekilde yeniden dizilimlerini etkilemesi beklenir. Genellikle ana fazda farklı türde bulunan bu kusurların etkilerini birbirinden ayırmak oldukça güçtür [15].

Bir kristal yapı içerisinde kusur olarak en çok dislokasyonlar (çizgisel kusurlar) görülür. Dislokasyonlar, kristal yapı içerisinde yerlerini değiştirmiş atomların

oluşturduğu bir çizgi olarak düşünülebilir. Bir katıda dislokasyonlar sonucu atomlar denge konumlarından ayrıldıklarından çizgi çevresinde gerilmeler doğar. Dolayısıyla şekil değiştirme enerjisi oluşur. Dislokasyonların ortaya çıktığı bölgeler bozulmamış bölgelere göre daha yüksek enerjili bölgelerdir [15]. Dislokasyonların bulunduğu bölgeler, çekirdeklenmeler için daha küçük bir aktivasyon enerjisi engeli oluşturacağından çekirdeklenme olasılığı bu bölgelerde en büyüktür ve bu bölgelerde çekirdekler kolayca ortaya çıkabilirler dolayısı ile martensitik oluşumun çekirdeklenme aşamasında dislokasyonlar büyük önem taşır. Ayrıca dönüşüm sırasında oluşan çekirdeklerin, dislokasyonların zorlanma enerjilerini küçültmeleri nedeniyle çekirdeği ortaya çıkaracak olan atomlar dislokasyonlar tarafından çekilerek çekirdek oluşumu kolaylaşabilir ve böylece çekirdekler, daha çok dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkarlar. O halde dislokasyonlar dönüşümün çekirdeklenme miktarını arttırabilir ve bu nedenle de Ms sıcaklığında bir yükselme gerçekleşebilir.

Martensitik dönüşümün üzerinde dislokasyonların etkisi yalnızca çekirdeklenme değildir. Martensite kristaller büyüme aşamalarında iken çekirdek üç boyutta genişleyerek, zayıfta olsa dislokasyonların çekirdeğin büyümesini durdurma gibi bir olasılığı da vardır. Bu şekilde austenite faz dönüşümünü engelleyebildiği gibi austenite- martensite dönüşümünü de engelleyebilir [15].

Bu bahsettiğimiz örgü kusurlarından başka çökelti ve yığılım kusurlarının da martensitik dönüşümde önemi vardır. Çökelti bazen şekil değişimine engel oluşturarak dönüşümün başlamasını güçleştirir ve bu durumda Ms sıcaklığı düşer [16]. Bir kristal yapı içerisindeki atomik düzlemlerin yığılım sıralanışında meydana gelen bir düzensizlik olarak ortaya çıkan yığılım kusurlarının da martensitik dönüşüm üzerinde dislokasyonlara benzer bir etkisi vardır [2,15].

2.7. Martensitik Faz Dönüşümleri ve Manyetiklik

2.7.1. Katı cisimlerin manyetik özellikleri

Termodinamik dengede bulunan bir sistemde manyetik alan etkisi ile manyetik moment olması mümkün değildir. Serbest bir atomun manyetik momenti başlıca üç sebepten kaynaklanabilir: Elektronların sahip oldukları spinden, yörünge etrafındaki açısal momentumundan ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentinden. Bu etkenlerden ilk ikisi mıknatıslanmaya paramanyetik, üçüncüsü ise diyamanyetik olarak katkıda bulunur. Manyetizasyon birim hacimdeki net manyetik momentin ölçüsüdür. Ferromanyetizma, kristalde karşılıklı etkileme değişiminden meydana gelmiştir. Bu da momentlerin birbirlerine paralel olarak çizgisel sıralanmalarına sebep olur [21].

2.7.2. Manyetik Alınganlık

Katılarda manyetizma manyetik dipollerden ileri gelir. Bu dipoller ya maddenin içinde mevcuttur veya manyetik alandan ileri gelmektedir. Bu ifadeye göre maddenin içindeki boşluk alanı (\mathbf{H}) ye ek olarak manyetizasyon (\mathbf{M}) vardır. \mathbf{M} her birim hacim için dipol momentlerinin toplam tesirini tarif eder, 4π faktörü ile belirtilmiş olup,

$$\mathbf{B} = \mathbf{H} + 4\pi \mathbf{M}$$

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{M} \quad (2.25)$$

$$\mathbf{M} = \chi \mathbf{H} \quad (2.26)$$

$$\chi = \frac{n-1}{4\pi} \quad (2.27)$$

manyetik alan manyetik alan kuvvetiyle aynı yönde olmalıdır. Anizotropik kristallerde bu kural tam olarak geçerli değildir. Burada χ öyle bir tensör olmalı ki bu tensörün \mathbf{M} 'ye bağılılığı bozulmamalıdır.

Alınanlığı ölçmek için daima düzgün manyetik alan kullanılmalıdır. Çünkü alan şiddeti, kendi alanının tatmin etmesi gibi sınır şartları katının iç kısmında ve yüzeyinde bozulmuştur. Sadece elipsoid şeklinde olan katılar bir düzgün alan yapabilir de bu iç kısımlar için geçerli değildir. O halde şekillendirilmiş olan katılar genellikle ölçümler için kullanılır [22].

2.7.3. Manyetizmanın Temelleri

Manyetizasyon, birim hacimdeki net manyetik momenttir. Bir maddedeki toplam manyetik alan, hem dışarıdan uygulanan alana, hem de maddenin mıknatıslanmasına bağlıdır. Akım taşıyan bir iletkenin oluşturduğu bir \mathbf{B}_0 manyetik alanın bulunduğu bir bölge düşünelim. Toroid bir sargının içi olabilir. O bölgeyi bir manyetik madde ile doldurursak, bölgedeki toplam alan $\mathbf{B} = \mathbf{B}_0 + \mathbf{B}_m$ olacaktır. Buradaki \mathbf{B}_m manyetik maddenin oluşturduğu alandır. Bu katkı mıknatıslanma vektörü cinsinden $\mathbf{B} = \mu\mathbf{M}$ olur. Burada \mathbf{H} manyetik alan şiddeti olmak üzere,

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{M} + \mathbf{H}) \quad (2.28)$$

eşitliğiyle tanımlanır. SI birimiyle \mathbf{H} ve \mathbf{M} her ikisinin birimi de A/m'dir [22].

2.7.4. Manyetizma Türleri

Manyetik dipol momentleri, atomlardaki elektronların yörüngesel momentlerinde veya spin momentlerinde olduğu gibi katıların içinde her an mevcut olabilirler. İlk durum için paramanyetizma, ikinci durum için diyamanyetizmadan söz edebiliriz. Paramanyetizma için alanın görevi sadece farklı yerleşmiş olan manyetik momentleri, alanın yönüne çevirmektir. Bu yüzden χ burada pozitifdir. ($\mu < 1$)

DeneySEL yönden paramanyetizma ve diyamanyetizma arasındaki fark alınanlığın işaret farkından dolayıdır. Ayrıca sıcaklık bağıllığı farkı da vardır. Paramanyetizmatik alan kararlılık olan termal hareketlere karşı işleyeceğinden burada sıcaklığa daha kuvvetli bağımlılık görülür, diyamanyetizmada ise sıcaklık uygulaması yapılacak bir

durum yoktur. Her iki halde de χ alan şiddetine bağlı değildir. Ferromanyetizma, paramanyetizmanın (bütün elektronların manyetik momentlerinin paralellüğinden doğan) aşırı halinin uzatılmasıdır. Bu durumda katının alanı sadece dış alan olmayıp manyetik dipollerden ileri gelen iç alanda da olabilir. Termal hareketler çok büyük değilse, manyetik momentlerin tamamının sıralanması mümkündür. Bu yüzden ferromanyetizma belli bir sıcaklığın altında görülür. Belli bir noktanın üstünde ferromanyetikler, paramanyetiklerdir. Oda sıcaklığında Fe, Ni ve Co ferromanyetiklerdir [23].

2.7.4.1. Diyamanyetizma

Atomları sürekli manyetik dipol momente sahip olmayan maddelere diyamanyetik denir. Diyamanyetizma manyetik alan uygulamasıyla elektriksel değişmeden oluşur. Elektromanyetizma lenz kanununa göre bir elektrik devresinde akım değiştirildiğinde bu değişmeye karşı koyacak şekilde yeni bir akım oluşur. Bu akımın oluşturduğu manyetik alan uygulanan alana zıt yönde olup alınganlığı 10^{-5} mertebesinde dir. Bu tip manyetizma diğer tip manyetizmaların tamamen yer almadığı Bi, Cu, Ag, ve Au gibi malzemelerde görülür. Her çeşit maddede diyamanyetiklik olmakla birlikte etkisi paramanyetizma veya ferromanyetizmaya göre zayıftır [24].

İki elektronun manyetik momentlerinin büyüklükleri eşit fakat yönleri zıt olduğundan birbirlerini yok ederler ve atomun dipol momenti sıfır olur. Elektronların manyetik momentleri birbirlerini yok etmezler ve madde manyetik alana zıt yönde net bir dipol moment edinir.

Süperiletkenler kritik sıcaklıkların altında öz direnci sıfır olan maddelerdir. Süperiletkenlerin mükemmel diyamanyetik özellik gösterdiklerini biliyoruz. Sonuçta süperiletken içindeki manyetik alan sıfır olacak şekilde uygulanan alanı dışlar. Bu olaya Meissner olayı denir.

2.7.4.2. Paramanyetizma

Paramanyetizma maddeleri pozitif fakat küçük manyetik doyunluęa sahiptir ve ($0 < \chi \leq 1$) sürekli manyetik dipol momenti olan atomların varlıęından kaynaklanır. Bu dipoller çok zayıf etkileşimde bulunur. Atomların manyetik momentleri termal hareketlilikten dolayı, statik olarak dağılmışlardır. Bu durumda atomlar ancak çizgisel şekilde sıralandıklarında bir manyetik etki gösterebilir [24].

Paramanyetik duyarlılık sıcaklıęa baęlıdır. Çok düşük sıcaklıklarda manyetik alan uygulaması sonucu çok kolay manyetik alan doęrultusunda dizilirler. Sonuç olarak duyarlılık (alınanlık)

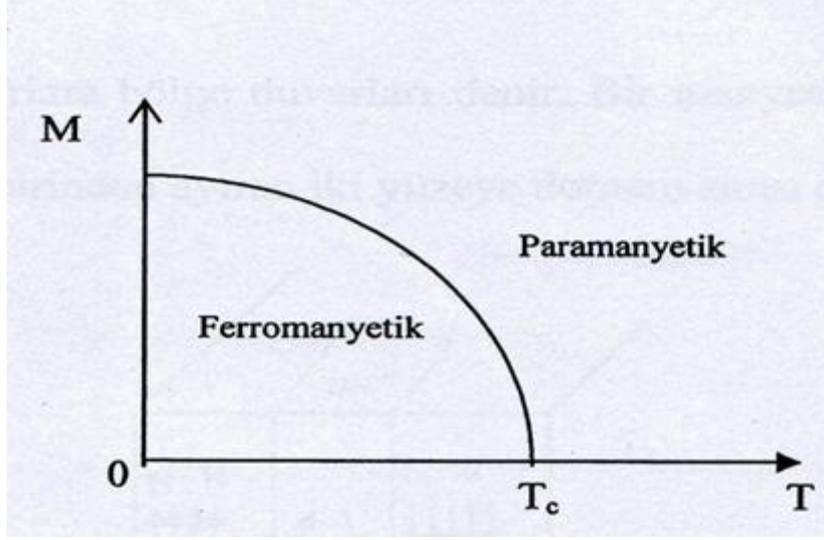
$$\chi = \frac{C}{T} \quad (2.29)$$

dir. Kendilięinden oluşan manyetizma mevcut ise;

$$\chi = \frac{C}{T - T_c} \quad (2.30)$$

Curie-Weiss kanunu olarak bilinir.

Ferromanyetik bir maddenin kendilięinden Curie sıcaklıęı denen bir kritik sıcaklıęa geçtięi zaman maddenin kendilięinden mıknatıslanmasını kaybettięini ve paramanyetik duruma geçtięini görürüz. Curie sıcaklıęı altında, manyetik momentler paralel olarak dizildikleri için madde ferromanyetiktir. Curie sıcaklıęının üstünde ısıl enerji, dipollerinin geliřigüzel yönelmelerine neden olacak kadar yüksektir, bu yüzden madde paramanyetik olur.



Şekil 2.13. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi

2.7.4.3. Ferromanyetizma

En çok bilinen ferromanyetik malzemeler Fe, Ni, Co gibi geçiş elementleridir. Bunların hepsi ferromanyetik olup bazı kritik sıcaklıklar altında düzenlendiklerinde negatif momente sahiptir. Ferromanyetik malzemelerin manyetik özellikleri Curie sıcaklığı olarak bilinen kritik bir sıcaklıktan sonra bozulur ve malzeme paramanyetik olur.

Ferromanyetik maddeler sürekli mıknatısların yapımında kullanılır. Bu tür maddeler, zayıf bir dış manyetik alan içinde bile birbirine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik manyetik dipol momentlere sahiptir. Bir kere momentler paralel hale geldikten sonra, dış alan ortamdaki kaldırılabilirse bile madde mıknatıslanmış olarak kalacaktır. Bu sürekli yönelim, komşu olan manyetik momentler arasındaki kuvvetli bir etkileşimden kaynaklanır. Farklı yönelimlere sahip olan bölgelerin arasındaki sınırlara bölge duvarları denir. Bir manyetik malzemenin kutuplaşmış iki bölgesini birbirinden ayıran yüzeye domain sınırı denir.

2.7.5. Mössbauer Yöntemi ve Manyetik Özelliklerin İncelenmesi

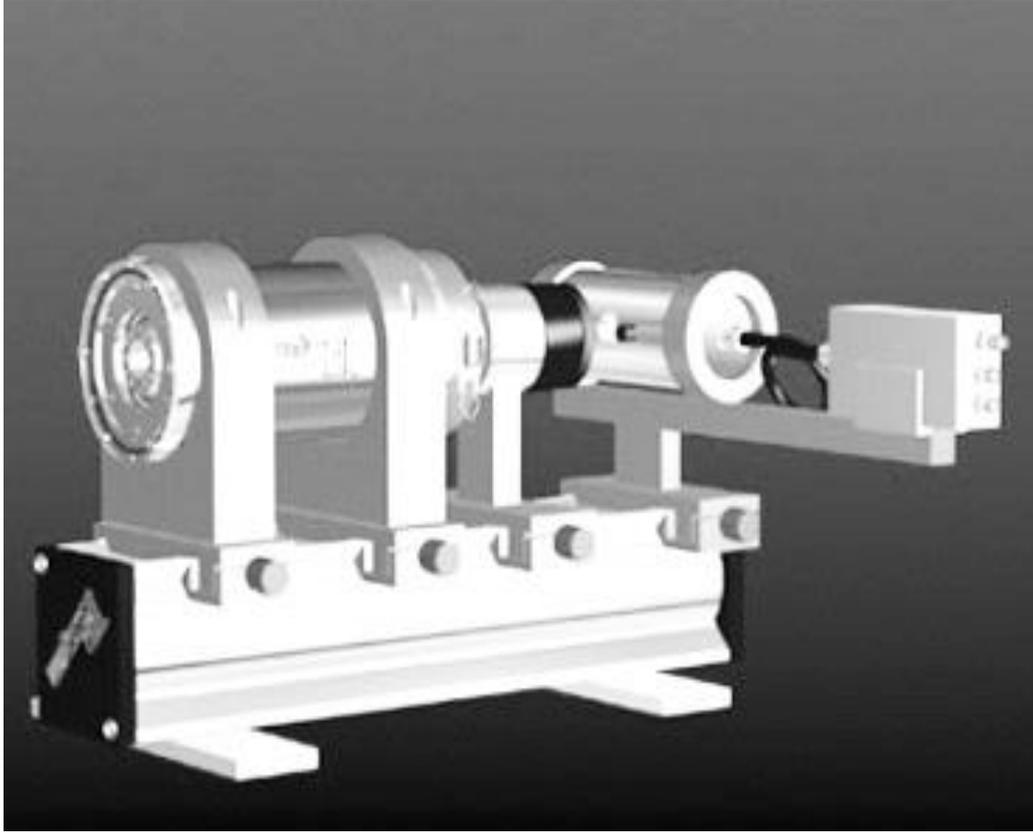
Nükleer gama rezonansı spektroskopisi olarak da bilinen mössbauer spektroskopisi, bazı elementlerin atomlarının fiziksel ve kimyasal durumlarını oldukça hassas şekilde açıklayan bir tekniktir.

Mössbauer spektroskopisi, manyetik aşırı ince yapı alanları, örgü simetrisi ve örgü titreşimleri hakkında değerli bilgiler verir. Mössbauer spektroskopisi kullanılarak belirli bir elemente ait çekirdeğin çevresindeki aşırı ince yapı etkileşimleri incelenerek elde edilen parametreler, numune hakkındaki kimyasal ve manyetik fazlar hakkında bilgiler verir. Bunlarla birlikte mössbauer olayı ile çekirdekteki enerji düzeyleri arasındaki geçişler, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri ve bu seviyelerin yaşam zamanları, çekirdek elektrik kuadropol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer kavramlar belirlenebilir [24].

Genel bir mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu ve soğurucudan geçen gama ışınlarını sayan bir sayaca ihtiyaç vardır ayrıca kaynak ile soğurucu arasındaki bağıl hızı sağlamak için bir düzeneğe ihtiyaç vardır.

Mössbauer düzeneğinin çalışma prensibi; Radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir gama ışınımının önüne bir soğurucu yerleştirilir. Soğurucudan geçen gama ışınları düzenekte bulunan sayaca gelir. Sayaca gelen gama ışınları sayacıta bazı akmlar oluşturur. Gelen akmlar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek kanal analizatörüne iletilir. Bu analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir ve böylece simetrik spektrumlar gözlenebilir. Mössbauer düzeneğinde gama kaynağı olarak, genellikle uyarılmış durumdaki kararlı izotoplar kullanılır. Üniversitemizin mössbauer düzeneğinde uyarılmış durumdaki ^{57}Fe çekirdeği kullanılmaktadır. ^{57}Fe çekirdeği, ^{57}Co çekirdeğinin bir elektron yakalaması sonucu oluşur.

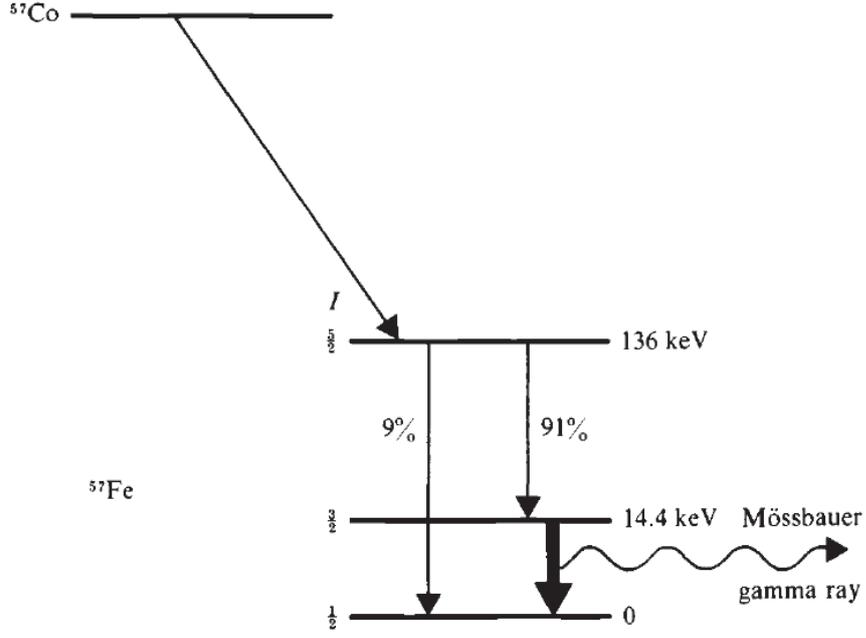




Şekil 2.14. Mössbauer spektrometresi

Gama ışınları radyoaktif çekirdeklerin yayınladıkları elektromanyetik dalgalardır. Dalga boyları $\lambda = 0.05\text{\AA} - 1\text{\AA}$ arasında değişir. Gama ışınlarının enerjileri ise 12 keV ile 2.5 MeV arasındadır.

Uyarılmış bir çekirdeğin taban enerji durumuna dönerken yaptığı ışınlar gama ışınlarıdır. Uyarılmış durumdaki ^{57}Fe çekirdeği taban durumuna geçerken enerjileri 14.4 keV, 123 keV ve 137 keV olan üç farklı gama ışınması yayınlar.

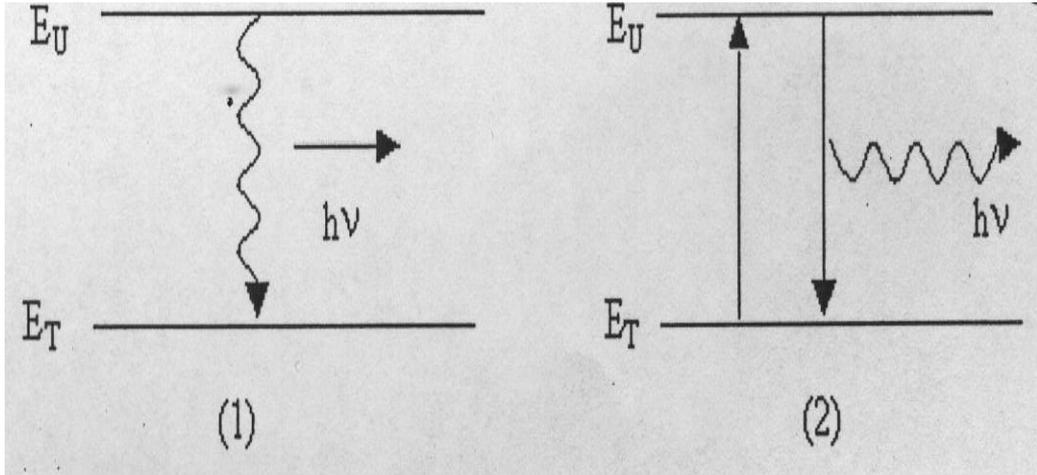


Şekil 2.15. Radyoaktif ^{57}Co izotopunun, kararlı ^{57}Fe izotopuna bozunma şeması.

Genel olarak uyarılmış bir çekirdek, E_U uyarılmış enerji durumundan E_T taban enerji durumuna geçerken $h\nu = E_U - E_T$ bağıntısına göre, ν frekanslı bir γ fotonu yayımlar. Şekil 2.15.'de görüldüğü gibi bu foton, taban durumunda bulunan başka bir çekirdek üzerine düştüğünde, onun E_T taban durumundan E_U uyarılmış durumuna çıkartmak üzere kolaylıkla soğurulması beklenir ve bu duruma rezonans adı verilir. Rezonansla uyarılan bu çekirdek tekrar taban durumuna geçerken aynı ν frekanslı ışınları bütün doğrultularda yayımlar. Rezonansla soğurma gerçekleşebilmesi için birinci çekirdeğin yayınladığı fotonun ν frekansının ikinci çekirdek için;

$$\nu = \frac{E_U - E_T}{h} \quad (2.32)$$

bağıntısı ile verilen ν frekansına tam eşit olması gerekir.



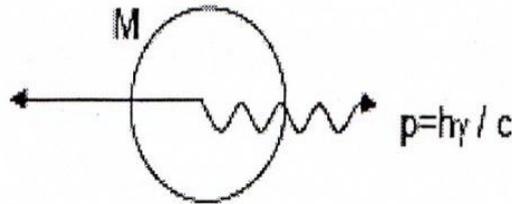
Şekil 2.16. Uyarılmış durumdan taban duruma geçiş.

Gerçekte birinci çekirdek bir gama fotonu yayınlarken momentumun korunumu kanununa göre Şekil 2.16.'da görüldüğü gibi aynı momentumla zıt yönde geri teper.

$E_G = E_U - E_T$ enerjisinden alacağı için yayınlanan fotonun enerjisi kütle merkezi sisteminde $E_U - E_T$ olduğu halde laboratuvar sisteminde;

$$h\nu_{\text{yay}} = h\nu_0 - E_G \quad (2.33)$$

olur. $h\nu_0 = E_U - E_T$ geri tepme olmadığında yayınlanması beklenen foton enerjisidir.



Şekil 2.17. Gama fotonu yayınlayan çekirdek

Aynı şekilde ikinci çekirdekten gelen fotonu soğurduğunda momentum korunumuna göre E_G enerjisi ile öteleneceğinden, çekirdeğin uyarılması için gerekli enerji,

$$h\nu_{\text{sog}} = h\nu_0 + E_G \quad (2.34)$$

dir.

Yayınlanma ve soğurulma çizgileri arasındaki frekans farkı;

$$\Delta\nu = \nu_{\text{sog}} - \nu_{\text{yay}} = \frac{2e_G}{h} \quad (2.35)$$

ikisi arasındaki enerji farkı ise,

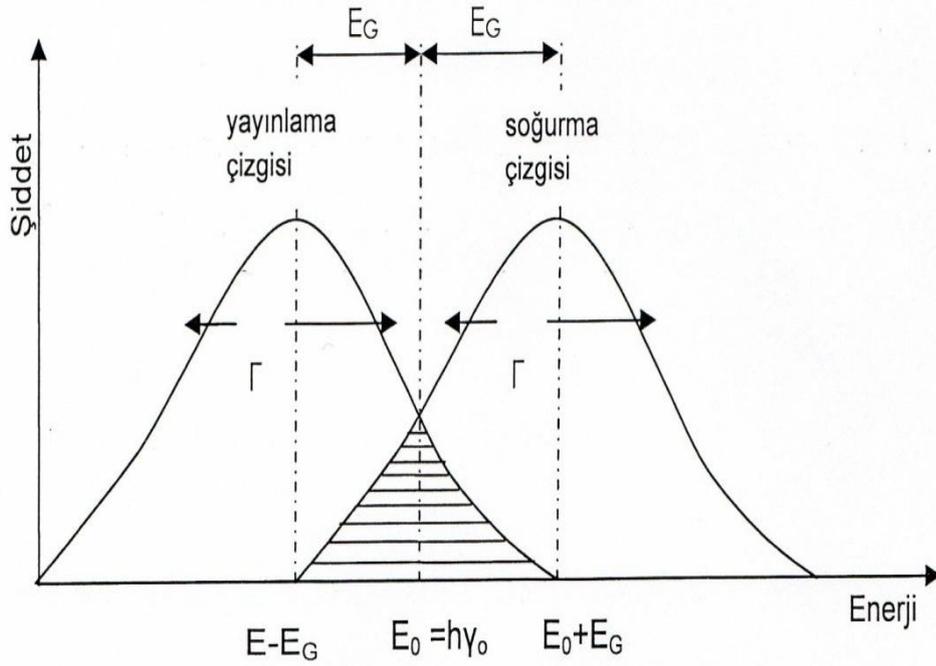
$$h\Delta\nu = 2E_G \quad (2.36)$$

olacaktır.

Şekil 2.17.'de yayınlanma ve soğurma çizgileri arasındaki $2E_G$ enerji farkından dolayı gama ışınları yayınlanma ve soğurma çizgileri üst üste gelmez. Gama ışınlarının rezonansla soğurulması gerçekleştirmek için yayınlanma soğurma çizgilerinin üst üste binmesini sağlamak üzere genellikle Doppler kaymasından yararlanılır. Kaynağın çizgisel hızı v ise doppler olayı sonucu ışınım enerjisi,

$$(\Delta E)_D = h(\Delta\nu)_D = h\nu_0 \frac{v}{c} = E_0 \frac{v}{c} \quad (2.37)$$

değerinde bir artma sağlanmış olur. $(\Delta E)_D = 2E_G$ olacak şekilde v hızı ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerji doppler enerji artması ile karşılanmış olur ve böylece yayınlanma çizgisi üst üste gelmesi sonucu rezonansla soğurma mümkün olur. Doppler kayması kaynağın ya da soğurucunun birbirine göre hareket etmesini sağlar [23]. Şekil 2.18'de Mössbauer olayının yayılma ve soğurulma çizgileri verilmiştir.



Şekil 2.18. Yayınlama ve soğurma çizgileri

Alman fizikçi Mössbauer, 1958’de deneyleri tekrarlarlarken gama kaynağı olarak tek serbest atom yerine bir kristal örgüsüne bağlı atomlar alındığında geri tepmesiz gama yayınlanması ve soğurulması olacağını, böylece rezonans soğurulmasının kolaylıkla gözlenebileceği keşfedilmiştir [23,24]. Buna Mössbauer olayı adı verilir. Mössbauer izotopu olan $^{57}_{27}\text{Co}$, $^{57}_{26}\text{Fe}$ ’in bir elektron yakalaması ile oluşur. Bu durumda reaksiyon,



olur.

Ayrılmış halde bulunan ^{57}Fe ’nin taban duruma geçerken yaydığı 14.4KeV’luk gama ışınımı Mössbauer olayında kullanılır.

Bir atomun kimyasal değerliğinin değişmesi sonucunda bu atom s-elektron yoğunluğunun da değişeceği gerçektir [25]. İşte bu sebepten sıfırdan farklı bir değerlikte olan çekirdeği ile onun s-elektronları arasındaki Coulomb çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri ile bir değişime uğrar bu olay Mössbauer spektrumunda izomer kayma olarak kendini gösterir. İzomer kaymanın değeri;

$$\delta = \frac{4\pi}{5} Z e^2 R^2 \frac{\sigma R}{R} \left[|\psi(0)|^2_{\text{sogurucu}} - |\psi(0)|^2_{\text{kaynak}} \right] \quad (2.39)$$

ile verilir. Burada $R_{Uyarılmış}$ - R_{Temel} şeklindedir.

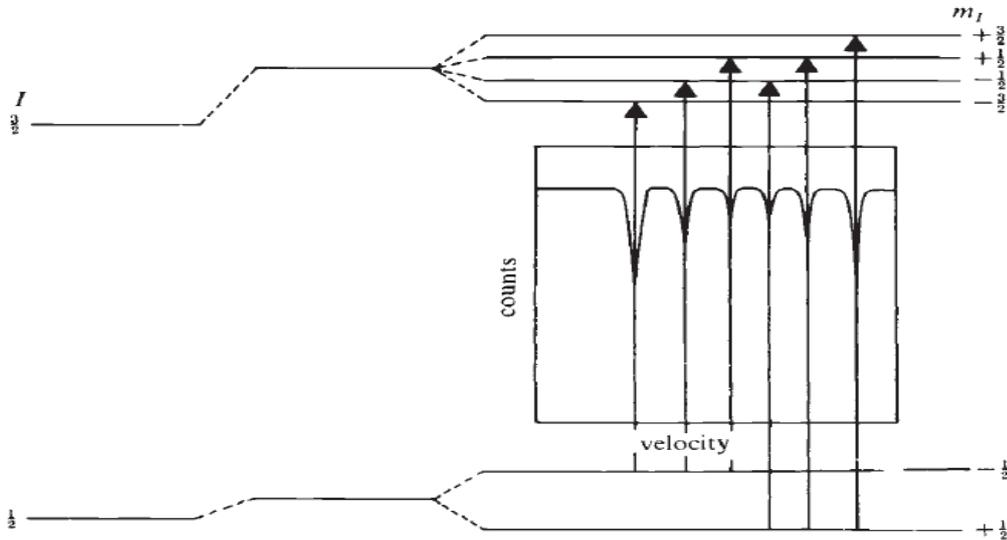
Bu eşitlik iki çarpmadan meydana gelmiştir. Birinci durum nükleer parametreleri içerir özellikle uyarılmış durum ile temel durum arasındaki izomerik yarıçap farklıdır. İkinci durum çekirdekdeki yük yoğunluğunu içerir bu da atomun valans hali ile etkilenen atomik ve kimyasal bir parametredir. İzomer kayma kendini Mössbauer spektrumunda $\nu = 0$ olması gereken maksimum rezonansta bir kayma olarak kendini gösterir. Mössbauer spektrumunda izomer kayması değerinin ölçülmesi ile Mössbauer izotopunun bağ durumları hakkında çeşitli bilgiler elde edilir [26].

2.7.5.1. Mössbauer Spektrumunun Elde Edilmesi

Demir oda sıcaklığında ferromanyetik olduğu için aynı atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği \mathbf{H} manyetik alan şiddeti büyüktür ve Zeeman olayı sonucu çekirdek enerji seviyelerinde yarıma beklenir [24,26]. \mathbf{J} nin doğrultusundaki \mathbf{H} izdüşümü m_j 'nin aldığı değere göre her enerji seviyesi $2J + 1$ sayıda alt seviyeye yarılır. Fe^{57} 'de taban durum için $J = 1/2$, 14.4 KeV'luk ilk uyarılmış durum için $J = 3/2$ olduğundan dolayı, \mathbf{H} manyetik alan etkisi ile taban durum 2 seviye ile ilk uyarılmış durum 4 seviyeye yarılacaktır. $\Delta m_j = 0, \pm 1$ seçim kuralı göz önüne alınırsa farklı altı gama geçişi sonucu gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir. Fe^{57} beklenen enerji seviyesi yarılmaları sonucunda da Mössbauer spektrumunda çok

sayıda çizgi görülür. Şekil 2.19.'da Fe^{57} için böyle bir durum sırasında çekirdek seviyelerindeki yarılmalar gösterilmiştir.

Mössbauer spektrometresi metal ve metal alaşımlarında faz dönüşümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan metotlardan birisidir. Bu metotla austenite ve martensite yapıların manyetik düzenlenişleri, soğurma ve deformasyon sonucu oluşan martensitelerin hacim oranları, oluşan martensite fazın iç manyetik alanı austenite ve martensite fazların izomer kayma değerleri belirlenebilmektedir. Fe bazlı alaşımlarda austenite yapı paramanyetik olduğundan, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilebilir. Ancak dönüşüm sonucu oluşan martensitelerin ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlemeleri karakteristik altı çizgi spektrumu verir [27,28]. Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite yapının ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir.



Şekil 2.19. Fe'in nükleer enerji seviyelerinin manyetik alanda yarılmaları ve bu yarılmalara karşılık gelen spektrum çizgileri

3. DENEYSEL YÖNTEM

3.1. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada incelenen Fe-%18.79Mn-%4.53Ni alaşımı, TÜBİTAK Gebze Araştırma Merkezinde bulunan Malzeme Enstitüsü'ndeki alaşım hazırlama laboratuvarında hazırlanmıştır. %99.9 saflık oranında toz halinde bulunan Fe-Mn-Ni elementleri bir araya getirilip yüksek sıcaklıkta eritilerek 1 cm çapında, 10 cm uzunluğunda silindirik çubuklar şeklinde dökülmüştür. Alaşımın kompozisyonu IXRF sistemi kullanılarak EDS (Elektron Dispersion Spectroscopy) tekniği ile Fe-%18.79Mn-%4.53Ni olarak belirlenmiştir.

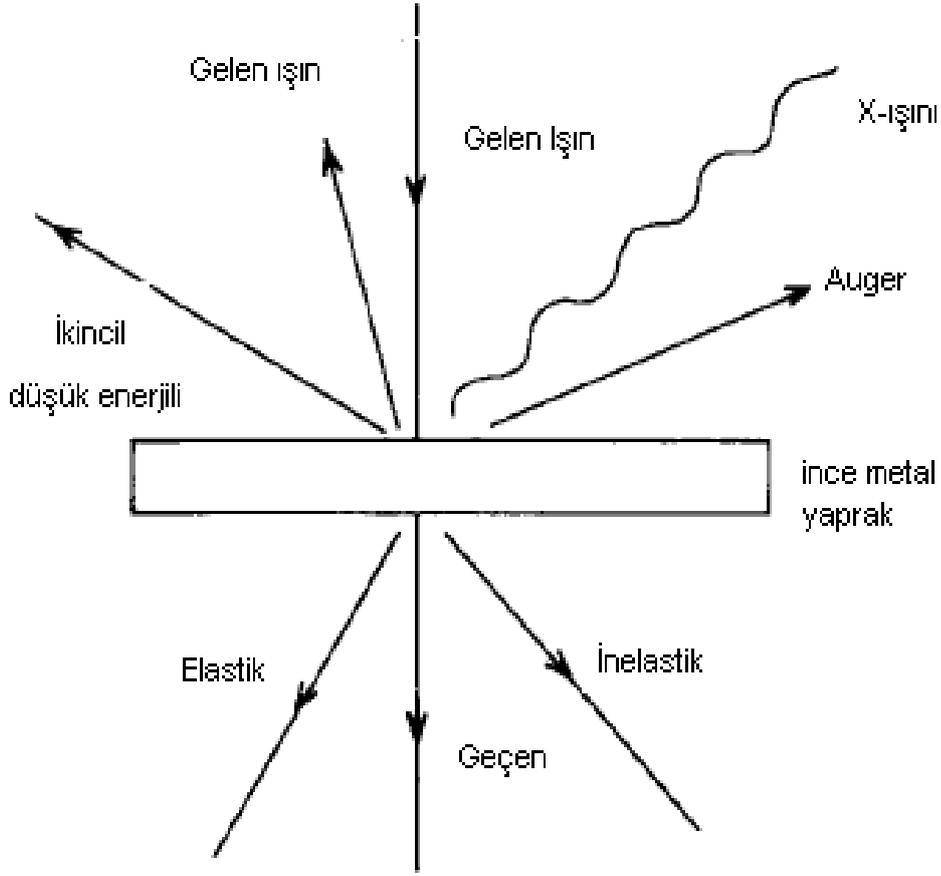
Martensitik faz dönüşümü üzerinde ısıl işlem etkisini incelemek için Fe-%18.79Mn-%4.53Ni alaşımından elmas bıçaklı kesicilerle 1 cm boyunda numuneler kesildi. Bu numuneler yüksek sıcaklıklarda alaşımdaki oksitlenmeyi önlemek amacıyla, yüksek sıcaklığa dayanabilen kuartz cam tüp içine konularak 1100 °C'de 12 saat homojenleştirildi ve fırında soğumaya bırakıldı. Numuneler homojenleştirildikten sonra 700 °C, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C'de 30 dakika ısıl işlemlere tabi tutulduktan sonra buzlu suya atıldı.

Termal etkiye maruz kalan Fe-%18.79Mn-%4.53Ni alaşımını incelemek için;

- a) Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yüzey gözlemleri yapıldı.
- b) Mössbauer Spektrometresi ölçümleri ile manyetik özellikleri incelendi.
- c) X-Işını toz kırınım yöntemi ile kırınım desenleri incelendi.
- d) Manyetik alınganlık yöntemi ile manyetik duygunluk ölçüldü.

3.2. Taramalı elektron Mikroskop (SEM) Yöntemi

Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar bir numune üzerine gönderilirse, elektronlar ile numune atomları arasında çeşitli etkileşimler olur ve numuneden değişik enerjide elektronlar ve X-ışınları çıkar. Bu etkileşimlerden yararlanılarak numunenin incelenmesi taramalı elektron mikroskop (SEM) prensibini oluşturur.



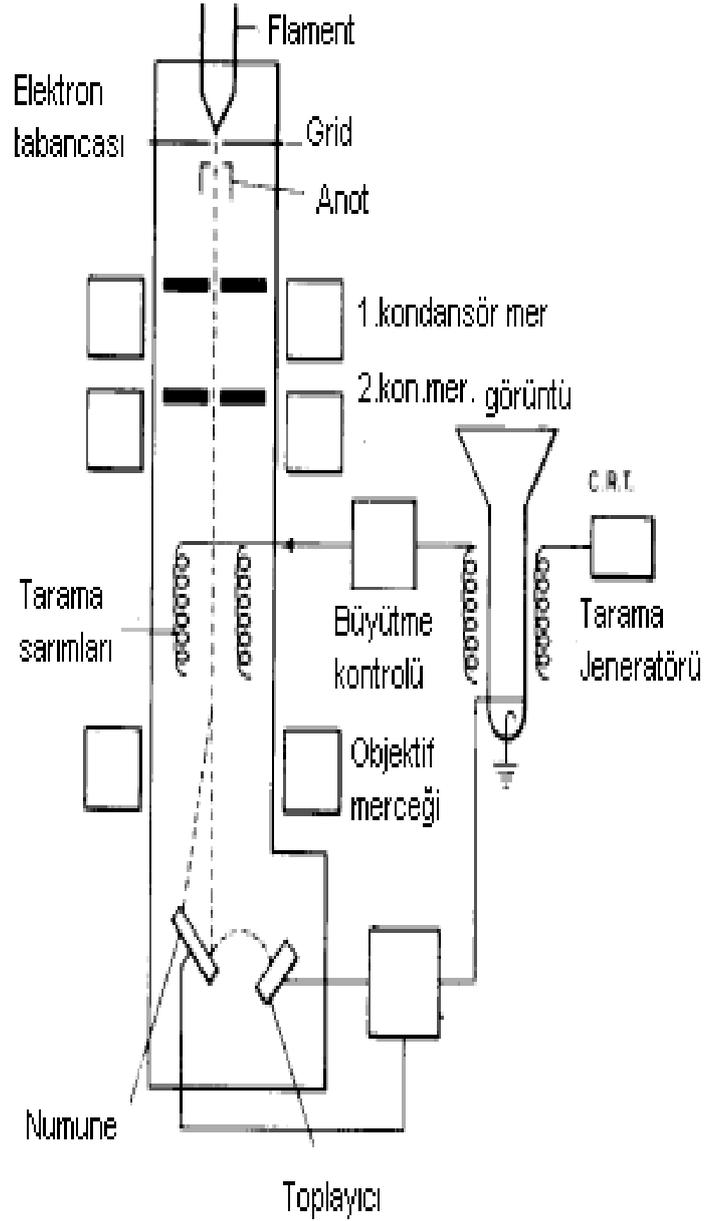
Şekil 3.1. İnce metal yaprak tarafından gelen elektronların saçılımı

Taramalı elektron mikroskopunda görüntü, uyarma gerilimi altındaki bir filamentten yayılan elektronların numune yüzeyine çarpması ile ortaya çıkan kuantumların değişik algılayıcılar tarafından kaydedilmesi ile elde edilir. Bu tür mikroskoplarda yaklaşık 100 A° çaplı odakla elektron ışını numunenin yüzeyini tarar. Birincil

elektronlar numune tarafından yansıtılırken ikincil elektronlar absorbe edilir. Elde edilen bu elektronlar bir elektrostatik elektrota odaklanır. Buraya konulan bir toplayıcı yardımıyla elektronlar ışık ışınına çevrilir ve görüntü ekrana düşürülür. Hızları daha fazla olan birincil elektronlar toplayıcıya doğrusal yolları alarak ulaşır. Buna karşın yavaş hareket eden ikincil elektronlara potansiyel uygulanıp toplayıcıya getirilebilir. Birincil elektronların şiddeti numunenin atom numarasıyla artar.



Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobu (JEOL JSM 5600)



Şekil 3.3. Taramalı elektron mikroskobu

Başlangıçta vakum altındaki optik kolonda bulunan flamente belirli bir akım verilir. Daha sonra bu flamentten salınan elektronlar bir hızlandırma gerilimi ile hızlandırılır. Optik kolon içinde yer alan ve demeti yönlendirmekte ve toplamakta kullanılan yoğunlaştırıcı (condenser) ve toplayıcı (objective) elektromanyetik mercek sistemlerinden, demet çapını sınırlamakta kullanılan açıklıklardan (aperture) ve tarama sarımlarından geçerek optik kolonun açıldığı ve numunenin bulunduğu numune odacığına gelir. Numuneye etkileşimleri sonucu demet-numune

etkileşimindeki sinyalleri algılayan duyarlı algılayıcılarla görüntünün gözlenebildiği bir birime aktarılır.

Bu çalışmada Taramalı Elektron Mikroskobu ile yüzey incelemeleri yapmak için termal ve mekanik işlem uygulanmış numuneler yüzeylerindeki pürüzleri ve kalın çizgileri gidermek amacıyla değişik kalınlıklardaki su zımparaları ile kalından inceye doğru 600, 800, 1200'lük zımparalarla zımparalandı. Daha sonra numune yüzeyleri 6, 3, 1ve 1/4 mikronluk elmas pastalarla parlatıldı. Parlatılan yüzeyler 3 birim hidroklorik asit, 2 birim gliserin ve 2 birim nitrik asit karışımından oluşan kimyasal çözelti içerisinde dağlandı. Yüzey incelemelerinin yapılması için hazır olan numuneler 20 kV' luk hızlandırma gerilimi altında JEOL5600 taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir (Şekil 3.2.).

3.3. Mössbauer Spektrometresi

1957'de R. L. Mössbauer tarafından keşfedilen Mössbauer olayı, kristal örgü içerisindeki bir çekirdek tarafından enerji kaybı olmaksızın gama fotonu salınması olayı olarak bilinir [31]. 1960'lı yıllarda ⁵⁷Fe 'nin Mössbauer olayını gösterdiğinin bulunmasından sonra, Mössbauer olayı nükleer fizik çalışmalarına ek olarak katıhal fiziği, kimya, biyoloji gibi bilimin geniş bir kullanım alanına sahip olmuştur.

Mössbauer olayı ile çekirdekteki enerji düzeyleri arasındaki geçişler, uyarılmış seviyelerin enerji geçişleri ve bu seviyelerin yaşama zamanları, çekirdek elektrik quadrupol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri belirlenirler. Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için radyo aktif bir kaynak, bir soğurucu, bir gama sayacı, bir tek kanal diskriminatörü ve birçok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca kaynak ve soğurucu arasındaki bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır [22].

Mössbauer deney düzeneğinin çalışma prensibi şu şekilde açıklanabilir. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ ışınının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen γ ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atımlar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale getirilerek çok kanal analizatörüne gider. Bu analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atımları farklı kanallara yerleştirir.

Maksimum kanal sayısı 512 olup çift kutuplu atmalar, (1-256) ile (256-512) kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir. Mössbauer arařtırmalarının büyük bir bölümünde ^{57}Fe ve ^{199}Sn izotopları kullanılmaktadır. Bu olay sayıları 50'yi geçen izotop üzerinde gözlenmekle birlikte deneysel zorluklar nedeniyle bunların ancak 20 tanesi kullanılabilir. Mössbauer spektroskopisinde radyo aktif kaynaktan çıkan γ ışınım enerjisi kaynağa bir doppler hızı vererek deęiřtirilir ve γ ışınları soęurucu tarafından rezonans durumunda soęurulur [22].

Isıl iřlemi tamamlanmıř, taramalı elektron mikroskopunda incelenip görüntüleri alınmıř numunelerimizden, yaklaşık 2mm kalınlığında kesilen parçalar, deęiřik kalınlıkta su zımparaları kullanılarak yaklaşık olarak 60 μm kalınlığına getirilmiřtir. Daha sonra bu numunelerin Mössbauer Spektrumları Wissel marka Mössbauer spektrometresi kullanılarak elde edilmiřtir. Bu spektrumlar Normos 90 en küçük kareleri fit etme programı ile analiz edilmiřtir.

3.4. X-Iřını Toz Kırınımı Ölçüm Yöntemi

X-ıřını toz kırınım sistemi, çoęunlukla ağır elementlerden oluřan katı anorganik ve kristal maddelerin arařtırılmasına uygun bir deneysel metottur. Metot; süperiletkenler, seramikler, metaller, alařımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karıřımlar, korozif maddeler, çelik, kaplama malzemeleri, maden analizleri, toprak analizleri, yarı iletkenler, böbrek ve mesane tařları, bazı adli konularda, boyar maddeler, pigmentler, çimentolar, doęal veya yapay mineraller, herhangi bir malzemenin içerdii bileřik veya elementlerin tayini, inorganik polimerler, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin arařtırılması, bazı kristal veya amorf kompleks bileřiklerinin incelenmesi gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Yaygın olmamakla birlikte bazı katı organik bileřiklerin, katı organik polimerlerin, plastiklerin, organik boyar maddelerin v.s. analizlerinde de kullanılmaktadır.

X-ıřını toz kırınımı yönteminde kristalle etkileřen X-ıřını dalgalarının oluřturduęu kırınım desenleri incelenerek kristalin yapısı hakkında bilgi saęlanır.

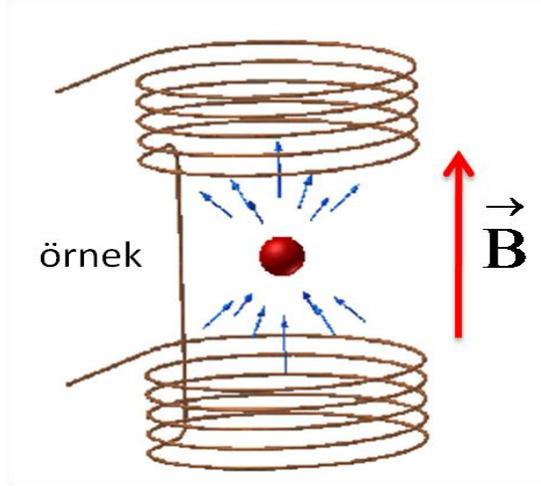
Kristal halindeki bir madde çok sayıda küçük kristaller içeren toz hale getirilir. Ölçüm için toz halindeki numunelerden 20 mg'lık toz örnekler alınır ve bu toz halindeki örnek üzerine λ dalga boyunda bir X-ışını demeti düşürülür. Toz kristaller belli bir tarama hızı ile döndürüldüğünde Bragg kanuna uygun olarak verilen açı değerlerine uygun düzlemlerde kırınım meydana gelir. Burada elde edilen uygun açı ve şiddet değerleri bir grafiğe dökülerek 2θ açılarına karşılık şiddet pikleri elde edilir. Bu pikleri sağlayan (hkl) düzlemleri belirlenerek yapı analizi gerçekleştirilir. Bu teknik ile kristal örgü parametreleri, farklı sıcaklıklarda oluşan faz yapıları ve farklı faz bileşenleri ortaya konulabilir.

Toz kristal difraktometresi, X-ışını jeneratörü, X-ışını tüpü, monokromatör, sistem kontrol ve bilgi işlem ünitesi gibi bölümlerden oluşmaktadır.

3.5. Manyetik Alınganlık Ölçümleri

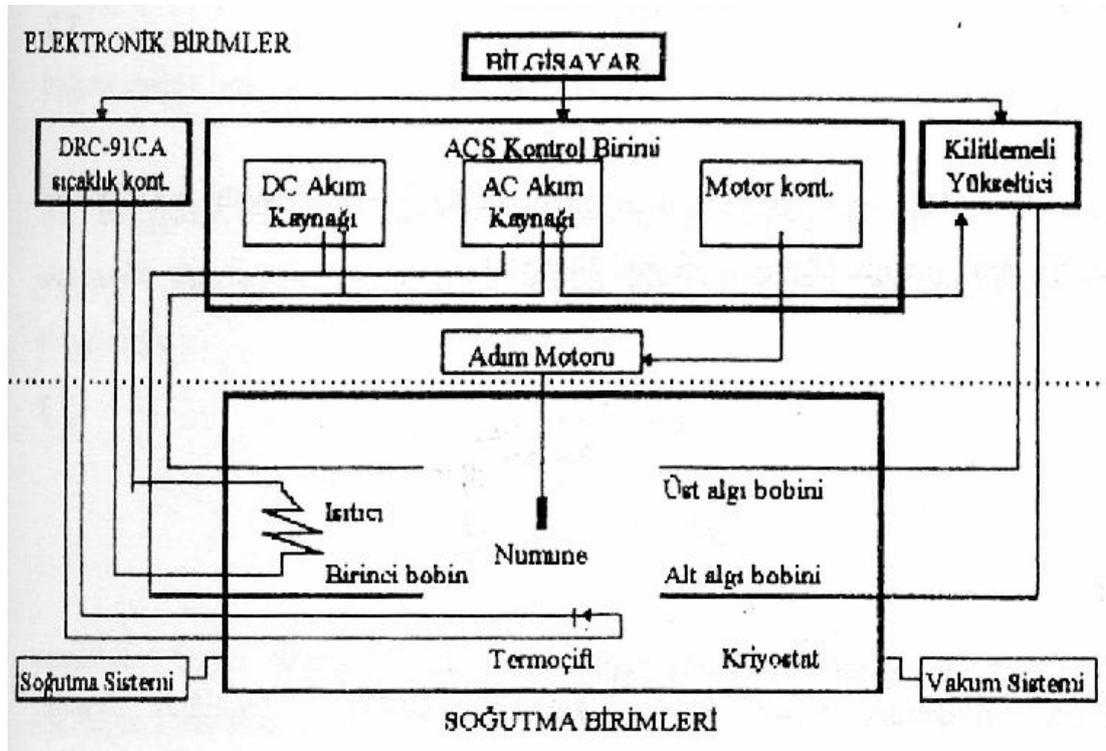
DC manyetik alınganlık ölçümleri için ısıl işlemi tamamlanmış austenite fazdaki alaşımlardan, $3 \times 2.5 \times 2 \text{ mm}^3$ boyutlarında dikdörtgenler prizması şeklinde hazırlanan alaşımlar Malatya İnönü Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Araştırma Laboratuvarında manyetik alınganlık ölçüm sistemi ile incelenmiştir.

DC Manyetik ölçümleri ile bir örnekteki manyetizasyon denge değeri belirlenir. Sabit bir manyetik alan ve manyetik moment ile numunenin manyetizasyonu ölçülür ve DC manyetik eğrisi elde edilir. Bilinen bir manyetik alandaki bakır bobine doğru numunenin hızlandırılarak hareket ettirilmesi ile indüksiyon emk'sı oluşur. Bu durumda Faraday yasaları geçerli olur.



Şekil 3.4. Manyetik alınganlık ölçüm sistemi

Manyetik alınganlık sisteminde, karşılıklı indüktans ölçüm yöntemi ile manyetik alınganlığı; sıcaklığın, uygulanan DC manyetik alanın genliğinin ve frekansının fonksiyonu olarak ölçen bir sistemdir.



Şekil 3.5. Manyetik alınganlık ölçüm sistemi şeması

Bu sistemde, helyum gazı kullanılarak, kapalı devre soğutma sistemi ile 10-325 °K arasında sıcaklık kontrolü, 10 °K duyarlılık ile sağlanabilmektedir. Şekil 3.5.'de DC alınganlık ölçüm sisteminin şeması gösterilmiştir.

Uygulanan \mathbf{H} manyetik alanı içerisine konulan alaşımın mıknatıslanması \mathbf{M} ise, numunenin mıknatıslanma ölçümü olan manyetik alınganlığı,

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (3.1)$$

Olarak tanımlanır. Burada uygulanan \mathbf{H} alanı DC gerilimden elde edilir. Bir DC manyetik alanda, numunenin manyetik momenti zamanla değişmez fakat bir AC sinyali algılanır. Bu sinyal, numunenin periyodik hareketinden kaynaklanır. Bu yüzden numunenin kendisine ait DC tepkisini göstermez. Numuneye bir değişken AC manyetik alanı uygulayarak ve numunenin bu alana tepkisini bir algılayıcı bobin ile kayıt yapılarak AC alınganlık ölçümleri de yapılabilir. Bir AC ölçümünde, numunenin manyetik momenti uygulanan AC alanına tepki olarak değiştiği için AC alınganlık,

$$\chi = \frac{dM}{dH_{ac}} \quad (3.2)$$

şeklinde tanımlanır. Magnetizasyondaki değişimin (dM), V hacmi başına net manyetik moment sayısı (dm), olduğu düşünülerek AC alınganlık,

$$\chi = \frac{dM}{dH_{ac}} \quad (3.3)$$

yazılabilir.

AC manyetik alınganlık ölçüm tekniği, karşılıklı indüktans tekniğine dayanır. Kullanılan bobin sistemi, eş eksenli iç içe geçmiş bobinlerden oluşur. Bir \mathbf{H}_{ac} alanı uygulamak için kullanılan birincil bobin içerisinde indüklenen akıyı algılamaya yarayan ikincil bobin vardır. Sadece numuneden kaynaklanan indüklenmiş gerilimin

okunabilmesi için, ikincil bobin birbirlerine göre ters bağlanmış iki özdeş bobinden oluşmuştur. Bu bobinler ne kadar özdeş yapılırsa yapılsın, numune olmadığı anda sarımlardaki farklılıklardan kaynaklanan dengesiz sinyal elde edilir. Bu istenmeyen sinyalin yok edilebilmesi için numune her iki bobinin merkezinde iken ölçümler yapılır. Her ölçümde numune adım motoru sayesinde üst algı bobininin merkezi S_1 ile alt algı bobininin merkezi S_2 arasında hareket ettirilerek buralarda gerilimlerin okunmasına imkan verir. S_1 ve S_2 'deki gerilimler sırası ile,

$$v_1 = v + v_0 \quad (3.4)$$

$$v_2 = -v + v_0 \quad (3.5)$$

şeklindedir. Burada v numunenin oluşturduğu akı değişiminden kaynaklanan gerilimi, v_0 ise sistemden kaynaklanan istenmeyen gerilimi göstermektedir. Sadece numuneden kaynaklanan gerilim,

$$v = \frac{v_1 - v_2}{2} \quad (3.6)$$

bağıntısından bulunur.

AC alınganlık ölçümlerinde ölçüm yapılacak numunenin şekline göre manyetik alınganlık ölçülebilir. Numunenin hacmi yaklaşık hatasız hesaplanabiliyorsa, hacim alınganlığı,

$$\chi = \frac{\alpha v}{V f H_{ac}} \quad (3.7)$$

yazılabilir. Diğer taraftan hacim hesaplanamıyorsa, numunenin yoğunluğu için içine sokularak kütle alınganlığı,

$$\chi = \frac{\alpha v \rho}{m f H_{ac}} \quad (3.8)$$

şeklinde yazılabilir. Burada v gerilim, V numunenin hacmi, m numunenin kütlesi, ρ numunenin yoğunluğu, \mathbf{H} uygulanan AC alan, f frekans ve α sistemin kalibrasyon sabitidir. Kalibrasyon sabiti; N sarım sayısı (birim uzunluk başına), L bobinin uzunluğu, d bobinlerin çapı olmak üzere;

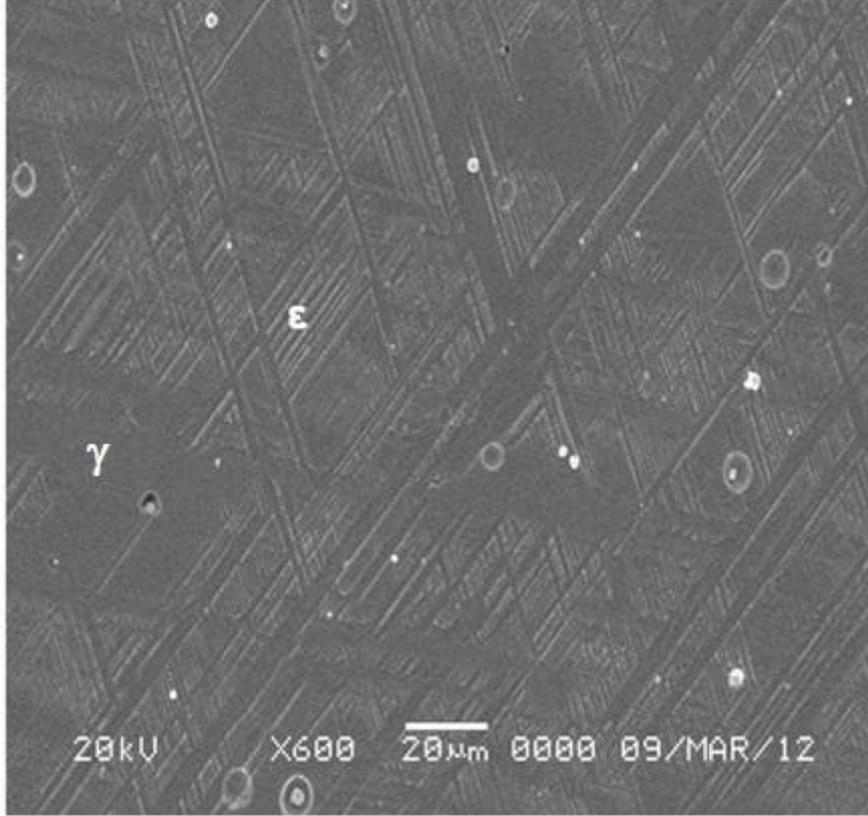
$$\chi = \frac{10}{m8\pi^2NL} \sqrt{L^2 + d^2} \quad (3.9)$$

yazılabilir.

4. ARAŐTIRMA BULGULARI VE TARTIŐMA

4.1. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaőımında Oluőan Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi

Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaőımı 1100 °C'de 12 saat homojenleőtirildi ve fırında soğumaya bırakıldı. Bu numunenin yüzey incelemesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapıldı. SEM görüntüsü Őekil 4.1.'de verilmektedir. Elde edilen görüntüde γ fazın içinde ϵ bantlar gözlenmiőtir.



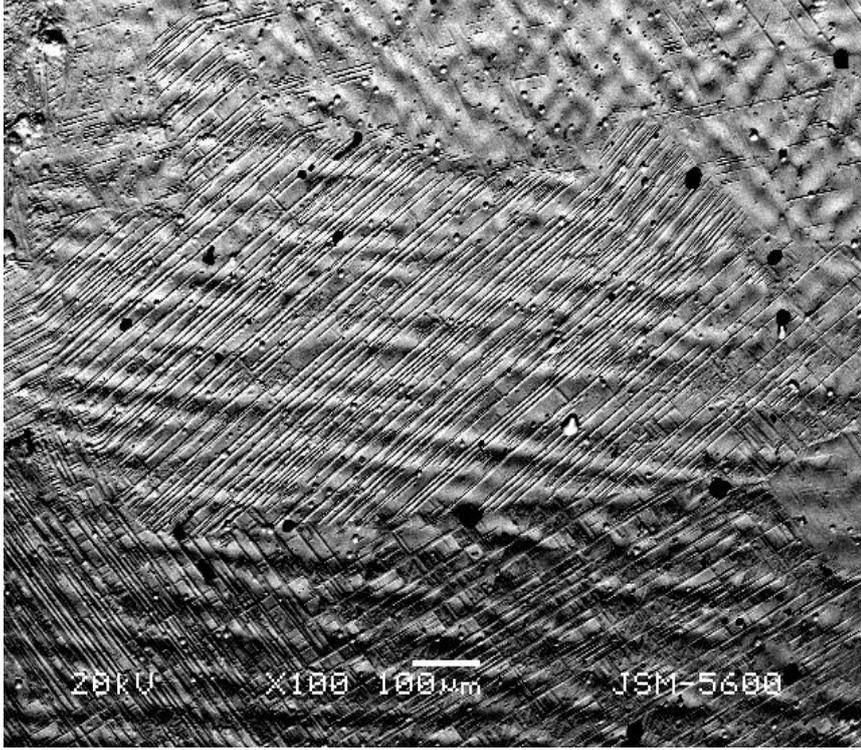
Őekil 4.1. Austenite yapıdaki Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaőımının SEM görüntüsü

Şekil 4.1.'de elde edilen taramalı elektron mikroskop görüntüsünde austenite yapıdaki γ fazın içinde birbirine paralel olarak yığılmış ve farklı yönelimlere sahip ϵ martensite plakaların tane sınırında kesildiği gözlenmiştir. Ayrıca soğuma esnasında austenite tanelerin aşırı doymuşluğunu rahatlatmak için Widmanshtate martensite yapılar oluşmuştur. Bu yapı genellikle %8 ve %18 Mn oranı aralığında ortaya çıkan tipik bir durumdur ayrıca soğutulmuş kaynak ve kaba taneli çeliklerde de yaygındır. Dayanımları yüksek olduğu için sanayide sık kullanım alanına sahiptirler [51].

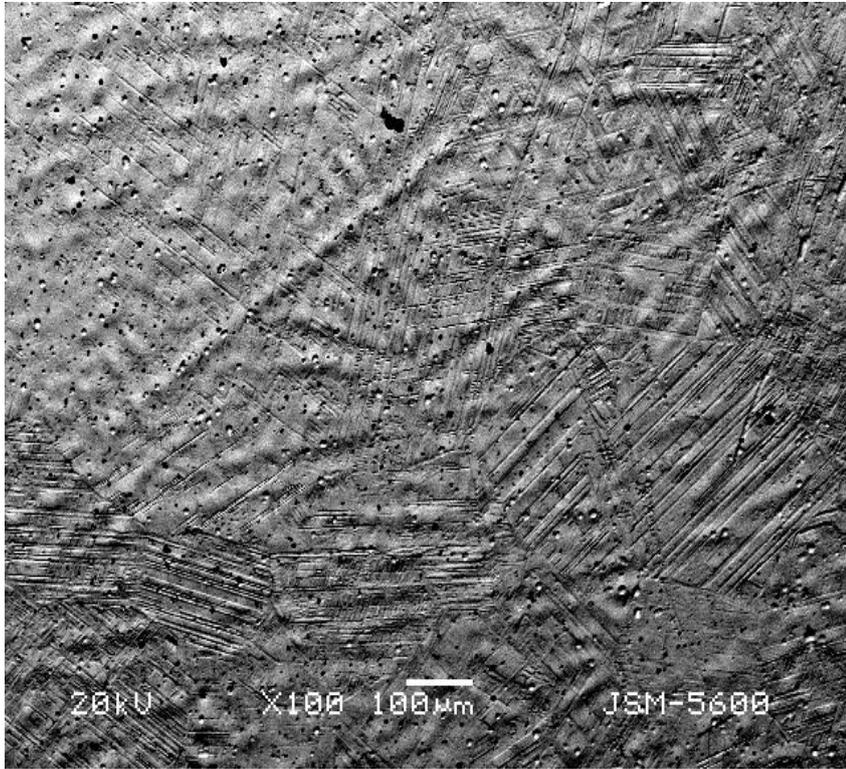
Tane sınırları ϵ martensite plakaların düzenli bir şekilde sona erdiği bölgelerdir. Tane sınırları genelde safsızlık atomları, atomlar arası boşluklar ve dislokasyonlar gibi yapı kusurları içerdiği için tane sınırlarında, tane içinde olduğu gibi özdeş atom dizilimlerinden söz edilemez [35].

Easterling ve Porter tarafından martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiği ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığı ama oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğu belirtilmiştir. ϵ martensite plakalarının tane içinde birbirine paralel plakalar şeklinde meydana geldiği daha önceki çalışmalarda ortaya konulmuştur [32, 33, 34,].

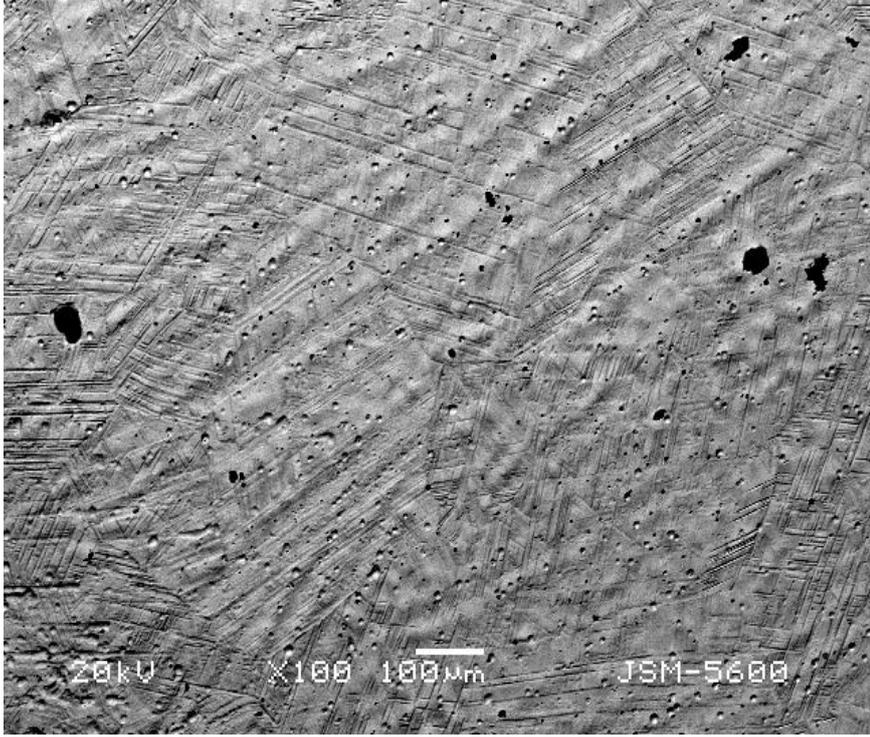
Numuneler homojenleştirildikten sonra 700 °C, 800 °C, 900°C ve 1000 °C'de 30 dakika ısıtılma tabii tutuldu ve sonra buzlu suya atıldı. Isıtılma tabii tutulan Fe-%18.79Mn-%4.53Ni alaşımında termal etki ile oluşan martensite fazların SEM görüntüleri Şekil 4.2. , Şekil 4.3. , Şekil 4.4. ve Şekil 4.5.'de verilmektedir.



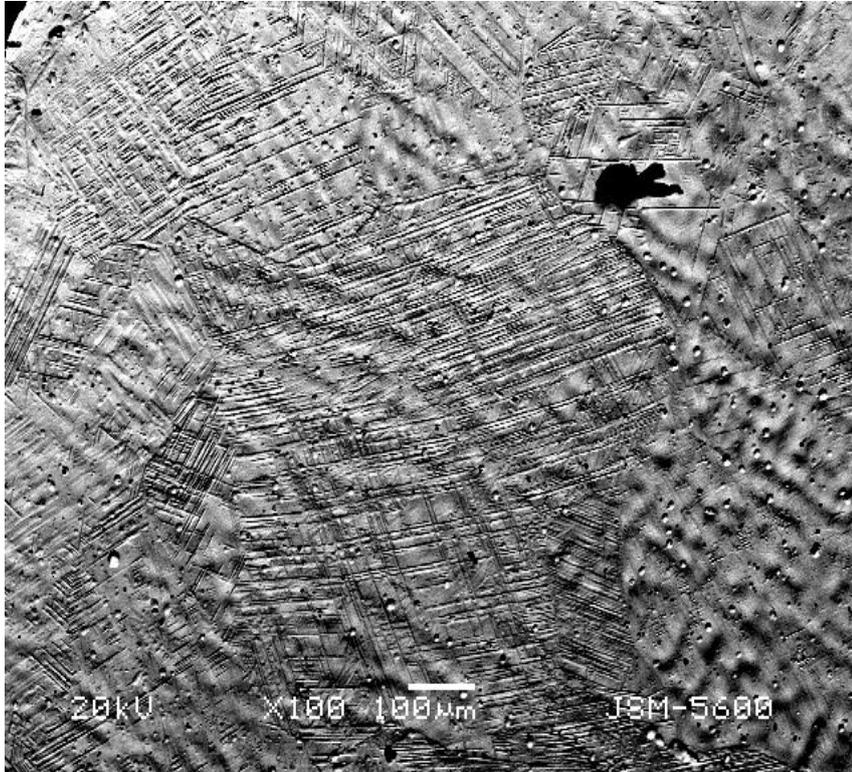
Şekil 4.2. 700 °C’de ısıt işlem uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının SEM görüntüsü



Şekil 4.3. 800 °C’de ısıt işlem uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının SEM görüntüsü



Şekil 4.4. 900 °C’de ısıt işlem uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının SEM görüntüsü



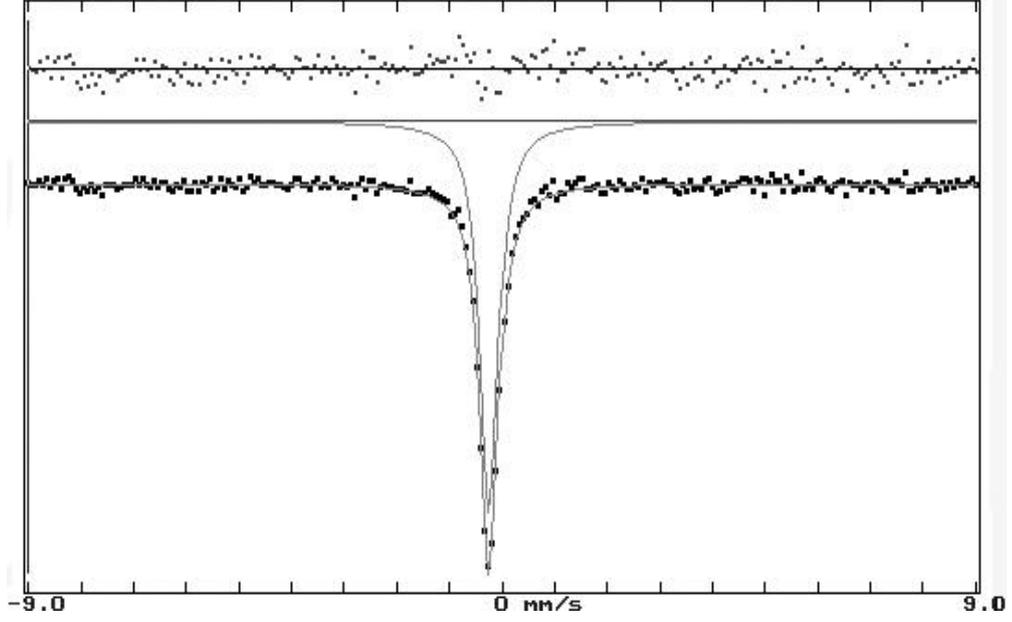
Şekil 4.5. 1000 °C’de ısıt işlem uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının SEM görüntüsü

Numunenin hızlı soğutulması sonucunda meydana gelen sıcaklık farkı, enerji farkı oluşumunu sağlar ve martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin oluşmasına sebep olur. Hızlı soğutma ile taneler ve tane içinde birbirine paralel olarak yığılmış ve farklı yönelimlere sahip ϵ martensite plakalar oluşur ve bu plakalar tane sınırlarında kesilmektedir. Şekillerden de görüldüğü gibi düşük sıcaklıkta tane boyutu küçük, ϵ martensite plakalar kısıdır. Sıcaklık arttıkça tane boyutunun ve ϵ martensite plakaların arttığı SEM incelemelerinde gözlenmektedir. ϵ martensite plakaların artmasına bağlı olarak ϵ martensite miktarının da arttığı gözlenmiştir.

Şekil 4.3.'de ϵ martensite plaka oluşumu ile beraber tavlama ikizi de gözlenmiştir, ikizlenme toplam metal hacminin sadece küçük bir yüzdesinde meydana geldiğinden numunedeki toplam biçim değiştirmeye etkisi çok azdır [51]. Kristal yapıdaki atom düzlemlerinin simetrik olarak farklı doğrultularda yönelmeleri sonucunda birbirinin ayna görüntüsü şeklinde oluşan, iki bölgeyi ayıran sınırlar ikiz sınırları olarak adlandırılır. Isıl işlem sırasında ikiz sınırı boyunca etki eden bir kayma kuvveti atomların yerini değiştirip kalın çizgiler şeklinde tavlama ikizlerinin oluşmasına neden olur. Tavlama ikizi her kristal yapıya göre farklı düzlemlere ve doğrultulara sahip olup kaymayı zorlaştırarak metallerin dayanımını artırır.

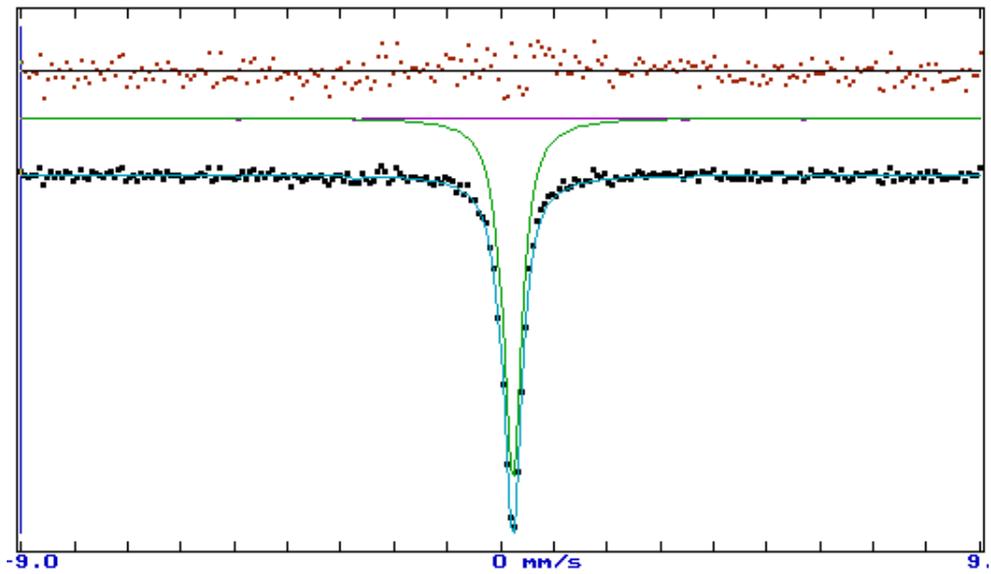
4.2. Fe%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi İle İncelenmesi

Metal ve metal alaşımlarının faz dönüşümlerinin incelenmesinde Mössbauer spektrometrisi yöntemi kullanılarak austenite ve martensite yapıların manyetik özellikleri, farklı etkilerle oluşan martensite kristallerinin hacim yüzdeleri ve martensite fazın iç manyetik alanı belirlenebilmektedir. Austenite yapıdaki Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının Mössbauer Spektrumu Şekil 4.6.'da verilmektedir.

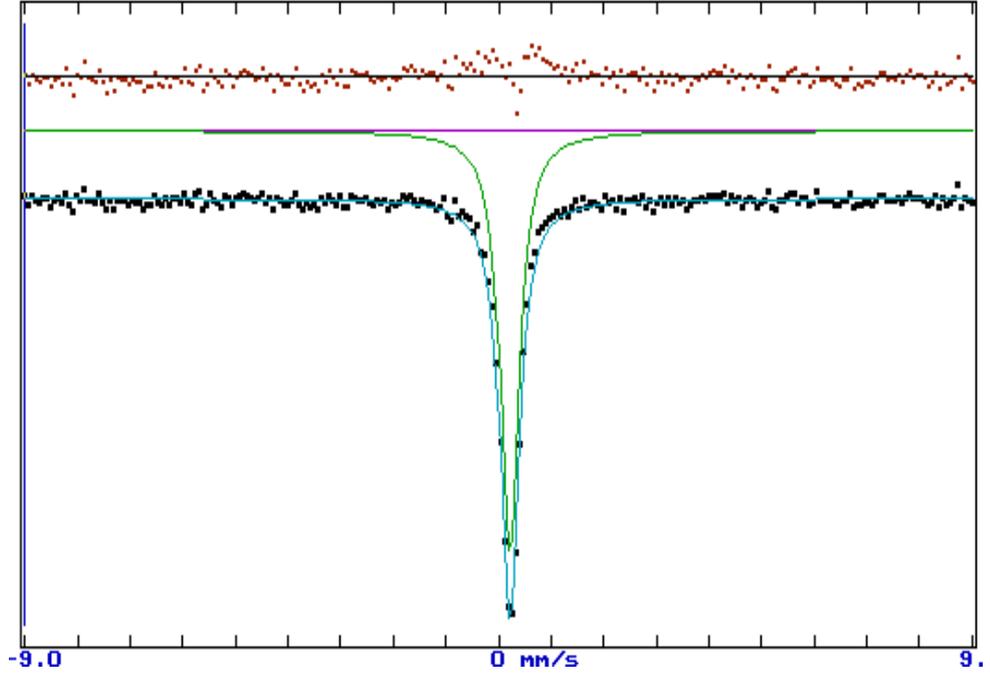


Şekil 4.6. Austenite yapıdaki Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının Mössbauer spektrumu

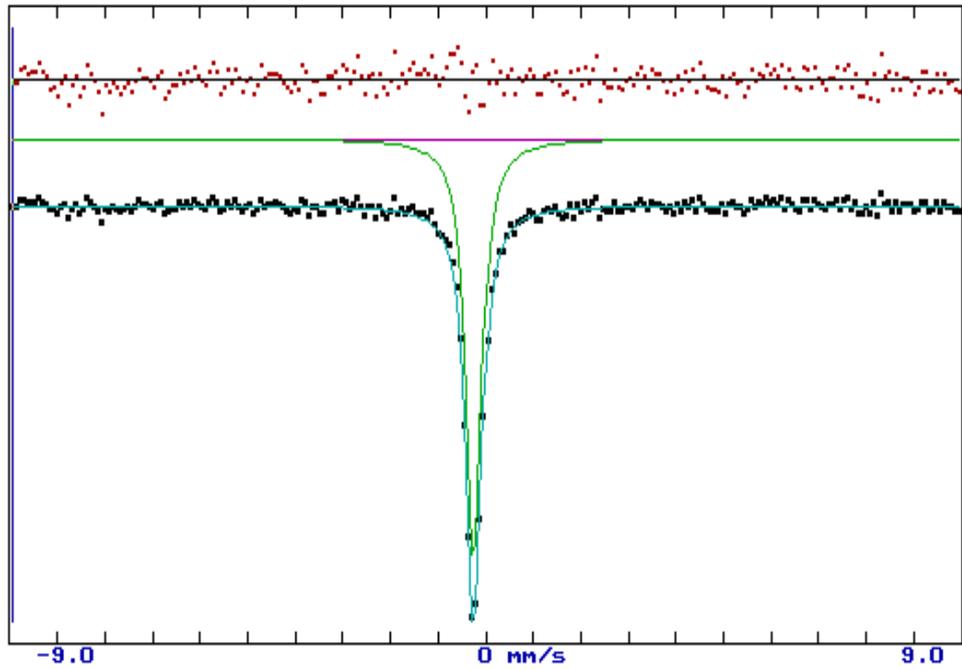
Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının farklı sıcaklıklarda gözlenen martensite yapısının manyetik özelliklerini belirlemek amacı ile elde edilen Mössbauer spektrumları Şekil 4.7. , Şekil 4.8., Şekil 4.9. ve Şekil 4.10.'da verilmektedir.



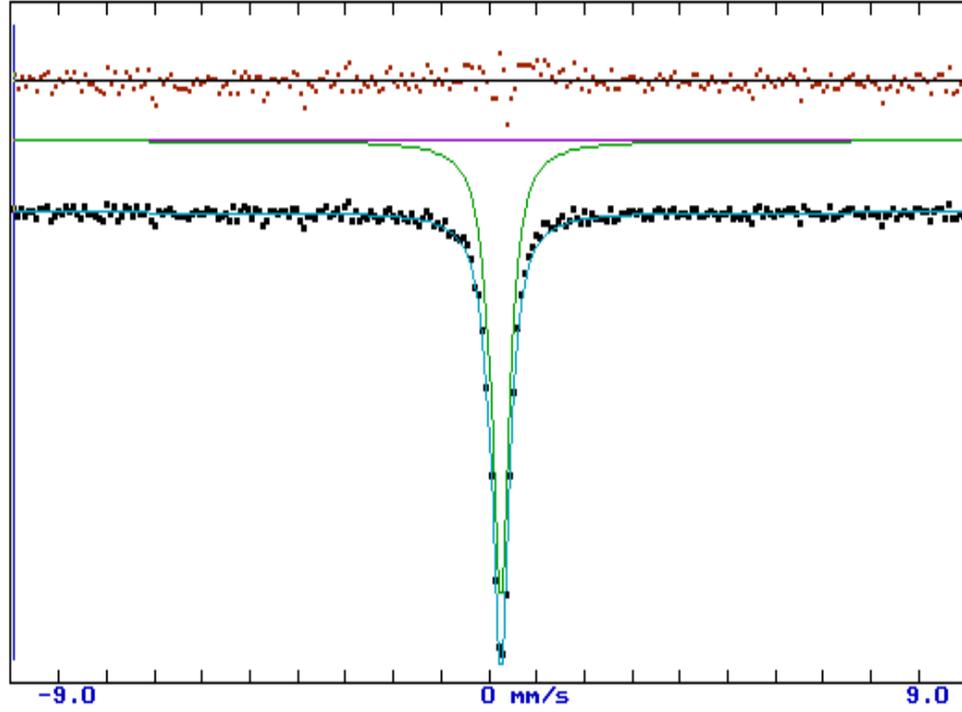
Şekil 4.7. 700°C'de ısıtılmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının Mössbauer spektrumu



Şekil 4.8. 800 °C’de ısıl işlem uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının Mössbauer spektrumu



Şekil 4.9. 900 °C’de ısıl işlem uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının Mössbauer spektrumu



Şekil 4.10. 1000 °C’de ısıtılmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının Mössbauer spektrumu

Fe bazlı alaşımlarda austenite yapı paramanyetik olduğundan, bu faz tek soğurma çizgisi ile karakterize edilmektedir. Fakat dönüşüm sonucu oluşan martensite yapıların ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlenimleri altı soğurma çizgisi ile temsil edilir [47].

Bu çalışmadaki Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının farklı sıcaklıklarda ölçülen mössbauer spektrumlarını incelediğimizde tek spektrum gözlenmektedir. Bu durum alaşımın paramanyetik özellik gösterdiğini ifade etmektedir. Yapılan çalışmalarda, Fe-Mn alaşımlarının austenite ve martensite yapısı paramanyetik özellik gösterdiği belirtilmiştir [48, 49].

Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak elde edilen austenite ve martensite yapıların oluşum yüzdeleri, martensite yapıya ait iç manyetik alan değerleri ile austenite ve martensite fazlara ait izomer kayma değerleri Çizelge 4.1.’de verilmektedir.

Çizelge 4.1. Fe-% 18,79Mn-%4,53Ni alaşımında ölçülen bazı Mössbauer spektroskopisi parametreleri

Numune	Austenite (%)	Martensite (%)	Bhf (Tesla)	$\delta_{\text{Austenite}}$ (mm/s)	$\delta_{\text{Martensite}}$ (mm/s)
Sıcaklık Uygulanmamış	100	-	-	-0,2365	-
700°C	99.080	0.920	32.8569	0.216718	0.384099
800°C	99.999	0.001	32.1684	0.205913	0.149248
900°C	99.998	0.002	31.145	-0.239164	0.196674
1000°C	100.000	0.000	30.089	0.223410	0.178672

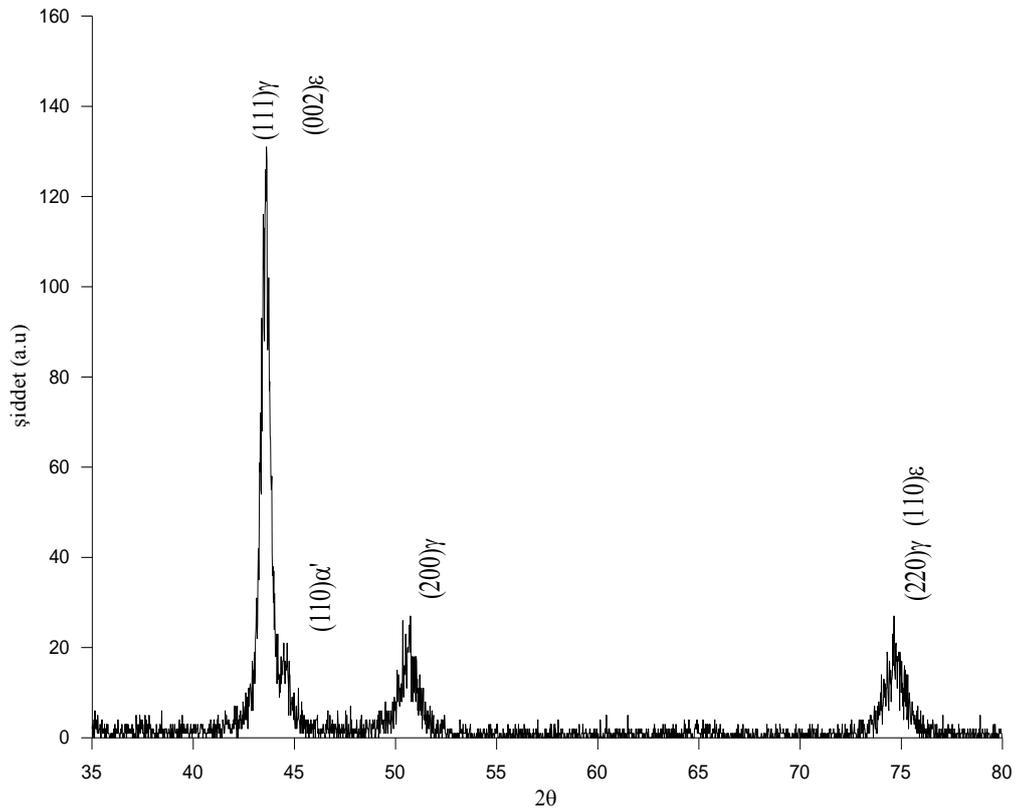
Yüksek sıcaklıkta tane sınırları büyüyeceğinden faz dönüşümlerinin gerçekleşmesi zorlaşır. Düşük sıcaklıklarda ise tane sınırı küçük olacağından dönüşüm kolay meydana gelir ve buna bağlı olarak çizelge 4.1.'deki Mössbauer ölçümlerinden de elde edildiği gibi ϵ martensite miktarında artış gözlenmekle birlikte dönüşüm az miktarda gerçekleşmiştir. Dönüşümün az olması, kimyasal ya da ısıl işlemler sonucu dönüşüm esnasında oluşan stabilizasyondan kaynaklanabilir. Tane sınırları, martensite dönüşümleri engellemek için ana fazın stabilize olmasına hizmet eder. Martensite kristallerinin büyümesi tane sınırlarında durur. Bundan dolayı küçük taneler, ana fazın stabilize olmasının bir sonucudur. Isıl işlem sıcaklığı artması ile, austenite tane boyutu artar, böylece toplam tane sınırları artar, bundan dolayı oluşan martensite miktarı da artacaktır. Soğutma işlemi ile çekirdeklenme bölgeleri artar ve soğuma esnasında büyük termal zorlar üretilir [2,44,53]. Sonuç olarak oluşan martensite miktarı artar.

İç manyetik alan ve izomer kaymanın değişimi, demir atomunun 3d kabuğundaki elektron yoğunluğuna bağlanabilir. İç manyetik alanın azalması, 3d kabuğuna elektron transferinin artması ile demirin manyetik momentinin azaldığını gösterir [54]. İzomer kaymanın değişimi ise Fe çekirdeklerinde s kabuğundaki elektron yoğunluğunun değişiminden kaynaklanabilir. Fe'in 3d kabuğundaki elektron

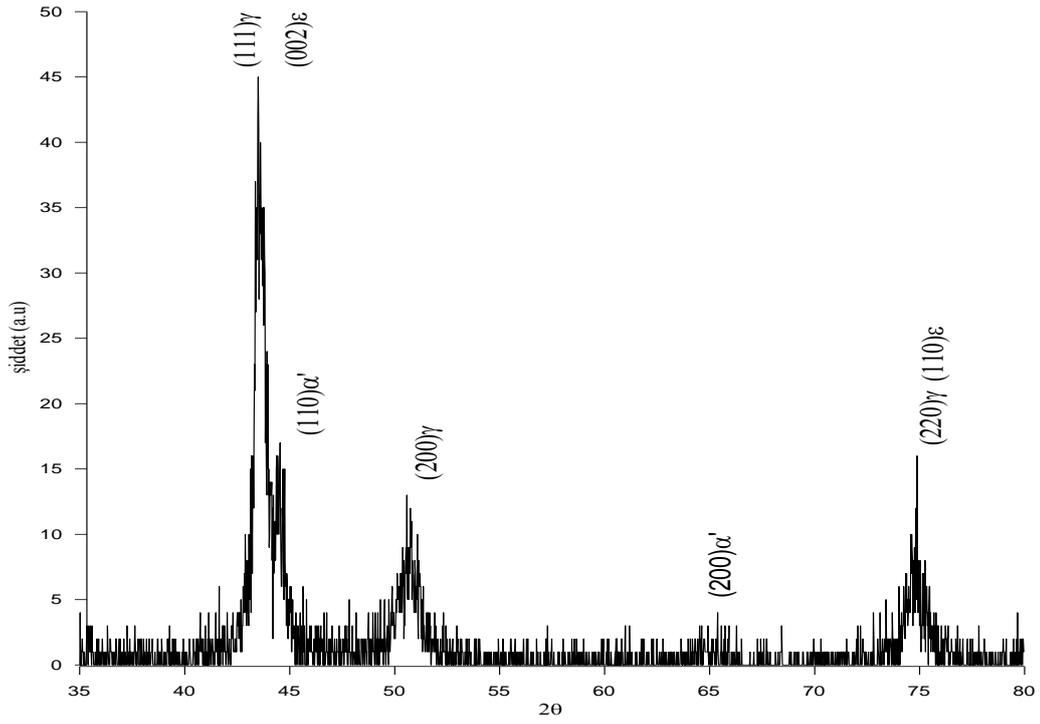
yoğunluğunun artması ile Fe çekirdeklerinin 3s ve 4s kabuğundaki elektron yoğunluğu azalır, bundan dolayı izomer kayma değerleri değişir [44,53].

4.3. Fe%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının X-Işını Toz Kırınım Ölçümlerinin İncelenmesi

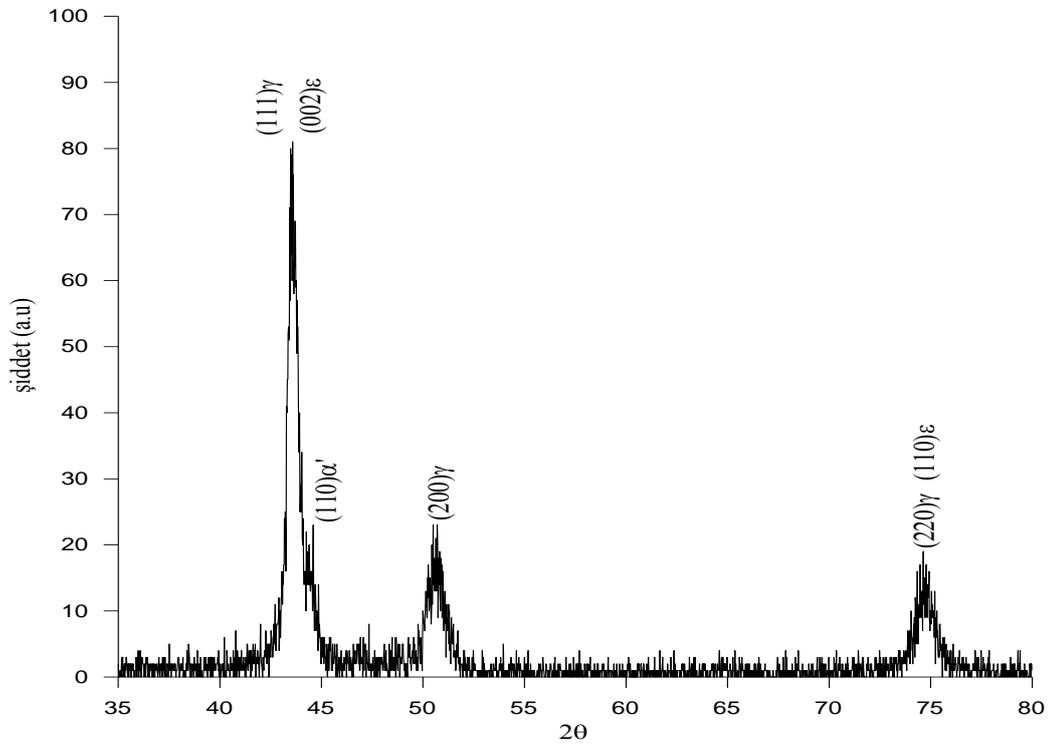
X-ışını toz kırınım yöntemi ile austenite fazdaki Fe-%18.79Mn-%4.53Ni alaşımları üzerinde ölçümler yapılmıştır. X-ışını kırınım ölçümleri için alaşımlardan 20 mg'lık toz numuneler hazırlandı. Elde edilen sonuçlar Şekil 4.11., Şekil 4.12., Şekil 4.13., Şekil 4.14. ve Şekil 4.15.'de verilmiştir.



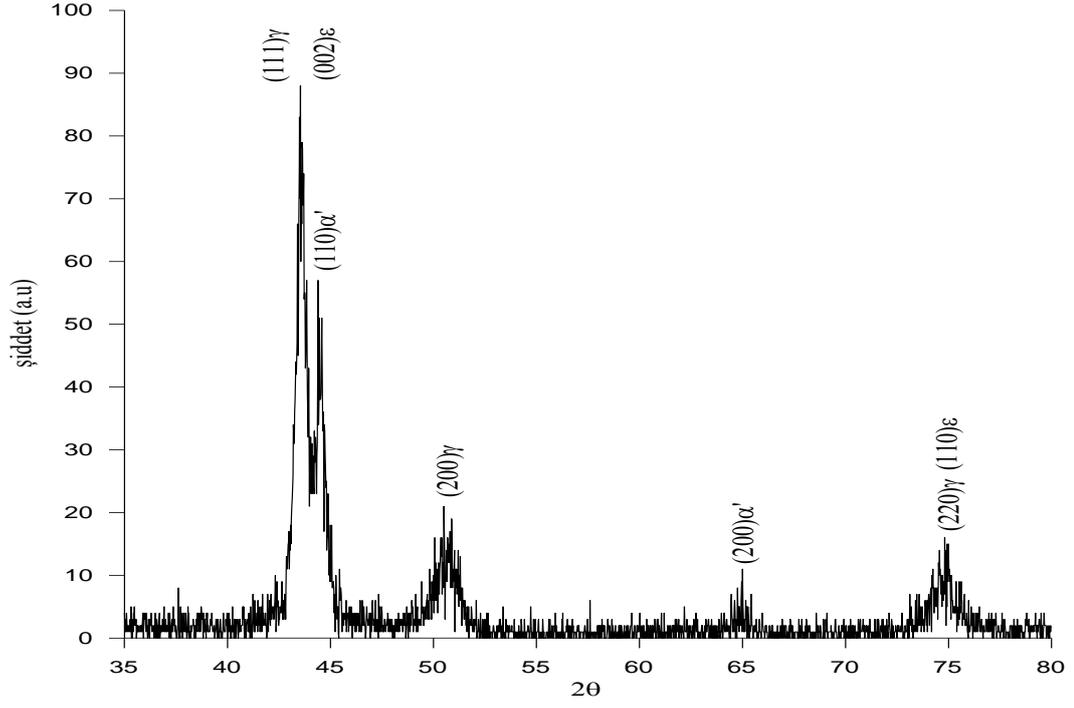
Şekil 4.11. Austenite yapıdaki Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının X-ışını kırınım deseni



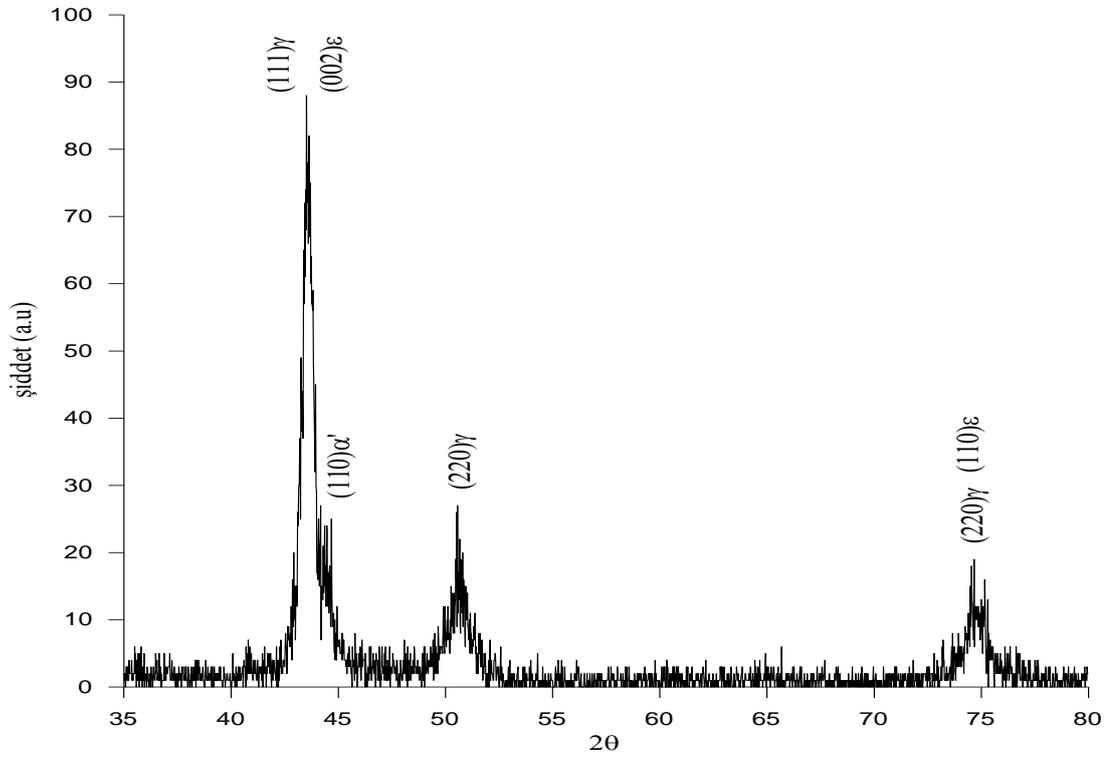
Şekil 4.12. 700 °C'de ısıtım uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımlarının X-ışını kırınım deseni



Şekil 4.13. 800 °C'de ısıtım uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımlarının X-ışını kırınım deseni



Şekil 4.14. 900 °C’de ısıl işlem uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının X-ışını kırınım deseni



Şekil 4.15. 1000 °C’de ısıl işlem uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının X-ışını kırınım deseni

X-ışını kırınım yöntemi ile Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının sıcaklık artışı ile X-ışını kırınım deseninde α' martensit pik şiddeti değişirken, ε martensit pik şiddetinin arttığı gözlenmektedir. $[200]_{\alpha}$ piki için 700 °C ve 900 °C'deki alaşımda gözlenirken diğer sıcaklıklar için gözlenmemektedir. γ piklerinde ise fazla bir değişiklik olmamıştır.

Yüz merkezli kübik yapıdaki austenite fazın örgü parametresi,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (4.1)$$

eşitliği ile hesaplandı.

Hegzagonal yapıdaki ε martensite fazı örgü parametreleri,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 [h^2 + hk + k^2]}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.2)$$

eşitliği ile hesaplandı [13,45].

Alaşımın γ faz bölgesinde 1100 °C'de homojenleştirilip farklı sıcaklıklara maruz bırakıldıktan sonra alınan X-ışını kırınımının deneysel değerleri kullanılarak 4.1. denkleminin yüz merkezli kübik yapıya ait örgü parametreleri, 4.2. denkleminin de hegzagonal yapıdaki ε martensite fazın örgü parametreleri hesaplandı. Bu parametreler çizelge 4.2., 4.3. ve çizelge 4.4' te verilmektedir.

Çizelge 4.2. Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının a) Austenite, b) 700 °C, c) 800 °C, d) 900 °C, e) 1000 °C’de X-ışını kırınım sonuçları ve örgü parametreleri

Pik [hkl] _γ	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a _γ (Å°)
(111) _γ	3	43.600	3.5883
(200) _γ	4	50.699	3.5982
(220) _γ	8	74.666	3.5921
(a _γ) _{ort} = 3.5928 Å°			

a)

Pik [hkl] _γ	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a _γ (Å°)
(111) _γ	3	43.639	3.5895
(200) _γ	4	50.620	3.6036
(220) _γ	8	74.833	3.5855
(a _γ) _{ort} = 3.5928 Å°			

b)

Pik (hkl) _γ	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a _γ (Å°)
(111) _γ	3	43.618	3.5912
(200) _γ	4	50.700	3.5982
(220) _γ	8	74.6676	3.5923
(a _γ) _{ort} = 3.5939 Å°			

c)

Pik (hkl) _γ	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a _γ (Å°)
(111) _γ	3	43.621	3.5908
(200) _γ	4	50.703	3.5980
(220) _γ	8	74.65	3.5929
(a _γ) _{ort} = 3.5939 Å°			

d)

Pik (hkl) _γ	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a _γ (Å°)
(111) _γ	3	43.540	3.5972
(200) _γ	4	50.521	3.6102
(220) _γ	8	74.3333	3.5652
(a _γ) _{ort} = 3.5908 Å°			

e)

Çizelge 4.3. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının a) 700 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1000 °C’de X-ışını kırınım sonuçları ve örgü parametreleri

Pik (hkl) _{α'}	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a_{γ} (Å°)
(110) _{α'}	2	44	2.9079
(200) _{α'}	4	65	2.8672
$(a_{\alpha'})_{\text{ort}} = 2.8875 \text{ Å}^{\circ}$			

a)

Pik (hkl) _{α'}	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a_{γ} (Å°)
(110) _{α'}	2	44	2.9079
$(a_{\alpha'})_{\text{ort}} = 2.9079 \text{ Å}^{\circ}$			

b)

Pik (hkl) _{α'}	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a_{γ} (Å°)
(110) _{α'}	2	44.597	2.8721
(200) _{α'}	4	65	2.8672
$(a_{\alpha'})_{\text{ort}} = 2.8696 \text{ Å}^{\circ}$			

c)

Pik (hkl) _{α'}	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a_{γ} (Å°)
(110) _{α'}	2	44	2.9079
$(a_{\alpha'})_{\text{ort}} = 2.9079 \text{ Å}^{\circ}$			

d)

Çizelge 4.4. Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımasının farklı sıcaklık uygulanan numunelere ait austenite ve martensite fazı için hesaplanan a_γ , $a_{\alpha'}$, a_ϵ ve c_ϵ örgü parametreleri

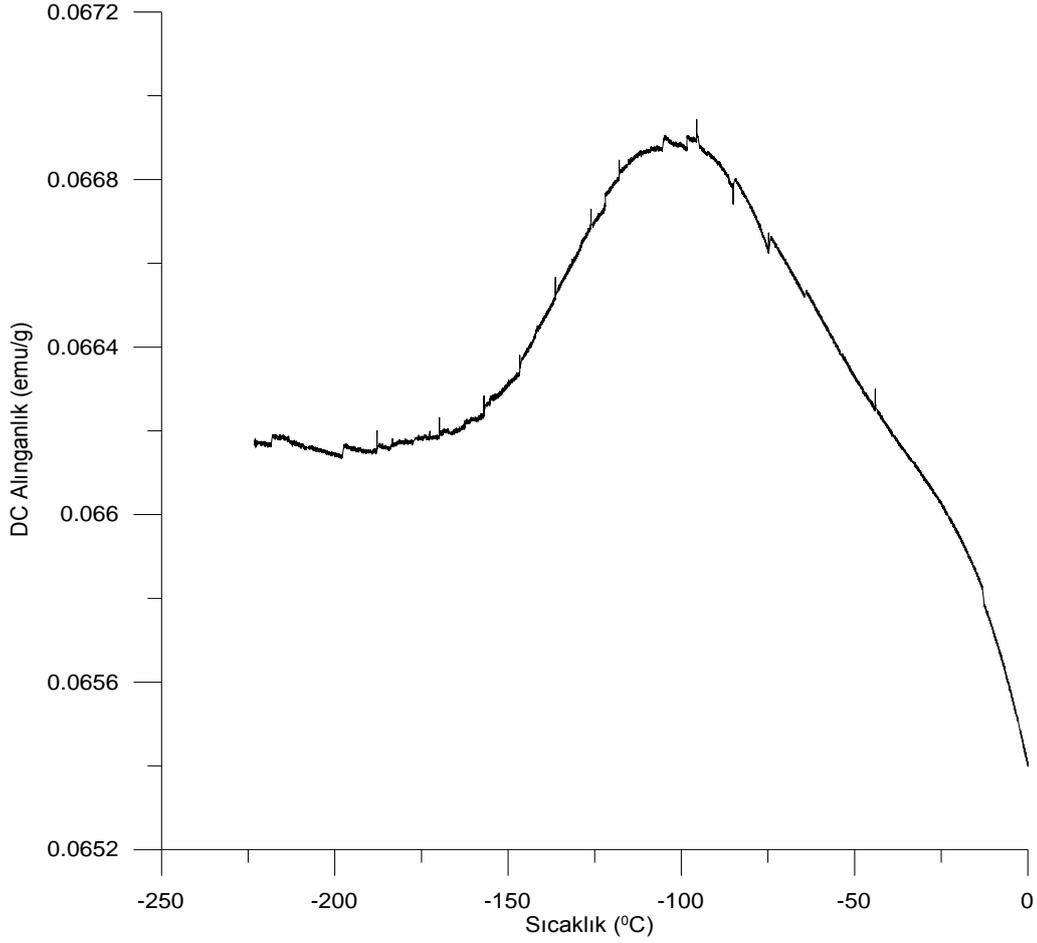
Yapılan İşlem	a_γ (Å°)	$a_{\alpha'}$ (Å°)	a_ϵ (Å°)	c_ϵ (Å°)	c_ϵ / a_ϵ
700 °C	3.5928	2.8875	2.5354	4.1448	1.6347
800 °C	3.5939	2.9079	2,5402	4,1468	1,6324
900 °C	3.5939	2.8696	2,5406	4,1464	1,6320
1000 °C	3.5908	2.9079	2,5211	4,1538	1,6476

İncelenen numunelerde yapılan işlem sonucunda γ fazından ϵ fazına dönüşüm meydana geldi. Bu dönüşümün sağlanması için ideal c_ϵ/a_ϵ oranı 1,633 olması halinde h.c.p. faz dönüşümü meydana gelir [13]. Bu çalışmada da c_ϵ/a_ϵ oranı ideal orana çok yakın olduğu gözlemlendi. Farklı sıcaklıkların uygulanmasına bağlı olarak örgü parametreleri değişmiştir. Kırınım deseni üzerinde verilen indislemeler literatürdeki martensite yapıya ait desen ile uyum içerisindedir [46].

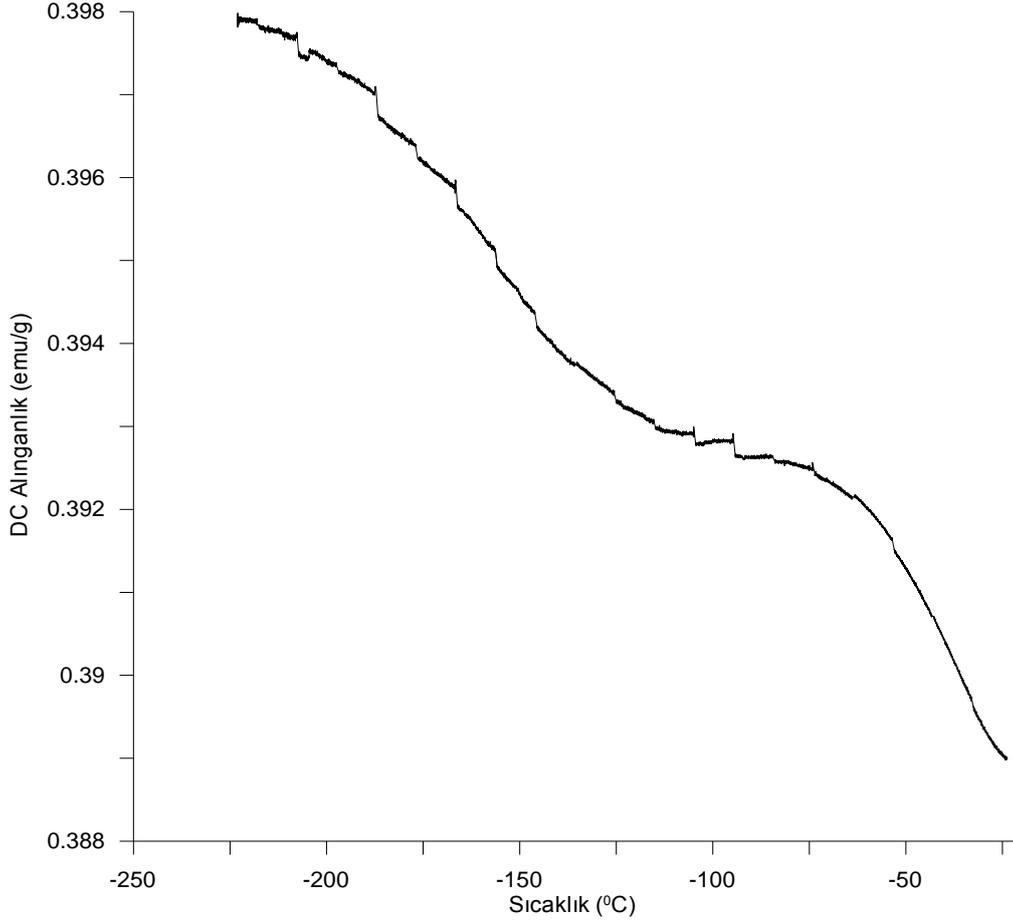
4.4. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaışımında Manyetik Alınganlığın İncelenmesi

Demir alaşımlarında meydana gelen austenite-martensite faz geçişleri ile bunların manyetik davranışları arasında güçlü bir ilişki kurulabilir [35]. Austenite faz paramanyetik davranış göstermesine rağmen, martensite faz bundan farklı olarak ferromanyetik veya antiferromanyetik davranış göstermektedir [36]. Fe-Mn-Si ve Fe-Cr-C alaşımları üzerine yapılan çalışmada, austenite-martensite faz geçişi sırasında; belirgin bir manyetik geçiş olduğu, manyetik alınganlığın sıcaklıkla değişimi incelenerek gösterilmiştir [37,35]. Diğer taraftan, paramanyetik durumdan antiferromanyetik duruma geçiş sıcaklığı olan M_s sıcaklığı ve antiferromanyetik durumdan paramanyetik duruma geçiş sıcaklığı olan T_n (Neel sıcaklığı) belirlenmiştir [37]. Fe-Mn-Si alaşımlarında yapılan başka bir çalışmada, Si miktarı artması ile T_n 'nin azaldığı ve manyetik alınganlığın arttığı bulunmuştur [35].

Bu çalışmada Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımı için sıcaklığın manyetik özellikleri nasıl değiştirdiğini belirlemek amacı ile numunelere 700 °C ve 1000 °C’de 30 dakika ısıl işlem uygulandı. Austenite fazdaki alaşımların 50 Oe sabit manyetik alanda DC manyetizasyon ölçümü PPMS (Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi) cihazı ile yapıldı. DC manyetizasyon ölçümleri Şekil 4.16. ve Şekil 4.17.’de verilmiştir.



Şekil 4.16. 700 °C’de ısıl işlem uygulanmış Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının DC manyetik alınanlığı



Şekil 4.17. 1000 °C’de ısıl işlem uygulanmış Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının DC manyetik alinganlıık

Şekil 4.16.’da ki manyetik alinganlııkın sıcaklıkla deęiřimi -263 °C ile 0 °C aralıęında incelenmiřtir. Oda sıcaklıęında paramanyetik fazda olan alařımda sıcaklık dūřürüldükçe manyetik faz geçiřleri meydana gelmiřtir. Şekil 4.16.’da görüldüęü üzere -25 °C’de sıcaklık dūřtükçe manyetik alinganlııkta keskin artıř manyetik faz geçiřinin meydana geldięini göstermektedir.

Şekil 4.17.’de manyetik alinganlııkın sıcaklıkla deęiřimi -263 °C ile -25 °C aralıęında incelenmiřtir. Oda sıcaklıęında paramanyetik fazda bulunan alařımda sıcaklık dūřürüldükçe manyetik faz geçiřleri meydana gelmiřtir. Yaklařık olarak -25 °C civarında sıcaklık dūřürüldükçe malzemenin manyetik alinganlııkındaki keskin artıř ferromanyetik veya antiferromanyetik olan manyetik faz geçiřlerinin olduęunu

gösterir [52]. Bu çalışmadaki faz geçişlerinin kesin olarak ferromanyetik veya antiferromanyetik olduğu söylenemese de literatürdeki diğer çalışmalardan da yola çıkarak oda sıcaklığında paramanyetik olan malzememizin soğutuldukça -25 °C civarında ferromanyetik faza geçtiği ve bu ferromanyetik özelliğin -225 °C sıcaklığına kadar devam ettiği tahmin edilmektedir.

Martensite fazın yüksek yoğunlukta dislokasyon içerdiği bilinmektedir [43]. Dislokasyonlar yerel manyetik bölgelerin hareketini zorlaştırır [40,55]. Isıl işlem sıcaklığı artması ile dislokasyon yoğunluğu azalır ve manyetik bölgelerin hareketi kısmen artar. Bunun sonucu olarak manyetik alınganlık değeri değişir.

5. SONUÇ

Bu çalışmada, Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımında sıcaklık etkisi ile oluşan martensite kristallerinin kristalografik, morfolojik ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımından hazırlanan numunelere 700 °C, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C'de farklı sıcaklıklar uygulanmıştır. Meydana gelen mikro yapı değişimleri SEM ile incelendi ve martensite dönüşüm olduğu tespit edildi. SEM incelemesinde ϵ martensitenin birbirine paralel plakalar şeklinde oluştuğunu göstermiştir.

Alaşımın Mössbauer spektrometresi incelemeleri sonucu austenite ve martensite fazın paramanyetik (tekli pik) özellik sergilediği gözlemlendi. 700 °C sıcaklığında α' martensit dönüşümünün % 0.920 iken diğer sıcaklıklarda bu oran oldukça düşük olup sıfıra çok yakındır. Dönüşümün az olması kimyasal ya da ısıl işlem ile dönüşüm esnasında stabilizasyon olmasıdır. Tane sınırları; martensite dönüşümleri engellemek için ana fazın stabilize olmasına hizmet eder. Martensite kristallerinin büyümesi tane sınırlarında durur. Bundan dolayı küçük taneler, ana fazın stabilize olmasının bir sonucudur. Isıl işlem sıcaklığı artması ile, austenite tane boyutu artar, böylece toplam tane sınırları artar, bundan dolayı oluşan martensite miktarı da artacaktır. Soğuma esnasında büyük termal zorlar üretilir [2,44,53].

Daha önce yapılan çalışmalarda da Fe-Mn-X alaşımlarının Mn oranı 18'den fazla olduğunda α' martensit dönüşümü gözlenmemiştir [50]. Bu çalışmadaki sonuç literatür çalışmalarıyla uyum içindedir. Ayrıca X-ışını toz kırınım ölçümlerinde, uygulanan sıcaklık miktarının artmasına bağlı olarak örgü parametrelerinin değiştiği gözlenmiştir.

Alaşımın Mössbauer spektrometresi incelemelerinde α' martensit dönüşümü gözlenmezken X-ışını ölçümlerinde 44° (2 θ) ve 65° (2 θ) civarlarında (110) $_{\alpha'}$ ve (200) $_{\alpha'}$ pikleri gözlenmiştir. Numunenin sıcaklık artışı ile X-ışını toz kırınım deseninde α' martensite pik şiddeti değişirken, ϵ martensite pik şiddetinin arttığı

gözlenmektedir. $(200)_\alpha$ piki için 700 °C ve 900 °C'deki alaşımda gözlenirken diğer sıcaklıklarda gözlenmemiştir. γ piklerinde ise fazla bir değişiklik olmamıştır. Hesaplamalarda, ϵ martensite faz için c_ϵ / a_ϵ oranının ideal hegzagonal yapı değerine çok yaklaştığı tespit edilmiştir.

Fe alaşımlarında austenite faz paramanyetik davranış göstermesine karşın, martensite faz bundan farklı olarak ferromanyetik veya antiferromanyetik davranış göstermektedir [36]. Paramanyetik durumdan antiferromanyetik duruma geçiş sıcaklığı olan M_s sıcaklığını ve antiferromanyetik durumdan paramanyetik duruma geçiş sıcaklığı olan T_N -Neel sıcaklığını yaptıkları çalışmalarda belirlemişlerdir [52].

Numunenin alınan DC manyetik alınganlık ölçümlerinde; 700 °C ve 1000 °C'de 30 dakika ısıl işlem görmüş alaşımlar oda sıcaklığında paramanyetik fazda iken alaşımın sıcaklığı düşürüldükçe manyetik faz geçişleri gözlenmiştir. Ayrıca, 1000 °C'deki numunenin -25 °C civarında manyetik alınganlıktaki keskin azalış bu bölgede manyetik faz geçişlerinin olduğunu gösterir. Literatürdeki diğer çalışmalardan da yola çıkarak -25 °C civarında malzemenin ferromanyetik özellik gösterebileceği ve bu ferromanyetik özellik -225 °C sıcaklığına kadar devam ettiği tahmin edilmektedir.

Alaşımın manyetik özelliği diğer yöntemlerle de desteklenerek malzemedeki manyetik geçişler hakkında daha açık bilgiler elde edilebilir.

KAYNAKLAR

- [1] Kaufman, L. and Cohen, M., Prog. Metal Phys.,7, 165,1958.
- [2] Nishiyama, Z., Martensitic Transformations, Academic pres, London, 1978.
- [3] Cristian, J. W., The Theory of Transdormations in Metals and Alloys Pergamon Press, London, 1975.
- [4] Wechsler, M.S., Lieberman, D.S., Read, T.A., On the theory of the formation of martensite. Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 197:1503,1953.
- [5] Bowles, J.S., Maackenzie, J.k., The crystallography of martensite transformations III. Face-centred cubic to body-centered tetragonal transformation. Acta Metallurgica, 2:224,1954.
- [6] Bowles, J.S., Maackenzie, J.k., The crystallography of martensite tansformations I., Acta Metallurgica, 2:129,1954.
- [7] Cotes, S. M., Cabrera, A.F., Damonte, L.C., Mercader, R.C., Desimoni, J., PhysicaB: Condensen Matter, 320, 274 ,2002.
- [8] Jun, J.H., Kong, D.K., Choi, C.S., Materials Research bulletin, Vol 33, No.10
- [9] Marinelli, P., Fernandez, A., A.,Sade, A., Materials science and engineering A373, 1-9, 2004.
- [10] Sarı, U., Kırındı, T., Yüksel, M. and Ağan, S., Journal of Alloys and Compounds, 476, 160, 2009.
- [11] Inagaki, H., Shape Memory Effect of Fe-14%Mn-6%Si-9%Cr-6%Ni Alloy Polycrystal. Z. Metallkd. 83,90 ,1992.

- [12] Callister, W.D., Materials Science and Engineering an Introduction, 4th ed., Jhon Willey & Sons, Inc., New York, 1996.
- [13] Dikici,M., Katıhal Fiziğine Giriş, 19 Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun,1993.
- [14] Hirth,J.P., and Lothe,J.,Theory of Dislocations,Second Edition, Jhon Willey & Sons, Inc., New York, 1982.
- [15] U. Sarı, Şekil Hatırlamalı Cu-%11.92Al-%3.78Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerinde Termal ve Mekanik Etkiler. Doktora Tezi. Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2004.
- [16] Durlu, T. N., The Effect of γ - α - γ Cycles on Strain-Induced Martensite Formation in on Fe-27.3Ni Alloy. J. Matter. Sci. Lett. 11, 702, 1992.) .
- [17] T.,Kırındı,, Fe-%12,5Mn-%5,5Si-%9Cr-%3,5Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler üzerine Termal ve Zor Etkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, 2004.
- [18] Shimming, T., Jinhai, L. and Shiwei, Y. , Scripta Metall. Mater., 25, 2613 (1991)
- [19] Bergeon, N., Guenin, G. and Esnouf, C., Material Science. Eng. A242, 87 (1998)
- [20] Jiang, B. H., Sun, L., Li, R. and Hsu, T.Y., Scripta Metall. Material, 33, 63 (1995)
- [21] Kittel, C., Çeviri: B. Karaoğlu, Katıhal Fiziğine Giriş, Bilgitek Yayıncılık, İstanbul, 1996.

- [22] H., Güngüneş, Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005.
- [23] Kırım,S., Faraday Sistemi ve Manyetik Alınganlık Ölçümü, Atatürk Üniversitesi yayınları, 1979.
- [24] E., Güler, Fe-%29Ni-%2Mn Alaşımlarında Farklı Etkilerle Oluşan Martensitenin Bazı Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005.
- [25] Gedikoğlu, A., Atom ve Çekirdek Fiziğine Giriş, Ekonomist Yayınevi, Ankara, 1978.
- [26] Ross, N. D. H., and Crocker, A, G., A Generalized Theory of Martensite Crystallography and it's Application to Transformations in Steels, Acta Metall, 18, 405, 1970.
- [27] Durlu, T. N., The Effect of γ - α - γ Cycles on Strain-Induced Martensite Formation in on Fe-27.3Ni Alloy. J. Matter. Sci. Lett. 11, 702, 1992.
- [28] Akgün, İ., and Gedikoğlu, A. and Durlu, T. N., Mossbauer Study of Martensitic Transformations in an Fe-29.6-%Ni Alloy, J. Mater Sci, 17, 3479, 1982.
- [29] Ballau, R., Departes, J., Lemaire, R., Ouladdiaf ,B. and Rouault ,P., Procee. Of the fifth Symp. On Magne. and Magne. Mater., Instability of Dtinerant Antiferromagnetizm in Manganese Laves Phases, World Scientific, Singapore, 1990.
- [30] Hsu, Y.T. and Zuyao, X ., Mater.Sci.Eng.,A273-275, 494 (1999)
- [31] Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., Acta Metallurgica, 2, 129, 1954.

- [32] Dickson, D.P.E. and Berry, F.J., Mössbauer Spectroscopy, Cambridge University Press , New York, 2005.
- [33] Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Microstructural Analysis of the Stress-Induced ϵ Martensite in Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy : Part II : Transformation Reverseability. *Mater. Sci. Eng. A*, 242,87-95, 1998.
- [34] Wen, Y. H., Yan,M., Li, N., Effects of Carbon Addition and Aging on the Shape Memory Effect of Fe-Mn-Si-Cr-Ni Alloys, *Scripta Materilia*. 50,441-444, 2004.
- [35] Aktürk, S. , Gençer ,A., and T. N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, 16, 389 (1997).
- [36] Yang, H. J. , Chen ,H. and Wayman, C. M. , *Met. Trans.*, 23A, 1439 (1992).
- [37] Tamarat, K., Andre, G.,and Dubois, B.,*ICOMAT 92*, 1181 (1992).
- [38] Sheng, Z. Y., *Met. Phys.*, 18, 229 (1988).
- [39] Schino, A. D., Salvatori, I., Kenny, J. M., *Mater., J., Sci.* 37, 4561 (2002).
- [40] Onaran, K., *Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul*, 1997.
- [41] Durlu, T. N., *J. Mater. Sci. Lett.*, 16, 320 (1997).
- [42] Motohashi, Y., Ohsawa. K., Hoshiya, T., Okamoto,Y., and Ohmori, M., *J. Jpn. Inst. Met.* 55, 132(1991).
- [43] Morito, S., Nishikawa, J. and Maki, T., *ISIJ Int.*, 43, 1475 (2003).
- [44] Read, R. E., *Physical Metallurgy Principles, International Student Edition*, New York, 1970.
- [45] Haseeb, A. S. M .A., Nishida, T., Masuda M., and Hayashi, Y., *Scripta Mater*, 44, 519 (2001).

- [46] Kabak, M., X Işınları Kristalografisi, Bıçaklar Kitapevi, Ankara, 2004.
- [47] Mössbauer Spectroscopy and Its Applications, International Atomic Energy Agency, Vienna, 1972
- [48] Kakeshita, T., Sato, Y., Saburi, T., Shimizu, K., Matsuoka Y., and Kinda, K., Mat. Trans. JIM, 34(5), 415 (1999).
- [49] Sarı, U., Güler, E., Kırındı, T., Dikici, M., Characterization of Martensite in Fe-%25Ni-%15Co-%5Mo Alloy. J.Phys. and Chem. Solids 70,1226-1229(2009).
- [50] Sarı,U., Kırındı, T., Effect of Mn content on the austenite –martensite phases and magnetic properties in Fe-Mn-Co alloys,Mat.Chem. and Phy.,130,738-742 (2011).
- [51] Smith, W. F., Malzeme Bilmi ve Mühendisliği, İkinci Basım, Literatür Yay., İstanbul, Ekim 2005.
- [52] Aktürk, S., Fe-%25Ni-%5Mn Alaşımında Atermal ve İzotermal Martensite Dönüşümleri ve Bunların Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Ankara, 2001.
- [53] Z. Qin and Y. Zhang, Hyperfine Int., 116, 225 (1998).
- [54] D. Bandyopadhyay, S. Suwas, R. M. Singru and S. Bhargava, J. Mater. Sci.33, 109 (1998).
- [55] D. R. Askeland, The Science And Engineering Of Materials, 4th Edition, Thomson Learning Inc., California, 2003.
- [56] T. Savaskan, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Derya Kitapevi, Trabzon, (1999).

- [57] D. Jiles, Introduction to Magnetism and Magnetic Materials 1st Edition, Chapman and Hall, London, (1991).
- [58] T. Suzuki, H. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto and M. Ichihara, Acta Metall., 25, 1151(1977).
- [59] R. Lagneborg, Acta Metall., 12, 823(1964).
- [60] P. Visvesvaran, Metall. Mater. Trans. A, 27A, 973 (1996).