

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

> FİZİK ANABİLİM DALI YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe–%16Mn–%4Si ALAŞIMINDA MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLERE BAĞLI OLARAK MANYETİK ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ

YUSUF KULAKOĞLU

HAZİRAN 2013

Fizik Anabilim Dalında Yusuf KULAKOĞLU tarafından hazırlanan Fe-%16Mn–%4Si ALAŞIMINDA MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLERE BAĞLI OLARAK MANYETİK ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Saffet NEZİR

Anabilim Dalı Başkanı

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

Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

Danışman

Jüri Üyeleri

Başkan (Danışman)	:	Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ	
Üye	:	Doç. Dr. Talip KIRINDI	
Üye	:	Doç. Dr. Uğur SARI	

......./....../.......

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–%16Mn–%4Si ALAŞIMINDA MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLERE BAĞLI OLARAK MANYETİK ÖZELLİKLERİN İNCELENMESİ

KULAKOĞLU, Yusuf Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi Danışman : Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ Haziran 2013, 109 sayfa

Bu çalışmada, Fe–%16Mn–%4Si alaşımında termal ve zor etkili martensitik dönüşümün mikro yapısı, kristalografisi ve manyetik özellikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) ve Mössbauer spektrometresi kullanılarak incelendi.

Fe–%16Mn–%4Si alaşımında termal etki sonucunda γ (f.c.c.) $\rightarrow \epsilon$ (h.c.p.) martensitik dönüşümünün meydana geldiği gözlendi. Bu dönüşümde soğutma hızının etkisi incelendi. γ (f.c.c.) $\rightarrow \epsilon$ (h.c.p.) martensitik dönüşümü için dönme bağımlılığı, {111}_{γ} || {0001}_{ϵ}, [110]_{γ} || [2110]_{ϵ} olarak elde edildi. Bu dönme bağımlılığının Shoji-Nishiyama dönme bağımlılığına uyduğu gözlendi. Elde edilen kırınım deseni ve indis diyagramı kullanılarak örgü sabitleri hesaplandı ve sonuçların literatürle uyumlu olduğu görüldü.

i

Ayrıca, alaşımın Mössbauer spektrumlarının austenite (γ) ve martensite (ϵ) fazlar için paramanyetik karakteri gösteren tekli pik verdiği ve γ (f.c.c.) $\rightarrow \epsilon$ (h.c.p.) martensitik dönüşümünden sonra alaşımın manyetik özelliğinin değişmediği görüldü. Bunun yanı sıra deformasyon etkisi ile oluşan α' fazın ise altılı pik vererek ferromanyetik yapıda olduğu anlaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler : Austenite, Martensite, ε-Martensite, α'-Martensite Martensitik Faz Dönüşümü, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM), Mössbauer Spektrometresi.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE MAGNETIC PROPERTIES DEPENDING ON THE MARTENSITIC TRANSFORMATIONS IN Fe-%16Mn-%4Si ALLOY

KULAKOĞLU, Yusuf

Kırıkkale University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Physics, M. Sc. Thesis Supervisor : Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ June 2013, 109 pages

In this study, the microstructure, crystallographic and magnetic properties of the thermally and strain induced martensitic transformation in Fe–%16Mn– %4Si alloy have been investigated by using the scanning electron microscope (SEM), the transmission electron microscope (TEM) and the Mössbauer spectrometer.

It has been observed that the γ (f.c.c.) $\rightarrow \epsilon$ (h.c.p.) martensitic transformation occured with thermally-induced in Fe–%16Mn–%4Si alloy. The effect of cooling rate has also been investigated on this transformation. The orientation relationship for γ (f.c.c.) $\rightarrow \epsilon$ (h.c.p.) martensitic transformation has been determined as $\{111\}_{\gamma} || \{0001\}_{\epsilon}$, $[110]_{\gamma} || [2\overline{11}0]_{\epsilon}$ which corresponds to the Shoji-Nishiyama orientation relationship. The lattice parameters have

iii

been calculated by using the diffraction pattern and indices diagram and it has been seen that the results are agreement with literature.

Also, It has been seen that Mössbauer spectra of the alloy above mentioned give a singlet peak of the paramagnetic character for austenite (γ) and martensite (ϵ) phases and the magnetic character of alloy doesn't change after γ (f.c.c.) $\rightarrow \epsilon$ (h.c.p.) martensitic transformation.

Key Words : Austenite, Martensite, ε-Martensite, α'- Martensite, Martensitic Phase Transformation, Scanning Electron Microscopy (SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM), Mössbauer Spectrometer.

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans öğrenimim süresince değerli bilgi, öneri ve eleştirileri ile çalışmama yön veren ve destekleyen Değerli Hocam Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ' ye sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Deneylerin yapılması ve tezin yazılması sırasında, yardımını esirgemeyen Sayın Doç. Dr. Talip KIRINDI' ya teşekkür ederim.

Ders aşamasında bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım Fizik Bölümü' nün değerli öğretim üyelerine ve her konuda yardımını gördüğüm Fen Bilimleri Enstitüsü' nün akademik ve idari personeline teşekkür ederim.

Ayrıca destekleri ile her zaman yanımda olan aileme sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

<u>Sayfa</u>

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜRLER	v
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
SIMGELER DIZINI	xv
KISALTMALAR DİZİNİ	xvii
1. GİRİŞ	1
1.1. Literatür Özeti	2
1.2. Çalışmanın Amacı	5
2. MATERYAL VE YÖNTEM	7
2.1. Austenite–Martensite Faz Dönüşümleri	7
2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri	9
2.2.1. Austenite Fazın Stabilizasyonu	9
2.2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerin Oluşumu	10
2.2.3. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri	11
2.2.4. Martensitik Dönüşüme Dış Zorun Etkisi	15
2.2.5. Fe Bazlı Alaşımlarda Martensitik Dönüşümler	19
2.2.6. Fe-Mn-Si alaşımlarının martensit yapıları	20

2.2.7. Martensit Faz Dönüşümlerinin Yapısal ve Kristalografik	
Özellikleri	22
2.2.7.1. F.c.c. – B.c.c. Faz Dönüşümü	24
2.2.7.2. B.c.c. – H.c.p. Faz Dönüşümü	27
2.2.7.3. F.c.c. – H.c.p. Faz Dönüşümü	29
2.2.8. Martensitik Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri	33
2.2.9. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi	38
2.2.10. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde	
Manyetizmanın Etkisi	41
2.2.10.1. Manyetizma ve Manyetizma Çeşitleri	42
2.2.10.2. Manyetizma Türleri	43
2.2.10.2.1. Diyamanyetizma	44
2.2.10.2.2. Paramanyetizma	45
2.2.10.2.3. Ferromanyetizma	47
2.3. Alaşımda Kullanılan Elementler	48
2.3.1. Demir (Fe)	48
2.3.2. Mangan (Mn)	49
2.3.3. Silisyum (Si)	50
2.4. Deneysel Materyal ve Yöntem	50
2.4.1. Numunelerin Hazırlanması	50
2.4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri İçin	
Numunelerin Hazırlanması	52

2.4.3. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin	
Numunelerin Hazırlanması	52
2.2.4. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin	
Hazırlanması	53
2.5. Yöntem	54
2.5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	54
2.5.2. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)	55
2.5.3. Mössbauer Spektroskopisi	58
2.5.3.1. Gama Işınlarının Rezonansla Soğurulması ve Mössbauer Olayı	59
2.5.3.2. Mössbauer Spektrumarının Elde Edilmesi	66
2.5.3.3. Mössbauer Spektroskopisinden Elde Edilebilecek Bilgiler	68
2.5.3.4. Mössbauer Olayının Diğer Uygulama Alanları	69
2.5.3.5. İzomer Kayma	70
2.5.3.6. Magnetik Dipol Etkileşmesi	72
2.5.3.7. Elektrik Kuadrupol Etkileşmesi	73
2.5.3.8. Manyetik Özelliklerin Mössbauer Spekroskopisi Yöntemi ile Belirlenmesi	74
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	76
3.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümler	76
3.1.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Taramalı Elektron	
IVIIKIOSKODU (SEIVI) IIE INCEIENMESI	76

3.1.2. Zor Etkili Martensitik Dönüşümün Taramalı Elektron Mikroskobu	
(SEM) İle İncelenmesi	80
3.2. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi	83
3.3. Martensitik Faz Dönüsümünün Manyetik Özelliklerinin Mösbauer	
Spektroskopisi İle İncelenmesi	87
4. SONUÇLAR	93
KAYNAKLAR	97
 3.3. Martensitik Faz Dönüsümünün Manyetik Özelliklerinin Mösbauer Spektroskopisi İle İncelenmesi 4. SONUÇLAR KAYNAKLAR 	87 93 97

ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE	<u>Sayfa</u>
2.1. Numuneye uygulanan ısıl işlemler	51
2.2. ⁵⁷ Fe izotopunun özellikleri	64
3.2. Fe-%16Mn-%4Si alaşımında farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış	
ve farklı deformasyona uğramış numunelere ait Mössbauer	
Spektrometresi sonuçları	91

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u> <u>Sayfa</u>
2.1. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin
sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi 12
2.2. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi
b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi 15
2.3. 5H yapısı için sıkı paket düzlemlerin kesme mekanizması 21
2.4. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite yerleşim düzlemi 23
2.5. a) f.c.c. kristal yapı, b) b.c.c. kristal yapı 24
2.6. $(111)_{\gamma}$ düzlemindeki kesme doğrultuları a) N ilişkisi, b) K-S ilişkisi 25
2.7. Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama'nın ileri sürdükleri $\gamma { ightarrow} lpha$
dönüşümlerinde kesme mekanizmaları arasındaki ilişki
2.8. Burgers tarafından önerilmiş olan b.c.c.→h.c.p. dönüşümünde
kesme mekanizması 28
2.9. a) f.c.c. yapının <111> _{f.c.c.} doğrultusunun, b) h.c.p. yapının <0001> _{h.c.p.}
doğrultusuna paralel olacak şekilde gösterimi 29
2.10. h.c.p. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi 30
2.11. Sıkı paketlenmiş f.c.c. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi 31

2.12. a-b) f.c.c. \rightarrow h.c.p. dönüşüm mekanizması, c) f.c.c. \rightarrow h.c.p.

dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu	. 32
2.13. Bain Dönüşümü	34
2.14. Diyamanyetik malzemenin atomları	45
2.15. a) Paramanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi,	
b) Dış manyetik alan altında paramanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi	. 46
2.16. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla	
Değisimi	46
2.17. a) Ferromanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi,	
b) Dış manyetik alan altında ferromanyetik bir malzemenin	
manyetik düzenlenişi	47
2.18. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Mekanizması	55
2.19. Jeol3010 Geçirmeli Elektron Mikroskobu ve Yapısı	56
2.20. Mössbauer Spektrometresi	58
2.21. Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş	60
2.22. γ fotonu yayınlayan çekirdeğin eşit momentumla geri tepmesi	61
2.23. Yayınlama ve soğurma çizgileri	63
2.24. Fe ⁵⁷ nin özellikleri ve gama ışınının elde edilişi	65

2.25. (a) ⁵⁷ Fe'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda	
yarılmaları. (b) Yarılmalar sonucu Mössbauer	
Spektrumunda oluşan çizgiler 6	8
2.26. İzomer Kayma 7	'1
2.27. Fe ⁵⁷ izotopunda 3/2 - 1/2 geçisinde gözlemlenen magnetik yarılma	
ve meydana gelen Mössbauer spektrumu 7	2
2.28. Fe ⁵⁷ izotopunda 3/2 - 1/2 geçisinde gözlemlenen kuadrupol	
yarılması ve meydana gelen Mössbauer spektrumu 7	'3
3.1. 1000 ⁰ C de 6 saat homojenleştirilen ve fırında soğutulan	
numunenin yüzey morfolojisi7	7
3.2. 1000 °C de 6 saat homojenleştirilen ve suda soğutulan	
numunenin yüzey morfolojisi	8
3.3. 1200 ⁰ C de 6 saat homojenleştirilen ve suda soğutulan	
Fe-%16Mn-%4Si numunesinin yüzey morfolojisi	9
3.4. (a) %5, (b) %10, (c) %15 plastik deformasyon sonucu oluşan	
numunelerin SEM yüzey fotoğrafları 82	2
3.5. 1200 ⁰ C de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda	
soğumaya bırakılan numunenin aydınlık alan görüntüsü 84	ŀ
3.6. 1200 ⁰ C de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda soğumaya	
bırakılan numunenin a) kırınım deseni, b) indis diyagramı	3

xiii

3.7. Farklı deformasyona tabi tutulan ve 1200 ⁰C de 6 saat

homojenleştirilen ve suda soğutulan numunelerin, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumları a) %5, b) %10, c) %15, d) 1200 ^oC **90**

SIMGELER DIZINI

SİMGE

γ	Yüz merkezli kübik yapı
α	Hacim merkezli tetragonal yapı
α΄	Hacim merkezli kübik yapı
3	Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı
T ₀	Austenite ve martensite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
Ms	Austenite–martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
M _f	Austenite–martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
As	Martensite–austenite dönüşümünün başlama sıcaklığı
$\Delta F^{\alpha \cdot \gamma}$	Kimyasal serbest enerji değişimi
F^{γ}	Ana fazın kimyasal serbest enerjisi
F^{lpha}	Ürün fazın kimyasal serbest enerjisi
E	Sistemin potansiyel ve kinetik enerjileri toplamı
т	Mutlak sıcaklık
E	Sistemin potansiyel ve kinetik enerjileri toplamı
т	Mutlak sıcaklık

- M Mıkanatıslanma vektörü
- H Manyetik alan
- χ Manyetik alınganlık
- μ₀ Serbest uzayın manyetik geçirgenliği
- µm Manyetik geçirgenlik
- F Toplam şekil deformasyonu
- B Bain zorlanması
- **S** Sabit kesme zorlanması
- R Katı cismin dönmesi
- C Tamamlayıcı kesme

KISALTMALAR

f.c.c.	Yüz merkezli kübik yapı
b.c.t.	Hacim merkezli tetragonal yapı
b.c.c.	Hacim merkezli kübik yapı
h.c.p.	Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı
ТЕМ	Geçirmeli Elektron Mikroskobu
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
(hkl)	Miller indisleri
[uvw]	Zon ekseni

1. GİRİŞ

Teknolojik gelişmelerin getirdiği gereksinimlerden dolayı; metal ve metal alaşımlarının mekanik ve fiziksel özelliklerinin anlaşılması pek çok bilimsel çalışmaya konu olmuştur. Özellikle sıcaklık, zor ve zorlanma ve bunların farklı bileşimleri gibi etkilere maruz kalan bazı metal ve metal alaşımlarında görülen olağanüstü mikro yapısal değişiklikler ve bunun sonucunda oluşan makroskobik şekil değişimlerinin atomik boyuttaki nedenleri açıklanmaya çalışılmıştır [1,2].

Martensitik dönüşümler üzerinde ilk çalışmalar teknolojinin gelişmesine bağlı olarak 19. yüzyılın sonlarından itibaren başlamıştır. Bu olay ilk olarak Alman bilim adamı *A. Martens* tarafından bulunduğu için bu bilim adamının adı ile anılır. Austenite ana kristal yapının martensite ürün faza difüzyonsuz olarak dönüşmesi şeklinde gerçekleşen martensitik dönüşümler başlangıçta çeliğin su verilerek sertleştirilmesi sonucu ortaya çıkan bir olay iken, daha sonra yapısal, kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri nedeni ile akademik açıdan ilgi çekici bir araştırma konusu haline gelmiştir [2,3].

Martensite faz dönüşümü çelikte ortaya çıkmakla beraber daha sonraları yapılan araştırmalarla bazı saf metallerde ve diğer metal alaşımlarının bir kısmında görülmüştür [2]. Bu dönüşüm çelik alaşımlarına üstün malzeme

olma özelliği kazandırdığı gibi diğer metal ve metal alaşımlarına da termoelastiklik, süperelastiklik ve şekil hatırlama gibi fiziksel ve teknolojik özellikler kazandırır [3].

Austenite–martensite faz dönüşümleri alaşımın sıcaklığının ani düşürülmesi veya dış zor uygulanarak meydana getirilebileceği gibi bu her iki etkinin birlikte uygulanması ile de gerçekleşebilir. Termal etki ile oluşan martensite faz dönüşümleri alaşımın kompozisyonuna göre atermal veya izotermal olarak gerçekleşir. Atermal özellik gösteren martensitik dönüşümler zamandan bağımsız olarak oluşurken izotermal özellik gösteren dönüşümler dönüşümler olarak oluşur. Plastik deformasyonun etkisi ile meydana gelen dönüşümler ise zor veya zorlanma etkili martensite faz dönüşümleridir [2,4].

1.1. Literatür Özeti

Martensitik faz dönüşümleri difüzyonsuz karakterleri dolayısı ile ortaya çıkardıkları önemli ilgi çekici fiziksel özellikleri yanında; materyalin mekanik özelliklerinde yaptıkları büyük değişiklikler nedeni ile çoğu araştırmaya konu olmuştur [4,6,9]. Austenite ana kristal yapının martensite ürün faza dönüşmesi ile gerçekleşen martensitik dönüşümler, ilk başta çeliğin su verilerek sertleştirilmesi şeklinde ortaya çıkan teknolojik açıdan önemli bir oluşum olması nedeni ile üzerinde yoğun çalışmalar yapılan bir konu

olmuştur. Bu dönüşüm daha sonra, yapısal, kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri dolayısıyla teknolojik olduğu kadar akademik olarak da ilgi çekici bir araştırma konusu durumunu gelmiştir. Austenitemartensite faz dönüşümü, tüm metal ve metal alaşımlarının atomlarının difüzyonlu bir oluşumla yer değiştirmeyecekleri kadar hızlı bir şekilde soğutulduklarında (veya ısıtıldıklarında) meydana gelir [10].

İlk olarak demir ve demir bazlı alaşımlarda gözlenen martensite faz dönüşümleri yapılan çalışmalar sonucunda birçok metal ve metal alaşımında da gözlenmiştir. Fe bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıdaki ana fazın, hacim merkezli kübik (b.c.c), hacim merkezli tetragonal (b.c.t.) veya sıkı paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) yapılardaki martensite faza dönüşümü şeklinde ortaya çıkar [11,13].

Fe-Mn, Fe-Mn-Si, Fe-Mn-Si-Cr, gibi alaşımlarında gözlenen $\gamma(f.c.c.) \rightarrow \epsilon(h.c.p.)$ türü martensite faz dönüşümleri üzerine yapılan çalışmalar özellikle bu alaşımların şekil hatırlama özelliğinin gözlenmesi ile artmıştır. Bu alaşımların tipik özelliği alaşımda yer alan elementlerin yüzdesine ve dış etkilere bağlı olarak h.c.p. yapıdaki ϵ martensite yanında b.c.c. yapıda α' martensitelerin de oluşabilmesidir [14,17].

Martensite ve austenite yapı içeren Fe-Mn bazlı alaşımlarda zor-zorlanma deneyleri yapılmış, ısıl işlemin süresine ve sıcaklığına bağlı olarak alaşımın

mekanik özelliklerindeki değişme incelenmiştir. Plastik zorlanmanın etkisi ile martensite fazın yapısında meydana gelen değişikliler ortaya konulmuştur [16,18,19].

Inagaki [7,89,90] yaptığı çalışmalarda, Fe–Mn–Si–Cr–Ni alaşımlarında meydana gelen γ (f.c.c.) $\rightarrow \epsilon$ (h.c.p.) türü faz dönüşümlerinde alaşımı oluşturan elementlerin miktarının dönüşümü nasıl etkilediğini incelemiştir.

Yang ve Wayman [91], Fe–Mn–Si–Cr–Ni alaşımlarında oluşan ε-martensite yönelimlerini ve dönüşümün kristalografisini deneysel ve teorik olarak incelemişlerdir.

Maki ve Tsuzaki [6] ile Yang ve Wayman [45,46], termal etki ile meydana gelen ε-martensitenin mikro yapıları ve şekil hatırlama özelliğinin mekanizmasını dislokasyon hareketlerine bağlı olarak ortaya koymuşlardır.

Kikuchi ve Arkadaşları [24] ile Ogawa ve Kajiwara [92], Fe–Mn–Si–Cr–Ni alaşımında zor etkili martensite faz dönüşümünün mikro yapısı ve zorun şekil hatırlama özelliği üzerindeki etkisini taramalı ve geçirmeli elektron mikroskoplarıyla incelemişlerdir.

Kırındı ve Arkadaşları [41,93], şekil hatırlama özelliğine sahip Fe–Mn–Si–Cr– Ni alaşımında homojenleştirme zamanının martensitik dönüşümleri ve mekanik özellikleri nasıl etkilediğini araştırmışlar ve sonuç olarak deformasyon ve termal etkinin martensitik dönüşüme neden olduğunu gözlemişlerdir. Buna ek olarak, alaşımın mekanik özelliklerine homojenleştirme zamanı etkisini gerilme-uzama eğrileri ile açıklamışlardır.

Kırındı ve Dikici [94], Fe–%12,5Mn–%5,5Si–%9Cr–%3,5Ni alaşımında ısıl işlemin martensitik dönüşüm üzerine etkisini incelemişlerdir. Fırında soğutmanın (yavaş soğutma) bir sonucu olarak, 20 ile 100 μm arasında tanecik boyutlarına sahip austenite fazı taneler gözlenmiştir. Bununla birlikte, ε-martensite su verme sonucu oluşan austenite tanecikler de gözlenmiştir. TEM gözlemleri yardımıyla, ε-martensit kristal oluşumunun bir Shoji-Nishiyama türü olduğu görülmüştür.

1.2. Çalışmanın Amacı

Metal ve metal alaşımlarının sahip olduğu mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikler büyük ölçüde bunların içyapılarına bağlıdır. Uygulanan bir dış etki ile malzemenin fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişmelerin nedeni ancak içyapı göz önüne alınarak açıklanabilir. Bir kristal veya amorf yapı içerisindeki atomların dizilme şekilleri, katının hem fiziksel hem de mekanik özelliklerini etkiler. Dolayısıyla herhangi bir dış etki sonucu kristal yapıda meydana gelen değişme, katının fiziksel özelliklerini büyük ölçüde

değiştireceği için bu olay hem bilimsel hem de teknoloji uygulamaları bakımından çok önemlidir [3].

Bu çalışmada, Fe-%16Mn-%4Si alaşımında termal etki ve plastik deformasyon ile oluşan martensite yapıların kristalografik özellikleri ve martensitik dönüşümler için yönelim bağıntıları ortaya çıkarılacak. Farklı ısıl işlem sıcaklığına tabi tutulan ve farklı deformasyona uğratılan numunelerde martensite türlerindeki hacimsel değişim Mössbauer spektroskopisi yardımı ile belirlenecektir. Aynı zamanda Mössbauer spektrumunun analizi ile numunelerin iç manyetik alan değişimi ve manyetik özellikleri belirlenecektir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Austenite–Martensite Faz Dönüşümleri

Sürekli bir maddede; kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan her bölge bir 'faz' olarak tanımlanır. Burada homojen olma, belirli fiziksel şartlar altında özel bir yapıda bulunma şeklinde tanımlanır. Metal ve metal alaşımları, farklı fiziksel şartlar altında farklı fazlarda bulunur. Yapı içerisinde belirli fazlardan oluşan bir denge yapısından değişik fazlardan oluşan bir başka denge yapısına geçiş olayı ise 'faz dönüşümü' olarak bilinir. Katı yapıdaki faz dönüşümleri sırasında atomlar yeni faz yapısını oluştururken yer değiştirirler. Bu yer değiştirmelerde atomların komşuluklarını korudukları dönüşümler katıhal fiziğinde önemlidir [2,5]. Faz dönüşümü, olay sırasında atomların komşuluklarının değişip değişmemesine göre iki ana gruba ayrılır. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz (difüzyonlu) dönüşümleri, dönüşümlerine yayılmalı faz atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de yayılmasız (difüzyonsuz) faz dönüşümleri denir. Metalik sistemlerdeki faz dönüşümleri *çekirdeklenme*, *büyüme dönüşümleri* ve *martensitik dönüşümler* olmak üzere iki ana sınıfa ayrılır [3]. Çekirdeklenme ve büyüme dönüşümlerinde termal uyarma ve yayılma çok önemlidir ve bunlar sabit bir sıcaklıkta meydana geldikleri için izotermal özellik gösterirler [3].

metal alaşımları, atomların yayılmalı Metal ve bir oluşumla ver değiştiremeyecekleri kadar hızlı soğutulduklarında (veya ısıtıldıklarında) yayılmasız faz dönüşümü gösterir ve bu tür bir dönüşüm de martensitik dönüşüm olarak adlandırılır. Büyüklüğü materyalin kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkiler, materyale uygulanırsa faz dönüşümü meydana gelir. Dışarıdan uygulanan fiziksel etkiler austenite (anafaz) ve martensite (ürünfaz) fazlar arasındaki serbest enerji farkını ortaya çıkarır. Ana faz ve ürün faz arasındaki bu enerji farkı ise martensitik dönüşümün meydana gelmesine sebep olur [3,20]. Martensitik dönüşümler yayılmasız dönüşümlerdir ve yalnız katı fazdaki maddelerde gözlenir. Martensite faz dönüşümlerinde aktivasyon enerjisi uygulanabilir değildir. Çünkü aktivasyon enerjisi yalnız yayılmalı faz dönüşümü olan çekirdeklenme ve büyüme için gerekli olan enerjidir [3].

Bu güne kadar martensite faz dönüşümleri hakkında pek çok tanım yapılmıştır. Bu tanımlardan bir kaçı şu şekilde verilir. Kaufman ve Cohen [21] termodinamiğe dayalı faz dönüşümünü; "faz değişimi veya dönüşüm zorlanmasına maruz kalmış bir bölgeden atomların topluca hareket ettikleri, yer değiştirme içeren bir reaksiyondur" diye tanımlar. Christian [3] ise; "basit oluşum mekanizması nedeni ile atomik difüzyonun gerekmediği, serbest enerjinin net bir azalımı ile hızlı bir yeni oluşum" olarak tanımlar. Clapp'ın [20] verdiği tanımlar ise; "bu tür faz dönüşümü, ana ve ürün fazlar arasında belirli bir kristalografik dönme olan, yeni kristal yapının ana yapının belirli

düzlemlerde yerleşik olduğu, heterojen özellikli, belirli bir şekil değişimi ile ortaya çıkan bir oluşumdur", "dönüşümü, uzun–düzende atomik yer değişmelerin olmadığı, belirli kristalografik sistemlerden oluşan ve ikizlenme gibi iç uyum bozukluklarına yol açan bir yapılanmadır" şeklindedir. Durlu [2]; "martensitik dönüşüm, bir atom takımının şekil değişimi ortaya çıkaracak şekilde, bir ara yüz boyunca topluca hareketi ile oluşan bir faz geçişidir" demektedir.

2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri

2.2.1. Austenite Fazın Stabilizasyonu

Ana faz içinde boşlukların artması, uygun çekirdeklenme yerlerini artırarak fazın daha az kararlı olmasını sağlar. Aynı zamanda tane sınırları ve diğer örgü kusurları da çekirdeklenme noktaları olarak davranırlar ve ana fazın kararsız yapıda olmasını sağlarlar. Bu kusurlar tane sınırları içinde dönüşümü engelleyerek alaşımın austenite fazda kalmasını sağlarlar [31].

Genel olarak austenite fazdan martensite faza dönüşümü engelleme işlemine austenite fazın stabilizasyonu denir. Belirli bir zaman aralığında numune, bir sıcaklıkta belli oranda soğutulursa ve daha sonra tekrar soğutma işlemine tabi tutulursa, dönüşüm aniden başlamaz. Sonradan uygulanan bütün sıcaklıklardaki dönüşüm oranı, direk soğutma ile oluşan

dönüşüm oranından daha azdır. Buna göre belirli sıcaklık değerlerinde madde kararlı durumdadır. Stabilizasyonun değeri, numunenin o sıcaklıkta ne kadar süre ile bekletildiğine bağlı olarak değişim gösterir. Soğutma hızı ve dönüşüm miktarı değişkenleri de stabilizasyona katılır. Bu durum genel olmamakla birlikte martensite dönüşüm sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda stabilizasyondan söz edilmez [1,3].

2.2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerin Oluşumu

Fe bazlı alaşımlar yaklaşık olarak 1538 ^oC' de erir. Havasız ortamda oda sıcaklığına soğutulurken yaklaşık 900 ^oC civarında yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıda kristalleşir. Alaşımın bu fazına **austenite** adı verilir. Austenite fazdaki alaşım uygulanan fiziksel etkenler sebebi ile hacım merkezli tetragonal (b.c.t.), sıkı paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) veya hacım merkezli kübik (b.c.c.) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına ise **martensite** adı verilir.

Martensite oluşumuyla ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modelleri, dislokasyon gruplarından oluşan martensite kristal çekirdeklerinin ana faz(austenite) içerisindeki kristal yapı bozukluklarından oluştuğunu varsaymış ve bu daha sonra deneysel gözlemlerle kanıtlanmıştır [12]. Dislokasyon türü çizgisel yapı kusurlarından oluşan martensite çekirdekleri dönüşümün başlarında ana austenite yapı içerisinde gelişi güzel dağılımlı

(heterojen) bir şekilde ortaya çıkar ve dönüşüm ilerledikçe bu çekirdekler büyüyüp, üç boyutta genişleyerek, austenite yapıdan martensite yapıya faz dönüşümü gerçekleşir [12,32].

Martensitik faz dönüşümünde austenite yapı tümü ile martensite yapıya dönüşmez. Dönüşüm sonrası martensite kristalleri homojen olmayan bir dağılımla, austenite yapı içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkar ve değişik şekillere sahip olabilir [33].

2.2.3. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri

Faz, termodinamik açıdan dengede olup yapı içerisinde maddenin makroskopik anlamda homojen olarak bulunduğu termodinamiğin denge halidir. Çeşitli metal ve metal alaşımlarının içyapıları termodinamik kanunlarına göre dengede olup, yapıyı oluşturan atom ve moleküller gibi küçük elemanlarının birleşimi termodinamik sistemi meydana getirir. Bu termodinamik sistem, çevreden yalıtılarak kendi iç şartları içinde yeteri kadar bekletilirse kararlı bir hale gelir ki, bu duruma denge hali denir. Metal ve metal alaşımları ısıtıldığı veya soğutulduğu zaman kimyasal serbest enerjideki değişme nedeniyle yeni bir yapıya dönüşür. Termal etki sonucunda austenite ve martensite fazların temodinamik olarak dengede bulunduğu sıcaklık denge sıcaklığı (T_0) olarak tanımlanır. Austenite fazdan martensite faza dönüşümün başladığı sıcaklık, martensite başlama sıcaklığı (M_s) ve martensite faz dönüşümünün tamamlandığı sıcaklık ise martensite bitiş sıcaklığı (M_f) olarak tanımlanır. Martensite fazın austenite faza tekrar dönüştüğü sıcaklık, austenite başlama sıcaklığıdır (A_s). Austenite fazdan martensite faza dönmüşüm sıcaklığı; alaşımın kompozisyonuna ve daha önce uygulanan fiziksel etkilere bağlı olarak değişir. M_s sıcaklığında kendiliğinden soğumaya bırakılmış dönüşüm miktarından, sıcaklık değiştirilmesi ile oluşan dönüşüm miktarı daha fazladır. Bazı alaşımlarda, alaşımı oluşturan elementlerin alaşımdaki miktarları değiştikçe M_s ve M_f sıcaklık değerlerinin değiştiği deneysel olarak gözlenmiştir [3,34].



Şekil 2.1. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi [21]

DSC (Differential Scannig Calorimetry) ile M_s ve M_f sıcaklıkları tespit edilmektedir. Şekil 2.1' de görüldüğü gibi austenite fazdan martensite faza geçiş T_0 denge sıcaklığına göre değişmektedir. M_s sıcaklığı T_0 sıcaklığından daha düşük bir değere sahiptir [3,21].

Herhangi bir alaşım için her faz; sıcaklığa ve alaşımın kompozisyonuna bağlı bir serbest enerjiye sahiptir. Sabit bileşimli bir alaşım için kimyasal serbest enerjinin sıcaklığa bağlı grafiği Şekil 2.1' de verilmiştir. Kimyasal serbest enerji değişimi

$$\Delta \mathbf{F}^{\alpha \cdot \gamma} = \mathbf{F}^{\gamma} - \mathbf{F}^{\alpha} \tag{2.1}$$

olarak verilir. Eşitlik 2.1'de F^{α} ürün fazın, F^{γ} ise ana fazın kimyasal serbest enerjisini temsil etmektedir. Kristal yapı yüksek sıcaklıklardaki kararlı durumdan, daha düşük sıcaklıklardaki kararlı duruma geçer ve austenite fazdan martensite faza dönüşüm gerçekleşir [21,35].

Austenite-martensite faz dönüşümün gerçekleşebilmesi için ürün fazın serbest enerjisinin ana fazın serbest enerjisinden daha düşük olması gerekir. Dönüşümün meydana gelmesi için gerekli olan fiziksel etkinin yanı sıra dönüşümde kullanılacak olan katının kompozisyonu ve içerisinde bulunan elementlerin miktarının da etkisi çok büyüktür [3,32].

Martensite faz dönüşümlerinin kinetik özelliklerini belirlemek amacıyla yapılan çalışmalar sonucu, atermal ve izotermal özellikli iki değişik martensite oluşumunun varlığı görülür [1,36,39].

Atermal özellikli martensitik faz dönüşümlerinde, dönüşüm çok yüksek hızlarda patlama şeklinde tamamlanır. Bu tür dönüşümlerde martensite fazın oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha düşük sıcaklıklarda yine patlama şeklinde yeni martensite'ler oluşabilir, ancak daha önce oluşan martensite'ler daha düşük sıcaklıklarda hacimce büyüme göstermezler. Bunshah ve Mehl [38], Fe bazlı alaşımlarda termal etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10⁻⁷ sn' de ortaya çıktığını belirlemişlerdir.

Bazı alaşımlarda ise, martensite yapının oluşumu **izotermal** ve gözle izlenebilecek kadar yavaş olabilir [39]. Bu tür dönüşümlerde, M_s sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabilir ve daha önce oluşan martensite kristalleri hacimce bir büyüme gösterebilir. İzotermal martensite dönüşümlerinde M_s sıcaklığı çok kesin olarak belirlenememekte olup, dönüşüm hem zamanın hem de sıcaklığın bir fonksiyonudur.



Şekil 2.2. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi
 b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi
 [39].

2.2.4. Martensitik Dönüşüme Dış Zorun Etkisi

Martensite oluşumu sırasında austenite yapıya dışardan uygulanan mekanik zor da dönüşüm için etkilidir. Dışardan uygulanan küçük zorlar ana fazın bozulmasına (distortion) yol açacağı için martensite oluşumu ile mekanik zor arasında fiziksel bir ilişkinin varlığı düşünülebilir [21,22,23]. Uygulanan zor, martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekir ve M_s sıcaklığı yükselir. Böylelikle (M_s–A_s) aralığı değişecek ve daralacaktır. Şayet dışardan uygulanan zor martensite plakanın oluşumunu engelleyici yönde ise bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden M_s sıcaklığı düşer. Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan yalnızca zor etkisi ile martensite faz dönüşümünün olabileceğini göstermiştir [21,23,24]

M_s sıcaklığının üzerinde bir zor uygulandığı zaman, sıcaklık çok yüksek olmasına rağmen martensite oluşur. Zor uygulanarak martensite'nin oluşabileceği bu yüksek sıcaklık M_d diye isimlendirilir [3]. Cu–Al–Ni alaşımına sabit bir sıcaklıkta uygulanan zor ile martensitik dönüşüm gerçekleştiğinde, kristal austenite başlama sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklığa ısıtılır ve austenite yapı tekrar oluşur [4].

Austenite fazdan martensite faza dönüşüm için iç kuvvetler sürücü kuvvet olarak yeterli olmayabilir. Bunun için de austenite faza dışardan bir ek kuvvet uygulanması veya sıcaklık değişimi ile iç kuvvetin büyütülmesi gerekir. Zor veya termal etki ile austenite fazda meydana gelen mikroskobik hacim değişikliği dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olur. Özellikle Kaufman ve Cohen'in [21] zor ve termodinamik üzerine yapmış oldukları çalışmadan sonra, demir bazlı alaşımların martensite dönüşümünde dış zorun etkisi daha çok tartışılmıştır.
Dış zor veya plastik deformasyon ile austenite yapı martensite yapıya dönüşebildiği gibi bazı durumlarda martensite yapı bir başka martensite yapıya da dönüşebilir. Bir martensitik dönüşüm için zorun uygulanma sıcaklığının M_s sıcaklığının üstünde olması önemlidir. Bu sıcaklığın üzerinde bir sıcaklık aralığında austenite faza veya austenite ve martensite her iki fazın karışımına uygulanan zor dönüşüm için bir tetikleme görevi yapar. Bu şekilde oluşan bir dönüşüm, termal etkiyle önceden oluşmuş çekirdeklenme verlerinde fakat zor etkisiyle gerçekleşir. Yani uygulanan zor ile yeni çekirdeklenme oluşmaz ancak zor öncesi var olan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensite zor-etkili *martensite* (stress-induced) olarak isimlendirilir. Şayet dönüşüm, plastik deformasyon sonucu yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu şekilde oluşan martensite zorlanma-etkili martensite (strain-induced) olarak adlandırılır. Böyle bir dönüşüm alaşımın kolay şekillenebilme özelliğini önemli derecede artırır. Zor-etkili ve zorlanma-etkili martensite'ler birbiriyle kıyaslandığında her ikisi de zor etkisi ile oluşmasına rağmen çekirdeklenmelerinin farklı olduğu görülür. M_s dönüşüm sıcaklığının üstünde bir sıcaklıkta austenite fazda bulunan bir alaşıma dış zor uygulanırsa dönüşüm için gerekli sürücü kuvvet sağlanmış olur. Dışardan uygulanan bu zor ile alaşım içinde bazı bölgelerde dönüşüm meydana gelir [25]. Zor etkili martensite'nin kinetiği; M_s sıcaklığına, alaşımın kompozisyonuna, austenite miktarına, austenite ve martensite sertliğine ve uygulanan zorun etkisine bağlıdır [25,26].

Atomların birlikte hareketinin bir sonucu olarak kristalde gözlenen şekil bozulması plastik deformasyonun varlığını kanıtlar. Martensite yapının oluşumu sırasındaki şekil değişimi austenite yapı tarafından sınırlandırılır. Şekil değişimini önlemek üzere çevre matris tarafından oluşuma karşı zor uygulanır. Dolayısıyla elastik zorlanmalar bu zorları gidermek için yeterli değildir. Bu nedenle gözlenen bozulmanın elastik sınırlar içerisinde açıklanması mümkün değildir. O halde dönüşüm bölgesi önemli miktarda plastik deformasyon geçirmek zorundadır. Bu tamamlayıcı deformasyon, dislokasyonların hareketi ile oluşturulabilir. Bu durumda, tam (perfect) dislokasyonların hareketi kayma türü yapısal bozukluklar ortaya çıkarırken kısmi (partial) dislokasyonların hareketi sonucu yığılma kusurları veya içsel ikizlenme türü yapı kusurları oluşur [1].

Plastik zorlanmanın neden olduğu martensite'nin oluşum mekanizması ve morfolojisi atermal olarak meydana gelen martensite'ninkinden farklı olmasına rağmen oluşan bu martensite'lerin kinetik ve kristalografik özellikleri benzerdir [27]. Diğer kusurlar da dönüşüm kinematiği üzerinde baskın bir etkiye sahiptir. Yapılan çalışmalarda austenite tane boyutu, dislokasyon yoğunluğu artan austenite başlama sıcaklığı ile dönüşümün türünde önemli bir faktördür.

Durlu [27] 'nun yapmış olduğu çalışmalarda zorlanmanın neden olduğu martensite'nin oluşumunda deformasyonun etkisi Mössbauer ve TEM çalışmalarında incelenmiş ve dislokasyonların etkisi gözlenmiştir.

2.2.5. Fe Bazlı Alaşımlarda Martensitik Dönüşümler

Metal alaşımlarında kütlece en fazla kullanılan metale alaşımın bazı, yapısında kütlece en fazla demir kullanılan alaşımlara ise demir bazlı alaşım denir.

Özellikle demir bazlı alaşımlarda oluşan martensit kristalleri dönüşüm koşullarına bağlı olarak çok geniş bir yapısal çeşitlilik gösterirler. Gerek yapısal ve gerekse kristalografik açıdan, demirli alaşımlarda oluşum mekanizmasını genel modellerle eksiksiz açıklamak henüz başarılamamış bir konudur. Kristalografik teoriler, faz dönüşümü sırasında ortaya çıkan şekil bozulmasını açıklarken, önce homojen bir örgü zorlanması, sonrada kristal örgüyü bozmadan oluşan heterojen özellikli bir zorlanmanın varlığını öngörürler. Bu çesit bir homojen zorlanma, ana fazın kristal birim hücresini ürün fazın birim hücresine dönüştürür. Doğal olarak bu tür bir dönüşüm, kristal yapıda bozulmamış bir ara yüzün varlığını sağlayamaz. Gözlemler böyle bir ara yüzün var olduğunu gösterdiği için, ikinci bir zorlanma ile bunun gerçekleşmiş olması gerekir. İşte bu ikinci zorlanma, ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) gibi birim hücreyi bozmadan hacimsel yapı bozukluğu oluşturabilen bir oluşumdur. Mikroskopik gözlemler bu tür oluşumların varlığını baştan beri kanıtlamıştır. Bilindiği gibi, austenite-martensite faz dönüşümünün oluşumunu gerçekleştiren etken, iki faz arasındaki serbest enerji farkıdır, bu fark bir sürücü kuvvet ortaya çıkartır ve dönüşüm oluşur. Sıcaklık değişimleri gibi, ana faza uygulanan dış mekanik zorlar da bu etkiyi

sağlayabilir. Hem sıcaklık, hem de dış zor yapıyı aynı anda etkilerse yine aynı geçiş olabilir. Kısaca, yapısal olarak, tek bir alaşımda bile aynı tür dönüşümlerin ne kadar farklılıklar ortaya koyabileceği görülmektedir [30].

2.2.6. Fe-Mn-Si alaşımlarının martensit yapıları

Fe-Mn-Si esaslı alaşımlarda martensitlerin yapısı alaşım sistemine ve alaşımın kompozisyonuna bağlıdır. Demir bazlı alaşımların teknolojik olarak kullanılabilir olanlarının birçoğu fcc→bct, fcc→hcp ve fcc→fct dönüşümleri ile ilgilidir. Fcc→bct dönüşümlerinde, bct martensit yapının tetragonalliğinin büyük olması tercih edilir. Bunun sebebi martensitteki ikizlenme eşik enerjisinin düşük tutulmak istenmesidir. Bu durum ise dönüşüm esnasında martensit plakaların daha iyi hareket etmesini sağlar. Marensitte düşük bir ikiz sınır enerjisi, dislokasyonların yoğunluğunu düşürmek için önemli bir faktördür [29].

Genellikle hcp yapıya sahip ε-martensit fazının termal ya da zor etkili olarak meydana geldiği ve α' martensit fazının ise daha çok düşük Mn içeren kompozisyonlarda, ε-martensit plakalarının arasında olustuğu bilinir. Bununla birlikte Fe-Mn-Si alaşımlarında özellikle termomekaniksel işlemler sonucu ya da farklı işlemler sonucu başka tiplerde martensit fazları veya dönüşüm fazları da görülebilir. Wang ve arkadaşları, bazı mekaniksel işlemler sonucu

Fe-30Mn-6Si alaşımında 8H dönüşüm fazına, aynı işlemler sonucunda Fe-28Mn-6Si-5Cr alaşımında ise 4H ve 6H yapılarına rastladıklarını belirttiler. Tabiki diğer martensit yapılarında olduğu gibi bu yapıların çekirdeklenmesi de bir istiflenme hatası mekanizmasına dayanmaktadır. İstiflenme hataları, fcc ana fazında her bir {111} düzlemi üzerinde yığılırlar ancak buna ilaveten <111>fcc doğrultusunda farklı tekrarlanan periyotlarda yığılırlar. n değerinin periyodik bir yapı içerisinde birbirini tekrar eden katmanları temsil ettiğini düşünelim. n=2 olduğunda, ABAB.... sırasını takip eden hcp martensit yapısı meydana gelir. 2H martensit yapısının, herbir {111} sıkı paket düzleminde Shockley kısmi dislokasyonlarının kayması ile çekirdeklendiği bilinmektedir. n=5 olduğunda, 5H martensit yapısı, fcc ve hcp fazlarının birer biriminin birleşmesi (ABC+AB) ile meydana gelir. Şekil 2.3. de, bu durumda meydana gelen istiflenme sonucu, fcc fazın herbir dördüncü sıkı paket düzlemde kısmi dislokasyonların kayması ile martensit yapının olustuğunu göstermektedir [28]. n=6 olduğunda, tekrarlanan istiflenme ABCACB şeklinde gerçekleşir. n değerinin 6 dan yüksek olduğu durumlarda, oluşan uzun periyotlu istiflenmelere göre, 8H ve 18R gibi martensitikyapılar meydana gelebilir [28].

ABCABABCABABCABABCABA... 5H yapısı

$\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow\downarrow\downarrow\downarrow\downarrow\downarrow\downarrow\downarrow$

ABCABCABCABCABCABCABC... FCC yapısı

Şekil 2.3. 5H yapısı için sıkı paket düzlemlerin kesme mekanizması [28].

2.2.7. Martensite Faz Dönüşümlerinin Yapısal ve Kristalografik Özellikleri

Austenite-martensite faz dönüşümlerinin difüzyonsuz olması sebebiyle dönüşümden sonra kristalografik olarak bir çok değişik oluşum meydana gelir. Dönüşüm koşullarına bağlı olarak, özellikle Fe bazlı alaşımlarda oluşan martensite kristalleri çok geniş yapısal çeşitlilik gösterirler. Yapısal ve kristalografik açıdan yalnızca Fe bazlı alaşımlarda bile oluşum mekanizmasını genel modeller ile açıklamak henüz başarılamamıştır [2,37,43].

Martensitik faz dönüşümünde atomlar, komşuluklarını koruyarak yer değiştirirken, kristalografik olarak tüm yapı, bir yapıdan başka bir yapıya geçer. Yapının değişmesi ile austenite-martensite yapılar arasında kristalografik **dönme bağıntısı** (orientation relationship) ortaya çıkar. Martensite faz dönüşümlerinin kristalografik özellikleri üzerine yapılan çalışmalarda iki kristalografik yapı arasında sınır özelliği taşıyan, bozulmamış ve dönmemiş olan düzlem **alışım düzlemi** (habit plane) olarak isimlendirilir. Şekil 2.4' de austenite ve martensite yapılar arasındaki alışım düzlemi görülmektedir. Dönüşümden sonra meydana gelen makroskobik değişme kristalin dış yüzeyinden de kolayca gözlenebilir [1,37,43].



Şekil 2.4. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite yerleşim düzlemi

Martensitik faz dönüşümleri bir kristalografik yapıdan diğerine dönüşme şeklinde gerçekleşir, genelde f.c.c. yapıdan b.c.c.veya h.c.p. yapıya ya da b.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya dönüşme şeklindedir. Bu dönüşümlerden en çok bilinen genelde Fe bazlı alaşımlarda görülen f.c.c. yapıdan b.c.c. yapıya dönüşme şeklinde olup, bu tür bir dönüşme kristalografik olarak kesme (shear) mekanizması ile gerçekleşir. Yani dönüşme sonucunda ana ve ürün kristal yapıların bazı düzlem ve doğrultuları arasında belirli açılar gözlenir ve ilişki kristalografik dönme bağıntısının ortaya çıkmasına sebep olur [1,11,13].

2.2.7.1. F.c.c. – B.c.c. Faz Dönüşümü

Şekil 2.5' de verilen f.c.c. ve b.c.c. birim hücreleri göz önüne alınarak kesme mekanizmalarını açıklayabilmek için, f.c.c. yapıdan b.c.c. yapıya dönüşümün mekanizması düşünülür. Yapılar arasındaki dönme bağıntılarını görmek için de bu yapıların örgü uyumlarını görmek yeterlidir. Bu yapılar arasındaki kristalografik dönme bağıntıları dikkate alındığında, bir yapıdan diğer yapıya dönüşüm, yapıların birim örgü hücresindeki atomların küçük yer değiştirmeleri ile gerçekleşir.



Şekil 2.5. a) f.c.c. kristal yapı, b) b.c.c. kristal yapı

Fe-C alaşımlarında, Kurdjumov ve Sachs (K-S) tarafından önerilen dönme bağıntısı

$$(111)_\gamma$$
 // $(011)_lpha$, $[\overline{1}01]_\gamma$ // $[\overline{1}\overline{1}1]_lpha$

şeklinde yazılır. İki örgü arasındaki paralel doğrultular aynı zamanda Burgers vektörüne paraleldir. Fe-Ni alaşımlarında iki yapı arasındaki ilişki

$$(111)_{\gamma}$$
 // $(011)_{lpha}$, $[\overline{1}\overline{1}2]_{\gamma}$ // $[0\overline{1}1]_{lpha}$

şeklinde verilir. Bu yönelim ilişkisi, Nishiyama (N) yönelim ilişkisi olarak bilinir. N ilişkisinde $(111)_{\gamma}$ düzlemi en az dört düzlemden birisine paralellik gösterir.



Şekil 2.6. (111)_γ düzlemindeki kesme doğrultuları **a)** N ilişkisi, **b)** K-S ilişkisi [44].

Belirtilen bu yönelim ilişkileri alaşımın kompozisyonu ile değişir.



Şekil 2.7. Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama'nın ileri sürdükleri γ→α dönüşümlerinde kesme mekanizmaları arasındaki ilişki [1]

Şekil 2.6.a' da gösterildiği gibi bir düzlemde en az üç doğrultu seçilebilir. Böylelikle α kristal yapısı γ kristal yapısı içinde 12 farklı yönelime sahip olabilir [1,44]. K-S ilişkisinde ise dört çeşit düzlem kıyaslanabilir. Fakat bir $(111)_{\gamma}$ düzleminde eşdeğer altı kayma doğrultusu yer alır ve Şekil 2.6.b' de gösterildiği gibidir. Oluşan bu üç çift kayma doğrultularında, çiftleri oluşturan kayma doğrultuları birbirlerine zıttır. Şekil 2.7' de gösterildiği gibi K-S ilişkilerinde 24 değişik durum vardır, α yapıdan elde edilen K-S yönelimleri N bağıntısından elde edilen yönelimlerden sadece 5.16° farklıdır [1,6].

2.2.7.2. B.c.c. – H.c.p. Faz Dönüşümü

Genellikle bu tür martensitik dönüşüm Li, Ti, Zr, Hf metal ve alaşımlarında görülür, ilk kez Zr metalinde gözlenmiştir. Bu dönüşümü açıklamak için Burgers tarafından verilen model geçerlidir. Burgers tarafından önerilen kristalografik modele göre b.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya dönüşüm iki adımdan oluşmaktadır (Şekil 2.8). Birinci adımda b.c.c. yapının [111] doğrultusu boyunca bir kesme ve ikinci adımda da b.c.c. yapının (110) düzleminde kayma ile h.c.p. yapıya dönüşüm gerçekleşir. Burgers tarafından önerilen dönme bağıntısı

olarak verilir.



Şekil 2.8. Burgers tarafından önerilmiş olan b.c.c.→h.c.p. dönüşümünde kesme mekanizması

2.2.7.3. F.c.c. – H.c.p. Faz Dönüşümü

F.c.c.→h.c.p. türü martensite (ε martensite) faz dönüşümü; ana faz austenite yapı içindeki sıkı paket düzlemlerinin yerleşimi ile yakından ilişkilidir. Dönüşümü daha kolay açıklayabilmek için f.c.c. ve h.c.p. yapılar arasındaki ilişki incelenir. F.c.c. ve h.c.p. yapılar sıkı paketlenmiş düzlemlerden meydana gelir ve bu iki yapının sıkı paketlenmiş düzlem ve doğrultulan bir birine paralel olarak yerleşir [44].



Şekil 2.9. a) f.c.c. yapının <111>_{f.c.c.} doğrultusunun, b) h.c.p. yapının <0001>_{h.c.p.} doğrultusuna paralel olacak şekilde gösterimi

Şekil 2.9' da görüldüğü gibi f.c.c. yapının sıkı paket düzlemleri olan {111} düzlemlerindeki atomları sırası ile A, B, C, D,... olarak tanımlarsak D tabakasındaki atomlar A tabakasındaki atomlar ile özdeştir. Böylece f.c.c. yapıda kristalleşen bir kristal için yapının {111} düzlemlerinin tabaka sıralanışının ABCABC... şeklinde olduğu görülür. F.c.c. hücresinin <111> doğrultusu, h.c.p. hücresinin <0001> doğrultusuna paralel olacak şekilde, f.c.c. ve h.c.p. yapılarının gösterimi Şekil 2.9' da verilmiştir. Hekzagonal sıkı paketlenmiş bir metalde ikinci tabaka üzerindeki atomlar, birinci tabakadaki boşlukların üzerinde ve üçüncü tabakadaki atomlar ise birinci tabakadaki atomların üzerindedir.

Hekzagonal bir yapıda ardışık tabakaların yığılım sırası ACACAC... şeklinde gösterilir, f.c.c. ve h.c.p. yapıların her ikisi de sıkı paketlenmiş yapı olup aralarındaki tek fark tabakaların yığılma sırasıdır. Şekil 2.10 ve Şekil 2.11' de h.c.p. ve sıkı paketlenmiş f.c.c. yapılarda atomların yığılım sırası şematik olarak kürelerle gösterilmiştir.



Şekil 2.10. h.c.p. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi



Şekil 2.11. Sıkı paketlenmiş f.c.c. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi

İlk olarak ε türü martensite, Kobalt metalinin yüksek sıcaklıklarda f.c.c.
yapıdan yavaş soğutma ile h.c.p. yapıya dönüşümü sırasında gözlenmiştir
[1], ε türü martensite ile austenite yapı olan f.c.c. arasındaki yönelim ilişkisi

olarak verilir ve bu yönelim ilişkisi Shoji-Nishiyama (S-N) ilişkisi olarak isimlendirilir.



Şekil 2.12. a-b) f.c.c.→h.c.p. dönüşüm mekanizması, c) f.c.c.→h.c.p. dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu [1,6]

Şekil 2.12 ' de iki fazında atomik yer değiştirmeler $[1\overline{1}0]$ ve $[11\overline{2}0]$ doğrultularında gösterilmiştir. Bu şekilde kapalı ve açık dairelerin atomik düzlemdeki yerleşimleri gösterilmiştir. Şekil 2.12 ' den de görülebileceği gibi birbirini izleyen f.c.c. yapıdan h.c.p. martensite yapıya dönüşüm sırasında (111) f.c.c. düzlemi ile bitişik olan iki düzlem $[11\overline{2}]_{f.c.c.}$ doğrultusunda a / $6^{1/2}$ (a örgü parametresi) kadar yer değiştirmiştir. F.c.c. örgüsündeki bu kesme miktarı 19.5° dir [6,45,46].

2.2.8. Martensitik Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri

Austenite-martensite faz dönüşümü, katı içerisinde 10⁻⁷ sn gibi çok kısa bir sürede meydana geldiğinden oluşum sırasında gözlenemez ve bu nedenle dönüşümün kristalografisi ancak dönüşüm öncesi ve sonrası iki faza ait kristalografik yapılar incelenerek ortaya konabilir.

Martensitik dönüşümün kristalografisi üzerine geliştirilen teorilerin çıkış noktasını değişmeyen düzlem zorlanması oluşturmuştur. Çünkü dönüşüme ait kristalografik özellikler ancak değişmeyen düzlem zorlanmasıyla tanımlanabilmiş ve kristalografik teoriler bu zorlanmayı baz alarak yönelim sekil bağıntıları, habit düzlemleri. değişimi ve diğer dönüsüm karakteristiklerini açıklamışlardır [47,48]. Martensitik faz dönüşümlerinde, atomların komşuluklarını koruyarak, bir kristal yapıdan diğerine nasıl geçebileceği konusundaki ilk kristalografik model 1924 yılında Bain [49] tarafından ortaya konulmuştur. Bain tarafından austenite-martensite faz dönüşümlerinde, atomik hareketler için detaylı inceleme yapılmıştır. Kurdjumov, Sachs ve Nishiyama f.c.c.→b.c.c. dönüşümünü incelerken Burgers Zr metalinde b.c.c.→h.c.p. dönüşümünü incelemiştir [37]. Aşağıda değinilen teoriler homojen (Bain) ve inhomojen (shear) zorlanma kısımlarının her ikisini de kapsamaktadır [50]. Wechsler, Lieberman ve Read (WLR) [50], Bowles ve Mackenize (BM) [51,52] teorileri en genel şekilde uygulanabilir ve ana faz ve martensite arasındaki dönmeyen ve bozulmayan düzlem olan alışım düzlemine göre formülleştirilir. Bu da doğal olarak iki faz arasındaki vönelim ilişkisini vermektedir [53].



Şekil 2.13. Bain Dönüşümü

α(b.c.c) yapının γ(f.c.c.) yapıdan austenite küp eksenlerinden birinin % 20 civarında bir büzülme ve ona dik doğrultularda % 12 lik bir uzamayla elde edilebileceği Bain tarafından gösterilmiştir. Dönüşüm mekanizmasında, dönüşümden önce ve sonra atomik komşulukların korunduğu kabul edilir [1,50]. Bain, austenite yapının deformasyonu için Şekil 2.13' de verilen modeli ortaya koymuştur. Böyle bir homojen bozulma bir örgüyü başka bir örgüye dönüştürür. F.c.c. den b.c.c. veya b.c.t. dönüşüm özel bir durumdur ve Bain Bozulması olarak isimlendirilir.

 $[x_1, x_2, x_3]_b$ b.c.c. yapıdaki örgü vektörü, $[x_1, x_2, x_3]_f$ f.c.c. yapıdaki örgü vektörü olarak verilir. Bain Uyumuna göre örgü vektörü bileşenleri

$$(X_1)_b \sim (X_1 - X_2)_f, \ (X_2)_b \sim (X_1 + X_2)_f, \ (X_3)_b \sim (X_3)_f$$
 (2.2)

şeklinde verilir. Bu ifadeyi matris formunda ifade edersek

$$\begin{bmatrix} x_{1} \\ x_{2} \\ x_{3} \end{bmatrix}_{b} = \begin{bmatrix} 1 & \overline{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_{1} \\ x_{2} \\ x_{3} \end{bmatrix}_{f} \text{ veya tersi}$$
(2.3)
$$\begin{bmatrix} x_{1} \\ x_{2} \\ x_{3} \end{bmatrix}_{f} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 \\ \overline{1} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_{1} \\ x_{2} \\ x_{3} \end{bmatrix}_{b},$$
(2.4)

örgü düzlemleri arasındaki uyum

$$(h_{1} \quad h_{2} \quad h_{3})_{b} = (h_{1} \quad h_{2} \quad h_{3})_{f} \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 \\ \overline{1} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 2 \end{bmatrix}$$
veya tersi (2.5)
$$(h_{1} \quad h_{2} \quad h_{3})_{f} = (h_{1} \quad h_{2} \quad h_{3})_{b} \begin{bmatrix} 1 & \overline{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$
(2.6)

şeklinde yazılır. Buradaki kare matrisler Bain Uyum Matrisleri olarak adlandırılırlar [1].

Kristalografik teoriler, faz dönüşümü sırasında ortaya çıkan şekil bozulmasını açıklarken, önce homojen bir örgü zorlanmasını, sonra da kristal örgüyü bozmadan oluşan heterojen özellikli bir zorlanmanın varlığını kabul ederler. Ana fazın f.c.c. kristal birim hücresini b.c.c. birim hücresine dönüştüren Bain Zorlanması (homojen zorlanma) kristal yapıda bozulmamış düzlem ve doğrultu bırakmaz. Gözlemler değişmez bir ara yüzün var olduğunu gösterdiği için, ikinci bir zorlanma ile bunun gerçekleştirilmiş olması beklenir, işte bu ikinci zorlanma, ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) gibi birim hücreyi bozmadan hacimsel yapı bozukluğu oluşturabilen oluşumlardır. Mikroskobik çalışmalar bu tür oluşumların varlığını baştan itibaren kanıtlamıştır. Martensite faz dönüşümde meydana gelen kayma, ikizlenme kusurları, yığılma kusurları, dislokasyonlar gibi örgü kusurları arasındaki ilişki tam olarak açıklanamamıştır [1,2].

Austenite-martensite faz dönüşümlerinin geometrik özelliklerinden ayrıntılı atomik yer değiştirmeleri ve yer değiştirmenin meydana geliş mekanizmasını anlamak için değişik çalışmalar yapılmıştır [50,52]. Bu teorilerden biri olan WLR teorisi martensite plakaların üzerinde şekillendiği austenite düzlemlerinin, austenite ve martensite kristal eksenleri arasındaki yönelim bağımlılığının ve gözlenen makroskobik bozulmaların hesaplanmasını mümkün kılar. Bu hesaplamalar için gerekli olan sadece austenite ve martensite fazların örgü sabitleridir.

WLR teorisi

F = R B S

(2.7)

denklemiyle verilir. Eşitlik 2.7 denkleminde **F** (shape strain) toplam şekil deformasyonunu, **B** Bain zorlanması, **S** basit kesme zorlanması ve **R** katı cisim dönmesini temsil etmektedir. Bu denklemlerde verilen **R**, **B** ve **F** (3x3) tipinde matrislerdir [50].

BM teorisi mekanizma olarak WLR teorisine benzer fakat hesaplama üstünlükleri sağlayacak şekilde oluşturulur. BM teorisi

$$\mathbf{F} \, \mathbf{C} = \mathbf{R} \, \mathbf{B} \tag{2.8}$$

denklemi ile verilir. Burada **C** tamamlayıcı kesmedir (complementray shear). **F**, **R** ve **B** ise WLR teorisinde tanımlandığı gibidir. (2.8) denklemi

$$\mathbf{F} = \mathbf{R} \mathbf{B} \mathbf{C}^{-1}$$
 şeklinde yazılır. (2.9)

Elektron mikroskobu deneylerine göre az da olsa bazı martensite kristallerinde, ikizlenme ve kayma türü şekil bozulmalarının sayısının yukarıda anlattığımız teorilerin aksine birden fazla olabileceğini gösterdi [2]. Ross ve Crocker ve Acton ve Bavis ikili bozulma teorileri olarak tanımlanan yeni teorileri geliştirdiler. Bu teorilerde toplam şekil değişimini oluşturan bileşenler WLR ve BM teorilerindekiyle aynı olmakla birlikte, kristal örgüyü değiştirmeyen şekil bozulmasının iki tane olabileceği düşünülmüştür [37].

$$\mathbf{F} = \mathbf{B} \, \mathbf{S}_1 \, \mathbf{S}_2 \, \mathbf{R} \tag{2.10}$$

Şeklinde olur. Burada **B** Bain bozulmasını, **R** dönmeyi, **F** toplam şekil değişimini göstermektedir.

Bowles ve Dunne [54] **S** bozulması yerine plastik bozulmayı da öngören farklı bir çalışma yapmışlardır. Bu çalışmaya göre

$F = R B C^{-1} P$ (2.11)

şeklinde toplam şekil bozulması verilmiştir. Burada **C** tamamlayıcı kesme, **P** ise plastik bozulmayı göstermektedir. Ancak daha sonraki martensite kristalografisi üzerinde yapılan çalışmalarla ne tek kesme (ya da tek

bozulma) teorilerinin ne de çift kesme teorilerinin bazı dönüşümlerde gözlenen şekil zorlanmasını açıklayamayacağı, olayı açıklamak için toplam şekil deformasyonunun

$$F = B R S_{n...} S_2 S_1$$
 (2.12)

şeklinde ilave kesmelerle verilmesi gerektiği ortaya konmuştur. Böylece oldukça karmaşık yapıya sahip olan çoklu kesme teorileri doğmuştur [47].

2.2.9. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi

Gerçek kristaller atomik yapılarında kusur içerirler ve bu kusurlar kristalin belirli bölgelerindeki eksik veya düzensiz olarak yerleşen atomların oluşturduğu yapılardır. Bu yapılar; nokta, çizgi, yüzey ve hacim kusurları olarak isimlendirilir. Kristal içindeki çizgi kusurları genel anlamda dislokasyon olarak isimlendirilir. Dislokasyonların oluşum özellikleri ve türü Burgers vektörü (\vec{b}) ile tanımlanır [44]. Burgers vektörü, belirli bir kristal düzlemindeki atomlar çizgisel boyutta konumlarını değiştirdiğinde, kristal sınırını tamamlayan bir vektördür. Kristal yapıda elastik olarak zorlanmış bölgelerde depolanmış enerjinin büyüklüğü, birim hacim başına zorlanmanın karesi ile orantılıdır. Belirli bir nokta için zorlanma Burgers vektörünün karesi ile orantılı olduğundan toplam zorlanma enerjisi de Burgers vektörü ile orantılı olur [44,55].

oluşan Plastik bozulmanın varlığını, atomların toplu hareketleriyle dönüşümler sonucunda meydana gelen şekil bozulması kanıtlar. Gözlenen bu bozulmanın elastik sınırlar içinde açıklanması mümkün değildir. Martensitik dönüşüm sırasında meydana gelen plastik bozulmada çizgisel yapı kusuru olan dislokasyonların varlığının ve hareketlerinin büyük rolü vardır. Tam (perfect) dislokasyonların hareketi sonucu kayma (slip) türü, kısmi (partial) dislokasyonların hareketi ile de yığılma kusuru (stacking fault) veya iç ikizlenme (internal twins) türü yapısal bozukluklar ortaya çıkar, özellikle dönüşüm sıcaklığı düşük olan alaşımlarda ikizlenme türü yapı bozuklukları daha sık ortaya çıkmaktadır. Martensitik dönüşümlerde bu tür kusurların yanı sıra, dislokasyonlar ve bunların hareketi sonucu ortaya çıkan düzlemsel özellikli yığılma kusurları da oluşur [1,32].

Plastik deformasyon meydana ile gelen kaymalar, dislokasyon hareketlerinden başka bir şey değildir ve kısmi dislokasyon durumunda yığılma hatası kristal içindeki dislokasyonları harekete geçirir. Meydana gelen bu dislokasyon hareketi kristal içerisinde kalır ve küçük kusurları oluşturur. Kayma ile meydana gelen bozulmanın yerine bazı alaşımlarda düşük sıcaklıklarda ikizlenme kusurları meydana gelir, ikizlenmeler; dönüşümlerden sonraki küçük yer değiştirmeler sonucu oluşan ince yapılardır ve yapının köşelerine doğru kalınlaşırlar. Bu şekilde meydan gelmiş ikizlenmeler 'internal twins' ve meydana gelmiş ikizlenme kusurları da 'twins faults' olarak bilinir ve bu ikizlenme kusurları ikizleme sınırlarında gözlenir. Bu kusurlar ilk

olarak optik mikroskoplarda çekilen fotoğraflarda gözlenmiş ve daha sonra X-Ray deneylerinde de doğrulanmıştır [1].

Dislokasyonlar yani çizgisel yapı kusurları, bir yapı içerisinde en sıklıkla görülen yapı kusurlarıdır. Dislokasyonlar, genel olarak kristal yapı içerisinde yerlerini değiştirmiş olan atomların oluşturduğu bir çizgi olarak düşünülebilir. Bir katıda meydana gelen dislokasyonlar sonucu atomlar denge konumlarından ayrılırlar ve böylece çizgi çevresinde gerilmeler oluşarak bir şekil değiştirme enerjisi depo edilir. Dislokasyonların ortaya çıkardığı bölgeler bozulmamış bölgelere göre daha yüksek enerjili bölgelerdir [56].

Araştırmalara göre, martensitik oluşumun çekirdeklenme aşamasında dislokasyonların büyük önem taşıdığı ortaya konmuştur. Dislokasyonların bulunduğu bölgeler, çekirdeklenmeler için daha küçük bir aktivasyon enerjisi gerektirdiğinden, bu bölgelerde çekirdeklenme olasılığı en büyüktür. Ayrıca dönüşüm sırasında ortaya çıkan çekirdeklenmeler, dislokasyonların zorlanma enerjilerini küçülteceklerinden martensite çekirdeği oluşturacak atomlar, dislokasyonlar tarafından çekilerek çekirdeklenme oluşumunu kolaylaştırabilirler. Böylece çekirdeklenmeler daha çok dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkmış olurlar [11].

2.2.10. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde Manyetizmanın Etkisi

Termal dengedeki klasik bir sistemde, manyetik alan altında dahi manyetik moment oluşması imkansızdır. Serbest bir atomun manyetik momenti başlıca üç sebepten kaynaklanabilir. Bu nedenler; elektronların sahip oldukları spinlerden, yine elektronların çekirdek etrafındaki yörünge açısal momentumunlarından ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentleri olarak ifade edilebilir.

Saydığımız bu etkenlerden ilk ikisi mıknatıslanmaya paramanyetik, üçüncüsü ise diyamanyetik olarak katkıda bulunur. Örneğin, hidrojen atomunun 1s taban durumunda yörünge momenti sıfır olup, manyetik moment elektron spininden kaynaklanır ve bir de küçük diyamanyetik katkı içerir. Helyum atomunun 1s² taban durumunda hem spin hem de yörünge momenti sıfır olup, manyetik moment sadece dış alandan kaynaklanır.

Atomların tamamen dolu olan yörüngelerinde spin ve yörünge momentleri sıfır olup bu atomların manyetik momentleri sadece dolmamış yörüngelerden kaynaklanır [57].

2.2.10.1. Manyetizma ve Manyetizma Çeşitleri

Herhangi bir maddenin manyetik durumu, mıknatıslanma vektörü (**M**) adı verilen bir büyüklükle anlatılır. Mıknatıslanma vektörünün büyüklüğü, maddenin birim hacmindeki net manyetik momentine eşittir. Bir maddedeki toplam manyetik alan, hem dışarıdan uygulanan alana, hem de maddenin mıknatıslanmasına bağlıdır.

$$\mathbf{M} = \chi \mathbf{H} \tag{2.13}$$

olarak yazılır. Burada **M** mıknatıslanma şiddeti, **H** manyetik alan şiddeti ile orantılıdır. χ ise manyetik alınganlık (duygunluk) olarak adlandırılan boyutsuz bir çarpandır.

 χ pozitif olduğunda **M** mıknatıslanma vektörü, **H** manyetik alan vektörü ile aynı yönlüdür ve maddemiz paramanyetiktir. Maddemiz diyamanyetikse, χ negatif olup, **M** mıknatıslanma vektörü, **H** manyetik alan vektörüyle ters yönlüdür. **M** mıknatıslanma şiddetini veren bağıntı, özellikle paramanyetik ve diyamanyetik maddeler için geçerli olup ferromanyetik maddeler için geçerli değildir.

Manyetik alan etkisinde bir maddenin kazanmış olduğu mıknatıs özelliğinin derecesine o maddenin manyetik geçirgenliği denir. Serbast uzayın manyetik geçirgenliği μ_0 olmak üzere, bir maddenin manyetik geçirgenliği

$$\chi = \mu_0 M / H$$
 (SI) (2.14)

şeklinde ifade edilir.

Maddeler, manyetik geçirgenliklerine göre üçe ayrılır;

- Diyamanyetik $\chi < 0$
- Paramanyetik $0 < \chi < 1$
- Ferromanyetik $\chi > 1$

olarak ifade edilir [57].

2.2.10.2. 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 yerlesmis olan manyetik momentleri, alanın yönüne çevirmektir. Bu yüzden χ burada pozitiftir (μ >1) deneysel yönden paramanyetizma ve diyamanyetizma arasındaki fark alınganlığın isareti farkında yatmaktadır. Ayrıca sıcaklığa bağlılığı farkı vardır. Paramanyetizma alan kararlılık olan termal hareketlere karsı isleyeceğinden burada sıcaklığa daha kuvvetli bağımlılık görülür, diyamanyetizma ise sıcaklıkla yapılacak isi yoktur. Her iki halde de alan siddetine bağımlı değildir. Ferromanyetizma, χ

paramanyetizmanın (bütün elektronların manyetik momentlerinin paralelliğinden doğan) asırı halinin uzatılmasıdır. Bu durumda katı olan sadece dıs alan olmayıp manyetik dipollerden ileri gelen iç alanda da olabilir. Termal hareketler çök büyük değilse, manyetik momentlerin tamamının sıralanması mümkündür. Bu yüzden ferromanyetizma belli bir sıcaklığın altında görülür. Belli bir noktanın üstünde ferromanyetikler, paramanyetiktir. Oda sıcaklığında Fe, Ni ve Co ferromanyetiktir [58].

2.2.10.2.1. Diyamanyetizma

Atomları sürekli manyetik dipol momente sahip olmayan maddelere diyamanyetik denir. Manyetik alan uygulanmasıyla elektriksel değişmeden olusur. Bu tip manyetizma diğer tip manyetizmaların tamamen yer almadığı Bi, Cu, Ag ve Au gibi malzemelerde görülür. Her çeşit madde de birlikte diyamanyetizma etkisi olmakla paramanyetizma veya ferromanyetizmaya göre zayıftır. İki elektronunun manyetik momentlerinin büyüklükleri eşit fakat yünleri 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. Süper iletkenler kritik sıcaklıkların altında özdirenci sıfır olan maddelerdir. Süper iletkenlerin mükemmel diyamanyetik özellik gösterdiklerini biliyoruz. Sonuçta süper iletken içindeki manyetik alan sıfır olacak şekilde uygulanan alanı dışlar [58].



Şekil 2.14. Diyamanyetik malzemenin atomları

Şekil.2.14' de diyamanyetik malzemelerin atomları görünmektedir. Bu atomların hiçbiri net manyetik momente sahip değildir.

2.2.10.2.2. Paramanyetizma

Paramanyetizma pozitif fakat küçük manyetik alınganlığa sahiptir. Sürekli manyetik dipol momenti olan atomların varlığından kaynaklanır. Bu dipoller çok zayıf etkilesimde bulunur. Atomlar ancak çizgisel şekilde sıralandıklarında bir manyetik etki gösterebilir. Paramanyetik çok düşük sıcaklıklarda manyetik alan uygulaması sonucu çok kolay manyetik alan doğrultusunda dizilirler. Ferromanyetik bir maddenin kendiliğinden Curie sıcaklığı denen bir kritik sıcaklığa geçtiği zaman madde paramanyetik duruma geçer. Curie sıcaklığı altında, manyetik momentler paralel olarak dizildikleri için madde ferromanyetiktir. Curie sıcaklığının üstünde ısısal enerji dipolleri gelişigüzel yönelirler, bu yüzden madde paramanyetik olur [58].

Şekil 2.15.a' da dış manyetik alan yokken örgü içerisindeki atomların manyetik momentlerinin yönelimleri, Şekil 2.15.b'de ise dış manyetik alan uygulandığında atomların dizilimindeki değişimler görünmektedir.



Şekil 2.15. a) Paramanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi, b) Dış manyetik alan altında paramanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi



Şekil 2.16. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla Değisimi [58].

2.2.10.2.3. Ferromanyetizma

En çok bilinen ferromanyetik malzemeler oda sıcaklığında Fe, Ni ve Co gibi geçiş elementleridir. Bunlar ferromanyetik olup 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 dıs manyetik dipol momentlere sahiptirler. Bir kere momentler paralel hale getirildikten sonra, dış alan atomdan kaldırılsa bile madde mıknatıslanmış olarak kalacaktır. Bu sürekli yönelim, komsu olan manyetik momentler arasındaki kuvvetli bir etkilesimden kaynaklanır [58].



Şekil 2.17. a) Ferromanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi, b) Dış manyetik alan altında ferromanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi

Şekil 2.17.a' da dış alanın olmadığı durum için, Şekil 2.17.b' de ise dış manyetik alanın uygulandığı durum için, ferromanyetik bir malzemedeki atomların manyetik momentlerinin dizilimleri verilmiştir.

2.3. Alaşımda Kullanılan Elementler

2.3.1. Demir (Fe)

Demir, atom numarası 26 olan kimyasal elementtir. Simgesi **Fe** dir. Demir, yerkabuğunda en çok bulunan metaldir. Yerkürenin merkezindeki sıvı çekirdeğin de tek bir demir kristali olduğu tahmin edilmekle birlikte, demir nikel alaşımı olma ihtimali daha yüksektir. Dünyanın merkezindeki bu kadar yüksek miktardaki yoğun demir kütlesinin dünyanın manyetik alanına etki ettiği düşünülmektedir.

Demir elementi periyodik tablonun 8-B grubunda yer almaktadır. Erime noktası 1538 ^oC, kaynama noktası 2740-3000 ^oC ve yoğunluğu 7,86 g/cm³ tür. Atom çapı 1,72 Å' dır. Demir metali, demir cevherlerinden elde edilir ve doğada nadiren elementel halde bulunur. Metalik demir elde etmek için, cevherdeki katışkıların kimyasal indirgenme yoluyla uzaklaştırılmaları gerekir. Demir, aslında büyük ölçüde karbonlu bir alaşım olarak kabul edilebilecek olan çelik yapımında kullanılır.

Demir, karbonla birlikte 1420–1470 K sıcaklığa kadar ısıtıldığında oluşan sıvı ergiyik %96,5 demir ve %3,5 karbon içeren bir alaşımdır ve dökme demir veya pik olarak adlandırılır. Bu ürün ince detaylı şekiller halinde dökülebilirse de, içerdiği karbonun çoğunu uzaklaştırmak amacıyla dekarbürize edilmediği sürece, işlenebilmek için fazlasıyla kırılgandır [59].

2.3.2. Mangan (Mn)

Mangan veya Manganez olarak bilinen atom numarası 25 olan kimyasal elementtir. Simgesi **Mn** dir. 1774 yılında keşfedilmiştir. Periyodik tablonun 7-B grubunda yer alır. Grimsi metal renklidir. Erime noktası 1245 ^oC, kaynama noktası 2150 ^oC ve yoğunluğu 7,43 g/cm³ tür. Atom çapı 1,79 Å' dır.

Çeliğin dayanımını geliştiren bir alaşım elementidir. Bu özelliği içinde bulunan karbon miktarına bağlıdır. Yüksek karbonlu çelikelerde manganın etkisi sertlik ve dayanımı artırmaktadır [59].

2.3.3. Silisyum (Si)

Atom numarası 14 olan Silisyum periyodik tabloda IV-A grubunda yer alan bir yarımetaldir. Silisyumun bazı özellikleri metallere benzer, ancak genel olarak metal karakterlerinde değildir ve metaloid olarak bilinen maddelerden biridir. Silisyumun rengi gri ve siyahtır. Çok sert ve kırılgan bir elementtir, kristal yapısı elmas yapıdadır. Magnezyum ve diğer metallerle silikatları oluşturur. Silisyumun en önemli özelliği yarı iletken olmasıdır. Elektrik devrelerinde silisyumun yarı iletkenliğinden çok yararlanılır. Yoğunluğu 2,33 g/cm3 ve Mohs ölçeğine göre sertliği 7'dir. Silisyum 1410 °C' de erir ve 2355 °C' de kaynar [59].

2.4. Deneysel Materyal ve Yöntem

2.4.1. Numunelerin Hazırlanması

Fe-16Mn-4Si alaşımı termal ve zor deneyleri için uygun boyutlarda elmas kesici ile kesildi. Isıl işlem sırasında malzemedeki oksitlenmeyi önlemek için kesilen parçalar yüksek sıcaklıklara dayanıklı vakumlu cam tüplere konuldu.

Fe–16Mn–4Si (% ağırlık) alaşımında martensitik faz dönüşümü üzerine termal etkiyi incelemek için yapılan ısıl işlemler ve deformasyon yüzdelerine göre sınıflama yapıldı (çizelge 2.1).

Çizelge 2.1. Numuneye uygulanan ısıl işlemler

No	Tavlama sıcaklığı	Tavlama süresi	Soğutma şekli	Deformasyon
1	1000 °C	6 saat	Yavaş(fırında)	%5
2	1000 °C	6 saat	Yavaş(fırında)	%10
3	1000 °C	6 saat	Yavaş(fırında)	%15
4	1000 °C	6 saat	Hızlı(suda)	
5	1200 °C	6 saat	Hızlı(suda)	

Zor–etkili martensite faz dönüşümlerini incelemek için ise numuneler elmas bıçaklı uygun kesicilerle 4x4x8 mm³ boyutlarında dikdörtgen prizması şeklinde kesildi. Instron sıkıştırma ve çekme test makinesi yardımı ile oda sıcaklığında dakikada 200 µm hızla sıkıştırılarak %5 , %10 ve %15 oranlarında plastik deformasyona uğratıldılar.

2.4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey gözlemleri için ısıl işlemlere tabi tutulan ve plastik deformasyona uğratılan numuneler, değişik kalınlıktaki su zımparaları ile silinerek bunların yüzeylerindeki pürüzler ve kalın çizgiler ortadan kaldırıldı. Daha sonra ise parlatma aleti kullanılarak 6, 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla numune yüzeyleri parlatıldı. Mekanik olarak parlatılan yüzeyler asetikgliseriya (3 birim hidroklorik asit + 2 birim gliserin + 1 birim nitrik asit) karışımından oluşan çözelti içerisinde oda sıcaklığında 30–60 sn aralığında bekletilerek dağlandı. Numunelerin yüzeylerinde oluşan makro yapı karakteristikleri Jeol 5600 Tüzey Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak incelendi.

2.4.3. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Geçirmeli elektron mikroskobu incelemeleri için termal ve mekanik etkilere maruz bırakılmış numuneler elmas kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlığında kesildi. Kesilen parçalar grit yardımı ile sırasıyla 600, 800 ve 1200 inceliklerde olan su zımparaları kullanılarak 50–80 mikrometreye kadar inceltildi. İnceltilen bu numuneler korozyon kesici (spark–cutter) kullanılarak
3 mm çapında silindir şekline getirildi. Kesilen numuneler asit karışımı (%5 hidroflorik + %30 su + %65 Hidrojenperoksit) ile oda sıcaklığında yaklaşık 10 sn kimyasal inceltmeye tabi tutuldu. Elde edilen numuneler son olarak ikili asit–jeti (double–jet method) kullanılarak 10 °C sıcaklıkta %8 perklorik asit + %92 asetik asit karışımında, 20 V (DC) ve 68–76 µA akım kullanılarak Struers–Tenupol 3 sistemi ile inceltme ve parlatma işlemi yapıldı. Elektron ışınının geçebileceği kadar ince deliğe sahip bu numuneler 300 kV hızlandırma gerilimine sahip Jeol 3010 geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) ile incelendi. İncelemeler için Geçirmeli Elektron Mikroskobunun standart numune tutucusu kullanıldı. Geçirmeli Elektron Mikroskobunda yapılan gözlemlerde "aydınlık alan" (bright field) ve "karanlık alan" (dark field) yöntemleri ile austenite ve martensite fazlara ait görüntüler elde edildi. Küçük martensite hacimlerinden kristalografik verileri elde edebilmek için geçirmeli elektron mikroskobunun "kırınım" (diffraction) modundan yararlanıldı.

2.4.4. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Mössbauer Spektrometresi deneyleri için ısıl işlemleri tamamlanmış austenite ve martensite fazdaki alaşımlardan 2mm kalınlığında kesilerek hazırlanan alaşımlar; 800 ve 1200 mikronluk su zımparaları ile yaklaşık olarak 100 µm kalınlığına kadar mekanik olarak inceltilmiş ve 5 ml HF, 10 ml H₂O ve 15 ml HNO₃ oranlarında bir araya gelen asit çözeltisi ile kimyasal 36 inceltme yapılarak yaklaşık olarak 50 µm kalınlığına kadar inceltilmiştir. Elde edilen alaşımların Mössbauer spektrumları Wissel marka Mössbauer spektrometresi ile Rh içine diffuze edilmiş 50 mCi' lik ⁵⁷Co kaynağı kullanılarak oda sıcaklığında elde edilmiştir. Elde edilen spektrumlar Normos- 90 en küçük kareleri fit etme programı ile analiz edilmiştir.

2.5. Yöntem

2.5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Numune hazırlama işleminin kolay oluşundan ötürü alaşım incelemelerinde en çok kullanılan cihazlardan bir tanesidir Taramalı elektron mikroskobu (SEM). Birkaç cm² ye kadar olan numuneler kolaylıkla incelenebilir. Özellikle metal numunelerin yüzey incelemelerinde kullanılırlar.

Taramalı elektron mikroskobu, Katot Işınları Tüpü mantığı ile çalışmaktadır. Numuneler, vakum yapılarak havası boşaltılmış bir tüpe yerleştirilir. Elektron demeti uygun potansiyel altında hızlandırılıp, numune üzerine düşürülür. Elektron demetinin numune ile etkileşmesinden ortaya çıkan sinyaller uygun algılayıcılar tarafından algılandıktan sonra çeviriciler tarafından görüntüye dönüştürülerek yüzey incelemesi yapılan numunenin yüzey görüntüsü elde edilir [40,41].





Şekil 2.18. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Mekanizması

Elektro optik prensipler çerçevesinde tasarlanmıs taramalı elektron mikroskobu (SEM), birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarının kullanımı yanında; sanayi, fizik, biyoloji ve tıpta yaygın olarak kullanılmaktadır.

2.5.2. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)

İnce numune üzerine gönderilen yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlardan bir kısmı etkileşmeden geçerken geriye kalanlarda Bragg Kırınım şartı sonucu kırınıma uğrar. Bu tür elektronları kullanarak numunenin iç yapısının incelenmesi geçirmeli elektron mikroskobunda yapılır ve kısaca TEM olarak bilinir. Elektron mikroskopları temel olarak ve fonksiyonel olarak optik mikroskopların aynısıdır. Yani her iki mikroskopta çıplak gözle görülemeyen cisimleri büyütmek için kullanılır. İkisi arasındaki fark ise optik mikroskopta ışık ışını, elektron mikroskobunda elektron kullanılmasıdır.



Şekil 2.19. Jeol3010 Geçirmeli Elektron Mikroskobu ve Yapısı

TEM' de elektron kaynağından dışarı çıktıktan sonra ilk olarak yoğunlaştırıcı merceklere girerler. Bu mercekler, kaynaktan çıkan elektronları odaklayarak elektron demetinin düzgün bir şekilde numunenin üzerine düşmesini sağlar. Numunenin üzerine düşen elektronlar numuneyle etkileşerek diğer taraftan çıkarlar. Elektronlar numuneden çıktıktan sonra objektif mercekte yeniden odaklanırlar. Objektif mercekten hemen sonraki objektif yarığı objektif merceğinden çıkan demetteki geniş açılı elektronları durdurarak kontrastın artmasını sağlarken, bölge seçme yarığı da ekrana hangi bölgenin görüntüsü düşürülmek isteniyorsa o bölgeyi seçme imkânı verir. Bölge seçme yarığı dışarıdan kontrol edilir. Bu yarıklardan sonra elektronlar projektör merceğe girerler ve burada bulunan sistem, en iyi görüntü kalitesini elde edecek şekilde elektron demetine son şeklini verir. Son olarak demet fosfor ekrana düşerek incelenen numunenin TEM görüntüsünü verir [49].

TEM incelemelerinde elektron kırınım görüntüsü ve aydınlık alan görüntüsü olmak üzere iki temel görüntü kullanılır. Elektron kırınım görüntüsü numune üzerine düşüp kırınıma uğramış elektronların oluşturduğu görüntüdür ve bu görüntü üzerindeki noktalar (hkl) Miller indisleri ile gösterilen atomik düzlemleri temsil eder. Numune içinden etkileşmeden geçen ve kırınıma uğrayan elektronların birlikte oluşturduğu görüntü ise aydınlık alan görüntü olarak bilinir.

57

2.5.3. Mössbauer Spektroskopisi

1957' de Ludwing Mössbauer tarafından keşfedilen Mössbauer olayı, kristal örgü içerisindeki bir çekirdek tarafından enerji kaybı olmaksızın γ fotonu salınması olayı olarak bilinir [60]. Mössbauer tekniği elemente özgü bir tekniktir. Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir γ soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskiriminatörü ve bir çok kanal analizörü gereklidir. Ayrıca, kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır.



Şekil 2.20. Mössbauer Spektrometresi

Bir Mössbauer deney düzeneğinin çalışma şekli şöyle açıklanabilir: Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ ışınımının önüne bir soğurucu

konulur. Soğurucudan geçen γ ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmalar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek çok kanal analizörüne gider. Bu analizör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup, çift kutuplu atmalar, 1-256 ile 256-512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir. Mössbauer Spektroskopisinde, gama kaynağı olarak genellikle uyarılmış durumdaki kararlı izotoplar kullanılır. Bu izotoplardan ⁵⁷Fe₂₆ ve ¹¹⁹Sn₅₀'de Mössbauer olayının gözlenebilmesi diğerlerine oranla daha kolay olduğundan Mössbauer araştırmalarının büyük bölümünde ⁵⁷Fe ve ¹¹⁹Sn kullanılmaktadır. Bu olay sayıları 50' yi geçen izotop üzerinde gözlenmekle birlikte, deneysel zorluklar nedeniyle bunların ancak 20 tanesi kullanılabilmektedir. Mössbauer spektroskopisinde, radyoaktif kaynaktan çıkan γ ışını enerjisi, kaynağa bir Doppler hızı verilerek değiştirilir ve γ ışınları soğurucu tarafından rezonans durumuda soğurulur [60].

2.5.3.1. Gama İşınlarının Rezonansla Soğurulması ve Mössbauer Olayı

Genel olarak, uyarılmış bir çekirdek, E_U uyarılmış enerji durumundan E_T taban enerji durumuna geçerken

$$hv = E_U - E_T \tag{2.15}$$

bağıntısına göre, v frekanslı bir γ fotonu yayınlar.

Şekil 2.21 de görüldüğü gibi bu foton, taban durumunda bulunan, öncekinin aynı başka bir çekirdek üzerine düştüğünde, onun, E_T taban durumundan E_U uyarılmış durumuna çıkartmak üzere, kolaylıkla soğurulması beklenir. Fizikte çok rastlanılan bu duruma **rezonans** adı verilir. Rezonansla uyarılan bu çekirdekler tekrar taban durumuna geçerken, aynı v frekanslı ışınımı bütün doğrultularda yayınlarlar [61].



Şekil 2.21. Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş

Rezonansla soğurma olayının meydana gelebilmesi için, birinci çekirdeğin yayınladığı fotonun v frekansının ikinci çekirdek için;

$$v = (E_U - E_T)/h$$
 (2.16)

bağıntısı ile verilen v frekansına tam eşit olması gerekir. Gerçekte, birinci çekirdek bir γ fotonu yayınlarken, momentumun korunumu kanununa göre, Şekil 2.22 de görüldüğü gibi; aynı momentumla zıt yönde geri teper. E_G ile

göstereceğimiz geri tepme enerjisini bu olayda ortaya konulan $E_{U} - E_{T}$ enerjisinden alacağı için, yayınlanan fotonun enerjisi, kütle merkezi sisteminde $E_{U} - E_{T}$ olduğu halde, laboratuar sisteminde;

$$hv_{yay} = hv_0 - E_G \tag{2.17}$$

olur ki burada $hv_0 = E_0 = E_U - E_T$, geri tepme olmadığında yayınlanması beklenilen foton enerjisidir.

Şekil 2.22. y fotonu yayınlayan çekirdeğin eşit momentumla geri tepmesi

Aynı şekilde, ikinci çekirdek gelen fotonu soğurduğunda yine momentumun korunumu kanununa göre, E_G enerjisi ile öteleneceğinden, bu çekirdeğin uyarılması için gerekli enerji;

$$Hv_{sog} = hv_0 + E_G \tag{2.18}$$

dir. Bu sebeple, yayınlama ve soğurma çizgileri arasındaki frekans farkı;

$$\Delta v = v_{sog} - v_{yay} = \frac{2E_G}{h}$$
(2.19)

olur. İkisi arasındaki enerji farkı ise;

$$h\Delta v = 2E_G \tag{2.20}$$

olacaktır. Şekil 2.23 de görüldüğü gibi yayınlama ve soğurma çizgileri arasındaki 2E_G enerji farkından dolayı γ ışınlarının yayınlama ve soğurma çizgilerinin merkezleri üst üste gelmez. Gama ışınlarının rezonansla soğurulmasını gerçekleştirmek için yayınlama ve soğurma çizgilerinin üst üste binmesini sağlamak üzere genellikle *Doppler* kaymasından yararlanılır [61].

Kaynağın çizgisel hızı V ise, doppler olayı sonucu ışınımın enerjisinde;

$$(\Delta E)_D = h(\Delta v)_D = hv_0 \ V/c = E_0 \ V/c \tag{2.21}$$

değerinde bir artma sağlanmış olur.

 $(\Delta E)_G = 2E_G$ olacak şekilde hızı ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerji Doppler enerji artması ile karşılanmış olur ve böylece yayınlama çizgisi ile soğurma çizgisinin üst üste gelmesi sonucu rezonansla soğurma mümkün olur. Doppler kayması, kaynağın ya da soğurucunun birbirine göre hareket etmesiyle sağlanır [61].



Şekil 2.23. Yayınlama ve soğurma çizgileri

Rezonas soğurulmanın gerçekleşebilmesi için ışını enerjisinin tam olarak taban durumundaki aynı tip çekirdeği uyarabilecek kadar olması gerekir. Bunun için de en uygun çekirdek taban durumundaki ⁵⁷Fe çekirdeğidir. İlk uyarılmış seviyesinde uygun bir yarı ömür ve enerjiye sahip kararlı bir izotop olduğundan ⁵⁷Fe de en iyi Mössbauer etkisini gözlemlenir. Çizelge 2.2 ' de demir izotopuna ait bazı özellikler verilmiştir [61].

Alman fizikçi Mössbauer' in 1958' de, gama kaynağı olarak tek tek serbest atomlar yerine bir kristal örgüsüne bağlı atomlar alındığında, geri tepmesiz ışını yayınlanması ve soğurulması olacağını ve böylece, rezonans soğurmasının kolaylıkla gözlenebileceğini keşfettiği olaya Mössbauer Olayı adı verilir [61].

Özellik	Taban Durum	Birinci Uyarılmış Durum
Enerji (keV)	0	14,36
Spin ve Parite	-1/2	-3/2
Magnetik Moment (nm)	0,0903	-0,153
Kuadrupol Moment (barn)	0	0,29
Ortalama Ömür (sn)	Kararlı	1,4x10 ⁻⁷

Çizelge 2.2 ⁵⁷Fe izotopunun özellikleri

1960'lı yıllarda ⁵⁷Fe'nin Mössbauer olayını gösterdiğinin bulunmasından sonra bu olay; nükleer fizik çalışmalarına ek olarak, katıhal fiziği, kimya, biyoloji, metalurji gibi bilimin pek çok dalında geniş bir kullanım alanına sahip olmuştur. Mössbauer olayı ile, çekirdekteki enerji düzeyleri arasındaki geçişler, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri ve bu seviyelerin yaşama zamanları, çekirdek elektrik kuadrupol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer diğer kavramlar belirlenebilir [61].

Mössbauer izotopu olan ⁵⁷Fe_{26,} yaklaşık 270 günlük yarılanma süresine sahip ⁵⁷Co₂₇⁴ nin bir elektron yakalaması ile oluşur. Bu durumda reaksiyon;

$$^{57}_{27}Co + ^{0}_{-1}e \rightarrow ^{57}_{26}Fe$$
 (2.22)

olur. Uyarılmış durumdaki ⁵⁷Fe çekirdeği taban durumuna geçerken, Şekil 2.24 de görüldüğü gibi enerjileri 14,4 keV, 123 keV, 137 keV olan üç tane gama ışını yayınlar. Bu ışınlardan 14,4 keV'luk γ ışınımı Mössbauer olayında kullanılır [61].



Şekil 2.24. Fe⁵⁷ nin özellikleri ve gama ışınının elde edilişi [61].

2.5.3.2. Mössbauer Spektrumlarının Elde Edilmesi

Demir ferromanyetik özelliğe sahip olduğu için, aynı atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği H manyetik alan şiddeti büyüktür ve Zeeman olayı sonucu çekirdek enerji seviyelerinde yarılma beklenir [62,63]. J nin H doğrultusundaki izdüşümü mj' nin aldığı değerlere göre, her enerji seviyesi 2J+1 sayıda alt seviyeye yarılır. Fe⁵⁷ de, taban durum için J=1/2, 14,4 KeV' luk ilk uyarılmış durum için J=3/2 olduğundan dolayı, H manyetik alan etkisi ile, taban durum 2 seviyeye ve ilk uyartılmış durum 4 seviyeye yarılacaktır. $\Delta mj = 0,\pm 1$ seçim kuralı göz önüne alınırsa, farklı altı gama geçişi sonucu, gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir. Fe⁵⁷ de beklenen enerji seviyesi yarılmaları sonucunda da Mössbauer spektrumunda çok sayıda çizgi görülür. Şekil 2.25(a)'da ⁵⁷Fe için böyle bir durum sırasında çekirdek seviyelerindeki yarılmalar, Şekil 2.25(b)'de ise Mössbauer spektrumunun şekli gösterilmiştir.

Mössbauer spektrometresi metal ve metal alaşımlarında faz dönüşümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan metotlardan birisidir. Bu metotla austenite ve martensite yapıların manyetik düzenlenimleri, soğutma ve deformasyon sonucu oluşan martensite'lerin hacım oranları, oluşan martensite fazın iç manyetik alanı, austenite ve martensite fazların izomer kayma değerleri belirlenebilmektedir.

66

Fe bazlı alaşımlarda austenite yapı paramanyetik özellik gösterdiğinden dolayı, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilir. Ancak, dönüşüm sonucu oluşan martensite'lerin ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlenimleri karakteristlik 6-çizgi spektrumu verir [27,42]. Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite yapının ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir [64,65].

Taban durum için µ çekirdek manyetik momenti bilinirse, dış elektronların çekirdekte meydana getirdikleri H manyetik alan şiddeti bulunabilir. Hanna ve çalışma arkadaşları Fe için H=33,3 T olarak bulmuştur [63].



Magnetik dipol yarılma (ΔE_M)

⁽a)





Şekil 2.25. (a) ⁵⁷Fe'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları. (b) Yarılmalar sonucu Mössbauer Spektrumunda oluşan çizgiler [61] (devam).

2.5.3.3. Mössbauer Spektroskopisinden Elde Edilebilecek Bilgiler

Mössbauer Spektroskopisi, γ ışınının yüksek enerji çözünürlüğü, çekirdek ve elektronlar arasındaki etkileşimlerin belirlenmesi gibi parametreler hakkında bilgi verilir [66]. Aşırı ince yapı etkileşimleri olarak adlandırılan bu etkileşimlerden biri olan izomer kayma; çekirderin bir nokta kaynak olmasına rağmen, çevresindeki s elektronları gibi elektronik yüklerle etkileşmesi faktöründen kaynaklanır. Atomun elektronik seviyelerindeki herhangi bir düzensizlik, çekirdeğin etkin yükünü değiştiren uygun bir etkiye sebep olabilir.

İzomer kayma değeri; değerlik elektronlarının durumu ve bu bileşiklerdeki atomlar arası kimyasal bağlanmaların türleri hakkında bilgiler verir [67]. Mössbauer Spektroskopisinden elde edilen bir diğer sonuç ise kuadropal yarılmalardır [67]. Kuadropal yarılma, bir çekirdekte elektronik konfigürasyonun çalışmasında önemli rol oynadığı gibi; kimyasal bağların türü ve kristal örgü yapıları hakkında da bilgiler verir.

Aşırı ince yapı etkileşimin diğer bir türü de, çekirdek düzeylerin bir magnetik alanda yarılmasıdır [67]. Taban ve uyarılmış durumun magnetik momentleri farklıdır. Taban durum kararlı ve magnetik momenti tam olarak bilinirse; Mössbauer spektrumu uyarılmış durumun magnetik momentini büyük bir hassasiyetle verebilir [68].

2.5.3.4. Mössbauer Olayının Diğer Uygulama Alanları

Mössbauer Olayından yararlanılarak özellikle kimyada geniş araştırmalar yapılmaktadır. Bu araştırmalar; kimyasal bağların özelliklerinin araştırılması, molekül yapılarının incelenmesi, reaksiyon mekanizmaları ve kimyasal kinetik konularının incelenmesi, maddenin katı durumuyla ilgili bazı özelliklerinin araştırılması, nükleer dönüşümlerin kimyasal nedenlerinin incelenmesi gibi [69].

Bunun yanı sıra nükleer fizikte özellikle atomik çekirdeğin fiziksel ve kimyasal çevre ortamlarının özelliklerini belirtmede, uzun ömürlü nükleer durumların kuadropol momentlerini ölçmekte, katı hal fiziğinde, antiferromagnetik değişim etkileşimine sahip olan metallerdeki magnetik kirliliğin düşük sıcaklık özelliklerinde yaygın olarak kullanılmaktadır [66,68].

Ayrıca Mössbauer olayı; astronomi, mineroloji, jeoloji, v.b gibi diğer bilim dallarında da çeşitli uygulama alanına sahiptir. Örneğin; astronomi için çok önemli konulardan biri olan göktaşlarının incelenmesinde Mössbauer olayından yararlanılmaktadır [68].

2.5.3.5. İzomer Kayma

Bir atomun kimyasal değerliğinin değişmesi sonucunda bu atomun selektron yoğunluğunun da değişeceği gerçektir [70]. İşte bu sebepten sıfırdan farklı bir değerlikte olan bir atomun çekirdeği ile onun s- elektronları arasındaki Coulomb çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri bir değişime uğrar. Bu olay Mössbauer spektrumunda izomer kayma olarak kendini gösterir. İzomer kaymanın değeri

$$\delta = \frac{4\Pi}{5} Z e^2 R^2 \left(\frac{\sigma R}{R}\right) \left\|\psi(0)\right\|_{Sogurucu}^2 - \left|\psi(0)\right|_{Kaynak}^2\right]$$

ile verilir. Burada $R = R_{Uyarılmış} - R_{Temel}$ şeklindedir [70].

Bu denklem iki çarpandan meydana gelmiştir. Birinci durum nükleer parametreleri içerir, özellikle uyarılmış durum ile temel durum arasındaki izomerik yarıçap farklıdır. İkinci durum çekirdekteki yük yoğunluğunu içerir, bu da atomun valans hali ile etkilenen atomik veya kimyasal bir parametredir. İzomer kayma, kendini Mössbauer spektrumunda v = 0 da olması gereken maksimum rezonansta bir kayma olarak gösterir. Mössbauer spektrumlarında izomer kayması değerinin ölçülmesiyle, Mössbauer izotopunun bağ durumları hakkında çeşitli bilgiler elde edilir [62].



Şekil 2.26. İzomer Kayma

2.5.3.6. Magnetik Dipol Etkileşmesi

Bu etkileşme, çekirdeğin magnetik dipol momenti ile çevrenin oluşturduğu magnetik alan *H* arasındadır ve

$$E_M = -(\mu H) = -(\mu H m_I) I$$
 $m_I = I, I - 1, \dots, -I$

olarak tanımlanır. Burada da enerji, magnetik kuantum sayısına bağlı olduğundan ana enerji düzeyinde bir yarılma söz konusudur. Örneğin I=3/2 düzeyi ile I=1/2 düzeyi arasında magnetik dipol geçişleri söz konusu ise gözlenen spektrum altı rezonans çizgili bir spektrum olacaktır. Gözlenen çizgilerin spektrumundaki yerleri μ .*H* hakkında bilgi verirler. Bu yolla ilgili düzeyin magnetik momenti veya çevre özelliklerini içeren magnetik alan belirlenmiş olur [61].





2.5.3.7. Elektrik Kuadrupol Etkileşmesi

Çekirdeğin kendi çevresindeki elektronik yük ile elektrostatik etkileşiminin sıfırdan farlı ikinci terimi kuadrupol etkileşimidir. Bu, nükleer kuadrupol momentin, kristaldeki diğer yüklerden kaynaklanan elektrik alanı gradienti ile etkileşiminin bir sonucudur.



Şekil 2.28. Fe⁵⁷ izotopunda 3/2 - 1/2 geçisinde gözlemlenen kuadrupol yarılması ve meydana gelen Mössbauer spektrumu [61].

Nükleer kuadrupol moment, çekirdeğin küresel simetriden sapmasını yansıtır. Uzatılmış bir çekirdek pozitif bir momente sahip iken yassılaştırılmış çekirdek negatif bir kuadrupol momente sahiptir. Spinleri 0 veya 1/2 olan çekirdekler küresel simetriktirler ve sıfır kuadrupol momente sahiptirler; böylece spini I=1/2 olan ⁵⁷Fe' nin taban durumunda kuadrupol yarılma gösteremez [61].

Şekil 2.28 de *I*= 3/2 olan çekirdek düzeyi ile *I*= 1/2 olan çekirdek düzeyi arasında bir geçiş söz konusu olduğunda kuadrupol yarılma ve gözlenecek iki çizgili Mössbauer spektrumu görülmektedir [61].

2.5.3.8. Manyetik Özelliklerin Mössbauer Spekroskopisi Yöntemi ile Belirlenmesi

Mössbauer spektroskopisi yöntemi; metal ve metal alaşımlarının faz dönüşümleri, ince manyetik yapıların ve alaşımda ortaya çıkan fazların hacım yüzdesinin belirlenmesinde magnetik olarak çok önemli sonuçlar veren bir yöntemdir. Fe-bazlı alaşımlarda ortaya çıkan austenite yapı genellikle paramagnetik bir özelliğe sahiptir. Bu paramagnetizma tek bir Mössbauer soğurma çizgisi ile temsil edilir. Bazı durumlarda austenite yapı içerisinde ortaya çıkan kristalografik olarak b.c.c. ya da h.c.p. kristal yapısına sahip martensite fazı ise Mössbauer spektroskopisinde altı soğurma çizgisi ile temsil edilir ve bu altı soğurma çizgisi ferromagnetik ya da antiferromagnetik bir yapıya karşılık gelmektedir [27]. Fe-bazlı alasımlarda genel olarak ferrite yapı ferromagnetik ve austenite kristal yapı paramagnetik bir özellik

74

ferromagnetik özellik gösterdigi de bilinmektedir [64,71,72]. Austenite yapıların paramagnetik ve martensite yapıların ferromagnetik veya antiferromagnetik davranış gösterdiği bulunmuştur. Ancak bazı işlemler uygulamak suretiyle genel davranışın dışında austenite yapıların ferromagnetik, martensite yapıların ise paramagnetik davranış gösterdiği görülmüştür [73].

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümler

3.1.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi

Fe–%16Mn–%4Si alaşımında, termal etki ile oluşan austenite ve martensite fazların yüzey incelemeleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yapıldı. Yüzey incelemelerinde Çizelge 2.1'de verilen numuneler kullanıldı.

1000 ^oC de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve fırında yavaş soğutmaya bırakılan Fe-%16Mn-%4Si alaşımının mikro yapısı üzerinde ısıl işlem etkisi incelendi. Fırında yavaş soğutulan numunenin austenite fazı gösteren SEM fotoğrafı Şekil 3.1 de verilmektedir. Alaşımın yüzey incelemesinde bu ısıl işlem sonunda tanelerin (grains) oluştuğunu görülmüştür. Austenite faza ait olan tanelerin boyutları, tavlama süresine, sıcaklığına ve soğutma şekline bağlı olarak değişir. Özellikle Fe bazlı alaşımlarda, tavlama süresinin ve sıcaklığının artması ile tane boyutunun arttığı daha önceki çalışmalarda gözlenmiştir [74,75].



Şekil 3.1. 1000 ⁰C de 6 saat homojenleştirilen ve fırında soğutulan numunenin yüzey morfolojisi

Şekil 3.1' de görüldüğü gibi alaşımda oluşan austenite tanelerin boyutları 100 – 150 µm arasında değişmektedir. Elde edilen bu tanelerin şekli ve büyüklükleri literatür ile uyum içindedir [1,40].



Şekil 3.2. 1000 ⁰C de 6 saat homojenleştirilen ve suda soğutulan numunenin yüzey morfolojisi

1000 ^oC de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda soğumaya bırakılan alaşımın SEM fotoğrafı Şekil 3.2 de verilmektedir. Yavaş soğuma ile alaşımda yalnız austenite taneleri ortaya çıkarken hızlı soğutma ile oluşan austenite tanelerin içinde birbirine paralel olarak yığılmış ε martensite plakaların da oluştuğu gözlendi. Numunenin hızlı soğutulması sonucu ortaya çıkan sıcaklık farkı, martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin oluşmasına sebep olmuştur. SEM fotoğrafında gözlendiği gibi numune ε martensit plakalara sahiptir.

 ε -martensite plakalarının, hızlı soğutma işlemi sonucunda tane sınırında oluşmaya başladığı ve yine tane sınırında sona erdiği Şekil 3.2'de görülmektedir. Tane sınırları, ε -martensite plakalarının düzenli bir şekilde sona erdiği bölgeler olarak ortaya çıkmıştır. ε -martensite plakalarının tane içinde birbirine paralel plakalar şeklinde meydana geldiği daha önceki çalışmalarda da ortaya konmuştur [15,17,76,77].



Şekil 3.3. 1200 ⁰C de 6 saat homojenleştirilen ve suda soğutulan numunenin yüzey morfolojisi

1200 ⁰C de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda soğumaya bırakılan numunenin SEM fotoğrafı Şekil 3.3 de verilmektedir.

Şekil 3.2. ve 3.3. incelendiğinde homojenleştirme sıcaklığının artması ile oluşan sıcaklık farkının ε -martensit plakaların sayısını arttırdığı söylenebilir.

Easterlig ve Porter [32] 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 [17,76,77].

3.1.2. Zor Etkili Martensitik Dönüşümün Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi

3 adet 1000 ⁰C de 6 saat homojenleştirilen ve fırında soğutulan numunelerin %5, %10, %15 plastik deformasyona uğratıldıkların da yüzey morfolojilerindeki değişme Şekil 3.4. (a), (b) ve (c) 'de görülmektedir.



a)



b)



c)

Şekil 3.4. Farklı plastik deformasyona uğratılan numunelerin SEM yüzey fotoğrafları a) %5 , b) %10 , c) %15 (devam)

Bu şekiller incelendiğinde plastik zorlamanın büyük olduğu durumlarda yüzey morfolojilerinde oluşan martensit plakalarının sayısının arttığı söylenebilir. Deformasyon etkisi ile yapı içerisinde α'-martensite yapılarının oluştuğu görülmüştür. Nishiyama'nın [1] belirttiği gibi plastik deformasyonun artması ile martensit miktarı da artmaktadır. Yaptığımız deney sonucunda da deformasyon miktarının artması ile birlikte, numunelerdeki α' ve ε martensite miktarının da arttığı görülmektedir. Yapılan mikroyapı analizleri neticesinde elde edilen bu sonuçların literatür ile uyumlu olduğu anlaşılmaktadır.

3.2. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi

Suda hızlı soğutulan numunenin TEM görüntüsünde ε martensite plakaları görülmektedir. Burada ε-martensite plakaların birbirine paralel şekilde uzandığı dikkat çekmektedir.

Bu martensite plakaların kristalografik incelemesi plakalar üzerinden alınan kırınım desenlerinin analizi ile gerçekleştirilmiştir. Kırınım desenlerinin analizi sonucu γ austenite yapının f.c.c. ve ε martensitenin ise h.c.p. yapıda olduğu görülmüştür.

ε-türü martensitelerin oluşumunda yığılma kusurları önemlidir. Yığılma kusurları f.c.c. yapının $\{111\}_{\gamma}$ düzlemleri üzerinde düzenli bir yığılma ile meydana gelir ve bu şekilde bir yığılma için $\{111\}_{\gamma}$ düzlemleri kusur düzlemleri olarak bilinir [40]. Numune içindeki yığılma kusurları düzenli ve düzensiz olarak birbiri üzerine yerleşerek martensite yapıyı oluştururlar [78].



Şekil 3.5. 1200 ⁰C de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda soğumaya bırakılan numunenin aydınlık alan görüntüsü

ε-martensite plakaların oluşumu sırasında iki tip yığılma kusurunun varlığından söz edilir [45]. Birinci tipteki yığılma kusurları belli bir bazal

düzlem üzerinde yerleşerek ε-türü martensite plakaları oluşturur (Şekil 3.5'deki A plakaları). İkinci tipteki yığılma kusurları ise herhangi bir bazal düzlem olmaksızın rastgele birbiri üzerine gelerek ε-martensite plakaları oluştururlar [40] (Şekil 3.5'deki B plakaları). TEM incelemelerinde görüldüğü gibi, Fe–Mn–Si bazlı alaşımlarda martensite plakalar rastgele değil de belli bir kesme doğrultusunda oluşur. Bu oluşumlar sonucunda meydana gelen yer değiştirme sıfıra yakın olduğu için bu tür dönüşüm gösteren alaşımlar şekil hatırlama özelliği gösterirler [6].

Şekil 3.5' de ε martensite' nin birbirine paralel plakalar şeklinde oluştuğu gözlendi. Hızlı soğutulan numunede yığılma kusurlarının arttığı ve bu kusurların birleşerek ε-martensite plakalarını oluşturdukları düşünülür [7,79,80]. Şekil 3.5' de kalın ε-plakasının birçok yığılma kusurunun birleşmesiyle oluşabileceği gibi austenite faz içerisinde yer alan diğer kusurların etkisi ile de oluşabileceği düşünülür [1]. Şekil 3.5' de verilen martensite mikroyapısına ait TEM görüntüsü üzerinde seçilen bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indis diyagramı Şekil 3.6'da verildi. Bu kırınım deseni hem austenite hem de martensite yapıya ait düzlemleri göstermektedir.

85



Sekil 3.6. 1200 ⁰C de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda soğumaya bırakılan numunenin a) kırınım deseni, b) indis diyagramı

Martensitik dönüşümle ilgili olarak geliştirilen teoriler, austenite ve martensite fazlar arasında belirli bir kristalografik dönme bağımlılığının olması gerektiğini kabul ederler. İndislenmiş anahtar diyagramda (Şekil 3.6,a) austenite (γ) ve martensite (ɛ) düzlemler birlikte bulunmaktadır. Bu iki yapının zon eksenleri (ortak doğrultuları) bulundu ve bu alaşımda meydana gelen $\gamma \rightarrow \varepsilon$ martensite dönüşümü için dönme bağımlılığı,

 $\{111\}_{\gamma} \| \{0001\}_{\varepsilon}, [110]_{\gamma} \| [2\overline{1}\overline{1}0]_{\varepsilon} \}$

olarak elde edildi. Bu dönme bağımlılığının Shoji-Nishiyama [1] türü kristalografik dönme bağımlılığına uyduğu tespit edildi.

Ayrıca, Şekil 3.6,a'da görülen kırınım deseninde, yansıma veren düzlemler arasındaki d mesafeleri ölçülerek, a, b ve c örgü sabitleri hesaplandı. Bu hesaplamalarda kamera sabiti 19,6 Å.mm olarak alındı. Örgü sabitleri; f.c.c. yapı için $a_{\gamma} \cong 3,58$ Å, h.c.p. yapı için $c_{\epsilon} \cong 4,12$ Å ve $a_{\epsilon} \cong 2,57$ Å olarak hesaplandı.

Bu çalışmada elde edilen $c_{\epsilon} / a_{\epsilon} = 1,60$ oranının ideal bir h.c.p. yapı için literatürde belirtilen $c_{\epsilon} / a_{\epsilon} = 1,63$ oranı ile uyumlu olduğu görüldü [1,81].

3.3. Martensitik Faz Dönüsümünün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer spektrokopisi ile İncelenmesi

Mössbauer spektrokopisi metal ve metal alaşımlarında austenite-martensite faz dönüşümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem austenite-martensite yapıların manyetik düzenlemeleri çeşitli fiziksel etkenler sebebiyle oluşan martensite kristallerin hacim yüzleri, martensite fazın iç manyetik alanı ve çekirdek ile s elektonları arasındaki etkileşimin değişimini gösteren izomer kayma kesin bir şekilde belirlenebilir. Bu çalısmada Fe-%16Mn-%4Si alaşımında ısıl işlem ve deformasyon etkisi sonucu austenite ana yapı içerisinde oluşan martensite yapının manyetik özelliğini incelemek amacıyla oda sıcaklığında Mössbauer spektrumları alınmıştır. Mössbauer Spektrometresinde paramanyetik özellik gösteren numuneler tekli pik verirken, ferromagnetik ve antiferromagnetik özellik sergileyen numuneler altılı pik sergiler [82,83]. Fe-Mn alaşımlarında γ ve ε fazları genellikle paramanyetik özellik gösterirken α' fazı ferromanyetik özellik sergiler [84,85,86].



Şekil 3.7. a)


b) (devam)



c)





Şekil 3.7. Farklı deformasyona tabi tutulan ve 1200 ⁰C de 6 saat homojenleştirilen ve suda soğutulan numunelerin, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumları a) %5 , b) %10 , c) %15 , d) 1200 ⁰C (devam)

Farklı deformasyona tabi tutulan ve 1200 ^oC de 6 saat homojenleştirilen ve suda soğutulan numunelerin oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumlarından elde edilen verilere göre martensite fazdaki ε yapıların tekli pik verdiği yani paramanyetik yapıda oldukları, α' marteniste fazdaki yapıların altılı pik verdikleri dolayısıyla ferromanyetik yapıda oldukları gözlenmiştir (Şekil 3.7).

Çizelge 2.2. Fe-%16Mn-%4Si alaşımında farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış ve farklı deformasyona uğramış numunelere ait Mössbauer Spektrometresi sonuçları

	T (⁰C)	Def. (%)	δ _F (mm/s)	δ _P (mm/s)	% F (α′)	% Ρ (ε+γ)	B _{iç} (T)
1	1000	0/ F	0.005+0.003	0 324+0 001	1 401	08 570	21.02
•	1000	/00	0.003±0.003	0.024±0.001	1.421	90.079	51.02
2	1000	%10	0.009±0.003	0.4012±0.003	2.403	97.597	31.03
3	1000	%15	0.015±0.011	0.295±0.007	5.053	94.947	31.97
4	1200			0.493±0.002		100	

Mössbauer Spektrometresi yöntemi kullanılarak elde edilen austenite ve martensite fazların oluşum yüzdeleri, martensite faza ait iç manyetik alan değerleri ile austenite ve martensite yapılara ait izomer kayma değerleri Çizelge 2.2' de verilmiştir.

Mössbauer spektrometresinden elde edilen bilgilerin analizi sonucunda Fe-%16Mn-%4Si alaşımında deformasyon miktarının değişimi ile paramagnetik ve ferromagnetik fazların hacim miktarlarının değiştiği gözlenmiştir. α' martensite miktarının değişimi ile alaşımın iç manyetik alan değerinin de değiştiği gözlenmiştir. Oluşan fazların hacim değişiminden veya selektronlarının yoğunluğundaki değişimden kaynaklanan izomer kayma değerleri de bulunmuştur.

Demir atomunun 3d kabuğunda, 4 enerji düzeyinde tek elektron vardır. Bunlar aynı yönde dönerler ve manyetik kutupları birbirine paraleldir. Bu elektron yapısı Fe' in yüksek manyetikliğe sahip olmasının sebebini açıklar. İç manyetik alanın azalması; 3d kabuğuna elektron transferinin artması ile demirin manyetik momentinin azaldığını gösterir [88].

Fe-Mn alaşımlarına Si atomlarının eklenmiş olması Fe çekirdeğinin çevresinde güçlü bir etki oluşturur. Malzemeye Si eklenmesi İzomer Kaymayı düşürür ve bu düşüş Fe 3d kabuğunun görevinde meydana gelen değişiklikten kaynaklandığı düşünülebilir [87].

Mössbauer Spektrometresi yöntemiyle bir alaşımda oluşan austenite ve martensite fazların hacim oranları da belirlenebilmektedir. Bu hacim yüzdeleri, fazların gösterdiği farklı manyetik karakteristikler yoluyla hesaplanır. Fakat bu çalışmada, γ austenite ve ε martensite fazın her ikisi de paramanyetik özellik gösterdiği için oda sıcaklığındaki Mössbauer Spektrometresi ile bu fazları birbirinden ayırmak mümkün değildir [87]. Bu nedenle, hızlı soğutulan numunenin Mössbauer spektrumunun da tekli pikten oluştuğu, martensitik dönüşüm sırasında alaşımın manyetik özelliğinin değişmediği yani austenite (γ) ve martensite (ε) fazların karışımına ait olan yapının da paramanyetik özellik sergilediği görülmektedir (Şekil 3.7d).

4.SONUÇLAR

Bu çalışmada, Fe-%16Mn-%4Si alaşımında ısıl işlem uygulanarak meydana getirilen ε-martensite faz dönüşümünün mikro yapısı, kristalografisi ve manyetik özellikleri incelendi. Bu çalışmalar için Kırıkkale Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü'nde bulunan 30 kV'luk JEOL5600 taramalı elektron mikroskobu (SEM), 300 kV hızlandırma gerilimine sahip JEOL3010 geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) ve 50 mCi'lik ⁵⁷Co radyoaktif kaynaklı Mössbauer Spektrometresi kullanıldı.

1000 ⁰C de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve fırında yavaş soğutmaya bırakılan numunenin mikro yapısı incelendi. Bu ısıl işlem sonunda alaşımın austenite fazda kaldığı ve numunede yaklaşık olarak 100-150 μm büyüklüğünde austenite faza ait tanelerin (grains) oluştuğu görüldü (Şekil 3.1).

1000 ^oC de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda hızlı soğumaya bırakılan Fe-%16Mn-%4Si alaşımında oluşan tanelerin içinde birbirine paralel olarak yığılmış ε martensite plakaların oluştuğu gözlendi. ε -martensite plakalarının, hızlı soğutma işlemi sonucunda tane sınırında oluşmaya başladığı ve yine tane sınırında sona erdiği görüldü. Tane sınırları, ε -martensite plakalarının düzenli bir şekilde sona erdiği bölgeler olarak ortaya

çıkmıştır. ε–martensite plakalarının tane içinde birbirine paralel plakalar şeklinde meydana geldiği daha önceki çalışmalarda da ortaya konmuştur [15,17,76,77].

1200 ⁰C de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda soğumaya bırakılan Fe-%16Mn-%4Si alaşımının SEM fotoğrafı incelendiğinde homojenleştirme sıcaklığının artması ile oluşan sıcaklık farkının ε–martensit plakaların sayısını arttırdığı söylenebilir.

3 adet 1000 ^oC de 6 saat homojenleştirilen ve fırında soğutulan Fe-%16Mn-%4Si numunelerine %5, %10, %15 plastik deformasyona uğratıldıkların da yüzey morfolojilerindeki değişme Şekil 3.4. (a), (b) ve (c) 'de görülmektedir. Bu şekiller incelendiğinde plastik zorlamanın büyük olduğu durumlarda yüzey morfolojilerinde oluşan martensit plakalarının sayısının arttığı söylenebilir. Nishiyama'nın [1] belirttiği gibi plastik deformasyonun artması ile martensit miktarı da artmaktadır. Yaptığımız deney sonucunda da deformasyon miktarının artması ile birlikte, numunelerdeki α' ve ε martensite miktarının arttığı görülmektedir. Yapılan mikroyapı analizleri neticesinde elde edilen bu sonuçların literatür ile uyumlu olduğu anlaşılmaktadır.

Termal etkili martensitik faz dönüşümünün mikro yapısını ve kristalografisini incelemek için 1200 ⁰C de 6 saat boyunca homojenleştirilen ve suda soğumaya bırakılan numune kullanıldı. Oda sıcaklığındaki suya atılarak hızlı

soğutulan numunenin TEM incelemelerinde "aydınlık alan" (bright field) görüntüsü kullanıldı. TEM incelemelerinde, ε-türü martensite plakaların birbirine paralel şekilde ve değişik varyantlarda oluştuğu gözlendi.

Yapılan kristalografik incelemede bu alaşımda meydana gelen $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensite dönüşümü için dönme bağımlılığı,

olarak bulunmuştur. Bu yönelim bağıntısının literatürle uyum içerisinde olduğu ve Shoji-Nishiyama [1] türü kristalografik dönme bağımlılığına uyduğu gözlendi.

Yansıma veren düzlemler arasındaki d mesafeleri ölçülerek, örgü sabitleri; f.c.c. yapı için $a_{\gamma} \cong 3,58$ Å ve h.c.p. yapı için $c_{\epsilon} \cong 4,12$ Å ve $a_{\epsilon} \cong 2,57$ Å olarak hesaplandı. Bu çalışmada hesaplanan $c_{\epsilon} / a_{\epsilon} = 1,60$ oranının ideal bir h.c.p. yapı için verilen $c_{\epsilon} / a_{\epsilon} = 1,63$ oranı ile uyumlu olduğu görüldü [1,5].

Fe–%16Mn–%4Si alaşımında oluşan austenite ve martensite yapıların manyetik özelliğini incelemek için oda sıcaklığında Mössbauer spektrumları alındı. Alaşımın Mössbauer spektrumunun tek pik verdiği yani austenite ve ε martensite yapının paramanyetik özellikte olduğu görüldü. Ayrıca deformasyon etkisi ile oluşan α' fazında altılı ferromanyetik pik verdiği

görüldü. Bu alaşımın her iki manyetik özelliği sergilemesi martensitik dönüşümün manyetik özellikle değişme etkisini göstermektedir.

KAYNAKLAR

- Nishiyama, Z. Martensitic Transformations, Academic Press, London, 1978.
- [2] Durlu, T. N. F.Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi, 13(1), (2001).
- [3] Christian, J.W., The Theory of Transformation in Metals and Alloys, Pergamon Press London, 1975.
- [4] Kajiwara, S., Mater. Sci. Eng., A 273-275, 67-88. 1999.
- [5] Dikici M., Fe Alaşımlarının Austenite Martensite Dönüşümlerinde Çekirdeklenme Olayı, Yüksek Lisans Tezi, F.Ü.Fen Bil. Enst. Elazığ, 1980.
- [6] Maki, T., Tsuzaki, K., Proc. Of ICOMAT-92 1151-1162, 1992.
- [7] Inegaki, H., Z. Metallkd, 83, 90-96, 1992.

- [8] Ohtsuka, H., Kajiwara, S., Ishihara, T., Mater, Charecratization, 32,229-235, 1994.
- [9] Dunne Li, H., , Kennon, D., N., Mater. Sci. Eng., A 273-275, 571-577, 1999.
- [10] Cohen, M., Olson, G. B., Clapp, P. C., In Proc. Intl. Conf. Mart. Trans. ICOMAT-79, Cambridge, MA, M.I.T, 1, 1979.
- [11] Olson, G.B., Cohen, M., Metall. Trans. A, 7(12), 1897-1904, 1976.
- [12] Olson, G.B., Cohen, M., Metall. Trans. A, 7(12), 1905-1914, 1976.
- [13] Olson, G.B., Cohen, M., Metall. Trans. A, 7(12), 1915-1923, 1976.
- [14] Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Mater. Sci. Eng., A 242, 77-86, 1998.
- [15] Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Mater. Sci. Eng., A 242, 87-95, 1998.

- [16] Arruda, G. J., Buono, V. T. L., Andrade, M. S., Mater. Sci. Eng., A 273-275, 528-532, 1999.
- [17] Maji, B. J., Krishnan, M., Scripta Mater., 48(1), 71-77, 2003.
- [18] Karaman, I., Şehitoglu, H., Call, K., Chumlyakov, Y. I., Maier, H. J., Acta Mater., 48, 1345, 2000.
- [19] Tsuzaki, T., Natsume, Y., Tomata Y. and Maki, T., Scripta Metall. Mater., 33, 1087, 1995.
- [20] P. C. Clapp, J. Phys. (France), 5,11 1995.
- [21] Kaufman L. And Cohen M., Prog. Metal Phys., 7, 165, 1958.
- [22] Durlu, T.N. and Christian, J.W. Metal Sci., 8,1, 1974.
- [23] Christian J.W., Metall. Trans. A, 14A, 1237, 1983.
- [24] Kikuchi, T., Kajiwara, S., Tomota, Y., Mater. Trans., JIM, 36, 719-728, 1995.

- [25] Karaman, I., Şehitoglu, H., Call, K., Chumlyakov, Y. I., Maier, H. J., Acta Mater., 48, 1345, 2000.
- [26] Karaman, I., Şehitoglu, H., Maier, H. J., and Balzer, M. Mater. Trans.,29A, 427, 1998.
- [27] Durlu T.N., J. Mater. Sci, 11, 702, 1992.
- [28] Wan, J. F., Chen, S. P., Hsu T., Y., (Xu Zuyao), 2001, Group theory analyses of transition structures related to the g®e transformation in Fe-Mn-Si based alloys, Materials Chemistry and Physics, 71, 90-93.
- [29] Kajiwara, S., 1999, Characteristic features of shape memory effect and related transformation behavior in Fe-based alloys, Materials Science and Engineering A273–275, 67–88.
- [30] Durlu, T.N., Difuzyonsuz faz dönüşümü üzerine yeni gözlemler, TürkFizik Derneği 19. Fizik Kongresi, Elazığ , 4s, 2000.
- [31] Durlu, T. N., J. Mater. Sci., 36 (23), 5665-5671, 2001.

- [32] Porter, D. A., Easterling, K. E., Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London, 1981.
- [33] Aydın, A., Güler, E., Aktaş, H., Güngüneş, H., Bull. Mater. Sci., 25, 359, 2002.
- [34] Marinelli, P., Baruj, A., Pons, J., Sade, M., Guilermet, A, Cesari, E., Mater Sci. Eng., A335-275, 137-146, 2002.
- [35] Hsu, Y. T., Zuyao, X., Mater. Sci. Eng., A273-275, 494-497, 1999.
- [36] Kakeshita, T., Kuriowa, K., Shimizu, K., Ikeda, T., Yamagishi, A., Date,M., Mater. Trans. JIM, 34, 423-428, 1993.
- [37] Wayman, C. M., Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillan Company, New York ,1964.
- [38] Bunshah, R. F., Mehl, R. F., Journal of Metals, 5, 1251-1258, 1953.
- [39] Wayman, C.M. and Wakasa, K., Metallography., 14, 37, 1981.

- [40] Kırındı, T., Fe-%12,5Mn-%5,5Si-%9Cr-%3,5Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Zor Etkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale, 2004.
- [41] Kırındı, T., Guler, E., Dikici, M., J. Alloys Compd., 433, 202-206, 2007.
- [42] Akgün I., Gedikoğlu A. and Durlu T. N., J. Mater. Sci. 17, 3479(1982).
- [43] Khachaturyan, A. G., Theory of Structural Transformations in Solids, John Wiley-Sons, New York ,1983.
- [44] Hull, D., Introduction to Dislocation, Pergamon Pres, London, 1965.
- [45] Yang, J. H., Wayman, C. M., Mater. Characterization, 28, 23-35, 1992.
- [46] Yang, J. H., Wayman, C. M., Mater. Characterization, 28, 37-47, 1992.
- [47] Wayman, C. M., J. Less-Common Metals, 28, 97-105, 1972.
- [48] Wayman, C. M., Metall. Mater. Trans. A. 25A, 1787, 1994.

- [49] Tekerek, A. Ş., LaMn2Si2 Alaşımının Nanoparçacıklarının Manyetik ve Yapısal Özellikleri, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enst., Ankara, 2007.
- [50] Wechsler, M. S., Lieberman, D. S., Read, T. A., Transs. AIME., 1503 -1515, 1953.
- [51] Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., Acta Metall., 2, 129-137,1954.
- [52] Mackenzie, J. K., Bowles, J. S., Acta Metall., 2, 138-147, 1954.
- [53] Liberman, D. S., Wechsler, M. S. And Read, T. A., J. Appl. Phsy., 26, 473, 1955.
- [54] Akgün i., Gedikoglu A. and Durlu T. N., Mössbauer Study of Martensitic
 Transformations in an Fe-29,6 %Ni Alloy. Journal of Materials Science.
 17, 3479-3483(1982).
- [55] Navruz, N., Demir Bazlı Alaşımlarda ε–martensite' in Oluşumu ve Diğer Martensit Türleri ile Etkileşmesi, Doktora Tezi, A. Ü. Fen Bil. Enst. Ankara, 1996.

- [56] Sarı, U., Şekil Hatırlamalı Cu-%11.92Al-%3.78Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Mekanik Etkiler, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2004.
- [57] Kittel,C., Çeviri: Karaoğlu, B., Katıhal Fiziğine Giriş, Bilgitek Yayıncılık, İstanbul, 1996.
- [58] S. Kırım, Faraday Sistemi ve Manyetik Alınganlık Olcumu, Ataturk Universitesi Yayınları, Erzurum, 1979.
- [59] <u>http://tr.wikipedia.org/wiki/demir</u>, <u>http://tr.wikipedia.org/wiki/mangan</u>, <u>http://tr.wikipedia.org/wiki/silisyum</u>, (Erişim tarihi 22,01,2012)
- [60] D. Hull, Introduction to Dislocation, Pergamon Pres, London, 1965.
- [61] Özaydın, E., T., Kaolinit Kilinin Mössbauer Spektroskopisiyle İncelenmesi, Selçuk Üni. Konya, 2008.
- [62] Wertheim G.K., Mössbauer Effect, Principles and Application, Academic Press, Newyork, 1964.
- [63] Tanyel B., Nükleer Fizik, Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir, 1994.

- [64] Hesse J., Böttger Ch., Wukfe A., J. Sievert and H. Ahlers, Phsica Status Solidi,135, 343(1993).
- [65] Kakeshita T., Sato Y., Saburi T., Shimizu K., Matsuoka Y. and Kinda K., Mat. Trans. JIM, 34(5), 415(1999).
- [66] Joseph I. Goldstein, Scanning Elektron Microsopy and X- Ray Microanalysis, New York, Plenum Press, 1981.
- [67] Leopord May. An Introduction to Mössbauer Spectroscopy, New York Plenum Press, 1971.
- [68] Gonser, U. Topics in Applied Physics, Springer, Verlag Berlin Heidelberg, New York, 1975.
- [69] Bancroft, G. M. Mössbauer Spectroscopy, Mc Graw Hill BookCompany, (UK) Limited, Maindenhead Berkshire England, 1973.
- [70] Acton A. F. and Bevis M., J. Mater. Sci Eng., 5, 19(1970).

- [71] Kakeshita T., Sato Y., Saburi T., Sihimizu K., Matsuoka Y., and Kinda K., Materials Transactions, JIM, 40, 2, 100-106(1999).
- [72] Gürü, H. ve Yalçın, M. Malzeme Bilgisi, Palme Yayıncılık, Ankara, 2002.
- [73] M. Güner, Fe-% 32Ni-% 0,4Mn Alasımında Austenite-Martensite Faz Dönüsümleri ve Bunların Bazı Fiziksel Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2003.
- [74] Shiming, T., Jinhai, L., Shiwei, Y., Scripta Metall. Mater., 25(11), 2613-2615, 1991.
- [75] Jiang, B. H., Sun, L., Li, R., Hsu, T. Y., Scripta Metall. Mater., 33(1), 63-68, 1995.
- [76] Reyhani, M. M., Mc Cormick, P. G., Mater. Sci. Eng., A160, 57-61, 1993.
- [77] Jiang, B. H., Sun, L., Li, R., Hsu, T. Y., Scripta Metall. Mater., 33(1), 63-68, 1995.
- [78] Jian, L., Wayman, C. M., Scripta Metall. Mater., 27(3), 279-284, 1992.

- [79] Takaki, S., Nakatsu, H. And Tokugana, Y., Mater. Trans., JIM, 34, 489, 1993.
- [80] Aikawa T., Nishino, Y., and Asano, S., Scripta Metall. Mater., 29, 135, 1993.
- [81] Dikici, M., Katıhal Fiziğine Giriş, 19 Mayıs Üniversitesi Yayınları Samsun, 1993.
- [82] Yang, J. H., Chen, H. And Wayman, C.M., DEvelopment of Fe-based shape memory alloys associaterd with face-centered cubic-hexagonal close-packed martensitic transformations: Part II. Transformation behaviour, Metall. Trans. A, 23, p.1493, 1992.
- [83] Cotes, S. M., Cabrera, A. F., Damonte, L. C., Et al., Phase transformations ,n Fe-Mn alloys induced by ball milling, Hyperfine Interact., 141/142, p. 409, 2002.
- [84] Sarı, U., Kırındı, T., Yüksel, M, Ağan, S., J. Alloys Compd., 476, 160– 163, 2009.

- [85] Sarı, U., Guler, E., Kırındı, T., Dikici, M., J. Phys. And Chem. Solids 70, 1226-1229, 2009.
- [86] Kırındı, T., Sarı, U., Dikici, M., J. Alloys Compd., 475, 145-150, 2009.
- [87] Zuoxiang, Q., ve Yansheng, Z., 1988, Mössbauer effect study of antiferromagnetic Fe–Mn–Si alloys, Hyperfine Interactions, 116, 225-235.
- [88] Bandyopadhyay, D., Suwas, S., Singru R. M. and Bhargava, S. J. Mater. Sci. 33, 109(1998).
- [89] Inagaki, H., Z. Metallkd, 86, 275-280, 1995.
- [90] Inagaki, H., Z. Metallkd, 86, 304-309, 1992.
- [91] Yang, J. H., Wayman, C. M., Acta Metall. Mater., 40, 2011 2023, 1992.
- [92] Ogawa, K., Kajiwara, S., Mater. Trans., JIM, 34, 1169-1176, 1993.

[93] Kırındı, T., Dikici, M., J. Alloys Compd., 407, 157-162, 2007.

[94] Kırındı, T., Dikici, M., Bull. Mater. Sci., 28(2), 87-90, 2005.