

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%18,79Mn-%4,53Ni ALAŞIMINDA MARTENSİTİK FAZ

DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

MURAT KÖKSAL

TEMMUZ 2012

Fizik Anabilim Dalında Murat KÖKSAL tarafından hazırlanan Fe-%18,79Mn-%4,53Ni ALAŞIMINDA MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Saffet NEZİR

Anabilim Dalı Başkanı

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

Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ YAĞCI

Tez Danışmanı

Juri Üyeleri

Başkan : Doç. Dr. Emre GÜLER _____

Üye : Doç. Dr. Talip KIRINDI _____

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

..../..../ 2012

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

Doç. Dr. Erdem Kamil YILDIRIM

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ÖZET

Fe-%18,79 Mn -%4,53 Ni ALAŞIMINDA MARTENSİTİK FAZ
DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

KÖKSAL , Murat

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ YAĞCI

Temmuz 2012, 58 sayfa

Bu çalışmada Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımında gözlenen zor etkisi ile oluşturulan martensitik faz dönüşümlerinin kristalografik ve manyetik özellikleri araştırıldı. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile zor etkili martensitelerin mikro yapıları incelendi. Mikro yapı incelemelerinde, zor etkili martensite yapı miktarının uygulanan plastik deformasyon miktarı ile arttığı gözlemlendi. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının manyetik özellikleri Mössbauer Spektrometresi tekniği ile araştırıldı ve austenite faz içerisinde oluşan zor etkili martensite fazın hacim yüzdeleri bulundu. X-ışını tekniği ile örgü parametrelerinde meydana gelen değişimler tespit edildi.

Anahtar kelimeler: Austenite, Martensite, Martensitik Faz Dönüşümü, Zor Etkili Martensite, Mössbauer Spektrometresi, SEM, X-ışını.

ABSTRACT

PHYSICAL PROPERTIES OF MARTENSITIC PHASE TRANSFORMATIONS

IN Fe - %18.79 Mn %4.53 Ni ALLOYS

KÖKSAL, Murat

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Msc. Thesis

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Nermin KAHVECİ YAĞCI

July 2012, 58 pages

In this study, the micro structure and magnetic properties of martensite transformation induced with deformation effect were investigated in Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alloy. Micro structures of deformation induced martensite were observed with Scanning Electron Microscope (SEM) and it was observed in the investigation of the microstructure that the amount of martensite was increased when the amount of applied plastic deformation was increased. Mössbauer spectroscopy technique was used to determine volume fraction of stress-induced martensites formed in austenite phase. X-ray analysis method was used to determine the changes in lattice parameters.

Key Words: Austenite, Martensite, Martensitic Phase Transformation,

Stress-Induced Martensite, Mössbauer Spectroscopy, SEM, X-ray.

Sevgili Anneme,

TEŐEKKÜR

Tezimin hazırlanması esnasında bana yol gösteren, bilimsel deney imkanlarını kullanmama olanak sađlayan tez danışmanım, kıymetli hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ YAĐCI'ya teşekkür ederim. Tecrübe ve bilgilerinden istifade ettiđim saygıdeđer hocam Prof. Dr. Sedat AĐAN'a, Doç. Dr. Talip KIRINDI'ya, Yrd. Doç. Dr. Erdem YAŐAR'a ve Fizik bölümündeki tüm hocalarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma Kırıkkale Üniversitesi 2008/33 numaralı BAP projesi tarafından desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
SİMGELER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
1.1. Kaynak Özetleri	2
1.2. Çalışmanın Amacı	3
2. MATERYAL VE YÖNTEM	4
2.1. Metal ve Metal Alaşımları	4
2.2. Faz ve Faz Dönüşümleri	4
2.3. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri	8
2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli	11
2.5. Martensitik Dönüşüme Dış Zorun Etkisi	12
2.6. Martensitik Dönüşümlerde Örgü Kusurlarının Etkisi	16
2.7. Katı Cisimlerin Manyetik Özellikleri	18
2.7.1. Manyetizmanın Temeli	18
2.7.2. Manyetizma Türleri	19
2.7.2.1. Diyamanyetizma	20
2.7.2.2. Paramanyetizma	21
2.7.2.3. Ferromanyetizma	22
2.8. Deneysel Materyal ve Yöntem	25

2.8.1. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM).....	25
2.8.2. Mössbauer Spektrometresi Sistemi.....	29
2.8.2.1. Mössbauer Spektrumunun Elde Edilmesi	31
2.8.3. X-ışını Toz Ölçümü Sistemi.....	33
2.8.3.1. X-Işını Jenaratörü, X-Işını Tüpü ve Monokromatör.....	33
2.8.3.2. Gonyometre.....	34
2.8.3.3. Sistem Kontrol ve Bilgi İşlem Ünitesi.....	35
2.8.4. Numunelerin Hazırlanması.....	36
2.8.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) için Numunelerin Hazırlanması.....	38
2.8.6. Mössbauer Spektrometresi için Numunelerin Hazırlanması.....	38
2.8.7. X-ışını Toz Ölçümü İçin Numune Hazırlanması.....	38
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	40
3.1. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımında Oluşan Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi.....	40
3.2. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi İle İncelenmesi.....	43
3.3. Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının X-ışını Toz Ölçüm Yöntemi İle İncelenmesi.....	48
4. SONUÇLAR.....	53
KAYNAKLAR.....	54

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>ÇİZELGE</u>	<u>Sayfa</u>
3.1. Çalışılan numunelerden ölçülen bazı Mössbauer Spektroskopisi parametreleri	47
3.2. Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alaşımının a) zor uygulanmamış, b) %5 , c) %15 , d) %25 zor uygulanmış X-ışını sonuçları ve örgü parametreleri.....	51
3.3. Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alaşımının farklı zor uygulanan numunelere ait austenite ve martensite fazı için hesaplanan a_{γ} , $a_{\alpha'}$, a_{ϵ} ve c_{ϵ} örgü parametreleri.....	52

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Austenite (γ) ve martensite (α') fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi.....	7
2.2. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi	
b) İzotermal dönüşüm için Dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.....	9
2.3. Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak gösterimi.....	15
2.4. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi.....	22
2.5. Domain sınırları	23
2.6. Histerizis eğrisi	25
2.7. SEM Spektroskopisinin çalışma şeması.....	28
2.8. Şematik olarak bir Mössbauer düzeneğinin gösterimi	29
2.9. Radyoaktif ^{57}Co izotopunun kararlı ^{57}Fe izotopuna bozunma şeması.....	30
2.10. ^{57}Fe 'in nükleer enerji seviyelerinin manyetik alanda yarılmaları ve bu yarılmalara karşılık gelen spektrum çizgileri.....	32
3.1. Termal Etkili Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının SEM görüntüsü.....	40
3.2. %5 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının SEM görüntüsü	42
3.3. %15 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının SEM görüntüsü	42
3.4. %25 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının SEM görüntüsü	43
3.5. Termal Etkili Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının Mössbauer spektrumu.....	44
3.6. %5 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının Mössbauer spektrumu.....	45
3.7. %15 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının	

Mössbauer spektrumu.....	45
3.8. %25 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının	
Mössbauer spektrumu.....	46
3.9. Termal Etkili Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının X-ışını kırınım deseni.....	48
3.10. %5 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının X-ışını	
kırınım deseni	49
3.11. %15 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının X-ışını	
kırınım deseni	49
3.12. %25 Zor Uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının X-ışını	
kırınım deseni	50

SİMGELER DİZİNİ

SİMGE

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

a_{ϵ}	Martensite fazın örgü parametresi
δ_{γ}	Austenite Fazın İzomer Kayması
δ_{ϵ}	Martensite Fazın İzomer Kayması
B_{hf}	Martensite Fazın İç Manyetik Alanı
h,k,l	Miller indisleri

1.GİRİŞ

Bilim adamları çok uzun yıllardır metal ve metal alaşımlarının daha dayanıklı ve kullanışlı olması için arařtırmalar yapmaktadırlar. Metal ve metal alaşımlarının mekanik ve fiziksel özelliklerinin anlaşılması bu arařtırmaların amaçları arasında yer almaktadır.

Çeşitli etkiler ve olaylar karşısında maddenin yapısal özelliklerinde meydana gelen deęişimler incelenmiştir. Isıl etkiye maruz kalan metal ve metal alaşımlarının mikro yapılarında gözlenen yapısal deęişiklerin atomik seviyedeki nedenleri özel bir arařtırma alanı olmuştur [1].

Malzeme bilimciler, yumuşak demirin bazı etkiler ile sertleşmesi üzerine yaptıkları deneysel ve teorik çalışmaların neticesinde bu dış etkilerin kristal yapıda dikkate deęer deęişiklikler meydana getirdiğini göstermişlerdir. Alman bilim adamı Martens yaptığı deneysel çalışmalardan elde ettiği mikroskobik gözlemlerde demirin soęutulması sonucunda yeni kristal taneciklerin oluştuğunu tespit etmiştir. Daha sonra ise bu oluşumlar “martensitik dönüşüm” olarak bu bilim adamının adıyla anılmaya başlamıştır [2].

Uygulanan dış etkiler sonucunda meydana gelen yapı Martensite ya da ürün faz, dönüşüm öncesi yapı ise Austenite ya da ana faz olarak isimlendirilmektedir. Oluşan faz deęişiminde austenite ve martensite yapı arasındaki tek fark aralarındaki yönelim ilişkisidir. Bu iki faz arasındaki yönelim ilişkisini ilk olarak deneysel çalışmalarında Kurdujumov-Sachs ve Wasserman tespit etmiştir. Demir alaşımları üzerine 1920’lerin başlarında ilk olarak çalışmalar yapan bilim adamı ise Bain olmuştur [3].

Demir bazlı alaşımlarda meydana gelen martensitik dönüşümler genellikle yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıdaki ana fazın, hacim merkezli kübik (b.c.c.) , hacim merkezli tetragonal (b.c.t.) veya sıkı paketlenmiş hegzagonal (h.c.p.) yapılardaki martensite faza dönüşümü olarak ortaya çıkmaktadır [4,5].

Martensite faz dönüşümünün demir ve alaşımlarında gözlenmesi yanısıra bazı saf metallerde ve alaşımlarda da gözleendiği tespit edilmiştir [2]. Cu, Zn, Co, La, Li, Hg, Sn, Al, Ni, Ti, Au gibi bazı saf metaller bu dönüşümün gerçekleştiği diğer metallere örnek olarak gösterilebilir [6].

1.1. Kaynak Özetleri

Martensitik dönüşümlerin kristalografisi üzerine ilk olarak Bain çalışmalar yapmış ve sonrasında Weschler, Lieberman, Read [7] ve Bowles ve Mckenzie [8,9] bu konuda çalışmalar ortaya koymuşlardır.

Cotes ve arkadaşları [10], Fe-%13,7 Mn alaşımının manyetik özelliklerini X-ışınları kırınımı ve Mössbauer Spektrometresi ile incelemiştir. Fe-Mn alaşımlarında üçüncü elementin eklenmesi alaşımın fiziksel ve mekanik özelliklerini etkiler. Bu nedenle Fe-Mn-X alaşımları yoğun şekilde çalışılmaktadır.

1998 yılında J.H.Jun, D.K.Kong ve C.S.Choi tarafından yapılan Fe-Mn-Co alaşımlarında mikroyapısal özellikler ve ısı işlemlerin malzeme tarafından mekanik enerjiye titreşim artışı sonucu dönüştürülmesinin martensitik faz dönüşümüne bağlılığını incelediler [11]. 2003 yılında P.Marinelli , A. Fernandez ve M. Sade Fe-Mn-Co alaşımlarında termal etkili martensitik alaşımları incelemiştir [12]. Sarı ve arkadaşları Fe-Mn alaşımlarında Mo ve Co 'ın martensitik dönüşüm ve manyetik özelliklerine etkisini araştırmışlardır [13]. Yapılan çalışmalarda, Fe-Mn bazlı

alařımlarda meydana gelen $\gamma(\text{f.c.c.}) \rightarrow \epsilon(\text{h.c.p.})$ faz d6nüşümü ilave olunan elementin yüzde oranının d6nüşümü nasıl etkilediđi ve alařım içinde oluřan kusurları incelemiřlerdir [14-18].

1.2. alıřmanın Amacı

Uygulanan dıř etkiler sonucunda malzemelerde meydana gelen fiziksel deđiřmelerin sebebi ancak bu malzemenin i yapısı g6z 6nünde bulundurularak aıklanabilir. Bundan dolay ısı ıřlem, deformasyon etkisi ya da bunların farklı oranlarda bileřimlerine maruz kalan bazı metal ve alařımlarında g6zlenen mikro yapı deđiřimlerinin atomik boyuttaki nedenleri aıklanmaya alıřılmıřtır.

Deformasyon ve ısı ıřkilerle alařımlarda g6zlenen martensitik d6nüşümler ve manyetik 6zelliklerdeki deđiřimlerin ortaya ıkarılması uygulamalar aısından 6nemlidir. Dolayısıyla bu alıřmadaki amacımız Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alařımında deformasyon etkisi ile oluřabilecek mikro yapı deđiřimleri ve manyetik 6zellikleri SEM, M6ssbauer ve X-ıřını y6ntemleri ile incelemektir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Metal ve Metal Alařımları

Elektrik alanın etkisi altında elektrięi iyi ileten katıya "metal" veya "iletken", en az biri metal olmak üzere iki veya daha fazla elementten oluşan ve metal özellięi gösteren maddeye ise "alařım" denir. Metaller katı durumda kristal yapıdadırlar, yani maddeyi oluřturan atomlar üç boyutlu bir düzlem içinde bulunurlar [19]. Metal ve metal alařımları çok geniř bir kullanım alanına sahiptir ve gemiřten günümüze teknoloji alanında ihtiya duyulan temel malzeme grubunu teřkil etmektedir. Alařımların üretilmelerinin sebepleri arasında řunlar gösterilebilir; Malzemelerin fiziksel ve mekanik özellikleri deęiřtirilerek daha kullanıřlı malzemeler üretilmektedir ve böylece farklı ihtiyalara cevap verebilen yeni malzemeler ortaya çıkmaktadır. Malzemelerin maliyetlerinin düşürülmesi, daha hafif ancak daha saęlam malzemeler elde etmek, aşınmalara karşı daha direnli malzemeler üretmek gibi amalarda üretim sebepleri arasında gösterilebilir.

2.2. Faz ve Faz Dönüřümleri

Faz, sürekli bir madde içinde, kristal özellikleri ve atomların düzenleniři kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin dięer kısımlarından ayrılan bir bölge olarak tanımlanmaktadır [20].

Metal ve metal alařımları, farklı fiziksel řartlar altında farklı fazlarda bulunur. Yapı içerisinde belirli fazlardan oluřan bir denge yapısından deęiřik fazlardan oluřan bir başka denge yapısına geiř olayı ise "faz dönüřümü" olarak adlandırılır.

Katı yapıdaki faz dönüşümleri sırasında atomlar yeni faz yapısını oluştururken yer değiştirirler. Faz dönüşümleri, atomların komşuluklarının yer değiştirip değiştirmemesine göre iki ana gruba ayrılır [21]. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine yayımlı (difüzyonlu) faz dönüşümleri, atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de yayılmasız (difüzyonsuz) faz dönüşümleri denir.

Metalik sistemlerdeki faz dönüşümleri çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri ve martensitik dönüşümler olmak üzere iki ana grupta toplanır. Büyüklüğü materyalin kristalografik özelliklerine bağlı olarak değişen belirli fiziksel etkiler materyale uygulandığında faz dönüşümü meydana gelir. Faz dönüşümü, iki faz arasındaki serbest enerji farkından dolayı oluşur. Dışardan uygulanan fiziksel etkiler austenite ve martensite fazlar arasındaki serbest enerji farkının ortaya çıkmasına sebep olacağından ana faz ve ürün faz arasındaki bu enerji farkı martensitik dönüşümün meydana gelmesine sebep olur [20,21].

Bir faz dönüşümü sıcaklık ve basıncın yanında dış zor ve yapı kusurları gibi diğer etkenlerden de etkilenir. Dolayısıyla dönüşümün hangi şartlar altında gerçekleştiğini bilmek önemlidir [22]. Fazların oluşumu ve dönüşümlerinde sıcaklık, basınç ve bileşim olmak üzere üç temel etken vardır. Bu etkilerle hangi tür fazın oluştuğu ve bunların özelliklerinin bilinmesi uygulama yönünden önemlidir. Bir fazdan diğer bir faza dönüşüm olabilmesi için sistemin son faza göre kararsız olması gerekir. Sabit sıcaklık ve basınçta sistemin kararlılığı;

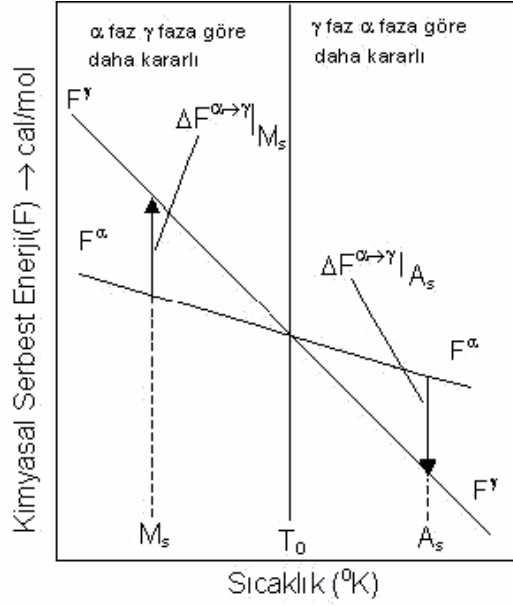
$$G = H - TS \quad (2.1)$$

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

$$H = E + PV \quad (2.2)$$

şeklinde verilir.

Eşitlikte verilen E sistemin iç enerjisini, P basıncı, V hacmi ifade eder. Bir sistemdeki atomların kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamı onun iç enerjisini oluşturur. Kinetik enerji, katıdaki atomların titreşimlerinin sonucu iken potansiyel enerji ise sistemdeki atomlar arası bağlar ve etkileşmelerden kaynaklanmaktadır. Sistemin iç enerjisindeki değişime bağlı olarak ısı miktarı değiştiğinde faz dönüşümü meydana gelir. Ayrıca ısı miktarı, sabit basınç altında sistemin hacmindeki değişime de bağlıdır. Ancak katılarda, PV terimi E ile kıyaslandığında ihmal edilebilir seviyede olduğundan $H \approx E$ alınabilir [22].



Şekil 2.1. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi [1]

Bir materyal için serbest enerjinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi Şekil 2.1.'de verilmiştir. Fazlar arasındaki serbest enerji değişimi,

$$\Delta F^{A \rightarrow M} = F^A - F^M \quad (2.3)$$

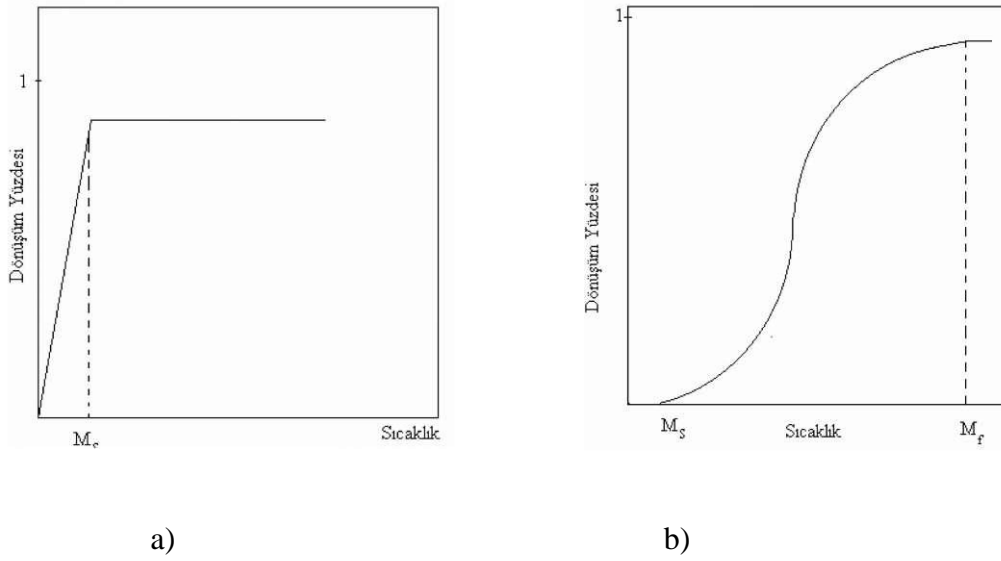
şeklinde verilebilir.

Burada F^A ve F^M sırasıyla ana ve ürün fazın serbest enerjileridir. Denge sıcaklığı olan T_0 sıcaklığında iki fazın serbest enerjileri eşit ve dolayısıyla farkları sıfırdır. T_0 denge sıcaklığının altında fark sıfırdan büyüktür ve ürün faz serbest enerjisi daha küçük olduğu için daha karardır. T_0 'ın üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçüktür ve ana faz daha karardır. Minimum serbest enerji kuralına göre bir sistem birçok değişik durumlara izin verirse sistemin bu durumlardan en düşük serbest enerjili olanını seçmesi beklenilir. Serbest enerji farkı (denk. 2.3.), faz dönüşümü için gerekli olan "sürücü kuvvet" olarak adlandırılır [22].

2.3. Austenite – Martensite Faz Dönüşümleri

Yaklaşık olarak 1535 °C 'de eriyen Fe alaşımları havasız ortamda oda sıcaklığına soğutulurken 900 °C civarında yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıda kristalleşir. Alaşımın bu fazına "austenite" adı verilmektedir. Austenite fazdaki alaşım, uygulanan fiziksel etkenler sebebi ile hacim merkezli tetragonal (b.c.t.), sıkı paketlenmiş hegzagonal (h.c.p.) veya hacim merkezli kübik (b.c.c.) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına ise "martensite" adı verilmektedir [23]. Austenite-martensite faz dönüşümleri difüzyonsuz oluşabilme özelliklerinden dolayı, katıhal fiziğinde önemli bir yer teşkil eder. Austenite kristal yapının, martensite kristal yapıya dönüşmesi şeklinde gerçekleşen dönüşüm sonunda atomlar dönüşümden önceki komşuluklarını korudukları ve yalnızca atomlar arası uzaklıktan çok olmayan uzaklıklarda yer değiştirdikleri için austenite-martensite faz dönüşümü, difüzyonsuz faz dönüşümü olarak adlandırılır. Faz dönüşümü sırasında kristali oluşturan atomların birbirlerine göre konumları ya da komşulukları değişiyorsa bu tür dönüşümlere difüzyonlu faz dönüşümü denir [24]. Austenite, martensite dönüşünce ana kristal yapı tümü ile ürün kristale dönüşmez. Martensite kristalleri düzgün olmayan bir dağılımla, austenite içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkar. Austenite içerisinde martensitenin kaplayacağı hacim, dönüşümü oluşturan etkenin büyüklüğüne bağlıdır. Fe-Ni-C alaşımlarının polikristal yapıdaki austenite örneklerinde yapılan ölçümler, austenite hacminin yaklaşık %25'lik bir bölümünün martensite oluşumunun başlama sıcaklığında, %95'lik bölümünün ise bu sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda martensite dönüştüğünü göstermiştir [25]. Austenite-Martensite faz dönüşümlerinde soğutma ile oluşturulan martensitelerin oluşmaya başlaması dönüşüm sıcaklığı olarak bilinen M_s sıcaklığında, dönüşümün

tamamlanması da M_f sıcaklığında gerçekleşir. Dönüşümün atermal veya izotermal olması alaşımın kimyasal bileşimine bağlıdır. Martensitik dönüşüm, zamana bağlı olmayıp sadece sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse atermal dönüşüm, hem zamana hem de sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse izotermal dönüşüm olarak adlandırılır [26,27]. Şekil 2.2. 'de atermal dönüşümün zamanla değişimi, Şekil 2.3. 'de ise izotermal dönüşümün zamanla değişimi verilmektedir.



Şekil 2.2. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi

b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi [28]

Austenite-Martensite faz dönüşümleri genellikle, çok kısa bir zaman aralığı içinde patlama şeklinde ve atermal olarak meydana gelir [29]. Bunshah ve Mehl tarafından, Fe ve Fe alaşımlarında ısıl etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} sn gibi bir zamanda ortaya çıktığı ölçülmüştür [1,21]. Gerçekte bu atermal davranış martensitik dönüşümün genel kavramlarından biri olarak düşünülür. Az sayıda olmakla beraber bazı alaşımlarda

da martensitelerin oluşumu izotermal ve gözle görülebilecek kadar yavaş olabilir. Bazı demir alaşımlarında, atermal ve izotermal tipi martensitik dönüşümlerin her ikisi birden meydana gelebilir [28,30]. Martensite faz dönüşümlerinin diğer bir özelliği ise tersinir olmasıdır. Oluşan martensite kristalleri, M_s sıcaklığından daha yüksek bir A_s sıcaklığında yeniden austenite faza dönüşebilir. Bazı Fe alaşımlarında martensite kristalinin, austenite kristaline dönüştüğü bu sıcaklık, oda sıcaklığının çok üstünde olduğundan normal gözlem koşullarında martensite kristalleri daha kararlıdır [20]. İçerisinde martensite faz oluşmuş bir kristal denge sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta tavlınırsa (Fe alaşımları için bu sıcaklık yaklaşık $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ civarındadır) ve tekrar soğutulursa martensite fazın başlama sıcaklığı, M_s' den aşağı bir sıcaklığa çekilir [1].

Austenite kristale uygulanan plastik zorlar da dönüşümü etkileyebilir. Uygulanan zor, dönüşüm miktarını artırabileceği gibi M_s ve A_s sıcaklıklarını da değiştirir. Soğutma ile elde edilen martensite fazın başlama sıcaklığı M_s iken plastik zor uygulandıktan sonra soğutma ile elde edilen martensite fazın başlama sıcaklığı M_s sıcaklığından daha büyük olan M_d sıcaklığına yükselir. Plastik zorun etkisi ile ters dönüşümün gerçekleştiği sıcaklık olan A_s sıcaklığı da A_d değerine düşer. Eğer M_d ve A_d plastik zorlarla aynı değeri almıyorsa, her iki fazın dengede bulunduğu sıcaklık olarak tanımlanan T_0 sıcaklığı;

$$T = \frac{A_d + M_d}{2} \quad (2.4)$$

şeklinde verilebilir. Martensitenin bitiş sıcaklığı da M_f sıcaklığıdır.

2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli

Austenite fazdan martensite faza dönüşüm olayı; kristalografik olarak ele alındığında bu olay, özelliği materyalin kompozisyonuna ve kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkenler altında oluşur. Austenite ve martensite yapı arasındaki serbest enerji farkı ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinin, genelde üç tür fiziksel etki ile oluştukları gözlenmiştir [21].

1- İlk kez Bain modeli [3] ile açıklanan, soğutmayla oluşturulan martensitik dönüşümlerin oluşumu, ki bu oluşumlar yalnızca sıcaklık etkisi ile oluşmaktadır.

2- Martensitik fazın oluşmaya başladığı M_s sıcaklığının hemen altında uygulanan ve elastik sınırı aşmayan zor ve takip eden soğutma ile meydana getirilen martensitik dönüşümler.

3- Martensitik fazın oluşmaya başladığı M_s sıcaklığının üzerinde uygulanan zorlanma ile meydana getirilen martensitik dönüşümlerdir.

Martensite oluşumu ile uygulanan mekanik zor arasında fiziksel bir ilişki vardır. Bu tür zorlara bağlı olarak M_s sıcaklığında değişimler gözlenir. Örneğin, dışarıdan uygulanan mekanik zor atermal dönüşüm için M_s sıcaklığını artırırken, izotermal dönüşüm için uyarıcı bir etkiye sahiptir. Dışarıdan uygulanan zor; martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise, bu durumda dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı yükselecek ve (M_s-A_s) sıcaklık aralığı daralacaktır. Diğer taraftan, uygulanan zor martensite plakasının oluşumunu engelleyici yönde ise, bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı düşecektir. Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan, yalnızca zor etkisi ile de martensitik faz dönüşümü olayının gerçekleşebileceğini

göstermiştir [21,30]. Sonuç olarak, martensitik faz dönüşümü olayı; ısı değişimi ve bozulma ile veya ana faza her iki etkinin beraber uygulanması ile oluşabilmektedir. Martensitik dönüşüm olayı, ana faz (γ -austenite) 'ın belirli bir hacminin belirli bir sıcaklıkta ürün faz (α' -martensite)'a geçişi şeklinde ortaya çıkar ve bu ilk geçişi takiben oluşumu gerçekleştiren fiziksel etken sürdürülmez ise, başka bir dönüşüm gözlenmez. Bu gözlem, martensite kristallerinin oluşumunun, atomların birlikte bir konumdan diğerine geçmesi şeklinde oluştuğunu gösterir [28,30].

2.5. Martensitik Dönüşüme Dış Zorun Etkisi

Martensite oluşumu sırasında austenite yapıya dışardan uygulanan mekanik zor faz dönüşümü için etkilidir. Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan yalnızca zor etkisi ile martensite faz dönüşümünün olabileceğini göstermiştir [21,31].

Bir martensitik dönüşüm için zorun uygulanma sıcaklığı, M_s sıcaklığının üstünde bir sıcaklık aralığıdır. M_s sıcaklığın üzerinde bir sıcaklık aralığında austenite faza veya austenite-martensite her iki fazın karışımına uygulanan zor, dönüşüm için bir tetikleme görevi yapar. Bu şekilde oluşan bir dönüşüm, termal etkiyle önceden oluşmuş çekirdeklenme yerlerinde fakat zor etkisiyle gerçekleşir. Yani, uygulanan zor ile yeni çekirdeklenme oluşmaz ancak zor öncesi varolan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensite, zor-etkili martensite (stress-induced) olarak isimlendirilir. Şayet dönüşüm, plastik deformasyon ile ve yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu durumda oluşan martensite, zorlanma-etkili martensite (strain-induced) olarak adlandırılır. Zor-etkili ve

zorlanma-etkili martensiteler birbiriyle kıyaslandığında her ikisi de zor etkisi ile oluşmasına karşılık çekirdeklenmelerinin farklı olduğu görülür [32,33].

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 [34]. Zor etkili martensite'nin kinetiği; M_s sıcaklığına, alaşımın kompozisyonuna, austenite miktarına, austenite ve martensite sertliğine ve uygulanan zorun etkisine bağlıdır [33-35].

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 olarak isimlendirilir [21].

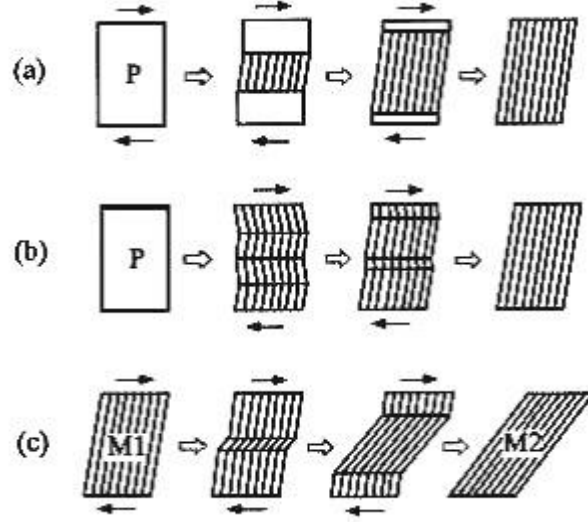
Bugüne kadar birçok alaşım sisteminde zor etkisi incelenmiştir. Bunlardan en yaygını çeliklerdeki dönüşümdür. Fe-Cr-Ni alaşımında martensite miktarının zorlanmaya göre değişimi incelenerek zorlanma miktarı arttıkça martensite miktarının arttığı ortaya konmuştur. Fe-bazlı birçok alaşımında uygulanan plastik deformasyon altında zorlanma-etkili (strain-induced) martensite gözlenmiştir [2,34,37]. Öte yandan zorlanma-etkili martensite morfolojisinin genel olarak termal-etkili martensitelerden farklı olduğu görülmüştür. Bunun nedeni deformasyon etkisi ile M_s sıcaklığının artması sonucu oluşumun daha yüksek dönüşüm sıcaklığına sahip martensite karakteristiğine benzer morfolojilerde ortaya çıkmasıdır. Ayrıca zorlanma-etkili martensitenin, mekanik özellikleri etkilediği bilindiği için böyle bir morfolojik değişimin beklenmesi doğal olacaktır [22].

Uygulanan dış zor altında martensite oluşmuş alaşımlarda yüksek zor etkisi nedeniyle sık sık kırılma yüzeyi görülür. Bu yüzeyde austenite tamamen martensite dönüşmüştür [22].

Bazı alaşımlarda dış zorun uygulaması ile oluşturulan martensite'lerin tersinir özellik gösterdikleri bulunmuş ve bu tür martensite'ler elastik martensite şeklinde sınıflandırılmıştır [33,37]. Bu tür martensite oluşumu özellikle şekil hatırlama olayında büyük rol oynar. Örnek vermek gerekirse; Cu-Al-Ni alaşımlarında sabit bir sıcaklıkta uygulanan zor ile martensitik faz dönüşümü gerçekleştiğinde kristal A_s sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklığa ısıtılırsa, martensite kristalleri ters doğrultuda zorlanmanın etkisi ile austenite faza dönüşebilir. Fe-Al-Ni, Au-Cd, Cu-Al, Fe-Pt, Fe-Mn-Si alaşımları buna örnektir [2].

Şekil hatırlama, martensite fazda iken deforme edilen bir malzeme daha sonra austenite faz sıcaklığına kadar ısıtıldığında, austenite fazda iken sahip olduğu ilk şeklini hatırlamasıdır. Dış zorun etkisi ile meydana gelen plastik deformasyonun termal etki ile yok edilmesi dönüşümün tersinir olma özelliğinin bir sonucudur.

Demir bazlı şekil hatırlamalı alaşıma dışardan uygulanan üç tip deformasyon biçimi ile tersinirlik özelliği açıklanabilir. Şekil 2.4.'de bu modeller şematik olarak gösterilmektedir [39,40].



Şekil 2.3. Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak gösterimi

(a) Martensite plakanın oluşumu ve zor etkisi ile martensite tabakaların kalınlaşması,

(b) Uygulanan zorun etkisi ile martensite yapının varyantlarının hareketi sonucu oluşan martensite,

(c) Martensite yapının zor etkisi ile başka bir martensite yapıya dönüşümü

Şekil 2.3.(a) da dış zor ile martensite tabaka oluşturuluyor ve martensite tabaka zorun artması ile kalınlaşıyor. Isıtma ile austenite- martensite ara yüzeyde geri oluşum başlar ve ana faza geri dönüşüm meydana gelir.

Şekil 2.3.(b) de austenite faz M_f sıcaklığının altında bir sıcaklığa soğutulduğunda oluşan martensite (self-accommodation) varyantları zor etkisi ile büyür ve diğer varyantlarla birleşerek ürün fazı oluşturur. Büyümüş olan martensite varyantlar termal etki ile ana faza geri dönerler.

Şekil 2.3.(c) de uzun çubuklar şeklinde periyodik olarak yığılmış benzer martensite yapılara zor uygulandığında, yeni martensite tabakalar meydana gelir. Isıl

işlem ile (M2) martensite tabakası Şekil 2.3.(b) de ki duruma benzer şekilde geri dönüşüm gösterecektir. Böylece orijinal faz ortaya çıkacaktır [39]. 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 zor ve termodinamik üzerine yapmış oldukları çalışmadan sonra, demir bazlı alaşımların martensite dönüşümünde dış zorun etkisi daha çok tartışılmıştır [1].

2.6. Martensitik Dönüşümlerde Örgü Kusurlarının Etkisi

Katılar atomik dizilmelerinde bir takım kusurlar içerir. Gerek katılma sürecinde gerekse ısı, dış zor ve basınç gibi sonradan etkilerle ortaya çıkan bu kusurlar; noktasal kusurlar, çizgisel kusurlar, iki-boyutlu yüzeysel kusurlar ve üç- boyutlu hacimsel kusurlar olmak üzere dört grupta toplanabilir. Bu kusurlar, katının mekanik ve fiziksel davranışları üzerinde önemli etkilere sahiptir [22]. Martensitik dönüşümlerde ana fazın mikro yapısal özellikleri önemlidir. Dönüşüm öncesi ana fazda bulunan örgü kusurlarının martensitik dönüşüm süresince atomların düzenli bir şekilde yeniden dizilimlerini etkilemesi beklenir. Genellikle ana fazda farklı türde bulunan bu kusurların etkilerini birbirinden ayırmak oldukça güçtür [22].

Dislokasyonların etkisi: Bir kristal yapı içerisinde kusur olarak en çok dislokasyonlar (çizgisel yapı kusurları) görülür. Dislokasyonlar, genel anlamda kristal yapı içerisinde yerlerini değiştirmiş atomların oluşturduğu bir çizgi olarak düşünülebilir. Bir katıda dislokasyonlar sonucu atomlar denge konumlarından ayrıldıklarından çizgi çevresinde gerilmeler doğar. Dolayısıyla bir şekil değiştirme enerjisi depo edilir.

Dislokasyonların ortaya çıkardığı bölgeler bozulmamış bölgelere göre daha yüksek enerjili bölgelerdir [22].

Martensitik oluşumun çekirdeklenme aşamasında dislokasyonların büyük önem taşıdığı yapılan araştırmalarla ortaya konmuştur. Dislokasyonların bulunduğu bölgeler, çekirdeklenmeler için daha küçük bir aktivasyon enerjisi engeli oluşturacaklarından, çekirdeklenme olasılığı bu bölgelerde en büyüktür ve bu bölgelerde çekirdekler kolayca ortaya çıkabilirler. Ayrıca dönüşüm sırasında oluşan çekirdeklerin, dislokasyonların zorlanma enerjilerini küçültmeleri nedeniyle çekirdeği ortaya çıkaracak olan atomlar dislokasyonlar tarafından çekilerek çekirdek oluşumu kolaylaşabilir ve böylece çekirdekler, daha çok dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkarlar. O halde dislokasyonlar dönüşümün çekirdeklenme miktarını artırabilir ve bu nedenle de M_s sıcaklığında bir yükselme gerçekleşebilir.

Martensitik dönüşüm üzerinde dislokasyonların etkisi yalnızca çekirdeklenme değildir. Martensite kristaller büyüme aşamasında iken çekirdek üç boyutta genişleyerek, zayıfta olsa dislokasyonların çekirdeğin büyümesini durdurma gibi bir olasılığı da vardır. Bu şekilde austenite-martensite faz dönüşümünü engelleyebildiği gibi martensite-austenite dönüşümünü de engelleyebilir [22].

Yukarıda verilen örgü kusurlarından başka çökelti ve yığılım kusurlarının da martensitik dönüşümde önemi vardır. Çökelti bazen şekil değişimine engel oluşturarak dönüşümün başlamasını güçleştirir ve bu durumda M_s sıcaklığı düşer[25]. Bir kristal yapı içerisindeki atomik düzlemlerin yığılım sıralanışında meydana gelen bir düzensizlik olarak ortaya çıkan yığılım kusurlarının da martensitik dönüşüm üzerinde dislokasyonlara benzer bir etkiye sahiptir [2,22].

2.7. Katı Cisimlerin Manyetik Özellikleri

Manyetizma, katı fizikinin önemli bir konusu olmakla kalmayıp, aynı zamanda kuantum mekaniğinin ayrılmaz bir parçasıdır. Termodinamik dengede bulunan bir sistemde manyetik alan etkisi ile manyetik moment oluşması mümkün değildir. Manyetizma bir taraftan elektronların spin ve yörüngesel momentlerin bir çizgi gibi düzgün şekilde dizilmelerinin ve diğer taraftan alanın sebep olduğu özel larmor hareketinden doğmaktadır. Yani serbest bir atomun manyetik momenti başlıca üç sebepten kaynaklanabilir: elektronların sahip oldukları spinden, yörünge etrafındaki açısal momentumundan ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentinden. Bu etkenlerden ilk ikisi mıknatıslanmaya "paramanyetik" üçüncüsü ise "diyamanyetik" olarak katkıda bulunur. Manyetizasyon (M) ise birim hacimdeki net manyetik momentin ölçüsüdür. Ferromanyetizma, kristalde karşılıklı etkileşme değişiminden meydana gelmiştir. Bu manyetik momentlerin birbirlerine paralel olarak çizgisel sıralanmalarına sebep olur [41].

2.7.1. Manyetizmanın Temeli

Manyetizasyon, birim hacimdeki net manyetik momenttir. Bir maddedeki toplam manyetik alan, hem uygulanan (dış) alana, hem de maddenin mıknatıslanmasına bağlıdır. Akım taşıyan bir iletkenin oluşturduğu bir B_0 manyetik alanın bulunduğu bir bölge düşünelim. Bu bölge toroid bir sargının içi olabilir. O bölgeyi bir manyetik madde ile doldurursak, bölgedeki toplam alan $B=B_0+B_m$ olacaktır. Buradaki B_m manyetik maddenin oluşturduğu alandır. Bu katkı mıknatıslanma vektörü cinsinden $B = \mu_0 M$ olur. Burada H manyetik alan şiddeti olmak üzere tanımlanmalıdır.

$$B = \mu_0(M + H) \quad (2.5)$$

eşitliğiyle tanımlanır. SI birimleriyle H ve M her ikisinin birimi de A/m' dir.

2.7.2. 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 yerleşmiş olan manyetik momentleri, alanın yönüne çevirmektir. Bu yüzden χ burada pozitifdir ($\mu > 1$) Deneysel yönden paramanyetizma ve diyamanyetizma arasındaki fark alınganlığın işareti farkında yatmaktadır. Ayrıca sıcaklığa bağılılığı farkı vardır. Paramanyetizma alan kararlılık olan termal hareketlere karşı işleyeceğinden burada sıcaklığa daha kuvvetli bağımlılık görülür, diyamanyetizma ise sıcaklıkla yapılacak işi yoktur. Her iki halde de χ alan şiddetine bağımlı değildir. Ferromanyetizma, paramanyetizmanın (bütün elektronların manyetik momentlerinin paralelliğinden doğan) aşırı halinin uzatılmasıdır. Bu durumda katı olan sadece dış alan olmayıp manyetik dipollerden ileri gelen iç alanda da olabilir. Burada ferromanyetiklerin alınganlıkların pozitif, paramanyetik alınganlıklardan defalarca küçük olduğunu söyleyebiliriz. Ferromanyetik alınganlık alan şiddetine bağılı M ve H arasında çok iyi bilinen histerezis olayı görülür. Şayet termal hareketler çok büyük değilse, manyetik momentlerin tamamının sıralanması mümkündür. Bu yüzden ferromanyetizma belli bir sıcaklığın altında görülür. Belli bir noktanın üstünde ferromanyetikler, paramanyetikdir. Sadece oda sıcaklığında Fe, Ni, Co ferromanyetikdir.

2.7.2.1. Diyamanyetizma

Atomları sürekli manyetik dipol momente sahip olmayan maddelere diyamanyetik denir. Manyetik alan uygulamasıyla elektriksel değişmeden oluşur. Elektromanyetizma Lenz kanununa göre bir elektrik devresinde akım değiştirildiğinde bu değişmeye karşı koyacak şekilde yeni bir akım oluşur. Bu akımın oluşturduğu manyetik alan uygulanan alana zıt yönde olup alınganlığı 10^{-5} mertebesindedir. Bu tip manyetizma diğer tip manyetizmaların tamamen yer almadığı Bi, Cu, Ag ve Au gibi malzemelerde görülür. Her çeşit madde de diyamanyetizma etkisi olmakla birlikte paramanyetizma veya ferromanyetizmaya göre zayıftır [42].

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

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

2.7.2.2. Paramanyetizma

Paramanyetizma maddeleri pozitif fakat küçük manyetik duyunluğa sahiptir.

$0 < \chi \leq 1$ sürekli manyetik dipol momenti olan atomların varlığından kaynaklanır. Bu dipoller çok zayıf etkileşimde bulunur. Atomların manyetik

momentleri termal hareketlilikten dolayı, statik olarak dağılmışlardır. Bu durumda atomlar ancak çizgisel şekilde sıralandıklarında bir manyetik etki gösterebilir [42].

Paramanyetik duyarlılık sıcaklığa bağlıdır. Çok düşük sıcaklıklarda manyetik alan uygulaması sonucu çok kolay manyetik alan doğrultusunda dizilirler. Sonuç olarak duyarlılık (alınanlık)

$$\chi = \frac{C}{T} \quad (2.6)$$

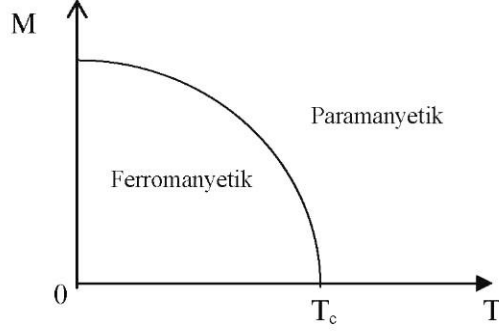
dir.

Kendiliğinden oluşan manyetizma mevcut ise;

$$\chi = \frac{C}{T-T_c} \quad (2.7)$$

Curie-Weiss kanunu olarak bilinir.

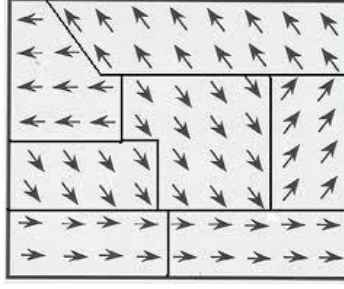
Ferromanyetik bir maddenin kendiliğinden Curie sıcaklığı denen bir kritik sıcaklığa geçtiği zaman maddenin kendiliğinden mıknatıslanmasını kaybettiğini ve paramanyetik duruma geçtiğini görürüz. (Şekil 2.4.) Curie sıcaklığı altında, manyetik momentler paralel olarak dizildikleri için madde ferromanyetiktir. Curie sıcaklığının üstünde ısısal enerji, dipollerinin gelişigüzel yönelmelerine neden olacak kadar yüksektir, bu yüzden madde paramanyetik olur.



Şekil 2.4. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi

2.7.2.3. Ferromanyetizma

En çok bilinen ferromanyetik malzemeler Fe, Ni, Co gibi geçiş elementleridir. Bunların hepsi ferromanyetik olup bazı kritik sıcaklıklar altında düzenlendiklerinde negatif momente sahiptir. Fe'in 3d yörüngesinde çiftlenmiş ve birbirine spine sahip 4e vardır. Bu demirin magnetik momentinin 4 magnetona eşit olduğu anlamına gelir. Ferromanyetik malzemelerin manyetik özellikleri Curie sıcaklığı olarak bilinen kritik bir sıcaklıktan sonra bozulur ve malzeme paramanyetik olur. Ferromanyetik maddeler sürekli mıknatısların yapımında kullanılır. Bu tür maddeler, zayıf bir dış manyetik alan içinde bile birbirine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik manyetik dipol momentlere sahiptirler. Bir kere momentler paralel hale getirildikten sonra, dış alan atomdan kaldırılrsa bile madde mıknatıslanmış olarak kalacaktır. Bu sürekli yönelim, komşu olan manyetik momentler arasındaki kuvvetli bir etkileşimden kaynaklanır. Domain, bir manyetik malzemenin farklı yönlerde manyetize olmuş bölgelerdir. Her domain bir mıknatıs olup $10^{-12} - 10^{-8} \text{ m}^3$ olup $10^{17} - 10^{21}$ civarında atom içermektedir. Farklı yönelimlere sahip olan bölgelerin arasındaki sınırlara bölge duvarları denir. Bir manyetik malzemenin kutuplaşmış iki bölgesini birbirinden ayıran iki yüzeye domain sınırı denir.



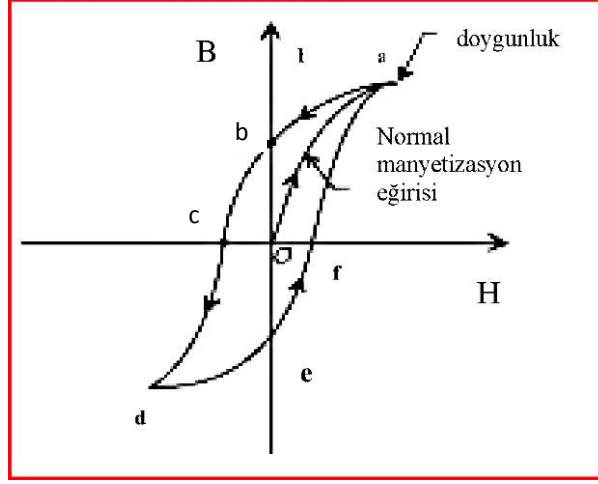
Şekil 2.5. Domain sınırları

Domain sınırlarının hareketi malzemelerin manyetik özelliklerini saptamada rol oynar. Domain sınırları manyetik alan içerisinde hareket etme kabiliyetine sahiptir. Domainler, sınırların hareketinden sonra uygulanan manyetik alan çizgisine paralel olarak dizilirler. Bunun sonucunda da domain büyümesi söz konusudur. Domain büyümesi indüksiyon hızı ile artar.

Domainler hareketi birçok faktöre etki eder. Bunlar atom boşlukları ve dislokasyonlardır. Bunlar manyetik malzemelerin domain sınırlarının hareketliliğini engellediklerinden malzemenin manyetik özelliği bakımından sert olmasına neden olur. Şimdi çekirdeği mıknatıslanmış demirden oluşan toroid şeklinde bir kangal düşünelim. Sarımlardaki akım sıfırdan bir I değerine artırılırsa, $H=nI$ ifadesine göre alan şiddeti H , I akımı ile lineer olarak artar. Ayrıca şekilde gösterildiği gibi B toplam alanı da akım arttıkça artar. O noktada manyetik bölgeler rasgele yönelmişlerdir. Bu da $B=0$ 'a karşılık gelir. Dış alan arttıkça bölgeler alanla daha çok paralel hale gelirler ve sonunda a noktasında hemen hemen hepsi paralel duruma geçerler. Bu durumda demir çekirdek doyuma yaklaşmaktadır. Doyum koşulu, tüm bölgelerin aynı yöne yöneldikleri duruma karşılık gelir. Akımın sıfıra düşürüldüğü ve dış alanın ortamdaki kaldırıldığını düşünelim. Mıknatıslanma eğrisi a b yolunu izler, b noktasında dış alan $B_0=0$ olduğu halde, B alanı sıfır olmaz. Bu durum çok sayıda bölgenin paralel hale gelmelerinden dolayıdır. $B=B_m$ noktasında kalıcı bir

mıknatıslanmaya sahiptirler. Akım sıfır değerine ulaştıktan sonra yönü değiştirilerek dış alanın yönü değiştirilip şiddeti artırılırsa, numune c noktasında tekrar mıknatıslanmış duruma gelinceye kadar bölgeler yön değiştirirler. Burada $B=0$ olur. Ters yöndeki akımdaki artış demirin ters yönde mıknatıslanmasına neden olur ve d noktasında doyuma ulaşır. Akım tekrar sıfıra düşürülüp ve sonra başlangıçtaki olaylar zinciri oluşur mıknatıslanma eğrisi def yolunu izler. Akım yeterince artırılırsa mıknatıslanma eğrisi a noktasına geri döner. Burada numune maksimum mıknatıslanma değerine kavuşur. Bu olaya histerezis olayı denir. Bu maddenin mıknatıslanmasının alanın şiddetine bağlı olduğu kadar maddenin geçmişteki durumuna da bağlı olduğunu gösterir. Çoğu kez ferromanyetik malzemenin belleğe sahip olduğu söylenir. Çünkü dış alan ortadan kaldırıldıktan sonra bile madde mıknatıslanmış olarak kalır. Histerezis ilmeğin şekli ve büyüklüğü ferromanyetik maddenin özelliklerine ve uygulanan maksimum alanın şiddetine bağlı olarak değişir [42].

Sert ferromanyetiklerin histerezis ilmekleri geniştir. Kalıcı mıknatıslanmaları var demektir. Yumuşak ferromanyetikler demir gibi histerezis ilmekler dardır. Ferromanyetik bir malzemeyi uygulanan alanı yavaş yavaş azaltarak peşpeşe histerezis ilmeklerden geçirmek suretiyle mıknatıslık kaldırılabilir.



Şekil 2.6. Histerizis eğrisi

2.8. Deneysel Materyal ve Yöntem

2.8.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

İnsan gözünün çok ince ayrıntıları görebilme olanağı sınırlıdır. Bu nedenle görüntü iletimini sağlayan ışık yollarının mercekle değiştirilerek, daha küçük ayrıntıların görülebilmesine olanak sağlayan optik cihazlar geliştirilmiştir. Ancak bu cihazlar, gerek büyütme miktarlarının sınırlı oluşu gerekse elde edilen görüntü üzerinde işlem yapma imkânının olmayışı nedeniyle araştırmacıları bu temel üzerinde yeni sistemler geliştirmeye itmiştir. Elektronik ve optik sistemlerin birlikte kullanımı ile yüksek büyütme üzerinde işlem ve analizler yapılabilen görüntülerin elde edildiği cihazlar geliştirilmiştir.

Elektro optik prensipler çerçevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu (SEM), bu amaca hizmet eden cihazlardan birisidir. Taramalı Elektron Mikroskobu, birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarında kullanımı yanında, mikro elektronikte yonga üretiminde, sanayinin değişik kollarında hata

analizlerinde, biyolojik bilimlerde, tıp ve kriminal uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. İlk ticari taramalı elektron mikroskobu 1965'te kullanılmaya başlanmış, bundan sonra teknik gelişmeler birbirini izlemiştir. Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. Gerek ayırım gücü (resolution), gerek odak derinliği (depth of focus) gerekse görüntü ve analizi birleştirebilme özelliği, taramalı elektron mikroskobunun kullanım alanını genişletmektedir.

Numune İle Etkileşimi

Yüksek voltaj altında ivmelendirilen elektron demeti ile numune arasında bir etkileşim gerçekleşir. Bu girişim hacmi su damlası görünümü olarak tanımlanır. Yüksek enerjili demet elektronları numune atomlarının dış yörünge elektronları ile elastik olmayan girişimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi taşır ve Auger Spektroskopisinin çalışma prensibini oluşturur. Yine yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikincil elektron (secondar electrons) olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune odasında bulunan sintilatörde toplanarak ikincil elektron görüntüsü sinyaline çevrilir. İkincil elektronlar numune

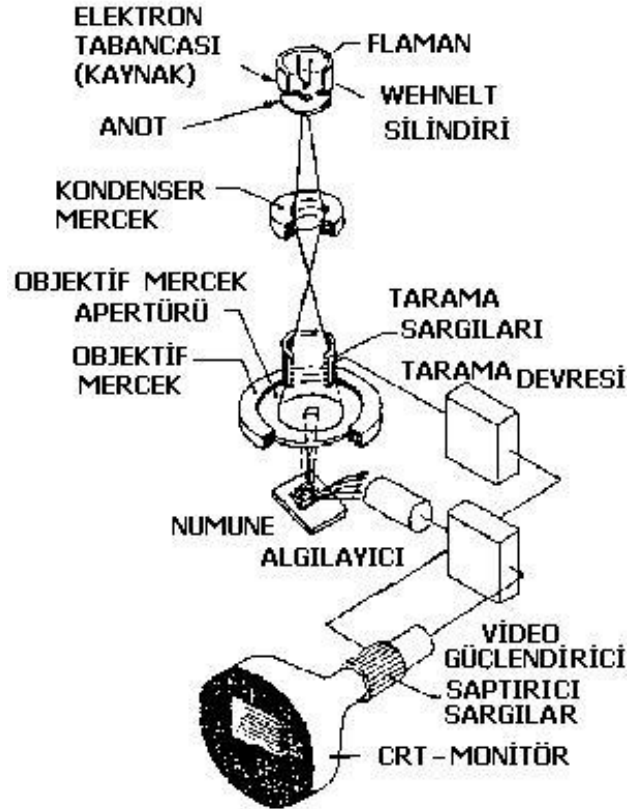
yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır.

Numune üzerine odaklanan elektron demeti, numune atomları ile ayrıca elastik girişimlerde de bulunabilir. Bu girişimlerde demet elektronları, numune atomlarının çekirdeğinin çekim kuvveti ile saptırılarak numune yüzeyinden geri saçılmaktadır. Bu elektronlar geri saçılmış (back scattered) elektronlar olarak tanımlanır ve objektif merceğin altında yer alan özel üç adet silikon dedektörde (A, B, C) toplanarak görüntü oluşumunda kullanılır. Böyle bir görüntü geri saçılmış (back scattered) elektron görüntüsü olarak tanımlanır. Geri saçılmış elektron miktarı, numunenin atom numarasıyla orantılıdır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüsü özellikle çok fazlı sistemlerde atom numarası farkına dayanan kontrast içerir. Geri saçılmış elektron dedektöründe sinyaller toplandığında (A+B) atom numarası kontrastına bağlı kompozisyon görüntüsü elde edilir. Eğer sinyal farkı alınarak görüntü elde edilirse (A-B), topografik bileşim görüntüsü oluşur. Ayrıca üçüncü algılayıcı (C), bir açı altında tutulup sinyaller toplandığında (A+B+C) gölge görüntüsü (shadow) de elde edilir. Geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlara göre numune yüzeyinin daha derin bölgesinden geldiği için görüntünün ayırım gücü düşük olmaktadır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüleri en fazla x2000 büyütmeye kadar olan incelemelerde kullanılmaktadır.

Çalışma Prensibi

Taramalı Elektron Mikroskobu Optik Kolon, Numune Hücresi ve Görüntüleme Sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye

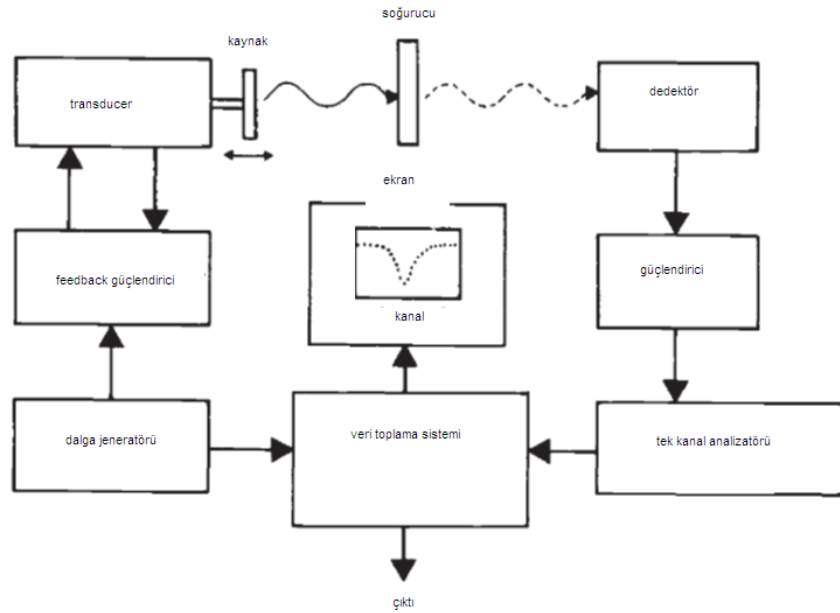
dođru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandıđı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için yoğunlařtırıcı mercekler, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceđi, bu merceđe bađlı çeřitli apta apatürler ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pascal gibi bir vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde, elektron demeti ile numune giriřimi sonucunda oluřan çeřitli elektron ve ışınmaları top numune giriřimi sonucunda oluřan çeřitli elektron ve ışınmaları toplayan dedektörler, bunların sinyal çođaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır.



řekil 2.7. SEM Spektroskopisinin alıřma řeması [43]

Mössbauer Spektroskopisi bazı elementlerin atomlarının fiziksel ve kimyasal durumlarını oldukça hassas şekilde açıklayan bir tekniktir. Nükleer gama rezonansı spektroskopisi olarak da isimlendirilmektedir.

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



Şekil 2.8. Şematik olarak bir Mössbauer spektroskopisinin düzeneğinin gösterimi

[44]

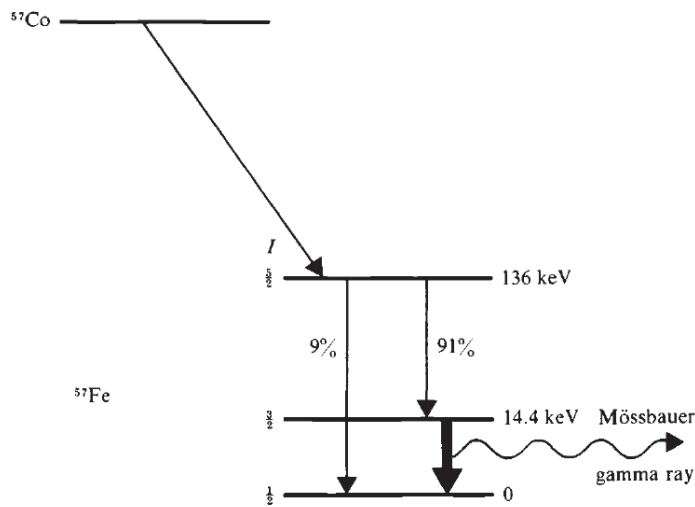
Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskriminatörü ve birçok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca,

kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır. 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 analizatörüne gider. Bu analizatör, 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 düzeneğinde gama kaynağı olarak, genellikle uyarılmış durumdaki kararlı izotoplar kullanılır. Bizim kullandığımız Mössbauer düzeneğinde uyarılmış durumdaki ^{57}Fe çekirdeği kullanılmaktadır. ^{57}Fe çekirdeği ^{57}Co çekirdeğinin bir elektron yakalaması sonucu oluşur.



Uyarılmış çekirdeğin taban enerji durumuna dönerken yaptığı ışımalarda gama ışınlarıdır. Uyarılmış durumdaki ^{57}Fe çekirdeği taban durumuna geçerken enerjileri 14.4 keV, 123 keV ve 136 keV olan üç farklı gama ışınması yayınlar.



Şekil 2.9. Radyoaktif ^{57}Co izotopunun, kararlı ^{57}Fe izotopuna bozunma şeması[44]

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

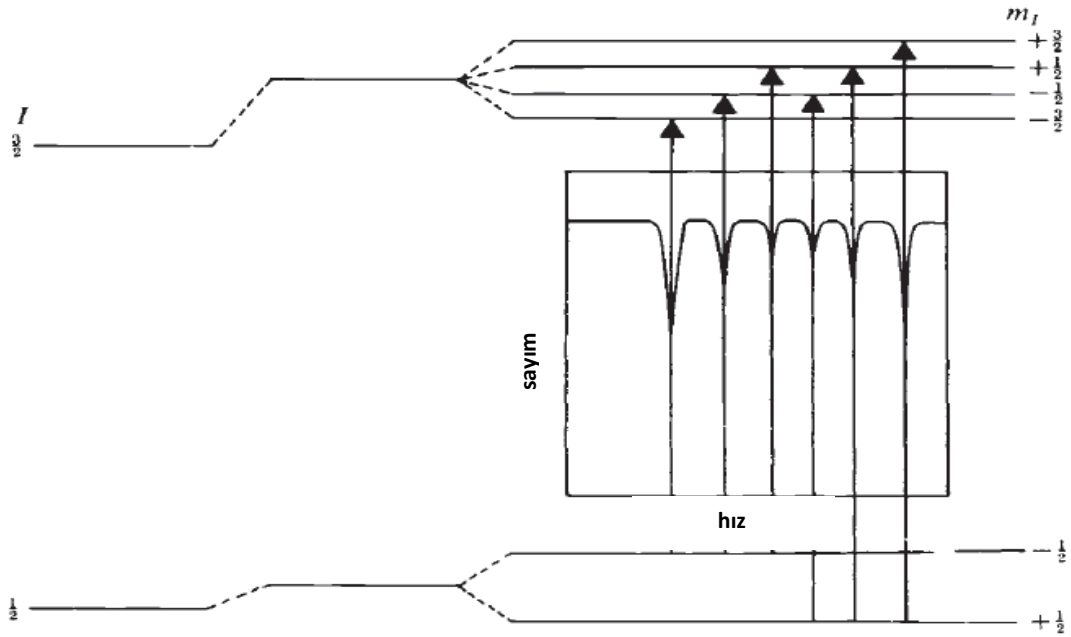


olur. Bu durumda ayrılmış halde bulunan ^{57}Fe 'nin taban duruma geçerken yaydığı 14.4 keV'luk gama ışınımı Mössbauer olayında kullanılır. Bir atomun kimyasal değerliğinin değişmesi sonucunda bu atom s-elektron yoğunluğunun da değişeceği gerçektir. İşte bu sebepten sıfırdan farklı bir değerlikte olan çekirdeği ile onun s-elektronları arasındaki Coulomb çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri ile bir değişime uğrar bu olay Mössbauer spektrumunda izomer kayma olarak kendini gösterir. Mössbauer spektrumunda izomer kayması değerinin ölçülmesi ile Mössbauer izotopunun bağ durumları hakkında çeşitli bilgiler elde edilir.

2.8.2.1. Mössbauer Spektrumunun Elde Edilmesi

Demir oda sıcaklığında ferromanyetik olduğu için aynı atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği \vec{H} manyetik alan şiddeti büyüktür ve Zeeman olayı sonucu çekirdek enerji seviyelerinde yarıma beklenir. \vec{J} nin \vec{H} doğrultusundaki izdüşümü m_j 'nin aldığı değere göre her enerji seviyesi $2J + 1$ sayıda alt seviyeye yarılar. ^{57}Fe de taban durum için $J = 1/2$, 14.4 KeV'luk ilk uyarılmış durum için $J = 3/2$ olduğundan dolayı, \vec{H} manyetik alan etkisi ile taban durum 2 seviye ile ilk uyarılmış durum 4 seviyeye yarılacaktır. $\Delta m_j = 0, \pm 1$ seçim

kuralı göz önüne alınırsa farklı altı gama geçişi sonucu gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir. ^{57}Fe 'nin beklenen enerji seviyesi yarılımları sonucunda da Mössbauer spektrumunda çok sayıda çizgi görülür. Şekil 2.7'de ^{57}Fe için böyle bir durum sırasında çekirdek seviyelerindeki yarılımlar gösterilmiştir. Mössbauer spektrometresi metal ve metal alaşımlarında faz dönüşümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan metotlardan birisidir. Bu metotla austenite ve martensite yapıların manyetik düzenlenişleri, soğurma ve deformasyon sonucu oluşan martensitelerin hacim oranları, oluşan martensite fazın iç manyetik alanı austenite ve martensite fazların izomer kayma değerleri belirlenebilmektedir. Fe bazlı alaşımlar da austenite yapı paramanyetik olduğundan, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilebilir. Ancak dönüşüm sonucu oluşan martensitelerin ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlemeleri karakteristik altı çizgi spektrumu verir. Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite yapının ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir.



Şekil 2.10. Fe'in nükleer enerji seviyelerinin manyetik alanda yarılımları ve bu yarılımlara karşılık gelen spektrum çizgileri[44]

2.8.3. X-Işını Toz Ölçümü Yöntemi

X-ışını sistemi; çoğunlukla ağır elementlerden oluşan, katı anorganik ve kristal maddelerin araştırılmasına uygun bir deneysel metottür. Metot, süperiletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik, kaplama malzemeleri, maden analizleri, toprak analizleri, safsızlık dop edilmiş yarı iletkenler, böbrek ve mesane taşları, bazı adli konularda, boyar maddeler, pigmentler, çimentolar, doğal veya yapay mineraller, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik veya elementlerin tayini, inorganik polimerler, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması, bazı kristal veya amorf kompleks bileşiklerinin incelenmesi gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Yaygın olmamakla birlikte bazı katı organik bileşiklerin, katı organik polimerlerin, plastiklerin, organik boyar maddelerin analizlerinde de kullanılmaktadır.

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

2.8.3.1. X-Işını Jeneratörü, X-Işını Tüpü ve Monokromatör

Yüksek gerilim jeneratörü 20kV-60kV ve 6mA-80mA aralığında tam otomatik ve bilgisayar kontrollü olarak çalışma kapasitesine sahiptir. Yüksek gerilim ve X-ışınları tüpü su soğutmalı olup, sıcaklık yükselmelerine ve su basıncı düşmelerine karşı otomatik korumalıdır. Sistem X-ışını kaçaklarına karşı korumalı olan, özel kabin içerisinde yer almaktadır. Sistem kesintisiz ve regüleli otomatik kesintisiz güç kaynağı ile beslenmekte olup, elektrik kesilmesi durumunda cihazın en az 2 saat süreyle çalışmasını sağlamaktadır. Sistem seramik X-ışınları tüpüyle donatılmış olup, değişik

dalga boylarında X-ışını üretimi için Cu, Mo veya Cr seramik tüpler kullanılmaktadır. Sistem de monokromatize X-ışını elde etmek amacıyla grafit monokromatör veya filtreler kullanılmaktadır. Numunelerin özelliğine veya isteğe bağlı olarak farklı genişliğe sahip slitler kullanılabilir. Numuneden difraksiyona uğrayan X-ışınları NaI(Tl) tipi sintilasyon dedektörü ile toplanmakta ve sisteme bağlı bulunan bilgisayar ünitesi yardımıyla değerlendirilmektedir.

2.8.3.2. Gonyometre

X-ışınlarının numune üzerine odaklanması Bragg-Brentano geometrisini esas almaktadır. Difraktometre ölçüm çapı 435, 500 ve 600 mm çaplı değerlere sahip olup, ara değerlere ayarlamak da mümkün olabilmektedir. Difraktometre konumu ölçülen numuneye bağlı olarak yatay ve düşey olabilmektedir. Difraktometre konfigürasyonları tüp çeşidine bağlı olarak $\theta - \theta$ veya $\theta - 2\theta$ olarak seçilebilmektedir. Ölçümler isteğe bağlı olarak “hızlı ölçüm” konumunda da yapılabilir. Alette maksimum hız $25^\circ/\text{s}$ 'ye kadar ayarlanabilmektedir.

Numenin ölçüm aralığı 2θ cinsinden -110° ile 168° açı aralığında yapılabilir. Standart ölçüm modunda ($2\theta = 10^\circ-90^\circ$, ve $0.002^\circ/\text{s}$ tarama adımında) ölçüm süresi 60 dakikadır. Difraktometrede sıfır noktası düzeltmesi aletin kendisi tarafından kuvarz standart kullanılarak otomatik olarak yapılmaktadır. Aletteki ölçümlerin tekrarlanabilirliği $\pm 0.0001^\circ$ dir. Alette minimum adım açısı 0.0001° ' dir. Bu nedenle numuneden toplanacak veri sayısı oldukça fazla olabilmektedir. Bu ise sistemin X-ışınları toz difraksiyon tekniğine dayalı olarak yapılmakta olan teorik modelleme (Rietveld metodu gibi) analizlerine uygun olmasını sağlamaktadır. Sistem yüksek sıcaklık toz difraksiyon ölçümleri için de donanımlı olup X-ışını

ölçümleri oda sıcaklığı ile 1600°C sıcaklığı aralığında yapılabilmektedir. Bu ölçümler sonunda kristalografik faz dönüşümleri, faz geçiş sıcaklıkları, termal genişleme gibi özellikler incelenebilmektedir. Sistem sıcaklığa bağlı olarak oluşan zemin düzeltmesini otomatik olarak yapmaktadır.

2.8.3.3. Sistem Kontrol ve Bilgi İşlem Ünitesi

Sistemin tüm mekanik kontrol ve ayarları otomatik olarak sistem bilgisayarı ile yapılmaktadır. X-ışını toz deseni veri değerlendirmeleri ise veri değerlendirme ve işlemlerini içeren hazır paket programlarla, merkezde bulunan veri değerlendirme ve işleme bilgisayarında yapılmaktadır. Ayrıca bu paket programların yüklü olduğu kişisel bilgisayarlarda da yapılabilmektedir.

X-ışını sistemi internet bağlantılı olup, ölçüm sonuçları (X-ışını toz desen, verileri v.s.) anında e-maile yollanabildiği gibi lazer yazıcıdan windows formatında çıktıları alınarak şahıslara ulaştırılabilmektedir. Veri değerlendirme bilgisayarında yüklü olan “X-ray Evaluation” adlı paket programı kullanılarak genel hatlarıyla aşağıda işlemler yapılabilmektedir:

a - Sistem hata düzeltmesi,

b - Zemin düzeltmesi,

c - $K\alpha_2$ düzeltmesi,

d - Kırınım pik açılarının ve şiddetlerinin (relative veya cps cinsinden)

otomatik olarak bulunması,

e - Manuel olarak pik açılarının ve şiddetlerinin (relative veya cps cinsinden) bulunması,

f - Veriler arası işlemlerin yapılması ve kopyalanması,

g - Farklı X-ışını toz desenlerinin üst üste karşılaştırılması,

h – X-ışını toz desenlerinin dikey-yatay-üst üste (3D) olarak görüntülenmesi,

i – X-ışını toz deseni verilerinin bilgisayar hafızasında yüklü olan PDF dosyaları ile otomatik olarak karşılaştırılarak kalitatif analizler, yapılabilmektedir.

j – X-ışını verilerinin ASCII formatına veya ASCII verilerinin X-ray verilerine dönüştürülmesi yapılabilmektedir.

Veri değerlendirme bilgisayarında bulunan “WIN INDEX” programı ile,

a - Kristal birim hücre tipinin, birim hücre parametrelerinin (a, b, c, ve α , β ve γ) bulunması,

b - h k l değerlerinin otomatik olarak hesaplanması,

c - Numuneye uygun olma olasılığı yüksek olan diğer alternatif birim hücre tiplerinin ve h k l değerlerinin otomatik olarak bulunması,

d - FOM (Figure of merit) değerinin otomatik hesaplanması ve en uygun birim hücre tipinin seçimi,

e - Manuel olarak indisleme parametrelerinin seçimi,

f - İndisleme verilerinin başka amaçlar için diğer dosyalara dönüştürülmesi, gibi kristalografik işlemler yapılabilmektedir.

2.8.4. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada incelenen Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımı, TÜBİTAK Gebze Araştırma Merkezi'nde hazırlanmıştır. %99,9 saflık derecesinde toz halinde bulunan Fe, Mn ve Ni elementleri bir araya getirilip yüksek sıcaklıkta eritilerek 1 cm çapında, 10 cm uzunluğunda silindirik çubuklar halinde dökülmüştür. Bu şekilde elde edilen

alařımın kompozisyonu, IXRF sistemi kullanılarak EDS (Elektron Dispersion Spectroscopy) tekniđi ile Fe-%18,79Mn-%4,53Ni (% ađırlık) řeklinde tespit edildi.

Silindirik ubuk halinde bulunan alařımdan, elmas bıaklı kesicilerle uygun boyutta kesilen numuneler, deformasyon etkili martensite faz donüşümü olayını incelemek üzere farklı zor etkisine tabi tutuldular. Homojenleřtirmek için uygulanan ısııl iřlem sırasında, yüksek sıcaklıklarda malzemedeki oksitlenmeyi önlemek amacıyla, numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen kuartz cam tüpler içine konuldu ve daha sonra ısııl iřlem uygulandı.

Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alařımında zor-zorlanma davranıř etkilerini incelemek üzere; 4 adet orijinal numune, 1100 °C'de 12 saat homojenleřtirilerek fırında yavař sođutma iřlemine tabi tutuldular.

Martensitik donüşüm üzerinde deformasyon etkisini incelemek için 3 tane numuneler, elmas bıaklı uygun kesicilerle 7 x 7 x 13 mm³ boyutlarında dikdörtgen prizması řeklinde kesilerek hazırlandı. Daha sonra bu numuneler, Instron sıkıřtırma ve ekme test makinesi yardımı ile oda sıcaklıđında dakikada 0.2 mm hızla sıkıřtırılarak farklı oranlarda basma zoru uygulandı.

Isıl ve mekanik iřlemler uygulanarak elde edilen numuneleri incelemek için ařađıdaki teknikler kullanıldı;

- a) Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ile yüzey gözlemleri incelemeleri
- b) Mössbauer spektroskopisi ölçümleri ile manyetik özelliklerin incelenmesi
- c) X-ıřını toz kırınımı ölçümleri ile örgü parametreleri tayin edildi.

2.8.5.Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) için Numunelerin Hazırlanması

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey gözlemleri için; yalnız ısıtma işlemi görmüş numune ile ısıtma işlemi sonrası basma zoru uygulanmış numuneler, değişik kalınlıktaki su zımparaları ile (800-100-1200'lük) kalından inceye doğru gidilerek zımparalandı ve bu şekilde yüzeydeki pürüzler ve kalın çizgiler ortadan kaldırılmış oldu. Daha sonra ise parlatma cihazı kullanılarak 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla numune yüzeyleri parlatıldı. Mekanik olarak parlatılan yüzeyler % 6 nital (6 ml nitrik asit, 94 ml metanol karışımından oluşan) çözelti içerisinde oda sıcaklığında bir dakika bekletilerek dağlandı. Numunelerin yüzeylerinde oluşan mikro yapı karakteristikleri 30 kV gücünde Jeol – JSM 5600 SEM marka yüzey taramalı elektron mikroskobu ile incelendi.

2.8.6. Mössbauer Spektrometresi için Numunelerin Hazırlanması

Isıtma işlemi ve zor uygulanması tamamlanmış, taramalı elektron mikroskobunda incelenip görüntüleri alınmış numunelerimizden, yaklaşık 2mm kalınlığında kesilerek, değişik kalınlıkta su zımparaları kullanılarak yaklaşık olarak 60µm kalınlığına getirilmiştir. Daha sonra bu numunelerin Mössbauer Spektrumları Wissel marka Mössbauer spektrometresi kullanılarak elde edilmiştir. Bu spektrumlar Normos 90 en küçük kareleri fit etme programı ile analiz edilmiştir.

2.8.7. X-ışını Toz Ölçümü İçin Numune Hazırlanması

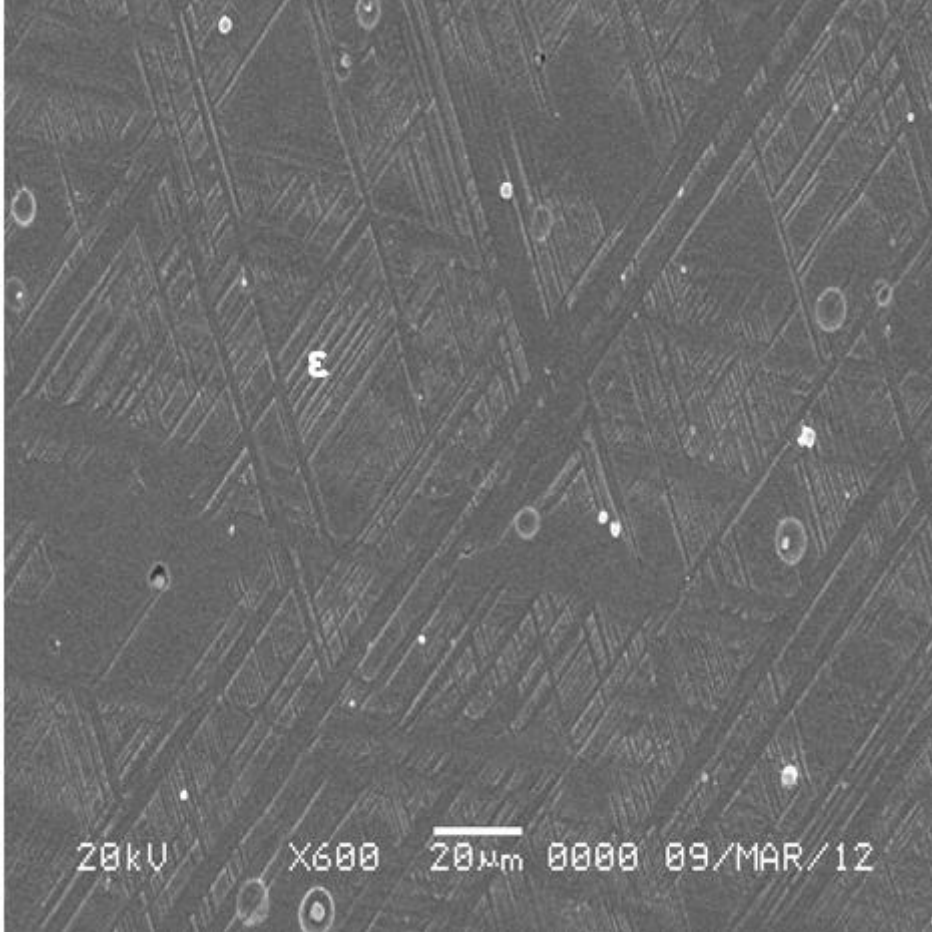
Ölçüm için numunelerden 20 mg'lık toz örnekler hazırlanmıştır. Hazırlanan örnekler Malatya İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezinde bulunan

Rigaku RadB-DMAXII toz difraktometresinde ölçülerek kırınım desenleri elde edildi. Bu kırınım desenleri incelenerek kristalin örgü parametreleri hesaplandı.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1. Fe -%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımında Oluşan Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi

Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımı 1100 °C'de homojenleştirilerek fırında yavaş soğutma işlemine tabi tutulmuştur. SEM ile incelenen numunede termal etkili γ fazın içinde ϵ bantlar gözlenmiştir. Gözlenen bu yapılar Şekil 3.1. de verilmiştir.



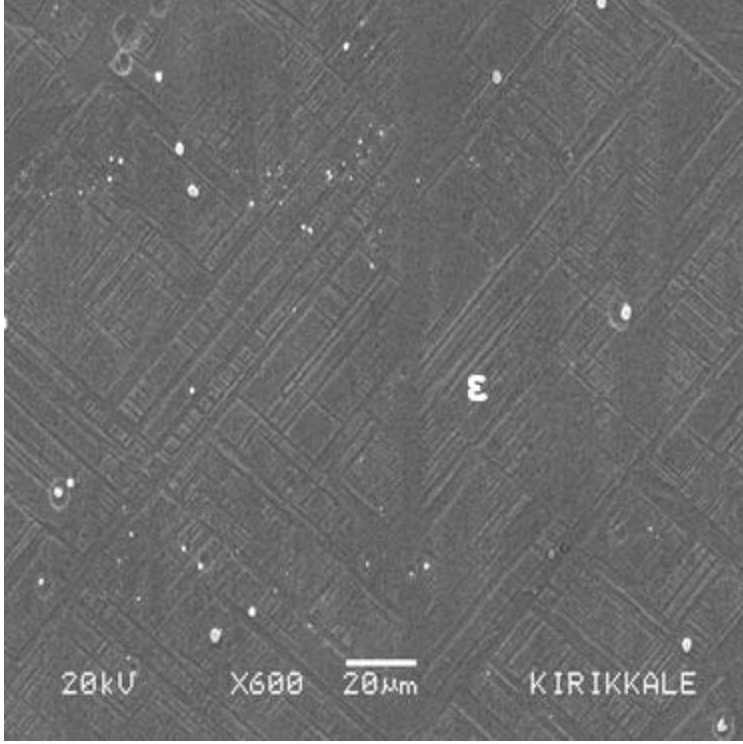
Şekil 3.1. Termal etkili Fe -% 18,79Mn-%4,53Ni alaşımının SEM görüntüsü

Yavaş soğuma uygulanan numunelerde birbirine paralel olarak yığılmış ve farklı yönelimlere sahip ϵ martensite plakalarının oluştuğu gözlenmiştir. Easterling ve Porter [45] tarafından martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiği ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığı ancak oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğu belirtilmiştir. ϵ martensite plakalarının tane içinde birbirine paralel plakalar şeklinde meydana geldiği önceki çalışmalarda ortaya konulmuştur [46-50].

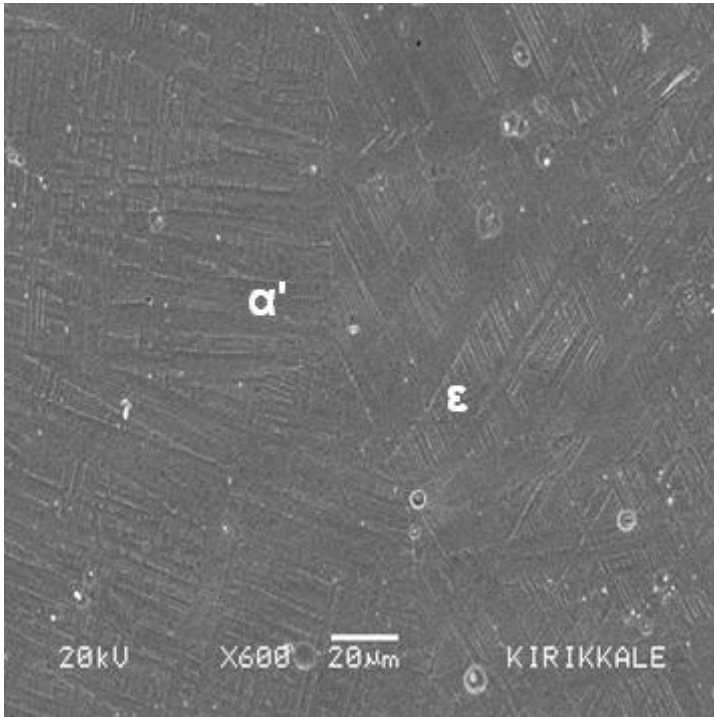
İncelediğimiz alaşımda, martensitik dönüşüm üzerine deformasyon etkisini araştırmak amacıyla, Şekil 3.1. de faz yapıları verilen üç numuneye farklı oranlarda basma zorları uygulandı. Bunun sonucunda mikro yapılarını incelemek için SEM görüntüleri çekildi.

Numunelerin %5, %15 ve %25 oranlarında plastik deformasyona maruz kaldıklarında yüzey morfolojilerinde meydana gelen değişimler Şekil 3.2. , Şekil 3.3. ve Şekil 3.4. te gösterilmiştir.

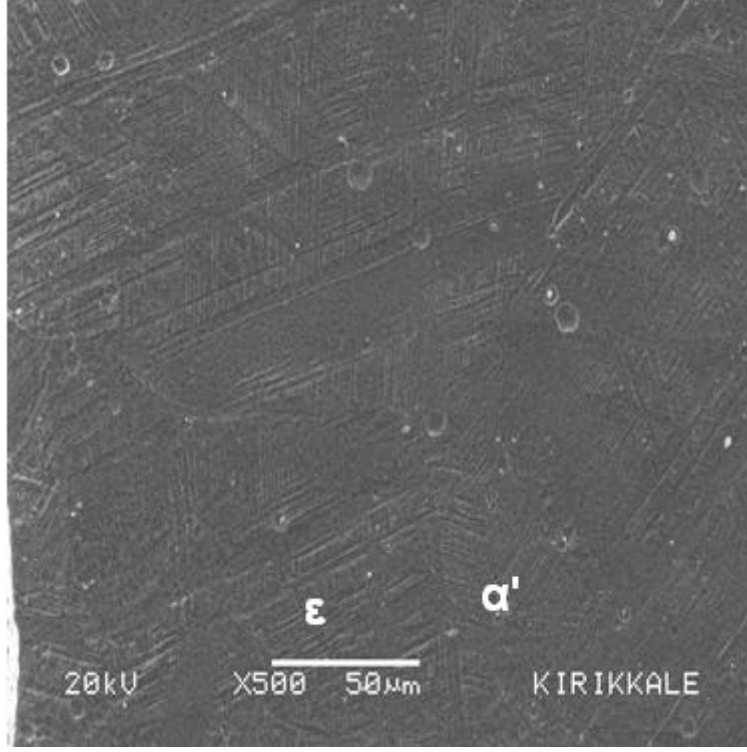
Bu şekiller incelendiğinde, oluşan martensite kristallerinin farklı taneler içinde farklı yönelimlerde olduğu, uygulanan basma zoru oranı arttıkça oluşan ϵ matensite plaka sayılarının da arttığı gözlenmiştir.



Şekil 3.2. %5 Zor uygulanmış Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının SEM görüntüsü



Şekil 3.3. %15 zor uygulanmış Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının SEM örüntüsü



Şekil 3.4. %25 zor uygulanmış Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının SEM görüntüsü

Martensite plakaların kesişme bölgelerinde α' (b.c.c.) türü martensite yapının oluşması beklenen sonuçtur. Zorlanma miktarının artması ile birçok kesişme bölgesinde yeni yönelimlerin ve çekirdeklenmelerin oluşması beklenir. Uygulanan zorun büyüklüğü artırıldığında martensite plakalarının kırıldığı ve kırılan bu plakaların yeni yönelimlerde bulunduğu görülmektedir.

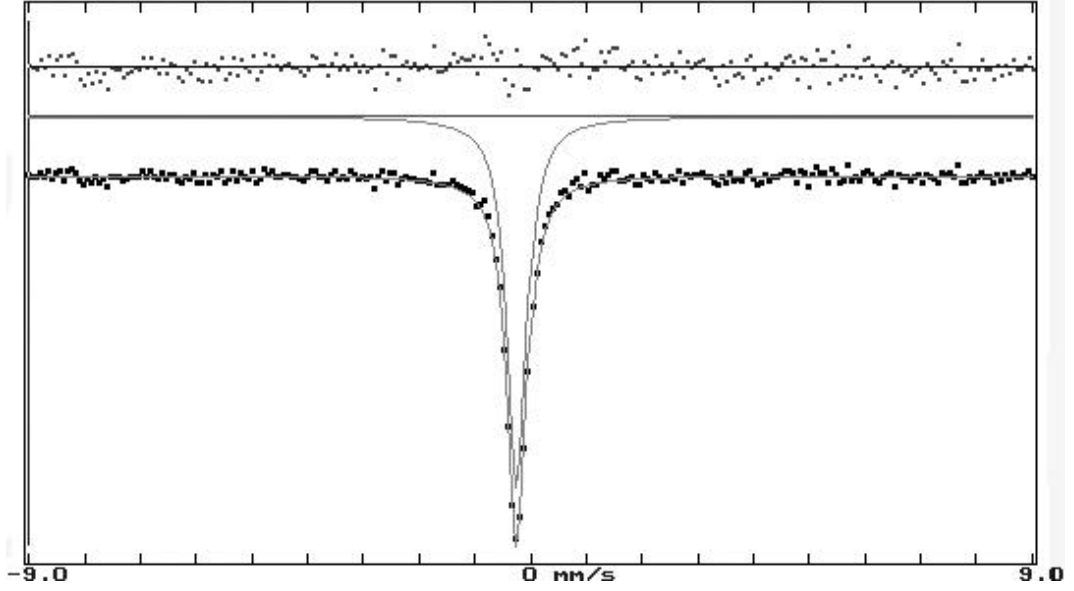
3.2. Fe%18,79Mn-%4,53Ni Alaşımının Mössbauer Spektroskopisi

Yöntemi ile İncelenmesi

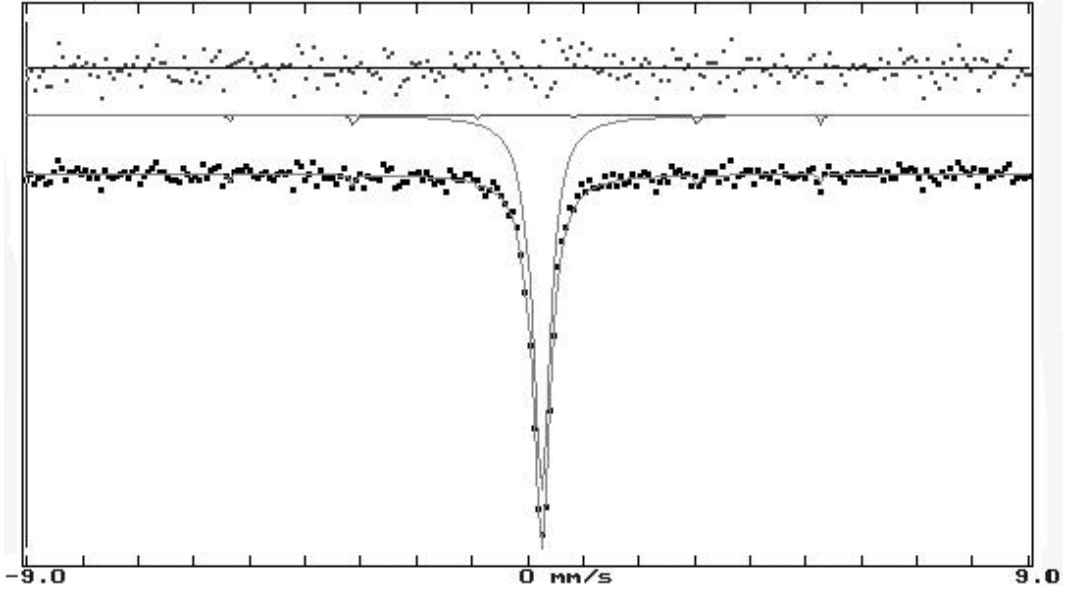
Metal ve metal alaşımlarının faz dönüşümlerinin incelenmesinde Mössbauer spektrometrisi yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemle austenite ve martensite yapıların manyetik özellikleri, farklı etkilerle oluşan martensite

kristallerinin hacim yzdeleri ve martensite fazın i manyetik alanı belirlenebilmektedir.

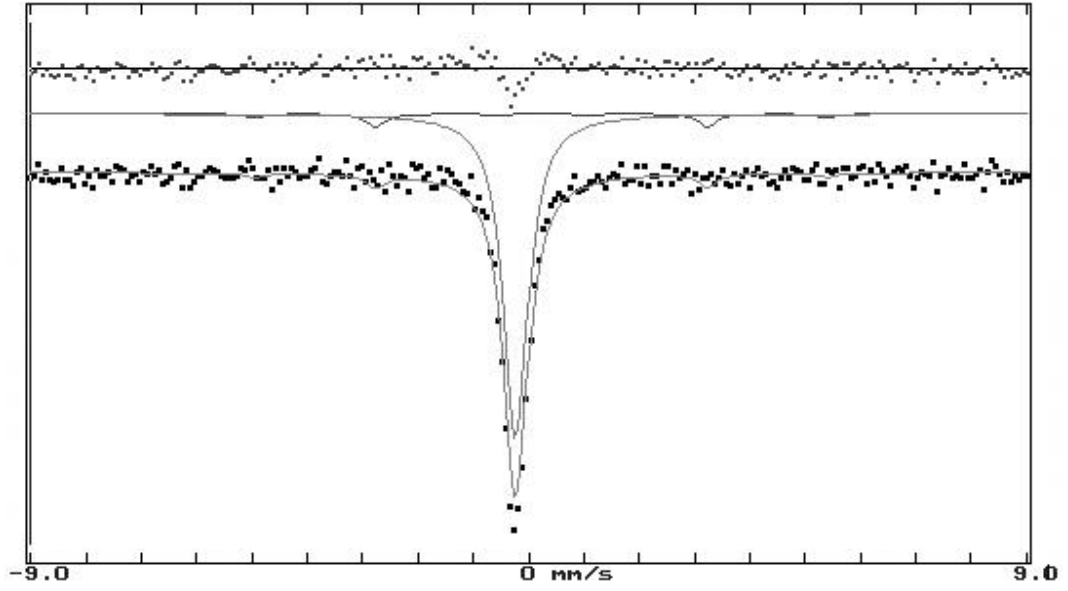
Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alařımında gzlenen martensite yapının manyetik zelliklerini belirlemek amacı ile alınan Mssbauer spektrumları ařađıda verilmektedir.



Őekil 3.5. Termal etkili Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alařımının Mssbauer spektrumu

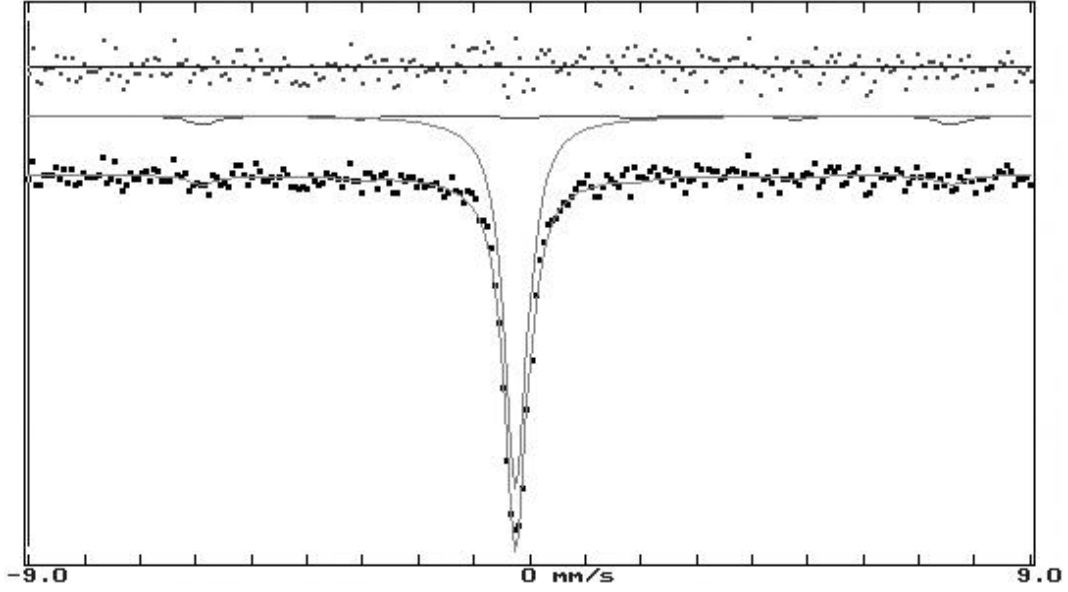


Şekil 3.6. %5 Zor uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının Mössbauer spektrumu



Şekil 3.7. %15 Zor uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının Mössbauer spektrumu

Fe bazlı alaşımlarda austenite yapı paramanyetik olduğundan bu fazda tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilir. Ancak, dönüşüm sonucunda oluşan martensitelerin ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlenimleri, karakteristik 6 çizgi spektrumu verir [41,42].



Şekil 3.8. %25 Zor uygulanmış Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının Mössbauer spektrumu

Bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite yapının ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir [51,52]. Bu çalışmada Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımı için hem austenite hem de ϵ martensite yapının paramanyetik olduğu görülmektedir. Yapılan çalışmalarda, Fe-Mn alaşımlarının austenite (γ) ve martensite (ϵ) yapının paramanyetik özellik gösterdiği belirtilmiştir [53-55].

Mössbauer spektroskopisi yöntemini kullanarak elde edilen austenite ve martensite yapıların oluşum yüzdeleri, martensite yapıya ait iç manyetik alan değerleri ile

austenite ve martensite fazlara ait izomer kayma deęerleri izelge 3.1.'de verilmektedir.

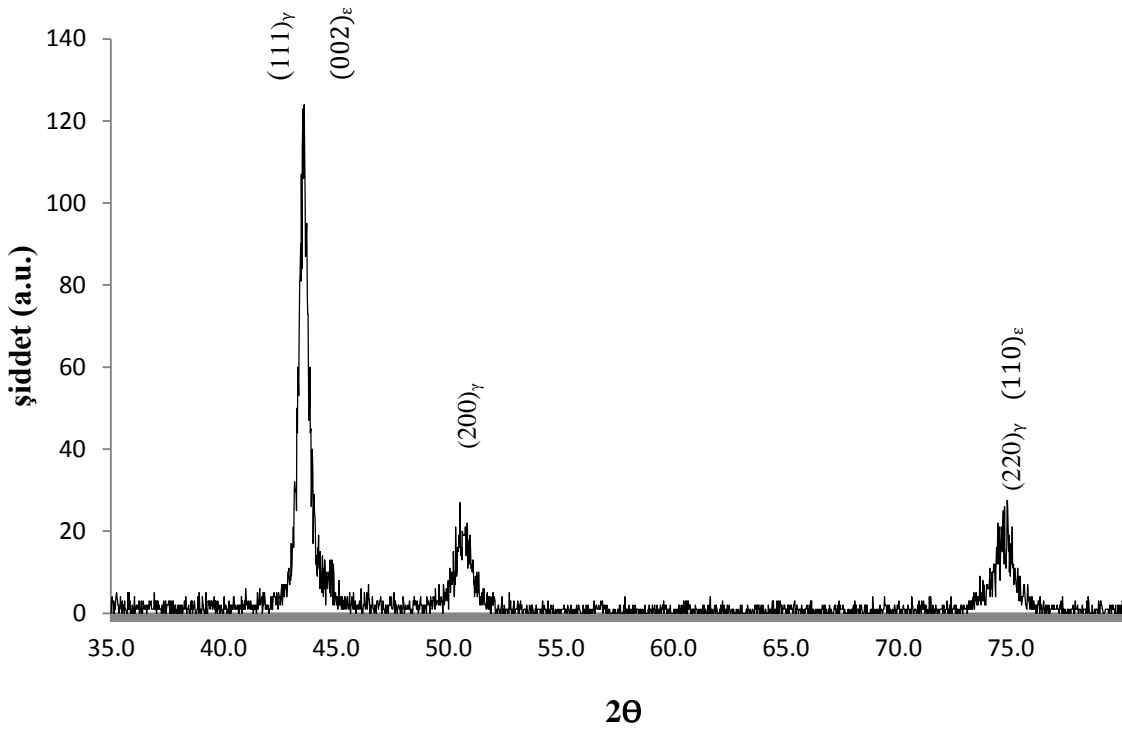
Numune	$\gamma+\epsilon$ Faz (%)	α' Faz (%)	B_{hf} (Tesla)	$\delta_{\gamma+\epsilon}$ (mm/s)	$\delta_{\alpha'}$ (mm/s)
Zor Uygulanmamış	100	-	-	-0,2365	-
%5 Zor Uygulanmış	97,323	2,677	32,9614	0,2403	-0,0405
%15 Zor Uygulanmış	92,609	7,391	32,2809	-0,2164	0,2226
%25 Zor Uygulanmış	90,413	9,587	32,7192	-0,2324	0,8561

izelge 3.1. alıřılan numunelerden lülen bazı Mssbauer Spektroskopisi parametreleri

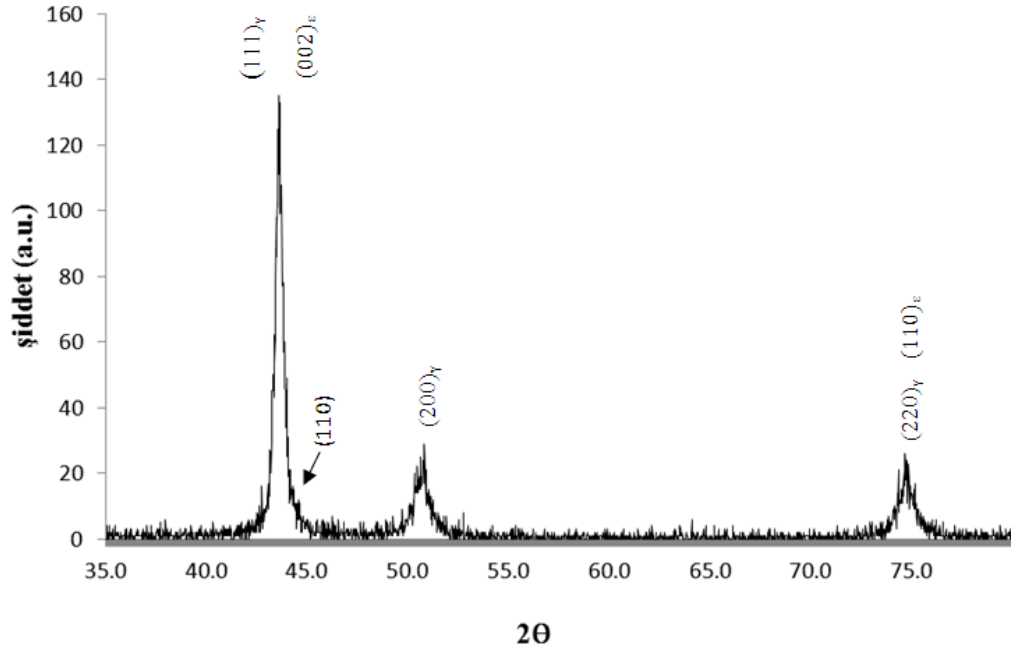
izelge 3.1.'deki Mssbauer spektrometresi bulguları deęerlendirildięinde dikkat ekici dięer bir sonu ise oluřan martensite miktarının artması ile i manyetik alan deęeri olan B_{hf} deęerinin deęiřmiř olmasıdır. Mssbauer spektroskopisinden tayin edilen bu nemli parametrelerin deęerleri doęrudan soęurucudaki Fe ekirdeęine baęlıdır. Fe ekirdeęindeki i manyetik alan deęerleri byk lde bu Fe ekirdeęine komřu olan atomların sayısına ve uzaklıęına baęlıdır. Fe ekirdeęine her komřu olan Fe atomu, Fe ekirdeęinin i manyetik alan deęerini ykseltirken; Fe ekirdeęine komřu olamayan her Fe atomu (C,Ni,Mn,Al,Cr) bu i manyetik alan deęerini azaltır [55-61].

3.3. Fe -%18,79Mn-%4,53Ni Alařımının XRD Toz Ölçüm Yöntemi İle İncelenmesi

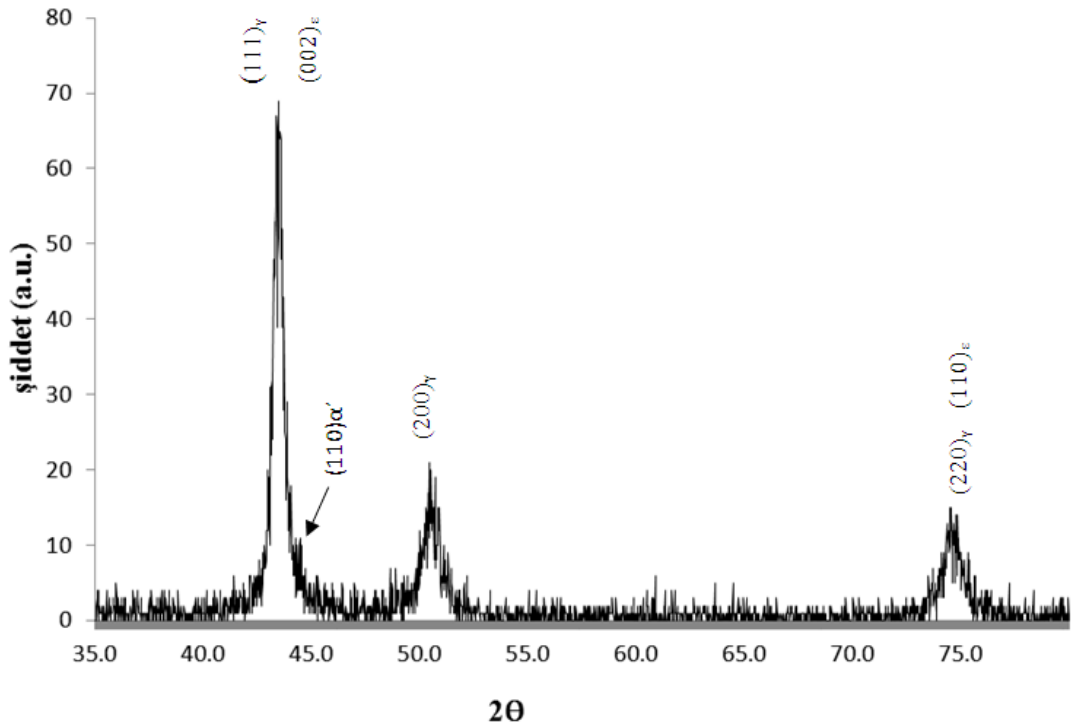
X-ray ölçümleri, Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alařımının zor uygulanmamıř ve %5 , %15 ve %25 zor uygulanmıř numuneler üzerinde yapılmıřtır. X-ray toz ölçümleri için alařımdan 20 mg'lık toz numuneler hazırlandı ve elde edilen X-ıřınları kırınım desenleri Őekil 3.9., Őekil 3.10., Őekil 3.11. ve Őekil 3.12.'de verilmiřtir.



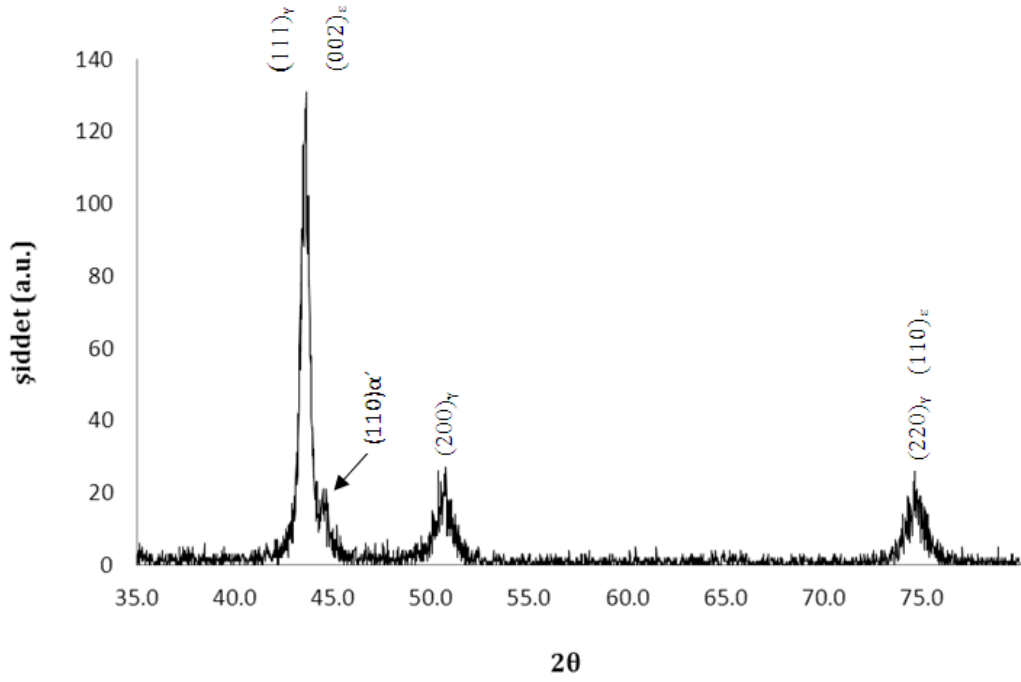
Őekil 3.9. Termal etkili Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alařımının X-ıřını kırınım deseni



Şekil 3.10. %5 Zor uygulanmış Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının X-ışını kırınım deseni



Şekil 3.11. %15 Zor uygulanmış Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının X-ışını kırınım deseni



Şekil 3.12. %25 Zor uygulanmış Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının X-ışını kırınım deseni

Yüz merkezli kübik yapıdaki austenite fazın örgü parametresi

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (3.1)$$

eşitliği ile, hegzagonal yapıdaki ε martensite fazı örgü parametreleri de

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (3.2)$$

eşitliği ile hesaplandı [62,63].

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

a)

Pik (hkl) _γ	N=h ² +k ² +l ²	2θ	a _γ (Å°)
(111) _γ	3	43.601	3.5881
(200) _γ	4	50.819	3.5904
(220) _γ	8	74.719	3.5904
(a _γ) _{ort} = 3.5896 Å°			

b)

Pik (hkl) _γ	N=h ² +k ² +l ²	2θ	a _γ (Å°)
(111) _γ	3	43.520	3.5945
(200) _γ	4	50.421	3.6168
(220) _γ	8	74.560	3.5992
(a _γ) _{ort} = 3.6035 Å°			

c)

Pik (hkl) _γ	N=h ² +k ² +l ²	2θ	a _γ (Å°)
(111) _γ	3	43.541	3.5930
(200) _γ	4	50.661	3.6008
(220) _γ	8	74.720	3.5904
(a _γ) _{ort} = 3.5947 Å°			

d)

Çizelge 3.2. Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının a) zor uygulanmamış, b) %5,

c) %15, d) %25 zor uygulanmış X-ışını sonuçları ve örgü parametreleri

Alaşımın γ faz bölgesinde 1100 °C de homojenleştirilip farklı zorlara tabi tutulduktan sonra alınan X-ışını kırınımının deneysel değerleri kullanılarak 3.1 denklemi ile yüz merkezli kübik yapıya ait örgü parametreleri, 3.2 denklemi ile de hegzagonal yapıdaki ε martensite fazın örgü parametreleri hesaplandı. Bu hesaplanan parametreler çizelge 3.2 ve çizelge 3.3' te verilmektedir.

Yapılan İşlem	a_γ (Å)	$a_{\alpha'}$ (Å)	a_ϵ (Å)	c_ϵ (Å)	c_ϵ / a_ϵ
%5 Zor	3,5896	2,8707	2,5388	4,1482	1,6339
%15 Zor	3,6035	2,8756	2,5454	4,1556	1,6325
%25 Zor	3,5947	2,8625	2,5352	4,1538	1,6384

Çizelge 3.3. Fe -%18,79Mn-%4,53Ni alaşımının farklı zor uygulanan numunelere ait austenite ve martensite fazı için hesaplanan a_γ , $a_{\alpha'}$, a_ϵ ve c_ϵ örgü parametreleri

İncelenen numunelerde yapılan işlem sonucunda γ fazından ϵ fazına dönüşüm meydana geldi. Bu dönüşümün sağlanması için ideal c_ϵ/a_ϵ oranı 1,633 olması halinde h.c.p. faz dönüşümü meydana gelir [63]. Bu çalışmada da c_ϵ/a_ϵ oranı ideal orana çok yakın olduğu gözlemlendi. Uygulanan zor miktarına bağlı olarak örgü parametreleri de değişmiştir. Kırınım deseni üzerinde verilen indislemeler literatürdeki martensite yapıya ait desen ile uyum içerisindedir [64].

4.SONUÇLAR

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

Fe-%18,79Mn-%4,53Ni alaşımından hazırlanan numunelere farklı zorlar uygulanmıştır. %5 basma zoru uygulanan numunede ϵ martensite plakaların daha belirgin ve yönelimlerinin farklı olduğu görülmüştür. Şekil 3.3 ve Şekil 3.4 'de verilen %15 ve %25'lik basma zoru uygulanan numunelerin SEM görüntüleri incelendiğinde oluşan martensite yapının da arttığı gözlenmiştir.

Fe çekirdeğindeki iç manyetik alan değerleri, bu Fe çekirdeğine komşu olan atomların sayısına ve uzaklığına bağlı olarak değişir. Fe çekirdeğine her komşu olan Fe atomu, Fe çekirdeğinin iç manyetik alan değerini yükseltirken; Fe çekirdeğine komşu olamayan her Fe atomu bu iç manyetik alan değerini azaltır [57-59]. Fe-Mn-Ni alaşımında ki alaşım elementlerinden Mn ve Ni elementleri dönüşüm sonrası çok az da olsa Fe çekirdeğine yaklaşarak, Çizelge 3.1'de görüldüğü gibi iç manyetik alan değerlerini değiştirmiştir.

X-ışını ölçümlerinde, uygulanan zor miktarının artmasına bağlı olarak örgü parametrelerinin değiştiği gözlenmiştir. γ fazından ϵ fazına dönüşüm olması için ideal $c_{\epsilon} / a_{\epsilon}$ oranının 1,633 olduğunda h.c.p. faz dönüşümü meydana geldiği bilinmektedir. Bu çalışmada da $c_{\epsilon} / a_{\epsilon}$ oranı ideal orana çok çok yaklaştığı Çizelge 3.3'de görülmektedir. Sonuç olarak çalışılan numunede h.c.p. faz dönüşümü gerçekleştiği söylenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] Kaufman L. and Cohen M., Prog. Metal Phys.,7, 165,1958.
- [2] Nishiyama Z., Martensitic Transformations, Academic Press, London,1978.
- [3] Bain, E.C., Dunkirk, N.Y., The nature of martensite. Transactions American Institute of Mining. Metallurgical and Petroleum Engineers, 70:25,1924.
- [4] Oslon G.B. and Choen M., Metal Trans.A, 7A 1897,1976.
- [5] Oslon G.B. and Choen M., Metal Trans.A, 7A 1897,1976.
- [6] Reed, R.P., Breedis, J.F., Behavior of Materials at Cryogenic Temperatures. American Society for Testing and Materials, Special- Technical Publication, 60:387,1960.
- [7] Wechsler, M.S., Lieberman, D.S., Read, T.A., On the theory of the formation of martensite. Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 197:1503,1953.
- [8] Bowles, J.S., Maackenzie, J.k., The crystallography of martensite transformations III. Face centered cubic to body centered tetragonal transformation Acta Metallurgica, 2:224,1954.
- [9] Bowles, J.S., Maackenzie, J.k., The crystallography of martensite transformations I., Acta Metallurgica 2:129,1954.
- [10] Cotes S. M., Cabrera A.F., Damonte L.C., Mercader R.C., Desimoni J., PhysicaB:Condensed Matter , 320, 274 ,2002.
- [11] Jun J.H., Kong D.K., Choi C.S., Materials Research Bulletin, Vol 33, No.10
- [12] Marinelli P., Fernandez A., Sade M.,Materials Science and Engineering A373, 1- 9, 2004.
- [13] Sarı U., Kırındı T., Yüksel M. and Ağan S., Journal of Alloys and Compounds , 476 , 160 ,2009.

- [14] Inagaki, H., Z., Shape Memory Effect of Fe-14%Mn-6%Si-9%Cr-6%Ni Alloy PolycrystalMetallkd. 83,90 ,1992.
- [15] Inagaki, H. , Z., Shape Memory Effect of Ni on Stacking FaultDistributions in Fe-Mn-Si-Ni-Cr Shape Memory Alloy Metallkd. 86,275-280 ,1995.
- [16] Inagaki, H. , Z., In Situ TEM Observation of the $\alpha\text{---}\gamma$ Reverse Transformation in Fe-14%Mn-6%Si-9%Cr-6%Ni Metallkd. 83,304 ,1992.
- [17] Navruz N., Demir Bazlı Alařımlarda ϵ Martensitenin Oluřumu ve Dięer Martensite Türleri ile Etkileřimi, Doktora Tezi, Ankara Üniuersitesi, Ankara, 1992.
- [18] Martinez, J., Cotes, S.M., Cabrera, A.F., Desimoni, J., Fernandez Guillermet, Materials Science and Engineering. A 408, 26-32, 2005.
- [19] Callister W.D. Jr., Materials Science and Engineering an Introduction, 4th ed., John Wiley & Sons, Inc., New York, 1996.
- [20] Porter D.A., K. E. Easterling, Phase Trasformations in Metals and Alloys Chapman and Hall, London, 1981.
- [21] Christian J.W., The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975.
- [22] Kahveci N., İnhomojen Ortamdaki Elipsoidal Bölgelerin Esneklik Alanları ve Enerjileri, Doktora Tezi, Ondokuzmayıs Üniuersitesi, Samsun, 1997.
- [23] Kırındı T., Fe-%12,5 Mn-%5,5 Si-%9 Cr- %3,5 Ni Alařımında Martensitik Dönüřümler Üzerine Termal ve Zor Etkilerinin İncelenmesi , Doktora Tezi, Kırıkkale Üniuersitesi, Kırıkkale, 2004.
- [24] Shimming T., Jinhai L. and Shiwei Y., Scripta Metall. Mater., 25,2613,1991.
- [25] Durlu T.N., Fe-Ni-C Alařımlarının Tek ve İnce Austenite Kristallerindeki

- Martensitik Evre Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar, Doçentlik tezi,
Ankara,1979.
- [26] Kakeshita T., Kuriowa K., Shimizu K., Ikeda T., Yamagishi A. and Date M.,
Mater. Trans. JIM, 34, 415,1993.
- [27] Wayman C.M. Introduction to the Crystallography of Martensitic
Transformations, The Macmillan Company, New York, 1964.
- [28] Yaşar E., Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik
Faz Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi,
Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005.
- [29] Bowles J.S. and Mackenzie J.K., Acta Metallurgica, 2 , 224,1954
- [30] Güler E., Fe-%29Ni-%2Mn Alaşımlarında Farklı Etkilerle Oluşan
Martensitenin Bazı Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi,
Kırıkkale, 2005.
- [31] Porter D.A., Easterling K. E., Phase Transformations in Metals and Alloys,
Chapman and Hall, London, 1981.
- [32] Read R.E., Physical Metallurgy Principles, International Student Edition,
NewYork, USA, 1970.
- [33] Gall K., Şehitoğlu H., Maier H. J. and Jacobus K., Metall. Mater. Trans. A, 29A,
765,1998.
- [34] Karaman, I., Şehitoğlu H., Maier, H.J., Balzer, M., Metall. Mater. Trans. A,
29A, 427,1998.
- [35] Güler M., Güler E., Kahveci N., Micron 41,537-539, 2010.
- [36] Karaman I., Şehitoglu H., Call K., Chumlyakov Y.I., Maier, H.J., Acta
Mater., 48, 1345,2000.
- [37] Durlu T. N., J. Mater. Sci., 36,5665,2001.

- [38] Durlu T. N., J. Mater. Sci., 31, 2585,1996.
- [39] C. M. Bikas, Krishnan M. and Rama Rao V. V., Metall. Mater. Trans., 34A, 1029,2003.
- [40] Kajiwara S., Mater. Sci. Eng, A273-275, 67,1999.
- [41] Yang J.H. and Wayman C.M., Acta Metall. Mater., 40, 2025,1992.
- [42] Durlu T.N., J.Mater. Sci.Lett. 11, 702,1992.
- [43] <http://www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm> (Erişim tarihi: 11/06/2012)
- [44] Akgün İ., Gedikoğlu A. and Durlu T.N., J.Mater. Sci. Lett., 17, 3479,1982.
- [45] Dickson D.P.E. and Berry F.J., Mössbauer Spectroscopy, Cambridge University Press , New York ,2005.
- [46] Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Microstructural Analysis of the Stress Induced ϵ Martensite in Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy : Part II : Transformation Reversibility. Mater. Sci. Eng. A, 242,87-95 ,1998.
- [47] Yang, J.H., Chen, H., Wayman, C. M., Development of Fe-Based Shape Memory Alloys Associated with Face Centered Cubic-Hexagonal Close Packed Martensitic Transformations : Part I : Shape Memory Behavior Metallurgical Transaction. 23,1431-1437,1992.
- [48] Sato,A.,Chishima, E., Yamaji,Y., Mori, T., Acta Metal. 32,539-547, 1984.
- [49] Li, J.C., Zhao, M., Jiang, Q., Comparison of Shape Memory Effect Between Casting and Forged Alloys of Fe-14%Mn-6%Si-9%Cr-6%Ni, Journal of Materials Engineering and Performance, 11,312-316 ,2002.
- [50] Wen, Y. H., Yan,M., Li, N., Scripta Materilia. 50,441-444 ,2004.
- [51] Kırındı T., Sarı U. and Dikici M., Journal of Alloys and Compounds,475,145-150,2009.
- [52] Hesse J., Böttger Ch., Wukfe A., Sievert J. and Ahlers H., Physica Status Solid,

- 135, 343,1993.
- [53] Kakeshita T., Sato Y., Saburi T., Shimizu K., Matsuoka Y. and Kinda K., Mat. Trans. JIM, 34(5), 415,1999.
- [54] Yücel, Ç., Fe-%17.2Mn%4.5Mo Alaşımında Difüzyonsuz Faz Dönüşümlerinin Elektron Mikroskop ve Mössbauer Spektroskopisi Yöntemleri ile İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2012.
- [55] Sarı U., Güler E., Kırındı T., Dikici M., J.Phys. and Chem. Solids 70,1226-1229,2009.
- [56] Kırındı T., Sarı U., J. Alloys and Compd.,488, 129-133,2010.
- [57] I. J. Gruverman, Mössbauer Effect Methodology, Vol 3, Plenum Press, New York, 1967.
- [58] Mössbauer Spectroscopy and Its Applications, International Atomic Energy Agency, Vienna, 1972.
- [59] Gütlich P., Link R. and Trautwein A., ‘Mössbauer Spectroscopy and Transition Metal Chemistry’, Springer-Verlag, 1978.
- [60] F. S. Li, J. J. Sun and C. L. Chien, J. Phys. Condens Matter, 7, 1921,1995.
- [61] K.G. Binnatov and A.O. Mekhrabov, Turk. J. Phy., 25, 121,2001.
- [62] A. S. M .A. Haseeb, T. Nishida, M. Masuda and Y. Hayashi, Scripta Mater, 44 , 519, 2001.
- [63] Dikici M., Katıhal Fiziğine Giriş O.M.Ü. Yayınları No: 71, Samsun , 1993.
- [64] Kabak M., X Işınları Kristalografisi, Bıçaklar Kitabevi, Ankara, 2004.