

**KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**FİZİK ANA BİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Fe-%17.2Mn-%4.5Mo ALAŞIMINDA DİFÜZYONSUZ FAZ
DÖNÜŞÜMLERİNİN ELEKTRON MİKROSKOP VE MÖSSBAUER
SPEKTROSKOPİ YÖNTEMLERİ İLE İNCELEMESİ**

ÇAĞRI YÜCEL

TEMMUZ 2012

Fizik Anabilim Dalında Çağrı YÜCEL tarafından hazırlanan “Fe-%17.2Mn-%4.5Mo Alaşımında Difüzyonsuz Faz Dönüşümlerinin Elektron Mikroskop ve Mössbauer Spektroskopi Yöntemleri İle İncelenmesi” 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.

Doç. Dr. Uğur SARI
Danışman

Jüri Üyeleri

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

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

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

Doç. Dr. Erdem Kamil YILDIRIM
Fen Bilimleri Enstitü Müdürü

ÖZET

Fe-%17.2Mn-%4.5Mo ALAŞIMINDA DİFÜZYONSUZ FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN ELEKTRON MİKROSKOP VE MÖSSBAUER SPEKTROSKOPİ YÖNTEMLERİ İLE İNCELENMESİ

YÜCEL, Çağrı

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Doç. Dr. Uğur SARI

Temmuz 2012, 103 sayfa

Bu çalışmada, Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımının mikroyapısı ve manyetik özellikleri üzerinde homojenleştirme sıcaklığı ve deformasyon etkisi elektron mikroskop ve Mössbauer spektroskopisi yöntemleri kullanılarak incelendi. Deneysel çalışmalar sonucunda alaşımın yüksek sıcaklıklardan hızla soğutulduğunda martensitik dönüşüm gerçekleştiği ve austenite ana fazın α' (b.c.c.) ve ϵ (h.c.p.) martensite yapılara dönüştüğü görüldü.

Alaşımın Mössbauer spektrum analizinde, γ austenite ve ϵ martensite fazların tekli pik ile paramanyetiklik gösterdiği α' martensitenin ise altılı pik ile ferromanyetik özellik gösterdiği belirlendi.

Homojenleştirme sıcaklığına bağlı olarak α' ve ϵ martensite miktarı ve manyetik özellikleri değişmiştir. 1200 °C homojenleştirme sonrası α' martensite en yüksek değere, ($\gamma+\epsilon$) faz ise en düşük değere sahiptir. 1050 °C ise ϵ martensite oluşumu için en uygun sıcaklık olarak tespit edilmiştir.

Ayrıca austenite fazın deformasyonunun martensite fazın miktarını ve türünü etkilediği belirlenmiştir. Deformasyon oranı arttıkça α' martensitenin miktarı artmıştır.

Anahtar Kelimeler: Fe-Mn-Mo alařımı, martensitik dönüşüm, homojenleřtirme sıcaklıđı, deformasyon, elektron mikroskop, Mössbauer spektroskopisi.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF DIFFUSIONLESS PHASE TRANSFORMATION IN Fe–17.2%Mn–4.52%Mo ALLOY BY MEANS OF ELECTRON MICROSCOPY AND MÖSSBAUER SPECTROSCOPY

YÜCEL, Çağrı

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Ph. D. Thesis

Supervisor: Doç. Dr. Uğur SARI

June 2010, 103 pages

In this study, the effects of deformation and homogenization temperature on microstructure and magnetic properties in Fe–17.2%Mn–4.52%Mo alloy have been investigated by means of electron microscopy and Mössbauer Spectroscopy. Experiments showed that martensitic transformation occurred when the alloy quenched into water from high temperatures and austenite phase transformed ϵ (hcp) and α' (bcc) martensite phases. Mössbauer spectra of the alloy reveal a ferromagnetic character with a broad sextet for α' martensite phase and a paramagnetic character with a singlet for the γ austenite and ϵ martensite phases. The amounts of thermally ϵ and α' martensites change depending on annealing temperature in the alloy. While the $\gamma+\epsilon$ phase has a minimum value, the amount of α' martensite has a maximum value after annealing at 1200 °C. The most suitable temperature is 1050 °C for formation ϵ martensite. In addition, the deformation on austenite phase significantly affects the type and amount of martensite phases. The amount of α' martensite increases with increasing of plastic deformation rate.

Key words: Fe-Mn-Mo alloy; martensitic transformations; annealing temperature; deformation; electron microscopy; Mössbauer spectroscopy.

TEŞEKKÜR

Tezimin hazırlanması esnasında hiçbir yardımını esirgemeyen ve bana büyük destek veren hocam Sayın Doç. Dr. Uğur SARI' ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

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

Ders aşamasında bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım Kocatepe Üniversitesi Fizik Bölümünün değerli öğretim üyelerine, yüksek lisans aşamasında bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım Kırıkkale Üniversitesi Fizik Bölümünün değerli öğretim üyelerine teşekkür ederim.

Çalışmalarında her zaman maddi ve manevi yardımlarını esirgemeyen sevgili babam Latif YÜCEL, sevgili annem Günay YÜCEL' e ve son olarak bana birçok konuda olduğu gibi, tezimi hazırlama konusunda da yardımlarını esirgemeyen sevgili nişanlım Esra TANDOĞAN' a sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	iv
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
SİMGELER DİZİNİ	ix
KISALTMALAR DİZİNİ	x
1.GİRİŞ	1
1.1 Literatür Özeti.....	2
1.2 Çalışmanın Amacı.....	4
2. GENEL BİLGİLER.....	5
2.1 Kristal ve Kristal Yapılar.....	5
2.1.1 Kristal Örgü ve Birim Hücre.....	6
2.1.2 Kristal Sistemleri.....	7
2.1.3 Metallerde Basit Kristal Yapılar.....	9
2.1.4 Kristal Doğrultu ve Düzlemleri (Miller İndisleri).....	12
2.2 Kristallerde Kırınım Olayı ve Yapı Tayini.....	14
2.2.1 Kırınım Şiddeti ve Yapı Çarpanı	18
2.2.2 Elektron Mikroskop Yöntemi ve Kristal Yapı Tayini.....	20
2.2.3 Elektron Kırınım Deneyinin Geometrisi.....	22
2.2.4 Zon Ekseni.....	26
2.3 Madde İçinde Manyetizmanın Temelleri.....	27
2.3.1 Manyetizma Türleri.....	27
2.3.1.1 Diyamanyetizma.....	28
2.3.1.2 Paramanyetizma.....	29
2.3.1.3 Ferromanyetizma.....	30
2.3.2 Mössbauer Yöntemi ve Manyetik Özelliklerin İncelenmesi....	31
2.3.2.1 Mössbauer Spektrumunun Elde Edilmesi.....	37

2.4. Martensitik Faz Dönüşümleri.....	38
2.4.1 Faz ve Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri.....	39
2.4.2 Martensitik Dönüşümlerin Tersinir Olma Özelliği.....	43
2.4.3 Martensite Faz Dönüşümlerinin Yapısal ve Kristalografik Özellikleri.....	44
2.4.4 Martensitik Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri.....	52
3. DENEYSEL YÖNTEM.....	57
3.1 Numunelerin Hazırlanması.....	57
3.2 Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Yöntemi.....	58
3.3 Geçirmeli Elektron Mikroskop (TEM) Yöntemi.....	61
3.4 Mössbauer Spektrometresi Sistemi.....	65
3.5 Basma Zoru Deneyleri.....	66
4. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	67
4.1 Fe-Mn-Mo Alaşımında Termal Etkili Martensitik Dönüşümler.....	67
4.2. Fe-%17.2Mn-%4.5Mo Alaşımında Homojenleştirme Sıcaklığının Martensite Dönüşüm ve Manyetik Özellikler Üzerine Etkisi.....	71
4.3 Fe-%17.2Mn-%4.5Mo Alaşımında Austenite Fazın Deformasyonunun Martensitik Dönüşüm Üzerine Etkisi.....	79
5. SONUÇ.....	85
6. KAYNAKLAR.....	87

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Atomik dizilme a) kristaller b) aynı kompozisyonun cam yapısı.....	5
2.2. a) Üç-boyutlu kristal örgü b) Örgü öteleme vektörleri.....	7
2.3. Yedi kristal sistem.....	8
2.4. Metal kristallerinde atomların yerleşim şekli a) f.c.c. b) h.c.p. d) b.c.c.....	9
2.5. a) Bir sıkı-paket düzlemde atomların yerleşimi b) iki sıkı-paket düzlemin yerleşimi c) ardışık düzlemlerin yığılımı.....	10
2.6. a) Kristal örgü koordinatları b) kristal doğrultular.....	13
2.7. Kübik kristalde a) doğrultular b) düzlemler.....	14
2.8. Bir parçacığın üzerine gelen dalga demetini saçılması olayı.....	15
2.9. Bir kristalin üzerine gelen dalga demetinin saçılması olayı.....	16
2.10. Bragg Kanunu'nun şematik açıklaması.....	16
2.11. Ewald küresi.....	23
2.12. Ewald küresi ve kırınım deseni.....	24
2.13. Kırınım deseninin indislenmesi.....	25
2.14. Zon eksenine.....	26
2.15. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi.....	30
2.16. Şematik olarak bir Mössbauer düzeneğinin gösterimi (M; hız motoru, K; kaynak, S; soğurucu, A; analizatör).....	31
2.17. Radyoaktif ⁵⁷ Co izotopunun, kararlı ⁵⁷ Fe izotopuna bozunma şeması.....	33
2.18. Uyarılmış durumdan taban duruma geçiş.....	34
2.19. Gama fotonu yayınlayan çekirdek eşit momentumla geri teper.....	34
2.20. Yayınlama ve soğurma çizgileri.....	36
2.21. Fe'nin taban ve uyarılmış düzeneklerinin manyetik alanda yarılmaları.....	38
2.22. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi [30].....	41
2.23. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi, b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.....	42
2.24. f.c.c. \rightarrow h.c.p. dönüşümünde birbirini takip eden ince martensite plakaların oluşumu.....	44

2.25. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite yerleşim düzlemi.....	45
2.26. a) f.c.c. kristal yapı, b) b.c.c. kristal yapı.....	46
2.27. f.c.c. ve b.c.c. kristal yapılar arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama kristalografik dönme bağımlılığı[32].....	47
2.28. $(111)_\gamma$ düzlemindeki kesme doğrultuları a) Nishiyama bağımlılığı b) Kurdjumov-Sachs bağımlılığı[52].....	49
2.29. a) (f.c.c.) yapının $\langle 111 \rangle_{f.c.c.}$ doğrultusunun, b) (h.c.p.) yapının $\langle 0001 \rangle_{h.c.p.}$ doğrultusuna paralel olacak şekilde gösterimi[6].....	50
2.30. (h.c.p.) kristal yapının şematik gösterimi.....	51
2.31. Sıkı paketlenmiş fcc kristal yapının şematik gösterimi.....	51
2.32. f.c.c \rightarrow b.c.c martensitik dönüşüm için Bain distorsiyonu.....	53
3.1. İnce metal yaprak tarafından gelen elektronların saçılımı.....	58
3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (JEOL5600).....	59
3.3. TEM' in temel şematik gösterimi (JEOL3010).....	61
4.1. a) 1200 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve fırında yavaş soğutulan alaşımın austenite tane yapısı b) 1200 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve suda hızlı soğutulan alaşımın yüzey görünümü.....	67
4.2. 1200 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilip suda hızlı soğutulan numunenin a) aydınlık alan görüntüsü b) \square martensite plakasına ait kırınım deseni ve indis diyagramı c) α' martensite plakasına ait kırınım deseni ve indis diyagramı.....	69
4.3. Farklı sıcaklıklarda ısıtım uygulanmış ve suda hızlı soğutulmuş numunelerin yüzey görünüşleri a) 750°C b) 900 °C c) 1050 °C d) 1200 °C.....	72
4.4. Farklı sıcaklıklarda ısıtım tabii tutulan ve suda hızlı soğutulmuş numunelerin, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumları a) 750 °C b) 900 °C c) 1050 °C d) 1200 °C.....	76
4.5. Austenite yapıdaki numunelerin a) %5, b) %10 ve c) %15 oranındaki basma zoru sonrası yüzey görünüşleri.....	80
4.6. Austenite yapıdaki numunelerin farklı oranlarda basma zoru sonrası Mössbauer spektrumları: a) %5, b) %10 ve c) %15.....	82

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>ÇİZELGE</u>	<u>Sayfa</u>
4.1. Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımında farklı sıcaklıklarda ısıtılma işlemi uygulanmış numunelere ait Mössbauer Spektrometresi sonuçları.....	78
4.2. Austenite fazda farklı basma zoru uygulanmış numunelerin Mössbauer Spektrometresi sonuçları.....	83

SİMGELER DİZİNİ

γ	Yüz merkezli kübik yapı
α	Hacim merkezli tetragonal yapı
α'	Hacim merkezli kübik yapı
ϵ	Sıkı Paketlenmiş hegzagonal yapı
T	Austenite ve martensite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
M	Austenite-martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
M	Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
A	Martensite-austenite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
$\Delta G_{\alpha \gamma}$	Kimyasal serbest enerji değişimi
G_{γ}	Ana fazın kimyasal serbest enerji değişimi
G_{α}	Ürün fazın kimyasal serbest enerji değişimi
E	Sistemin kinetik ve potansiyel enerjileri toplamı
T	Mutlak sıcaklık
H	Entalpi
S	Entropi
E	İç Enerji
°C	Santigrat
dak	Dakika
h,k,l	Miller indisleri

KISALTMALAR DİZİNİ

- 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
SEM Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM Geçirmeli Elektron Mikroskobu

1.GİRİŞ

Bilimin yapı taşlarından biri olma özelliğini taşıyan madde ve maddenin yapısal özellikleri, bilimin açıklık getirmeye çalıştığı önemli problemlerden biridir. Metal ve metal alaşımlarının mekanik ve fiziksel özelliklerinin anlaşılması birçok bilimsel çalışmaya konu olmuştur. Farklı etkiler ve olaylar karşısında maddenin davranışları ile maddenin yapısal özellikleri incelenmiştir. Özellikle sıcaklık, zor – zorlanma ve bunların farklı bileşimleri gibi etkilere maruz kalan bazı metal ve metal alaşımlarında görülen olağanüstü mikro yapısal değişiklikler ve bunun sonucunda oluşan mikroskobik şekil değişimlerinin atomik boyuttaki nedenleri açıklanmaya çalışılmıştır [1].

Malzeme bilimi ile uğraşan araştırmacılar, yumuşak demirin bazı etkilerle sertleşmesi üzerinde yaptıkları deneysel ve teorik çalışmalar sonucu bu etkilerin kristal yapıda önemli değişikliklere neden olduğunu ve gözlenen mekanik değişimlerin bunun sonucunda gerçekleştiğini göstermişlerdir [2].

Difüzyonsuz faz dönüşümlerinde belli bir kristal yapıya sahip olan alaşım fiziksel etkiye maruz kaldığında düşük serbest enerjili düşük sıcaklık fazındaki yeni bir kristal yapıyı tercih eder. Yüksek sıcaklık fazına austenite, düşük sıcaklık fazına martensite adı verilir [3].

Metal ve alaşım sistemlerindeki faz dönüşümleri; çekirdeklenme – büyüme dönüşümleri ve martensitik dönüşümler olmak üzere iki sınıfa ayrılır. Çekirdeklenme – büyüme dönüşümleri sabit sıcaklıkta termal etkileşme ile difüzyonlu olarak meydana gelirken martensitik dönüşümler, sistemin sıcaklığı değiştirilerek veya dış zor uygulanarak meydana gelebileceği gibi her iki etkinin birlikte uygulanması ile de gerçekleşebilir. Sıcaklık etkisiyle oluşan martensitik dönüşümler alaşım sistemlerine göre atermal ve izotermal olarak gerçekleşir [2].

Fe bazlı alaşımlarda ortaya çıkan 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 hekzagonal (h.c.p) yapılarıdaki martensite faza dönüşümü şeklinde ortaya çıkar [3].

1.1. Literatür Özeti

İlk olarak demir ve demir bazlı alaşımlarda gözlenen difüzyonsuz faz dönüşümleri birçok çalışmaya temel olmuştur. Demir bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde f.c.c. yapıdaki ana fazın b.c.c. yapıya veya h.c.p. yapıya dönüşümü şeklinde ortaya çıkar [4,5].

Martensitik faz dönüşümleri difüzyonsuz karakterleri nedeniyle ortaya çıkardıkları ilgi çekici fiziksel özellikler yanında; materyalin mekanik özelliklerinde yaptıkları büyük değişikliklerden dolayı çoğu araştırmaya konu olmuştur [6-8].

Şekil hatırlama özelliği, mekanik özellikleri ve ticari önemlerinden dolayı Fe-Mn alaşımlarında martensitik dönüşümler yoğun bir şekilde çalışılmaktadır [9-11].

Bu alaşımlarda Mn oranına bağlı olarak α' ve ϵ olmak üzere iki tür martensite oluşabilir. Düşük Mn oranlarında α' , yüksek Mn oranlarında ϵ martensite oluşurken uygun oranlarda α' ve ϵ martensite aynı anda oluşabilir [9-11].

Bu alaşımlarda martensitik dönüşüm ve manyetik davranış arasında güçlü bir ilişki vardır. Austenite faz paramanyetik özellik gösterirken martensite faz ferromanyetik, antiferromanyetik veya paramanyetik özellik sergileyebilir. Austenite-Martensite dönüşüm ile birlikte paramanyetik-ferromanyetik yada paramanyetik-antiferromanyetik reaksiyonlar oluşabilir [9-11].

Fe-Mn alaşımlarında üçüncü elementin eklenmesi alaşımın fiziksel ve mekanik özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Örneğin Si ilavesi şekil hatırlama özelliğini gerçekleştirirken [12] Mo ilavesi sertlik ve dayanımı artırır [13]. Bu nedenle Fe-Mn-X alaşımları yoğun şekilde çalışılmaktadır. Sarı ve arkadaşları Fe-Mn alaşımlarında

martensitik dönüşüm ve manyetik özellikler üzerine Mo ve Co etkisini incelemişlerdir [14].

Fe-Mn-Mo alaşımlarında yapılan çalışmalarda ise Mn ve Mo oranına göre dönüşüm α' veya ϵ olmaktadır. Bu alaşımlarda Mo oranı sabit Mn % 18'den düşük olduğunda α' martensite miktarı ϵ martensite miktarına göre daha fazladır [15].

Yapılan çalışmalarda Fe-Mn-Mo alaşımlarında iki tür dönüşüm meydana geldiği ve bu dönüşümlerin alaşımın fiziksel özelliklerini değiştirdiği görülmüştür. Fiziksel özelliklerinde değişme meydana gelen alaşımlarda manyetik özelliklerde değişir [10].

Ayrıca martensite ve austenite yapı içeren Fe-Mn bazlı alaşımlarda zor-zorlanma deneyleri yapılmış, ısı işlemin süresine ve sıcaklığına bağlı olarak alaşımın mekanik özelliklerindeki değişme incelenmiştir. Deformasyon etkisi ile meydana gelen ϵ ve α' martensite bu aralıkta ki (%17) Mn miktarlarında antiferromanyetik ve paramanyetik özellik kazandırmaktadır [10].

1.2 Çalışmanın Amacı

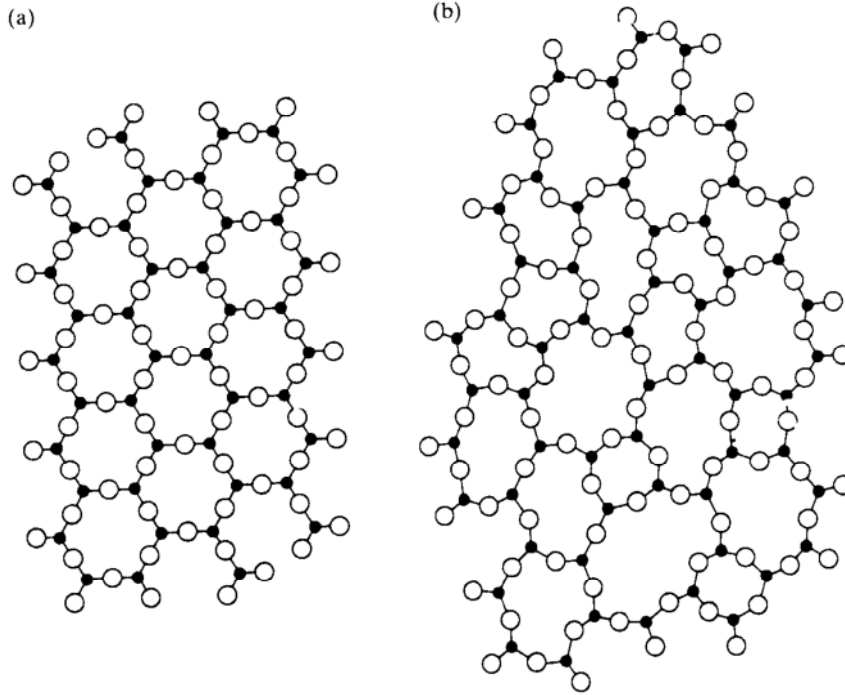
Maddenin fiziksel ve mekanik özelliklerinin anlaşılabilmesi için çeşitli etkiler ve olaylar karşısında maddenin davranışları sonucunda ortaya çıkan yapısal özelliklerin incelenmesi önemlidir. Metal ve metal alaşımlarının sahip olduğu mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikler büyük ölçüde bunların içyapılarına bağlıdır. Uygulanan bir dış etki ile malzemenin fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişmelerin nedeni ancak iç yapı göz önüne alınarak açıklanabilir. Bir kristal veya amorf yapı içerisindeki atomların dizilme şekilleri, katının hem fiziksel hem de mekanik özelliklerini etkiler. Dolayısıyla sıcaklık, zor 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.

Martensitik dönüşümlerle ilgili olarak alaşımın sergilediği şekil hatırlama özelliği teknolojiye yaygın kullanım alanlarına sahiptir. Dolayısıyla alaşımların şekil hatırlama özelliğinin geliştirilmesi uygulamalar açısından önemlidir. Fe-Mn-Mo alaşımlarında şekil hatırlama olayı martensitenin yapısıyla ilgilidir. Sıcaklık ve deformasyon gibi etkilerle alaşımda gözlenen martensitik dönüşümler ve manyetik özelliklerdeki değişimlerin ortaya konması uygulamalar açısından önemlidir. Dolayısıyla bu çalışmada, Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımında termal etkili martensitik dönüşümün mikroyapısı, kristalografisi ve manyetik özelliklerini SEM, TEM ve Mössbauer yöntemleriyle incelenecektir. Ayrıca alaşımın mikroyapısı ve manyetik özellikleri üzerinde homojenleştirme sıcaklığı ve deformasyonun etkisi araştırılacaktır.

2. GENEL BİLGİLER

2.1 Kristal ve Kristal Yapılar

Bir katı dışarıdan bakıldığında sürekli ve sert bir cisim olarak görülür. Deneyler ise katıların atomlar veya atom gruplarının oluşturduğu temel birimlerin düzenli tekrarı ile oluştuğunu göstermektedir. Bu temel birimler katı içinde rastgele dağılmış değildir ve birbirlerine göre oldukça düzenli konumlarda bulunurlar. Atom veya atom gruplarının böyle periyodik bir düzen içerisinde yerleştiği katı cisimlere kristal denir. Bir başka deyişle kristal; atomların üç boyutlu ve periyodik bir dizilişidir [16]. Metaller, birçok seramik materyaller ve bazı polimerler normal katılma şartları altında kristal yapıda oluşurlar. Bazı katılarda ise atomlar rastgele düzenlenmiş olabilirler. Bu katılarda atomların uzun mesafe atomik düzeni (periyodikliği) yoktur, yani, bu yapılar kristal yapıda değildir. Böyle cisimlere amorf cisimler denir [16].



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

Şekil 2.1. a'da, iki farklı atomun iki-boyutlu simetrik bir dizilimi gösteriliyor. Bu dizilimin temelini, üç tane büyük atomların oluşturduğu üçgensel grubun içinde küçük bir atomun yerleşimi oluşturur. Bu geometrik diziliş, kısa mesafeli diziliş düzeni(short- range ordering) olarak isimlendirilir. Bu üçgensel grup birbirlerine bağlı olarak düzenli bir şekilde dizilerek uzun mesafeli düzeni(long-range ordering), yani kristali oluşturur. Şekil 2.1.b'de ise kısamessafeli diziliş görülmekle birlikte uzun mesafeli düzen dizilişi yoktur. Bu atomik düzen ise cam yapısını yani amorf yapıyı temsil eder [17].

İdeal bir kristal, atomların veya özdeş yapı birimlerinin uzayda periyodik tekrarı ile elde edilir. Gerçek katılar çok seyrek olarak kusursuz tek kristaller halinde bulunurlar, yani tabiatta ideal kristal bulmak pek mümkün değildir. Her katı maddede az ya da çok yapı bozuklukları vardır. Bu yapı bozuklukları ideal bir kristal yapının matematiksel tanımından çok küçük ayrılmalar oluşturmakla birlikte kristalin fiziksel özelliklerinde büyük değişikliklere yol açarlar [16].

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

2.1.1 Kristal Örgü ve Birim Hücre

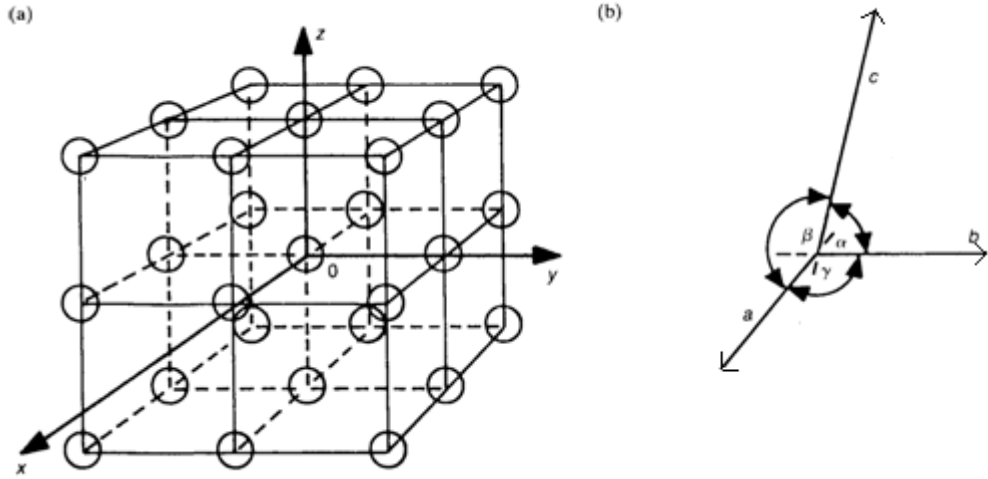
Kristalografide daha çok kristalin geometrik özellikleri ile ilgilenilir. Bu yüzden her atom, o atomun denge konumuna yerleştirilen geometrik bir nokta ile temsil edilir. Böylece kristalinki ile aynı geometrik özelliklere sahip noktaların bir deseni elde edilir. Bu geometrik desene kristal örgü veya sadece örgü (lattice) adı verilir. İdeal bir kristal, kristal örgü noktalarına yerleştirilen atomlar tarafından oluşturulur [16].

Bir kristal örgüde atomların yerini tayin etmek için özdeş örgü noktalarından biri koordinat başlangıcı olarak seçilir. Bu koordinat başlangıcından çıkan ve aynı

doğrultu üzerinde bulunmayan üç komşu örgü noktasına giden a, b, c örgü öteleme vektörleri seçilir ve bu vektörler kullanılarak herhangi bir örgü noktasının yeri

$$R = ua + vb + wc \quad (2.1)$$

yer vektörü ile verilir. Burada u, v ve w tam sayı değerler alır. Bu eşitlikte a, b, c örgü öteleme vektörleri tarafından belirlenen paralel yüzlüye birim hücre denir. Birim hücre kristal yapının küçük birimidir ve periyodik tekrarı ile kristal oluşur. Yani birim hücrenin bütün örgü öteleme vektörleri doğrultusunda teker teker periyodik olarak ötelenmesiyle kristal oluşur [16].

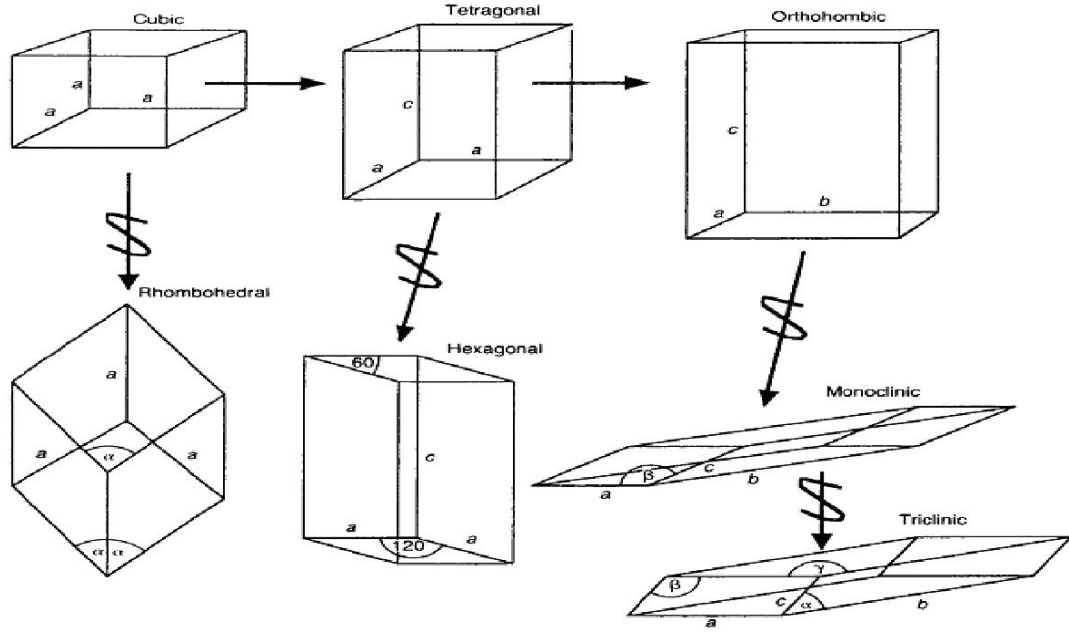


Şekil 2.2. a) Üç-boyutlu kristal örgü b) Örgü öteleme vektörleri.

2.1.2 Kristal Sistemleri

Çok farklı kristal yapıların mevcut olması nedeniyle bazen birim hücrenin şekillenimi atomik düzenlenmeye göre kristal yapıların gruplandırılmasını zorunlu kılar. Bu gruplama birim hücre geometrisine bağlıdır. Birim hücre geometrisi 6 parametre ile tanımlanır. Bu parametreler örgü parametreleri olarak isimlendirilir ve a, b ve c şeklinde birim hücrenin kenar uzunlukları ile α , β ve γ şeklinde üç eksen

arası açılardan oluşur. Birim hücrenin şekil ve simetrisine sahip 7 kristal sistemi mevcuttur (Şekil 2.3.) [16].



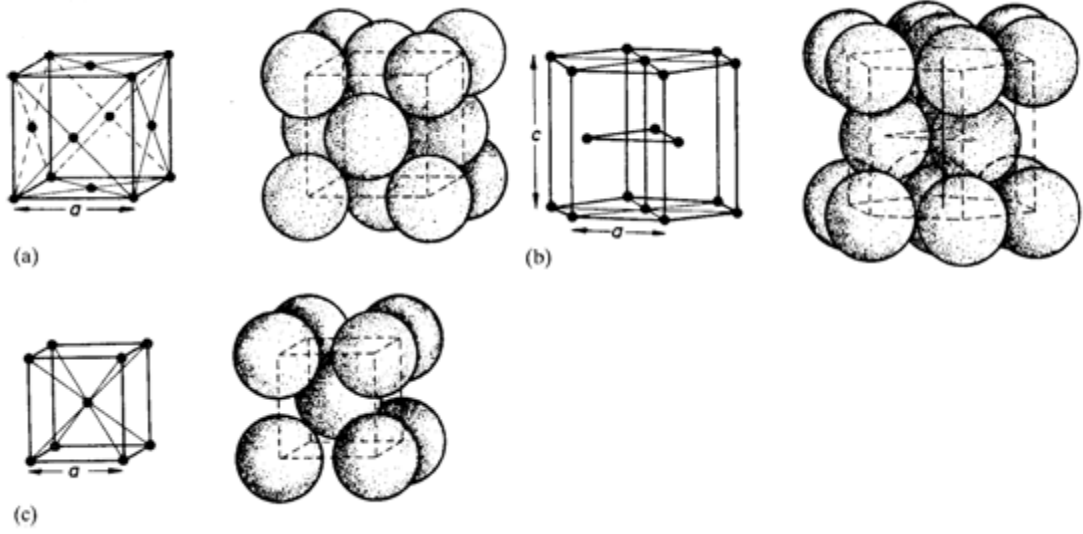
Şekil 2.3. Yedi kristal sistem

<u>Sistem</u>	<u>Eksen</u>	<u>Eksenler Arası Açısı</u>
Kübik	$a=b=c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Tetragonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Orthorombik	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Trigonal (rombohedral)	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$
Hekzagonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma = 120^\circ$
Monoklinik	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$
Triklirik	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$

Kristal yapılar incelenirken kristal yapıyı karakterize eden önemli diğer iki özellikte koordinasyon sayısı (CN) ve atomik paketleme faktörü dür (APF). Koordinasyon sayısı kristalde yer alan herhangi bir atoma eşit uzaklıktaki en yakın komşu atomların sayısı olarak tanımlanır. Atomik paketlenme faktörü ise birim hücredeki doluluk

oranını verir ve $APF = \text{birim hücredeki atomların hacmi} / \text{birim hücrenin hacmi}$ şeklinde verilir.

2.1.3 Metallerde Basit Kristal Yapılar



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

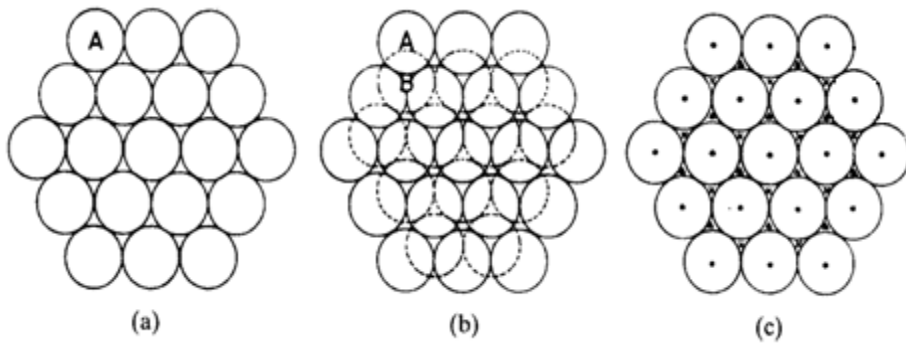
Metal iyonları çok küçüktür ve çapları 0,25 nm mertebesinde. Bu nedenle 1 mm³ metalde yaklaşık 10²⁰ atom bulunur. Metalik bağ incelendiğinde, iyonların gelişigüzel dağılmadığı ve oldukça düzenli bir şekilde yerleştiği görülür. Bu yerleşim öyle ortaya çıkarkı iyonlar bir araya geldiklerinde en küçük hacim oluşturacak şekilde yerleşirler. Sonuçta belirli bir düzen ile ortaya çıkan bu yerleşim metal kristalini ortaya çıkarır. Eğer iyonların oluşturdukları özdeş birim hücreli kristal dikkate alınırsa, eşit büyüklükte kürelerin bir araya gelerek en küçük hacim içerisine girmelerinin yalnızca iki yolu olduğu görülür. Bu iki yerleşim düzeninden birincisi yüz merkezli kübik (f.c.c.), diğeri de sıkı-paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) yapıdır (Şekil 2.4.). Aynı şekilde görülen üçüncü bir kristalografik oluşum cisim merkezli

kübik (b.c.c.) olarak isimlendirilir. Bu yerleşimde sıkı-paketlenme gözlenmez ancak yine de pek çok metal için bu tür bir yerleşim söz konusudur. Bu üç türün dışında sayıları azda olsa metal kristallerinde, ortorombik (galyum, uranyum), tetragonal (indiyum, paladyum) ve rombohedral kristal yapılarına da rastlanır.

h.c.p. ve f.c.c. yapılar arasındaki fark sıkı-paket düzlemlerinin farklı yığılma düzeninden kaynaklanır. Düzlemde her küre altı küreye değecek şekilde bir sıkı-paket tabakası oluşturur. Böyle bir tabaka (h.c.p.) yapının taban düzlemi veya (f.c.c.) yapının (111) düzlemi olur. Bu tabakanın üstüne ikinci bir tabaka her küre tabandaki üç küreye değecek şekilde yerleşir. Bunun üstüne de üçüncü tabaka iki değişik şekilde yerleşebilir [16].

1) Üçüncü tabakadaki küreler ikinci tabaka kurulurken işgal edilmemiş olan birinci tabakadaki boşlukların üstüne gelecek şekilde yerleşir ve bunun sonucu olarak (f.c.c.) yapı oluşur.

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



Şekil 2.5. a) bir sıkı-paket düzlemde atomların yerleşimi **b)** iki sıkı-paket düzlemin Yerleşimi **c)** ardışık düzlemlerin yığılması.

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

Cu, Al, Fe(γ), Au ve Ag gibi bazı metaller yüz merkezli kübik (fcc) yapıda kristalleşir. Bu yapıda birim hücre başına 4 atom düşer. Bunlardan biri, sekiz köşede bulunan ve her biri sekiz birim hücre tarafından ortaklaşa kullanılan köşe atomlarından gelir. Diğer üçü ise altı yüzün merkezinde bulunan ve her biri iki birim hücre tarafından ortaklaşa kullanılan yüz merkezlerindeki atomlardan gelir. Bu yapıda birim hücrenin kenar uzunluğu a ve atomik yarıçap R ise;

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

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

Fe(α) ile Li, Na, Cs ve K gibi alkali metaller cisim merkezli kübik yapıda kristalleşir. Bu yapıda birim hücre başına iki atom düşer bunlardan biri kübün merkezindeki atom iken diğeri ise sekiz birim hücre tarafından paylaşılan köşe atomlarından gelir. Bu yapıda birim hücre uzunluğu ve atomik yarıçap arasında;

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

bağıntısı vardır. Ayrıca b.c.c. yapıda koordinasyon sayısı 8 iken doluluk oranı 0,68 dir.

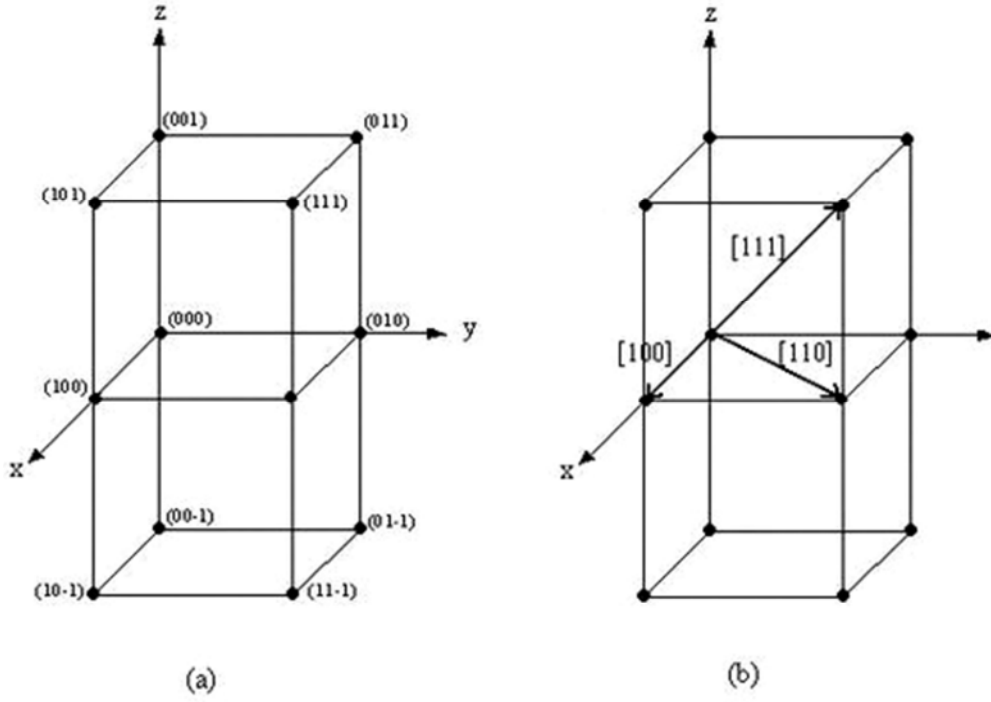
Be, Mg, Sc, Ti, Co, ve Zn gibi bazı metaller h.c.p. yapıda kristalleşir. Bu yapıda örgü parametreleri a ve c şeklinde iki parametre ile verilir. Eğer yapı ideal bir sıkı-paket yapı ise c/a oranı 1,633 olmalıdır. Metalik kristallerde bu oran eksenler oranı olarak isimlendirilir ve hiçbir zaman ideal değeri olan 1,633 değerinde değildir. Bu yüzden

yapıların ideal sıkı-paket yapılar olduğu söylenemez. Mesela Zn da bu oran 1,86 iken Ti da 1,58 dir. h.c.p. yapıda koordinasyon sayısı 12 iken doluluk oranı 0,74 dır.

2.1.4 Kristal Doğrultu ve Düzlemleri (Miller İndisleri)

Silika cam gibi yapısal olarak düzensiz materyallerde fiziksel özellikler ölçme doğrultusundan bağımsızdır. Böyle materyallerin izotropik olduğu söylenir. Buna karşın çoğu tek kristallerde atomların yığılımından ve periyodikliğinden dolayı fiziksel özellikler yönelime sıkıca bağımlıdır. Böyle kristallerde anizotropik olarak isimlendirilir. Bu nedenle kristallerin fiziksel özelliklerinin ve kristallerdeki fiziksel olayların anlatımında belirli kristal doğrultu ve düzlemlerini sayısal olarak ifade etmek gerekir [18].

Kristal yapıda bir doğrultuyu tanımlamak için o doğrultuya paralel orijinden bir doğru çizilir ve bu doğru üzerinde bir noktanın koordinatlarından faydalanılır (Şekil2.6). Sözü edilen noktanın koordinatları; (u, v, w) ise [u, v, w] doğrultu indisleri olur. Sözü edilen bir doğrultu özel bir doğruyu değil sözü edilen doğruya paralel doğrultuların tamamını temsil eder. Birim hücre dönme simetrisine sahipse bu simetriden dolayı eşdeğer olan birçok paralel olmayan doğrultu vardır. Kübik kristalde [100], [010], [001], [$\bar{1}$ 0 0], [0 $\bar{1}$ 0] ve [0 0 $\bar{1}$] kristalografik olarak eşdeğer doğrultulardır. Bu durumda bütün eşdeğer doğrultular < u v w > şeklinde topluca temsil edilir. Benzer şekilde küp için <111> ve <100> şeklinde eşdeğer doğrultu takımları verilebilir [16].

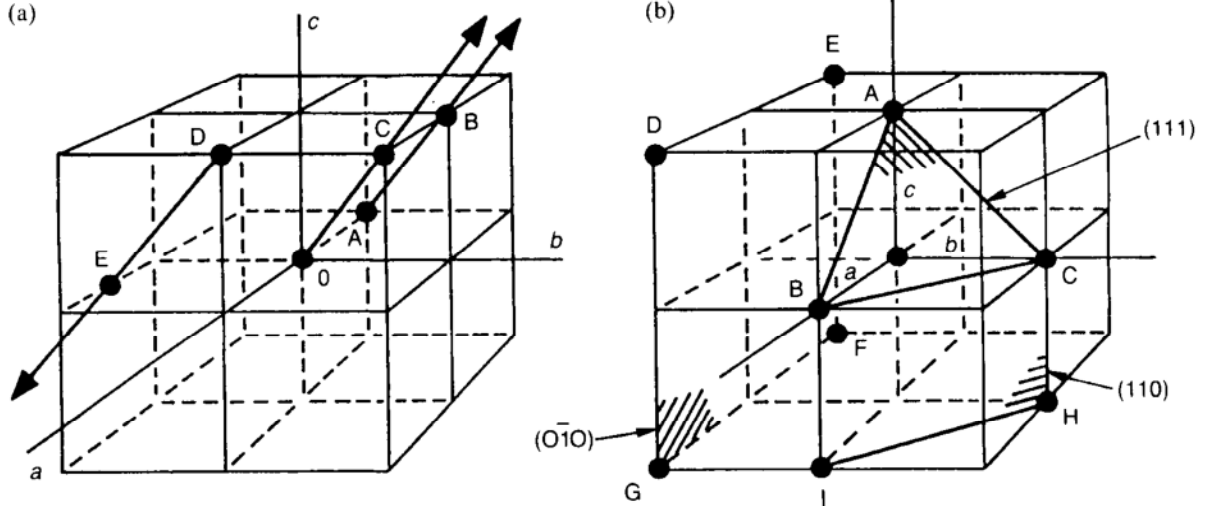


Şekil 2.6. a) Kristal örgü koordinatları b) kristal doğrultular

Kristal düzlemleri adı geçen düzlemin kristal eksenlerini kestiği noktaların koordinat başlangıcına olan uzaklıkları cinsinden ifade edilebilir. Fakat bu durumda kristal eksenlerine paralel önemli düzlemler kristal eksenini sonsuzda keser. Sonsuzluklarla işlem yapılmaması nedeniyle düzlemin eksenleri kestiği uzaklıklar yerine bu uzaklıkların terslerinden türetilen büyüklükler kullanılarak miller indisleri tanımlanır(Şekil 2.7) [16].

Herhangi bir düzlemin miller indislerini tayin etmek için;

- 1) Düzlemin a, b, c eksenlerini kestiği noktaların yerleri sırasıyla örgü sabitleri cinsinden bulunur ve bu kesim noktalarına sırasıyla x, y, z denir.
- 2) x/a , y/b , z/c oranları teşkil edilir.
- 3) Bu oranların tersleri alınarak a/x , b/y ve c/z oranları elde edilir.
- 4) Bu oranların ortak bir çarpanla çarpılması sonucu en küçük tamsayılar elde edilir ve düzlemin miller indisleri (hkl) şeklinde ifade edilir [16].



Şekil 2.7. Kübik kristalde; a) doğrultular b) düzlemler.

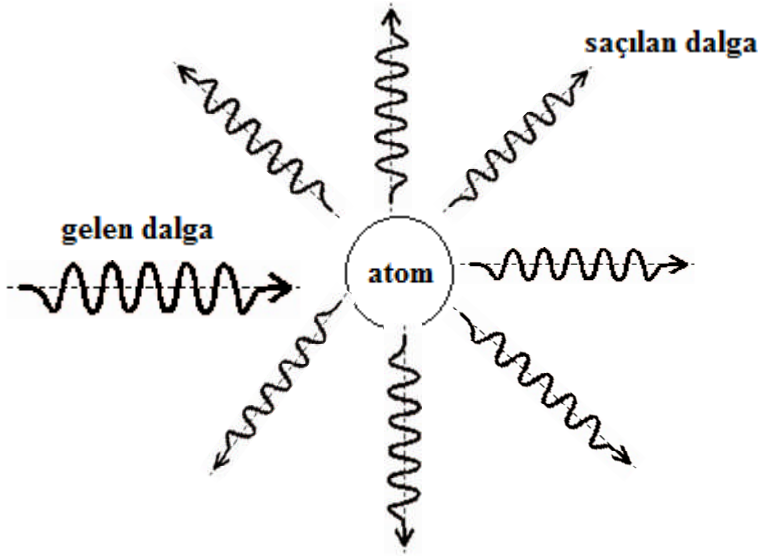
(hkl) miller indisleri, bir tek düzlemi temsil ettiği gibi paralel düzlemlerin bütün takımını da temsil edebilir. Birim hücre dönme simetrisine sahipse bu simetriden dolayı birçok paralel olmayan düzlem eşdeğer hale gelir. Bütün bu düzlemler aynı miller indisleri ile temsil edilebilir. Bu yüzden {hkl} indisleri dönme simetrisine sahip (hkl) düzlemine eşdeğer bütün düzlemleri temsil eder. Kübik sistemde {100} indisleri (100), (010), (001) düzlemlerini ve bunların eksi işaretli olanları da dahil olmak üzere toplam 6 düzlemin hepsini birden temsil eder [16].

2.2 Kristallerde Kırınım Olayı ve Yapı Tayini

Kristal katıların fiziksel özellikleri kristal yapı tipine bağlıdır. Bir kristalin yapısını doğrudan mikroskopla belirlemek hemen hemen imkansızdır. Kristal yapıların deneysel olarak tayin edilmesinde, kristal atomlarıyla etkileşen dalgaların kırınım desenlerinden yararlanır. Bu bölümde kristallerde kırınım olayı verilecektir.

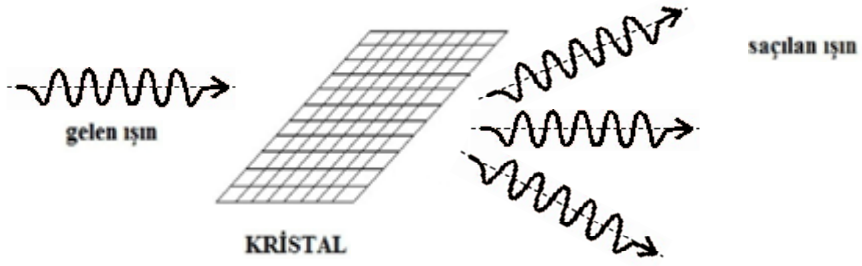
Kırınım olayı gelen ışının kristalin atomları tarafından saçılması ve saçılan ışınların girişimi olmak üzere iki adımdan oluşur. Bir dalga bir parçacıkla (atom)

etkileştiğinde atom dalga demetini bütün yönlerde düzensiz bir şekilde saçar (Şekil 2.8).



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

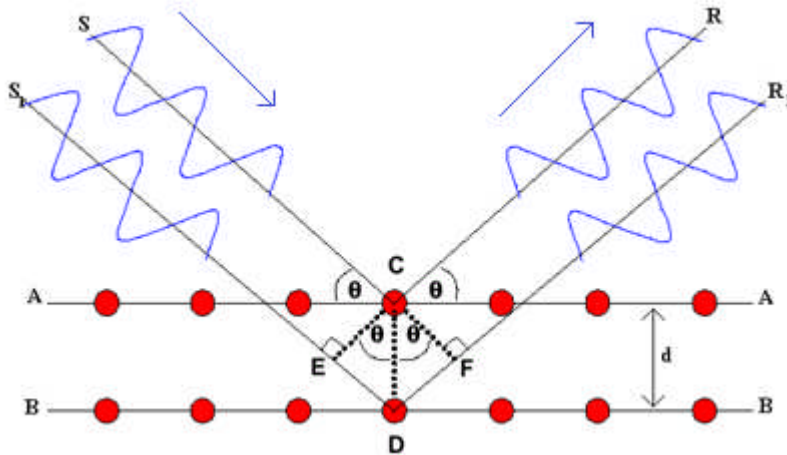
Bir atom neden dalga demetini düzensiz bir şekilde saçar sorusunun cevabı ise atomu saran elektronlar demete eşlik eden elektrik alanın etkisi altında ivmeli harekete zorlanırlar. İvmelenen elektronlar kararsız yapıdadırlar ve tekrar kararlı hale gelebilmek için elektromanyetik ışınım yaparlar buda düzensiz bir şekilde her yönde saçılma şeklinde ortaya çıkar. Kristal katı üzerine ışık düşürüldüğünde ise parçacığın tersine saçılan ışınların rastgele değil bazı yönlerde olduğu görülmektedir. Bunun nedeni ise kristalde atomlar belirli bir düzen içinde yerleşmişlerdir ve saçılan ışınlar sadece yapıcı girişim oluşturabildikleri yerlerde saçılabilmekte aksi takdirde bir saçılma meydana gelmemektedir(Şekil 2.9) [19].



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

Bu kırınım, Bragg Şartı ile sağlanır. Bir kristal yapıda birbirine paralel atomik düzlemleri düşünelim. Bu düzlemlerden iki tanesi AA ve BB olsun. Tek dalga boylu X-ışını demetinin bu düzlemlere θ açısı altında düşürüldüğünü varsayalım. Gelen ışınların geliş doğrultusuna dik bir dalga cephesi S,S₁ olsun. C,D noktalarında kristalin atomları bulunsun.

Dalga cephesi kristale çarptığında saçılan bir dalga cephesinin ortaya çıkmasına sebep olacaktır.



Şekil 2.10. Bragg Kanunu'nun Şematik açıklaması

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

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

olduğu görülür. Öyle ise her iki düzlemde gelen ışınların birbirlerini güçlendirme şartı

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

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

n: tamsayı n=0,1,2,3 ... ,

λ:ışının dalga boyu,

d:düzlemler arası uzaklık.

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

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

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

olurken, $\sin \theta$, 1'den büyük olamayacağından $\lambda \leq 2d$ şartı ortaya çıkar. Bu şartın sağlandığı durumlarda Bragg yansıması olur.

Bragg Kanunu kristal örgüde ortaya çıkan periyodikliğin bir sonucudur.

2.2.1 Kırınım Şiddeti ve Yapı Çarpanı

Bragg yasası kırınım geometrisi ile ilgilidir. Kırınımında şiddet saçılma genliğinin karesiyle orantılıdır. Şiddet difraksiyon (kırılma) düzlemlerinde atomların dizilimine bağlıdır.

Saçılma genliği birim hücrelerin yığılımının yanı sıra birim hücredeki atomların konumuna ve sayısına bağlıdır. Kristal içindeki bir dV hacim elemanı tarafından saçılan dalganın genliği, hacim elemanındaki elektron yoğunluğu ile doğru orantılıdır [16]. Saçılma genliği;

$$= \int_{\vec{u}} n(\vec{r}) e^{i\vec{k}\cdot\vec{r}} d\vec{r} = \quad (2.8)$$

şeklinde verilir. Burada ;

N; birim hücre sayısı,

$n(\vec{r})$; elektron yoğunluğu,

F_{hkl} ; yapı faktörü

$n(\vec{r})$ elektron yoğunluğu hücrenin her j atomuna eşlik eden n_j elektron yoğunluğu fonksiyonlarının toplamı olarak yazmak yararlı olur. Başlangıç noktasından bir J atomuna giden yer vektörü \vec{r}_j ise \vec{r}_j noktasında $n(\vec{r})$ ye katkı $(\vec{r} - \vec{r}_j)$ olacaktır. Hücredeki tüm atomlar için elektron yoğunluğu

$n(\vec{r})$; başlangıç noktasından j atomuna giden yer vektörü ise \vec{r}_j de $n(\vec{r})$ 'ye katkı $(\vec{r} - \vec{r}_j)$ olur. Hücredeki tüm atomlar için

$$n(\vec{r}) = \sum_j n_j e^{i\vec{k}\cdot(\vec{r} - \vec{r}_j)} \quad (2.9)$$

şeklinde verilir. Bu durumda yapı faktörü;

$$F_{hkl} = \int_{\vec{u}} \sum_j n_j e^{i\vec{k}\cdot(\vec{r} - \vec{r}_j)} d\vec{r} \quad (2.10)$$

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

$$\sum (\vec{r} - \vec{r}_j) \quad (2.11)$$

$$\vec{r} = \vec{r} - \vec{r}_j \Rightarrow \vec{r} = \vec{r} + \vec{r}_j \quad (2.12)$$

vektörünü tanımlar ve 2.11 denkleminde yerine yazarsak;

$$= \sum (\vec{r}) \quad (2.13)$$

$$\sum f_j (\vec{r}) \quad (2.14)$$

olacaktır. Burada;

$$= \int (\vec{r}) \quad (2.15)$$

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

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

şeklinde ifade edilir [16].

F_{hkl} yapı çarpanının sıfır olması halinde, uzay örgüsünün izin verdiği bir yansımasında, saçılan ışının şiddeti sıfır olur. Yapı çarpanı, uzay örgüsünün izin verdiği yansımaların bazılarını yok eder. Bu kayıp yansımalar, kristal yapının tanınmasında bize yardımcı olur [16].

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

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

konumunda yer alır. Bu durumda yapı çarpanı ifademiz;

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

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

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

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

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

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

Örneğin Na atomu b.c.c. yapıda kristalleşir ve kırınım deseninde (100), (300), (111), (210), ... gibi noktalar bulunmazken, (200), (110), (222),... gibi noktalar bulunmaktadır (yansıma vermektedir) [16].

2.2.2 Elektron Mikroskop Yöntemi ve Kristal Yapı Tayini

Kristal yapı tayininde x-ışınları, nötronlar ve elektronlar kullanılarak kırınım desenleri elde edilebilir. Elektron mikroskop yönteminde kristal üzerine elektron demeti düşürülür ve elektron kırınımı elde edilir.

Yüksek voltaj altında ivmelendirilen elektronlar belli bir dalga boyuna sahip parçacıklar olarak düşünülebilir. Hızlandırılmış elektronun dalga boyu momentumuna

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (2.22)$$

De Broglie ifadesi ile bağlıdır. Burada “h” Planck sabiti olup

$$h = 6,62 \times 10^{-34} \text{ j.s} \quad (2.23)$$

dir.

Taramalı elektron mikroskopunda elektronlar yüksek voltaj altında yüksek hızlara ulaştığı için rölativistik çerçevede değerlendirilirler. Eğer elektronlar V voltajı altında ivmelendirilirse rölativistik çerçevede enerji ifadesi;

$$E = K + mc^2 \quad (2.24)$$

ile verilir. Burada K kinetik enerjiyi temsil eder ve V voltajı altında elektron için e elektron yükünü göstermek üzere;

$$K = eV \quad (2.25)$$

şeklinde ifade edilir.

Rölativistik enerjinin momentuma bağlı ifadesi;

$$E^2 = p^2c^2 + (mc^2)^2 \quad (2.26)$$

eşitliğinde E yerine yazılırsa;

$$(p^2c^2 + (mc^2)^2)^{\frac{1}{2}} = eV + mc^2 \quad (2.27)$$

$$p^2c^2 + (mc^2)^2 = (eV)^2 + 2eVmc^2 + (mc^2)^2 \quad (2.28)$$

$$p^2 = \frac{eV}{c}^2 + 2eVm \quad (2.29)$$

$$= \frac{\quad}{-} + \frac{\quad}{+} = \frac{\quad}{+} + \frac{\quad}{-} \quad (2.30)$$

$$= \Rightarrow \frac{\quad}{=} \quad (2.31)$$

şeklinde dalga boyu ifadesi türetilir. Eğer kullanılan voltaj değeri = ise
 $m = 9.11 \times 10^{-31} \text{ kg}$, $e = 1.6 \times 10^{-19} \text{ C}$, $c \cong 3 \times 10^8$ değerleri dikkate alındığında;

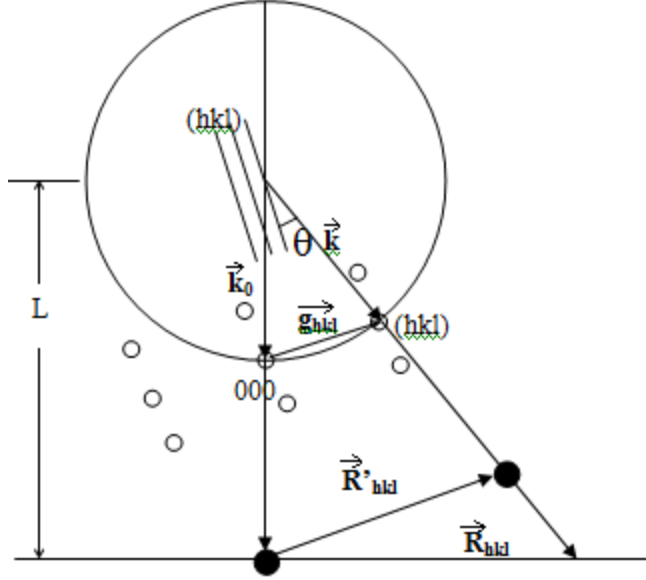
$$= \cdot \text{ \AA} \quad (2.32)$$

olarak bulunur.

TEM' de elektron demetinin çok küçük dalga boyuna sahip olması Bragg şartının çok küçük açılarda ($\theta < 1-2^\circ$) sağlanmasını mümkün kılar. Ayrıca Ewald küresinin çapı ($k = 2\pi/\lambda$) küçük dalga boyu durumunda oldukça büyüktür. Kürenin büyük olması birçok ters örgü noktası ile kesişmesini mümkün kılar. Böylece elektron kırınımında çok sayıda kırınım piki ve kırınım noktası elde edilir.

2.2.3 Elektron Kırınım Deneyinin Geometrisi

Elektron kırınım deneyinde kristal şekil 2.11’de görüldüğü gibi $2\pi/\lambda$ yarıçaplı kürenin (Ewald küresi) merkezine konmuş gibi düşünülür. Elektron demeti kristalden geçtikten sonra küreyi terk ettiği nokta kristalin ters örgüsünün başlangıç noktası olarak alınır. Küre yüzeyi üzerindeki diğer noktalar ise kırınımına uğrayan ters örgü noktalarını (hkl indisli düzlemler) verir.



Şekil 2.11. Ewald küresi

Şekil 2.11’de L kamera uzaklığı, \vec{k} yansıyan ışın, \vec{k}_0 gelen ışın, hkl miller indisleri \vec{g}_{hkl} ters örgü vektörü, \vec{R}_{hkl} desendeki noktaların merkez noktaya olan uzaklıkları olmak üzere

$$k_0 = 2\pi/\lambda \quad (2.33)$$

gelen dalga vektörü

$$g = 2\pi/d \quad (2.34)$$

ters örgü vektörü şeklinde tanımlanır.

Benzer üçgenlerden;

$$k_0 / g_{hkl} = L / R'_{hkl} \quad (2.35)$$

yazılır.

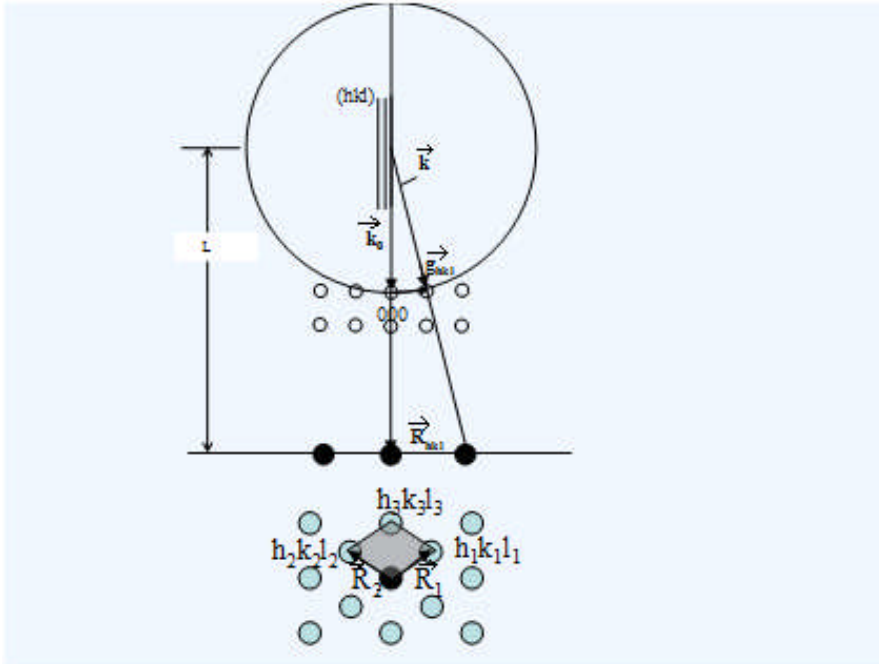
Şekil 2.12'de görüldüğü gibi θ küçük açı olduğundan

$$R' = R \quad (2.36)$$

$$\frac{1}{\frac{\lambda}{1}} = \frac{L}{R} \quad (2.37)$$

$$d = \frac{\lambda L}{R} \quad (2.38)$$

olur. Burada R uzaklığı kırınım deseni üzerinde oluşan noktaların merkez noktaya olan uzaklığıdır (Şekil 2.12).



Şekil 2.12. Ewald küresi ve kırınım deseni

Şekil 2.12’de görüldüğü gibi elde edilen kırınım deseni indislemesi için şu işlemler takip edilmelidir.

Örneğin kübik kristal yapıya ait olduğu tahmin edilen bir kırınım deseni üzerinde (Şekil 2.13):

$$R_1 = R_2 = 14.4\text{mm}, R_1 \wedge R_2 = 109.5^\circ \text{ değerleri ölçülerek} \quad (2.39)$$

$$Rd = \lambda L \quad (2.40)$$

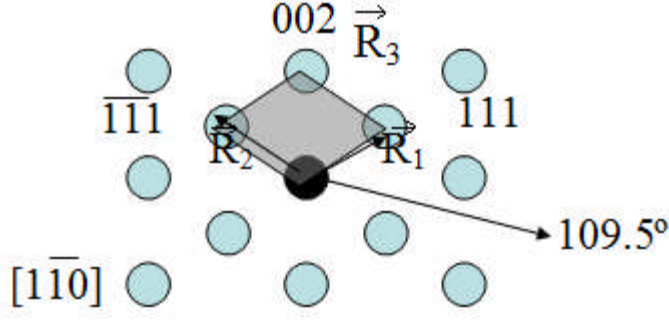
eşitliğinden d değerleri hesaplanır ve aşağıdaki tablo oluşturulur.

d1	d2	(R2/R1)	(R3/R1)	R1^R2
0.208	0.208	1	1.155	109.5°
...

Kırınım deseninden ölçülerek bulunan bu değerler;

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \frac{d_1}{d_2} = \frac{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}, \cos\varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \quad (2.41)$$

Formüllerinden hesaplanan değerlerle karşılaştırılarak desen üzerindeki noktaların hangi düzlemlere karşılık geldiği bulunur.



Şekil 2.13. Kırınım deseninin indislenmesi

Desen üzerinde düzlemler arası açı değerleri ölçülür ve bu değerler ilgili bağıntı ile hesaplanarak karşılaştırılır. Örneğin;

$$(111)^{\wedge}(-1-11) = 109.5^{\circ} \quad (2.42)$$

2.2.4 Zon Ekseni

Kırınım deseni üzerinde en az üç nokta indislendikten sonra desene ait zon ekseni belirlenir. Ortak yön içeren düzlemlerin bir zon oluşturduğu söylenir ve ortak yön zon ekseni olarak isimlendirilir.



Şekil 2.14. Zon ekseni

Zon ekseninin yönü $[uvw]$ ise vektör çarpımı kuralından;

$$\begin{aligned}
u &= k_1 l_2 - k_2 l_1 \\
v &= l_1 h_2 - l_2 h_1 \\
w &= h_1 k_2 - h_2 k_1
\end{aligned}
\tag{2.43}$$

Bağıntılarıyla verilir.

TEM' de Bragg açısının küçük olması nedeniyle elektron demetinin yönü kırınımına neden olan düzlemlere paralel kabul edilir. Demetin yönü yansıma düzlemlerinin zon eksenidir.

2.3 Madde İçinde Manyetizmanın Temelleri

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

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{M} + \vec{H})
\tag{2.44}$$

eşitliğiyle verilir. SI birimiyle \vec{H} ve \vec{M} her ikisinin birimi de A/M' dir [20].

2.3.1 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 pozitiftir. ($\mu < 1$) Deneysel yönden paramanyetizma ve diyamanyetizma arasındaki fark alınganlığın işareti farkında yatmaktadır. Ayrıca sıcaklığa bağlılığı 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 bağlı 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. Termal hareketler çok büyük değilse, manyetik momentlerin tamamının sıralanması mümkündür. Bu yüzden ferromanyetizma belli bir sıcaklığın altında görülür. Belli bir noktanın üstünde ferromanyetikler, paramanyetiklerdir. Oda sıcaklığında Fe, Ni ve Co ferromanyetiklerdir [21].

2.3.1.1 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} mertebesinde dir. 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 [22].

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

Süperiletkenler kritik sıcaklıkların altında öz direnci sıfır olan maddelerdir. Süperiletkenlerin mükemmel diyamanyetik özellik gösterdiklerini biliyoruz. Sonuçta

süperiletken içindeki manyetik alanı sıfır olacak şekilde uygulanan alanı dışlar. Bu olaya meissner olayı denir.

2.3.1.2 Paramanyetizma

Paramanyetizma maddeleri pozitif fakat küçük manyetik doygunluğa sahiptir ($0 < \chi \leq 1$) ve 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 [22].

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

$$\chi = \frac{C}{T} \quad (2.45)$$

dir.

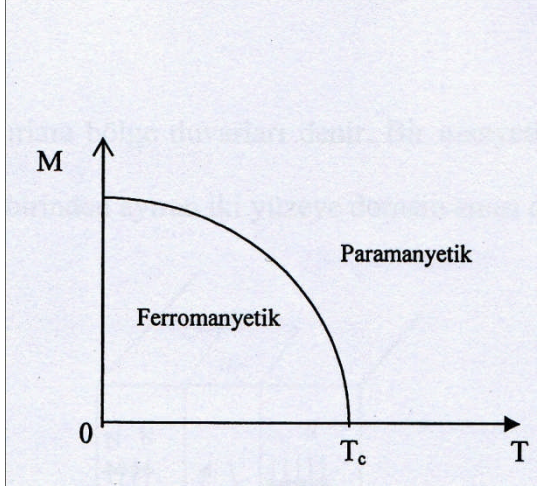
Kendiliğinden oluşan manyetik alan mevcut ise;

$$\chi = \frac{C}{T - T_c} \quad (2.46)$$

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. 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 2.15. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi

2.3.1.3 Ferromanyetizma

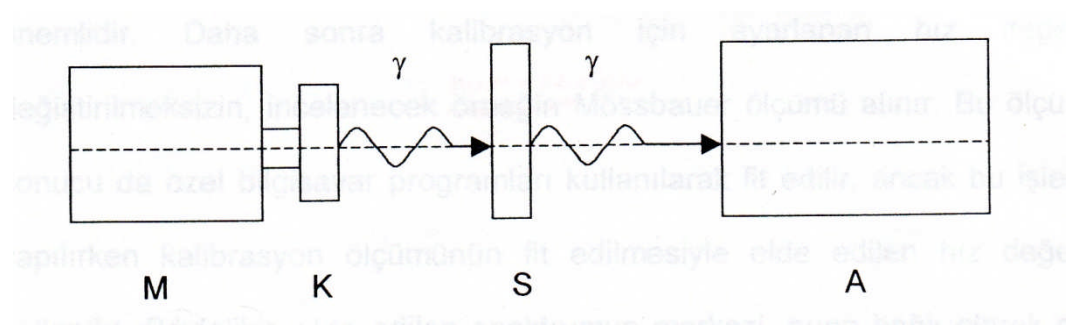
En çok bilinen ferromanyetik malzemeler Fe, Ni, Co gibi geçiş elementleridir. Bunların hepsi ferromanyetik olup bazı kritik sıcaklıklar altında düzenlendiklerinde negatif momente sahiptir. Ferromanyetik malzemelerin manyetik özellikleri Curie sıcaklığı olarak bilinen kritik bir sıcaklıktan sonra bozular ve malzeme paramanyetik olur. Ferromanyetik maddeler sürekli mıknatısların yapımında kullanılır. Bu tür maddeler, zayıf bir dış manyetik alan içinde bile birbirine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik manyetik dipol momentlere sahiptir. Bir kere momentler paralel hale geldikten sonra, dış alan atomdan kaldırılırsa bile madde mıknatıslanmış olarak kalacaktır. Bu sürekli yönelim, komşu olan manyetik momentler arasındaki kuvvetli bir etkileşimden kaynaklanır. Bir manyetik malzemenin kutuplanmış iki bölgesini birbirinden ayıran yüzeye domain sınırı denir.

2.3.2 Mössbauer Yöntemi ve Manyetik Özelliklerin İncelenmesi

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

Mössbauer spektroskopisi, manyetik aşırı ince yapı alanları, örgü simetrisi ve örgü titreşimleri hakkında değerli bilgiler verir. Mössbauer spektroskopisi kullanılarak belirli bir elemente ait çekirdeğin çevresindeki aşırı ince yapı etkileşimleri incelenerek elde edilen parametreler, numune hakkındaki kimyasal ve manyetik fazlar hakkında bilgiler verir. Bunlarla birlikte Mössbauer olayı ile çekirdekteki enerji düzeyleri arasındaki geçişler, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri ve bu seviyelerin yaşam zamanları, çekirdek elektrik kuadropol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer kavramlar belirlenebilir [22].

Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu ve soğurucudan geçen gama ışınlarını sayan bir sayaca ihtiyaç vardır. Ayrıca kaynak ile soğurucu arasındaki bağıl hızı sağlamak için bir düzenek gereklidir.



Şekil 2.16. Şematik olarak bir Mössbauer düzeneğinin gösterimi (M; hız motoru, K; kaynak, S; soğurucu, A; analizatör).

Mössbauer düzeneğinin çalışma prensibi kısaca şöyle açıklanabilir;

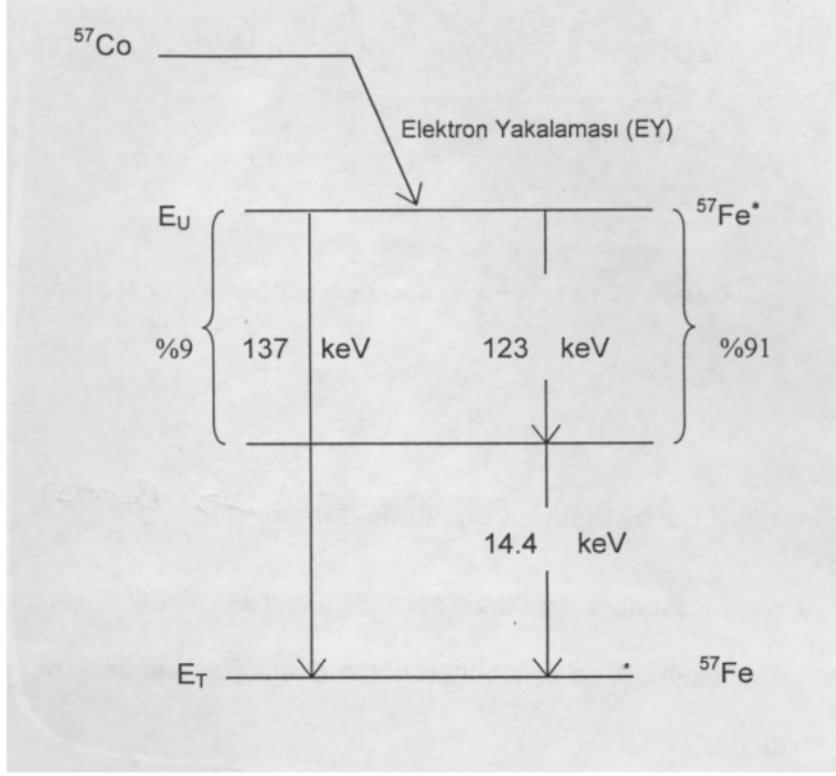
Radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir gama ışınının önüne bir soğurucu yerleştirilir. Soğurucudan geçen gama ışınları düzenekte bulunan sayaca gelir. Sayaca gelen gama ışınları sayaçta bazı atmalar oluşturur. Gelen atmalar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek kanal analizatörüne iletilir. Bu analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir ve böylece simetrik spektrumlar gözlenebilir.

Mössbauer düzeneğinde gama kaynağı olarak, genellikle uyarılmış durumdaki kararlı izotoplar kullanılır. Üniversitemizin Mössbauer düzeneğinde uyarılmış durumdaki ^{57}Fe çekirdeği kullanılmaktadır. ^{57}Fe çekirdeği ^{57}Co çekirdeğinin bir elektron yakalaması sonucu oluşur.



Gama ışınları radyoaktif çekirdeklerin yayınladıkları elektromanyetik dalgalardır. Dalga boyları = . Å – Å arasında değişir. Gama ışınlarının enerjileri ise 12 keV ile 2.5 MeV arasındadır.

Uyarılmış çekirdeğin taban enerji durumuna dönerken yaptığı ışımlar da gama ışımlarıdır. Uyarılmış durumdaki ^{57}Fe çekirdeği taban durumuna geçerken enerjileri 14.4 keV, 123 keV ve 137 keV olan üç farklı gama ışınları yayınlar (Şekil 2.17).

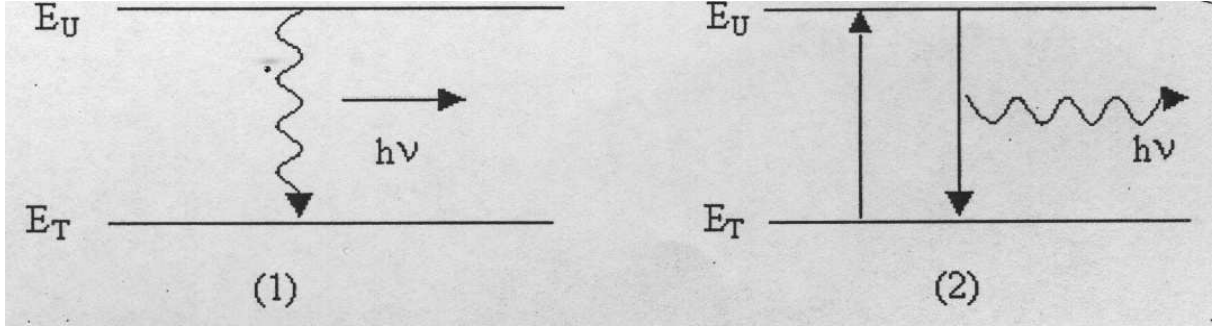


Şekil 2.17. Radyoaktif ^{57}Co izotopunun, kararlı ^{57}Fe izotopuna bozunma şeması.

Genel olarak uyarılmış bir çekirdek, E_U uyarılmış enerji durumundan E_T taban enerji durumuna geçerken $h\nu = E_U - E_T$ bağıntısına göre, frekanslı bir γ fotonu yayınlamaktadır. Şekil 2.18’de görüldüğü gibi bu foton, taban durumunda bulunan başka bir çekirdek üzerine düştüğünde, onun E_T taban durumundan E_U uyarılmış durumuna çıkartmak üzere kolaylıkla soğurulması beklenir ve bu duruma rezonans adı verilir. Rezonansla uyarılan bu çekirdek tekrar taban durumuna geçerken aynı frekanslı ışınları bütün doğrultularda yayınlamaktadır. Rezonansla soğurma olayının oluşabilmesi için birinci çekirdeğin yayınladığı fotonun ν frekansının ikinci çekirdek için

$$\nu = \frac{E_U - E_T}{h} \quad (2.48)$$

bağıntısı ile verilen ν frekansına tam eşit olması gerekir.

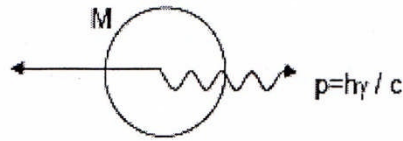


Şekil 2.18. Uyarılmış durumdan taban duruma geçiş.

Gerçekte birinci çekirdek bir gama fotonu yayımlarken momentumun korunumu kanununa göre Şekil 2.19'da görüldüğü gibi aynı momentumla zıt yönde geri teper. $E_G = E_U - E_T$ enerjisinden alacağı için yayımlanan fotonun enerjisi kütle merkezi sisteminde $E_U - E_T$ olduğu halde laboratuvar sisteminde;

$$h\nu_{\text{yay}} = h\nu_0 - E_G \quad (2.49)$$

olur ki burada $h\nu_0 = E_U - E_T$ geri tepme olmadığından yayımlanması beklenen foton enerjisidir.



Şekil 2.19. Gama fotonu yayımlayan çekirdek eşit momentumla geri teper

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

$$h\nu_{\text{sog}} = h\nu_0 + E_G \quad (2.50)$$

dir. Bu sebeple yayınlanma ve soğurulma çizgileri arasındaki frekans farkı;

$$\Delta\nu = \nu_{\text{sog}} - \nu_{\text{yay}} = \frac{2e_G}{h} \quad (2.51)$$

ikisi arasındaki enerji farkı ise;

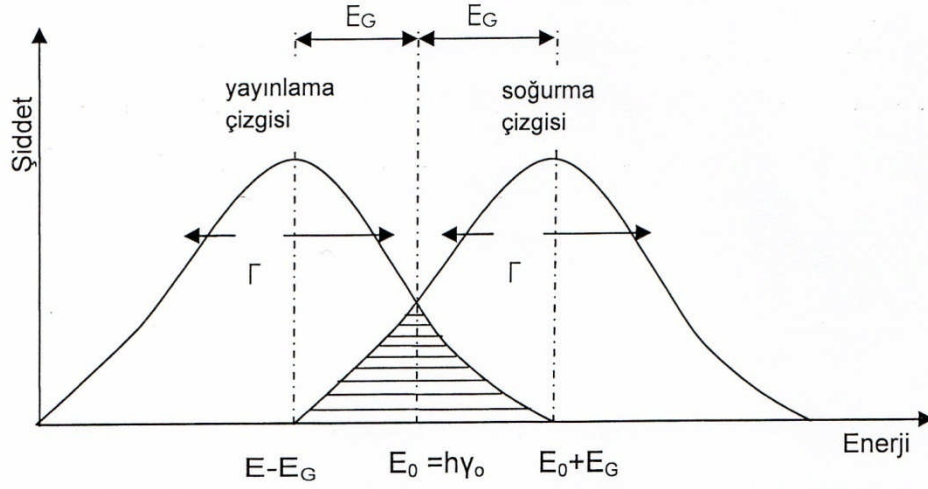
$$h\Delta\nu = 2E_G \quad (2.52)$$

olacaktır.

Şekil 2.20'de yayınlanma ve soğurma çizgileri arasındaki $2E_G$ enerji farkından dolayı gama ışınları yayınlanma ve soğurma çizgileri üst üste gelmez. Gama ışınlarının rezonansla soğurulmasını gerçekleştirmek için yayınlanma soğurma çizgilerinin üst üste binmesini sağlamak üzere genellikle Doppler kaymasından yararlanır. Kaynağın çizgisel hızı v ise doppler olayı sonucu ışınım enerjisinde;

$$(\Delta E)_D = h(\Delta\nu)_D = h\nu_0 \frac{v}{c} = E_0 \frac{v}{c} \quad (2.53)$$

değerinde bir artma sağlanmış olur. $(\Delta E)_D = 2E_G$ olacak şekilde v hızı ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerji doppler enerji artması ile karşılanmış olur ve böylece yayınlanma çizgisi üst üste gelmesi sonucu rezonansla soğurma mümkün olur. Doppler kayması kaynağın ya da soğurucunun birbirine göre hareket etmesini sağlar [25].



Şekil 2.20. Yayınlama ve soğurma çizgileri

Alman fizikçi Mössbauer, 1958 de yukarıdaki deneyleri tekrarlararken 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[23-24]. 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 $^{57}_{27}\text{Co}$ '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 [23]. İşte bu sebepten sıfırdan farklı bir değerlikte olan çekirdeği ile onun s-elektronları arasındaki Coulomp çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri ile bir değişime uğrar bu olay

Mössbauer spektrumunda izomer kayma olarak kendini gösterir. İzomer kaymanın değeri;

$$\delta = \frac{4\pi}{5} Ze^2 R^2 \sigma \left[|\psi(0)|^2_{\text{sogurucu}} - |\psi(0)|^2_{\text{kaynak}} \right] \quad (2.55)$$

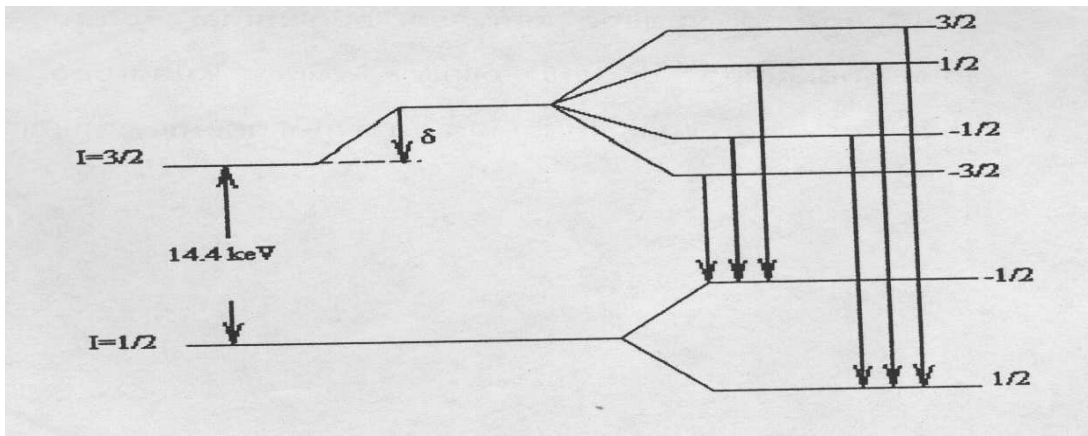
ile verilir. Burada $R_{\text{uyarı}} - R_{\text{temel}}$ şeklindedir.

Bu eşitlik iki çarpmadan meydana gelmiştir. Birinci durum nükleer parametreleri içerir özellikle uyarılmış durum ile temel durum arasındaki izomerik yarıçap farklıdır. İkinci durum çekirdekdeki yük yoğunluğunu içerir bu da atomun valans hali ile etkilenen atomik ve kimyasal bir parametredir. İzomer kayma kendini Mössbauer spektrumunda $v=0$ olması gereken maksimum rezonansa bir kayma olarak kendini gösterir. Mössbauer spektrumunda izomer kayması değerinin ölçülmesi ile Mössbauer izotopunun bağ durumları hakkında çeşitli bilgiler elde edilir [25].

2.3.2.1 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 [24,26]. \vec{J} nin \vec{H} doğrultusundaki izdüşümü m_j 'nin aldığı değere göre her enerji seviyesi $2J+1$ sayıda alt seviyeye yarılar. $J=1/2$ 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. $J=3/2$ beklenen enerji seviyesi yarılmaları sonucunda da Mössbauer spektrumunda çok sayıda çizgi görülür. Şekil 2.21'de $J=3/2$ için böyle bir durum sırasında çekirdek seviyelerindeki yarılmalar gösterilmiştir. Mössbauer spektrometresi metal ve metal alaşımlarında faz dönüşümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan metotlardan birisidir. Bu metotla austenite ve martensite

yapıların manyetik düzenlenişleri, soğutma 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 [27,28]. Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite yapının ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir.



Şekil 2.21. Fe'nin taban ve uyarılmış düzeneklerinin manyetik alanda yarılması

2.4. Martensitik Faz Dönüşümleri

Katıhal fiziğinde önemli bir yere sahip olan martensitik faz dönüşümü difüzyonsuz olarak gerçekleşen bir katı \rightarrow katı faz dönüşümüdür. Bu dönüşümde bir kristal yapı bir başka kristal yapıya dönüşür. Martensitik dönüşümlere f.c.c. \rightarrow b.c.c. , f.c.c. \rightarrow h.c.p. ve b.c.c. \rightarrow ortorombik dönüşümleri örnek olarak verilebilir. Bu bölümde martensitik dönüşümler ayrıntılı olarak verilecektir.

2.4.1 Faz ve Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri

Faz; sürekli bir madde içinde, kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan bir bölge olarak tanımlanabilir [29].

Bir atom veya molekül topluluğu homojen dağılımda olabilir veya olmayabilir. Bu atomlar topluluğunun, homojen kısımları “Faz” olarak adlandırılır. Bu fazlar hacim, basınç, sıcaklık, enerji gibi termodinamik özelliklerle karakterize edilirler. Yalıtılmış bir fazın serbest enerjisi minimum ise o faz kararlıdır. Sıcaklık, basınç, elektrik ve manyetik alan gibi değişkenlerin sisteme etki etmesiyle sistemin serbest enerjisi düzgün ve sürekli olarak değişir. Buna bağlı olarak fazın yapısal detayları da değişir. Bu olay “faz dönüşümü” veya “faz geçişi” olarak adlandırılır. Faz geçişlerinin sınıflandırılması, termodinamik nicelikler ile serbest enerji fonksiyonu arasındaki bağıntılar yardımıyla yapılır. Bu sınıflandırmada, faz geçişinin mertebesi serbest enerji fonksiyonunun türevinin mertebesi ile aynıdır.

Faz dönüşümü, atomların komşuluklarının yer değiştirip değiştirmemesine göre iki ana gruba ayrılır [2]. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine yayılmalı (difüzyonlu) faz dönüşümleri, atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de yayılmasız (difüzyonsuz) faz dönüşümleri denir. Metalik sistemlerdeki faz dönüşümleri çekirdeklenme büyüme dönüşümleri ve martensitik dönüşümler olmak üzere iki ana sınıfa ayrılır. Büyüklüğü materyalin kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkiler, materyale uygulanırsa faz dönüşümü meydana gelir. Dışarıdan uygulanan fiziksel etkiler austenite (ana faz) ve martensite (ürün faz) fazlar arasındaki serbest enerji farkını ortaya çıkarır. Ana faz ve ürün faz arasındaki bu enerji farkı ise martensitik dönüşümün meydana gelmesine sebep olur [2,29]. Faz dönüşümü, iki faz arasındaki serbest enerji farkından meydana gelir. Serbest enerji sıcaklık ve basınçtan etkilenir. Bir faz dönüşümü sıcaklık ve basıncın yanında dış zor ve yapı kusurları gibi diğer faktörlerden de etkilenir. Dolayısıyla dönüşümün hangi şartlar altında gerçekleştiğini bilmek önemlidir [29]. Bir fazdan diğer bir faza dönüşüm olabilmesi için sistemin son faza göre kararsız olması gerekir. Sabit sıcaklık ve basınçta sistemin kararlılığı;

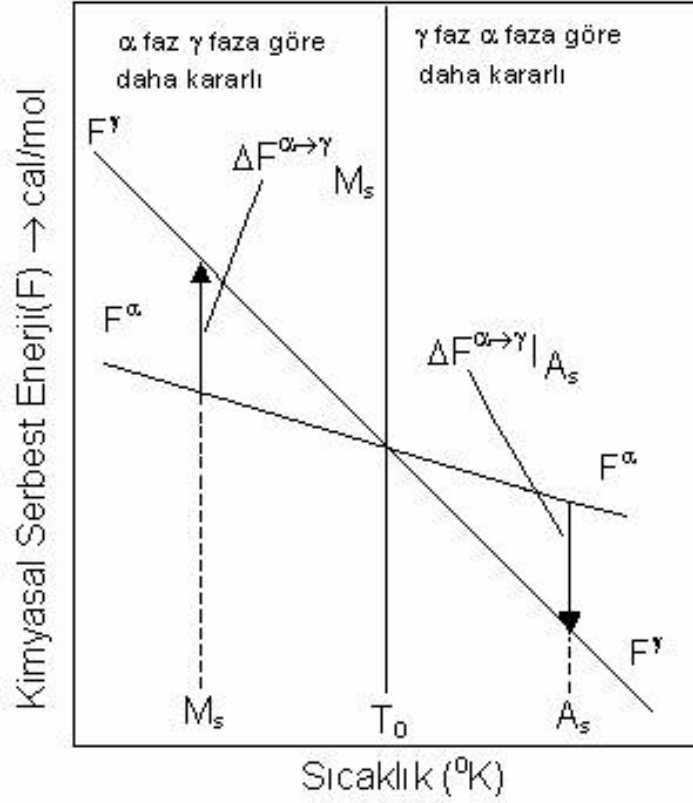
$$G = H - TS \quad (2.56)$$

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

$$H = E + PV \quad (2.57)$$

şeklinde verilir. Bu eşitlikte E sistemin iç enerjisini, P basıncı, V hacmi ifade eder.

İç enerji, bir sistemdeki atomların kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamından oluşur. Kinetik enerji, katıda atomların titreşimlerinden doğarken potansiyel enerji sistemdeki atomlar arası bağlar ve etkileşmelerden kaynaklanır. Sistemin iç enerjisindeki değişime bağlı olarak ısı miktarı değiştiğinde faz dönüşümü meydana gelir. Isı miktarı denklem (2.57) de gösterildiği gibi sabit basınç altında sistemin hacmindeki değişime de bağlıdır. Ancak katılarda, PV terimi E ile kıyaslandığında ihmal edilebilir ve $H \cong E$ alınabilir [19].



Şekil 2.22. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi [30]

Fazlar arasındaki serbest enerji değişimi,

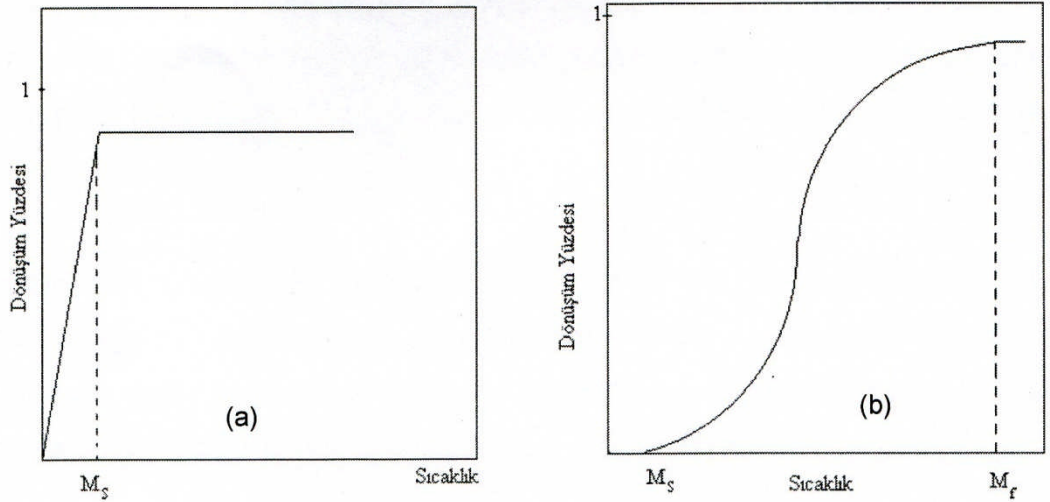
$$\Delta F^{A \rightarrow M} = F^A - F^M \quad (2.58)$$

şeklinde verilebilir. Burada F^A ve F^M sırasıyla ana ve ürün fazın serbest enerjileridir. Denge sıcaklığı olarak tanımlanan T_0 sıcaklığında iki fazın serbest enerjileri eşit ve farkları sıfırdır. T_0 Denge sıcaklığının altında fark sıfırdan büyüktür ve ürün faz serbest enerjisi daha küçük olduğu için daha karardır. T_0 'ın üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçüktür ve ana faz daha karardır (Şekil 2.22). Minimum serbest enerji kuralına göre bir sistem birçok değişik durumlara izin verirse sistemin bu durumlardan en düşük serbest enerjili olanını seçmesi beklenir.

Serbest enerji farkı denklem (2.58) de verildiği gibi faz dönüşümü için gerekli olan “sürücü kuvvet” olarak adlandırılır [19].

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

Austenite – Martensite faz dönüşümleri genellikle, çok kısa bir zaman aralığı içinde patlama şeklinde ve atermal olarak meydana gelir [34]. Martensite yapının oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha düşük sıcaklıklarda patlama şeklinde yeni martensiteler oluşabilir, ancak bir kez oluşan martensiteler düşük sıcaklıklarda hacimce bir büyüme göstermez [30,32]. Bunshah ve Mehl [33], Fe ve Fe alaşımlarında ısıl etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerini 10^{-7} sn gibi kısa bir zamanda ortaya çıktığını ölçmüşlerdir.



Şekil 2.23. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi,
b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi

Az sayıda olmakla beraber bazı alaşımlarda da martensitelerin oluşumu izotermal ve gözle görülebilecek kadar yavaş olabilir. Bu tür dönüşümlerde M_s sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabileceği gibi, daha önceden oluşmuş martensite tabakaları genişleyip büyüyebilir [34,35]. İzotermal reaksiyonlar Fe-C-Mg, Fe-Ni-Mn gibi alaşımlarda gözlenmiştir [35,36].

Atermal reaksiyonların varlığı izotermal reaksiyonların varlığını etkilemektedir. Bazı demir alaşımlarında, atermal ve izotermal martensitik dönüşümlerin her ikisi birden meydana gelebilir [37].

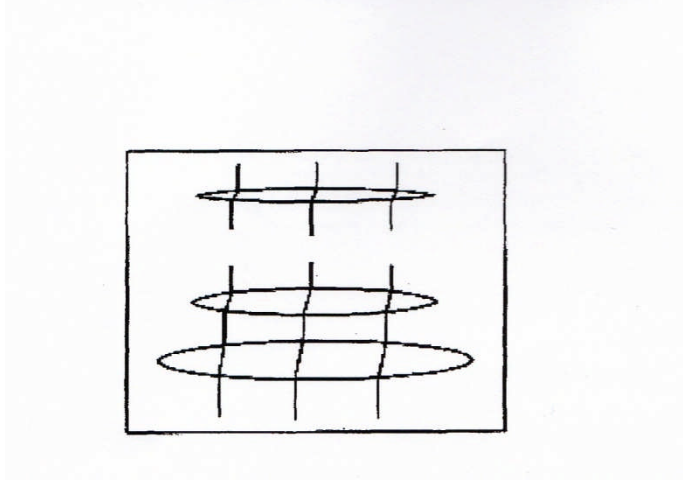
2.4.2 Martensitik Dönüşümlerin Tersinir Olma Özelliği

Martensitik dönüşümler belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliği gösterirler. Termal yolla gerçekleşen martensite faz dönüşümlerinde kristalin soğutulması sırasında elektriksel dirençte ani değişme gözlenir. Bu değişme, M_s sıcaklığında başlar. Dönüşüm tamamlandıktan sonra tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı vermek gerekir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik sıcaklıkta elektriksel dirençte ani bir değişme gözlenir ve işleme devam edilirse austenite faza geri dönüşüm tamamlanır [32,38].

Martensitik reaksiyonlar, sıcaklık değişimi ile tersinir özellik gösterir ve bu tür martensiteler **termoelastik martensite** olarak isimlendirilirler. Bu tip dönüşümlerde, martensite kristalinin büyümesi ve küçülmesi, ısısal ve elastik etkiler arasında bir denge altında olur.

Bazı alaşımlarda dış zorun etkisi ile oluşturulan martensitelerin de tersinir özellik gösterdikleri bulunmuştur. Bu tür martensiteler **elastik martensite** olarak adlandırılır [39,40]. Bu tip martensite oluşumu özellikle şekil hatırlama olayında büyük rol oynar.

Fe bazlı alaşımlarda görülen f.c.c. → h.c.p. türü martensitik faz dönüşümü (ϵ -martensite) sonucunda ince plakalar meydana gelir. Bu tip austenite – martensite faz dönüşümünde ara yüz enerjisinin çok düşük olması şekil hatırlama için etkilidir. h.c.p martensite, austenite yapının $\{111\}_\gamma$ düzlemleri üzerinde oluşur ve ara yüzde mükemmel yakın bir yapı oluşur. Bu durumda dönüşüm sistemi, Şekil 2.24’de gösterildiği gibi çok ince martensite tabakalarına bir dış kuvvet etki ettiği zaman şekil hatırlama meydana gelir ve termal etki ile oluşan bu ince tabakalar ilk şekillerine geri dönerler. Buna rağmen geri dönüşüm biçimi, austenite-martensite ara yüzündeki geri dönüşüm hareketi ile meydana gelir. Özellikle Fe-Mn-Mo bazlı alaşımlarda dönüşümün tersinir olması bu şekilde ifade edilmektedir [8,37].

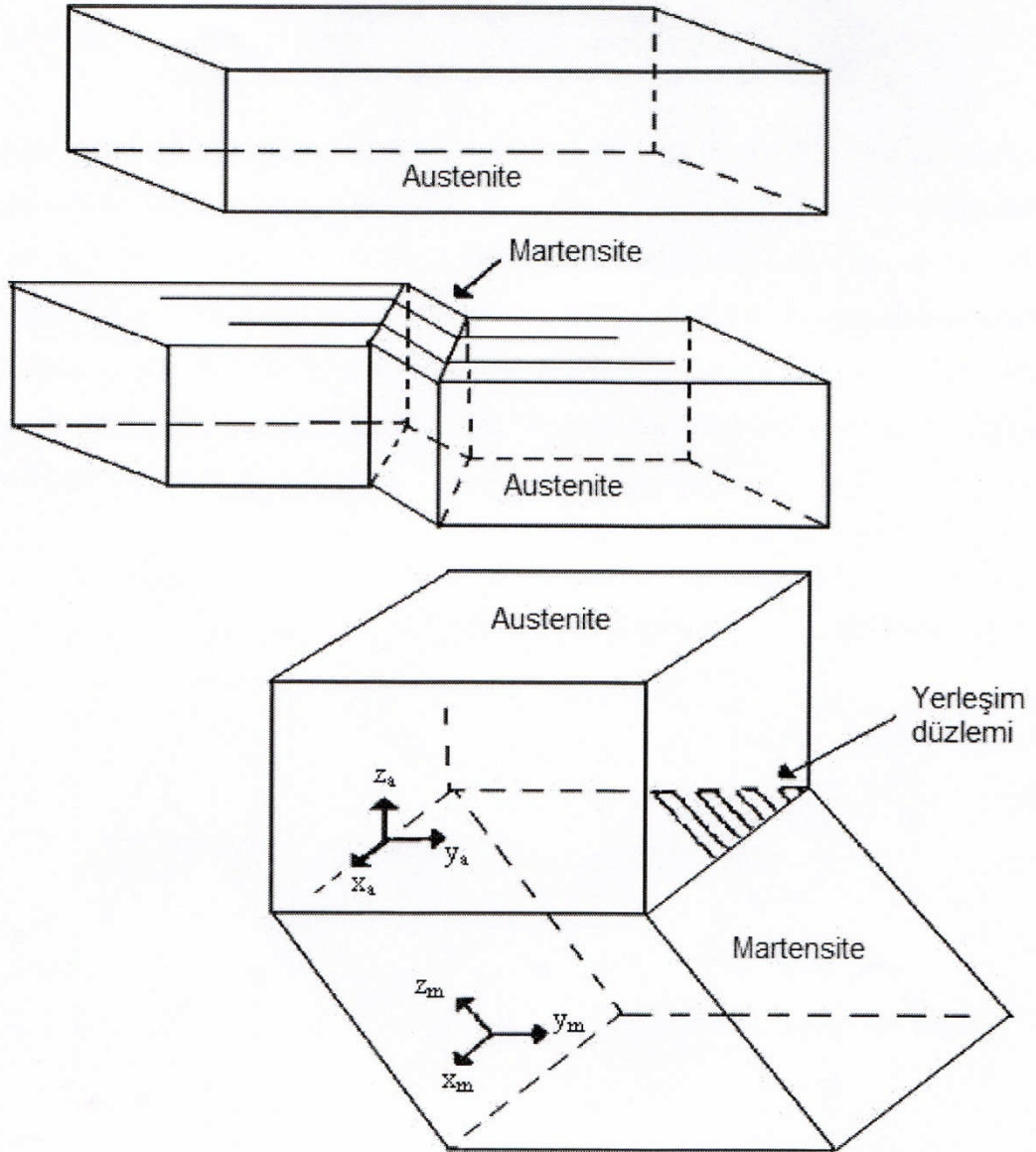


Şekil 2.24. f.c.c. → h.c.p. dönüşümünde birbirini takip eden ince martensite plakaların oluşumu

2.4.3 Martensite Faz Dönüşümlerinin Yapısal ve Kristalografik Özellikleri

Martensitik dönüşümlerde atomlar komşuluklarını koruyarak yer değiştirirken, bu bölge kristalografik olarak, bir yapıdan başka bir yapıya geçer. Yapının değişmesi ile austenite-martensite yapılar arasında kristalografik **dönme bağımlılığı** (orientation relationship) ortaya çıkar. Bir martensitik dönüşümde, bozulmamış olarak kalan ve ana faz ile ürün fazı ayıran bir düzlem mevcuttur. Bu düzleme yerleşim düzlemi (habit plane) adı verilir. Şekil 2.25’de görüldüğü gibi yerleşim düzlemi değişmez bir düzlemdir ve bu düzlem üzerindeki doğrultular bozulmamıştır. Dönüşümden sonra

meydana gelen makroskobik deęişme kristalin dıř yzeyinden de kolayca gzlenebilir [32,41,42].

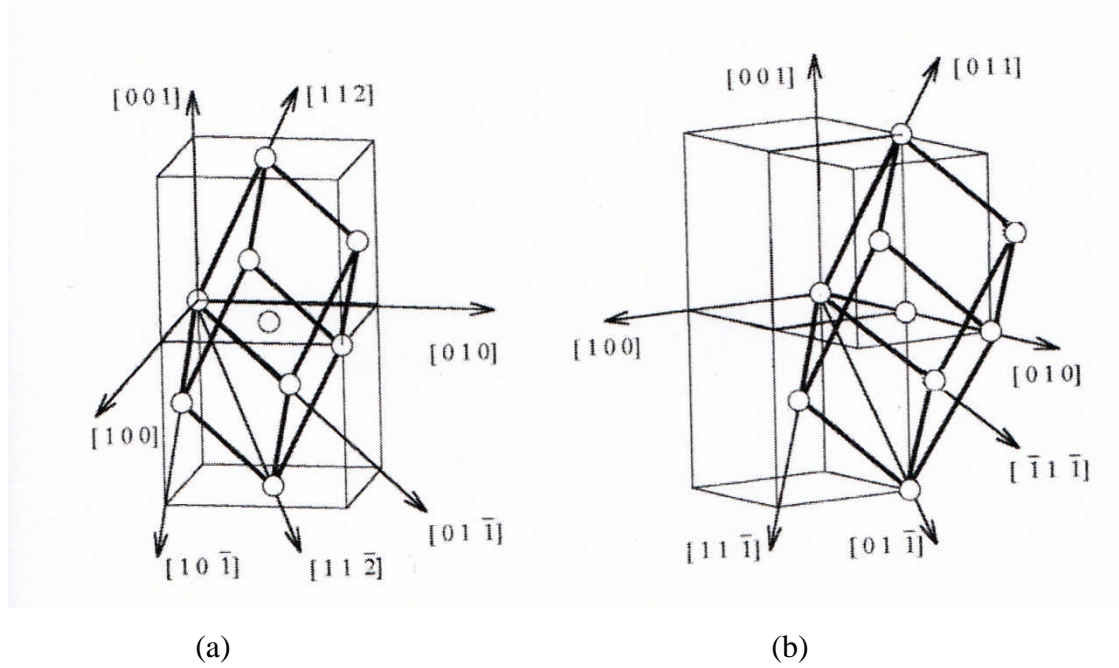


Şekil 2.25. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite yerleşim düzlemi

Bir kristalografik yapıdan dięerine dönüşme şeklinde gerçekleşen martensite faz dönüşümleri, genel olarak yüzey merkezli kübik f.c.c. yapıdan hacim merkezli b.c.c. veya b.c.t. veya sıkı paketlenmiş hegzagonal h.c.p. yapıya ya da b.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya dönüşme şeklindedir. Bu dönüşümlerden en çok bilinen genel olarak, Fe bazlı

alaşımlarda görülen f.c.c. → b.c.c. dönüşümü olup, bu tip bir dönüşüm kristalografik olarak kesme (shear) mekanizması ile gerçekleşir. Yani dönüşüm sonucunda ana ve ürün kristal yapıların bazı düzlem ve doğrultuları arasında belirli açılar gözlenir ve ilişki kristalografik dönme bağıntısının ortaya çıkmasına sebep olur [32,43].

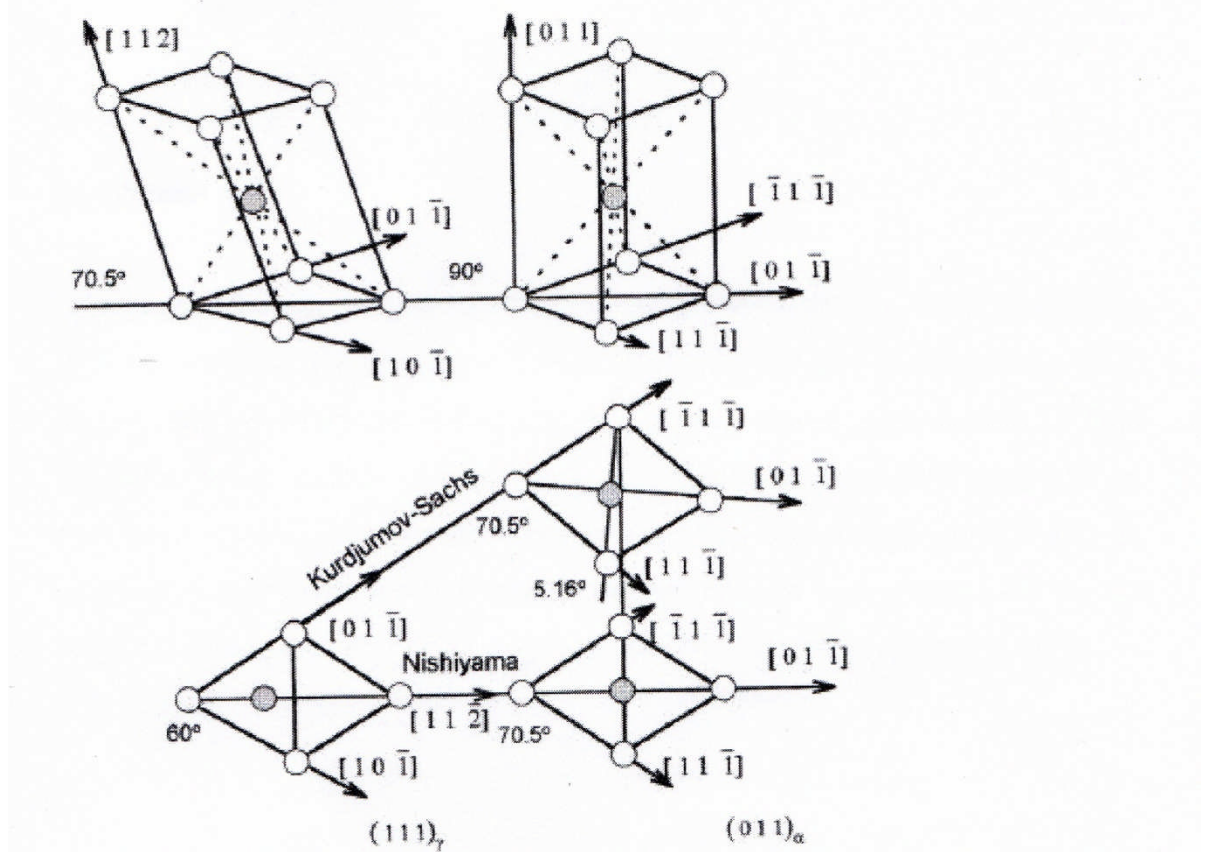
Deneysel gözlemlerle ortaya çıkarılan dönme bağımlılığı dikkate alınarak, austenite yapıdan martensite yapıya dönüşüm olayını kesme mekanizması ile açıklayabilmek için Şekil 2.26'de görüldüğü gibi f.c.c. ve b.c.c. kristal yapılarının örgü uyumlarını göz önüne almak gerekir. Bu yapılar arasındaki kristalografik dönme bağımlılığı dikkate alındığında, bir yapıdan diğer yapıya olan dönüşüm, yapıların birim örgü hücrelerinde bulunan atomların küçük yer değiştirmeleri ile gerçekleşir.



Şekil 2.26. a) f.c.c. kristal yapı b) b.c.c. kristal yapı

Martensitik dönüşümün gerçekleşmesi için, f.c.c. yapının sıkı paketlenmiş düzlemlerine Şekil 2.27'de görüldüğü gibi, uygulanacak küçük bir kesme bu iş için yeterlidir. Kurdjumov-Sachs tarafından önerilen kristalografik dönme bağıntısına göre, austenite yapının $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 110 \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme

(ikizlenme veya kayma) ile Nishiyama tarafından önerilen bağıntıya göre ise, $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 11\bar{2} \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme ile dönüşümün gerçekleşebileceği öngörülmüştür. Bu modeller her ne kadar tüm dönüşüm şekilleri için genel bir açıklama vermeseler de, olayın kristalografisini açıklamada kısmen başarı elde etmişlerdir [32].



Şekil 2.27. f.c.c. ve b.c.c. kristal yapıları arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama kristalografik dönme bağımlılığı [32]

Kurdjumov-Sachs(50)(K-S) tarafından Fe-C alaşımları için verilen austenite ana faz (γ) ile martensite ürün fazı (α) arasındaki dönme bağımlılığı,

$$(111)_\gamma // (011)_\alpha,$$

$$[\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$$

şeklinde yazılır. İki örgü arasındaki paralel doğrultular aynı zamanda Burgers vektörüne paraleldir [6].

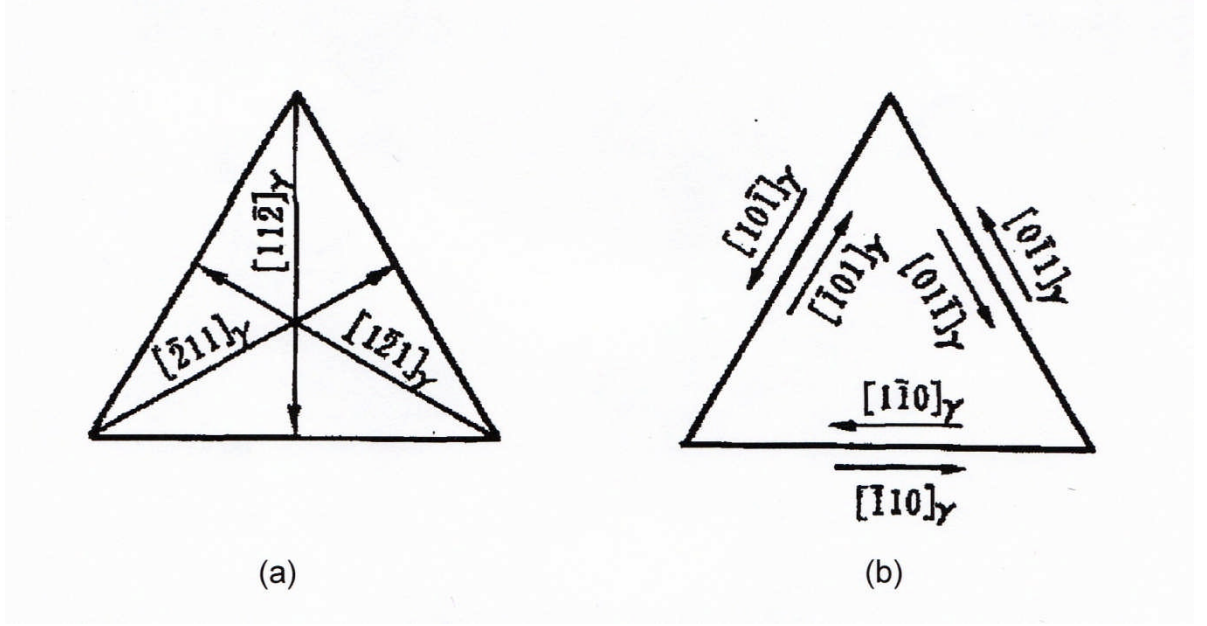
Fe-Ni alaşımlarındaki dönme bağımlılığı ise Nishiyama dönme bağımlılığı (N) olarak bilinir ve

$$(111)_{\gamma} // (011)_{\alpha},$$

$$[\bar{1}\bar{1}2]_{\gamma} // [0\bar{1}1]_{\alpha}$$

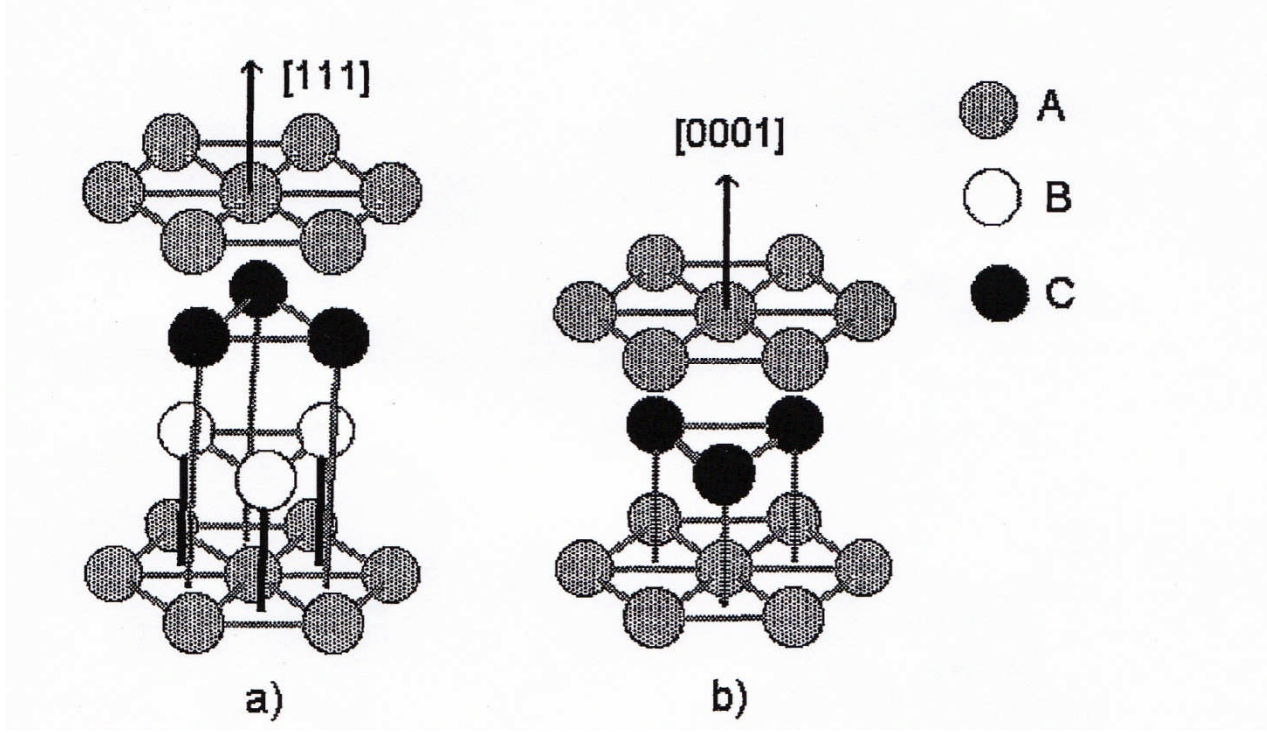
şeklinde verilir [6].

Nishiyama dönme bağımlılığında $(111)_{\gamma}$ düzlemi en az dört düzlemden birisine paralellik gösterir. Şekil 2.28.a'da gösterildiği gibi, bir düzlemde en az üç doğrultu seçilebilir. Böylelikle α kristal yapısı γ kristal yapısı içinde on iki farklı yönelime sahip olabilir [35,52]. Kurdjumov-Sachs dönme bağımlılığında ise dört çeşit düzlem kıyaslanabilir. Fakat bir $(111)_{\gamma}$ düzleminde Şekil 2.28.b'de gösterildiği gibi eşdeğer altı kayma doğrultusu yer alır. Oluşan bu üç çift kayma doğrultularında, çiftleri oluşturan kayma doğrultuları birbirine zıttır.



Şekil 2.28. $(111)_\gamma$ düzlemindeki kesme doğrultuları a) Nishiyama dönme bağımlılığı, b) Kurdjumov-Sachs dönme bağımlılığı [52]

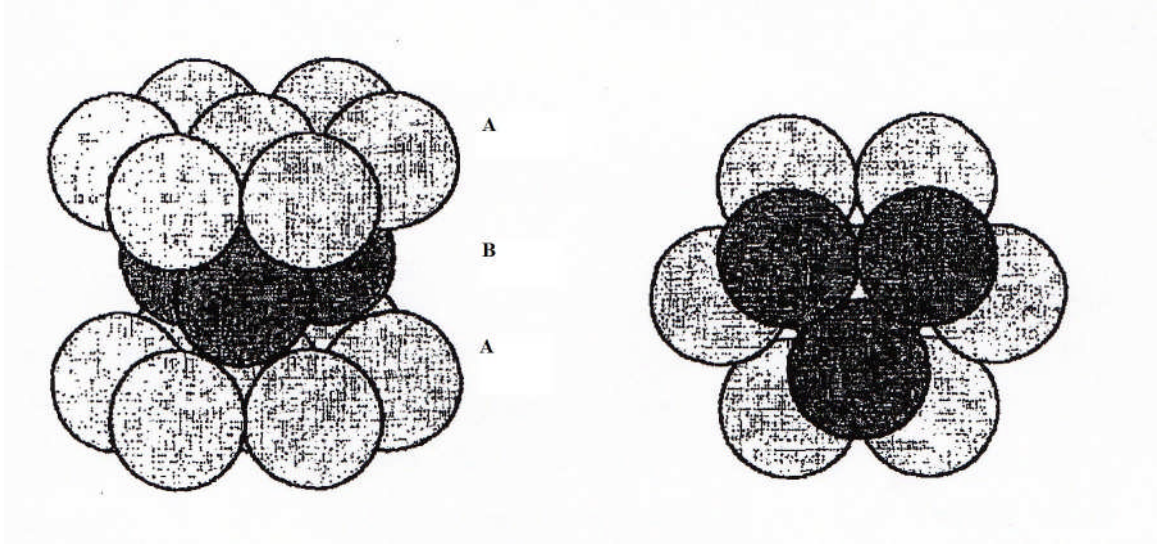
Martensitik dönüşümlerde bir başka kristalografik tür de f.c.c. yapıda h.c.p. yapıya dönüşüm şeklinde gerçekleşir. Dönüşüm sonrası oluşan martensite ϵ h.c.p. türü martensite olarak bilinir. f.c.c. \rightarrow h.c.p. türü martensite faz dönüşümü, ana faz austenite yapı içindeki sıkı paket düzlemlerinin 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 doğrultuları birbirine paralel olarak yerleşir [45]. Şekil 2.29'da görüldüğü gibi f.c.c. yapının sıkı paket düzlemleri olan $\{111\}$ düzlemlerindeki atomları sırasıyla A, B, C, D, ... olarak tanımlanırsa D tabakasındaki atomlar A tabakasındaki atomlara özdeştir. Böylece f.c.c. yapıda kristalleşen bir kristal için yapının $\{111\}$ düzlemlerinin tabaka sıralanışının ABCABC ... şeklinde olduğu görülür.



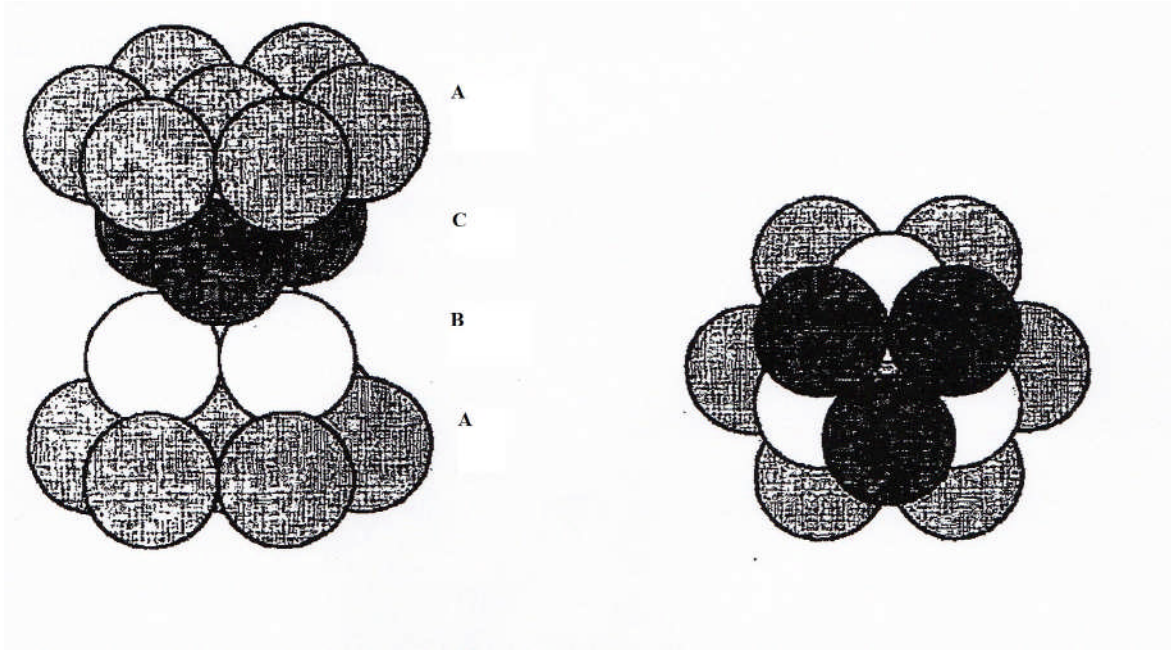
Şekil 2.29. a) f.c.c. yapının $\langle 111 \rangle_{f.c.c}$ doğrultusunun, b) h.c.p. yapının $\langle 0001 \rangle_{h.c.p}$ doğrultusuna paralel olacak şekilde gösterimi [6]

f.c.c. hücresinin $\langle 111 \rangle$ doğrultusu, h.c.p. hücresinin $\langle 0001 \rangle$ doğrultusuna paralel olacak şekilde gösterimi Şekil 2.29'da verilmiştir. Hekzagonal sıkı paketlenmiş bir katıda ikinci tabaka üzerindeki atomlar, birinci tabakadaki boşlukların üzerinde ve üçüncü tabakadaki atomlar ise birinci tabakadaki atomların üzerindedir.

Hekzagonal bir yapıda ardışık tabakaların yığılma sırası, ACACAC ...şeklinde gösterilir. f.c.c. ve h.c.p. yapıların her ikisi de sıkı paketlenmiş yapı olup aralarındaki tek fark tabakaların yığılma sırasındır. Şekil 2.30 ve Şekil 2.31'de hcp ve sıkı paketlenmiş fcc yapılarda atomların yığılma sırası gösterilmiştir.



Şekil 2.30. h.c.p. kristal yapının şematik gösterimi



Şekil 2.31. Sıkı paketlenmiş f.c.c. kristal yapının şematik gösterimi

ϵ – türü martensite ilk olarak kobalt metalinde, yüksek sıcaklıktaki f.c.c. yapının yavaş soğutulması ile h.c.p. yapıya dönüşümü sırasında gözlenmiştir [32]. ϵ – türü martensite ile γ austenite yapı f.c.c. arasındaki dönme bağımlılığı,

$$(111)_{f.c.c.} // (0001)_{h.c.p.},$$

$$[11\bar{2}]_{f.c.c.} // [1\bar{1}00]_{h.c.p.} \text{ veya } [1\bar{1}0]_{f.c.c.} // [11\bar{2}0]_{h.c.p.}$$

olarak verilir ve Shoji-Nishiyama (S-N) dönme bağımlılığı olarak isimlendirilir [32].

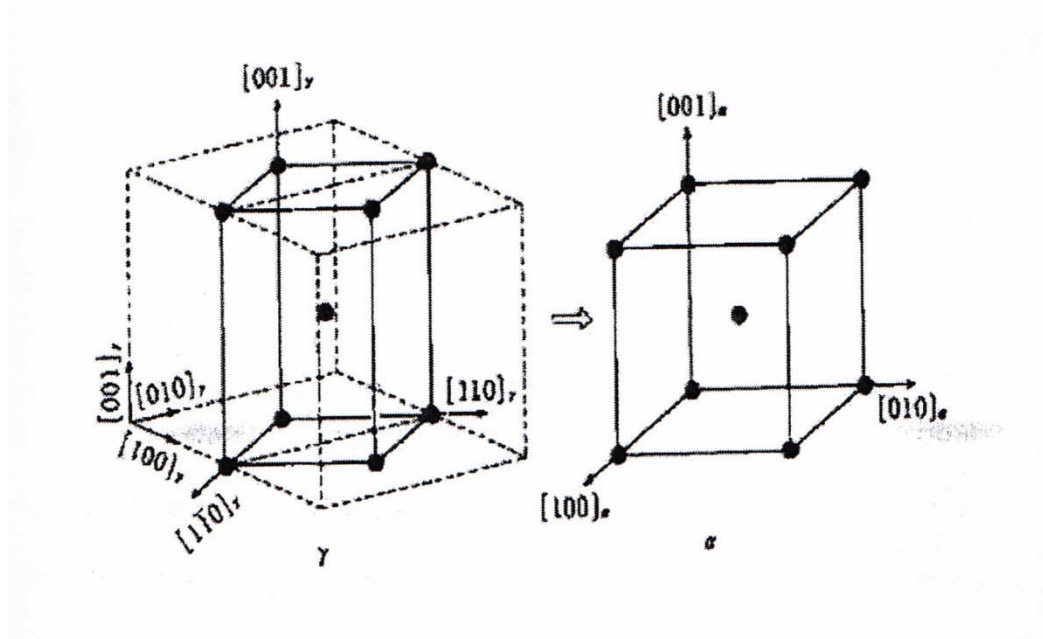
2.4.4 Martensitik Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri

Martensitik dönüşüm kristalografisi üzerine geliştirilen teorilerin çıkış noktasını değişmeyen düzlem zorlanması oluşturmuştur. Çünkü dönüşüme ait kristalografik özellikler ancak değişmeyen düzlem zorlanması ile tanımlanabilmiş ve kristalografik teoriler bu zorlanmayı baz alarak yönelim bağıntıları, habit düzlemleri, şekil değişimi ve diğer dönüşüm karakteristiklerini açıklamışlardır [46,47].

Martensitik dönüşümlerin atomların birlikte hareketi sonucu gerçekleşmesi, ana ve ürün kristaller arasındaki ara yüzeyin yüksek derecede koherent olmasını gerektirir. Dolayısıyla dönüşüm esnasında ara yüzey bozulmamış ve dönmemiş bir düzlem olarak kalır. Bu iki şartı sağlayan bir düzlem değişmeyen (invariant) düzlem, bu düzlemde meydana gelen deformasyon ise değişmeyen düzlem zorlanması (invariant-plane strain IPS) olarak isimlendirilir. Değişmeyen düzlem zorlanmaları, kayma hareketi ve mekaniksel ikizlenme şeklinde iki tür deformasyon zorlanması ile tanımlanabilir [35,48].

Kristalografik özellikler dikkate alınarak martensitik dönüşüm mekanizmasını açıklamak üzere ilk kristalografik model 1924 yılında Bain [35,46,49] tarafından verilmiştir. Bain'in f.c.c. → b.c.c. geçişlerini açıklamak üzere ortaya koyduğu bu modele göre, austenite kristal yapı bir b.c.t. birim hücre ile gösterilebilir ve basit bir homojen deformasyon sonucu b.c.c. hücreye dönüşebilir (Şekil 2.32). böyle bir dönüşüm, f.c.c. (γ) örgünün ana eksenlerinden biri boyunca ($[001]_f$) yaklaşık %20 kadar bir büzülme ve bu eksene dik diğer iki eksen boyunca düzenli bir şekilde yaklaşık %12 kadar bir uzama sonucu meydana gelir [31,50]. Bir örgüyü bir başka

örgüye dönüştüren böyle bir homojen distorsiyon örgü deformasyonu olarak bilinir ve f.c.c yapıyı b.c.c (veya b.c.t) yapıya dönüştüren özel durumda Bain distorsiyonu olarak isimlendirilir (Şekil 2.32).



Şekil 2.32. f.c.c → b.c.c martensitik dönüşüm için Bain distorsiyonu

Bain distorsiyonu göz önüne alınarak, dönüşüm öncesi başlangıç örgü noktaları ve dönüşüm sonrası örgü noktaları arasındaki uygunluk tek bir yolla tayin edilebilir. Bu uyuma Bain uyumu denir. Bir f.c.c yapıda $[u, v, w]$ örgü vektörüne uyan b.c.c yapıdaki örgü vektörü $[u', v', w']$ olsun. Bain uygunluğuna göre her bir örgü vektörünün bileşenleri arasında,

$$\begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \cong \begin{pmatrix} u' \\ v' \\ w' \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \cong \begin{pmatrix} u' \\ v' \\ w' \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} \cong \begin{pmatrix} u' \\ v' \\ w' \end{pmatrix} \quad (2.59)$$

bağıntıları mevcuttur. Bu ifadeler,

$$\begin{pmatrix} 110 \\ 110 \\ 001 \end{pmatrix} \quad \text{veya tersi} \quad = - \begin{pmatrix} 110 \\ 110 \\ 002 \end{pmatrix} \quad (2.60)$$

şeklinde olmak üzere bir matris formunda ifade edilebilir. Örgü düzlemleri arasındaki uyum ise

$$(h_1 h_2 h_3)_b = (h_1 h_2 h_3)_f \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 110 \\ 110 \\ 002 \end{pmatrix} \quad (2.61)$$

ve tersi

$$(h_1 h_2 h_3)_f = (h_1 h_2 h_3)_b \begin{pmatrix} 110 \\ 110 \\ 001 \end{pmatrix} \quad (2.62)$$

şeklinde verilir. Burada (3x3) tipinde kare matrisler Bain uyum matrisleri olarak bilinir [35].

Bir f.c.c. örgüden b.c.c. b.t.c. örgü oluşumunu sağlayan başka örgü deformasyonları da bulunabilir. Ancak Bain deformasyonu en küçük bağıl atomik yer değiştirmeler ve böylece en küçük zorlanma enerjisi içerdiğinden dolayı böyle bir oluşum için oldukça uygundur. Doğruluğu deneysel sonuçlarla kanıtlanan bu distorsiyon, başlangıçta bir f.c.c. → b.c.c. b.t.c. martensitik dönüşümü için ortaya konmakla birlikte farklı örgü deformasyonu dikkate alınarak gerçekleşen diğer tip martensitik dönüşümlere de uygulanabilir.

Bain modeli, dönüşüm kristalografisi üzerine yapılan araştırmaların başlangıcını oluşturmakla beraber bu model, yalnızca başlangıç ve final örgüler arasındaki uyum ile ilgilenir. Ancak bu örgüler arasındaki kristalografik yönelim bağıntıları hakkında bilgi vermez. Bu modelin dönüşümü tam olarak açıklayamaması üzerine 1950'li yıllarda homojen (Bain) ve inhomojen (Shear) hareketlerin doğurduğu sonuçlar değerlendirilerek yeni kristalografik teoriler ortaya konmuştur. 1953 yılında Wechler, Lieberman ve Read (WLR) [50,51], 1954 yılında ise Bowles ve Mackenzie (BM) [51,52] tek bozunmalı veya klasik teoriler olarak tanımlanan kristalografik martensite teorilerini geliştirmişlerdir. Bu teoriler, kullanılan matematiksel yaklaşımlar farklı olmakla beraber esas olarak birbirini ile özdeştir [46,54].

Gerçekte deneysel gözlemler, dönüşüm sonrası kristal yapıda bozulmamış bir ara yüzün varlığını gösterirken Bain zorlanması böyle bir düzlemin oluşumuna izin vermediği için olayın açıklanmasında tam bir başarı elde edememiştir. WLR ve BM teorileri, Bain zorlanması ile bir başka zorlanmanın birleşimi sonucu bozulmamış bir düzlemin (habit düzlemi) oluşabileceğini kabul etmiş, ikinci bir zorlanma olarakta inhomojen veya tamamlayıcı kesme (Shear) önermiştir [46,50,52]. Yani kristalografik teoriler, faz dönüşümü sırasında ortaya çıkan şekil bozulmasını açıklarken önce homojen bir örgü zorlanması, sonra da kristal örgüyü bozmadan oluşan heterojen özellikli bir zorlanmanın varlığını öngörmüşlerdir. Teorilerin her ikisinde de kristal örgüyü bozmayan şekil değişiminin ikizlenme veya kayma olabileceği kabul edilmiştir. Ayrıca teorilere göre, homojen ve inhomojen zorlanmalar sonucu bozulmamış bir düzlem oluşmakla beraber böyle bir düzlem orijinal yerine bağlı olarak döner. WLR ve BM teorilerinde bu şekilde belirlenen dönüşüm genel olarak $F=R B S$ denklemi ile verilir. Burada F toplam şekil deformasyonunu (Shape strain), B Bain zorlanmasını, S inhomojen kesme veya tamamlayıcı kesmeyi (complementary shear) ve R ise katı cisim dönmesini temsil eden (3x3) tipindeki matrislerdir [50,53].

WLR ve BM teorileri birçok dönüşüme başarıyla uygulanmıştır. Ancak yapılan elektron mikroskopu deneylerinde azda olsa bazı martensite kristallerinde ikizlenme veya kayma türü şekil bozulmalarının sayısının, bu teorilerin aksine birden fazla olabileceği görülmüştür. Bunun üzerine Ross ve Crocker (RC) ve Acton ve Bavis (AB) çift kesme teorileri olarak tanımlanan yeni teorileri geliştirmişlerdir. Bu teorilerde kristal örgüyü değiştirmeyen şekil bozulmasının iki tane olabileceği düşünülmüş ve tek kesme yerine S_1 ve S_2 gibi iki kesme kabul edilerek $F=BR S_2 S_1$ şeklinde verilmiştir [46]. Daha sonra ise Bowles ve Dunne [55], S bozulmasıyla birlikte plastik zorlamayı da öngören farklı bir çalışma yapmışlardır. Ortaya konan bu modellerden sonra yapılan çalışmalarla ne tek kesme teorilerinin ne de çift kesme teorilerinin bazı dönüşümlerde gözlenen şekil zorlanmasını açıklayamayacağı, olayı açıklayabilmek için toplam şekil deformasyonunun $F=BR S_n \dots S_2 S_1$ şeklinde ilave kesmelerle verilmesi gerektiği ortaya konulmuştur. Böylece oldukça karmaşık yapılı çoklu kesme teorileri doğmuştur [46].

Martensitik dönüşümün kristalografisini açıklamaya çalışan klasik ve yeni teoriler, bazı yerlerde yetersiz kalmakla birlikte önerilen temel unsurlar gözlem ve ölçümlerle kanıtlanmıştır.

3. DENEYSEL YÖNTEM

3.1 Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada incelenen Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımı, TÜBİTAK Gebze Araştırma Merkezinde bulunan Malzeme Enstitüsündeki alaşım hazırlama laboratuvarında hazırlanmıştır. %99.9 saflık oranında toz halinde bulunan Fe, Mn ve Mo elementleri bir araya getirilip yüksek sıcaklıkta eritilerek 1 cm çapında, 10 cm uzunluğunda silindirik çubuklar şeklinde dökülmüştür. Alaşımın kompozisyonu IXRF sistemi kullanılarak EDS (Elektron Dispersion Spectroscopy) tekniği ile Fe-%17.2Mn-%4.5Mo olarak belirlenmiştir.

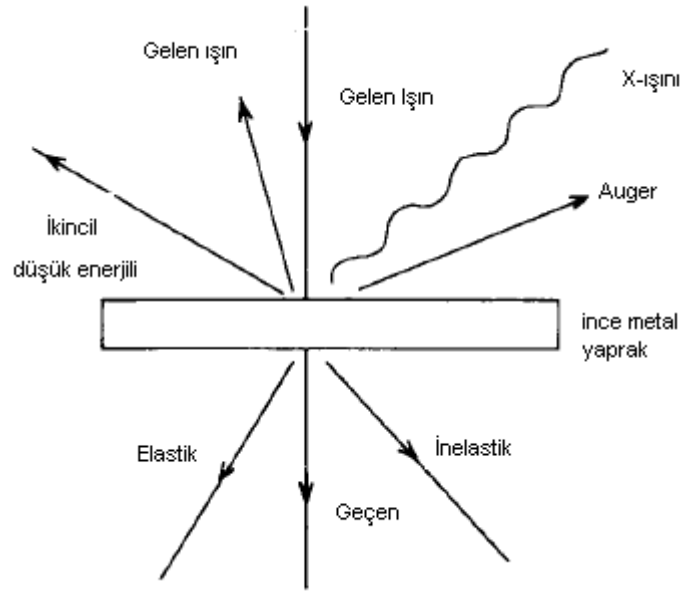
Martensitik faz dönüşümü üzerine ısı işlem ve zor etkisini incelemek için Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımından oda sıcaklığında elmas kesici ile kesilen numuneler çeşitli ısı işlemlere tabi tutuldu. Silindirik çubuk halinde bulunan alaşımdan, elmas bıçaklı kesicilerle 1 cm boyunda numuneler kesildi. Isıl işlem sırasında, yüksek sıcaklıklarda alaşımda oksitlenmeyi önlemek amacıyla, numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen kuartz cam tüp içine konularak 750 °C, 900 °C, 1050 °C, 1200 °C de 12 saat homojenleştirildikten sonra oda sıcaklığında suya atılarak hızlı soğutuldu. Bir adet numune ise 1200 °C de 12 saat ısı işleme tabi tutulduktan sonra fırında yavaş soğumaya bırakıldı.

Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımında deformasyon etkisini incelemek için 1200 °C de homojenleştirilen ve fırında yavaş soğutulan numunelere %5, %10 ve %15'lik basma zoru uygulandı. Bu numuneler daha sonra 1200 °C'de 30 dakika bekletilip suda hızlı soğutuldu. Termal ve zor etkisine maruz kalan numunelerin;

- a) Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yüzey gözlemleri yapıldı.
- b) Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ile mikro yapı ve kristalografik incelemeler yapıldı.
- c) Mössbauer Spektrometresi ölçümleri ile manyetik özellikleri incelendi.

3.2 Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Yöntemi

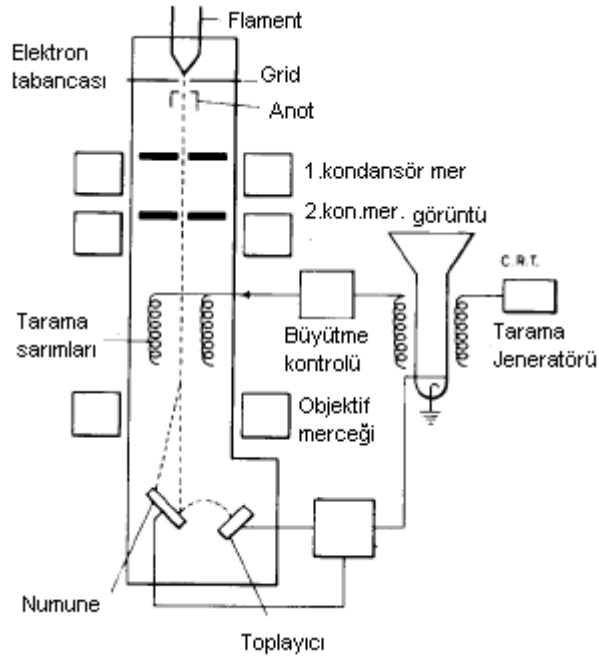
Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar bir numune üzerine gönderilirse, elektronlar ile numune atomları arasında çeşitli etkileşimler olur ve numuneden değişik enerjide elektronlar ve x-ışınları çıkar(Şekil 3.1). Bu etkileşimlerden yararlanılarak numunenin incelenmesi taramalı elektron mikroskopunun(SEM) prensibini oluşturur.



Şekil 3.1. İnce metal yaprak tarafından gelen elektronların saçılımı

Taramalı elektron mikroskopunda görüntü, uyarma gerilimi altındaki bir filamentten yayılan elektronların numune yüzeyine çarpması ile ortaya çıkan kuantumların değişik algılayıcılar tarafından kaydedilmesi ile elde edilir. Bu tür mikroskoplarda yaklaşık 100 Å çaplı odakla elektron ışını numunenin yüzeyini tarar. Birincil elektronlar numune tarafından yansıtılırken ikincil elektronlar absorbe edilir. Elde edilen bu elektronlar bir elektrostatik elektrota odaklanır. Buraya konulan bir toplayıcı yardımıyla elektronlar ışık ışınına çevrilir ve görüntü ekrana düşürülür. Hızları daha fazla olan birincil elektronlar toplayıcıya doğrusal yolları alarak ulaşır. Buna karşılık yavaş hareket eden ikincil elektronlar ancak bir potansiyel uygulanarak

toplayıcıya getirilebilir. Birincil elektronların şiddeti numunenin atom numarasıyla artar.



Şekil 3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (JEOL5600) ve şematik gösterimi

Başlangıçta vakum altındaki optik kolonda bulunan flamente belirli bir akım verilip daha sonra bu filamentten salınan elektronlar bir hızlandırma gerilimi ile hızlandırılarak yine optik kolon içinde yer alan ve demeti yönlendirmekte ve toplamakta kullanılan yoğunlaştırıcı (condenser) ve toplayıcı (objective) elektromanyetik mercek sistemlerinden, demet çapını sınırlamakta kullanılan açıklıklar (aperture) dan ve tarama sarımlarından geçerek optik kolonun açıldığı ve numunenin bulunduğu numune odacığına gelir ve numuneyle etkileşimleri sonucu demet-numune etkileşimindeki sinyalleri algılayan duyarlı algılayıcılarla görüntünün gözlenebildiği bir birime aktarılır.

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

3.3 Geçirmeli Elektron Mikroskop (TEM) Yöntemi

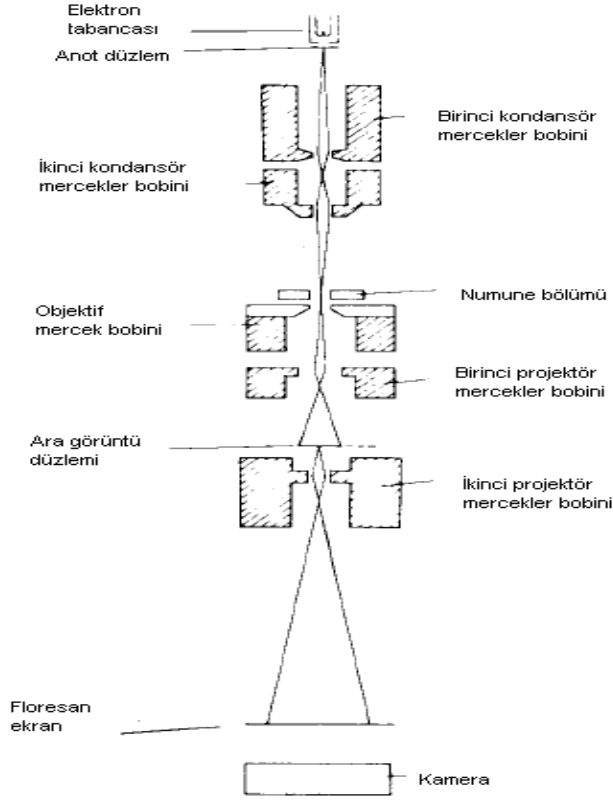
Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar ince numune üzerine gönderilirse elektronların bir kısmı etkileşmeden geçerken diğer kısmı da Bragg kırınım şartı sonucu kırınıma uğrar. Bu tür elektronları kullanarak numunenin içyapısının incelenmesi geçirmeli elektron mikroskopunda yapılır ve Transmission Electron Microscope veya 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 mikroskopunda elektron kullanılmasıdır.

Taramalı elektron mikroskopu kolon şeklinde üst üste dizilmiş manyetik merceklerden oluşur (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. TEM ve şematik gösterimi (JEOL3010)



Şekil 3.3. (Devam)

Mercek sistemlerinin içi 10^{-5} tor veya daha yüksek vakumda tutulur. Elektronlar, kolonun üst kısmında yer alan seramik bir izolatöre yerleştirilmiş birflamanın ısıtılması ile elde edilir. Flaman, Wehnelt silindiri diye anılan ve altında ufak bir delik bulunan metal kap ile kaplanmıştır. Bu silindire tatbik edilen bias (ön gerilim) voltajı sıcak flaman etrafında oluşan elektron bulutuna nokta kaynak şekli verir. Flamana maksimum 300 kV gibi yüksek bir voltaj uygulanır. Elektronlar, Wehnelt kabın altında bulunan ve toprak potansiyelinde olan anot tarafından hızlandırılır. Bu şekilde elektron demeti iki kondansatör mercek sistemi ile numune üzerine odaklanır. Numune, objektif mercek içine, özel bir numune tutucusu ile yerleştirilir. Numune içinden geçen elektronlar objektif mercek tarafından, merceğin arka odak düzleminde odaklanır ve bu düzlemlerde kırınım desenleri oluşur. Arka odak düzlemin hemen altında ilk görüntünün ters olarak oluştuğu bir düzlem daha vardır. Kolon içinde bundan sonra yer alan ara ve projeksiyon mercekleri, oluşan ilk

görüntüyü büyütürken izleme ekranına aktarır. Ekrandaki görüntü ile numune aynı yöndedir. Eğer kırınım merceği ilk görüntü düzlemi yerine, objektif mercek arka odak düzlemine odaklanırsa, kırınım desenleri görüntü ekranına aktarılmış olur. Ancak arka odak düzleminde, numune ile aynı yönde oluşan kırınım deseni ekrana aktarıldığında numuneye göre 180° ters yönde görüntü verir. Ekrana aktarılan görüntü kontrastı, objektif merceğin arka odak düzlemine yerleştirilen ve 5, 20, 60, 120 μm gibi farklı delik içeren objektif apertür sistemi ile sağlanır. Ayrıca objektif merceğin ilk görüntü düzleminde bir apertür sistemi daha bulunur. Bölge seçim apertürü olarak anılan bu sistem 10, 20, 50, 100 μm gibi farklı delik içeren apertürlerden oluşur ve numunenin istenilen bölgesinden kırınım deseni elde etmek için kullanılır [22].

Kristal yapıdaki maddelerin TEM incelemelerinde en çok dört çeşit temel görüntü kullanılır. Bunlar, elektron kırınım görüntüsü, aydınlık alan, karanlık alan ve yüksek rezolüsyonlu karanlık alan görüntüleridir.

TEM' de ince bir numune içinden geçen elektron demeti, doğrudan geçen elektronlar ve kırınımına uğramış elektronlar olarak iki gruba ayrılır. Mikroskobun objektif merceği numunenin altında çıkan aynı yöndeki elektronları nokta şeklinde odaklar. Bu nedenle merceğin arka odak düzleminde farklı şiddette noktalardan oluşan bir kırınım deseni elde edilir. Desenin merkezindeki en parlak nokta, (000) olarak gösterilir ve numune içinden direk geçen elektronları temsil eder. Diğer noktalar ise kırınımına neden olan ve (hkl) Miller indisleri ile tanımlanan atomik düzlemleri gösterir.

Kırınım desenleri incelenen numunenin durumuna göre nokta, halka veya Kikuchi desenleri olmak üzere üç farklı şekilde ortaya çıkar. Eğer numune tek kristal ise veya kırınım deseni alınan bölge tek kristal ise kırınım desenleri nokta desenleri şeklinde ortaya çıkar. Bu desenlerde en parlak nokta (merkez nokta) numune içinden direk geçen elektronları temsil eder, diğer noktalar ise (hkl) miller indisleri ile gösterilen atomik düzlemleri temsil ederler. Kristal yapının tayini bu noktaların temsil ettiği (hkl) düzlemlerinin belirlenmesini içerir.

İncelenen numune çok kristalli yapıda ise kırınım deseni halka şeklinde oluşur. Desende her halka kırınıma neden olan (hkl) düzlemini temsil eder ve halka yarıçapları $1/d_{hkl}$ ile orantılıdır.

Kırınım deseni numunenin kalın bölgesinden elde edildiği zaman, desende noktalarla birlikte çizgi şeklinde karanlık ve parlak hatların oluştuğu görülür. Bu çizgiler Kikuchi çizgileri ve desene ise Kikuchi deseni olarak isimlendirilir. Kikuchi çizgileri, kristal içinde inelastik saçılmalar sonucu çok az enerji kaybeden elektronların kristal düzlemlerinden elastik saçılmalarıyla oluşur. Desende her kırınım noktasına karşılık bir çift parlak ve karanlık Kikuchi çizgileri bulunur. Çizgilerin açısal mesafesi 2θ olup, çizgi arasındaki uzaklık $1/d_{(hkl)}$ ile orantılıdır.

Geçirmeli elektron mikroskopunda en önemli görevi objektif mercekle yapar. Mikroskop ekranında izlenen görüntü, bu merceğin arka odak düzlemi ile ilk görüntü düzleminde olan olayların büyütülmüş şeklidir. Numunenin atom düzlemleri gelen elektron demetine paralel ise, elektronlar numune içinden etkileşmeden geçer. Numunenin bazı yerinde atom düzlemleri Bragg şartını sağlarsa elektron demeti kırınıma uğrar ve bu bölgelerden direkt geçen elektron şiddeti azalır. Eğer objektif merceğin görüntü düzlemi doğrudan ekrana aktarılsa, görüntüde kontrast bulunmaz. Fakat objektif apertür açıklığı difraksiyon düzlemine yerleştirilir ve merkez (000) noktasından geçen elektron demeti seçilirse, görüntüde kontrast sağlanmış olur. Bu tür görüntü **aydınlık alan** görüntüsü olarak isimlendirilir. Görüntüde, elektronların numunede etkileşmeden geçtiği bölgeler aydınlık ve kırınımın oluştuğu bölgeler karanlık olarak izlenir. Buna karşılık apertürü, merkez noktaya yakın herhangi bir (hkl) noktasını oluşturan elektron demetini alacak şekilde yerleştirilirse, oluşan görüntü **karanlık alan** görüntüsü olarak adlandırılır. Bu görüntüde, seçilen (hkl) kırınım noktasının oluşumuna neden olan bölgeler parlak ve diğer bölgeler karanlık olarak izlenir.

Bu çalışmada TEM incelemeleri için ısıtılma ve zor etkisine maruz kalmış numunelerden elmas kesici ile yaklaşık 1mm kalınlığında örnekler kesilmiş ve daha sonra bu örnekler sırasıyla 600, 800 ve 1200'lük su zımparaları kullanılarak 60 μm den daha ince bir kalınlığa indirilmiştir. Hazırlanan numuneler, daha sonra 3 mm

apında diskler halinde kesilerek, %5 hidroflorik, %30 su ve %65 hidrojenperoksit' den oluřan asit ozeltisi ile oda sıcaklıęında yaklaşık 10 saniye kimyasal inceltmeye tabi tutulmuřtur. Elde edilen numunelere, son olarak ikili asit-jeti metodu (double-jet method) kullanılarak 5  C sıcaklıkta %8 perklorik asit + %92 asetik asit karıřımında, 20 V (DC) ve 50-80  A akım kullanan Struers-Tenupol sistemi ile inceltme, parlatma ve delme iřlemleri uygulandı. Gelen Elektron demetini  zerinden geirebilecek kadar incelięe sahip olan numuneler 300 kV' luk hızlandırma gerilimine sahip olan JEOL3010 geirmeli elektron mikroskobunun standart numune tutucusuna yerleřtirilmiřtir. Geirmeli elektron mikroskobunda yapılan g zlemlerde aydınlık alan (bright field) ve karanlık alan (dark field) y ntemleri ile austenite ve martensite fazlara ait g r nt ler ve bunların kırınım desenleri elde edildi.

3.4. M ssbauer Spektrometresi Sistemi

1957'de R. L. M ssbauer tarafından keřfedilen M ssbauer olayı, kristal  rg  ierisindeki bir ekirdek tarafından enerji kaybı olmaksızın gama fotonu salınması olayı olarak bilinir [52]. 1960'lı yıllarda ⁵⁷Fe'nin M ssbauer olayını g sterdięi bulunmasından sonra, M ssbauer olayı n kleer fizik alıřmalarına ek olarak katıhal fizięi, kimya, biyoloji gibi birok alanda kullanılmıřtır. M ssbauer olayı ile ekirdekteki enerji d zeyleri arasındaki geiřler, uyarılmıř seviyelerin enerji geiřleri ve bu seviyelerin yařama zamanları, ekirdek elektrik quadropol momentleri, ekirdek manyetik dipol momentleri belirlenir. Genel bir M ssbauer deneyi yapmak iin radyo aktif bir kaynak, bir soęurucu, bir gama sayacı, bir tek kanal diskriminat r  ve birok kanal analizat r  gereklidir. Ayrıca kaynak ve soęurucu arasındaki baęlı hızı saęlamak iin bir d zenek kurulmalıdır [20].

M ssbauer deney d zeneęinin alıřma prensibi řu řekilde aıklanabilir. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir   ışınının  n ne bir soęurucu konulur. Soęurucudan geen   ışınları sayaca gelir. Sayatan gelen atmalar bir izgisel řiddetlendirici ile ift kutuplu hale getirilerek ok kanal analizat r ne gider. Bu analizat r, her biri farklı enerjilere karřılık gelen atmaları farklı kanallara yerleřtirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup ift kutuplu atmalar, (1-256) ile (256-512) kanalları

arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir. Mössbauer arařtırmalarının büyük bir bölümünde ^{57}Fe ve ^{199}Sn izotopları kullanılmaktadır. Bu olay sayıları 50'yi geçen izotop üzerinde gözlenmekle birlikte deneysel zorluklar nedeniyle bunların ancak 20 tanesi kullanılabilir. Mössbauer spektroskopisinde radyo aktif kaynaktan çıkan γ ışının enerjisi kaynağa bir Doppler hızı vererek deęiřtirilir ve γ ışınları soęurucu tarafından rezonans durumunda soęurulur [20].

Bu çalışmada termal ve deformasyon etkisine maruz bırakılmış austenite ve martensite fazdaki numunelerden Mössbauer Spektrometresi deneyleri için 250 μm kalınlığında kesilerek hazırlanan örnekler, 10 ml hidroflorik, 45 ml su ve 45 ml hidrojenperoksit den oluşan asit çözeltisi içerisinde kimyasal inceltme yöntemi ile yaklaşık olarak 50 μm ' ye kadar inceltiştir. Daha sonra austenite ve martensite yapıların manyetik özelliklerini incelemek için her iki faza ait Mössbauer Spektrumları elde edilmiştir.

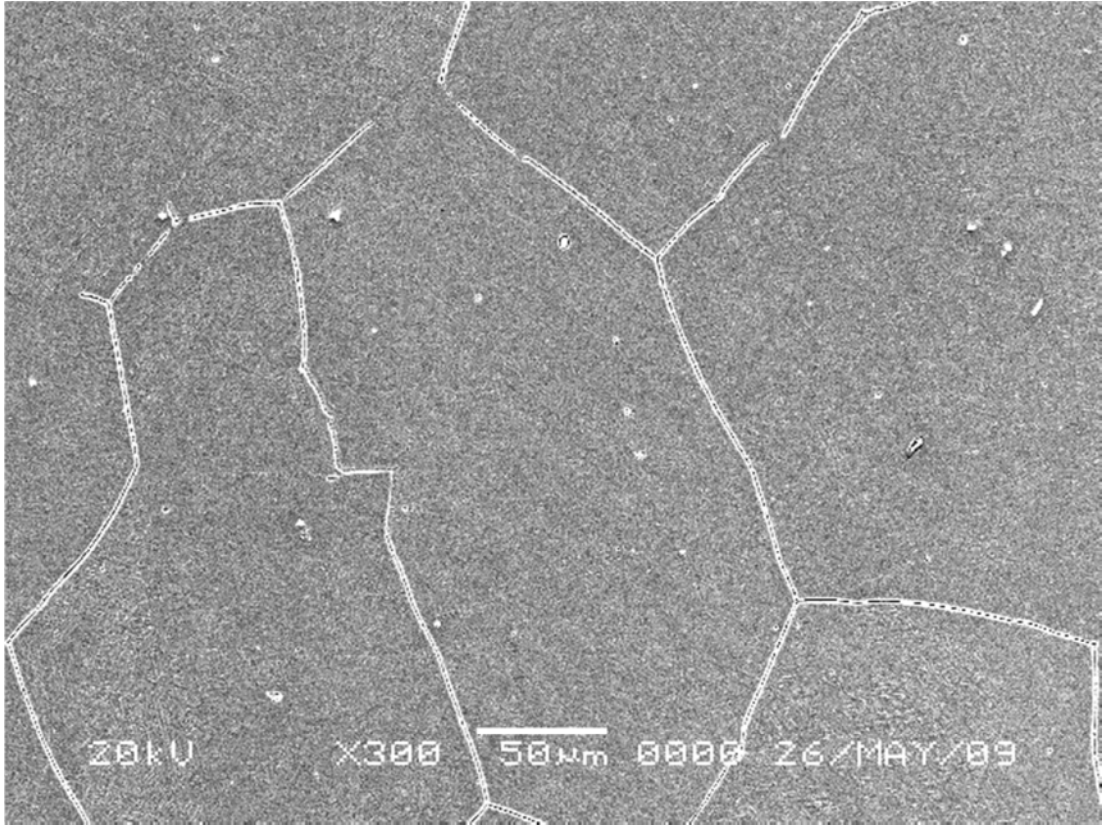
3.5 Basma Zoru Deneyleri

Bu çalışmada difüzyonsuz faz dönüşümleri üzerinde austenite fazın deformasyon etkisini incelemek için 0,5mm×5mm×50mm boyutunda kesilen numunelerin öncelikle ısı işlemleri tamamlandı. Numuneler 1200 °C sıcaklıkta homojenleştirilip fırında yavaş soęutuldu. Austenite fazda bulunan şerit halindeki numunelere; Instron8516 tipi basma-çekme test makinesi yardımıyla oda sıcaklığında dakikada 0,35 mm hızla %5, %10 ve %15 oranlarında basma zoru uygulandı. Bu numuneler 1200 °C de 30 dakika bekletilip suda hızlı soęutuldu. Daha sonra bu numunelerin SEM, TEM ve Mössbauer incelemeleri yapıldı.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

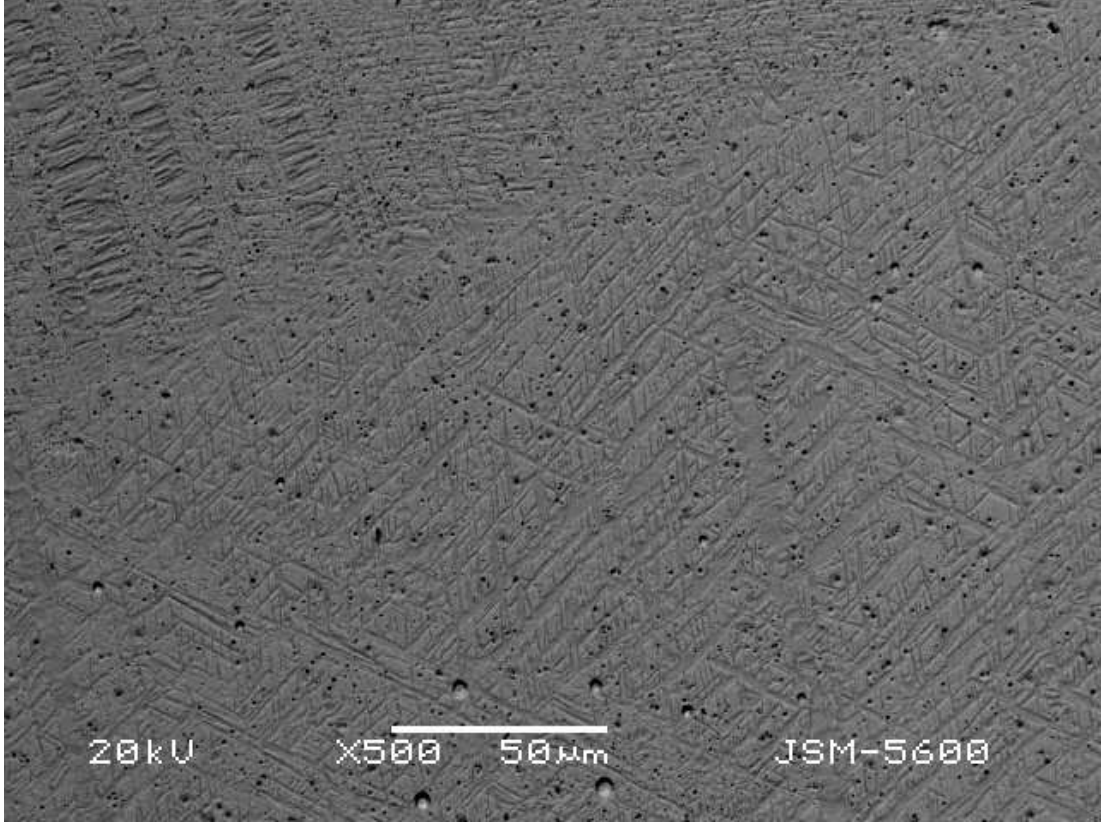
4.1 Fe-%17.2Mn-%4.5Mo Alaşımında Termal Etkili Martensitik Dönüşümler

Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımında termal etkili martensitik faz dönüşümü, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ve Mössbauer spektrometresi yöntemiyle incelendi. Öncelikle soğutma hızının etkisini araştırmak amacıyla alaşımdan iki adet numune elde edildi. Bu iki numune 1200 sıcaklıkta 12 saat homojenleştirildikten sonra birisi fırında yavaş soğumaya bırakılırken diğeri suda hızlı soğumaya tabii tutuldu. Bu numunelerin SEM görüntüleri Şekil 4.1'de verildi.



(a)

Şekil 4.1. a) 1200 sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve fırında yavaş soğutulan alaşımın austenite tane yapısı



(b)

Şekil 4.1. (Devam) **b)** 1200 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve suda hızlı soğutulan alaşımın yüzey görünümü.

Yavaş soğutma işlemine tabi tutulan numunede yapılan SEM gözlemlerinde alaşımın austenite fazda kaldığı ve tanelerin oluştuğu görüldü. Austenite taneler yaklaşık 40-60 µm büyüklüğünde olduğu belirlendi. Yavaş soğutma sonucunda gözlenen bu tanelerin içindeki atom dizilimlerinin özdeş olduğu ve oluşan bu tanelerin her birinde atomların dizilim yönelimlerinin farklı olduğu bilinmektedir [56].

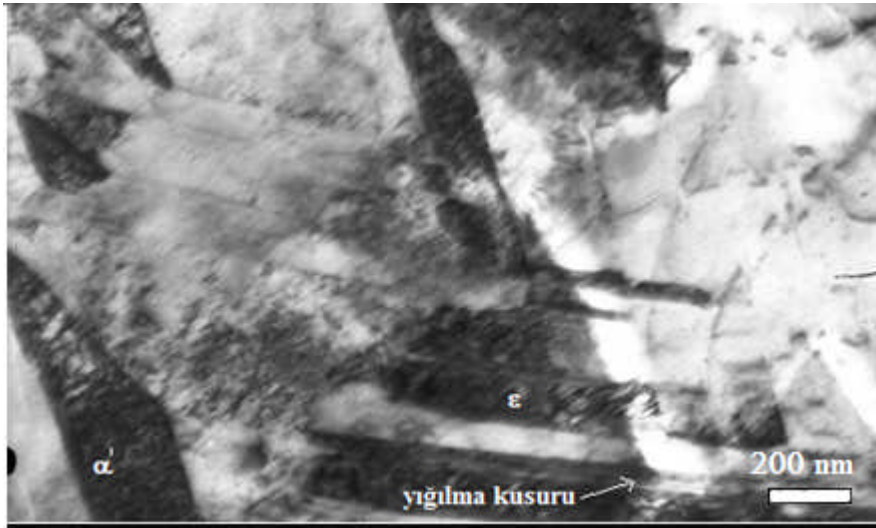
Tane sınırları ise genelde safsızlık atomları, atomlar arası boşluklar ve dislokasyonlar gibi yapı kusurları içerdiğinden tane içlerinde olduğu gibi özdeş atom dizilimlerinden söz edilemez [35].

1200 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve suda hızlı soğutulan numunenin yüzey görünümü Şekil 4.1 b'de verildi. Yavaş soğuma ile meydana gelen tanelerin

içerisinde martansite plakalarının oluşmamasına rağmen hızlı soğuma ile meydana gelen tanelerin içinde, birbirine paralel olarak yığılmış ve farklı yönelimlere sahip \square martensite plakaları ve küçük ince α' plakalarının olduğu bu plakalarında tane sınırlarında kesildiği gözlemlendi. Numunenin hızlı soğutulması sonucunda meydana getirilen sıcaklık farkı, martensitik dönüşümün oluşabilmesi için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olmuştur [33,57].

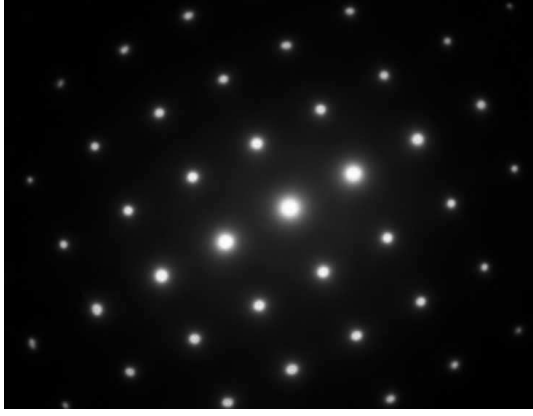
Easterling ve Porter [29] tarafından martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiği ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığı ama oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğu belirtilmiştir. \square martensite plakalarının tane içinde birbirine paralel plakalar şeklinde meydana geldiği daha önceki çalışmalarda ortaya konulmuştur [58-62].

Suda hızlı soğutulan numunenin mikro yapısı TEM ile incelendi. Numunenin TEM görüntüleri ve kırınım deseni Şekil 4.2.' de verildi.

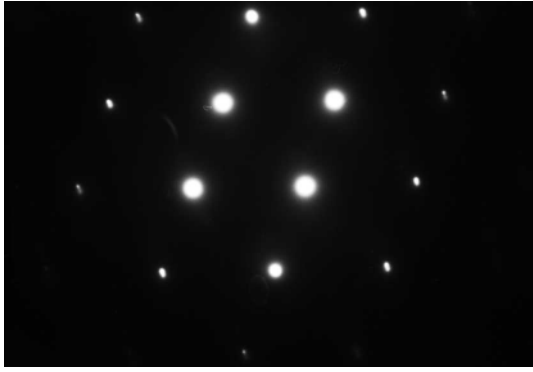
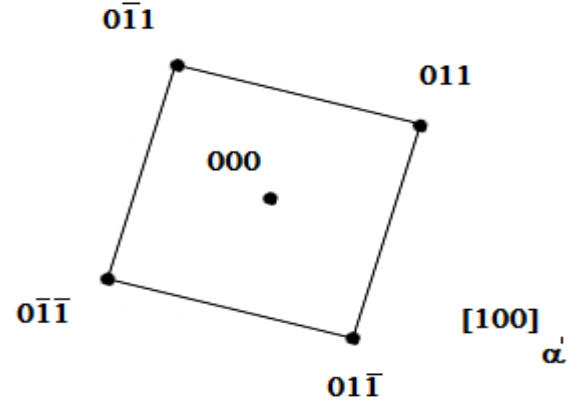


(a)

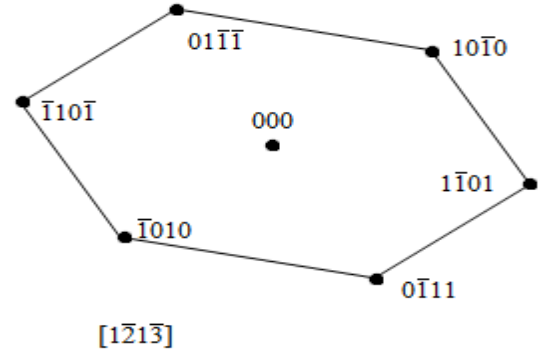
Şekil 4.2. 1200 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilip suda hızlı soğutulan numunenin a) aydınlık alan görüntüsü



(b)



(c)



Şekil 4.2. (Devam) **b)** □ martensite plakaya ait kırınım deseni ve indis diyagramı **c)** α'

martensite plakaya ait kırınım deseni ve indis diyagramı.

Şekil 4.2.a'da α' martensite ve □ martensite plakaları açıkça görülmektedir. Burada α' martensite plakaların karmaşık ince plakalar içinde küçük parçacıklar olarak oluştuğu, □ martensite plakaların ise birbirine paralel şekilde uzandığı dikkat çekmektedir. Ayrıca yığılma kusurlarının da ortaya çıktığı görülmektedir.

Martensite plakaların kristalografik incelemesi plakalar üzerinden alınan kırınım desenlerinin analizi ile gerçekleştirildi. Kırınım desenlerinin analizi sonucunda α' martensitenin b.c.c. yapıda □ martensitelerin ise h.c.p. yapıda olduğu görüldü.

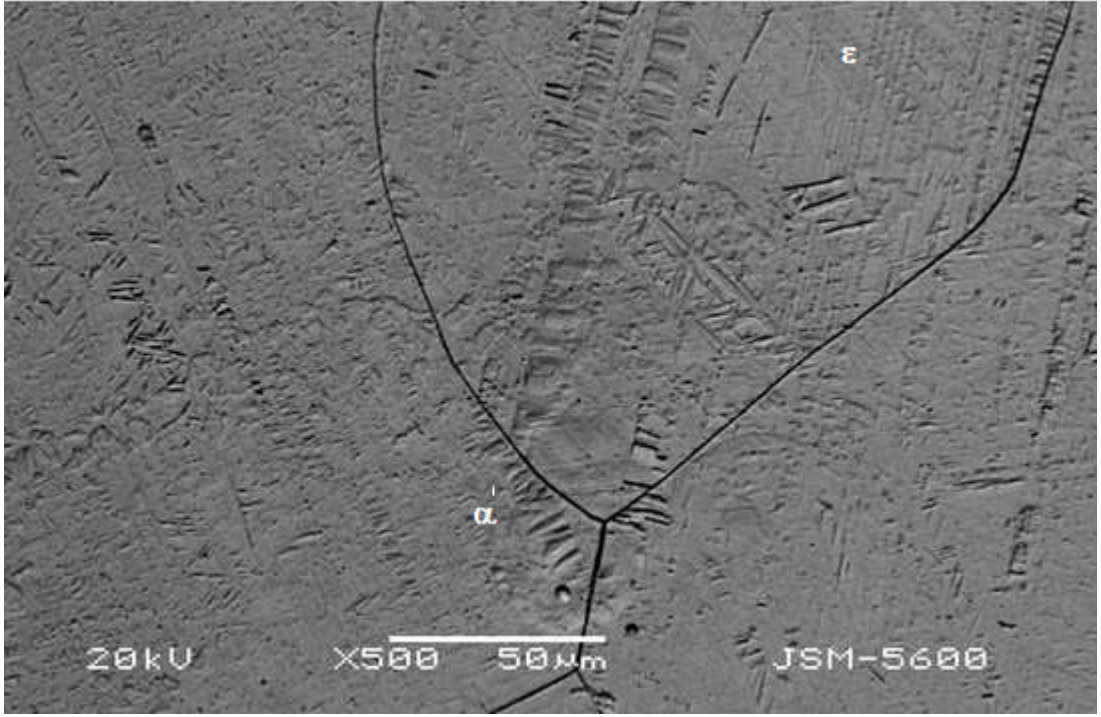
Şekil 4.2.a'da \square martensitenin birbirine paralel plakalar şeklinde oluştuğu ve bu plakaların kalınlıklarının yaklaşık olarak 50-150 μm arasında olduğu görüldü. Hızlı soğutulan numunede yığılma kusurlarının arttığı ve bu kusurların birleşerek \square martensite plakalarını oluşturdukları düşünülür [63-65]. \square martensite plakaları tek başlarına oluşabilecekleri gibi aynı fiziksel koşullar altında birbirine paralel bantlar halinde de oluşabilecekleri ve bu tür oluşum farklılıklarının austenitenin içyapısında yer alan ve \square martensite oluşumunda çekirdeklenmeyi ortaya çıkaran dislokasyonların dağılımları ile ilişkili olduğu bilinmektedir [35].

α' martensite kristalleri oluşumunun austenite fazda dislokasyonlar ile ilişkili olduğu düşünülür ve austenite fazda daha çok dislokasyonların yoğun olduğu yerlerde α' martensitelere rastlanır [35,66].

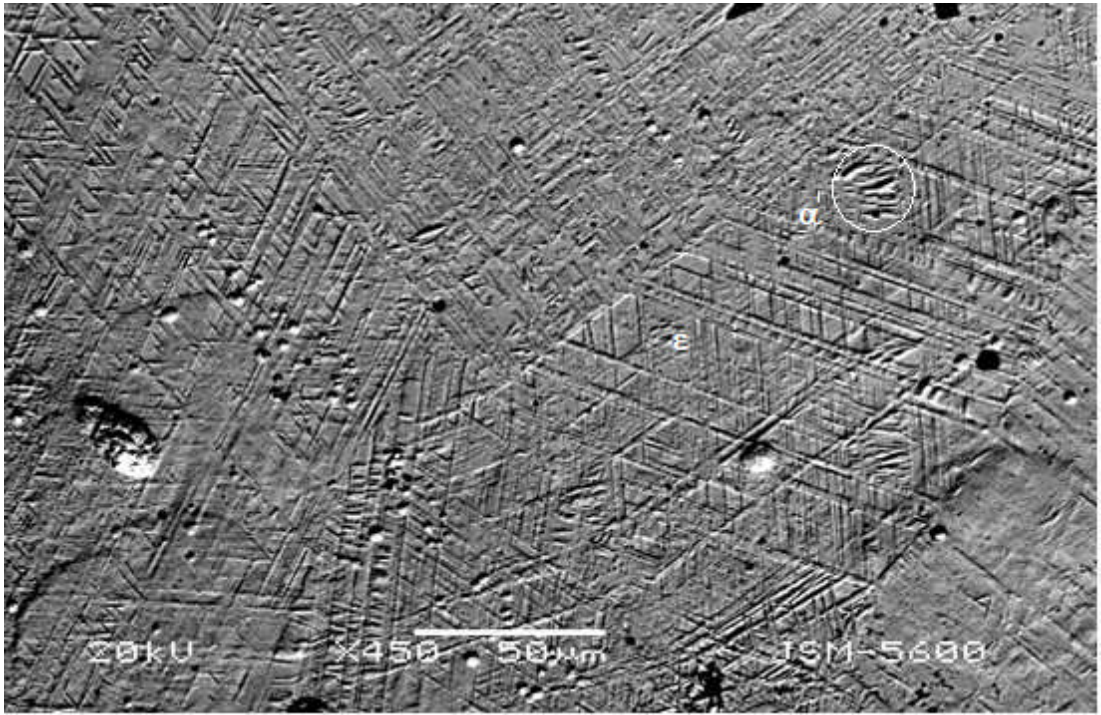
Buna göre, TEM gözlemleri alaşımın hızlı soğutulması sonucu şekillenen \square ve α' martensiteleri ortaya çıkarır ve bu sonuç mevcut SEM gözlemleri ve Fe-Mn alaşımlarının dönüşüm davranışlarıyla tutarlıdır. Fe-Mn alaşımlarında, martensitik faz dönüşü üzerine yapılan çalışmalar austenite γ fazının \square ve α' martensitelere dönüşebileceğini ve ayrıca belli fiziksel şartlar altında $\rightarrow \alpha'$ dönüşümünde mümkün olabileceğini ortaya koymuştur.

4.2. Fe-%17.2Mn-%4.5Mo Alaşımında Homojenleştirme Sıcaklığının Martensite Dönüşüm ve Manyetik Özellikler Üzerine Etkisi

Martensitik faz dönüşümü üzerinde ısı işlem sıcaklığının etkisini inceleyebilmek için ele alınan dört adet numune ayrı ayrı; 750 °C, 900 °C, 1050 °C ve 1200 °C sıcaklıklarda 12 saat tavlandıktan sonra oda sıcaklığındaki suda hızlı soğumaya bırakıldılar. Farklı sıcaklıklarda ısı işleme tabi tutulmuş ve suda hızlı soğumaya bırakılmış numunelerden alınan taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüleri Şekil 4.3'te verildi.

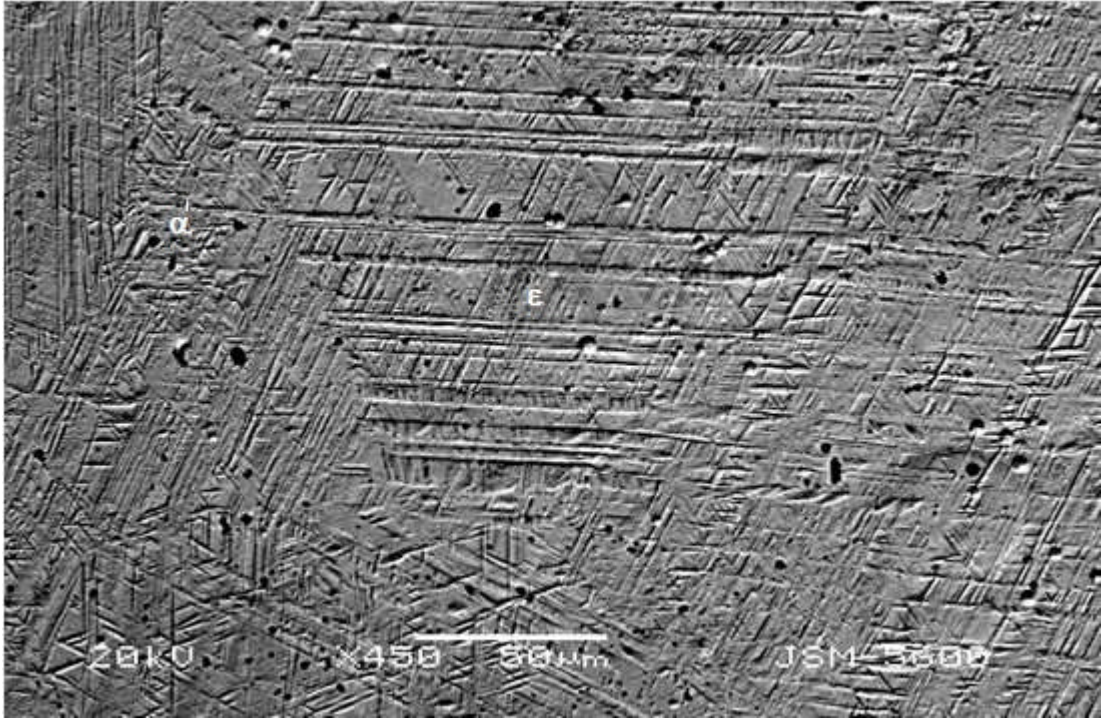


(a)

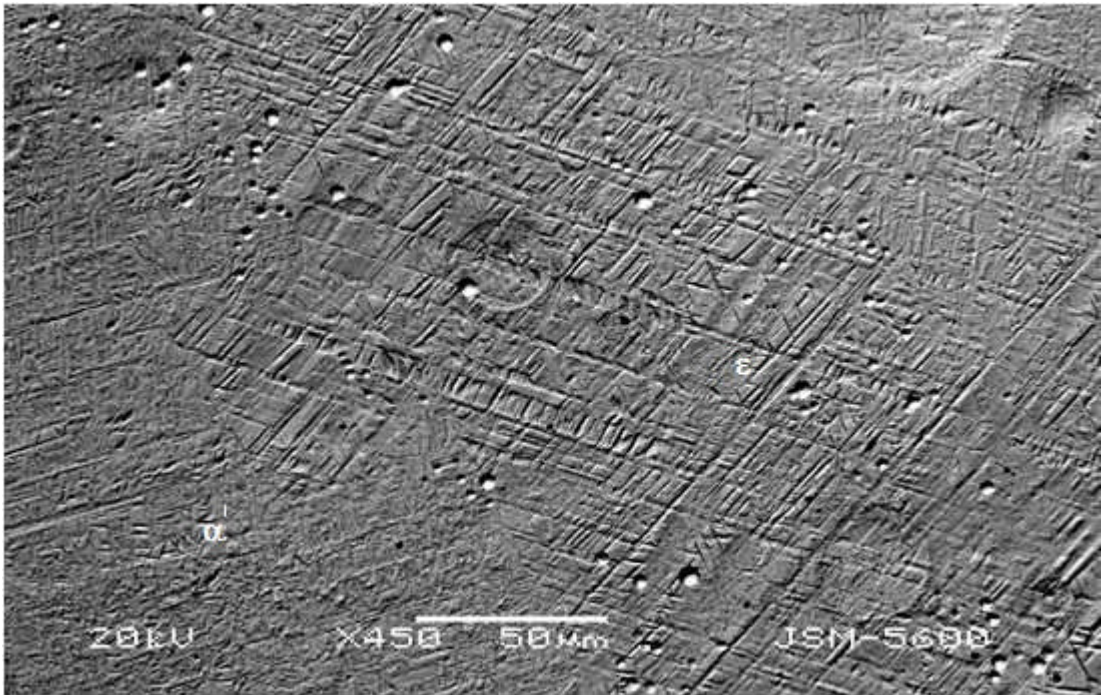


(b)

Şekil 4.3. Farklı sıcaklıklarda ısıtılmış ve suda hızlı soğutulmuş numunelerin yüzey görünüşleri **a)** 750 °C **b)** 900 °C



(c)



(d)

Şekil 4.3. (Devam) c) 1050 °C d) 1200 °C

750 °C sıcaklıkta ısıl işlem uygulanmış numunede, austenite tanelerin daha küçük olduğu ve taneler içerisinde kısa martensite plakaların olduğu gözlemlendi. Ayrıca austenite tanelerdeki martensite plakalar farklı morfolojilere sahiptirler. Termal kaynaklı olmak üzere iki türlü martensite (β ve α' martensiteler) alışımda bir arada görülmektedir. α' martensite, ϵ martensite plakalara göre daha belirgin olarak ortaya çıkmıştır.

900 °C sıcaklıkta ısıl işlem uygulanan numunede α' martensite plakalara göre β martensite plakaların daha belirgin olarak ortaya çıktığı görülmektedir. ϵ martensite plakaları genellikle ince bant paralel yığınlar olarak görünürken α' martensite plakalar karmaşık ince plakalar içinde küçük parçacıklar olarak oluşmuştur [4]. β martensite plakaların çoğu tüm tane boyunca geçer ve tanenin bir ucundan diğer ucuna kadar ve yüzeyi kabartan birçok paralel çizikler oluştururlar [14].

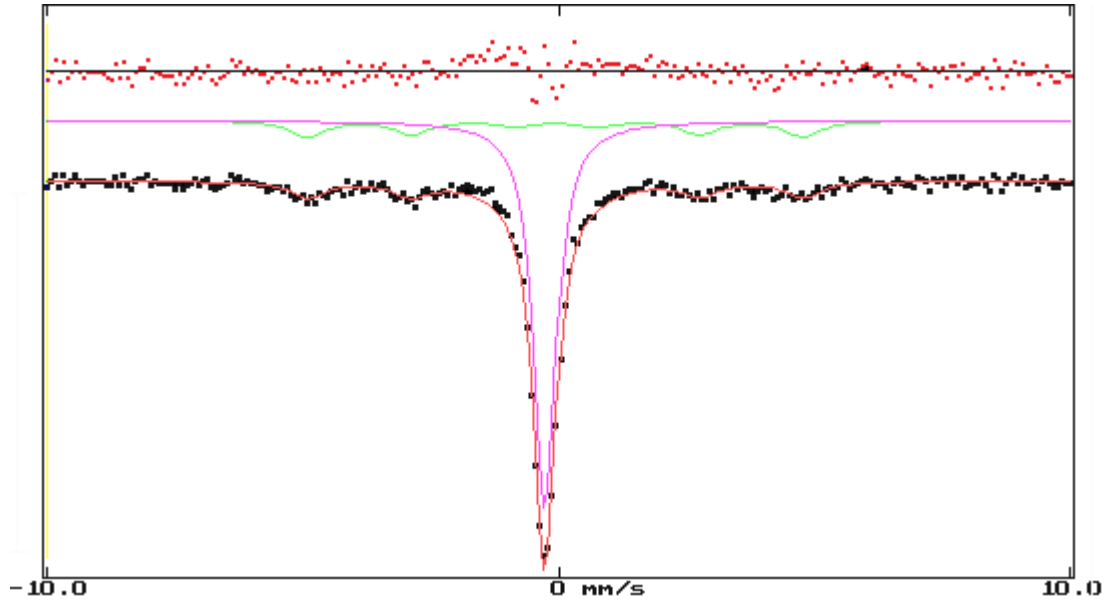
1050 °C sıcaklıkta ısıl işlem uygulanan numunede, farklı yönelimlere sahip β martensite plakaların ve α' martensitelerin olduğu gözlemlendi. Martensite plakaların kalınlığı ve uzunluğu artmıştır. Bezer şekilde daha önce yapılan çalışmalarda da ısıl işlem sıcaklığı arttıkça martensitelerin daha da büyüyerek belirginleştiği görülmüştür [58-61].

1200 °C sıcaklıkta homojenleştirilen numunede α' martensite miktarı artmakla birlikte β martensite plaka oluşumlarının düşük sıcaklığa göre belirginleştiği görülmektedir. Daha düşük sıcaklıklarda β martensite oranının arttığı gözlenirken yüksek sıcaklıklarda α' martensite plaka oluşumunun arttığı gözlenmiştir.

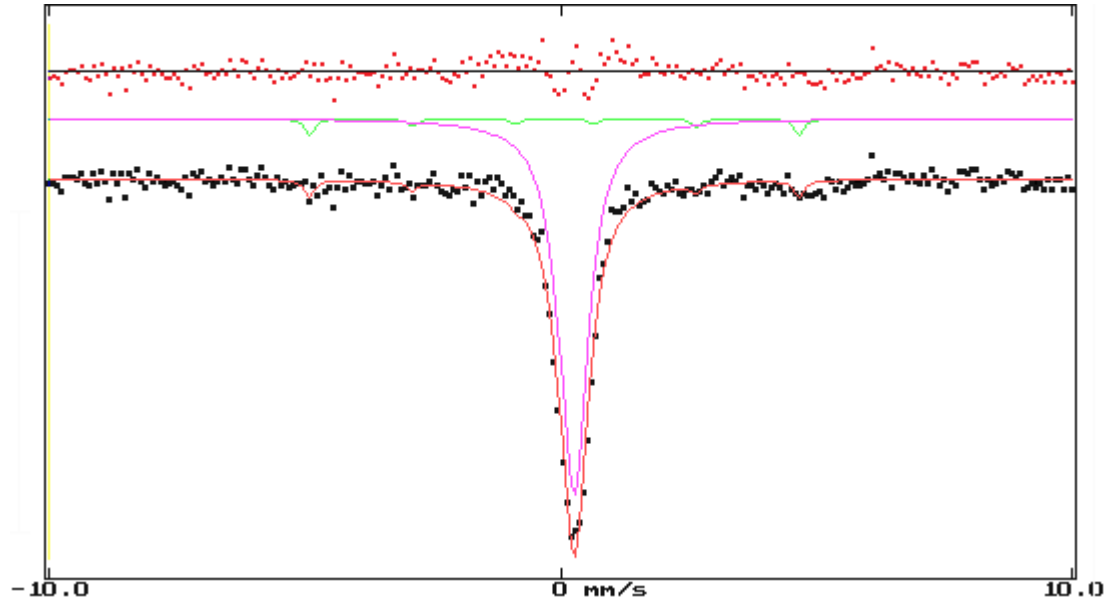
Genel olarak farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış bütün numunelerde β türü martensitelerin olduğu görüldü. Isıl işlem sıcaklığı arttıkça tanelerin büyüdüğü bu büyümeye paralel olarak oluşan β martensite plakalarının kalınlaştığı ve miktarının arttığı gözlemlendi. Austenite faza uygulanan ısıl işlem sonucunda, β martensitenin çekirdeklenmesini sağlayan kusurların alışımda dağılımı sebebiyle meydana gelen β martensite plakaların yönelimlerinin tanelere göre değiştiği görülmektedir. Ayrıca tane sınırları, β martensite plakalarının düzenli bir şekilde sona erdiği bölgeler olarak ortaya çıkmıştır.

Literatüre göre; düşük tavlama sıcaklıklarında yapı kusurları (dislokasyon, noktasal kusurlar, grain sınırları v.b.) → dönüşümünü bastırır ve böylece ϵ martensite miktarı azalır. Yüksek sıcaklıklarda ise ısı işlem sıcaklığına bağlı olarak kristal kusur yoğunluğundaki azalma çekirdeklenme oranını düşürür ve böylece daha az miktarda ϵ martensite oluşur. Aynı zamanda tavlama sıcaklığındaki artmaya paralel olarak austenite tane boyutlarının artması α' martensite miktarını artırır [67].

Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımında, austenite ve martensite yapıların manyetik özelliklerini incelemek ve homojenleştirme sıcaklığının etkisini araştırmak için farklı sıcaklıklarda hızlı soğutulan numunelerin oda sıcaklığında Mössbauer Spektrumları alındı.

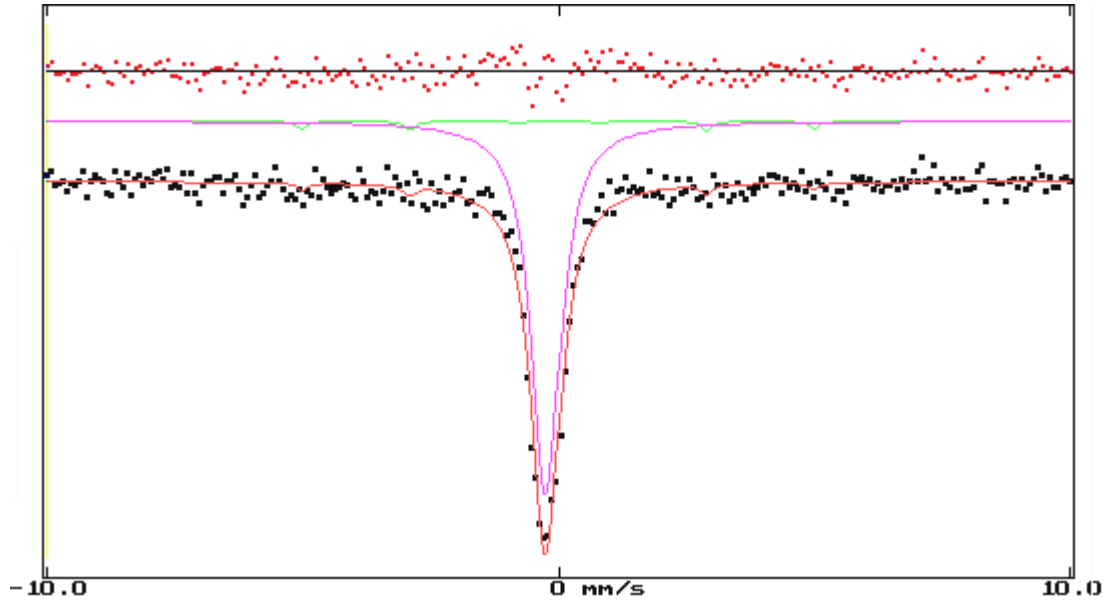


(a)

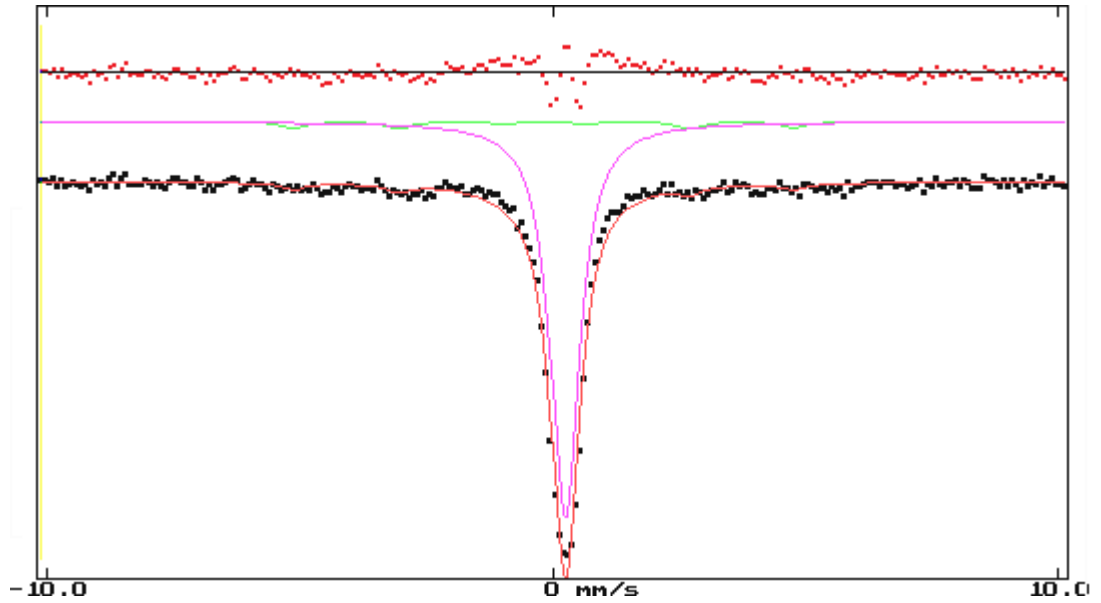


(b)

Şekil 4.4. Farklı sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulan ve suda hızlı soğutulan numunelerin, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumları
a)750 °C b)900 °C



(c)



(d)

Şekil 4.4. (Devam) c) 1050 °C d) 1200 °C

Farklı sıcaklıklarda ısıtma işlemi görmüş ve suda hızlı soğutulan numunelerden, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumlarından elde edilen verilere göre martensite yapıların tekli pik verdiği yani paramanyetik yapıda oldukları, yine α' martensite yapıların da altılı pik verdikleri dolayısıyla ferromanyetik yapıda oldukları gözlenmiştir.

Mössbauer Spektroskopisinde paramanyetik özellik gösteren faz tekli pik verirken, ferromanyetik ve antiferromanyetik özellik gösteren fazlar altılı pik verirler [68,69]. Fe bazlı alaşımlarda austenite faz paramanyetik olduğundan, bu faz tek soğurma çizgisi ile karakterize edilir. Dönüşüm sonucu oluşan α' martensite faz ise ferromanyetik ya da antiferromanyetik özellik gösterdiğinden altılı soğurma çizgisi spektrumu verir [27]. Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite fazın ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir. Fe-Mn alaşımlarında γ ve ϵ fazları genellikle paramanyetik özellik gösterirken α' fazı ferromanyetik özellik sergiler [9,14,70].

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 4.1’de verildi.

Çizelge 4.1. Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımında farklı sıcaklıklarda ısıtılma işlemi uygulanmış numunelere ait Mössbauer Spektrometresi sonuçları

Numune	$\gamma + \epsilon$ faz (%)	α' faz (%)	$\delta_{\gamma+\epsilon}$ (mm/s)	$\delta_{\alpha'}$ (mm/s)	$B_{iç}$ (Tesla)
750 °C	78.548	21.452	0.254731	0.549547	30.0076
900 °C	82.531	17.469	0.251913	0.118817	29.6297
1050 °C	83.942	16.058	0.237869	0.582666	31.0042
1200 °C	74.816	25.184	0.242188	0.169333	30.5806

Mössbauer Spektrometresinden elde edilen verilerin analizi sonucunda Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımında, ısıtılma işlem sıcaklığının değişimi ile paramanyetik ve ferromanyetik fazların hacim oranlarının değiştiği gözlenmiştir. Ayrıca α' martensite miktarının değişimi ile alaşımın iç manyetik alan değerinin de değiştiği görülmektedir.

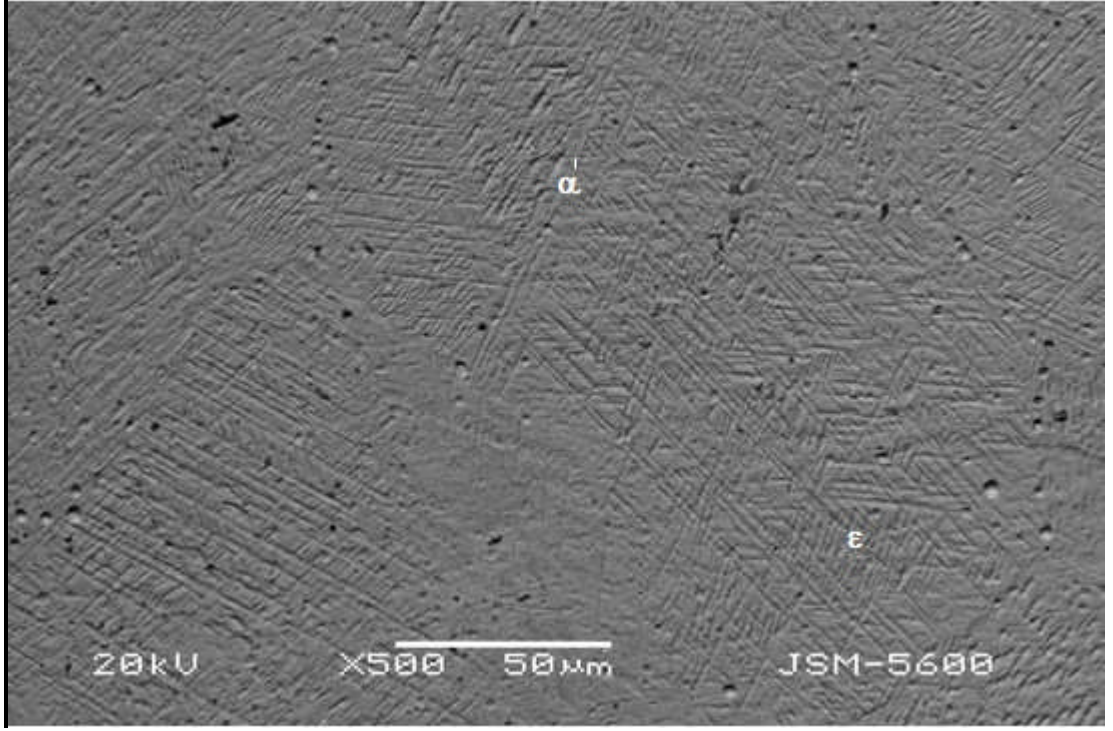
Mössbauer Spektrometresi yöntemiyle bir alaşımda oluşan austenite ve martensite fazların hacim oranları da belirlenebilmektedir. Bu hacim yüzdeleri, fazların

gösterdiği farklı manyetik karakteristikler yoluyla hesaplanır. Ancak bu çalışmada, γ austenite ve α' martensite fazın her ikisi de paramanyetik özellik gösterdiği için oda sıcaklığındaki Mössbauer Spektrometresi ile bu fazları birbirinden ayırmak mümkün değildir [14]. Bu nedenle Çizelge 4.1'de γ ve ϵ fazlarının hacim oranı birlikte değerlendirilmiştir. Çizelge 4.1'de görüldüğü gibi 1200 °C de α' fazın oranı en büyüktür. Yüksek sıcaklıkta austenite tane boyutunun artmasıyla birlikte α' martensite miktarı artmıştır. Öte yandan 750 °C de %22 olan α' martensite oranı 1050 °C de %16' ya düşmüştür. 750 °C'de tane boyutlarının küçük olması ve tane sınırlarının yoğunluğunun yüksek olması α' martensite için çekirdeklenme oranını artırmıştır denilebilir.

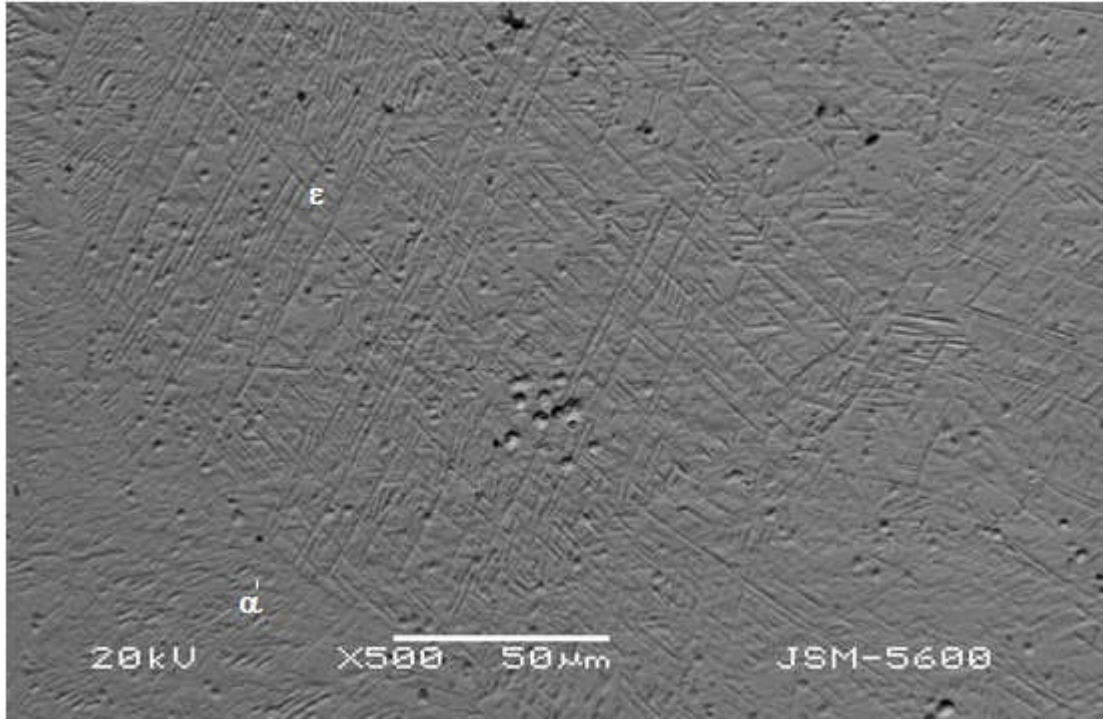
Yüksek ısıl işlem sıcaklıklarında α' martensite miktarının artmasını tane boyutlarına bağlayabiliriz. Tane sınırları geniş kusur bölgeleri olduğundan, martensite çekirdekleri için tercihli yer olduğu düşünülmektedir [35]. Tane sınırları, martensite tanelerinin büyümelerini engellemesinin yanı sıra yeni tane sınırındaki kusurlar martensite çekirdeklerini oluşturabilir. Fe-Mn-Mo alaşımlarında, austenite tane boyutunun artması ile oluşan martensite miktarının arttığı Mössbauer Spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmiştir [13,35].

4.3Fe-%17.2Mn-%4.5Mo Alaşımında Austenite Fazın Deformasyonunun Martensitik Dönüşüm Üzerine Etkisi

Fe-%17.2Mn-%4.5Mo alaşımında martensitik dönüşüm üzerinde austenite fazın deformasyonunun etkisini araştırmak için üç numune üzerinde basma zoru deneyleri yapıldı. Numuneler öncelikle 1200 °C sıcaklıkta 12 saat bekletilerek fırında yavaş soğumaya bırakıldı. Böylece austenite fazda bulunan bu numunelere daha sonra %5, %10 ve %15 oranında basma zoru uygulandı. Deformasyon sonrası bu numuneler 1200 °C sıcaklıkta 30 dakika bekletilerek suda hızlı soğutuldu. Numunelere ait SEM resimleri Şekil 4.5'de verildi.

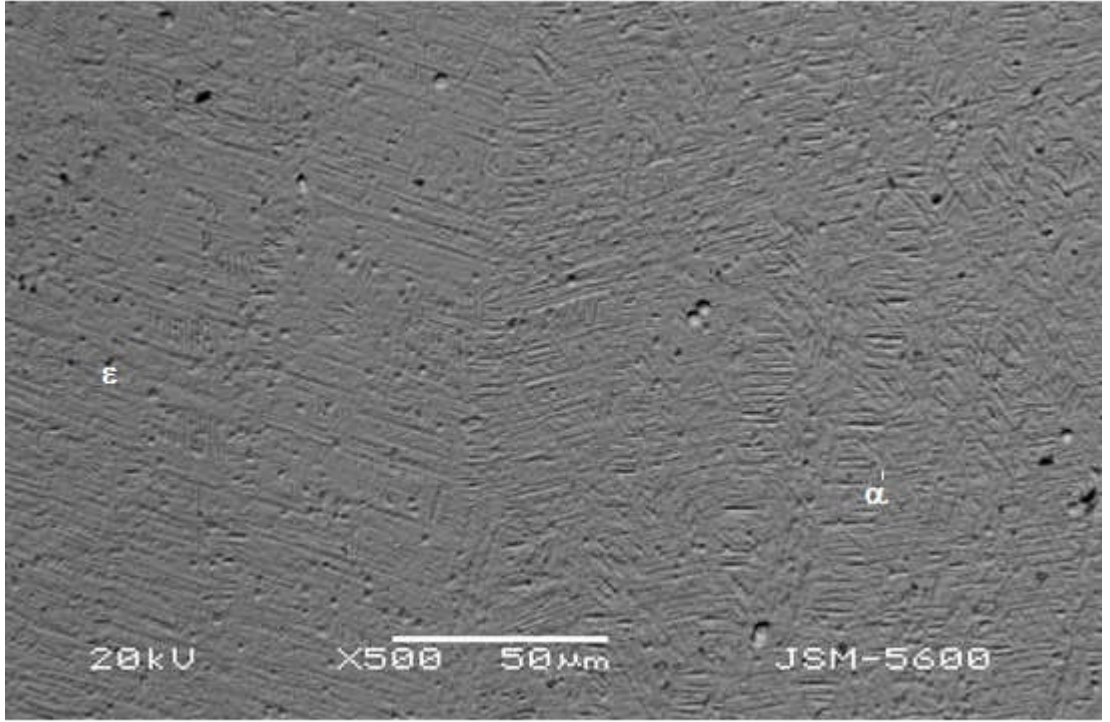


a)



b)

Şekil 4.5. Austenite yapıdaki numunelerin a) %5 b) %10 oranındaki basma zoru sonrası yüzey görünimleri

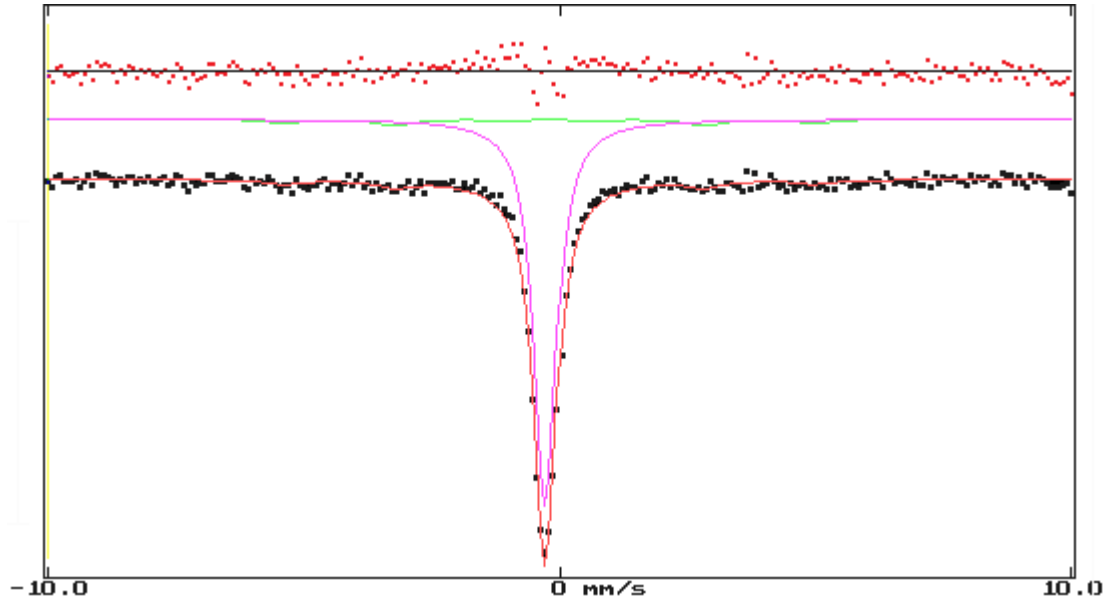


c)

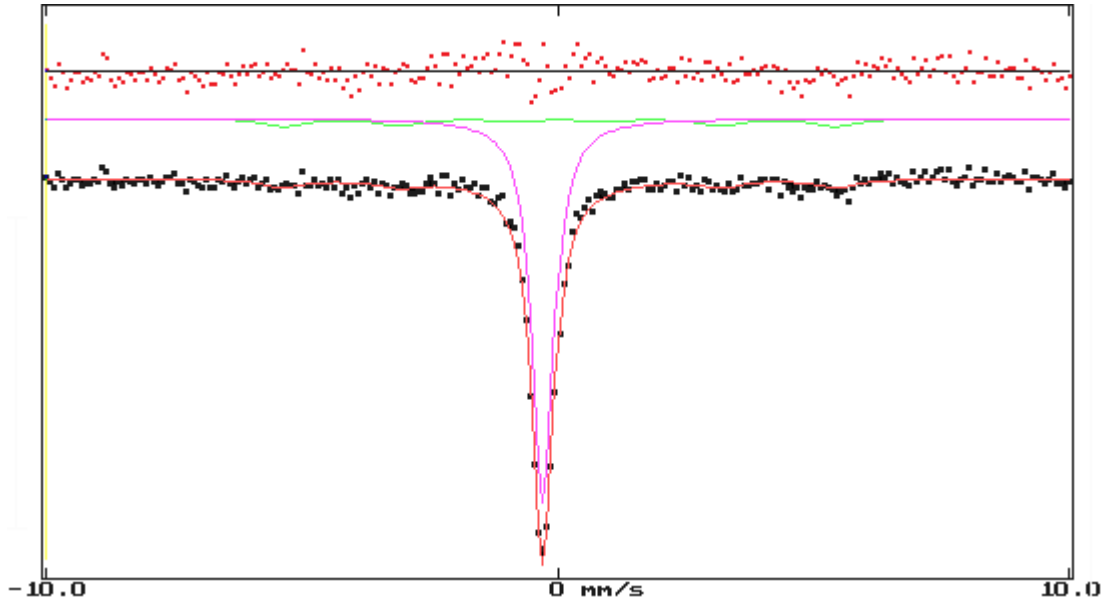
Şekil 4.5. (Devam) c) %15 oranındaki basma zoru sonrası yüzey görünümü

Şekil 4.5.a.'da %5 basma zoru uygulanarak ısıtılmış numunenin yüzeyinde martensite kristallerinin oluştuğu ve martensite kristallerinin farklı taneler içinde farklı yönelimlerde olduğu görüldü. %10 ve %15'lik basma zoru uygulanan numunelerde ise oluşan martensite plakalarının daha ince yapıya sahip oldukları gözlemlendi. Ayrıca uygulanan basma zoru oranı arttıkça martensitelerin arttığı gözlemlendi.

Farklı oranlarda basma zoru uygulanan numunelerin Mössbauer spektrumları Şekil 4.6'da verildi. Austenite durumunda deforme edilen numunelerde, yalnızca ısıtılmış numunelere benzer şekilde tekli pik (ϵ martensite ve γ austenite) ve altılı pik (ϵ martensite ait) gözlemlendi. %15 deformasyon oranında altılı pik alanının belirgin şekilde arttığı görüldü.

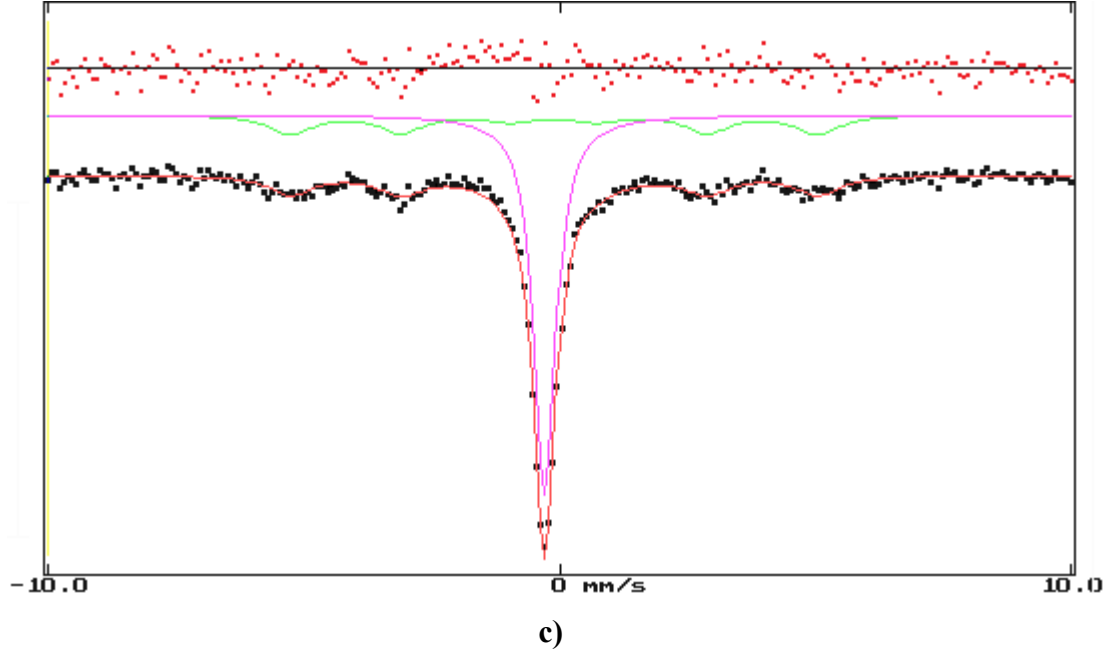


a)



b)

Şekil 4.6. Austenite yapıdaki numunelerin farklı oranlarda basma zoru sonrası
Mössbauer spektrumları: a) %5 b) %10



Şekil 4.6. (Devam) c) %15

Numunelerde oluşan austenite ve martensite fazların hacim oranları, iç manyetik değerleri Çizelge 4.2’de verildi. Mössbauer sonuçlarına göre austenite fazın deformasyon miktarı arttıkça martensite miktarı arttığı ve iç manyetikliğin değiştiği tespit edildi.

Farklı yüzdelerde basma zoru uygulanmış numunelerden, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumlarından elde edilen verilere göre basma zoru arttıkça α' martensite oranının arttığı görülmüştür.

Çizelge 4.2. Austenite fazda farklı basma zoru uygulanmış numunelerin Mössbauer Spektrometresi sonuçları

Basma zoru	$\gamma + \varepsilon$ faz (%)	α' faz (%)	$\delta_{\gamma+\varepsilon}$ (mm/s)	δ_{α} (mm/s)	$B_{iç}$ (Tesla)
%5	91.774	8.226	0.735596	0.196347	32.1641
%10	84.053	15.947	0.843555	0.458982	33.5636
%15	69.467	30.533	0.289323	0.104154	31.9275

Martensitik dönüşümler için austenite fazın mikroyapısı oldukça önemlidir. Austenite faz içinde ortaya çıkan dislokasyonlar, tane sınırı kusuru ve yığılma kusurları gibi kristal kusurlar çekirdeklenme yeri olarak martensite oluşumunda önemli rol oynar. %5 deformasyon ile ortaya çıkan dislokasyonlar zor etkili ϵ martensite için çekirdeklenme yeri olarak davrandığından α' martensite oranı daha az ($\epsilon+\gamma$) faz oranı ise daha yüksek olarak ortaya çıkmıştır. Yüksek deformasyon etkisi ise α' martensite miktarının artmasına ve daha az ϵ martensite oluşumuna neden olmuştur.

5. SONUÇ

Martensitik dönüşümlerle ilgili olarak alaşımların sergilediği şekil hatırlama özelliğinden; otomotiv, sanayi, oyuncak sanayi ve tıp gibi birçok alanda yararlanılmaktadır. Fe-Mn-Mo alaşımları iyi mekanik özellikleri ve ekonomik olmaları nedeniyle diğer şekil hatırlamalı alaşımlara alternatif olarak geliştirilmeye çalışılmaktadır. Bu bağlamda Fe-Mn-Mo alaşımlarında şekil hatırlama özelliğini geliştirecek ısı ve mekanik işlemlerin yapılması önemlidir.

Bu çalışmada Fe-Mn-Mo alaşımında martensitik dönüşüm ve manyetik özellikler üzerinde homojenleştirme sıcaklığı ve austenite deformasyon etkisi incelendi. Elde edilen sonuçlar aşağıda verildi.

Fe-Mn-Mo alaşımı yüksek sıcaklıklardan hızla soğutulduğunda $\gamma(\text{f.c.c.}) \rightarrow$ (b.c.c.) ve $\gamma(\text{f.c.c.}) \rightarrow \epsilon(\text{h.c.p.})$ şeklinde iki farklı martensitik dönüşümün olduğu tespit edildi. SEM ve TEM gözlemleri ϵ martensitenin birbirine paralel plakalar şeklinde oluştuğunu, α' martensitenin ise ince plakalar şeklinde ortaya çıktığını göstermiştir.

Alaşımın Mössbauer incelemeleri sonucu α' fazın ferromanyetik (altılı pik), γ austenite ve ϵ martensite fazın ise paramanyetik (tekli pik) özellik sergilediği belirlendi.

Homojenleştirme sıcaklığının mikroyapı ve manyetik özellikler üzerinde etkisini incelemek için 750 °C, 900 °C, 1050 °C ve 1200 °C sıcaklıklarda homojenleştirme işlemi yapıldı.

Homojenleştirme sıcaklığına bağlı olarak α' ve ϵ martensite fazlara ait hacim oranlarının değiştiği görüldü. 1200 °C sıcaklıkta α' faz (ferromanyetik) oranı en yüksek değere, $(\gamma+\epsilon)$ faz (paramanyetik) ise en düşük değere sahiptir.

Yüksek sıcaklıklarda, ısı işlem sıcaklığına bağlı olarak kristal kusur yoğunluğundaki azalma ϵ martensite çekirdeklenme oranını düşürür ve böylece

daha az ϵ martensite oluşur. Buna karşın yüksek sıcaklıkla beraber tane boyutlarının artması α' martensite miktarını artırmıştır.

Düşük sıcaklıkta (750 °C) %21 olan α' martensite miktarı 1050 °C'de %16 ya düşmüştür. Düşük sıcaklıkta tane boyutunun küçük olması nedeniyle tane sınırlarının yoğunluğu α' martensite için çekirdeklenme oranını artırmıştır.

ϵ martensite oluşumu için en uygun homojenleştirme sıcaklığı 1050 °C olarak belirlenmiştir. Fe-Mn-Mo alaşımında şekil hatırlama özelliği ϵ martensite ile ilgili olduğu düşünüldüğünden 1050 °C homojenleştirme sonrası yüksek şekil hatırlama özelliğinin gözlenebileceği söylenebilir.

Ayrıca deneysel çalışmalar sonucu austenite fazın deformasyonunun alaşımın mikro yapısını ve buna bağlı olarak manyetik özelliklerini etkilediği görüldü %5 deformasyon sonrası α' oranı %8.228 iken %15 deformasyon sonrası %30.5 olduğu görüldü. Küçük deformasyon durumunda ϵ martensite için çekirdeklenme yeri (kusurlar) oluşumuna bağlı olarak ϵ martensite miktarı artarken yüksek deformasyon oranında α' martensite miktarı artmıştır. Fazların hacim oranlarının değişimine bağlı olarak paramanyetik ve ferromanyetik faz oranları da değişmiştir.

Sonuç olarak Fe-Mn-Mo alaşımının mikroyapısı ve manyetik özellikleri, homojenleştirme sıcaklığı ve austenite fazın deformasyonu ile önemli ölçüde değişir. Bu alaşımında şekil hatırlama özelliğinin zor etkili ϵ martensite ile ilgili olduğu düşünüldüğünde en iyi şekil hatırlama özelliği için en uygun homojenleştirme sıcaklığının 1050 °C olduğu en uygun austenite deformasyon oranının ise %5 olduğu söylenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] Timings, R.L., Malzeme Teknolojisi. [Çeviri: Rıza Gürbüz],
YÖK Endüstriyel Eğitim Projesi Başkanlığı, 1984.
- [2] Cristian, J. W., The Theory of Transformations in Metals and Alloys
Pergamon Press, London, 1975.
- [3] Kırındı, T., Güler, E., Dikici, M., J. Alloys Compd., 433, 202-206, 2007.
- [4] Clapp, P.C., J. De Physique 5. C8, 11-19, 1995.
- [5] Yang, J.H. and Wayman, C.M., Mater. Characterization. 28, 37, 1992.
- [6] Kajiwara, S., Mater. Sci. Eng., A273-275, 67-88, 1999.
- [7] Maki, T., Tsuzaki, K., Proc. Of ICOMAT- 92, 1151-1162, 1992.
- [8] Li, H., Dunne, D., Kennon, N., Mater. Sci. Eng., A 273-275, 571-577, 1999.
- [9] Kırındı, T., Sarı, U., J. Alloys Compd., 488, 129-133, 2010.
- [10] Kırındı, T. And Sarı, U., J. Alloys Compd., 448, 129, 2009.
- [11] Sarı, U., Kırındı, T., Material Chemistry and Physics, 130, 738-742, 2011.
- [12] Kırındı, T. and Sarı U. and Dikici M., J. Alloys Compd., 475, 145-150,
2009.
- [13] Durlu, T. N., J. Mater. Sci. Lett. 16, 320-321, 1997.
- [14] Sarı, U., Kırındı, T., Yüksel, M., Ağan, S., J. Alloys Compd., 476, 160-163,
2009.
- [15] Navruz, N., Demir Bazlı Alaşımlarda ϵ Martensitenin Oluşumu ve Diğer
Martensite Türleri ile Etkileşmesi. Doktora Tezi. A.Ü. Fen. Bil. Enst,
Ankara, 1992.
- [16] Dikici, M., Katıhal Fizikine Giriş, 19 Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun,
1993.
- [17] Smallman, R. E., Bishop, R. J., Modern Physical Metallurgy and Materials
Engineering
- [18] Sarı, U., Şekil Hatırlamalı Cu-%11.92Al-%3.78Ni Alaşımında Martensitik
Dönüşümler Üzerinde Termal ve Mekanik Etkiler. Doktora Tezi. Kırıkkale
Üniversitesi, Kırıkkale, 2004.
- [19] www.matter.org.uk, [Erişim Tarihi: 26.08.2011]

- [20] Güngüneş, H., Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005.
- [21] Kırım, S., Faraday Sistemi ve Manyetik Alınganlık Ölçümü, Atatürk Üniversitesi yayınları, 1979.
- [22] E. Güler, Fe-%30Ni-%0.2Mn Alaşımında Soğutma Etkisiyle Elde Edilen Martensitik Dönüşümlerin Mössbauer Spektroskopisi ve Taramalı Elektron Mikroskobu [SEM] ile incelenmesi, Kırıkkale Üniversitesi, Fen Bil. Enst., Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale, 2002.
- [23] Gedikoğlu, A., Atom ve Çekirdek Fiziğine Giriş, Ekonomist Yayınevi, Ankara, 1978.
- [24] Tanyel, B., Nükleer Fizik, Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir, 1994.
- [25] Ross, N. D. H., and Crocker, A-G., Acta Metallurgica, 18, 405, 1970.
- [26] Wertheim, G. K., Mössbauer Effect, Principles and Application, Academic Press, New York, 1964.
- [27] Durlu, T. N., The Effect of γ - α - γ Cycles on Strain-Induced Martensite Formation in on Fe-27.3Ni Alloy. J. Matter. Sci. Lett. 11, 702, 1992.
- [28] Akgün, İ., and Gedikoğlu, A. and Durlu, T. N., J. Mater Sci, 17, 3479, 1982.
- [29] Porter, D.A., Easterling, K. E., Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London, 1981.
- [30] Kaufman, L., and Cohen, M., Progress in Metal Physics, 7, 165-246, 1958.
- [31] Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., Acta Metallurgica, 2, 224-234, 1954.
- [32] Nishiyama, Z., Matensitic Transformations, Academic Press., London, 1978.
- [33] Bunshah, R. F., Mehl, R. F., Journal of Metals, 5, 1251-1258, 1953.
- [34] Durlu, T. N., F. Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi, 13[1], 1-11, 2001.
- [35] Kakeshita, T., Kuriowa, K., Shimizu, K., Ikeda, T., Yamagishi, A., Date, M., Mater. Trans. JIM, 34, 415-422, 1993.
- [36] Kakeshita, T., Kuriowa, K., Shimizu, K., Ikeda, T., Yamagishi, A., Date, M., Mater. Trans. JIM, 34, 423-428, 1993.
- [37] T. Kırındı, Fe-%12.5Mn-%5.5Si-%9Cr-%3.5Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Zor Etkilerinin İncelenmesi. Doktora Tezi. Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2004.

- [38] Durlu, T. N., Christian, J. W., *Metal Science Journal*, 8, 1-7, 1974.
- [39] Karaman, I., Şehitoğlu, H., Call, K., Chumlyakov, Y. I., Maier, H. J., *Acta Mater.*, 48, 1345, 2000.
- [40] Bikas, C.M., Krishnan, M., Rao, V. V. R., *Metall. Mater. Trans.* 34A, 1029-1042, 2003.
- [41] Wayman, C. M., *Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations*, The Macmillan Company, New York, 1964.
- [42] Khachaturyan, A. G., *Theory of Structural Transformations in Solids*, John Wiley-Sons, New York, 1983.
- [43] Oslon, G.B. and Choen, M., *Metal Trans. A*, 7[12], 1915-1923, 1976.
- [44] Kurdjumov, G. V., Sachs, G., *Z. Phys.*, 64, 325-343, 1930.
- [45] Hull, D., *Introduction to Dislocation*, Pergamon Pres, London, 1965.
- [46] Wayman, C. M., *J.Less-Common Met.*, 28, 97, 1972.
- [47] Wayman, C. M., *Metal. Mater. Trans. A*, 25A, 1787, 1994.
- [48] Bhadeshia, H. K. D. H., *Worked Examples in the Geometry of Crystals*, London, 2001.
- [49] Jaswon, M. A. and Wheeler, J. A., *Acta Cryst*, 1, 216, 1948.
- [50] Liberman, D. S., Wechsler, M. S. and Read, T. A., *of Met.*, 1503, 1953.
- [51] Wechsler, M. S., Liberman, D. S. and Read, T. A., *J. Appl. Phys.*, 26, 473, 1955.
- [52] Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., *Acta Metallurgica*, 2, 129, 1954.
- [53] Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., *Acta Metallurgica*, 2, 138, 1954.
- [54] Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., *Acta Metallurgica*, 2, 244, 1954.
- [55] Dunne, D. P. and Bowles, J. S., *Met. Sci. J.*, 7, 118, 1973.
- [56] Askelan, D. R., *The Science and Engineering of Materials*, 1. Cilt [Çeviri: Erdoğan, Dr. M.], Nobel Yayınları, Ankara, 1998.
- [57] Hsu, Y. T., Zuyao, X., *Mater. Sci. Eng., A* 273-275, 494-497, 1999.
- [58] Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., *Mater. Sci. Eng., A* 242, 87-95, 1998.
- [59] Arruda, G. J., Buono, V. T. L., Andrade, M. S., *Mater. Sci. Eng., A* 273-275, 528-532, 1999.
- [60] Maji, B. J., Krishnan, M., *Scripta Mater.*, 48[1], 71-77, 2003.

- [61] Jiang, B. H., Sun, L., Li, R. and Hsu, T. Y., *Scripta Metall. Mater.* 33, 63, 1995.
- [62] Reyhani, M. M., Mc Cormick, P. G., *Mater. Sci. Eng., A* 160, 57-61, 1993.
- [63] Inagaki, H., *Z. Metallkd.* 83, 90-96, 1992.
- [64] Aikawa, T., Nishino, Y. and Asano, S., *Scripta Metall. Mater.*, 29, 135, 1993.
- [65] Takaki, S., Nakatsu, H. and Tokunaga, Y., *Mater. Trans., JIM*, 34, 489, 1993.
- [66] Güler, E., Kırındı, T., Aktaş, H., *J. Alloys Compd.*, 440, 168-172, 2007.
- [67] Akhondzadeh, A., Zangeneh-Madar, K., Abbasi, S. M., *Materials Science and Eng.*, 489, 267-272, 2008
- [68] Yang, J. H., Chen, H. and Wayman, C. M., *Metall. Trans. A*, 23, p. 1493, 1992.
- [69] Cotes, S. M., Cabrera, A. F., Damonte, L. C., *Alloys Induced by Ball Milling, Hyperfine Interact.*, 141/142, p.409, 2002.
- [70] Sarı, U., Guler, E., Kırındı, T., Dikici, M., *J. Phys. and Chem. Solids* 70, 1226-1229, 2009.