

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe - %20,2 Mn - %4,86 Mo ALAŞIMINDA DEFORMASYON ETKİLİ
MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMÜN İNCELENMESİ

Belkız DAMGACI

HAZİRAN 2010

Fizik Anabilim Dalı Belkız DAMGACI tarafından hazırlanan Fe - %20,2 Mn - %4,86 Mo ALAŞIMINDA DEFORMASYON ETKİLİ MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMÜN İNCELENMESİ adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. İhsan ULUER

Anabilim Dalı Başkanı

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

Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

Danışman

Jüri Üyeleri

Üye : Yrd. Doc. Dr. Talip KIRINDI _____

Üye : Doç. Dr. Uğur SARI _____

Başkan : Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ _____

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

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

Prof. Dr. İhsan ULUER

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Sevgili Anneme ve Babama

ÖZET

Fe - %20,2 Mn - %4,86 Mo ALAŞIMINDA DEFORMASYON ETKİLİ MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMÜN İNCELENMESİ

DAMGACI, Belkız

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

Haziran 2010, 74 sayfa

Fe-%20,2Mn-%4,86Mo alaşımının deformasyon etkisi ile oluşan austenite-martensite faz dönüşümünün mikro yapısı, kristalografisi ve manyetik özellikleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ve Mössbauer Spektrometresi ile incelendi.

Bu çalışmada, Fe-%20,2Mn-%4,86Mo alaşımında termal ve deformasyon etkili $\gamma-\varepsilon$ martensitik dönüşümü gözlemlendi. Bu dönüşümde soğutma hızının etkili olduğu gözlemlendi. Bu çalışmada Fe-%20,2Mn-%4,86Mo alaşımının Martensitik dönüşüm sonrası manyetik özelliği Mössbauer Spektroskopisi ile incelendi. Mössbauer Spektrumunun tek pik verdiği yani austenite ve ε martensite yapının para magnetik özellikte olduğu görüldü. Bu

sonuç, martensitik dönüşüm sonrası alaşımın manyetik özelliğinde bir değişme olmadığını gösterir.

Anahtar kelimeler: Austenite, Martensite, ϵ Martensite, Martensitik Faz Dönüşümü, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM), Mössbauer Spektroskopisi

ABSTRAC

INVESTIGATION OF DEFORMATION INDUCED MARTENSITIC TRANSFORMATIONS IN Fe - 20,2% Mn - 4,86% Mo ALLOYS

DAMGACI, Belkız

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, M. Sc. Thesis

Supervisor : Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

June 2010, 74 pages

In this study, the micro structure of austenite – martensite phase transformation which is formed by the deformation affect of Fe - 20,2% Mn - 4,86% Mo alloy, crystallographic and magnetic characteristics were studied with scanning electron microscope (SEM), transmission electron microscope (TEM), Mössbauer spectrometer.

In this study, $\gamma-\varepsilon$ martensitic transformation was seen in Fe-20,2% Mn-4,86% Mo alloy. In this transformation, the speed of cooling was watched to be in effect. In this study, the magnetic characteristic of the alloy after martensitic transformation was reseavehed with mössbauer spectrometer.

The Mössbauer spectrometer gave only one cost-iron, in other words austenite and ϵ martensite structure is seen to have paramagnetic characteristics. This result shows that the magnetic characteristic of alloy after martensitic transformation has no changes.

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

TEŐEKKÜR

Tezimin hazırlanması esnasında hiçbir yardımı esirgemeyen ve biz genç arařtırmacılara büyük destek olan, bilimsel deney imkanlarını sonuna kadar bizlerin hizmetine veren, tez yöneticisi hocam, Sayın Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ' ye, tez çalışmalarım esnasında, bilimsel konularda daima yardımını gördüğüm hocam Sayın Yrd. Doç. Dr Talip KIRINDI' ya, Sayın Doç. Dr Uğur SARI'ya, Sayın Doç. Dr. Abdullah AYDIN'a, ve Sayın Arş. Gör. Dr Yasin Göktürk YILDIZ'a, tezimin birçok aşamasında yardım gördüğüm öğretmen arkadaşlarıma, büyük fedakârlıklarla bana destek olan aileme teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	SAYFA
ÖZET	I
ABSTRACT	III
TEŞEKKÜR	V
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	VI
SİMGELERİN DİZİNİ	X
GİRİŞ	11
2. MATERYAL VE YÖNTEM	5
2.1. Austenite–Martensite Faz Dönüşümleri	5
2.2. Martensitik Dönüşümlerin Karakteristik Özellikleri	9
2.3. Austenite Fazın Kararlılığı.....	9
2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli.....	10
2.5. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri	14
2.7. Martensitik Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri.....	23
2.8. Martensitik Dönüşümlerin Tersinir Olma Özelliği	26
2.9. Yapı Kusurların Martensitik Dönüşümlere Etkisi	27
2.10. Martensite Çekirdeklenmesinde Dislokasyonun Rolü	28
2.11. Martensitik Dönüşümlerde Noktasal Kusurların Etkisi	29
2.12. Martensitik Dönüşümlerde Dış Zor Etkisi.....	29

2.13. Martensitik Dönüşümlerde Manyetizmanın Etkisi	31
2.14. Manyetizmanın Temeli.....	31
2.15. Manyetizma Türleri	34
2.15.1. Diyamanyetizma.....	34
2.15.2. Paramanyetizma.....	35
2.15.3. Ferromanyetizma.....	36
2.16. Alaşımlarda Kullanılan Elementlerin Özellikleri.....	36
2.16.1. Demir (Fe)	36
2.16.2. Mangan (Mn)	37
2.16.3. Molibden (Mo).....	38
2.17. Deneysel Sistem ve Yöntem.....	42
2.17.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	42
2.17.2. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)	44
2.17.3. Mössbauer Spektrometresi Sistemi	47
2.17.4. Numunelerin Hazırlanması	49
2.17.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri için Numunelerin Hazırlanması	50
2.17.6. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri için Numunelerin Hazırlanması	50
2.17.7. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması	52
KAYNAKLAR	68

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u>	<u>Sayfa</u>
2.1.Austenite ve martensite fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi	16
2.2. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi	18
İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.....	18
2.3.Martensite dönüşümün difüzyonsuz doğasına bağlı düzlem ve doğrultularındaki değişim ve yerleşim düzlemi.....	20
2.4. Martensitik dönüşümlerde deformasyon türleri(tamamlayıcı kesme)	21
a) Örgüyü değiştirmeyen kesmeye sahip olmayan örgü deformasyonu ...	21
b) Kayma türü örgü deformasyonu (dislokasyonlar ve yığılma hataları) ...	21
c) İkizlenme kesme deformasyonu (iç ikizler).....	21
2.5. a) f.c.c. kristal yapı	23
b) b.c.c. kristal yapı.....	23
2.6. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi	37
2.7. SEM'in şematik yapısı.....	44
2.8. Manyetik Mercekler.....	46

2.9. Mössbauer Spektrometresi	49
3.1. 1200°C 'de sıcaklıkta 6 saat homojenleştirilen ve yavaş soğutulan numunede oluşan austenite tane yapısı.	55
3.2. 1200°C 'de sıcaklıkta 6 saat homojenleştirilen ve suda hızlı soğutulan numuneye ait yüzey görünümü	56
3.3. 1200°C 6 saat ısıtılma tabii tutulan ve yavaş soğutulan numunenin Tem resmi	58
3.4. 1200°C de 6 saat ısıtılma tabii tutulan ve hızlı soğutulan numunede termal etki ile meydana gelen epsilon martensite plakalar ve o plakalar üzerinden alınan elektron kırınım deseni ve karanlık alan görüntüsü	59
3.5. Austenite yapıda iken oda sıcaklığında % 5 deformasyona uğrayan ve 900°C de 30 dakika ısıtılma tutulup oda sıcaklığında suda soğutulan numunenin SEM resmi.....	61
3.6. Austenite yapıda iken oda sıcaklığında % 5 deformasyona uğrayan ve 900°C de 30 dak. ısıtılma tutulup oda sıcaklığında suda soğutulan numunenin tem resmi ve indisi	63
3.7. 6 saat 1200°C ısıtılma tabii tutulan ve oda sıcaklığında suda hızlı soğutulan alaşımın mössbauer spektrumu.....	65

SİMGELERİN DİZİNİ

γ	Yüz merkezli kübik yapı
α	Hacim merkezli tetragonal yapı
α'	Hacim merkezli kübik yapı
ε	Sıkı paketlenmiş hegzagonal yapı
T_0	Austenite ve martensite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
A_s	Martensite - austenite ters dönüşüm başlama sıcaklığı
A_f	Martensite - austenite ters dönüşüm tamamlama sıcaklığı
M_s	Martensite – austenite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
M_f	Martensite – austenite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
M_d	Plastik deformasyondan sonra soğutma ile oluşan martensite fazın başlama sıcaklığı
A_d	Plastik deformasyondan sonra ters dönüşüm başlama sıcaklığı
ΔG	Kimyasal serbest enerji değişimi
G^A	Ürün fazın kimyasal serbest enerjisi
G^M	Ana fazın kimyasal serbest enerjisi
$\Delta G^{A \rightarrow M}$	Austenite ve martensite fazlar arasındaki Gibbs serbest enerji farkı
T	Mutlak sıcaklık
M	Mıknatıslanma
H	Manyetik Alan
B_0	İç manyetik alan

μ_0	Boşluğun manyetik geçirgenlik katsayısı
μ	Maddenin manyetik geçirgenliği
χ	Manyetik alınganlık

KISALTMALAR

f.c.c.	Yüz merkezli kübik yapı
b.c.t.	Hacim merkezli tetragonal yapı
b.c.c.	Hacim merkezli kübik yapı
h.c.p.	Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı
TEM	Geçirmeli Elektron Mikroskobu
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu

GİRİŞ

İhtiyaç duyulan her alanda kullanılan, yeni arařtırmalara ve geliřmelere olanak sađlayan metal ve metal alařımları gnmzde retilen malzemelerin byk bir kısmında karřımıza çıkmaktadır. Uygulanan bir elektrik alanda elektriđi iyi ileten katıya metal, en az biri metal olmak zere iki veya daha fazla elementten oluřan ve metal zelliđi gsteren maddeye de alařım denir. Alařımlar kendilerini oluřturan metallerden farklı zellikler gsterirler. Yani bir metalin ierisine bařka maddeler katılarak zelliklerinde deđiřiklik yapılabilir. Bu yzden alařımların malzeme bilgisi ierisinde nemli bir yeri vardır. Bir malzeme ihtiyalara cevap vermesi, fiziksel veya mekaniksel zellikleri deđiřtirilerek daha elveriřli hale getirilmesi, ısıl iřlemlere dayanıklı olması, maliyeti ucuz olması ynnden deđiřikliklere uđratılabilir. elik (Fe-C), tun (Cu-Sn), piri (Cu-Zn), lehim (Sn-Pb) en bilinen alařımlardır. Alařımlar demiryolu, hava ve kara yolu tařıtları, inřaat gereleri olmak zere birok alanda kullanılır (1).

Metal ve ametallerin mekanik ve fiziksel zellikleri teknolojik geliřmelerle birlikte nem kazanmıřtır. zellikle sıcaklık, zor ve zorlanma veya bunların farklı bileřimleri gibi etkilere maruz kalan bazı metal ve metal alařımlarda grlen olađanst mikro yapısal deđiřiklikler ve bunun sonucunda oluřan makroskobik Őekil deđiřimlerinin atomik boyuttaki nedenleri aıklanmaya alıřılmıřtır (2).

Yumuřak demirin eřitli fiziksel etkenler uygulanarak sertleřebildiđi ok eskilerden beri bilinmesine rađmen o dnemlerdeki bilimsel yeterliliđin az

olmasından dolayı ancak 19. yüzyılın sonlarına doğru bu konuya açıklık getirilebilmiştir. Materyal bilimi ile uğraşan araştırmacılar, yumuşak demirin bazı etkilerle sertleşmesi konusunda çalışmalar yapmış ve bu etkilerin özellikle kristal yapıda önemli değişikliklere neden olduğunu, gözlenen mekanik değişimlerin bunun sonucunda gerçekleştiğini göstermişlerdir. Alman bilim adamı Martens ise yaptığı mikroskobik gözlemlerle demirin soğutulması sonucu yeni kristal taneciklerinin oluştuğunu bulmuştur. 1950'li yıllardan sonra elektron mikroskop yöntemlerinin geliştirilmesi ile austenite-martensite faz dönüşümü olayının araştırılması hız kazanmış ve bu konuda önemli gelişmeler kaydedilmiştir (2-4).

1. Literatür özeti

İlk olarak demir ve demir alaşımlarında gözlenen difüzyonsuz faz dönüşümleri birçok çalışmaya temel olmuştur. Fe bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde yüz merkezli kübik (fcc) yapıdaki ana fazın hacim merkezli kübik yapı (bcc)'ye, hacim merkezli tetragonal (bct)'ye veya sıkı paketlenmiş hegzagonal (hcp) yapıdaki martensite faz dönüşümü şeklinde ortaya çıkar (2,3,5,6-12).

Fe-Mn bazlı alaşımlarda alaşım içerisindeki Mn oranına göre yüz merkezli kübik yapıdan hacim merkezli kübik yapıya veya sıkı paketlenmiş hegzagonal yapıya difüzyonsuz faz dönüşümü termal veya zor etkisi ile oluşabilmektedir. Mn oranı yaklaşık %11- %12 den aşağı olan alaşımlarda α' (bcc) yapıda martensite dönüşüm oluşurken %10'nun

üzerinde Mn oranına sahip alaşımlarda γ (f.c.c.) ve ϵ (h.c.p.) türü martensite faz dönüşümleri meydana gelir.

Fe–Mn–Si alaşımlarında termal etki ile ϵ (h.c.p.) türü martensite faz dönüşümleri oluşurken, Fe–Mn–Si–Cr alaşımlarında termal etki ile ϵ (h.c.p.) türü martensite faz dönüşümü oluşurken zor etkisi ile hem ϵ (h.c.p.) hem de α' (bcc) martensite faz dönüşümü oluşmaktadır.

Fe–Mn–Mo alaşımlarında yapılan çalışmalarda Mn ve Mo oranına göre dönüşüm α' (bcc) veya ϵ (h.c.p.) olmaktadır (3,9). Bu alaşımlarda Mo oranı sabit olmak şartıyla Mn oranı %17 'den küçük olduğunda α' martensite miktar oranı ϵ martensite miktar oranına göre daha fazladır (16). %17 'den yukarı olan Mn oranında ise yalnızca ϵ türü martensite dönüşüm görülmektedir. Deformasyon etkisiyle meydana gelen ϵ ve α' martensite ile %17 aralığındaki Mn miktarlarında antiferromanyetik ve paramanyetik özellik kazandırmaktadır. % 17 ' den büyük olan Mn miktarlarında ise yalnızca paramanyetik özellik görülmektedir (3).

Fe-Mn-Mo alaşımlarında iki tür dönüşüm meydana gelir ve bu dönüşümler alaşımın fiziksel özelliklerini değiştirir. Özellikle alaşımın manyetik özellikleri değişir (17-19).

1.1.1 Çalışmanın Amacı

Metal ve metal alaşımları, günümüzde hemen hemen her alanda kullanılabilen temel malzeme grubunu oluşturduğu için teknolojiye alanı her geçen gün artmaktadır. İçinde bulunduğumuz bilgi çağında, teknolojik gelişmelerin getirdiği gereksinimlerden dolayı, metal ve metal alaşımlarının

mekanik ve fiziksel özelliklerinin anlaşılması pek çok araştırmaya konu olmuştur. Metal ve metal alaşımlarının sahip olduğu mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikleri büyük ölçüde alaşımı oluşturan elementlerin içyapıları belirler. Metal ve alaşımların, çeşitli mekanik ve termodinamik şartlar altında sergilediği birçok ilginç özellik, modern bilim ve yüksek teknolojiye rağmen henüz tam olarak anlaşılammıştır. Özellikle sıcaklık, zor veya bunların farklı bileşimleri gibi etkilere maruz kalan bazı metal ve alaşımlarda görülen olağanüstü mikro yapısal değişimler ve bunun sonucunda oluşan mikroskobik şekil değişimlerinin atomik boyuttaki nedenleri henüz açıkça ortaya konamamakla birlikte, termal etkiyle oluşan ve malzemenin fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişimler ancak malzemenin mikro yapısı incelenilerek açıklanabilir (23).

Bu yüksek lisans çalışmasında geniş kullanım alanı olan Fe- 20,2% Mn- 4,86% Mo alaşımında termal ve deformasyon etkili martensitik dönüşümün yüzey görünümü, manyetik özellikleri ve kristalografik özellikleri incelenecektir. Yüzey incelemeleri SEM, mikro yapı incelemeleri TEM ve manyetik özellikleri ise Mössbauer Spektrometresi ile ortaya konmuştur.

2. MATERYAL ve YÖNTEM

2.1. Austenite–Martensite Faz Dönüşümleri

Faz sürekli bir maddede, atomların düzenlenişi ve kristal özellikleri homojen olan, fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan her bölge olarak tanımlanabilir (20). Faz termodinamik bir denge halidir. Elementler veya alaşımlar fiziksel şartların değişmesi ile farklı kristolografik ve termodinamik özellikler gösterir. Yalıtılmış bir fazın serbest enerjisi minimum ise o faz kararlıdır. Fazların birinden diğerine geçişi kristolografide faz dönüşümü olarak adlandırılır (21). Faz dönüşümü sıcaklık değişimi veya dışarıdan zor uygulanması ile gerçekleşir. Faz dönüşümü sırasında sistemin serbest enerjisi değişmez. Doğal olarak faz dönüşümünde atomlar yer değiştirirler. Katıhal fiziğinde bu yer değiştirmelerden, atomların komşuluklarını korudukları faz dönüşümleri difüzyonsuz faz dönüşümüdür. Austenite-martensite dönüşümleri difüzyonsuz faz dönüşümüne örnektir. Atomların komşuluklarını korumadıkları faz dönüşümüne ise difüzyonlu faz dönüşümü denir (4,22). Metalik sistemde bu faz dönüşümleri çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri ve martensitik dönüşümler olmak üzere iki grupta toplanabilir (23). Martensitik dönüşümler sistemin sıcaklığı değiştirilerek, dış zor uygulanarak veya her iki etkinin birlikte uygulanması ile meydana gelirken çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri sabit sıcaklıkta termal etkileşme ile difüzyonlu olarak meydana gelir. Dış zorun etkisiyle oluşan martensiteler zor etkili, zorlanma etkili veya deformasyon etkili olarak adlandırılır. Sıcaklık

etkisiyle oluşan martensitik dönüşümler alaşım sistemlerine göre atermal ve izotermal olarak gerçekleşir (23).

Austenite-Martensite faz dönüşümü ile ilgili olarak ilk model ise 1924 yılında Bain tarafından geliştirilmiştir. Martensitik dönüşüm homojen bir örgünün deformasyon, sıcaklık değişimi gibi etkilerle meydana gelerek yeni bir kristal yapıya izin veren düzenli bir katı-katı faz dönüşümüdür. Diğer bir tanımla martensitik dönüşüm, metal ve metal alaşımları, atomların difüzyonlu bir oluşumla yer değiştiremeyecekleri kadar hızla ısıtıldıklarında ya da soğutulduklarında gösterdikleri difüzyonsuz faz dönüşümleridir. Bu faz dönüşümlerinde dönüşmüş ve dönüşmemiş bölgelerin sadece kristal yapılarında değişim olur, kimyasal bileşimleri ise değişmez (23).

Fe alaşımları 1400°C civarında ergir. Havasız ortamda oda sıcaklığına soğutulurken yaklaşık 900°C civarında yüz merkezli (fcc) kübik yapıda kristalleşir. Alaşımın bu fazına Austenite (ana faz) denir. Bu austenite fazdaki alaşım uygulanan fiziksel etkilerden ötürü hacim merkezli tetragonal (bct), sıkı paketlenmiş hekzagonal (hcp), veya hacim merkezli kübik (bcc) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına da Martensite (ürün faz) denir (24).

Belirli fiziksel etkiler, materyalin kristolografik özelliklerine göre büyüklüğü değiştirilerek materyale uygulanırsa faz dönüşümü meydana gelir. Bu fiziksel etkiler austenite ve martensite fazlar arasında serbest enerji farkını ortaya çıkarır. Austenite-Martensite faz arasındaki bu enerji farkı ise martensitik dönüşümün kaynağıdır. Bu faz dönüşümü sıcaklık, basınç, dış zor ve yapı kusurları gibi faktörlerden etkilenir. Bu yüzden faz dönüşümünün hangi şartlarda gerçekleştiğini bilmek önemlidir (23).

Martensitik dönüşümler difüzyonsuz dönüşümlerdir. Bu yüzden aktivasyon enerjisi uygulanabilir değildir. Bilindiği gibi aktivasyon enerjisi sadece difüzyonlu faz dönüşümlerinde gerekli olan enerjidir. Difüzyonlu faz dönüşümlerine örnek olarak çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri verilebilir (23).

Martensite faz dönüşümleri hakkında bugüne kadar birçok tanım yapılmıştır. Bu tanımların bazıları şu şekilde verilebilir:

Kaufman ve Cohen(1958) martensitik reaksiyonları, dönüşüm zorlanmasına uğramış bir bölgeden atomların topluca hareket ettikleri yer değiştirmeler olarak tanımlamıştır. Oluşumun difüzyonsuz olması nedeniyle ürün ve ana faz aynı kompozisyona sahiptir (2).

Wayman'a(1964) göre martensitik dönüşümler, katı halde metalik veya metalik olmayan materyallerde oluşan kesme veya yer değiştirmelerdir. Martensite, dönüşüm altında ana fazdan oluşan ürün fazın adıdır (25).

Christian(1975) ise basit oluşum mekanizması nedeniyle martensitik dönüşümü, atomik difüzyon gerekmediği, serbest enerjinin net bir azalımı ile hızlı bir yeni oluşum olarak tanımlar (23).

Nishiyama (1978), martensitik dönüşüm için, atomların topluca hareket ettikleri bir faz geçişidir demiştir (3).

Porter ve Easterling'e(1981) göre ise martensite, herhangi bir difüzyonsuz dönüşüm ürününü tanımlamak için fiziksel metalürjide kullanılan bir terimdir. Difüzyonsuz dönüşümün anlamı, dönüşümün başlangıcından tamamlanmasına kadar bireysel atomik hareketlerin atomlar arası uzaklıktan

küçük olmasıdır. Bu nedenle martensitik dönüşümler metal veya metalik olmayan kristallerde, minerallerde ve bileşiklerde meydana gelebilir (20).

Khachaturyan'a(1983) göre ise martensitik dönüşümler, ana faz kristal örgü içinde martensitik faz adacıklarının difüzyonsuz oluşumu ile gerçekleşir. Austenite ve martensite fazın kristal örgülerinin birbirinden farklı olması nedeniyle bunları birbirlerine uygun hale getirmek için elastik zorlanma oluşturan atomik yer değiştirmeler gereklidir. Elastik zorlanma ile birlikte ana ve ürün faz örgülerin koherent bileşimi, kinetik ve morfoloji bakımından martensite fazın anahtar özellikleridir (26).

Clapp'ın (1995) verdiği tanıma göre ise bir martensitik dönüşüm, ana ve ürün fazlar arasında belirli bir kristalografik dönme olan, yeni kristal yapının ana yapının belirli düzlemlerde yerleşik olduğu, heterojen özellikli, belirli bir şekil değişimi ile ortaya çıkan ve bir ara yüzey boyunca bir grup atomun ortak hareketini içeren bir oluşumdur. Yine dönüşüm, uzun düzende atomik yer değiştirmelerin olmadığı, belirli kristalografik sistemlerden oluşan ve ikizlenme gibi iç uyum bozukluklarına yol açan bir yapılanmadır (27).

Durlu (2001); "martensitik dönüşüm, bir atom takımının şekil değişimi ortaya çıkaracak şekilde, bir ara yüz boyunca topluca hareketi ile oluşan bir faz geçiştir" demektedir (4).

2.2. Martensitik Dönüşümlerin Karakteristik Özellikleri

Katıhal fiziğinde difüzyonsuz oluşabilme özelliğinden dolayı austenite-martensite faz dönüşümü önemli bir yer tutar. Austenite kristal yapının martensite kristal yapıya dönüşmesi olarak gerçekleşen dönüşümde atomlar, atomlar arası uzaklıktan çok olmayan uzaklıklarda yer değiştirdikleri ve dönüşümden önceki komşuluklarını koruduklarından dolayı difüzyonsuz faz dönüşümü olarak bilinir (21).

2.3. Austenite Fazın Kararlılığı

Kimyasal ve kimyasal olmayan serbest enerji ile martensitik dönüşümün başlaması, gelişimi ve diğer özellikleri kontrol edilir. Kimyasal serbest enerji, kristal yapı aynı kalmak koşuluyla ara yer atomlarının tekrar düzenlenmesine ve alaşımın kompozisyonuna bağlıdır. Bu etkiler sistemin entalpi ve entropisini etkiler. Bunun yanı sıra kimyasal serbest enerjiyi etkileyen bir diğer etken de özellikle entalpiyi etkileyen sıkışma ve germe şeklindeki iç zordur. Austenite ve martensite fazlar arasındaki kimyasal serbest enerji farkı sürücü kuvveti oluşturur ve kimyasal olmayan serbest enerjiye dönüşür. Bu enerji dönüşüm meydana gelirken açığa çıkan enerji, örgü kusurları enerjisi, austenite ve martensite fazlar arasındaki ara yüz enerjisi ve kısmen ısı değişiminden sonra iş yapmakta kullanılan enerji olarak paylaşılır (3).

Ana faz içinde boşlukların artması, uygun çekirdeklenme yerlerini artırarak fazın daha az kararlı olmasını sağlar. Aynı zamanda tane sınırları ve

diğer örgü kusurları da çekirdeklenme noktaları olarak davranarak ana fazın kararsız yapıda olmasını sağlarlar. Bu kusurlar tane sınırları içinde dönüşümü engelleyerek alaşımın austenite fazda kalmasını sağlarlar (3).

Genel olarak austenite fazdan martensite faza dönüşümü engelleme işlemine austenite fazın kararlılığı denir. Numune belirli bir zaman aralığında, bir sıcaklıkta belirli oranda soğutulursa ve daha sonra tekrar soğutma işlemi uygulanırsa, dönüşüm aniden olmaz. Sonradan uygulanan bütün sıcaklıklardaki dönüşüm oranı, direk soğutma ile oluşan dönüşüm oranından daha azdır. Yani belirli sıcaklık değerlerinde madde kararlı durumdadır. Kararlılık değeri, numunenin o sıcaklıkta ne kadar süre ile bekletildiğine bağlı olarak değişir. Soğutma hızı ve dönüşüm miktarı değişkenleri de kararlılığa katılır. Bu durum genel olmamakla birlikte martensite dönüşüm sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda kararlılıktan söz edilmez (3,23).

2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli

Martensitik faz dönüşümü; ana fazın ürün faza tümü ile dönüşmediği, ana yapıdan ürün yapıya bir faz dönüşümüdür. Bu dönüşüm sırasında atomlar komşuluklarını değiştirmezler.

Klasik teori martensite oluşumu ile ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modellerinde çekirdeklenme olayının düzgün dağılımlı (homojen) ve gelişigüzel dağılımlı (heterojen) olarak ortaya çıkabileceğini savunmuştur. Oysaki dislokasyon türü çizgisel yapı kusurlarından oluştuğu bilinen martensite çekirdekleri için, ana kristal yapıda homojen bir dağılım düşünülmesi kristalografik açıdan mümkün değildir. Bununla birlikte martensite oluşumu ile ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modelleri martensite

kristallerinin çekirdeklerinin ana (austenite) faz içerisindeki kristal yapı bozukluklarında oluştuğunu varsaymış ve bu daha sonraki deneysel çalışmalarda da kanıtlanmıştır (28). Austenite yapı içerisindeki aktif çekirdeklenme merkezleri, dönüşümün başlarında martensite çekirdekçisi olarak belirir ve dönüşüm ilerledikçe bu çekirdekçikler büyüyüp, üç boyutta genişleyerek, austenite yapı içerisinde faz dönüşümünü gerçekleştirir (27).

Kaufman ve Cohen (2) martensitik çekirdeklenmenin mantıklı mekanizmasını homojen çekirdeklenmenin açığa çıkardığını ortaya koydu. Ayrıca martensitik dönüşümü tetikleyen bölgesel heterojenlikleri tanımladılar. Bu heterojenlikler ısı işlem sırasında yok olmayan dengesiz örgü kusurlarıdır. Diğer bir tanımla, bu heterojenlikler kristal içerisinde sınırlı bölgelerde görünür ve bu bölgelerdeki bölgesel serbest enerji, martensitik dönüşüm için gerekli olan serbest enerjidir (2).

Austenite fazdan martensite faza dönüşüm kristalografik olarak incelendiğinde, özelliği materyalin kompozisyonuna ve kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkenler altında oluşur. Austenite ve martensite yapı arasındaki serbest enerji farkı ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinin, üç tür fiziksel etki ile meydana geldikleri gözlenmiştir (23).

Bunlar;

1. Soğutma ile oluşturulan martensitik dönüşümlerin oluşumu ilk kez Bain modeli ile açıklanmış olup, bu tür oluşumlarda yalnızca sıcaklığın etkisi vardır.
2. Martensitik fazın oluşmaya başladığı sıcaklık olan M_s sıcaklığının hemen altında uygulanan ve elastik sınırı aşmayan zorla etkilendirilerek, soğutma ile meydana getirilen martensitik dönüşümler

3. M_s sıcaklığının üzerinde zorlanma ile meydana getirilen martensitik dönüşümlerdir.

Martensitik faz dönüşümünün gerçekleşebilmesi için, ürün fazın serbest enerjisinin ana fazın serbest enerjisinden daha düşük olması gerekmektedir. Martensitik faz dönüşümünü oluşturacak olan fiziksel etkenin büyüklüğü ve cinsi, dönüşümde kullanılacak olan katının kompozisyonu ve katıyı oluşturan elementlerle yakından ilgilidir. Bunun yanı sıra Martensite oluşumu sırasında ana kristal yapıya dıştan uygulanan mekanik zorlar da dönüşümü etkiler. Mekanik zorlar ile martensite oluşumu arasında fiziksel bir ilişkinin varlığı ana fazın homojen bir bozunmasına (distortion) yol açacağı için düşünülmelidir. Bu tür zorlara bağlı olarak martensitik fazın oluşmaya başladığı M_s sıcaklığı da değişir. Örneğin dışarıdan uygulanan mekanik zor atermal dönüşüm için M_s sıcaklığını artırırken, izotermal dönüşüm için uyarıcı bir etkiye sahiptir. Dışarıdan uygulanan zor; martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise, bu durumda dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı yükselecek ve (M_s - A_s) sıcaklık aralığı daralacaktır. Diğer taraftan, uygulanan zor martensite plakasının oluşumunu engelleyici yönde ise, bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı düşecektir. Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan, yalnızca zor etkisi ile de martensitik faz dönüşümü olayının gerçekleşebileceğini göstermiştir. Uygulanan zor, dönüşüm miktarını artırabileceği gibi M_s ve A_s sıcaklıklarını da değiştirir. Soğutma ile elde edilen martensite fazın başlama sıcaklığı M_s iken plastik zor uygulandıktan sonra soğutma ile elde edilen martensite fazın başlama sıcaklığı M_s sıcaklığından daha büyük olan M_d sıcaklığına yükselir.

Plastik zorun etkisi ile ters dönüşümün gerçekleştiği sıcaklık olan A_s sıcaklığı da A_d değerine düşer. Eğer M_d ve A_d plastik zorlarla aynı değeri almıyorsa, her iki fazın dengede bulunduğu sıcaklık olarak tanımlanan T_0 sıcaklığı;

(2.1)

şeklinde verilebilir.

Sonuç olarak, martensitik faz dönüşümü olayı; ısı değişimi ve bozulma ile veya ana faza her iki etkinin beraber uygulanması ile oluşabilmektedir. Ayrıca alaşım içerisinde sıcaklık ve deformasyon etkisi dışında, manyetik alan etkisi ile de martensite fazın oluşturulabileceği ve manyetik alan etkisi ile oluşturulan martensitik faz dönüşümünün olabilmesi için yaklaşık 50 Gauss'luk bir manyetik alan uygulamak gerektiği belirtilmiştir. Ayrıca Korenko yapmış olduğu doktora çalışmasında yüksek manyetik alan etkisi ile paramanyetik austenite'nin ferromanyetik martensite dönüştüğünü göstermiştir (27).

Kısaca martensitik dönüşüm olayı, ana faz (austenite) 'in belirli bir hacminin belirli bir sıcaklıkta ürün faz (martensite) geçişi şeklinde ortaya çıkar ve bu ilk geçişi takiben oluşumu gerçekleştiren fiziksel etken sürdürülmez ise, başka bir dönüşüm gözlenmez. Bu gözlem, martensite kristallerinin oluşumunun atomik büyüklükler düzeyinde yer değiştirerek büyümelerinin

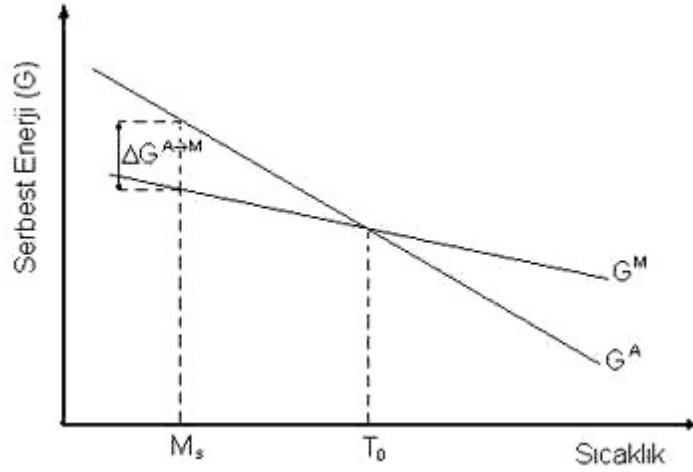
atomların birlikte bir konumdan diğerine geçmesi ile ortaya çıktığını gösterir. Burada tanımlandığı şekli ile martensitik dönüşümlerde kristal yapılar arasındaki geçiş için kristal örgü bozulması gerekir (28).

2.5. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri

Bir atom veya molekül topluluğu homojen dağılımda olabilir veya olmayabilir. Bu atomlar topluluğunun, homojen kısımları faz olarak adlandırılır (20). Faz, termodinamik bir denge halidir. Metal ve metal alaşımlarının çeşitli denge hallerindeki içyapıları, termodinamik kanunların kontrolü altında olup, kullanılan maddenin atomları ve molekülleri gibi küçük elemanlarının toplamı, termodinamik sistemi meydana getirir. Böyle bir sistem, çevreden yalıtılmış olarak kendi iç şartları içinde yeteri kadar bekletilirse kararlı hale gelir. Bu duruma denge hali denir. Denge haline gelmiş herhangi iki sistem, kendi içlerinde homojendirler. Oysaki bu iki sistem bir arada bulunduğu zaman heterojendir. Bu şekilde heterojen bir sistem homojen kısımlarına ayrılabilirse, böyle gruplara sistemin fazları denir (2). Metal ve metal alaşımları ısıtıldığında veya soğutulduğunda kimyasal serbest enerjide değişme meydana gelir. Bu değişim ile yeni bir yapı oluşur. Termal etki sonucu austenite ve martensite fazların termodinamik olarak dengede oldukları sıcaklık denge sıcaklığı (T_0) olarak adlandırılır. Austenite fazdan martensite faza dönüşümün başladığı sıcaklık, martensite başlama sıcaklığı (M_s) ve martensite faz dönüşümünün tamamlandığı sıcaklık ise martensite bitiş sıcaklığı (M_f) olarak tanımlanır. Martensite fazın austenite faza tekrar dönüştüğü sıcaklık, austenite başlama sıcaklığı (A_s) olarak adlandırılır.

Termodinamik etkenlerle oluşturulan martensitik dönüşümlerde, dönüşüm soğutma hızından bağımsız olarak M_s ' de başlar ve M_f sıcaklığında sona erer. M_s ve M_f sıcaklıkları alaşımın ısısal ve mekanik geçmişi ile kompozisyonuna bağlıdır. Demir bazlı alaşımlarda alaşım içerisindeki elementlerin (karbon, nikel, manganez ve molibden gibi) oranları arttıkça, M_s ve M_f sıcaklıklarının nerede ise doğrusala yakın bir değişimle azaldığı deneysel gözlemlerle kanıtlanmıştır (28).

Austenite yapıdan martensite yapıya dönüşümün başlayabilmesi için, austenite fazın sıcaklığı, her iki fazın kararlı bulunduğu T_0 denge sıcaklığından, M_s sıcaklığına düşürülmelidir. Denge sıcaklığı T_0 'da her iki fazın serbest enerjileri eşit olduğundan, serbest enerji farkları sıfırdır. Termodinamiğin minimum enerji kuralına göre; bir sistem değişik durumlara izin verirse, sistem bu durumlardan en düşük serbest enerjili olanını seçer. O halde, T_0 denge sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda serbest enerji farkı sıfırdan büyük ve martensite fazın serbest enerjisi daha küçük olduğundan, martensite faz daha karardır. T_0 denge sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçüktür ve austenite faz daha karardır.



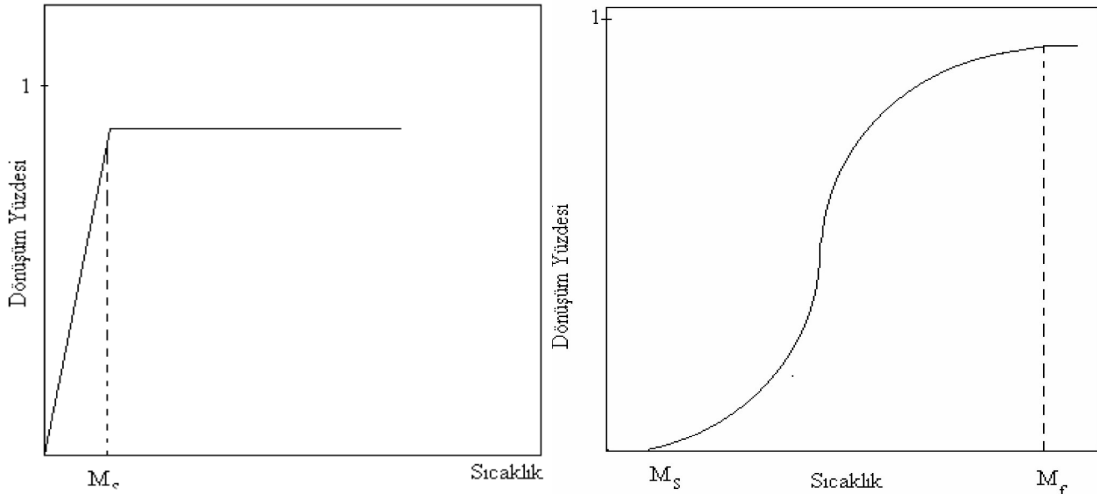
Şekil 2.1. Austenite ve martensite fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi (5).

Sıcaklık T_0 'dan M_s 'ye düşürüldüğü zaman ortaya çıkan serbest enerji değişimi ΔG olarak tanımlandığında, dönüşümü oluşturacak sürücü kuvveti açığa çıkarır ve dönüşümü gerçekleştirir. Şekil 2,1'de görüldüğü gibi, T_0 denge sıcaklığının altında martensite faz kararlı iken, bu sıcaklığın üzerinde austenite faz kararlıdır. Dönüşümün başlayabilmesi için gerekli olan fiziksel etkinin yanı sıra alaşımın kompozisyonu ve içerisinde bulunan elementlerin miktarı önemli bir etkiye sahiptir (20,23). Martensitik faz dönüşümlerinin diğer önemli özelliği; tersinir olmalarıdır. Düşük sıcaklıklarda oluşan martensite faz, yüksek sıcaklıklara kadar ısıtıldığında yeniden austenite faza dönüşebilir. Martensite yapıdan, austenite yapıya tersinir dönüşümün olabilmesi için, (T_0 - A_s) sıcaklık değişimi ile ortaya çıkacak bir serbest enerji değişiminin ortaya çıkması için kristalin sıcaklığının artırılması gerekir (2,23).

Martensite faz dönüşümlerinin kinetik özelliklerini belirlemek amacıyla yapılan çalışmalar sonucu, atermal ve izotermal özellikli iki değişik martensite oluşumunun varlığı görülür (2,29).

Atermal özellikli martensitik faz dönüşümlerinde, dönüşüm çok yüksek hızlarda patlama şeklinde tamamlanır. Bu tür dönüşümlerde martensite fazın oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha düşük sıcaklıklarda yine patlama şeklinde yeni martensite'ler oluşabilir, fakat daha önce oluşan martensite'ler daha düşük sıcaklıklarda hacimce büyüme göstermezler. Bunshah ve Mehl (34), Fe bazlı alaşımlarda termal etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} sn' de ortaya çıktığını belirlemişlerdir. Atermal özellik gösteren dönüşümlerin kinetik özellikleri; dönüşüm miktarının zamandan bağımsız olması, dönüşüm hızının sıcaklığa bağlı olmaması, soğutma ile elde edilen ürün fazın yüksek sıcaklıkta tekrar ana faza dönüşmesi ve plastik zorlamanın dönüşümü etkilemesi olarak sıralanabilir (2,4,23,30).

Bazı alaşımlarda ise, martensite yapının oluşumu izotermal ve gözle görülebilecek kadar yavaş olabilir (28). Bu tür dönüşümlerde, M_s sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabilir ve daha önce oluşan martensite kristalleri hacimce bir büyüme gösterebilir. Fe–C–Mg, Fe–Ni–Mn, gibi alaşımlarda izotermal reaksiyonlar gözlenmiştir (28).



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

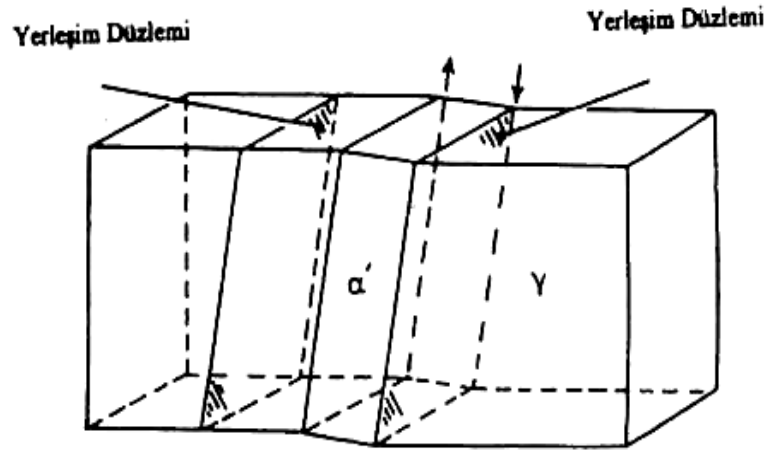
b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi

Martensitik dönüşümün atermal veya izotermal olması materyalin kimyasal kompozisyonuna bağlıdır (3). Bazı Fe bazlı alaşımlarda atermal ve izotermal tip dönüşümlerin her ikisi birden görülebilir (3). Fe-Ni-Mn ve Fe-Ni-Cr alaşımları hem izotermal hem de atermal özellik gösteren tipik alaşımlardır.

2.6. Martensitik Dönüşümlerin Yapısal ve Kristalografik Özellikleri

Martensitik dönüşümler genel olarak iki ana özellikte bahsedilir. Birincisi difüzyonsuz bir şekilde düzenli olarak atomların birlikte hareketini içeren büyüme mekanizması ikincisi ise dönüşüm bölgelerinde yüzey rahatlaması olarak kendini gösteren şekil değişimidir (31). Dönüşümün difüzyonsuz doğası kristalografik olarak dikkat çekici bir oluşum şekli gösterir. Atomların komşuluklarını değiştirmeden birlikte hareketi sonucu, tüm yapı bir kristal yapıdan bir başka kristal yapıya geçer. Kristal yapıda gözlenen bu değişim homojen örgü deformasyonu sonucu gerçekleşir ve kristalin dış yüzeyinde kolayca gözlenebilecek bir bozulma ile kendini gösterir (3,31). Dönüşüm esnasında austenite yapıdaki doğrultular martensite yapıdaki farklı doğrultulara ve düzlemlerde farklı düzlemlere dönüşür (Şekil 2.3). Böylece, austenite ve martensite kristal yapıların bazı düzlem ve doğrultuları arasında belirli açılar gözlenir ve bu ilişkiden iki yapı arasında kristalografik dönme bağıntısı (orientation relationship) ortaya çıkar. Bu bağıntı, alaşımın

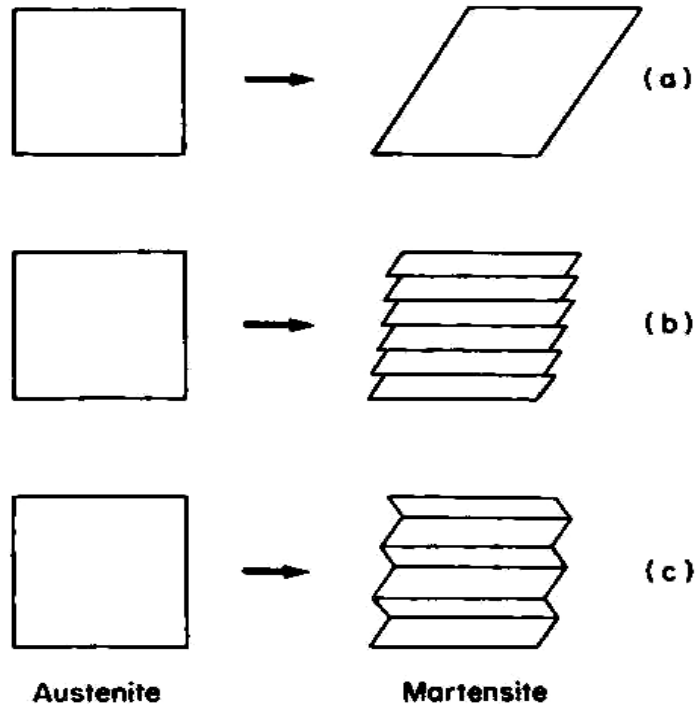
kompozisyonu ve dönüşüm sıcaklığına bağlı olarak değişebildiği gibi her iki yapının birim hücre eksenleri arasındaki açısal ilişki ile de belirlenebilir. Ayrıca martensitik dönüşümde, iki kristalografik yapı arasında sınır özelliği taşıyan ve alışım düzlemi(habit düzlemi) olarak adlandırılan dönmemiş ve bozulmamış bir düzlemin varlığı kendini gösterir (Şekil 2.3). Bu düzlem, her iki austenite ve martensite yapısında karakteristik düzlemi olup iki yapı arasında bulunan yönelim bağıntısını verir (31).



Şekil 2.3. Martensite dönüşümünün difüzyonsuz doğasına bağlı düzlem ve doğrultularındaki değişim ve yerleşim düzlemi

Dönüşümde atomların beraber hareketleri sonucunda oluşan şekil bozulması, plastik bir deformasyonun varlığını kanıtlar. Plastik bozulmada çizgisel yapı kusuru olan dislokasyonların oluşumu ve hareketlerinin büyük rolü vardır. Plastik deformasyon sonucu zor ile zorlanma arasında mekanik bir denge kurulur ve böylece dönüşüm tamamlanır. Bu tamamlayıcı deformasyon, dislokasyonların hareketi ile oluşturulabilir. Bu şekilde, tam (perfect) dislokasyonların hareketi sonucu kayma türü, parçal (partial)

dislokasyonların hareketi ile de yığılım kusuru (stacking fault) veya içsel ikizlenme (internal twin) türü, yapısal bozukluklar ortaya çıkar (3).



Şekil 2.4. Martensitik dönüşümlerde deformasyon türleri(tamamlayıcı kesme) **a)** Örgüyü değiştirmeyen kesmeye sahip olmayan örgü deformasyonu, **b)** Kayma türü örgü deformasyonu (dislokasyonlar ve yığılım hataları), **c)** İkizlenme kesme deformasyonu (37)

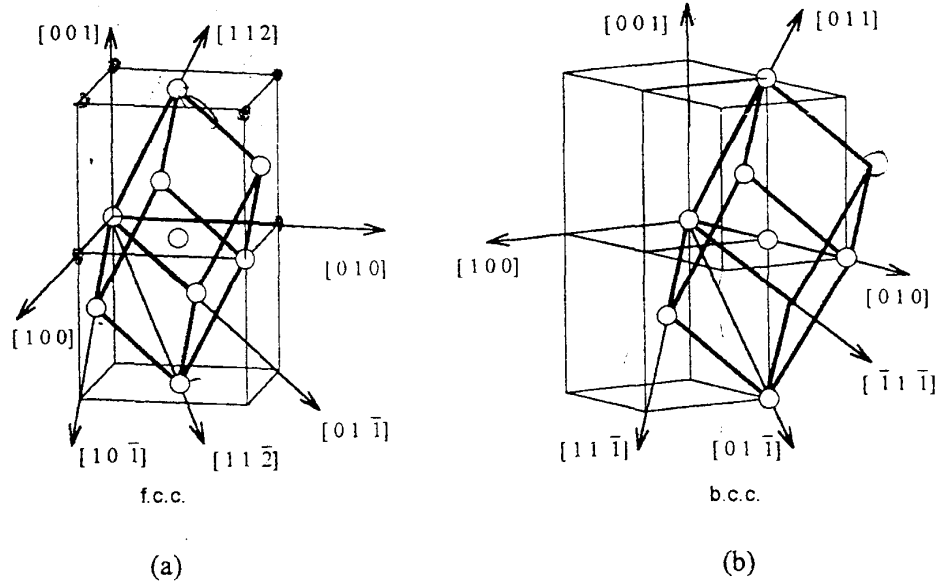
Kristalografik açıdan dönüşüm olayını ele aldığımızda; martensitik faz dönüşümlerinin örneğin, yüzey merkezli büyük yapıdan (f.c.c) , hacim merkezli kübik yapıya (b.c.c) dönüşüm şeklinde gerçekleşmesi durumunda, plastik deformasyon oldukça büyük olup, çok miktarda kayma türü yapısal kusur ile birlikte ortaya çıkar. Bununla beraber kayma deformasyonu yerine ikizlenme deformasyonu da gözlenebilir.

Dönüşüm sıcaklığı düşük alaşımlarda ikizlenme türü hacimsel yapı bozuklukları daha sık olarak ortaya çıkmaktadır. Bu tür kusurların yanı sıra dislokasyonlar ve bunların hareketi sonucu ortaya çıkan, düzlemsel özellikli yığılım kusurları da söz konusudur.

Martensite ürün fazı atomların toplu hareketi sonucu ortaya çıktığından doğal olarak beraberinde bir kristal bozulmasını taşır ve dislokasyon yığılım kusuru, ikizlenme gibi örgü kusurları dönüşümde önemli rol oynarlar.

Bir kristalografik yapıdan diğerine dönüşüm şeklinde gerçekleşen martensitik faz dönüşümleri, genelde yüzey merkezli kübik (f.c.c) yapıdan hacim merkezli (b.c.c veya b.c.t.) yapıya, f.c.c yapıdan sıkı paketlenmiş hegzagonal (h.c.p) yapıya veya b.c.c yapıdan h.c.p yapıya dönüşüm şeklinde gerçekleşir. Bu dönüşümlerden en çok bilineni, genellikle Fe bazlı alaşımlarda görülen f.c.c yapıdan b.c.c yapıya dönüşüm şekli olup, bu tür bir dönüşüm kristalografik olarak kesme mekanizması ile gerçekleşir (1).

Yani; dönüşüm sonucunda ana ve ürün kristal yapıların bazı düzlem ve doğrultuları arasında belirli açılar gözlenir ve bu ilişki kristalografik dönme bağıntısını ortaya çıkarır (1).



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

Genellikle düşük sıcaklıkta rastlanan ikizlenme olayında kristalin bir kısmı bir düzlem boyunca makaslanarak ilk yapıya göre ayna görüntüsüne dönüşür. Bu tür kusurların yanı sıra dislokasyonların hareketi sonucu ortaya çıkan düzlemsel özellikli yığılım kusurları da söz konusudur (1).

Söz konusu yapılar arasındaki kristalografik dönme bağıntıları dikkate alındığında, bir yapıdan diğerine, birim örgü hücresindeki atomların küçük yer değiştirmeleri ile kolayca geçilebileceği görülür.

2.7. Martensitik Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri

Martensitik faz dönüşümünde; atomların komşuluklarını koruyarak, bir kristal yapıdan diğerine nasıl geçebileceğini gösteren ilk kristalografik model Bain tarafından 1924 yılında ortaya atılmıştır. Bain tarafından ortaya atılan bu ilk model, uzun yıllar austenite-martensite faz dönüşümlerinin kristalografisini açıklamada yeterli sanılmıştır. Ancak daha sonra çeşitli araştırmacılar, dönüşümün bu kadar basit olmadığını gösterdiler (32). Dönüşüm sırasında ortaya çıkan makroskobik bir şekil değişimi yanında, martensite'in değişmeyen belli bir alışım (habit) düzlemi ile ana ve ürün fazlar arasında belirli bir dönme bağıntısı vardı.

Atomlar tümü ile harekete başlayınca, iki kristal yapı arasında sınır özelliği taşıyacak değişime uğramamış bir yüzey kalmayacağından, Bain modeli austenite-martensite sınırını belirleyemezdi. Bununla birlikte, martensite dönüşen austenite kristal hacminde büyümeyi içeren bir şekil değişimi bulundu. Dönüşümden önce austenite kristalinin yüzeyine çizilen doğru şekilli karşılaştırma çizgileri irdelendiğinde, martensite dönüşen bölgelerde çizgilerin kopmaya uğramadan, sürekliliğini ve doğruluklarını koruyabildikleri, yalnızca kırılmaya uğradıkları görüldü (28). Bu gözlemler, martensite dönüşen hacmin, ana kristal ile sürekliliğini koruduğunu, ancak makroskobik boyutta düzgün dağılımlı bir şekil değişimine uğradığını kanıtlar. 1930 yıllarında Kurdjumov ve Sachs, austenite'den ferrite ve austenite'den martensite dönüşümü analiz etti. Her ne kadar dönüşümün doğasından farklı olsa da bu dönüşümlerden ilki difüzyon mekanizmasını, ikincisi kesme mekanizmasını içeriyordu. Kurdjumov ve Sachs austenite örgüye uygulanan basit kesme ile bu olguyu tanımladılar (32).

Greninger ve Troiano'nun, alıřım dzleminin austenite' nin basit miller indisli dzlemlerinden birisi olduėu řeklindeki lmlerine karřın, daha sonraki gzlemler, byk indisli dzlemlerin de alıřım dzlemi olabileceėini ispatlamıřtır (32).

Dnřm olayının Bain modeli ile aıklanamayacaėı kesinleřtikten sonra, "klasik" veya "tek bozulmalı" teoriler řeklinde de tanımlanan ilk kristalografik martensite teorileri Wechsler, Lieberman ve Read (33) ile Bowles ve Mackenzie (34,35) tarafından geliřtirildi. Bu teoriler, austenite-martensite dnřm tamamlandıktan sonra, iki kristal yapı arasında dnme ve bozulmaya uėramamıř bir dzlemin bulunabileceėini ngrr. Diėerlerinden farklı olarak, Bowless ve Mackenzie teorisine gre, alıřım dzlemi zerindeki atomların, bu dzlemde kalırken konumlarını ok kk boyutlarda yer deėiřtirdikleri varsayılır. Bu yer deėiřtirme "aılma parametresi" ile ayrı bir serbestlik derecesi ierir. Bu řekilde kullanılan matematiksel yaklařımlar farklı olmakla birlikte, iki teori de birbirinin aynısıdır (32).

Teorilere gre, Bain modeline uygun bir řekil deėiřimden sonra rn kristal yapı, kristal rgy deėiřtirmeyen bir řekil bozulmasına ve dnmeye maruz kalarak, dnme ve bozulmaya uėramamıř bir ara dzlemin oluřmasına olanak saėlar. Kristal rgy bozmayan řekil deėiřiminin ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) olabileceėi de teorilerde nerilmektedir. Sz edilen dnme ise, daha nce bulunan austenite-martensite kristalografik dnmesidir. Bylece, klasik teorilerin nerdikleri modelde; dnřm sırasında, Bain modeline uygun bir kristal yapı deėiřimi, kristal rgsn deėiřtirmeyen bir řekil bozulması ve iki kristal yapı arasında

bir dönme olduğu varsayılmıştır. W.L.R (39) ile B.M (40) bu şekilde belirlenen dönüşümün F toplam şekil değişimi teorilerinde, B Bain değişimine, S şekil bozulmasına ve R' de dönmeye karşı gelecek şekilde ve F, B, S, R nicelikleri (3x3) matrisleri ile gösterilmek üzere; $F=BSR$ şeklinde vermişlerdir. Ana ve ürün fazdaki kristallerin ilk ve son durumlarını irdelemekle birlikte, oluşum sırasında neler olduğunu açıklayamayan bu teorilerde, toplam şekil değişimini ortaya çıkaran üç bileşenin oluşum sırası belirsizdir. Daha sonra yapılan gözlemler, pek çok martensite kristalinde ikizlenmenin varlığını göstermiştir. Özellikle bazı Fe alaşımlarında, ölçülen şekil değişimi ile bu teorilerin önerdiği şekil değişimi arasında bir uyum bulunmuştur. Ancak, yine bazı Fe alaşımlarında, Bowles ve Mackenzie (40) teorisindeki açılma parametresi ile varsayılan konum değişikliğinin aksine, alışım düzleminin atomları arasındaki uzaklığın değişmediği deneysel olarak kanıtlanmıştır. Ayrıca, elektron mikroskop gözlemleri bazı martensite kristallerinde, ikizlenme ve kayma türü şekil bozulmalarının sayısının, teorilerin öngördüğünün aksine, birden çok olabileceğini göstermiştir (30). Klasik teorilerde ortaya çıkan bu aksaklıkları açıklayabilmek amacı ile Ross-Crocker (41) ve Acton-Bevis (42) aşağı yukarı aynı tarihlerde, birbirinden bağımsız olarak, "ikili bozulma" teorileri olarak tanımlanan yeni teoriler geliştirdiler. Bu teorilerde, toplam şekil değişimini oluşturan bileşenler klasik teorilerdekinin aynısı olmakla birlikte kristal örgüyü değiştirmeyen şekil bozulmasının iki tane olabileceği düşünülmüştür. Böylece, klasik teorilerde S ile verilen bir tek şekil bozulması, yeni teorilerde S_1 ve S_2 gibi iki bozulmadan oluşmaktadır. Ross-Crocker (41) ve Acton-Bevis (42) teorilerinin Bain değişimi B ve dönmeyi de R içerdiği düşünülürse, bu teorilerde toplam şekil değişimi F; $F=BS_1S_2R$

olarak verildiği görülmüştür. İki ikizlenme ve kaymanın veya bir ikizlenme ile bir kaymanın birlikte olabileceğini öne süren yeni teoriler, bazı gözlemlerle uyuma sağlamakla birlikte, {225}γ alışım düzlemlerinde martensitlerin dönme bağıntılarını bulmada başarılı olamadıkları ileri sürülmüştür (43). Bu teorilerin dışında, geliştirilen birkaç model de uygulama alanları çok dar olduğu ve genelleştirilemedikleri için konuya açıklık getirememiştir (44).

2.8. Martensitik Dönüşümlerin Tersinir Olma Özelliği

Martensitik dönüşümler belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliği gösterirler. Isısal yolla gerçekleşen martensitik faz dönüşümlerinde kristalin soğutulması anında, elektriksel dirençte ani bir değişim gözlenir. Bu değişimin başlama sıcaklığı M_s 'dir. Dönüşüm tamamlandıktan sonra tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı verilmelidir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik bir sıcaklıkta, elektriksel dirençte tekrar ani bir değişim gözlenir ve ısıtma işlemine sürdürülürse, martensite yapıdan austenite yapıya tersinir dönüşüm gerçekleşmiş olur.

Sıcaklık değişimi ile oluşan ve tersinir özellik gösteren bazı özel martensitler, termoelastik martensitler olarak adlandırılır ve genellikle az da olsa austenite kristal yapı içerisinde kayma (slip) türü kristal yapı bozuklukları içerir (3). Bu tip dönüşümlerde; martensite kristalinin büyümesi ve küçülmesi, ısısal ve elastik etkiler arasındaki bir denge sonucu oluşur.

Bazı alaşımlarda ise, uygulanan dış zor etkisiyle oluşan (stressinduced) martensitlerin de tersinir özellik gösterdikleri gözlenmiş ve bu tür martensitler elastik martensitler olarak tanımlanmıştır (36). Bu tür martensitik dönüşümlerde, sabit sıcaklıkta uygulanan zor etkisiyle oluşan

(stress-induced) martensiteler, kristal austenite başlama sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklara ısıtıldığında, ters doğrultuda zorlanma etkisiyle yeniden austenite yapıya dönüşebilir. Tersinir dönüşüm ısıtma esnasında tamamlanır ve tersinir austenite dönüşümden sonra yüksek yoğunlukta dislokasyon içerir (37). Birbirini izleyen ısıtma işlem esnasında, tersinir austenitenin yeniden kristalleşmesi yoluyla oluşum gerçekleşir. Martensite yapının plastik deformasyonu ile martensite yapı içerisinde dislokasyon yoğunluğu artar ve martensite yapı içerisinde çok miktarda kayma bandları meydana gelir. Dislokasyonlar ve kayma bandları tersinir austenite'nin oluşmasına yardımcı olur (36).

2.9. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi

Kristalin belirli bölgelerinde eksik veya düzensiz kusurları oluşturur. Farklı sebeplerle ortaya çıkan bu kristal kusurları noktasal, çizgisel, hacimsel ve yüzeysel yapı kusurları olmak üzere sıralanabilir. Yapı kusurları katının fiziksel ve mekanik davranışında önemli rol oynar (31). Kristaldeki kusur boydan boya bir çizgi olarak uzanıyorsa buna çizgisel kusur denir. Çizgisel kusurun genel olarak kullanılan ismi dislokasyondur.

Atomların toplu hareketi ile oluşan dönüşümler sonucunda meydana gelen şekil bozulması plastik bozulmanın varlığını gösterir. Kristal yapı malzemelerde, plastik şekil değiştirme büyük ölçüde dislokasyon hareketlerinden doğan kayma ile oluşur. Dislokasyonların en kolay hareket ettiği doğrultular atomların en sık dizildiği doğrultulardır (37).

2.10. Martensite Çekirdeklenmesinde Dislokasyonun Rolü

Bir kristal yapıda yapı kusuru olarak karşımıza en çok çizgisel yapı kusuru, genel ismi ile dislokasyonlar çıkar. Genel bir deyişle dislokasyon, kristal yapı içerisinde konumlarını değiştirmiş atomların oluşturduğu bir çizgidir. Bir katıda atomlar denge konumundan ayrıldıklarında yani dislokasyon meydana geldiğinde çizgi çevresinde gerilmeler meydana gelir. Böylece bir şekil değiştirme enerjisi depo edilir. (38).

Birçok araştırmacının yaptığı çalışmalardan yola çıkarak dislokasyonların martensitik oluşumun çekirdeklenme aşamasında büyük önem taşıdığı söylenebilir (6,8,20). Dislokasyonların bulunduğu bölgeler, çekirdeklenmeler için daha az bir aktivasyon enerjisi gerektirdiğinden, çekirdeklenme olasılığı bu bölgeler için en büyük değerindedir. Bu bölgelerde çekirdekler kolayca gözlenebilir. Dislokasyonlar dönüşümün çekirdeklenme miktarını artırarak M_s sıcaklığında yükselmenin gerçekleşmesini sağlayabilirler.

Martensitik dönüşüm üzerinde dislokasyonların etkisi sadece çekirdeklenme ile sınırlandırılmaz. Martensite kristallerin büyüme aşamasında çekirdek üç boyutta genişleyerek ürün martensite kristali oluştururken dislokasyonlar bu oluşuma, doğrultusuna göre bazen kolaylaştırıcı bazen de engel olucu etki yaparlar. Yani zayıfta olsa dislokasyonların çekirdeğin büyümesini durdurma gibi bir ihtimali de vardır. Bu şekilde austenite-martensite faz dönüşümünü engelleyebildiği gibi martensite-austenite dönüşümünü de engelleyebilir (2,25).

2.11. Martensitik Dönüşümlerde Noktasal Kusurların Etkisi

Temel nokta kusurları üç başlıkta şu şekilde gruplandırılabilir; boşluklar, ara yer atomları ve safsızlık atomları. Bu kusurlar çevrelerinde bir gerilme alanı oluştururlar. Bununla birlikte atomsal difüzyonu kolaylaştırırlar (31). Martensitik dönüşüm olayında boşluklar önemli etkiye sahiptir. Bir metal yüksek sıcaklıklarda daha yüksek yoğunlukta boşluk içerir. Ana fazda yüksek yoğunlukta boşlukların bulunması hızlı soğutma sürecinde M_s sıcaklığını meydana getirir. Bunun sayesinde martensitik dönüşüm oluşur. Boşluklar, dönüşümün daha kolay gerçekleşmesini sağlar. Bilindiği gibi bir atom boşluk bölgesinde daha hareketlidir. Bu nedenle daha küçük bir sürücü kuvvet dönüşümü meydana getirebilir ve martensite çekirdeklenme ve büyüme oluşumu daha kolay olabilir. Numune daha yüksek sıcaklıklardan hızlı soğumaya bırakıldığında boşlukların yoğunluğundaki artışla beraber M_s sıcaklığı yükselir ve dönüşüm miktarı artar. Ayrıca bir alaşımlama elementi, ana fazın boşluk yoğunluğunu etkileyebileceği için bu elemente bağlı kimyasal serbest enerjideki bir değişimle de martensitik dönüşüm etkilenir (3,31).

2.12. Martensitik Dönüşümlerde Dış Zor Etkisi

Bazı alaşımlarda zorun etkisi ile martensitik dönüşümler oluşabilir. Uygulanan bir dış zor austenite yapı martensite yapıya dönüşebileceği gibi bazen martensite yapı başka bir martensite yapıya da dönüşebilir. Dolayısıyla dışarıdan uygulanan bu zorlar ana fazın bozulmasına yol açacağı için martensite oluşumu ile mekanik zor arasında fiziksel bir ilişkinin varlığından söz edilebilir (2).

Bir martensitik dönüşüm için zorun uygulanma sıcaklığının, M_s sıcaklığının üstünde olması çok önemlidir. Bu sıcaklığın üzerinde bir sıcaklık aralığında austenite faza veya austenite-martensite her iki fazın karışımına uygulanan zor, dönüşüm için bir tetikleme işlevi görür. Bu şekilde oluşan bir dönüşüm, termal etkiyle önceden oluşmuş çekirdeklenme yerlerinde fakat zor etkisiyle gerçekleşir. Yani, uygulanan zor ile yeni çekirdeklenme oluşmaz ancak zor öncesi var olan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensite, zor-etkili martensite (stress-induced) olarak isimlendirilir. Eğer dönüşüm, plastik deformasyon ile ve yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu durumda oluşan martensite, zorlanma-etkili martensite (strain-induced) olarak tanımlanır. Zor-etkili ve zorlanma-etkili martensiteler birbiriyle karşılaştırıldığında her ikisi de zor etkisi ile oluşmasına karşılık çekirdeklenmelerinin farklı olduğu anlaşılır.

Bugüne kadar birçok alaşım sisteminde zor etkisi incelenmiştir. Bunlardan en yaygını çeliklerdeki dönüşümdür. Fe-Cr-Ni alaşımında martensite miktarının zorlanmaya göre değişimi incelenerek zorlanma miktarı arttıkça martensite miktarının arttığı görülmüştür. Fe-bazlı birçok alaşımında uygulanan plastik deformasyon altında zorlanma-etkili (strain-induced) martensite gözlenmiştir (3,39). Öte yandan zorlanma-etkili martensitenin genel olarak termal-etkili martensitelerden farklı olduğu görülmüştür. Ayrıca zorlanma-etkili martensitenin, mekaniksel özellikleri etkilediği bilinmektedir (3). Bununla birlikte uygulanan dış zor altında martensite oluşmuş alaşımlarda yüksek zor etkisi nedeniyle sık sık kırılma yüzeyi görülür. Bu yüzeyde austenite tamamen martensite dönüşmüştür (3).

2.13. Martensitik Dönüşümlerde Manyetizmanın Etkisi

Katıhal fiziğinin önemli bir konusu olan manyetizma, aynı zamanda kuantum mekaniğinin ayrılmaz bir parçasıdır. Termodinamik dengede bulunan bir sistemde manyetik alan etkisi ile manyetik moment oluşması mümkün değildir. Manyetizma elektronların spin ve yörüngesel momentlerin bir çizgi gibi düzgün şekilde dizilmelerinin ve alanın sebep olduğu özel Larmor hareketinden doğmaktadır. Yani serbest bir atomun manyetik momenti öncelikle üç sebepten ortaya çıkar: elektronların sahip oldukları spinden, yörünge etrafındaki açısal momentumundan ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentinden. Bu etkenlerden ilk ikisi mıknatıslanmaya "paramanyetik", üçüncüsü ise "diyamanyetik" olarak katkıda bulunur. Paramanyetik ve ferromanyetik sürekli dipol momentli atomlara sahiptir. Diyamanyetik maddelerin atomları ise sürekli dipol momente sahip değildir. Manyetizasyonu (\vec{M}) ise birim hacimdeki net manyetik momentin ölçüsüdür. Ferromanyetizma, kristalde karşılıklı etkileşme değişiminden meydana gelmiştir. Bu manyetik momentlerin birbirlerine paralel olarak çizgisel sıralanmalarına sebep olur.

2.14. Manyetizmanın Temeli

Manyetizasyon, birim hacimdeki net manyetik momenttir. Bir maddenin toplam manyetik alanı, maddenin mıknatıslanmasına ve ona uygulanan dış alana bağlıdır. İçinden akım geçen içi boş bir toroid sargısının içinde akım tarafından oluşturulan manyetik alan B_0 olsun. Eğer bu sargı içi bölgeye manyetik bir çekirdek madde konursa ve bu çekirdek maddenin oluşturduğu manyetik alan da B_m ise, bu kez oluşturulan toplam manyetik alan değeri

olacaktır. Diğer taraftan M mıknatıslanma vektörü cinsinden $B_m = \mu_0 M$ olarak ifade edilir. Burada H manyetik alan şiddeti olmak üzere

$$B = \mu_0 (M + H) \quad (2.2)$$

eşitliğiyle tanımlanır. B ' yi veren tüm bağıntılarda boşluğun manyetik geçirgenlik katsayısı μ_0 , I akım şiddeti ve akımın şekline bağlı geometrik çarpanlar bulunmaktadır. Bu bağıntıların μ_0 ' a bölünmesiyle oluşan bağıntıya manyetik alan şiddeti denir ve bu alan H sembolüyle gösterilir. Buna göre boşlukta yani manyetik maddelerin bulunmadığı bir ortam için veya bir bobin içinde bir çekirdek madde yoksa,

$$B = \mu_0 H \quad (2.3)$$

H manyetik alan şiddetinin SI deki birimi A / m dir. Buradan içinde manyetik maddeden çekirdek bulunan bir kangalın oluşturduğu toplam manyetik alan akı yoğunluğu

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (2.4)$$

bağıntısı elde edilir. SI birim sisteminde H ve M ' in boyutları A/m dir.

Genellikle paramanyetik ve diamanyetik maddelerde ve maddelerin çoğunda M mıknatıslanması, H alan şiddetiyle orantılıdır. Buna göre bu tür maddelerde,

$$\mathbf{M} = \chi \mathbf{H} \quad (2.5)$$

bağıntısı geçerli olur. Burada χ niceliğine maddenin alınganlığı (süseptibilite veya duygunluk) denir ve boyutsuzdur. Paramanyetik maddelerde χ pozitifdir ve \mathbf{M} vektörüyle \mathbf{H} vektörü aynı yönlüdürler. Madde diamanyetik ise χ negatiftir ve \mathbf{M} ile \mathbf{H} ters yöndedirler. \mathbf{M} ile \mathbf{H} arasındaki lineer bağımlılık ferromanyetik maddeler için geçerli değildir.

$$(2.6)$$

Ve

$$\mu = \mu_0 (1 + \chi) = \frac{\mathbf{B}}{\mathbf{H}} \quad (2.7)$$

olarak alınırsa,

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{H}$$

$$(2.8)$$

elde edilir. μ sabitine maddenin geçirgenliği adı verilir. Maddelerin μ geçirgenlikleri, μ_0 serbest uzayın geçirgenliği olmak üzere göre aşağıdaki gibi,

Paramanyetik maddelerde $\mu > \mu_0$

Diamanyetik maddelerde $\mu < \mu_0$

Ferromanyetik maddelerde $\mu \gg \mu_0$

ayrılırlar.

Paramanyetik ve diamanyetik maddeler için χ çok küçük olduğundan bunların μ değeri yaklaşık olarak μ_0 'a eşittir. Ferromanyetik maddelerde M , H ' ın lineer fonksiyonu değildir. Bunun nedeni μ nün maddenin karakteristik özelliği olmaması ve onun önceki durumuna ve geçirdiği işlemlere bağlı olmasıdır.

Diğer taraftan maddenin geçirgenliğinin serbest uzayın geçirgenliğine oranına bağlı manyetik geçirgenlik μ_r adı verilir. Buna göre;

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} = 1 + \chi = \frac{\mathbf{B}}{\mathbf{B}_0} = \frac{\mathbf{B}}{\mu_0 \mathbf{H}} \quad (2.9)$$

olacaktır.

2.15. Manyetizma Türleri

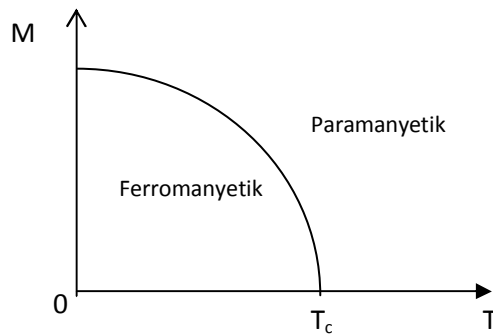
2.15.1. Diyamanyetizma

Atomları sürekli manyetik dipol momente sahip olmayan maddelere diyamanyetik denir. Manyetik alan uygulamasıyla elektriksel değişmeden oluşur. 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. İki elektronunun manyetik momentlerinin büyüklükleri eşit fakat yönleri zıt olduğundan birbirlerini yok ederler ve atomun dipol momenti sıfır olur. Elektronların manyetik momentleri birbirlerini

yok etmezler ve madde manyetik alana zıt yönde net bir dipol moment edinir. Süper iletkenler kritik sıcaklıkların altında öz direnci sıfır olan maddelerdir. Süper iletkenlerin mükemmel diyamanyetik özellik gösterdiklerini biliyoruz. Sonuçta süper iletken içindeki manyetik alanı sıfır olacak şekilde uygulanan alanı dışlar(40).

2.15.2. Paramanyetizma

Paramanyetizma pozitif fakat küçük manyetik duyunluğa sahiptir. Sürekli manyetik dipol momenti olan atomların varlığından kaynaklanır. Bu dipoller çok zayıf etkileşimde bulunur. Atomlar ancak çizgisel şekilde sıralandıklarında bir manyetik etki gösterebilir. Paramanyetik çok düşük sıcaklıklarda manyetik alan uygulaması sonucu çok kolay manyetik alan doğrultusunda dizilirler. Ferromanyetik bir maddenin kendiliğinden Curie sıcaklığı denen bir kritik sıcaklığa geçtiği zaman madde paramanyetik duruma geçer. Curie sıcaklığı altında, manyetik momentler paralel olarak dizildikleri için madde ferromanyetikdir. Curie sıcaklığının üstünde ısısal enerji dipolleri gelişigüzel yönelirler, bu yüzden madde paramanyetik olur (49).



Şekil 2.6. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi

2.15.3. Ferromanyetizma

En çok bilinen ferromanyetik malzemeler oda sıcaklığında Fe, Ni ve Co gibi geçiş elementleridir. Bunlar ferromanyetik olup kritik sıcaklıklar altında düzenlendiklerinde negatif momente sahiptir. Ferromanyetik malzemelerin manyetik özellikleri Curie sıcaklığı olarak bilinen kritik bir sıcaklıktan sonra bozulur ve malzeme paramanyetik olur. Ferromanyetik maddeler sürekli mıknatısların yapımında kullanılır. Bu tür maddeler, zayıf bir dış manyetik alan içinde bile birbirine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik manyetik dipol momentlere sahiptirler. Bir kere momentler paralel hale getirildikten sonra, dış alan atomdan kaldırılrsa bile madde mıknatıslanmış olarak kalacaktır. Bu sürekli yönelim, komşu olan manyetik momentler arasındaki kuvvetli bir etkileşimden kaynaklanır. Domain, bir manyetik malzemenin farklı yönlerde manyetize olmuş bölgelerdir (40).

2.16. Alaşımlarda Kullanılan Elementlerin Özellikleri

2.16.1. Demir (Fe)

Atom numarası 26 olan bir elementtir. Simgesi Fe'dir (Lat. Ferrum dan). Demir, yerkabuğunda en çok bulunan metaldir. Yerkürenin merkezindeki sıvı çekirdeğin de tek bir demir kristali olduğu tahmin edilmekle birlikte, demir nikel alaşımı olma ihtimali daha yüksektir. Dünyanın merkezindeki bu kadar yüksek miktardaki yoğun demir kütesinin dünyanın manyetik alanına etki ettiği düşünülmektedir. Demir metali, demir

cevherlerinden elde edilir ve doğada nadiren element halde bulunur. Metalik demir elde etmek için, cevherdeki safsızlıkların kimyasal redüksiyon yoluyla uzaklaştırılmaları gerekir. Demir, aslında büyük ölçüde karbonlu bir alaşım olarak kabul edilebilecek olan çelik yapımında kullanılır. Demir, karbonla birlikte 1420–1470K sıcaklığa kadar ısıtıldığında oluşan sıvı ergiyik %96,5 demir ve %3,5 karbon içeren bir alaşımdır ve dökme demir veya pik olarak adlandırılır. Demir, tüm metaller içinde en çok kullanılanıdır ve tüm dünyada üretilen metallerin ağırlıkça %95'ini oluşturur. Düşük fiyatı ve yüksek mukavemet özellikleri demiri, otomotiv, gemi gövdesi yapımı ve binaların yapısal bileşeni olarak kullanımında vazgeçilmez kılar.

2.16.2. Mangan (Mn)

Mangan veya Manganez atom numarası 25 olan element. Simgesi Mn'dir. 1774 yılında keşfedilmiştir. Periyodik tablonun 7-B grubunda yer alır. Grimsi metal renklidir. Doğada bileşiminde manganez bulunan 300'den fazla mineral bulunmakla birlikte, "U.S. Bureau of Mines"a göre en az %35 mangan içeriğine sahip cevherler "manganez cevheri" olarak adlandırılmaktadır. Önemli mineralleri; pirolüsit (MnO_2), psilomelan ($BaMn_9O_{18} \cdot 2H_2O$) Manganit ($Mn_2O_3 \cdot H_2O$), Braunit ($3 Mn_2O_3 \cdot MnSiO_3$), Rodokrozit ($MnCO_3$), Hausmanit ($MnMn_2O_4$) dir. Manganez cevheri, içerdiği manganez miktarına göre manganezli demir (%5-10 Mn), demirli manganez (%10-35 Mn) ve manganez cevheri (%35'den fazla Mn) olarak sınıflandırılırlar. Kullanım alanlarına göre; metalürjik manganez cevheri (%46-48 Mn), batarya sanayi manganez cevheri (%78-85 MnO_2), kimya sanayi

manganez cevheri (74-84 MnO₂) ve diđer amaçlarda kullanılan manganez cevheri olarak sınıflandırılır. Türkiye’de manganez kullanım alanları Dünyadaki kullanım alanlarıyla paralellik gösterir. Ülkemizde tüketilen manganezin %95’e yakını parça manganez cevheri ve alaşımları şeklinde demir çelik sanayinde kullanılır. Geriye kalan %5 kadarı ise kimya sanayinde kullanılır.

2.16.3. Molibden (Mo)

Molibden, periyodik cetvelde atom numarası 42, ve simgesi Mo olan elementtir. (Lat. *Molybdaenum*, Fr. *Molybdéne*, Alm. *Molybdän*). Molibden geçiş metallereinden olup saf halde gümüşümsü beyaz renkli ve çok serttir. Ergime sıcaklığı oldukça yüksektir. Az miktarda ilavesiyle çeliğin daha da sertleştirilmesi sağlanabilir. Molibden bitkilerin beslenmesinde de önemli olup bazı enzimlerde yer alır. İsveçli kimyacı Carl Wilhelm Scheele 1778’de, o döneme değin bir kurşun cevheri ya da grafit olduğu sanılan mineralin (molibdenit) bilinmeyen bir metalin sülfür bileşiğı olduğunu gösterdi. İsveçli kimyacı Peter Jacob Hjelm de 1782’de molibdeni metal halinde ayırdı ve Yunanca "kurşuna benzer" anlamına gelen *molybdos* sözcüğünden esinlenerek adlandırdı. Molibden, wulfenit (PbMoO₄) veya powellit (CaMoO₄) gibi minerallerde bulunursa da, asıl ticari molibden kaynağı molibdenittir. Molibden doğrudan madencilik yoluyla ve bakır madenciliğı sırasında yan

ürün olarak ta elde edilebilir. Molibden, cevherlerinde %0.01 den %0.5 e değişen miktarlarda bulunur. Dünya molibden madenciliğinin yaklaşık yarısı ABD'de (Phelps Dodge Corporation) yapılmaktadır.

Kimyasal özellikleri bakımından krom ve wolfram ile benzerlik gösteren molibden; yüksek ergime ve kaynama noktası, yüksek ısı dayanımı, yüksek ısı iletkenliği ve düşük termal genleşme gibi üstün özelliklere sahiptir. Molibden 2623°C de ergir. Bu özelliği ile metaller arasında altıncı sırayı alır. 4639°C de kaynayan molibden, soğukta havadan etkilenmez, akkor halindeyken oksitlenir, nitrik ve sülfürik asitlerden etkilenir, yüksek sıcaklıkta su buharını ayrıştırır. Molibden'in yoğunluğu 10,28 gr/cm³ tür. Üretilen molibdenin üçte ikisinden fazlası alaşımlarda kullanılır. Bu alaşımlardan en önemlileri; yüksek mukavemetli alaşımlar ve yüksek sıcaklık çelikleridir. Hastelloy gibi bazı molibden içeren alaşımlar, ısı ve korozyon dayanımı yüksek alaşımlardır. Molibden, uçak ve füze parçalarının yapımında ve ayrıca filamanlarda kullanılır. Petrol endüstrisinde, petrol ürünlerinden organik sülfürün uzaklaştırılmasında, katalizör olarak kullanılır. Mo-99 nükleer izotop endüstrisinde kullanılır. Molibden sarısı olarak bilinen pigment, kırmızımsı sarıdan parlak kırmızıya değişik renkler vermekte olup boya, mürekkep, plastik ve kauçuk bileşenlerinde kullanılır. Molibden sülfür (MoS₂) özellikle yüksek sıcaklıklarda iyi bir yağlayıcıdır. Molibden ayrıca, ince film transistörlerin iletken metal tabakaları gibi bazı elektronik uygulamalarda da kullanılır.

Saf metal halindeki molibden, tel, şerit, çubuk veya levha şekline getirilerek, dirençli ısıtma elemanlarının hazırlanmasında veya karbon ve

oksijen etkisiyle bozulduğu için koruyucu bir atmosfer altında, ateşe dayanıklı fırın parçalarının yapımında kullanılır. Bu parçalar 1700°C ye kadar çıkabilirler. Elektrik ve elektronik sanayinde, filaman elektrot lamba yuvaları, valflar ve redresör lambaları yapımında tüketilir. Molibdenli özel çeliklerde ise bu metal, nikel, krom ve vanadyumun dışında mekanik özellikleri (çeliğin sertliğinin ve çekme direncinin artması, kırılma dayanımının azalması) arttırmak ve yapılacak ısı işlemleri kolaylaştırmak için kullanılır. %3 Ni ve %0.7-1 Cr içeren çeliklere %0.3 oranında molibden katılması, su verildikten sonra 500°C de menevişleme sırasında, bu çeliklerin kırılma dayanımını (Kropp hastalığı) azaltır. Molibden, bazı çeliklerde nikel, wolfram gibi pahalı veya ender bulunan elementlerin yerini alır. Hızlı takım çeliklerinde normal olarak %18 oranında bulunan wolfram yerine, tamamen veya kısmen, %7 oranında molibden kullanılır. Özel dökme demirlere mekanik direncin artırılması ve bileşimdeki grafit parçacıklarının giderilmesi için genellikle %0.3 oranında (en çok %2) molibden katılır. Molibden, değişik niteliklerdeki birçok alaşımda da önemli oranlarda bulunur: gaz türbinlerinde kullanılan ateşe dayanıklı alaşımlarda (Hastelloy) %4 ile %30; manyetik geçirgenliği yüksek olan ferronikelerde %5 e kadar ve kalıcı mıknatıs yapımında kullanılan alaşımlarda %20 ye kadar. Molibden ayrıca, bisülfür halinde, 400-500°C lere kadar katı yağlayıcı madde olarak ya da greslerde, yağlarda katkı maddesi olarak kullanılır.

Canlı hücrelerinde eser miktarda bulunan molibden, bitkiler için gerekli olan bir elementtir. Ayrıca baklagillerde bakterilerin azot bağlama sürecinde katalizör işlevi görür. Molibden trioksit ve sodyum molibdat (Na_2MoO_4)

bitkilerin beslenmesinde eser miktarda kullanılır. Molibdenin biyolojik fonksiyonları genelde bakır metabolizması ile ilişkilidir. Bakır ile ilişkili olmayan fonksiyonlarının en önemlileri şunlardır; ksantin oksidaz, aldehid oksidaz ve sülfid oksidaz enzimlerinin yapısına ayrıca sitokrom C ile ksantin oksidaz reaksiyonuna ve aldehid oksidaz ile sitokrom C'nin indirgenme reaksiyonuna katıldığı kaydedilmektedir. Sülfid oksidaz da sülfidin sülfata dönüşümünü sağlamaktadır. Bunlardan başka; büyüme, hücre solunum, pürin ve demir metabolizmasına da katıldığı belirtilmektedir.

Genel olarak kullanım alanları şöyle özetlenebilir:

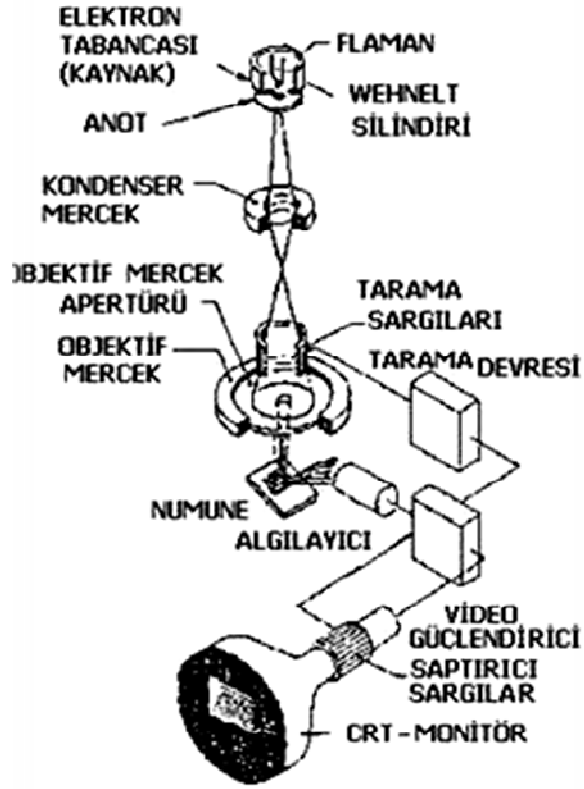
- Çeliğin yüksek sıcaklıklarda dayanımını arttırmada,
- Hava taşıtları ve uzay araçlarının yapımında,
- Nükleer enerji uygulamalarında,
- Elektrik uygulamalarındaki tellerin yapımında,
- Yüksek sıcaklıklarda yağların yapısı bozulduğu için molibden sülfat kaydırıcı yağ olarak,
- Katalizör olarak,
- Boya endüstrisinde renk verici (pigment) olarak.

2.17. Deneysel Sistem ve Yöntem

2.17.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Çözme gücü olarak tanımlanan, iki noktayı birbirinden ayırt edebilme yeteneği, çeşitli optik sistemler için farklıdır. İnsan gözünün ayırım gücü, aralarında 2,5 cm mesafe olan iki noktayı 100 m'den ayrı ayrı görmeye yetecek kadardır. Dolayısıyla insan gözünün çok ince ayrıntıları görebilme olasılığı sınırlıdır. Bu nedenle görüntü iletimini sağlayan ışık yollarını merceklerle değiştirerek, daha küçük ayrıntıların görünebilmesine olanak sağlayan aygıtlar geliştirilmiştir.

Elektron-optik prensipler çerçevesinde tasarlanmış tarama elektron mikroskobu, (*Scanning electron microscope*- SEM) bu amaca hizmet eden aygıtlardan birisidir. Gerek ayırım gücü, gerek odak uzaklığı ve gerekse de görüntü ve analizi birleştirebilme özelliği, tarama elektron mikroskobunu araştırma ve incelemede geniş ölçüde kullanılan bir aygıt haline getirmiştir. SEM için numune hazırlama oldukça kolaydır. Numunelerde aranan başlıca koşullar vakumda bozulmamaları ve iletken olmalarıdır. SEM'in diğer mikroskoplara göre zayıf kaldığı bazı alanlar da vardır. Örneğin geçirmeli elektron mikroskobunda ayırım gücü 0.1 nm, büyültme ise 1.000.000 x civarındayken aynı özellikler SEM için 4 nm ile 300.000 x dır.



Şekil 2.7. SEM'in şematik yapısı

Tarama elektron mikroskobunun optik kolunda; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, demeti toplamak ve yönlendirmek de kullanılan kondenser ve objektif merceklerin demet çapını sınırlamak da kullanılan apertürler, numune yüzeyini taraması için demeti uygun şekilde saptıran tarama bobinleri vardır.

Mikroskobun elektronik donanımı ise flaman akımını, mercek akımını ve uyarma gerilimini kararlı tutarken, algılayıcılardan gelen sinyalleri işleyerek numunenin değişik özelliklerini yansıtan görüntüler oluşturur.

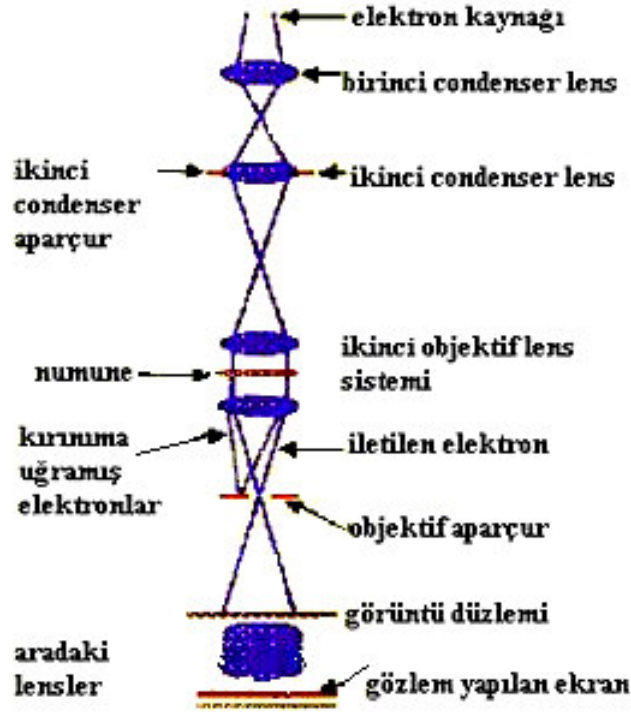
SEM, Katot Işınları Tüpü mantığı ile çalışmaktadır. Numuneler havası boşaltılmış (vakum yapılarak) bir tüpe yerleştirilir. Elektron demeti uygun potansiyel altında hızlandırılıp, numune üzerine düşürülür. Elektron demeti numune etkileşiminden ortaya çıkan sinyallerin uygun algılayıcılar tarafından algılandıktan sonra çeviriciler tarafından görüntüye düşürülmesi yolu ile yüzey incelemesi yapılacak numunenin yüzey görüntüsü elde edilir (41).

2.17.2. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)

Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar bir numune üzerine gönderilirse, elektronlar ile numune atomları arasında çeşitli etkileşimler olur ve numuneden değişik enerjide elektronlar ve x-ışınları çıkar. Bu etkileşimlerden yararlanılarak numunenin incelenmesi taramalı elektron mikroskobunun prensibini oluşturur. Eğer hızlandırılmış elektronlar ince numune üzerine gönderilmiş ise, elektronların bir kısmı etkileşmeden geçer. Diğer kısmı da Bragg şartı sonucu kırınıma uğrayarak numunenin alt yüzünden dışarı çıkar. Bu tür elektronları kullanarak numunenin içyapısının incelenmesi geçirmeli elektron mikroskobunda yapılır. Geçirmeli Elektron Mikroskobu kısaca (TEM) olarak adlandırılır (42,43).

Elektron mikroskopları temel ve fonksiyonel olarak, optik mikroskopların aynısıdır. Yani her iki mikroskop ta çıplak gözle görülemeyen cisimleri büyütmek için kullanılır. İkisi arasındaki fark ise, optik mikroskopta ışık ışını, elektron mikroskobunda elektron kullanılmasıdır (42,43).

Geçirmeli elektron mikroskobu "TEM" kolon şeklinde üst üste dizilmiş manyetik merceklerden oluşur.



Şekil 2.8. Manyetik Mercekler

Mercek sistemlerinin içi 10^{-5} torr veya daha yüksek vakumda tutulur. Elektronlar, kolonun üst kısmında yer alan seramik bir izolatöre yerleştirilmiş LaB_6 flamanın ısıtılması ile elde edilir.

Flaman, Wehnelt silindiri diye anılan ve altında ufak bir delik bulunan metal kap ile kaplanmıştır. Bu silindire tatbik edilen bias voltajı sıcak flaman etrafında oluşan elektron bulutuna nokta kaynak şekli verir. Flamana maksimum 300 kV gibi yüksek bir voltaj tatbik edilir. Elektronlar, Wehnelt kabın altında bulunan ve toprak potansiyelinde olan anod tarafından hızlandırılır. Bu şekilde elektron demeti iki kondansatör mercek sistemi ile numune üzerine odaklanır (1).

İkinci mercek altında yer alan ve 10, 50, 70, 120 μm gibi açıklık içeren deęişken aparçur sisteminden geçerek numune üzerine odaklanan demet çapı 1-50 μm arasında deęişebilir. Numune, objektif mercek içine, özel bir numune tutucusu ile yerleştirilir.

Numune içinden geçen elektronlar objektif mercek tarafından, merceęin arka odak düzleminde odaklanır ve bu düzlemlerde kırınım desenleri oluşur. Arka odak düzlemin hemen altında ilk görüntünün ters olarak oluştuęu bir düzlem daha vardır. Kolon içinde bundan sonra yer alan ara ve projeksiyon mercekleri, oluşan ilk görüntüyü büyüterek izleme ekranına aktarır. Ekrandaki görüntü ile numune aynı yöndedir. Eęer kırınım merceęi ilk görüntü düzlemi yerine, objektif mercek arka odak düzlemin odaklanırsa, kırınım desenleri görüntü ekranına aktarılmıř olur. Ancak arka odak düzleminde, numune ile aynı yönde oluşan kırınım deseni ekrana aktarıldığında numuneye göre 180° ters yönde görüntü verir. Bu tür görüntü oluşumu eski tip mikroskoplarda kullanıldığından, görüntü üzerinden yön tanımlanırken dikkatli olunmalıdır. Modern elektron mikroskoplarında, görüntü oluşumu sırasında ara mercek çalışma şartları otomatik deęişerek, görüntü ile kırınımın ekranda aynı yönde olması sağlanmıřtır (42,43).

Ekрана aktarılan görüntü kontrastı, objektif merceęin arka odak düzlemine yerleştirilen ve 5, 20, 60, 120 μm gibi farklı delik içeren objektif aparçur sistemi ile sağlanır. Ayrıca objektif merceęin ilk görüntü düzleminde bir aparçur sistemi daha bulunur.

Bölge seçim aparatı olarak anılan bu sistem 10, 20, 50, 100 µm gibi farklı delik içeren aparatlardan oluşur ve numunenin istenilen bölgesinden kırınım deseni elde etmek için kullanılır (42,43).

TEM' in çalışma prensibini aşamalı olarak şu şekilde özetleyebiliriz:

TEM bir yüzey projektörü gibi çalışır. Yani yüzeyin üzerine yüksek enerjili elektron demeti gönderildiğinde;

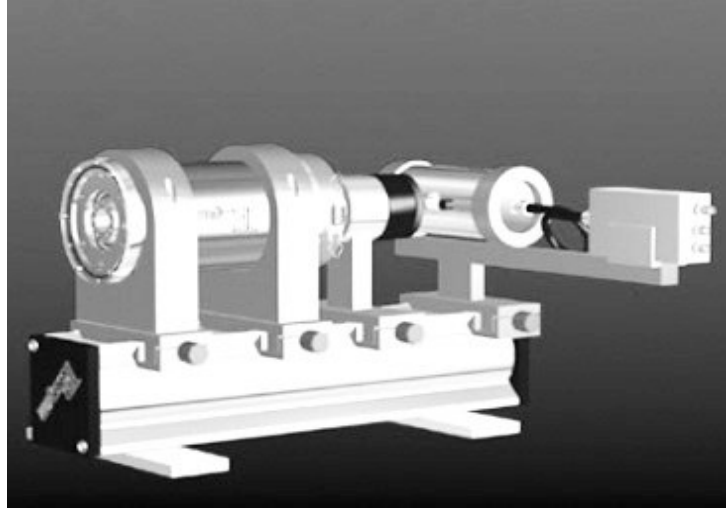
- Elektron enerjisinin bir kısmı geri yansır. (X - ışını)
- Enerjinin bir kısmı saçılır. Bunun incelenmesi Taramalı Elektron Mikroskopisini (SEM) oluşturur.
- Elektronlardan bir kısmı yüzeyin diğer kısmına geçer. Yüzeyin diğer kısmına geçen elektronun enerji olarak incelenmesi Geçirmeli Elektron Mikroskopisini oluşturur.
- Yüzeyin diğer kısmına geçen elektronlar geçerken yüzeyin küçük bir kısmı veya o kısımdaki taneciklerle etkileşir. Bundan dolayı geçen elektronun incelenmesi yüzeye ilgili lokal bilgi verir (42,43).

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 (3,5,42,43).

2.17.3. Mössbauer Spektrometresi Sistemi

R. L. Mössbauer tarafından 1958-1959 yıllarında bulunan ve "Mössbauer Olayı" olarak bilinen bu sistem ile austenite-martensite faz dönüşümlerinin kristalografik özelliklerini açıklanabilir. Bir kristal örgüsü içindeki bir çekirdek tarafından bir enerji kaybı olmaksızın γ-fotonu salınması

olayı "Mössbauer Olayı" olarak tanımlanır (44). Mössbauer olayı fizikte geniş bir uygulama alanına sahiptir. Mössbauer olayı ile atomların parçalanma şemalarının incelenmesi, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri yine bu seviyelerin yaşama zamanları, çekirdek elektrik kuadropol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer diğer kavramlar ölçülebilir.



Şekil 2.9. Mössbauer Spektrometresi.

Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskriminatörü ve birçok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca, kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır. Şekil 2.9'da genel bir Mössbauer düzeneği görülmektedir. Bu şekilde kurulan bir Mössbauer deney düzeneğinin çalışma şekli şu şekilde açıklanabilir. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen γ ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmlar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek çok kanal analizatörüne gider. Bu

analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup, çift kutuplu atmalar, 1-256 ile 256-512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir.

Mössbauer araştırmalarının büyük bölümünde ^{57}Fe ve ^{119}Sn kullanılmaktadır. Mössbauer olayı, sayıları 50' yi geçen izotoplarda gözlenmekle beraber, deneysel zorluklar nedeniyle bu izotopların ancak 20 tanesi kullanılabilir. Mössbauer spektrometresinde, radyoaktif kaynaktan çıkan γ ışını enerjisi, kaynağa bir Doppler hızı verilerek değiştirilir ve γ ışınları soğurucu tarafından rezonans durumunda soğurulur (28).

2.17.4. Numunelerin Hazırlanması

Tez çalışmasına konu olan Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo alaşımı %99.9 saflıkta toz halinde bulunan Fe, Mn ve Mo elementleri TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM)'de özel olarak üretilmiştir. Alaşımımız deneysel incelemede kolaylık olması amacıyla elmas kesiciler yardımıyla uygun boyutlara kesilmiştir. Isıl işlem sırasında malzemedeki oksitlenmeyi önlemek için kesilen parçalar yüksek sıcaklıklara dayanabilen cam tüplere konuldu.

Numunemiz daha sonra 1200°C sıcaklıkta 6 saat fırında ısıl işleme tabi tutulmuştur. Termal etkili martensitik dönüşümleri incelemek için numunelerimizi gruplandırdık. Numunelerimizden birinci grubu fırında yavaş soğutmaya tabi tuttuk. İkinci grubu ise oda sıcaklığında suya atarak hızlı soğuttuk.

Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo alařımında martensitik faz dđnüşümü ieren numuneye oda sıcaklıęında %5 basma zoru uyguladık ve sonra 900°C sıcaklıkta 20 dakika beklettik. Oda sıcaklıęında suya atarak hızlı soęuttuk.

2.17.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gđzlemleri iin

Numunelerin Hazırlanması

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yzey gđzlemleri iin ısıll iřlemlere tabi tutulan ve plastik deformasyona uęratılan numuneler, yzeylerindeki pürüzler ve kalın çizgiler ortadan kaldırılmak amacıyla deęiřik kalınlıktaki su zımparaları ile silinerek ortadan kaldırılmıřtır. Daha sonra, parlatma aleti kullanılarak 6, 3 ve 1 mikronluk elmas pastalar ile numune yzeyleri parlatılmıřtır. Mekanik olarak parlatılan yzeyler asetikgliseriya (3 birim hidroklorik asit + 2 birim gliserin + 1 birim nitrik asit) karıřımından oluřan özelti ierisinde oda sıcaklıęında 30-60 saniye aralıęında bekletilerek daęlandı. Numunelerin yzeylerinde oluřan makro yapı karakteristikleri 30kV'luk JEOL5600 yzey taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelendi.

2.17.6. Geirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri iin

Numunelerin Hazırlanması

Geirmeli elektron mikroskobu incelemeleri iin termal ve mekanik etkilere maruz bırakılmıř numuneler elmas kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlıęında kesildi. Kesilen bu numuneler sırasıyla 600, 800 ve 1200 inceliklerde olan su zımparaları kullanılarak 60µm mikrometreye kadar inceltildi. 60µm kalınlıęa kadar inceltilen numuneler asit karıřımı (%5

hidroflorik + %30 su + %65 Hidrojenperoksit) ile oda sıcaklığında yaklaşık 10 saniye kimyasal inceltmeye tabi tutuldu. Elde edilen numuneler son olarak ikili asit-jeti (double-jet method) kullanılarak 10 °C sıcaklıkta %8 perklorik asit + %92 asetik asit karışımında, 20 V (DC) ve 68–76 µA akım kullanılarak Struers–Tenupol 3 sistemi ile inceltme ve parlatma işlemi yapıldı. Elektron ışınının geçebileceği kadar ince deliğe sahip bu numuneler 300 kV hızlandırma gerilimine sahip Jeol 3010 geçirmeli elektron mikroskobu ile incelendi. İncelemeler için Geçirmeli Elektron Mikroskobunun standart numune tutucusu kullanıldı.

Geçirmeli Elektron Mikroskobunda yapılan gözlemlerde “aydınlık alan” (bright field) ve “karanlık alan” (dark field) yöntemleri ile austenite ve martensite fazlara ait görüntüler elde edildi. Küçük martensite hacimlerinden kristalografik verileri elde edebilmek için geçirmeli elektron mikroskobunun “kırınım” (diffraction) modundan yararlanıldı.

2.17.7. M6ssbauer Spektrometresi 6l6uimleri İ6in Numunelerin

Hazırlanması

M6ssbauer spektroskopisi incelemeleri i6in farklı fiziksel etkilere maruz bırakılmıř alařım gruplarından yaklaşık 0.5 cm olarak kesilen malzemeler SEM numunelerinin hazırlanmasına benzer bi6imde yaklaşık 60 µm kalınlıđına kadar indirildi. Spektroskopi i6in hazır hale gelen 6rnekler Fizik B6l6m6 b6nyesinde bulunan M6ssbauer Spektroskopisi kullanılarak 6l6uimleri alındı.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

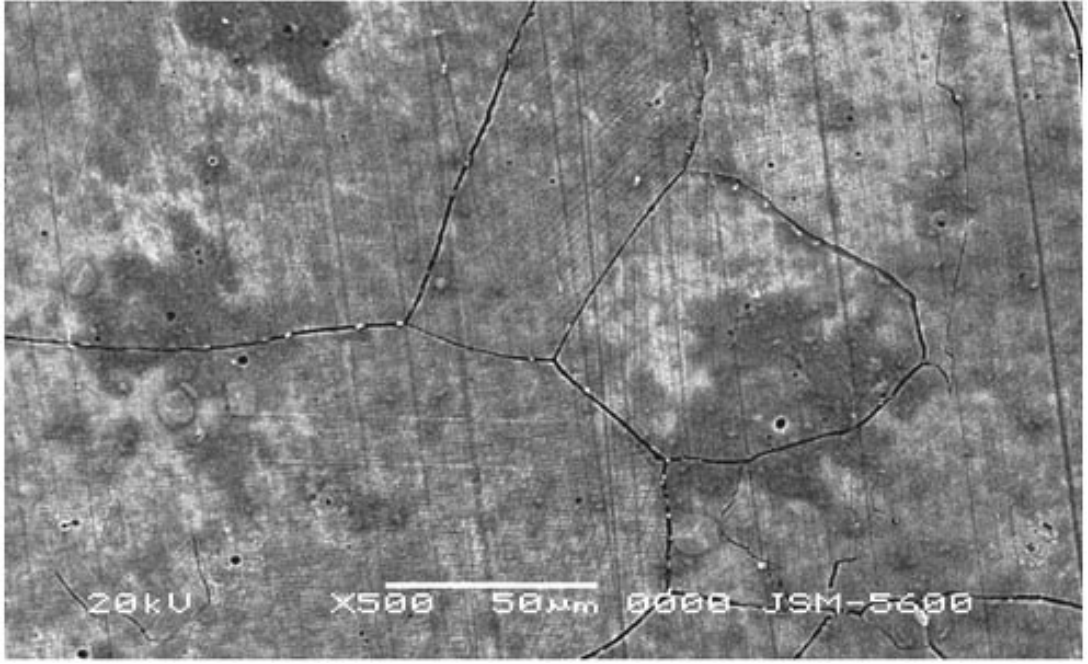
3.1. Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo Alaşımında Termal Etkili Martensitik Dönüşümler

Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo alaşımında termal etki ile oluşan austenite ve martensite fazların yüzey incelemeleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ve Mössbauer Spektrometresi ile yapıldı.

3.1.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün İncelenmesi

Isıl işleme tabi tutulan Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo alaşımında termal etki ile oluşan austenite-martensite fazların yüzey incelenmesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapıldı. Yüzey incelemesinde öncelikle 1200 °C 'de sıcaklıkta 6 saat fırında ısıl işleme tabi tutulan ve fırın içinde oda sıcaklığına kadar soğutulan numune kullanıldı. Bu ısıl işlem sonunda alaşımın yüzey incelemesi, alaşımın austenite fazda kaldığını ve numunede tanelerin (grains) oluştuğunu göstermiştir (Şekil 3.1). Yavaş soğutma sonucu gözlenen bu tanelerin farklı boyutlarda ve her birinin atomlarının dizilme yönelimlerinin farklı olduğu gözlemlendi. Tane sınırları genelde safsızlık atomları, atomlar arası boşluklar ve dislokasyonlar gibi kusurlar içerdiği için özdeş

atom dizilimlerinden söz edilemez. Austenite faza ait olan tanelerin boyutları, homojenleştirme süresine, sıcaklığa ve soğutma şekline bağlı olarak değişir. Fe bazlı alaşımlarda, homojenleştirme süresi ve sıcaklığın artması ile tane boyutunun arttığı gözlenmiştir. Bununla beraber Fe bazlı alaşımlarda hızlı soğutma ile elde edilen tanelerin boyutunun yavaş soğutma ile elde edilen tane boyutundan daha küçük olduğu gözlenmiştir (3,45,46).

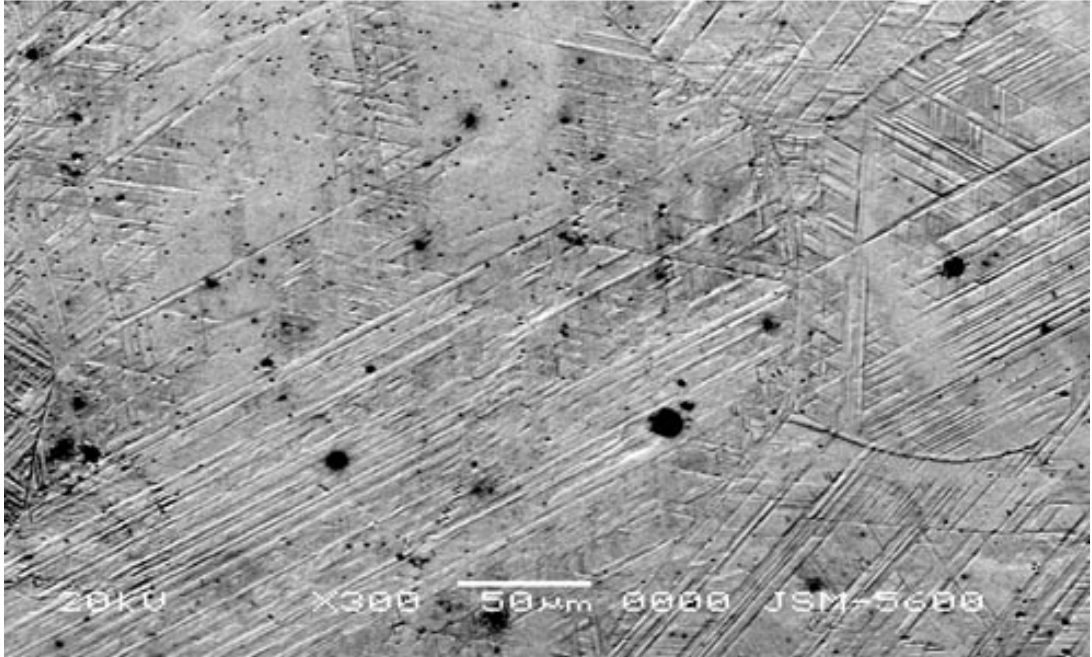


Şekil 3.1. 1200 °C sıcaklıkta 6 saat homojenleştirilen ve yavaş soğutulan numunede oluşan austenite tane yapısı

Şekil 3.1’de görüldüğü gibi yavaş soğutmaya tabi tutulan numunede yaklaşık olarak 80-250 μm büyüklüğünde austenite faza ait taneler

oluşmuştur. Yavaş soğutma ile elde edilen bu tanelerin şekli ve büyüklükleri literatür ile uyum içindedir (3).

1200°C sıcaklıkta 6 saat ısıl işleme tabi tutulduktan sonra oda sıcaklığında suya atılarak hızlı soğutulan numunenin yüzey görünümü ise Şekil 3.2'de verildi. Yavaş soğutma ile alaşımda meydana gelen tanelerin içerisinde ϵ martensite plakaların oluşmamasına rağmen hızlı soğutma ile numunede oluşan tanelerin içinde birbirine paralel olarak yığılmış ϵ martensite plakaları gözlemlendi. Numunenin hızlı soğutulması sırasında meydana gelen sıcaklık farkı, matensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına neden olmuştur (2).



Şekil 3.2 1200°C sıcaklıkta 6 saat homojenleştirilen ve suda hızlı soğutulan numuneye ait yüzey görünümü

ϵ martensite plakaların tane içinde birbirine paralel plakalar şeklinde meydana geldiği daha önceki çalışmalarda ortaya konmuştur (28). ϵ

martensite plakaların hızlı soğutma sonucunda tane sınırında başladığı ve tane sınırında sona erdiği Şekil 3.2'de görülmektedir. Tane sınırları ϵ martensite plakalarının düzenli bir şekilde sona erdiği bölgeler olarak ortaya çıkmıştır. Easterlig ve Porter tarafından Martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiği ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığı ama oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunu bir fonksiyonu olduğu belirtilmiştir (20).

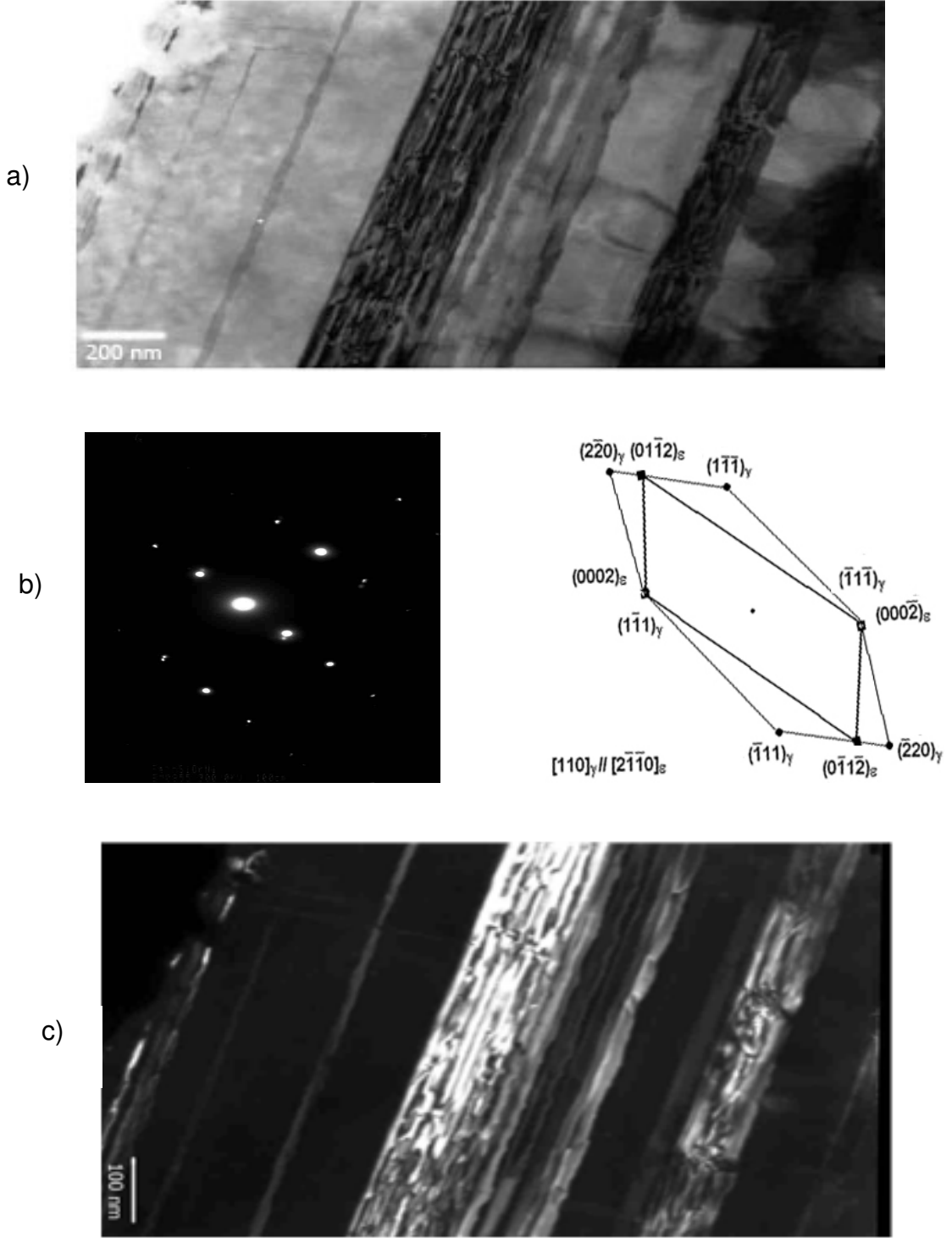
Yavaş soğutulan numunenin TEM incelemelerinde dislokasyonlar, yığılma kusurları ve ince plakalar içinde ϵ martensite yapı gözlemlendi (Şekil 3.3). ϵ - martensite plakaların oluşumu sırasında iki tip yığılma kusurunun varlığından söz edilir (11). Birinci tipteki yığılma kusurları belli bir bazal düzlem üzerinde yerleşerek ϵ - türü martensite plakaları oluşturur (Şekil 3.3'deki A plakaları). İkinci tipteki yığılma kusurları ise herhangi bir bazal düzlem olmaksızın rastgele birbiri üzerine gelerek ϵ - martensite plakaları oluştururlar (5) (Şekil 3.3'deki B plakaları). ϵ martensite plakaların ve dislokasyonların tane sınırlarındaki görüntüleri elde edildi. Dislokasyonların birleşerek boyları küçük olan yığılma kusurlarını oluşturdukları tespit edilmiştir. Bu belirtilen kristal yapı kusurlarının ana faz içinde yumaklar (tangles) şeklinde olduğu ve martensite çekirdeklenmesinin bu dislokasyon yumaklarından kaynaklandığı düşünülmektedir (6,8).



Şekil 3.3. 1200°C'de 6 saat ısıtılma tabii tutulan ve yavaş soğutulan numunenin TEM resmi

Fırında yavaş soğutulan numunenin yüzey incelemelerinde martensite yapı gözlenemezken (Şekil 3.1.), aynı numunenin TEM incelemelerinde kalınlıkları çok küçük olan çubuk şekilli ϵ martensite plakaların oluştuğu gözlemlendi (Şekil 3.3). Oluşan ϵ martensite plakalar ana fazdan belirgin ve düzgün bir sınırla ayrılmıştır.

Hızlı soğutma ile ince plakalar şeklinde oluşan martensite yapının aydınlık alan görünümü, kırınım deseni ve karanlık alan görünümü Şekil 3.4' de verilmiştir.



Şekil 3.4. a) 1200 °C de 6 saat ısıtılma tabii tutulan ve hızlı soğutulan numunede termaletki ile meydana gelen ε martensite plakalar b) plakalar üzerinden alınan elektron kırınım deseni c) karanlık alan görüntüsü

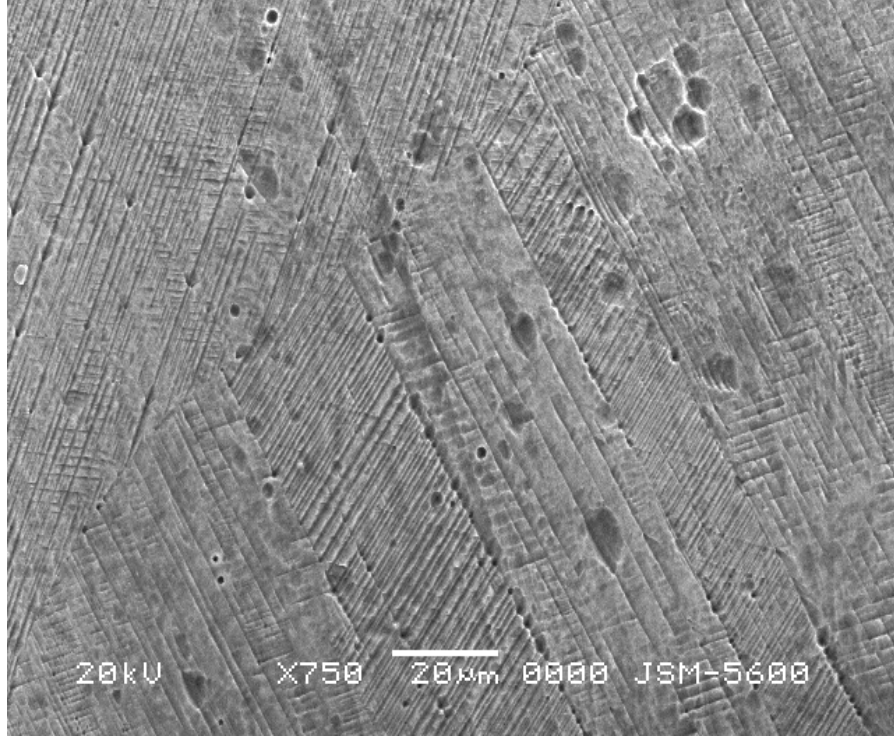
Şekil 3.4 'de ϵ martensite'nin birbirine paralel plakalar şeklinde olduğu görülmektedir. Bu plakalar yaklaşık olarak 40-50 μ m kalınlıkta bulunmaktadır. Oluşan ϵ martensite plakaların yavaş soğutma ile oluşan plakalardan daha kalın olduğu görüldü. Hızlı soğutulan numunede yığılma kusurlarının arttığı ve bu kusurların birleşerek ϵ martensite plakalarını oluşturdukları düşünülür. Şekil 3.4'de oluşan kalın ϵ martensite plakasının birçok yığılma kusurunun birleşmesi ile oluşabileceği gibi austenite faz içerisinde yer alan diğer kusurların etkisi ile de oluşabileceği düşünülür (3).

1200°C sıcaklıkta ve 6 saat ısıtılma tabii tutulan ve hızlı soğutulan numunelerde meydana gelen ϵ martensite plakalarının, fırında soğutulan ve daha az ısıtılma tabii tutulan numunelere göre daha kalın olduğu gözlenmiştir (11,12).

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

Oda sıcaklığında, austenite ve ϵ martensite faz içeren numuneye %5 oranında basınç uygulandı ve yüzey morfolojisinde meydana gelen değişim incelendi. Şekil 3.5.'de %5 plastik deformasyondan sonra 900°C sıcaklıkta 30 dakika ısıtılma gördükten sonra bu sıcaklıkta oda sıcaklığında suya atılarak soğutulan numunenin yüzey resmi verilmiştir. Şekil 3.5'de de görüldüğü gibi ϵ martensite plakaları oldukça düzgün ve farklı taneler içinde farklı yönelimlere sahiptir. Zor etkisi ile tane yapılarının değiştiği gözlenir. Plastik deformasyon etkisi ile tanelerin içinde meydana gelen ϵ martensite plakaların termal etkiye

göre daha büyük olduğu ve uygulanan zor doğrultusuna uygun olacak şekilde ϵ martensite plakaları birleşerek yeni plakalar oluşturduğu gözlenmiştir.



Şekil 3.5. Oda sıcaklığında Martensite ve Austenite yapıda iken oda sıcaklığında % 5 deformasyona uğrayan ve 900°C de 30 dakika ısıtılıp oda sıcaklığında suda soğutulan numunenin SEM resmi

Oda sıcaklığında, austenite ve ϵ martensite faz içeren numuneye %5 oranında zor uygulandı ve yüzey morfolojisinde meydana gelen değişim TEM çalışması ile incelendi. Bu kısımda austenite ve martensite fazlarda bulunan numunenin mikro yapılarına plastik zorlanmanın etkisi ortaya konuldu. Oda sıcaklığında uygulanan plastik deformasyonun Martensite fazın mikro yapısı üzerine etkisi birçok çalışmada yer almıştır (49). M_s sıcaklığının

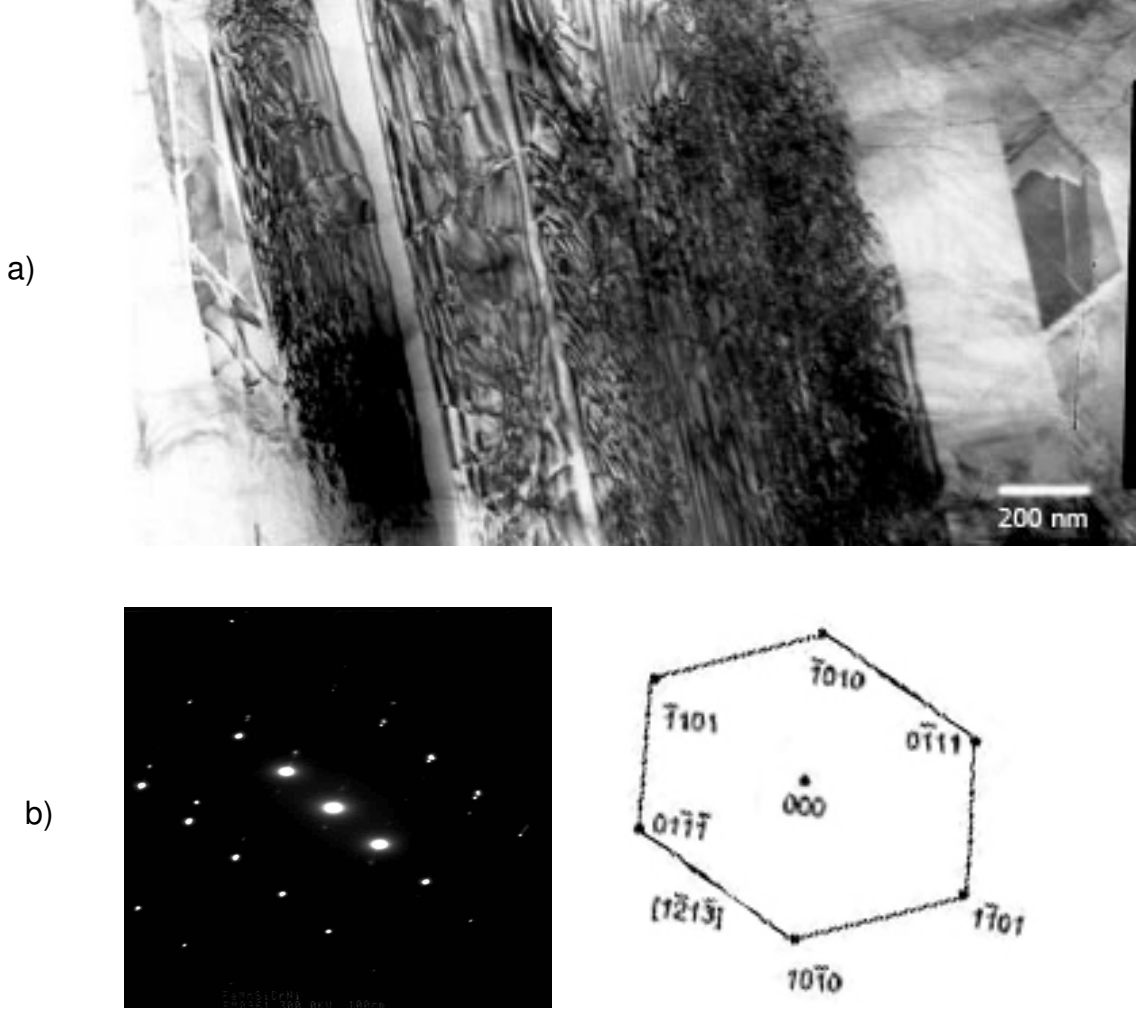
üstünde uygulanan deformasyonlar M_s sıcaklığının altında uygulanan deformasyona göre daha karmaşık yapılar oluşturur. Bunun sebebi ise M_s sıcaklığının üstünde uygulanan deformasyonda hem termal etkili hem de zor etkili martensitik dönüşümün oluşmasıdır. Böyle bir durumda bu iki etki ile ϵ martensite plakalarının kesişme bölgelerinin mikro yapısını daha çok etkiler.

Austenite fazda termal veya zor etkisi ile oluşan yığılma kusurları ϵ martensite plakalarının çekirdeğini oluşturur (5). Oda sıcaklığında uygulanan deformasyon tam dislokasyonların kaymasına ve yığılma kusurlarının artmasına sebep olur (3,71). Plastik deformasyonun etkisi ile $\alpha'(b.c.c)$ türü martensite yapının ortaya çıktığı birçok çalışmada verilmiştir (5,13). Plastik zorlanmanın etkisi ile kalınlıkları 1-2 nm olan rastgele yönelimli ϵ martensite plakaları birleşerek daha kalın plakaları meydana getirir (5).

Daha önce termal etkili ϵ martensite plakalarının tane sınırlarından itibaren oluştuğunu ve bu plakaların yine tane sınırlarında sona erdiğini belirtilmiştir. Zor etkisi ile oluşan martensite plakalarının tane sınırında birbirine paralel şekilde oluştuğu şematik olarak ifade edilmiş ve mikro yapısı TEM çalışması ile ortaya konmuştur (9).

Şekil 3.6'de martensite ve austenite yapıda iken oda sıcaklığında % 5 deformasyona uğrayan ve 900°C de 30 dakika ısıtılıp oda sıcaklığında suda soğutulan numunenin TEM çalışmasında tane sınırlarında daha fazla kusur olduğu, tane sınırlarından itibaren ϵ martensite plakalarının kalınlaştığı ve ϵ martensite plakalarının birbirine paralel olarak yerleştiği görülmektedir. Yine numune üzerindeki bölgelerde yığılma kusurlarının

oluştugu ve bu yığılma kusurlarının termal etki ile oluşan yığılma kusurlarından daha fazla olduğu görüldü. Bu bulgular literatür ile uyum içerisindedir.



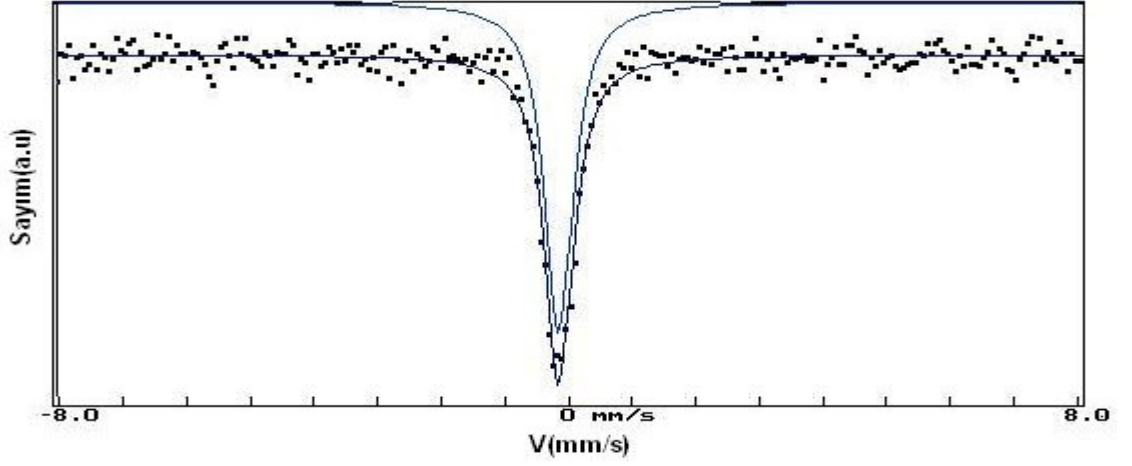
Şekil 3.6. a) Martensite ve Austenite yapıda iken oda sıcaklığında % 5 deformasyona uğrayan ve 900°C de 30 dak. ısıl işleme tutulup oda sıcaklığında suda soğutulan numunen tem resmi b) İndisi

3.1.4.Austenite-Martensite Faz Dönüşümün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometresi ile İncelenmesi

Bu çalışmada Fe - %20,2 Mn - %4,86 Mo alaşımında ısıtma işlem süresi ve soğuma hızının etkisi sonucu austenite ana yapı içerisinde oluşan martensite yapının manyetik özelliğini incelemek amacıyla oda sıcaklığında Mössbauer spektrumları alınmıştır.

Mössbauer spektrokopisi metal ve metal alaşımlarında austenite-martensite faz dönüşümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem austenite-martensite yapıların manyetik düzenlemeleri çeşitli fiziksel etkenler sebebiyle oluşan martensite kristallerin hacim yüzleri, martensite fazın iç manyetik alanı ve çekirdek ile elektronları arasındaki etkileşimin değişimini gösteren izomer kayma kesin bir şekilde belirlenebilir.

Fe bazlı alaşımlarında oda sıcaklığında austenite yapı (γ) ve martensite yapı (ϵ) paramanyetik olduğundan bu fazlar tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilir. Ancak dönüşüm sonucu oluşan α' martensitelerin ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlemeleri karakteristik altı çizgi spektrumu verir (47,48).



Şekil 3.7. 6 saat 1200 °C ısıtılma tabii tutulan ve oda sıcaklığında suda hızlı soğutulan alaşımın mössbauer spektrumu.

Burada 1200 °C de 6 saat ısıtılma uygulanmış alaşımın Mössbauer spektrumları Şekil 3.7' te verilmiştir. Bu çalışmada hızlı soğutulan numunenin Mössbauer spektrumunun tekli pikten oluştuğu, martensitik dönüşüm sırasında alaşımın manyetik özelliğinin değişmediği yani austenite (γ) ve martensite (ϵ) fazların karışımına ait olan yapının da paramanyetik özellik gösterdiği görülmektedir.

4.SONUÇ

Bu çalışmada Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo alaşımında ısı işlem uygulanarak meydana getirilen martensite faz dönüşümünün yapısal, kristolografik , termodinamik ve manyetik özellikleri açıklandı. Termal etki ile oluşan martensite fazların yüzey incelenmesi taramalı elektron mikroskobu ile yapıldı. Bununla beraber soğutma hızının makro ve mikro yapılar üzerine etkileri incelendi. Yine oda sıcaklığında yapılan zor deneyleri ile austenite ve martensite fazların mekanik özellikleri ortaya çıkarıldı.

Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo alaşımına aynı sıcaklıkta ve aynı sürede ısı işlem uygulanmasına karşın, oda sıcaklığında suya atılarak hızlı soğutma işlemi ile martensite faz dönüşümü oluşurken fırında yavaş soğutulan numunenin austenite fazda kaldığı ve numunede tanelerin (grains) oluştuğunu görülmüştür (Şekil 3.1). Söz konusu bu alaşımda, martensitik dönüşüm için gerekli sürücü kuvvetin yavaş soğutma sonucu oluşmadığı görüldü. Dolayısıyla ısı işlem sırasında numunenin hızlı soğutulması ile numunede meydana getirilen sıcaklık değişiminin martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvveti meydana getirdiği ortaya konuldu. Ani sıcaklık değişimi sonucu ortaya çıkan enerji farkının bu alaşımda görülen $\gamma \rightarrow \epsilon$ türü martensitik dönüşüm için yeterli olduğu anlaşıldı.

Termal etkili martensitik dönüşümün SEM incelemelerinde meydana gelen ürün fazın ϵ martensite olduğu ve bu ϵ martensite plakalarının austenite faz içerisinde birbirine paralel bantlar şeklinde meydana geldiği görüldü. Yüzey gözlemlerinde ϵ martensite plakalarının tane sınırlarından

başlayarak oluştuğu gözlemlendi (Şekil 3.2). Bu gözlemler literatürdeki diğer çalışmalarla uyumludur.

Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo alaşımında termal etki ile meydana gelen martensite faz dönüşümünün mikro yapısını TEM ile incelendi. Yavaş soğutulan numunelerin incelemelerinde dislokasyonlar, yığılma kusurları ve ince plakalar içinde ϵ martensite yapı gözlemlendi (Şekil 3.3). ϵ martensite plakaların ve dislokasyonların tane sınırlarındaki görüntüleri elde edildi. Dislokasyonların tane sınırlarından büyümeye başlayarak dislokasyon şebekelerini oluşturdukları, bunun yanı sıra dislokasyonların birleşerek yığılma kusurlarını meydana getirdikleri düşünülebilir.

Fırında soğutulan numunenin yüzey incelemelerinde martensite yapının görülmediği, aynı numunenin TEM incelemelerinde kalınlıkları çok küçük olan çubuk şekilli ϵ martensite plakaların oluştuğu gözlemlendi. Meydana gelen bu ϵ martensite plakaların yüzey incelemelerinde tane sınırlarından itibaren oluşarak tane içinde veya tane sınırlarında sona erdiği gözlemlendi.

Hızlı soğutulan numunede yığılma kusurlarının arttığı ve bu kusurların birleşerek ϵ martensite plakalarını oluşturdukları gözlemlendi. Oluşan kalın ϵ martensite plakasının birçok yığılma kusurunun birleşmesi ile oluşabileceği gibi austenite faz içerisinde yer alan diğer kusurların etkisi ile de oluşabileceği gözlemlendi.

Fe- %20,2 Mn- %4,86 Mo alaşımına oda sıcaklığında, %5 plastik deformasyon ile fırında soğutmaya tabi tutularak austenite fazda bulunan numunedeki tanelerde birbirine paralel ϵ martensite plakaların ortaya çıktığı

görülmektedir. Oluşan bu ϵ martensite plakaları oldukça düzgün ve farklı taneler içinde farklı yönelimlere sahiptir. Zor etkisi ile tane yapılarının değiştiği gözlenir. Plastik deformasyon etkisi ile tanelerin içinde meydana gelen ϵ martensite plakaların termal etkiye göre daha büyük olduğu ve uygulanan zor doğrultusuna uygun olacak şekilde ϵ martensite plakaları birleşerek yeni plakalar oluşturduğu anlaşılmaktadır (şekil3.6).

Fe - %20,2 Mn - %4,86 Mo alaşımında ısıtma işlem süresi ve soğuma hızının etkisi sonucu austenite ana yapı içerisinde oluşan martensite yapının manyetik özelliğini incelemek amacıyla oda sıcaklığında Mössbauer spektrumları alınmıştır. Mössbauer spektrumları Şekil 3.7'ye bakıldığında tekli pikten oluştuğu, martensitik dönüşüm sırasında alaşımın manyetik özelliğinin değişmediği yani austenite (γ) ve martensite (ϵ) fazların karışımına ait olan yapının da paramanyetik özellik gösterdiği görülmektedir.

KAYNAKLAR

1. Dikici, M., Katıhal Fiziğine Giriş, 19 Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun, 1993.
2. Kaufman, L., Cohen, M., Progress in Metal Physics, 7, 165-246, 1958.
3. Nishiyama, Z., Martensitic Transformations, Academic Press., London, 1978.
4. Durlu, T. N., F.Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi, 13(1), 1-11, 2001.
5. Kırındı, T., Fe-%12,5Mn-%5,5Si-%9Cr-%3,5Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Zor Etkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale, 2004.
6. Olson, G.B., Cohen, M., Metallurgical and Materials Transactions, A General Mechanism of Martensitic Nucleation: Part I. General Concepts and the FCC→HCP Transformation 7(12), 1897-1904, 1976.
7. Olson, G.B., Cohen, M., Metallurgical and Materials Transactions, A General Mechanism of Martensitic Nucleation: Part II. FCC → BCC and Other Martensitic Transformations 7(12), 1905-1914, 1976.
8. Olson, G.B., Cohen, M., Metallurgical and Materials Transactions, A General Mechanism of Martensitic Nucleation: Part III. Kinetics of Martensitic Nucleation 7(12), 1915-1923, 1976.

9. Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Materials Science Engineering, A Benefits of Scanning Tunnelling Microscopy for the Study of Martensitic Transformation: The Case of the $\gamma(\text{f.c.c.}) \leftrightarrow (\text{h.c.p.})$ Transformation 242, 77- 86, 1998.
10. Yang, J. H., Wayman, C. M., Acta Metallurgica et Materialia., On Secondary Variants Formed at Intersections of ϵ Martensite Variants, 40, 2011 - 2023, 1992.
11. Yang, J. H., Wayman, C. M., Materials Characterization, Self-Accommodation and Shape Memory Mechanism of ϵ -Martensite—I. Experimental Observations, 28, 23-35, 1992.
12. Yang, J. H., Wayman, C. M., Materials Characterization, Self-Accommodation and Shape Memory Mechanism of ϵ -Martensite – II. Theoretical Considerations, 28, 37-47, 1992.
13. Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Materials Science Engineering, Microstructural Analysis of the Stress-Induced ϵ Martensite in a Fe–Mn–Si–Cr–Ni Shape Memory Alloy: Part II: Transformation Reversibility, A 242, 87- 95, 1998.
14. E. Güler, Fe - %30Ni - %0,2Mn Alaşımında Soğutma Etkisiyle Elde Edilen Martensitik Dönüşümlerin Mössbauer Spektroskopisi ve Taramalı Elektron Mikroskobu(SEM) İle İncelenmesi, Kırıkkale Üniversitesi, Fen Bil. Enst., Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale, 2002.
15. Kırındı, T., Sarı, U., Journal of Alloys and Compounds., Influence of Mn Content on the Magnetic Properties and Microstructure in Fe–Mn–Mo alloys, 488, 129-133, 2010.

16. Kırındı, T., Sarı, U., Dikici, M., Journal of Alloys and Compounds., The Effects of Pre-strain, Recovery Temperature and Bending Deformation on Shape Memory Effect in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni Alloy, 475, 145-150, 2009.
17. Kırındı, T., Dikici, M., Journal of Alloys and Compounds, Microstructural Analysis of Thermally Induced and Deformation Induced Martensitic Transformations in Fe-12.5wt.% Mn-5.5wt.% Si-9wt.% Cr-3.5wt.% Ni Alloy, 407, 157-162, 2007.
18. Kırındı, T., Guler, E., Dikici, M., Journal of Alloys and Compounds, Effects of Homogenization Time on the Both Martensitic Transformations and Mechanical Properties of Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy, 433, 202-206, 2007.
19. Kırındı, T., Dikici, M., Bulletin of Materials Science, Effect of Heat Treatment on Martensitic Transformation in Fe-12.5%Mn-5.5%Si-9%Cr-3.5%Ni Alloy, 28(2), 87-90, 2005.
20. Porter, D. A., Easterling, K. E., Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London, 1981.
21. Shiming, T., Jinhai, L., Shiwei, Y., Scripta Metallurgical and Materials, Influence of Grain Size on Shape Memory Effect of Polycrystalline FeMnSi Alloys, 25(11), 2613-2615, 1991.
22. Dikici, M., Fe Alaşımlarının Austenite – Martensite Dönüşümlerinde Çekirdeklenme Olayı, Yüksek Lisans Tezi, F.Ü. Fen Bil. Elazığ, 1980.
23. Christian, J. W., The Theory of Transformation in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975.

24. Durlu, T. N., Fe–Ni – C Alařımlarının Tek ve İnce Austenite Kristallerindeki Martensitik Evre Dönüřümleri Üzerinde Çalıřmalar, Doçentlik Tezi, Ankara, 1979.
25. Wayman, C. M., Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillan Company, New York ,1964.
26. Khachaturyan, A. G., Theory of Structural Transformations in Solids, John Wiley-Sons, New York ,1983.
27. K.E. Easterling and D.A. Porter, Phase Transformations in Solids, John Wiley-Sons, New York, 1983.
28. Yařar, E., Fe-%30Ni-%XMo Alařımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik Faz Dönüřümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2005.
29. Bunshah, R. F., Mehl, R. F., Journal of Metals, Rate of propagation of martensite, 5, 1251-1258, 1953.
30. Karaman, I., Şehitoglu, H., Call, K., Chumlyakov, Y. I., Maier, H. J., Acta Materials, Deformation of Single Crystal Hadfield Steel by Twinning and Slip, 48, 1345, 2000.
31. Sarı, U., Şekil Hatırlamalı Cu–%11.92Al–%3.78Ni Alařımında Martensitik Dönüřümler Üzerine Termal ve Mekanik Etkiler, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2004.
32. Tekerek, A. Ş., LaMn₂Si₂ Alařımının Nano parçacıklarının Manyetik ve Yapısal Özellikleri, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enst., Ankara, 2007.
33. Wechsler, M. S., Lieberman, D. S., Read, T. A., Trans. AIME., On The Theory of The Formation of Martensite, 1503-1515, 1953.

34. Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., Acta Metallurgica, The crystallography of martensite transformations, 2, 129-137, 1954.
35. Mackenzie, J. K., Bowles, J. S., Acta Metallurgica., The crystallography of martensite transformations, 2, 138-147, 1954.
36. Güngüneş, H., Fe-%24,5Ni-%4,5Si Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerine Çalışmalar, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2005.
37. Onaran, K., Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, 1997.
38. Hull, D., Introduction to Dislocation, Pergamon Pres, London, 1965.
39. Durlu, T. N., Journal of Materials Science, Effects of high austenitizing temperature and austenite deformation on formation of martensite in Fe-Ni-C alloys, 36 (23), 5665-5671, 2001.
40. Kittel, C., Çeviri: Karaoğlu, B., Katıhal Fiziğine Giriş, Bilgitek Yayıncılık, İstanbul, 1996.
41. Bikas, C. M., Krishnan, M., Rao, V. V. R., Metallurgical and Materials Transaction, The microstructure of an Fe-Mn-Si-Cr-Ni stainless steel shape memory alloy, 34A, 1029-1042, 2003.
42. M. H. Loretto, Electron Beam Analysis of Materials, Second Edition, Chapman & Hall, London, 1994.
43. P. B. Hirsch, Electron Microscopy of Thin Crystals, Fourth Impression, Butterworths, London, 1971.
44. Wertheim, G. K., Mössbauer Effect, Principles and Applications, Academic Press, 1964.

45. Li, H., Dunne, D., Kennon, N., Materials Science Engineering, Factors influencing shape memory effect and phase transformation behavior of Fe–Mn–Si based shape memory alloys, A 273-275, 571-577, 1999.
46. Arruda, G. J., Buono, V. T. L., Andrade, M. S., Materials Science Engineering, The influence of deformation on the microstructure and transformation temperatures of Fe–Mn–Si–Cr–Ni shape memory alloys, A 273- 275, 528-532, 1999.
47. Durlu, T. N., Journal of Materials Science Letters, The effect of $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ cycles on strain-induced martensite formation in an Fe-27.3 Ni alloy 11, 702-705, 1992
48. Akgün, I., Gedikoğlu, A., Durlu, T. N., Journal of Materials Science, Mössbauer study of martensitic transformations in an Fe-29.6% Ni alloy, 17, 3479-3483, 1982.
49. Kurt, M., Fe - %15 Mn - %5 Mo Alaşımında Termal Etkili Martensitik Dönüşümün ve Manyetik Özelliklerin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2008.