



İ.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

Fe-%9Mn ALAŞIMINDA AUSTENİTE-MARTENSİTE
FAZ DÖNÜŞÜMÜNÜN KRİSTALOGRAFİK,
KİNETİK VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ

Abdullah Engin ÇALIK

Yüksek Lisans Tezi

Fizik Anabilim Dalı

Haziran-2002

Fe-%9Mn ALAŞIMINDA AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMÜNÜN
KRİSTALOGRAFİK, KİNETİK VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ

Abdullah Engin Çalık

DUMLUPINAR ÜNİVERSİTESİ

Fen Bilimleri Enstitüsü

Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca

Fizik Anabilim Dalında

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Olarak Hazırlanmıştır.

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Hamza Yaşar OCAK

**Y.C. YÜKSEK ÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ**

Haziran-2002

121676

KABUL VE ONAY SAYFASI

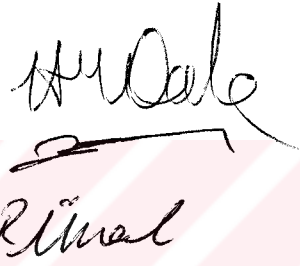
Abdullah Engin Çalık'ın YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı "Fe-%9Mn Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Kristalografik, Kinetik ve Manyetik Özellikleri" başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

09/07/2002


Üye : Yrd. Doç. Dr. Hamza Yaşar OCAK

Üye : Yrd. Doç. Dr. Ercan UÇGUN

Üye : Yrd. Doç. Dr. Rahmi ÜNAL



Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 09.07.2002 gün ve ...10.... sayılı kararıyla onaylanmıştır.



Prof. Dr. Gökay Eoiz

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Fe-%9Mn ALAŞIMINDA AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMÜNÜN KRİSTALOGRAFİK, KİNETİK VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ

Abdullah Engin ÇALIK

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2002

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Hamza Yaşar OCAK

ÖZET

Fe-Mn alaşımında düşük Mn oranı etkisini incelemek için Fe-%9Mn alaşımı TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi'nde (MAM) hazırlandı. Bu alaşımın kristalografik, kinetik ve manyetik özelliklerini farklı dış fiziksel etkenlere göre inceleyebilmek için dört ayrı numune hazırlandı.

Yapılan deneysel çalışmalarda austenite-martensite faz dönüşümünün $fcc \rightarrow bcc$ şeklinde olduğu anlaşıldı. Numunelerin kristalografik özellikleri geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) ve X-ışınları toz difraktometre ile belirlendi. Alaşımın martensite alışı (habit) düzleminin fiziksel etkilere göre $(112)_a$ ve $(259)_a$ olarak değiştiği bulundu. Austenite ve martensite yapılar arasında Kurdjumov-Sachs (K-S) türü dönme bağıntısının bulunduğu sonucuna varıldı.

Alaşımın kinetik özellikleri DSC yöntemi ile ölçüldü. Kinetik özelliklerin fiziksel etkenlere bağlı olarak değiştiği görüldü.

Numunelerin manyetik özellikleri manyetik histerezis deneysel yöntemi kullanılarak incelendi. Alaşımın ideal bir ferromanyetik olduğu görüldü.

Anahtar Kelimeler : Austenite, Martensite, Martensitik Dönüşümler, α' Martensite, Örgü Parametresi, Dönüşüm Sıcaklığı, Ferromanyetik.

**CRYSTALLOGRAPHIC, KINETIC AND MAGNETIC PROPERTIES OF
AUSTENITE-MARTENSITE PHASE TRANSFORMATION IN Fe-%9Mn ALLOY**

Abdullah Engin ÇALIK

Physics Department, M. S. Thesis, 2002

Thesis Supervisor: Asist. Prof. Hamza Yaşar OCAK

SUMMARY

To search the effect of low Mn rate in Fe-Mn alloys, Fe-%9Mn alloy has been prepared in TUBITAK Marmara Research Center (MAM). Four different samples have been prepared to investigate crystallographic, kinetic and magnetic properties of this alloy according to the external physical effects.

In the experimental studies, it was observed that the austenite-martensite phase transformation was in the form of $fcc \rightarrow bcc$. The crystallographic properties of samples were determined by using the transmission electron microscope (TEM) and X-ray powder diffractometry techniques. The martensite habit plane of the alloy was found that it is changed as $(112)_a$ and $(259)_a$ according to the external physical effects. It is determined that the orientation relationship between the austenite and martensite structures was Kurdjumov-Sachs (K-S) type.

Kinetic properties of the alloy were measured with Differential Scanning Calorimetry (DSC) techniques. It was seen that the kinetic properties was changed according to the external physical effects.

The magnetic properties of the samples were investigated by using the experimental technique of magnetic hysteresis. The experimental results showed that the alloy was a good ferromagnetic sample.

Key Words : Austenite, Martensite, Martensitic Transformations, α' Martensite, Lattice Parameter, Transformation Temperature, Ferromagnetic.

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans tez çalışmam süresince karşılaştığım zorlukların çözümlenmesinde değerli bilgileri ve tecrübeleri ile yardımlarını esirgemeyen hocam Sayın Yrd. Doç.Dr. Hamza Yaşar OCAK'a şükranlarımı sunarım.

Bu tez, "Fe-%9 Mn Alaşımının Kristalografik, Kinetik ve Manyetik Özellikleri" isimli proje ile Dumlupınar Üniversitesi Araştırma Fonu tarafından desteklenmiştir. Deneysel çalışmalarına maddi olarak destek sağlayan Dumlupınar Üniversitesi Rektörlüğü'ne teşekkür ederim.

Ayrıca, deneysel çalışmalarım sırasında yardımlarından dolayı TÜBİTAK MAM'a, TEM çalışmalarındaki yardımlarından dolayı TÜBİTAK MAM'dan Orhan İpek ve Dilek Abanoz'a, manyetik deneylerdeki yardımlarından dolayı TÜBİTAK UME'den Dr. Hüseyin Böcük'e, kinetik deneylerdeki yardımlarından dolayı Osmangazi Üniversitesi Metalurji Enstitüsün'den Araş.Gör. Bedri Baksan'a, tezimin yazım aşamasındaki yardımlarından dolayı Araş. Gör. Hasan Bircan'a teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	iv
SUMMARY	v
TEŞEKKÜR	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xii
1. GİRİŞ.....	1
2. AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMLERİ.....	3
2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Genel Özellikleri	3
2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Yapısal ve Kristalografik Özellikleri	4
2.3. Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Kinetik Özellikleri	9
3. Fe-%9Mn ALAŞIMINDA MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMÜNÜN KRİSTALOGRAFİK ÖZELLİKLERİ.....	12
3.1. Giriş	12
3.2. Alaşım ve Numunelerin Hazırlanması	14
3.3. Martensite Alışım Düzleminin TEM Metodu ile Tayini	15
3.4. TEM Metodu ile Austenite-Martensite Dönme Bağıntısının Bulunması	30
3.5. TEM Metodu ile Örgü Parametresinin Bulunması	36
3.6. Difraktometre Metodu ile Örgü Parametresinin Bulunması	40
4. Fe-%9Mn ALAŞIMININ BAZI KİNETİK ÖZELLİKLERİ.....	43
4.1. Giriş	43
4.2. DSC Ölçümleri.....	43
5. Fe-% 9Mn ALAŞIMININ BAZI MANYETİK ÖZELLİKLERİ	46
5.1. Giriş	46
5.2. Alaşımın Histerezis Ölçümleri	48

İÇİNDEKİLER (Devam)

	<u>Sayfa</u>
6. SONUÇ VE TARTIŞMA	53
KAYNAKLAR DİZİNİ	57

EKLER

1. I Numaralı Numunenin X-Işınları Toz Difraktometre Ölçümü.
2. II Numaralı Numunenin X-Işınları Toz Difraktometre Ölçümü.
3. III Numaralı Numunenin X-Işınları Toz Difraktometre Ölçümü.
4. IV Numaralı Numunenin X-Işınları Toz Difraktometre Ölçümü.
5. Bain'e Göre Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Atomik Yapısı.
6. Fe-Mn Alaşımına Ait Faz Diyagramı.

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Bain'e göre austenite kristal yapının martensite kristal yapıya dönüşümü	5
2.2 Austenite ve martensite faz arasındaki süreklilik	6
2.3 Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite alışım düzlemi	7
2.4 Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa göre değişimi	10
2.5 Martensite oluşum yüzdesinin sıcaklık ve zamana bağlı olarak değişimi a) Patlamalı atermal, b) Atermal, c) İzotermal	11
3.1 Fe-Mn alaşımlarında martensite dönüşümü için sıcaklığın Mn içeriğine bağımlılığı ...	13
3.2 a) I numaralı numuneye ait martensite kristalleri, b) I numaralı numuneye ait kırınım deseni	17
3.3 a) $(111)_a$ ve $(100)_m$ düzlemine ait standart kırınım anahtar diyagramları, b) I numaralı numunenin TEM ile çekilen film üzerindeki kırınım noktalarının indislenmiş anahtar diyagramı	18
3.4 I numaralı numuneye ait martensite normallerinin $(111)_a$ izdüşümü üzerindeki konumları	19
3.5 I numaralı numuneye ait alışım düzlemi	20
3.6 a) II numaralı numuneye ait martensite kristalleri, b) II numaralı numuneye ait kırınım deseni	21
3.7 a) III numaralı numuneye ait martensite kristalleri, b) III numaralı numuneye ait kırınım deseni	22
3.8 a) II numaralı numunenin TEM ile çekilen film üzerindeki kırınım noktalarının indislenmiş anahtar diyagramı, b) III numaralı numunenin TEM ile çekilen film üzerindeki kırınım noktalarının indislenmiş anahtar diyagramı	23
3.9 II numaralı numuneye ait martensite normallerinin $(111)_a$ izdüşümü üzerindeki konumları	24
3.10 III numaralı numuneye ait martensite normallerinin $(111)_a$ izdüşümü üzerindeki konumları	25
3.11 II numaralı numuneye ait alışım düzlemi	26
3.12 III numaralı numuneye ait alışım düzlemi	26
3.13 a) $(100)_a$ ve $(111)_m$ düzlemine ait standart kırınım anahtar diyagramları, b) IV numaralı numunenin TEM ile çekilen film üzerindeki kırınım noktalarının indislenmiş anahtar diyagramı	27
3.14 a) IV numaralı numuneye ait martensite kristalleri, b) IV numaralı numuneye ait kırınım deseni	28
3.15 IV numaralı numuneye ait martensite normallerinin $(001)_a$ izdüşümü üzerindeki konumları	29

ŞEKİLLER DİZİNİ (Devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.16 IV numaralı numuneye ait alışımlı düzlemi	30
3.17 I numaralı numuneye ait austenite ve martensite küresel izdüşümlerinin üst üste çizilmiş şekli ile bazı düzlem ve doğrultular arasındaki açılar	32
3.18 II numaralı numuneye ait austenite ve martensite küresel izdüşümlerinin üst üste çizilmiş şekli ile bazı düzlem ve doğrultular arasındaki açılar	33
3.19 III numaralı numuneye ait austenite ve martensite küresel izdüşümlerinin üst üste çizilmiş şekli ile bazı düzlem ve doğrultular arasındaki açılar	34
3.20 IV numaralı numuneye ait austenite ve martensite küresel izdüşümlerinin üst üste çizilmiş şekli ile bazı düzlem ve doğrultular arasındaki açılar	35
4.1 Riko-Rigaku'nun DSC sistemi	44
4.2 IV numaralı numuneye ait DSC ölçümü	45
5.1 Sıcaklık-Mn oranına göre manyetik faz diyagramı	47
5.2 Permagraph sisteminin diyagramı	49
5.3 I numaralı numuneye ait histerezis eğrisi	51
5.4 II numaralı numuneye ait histerezis eğrisi	51
5.5 III numaralı numuneye ait histerezis eğrisi	52
5.6 IV numaralı numuneye ait histerezis eğrisi	52
6.1 Numunelerin yüzey fotoğrafları	
a) I numaralı numune b) II numaralı numune	
c) III numaralı numune d) IV numaralı numune	54

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Austenite-martensite faz dönüşümlerine ait bazı dönme bağıntıları	9
3.1 Fe ve Mn elementlerinin kimyasal bileşimleri (%)	14
3.2 Fe-%9Mn alaşımına ait numunelerin özellikleri	14
3.3 I, II, III ve IV numaralı numunelere ait fcc ve bcc yapıların örgü parametreleri	39
3.4 I, II, III ve IV numaralı numunelerin austenite fazına ait örgü parametreleri	41
3.5 I, II, III ve IV numaralı numunelerin martensite fazına ait örgü parametreleri	42
4.1 IV numaralı numunenin DSC sonuçları	45
5.1 Fe-%9Mn alaşımı numunelerinden ölçülen bazı manyetik parametreler	50



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler</u>	<u>Açıklama</u>
M_s	Martensite faza dönüşümün başladığı sıcaklık
M_f	Martensite faza dönüşümün bittiği sıcaklık
A_s	Austenite faza dönüşümün başladığı sıcaklık
T_0	Austenite ve martensite kristallerinin kararlı bulunduğu sıcaklık
ΔG	Kimyasal serbest enerji değişimi
G	Kimyasal serbest enerji
γ	fcc yapıdaki austenite faz
α'	bcc yapıdaki martensite faz
ϵ	hcp yapıdaki martensite faz
d_{hkl}	Düzlemler arası uzaklık
hkl	Miller indisleri
λ	Elektron demetinin dalga boyu
L	Elektron mikroskobunun kamera sabiti
r_{hkl}	Karşıt örgü noktalarının desen merkezine uzaklığı
a_{fcc}	Austenite fazın örgü parametresi
a_{bcc}	Martensite fazın örgü parametresi
ΔW	Aktivasyon enerji değişimi
ΔH	Entalpi değişimi
C_p	Öz ısı
\vec{M}	Manyetizasyon
T_C	Curie sıcaklığı
T_N	Neel sıcaklığı

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (Devam)

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
TEM	Transmission Electron Microscope
TÜBİTAK	Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu
MAM	Marmara Araştırma Merkezi
UME	Ulusal Metroloji Enstitüsü
DSC	Differential Scanning Calorimetry
DTA	Differential Thermal Analyse



1. GİRİŞ

Austenite-martensite faz dönüşümü, difüzyonsuz oluşabilme özelliğinden dolayı katıhal fiziginde önemli bir yere sahiptir (Durlu, 1974). Bu dönüşümün metaller ile alaşımların çeşitli fiziksel özelliklerinde meydana getirdikleri değişiklikler üzerinde yıllardır çalışılmaktadır. Maddenin kristalografik, manyetik ve termodinamik özelliklerinde meydana getirdikleri ilgi çekici değişiklikler nedeni ile araştırmacıları bu yönde çalışmaya teşvik etmektedir.

Austenite-martensite faz dönüşümü belirli fiziksel etkenler altında oluşur. Bu fiziksel etkenler sıcaklık, deformasyon, her ikisinin beraber uygulanması ve manyetik alan uygulanması şeklinde olabilir (Durlu, 1974). Bu şekilde elde edilen ürün kristallerin özellikleri de farklı ve karmaşık karakterli olur. Dönüşümün doğru mekanizmasını bulabilmek için bu fiziksel etkenlerin, ürün fazın yapısal, kristalografik, kinetik ve mekanik özelliklerinde meydana getireceği değişimlerin bilinmesi gerekir.

Austenite-martensite faz dönüşümünün çok kısa bir sürede ve difüzyonsuz özellikte ortaya çıkması, olayın gözlenmesinin oldukça zor olmasına neden olmuş, öte yandan karmaşık kristalografik modellerin geliştirilmesi gereğini birlikte getirmiştir (Akgün, 1981). Bu nedenle sonuca daha sağlıklı ulaşabilmek için daha çok örnek üzerinde deneysel olarak çalışılması gerekir.

Bazı Fe bazlı alaşımların (Fe-Ni, Fe-Ni-C/C/Cr/Co, Fe-Pd, Fe-Pt), austenite-martensite faz dönüşümlerinin genelde atermal özellik gösterdikleri ve şekil hatırlama olayına sahip olmadıkları bilinmektedir (Nishiyama, 1978). Fe-Mn, Fe-Mn-Si ve Fe-Mn-Ni gibi bazı alaşımların kristalografik özellikleri incelendiğinde, bu alaşımların Mn ve Ni oranına bağlı olarak şekil hatırlama ve izotermal özellik gösterdiği deneysel çalışmalar sonucunda bulunmuştur (Nishiyama, 1978; Chang and Meyers, 1988; Kajivare, 1981). Fe içermeyen Cu-Zn, Cu-Zn-Al gibi bazı Cu bazlı alaşımların da şekil hatırlama olayı gösterdiği bilinmektedir (Nishiyama, 1978). Şekil hatırlama özelliği gösteren alaşımların sanayi ve endüstrideki önemi ile Fe-Mn bazlı alaşımlar son zamanlarda araştırmacıların ilgisini çekmektedir. Amaç Cu bazlı alaşımlara alternatif olarak görülen Fe-Mn bazlı alaşımların bütün özelliklerini incelemektir.

Bu çalışmada yukarıda sözü edilen problemlerin çözümüne yardımcı olabilmek amacıyla, Fe-%9Mn alaşımında, austenite-martensite faz dönüşümünün kristalografik, kinetik

ve manyetik özellikleri TEM (geçirmeli elektron mikroskobu), X-ışınları difraksiyonu, optik mikroskop, DSC (Differential Scanning Calorimetry), ve Hysteresisgraph sistemi ile incelenerek elde edilen sonuçlar değerlendirilecektir.



2. AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMLERİ

2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Genel Özellikleri

Faz termodinamik bir denge halidir ve bir hacim içerisinde herhangi bir maddenin genel anlamda, homojen olarak bulunması olarak tanımlanabilir (Ocak, 1999). Alaşımların çeşitli denge hallerindeki iç yapıları termodinamik yasaların etkisi altındadır. Kullanılan maddenin atomları ve molekülleri gibi hücre elemanlarının toplamı termodinamik sistemi meydana getirir. Termodinamik sistem, çevreden yalıtılıp bir süre bekletilirse kendi kendine denge kararlı hale gelir. Bu duruma “denge hali” denir. Denge haline gelmiş herhangi iki sistem kendi içlerinde homojen olmakla birlikte, ikisi bir arada bulunduğu zaman heterojendir. Bu şekilde heterojen bir sistem homojen kısımlarına ayrılabilirse böyle gruplara “sistemin fazları” denir (Akgün, 1981). Fazların birinden diğerine geçiş faz dönüşümü olarak tanımlanır. Faz dönüşümü sırasında atomlar doğal olarak yer değiştirirler. Herhangi bir metal veya alaşımın atomlarının fiziksel bir etki ile gelişigüzel yer değiştirmeleri “difüzyonlu faz dönüşümleri”; atomların komşulukları değişmeden sadece kristal yapının değişmesi “difüzyonsuz faz dönüşümleri” olarak adlandırılır. Austenite-martensite dönüşümü de difüzyonsuz faz dönüşümüdür.

Austenite-martensite faz dönüşümleri ilk kez 19.yy sonlarında Alman bilim adamı Adolf MARTEN tarafından incelenmiştir. Bu tarihten itibaren martensitik faz dönüşümleri ve bu dönüşümlerin metal alaşımlarının çeşitli fiziksel özelliklerinde ne gibi değişikliklere yol açtığı üzerinde çalışılmaktadır (Yıldız, 1994).

Austenite-martensite faz dönüşümleri ilk kez Fe alaşımlarında gözlenmiştir. Sanayideki önemi nedeni ile günümüzde araştırmalar bu alaşımlar üzerine yoğunlaştırılmış olup, Au, Cu, Zn, Sn, Al ve Ti gibi metal alaşımlarında (Wayman, 1968) ve hatta bazı ametallerde de martensitik faz dönüşümlerinin meydana geldiği gözlenmiştir (Bilby and Parr, 1964).

Fe alaşımları yaklaşık olarak 1400°C 'de erir. Havasız ortamda oda sıcaklığına soğutulurken yaklaşık 900°C civarında yüzey merkezli kübik (fcc) yapıda kristalleşir. Alaşımın bu fazına “austenite” adı verilir. Austenite fazdaki alaşım uygulanan fiziksel etkenler sebebi ile cisim merkezli tetragonal (bct), sıkı paketlenmiş hekzagonal (hcp) veya cisim merkezli kübik (bcc) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına ise “martensite” adı verilir (Aktürk, 1996).

Austenite-martensite faz dönüşümü difüzyonsuz faz geçişi olması, austenite ile martensite arasında kristalografik dönme bağıntısı olması ve austenite kristali martensite kristal yapıya dönüştüğünde mutlaka hacim değişikliğinin olması özellikleri ile diğer faz dönüşümlerinden ayrılır.

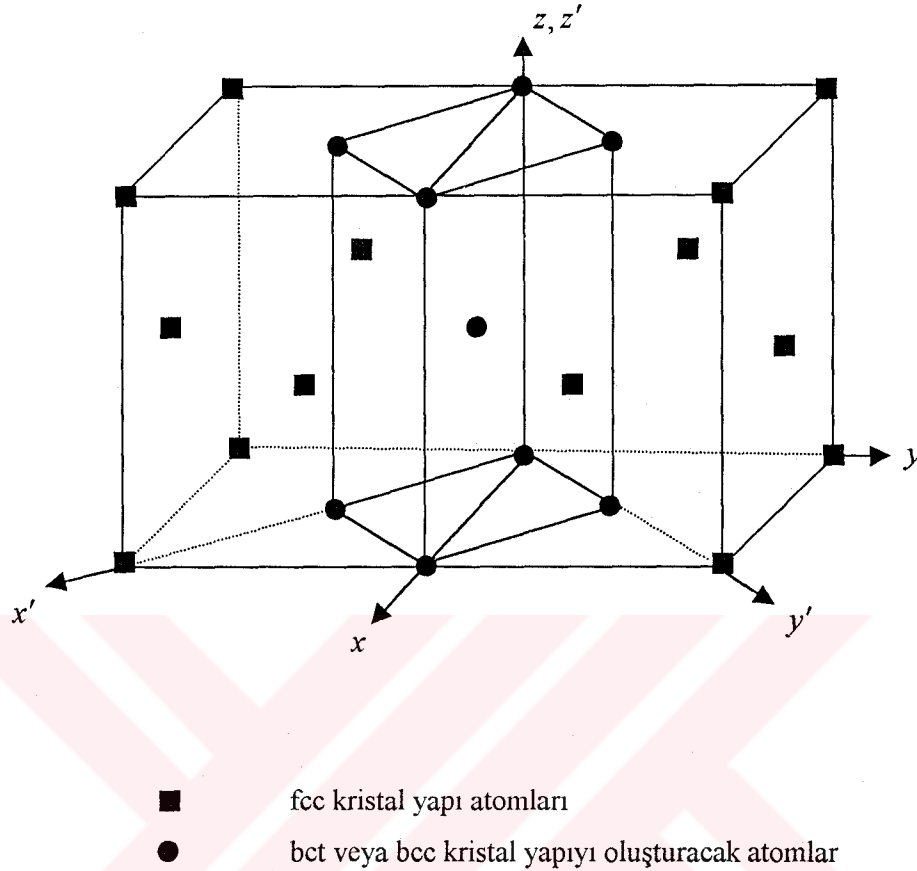
Austenite-martensite faz dönüşümü büyüklüğü materyalin kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkenler altında oluşur. Dört türlü etki ile martensite geçişin ortaya çıkabileceği görülmüştür;

- a-) Sıcaklık değişimi sonucu oluşan martensitik geçişler,
- b-) Ana faza plastik deformasyon uygulanması sonucu oluşan martensitik geçişler,
- c-) Her iki etkinin birlikte uygulanması sonucu oluşan martensitik geçişler
- d-)Manyetik alan etkisiyle meydana gelen martensitik geçişler (Durlu, 1974; Nishiyama, 1978).

Austenite faz, martensite faza dönüşümüne ana kristal yapı tümü ile ürün kristal faza dönüşmez. Martensite kristalleri düzgün olmayan bir dağılımla austenite kristalleri içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkarlar. Austenite içerisinde martensitelerin kaplayacağı hacim, dönüşümü oluşturan etkenin büyüklüğüne bağlıdır (Durlu, 1974).

2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Yapısal ve Kristalografik Özellikleri

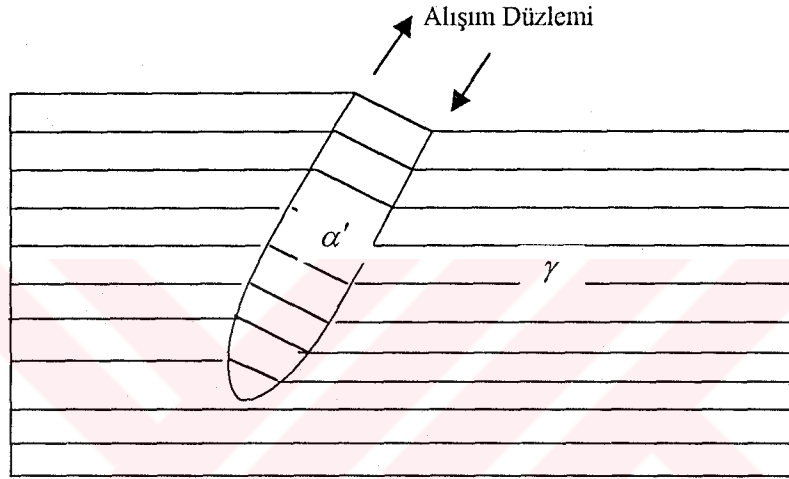
Austenite-martensite faz dönüşümü ile ilgili ilk model 1924 yılında Bain tarafından ortaya atılmıştır. Bu modele göre yüzey merkezli kübik (fcc) yapıdaki kristal örgü, cisim merkezli tetragonal (bct) veya cisim merkezli kübik (bcc) yapıya dönüşür (Şekil 2.1) (Nishiyama, 1978). Buna göre Bain, fcc yapıdaki kristal atomlarının komşuluklarını koruyarak, ancak aralarındaki uzaklıklar x' ve y' eksenleri üzerinde belirli bir oranda artarken, z' ekseninde aynı oranda azalarak bct veya bcc düzene geçebileceğini öngörmüştür. Dönüşüme ait atomik yapı Ek.5'de (Oslo and Cohen, 1976) verildi.



Şekil 2.1. Bain'e göre austenite kristal yapının martensite kristal yapıya dönüşümü

Yapılan deneysel araştırmalar bu modelin tek başına dönüşümü açıklayamayacağını göstermiştir. Atomlar tümü ile hareket edince, iki kristal yapı arasında sınır özelliği taşıyacak değişime uğramamış bir yüzey kalmayacağından, Bain modeli austenite-martensite sınırını belirleyememiştir (Durlu, 1974). Ayrıca martensite'e dönüşen austenite kristal hacminde, büyümeyi içeren bir şekil değişimi bulunmuştur. Dönüşümden önce austenite kristalinin yüzeyine çizilen doğru şekilli karşılaştırma çizgileri incelendiğinde, martensite'e dönüşen bölgelerde çizgilerin kopmaya uğramadan sürekliliklerini ve doğruluklarını koruyabilmelerine rağmen kırılmaya uğradıkları görülmüştür (Wayman, 1968). Bu gözlemler, martensite'e dönüşen hacmin, "ana" kristalle sürekliliğini koruduğunu, ancak makroskopik boyutta düzgün dağılımlı bir şekil değişimine uğradığını kanıtlar (Şekil 2.2). Dönüşüm sırasında difüzyon olmadığından, "ana" ve "ürün" kristal yapılar arasında belirli bir kristalografik dönme olması gerektiği düşünülerek, dönüşümün kristalografik parametrelerinden birisi olan dönme bağıntısı ilk kez Kurdjumov-Sachs (1930) ve Wasserman (1935) tarafından X-ışınları yöntemi

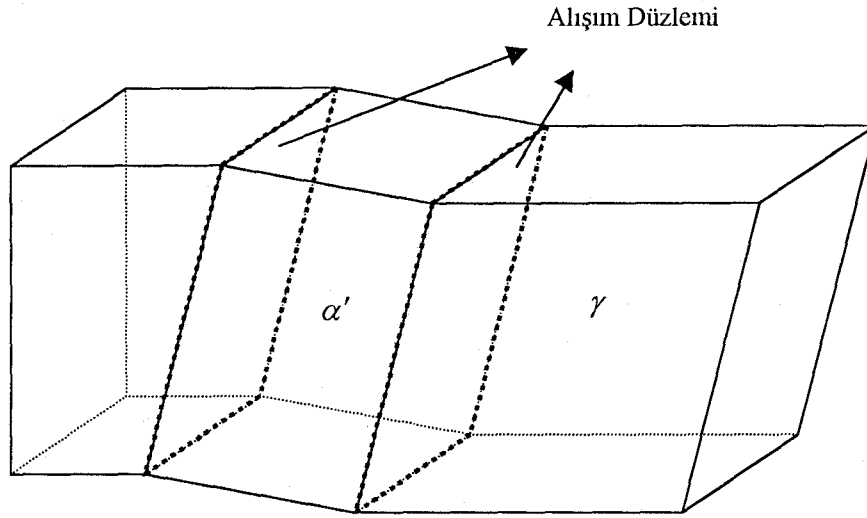
kullanılarak ölçülmüştür. Martensitik dönüşüm olayından sonra oluşan martensite kristal yapıyı, austenite'den ayırması gereken ve düzlem olduğu varsayılan sınıra da “alışım (habit) düzlemi” denir (Şekil 2.3). Bu düzlem ana kristal yapıya bağlı olarak tanımlanır. Greninger ve Troiano'nun (1940) alışım düzleminin austenite'in basit Miller indisli düzlemlerden birisi olduğu şeklindeki ölçümlerine karşın daha sonraki ölçümler, büyük indisli düzlemlerin de alışım düzlemi olabileceğini kanıtlamıştır (Wayman, 1968).



Şekil 2.2. Austenite ve martensite faz arasındaki süreklilik

Bain modelindeki yetersizlik 1950'lerde ilk kristalografik teorilerle aşılmaya çalışılmıştır. Bowles-Mackenzie (1954, 1962) ve Wechsler-Lieberman-Read (1953) tarafından geliştirilen bu teoriler, matematiksel yaklaşımları biraz farklı olmakla birlikte esas olarak özdeşirler (Machlin and Cohen, 1951). Bu teoriler “klasik” veya “tek bozunmalı” teoriler şeklinde tanımlanmaktadır. Bain modeline uygun bir şekil değişiminden sonra ürün kristal yapı, kristal örgüyü değiştirmeyen bir şekil bozulmasına ve dönmeye uğrayarak dönme ve bozulmaya uğramamış bir alışım düzleminin oluşmasını sağlayabilir. Kristal örgüyü bozmayan şekil değişiminin ancak ikizlenme ve kayma ile mümkün olabileceği düşünülmüştür. Sözü edilen dönme ise, daha önce bulunan austenite-martensite kristalografik dönmesidir. Bu teorilerin önerdiği modelde;

- a-) Bain modeline uygun şekil değişimi,
- b-) Kristal örgüsünü değiştirmeyen bir şekil bozulması,
- c-) İki kristal yapı arasında bir dönme olduğu varsayılmaktadır.



Şekil 2.3. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite alışım düzlemi

Wechsler-Lieberman-Read ve Bowles-Mackenzie bu şekilde belirlenen dönüşümün; F=toplam şekil değişimi, B=Bain değişimi, S= şekil bozulması, R=dönme olmak üzere ve F, B, S, R niceliklerini (3x3) matrisler ile göstermek üzere;

$$F = B.S.R \quad (2.1)$$

şeklinde vermişlerdir. Bu teoriler, ana ve ürün fazdaki ilk ve son değeri inceler. Oluşum sırasında neler olduğunu açıklamaz. Üç bileşenin oluşum sırası belirsizdir.

Daha sonraki yıllarda, ortaya atılan bu kristalografik teorileri sağlayan ve sağlamayan bir çok araştırmalar yapılmıştır. Pek çok martensite kristalinde ikizlenmenin varlığı gösterilmiştir (Kelly and Nutting, 1968). Özellikle bazı Fe alaşımlarında ölçülen şekil değişimi ile bu teorilerin önerdiği şekil değişimi arasında bir uyum bulunmuştur (Wayman, 1968). Fakat yine bazı Fe alaşımlarında, Bowles-Mackenzie teorisindeki açılma parametresi ile varsayılan konum değişikliğinin aksine, alışım düzleminin atomları arasındaki uzaklığın değişmediği deneysel olarak gösterilmiştir (Krauklis and Bowles, 1969). Ayrıca bazı martensite kristallerinde, ikizlenme ve kayma türü şekil bozulmalarının sayısının, teorilerin aksine birden çok olabileceği bulunmuştur (Read, 1967).

Klasik teorilerde ortaya çıkan bu aksaklıkları açıklayabilmek amacı ile, Ross-Crocker ve Acton-Bevis (1970) hemen hemen aynı tarihlerde birbirlerinden bağımsız olarak yeni teoriler geliştirmişlerdir. “İkili bozunma teorileri” olarak adlandırılan bu teorilerde toplam şekil değişimini oluşturan bileşenler, klasik teorilerdeki ile aynı olmakla birlikte, kristal örgüyü değiştirmeyen şekil değişiminin iki tane olabileceği varsayılmaktadır. Böylece klasik teorilerde S ile verilen şekil bozulması, yeni teorilerde S_1 ve S_2 ile gösterilen ikili bozulmadan oluşturulmuştur. Ross-Crocker ve Acton-Bevis teorilerinde, Bain değişimi B ve dönmeyi de R ile göstererek toplam şekil değişimini,

$$F = B.S_1.S_2.R \quad (2.2)$$

olarak vermişlerdir (Akgün, 1981).

İki ikizlenme ve kaymanın veya bir ikizlenme ile bir kaymanın birlikte olabileceğini öne süren yeni teorilerin bazı gözlemlerle uyuma sağlamaları birlikte, {2 2 5} alışım düzlemleri martensite'lerin dönme bağıntılarını bulmada başarılı olamadıkları ileri sürülmüştür (Dunne and Wayman, 1971). Bu teorilerin dışında, geliştirilen bir kaç model de uygulama alanları çok dar olduğu ve genelleştirilemedikleri için konuya açıklık getirememişlerdir (Bowles and Dunne, 1969).

Austenite-martensite dönüşümü sırasında difüzyon olmadığından ve iki kristal faz arasında belirli kristalografik parametrelerinden birisi olan dönme bağıntıları Kurdjumov-Sachs (K-S), Wasserman, Nishiyama (N) ve Greninger-Traiano (G-T) tarafından X-ışınları Laue metodu kullanılarak belirlenmiştir (Nishiyama, 1978). Dönme bağıntıları alaşımın cinsine ve alaşımı oluşturan elementlerin konsantrasyonlarına bağlı olduğu gibi, deformasyon etkisi ile oluşan martensite'lerde ise deformasyon oranına da bağlı olduğu görülmüştür (Durlu, 1974; Chang and Meyers, 1988). Yukarıdaki araştırmacılar tarafından tanımlanan dönme bağıntıları aşağıdaki çizelgede verilmiştir.

Çizelge 2.1. Austenite-martensite faz dönüşümlerine ait bazı dönme bağıntıları

Bağıntı	K-S	N	G-T
$(011)_a-(111)_m$	0°	0°	1°
$[112]_a-[011]_m$	5°	0°	2°
$[101]_a-[111]_m$	0°	0.54°	2°
$[011]_a-[111]_m$	3.5°	0.5°	6.5°

2.3. Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Kinetik Özellikleri

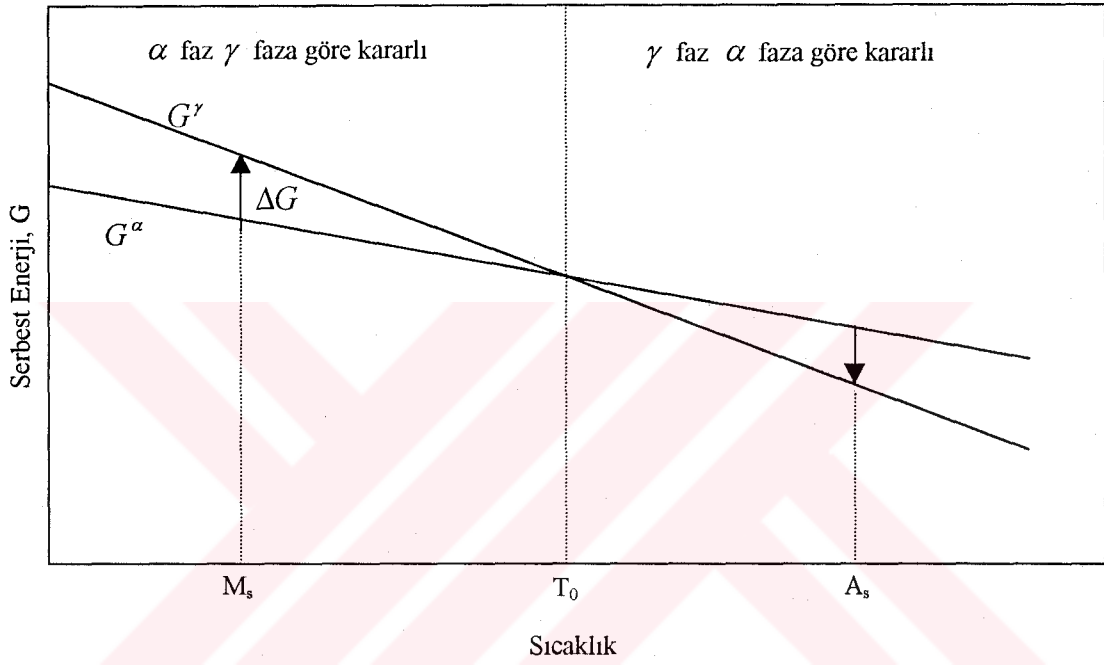
Termodinamik etkenlerle oluşturulan austenite-martensite faz dönüşümünde, austenite'nin soğutulması ile martensite'in elde edilmeye başlanması M_s (dönüşüm sıcaklığı) sıcaklığında başlar, M_f sıcaklığında sona erer (Borgenstam and Hillert, 1997). M_s ve M_f sıcaklıkları, alaşımın ısısal ve mekanik geçmişi ile kompozisyonuna bağlıdır. Fe bazlı bazı alaşımlarda, alaşım içerisindeki elementlerin konsantrasyonu arttıkça M_s ve M_f sıcaklıklarının nerede ise doğrusala yakın bir değişimle azaldığı deneylerle kanıtlanmıştır (Petty, 1970).

Faz dönüşümünün başlayabilmesi için austenite fazın sıcaklığı, her iki fazın kararlı bulunduğu T_0 denge sıcaklığından M_s sıcaklığına düşürülmelidir. Bu durumda $(T_0 - M_s)$ sıcaklık farkı ile ortaya çıkan kimyasal serbest enerji değişimi ΔG , dönüşümü oluşturacak sürücü kuvveti açığa çıkarır ve dönüşüm olayı gerçekleşir (Şekil 2.4) (Oslo and Owen, 1992).

Austenite-martensite faz dönüşümünün bir diğer özelliği de tersinir dönüşüm olmasıdır. Oluşan martensite faz, M_s sıcaklığından daha yüksek bir A_s sıcaklığında yeniden austenite faza dönüşebilir. Martensite yapıdan austenite yapıya böyle bir tersinir dönüşümün olabilmesi için $(T_0 - A_s)$ sıcaklık değişimi ile ortaya çıkacak bir serbest enerji değişimi gereklidir. Bu değişim kristalin sıcaklığını arttırarak sağlanabilir (Navruz, 1996).

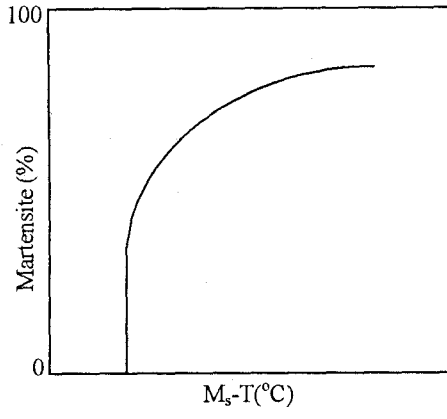
Martensite oluşum kinetik olarak incelendiğinde, atermal ve izotermal özellikli iki değişik martensite oluşumun varlığı görülür. Atermal martensite faz dönüşüm olayı M_s sıcaklığında başlar M_f sıcaklığında tamamlanır. Bu tür bir oluşum iki gruba ayrılarak incelenebilir. Birincisinde dönüşüm çok yüksek hızlarda patlama şeklinde tamamlanırken (Şekil 2.5.a), diğerinde oluşan martensite hacmi sıcaklığa exponansiyel bir bağımlılık gösterir

(Şekil 2.5.b) (Machlin and Cohen, 1951; Kaufman and Cohen, 1958). Sıcaklık değişimi ile oluşan dönüşümlerde, ürün martensite fazın oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda yeni patlamalar olabilir ancak birkez oluşan martensite düşük sıcaklıklarda büyüme göstermez (Durlu, 1978). Fe alaşımlarında ısıl etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} s'de ortaya çıktığı ölçülmüştür (Bunshah and Mehl, 1953).

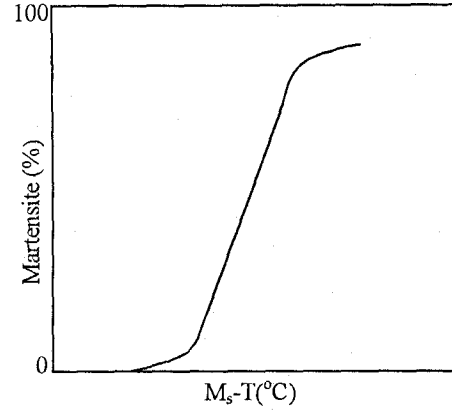


Şekil 2.4. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa göre değişimi (Nishiyama, 1978).

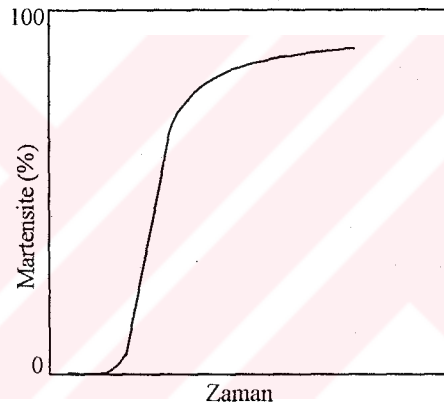
Az sayıdaki bazı alaşımlarda martensite'lerin oluşumu izotermal ve gözle görülebilecek kadar yavaş olabilir (Maki and Wayman, 1977). İzotermal martensite dönüşümlerinde, M_s sıcaklığından daha aşağı sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabileceği gibi daha önce oluşanlar da hacimce büyüme gösterebilirler (Yang and Wayman, 1984). Şekil 2.5.c izotermal özellikli martensite faz dönüşümlerinde oluşan martensite yüzdesinin zamana bağlı olarak değişimini göstermektedir.



a-) Patlamalı atermal



b-) Atermal



c-) İzotermal

Şekil 2.5. Martensite oluşum yüzdesinin sıcaklık ve zamana bağlı olarak değişimi (Machlin and Cohen, 1951)

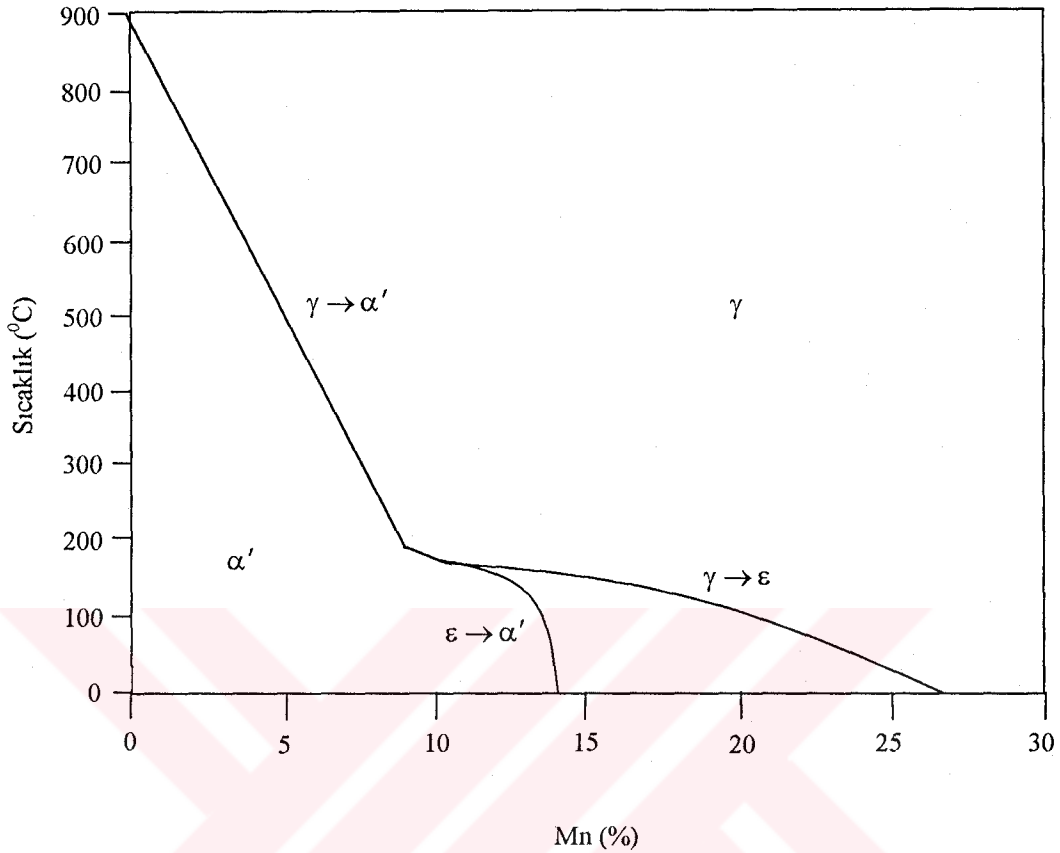
3. Fe-%9Mn ALAŞIMINDA MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMÜNÜN KRİSTALOGRAFİK ÖZELLİKLERİ

3.1. Giriş

Fe alaşımlarında gözlenen austenite-martensite faz dönüşümü genelde yüzey merkezli kübik (fcc) yapıdaki austenite fazın (γ), cisim merkezli kübik (bcc) veya cisim merkezli tetragonal (bct) yapıdaki martensite faza dönüşümü şeklinde ortaya çıkar. Ancak son yıllarda yapılan kristalografik çalışmalar sonucunda, özellikle Cu-Zn-Al alaşımlarında gözlenen (Nishiyama, 1978) fcc austenite yapının hcp martensite yapıya geçişi şeklinde martensitik dönüşümlerin bazı Fe alaşımlarında ortaya çıkabileceği görülmüştür (Hornbogen,1995; Tomato and Yamaguchi,1995).

fcc→hcp faz dönüşümü sonucunda oluşan martensite “ ϵ martensite” olarak tanımlanır. fcc→bcc faz dönüşümü sonucu oluşan martensite de “ α' martensite” olarak tanımlanır. fcc→hcp faz dönüşümünün olduğu alaşımların önemli bir özelliği, alaşımda yer alan elementlerin yüzdesine bağlı olarak hcp yapıdaki ϵ türü martensite yanında, bcc yapıdaki α' türü martensite'lerin de ortaya çıkabilmesidir. Alaşımı oluşturan elementlerin oranlarına, sıcaklık ve dış fiziksel etkenlere bağlı olarak ϵ ve α' türü martensite'ler tek başlarına da oluşabilmektedirler. Bu tür Fe bazlı alaşımlarda gözlenen ϵ martensite'ler üzerine yapılan çalışmalar, özellikle bu alaşımların şekil hatırlama özelliği gösterdiğinin bulunmasından sonra daha çok yoğunlaşmıştır (Navruz, 1996).

Fe-Mn alaşımlarında gözlenen ϵ ve α' türü martensite oluşumu diğer Fe alaşımlarında olduğu gibi sıcaklık dışında dış plastik zorlanmalarla da ortaya çıkabilir. Oluşum özellikleri bu zorlanmaların büyüklüğüne ve alaşım içerisinde yer alan elementlerin bulunma yüzdelerine bağlı olarak değişim gösterir (Yang and Wayman, 1992). Fe-Mn alaşımlarında martensite oluşumunun Mn içeriğine bağımlılığı incelenmiş ve Mn içeriği %10'dan az olunca α' , %10'dan fazla olunca ϵ martensite'nin oluşabileceği, Mn içeriği %10 ile %15 arasında olduğunda ise $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ dönüşümünün mümkün olduğu gözlemlenmiştir (Schumann, 1969). Fe-Mn alaşımları için, sıcaklığa bağlı olarak Mn katkısının faz dönüşümüne etkisi Şekil 3.1'de verilmiştir (Nishiyama, 1978). Ayrıca Fe-Mn alaşımına ait faz diyagramı da Ek.6'da (Keller, 1966) verildi.



Şekil 3.1. Fe-Mn alaşımlarında martensite dönüşümü için sıcaklığın Mn içeriğine bağımlılığı (Nishiyama, 1978).

Şekilden de anlaşıldığı gibi, Fe-Mn ikili alaşımlarında her iki fazın oluşumu birbirinden bağımsız olduğundan, dönüşüm sırasında bu fazlardan hangisinin oluşacağı Mn içeriğine bağlıdır. % 16 ve daha fazla Mn içerikli Fe-Mn alaşımlarında austenite numunenin oda sıcaklığına soğutulması ile ϵ türü martensite'nin oluşmaya başlayacağı ve düşük dönüşüm sıcaklıklarında kristal deforme edilmedikçe α' martensite'nin oluşmayacağı görülmüştür (Tomato, et al., 1986).

Fe-Mn alaşımlarında gözlenen, fcc yapıdan bcc yapıya ve fcc yapıdan hcp yapıya faz dönüşüm olayı oldukça karmaşık olup, bazı alaşımlarda her iki fazın beraber oluşmasına rağmen, ϵ ve α' martensite kristallerinin oluşumu birbirinden bağımsızdır (Akgün and Durlu, 1994).

Bu çalışmada Fe-%9Mn alaşımına ait dört farklı numunenin kristalografik özellikleri TEM ve X-ışınları toz difraktometre ile incelenecektir.

3.2. Alaşım ve Numunelerin Hazırlanması

Deneysel olarak incelenecek olan Fe-Mn alaşımı, Gebze'deki TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi'nin (MAM) malzeme bölümündeki alaşım hazırlama laboratuvarlarında, indüksiyon fırınlarında argon gazı atmosferi altında, çizelgede verilen saflık oranlarına sahip Fe ve Mn elementlerinden %9 Mn oranında hazırlandı.

Çizelge 3.1. Fe ve Mn elementlerinin kimyasal bileşimleri (%).

	Fe	Ni	Mn	Cu	Pb	Co	Zn	S	Diğerleri
Fe	99.986	0.002	0.002	0.002	0.002	-	0.002	0.002	0.002
Mn	0.001	0.001	99.985	-	0.005	0.001	0.005	-	0.002

Daha sonra 1100°C sıcaklıkta 16 saat süre ile ısıtılarak tutularak homojenleştirme yapıldı. Oda sıcaklığında soğutulan alaşımların yüzeyleri parlatılarak, deneysel çalışmalara hazır hale getirildi.

Fe-%9Mn alaşımında, austenite-martensite faz dönüşümünün kristalografik, kinetik ve manyetik özellikleri, farklı fiziksel etkenlere bağlı olarak, dört farklı numune üzerinde incelendi. Bu nedenle alaşımdan elde edilen farklı özelliklere sahip numuneler aşağıdaki gibi sınıflandırıldı.

Çizelge 3.2. Fe-%9Mn alaşımına ait numunelerin özellikleri

Numune	Numunenin Fiziksel Özellikleri
I	Sıvı azotta bekletilen normal numune.
II	Oda sıcaklığında %5 deformasyon uygulanan numune.
III	Oda sıcaklığında %8.5 deformasyon uygulanan numune.
IV	Oda sıcaklığında %27 deformasyon uygulanan numune.

Deneylerde kullanılacak numuneler TÜBİTAK MAM laboratuvarlarında hazırlandı. Numuneler İZOMET tipi kesicide elmas çarklar kullanılarak düşük hızda ve değişik büyüklüklerde kesildi. Daha sonra numuneler, yukarıda verilen oranlarda plastik deformasyona tabi tutuldu.

DSC ölçümü ve manyetik histerezis ölçümü için dört numuneden yeterli miktarda ince dişli Tungsten eye kullanılarak toz numuneler elde edildi.

X-ışınları deneyi, $\text{CuK}\alpha$ kaynağına sahip SHIMADZU XRD-6000 X-ray diffractometresi ile, $2^\circ/\text{dakika}$ tarama hızı ile 20° - 120° arasında yapıldı.

Geçirmeli elektron mikroskop (TEM) deneyleri için 0.3 mm kalınlığında kesilen numuneler, 3 mm çapında diskler halinde hazırlandı ve süper ince su zımparası (1200) kullanılarak inceltildi. Daha sonra bu disklerin, %5 Perchloric acid-%95 Methonal karışımında ve $(-27.5, -39)^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığında TENUPOL-5 cihazı ile ikili-asit jeti (double-jet metot) yöntemi ile inceltme ve parlatılma işlemleri tamamlandı. Hazırlanan numunelerin uygunlukları 100kV gücündeki Jeol100 C marka elektron mikroskopunda kontrol edildi.

3.3. Martensite Alışım Düzleminin TEM Metodu ile Tayini

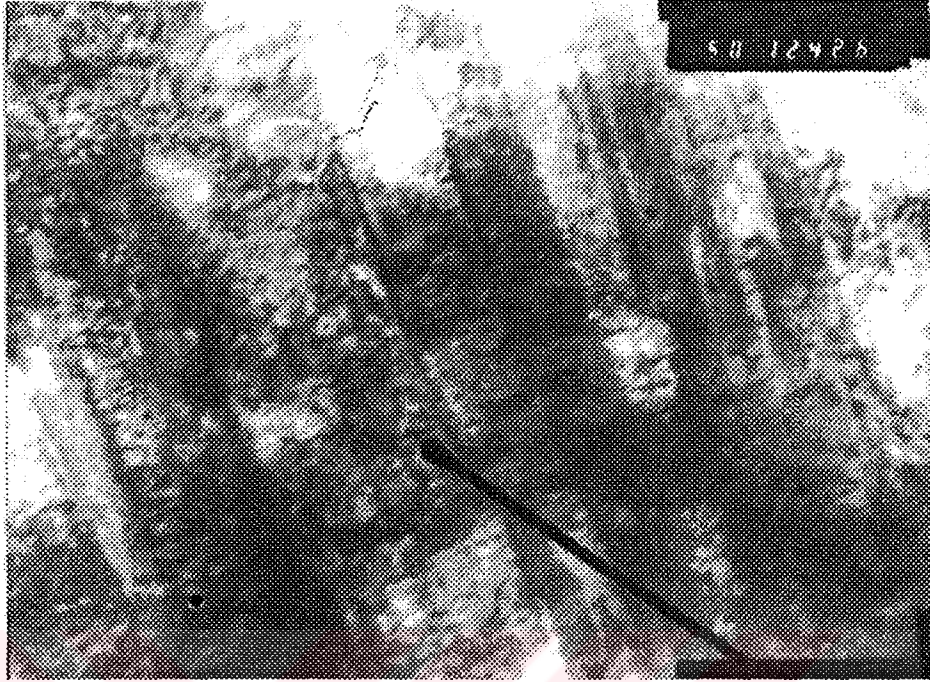
Austenite-martensite difüzyonsuz faz dönüşümü ile oluşan martensite kristallerinin, austenite yapı içerisinde rastgele yerleşmeyip, belirli düzlem takımları üzerinde çekirdeklenerek oluştuğu bilinmektedir (Nishiyama, 1978).

Fe bazlı alaşımlarda, alışım oranlarına ve uygulanan işlemlere bağlı olarak alışım düzlemlerinin $\{112\}_a$, $\{225\}_a$, $\{259\}_a$ ve $\{3\ 10\ 15\}_a$ düzlemleri olabileceği birçok araştırmacı tarafından belirlenmiştir (Kajiware, 1981).

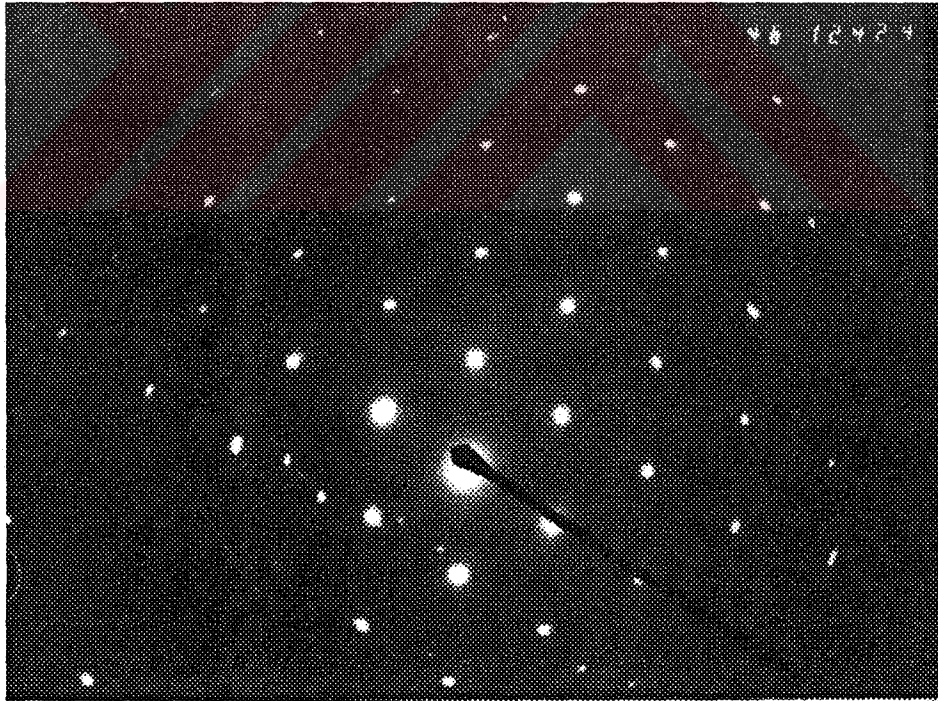
Fe-%9Mn alaşımının I, II, III ve IV numaralı numunelerinden hazırlanan TEM numunelerinin difraksiyon desenleri TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi'ndeki 100kV gücündeki elektron mikroskopunda çekildi. Austenite ve martensite bölgelerinden elde edilen kırınım desenleri standart kırınım desenleri ile karşılaştırılarak (Hirsch, 1972) austenite fazın fcc ve martensite fazın bcc yapıda olduğu görüldü.

Tek yüz analizi ile martensite alıřım düzlemini bulabilmek için, her numuneye ait elektron demetinin geliř doęrultusu, martensite kristallerinden elde edilen kırınım fotoęraflarından bulundu.





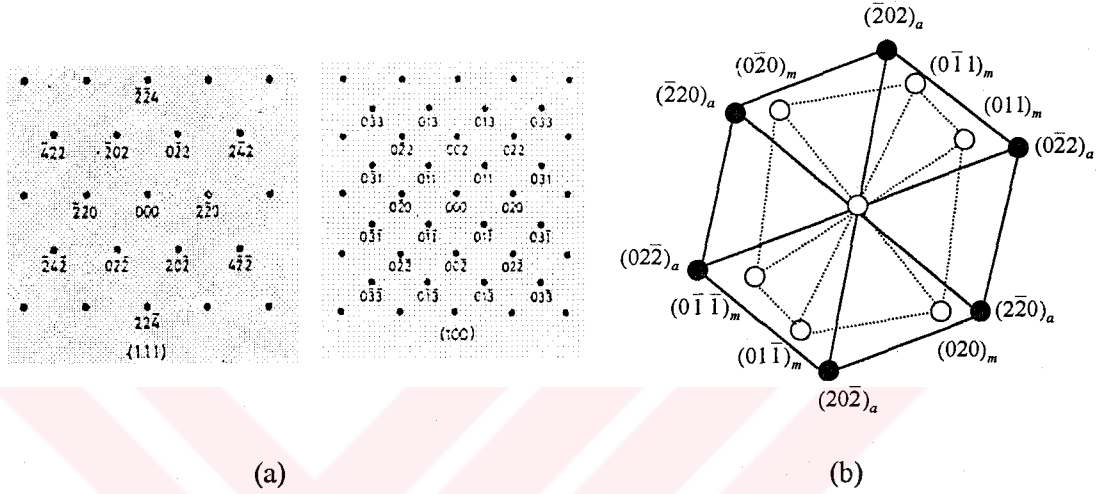
(a)



(b)

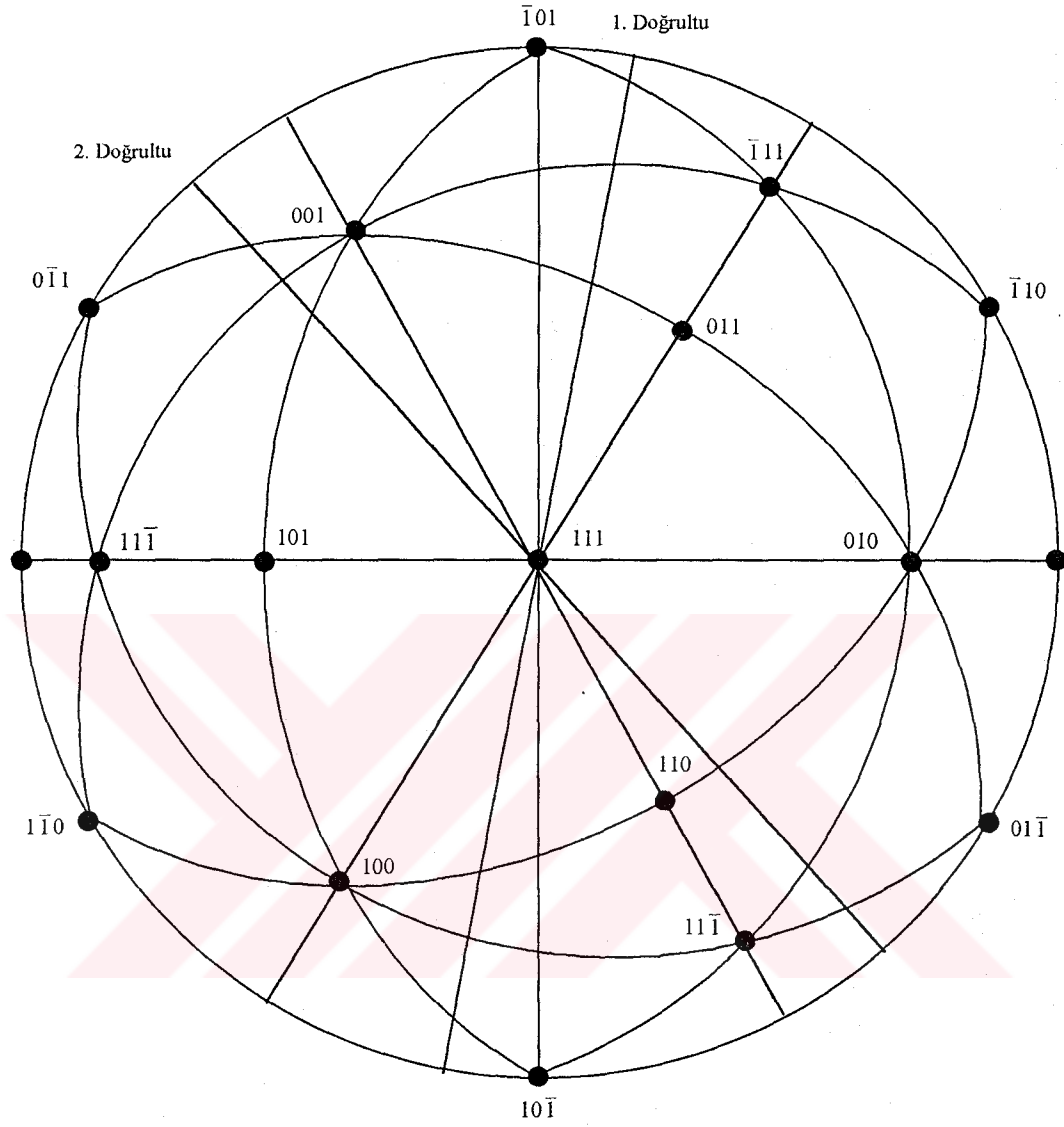
Şekil 3.2. a) I numaralı numuneye ait martensite kristalleri,
b) I numaralı numuneye ait kırınım deseni

I numaralı numunenin kırınım deseninin incelenmesi ile elektron demetinin geliş doğrultusunun $[111]_a$ olduğu ve buna bağlı olarak da kırınım noktalarının $(111)_a$ düzleminde meydana gelmiş olacağından , kübik yapının $(111)_a$ düzlemi üzerindeki izdüşümü kullanıldı.

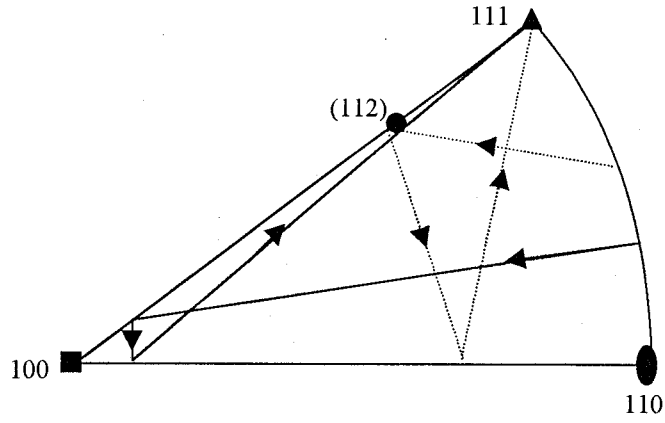


Şekil 3.3. a) $(111)_a$ ve $(100)_m$ düzlemine ait standart kırınım anahtar diyagramları (Hirsch, 1972).
b) I numaralı numunenin TEM ile çekilen film üzerindeki kırınım noktalarının indislenmiş anahtar diyagramı.

Şekil 3.2.a'da görülen martensite plakalarının normal doğrultuları, büyütmelelere bağlı olarak görüntünün döndüğü açılara dikkat edilerek standart $(111)_a$ küresel izdüşümü üzerine yerleştirildi (Şekil 3.4). Kullanılan standart küresel izdüşüm, köşeleri $\{100\}$, $\{110\}$ ve $\{111\}$ olan birim üçgenlerden oluşmuş olup, martensite normallerinin doğrultuları bu birim üçgenleri kesmektedir. Bu doğrultular Wulff ağı yardımıyla küresel izdüşümün tek bir birim üçgeni üzerine taşındı (Şekil 3.5). Birim üçgen üzerinde, normallerin kesiştiği nokta belirlendi. Bu nokta, Fe alaşımları için geçerli olan standart birim üçgen ile karşılaştırıldığında, Fe-%9Mn alaşımının I numaralı numunesine ait alıştırma düzleminin $(112)_a$ olduğu sonucuna varıldı.

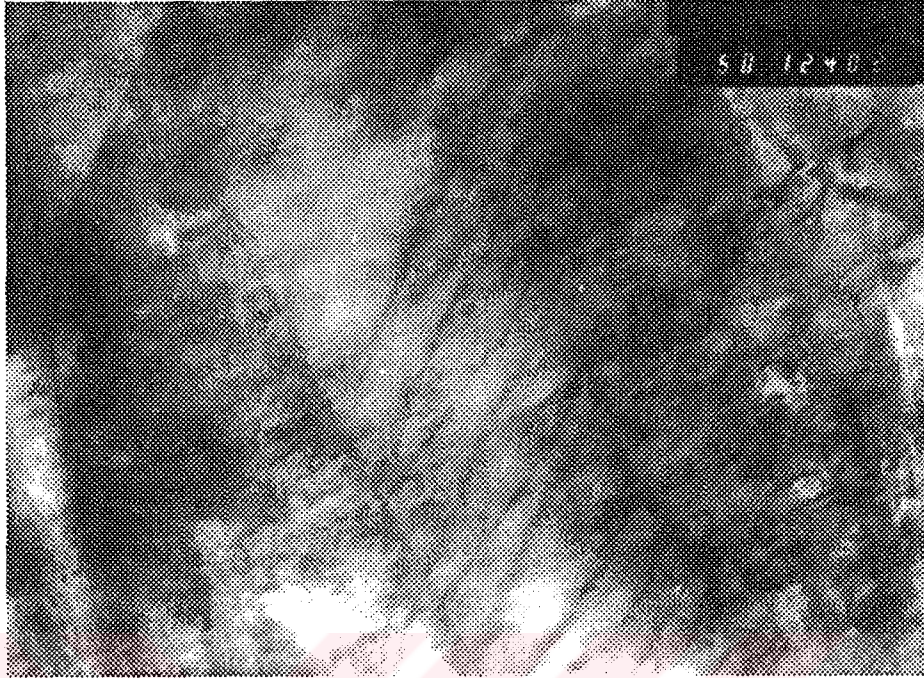


Şekil 3.4. I numaralı numuneye ait martensite normallerinin $(111)_a$ izdüşümü üzerindeki konumları.

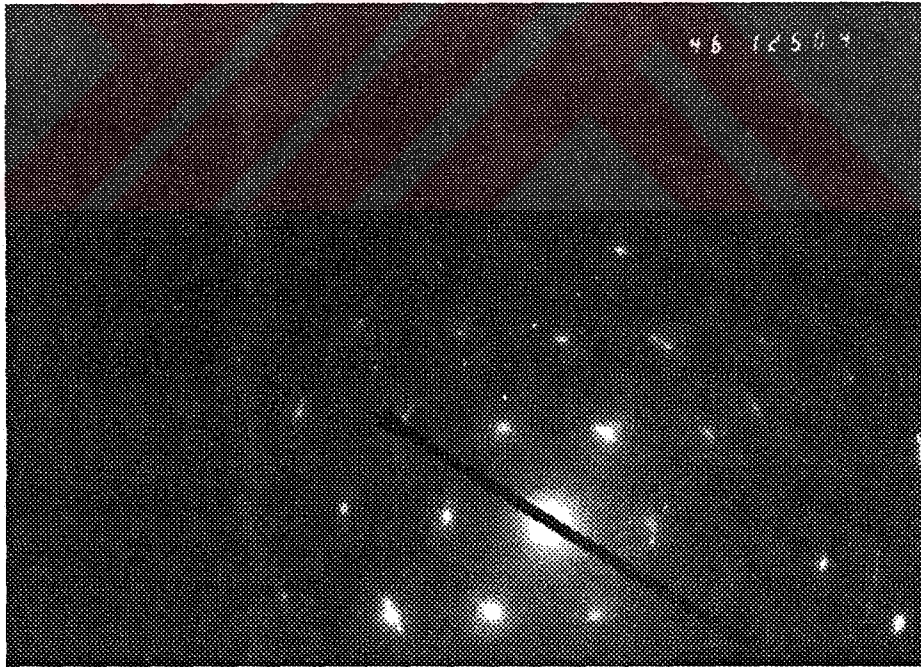


Şekil 3.5. I numaralı numuneye ait alışım düzlemi.

II ve III numaralı numunelere ait kırınım desenleri incelendiğinde, elektron demetinin geliş doğrultusunun aynen I numaralı numunede olduğu gibi $[111]_a$ olduğu ve kırınım noktalarının da $(111)_a$ düzlemi üzerinde olduğu için numunelere ait şekillerden ve anahtar diyagramlarından faydalanarak alışım düzlemleri bulundu.

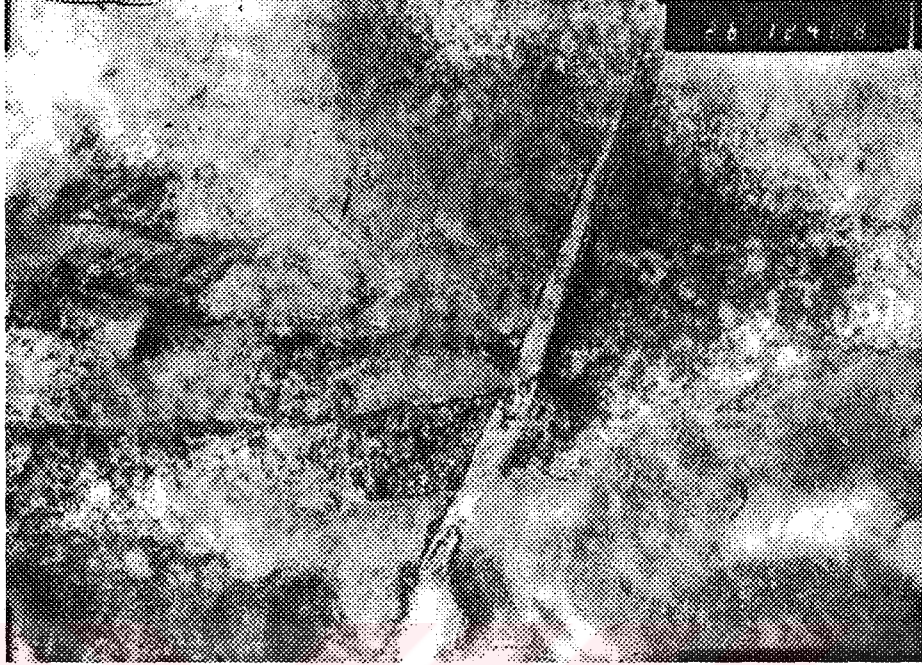


(a)

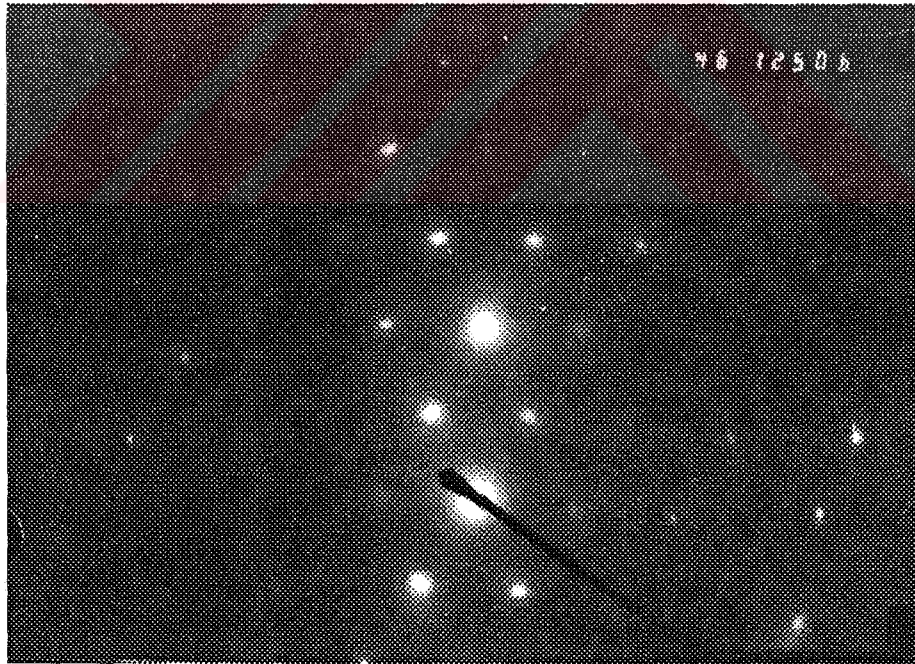


(b)

Şekil 3.6. a) II numaralı numuneye ait martensite kristalleri
b) II numaralı numuneye ait kırınım deseni

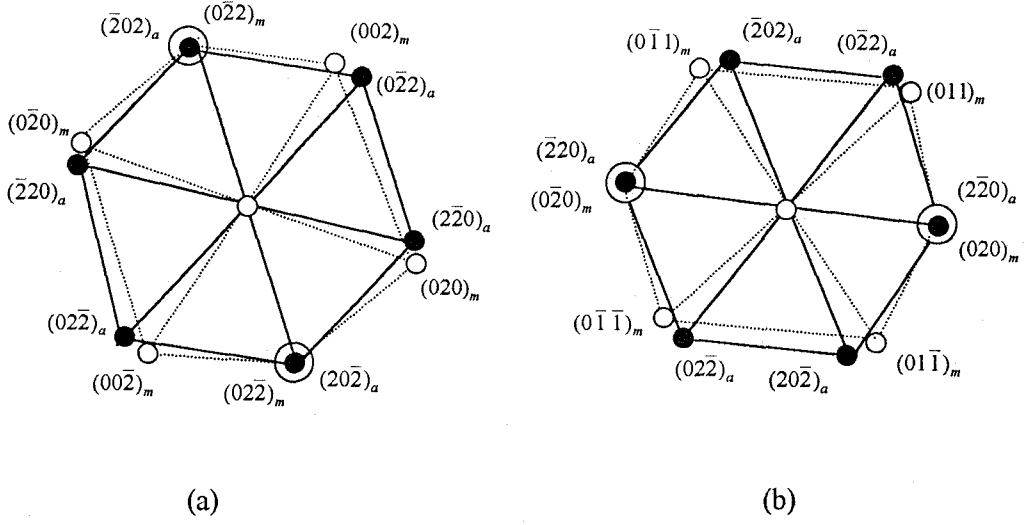


(a)

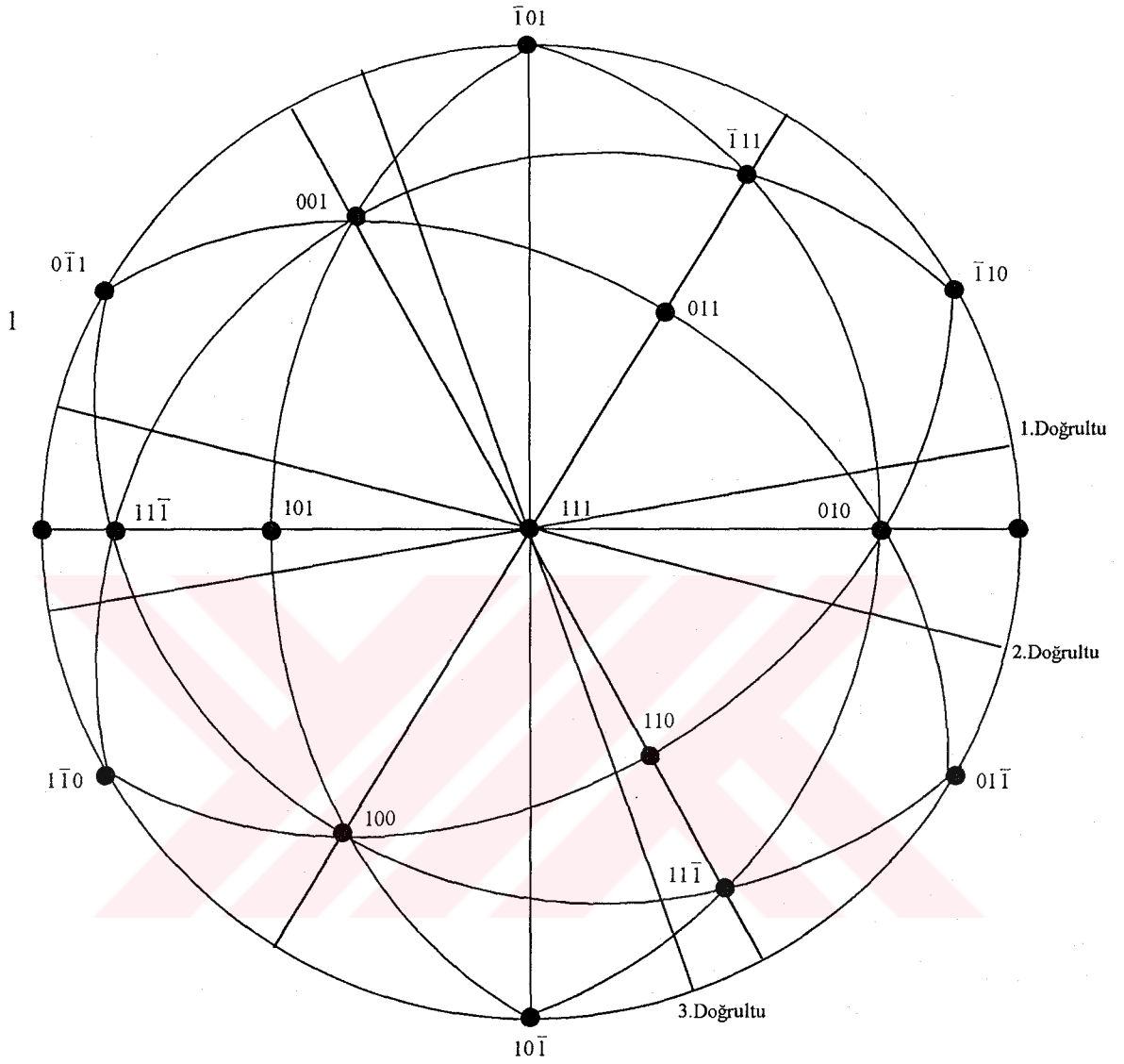


(b)

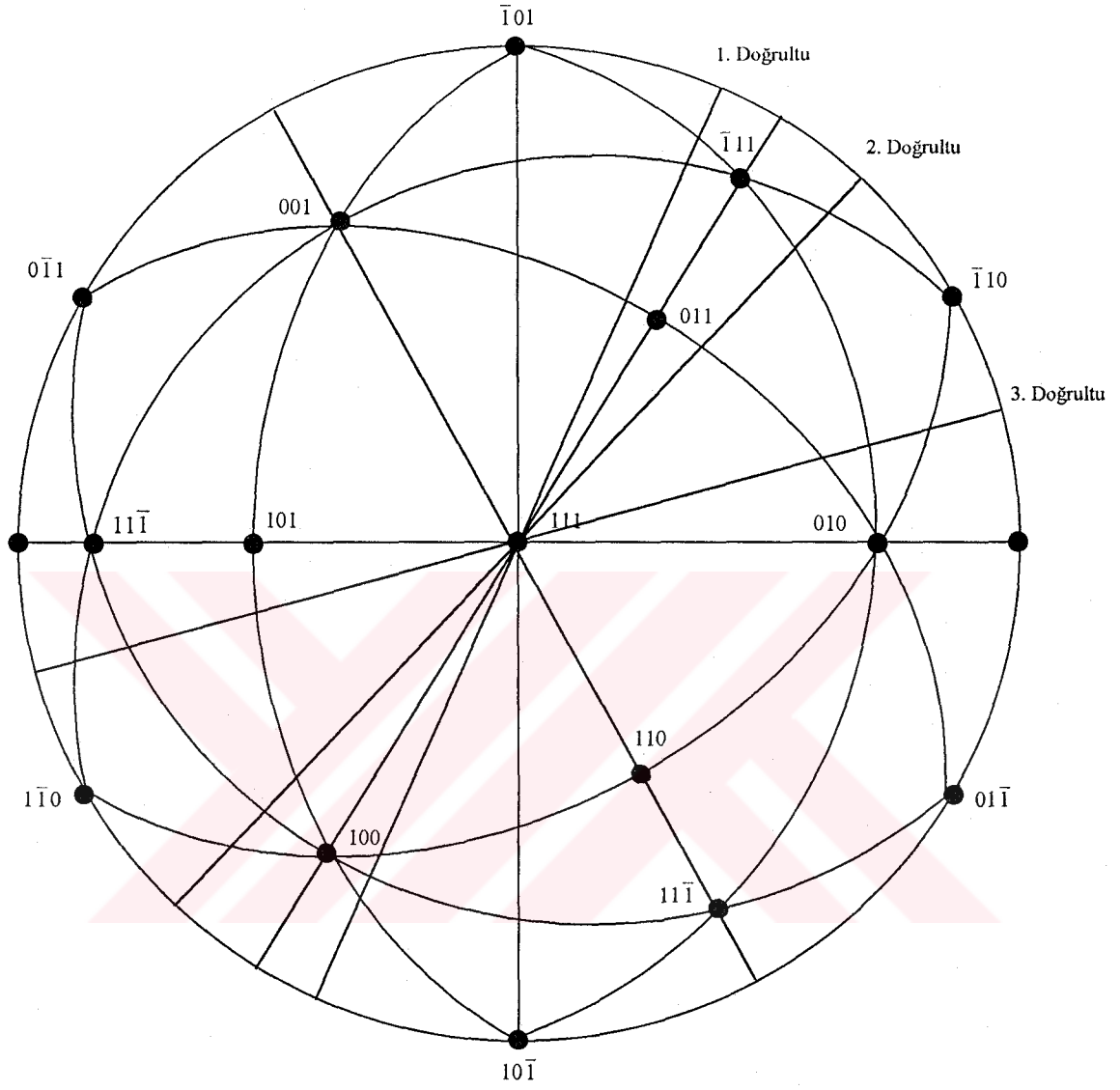
Şekil 3.7. a) III numaralı numuneye ait martensite kristalleri
b) III numaralı numuneye ait kırınım deseni



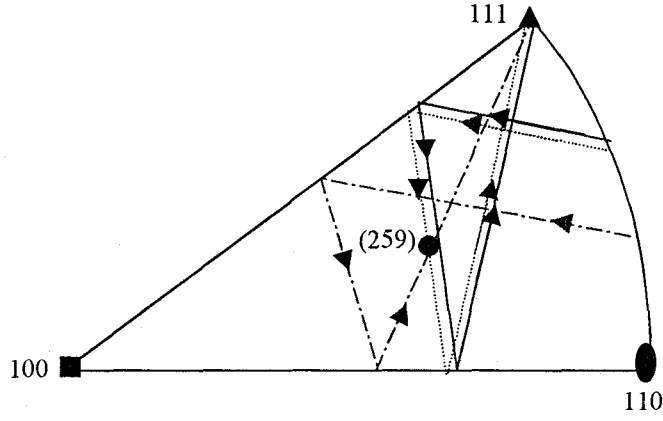
Şekil 3.8. a) II numaralı numunenin TEM ile çekilen film üzerindeki kırınım noktalarının indislenmiş anahtar diyagramı.
 b) III numaralı numunenin TEM ile çekilen film üzerindeki kırınım noktalarının indislenmiş anahtar diyagramı.



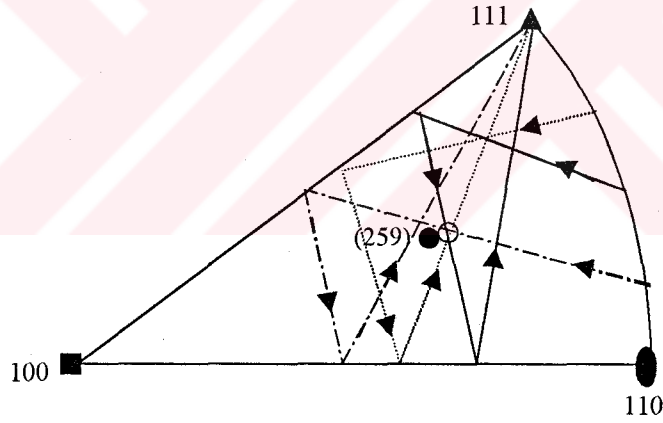
Şekil 3.9. II numaralı numuneye ait martensite normallerinin $(111)_a$ izdüşümü üzerindeki konumları.



Şekil 3.10. III numaralı numuneye ait martensite normallerinin (111)_a izdüşümü üzerindeki konumları.

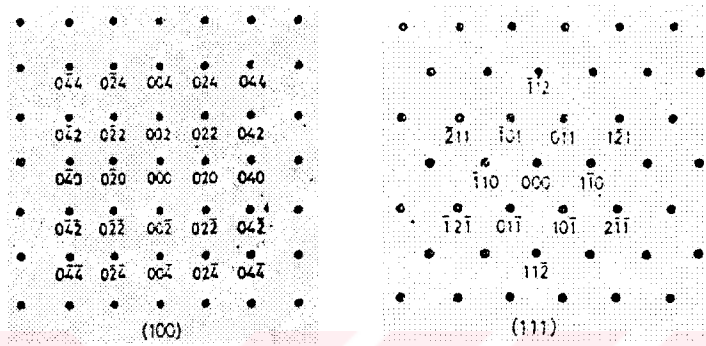


Şekil 3.11. II numaralı numuneye ait alışım düzlemi.

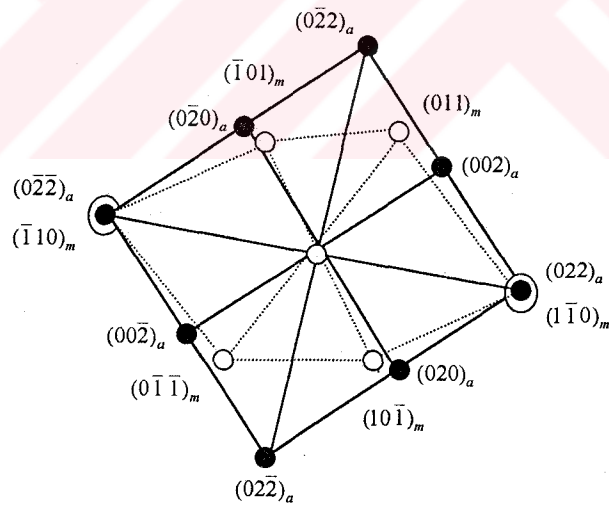


Şekil 3.12. III numaralı numuneye ait alışım düzlemi.

IV numaralı numunenin kırınım deseninin incelenmesi ile diğer numunelerden farklı olarak elektron demetinin geliş doğrultusunun $[100]_a$ olduğu ve buna bağlı olarak da kırınım noktalarının $(100)_a$ düzleminde meydana gelmiş olacağından, kübik yapının $(001)_a$ düzlemi üzerindeki izdüşümü kullanıldı.



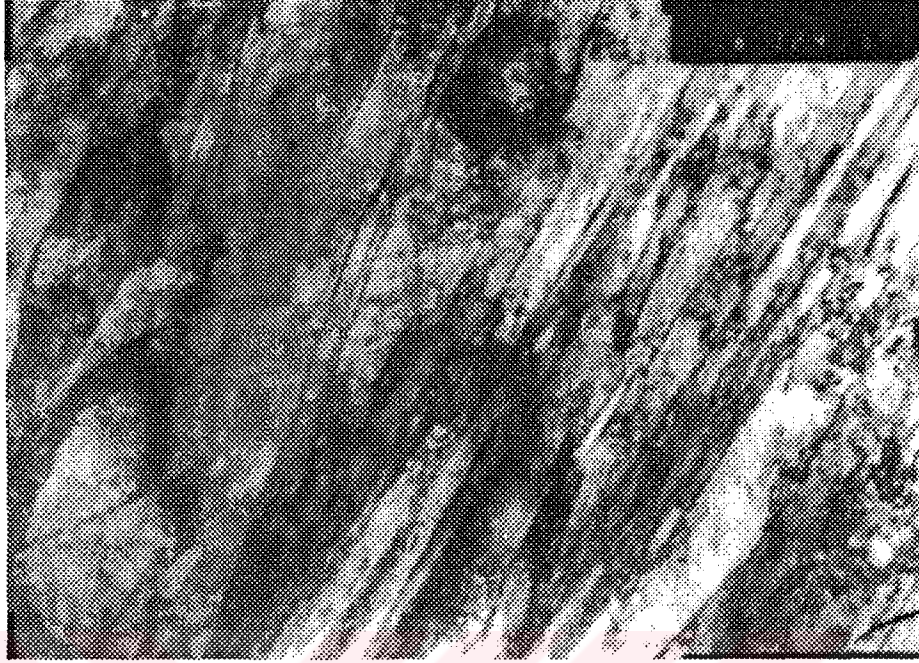
(a)



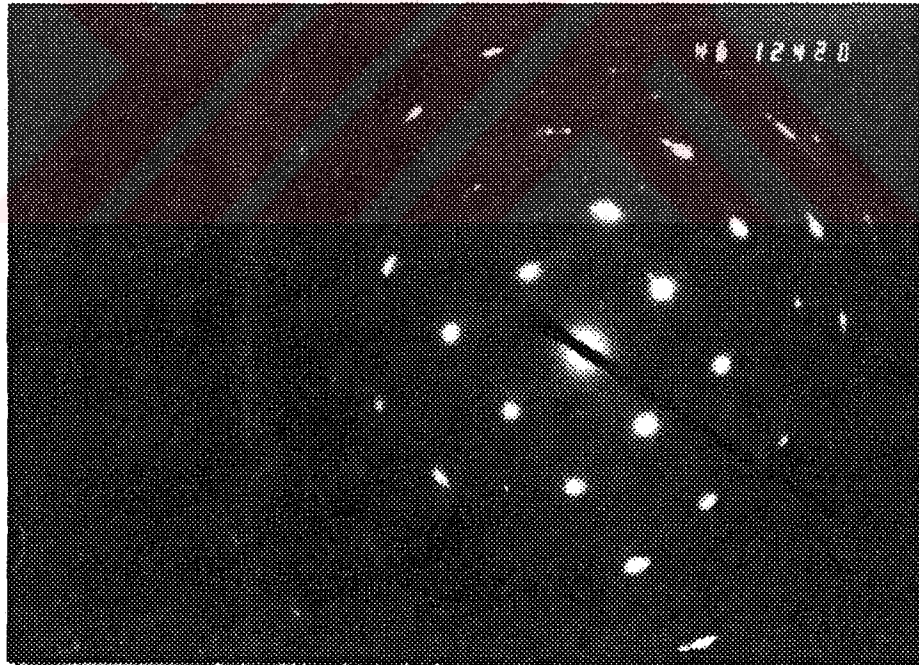
(b)

Şekil 3.13. a) $(100)_a$ ve $(111)_m$ düzlemine ait standart kırınım anahtar diyagramları (Hirsch, 1972).

b) IV numaralı numunenin TEM ile çekilen film üzerindeki kırınım noktalarının indislenmiş anahtar diyagramı.

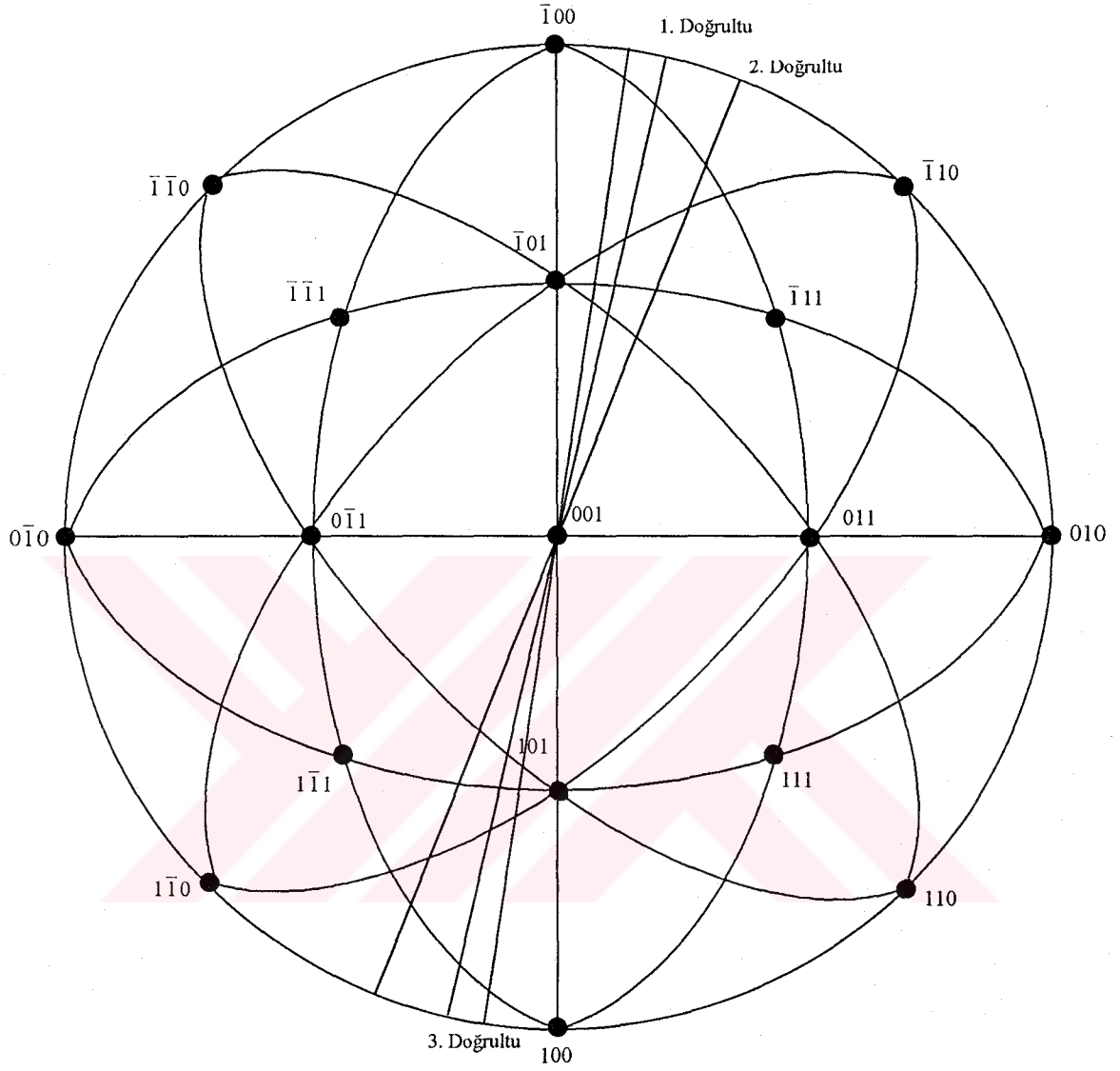


(a)

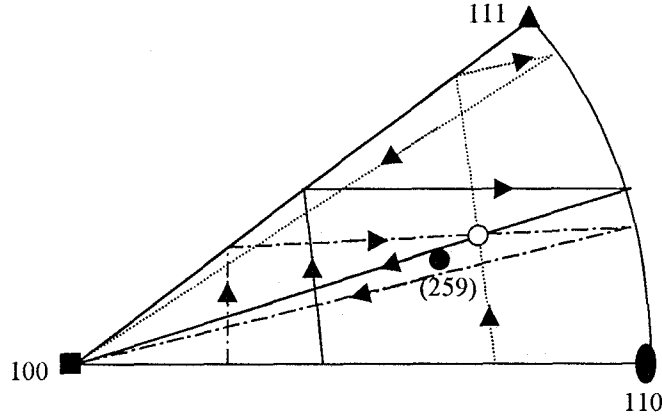


(b)

Şekil 3.14. a) IV numaralı numuneye ait martensite kristalleri
b) IV numaralı numuneye ait kırınım deseni



Şekil 3.15. IV numaralı numuneye ait martensite normallerinin $(001)_a$ izdüşümü üzerindeki konumları.



Şekil 3.16. IV numaralı numuneye ait alışım düzlemi.

Yapılan incelemelerden I numaralı numunenin alışım düzlemi $(112)_a$, II ve III numaralı numunelerin alışım düzlemleri $(259)_a$ ve IV numaralı numunenin alışım düzlemi $(259)_a$ düzleminden bir miktar kaymış olarak bulundu.

3.4. TEM Metodu ile Austenite-Martensite Dönme Bağıntısının Bulunması

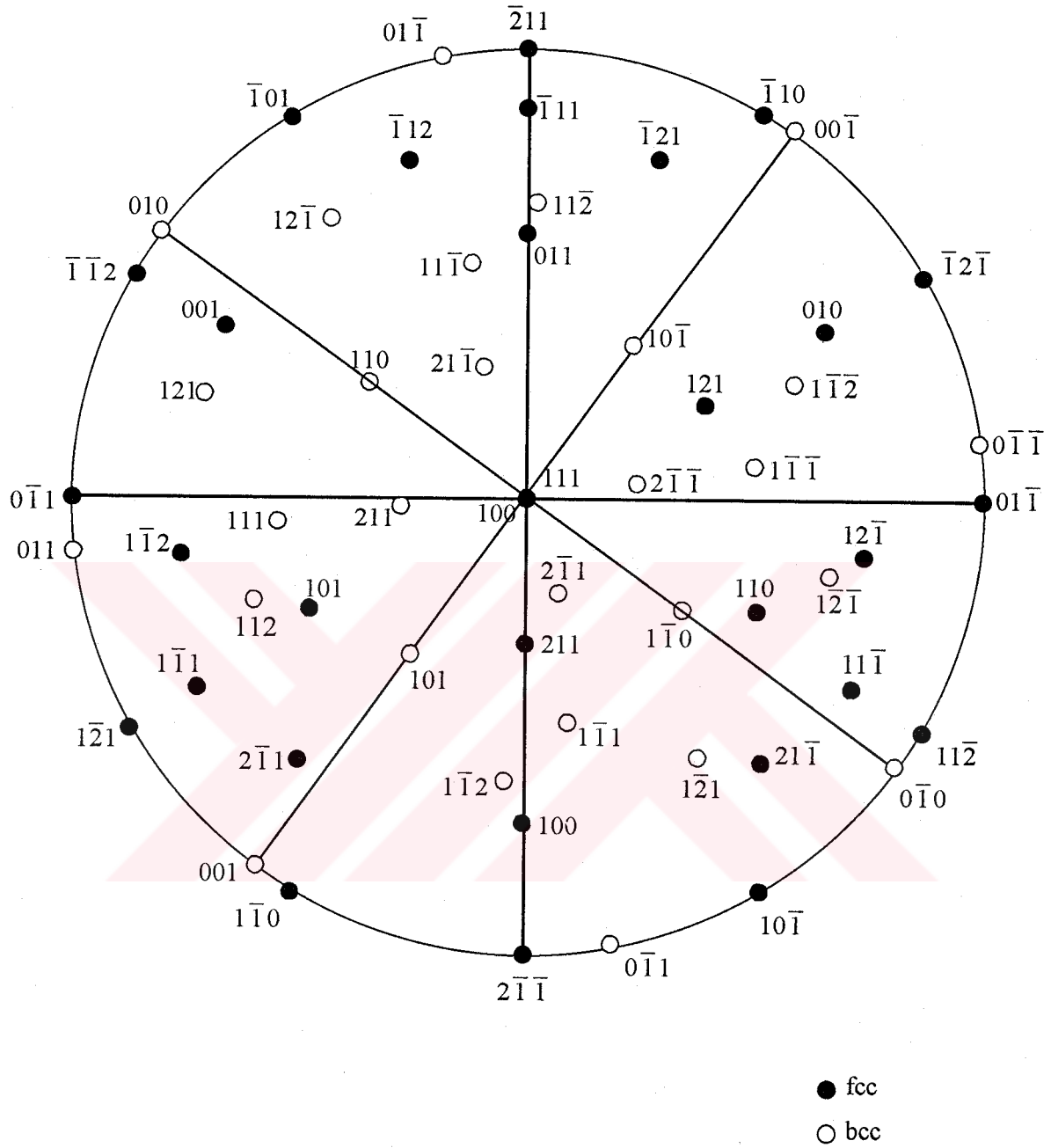
Bir kristalografik yapıdan diğerine dönüşüm şeklinde gerçekleşen martensitik faz dönüşümlerinden en çok bilineni, genellikle Fe alaşımlarında görülen, fcc yapıdan bcc yapıya dönüşüm şeklindedir. Dönüşüm sonunda ana ve ürün kristal yapıların bazı düzlem ve doğrultuları arasında belirli açılar gözlenir ve bu ilişki kristalografik dönme bağıntısını ortaya çıkarır (Navruz, 1996).

Dönme bağıntısını bulmak için geçirmeli elektron mikroskop (TEM) ile austenite-martensite ortak bölgesinden alınan kırınım deseni her iki faz için ayrı ayrı indislenmelidir. İncelediğimiz numunelerin tamamı için austenite faz fcc ve martensite faz ise bcc yapıya sahiptir. Şekil 3.2, 3.6, 3.7 ve 3.14'de her numuneye ait martensite fotoğrafları ve kırınım desenleri verilmiştir. Her numune için kırınım desenlerinden faydalanarak, Şekil 3.3a ve 3.13a'da verilen standart kırınım anahtar diyagramları kullanılarak austenite ve martensite düzlemlerine ait miller indisleri elde edildi. I, II ve III numaralı numunelerin martensite

kristallerine ait kırınım desenlerinin bcc yapıdaki $(100)_m$ standart desenine uyduğu, IV numaralı numunenin ise bcc yapıdaki $(111)_m$ standart desenine uyduğu görüldü.

Şekil 3.3, 3.8 ve 3.13'de verilen indislenmiş kırınım anahtar diyagramları üzerinde görülen austenite ve martensite noktaları arasındaki açılar elektron kırınım filmlerinden ölçüldü. I numaralı numune için $[011]_m - [0\bar{2}2]_a$ doğrultuları arasındaki açının 4° , II numaralı numune için $[\bar{2}02]_a - [0\bar{2}2]_m$ doğrultularının çakışık, III numaralı numune için $[\bar{2}20]_a - [0\bar{2}0]_m$ doğrultularının çakışık ve IV numaralı numune için $[0\bar{2}2]_a - [\bar{1}10]_m$ doğrultularının çakışık olduğu tespit edildi.

Austenite ve martensite kırınım desenlerinin hangi doğrultularda meydana geldiğine dikkat edilerek, bu doğrultulara ait küresel izdüşüm desenleri, anahtar diyagramlarındaki çakışan doğrultulara ve dönme açlarına göre merkezleri birleştirilerek, martensite noktaları austenite üzerinde işaretlendi.



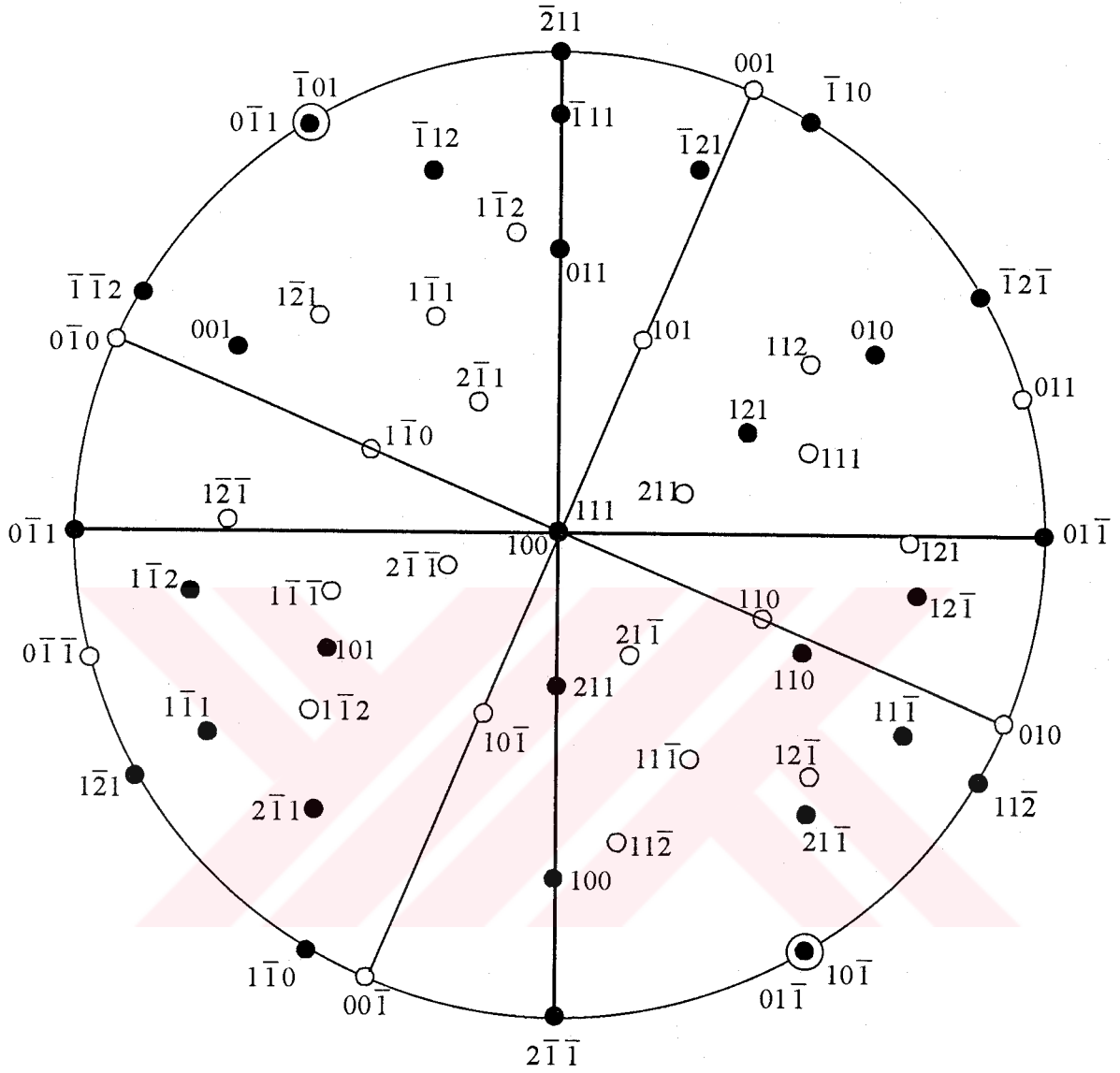
$$(111)_a // (100)_m$$

$$[0\bar{1}1]_a - [011]_m = 4^\circ$$

$$[\bar{1}10]_a - [00\bar{1}]_m = 5.5^\circ$$

$$[001]_a - [11\bar{2}]_m = 2^\circ$$

Şekil 3.17. I numaralı numuneye ait austenite ve martensite küresel izdüşümlerinin üst üste çizilmiş şekli ile bazı düzlem ve doğrultular arasındaki açılar.



● fcc
○ bcc

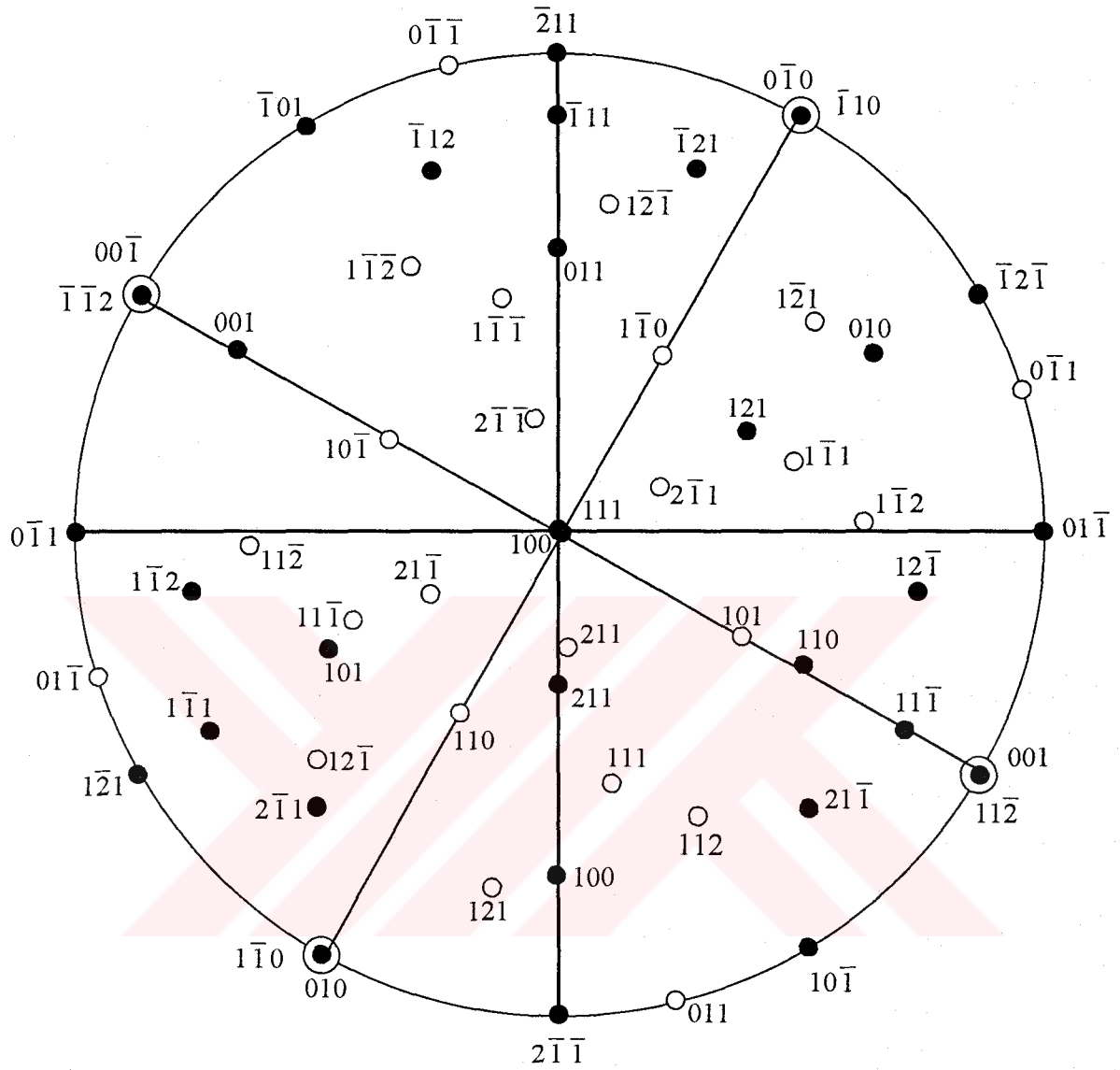
$$(111)_a // (100)_m$$

$$[10\bar{1}]_a // [01\bar{1}]_m$$

$$[\bar{1}10]_a - [001]_m = 4^\circ$$

$$[101]_a - [1\bar{1}2]_m = 2^\circ$$

Şekil 3.18. II numaralı numuneye ait austenite ve martensite küresel izdüşümlerinin üst üste çizilmiş şekli ile bazı düzlem ve doğrultular arasındaki açılar.



● fcc
○ bcc

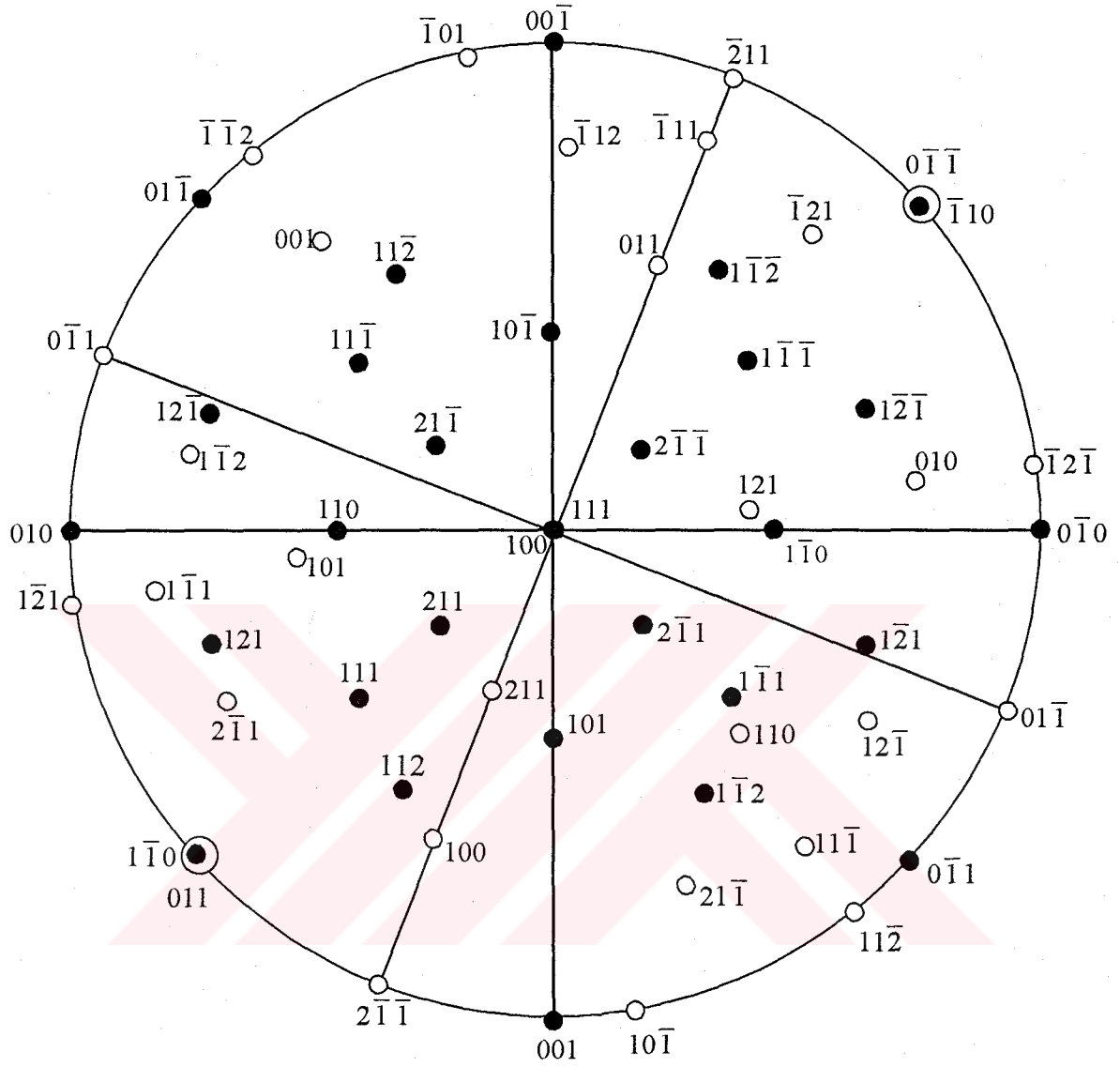
$$(111)_a // (100)_m$$

$$[\bar{1}10]_a // [0\bar{1}0]_m$$

$$[\bar{1}\bar{1}2]_a // [00\bar{1}]_m$$

$$[001]_a - [2\bar{1}\bar{1}]_m = 4^\circ$$

Şekil 3.19. III numaralı numuneye ait austenite ve martensite küresel izdüşümlerinin üst üste çizilmiş şekli ile bazı düzlem ve doğrultular arasındaki açılar.



● fcc

○ bcc

$$(100)_a // (111)_m$$

$$[0\bar{1}\bar{1}]_a // [\bar{1}10]_m$$

$$[0\bar{1}0]_a - [\bar{1}2\bar{1}]_m = 4^\circ$$

$$[12\bar{1}]_a - [1\bar{1}2]_m = 4^\circ$$

Şekil 3.20. IV numaralı numuneye ait austenite ve martensite küresel izdüşümlerinin üst üste çizilmiş şekli ile bazı düzlem ve doğrultular arasındaki açılar.

İncelenen numunelere ait austenite ve martensite küresel izdüşüm şekillerinden Wulff ağı yardımıyla bazı düzlem ve doğrultular arasında ölçülen açılar ile birbirine paralel olan düzlem ve doğrultular Şekil 3.17, 3.18, 3.19 ve 3.20'de verildi. Ölçülen açılar ile bilinen standart dönüşüm türlerindeki açılar karşılaştırılarak, Fe-%9Mn alaşımı için dönme bağıntısının Kurdjumov-Sachs (K-S) tipinde olduğu görüldü.

3.5. TEM Metodu ile Örgü Parametresinin Bulunması

Fe-%9Mn alaşımına ait I, II, III ve IV numaralı numunelerin kırınım desenleri Şekil 3.2b, 3.6b, 3.7b ve 3.14b'de verilmişti. Bu kırınım desenlerinde belirgin noktalar austenite faza, zayıf noktalar ise martensite faza aittir. Austenite ve martensite faza ait kırınım noktalarını indislemeye kullandığımız standart kırınım anahtar diyagramları ise Şekil 3.3a ve 3.13a'da verildi.

Austenite faz fcc yapıda olduğu için düzlemler arası uzaklık,

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

ve

$$\lambda L = r_{hkl} d_{hkl} \quad (3.2)$$

olduğundan (Hirsch, 1972) bu yapı için örgü parametresi,

$$a = \frac{\lambda L}{r_{hkl}} (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad (3.3)$$

eşitliğinden hesaplanır. Burada λ deneylerin yapıldığı JEOL 100 C model geçirmeli elektron mikroskobu için 0.037 \AA , L kamera uzaklığı 46 cm ve r_{hkl} kırınım noktalarının filmin merkezine olan uzaklığıdır.

Film üzerindeki kırınım noktalarının merkeze uzaklıkları r_1 , r_2 ve r_3 her yapı için incelikli olarak ayrı ayrı birçok defa ölçülüp ortalaması alınarak kullanıldı.

I numaralı numuneye ait kırınım deseninden elde edilmiş indislenmiş anahtar diyagramı kullanılarak a_{fcc} ve a_{bcc} değerleri bulundu. fcc yapı için;

$$r_1 \equiv r_{220} = 1.265 \text{cm}$$

$$r_2 \equiv r_{202} = 1.297 \text{cm}$$

$$r_3 \equiv r_{022} = 1.282 \text{cm}$$

değerleri ölçülerek $a_{220} = 3.806 \text{ \AA}$, $a_{202} = 3.712 \text{ \AA}$ ve $a_{022} = 3.755 \text{ \AA}$ bulundu. Austenite fazın örgü parametresi olarak bu örgü parametrelerinin ortalaması alınarak $a_{fcc} = 3.758 \text{ \AA}$ elde edildi.

I numaralı numunenin martensite fazı için aynı işlemler tekrarlanarak;

$$r_1 \equiv r_{020} = 1.180 \text{cm}$$

$$r_2 \equiv r_{0\bar{1}1} = 0.842 \text{cm}$$

$$r_3 \equiv r_{011} = 0.829 \text{cm}$$

sonuçlarına göre, $a_{020} = 2.885 \text{ \AA}$, $a_{0\bar{1}1} = 2.859 \text{ \AA}$ ve $a_{011} = 2.903 \text{ \AA}$ olarak ölçülüp, martensite fazın ortalama örgü parametresi $a_{bcc} = 2.882 \text{ \AA}$ bulundu.

II numaralı numuneye ait kırınım deseninden fcc yapı için;

$$r_1 \equiv r_{202} = 1.328 \text{cm}$$

$$r_2 \equiv r_{022} = 1.286 \text{cm}$$

$$r_3 \equiv r_{220} = 1.271 \text{cm}$$

ölçülüp, $a_{202} = 3.625 \text{ \AA}$, $a_{022} = 3.743 \text{ \AA}$ ve $a_{220} = 3.788 \text{ \AA}$ olarak hesaplandı. Ortalama örgü parametresi de $a_{fcc} = 3.719 \text{ \AA}$ bulundu.

Martensite yapı için;

$$r_1 \equiv r_{022} = 1.687 \text{ cm}$$

$$r_2 \equiv r_{002} = 1.188 \text{ cm}$$

$$r_3 \equiv r_{020} = 1.199 \text{ cm}$$

ölçülüp, $a_{022} = 2.854 \text{ \AA}$, $a_{002} = 2.865 \text{ \AA}$ ve $a_{020} = 2.839 \text{ \AA}$ olarak hesaplandı. Ortalama örgü parametresi de $a_{bcc} = 2.853 \text{ \AA}$ bulundu.

III numaralı numuneye ait kırınım deseninden fcc yapı için;

$$r_1 \equiv r_{220} = 1.250 \text{ cm}$$

$$r_2 \equiv r_{202} = 1.328 \text{ cm}$$

$$r_3 \equiv r_{022} = 1.289 \text{ cm}$$

ölçülüp, $a_{220} = 3.851 \text{ \AA}$, $a_{202} = 3.625 \text{ \AA}$ ve $a_{022} = 3.735 \text{ \AA}$ olarak hesaplandı. Ortalama örgü parametresi de $a_{fcc} = 3.737 \text{ \AA}$ bulundu.

Martensite yapı için;

$$r_1 \equiv r_{020} = 1.181 \text{ cm}$$

$$r_2 \equiv r_{0\bar{1}1} = 0.846 \text{ cm}$$

$$r_3 \equiv r_{011} = 0.855 \text{ cm}$$

ölçülüp, $a_{020} = 2.882 \text{ \AA}$, $a_{0\bar{1}1} = 2.845 \text{ \AA}$ ve $a_{011} = 2.815 \text{ \AA}$ olarak hesaplandı. Ortalama örgü parametresi de $a_{bcc} = 2.847 \text{ \AA}$ bulundu.

IV numaralı numuneye ait kırınım deseninden fcc yapı için;

$$r_1 \equiv r_{0\bar{2}\bar{2}} = 1.270\text{cm}$$

$$r_2 \equiv r_{020} = 0.881\text{cm}$$

$$r_3 \equiv r_{0\bar{2}2} = 1.281\text{cm}$$

$$r_4 \equiv r_{002} = 0.962\text{cm}$$

ölçülüp, $a_{0\bar{2}\bar{2}} = 3.791 \text{ \AA}$, $a_{020} = 3.864 \text{ \AA}$, $a_{0\bar{2}2} = 3.758 \text{ \AA}$ ve $a_{002} = 3.538 \text{ \AA}$ olarak

hesaplandı. Ortalama örgü parametresi de $a_{\text{fcc}} = 3.738 \text{ \AA}$ bulundu.

Martensite yapı için;

$$r_1 \equiv r_{110} = 0.844\text{cm}$$

$$r_2 \equiv r_{101} = 0.810\text{cm}$$

$$r_3 \equiv r_{011} = 0.881\text{cm}$$

ölçülüp, $a_{110} = 2.852 \text{ \AA}$, $a_{101} = 2.972 \text{ \AA}$ ve $a_{011} = 2.732 \text{ \AA}$ olarak hesaplandı. Ortalama örgü

parametresi de $a_{\text{bcc}} = 2.852 \text{ \AA}$ bulundu.

Bu numunelere ait örgü parametreleri toplu halde Çizelge 3.3'de verildi.

Çizelge 3.3. I, II, III ve IV numaralı numunelere ait fcc ve bcc yapıların örgü parametreleri

Numune	$a_{\text{fcc}} (\text{\AA})$	$a_{\text{bcc}} (\text{\AA})$
I	3.758	2.882
II	3.719	2.853
III	3.737	2.847
IV	3.738	2.852

3.6. Difraktometre Metodu ile Örgü Parametresinin Bulunması

Çalışmalarımızda X-ışınları kırınımından toz difraktometre aracılığı ile yararlanıldığı için, numunelerimiz tungsten eçe ile toz haline getirildi. Bir toz numune her yöne yönelmiş kristalografik parçacıklara sahiptir. Bunun sonucu olarak saçılan ışınlar asıl demet ile 2θ kadar açı yapacak şekilde bütün doğrultularda saçılırlar. Burada θ Bragg açısıdır. Böylece düzlemlerin her bir grubundan gelen saçılmalar, asıl demet ile eş eksenli ve 2θ açılı koniler oluştururlar. Saçılmanın şiddetini, difraktometre ile elde edilmiş saçılma spektrumunda pikin yüksekliği belirler (Yıldız, 1994).

Fe-Mn alaşımlarında austenite fazın fcc yapıda olduğu, Mn oranının %10'dan küçük olması durumunda martensite fazın da bcc yapıda olduğu bilinmektedir (Nishiyama, 1978). Düzlemler arası uzaklık d_{hkl} , saçılmayı veren düzlemin Miller indisleri hkl ve örgü parametresi a olmak üzere;

$$d_{hkl} = \frac{a}{(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}} \quad (3.4)$$

şeklindedir. Bragg yasasına göre $2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$ olduğundan $n=1$ için;

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d_{hkl}} = \frac{\lambda}{2a} (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad (3.5)$$

veya;

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.6)$$

ile verilir. Burada $K = \frac{\lambda^2}{4a^2}$ ve $S = (h^2 + k^2 + l^2)$ tanımlaması ile

$$S = \frac{\sin^2 \theta}{K} \quad (3.7)$$

olur. Her θ açılı saçılma öyle bir düzlemden olmalıdır ki, kübik yapı için $\sin^2 \theta / (h^2 + k^2 + l^2)$ oranı aynı K sabitini vermelidir. $(h^2 + k^2 + l^2)$ 'nin fcc yapı için alabileceği değerler 3, 4, 8, 11, 12, 16, 19, 20, 24, 27, 32 ... olup, hkl 'nin ya hepsi çift ya da hepsinin tek olması gerekir. Benzer şekilde $(h^2 + k^2 + l^2)$ 'nin bcc yapı için alabileceği değerler 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 ... olup, $(h + k + l)$ 'nin hep çift olması gerekir (Cullity, 1967).

Hazırlanan I, II, III, ve IV numaralı numunelerin toz numuneleri için difraktometre ölçümleri, TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi'nin (MAM) X-ışınları laboratuvarlarında CuK_α ($\lambda = 1.541 \text{ \AA}$) X-ışını kaynağı kullanılarak gerçekleştirildi. Toz numuneler için ölçülen difraksiyon desenleri Ek.1-4'te , fcc yapıya ait örgü parametreleri Çizelge 3.4'te ve bcc yapıya ait örgü parametreleri Çizelge 3.5'de verildi.

Çizelge 3.4. I, II, III ve IV numaralı numunelerin austenite fazına ait örgü parametreleri.

Numune	2θ	$\text{Sin}^2 \theta$	hkl	$(h^2 + k^2 + l^2)$	$K = \frac{\lambda^2}{4a^2} = \frac{\text{sin}^2 \theta}{h^2 + k^2 + l^2}$	$a_{\text{fcc}} (\text{Å})$
I	44.62	0.1441	111	3	0.0432	3.7253
	64.82	0.2873	220	8		
	82.16	0.4318	311	11		
	98.70	0.5756	222	12		
	116.02	0.7194	400	16		
II	44.75	0.1449	111	3	0.0434	3.7164
	65.07	0.2892	220	8		
	82.29	0.4330	311	11		
	98.84	0.5769	222	12		
	116.28	0.7214	400	16		
III	44.69	0.1446	111	3	0.0432	3.7257
	64.84	0.2874	220	8		
	82.16	0.4319	311	11		
	98.64	0.5751	222	12		
	115.76	0.7173	400	16		
IV	44.66	0.1444	111	3	0.0432	3.7235
	64.93	0.2882	220	8		
	82.19	0.4321	311	11		
	98.65	0.5752	222	12		
	115.96	0.7189	400	16		

Fe-%9Mn alařımının austenite yapısı için örgü sabiti, numunelerin hesaplanan a_{fcc} deęerlerinin ortalaması alınarak $a_{fcc} = 3.7227 \text{ \AA}$ olarak bulundu.

Çizelge 3.5. I, II, III ve IV numaralı numunelerin martensite fazına ait örgü parametreleri.

Numune	2 θ	Sin ² θ	hkl	(h ² + k ² + l ²)	$K = \frac{\lambda^2}{4a^2} = \frac{\sin^2 \theta}{h^2 + k^2 + l^2}$	$a_{bcc} (\text{\AA})$
I	43.68	0.1384	110	2	0.0708	2.8962
	81.70	0.4278	211	6		
	115.80	0.7176	310	10		
II	45.28	0.1482	110	2	0.0730	2.8520
	115.96	0.7189	310	10		
III	65.14	0.2898	200	4	0.0722	2.8671
	82.70	0.4365	211	6		
	98.82	0.5767	220	8		
	115.50	0.7153	310	10		
IV	45.12	0.1472	110	2	0.0726	2.8605
	64.52	0.2849	200	4		
	82.80	0.4373	211	6		

Fe-%9Mn alařımının martensite yapısı için örgü sabiti, numunelerin hesaplanan a_{bcc} deęerlerinin ortalaması alınarak $a_{bcc} = 2.8690 \text{ \AA}$ olarak bulundu.

4. Fe-%9Mn ALAŞIMININ BAZI KİNETİK ÖZELLİKLERİ

4.1 Giriş

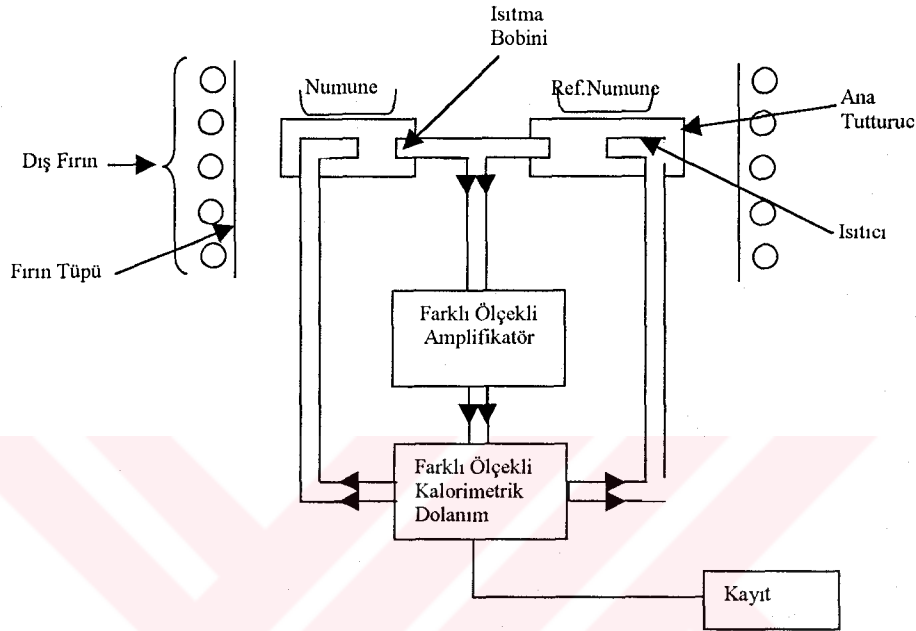
Austenite-martensite faz dönüşümü için tanımlanan faz geçiş sıcaklıkları, çeşitli deneysel metotlar ile belirlenebilmektedir. Faz geçiş sıcaklıklarından yararlanarak maddenin fiziksel özelliklerine ait bazı kinetik parametreleri de teorik olarak hesaplanabilir. DSC (Differential Scanning Calorimetry), DTA (Differential Thermal Analyse), dilatometre ve elektriksel direnç ölçümleri ile numunenin martensite dönüşüm sıcaklıkları (M_s) ve aktivasyon enerji değişimleri (ΔW) bulunabilir (Easterling and Tholen, 1974; Baxter, 1969). DSC ve DTA ölçümleri sıcaklık ve zamana göre yapılabilmesine rağmen, dilatometre ve direnç ölçümleri sadece sıcaklığa bağlı olarak elde edilebilmektedir. Ayrıca bu ölçümlerden maddenin sıcaklık değişimine bağlı olarak ısı değişimi de bulunabilir (Eysel and Breuer, 1988).

Termal analiz metotlarının teorileri termodinamik kanunları ile açıklanabildiği için, ölçüm sonuçları kullanılarak bazı termodinamik parametrelerde teorik olarak hesaplanabilir (Borgenstam and Hillert, 1997). Fe-%9Mn alaşımından hazırlanan, dört farklı numuneden sadece IV numaralı numunenin DSC ölçümü yapılarak austenite-martensite faz dönüşümünün faz geçiş sıcaklıkları belirlenmiştir.

4.2. DSC Ölçümleri

DSC ölçümlerine ait ilk teknik donanımlar 1964 yılında Perkin-Elmer ile Riko-Rigaku tarafından farklı şekillerde yapılmış olup, en yaygın olanı Riko-Rigaku donanımıdır (Şekil 4.1). DSC metodu, verilen sıcaklık aralıklarında numune içinde oluşan enerji değişimini referans numunenin enerji değişimi ile karşılaştırıp, enerji farkının dış devrede pikler şeklinde gözlenebilmesidir. Bu ölçümler izotermal dönüşümler için çok düşük sıcaklık aralıklarında hassas sonuçlar içerir. Ölçüm esnasında numunelerin nemlenmesini önlemek için sistem 0.2 MN/m^2 'lik bir basınç altında çalışır. Verilen ısınumune üzerinden akışı numunenin öz ısı (C_p) ile doğrudan ilişkilidir. Numunedeki enerji değişimi, endotermik ve ekzotermik reaksiyon şeklinde olup, bu durum dış devrede pikler şeklinde görülür. Piklerin dönüm noktası

geçiş sıcaklıkları olarak tanımlanır. Enerji değişimi endotermik ise pikin yönü negatif, ekzotermik ise pozitifdir. Pik alanları entalpi değişimine (ΔH) eşittir. DSC piklerinin

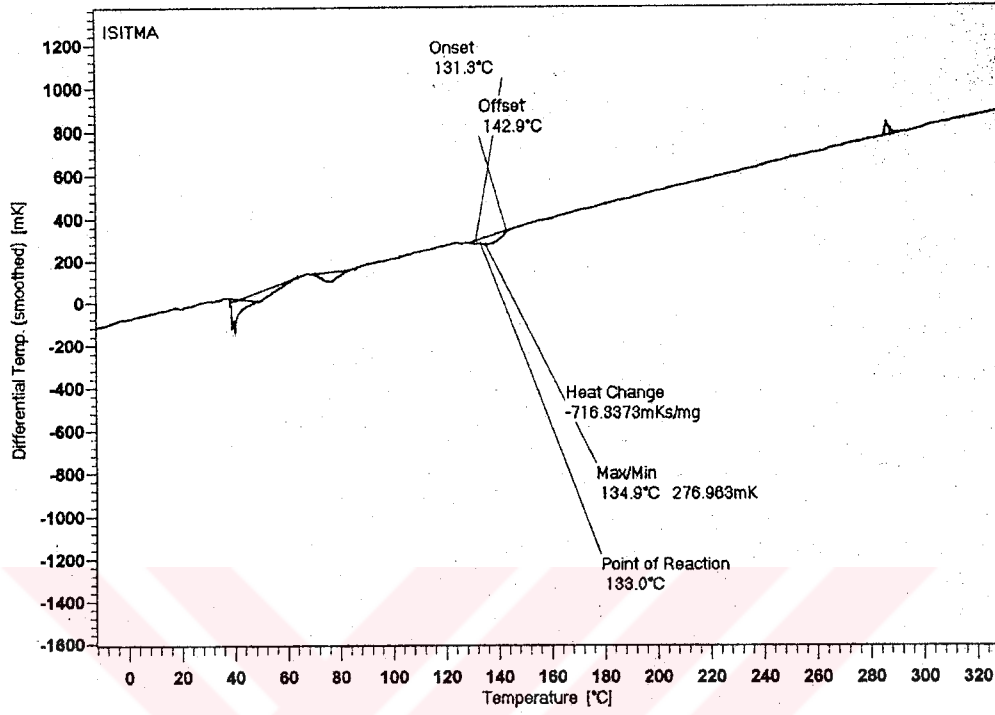


Şekil 4.1. Riko-Rigaku'nun DSC sistemi

boyutları birbirinden farklı olabilir. Çünkü numunenin kristal yapısı, numunenin hazırlanışı ile doğrudan ilişkilidir (Ocak, 1999).

Fe-%9Mn alaşımından hazırladığımız numunelerden %27 deformasyona sahip IV numaralı numuneye ait ölçümler Osmangazi Üniversitesi Metalurji Enstitüsü'nün laboratuvarlarında LINCEIS DSC-L63 marka DSC cihazı ile 5°C/dakika hız ve -196°C ile 400°C sıcaklık aralığında yapıldı. IV numaralı numuneye ait DSC sonucu Şekil 4.2'de görülmektedir.

IV numaralı numunenin austenite-martensite difüzyonsuz faz dönüşümü sıcaklıkları (M_s , M_f , A_s), Çizelge 4.1'de verildi.



Şekil 4.2. IV numaralı numuneye ait DSC ölçümü.

Çizelge 4.1. IV numaralı numunenin DSC sonuçları

Numune	Kinetik Parametreler		
	$M_s(^{\circ}C)$	$M_f(^{\circ}C)$	$A_s(^{\circ}C)$
IV	135	131.3	142.9

5. Fe-% 9Mn ALAŞIMININ BAZI MANYETİK ÖZELLİKLERİ

5.1. Giriş

Manyetizma (mıknatıslanma) olayı kuantum mekaniğinin ve katıhal fiziğinin ayrılmaz bir parçasıdır. Termodinamik olarak dengede bulunan klasik bir sistemde, manyetik alan etkisi ile manyetik moment oluşması imkansızdır. Serbest bir atomun manyetik momenti başlıca üç sebepten kaynaklanabilir: elektronların sahip oldukları spin, elektronların çekirdek etrafındaki yörünge açısal momentumundan ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentinden. Bu etkenlerden ilk ikisi mıknatıslanmaya “paramanyetik” olarak, üçüncüsü ise “diamanyetik” olarak katkıda bulunur. Manyetizasyon (\vec{M}) ise birim hacimdeki net manyetik moment olarak tanımlanır (Kittel, 1986).

Manyetik momentlerin sürekli veya süreksiz oluşu ile maddeler manyetik olarak sınıflandırılabilirler. “Ferromanyetik” maddelerde sürekli manyetik dipol momentleri aynı yönlü iken “antiferromanyetik” maddelerde zıt yönlüdür (Keller, 1966; Berkowitz and Kneller, 1969).

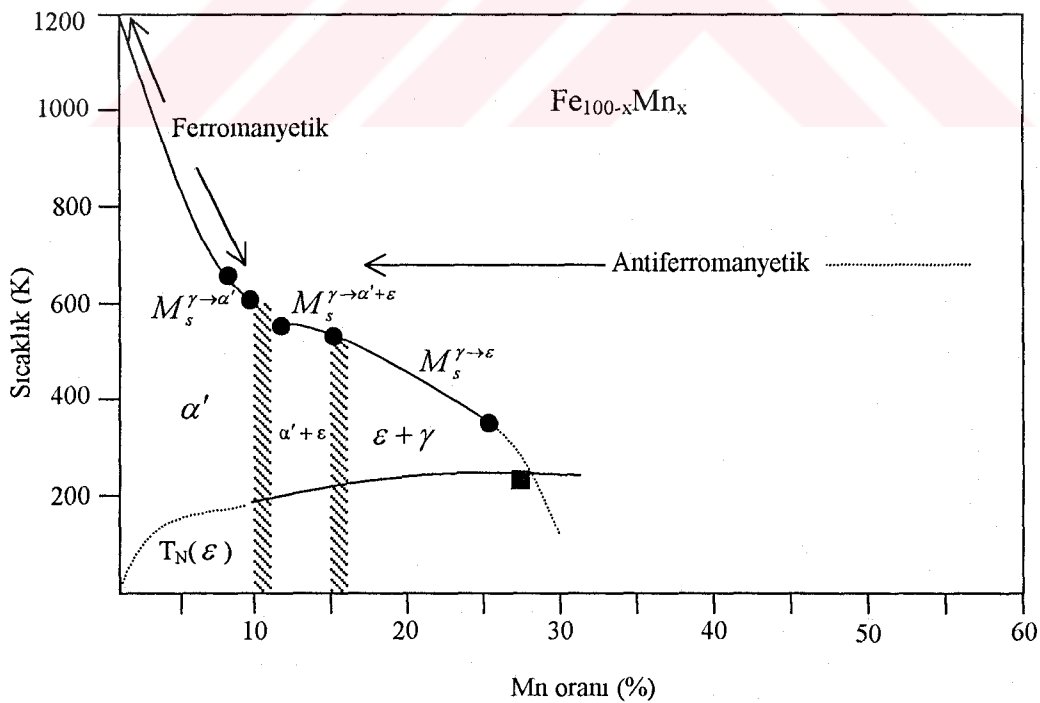
Fe, Ni, Co gibi elementler güçlü ferromanyetik özellik gösterirler. Bir çok araştırmacı bu elementlerin alaşımlarında da ferromanyetik davranış gösterdiğini tespit etmişlerdir (Kakashita, et al., 1993 a). Fe bazlı alaşımlarda, meydana gelen austenite-martensite faz geçişleri ile birlikte, manyetik faz geçişleri de olabilmektedir. Ferromanyetik maddelerde kalıcı manyetizasyonun kaybolduğu sıcaklık “Curie” (T_c) sıcaklığı olarak bilinir. Bu sıcaklık $T < T_c$ olan düzenli ferromanyetik faz ile $T > T_c$ olan düzensiz paramanyetik fazı birbirinden ayırır (Kittel, 1986). Antiferromanyetik özellik gösteren maddelerde, manyetik dipoller eşit miktarlarda zıt yönlü bulduklarından net manyetizasyon sıfır olur. Fe bazlı alaşımlarda meydana gelen austenite-martensite faz dönüşümü ile bu fazların manyetik davranışları arasında belirli bir ilişki olduğu yapılan araştırmalarda ortaya konmuştur. (Kakashita, et al., 1993 a; . Kakashita, et al., 1993 b)

Manyetik ölçümlerde sıcaklık doğrudan bir etken olduğu için, antiferromanyetik durumdan paramanyetik duruma geçiş sıcaklığı olan Neel sıcaklığı (T_N) deneysel olarak ölçülebilmektedir. AC manyetik alınganlık ölçümlerine göre, ferromanyetik maddelerin manyetikleşmesi, eğer uygulanan manyetik alan manyetik momentlere paralel ise manyetik bölgelerde bir büyüme, uygulanan manyetik alan manyetik momentlere paralel değil ise

manyetik bölgelerde büzülme olur. Kolayca manyetikleşen maddelerde, manyetik bölge sınırının kolay hareket ettiği tespit edilmiştir. Manyetik bölge sınırının zor hareket ettiği maddeler sert manyetik maddeler olup, bunun nedeni ise kristal yapı kusurları ve manyetik olmayan maddelerin getirdiği çökeltilerdir (Berkowitz and Kneller, 1969).

Fe-Mn alaşımlarının martensitik dönüşümlerinin manyetik özellikleri deneysel olarak çalışılmıştır. Zengin Fe içeren Fe-Mn alaşımlarında austenite faz, Mn oranının aldığı değerlere göre farklı manyetik özellikler göstermektedir. Eğer Mn oranı %10'dan az ise austenite faz ferromanyetik özellik gösterir. Mn oranı %10 ile %15 arasında olunca ferromanyetiklikten antiferromanyetikliğe bir geçiş gözlenir. Martensite yapı α' türü ise ferromanyetik, ε türü ise antiferromanyetik özellik gösterir (Acet, et al., 1995).

Ferromanyetik yapıda ferromanyetizm, spin glass (S.G.), reentrant spin glass (R.S.G.) ve antiferromanyetizm (A.F.) gibi iç manyetik fazlar mevcuttur (Ocak, 1999).



Şekil 5.1. Sıcaklık-Mn oranına göre manyetik faz diyagramı (Acet, et al., 1995).

$Fe_{100-x}Mn_x$ alaşımında gözlenen sıcaklık-%Mn oranı değişimi Şekil 5.1'de görülmektedir. $X=10$ için Neel sıcaklığı $230\text{ }^{\circ}\text{K}$ civarındadır. $500\text{ }^{\circ}\text{K}$ sıcaklığı civarında $\gamma \rightarrow \varepsilon$ faz geçişi başlamaktadır. Bu sıcaklık etrafındaki geçiş sadece Fe-Mn alaşımlarında değil Fe-Ru veya Fe-Ir gibi Fe bazlı alaşımlarda da görülmektedir (Acet, et al., 1995).

Bu bölümde Fe-%9Mn alaşımından hazırladığımız dört numune üzerinde manyetik histerezis ölçümleri incelenecektir.

5.2. Alaşımın Histerezis Ölçümleri

Manyetik özellik gösteren maddelerde, Curie sıcaklığının çok altındaki sıcaklıklarda ferromanyetik fazların manyetik momentleri paraleldir. Manyetik momentler doyum momentleri değerinin çok altında olduğu için, ancak dış bir manyetik alan uygulanması ile artırılabilir. Gerçek ferromanyetler, hacimleri (10^{-8} - 10^{-12}) cm^3 ve atom sayıları da (10^{12} - 10^{21}) olan bölgelerden oluşurlar. Genel olarak dış bir manyetik alan altında ferromanyetik bir numunenin net manyetik momentindeki artış, uygulanan alanın büyüklüğüne bağlı olarak değişir (Kittel, 1986).

Uygulanan dış alanın etkisiyle manyetizasyon artmaya başlar ve H 'nin belli bir değerinde numune manyetik olarak doyuma ulaşır. Bu noktada alan kaldırıldığı zaman iç manyetizasyondan dolayı merkezden belli oranda sapma gözlenir (Berkowitz and Kneller, 1969). Numune üzerinde oluşan alanı kaldırmak için zıt yönde bir alan uygulanır. Bu alan "zorlama alanı" olarak tanımlanır. $H=0$ 'daki manyetizasyon değeri de "remanans" manyetizasyon olup sıfırdan farklıdır. Manyetik alan şiddeti H , eğer bir periyodik değişime sahipse manyetizasyon eğrisi "histerezis" olarak bilinen eğriyi oluşturur. Histerezis çevriminin içindeki alan, enerji kaybına eşittir. Kapalı bir sistem olan histerezis eğrisi için toplam enerji;

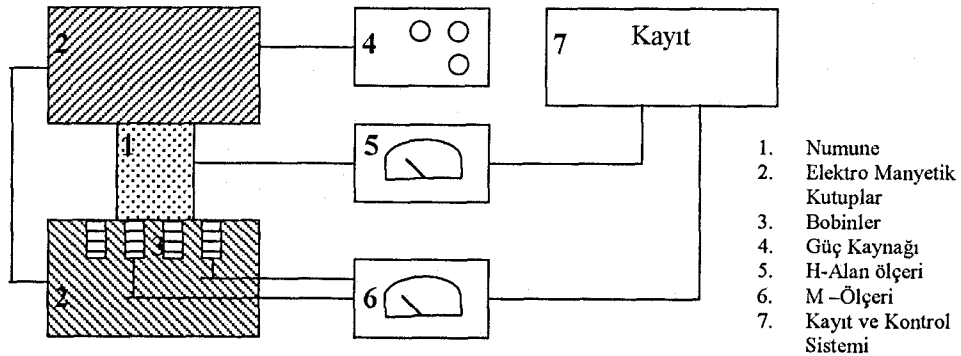
$$E = \mu_0 \oint \vec{H} \cdot d\vec{m} \quad (5.1)$$

denklemleri ile tanımlıdır. Burada $\mu_0 = 4\pi 10^{-7}$ W/A.m değerindeki ortamın manyetik geçirgenliğidir.

Histerezis çevriminde (M-H)'nin en yüksek değeri doyum noktası olduğundan, doyum manyetizasyonu bu noktadaki alandan faydalanarak bulunur (Kittel, 1986). Numuneye uygulanan dış alanın büyüklüğü, numunenin yapısına göre bir histerezis oluşturur. Her numune farklı bir histerezis özelliğe ve kritik manyetik alan değerlerine sahip olduğu için histerezis çevriminde, doyum noktası en az kritik manyetik alana eşit bir manyetik alan uygulanınca elde edilebilir. Kritik manyetik alandan düşük manyetik alan uygulandığında histerezis elde edilebilir fakat ferromanyetik martensite dönüşümü oluşmaz.

Histerezis bölgenin merkezden itibaren pozitif ve negatif alan bölgeleri arasındaki genişliği, numunenin manyetik açıdan sert ve yumuşak olmasının bir ölçüsü olarak açıklanabilir. Maddeyi manyetik açıdan sert yapan özellik mekanik açıdan da sert yapar. Kalıcı mıknatıslık özelliği gösteren maddelerin histerezis genişlikleri büyük, yumuşak olan maddelerin ise küçüktür. Paramanyetik özellik gösteren maddeler, histerezis aralığı geniş ise büyük ve kalıcı mıknatıslanmaya sahip, histerezis genişliği dar ise küçük bir kalıcı mıknatıslanmaya sahiptir. Fakat bu özellik kolayca kaldırılabilir. Madde dış alan kalkınca mıknatıslanma özelliği gösterebiliyorsa şekil hatırlama özelliğine sahiptir. İdeal yumuşak ferromanyetik bir madde hiç histerezis göstermez (Keller, 1966; Berkowitz and Kneller, 1969).

Fe-%9Mn alaşımına ait numunelerin manyetizasyon ölçümleri "Hysteresisgraph (Permagraph C-300)" sistemi ile TÜBİTAK-UME araştırma laboratuvarlarında yapıldı. Bu sistemin genel özelliği değişik şekillerdeki katı manyetik materyallerin statik manyetik karakteristiklerini eğrisel olarak ölçmektir.



Şekil 5.2. Permagraph sisteminin diyagramı.

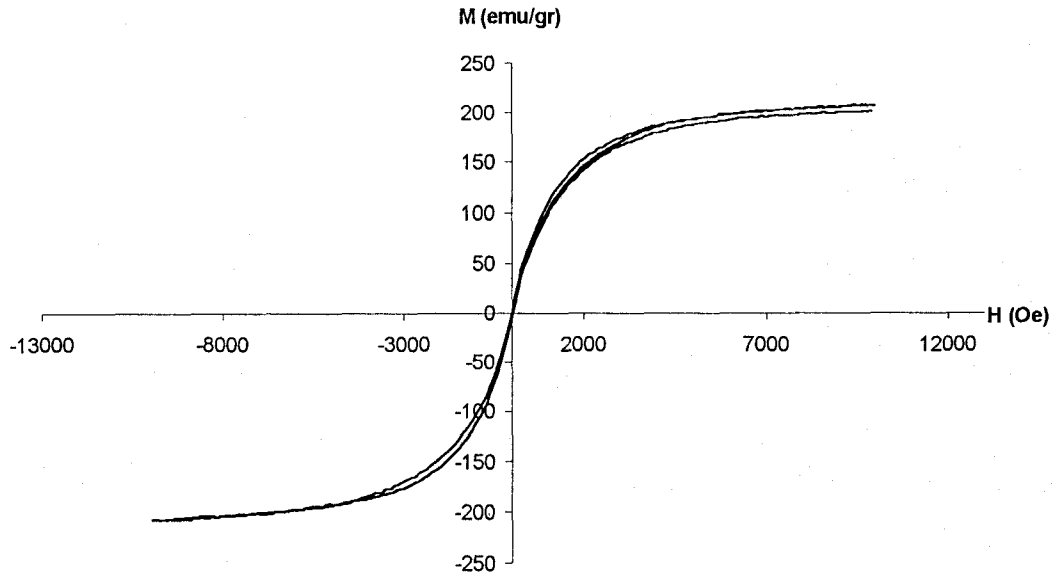
Bobinlerin orta noktasına yerleştirilen numunelere değişken alan $+H_{\max}$ ile $-H_{\max}$ aralığında numune yüzeyine dik olarak uygulanır. Bu metotla numunenin bütün yüzeyine manyetik alanın homojen olarak dağılımı sağlanır. Akım değişimiyle H manyetik alan şiddeti değişir. Manyetik alan şiddetinin değişmesine göre B'nin ve M'nin aldığı değerler sistem tarafından dH/dt hızı ile kaydedilir. Uygulanan manyetik alan şiddeti, numuneyi doyum manyetizasyonuna ulaştırabiliyorsa, doyum manyetik alan yoğunluğu gözlenebilir. I, II, III ve IV numaralı numunelere ait ölçülen histerezis grafikleri Şekil 5.3, Şekil 5.4, Şekil 5.5 ve Şekil 5.6'da görüldüğü gibidir.

Numunelerin histerezis eğrilerinden manyetik alan yoğunluğunun doyuma ulaştığı görülmektedir. Alaşımın bazı manyetik özelliklerini içeren parametreler histerezislerden doğrudan okundu ve Çizelge 5.1'de verildi.

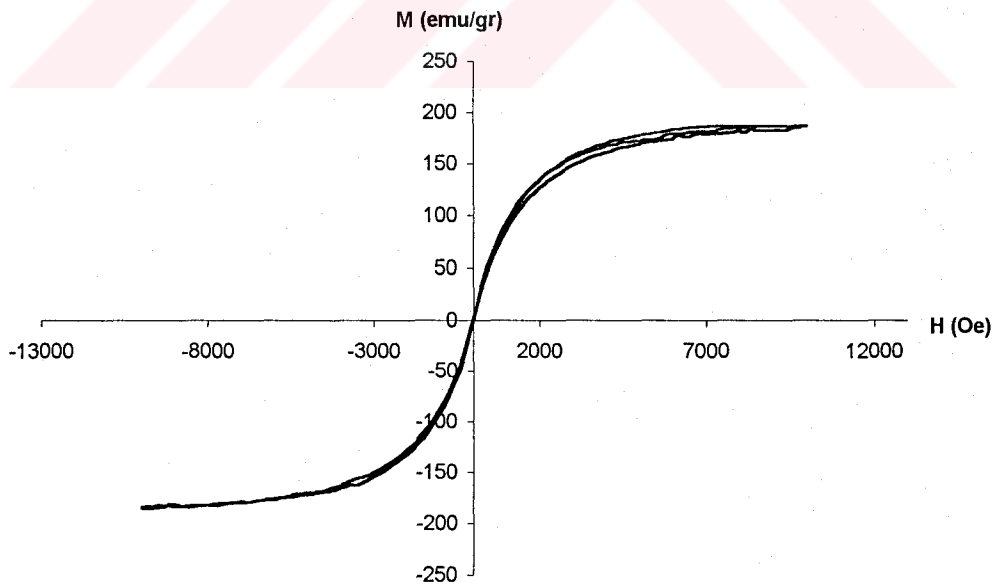
Çizelge 5.1. Fe-%9Mn alaşımı numunelerinden ölçülen bazı manyetik parametreler

Numune	B_r (emu/g)	M (emu/g)
I	2.389	207.518
II	1.616	186,130
III	4.899	198.970
IV	1.097	190.443

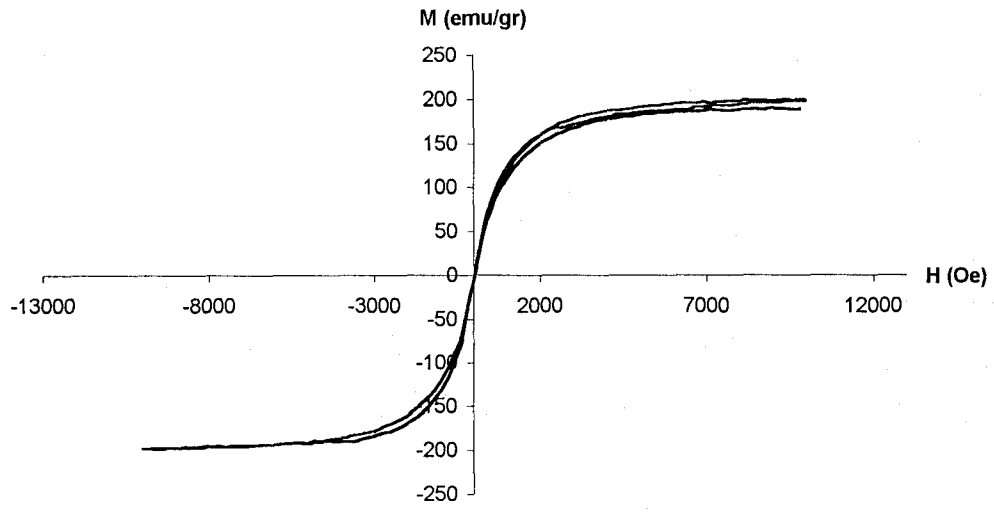
Burada B_r remanans manyetik alan olup, H değerinin sıfır olduğu noktadaki manyetik alan değerine eşittir. M ise numunelerin doyum mıknatıslanma değeridir.



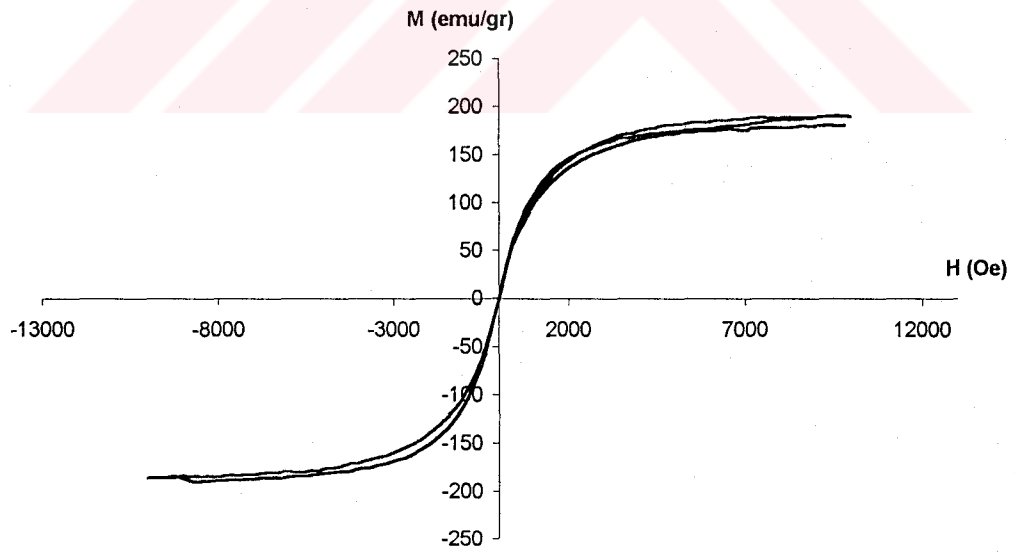
Şkil5.3. I numaralı numuneye ait histerezis eğrisi.



Şkil5.4. II numaralı numuneye ait histerezis eğrisi.



Şekil 5.5. III numaralı numuneye ait histerezis eğrisi.



Şekil 5.6. IV numaralı numuneye ait histerezis eğrisi.

6. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu çalışmada Fe-%9Mn alaşımında austenite-martensite faz geçişlerinin kristalografik özellikleri geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) ve X-ışınları toz difraktometresi, kinetik özellikleri DSC (Differential Scanning Calorimetry), manyetik özellikleri de permagraph C-300 sistemi ile ölçüldü.

Fe-Mn alaşımlarında Mn yüzdesi α' ve ε türündeki martensitelerin oluşumu üzerinde etkili bir faktördür. Mn oranı %10'dan az olan alaşımlarda α' türü martensite gözlenirken, Mn oranı %10-%15 arasında olunca α' ve ε tür martensiteler beraber gözlenir (Young and Wayman, 1992). Çalıştığımız alaşımda da Mn oranı %10'dan küçük olduğu için α' türü martensiteler oluşmuştur. Hazırladığımız dört numunede de austenite faz fcc, martensite faz bcc yapıdadır. Ortaya çıkan α' martensite kristalleri, ana fazın dış zorlarla plastik deformasyonu ve soğutma ile oluşmuştur. Oluşan α' martensite kristalleri geniş ve uçları daha ince çubuklar şeklinde ortaya çıkmışlardır. Bu gözlemler daha önce diğer Fe alaşımları ile elde edilen sonuçlar ile uyum içerisinde (Nishiyama, 1978).

Numunelerin optik mikroskop incelemesinden (Şekil 6.1) yüzeye yayılmış Lath türü martensiteler görülmektedir. Bu martensiteler yüzeyde büyük bir alana yayılmış durumdadırlar. Mn oranından dolayı grain sınırları oldukça geniştir. Her grain bölgesinde oluşan martensitelerin diğer bölgelere geçmediği, ayrıca her tane sınırları içindeki martensitelerin farklı doğrultularda olduğu görülmektedir. Yapılan literatür taramasından, Fe-%9Mn alaşımının Fe-Mn-C ve Fe-Ni-C alaşımlarının yapısal özelliklerini gösterdiği anlaşıldı (Nishiyama, 1978). Deformasyonun etkisiyle martensitelerin daha da büyüdüğü ve ikizlenmelerin olduğu martensitelerin doğrultularını değiştirmeden birbirlerini kesmelerinden anlaşılabilir olup, martensite kaymasının olduğu şekillerden görülmektedir.



(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 6.1. Numunelerin Yüzey Fotoğrafları

a) I numaralı numune

b) II numaralı numune

c) III numaralı numune

d) IV numaralı numune

Hazırladığımız farklı dört numunenin alışıım düzlemleri tek yüz analiz metodu ile bulundu. Sıvı azot atmosferinde dönüşüme tabi tutulan I numaralı numunenin alışıım düzlemi (112)_a olarak bulunurken, II ve III numaralı numunelerin alışıım düzlemleri (259)_a olarak bulundu. IV numaralı numunenin deformasyonunun yüksek olması nedeniyle alışıım düzleminin (259)_a'dan bir miktar kaydığı görüldü. Optik inceleme sonucunda martensitelerin düzlemlerden kaydığı görüldü. Dört numune için de austenite-martensite dönme bağıntısının Kurdjumov-Sachs (K-S) tipinde olduğı belirlendi.

Numunelerin örgü parametreleri TEM ve X-ışınları metoduyla ayrı ayrı hesaplandı. Her iki metoda göre numunelerin fcc ve bcc fazlarına ait örgü parametrelerinin literatürlerde tanımlı değerlere uygun olduğı Çizelge 3.4, Çizelge 3.5 ve Çizelge 3.6'da görülmektedir (Nishiyama, 1978).

IV numaralı numune için aldığımız DSC grafiğinden, yüksek deformasyon etkisiyle yapıda bir bozulmanın söz konusu olduğı görülmektedir. Bu bozulma, dönüşümün farklı bölgelerde oluşmasından anlaşılmaktadır. Bu numune için dönüşüm oda sıcaklığının üzerinde tamamlanmış olup, dönüşüm sıcaklığının 135 °C civarında olduğı görüldü. Bu sonuçlar Fe-Mn alaşımlarına ait dönüşüm sıcaklıklarıyla uyum içindedir. Literatürlerden, sıvı azotta deformasyonsuz numune için dönüşüm sıcaklığı 329°C (Tsuzaki, K., et. Al, 1991) olarak belirlendi. Deformasyonun dönüşüm sıcaklığını değıştirdiğı gösterilmiş oldu.

Manyetik histerezis sonuçlarına göre, hazırlanan dört numunenin de doyum mıknatıslanmasına ulaştığı görüldü. Manyetik histerezis ölçümleri oda sıcaklığında yapıldı. I numaralı numunenin doyum mıknatıslanması beklenildiğı gibi deformasyon etkilerinde olan diğere üç numunenin doyum mıknatıslanmasından büyük olduğı görüldü. %5 deformasyona sahip numunenin doyum mıknatıslanmasının düştüğü, %8.5 deformasyona sahip olan numunenin ise doyum mıknatıslanmasının arttığı ve %27 deformasyona sahip IV numaralı numunenin ise doyum mıknatıslanmasının tekrar düştüğü görüldü. Deformasyonun manyetik moment üzerindeki etkisi de dikkate alındığında yüksek Mn oranlarında mıknatıslanmanın düşeceğı beklenen bir sonuçtur. Ayrıca deformasyonun belli bir oranın üzerine çıkmasıyla, Mn atomlarının manyetik momentleri büyümesine rağmen kendi içlerinde antiparalel olmaları mıknatıslığı artırır. Çünkü Mn atomunun manyetik momentleri Fe atomuna göre daha büyüktür. Sıvı azot ortamında mıknatıslanmanın büyük olması beklenen bir sonuçtur. Ayrıca

deformasyonların numunelerde bozuk bölgeler oluşturarak, manyetik momentlerin büyümelerini engelledikleri görüldü.

Numunelerin remanans alanları (B_r) incelendiğinde manyetik açıdan en sert numunenin III numaralı numune olduğu görülmektedir.

Her bir numunenin ferromanyetik özellik gösterdikleri ESR (Electron Spin Rezonans) ölçümlerinin sonucunda da anlaşıldı. Tezin kapsamını genişletmemek için ESR sonuçlarına değinilmedi.



KAYNAKLAR DİZİNİ

- Acet, M., Schneider, T., Gehrman, B., Wasserman, E.F., 1995, The Magnetic Aspects of the $\gamma - \alpha'$ and $\alpha - \varepsilon$ Martensitic Transformations in Fe-Mn Alloys, *Journal de Physique IV.*, 379-384p.
- Akgün, İ., 1981, Doktora tezi, Fırat Üniversitesi, 71s.
- Akgün, İ. and Durlu, T.N., 1994, Observations on the Formation of ε Martensite in Fe-23.2%Mn Alloy, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 31, 1361-1363p.
- Aktürk, S., 1996, Fe-Cr-C Alaşımlarında Martensite Oluşumunun Fiziksel Özellikleri, Yüksek Lisans tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 34s.
- Baxter, R.A., 1969, *Thermal Analysis* Academic Press, London.
- Berkowitz, A.E. and Kneller, E., 1969, *Magnetizm and Metallurgy I*, Academic Press, New York.
- Bilby, M.J. and Parr, J.G., 1964, *J. Iron Steel Inst.*, 202, 100p.
- Borgenstam, A. and Hillert, M., 1997, Activation Energy for Isothermal Martensite in Ferrous Alloy, *Act. Metal*, 45, 651p.
- Bowles, J.P. and Dunne, D.P., 1969, *Acta, Met.*, 17, 677p.
- Bunshah, R.F., Mehl, R.F., 1953, *Trans. AIME*, 197, 1251p.
- Chang, S.N., Meyers, M.A., 1988, Martensitic Transformation Induced by a Tensile Stress Pulse in Fe22.5%Ni-4%Mn Alloy, *Acta Metal*, 36, 1085p.
- Cullity, B.D., 1967, *Elements of X-Ray Diffraction*, Addison-Wesley Publishing Company Inc., London.
- Dunne, D.P. and Wayman, C.M., 1971, *Met. Trans.*, 2, 2327p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (Devam)

- Durlu, T.N., 1974, Doçentlik Tezi, Ankara Üniversitesi, 60s.
- Durlu, T.N., 1978, The Effect of Plastic Deformation Upon Martensite Burst Transformation in Fe-24%Ni-0.45%C Alloy Single Crystals, Scripta Metallurgical, 12, 865p.
- Durlu, T.N., 1978, Scripta Met. 12, 343p.
- Easterling, K.E. and Tholen, A.R., 1974, On the Growth Of Martensite in Steel, Pergamon Press, Oxford.
- Eysel, W. and Breuer, K.H., 1988, The Calorimetric Calibration of DSC-Cells, Journal of Thermal Analysis, 3, 169p.
- Hirsch, P.B., 1972, Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London.
- Hornbogen, E., 1995, On Martensitic Transformation Cycles, Z. Metallkd, 86, 656p.
- Kajiwara, S., 1981, Morphology and Crystallography of the Isothermal Martensite Transformation in Fe-Ni-Mn alloy Philosophical Magazine A, 43, 1483p.
- Kakashita, T., Kuroima, K. and Shimizu, K., 1993, Effect of Magnetic Fields on Athermal and Isothermal Martensitic Transformations in Fe-Ni-Mn Alloy, Materials Transactions, JIM, 34, 415p.
- Kakashita, T., Kuroima, K. and Shimizu, K., 1993, A New Model Explainable for Both the Athermal and Isothermal Natures of Martensitic Transformations in Fe-Ni-Mn Alloys, Materials Transactions, JIM, 34, 423p.
- Kaufman, L. and Cohen, M., 1958, Progress Metal Physics, 7, 165p.
- Kelly, P.M. and Nutting, J., 1968, Proc. Roy. Soc., A.259, 45p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (Devam)

- Keller, G.V., 1966, Practical Hand Book of Physics Properties of Rock and Minerals, CRC, Press Boca Raton.
- Kittel, C., 1986, Introduction to Solid State Physics, John Wiley, 434s.
- Krauklis, P. and Bowles, J.S., 1969, Acta Met. 17, 278p.
- Machlin, E.S. and Cohen, M., 1951, Burst Phenomenon in the Martensitic Transformation, Journal of Metals, 8, 746p.
- Maki, T. and Wayman, C.M., 1977, Acta Met., 25, 681p.
- Navruz, N., 1996, Bazı Demir Alaşımlarında ϵ Martensite'in Oluşumu ve Diğer Martensite Türleri ile Etkileşmesi, Doktora tezi Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 108s.
- Nishiyama, Z., 1978, Martensitic Transformation, Academic Press, London, 467p.
- Ocak, H.Y., 1999, Fe-%31.5Ni-%10Mn Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Kristalografik, Kinetik ve Manyetik Özellikleri, Doktora tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 129s.
- Oslon, G.B. and Owen, W.S., 1992, Martensite, The Materials Information Society, New York.
- Oslon, G.B. and Cohen, M., 1976, A General Mechanism of Martensitic Nucleation, Part III. Kinetics of Martensitic Nucleation, Metallurgical Transactions A, 7, 1915
- Petty, E.R., 1970, Martensite Fundamentals and Technology, London .
- Read, R.P., 1967, Acta Met., 15, 1287p.
- Schuman, H., 1969, Arc. Eisenhüttenwes., 40, 1027p.
- Tomato, Y., Strum, M., Morris, J.W., 1986, Metallurgical Transactions A, 17A, 537-547p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (Devam)

Tomato, Y. and Yamaguchi, K., 1995, Influence of α Martensite on Shape Memory in Fe-Mn Based Alloys, Journal de Physique IV, 5, 421p.

Tsuzaki, K., Fukasaku, S., Tomota, Y. And Maki, T., 1991, <effect of Prior Deformation of Austenite on the $\gamma \rightarrow \varepsilon$ Martensitic Transformation in Fe-Mn Alloys, Materials Transactions, JIM, 32, 22-228p.

Wayman, C.M., 1968, Advanced in Materials Research, John Willey and Sons 3

Yang, J.H. and Wayman C.M., 1984, Slow Growth of Isothermal Lath Martensite in Fe-21Ni-4Mn Alloy, Acta Metal, 32, 949p.

Yang, J.H. and Wayman C.M., 1984, On Secondary Variants Formed at Intersections of ε Martensite Variants., Acta Metal, 40, 2011-2023p.

Yang, J.H. and Wayman, C.M., 1992, Self-Accommodation and Shape Memory Mechanizim of ε -Martensite, II. Therotical Considerations, 28, 37-47p.

Yıldız, Ç., 1994, Bir Fe-Ni-C Alaşımında Örgü Parametrelerinin Sıcaklığın Fonksiyonu Olarak Değişimi, Yüksek Lisans tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 25s.

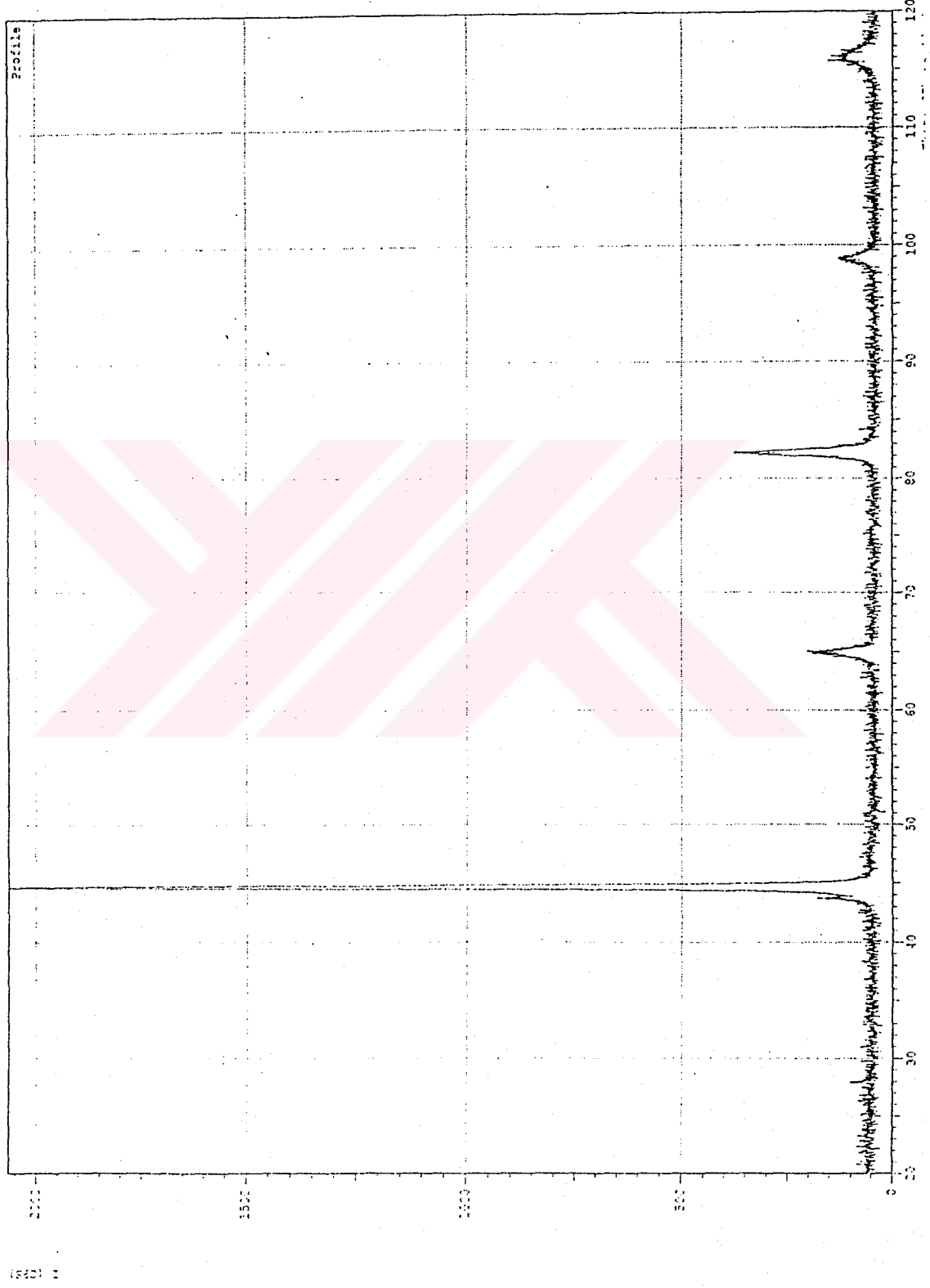
EKLER

- Ek.1. I Numaralı Numunenin X-Işınları Toz Difraktometre Ölçümü.
- Ek.2. II Numaralı Numunenin X-Işınları Toz Difraktometre Ölçümü.
- Ek.3. III Numaralı Numunenin X-Işınları Toz Difraktometre Ölçümü.
- Ek.4. IV Numaralı Numunenin X-Işınları Toz Difraktometre Ölçümü.
- Ek.5. Bain'e Göre Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Atomik Yapısı.
- Ek.6. Fe-Mn Alaşımına Ait Faz Diyagramı.



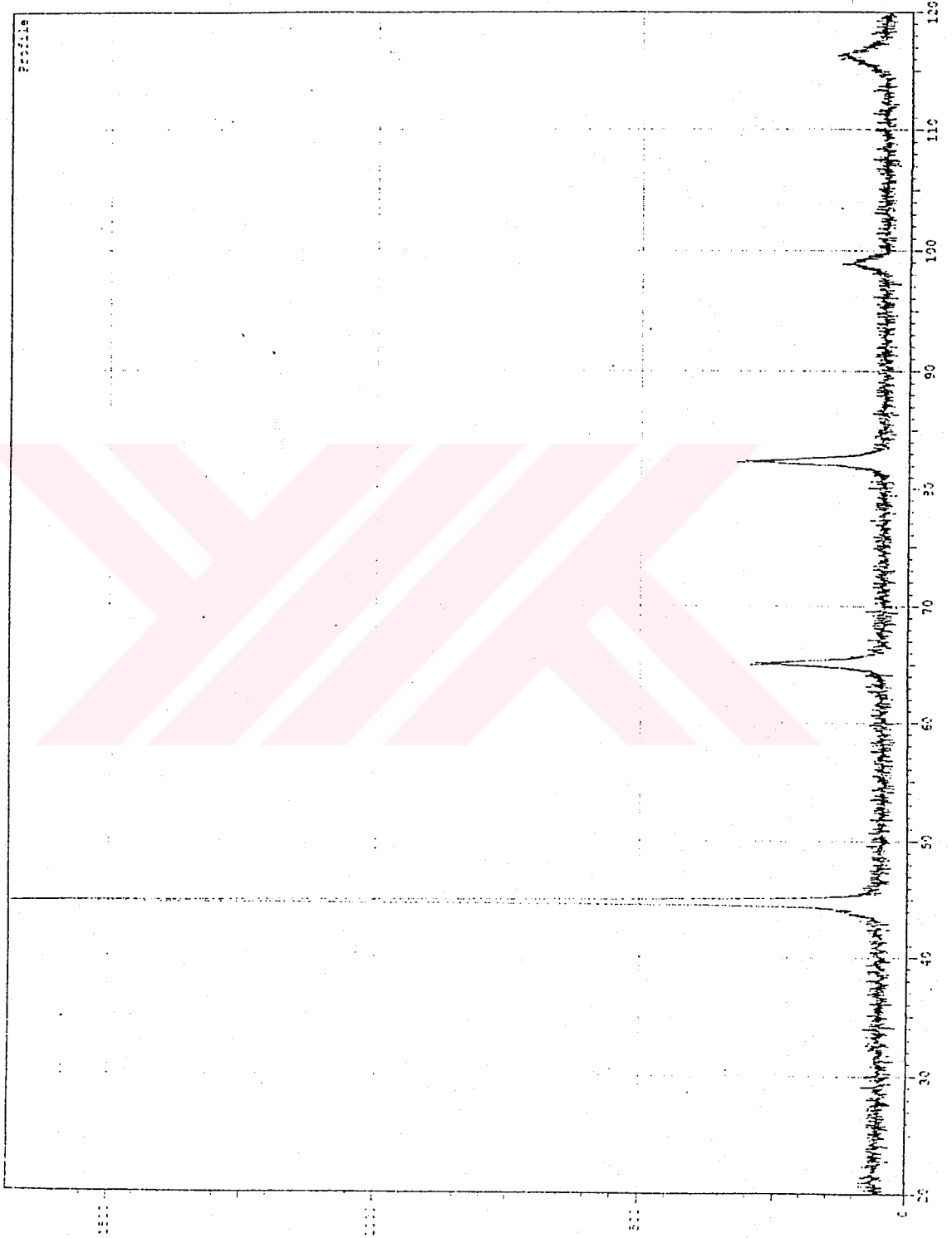
Ek.1

< Group: Industri 4 Data: FeMn(1) Dumlupinar Univ >



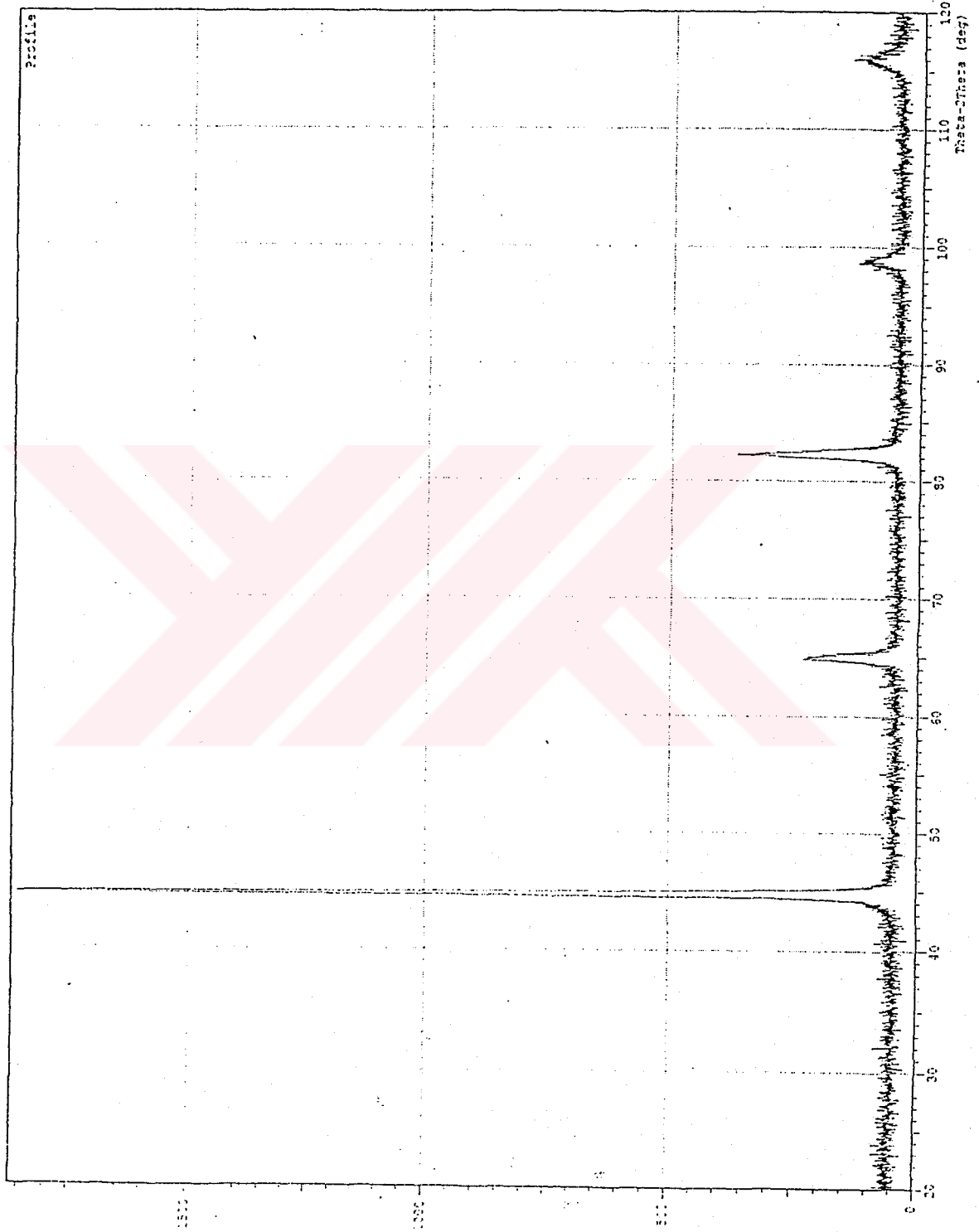
Ek.2

< Group: Endustri 4 Data: FeMn(2) Dumlupinar Univ >



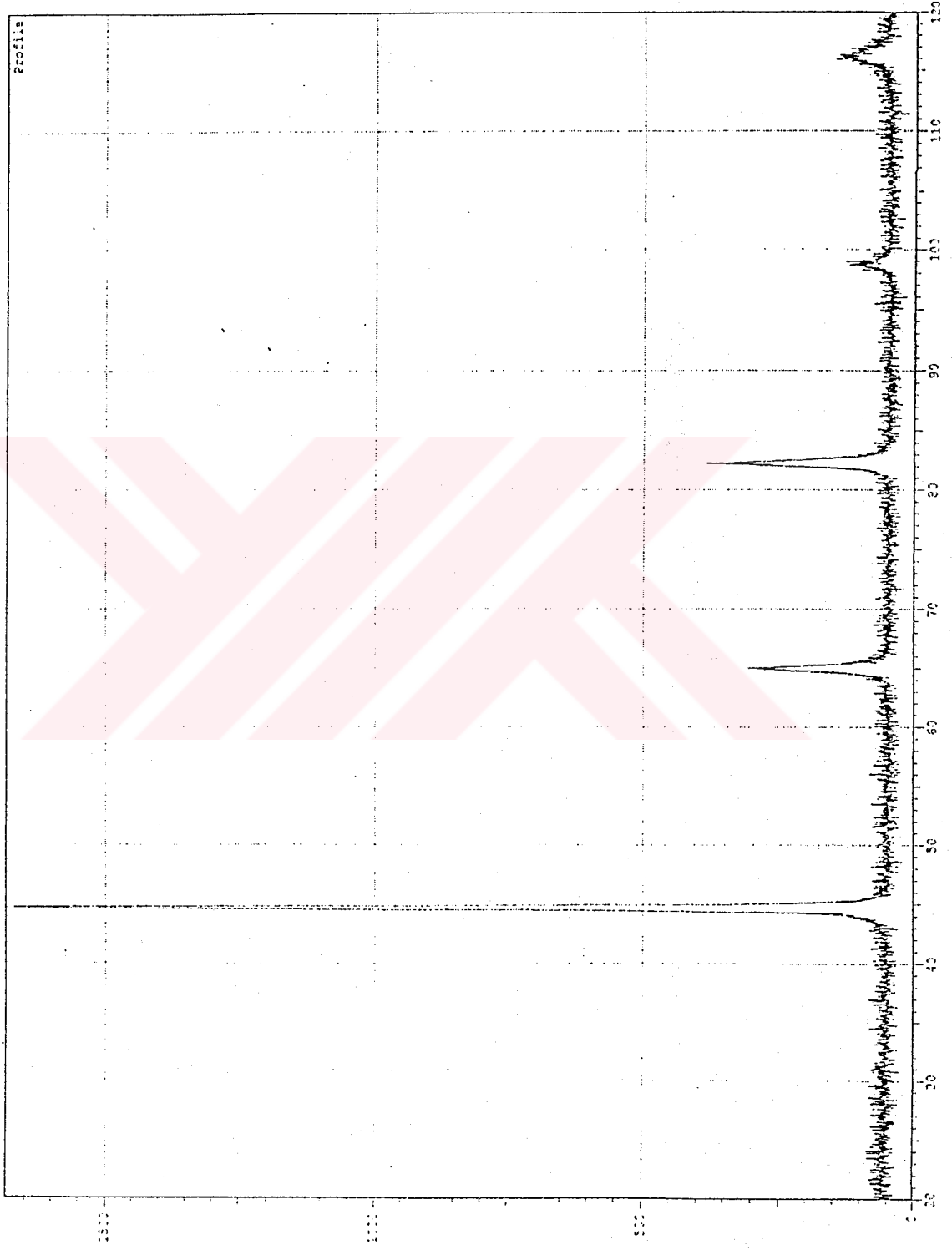
Ek.3

< Group: Endustri 4 Data: FeMn (3) DumLupinar Univ >

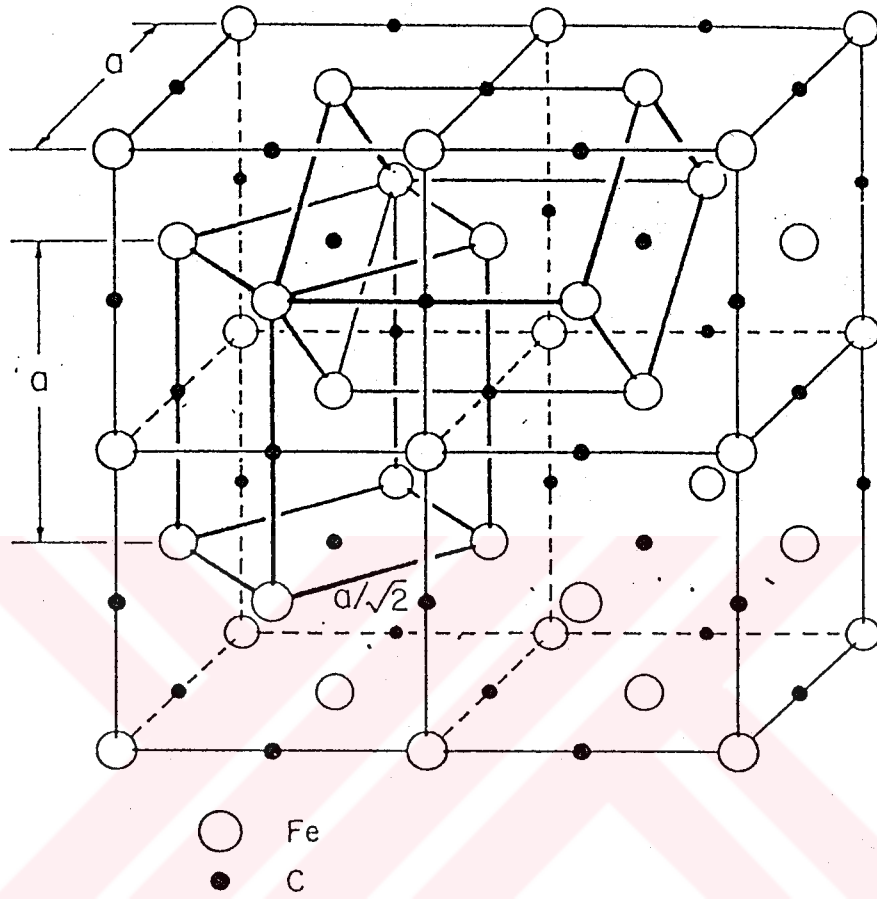


Ek.4

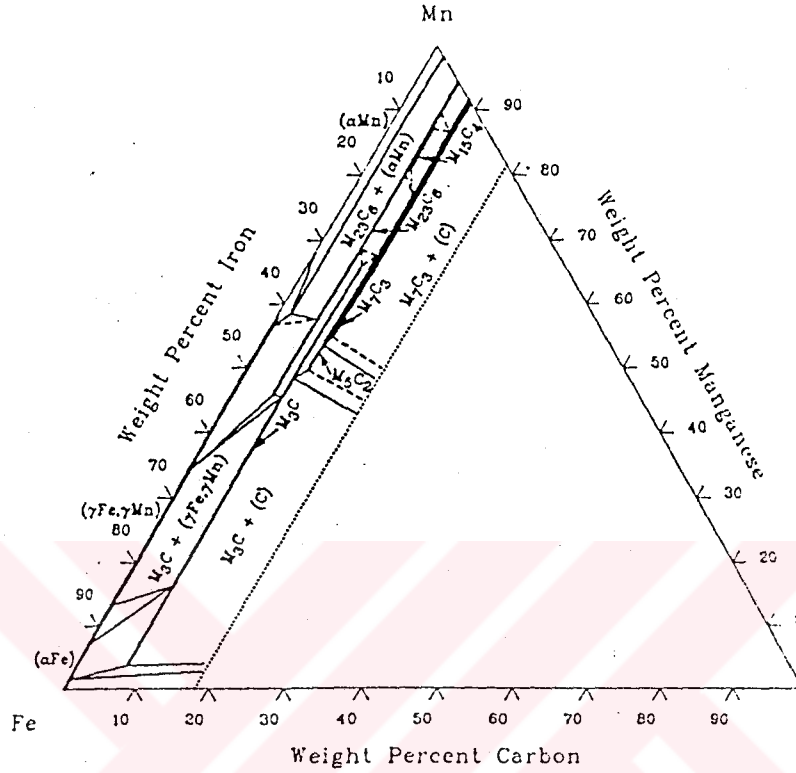
< Group: Endustri 4 Data: FeMn(4) DumLupinar Univ >



Ek.5



Ek.6



**TC YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
BİLİM VE TEKNOLOJİ BAKANLIĞI**