

T. C.
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

FE-NI-MN-CR VE FE-NI-MN-CR-SI ALAŞIMLARININ
YAPISAL, MAGNETİK, TERMAL, ELEKTRİKSEL İLETKENLİK VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ŞULE OCAK ARAZ

ARALIK 2007

ÖZET

Fe-Ni-Mn-Cr ve Fe-Ni-Mn-Cr-Si ALAŞIMLARININ YAPISAL, MAGNETİK, TERMAL, ELEKTRİKSEL İLETKENLİK VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Şule OCAK ARAZ

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Doktora Tezi

Danışman: Prof. Dr. Hüseyin AKTAŞ

Aralık 2007, 80 sayfa

Bu çalışmada, Fe-Ni-Mn-Cr ve Fe-Ni-Mn-Si-Cr alaşımlarının Ni element yüzdelerinin ve ısıl işlem sürelerinin değiştirilmesi ile meydana gelen faz dönüşümlerinin Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM) ve X-Işını Difraktometre (XRD) ile yapısal ve kristalografik özellikleri ve Mössbauer Spektroskopisi yöntemi ile magnetik özellikleri, Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ile termal özellikleri, Four Prope Metot ile direnç ve Vickers metot ile mekanik özellikleri incelenmiştir.

Si elementi içermeyen, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0,42Cr alaşımı 25 saat ısıl işlem gördükten sonra bainite yapı, 3 saat ısıl işlem gören Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr alaşımında ise martensite ve dentrite yapılar gözlenmiştir. Aynı şekilde Si elementi içeren, 40 saat ısıl işlem görmüş, Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-

%0.34Cr ve Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr alařımlarında sırasıyla bainite ve austenite yapılar ortaya ıkarılmıřtır. Bu incelemeler XRD ile desteklenerek $(110)_\alpha$ ve $(200)_\alpha$ bainite fazın, $(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$ ve $(220)_\gamma$ austenite fazın, $(110)_\alpha$, $(111)_\gamma$, $(200)_\alpha$ ve $(200)_\gamma$ martensite ve dentrite fazların kristalografik dzlemleri olarak bulunmuřtur.

İncelenen alařımlarda Mssbauer Spektroskopisi yntemi kullanılarak, ortaya ıkan fazların magnetik davranıřları ve bu fazların hacımsal miktarları belirlenerek, austenite fazın ferromagnetik yada antiferromagnetik, martensite fazın paramagnetik ve bainite fazın ise ferromagnetik zellik gsterdiđi ortaya ıkarılmıřtır.

İncelenen alařımların, ktle artıř ve enerji kazan bařlama sıcaklıkları termal analiz yntemi kullanılarak ađa ıkarılmıřtır. Ayrıca bu alıřmada, martensite fazın bainite fazdan, bainite fazın dentrite fazdan, dentrite fazın ise austenite fazdan daha sert bir mekanik zelliđe sahip olduđu anlařılmıřtır.

Anahtar Kelimeler: Martensite, Bainite, Dentrite, Mssbauer Spektroskopisi, SEM, XRD, TGA, DTA,

ABSTRACT

EXAMINATION OF MORPHOLOGIC,
MAGNETIC, THERMAL, ELECTRICAL CONDUCTIVE AND
MECHANICAL PROPERTIES OF PHASE TRANSFORMATION IN
Fe-Ni-Mn-Cr and Fe-Ni-Mn-Cr-Si ALLOYS

OCAK ARAZ, Şule

Kırıkkale University

Graduate School Of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Ph. D. Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Hüseyin Aktaş

December 2007, 80 pages

In this study, morphologic, magnetic, thermal, electrical conductivity and mechanical properties of phase transformation of Fe-Ni-Mn-Cr and Fe-Ni-Mn-Si-Cr alloys which occur by changing the percentage rate of Ni element and changing the duration of heat treatment, have been examined using various physical characterization methods.

In the Fe-10,1Ni-2,14Mn-0,42Cr alloy without Si element, bainite phases was observed after heat treatment of 25 hours, and after in the Fe-31,5Ni-2,23Mn-0,41Cr alloy martensite and dentrite structures were observed after 3 hours of heat treatment. Similarly, Fe-11,61Ni-0,23Mn-1,12Si-0,34Cr and Fe-32,03Ni-0,14Mn-0,12Si-0,38Cr alloys were observed to have austenite

and bainite structures respectively after heat treatment of 40 hours with addition Si element. The observations were made using Scanning Electron Microscopy (SEM). These observations, supported with X- Ray Diffraction (XRD), showed that the crystallographic plates of bainite phase have $(110)\alpha$, and $(200)\alpha$, austenite phase have $(111)\gamma$, $(200)\gamma$, $(220)\gamma$ and martensite and dentrite phases have $(110)\alpha$ $(111)\gamma$, $(200)\alpha$ and $(200)\gamma$.

Mössbauer spectroscopy was used to determine magnetic behaviors and volume fraction in austenite, bainite and martensite phases. As a result, austenite and bainite phases showed ferromagnetic or anti-ferromagnetic and martensite phase showed paramagnetic behavior.

Thermogravimetric Analysis (TGA) and Differential Thermal Analysis (DTA) were used to determine start temperatures of increased mass and gained energy. Finally, at this study, Vickers micro-hardness technique was used to investigate mechanical properties of austenite-dentrite-bainite-martensite formations in studied alloys. When the data gathered after these studies were compared with the other phases, dentrite, austenite, bainite and martensite phases showed different characteristics. In mechanical hardness aspect, hardness of quenched cooled sample was found to be in order as martensite, bainite, dentrite and austenite phases respectively, the first one being the hardest.

Key Words: Martensite, Dentrite, Bainite, Mössbauer Spectroscopy, SEM, XRD, TGA, DTA.

Eşime ve Aileme

TEŞEKKÜR

Doktora çalışmalarımın her aşamasında değerli bilgi, öneri ve eleştirileri ile çalışmalarına yön veren, her konuda destek olan, büyük ilgi ve yardımlarını gördüğüm tez yöneticisi hocam, Sayın Prof. Dr. Hüseyin Aktaş'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında, kendi çalışması gibi zamanını, tecrübelerini ve bilimsel konulardaki yardımlarını esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Selçuk Aktürk'e, malzemelerimin hazırlanması sırasında Afyon Kocatepe Üniversitesinde bulunan Yrd. Doç. Dr. Şükrü Talas'a, deney incelemeleri sırasında Atom Enerji Kurumunda analizlerimin yapılmasında yardımcı olan Dr. Erhan Aksu'ya, manevi desteklerini gördüğüm Kırıkkale Üniversitesi Araştırma Görevlisi arkadaşlarıma ve son olarak büyük fedakârlıklarla bana maddi manevi destek olan ailem ve eşim Şenol Araz'a teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
SİMGELER DİZİNİ ve KISALTMALAR.....	xv
GİRİŞ.....	1
1. 1. Literatür Özeti.....	2
1. 1. 1. Çalışmanın Önemi.....	6
2. MATERYAL VE YÖNTEM.....	8
2. 1. Austenite Martensite Faz Dönüşümleri.....	8
2. 2. Bainitik Yapı Dönüşümleri.....	11
2. 3. Dentrite Yapı Dönüşümleri.....	13
2. 4. Deneysel Materyal ve Yöntem.....	15
2. 4. 1. Alaşımların Hazırlanması.....	15
2. 4. 2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Numune Hazırlanması.....	16
2. 4. 3. XRD Toz Ölçümü İçin Numunelerin Hazırlanması.....	17
2. 4. 4. Mössbauer Spektroskopi İncelemeleri İçin Numune Hazırlanması.....	17

2. 4. 5. Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) İncelemeleri İçin Numune Hazırlanması.....	17
2. 4. 6. Elektriksel İletkenlik Ölçümü için Numunelerin Hazırlanması....	18
2. 4. 7. Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi İçin Numunelerin Hazırlanması.....	18
2. 5. Yöntem.....	18
2. 5. 1. Elektron Dağılım Spektroskopisi (EDS).....	18
2. 5. 2. SEM Hakkında Genel Bilgiler.....	19
2. 5. 3. X-Işınları Difraktometresi Toz Ölçümü Hakkında Genel Bilgi.....	20
2. 5. 4. Mössbauer Spektroskopisi Hakkında Genel Bilgiler.....	23
2. 5. 5. Termogravimetrik Analiz (TGA), Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Hakkında Genel Bilgiler.....	32
2. 5. 6. Elektriksel İletkenlik Hakkında Genel Bilgi.....	34
2. 5. 7. Mikrosertlik Deney Sistemleri Hakkında Genel Bilgi.....	36
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	38
3.1. İncelenen Alaşımların Element Analizi.....	38
3.2. Yapısal Özellikler.....	39
3.3. Kristalografik Özellikler.....	46
3.4. Magnetik Özellikler – Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi ile Belirlenmesi.....	52
3.5. Termal Özellikler.....	58
3.6. Elektriksel İletkenlik.....	63

3.7. Mekanik Özellikler.....	66
4. SONUÇ.....	70
KAYNAKLAR.....	77

ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE

2. 1.	İncelenen alaşımların ısıtma işlem süre ve sıcaklıklar.....	16
3. 1.	EDS analizlerine göre hazırlanan alaşımların kimyasal analizleri.....	39
3. 2.	İncelenen alaşımların XRD analizlerine göre indisleme değerleri.....	48
3. 3.	Mössbauer Spektroskopisi yöntemi ile elde edilen sonuçlar.....	58
3. 4.	Fe-%32Ni-%0,2Mn-%0,12Si-%0,4Cr, Fe-%12Ni-%0,2Mn-%1,1Si-%0,3Cr, Fe-%31,5Ni-%2,2Mn-%0,4Cr, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0,42Cr alaşımlarına ait TGA ve DTA sonuçları.....	61
3. 5.	Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0,42Cr, Fe-%12Ni-%0,2Mn-%1,1Si-%0,3Cr, Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0,38Cr ve Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr alaşımlarının direnç değerleri.....	66
3. 6.	İncelenen alaşımların ortalama mikro sertlik değerleri.....	68

ŞEKİLLER DİZİNİ

ŞEKİL

2. 1.	Bragg Kırınımı.....	21
2. 2.	Radyoaktif $^{57}_{27}\text{Co}$ izotopunun, kararlı $^{57}_{26}\text{Fe}$ 'ye bozunma şeması.....	24
2. 3.	Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş.....	24
2. 4.	γ fotonu yayınlayan bir çekirdeğin eşit momentumla geri tepmesi.....	25
2. 5.	Doppler genişlemesi sonucu spektrum çizgisi.....	28
2. 6.	a. Çekirdek enerji seviyelerinin değişimi.....	29
	b. Mössbauer Spektroskopi çizgisinin yer değiştirmesi.....	29
2. 7.	a. ^{57}Fe 'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin magnetik alanda yarılmaları.....	38
	b. Yarılmalar sonucu Mössbauer spektrumunda oluşan çizgiler.....	38
3. 1.	1100 oC 'de 3 saat ısıtılmış işlem görmüş Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr alaşımına ait EDS analiz bölgeleri.....	38
3. 2.	a. Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0,34Cr alaşımında, 1100°C'de 40 saat ısıtılmış işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunede oluşan Bainite yapının SEM görüntüsü.....	42

b.	Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr	alaşımında,	
		1100°C’de 40 saat ısıtıl işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki	
		su içerisinde hızlı soğutulan numunede oluşan Austenite yapının	
		SEM görüntüsü.....	42
c.	Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr	alaşımında, 1100°C’de 3 saat ısıtıl	
		işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı	
		soğutulan numunede oluşan Martensite yapının SEM	
		görüntüsü.....	43
d.	1100°C’de 3 saat ısıtıl işlem gördükten sonra hızlı soğutulan Fe-		
	%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr	alaşımında ortaya çıkan martensite	
		ve dentrite yapının SEM görüntüsü.....	44
e.	1100°C’de 25 saat ısıtıl işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki		
		su içerisinde hızlı soğutulan Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr	
		alaşımında ortaya çıkan bainite yapının SEM	
		görüntüsü.....	45
3. 3.	a.	Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr	alaşımına ait XRD ölçümü
		49
	b.	Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr	alaşımına ait XRD
		ölçümü.....	50
	c.	Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr	alaşımına ait XRD
		ölçümleri.....	51
	d.	Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr	alaşımına ait XRD
		ölçümü.....	51

3. 4.	a.	Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr	alaşımında, 1100°C'de 40 saat ısıtıl işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunenin Mössbauer grafiği.....	54
	b.	Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr	alaşımında, 1100°C'de 40 saat ısıtıl işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunenin Mössbauer grafiği	55
	c.	Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr	alaşımında, 1100°C'de 40 saat ısıtıl işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunenin Mössbauer grafiği.....	56
	d.	Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr	alaşımında, 1100°C'de 40 saat ısıtıl işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunenin Mössbauer grafiği.....	57
3. 5.	a.	Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr, Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr, Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr	alaşımalarının oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunelere ait TGA eğrileri.....	62

- b. Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr, Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr, Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr alaşımlarının oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunelere ait DTA eğrileri..... 63

SİMGELER DİZİNİ

f.c.c.	Yüz merkezli kübik
b.c.c.	Hacım merkezli kübik
b.c.t.	Hacım merkezli tetragonal
h.c.p.	Sıkı paketlenmiş hegzagonal
Ms	Austenite-martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
Mf	Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
Bs	Austenite-bainite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
Bs	Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
As	Martensite-austenite ters dönüşüm sıcaklığı
To	Austenite-martensite fazın dengede bulunduğu sıcaklığı
F	Serbest enerjisi
U	Sistemin iç enerji
S	Entropi
λ	Dalgaboyu
H	Entalpi
d	Kristal düzlemlerarası uzaklık
ν	Frekans
h	Planck sabiti
E	Toplam enerji
P	Basınç
ΔG	Gibbs- Hemholtz enerji

Eu	Uyarılmış enerji durumu
ET	Taban enerji durumu
EG	Geri tepme enerjisi
P	Geri tepme momentumu
Δm	Dipol moment
ρ	Elektriksel özdirenç
σ	Elektriksel iletkenlik
(hkl)	Miller İndis Düzlemi
a	Kristal örgü parametresi
δa	Austenite yapının izomer kayması
$\delta m, b$	Martensite- bainite yapının izomer kayması
I	Çekirdek spini
% P	Paramagnetik hacım
% F	Ferromagnetik hacım
Biç	Martensite fazın iç magnetik alanı

KISALTMALAR

DTA	Diferansiyel Termal Analiz
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop
TGA	Termalgravimetrik Analiz
VSD	Vickers Sertlik Deneyi

1. GİRİŞ

Tarihin ilk dönemlerinden beri yumuşak demirin çeşitli fiziksel etkenler uygulanmak suretiyle mekanik özelliklerinin iyileştirilebildiği bilinmekteydi. Ancak 19. yy sonlarında modern teknolojinin gelişmesiyle materyal bilimi ile uğraşan bilim adamları, söz konusu etkenlerin özellikle kristal yapıda önemli değişikliklere neden olduğunu ve yumuşak demirin neden sertleştiği ve metal alaşımlardaki bu sertliğin malzemenin içindeki fazlardan ileri geldiği büyük ölçüde anlaşılmıştır.

Bir malzemenin kristal yapısı o malzemenin bütün fiziksel özelliklerini etkiler. Metal atomları çevresinde bulunan elektron bulutu nedeniyle aralarındaki uzaklığı koruyarak, belli bir kafes sistemi içinde kristal yapı oluştururlar. Kristal kafese dışardan bir fiziksel etki ettiğinde, metal atomlarının konumları karşılıklı olarak kayar veya metal atomları yalnızca kendi kafeslerindeki yerlerinde sıkışır. Böylece malzemenin yapısal, magnetik, termal, kinetik, mekanik gibi birçok fiziksel özelliği değişir.

Metaller, oldukça yüksek elektrik ve ısı iletkenliğine sahip malzemelerdir. Bu özellikler elektriksel iletkenlik ve termal genişleme gibi özelliklerin incelenmesi ile açıklanabilmektedir. Kristal yapıya sahip olmayan maddeler *amorfor yapı* olarak adlandırılır. Kristalografik açıdan amorf maddelerin atom veya molekülleri tamamen düzensizdir. Alaşımlar ise, metallerin genel özelliklerini iyileştirmek için, belirli oranlarda bir araya gelen elementlerden oluşur⁽¹⁾. Metallerin mekaniksel ve fiziksel özellikleri atomların cinsine, bağ türüne ve atomların dizilişine yani kristal yapıya oldukça bağlıdır. Atomlar arası bağlar uygulanan dış kuvvetlere karşı direnç göstermektedir. Bağ kuvvetleri arttıkça malzemenin ergime sıcaklığı yükselir. Bu da kristal yapı malzemenin mekanik özellikleri üzerinde oldukça etkilidir⁽²⁾.

1.1. Literatür Özeti

Shiga (1967), f.c.c. yapıya sahip $Fe_{65}(Ni_{1-x}Mn_x)_{35}$ üçlü alaşımlarının magnetik özelliklerini incelemiştir. Alaşımların $1 \geq x > 0,3$ aralığında antiferromagnetik, $0 \leq x < 0,3$ aralığında ferromagnetik özelliğe sahip olduğunu bulmuştur. Ferromagnetik bölgede, Curie sıcaklığı ve kendiliğinden mıknatıslık şiddetinin ortalama elektron konsantrasyonunun azalması veya x değerinin artmasıyla hızlı bir şekilde azaldığını tespit etmiştir.

Demirin yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapısının antiferromagnetik yapıya sahip olduğu bildirilmiştir. Fakat Fe-Mn alaşımlarında f.c.c. yapının antiferromagnetik, Ni bakımından zengin olan Fe-Ni alaşımların ferromagnetik özellik gösterdiği, bunun yanında Fe bakımından zengin Fe-Ni alaşımların kuraldışı magnetik özelliklere sahip olduğu gösterilmiştir. Bu alaşımlarda Ni ve Mn kullanılmasının sebebi, f.c.c. yapılu Fe-Ni ve Fe-Mn alaşımlarının magnetik özelliklerinin iyi incelenebilir olmasıdır. Bu çalışmada ayrıca, $0 \leq x \leq 0,23$ aralığında alaşımların ferromagnetik özellik gösterdiği bulunmuştur. Curie sıcaklığı ve doyma mıknatıslık şiddeti değeri, x değerinin artmasıyla azalmıştır.

Bu çalışmada, alaşımların pek çok fiziksel özelliklerinden üç postüla üzerinde durulmuştur. 1) Mn elementinin, elektronların hareket özellikleri, 2) Ni elementinin, elektronların yerleşme özellikleri ve 3) Fe elementinin, elektronların antiferromagnetik bölgede hareket özelliğidir. Ferromagnetik bölgede yerleşme özelliğine bağlı olarak tartışılmıştır. Ayrıca atomik uzaklık ve magnetik moment arasındaki ilişki incelenmiştir. Sonuç olarak, Curie sıcaklığı ve doyma mıknatıslık şiddetinin x değerinin artmasıyla azaldığı bulunmuştur. Magnetik alınganlığın Neel sıcaklığı üzerinde hemen hemen sıcaklıktan bağımsız olduğu tespit edilmiştir.

Mıknatıslık şiddetinin sıcaklığa bağlılığı $-253\text{ }^{\circ}\text{C}$ (20 K)'nin üzerinde ferromagnetik bir karakter gösterdiği, fakat sıcaklık $-253\text{ }^{\circ}\text{C}$ (20 K)'den daha düşük olduğu zaman mıknatıslık şiddetinin ani bir şekilde düştüğü bulunmuştur. Mıknatıslık şiddetindeki bu düşüşün antiferromagnetik yapıdan ileri geldiği ve Fe-Ni-Mn alaşımlara Ni elementinin eklenmesiyle Neel sıcaklığı üzerinde magnetik alınganlığın sıcaklığa bağlı olmasının neden olduğu gözlenmiştir. Bu durumun Ni elementinin spin konumundan anlaşılacağı belirlenmiştir. Fe-Ni-Mn alaşımlarının örgü sabiti, Curie sıcaklığı oda sıcaklığına yakın iken, $x = 0,2$ 'nin yakınında aniden değişim göstermiştir⁽³⁾.

Kakeshita vd. (1993), Fe-% 31,4Ni-% 0,5Mn alaşımında atermal ve Fe-% 24,9Ni-% 3,9Mn alaşımında izotermal martensite dönüşüm üzerine magnetik alan etkisi incelenmiştir. Fe-% 31,4Ni-% 0,5Mn alaşımının austenite yapısının ferromagnetik, Fe-% 24,9Ni-% 3,9Mn alaşımının austenite yapısının ise spin camı (ferromagnetik ve antiferromagnetik durumun bir arada oluşması) olduğu tespit edilmiştir. Düşük magnetik alanlarda iki alaşımın austenite durumdaki mıknatıslık şiddeti ölçülmüştür. Sonuç olarak, her iki alaşımda oluşan kendiliğinden mıknatıslık şiddetinin varlığından dolayı austenite yapının ferromagnetik olduğuna karar verilmiştir⁽⁴⁾.

Kakeshita vd (1999), Fe-% 31,4Ni-% 0,5Cr ve Fe-% 25,0Ni-% 4,0Cr alaşımlarının magnetik alan alınganlığı ve mıknatıslık şiddeti ölçümleri yapılmıştır. Bu ölçümler sonucunda; Fe-% 31,0Ni-% 0,5Cr alaşımının austenite halinin ferromagnetik, Fe-% 25,0Ni-% 4,0Cr alaşımının austenite halinin spin glass (yani ferromagnetik ve antiferromagnetik durumların bir arada olması) olduğu tespit

edilmiştir. Bu sonuçların yüksek sürücü magnetik alan etkisi altında bulunan Fe-Ni-Mn alaşımlarının sonuçlarına hemen hemen benzediği görülmüştür.

Düşük magnetik alanda austenite haldeki Fe-% 31,0Ni-% 0,5Cr ve Fe-% 25,0Ni-% 4,0Cr alaşımlarının mıknatıslık şiddeti ölçümleri yapılmıştır. Bu, austenite haldeki her iki alaşımın kendiliğinden mıknatıslık şiddetinden dolayı ferromagnetiktir. Fe-% 25,0Ni-% 4,0Cr alaşımında mıknatıslık şiddetinin sıcaklığa göre değişiminin oldukça ilginç olduğu; -268,8 °C sıcaklığında kendiliğinden mıknatıslık şiddetinin normal ferromagnetik malzemelerden farklı olarak, -196 °C sıcaklığındaki mıknatıslık şiddetinden biraz küçük olduğu bulunmuştur⁽⁵⁾.

Tanji vd (1979), % 20-50 Ni içeren alaşımların yüksek sıcaklıklarda iki f.c.c. faza sahip olduğunu göstermişlerdir. Değişmez Fe-Ni alaşımların yüksek sıcaklıklarda paramagnetik yapıda, düşük sıcaklıklarda ferromagnetik yapıda olduğunu tespit etmişlerdir⁽⁶⁾.

Srinivana ve Wayman (2006) Fe-%7,9Cr-%1,11C çeliğinde bainitik ferrit ile austenite faz arasında G-T (The Greninger-Troiano) yönelim bağıntısını ve habit düzlemini (HP), Bhadeshia ve Edmonds N-W (The Nishiyama-Wassermann), Hokestra ve arkadaşları Fe-%0,34C-%0,25Si-%0,6Mn-%4,5Ni-%1,3Cr çeliğine 365 °C izotermal dönüşümle K-S (The Kurdjumov-Sachs) yönelim bağıntılarını bulmuşlardır.

300M çeliğinde (Fe-%0,38C-%1,53Si-%0,6Mn-%2,48Ni-%0,98Cr-%0,49Mo-%0,08V) TEM incelemesi yapılarak alt bainite ile iğne martensite fazları arasında G-T yönelim bağıntısını ve HP'ni göstermişlerdir⁽⁷⁾.

M. X. Zhang ve P. M. Kelly (2002), Fe-%20Ni-%6Mn-%0,009C ve Fe-%19Ni-%3,5Mn-%0,009C alařımlarında oluřan martensite ve tanecik bainite yapıların yapısal ve kristallografik özelliklerini incelemiřler. İncelemeler sonucunda, Mn oranı %6 olan alařımda -70 °C'de izotermal bir dönüşümle martensite yapı, Mn oranı %3,5 olan alařımda ise 400 °C'de ise tanecik bainite yapı gözlemlenmiřler. Ayrıca Mn oranı %6 olan alařımda ięne martensite ve austenite yapı arasındaki yönelim baęıntısı Kikuchi modeli kullanılarak K-S ve N-W baęıntılarını, Mn oranı %3,5 olan ise alařım da ise ięne ferrite ve martensite adacıkları içerdięini gözlemlenmiřlerdir. Her iki alařım için de tanecik bainite ile austenite yapı arasındaki yönelim baęıntısı ile martensite yapı arası yönelim baęıntısının aynı olduęunu bulmuřlardır⁽⁸⁾.

Lee ve Bhadeshia (2003), Fe-%2.05Si-%3,07Mn-%0,7Mo-%0,22C alařımına ısıl iřlem ve plastik deformasyon uygulayarak izotermal bir dönüşümle austenite fazdan acicular ferrite yapıya dönüşümünü incelemiřlerdir. Acicular ferrite yapı bainite dönüşüm bařlama sıcaklıęının hemen altında oluřan bir yapıdır. Buna göre 1250 °C'de 20 dakikada büyük austenite taneleri ięerisinde acicular ferrite yapıyı, 650°C'de 5 saatte büyük austenite tane sınırlarında allotriomorphic ferrite, 390 ve 360 °C'de deformasyon yapılmadan acicular ferrite yapı gözlenmiřtir. Ayrıca 390 °C'de 30 dakika sürekli soęutma ve izotermal bir dönüşümle hem bainitik yapı hemde acicular ferrite yapıyı optik mikroskopta gözlemlenmiřlerdir. Aynı numuneyi 390°C'de %10-25 ve 45 deformasyon yapıldıktan sonra numunede acicular ferrite ve bainite yapıların oluřtuęunu belirlemiřler⁽⁹⁾.

P. Sahu (2005), Fe-%17Cr-%8Ni-%1Mn-%0,1C paslanmaz çelięini X-Iřını Difraktometresi (XRD) ile mikroyapısını ve plastik deformasyon uygulayarak

martensite ve bainite faz dönüşümlerini incelemişlerdir. Pöpa modelini kullanarak da alaşımın kristal boyutunu, mikro ölçekte zor ve kristal yönelimlerini incelemişlerdir. %94 oranında plastik deformasyon ile martensite dönüşümü oluşmuş fakat martensite başlangıç sıcaklığı (M_s) altındaki sıcaklıklarda bu tür alaşımlarda martensite faz dönüşümü göstermeyebileceğini söylemişler. 400 °C (673 K) sıcaklıkta yapılan 1, 3, 6 saatte izotermal yaşlandırma ile austenite faz içinde sırasıyla %17, 42, 44 oranlarında bainite yapı oluşmuş ve mikrosertlikleri de sırasıyla 218, 230, 233 kg mm⁻² olarak ölçülmüş ve malzemede oluşan bainite oranı ile birlikte arttığını bulmuşlardır⁽¹⁰⁾.

1.1.1. Çalışmanın Önemi

Metal ve metal alaşımları günümüzde hemen hemen her alanda kullanılabilir. Özellikle Fe-bazlı alaşımlarda gözlenen austenite fazda meydana gelen değişiklikler, son yıllarda üzerinde pek çok akademik çalışmanın yapıldığı, önemli yapısal, kristaloğrafik, kinetik ve termodinamik sonuçlar ortaya çıkaran ilginç bir olaydır. Fe-Mn bazlı alaşımlara katılan üçüncü ve bazı durumlarda dördüncü elementler, kristal yapıda olduğu kadar alaşımların magnetik, elektriksel ve mekanik özellikleri üzerinde de büyük değişikliklerin gözlenmesine yol açmakta olup özellikle Ni elementinin katılmasıyla elde edilen, büzülme ve genişleme katsayısı en küçük olan alaşımlarda ısı işlem süresi ve sıcaklığının austenite yapıdaki tanecik büyüklüğü üzerindeki fiziksel özellik değişimleri, çok ilginç sonuçlar ortaya koymaktadır. Kristal dönüşüme eşlik eden magnetik değişimler, ısı işlem süresi sıcaklığına bağlı olarak değişim gösteren tanecik büyüklükleri, alaşımların kristalografik yapısı ve özellikle dış mekanik zorların bu yapı üzerindeki

etkilerinin ortaya konulmasında çok kullanışlı sonuçları ortaya çıkarmakta olup, konu şu anda üzerinde yoğun akademik çalışmaların yapıldığı önemli bir daldır.

Bu doktora tez çalışmasında, Fe-%10Ni-%2Mn-%0.4Cr, Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr, Fe-%12Ni-%0,2Mn-%1,1Si-%0.3Cr, Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr alaşımlarında meydana gelebilecek dönüşümlerin kristallografik, morfolojik, magnetik, termal, elektriksel iletkenlik ve mekanik özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak bulunmuştur. Elde edilen sonuçlarla bir yandan bu tür oluşumların fiziksel özellikleri ortaya konulurken öte yandan bu tür faz dönüşümlerinin materyalin fiziksel özelliklerinde ortaya çıkarttığı değişiklikler bulunmaya çalışılmıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2. 1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri

Bir hacim içerisinde herhangi bir maddenin makroskopik anlamda, homojen olarak bulunması ve termodinamik denge haline *faz* denir. Metal alaşım kristalleri, farklı fiziksel şartlar altında farklı fazlarda bulunabilirler. Fiziksel şartların değişmesi sonucu bir fazdan bir başka faza geçme işlemine de *faz dönüşümü* denir. Faz dönüşümü, sıcaklığın aniden düşürülmesi veya yükseltilmesi sonucunda ya da dışarıdan mekaniksel zorun etkisi altında meydana gelir. Herhangi bir alaşım veya metalin atomlarının bir grubu fiziksel yer değiştirerek bir faz dönüşümüne sebep olurlar. Bu tür dönüşüme *difüzyonlu faz dönüşümü* denir. Bir alaşım veya metalde atomların komşulukları değişmeden sadece kristal yapı değişiyorsa, bu tür değişime *difüzyonsuz faz dönüşümü* denir. Fe elementinin yaklaşık 911 °C sıcaklıkta oluşan kristalin yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıda kristalleşme fazına *austenite*, austenite fazdaki alaşıma uygulanan fiziksel etkenler sebebi ile hacim merkezli tetragonal (b.c.t.), sıkı paketlenmiş hegzagonal (h.c.p.) veya hacim merkezli kübik (b.c.c.) kristal yapıya dönüşmesine ise *martensite* adı verilir⁽¹¹⁾.

Austenite-martensite faz dönüşümleri, difüzyonsuz oluşabilme özelliklerinden dolayı, katı hal fiziğinde önemli bir yere sahiptirler. Austenite kristal yapının, martensite kristal yapıya dönüşmesi şeklinde gerçekleşen dönüşüm sonunda atomlar dönüşümden önceki komşuluklarını korudukları ve yalnızca atomlar arası uzaklıktan çok olmayan uzaklıklara yer değiştirdiklerinden dolayı austenite-martensite faz dönüşümü, difüzyonsuz faz dönüşümü olarak bilinir. İlk kez Fe-alaşımında gözlenmesi ve sanayideki önemi nedeni ile günümüzde de araştırmaların yine bu alaşımlar üzerinde yoğunlaştırılmış olmasına rağmen Au, Cu,

Zn, Sn, Al ve Ti gibi metallerin alařımlarında da martensite faz d6nüşümleri meydana gelir⁽¹²⁻¹⁴⁾.

Austenite yapıya uygulanan fiziksel etkenler sebebiyle oluşan martensite yapı ana kristal yapı içerisinde meydana gelir. Martensite kristalleri düzgün olmayan bir dağılımla, austenite yapı içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkar. Austenite yapı içerisinde martensite kristali, dönüşümü oluşturan etkenin büyüklüğüne baęlı olarak hacim kaplar.

Austenite-martensite faz dönüşümleri genellikle, çok kısa bir zaman aralığı içinde patlama şeklinde veya atermal olarak meydana gelir⁽¹⁵⁾ Bunshah ve Mehl (1953), Fe-bazlı alařımlarında ısısız etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} s gibi bir zamanda ortaya çıktığını ölçmüşlerdir⁽¹⁶⁾. Az sayıda bazı alařımlarda martensite kristallerinin oluşumu izotermal ve gözle izlenebilecek kadar yavaş olabilir.

Martensite faz dönüşümlerinin dięer bir özellięi ise tersinir dönüşümler olmasıdır. Oluşan martensite kristaller, M_s sıcaklığından daha yüksek bir A_s sıcaklığında yeniden austenite kristaline dönüşebilir. Bazı demir alařımlarında martensite kristalin, austenite kristaline dönüştüęü sıcaklık oda sıcaklığının çok üstünde olduğundan, normal gözlem koşullarında martensite kristalleri daha kararlıdır⁽¹⁷⁾.

Austenite fazda bulunan alařım, ana ve ürün fazların aynı serbest enerjiye sahip oldukları bir T_0 sıcaklığı altında soęutulduğunda M_s sıcaklığında martensite faza dönüşür. Bu şekilde oluşan martensite kristallerine soęutma ile oluşturulmuş martensite kristalleri denir. Ortaya çıkan martensite kristalleri hacim içerisinde

mercimeğe benzer plakalar şeklinde, düzlem kesitte iğ (acicular) biçiminde gözlenir⁽¹⁴⁾.

Bir metal veya alaşım, ısıtıldığı ya da soğutulduğu zaman yeni bir kristal yapıya veya katı bir faza dönüşür. Bu faz dönüşüm olayı, serbest enerji kavramı ile kolayca açıklanabilir. Serbest enerji aşağıdaki gibi bulunur;

$$F = U - TS \quad (2.1)$$

Burada F serbest enerji, U iç enerji, T sıcaklık ve S entropidir. Belirli bir T sıcaklığında bir atom mümkün olan en düşük enerji seviyesinde (durum 1) bulunuyorsa *termodinamik denge*, bu değerden daha yüksek bir enerji seviyesinde ise (durum 2) *yarı kararlı denge* olarak adlandırılır. Serbest enerji, her durum ve reaksiyonda bir minimuma ulaşmaya çalışacağından ek bir enerji (Q: aktivasyon enerjisi) verilmesi halinde atom bu konumu terk edebilir. Böylece kristal yapıdaki kusurların çevresinde belirli sayıda atom yarı kararlı denge konumundadır⁽¹⁸⁾. Her faz, verilen bir alaşım için sıcaklık ve bileşimin fonksiyonu olarak değişen bir serbest enerjiye sahiptir⁽¹⁹⁾.

Martensite faz dönüşümünün gerçekleşebilmesi için, ürün fazın serbest enerjisinin ana fazın serbest enerjisinden daha düşük olması gerekmektedir. Daha önce bahsettiğimiz martensitik faz dönüşümünü oluşturacak olan fiziksel etkenin büyüklüğü ve cinsi dönüşümde kullanılacak olan katının kompozisyonu ve içerisinde bulunan elementlerle yakından ilgilidir.

2. 2. Bainitik Yapı Dönüşümleri

İlk olarak, Bain ve Davenport tarafından özel bir yapı olarak tanımlanan, perlit- martensite kademesi arasındaki alana *bainite* adı verilir. Ayrıca bainite, ferrit (Fe'in b.c.c. yapısı) ve sementitin (Fe_3C) yeni düzenlemesi olarak da bilinir. Bainitik yapı pratikte daha çok austenite kristalin izotermal koşullarda dönüştürülmesi ile elde edilir. Ancak sürekli soğutmada da perlit-martensite dönüşüm yaptıran soğutma hızlarından elde edilen yapılara da yaygın olarak bainitik yapı denilmektedir⁽²⁰⁾.

Çeliklerde bainite yapı oluşumu perlite ve martensite yapı başlama sıcaklığı arasındaki sıcaklıkta meydana gelir. Bainite yapı, perlit'e yakın bölgelerinde oluşan bainitik yapıya *üst bainitik yapı* ve bainitik yapının martensite dönüşümüne yakın sıcaklık alanındakine ise *alt bainitik yapı* veya *iğnesel bainitik yapı* olarak adlandırılır. Bu yapıyı ferrite yapı içindeki karbitlerin hızlandığı yaygın olarak kabul edilir⁽²¹⁾.

Bainite yapı yüksek dönüşüm sıcaklıklarda oluşan difüzyonlu veya difüzyonsuz bir faz dönüşümüdür⁽²²⁾. Bainitik yapı, etki ettiği sıcaklık alanına göre farklılık gösterir ve bainitik dönüşüm, 250 - 550 °C sıcaklık aralığında oluşmaktadır. Üst bainite 350 - 550 °C, alt bainite ise 250 - 350 °C sıcaklık aralığında oluşur⁽²³⁾. Alt bainitik yapı, martensite ile büyük benzerliğe sahiptir. Üst bainitik yapı da perlite benzer. Bainite ve martensite kristallerinin yapısal özellikleri hemen hemen aynıdır. Fakat Bainite ve martensite kristallerinin ayrıntılı kristalografisi farklıdır. Bunlardan biri habit düzlemidir⁽²⁴⁾.

Greninger ve Troiano (1940), yaptıkları çalışmada Fe-%0.92C-%0.22Mn-%0.03Si alaşımının bainite ve martensite yapılarının habit düzlemleri ile dönüşüm sıcaklıklarını incelemişlerdir. Bainite yapının yüksek sıcaklıklarda austenite kristalin

yaklaşık oktahedral düzlemine, düşük sıcaklıklarda ise ilk ötektoid sementite benzediğini gözlemlemiştirler⁽²⁵⁾.

Bainitik yapı oluşumu kübik bir yapıya sahip olmasıyla birlikte tamamiyle aşırı doymuş ferrittir. Kritik sıcaklığın üstünde bir oluşum sıcaklığına sahip değilse tetragonal yapıda gözlenebilir.

Tsuzaki ve Maki (1995), düşük karbon içeren bir alaşıma Mo, V, veya Cr gibi karbür içerikli elementler ilave edildiği zaman yapıda genellikle bainitik yapı görüldüğünü iddia etmişler⁽²⁶⁾.

Genel olarak, alaşımlı çeliklerde oda koşullarında, yavaş soğutma yapılarak perlit dönüşümü engellenerek yüksek oranda bainite yapı oluşturulabilir. Bu da sıcaklığın düşmesiyle büyük ölçüde bainite yapı oluşturduğunu gösterir. Bainite yapı yanında martensite yapı gözlenemediği gibi, bainite dönüşümü engellenirse yalnızca martensite yapı gözlenebilir. Bu durum, bainite yapısındaki difüzyon olayından dolayı belirli bir süreye ihtiyaç duyulmasından kaynaklanır. Böylece bainite yapı bölgesinin hızlı geçilmesiyle martensite yapı gözlenebilir⁽²⁷⁾.

Bainite yapı, martensite yapıya göre daha düşük bir mekanik özelliğe sahiptir. Bainite dönüşüm başlama (B_s) ve bitiş sıcaklıkları (B_f), martensite dönüşüm başlama (M_s) ve bitiş (M_f) sıcaklıklarından oldukça yüksektir.

Irvine ve Pickering (1957), karbon yoğunluğu azalırken bainitik çeliklerin mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Karbon yoğunluğunu % 0.1 kadar azaltılması, baron ve molibden ilavesiyle oluşan bainite yapının iyi bir mekaniksel özellik gösterdiğini söylemişlerdir.⁽²⁸⁾.

Bainite dönüşümü endüstriyel olarak en fazla önemi, kalıp imalatında kullanılan takım çeliklerinin mekanik özelliklerinde kullanılır. Martensite yapıya nazaran daha düşük mekanik özellik elde edilmesine karşın, gerilmesi az ve çatlama riski olmayan mekanik özellik gösterir⁽²⁹⁾.

2. 3. Dendrite Yapı Dönüşümleri

Bir katının sıvı içerisinde büyümesi ile oluşan sürece *katılaşma* denilmektedir. Katılaşma boyunca tane boyutu ve şekli kontrol edilebilir. Katılaşma iki aşamadan meydana gelir. Bunlar çekirdeklenme ve büyümedir. Çekirdeklenme aşaması, sıvı malzemelerin katılaşma sıcaklığına soğutulduğunda sıvı içerisindeki atomların kümeleşerek katı malzemeye benzeyen ve embriyo adı verilen küçük bir bölge oluşturması ile meydana gelir. Katının büyümesi ise, atomların sıvıda oluşan çekirdeklere geçmeleri ile olur. Bu şekilde büyüme sıvı bitene kadar devam eder. Katının kristal yapısına ait enerjisi sıvının enerjisinden daha düşük olduğu için, sıvıyı katılaşma sıcaklığının altında soğuttuğumuzda katılaşmasını bekleriz. Sıcaklığı katılaşma sıcaklığının altında düşünersek, enerji farkının giderek büyümesi katının daha kararlı bir hal almasına sebep olacaktır.

Çekirdeklenme zayıf olduğunda katı oluşmadan önce sıvı katılaşma sıcaklığının altında bir sıcaklığa soğur. Bu şartlar altında, dendrite olarak bilinen bir ara yüzeyde erime ısısı alt soğuyan sıvıya iletilir. Sıvının sıcaklığı katılaşma sıcaklığına doğru yükselir. Gizli ergime ısısının dağılım hızına bağlı olarak, birincil dal üzerinde ikincil ve üçüncül dendrite kolları oluşabilir⁽³⁰⁾.

Dentritik büyüme, alt-soğuyan sıvının katılaşma sıcaklığına ulaşmasına veya ısınmasına kadar devam eder. Geriye kalan sıvı düzlemsel büyüme (sıvının alt soğuması mevcut olmadığından katılaşma sırasında katı-sıvı ara yüzeyindeki düzgün

bir büyüme) ile katılaştır. Düzlemsel ve dentrite büyüme arasındaki farklılık, farklı gizli ısılarla sahip sıvı gölcükleri nedeniyle ortaya çıkar. Düzlemsel büyümede sıvının içinde bulunduğu kap veya kalıp ısıyı emer. Dentrite büyümede ise alt soğutulmuş sıvı ısıyı emer⁽¹⁾.

Sıvı fazdan katı faza geçerken, sıvı metal içerisinde kristal kafesine sahip en küçük atom topluluğu olan çekirdeğin büyümesi bazı doğrultularda diğer doğrultulara göre daha çabuk olursa dentrite yapı meydana gelir. Dentrite yapının katı kolları arasında hala sıvı metal mevcuttur. Dentrite yapılar birbirine temas edinceye kadar büyürler ve temas ettikleri yerlerde tane sınırlarını meydana getirirler. Her dentrite yapının kristal eksenleri farklı doğrultulardadır. Her dentrite yapı büyüyüp bir metal tanesi meydana getirdiği için her tane hacim kafesi doğrultusu aynı olan ve tek olan bir metal parçası gibi düşünülebilir⁽³¹⁾.

Tane sınırı hareketi katılama sonrası oluşur ve katı-hal dönüşümleri kesin tane yapısını değiştirebilir. Örneğin, düşük karbonlu çelikte ilk oluşan dentrite yapılar δ -ferrite yapılarıdır; sonradan bunlar austenite yapıya ve daha sonra da ferrite ve pearlite yapıya dönüşürler. Bu taneli yapıların her biri uygun metalografik süreçler sayesinde tamamen katılmış külçe içerisinde tasvir edilebilir.

Tane yapısı her zaman olmasa da çoğu kez soğutma hızının artmasıyla azalır. Dentrite yapının inceliği de (safılığı) soğutma hızının artmasıyla daima azalır. Katılama süreci boyunca oluşan kalıntılar dentrite yapılar arasındaki bölgede oluşur ve katı-sıvı ara yüzeyinin ilerlemesi (yani dentrite kolunun kalınlaşması) ile devam eder⁽³²⁾.

Dentritik taneler yapı içerisinde ağaç şeklindedir. Onlar hızlı katılaşmış metallerde ve hatta çok yüksek hızlarda elektrikle kaplanmış metallerde oluşur. Metallerin çok yavaş veya aşırı hızlı katılaşması eşeksenli tane yapılarının oluşmasına neden olur. Uzamış taneler eşeksenli yapıların soğutulması işlemi ile oluşmaktadır. Uzamış taneler bazen metal elektrikle kaplandığı ve bazen de katılaşma ara hızlarda oluştuğu zaman meydana gelir⁽³³⁾.

2. 4. Deneysel Materyal ve Yöntem

2. 4. 1. Alaşımların Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda incelenecek olan Fe-Ni-Mn-Cr ve Fe-Ni-Mn-Cr-Si olan alaşımları hazırlamak için %99,9 saflık derecesinde, toz halinde bulunan Fe, Ni, Mn, Cr ve Si elementleri bir araya getirilip karıştırılmış ve argon atmosferi altında yüksek sıcaklık indüksiyon fırınlarında yaklaşık olarak 1500 °C' de eritilerek kalıplara dökülmüş ve malzemelerin homojen hale getirilmesi için de ısıl işlem uygulanarak, farklı element oranlarında dört değişik alaşım hazırlanmıştır. Bu malzemeler, Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü Laboratuvarlarında Indutherm-VC 500D indüksiyon fırınında argon atmosferi altında hazırlanmıştır.

Isıl işlem sırasında yüksek sıcaklıklarda malzemelerdeki oksitlenmeyi önlemek için numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen 10^{-5} Hg vakumlu silika tüpler içine konulmuştur. Çizelge 2. 1 'de de gösterildiği gibi Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0,34Cr ve Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0,38Cr alaşımları 1100 °C sıcaklıkta 40 saat, Fe-%10Ni-%2Mn-%0,4Cr ve Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-

%0.41Cr alařımları ise 1100°C sıcaklıkta sırasıyla 3 ve 25 saat ısıl iřlem uygulanmıř ve oda sıcaklıęındaki suya atılarak (water-quench) hızlı soęutma yapılmıřtır.

Çizelge 2. 1. İncelenen alařımların ısıl iřlem süre ve sıcaklıkları

Numune	Isıl iřlem sıcaklıęı	Süre
Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr	1100 °C	40 saat
Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr		40 saat
Fe-%10Ni-%2Mn-%0.4Cr		25 saat
Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr		3 saat

2. 4. 2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İin

Numune Hazırlanması

İncelenen malzemeler, 1 × 0,3 cm boyutlarında elmas bıaklı kesiciyle kesilmiřtir. Kesilen numuneler 220, 500 ve 1200'lik kalınlıklardaki su zımparaları ile yüzeyle pürüzsüz hale getirildikten sonra 6, 3 ve 1'lik elmas pastaları ile yüzeyle mekanik olarak parlatılmıřtır. Daha sonra yüzeyle oluřan tane sınırlarını ve kristal yapılarını gözlemleyebilmek için Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr alařımını %20 Nital (%20 Nitrik Asit, %80 Metanol) çözeltilisi ile, Fe-%32Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.4Cr, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr ve Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-

%0.41Cr alařımları ise %10 HF, %10 H₂O₂, %80 H₂O oranlarındaki asit çözeltilisi içerisinde dađlama yapılmıřtır. Numunelerin yüzelelerinde oluřan mikroyapı karakteristikleri 30kV güçlü JEOL5600 marka elektron mikroskobu ile incelenmiřtir.

2. 4. 3. XRD Toz Ölçümü İçin Numunelerin Hazırlanması

X-ıřınları kırınım ölçümleri için incelenen alařımlardan, 20 mg'lık toz örnekler hazırlanmıřtır. Hazırlanan örnekler, Sarayköy Nükleer Arařtırma ve Eđitim Merkezinde Bruker D8 toz difraktometresi ile Cu hedef kullanılarak oluřturulan X-ıřınlarının incelenen alařımlar üzerine gönderilerek kırınıma uğratılması sonucunda elde edilen 2θ -*Şiddet* eđrilerinin analizi yapılarak incelenen alařımların kristalografik özellikleri belirlenmiřtir.

2. 4. 4. Mössbauer Spektroskopisi İncelemeleri İçin Numune Hazırlanması

İncelenen alařımların, element oranlarının ve ısıl iřlem sürelerinin, alařımların magnetik özelliklerini nasıl etkilediđini Mössbauer spektrometresinde incelemek için numuneler elmas kesici ile 2mm kalınlığında kesilmiş 220'lik su zımparası ile yaklaşık olarak 100µm kalınlığına kadar mekanik olarak inceltilmiřtir ve % 10 HF, %45 H₂O₂, %H₂O asit çözeltilisi ile kimyasal inceltme yapılarak yaklaşık 20 µm kalınlığına getirilerek numuneler Mössbauer Spektroskopisi için hazır hale getirilmiřtir.

2. 4. 5. Termogravimetrik Analiz (TGA) ve Diferansiyel Termal Analiz (DTA) İncelemeleri İçin Numune Hazırlanması

İncelenen alařımların her birinden 5mg'lık tozlar hazırlanarak, TGA ve DTA ölçümleri için Sarayköy Nükleer Arařtırma ve Eđitim Merkezinde kütle

değişimi ve dönüşüm sıcaklıkları 25 °C' den 1200 °C 'ye kadar ısıtılarak 10 °C/dakika ısıtma hızında incelenmiştir.

2. 4. 6. Elektriksel İletkenlik Ölçümü için Numunelerin Hazırlanması

Elektriksel iletkenlik ölçümleri için malzemeler 5 × 2 × 1 mm dikdörtgenler prizması şeklinde hazırlanan numuneler Sarayköy Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezinde incelenmiştir.

2. 4. 7. Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi İçin Numunelerin Hazırlanması

Numuneler elmas kesicisi ile 2mm kalınlığında kesilerek 220, 500 ve 1200'lik kalınlıklardaki su zımparaları ile yüzey pürüzsüzleştirilip 6, 3 ve 1'lik elmas pastaları ile yüzey mekanik olarak parlatılmıştır. Daha sonra Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0,34Cr alaşımını %20 nital (%20 nitrik asit, %80 metanol) çözeltisi ile, Fe-%32Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0,4Cr, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0,42Cr ve Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr alaşımları ise %10 HF, %10 H₂O₂, %80 H₂O oranlarındaki asit çözeltisi içerisinde dağlama yapılmıştır. Böylece alaşımda oluşan yapıların bölgeleri belirlenmiş ve her ayrı bölge için mikrosertlik değerlerini Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü Laboratuvarında Vickers metot kullanılarak elde edilmiştir.

2. 5. Yöntem

2. 5. 1. Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS)

Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS), her elementi karakteristik X-ışını spektrumlarına göre tanıyarak, onların numune içindeki oranlarını yüzde olarak

belirleyen bir analiz cihazıdır. Bu cihazın çalışma prensibi; incelenen malzemenin üzerine elektron ışınları yollanır, bu ışınlar numune içinde bulunan elementlerle etkileşime girer ve her element için farklı olan K_{α} , L_{α} ve M_{α} enerji düzeylerinde geri doğru yansıtılırlar. Bu yansımalar her elementin numune içinde bulunma miktarına bağlı olarak farklı bir şiddettedir. EDS analiz cihazı da geri doğru yansıyan bu şiddetleri yüzdeye çevirerek her bir elementin malzeme içinde bulunma miktarını yüzde olarak göstermektedir⁽³⁴⁾.

2. 5. 2. SEM Hakkında Genel Bilgiler

1938 yılında Von Ardenne tarafından ilk taramalı elektron mikroskopunu (SEM) yapılmıştır. SEM, incelenen numunelerin üç boyutlu yüzey görüntülerini veren bir elektron mikroskobudur. Burada kesitler değil bütün olarak numune incelenir. Numunenin yüzeyine çarpan elektronların yüzey girinti ve çıkıntılarında farklı açı ile yansımaları ve üç boyutlu gibi görüntü oluşturması prensibi ile çalışır. SEM’de büyütme 10X – 300000X arasındadır⁽³⁵⁾.

SEM’de görüntü elde etmek için elektronlar kullanılır. Elektronlar bir voltaj uygulanan tungsten ya da LaB_6 filamentten saçılır. Saçılan elektronlar yüksek voltaj uygulanarak hızlandırılır. Bu hızlandırılan elektronlar vakum tüpü içinde çeşitli elektromagnetik lenslerden geçerek incelenen numune üzerine düşürülür. Numuneden yansıyan elektronlar bir detektör tarafından toplanarak ve uygun programlar kullanılarak görüntü elde edilir.

SEM’in odaklanma derinliğinin büyük olması nedeniyle kırılma yüzeylerini ve yüzeyin diğer ayrıntılarını incelemeye oldukça elverişlidir⁽³⁶⁾.

2. 5. 3. X-Işınları Kırınımı Hakkında Genel Bilgi

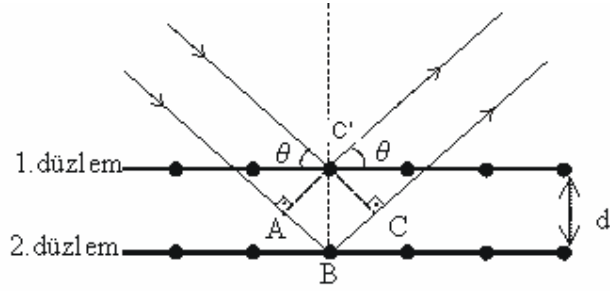
X-ışınları çok kısa dalga boylu elektromagnetik radyasyondur. X- ışını yayılımı iki şekilde elde edilir. Bunlardan birincisi, Cu, Fe, Cr, Mo gibi bir metal hedefe çarpan elektronun hızının azalması ile metal hedefin X-ışını yaymasıdır. İkicisi ise hedef olarak atomların kullanılması sonucunda gelen elektron iç kabuktan bir elektron kopartarak atomu yüksek enerji durumuna geçirir. Bu seviyede bir süre durduktan sonra atom, uyarılmış durumdan normal duruma geçerken X-ışını yaymasıdır. İlk metot ile geniş bir spektrum elde edilirken, ikinci metotla keskin bir spektrum elde edilir. Bu spektrumun adı karakteristik spektrumdur.

Bir atom elektromagnetik radyasyonla uyarılırsa, atomlardaki elektronlar gelen radyasyonun tamamını veya bir kısmını gelen radyasyon frekansında saçılmaya uğratırlar. Optik bölgede 5000 Å dalga boyu civarındaki dalga boylarında gelen ışın bir kristal üzerine düşürülürse her bir atom tarafından elastik olarak saçılır ve sonuçta normal bir optik kırılma oluşur. Fakat gelen ışının dalga boyu kristalin örgü sabitlerinden çok daha küçük değerlerde ise, gelen ışının doğrultusunda bir veya birkaç kırınım meydana gelir⁽³⁷⁾.

Bir kristalin X-ışınlarını nasıl kırınımına uğradığını ilk olarak Alman fizikçi Von Laue 1912 yılında, kristallerin eşit aralıklı atomlardan oluştuğunu ve bu atomların X-ışınları için bir saçıcı merkez rolü oynadığını, ancak X-ışınları dalga boylarının kristallerdeki atomlar arası uzaklığa eşit veya küçük elektromagnetik dalga olmaları halinde X-ışınlarının kristal tarafından kolaylıkla kırınımına uğrayabileceğini göstermiştir⁽³⁸⁾.

Kırınımına uğrayan dalgaların hangi doğrultularda yapıcı girişim yapacakları *Bragg yasası* ile belirlenir. Bu yasaya göre farklı iki paralel düzlemden kırınım

uğrayan dalgaların, yapıcı girişim yapabilmeleri için, aralarındaki optik yol farkının dalgaboyunun tam katları olması gerekir. Aşağıdaki Şekil 2. 1'den bu yasanın ifadesini çıkarmak mümkündür.



Şekil 2. 1. Bragg Kırınımı

Şekil 2. 1'de gösterilen d aralıklı paralel örgü düzlemleri düz ayna gibi davranarak, her bir düzlem tarafından gönderilen X-ışını demetini yansıtır. Yansıyan bu ışınlar yeteri kadar uzakta üst üste geldiklerinde, aralarındaki yol farkı X-ışınının dalgaboyunun tam katı olduğunda, kuvvetlendirici girişim yapar. Yani;

$$Yol\ farkı = n \lambda \quad (n=1, 2, 3, \dots) \quad 2.2$$

olmalıdır. Buna göre gelen ve yansıyan ışınları arasındaki yol farkı;

$$Yol\ Farkı = AB + BC = 2AB \quad 2.3$$

'dir. Burada gelme açısının yansıma açısına eşit olduğunu kabul edersek, $AB = BC$ alınmaktadır. Düzlemler arası uzaklık d olduğuna göre, şekilden;

$$AB = d \sin \theta \quad 2.4$$

$$AB + AC = 2d \sin \theta \quad 2.5$$

bulunur. Yukarıdaki eşitlikler kullanılarak, yol farkından kuvvetlendirici girişim için;

$$\text{Yol Farkı} = 2d \sin\theta = n\lambda \quad (n=1, 2, 3, \dots) \quad 2.6$$

elde edilir⁽³⁹⁾. Bragg Yasası, kristal örgüde ortaya çıkan periyodikliğin sonucudur. Yasa örgü noktalarını dikkate alır. Örgü noktalarına karşılık gelen atomik düzen burada önemli değildir. Bu yüzden yalnızca ortaya çıkacak yansımanın şiddeti üzerinde göreceli bir etkiye sahiptir. Aynı zamanda görülebileceği gibi Bragg yansıması $2d \geq \lambda$ olması halinde söz konusudur. Bir diğer deyişle, moleküler boyutlardaki düzenli sistemlerden, ölçülebilecek kırınım desenleri elde edebilmek için, bu boyutlarla uyumlu dalga boylarında ışınım gerekmektedir.

Genelde kullanılan üç çeşit kırınım metodu bulunmaktadır. Bunlar; toz kırınım metodu, Laue metot ve döner kristal metottur.

1916-1917 yıllarında Debye ile Seherrer ve onlardan bağımsız olarak Hull tarafından geliştirilen toz kırınım metodu, kristal yapı ile ilgili bilgi edinmek üzere en yaygın olarak kullanılan metotlardan bir tanesidir⁽²⁸⁾. Toz kırınım metodunun en büyük yararı tek kristal kullanmadan kırınım desenlerini bulmayı sağlamasıdır. Bu şekilde yönelen kristallerden çoğu kırınım için uygun yönelmelere sahip olmayabilirler, ancak farklı doğrultularda ve yönelimlerde olan kristal tozları her biri kristal örgü düzlemlerinin belirli bir takımına ait olacak şekilde birçok koni oluşturur. Daha sonra bu koniler uygun bir düzenek yardımı ile fotoğraf filmlerine kayıt edilir. Bragg Kanun denklemleri de kullanılarak kristal

örgü düzlemleri ile ilgili parametreler, ya da tersine giderek bilinen bir kristal yapıdan yararlanılarak X-ışınlarının dalga boyları bulunabilir⁽⁴⁰⁾.

2. 5. 4. Mössbauer Spektroskopi Hakkında Genel Bilgiler

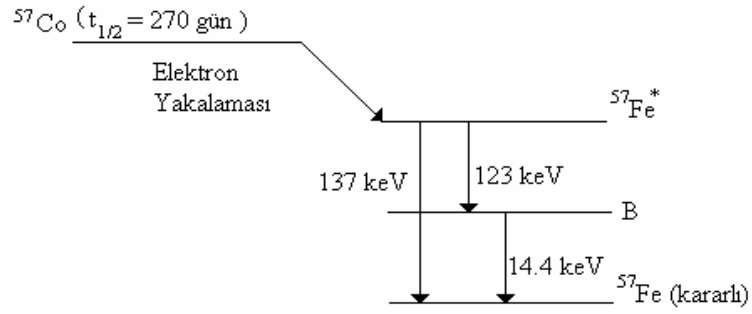
Günümüzde, kristal örgüsü içindeki bir atom çekirdeği tarafından enerji kaybı olmaksızın gama fotonu salınması olayı Mössbauer Olayı olarak bilinmektedir.

Mössbauer spektroskopisi nükleer fizikte özellikle atomik çekirdeğin fiziksel ve kimyasal çevre ortamlarının özelliklerini belirlemede ayrıca uzun ömürlü nükleer durumların quadrapol momentlerini ölçmekte katıhal fiziğinde, aşırı ince yapı etkileşimleri, yapı faktörlerinin belirlenmesi, antiferromagnetik değişim etkileşimine sahip olan metallerdeki magnetik kirliliğin düşük sıcaklık özelliklerinde, metal ve metal alaşımlarının faz dönüşümlerinin incelenmesinde, austenite yapı içerisinde soğutma ve deformasyon sonucu oluşan martensite kristallerinin hacim oranlarının belirlenmesinde ve pek çok fiziksel özellikleri belirlemek için kullanılır. Mössbauer spektrumu fizik dışında da kimya, biyoloji, metalurji gibi bilimin pek çok dalında geniş bir kullanım alanına sahiptir.

Tüm Mössbauer deneylerinde radyasyon kaynağı olarak radyoaktif bir izotop olan $^{57}_{27}\text{Co}$ izotopu , $^{57}_{26}\text{Fe}$ izotopunun döteronlarla ($^2\text{H}_1$) bombardıman edilmesiyle oluşur.



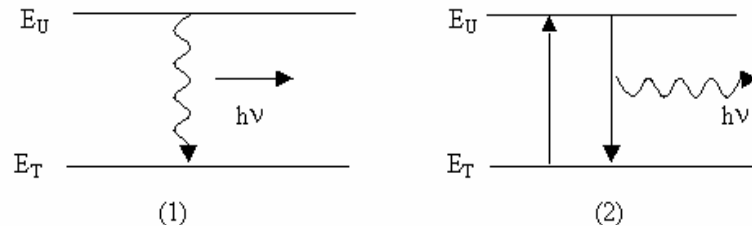
^{57}Co 'nin izotopu da bir elektron yakalamasıyla uyarılmış $^{57}\text{Fe}^*$ çekirdeğini meydana getirir.



Şekil 2. 2. Radyoaktif ^{57}Co izotopunun, kararlı ^{57}Fe 'ye bozunma şeması

şeklinde. Şekil 2. 2'de görüldüğü gibi bu durumda $^{57}\text{Fe}^*$ uyarılmış enerji ışını düzeyindedir ve üç γ (14.4, 123, 137 keV) yayınlarken, taban durumundaki kararlı ^{57}Fe 'ye bozunur⁽⁴¹⁾.

Uyarılmış bir çekirdek, EU uyarılmış enerji durumundan ET taban enerji durumuna geçerken $h\nu = E_U - E_T$ bağıntısına göre, ν frekanslı bir γ fotonu yayınlamaktadır. Bu fotonun aynı çekirdeğin taban durumu tarafından soğurulması olayına *rezonans* adı verilir (Şekil 2. 3).



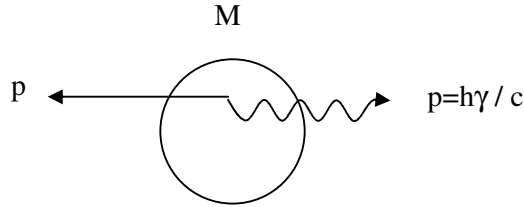
Şekil 2. 3. Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş

Rezonansla soğurma olayının meydana gelmesi için, birinci çekirdeğin yayınladığı fotonun ν frekansının ikinci çekirdek için;

$$\nu = \frac{E_U - E_T}{h} \quad 2.8$$

bağıntısı ile verilen ν frekansına tam eşit olması gerekir. Yani, rezonans olayının olabilmesi için yayımlanan bu γ enerjisinin başka bir çekirdek tarafından alınması gerekir. Bunun için en uygun çekirdek ise taban durumundaki bir başka ${}^{57}_{26}\text{Fe}$ çekirdeğidir. Gerçekte, birinci çekirdek bir γ fotonu yayınlarken, momentumun korunumu kanununa göre, çekirdek de, Şekil 2. 4 'de görüldüğü gibi; aynı momentumla zıt yönde geri teper. EG ile göstereceğimiz geri tepme enerjisini bu olayda ortaya konulan $E_U - E_T$ enerjisinden alacağı için, yayımlanan fotonun enerjisi, kütle merkezi sisteminde $E_U - E_T$ olduğu halde, laboratuvar sisteminde;

$$h\nu_{\text{yay}} = h\nu_0 - E_G \quad 2.9$$



Şekil 2. 4. γ fotonu yayınlayan bir çekirdeğin eşit momentumla geri tepmesi

olur ki burada $h\nu_0 = E_U - E_T$, geri tepme olmadığında yayımlanması beklenen foton enerjisidir. Aynı şekilde, ikinci çekirdek gelen fotonu soğurduğunda yine

momentumun korunumu kanununa göre, EG enerjisi ile geri tepeceğinden, bu çekirdeğin uyarılması için gerekli enerji;

$$h\nu_{\text{soğ}} = h\nu_0 + EG \quad 2.10$$

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

$$\Delta\nu = \nu_{\text{soğ}} - \nu_{\text{yay}} = \frac{2E_G}{h} \quad 2.11$$

olur. İkisi arasındaki enerji farkı ise;

$$h\Delta\nu = 2EG \quad 2.12$$

olacaktır. Atomun kütesini M ile gösterirsek, p geri tepme momentumu γ fotonunun $h\nu_0/c$ momentumuna eşit olacağından EG geri tepme enerjisi;

$$EG = \frac{p^2}{2M} = \frac{(h\nu_0)^2}{2Mc^2} \quad 2.13$$

olur.

Uyarılmış bir seviyenin enerjisinde daima bir yayılma, bir belirsizlik vardır, fakat belli bir genişliğe sahiptir. Enerji seviyesinin genişliği;

$$\Delta E \cdot \Delta t \geq \hbar \quad 2.14$$

Heisenberg belirsizlik ilkesinden bulunabilir. Burada ΔE , enerjideki belirsizliği, Δt ise çekirdeğin uyarılmış seviyede kalma süresidir. Bu kalma süresi, enerji seviyesinin ortalama ömrü olan τ mertebesindedir. Enerji seviyesinin genişliği $\Gamma = \Delta E$ olur. Böylece Heisenberg belirsizlik ilkesine göre;

yazılır. Yayınlanan γ -ışınları enerjisi, Lorentzyen biçiminde bir dağılım gösterir. Bu dağılımın yarı yükseklikteki genişliği ise Γ 'dır.

Spektral çizgi genişliğinin geri tepme enerjisin göre çok küçük olduğunda gama- ışını yayınlama ve soğurulma çizgileri üst üste gelmez ve rezonansla soğurulma olayı gözlenmez. Gama ışınlarının rezonansla soğurulmasını gerçekleştirmek için, iki eğrinin üst üste gelmesini sağlamak üzere, genellikle Doppler kaymasından faydalanılır. Doppler kayması, kaynağın ya da soğurucunun birbirine göre hareket ettirilmesiyle elde edilir. Doppler kayması için çoğu zaman kaynağı soğurucuya göre hareket ettirmek tercih edilir. Eğer kaynak çizgisel hızı v olan bir hızda soğurucuya yaklaştırılırsa ya da uzaklaştırılırsa Doppler olayı sonucu ışınının frekansı;

$$v = v_0 \left(1 + \frac{v}{c} \right) \quad 2.16$$

bağıntısına göre artar, (Şekil 2. 5). Böylece, gelen fotonların frekansında;

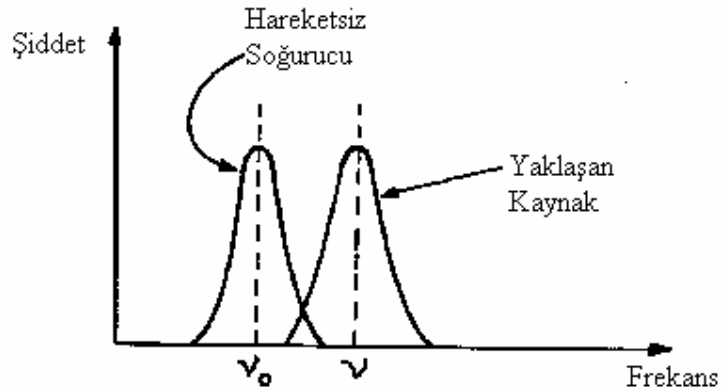
$$(\Delta v)_D = v - v_0 = v_0 \frac{v}{c} \quad 2.17$$

kadar bir artma ve dolayısıyla enerjilerin de;

$$(\Delta E)_D = h(\Delta v)_D = hv_0 \frac{v}{c} = E_0 \frac{v}{c} \quad 2.18$$

değerinde bir artma sağlanmış olur.

$(\Delta E)_D = 2E_G$ olacak şekilde v hızı ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerji Doppler enerji artması ile karşılanmış olur ve böylece yayınlama çizgisi ile soğurma çizgisinin üst üste gelmesi sonucu rezonansla soğurma mümkün olur.



Şekil 2. 5. Doppler genişlemesi sonucu spektrum çizgisi

Kaynak ve soğurucudaki Mössbauer atomları aynı kimyasal ortama sahipse rezonans etkilenmez, fakat soğurucudaki ve kaynaktaki atomlar farklı bir kimyasal kombinasyonda ise, rezonans olayını gözlemek için, kaynak yada soğurucu birbirine göre bağıl olarak biraz kayar. Bunun için Mössbauer spektrumuna etkisi, rezonansın merkezini sıfır hızından öteye kaydırmaktadır. Bu olaya *izomer kayma* denir.

İzomer kayma kendini Mössbauer spektrumunda $v = 0$ (çizgisel hız) 'da olması gereken maksimum rezonansa bir kayma olarak gösterir.

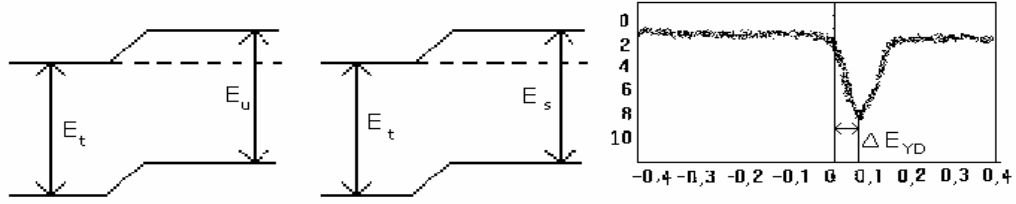
Bir Mössbauer spektral çizgisinin izomer kayması ilk kez Kistner ve Sunyar tarafından gözlenmiştir⁽⁴²⁾.

Değişik materyallerde taban ve uyarılmış durumlar elektron dalga fonksiyonlarının çekirdekle örtüşmesinden dolayı farklı kaymalar gösterir. Bunun

rezonans üzerindeki etkisi, onu sıfır bağıl hızdaki yerinden kaydırmaktır. İzomer kayma;

$$\Delta E_{YD} = \frac{2\pi}{5} Ze^2 \left[|\psi_s(0)|^2 - |\psi_u(0)|^2 \right] (R_{uy}^2 - R_{ta}^2) \quad 2.19$$

bağıntısı ile hesaplanır. Burada E_0 taban seviyesinin enerjisi $|\psi_s(0)|^2$ ve $|\psi_u(0)|^2$ sırasıyla soğurucu maddenin ve gama kaynağının elektron yoğunluğu fonksiyonu, R_{uy} ve R_{ta} sırasıyla çekirdeğin uyarılmış ve taban durumlarında yarıçapları, e elektron, Ze çekirdeğin yükleri ve ΔE_{YD} ile de Mössbauer spektrum çizgisinin yer değişim miktarını gösterir.



Şekil 2. 6. a. Çekirdek enerji seviyelerinin değişimi

b. Mössbauer Spektroskopi çizgisinin yer değiştirmesi

Bir atomun kimyasal değerliliğin değişmesi sonucunda bu atomun s- elektron yoğunluğunun da değişeceği gerçektir. Bu sebepten dolayı, sıfırdan farklı bir değerlikte olan atomun çekirdeği ile s- elektronları arasındaki Coulomb çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri bir değişime uğrar. Bu olayda Mössbauer spektrumunda çizginin yer değiştirmesi şeklinde kendini gösterir. Şekil 2. 6. a'da Fe^{57} çekirdeğinin durumu, Şekil 2. 6. b'de ise Mössbauer spektrumu gösterilmiştir.

Mössbauer spektrumlarından izomer kayma değerinin ölçülmesiyle Mössbauer izotopunun bağ durumları hakkında çeşitli bilgiler elde edilir⁽⁴³⁾.

Mössbauer atomun çekirdek elektrik kuadrapol momenti ile kristaldeki diğer elektriksel yüklerden gelen elektrik alanı gradiyentinin girişimi sonucunda nükleer spinlerin ayrılmasıyla çekirdek seviyeleri de farklı şekilde yeni seviyelere bölünür. Bunun sonucunda da Mössbauer spektrumunda bu seviyelere karşı gelen iki veya daha çok rezonans çizgisi görülür.

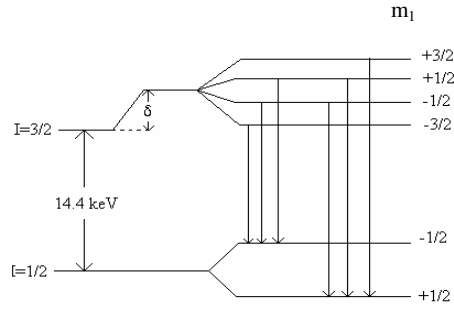
Mössbauer spektrumda bu durumun incelenmesiyle atomlara ilişkin çeşitli magnetik momentler, spin durulma zamanları, Curie sıcaklıkları gibi magnetik özellikler tespit edilebilmektedir.

Nükleer quadrapol moment bir elektrik quadrapol yarılmaya verecek şekilde bir elektrik alan gradienti ile etkileşebilir. Bu yarılmaya m^2 ile orantılıdır ve m ile $-m$ arasında bir ayırım yapılamaz. Ayrıca $I=1/2$ ise yarılmaya kaybolur. ^{57}Fe 'de elektrik quadrapol etkileşmesi durumunda iki çizgi, magnetik dipol halinde altı çizgi görülür. Taban durum ve uyarılmış durum spini farklı olan diğer izotoplar için çizgilerin sayısı farklı olur.

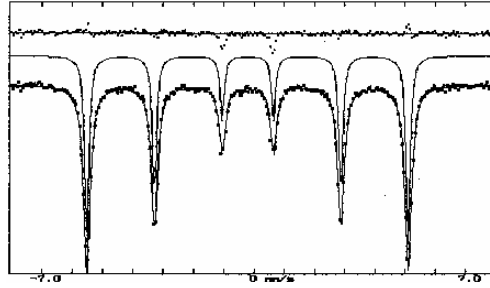
Taban ve uyarılmış durum farklı nükleer magnetik dipol momentine sahipse ΔE enerji yarılmaya farklı olur. Burada momentler ters işaretlidir. Dipol momentleri için yalnız $\Delta m_1 = 0$ veya ± 1 olabilir. Bu nedenle Şekil 2. 7'de gösterildiği gibi altı bileşen görülür⁽⁴⁴⁾.

Aşırı ince yapı bağlaşımının diğer bir türünde, çekirdek düzeylerin bir magnetik alanda yarılmaya uğramasıdır. Magnetik alanın spektral çizgiler üzerine etkisi *zeeman olayı* adını alır ve açısal momentumu I olan bir düzeyin magnetik alanda m

dejenereliğinin kalkmasını ifade eder; alan, düzeyi eşit aralıklı $2I+1$ alt düzeye ayırır. Taban ve uyarılmış durumun magnetik momentleri farklıdır. Taban durum kararlı ise ve magnetik momenti tam olarak bilinirse Mössbauer spektrumu uyarılmış durumun magnetik momentini gerçekten büyük bir hassasiyetle verilebilir. Alanın belirlenmesi ise atomik yapı hakkında önemli ipuçları verebilir.



(a)



(b)

Şekil 2. 7. a. ^{57}Fe 'nin çekirdek düzeylerinin magnetik dipol yarılmaları

b. Yarılmalar sonucu Mössbauer spektrumunda oluşan çizgiler

Mössbauer spektrumları aracılığıyla elde edilen quadrapol yarılmaları ölçümlerinden, incelenen materyalin kimyasal özellikleri hakkında bilgiler edinilebilir⁽⁴³⁾.

2. 5. 5. Termogravimetrik Analiz (TGA), Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Hakkında Genel Bilgiler

Termal analiz, materyale ait bir fiziksel özelliğin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak veya bir tepkimede alınan ya da açığa çıkan ısının izlendiği yöntemleri içerir. Bu yöntemlerin başlıcaları Termogravimetrik Analiz (TGA), Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ve Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)'dir.

TGA, DTA ve DSC eşzamanlı bir tekniktir. Örneğin ağırlık değişimini ve referans ile arasındaki sıcaklık farkını kontrollü bir sıcaklık programı kullanarak ölçer. TGA, malzemelerin bozunma sıcaklığı tayin analizi ve ağırlık kaybı (nem, uçucu organikler, kül) analizleri, DTA ve DSC ise endotermik ve ekzotermik reaksiyonların incelemelerinde, erime sıcaklığı, camsı geçiş sıcaklığı, ısı kapasitesi, kristallenme sıcaklığı tayininde kullanılır.

Termal analizler, genellikle sabit basınç altında yürüdüğünden, geçerli olan termodinamik eşitlik Gibbs-Hemholtz ifadesidir.

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S \quad 2.20$$

Burada, G sistemin serbest enerjisi, H sistemin entalpisi, S sistemin entropisi ve T'de sistemin Kelvin sıcaklığıdır.



gibi genel bir kimyasal tepkime için: $\Delta G < 0$ ise, tepkime yazıldığı şekilde kendiliğinden olur, $\Delta G = 0$ ise, sistem dengededir ve $\Delta G > 0$ ise, tepkime olmayacaktır. Termal analiz, kendiliğinden olan ($\Delta G < 0$) tepkimelerin incelenmesini içerir.

Sıcaklığın bağımsız değişken olduğu yöntemler (DTA, DSC) için T ve ΔS önemlidir. Gibbs-Hemholtz denkleminin sıcaklığa göre türevi alınırsa,

$$\frac{d(\Delta G)}{dT} = -\Delta S \quad 2.22$$

elde edilir. Bu denklem, tepkimenin olmadığı bir durumdan ($\Delta G > 0$), tepkimenin olacağı bir duruma ($\Delta G < 0$) nasıl geçebileceğini gösterir. Eğer ΔS pozitif ise sıcaklığın artması, ΔS negatif ise sıcaklığın azalması ile ΔG negatif olur ve kendiliğinden olan bir tepkime elde edilir. Tepkime bir kere başladıktan sonra, olayı izlemek için uygun yöntemlerden biri kullanılabilir.

Bilimin birçok alanında TGA, DTA ve DSC bilimsel araştırmalarda, materyal teknolojisinde ve mühendislikte çözümü zor problemlerde kullanılmaktadır.

Termal analizler basit veya karmaşık materyallerin kalite kontrollerinde, doğal veya üretilmiş maddelerin bileşimlerinin belirlenmesinde, silikatlar, ferriteler, oksitler, seramikler ve camlar gibi inorganik maddelerin ısıl davranışlarında faz diyagramlarının oluşturulması ve faz geçişlerinin incelenmesinde, organik bileşiklerin erime, kaynama ve ayrışma noktalarının kolay ve kesin saptanmasında, kinetik analizleri, petrol, polimer, yağ ve balmumu gibi malzemelerin oksit kararlılığında, eczacılıkta ilaç örneklerinin saflığının araştırılmasında, katı katı

reaksiyonlarda örneğin fişekçilikte, yüksek patlayıcıların karakteristik ayrışmalarında yaygın olarak kullanılır⁽⁴⁵⁾.

2. 5. 6. Elektriksel İletkenlik Hakkında Genel Bilgi

Elektriksel özdirenç bir elektrik alanın etkisi altında, akım veya yüklü parçacıkların geçişine malzemenin gösterdiği direncin bir ölçüsüdür. Düzenli bir A tesir kesitine sahip bir iletkenin elektriksel ρ özdirenci

$$\rho = \frac{RA}{L} \quad 2.23$$

ifadesi ile verilmektedir. Bu ifadede R direnç ve L iletkenin boyudur. j akım yoğunluğu ise;

$$j = \sigma E \quad 2.24$$

'dir. Burada σ elektriksel iletkenliktir. Malzemelerde elektriksel özdirenç bileşim, basınç ve sıcaklığı içine alan birçok faktörlerden oldukça etkilenmektedir.

Mutlak sıfır civarındaki sıcaklıkların üzerinde (-273 °C) çoğu metal ve alaşımların özdirenci sıcaklığın artmasıyla artar. Sıcaklık arttıkça, kristal örgüdeki atomik titreşimlerin genliği artar. Bu sebeple, iletken elektronlar ve atomlar veya iyonlar arasındaki çarpışma olasılığı artar. Genel olarak, bir metaldeki saflığın derecesi ne kadar büyükse, özdirenci o kadar küçüktür⁽⁴⁶⁾.

Metalik iletkenlerde, enerjideki artışın bir sonucu olarak atomların artan titreşim genlikleri yapı boyunca serbest elektronların geçişini engellediği için, ortalama serbest yol azalmaktadır. Sonuç olarak, elektronların hareketi azalır ki bu özdirençte bir artışa neden olur.

Elektriksel iletkenlik ile metalin elektron yapısı arasında bir bağıntı bulunmalıdır. En iyi iletkenlik bir değerlikli metallerde gözlenir. Değerlik arttıkça, metalin elektriksel iletkenliğinde de azalma başlar. Kristal örgü cinsinden karşılaştırma yapacak olursak, kübik kristal yapıda elektriksel iletkenlik kristal doğrultularına bağımlı değildir. Buna karşılık diğer kristal yapılarda elektriksel iletkenlikte bir yöne bağımlılık göze çarpar. Mesela, çinko ve kadmiyum kristalleri sıkı paketlenmiş hekzagonal kristal yapıya sahiptirler ve ana eksenleri boyunca özdirençleri, dik doğrultularda olanlardan daha büyüktür. Kristalin plastik deformasyonu, kristal örgünün normal yapısını bozar ve özdirençlerini büyük ölçüde arttırır.

Metallerin sıcaklıkları arttırılınca özdirençleri de artar. Çok alçak olmayan sıcaklıklarda, direnç sıcaklıkla orantılı olarak değişir. Metaller eridiklerinde, elektriksel dirençlerinde bir artma gözlenir, bu artma aşağı yukarı iki katı bir değişim ortaya koyar. Civa için düşünülecek olursa, erime hacimde büyük değişikliği de beraberinde getirir ve dirençteki artış dört katı kadar olur. Antimon, bizmut gibi eridiği zaman hacmi küçülen metalleri düşünürsek, bunların da elektriksel dirençlerinde düşme görülür.

Atomik düzeyde düşünecek olursak, bir metalden elektrik akımı geçince ortaya çıkan ısı, iletim elektronlarının kristal örgü ile elastik olmayan çarpışmalar yapmasının sonucudur. Buna karşılık bir metal herhangi bir kısmından ısıtılırsa, serbest elektronlar ısısal enerjinin sıcak kısımdan soğuk kısma taşınmasında rol alırlar. Böylece serbest elektronların taşıdığı ısı, atomların taşıdığı ısıdan büyükse, metalin ısısal ve elektriksel iletimi arasında bir bağıntının bulunması gerekir⁽⁴⁷⁾.

Elektrik iletkenliđi özellikle atomik bađa, atomik yapıya ve malzeme işlemlerine karşı hassastır. Bu nedenle metaller yüksek bir elektrik iletkenliğine sahiptir. Bu iletkenlik sıcaklık yükseldiđinde veya alaşımlama ve malzeme işlemleri örgü hataları oluşturulduğunda azalır. Yarıiletken ve yalıtkanlar, iyonik ve kovalent bađın özelliđinden dolayı düşük iletkenliklere sahiptir. Buna karşın bunların iletkenlikleri yüksek sıcaklıklarla veya dođru tip örgü hataları katmakla veya karıştırmakla yükseltilebilir. Sıcaklık ve yapının iletkenlik üzerine etkisini avantaj olarak kullanmakla pek çok çeşit elektronik cihaz üretilebilir ve faydalı hale getirilebilir⁽⁴⁸⁾.

2. 5. 7. Mikrosertlik Deney Sistemleri Hakkında Genel Bilgi

Malzemelerin özellikleri mekanik ve fiziksel olarak iki grub da toplanabilir. Fiziksel özellikler elektriksel, magnetik, termal gibi elastik davranışlarını inceler. Mekanik özellikler ise uygulanan yük ve gerilmeye karşı malzemenin nasıl davrandığını gösterir. Yangın olarak bilinen mekanik özellikler süneklik, dayanım ve sertliktir⁽⁴⁹⁾.

Mikrosertlik çođunlukla bir maddenin bir başka cismin batırılmasına karşı gösterdiđi direnç olarak tanımlanır. Batırılan cismin (deney ucunun) biçim ve sertliđi ile uygulanan yükün tür ve büyüklüğü batma olayını etkilediđinden, mikrosertlik deđeri verilirken yapılan deneyin adının belirtilmesi zorunludur.

Mikrosertlik ölçümlerinde birçok yöntem vardır. Bu yöntemlerden en çok kullanılan statik mikrosertlik deneyleridir. Numunelerin yüzeyinde çok az deformasyon oluşturması, hızlı yapılabildiđi ve ölçüm izlerinden dolayı ısı işlemlerden sonra kalite kontrol amacıyla da kullanılması önemlidir.

Statik yöntemlerde deney ucu numuneye darbesiz ve önceden belirlenmiş bir süre boyunca etkiyen sabit bir yükü bastırılır. Yükün kaldırılmasından sonra yüzeyde oluşan kalıcı iz ölçülür. Mikrosertliğin saptanmasında üç farklı metot vardır.

a) Brinell Deneyi: İzin yüzeyini bulmak için, belirli bir çaptaki sertleştirilmiş çelik veya sert metal bilye seçilen bir deney yükü ile numuneye bastırılır.

Brinell mikrosertlik ölçme yöntemi yumuşak veya orta sertlikte malzemeler için kullanılır. Büyük izler elde edilebildiği için heterojen malzemelerin ortalama mikro sertliğini bulmaya elverişlidir.

a) Vickers Deneyi: Vickers deneyi de iz yüzeyi alanının belirlenmesi prensibine dayanır. Brinell deneyinden farkı, deney ucu kare ve tepe açısı 136° olan bir elmas piramittir.

Vickers sertlik deneyi çok yumuşak ve çok sert malzemeler için olduğu gibi ince parçalar ve tabakalar içinde uygundur.

Vickers yönteminin en önemli üstünlüğü, küçük yükler veya izlerde bile kare köşegeninin duyarlı olarak ölçülebilmesidir.

b) Rockwell Deneyi: Metalik malzemenin sertliği, deney ucunun batma derinliği ölçülerek saptanır. Çeşitli Rockwell sertlikleri tanımlanmıştır.

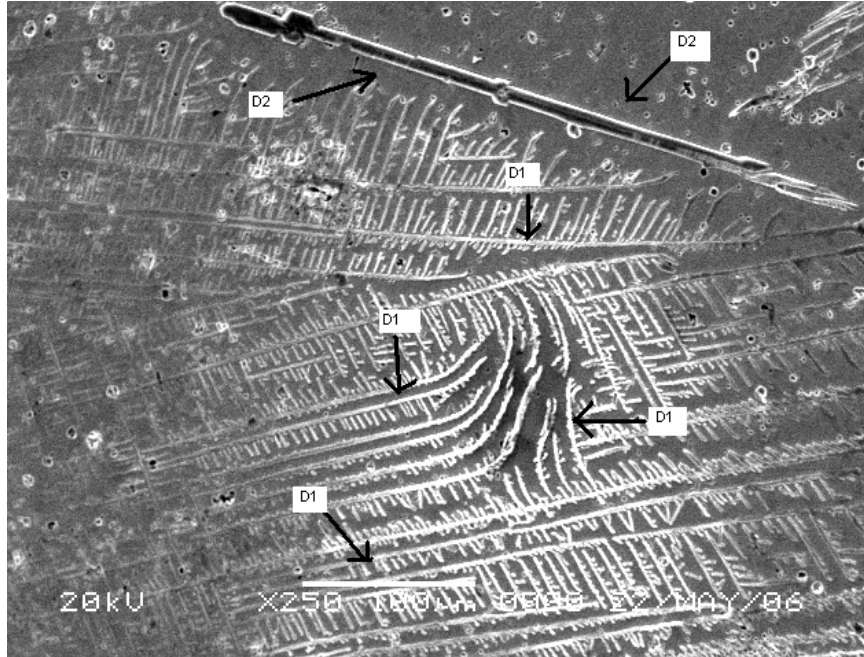
Rockwell deneylerindeki farklılıklar (Rockwell-A, Rockwell-B ve Rockwell-C); deney ucu, ön yük, deney yükünün büyüklüğü, referans sayısı ile sertlik birimine karşılık olan batma derinliğinden kaynaklanır.

Rockwell deneyinin diğer yöntemlere üstünlüğü, ölçümün daha kısa sürede ve gerektiğinde tam otomatik olarak yapılabilmesidir. Hassasiyeti diğer deneylere göre daha azdır⁽⁵⁰⁾.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1.1. İncelenen Alaşımların Element Analizi

Elde edilen alaşımların kompozisyonu IXRF sistemi kullanılarak Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS) yöntemi ile belirlenmiştir. Bu yöntemle element analizi yapılırken incelenen alaşımın farklı bölgeleri taranmış ve bulunan değerlerin ortalaması alınmıştır. İncelenen alaşımlar içerisinde Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımının element analizi yapılırken farklı bölgelerde farklı analiz sonuçlarının elde edilmesinden dolayı bu alaşım için farklı yapısal özellik gösteren iki bölgeden elde edilen analiz sonuçları ayrı ayrı verilmiştir. Aşağıda Şekil 3. 1 ve Çizelge 3. 1’de görüldüğü gibi D₁ bölgeleri Ni elementinin yoğun olup alaşımın homojen olmadığı bölgeleri, D₂ bölgeleri ise alaşımın homojen olduğu bölgeleri temsil etmektedir.



Şekil 3. 1. 1100 °C ‘de 3 saat ısıtılmış Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımına ait EDS analiz bölgeleri

Çizelge 3. 1. EDS analizlerine göre hazırlanan alaşımların kimyasal analizleri

Alaşım	Element (% Ağırlık)				
	Fe	Ni	Mn	Cr	Si
A	86,72	11,61	0,23	0,34	1,12
B	67,256	32,03	0,14	0,38	0,12
C	87,34	10,1	2,14	0,42	-
D ₁	57,2	40,2	2,2	0,4	-
D ₂	64,04	31,5	2,23	0,41	-

3. 2. Yapısal Özellikler

Fe-bazlı alaşımlarda genel olarak malzemeyi homojenleştirme sıcaklığı elementlerin ergime sıcaklıklarının altında bir sıcaklık olarak seçilir.

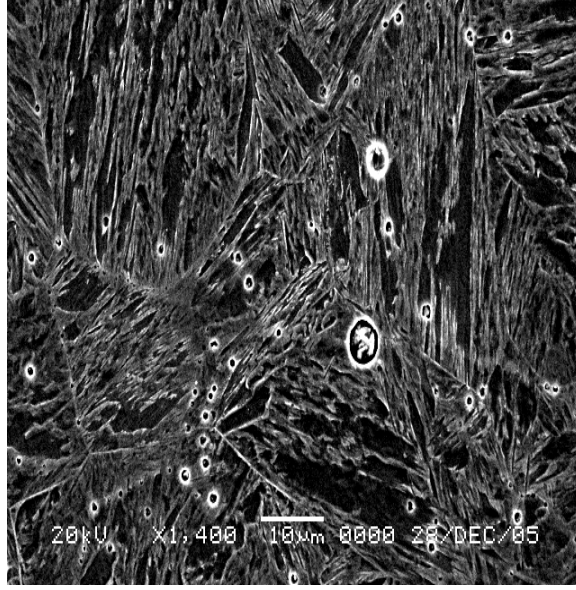
Austenite tane sınırı hareketi, ısıtım süresi ve sıcaklığına bağlı olarak austenite tane sınırlarının büyümesi katılaşıma sonrası oluşur. Bir başka ifade ile alaşımda dentrite yapısı oluşumu tamamlandıktan sonra austenite taneleri oluşmaya başlar ve ısıtım süresi arttıkça austenite taneleri de büyümeye devam eder. Bazı düşük karbonlu çeliklerde ilk oluşan dentrite yapılar δ -ferrite yapılarıdır; sonradan bunlar austenite yapıya ve daha sonra da ferrite, pearlite, bainite veya martensite yapıya dönüşebilirler⁽³²⁾.

Fe- bazlı alaşımlarda Bain dönüşümü ile austenite faz çeşitli fiziksel etkenlerle b.c.c. veya b.c.t. fazına dönüşür. b.c.c. faz, bainite, perlite ve martensite dönüşümleri arasındaki sıcaklık bölgesinde oluşur. Bainite yapı perlit ve martensite yapı arasındaki (250-550 °C) ara sıcaklık bölgesinde oluşan b.c.c. yapı içerir⁽¹⁰⁾.

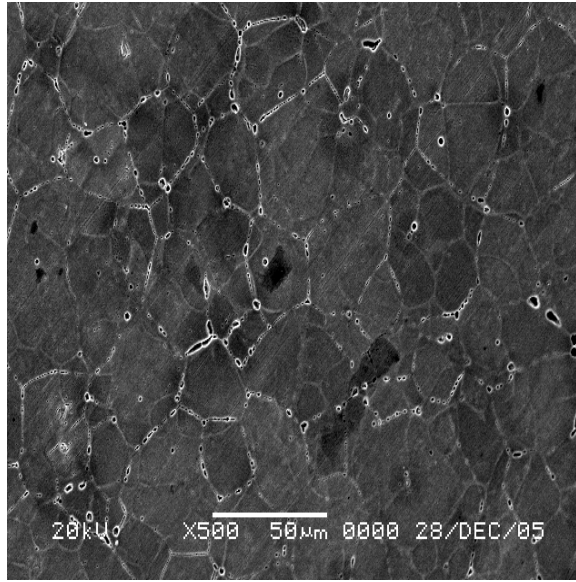
Fe-Ni-Mn-Si-Cr alaşımlarında Ni ve Si elementlerinin alaşımın yapısal özellikleri üzerinde nasıl etkili olduğunu anlamak için farklı oranlarda Ni ve Si içeren alaşımlar hazırlanmıştır. Hazırlanan alaşımların Ni ve Si element oranlarına bağlı olarak nasıl bir yapısal özellik gösterdiği SEM ile belirlenmiştir. SEM incelemeleri sonucunda, Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0,34Cr alaşımında, 1100°C'de 40 saat ısıtılma işlemi gördükten sonra, oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numune Şekil 3. 2. a.'da görüldüğü gibi bainitik yapı gözlenmiştir. İncelenen alaşımda Ni miktarı artırıldığı zaman örneğin Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0,38Cr alaşımı 1100 °C'de 40 saat ısıtılma işlemi gördükten sonra su içerisinde hızlı soğutulan numunede (Şekil 3. 2. b.) austenite yapı gözlenmiştir. Bu sonuç Ni elementinin, alaşımı oda sıcaklığında daha kararlı austenite yapıya dönüştürdüğü anlaşılmaktadır. Ayrıca bu numune 30 s sıvı azotta bekletildikten sonra tekrar SEM incelemeleri yapılmış ve alaşımın hala austenite yapıda olduğu gözlenmiştir. Bu sonuç ise Ni elementinin artması ile ortaya çıkan kararlı austenite yapıyı desteklemektedir.

Si içermeyen Fe-Ni-Mn-Cr alaşımında Ni elementinin oranının ve ısıtılma süresinin değiştirilmesinin alaşımda ortaya çıkabilecek faz dönüşümleri üzerinde nasıl etkili olduğu da araştırılmıştır. 1100 °C de 3 saat ısıtılma işlemi uygulanan Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr alaşımı oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulmuştur. Bu alaşımda Şekil 3. 2. c. de görüldüğü gibi zig-zag martensite yapı

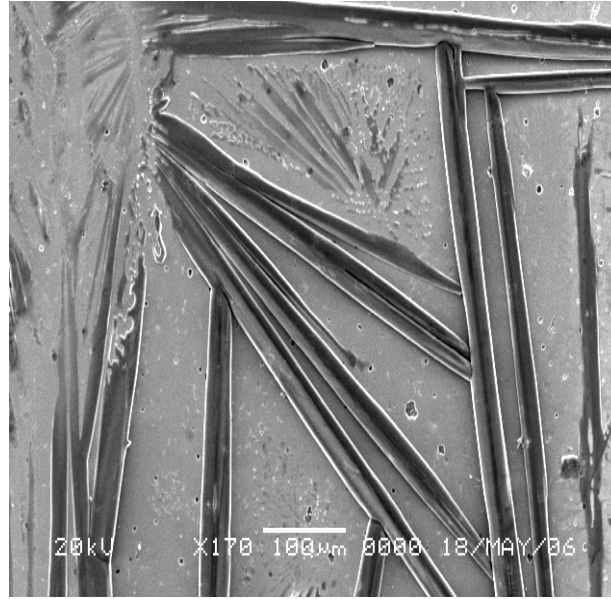
elde edilmiştir. Bu elde edilen martensite yapının dönüşüm sıcaklığı oda sıcaklığı üzerindedir. Oda sıcaklığı üzerinde martensite yapı oluşan alaşım daha düşük sıcaklıklara sıvı azot içerisinde soğutulmuştur. Bu soğutulma işlemi sonrasında incelenen alaşımının yapısal özellikleri SEM ile incelenmiştir. Diğer araştırmacılar tarafından yapılan daha önceki çalışmalar dikkate alındığında oda sıcaklığı altında da yeni oluşabilecek martensite kristallerinin elde edilmesi beklenirken herhangi bir martensite yapı oluşumuna rastlanmamış fakat martensite yapıya göre daha düşük enerji ile ortaya çıkan dentrite yapı elde edilmiştir. Alaşım ısıtma işlemi yapıldıktan sonra su içerisinde hızlı soğutulurken, o anki şartlara bağlı olarak yeterince hızlı soğumanın gerçekleşmemiş olması sebebi ile düşük sıcaklıklarda dentrite yapı gözlenmiş olabilir. Eğer ısıtma işlemi sonrası homojen hale getirilen alaşım yeterince hızlı soğutulmuş olsa idi, bizim bu numunede elde ettiğimiz dentrite yapının yerine martensite elde etme olasılığımız daha yüksek olabilirdi. Şekil 3. 2. d.' de görüldüğü gibi daha düşük enerji ile oluşan dentrite yapı bu alaşımda daha yüksek enerji ile oluşan martensite yapının yerine oluşmuştur. Ni oranının daha az olduğu Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr alaşımında ise 1100 °C'de 25 saat ısıtma işlemi gördükten sonra su içerisinde hızlı soğutulan numunede (Şekil 3. 2. e.) bainite yapı gözlenmiştir.



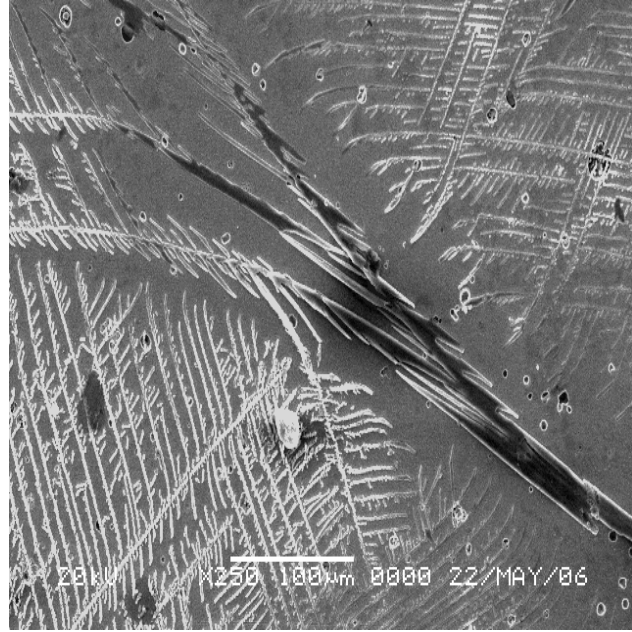
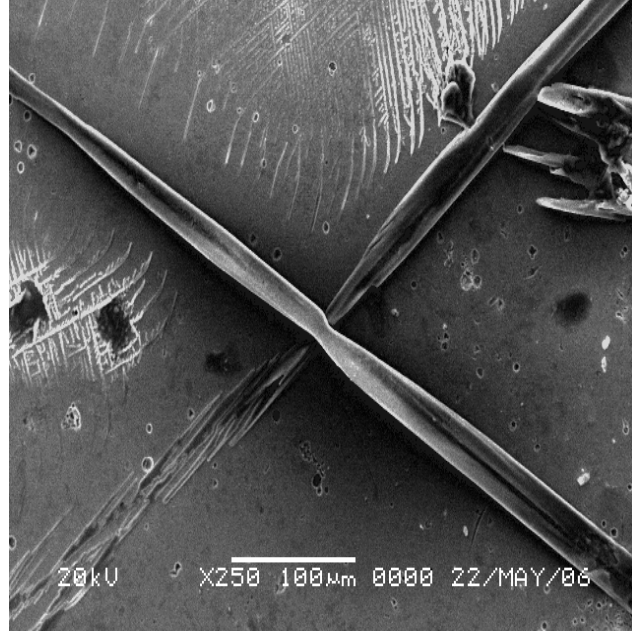
Şekil 3. 2. a. Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr alaşımında, 1100°C’de 40 saat ısıtılardan sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunede gözlenen bainite yapının SEM görüntüsü



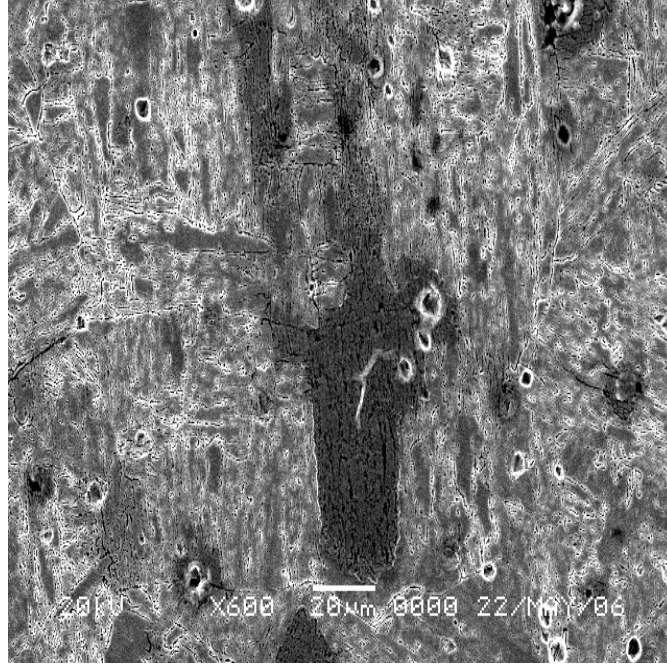
Şekil 3. 2. b : Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr alaşımında, 1100°C’de 40 saat ısıtılardan sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunede gözlenen austenite yapının SEM görüntüsü



Şekil 3. 2. c : Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımında, 1100°C’de 3 saat ısıtıl işlem gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunede gözlenen martensite yapının SEM görüntüsü



Şekil 3. 2. d : 1100°C'de 3 saat ısıl işlem gördükten sonra hızlı soğutulan Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımı 30 s sıvı azotta bekletildikten sonra ortaya çıkan martensite ve dentrite yapıların SEM görüntüsü



Şekil 3. 2. e : 1100°C'de 25 saat ısıtılma işlemi gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0,42Cr alaşımında ortaya çıkan bainite yapının SEM görüntüsü

İncelenen Fe-Ni-Mn-Cr ve Fe-Ni-Mn-Cr-Si alaşımlarında Ni miktarının değiştirilmesi ve Si ilave edilmesinin alaşımın yapısal özellikleri üzerine nasıl bir etki yaptığı yukarıda açıklandığı gibi SEM ile incelenmiştir. İncelenen alaşımın daha kararlı austenite yapıda oluştuğu ve bu kararlı austenite yapı içerisinde düşük sıcaklıklarda bile martensite yapı oluşturulamaması bu çalışmanın önemli sonuçlarından birisi olarak karşımıza çıkmaktadır. Ancak alaşımlar üzerine uygulanan ısıtılma işlemi austenite yapının kararlılığına etkisi olduğu bilindiğinden, yüksek oranda Ni içeren alaşımda farklı ısıtılma işlemleri yapıldığında 3 saat ısıtılma işlemi gören alaşımın 40 saat ısıtılma işlemi gören alaşıma göre daha kararsız yapıda olduğu gözlemlenmiştir. Yine bu sonuçta, ısıtılma işlemi alaşımlarda oluşan fazlar üzerinde ne ölçüde etkili olduğunu göstermesi açısından oldukça önemlidir. İncelenen alaşımlara

çok az miktarda Si ilave edilmesi alaşımın yapısal özellikleri üzerinde çok farklı sonuçlar ortaya çıkarmamıştır. Si ilavesi sonucunda alaşımlarda bainite yapı gözlenmiş olup, ısı işlem süresinin değiştirilmesi de oluşan bainite yapıyı değiştirmemiştir.

3. 3. Kristalografik Özellikler

Kübik bir kristalde; d düzlemler arası uzaklık, θ kırınım açısı, λ kullanılan X-ışınının dalga boyu ve hkl düzlemlerine ait Miller indisleri olmak üzere daha öncede bahsedilen Bragg kanunu;

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad 3.1$$

ile ifade edilmişti. Buna ilaveten, kübik bir kristalin örgü parametresi a ise düzlemler arası uzaklık ve örgü parametresi arasında

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

bağıntısı vardır.

İncelenen alaşımlara ait 2θ -Şiddet eğrilerinden kırınım açıları (θ) belirlenmiştir. Daha sonra, X-ışını kristalografisi için uluslararası çizelgeden bu açılara denk gelen $\frac{\sin \theta}{\lambda}$ değerleri de kullanılarak kübik sistemin düzlemler arası uzaklığı (d) bulunmuştur. İncelenen malzemelerde oluşan kristal yapılara göre uluslararası çizelgeden bulunan örgü parametreleri, $a(\text{Å})$, denklem 3. 2'de yerine konularak; $(h^2 + k^2 + l^2)$ toplamı bulunmuş olup Çizelge 3. 2'de de görüldüğü gibi alaşımlara ait kristalografik yapılar ve hkl düzlemlerine ait Miller indisleri elde edilmiştir.

Isıl işlem süreleri sırasıyla 25 ve 3 saat olan Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr ve Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr alaşımlarında meydana gelen b.c.c. bainite yapının kristalografik düzlemleri Şekil 3. 3. a ve Şekil 3. 3. b 'de görüldüğü gibi $(110)_\alpha$ ve $(200)_\alpha$ olup iki adet kırınım piki gözlenmiştir.

Si katkılı alaşıma, sadece Ni miktarının artırılması ile oluşturulan f.c.c. austenite yapının kristalografik düzlemleri ise $(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$ ve $(220)_\gamma$ üç adet kırınım piki üzerinden hesaplanan düzlemlerdir (Şekil 3. 3. c).

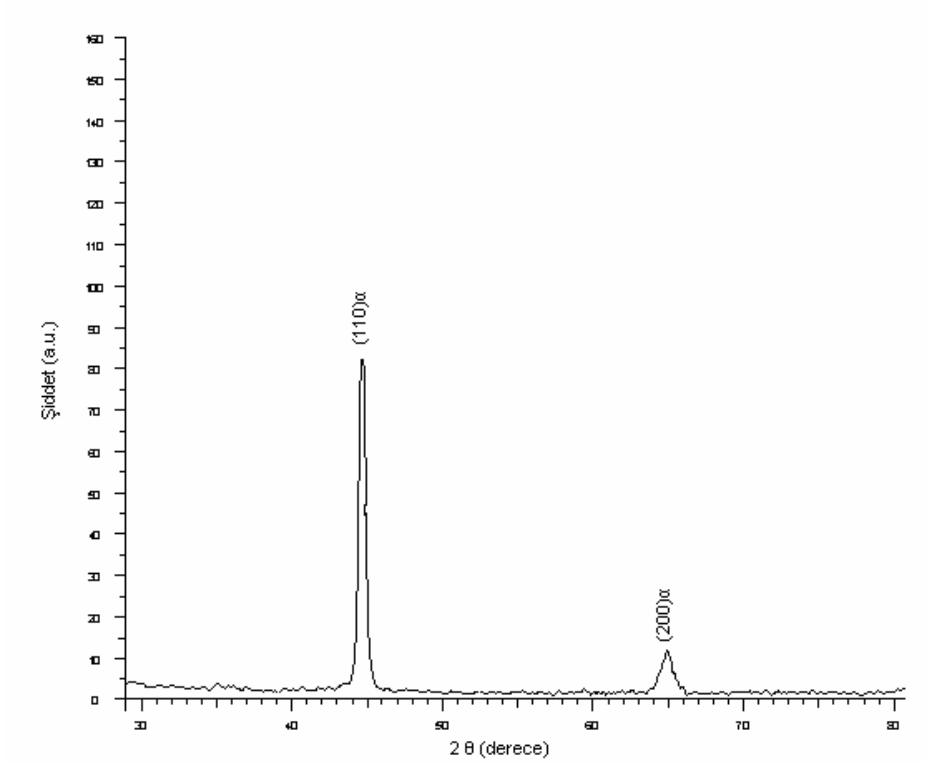
Si içermeyen, Ni element oranının yükseltilmesi ve ısıl işlem süresinin düşürülmesi ile oluşan hacimce çok az martensite yapı ile kararsız bir yapı olan dentrite yapıların XRD analizinde 7 kırınım piki gözlenmiştir. Bu pikler Şekil 3. 3. d. görüldüğü gibi birinci ve üçüncü pikler $(110)_\alpha$ ve $(200)_\alpha$ martensite yapıya, ikinci, dördüncü ve yedinci pikler ise $(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$ ve $(200)_\gamma$ austenite veya dentrite yapıya ait düzlemler olarak bulunmuştur.

Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımında meydana gelen yedi pik malzemenin ısıl işlem süresinin yetersiz kalmasından dolayı homojenleşmediğini göstermektedir. Heterojen bir dağılım gösteren alaşımın EDS analizlerinde olduğu gibi, sıvı malzemelerin katılaşma sıcaklığına soğutulduğunda sıvı içerisindeki atomların kümeleşerek embriyo-çekirdek adı verilen küçük bir bölge oluşturmasıyla Ni elementinin bazı bölgelerinde yoğun bazı bölgelerinde ise az olmasına sebep olmuştur. Böylece malzemedeki kararsız bir yapı olan dentrite yapı oluşmuştur. Buradan, alaşımın ısıl işlem süresini artırdıkça dentrite yapının ortadan kalkacağı sonucuna varabiliriz.

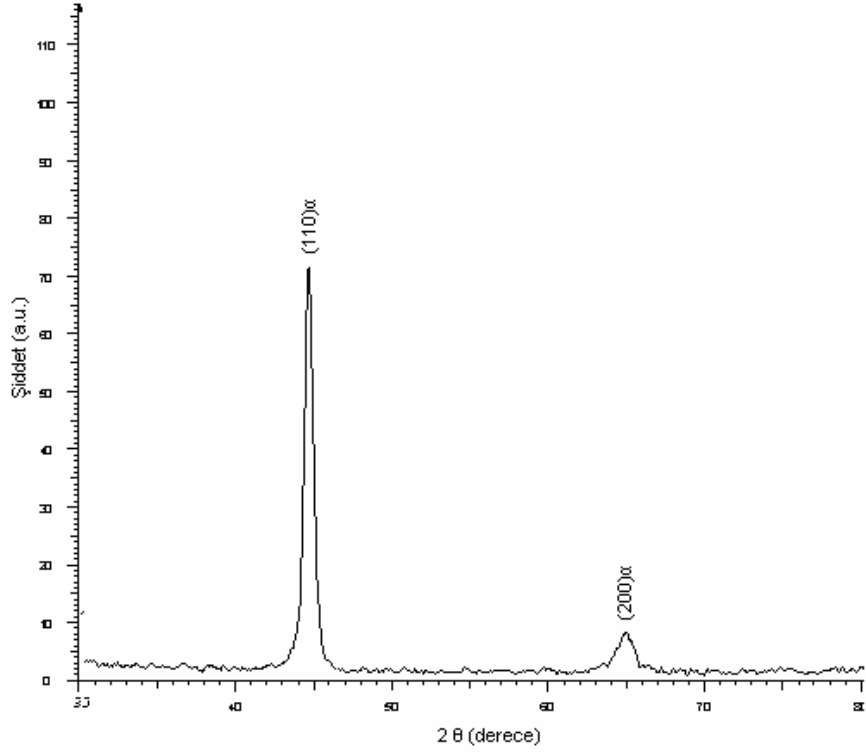
Çizelge 3. 2. İncelenen alaşımların XRD analizlerine göre indisleme değerleri

<i>Alaşım</i>	<i>Pik</i>	θ	$\frac{\sin \theta}{\lambda}$	d^2	$a(\text{Å})$	<i>hkl</i>
Fe-%12Ni-%0,2Mn- %1,1Si-%0.3Cr	1	22,5	0,24	4,33	2,87	110
	2	32,5	0,34	2,16		200
Fe-%32,03Ni- %0,14Mn-%0,12Si- %0.38Cr	1	22	0,24	4,34	3,57	111
	2	25,5	0,275	3,31		200
	3	37,5	0,395	1,6		220
Fe-%10Ni-%2Mn- %0.4Cr	1	22,5	0,24	4,33	2,87	110
	2	32,5	0,34	2,16		200
Fe-%31,5Ni- %2,23Mn-%0.41Cr	1	20,75	0,22	5,15	2,87	110
	2	21,5	0,24	4,33	3,57	111
	3	22	0,24	4,33	2,87	110
	4	25	0,27	3,42	3,57	200
	5	25,5	0,28	3,2	-	-
	6	36,75	0,39	1,64	-	-
	7	37,5	0,4	1,56	3,57	220

XRD kristalografik analiz sonuçları yukarıda açıklandığı gibi SEM yüzey incelemesi sonuçları ile aynı paralelde olup birbirlerini destekledikleri için bu çalışmada yapılan XRD ölçümleri incelenen alaşımların karakterizasyonunu belirlemek açısından oldukça önemlidir.

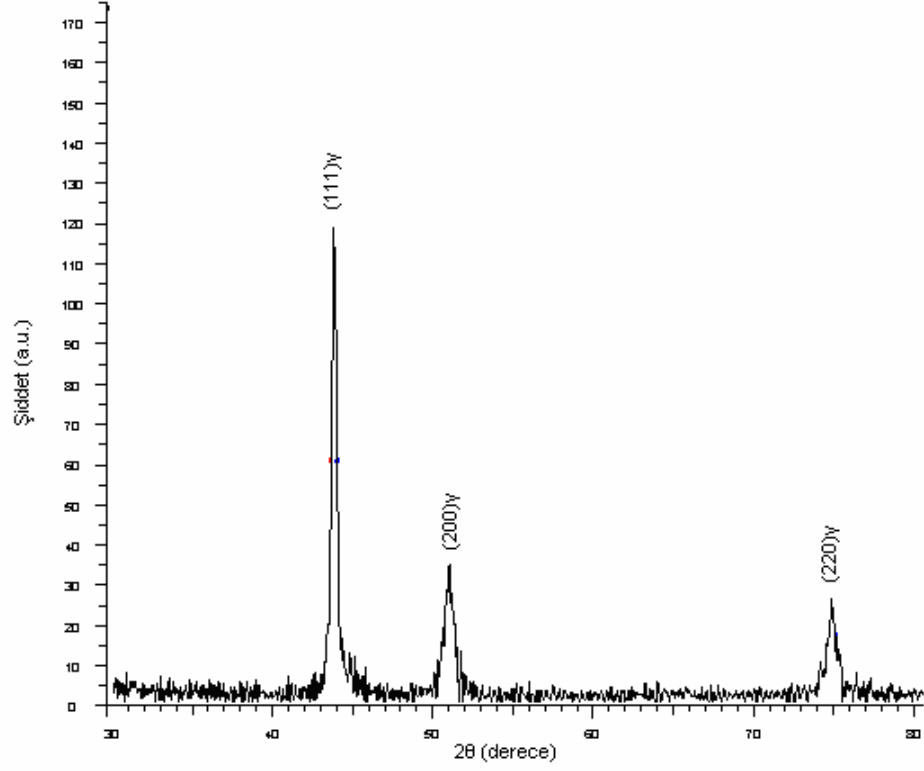


Şekil 3. 3. a. Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr alaşımına ait XRD ölçümü

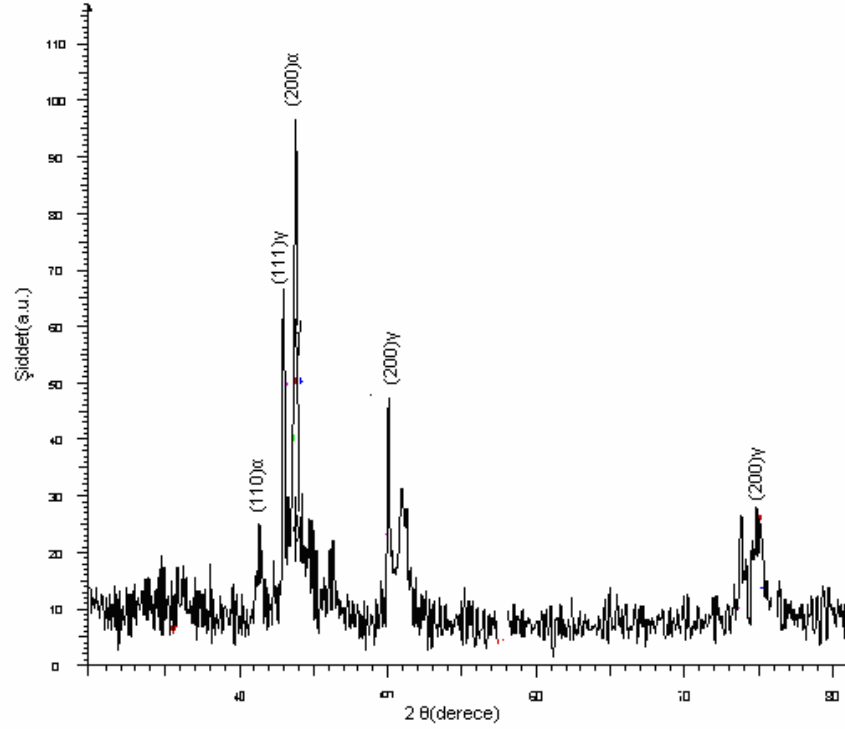


Şekil 3. 3. b. Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cr alaşımına ait XRD

ölçümü



Şekil 3. 3. c. Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımına ait XRD ölçümü



Şekil 3. 3. d. Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımına ait XRD ölçümü

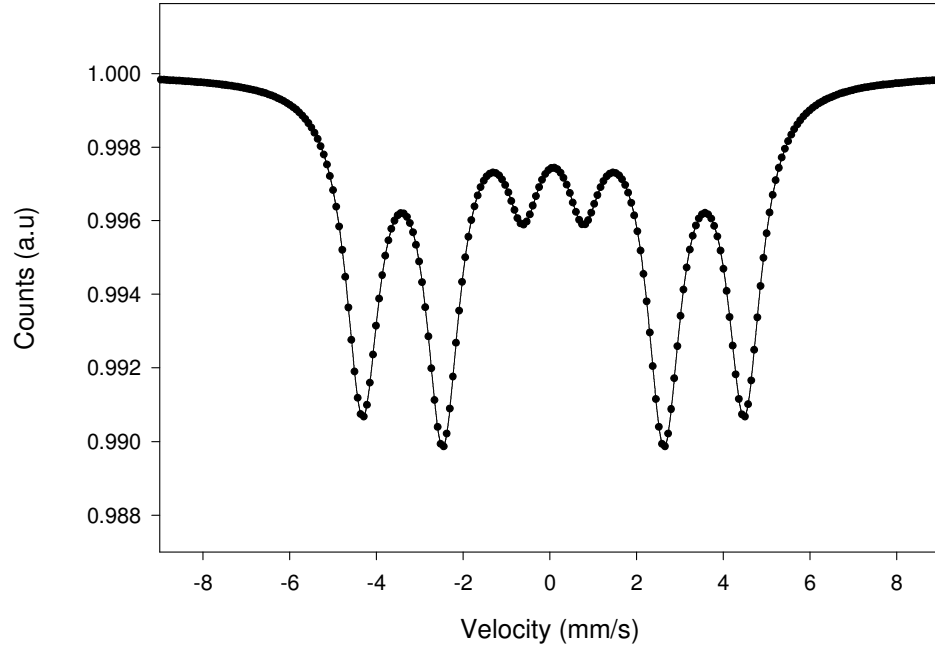
3. 4. Magnetik Özellikler – Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi ile Belirlenmesi

Mössbauer spektroskopisi yöntemi; metal ve metal alaşımlarının faz dönüşümleri, ince manyetik yapıların ve alaşımda ortaya çıkan fazların hacim yüzdesinin belirlenmesinde magnetik olarak çok önemli sonuçlar veren bir yöntemdir. Fe-bazlı alaşımlarda ortaya çıkan austenite yapı genellikle paramagnetik bir özelliğe sahiptir. Bu paramagnetizma tek bir Mössbauer soğurma çizgisi ile temsil edilir. Bazı durumlarda austenite yapı içerisinde ortaya çıkan kristalografik olarak b.c.c. ya da h.c.p. kristal yapısına sahip martensite fazı ise Mössbauer spektroskopisinde altı soğurma çizgisi ile temsil edilir ve bu altı soğurma çizgisi ferromagnetik ya da antiferromagnetik bir yapıya karşılık gelmektedir⁽⁵⁰⁾. Fe-bazlı alaşımlarda genel olarak ferrite yapı ferromagnetik ve austenite kristal yapı paramagnetik bir özellik göstermektedir⁽⁵¹⁾. Ancak bazı Fe-bazlı alaşımlarda austenite kristal yapının ferromagnetik özellik gösterdiği de bilinmektedir⁽²⁻⁵⁻⁵²⁾.

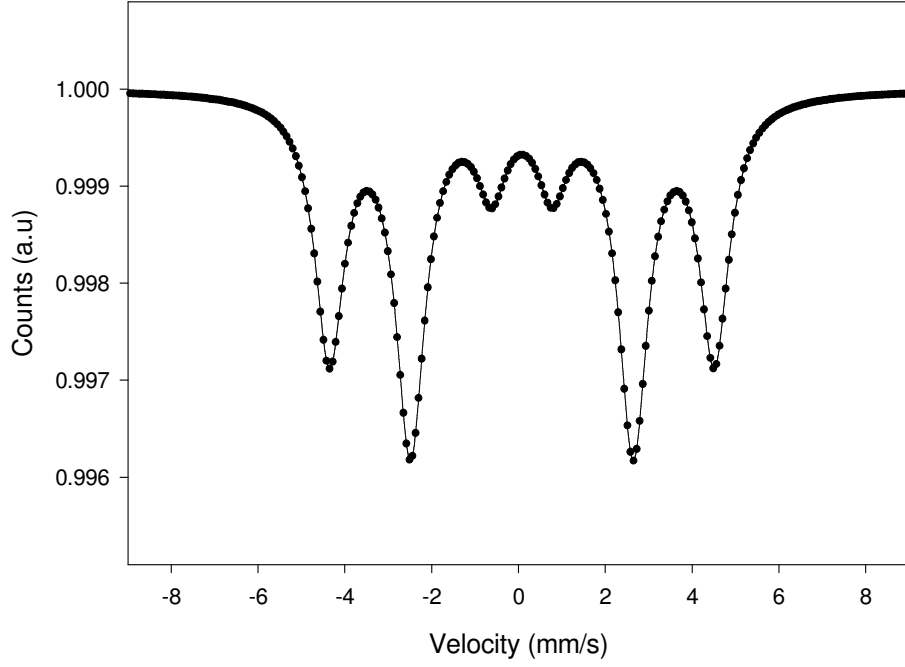
Austenite yapıların paramagnetik ve martensite yapıların ferromagnetik veya antiferromagnetik davranış gösterdiği bulunmuştur⁽⁵³⁾. Ancak bazı işlemler uygulamak suretiyle genel davranışın dışında austenite yapıların ferromagnetik, martensite yapıların ise paramagnetik davranış gösterdiği görülmüştür⁽⁵⁴⁾.

Bu çalışmada, Fe-Ni-Mn-Si-Cr alaşımlarında Ni ve Si elementlerinin alaşımların magnetik özellikleri üzerinde nasıl etkili olduğunu anlamak için farklı oranlarda Ni ve Si içeren alaşımlar hazırlanmış ve bu alaşımlara aynı ısı işlem sıcaklığında farklı ısı işlem süreleri uygulanmıştır. Hazırlanan alaşımların Ni ve Si element oranlarının, ısı işlem süre-sıcaklığına bağlı olarak nasıl bir magnetik özellik gösterdiği Mössbauer spektroskopisi yöntemi ile belirlenmiştir. Mössbauer incelemeleri

sonucunda, Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0,34Cr alaşımında, 1100°C'de 40 saat ısıtım işlemi gördükten sonra, oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numune Şekil 3. 4. a' da görüldüğü gibi ferromagnetik özellik göstermektedir. İncelenen bu alaşımın bainite yapıda olması, bu alaşım için bainite yapının ferromagnetik özelliğe sahip olduğunu ortaya çıkarmaktadır. İncelenen alaşımda Ni miktarı artırıldığı zaman örneğin Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0,38Cr alaşımı 1100 °C'de 40 saat ısıtım işlemi gördükten sonra su içerisinde hızlı soğutulan numunede (Şekil 3. 4. b) ortaya çıkan austenite yapının ferromagnetik özellik gösterdiği bulunmuştur. Bu sonuçlardan Ni elementinin, alaşımı oda sıcaklığında daha kararlı austenite yapıya dönüştürdüğü ve bu austenite yapının da ferromagnetik fazda olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca bu numune 30 s sıvı azotta bekletildikten sonra tekrar yapılan magnetik ölçümler ve yüzey incelemeleri alaşımın hala austenite yapıda ve austenite yapının da ferromagnetik özellikte olduğunu göstermiştir.



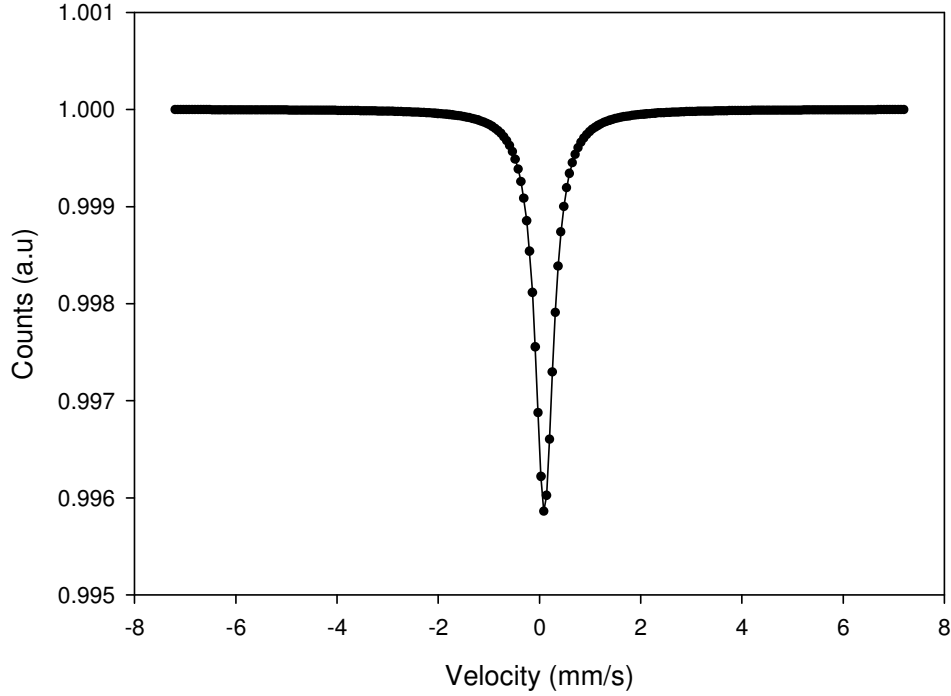
Şekil 3. 4. a : Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0.34Cralaşımında, 1100°C’de 40 saat ısıt işlemlerden sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunenin Mössbauer grafiği



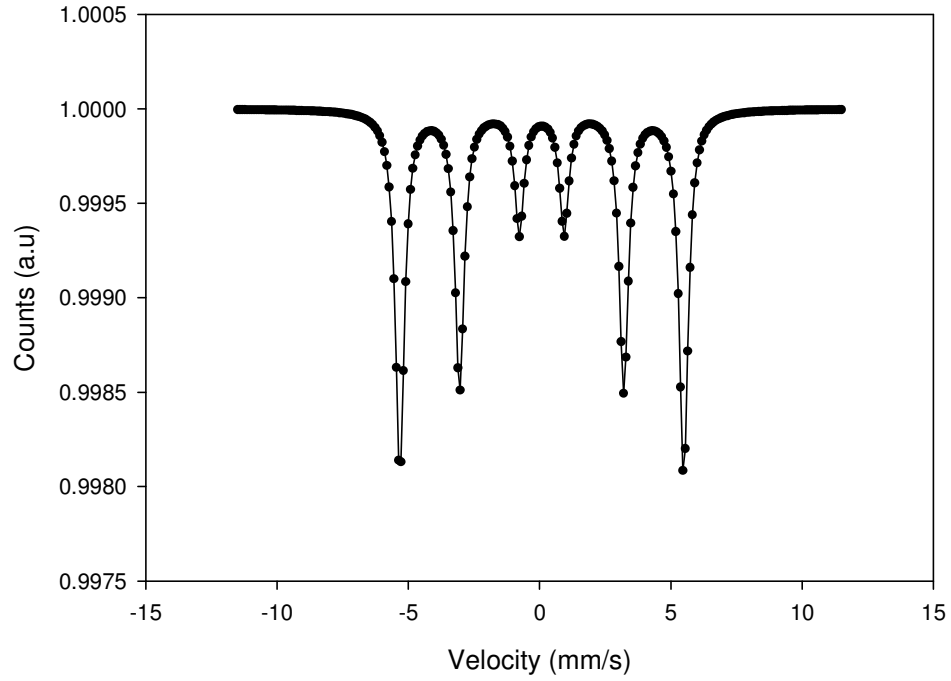
Şekil 3. 4. b. Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr alaşımında, 1100°C’de 40 saat ısıtılma işlemi gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunenin Mössbauer grafiği

Si içermeyen Fe-Ni-Mn-Cr alaşımında Ni elementinin oranının ve ısıtılma işlem süresinin değiştirilmesinin alaşımda ortaya çıkabilecek faz dönüşümlerinin magnetik özellikler üzerine nasıl etkili olduğu da araştırılmıştır. 1100 °C de 3 saat ısıtılma uygulanan Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımı oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulmuş ve içerisinde dönüşüm sıcaklığı oda sıcaklığı üzerinde olan zig-zag martensite yapı elde edilmiştir. Oda sıcaklığı üzerinde martensite yapı oluşan alaşım daha düşük sıcaklıklara sıvı azot içerisinde soğutulmuştur. Yapısal özelliklerle ilgili sonuçlar verilirken yukarıda bahsedildiği gibi martensite yapıya göre daha düşük enerji ile ortaya çıkan dentrite yapı elde edilmiştir. Daha düşük enerji ile oluşan

dentrite yapı bu alaşımda daha yüksek enerji ile oluşan martensite yapının her ikisinin birden oluştuğu alaşımda yapılan Mössbauer spektroskopisi ölçümleri alaşımın paramagnetik yapıda olduğunu Şekil 3. 4. c' de gösterildiği gibi açığa kavuşturmuştur. Ni oranının daha az olduğu Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr alaşımında ise 1100 °C'de 25 saat ısıtılma işlemi gördükten sonra su içerisinde hızlı soğutulan numunede ortaya çıkan bainite yapının ferromagnetik özellik gösterdiği Mössbauer spektroskopisi incelemeleri ile bulunmuştur (Şekil 3. 4. d).



Şekil 3. 4. c. Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımında, 1100°C'de 3 saat ısıtılma işlemi gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunenin Mössbauer grafiği



Şekil 3. 4. d. Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr alaşımında, 1100°C’de 25 saat ısıtılma işlemi gördükten sonra oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunenin Mössbauer grafiği

Üzerinde çalışılan alaşımların element miktarlarının ve ısıtılma süreleri değiştirilmesi sonucunda elde edilen Mössbauer spektrumlarına ait ferromagnetik ve paramagnetik yüzdeleri ile malzemenin ferromagnetik fazına ait iç magnetik alanları ve ayrıca Fe atomunun s-yörüngesindeki elektron yoğunluğu hakkında bilgi veren δ_F ferromagnetik, δ_P paramagnetik duruma ait izomer kayma değerleri Çizelge 3. 3.’de verilmiştir.

Çizelge 3. 3. Mössbauer Spektroskopisi yöntemi ile elde edilen sonuçlar

Alaşım	Faz	% P	% F	δ_P (mm/s)	δ_F (mm/s)	$B_{iç}$ (T)
Fe-%10Ni- %2Mn-%0.4Cr	Banite		100	-	$0.829039.10^{-1}$ $\pm 0,009$	33,508
Fe-%31,5Ni- %2,23Mn- %0.41Cr	Martensite + Dentrite	100		$0,958492.10^{-1}$ $\pm 0,004$	-	-
Fe-%12Ni- %0,2Mn- %1,1Si-%0.3Cr	Bainite	-	100	-	$0,65721. 10^{-1}$ $\pm 0,008$	32,685
Fe-%32,03Ni- %0,14Mn- %0,12Si- %0.38Cr	Austenite	-	100	-	$0,11257.10^{-1}$ $\pm 0,005$	28,502

3.5. Termal Özellikler

Fe-Ni-Mn-Si-Cr alaşımlarında Ni ve Si elementlerinin alaşımların termal özellikleri üzerinde nasıl etkili olduğunu anlamak için hazırlanan alaşımların Ni ve Si element oranlarına ve ısıl işlem süre-sıcaklığına bağlı olarak nasıl bir termal özellik gösterdiği DTA-TGA ölçümleri yapılarak belirlenmiştir. Bu incelemeler sonucunda malzemede ortaya çıkan termal değişiklikler ve malzemede sıcaklık değişimleri sonucunda ortaya çıkan oksitlenmeye bağlı olarak meydana gelen ‘kütle artışı’ ve ‘enerji kazanç sıcaklık farkları’ belirlenmiştir. Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr alaşımı 1100 °C’de 40 saat ısıl işlem gördükten sonra su içerisinde hızlı soğutulan numunede oda sıcaklığından 1200 °C ye kadar yapılan TGA ölçümleri

sonucunda yaklaşık 358 °C' den başlayıp 1200 °C 'ye kadar bir kütle artışı gözlenmiştir. Yapılan DTA analizleri sonucunda incelenen tüm alaşımlarda yaklaşık olarak 500 °C 'den başlayarak 1150 °C' ye kadar dışarıdan enerji kazanmaya başlamıştır. Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0,38Cr alaşımının bu aralıktaki sıcaklık farkı -0,329 °C/mg'dir. Aynı alaşımda Ni oranının azaltılması sonucunda (Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0,34Cr) alaşımında meydana gelen oksitlenmenin başlama sıcaklığı TGA analizine göre yaklaşık 459 °C'ye çıkmıştır. DTA analiz sonuçlarına göre ise Çizelge 3. 4. 'den de görüleceği gibi sıcaklık farkı -0,429 °C/mg bulunmuştur. Buradan, alaşımda sadece Ni miktarının azaltılması ile hem kütle artış sıcaklığının hem de ve dışarıdan enerji alım sıcaklık farkının belirgin bir şekilde arttığı tespit edilmiştir.

Si içermeyen Fe-Ni-Mn-Cr alaşımında Ni elementinin oranının ve ısıl işlem süresinin değiştirilmesinin alaşımda ortaya çıkan faz dönüşümlerinin termal özellikler üzerinde nasıl etkili olduğu da araştırılmıştır. Burada 1100 °C de 3 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr alaşımında yaklaşık olarak 389 °C'den başlayıp 1200 °C 'ye kadar oksitlenmeye bağlı olarak kütle artışı gözlenmiştir. Aynı alaşımda Ni oranının azaltılması ve ısıl işlem süresinin artırılması sonucunda malzemede meydana gelen oksitlenmenin başlama sıcaklığı 487 °C ye çıkmıştır. Yine, her iki alaşım da 500 °C 'den itibaren dışarıdan ısı almaya başlamış ve yaklaşık 1150 °C ye kadar devam etmiştir. Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr alaşımının sıcaklık farkı yaklaşık -1,529 °C/mg, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0,42Cr alaşımının sıcaklık farkı ise yaklaşık -0,569 °C/mg ölçülmüştür. Isıl işlem sıcaklığının artırılması ve Ni miktarının azaltılmasının hem malzemenin oksitlenme sıcaklığını hem de dışarıdan alınan enerjiyi artırmıştır.

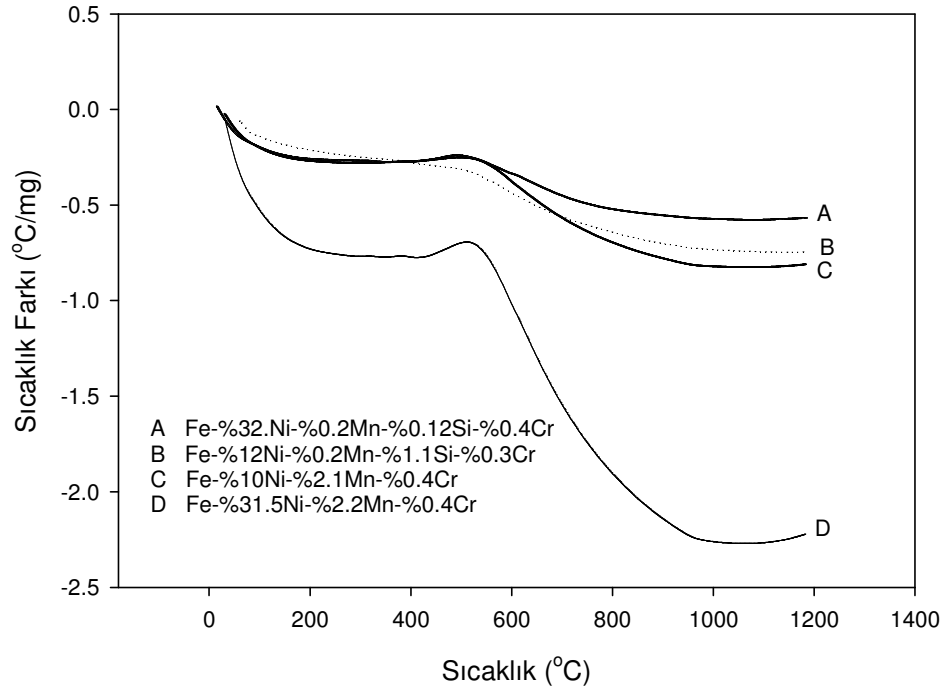
İncelenen alaşımlar içerisinde Si içeren ve ısıtılma süresi yüksek tutulan malzemeler de gözle görülür bir termal kararlılık gözlenmesine rağmen; Ni oranını yüksek, Si içermeyen ve aynı zamanda ısıtılma süresi düşük olan alaşımda termal kararlılık gözlenmemiştir. Elde edilen deneysel sonuçlara göre Fe tabanlı malzemelerde ısıtılma süresinin malzemenin termal karakteristikleri üzerinde oldukça önemli rol oynadığı ortaya konulmuştur.

TGA analizlerine göre, Fe-Ni-Mn-Cr alaşımlarına Si elementinin ilave edilmesi ve ısıtılma sürelerinin değişmesi malzemelerde herhangi bir kütle kaybına sebep olmadığını, sadece Ni element miktarının azaltılması ile kütle artışına sebep olduğunu deneysel sonuçlardan söyleyebiliriz. DTA analizlerine göre ise, Fe-Ni-Mn-Cr alaşımlarına Si elementinin ilave edilmesi ve ısıtılma süresinin artırılması, sıcaklığın artırılmasıyla kütle başına düşen sıcaklık değerlerinin düştüğü görülmektedir. İncelenen alaşımların Ni miktarının artırılması ve Si elementinin eklenmesiyle farklı ısıtılma sürelerine sahip malzemelerin TGA ve DTA eğrileri Şekil 3. 6. a ve Şekil 3. 6. b 'de gösterilmektedir.

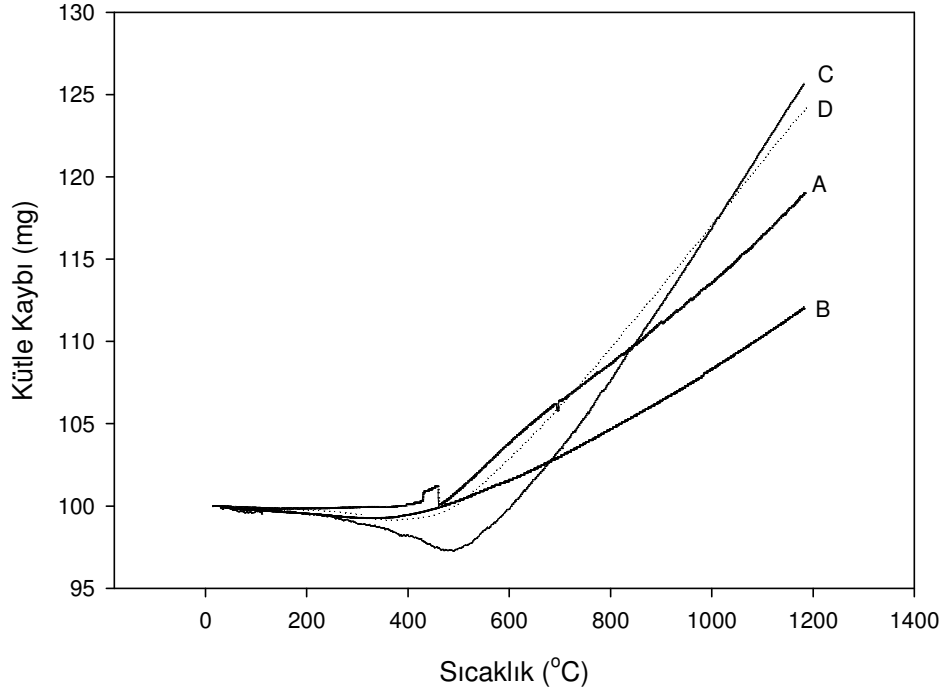
TGA sonuçlarına göre Fe tabanlı malzemelere Si elementinin ilave edilmesi kütle artış başlama sıcaklığını yani oksitlenme sıcaklığını daha düşük değerlere doğru çekmektedir. Diğer taraftan alaşıma ilave edilen Ni elementinin miktarının artırılması bir başka ifade ile taban durumunda bulunan Fe miktarının azaltılması yukarı da bahsedildiği gibi yine aynı etkiyi yaparak kütle artış sıcaklığını yani oksitlenme sıcaklığını daha düşük değerlere çekmektedir. Burada elde edilen deneysel sonuçlar Fe ve Si elementlerinin bir malzemede oksitlenmeyi kolaylaştırıcı bir etki ortaya çıkarması açısından literatürle uyum içerisindedir⁽⁵⁵⁾.

Çizelge 3. 4. Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr, Fe-%12Ni-%0,2Mn-%1,1Si-%0.3Cr, Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr alaşımlarına ait TGA ve DTA sonuçları

ALAŞIMLAR		Fe-%32,03Ni- %0,14Mn- %0,12Si- %0.38Cr	Fe-%12Ni- %0,2Mn- %1,1Si- %0.3Cr	Fe-%31,5Ni- %2,23Mn- %0.41Cr,	Fe-%10,1Ni- %2,14Mn- %0.42Cr
TGA	Kütle Artışı Başlama Sıcaklıkları (°C)	358	459	389	487
DTA	~500-1150 °C Aralığındaki Sıcaklık Farkıları(°C/mg)	-0,329	-0,429	-1,529	-0,569



Şekil 3. 6. a. Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0,38Cr, Fe-%12Ni-%0,2Mn-%1,1Si-%0,3Cr, Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0,42Cr alaşımlarının oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunelere ait DTA eğrileri



Şekil 3. 6. b. Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr, Fe-%12Ni-%0,2Mn-%1,1Si-%0.3Cr, Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr, Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr alaşımlarının oda sıcaklığındaki su içerisinde hızlı soğutulan numunelere ait TGA eğrileri

3. 6. Elektriksel İletkenlik Özellikleri

Kristal yapı içerisinde dislokasyonlar, yabancı atomlar, tane sınırları, boşluklar gibi herhangi bir düzensizliğin bulunması elektronların saçılarak malzemenin elektriksel direncinde dolayısıyla elektriksel iletkenliğinde önemli rol oynarlar⁽⁵⁶⁾. Bilimciler, maddenin bir özelliği olan elektriksel iletkenlik ve direncin her ikisini de kullanmaktadırlar, aralarında bir tercih yoktur. Ferromagnetik metaller ve alaşımlarda magnetik etkilerden dolayı elektriksel direnç yüksektir.

Kakeshita ve arkadaşları (1999), Fe-%31,5Ni-%0,5Cr ve Fe-%25Ni-%4Cr alaşımlarında oda sıcaklığından -196 °C sıcaklık aralığında Four Probe Metot'unu kullanarak alaşımların elektriksel dirençlerini ölçmüşlerdir. Fe-%31,5Ni-%0,5Cr alaşımında -90 °C'de elektriksel direncinde ani bir düşme gözlemlenmiştir. Bu sıcaklık alaşımında oluşan atermal martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığıdır. Fe-%25Ni-%4Cr alaşımında ise ani bir değişim gözlenmemiş olup 20 °C ile -168,8 °C sıcaklık aralığında izotermal bir dönüşüm söz konusu olduğunu söylemişlerdir⁽⁵⁾.

Kakeshita ve arkadaşları (1999) yaptıkları farklı bir çalışmada ise, Fe-%29,8Ni alaşımında aynı metot ve sıcaklık aralığında elektriksel direnç ölçümünde ana faz (austenite) soğutulurken, belirli bir sıcaklıkta elektriksel direncinde ani bir değişim gözlemlenmiştir. Böylece ölçüm sonucunda elde edilen histerisis eğrisi ile austenite fazın ve oluşan (b.c.c.) martensite fazın başlangıç ve bitiş sıcaklıklarını belirlemişlerdir. Buna göre, $M_s = -50$ °C, $M_f = -60$ °C, $A_s = 287$ °C ve $A_f = 489$ °C'dir⁽⁵⁷⁾.

Yang ve arkadaşları (1992), 8 farklı oranda Fe-Mn alaşımlarında meydana gelen martensite yapı miktarı arttıkça ölçülen elektriksel direnç histerisis eğrilerinin de büyüdüğünü deneysel olarak gözlemlenmiştir⁽⁵³⁾.

Bu çalışmada, incelenen alaşımlar Four Probe Metot kullanılarak oda sıcaklığında direnç değerleri ölçülmüştür ve farklı fazlar arasındaki direnç farkının ne olduğu deneysel olarak bulunmuştur. Direnç ölçümü Oxford marka kriostat sisteminde oda sıcaklığında numune üzerindeki dört adet bakır telin gümüş pasta ile tutturulması ile dış iki uçtan akım kaynağı vasıtası ile akım, orta iki uçtan da nanovoltmetre ile gerilim değerleri okunarak elde edilmiştir. Elde edilen deneysel sonuçlara göre martensite ve bainite yapının direnç değerleri Çizelge 3. 5.'de

gösterildiđi gibi birbirine yakın olup, austenite fazın direnç deęeri bainite ve martensite fazın direnç deęerinden daha büyük bulunmuştur. Kristalografik olarak da bainite ve martensite fazlar birbirine çok benzemektedir. Bunun sonucunda elde edilen direnç deęerleri de birbirine çok yakındır. Bainite-martensite fazların kristalografik yapısı bilindiđi gibi hacim merkezli kübik yapıdadır. Diđer taraftan, austenite fazın kristalografik yapısı yüz merkezli kübik yapıdadır. Kristalografik yapıların farklı olması bu fazlar arasındaki direnç deęerlerinin farklı olmasına sebep olmaktadır.

Çizelge 3. 5. Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr, Fe-%12Ni-%0,2Mn-%1,1Si-%0.3Cr, Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr ve Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alaşımlarının direnç değerleri

Alaşım	Faz	Uygulanan Akım (mA)	Okunan Ortalama Gerilim(nV)	Direnç (mΩ)
Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0.42Cr	Bainite	5	1901	$\sim 3,8 \cdot 10^{-4}$
		100	31092	$\sim 3,1 \cdot 10^{-4}$
Fe-%12Ni-%0,2Mn-%1,1Si-%0.3Cr		5	1675	$\sim 3,3 \cdot 10^{-4}$
		100	25605	$\sim 2,5 \cdot 10^{-4}$
Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0.38Cr	Austenite	5	4990	$\sim 9,9 \cdot 10^{-4}$
		100	92653	$\sim 9,2 \cdot 10^{-4}$
Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr	Martensite + Dentrite	5	3219	$\sim 6,4 \cdot 10^{-4}$
		100	56921	$\sim 5,6 \cdot 10^{-4}$

3. 7. Mekanik Özellikler

İncelenen alaşımların yapısal, kristalografik, magnetik, termal ve elektriksel iletkenlik özelliklerinin Ni oranlarının ve ısıl işlem sürelerini değiştirilerek ayrıca bu alaşımlara Si elementi ilave edilip, ısıl işlem süreleri de artırılarak malzemelere nasıl bir etki yaptığı yukarıda bahsedilmiştir. Bu kısımda ise alaşımların mekanik

özelliklerinin alaşıma ilave edilen Si elementi ile nasıl değiştiğini ve ısıtılma işlem sürelerinin mekanik özellikler üzerinde ne tür bir değişime sebep olduğu incelenmiştir.

İncelenen alaşımların mekanik özellikleri Vickers mikro sertlik yöntemi ile belirlenmiştir. Bu metod daha öncede bahsedildiği gibi, çoğunlukla bir madde üzerine bir cismin batırılmasına karşı maddenin gösterdiği direnç olarak adlandırılır. Kullanılan batıcı ucun biçimine, uygulanan yüke ve oluşan izin değerlendirme yöntemine göre üç farklı sertlik derecesinden birisi olan Vickers mikro sertlik ölçüm yöntemi bu çalışmada malzemelerin sertlik derecelerini bulmak için kullanılmıştır. Alaşımlar üzerine yaklaşık 10 N' luk bir kuvvet uygulanarak elde edilen Vickers mikro sertlik değerleri Çizelge 3. 6' de verilmiştir. Bu sertlik değerleri bulunurken hazırlanan her numune üzerinden numunenin farklı bölgelerinden en az üçer defa ölçüm alınmış ve bu alınan ölçümlerin ortalaması alınarak Vickers mikro sertlik değerleri olarak kabul edilmiştir.

Sırasıyla 40 ve 25 saat ısıtılma işlem görmüş Fe-%11,61Ni-%0,23Mn-%1,12Si-%0,34Cr ve Fe-%10,1Ni-%2,14Mn-%0,42Cr alaşımlarında oluşan bainite yapının Vickers mikro sertlik değeri yaklaşık 418 VSD, 40 saat ısıtılma işlem gören Fe-%32,03Ni-%0,14Mn-%0,12Si-%0,38Cr alaşımında meydana gelen austenite yapının Vickers mikro sertlik değeri yaklaşık 140 VSD ve son olarak 3 saat ısıtılma işlem görmüş Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0,41Cr alaşımında meydana gelen martensite ve dentrite yapıların Vickers mikro sertlik değerleri sırasıyla yaklaşık 551 VSD ve 210 VSD bulunmuştur.

Çizelge 3. 6. İncelenen alaşımların ortalama mikro sertlik değerleri

Alaşım	Isıl İşlem Süresi (saat)	Oluşan Yapı	Vickers Mikro Sertlik (VSD)
Fe-%12Ni- %0,2Mn-%1,1Si- %0.3Cr	40	Bainite	419
Fe-%32Ni- %0,14Mn-%0,12Si- %0.4Cr	40	Austenite	140
Fe-%10,1Ni- %2,14Mn-%0.42Cr	25	Bainite	416
Fe-%31,5Ni- %2,2Mn-%0.4C	3	Martensite	551
Fe-%31,5Ni- %2,2Mn-%0.4C	3	Dentrite	190

Vickers tekniği ile elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında dentrite-austenite-bainite-martensite fazların mekanik özellikler açısından çok farklı sonuçlar ortaya koymuş olduğu görülmüştür. Mekanik mikro sertlik açısından martensite yapının bainite yapıdan, bainite yapının dentrite yapıdan ve dentrite yapının da austenite yapıdan daha sert bir mekanik özelliğe sahip olduğu anlaşılmıştır. Bir alaşımın mekanik mikro sertlik değerlerinin artması ya da azalması malzeme içindeki dislokasyon yoğunluğuna bağlanabilir.

Bir alaşımda dislokasyonların fazlalığı, alaşımın mekanik yönden daha sert bir yapıya sahip olması gerektiğini söyler. Austenite ve dentrite yapılar arasındaki dislokasyon yoğunlukları karşılaştırıldığında, austenite yapının dentrite yapıya göre daha az dislokasyon içerdiği bilindiğinden⁽⁵⁸⁾, austenite yapının mekanik yönden

mikro sertliđi dentrite yapıya gre daha kçktr sonucuna varılabilir. Bu sonuca ilaveten, yođun dislokasyon ieren martensite yapının mikrosertliđinin daha az dislokasyon ieren bainite yapının mikrosertliđinden byk olması literatrle uyum ierindedir.

4. SONUÇ

Fe-Ni-Mn-Cr ve Fe-Ni-Mn-Si-Cr alařımlarının Ni element oranlarını ve ısıl iřlem süreleri deęiřtirilerek alařımda meydana gelen deęiřimlerin yapısal, magnetik, termal, elektriksel direnç ve mekanik özelliklerini nasıl etkilediđini incelemek için çalıřmalar yapılmıřtır. Fe-bazlı alařımlarda ısıl iřlem sıcaklıđı yani alařımı homojen hale getirme sıcaklıđı, alařım elementlerinin ergime sıcaklıđının altında bir sıcaklık olması gerektiđi için 1100 °C sıcaklıkta ve bu sıcaklıkta farklı ısıl iřlem sürelerinde numuneler ısıtılmıř ve oda sıcaklıđındaki su içerisinde hızlı sođutma (quench) yapılmıřtır.

İncelenen alařımların kompozisyonu, Elektron Dađılım Spektroskopisi (EDS) yöntemi ile belirlenmiřtir. Buna göre sadece 1100 °C 'de 3 saat ısıl iřlem gören Fe-%31,5Ni-%2,23Mn-%0.41Cr alařımda ısıl iřlem süresinin yetersiz olmasından dolayı, element analizi yapılırken farklı bölgelerden farklı analiz sonuçları elde edilmiřtir. Bu yüzden, iki bölgeden elde edilen analiz sonuçları ayrı ayrı verilmiřtir.

İncelenen alařımların yapısal özellikleri oda sıcaklıđında Taramalı Elektron Mikroskop incelemeleri sonucunda ortaya çıkarılmıřtır. Çizelge 3.1'de verilen A, B, C ve D alařımları sırasıyla, 1100°C'de 40, 40, 25 ve 3 saat ısıl iřlem gördükten sonra, oda sıcaklıđındaki su içerisinde hızlı sođutulmuřlardır. 40 saat ısıl iřlem gören A alařımında bainite yapı gözlenmiřtir. Bu alařımın sadece Ni miktarı artırıldıđı zaman (B) ise austenite yapı meydana gelmiřtir. Böylece Ni elementinin alařımı, oda sıcaklıđında daha kararlı austenite yapıya dönüřtürdüđü anlařılmıřtır. Ayrıca bu numune 30s sıvı azotta bekletildikten sonra tekrar SEM incelemeleri yapılmıř ve

alaşımın hala austenite yapıda olduğu gözlenmiştir. Bu sonuç, Ni elementinin artması ile ortaya çıkan kararlı austenite yapıyı desteklemektedir. C alaşımına 25 saat ısıtma işlemi uygulanmış ve bainitik yapı gözlenmiştir. D alaşımına ise 3 saat ısıtma işlemi uygulandıktan sonra zig-zag martensite yapı elde edilmiştir. Bu elde edilen martensite yapının dönüşüm sıcaklığı oda sıcaklığı üzerindedir. Bu alaşım daha sonra sıvı azot içerisinde soğutulmuş ve tekrar alaşımın yapısal özellikleri SEM ile incelenmiştir. Diğer araştırmacılar tarafından yapılan daha önceki çalışmalar dikkate alındığında oda sıcaklığı altında da yeni oluşabilecek martensite kristallerinin elde edilmesi beklenirken herhangi bir martensite yapı oluşumuna rastlanmamış fakat martensite yapıya göre daha düşük enerji ile ortaya çıkan dentrite yapı elde edilmiştir. Alaşım ısıtma işlemi yapıldıktan sonra su içerisinde hızlı soğutulurken, o anki şartlara bağlı olarak yeterince hızlı soğumanın gerçekleşmemiş olması sebebi ile düşük sıcaklıklarda dentrite yapı gözlenmiş olabileceği sonucuna varılmıştır.

Sonuç olarak, B alaşımında gözlenen kararlı austenite yapı düşük sıcaklıklarda bile martensite yapı oluşturulamaması bu çalışmanın önemli sonuçlarından birisi olarak karşımıza çıkmaktadır. Ancak alaşımlar üzerine uygulanan ısıtma işleminin austenite yapının kararlılığına etkisi olduğu bilindiğinden, D alaşımına farklı ısıtma işlemleri yapıldığında ısıtma işlem süresinin düşük olan alaşımın daha kararsız yapıda olduğu gözlenmiştir. Yine bu sonuç da, ısıtma işleminin alaşımlarda oluşan fazlar üzerinde ne ölçüde etkili olduğunu göstermesi açısından oldukça önemlidir. İncelenen alaşımlara çok az miktarda Si ilavesi alaşımın yapısal özellikleri üzerinde çok farklı sonuçlar ortaya çıkarmamıştır. Si ilavesi sonucunda alaşımlarda bainite yapı gözlenmiş olup, ısıtma işlem süresinin değiştirilmesi de oluşan bainite yapıyı değiştirmemiştir.

Alaşımların kristallografik özelliklerini incelemek için XRD kristallografik analizi kullanılmıştır. Bainite yapı elde edilen farklı oran ve ısı işlem sürelerine sahip iki alaşımda meydana gelen b.c.c. yapının kristallografik düzlemleri $(110)_\alpha$ ve $(200)_\alpha$ olup iki adet kırınım piki gözlenmiştir. Si katkılı ve 40 saat ısı işlem gören alaşımda, sadece Ni miktarının artırılması ile oluşturulan f.c.c. austenite yapının kristallografik düzlemleri ise $(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$ ve $(220)_\gamma$ üç adet kırınım piki üzerinden hesaplanan düzlemlerdir. Si içermeyen, 3 saat ısı işlem gören alaşımda ise hacimce çok az martensite yapı ile kararsız bir yapı olan dentrite yapıların XRD analizinde 7 kırınım piki gözlenmiştir. Daha önce bahsedildiği gibi bu piklerin düzlemleri sırasıyla $(110)_\alpha$, $(111)_\gamma$, $(200)_\alpha$, -, -, $(200)_\gamma$ olarak bulunmuştur. XRD kristallografik analiz sonuçları yukarıda açıklandığı gibi SEM yüzey incelemesi sonuçları ile aynı paralelde olup birbirlerini destekledikleri için bu çalışmada yapılan XRD ölçümleri incelenen alaşımların karakterizasyonunu belirlemek açısından oldukça önemlidir. Ayrıca XRD kristallografik analiz sonuçları da EDS analizinde olduğu gibi, D alaşımında meydana gelen yedi pik malzemenin ısı işlem süresinin yetersiz kalmasından dolayı homojenleşmediğini göstermektedir. Buda Ni elementi bazı bölgelerinde yoğun bazı bölgelerinde ise az olmasına sebep olmuştur. Böylece malzemede kararsız bir yapı olan dentrite yapı oluşmuştur. Buradan, alaşımların ısı işlem süresini artırdıkça dentrite yapının ortadan kalkacağı sonucuna varılmıştır.

Malzemelerin manyetik özelliklerini incelemek için Mössbauer spektroskopisi kullanılmıştır. Hazırlanan alaşımların Ni ve Si element oranlarının, ısı işlem süre-sıcaklığına bağlı olarak nasıl bir magnetik özellik gösterdiği belirlenmiştir. Bu incelemeler sonucunda, A alaşımında %100 ferromagnetik bir davranış sergilediği bulunmuştur. Bu alaşımların bainite yapıda olması, bainite yapının ferromagnetik özelliğe sahip olduğunu ortaya çıkarmaktadır. Ni miktarı artırıldığı

zaman yani B alařımda ortaya ıkan austenite yapının da ferromagnetik zellik gsterdiđi bulunmuřtur. Bylece Ni elementinin, alařımı oda sıcaklıđında daha kararlı austenite yapıya dnřtrdđ ve bu austenite yapının da ferromagnetik fazda olduđu anlařılmaktadır. Ayrıca bu numune 30 s sıvı azotta bekletildikten sonra tekrar yapılan magnetik lmler ve yzey incelemeleri alařımın hala austenite yapıda ve austenite yapının da ferromagnetik zellikte olduđunu gstermiřtir. C alařımında ortaya ıkan bainitik yapının da A alařımında olduđu gibi %100 ferromagnetik zellik gsterdiđi Mssbauer spektroskopisi incelemeleri ile bulunmuřtur. D alařımında ise dnřm sıcaklıđı oda sıcaklıđı zerinde olan zig-zag martensite yapı elde edilmiřtir. Oda sıcaklıđı zerinde martensite yapı oluřan alařım daha dřk sıcaklıklara sıvı azot ierisinde sođutulmasıyla martensite yapıya gre daha dřk enerji ile ortaya ıkan dentrite yapı elde edilmiřtir. Daha dřk enerji ile oluřan dentrite yapı bu alařımda daha yksek enerji ile oluřan martensite yapının her ikisinin birden oluřtuđu alařımda yapılan Mssbauer spektroskopisi lmleri ile %100 paramagnetik yapıda olduđu gzlenmiřtir.

Sonuç olarak, Ni oranı yksek olan alařımlarda Si element katkısı ve ısıl iřlem srelerinin deđiřtirilmesi alařımların magnetik zelliklerini deđiřtirmedeiđi sadece alařımlarda meydana gelen faz dnřmlerini deđiřtirdiđi sonucuna varılmıřtır. Ni oranı dřk olan alařımlarda ise oluřan bainite yapının ferromagnetik zellik gsterdiđi bulunmuřtur.

Fe-Ni-Mn-Si-Cr ve Fe-Ni-Mn-Cr alařımlarında Ni ve Si element oranlarına ve ısıl iřlem sre-sıcaklıđına bađlı olarak nasıl bir termal zellik gsterdiđi DTA-TGA lmleri yapılarak belirlenmiřtir. Bu incelemeler sonucunda malzemede ortaya ıkan termal deđiřiklikler ve malzemede sıcaklık deđiřimleri sonucunda

ortaya çıkan oksitlenmeye bağı olarak meydana gelen 'kütle artışı' ve 'enerji kazanç sıcaklık farkları' belirlenmiştir. A, B, C ve D alaşımları oda sıcaklığından 1200 °C ye kadar ısıtılarak yapılan TGA ölçümleri sonucunda; A alaşımında ~ 459 °C, B alaşımında ~ 358 °C, C alaşımında ~ 487 °C, D alaşımında ise ~ 389 °C'den başlayıp 1200 °C 'ye kadar bir kütle artışı gözlenmiştir. Yapılan DTA analizleri sonucunda; incelenen alaşımların tümünde yaklaşık 500 °C'den başlayarak 1150 °C kadar dışarıdan enerji kazanmaya başlamıştır.

İncelenen alaşımlar içerisinde, Si içeren ve ısıtma işlem süresi yüksek tutulan malzemelerde gözle görülür bir termal kararlılık gözlenmesine rağmen; Ni oranını yüksek, Si içermeyen ve aynı zamanda ısıtma işlem süresi düşük olan alaşımda termal kararlılık gözlenmemiştir. Elde edilen deneysel sonuçlara göre Fe tabanlı malzemelerde ısıtma işlem süresinin malzemenin termal karakteristikleri üzerinde oldukça önemli rol oynadığı ortaya konulmuştur.

TGA analizlerine göre, Fe-Ni-Mn-Cr alaşımlarına Si elementinin ilave edilmesi ve ısıtma işlem süresinin değişmesi malzemelerde herhangi bir kütle kaybına sebep olmadığını, sadece Ni element miktarının azaltılması ile kütle artışına sebep olduğunu deneysel sonuçlardan söyleyebiliriz. TGA ve DTA analiz sonuçlarından elde edilen bilgilere göre Fe ve Si elementlerinin bir malzemede oksitlenmeyi kolaylaştırıcı bir etki ortaya çıkarması açısından önemlidir.

İncelenen alaşımlar Four Probe Metot kullanılarak oda sıcaklığında direnç değerleri ölçülmüştür. Alaşımlarda meydana gelen farklı fazlar arasındaki direnç farkının ne olduğu deneysel olarak bulunmuştur. Elde edilen deneysel sonuçlara göre martensite ve bainite yapının direnç değerleri birbirine yakın olup, austenite fazın direnç değeri bainite ve martensite fazın direnç değerinden daha büyük bulunmuştur.

Kristalografik olarak da, bainite ve martensite fazlar birbirine çok benzemektedir. Bunun sonucunda elde edilen direnç değerleri de birbirine çok yakındır. Bainite-martensite fazların kristalografik yapısı bilindiği gibi hacim merkezli kübik (b.c.c.) yapıdadır. Diğer taraftan, austenite fazın kristalografik yapısı yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıdadır. Kristalografik yapıların farklı olması bu fazlar arasındaki direnç değerlerinin farklı olmasına sebep olmaktadır.

En son olarak bu çalışmada, incelenen alaşımların mekanik özellikleri Vickers mikro sertlik yöntemi ile alaşımlara ilave edilen Si elementi ve ısıtım işlem sürelerinin mekanik özellikleri üzerinde ne tür bir değişime sebep olduğu incelenmiştir. Bu metot daha öncede bahsedildiği gibi, yoğunlukla bir madde üzerine bir cismin batırılmasına karşı maddenin gösterdiği direnç olarak adlandırılır. Alaşımlar üzerine yaklaşık 10 N' luk bir kuvvet uygulanarak elde edilen Vickers mikro sertlik ortalama değerleri A ve C alaşımlarında oluşan bainite yapının ~ 418 VSD, B alaşımında meydana gelen austenite yapının 140 VSD ve son olarak D alaşımında meydana gelen martensite ve dentrite yapıların Vickers mikro sertlik değerleri sırasıyla ~ 551 ve 190 VSD bulunmuştur.

Vickers tekniği ile elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında dentrite-austenite-bainite-martensite fazların mekanik özellikler açısından çok farklı sonuçlar ortaya koymuş olduğu görülmüştür. Mekanik mikro sertlik açısından martensite yapının bainite yapıdan, bainite yapının dentrite yapıdan ve dentrite yapının da austenite yapıdan daha sert bir mekanik özelliğe sahip olduğu anlaşılmıştır. Bir alaşımların mekanik mikro sertlik değerlerinin artması ya da azalması malzeme içindeki dislokasyon yoğunluğuna bağlanabilir. Austenite yapının mekanik yönden mikro sertliği dentrite yapıya göre daha küçüktür sonucuna varılabilir. Ayrıca, yoğun

dislokasyon ieren martensite yapının mikro sertliđinin daha az dislokasyon ieren bainite yapının mikro sertliđinden byk olması da bu alıřmanın nemli sonularından biridir.

KAYNAKLAR

1. Askeland, D. R. The Science and Engineering of Materials. Chapman ve Hall. London, 1990.
2. Gürü, H. ve Yalçın, M. Malzeme Bilgisi, Palme Yayıncılık, Ankara, 2002.
3. M. Shiga, Journal of The Physical Society of Japan, **22(2)**; 539-546(1967).
4. T. Kakeshita, K. Kuroiwa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi, and M. Date, Materials Transactions, JIM, **34(5)**; 415-422(1993).
5. T. Kakeshita, Y. Sato, T. Saburi, K. Sihimizu, Y. Matsuoka, and K. Kinda, Materials Transactions, JIM, **40**, 2, 100-106(1999).
6. Y. Tanji, Y. Nakagawa, Y. Saito, K. Nishimura, and K. Nakaatsuka, Anomalous. Phys. Stat. Sol. (a). **56**; 513-519(1979).
7. C. P. Luo and J. Liu, Materials Science and Engineering: A, Vol **438-440**, 149-152(2006).
8. M. X. Zhang, P. M. Kelly, Scripta Materialia **47**, 749-755(2002).
9. C. H. Lee, H.K.D.H. Bhadeshia, H.-C Lee, Materials Science & Engineering **A360**, 249-257(2003).
10. P. Sahu, Journal of Applied Crstallography, Vol **38**, 112-120(2005).
11. H. Güngüneş, Fe-Mn-Cr Alaşımında Austenite Martensite Faz Dönüşümlerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2001.
12. C. M. Wayman, Advances in Isothermal Materials Research. Interscience Publishers, London, 1968.
13. Z. Nishiyama, Martensitic Transformation: Academic Pres, London, 1978.
14. K. E. Easterling and D. A. Porter, Phase Transformation in Metals and Alloys, VNR Co. Ltd., London, 1982.
15. L. Kaufman and M. Cohen, Progr. Met. Phys., **7**, 165(1968).
16. F. Bunshah and R. F. Mehl, Trans. AIME, **197**, 1251(1953).

17. T. N. Durlu, Some Aspects of the Martensitic Transformations in Fe-Ni-C Alloys, Doktora Tezi, Oxford, 1974.
18. S. Ocak, Fe-%2Mn-%0,5Cr Alařımında Austenite-Bainite-Martensite Faz Dönüřümlerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2003.
19. L. Kaufman and M. Cohen, Progr. Met. Phys., **7**, 165-170(1958).
20. C. W. Wegst, Stahlschlüssel, Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH, 1986.
21. J. M. Oblak, R. H. Goodenow and R. F. Hehemann, Trans. AIME. **230**, 258,(1964).
22. L. C. Chang, Materials Sciences and Engineering, **A368**, 175-182, (2004).
23. W. F Smith. Structure and Properties of Engineering Alloys. McGraw-Hill Publishing Co. , 1981.
24. H. K. D. H. Bhadeshia, Bainite in Steels, Cambridge University Press, London, 1992.
25. A. B. Greninger and A. R. Troiano, Trans. AIMME.,**140**,307(1940).
26. K. Tsuzaki and T. Maki, Journal de Physique , Vol **5**, C8-61(1995).
27. A. Topbař, Isıl İşlemler, Yıldız Teknik Üniversitesi, Prestij, İstanbul, 1993.
28. K. J. Irvine and F. B. Pickering, J. Iron Steel Inst., **187**, 292(1957).
29. METALS HANDBOOK, Heat Teating, American Society For Metals, Metals Park, Ohio 44073, Vol. **4**(1981).
30. S. Büyükakkas, Fe-%40Ni-%2Mn Alařımında Isıl İşlem Süresi ve Sıcaklık Deęişiminin Austenite Yapıda Meydana Getireceęi Deęişiklikler ve Bunların Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Ankara, 2004.
31. A. Guy, Fundamentals of Physical Metallurgy. University of North Carolina, 1963.
32. M. Flemings and T. Koseki, The AISE Steel Foundation, Pittsburg, PA, 2003.

33. A.C. Keyser, Materials Science in Engineering. Bell&Howell, United States of America, 1980.
34. www.met_tech.com/sems_edu.htm
35. K. C. A. Smith, Annual Conference of the Electron Microscope Group of the Institute of Physics: EMAG'97, IOP Publishing Ltd., 1997.
36. H. J. Bargel, G. Schulze, Malzeme Bilgisi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 1993.
37. B. D. Cullity, (Çeviren: Ali Sümer), İTÜ, Teknik Üniversite Matbaası, Gümüşsuyu, 1996.
38. S. Gezici, Katıhal Kitabı, İTÜ, Teknik Üniversite Matbaası, Gümüşsuyu, 1996.
39. M. Dikici, Katıhal Fiziğine Giriş, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Yayınları, 71, 1993.
40. C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, 6th Edition, John Wiley & Sons, Inc., 1986.
41. G. M. Bancroft, An Introduction for Inorganic Chemist and Geochemist, Mcgraw-Hill Book Company, London, 1973.
42. O. C. Kistner ve A. W. Sunyar, Phys. Rev. Letters, **4**, 412(1960).
43. U. Gonser, Topics in Applied Physics, Springer, Verlag Berlin Heidelberg, Newyork, 1975.
44. K. S. Krane, Introductory Nuclear Physics, John Wiley and Sons Inc., Newyork, 1998.
45. A. Yıldız ve Ö. Genç, Enstrümental Analiz, Hacettepe Üniversitesi Yayınları, A-64, 1993.
46. Peter A. Thornton and Vito J. Colangelo. Fundamentals of Engineering Materials. Englewood Cliffs, New Jersey: Prentice-Hall., 1985.
47. T. N. Durlu, Katıhal Fiziğine Giriş, Ders Notu, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü, Ankara, 1989.

48. R. Askeland, Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri, 2. Cilt, Nobel Yayın, 1998.
49. C. M. Wayman, Some Applications of Shape- Memory Alloys, Journal of Metal, **129**,137(1980).
50. T. N. Durlu, Journal of Materials Science Letters, **11**; 702-705(1992).
51. İ. Akgün, A. Gedikoğlu and T. N. Durlu, Mössbauer Study of Martensitic Transformations in an Fe-29,6 %Ni Alloy. Journal of Materials Science. **17**, 3479-3483(1982).
52. J. Hesse, Ch. Böttger, A. Wukfe, J Sievert and H. Ahlers, Physica Status Solidi (a), **135**; 343-357(1993).
53. J. H. Yang, J. Chen and C. M. Wayman, Met. Trans. A **23**. 1439(1992).
54. M. Güner,. Fe-% 32Ni-% 0,4Mn Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri ve Bunların Bazı Fiziksel Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2003.
55. A. Sultan, High Temperature Corrosion of Steels Used in Petroleum Refinery Heaters, The Degree of Master Thesis, METU, 2005.
56. F. S. Chan, Y. D. Yao, S. H. Wang, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **304**, e464-e466(2006).
57. T. Kakeshita, T. Saburi, K. Kindo, S. Endo, Phase Transitions, Vol. **70**, 65-113(1999).
58. D. Jiles, Introduction to Magnetism and Magnetic Materials. Chapman&Hall, 1991.

ÖZGEÇMİŞ

1977 yılında Ankara'da doğdu. İlk ve orta öğrenimini Kahramanmaraş / Elbistan ilçesinde, lise öğrenimini ise Van / Erciş ilçesinde tamamladı. 1995 yılında girdiği Gaziantep Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Fizik Mühendisliği Bölümü'nden 2000 yılında mezun oldu. 2000-2003 yılları arasında Yüksek Lisans, 2003-2007 yılları arasında da Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalında Doktora öğrenimini tamamladı. Halen Kırıkkale Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak çalışmalarını sürdürmektedir ve evlidir.