

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS

Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn ALAŞIMINDAKİ

KRİSTALOGRAFİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN

İNCELENMESİ

RECEP ÖZCAN

ŞUBAT 2006

ÖZET

Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn ALAŞIMINDAKİ
KRİSTALOGRAFİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN
İNCELENMESİ

ÖZCAN, Recep

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Selçuk AKTÜRK

Şubat 2006, 56 sayfa

Bu tez çalışmasında, Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımında gözlenen perlite-austenite faz dönüşümlerinin yapısal, magnetik, ısısasal özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak incelenmiştir.

Fe-Ni-Cr-Si-Mn alaşımlarında yapılan çalışmalarda, austenite haldeki numunenin martensite faza geçişi ile ilgili pek çok fikir ortaya konmuş olmasına karşın, bu tür alaşımlardaki perlite yapının oluşumu pek ele alınmış bir konu değildir. Bu tez çalışmasında austenite- ferrite ikili oluşumundan ortaya çıkan perlite faz ve ısl işlem uygulanması durumunda da alaşımda oluşan austenite fazın sahip olduğu yapısal özellikler çeşitli yöntemler arıcılığı ile belirlenmiştir. Bu incelemeler sonucunda, ısl işlem uygulamadığımız numune içerisinde gelişi güzel bir şekilde

oluşmuş perlite yapının bulunduğu ve 24 saat ısı işlem uygulanıp daha sonrasında fırın içerisinde oda sıcaklığına kadar yavaş soğutulan numunedeki perlite yapıların tamamı ile austenite yapıya dönüşmüş olduğu Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) tekniği ile belirlenmiştir. Austenite ve austenite-perlite yapıların magnetik özellikleri ise Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak tespit edilmiştir. Mössbauer spektroskopisi ile elde edilen sonuçlara göre; austenite fazdaki numunenin paramagnetik, perlite fazdaki numunenin de ikili bir faz oluşum olmasından ötürü hem ferro magnetik hemde paramagnetik özellik sergilediği görülmüştür.

Bu perlite faza geçişin ne tür bir tepkime sonucunda gerçekleştiği de Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) kullanılarak bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: Fe-Ni-Cr-Si-Mn alaşım, austenite, perlite, SEM, DSC, Mössbauer Spektroskopisi.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF CRYSTALLOGRAPHIC
PHASE TRANSFORMATIONS
IN AN Fe-3,1Ni-0,6Cr-0,2Si-0,2Mn ALLOY

ÖZCAN, Recep

Kırıkkale University

Graduate School of Naturel and Applied Sciences

Department of Physics, M. Sc. Thesis

Supervisor: Asist. Prof. Dr. Selcuk AKTURK

February 2006, 56 pages

In this study; some physical properties especially morphologic and magnetic properties of Fe-3,1Ni-0,6Cr-0,2Si-0,2Mn alloy, in wich austenite and austenite- pearlite phase transformations are observed, have been investigated by using various physical characterisation methods.

There are lots of various studies about Fe-Ni-Cr-Si-Mn alloys, in wich austenite-martensite phase transformations, have been determined by using different physical methods but there aren't enough studies about physical properties of austenite and pearlite phases in these alloys. On the other hand there aren't lots of studies about perlite-austenite non-isothermal transformations. In this study we tried

to determine morphologic, magnetic and thermal properties of perlitic alloy, contains ferrite and austenite together. We have been investigated structural characterisations of pearlite and austenite phases by using Scanning Electron Microscopy (SEM). As a result, there were lots of randomly placed pearlite colonies in this sample before heating and we have seen that there was only austenite structure after we heated and cooled the sample to room temperature. The magnetic properties of austenite and austenite-pearlite forms are investigated by using Mössbauer Spectroscopy technique and their results revealed that austenite structure has paramagnetic, while pearlite structure has paramagnetic and ferromagnetic characterisations together as it has an eutectoid phase.

Some thermal properties transformations of the alloy have been determined by using Differential Scanning Calorimeter (DSC).

Key Words: Fe-Ni-Cr-Si-Mn Alloys, Austenite, Pearlite, SEM, DSC, Mössbauer Spectroscopy.

TEŐEKKÜR

Tezimin hazırlanması esnasında her türlü yardımını esirgemeyen ve bana büyük destek olan tez yöneticisi olan değerli hocam, Sayın Yrd. Doç. Dr. Selçuk AKTÜRK' e, bilimsel deney imkanlarını sonuna kadar bizlerin hizmetine sunan, Sayın Prof. Dr. Tahsin Nurlu DURLU' ya, tezimin hazırlanmasında birçok yardımını gördüğüm hocalarım Arş. Gör Şule OCAK' a ve son olarak büyük fedakarlıklarla bana maddi, manevi destek olan aileme teşekkür ederim.

SİMGELER DİZİNİ

f.c.c.	Yüz merkezli kübik yapı
b.c.c.	Hacım merkezli kübik yapı
b.c.t.	Hacım merkezli tetragonal yapı
h.c.p	Sıkı paketlenmiş hegzagonal yapı
P_s	Perlite dönüşümün başlama zamanı
P_f	Perlite dönüşümün bitiş zamanı
A_s	Austenite faza geçiş sıcaklığı
A_f	Austenite faza geçişin sona erdiği sıcaklık
T_0	fazların dengede bulunduğu sıcaklık
U	Toplam enerji
S	Entropi
G	Gibbs serbest enerjisi
ΔG	Gibbs serbest enerji farkı
T_C	Curie sıcaklığı
χ	Magnetik alınganlık
χ_A	Paramagnetik alınganlık
m	Elektronun Kütlesi
c	Işık hızı
B	Uygulanan magnetik alan şiddeti
M	Mıknatıslanma
ω, ν	Frekans

Z	Elektron sayısı
e	Elektrik yükü
μ	Magnetik moment
$\langle r^2 \rangle$	Elektronların çekirdek etrafındaki ortalama uzaklıkları
ρ	Yük yoğunluğu
H	Dış magnetik alan
k	Boltzmann sabiti.
E_U	Uyarılmış durumun enerjisi.
E_T	Taban durumun enerjisi.
E_G	Geri tepme enerjisi.
h	Planck sabiti.
δ	İzomerik kayma.
x_0	Denge uzaklığı.
I	Çekirdek spini.
δ_p	Perlite fazın izomer kayması.
δ_A	Austenite fazın izomer kayması.
a, b, c, α , β , γ	Örgü parametreleri

KISALTMALAR

T.T.T.	Zaman-Dönüşüm- Sıcaklık
C.C.T.	Sürekli-Soğutma- Dönüşümü
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	Geçirmeli Elektron Mikroskobu
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.2.1. Uyarılmış durumdan taban duruma geçiş.....	35
Şekil 2.2.2. Yayınlanma ve soğurma çizgileri.....	36
Şekil 2.2.3.a. ⁵⁷ Fe'in taban ve uyarılmış durumdaki düzeylerinin Magnetik alandaki yarılmaları.....	39
Şekil 2.2.3.b. Yarılmalar sonucu Mössbauer Spektrumunda oluşan çizgiler.....	40
Şekil 3.1. Isıl işlemden önceki Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımındaki perlite oluşumlarını gösteren SEM görüntüleri.....	44
Şekil 3.2. 1100 °C' de 24 saat ısıl işlem gördükten sonra fırın içerisinde yavaş soğumaya bırakılan Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2 Mn alaşımında oluşan austenite fazı gösteren SEM görüntüleri.....	45
Şekil 3.3. Isıl İşlem Görmemiş Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumları.....	46
Şekil 3.4. 1100 °C' de 24 saat ısıl işlem görmüş Fe-%3,1-%0,6Si-%0,2Si- %0,2Mn alaşımının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumları.....	47
Şekil 3.5. 1100 °C' de 24 saat bekletildikten sonra fırın içerisinde oda sıcaklığına kadar soğutulan Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn numunesinin DSC grafiği.....	48
Şekil 4.1. Saas Fee region	52
Şekil 4.2. The Millennium Wheel, London Eye.....	53

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	v
SİMGELER DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
1.GİRİŞ.....	1
1.1.Çalışmanın Amacı.....	2
1.2.Metal ve Alaşımlar İçin Genel Bilgiler.....	3
1.2.1. İdeal Kristal Yapılarındaki Örgü Çeşitleri.....	3
1.2.2. Metallerdeki Kristal Yapı Kusurları.....	4
1.3. Faz Dönüşümleri.....	7
1.3.1. Perlite Dönüşümleri.....	7
1.3.1.1. Perlite Dönüşümlerinin Genel Özellikleri.....	8
1.3.1.2. Perlite Dönüşümlerinin Yapısal Özellikleri.....	9
1.3.1.3. Perlite Dönüşümlerinin	
Kristalografik Özellikleri.....	11
1.3.1.4. Perlite Dönüşümlerinin Mekanik Özellikleri.....	11
1.3.2. Yapı Kusurlarının Perlite	
Dönüşümlerine Etkisi.....	12
1.3.3. Perlite-Austenite Faz Geçişlerinin Kinematik Modeli.....	13
1.3.4. Perlite-Austenite Faz Dönüşümünün Kinetik Özellikleri.....	14

1.4. Fe-Ni-Cr-Si-Mn Alařımlarında Gzlenen Genel Faz	
Dnřmleri.....	16
1.5. Alařım Elementleri ve Fe Bazlı Alařımlara	
Saęladıęı zellikler.....	17
1.5.1. Karbon Elementinin Fe Bazlı Alařımlara Saęladıęı zellikler.....	17
1.5.2. Silisyum Elementinin Fe Bazlı Alařımlara Saęladıęı zellikler.....	18
1.5.3. Mangan Elementinin Fe Bazlı Alařımlara Saęladıęı zellikler.....	18
1.5.4. Krom Elementinin Fe Bazlı Alařımlara Kattıęı zellikler.....	19
1.5.5. Nikel Elementinin Fe Bazlı Alařımlara Kazandırdıęı zellikler.....	19
1.6. Metallerin Magnetik zellikleri.....	20
1.6.1. Diamagnetizma.....	21
1.6.2. Paramagnetizma.....	22
1.6.3. Ferromagnetizma.....	23
1.7. Kaynak zetleri.....	24
2. MATERYAL VE YNTEM.....	30
2.1. Materyal.....	30
2.1.1. SEM İncelemeleri İin Numunelerin Hazırlanması.....	30
2.1.2. Mssbauer Spektrometresi İin	
Numunelerin Hazırlanması.....	31
2.1.3. DSC lmleri İin Numune Hazırlanması.....	31
2.2. Yntem.....	31
2.2.1. Mssbauer Spektrometresi Sistemi.....	32
2.2.1.1. Mssbauer Olayı.....	34
2.2.1.2. İzomer Kayma.....	37
2.2.1.3. Mssbauer Spektrumları.....	38

2.2.2. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçüm Sistemi.....	40
2.2.3. SEM Hakkında Genel Bilgi.....	42
3. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	43
4. SONUÇ ve TARTIŞMA.....	49
KAYNAKLAR.....	54

1. GİRİŞ

Metallerin yapısal özelliklerinin anlaşılması ve araştırılması yeni gelişmeler sağlanabilmesi anlamında büyük bir öneme sahiptir. Sert bir malzeme olan demirin çeşitli dış etkiler uygulandığı taktirde daha da sertleştirilebildiği bilinmektedir. Son bir asır boyunca da, malzeme bilimi ile uğraşan araştırmacılar, uygulanan fiziksel etkiler sonucunda metalin kristal yapısında önemli değişiklikler olduğunu ve demirin sertlik kazanmasının nedeninin kristal yapıdaki değişimlerden kaynaklandığını göstermişlerdir. Soğutulan ve dövülen yumuşak demirde ve demir içerikli malzemelerde çeşitli mikro yapıların oluştuğunu ilk defa Alman bilim adamı Martens bulmuştur ve bulunan bu yeni mikro yapıları *martensite kristalleri* adı verilmiştir^(5,4,1). Austenite ana yapı içerisinde, uygulanan fiziksel etkenler sonucu ortaya çıkan bu türden faz dönüşümleri, malzemenin fiziksel özelliklerinde önemli değişikliklere neden olduğu da görülmüştür. Martensite fazın austenite içerisinde oluşumunun tespiti, benzer faz dönüşümlerinin araştırılması ve anlaşılması konusunda da atılan ilk adım olmuştur.

Faz dönüşümleri ilk defa demir alaşımlarında gözlenmiş ve demirin hem üretim anlamında sıkça kullanılan bir malzeme olması, hem de maliyetinin düşük olmasından dolayı, bu konu ile ilgili çalışmaların çoğu da bu alaşımlar üzerinde gerçekleştirilmiştir. Başlangıçta yalnızca Fe ve alaşımlarında olduğu sanılan bu dönüşümlerin, pek çok metal ve metal alaşımlarında da oluşabildiği bulunmuştur⁽¹⁾

Malzemelerde meydana gelen faz dönüşümleri iki şekilde gerçekleşmektedir. Eğer dönüşümü sırasında, kristali oluşturan atomların birbirine göre konumları yada komşulukları değişecek meydana gelen yeni bir faz söz konusu ise bu oluşum

difüzyonlu faz dönüşümü adını almaktadır. Diğer bir durumda ise atomların birbirlerine göre konumları değişmeden meydana getirdikleri yeni bir oluşum söz konusu ise bu durum *difüzyonsuz faz dönüşümü* olarak anılmaktadır.

1.1. Çalışmanın Amacı

Günümüzdeki gelişmeler ve bunun sayesinde yapılan çalışmalarda elde edilen yeni sonuçlardan da anlaşılacağı üzere; metaller teknolojik anlamda büyük bir öneme sahiptirler. Metallerin uygulama alanında tam olarak kullanılabilmesi için tüm özelliklerinin bilinmesi şarttır. Çeşitli faz dönüşümü sergileyen bu alaşımların yapısal, kristalografik, kinetik, manyetik ve mekanik özelliklerinin incelenmesi bu bakımdan gereklidir.

Bu yüksek lisans tez çalışmasında da Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımında ısıl işlem süresi, ısıl işlem sıcaklığı ve soğutma hızının etkisi sonucu alaşımın kristalografik, termal ve magnetik özelliklerini nasıl etkilediğini çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak ortaya konmuştur. Buradan elde edilen sonuçlar ışığında, bir yandan bu tür perlitte oluşumunun bahsedilen fiziksel özellikleri belirlenmesinin yanı sıra daha önce yapılan çalışmalarda elde edilen sonuçlarla karşılaştırma yapılmış ve beklenen durumların gerçekleşip gerçekleşmediği de tespit edilmiştir.

1.2. Metal ve Alařımlar İin Genel Bilgiler

İncelemiř olduėumuz Fe bazlı alařımın ve diėer Fe bazlı alařımlarda bulunan rg çeřitleri ve kristal yapı kusurları ile ilgili genel bilgiler bu kısımda verilmiřtir.

1.2.1. İdeal Kristal Yapılarındaki rg Çeřitleri

Metaller katı durumda iken kristal yapıdadırlar, yani metali oluřturan atomların  boyutlu olarak belli bir dizilime sahiptirler. Bu Őekildeki dizilimden farklı olarak, geliřigzel bir dizilime sahip yapıda *amorř* olarak anılmaktadır. Amorř yapıdaki atomlar ve molekller tamamı ile dzensizdirler.

Metal kristallerinde, pozitif iyon korları ile onları evrelemiř durumda bulunan elektron bulutu arasında elektrostatik ekme kuvvetleri ve eř ykl korlar arasında da itme kuvvetleri yapının oluřumundaki en nemli parametrelerdir. Artan atomlar arasında uzaklık ile her iki etki de azalmaktadır ve belirli bir x_0 uzaklıėında ise bu itme ekme kuvvetleri tam denge durumundadır.

Buradaki x_0 ifadesi denge durumunda bulunan iki atom arasındaki olası uzaklık deėerlerinin minimumudur ve bu deėer her metal iin farklıdır.

Belli bir dzende dizili olan ve denge durumundaki atomların merkezlerinin birleřtirilmesi sonucu elde edilen yapı *kristal rgs* yada *hacim rgs* olarak adlandırılır. Kristal rgs, ard arda gelerek kendisini oluřturan bir *birim hcre* olarak ta anılan basit geometrik Őekiller yardımıyla tanımlanabilmektedir. Bu yapıyı oluřturan birim hcrede, bir eksen takımı zerinde; x, y ve z eksenleri zerinde, komřu iki atom arası uzaklıklar ve bu ifadeler arasındaki a deėerleri aracılıėı ile belirlenebilir. Komřu atomlar arası uzaklık deėerleri a, b ve c Őeklinde temsil edilir

ve örgü parametreleri adını alır, benzer şekilde bu örgü parametreleri arasındaki açılarda; α , β ve γ ile temsil edilmektedirler.

Birim hücrelerin dizilimlerine göre olası yedi temel kristal sistemi mevcuttur. Bu kristal sistemlerinden de kübik, tetragonal ve hegzagonal sistemler, Fe içerikli alaşımlar bakımından en çok öneme sahip olanlardır.

$$\text{Kübik sistem} \quad \rightarrow \quad a = b = c; \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^0$$

$$\text{Tetragonal sistem} \quad \rightarrow \quad a = b \neq c; \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^0$$

$$\text{Hegzagonal sistem} \quad \rightarrow \quad a = b \neq c; \quad \alpha = \beta = 90^0, \gamma = 120^0$$

Metal malzemelerde en çok karşılaşılan örgü türleri; yüzey merkezli kübik kristal (f.c.c.), hacim merkezli kübik kristal (b.c.c.), sıkı paketli hegzagonal (h.c.p.) örgüleridir.

Alaşımlarla yapılan çalışmalarda elde edilen bazı özellikler, yapının sahip olduğu birim hücre şekli ile bağdaştırılabilir. Örnek vermek gerekirse; f.c.c. yapıya sahip malzemelerde h.c.p. düzlemleri de bulunmaktadır ve bu durumun sonucu olarak ta sistemin şekil değiştirebilirliği hakkında önemli etkenlerden biriside bu durumdur⁽²⁸⁾.

1.2.2. Metallerdeki Kristal Yapı Kusurları

Gerçek hacim örgüsünde tekrarlanan kristal yapıyı bozucu herhangi bir durumun bulunmadığı kristal yapı, *ideal kristal* olarak adlandırılır. Gerçekte hiçbir kristal ideal kristal yapısına sahip değildir, gerek çevresel faktörler, gerekse yapı içi etkileşmeler sonucunda yapının bazı bölgelerinde kusurlar oluşmaktadır. Bu şekilde kusurları bünyesinde barındıran kristal yapıya *gerçek kristal* adı verilir. Metal yapı içerisinde bu gerçek ve ideal kristallerin atomik düzen içerisinde çakışık olarak karşımıza çıkabilmektedir. Bu türdeki bölümleri Frank(1951), *iyi kristal* olarak tanımlamıştır.

Benzer şekilde, kristal yapıda yerleşik diğer kusurların bulunduğu bölgelere de *kötü kristal* adını vermiştir.

Kristal yapı kusurları, bozulmuş bölgelerin sıfır, bir veya iki boyutta olmasına göre noktasal, çizgisel ve hacimsel kusurlar şeklinde sınıflandırılabilirler.

Kusursuz bir kristal örgüsünde, komşu iki atom arasındaki denge durumundaki minimum uzaklık olan x_0 ' dır. Aynı zamanda bu durumdaki örgüde, iki atom arasındaki bağ enerjileri en düşük değere sahiptir. Örgü yapısındaki her kusur, atomların bir kısmının arasındaki uzaklığın x_0 mesafesinde kalmamasına neden olur, bu durumda da yapının serbest enerjisi de daha yüksek bir değere çıkmış olur.

Bağ enerjisi, iki atomu 0°K derecede birbirinden ayırmak için gerekli olan enerjiye eşittir. 0°K sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklardaki bağ enerjisi ile atomların ısısal titreşimlerinden doğan kinetik enerjinin toplamı, sistemin *iç enerjisini* oluşturmaktadır. Bir sistemin sahip olduğu serbest enerjide $F = U - TS$ ifadesi ile bulunabilir. Buradaki F serbest enerji, U içi enerji, T sıcaklık ve S entropi değerlerini temsil etmektedir. Belirli bir T sıcaklığındaki malzeme sahip olabileceği minimum enerji değerine sahipse, bu durumda *termodinamik denge* söz konusudur. Bu sıcaklık değerinin üzerindeki bir sıcaklıkta malzeme yine bir denge durumuna sahipse, bu durumda *yarı karalı denge* olarak adlandırılır. Malzemenin serbest enerjisi, her durum ve oluşumda bir minimum değere sahip olma eğilimdedir. Bu yüzden ek bir enerji verilmesi durumunda atom mevcut durumunu terk edebilir. Böylece kristal yapıdaki kusurların çevresinde belirli bir sayıdaki atom yarı denge durumunda bulunmaktadır⁽²⁸⁾.

Noktasal kusurlar, tamamı ile *iyi kristal*' e sarılmış durumdadır, eğer bir kristal yalnızca noktasal kusurlar içeriyorsa bu kristalin atomları ile ideal referans kristalinin

atomları arasında *bire bir* çakışma gözlemlenir. Böyle bir çakışma, çizgisel kusurların bulunduğu kristaller için geçerli değildir⁽²⁸⁾.

Noktasal kusurlar iki şekilde karşımıza çıkmaktadır. İlk olarak bir atomun bulunması gereken yerde bulunmaması ile oluşan *boşluk türü kusur*, ikinci olarak ta bir atomun bulunması gereken yerden farklı bir yerde bulunması ile oluşan *ara yer kusuru*dur. Boşluk türü bir kusur oluştuğunda, çevredeki tüm atomlarda bu durumdan etkilenir. Bu tür bir kusur, elastik zorlanma alanı ile eksi bir basınç merkezi olarak düşünülebilir. Noktasal yapı kusurlarının atomik yerleşimi ve enerjileri sınırlı sayıdaki metaller için gerçekleştirilebilmiştir. Bu tür yapılarda kristalin katı atomik kürelerden oluşmuş gibi yapılaştığı ve bu kürelerin birbirlerine degecek şekilde yerleştiği düşünüldüğünden *boşluk türü* yapı kusuru etrafında çok büyük uzaklaşmalar olmaz. Ancak fazladan atoma yer açabilmek için *ara yer türü* atomun etrafında, denge haline göre çok büyük kaymalar gözlenir.

Noktasal kusurların önemli karakteristikleri, oluşum serbest enerjileri ile hareket serbest enerjileridir. Oluşum serbest enerjisi, dengede oluşan kusur sayısını kumanda eder, ikinci olarak hareket serbest enerjisi de, kusurun yapıdaki hareketliliğinin ölçüsüdür. Kristalde meydana gelen çizgisel yapı kusurları da *dislokasyonlar*dır.

Dislokasyonların basit bir tanımı; birbirlerine göre kaymış iki kristal hacmini birbirinden ayıran çizgi süreksizliği şeklinde verilebilir. Bu tanıma göre dislokasyonlar ya kristalin sınırında başlayıp veya bitmeli, ya da içeride kapalı bir çizgi veya bir karmaşık düzenin parçası olmalıdır. Dislokasyonlar temel olarak kendisine ait bir *Burgers* vektörü ile karakterize edilir. Dislokasyonlar da *Burgers* vektörünün durumuna göre farklı şekillerde karşımıza çıkmaktadırlar. Bu iki kusur; yani noktasal kusurlar ve dislokasyonlar metallerde en çok karşılaşılan kusurlardandır.

Hacımsal yapı kusurları da, *ikizlenme* (twinning) ve *kayma* (slip) türü bozukluklardır ve üç boyutlu oluşumlar olarak ortaya çıkarlar. Kayma türü yapı bozuklukları, kristali oluşturan atomik dizilim bozulmaksızın, Kristalin iki bölümünün kayma düzlemi olarak bilinen düzlem üzerinde atomik uzaklıklar düzeyinde kaymaları şeklinde ortaya çıkar. İkizlenmeler de yine kristalin bir bölümü diğer bölüme göre hacımsal olarak yer değiştirmekle birlikte, bu oluşan hacımsal yer değiştirmeler atomlar arası uzaklığın tam katları şeklinde gerçekleşmemektedir. Her bir kristal yapı için ortaya çıkacak olan kayma ve ikizlenme türü yapı bozukluklarının üzerinde oluşturdukları düzlemler ve bozukluğun oluş doğrultuları belirlidir⁽¹⁴⁾.

1.3. Faz Dönüşümleri

Malzemelerde bainite, martensite, ferrite, sementite ve perlite faz sıklıkla karşılaşılan oluşumlardır. Bu fazlarda austenite haldeki malzemenin soğutulması veya çeşitli fiziksel etkiler sonucunda ortaya çıkmaktadırlar. İncelemiş olduğumuz malzemede de, izotermal olarak ortaya çıkan ve austenite fazdan sonra en yüksek sıcaklık değerinde görülen perlit faz mevcuttur. Dolayısıyla tezin bu kısmında perlite fazla ilgili çeşitli özellikler verilmiştir.

1.3.1. Perlite Dönüşümleri

Perlite faz, en genel haliyle tek bir fazdan iki fazın ayrılması sonucu ortaya çıkan bir oluşumdur. Yapı içindeki mevcut fazlar ferrite ve sementite fazlardır. Bu tür perlite yapıdaki malzemelerin genelde sahip oldukları mekaniksel, kristalografik, yapısal ve kinetik özellikleri bu kısımda verilmiştir.

1.3.1.1. Perlite Dönüşümlerinin Genel Özellikleri

Perlite yapı çoğunlukla oda sıcaklığında termal veya izotermal olarak soğutulmuş Fe alaşımlarında gözlenmektedir. Sementite (Fe_3C) ve ferrite (Fe'nin b.c.c. yapısı) içeren iki fazlı bir mikro yapı oluşumudur.

Ötektoid çelikler ötektoid karbid ve perlit yapıları üretirler. Ötektoid yapı, bir üç faz reaksiyonudur⁽¹⁶⁾. Bu reaksiyonda bir katı faz farklı iki katı faza dönüşmektedir. Ötektoid oluşumlu austenite yapıdan bir miktar ferrite yapı ayrılır. Bu yapıya *preötektoid ferrite* denir. Preötektoid ferrite yapı yapılan mikroskop çalışmalarında şekil olarak beyaz ve kütleli olarak görülür⁽²¹⁾.

Austenite yapıdaki çeliğin soğutulması ile meydana gelebilecek yapılar; zaman-sıcaklık-dönüşüm (TTT) ve sürekli-soğutma-dönüşümü (CCT) diyagramları yardımı ile kolaylıkla açıklanabilmektedir.

TTT diyagramları ile faz dönüşümlerinin başladığı ve bittiği çizgileri, azalan sıcaklıkla oluşan martensite dönüşümünü, austenite yapının olduğu sıcaklığı ve çeliğin tüm kompozisyonunu bulabilmekteyiz. Aynı çelik malzeme, farklı sıcaklıklarda farklı kompozisyonlarda bulunduğundan, farklı diyagramlar elde ederiz. Malzeme içerisindeki bütün karbürler çözüne kadar, artan sıcaklıkla austenite kompozisyonu değişeceğinden; farklı austenite sıcaklıkları da diyagramların değişmesine sebep olmaktadır. Tüm bunların yanı sıra, tüm karbürler çözüldükten sonra artan sıcaklık austenite tane boyutlarının artmasına sebep olur ve bu durum dönüşüm diyagramı için çok etkilidir. TTT diyagramları bize, çeliğe uyguladığımız ısıl işlem sırasında, yapı içerisinde meydana gelen değişimlerin genel bir görüntüsünü vermektedir.

CCT diyagramları da, ısıtma işlemi tabii tuttuğumuz malzemenin mikro yapı haritasını çıkarmamıza imkan sunar. CCT diyagramları daha öncede söylendiği gibi sürekli soğutmada zaman- sıcaklık-dönüşüm diyagramıdır ve elde etmiş olduğumuz eğriler bize farklı sıcaklıklardaki soğutma koşullarını görmede yardımcı olmaktadır. TTT diyagramları, soğutma koşullarına bağlı olarak yapının mekaniksel özelliklerinin soğutma koşullarına göre ne gibi değişimlere uğradığını görmemizi sağlaması açısından son derece önemlidir^(8,6).

Malzemeyi şayet Ötektoid sıcaklığının hemen altındaki bir sıcaklığa soğutulacak olursak; austenite yapıyı da çok az miktarda soğutmuş oluruz. Perlite yapının oluşması için gerekli olan kararlı ferrite ve sementite yapının oluşması için uzun bir zaman gereklidir. Bu türde bir yapının; yani perlite yapının başlangıç zamanına (P_s) yaklaşıncaya kadar başlamaz. Perlite büyümeye başladıktan sonra atomlar hızlı bir şekilde kaba perlite yapıyı oluştururlar. Bu yapının dönüşümü de, perlite bitiş zamanı olan P_f 'de tamamlanır.

1.3.1.2. Perlite Dönüşümlerinin Yapısal Özellikleri

Perlite yapı, ferrite ve bainite yapı aralığında oluşan bir fazdır ve Fe-C sisteminde gelişen ferrite (b.c.c.)- sementite (Fe_3C)' den oluşan tabakalı bir yapıdır. Tabakalı yapı ise; ötektoid veya ötektit gibi belirli üç faz reaksiyonları esnasında oluşan ince bir faz tabakası şeklindedir. Perlite yapısındaki tabakalarda bulunan demir karbon atomları, katı austenite yapı oluşturacak şekilde difüzyonlu bir dönüşüme uğrarlar⁽¹²⁾.

Ferrite ve karbür içerikli yapının büyümesi, austenite tane sınırında başlar. İki faz birden içeren tabakalı yapı tane içine doğru büyür ve bu büyüme olayı karbon yapıdan ayrıldığı zaman gerçekleşir. Eğer soğutma yavaş olarak yapılmış ise, karbon atomları daha uzun mesafelere difüze edilebilir. Böylelikle daha kalın tabakalı olan *kalın perlite(coarse)* yapısı oluşur. Hızlı soğutma yapılması durumunda da, normal olarak karbon atomları daha kısa mesafelere difüze edilebilir ve bunun sonucu olarak ta *ince perlite* oluşur⁽²¹⁾. Bir başka deyişle; austenite yapı düşük sıcaklıklara soğutulduğu zaman, perlite oluşumu hızlı bir şekilde gerçekleşir ve perlite başlama zamanı (P_s) kısalır ve difüzyon da yavaşlar, bu nedenle de atomlar daha kısa mesafelere difüze olurlar ve ince perlite oluşur. Büyüme hızının yavaş olmasına rağmen, hızlı perlite oluşumundan dolayı dönüşüm için gerekli tüm zamanda kısalmış olur. Malzemelerin izotermal dönüşüm sıcaklıklarını daha önce de söylediğimiz gibi TTT ve C-eğrilerinden bulabilmekteyiz benzer şekilde bu eğrilerden aynı zamanda; dönüşüm için gerekli olan zamanı (P_F-P_S) ve oluşan yapının inceliği de bulunabilir⁽¹²⁾.

Daha önce yapılan çalışmalardan faydalanarak; %0,45 C içerikli bir Fe alaşımını ele alacak olursak ilk önce belli bir sıcaklıkta preötektoid ferrite ve kalın ferrite yapı oluştuğu gözlenebilir. Daha sonra, sıcaklık düştükçe TTT eğrisinin burun bölge sıcaklığının üzerinde perlite yapı oluşur ve sıcaklık daha da düşürüldüğü zaman bainite ve martensite yapılar ortaya çıkar⁽²¹⁾.

Fe alaşımlı malzemedeki perlite, bainite veya ilk oluşumların meydana gelmesini önlemek için kararlı austenite bölgesinden çok hızlı bir soğutma işlemi uygulanmalıdır. Ötektoid çeliklerde istenilen sağlamlığı yada sertliği sağlayacak olan

martensite yapıya dönüşümü sağlayacak olan reaksiyon; austenite yapı 220°C' nin altına soğutulduğu zaman başlamaktadır⁽¹²⁾.

1.3.1.3. Perlite Dönüşümlerinin Kristalografik Özellikleri

Perlite karakteristik olarak karışık tabakalardan oluşmaktadır. Ferrite ve karbür birleşmesinden ibarettir. Ancak ferrite ve karbür karışıklı bir yapı diğer reaksiyonlar tarafından da oluşturulabileceği için mikro yapı her zaman tabakalı olmayabilir. Buna bağlı olarak değişim özellikleri de farklı olmaktadır⁽²¹⁾.

Normal şartlar altında perlite yapının büyümesi, taneler veya taneler grubu şeklinde gerçekleşmektedir. Her tane içerisindeki kristal yapının dizilimleri de benzerdir. Bu yeni oluşumun kristallerinin büyümesi austenite yapıyı barındıran tanelerin sınırlarında, çok kolay gerçekleşmektedir. Düşük sıcaklıklardaki austenite yapının oluşum miktarına bağlı olarak; şayet düşük austenite sıcaklıkları kullanılacak olursa austenite yapıların taneleri küçültülmüş olur ve böylelikle daha fazla perlite yapı oluşturulmuş olur⁽¹²⁾. Perlite yapı elektron mikroskopisi ile incelenebildiği gibi ışın mikroskoplarında da incelenebilir⁽¹⁴⁾.

Perlite yapı demir ve çelik teknolojisinde ortak olarak kullanılmaktadır. Uygun bir ısıl işlem uygulandığında tüm çeliklerde perlite yapı oluşturulabilir⁽²¹⁾.

1.3.1.4. Perlite Dönüşümlerinin Mekanik Özellikleri

Perlite yapının mikroskop görüntüleri dikkatli bir şekilde incelendiğinde, sementite yapının ferrite yapı tarafından kuşatıldığı görülebilir. Bu nedenle ferrite yapıyı içerisinde bulunduran bu yapı ile ferrite yapı içerikli bir malzemenin mekanik

özellikleri farklılıklar göstermektedir. Ferrite yapıdaki bir malzeme daha yumuşak ve elastik bir yapı gösterirken yine ferrite içerikli olan bu yapı ise sementite yapıdan dolayı daha sert ve kırılıgandır⁽²²⁾.

Malzemenin bu sertlik derecesine katkı sağlayan diğeri bir faktör de ince yapıdaki perlite oluşum miktarıdır. Sonuç olarak, malzemenin sertlik miktarını soğutma hızı ile isteğimiz doğrultusunda ayarlamamız mümkün olmaktadır⁽¹²⁾.

1.3.2. Yapı Kusurlarının Perlite Dönüşümlerine Etkisi

Gerçek kristaller, atomik yapılarında kusur içeren kristallerdir ve bu kusurlar kristalin belirli bölgelerinde eksik ve düzensiz olarak yerleşen atomların oluşturduğu yapılardır. Kristal kusurları noktasal, çizgisel, yüzey ve hacim kusurları olarak isimlendirilirler. Eğer kusur kristalde boydan boya bir çizgi boyunca uzanıyorsa buna çizgisel kusur, genel anlamda dislokasyon denir. Bu tür kusurlar metallerin mekanik ve morfolojik özelliklerini büyük ölçüde etkiler. Dislokasyonların oluşum özellikleri ve türü Burgers vektörü ile tanımlanır. Burgers vektörü, belirli bir kristal düzlemindeki atomlar çizgisel boyutta konumlarını değiştirdiğinde, kristal sınırını tamamlayan bir vektördür. Kristal yapıda elastik olarak zorlanmış bölgelerde depolanmış enerjinin büyüklüğü, birim hacim başına zorlanmanın karesi ile orantılıdır. Belirli bir nokta için zorlanma Burgers vektörünün karesi ile orantılı olduğundan toplam zorlanma enerjisi de Burgers vektörü ile orantılı olur⁽¹⁷⁾.

Alaşımındaki faz dönüşümlerini oluşturmanın bir diğeri yolu da; atomların toplu hareketi sağlayabilecek bir dış zor uygulanmasıdır. Dolayısı ile Fe içerikli bir malzeme de perlit (ferrite-Fe₃C) faz dönüşümleri ısıl işlemlerle sağlanabileceği gibi, deformasyon sonucu oluşturulan kayma türü yapı değişimleri ile de

sağlanabilmektedir. Bunun dışında gerek perlite fazdaki çekirdeklenme miktarı ve büyüklüğü, gerekse diğer faz geçişlerindeki ürün fazın sahip olacağı oluşumu ve miktarı yapı kusurları ile yakından ilişkilidir. Bu faz dönüşümlerindeki etkisinin yanı sıra, kristal yapı kusurları, denge halindeki fazın mekaniksel, termal ve magnetik özellikleri üzerinde de belirleyici bir etkisi vardır. Örneğin Fe in bazı dönüşüme uğramış alaşımlarındaki yapı kusurlarının, malzemenin sertliğine ve diğer fiziksel özelliklerine katkı sağladığı bilinmektedir⁽¹⁾.

Bu dış zor altındaki kristal yapı malzemelerde, plastik şekil değiştirme büyük ölçüde dislokasyon hareketlerinden doğan kayma ile oluşan bir durumdur. Dislokasyonların en kolay hareket ettiği doğrultular Burgers vektörünün en kısa olduğu dolayısıyla, atomların en sık dizildiği doğrultulardır⁽¹³⁾. Bir f.c.c kristalinde atomların en sık dizildiği düzlemler ailesi {111} dir. Bunların üzerinde atomların en sık dizildiği ve Burgers vektörünün en kısa olduğu doğrultular <110> ailesine aittir⁽²²⁾.

1.3.3. Perlite-Austenite İzotermal Dönüşümlerinin Kinetik Teorisi

Austenitleşme olayı, 900 °C üzerinde ısıl işlem uygulandığı takdirde Fe alaşımlarında mutlaka ortaya çıkan bir durumdur. Malzemelerin incelenmesinde çokça karşılaşılan bir oluşum olmasına karşın, bu ürün halde bulunan fazın üzerindeki ilgi, diğerlerine nazaran çok sınırlı düzeyde kalmaktadır. Bunun nedeni de; kullanılmakta olan malzemelerin genellikle bu ısıl işlemden sonraki etkilerle elde edilen fazları içermesidir. Aslında ısıl işlemden sonra elde edilen austenite fazın yapısı bundan sonra oluşturulmak istenen yapının temelini oluşturmaktadır. Yani incelenecek olan herhangi bir alaşımdan elde edilen austenite faz, aslında tüm

işlemleri sona erdirdiğimizde edilecek olan malzemenin mikrokristal yapısının ve mekaniksel özelliklerinin belirleyicisidir⁽²⁵⁾.

Avrami modellemesi genellikle izotermal durumlarda kullanılan bir yaklaşım olmakla birlikte aynı modelleme perlitte fazdan austenite faza geçiş içinde başarıyla uygulanabildiği H. K. D. H. Bhadeshia tarafından ortaya konmuştur. Ancak bu modelleme genelde başarılı olmasına karşın pratikle örtüşmeyen durumlarda mevcuttur. Yapılan bu modellemelerle birlikte deneysel ölçümler arasındaki farklılıklar ancak daha çok çalışma yapılmak suretiyle kapatılabilmektedir⁽²⁴⁾.

1.3.4. Perlite - Austenite Faz Dönüşümünün Kinetik Özellikleri

Bir malzemenin sıcaklığı yeterince arttırıldığı veya azaltıldığı takdirde, yeni bir kristal yapıya veya katı bir faza geçiş sağlanmış olur. Bu dönüşüm olayı da, oluşum sonrası ve öncesi yapının sahip olduğu serbest enerjiler arasındaki fark ile kolayca açıklanabilmektedir. Her malzeme oluşum koşullarına, içerdiği elementlerin cinsine ve denge durumundaki sıcaklığa bağlı olarak bir serbest enerji değerine sahiptirler. Belli bileşenlere sahip bir alaşım için yapının sahip olduğu serbest enerji değişimi;

$$\Delta F^{A \rightarrow P} = F^P - F^A$$

ifadesi ile temsil edilebilir. Burada F^A austenite fazın, F^P perlitte fazın sahip olduğu serbest enerjisi olarak düşünülebilir. Isısal etki sonucunda oluşan bir dönüşümün başlayabilmesi için, austenite haldeki yapının yapını sıcaklığı austenite ve ferrite ikili fazının dengede bulunduğu sıcaklığa kadar soğutulmalıdır. Bu şekilde malzeme, yüksek sıcaklıktaki karalı bir oluşum olan austenite fazından, daha düşük sıcaklıkta

denge durumunda bulunan duruma geçer. Böylece yapının sahip olduğu serbest enerji değeri de azaltılmış olur. Yapıdaki bu serbest enerji farkı da yapıdaki dönüşümü sağlayacak olan sürücü kuvveti oluşturmaktadır.

$$F = E - T S$$

İfadesi numunenin serbest enerji değeridir. Buradaki F Helmholtz serbest enerjisi olarak bilinir, E değeri toplam potansiyel ve kinetik enerji değeridir, T mutlak sıcaklık ve S entropidir. Sıcaklığın ve basıncın sabit olması durumunda Helmholtz serbest enerjisi Gibbs enerjisine bağlı şekilde yazılabilmektedir.

$$G = E - TS + PV$$

Herhangi bir oluşumun dengede bulunduğu sıcaklık T_0 olarak tanımlanmaktadır. Bu denge sıcaklığında iki serbest enerjileri farkı sıfırdır. Bu T_0 sıcaklığının altında fazların serbest enerjileri farkı sıfırdan büyüktür. Perlite fazın enerjisi daha küçük olduğundan, minimum yasası gereği perlite faz daha kararlıdır. Denge sıcaklığının üzerindeki değerlerde de bu fark negatif bir değere sahiptir ve bu durumda da yine minimum kuralına göre bu kez austenite daha kararlıdır.

Perlite ve austenite fazlar arasındaki Gibbs serbest enerjisi farkı $\Delta G^{A \rightarrow P}$ perlite fazın dönüşüm sıcaklığı olan P_S değerine bağlı olarak;

$$\Delta G^{A \rightarrow P} = \Delta S^{A \rightarrow P} (T_0 - P_S)$$

Şeklinde verilebilmektedir. Buradaki $\Delta S^{A \rightarrow P}$ değeri, perlite faz ile austenite fazın arasındaki düzensizlik enerjisi (entropi) farkıdır.

1.4. Fe-Ni-Cr-Si-Mn Alařımlarında Gzlenen Genel Faz Dnřmleri

Bir malzemede kristal yapısı ve i yapısı dolayısıyla dięer kısımlardan farklı olan blmlerine *faz* denilmektedir. Her faz atomların homojen olarak dizilmeleri sonucu oluřan belirli bir řekille sahiptir. Malzemeler baę kuvvetleri etkisi altında ve i etmenlerin durumuna gre en kk enerjili denge konumunda bulunan atomlar grubundan oluřur. Homojen olarak dizilmiř atomlar, en kararlı denge durumunda iken belirli bir faz meydana getirirler. Ancak uygulanan bir fiziksel etken sonucunda malzemenin enerji ierięi deęiřir ve denge bozulur. Atomlar daha dřk enerji gerektiren bařka bir denge durumuna geerek farklı bir biimde dizilir ve sonuta yeni bir faz oluřmuř olur. Belirli fazlardan oluřan bir denge durumundan deęiřik fazlardan oluřan dięer bir denge durumuna geiř olayına *faz dnřm* denir⁽³⁰⁾. Katı yapılarda gzlenen faz dnřmleri sırasında atomlar yeni faz yapısını oluřtururken belli bir miktarda yer deęiřiklięine uęrarlar. İlk kez saf Fe' de ve Fe alařımlarında gzlenen ve malzemenin fiziksel zelliklerinde nemli deęiřikliklere yol aan difüzyonsuz faz dnřmleri, austenite ana fazın martensite faza dnřm ile oluřur ve katıhal fizięinde olduka nemli bir yere sahiptir.

Genelde, Fe-Ni-Cr-Si-Mn alařımları atomlarının difzyonlu bir oluřumla yer deęiřtirmeyecekleri kadar hızlı bir řekilde bir ısıl iřlem uygulandıęında difzyonsuz faz dnřm gsterirler. Bu trden dnřmler kristalografik olarak; atomların, komřu iki atom arasındaki mesafeden daha kk uzaklıklarda yer deęiřtirdikleri dnřmler řeklinde de tanımlanabilirler⁽¹⁶⁾.

1.5. Alařım Elementleri ve Fe bazlı Alařımlara Saęladıkları Özellikler

Çelik ierisine üretimi sırasında giren veya yeni özellikler kazandırmak amacı ile sonradan katılan karbon, silisyum, manganez, fosfor, kükürt, oksijen, bakır, krom, nikel, wolfram, molibden, vanadyum, kobalt ve alüminyum gibi elementlere *katık elemanı* denir⁽¹⁶⁾. Çeliklere katık elemanı katılmasının sebepleri genel olarak şunlardır:

- Çekme, basma, vurma ve kopma dayanımlarını arttırmak.
- Sertleşmeyi saęlamak veya kolaylařtırmak.
- Elektriksel direnci arttırmak.
- Isıya karřı dayanımını arttırmak ve düzenli bir ısıl genleşmeyi saęlamak.
- Faz deęişimini saęlamak.
- Magnetik özelliklerini deęiřtirmek.
- Oksitlenmeyi azaltmak.
- Korozyon ve aşınmaya karřı direncini arttırmak.
- Kimyasal maddelere karřı dayanımını arttırmak.
- Sıcak, soęuk biçimlendirilebilme gibi imalat işlemlerindeki kolaylıęı saęlamak veya bu işlemlere hazır hale getirmek⁽¹⁶⁾.

1.5.1. Karbon Elementinin Fe Bazlı Alařımlara Saęladığı Özellikler

Karbon, Fe bazlı alařımlarda en çok kullanılan alařım elementidir. Malzemeye sertlik ve dayanım saęlayan en önemli katkı elemanıdır⁽¹⁶⁾. Karbon çelięin ergime sıcaklıęını düşürür, oksitlenmeyi azaltır, korozyona ve aşınmaya karřı dayanıklı bir yapı oluşmasını saęlar, elektrik ve ısı dayanımını arttırıcı bir etkisinin

olduđu da bu elementin bulunduđu alařımlarla ilgili alıřmalarda ortaya konmuřtur. Ancak karbonun malzemenin elastikiyetini azaltıcı bir etkisi de vardır⁽¹⁶⁾.

1.5.2. Silisyum Elementinin Fe Bazlı Alařımlara Sađladıđı zellikler

Silisyum, dođal olarak demir kristalinin ierisinde bulunur veya malzemeye retimi sırasında katılır. Malzemenin ierisindeki istenmeyen oksijeni, silisyum bileřiđine dnřtrr (SiO₂) ve diđer elementlerle de bileřerek yapının homojenliđine katkı sađlar⁽¹⁶⁾.

Alařımın istenilen sertliđe getirildiđi sıcaklıđı dřrr ve sađlam bir yapı oluřabilmesi iin zaman kazandırarak sertleřmenin ekirdeđe kadar olmasını sađlar. Ayrıca Si malzemeye deđiřik magnetik zellikler kazandırır. Fe-Si alařımları, yksek manyetik geirgenliđi ve elektrik akımının kaybının az olması gibi sađladıđı avantajlardan dolayı; zellikle transformatrlerde kullanılmaktadırlar. zellikle bir malzemeye silisyum eklenmesi yapının dayanımını arttırmakta ve entropi deđerinin dřmesine katkı sađlamaktadır. Bu durumda alařımın řekil hatırlama zelliđi gstermesine neden olmaktadır⁽⁹⁾.

1.5.3. Mangana Elementinin Fe Bazlı Alařımlara Sađladıđı zellikler

Manganda silisyum gibi, istenmeyen oksijen ile birleřerek dıřarıda tutulmasını sađlar, istenilen yapı oluřumlarının derinliđini arttırarak malzemenin sertliđini ve ařınma dayanımı arttırırken, ısıl genleřmeyi azaltıcı bir etkisi vardır.

Fe-Mn alařımlarında oluřan faz trleri alařım ierisindeki yzdesine bađlı olarak deđiřim gsterir. Alařım ierisindeki Mn oranının %10' dan az veya ok

olması durumuna göre iki farklı faz dönüşümüne uğramaktadır. Ancak bu durum uygulanan etkinin sıcaklığına göre değişim gösterebilen bir durumdur⁽²³⁾.

Ayrıca mangan malzemem içerisindeki kükürt ile birleşerek düzenli bir lifli yapı oluşmasını da katkı sağlar. Bu sayede mangan içerikli çelikler, lif yönünden yüksek ve dayanıklı bir yapıya sahip olurlar⁽¹⁶⁾.

1.5.4. Krom Elementinin Fe Bazlı Alaşımlara Kattığı Özellikler

Krom, alaşım elementlerinin en önemlilerinden birisidir. Malzemenin ısıya karşı ve korozyona karşı daha kararlı davranmasına katkı sağlar. Benzer şekilde faz dönüşüm hızını yavaşlatmak sureti ile sertleşmeyi sağlayan faz dönüşümlerinin malzemenin tamamına yakın bir kısımda gerçekleşmesine yardımcı olur ve ince taneli bir yapı oluşmasına neden olur⁽²¹⁾. Bu özelliklerinden dolayı da kesici malzemelerin yapımında krom katkılı çelikler kullanılır. Ayrıca %3 oranında krom ihtiva eden çelikler magnetik özellikler kazandıklarından mıknatıs yapımında kullanılmaktadırlar. Ancak krom içerikli malzemeler, sertlikleri fazla olduğundan darbelere karşı dayanımları azdır⁽²³⁾.

1.5.5. Nikel Elementinin Fe Bazlı Çeliklere Kazandırdığı Özellikler

Genellikle krom ile birlikte malzeme içerisine katılan nikel, çeliğin faz dönüşüm hızını düşürerek yine sertleşmenin tane sınırında çarpışıncaya kadar gerçekleşmesini sağlamaktadır. Malzemeyi oksitlenmeye karşı korur, kimyasal maddelere, yüksek ısıya ve darbelere karşı daya kararlı ve elastik bir yapıda olmasını sağlar⁽²³⁾. Ayrıca numuneye değişik magnetik karakteristik özellikler sağlar⁽¹⁶⁾.

Birçok mekanik parçanın yapımında kullanılan nikel katkı çelikler, yüksek ısı dayanımlarından dolayı ve benzer şekilde ısı genleşme miktarları da az olduğundan ötürü direnç tellerinin yapımında sıklıkla kullanılmaktadır⁽²¹⁾.

1.6. Metallerin Magnetik Özellikleri

Metal fiziğinin önemli konularından bir tanesi de magnetizma konusudur. Isısal denge halindeki klasik bir sistem için magnetik momentin varlığından söz etmek mümkün değildir⁽⁷⁾. Bir magnetik alan içinde bile olsa bu durum değişmemektedir. Bir serbest atomun magnetik momentleri üç ana kısımdan oluşur; elektronların sahip oldukları spin, çekirdek etrafındaki yörünge açısal momentleri ile ortaya çıkan yörünge momentleri değişimidir. İlk iki etki, mıknatıslanmaya paramagnetik bir katkı getirir⁽⁷⁾. Elektron kabuğu dolu olan spinleri ve yörünge momentleri sıfırdır. Bu tür momentlerin yalnızca, doldurulmamış kabuklar için bir anlamı vardır.

Mıknatıslanma M , makroskopik anlamda magnetik alan şiddeti B olmak üzere, magnetik alınganlık değeri χ ;

$$\chi = M / B$$

olarak tanımlanmaktadır. χ sabiti boyutsuz bir büyüklüktür. Bu yüzden, çoğunlukla M/B büyüklüğü *alınanlık* olarak kullanılır. Magnetik alınganlığı eksi olan maddeler *diamagnetik*, artı olanlarsa *paramagnetik* olarak isimlendirilirler⁽⁷⁾.

İşte bu tür magnetik özelliklerle birlikte çeşitli eşlemeler yapılmak sureti ile incelediğimiz malzeme ile ilgili çeşitli bilgilere ulaşabiliriz. Bir alaşımı ele aldığımızda ve bu malzemeyi ısı işleme tabii tuttuğumuzda yapı içerisindeki

ısıtmadan önceki ve sonraki magnetikliğine bakılarak çeşitli fikirler de edinebiliriz. Daha doğrusu malzemedeki ne tür bir faz dönüşümü olduğunu kolaylıkla bulunabilir bunun yanında yapı içerisindeki çeşitli bölgelerin fazlarını da ayırt etmiş oluruz. Bütün bunların yanında malzemedeki atom topluluğuna bir magnetik alan uyguladığımız takdirde yapı içerisinde pek çok davranış değişikliği gözlemekte mümkündür.

1.6.1. Diamagnetizma

Diamagnetizma, bir numunenin bir dış magnetik alan bulunduğu durumda, yapıdaki elektriksel yüklerin cismin içerisine magnetik alan çizgilerinin girmesine izin vermeyecek şekilde bir akış göstermesi olarak düşünülebilir⁽⁷⁾. Dielektriklere en iyi örnek olarak süperiletkenler gösterilebilir. Bir süperiletken ya da elektron yörüngesinde, alan var olduğu sürece bu şekilde yapı içerisinden magnetik alanı dışarılayıcı akım da varlığını sürdürecektir. Etkilenme ile ortaya çıkan akımın magnetik alanı da, diamagnetik malzemeler için uyguladığımız dış magnetik alanla ters yöndedir. Bu tür bir akımla ilişkili olan momentlerde diamagnetik bir moment adını almaktadır. Saf haldeki demirde bile dış bir alanın varlığında bu alan çizgilerine karşı koyucu bir akım oluşturmaktadır⁽⁷⁾. Bu durum serbest elektronlardan kaynaklanmakla birlikte, çarpışmalar sonucunda ortadan kalkan bir durumda değildir. Atomların ve iyonların sahip oldukları bu diamagnetiklik özelliklerini açıklamak için yapılan ilk çalışmalar biriside *Larmor* tarafından gerçekleştirilmiştir. Bu teoreme göre; magnetik alan içerisinde, elektronların çekirdek etrafındaki hareketleri için;

$$\omega = e B / 2mc \text{ (cgs)}$$

frekansına sahip dönmelerin üst üste gelmesi durumu dışında, B alanının bulunmaması durumundaki hareketlerinin aynıdır⁽⁷⁾. Alan yavaş bir şekilde uygulanacak olursa; dönme referans sistemindeki hareket, alanın uygulanmasından önceki duran sistemdeki orijinal hareket ile aynı olacaktır. Böylece, yalnız bir atomun, herhangi bir dış etki altında olmaksızın, diamagnetik alınganlık sabitinin bulunması, atomlardaki elektron dağılımının $\langle r^2 \rangle$ değerinin bulunması ile ortaya konulabilecek kadar basitleştirilmiş olur. Dağılım kuantum mekaniği ile bulunabilir ve asal gazlar için nötral atom değeri çok kolay bir şekilde deneysel olarak elde edilebilmektedir. Örneğin He için magnetik alınganlık değeri;; CGS' de He için – 1,9' dur.

Dielektrik katılarda, iyon korlarının diamagnetik katkısı Langevin sonucu ile yaklaşık olarak verilebilir. Bir atomdaki iletim elektronlarının diamagnetik katkıları ise çok karmaşıktır.

1.6.2. Paramagnetizma

Magnetik alınganlığı pozitif olan malzemeler *paramagnetik malzeme* olarak adlandırılırlar. Sistemin spininin sıfırdan farklı olduğu, elektron sayısı tek olan atomlarda; moleküllerde ve kristal yapı kusurlarında; iç kabukları kısmen doldurulmuş atomlarda, iyonlarda ve elektron sayısı çift olan az sayıdaki bazı bileşiklerde görülebilen bir magnetik özelliktir⁽⁷⁾. Paramagnetizm sıcaklıkla bağlantılı bir niceliktir ve paramagnetizmanın bağımlılığı ile ilgili teorik çalışma da *Langevin* tarafından gerçekleştirilmiştir. Dış bir alanın bulunması durumunda, ısısal hareket magnetik momentlerin yönelimlerini bozar ve yapıdaki toplam

mıknatıslanma değeri sıfır olur. Dış alan bulunması durumunda, bir mıknatısın magnetik enerjisi;

$$U_m = - \mu_0 H \cos \theta$$

Şeklindedir. Buradaki θ , alan ile magnetik momentumun doğrultuları arasındaki açıdır ve bu iki doğrultu arasındaki açı sıfır ise, enerji minimum değere sahip demektir. Magnetik momentlerin dönmesinin büyüklüğü ile bileşke momentin büyüklüğü, magnetik enerjinin ($\mu_0 H$), ısısal enerjiye olan ($k T$) oranı ile belirlenir. böylece herhangi bir maddenin bir gram molekülü için;

$$\chi_A = N \mu_0^2 / 3 k T$$

olarak verilebilir. Bu, ifade *Curie kanunu*' dur⁽⁷⁾ ve bu kanuna göre de, C bir sabit olmak üzere, bir paramagnetik' in alınganlığı mutlak sıcaklıkla ters orantılıdır⁽⁷⁾ Cruie kanunu, $\chi_A = C / T$ şeklindeki formu ile ele alındığı taktirde; C değerini bulabiliriz.

1.6.3. Ferromagnetizma

Ferromagnetik malzemelerin karakteristik özelliği, zayıf magnetik alanlarda bile doymaya ulaşabilen büyük mıknatıslanmalar gösterirler. Doyma mıknatıslanması sıcaklığa bağlıdır ve Curie sıcaklığında sona erer⁽⁷⁾. Buradaki mıknatıslanmanın sıcaklığa göre değişim eğrisi, bir ferroelektriğin kutuplanma eğrisine benzer. Bütün bu durumlarda, kendiliğinden düzene girebilen bölgeler (domain) söz konusudur ancak bazılarında atomik yapıda bazılarında da elektriksel ya da magnetik momentlerde bir düzen göze çarpmaktadır. Yapılardaki ferromagnetikliğin oluşumu ile ilgili ilk modelleme *Pierre Weiss* (1907) tarafından

yapılmıştır. Her bir magnetik atomun, mıknatıslanma ile orantılı olacak şekilde bir alanı olduğu düşünülür;

$$B_E = \lambda M$$

Burada, λ sabit sıcaklıktan bağımsızdır.

Makroskopik ölçekte, bir ferromagnetik katının mıknatıslanmamış bir görünümle ortaya çıkması çok normaldir ve bu davranış, magnetik bölgelerin (domainlerin) varlığı ile ilgilidir⁽⁷⁾. Her bir magnetik bölge, M_s mıknatıslanmasına bile sahip olsa, o şekilde bir bölgeler dağılımı bulunabilir ki, ferromagnetik katı, mıknatıslanmamış gibi davranır. Bölgeler birbirlerinden *Bloch duvarı* olarak tanımlanan sınırlarla ayrılmışlardır ve bu duvar boyunca spin doğrultusu, uzaklığına bağımlı olarak döner. Bie kristal içerisindeki bölgelerin sayısı, şekilleri ve birbirleri ile olan ilişkileri, spin düzeninin olduğu kristal doğrultusu ve Bloch duvarı enerjisi toplamı ile kristal mıknatıslanma enerjisini minimum yapacak şekilde belirlenir⁽⁷⁾.

1.7. Kaynak Özetleri

Mohan Babu ve C. Bansal Fe-Ni-Si alaşımında yaptıkları çalışmalarda silisyum miktarını arttırdıklarında manyetik özelliğinin değiştiğini Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmişlerdir⁽¹⁵⁾.

Yine Lawrence H. Van Vlack, Fe-Ni-Si alaşımı üzerinde yaptıkları çalışmalarda, alaşımın ısı işlem sıcaklığının arttırılması ile birlikte, malzemenin magnetik değiştiğini, Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak göstermiştir⁽²¹⁾.

K. G Binnatov ve A. O. Mekhrabov, düşük alaşımlı çeliklerde ısıtım işlem sıcaklığının artırılması ile birlikte, malzemenin magnetik özelliğindeki değişimleri, Mössbauer spektroskopisi yöntemini kullanarak göstermişlerdir⁽⁸⁾.

Carlos Garcia, Fe-%1,0C-%2,0Mn-%1,5Si-%1,3Cr alaşımı ile ilgili çalışmasında, 1,5mm kalınlığında kestiği numuneleri %5 HCl, %15 Gliserol ve %80 Etanol çözeltisinde kimyasal olarak incelttikten sonra ısıtım işlem uygulamıştır. Bu ısıtım işlem sırasında malzeme 1000 °C değerine kadar ısıtılmış ve daha sonra bu sıcaklıkta malzeme 15 dakika bekletilmiştir, daha sonrasında 250 °C değerine kadar soğutulmuş, bu sıcaklık değerinde de 25 gün süreyle bekletilmiştir. Bu süre zarfında yapıda gözlenen perlit faz ve bainite bölgelerinin birlikte ama perlit yapınının, bainite yapıya oranla daha az miktarda oluşmuş olduğunu göstermiştir ve yapıda bolca bulunan bainite yapılarında ince austenite yapılarla çevrili bir yapıda olduklarını SEM tekniği kullanarak göstermiştir. Aynı numune için elde ettikleri TEM görüntüsündeki koyu kısımlarında austenite içerikli olduğunu tespit etmişlerdir⁽²⁰⁾.

H. K. D. H. Bhadeshia Fe-%0,24C-%2,18Si-%2,32Mn-%1,05Ni alaşımı ile yaptığı çalışmada, uygulanan ısıtım işlemler sonucunda, bu yapıdaki perlit fazı oluşum hızının düşürülebileceğini SEM tekniğini kullanarak göstermiştir. İlk olarak numuneyi 1200 °C sıcaklığına kadar ısıtıttıktan sonra bu sıcaklıkta 20 sn beklemeye bırakmıştır, daha sonrasında 350 °C' ye kadar soğuttuğu numuneyi bu sıcaklık değerinde de 2000 sn beklettikten sonra oda sıcaklığına tekrar soğutmuş daha sonrasında SEM tekniği kullanarak incelemeler yapmıştır ve bu incelemelerinin sonucunda; perlit oluşumlarını ve bunların yanında meydana gelen bainite yapıları gözlemlemiştir. Benzer deneyi aynı numune için farklı sıcaklıklara kadar ısıtıttıkları

numuneler içinde tekrarlamış ve elde edilen sonuçlardaki perlitte yapı miktarları ile ısıtma işlemi arasında yakın bir ilişki olduğunu tespit etmişlerdir⁽²⁾.

R.F.Cochrane, Fe-%2,95C-%0,6Si-%0,6Mn-%4,00Ni-%1,9Cr numunesinden 40' ar mm' lik parçalar alarak yaptığı SEM incelemeleri sonucunda malzemeye değişik oranlarda, ısıtma ve mekanik işlem uygulanması durumunda yapıda gözlemlenen kristalografik dönüşümlerin miktarını ve bu dönüşümlerin ne tür faz içerdiğini tespit etmiştir. Bu incelemelerinde, ısıtma işlemi uygulanmış olan malzemeye bir dış zor uygulanması durumunda yapıda martensite faz oluşturulabileceği sonucuna varmıştır. Yine aynı malzeme içerisindeki Si miktarını değiştirerek yaptığı magnetik alınganlık incelemeleri sonucunda da bu tür malzemeler için Si miktarının değiştirilmesi durumunda, malzemenin magnetik özelliklerinde fazla bir değişim olmadığını göstermiştir⁽³⁾.

D. A. Fatah, Fe-Ni-Mn-Si alaşımlarının manyetik ve yapısal özelliklerini, oda sıcaklığı ve sıvı azot sıcaklığında Ni miktarına bağlı olarak değişimini Mössbauer spektroskopisi yöntemiyle belirlemiştir⁽²²⁾.

J.Hesse çeşitli Fe alaşımları üzerinde yaptığı deneysel çalışmalar sonucunda, bu malzemelerde, makroskopik anlamdaki magnetizasyon ile atomik anlamdaki magnetik ince yapı parametreleri ile sıkı bir ilişki içerisinde olduğunu Mössbauer çalışmaları ile göstermiştir⁽⁴⁾.

L.H.Schwartz ve K.J.Kim Fe-Ni-Mn alaşımı üzerinde yaptıkları Mössbauer çalışmaları sonucunda, paramagnetik özellikli austenite fazdan ferromagnetik faza geçişte gözlenen Mössbauer spektrumlarında çok büyük oluşum değişikliğinin olduğunu göstermiştir⁽⁵⁾.

Takehiko Kikuchi, Setsuo Kajiwara, Fe-Ni-Cr-Si-Mn numunesindeki faz dönüşümlerini incelemişlerdir. Bu incelemeleri sırasında ilk olarak numuneyi 1320 ⁰K' e kadar ısıtım işlem uygulamışlar ve bu sıcaklıkta 30 dakika kadar beklettikten sonra 77 ⁰K sıcaklığına kadar soğutmuşlardır. Daha sonrasında numuneyi 970 ⁰K değerine kadar tekrar ısıtım işlemine tabii tutmuşlar ve bu sıcaklıkta da numuneyi 10 dakika bekletmişlerdir. Bu işlem sırasında yapı içerisindeki faz dönüşümünün başlama sıcaklığını değerini de 250 ⁰K olarak tespit etmişlerdir. Daha sonrasında numuneyi oda sıcaklığına kadar soğutmuşlar ve dış bir zora tabii tutmuşlardır ve bu durumdaki malzeme ile ilgili yaptıkları incelemeler sonucunda, uygulanan deformasyon sonucunda ısıtım işlemle oluşturulmuş olan yapının daha da büyütülmüş olduğunu göstermişlerdir. Bunu yaparken de, SEM ve TEM görüntülerinden faydalanmışlardır. Isıtım işlem uygulandıktan sonra numunenin içerisindeki lamelli oluşumlarda h.c.p. ve f.c.c. fazlarını her ikisini birden bulunurken. Oda sıcaklığında numuneye uygulanan deformasyon etkisi sonucunda da, yapıdaki bu ikili fazdan tek bir faza geçiş olduğunu göstermişlerdir. Bu oluşumların sebeplerinin de, yapı içerisindeki mevcut yapısal bozukluklar ve bunların dönüşüme olası katkısı ile birlikte uygulanan dış zorun sonucunda olabileceğini söylemişlerdir. Bu etkiler sonucunda da f.c.c. yapıdaki kristallerinin tamamına yakınının dönüşüme uğramış olduğunu göstermişlerdir⁽¹⁾.

C. G. de Andres, C. Capdevila, F. G. Caballero ve H. K. D. H. Bhadeshia⁽²⁵⁾ yaptıkları çalışmalarda perlit fazdaki bir alaşımda meydana gelen austenite faz dönüşümlerinin miktarını sıcaklığın bir fonksiyonu olduğunu göstermişlerdir⁽²⁵⁾.

H. K. D. H. Bhadeshia, perlite ve ferrite fazların hangi türde Fe alaşımlarında ve hangi koşullarda oluştuklarını çeşitli fiziksel yöntemler ve SEM kullanarak göstermiştir⁽²⁶⁾.

H. K. D. H., Perlite yapı bulunduran Fe-alaşımın da SEM ve TEM tekniklerini kullanarak yaptığı çalışmada, ısıl işlem uygulanmış olan perlite fazdaki numunenin kontrollü bir şekilde soğutulduğunda ve zor uygulandığında sertliğinin arttığını göstermiştir. Bu çalışmalarında bir diğer sonuç olarak ta Fe alaşımlarındaki C miktarı ile yapıdaki perlite yapı oluşumu arasında yakın bir ilişki olduğunu ve perlite oluşumunun genellikle düşük karbonlu alaşımlarda gözlemlendiğini göstermiştir⁽²⁸⁾.

C. G. DeAndres, C. Capdevila, F. G. Caballero ve H. K. D. H. Bhadeshia, Fe-%0,91Mn-%0,24Si-%0,013P-%0,76 perlite haldeki numunesi üzerinde yaptıkları incelemeler sonucunda, bu alaşımın 1273⁰K' de 5 dakika içerisinde austenite yapıya dönüştüğünü tespit etmişlerdir. Daha sonrasında 923 ⁰K' de suda soğutulan numunede izotermal olarak perlite oluştuğunu göstermişlerdir. Bu sıcaklıkta numuneyi 10 dakika kadar bekletmişler ve daha sonrasında da hızlı bir şekilde oda sıcaklığına kadar soğutmuşlardır. Daha sonrasında oluşan bu perlite haldeki numuneyi 0,25 mm' lik elmas pasta ile parlattıktan sonra Jeol JXA 820 taramalı elektron mikroskopunu kullanarak incelemeler yapmışlardır. Yapılan inceleme sonucunda yapıda tamamı ile perlite yapının oluşmuş olduğunu göstermişlerdir. Bu SEM görüntüsü aynı zamanda perlite oluşumlarının koloniler halinde ortaya çıktıklarını göstermiştir. Daha sonra, bu perlite oluşumların kristal şekillerini incelemişler ve yapıda oluşan perlite yapı kolonilerinin oktahedron yapıya sahip olduğunu göstermişlerdir. Yaptıkları tüm incelemeler sonucunda da perlite-austenite

dönüşümü ile ilgili oluşturdukları teori ile sonuçların büyük bir ölçüde tutarlılık gösterdiğini bulmuşlardır⁽²⁵⁾.

2. MATERYAL ve YÖNTEM

Bu bölümde; malzemenin SEM, DSC ve Mössbauer incelemeleri için hazırlanma aşamaları ile kullanılan sistemler hakkında da genel bilgiler verilmiştir.

2.1. Materyal

İncelemiş olduğumuz Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımı MKE' den temin edilmiş olup, malzeme ısıtıldıktan sonra yavaş soğumaya tabii tutulmak sureti ile incelenmiş olan özellikler kazandırılmıştır.

2.1.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Numunelerin

Hazırlanması

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey incelemeleri için ısıl işlemi tamamlanmış alaşımdan ve ısıl işlem uygulanmamış olan numuneden 1cm çapında, 0,3cm kalınlığındaki numuneler elmas bıçaklı kesiciyle kesilmiştir. Kesilen numunelerin yüzeyindeki pürüzler ve kalın çizgiler 400, 600, 800, 1000, 1200 kalınlıktaki su zımparaları ile kalından inceye doğru gidilerek ortadan kaldırılmış ve sonra 6, 3, 1, 1/4 mikronluk elmas pastalarla parlatma aleti kullanılarak yüzeyler parlatılmıştır. Daha sonra, mekanik olarak parlatılan yüzeyler Nital içerisinde oda sıcaklığında 10-30 sn. bekletilerek dağlanmışır. Numunelerin yüzeylerinde oluşan mikro yapı karakteristikleri JEOL5600 marka taramalı (scanning) elektron mikroskobu ile incelenmiştir.

2.1.2. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Mössbauer Spektrometresi deneyleri için ısıtılma tabii tuttuğumuz austenite fazdaki alaşımdan ve ısıtılma tabii tutmadığımız perlitte fazdaki numunelerden 3mm kalınlığında kesilerek hazırlanan numuneler; 800 ve 1200 mikronluk su zımparaları ile yaklaşık olarak 100 µm kalınlığına kadar mekanik olarak inceltilmiş ve 5 ml HF, 10 ml H₂O ve 15 ml HNO₃ oranlarında bir araya gelen asit çözeltisi ile kimyasal inceltme yapılarak yaklaşık olarak 50 µm kalınlığına kadar inceltmiştir.

2.1.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Numunelerin

Hazırlanması

Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşıma 1100 °C' de 24 saat ısıtılma işlemi uygulandıktan sonra austenite fazda iken toz halinde numune hazırlandı. Bu ölçümlerde soğutma hızı 20 °C / dakika olarak alınmıştır ve DSC ölçümleri ile ısı akışı (heat flow) – sıcaklık eğrileri çizilmiştir.

2.2. Yöntem

Bu kısımda; Mössbauer, DSC, SEM teknikleri, genel anlamda bu sistemlerle ne tür çalışmaların yapılabileceği ve sözü geçen sistemlerin çalışma prensipleri hakkında genel bilgiler verilmiştir.

2.2.1 Mössbauer Spektrometresi Sistemi

1957' de R. L. Mössbauer tarafından keşfedilen Mössbauer olayı. kristal örgü içerisindeki bir çekirdek tarafından enerji kaybı olmaksızın γ fotonu salınması olayı olarak tanımlanabilir⁽¹⁷⁾. Yapılan çalışmalar içerisinde geri tepme olayını ortadan kaldırmak için en başarılı teknik Mössbauer olayıdır. Rudolf Mössbauer 1958'de bir ^{191}Ir ($E_\gamma=129\text{keV}$, $E_g=0,047\text{eV}$) kaynağı kullanarak bir rezonans soğurma deneyi gerçekleştirmiştir. Yayınlayan ve soğuran çekirdekler bir kristal örgü içinde bağlıdır. Bir atomun bir örgü içinde tipik bağlanma enerjisi 1-10 eV' dur ve bu nedenle atomun örgü içindeki yerini terk etmesine yetecek kadar geri tepme enerjisi mevcut değildir. Geri tepme enerjisi ifadesindeki kütle sadece tek bir atomun kütesinin değil tüm katı cismin kütesidir. Buna ilave olarak, örgü içindeki atomların belirli bir oranı termal hareketin titreşim taban durumundadır ve bu nedenle çok küçük termal Doppler genişlemesi gösterir. Sonuç, her biri doğal çizgi genişliğinde çok dar ve örtüşen yayınlanma ve soğurma çizgileridir. Bu olayı göstermek için sadece kaynak ve soğurucuyu birbirine göre düşük hızla hareket ettirmeliyiz; eğer hız Doppler kayması doğal çizgi genişliğinden daha büyük olacak şekilde olursa rezonans gözlenmez. 1960'lı yıllarda ^{57}Fe 'nin Mössbauer olayını gösterdiğinin bulunmasından sonra bu olay; nükleer fizik çalışmalarına ek olarak, katıhal fiziği, kimya, biyoloji, malzeme bilimi gibi bilimin pek çok dalında geniş bir kullanım alanına sahip olmuştur. Esas yararı, bir çekirdeğin içinde bulunduğu fiziksel veya kimyasal ortamın özelliklerinin belirlendiği uygulamalardadır.

Yöntemin aşırı derecede duyarlı olmasının önemli bir yararı da yerin çekim alanındaki fotonların enerjisindeki değişiminin bu yöntem sayesinde belirlenebilmiş

olmasıdır. Bütün bunların yanı sıra da Mössbauer olayı ile, çekirdekteki enerji düzeyleri arasındaki geçişler, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri ve bu seviyelerin yaşama zamanları, çekirdek elektrik kuadropol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer diğer kavramlar belirlenebilir. Mössbauer olayının bağıl enerji değerlerinin ölçülmesinde bu derece kesin sonuçlar vermesi en dikkate değer özelliğidir. Örneğin, kaynak ve soğurucu çekirdeklerin içinde bulunduğu ortamın ilk ve son çekirdek durumları kadar kayacak şekilde değiştirildiğinde. Mössbauer olayını kullanarak bu kaymayı rezonans genişliği aynı olduğu sürede ölçebilmekteyiz. Eğer bu kayma, rezonans genişliğine göre çok küçük ise ölçülmesi çok zordur.

Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen γ ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmalar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek çok kanal analizörüne gider. Bu analizör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup, çift kutuplu atmalar, 1-256 ile 256-512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir.

Mössbauer araştırmalarının büyük bölümünde ^{57}Fe ve ^{119}Sn kullanılmaktadır. Bu olay sayıları 50'yi geçen izotop üzerinde gözlenmekle birlikte, deneysel zorluklar nedeniyle bunların ancak 20 tanesi kullanılabilir. Mössbauer spektroskopisinde, radyoaktif kaynaktan çıkan γ ışını enerjisi, kaynağa bir Doppler hızı verilerek değiştirilir ve γ ışınları soğurucu tarafından rezonans durumunda soğurulur.

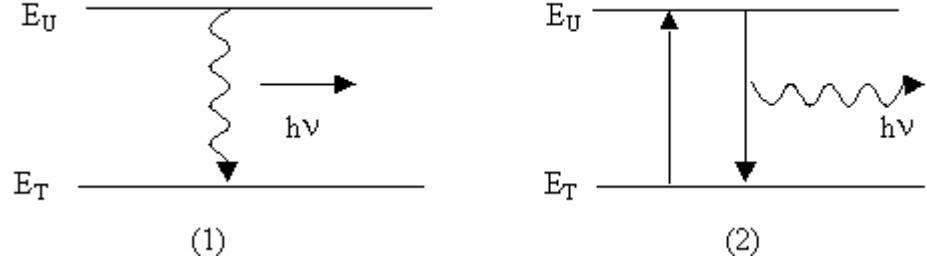
2.2.1.1 Mössbauer Olayı

Genel olarak, uyarılmış bir çekirdek, E_U uyarılmış enerji durumundan E_T taban enerji durumuna geçerken $h\nu = E_U - E_T$ bağıntısına göre, ν frekanslı bir γ fotonu yayınlamaktadır. Şekil 2.2.1' de görüldüğü gibi bu foton, taban durumunda bulunan, öncekinin aynı başka bir çekirdek üzerine düştüğünde, onun, E_T taban durumundan E_U uyarılmış duruma çıkartmak üzere, kolaylıkla soğurulması beklenir. Fizikte çok rastlanılan bu duruma *rezonans* adı verilir. Rezonansla uyarılan bu çekirdekler tekrar taban durumuna geçerken, aynı ν frekanslı ışınımı bütün doğrultularda yayınlamaktadır.

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

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

bağıntısı ile verilen ν frekansına tam eşit olması gerekir. Gerçekte, birinci çekirdek bir γ fotonu yayınlarken, momentumun korunumu kanununa göre, yönde geri tepme E_G ile göstereceğimiz geri tepme enerjisini bu olayda ortaya konulan $E_U - E_T$ enerjisinden alacağı için, yayınlanan fotonun enerjisi, kütle merkezi sisteminde $E_U - E_T$ olduğu halde, laboratuvar sisteminde; $h\nu_{\text{yay}} = h\nu_0 - E_G$ olur ki burada $h\nu_0 = E_U - E_T$, geri tepme olmadığında yayınlanması beklenen foton enerjisidir.



Şekil 2.2.1. Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş

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

$$h\nu_{\text{soğ}} = h\nu_0 + E_G$$

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

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

olur. İkisi arasındaki enerji farkı ise;

$$h\Delta\nu = 2E_G$$

olacaktır. Şekil 2.2.2.' da görüldüğü gibi; radyasyonun enerjisi aşağıya doğru E_G kadar kayarken soğurulma yukarı doğru E_G kadar daha fazla enerji gerektirir. Doppler genişlemesi nedeniyle, yayınlama ve soğurulma çizgileri arasında küçük bir örtüşme (taralı bölge) vardır. Kaynak ile soğurucu arasındaki $2E_G$ ' lik enerji farkını aşmak için birçok teknik vardır. Bunlardan birincisi sıcaklığı böylece Doppler genişlemesini ve profillerin örtüşmesini arttırmak. İkinci metot, yayınlanan enerjiyi

Doppler olayı ile $2E_G$ kadar kaydırmak için kaynağı soğurucuya doğru büyük hızla hareket ettirmektedir.

Uyarılmış bir seviyenin enerjisinde daima bir belirsizlik vardır. Ancak bu belirsiz belirlili sınır içerisinde. Bu belirsizlik ilkesine göre enerji seviyesinin değeri;

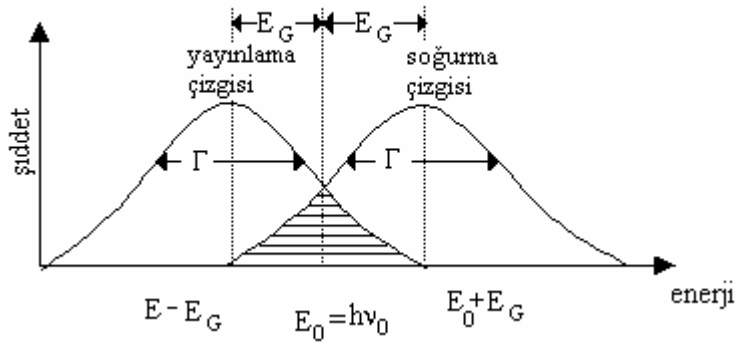
$$\Delta E \cdot \Delta t \geq h$$

olur. Burada ΔE , enerjideki belirsizliği, Δt ise çekirdeğin uyarılmış durumda kalma süresidir. Bu kalma süresi de enerji seviyesinin ortalama ömrü olan τ mertebesindedir. Enerji seviyesinin genişliği de $\Gamma = \Delta E$ olur. Böylece Heisenberg ilkesine göre; $\Gamma \cdot \tau = h$ yazılabilir. Yayınlanan γ -ışınları enerjisi Lorenz şeklinde bir dağılım sergiler. Bu dağılımın yarı yükseklikteki genişliği ise Γ' dir.

Kaynağın çizgisel hızı v ise, Doppler olayı sonucu ışınımın enerjisinde;

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

değerinde bir artma sağlanmış olur.



Şekil 2.2.2. Yayınlama ve Soğurma çizgileri

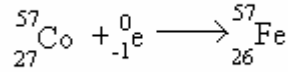
$(\Delta E)_D = 2E_G$ olacak şekilde v hızı ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerji Doppler enerji artması ile karşılanmış olur ve böylece yayınlama çizgisi ile soğurma çizgisinin üst üste gelmesi sonucu rezonansla soğurma mümkün olur.

Doppler kayması, kaynağın ya da soğurucunun birbirine göre hareket etmesiyle sağlanır⁽¹⁰⁾.

Alman fizikçi Mössbauer, 1958 de, yukarıdaki deneyleri tekrarlarlarken, gama kaynağı olarak tek tek serbest atomlar yerine bir kristal örgüsüne bağlı atomlar alındığında, geri tepmesiz γ yayınlaması ve soğurulması olacağını ve böylece, rezonans soğurmasının kolaylıkla gözlenebileceğini bulmuştur. Bu olaya *Mössbauer Olayı* adı verilir.

Mössbauer izotopu olan $^{57}_{26}\text{Fe}$, $^{57}_{27}\text{Co}$ ' nin bir elektron yakalaması ile oluşur.

Bu durumda reaksiyon;



olur. Bu durumda uyarılmış halde bulunan ^{57}Fe 'nin, taban duruma geçerken yaydığı 14.4 KeV' luk γ ışınımı Mössbauer olayında kullanılır.

2.2.1.2. İzomer Kayma

Eğer bir Mössbauer deneyinde kaynak ve soğurucu aynı kimyasal ortama sahipse rezonans etkilenmez, fakat eğer kaynak ve soğurucu farklı ise geçiş enerjileri

biraz farklıdır. Bu durumda Şekil 2.2.2.' deki piklerden biri, kaynak ve soğurucunun aynı olduğunda bulunduğu yere göre bağıl olarak biraz kayar. Bunun Mössbauer spektrumuna etkisi rezonansın merkezini sıfır hızından öteye kaydırmaktır. Bu olay *İzomer (kimyasal) kayma* adını alır. Sıfırdan farklı bir değerlikte olan bir atomun çekirdeği ile onun s-elektronları arasındaki Coulomb çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri de bir değişime uğrar. İzomer kaymanın değeri;

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

ile verilir. Burada, $R = R_{\text{Uyarılmış}} - R_{\text{Temel}}$ şeklindedir.

Bu denklem iki çarpandan meydana gelmiştir. Birinci durum nükleer parametreleri içerir, özellikle uyarılmış durum ile temel durum arasındaki izomerik yarıçap farklıdır. İkinci durum çekirdekteki yük yoğunluğunu içerir, bu da atomun valans hali ile etkilenen atomik veya kimyasal bir parametredir.

İzomer kayması kendini Mössbauer spektrumunda $v = 0$ da olması gereken maksimum rezonansa bir kayma olarak gösterir. Mössbauer spektrumlarında izomer kayması değerinin ölçülmesiyle, Mössbauer izotopunun bağ durumları hakkında çeşitli bilgiler elde edilir⁽¹⁸⁾.

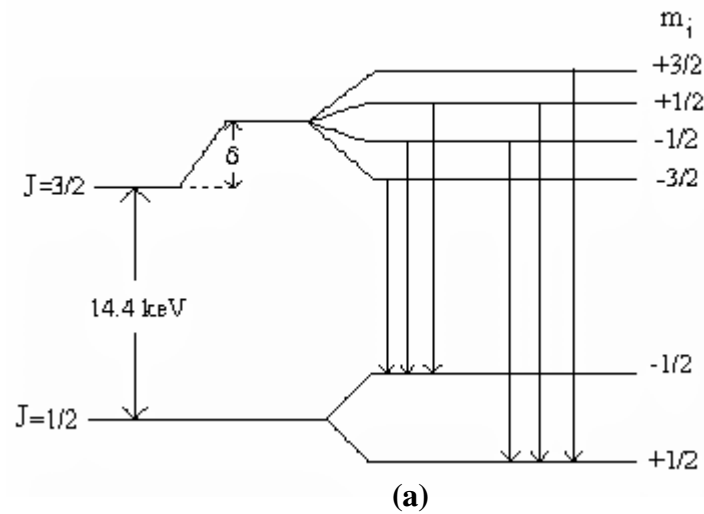
2.2.1.3 Mössbauer Spektrumları

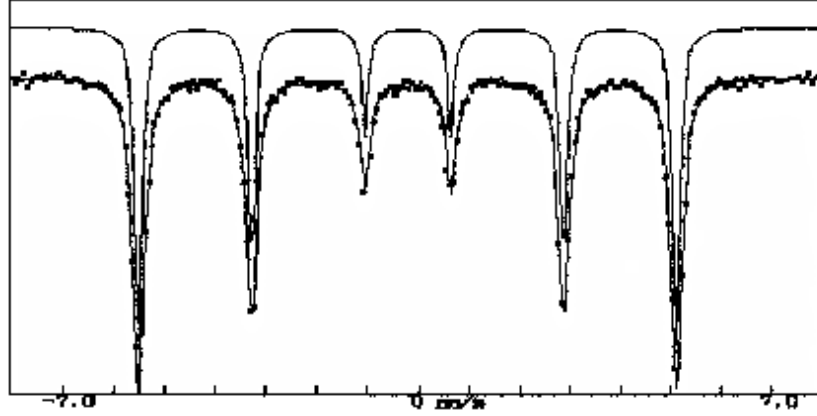
Demir ferromagnetiktir, dolayısı ile atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği manyetik alan şiddeti etkili bir düzeydedir ve bu magnetik

etkileşme sonucunda da spektral çizgilerde yarılmalara meydana gelir. J nin H doğrultusundaki izdüşümü m_j nin aldığı değerlere göre, her enerji seviyesi $2J+1$ sayıda alt seviyelere yarılar. Fe^{57} de, taban durum için $J=1/2$, 14,4 KeV luk ilk uyarılmış durum için $J=3/2$ olduğundan, H manyetik alan etkisi ile, taban durum 2 seviyeye ve ilk uyarılmış durum 4 ayrı seviyeye yarılacaktır. $\Delta m_j = 0, \pm 1$ seçim kuralı göz önüne alınır, farklı altı gama geçişi sonucu, gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir Şekil 2.2.3.a' da bu durum gösterilmiştir. Fe^{57} de beklenen enerji seviyesi yarılmaları sonucunda da Mössbauer spektrumunda da çok sayıda çizgi görülür.

Bu magnetik çizgiler sayesinde metal alaşımlarındaki oluşumların manyetik özellikleri, soğutma ve ısıtma işlemleri sonucunda oluşan fazların hacim oranları, oluşan fazın iç manyetik alanı ve izomer (kimyasal) kayma değerleri belirlenebilir. Fe bazlı alaşımlarda austenite yapı paramanyetik olduğundan, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilmektedir.

Ancak, dönüşüm sonucu oluşan perlitte fazın sahip olduğu ferromagnetik manyetik özelliklerinden dolayı Mössbauer sonuçları karakteristik altı-çizgi spektrumu verir.





(b)

Şekil 2.2.3. (a) ^{57}Fe 'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları.
(b) Yarılmalar sonucu Mössbauer Spektrumunda oluşan çizgiler.

Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite yapının ferromagnetik özellik gösterdiği de bilinmektedir^(23,24).

Taban durum için μ çekirdek manyetik momenti bilinirse, dış elektronların çekirdekte meydana getirdikleri H manyetik alan şiddeti bulunabilir. Fe için $H=33,3$ T olarak bulunmuştur⁽¹⁹⁾.

2.2.2 . Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçüm Sistemi

Termal analiz, incelenen numuneye ait bir fiziksel özelliğin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü veya bir tepkimede soğurulan ya da açığa çıkan ısının izlendiği yöntemleri içeren bir analiz tekniğidir. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) tekniğide bu konuda en çok kullanılanıdır. Termal analizler, genellikle

sabit basınç altında yürütölmektedir, dolayısı ile sistem için Gibbs-Helmholtz termodinamik eşitliđi;

$$\Delta G = \Delta H - T.\Delta S$$

şeklindedir. Burada G sistemin Gibbs serbest enerjisi, H sistemin entalpisi, S sistemin entropisi ve T kelvin sıcaklığıdır. Sıcaklığın bağımsız deđişken olduđu TG, DTA ve DSC yöntemlerinde $T.\Delta S$ terimi önemlidir. Gibbs-Helmholtz denkleminin sıcaklığa göre türevi alınacak olursa;

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

ifadesi elde edilir. Bu denklem sayesinde tepkimenin olmadığı bir durumdan ($\Delta G > 0$) tepkimenin olacağı bir duruma ($\Delta G < 0$) nasıl geçileceđini görebiliriz. Eđer bu işlem sonucunda ΔS deđeri pozitif ise, sıcaklığın artması ile sonuçta negatif olacaktır, eđer ΔS negatif ise, sıcaklığın azalması ile kendiliğinde olan tepkime elde edilecektir. Tepkime bir kere başladıktan sonra, olayı izlemek için bu üç yöntemden biri kullanılabilir.

DSC yönteminde malzeme ve referans maddesine aynı sıcaklık programı uygulanırken malzemede bir deđişiklik olması halinde, malzemeyi veya referansa bir elektrik devresi yardımı ile dışarıdan ısı eklenerek her ikisinin de aynı sıcaklıkta kalması sağlanır. DSC eğrileri, sıcaklığın ısı akışına karşı çizilen grafikleridir. Eđer inceleme sonucunda pozitif bir sinyal elde ediliyorsa tepkime endotermik bir şekilde gerçekleşmiş demektir, eđer negatif bir sinyal alınıyorsa tepkime ekzotermik bir tepkimedir. Bu sinyallerin büyüklükleri de numunenin aldığı veya verdiği ısının miktarına bađlıdır. DSC sonuçları entalpi deđişiminin olduđu olaylara karşı deđil,

aynı zamanda numune ile referansın ısı kapasiteleri arasındaki farka karşı da çok duyarlıdır.

Malzemeler ile ilgili yapılan DSC incelemelerinde elde edebileceğimiz fiziksel nicelikler şöyle sıralanabilir; entalpi, kristalleşme sıcaklığı, camsı geçiş sıcaklığı, ısı kararlılık, saflık ve curie sıcaklığı.

2.2.3. SEM Hakkında Genel Bilgi

SEM yine fizikten malzeme bilimine, kimyadan biyolojiye kadar pek çok bilim dalının faydalandığı bir mikroskopi tekniğidir. Bu tekniğin çalışma prensibini basitçe aktarılacak olursak; incelenmek istenen numunenin yüzeyi SEM içerisinde elde edilen çok ince bir elektron ışını demeti ile satır satır taranır. Işını oluşturan kaynak elektronları ile çarpma sonucunda numune yüzeyinden yansıyan elektronlar bir dedektör yardımıyla toplanır. Bu yüzeyden gelen sinyaller, dönüştürücü ve kuvvetlendiricilerden geçirilerek bir bilgisayar ekranından takip edilir hale gelmiş olur. Yüzeyin çıkıntılı olduğu yerlerden çok sayıda yansıyan elektron bulunduğundan, bu bölgeler ekranda açık renkte gözükürken, daha derinde bulunan bölgeler koyu renkte görülür. SEM' in odaklanma derinliği oldukça büyüktür dolayısı ile kırılma yüzeylerinin ve diğer ayrıntıların incelenebilmesi açısından da son derece kullanışlıdır. Bunların yanı sıra, SEM aracılığı ile incelenen malzemenin, kimyasal içeriğinin tespiti de mümkündür. Bu da daha önceden referansea edilmiş sinyaller sayesinde gerçekleştirilir. Sistemin bu konudaki hassasiyeti de bu referansea edilmiş elementlerin sayısı ile sınırlıdır.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI

Genellikle az karbonlu (ötektoid) Fe bazlı alaşımlarda gözlenen perlite yapının yaklaşık olarak 923 °K oluştuğu bilinmektedir⁽²⁵⁾. Benzer şekilde bu tür alaşımlar yaklaşık olarak 1500°C de ergir ve vakumlu bir ortamda oda sıcaklığına soğutulmaları esnasında da yaklaşık 900°C civarında da yüzey merkezli kübik (f.c.c.) yapıda kristalleşirler. Alaşımın sahip olduğu bu kristal yapısına da *austenite* adı verilir.

Perlite, aynı serbest enerjiye sahip, aynı kompozisyon içerisindeki austenite ve ferrite yapıların oluşturduğu ikili bir fazdır. Ötektoid haldeki austenite fazdan bir miktar ferrite ayrılarak yapıyı oluşturmaktadır.

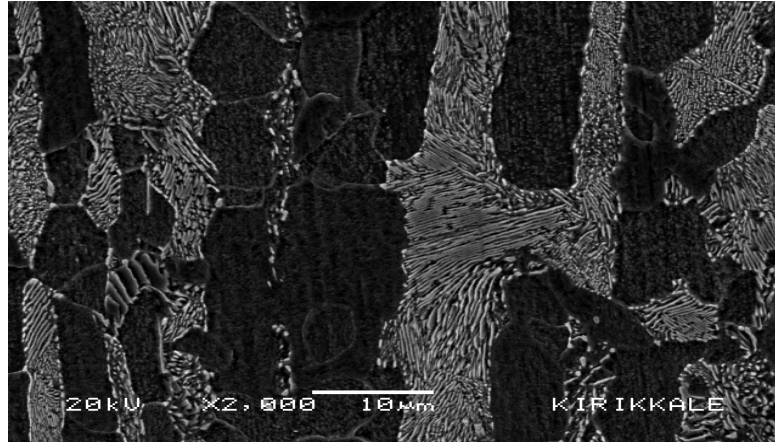
Fe bazlı alaşımlardaki bu perlite yapının oluşumunda, karbon miktarı ile yapı oluşum şekli ve miktarı arasında önemli bir ilişkinin bulunduğu daha önce yapılan çalışmalarda da ortaya konmuştur. Genellikle az karbon içerikli alaşımlarda sıklıkla gözlenen bir fazdır. Perlite oluşumun başlaması için uzun bir zaman gereklidir. Ancak başlama süresinin hemen sonrasında hızlı bir şekilde, yaklaşık 5 dakika içerisinde kaba perlite tabakalar oluşmaktadır.

Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımında ortaya çıkan perlite, austenite fazların yapısal, magnetik ve ısıl özelliklerinin farklı fiziksel yöntemler kullanılarak belirlendiği bu çalışmada ise; alaşımın ısıl işlem uygulanmamış halinin gösterdiği fiziksel özellikler ile ısıl işlem uygulanmış halinin sergilediği fiziksel özellikler karşılaştırmalı olarak incelenmiş ve yapıda ne tür değişimler olduğu belirlenmiştir.

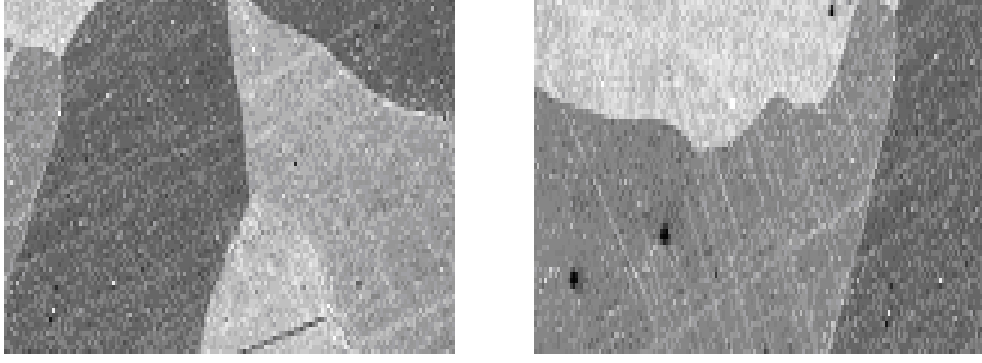
Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alařımından aldığımız örneklerle ilk olarak SEM incelemesi yapılmıřtır. Herhangi bir iřleme tabii tutulmayan numunede rasgele olarak yerleřmiř olan perlite oluřumları gözlemlenmiřtir.

Daha önce yapılan alıřmalar da tespit edildiđi üzere; perlitik oluřumlar yapı ierisinde rasgele ve koloniler halinde bulunmaktadırlar. İncelediđimiz alařımdaki bu koloniler halindeki perlitik oluřumları gsteren SEM grüntüleri Őekil 3.1.' de verilmiřtir.

Daha sonrasında Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alařımı 1100 °C' ye kadar ısıtılmıř ve bu sıcaklıkta 24 saat süreyle bekletilmiřtir. Son olarak fırın ierisinde oda sıcaklıđına kadar yavařça sođumaya bırakılmıřtır. Bu iřlemler sonrasında yapıdaki yeni kristalografik dnüşümleri yine SEM kullanılarak incelediđimizde; yapıdaki mevcut perlite haldeki kolonilerin tamamı ile austenite yapıya dnüşmüř olduđu grüldü. Bu ısıl iřlem sonu oluřan kristalografik yapı da Őekil 3.2' de verilmiřtir.



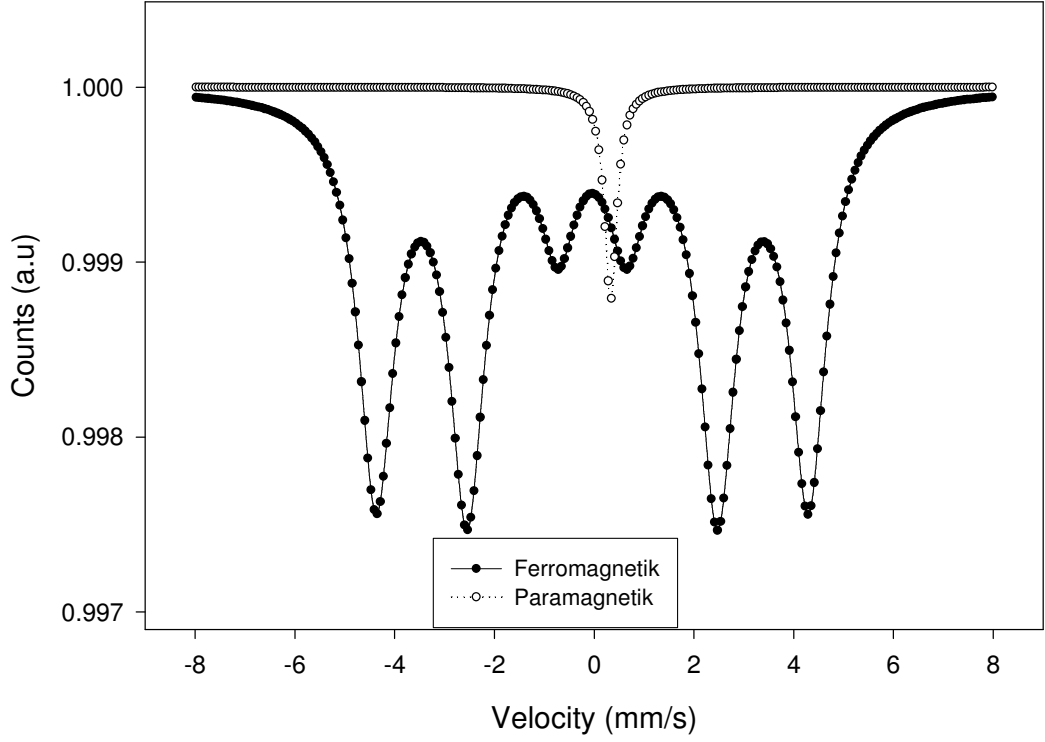
Őekil 3.1. Isıl iřlemden önceki Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alařımında bulunan perlite oluřumlarını gsteren SEM grüntüleri.



Şekil 3.2. 1100 °C' de 24 saat ısıtım gördükten sonra fırın içerisinde yavaş soğumaya bırakılan Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımında oluşan austenite fazı gösteren SEM görüntüleri.

Malzemeye uyguladığımız ısıtım sonrası, alaşımındaki yapısal değişiklikleri SEM incelemeleriyle ortaya koyduktan sonra, bu yapısal değişikliklerin malzemenin magnetik özellikleri üzerinde nasıl bir etkiye neden olduğu Mössbauer incelemeleri sonucunda tespit edilmiştir. Ayrıca perlit fazdaki numunenin magnetikliği de belirlenmiştir.

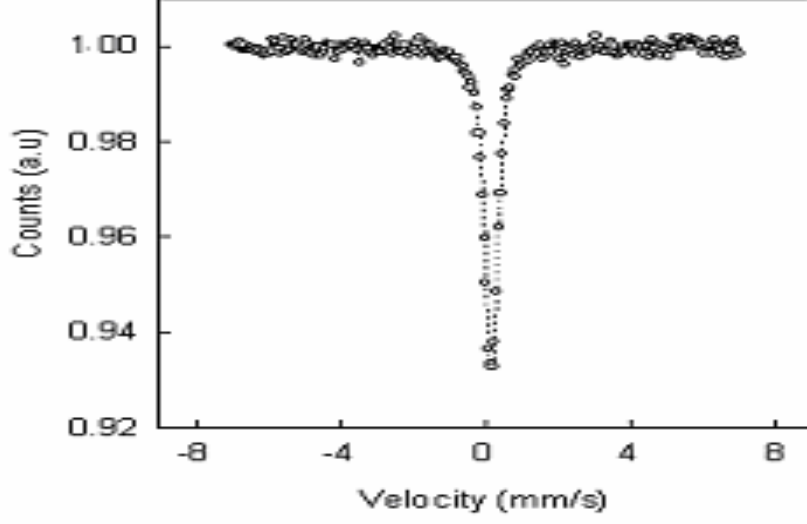
Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımı oda sıcaklığında kararlı bir perlit fazda bulunmaktadır ve bu durumda iken numune üzerinde yapılan Mössbauer çalışmaları sonucunda yapıda. Numunedeki perlit yapı ferromagnetik özellik göstermiş olup, Mössbauer spektroskopisinde 6 pik ile temsil edilmektedir. Aynı zamanda numune içerisindeki perlit yüzdesi %74,6 olarak tespit edilmiştir. Mössbauer spektroskopisinde tek bir pik ile temsil edilen austenite faz miktarı da %25,4 olarak belirlenmiştir. Oda sıcaklığındaki numuneden elde edilen sonuçlar Şekil 3.3.'de verilmiştir.



Şekil 3.3. Isıl işlem görmemiş Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımının oda sıcaklığındaki Mössbauer Spektrumları.

1100 °C' e kadar ısıtılıp, bu sıcaklıkta 24 saat bekletilen ve sonrasında fırın içerisinde oda sıcaklığına kadar yavaş soğutulan numunedeki yapısal değişimin, perlitte fazın austenite faza dönüşmesi şeklinde gerçekleştiğini SEM görüntülerinden tespit ettikten sonra bu yeni fazın ne gibi magnetik özelliklere sahip olduğu yine Mössbauer tekniği kullanılarak ortaya konmuştur.

Bu inceleme sonucunda austenite yapının Şekil 3.4.'de de verilmiş Mössbauer spektroskopisi sonuçlarında tek bir pik ile temsil edilen paramagnetik özellik gösterdiği belirlenmiştir.

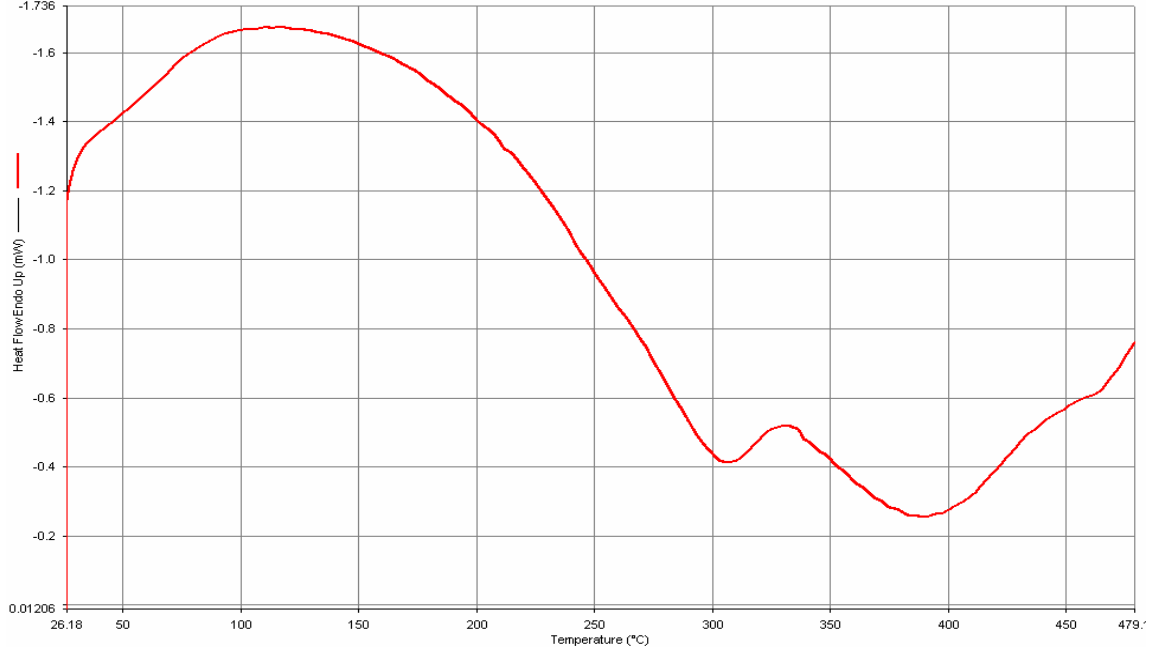


Şekil 3.4. 1100 °C’ de 24 saat ısıtılmış Fe-%3,1-%0,6Si-%0,2Si-%0,2Mn alaşımının oda sıcaklığındaki Mössbauer Spektrumu.

Elde edilen bu Mössbauer sonuçlarına göre; Fe-%3,1Ni-%0,6Cr-%0,2Si-%0,2Mn alaşımındaki ferromagnetik perlit yapının, ısıtılma sonrasında paramagnetik austenite yapıya dönüştürülebileceğini söyleyebiliriz.

DSC yöntemi kullanılarak, ısıtılma tabii tuttuğumuz austenite haldeki malzeme içerisindeki faz dönüşümlerinin başlama ve bitiş sıcaklıkları tespit edilmiş olup bunun yanında bu dönüşümlerin ne tür bir reaksiyonla gerçekleştiği belirlenmiştir. Yaptığımız ölçümler sonucunda perlit fazdaki yapıdan austenite faza bir geçiş olmuştur ve austenite faza geçişin başlama sıcaklığı $A_s \approx 310$ °C olarak bulunmuştur ve perlit faz geçişin sona erdiği sıcaklık değeri de $A_f \approx 400$ °C olduğu tespit edilmiştir. Sonuçta elde edilen DSC eğrilerinden perlit fazdan austenite faza geçişin endotermik bir şekilde gerçekleştiği görülmüştür. Bu ısıtılma uygulanıp

fırın içerisinde oda sıcaklığına kadar soğutulmuş olan malzeme ile yapılan DSC ölçümlerini gösteren eğride Şekil 3.5.' de verilmiştir.



Şekil 3.5. 1100 °C' de 24 saat bekletildikten sonra fırın içerisinde oda sıcaklığına kadar soğutulan Fe-3,1Ni-0,6Cr-0,2Si-0,2Mn numunesinin DSC grafiği.

4. SONUÇ ve TARTIŞMA

Ötektoid sıcaklığının hemen altına bir soğutma yapılacak olursa austenite faz az bir miktar soğutulmuş olur. İncelemiş olduğumuz malzeme içerisindeki perlite oluşumları da bu sıcaklık değerinde ve uzun bir zamanda ortaya çıkmıştır. Bunu söylememizin nedeni; incelemeler sonucunda, yapıda kalın perlite oluşumlarının görülmüş olmasıdır. Bu kalın perlite oluşumları yavaş soğumaya bırakılmış olan malzemelerde gözlenen bir durumdur, dolayısıyla dönüşüm için daha uzun bir süre geçer ve C-atomları daha uzak mesafelere difüze eder. Eğer malzeme bu austenite fazın altındaki sıcaklık değerine hızlı bir şekilde getirilmiş olsaydı, malzemedeki farklı bir mikro yapı oluşması beklenirdi. Bu durumda yapı içerisindeki lameller oldukça ince ve sonuçta; ferrite ve sementite arasındaki sınır çok büyük olabilirdi. Bunun sonucu olarak, ferrite-sementite ara yüzeyindeki enerjiden dolayı da malzemenin toplam iç enerjisi daha yüksek olması beklenebilirdi. Sonuçta yapıda oluşan ince perlite miktarına bakılarak incelemiş olduğumuz malzemenin daha karalı bir iç yapısı vardır. Ayrıca yapı içerisindeki perlite lamellerinin oldukça uzun oluşu dolayısıyla iyi perlite malzeme olduğunu da söyleyebiliriz. Bu türden oluşumların sağlanabilmesi için, soğutma işleminin dışında haddeleme yapılır ve bu işlem malzemenin mekanik olarak malzemenin sertliğini artırıcı bir etkisi vardır. Sadece ferrite içerikli malzemeler genellikle yumuşak malzemelerdir. Ancak incelemiş olduğumuz malzemedeki ferrite yapı olmasına karşın, gerek bu ferrite oluşumlarının sementite tarafından çevrelenmiş olması gerekse numunenin haddelenmiş olmasından dolayı; yapı diğer duruma göre oldukça serttir. Aynı zamanda perlit oluşumlarının karakteristik özelliği olarak ta belli bir oranda esnekliğe sahiptir. Bu

tür perlite çeliklerinde iyi perlite oluşturmanın diğer bir yolu; sementitin ferrite içinde ayrı yuvarlanmış parçacıklar halinde çökmesini sağlamaktır.

Alaşımımızın sahip olduğu yapısal özelliklerinin ve bu özelliklerindeki değişimlerin, mekaniksel anlamda etkileri mevcut olduğu gibi incelemeler sonucunda anlaşıldığı üzere ısı işlemin magnetik özellikler üzerinde de önemli bir değişime neden olduğu anlaşılmıştır. Malzeme ile yapılan çalışmalarda, perlite fazın ferromagnetik ve paramagnetik özelliklere sahip olduğu ve bu ısı işlem sonrasında yalnızca paramagnetik özellik gösteren austenite faz oluşturulduğu görülmüştür. Ayrıca mössbauer sonuçlarından, yapıda başlangıçta %74,6 ferromagnetik bölge bulunurken, %25,6 oranında da paramagnetik bölge bulunmuştur. Bu değerlerde elde edilen mössbauer spektrumlarının altında kalan alanlarla ilişkili olup, sistem tarafından ekrandan izlenebilen bir değerdir. Bu sonuçlar ışığında, malzeme ile ilgili söyleyebiliriz ki; ısı işlem sonrasında yapı tamamı ile paramagnetik bir alaşım haline dönüştürülebilmektedir. Bunun nedeni de teorik olarak; ısı ile toplam mıknatıslanmış bölge enerjisinin sıcaklık artışı ile azalan bir değer olmasıdır. Bu teoride de olması öngörülen durumu, elde edilen sonuçlardan görmüş olduk. Ayrıca yine ferromagnetik özellik gösteren malzemelerin mössbauer spektroskopisinde 6 pikle, paramagnetik olanlarında 1 pikle temsil edildiği önceki incelemelerden de bilinen bir durumdur ve bu durum bizim incelemelerimizde de tekrarlanmıştır.

Malzeme ile yapılan bir diğer çalışmada da, yapıdaki mevcut perlite fazdan austenite faza geçişin ısısal özelliği incelenmiş olup, sonuçta malzeme içerisindeki bu dönüşümün endotermik bir şekilde gerçekleştiğini gördük. Bunu yaparken de DSC eğrilerinden faydalandık. Pozitif yönde bir pik sergileyen bu dönüşümün dışardan enerji alınması durumunda gerçekleştiğini tespit etmiş olduk. Elde ettiğimiz

DSC eğrileri, sıcaklık artışı ile sistem içindeki referans malzemeye doğru gerçekleşen, iki sistem arasındaki dengeyi sağlayıcı, ısı akışının nasıl değiştiğine dair bilgileri içermektedir. Dolayısıyla pozitif pik bize dışardan malzemeye doğru bir ısı akışının bulunduğunu göstermektedir.

Bütün bu sonuçlar; malzemeye bir ısı işlem uygulanması durumunda yapıda ne tür fiziksel değişiklikler meydana gelebileceği konusunda fikir sahibi olmamızı sağlamıştır. Bu tür bir alaşım kullanılarak yapılacak bir aletin özelliklerinin nasıl değiştirilebileceği konusunda da önemli bilgiler elde edilmiş oldu. Ayrıca yapının perlit fazına sahip olmasının yanı sıra, Si içerikli oluşu da yapıya ekstra elektriksel özellikler de kazandırmıştır.

Si içerikli alaşımların genellikle elektriksel aletlerin üretiminde kullanıldıklarını söylemiştik ancak ötektoid çeliklerden elde edilen perlit fazdaki numuneler genellikle çeşitli mühendislik uygulamalarında kullanılırlar. Bunun sebebi de çeşitli fiziksel etkilere karşı en dayanıklı malzemelerin, iyi perlit fazdaki çeliklerden elde edilebildiği gerçeğidir. Bu malzemelerin sertliği yaklaşık 1500 MPa olarak tespit edilmiştir, ancak bu değer 2500 Mpa' a kadar çıkarılabildiği bulunmuştur. Bu perlit malzemelerin soğuk ortamdaki sertlikleri daha da artmasına karşın diğer malzemelerden farklı olarak %20 oranında eğilip, bükülebilme özelliğine sahiptirler. Bu özellikleri dolayısıyla da güçlü kabloların üretiminde sıkça tercih edilmektedirler. Bunun dışında sıkça kullanıldıkları alanlar; köprülerde, demiryollarında, teleferik tellerinde ve çeşitli askeri malzemelerdir. Bu malzemelerin ilk olarak kullanılmaya başlandığı yer de İsviçre' deki teleferik kablolarıdır⁽²⁶⁾.



Şekil 4.1. Saas Fee region, İsviçre (2005)

Perlite fazdaki ötektoid çeliğin kullanıldığı başka bir çarpıcı örnekte; Milenyum Çemberi yada Londra' nın Gözü olarak bilinen yapıdır ve şekil 4.2.' de gösterilmiştir. Yuko Nomuro ve Shingeki Ueta tarafından çekilen fotoğraflarda da görülen yapı Özgürlük Anıtından daha uzun olup 135m yüksekliğe sahiptir. Yapının inşaatında yaklaşık 1700 ton iyi-perlite çelik malzeme kullanılmıştır. Bu yapının özelliklerine gelince; turistik amaçla yapılmış olup, şehrin tamamını 415m' den görmeye yarayan, dayanıklı ve kullanışlı bir yapı oluşudur⁽²⁶⁾. Sonuç olarak perlite fazdaki çelikler, değişik sıcaklıklardaki diğer malzemelere nazaran sadece sertliğin değil eğilme ve bükülme özelliğinin de gerektiği çeşitli alanlarda daha kullanışlıdır.



Şekil 4.2. The Millennium Wheel, London Eye London-2005

KAYNAKLAR

1. Takehiko Kikuchi, Setsuo Kajiwara and Yo Tomota, Microscopic Studies on an Fe-Mn-Si-Cr-Ni, **4**, 8(1994)
2. H. K. D. H. Bhadeshia, Material Science and Metallurgy, University of Cambridge (2002).
3. R. F. Cochrane, Microscopic Studies on an Fe-Ni-Cr-Mn-C Alloy. Department of Materials, University of Leeds (2002).
4. J.Hesse, Hyperfine Interactions, **48**, 357 (1989)
5. L. H. Schwartz and K.J.Kim, Metall. Trans. , **7A**, 1567 (1976).(1)
6. G.B. Olson ve M. Cohen, Metallurgical Transaction
7. T.N.Durlu, Katılmal Fiziğine Giriş, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü, Ankara, (1989).
8. H. K. D. H. Bhadeshia, Bainite in Steels, Cambridge University Press, London, **23**(1992).(13)
9. S. Kajiwara, Mater. Sci. Eng., **A273-275**, 67 (1999)
10. A. Gedikoğlu, Atom ve Çekirdek Fiziğine Giriş. Ekonomist Yayınevi, Ankara, (1978).
11. D. R. Askeland, Material Science, **45**, (1996).
12. G. B. Olson and W. S. Owen, The Materials Information Society, New York, (1992).
13. D. A. Porter and K. E. Easterling, Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London, (1981)

14. A. Barrett and T. B. Massalski, Structure of Metals. McGraw-Hill Inc., London, **24**(1966)
15. S. B. Seo, D. S. Leem, J. H. Jun and C. S. Choi, ISIJ Int., **41**, 350(2001).
16. D. R. Askeland, Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri, Nobel Yayıncılık, (1998).
17. K. Onaran, Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, (1997).
18. G.K. Wertheim, Mössbauer Effect, Principles and Application, Academic Press, Newyork, (1964).(44)
19. G. B. Olson and M. Cohen, Metall. Trans. A., **7A**, 1905 (1976).
20. J. W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, **49**(1975).
21. Lawrence H. Van Vlack, Elements of Materials Science and Engineering, University of Michigan, Addison- Wesley Publishing Co. (1989)
22. Savaş Küçük, Fe-Mn-Cr Alaşımında Gözlenen Difüzyonsuz Faz Dönüşümleri Üzerine çalışmalar, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale (2004)
23. M. T. John, C. M. Fan ve C.M.Wan, journal of MATER. Sci. 2735(1989)
24. L. Kaufman and M. Cohen., Trans. AIME, J. Metals, 206, 1393(1956)
25. C. G. deAndres, C. Capdevila, F. G. Caballero ve H. K. D. H. Bhadeshia, Modelling of kinetics and dilatometric behaviour of non-isothermal pearlite-to-austenite transformation in an eutectoid steel, *Scripta Materialia*, Vol. 39, **791-796**, (1998)
25. R.V.Pound, Mössbauer Spectroscopy, **131**, (1981)
26. H. K. D. H. Bhadeshia, Pearlite Phase, University of Cambridge (2001).
27. H. K. D. H. Bhadeshia, Studies on an eutectoid steel, *Scripta Materialia*, (1999).

28. Őule Ocak, Fe-%2Mn-%0,5Cr Alařımında austenite-bainite-martensite Faz Dönüřümlerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Őubat 2003 Kırıkkale.