# KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%17.3Mn-%4.6Co ALAŞIMINDA TERMAL ETKİLİ MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLER VE MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLERİN MANYETİK ÖZELLİKLER ÜZERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Osman ARMAĞAN

HAZİRAN 2011

**Fizik Anabilim Dalında** Osman ARMAĞAN tarafından hazırlanan Fe-%17.3Mn-%4.6Co ALAŞIMINDA TERMAL ETKİLİ MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLER VE MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMÜNLERİN MANYETİK ÖZELLİKLER ÜZERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

> Prof. Dr. İhsan ULUER Anabilim Dalı Başkanı

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

Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI Danışman

Jüri Üyeleri

Başkan	: Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ	
Üye (Danışman)	: Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI	
Üye	: Doç. Dr. Uğur SARI	

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

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

Prof. Dr. İhsan ULUER Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

### ÖZET

Fe-%17.3Mn-%4.6Co ALAŞIMINDA TERMAL ETKİLİ MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLER VE MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLERİN MANYETİK ÖZELLİKLER ÜZERİNE ETKİSİNİN İNCELENMESİ

> ARMAĞAN, Osman Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi Danışman: Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI Haziran 2011, 93 sayfa

Bu çalışmada, Fe-%17.3Mn-%4.6Co alaşımda martensite kristalografisi, hacim oranı ve manyetik özellikleri üzerinde homojenleştirme sıcaklığının etkisi incelendi. SEM ve TEM gözlemleri artan homojenleştirme sıcaklığının  $\varepsilon$  (h.c.p.) ve  $\alpha'$  (b.c.c.) martensite faz miktarlarında ve austenite tane büyüklüğünde önemli değişiklikler yarattığını göstermiştir ve elde edilen sonuçlar tartışıldı. Martensite fazların örgü parametresi ve austenitemartensite fazlar arasındaki yönelim ilişkisi elektron kırınım deseni analiziyle elde edildi. Alaşımın Mössbauer Spektrum analizinde  $\gamma$  (f.c.c.) austenite ve  $\varepsilon$ martensite fazları için tekli pik ile paramanyetik ve  $\alpha'$  martensite faz için geniş altılı pik ile ferromanyetik özellik gösterdiği belirlendi. Bu alaşımda  $\alpha'$ ,  $\gamma$  ve  $\varepsilon$ fazların hacim oranları ve manyetik özellikleri Mössbauer Spektrum analizi ile incelendi. Ayrıca, homojenleştirme sıcaklığına bağlı olarak, alaşımın

i

manyetik karakterinin ferromanyetikten paramanyetiğe veya paramanyetikten ferromanyetiğe geçtiği gözlendi.

Anahtar Kelimeler : Martensitik Dönüşüm, Mössbauer Spektroskopisi, Manyetik Özellikler, Elektron Mikroskobu

#### ABSTRACT

INVESTIGATION OF THERMALLY INDUCED MARTENSITIC TRANSFORMATION AND EFFECT OF MARTENSITIC TRANSFORMATIONS ON MAGNETIC PROPERTIES IN FE-%17.3MN-%4.6CO ALLOY

> ARMAĞAN, Osman Kırıkkale University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Physics, M. Sc. Thesis Supervisor : Asst. Prof. Dr. Talip KIRINDI June 2011, 93 pages

In this study, the effects of homogenization temperature on martensite crystallography, volume fraction and magnetic properties have been studied in Fe-%17.3Mn-%4.6Co alloy. The SEM and TEM observations have shown that with increasing homogenization temperature created considerable changes amounts of  $\varepsilon$ (h.c.p.) and  $\alpha'$ (b.c.c.) martensite phases and austenite grain size, and the obtained results were discussed. Lattice parameter of martensite phases and orientation relationship between austenite and martensite phases obtained electron diffraction pattern analysis. Mössbauer spectra of the alloy reveal the paramagnetic character with a singlet for the  $\gamma$ (f.c.c.) austenite and  $\varepsilon$  martensite phases and a ferromagnetic character with a broad sextet for  $\alpha'$  martensite phase. Volume fractions of  $\alpha'$ ,  $\gamma$  and  $\varepsilon$ 

iii

phases in this alloy and magnetic properties are investigated with Mössbauer Spectra analysis. Besides, depending on homogenization temperature, the magnetic character of this alloy changes paramagnetic to ferromagnetic or ferromagnetic to paramagnetic.

**Key Words:** Martensitic Transformation, Mössbauer Spectroscopy, Magnetic Properties, Electron Microscopy

## TEŞEKKÜR

Çalışmalarım süresince değerli yardım ve katkılarıyla beni yönlendiren ve destek veren hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI' ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Deneylerin yapılması ve tezin yazılması sırasında, yardımlarını esirgemeyen Sayın Doç. Dr. Uğur SARI' ya, Sayın Arş. Gör. Yasin Göktürk YILDIZ' a, Sayın Arş. Gör. Gökçen YILDIZ' a ve Sayın Arş. Gör. Figen DURKAYA' ya teşekkür ederim.

Ders aşamasında bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım en başta Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ' ye ve Fizik Bölümü' nün değerli öğretim üyelerine ve her konuda yardımlarını gördüğüm Fen Bilimleri Enstitüsü'nün akademik ve idari personeline teşekkür ederim.

Ayrıca benim için maddi manevi hiçbir fedakarlıktan kaçınmayan anneme ve babama en içten saygı ve şükranlarımı sunarım.

## İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	<u>sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	х
SIMGELER DIZINI	xiii
KISALTMALAR DİZİNİ	XV
1. GİRİŞ	1
1.1. Literatür Özeti	2
1.2. Çalışmanın Amacı	4
2. MATERYAL VE YÖNTEM	6
2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri	6
2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri	7
2.2.1. Austenite Fazın Stabilizasyonu	7
2.2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerin Oluşumu	8
2.2.3. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerin Kinetik	
Özellikleri	9
2.2.4. Martensitik Faz Dönüşümünün Tersinir Olma Özelliği	12
2.2.5. Fe Bazlı Alaşımlarda Martensitik Dönüşümler	14
2.2.6. Martensite Faz Dönüşümlerinin Yapısal ve Kristalografik	
Özellikleri	15
2.2.6.1. F.c.c. – B.c.c. Faz Dönüşümü	17
2.2.6.2. B.c.c. – H.c.p. Faz Dönüşümü	20
2.2.6.3. F.c.c. – H.c.p. Faz Dönüşümü	21
2.2.7. Martensitik Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri	25

2.2.8. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi	30
2.2.9. Austenite- Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde	
Manyetizmanın Etkisi	33
2.2.9.1. Manyetizma ve Manyetizma Çeşitleri	33
2.2.9.2. Diyamanyetizma	35
2.2.9.3. Paramanyetizma	36
2.2.9.4. Ferromanyetizma	37
2.3. Alaşımda Kullanılan Elementler	38
2.3.1. Demir (Fe)	38
2.3.2. Mangan (Mn)	39
2.3.3. Kobalt (Co)	40
2.4. Deneysel Sistem ve Yöntem	41
2.4.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	41
2.4.2. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)	43
2.4.2.1. Elektron Kırınım Desenlerinin İndislenmesi	45
2.4.2.1.1. Kristal Doğrultuları	45
2.4.2.1.2. Miller İndislerinin Gösterimleri	47
2.4.2.1.3. İki Düzlemin Zon Ekseni	49
2.4.2.1.4. Yansıma Şartları	51
2.4.2.1.5. Stereografik İzdüşüm	53
2.4.2.1.6. Elektron Kırınımının Geometrisi ve İndisleme	58
2.4.3. Mössbauer Spektrometresi	60
2.5. Numunelerin Hazırlanması	66
2.5.1. Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İçin	
Hazırlanması	67
2.5.2. Numunelerin Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İçin	
Hazırlanması	67
2.5.3. Numunelerin Mössbauer Spektrometresi İçin	
Hazırlanması	68

3. ARAŞTIRMA BULGULARI	
3.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümünler	69
3.1.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Taramalı Elektron	
Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi	69
3.1.2. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Geçirmeli Elektron	
Mikroskobu (TEM) ile İncelenmesi	72
3.2. Homojenleştirme Sıcaklığının Martensite Miktarı ve Manyetik	
Özellikler Üzerine Etkisi	76
3.2.1. SEM Görüntüleri İncelemeleri	76
3.2.2. Mössbauer Spektrometresi İncelemeleri	81
4. SONUÇLAR	86
KAYNAKLAR	89

## ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE	
	<u>Sayfa</u>
3.1. Fe-%17.3Mn-%4.6Co alaşımında farklı sıcaklıklarda ısıl işlem	
uygulanmış numunelere ait Mössbauer Spektrometresi	
sonuçları	84

## ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u> <u>Sayfa</u>
2.1. Austenite ( $\gamma$ ) ve martensite ( $\alpha$ ) fazların serbest enerjilerinin
sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi 10
2.2. a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi,
b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi 12
2.3. Austenite-martensite faz dönüşüm sıcaklıkları 13
2.4. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite alışım düzlemi 16
2.5. a) f.c.c. kristal yapı, b) b.c.c. kristal yapı 17
2.6. (111) <sub><math>\gamma</math></sub> düzlemindeki kesme doğrultuları a) N ilişkisi, b) K-S ilişkisi 18
2.7. Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama'nın ileri sürdükleri $\gamma  ightarrow lpha$
dönüşümlerinde kesme mekanizmaları arasındaki ilişki 19
2.8. Burgers tarafından önerilmiş olan b.c.c.→h.c.p. dönüşümünde
kesme mekanizması 20
2.9. a) f.c.c. yapının <111> <sub>f.c.c.</sub> doğrultusunun, b) h.c.p. yapının
<0001> <sub>h.c.p.</sub> doğrultusuna paralel olacak şekilde gösterimi 22
2.10. h.c.p. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi 23
2.11. Sıkı paketlenmiş f.c.c. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi 23
2.12. a-b) f.c.c.→h.c.p. dönüşüm mekanizması, c) f.c.c.→h.c.p.
dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu 24
2.13. Bain Dönüşümü 26
2.14. Diyamanyetik malzemenin atomları 35
2.15. a) Paramanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi, b) Dış
manyetik alan altında paramanyetik bir malzemenin manyetik
düzenlenişi

2.16.	a) Ferromanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi, b) Dış	
	manyetik alan altında ferromanyetik bir malzemenin manyetik	
	düzenlenişi	37
2.17.	Elektrolizle arıtılmış (%99,97+) saflıkta demir parçaları ve	
	karşılaştırma için yüksek saflıkta (99,9999 % = 6N) 1 cm <sup>3</sup> hacminde	
	demirden bir küp	39
2.18.	Elektrolizle arıtılmış (%99,99) saflıkta mangan parçaları ve	
	karşılaştırma için yüksek saflıkta (%99,99 = 4N) 1 cm <sup>3</sup> hacminde	
	mangan bir küp	40
2.19.	Kobalt	41
2.20.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Mekanizması	42
2.21.	Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ve Yapısı	43
2.22.	Örgü doğrultusu	45
2.23.	Miller indisleri tayin edilecek P düzlemi	48
2.24.	Kübik yapıdaki bazı önemli düzlemler ve onların Miller indisleri	49
2.25.	İki düzlemin ara kesit doğrusu ve bunların zon ekseni	50
2.26.	Kübik yapı için; a) temel düzlemler ve b) (100) ve (010)	
	düzlemlerinin zon ekseni	51
2.27.	Bir kristalin küresel izdüşümü	54
2.28.	Bir kristalin izdüşüm düzlemleri	55
2.29.	Bir kristalin stereografik izdüşümü	56
2.30.	Wulff ağı	57
2.31.	Tek kristal üzerinde elektron kırınımının geometrik konfigürasyonu.	58
2.32.	TEM' den alınan noktasal desenli elektron kırınım görüntüsü	59
2.33.	Mössbauer Spektrometresi	61
2.34.	Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş	63

2.35	5. (a) <sup>57</sup> Fe'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda	
	yarılmaları, (b) Yarılmalar sonucu Mössbauer Spektrumunda	
	oluşan çizgiler	65
3.1.	1200°C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve yavaş soğutulan	
	Fe-%17,3Mn-%4,6Co alaşımında austenite tane yapısı	69
3.2.	1200°C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan	
	Fe-%17,3Mn-%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü	71
3.3.	Suda hızlı soğutulan numunenin TEM görüntüsü	73
3.4.	Suda hızlı soğutulan numuneye ait kırınım desenleri ve indis	
	diyagramları	75
3.5.	750°C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan	
	Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü	77
3.6.	900 <sup>°</sup> C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan	
	Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü	78
3.7.	1050 <sup>°</sup> C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan	
	Fe-%17,3Mn-%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü	79
3.8.	1200 <sup>°</sup> C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan	
	Fe-%17,3Mn-%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü	80
3.9.	Farklı sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulan ve suda hızlı soğutulan	
	numunelerin, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumları	
	a) 750°C, b) 900°C, c) 1050°C, d) 1200°C	83

## SIMGELER DIZINI

- γ Yüz merkezli kübik yapı
- α Hacim merkezli tetragonal yapı
- α' Hacim merkezli kübik yapı
- ε Sıkı paketlenmiş hegzagonal yapı
- F<sub>hkl</sub> Yapı çarpanı
- °C Santigrat
- <sup>°</sup>K Kelvin
- T<sub>0</sub> Martensite austenite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
- A<sub>s</sub> Martensite austenite ters dönüşüm başlama sıcaklığı
- A<sub>f</sub> Martensite austenite ters dönüşüm tamamlanma sıcaklığı
- M<sub>s</sub> Martensite austenite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
- M<sub>f</sub> Martensite austenite faz dönüşümünün bitme sıcaklığı
- F<sup>γ</sup> Ana fazın (austenite) kimyasal serbest enerjisi
- F<sup>α</sup> Ürün fazın (martensite) kimyasal serbest enerjisi
- $\Delta F^{\alpha-\gamma}$  Kimyasal serbest enerji değişimi
- T Mutlak sıcaklık
- **F** Toplam şekil deformasyonu
- B Bain zorlanması
- **S** Sabit kesme zorlanması
- R Katı cismin dönmesi
- C Tamamlayıcı kesme
- P Plastik bozulma
- **b** Burgers vektörü
- M Mıkanatıslanma vektörü
- H Manyetik alan
- χ Manyetik alınganlık

- μ<sub>0</sub> Serbest uzayın manyetik geçirgenliği
- μ<sub>m</sub> Manyetik geçirgenlik
- f<sub>j</sub> Atomik yapı çarpanı

## KISALTMALAR DİZİNİ

- f.c.c. Yüz merkezli kübik yapı
- b.c.t. Hacim merkezli tetragonal yapı
- b.c.c. Hacim merkezli kübik yapı
- h.c.p. Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı
- WLR Wechsler, Lieberman ve Read teorisi
- BM Bowles ve Mackenize teorisi
- SEM Taramalı Elektron Mikroskobu
- TEM Geçirmeli Elektron Mikroskobu
- (hkl) Miller indisleri
- [uwv] Zon ekseni

### 1. GİRİŞ

Austenite-martensite faz dönüşümleri üzerinde ilk çalışmalar teknolojinin gelişmesine paralel olarak 19. yüzyılın sonlarından itibaren başlamıştır. Martensitik dönüşüm olayı ilk olarak Alman bilim adamı **A. Martens** tarafından bulunduğu için bu bilim adamının adı ile anılır. Austenite ana kristal yapının martensite ürün faza difüzyonsuz olarak dönüşmesi şeklinde gerçekleşen martensitik dönüşümler önceleri çeliğin su verilerek sertleştirilmesi sonucu ortaya çıkan bir olay iken, daha sonra yapısal, kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri nedeni ile akademik açıdan ilgi çekici bir araştırma konusu haline gelmiştir [1,2].

Martensitik faz dönüşümü çelik alaşımlarına üstün malzeme olma özelliği kazandırdığı gibi diğer metal ve metal alaşımlarına da termoelastiklik, süperelastiklik ve şekil hatırlama gibi fiziksel ve teknolojik özellikler kazandırır [2].

Martensitik faz dönüşümü; sıcaklığın hızlıca düşürülmesiyle, dış mekaniksel zorun etkisi ile veya her iki etkinin birlikte uygulanması ile gerçekleşir. Termal etki ile oluşan austenite-martensite faz dönüşümleri alaşımın kompozisyonuna göre atermal veya izotermal olarak gerçekleşir. Atermal özellik gösteren martensitik dönüşümler çok yüksek hızlarda patlama yoluyla meydana gelirken izotermal özellik gösteren dönüşümler gözle takip edilebilecek kadar yavaş bir şekilde zamana bağlı olarak oluşur. Mekanik zor

ile meydana gelen dönüşümlerse zor veya zorlanma etkili martensitik dönüşümlerdir [1,3].

Martensitik faz dönüşümü üzerinde yapılan çalışmalar metallerde şekil hatırlama özelliğinin teknolojik öneminden dolayı daha da önem kazanmıştır. **Şekil hatırlama** olayı, belirli bir şekle sahip alaşımın düşük sıcaklıklarda deformasyona uğratılmasından sonra, dönüşüm sıcaklığının üzerinde bir sıcaklığa ısıtılması sonucu alaşımın eski şekline dönmesi olarak bilinir. Ti-Ni bazlı alaşımların çok üstün şekil hatırlama özelliği göstermesi yanında maliyetinin yüksek olması teknolojik kullanımında geniş bir alana yayılmasını engeller. Bunun yanında Fe bazlı alaşımların şekil hatırlatma özelliği döstermesi ve maliyetinin ucuz olmasından dolayı, martensitik faz dönüşümlerinin Fe bazlı alaşımlarda yoğunlaşmasına sebep olmuştur [4].

Şekil hafıza alaşımlarında, yüksek sıcaklık fazından düşük sıcaklık fazına gerçekleşen martensitik dönüşüm gözlenir. Sonuç olarak, metal ve alaşımlardan farklı niteliklere sahip olan şekil hafıza alaşımlarında şekil hafıza etkisi ve süperelastiklik gibi eşsiz ve üstün özellikler açığa çıkar [5].

### 1.1. Literatür Özeti

Martensitik faz dönüşümleri difüzyonsuz karakterleri dolayısıyla ortaya çıkardıkları ilgi çekici fiziksel özellikleri yanında; materyalin mekanik özelliklerinde yaptıkları büyük değişiklikler nedeni ile çoğu araştırmaya konu olmuştur [4,6-9]. Austenite ana kristal yapının martensite ürün faza dönüşmesi ile gerçekleşen martensitik dönüşümler, ilk başta çeliğin su verilerek sertleştirilmesi şeklinde ortaya çıkan teknolojik açıdan da önemli bir oluşum olması nedeni ile üzerinde yoğun çalışmalar yapılan bir konu olmuştur. Bu dönüşüm daha sonra, yapısal, kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri dolayısıyla teknolojik olduğu kadar akademik olarak da ilgi çekici bir araştırma konusu durumunu gelmiştir. Austenite-martensite faz dönüşümü, tüm metal ve metal alaşımlarının atomlarının difüzyonlu bir oluşumla yer değiştirmeyecekleri kadar hızlı bir şekilde soğutulduklarında (veya ısıtıldıklarında) meydana gelir [10].

İlk olarak demir ve demir bazlı alaşımlarda gözlenen martensite faz dönüşümleri yapılan çalışmalar sonucunda birçok metal ve metal alaşımında da gözlenmiştir. Fe bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıdaki ana fazın, hacim merkezli kübik (b.c.c.), hacim merkezli tetragonal (b.c.t.) veya sıkı paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) yapılardaki martensite faza dönüşümü şeklinde ortaya çıkar [11-13].

Fe-Mn, Fe-Mn-Si, Fe-Mn-Si-Cr gibi alaşımlarında gözlenen  $\gamma$ (f.c.c.) $\rightarrow \varepsilon$ (h.c.p.) türü martensite faz dönüşümleri üzerine yapılan çalışmalar özellikle bu alaşımların şekil hatırlama özelliğinin gözlenmesi ile artmıştır. Bu alaşımların tipik özelliği alaşımda yer alan elementlerin yüzdesine ve dış etkilere bağlı olarak h.c.p. yapıdaki  $\varepsilon$  martensite yanında b.c.c. yapıda  $\alpha'$  martensitelerin de oluşabilmesidir [14-17].

Martensite ve austenite yapı içeren Fe-Mn bazlı alaşımlarda zor-zorlanma deneyleri yapılmış, ısıl işlemin süresine ve sıcaklığına bağlı olarak alaşımın

mekanik özelliklerindeki değişme incelenmiştir. Plastik zorlanmanın etkisi ile martensite fazın yapısında meydana gelen değişikliler ortaya konulmuştur [16,18,19].

Fe-Mn-Co alaşımları üzerine P. Marinelli, A. Fernandez ve M. Sade 2003 yılında yaptıkları çalışmalarında termal etkili martensitik dönüşümleri incelemişlerdir [20]. Fe-Mn-Co alaşımları üzerine diğer bir araştırma da J.H. Jun, D.K. Kong ve C.S. Choi tarafından 1998 yılında ele alınmıştır. Çalışmalarında mikro yapısal özellikler ve ısıl işlemlerin malzeme tarafından mekanik enerjiye, titreşimlerin artması sonucu dönüştürmesinin, martensitik faz dönüşümüne bağlılığı incelemeleri yapmışlardır [21].

Ni<sub>3</sub>Fe<sub>1-x</sub>Si<sub>x</sub> alaşımında silisyum miktarı arttıkça iç manyetik alanın azaldığı Mössbauer Spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmiştir [22]. Fe-%33Ni-%0.7C alaşımı ve Fe-Ni-C alaşımlarında yapılan çalışmalarda, ısıl işlem sıcaklığı arttıkça alaşımın iç manyetik alanının azaldığı Mössbauer Spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmiştir [23,24]. Fe-Ni alaşımlarının manyetik ve yapısal özelliklerinin, oda sıcaklığı ve sıvı azot sıcaklığında Ni miktarına bağlı olarak değişimi Mössbauer Spektroskopisi yöntemiyle belirlenmiştir [25].

#### 1.1.1. Çalışmanın Amacı

Teknolojik gelişmelerin getirdiği gereksinimlerden dolayı; metal ve metal alaşımlarının mekanik ve fiziksel özelliklerinin anlaşılması pek çok bilimsel

çalışmaya konu olmuştur. Özellikle sıcaklık, zor ve bunların farklı bileşimleri gibi etkilere maruz kalan bazı metal ve metal alaşımlarında görülen olağanüstü mikro yapısal değişiklikler ve bunun sonucunda oluşan makroskobik şekil değişimlerinin atomik boyuttaki nedenleri açıklanmaya çalışılmıştır.

Özellikle günümüz endüstrisinde şekil hatırlamanın uygulamaları önemli bir yer tutmaktadır. Fe-Mn bazlı alaşımlarda şekil hatırlama olayının h.c.p. türü martensite dönüşümle gerçekleştiğini göz önünde bulundurursak martensite dönüşümlerin nedenli önemli olduğunu anlamış oluruz [26,27].

Bu çalışmada, Fe-%17.3Mn-%4.6Co alaşımında termal etki ile meydana gelen martensite yapıların kristalografik özellikleri ve martensitik dönüşümler için yönelim bağıntıları ortaya çıkarılacak, farklı ısıl işlem sıcaklığına tabi tutulan numunelerde martensite türlerindeki hacimsel değişim Mössbauer spektroskopisi yardımı ile belirlenecektir. Aynı zamanda Mössbauer spektrumunun analizi ile numunelerin iç manyetik alan değişimi ve manyetik özellikleri belirlenecektir.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

#### 2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri

İlk defa Fe ve Fe alaşımlarında gözlenen ve materyalin fiziksel özelliklerinde önemli değişikliklere yol açan difüzyonsuz faz dönüşümleri, austenite ana fazın martensite faza dönüşümü ile oluşur ve katıhal fiziğinde oldukça önemli bir yere sahiptir. Bu dönüşümler ilk kez 19 yy. sonlarında Alman bilim adamı A. Martens tarafından incelendiği için martensitik faz dönüşümleri olarak adlandırılır [1,28].

Sürekli bir maddede; kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan her bölge bir **faz** olarak tanımlanır. Burada homojenlik kavramı, belirli fiziksel şartlar altında özel bir yapıda bulunma şeklinde tanımlanır. Metal ve metal alaşımları, farklı fiziksel şartlar altında farklı fazlarda bulunur. Yapı içerisinde belirli fazların oluşturduğu bir denge yapısından değişik fazların oluşturduğu bir başka denge yapısına geçiş olayı gerçekleşebilir, bu olay ise **faz dönüşümü** olarak bilinir. Katı yapıdaki faz dönüşümleri sırasında atomlar yeni faz yapısını oluştururken yer değiştirirler [2,29].

Olay sırasında atomların komşuluklarının değişip değişmemesine göre faz dönüşümleri iki ana gruba ayrılır. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine **difüzyonlu** (**yayılmalı**) faz dönüşümleri, atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz

dönüşümlerine de difüzyonsuz (yayılmasız) faz dönüşümleri denir [3].

Faz dönüşümü sıcaklığın hızlıca düşürülmesi veya yükseltilmesi sonucunda ya da dışarıdan uygulanan mekaniksel zorun etkisi altında meydana gelir. Bu dönüşüm esnasında dönüşmüş ve dönüşmemiş bölgelerin kimyasal bileşimleri değişmez, sadece kristal yapıları değişir [30].

## 2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri

#### 2.2.1. Austenite Fazın Stabilizasyonu

Ana faz içinde boşlukların artması, uygun çekirdeklenme yerlerini artırarak fazın daha az kararlı olmasını sağlar. Aynı zamanda tane sınırları ve diğer örgü kusurları da çekirdeklenme noktaları olarak davranırlar ve ana fazın kararsız yapıda olmasını sağlarlar. Bu kusurlar tane sınırları içinde dönüşümü engelleyerek alaşımın austenite fazda kalmasını sağlarlar [31].

Genel olarak austenite fazdan martensite faza dönüşümü engelleme işlemine austenite fazın stabilizasyonu denir. Belirli bir zaman aralığında numune, bir sıcaklıkta belli oranda soğutulursa ve daha sonra tekrar soğutma işlemine tabi tutulursa, dönüşüm aniden başlamaz. Sonradan uygulanan bütün sıcaklıklardaki dönüşüm oranı, direk soğutma ile oluşan dönüşüm oranından daha azdır. Buna göre belirli sıcaklık değerlerinde madde kararlı durumdadır. Stabilizasyonun değeri, numunenin o sıcaklıkta ne kadar süre ile bekletildiğine bağlı olarak değişim gösterir. Soğutma hızı ve dönüşüm miktarı değişkenleri de stabilizasyona katılır. Bu durum genel olmamakla birlikte martensite dönüşüm sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda stabilizasyondan söz edilmez [1,3].

#### 2.2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerin Oluşumu

Fe bazlı alaşımlar yaklaşık olarak 1538°C' de erir. Havasız ortamda oda sıcaklığına soğutulurken yaklaşık 900°C civarında yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıda kristalleşir. Alaşımın bu fazına **austenite** adı verilir. Austenite fazdaki alaşım uygulanan fiziksel etkenler sebebi ile hacim merkezli tetragonal (b.c.t.), sıkı paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) veya hacim merkezli kübik (b.c.c.) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına ise **martensite** adı verilir.

Martensite oluşumuyla ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modelleri, dislokasyon gruplarından oluşan martensite kristal çekirdeklerinin ana faz (austenite) içerisindeki kristal yapı bozukluklarından oluştuğunu varsaymış ve bu daha sonra deneysel gözlemlerle kanıtlanmıştır [12]. Dislokasyon türü çizgisel yapı kusurlarından oluşan martensite çekirdekleri dönüşümün başlarında ana austenite yapı içerisinde gelişi güzel dağılımlı (heterojen) bir şekilde ortaya çıkar ve dönüşüm ilerledikçe bu çekirdekler büyüyüp, üç boyutta genişleyerek, austenite yapıdan martensite yapıya faz dönüşümü gerçekleşir [12,32].

Martensitik faz dönüşümünde austenite yapı tümü ile martensite yapıya dönüşmez. Dönüşüm sonrası martensite kristalleri homojen olmayan bir dağılımla, austenite yapı içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkar ve değişik

şekillere sahip olabilir. Fe-Ni-Mn alaşımında yapılan bir çalışmada, dönüşümden sonra austenite miktarının %81.2' lik kısmının martensite yapıya dönüştüğü bulunmuştur [33].

#### 2.2.3. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri

Faz, termodinamik açıdan dengede olup yapı içerisinde maddenin makroskopik anlamda homojen olarak bulunduğu termodinamiğin denge halidir. Çeşitli metal ve metal alaşımlarının iç yapıları termodinamik kanunlarına göre dengede olup, yapıyı oluşturan atom ve moleküller gibi küçük elemanlarının birleşimi termodinamik sistemi meydana getirir. Bu termodinamik sistem, çevreden yalıtılarak kendi iç şartları içinde yeteri kadar bekletilirse kararlı bir hale gelir ki, bu duruma denge hali denir. Metal ve metal alaşımları ısıtıldığı veya soğutulduğu zaman kimyasal serbest enerjideki değişme nedeniyle yeni bir yapıya dönüşür. Termal etki sonucunda austenite ve martensite fazların temodinamik olarak dengede bulunduğu sıcaklık denge sıcaklığı ( $T_0$ ) olarak tanımlanır. Austenite fazdan martensite faza dönüşümün başladığı sıcaklık, martensite başlama sıcaklığı (M<sub>s</sub>) ve martensite faz dönüşümünün tamamlandığı sıcaklık ise martensite bitiş sıcaklığı (M<sub>f</sub>) olarak tanımlanır. Martensite fazın austenite faza tekrar dönüştüğü sıcaklık, austenite başlama sıcaklığıdır (A<sub>s</sub>). Austenite fazdan martensite faza dönmüşüm sıcaklığı; alaşımın kompozisyonuna ve daha önce uygulanan fiziksel etkilere bağlı olarak değişir. M<sub>s</sub> sıcaklığında kendiliğinden soğumaya bırakılmış dönüşüm miktarından, sıcaklık

değiştirilmesi ile oluşan dönüşüm miktarı daha fazladır. Bazı alaşımlarda, alaşımı oluşturan elementlerin alaşımdaki miktarları değiştikçe M<sub>s</sub> ve M<sub>f</sub> sıcaklık değerlerinin değiştiği deneysel olarak gözlenmiştir [3,34].

DSC (Differential Scannig Calorimetry) ile  $M_s$  ve  $M_f$  sıcaklıkları tespit edilmektedir. Şekil 2.1' de görüldüğü gibi austenite fazdan martensite faza geçiş  $T_0$  denge sıcaklığına göre değişmektedir.  $M_s$  sıcaklığı  $T_0$  sıcaklığından daha düşük bir değere sahiptir [3,30].



Şekil 2.1. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi [30]

Herhangi bir alaşım için her faz; sıcaklığa ve alaşımın kompozisyonuna bağlı bir serbest enerjiye sahiptir. Sabit bileşimli bir alaşım için kimyasal serbest enerjinin sıcaklığa bağlı grafiği Şekil 2.1' de verilmiştir. Kimyasal serbest enerji değişimi

$$\Delta F^{\alpha \cdot \gamma} = F^{\gamma} - F^{\alpha} \tag{2.1}$$

olarak verilir. Denklem 2.1' de  $F^{\alpha}$  ürün fazın,  $F^{\gamma}$  ise ana fazın kimyasal serbest enerjisini temsil etmektedir. Kristal yapı yüksek sıcaklıklardaki kararlı durumdan, daha düşük sıcaklıklardaki kararlı duruma geçer ve austenite fazdan martensite faza dönüşüm gerçekleşir [30,35]. Austenite-martensite faz dönüşümün gerçekleşebilmesi için ürün fazın serbest enerjisinin ana fazın serbest enerjisinden daha düşük olması gerekir. Dönüşümün meydana gelmesi için gerekli olan fiziksel etkinin yanı sıra dönüşümde kullanılacak olan katının kompozisyonu ve içerisinde bulunan elementlerin miktarının da etkisi çok büyüktür [3,32].

Martensite faz dönüşümlerinin kinetik özelliklerini belirlemek amacıyla yapılan çalışmalar sonucu, atermal ve izotermal özellikli iki değişik martensite oluşumunun varlığı görülür [1,36-39]. **Atermal** özellikli martensitik faz dönüşümlerinde, dönüşüm çok yüksek hızlarda patlama şeklinde tamamlanır. Bu tür dönüşümlerde martensite fazın oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha düşük sıcaklıklarda yine patlama şeklinde yeni martensiteler oluşabilir, ancak daha önce oluşan martensiteler daha düşük sıcaklıklarda hacimce büyüme göstermezler. Bunshah ve Mehl [38], Fe bazlı alaşımlarda termal etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10<sup>-7</sup> sn' de ortaya çıktığını belirlemişlerdir.

Bazı alaşımlarda ise, martensite yapının oluşumu **izotermal** ve gözle izlenebilecek kadar yavaş olabilir [39]. Bu tür dönüşümlerde, M<sub>s</sub> sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabilir ve daha önce oluşan martensite kristalleri hacimce bir büyüme gösterebilir. İzotermal martensite dönüşümlerinde M<sub>s</sub> sıcaklığı çok kesin olarak belirlenememekte olup, dönüşüm hem zamanın hem de sıcaklığın bir fonksiyonudur.



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

### 2.2.4. Martensitik Faz Dönüşümünün Tersinir Olma Özelliği

Belirli fiziksel koşullar altında martensitik dönüşümler tersinir olma özelliği gösterirler. Martensite faz dönüşümleri termal yolla gerçekleştiğinde kristalin soğutulması sırasında elektriksel dirençte ani değişme gözlenir. Bu değişme,

M<sub>s</sub> sıcaklığında başlar. Dönüşüm tamamlandıktan sonra tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı vermek gerekir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik sıcaklıkta elektriksel dirençte ani bir değişme gözlenir ve işleme devam edilirse austenite faza geri dönüşüm tamamlanır [1,40]. Şekil 2.3' de austenite-martensite faz dönüşümü sıcaklıları görülmektedir.



Şekil 2.3. Austenite-martensite faz dönüşüm sıcaklıkları

Sıcaklık değişimiyle birlikte martensitik reaksiyonlar tersinir özellik gösterir ve bu tür martensite'ler **termoelastik martensite** olarak adlandırılır. Bu tür dönüşümlerde, martensite kristalinin büyümesi ve küçülmesi, ısısal ve elastik etkiler arasında bir denge altında olur. Bazı alaşımlarda dış zorun etkisi ile oluşturulan martensitelerin de tersinir özellik gösterdikleri bulunmuştur. Bu tür martensite'ler **elastik martensite** olarak adlandırılırlar [18,41]. Bu tip martensite oluşumu özellikle şekil hatırlama olayında büyük rol oynar.

#### 2.2.5. Fe Bazlı Alaşımlarda Martensitik Dönüşümler

Metal alaşımlarında kütlece en fazla kullanılan metale alaşımın bazı, yapısında kütlece en fazla demir kullanılan alaşımlara ise demir bazlı alaşım denir.

Özellikle demir bazlı alaşımlarda oluşan martensite kristalleri dönüşüm koşullarına bağlı olarak çok geniş bir yapısal çeşitlilik gösterirler. Gerek yapısal ve gerekse kristalografik açıdan, demirli alaşımlarda oluşum mekanizmasını genel modellerle eksiksiz açıklamak henüz başarılamamış bir konudur. Kristalografik teoriler, faz dönüşümü sırasında ortaya çıkan şekil bozulmasını açıklarken, önce homojen bir örgü zorlanması, sonrada kristal örgüyü bozmadan oluşan heterojen özellikli bir zorlanmanın varlığını öngörürler. Bu çesit bir homojen zorlanma, ana fazın kristal birim hücresini ürün fazın birim hücresine dönüştürür. Doğal olarak bu tür bir dönüşüm, kristal yapıda bozulmamış bir ara yüzün varlığını sağlayamaz. Gözlemler böyle bir ara yüzün var olduğunu gösterdiği için, ikinci bir zorlanma ile bunun gerçekleşmiş olması gerekir. İşte bu ikinci zorlanma, ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) gibi birim hücreyi bozmadan hacimsel yapı bozukluğu oluşturabilen bir oluşumdur. Mikroskopik gözlemler bu tür oluşumların

varlığını baştan beri kanıtlamıştır. Bilindiği gibi, austenite-martensite faz dönüşümünün oluşumunu gerçekleştiren etken, iki faz arasındaki serbest enerji farkıdır, bu fark bir sürücü kuvvet ortaya çıkartır ve dönüşüm oluşur. Sıcaklık değişimleri gibi, ana faza uygulanan dış mekanik zorlar da bu etkiyi sağlayabilir. Hem sıcaklık, hem de dış zor yapıyı aynı anda etkilerse yine aynı geçiş olabilir. Kısaca, yapısal olarak, tek bir alaşımda bile aynı tür dönüşümlerin ne kadar farklılıklar ortaya koyabileceği görülmektedir [42].

## 2.2.6. Martensite Faz Dönüşümlerinin Yapısal ve Kristalografik Özellikleri

Austenite-martensite faz dönüşümlerinin difüzyonsuz olması sebebiyle dönüşümden sonra kristalografik olarak bir çok değişik oluşum meydana gelir. Dönüşüm koşullarına bağlı olarak, özellikle Fe bazlı alaşımlarda oluşan martensite kristalleri çok geniş yapısal çeşitlilik gösterirler. Yapısal ve kristalografik açıdan yalnızca Fe bazlı alaşımlarda bile oluşum mekanizmasını genel modeller ile açıklamak henüz başarılamamıştır [2,28,43].

Martensitik faz dönüşümünde atomlar, komşuluklarını koruyarak yer değiştirirken, kristalografik olarak tüm yapı, bir yapıdan başka bir yapıya geçer. Yapının değişmesi ile austenite-martensite yapılar arasında kristalografik **dönme bağıntısı** (orientation relationship) ortaya çıkar. Martensite faz dönüşümlerinin kristalografik özellikleri üzerine yapılan çalışmalarda iki kristalografik yapı arasında sınır özelliği taşıyan, bozulmamış

ve dönmemiş olan düzlem **alışım düzlemi** (habit plane) olarak isimlendirilir. Şekil 2.4' de austenite ve martensite yapılar arasındaki alışım düzlemi görülmektedir. Dönüşümden sonra meydana gelen makroskobik değişme kristalin dış yüzeyinden de kolayca gözlenebilir [1,28,43].



Şekil 2.4. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite alışım düzlemi

Martensitik faz dönüşümleri bir kristalografik yapıdan diğerine dönüşme şeklinde gerçekleşir, genelde f.c.c. yapıdan b.c.c. veya h.c.p. yapıya ya da b.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya dönüşme şeklindedir. Bu dönüşümlerden en çok bilinen genelde Fe bazlı alaşımlarda görülen f.c.c. yapıdan b.c.c. yapıya dönüşme şeklinde olup, bu tür bir dönüşme kristalografik olarak kesme (shear) mekanizması ile gerçekleşir. Yani dönüşme sonucunda ana ve ürün kristal yapıların bazı düzlem ve doğrultuları arasında belirli açılar gözlenir ve ilişki kristalografik dönme bağıntısının ortaya çıkmasına sebep olur [1,11-13].

#### 2.2.6.1. F.c.c. – B.c.c. Faz Dönüşümü

Şekil 2.5' de verilen f.c.c. ve b.c.c. birim hücreleri göz önüne alınarak kesme mekanizmalarını açıklayabilmek için, f.c.c. yapıdan b.c.c. yapıya dönüşümün mekanizması düşünülür. Yapılar arasındaki dönme bağıntılarını görmek için de bu yapıların örgü uyumlarını görmek yeterlidir. Bu yapılar arasındaki kristalografik dönme bağıntıları dikkate alındığında, bir yapıdan diğer yapıya dönüşüm, yapıların birim örgü hücresindeki atomların küçük yer değiştirmeleri ile gerçekleşir.



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

Fe-C alaşımlarında, Kurdjumov ve Sachs (K-S) tarafından önerilen dönme bağıntısı

$$(111)_{\gamma} // (011)_{\alpha}$$
,  $[\overline{1}01]_{\gamma} // [\overline{1}\overline{1}1]_{\alpha}$ 

şeklinde yazılır. İki örgü arasındaki paralel doğrultular aynı zamanda Burgers vektörüne paraleldir. Fe-Ni alaşımlarında iki yapı arasındaki ilişki

 $(111)_{\gamma} // (011)_{\alpha}$ ,  $[\overline{1}\overline{1}2]_{\gamma} // [0\overline{1}1]_{\alpha}$ 

şeklinde verilir. Bu yönelim ilişkisi, Nishiyama (N) yönelim ilişkisi olarak bilinir. N ilişkisinde (111)<sub>γ</sub> düzlemi en az dört düzlemden birisine paralellik gösterir.



Şekil 2.6. (111)<sub>γ</sub> düzlemindeki kesme doğrultuları a) N ilişkisi, b) K-S ilişkisi [44]

Belirtilen bu yönelim ilişkileri alaşımın kompozisyonu ile değişir.

Şekil 2.6.a' da gösterildiği gibi bir düzlemde en az üç doğrultu seçilebilir. Böylelikle  $\alpha$  kristal yapısı  $\gamma$  kristal yapısı içinde 12 farklı yönelime sahip olabilir [1,44]. K-S ilişkisinde ise dört çeşit düzlem kıyaslanabilir. Fakat bir  $(111)_{\gamma}$  düzleminde eşdeğer altı kayma doğrultusu yer alır ve Şekil 2.6.b' de gösterildiği gibidir. Oluşan bu üç çift kayma doğrultularında, çiftleri oluşturan kayma doğrultuları birbirlerine zıttır.



**Şekil 2.7.** Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama'nın ileri sürdükleri  $\gamma \rightarrow \alpha$ dönüşümlerinde kesme mekanizmaları arasındaki ilişki [1]
Şekil 2.7' de gösterildiği gibi K-S ilişkilerinde 24 değişik durum vardır, α yapıdan elde edilen K-S yönelimleri N bağıntısından elde edilen yönelimlerden sadece 5.16° farklıdır [1,6].

### 2.2.6.2. B.c.c. – H.c.p. Faz Dönüşümü

Genellikle bu tür martensitik dönüşüm Li, Ti, Zr, Hf metal ve alaşımlarında görülür, ilk kez Zr metalinde gözlenmiştir.



Şekil 2.8. Burgers tarafından önerilmiş olan b.c.c.→h.c.p. dönüşümünde kesme mekanizması

Bu dönüşümü açıklamak için Burgers tarafından verilen model geçerlidir. Burgers tarafından önerilen kristalografik modele göre b.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya dönüşüm iki adımdan oluşmaktadır (Şekil 2.8). Birinci adımda b.c.c. yapının [111] doğrultusu boyunca bir kesme ve ikinci adımda da b.c.c. yapının (110) düzleminde kayma ile h.c.p. yapıya dönüşüm gerçekleşir. Burgers tarafından önerilen dönme bağıntısı

olarak verilir.

#### 2.2.6.3. F.c.c. – H.c.p. Faz Dönüşümü

F.c.c.→h.c.p. türü martensite (ε martensite) faz dönüşümü; ana faz austenite yapı içindeki sıkı paket düzlemlerinin yerleşimi ile yakından ilişkilidir. Dönüşümü daha kolay açıklayabilmek için f.c.c. ve h.c.p. yapılar arasındaki ilişki incelenir. F.c.c. ve h.c.p. yapılar sıkı paketlenmiş düzlemlerden meydana gelir ve bu iki yapının sıkı paketlenmiş düzlem ve doğrultuları birbirine paralel olarak yerleşir [44].

Şekil 2.9' da görüldüğü gibi f.c.c. yapının sıkı paket düzlemleri olan {111} düzlemlerindeki atomları sırası ile A, B, C, D,... olarak tanımlarsak D tabakasındaki atomlar A tabakasındaki atomlar ile özdeştir. Böylece f.c.c. yapıda kristalleşen bir kristal için yapının {111} düzlemlerinin tabaka sıralanışının ABCABC... şeklinde olduğu görülür. F.c.c. hücresinin <111> doğrultusu, h.c.p. hücresinin <0001> doğrultusuna paralel olacak şekilde, f.c.c. ve h.c.p. yapılarının gösterimi Şekil 2.9' da verilmiştir. Hekzagonal sıkı paketlenmiş bir metalde ikinci tabaka üzerindeki atomlar, birinci tabakadaki boşlukların üzerinde ve üçüncü tabakadaki atomlar ise birinci tabakadaki atomların üzerindedir.



Şekil 2.9. a) f.c.c. yapının <111><sub>f.c.c.</sub> doğrultusunun, b) h.c.p. yapının <0001><sub>h.c.p.</sub> doğrultusuna paralel olacak şekilde gösterimi

Hekzagonal bir yapıda ardışık tabakaların yığılım sırası ACACAC... şeklinde gösterilir, f.c.c. ve h.c.p. yapıların her ikisi de sıkı paketlenmiş yapı olup aralarındaki tek fark tabakaların yığılma sırasıdır. Şekil 2.10 ve Şekil 2.11' de h.c.p. ve sıkı paketlenmiş f.c.c. yapılarda atomların yığılım sırası şematik olarak kürelerle gösterilmiştir.



Şekil 2.10. h.c.p. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi



Şekil 2.11. Sıkı paketlenmiş f.c.c. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi

İlk olarak ε türü martensite, Kobalt metalinin yüksek sıcaklıklarda f.c.c.
yapıdan yavaş soğutma ile h.c.p. yapıya dönüşümü sırasında gözlenmiştir
[1], ε türü martensite ile austenite yapı olan f.c.c. arasındaki yönelim ilişkisi

(111)<sub>f.c.c.</sub> // (0001)<sub>h.c.p.</sub> , [112]<sub>f.c.c.</sub> // [1100]<sub>h.c.p.</sub> veya [110]<sub>f.c.c.</sub> // [1120]<sub>h.c.p.</sub>

olarak verilir ve bu yönelim ilişkisi Shoji-Nishiyama (S-N) ilişkisi olarak isimlendirilir.



Şekil 2.12. a-b) f.c.c.→h.c.p. dönüşüm mekanizması, c) f.c.c.→h.c.p. dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu [1,6]

Şekil 2.12' de iki fazında atomik yer değiştirmeleri  $[1\overline{1}0]$  ve  $[11\overline{2}0]$  doğrultularında gösterilmiştir. Bu şekilde kapalı ve açık dairelerin atomik düzlemdeki yerleşimleri gösterilmiştir. Şekil 2.12' den de görülebileceği gibi birbirini izleyen f.c.c. yapıdan h.c.p. martensite yapıya dönüşüm sırasında (111) f.c.c. düzlemi ile bitişik olan iki düzlem  $[11\overline{2}]_{f.c.c.}$  doğrultusunda a /  $\sqrt{6}$  (a örgü parametresi) kadar yer değiştirmiştir. F.c.c. örgüsündeki bu kesme miktarı 19.5° dir [6,45,46].

## 2.2.7. Martensitik Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri

Austenite-martensite faz dönüşümü, katı içerisinde 10<sup>-7</sup> sn gibi çok kısa bir sürede meydana geldiğinden oluşum sırasında gözlenemez ve bu nedenle dönüşümün kristalografisi ancak dönüşüm öncesi ve sonrası iki faza ait kristalografik yapılar incelenerek ortaya konabilir.

Martensitik dönüşümün kristalografisi üzerine geliştirilen teorilerin çıkış noktasını değişmeyen düzlem zorlanması oluşturmuştur. Çünkü dönüşüme ait kristalografik özellikler ancak değişmeyen düzlem zorlanmasıyla tanımlanabilmiş ve kristalografik teoriler bu zorlanmayı baz alarak yönelim bağıntıları, habit düzlemleri, şekil değişimi ve diğer dönüşüm karakteristiklerini açıklamışlardır [47,48].

25



Şekil 2.13. Bain Dönüşümü

Martensitik faz dönüşümlerinde, atomların komşuluklarını koruyarak, bir kristal yapıdan diğerine nasıl geçebileceği konusundaki ilk kristalografik model 1924 yılında Bain [49] tarafından ortaya konulmuştur. Bain tarafından austenite-martensite faz dönüşümlerinde, atomik hareketler için detaylı inceleme yapılmıştır. Kurdjumov, Sachs ve Nishiyama f.c.c.→b.c.c. dönüşümünü incelerken Burgers, Zr metalinde b.c.c.→h.c.p. dönüşümünü incelemiştir [28]. Aşağıda değinilen teoriler homojen (Bain) ve inhomojen (shear) zorlanma kısımlarının her ikisini de kapsamaktadır [50]. Wechsler, Lieberman ve Read (WLR) [50], Bowles ve Mackenize (BM) [51,52] teorileri en genel şekilde uygulanabilir ve ana faz ve martensite arasındaki dönmeyen ve bozulmayan düzlem olan alışım düzlemine göre formülleştirilir. Bu da doğal olarak iki faz arasındaki yönelim ilişkisini vermektedir [53].

 $\alpha$ (b.c.c) yapının  $\gamma$ (f.c.c.) yapıdan austenite küp eksenlerinden birinin % 20 civarında bir büzülme ve ona dik doğrultularda % 12 lik bir uzamayla elde edilebileceği Bain tarafından gösterilmiştir.

Dönüşüm mekanizmasında, dönüşümden önce ve sonra atomik komşulukların korunduğu kabul edilir [1,50]. Bain, austenite yapının deformasyonu için Şekil 2.13' de verilen modeli ortaya koymuştur. Böyle bir homojen bozulma bir örgüyü başka bir örgüye dönüştürür. F.c.c. den b.c.c. ye veya b.c.t. ye dönüşüm özel bir durumdur ve Bain Bozulması olarak isimlendirilir.

 $[x_1, x_2, x_3]_b$  b.c.c. yapıdaki örgü vektörü,  $[x_1, x_2, x_3]_f$  f.c.c. yapıdaki örgü vektörü olarak verilir. Bain Uyumu' na göre örgü vektörü bileşenleri

$$(x_1)_b \sim (x_1 - x_2)_f$$
,  $(x_2)_b \sim (x_1 + x_2)_f$ ,  $(x_3)_b \sim (x_3)_f$  (2.2)

şeklinde verilir. Bu ifadeyi matris formunda ifade edersek

$$\begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}_{b} = \begin{bmatrix} 1 & \overline{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}_{f}$$
 veya tersi (2.3)

$$\begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}_{f} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 \\ \overline{1} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}_{b} ,$$
 (2.4)

örgü düzlemleri arasındaki uyum

$$(h_1 h_2 h_3)_b = (h_1 h_2 h_3)_f \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$
 veya tersi (2.5)

$$(h_1 h_2 h_3)_f = (h_1 h_2 h_3)_b \begin{bmatrix} 1 & \overline{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$
(2.6)

şeklinde yazılır. Buradaki kare matrisler Bain Uyum Matrisleri olarak adlandırılırlar [1].

Kristalografik teoriler, faz dönüşümü sırasında ortaya çıkan şekil bozulmasını açıklarken, önce homojen bir örgü zorlanmasını, sonra da kristal örgüyü bozmadan oluşan heterojen özellikli bir zorlanmanın varlığını kabul ederler. Ana fazın f.c.c. kristal birim hücresini b.c.c. birim hücresine dönüştüren Bain Zorlanması (homojen zorlanma) kristal yapıda bozulmamış düzlem ve doğrultu bırakmaz. Gözlemler değişmez bir ara yüzün var olduğunu gösterdiği için, ikinci bir zorlanma ile bunun gerçekleştirilmiş olması beklenir, işte bu ikinci zorlanma, ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) gibi birim hücreyi bozmadan hacimsel yapı bozukluğu oluşturabilen oluşumlardır. Mikroskobik çalışmalar bu tür oluşumların varlığını baştan itibaren kanıtlamıştır. Martensite faz dönüşümde meydana gelen kayma, ikizlenme kusurları, yığılma kusurları, dislokasyonlar gibi örgü kusurları arasındaki ilişki tam olarak açıklanamamıştır [1,2].

Austenite-martensite faz dönüşümlerinin geometrik özelliklerinden ayrıntılı atomik yer değiştirmeleri ve yer değiştirmenin meydana geliş mekanizmasını anlamak için değişik çalışmalar yapılmıştır [50-52]. Bu teorilerden biri olan WLR teorisi martensite plakaların üzerinde şekillendiği austenite düzlemlerinin, austenite ve martensite kristal eksenleri arasındaki yönelim bağımlılığının ve gözlenen makroskobik bozulmaların hesaplanmasını

28

mümkün kılar. Bu hesaplamalar için gerekli olan sadece austenite ve martensite fazların örgü sabitleridir.

WLR teorisi

$$\mathbf{F} = \mathbf{R} \, \mathbf{B} \, \mathbf{S} \tag{2.7}$$

denklemiyle verilir. Eşitlik 2.7' de **F** (shape strain) toplam şekil deformasyonunu, **B** Bain zorlanması, **S** basit kesme zorlanması ve **R** katı cisim dönmesini temsil etmektedir. Bu denklemlerde verilen **R**, **B** ve **F** (3x3) tipinde matrislerdir [50].

BM teorisi mekanizma olarak WLR teorisine benzer fakat hesaplama üstünlükleri sağlayacak şekilde oluşturulur. BM teorisi

$$\mathbf{F} \, \mathbf{C} = \mathbf{R} \, \mathbf{B} \tag{2.8}$$

denklemi ile verilir. Burada **C** tamamlayıcı kesmedir (complementray shear). **F**, **R** ve **B** ise WLR teorisinde tanımlandığı gibidir.

 $\mathbf{F} = \mathbf{R} \mathbf{B} \mathbf{C}^{-1}$  şeklinde yazılabilir. (2.9)

Elektron mikroskobu deneylerine göre az da olsa bazı martensite kristallerinde, ikizlenme ve kayma türü şekil bozulmalarının sayısının yukarıda anlattığımız teorilerin aksine birden fazla olabileceğini gösterdi [2]. Ross ve Crocker ve Acton ve Bavis ikili bozulma teorileri olarak tanımlanan yeni teorileri geliştirdiler. Bu teorilerde toplam şekil değişimini oluşturan bileşenler WLR ve BM teorilerindekiyle aynı olmakla birlikte, kristal örgüyü değiştirmeyen şekil bozulmasının iki tane olabileceği düşünülmüştür [28].

$$\mathbf{F} = \mathbf{B} \, \mathbf{S}_1 \, \mathbf{S}_2 \, \mathbf{R} \tag{2.10}$$

Şeklinde olur. Burada **B** Bain bozulmasını, **R** dönmeyi, **F** toplam şekil değişimini göstermektedir.

Bowles ve Dunne [54] **S** bozulması yerine plastik bozulmayı da öngören farklı bir çalışma yapmışlardır. Bu çalışmaya göre

$$\mathbf{F} = \mathbf{R} \, \mathbf{B} \, \mathbf{C}^{-1} \, \mathbf{P} \tag{2.11}$$

şeklinde toplam şekil bozulması verilmiştir. Burada **C** tamamlayıcı kesme, **P** ise plastik bozulmayı göstermektedir. Ancak daha sonraki martensite kristalografisi üzerinde yapılan çalışmalarla ne tek kesme (ya da tek bozulma) teorilerinin ne de çift kesme teorilerinin bazı dönüşümlerde gözlenen şekil zorlanmasını açıklayamayacağı, olayı açıklamak için toplam şekil deformasyonunun

$$F = B R S_n \dots S_2 S_1$$
 (2.12)

şeklinde ilave kesmelerle verilmesi gerektiği ortaya konmuştur. Böylece oldukça karmaşık yapıya sahip olan çoklu kesme teorileri doğmuştur [47].

## 2.2.8. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi

Gerçek kristaller atomik yapılarında kusur içerirler ve bu kusurlar kristalin belirli bölgelerindeki eksik veya düzensiz olarak yerleşen atomların oluşturduğu yapılardır. Bu yapılar; nokta, çizgi, yüzey ve hacim kusurları olarak isimlendirilir. Kristal içindeki çizgi kusurları genel anlamda dislokasyon olarak isimlendirilir. Dislokasyonların oluşum özellikleri ve türü Burgers vektörü (b) ile tanımlanır [44]. 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 [44,55].

Plastik bozulmanın varlığını, atomların toplu hareketleriyle oluşan dönüşümler sonucunda meydana gelen şekil bozulması kanıtlar. Gözlenen bu bozulmanın elastik sınırlar içinde açıklanması mümkün değildir. Martensitik dönüşüm sırasında meydana gelen plastik bozulmada çizgisel yapı kusuru olan dislokasyonların varlığının ve hareketlerinin büyük rolü vardır. Tam (perfect) dislokasyonların hareketi sonucu kayma (slip) türü, kısmi (partial) dislokasyonların hareketi ile de yığılma kusuru (stacking fault) veya iç ikizlenme (internal twins) türü yapısal bozukluklar ortaya çıkar, özellikle dönüşüm sıcaklığı düşük olan alaşımlarda ikizlenme türü yapı bozuklukları daha sık ortaya çıkmaktadır. Martensitik dönüşümlerde bu tür kusurların yanı sıra, dislokasyonlar ve bunların hareketi sonucu ortaya çıkan düzlemsel özellikli yığılma kusurları da oluşur [1,32].

Plastik deformasyon ile meydana gelen kaymalar, dislokasyon hareketlerinden başka bir şey değildir ve kısmi dislokasyon durumunda yığılma hatası kristal içindeki dislokasyonları harekete geçirir. Meydana gelen bu dislokasyon hareketi kristal içerisinde kalır ve küçük kusurları oluşturur. Kayma ile meydana gelen bozulmanın yerine bazı alaşımlarda düşük

31

sıcaklıklarda ikizlenme kusurları meydana gelir, ikizlenmeler; dönüşümlerden sonraki küçük yer değiştirmeler sonucu oluşan ince yapılardır ve yapının köşelerine doğru kalınlaşırlar. Bu şekilde meydana gelmiş ikizlenmeler 'internal twins' ve meydana gelmiş ikizlenme kusurları da 'twins faults' olarak bilinir ve bu ikizlenme kusurları ikizleme sınırlarında gözlenir. Bu kusurlar ilk olarak optik mikroskoplarda çekilen fotoğraflarda gözlenmiş ve daha sonra X-Ray deneylerinde de doğrulanmıştır [1].

Dislokasyonlar yani çizgisel yapı kusurları, bir yapı içerisinde en sıklıkla görülen yapı kusurlarıdır. Dislokasyonlar, genel olarak kristal yapı içerisinde yerlerini değiştirmiş olan atomların oluşturduğu bir çizgi olarak düşünülebilir. Bir katıda meydana gelen dislokasyonlar sonucu atomlar denge konumlarından ayrılırlar ve böylece çizgi çevresinde gerilmeler oluşarak bir şekil değiştirme enerjisi depo edilir. Dislokasyonların ortaya çıkardığı bölgeler bozulmamış bölgelere göre daha yüksek enerjili bölgelerdir [56].

Araştırmalara göre, martensitik oluşumun çekirdeklenme aşamasında dislokasyonların büyük önem taşıdığı ortaya konmuştur. Dislokasyonların bulunduğu bölgeler, çekirdeklenmeler için daha küçük bir aktivasyon enerjisi gerektirdiğinden, bu bölgelerde çekirdeklenme olasılığı en büyüktür. Ayrıca dönüşüm sırasında ortaya çıkan çekirdeklenmeler, dislokasyonların zorlanma enerjilerini küçülteceklerinden martensite çekirdeği oluşturacak atomlar, dislokasyonlar tarafından çekilerek çekirdeklenme oluşumunu kolaylaştırabilirler. Böylece çekirdeklenmeler daha çok dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkmış olurlar [11].

32

# 2.2.9. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde Manyetizmanın Etkisi

Termal dengedeki klasik bir sistemde, manyetik alan altında dahi manyetik moment oluşması imkansızdır. Serbest bir atomun manyetik momenti başlıca üç sebepten kaynaklanabilir. Bu nedenler; elektronların sahip oldukları spinlerden, yine elektronların çekirdek etrafındaki yörünge açısal momentumlarından ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentleri olarak ifade edilebilir.

Saydığımız bu etkenlerden ilk ikisi mıknatıslanmaya paramanyetik, üçüncüsü ise diyamanyetik olarak katkıda bulunur. Örneğin, hidrojen atomunun 1s taban durumunda yörünge momenti sıfır olup, manyetik moment elektron spininden kaynaklanır ve bir de küçük diyamanyetik katkı içerir. Helyum atomunun 1s<sup>2</sup> taban durumunda hem spin hem de yörünge momenti sıfır olup, manyetik moment sadece dış alandan kaynaklanır.

Atomların tamamen dolu olan yörüngelerinde spin ve yörünge momentleri sıfır olup bu atomların manyetik momentleri sadece dolmamış yörüngelerden kaynaklanır [57].

#### 2.2.9.1. Manyetizma ve Manyetizma Çeşitleri

Herhangi bir maddenin manyetik durumu, mıknatıslanma vektörü (**M**) adı verilen bir büyüklükle anlatılır. Mıknatıslanma vektörünün büyüklüğü, maddenin birim hacmindeki net manyetik momentine eşittir. Bir maddedeki

toplam manyetik alan, hem dışarıdan uygulanan alana, hem de maddenin mıknatıslanmasına bağlıdır.

$$\mathbf{M} = \chi \mathbf{H} \tag{2.13}$$

olarak yazılır. Burada **M** mıknatıslanma şiddeti, **H** manyetik alan şiddeti ile orantılıdır.  $\chi$  ise manyetik alınganlık (duygunluk) olarak adlandırılan boyutsuz bir çarpandır.

 $\chi$  pozitif olduğunda **M** mıknatıslanma vektörü, **H** manyetik alan vektörü ile aynı yönlüdür ve maddemiz paramanyetiktir. Maddemiz diyamanyetikse,  $\chi$ negatif olup, **M** mıknatıslanma vektörü, **H** manyetik alan vektörüyle ters yönlüdür. **M** mıknatıslanma şiddetini veren bağıntı, özellikle paramanyetik ve diyamanyetik maddeler için geçerli olup ferromanyetik maddeler için geçerli değildir.

Manyetik alan etkisinde bir maddenin kazanmış olduğu mıknatıs özelliğinin derecesine o maddenin manyetik geçirgenliği denir. Serbest uzayın manyetik geçirgenliği μ<sub>0</sub> olmak üzere, bir maddenin manyetik alınganlığı

$$\chi = \frac{\mu_0 M}{H}$$
(SI) (2.14)

şeklinde ifade edilir.

Maddeler, manyetik geçirgenliklerine göre üçe ayrılır;

- Diyamanyetik  $\chi < 0$
- Paramanyetik  $0 < \chi < 1$
- Ferromanyetik  $\chi > 1$

olarak ifade edilir [57].

### 2.2.9.2. Diyamanyetizma

Negatif mıknatıslanmaya sahip diyamanyetik malzemelerde atomlar net bir manyetik momente sahip değillerdir. Ancak malzemeye dışarıdan bir manyetik alan uygulandığında yörüngedeki elektronlar bu manyetik alanla etkileşir ve hızları değişir. Bu elektronlar bir teldeki akım gibi düşünülebilir, bir çembersel telde akım değiştirildiğinde bu akımı eski haline dönüştürmeye çalışan bir elektromotor kuvveti meydana gelir. Bu etki yörüngelerde dolaşan elektronlarda da meydana gelir ve dışarıdan uygulanan manyetik alana karşı başka bir manyetik alan oluşur. Bu durumda malzeme dışarıdan uygulanan manyetik alanı yavaşça itmiş olur. İşte bu tip manyetik malzemelere Diyamanyetik malzemeler denir [58]. Radyum, potasyum, magnezyum, hidrojen, bakır, gümüş, altın ve su gibi elementler diyamanyetik gruba girerler.

Şekil 2.14' de diyamanyetik malzemelerin atomları görünmektedir. Bu atomların hiçbiri net manyetik momente sahip değildir.



Şekil 2.14. Diyamanyetik malzemenin atomları

#### 2.2.9.3. Paramanyetizma

Her bir atomun net manyetik momente sahip olduğu aynı zamanda bu manyetik momentlerin örgü içerisinde rastgele yönelim gösterdiği manyetik malzemeler paramanyetik malzemeler olarak bilinir. Bu rastgele yönelimden dolayı malzeme üzerinde herhangi bir dış manyetik alanın etkisi yokken bu malzemenin mıknatıslanması sıfırdır. Fakat dışarıdan bir manyetik alan uygulandığında bu rastgele yönelmiş manyetik momentler uygulanan alan doğrultusunda yönelirler ve hepsi birlikte toplam bir manyetik alan oluştururlar [58]. Alüminyum ve silisyum gibi elementler paramanyetik gruba girer.

Şekil 2.15.a' da dış manyetik alan yokken örgü içerisindeki atomların manyetik momentlerinin yönelimleri, Şekil 2.15.b' de ise dış manyetik alan uygulandığında atomların dizilimindeki değişimler görünmektedir.



Şekil 2.15. a) Paramanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi, b) Dış manyetik alan altında paramanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi

#### 2.2.9.4. Ferromanyetizma

Her bir atomun net bir manyetik momente sahip olduğu ve bu atomların momentlerinin birbirleriyle etkileşim manyetik gösterdikleri manyetik malzemeler ferromanyetik malzemeler olarak bilinir. Bu tür maddeler zayıf bir dış manyetik alan içinde bile, birbirlerine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik manyetik momentlere sahiptirler. Manyetik momentler paralel hale getirildikten sonra, dış manyetik alan kaldırılsa bile madde mıknatıslanmış olarak kalır. Bu sürekli yönelim, komşu olan manyetik momentler arasındaki kuvvetli bir etkileşimden kaynaklanır. Bu etkileşim, ancak kuantum mekaniksel ifadelerle açıklanır. Fe, Co, Ni ve Gd gibi malzemeler ferromanyetik malzemeler olarak bilinirler. Bu tür maddeler bir manyetik alan içinde alan yönünde ve çok şiddetli olarak mıknatıslanırlar [58].

Şekil 2.16.a' da dış alanın olmadığı durum için, Şekil 2.16.b' de ise dış manyetik alanın uygulandığı durum için, ferromanyetik bir malzemedeki atomların manyetik momentlerinin dizilimleri verilmiştir.



Şekil 2.16. a) Ferromanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi, b) Dış manyetik alan altında ferromanyetik bir malzemenin manyetik düzenlenişi

#### 2.3. Alaşımda Kullanılan Elementler

#### 2.3.1. Demir (Fe)

Demir, atom numarası 26 olan kimyasal elementtir. Simgesi **Fe** dir. Demir, yerkabuğunda en çok bulunan metaldir. Yerkürenin merkezindeki sıvı çekirdeğin de tek bir demir kristali olduğu tahmin edilmekle birlikte, demir nikel alaşımı olma ihtimali daha yüksektir. Dünyanın merkezinde bulunan bu kadar yüksek miktardaki yoğun demir kütlesinin dünyanın manyetik alanına etki ettiği düşünülmektedir.

Demir elementi periyodik tablonun 8-B grubunda yer almaktadır. Erime noktası 1538°C, kaynama noktası 2740-3000°C ve yoğunluğu 7,86 g/cm<sup>3</sup> tür. Atom çapı 1,72 Å' dır. Demir metali, demir cevherlerinden elde edilir ve doğada nadiren elementel halde bulunur. Metalik demir elde etmek için, cevherdeki katışkıların kimyasal indirgenme yoluyla uzaklaştırılmaları gerekir. Demir, aslında büyük ölçüde karbonlu bir alaşım olarak kabul edilebilecek olan çelik yapımında kullanılır.

Demir, karbonla birlikte 1147–1197°C sıcaklığa kadar ısıtıldığında oluşan sıvı ergiyik %96,5 demir ve %3,5 karbon içeren bir alaşımdır ve dökme demir veya pik olarak adlandırılır. Bu ürün ince detaylı şekiller halinde dökülebilirse de, içerdiği karbonun çoğunu uzaklaştırmak amacıyla dekarbürize edilmediği sürece, işlenebilmek için fazlasıyla kırılgandır [59,60].

38



Şekil 2.17. Elektrolizle arıtılmış (%99,97+) saflıkta demir parçaları ve karşılaştırma için yüksek saflıkta (99,9999 % = 6N) 1 cm<sup>3</sup> hacminde demirden bir küp

## 2.3.2. Mangan (Mn)

Mangan veya Manganez olarak bilinen atom numarası 25 olan kimyasal elementtir. Simgesi **Mn** dir. 1774 yılında keşfedilmiştir. Periyodik tablonun 7-B grubunda yer alır. Grimsi metal renklidir. Erime noktası 1245°C, kaynama noktası 2150°C ve yoğunluğu 7,43 g/cm<sup>3</sup> tür. Atom çapı 1,79 Å' dır.

Çeliğin dayanımını geliştiren bir alaşım elementidir. Bu özelliği içinde bulunan karbon miktarına bağlıdır. Yüksek karbonlu çeliklerde manganın etkisi sertlik ve dayanımı artırmaktadır [59,60].



Şekil 2.18. Elektrolizle arıtılmış (%99,99) saflıkta mangan parçaları ve karşılaştırma için yüksek saflıkta (%99,99 = 4N) 1 cm<sup>3</sup> hacminde mangan bir küp

## 2.3.3. Kobalt (Co)

Kobalt 1735 yılında Georg Brandt tarafından keşfedilmiş metal elementtir. Simgesi **Co** olan elementin atom numarası 27, atom ağırlığı ise 58.9332 g/mol' dür. Periyodik tabloda 8-B grubunda bulunan elementin erime noktası 1495°C, kaynama noktası 2927°C ve yoğunluğu 8,9 g/cm<sup>3</sup> tür. Atom çapı 1,67 Å' dır.

Kobalt sert, gümüş renginde, davranış ve özellik bakımından nikel ile demire çok benzeyen bir metaldir. Kobalt iki ya da fazla bileşenli toz metallerin yapıştırılmasında ve kesici takımlarda kullanılır. Co(OH)<sub>3</sub> ısıtılarak Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oksidine dönüştürülür. Daha sonra bu oksit karbon ile indirgenerek saf kobalt elde edilir.



Şekil 2.19. Kobalt

Demir, nikel ve diğer metallerle birleştirilerek, "**Alnico**" adı verilen ve alışılmışın dışında manyetiklenme gücüne sahip olan alaşımın eldesinde kullanılır. Kobalt, demire katıldığı zaman yüksek sıcaklıklarda yumuşamasını önler, bu sebepten hava çeliklerinin en mühim alaşım elemanıdır. Nikel gibi ferromanyetiktir. Fakat bu özellik, allotropik hal değişmesi sebebiyle 850°C' de kaybolur. Oksitlenme kabiliyeti demirden azdır. Kuru ve normal atmosfer şartlarında korozyona uğramaz [59,60].

## 2.4. Deneysel Sistem ve Yöntem

## 2.4.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Numune hazırlama işleminin kolay oluşundan ötürü alaşım incelemelerinde en çok kullanılan cihazlardan bir tanesi Taramalı Elektron Mikroskobu' dur (SEM). Birkaç cm<sup>2</sup> ye kadar olan numuneler kolaylıkla incelenebilir. Özellikle metal numunelerin yüzey incelemelerinde kullanılırlar.



Şekil 2.20. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Mekanizması

Taramalı Elektron Mikroskobu, Katot Işınları Tüpü mantığı ile çalışmaktadır. Numuneler, vakum yapılarak havası boşaltılmış bir tüpe yerleştirilir. Elektron demeti uygun potansiyel altında hızlandırılıp, numune üzerine düşürülür. Elektron demetinin numune ile etkileşmesinden ortaya çıkan sinyaller uygun algılayıcılar tarafından algılandıktan sonra çeviriciler tarafından görüntüye dönüştürülerek yüzey incelemesi yapılan numunenin yüzey görüntüsü elde edilir [61,62].

Elektro optik prensipler çerçevesinde tasarlanmış Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarının kullanımı yanında; sanayi, fizik, biyoloji ve tıpta yaygın olarak kullanılmaktadır.

#### 2.4.2. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM)

İnce numune üzerine gönderilen yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlardan bir kısmı etkileşmeden geçerken geriye kalanlarda Bragg Kırınım şartı sonucu kırınıma uğrar. Bu tür elektronları kullanarak numunenin iç yapısının incelenmesi Geçirmeli Elektron Mikroskobu' nda yapılır ve kısaca TEM olarak bilinir. Elektron mikroskopları temel olarak ve fonksiyonel olarak optik mikroskopların aynısıdır. Yani her iki mikroskopta çıplak gözle görülemeyen cisimleri büyütmek için kullanılır. İkisi arasındaki fark ise optik mikroskopta ışık ışını, elektron mikroskobunda elektron kullanılmasıdır.



Şekil 2.21. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ve Yapısı

TEM' de elektronlar, elektron kaynağından dışarı çıktıktan sonra ilk olarak yoğunlaştırıcı merceklere girerler. Bu mercekler, kaynaktan çıkan elektronları odaklayarak elektron demetinin düzgün bir şekilde numunenin üzerine düşmesini sağlar. Numunenin üzerine düşen elektronlar numuneyle etkileşerek diğer taraftan çıkarlar. Elektronlar numuneden çıktıktan sonra objektif mercekte yeniden odaklanırlar. Objektif mercekten hemen sonraki objektif yarığı objektif merceğinden çıkan demetteki geniş açılı elektronları durdurarak kontrastın artmasını sağlarken, bölge seçme yarığı da ekrana hangi bölgenin görüntüsü düşürülmek isteniyorsa o bölgeyi seçme imkânı verir. Bölge seçme yarığı dışarıdan kontrol edilir. Bu yarıklardan sonra elektronlar projektör merceğe girerler ve burada bulunan sistem, en iyi görüntü kalitesini elde edecek şekilde elektron demetine son şeklini verir. Son olarak demet, fosfor ekrana düşerek incelenen numunenin TEM görüntüsünü verir [58].

TEM incelemelerinde elektron kırınım görüntüsü ve aydınlık alan görüntüsü olmak üzere iki temel görüntü kullanılır. Elektron kırınım görüntüsü numune üzerine düşüp kırınıma uğramış elektronların oluşturduğu görüntüdür ve bu görüntü üzerindeki noktalar (hkl) Miller indisleri ile gösterilen atomik düzlemleri temsil eder. Numune içinden etkileşmeden geçen ve kırınıma uğrayan elektronların birlikte oluşturduğu görüntü ise aydınlık alan görüntü olarak bilinir.

44

#### 2.4.2.1. Elektron Kırınım Desenlerinin İndislenmesi

#### 2.4.2.1.1. Kristal Doğrultuları

Kristallerin fiziksel özelliklerinin veya kristallerdeki fiziksel olayların anlatımında, sık sık belirli kristal doğrultu ve düzlemlerini sayısal olarak ifade etmek gerekir. Kristalin izotropik olmaması bunu zorunlu hale getirir.

Şekil 2.22' deki A ve B örgü noktalarından geçen doğrultuyu belirtmek için, A noktasını koordinat başlangıcı olarak seçersek, A' yı B' ye birleştiren örgü vektörü  $\mathbf{R} = u \mathbf{a} + v \mathbf{b} + w \mathbf{c}$ , AB doğrultusuna paraleldir. Öyleyse, bu vektör örgüdeki herhangi bir doğrultuyu göstermekte kullanılabilir. Yapılması gereken tek şey,  $\mathbf{R}$  örgü vektörü doğrultusunda uygun bileşenli vektörü bulmaktır. Aranan doğrultu, üç tam sayı yardımıyla [u, v, w] şeklinde ifade edilir. u, v, w sayılarının ortak çarpanı varsa, bu çarpan atılır ve en küçük tam sayılardan oluşan [u, v, w] kullanılır [63].



Şekil 2.22. Örgü doğrultusu [63]

Bir doğrultudan söz ediliyorsa; o, özel bir doğruyu değil fakat sözü edilen doğruya paralel doğruların tamamını temsil eder.

Birim hücre, dönme simetrisine sahipse, bu simetriden dolayı eşdeğer olan birçok paralel olmayan doğrultu vardır. Kübik kristalde; [100], [010], [001] doğrultuları kristalografik olarak eşdeğerdir. Bu durumda, bütün eşdeğer doğrultular, <u,v,w> şeklinde topluca temsil edilir. Benzer şekilde, küpün cisim köşegenleri <111> sembolü ile temsil edilir.

Bir örgü vektörünün bir örgü düzlem takımına paralel olması sonucunda

$$uh + vk + wl = 0$$
 (2.15)

bağıntısı verilir ve bu bağıntıya zon denklemi denir. Bu bağıntı bir [uvw] örgü vektörüne paralel olan bütün (h k l) düzlemlerinin paralel olma şartını verir. Yukarıdaki eşitlikden yararlanarak herhangi bir doğrultu vektörüne yani herhangi bir zona ait düzlemler belirlenebilir. Örneğin, [001] zonuna ait düzlemlerin

$$0h + 0k + 1I = 0$$
 (2.16)

denklemini sağlamaları gereklidir. Dikkat edilirse, denklem 2.16' yı sağlayan düzlemler için I = 0 olduğu görülür. Sonuç olarak, h  $\neq$  0 ve k  $\neq$  0 olan bütün (h k 0) düzlemleri, [001] zonuna ait olan düzlemleri belirtir.

## 2.4.2.1.2. Miller İndislerinin Gösterimi

Kristal düzlemleri; adı geçen düzlemin kristal eksenlerini kestiği noktaların koordinat başlangıcına olan uzaklıkları cinsinden ifade edilebilir. Fakat bu durumda, kristal eksenlerine paralel önemli düzlemler kristal eksenini sonsuzda keserler. Sonsuzluklarla işlem yapılamaması, bu gösterimi biraz değiştirmek gerektiğini göstermektedir. Bunun için, düzlemin kristal eksenini kestiği uzaklıklar yerine, bu uzunlukların terslerinden türetilen büyüklükler kullanılarak **Miller İndisleri** tanımlanır. Genel olarak, Şekil 2.23' de gösterilen herhangi bir düzlemin Miller İndisleri' ni tayin etmek için aşağıda sıralanan işlemler sırasıyla takip edilir:

- Kristal eksenleri ilkel olsun olmasın, düzlemin a, b ve c eksenlerini kestiği noktaların yerleri sırasıyla a, b ve c örgü sabitleri cinsinden bulunur. Bu kesim noktalarına sırasıyla x, y ve z denir. Bu durumda x, y ve z sırasıyla a, b ve c'nin bir katıdır.
- x / a, y / b, z / c oranları oluşturulur.
- Bu oranların tersleri alınarak, yeni a / x, b / y, c / z oranları elde edilir.
- Yeni oranların ortak bir çarpanla çarpılması sonucu en küçük tam sayılar elde edilir. Bu tam sayılar, düzlemin Miller İndisleridir [63].



Şekil 2.23. Miller indisleri tayin edilecek düzlem [63]

Şekil 2.23' deki düzlemin Miller İndisleri yukarıdaki sıraya göre tayin edilmek istenirse;

- Düzlemin kristal eksenlerini kestiği noktada, x = 2a, y = 3b ve z = c' dir.
- (x / a, y / b, z / c) = (2, 3, 1)
- (1/2, 1/3, 1/1)
- 6(1/2, 1/3, 1) = (3, 2, 6) veya (h k l) = (3, 2, 6) bulunur.

(h k l) Miller İndisleri, bir tek düzlemi temsil ettiği gibi, paralel düzlemlerin bütün takımını da temsil eder. Şekil 2.24' de kübik yapıdaki bazı önemli düzlemler ve onların Miller İndisleri gösterilmiştir [63].



Şekil 2.24. Basit kübik yapıdaki bazı önemli düzlemler ve onların Miller İndisleri [63]

# 2.4.2.1.3. İki Düzlemin Zon Ekseni

Herhangi iki düzlem için:

$$h_1 u + k_1 v + l_1 w = 0 (2.17)$$

$$h_2 u + k_2 v + l_2 w = 0 \tag{2.18}$$

olmalıdır. Yukarıda verilen 2.17 ve 2.18 denklemlerinden u, v ve w' nin çözümü (h<sub>1</sub> k<sub>1</sub> l<sub>1</sub>) X (h<sub>2</sub> k<sub>2</sub> l<sub>2</sub>) vektörel çarpımına uygun şekilde, determinant formunda yazılarak bulunabilir.

$$\frac{u}{\begin{vmatrix} k_1 & l_1 \\ k_2 & l_2 \end{vmatrix}} = \frac{v}{\begin{vmatrix} l_1 & h_1 \\ l_2 & h_2 \end{vmatrix}} = \frac{w}{\begin{vmatrix} h_1 & k_1 \\ h_2 & k_2 \end{vmatrix}}$$
(2.19)

Yazıldığında u, v ve w için,

$$u = \begin{vmatrix} k_1 & l_1 \\ k_2 & l_2 \end{vmatrix} = k_1 l_2 - l_1 k_2$$
(2.20)

$$\mathbf{v} = \begin{vmatrix} l_1 & h_1 \\ l_2 & h_2 \end{vmatrix} = l_1 h_2 - h_1 l_2$$
(2.21)

$$w = \begin{vmatrix} h_1 & k_1 \\ h_2 & k_2 \end{vmatrix} = h_1 k_2 - k_1 h_2$$
(2.22)

olur ve böylece birbirine paralel olmayan (h $_1$  k $_1$  l $_1$ ) ve (h $_2$  k $_2$  l $_2$ ) düzlemlerin zonu

$$[uvw] = [k_1 l_2 - l_1 k_2, l_1 h_2 - h_1 l_2, h_1 k_2 - k_1 h_2]$$
(2.23)

İfadesiyle bulunur [64].



Şekil 2.25. İki düzlemin ara kesit doğrusu ve bunların zon ekseni

Şekil 2.26' da kübik yapı için temel düzlemler ve bu temel düzlemlerden (100) ve (010) düzlemlerinin oluşturduğu [001] zon ekseni gösterilmiştir.



Şekil 2.26. Kübik yapı için; a) temel düzlemler ve b) (100) ve (010) düzlemlerinin zon ekseni

#### 2.4.2.1.4. Yansıma Şartları

Paralel bir x-ışınları demeti, bir kristal üzerine gönderildiğinde, kristalin (h k l) düzlemleri, bu ışınları optik yansıma yasaları ve Bragg Yasası' na uygun olarak yansıtırlar. Yansımanın olması için gereken diğer bir koşul ise ötelemelerden ileri gelen faz farklarının uygun olmasıdır. Bir (h k l) düzleminden yansıyan ışın demetinin şiddeti, yapı çarpanının karesi ile orantılıdır. Yapı çarpanı;

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^{s} f_j e^{-i2\pi (hx_j + ky_j + lz_j)}$$
(2.24)

ifadesi ile verilir [63]. Denklem 2.24' de, h, k, l yansıtıcı düzlemin Miller indisleri, f<sub>j</sub>, j'nci atomun atomik yapı çarpanı, x<sub>j</sub>, y<sub>j</sub>, z<sub>j</sub> j'nci atomun birim hücre içindeki koordinatları ve S ise birim hücrede bulunan atomların toplam sayısını göstermektedir.

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

Yapı çarpanı ifadesinin kullanıldığı bazı örnekler verilirse;

- En basit hal, x<sub>1</sub> = y<sub>1</sub> = z<sub>1</sub> = 0 konumunda bir atomun bulunması halidir. Bu durumda yapı çarpanı, F<sub>hkl</sub> = f<sub>1</sub> olur. Böylece yapı faktörünün karesi h, k, l' den bağımsız olduğundan, her yansıma için şiddet aynı olur.
- Cisim merkezli kübik (b.c.c.) yapının bazında;  $x_1 = y_1 = z_1 = 0$  ve  $x_2 = y_2 = z_2 = 1/2$  konumlarında özdeş iki atom bulunur. (h + k + l) = n için; n, tek sayı olduğunda F<sub>hkl</sub> = 0 verir. Bu duruma göre, Miller İndislerinin toplamı tek sayı veren (h k l) düzlemlerinden yansıma olmamaktadır. n, çift tam sayı olduğunda ise, F<sub>hkl</sub> = 2 f<sub>1</sub> olmaktadır. Böylece b.c.c. yapısına sahip bir kristalin kırınım deseninde, (100), (111) veya (221) gibi çizgiler bulunmadığı halde; (200), (110) veya (222) gibi çizgiler bulunmaktadır.
- Taban merkezli kübik yapının bazında; x<sub>1</sub> = y<sub>1</sub> = z<sub>1</sub> = 0 ve x<sub>2</sub> = y<sub>2</sub> = 1/2, z<sub>2</sub> = 0 konumlarında özdeş iki atom bulunur. h + k, daima bir tam sayı olduğundan, h ve k' nın her ikisi birden çift ya da tek ise h + k daima çift olacaktır. Bu durumda, F<sub>hkl</sub> = 2 f<sub>1</sub> elde edilir. Diğer durumlar ise h + k' nın tek olmasına karşılık gelir ve bu durumda F<sub>hkl</sub> = 0 olur. Görüldüğü gibi l' nin yapı çarpanına etkisinin olmadığı açıktır. Buna göre, (111), (112), (113) ve (021), (022),

(023) gibi yansımalar için h + k toplamı çift olduğundan bu yansımalar izinlidir. (011), (012), (013) ve (101), (102), (103) gibi yansımalar için h + k toplamı tek olduğundan bu yansımalar izinli değildir.

Yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapı; x<sub>1</sub> = y<sub>1</sub> = z<sub>1</sub> = 0, x<sub>2</sub> =0, y<sub>2</sub> = z<sub>2</sub> = 1/2, x<sub>3</sub> = z<sub>3</sub> = 1/2, y<sub>3</sub> = 0 ve x<sub>4</sub> = y<sub>4</sub> = 1/2, z<sub>4</sub> = 0 noktalarında aynı cins dört atoma sahiptir. Buna göre h, k ve l indislerinin hepsi çift veya tek ise, ikili toplamlar daima çift olacağından F<sub>hkl</sub> = 4 f<sub>1</sub> elde edilir. Bu durumda; (111), (200) ve (220) gibi düzlemlerden yansıma olur. k + l, h + l ve h + k toplamları tek olursa F<sub>hkl</sub> = 0 verir. Bu durumda ise, (100), (210), (112) gibi düzlemlerden yansıma olmaz.

Miller indisleri (h k l) olan düzlemler arasındaki d uzaklığı; a, b ve c örgü sabitleri cinsinden yazılabilir. Bu uzaklık, kübik yapı ( a = b = c ) için,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$
(2.25)

Hegzagonal yapı (a = b  $\neq$  c) için

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \left(\frac{1}{c}\right)^2$$
(2.26)

ifadeleri ile verilir.

## 2.4.2.1.5. Stereografik İzdüşüm

Kristal geometrisi üzerindeki esas çalışmaları, uzay içerisinde örgü düzlemleri ve örgü doğrultuları arasındaki bağıntılar oluşturur. Aynı zamanda kristal içerisindeki açısal bağıntılar üzerindeki çalışmalar da önemlidir. İki boyuttaki açısal bağıntıların belirlenmesi, üç boyuttaki açısal bağıntılara geçişte kolaylık sağlar. Küresel izdüşümü üç boyuttan iki boyuta indirmeye stereografik izdüşüm denir.



Şekil 2.27. Bir kristalin küresel izdüşümü [65]

Stereografik izdüşümde verilen açısal bağıntılarla, bir kristalin perspektif çizimi, yüzeylerin ve zon eksenlerinin çizimi kolayca yapılabilir ve bunlar birbirleriyle kolayca karşılaştırılabilir [64].

Kürenin merkezinde bulunan bir kristalin her bir yüzeyinden çıkarılan normallerin küre yüzeyini kestiği noktalar o düzlemi temsil eder. Bu şekilde kristalin bütün yüzeylerinin normalleri çizildiğinde, bu normallerin küre yüzeyini kesim noktaları kristalin yeni bir temsilini verir. Bu temsile küresel izdüşüm adı verilir. Şekil 2.27' de bir kristalin küresel izdüşümü gösterilmiştir.



Şekil 2.28. Bir kristalin izdüşüm düzlemleri [65]
Küre yüzeyindeki bütün kesim noktalarının bulunmasından sonra, Şekil 2.28' de görüldüğü gibi, kristal küreden çıkarılır ve küre ekvatorundan bir düzlem geçirilir. Bu düzlem izdüşüm düzlemi olup, küreyi kuzey ve güney yarım kürelere böler. Kuzey yarım küredeki bütün kesim noktaları birer doğru yardımıyla güney kutbu ile birleştirilerek, Şekil 2.28' de gösterildiği gibi bu doğruların izdüşüm düzlemini kestiği noktalar işaretlenir. Böylece, elde edilen bu noktalar artık kendisine ait oldukları düzlemin stereografik izdüşümleri olarak gösterilmiş olurlar (Şekil 2.29).



Şekil 2.29. Bir kristalin stereografik izdüşümü [65]

Stereografik izdüşüm, izdüşüm düzlemlerine dik eksenlerin simetri özelliklerini korur. İki düzlem arasındaki açı, bu düzlemlerin normalleri arasındaki açıya eşit olduğundan kutup konumları bu düzlemler arasındaki açıyı elde etmek için kullanılabilir. Bunun için, güney yarım küredeki kutuplar da işaretlenip, aynı şekilde kuzey kutbu ile birleştirilirse düzlemler arasındaki açılar Şekil 2.30' da görülen ikişer derecelik açı aralıklarına sahip Wulff ağı yardımıyla okunabilir ve bunun yardımıyla bilinen yüzeyler stereografik izdüşüm üzerinde işaretlenebilir.



G

Şekil 2.30. Wulff ağı [64]

## 2.4.2.1.6. Elektron Kırınımının Geometrisi ve İndisleme

Elektron kırınımının geometrisi şekil 2.31' de gösterilmiştir.



# Şekil 2.31. Tek kristal üzerinde elektron kırınımının geometrik konfigürasyonu

L → Kamera uzaklığı

2d Sin 
$$\theta$$
 = n  $\lambda$  (Bragg Yasası) (2.27)

Küçük açılarda:

$$2d \theta = \lambda \tag{2.28}$$

Şekil 2.31' den küçük açı yaklaşımı yapılırsa:

 $\frac{R}{L} = 2 \theta, \tag{2.29}$ 

$$\lambda L = R d \tag{2.30}$$

İfadesi elde edilir.

TEM' de kırınım görüntüleri; nokta, halka ve Kikuchi desenleri olmak üzere üç şekilde elde edilirler. Nokta kırınım görüntüsü indislemede izlenecek yol:



Şekil 2.32. TEM' den alınan noktasal desenli elektron kırınım görüntüsü

İndisleme:

- a = ..., c = ... veya b = ... verileri verilir.
- Daha önce anlatılmış olan yansıma şartlarına (sayfa 51-53) göre yansıma veren f.c.c., b.c.c. ve h.c.p. düzlemleri çıkartılır.
- R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, ... ölçülür (Şekil 2.32).
- λ L = R d ifadesinde veriler yerine konulur ve d' ler hesaplanarak teorik değerlerle karşılaştırılır.
- Bu karşılaştırmalarla birlikte indis haritasına bakmakta bizlere yardımcı olacaktır.
- Düzlemler arasındaki açı hesaplanarak, teorik olarak açı ölçer ile elde ettiğimiz değerlerle karşılaştırılır.

Kübik yapı için:

$$\cos \theta = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\left[ \left( h_1^2 + k_1^2 + l_1^2 \right) \left( h_2^2 + k_2^2 + l_2^2 \right) \right]^{1/2}}$$
(2.31)

Hekzagonal yapı için:

$$\cos \theta = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + 1/2(h_1 k_2 + h_2 k_1) + 3 a^2 l_1 l_2 / 4 c^2}{\left[ \left( h_1^2 + k_1^2 + k_1 h_1 + 3 a^2 l_1^2 / 4 c^2 \right) \left( k_2^2 + h_2^2 + h_2 k_2 + 3 a^2 l_2^2 / 4 c^2 \right) \right]^{1/2}}$$
(2.32)

 Zon ekseni ise (h<sub>1</sub> k<sub>1</sub> l<sub>1</sub>) x (h<sub>2</sub> k<sub>2</sub> l<sub>2</sub>) düzlemlerinin matrissel olarak çarpımıyla elde edilir.

#### 2.4.3. Mössbauer Spektrometresi

Mössbauer Spektroskopisi, ilk kez 1958-1959 yıllarında Rudolf Ludwig Mössbauer tarafından deneysel ve teorik olarak çalışılmaya başlanmıştır. Kristal örgüsü içindeki bir atom çekirdeği tarafından enerji kaybı olmaksızın gama fotonu salınması olayı "**Mössbauer Olayı**" olarak bilinir [66]. 1960' lı yıllarda <sup>57</sup>Fe'nin Mössbauer Olayı' nı gösterdiği bulunulmasından sonra, bu olay; nükleer fizik çalışmalarına ek olarak, katıhal fiziği, kimya, biyoloji, metalurji gibi bilimin pek çok dalında geniş bir kullanım alanına sahip olmuştur.

Fizikte geniş bir uygulama alanına sahip olan Mössbauer Olayı ile atomların bozunma şemalarının incelenmesi, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri, bu seviyelerin ömürleri, çekirdeğin elektrik kuadropol momenti, çekirdeğin manyetik dipol momenti gibi büyüklükler ölçülebilir. Ayrıca bu sistem, metal alaşımlarındaki austenite-martensite faz dönüşümlerinin manyetik özelliklerinin açıklanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır [67-69].

Fe bazlı alaşımlarda austenite fazı paramanyetik olduğunda, bu faz tek soğurma çizgisiyle, martensite fazı antiferromanyetik ya da ferromanyetik olduğunda ise altı soğurma çizgisiyle karakterize edilir [70,71].



Şekil 2.33. Mössbauer Spektrometresi

Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskiriminatörü ve bir çok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca, kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır. Şekil 2.33' de genel bir Mössbauer düzeneği görülmektedir. Bu şekilde kurulan bir Mössbauer deney düzeneğinin çalışma şekli aşağıdaki gibi açıklanabilir. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir  $\gamma$  ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen  $\gamma$  ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmalar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale getirilerek çok kanal analizatörüne gider. Bu analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup, çift kutuplu atmalar, 1-256 ile 256-512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir.

Mössbauer araştırmalarının büyük bölümünde <sup>57</sup>Fe ve <sup>119</sup>Sn izotopları kullanılmaktadır. Mössbauer Olayı, sayıları 50' yi geçen izotoplarda gözlenmekle beraber, deneysel zorluklar nedeniyle bu izotopların ancak 20 tanesi kullanılabilmektedir. Mössbauer Spektrometresi' nde, radyoaktif kaynaktan çıkan gama ışını enerjisi, kaynağa bir Doppler hızı verilerek değiştirilir ve gama ışınları soğurucu tarafından rezonans durumunda soğurulur.

Genel olarak, uyarılmış bir çekirdek,  $E_U$  uyarılmış enerji durumundan  $E_T$  taban enerji durumuna geçerken  $hv = E_U - E_T$  bağıntısına göre, v frekanslı bir  $\gamma$  fotonu yayınlar. Şekil 2.34' de görüldüğü gibi bu foton, taban durumunda bulunan, öncekinin aynı başka bir çekirdek üzerine düştüğünde, onun,  $E_T$  taban durumundan  $E_U$  uyarılmış durumuna çıkartmak üzere, kolaylıkla soğurulması beklenir. Fizikte çok rastlanılan bu duruma geçerken, aynı v frekanslı ışınımı bütün doğrultularda yayınlar [68]. Rezonansla soğurma olayının meydana gelmesi için birinci çekirdeğin yayınladığı fotonun v frekansının ikinci çekirdek için;

62

$$v = \frac{E_{\rm U} - E_{\rm T}}{h}, \qquad (2.33)$$

bağıntısı ile verilen v frekansına tam eşit olması gerekir.



Şekil 2.34. Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş

Alman fizikçi Mössbauer, 1958 de, deneylerinde gama kaynağı olarak tek tek serbest atomlar yerine bir kristal örgüsüne bağlı atomlar alındığında, geri tepmesiz γ yayınlanması ve soğurulması olacağını ve böylece, rezonans soğurmasının kolaylıkla gözlenebileceğini keşfetmiştir [72,73]. Bu olaya Mössbauer Olayı adı verilir.

Mössbauer izotopu olan  ${}_{26}^{57}$ Fe ;  ${}_{27}^{57}$ Co' nun bir elektron yakalamasıyla oluşur. Buna göre reaksiyon;

$${}^{57}_{27}\text{Co} + {}^{0}_{-1}\text{e} \rightarrow {}^{57}_{26}\text{Fe}$$
 (2.34)

Olur. Bu durumda uyarılmış halde bulunan <sup>57</sup>Fe' nin, taban duruma geçerken yaydığı 14.4 KeV' luk  $\gamma$  ışınımı Mössbauer olayında kullanılır.

Bir atomun kimyasal değerliğinin değişmesi sonucunda bu atomun s-elektron yoğunluğunun da değişeceği gerçektir [72]. İşte bu sebepten sıfırdan farklı bir değerlikte olan bir atomun çekirdeği ile onun s-elektronları arasındaki Coulomb çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri bir değişime uğrar. Bu olay Mössbauer Spektrumu' nda izomer kayma olarak kendini gösterir.

İzomer kayma, <sup>57</sup>Fe atomlarının kimyasal komşuluklarını ve kristalografik durumlarını anlatan bir fonksiyondur. İzomer kaymanın oluşum sebebi, faz dönüşümü sonucu austenite fazdaki tüm Fe atomlarının eski konumlarını ve komşuluklarını koruyamamasından dolayıdır [74].

Mössbauer Olayı, çekirdeklerin ilk uyarılmış düzeylerinden taban düzeylerine geçerken yayınlanan  $\gamma$  ışınlarının soğurulması ile ilgilidir. Uyarılmış bir çekirdek, kristalin yapısını değiştirmeden bir  $\gamma$  ışını yayınlayabilir. Bu durumda geri tepkimesiz  $\gamma$  ışını yayınlanmasından söz edilir ve bunlar Mössbauer çizgisini meydana getirirler. Bu çizgilerin meydana gelmesini şu şekilde açıklayabiliriz.



(a)



Şekil 2.35. (a) <sup>57</sup>Fe'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları, (b) Yarılmalar sonucu Mössbauer Spektrumu' nda oluşan çizgiler

Demir ferromanyetik özelliğe sahip olduğu için, aynı atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği **H** manyetik alan şiddeti büyüktür

ve Zeeman olayı sonucu çekirdek enerji seviyelerinde yarılma beklenir [66,73]. J' nin **H** doğrultusundaki izdüşümü m<sub>i</sub>' nin aldığı değerlere göre, her enerji seviyesi 2J+1 sayıda alt seviyeye yarılır. Fe<sup>57</sup> de, taban durum için J=1/2, 14,4 KeV' luk ilk uyarılmış durum için J=3/2 olduğundan dolayı, **H** manyetik alan etkisi ile, taban durum 2 seviyeye ve ilk uyartılmış durum 4 seviyeye yarılacaktır.  $\Delta m$ j = 0, $\pm$ 1 seçim kuralı göz önüne alınırsa, farklı altı gama geçişi sonucu, gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir. Fe<sup>57</sup> de beklenen enerji seviyesi yarılmaları sonucunda da Mössbauer Spektrumu' nda çok sayıda çizgi görülür. Şekil 2.35.a' da <sup>57</sup>Fe için böyle bir durum sırasında çekirdek seviyelerindeki yarılmalar, Şekil 2.35.b' de ise Mössbauer

#### 2.5. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada incelenen Fe-%17,3Mn-%4,6Co alaşımı TÜBİTAK Gebze Araştırma Merkezi'nde hazırlatılmıştır. %99,9 saflıkta toz halinde bulunan Fe, Mn, Co elementleri bir araya getirilip yüksek sıcaklıkta eritilerek 1cm çapında, 10 cm uzunluğunda silindirik çubuklar halinde dökülmüştür. Fe-%17,3Mn-%4,6Co alaşımından oda sıcaklığında elmas kesici ile kesilen numuneler çeşitli ısıl işlemlere tabi tutulmuştur.

Silindirik çubuk halinde bulunan alaşımdan, elmas bıçaklı kesicilerle ısıl işlemler için 1 cm boyunda numuneler kesildi ve cam tüplere konularak sırasıyla 750°C, 900°C, 1050°C, 1200°C' de 12 saat ısıl işleme tabi tutuldu ve fırından alınarak oda sıcaklığında suya atılarak hızlı soğutulmuştur. Yavaş

soğutma işlemi için 1200°C de 12 saat ısıl işleme tabi tutulan numunelerden biri fırında bırakıldı ve oda sıcaklığına kadar kontrollü soğutuldu.

# 2.5.1. Numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İçin Hazırlanması

Kesilen numunelerin yüzeyindeki pürüzler ve kalın çizgiler değişik kalınlıktaki su zımparaları ile kalından inceye doğru gidilerek ortadan kaldırılmış ve sonra 6,3,1mikronluk elmas pastalarla parlatma aleti kullanılarak yüzeyleri parlatılarak taramalı elektron mikroskobu ile yüzey incelemeleri yapılmıştır. Daha sonra, mekanik olarak parlatılan yüzeyler 3 birim hidroklorik asit, 2 birim gliserin ve 1 birim nitrik asit karışımından oluşan çözelti (asetikgliseriya) içerisinde oda sıcaklığında yaklaşık 1 dakika bekletilerek dağlanmıştır. Numunelerin yüzeylerinde oluşan mikroyapı karakteristikleri 20 kV' ta JEOL5600 taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

# 2.5.2. Numunelerin Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İçin Hazırlanması

Geçirmeli elektron mikroskobu incelemeleri için termal ve mekanik işlem görmüş numunelerden elmas kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlığında örnekler kesilmiş ve daha sonra bu örnekler sırasıyla 600, 800 ve 1200 lük su zımparaları kullanılarak 60 µm'ye kadar inceltilmiştir. Bu numuneler, daha sonra 3 mm çapında diskler halinde kesilerek, %5 hidroflorik, %30 su ve %65 hidrojenperoksit' den oluşan asit çözeltisi ile oda sıcaklığında yaklaşık 10

67

saniye kimyasal inceltmeye tabi tutulmuşlardır. Elde edilen numunelere, son olarak ikili asit-jeti metodu (double-jet method) kullanılarak 5°C sıcaklıkta %8 perklorik asit + %92 asetik asit karışımında, 20 V (DC) ve 40-80 µA akım kullanan Struers-Tenupol sistemi ile inceltme, parlatma ve delme işlemleri uygulandı. Elektron ışınının geçebileceği kadar inceliğe sahip bu numuneler, 300 kV hızlandırma gerilimine sahip JEOL3010 geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir. İncelemeler için Geçirmeli Elektron Mikroskobu' nun standart numune tutucusu kullanılmıştır. Geçirmeli Elektron Mikroskobu' nda yapılan gözlemlerde "aydınlık alan" (bright field) ve "karanlık alan" (dark field) yöntemleri ile austenite ve martensite fazlara ait görüntüler elde edildi. Küçük martensite hacimlerinden kristalografik verileri elde edebilmek için Geçirmeli Elektron Mikroskobu' nun "kırınım" (diffraction) modundan yararlanıldı.

## 2.5.3. Numunelerin Mössbauer Spektrometresi İçin Hazırlanması

Austenite ve martensite fazdaki alaşımlardan Mössbauer Spektrometresi deneyleri için ısıl işlemleri tamamlanmış ve 250 µm kalınlığında kesilerek hazırlanan numuneler; 10 ml HF, 45 ml H<sub>2</sub>O ve 45 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>'den oluşan asit çözeltisi içerisinde kimyasal inceltme yöntemi ile yaklaşık olarak 50 µm'ye kadar inceltilmiştir. Daha sonra austenite ve martensite yapıların manyetik özelliklerini incelemek için her iki faza ait Mössbauer Spektrumları elde edilmiştir. Elde edilen spektrumlar Normos-90 en küçük kareleri fit etme programıyla analiz edilmiştir.

## 3. ARAŞTIRMA BULGULARI

## 3.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümler

# 3.1.1. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi

Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımında, ısıl işlem süresi, ısıl işlem sıcaklığı ve soğutma hızının etkisi sonucu austenite ana yapı içerisinde oluşan martensite yapının yüzey incelemeleri taramalı elektron mikroskobunda (SEM) yapılmıştır. Alaşımların oda sıcaklığında çekilen elektron mikroskop resimleri Şekil 3.1 ve Şekil 3.2' de verilmiştir.



**Şekil 3.1.** 1200°C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve yavaş soğutulan Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımında austenite tane yapısı

Yavaş soğutma (fırında soğutma) işlemine tabi tutulan numune 1200°C' de 12 saat ısıl işleme tabi tutuldu ve fırın içinde oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Bu ısıl işlem sonucunda alaşımın yüzey incelemesinden austenite fazda kaldığı ve numunede tanelerin (grains) oluştuğu gözlendi (Şekil 3.1). Askeland [75] yavaş soğutma sonucu gözlenen bu tanelerin içendeki atom dizilimlerinin özdeş olduğunu ve oluşan bu tanelerin her birinde atomların dizilme yönelimlerinin farklı olduğunu belirtmiştir.

Şekil 3.1' de görüldüğü gibi, yavaş soğutmaya tabi tutulan numunede yaklaşık olarak 50–200 μm büyüklüğünde austenite faza ait taneler oluşmuştur. Elde edilen bu tanelerin şekli ve büyüklükleri literatür ile uyum içindedir [1,61].

Austenite faza ait olan tanelerin boyutları homojenleştirme süresine, sıcaklığına ve soğutma şekline bağlı olarak değişir. Özellikle Fe bazlı alaşımlarda, homojenleştirme süresi ve sıcaklığının artması ile tane boyutunun arttığı gözlenmiştir [76,77]. Tane sınırları genelde safsızlık atomları, atomlar arası boşluklar ve dislokasyonlar gibi kusurlar içerdiği için tane içlerinde olduğu gibi özdeş atom dizilimlerinden söz edilemez [1].

Yine Fe bazlı alaşımlarda hızlı soğutma ile elde edilen tanelerin boyutunun yavaş soğutma ile elde edilen tane boyutundan daha küçük olduğu gözlenmiştir [1,9,16].

1200°C sıcaklıkta 12 saat ısıl işleme tabi tutulduktan sonra oda sıcaklığında suya atılarak soğutulan numunenin yüzey görünümü Şekil 3.2' de verilmiştir.

70



**Şekil 3.2.** 1200°C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü

Yavaş soğuma ile alaşımda meydana gelen tanelerin içerisinde  $\varepsilon$  martensite plakalarının oluşmamasına rağmen hızlı soğutma ile numunede oluşan tanelerin içinde birbirine paralel olarak yığılmış  $\varepsilon$  martensite plakaların oluştuğu gözlendi. Bununla birlikte  $\alpha'$  tanecikler de şekil 3.2' de görülmektedir. Numunenin hızlı soğutulması sonucu meydana getirilen sıcaklık farkı, martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olmuştur [30,35].

Easterling ve Porter [32] tarafından martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiği ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığı ama oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğu belirtilmiştir, ε

martensite plakalarının tane içinde birbirine paralel plakalar şeklinde meydana geldiği daha önceki çalışmalarda ortaya konulmuştur [15,16,17,77,78].

# 3.1.2. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi

Suda hızlı soğutulan numunenin TEM görüntüsünde  $\alpha'$  martensite ve  $\epsilon$  martensite plakaları görülmektedir. Burada  $\alpha'$  martensite plakaların karmaşık ince plakalar içinde küçük parçacıklar olarak oluştukları,  $\epsilon$  martensite plakaların ise birbirine paralel şekilde uzandığı dikkat çekmektedir.

Bu martensite plakaların kristalografik incelemesi plakalar üzerinden alınan kırınım desenlerinin analizi ile gerçekleştirilmiştir. Kırınım desenlerinin analizi sonucu  $\alpha'$  martensitenin b.c.c. yapıda  $\epsilon$  martensitenin ise h.c.p. yapıda olduğu görülmüştür.



Şekil 3.3. Suda hızlı soğutulan numunenin TEM görüntüsü

Şekil 3.3' de  $\varepsilon$  martensite' nin birbirine paralel plakalar şeklinde oluştuğu gözlendi ve bu plakaların kalınlıklarının yaklaşık olarak 100-250 nm olduğu bulundu. Hızlı soğutulan numunede yığılma kusurlarının arttığı ve bu kusurların birleşerek  $\varepsilon$  martensite plakalarını oluşturdukları düşünülür

[7,79,80]. Şekil 3.3' de kalın ε plakasının birçok yığılma kusurunun birleşmesiyle oluşabileceği gibi austenite faz içerisinde yer alan diğer kusurların etkisi ile de oluşabileceği düşünülür [1].

Austenite fazdaki yığılma kusurları  $\varepsilon$  martensite oluşumu için embriyo oluştururlar.  $\varepsilon$  martensite oluşumunu açıklayan modeller austenite fazın her saniye yakın dolu düzlemi üzerinden yığılma kusurlarının üst üste binmesi varsayımına dayalıdır ve Shockley kısmi dislokasyonlarının a<sub>f.c.c.</sub>/6<112> kadar hareketi ile dönüşüm meydana gelir [81,82,83,84].

 $\alpha'$  martensite kristalleri oluşumunun çoğunlukla önceki austenite fazda dislokasyonlar ile ilişki içinde olduğu düşünülmüştür ve austenite alanlarda dislokasyon görünür [1,85].

Buna göre, TEM gözlemleri alaşımların soğutulması boyunca şekillenen  $\varepsilon$  ve  $\alpha'$  martensiteleri ortaya çıkarır ve bu sonuç mevcut SEM gözlemleri ve Fe-Mn alaşımının dönüşüm davranışlarıyla tutarlıdır. Fe-Mn alaşımında, martensitik faz dönüşümü üzerine çalışmalar ortaya koymuştur ki austenite  $\gamma$  fazı,  $\varepsilon$  ve  $\alpha'$  martensitlere dönüşmüş olabilir ve  $\varepsilon$ -  $\alpha'$  dönüşümü belli fiziksel şartlar altında mümkün olabilir [86].

TEM görüntüsü üzerinde seçilen bölgelerden alınan elektron kırınım desenleri ve indis diyagramları aşağıda verilmiştir.

74







Numunelerde yapılan kristalografik incelemelerde  $\gamma \rightarrow \alpha'$  martensite dönüşümü için dönme bağımlılığı,

 $(111)_\gamma\,/\prime\,(011)_{\alpha'}$  ,  $\ [\overline{1}\overline{1}2]_\gamma\,/\prime\,[0\overline{1}1]_{\alpha'}$ 

olarak elde edildi. Bu yönelim bağıntısının literatürle uyum içerisinde olduğu gözlendi [45]. Bir diğer dönüşüm türü olan  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  martensite dönüşümü için ise dönme bağımlılığı,

$$(111)_{\gamma} // (0001)_{\epsilon}$$
,  $[11\overline{2}]_{\gamma} // [1\overline{1}00]_{\epsilon}$ 

olarak elde edildi. Bu yönelim bağıntısının literatürle uyum içerisinde olduğu gözlendi [1]. Yansıma veren düzlemler arasındaki d mesafeleri ölçülerek, örgü sabitleri; f.c.c. yapı için  $a_{\gamma} \cong 3,59$  Å ve b.c.c. yapı için  $a_{\alpha'} \cong 2,87$  Å ve h.c.p. yapı için  $a_{\epsilon} \cong 2,56$  Å,  $c_{\epsilon} \cong 4,02$  Å olarak hesaplandı.

# 3.2. Homojenleştirme Sıcaklığının Martensite Miktarı ve Manyetik Özellikler Üzerine Etkisi

## 3.2.1. SEM Görüntüleri İncelemeleri

Fe-%17,3Mn-%4,6Co alaşımında alaşımda martensitik faz dönüşümü üzerinde ısıl işlem etkisini anlayabilmek için farklı sıcaklıklarda (sırasıyla 750°C, 900°C, 1050°C, 1200°C' de) ısıl işleme tabi tutulmuş ve suda hızlı soğumaya bırakılan numunelerden alınan SEM görüntüleri aşağıda verilmiştir.



**Şekil 3.5.** 750°C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü

750°C sıcaklıkta 12 saat ısıl işleme tabi tutulan ve suda hızlı soğutma ile meydana gelen tanelerin, homojenleştirme sonrası gözlenen austenite yapıdaki tanelere göre büyüdüğü ve oluşan martensite plakaların kısa olduğu gözlendi (Şekil 3.5). Austenite tanelerdeki martensite plakalar farklı morfolojilere sahiptirler. Termal kaynaklı olmak üzere iki türlü martensite,  $\varepsilon$  ve  $\alpha'$  martensiteler, alaşımda bir arada görünmektedir.  $\varepsilon$  martensite plakaları genellikle ince bant paralel yığınlar olarak görünür iken  $\alpha'$  martensite plakaları ise karmaşık ince plakaları içinde küçük parçacıklar olarak oluşurlar [62].  $\varepsilon$ martensite plakaların çoğu tüm tane boyunca geçer yani tanenin bir ucundan diğer ucuna kadar ve yüzeyi kabartan birçok paralel çizikler oluştururlar [86].



**Şekil 3.6.** 900<sup>°</sup>C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü

900°C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutmaya tabi tutulan bir diğer numunede α' martensite plakaların azalırken ε martensite plakaların daha belirgin olarak ortaya çıktığı görülmektedir (Şekil 3.6). Ayrıca numunenin yüzey görüntülerinde yapının belirli bölgelerinin de austenite fazda kaldığı görüldü.



**Şekil 3.7.** 1050<sup>°</sup>C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü

1050°C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen numune de, farklı yönelimlere sahip  $\varepsilon$  martensite plakaların oluştuğu ve  $\alpha'$  martensite plakaların miktarında azda olsa bir artış gözlendi (Şekil 3.7). Benzer şekilde daha önce yapılan çalışmalarda da ısıl işlem sıcaklığı arttıkça martensitlerin daha da büyüyerek belirginleştiği görülmüştür [15,16,17,77].



**Şekil 3.8.** 1200<sup>°</sup>C sıcaklıkta 12 saat tavlanan ve suda hızlı soğutulan Fe–%17,3Mn–%4,6Co alaşımına ait yüzey görünümü

1200°C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve suda hızlı soğutulan numunede  $\alpha'$  martensiteler daha çok olmakla birlikte  $\varepsilon$  martensite plaka oluşumları daha da belirginleşmiştir. Daha düşük sıcaklıklarda  $\varepsilon$  marteniste oranının arttığı gözlemlenirken yüksek sıcaklıklarda  $\alpha'$  martensite plaka oluşumunun arttığı görülmüştür (Şekil 3.8).

Sıcaklığın artması ile austenite tane boyutları küçülmüştür. Sıcaklığın artmasıyla oluşturulan daha fazla kristal kusurları austenite fazın tane boyutlarının azalmasına neden olabilir. Austenite tanelerin küçülmesi çekirdeklenme alanlarının artmasına neden olur. Bu da martensite plaka oluşumunu daha kolaylaştırır [81].

## 3.2.2. Mössbauer Spektrometresi İncelemeleri

Fe-%17.3Mn-%4.6Co alaşımında, austenite ve martensite yapıların manyetik özelliklerini incelemek için farklı sıcaklıklarda hızlı soğutulan numunelerin oda sıcaklığında Mössbauer Spektrumları alınmıştır. Manyetik özelliklerin incelenmesinde en yaygın kullanılan yöntem Mössbauer Spektroskopisidir. Mössbauer etkisi, γ ışınlarının malzeme tarafından soğurulması sonucu atom çekirdeklerindeki enerji seviyeleri arasındaki geçişlerden doğar [1].

Mössbauer Spektrometresinde paramanyetik özellik gösteren numuneler tekli pik verirken, ferromanyetik ve antiferromanyetik özellik sergileyen numuneler altılı pik sergiler [87,88]. Fe-Mn alaşımlarında  $\gamma$  ve  $\varepsilon$  fazları genellikle paramanyetik özellik gösterirken  $\alpha'$  fazı ferromanyetik özellik sergiler [86,89,90].



a)



b)



c)





Şekil 3.9. Farklı sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulan ve suda hızlı soğutulan numunelerin, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumları
a) 750°C, b) 900°C, c) 1050°C, d) 1200°C

Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem görmüş ve suda hızlı soğutulan numunelerden, oda sıcaklığında alınan Mössbauer Spektrumlarından elde edilen verilere göre martensite fazdaki  $\varepsilon$  yapıların tekli pik verdiği yani paramanyetik yapıda oldukları, yine martensite fazdaki  $\alpha'$  yapıların da altılı pik verdikleri dolayısıyla ferromanyetik yapıda oldukları gözlenmiştir. En alttaki pikler ise altılı pik ile tekli pikin toplamıdır (Şekil 3.9).

**Çizelge 3.1.** Fe-%17.3Mn-%4.6Co alaşımında farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış numunelere ait Mössbauer Spektrometresi sonuçları

Numune	γ+ε faz (%)	α′ faz (%)	δ <sub>γ+ε</sub> (mm/s)	δ <sub>α′</sub> (mm/s)	B <sub>iç</sub> (Tesla)
750 <sup>°</sup> C	76.204	23.796	0.248978	0.170870	32.6311
900 <sup>°</sup> C	77.759	22.241	0.247573	0.061764	32.9360
1050 <sup>°</sup> C	76.921	23.079	0.247926	0.220484	31.8256
1200 <sup>°</sup> C	66.496	33.504	0.241534	0.342037	31.8335

Mössbauer Spektrometresi yöntemi kullanılarak elde edilen austenite ve martensite fazların oluşum yüzdeleri, martensite faza ait iç manyetik alan değerleri ile austenite ve martensite yapılara ait izomer kayma değerleri Çizelge 3.1' de verilmiştir.

Mössbauer Spektrometresi' nden elde edilen dataların analizi sonucunda Fe-%17.3Mn-%4.6Co alaşımında, ısıl işlem sıcaklığının değişimi ile paramanyetik ve ferromanyetik fazların hacim miktarlarının değiştiği gözlenmiştir. α' martensite miktarının değişimi ile alaşımın iç manyetik alan değerinin de değiştiği gözlenmiştir. Oluşan fazların hacim değişiminden veya s-elektronlarının yoğunluğundaki değişimden kaynaklanan izomer kayma değerleri de bulunmuştur.

Mössbauer Spektrometresi yöntemiyle bir alaşımda oluşan austenite ve martensite fazların hacim oranları da belirlenebilmektedir. Bu hacim yüzdeleri, fazların gösterdiği farklı manyetik karakteristikler yoluyla hesaplanır. Fakat bu çalışmada,  $\gamma$  austenite ve  $\varepsilon$  martensite fazın her ikisi de paramanyetik özellik gösterdiği için oda sıcaklığındaki Mössbauer Spektrometresi ile bu fazları birbirinden ayırmak mümkün değildir [86].

Yüksek ısıl işlem sıcaklıklarında α' martensite miktarının artmasını tane boyutlarına bağlayabiliriz. Tane sınırları geniş kusur bölgeleri olduğu için, martensite çekirdekleri için tercihli yer olduğu düşünülmektedir [1]. Tane sınırları, martensite tanelerinin büyümelerini engellemesinin yanı sıra yeni tane sınırındaki kusurlar martensite çekirdeklerini oluşturabilir. Fe-Ni-C ve Fe-Mn-Mo alaşımlarında, austenite tane boyutunun artması ile oluşan martensite miktarının arttığı Mössbauer Spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmiştir [1,81].

#### 4. SONUÇLAR

Termal etkili martensitik dönüşümde, ısıl işlem sıcaklığının numunenin makro ve mikro yapıları üzerine etkileri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) vasıtasıyla incelenmiştir. Alaşımın manyetik özellikleri ise Mössbauer Spektrometresiyle incelenmiştir.

1200°C sıcaklıkta 12 saat ısıl işleme tabi tutularak yavaş soğutma işlemi uygulanan numunenin yüzey incelemesi yapılmıştır. Bu ısıl işlem sonunda alaşımın austenite fazda kaldığı ve numunede yaklaşık olarak 50–200 μm büyüklüğünde austenite faza ait tanelerin (grains) oluştuğu görülmüştür (Şekil 3.1). Austenite-martensite faz dönüşümünün gerçekleşmemesinin nedeni ise, martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin yavaş soğutma sonucu elde edilememesidir.

Hızlı soğutma sırasında meydana gelen sıcaklık değişimi, martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olmuştur [30,35]. SEM gözlemlerinde  $\varepsilon$  ve  $\alpha'$  martensite yapılara yüzey görüntüleri elde edilmiştir. Bu görüntülerde  $\varepsilon$  martensite yapıların düz plakalar,  $\alpha'$ martensite yapılarında tanecikler şeklinde olduğu görülmüştür (Şekil 3.2).

1200°C de hızlı soğutulan numunenin TEM gözlemlerinde  $\varepsilon$  ve  $\alpha'$ martensitelere ait kristal tanecikler gözlenmiştir. Bu taneciklerin görüntüleri ve elektron kırınım desenlerinin analizi sonucu  $\varepsilon$  ve  $\alpha'$  martensitlere ait örgü parametreleri  $a_{\alpha'} \cong 2,87$  Å ve  $a_{\varepsilon} \cong 2,56$  Å,  $c_{\varepsilon} \cong 4,02$  Å olarak bulunmuştur. Ayrıca  $\varepsilon$  ve  $\alpha'$  martensite yapılar ile  $\gamma$  austenite yapı arasındaki yönelim bağıntıları

86

 $(111)_{\gamma} // (0001)_{\epsilon}$ ,  $[11\overline{2}]_{\gamma} // [1\overline{1}00]_{\epsilon}$ ,

$$(111)_{\gamma} // (011)_{\alpha'}$$
,  $[\overline{1}\overline{1}2]_{\gamma} // [0\overline{1}1]_{\alpha'}$ 

bulunmuştur.

Isil işlem sıcaklığının artması ile öncelikle  $\varepsilon$  martensite miktarının arttığı ve daha yüksek sıcaklıklarda ise  $\alpha'$  martensite miktarının arttığı hem SEM gözlemleri ile hem de Mössbauer Spektrometresi datalarının analizi sonucu hacim değerlerindeki değerlendirmelerde ortaya kondu. Yüksek sıcaklıklarda  $\alpha'$  martensite yapının fazla olmasının ısıl işlem sıcaklığının artması ile verilen sürücü kuvvetin daha fazla olduğu anlaşıldı. Bu güne kadar yapılan çalışmalar göz önüne alındığında  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  türü dönüşümler için  $\gamma \rightarrow \alpha'$ dönüşümlere göre daha az bir enerji gerektiği bilinir [1]. Elde edilen sonuçlar gösterdi ki bu alaşım için  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  türü dönüşüm için 950-1050°C arası ısıl işlem sıcaklığının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Demir bazlı alaşımlarda uygun ısıl işlem sıcaklığının bulunması ve  $\varepsilon$  matensite miktarının arttırılması şekil hatırlama oranının arttırılması açısından çok önemlidir [91].

Isil işlem sıcaklığına bağlı olarak alaşımın iç manyetik değeri, izomer kaymalar ve dönüşüm yüzdeleri Mössbauer Spektrometresi datalarının analizi sonucu elde edildi. Isil işlem sıcaklığının bu parametreleri değiştirdiği yani difüzyonsuz faz dönüşümünün alaşımın manyetik özelliklerini değiştirdiği bunun ise alaşımın kristalografik yapısı ile ilgili olduğu anlaşılmıştır. Yapılan analizlerde fazdaki  $\varepsilon$  martensite ve  $\gamma$  austenite yapıların tekli paramanyetik

87

pik sergiledikleri, α' martensitenin de altılı ferromanyetik pik sergilediği görülmüştür.

#### KAYNAKLAR

- [1] Nishiyama, Z., Martensitic Transformations, Academic Press., London, 1978.
- [2] Durlu, T. N., F.Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi, 13(1), 1-11, 2001.
- [3] Christian, J. W., The Theory of Transformation in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975.
- [4] Kajiwara, S., Mater. Sci. Eng., A 273-275, 67-88, 1999.
- [5] Otsuka, K., Kakeshita, T., Science and Technology of Shape-Memory Alloys: New Developments, MRS Bulletin, 91 -100, 2002.
- [6] Maki, T., Tsuzaki, K., Proc. of ICOMAT-92, 1151-1162, 1992.
- [7] Inagaki, H., Z. Metallkd, 83, 90-96, 1992.
- [8] Ohtsuka, H., Kajiwara, S., Ishihara, T., Mater. Characterization, 32, 229-235, 1994.
- [9] Li, H., Dunne, D., Kennon, N., Mater. Sci. Eng., A 273-275, 571-577, 1999.
- [10] Cohen, M., Olson, G. B., Clapp, P. C., In Proc. Intl. Conf. Mart. Trans. ICOMAT-79, Cambridge, MA, M.I.T, 1, 1979.
- [11] Olson, G.B., Cohen, M., Metall. Trans. A, 7(12), 1897-1904, 1976.
- [12] Olson, G.B., Cohen, M., Metall. Trans. A, 7(12), 1905-1914, 1976.
- [13] Olson, G.B., Cohen, M., Metall. Trans. A, 7(12), 1915-1923, 1976.
- [14] Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Mater. Sci. Eng., A 242, 77-86, 1998.
- [15] Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Mater. Sci. Eng., A 242, 87-95, 1998.
- [16] Arruda, G. J., Buono, V. T. L., Andrade, M. S., Mater. Sci. Eng., A 273-275, 528-532, 1999.
- [17] Maji, B. J., Krishnan, M., Scripta Mater., 48(1), 71-77, 2003.
- [18] Karaman, I., Şehitoglu, H., Call, K., Chumlyakov, Y. I., Maier, H. J., Acta Mater., 48, 1345, 2000.
- [19] Tsuzaki, T., Natsume, Y., Tomota Y. and Maki, T., Scripta Metall. Mater., 33, 1087, 1995.
- [20] Marinelli, P., Fernandez, A., Sade, M., Materials Science and Engineering A373, (2004) 1-9.

- [21] Jun, J.H., Kong, D.K., Choi, C.S., Materialls Research Bulletin, Vol 33, No.10, 1998.
- [22] Mohan Babu, T.V.S.M. and Bansal, C., J. Mater. Sci. Lett., 32, 1587, 1997.
- [23] Bentayeb, F. Z., Bouzabata, B. and Alleg, S., Hyperfine Int., 128, 375, 2000.
- [24] Binnatov, K. G. and Mekhrabov, A. O., Turkish Journal of Physics., 25, 121, 2001.
- [25] Fatah, D. A., Mahmood, L., Mahmood, H. S., Hyperfine Int., 139, 387, 2002.
- [26] Pourroy, G., Viart, N., Lakamp, S., Journal of magnetism and magnetic Materials 203, 37-40, 1999.
- [27] Passi-Mabiala, B. M., Meza-Aguilar, S., C.Demangeat, Journal of Magnetism and magnetic materials 272-276, 1217-1218, 2004
- [28] Wayman, C. M., Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillan Company, New York ,1964.
- [29] Dikici, M., Fe Alaşımlarının Austenite-Martensite Dönüşümlerinde Çekirdeklenme Olayı. Yüksek Lisans Tezi. Fırat Üniversitesi, Elazığ, 1980.
- [30] Kaufman, L., Cohen, M., Progress in Metal Physics, 7, 165-246, 1958.
- [31] Durlu, T. N., J. Mater. Sci., 36 (23), 5665-5671, 2001.
- [32] Porter, D. A., Easterling, K. E., Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London, 1981.
- [33] Aydın, A., Güler, E., Aktas, H., Gungunes, H., Bull. Mater. Sci., 25, 359, 2002.
- [34] Marinelli, P., Baruj, A., Pons, J., Sade, M., Guillermet, A., Cesari, E., Mater. Sci. Eng., A335-275, 137-146, 2002.
- [35] Hsu, Y. T., Zuyao, X., Mater. Sci. Eng., A273-275, 494-497, 1999.
- [36] Kakeshita, T., Kuriowa, K., Shimizu, K., Ikeda, T., Yamagishi, A., Date,M., Mater. Trans. JIM, 34, 423-428, 1993.
- [37] Akturk, S., Guner, M., Aktas, H., J. Alloys and Comp., 387, 279, 2005.
- [38] Bunshah, R. F., Mehl, R. F., Journal of Metals, 5, 1251-1258, 1953.
- [39] Wayman, C. M. and Wakasa, K., Metallography., 14, 37, 1981.

- [40] Durlu, T. N., Christian, J. W., Metal Science Journal, 8, 1-7, 1974.
- [41] Bikas, C. M., Krishnan, M., Rao, V. V. R., Metall. Mater. Trans., 34A, 1029-1042, 2003.
- [42] Durlu, T. N., Difüzyonsuz faz dönüsümü üzerine yeni gözlemler, Türk Fizik Dernegi 19. Fizik Kongresi, Elazıg, 4s, 2000.
- [43] Khachaturyan, A. G., Theory of Structural Transformations in Solids, John Wiley-Sons, New York ,1983.
- [44] Hull, D., Introduction to Dislocation, Pergamon Pres, London, 1965.
- [45] Yang, J. H., Wayman, C. M., Mater. Characterization, 28, 23-35, 1992.
- [46] Yang, J. H., Wayman, C. M., Mater. Characterization, 28, 37-47, 1992.
- [47] Wayman, C. M., J. Less-Common Metals, 28, 97-105, 1972.
- [48] Wayman, C. M., Metall. Mater. Trans. A, 25A, 1787, 1994.
- [49] Bain, E. C., Nature of Martensite, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng. (AIME), 70, 25-35, 1924.
- [50] Wechsler, M. S., Lieberman, D. S., Read, T. A., Transs. AIME., 1503-1515, 1953.
- [51] Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., Acta Metall., 2, 129-137,1954.
- [52] Mackenzie, J. K., Bowles, J. S., Acta Metall., 2, 138-147, 1954.
- [53] Liberman, D. S., Wechsler, M. S. and Read, T. A., J. Appl. Phys., 26, 473, 1955.
- [54] Bowles, J. S., Dunne, D. P., Metal Science Journal, 7, 118-123, 1973.
- [55] Navruz, N., Demir Bazlı Alaşımlarda ε Martensite' in Oluşumu ve Diğer Martensite Türleri ile Etkileşmesi, Doktora Tezi, A.Ü. Fen Bil. Enst. Ankara, 1996.
- [56] Sarı, U., Şekil Hatırlamalı Cu-%11.92Al-%3.78Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Mekanik Etkiler, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2004.
- [57] Kittel,C., Çeviri: Karaoğlu, B., Katıhal Fiziğine Giriş, Bilgitek Yayıncılık, İstanbul, 1996.
- [58] Tekerek, A. Ş., LaMn2Si2 Alaşımının Nanoparçacıklarının Manyetik ve Yapısal Özellikleri, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enst., Ankara, 2007.
- [59] http://tr.wikipedia.org/wiki/Demir, http://tr.wikipedia.org/wiki/Mangan,
http://tr.wikipedia.org/wiki/Kobalt, (Erişim tarihi : 06.04.2011).

- [60] http://www.biltek.tubitak.gov.tr/bilgipaket/periyodik, Demir, Mangan, Kobalt, (Erişim tarihi : 20.05.2011).
- [61] Kırındı, T., Fe-%12,5Mn-%5,5Si-%9Cr-%3,5Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Zor Etkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale, 2004.
- [62] Kırındı, T., Güler, E., Dikici, M., J. Alloys Compd., 433, 202-206, 2007.
- [63] Dikici, M., Katıhal Fiziğine Giriş, 19 Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun, 1993.
- [64] Mc Kie, D., Mc Kie, C., Crystalline Solids [Volume I, Essential of Crystallography], Blackwell Scientific Publications, Oxford, 1986.
- [65] Johari, O., Thomas, G., The Stereographic Projection and Its Applications, John Wiley and Sons, New York, 1969.
- [66] Wertheim, G. K., Mössbauer Effect, Princeples and Applications, Academic Press ,1964.
- [67] Yaşar, E., Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik Faz Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2005.
- [68] Güngüneş, H., Fe-%24,5Ni-%4,5Si Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerine Çalışmalar, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2005.
- [69] Güler, E., Fe-%29Ni-%2Mn Alaşımında Farklı Etkilerle Oluşan Martensitenin Bazı Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kırıkkale, 2005.
- [70] Durlu, T. N., J. Mater. Sci. Lett., 11, 702-705, 1992.
- [71] Akgün, I., Gedikoğlu, A., Durlu, T. N., J. Mater. Sci. 17, 3479-3483, 1982.
- [72] Gedikoğlu, A., Atom ve Çekirdek Fiziğine Giriş. Ekonomist Yayınevi, Ankara, 1978.
- [73] Tanyel, B., Nükleer Fizik, Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir, 1994.
- [74] Durkaya, F., Fe-%18Mn-%2V Alaşımında Martensitik Dönüşümler ve Şekil Hatırlama Özelliğinin Termal ve Mekanik Etkiler Altında İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bil. Enst.,

Kırıkkale, 2010.

- [75] Askeland, D. R., The Science and Engineering of Materials, 1. Cilt (Çevri: Erdoğan, Dr. M.), Nobel Yayınları, Ankara 1998
- [76] Shiming, T., Jinhai, L. and Shiwei, Y., Scripta Metall. Mater., 25, 2613, 1991.
- [77] Jiang, B. H., Sun, L., Li, R. And Hsu, T. Y., Scripta Metall. Mater., 33, 63, 1995.
- [78] Reyhani, M. M., Mc Cormick, P. G., Mater. Sci. Eng., A160, 57-61, 1993.
- [79] Aikawa, T., Nishino, Y. and Asano, S., Scripta Metall. Mater., 29, 135, 1993.
- [80] Takaki, S., Nakatsu, H. And Tokunaga, Y., Mater. Trans., JIM, 34, 489, 1993.
- [81] Durlu, T. N., J. Mater. Sci. Lett. 16, 320–321, 1997.
- [82] Durlu, T. N., J. Mater. Sci. 34, 2887–2890, 1999.
- [83] Durlu, T. N., J. Mater. Sci. Lett. 15, 2134–2136, 1996.
- [84] Kırındı, T., Dikici, M., J. Alloys Compd., 407, 157-162, 2006.
- [85] Güler, E., Kırındı, T., Aktaş, H., J. Alloys Compd. 440, 168–172, 2007.
- [86] Sarı, U, Kırındı, T., Yüksel, M, Ağan, S., J. Alloys Compd., 476, 160-163, 2009.
- [87] Yang, J. H., Chen, H. and Wayman, C. M., Development of Fe-based shape memory alloys associated with face-centered cubic-hexagonal close-packed martensitic transformations: Part II. Transformation behaviour, Metall. Trans. A, 23, p.1493, 1992.
- [88] Cotes, S. M., Cabrera, A. F., Damonte, L. C., et al., Phase Transformations in Fe-Mn alloys induced by ball milling, Hyperfine Interact., 141/142, p.409, 2002
- [89] Sarı, U., Guler, E., Kırındı, T., Dikici, M., J. Phys. and Chem. Solids 70, 1226-1229, 2009.
- [90] Kırındı, T., Sarı, U., J. Alloys Compd., 488, 129-133, 2010.
- [91] Kırındı, T., Sarı, U., Dikici, M., J. Alloys Compd., 475, 145-150, 2009.