

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

154911

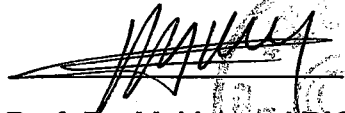
FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%21Al ALAŞIMININ YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ

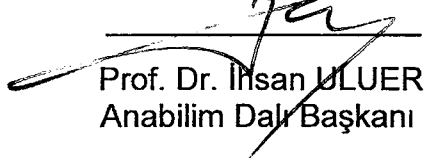
Gökçen DİKİCİ

TEMMUZ 2004

Fen Bilimleri Enstitü Müdürünün Onayı.


Prof. Dr. M. Yakup ARICA
Enstitü Müdürü

Bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak FİZİK Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.


Prof. Dr. İhsan ULUER
Anabilim Dalı Başkanı

Bu tezi okuduğumuzu ve Yüksek Lisans tezi olarak bütün gerekliliklerini yerine getirdiğini onaylarız.



Prof. Dr. Hüseyin AKTAŞ
Danışman

Jüri Üyeleri


Prof. Dr. İlhan AKSOY

Prof. Dr. Hüseyin AKTAŞ

Doç. Dr. Şerafettin EREL







ÖZET

Fe-%21Al ALAŞIMININ YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

DİKİCİ, Gökçen

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Prof. Dr. Hüseyin Aktaş

Temmuz 2004, 58 Sayfa

Bu tez çalışmasında, Fe-%21Al alaşımının yapısal ve manyetik özellikleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Mössbauer Spektroskopisi kullanılarak incelenmiştir. Isıl işlem görmemiş Fe-%21Al alaşımının mikroskop incelemesinde dendrit yapıya sahip olduğu bulundu. Mössbauer spektrumunun incelenmesinde ise, paramanyetik özellik gösterdiği gözlemlendi. Bu spektrum için izomer kayma değeri $0.467 \times 10^{-1} \pm 0.190 \times 10^{-1}$ mm/s olarak belirlendi. Fe-%21Al alaşımına 1100°C sıcaklığında 24 saat ısıl işlem uygulandığında dendrit yapı ve 1100°C de 168 saat ısıl işlem uygulandığında ise ötektik yapının meydana geldiği görüldü. Fe-%21Al alaşımına farklı

sürelerde uygulanan ısıt işlemlerde elde edilen Mössbauer spektrumlarının manyetik özellikleri tanımlamada yeterli olmadığı gözlemlendi.

Anahtar Kelimeler: Dendrit yapı, ötektik yapı, Taramalı Elektron Mikroskopu, Mössbauer Spektroskopisi,



ABSTRACT

INVESTIGATION OF Fe-%21Al ALLOY STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES

DİKİCİ, Gökçen

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, M. Sc. Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Hüseyin Aktaş

July 2004, 58 pages

In this thesis study, structural and magnetic properties of Fe-%21Al alloy is investigated by using Scanning Electron Microscopy and Mössbauer Spectroscopy. Dendrite structure is found at non-heat treatment of Fe-%21Al alloy with microscopy investigation. As for the investigation of Mössbauer spectrum is observed that paramagnetic property. For this spectrum isomer shift value is determined $0.467 \times 10^{-1} \pm 0.190 \times 10^{-1} \text{ mm/s}$. When Fe-%21Al alloy is heat treatment at 1100°C temperature for 24 hours dendrite structure, the otherwise application of heat treatment at 1100°C

for 168 hours eutectic structure is seen. Fe-21Al alloy which is applied heat treatment for different period of times is observed that Mössbauer spectrums are not sufficient for determination of magnetic properties.

Keywords: Dendrite structure, eutectic structure, Scanning Electron Microscopy, Mössbauer Spectroscopy



TEŐEKKÜR

Kırıkkale Üniversitesi'nde bilimsel bir çalışma ortamı hazırlayarak araştırma laboratuvarlarını kuran ve bizlere her türlü çalışma imkanını sağlayan üniversite rektörümüz **Sayın Prof. Dr. T.Nuri Durlu**'ya teşekkür ederim. Çalışmalarımın her aşamasında bilgi ve tecrübeleri doğrultusunda yardımını ve emeğini esirgemeyen değerli hocam **Sayın Prof. Dr. Hüseyin Aktaş**'a teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca araştırmalarım sırasında yardımlarından dolayı **Sayın Yrd. Doç. Dr. Selçuk Aktürk**'e, değerli arkadaşlarım **Araş. Gör. Melek Güner, Araş. Gör. Emre Güler ve Araş. Gör. Emine Aldırmaz**'a ve her zaman yanımda olan desteklerini ve sevgilerini esirgemeyen **aileme** çok teşekkür ederim.

SİMGELER DİZİNİ

bcc	hacim merkezli kübik yapı
fcc	yüzey merkezli kübik yapı
hcp	sıkı paket hegzagonal yapı
θ_c	Curie sıcaklığı
T_N	Nell sıcaklığı
E_U	Uyarılmış durum enerjisi
E_T	Taban durumu enerjisi
E_γ	Gama ışının enerjisi
p_G	Geri tepme momentumu
E_G	Geri tepme enerjisi
v_G	Geri tepme hızı
h	Planck sabiti
c	Işık hızı
k	Dalga vektörü
ΔE	Enerjideki belirsizlik
Γ	Doğal çizgi genişliği
τ	Uyarılmış seviyenin ortalama ömür süresi
δ	İzomer kayma
H	Manyetik alan
I_m	Maksimum şiddet
m_I	Çekirdeğin manyetik kuantum sayısı
g	Nükleer g çarpanı
μ_N	Nükleer Bohr magnetonu

ŞEKİLLER DİZİNİ

1.1. a) bcc; b) fcc; c) hcp kristal örgüleri	2
1.2. a) B2, FeAl un; b) DO3, Fe ₃ Al un süperkafes yapıları.....	10
1.3. Ötektik sisteme ait genel faz diyagramı	16
1.4. Fe-%15.4at.Al-%5.1at.Cr-%1at.Nb alaşımında oluşan ötektik yapılar a) Optik mikroskopta b) SEM de.....	20
1.5. Fe-%14.8at.Al-%5.8at.Cr-%1.1at.Nb alaşımında oluşan ötektik yapı	20
1.6. Al-%40wt.Zn alaşımında oluşan ötektik yapılar	21
1.7. Al-%40wt.Zn alaşımında oluşan dendrit yapılar	21
1.8. Fe-%40 Ni-%2Mn alaşımına 800°C sıcaklığında a) 3 saat, b) 6 saat ısıtılma işlemi uygulandığında numunede oluşan dendrit yapılar.....	22
2.1. Taramalı Elektron Mikroskopunun çalışma şeması	26
2.2. Radyoaktif ⁵⁷ / ₂₇ Co izotopunun kararlı ⁵⁷ / ₂₆ Fe ye bozunma şeması	30
2.3. Rezonans olayı	30
2.4. Gama ışını yayınlayan bir çekirdeğin p _G geri tepme momentumu ve E _G enerjisi ile geri tepmesi	31
2.5. Yayınlanma ve soğurulma çizgilerinin rezonans hali	33
2.6. Gama ışınlarının Lorenzien dağılımı	33
2.7. Rezonansla soğurulma olayı olmadığında gama ışınının yayınlanma ve soğurulma spektrum çizgileri.....	35
2.8. Çekirdek enerji seviyelerinin değişimi	37
2.9. Mössbauer spektrumunda izomer kayma diyagramı	38

2.10. ^{57}Fe nin manyetik dipol etkileşimi ve Mössbauer spektrumundaki sonucu	40
2.11. Kuadropol yarıma şeması ve Mössbauer spektrum çizgileri	42
3.1. Isıl işlem görmemiş numunede gözlenen dendrit yapılar	44
3.2. 1100°C de 24 saat ısıl işlem görmüş numunede gözlenen dendrit yapılar	45
3.3. a) , b), c) 1100°C de 168 saat ısıl işlem görmüş numunenin farklı bölgelerinden alınan ötektik yapılar	46
3.4. Isıl işlem görmemiş Fe-%21Al alaşımından elde edilen Mössbauer Spektrumu	49



İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR	v
SİMGELER DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
İÇİNDEKİLER.....	ix
1. GİRİŞ	1
1.1. Metal Alaşımların Genel Özellikleri	1
1.1.1. Kristal Yapı Kusurları	3
1.1.2. Metallerin Manyetik Özellikleri.....	6
1.2. Alaşımların Temel Oluşum Şekilleri ve Özellikleri.....	7
1.3. Faz Dönüşümleri.....	11
1.4. Katılaşmadaki Fiziksel Süreçler.....	13
1.4.1. Dendritik Katılaşma	14
1.4.2. Ötektik Katılaşma	15
1.5. Kaynak Özeti	17
2. MATERYAL VE YÖNTEM.....	23
2.1. Materyal.....	23
2.1.1. Alaşımların Hazırlanması	23
2.1.2. SEM İncelemeler İçin Numunelerin Hazırlanması	24
2.1.3. Mössbauer Spektrometresi İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması.....	24
2.2. Yöntem	25

2.2.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	25
2.2.2. Mössbauer Spektroskopisi Sistemi	27
2.2.2.1. Mössbauer Olayının İlkeleri	29
2.2.2.2. Mössbauer Spektroskopisinden Elde Edilebilecek Bilgiler	36
3. ARAŞTIRMA BULGULARI	43
3.1. Fe-%21wt.Al Alaşımında Isıl İşlem Süresine Bağlı Oluşan Yapının SEM ile İncelenmesi	43
3.2. Fe-%21wt.Al Alaşımının Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektroskopisi ile İncelenmesi	48
4.TARTIŞMA ve SONUÇ	50
KAYNAKLAR	53

1.GİRİŞ

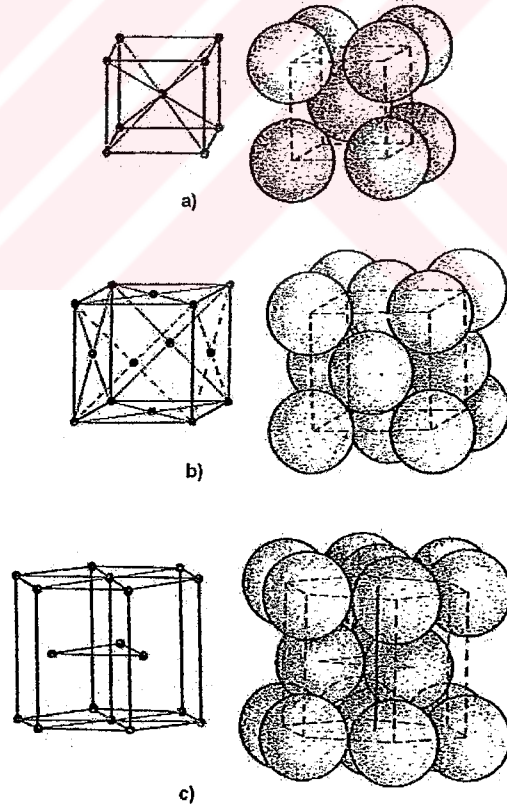
1.1. Metal Alaşımın Genel Özellikleri

Metal ve metal alaşımları M.Ö.5000 yıllarına kadar uzanan bir geçmişe sahiptir. Tarihin bu ilk dönemlerinden bugüne kadar insanoğlunun birçok hizmetinde kullanılmıştır. Günümüzde halen yapılmakta olan pek çok araştırma, metal ve alaşımların fiziksel ve mekanik özellikleri geliştirilerek daha çok uygulama alanlarında kullanılabilir duruma getirilmiştir. Böylece ulaşımdan sanayiye, tıp biliminden günlük yaşantımıza kadar birçok alanda insanlığın hizmetine sunulan temel malzeme grupları oluşturulmuştur. Yapılan çalışmalarda metal ve alaşımlara çeşitli fiziksel etkiler uygulanarak kaliteleri ve uygulama alanları geliştirilmesi hedeflenmiştir. Bu uygulama ile malzemelerin fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişme yalnızca iç yapısı göz önüne alınarak açıklanabilir. Bu nedenle, metal ve alaşımların fiziksel özellikleri genel olarak iç yapıya bağlıdır.

Malzemeler yapılarına göre kristal yapı ve kristal yapı olmayan malzemeler olmak üzere ikiye ayrılırlar. Amorf malzeme olarak da tanımlanan kristal yapı olmayan malzemelerin yapısı genel olarak bir düzene sahip değildir. Kristal yapı malzemelerde ise atomlar üç boyutlu olarak belirli bir düzene göre dizilerek bir hacim kafesi oluştururlar.

Uygulanan bir elektrik alanının etkisi altında elektriği iyi ileten katıya "metal"⁽⁰¹⁾ ve en az biri metal olmak üzere iki veya daha fazla elementten oluşan ve metal özelliği gösteren maddeye ise "alaşım" denir⁽⁰²⁾.

Tanımladığımız metal ve alaşım malzemeleri çok özel durumlar dışında daima kristal yapıya sahiptirler. Bu malzemelerdeki kristal yapının varlığına metallar arasındaki bağın incelenmesi sırasında, iyonların gelişigüzel dağılmadığı ve oldukça düzenli bir şekilde yerleşmesi ile varılmıştır. Bu nedene bağlı olarak atomlar bir araya geldiklerinde en küçük hacim oluşturacak şekilde yerleşirler. Belirli bir desenle meydana gelen bu yerleşim metal kristallerini ortaya çıkarır. Üç boyutlu bir düzene göre dizilen ve denge konumunda bulunan atomların merkezlerinin birleştirilmesi ile ortaya çıkan görünüme kristal örgü denir ⁽⁰³⁾. Metallar da en çok rastlanan kristal örgüler; hacim merkezli kübik (bcc), yüzey merkezli kübik (fcc) ve sıkı paketlenmiş hekzagonal (hcp) dir. Bu kristal örgüler Şekil 1.1 de verilmiştir.



Şekil 1.1. a) bcc, b) fcc ve c) hcp kristal örgüleri

1.1.1. Kristal Yapı Kusurları

Metal kristallerinin üzerinde en çok durulan konu ideal kristal olması beklenen kristal yapılarıdır. İdeal kristal, atomları belirli bir uzay koordinatlarında bulunan bir birim yapının üç boyutta tekrarı ile oluşan bir hacim olarak düşünülebilir. Doğadaki kristal yapılar tam anlamı ile homojen değildir. Fakat atomların üç boyutta dizilişi periyodiktir. Bu ise ideal kristallerdeki yapı kusurlarından kaynaklanır.

Metal malzemelerde gözlenen kusurlar tamamen olumsuz anlamda değerlendirilmemelidir. Çünkü kusurlar katının mekanik ve fiziksel özellikleri üzerinde büyük bir etkiye sahiptir. Bu nedenle, bazı özel durumlar dışında belirli kusurlar istenerek oluşturularak malzemenin özellikleri iyileştirilir. Katıların fiziksel özelliklerinde kristal örgü de etkilidir. Elektriksel iletkenliği, ısı iletkenliği, ısı sığası, esneklik ve genleşme katsayısı gibi fiziksel özellikler katının kristal örgüsünün cinsine bağlıdır⁽⁰⁴⁾.

Katıların kristal örgüsünde katılama süresince ısı, dış zor ve basınç gibi etkilerle meydana gelen, değişiklikler veya kusurlar malzemenin fiziksel özelliklerini değiştireceği için bilimsel bakımdan çok önemlidir. Katılarda sonradan etkilerle meydana gelen bu kusurlar noktasal, çizgisel, yüzeysel ve hacimsel olarak sınıflandırılırlar.

Metal kristallerinde gözlenen en basit örgü düzensizlikleri noktasal kusurlardır. Bu kusurlar, kristal yapı içerisinde bir atomun bulunması gereken konumda bulunmaması veya bulunmaması gereken konumda bulunması ile ortaya çıkar⁽⁰⁵⁾. Sıvı metalin katılama, plastik şekil verme, yüksek enerjili radyasyonlar veya yüksek sıcaklıkta titreşimler etkisi ile atomlar yer değiştirir.

Bu nedenlerle noktasal kusurlar oluşabilirler. Ayrıca bu kusurların mekanik özelliklere etkileri önemli olduğundan katıların elektriksel özelliklerini büyük ölçüde etkiler.

Çizgisel yapı kusurları dislokasyon olarak da tanımlanırlar. Dislokasyon, birbirine göre kaymış iki kristal hacmi birbirinden ayıran çizgi süreksizliğidir. Başka bir tanıma göre; kusursuz kristaldeki örgü noktalarından geçen çizgiler boyunca oluşan kusurlardır ⁽⁰⁶⁾. Bu kusurlar kristallerde dış zor, ısı değişimi gibi etkiler sonucunda meydana gelirler. Dislokasyonlar metallerin özelliklerini büyük ölçüde etkilerler ⁽⁰⁷⁾. Özellikle kristallerin dış zora karşı oluşturduğu dirence ve mekanik özelliklerinde çok önemli değişikliklere yol açarlar. Dislokasyonların oluşması ve bunların karşılıklı olarak birbirlerini engellemesiyle soğuk şekillendirme sırasında dayanım artışı gözlenir. Ayrıca dislokasyon sonucunda kristallerin enerjisi önemli ölçüde artar ve termodinamik denge durumu hiçbir zaman söz konusu olamaz.

Diğer bir kusur olan yüzeysel kusurlar, bir katıyı bölgelere ayıran sınırlardır. Bu kusurlar, bir malzemeyi aynı kafes yapısına sahip fakat farklı doğrultulara yönelmiş bölgelere ayıran yüzeyden oluşur. Bu yüzey kesiti üzerinde sınır biçiminde gözüktür. Bu kusurlara en belirgin örnek olarak tane sınırları, istiflenme hataları ve ikiz sınırları verilebilir.

Metaller ve diğer çoğu katı malzemeler birçok taneden meydana gelir. Tane; içerisinde atom dizilimlerinin özdeş olduğu malzemenin bir kısmıdır ⁽⁰⁸⁾. Fakat atomların diziliş yönelmesi veya kristal yapı, her bitişik tane için farklıdır. Tane sınırları ise, taneleri birbirinden ayıran yüzeylerdir ve atomların

düzgün yerleşmediği dar bir alandır. Ayrıca bu yüzeyler metalografik kesitler üzerinde çizgi biçiminde gözükürler.

Metal malzemelerin özellikleri tane büyüklüğüne göre değişir. Bir malzemenin tane büyüklüğü katılma, şekil verme ve ısıtma koşulları ile değişebilir. Tane boyutu azaldıkça malzemenin sertliği artar. Ayrıca şekil değişimi sırasında ince taneli malzemeler kalitelerini korurken, büyük taneli malzemelerde yüzey pürüzlenir.

İkiz sınırı, kristal kafes yapısındaki atom düzlemlerinin simetrik olarak farklı doğrultularda yönelmesi sonucunda birbirinin ayna görüntüsü şeklinde oluşan iki bölge arasındaki bir düzlem olarak tanımlanır. İkiz sınırları genellikle kristal taneciklerin içinde oluşurlar. İkizlenme, bazı metallerin şekil verme ya da ısıtma sırasında meydana gelir. İstiflenme kusuru ise, yüzey merkezli kübik (fcc) yapıdaki metallerde oluşur. fcc yapıdaki istiflenme sırası yerine sıkı düzenli hekzagonal (hcp) yapıdaki istiflenme sırası olduğunda bu bölgede istiflenme kusuru meydana gelir.

Hacimsel kusurlar; kristal örgü kusurlarına girmemekle beraber malzemelerde çok yaygın olarak görülen kusurlardandır. Bu kusurlar genellikle, malzemenin üretimi veya şekillendirilmesi sırasında meydana gelir. Oksit, nitrür, sülfür ve hidrür gibi kalıntılar malzemenin üretimi sırasında meydana gelen hacimsel kusurlardandır. Döküm kusurları, dövme kusurları ve kaynak kusurları ise şekillendirme sırasında meydana gelen hacimsel kusurlardır.

1.1.2. Metallerin Manyetik Özellikleri

Bir malzemedeki manyetik olayları atomsal yapılar yardımı ile açıklayabiliriz. Bir atomda her elektron iki manyetik momente sahiptir. Bu manyetik momentler çekirdeğin etrafında elektronların yörünge hareketlerinden ve elektronların kendi eksenleri etrafında dönmelerinden dolayı meydana gelir. Böylece oluşan dönel akımlarda, manyetik alanları doğurur. Söz konusu alanlar normal olarak birbirlerini karşılıklı olarak yok ettiklerinden madde dışı doğru manyetik bakımdan nötr davranır.

Ancak kuvvetli bir dış manyetik alanın uygulanması elektron akımlarını etkileyerek iç alanların kısmen yönelmesine ve birçok manyetik davranışın ortaya çıkmasına neden olur ⁽⁰⁹⁾. Bu davranışlardan biri diamanyetikliktir. Herhangi bir atom üzerine bir manyetik alan etki ettiğinde yörünge elektronlarından dolayı manyetik momenti etkilenir ve bütün atomlar için bir manyetik kutup çifti oluşur. Kutup çiftleri dengesiz yük veya momente sahip atomlar veya atom gruplarıdır. Bu kutup çiftleri manyetik alana karşı koyarak manyetikliğin sıfırdan daha az olmasına neden olur. Kısaca iç alan dış alana etki ederek manyetikliği azda olsa zayıflatır. Örneğin ;bakır, altın ve kurşun diamanyetik maddelerdir.

Diğer bir durum ise, manyetik alan uygulandığında yani dış alan hafifçe kuvvetlenerek maddeyi minimum ölçüye çektiğinde oluşur. Bu olaya ise paramanyetik denir. Alüminyum, paramanyetik maddeye örnek olarak alınabilir ⁽¹⁰⁾.

Teknik uygulamalarda önemli olan başka bir durum ise ferromanyetikliktir. Ferromanyetik malzemeler, dışarıdan uygulanan manyetik

alanın kaldırılması halinde bile manyetikliğine devam eder, yani kutup çiftleri hizaya gelir. Bu maddelere demir, nikel ve kobalt örnek olarak verilebilir.

Bazı malzemelerde manyetik alan içinde her kutup çiftinin dayanımı çok yüksek olmasına rağmen komşu kutup çiftlerinin birbirine zıt dizilmesinden dolayı manyetik momentler oluşur. Krom, mangan gibi bazı metallerde kendini gösteren bu özellikler antiferromanyetiklik olarak tanımlanır.

Ayrıca ferromanyetik özellik gösteren malzemeler belirli bir sıcaklıktan sonra paramanyetik duruma geçerler . Ferromanyetikten paramanyetikliğe geçiş yapılan bu sıcaklığa Curie sıcaklığı denir. Bu sıcaklığın üstünde atomların ısı titreşimlerinin şiddeti nedeniyle, iç alanların yönlendirilmesi mümkün olmaz ve malzemeler paramanyetiklik gösterirler. Curie sıcaklığı demirde $\theta_c = 769^\circ\text{C}$ ⁽⁰⁷⁾ ve nikel de ise $\theta_c = 358^\circ\text{C}$ ⁽¹⁰⁾ olarak belirlenmiştir.

Antiferromanyetik maddeler ise belirli bir sıcaklığın altında paramanyetik özellik gösterirler ve bu sıcaklığa Nell sıcaklığı denir. Bu sıcaklık Nell tarafından mangan, C. G. Shull ve M. K. Wilson (1953) tarafından da $T_N = 39^\circ\text{C}$ nin altındaki sıcaklıklarda krom metali için deneysel olarak hesaplanmıştır ⁽¹⁰⁾.

1.2. Alaşımların Temel Oluşum Şekilleri Ve Özellikleri

Saf metallerin özelliklerini daha iyi hale getirmek için uygulamada kullanılan malzemeler çoğunlukla alaşımlardır. Genel olarak alaşım, bir

metale en az bir başka metalin katılması ile oluşan ve metal özelliği gösteren malzemelerdir.

Alaşım sistemi; hemen hemen bütün elementlerle mümkün olan bütün kimyasal bileşimlere sahip alaşımları içerir. İki elementten meydana gelen alaşım sistemlerine iki bileşenli veya ikili alaşım sistemi; üç elementten oluşan sisteme de üçlü alaşım sistemi adı verilir ⁽⁰²⁾. Her alaşım sistemi birbirinden farklı birçok alaşım meydana getirir.

Alaşımlar eriyik durumda genellikle homojendirler. Bu nedenle bir tek sıvı çözültiden oluşurlar. Katı durumda ise homojen ya da heterojen iç yapıya sahiptirler. Alaşımlarda rastlanan ve kafesinde birden fazla atom türü barındıran kristal yapılar, başlıca iki grupta toplanabilirler:

- a) Katı çözültüler (katı eriyikler)
- b) Metallerarası bileşikler (Ara bileşikler veya intermetalik bileşikler) dir.

Katı durumda homojen olan bir alaşım ya katı çözülti ya da bir bileşik şeklinde olabilir. Homojen olmayan (heterojen) bir alaşım ise katı fazların karışımından oluşur. Heterojen alaşım ya iki katı çözültinin ya iki saf metalin ya da iki bileşiğin karışımından oluşabildiği gibi bir bileşik ile bir katı çözültinin karışımından da oluşabilir.

1.2.1. Katı Çözültüler

Çözültüler sıvı ya da katı durumda bulunabilirler. Katı durumdaki çözülti, farklı türdeki atomların aynı kafes yapısında bir araya gelmeleri ile oluşur ve katı çözülti olarak tanımlanır. Çözültinin bileşenlerinden yüzde oranı yüksek olanına çözen veya çözücü; oranı düşük olan bileşenlerine de

çözülen ya da çözünen denir. Çözünen elementin çözünürlüğü, çözeltilinin fiziksel durumuna bağlıdır. Bu nedenle sıvı durumdaki çözünürlük katı durumdaki çözünürlükten daha fazladır. Çözeltinin katılaşıma sıcaklığı çözünen saf elementlerin katılaşıma sıcaklığından daha yüksek ya da daha düşük olabilir ⁽⁰²⁾.

Çözünen atomların ana kafes yapısında bulunma şekline bağlı olarak katı çözeltiler ikiye ayrılırlar:

- i. Yer alan katı çözeltiler (Değiş atomlu katı çözeltiler)
- ii. Arayer katı çözeltisi (Arayer atomlu katı çözeltiler) dir.

Yer alan katı çözeltisi; çözünen bileşenin bir miktar atomunun ana kafesteki çözen bileşenin atomlarının yerini alması ile oluşan katı çözeltilerdir. Atomların birbirinin yerini alması olayı çözen bileşenin kafes yapısı içerisinde meydana gelir ⁽⁰²⁾.

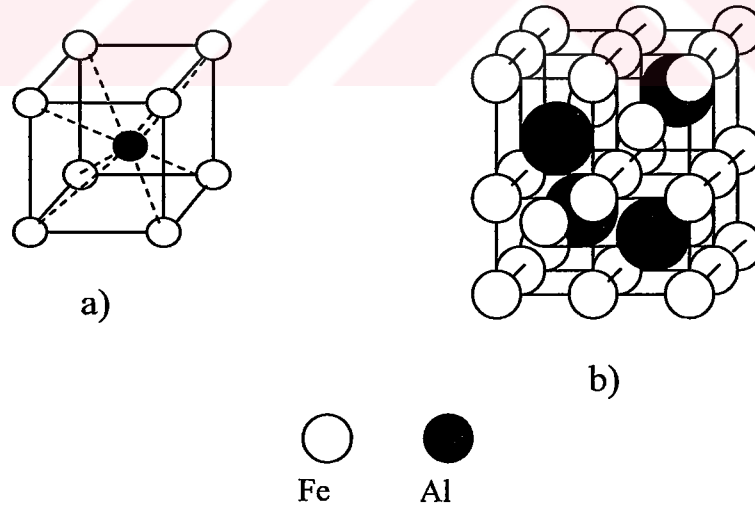
Tam çözünürlük belirli koşullar altında sağlanabilir. İki elementin tam çözünürlüklü katı çözelti meydana getirebilmesi için; aynı kafes yapısına sahip olmaları ve atom çapları arasındaki farkın %15 den az olması zorunludur. Ayrıca elementlerin atom yapısı ile ilgili kimyasal ve elektrokimyasal diğer bazı koşullarında sağlanması gerekir ⁽¹¹⁾.

Ara yer katı çözeltisi ise; yarıçapları küçük olan atomların çözen elementin atomları arasındaki boşluklara girmesi ile oluşur. Kafes yapısındaki boşluk veya aralık çok dar olduğundan , ancak yarıçapları 1Å dan daha küçük olan atomlar ara yer katı çözeltisini oluşturabilirler. Bunlar Hidrojen (0,46 Å), Bor (0,97Å), Karbon (0,77 Å), Azot (0,77 Å) ve Oksijen (0,60 Å) atomları olabilirler ⁽¹²⁾ .

1.2.2. Metallerarası Bileşikler

Metallerarası bileşikler; kimyasal bakımdan birbirine benzemeyen farklı metallerin birleşmeleri sonucunda oluşurlar. Bu oluşum (bileşik) farklı bolluk oranlarında hazırlanan ve genellikle iki veya daha fazla alt kafesleri bulunan kristal yapısı süperkafeslere benzeyen yapılardır. Metallerarası bileşikler de meydana gelen süperkafeslerin oluşması için, çözeltilerdeki süperkafeslerin oluşması için gerekli olandan daha güçlü çekme kuvvetlerine ihtiyaç vardır. Atomların farklı elektronegatiflikleri sonucunda metallerarası bileşikler de metalik bağ ile iyonik bağ oluşabilir ⁽¹²⁾.

Bunlarla birlikte metallerarası bileşiklerin kristal yapıları süperkafes gibi düzenli, ancak bileşenlerin kafeslerinden genellikle farklı ve karmaşıktır. Örneğin Fe-Al sistemindeki metallerarası bileşiklerden olan Fe_3Al ve $FeAl$ un süperkafes yapıları Şekil 1.2. de verilmiştir. Süperkafes birim hücreleri yüzlerce atom içerebilirler. Bunun sonucu olarak da sertlikleri çok yüksektir.



Şekil 1.2 a) B2, FeAl un ve b) DO3, Fe_3Al un süperkafes yapıları

Metallerarası bileşikler kimyasal bileşiklere benzer A_xB_y şeklinde belirli bir bileşime sahiptirler. Örneğin Al-Cu sisteminde Al_2Cu , Ni-Al sisteminde Ni_3Al ve Fe-Al sisteminde Fe_3Al metallerarası bileşikleri meydana gelir. Ayrıca katı çözeltiler bileşim aralığı içinde de bulunabilirler.

Alaşımlar arasında metallerarası bileşiklerin en önemli özellikleri yüksek dayanım, yüksek erime sıcaklıkları, üstün korozyon ve oksidasyon direnci ile düşük kütle yoğunluklarıdır^(13, 14). Ayrıca Ni_3Al , Ni_3Si ve $TiAl$ gibi bazı metallerarası bileşikler iri taneli yapılara sahip oldukları zaman süperplastisite gösterirler⁽¹⁵⁾. Bu özellikleri ile metallerarası bileşikler çevresel direnç ve iyi dayanım gerektiren yapısal uygulamalar için çok iyi potansiyele sahiptirler⁽¹⁶⁾. Çok çekici olan bilimsel özellikleri sonucunda yüksek devirli makineler, roketler⁽¹⁷⁾ ve ayrıca mikroelektronik iletimler, araç bağlantılarda işlemci materyalleri⁽¹⁸⁾ kapsayan geniş uygulama alanlarına sahiptirler.

Bu özelliklerine rağmen düşük sıcaklıklardaki metallerarası bileşiklerin tek büyük dezavantajı kolay kırılabilirliğinden dolayı düşük sünekliktir ve alaşımlarda metallerarası bileşiğin meydana geldiğini gösteren işaret genellikle düşük sünekliğidir⁽¹⁷⁾. Bu özelliğinden dolayı düzenli metallerarası bileşikler ticari materyal değildir⁽¹⁹⁾.

1.3. Faz Dönüşümleri

Her yerinde aynı atomik dizilime ve özelliklere sahip olan denge durumuna "faz" denir. Bu denge, maddeyi oluşturan atomlar arasındaki bağ kuvvetlerinin en düşük enerjili durumudur. Bazen atomların dengede bulunduğu enerji durumu sıcaklık, basınç ve kimyasal bileşim gibi etkenlerin

değişmesi ile bozular. Bunun sonucu olarak atomlar daha düşük enerji gerektiren başka bir denge konumuna geçmeye zorlanırlar. Böylece atomların dizilimi, iç yapısı değişir ve yeni bir dizilim meydana gelir. Bu olaya, yani belirli fazdan oluşan bir denge yapısından değişik fazlardan oluşan diğer bir denge yapısına geçiş olayına “faz dönüşümü” denir ⁽⁰⁹⁾.

Malzemeleri istenilen özelliklerde üretebilmek için; fazların cinslerini, özelliklerini, ayrıca fazların hangi koşullar altında oluştuğunu ve hangi durumlarda dönüşümlere uğradığını bilmek çok önemlidir. Bu nedenle, alaşım sisteminde bulunan fazların oluşumları ve dönüşümleri için gerekli bilgiler faz diyagramı ile verilir. Bu diyagramdan belirli bir malzeme sisteminde sıcaklık ve bileşime bağlı olarak oluşacak fazların türleri, malzemedeki bileşimler ve miktarları saptanabilir; hatta iç yapıları da tahmin edilebilir ⁽⁰⁹⁾.

Bir faz dönüşümü sırasında kristali oluşturan atomların birbirine göre konumları ya da komşulukları değişerek meydana gelen dönüşümlere “Difüzyonlu Faz Dönüşümü” ; atomların birbirine göre konumları değişmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de “Difüzyonsuz Faz Dönüşümü” denir. Difüzyonsuz faz dönüşümünde kristal yapı bir bütün olarak taşınmaktadır ⁽²⁰⁾.

Metal ve alaşım sistemlerindeki faz dönüşümleri dönüşüm olaylarına göre iki ana gruba ayrılır ^(21, 22). Bu gruptan ilki çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri, ikincisi de martensitik dönüşümlerdir. Çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri, sabit sıcaklıkta difüzyonun önemli rol oynadığı termal etkileşme ile meydana gelir. Martensitik dönüşümler ise, difüzyonsuz olarak

meydana gelir. Bu nedenle kristalografik olarak atomların, atomlar arası uzaklıklardan daha küçük uzaklıklara yerleştirdikleri dönüşümlerdir.

1.4. Katılaşmadaki Fiziksel Süreçler

Genel olarak bütün metal alaşımlar üretimlerinin bir aşamasında sıvıdır. Sıvı haldeki bir malzeme katılaşma sıcaklığının altına soğutulduğunda; sıvı içerisinde katının büyümesi olayı gerçekleşir. Bu olaya katılaşma denir. Katılaşma süreci içerisinde oluşan yapılar malzemenin mekanik özelliklerini etkiler. Ayrıca malzemede oluşan tane boyutunu ve şeklini katılaşma sırasında kontrol edebiliriz.

Katılaşma sırasında atomlarının dizilişi; en düzenli kısa mesafeden uzun mesafeli düzene veya kristal yapıya kadar değişir. Katılaşma olayı iki aşamada meydana gelir. Bunlar sırası ile çekirdeklenme ve büyümedir. Çekirdeklenme; sıvı malzeme katılaşma sıcaklığının altına soğutulduğunda sıvı içerisinde küçük katı parçacıklarının sıvıdan çekirdekleşmesi ya da başka bir ifade ile sıvı içerisindeki atomların kümeleşerek katı malzemeye benzeyen küçük bir bölge oluşturması ile meydana gelir.

Katının büyümesi ise; sıvı içerisindeki atomların katı çekirdek yüzeyine difüzyonu ile meydana gelir. Bu şekilde büyüme sıvı bitene kadar devam eder.

Katılaşma yapısı bölgesel katılaşma hızına ve sıcaklık değişimine göre değişmektedir. Bu nedenle, eğer uygulanan katılaşma hızı yeterince düşük ise çözünen madde zamanla arayüzey (sıvı ile katıyı birbirinden ayıran

yüzey) den sıvı içine itilir. Bunun neticesinde arayüzey düzleştiği için büyüme düzlemsel olarak gerçekleşir ⁽²³⁾.

1.4.1. Dendritik Katılaşma

Çekirdeklenme zayıf olduğunda, katı oluşmadan önce sıvı katılaşma sıcaklığının altında bir sıcaklığa soğur ⁽⁰⁸⁾. Katılaşma ya da kristalin büyümesi sırasında anizotropi etkisi ile büyüme hızı her yönde aynı değildir. Bu şartlar altında arayüzeyde küçük katı şişkinlikler oluşur. Bu şişkinliklere “dendrit” denir. Başka bir ifade ile, bir sıvı içerisinde çekirdeklenen ve ağaç şeklinde büyüyen katı yapıya “dendrit” denir.

Arayüzey de oluşan katı şişlik, büyüme devam ederken ergime ısıyı soğuyan sıvıya iletir. Sıvının sıcaklığı katılaşma sıcaklığına doğru yükselir. Gizli ergime ısının dağılım hızına bağlı olarak birincil dal üzerinde ikincil ve üçüncül dendrit kolları oluşabilir. Böylece dendrit büyüme, alt soğuyan sıvının katılaşma sıcaklığına ulaşmasına kadar devam eder ⁽⁰⁸⁾. Geriye kalan sıvı düzlemsel büyüme ile katılaşır.

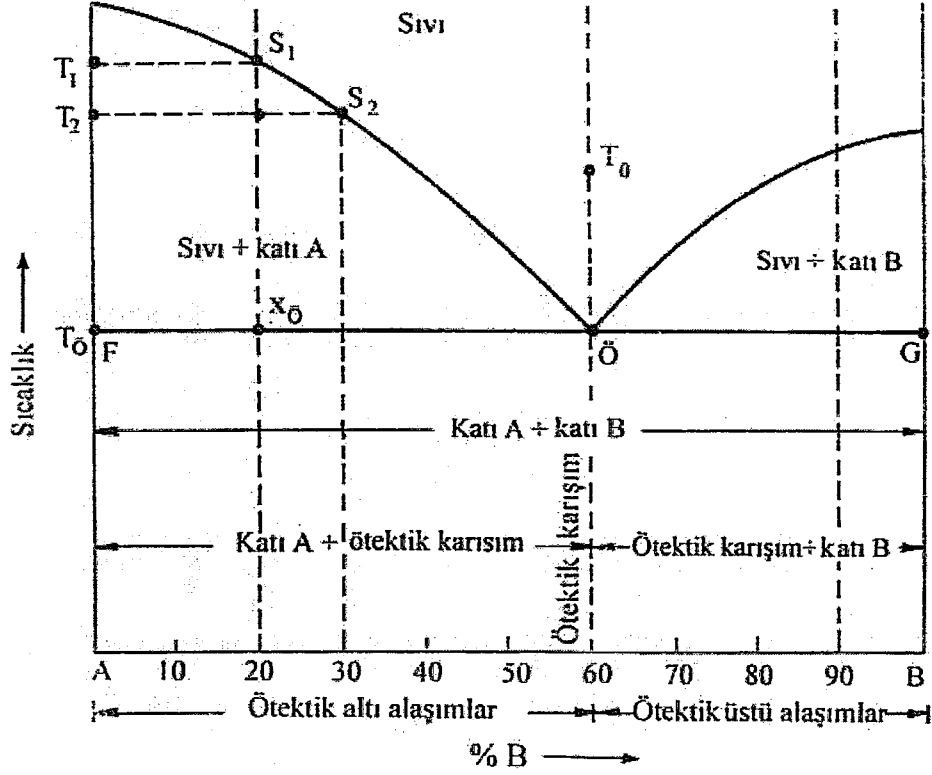
Metal malzemelerin dökümden sonraki ilk yapısı genelde dendrit yapı şeklindedir. Bu dendrit yapılara tanenin iskelet yapısı da denir ⁽²⁴⁾. Katılaşma sırasında sıvı miktarı azaldıkça dendrit yapıda dallanma azalır, yani dendrit kolları arasındaki boşluklar dolar ve dendrit büyümesi komşu dendritler tarafından engellenir. Bu durum dendritlerin veya kristallerin düzensiz biçimde görünmelerine neden olur ve kristallerin katılaşmış bölgelerde tane sınırı meydana gelir.

Bu katılařan dendritlerin düzensiz kristalografik yönelimlerinin genellikle sadece birkaç derece olması nedeniyle küçük açılı tane sınırları ile çevrelenirler ⁽²³⁾. Malzemeye uygulanan katılařma hızı yüksek ise ince dendrit yapı elde edilir; tane yapısı küçülür. Bu yüzden malzemenin sertliđi ve mukavemeti artar ⁽²⁵⁾.

1.4.2. Ötektik Katılařma

Ötektik katılařma; sıvı fazın katılařması ile elde edilen bir iç yapıdır. Ötektik nokta, ikili bir alařım sisteminin α , β katı fazları ile sıvı fazının dengede bulunduđu üçlü noktadır. Bu noktadaki sıcaklık ve bileřim sırası ile ötektik sıcaklık ve ötektik bileřim olarak adlandırılır. Ötektik alařım kendisini oluřturan tüm elementlerin saf haldeki erime sıcaklıklarının altındaki bir sıcaklıkta erirler ve katılařırlar ⁽²³⁾.

Tanımladıđımız ötektik nokta, ötektik sıcaklıđı ve ötektik bileřimi řekilde verilen genel ötektik sisteme ait faz diyagramında gösterilmiřtir.



Şekil 1.3. Ötektik sisteme ait genel faz diyagramı

Ötektik alaşım belirli bir sıcaklık aralığında değil, saf metal gibi sabit sıcaklıkta katılaşır. Ancak tam ötektik alaşımın dışında kalan alaşımlarda katılaşma aralığı bulunmaktadır. Ayrıca katı durumdaki saf metal tek fazdan oluşurken ötektik alaşım iki fazdan oluşur.

Şekilde verilen ve bileşimi Ö olan sıvının sabit sıcaklıkta iki katı faza dönüşümü ötektik reaksiyon olarak tanımlanır ve denklemi ;



olarak verilir. Ötektik dönüşüm sonucunda oluşan her iki katı fazın bileşimi dönüşen sıvı fazın bileşiminden farklıdır.

Ötektik yapı bütün ötektiklerde lamelsel, spiral, çubuksal veya kompleks düzenli tane yapıları gözlenmiştir. Eğer safsızlıklar gibi diğer

elementler mevcutsa o zaman safsızlıkların her iki fazdan geri itilmesi ile yapısal aşırı soğuma oluşur. Bu durumda ise alaşımda dendritik yapılar elde edilir. Ayrıca ötektik bir alaşımda yüksek hızlarda katılaşma sonucu ötektik mikro yapı ile birlikte birincil dendritler ve farklı mikro yapılar gözlenir.

Ergime noktası düşük ve mekanik özellikleri iyi olduğunda teknik uygulamalarda ötektik ve ötekiğe yakın oluşumlar özellikle döküm malzemesi ve lehimleme alaşımları olarak çok kullanılır.

1.5. Kaynak Özetleri

Demir-alüminyum sisteminin manyetik ve yapısal özellikleri yönünden çok zengin farklılıkları vardır; bu yüzden kapsamlı şekilde araştırılmışlardır⁽²⁶⁾. Yapılan bu araştırmalar sonucunda Fe-Al sistemi kimyasal oluşuma, katılaşma oranına ve sıcaklık davranışına bağlı olarak metallerarası bileşiklerin yapısında oldukları bulunmuştur⁽¹⁷⁾.

Fe-Al sisteminde yapılan çalışmalar da genel olarak alaşımlar homojen hale geldikten sonra meydana gelen fazlar incelenmiştir. Bu çalışmalarda üç tane bcc bazlı fazların [düzensiz katı eriyik (α), düzenli FeAl (B2), düzenli Fe₃Al (DO₃)] ve iki tane ikili faz bölgelerinin (α +DO₃ ve α +B2) varlığı görülmüştür^(27,28). Metallerarası bileşikler arasındaki en geniş çalışmaları demir-alüminyum sisteminde meydana gelen Fe₃Al (DO₃) ve FeAl (B2) bileşikleri meydana getirir. Bunun nedeni demir-alüminyum üretiminin kolay, düşük maliyetli, düşük yoğunluklu, iyi aşınma direncine ve ayrıca üstün oksidasyon ve korozyon direncine sahip olmalarıdır⁽²⁹⁾. Ayrıca bu sistemdeki metallerarası bileşiklerin yoğunluklarının 5,49-6,68 g/m³ oranında olması ile

nikel-bazlı süperalaşım ile paslanmaz çeliklerden daha düşük yoğunlukta olduğu bulunmuştur^(27,30). Bu avantajları ile sabit fırınlar, gözenekli gaz metal filtreleri, otomobil ve diğer endüstriyel vana parçalarında ve birçok potansiyel uygulama alanlarında kullanılırlar.

Homojenleştikten sonra oluşan yapı çalışmalarından bir tanesi Arvind Agarwal ve arkadaşlarının⁽³¹⁾ yaptıkları araştırmadır. Bu çalışmada ilk olarak Fe ve Al elementleri döküm tekniği ile hazırlanan Fe-25.28 at.%Al (alaşım yüzde atomsal oran olarak gösterilmiştir) alaşımını 1000°C de dört saat ısıtım işlemi uygulanarak homojenleştirilmiştir. Daha sonrada 1000°C de hot-rolling ile α fazını, 800°C de hot-rolling ile FeAl (B2) fazını ve 500°C de Fe₃Al (DO₃) fazını elde etmişlerdir.

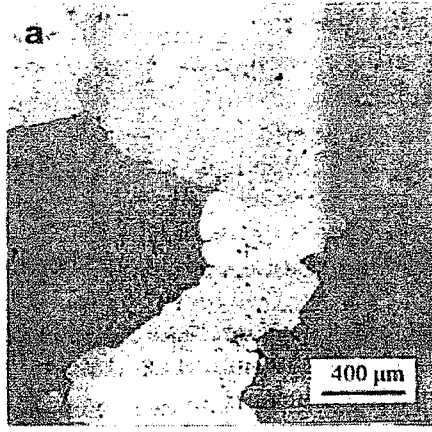
1967 yılında G. P. Huffman ve R. M. Fisher'ın yaptığı çalışmada⁽³²⁾ ise %30 ile %50at.Al aralığındaki FeAl alaşımların mikroyapıları ve manyetik özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmada kullanılan numuneler yüksek saflıktaki Fe ve Al bileşenlerinin vakumlu ortamda eritilmesiyle oluşturulmuşlardır. Bu numuneler 1000°C de bir hafta süreyle homojenleştirilmişler ve sonra iki saat 1000°C de tavlama (annealing) yapılmıştır. Bu işlemlerin sonunda XRD (x-ışınları tekniği) tekniği kullanılarak %29,8at.Al içeren alaşımlarda %50-40 DO₃ , %50-60 B2 yapısı; %31,4at.Al içeren alaşımda %5-10 DO₃ , %90-95 B2 yapısı; %34,5 ile %48,1at.Al aralığındaki Fe-Al alaşımlarında ise B2 yapısı gözlenmiştir. Bütün bu alaşımların manyetik özelliklerine Mössbauer tekniği kullanılarak bakılmış ve %29,8at.Al içeren Fe-Al numunesi hariç geri kalan numunelerin hepsinin tamamıyla paramanyetik özellik gösterdiği saptanmıştır.

M. B. Stearns'ın yaptığı çalışmada ise ⁽³³⁾ %30at.Al miktarının üstündeki Fe-Al alaşımlarının bileşenleri vakum altında eritilerek hot-rolling yapılmış ve bu numunelerin Mössbauer spektrumlarına bakıldığında paramanyetik özellik gösterdiği saptanmıştır⁽³⁴⁾.

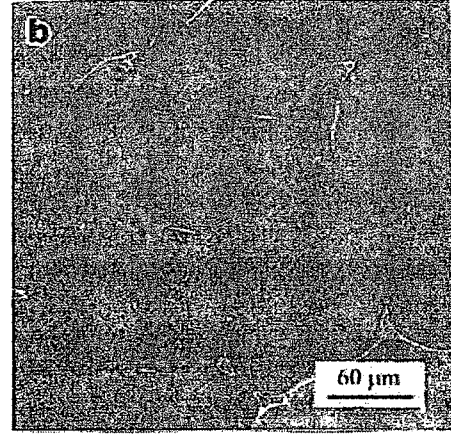
1967 de L. Cser ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada ⁽³⁵⁾ ise %24,3-26,4at.Al aralığında Al içeren Fe-Al alaşımlarının manyetik özellikleri Mössbauer spektroskopisi kullanılarak incelemiştir. Bu çalışmadaki numuneler vakum altında eritilerek hot-rolling uygulamıştır. Numunelere 600°C de 10 saat tavlama (annealing) yapılmıştır. Bu çalışma sonucunda 500-600 °C aralığında paramanyetik ve aşırı ince yapı spektrumlarının aynı zamanda olabileceğini göstermiştir⁽³⁶⁾.

Manyetik özelliklerin Mössbauer spektroskopisi kullanılarak incelendiği bir başka çalışmada ise A. Arrott ve H. Sato, %40at.Al içeren Fe-Al alaşımının düzenlendiği zaman antiferromanyetik, düzensiz olduğunda ise ferromanyetik özellik gösterdiğini gözlemişlerdir ⁽³⁷⁾.

Fe-Al bazlı bir alaşım sisteminde yapılan bir çalışmada⁽³⁸⁾ ise farklı yapılara rastlanmıştır. B. Voyzelle ve J. D. Boyd Fe-%15.4at.Al-%5.1at.Cr-%1at.Nb alaşımında dökümden sonra ,Fe-%14.8at.Al -%5.8at .Cr -%1.1at.Nb alaşımında ise hot-rolling ve 1 saat 900°C de tavlama (annealing) yapıldıktan sonra ötektik yapılar gözlenmiştir. Bu yapılar Şekil 1.4 ve Şekil 1.5 de verilmiştir⁽³⁸⁾.

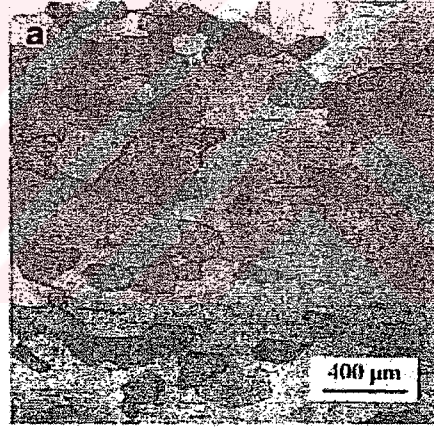


a)



b)

**Şekil 1.4. Fe-%15.4at.Al-%5.1at.Cr-%1at.Nb alaşımında oluşan ötektik yapılar
a)optik mikroskopta b) SEM de**



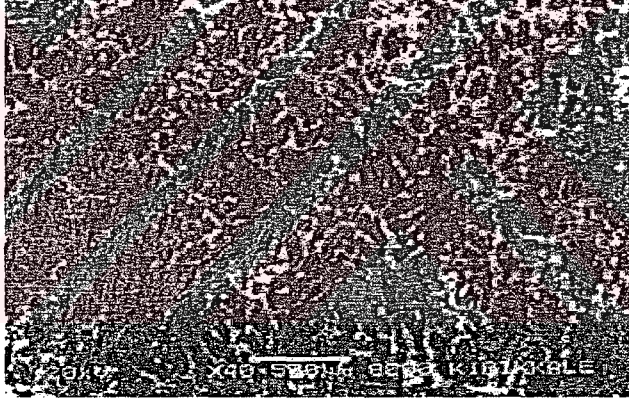
Şekil 1.5. Fe-%14.8at.Al-%5.8at.Cr-%1.1at.Nb alaşımında oluşan ötektik yapılar

Ayrıca E. Aldırmaz'ın yaptığı yüksek lisans tez çalışmasında ⁽³⁹⁾ ; Al-%40 wt.Zn (alaşım yüzde ağırlık oranı olarak verilmiştir) alaşımını 350°C de 2 saat ısıtma işlemi gördükten sonra buzlu suda hızlı soğutma yaptığında alaşımında ötektik yapı; oda sıcaklığındaki suda hızlı soğutma yapıldığında ise dendrit yapı Taramalı elektron mikroskobu(SEM) incelemeleriyle gözlemiştir. Al-

%40wt.Zn gözlenen ötektik yapı Şekil 1.6 da; dendrit yapı ise Şekil 1.7 de verilmiştir.



Şekil 1.6. Al-%40wt.Zn alaşımda oluşan ötektik yapı



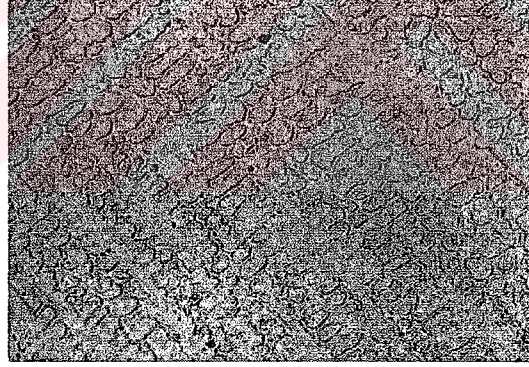
Şekil 1.7. Al-%40wt.Zn alaşımda oluşan dendrit yapı

Bu çalışmalara ek olarak Fe bazlı alaşımların katılması sırasında meydana gelen dendrit yapıların ısı işlemler uygulanarak büyümesi ve buna ilaveten alaşımların homojen hale geldiği araştırmalar sonucunda gözlenmiştir.

Bu arařtırmalara rnek olarak S. Bykakař'ın ⁽⁴⁰⁾ doktora tezinde Fe-%40wt.Ni-%2wt.Mn alařımı ile yaptıđı alıřma verilebilir. Alařıma 800°C sıcaklıđında 3 saat ısıl iřlem uygulanmasıyla taramalı elektron mikroskopa incelenmesinde dendrit yapı gzlenmiřtir. Alařıma aynı sıcaklıkta 6 saat ısıl iřlem yapıldıđında ise dendrit yapının byyerek dallanmalarının azaldıđı belirlenmiřtir. Alařımda gzlenen dendrit yapı ve bymesi řekil 1.8 de verilmiřtir.



a)



b)

řekil 1.8. Fe-%40wt.Ni-%2wt.Mn alařımına 800°C sıcaklıđında a) 3 saat b) 6 saat ısıl iřlem uygulandıđında numunede oluřan dendrit yapılar

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Materyal

Bu çalışmada Fe-%21Al (alaşım yüzde ağırlık oranı olarak gösterilmiştir) alaşımında ısıl işlemler sonucunda oluşan yapısal özellikleri JEQL-JSM-5600 30 kV hızlandırma gerilimine sahip SEM, manyetik özellikleri 50 mCi lik ⁵⁷Co kaynağı ile çalışan Mössbauer spektrometresi kullanılarak belirlenmiştir.

2.1.1. Alaşımların Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılan Fe-%21Al alaşımı, Tübitak Marmara Araştırma Merkez'inde indüksiyon fırınında argon atmosferinde %99.9 saflık derecesinde Fe, Al elementleri kullanılarak ingot halinde hazırlanmıştır.

İngot halinde bulunan üç Fe-%21Al alaşımından birisi işlem görmeden, diğer ikisi aynı sıcaklıkta fakat farklı sürelerde ısıl işleme tabi tutulmuş ve her ikisi de aynı yöntemle soğutulmuştur. Birinci ingot, 1100 °C de 24 saat süre ile ısıl işlem uygulandıktan sonra fırından alınarak oda sıcaklığındaki suyun içine atılmış ve bu şekilde hızlı soğumaya bırakılmıştır (water-quench) . İkinci ingot ise, 1100 °C de bir hafta süre ile ısıl işlem uygulandıktan sonra fırından alınarak oda sıcaklığındaki suda hızlı soğumaya bırakılmıştır.

2.1.2. SEM İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması

SEM ile yapılacak çalışmalar için, ısıl işlem uygulanmamış ve farklı ısıl işlemler uygulanmış ve sonrasında hızlı soğuma yapılmış diğer iki ingotunda yüzey pürüzlerini gidermek için işlemler uygulanmıştır. Bu pürüzleri gidermek için sırası ile 220, 400, 600, 800 ve 1200 lük su zımparaları kullanılmıştır. Yüzeydeki pürüzleri giderilen ingotlar 3 ve 1µm lik elmas pastalar kullanılarak parlatıldıktan sonra numunelerin yüzeyleri metanol ile temizlenip kurumaya bırakılmıştır.

SEM ile yüzey incelemesi yapılacak ingotların yüzeylerinde oluşan yapıları ortaya çıkarabilmek için numuneler %5 HF, %15 H₂O ve %80 H₂O₂ içeren çözelti içerisinde bekletilerek dağlanmıştır.

2.1.3. Mössbauer Spektrometresi İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Isıl işlem uygulanmamış Fe-%21Al alaşımlı ingot ve farklı ısıl işlem uygulanmış Fe-%21Al alaşımlı iki ingot; elmas bıçaklı kesici kullanılarak 200µm kalınlığında kesilmiştir. Her üç numunede mekanik malzeme incelticisi kullanılarak 80µm ye kadar 220 lik su zımparası ile zımparalanarak inceltirilmiştir. Daha sonra Mössbauer spektrometresinde incelenecek numunelerin yaklaşık olarak 10-15µm ye kadar inceltilmiş olması gerektiğinden; numuneler %5 HF, %15 H₂O , %80 H₂O₂ oranlarında oluşturulan asit çözeltisi ile kimyasal inceltme yapılarak yaklaşık 20µm ye kadar inceltilmişlerdir.

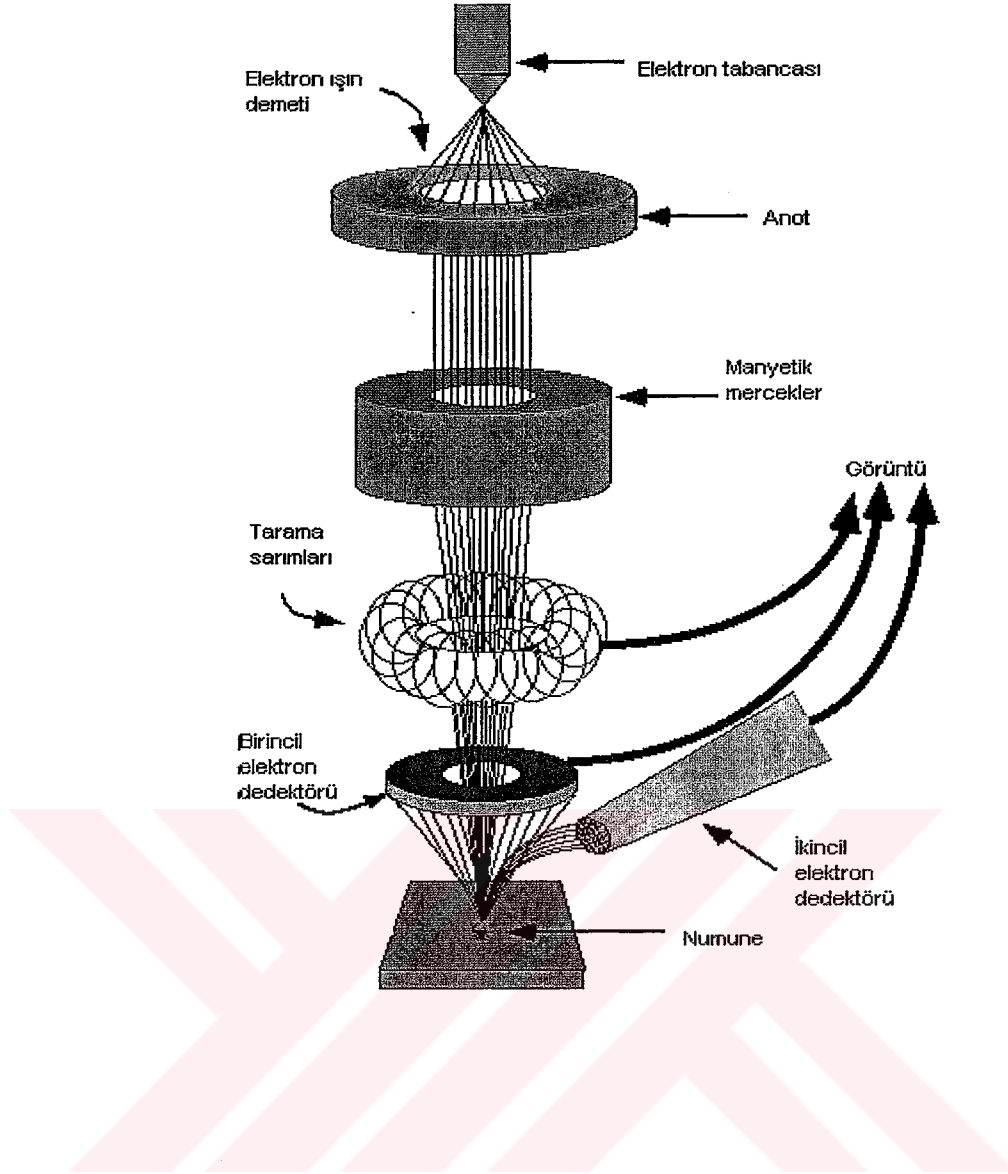
2.2. Yöntem

2.2.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Yaklaşık elli yıldır kullanılmakta olan elektron mikroskobu son yıllarda daha da geliştirilerek fizikten metalürjiye, tıptan biyolojiye kadar birçok alanda kullanılmaktadır.

Elektron mikroskopları klasik mikroskop yani optik mikroskoplara benzer prensiplerde çalışır. İki mikroskobu birbirinden ayıran temel fark ise, optik mikroskopta incelenecek numune üzerine normal ışık ışını gönderilmesine karşın elektron mikroskobunda elektron ışını (akımı) gönderilmesidir. Bu nedenle elektron mikroskoplarında kullanılan ışınların dalga boyu görünür ışıktan daha küçüktür. Bu ışıklar ile aydınlatma yapıldığından çözme güçleri çok daha yüksektir.

Son yıllarda elektron mikroskoplarında, tek dalga boylu elektron ışınımı elde etme tekniklerinin gelişmesine paralel olarak, elektronların sadece ince numunelerden geçişi ile değil, kalın numunelerin yüzeyinden yansıtılması ile de görüntü elde edilebileceği bulunmuştur. Bu sayede yüzey incelemeleri için taramalı elektron mikroskobunun gelişmeye başlaması mümkün kılınmıştır. SEM katot ışınları tüpü mantığı ile çalışmaktadır ⁽⁰⁹⁾. Taramalı elektron mikroskobu(SEM) nun çalışma şeması Şekil 2.1 de verilmiştir .



Şekil 2.1 Taramalı elektron mikroskobunun çalışma şeması

Numuneler havası boşaltılmış bir kolona yerleştirilirler. Bunun nedeni birkaç voltluk gerilim ile flandan kopartılan elektronların numuneye varmadan önce hızlarını ve enerjilerini kaybetmelerini önlemektir.

Bu tür elektron mikroskoplarında elektron ışını yaklaşık 100\AA çaplı olacak şekilde odaklanır ve numune yüzeyine düşürülür. Bu elektron ışını ile numunenin yüzeyi taranır. Numuneden yansıyan elektronlara birincil elektronlar, numune tarafından emilen elektronlara ise ikincil elektronlar

denir. Elde edilen bu elektronlar bir elektrostatik elektroda odaklanır. Buraya konulan bir sintilatör (scintillator) yardımı ile alınan elektronlar ışık ışınlarına çevrilir ve bir fotoçoğaltıcı ile çoğaltılan sinyal bir osiloskop ekranına düşürülür ve buradan gözlem yapılır.

Birincil elektronlar daha hızlı hareket ederler ve toplayıcıya doğrusal yollar alarak ulaşır. İkincil elektronlar ise birincil elektronlara göre daha yavaş hareket ederler. Bu nedenle ikincil elektronlar toplayıcıya bir potansiyel uygulanarak getirilirler.

İkincil elektronlar derin çukurların detaylarını ve pürüzlü yüzeyleri incelemede daha kullanışlıdır ⁽⁴¹⁾. Birincil elektronlar ise daha çok elementleri ayırmada kullanılır. Çünkü birincil elektronların gücü numunenin atom numarasına bağlıdır.

2.2.2. Mössbauer Spektroskopisi Sistemi

Mössbauer spektroskopisi nükleer gama rezonansı spektroskopisi olarak da bilinir. Atomların çekirdeklerinde gama ışınları soğurulması çalışmalarında kullanılan bir tekniktir. Bu teknik bazı elementlerin atomlarının fiziksel ve kimyasal özelliklerini hassas bir şekilde açıklar.

Kırk yılı aşkın zaman boyunca Mössbauer spektroskopisi bilimin pek çok dalında karanlıkta kalan kısımları aydınlatmada önemli rol oynamıştır. Bu spektroskopik metot özellikle nükleer fizik ve katıhal fiziği arasındaki olguların keşfinde temel olarak kullanılmıştır. Günümüzde ise bu metot; kimyadan metalurjiye, jeolojiden biyolojiye, ay toprağı çalışmalarından biyofizik ve

jeokimya alanlarında yapılan çok geniş deneysel çalışmalara kadar yayılmıştır.

Ayrıca Mössbauer spektroskopisi ile çekirdek enerji düzeyleri arasındaki geçişler, bu geçişlerin ortalama ömür süreleri ve uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri, çekirdek elektrik kuadrapol momentleri, manyetik dipol momentleri ile bunlara benzer diğer özellikler belirlenebilir. Bununla beraber Mössbauer spektroskopisi yardımı ile belirli bir elemente ait çekirdeğin çevresindeki aşırı ince yapı etkileşimleri incelenerek elde edilen parametreler, manyetik aşırı ince yapı alanları numune hakkındaki kimyasal ve manyetik fazlar hakkında bilgiler elde edilebilir ⁽⁴²⁾.

Bu teknik özellikle nükleer fizikte çekirdek momenti bilgisiyle, ince yapı modelinin anlaşılmasında önemli katkıda bulunmuştur ⁽³⁶⁾. Kimyada ise organik metallerin yüzeylerinde meydana gelen aşınmadaki (corrosion) yüzey çalışmalarına katılmal fiziğinde ise faz dönüşümlerine kadar bir çok konudaki çalışmalarda önemli rol oynamıştır.

Mössbauer deneyi genel olarak radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, sürücü sistem ve soğurucudan geçen gama ışınlarını sayan bir dedektörden meydana gelir. Radyoaktif kaynak olarak yani gama kaynağı olarak genellikle uyarılmış durumdaki kararlı izotoplar kullanılır. Mössbauer olayı yaklaşık 65 izotopla gözlenmiştir ⁽³⁶⁾. Fiziksel metalurjinin çok önemli elementi olan ⁵⁷Fe izotopu Mössbauer olayı içinde çok önemlidir. Mössbauer olayın kullanıldığı çalışmalarda, %50 nin üzerinde bu izotop kullanılmıştır. Ayrıca izomer kayması, nükleer zeeman olayı, kuadrapol yarılması gibi bütün önemli olaylar ilk olarak bu izotop ile kanıtlanmıştır.

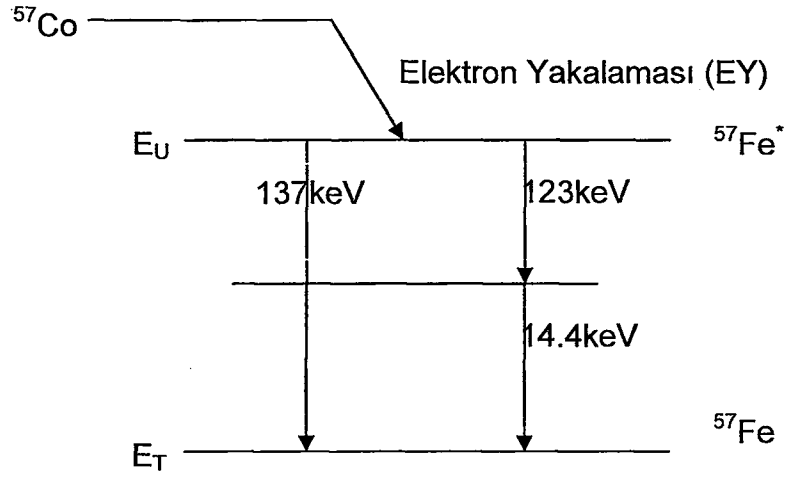
2.2.2.1. Mössbauer Olayının İlkeleri

Uyarılmış bir çekirdekten yayınlanan gama ışınlarının, taban durumundaki aynı tip bir çekirdeği uyarması olayının incelendiği Mössbauer olayı R. L. Mössbauer tarafından 1957 de deneysel ve teorik olarak çalışılmaya başlanmıştır ⁽⁰⁹⁾ .

Uyarılmış bir durumdaki bir çekirdek daha düşük bir enerji seviyesine ya da taban durumuna geçişi sırasında enerjileri 12keV ile 2.5MeV arasında değişen γ ışınları yayınlar ⁽⁴³⁾ . Mössbauer spektroskopisinde, ^{57}Fe izotopunun döteronlarla ^1_2H bombardıman edilmesi ile elde edilen radyoaktif ^{57}Co izotopu kaynak olarak kullanılır. Bu radyoaktif kaynağın en önemli özelliklerinden biri 270 günlük yarı ömre sahip olmasıdır. Ayrıca bu radyoaktif izotop bir elektron yakalaması yaparak uyarılmış durumdaki $^{57}\text{Fe}^*$ çekirdeğini meydana getirir.

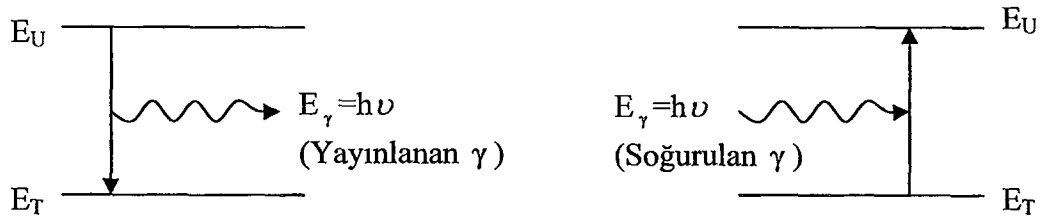


Uyarılmış durumdaki $^{57}\text{Fe}^*$ çekirdeği taban durumuna geçerken enerjileri 14.4keV, 123keV, 137keV olan üç tane gama ışını yayınlar ⁽⁴⁴⁾ . Radyoaktif $^{57}_{27}\text{Co}$ izotopunun kararlı $^{57}_{26}\text{Fe}$ ya bozunumu olayı Şekil 2.2 de gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Radyoaktif $^{57}\text{Co}_{27}$ izotopunun, kararlı $^{57}\text{Fe}_{26}$ ya bozunma şeması

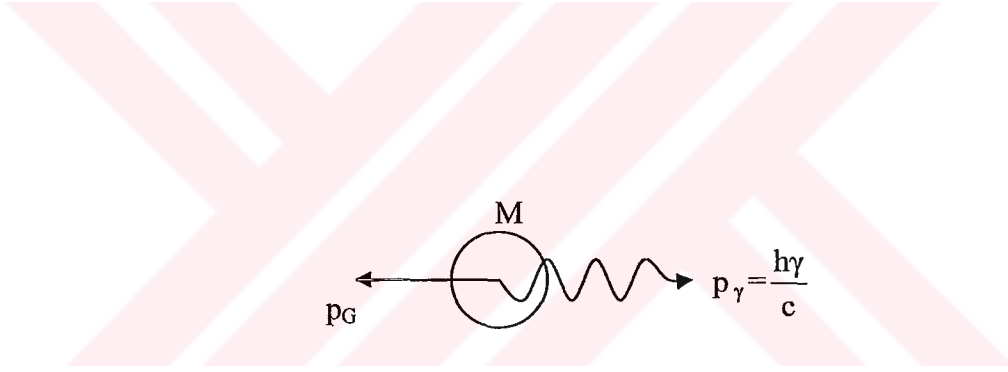
Uyarılmış durumdaki bir çekirdek taban durumuna geçişi sırasında E_U ; uyarılmış durumun enerjisi ve E_T ; taban durumunun enerjisi olmak üzere $E_\gamma = E_U - E_T$ enerjili γ ışını yayınlır⁽⁰⁹⁾. Yayınlanan bu γ ışının aynı çekirdeğin taban durumu tarafından tamamının soğurulmasıyla, uyarılmış duruma geçmesi olayına “rezonans” denir. Bu olay Şekil 2.3 de verilmiştir.



Şekil 2.3. Rezonans olayı

Mössbauer olayı, uyarılmış çekirdekten yayınlanan γ ışınlarının taban durumundaki aynı tip bir çekirdeği uyarması olayını yani, rezonans olayını inceler. Bu olayı ^{57}Co radyoaktif kaynağıyla açıklarsak, Şekil 2.2 de görülen uyarılmış $^{57}\text{Fe}^*$ çekirdeği taban durumuna inerken 14.4keV lik bir γ ışını yayınlar. Mössbauer olayındaki rezonansın olması için bu γ ışınının başka bir taban durumundaki ^{57}Fe çekirdeği tarafından soğurulması gerekir.

Kütlesi M olan, uyarılmış bir çekirdekten γ ışını yayınlanmasında ya da γ ışının soğurulduğu taban durumundaki çekirdekte, momentum korunumu kanununa göre geri tepme olayı gerçekleşir. Geri tepme olayı Şekil 2.4 de gösterilmiştir. Ayrıca bu olay momentum korunumuna göre (2.2) denklemini ile ifade edilir.



Şekil 2.4. Gama ışını yayınlayan bir çekirdeğin p_G geri tepme momentumu ve E_G enerjisi ile geri tepmesi ⁽⁴⁵⁾

$$p_G = -p_\gamma = -\frac{E_\gamma}{c} = -\hbar k \quad (2.2)$$

Gama ışını yayılması olayında momentum korunur ve p_γ γ ışını çizgisel momentumu, c ışık hızı, \hbar Planck sabitinin (h) 2π ye bölümünü ve k

gama ışınının dalga vektörünün büyüklüğüdür ⁽⁴⁶⁾. Bu hareketten kaynaklanan geri tepme enerjisi ise

$$E_G = \frac{1}{2} M v_G^2 = \frac{p_G^2}{2M} = \frac{p_\gamma^2}{2M} \quad (2.3)$$

şeklinde verilir.

Yayınlanan fotonun enerjisi, enerji korunumuna göre;

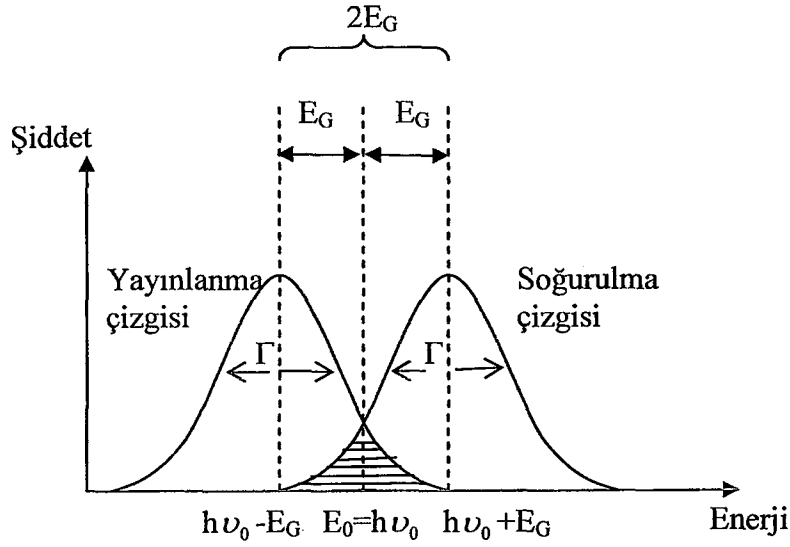
$$E_\gamma = E_0 - E_G \quad (2.4)$$

olur. Burada E_0 geri tepme olmadığına yayınlanması beklenen fotonun enerjisidir.

Aynı şekilde soğurulma olayında da enerji korunur, bu nedenle soğurulan fotonun enerjisi;

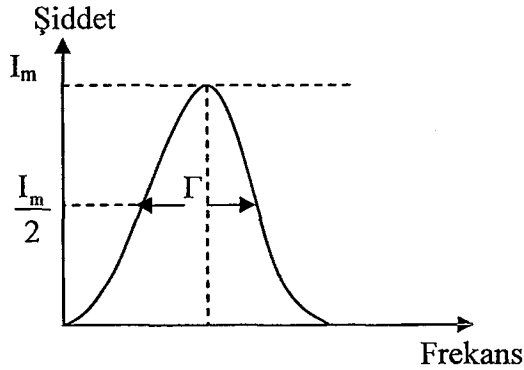
$$E_\gamma = E_0 + E_G \quad (2.5)$$

olmalıdır. Bu enerji çekirdeğin uyarılması için gerekli enerjidir. Bu nedenlerle, yayılma ve soğurulma çizgileri arasındaki enerji farkı $2E_G$ olur. Bu enerji farkı Şekil 2.5 da gösterilmektedir. Bu şekildeki taranmış bölge ise E_0 enerjili gama ışını fotonlarının rezonans soğurulması ihtimalinin bir ölçüsüdür ⁽⁴⁷⁾.



Şekil 2.5. Yayınlanma ve soğurulma çizgilerinin rezonans hali

Gama ışını yayınlanmasından sonra, yayınlanan ışının şiddeti frekansın bir fonksiyonu olarak ölçülürse Şekil 2.6 de görüldüğü gibi Lorenzien dağılımı şeklinde bir frekans dağılımı gözlenir ⁽⁴⁷⁾.



Şekil 2.6. Gama ışınlarının Lorenzien dağılımı

Enerji seviyeleri Şekil 2.1 de olduğu gibi çizgisel olarak gösterilir. Fakat herhangi bir seviyenin enerjisi keskin bir çizgi şeklinde olmayıp, enerji de

daima bir yayılma bir belirsizlik vardır. ΔE ; enerjideki belirsizlik, Δt ; çekirdeğin bu seviyede kalması için geçen zamandaki belirsizliğine $\Delta E \cdot \Delta t \geq \hbar$ Heisenberg Belirsizlik İlkesi ile bağlıdır. Uyarılmış bir seviyenin ΔE belirsizliği Γ ile gösterilir ve buna seviye genişliği adı verilir (Şekil 2.6 de gösterilmiştir). Δt belirsizliğini de τ ile gösterirsek Heisenberg Belirsizlik İlkesine göre;

$$\Gamma \cdot \tau = \hbar \quad (2.6)$$

ile yazılır⁽⁴³⁾.

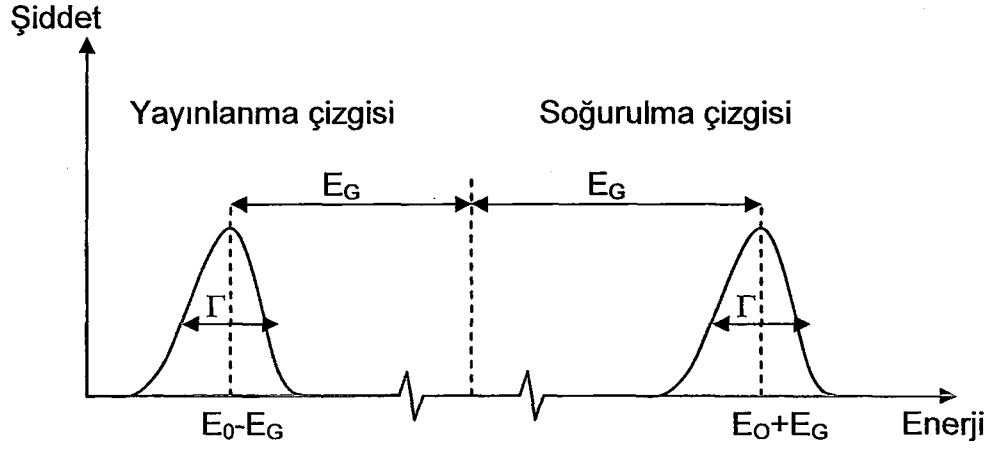
Şekil 2.6 daki yayınlanma çizgisinin yarı yükseklikteki çizgi genişliği Γ yu verir. Çekirdeğin uyarılmış durumunun ortalama ömür süresinin τ , Γ ya bağlılığı Heisenberg Belirsizlik İlkesinden;

$$\Gamma = \hbar / \tau = h / 2\pi\tau \quad (2.7)$$

dur.

Uyarılmış $^{57}\text{Fe}^*$ çekirdeğinin yayınladığı 14.4keV lik γ ışınımı için enerjideki belirsizlik $\Gamma = 4,7 \cdot 10^{-9}$ eV dur ve buradan bu düzeyin ortalama ömrü için $\tau = 1,4 \cdot 10^{-7}$ s bulunur. Bağlı çizgi genişliği ise $\frac{\Gamma}{E_\gamma} = \frac{4,7 \times 10^{-12}}{14,4} \approx 3 \cdot 10^{-13}$

bulunur ki bu da spektral çizgi genişliğinin, $E_G = \frac{p^2}{2M} = 2 \times 10^{-3}$ eV değerindeki geri tepme enerjisine göre çok küçük olduğunu ortaya koyar. Bunun için, gama ışını yayınlama ve soğurulma çizgileri üst üste gelmez ve rezonansla soğurulma olayı gözlenemez⁽⁴²⁾. Bu Şekil 2.7 de gösterilmiştir.



Şekil 2.7. Rezonansla soğurulma olayı olmadığında gama ışının yayınlanma ve soğurulma spektrum çizgileri

Gama ışınlarının rezonansla soğurulmasını gerçekleştirmek için yayınlanma ve soğurulma çizgilerinin üst üste gelmelerini sağlamak gerekir. Doppler kayması olayı ile bu iki eğrinin üst üste gelmesi sağlanır.

Doppler kayması, kaynağın veya soğurucunun birbirine göre hareket ettirilmesi ile elde edilir. Genellikle bu olayı gözlemek için kaynağı soğurucuya göre hareket ettirmek tercih edilir. Eğer kaynak soğurucuya göre bir v hızıyla yaklaştırılırsa veya uzaklaştırılırsa, kaynaktan yayınlanan γ ışınlarının enerjisi E_0 dan E_γ ya değişir. Bu durumda, E_0 yayınlanan gama ışınlarının enerjisi olmak üzere

$$E_\gamma = E_0 \left(1 \pm \frac{v}{c} \right) \quad (2.8)$$

olur. Kaymadaki Doppler enerjisi ise ,

$$\Delta D = E_\gamma - E_0 = \left(\frac{v}{c} \right) E_0 \quad (2.9)$$

olur.

Eğer $\Delta D=2E_G$ olacak şekilde v hızı ile ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerjiyi Doppler enerjisi karşılamış olur ve böylece yayınlanma ve soğurulma çizgileri üst üste gelir ve rezonans ile soğurulma gerçekleşir ⁽⁰⁹⁾ . $2E_G$ enerjisini karşılamak üzere kaynağa verilmesi gereken hızlar $v=10^{-4}$ ile 10^{-5} cm/s mertebesinde olmalıdır ⁽⁴²⁾ .

2.2.2.2. Mössbauer Spektroskopisinden Elde Edilebilecek Bilgiler

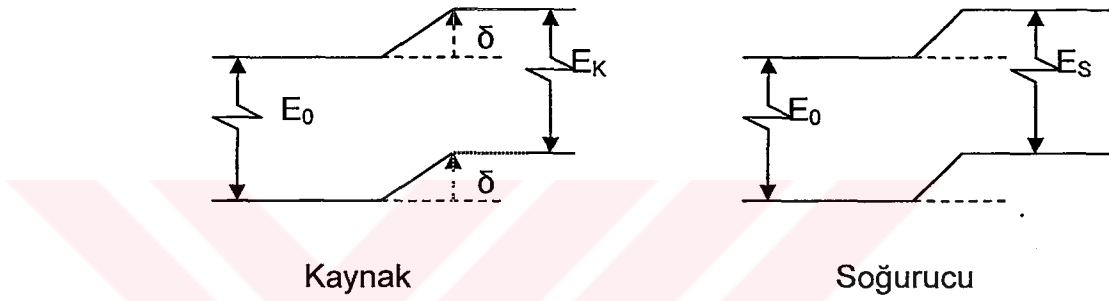
Mössbauer spektroskopisi aşırı ince yapı etkileşimleri olarak da bilinen; çekirdek ve elektronlar gibi etkileşimler, γ ışının yüksek çözünürlüğü gibi parametreler hakkında bilgiler verir. Bu aşırı ince yapı etkileşimleri başlıca üçe ayrılırlar:

- 1) Elektriksel monopol etkileşimi (izomer kayma)
- 2) Manyetik dipol etkileşimi (Manyetik dipol yarıma)
- 3) Elektriksel kuadropol etkileşimi (Elektrik kuadropol yarıma) dir.

Mössbauer olayında kaynak ve soğurucu atomları ayrı kimyasal kombinasyona sahip değilse rezonans olayını gözlemleye bilmek için; kaynak ve soğurucuyu birbirine göre bağıl olarak kesin bir Doppler hızı ile hareket ettirmek gerekir. Bu durumda Mössbauer çizgisi $\delta = \Delta E = \left(\frac{v}{c} \right) E_0$ kadar kayar. Bu olaya “izomer kayması “ denir. İzomer kayma, nükleer boyutlar içerisindeki çekirdeğin s-elektron yörüngesi ile nükleer pozitif yörüngesinin elektrostatik etkileşimi sonucunda meydana gelir ⁽⁴⁸⁾. Bu etkileşim atomun

elektronik seviyelerinde herhangi bir düzensizliğe ve çekirdeğin etkin yükünün değişimine sebep olabilir.

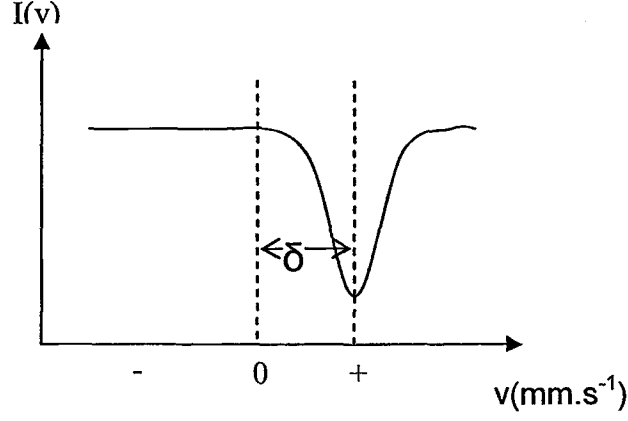
Nükleer yük dağılımları değişen kimyasal bileşiklerin taban ve uyarılmış durumları için farklılık gösterirse geçiş enerjisi de değişecektir. Bu nedenle nükleer enerji seviyelerinde çok küçük miktarda kayma oluşacaktır. Enerji seviyelerindeki bu kayma Şekil 2.8 de verilmiştir.



Şekil 2.8. Çekirdek enerji seviyelerinin değişimi

Çekirdek etrafındaki s-elektron yoğunluğuna bağlı olarak; uyarılmış durumdaki çekirdeğin yarıçapının, taban durumundaki çekirdek yarıçapından küçük ya da büyük olması, izomer kaymadaki değerlerin negatif ya da pozitif olmasına sebep olur.

Mössbauer spektrumundan ölçülen izomer kayma(δ) soğurucu ve kaynak arasındaki nükleer geçiş enerjilerinin farkıdır. Mössbauer spektrumlarında izomer kayma diyagramı Şekil 2.9 da gösterilmiştir.



Şekil 2.9. Mössbauer spektrumunda izomer kayma diyagramı

İzomer kayma ⁽⁴⁹⁾,

$$\delta = \frac{4\pi}{5} Z e^2 R^2 \left(\frac{\delta R}{R} \right) \left[|\psi(0)|_s^2 - |\psi(0)|_k^2 \right] \quad (2.10)$$

denklemleri ile belirlenir. $\frac{\delta R}{R}$, uyarılmış durumdan taban durumuna radyoaktif çekirdek bozunmalarına göre çekirdek yarıçapında göreceli değişimini ve kaynak ile soğurucu izotopları arasındaki elektron yoğunluğunun farklı parametre terimini gösterir ⁽⁴⁸⁾. Ayrıca $|\psi(0)|_k^2$ terimi, kaynaktaki çekirdeğin elektron yoğunluğunu; $|\psi(0)|_s^2$ terimi ise soğurucudaki çekirdeğin elektron yoğunluğunu gösterir. (2.10) denklemindeki $\frac{\delta R}{R}$ terimi pozitif ise, kaynaktan soğurucuya giden çekirdeklere s-elektron yoğunluğu artar ve pozitif izomer kayma gözlenir. Eğer $\frac{\delta R}{R}$ negatif ise, kaynaktan soğurucuya giden çekirdeklere s-elektron yörüngesi azalır ve negatif izomer kayma gözlenir ⁽⁵⁰⁾.

Bir Mössbauer spektral çizgisinin izomer kayması ilk kez Kistner ve Sunyar tarafından gözlenmiştir ⁽⁵⁰⁾ .

Mössbauer spektrumlarında izomer kayma değerlerinin ölçülmesi ile Mössbauer izotopunun bağ durumları (kimyasal bağlanma türleri) hakkında bilgiler elde edilir ^(46,51) . Ayrıca değerlik elektronlarının durumu hakkında bilgiler verir.

İkinci aşırı ince yapı etkileşimi manyetik dipol etkileşimidir. Bu etkileşim, çekirdek bir dış manyetik alan veya çekirdeğin içinde bulunduğu ortam tarafından oluşturulmuş bir manyetik alan etkisine bırakılırsa meydana gelir.

Çekirdek H manyetik alanın da nükleer manyetik dipol etkileşiminde nükleer enerji seviyeleri $2I+1$ tane alt enerji seviyelerine yarırlar. Bu durumda oluşan enerji seviyeleri, E_m ise

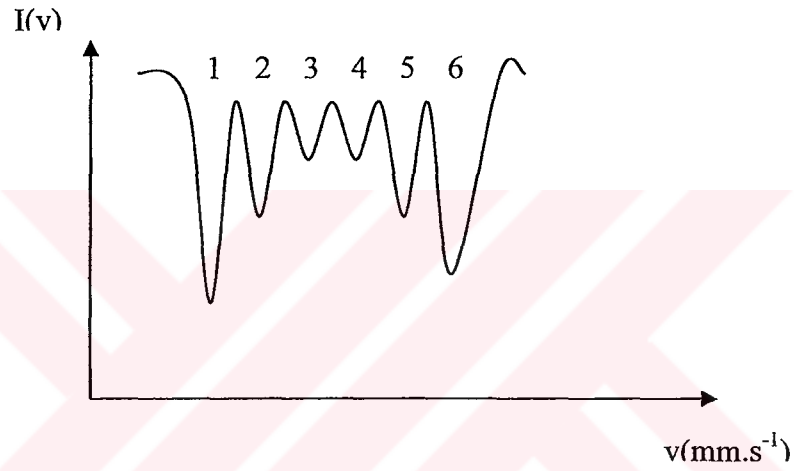
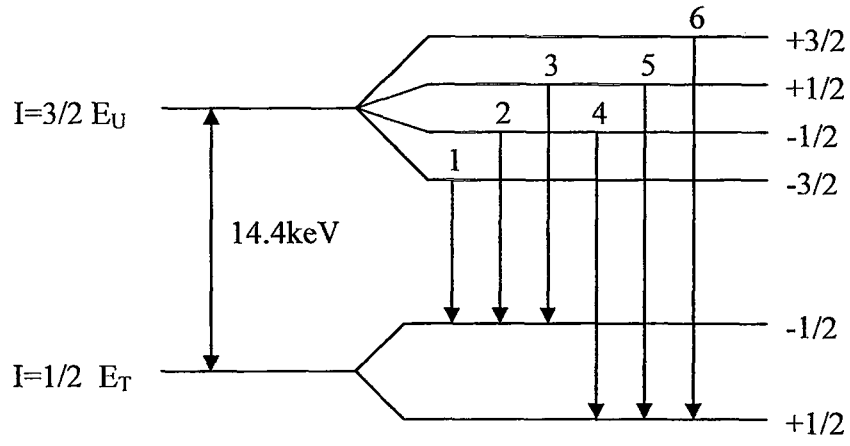
$$E_m = -\frac{(H \cdot m_l \cdot \mu)}{I} \equiv -g \cdot \mu_N H \cdot m_l \equiv -g \cdot \mu_N \cdot H \cdot m_l \quad (2.11)$$

dir. Bu denklemde I , nükleer spin; m_l ($I, I-1, \dots, -I$), değişen manyetik kuantum

sayısı ; g , nükleer g çarpanı $\left(g = \frac{\mu}{(I \cdot \mu_N)} \right)$ ve $\mu_N = 5,04929 \cdot 10^{-24}$ enj/gauss

değeride nükleer Bohr magnetonu $\left(\frac{e\hbar}{2Mc} \right)$ dur ⁽⁵⁰⁾ .

⁵⁷Fe çekirdeğine manyetik alan uygulandığında iki alt seviye ve uyarılmış durumda dört alt seviyeye yarılmaya sebep olur ⁽⁵⁰⁾ . Bu durum Şekil 2.10 da gösterilmiştir ⁽⁵²⁾ .



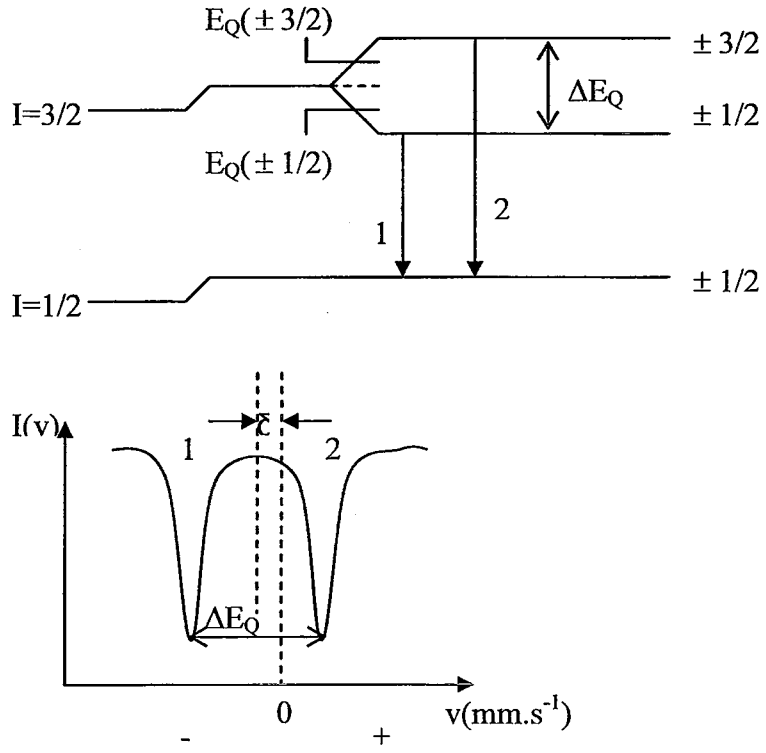
Şekil 2.10. ^{57}Fe nin manyetik dipol etkileşimi ve Mössbauer spektrumundaki sonucu ⁽⁵²⁾

Eğer manyetik kuantum sayısı artı birer olarak değişiyorsa, başka bir değişle $\Delta m_l = 0, \pm 1$ seçim kuralına uyuyorsa iki durum arasındaki gama geçişlerine izin verilir. Bu sonuca göre altı geçiş mümkün olur.

Manyetik aşırı ince yapı etkileşmesi ile meydana gelen Mössbauer spektrumu materyallerin manyetik özelliklerini, manyetik momentlerini, spin durulma zamanları ve Curie sıcaklıklarının tespiti gibi önemli bilgilerin anlaşılmasına değerli katkıda bulunmuştur.

Mössbauer spektrumundan elde edilen diğer bir etkileşimde elektriksel kuadropol yarılmalarıdır. Kuadropol yarılma, çekirdeğin elektriksel kuadropol momenti ile kristaldeki diğer elektriksel yüklerden gelen elektrik alan gradyentinin etkileşmesi sonucunda meydana gelir.

Kuantum spin (çekirdek spin) sayıları $I=0, \frac{1}{2}$ olduğu nükleer durumlarda kuadropol yarılmalar gözlenmez. Sadece çekirdek spini $\frac{1}{2}$ den büyük nükleer durumlarda kuadropol yarılmalar gözlenir. ^{57}Fe çekirdeğinin taban durumu için $I=\frac{1}{2}$ olduğundan, bu çekirdeğin taban durumu için kuadropol yarılma gözlenmezken aynı çekirdeğin uyarılmış durumu $I=\frac{3}{2}$ spin kuantum sayısına sahip olduğundan Mössbauer spektrumunda $\pm\frac{3}{2}$ ve $\pm\frac{1}{2}$ seviyelerine Şekil 2.11 de görüldüğü gibi yarılmalar gözlenir ⁽⁰⁹⁾.



Şekil 2.11. Kuadropol yarıma şeması ve Mössbauer spektrum çizgileri

Kuadropol yarıma ile; kimyasal oluşumların demir miktarı, kimyasal bağlanmaların türü , alaşımların düzenli-düzensizliği ve yığın hataları hakkında bilgiler elde edilir.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI

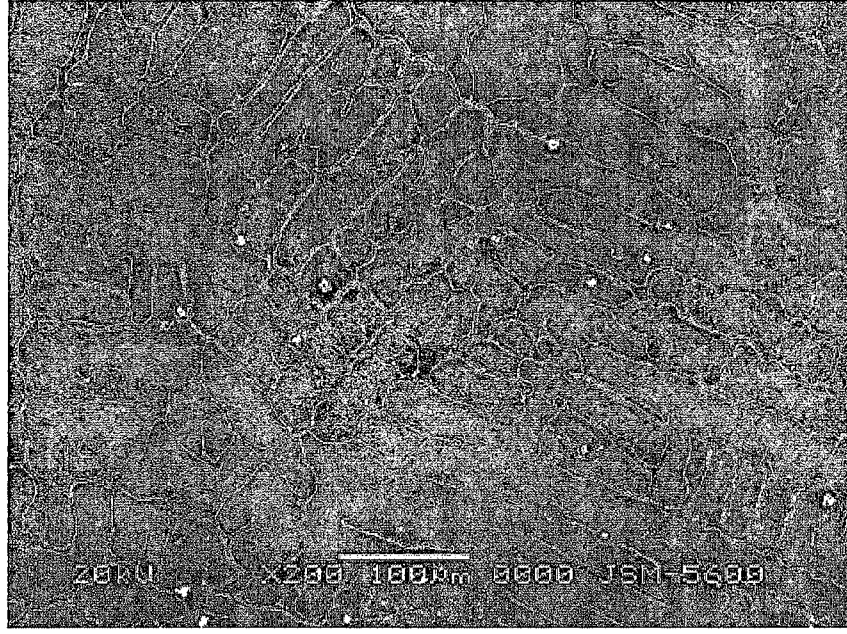
3.1. Fe-%21Al Alaşımında Isıl İşlem Süresine Bağlı Olarak Oluşan Yapının SEM İle İncelenmesi

Bu tez çalışmasında; Fe-%21Al (alaşımın yüzde atomsal oranı ise Fe-%35.5at.Al dur) alaşımına aynı sıcaklıkta farklı sürelerde ısıl işlemlerin uygulanması sonucunda ortaya çıkan yapıların; bu işlemlere nasıl bağlı olduğunu açığa çıkarmak amacı ile incelemeler yapılmıştır.

Fe-bazlı alaşımlarda genel olarak malzemeyi homojen duruma getirme sıcaklığı, alaşımın katılaşma sıcaklığının altında bir sıcaklık olarak seçilmektedir. Bu çalışmada incelenen homojenleştirme sıcaklığı literatürle uyum içerisinde 1100°C seçilmiştir. Bu sıcaklıkta ısıl işlem süresinin alaşımda oluşan fazlar üzerine etkisini anlayabilmek içinde 24 saat ve 168 saat ısıl işlem süreleri uygulanmıştır. Isıl işlem uygulanmış bu numuneler fırından çıkarılarak oda sıcaklığındaki suyun içine atılmış ve bu şekilde hızlı soğumaya bırakılmıştır.

Bu çalışmada ilk olarak ısıl işlem görmemiş numune, daha sonra 1100°C de 24 saat işlem gören numune ve 1100°C sıcaklıkta 168 saat ısıl işlem gören numunelerde ortaya çıkan fazların yapısal özellikleri taramalı mikroskop (SEM) kullanılarak incelenmiştir.

İlk olarak ısıl işlem görmemiş numunede dendrit yapılar bulunduğu gözlenmiştir. Bu numunede gözlenen dendrite yapı Şekil 3.1.'de verilmiştir.



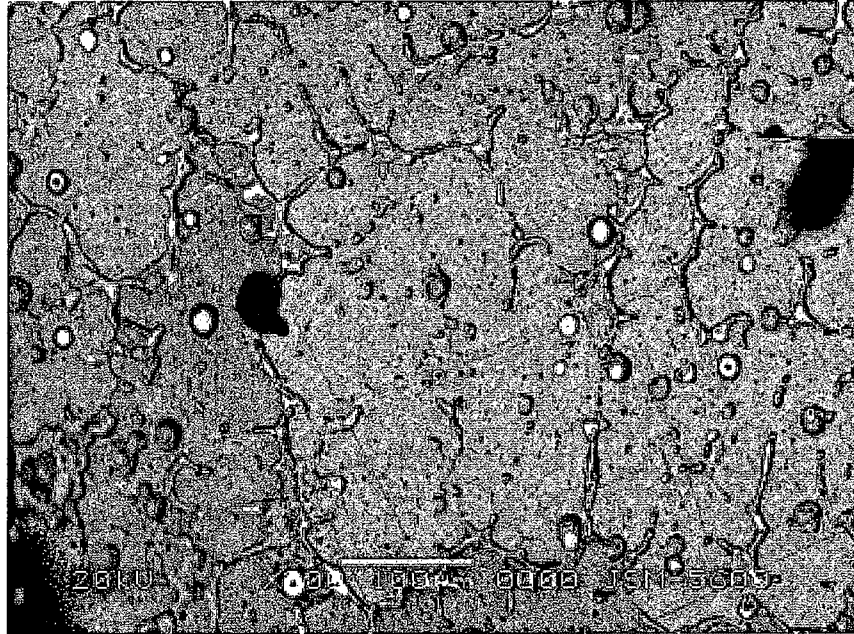
Şekil 3.1. Isıl işlem görmemiş numunede gözlenen dendrit yapı

1100°C de 24 saat ısıl işlem görmüş numunede ise hala dendrite yapıların var olduğu gözlenmiştir. Ayrıca bilindiği gibi, sıcaklığa ve süreye bağlı olarak dendrit yapıda büyümenin bu numunede de meydana geldiği görülmüştür. Bu dendrit yapılar Şekil 3.2.'de gösterilmiştir.

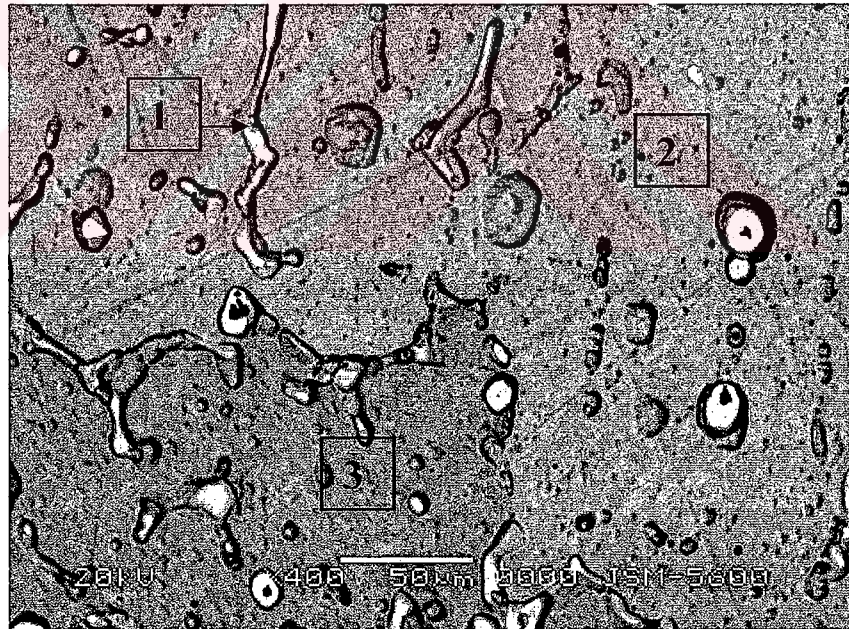


Şekil 3.2. 1100°C de 24 saat ısıl işlem görmüş numunede dendrit yapılar

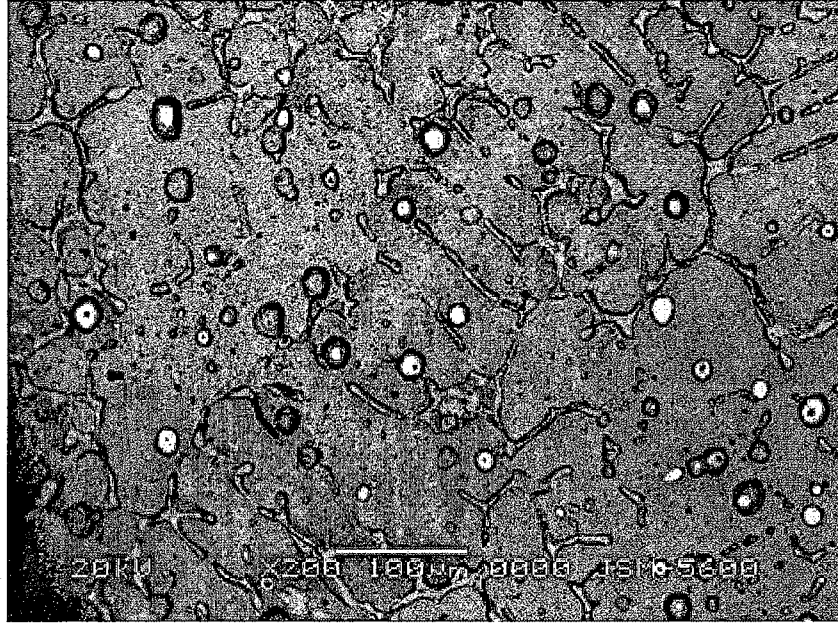
Yine 1100°C sıcaklıkta ısıl işlem süresi artırılarak hazırlanan numunede ise farklı bir yapının meydana geldiği gözlenmiştir. Gözlenen bu yapı ötektik yapıdır. Bu ötektik yapılar Şekil 3.3.a) , b) ve c) de verilmiştir. Ayrıca Şekil 3.3. b) deki ötektik yapı için EDS (Enerji Dispersif Spektroskopisi) sonuçlarına bakılmıştır. Bu sonuçlara göre; 1. bölgede %29.3Al , 2. bölgede %17Al ve 3. bölgede ise %19Al içeren ötektik yapılar olduğu görülmüştür.



a)



b)



c)

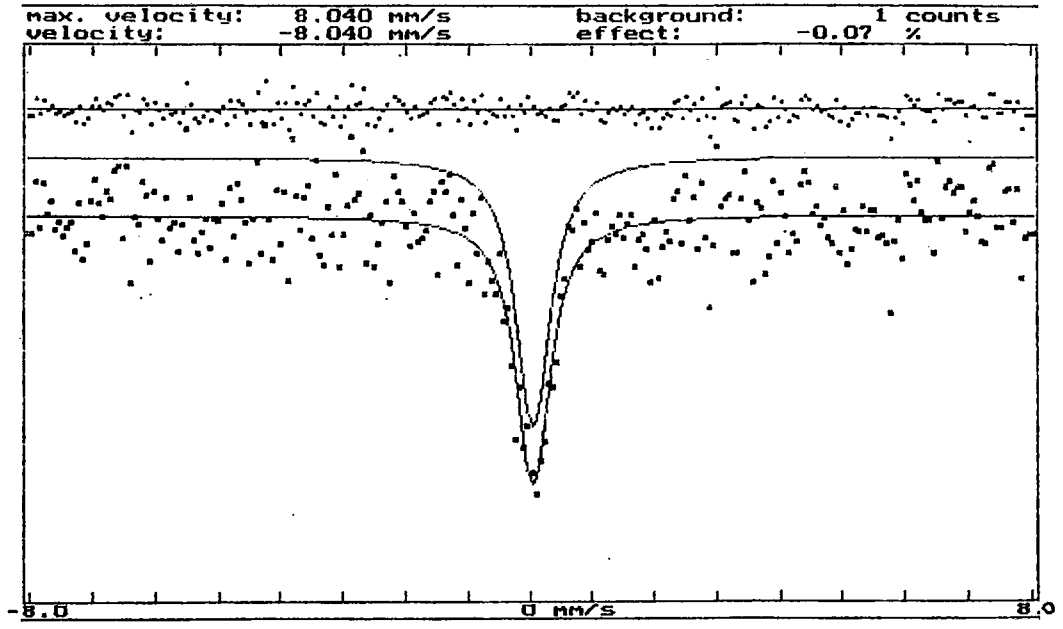
Şekil 3.3. a), b), c), 1100°C de 1 hafta tavllanmış olan numunenin farklı bölgelerinden alınan ötektik yapılar

3.2. Fe-%21Al Alařımının Manyetik zelliklerinin Mssbauer Spektroskopisi ile İncelenmesi

Mssbauer spektroskopisi ile metal ve metal alařımlarında oluřan fazların manyetik zellikleri, oluřan fazların i manyetik alanını ve izomer kayma deęeri belirlenebilir.

Alařımımızın ısıtılma grmemiř ve 1100°C de 24 saat ısıtılma uygulanmıř halinde dendrit yapının ve 1100°C de 168 saat ısıtılma uygulandıęında ise tektik yapının meydana geldięini mikroskop incelemelerimizde grmüřtük. Bu numunelerin ne tr manyetik zellik gsterdięini anlayabilmek iin her numuneye Mssbauer spektroskopisi incelemeleri yapılmıřtır. Sonuta ısıtılma grmemiř numunenin paramanyetik zellik gsterdięi Mssbauer spektroskopisinden elde edilen tek pik ile aıklanabilmesine raęmen 24 ve 168 saat ısıtılma grmüř numunelerden elde edilen Mssbauer spektrumun bu ısıtılma grmüř numuneler iin manyetik zellięi tanımlamada faydalı olmamıřtır.

Isıtılma grmemiř numunenin Mssbauer spektrumu Őekil 4.4 de verilmiřtir ve bu numune iin izomer kayma deęeri $0.467 \times 10^{-1} \pm 0.190 \times 10^{-1}$ mm/s olarak lmlmüřtr.



Şekil 3.4. Isıl işlem görmemiş Fe-%21Al alaşımından elde edilen Mössbauer spektrumu

4. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada Fe-%21Al (alaşımın yüzde atomsal oranı Fe-%35.5at.Al dur) alaşımında ısıtma işlem süresinin malzemenin yapısal ve manyetik özelliklerini nasıl etkilediği incelenmiştir. Metal malzemelerini homojen hale getirmek için yapı elemanlarının atomlarını malzeme içerisinde difüzyon yapabilir düzeyde yeterli yüksek sıcaklıklara çıkarmak gerekir. Bu nedenle malzemenin katılma sıcaklığına yakın bir ısıtma işlem sıcaklığı seçilmelidir. Bu çalışmada farklı sürelerde ısıtma işlem gören numuneler oda sıcaklığında su ile soğutulmuştur.

Isıtma işlem görmemiş ve 1100°C sıcaklığında 24, 168 (1 hafta) saat ısıtma işlem gören numunelerin yapısal özellikleri oda sıcaklığında mikroskop incelemeleri sonucunda ortaya çıkarılmıştır.

Isıtma işlem görmemiş Fe-%21Al alaşımında yapılan mikroskop incelemesinde dendrit yapının varlığı gözlenmiştir. Genellikle metal malzemelerin dökümünden veya katılmasından sonraki ilk yapısı dendritik haldedir. Bunun nedeni büyük ölçüde bileşim farklılıkları nedeniyle yapıda homojensizlik olmasından kaynaklanır ve genel olarak beklenen bir durumdur. Bu durumu gidermek için numuneye 1100°C de 24 saat ısıtma işlem uygulanmıştır. Isıtma işleminden sonra oda sıcaklığında yapılan mikroskop incelemesinde hala dendrit yapının devam ettiği görülmüştür. Aynı zaman da ısıtma işlem süresiyle dendrit yapının büyüyerek bu yapıdaki dallanmaların azaldığı gözlenmiştir.

1100°C de 168 saat süreyle ısıtılarak yapılan diğer bir numunenin yapısal özellikleri de bu çalışmada incelenmiştir. Bu işlemden sonra yapılan mikroskop incelemesinde ise numunede ötektik yapılar gözlenmiştir. Bu numunede dendritlerin iyice büyüdüğü ve dallanmaların giderek azaldığı görülmüştür. Bununla birlikte alüminyum miktarına bağlı olarak ötektik yapıların meydana geldiği gözlenmiştir. Numunede gözlenen bu ötektik yapılar literatürle uyum içerisindedir.

Bu çalışmada homojenleştirme için uygulanan ısıtma süresinin yeterli olmadığı anlaşılmıştır. Elde edilen bu sonuca ilaveten incelenen alaşımda ortaya çıkan dendrit yapının büyümesinin beklenildiği gibi ısıtma sıcaklığı sabit olduğunda uygulanan ısıtma süresine bağlı olduğu gözlenmiştir. Ayrıca Fe-%21Al alaşımının homojenleşmesi sırasında ötektik yapıların oluşabileceği görülmüştür.

Malzemenin manyetik özelliğini incelemek için Mössbauer spektroskopisi kullanılmıştır. Isıtılmamış Fe-%21Al alaşımının Mössbauer spektrumu alınmıştır. Bu spektruma göre numunenin paramanyetik davranış gösterdiği gözlenmiştir. %30at.Al miktarının üstünde alüminyum içeren Fe-Al alaşımları oda sıcaklığında paramanyetik davranış gösterdiği bilinmektedir.

Daha sonra 1100°C sıcaklığında 24 saat, 168 (1 hafta) saat ısıtma gören numunelerin Mössbauer spektrumları incelenmiştir. Bu Mössbauer spektrumları bu numunelerin manyetik özelliğini tanımlamada yeterli olamamıştır. Kullandığımız Mössbauer spektroskopisinin de paramanyetik ve ferromanyetik özellikleri belirleyebilmemize rağmen bu farklı ısıtma

sürelerinde ısıtıl işlem gören numuneler için paramanyetik ve ferromanyetik spektrum elde edemeyişimiz oldukça ilgi çekici ve aynı zamanda üzerinde çalışılması gereken bir konudur.



KAYNAKLAR

01. **M. Dikici**, Katıhal Fiziğine Giriş, 19 Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun,(1993)
02. **T.Savaşkan**, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Derya Kitabevi, Trabzon, (1999)
03. **W. D. Callister, Jr.**, Materials Science and Engineering an Introduction, 4th ed. Jhon Willey&Sons, Inc, New York, (1996)
04. **D. A. Porter and K.E. Easterling**, Phase Transformation in Metals and Alloys, Chapman Hall, London, (1981)
05. **T. N. Durlu**, Katıhal Fiziğine Giriş, A.Ü. Fen Fakültesi yayınları, Ankara, (1989)
06. **U. Sarı**, İzotropik Elastisite Teorisine Göre Faz Yüzeylerinde Bağlı Yerleştirme ve Elastik Enerji, Y.L.T., O.M.Ü. Fen Bil. Enst., Samsun, (1999)
07. **A.Tekin**, Çelik ve Isıl İşlemi (Çeviri), Bofors, (1984)
08. **M. Erdoğan**, Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri (Çeviri), Nobel Yayınları, (1998)

09. **M. Güner**, Fe-%32Ni-%0.4Cr Alařımında Austenite-Martensite Faz Dönüřümleri ve Bunların Bazı Fiziksel Özellikleri,Y.L.T., K.Ü. Fen Bil. Enst.,Kırıkkale, (2003)
10. **E.Gündüz**, Modern Fizięe Giriř, Ege Üniversitesi Fen Fakültesi Yayınları, 2. Baskı, (1992)
11. **M. A. Topbař**, Isıl İşlemler, Prestij Basın Yayın, İstanbul, (1993)
12. **J. Manenc**, Structural Thermodynamics of Alloys, D. Reidel Publishing Company, Boston, (1973)
13. **H. -E. Schaefer, B. Damson, M.Weller, E. Arzt, E. P. Georange**, Phys. Stat. Sol. (a), 160, 531-540, (1997)
14. **W. Juan, L. Yajiang, W. Huiqiang**, Bull. Mater. Sci., 24, 639-642, (2001)
15. **J. P. Chu, I. M. Liu, J. H. Wu, W. Kai, J. Y. Wang, K. Inoue**, Materials Science and Engineering A258, 236-242, (1998)
16. **Y. Jirásková, O. Schineeweiss, M. Šob, I. Novotný**, Acta Mater.,45, 2147-2154, (1997)
17. **F. Ağdaę**, Development of Fe-Al Based Alloys as Reinforcement in Al-Matrix Composites, Y.L.T., O.D.T.Ü. Fen Bil. Enst., Ankara, (1997)

18. **H.Mehrer, M. Eggermann, A. Gude, M. Salamon, B.Sepiol**, Materials Science and Engineering A239-240, 889-898, **(1997)**
19. **I. Baker and E.P. George**, Metal and Materials, 8, 318, **(1992)**
20. **M. Dikici**, Fe Alařımlarının Austenite- Martensite Dönüřümlerinde Çekirdeklenme Olayı, Y.L.T., F. Ü. , Elazığ, **(1980)**
21. **C. S. Barret, T. B. Massalski**, Structure of Metals, Pergamon Press, Oxford, **(1980)**
22. **J. W. Christian**, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, 2. Edition Pergamon Pres, Oxford, **(1975)**
23. **E.Çandarlı**, İkili Metallik Alařımlarda Doğrusal Katılařma, D.T. , Erciyes Üniversitesi Fen Bil. Enst., Kayseri, **(1997)**
24. **W. G. Moffatt, G. W. Pearsall, J. Wulff**, Structure, John Wiley & Sons, Inc, New York, **(1964)**
25. **L. Edwards, M. Edean**, Manufacturing with Materials, The Open University Press, **(1990)**
26. **R. L. Cohen**, Applications of Mössbauer Spectroscopy, Vol 1, Academic Pres, New York, **(1976)**
27. **J. H. Westbrook, R. L. Fleischer**, Structural Applications of Intermetallic Compounds, John Wiley & Sons. Ltd, **(1995)**

28. **M. M. Arer**, Monte Carlo study of Fe₃Al based Intermediates, Y.L.T., O.D.T.Ü.Fen Bil. Enst., Ankara, (1996)
29. **N. S. Staloff**, Materials Science and Engineering A258, 1-14, (1998)
30. **M. G. Mendiratta, S. K. Ehlers, D. M. Dimiduk, W. R. Kerr, S. Mazdiyansi, H.A. Lipsitt**, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 81, 393-404, (1987)
31. **A. Agarwal, R. Balasubramaniam, S. Bhargava**, Met. Mat. Trans., A27, 2985-2993, (1996)
32. **G. P. Huffman, R.M. Fisher**, Journal of Applied Physics, 38, 735-742, (1967)
33. **M. B. Stearns**, Journal of Applied Physics, 35, 1095-1096, (1964)
34. **N. Greenwood, T.C. Gibb**, Mössbauer Spectroscopy, Chapman Hall, London, (1971)
35. **L. Cser, J. Ostanevich, L. Pál**, Phys. Stat. Sol., 20, 581-589, (1967)
36. **L. May**, An Introduction to Mössbauer Spectroscopy, Plenum Pross., New York, (1971)
37. **H. Sato, A. Arrott**, Physical Review, 114, 1427-1440, (1959)

38. **B. Voyzelle, J. D. Boyd**, Materials Science and Engineering A258, 243-248, (1998)
39. **E. Aldırmaz**, Al-%40Zn, Al-%40Zn-%5Pb, Al-%40Zn-%5Ti Alaşımlarında Isıl İşlemlerin Mikroyapılara Etkilerinin İncelenmesi, Y.L.T.,K.Ü. Fen Bil. Enst., Kırıkkale, (2004)
40. **S. Büyükakkaş**, Fe-%40Ni-%2Mn Alaşımında Isıl İşlem Süresi ve Sıcaklık Değişiminin Aüstenite Yapıda Meydana Getireceği Değişiklikler ve Bunların Fiziksel Özellikleri, Y.L.T., A.Ü. Fen Bil. Enst., Ankara, (2004)
41. **R. E. Smallman**, Modern Physical Metallurgy, Butterworths, London, (1963)
42. **E. Güler**, Fe-%30Ni-%0.2Mn Alaşımlarında Soğutma Etkisi ile Elde Edilen Martensitik Faz Dönüşümlerinin Mössbauer Spektroskopisi ve Taramalı Elektron Mikroskop ile İncelenmesi, Y.L.T., K.Ü. Fen Bil. Enst., Kırıkkale, (2002)
43. **B. Tanyel**, Nükleer Fizik, Ege Üniversitesi Fen Fak. Ders Kitapları Serisi, No.139, (1997)
44. **G. M. Bancroft**, Mössbauer Spectroscopy, McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, Maidenhead-Berkshire England, (1973)

45. **P. Gütlich, R. Link, A. Trautwein**, Mössbauer Spectroscopy in Inorganic Chemistry Concepts, Vol.3, Springer, Berlin-Heidelberg-New York, (1978)
46. **U. Gonser**, Mössbauer Spectroscopy in Topics in Applied Physics, Vol.5, Berlin-Heidelberg-New York, (1975)
47. **H. Semat**, Atom ve Çekirdek Fiziğine Giriş, Ankara Üniversitesi Basımevi, Ankara, (1997)
48. **T. N. Durlu**, Mössbauer Study of Fe-%1V Alloys, Y.L.T., O.D.T.Ü. Fen Bil. Enst., Ankara, (1982)
49. **A. Gedikoğlu, S. Şimşek**, Communications de la Faculté des Sciences de l'Université d'Ankara, A₂, 30, (1981)
50. **O. C. Kistner and A. W. Sunyer**, Phys. Rev. Letters, 4, 412, (1960)
51. **H. Güngüneş**, Fe-%22.3 Ni-%2.7 Mn Alaşımında Martensite Oluşumunun Mössbauer Spektrometresi ile İncelenmesi, Y.L.T., K.Ü. Fen Bil. Enst., Kırıkkale, (2001)
52. **G. Busch and H. Schade**, Lectures on Solid State Physics, Pergaman Press, London, (1976)