

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

Fe-%24.5Ni-%4.5Si ALAŞIMINDA
AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMLERİ
ÜZERİNDE ÇALIŞMALAR

HAKAN GÜNGÜNEŞ

TEMMUZ 2005

Fen Bilimleri Enstitü Müdürünün onayı.

Bu tezin ~~Yüksek Lisans~~ / Doktora tezi olarak ...~~Fizik~~ Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

Bu tezi okuduğumuzu ve Doktora tezi olarak bütün gerekliliklerini yerine getirdiğini onaylarız.

Jüri Üyeleri

Prof.Dr. Tahsin Nuri DURLU

Prof.Dr. Hüseyin AKTAŞ

Prof.Dr. Mustafa DİKİCİ

Prof.Dr. İlhan AKSOY

Doç.Dr. Mehmet KABAK

ÖZET

Fe-%24.5Ni-%4.5Si ALAŞIMINDA
AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMLERİ
ÜZERİNDE ÇALIŞMALAR

GÜNGÜNEŞ, Hakan

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Doktora Tezi

Danışman : Prof. Dr. Tahsin Nuri Durlu

Temmuz 2005, 97 sayfa

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında ısıtma işlem sıcaklığı, ısıtma işlem süresi ve soğutma hızı gibi farklı işlemler sonucu oluşan martensitik faz dönüşümlerinin morfolojik, kristalografik, manyetik ve termal özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak araştırılmıştır. Isıtma işlem sıcaklığı, ısıtma işlem süresi ve soğutma hızının değişmesi ile martensite morfolojisinin değiştiği gözlemlendi. Austenite yapısı içerisinde oluşan α' (b.c.c) martensite'nin Kurdjumov-Sachs tipi dönme bağıntısı sergilediği bulundu. Bu sonuçlar ikizlenmiş kelebek tipi martensite plakaların termal etki ile de oluştuğunu göstermiştir.

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımında austenite yapı ierisinde oluřan martensite fazın antiferromanyetik dzenlemeye sahip olduėu ve ısıı iřlem sıcaklıėının artması ile manyetik alınganlık deėerinin arttıėı AC manyetik alınganlık lmlerinden belirlenmiřtir.

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımında ısıı iřlem sıcaklıėı, ısıı iřlem sresi ve soėuma hızının artması ile oluřan martensite miktarının ve izomer kayma deėerinin arttıėı buna karřın i manyetik alanın azaldıėı Mssbauer spektroskopisi yntemiyle belirlenmiřtir.

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımında ısıı iřlem sıcaklıėı ve ısıı iřlem sresinin artması ile martensite bařlama sıcaklıėı (M_s)' in dřtė termal analiz sistemi (DSC) lmleriyle belirlenmiřtir.

Anahtar Kelimeler: Austenite, Martensite, Fe-Ni-Si Alařımı, Martensitik Dnřmler, α' martensite, Manyetik Alınganlık, Mssbauer Spektroskopisi, İzomer Kayma, İ Manyetik Alan, DSC, TEM, SEM

ABSTRACT

STUDIES ON THE AUSTENITE-MARTENSITE
PHASE TRANSFORMATIONS
IN AN Fe%24.5Ni-%4.5Si ALLOY

GÜNGÜNEŞ, Hakan

Kırıkkale Üniversty

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Ph. D Thesis

Supervisor : Prof. Dr. Tahsin Nuri Durlu

July 2005, 97 pages

Morphological, crystallographic, magnetic and thermal properties of martensitic phase transformations in an Fe%24.5Ni-%4.5Si alloy, under different heat treatments such as heat treatment temperature, heat treatment time and cooling rate were investigated by using various physical systems. It was observed that the morphology of the martensite was changed due to heat treatment temperature, heat treatment time and cooling rate. It was also found that the α' (b.c.c) martensite which was formed in the austenite matrix exhibited a Kurdjumov-Sachs type orientation relationship. The present results indicate the twinned substructure of butterfly-like plate martensites also in thermally induced conditions.

AC magnetic susceptibility studies of the alloy revealed that the martensitic phase which was formed in the austenite matrix of Fe%24,5Ni-%4,5Si alloy showed an antiferromagnetic ordering and the magnetic susceptibility was increased with increasing of heat treatment temperature.

Mössbauer spectroscopy method was employed to determine the amount of martensite and the value of isomer shift were increased with the increasing of heat treatment temperature. Heat treatment time and cooling rate where hyperfine magnetic fields of martensitic phase were decreased.

Differential scanning calorimetry (DSC) measurements revealed that, martensite start temperature (M_s) was decreased as the increase of heat treatment temperature and heat treatment time.

Key Words: Austenite, Martensite, Fe-Ni-Si Alloy, Martensitic Transformations, α' martensite, Magnetic Susceptibility, Mössbauer Spektroskopie, Isomer Shift, Hyperfine Magnetic Fields, DSC, TEM, SEM

Sevgili Anneme...

TEŐEKKÜR

Doktora öğrenimimin her aşamasında değerli bilgi, öneri ve eleştirileri ile çalışmalarımaya yön veren ve her konuda destek olan, üniversitemize Elektronmikroskop Laboratuvarını kurarak bizlere her türlü bilimsel çalışma ortamını kullanmamıza öncülük eden tez danışmanı hocam Sayın Prof. Dr. Tahsin Nuri DURLU'ya teşekkürlerimi sunarım.

Doktora çalışmalarım esnasında yardımlarını esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Hüseyin AKTAŐ, Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ, Prof. Dr. İlhan Aksoy, Yrd. Doç. Dr. Selçuk Aktürk, Arş. Gör. Erdem YAŐAR, Arş. Gör. Kutalmıő GÜVEN, Arş. Gör. Emre Güler, Arş. Gör. Dr. Ahmet KILIÇ'a tez çalışmam süresince yaptığı yardımlardan dolayı sonsuz teşekkür ederim. Tez çalışması boyunca yardımlarını gördüğüm Arş. Gör. Dr. Talip Kırındı, Arş. Gör. Dr. Uğur SARI, Öğretim Görevlisi Nuray ÖZDEMİR ve Fizik bölümündeki diğer hocalarıma teşekkür ederim.

Destekleri ile her zaman yanımda olan aileme ve tüm arkadaşlarıma teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER	vi
ÇİZELGELERİN DİZİNİ	ix
ŞEKİLLERİN DİZİNİ	x
SİMGELERİN DİZİNİ	xv
1. GİRİŞ	1
1.1. Literatür Özeti	3
1.2. Çalışmanın Amacı	6
2. MATERYAL VE YÖNTEM	8
2.1. Martensitik Faz Dönüşümü	8
2.1.1. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşumu	9
2.1.2. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri	13
2.1.3. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Tersinir Olma Özelliği	17
2.1.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalogafik Teorileri	20
2.1.5. Martensitik Dönüşümlerin Yapısal ve Kristalografik Özellikleri	24
2.2. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi	29
2.1.1. bcc Martensite Oluşumunda Dislokasyon Etkisi	30
2.3. Deneysel Materyal ve Yöntem	33
2.3.1. Alaşımların Hazırlanması	33

2.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri	
İçin Alaşımların Hazırlanması	34
2.3.3. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri	
İçin Alaşımların Hazırlanması	34
2.3.4. AC Magnetik Alınganlık Ölçümleri İçin	
Alaşımların Hazırlanması	35
2.3.5. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin	
Alaşımların Hazırlanması	35
2.3.6. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin	
Alaşımların Hazırlanması	36
2.4. Yöntem	37
2.4.1. AC Magnetik Alınganlık Ölçüm Sistemi	37
2.4.2. Mössbauer Spektrometresi Sistemi	41
2.4.2.1. Gama Işınlarnın Rezonasla Soğurulması ve	
Mössbauer Olayı	42
2.4.2.2. İzomer Kayma	46
2.4.2.3. Mössbauer Spektrumlarının Elde Edilmesi	47
2.4.3. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçüm Sistemi	50
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	52
3.1. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımında Oluşan Atermal α' (bcc)	
Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	
İncelemesi	52

3.2. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alařımında Oluřan Atermal α' (bcc) Martensite Yapının Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemesi	58
3.3. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alařımında Oluřan Austenite- Martensite Faz Dönüřümünün Magnetik Özelliklerinin AC Magnetik Alınganlık Ölçüm Yöntemi İle Belirlenmesi	70
3.4. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alařımında Oluřan Austenite- Martensite Faz Dönüřümünün Magnetik Özelliklerinin Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi İle İncelenmesi	74
3.5. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alařımında Oluřan Austenite- Martensite Faz Dönüřümünün Termal Özellikleri	82
4. SONUÇ.....	85
KAYNAKLAR	92

ÇİZELGELERİN DİZİNİ

ÇİZELGE

3.4.1. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımında Mössbauer Spektroskopisi

Yöntemi ile Elde Edilen Sonuçlar79

3.5.1. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımının Isıl İşlem Sıcaklığı

ve Isıl İşlem Süresine Bağlı M_s Sıcaklığının Değişimi84

ŞEKİLLERİN DİZİNİ

ŞEKİL

2.1.1. Austenite (γ) ve martensite (α) fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi	14
2.1.2. Fe-23.2%Ni-3.62%Mn-0.016%C alaşımında izotermal dönüşüm için C eğrisi	16
2.1.3. a) Fe-%30 Ni alaşımında elektirksel direncin sıcaklığa göre değişimi b) Cu – Zn alaşımları için, martensitik faz dönüşümlerinde elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi	18
2.1.4. Bain modeline göre fcc yapının bcc yapıya dönüşümü	21
2.1.5. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite kristallerinin yerleşim şeması	22
2.1.6. a) fcc kristal yapı, b) bcc kristal yapı	26
2.1.7. fcc ve bcc kristal yapılar arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama kristalografik dönme bağıntıları	27
2.4.1. AC Alınganlık ölçüm sistemi şeması	37
2.4.2. AC magnetik alınganlık sisteminde bobinlerin şematik gösterimi	40
2.4.3. Mössbauer Spektrometresi	41
2.4.4. Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş	43
2.4.5. γ fotonu yayınlayan çekirdek eşit momentumla geri teper	44

2.4.6.	Yayınlama ve Soğurma çizgileri	
.....		45
2.4.7. (a)	⁵⁷ Fe'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda	
	yarılmaları (b) Yarılmalar sonucu Mössbauer Spektrumunda	
	oluşan çizgiler49
3.1.1.	1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtıl işlem uygulanan alaşımda	
	oda sıcaklığında oluşan austenite yapı53
3.1.2.	1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıtıl işlem uygulanan alaşımda	
	oda sıcaklığında oluşan austenite yapı53
3.1.3.	1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtıl işlem uygulanan alaşımda	
	oda sıcaklığında oluşan austenite yapı54
3.1.4.	1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtıl işlem uygulanan alaşımda	
	-196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan	
	martensite kristalleri55
3.1.5.	1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıtıl işlem uygulanan alaşımda	
	-196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan	
	martensite kristalleri55
3.1.6.	1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtıl işlem uygulanan alaşımda	
	-196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan	
	martensite kristalleri56
3.1.7.	1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtıl işlem uygulanıp, aniden	

-196 °C' ye soğutulan alaşım' da oluşan martensite kristalleri	57
3.2.1. a) 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X30K)	59
3.2.1. b) 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda austenite ve martensite faza ait karanlık alan görüntüsü (X30K)	60
3.2.1. c) 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda austenite ve martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı	60
3.2.2. 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda oluşan dislokasyon ağı (X50K)	61
3.2.3. 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda oluşan kelebek şekilli martensite ve indislenmiş elektron kırınım deseni (X25K)	62
3.2.4. a) 1100 °C' de 45 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X30K)	63
3.2.4. b) 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı	63
3.2.5. a) 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım işlem uygulanıp aniden -196 °C' ye soğutulan alaşımda austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X50K)	65
3.2.5. b) 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım işlem uygulanıp aniden -196 °C' ye soğutulan alaşımda austenite ve martensite faza ait	

karanlık alan görüntüsü (X50K)	65
3.2.5. c) 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtılarak uygulanıp aniden -196 °C'ye soğutulan alaşımda austenite ve martensite bölgesinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı	66
3.2.6. a) 1250 °C' de 24 saat ısıtılarak görmüş alaşımda ikizlenmiş bölgenin aydınlık alan görüntüsü (X150K)	68
3.2.6. b) 1250 °C' de 24 saat ısıtılarak görmüş alaşımda ikizlenmiş bölgenin aydınlık alan görüntüsü (X150K)	68
3.2.6. c) 1250 °C' de 24 saat ısıtılarak görmüş alaşımda ikizlenmiş bölgeden alınan kırınım deseni ve diyagramı	69
3.3.1. 1250 °C' de 24 saat ısıtılarak görmüş Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında sıcaklığa karşı a.c magnetik alınganlığı	72
3.3.2. 1100 °C' de 24 saat ısıtılarak görmüş Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında sıcaklığa karşı a.c magnetik alınganlığı	73
3.4.1. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtılarak uygulanan alaşımda, oda sıcaklığında alınan austenite yapının mössbauer spektrumu	75
3.4.2. 1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıtılarak uygulanan alaşımda, oda sıcaklığında alınan austenite yapının mössbauer spektrumu	76
3.4.3. 1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtılarak uygulanan alaşımda, oda sıcaklığında alınan austenite yapının mössbauer spektrumu	76

3.4.4. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda, -196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu	77
3.4.5. 1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıtım uygulanan alaşımda, -196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu	77
3.4.6. 1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda, -196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu	78
3.4.7. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanıp aniden -196 °C' ye soğutulan alaşımda, austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu	78
3.5.1. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda, sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	82
3.5.2. 1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıtım uygulanan alaşımda, sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	83
3.5.3. 1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda, sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	83

SİMGELERİN DİZİNİ

SİMGE

γ	Yüz merkezli kübik yapı
α	Hacim merkezli tetragonal yapı
α'	Hacim merkezli kübik yapı
T_0	Austenite ve martensite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
M_S	Martensite başlama sıcaklığı
M_F	Martensite bitiş sıcaklığı
A_S	Austenite başlama sıcaklığı
ΔG	Kimyasal serbest enerji değişimi
G^α	Ürün fazın kimyasal serbest enerjisi
G^γ	Ana fazın kimyasal serbest enerjisi
\vec{b}	Burgers vektörü
S	Entropi
T	Mutlak sıcaklık
M	Mıknatıslanma

H	Manyetik Alan
$B_{iç}$	İç manyetik alan
χ	Manyetik alınganlık
δ	İzomer kayma
E_U	Uyarılmış durum enerjisi
E_T	Taban durum enerjisi
E_G	Geri tepme enerjisi
T_N	Neel sıcaklığı
AC	Alternatif akım
DC	Doğru akım

KISALTMALAR

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 hegzagonal yapı
DSC	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
TEM	Geçirmeli Elektron Mikroskobu
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu

1. GİRİŞ

Metallerin günümüz dünyasında teknolojik önemi eski çağ insanların madenleri tanınması ve bulunduđu çağın şartlarına uygun şekilde işlemeyi deneysel olarak öğrenmesi ile başlamıştır. M.Ö 1300' lü yıllarda çeşitli fiziksel etkenler uygulanarak yumuşak demirin sertleştirildiđi bilinmektedir. 19. yy sonlarında materyal bilimi ile uğraşan araştırmacılar, uygulanan fiziksel etkenler sonucu materyalin kristal yapısında önemli deđişiklikler olduđunu ve yumuşak demirin neden sertlik kazandıđını kristal yapıdaki deđişimden kaynaklandıđını göstermişlerdir. Soğutulan ve dövülen yumuşak demirde çeşitli mikro yapıların olduđunu ilk defa Alman bilim adamı Martens bulmuş ve bulunan mikro yapıları "martensite kristalleri" adı verilmiştir⁽¹⁻³⁾. Uygulanan fiziksel etkenler sonucu Austenite ana yapı içerisinde ortaya çıkan martensite kristalleri materyalin fiziksel özelliklerinde önemli deđişikliklere neden olur. Martensite' nin austenite içerisinde oluşumu, geniş bir alanda sarsıntıya yol açan bir depremin, küçük bir yarık ortaya çıkarmasına benzetilebilir⁽¹⁾.

Martensitik faz dönüşümleri ilk defa demir alaşımlarında gözlenmiş ve demirin hem sanayide öneminden dolayı hem de maliyetinin düşük olmasından dolayı yoğunluk bu alaşımlar üzerinde toplanmıştır. Başlangıçta yalnızca Fe ve alaşımlarında olduđu sanılan bu dönüşümlerin, pek çok metal ve metal alaşımlarında da oluşabildiđi bulunmuştur⁽²⁾.

Faz dönüşümü sırasında kristali oluşturan atomların birbirine göre konumları ya da komşulukları değiştirerek meydana gelen dönüşümlere Difüzyonlu faz dönüşümü denir. Atomların birbirlerine göre komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de Difüzyonsuz faz dönüşümü denir⁽³⁾. Difüzyonsuz faz dönüşümünde kristal yapı bir bütün olarak ötelenir.

Austenite-martensite faz dönüşümü sıcaklığın hızlıca düşürülmesi ile, dış mekaniksel zorun etkisi ile veya her iki etkinin birlikte uygulanması ile gerçekleşir. Termal etki ile oluşan martensitik dönüşümler alaşımın kompozisyonuna göre atermal veya izotermal olarak gerçekleşir. Atermal özellik gösteren martensitik dönüşümler çok yüksek hızlarda patlama şeklinde oluşurken izotermal özellik gösteren dönüşümler gözle izlenebilecek kadar yavaş bir şekilde zamana bağlı olarak oluşur. Mekanik zor ile meydana gelen dönüşümler ise zor veya zorlanma etkili martensitik dönüşümlerdir^(2,4).

Metallerde şekil hatırlama özelliğinin teknolojik öneminden dolayı martensitik faz dönüşümü üzerinde yapılan çalışmalar daha da önem kazanmıştır. Genel olarak 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 bazı Fe bazlı alaşımların şekil hatırlatma özelliği göstermesi ve maliyetinin ucuz olmasından dolayı, martensitik faz dönüşümlerinin Fe bazlı alaşımlarda yoğunlaşmasına sebep

olmuştur⁽⁵⁾. Bunlar arasında, Fe-Mn-Si ve Fe-Ni bazlı şekil hatırlama özelliğine sahip alaşımlar maliyetinin ucuz olmasından dolayı teknolojik uygulamalarda tercih edilen alaşımlardır⁽⁶⁾. Fe-Ni-C⁽⁷⁾, Fe-Ni-Co-Ti^(8,9), Fe-Ni-Al-Co-C⁽¹⁰⁾, Fe-Ni-Nb⁽¹¹⁾ gibi bazı Fe-Ni bazlı alaşımlar şekil hatırlama özelliği gösterir.

Austenite ana faz içerisinde, ince plaka tipi martensite oluşumu kısmen şekil hatırlama özelliğinin bir sonucudur⁽⁶⁾. Fe-Ni-Si alaşımlarında farklı ısı işlem sıcaklığı ve ısı işlem süresi sonucu oluşan martensite morfolojisinin farklılığından yararlanılarak bu alaşımların da şekil hatırlama özelliği gösterdiği bulunmuştur^(6,12).

1.1 Literatür Özeti

Austenite- Martensite faz dönüşümleri difuzyonsuz karakterleri dolayısı ile ortaya çıkardıkları önemli ilgi çekici fiziksel özellikleri yanında; materyalin mekanik özelliklerinde yaptıkları büyük değişiklikler nedeni ile çoğu araştırmaya konu olmuştur. Özellikle Fe-Ni bazlı alaşımların özel manyetik özelliklere sahip olması, şekil hatırlatma özelliği göstermesi, soğuk işlenebilmesi, yüksek elektrik dirence sahip olması ve maliyetinin ucuz olmasından dolayı teknolojik olarak tercih edilen alaşımlardır. Burada Fe-Ni ve Fe-Ni bazlı alaşımlarda yapılan bazı çalışmalarını özetlersek;

Fe-Ni-Si alaşımlarının şekil hatırlama özelliğini gösteren çalışmada; farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde yaşlandırma etkisi sonucu; Alaşımın M_s sıcaklığının azaldığı ve sertliğinin arttığı gösterilmiş, bununda austenite yapıda oluşan çökelti fazdan kaynaklandığı belirtilmiştir^(6,12). Aynı zamanda

uzun süre yaşlandırma sonucu martensite morfolojisinin iğ (lenticular) tipinden ince plaka (thin plate) tipine dönüştüğünü ve deformasyon sıcaklığının azalması ile şekil hatırlama özelliğinin arttığı gösterilmiştir^(6,12).

Fe-Ni-Si alaşımlarında 800-1200 °C arasında oluşan fazlar ve bu fazlar arasındaki geçiş bölgelerinin genişlikleri, Ni ve Si miktarının değişimine göre gösterilmiştir⁽¹³⁾.

Kaufman ve Cohen⁽¹⁴⁾, Fe-Ni alaşımlarında Ni miktarı değiştikçe Austenite-Martensite faz diyagramını sıcaklığın bir fonksiyonu olarak belirlemiş, Ni miktarı artması ile M_s sıcaklığının düştüğünü göstermişlerdir. Burada Ni miktarı %9.5 iken M_s 525 °C, %33 iken M_s -223 °C olarak bulunmuştur.

Patterson ve Wayman⁽¹⁵⁾, Fe-Ni ve Fe-Ni-C alaşımlarında meydana gelen martensitlerin ikizlenmesi, büyümesi ve kristallografisi üzerine araştırma yapmışlardır. Yaptıkları bu araştırmada Ni oranı değiştikçe morfolojinin değiştiğini ve meydana gelen ikizlenme bölgelerinin genişlediğini, ayrıca ikizlenmemiş bölgelerde meydana gelen dislokasyonların kayma doğrultularına paralel olduğunu, tamamen ikizlenmiş martensite plakaların daha düşük dönüşüm sıcaklıklarında oluştuğunu ve C miktarının ikizlenme üzerine etkisini göstermişlerdir.

Fe-%24Ni-%0.45C alaşımında dönüşüm sıcaklığı civarında kısmen ikizlenmiş iğ (lenticular) tipi ve dönüşüm sıcaklığının 20-30 °C altında tamamen ikizlenmiş ince plaka (thin plate) tipi martensitlerin oluştuğu ve ince plaka martensitlerin $\{112\}_\alpha$ tipi dönüşüm ikizlerinden oluştuğu

bulunmuştur. Ayrıca dislokasyonların martensite kristallerin kayma doğrultusuna paralel olduğu gözlenmiştir⁽¹⁶⁾.

Fe-%11,15,23,31Ni alaşımları üzerine yapılan çalışmalardan; %31Ni içeren alaşımda iğ (lenticular) tipli martensite oluşurken diğerlerinde çubuk (lath) tipli martensite olduğu ve çubuk tipli martensite' de dislokasyon yoğunluğunun daha fazla olduğu bulunmuş, bunun da iğ tipi martensite'de kısmen oluşmuş ikizlenmelerden kaynaklandığı belirtilmiştir⁽¹⁷⁾.

Fe-Ni alaşımlarında deformasyon miktarının artması ile tersinir dönüşüm sıcaklığı A_s 'nin; Fe-15%Ni için hemen hemen sabit kaldığı, Fe-31%Ni için deformasyon arttıkça A_s 'nin arttığı bulunmuştur⁽¹⁸⁾.

Fe-%29Ni alaşımına oda sıcaklığında uygulanan %4 deformasyon sonucu; oluşan martensite'lerin kelebek (butterfly) şekilli ve çubuk (lath) tipli olduğu ve morfolojik özellikleri farklı olmasına rağmen, bunların habit düzlemlerinin $\{225\}_\gamma$ ve dönme bağıntılarının Kurdjumov-Sachs dönme bağıntılarına uyduğu gösterilmiştir⁽¹⁹⁾.

$Ni_3Fe_{1-x}Si_x$ alaşımında silisyum miktarı arttıkça iç manyetik alanın azaldığı Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmiştir⁽²⁰⁾.

Fe-%33Ni-%0.7C alaşımı ve Fe-Ni-C alaşımlarında yapılan çalışmalarda, ısıtma işlem sıcaklığı arttıkça alaşımın iç manyetik alanının azaldığı Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmiştir^(21,22).

Fe-Ni alaşımlarının manyetik ve yapısal özelliklerinin, oda sıcaklığı ve sıvı azot sıcaklığında Ni miktarına bağlı olarak değişimi Mössbauer spektroskopisi yöntemiyle belirlenmiştir⁽²³⁾.

Bazı Fe-Ni bazlı alaşımlarda atermal ve izotermal tip dönüşümlerin her ikisi birden meydana gelebilir. Fe-%24Ni-%4Mo alaşımı üzerine yapılan çalışmada, izotermal dönüşümün başlama sıcaklığının -40 °C ile -160 °C aralığında olduğunu ve atermal M_s sıcaklığının -80 °C olduğunu bulunmuştur⁽²⁴⁾.

Kakeshita ve arkadaşları⁽²⁵⁾ Fe-%31.4Ni-%0.5Mn alaşımında martensitik dönüşümün atermal tipli ve dönüşüm sıcaklığını 195 °K olduğunu, Fe-%24.9Ni-%3.9Mn alaşımında ise dönüşümün izotermal tipli ve dönüşüm sıcaklığının ise 153 °K olduğunu bulmuşlardır.

1.2. Çalışmanın Amacı

Günümüz teknolojisinde gelişmeler ile metal ve metal alaşımlarının teknolojide önemi her geçen gün artmaktadır. Metallerin teknolojik kullanımındaki öneminden dolayı uygulama alanında tam olarak kullanılabilmesi için tüm özelliklerinin bilinmesi gerekir. Martensitik faz dönüşümü sergileyen bu alaşımların yapısal, kristalografik, kinetik, manyetik ve mekanik özelliklerinin incelenmesi gerekir.

Fe-Si alaşımları, yüksek manyetik geçirgenliği ve elektrik akımının kaybının az olması gibi sebeplerden dolayı özellikle transformatörlerde kullanılır. Fe-Ni alaşımlarında özel manyetik özellikler sergilemesine rağmen literatürde Fe-Ni-Si alaşımları üzerine fazla bir çalışma yapılmamıştır. Özellikle bir malzemeye silisyum eklenmesi yapının dayanımını artırması ve yığılım hatası (stacking fault) enerjisini azaltmasından dolayı alaşımın şekil hatırlama özelliği göstermesinde önemlidir⁽⁵⁾.

Bu doktora tez çalışmasında Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında ısıtılma işlem süresi, ısıtılma işlem sıcaklığı ve soğuma hızının etkisi sonucu alaşımın kristalografik, morfolojik, kinetik, termodinamik ve manyetik özelliklerinin nasıl etkilendiği çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak bulunacak ve buradan elde edilecek sonuçlarla bir yandan bu tür martensite oluşumunun fiziksel özellikleri ortaya konulurken öte yandan bu tür faz dönüşümlerinin materyalin fiziksel özelliklerinde ortaya çıkarttığı değişiklikler bulunmaya çalışılacaktır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Martensitik Faz Dönüşümü

Bir malzemede iç yapı yönünden farklı olan kısımlara faz denir. Her faz atomların homojen olarak dizilmeleri sonucu oluşan belirli bir yapıya sahiptir. Cisimler bağ kuvvetleri etkisi altında en küçük enerjili denge konumunda bulunan atomlar grubundan oluşurlar⁽³⁰⁾. Homojen olarak dizilmiş atomlar kararlı denge halinde belirli bir faz meydana getirirler. Ancak uygulanan bir fiziksel etken ile enerji içeriği değişir, denge bozulur, atomlar daha düşük enerji gerektiren başka bir denge konumuna geçerek değişik biçimde dizilir ve sonuçta yeni bir faz oluşur. Belirli fazlardan oluşan bir denge yapısından değişik fazlardan oluşan diğer bir denge yapısına geçiş olayına “faz dönüşümü” denir⁽³⁰⁾. Katı yapılarda gözlenen faz dönüşümleri sırasında atomlar yeni faz yapısını oluştururken yer değiştirir. Atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümleri “difuzyonsuz”, komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine de “difuzyonlu” faz dönüşümleri denir^(3,4). İlk defa Fe ve Fe alaşımlarında gözlenen ve materyalin fiziksel özelliklerinde önemli değişikliklere yol açan difuzyonsuz 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^(2,29).

Genelde, tüm metal ve alaşımlar atomlarının difüzyonlu bir oluşumla yer değiştirmeyecekleri kadar hızlı bir şekilde soğutulduklarında (veya ısıtıldıklarında) difüzyonsuz faz dönüşümü gösterirler. Bu tür bir oluşum martensitik faz dönüşümü olarak tanımlanır. Difüzyonsuz özellikleri nedeni ile martensitik faz dönüşümleri, kristalografik olarak, atomların atomlar arası uzaklıklardan daha küçük uzaklıklarda yer değiştirdikleri dönüşümler şeklinde de tanımlanabilirler⁽³¹⁾.

Martensitin çelikleri sertleştirmesi ve mukavementlendirmesi nedeniyle çeliklerde martensitik faz dönüşümünün çalışılması büyük bir öneme sahiptir.

2.1.1 Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşumu

Fe bazlı alaşımlar yaklaşık olarak 1400 °C' de erir. Havasız ortamda oda sıcaklığına soğutulurken yaklaşık 900 °C civarında yüz merkezli kübik (fcc) yapıda kristalleşir. Alaşımın bu fazına "austenite" adı verilir. Austenite fazdaki alaşım uygulanan fiziksel etkenler sebebi ile hacim merkezli tetragonal (bct), sıkı paketlenmiş heksagonal (hcp) veya hacim merkezli kübik (bcc) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına ise "martensite" adı verilir.

Martensite oluşumu ile ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modelleri, dislokasyon gruplarından oluşan martensite kristal çekirdeklerinin ana austenite faz içerisindeki kristal yapı bozukluklarından oluştuğunu varsaymış ve bu daha sonra deneysel gözlemlerle kanıtlanmıştır⁽³²⁾. 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^(3,32). Martensite kristallerinin büyümesi birbirlerine veya tane sınırlarına çarpana kadar hızla devam eder⁽³³⁾. Atomların seyrek dizildiği tane sınır bölgesinin enerjisi tanelerden daha yüksektir, bundan dolayı tane sınırlarıda çekirdeklenme noktaları olarak davranır ve ana fazın kararsız olmasını sağlarlar. Diğer taraftan komşu tanelerle uyum sağlayamadıkları için dislokasyon hareketini engeller^(2,30).

Austenite ve martensite yapı arasındaki serbest enerji farkı ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinin, genelde üç tür fiziksel etki ile oluştuğu bilinmektedir^(2,3). Austenite yapının sıcaklığının değiştirilmesi ile dönüşüm sağlanabileceği gibi, ana faza deformasyon veya her iki etkinin beraber uygulanması ile de dönüşüm ortaya çıkabilir⁽³⁵⁾. 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⁽³⁴⁾.

Termal etkenler ile oluşan martensitik dönüşümün başlayabilmesi için; austenite yapının sıcaklığı, austenite ve martensite kristallerinin kararlı buldukları T_0 denge sıcaklığının altına düşürülmelidir. Sıcaklığın T_0 ' ın altına düşürülmesi ile sıcaklığın M_s martensite başlama sıcaklığına eriştiği

zaman dönüşüm başlar. Metallerde T_0 ve M_s arasındaki sıcaklık farkına karşılık gelen serbest enerji değişimi, dönüşüm için gerekli sürücü kuvveti oluşturur⁽¹⁴⁾. Bu durumda kristal yapı, yüksek sıcaklıktaki kararlı durumdan daha alçak sıcaklıktaki kararlı duruma geçer ve austenit fazdan martensite faza dönüşüm gerçekleşir⁽³⁾. Dönüşümü ortaya çıkaran fiziksel etkinin büyüklüğü ve cinsi, materyalin içerdiği elementlere ve bunların oranına bağlıdır. Fe-Ni-Si alaşımlarında yapılan bir çalışmada, Si miktarının artması ile M_s sıcaklığının azaldığı ve martensite morfolojisinin çubuk (lath) tipinden iğ (lenticular) tipi ne değiştiği bulunmuştur⁽¹²⁾. Austenite sıcaklığının tane boyutunu değiştirdiği ve austenite içindeki kusur yapısındaki değişimlerden dolayı M_s sıcaklığının değiştiği üzerine çalışmalar yapılmıştır. Fe-Ni-C alaşımlarında yapılan çalışmada, minimum ve maksimum tane boyutunun M_s sıcaklığını ortalama 25 °C değiştirdiği gösterilmiştir⁽⁴⁷⁾. Fe-Ni-Mo alaşımlarında ise ısı işlem sıcaklığının artması ile tane boyutunun büyüdüğü ve M_s sıcaklığının yükseldiği bulunmuştur⁽⁴¹⁾.

Austenite kristal yapıya dışardan uygulanan mekanik zor ile de martensitik faz dönüşümü gerçekleşebilir^(2,19,36). Ana faza uygulanan küçük zorlar, ana fazda homojen bir şekil değişimine yol açacağı için, martensite oluşumu ile mekanik zorlar arasında bir ilişkinin varlığı düşünülmelidir^(37,38). Dışarıdan uygulanan zor; martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise, bu durumda dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı yükselecektir⁽³⁹⁾. Uygulanan zor martensite kristalinin oluşumunu engelleyici yönde ise, bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı düşecektir⁽⁴⁰⁾. Fe-Ni-C tek kristallerinde oda sıcaklığında deformasyon miktarının artması ile

M_s sıcaklığının arttığı, deformasyon miktarının %40'ı geçmesi durumunda ise M_s sıcaklığının azaldığı bulunmuştur⁽⁴²⁾. Bazı Fe bazlı alaşımlarda yapılan çalışmalarda, deformasyon miktarının artması ile ana faz içerisinde oluşan martensite miktarının arttığını gösterilmiştir⁽⁴³⁻⁴⁵⁾.

Martensitik dönüşüm için, deformasyon sıcaklığının M_s sıcaklığının üstünde olması önemlidir. Bu sıcaklığın üzerinde bir sıcaklıkta, austenite veya austenite ve martensite'nin bulunduğu duruma uygulanan zor dönüşüm için bir tetikleme görevi yapar⁽⁴⁶⁾. Bu şekilde oluşan bir dönüşüm, termal etkiyle önceden oluşmuş çekirdeklenme yerlerinde fakat zor etkisiyle gerçekleşir. Yani uygulanan zor ile yeni çekirdeklenme oluşmaz, zor öncesi var olan çekirdeklenme bölgelerinde oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensite zor- etkili martensite (stress-induced) olarak isimlendirilir. Şayet dönüşüm, plastik deformasyon sonucu yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu şekilde oluşan martensite zorlanma- etkili martensite (strain-induced) olarak adlandırılır⁽⁴⁶⁾. Martensitik dönüşüm üzerine sıcaklık değişimi ve deformasyon etkisini birlikte göstermek amacıyla Fe-Ni-C alaşımlarında yapılan bir çalışmada; zorlanma- etkili martensite oluşturmak için gerekli minimum deformasyonun altında bir deformasyon uygulanmasıyla M_s sıcaklığının normal değerinden 10-15 °C yükseldiği bulunmuştur⁽⁴⁷⁾. Plastik zorlanmanın neden olduğu martensite'nin oluşum mekanizması ve morfolojisi atermal olarak meydana gelen martensite'den farklı olmasına rağmen bu martensite'lerin kinetik ve kristalografik özellikleri benzerdir⁽⁴³⁾.

Austenite kristal yapıya dışarıdan uygulanan manyetik alan etkisi sonucunda da martensite oluşur⁽²⁾. Çelikler üzerine yapılan çalışmada,

uygulanan manyetik alan sonucu M_s yükseldiği ve oluşan martensite miktarının arttığı bulunmuştur⁽²⁾. Bu etki martensite fazın (α') serbest enerjisinin manyetik alanda azalması ile açıklanır. Manyetik alan olmaksızın dönüşüm M_s 'de başlar. Austenite ve martensite arasındaki serbest enerji farkından kaynaklanan sürücü kuvvet, manyetik alan var iken manyetik enerji tarafından azaltılır. Böylece sürücü kuvvetin değeri M_s 'in üzerindeki bir sıcaklıkta dönüşüme neden olmak için yeterlidir. Fe-Ni alaşımlarında yapılan bir çalışmada, manyetik alan şiddeti arttıkça M_s sıcaklığının yükseldiği ve martensite miktarının arttığı bulunmuştur⁽⁴⁸⁾.

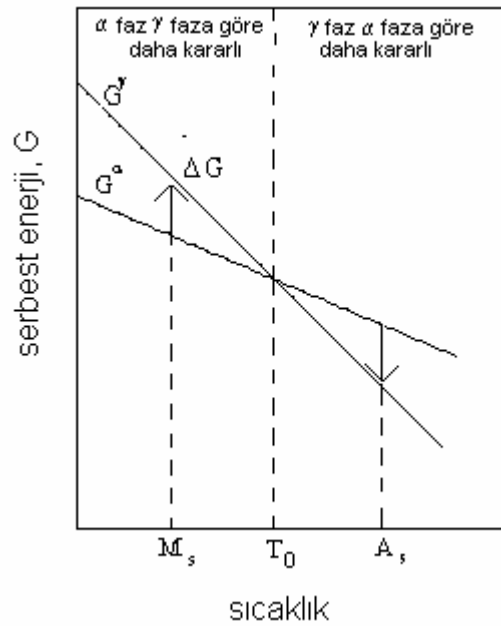
2.1.2. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri

Metal ve alaşımlarının çeşitli denge hallerindeki iç yapıları, termodinamik kanunların kontrolü altında olup maddenin atomları ve molekülleri termodinamik sistemi meydana getirir. Böyle bir sistem, çevreden yalıtılmış olarak kendi iç şartları içinde yeteri kadar bekletilirse kararlı hale gelir. Bu duruma denge hali denir. Denge haline gelmiş herhangi iki sistem, kendi içlerinde homojen olmakla birlikte ikisi bir arada bulunduğu zaman heterojendir. Bu şekilde oluşan heterojen bir sistem homojen kısımlara ayrılabilirse, böyle gruplara sistemin fazları denir⁽³⁰⁾.

Difüzyonsuz bir faz dönüşümü olan austenite-martensite faz dönüşümlerinde, dönüşüm martensite başlama sıcaklığı olarak tanımlanan M_s sıcaklığında başlayarak, martensite bitiş sıcaklığı olarak tanımlanan M_f sıcaklığında sonlanır. Martensite fazın, austenite faza tekrar dönüştüğü sıcaklık, A_s olarak tanımlanır. Bu sıcaklıklar alaşımın cinsine ve içindeki

elementlerin oranına bağlıdır. Fe-Ni alaşımlarında Ni miktarı arttıkça, M_s ve M_f doğrusala yakın kabul edilebilecek bir değişimle azalmaktadır^(2,14).

Austenite yapıdan martensite yapıya dönüşümün başlayabilmesi için, austenite fazın sıcaklığının, her iki fazın kararlı bulunduğu T_0 denge sıcaklığından, M_s sıcaklığına düşürülmesi gerekir. Bu durumda $(T_0 - M_s)$ sıcaklık farkı ile ortaya çıkan kimyasal serbest enerji değişimi ΔG , dönüşümü oluşturacak sürücü kuvveti açığa çıkarır ve dönüşüm olayı gerçekleşir. Denge sıcaklığı olarak tanımlanan T_0 sıcaklığında, her iki fazın serbest enerjileri eşit olduğundan, serbest enerji farkı sıfırdır. Şekil 2.1.1'de austenite ve martensite fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlılığı şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.1.1. Austenite (γ) ve martensite (α) fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi⁽⁴⁹⁾.

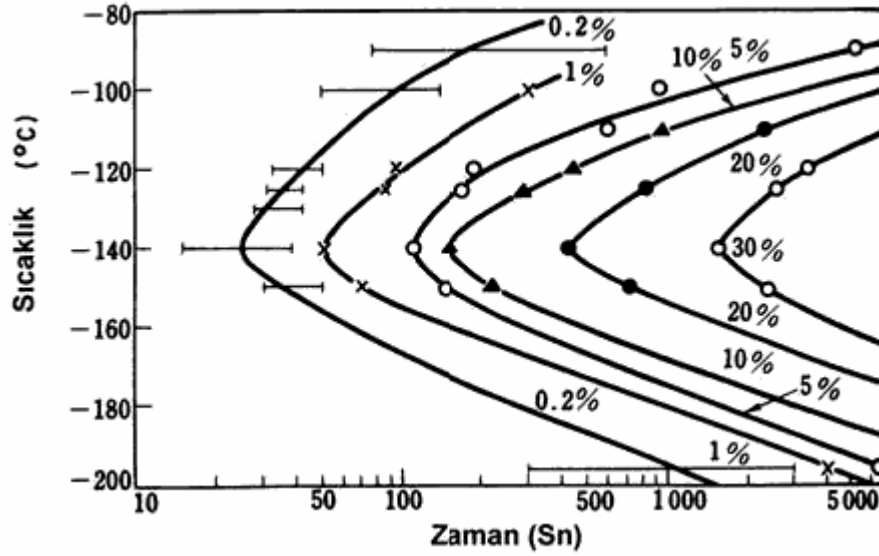
Termodinamik yasalarına göre; bir sistem her zaman en küçük enerjili denge durumunda bulunmak ister. Bundan dolayı, T_0 denge sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda serbest enerji farkı sıfırdan büyüktür. Bu durumda martensite fazın serbest enerjisi daha küçük olduğu için, martensite faz daha kararlıdır. T_0 denge sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçüktür ve austenite faz daha kararlıdır. Dönüşümün başlayabilmesi için gerekli olan fiziksel etkinin yanı sıra alaşımın kompozisyonu ve içerisinde bulunan elementlerin miktarı önemli bir etkiye sahiptir^(3,4,47).

Martensite faz dönüşümlerinin kinetik özelliklerini belirlemek amacıyla yapılan çalışmalar sonucu, atermal ve izotermal özellikli iki değişik martensite oluşumunun varlığı görülür^(2,25,26,50,51).

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 martensite'ler oluşabilir, ancak daha önce oluşan martensite'ler daha düşük sıcaklıklarda hacimce büyüme göstermezler. Bunshah ve Mehli⁽⁵⁰⁾, Fe bazlı alaşımlarda termal etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} sn' de ortaya çıktığını belirlemişlerdir.

Bazı alaşımlarda ise, martensite yapının oluşumu izotermal ve gözle izlenebilecek kadar yavaş olabilir⁽⁵¹⁾. Bu tür dönüşümlerde, M_s sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabilir ve daha önce oluşan martensite kristalleri hacimce bir büyüme gösterebilir. İzotermal martensite dönüşümlerinde M_s sıcaklığı çok kesin olarak belirlenememekte olup, dönüşüm hem zamanın hemde sıcaklığın bir fonksiyonudur. Şekil

2.1.2'de Fe-23.2%Ni-3.62%Mn-0.016%C alaşımında izotermal dönüşüm için C eğrisi verilmektedir⁽²⁾. Şekilde görüldüğü gibi zamana ve sıcaklığa bağlı olarak dönüşüm miktarı değişmektedir.



Şekil 2.1.2. Fe-23.2%Ni-3.62%Mn-0.016%C alaşımında izotermal dönüşüm için C eğrisi⁽²⁾.

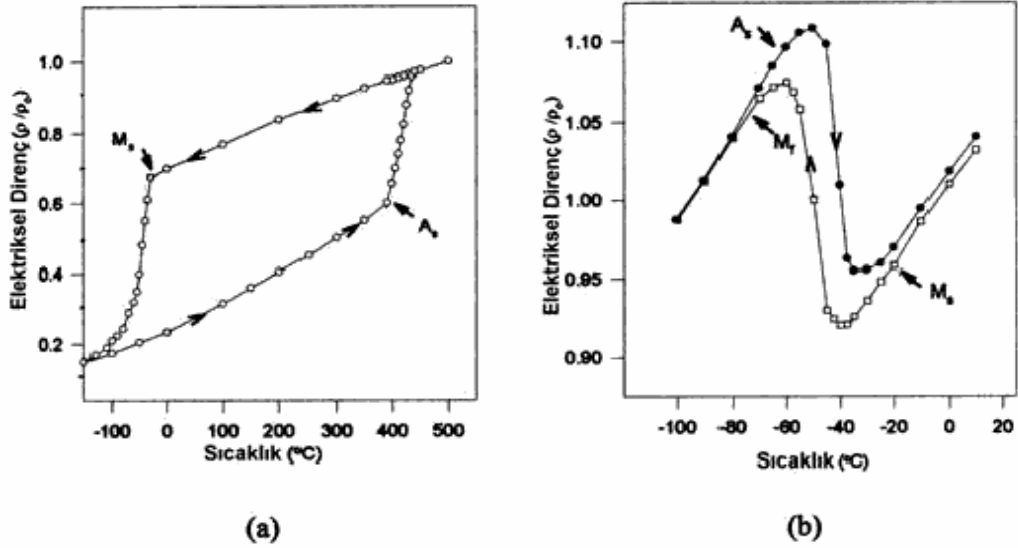
Martensitik dönüşümün atermal veya izotermal olması materyalin kimyasal kompozisyonuna bağlıdır⁽²⁾. Bazı Fe bazlı alaşımlarda atermal ve izotermal tip dönüşümlerin her ikisi birden meydana gelebilir^(2,25,26). Fe-Ni-Mn ve Fe-Ni-Cr alaşımları hem izotermal hem de atermal özellik gösteren tipik alaşımlardır^(25,26). Kakeshita ve çalışma grubu⁽²⁵⁾ Fe-Ni-Mn alaşımlarında, Mn miktarına bağlı olarak atermal ve izotermal dönüşümleri hassasiyetle belirlemişlerdir. Fe-Ni-Cr alaşımlarında yapılan bir çalışmada, zamana bağlı olarak izotermal martensite değişim miktarı gösterilmiştir⁽²⁶⁾.

2.1.3. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Tersinir Olma Özelliği

Martensitik faz dönüşümleri belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliği gösterirler. Termal etki ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinde kristalin soğutulması sırasında, elektrik dirençte ani bir değişim gözlenir. Bu değişim M_s sıcaklığında başlar. Dönüşüm tamamlandıktan sonra tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı verilmelidir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik bir sıcaklıkta, elektriksel dirençte tekrar ani bir değişim gözlenir ve ısıtma işlemine devam edilirse, martensite yapıdan austenite yapıya tersinir dönüşüm gerçekleşmiş olur^(38,49). Şekil 2.1.3.a.'da Fe-30%Ni alaşımı için elektriksel direncin sıcaklık ile değişimi gösterilmektedir. Şekilde görüldüğü gibi M_s sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda elektriksel dirençte ani bir değişimle tersinir dönüşüm başlar. Tersinir dönüşüm sonucu oluşan tersinir austenite yapının mekanik özellikleri, yüksek yoğunluklu örgü kusurlarından dolayı önceki austenite yapıdan farklıdır^(2,18). $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ tersinir dönüşümü sonucu, ana austenite yapıda dislokasyon tipi örgü kusurlarının oluştuğu ve termal döngü sonucu dislokasyon yoğunluğunun arttığı bilinmektedir⁽⁵²⁾. Fe-Ni alaşımlarında tersinir austenite'den üretilen martensite miktarının, termal döngü sayısının artması ile azaldığı bulunmuştur^(18,53). Fe-(24.5-30.7)%Ni alaşımlarında yapılan bir çalışmada, termal döngü sayısı arttıkça Ni miktarına bağlı olarak M_s sıcaklığının düştüğü bulunmuştur⁽²⁾.

Sıcaklık değişimi ile oluşan ve tersinir özellik gösteren bazı özel martensite'ler, termoelastik martensite'ler olarak adlandırılır ve genellikle az da olsa austenite kristal yapı içerisinde kayma (slip) türü kristal yapı

bozuklukları içerir⁽²⁾. Bu tip dönüşümlerde; martensite kristalinin büyümesi ve küçülmesi, ısıl ve elastik etkiler arasındaki bir denge sonucu oluşur. Şekil 2.1.3.b'de Cu -38.8%Zn alaşımı için tersinir dönüşümle ilgili olarak, elektriksel direncin sıcaklığa bağlı değişimi verilmektedir. Şekilde görüldüğü gibi M_s sıcaklığı A_s sıcaklığından daha yüksek olup, bu tip davranış termoelastik martensite için özel bir davranıştır ve demir bazlı alaşımlarda görülen martensitik dönüşümlerden farklıdır. Ag-Zn ve In-Tl alaşımlarının termoelastik martensite davranışı sergilediği bulunmuştur⁽²⁾.



Şekil 2.1.3 a) Fe-%30 Ni alaşımında elektriksel direncin sıcaklığa göre değişimi⁽²⁾, **b)** Cu – Zn alaşımları için, martensitik faz dönüşümlerinde elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi⁽²⁾.

Bazı alaşımlarda ise, uygulanan dış zor etkisiyle oluşan (stress-induced) martensite'lerin de tersinir özellik gösterdikleri bulunmuş ve bu tür martensite'ler elastik martensiteler olarak adlandırılmıştır⁽⁵⁴⁾. Bu tür

martensitik dönüşümlerde, sabit sıcaklıkta uygulanan zor etkisiyle oluşan (stress-induced) martensiteler, kristal austenite başlama sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklara ısıtıldığında, ters doğrultuda zorlanma etkisiyle yeniden austenite yapıya dönüşebilir. Tersinir dönüşüm ısıtma esnasında tamamlanır ve tersinir austenite dönüşümden sonra yüksek yoğunlukta dislokasyon içerir⁽⁵²⁾. Birbirini izleyen ısıtma işlem esnasında, tersinir austenitenin yeniden kristalleşmesi yoluyla oluşum gerçekleşir. Martensite yapının plastik deformasyonu ile martensite yapı içerisinde dislokasyon yoğunluğu artar ve martensite yapı içerisinde çok miktarda kayma bantları oluşur. Dislokasyonlar ve kayma bantları tersinir austenite'nin oluşmasına yardımcı olur⁽⁴⁴⁾. Fe-Ni alaşımlarında deformasyon miktarı arttıkça tersinir dönüşüm sıcaklığı A_s 'nin; Fe-15%Ni için hemen hemen sabit kaldığı, Fe-31%Ni için deformasyon miktarı arttıkça A_s 'nin arttığı bulunmuştur⁽¹⁸⁾. Bu şekilde, plastik olarak deforme edilmiş bazı özel alaşımların, ısıtma yoluyla yeniden austenite yapıya dönmesi ve orjinal boyutlarına ulaşması şekil hatırlama etkisi (shape memory effect) olarak bilinir. Bu tür özellik sergileyen alaşımlara: Fe-Ni-C⁽⁷⁾, Fe-Ni-Co-Ti^(8,9), Fe-Ni-Al-Co-C⁽¹⁰⁾, Fe-Ni-Nb⁽¹¹⁾, Fe-Ni-Si^(6,12) gibi bazı Fe-Ni bazlı alaşımlar örnek olarak verilebilir.

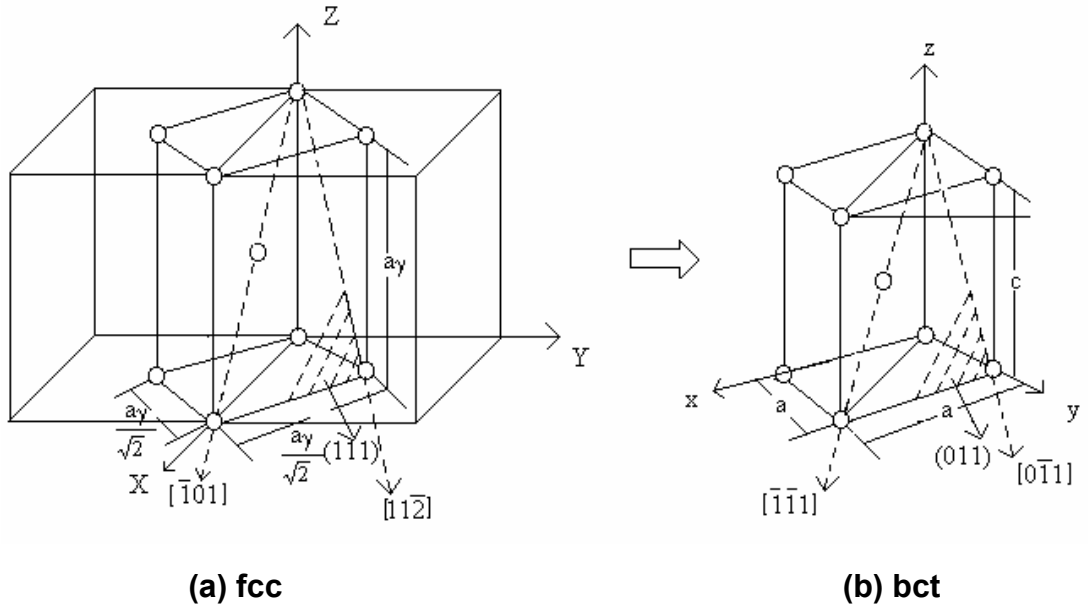
Geri dönüşüm özelliği gösteren faz dönüşümlerinde termal döngü sonucu martensite oluşumu kolaylaşmaktadır. Fe-Ni tek kristallerinde yapılan bir çalışmada, tersinir dönüşümden önce zor etkili martensite oluşturmak için gerekli minimum deformasyon miktarı %4 iken, beş defa $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ termal döngü sonucu gerekli minimum deformasyon %3 olarak bulunmuştur⁽⁵⁵⁾.

2.1.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri

Martensitik faz dönüşümünde; atomların komşuluklarını koruyarak, bir kristal yapıdan diğerine nasıl geçebileceği konusundaki ilk kristalografik model Bain tarafından yapılmıştır^(2,3). Bu modelde, yüz merkezli kübik (fcc) yapının hacim merkezli tetragonal (bct) yapıya dönüşümü şekil 2.1.4' teki bir geçişle açıklanmıştır. Bu modele göre, yüz merkezli kübik (fcc) kristal yapıya sahip atomların komşuluklarını koruyarak, ancak aralarındaki uzaklıklar x ve y eksenleri üzerinde belirli bir oranda artarken, z ekseni üzerinde aynı şekilde azalarak, hacim merkezli tetragonal (bct) yapıya geçebildiği gösterilmiştir. Paslanmaz çelikte, martensite ve austenite örgü parametreleri kullanılarak z ekseni üzerindeki azalmanın %20, x ve y eksenleri üzerindeki artmanın da %12 civarında olduğu bulunmuştur⁽³⁾. Bain⁽³⁾ tarafından ortaya atılan bu ilk modelin, uzun yıllar austenite-martensite dönüşümlerinin kristalografisinin açıklanmasında yeterli olduğu düşünülmüştür. Daha sonra çeşitli araştırmacılar, dönüşümün bu kadar basit olmadığını göstermiştir⁽²⁾. Dönüşüm sırasında ortaya çıkan makroskobik bir şekil değişiminin yanı sıra, martensite'nin belli bir yerleşme (habit) düzlemi, ayrıca ana ve ürün fazlar arasında belirli bir dönme bağıntısı vardır.

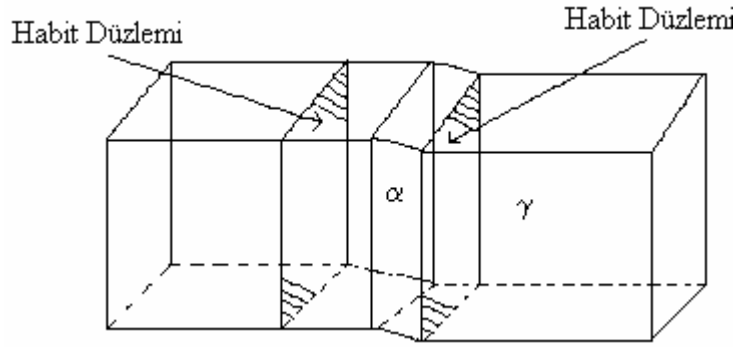
Atomlar tümü ile hareket edince, iki kristal yapı arasında sınır özelliği taşıyacak ve değişime uğramamış bir yüzey kalmayacağı için, Bain modeli austenite-martensite sınırını belirleyemez. Ayrıca, martensite'ye dönüşen austenite kristal hacminde büyümeyi içeren bir şekil değişimi bulunmuştur⁽²⁾. Dönüşümden önce austenite kristalinin yüzeyinde çizilen doğru şekilli karşılaştırma çizgileri incelendiğinde, martensite'ye dönüşen bölgelerde

çizgilerin kopmaya uğramadan sürekliliğini koruyabildikleri, yalnızca kırılmaya uğradıkları görülmüştür⁽⁵⁶⁾. Bu gözlemler, martensite'ye dönüşen hacmin, ana kristalle sürekliliğini koruduğunu ve makroskopik boyutta düzgün dağılımlı bir şekil değişimine uğradığını gösterir. Dönüşüm sırasında difüzyon olmadan ana ve ürün kristal yapılar arasında belirli bir kristalografik dönme olması gerektiği de düşünülerek, dönüşümün kristalografik parametrelerinden birisi olan dönme bağıntısı ilk kez X- ışınları yöntemi kullanılarak Fe-1.4%C alaşımında Kurdjumov ve Sachs⁽⁹²⁾ tarafından elde edilmiştir. Martensitik dönüşüm olayından sonra oluşan martensite kristal yapıyı, austenite' den ayırması gereken ve düzlem olduğu bilinen sınıra da alışım (habit) düzlemi denir. Şekil 2.1.5' de gösterildiği gibi dönüşümün önemli bir parametresi olarak bilinen bu düzlem ana kristal yapıya bağlı olarak tanımlanır.



Şekil 2.1.4. Bain modeline göre fcc yapının bct yapıya dönüşümü.

Dönüşüm olayının Bain modeli ile açıklanamayacağı anlaşıldıktan sonra, “klasik” veya “tek bozulmalı” teoriler şeklinde de tanımlanan ilk kristalografik martensite teorileri Wechsler, Lieberman ve Read⁽⁵⁷⁾ ve Bowles ve Mackenzie⁽⁵⁸⁾ tarafından geliştirilmiştir. Bu teoriler, austenite-martensite dönüşümü tamamlandıktan sonra, iki kristal yapı arasında dönme ve bozulmaya uğramamış bir düzlemin bulunabileceğini varsaymıştır.



Şekil 2.1.5. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite kristallerinin yerleşim şeması.

Diğerlerinden değişik olarak, Bowless ve Mackenzie teorisi, alışım düzlemi üzerindeki atomların, bu düzlemde kalırken konumlarını çok küçük boyutlarda değiştirdiklerini varsaymıştır. Bu yer değiştirme “açılma parametresi” ile ayrı bir serbestlik derecesi içermektedir. Bu teorilerde; kullanılan matematiksel yaklaşımlar farklı olmakla birlikte, iki teoride birbirinin aynısıdır⁽⁵⁹⁾. Teorilere göre, Bain modeline uygun bir şekil değişimden sonra ürün kristal yapı, kristal örgüyü değiştirmeyen bir şekil bozulmasına ve dönmeye uğrayarak, dönme ve bozulmaya uğramamış bir ara düzlemin

oluşmasını sağlayabilir. Kristal örgüyü bozmayan şekil değişiminin ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) olabileceği de teorilerde önerilmektedir. Sözü edilen dönme ise, daha önce bulunan austenite-martensite kristalografik dönmesidir. Böylece, klasik teorilerin önerdikleri modelde; dönüşüm sırasında, Bain modeline uygun bir kristal yapı değişimi, kristal örgüsünü değiştirmeyen bir şekil bozulması ve iki kristal yapı arasında bir dönme olduğu varsayılmıştır. W.L.R⁽⁵⁷⁾ ile B.M⁽⁵⁸⁾ bu şekilde belirlenen dönüşümün **F** toplam şekil değişimi teorilerinde, **B** Bain değişimine, **S** şekil bozulmasına ve **R** de dönmeye karşı gelecek şekilde ve **F**, **B**, **S**, **R** nicelikleri (3x3) matrisleri ile gösterilmek üzere; **F=B.S.R** şeklinde vermişlerdir. Ana ve ürün fazdaki kristallerin ilk ve son durumlarını irdelemekle birlikte, oluşum sırasında neler olduğunu açıklayamayan bu teorilerde, toplam şekil değişimini ortaya çıkaran üç bileşenin oluşum sırası belirsizdir. Daha sonra yapılan gözlemler, pek çok martensite kristalinde ikizlenmenin varlığını göstermiştir. Özellikle bazı Fe alaşımlarında, ölçülen şekil değişimi ile bu teorilerin önerdiği şekil değişimi arasında bir uyum bulunmuştur⁽⁵⁶⁾. Ancak, yine bazı Fe alaşımlarında, Bowles ve Mackenzie⁽⁵⁸⁾ teorisindeki açılma parametresi ile varsayılan konum değişikliğinin aksine, alışımların düzleminin atomları arasındaki uzaklığın değişmediği deneysel olarak kanıtlanmıştır. Ayrıca, elektronmikroskop gözlemleri bazı martensite kristallerinde, ikizlenme ve kayma türü şekil bozulmalarının sayısının, teorilerin öngördüğünün aksine, birden çok olabileceğini göstermiştir⁽⁴⁰⁾. Klasik teorilerde ortaya çıkan bu aksaklıkları açıklayabilmek amacı ile, Ross-Crocker⁽⁶⁰⁾ ve Acton-Bevis⁽⁶¹⁾ aşağı yukarı aynı tarihlerde, birbirinden bağımsız olarak, “ikili bozulma” teorileri olarak tanımlanan yeni teoriler geliştirdiler. Bu teorilerde, toplam şekil

değişimini oluşturan bileşenler klasik teorilerdekinin aynısı olmakla birlikte kristal örgüyü değiştirmeyen şekil bozulmasının iki tane olabileceği düşünülmüştür. Böylece, klasik teorilerde **S** ile verilen bir tek şekil bozulması, yeni teorilerde **S₁** ve **S₂** gibi iki bozulmadan oluşmaktadır. Ross-Crocker⁽⁶⁰⁾ ve Acton-Bevis⁽⁶¹⁾ teorilerinin Bain değişimi **B** ve dönmeyi de **R** içerdiği düşünülürse, bu teorilerde toplam şekil değişimi **F**; **F=B.S₁.S₂.R** olarak verildiği görülmüştür. İki ikizlenme ve kaymanın veya bir ikizlenme ile bir kaymanın birlikte olabileceğini öne süren yeni teoriler, bazı gözlemlerle uyuma sağlamakla birlikte, {225}_γ alışım düzlemlerinde martensite'lerin dönme bağıntılarını bulmada başarılı olamadıkları ileri sürülmüştür⁽⁶²⁾. Bu teorilerin dışında, geliştirilen birkaç model de uygulama alanları çok dar olduğu ve genelleştirilemedikleri için konuya açıklık getirememiştir⁽⁶³⁾.

2.1.5. Martensitik Dönüşümlerin Yapısal ve Kristalografik Özellikleri

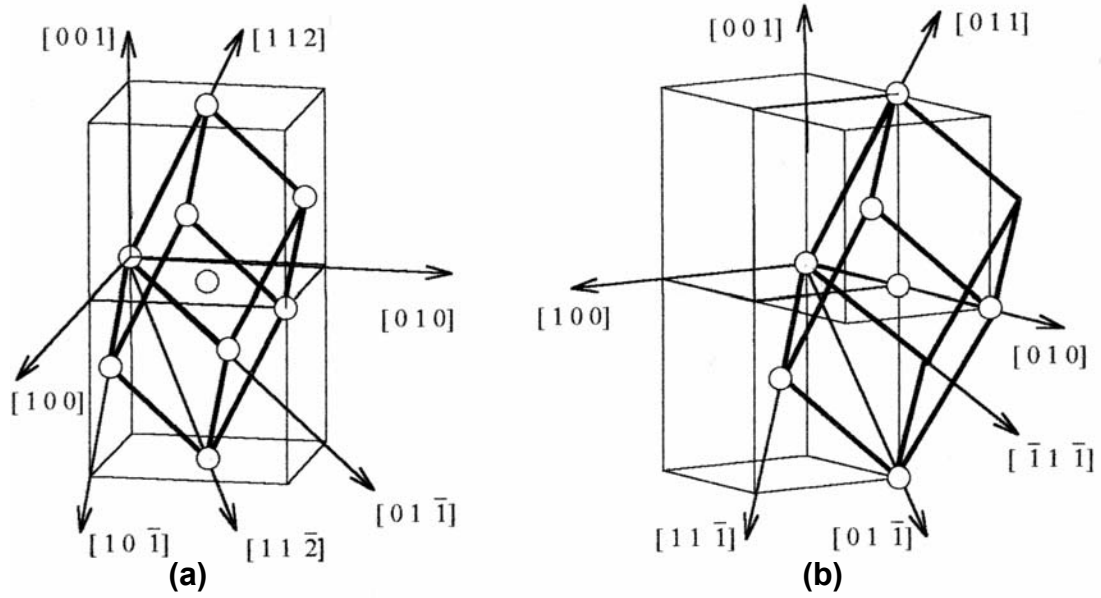
Martensitik faz dönüşümlerinin difüzyonsuz olması nedeni ile oldukça ilginç kristalografik bir oluşum gerçekleşir. Atomlar komşuluklarını değiştirmeden yer değiştirirken, kristal yapı daha düşük enerjili başka bir kristal yapıya geçer. Kristal yapının değişmesi ile austenite ve martensite yapı arasında kristalografik dönme bağıntısı (orientation relationship) ve iki kristal yapı arasında sınır özelliği taşıyacak olan ve alışım düzlemi (habit plane) olarak adlandırılan değişmemiş ve dönmemiş bir düzlemin varlığı ortaya çıkar⁽²⁾. Dönüşümde atomların beraber hareketleri sonucunda oluşan şekil bozulması, plastik bir deformasyonun varlığını kanıtlar. Plastik bozulmada çizgisel yapı kusuru olan dislokasyonların oluşumu ve

hareketlerinin büyük rolü vardır. Bu şekilde, tam (perfect) dislokasyonların hareketi sonucu kayma türü, parçal (partial) dislokasyonların hareketi ile de yığılım kusuru (stacking fault) veya içsel ikizlenme (internal twin) türü, yapısal bozukluklar ortaya çıkar⁽²⁾.

Bir kristalografik yapıdan diğerine dönüşüm şeklinde gerçekleşen martensite faz dönüşümleri, genelde yüzey merkezli kübik (fcc) yapıdan hacim merkezli (bcc veya bct) yapıya, fcc yapıdan sıkı paketlenmiş heksagonal (hcp) yapıya veya bcc yapıdan hcp yapıya dönüşüm şeklinde gerçekleşir. Bu dönüşümlerden en çok bilineni fcc yapıdan bcc yapıya dönüşme şeklinde olup, bu tür bir dönüşüm kristalografik olarak kesme (shear) mekanizması ile gerçekleşir. Dönüşüm sonucunda ana ve ürün kristal yapıların bazı düzlem ve doğrultuları arasında belirli açılar gözlenir ve bu ilişki kristalografik dönme bağıntısının ortaya çıkmasına sebep olur^(2,32).

Martensitik dönüşümlerin, fcc yapıdan bcc yapıya dönüşüm şeklinde gerçekleşmesi durumunda, plastik deformasyon oldukça büyük olup, çok miktarda kayma türü yapısal kusur ile ortaya çıkar. Aynı şekilde kayma deformasyonu yerine ikizlenme deformasyonu da gözlenir. Özellikle, dönüşüm sıcaklığı düşük alaşımlarda, ikizlenme türü hacimsel yapı bozuklukları daha sık ortaya çıkmaktadır. Genellikle düşük sıcaklıkta rastlanan ikizlenme olayında kristalin bir kısmı bir düzlem boyunca makaslanarak ilk yapıya göre ayna görüntüsüne dönüşür. Bu tür kusurların yanı sıra dislokasyonların hareketi sonucu ortaya çıkan düzlemsel özellikli yığılım kusurları da söz konusudur⁽²⁾.

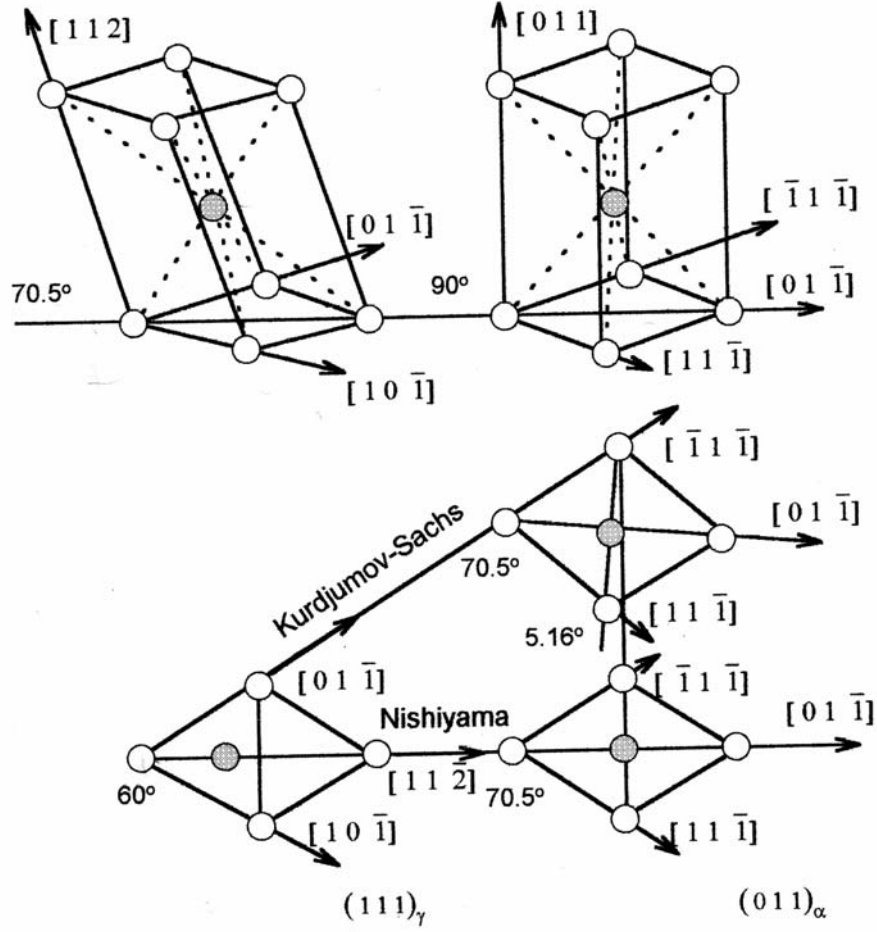
Austenite yapıdan martensite yapıya dönüşüm olayını kesme mekanizması ile açıklayabilmek için şekil 2.1.6' da görüldüğü gibi fcc ve bcc yapıların örgü uyumlarını göz önüne almak gerekir. Bu yapılar arasındaki kristalografik dönme bağıntıları dikkate alındığında, bir yapıdan diğerine birim örgü hücreesindeki atomların küçük yer değiştirmeleri ile dönüşüm gerçekleşir.



Şekil 2.1.6. a) fcc kristal yapı, **b)** bcc kristal yapı.

Martensitik dönüşümün gerçekleşmesi için, fcc yapının sıkı paketlenmiş düzlemlerine şekil 2.1.7' de görüldüğü gibi uygulanacak küçük bir kesme bu iş için yeterlidir. Kurdjumov-Sachs tarafından önerilen kristalografik dönme bağıntısına göre, austenite yapının $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 110 \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme (ikizlenme veya kayma) ile, Nishiyama tarafından önerilen bağıntıya göre ise, $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 11\bar{2} \rangle_\gamma$ doğrultusu

boyunca bir kesme ile dönüşümün gerçekleşebileceği öngörülmüştür. Bu modeller her ne kadar tüm dönüşüm şekilleri için genelleştirilemedilerse de, yine de olayın kristalografisini açıklamada kısmen başarı elde etmişlerdir⁽²⁾.



Şekil 2.1.7. fcc ve bcc kristal yapılar arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama kristalografik dönme bağıntıları.

Kurdjumov-Sachs⁽⁹²⁾ tarafından verilen austenite ana faz (γ) ile martensite ürün fazı (α) arasındaki dönme bağıntısı aşağıdaki gibidir

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

Bu kristalografik bağıntı, Fe-%1.4C alaşımında Kurdjumov ve Sachs⁽⁹²⁾ tarafından elde edilen ilk dönme bağıntısıdır. Karbon oranı %0.5-%1.4 olduğunda alışımlu düzlemler $\{225\}_\gamma$ olup, karbon miktarı arttıkça düzlemler $\{259\}_\gamma$ 'a doğru değişir. Kurdjumov-Sachs bağıntısı alışımlu düzleminin $\{225\}_\gamma$ olması durumunda da sağlanır, ancak $\{259\}_\gamma$ alışımlu düzlemlerli karbon çeliklerinde, kristalografik dönme bağıntısı Nishiyama tarafından verilen bağıntıya uyar. Nishiyama dönme bağıntısı aşağıdaki gibidir.

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

Greninger – Troiano⁽²⁾ dönme bağıntısı ise

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

şeklinde verilir.

Kurdjumov-Sachs dönme bağıntısına uyum gösteren α kristalinin dönmesi ile, Nishiyama dönme bağıntısına uyan α kristalinin dönmesi arasında şekil 2.1.7' de görüldüğü gibi yalnızca 5.16^{0° lik bir fark vardır.

2.2. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi

Gerçek kristaller atomik yapılarında kusur içerirler ve bu kusurlar kristalin belirli bölgelerinde eksik ve düzensiz olarak yerleşen atomların oluşturduğu yapılardır. Kristal kusurları noktasal, çizgisel, yüzeysel ve hacımsal yapı kusurları olarak isimlendirilirler. Eğer kusur kristalde boydan boya bir çizgi boyunca uzanıyorsa buna çizgisel kusur, genel anlamda dislokasyon denir. Bu tür kusurlar, metallerin mekanik ve morfolojik özelliklerini büyük ölçüde etkiler⁽³⁰⁾. Dislokasyonların oluşum özellikleri ve türü Burgers vektörü (\vec{b}) ile tanımlanır. Burgers vektörü, belirli bir kristal düzlemindeki atomların, çizgisel boyutta konumlarını değiştirdiğinde, kristal örgüyü 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⁽⁶⁴⁾.

Atomların toplu hareketi ile oluşan dönüşümler sonucunda meydana gelen şekil bozulması plastik bozulmanın varlığını kanıtlar. Kristal yapı malzemelerde, plastik şekil değiştirme büyük ölçüde dislokasyon hareketlerinden doğan kayma ile oluşur. Dislokasyonların en kolay hareket ettiği doğrultular Burgers vektörünün en kısa olduğu yani, atomların en sık dizildiği doğrultulardır⁽³⁰⁾. Bu bir fcc kristalinde atomların en sık dizildiği düzlemler grubu $\{111\}_\gamma$ dir. Bunların üzerinde atomların en sık dizildiği ve Burgers vektörünün en kısa olduğu doğrultular $\langle 110 \rangle_\gamma$ grubuna aittir. Buna göre bir fcc kristalinde en düşük kayma direncine sahip olası eşdeğer kayma

sistemleri $\{111\}_\gamma - \langle 110 \rangle_\gamma$ dir. $\{111\}_\gamma$ düzlem grubunda 4 üye ve bu her üye üzerinde $\langle 110 \rangle_\gamma$ doğru grubundan, 3 üye bulunduğuna göre $\{111\}_\gamma - \langle 110 \rangle_\gamma$ kayma sisteminde toplam 12 eşdeğer kayma sistemi vardır. Benzer şekilde bcc kristallerinde atomların en sık dizildiği düzlemler $\{110\}_\alpha$ grubunda ve bunlar üzerinde Burgers vektörünün en kısa olduğu doğrultular $\langle 111 \rangle_\alpha$ grubundadır. Buna göre $\{110\}_\alpha - \langle 111 \rangle_\alpha$ kayma sistemleri grubu en düşük kayma direncine sahiptir. $\{110\}_\alpha$ düzlem grubunda 6 üye ve bunların her biri üzerinde $\langle 111 \rangle_\alpha$ doğru grubundan 2 üye bulunduğuna göre $\{110\}_\alpha - \langle 111 \rangle_\alpha$ kayma sisteminde toplam 12 eşdeğer kayma sistemi vardır^(2,30). Burada bilinmesi gereken en önemli nokta kristallerde kaymanın belirli düzlemlerde ve bu düzlemler üzerinde belirli doğrultularda oluşabilme zorunluluğudur.

2.1.1 bcc Martensite Oluşumunda Dislokasyon Etkisi

Martensite oluşumunun, çekirdeklenme aşamasında dislokasyonlar büyük önem taşırlar. Martensite kristalinin büyüme aşamasında, daha önce oluşan çekirdek üç boyutta genişleyerek, ürün martensite kristalini oluştururken bazen kolaylaştırıcı bazen de engelleyici etki yaparlar. Sonuçta, austenite kristal hacmi içerisinde düzgün dağılımlı bir martensite oluşumu düşünülemez. Dislokasyon türü çizgisel yapı bozukluklarının bulunduğu bölgeler, çekirdeklenme için daha düşük bir aktivasyon enerjisi engeli oluşturacaklarından, çekirdeklenme olasılığı bu bölgelerde en büyüktür. Ayrıca, dönüşüm sırasında oluşan çekirdeklerin, dislokasyonların zorlanma enerjilerini küçültmeleri nedeni ile, çekirdeği ortaya çıkaracak olan atomlar dislokasyonlar tarafından çekilerek, çekirdek oluşumunu kolaylaştırır.

Böylece çekirdekler, daha çok dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkarlar⁽⁶⁵⁾.

Bilindiği gibi, geometrik açıdan, bir tek dislokasyonun iki ayrı dislokasyona bölünmesi veya iki dislokasyonun bir araya gelerek tek bir dislokasyon oluşturması mümkündür. Dislokasyon enerjisi b^2 ile orantılı olduğundan ve oluşum sırasında dislokasyon daha az enerjili yolu seçeceğinden, son durumun enerjisi ilk durumundan daha küçük olmalıdır. Dislokasyon bölünmesi sonucu oluşan dislokasyonların Burgers vektörleri \vec{b}_1 ve \vec{b}_2 olmak üzere, $b^2 \geq b_1^2 + b_2^2$ şeklinde olmalıdır⁽⁶⁴⁾.

fcc türü kristal yapıya sahip metallerde $\{111\}_\gamma$ kayma düzleminde Burgers vektörü $(a_\gamma/2)[110]_\gamma$ olan dislokasyon bir “tam” dislokasyondur. Bu dislokasyon parçal dislokasyonlara bölünerek;

$$\frac{a_\gamma}{2}[110] = \frac{a_\gamma}{6}[211] + \frac{a_\gamma}{6}[12\bar{1}]$$

şeklinde parçal dislokasyonlara ayrılabilir. Bu arada $(a_\gamma/6)[211]_\gamma$ parçal dislokasyonlar;

$$\frac{a_\gamma}{6}[211] = \frac{a_\gamma}{12}[211]_\gamma + \frac{a_\gamma}{12}[211]_\gamma$$

şeklinde bölünmesi ile yığılım hatası (stacking fault) oluşur. Yığılım kusurlarında atomik düzenlenme bcc yapıya çok benzerdir. Böylece 2-3 Å genişliğinde yığılım hatasının, α' martensite' nin çekirdeklerini ürettiği varsayılır⁽²⁾. Martensite çekirdekleri, sıcaklık ve dislokasyon yoğunluğu ile kontrol edilir. Bu da martensite çekirdeklerinin, kısmi dislokasyonların kesişmesi ile oluştuğunu belirtir⁽²⁸⁾.

Tam dislokasyonların parçalara ayrılması ile ortaya çıkan dislokasyonlar, kusur düzlemindeki yönelmelerine göre değişik şekilde isimlendirilirler. Söz konusu dislokasyonlar kusur düzleminde ise, Shockley⁽⁶⁴⁾ parçal dislokasyonları olarak isimlendirilir ve bu dislokasyonlar $\{111\}_\gamma$ düzlemleri üzerinde kayabilirler. Parçal dislokasyonlar kusurun yer aldığı düzlemde değilse, bu dislokasyonlar Frank⁽⁶⁴⁾ parçal dislokasyonları olarak bilinir ve kusur düzlemlerinde tırmanarak ilerleyebilir. Shockley kısmi dislokasyonun toplam elastik enerjisi, tam dislokasyonun enerjisinden daha küçüktür⁽⁶⁴⁾.

2.3. Deneysel Materyal ve Yöntem

2.3.1 Alaşımların Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda incelenen Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımı, %99 saflıkta, toz halinde bulunan Fe, Ni ve Si elementleri uygun oranlarda hazırlanıp, ark fırınında argon gazı atmosferinde eritilerek, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuvarlarında hazırlanmıştır. Elde edilen alaşımların kompozisyonu IXRF sistemi kullanılarak EDS (Electron Dispersion Spectroscopy) yöntemi ile belirlenmiştir. Hazırlanan alaşımlarda; ısıtma süresi, ısıtma sıcaklığı ve soğutma hızının alaşımın özelliğini nasıl değiştirdiğini incelemek için ısıtma işlemi yapılmıştır.

Malzemelerin homojen hale getirilmesi için ısıtma işlemi uygulanmıştır. Isıtma işlemi sırasında yüksek sıcaklıklarda malzemedeki oksitlenmeyi önlemek için, numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen kuartz tüpler içine konulmuştur. Tamamen vakumlu ortamda bulunan numunelere daha sonra ısıtma işlemi uygulanmıştır. Malzemeye uygulanan işlemler aşağıda sırası ile verilmiştir.

1. Fe-%24.5Ni-%4.5Si 1100 °C'de 24 saat ısıtma işlemi uygulandı, fırın içinde oda sıcaklığına soğutuldu ve sıvı azot sıcaklığına (-196 °C) soğutuldu.
2. Fe-%24.5Ni-%4.5Si 1100 °C'de 45 saat ısıtma işlemi uygulandı, fırın içinde oda sıcaklığına soğutuldu ve sıvı azot sıcaklığına (-196 °C) soğutuldu.
3. Fe-%24.5Ni-%4.5Si 1100 °C'de 24 saat ısıtma işlemi uygulandı ve direkt sıvı azota sıcaklığına (-196 °C) soğutuldu.

4. Fe-%24.5Ni-%4.5Si 1250 °C'de 24 saat ısıtım uygulandı, fırın içinde oda sıcaklığına soğutuldu ve sıvı azot sıcaklığına (-196 °C) soğutuldu.

2.3.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Alaşımların Hazırlanması

Taramalı elektronmikroskobu ile yapılacak yüzey incelemeleri için ısıtım işlemi tamamlanmış alaşımlardan 1cm çapında ve 0,3cm kalınlığındaki numuneler elmas bıçaklı kesiciyle kesilmiştir. Kesilen numunelerin yüzeyindeki pürüzler ve kalın çizgiler 400, 600, 800, 1000, 1200 kalınlıktaki su zımparaları ile kalından inceye doğru gidilerek ortadan kaldırılmış ve sonra 6, 3, 1, 1/4 mikronluk elmas pastalarla parlatma aleti kullanılarak yüzeyler parlatılmıştır. Daha sonra, mekanik olarak parlatılan yüzeyler %50 H₂O, %40 HNO₃ ve %10 HF karışımından oluşan bir çözelti içinde oda sıcaklığında 10-30 sn. bekletilerek dağlanmıştır. Numunelerin yüzeylerinde oluşan mikroyapı karakteristikleri JEOL-JSM5600 marka taramalı (scanning) elektronmikroskobu ile incelenmiştir.

2.3.3 Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin Alaşımların Hazırlanması

Geçirmeli elektronmikroskobu incelemeleri için ısıtım işlemi görmüş alaşımlardan, elmas bıçaklı kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlığında örnekler kesildi ve daha sonra bu örnekler sırasıyla 600, 800 ve 1200' lük su zımparaları kullanılarak 50 µm kalınlığına inceltilmiştir. Bu alaşımlar, daha

sonra 3 mm apında diskler haline getirilmiştir. Bu şekilde elde edilen numuneler son olarak ikili asit jeti (double-jet) yöntemi kullanılarak oda sıcaklığında, 100ml Percloric Asit ve 400ml Methanol karışımından hazırlanan özelti ile 20 Volt (DC)'ta Struers-Tenupol 3 marka sistemle, inceltme parlatma ve delme işlemleri yapılarak elektronmikroskop incelemelerine hazır hale getirilmiştir. Elektron demetini geçirebilecek kadar inceliğe sahip olan bu alaşımlar, 300 kV gücünde Jeol 3010 geçirmeli elektronmikroskop ile incelenmiştir.

2.3.4 AC Manyetik Alınganlık Ölçümleri İçin Alaşımların Hazırlanması

AC manyetik alınganlık ölçümleri için ısıl işlemleri tamamlanmış austenite fazdaki alaşımlardan, korozyon kesici ve zımpara ile 5mm uzunlugunda 2 ve 1 mm eninde dikdörtgenler prizması şeklinde hazırlanan alaşımlar Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuvarındaki LakeShore7130 AC manyetik alınganlık ölçüm sistemi ile incelenmiştir.

2.3.5 Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Alaşımların Hazırlanması

Mössbauer Spektrometresi deneyleri için ısıl işlemleri tamamlanmış austenite ve martensite fazdaki alaşımlardan 2mm kalınlığında kesilerek hazırlanan alaşımlar; 800 ve 1200 mikronluk su zımparaları ile yaklaşık olarak 100 µm kalınlığına kadar mekanik olarak inceltilmiş ve 5 ml HF, 10 ml H₂O ve 15 ml HNO₃ oranlarında bir araya gelen asit özeltisi ile kimyasal

inceltme yapılarak yaklaşık olarak 50 µm kalınlığına kadar inceltiştir. Elde edilen alaşımların Mössbauer spektrumları Wissel marka Mössbauer spektrometresi ile Rh içine diffuze edilmiş 50 mCi' lik ⁵⁷Co kaynağı kullanılarak oda sıcaklığında elde edilmiştir. Elde edilen spektrumlar Normos-90 en küçük kareleri fit etme programı ile analiz edilmiştir.

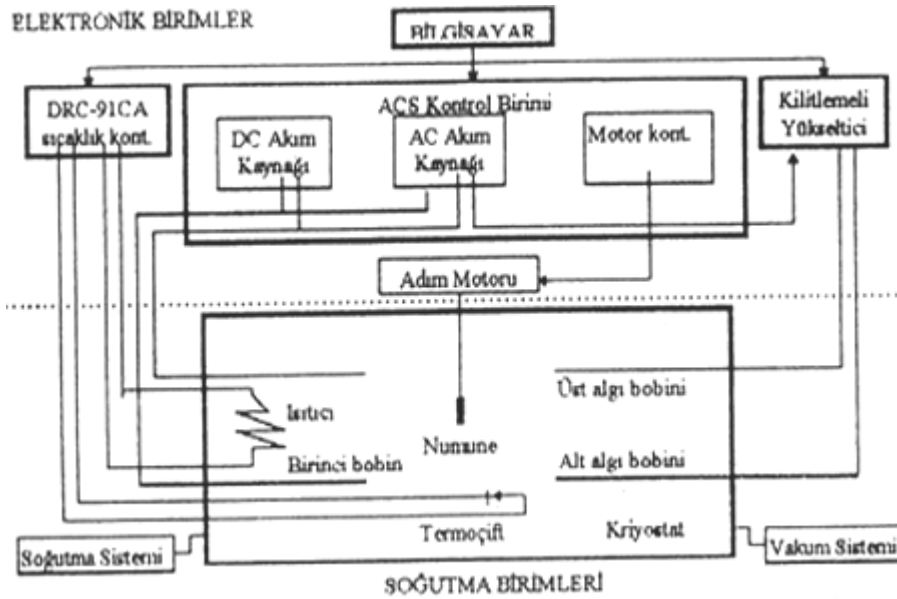
2.3.6 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Alaşımların Hazırlanması

Isıl işlem sıcaklığı ve ısıl işlem süresinin M_s sıcaklığını nasıl değiştirdiğini belirlemek amacı ile 1100 °C' de 24 ve 45 saat, 1200 °C 24 saat ısıl işlem görmüş alaşımlar, austenite fazda iken yaklaşık 20 mg'lık parçalar halinde 60-80 µm kalınlığına kadar inceltiştir. Hazırlanan alaşımların DSC ölçümleri için yapılmıştır. Bu ölçümlerde soğutma hızı 20 °C / dakika olarak alınmıştır. DSC ölçümleri ile ısı akışı (heat flow) – sıcaklık eğrileri çizilmiştir.

2.4. Yöntem

2.4.1 AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Sistemi

AC Manyetik alınganlık ölçümleri, "LakeShore 7130 AC Susceptometer" sisteminde yapılmıştır. Bu sistem, karşılıklı indüktans ölçüm yöntemi ile manyetik alınganlığı; sıcaklığın, uygulanan AC manyetik alanın genliğinin ve frekansının fonksiyonu olarak ölçen bir sistemdir. Bu sistemde, helyum gazı kullanılarak, kapalı devre bir soğutma sistemi ile 10 – 325 °K arasında sıcaklık kontrolü, 10 m°K duyarlılık ile sağlanabilmektedir. Şekil 2.4.1' de AC alınganlık ölçüm sisteminin şeması gösterilmiştir.



Şekil 2.4.1. AC Alınganlık ölçüm sistemi şeması

Uygulanan H manyetik alanı içerisine konulan alaşımın miknatıslanması M ise, numunenin miknatıslanma ölçümü olan manyetik alınganlığı;

$$\chi = \frac{M}{H}$$

olarak tanımlanır. Burada uygulanan H alanı DC gerilimden elde edilir. Bir DC manyetik alanda, numunenin manyetik momenti zamanla değişmez fakat bir AC sinyali algılanır. Bu sinyal, numunenin periyodik hareketinden kaynaklanır. Bu yüzden numunenin kendisine ait DC tepkisini göstermez.

Numuneye bir değişken AC manyetik alanı uygulayarak ve numunenin bu alana tepkisini bir algılayıcı bobin ile kayıt yapılarak AC alınganlık ölçümleri de yapılabilir. Bir AC ölçümünde, numunenin manyetik momenti uygulanan AC alanına tepki olarak değiştiği için AC alınganlık;

$$\chi = \frac{dM}{dH_{ac}}$$

şeklinde tanımlanır. Magnetizasyondaki değişimin (dM), V hacmi başına net manyetik moment sayısı (dm), olduğu düşünülerek AC alınganlık;

$$\chi = \frac{dm}{dH_{ac}}$$

yazılabilir.

AC manyetik alınganlık ölçüm tekniği, karşılıklı indüktans tekniğine dayanır. Kullanılan bobin sistemi, eş eksenli iç içe geçmiş bobinlerden oluşur. Bir H_{ac} alanı uygulamak için kullanılan birincil bobin içerisinde indüklenen akıyı algılamaya yarayan ikincil bobin vardır. Sadece numuneden kaynaklanan indüklenmiş gerilimin okunabilmesi için, ikincil bobin birbirlerine

göre ters bağlanmış iki özdeş bobinden oluşmuştur. AC alınganlık ölçümlerinde kullanılan bobinler şematik olarak Şekil 3.2.'de gösterilmiştir. Bu bobinler ne kadar özdeş yapılırsa yapılsın, numune olmadığı anda sarımlardaki farklılıklardan kaynaklanan dengesiz sinyal elde edilir. Bu istenmeyen sinyalin yok edilebilmesi için numune her iki bobinin merkezinde iken ölçümler yapılır. Her ölçümde numune adım motoru sayesinde üst algı bobininin merkezi S_1 ile alt algı bobininin merkezi S_2 arasında hareket ettirilerek buralarda gerilimlerin okunmasına imkan verir. S_1 ve S_2 'deki gerilimler sırası ile;

$$V_1 = v + v_0$$

$$V_2 = -v + v_0$$

şeklinde. Burada v numunenin oluşturduğu akı değişiminden kaynaklanan gerilimi, v_0 ise sistemden kaynaklanan istenmeyen gerilimi göstermektedir. Sadece numuneden kaynaklanan gerilim;

$$v = \frac{V_1 - V_2}{2}$$

bağıntısından bulunur.

AC alınganlık ölçümlerinde ölçüm yapılacak numunenin şekline göre manyetik alınganlık ölçülebilir. Numunenin hacmi yaklaşık hatasız hesaplanabiliyorsa, hacim alınganlığı;

$$\chi = \frac{\alpha v}{VfH_{ac}}$$

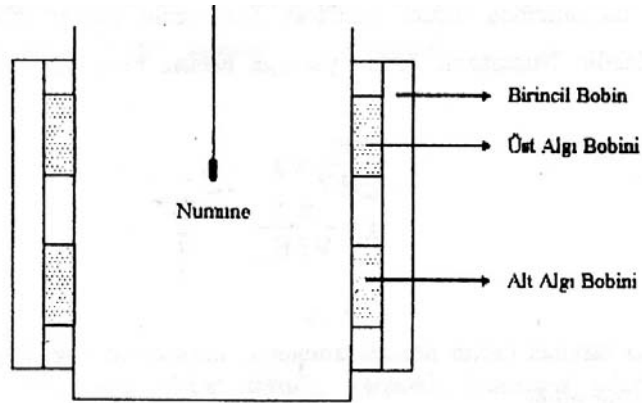
yazılabilir. Diğer taraftan hacim hesaplanamıyorsa, numunenin yoğunluğu için içine sokularak kütle alınganlığı;

$$\chi = \frac{\alpha v \rho}{m f H_{ac}}$$

şeklinde yazılabilir. Burada v gerilim, V numunenin hacmi, M numunenin kütlesi, ρ numunenin yoğunluğu, H uygulanan AC alan, f frekans ve α sistemin kalibrasyon sabitidir. Kalibrasyon sabiti; N sarım sayısı (birim uzunluk başına), L bobinin uzunluğu, d bobinlerin çapı olmak üzere;

$$\alpha = \frac{10^8}{8\pi^2 NL} \sqrt{L^2 + d^2}$$

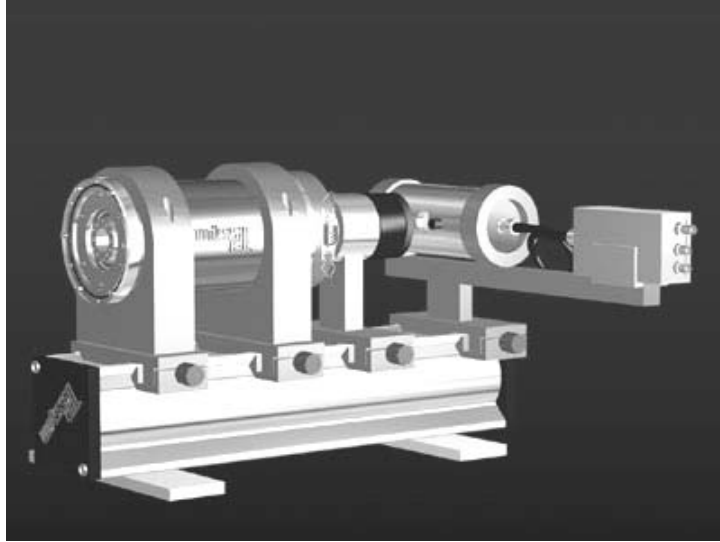
yazılabilir.



Şekil 2.4.2. AC manyetik alınganlık sisteminde bobinlerin şematik gösterimi.

2.4.2 Mössbauer Spektrometresi Sistemi

1957' de R. L. Mössbauer tarafından keşfedilen Mössbauer olayı, kristal örgü içerisindeki bir çekirdek tarafından enerji kaybı olmaksızın γ fotonu salınması olayı olarak bilinir⁽⁶⁴⁾. 1960'lı yıllarda ^{57}Fe 'nin Mössbauer olayını 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. Mössbauer olayı ile, çekirdekteki enerji düzeyleri arasındaki geçişler, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri ve bu seviyelerin yaşama zamanları, çekirdek elektrik quadrupol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer diğer kavramlar belirlenebilir.



Şekil 2.4.3. Mössbauer Spektrometresi

Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskriminatörü ve bir çok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca, kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır. Şekil 2.4.3' de genel bir Mössbauer düzeneği görülmektedir. Bu şekilde kurulan bir Mössbauer deney düzeneğinin çalışma şekli aşağıdaki gibi açıklanabilir. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen γ ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmalar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale 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 ^{57}Fe ve ^{119}Sn izotopları kullanılmaktadır. Bu olay sayıları 50'yi geçen izotop üzerinde gözlenmekle birlikte, deneysel zorluklar nedeniyle bunların ancak 20 tanesi kullanılabilir. Mössbauer spektroskopisinde, radyoaktif kaynaktan çıkan γ ışınım enerjisi, kaynağa bir Doppler hızı verilerek değiştirilir ve γ ışınları soğurucu tarafından rezonans durumunda soğurulur.

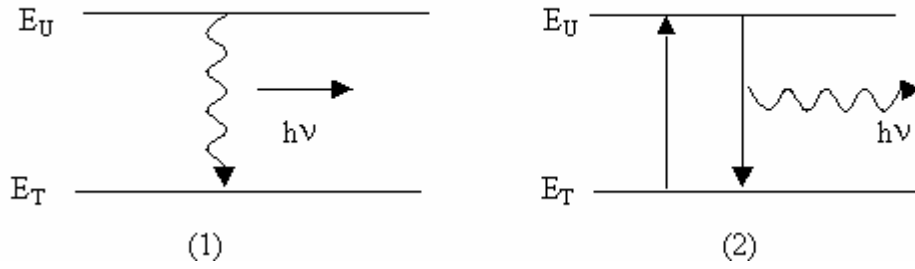
2.4.2.1 Gama Işınlarının Rezonansla Soğurulması ve Mössbauer Olayı

Genel olarak, uyarılmış bir çekirdek, E_U uyarılmış enerji durumundan E_T taban enerji durumuna geçerken $h\nu = E_U - E_T$ bağıntısına göre, ν frekanslı bir γ fotonu yayınlar. Şekil 2.4.4' 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 *rezonans* adı verilir. Rezonansla uyarılan bu çekirdekler tekrar taban durumuna geçerken, aynı ν frekanslı ışınımı bütün doğrultularda yayınlam.

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

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

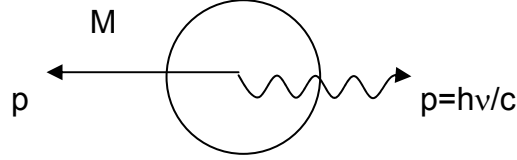


Şekil 2.4.4. Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş.

bağıntısı ile verilen ν frekansına tam eşit olması gerekir. Gerçekte, birinci çekirdek bir γ fotonu yayınlarken, momentumun korunumu kanununa göre, Şekil 2.4.5' de görüldüğü gibi; aynı momentumla zıt yönde geri tepir. E_G ile göstereceğimiz geri tepme enerjisini bu olayda ortaya konulan $E_U - E_T$ enerjisinden alacağı için, yayımlanan fotonun enerjisi, kütle merkezi sisteminde $E_U - E_T$ olduğu halde, laboratuvar sisteminde;

$$h\nu_{yay} = h\nu_0 - E_G$$

olur ki burada $h\nu_0 = E_U - E_T$, geri tepme olmadığında yayınlanması beklenen foton enerjisidir.



Şekil 2.4.5. γ fotonu yayınlayan çekirdek eşit momentumla geri teper.

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

$$h\nu_{soğ} = h\nu_0 + E_G$$

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

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

olur. İkisi arasındaki enerji farkı ise;

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

olacaktır. Şekil 2.4.6' da görüldüğü gibi yayınlama ve soğurma çizgileri arasındaki $2E_G$ enerji farkından dolayı γ ışınlarının yayınlama ve soğurma çizgilerinin merkezleri üst üste gelmez. Gama ışınlarının rezonansla

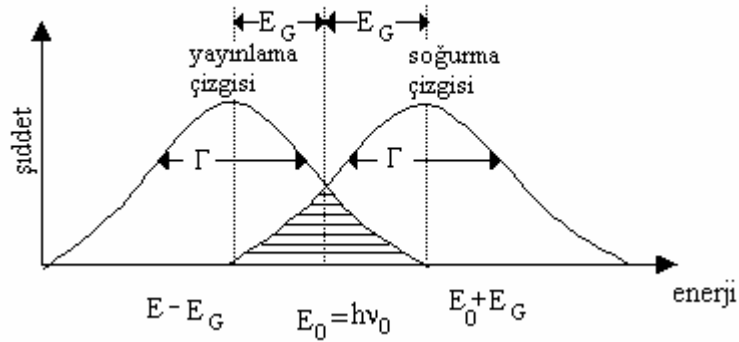
soğurulmasını gerçekleştirmek için yayınlama ve soğurma çizgilerinin üst üste binmesini sağlamak üzere genellikle Doppler kaymasından yararlanır.

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

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

değerinde bir artma sağlanmış olur.

$(\Delta E)_D = 2E_G$ olacak şekilde v hızı ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerji Doppler enerji artması ile karşılanmış olur ve böylece yayınlama çizgisi ile soğurma çizgisinin üst üste gelmesi sonucu rezonansla soğurma mümkün olur. Doppler kayması, kaynağın ya da soğurucunun birbirine göre hareket etmesiyle sağlanır⁽⁶⁷⁾.

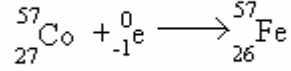


Şekil 2.4.6. Yayınlama ve Soğurma çizgileri.

Alman fizikçi Mössbauer, 1958 de, yukarıdaki deneyleri tekrarlarken 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^(67,68). Bu olaya Mössbauer olayı adı verilir.

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



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

2.4.2.2. İzomer Kayma

Bir atomun kimyasal değerliğinin değişmesi sonucunda bu atomun s- elektron yoğunluğunun da değişeceği gerçektir⁽⁶⁷⁾. 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 spektrumunda izomer kayma olarak kendini gösterir. İzomer kaymanın değeri

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

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

Bu denklem iki çarpandan meydana gelmiştir. Birinci durum nükleer parametreleri içerir, özellikle uyarılmış durum ile temel durum arasındaki

izomerik yarıçap farklıdır. İkinci durum çekirdekdeki yük yoğunluğunu içerir, bu da atomun valans hali ile etkilenen atomik veya kimyasal bir parametredir.

İzomer kayma, kendini Mössbauer spektrumunda $v=0$ da olması gereken maksimum rezonansta bir kayma olarak gösterir. Mössbauer spektrumlarında izomer kayması değerinin ölçülmesiyle, Mössbauer izotopunun bağ durumları hakkında çeşitli bilgiler elde edilir⁽⁶⁶⁾.

2.4.2.3 Mössbauer Spektrumlarının Elde Edilmesi

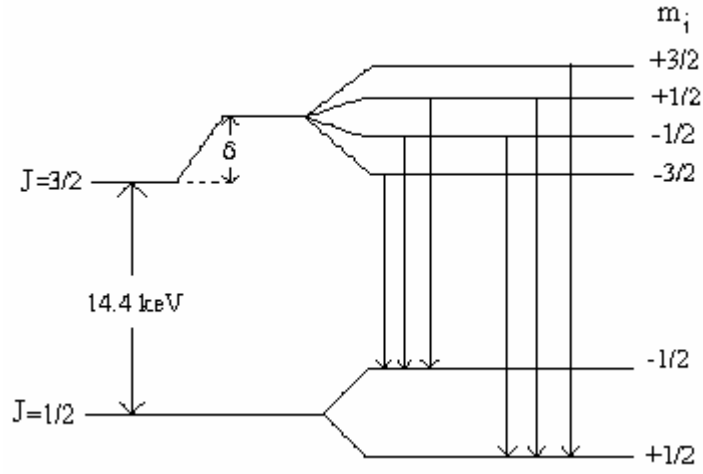
Demir ferromanyetik özelliğe sahip olduğu için, aynı atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği H manyetik alan şiddeti büyüktür ve Zeeman olayı sonucu çekirdek enerji seviyelerinde yarıma beklenir^(66,68). J nin H doğrultusundaki izdüşümü m_j ' nin aldığı değerlere göre, her enerji seviyesi $2J+1$ sayıda alt seviyeye yarılar. Fe^{57} 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 uyarılmış durum 4 seviyeye yarılabacaktır. $\Delta m_j = 0, \pm 1$ seçim kuralı göz önüne alınırsa, farklı altı gama geçişi sonucu, gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir. Fe^{57} de beklenen enerji seviyesi yarılmaları sonucunda da Mössbauer spektrumunda çok sayıda çizgi görülür. Şekil 2.4.7. (a)'da ^{57}Fe için böyle bir durum sırasında çekirdek seviyelerindeki yarılmalar, Şekil 2.4.7.(b)'de ise Mössbauer spektrumunun şekli gösterilmiştir.

Mössbauer spektrometresi metal ve metal alaşımlarında faz dönüşümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan metotlardan birisidir. Bu metotla austenite ve martensite yapıların manyetik düzenlenimleri,

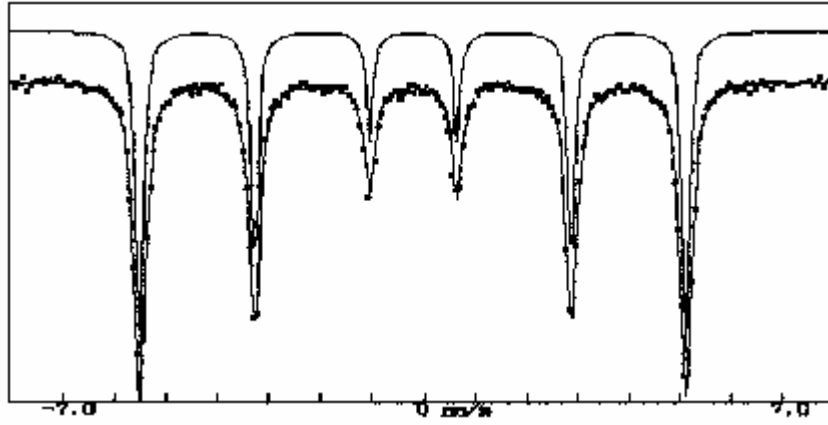
soğutma ve deformasyon sonucu oluşan martensite'lerin hacim oranları, oluşan martensite fazın iç manyetik alanı, austenite ve martensite fazların izomer kayma değerleri belirlenebilmektedir.

Fe bazlı alaşımlarda austenite yapı paramanyetik özellik gösterdiğinden dolayı, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilir. Ancak, dönüşüm sonucu oluşan martensite'lerin ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlenimleri karakteristik 6-çizgi spektrumu verir^(55,69). Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite yapının ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir^(70,71).

Taban durum için μ çekirdek manyetik momenti bilinirse, dış elektronların çekirdekte meydana getirdikleri H manyetik alan şiddeti bulunabilir. Hanna ve çalışma arkadaşları⁽⁶⁸⁾ Fe için $H=33,3$ T olarak bulmuştur⁽⁶⁸⁾.



(a)



(b)

Şekil 2.4.7. (a) ^{57}Fe 'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları. (b) Yarılmalar sonucu Mössbauer Spektrumunda oluşan çizgiler.

2.4.3 . Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Ölçüm Sistemi

Termal analiz, incelenen alaşıma ait bir fiziksel özelliğin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü veya bir tepkimede soğurulan ya da açığa çıkan ısının izlendiği yöntemleri içerir. Bu yöntemlerin başlıcaları, termogravimetri (TG), diferansiyel termal analiz (DTA), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), termometrik titrasyon ve doğrudan enjeksiyon entalpi metredir . Biz bunlardan diferansiyel taramalı kalorimetre yöntemi ile ilgileneceğiz. Termal analizler, genellikle sabit basınç altında yürütüldüğünden, geçerli olan termodinamik eşitlik Gibbs-Helmholtz;

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

ifadesidir. Burada G sistemin serbest enerjisi, H sistemin entalpisi, S sistemin entropisi ve T kelvin sıcaklığıdır. Sıcaklığın bağımsız değişken olduğu, DTA ve DSC yöntemlerinde $T.\Delta S$ terimi önemlidir. Gibbs-Helmholtz denkleminin sıcaklığa göre türevi alınırsa,

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

ifadesi elde edilir. Bu denklem sayesinde tepkimenin olmadığı bir durumdan ($\Delta G > 0$) tepkimenin olacağı bir duruma ($\Delta G < 0$) nasıl geçileceğini gösterir. ΔS pozitif ise, sıcaklığın artması ile sonuçta negatif olacaktır, eğer ΔS negatif ise, sıcaklığın azalması ile kendiliğinde olan tepkime elde edilecektir. Tepkime bir kere başladıktan sonra, olayı izlemek için bu üç yöntemden biri kullanılabilir. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yönteminde, numune ve referans maddeye aynı sıcaklık programı uygulanırken, numunede bir

değişiklik olması halinde, numuneye bir devre yardımı ile dışarıdan ısı eklenerek, her ikisinin de aynı sıcaklıkta kalması sağlanır.

DSC eğrileri, ısının sıcaklığa karşı çizilen grafikleridir. Grafikten elde edilen pikin altında kalan alan tepkimede emilen veya açığa çıkan ısıyı verir. Pik yükseklikleri ise tepkime hızı ile doğru orantılıdır. ΔH pozitif ise (endotermik), malzeme ısıtıcısına ısı eklenir ve pozitif bir sinyal elde edilir. ΔH negatif ise (ekzotermik), referans ısıtıcısına ısı eklenir ve bir negatif sinyal elde edilir. Bu piklerin integrali numunenin aldığı veya verdiği ısı miktarına bağlıdır. DSC yalnız entalpi değişiminin olduğu olaylara karşı değil, aynı zamanda numune ile referansın ısı kapasiteleri arasındaki farka karşı da çok duyarlıdır.

DSC ile bir çok malzemenin; entalpi, kristalleşme sıcaklığı, camı geçiş sıcaklığı, ısı kararlılık, saflık ve curie sıcaklığı gibi özellikleri incelenmektedir.

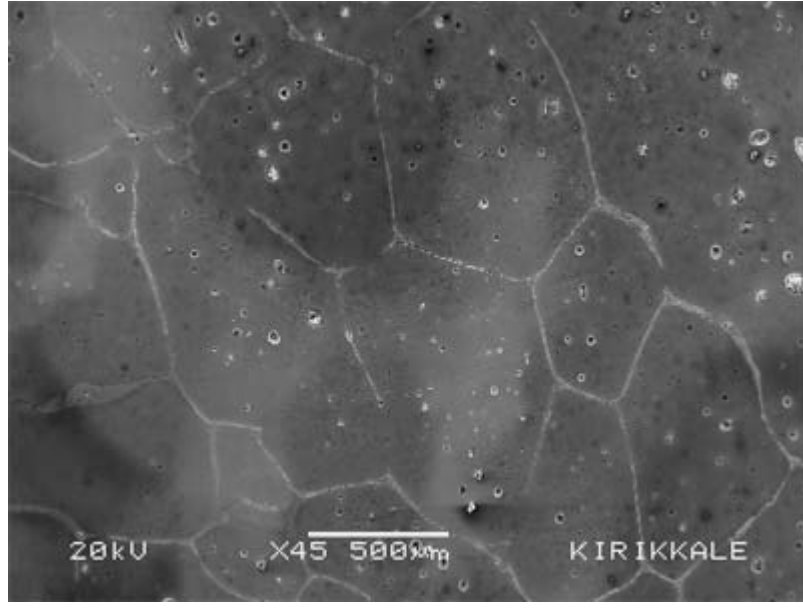
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımında Oluşan Atermal α' (bcc) Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemesi

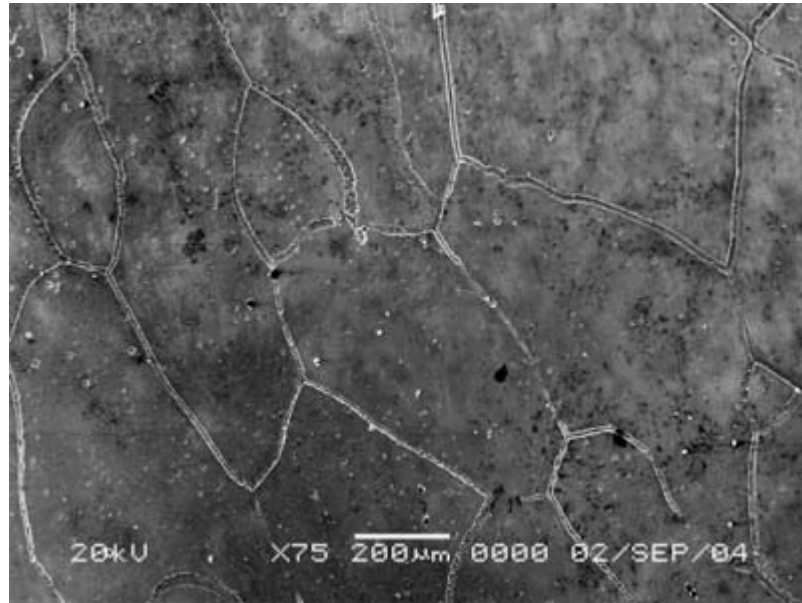
Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, ısıtma süresi, ısıtma sıcaklığı ve soğutma hızının etkisi sonucu austenite ana yapı içerisinde oluşan martensite yapının morfolojik özellikleri taramalı elektronmikroskopunda incelenmiştir.

Bu amaçla hazırlanan alaşımlara sırası ile 1100 °C' de 24 ve 45 saat, 1250 °C'de 24 saat ısıtma uygulanmış ve fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutulmuşlardır. Alaşımların oda sıcaklığında çekilen elektronmikroskop resimleri Şekil 3.1.1., Şekil 3.1.2 ve Şekil 3.1.3.' de vermiştir. İncelemeler sonucu alaşımların büyük kristal taneciklerine (grain) sahip austenite yapıda olduğu gözlenmiştir. Yavaş soğutma sonucu gözlenen bu tanelerin içindeki atomların dizilimlerinin özdeş olduğu ve oluşan bu tanelerin her birinde atomların dizilme yönelimlerinin farklı olduğu belirtilmiştir⁽⁷²⁾.

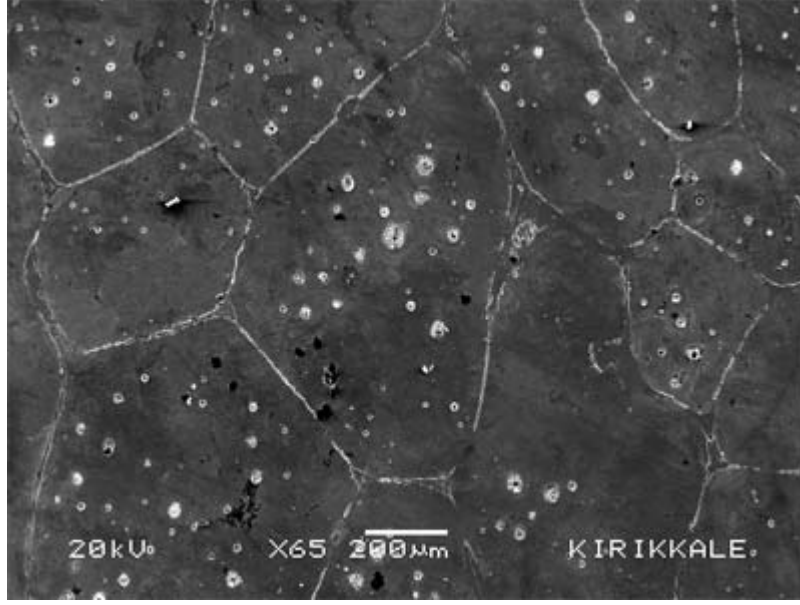
Isıtma sıcaklığı ve süresi arttıkça alaşımda oluşan austenite tane boyutunun büyüdüğü bilinmektedir^(2,27,41,73). Yapılan elektronmikroskop incelemelerinde, ısıtma sıcaklığı ve ısıtma süresinin artması ile oluşan austenite tane boyutlarının kısmen büyüdüğü gözlenmiştir.



Şekil 3.1.1. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda oda sıcaklığında oluşan austenite yapı.



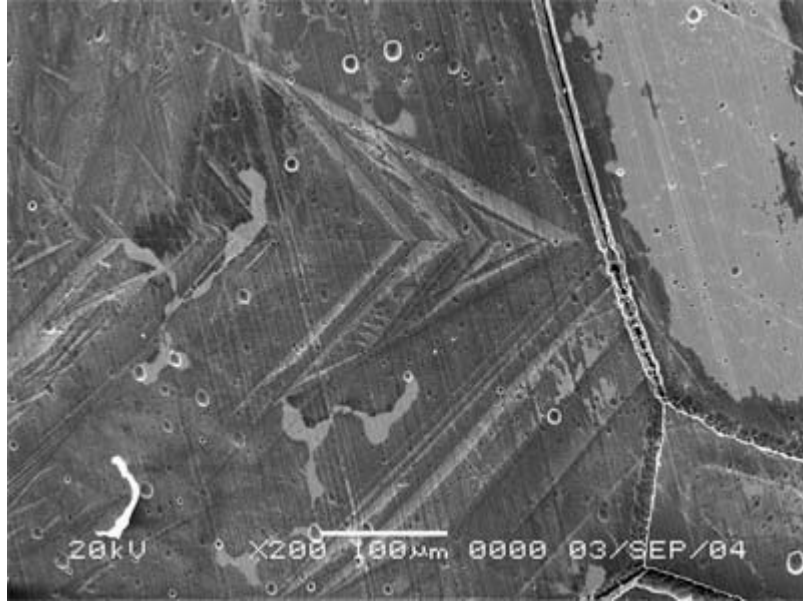
Şekil 3.1.2. 1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıtım uygulanan alaşımda oda sıcaklığında oluşan austenite yapı.



Şekil 3.1.3. 1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtma işlemi uygulanan alaşımda oda sıcaklığında oluşan austenite yapı.

Oda sıcaklığında austenite yapıda bulunan alaşımlarda martensite oluşturmak amacıyla, alaşımlar martensite başlama sıcaklığının altındaki bir sıcaklık olan sıvı azot sıcaklığında (-196 °C) 5-10 sn bekletildikten sonra oluşan martensite kristallerinin oda sıcaklığında elektronmikroskop resimleri çekilmiş ve sırasıyla Şekil 3.1.4, Şekil 3.1.5 ve Şekil 3.1.6.' da verilmiştir.

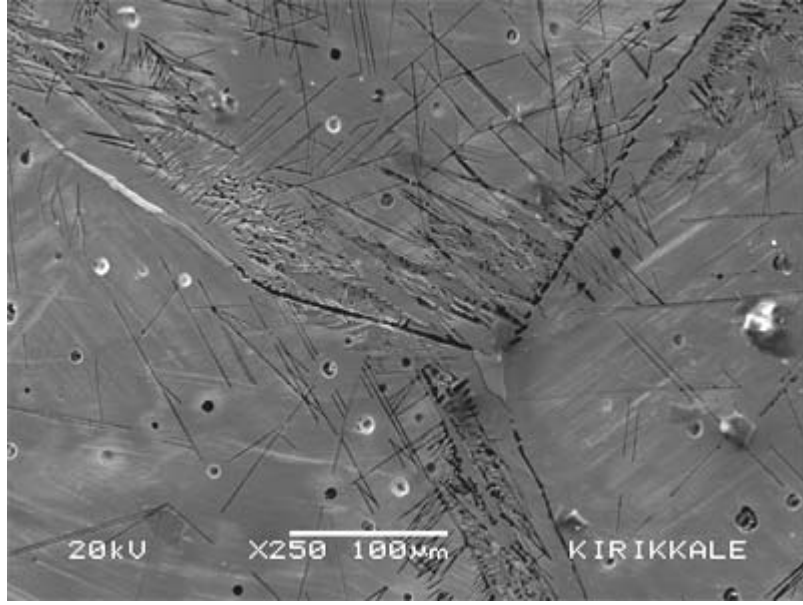
Austenite ana yapıda oluşan martensite kristallerinin morfolojik özellikleri incelendiğinde; 1100 °C' de 24 saat ısıtma işlemi uygulanan alaşımda oluşan martensite'lerin plaka (plate) ve ikizlenmiş martensite plaka (transformation twinning) tipinde olduğu, ısıtma işlem süresinin artması ile, iğ (lenticular) ve çubuk (lath) tipine, ısıtma işlem sıcaklığı artması ile iğ (lenticular)



Şekil 3.1.4. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıl işlem uygulanan alaşımda -196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite kristalleri.



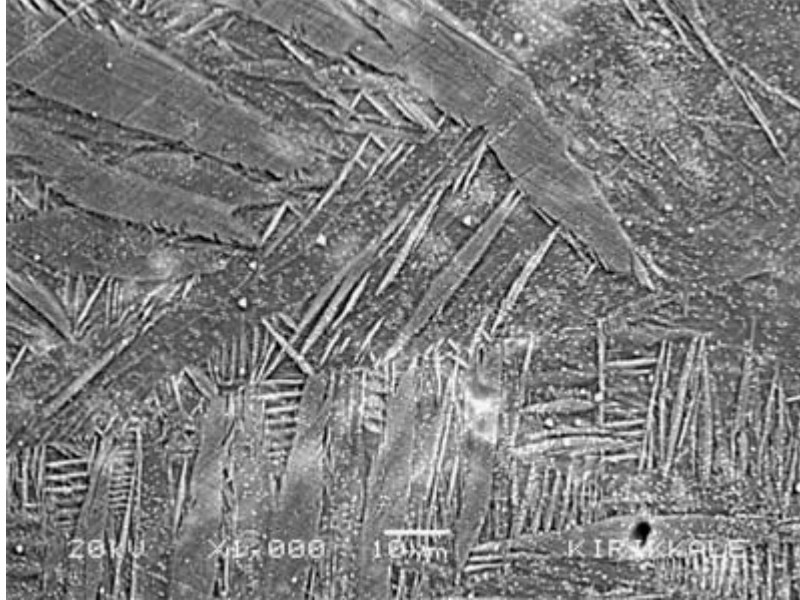
Şekil 3.1.5. 1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıl işlem uygulanan alaşımda -196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite kristalleri.



Şekil 3.1.6. 1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtma işlemi uygulanan alaşımda -196 °C’ de austenite kristal yapısı içerisinde oluşan martensite kristalleri.

ve ince plaka (thin plate) tipine dönüştüğü görülmüştür. Ayrıca, tane sınırlarının martensite kristallerinin ilerlemesini engellediği ve tane büyüklüğü arttıkça oluşan martensite miktarının arttığı gözlenmiştir. Easterling ve Porter⁽³⁾, martensite plakalarının büyümesinin tane sınırında engellendiği ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığını ama oluşan martensite kristallerinin şeklinin tane boyutunun bir fonksiyonu olduğunu belirlemişlerdir. Fe-Ni-Si alaşımlarında yapılan çalışmada yaşlandırma süresinin artması ile, Fe-Ni-Ti-Co alaşımlarında ise ısıtma sıcaklığının artması ile oluşan martensite morfolojisinin iç (lenticular) tipi martensite’den ince plaka (thin plate) tipi martensite’ye dönüştüğü gösterilmiştir^(6,74).

Soğutma hızının etkisini incelemek amacı ile yapılan çalışmada 1100 °C' de 24 saat ısıtılmış numune bu sıcaklıktan sonra aniden sıvı azot sıcaklığına (-196 °C) soğutulmuştur. Oluşan martensite kristallerinin oda sıcaklığında elektronmikroskop resimleri çekilmiş ve bunlar Şekil 3.1.7' de verilmiştir. Yapılan incelemede soğutma hızının artması ile iç (lenticular) tipi ve plaka (plate) tipi martensite oluştuğu ve oluşan martensite miktarının arttığı gözlenmiştir.



Şekil 3.1.7. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtılmış numune, aniden -196 °C' ye soğutulan alaşım' da oluşan martensite kristalleri.

3.2. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımında Oluşan Atermal α' (bcc) Martensite Yapının Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemesi

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, ısıtma süresi, ısıtma sıcaklığı ve soğutma hızının etkisi sonucu oluşan martensite kristallerinin mikro yapıları geçirmeli elektronmikroskobu (TEM)' de incelenmiştir. Austenite ve martensite fazlar arasındaki kristalografik ilişkiyi ortaya çıkarmak için elektron kırınım desenlerinden yararlanılmıştır.

1100 °C' de 24 saat ısıtma görmüş alaşımda; sıvı azot sıcaklığında oluşan plaka tipi atermal martensite'lerin birbirlerine paralel kristaller şeklinde oluştuğu gözlenmiştir. Oluşan α' faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüleri Şekil 3.2.1.a ve Şekil 3.2.1.b 'de verilmiş olup, austenite ve martensite fazın ikisinin de olduğu bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.2.1.c' de verilmiştir.

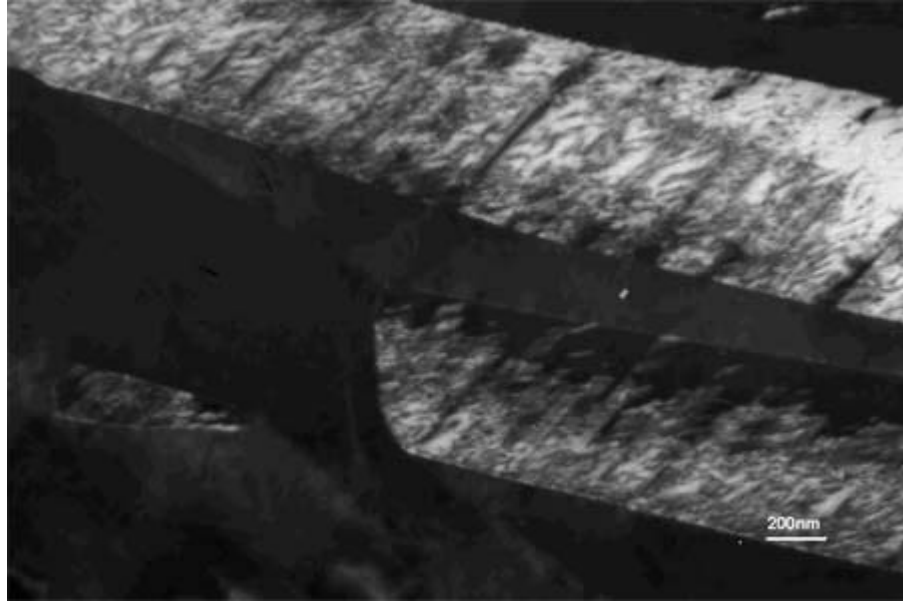
Şekilde görüldüğü gibi α' martensite kristallerinin austenite yapıdan belirgin ve düz bir sınır ile ayrıldığı gözlenmiştir. Elde edilen elektron kırınım deseni indislendiğinde Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında atermal faz dönüşümünün dönme bağıntıları, $(1\bar{1}0)_{\alpha'} // (1\bar{1}1)_\gamma$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'} // [110]_\gamma$ olarak bulunmuştur. Kristalografik dönme bağıntısının ise, Kurdjomov-Sachs türü dönme bağıntısına sahip olduğu bulunmuştur. Şekil 3.2.1.b'de, $(0\bar{1}\bar{1})_{\alpha'}$ düzleminden yansıyan ışın, merkez ışın seçilerek karanlık alan görüntüsü verilmiştir.

Martensite oluşumu ile ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modelleri, dislokasyon gruplarından oluşan martensite kristal çekirdeklerinin ana

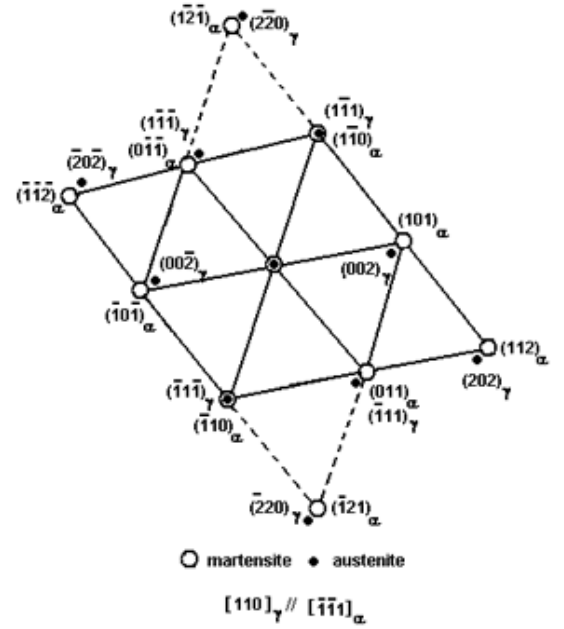
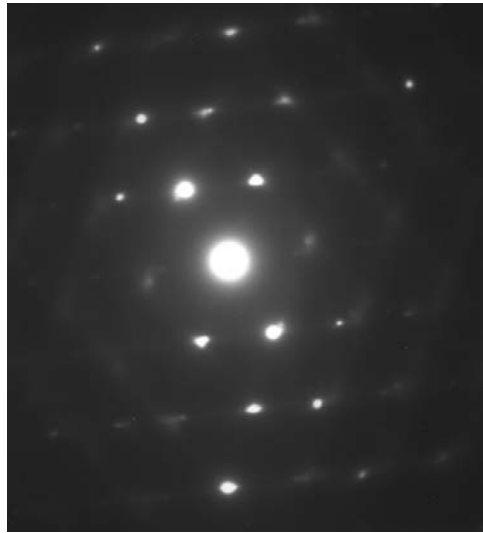
austenite faz içerisindeki kristal yapı bozukluklarından oluştuğunu varsaymış ve bu daha sonra deneysel gözlemlerle kanıtlanmıştır⁽³²⁾. Dislokasyon türü çizgisel yapı kusurlarından oluşan martensite çekirdekleri, dönüşümün başlarında austenite ana yapı içerisinde gelişi güzel dağılımlı (heterojen) bir şekilde ortaya çıkar ve dönüşüm ilerledikçe bu çekirdekler büyüyüp, üç boyutta genişleyerek, austenite yapıdan martensite yapıya faz dönüşümü gerçekleşir^(3,32). α' türü martensite oluşumu sırasında ortaya çıkan dislokasyon türü çizgisel yapı bozukluklarının oluşumu da elektronmikroskop çalışmalarında gözlenmiştir. Şekil 3.2.2.'de Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında oluşan dislokasyon ağı görülmektedir.



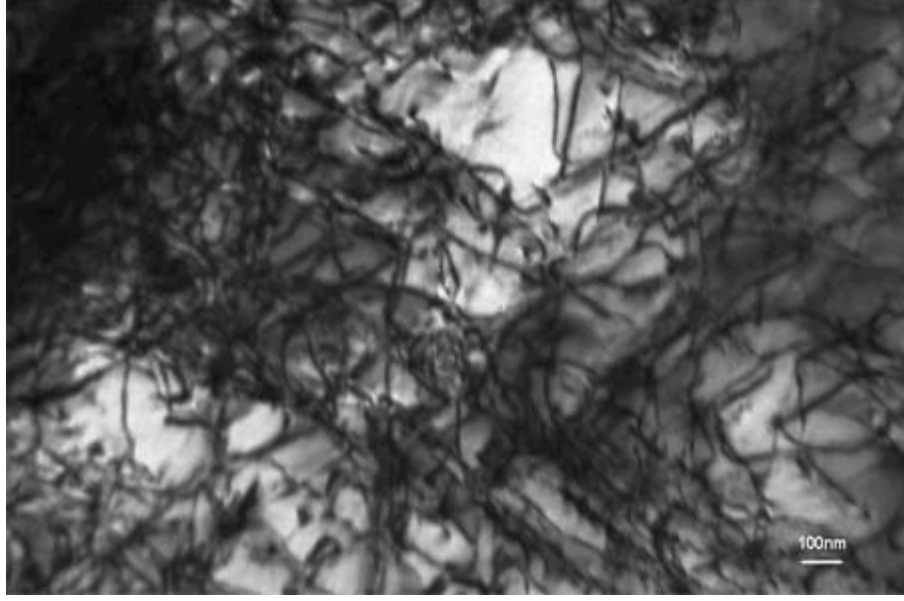
Şekil 3.2.1.a. 1100 °C' de 24 saat ısıtım görmüş alaşımda austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X30K).



Şekil 3.2.1.b. 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlemi görmüş alaşımda austenite ve martensite fazına ait karanlık alan görüntüsü (X30K).

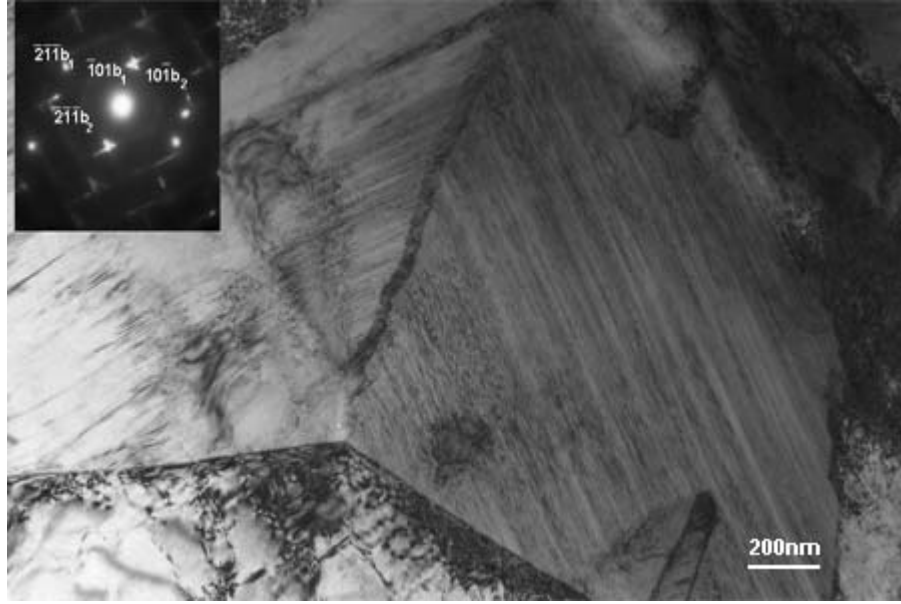


Şekil 3.2.1.c. 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlemi görmüş alaşımda austenite ve martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı.



Şekil 3.2.2. 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda oluşan dislokasyon ağı (X50K).

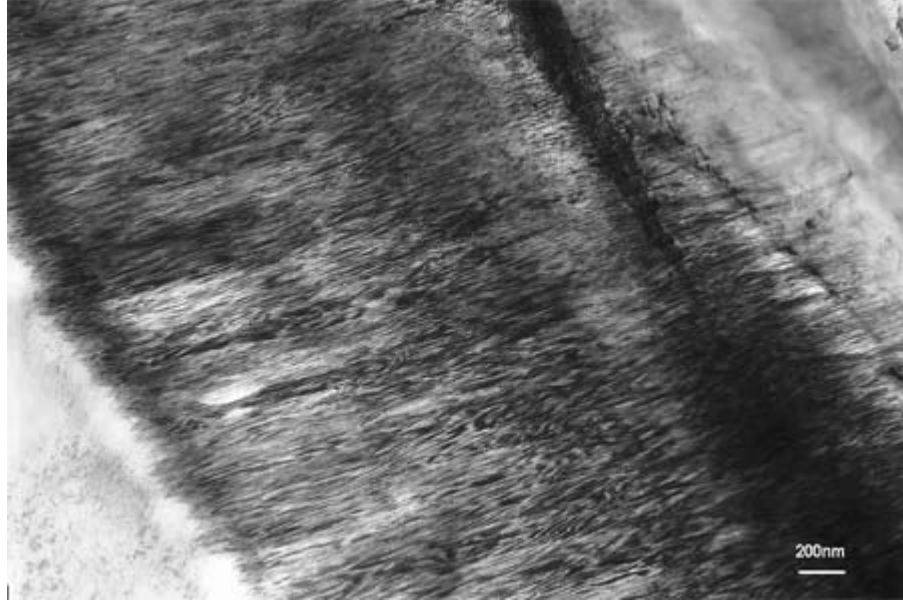
Demir bazlı alaşımlarda termal etki ile oluşan martensite plakaları, genellikle M_s sıcaklığında iğ (lenticular) tipli oluşur. Dönüşüm sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda ise, iğne (needle) tipli olarak tanımlanan ince ve uzun şekilli martensite plakaları oluşur⁽⁴⁷⁾. Termal etki ile 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımının, elektronmikroskop gözlemlerinde plaka tipi martensite yapının yanısıra ikizlenme türü hacimsel yapı bozukluğu içeren kelebek şekilli (butterfly-shape) martensite plakalarının da oluştuğu bulunmuştur. Şekil 3.2.3' de Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında 1100 °C' de oluşan kelebek şekilli martensite plakası ve indislenmiş elektron kırınım deseni verilmiştir. Gözlenen bu kelebek türü martensite yapılar çoğunlukla $\{252\}_\gamma$ habit düzlemine ve $\{112\}_\alpha$ dönüşüm ikizlerine sahiptir^(19,47).



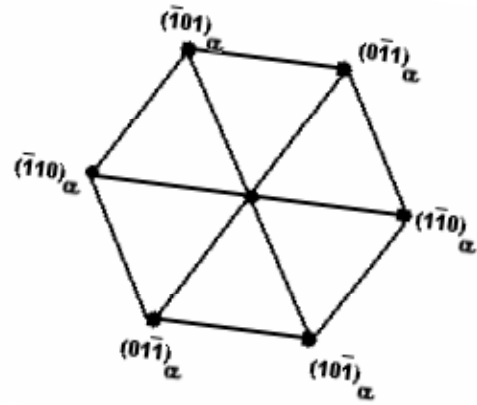
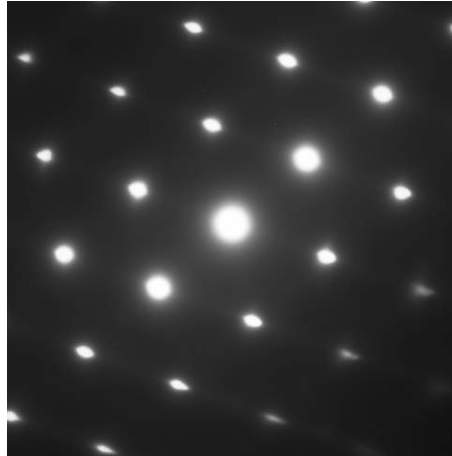
Şekil 3.2.3. 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda oluşan kelebek şekilli martensite ve indislenmiş elektron kırınım deseni (X25K).

Kırınım deseninden yapılan incelemeler sonucu; kelebek şekilli martensite'nin kanatlarının $\{112\}_\alpha$ dönüşüm ikizleri içerdiği ve elektron demetinin yönü martensite için $[1\bar{3}1]_\alpha$, ikiz için ise $[\bar{1}3\bar{1}]_\alpha$ olduğu bulunmuştur. Fe-Ni-C⁽⁴⁷⁾ alaşımlarında yapılan çalışmada, termal etki ve zorlanma etkisi ile oluşan kelebek şekilli martensite'nin kristalografik ve yapısal özellikleri incelenmiştir. Termal etki ile oluşan kelebek türü martensitelerin Kurdjumov-Sachs dönme bağıntısına uyduğu ve dönüşüm ikizlerinin ise, martensite yapının $\{112\}_\alpha <111>_\alpha$ kayma sistemi üzerinde oluştuğu bulunmuştur.

1100 °C' de 45 saat ısıtım işlem görmüş alaşımda yapılan elektronmikroskop çalışmaları sonucu, içerisinde çok miktarda dislokasyon yoğunluğu içeren çubuk (lath) tipli martensite'nin oluştuğu gözlenmiştir.



Şekil 3.2.4.a. 1100 °C' de 45 saat ısıt işleml görmüş alaşımda austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X30K).

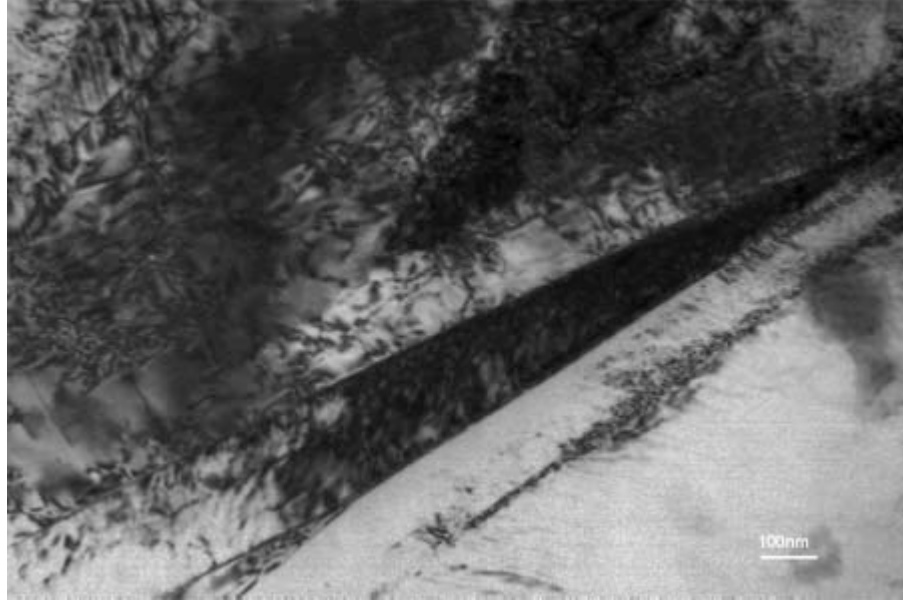


Şekil 3.2.4.b. 1100 °C' de 24 saat ısıt işleml görmüş alaşımda martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

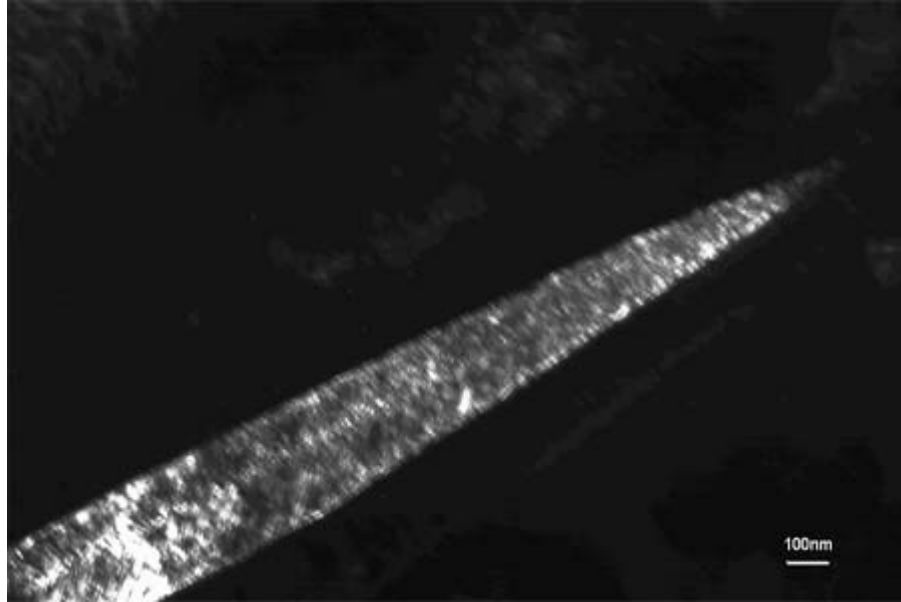
Şekil 3.2.4.a ve Şekil 3.2.4.b' de 1100 °C' de 45 saat ısıtma işlemi görmüş Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında; çoğunlukla $\{111\}_\gamma$ habit düzlemine^(2,51,87) sahip çubuk (lath) tipli martensite'nin aydınlık alan görüntüsü ve martensite bölge üzerinden alınan elektron kırınım deseni ile indislenmiş diyagramı verilmiştir. Kırınım deseninden yapılan incelemeler sonucu, martensite için elektron demetinin yönü $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ olarak bulunmuştur.

Bazı demir bazlı alaşımlarda termal etki ile oluşan çubuk tipli martensite'lerin iç ikizlerden oluştuğu ve ikiz yapılarının incelenmesini esnasında, Bragg şartını sağlayacak yansımalarından ufak bir sapmanın çok önemli olduğu belirtilmiştir^(88,89). Bu çalışmada; Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında oluşan çubuk tipli martensite'nin dönüşüm ikizlerinden oluşmadığı bulunmuştur. Ayrıca, martensite yapıyı oluşturan dislokasyonların birbirlerine paralel bir düzende belirli bir doğrultuda yöneldikleri gözlemlenmiştir. bcc tipi martensite kristal yapıda olası kayma doğrultusu $\langle 111 \rangle_\alpha$ olduğu için dislokasyonlar sadece $\langle 111 \rangle_\alpha$ doğrultusunda hareket eder.

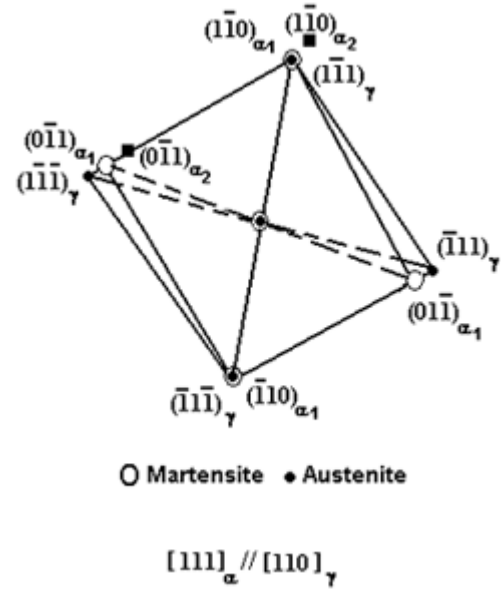
1100 °C' de 24 saat ısıtma işlemi görmüş ve aniden sıvı azot sıcaklığına soğutulan Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında yapılan elektronmikroskop çalışmaları sonucu; kısmen ikizlenmiş ve $\{259\}_\gamma$ habit düzlemine^(87,90,91) sahip iç (lenticular) tipli martensite oluşumu gözlemlenmiştir. Oluşan α' faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüsü, Şekil 3.2.5.a ve Şekil 3.2.5.b' de gösterilmiş olup, austenite ve martensite fazının ikisinde olduğu bölgeden alınan elektron kırınım deseni ile indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.2.5.c' de verilmiştir.



Şekil 3.2.5.a. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtılarak ve aniden -196 °C'ye soğütülen alaşımda austenite ve martensite fazına ait aydınlık alan görüntüsü (X50K).



Şekil 3.2.5.b. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtılarak ve aniden -196 °C'ye soğütülen alaşımda austenite ve martensite fazına ait karanlık alan görüntüsü (X50K).



Şekil 3.2.5.c. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıl işlem uygulanıp aniden -196 °C' ye soğutulan alaşımda austenite ve martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

Elde edilen elektron kırınım deseni indislendiğinde Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında atermal faz dönüşümünün dönme bağıntıları, $(1\bar{1}0)_{\alpha'} // (1\bar{1}1)_{\gamma}$, $[111]_{\alpha'} // [110]_{\gamma}$ olarak bulunmuştur. Kristalografik dönme bağıntısının ise, Kurdjomov-Sachs türü dönme bağıntısına sahip olduğu bulunmuştur. Şekil 3.2.5.b'de, $(0\bar{1}1)_{\alpha}$ düzleminde yansıyan ışın, merkez ışın seçilerek karanlık alan görüntüsü verilmiştir. Elektron kırınım deseninde ikizlenmiş martensite plakalardan gelen yansımalar da görülmektedir.

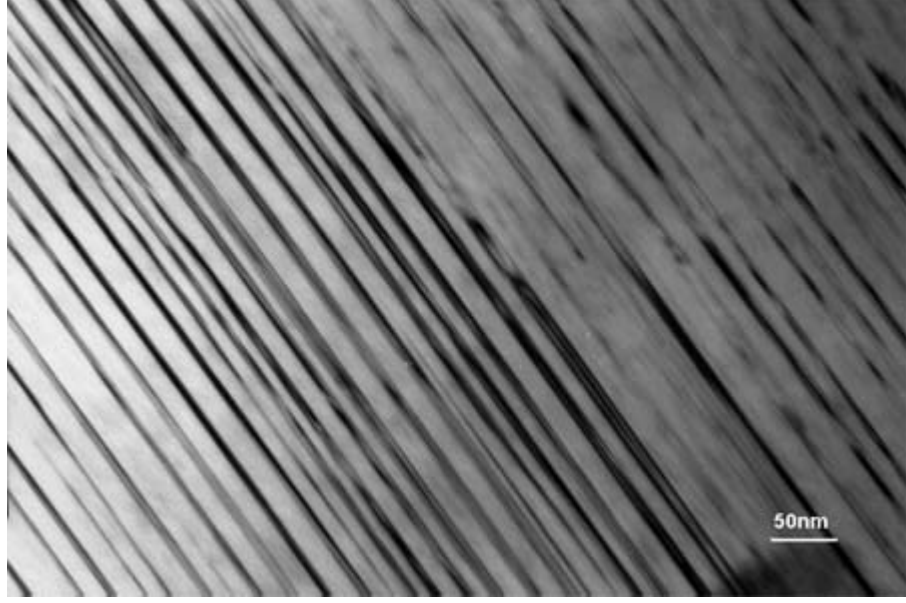
İğ tipi martensite'nin, midrib ile yüksek yoğunlukta kısmen ikizlenmiş ikizler ve dislokasyonların, plakanın kenarında birleşmesi ile oluştuğu bilinmektedir^(90,91). Şekil 2.5.2.a.' da görüldüğü gibi; martensite plaka

içerisindeki ikizler ve dislokasyonlar, iğ tipi martensitenin oluşmasında ve büyümesinde önemli rol oynar.

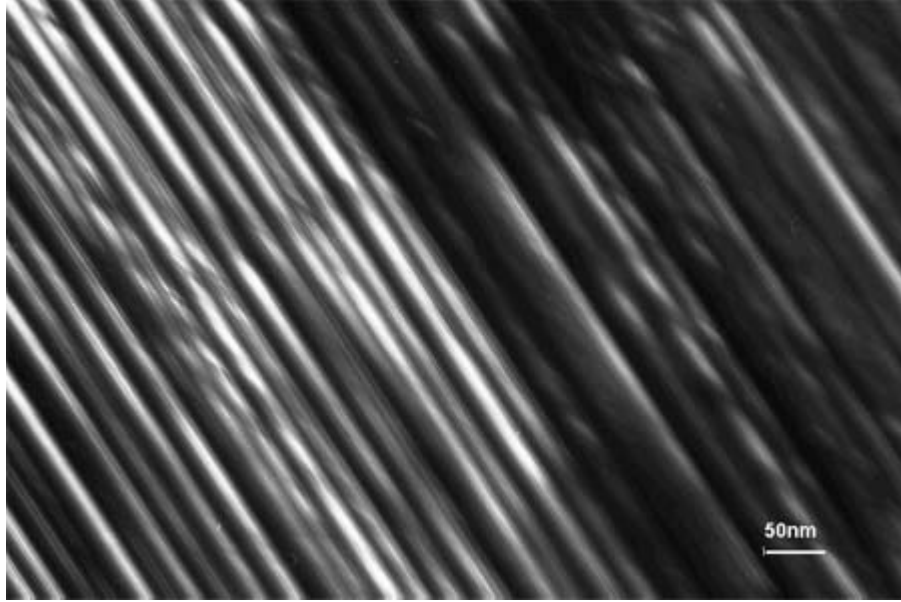
1250 °C' de 24 saat ısıtılmış işlem görmüş Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında yapılan elektronmikroskop çalışmaları sonucu, oluşan martensite yapının; hepsi aynı doğrultuda yönelmiş dönüşüm ikizlerinden oluştuğu bulunmuştur. Daha önce taramalı elektronmikroskop çalışmalarında ince plaka martensite'ler gözlenmesine rağmen, geçirmeli elektronmikroskop çalışmalarında ince plaka tipi martensite gözlenememiştir. İnce plaka martensite'nin; tamamen ikizlenmiş yüksek yoğunlukta dönüşüm ikizlerinden oluştuğu bilinmektedir^(6,12,16).

Oluşan α' faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüsü Şekil 3.2.6.a ve Şekil 3.2.6.b' de verilmiş olup, ikizlenmiş bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.2.6.c' de verilmiştir.

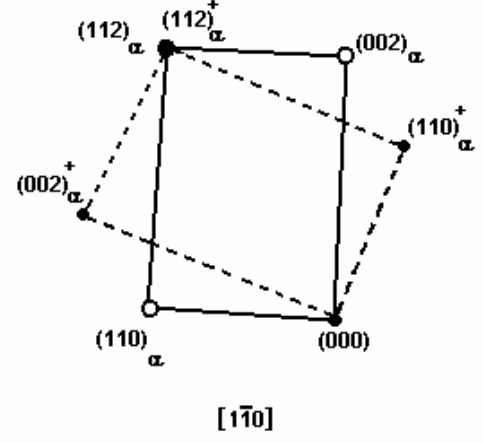
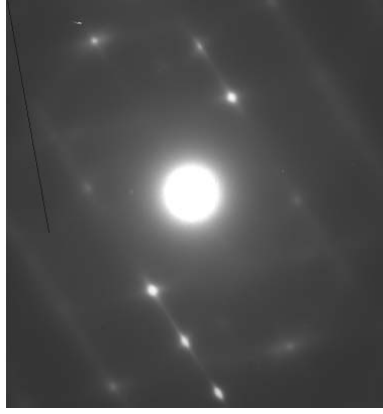
Elde edilen elektron kırınım deseni indislendiğinde; Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında oluşan martensite plakanın $\{112\}_\alpha$ dönüşüm ikizlerinden oluştuğu bulunmuştur. Şekil 3.2.6.a'da görülen ve aynı doğrultuda yönelmiş siyah martensite plakalar $(112)_\alpha$ düzlemine paraleldir. Elektron demetinin yönü ikizlenmiş martensiteler için $[1\bar{1}0]_\alpha$ olarak bulunmuştur. Şekil 3.2.6.b'de, $(112)_\alpha$ düzleminden yansıyan ışın, merkez ışın seçilerek karanlık alan görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.2.6.a. 1250 °C' de 24 saat ısıtılma işlemi görmüş alaşımda ikizlenmiş bölgenin aydınlık alan görüntüsü (X150K).



Şekil 3.2.6.b. 1250 °C' de 24 saat ısıtılma işlemi görmüş alaşımda ikizlenmiş bölgenin aydınlık alan görüntüsü (X150K).



Şekil 3.2.6.c. 1250 °C' de 24 saat ısıtılmış alaşımda ikizlenmiş bölgeden alınan kırınım deseni ve diyagramı.

3.3. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alařımında Oluřan Austenite- Martensite Faz Dönüřümünün Manyetik Özelliklerinin AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Yöntemi İle Belirlenmesi

Demir alařımlarında meydana gelen austenite-martensite faz geçiřleri ile bunların manyetik davranıřları arasında güçlü bir iliřki kurulabilir⁽⁷⁷⁾. Austenite faz paramanyetik davranıř göstermesine rađmen, martensite faz bundan farklı olarak ferromanyetik veya antiferromanyetik davranıř göstermektedir⁽⁷⁵⁾. Fe-Mn-Si ve Fe-Cr-C alařımları üzerine yapılan çalıřmada, austenite-martensite faz geçiři sırasında; belirgin bir manyetik geçiř olduđu, manyetik alınganlıđın sıcaklıkla deđiřimi incelenerek gösterilmiřtir^(76,77). Diđer taraftan, paramanyetik durumdan antiferromanyetik duruma geçiř sıcaklıđı olan M_s sıcaklıđı ve antiferromanyetik durumdan paramanyetik duruma geçiř sıcaklıđı olan T_N (Neel sıcaklıđı) belirlenmiřtir⁽⁷⁶⁾. Fe-Mn-Si alařımlarında yapılan bařka bir çalıřmada, Si miktarı artması ile T_N 'nin azaldıđı ve manyetik alınganlıđın arttıđı bulunmuřtur⁽⁷⁷⁾. Austenite fazda bulunan bir kristale deformasyon uygulanması ile oluřan martensite fazın manyetik özellikleri de incelenmiřtir⁽⁷⁸⁾. Bu çalıřmada atermal dönüřüm gerçekteřen Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımları için manyetik faz geçiřleri belirlenmiř ve M_s sıcaklıkları bulunmuřtur.

Isıl iřlem sıcaklıđının manyetik özellikleri nasıl deđiřtirdiđini belirlemek amacı ile, 1100 °C ve 1250 °C derecede 24 saat ısıl iřlem görmüř, austenite fazdaki alařımların manyetik alınganlık deneyleri

Lakeshore Model 7130 a.c manyetik alınganlık cihazı ile 25 °C ile -250 °C sıcaklık aralığında ölçümler alınarak yapılmıştır.

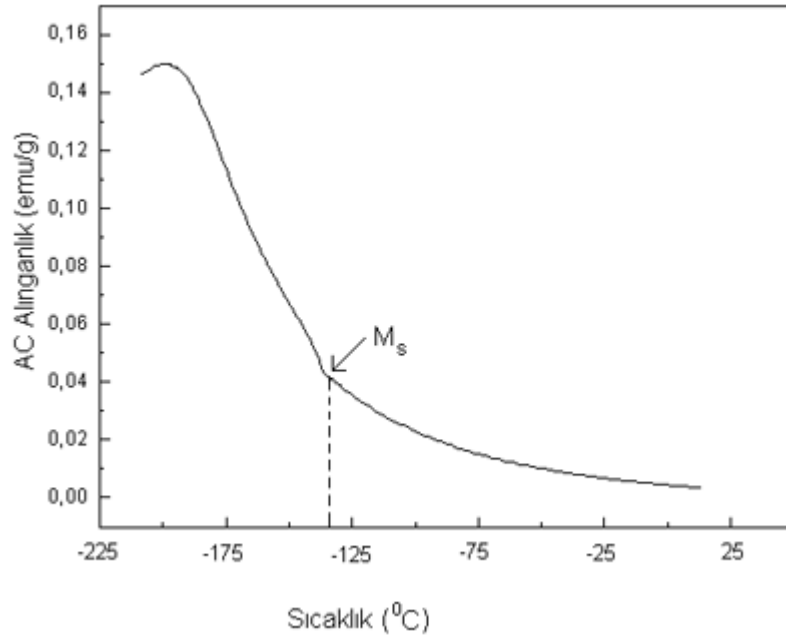
1250 °C ve 1100 °C' de 24 saat ısıtıl işlem görmüş Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımı için manyetik alınganlık ölçüleri, 125Hz ve 100 A/m'lik AC alanda yapılmıştır. Manyetik alınganlığın değişimi 25 °C ile -250 °C aralığında yapılmış ve sıcaklığa bağlı manyetik alınganlık eğrileri Şekil 3.3.1. ve Şekil 3.3.2' de verilmiştir. Şekil 3.3.1.' de görüldüğü gibi; 1250 °C' de 24 saat ısıtıl işlem görmüş alaşım; oda sıcaklığında paramanyetik fazda iken, -133 °C' de antiferromanyetik faza geçmiştir. Aynı zamanda, Şekil 3.3.2' de görüldüğü gibi, 1100 °C' de 24 saat ısıtıl işlem görmüş alaşım oda sıcaklığında paramanyetik fazda iken, -70 °C' de antiferromanyetik faza geçmiştir.

Isıl işlem sıcaklığının artması ile Ms sıcaklığının düştüğü ve manyetik alınganlık değerinin arttığı bulunmuştur. Isıl işlem sıcaklığının artması ile austenite tane büyüklüğü artar^(2,27,30,41). Austenite taneleri küçüldükçe, toplam tane sınırları kısmen azalacaktır. Bu durum olası martensite çekirdeklenme yerlerinin artmasına neden olacağından, martensite oluşumu kolaylaşacaktır⁽⁸⁰⁾. Daha önce yapılan bir çalışmada; Fe-%30Ni-%0,02C alaşımında austenite tane boyutunun artması ile Ms sıcaklığının düştüğü bulunmuştur⁽²⁾.

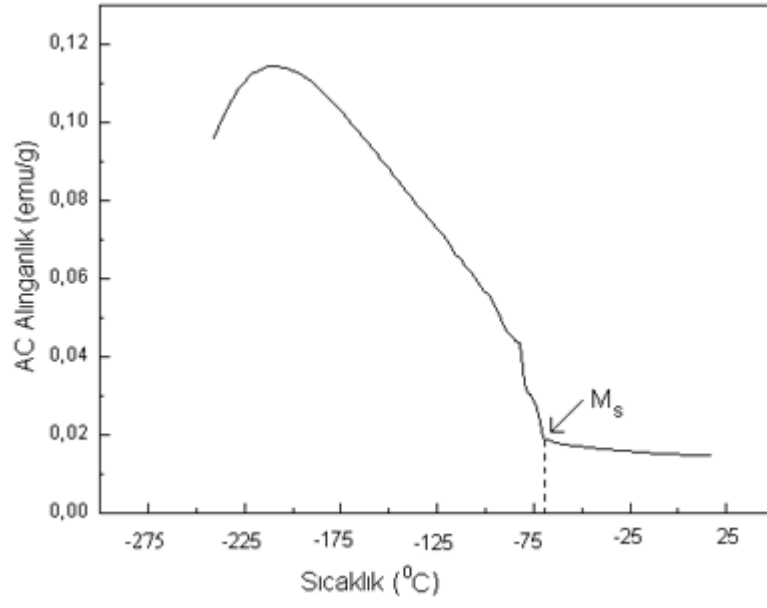
Martensite fazın yüksek yoğunlukta dislokasyon içerdiği bilinmektedir⁽⁸¹⁾. Antiferromanyetik bölgede oluşan manyetik bölgeler (domainler), uygulanan AC alan yönünde yönelirler. Dislokasyonlar yerel manyetik bölgelerin hareketini zorlaştırır^(30,72). Isıl işlem sıcaklığı artması ile

dislokasyon yoğunluğu azalır. Dislokasyon yoğunluğunun azalması ile manyetik bölgelerin hareketi kısmen artar⁽³⁰⁾. Manyetik bölgelerin hareketinin artması ile manyetik alınganlık değeri artar.

Isıl işlem görmüş metal, yumuşak manyetik malzeme iken, soğuk şekil değiştirme sonucu dislokasyon yoğunluğu artacağından dolayı, sert manyetik malzeme olur⁽³⁰⁾. Ayrıca tane büyüklüğü artması ile tane sınırları alanı azalır. Bundan dolayı, malzeme de yumuşak manyetiklik eğilimi artar⁽³⁰⁾.



Şekil 3.3.1. 1250 °C' de 24 saat ısıl işlem görmüş Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında sıcaklığa karşı a.c manyetik alınganlığı.



Şekil 3.3.2. 1100 °C' de 24 saat ısıtım işlem görmüş Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında sıcaklığa karşı a.c manyetik alinganlılığı.

3.4. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alařımında Oluřan Austenite- Martensite Faz Dönüřümünün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi İle İncelenmesi

Mössbauer spektroskopisi, metal ve metal alařımlarında austenite-martensite faz dönüřümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden birisidir. Bu yöntemle, austenite ve martensite yapıların manyetik düzenlenimleri, çeřitli fiziksel etkenler sebebiyle oluřan martensite kristallerinin hacim yüzdeleri, martensite fazın iç manyetik alanı ve çekirdek ile s elektronları arasındaki etkileřimin deęiřimini gösteren izomer kayma kesin bir řekilde belirlenebilir⁽²⁾.

Fe bazlı alařımlarda austenite yapı paramanyetik olduęundan, bu faz tek bir soęurma çizgisi ile karakterize edilir. Ancak, dönüřüm sonucu oluřan martensite'lerin ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlenimleri, karakteristik 6 çizgi spektrumu verir^(55,69). Ancak bazı Fe bazlı alařımlarda austenite yapının ferromanyetik özellik gösterdięi de bilinmektedir^(70,71).

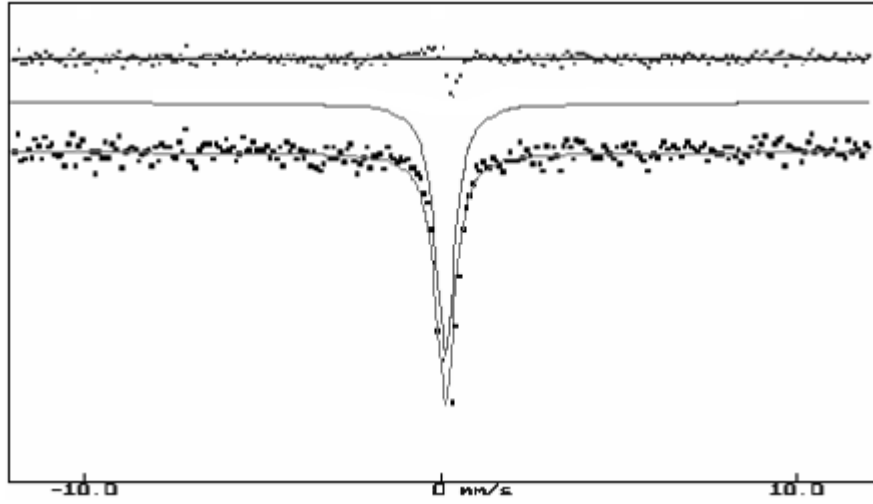
Literatürde Fe ve Fe-Ni bazlı alařımlarda oluřan martensite yapının manyetik özelliklerini belirlemek amacıyla bir çok çalıřma yapılmıřtır^(21-23,34,55,69,82-84).

Bu çalıřmada; Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımında, ısıl iřlem süresi, ısıl iřlem sıcaklıęı ve soęuma hızının etkisi sonucu, austenite ana yapı içerisinde oluřan martensite yapının manyetik özelliklerini incelemek amacıyla, oda sıcaklıęında Mössbauer spektrumları alınmıřtır.

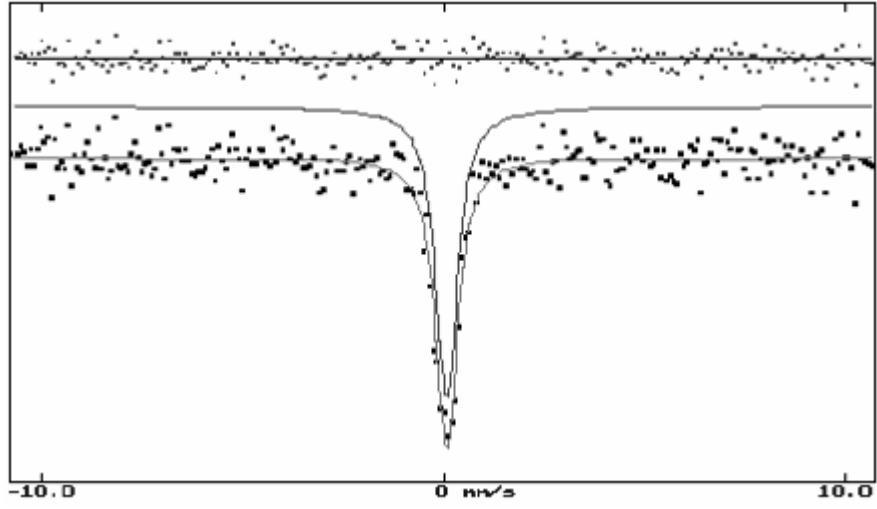
Bölüm 3.1.'de yapılan taramalı elektronmikroskop çalıřmalarında, ısıl iřlemine tamamlamıř Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımlarının oda sıcaklıęında

austenite yapıda olduğu gözlenmiştir. Burada 1100 °C' de 24 ve 45 saat, 1250 °C'de ise 24 saat ısıtım uygulanmış alaşımların oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumları; sırasıyla Şekil 3.4.1., Şekil 3.4.2. ve Şekil 3.4.3.' de verilmiştir. Austenite fazdaki Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımı paramanyetik olduğundan, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilir.

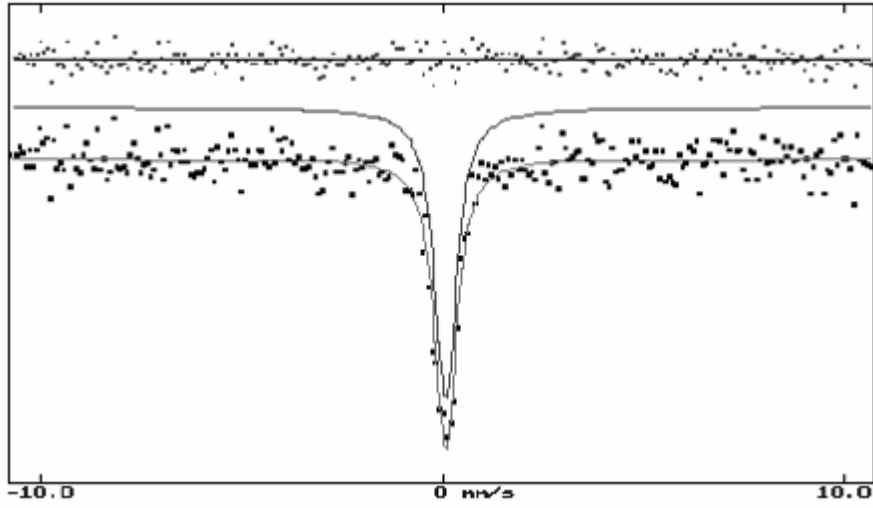
Farklı ısıtım süresi ve ısıtım sıcaklığı uygulanan alaşımlarda, sıvı azot sıcaklığında (-196 °C) martensite oluşturulduktan sonra, oda sıcaklığında martensite ve austenite fazda bulunan alaşımların Mössbauer spektrumları sırasıyla Şekil 3.4.4., Şekil 3.4.5. ve Şekil 3.4.6.' da verilmiştir. Ayrıca, soğutma hızının etkisini incelemek amacıyla, 1100 °C' 24 saat ısıtım uygulanarak aniden sıvı azot sıcaklığına' na (-196 °C) soğutulan alaşımın Mössbauer spektrumu ise Şekil 3.4.7.' de verilmiştir.



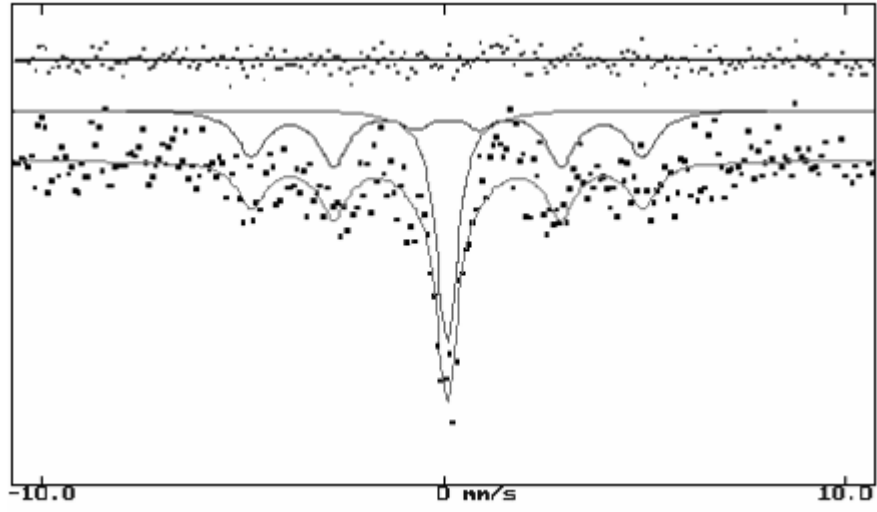
Şekil 3.4.1. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda, oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.



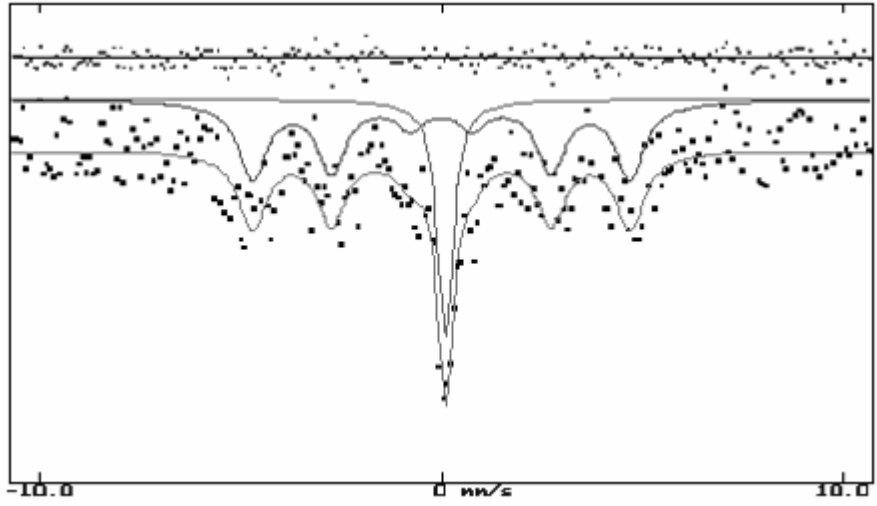
Şekil 3.4.2. 1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıtım uygulanan alaşımda, oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.



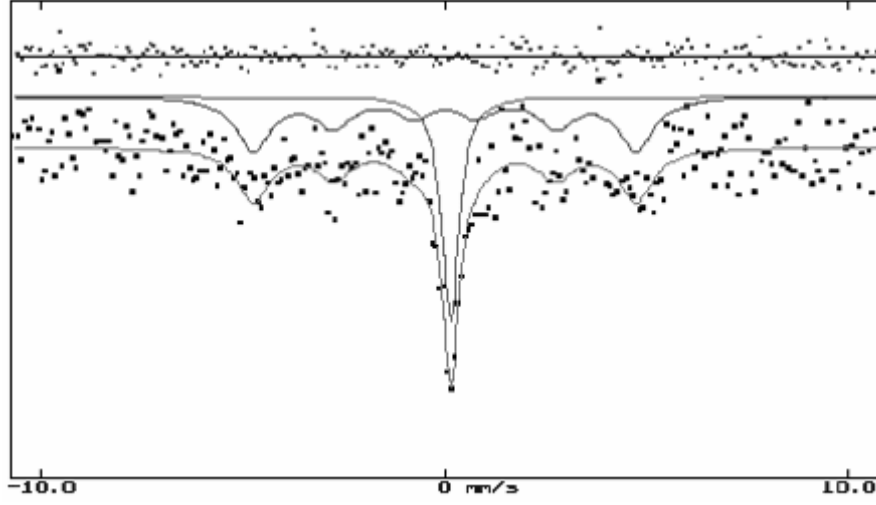
Şekil 3.4.3. 1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda, oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.



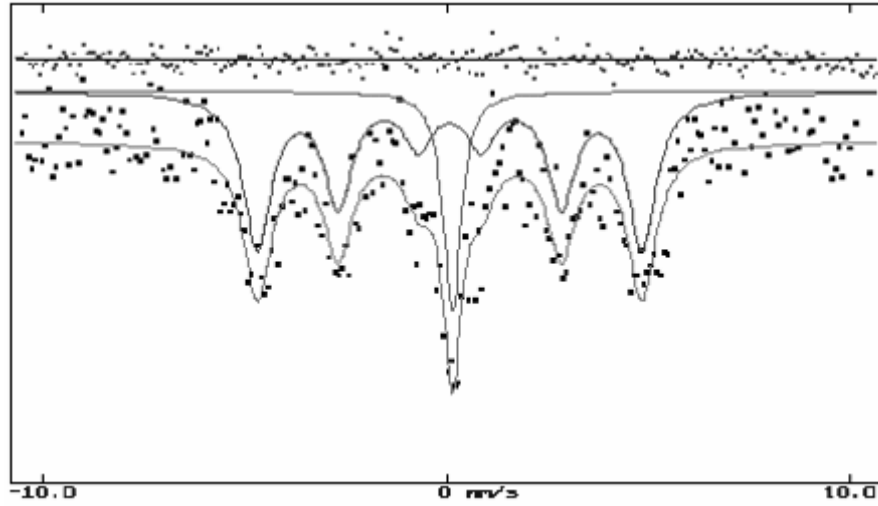
Şekil 3.4.4. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda, -196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.



Şekil 3.4.5. 1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıtım uygulanan alaşımda, -196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.



Şekil 3.4.6. 1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanan alaşımda, -196 °C' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.



Şekil 3.4.7. 1100 °C sıcaklığında 24 saat ısıtım uygulanıp aniden -196 °C' ye soğutulan alaşımda, austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.

Çizelge 3.4.1. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımında Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi ile Elde Edilen Sonuçlar.

	T (°C)	t (saat)	δ_F (mm/s)	δ_p (mm/s)	%F	%P	B _{iç} (T)
Austenite	1100	24	—	0,1±0,023	0	100	—
Austenite	1100	45	—	0,01±0,014	0	100	—
Austenite	1250	24	—	0,09±0,008	0	100	—
Martensite (Yavaş Soğutma)	1100	24	0,09±0,05	0,093±0,018	58,31	41,69	30,09±0,42
Martensite (Yavaş Soğutma)	1100	45	0,09±0,04	0,1±0,053	73,96	26,04	29,02±0,34
Martensite (Yavaş Soğutma)	1250	24	0,08±0,0	0,12±0,02	65,85	34,15	29,31±0,53
Martensite (Hızlı soğutma)	1100	24	0,09±0,02	0,156±0,024	82,99	17,01	29,42±0,19

Bu çalışmada, Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında; ısıtma sıcaklığı, ısıtma süresi ve soğutma hızının etkisi ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinin manyetik özellikleri Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak elde edilen martensite ve austenite yapıların oluşum yüzdeleri, martensite yapıya ait iç manyetik alan değerleri ile martensite ve austenite fazlara ait izomer kayma değerleri çizelge 3.4.1.' de verilmiştir.

Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak, Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, ısıtma süresi, ısıtma sıcaklığı ve soğutma hızı artması ile, oluşan martensite miktarının arttığı bulunmuştur. Ayrıca oluşan martensite miktarının artması ile, martensite faza ait iç manyetik alan değerinin azaldığı bulunmuştur. Oluşan fazların hacim değişiminden veya s- elektronlarının yoğunluğundaki değişimden kaynaklanan izomer kayma değerleride bulunmuştur.

Isıtma sıcaklığı ve ısıtma süresinin artması ile oluşan martensite miktarının artmasını tane boyutlarına bağlayabiliriz. Tane sınırları geniş kusur bölgeleri olduğu için, martensite çekirdekleri için tercihli yer olduğu düşünülmektedir⁽²⁾. Tane sınırları, martensitik dönüşümleri engellemek için ana fazın stabilize olmasına hizmet eder. Martensite kristallerinin büyümesi ise tane sınırlarında durur. Bundan dolayı küçük taneler ana fazın stabilize olmasının bir sonucudur. Isıtma sıcaklığı ve süresi artması ile tane boyutu artar. Bundan dolayı, toplam tane sınırları artar ve oluşan martensite miktarı artar⁽²⁾. Fe-Ni-C ve Fe-Mn-Mo alaşımlarında, austenite tane boyutunun

artması ile oluşan martensite miktarının arttığı Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmiştir^(2,41).

Soğutma hızının artması ile çekirdeklenme bölgeleri artar ve soğutma esnasında büyük termal zorlar üretilir⁽²⁾. Bundan dolayı, soğutma hızının artması ile oluşan martensite miktarı artar.

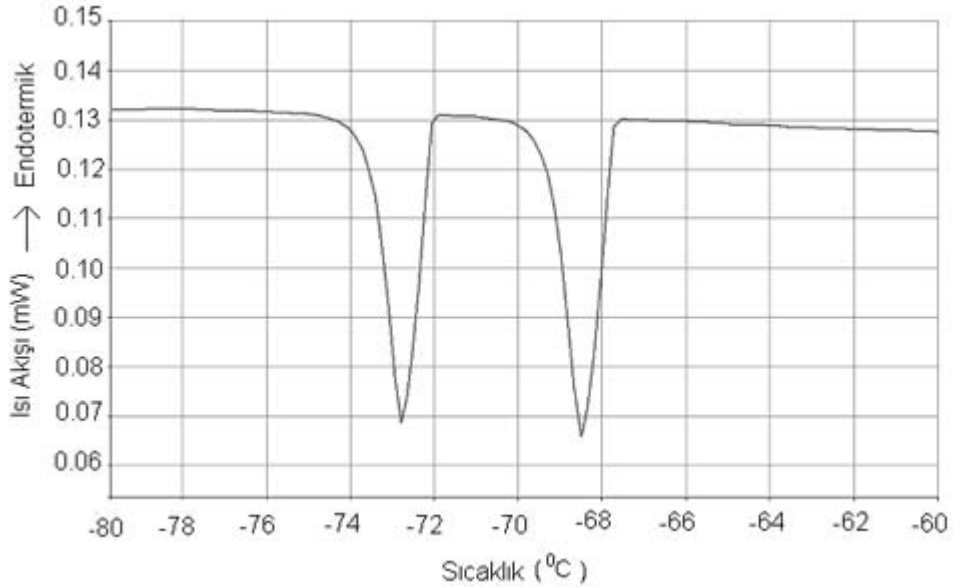
Demir atomunun 3d kabuğunda, 4 enerji düzeyinde tek elektron vardır. Bunlar aynı yönde dönerler ve manyetik kutupları birbirine paraleldir. Bu elektron yapısı Fe' in yüksek manyetikliğe sahip olmasının sebebini açıklar. İç manyetik alanın azalması; 3d kabuğuna elektron transferinin artması ile demirin manyetik momentinin azaldığını gösterir⁽⁸⁵⁾. Aynı zamanda manyetik alınganlık ile iç manyetik alan birbirleriyle ters orantılıdır. Bulunan bu sonuçlar manyetik alınganlık sonuçları ile uyum içindedir. Düşük karbonlu çeliklerde ve Fe-Ni-C alaşımlarında yapılan çalışmalarda; ferromanyetik hacim miktarının artması ile iç manyetik alanın azaldığı, Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak bulunmuştur^(21,22). Bu çalışmada bulunan sonuçlar literatür ile uyum içerisindedir.

İzomer kaymanın değişmesi, Fe çekirdeklerinde s elektron yoğunluğundaki değişmeden kaynaklanır. Fe' in 3d kabuğundaki elektron yoğunluğunun artması ile Fe çekirdeklerinin 3s ve 4s kabuğundaki elektron yoğunluğunu azalır, böylece izomer kayma değerleri artar^(82,86). Çizelge 3.4.1' de Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımı için ısıtma sıcaklığı, ısıtma süresi ve soğutma hızının artması ile, oluşan martensite miktarının ve izomer kayma değerinin arttığı, buna karşılık martensite fazın iç manyetik alanının azaldığı görülmektedir.

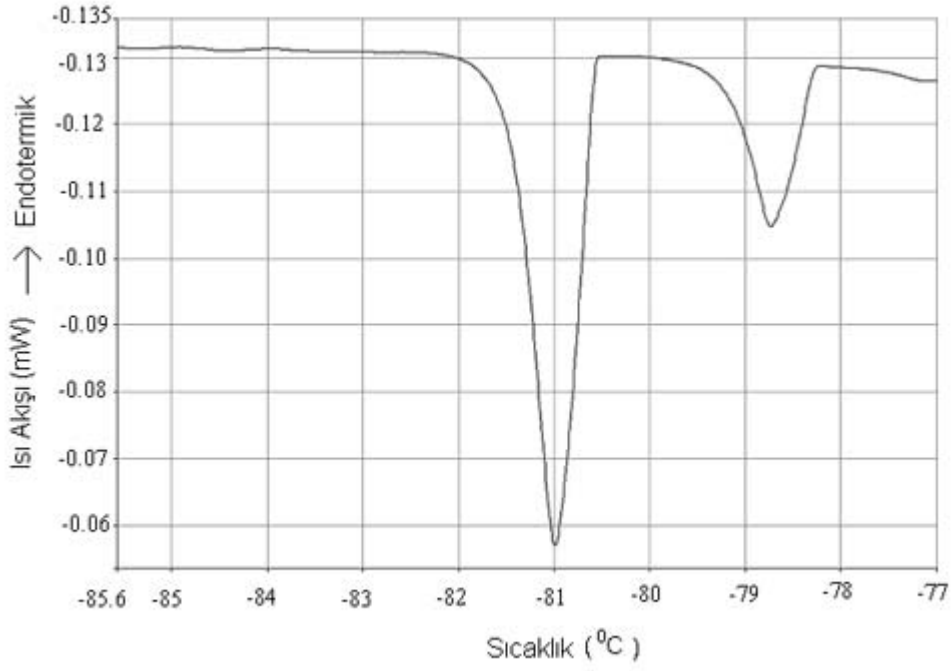
3.5. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alařımında Oluřan Austenite-Martensite Faz Dönüřümünün Termal Özellikleri

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımına uygulanan, farklı ısıl işlem sıcaklıđı ve ısıl işlem süresinin M_s ' na etkisi belirlemek amacı ile DSC (Differential Scanning Calorimetry) ölçümleri yapılmıřtır. Yüksek enerjili austenite fazdan düşük enerjili martensite faza dönüřüm olayı ekzotermik (ısı veren) bir olaydır.

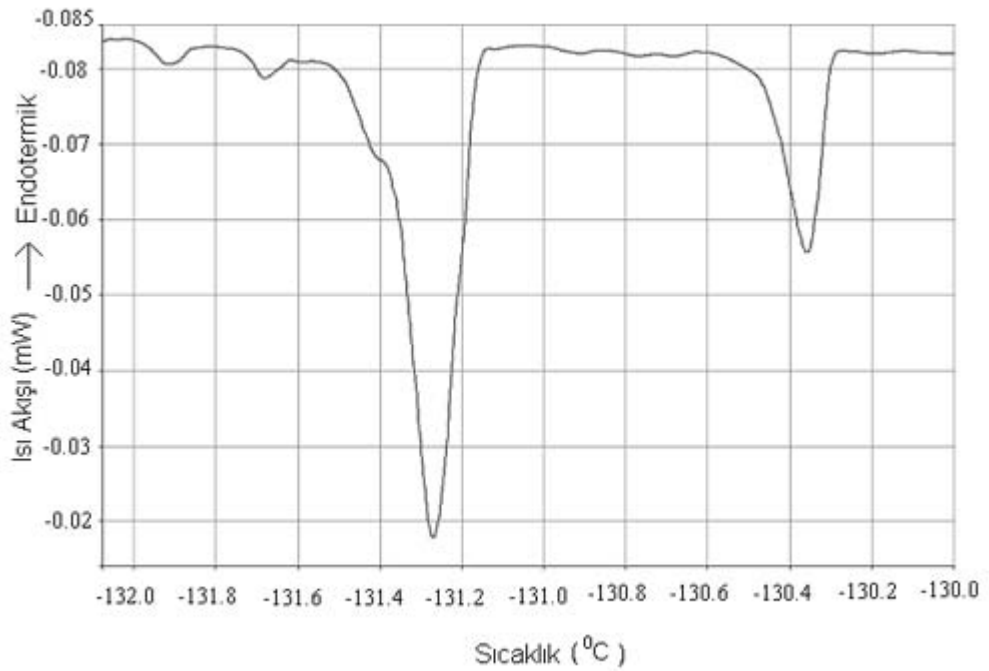
1100 °C' de 24 ve 45 saat, 1250 °C' de ise 24 saat ısıl işlem görmüř Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımları oda sıcaklıđında austenite fazdadır. Bu alařımların; 50 °C ile -170 °C arasında -20 °C/min sođutma hızı sonucu elde edilen sıcaklıđa bađlı ısı akıřı deđiřimi, sırasıyla Őekil 3.5.1., Őekil 3.5.2. ve Őekil 3.5.3.' de verilmiřtir.



Őekil 3.5.1. 1100 °C sıcaklıđında 24 saat ısıl işlem uygulanan alařımda, sıcaklıđa bađlı ısı akıřı deđiřimi.



Şekil 3.5.2. 1100 °C sıcaklığında 45 saat ısıl işlem uygulanan alaşımda, sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.



Şeki 3.5.3. 1250 °C sıcaklığında 24 saat ısıl işlem uygulanan alaşımda, sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

Farklı ısıtma sıcaklığı ve ısıtma süresi uygulanan Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında ısıtma sıcaklığı ve ısıtma süresi artması ile Martensite başlama sıcaklığının (M_s) değişimi çizelge 3.5.1.' de verilmiştir.

Çizelge 3.5.1. Fe-%24.5Ni-%4.5Si Alaşımının Isıtma Sıcaklığı ve Isıtma Süresine Bağlı M_s Sıcaklığının Değişimi.

Sıcaklık ($^{\circ}$ T)	T (saat)	M_s ($^{\circ}$ T)
1100	24	-67.7
1100	45	-80.6
1250	24	-131.3

DSC ölçümleri ile austenite tane boyutu ile martensite başlama sıcaklığı M_s arasında bir bağıntı olduğu belirlenmiştir. Isıtma sıcaklığı ve süresinin M_s etkisini incelemek amacıyla yapılan çalışmada; ısıtma sıcaklığı ve ısıtma süresinin artması ile M_s sıcaklığının düştüğü belirlenmiştir. Bulunan bu sonuçlar manyetik alınganlık ölçümleri ile uyum içerisindedir.

Austenite tanelerinin küçülmesi ile, tane sınırları kısmen azalır. Bu durum olası martensite çekirdeklenme yerlerinin artmasına neden olacağından dolayı, martensite oluşumu kolaylaşacaktır⁽⁸⁰⁾. Fe-%30Ni-%0,02C alaşımında yapılan çalışmada, austenite tane boyutunun artması ile M_s sıcaklığının düştüğü gösterilmiştir⁽²⁾.

4. SONUÇ

Farklı demir bazlı alaşımlarda, martensite oluşumu üzerine yapılan çalışmalar, martensite'nin oluşum mekanizması ve kristalografik özelliklerini; dönüşüm sıcaklığı, alaşım kompozisyonu, austenite ve martensite yapıdaki malzemenin dayanımı, dönüşüm esnasında uygulanan soğuma hızı, austenite yığılım hatası enerjisi ve austenite tane boyutunun etkisi tarafından büyük şekilde değiştirdiği gösterilmiştir⁽⁴⁷⁾. Demir bazlı alaşımlarda, austenite ana faz içerisinde oluşan martensite yapı; çubuk (lath), kelebek (butterfly), $\{252\}_\gamma$ tipli plaka (plate), iğ (lenticular) ve ince plaka (thin plate) tipi olmak üzere beş sınıf altında toplanabilir⁽¹²⁾. Bunlar arasında ince plaka tipi martensite, kısmen şekil hatırlama özelliği göstermesinden dolayı teknolojik önem taşımaktadır^(6,7,8,12,74).

Bu çalışmada Fe-%245Ni-%4.5Si alaşımında ısıtma işlem sıcaklığı, ısıtma işlem süresi, ve soğuma hızının değişmesi sonucu alaşımın; kristalografik, morfolojik, kinetik, termodinamik ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

Oda sıcaklığında yapılan taramalı elektron mikroskop (SEM) gözlemlerinde, alaşımın oda sıcaklığında austenite fazda olduğu ve ısıtma işlem sıcaklığı ve ısıtma işlem süresinin artması ile austenite tane boyutlarında çok az bir artış olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.1.1, Şekil 3.1.2, Şekil 3.1.3). Fe-%245Ni-%4.5Si alaşımında, austenite ana yapı içerisinde ortaya çıkan martensite yapının morfolojik özelliklerini SEM' de incelemek için, alaşıma 1100 °C' de 24 saat ısıtma işlem uygulanmış ve fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutulmuştur. Aynı alaşım sıvı azot sıcaklığında 5 s bekletilerek austenite

taneler içinde martensite kristalleri oluşturulmuştur. Oluşan martensite yapının genelde ikizlenmiş martensite ve plaka tipli martensite olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.1.4). Isıl işlem süresinin etkisini incelemek amacıyla yapılan çalışmada, 1100 °C' de 45 saat ısıl işlem uygulanan alaşım fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutulmuş ve sıvı azot sıcaklığında 5 s bekletilerek, austenite taneler içinde martensite kristalleri oluşturulmuştur. Oluşan martensite yapının iğ ve çubuk tipli martensite olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.1.5). Isıl işlem sıcaklığının etkisini incelemek amacıyla yapılan çalışmada, 1250 °C' de 24 saat ısıl işlem uygulanan alaşım fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutulmuş ve sıvı azot sıcaklığında 5 s bekletilerek austenite taneler içinde martensite kristalleri oluşturulmuştur. Oluşan martensite yapının çoğunlukla ince plaka tipli martensite olduğu gözlenmişken bunun yanısıra iğ türü martensite' ninde oluştuğu gözlenmiştir (Şekil 3.1.6). Soğuma hızının etkisini incelemek amacıyla yapılan çalışmada, 1100 °C' de 24 saat ısıl işlem gören alaşım, bu sıcaklıktan direk sıvı azot sıcaklığına soğutularak martensite kristalleri oluşturulmuştur. Oluşan martensite yapının iğ tipli martensite olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.1.7). Yapılan çalışmalarda tane sınırlarının martensite kristallerinin ilerlemesini engellediği ve tane büyüklüğü arttıkça oluşan martensite miktarının arttığı gözlenmiştir. Buradan ısıl işlem süresi, ısıl işlem sıcaklığı ve soğuma hızı' nın değişmesi, martensite morfolojisini etkileyen önemli faktörler arasında olduğu sonucuna varabiliriz.

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, austenite kristalleri içerisinde oluşan atermal martensite yapının morfolojisi makroskopik olarak araştırıldıktan sonra, austenite ve martensite fazların mikro yapıları geçirmeli elektron

mikroskop (TEM)' de incelenmiştir. 1100 °C' de 24 saat ısıtma işlemi görmüş alaşımda, $\{252\}_\gamma$ habit düzlemleri ve austenite kristali ile martensite kristalleri arasında Kurdjumov- Sachs türü dönme bağıntısına sahip plaka tipi α' (bcc) martensite kristalleri olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.2.1.a). Aynı alaşımın farklı bölgesinde yapılan incelemede, ikizlenme türü hacimsel yapı bozukluğu içeren kelebek şekilli (butterfly-shape) martensite plakalarında olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.2.3). Oluşan kelebek şekilli martensite'nin kanatlarının $\{112\}_\alpha$ dönüşüm ikizleri içerdiği ve $\{112\}_\alpha <111>_\alpha$ kayma sistemine uyduğu bulunmuştur.

Isıl işlem süresinin artması ile, $\{111\}_\gamma$ habit düzlemine sahip çubuk tipli α' (bcc) martensite kristallerinin olduğu gözlenmiştir (Şekil 3.2.4.a). Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında oluşan çubuk tipli martensite'nin, dönüşüm ikizlerinden oluşmamasına rağmen, martensite yapıyı oluşturan çok yüksek yoğunluktaki dislokasyonların birbirlerine paralel bir düzen içerisinde belirli bir doğrultuda yöneldikleri gözlenmiştir. bcc tipi martensite kristal yapıda olası kayma doğrultusu $<111>_\alpha$ olduğu için dislokasyonların $<111>_\alpha$ doğrultusuna paralel dizildiği sonucuna varılmıştır. Martensite yapının oluşumunun çekirdeklenme aşamasında dislokasyonların büyük önem taşıdığı bilinmektedir. Ancak, dislokasyonların etkisi yalnızca çekirdeklenme ile sınırlı kalmaz ve martensite kristallerinin büyüme aşamasında da önemli bir rol oynar. Büyüme aşamasında, daha önce oluşan çekirdek üç boyutta genişleyerek, ürün martensite kristallerini oluştururken, dislokasyonlar; bu oluşumu, doğrultusuna göre bazen kolaylaştırıcı bazende engelleyici etki yaparlar. Burada dislokasyonlar hepsi aynı yönde yönelerek martensite

oluşumunu kolaylaştırmıştır. Dislokasyonların bulunduğu bölgeler, çekirdeklenme için daha küçük bir aktivasyon enerjisi engeli oluştururken, çekirdeklenme olasılığı bu bölgelerde en büyüktür ve bu bölgelerde martensite çekirdekleri kolayca açığa çıkabilirler. Diğer taraftan, dönüşüm sırasında oluşan çekirdeklerin, dislokasyonların zorlanma enerjilerini küçültmeleri nedeni ile, martensite çekirdeğini ortaya çıkaracak olan atomlar dislokasyonlar tarafından çekilerek, çekirdek oluşumunu kolaylaştırıcı yönde etkide bulunurlar ve böylece çekirdekler, dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkar ve büyüme gerçekleşir.

1100 °C' de 24 saat ısıtım uygulandıktan sonra aniden sıvı azot sıcaklığına soğutulan Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, kısmen ikizlenmiş $\{259\}_{\gamma}$ habit düzlemine sahip iğ tipli α' (bcc) martensite kristallerinin oluştuğu gözlenmiştir (Şekil 3.2.5.a). Oluşan martensite kristalleri ile austenite kristallerinin Kurdjumov-Sachs türü dönme bağıntısına uyduğu bulunmuştur. İğ tipli martensite' nin, midrib ile, yüksek yoğunlukta kısmen ikizlenmiş ikizler ve dislokasyonların plakanın kenarında birleşmesi ile oluştuğu bilinmektedir. Oluşan iğ tipi martensitenin karanlık alan görüntüsünden (Şekil 3.2.5.b) midrib bölgesi ve etrafında çok yüksek yoğunlukta dislokasyonlar görülmektedir.

İnce plaka tipi martensite' nin, plakanın bir kenarından diğerine uzanan yüksek yoğunlukta dönüşüm ikizlerinden oluştuğu ve düşük ikiz sınırı enerjisi ile oluşumu sırasında austenite yapıda hemen hemen hiç kayma deformasyonu olmamasından dolayı şekil hatırlama özelliği gösterdiği bilinmektedir. Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, ısıtım sıcaklığının artması

ile oluşan martensite morfolojisinin büyük miktarda ince plaka martensite dönüştüğü gözlenmiştir. Yapılan TEM incelemelerinde; ince plaka martensite oluşumu gözlenmemesine rağmen, Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, ısı işlem sıcaklığının artması ile çok yüksek yoğunlukta $\{112\}_\alpha$ dönüşüm ikizlerinin olduğu gözlenmiştir (3.2.6.a).

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, kristalografik faz dönüşümlerine eşlik eden bir manyetik faz geçişinin olup olmadığını, 1250 ve 1100 °C'de 24 saat ısı işlem uygulanan iki alaşımda, AC manyetik alınganlık ölçüm yöntemiyle araştırılmıştır. Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımının, AC manyetik alınganlığının sıcaklıkla değişimi araştırıldığında, oda sıcaklığında paramanyetik fazda bulunan alaşımlardan; 1250 °C' de ısı işlem görmüş alaşımın -133 °C' de (Şekil 3.3.1), 1100 °C' de ısı işlem görmüş alaşımın ise -70 °C' de paramanyetik fazdan antiferromanyetik faza geçtiği görülmüştür (Şekil 3.3.2). Buradan Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında termal etki ile oluşan martensite fazın antiferromanyetik düzenlemeye sahip olduğu sonucuna varılmıştır. Ayrıca AC manyetik alınganlık ölçümlerinden, ısı işlem sıcaklığının artması ile, Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımının, manyetik alınganlık değerinin arttığı bulunmuştur. Martensite fazın yüksek yoğunlukta dislokasyon içerdiği bilinmektedir⁽⁸¹⁾. Antiferromanyetik bölgede oluşan manyetik bölgeler (domainler), uygulanan AC alan yönünde yönelirler. Dislokasyonlar yerel manyetik bölgelerin hareketini zorlaştırır^(30,72). Isı işlem sıcaklığı artması ile dislokasyon yoğunluğu azalır ve manyetik bölgelerin hareketi kısmen artar. Bunun sonucu olarak manyetik alınganlık değeri artar.

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımında; ısıl iřlem sıcaklıđı, ısıl iřlem sũresi ve sođuma etkisinin sonucu oluřan antiferromanyetik martensite faza ait dũnũřũm yũzdeleri, antiferromanyetik martensite yapının iřmanyetik alanları ve izomer kayma deđerleri, Mũssbauer spektroskopisi yũntemi kullanılarak bulunmuřtur. Mũssbauer spektrumundan yapılan incelemelerde; ısıl iřlem gũrmũř alařımların, oda sıcaklıđında paramanyetik tek izgi spektrumu (řekil 3.4.1., řekil 3.4.2., řekil 3.4.3.), sıvı azot sıcaklıđında martensite oluřturulan alařımların ise oda sıcaklıđında antiferromanyetik altı izgi spektrumu verdiđi gũrũlmũřtũr (řekil 3.4.4., řekil 3.4.5., řekil 3.4.6., řekil 3.4.7.). Mũssbauer spektroskopisi yũntemi kullanılarak yapılan incelemelerde, Fe-%24.5Ni-%4.5Si alařımında, ısıl iřlem sıcaklıđı, ısıl iřlem sıcaklıđı ve sođuma hızının artması ile austenite ana faz ierisinde oluřan martensite miktarının arttıđı bulunmuřtur. Ayrıca oluřan martensite miktarının artması ile martensite faza ait i manyetik alan deđerinin azaldıđı, buna karřılık izomer kayma deđerlerinin arttıđı bulunmuřtur. Isıl iřlem sıcaklıđı ve ısıl iřlem sũresinin artması ile, oluřan martensite miktarının artmasını tane boyutlarına bađlayabiliriz. Tane sınırları geniř kusur bũlgeleri olduđu iin, martensite ekirdekleri iin tercihli yer olduđu bilinmektedir⁽²⁾. Tane sınırları; martensite dũnũřũmleri engellemek iin ana fazın stabilize olmasına hizmet eder. Martensite kristallerinin bũyũmesi tane sınırlarında durur. Bundan dolayı kũũk taneler, ana fazın stabilize olmasının bir sonucudur. Isıl iřlem sıcaklıđı ve sũresinin artması ile, austenite tane boyutu artar, bũylece toplam tane sınırları artar, bundan dolayı oluřan martensite miktarı da artacaktır. Sođutma hızının artması ile ekirdeklenme bũlgeleri artar ve sođuma esnasında bũyũk termal zorlar ũretilir⁽²⁾. Sonu olarak sođutma hızı artması

ile oluşan martensite miktarı artar. İç manyetik alan ve izomer kaymanın değişimi, demir atomunun 3d kabuğundaki elektron yoğunluğuna bağlanabilir. İç manyetik alanın azalması; 3d kabuğuna elektron transferinin artması ile demirin manyetik momentinin azaldığını gösterir⁽⁸⁵⁾. Aynı zamanda manyetik alınganlık ile iç manyetik alan birbirleriyle ters orantılıdır. Bulunan bu sonuçlar manyetik alınganlık sonuçları ile uyum içindedir. İzomer kaymanın değişmesi Fe çekirdeklerinde s elektron yoğunluğundaki değişmeden kaynaklanır. Fe' in 3d kabuğundaki elektron yoğunluğunun artması ile Fe çekirdeklerinin 3s ve 4s kabuğundaki elektron yoğunluğunu azalır, bundan dolayı izomer kayma değerleri artar^(82,86).

Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, ısıtma işlem sıcaklığı ve ısıtma işlem süresinin dönüşüm sıcaklığı üzerine etkisi; DSC ölçümleri ile belirlenmiştir. 1100 °C' de 24 ve 45 saat, 1250 °C' de ise 24 saat ısıtma işlem gören alaşımların, sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi incelemeleri sonucu; ısıtma işlem süresi (Şekil 3.5.1., Şekil 3.5.2) ve ısıtma işlem sıcaklığının artması ile (Şekil 3.5.3) martensite başlama sıcaklığı M_s' in düştüğü belirlenmiştir. ısıtma işlem sıcaklığı ve süresi sonucu M_s sıcaklığının değişimi austenite tane boyutlarına bağlanabilir. Austenite taneleri küçülmesi ile, toplam tane sınırları kısmen azalır. Bu durum, olası martensite çekirdeklenme yerlerinin artmasına neden olacağından dolayı, martensite oluşumu kolaylaştır⁽⁸⁰⁾. Dolayısıyla Fe-%24.5Ni-%4.5Si alaşımında, austenite tane boyutu küçülmesi ile, martensite oluşumu için daha küçük serbest enerji değişimi yeterli olacağından dolayı M_s sıcaklığı yükselecektir. Bulunan bu sonuçlar manyetik alınganlık ölçümleri ile uyum içerisindedir. Ayrıca M_s sıcaklığı alaşım kompozisyonuna ve oluşan martensite morfolojisi ile yakından ilişkilidir.

KAYNAKLAR

1. T.N. Durlu, Fe-Ni-C Alařımlarının Tek ve İnce Austenite Kristallerindeki Martensitik Evre Dönüřümleri Üzerinde Çalıřmalar, Doçentlik tezi, Ankara 1979.
2. Z. Nishiyama, Martensitic Transformations, Academic Press, London, 1978.
3. D. A. Porter and K. E. Easterling, Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London, 1981.
4. J. W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975.
5. S. Kajiwara, Mater. Sci. Eng., **A273-275**, 67 (1999).
6. Y. Himuro, R. Kainuma and K. Ishida, ISIJ Int., **42**, 184 (2002).
7. S. Kajiwara, Trans. JIM., **26**, 595 (1985).
8. T. Maki, K. Kobayashi, M. Minato and I. Tamura, Scr. Metall., **18**, 1105 (1984).
9. T. Maki, S. Furutani and I. Tamura, ISIJ Int., **29**, 438 (1989).
10. S. Kajiwara, T. Kikuchi and N. Sakuma, Japan Inst. Met., 991 (1986).
11. Y. N. Koval and G. E. Monastyrsky, Scr. Metall., **28**, 41 (1993).
12. Y. Himuro, O. Ikeda, R. Kainuma and K. Ishida, J.de Phys IV., **11**, 205 (2001).
13. O. Ikeda, Y. Himuro, I. Ohnuma, R. Kainuma and K. Ishida, J. Alloys and Comp., **268**, 130 (1998).
14. L. Kaufman and M. Cohen., Trans. AIME, J. Metals, **206**, 1393(1956).

15. R.L. Patterson and C.M. Wayman, *Acta Metallurgica*, **14**, 347(1966).
16. T. N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **15**, 1510(1996).
17. S. Morito, J. Nishikawa, T. Maki, *ISIJ Int.*, **43**, 1475(2003).
18. S. B. Seo, D. S. Leem, J. H. Jun and C. S. Choi, *ISIJ Int.*, **41**, 350(2001)
19. T. N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **31**, 2585(1996).
20. T.V.S.M. Mohan Babu and C. Bansal, *J. Mater. Sci. Lett.*, **32**, 1587(1997).
21. F.Z. Bentayeb, B. Bouzabata and S, *Alleg, Hyperfine Int.*, **128**, 375(2000).
22. K. G Binnatov and A. O. Mekhrabov, *Turkish Journal of Physics.*, **25**, 121(2001).
23. D. A. Fatah, L. Mahmood, H. S. Mahmood, *Hyperfine Int.*, **139**, 387(2002).
24. I.S. Golovin, J.O. Nilsson, G.V. Serzhantova, S.A. Golovin, *J. Alloys and Comp.*, **310**, 411(2000).
25. T. Kakeshita, K. Kuroiwa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi, M. Date, *JIM.*, **34**, 415(1993).
26. S. Akturk, M. Guner, H. Aktas, *J. Alloys and Comp.*, **387**, 279(2005).
27. A. D. Schino, I. Salvatori, J. M. Kenny, *J. Mater. Sci.* **37**, 4561(2002).
28. M. Shimojo, T. Inamura, T. H. Myeong, K. Takashima and Y. Higo, *Metall. Mater. Trans.*, **32A**, 261(2001).
29. C. M. Wayman, *Introduction to The Crystallography of Martensitic Transformations*, The Macmilan Company, New York, 1964.
30. K. Onaran, *Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul*, 1997.
31. T. N. Durlu, *F. Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi.*, **13**, 1(2001).

32. G. B. Olson and M. Cohen, Metall. Trans. A., **7A**, 1905 (1976).
33. W. F. Smith, Smith Structure and Properties of Engineering Alloys, McGraw-Hill Inc., New York, 1993.
34. A. Aydın, E Güler, H. Aktas, H. Gungunes, Bull. Mater. Sci., **25**, 359 (2002).
35. E. S. Maclin and M, Cohen, Journal of Metals., **8**, 746, (1951).
36. T. N. Durlu, J. Mater. Sci. Lett., **15**, 1412(1996).
37. L. Kaufman and M. Cohen, Prog. Metal.Phys., **7**, 165 (1958).
38. T. N. Durlu and J.W. Christian, Metal Sci., **8**, 1 (1974).
39. J.W. Christian, The Theory of Transformations in Metal and Alloys, Pergamon Press, Oxford, 1965.
40. R. E. Read, Physical Metallurgy Principles, International Student Edition, New York, 1970.
41. T. N. Durlu, J. Mater. Sci. Lett., **16**, 320 (1997).
42. T. N. Durlu, Scripta Metall., **12**, 865 (1978).
43. T. N. Durlu, Scripta Metall., **13**, 519 (1979).
44. S. Takaki, K Tomimura and S. Ueda, ISIJ Int., **34**, 522 (1994).
45. A. D. Schino, I. Salvatori, J. M. Kennt, J. Mater. Sci. **37**, 4561 (2002).
46. I. Karaman, H Sehitoglu, H. J. Maier and M. Balzer, Metall. Mater. Trans., **29A**, 427 (1998).
47. T.N. Durlu, J. Mater. Sci. **36**, 5665 (2001).
48. K. Shimizu and T. Kakeshita, ISIJ Int., **29**, 97 (1989).
49. G. B. Olson and W. S. Owen, Martensite. The Materials Information Society, New York, 1992.
50. R. F. Bunshah and R. F. Mehl, Journal of Metals., **5**, 1251(1953).

51. C. M. Wayman and K. Wakasa, *Metallography.*, **14**, 37(1981).
52. T. N. Durlu, PhD thesis, University of Oxford, 1974.
53. T. Maki and C. M. Wayman, *Metall. Trans.*, **7A**, 1511(1976).
54. C. Barrett and T. B. Massalski, *Structure of Metals*. McGraw-Hill Inc., London, 1966.
55. T. N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **11**, 702(1992).
56. C. M. Wayman, *Advances in Materials Research*, Interscience Publishers, London, 1968.
57. M. S. Wechsler, D. S. Lieberman and T. A. Read, *Trans. AIME.*, 1503(1953).
58. J. S. Bowles and J. K. Mackenzi, *Acta Metall.*, **2**, 214(1954).
59. J. W. Christian, *J. Inst. Metals*, **84**, 386(1955).
60. N. D. H. Ross and A. G. Crocker, *Acta Metall.*, **18**, 405(1970).
61. A. F. Acton and M. Bevis, *J. Mater. Sci Eng.*, **5**, 19(1970).
62. D. P. Dunne and C. M. Wayman, *Acta Metall.*, **19**, 425(1971).
63. J. S. Bowles and D. P. Dunne, *Metal Science Journal.*, **7**, 118(1973).
64. D. Hull, *Introduction to Dislocation*, Pergamon Pres, London, 1965.
65. G. B. Olson and M. Cohen, *Metall. Trans. A.*, **7A**, 1915 (1976).
66. G.K. Wertheim, *Mössbauer Effect, Principles and Application*, Academic Press, Newyork, 1964.
- 67.A. Gedikoğlu, *Atom ve Çekirdek Fiziğine Giriş*. Ekonomist Yayınevi, Ankara, 1978.
68. B. Tanyel, *Nükleer Fizik*, Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir, 1994.
69. I Akgün, A. Gedikoğlu and T. N. Durlu, *J. Mater. Sci.* **17**, 3479(1982).

70. J. Hesse, Ch. Böttger, A. Wukfe, J. Sievert and H. Ahlers, *Physica Status Solidi*, **135**, 343(1993).
71. T. Kakeshita, Y. Sato, T. Saburi, K. Shimizu, Y. Matsuoka and K. Kinda, *Mat. Trans. JIM*, **34(5)**, 415(1999).
72. D. R. Askeland, *The Science And Engineering Of Materials*, 4th Edition, Thomson Learning Inc., California, 2003.
73. B. H. Jiang, L. Sun, R. Li and T.Y. Hsu, *Scripta Metall. Mater.*, **33**, 63(1995).
74. T. Maki, K. Kobayashi and I. Tamura, *ICOMAT 82*, C4-541(1982).
75. H. J. Yang, H. Chen and C. M. Wayman, *Met. Trans.*, **23A**, 1439(1992).
76. K. Tamarat, G. Andre and B. Dubois, *ICOMAT 92*, 1181(1992).
77. S. Aktürk, A. Gençer and T. N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **16**, 389(1997).
78. Z. Y. Sheng, *Met. Phys.*, **18**, 229(1988).
79. C. M. Wayman, *Advances in Materials Research*. Interscience Publishers, London, 1968.
80. Y. Motohashi, K. Ohsawa. T. Hoshiya, Y. Okamoto and M. Ohmori, *J. Jpn. Inst. Met.* **55**, 132(1991).
81. S. Morito, J. Nishikawa and T. Maki, *ISIJ Int.*, **43**, 1475(2003).
82. Z. Qin and Y. Zhang, *Hyperfine Int.*, **116**, 225(1998).
83. Y. I. Petrov, E. A. Shafranovsky, Y. V. Baldokhin and G. A. Kochetov, *J. Appl. Phys.*, **86**, 7001(1999).
84. J. Jung, M. Fricke, G. Hampel and J. Hesse, *Hyperfine Int.* **72**, 375(1992).
85. D. Bandyopadhyay, S. Suwas, R. M. Singru and S. Bhargava, *J. Mater. Sci.* **33**, 109(1998).

86. A.S.M.A. Haseeb, T. Nishida, M. Masuda and Y. Hayashi, *Scripta. Mater.*, **44**, 519(2001).
87. G. Nanju, S. Xiaoyan, M. Zhihong, W. Ruixiang and Y. Fuxing, *ISIJ Int.*, **37**, 914(1997).
88. Y. H. Tan, D. C. Zeng, X.C. Dong, Y. H. He and S. Q. Hu, *Metall. Trans.*, **23A**, 1413(1992).
89. T. N. Durlu, *Acta Metall.*, **26**, 1855(1978).
90. T. N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **16**, 1307(1997).
91. S. Xiaoyan and G. Nanju, *ISIJ Int.*, **36**, 592(1996).
92. G. V. Kurdjumov and G. Sachs, *Z. Phys.*, **64**, 325(1930).

ÖZGEÇMİŞ

1976 yılında Kırıkkale' de doğdu. İlk ve orta öğrenimini Kırıkkale' de tamamladı. 1994 yılında girdiği Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünden 1998 yılında mezun oldu. Aynı yıl Kırıkkale Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak çalışmaya başladı. 2001 yılında Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek lisans öğrenimini tamamladı. Aynı yıl Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Doktora öğrenimine başladı. Halen Kırıkkale Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak çalışmalarını sürdürmektedir.