KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%30Ni-%2.6Mo-XPd ALAŞIMLARINDA MARTENSİTİK FAZ

DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

NEŞET GÜLENER

HAZİRAN 2011

Fizik Anabilim Dalında Neşet GÜLENER tarafından hazırlanan Fe-%30Ni-%2,6Mo-%XPd ALAŞIMLARINDA MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. İhsan ULUER

Anabilim Dalı Başkanı

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

Yrd. Doç. Dr. Erdem YAŞAR

Tez Danışmanı

Juri Üyeleri

Başkan	: Prof. Dr. Sedat AĞAN	
Üye	: Doç. Dr. Erdem K. YILDIRIM	
Üye(Danışman)	: Yrd.Doç.Dr. Erdem YAŞAR	

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

Prof. Dr. İhsan ULUER

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

### ÖZET

# Fe-%30Ni-%2.6Mo-XPd ALAŞIMLARINDA MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

GÜLENER, Neşet

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Erdem YAŞAR

Haziran 2011, 74 sayfa

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd (X=0.8, 1.8) alaşımında gözlenenen atermal ve deformasyon etkili martensitik faz dönüşümlerinin morfolojik, kristallografik ve manyetik özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak araştırıldı. Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd alaşımlarında martensite yapılarının oluşum şeklinin alaşım içerisindeki Paladyum(Pd) oranına bağlı olduğu, Fe-%30Ni-%2,6Mo-0.8Pd alaşımında atermal olarak martensite yapılar oluşurken Fe-%30Ni-%2,6Mo-1.8Pd alaşımında martensite yapılarının zor uygulanma sonucu oluştuğu gözlemlenmiştir. Oluşan martensitelerin mikroyapısı Taramalı Elektron Mikroskobu(SEM) kullanılarak incelenmiştir.

Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd alaşımında alaşım içerisindeki paladyum elementinin miktarının artması ile tane boyutunun büyüdüğü ve martensite yapıların oluşumunun zorlaştığı ilk olarak gösterilmiştir. Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd alaşımının manyetik özellikleri mössbauher spektrometresi yoluyla araştırılmış ve austenite faz içerisinde oluşan atemal martensite faz ile zor etkili martensite fazın hacim yüzdeleri bulunmuş, austenite fazın paramanyetik, martensite fazın ferromanyetik veya antiferromanyetik olduğu açığa çıkarılmıştır. DSC yöntemiyle incelenen Fe-%30Ni-%2,6Mo-0,8Pd alaşımının M<sub>s</sub> ve A<sub>s</sub> sıcaklıkları tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Austenite, Martensite, Martensitik Faz Dönüşümü, Tane Boyutu, Atermal martensite, Zor Etkili Martensite, Mössbauer Spektrometresi, SEM, DSC.

#### ABSTRACT

#### PHYSICAL PROPERTIES OF MARTENSITIC PHASE TRANSFORMATIONS

IN Fe-%30Ni-%2.6Mo-XPd ALLOYS

GÜLENER, Neşet

Kurkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Msc. Thesis

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Erdem YAŞAR

June 2011, 74 pages

In this study, morphologic, thermal, magnetic and crystallographic properties of the athermal and deformation induced martensitic transformations, observing in Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd (X=0.8, 1.8) alloys, have been investigated by using different physical characterisation methods respectively. A result of the study is that, the characteristic of transformation depends on the rate of palladium in the alloys. While transformation in Fe-%30Ni-%2,6Mo-0.8Pd alloy is occuring athermally, Fe-%30Ni-%2,6Mo-1.8Pd can only transform by inducing deformation. Microstucture of martensite structures in this alloy was investigated by scanning electron microscope (SEM).

By the increasing rate of palladium(Pd) in Fe-%30Ni-%2.6Mo-XPd alloy, it is observed that the grain size increace and formation of martensitic structures is getting more diffucult. Mössbauer spectroscopy was used to determine volume fraction of athermal and stress-induced martensites formed in austenite phase and is found that while austenite phase has paramagnetic property, martensitic phase shows ferromagnetic or antiferromagnetic behaviour. By DSC methode M<sub>s</sub> and A<sub>s</sub> temperatures of Fe-%30Ni-%2,6Mo-0,8Pd alloy are found.

**KEY WORDS:** Austenite, Martensite, Martensitic Phase Transformation, Athermal Martensite, Stress-induced martensite, Grain Size, Mössbauer spectroscopy, SEM, DSC. Eşime ve Aileme

### TEŞEKKÜR

Tezimin hazırlanması esnasında bana yol gösteren, bilimsel deney imkanlarını kullanmama olanak sağlayan ve taramalı elektron mikroskobunu kullanmayı öğreten tez danışmanım, kıymetli hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Erdem YAŞAR'a teşekkür ederim.

Tecrübe ve bilgilerinden istifade ettiğim saygıdeğer hocam Prof. Dr. Sedat AĞAN'a, değerli hocam Doç. Dr. Erdem Kamil YILDIRIM'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, mössbauer spektrometresi ölçümlerinde yardımlarını esirgemeyen Yrd. Doç. Dr. Hakan Güngüneş'e teşekkür ederim.

Bu çalışma Kırıkkale Üniversitesi 2009/41 numaralı BAP projesi tarafından desteklenmiştir.

ÖZET	ii	
ABSTRAC	<b>Γ</b> iv	
TEŞEKKÜRvii		
İÇİNDEKİLER DİZİNİ viii		
ÇİZELGELER DİZİNİ xi		
ŞEKİLLER DİZİNİxii		
SİMGELER DİZİNİ xv		
1.	<b>GİRİŞ</b> 1	
2.	MATERYAL VE YÖNTEM 5	
2.1.	Metal ve Metal Alaşımları 5	
2.2.	Alaşımda Kullanılan Elementlerin Özellikleri 5	
2.2.1.	Demir 5	
2.2.2.	Nikel 6	
2.2.3.	Molibden 6	
2.2.4.	Paladyum	
2.3.	Faz ve Faz Dönüşümleri 7	
2.4.	Austenite ve Martensite Faz Dönüşümleri 11	
2.5.	Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli 14	
2.6.	Martensitik Dönüşüme Dış Zorun Etkisi 16	
2.7.	Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere	
	Etkisi ve Martensitik Faz Dönüşümlerinin	
	Kristalografik Özellikleri 20	
2.7.1.	Kayma 21	
2.7.2.	İkizlenme 24	

# İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	2.8.	Katı Cisimlerin Manyetik Özellikleri	28
	2.8.1.	Manyetizma Temeli	29
	2.8.2.	Manyetizma Türleri	30
	2.8.2.a	Diyamanyetizma	31
	2.8.2.b	Paramanyetizma	32
	2.8.2.c	Ferromanyetizma	33
	2.9.	Deneysel Materyal ve Yöntem	37
	2.9.1.	Alaşımların Hazırlanması	37
	2.9.2.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri	
		İçin Numunelerin Hazırlanması	38
	2.9.3.	Mössbauer Spektrometrisi Ölçümleri İçin	
		Numunelerin Hazırlanması	38
	2.9.4.	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri	
		İçin Numunelerin Hazırlanması	39
	2.10.	Yöntem	39
	2.10.1.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	39
	2.10.2.	Mössbauer Spektrometrisi Sistemi	42
	2.10.3.	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçüm	
		Sistemi	44
3.		ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	47
	3.1.	Fe-%30Ni-%2.6Mo-%XPd Alaşımlarında Oluşan	
		Martensitik Faz Dönüşümleri	47
	3.1.1.	Fe-%30Ni-%2.6Mo-%0.8Pd Alaşımının Atermal	
		Martensite Yapısının Taramalı Elektron Mikroskobu	
		İle İncelenmesi	47

KAVNAKI	AR	67
4.	SONUÇLAR	63
	Özelliklerinin DSC Yöntemi İle Belirlenmesi	60
	Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Termal	
3.3.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd Alaşımlarında Oluşan	
	İle İncelenmesi	55
	Özelliklerinin Mössbauer Spektrometrisi Yöntemi	
	Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Manyetik	
3.2.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd Alaşımlarında Oluşan	
	SEM İle İncelenmesi	50
	Deformasyon Etkili Oluşan Martensite Yapısının	
3.1.2.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd Alaşımının	

# ÇİZELGELER DİZİNİ

# <u>ÇİZELGE</u>

2.1. Üretilen Alaşımlar ve Oranları	.37
3.1. Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd (A2) alaşımına uygulanan zor oranları	ve
numunenin kalınlığındaki değişim	54
3.2. Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd Alaşımında Mössbauer Spektrometrisi Yönten	niyle
Elde Edilen Sonuçlar	59
3.3. Fe-%30Ni-%2.6Mo-%XPd ve Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımlarında ortalama	a
tane boyutu, M <sub>s</sub> sıcaklığı ve martensite yüzdesi arasındaki ilişki	62

# ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİI</u>	<u>Sayfa</u>
2.1.	Austenite ( $\gamma$ ) ve martensite ( $\alpha$ ) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın
	fonksiyonu olarak değişimi10
2.2.	Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi12
2.3.	İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi12
2.4.	Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak
	gösterimi19
2.5.	Kayma çizgisinin şematik gösterimi ve Burgers vektörü22
2.6.	Kaymanın kolay ve zor olduğu doğrultuların gösterimi
2.7.	İkizlenmenin atomsal boyuttaki kristalografik gösterimi24
2.8.	İkiz bandının görünümü25
2.9.	Bain modeline göre f.c.c. yapının b.c.t. yapıya dönüşümü
2.10.	f.c.c. kristal yapı ve b.c.c. kristal yapının atomik gösterimleri27
2.11.	f.c.c. h.c.p. dönüşüm mekanizması ve f.c.c. h.c.p. dönüşümünde
	üç çeşit kesme doğrultusu
2.12.	Feromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla
	değişimi
2.13.	Domain sınırı

2.14.	Histerezis eğrisi
2.15.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)41
2.16.	Fe' nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları
	ve yarılmalar sonucu Mössbauer spektrumunda oluşan
	çizgiler44
3.1.	Fe-%30Ni-%2.6Mo-0.8Pd numunesinde gözlenen
	austenite kristalleri
3.2.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-0,8Pd numunesinde gözlenen atermal
	martensite kristalleri49
3.3.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında gözlenen austenite
	kristalleri
3.4.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında termal etki uygulandıktan sonra
	gözlenen austenite kristalleri
3.5.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında %2 zor etkisi sonucu
	oluşan kaymalar
3.6.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında %6.9 zor uygulandıktan sonra
	gözlenen az miktarda martesite kristalleri53
3.7.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında %20 zor uygulandıktan sonra gözlenen
	martesite kristalleri
3.8.	Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında %20 zor uygulandıktan sonra gözlenen
	martensite kristalleri

### SİMGELER DİZİNİ

SİMGE

fcc (γ)	Yüz merkezli kübik yapı	
bcc (α')	Hacim merkezli kübik yapı	
bct (a)	Hacim merkezli tetragonal yapı	
hcp (ε)	Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı	
$M_s$	Austenite-martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı	
$M_{f}$	Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı	
A <sub>s</sub>	Martensite-austenite ters dönüşüm sıcaklığı	
$\mathbf{M}_{\mathbf{d}}$	Plastik deformasyondan sonra soğutma ile oluşan martensite	
	fazın başlama sıcaklığı	
$\mathbf{A}_{\mathbf{d}}$	Plastik deformasyondan sonra ters dönüşüm başlama	
	sıcaklığı	
T <sub>0</sub>	Austenite ve martensite fazın dengede bulunduğu sıcaklık	
Fγ	Austenite fazın Helmholtz serbest enerjisi	
Fa '	Martensite fazın Helmholtz serbest enerjisi	
AF	Austenite ve martensite fazlar arasındaki Helmholtz serbest	
	enerji farkı	
E	Toplam enerji	
S	Entropi	
Р	Basınç	
G	Gibbs serbest enerji	
Μ	Manyetizasyon.	
T <sub>c</sub>	Curie sıcaklığı.	

T <sub>n</sub>	Neel sıcaklığı
T <sub>F</sub>	Donma Sıcaklığı
χ	Manyetik Alınganlık
Μ	Mıknatıslanma
V	Numunenin Hacmi
%A	Austenite Hacmi
%M	Martensite Hacmi
δ <sub>A</sub>	Austenite Fazın İzomer Kayması
δ <sub>M</sub>	Martensite Fazın İzomer Kayması
B <sub>iç</sub>	Martensite Fazın İç Manyetik Alanı

### 1. GİRİŞ

Geçmişten günümüze metal ve metal alaşımlarının daha kullanışlı ve dayanıklı hale getirilmesi bilim insanlarının üzerinde araştırmalar yaptıkları alanlardan biri olagelmiştir. Bu araştırmaların amaçlarından biri de metal ve metal alaşımlarının mekanik ve fiziksel özelliklerinin anlasılmasıdır. Demir üzerine fiziksel etkiler uygulayarak sertleştirme metodunun M.Ö. 1300'lü yıllarda kullanıldığı bilinmektedir. Ayrıca milat öncesi tarihlerde demir ustalarının sıcak demiri kömüre sürtmek suretiyle sertleştirdikleri de bilgilerimiz arasındadır. Günümüzde yapılan çalışmalar sonucu kızgın demirin kömüre sürtülmesinin anlamı daha iyi anlaşılabilmiş, demiri ısıtıp, sonrasında suya sokarak aniden soğutmanın demirde oluşturduğu değişim bu çalışmalarla aydınlanmıştır. Termal ve zor etkilerine maruz bırakılan bazı metal ve metal alaşımlarında gerçekleşen yapısal değişikliklerin atomik boyuttaki nedenlerinin açıklanması günümüz katıhal fiziğinin çalışma alanlarından biri olmuştur[1]. Martens isimli Alman bilim adamı daha sonraları kendi adıyla anılacak maddenin kristal yapısındaki değişimlerin, yumuşak demirin sertleşmesi ve gözlenen mekanik değişimlerin sebebini oluşturduğunu göstermiştir[2]. Martens yaptığı deneysel çalışmalar sonucu edindiği mikroskobik gözlemlerle demirin soğutulması sonucu yeni kristal taneciklerin oluştuğunu bulmuş ve bu tip oluşumlar "martensitik dönüşüm" şeklinde anılmıştır. Dönüşüm öncesi yapı, Austenit veya anafaz olarak, dönüşüm sonrası yapı ise Martensite yapı veya ürün faz olarak isimlendirilir. Bozulma sonucu meydana gelen faz değişiminde, austenit yapı ile martensite yapı arasındaki tek fark aralarındaki yönelim ilişkisidir. Bu iki faz arasındaki yönelim

1

ilişkisini ilk kez deneysel olarak Kurdujumov-Sachs ve Wasserman bulmuştur. 1924'lü yıllarda demir alaşımları üzerinde çalışmalar yapan ilk araştırmacı Bain'dir[3]. 1950'li yıllardan itibaren elektron mikroskop yöntemlerinin geliştirilmesi ile austenite- martensite faz dönüşüm araştırmaları büyük hız kazanmıştır. Fe bazlı alaşımlarda ortaya çıkan martensitik dönüşümler genellikle yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıdaki ana fazın, hacim merkezli kübik (b.c.c.),hacim merkezli tetragonal (b.c.t.) veya sıkı paketlenmiş hegzagonal (h.c.p.) yapılardaki martensite faza dönüşümü şeklinde ortaya çıkar[4-5]. Martensite faz dönüşümleri demir ve alaşımlarında gözlemlenebildiği gibi Cu, Zn, Co, La, Li, Hg, Sn, Al, Ni, Ti, Au gibi bazı saf metallerde ve alaşımlarda da gözlendiği görülmüştür[6]. Termal etkii sonucu oluşan martensite faz dönüşümleri iki gruba ayrılır. Bunlar atermal ve izotermal faz dönüşümleridir. Atermal özellik gösteren martensite dönüşümler zamandan bağımsız olarak oluşurken, izotermal özellik gösteren martensite dönüşümleri ise zamana bağlı olarak oluşur. Austenite-Martensite dönüşümleri endüstriyel açıdan çok önemli sonuçlar ortaya çıkarmış olmakla birlikte faz dönüşümlerinin şeklini tam olarak açıklayabilecek kristallografik, termodinamik ve kinetik modeller henüz ortaya konamadığından araştırılmaya devam edilmektedir[3].

Martensitik dönüşümler çok kısa sürede ve difüzyonsuz şekilde meydana gelmekte, fiziksel olarak çok önemli sonuçlar ortaya çıkarmaktadır. Öte yandan difüzyonsuz ve ani şekilde oluşum, olayın gözlenmesini zorlaştırmaktadır. Martensitik dönüşümlerin kristallografisi üzerinde ilk olarak Bain çalışmış, ardından Wechler, Lieberman, Read[7] ve Bowles ve Mackenzie[8-11] de bu konuda çalışmalar ortaya koymuşlardır.

2

Fe-Ni-X veya Fe-Ni-X-Y alaşımlarında martensitik dönüşüm genellikle fcc→bcc şeklinde ortaya çıkar ve pekçok araştırmaya konu olmuştur.

Patterson ve Wayman[12], Fe-Ni yaptıkları araştırmada meydana gelen martensitelerin ikizlenmesini, büyümesini ve kristallografik özelliklerini incelemişlerdir. Ni oranındaki değişikliğin morfolojiyi değiştirdiğini ve ikizlenme bölgelerini genişlettiğini göstermişlerdir.

Golovin vd.[13] 2000 yılında, Yaşar vd.[14-16] ise 2006, 2007 ve 2008 yıllarında yaptıkları çalışmalarda Fe-%30Ni-%XMo (X=0.8, 1.8, 2.6, 3.6, 5) alaşımlarının izotermal ve atermal martensitik dönüşümlerini incelemişlerdir. Alaşımdaki Mo oranının artmasıyla Ms sıcaklığının düştüğünü, Martensite oluşum yüzdesinin azaldığını ve Mo elementinin austenite stabilize bir element olduğunu göstermişlerdir.

Maksimova ve Nikonorova[17], deformasyon, dengeleme ve tersinirlik üzerine çalışmalar yapmışlardır. Sonuç olarak;  $M_s$  sıcaklığını, Fe-%23.4Ni-%0.5C alaşımı için (-50°C), Fe-%20.9Ni-%0.5C alaşımı için (-20°C), Fe-%17.5Ni-%0.8C alaşımı için (-10°C), Fe-%31.7Ni-%5.5Co-%0.02C alaşımı için (-20°C) ve Fe-%22.5Ni-%3.3Mn-%0.04C alaşımı için ise (-40°C) bulmuşlardır.

Sarı v.d.[18], Fe-Mn alaşımlarına eklenen Mo ve Co' ın manyetik özelliklerinin etkisini ve martensitik dönüşümlerini, SEM, DSC ve Mössbauer spektrometresi yardımı ile incelemişlerdir. İnceleme sonucunda  $\varepsilon$ (h.c.p.) ve  $\alpha$ '(b.c.c.) martensitelerin oluştuğunu ve iç manyetik alanın azaldığını gözlemişlerdir.

Fe-X ve Fe-Ni-X alaşımları üzerinde pek çok çalışmalar yapılmış ve halen yapılmaya devam edilmektedir.

Bu yüksek lisans çalışmasında amaç, Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd (X=0.8, 1.8) alaşımlarında oluşabilecek termal veya zor etkili martensitik dönüşümlerin kristallografik, termodinamik, manyetik, kinetik ve morfolojik özelliklerini çeşitli fiziksel yöntemlerle incelemektir. Sıcaklıkla ve zorlamayla ilgili farklı etkilere maruz kalan Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd (X=0.8, 1.8) alaşımlarında gözlemlenen fiziksel değişikliklerin nedeni olan faz dönüşümü araştırılacaktır.

### 1. MATERYAL VE YÖNTEM

#### 2.1 Metal ve Metal Alaşımları

Metal ve metal alaşımları, insanlığın hizmetinde çok uzun süredir kullanılagelmiş, günlük yaşam içerisinde ulaşımdan sanayiye, bilişime pekçok alanda ihtiyaç duyulan temel malzeme grubunu oluşturmaktadır. Uygulanan bir elektrik alanın etkisi altında; elektriği iyi ileten katıya "metal" veya "iletken", en az biri metal olmak üzere iki veya daha fazla elementten oluşan ve metal özelliği gösteren maddeye ise "alaşım" denir. Metaller katı durumda kristal yapıdadırlar, yani maddeyi oluşturan atomlar üç boyutlu bir düzlem içinde bulunurlar[19]. Alaşımların yapılış amaçları, malzemenin fiziksel ve mekaniksel özelliklerini değiştirerek daha kullanışlı malzemeler üretmek, çok sayıda ve değişik özelliklerde malzemeler geliştirmek suretiyle ihtiyaçları karşılayabilmek, ısıl işlemlere uygun malzemeler geliştirmek, malzemenin maliyetini düşürmek, malzemeyi aşınma ve dış şartların yıpratıcı etkilerinden korumak şeklinde özetlenebilir.

#### 2.2 Alaşımda Kullanılan Elementlerin Özellikleri

#### 2.2.1. Demir

Atom numarası 26 olan, dünyada en bol bulunan elementlerin başında gelen demir Fe ile gösterilir. Saf demir, gümüş parlaklığında, gri renkte, dövülebilen,

işlenebilen, kolayca tel ve levha haline getirilebilen orta sertlikte, kobalt ile nikel arasında bir metaldir. Çekme direnci 20-25 kg/mm2, uzama kabiliyeti % 40-50 dir. Isı ve elektrik akımını iyi iletirse de bakıra göre düşüktür. Nemli havalarda kolay paslanır. Üç tane allotropik kristal şekli gösterir. Kristal yapısı iç merkezli kübik olan delta demir (ferrit d), yaklaşık 1400 °C' nin üzerinde kararlıdır ve bu sıcaklığın altında gamma demire (austenite) dönüşür. Gamma demir, yüz merkezli kübik yapıdadır ve paramanyetiktir. Demir karbürle kolayca katı çözeltiler meydana getirebilme özelliği çelik yapımında önemlidir. 910 °C' de, iç merkezli kübik yapıdaki alfa demir'e (ferrit) geçiş başlar. 768 °C' de ise alfa demir, kristal yapısı sabit kalmak üzere, elektron yapısındaki bir değişimle ferromanyetik özellik kazanır. Yumuşak, esneyebilen ve gri-beyaz renkte bir metal olan alfa demirin çekme direnci yüksektir[20-21].

#### 2.2.2. Nikel

Nikelin birçok metal içindeki çözünürlüğü fazla olduğundan çok çeşitli ticari alaşımlar elde edilebilir. Nikelin büyük bir çoğunluğu alaşım üretiminde kullanılmaktadır. Isıl direncinin yüksek, sertliğinin ve dayanımının iyi olması sebebiyle çok tercih edilmektedir. Nikel aynı zamanda tane küçültme etkisine sahiptir. Malzemenin mukavemetini ve tokluğunu arttırır[20-21].

#### 2.2.3. Molibden

Molibden metali 1778 yılında Carl Wilhelm Scheele tarafından keşfedilmiştir. Atom numarası 42 olan element, Mo ile gösterilir. Molibden, yüksek sıcaklıklarda çeliğin kuvvetini arttırmak için, hava taşıtları ve uzay araçlarının yapımında, nükleer enerji uygulamalarında, elektrik uygulamalarındaki tellerin yapımında, yüksek sıcaklıklarda yağların yapısı bozulduğu için molibden sülfat kaydırıcı yağ olarak, katalizör olarak, mineralleri boya endüstrisinde renk verici (pigment) olarak kullanılır[20-21].

#### 2.2.4. Paladyum

Atom numarası 46 olan paladyum elementi 1803 yılında Wollaston tarafından bulunmuştur. Kırılgan fakat işlenebilir, gümüş renkli bir element olan paladyumun erime noktası 1552 °C, kaynama noktası ise 2500 °C'dir. Paladyumun en önemli özelliği süngerimsi yapıda hazırlandığında kendi hacminin 350 katı kadar hidrojeni emebilmesidir. Paladyum atmosfer şartlarına dayanıklı bir elementtir. Laboratuar aletleri yapımında ve dişçilikte kullanılır. Altınla yaptığı alaşım beyaz altın olarak bilinir[20-21].

#### 2.3. Faz ve faz dönüşümleri

Bir atom veya molekül topluluğu homojen dağılımda olabilir veya olmayabilir. Bu atomlar topluluğunun, homojen kısımları "faz" olarak adlandırılır. Bu fazlar hacim, basınç, sıcaklık, enerji gibi termodinamik özelliklerle karakterize edilirler. Yalıtılmış bir fazın serbest enerjisi minimum ise o faz kararlı olduğu söylenir. Sıcaklık, basınç, elektrik ve manyetik alan gibi değişkenlerin sisteme etki etmesiyle sistemin serbest enerjisi düzgün ve sürekli olarak değişmektedir. Buna bağlı olarak fazın yapısal detayları da değişir. Bu olay "faz dönüşümü" veya "faz geçişi" olarak adlandırılır. Faz geçişi esnasında sistemin serbest enerjişi değişmez, ancak hacim, entropi, ısı kapasitesi, termal genleşme ve sıkışabilirlik gibi termodinamik niceliklerde süreksizlik olusur. Faz gecislerinin sınıflandırılması, bu termodinamik nicelikler ile serbest enerji fonksiyonu arasındaki bağıntılar kullanılmak suretiyle yapılır. Bu sınıflandırmada, faz geçişinin derecesi serbest enerji fonksiyonunun türevinin derecesiyle aynıdır. Faz; sürekli bir madde içinde, kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan bir bölge olarak tanımlanabilir[22].

Metal ve metal alaşımları, farklı fiziksel şartlar altında farklı fazlarda bulunur. Yapı içerisinde belirli fazlardan oluşan bir denge yapısından değişik fazlardan oluşan bir başka denge yapısına geçiş olayı ise "faz dönüşümü" olarak adlandırılır. Katı yapıdaki faz dönüşümleri sırasında atomlar yeni faz yapısını oluştururken yer değiştirirler. Faz dönüşümü sırasında, atomların komşuluklarının yer değiştirip değiştirmemesine göre iki ana gruba ayrılır[23]. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine yayılmalı (difüzyonlu) faz dönüsümleri, atomların komsuluklarını değistirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de yayılmasız (difüzyonsuz) faz dönüşümleri denir. Metalik sistemlerdeki faz dönüşümleri çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri ve martensitik dönüşümler olmak üzere iki ana sınıfa ayrılır. Büyüklüğü materyalin kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkiler, materyale uygulanırsa faz dönüşümü meydana gelir. Dışardan uygulanan fiziksel etkiler austenite (anafaz) ve martensite (ürünfaz) fazlar arasındaki serbest enerji farkını ortaya çıkarır. Ana faz ve ürün faz arasındaki bu enerji farkı ise martensitik dönüşümün meydana gelmesine sebep olur[22-23]. Faz dönüşümü, iki faz arasındaki serbest enerji farkından dolayı oluşur. Serbest enerji sıcaklık ve basınçtan etkilenir. Bir faz dönüşümü sıcaklık ve basıncın yanında dış zor ve yapı kusurları gibi diğer etkenlerden de etkilenir. Dolayısıyla dönüşümün hangi şartlar altında gerçekleştiğini bilmek önemlidir[24]. Fazların oluşumu ve dönüşümlerinde sıcaklık, basınç ve bileşim olmak üzere üç temel etken vardır. Bu etkilerle hangi tür fazın oluştuğu ve bunların özelliklerinin bilinmesi uygulama yönünden önem arzeder. Bir fazdan diğer bir faza dönüşüm olabilmesi için sistemin son faza göre kararsız olması gerekir. Sabit sıcaklık ve basınçta sistemin kararlılığı;

$$G = H - TS \tag{2.1.}$$

şeklinde tanımlanan Gibbs Serbest Enerjisi'nin en küçük değeri ile belirlenir. Burada H entalpi, T mutlak sıcaklık, S ise sistemin entropisidir. Entalpi sistemin ısı miktarının bir ölçüsüdür ve

$$\mathbf{H} = \mathbf{E} + \mathbf{P}\mathbf{V} \tag{2.2.}$$

şeklinde verilir. Bu eşitlikte E sistemin iç enerjisini, P basıncı, V hacmi ifade eder. İç enerji, bir sistemdeki atomların kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamından oluşur. Kinetik enerji, katıda atomların titreşimlerinden doğarken potansiyel enerji sistemdeki atomlar arası bağlar ve etkileşmelerden kaynaklanır. Sistemin iç enerjisindeki değişime bağlı olarak ısı miktarı değiştiğinde faz dönüşümü meydana gelir. Öte yandan ısı miktarı, sabit basınç altında sistemin hacmindeki değişime de bağlıdır. Ancak katılarda, PV terimi E ile kıyaslandığında ihmal edilebilir ve  $H \cong E$  alınabilir[24].



Şekil 2.1. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi[1].

Bir materyal için serbest enerjinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi Şekil 2.1'de verilmiştir. Fazlar arasındaki serbest enerji değişimi,

$$\Delta F^{A} \rightarrow {}^{M} = F^{A} - F^{M}$$
(2.3.)

şeklinde verilebilir. Burada  $F^A$  ve  $F^M$  sırasıyla ana ve ürün fazın serbest enerjileridir. Denge sıcaklığı olarak tanımlanan T<sub>0</sub> sıcaklığında iki fazın serbest enerjileri eşit ve farkları sıfırdır. T<sub>0</sub> denge sıcaklığının altında fark sıfırdan büyüktür ve ürün faz serbest enerjisi daha küçük olduğu için daha kararlıdır.  $T_0$ 'ın üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçüktür ve ana faz daha kararlıdır. Minimum serbest enerji kuralına göre bir sistem birçok değişik durumlara izin verirse sistemin bu durumlardan en düşük serbest enerjili olanını seçmesi beklenilir. Serbest enerji farkı (denk. 2.3.), faz dönüşümü için gerekli olan "sürücü kuvvet" olarak adlandırılır[24].

#### 2.4. Austenite- Martensite Faz Dönüşümleri

Fe alaşımları 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 hegzagonal (hcp) veya hacim merkezli kübik (bcc) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına ise "martensite" adı verilir[25]. Austenite-martensite faz dönüşümlerinin difüzyonsuz oluşabilme özelliklerinden dolayı, katıhal fiziğinde önemli bir yeri vardır. Austenite kristal yapının, martensite kristal yapıya dönüşmesi şeklinde gerçekleşen dönüşüm sonunda atomlar dönüşümden önceki komşuluklarını korudukları ve yalnızca atomlar arası uzaklıktan çok olmayan uzaklıklarda yer değiştirdikleri için austenite-martensite faz dönüşümü, difüzyonsuz faz dönüşümü olarak adlandırılır. Faz dönüşümü sırasında kristali olusturan atomların birbirlerine göre konumları ya da komsulukları değisiyorsa bu tür dönüşümlere difüzyonlu faz dönüşümü denir[26]. Austenite, martensite dönüşünce ana kristal yapı tümü ile ürün kristale dönüşmez. Martensite kristalleri düzgün olmayan bir dağılımla, austenite içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkar.

11

Austenite içerisinde martensitenin kaplayacağı hacim, dönüşümü oluşturan etkenin büyüklüğüne bağlıdır. Fe-Ni-C alaşımlarının polikristal yapıdaki austenite örneklerinde yapılan ölçümler, austenite hacminin yaklaşık %25'lik bir bölümünün martensite oluşumunun başlama sıcaklığında, %95'lik bölümünün ise bu sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda martensite dönüştüğünü göstermiştir[27]. Austenite-Martensite faz dönüşümlerinde soğutma ile oluşturulan martensitelerin oluşmaya başlaması dönüşüm sıcaklığı olarak bilinen M<sub>s</sub> sıcaklığında,



Şekil 2.2. Atermal dönüşüm içinŞekil 2.3. İzotermal dönüşüm içindönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.Dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.

dönüşümün tamamlanması da M<sub>f</sub> sıcaklığında gerçekleşir. Dönüşümün atermal veya izotermal olması alaşımın kimyasal bileşimine bağlıdır. Martensitik dönüşüm, zamana bağlı olmayıp sadece sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse atermal dönüşüm, hem zamana hem de sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse izotermal dönüşüm olarak adlandırılır'. Şekil 2.2.[28-29]'de atermal dönüşümün zamanla değişimi, Şekil 2.3. 'de ise izotermal dönüşümün zamanla değişimi verilmektedir.

Austenite-Martensite faz dönüşümleri genellikle, çok kısa bir zaman aralığı içinde patlama seklinde ve atermal olarak meydana gelir[30]. Martensitenin olusmaya başladığı sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda patlama şeklinde yeni martensiteler oluşabilir, ancak bir kez oluşan martensiteler düşük sıcaklıklarda hacimce bir büyüme göstermez. Bunshah ve Mehl (1953) tarafından, Fe ve Fe alaşımlarında ısısal etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10<sup>-7</sup> sn gibi bir zamanda ortaya çıktığı ölçülmüştür[1,23]. Gerçekte bu atermal davranış martensitik dönüşümün genel kavramlarından biri olarak düşünülür. Az sayıda olmakla beraber bazı alaşımlarda da martensitelerin oluşumu izotermal ve gözle görülebilecek kadar yavaş olabilir. Bazı demir alaşımlarında, atermal ve izotermal tipi martensitik dönüşümlerin her ikisi birden meydana gelebilir[31]. Martensite faz dönüşümlerinin diğer bir özelliği ise tersinir olmasıdır. Oluşan martensite kristalleri, M<sub>s</sub> sıcaklığından daha yüksek bir A<sub>s</sub> sıcaklığında yeniden austenite dönüşebilir. Bazı Fe alaşımlarında martensite kristalinin, austenite kristaline dönüştüğü bu sıcaklık, oda sıcaklığının çok üstünde olduğundan normal gözlem koşullarında martensite kristalleri daha kararlıdır[22]. İçerisinde martensite faz oluşmuş bir kristal denge sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta tavlanırsa (Fe alaşımları için bu sıcaklık yaklaşık 600 <sup>°</sup>C civarındadır) ve tekrar soğutulursa martensite fazın başlama sıcaklığı, M<sub>s</sub>' den aşağı bir sıcaklığa çekilir[1].

Austenite kristale uygulanan plastik zorlar da dönüşümü etkileyebilir. Uygulanan zor, dönüşüm miktarını artırabileceği gibi  $M_s$  ve  $A_s$  sıcaklıklarını da değiştirir. Soğutma ile elde edilen martensite fazın başlama sıcaklığı  $M_s$  iken plastik zor uygulandıktan sonra soğutma ile elde edilen martensite fazın başlama sıcaklığı  $M_s$  sıcaklığından daha büyük olan  $M_d$  sıcaklığına yükselir. Plastik zorun etkisi ile ters

dönüşümün gerçekleştiği sıcaklık olan  $A_s$  sıcaklığı da  $A_d$  değerine düşer. Eğer  $M_d$  ve  $A_d$  plastik zorlarla aynı değeri almıyorsa, her iki fazın dengede bulunduğu sıcaklık olarak tanımlanan  $T_0$  sıcaklığı;

$$T_{o} = \frac{Ad + Md}{2}$$
(2.4)

seklinde verilebilir. Martensitenin bitiş sıcaklığı da  $M_f$  sıcaklığıdır.  $M_s$  ve  $M_f$  sıcaklıkları DSC (Differential Scannig Calorimetry) ile tespit edilmektedir.

#### 2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli

Martensitik faz dönüşümü; ana yapıdan (austenite) ürün yapıya (martensite) atomların komşuluklarını değiştirmeksizin gerçekleşen bir faz dönüşümü olup, dönüşüm sonucunda ana faz, ürün faza tamamıyla dönüşmez[31]. Austenite fazdan martensite faza dönüşüm olayı; kristalografik olarak ele alındığında bu olay, özelliği materyalin kompozisyonuna ve kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkenler altında oluşur. Austenite ve martensite yapı arasındaki serbest enerji farkı ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinin, genelde üç tür fiziksel etki ile oluştukları gözlenmiştir[23]. Bunlar:

1-Soğutma ile oluşturulan martensitik dönüşümlerin oluşumu ilk kez Bain modeli[3] ile açıklanmış olup, bu tür oluşumlarda yalnızca sıcaklığın etkisi vardır. 2-Martensitik fazın oluşmaya başladığı sıcaklık olan Ms sıcaklığının hemen altında uygulanan ve elastik sınırı aşmayan zorla etkilendirerek, soğutma ile meydana getirilen martensitik dönüşümler.

3-Ms sıcaklığının üzerinde zorlanma ile meydana getirilen martensitik dönüşümlerdir.

Martensite oluşumu sırasında ana kristal yapıya dıştan uygulanan mekanik zorlar da dönüşümü etkiler, bu durum küçük zorlar için ana fazın homojen bir şekilde bozunmasına (distortion) yol açacağı için, martensite oluşumu ile mekanik zorlar arasında fiziksel bir ilişki var demektir. Bu tür zorlara bağlı olarak Ms sıcaklığı da değişir. Örneğin dışarıdan uygulanan mekanik zor atermal dönüşüm için Ms sıcaklığını artırırken, izotermal dönüşüm için uyarıcı bir etkiye sahiptir. Dışarıdan uygulanan zor; martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise, bu durumda dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M<sub>s</sub> sıcaklığı yükselecek ve (M<sub>s</sub>-A<sub>s</sub>) sıcaklık aralığı daralacaktır. Diğer taraftan, uygulanan zor martensite plakasının oluşumunu engelleyici yönde ise, bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M<sub>s</sub> sıcaklığı düsecektir. Yapılan deneysel calışmalar ısı değişimi olmadan, yalnızca zor etkisi ile de martensitik faz dönüşümü olayının gerçekleşebileceğini göstermiştir[32]. Sonuç olarak, martensitik faz dönüşümü olayı; ısı değişimi ve bozulma ile veya ana faza her iki etkinin beraber uygulanması ile oluşabilmektedir. Ayrıca alaşım içerisinde sıcaklık ve deformasyon etkisi dışında, manyetik alan etkisi ile de martensite fazın oluşturulabileceği ve manyetik alan etkisi ile oluşturulan martensitik faz dönüşümünün olabilmesi için yaklaşık 50 Gauss'luk bir manyetik alan uygulamak gerektiği Kakeshita ve arkadaşları

tarafından belirtilmiştir[31]. Martensitik dönüşüm olayı, ana faz ( $\gamma$ -austenite) 'ın belirli bir hacminin belirli bir sıcaklıkta ürün faz ( $\alpha$ '-martensite)'a geçişi şeklinde ortaya çıkar ve bu ilk geçişi takiben oluşumu gerçekleştiren fiziksel etken sürdürülmez ise, başka bir dönüşüm gözlenmez. Bu gözlem, martensite kristallerinin oluşumunun, atomların birlikte bir konumdan diğerine geçmesi şeklinde oluştuğunu gösterir[31].

#### 2.6. Martensitik Dönüşüme Dış Zorun Etkisi

Martensite oluşumu sırasında austenite yapıya dışardan uygulanan mekanik zor faz dönüşümü için etkilidir. Dışardan uygulanan küçük zorlar ana fazın bozulmasına (distortion) yol açacağı için martensite oluşumu ile mekanik zor arasında fiziksel bir ilişkinin varlığı anlaşılabilir. Uygulanan zor, martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekir ve M<sub>s</sub> sıcaklığı yükselir. Böylelikle (M<sub>s</sub>-A<sub>s</sub>) aralığı değişecek ve sıcaklık farkı azalacaktır. Dışardan uygulanan zor martensite plakanın oluşumunu engelleyici yönde ise bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekceğinden M<sub>s</sub> sıcaklığı düşer. Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan yalnızca zor etkisi ile martensite faz dönüşümünün olabileceğini göstermiştir[1,23,33].

Bir martensitik dönüşüm için zorun uygulanma sıcaklığı, M<sub>s</sub> sıcaklığının üstünde bir sıcaklık aralığıdır. M<sub>s</sub> sıcaklığın üzerinde bir sıcaklık aralığında austenite faza veya austenite-martensite her iki fazın karışımına uygulanan zor, dönüşüm için bir tetikleme görevi yapar. Bu şekilde oluşan bir dönüşüm, termal etkiyle önceden

oluşmuş çekirdeklenme yerlerinde fakat zor etkisiyle gerçekleşir. Yani, uygulanan zor ile yeni çekirdeklenme oluşmaz ancak zor öncesi varolan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensite, zor-etkili martensite (stress-induced) olarak isimlendirilir. Şayet dönüşüm, plastik deformasyon ile ve yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu durumda oluşan martensite, zorlanma-etkili martensite (strain-induced) olarak adlandırılır. Zor-etkili ve zorlanma-etkili martensiteler birbiriyle kıyaslandığında her ikisi de zor etkisi ile oluşmasına karşılık çekirdeklenmelerinin farklı olduğu görülür[34-35].

M<sub>s</sub> dönüşüm sıcaklığının üstünde bir sıcaklıkta austenite fazda bulunan bir alaşıma dış zor uygulanırsa dönüşüm için gerekli sürücü kuvvet sağlanmış olur. Dışardan uygulanan bu zor ile alaşım içinde bazı bölgelerde dönüşüm meydana gelir[36]. Zor etkili martensite'nin kinetiği; M<sub>s</sub> sıcaklığına, alaşımın kompozisyonuna, austenite miktarına, austenite ve martensite sertliğine ve uygulanan zorun etkisine bağlıdır[35-36].

M<sub>s</sub> sıcaklığının üzerinde bir zor uygulandığı zaman, sıcaklık çok yüksek olmasına rağmen martensite oluşur. Zor uygulanarak martensite'nin oluşabileceği bu yüksek sıcaklık M<sub>d</sub> olarak isimlendirilir[23].

Bugüne kadar birçok alaşım sisteminde zor etkisi incelenmiştir. Bunlardan en yaygını çeliklerdeki dönüşümdür. Fe-Cr-Ni alaşımda martensite miktarının zorlanmaya göre değişimi incelenerek zorlanma miktarı artıkça martensite miktarının arttığı ortaya konmuştur. Fe-bazlı birçok alaşımda uygulanan plastik

17

deformasyon altında zorlanma-etkili (strain-induced) martensite gözlenmiştir[2,37,38]. Öte yandan zorlanma-etkili martensite morfolojisinin genel olarak termal-etkili martensitelerden farklı olduğu görülmüştür. Bunun nedeni deformasyon etkisi ile Ms sıcaklığının artması sonucu oluşumun daha martensite vüksek dönüsüm sıcaklığına sahip karakteristiğine benzer morfolojilerde ortaya çıkmasıdır. Ayrıca zorlanma-etkili martensitenin, mekaniksel özellikleri etkilediği bilindiği için böyle bir morfolojik değişimin beklenilmesi doğal olacaktır[24].

Uygulanan dış zor altında martensite oluşmuş alaşımlarda yüksek zor etkisi nedeniyle sık sık kırılma yüzeyi görülür. Bu yüzeyde austenite tamamen martensite dönüşmüştür[24].

Bazı alaşımlarda dış zorun uygulaması ile oluşturulan martensite'lerin tersinir özellik gösterdikleri bulunmuş ve bu tür martensite'ler elastik martensite şeklinde sınıflandırılmıştır[35,39]. Bu tür martensite oluşumu özellikle şekil hatırlama olayında büyük rol oynar. Örnek vermek gerekirse; Cu-Al-Ni alaşımlarında sabit bir sıcaklıkta uygulanan zor ile martensitik faz dönüşümü gerçekleştiğinde kristal A<sub>s</sub> sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklığa ısıtılırsa, martensite kristalleri ters doğrultuda zorlanmanın etkisi ile austenite faza dönüşebilir. Fe-Al-Ni, Au-Cd, Cu-Al, Fe-Pt, Fe-Mn-Si alaşımları buna örnektir[2].

Şekil hatırlama, martensite fazda iken deforme edilen bir malzeme daha sonra austenite faz sıcaklığına kadar ısıtıldığında, austenite fazda iken sahip olduğu ilk

18

şeklini hatırlamasıdır. Dış zorun etkisi ile meydana gelen plastik deformasyonun termal etki ile yok edilmesi dönüşümün tersinir olma özelliğinin bir sonucudur.

Demir bazlı şekil hatırlamalı alaşıma dışardan uygulanan üç tip deformasyon biçimi ile tersinirlik özelliği açıklanabilir. Şekil 2.4.'de bu modeller şematik olarak gösterilmektedir[40,41].



Şekil 2.4. Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak gösterimi, (a) Martensite plakanın oluşumu ve zor etkisi ile martensite tabakaların kalınlaşması, (b) Uygulanan zorun etkisi ile martensite yapının varyantlarının hareketi sonucu oluşan martensite, (c) Martensite yapının zor etkisi ile başka bir martensite yapıya dönüşümü[40].

Şekil 2.4.(a)' da dış zor ile martensite tabaka oluşturuluyor ve martensite tabaka zorun artması ile kalınlaşıyor. Isıtma ile austenite- martensite ara yüzeyde geri oluşum başlar ve ana faza geri dönüşüm meydana gelir.
Şekil 2.4.(b) de austenite faz  $M_f$  sıcaklığının altında bir sıcaklığa soğutulduğunda oluşan martensite (self-accommodation) varyantları zor etkisi ile büyür ve diğer varyantlarla birleşerek ürün fazı oluşturur. Büyümüş olan martensite varyantlar termal etki ile ana faza geri dönerler.

Şekil 2.4.(c)' de uzun çubuklar şeklinde periyodik olarak yığılmış benzer martensite yapılara zor uygulandığında, yeni martensite tabakalar meydana gelir. Isıl işlem ile (M2) martensite tabakası Şekil 2.4.(b)'de ki duruma benzer şekilde geri dönüşüm gösterecektir. Böylece orijinal faz ortaya çıkacaktır[40].

Austenite fazdan martensite faza dönüşüm için iç kuvvetler sürücü kuvvet olarak yeterli olmayabilir. Bunun için de austenite faza dışardan bir ek kuvvet uygulanması veya sıcaklık değişimi ile iç kuvvetin büyütülmesi gerekir. Zor veya termal etki ile austenite fazda meydana gelen mikroskobik hacim değişikliği dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olur. Özellikle Kaufman ve Cohen'in zor ve termodinamik üzerine yapmış oldukları çalışmadan sonra, demir bazlı alaşımların martensite dönüşümünde dış zorun etkisi daha çok tartışılmıştır[1].

# 2.7. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi ve Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Özellikleri

Atomların toplu hareketi ile oluşan dönüşümler sonucunda meydana gelen şekil bozulması plastik bozulmanın varlığını kanıtlar. Gözlenen bu bozulmanın elastik sınırlar içinde açıklanması mümkün değildir. Martensitik dönüşüm sırasında meydana gelen plastik bozulmada çizgisel yapı kusuru olan dislokasyonların varlığının ve hareketlerinin büyük rolü vardır. Tam (perfect) dislokasyonların hareketi sonucu kayma (slip) türü, kısmi (partial) dislokasyonların hareketi ile de yığılma kusuru (stacking fault) veya iç ikizlenme (internal twins) türü yapısal bozukluklar ortaya çıkar. Özellikle dönüşüm sıcaklığı düşük olan alaşımlarda ikizlenme türü yapı bozuklukları daha sık ortaya çıkmaktadır. Martensitik dönüşümlerde bu tür kusurların yanı sıra, dislokasyonlar ve bunların hareketi sonucu ortaya çıkan düzlemsel özellikli yığılma kusurları da oluşur[2,22,25].

#### 2.7.1 Kayma

Kristal yapılı 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 olduğu doğrultulardır[42]. Kayma çizgisinin şematik gösterimi ve Burgers vektörü Şekil 2.5.' te gösterilmektedir.

Kayma, oluşan kayma gerilmesinin malzemenin kayma mukavemetini aşması durumunda meydana gelir. Ancak kayma bazı doğrultularda kolay meydana gelirken, bazı doğrultularda zor meydana gelir. Dislokasyon etrafındaki atomlar kafesteki normal konumlarından farklı yerlerde bulunduklarından, yani denge konumunda olmadıklarından dislokasyonların etrafında bir gerilme veya deformasyon alanı oluşur. Bu gerilme alanında biriken potansiyel enerjiye "dislokasyon enerjisi denir". Vida dislokasyonu için dislokasyon enerjisi;  $E_D = G.b^2$ bağıntısı ile hesaplanır. Burada G; kayma modülü, b ise Burgers vektörüdür.



Şekil 2.5. Kayma çizgisinin şematik gösterimi ve Burgers vektörü;

(a) kenar dislokasyonu (b) vida dislokasyonu

Dislokasyon enerjisinin düşük tutulabilmesi için Burgers vektörünün kısa olması gerekir. Bu ifadeye göre; dislokasyonların en kolay şekilde hareket edebileceği veya kayma direncinin en düşük olduğu doğrultu, atom yoğunluğu en yüksek olan düzlem üzerinde Burgers vektörünün en kısa, yani atomların en sık olarak dizildikleri doğrultulardır. Bu nedenle, kayma olayı atomların en yoğun olarak dizildikleri düzlem ve doğrultularda meydana gelir. Atomların dizilişine göre kaymanın kolay ve zor olduğu doğrultular Şekil 2.6.' da şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.6. Kaymanın kolay ve zor olduğu doğrultuların gösterimi

Bu bir f.c.c kristalinde atomların en sık dizildiği düzlemler grubu  $\{111\}_{\gamma}$  dır. Bunların üzerinde atomların en sık dizildiği ve Burgers vektörünün en kısa olduğu doğrultular  $\langle 110 \rangle_{\gamma}$  grubuna aittir. Buna göre bir f.c.c. kristalinde en düşük kayma direncine sahip olası eşdeğer kayma sistemleri  $\{111\}_{\gamma} - \langle 110 \rangle_{\gamma}$  dır.  $\{111\}_{\gamma}$  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 bir b.c.c. kristalinde 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. en önemli nokta kristallerde kaymanın belirli düzlemlerde ve bu düzlemlerin belirli doğrultularda oluşabilme zorunluluğudır.

### 2.7.2. İkizlenme

İkizlenme, kaymanın zor olduğu durumlarda örneğin; düşük sıcaklıklarda veya yüksek deformasyon hızlarında meydana gelen plastik şekil değiştirme mekanizmasıdır[43]. İkizlenme hem toplam şekil değişimine katkıda bulunur, hem de kaymayı kolaylaştıracak şekilde atom düzlemlerini yönlendirir. İkizlenme olayı, atom düzlemlerinin ikiz düzlemine paralel hareket etmeleri sonucunda, örgü yapısının farklı yönlenmiş iki simetrik kısma bölünmesi şeklide tanımlanabilir. İkizlenme bölgesinde bulunan atom düzlemlerinin hareket miktarları, bunların ikiz düzlemine olan uzaklıkları ile orantılıdır. Kristal yapısının ikizlenmiş kısmı, ikizlenmemiş kısmının aynadaki görüntüsü gibidir. İkizlenmenin atomsal boyuttaki kristalografik gösterimi Şekil 2.7.' de verilmiştir. İkiz bandının gösterimi ise Şekil 2.8.' de verilmiştir.



Kuvvet

Şekil 2.7. İkizlenmenin atomsal boyuttaki kristalografik gösterimi

F.c.c. kristal yapı için ikiz düzlemleri  $\{111\}_{\gamma}$  ikiz doğrultusu  $<112>_{\gamma}$ , b.c.c. kristal yapı için ise  $\{112\}_{\alpha}$  ikiz doğrultusu  $<111>_{\alpha}$  olarak bilinmektedir[2,43,44].



Şekil 2.8. İkiz bandının görünümü

Martensitik dönüşümler difüzyonsuz olması nedeni ile dönüşümden sonra kristalografik olarak birçok değişik oluşum meydana gelir. Dönüşüm koşullarına bağlı olarak, özellikle Fe bazlı alaşımlarda oluşan martensite kristalleri çok geniş yapısal çeşitlilik gösterirler. Yapısal ve kristalografik açıdan yalnızca Fe bazlı alaşımlardan bile oluşum mekanizmasını genel modeller ile açıklamak henüz başarılamamıştır[25,29,45,46].

Martensitik faz dönüşümünde; atomların komşuluklarını koruyarak bir kristal yapıdan diğerine nasıl geçebileceği konusundaki ilk kristalografik model Bain tarafından yapılmıştır[3].Bu modelde, yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapının hacim merkezli tetragonal (b.c.t.) yapıya dönüşümü Şekil 2.9' da açıklanmıştır. Bu modele göre yüz merkezli kübik (f.c.c.) 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 (b.c.t.) yapıya geçebildiği gösterilmiştir[47].



b.c.t.

Sekil 2.9. Bain modeline göre f.c.c. yapının b.c.t. yapıya dönüşümü

Bunun yanında; f.c.c. yapıdan b.c.c. veya h.c.p. yapıya martensite faz dönüşümünün gerçekleşebilmesi için f.c.c. yapının sıkı paket düzlemlerine uygulanacak küçük bir kesme zoru bu iş için yeterlidir[2,48].

Kesme mekanizmalarını açıklayabilmek için Şekil 2.10' da verilen f.c.c. ve b.c.c. birim hücreleri göz önüne alınarak, f.c.c. yapıdan b.c.c. yapıya dönüşümün mekanizması düşünülür. Yapılar arasındaki kristalografik dönme bağıntıları dikkate alındığında, bir yapıdan diğer yapıya dönüşüm, yapıların birim örgü hücresindeki atomların küçük yer değiştirmeleri ile gerçekleşir[25].



**Şekil 2.10. a)** f.c.c. kristal yapı**b)** b.c.c. kristal yapı

Martensitik dönüşümlerde bir başka kristalografik türde f.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya dönüşüm şeklinde gerçekleşir. f.c.c→h.c.p. türü martensite ( $\epsilon$  martensite) faz dönüşümünü ilk olarak Kobalt metalinin yüksek sıcaklıklarda f.c.c. yapıdan yavaş soğutma ile h.c.p. yapıya dönüşümü sırasında gözlenmiştir[2].  $\epsilon$  türü martensite ile austenite yapı olan f.c.c. arasındaki yönelim ilişkisi (111)<sub>f.c.c.</sub> // (0001)<sub>h.c.p.</sub>, [112]<sub>f.c.c.</sub> // [1100]<sub>h.c.p.</sub> veya [110]<sub>f.c.c.</sub> // [1120]<sub>h.c.p.</sub> olarak verilir ve bu yönelim ilişkisi Shoji-Nishiyama (S-N) ilişkisi olarak isimlendirilir. Şekil 2.10' da iki fazında atomik yer değiştirmeler [110] // [1120] doğrultularında gösterilmiştir. Bu şekilde kapalı ve açık dairelerin atomik düzlemdeki yerleşimleri gösterilmiştir. Şekil 2.11' den de görüleceği gibi birbirini izleyen f.c.c. yapıdan h.c.p. martensite yapıya dönüşüm sırasında (111)<sub>f.c.c.</sub> düzlemi ile bitişik olan iki düzlem [112]<sub>f.c.c.</sub> doğrultusunda a/ $\sqrt{6}$  (a örgü parametresi) kadar yer değiştirmiştir. f.c.c. örgüsündeki bu kesme miktarı 19.5<sup>0</sup> dir[25].



Şekil 2.11. a-b) f.c.c. h.c.p. dönüşüm mekanizması c) f.c.c. h.c.p. dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu

### 2.8. Katı Cisimlerin Manyetik Özellikleri

Manyetizma, katıhal fiziğinin önemli bir konusu olmakla kalmayıp, aynı zamanda kuantum mekaniğinin ayrılmaz bir parçasıdır. Termodinamik dengede bulunan bir sistemde manyetik alan etkisi ile manyetik moment oluşması mümkün değildir. Manyetizma bir taraftan elektronların spin ve yörüngesel momentlerin bir çizgi gibi düzgün şekilde dizilmelerin ve diğer taraftan alanın sebep olduğu özel larmor hareketinden doğmaktadır. Yani serbest bir atomun manyetik momenti başlıca üç sebepten kaynaklanabilir: elektronların sahip oldukları spinden, yörünge etrafındaki açısal momentumundan ve bir dış manyetik alanda kazandıkları yörünge momentinden. Bu etkenlerden ilk ikisi mıknatıslanmaya "paramanyetik" üçüncüsü ise "diyamanyetik" olarak katkıda bulunur. Manyetizasyonu (M) ise birim hacimdeki net manyetik momentin ölçüsüdür. Ferromanyetizma, kristalde karşılıklı etkileşme değişiminden meydana gelmiştir. Bu manyetik momentlerin birbirlerine paralel olarak çizgisel sıralanmalarına sebep olur[49].

#### 2.8.1. Manyetizmanın Temeli

Manyetizasyon, birim hacimdeki net manyetik momenttir. Bir maddedeki toplam manyetik alan, hem uygulanan (dış) alana, hem de maddenin mıknatıslanmasına bağlıdır. Akım taşıyan bir iletkenin oluşturduğu bir  $B_o$  manyetik alanın bulunduğu bir bölge düşünelim. Toroid bir sargının içi olabilir. O bölgeyi bir manyetik madde ile doldurursak, bölgedeki toplam alan  $B=B_o+B_m$  olacaktır. Buradaki  $B_m$  manyetik maddenin oluşturduğu alandır. Bu katkı mıknatıslanma vektörü cinsinden  $B = \mu M$  olur. Burada H manyetik alan şiddeti olmak üzere tanımlanmalıdır.

$$B = \mu_0(M + H)$$
(2.5.)

eşitliğiyle tanımlanır. SI birimleriyle H ve M her ikisinin birimi de A/m' dir.

#### 2.8.2. Manyetizma Türleri

Manyetik dipol momentleri, atomlardaki elektronların yörüngesel momentlerinde veya spin momentlerinde olduğu gibi katıların içinde her an mevcut olabilirler. İlk durum için paramanyetizma, ikinci durum için diyamanyetizmadan söz edebiliriz. Paramanyetizma için alanın görevi sadece farklı yerleşmiş olan manyetik momentleri, alanın yönüne çevirmektir. Bu yüzden  $\chi$  burada pozitiftir  $(\mu > 1)$  Deneysel yönden paramanyetizma ve diyamanyetizma arasındaki fark alınganlığın işareti farkında yatmaktadır. Ayrıca sıcaklığa bağlılığı farkı vardır. Paramanyetizma alan kararlılık olan termal hareketlere karşı işleyeceğinden burada sıcaklığa daha kuvvetli bağımlılık görülür, diyamanyetizma ise sıcaklıkla yapılacak işi yoktur. Her iki halde de  $\chi$  alan şiddetine bağımlı değildir. Ferromanyetizma, paramanyetizmanın (bütün elektronların manyetik momentlerinin paralelliğinden doğan) aşırı halinin uzatılmasıdır. Bu durumda katı olan sadece dış alan olmayıp manyetik dipollerden ileri gelen iç alanda da olabilir. Burada ferromanyetiklerin alınganlıkların pozitif, paramanyetik alınganlıklardan defalarca küçük olduğunu söyleyebiliriz. Ferromanyetik alınganlık alan şiddetine bağlı M ve H arasında çok iyi bilinen histerezis olayı görülür. Şayet termal hareketler çok büyük değilse, manyetik momentlerin tamamının sıralanması mümkündür. Bu yüzden ferromanyetizma belli bir

30

sıcaklığın altında görülür. Belli bir noktanın üstünde ferromanyetikler, paramanyetiktir. Sadece oda sıcaklığında Fe, Ni, Co ferromanyetiktir.

#### 2.8.2.a. Diyamanyetizma

Atomları sürekli manyetik dipol momente sahip olmayan maddelere diyamanyetik denir. Manyetik alan uygulamasıyla elektriksel değişmeden oluşur. Elektromanyetizma Lenz kanununa göre bir elektrik devresinde akım değiştirildiğinde bu değişmeye karşı koyacak şekilde yeni bir akım oluşur. Bu akımın oluşturduğu manyetik alan uygulanan alana zıt yönde olup alınganlığı 10<sup>-5</sup> mertebesindedir. Bu tip manyetizma diğer tip manyetizmaların tamamen yer almadığı Bi, Cu, Ag ve Au gibi malzemelerde görülür. Her çeşit madde de diyamanyetizma etkisi olmakla birlikte paramanyetizma veya ferromanyetizmaya göre zayıftır[50].

İki elektronunun manyetik momentlerinin büyüklükleri eşit fakat yönleri zıt olduğundan birbirlerini yok ederler ve atomun dipol momenti sıfır olur. Elektronların manyetik momentleri birbirlerini yok etmezler ve madde manyetik alana zıt yönde net bir dipol moment edinir.

Süperiletkenler kritik sıcaklıkların altında özdirenci sıfır olan maddelerdir. Süperiletkenlerin mükemmel diyamanyetik özellik gösterdiklerini biliyoruz. Sonuçta süper iletken içindeki manyetik alanı sıfır olacak şekilde uygulanan alanı dışlar. Bu olaya Meissner olayı denir.

31

#### 2.8.2.b. Paramanyetizma

Paramanyetizma maddeleri pozitif fakat küçük manyetik duygunluğa sahiptir.

 $(0 < \chi \le 1)$  sürekli manyetik dipol momenti olan atomların varlığından kaynaklanır. Bu dipoller çok zayıf etkileşimde bulunur. Atomların manyetik momentleri termal hareketlilikten dolayı, statik olarak dağılmışlardır. Bu durumda atomlar ancak çizgisel şekilde sıralandıklarında bir manyetik etki gösterebilir[50].

Paramanyetik duyarlılık sıcaklığa bağlıdır. Çok düşük sıcaklıklarda manyetik alan uygulaması sonucu çok kolay manyetik alan doğrultusunda dizilirler. Sonuç olarak duyarlılık (alınganlık)

$$\chi = \frac{C}{T} \operatorname{dir.}$$
(2.6.)

Kendiliğinden oluşan manyetizma mevcut ise;

$$\chi = \frac{C}{T-Tc}$$
(2.7.)

Curie-weiss kanunu olarak bilinir.

Ferromanyetik bir maddenin kendiliğinden Curie sıcaklığı denen bir kritik sıcaklığa geçtiği zaman maddenin kendiliğinden mıknatıslanmasını kaybettiğini

ve paramanyetik duruma geçtiğini görürüz. (Şekil 2.12) Curie sıcaklığı altında, manyetik momentler paralel olarak dizildikleri için madde ferromanyetiktir. Curie sıcaklığının üstünde ısısal enerji, dipollerinin gelişigüzel yönelmelerine neden olacak kadar yüksektir, bu yüzden madde paramanyetik olur.



Şekil 2.12. Ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının sıcaklıkla değişimi

#### 2.8.2.c. Ferromanyetizma

En çok bilinen ferromanyetik malzemeler Fe, Ni, Co gibi geçiş elementleridir. Bunların hepsi ferromanyetik olup bazı kritik sıcaklıklar altında düzenlendiklerinde negatif momente sahiptir. Fe'in 3d yörüngesinde çiftlenmiş ve birbirine spine sahip  $4\bar{e}$  vardır. Bu demirin magnetik momentinin 4 magnetona eşit olduğu anlamına gelir. Ferromanyetik malzemelerin manyetik özellikleri Curie sıcaklığı olarak bilinen kritik bir sıcaklıktan sonra bozulur ve malzeme paramanyetik olur. Ferromanyetik maddeler sürekli mıknatısların yapımında kullanılır. Bu tür maddeler, zayıf bir dış manyetik alan içinde bile birbirine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik manyetik dipol momentlere sahiptirler. Bir kere momentler paralel hale getirildikten sonra, dış alan atomdan kaldırılsa

bile madde mıknatıslanmış olarak kalacaktır. Bu sürekli yönelim, komşu olan manyetik momentler arasındaki kuvvetli bir etkileşimden kaynaklanır. Domain, bir manyetik malzemenin farklı yönlerde manyetize olmuş bölgelerdir. Her domain bir mıknatıs olup  $10^{-12} - 10^{-8}$  m<sup>3</sup> olup  $10^{17}$ - $10^{21}$  civarında atom içermektedir. Farklı yönelimlere sahip olan bölgelerin arasındaki sınırlara bölge duvarları denir. Bir manyetik malzemenin kutuplaşmış iki bölgesini birbirinden ayıran iki yüzeye domain sınırı denir.



Şekil 2.13. Domain sınırı.

Domain sınırlarının hareketi malzemelerin manyetik özelliklerini saptamada rol oynar. Domain sınırları manyetik alan içerisinde hareket etme kabiliyetine sahiptir. Domainler, sınırların hareketinden sonra uygulanan manyetik alan çizgisine paralel olarak dizilirler. Bunun sonucunda da domain büyümesi söz konusudur. Domain büyümesi indüksiyon hızı ile artar.

Domainler hareketi birçok faktöre etki eder. Bunlar atom boşlukları ve dislokasyonlardır. Bunlar manyetik malzemelerin domain sınırlarının

hareketliliğini engellediklerinden malzemenin manyetik özelliği bakımından sert olmasına neden olur. Şimdi çekirdeği mıknatıslanmış demirden oluşan toroid şeklinde bir kangal düşünelim. Sarımlardaki akım sıfırdan bir I değerine artırılırsa, H=nI ifadesine göre alan şiddeti H, I akımı ile lineer olarak artar. Ayrıca şekilde gösterildiği gibi B toplam alanı da akım arttıkça artar. O noktasında manyetik bölgeler rasgele yönelmislerdir. Bu da B=0 'a karsılık gelir. Dış alan arttıkça bölgeler alanla daha çok paralel hale gelirler ve sonunda a noktasında hemen hemen hepsi paralel duruma geçerler. Bu durumda demir çekirdek doyuma yaklaşmaktadır. Doyum koşulu, tüm bölgelerin aynı yöne yöneldikleri duruma karşılık gelir. Akımın sıfıra düşürüldüğü ve dış alanın ortamdan kaldırıldığını düşünelim. Mıknatıslanma eğrisi a b yolunu izler, b noktasında dış alan  $B_0=0$  olduğu halde, B alanı sıfır olmaz. Bu durum çok sayıda bölgenin paralel hale gelmelerinden dolayıdır. B=B<sub>m</sub> noktasında kalıcı bir mıknatıslanmaya sahiptirler. Akım sıfır değerine ulaştıktan sonra yönü değiştirilerek dış alanın yönü değiştirilip şiddeti artırılırsa, numune c noktasında tekrar mıknatıslanmış duruma gelinceye kadar bölgeler yön değiştirirler. Burada B=0 olur. Ters yöndeki akımdaki artış demirin ters yönde mıknatıslanmasına neden olur ve d noktasında doyuma ulaşır. Akım tekrar sıfıra düsürülüp ve sonra başlangıçtaki olaylar zinciri oluşur mıknatıslanma eğrisi def yolunu izler. Akım yeterince artırılırsa mıknatıslanma eğrisi a noktasına geri döner. Burada numune maksimum mıknatıslanma değerine kavuşur. Bu olaya histerezis olayı denir. Bu maddenin mıknatıslanmasının alanın şiddetine bağlı olduğu kadar maddenin geçmişteki durumuna da bağlı olduğunu gösterir. Çoğu kez ferromanyetik malzemenin belleğe sahip olduğu söylenir. Çünkü dış alan ortadan kaldırıldıktan sonra bile madde mıknatıslanmış olarak kalır. Histerezis ilmeğin şekli ve

35

büyüklüğü ferromanyetik maddenin özelliklerine ve uygulanan maksimum alanın şiddetine bağlı olarak değişir[50].

Sert ferromanyetiklerin histerezis ilmekleri geniştir. Kalıcı mıknatıslanmaları var demektir. Yumuşak ferromanyetikler demir gibi histerezis ilmekler dardır. Ferromanyetik bir malzemeyi uygulanan alanı yavaş yavaş azaltarak peşpeşe histerezis ilmeklerden geçirmek suretiyle mıknatıslık kaldırılabilir.



Şekil 2.14. Histerezis eğrisi

#### 2.9. Deneysel Materyal ve Yöntem

#### 2.9.1. Alaşımların Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda kullanılacak söz konusu alaşımlar, %98 saflıktaki Fe,Ni,Mo,Pd elementleri incelenecek oranlarda hazırlandı. Daha sonra Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuarlarındaki ark fırınında argon gazı atmosferinde ergitilerek hazırlandı. Alaşımları oluşturan elementlerin eritme işleminden önceki ve elde edilen alaşımların sonraki ağırlıkları 0.001 gr incelikli terazilerde kontrol edilmiş ve sonuçta alaşımların önceden planlanan element oranlarını etkileyecek düzeyde bir fark gözlenememiştir. Hazırlanan alaşımlar 4 gr ağırlığında olacak şekilde elde edilmiş ve elde edilen alaşımların komposizyonu IXRF sistemi kullanılarak EDS (Electron Dispersion Spectroscopy) yöntemi ile belirlenmiştir. Üretilen alaşımlar çizelge 2.1.'de verilmiştir.

Numune	Fe	Ni	Мо	Pd
A1	66.6	30	2.6	0.8
A2	65.6	30	2.6	1.8

**Çizelge 2.1.** Üretilen Alaşımlar ve Oranları

Malzemelerin homojen hale getirilmesi için ısıl işlem uygulanmıştır. Isıl işlem sırasında yüksek sıcaklıklarda malzemedeki oksitlenmeyi önlemek için numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen silika tüpler içine konulmuştur. Tamamen vakumlu ortamda bulunan tüm numunelere 1100 °C de 12 saat ısıl işlem uygulanmış ve bunlar daha sonra fırından alınarak su içerisinde soğutulmuştur.

### 2.9.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey gözlemleri için ısıl işlemi tamamlanmış alaşımdan 1cm çapında, 0.3cm kalınlığındaki numuneler elmas bıçaklı kesiciyle kesilmiştir. Kesilen numunelerin yüzeyindeki pürüzler ve kalın çizgiler değişik kalınlıktaki su zımparaları ile kalından inceye doğru gidilerek ortadan kaldırılmış ve sonra 1200-4000 lik parlatıcı su zımparası kullanılarak yüzeyler parlatılmıştır. Ayrıca 65ml H<sub>2</sub>O, 30ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ve 5ml HF den oluşan polishing acidi içine kısa süreli daldırılarak parlatılmıştır. Daha sonra, mekanik olarak parlatılan yüzeyler 98ml Methanol, 2ml Nitrik asit karışımından oluşan çözelti içerisinde 70°C de 10sn bekletilerek dağlanmıştır. Numunelerin yüzeylerinde oluşan mikroyapı karakteristikleri JEOL5600 marka elektron mikroskobu ile incelenmiştir.

#### 2.9.3. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Mössbauer Spektrometresi deneyleri için ısıl işlemleri tamamlanmış austenite fazdaki alaşımlardan 250µm kalınlığında kesilerek hazırlanan numuneler; değişik kalınlıkta su zımparaları kullanılarak yaklaşık olarak 80µm kalınlığına getirilmiştir. Daha sonra zor uygulanarak elde edilen Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd numunesinin martensite faz ve atermal olarak meydana gelen Fe-%30Ni-%2,6Mo-0,8Pd numunesinin martensite faz dönüşümlerine ait Mössbauer Spektrumları elde edilmiştir.

### 2.9.4. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri için Numunelerin Hazırlanması

Bu deney için 1100 °C'de 12 saat ısıl işleme tabi tutulup suda hızlı soğutulan ve sıvı azot sıcaklığında atermal dönüşüm gerçekleşen Fe-%30Ni-%2.6Mo-%0.8Pd numunesi seçilmiştir. Bu numunelerden 3 mm çapında 75 µm kalınlığında DSC ölçümleri için numuneler hazırlanmıştır. Bu ölçümlerde ısıtma hızı 10 °C/dakika olarak alınmıştır. DSC ölçümleri ile ısı akışı (heat-flow)- sıcaklık eğrileri çizilmiştir. Pd elementinin dönüşüm sıcaklığına etkisi incelenmiştir.

#### 2.10. Yöntem

#### 2.10.1. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)

Optik mikroskoptan daha çok kapalı devre televizyon sistemine benzer. İlk bölümde, televizyon kamerasına benzer bir şekilde, net olarak odaklandırılmış elektron merceği tarafından cisim üzerine odaklandırılır. Çarptığı yerden gelen elektronlar toplanır ve güçleri yükseltilir. Mikroskobun ikinci bölümü televizyon alıcısına benzer ve burada bir katot ışını tüpü mevcuttur. Böylece yüksek kaliteli televizyon resmine benzer bir görüntü elde edilir. Sadece düzeni farklıdır. Bu cins mikroskoplar taramalı olarak da kullanılır. Genel olarak sert yüzlerin 20-50 nm'lik hassaslıktaki

incelenmesinde kullanılır. Odaklama ile çeşitli derinlikte görüntüler elde edilebildiğinden üç boyutlu hissi veren resimler elde etmek mümkün olmaktadır.

Bazı deneysel mikroskoplarla 3 nm'lik hassaslığa kadar inmek mümkün olmaktadır. Cisimden gelen elektronlar mikro elektrik ve manyetik alanları da hassas hale getirebildiğinden, elektrik ve manyetik alanların görüntüsünü elde etmek mümkündür. Bundan faydalanılarak bilgisayar ve benzerlerindeki çok küçük elektronik devrelerin kontrolü yapılır. Elektronların yönlerini değiştirmesinden, bir cisimdeki mikro kristallerin dizilişini belirlemek de mümkündür.

Taramalı Elektron Mikroskobu Optik Kolon, Numune Hücresi ve Görüntüleme Sis temi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için kondenser mercekleri, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta apatürler ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10<sup>-4</sup> Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde, elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışımaları toplayan dedektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır[51].

40



Şekil 2.15. Taramalı Elektron Mikroskobu

#### 2.10.2. Mössbauer Spektrometresi Sistemi

Temel olarak spektroskopiyi maddenin özelliklerini, soğrulan ve salınan parçacıklar, ışık veya ses aracılığı ile incelenmesidir. Tarihsel olarak sadece görünür ışık kullanılırken, bunların dışında elektromanyetik olan ve olmayan ışınımda kullanılmaktadır (mikrodalgalar, radyo dalgaları, X ışınları vs.).

1957' de R.L. Mössbauer tarafından keşfedilen Mössbauer olayı[52], kristal örgü içerisindeki bir çekirdek tarafından enerji kaybı olmaksızın **Y** fotonu salınması olayı olarak bilinir. 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.

Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir **Y** sayıcısı, bir tek kanal diskiriminatörü ve bir çok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca, kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir **Y** ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen **Y** ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmalar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek 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 Fe ve Sn izotopları kullanılmaktadır. Bu olay sayıları 50'yi geçen izotop

üzerinde gözlenmekle birlikte, deneysel zorluklar nedeniyle bunların ancak 20 tanesi kullanılabilmektedir.

Bir atomun kimyasal değerliğinin değişmesi sonucunda bu atomun s-elektron yoğunluğunun da değişeceği gerçektir. Bu sebepten dolayı sıfırdan farklı bir değerlikte olan bir atomun çekirdeği ilke 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 kayma, kendini Mössbauer spektrumunda v=0 da olması gereken maksimum rezonansta bir kayma olarak gösterir. Demir ferromanyetik özelliğe sahip olduğu için, aynı atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği H manyetik alan şiddeti büyüktür ve Zeeman olayı sonucu çekirdek enerji seviyelerinde yarılma beklenir. J nin H doğrultusundaki izdüşümü m<sub>j</sub>' nin aldığı değerlere göre, her enerji seviyesi 2J+1 sayıda alt seviyeye yarılır.

Fe de taban durum için J=1/2, 14,4 KeV' luk ilk uyarılmış durum için J=3/2 olduğundan dolayı, H manyetik alan etkisi ile taban durum 2 seviyeye ve ilk uyartılmış durum 4 seviyeye yarılacaktır.  $\Delta m_j = 0,\pm 1$  seçim kuralı göz önüne alınırsa, farklı altı gama geçişi sonucu, gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir[52]. <sup>57</sup>Fe' nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları ve Mössbauer spektrumunda oluşan çizgiler Şekil 2.16. da verilmiştir.



Şekil 2.16. (a) Fe' nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları(b) Yarılmalar sonucu Mössbauer spektrumunda oluşan çizgiler

### 2.10.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçüm Sistemi

Termal analiz, incelenen numuneye ait fiziksel özelliğin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülmesi veya bir tepkimede soğurulan ya da açığa çıkan ısının izlenmesi yöntemlerini kapsar. Bu yöntemlerden bazıları, termogravimetri (TG), diferansiyel termal analiz (DTA), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), termometrik titrasyon ve doğrudan enjeksiyon entalpimetresi'dir. Bu çalışmada sayılan yöntemler arasından diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yöntemini kullanarak bazı termal analizler yapacağız. Termal analizler genellikle sabit basınç altında yürütüldüğünden, geçerli olan eşitlik,

$$\Delta G = \Delta H - T.\Delta S \tag{2.8.}$$

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

$$\frac{d(\Delta G)}{dT} = -\Delta S \tag{2.9.}$$

Ífadesi elde edilir. Bu denklem tepkimenin olmadığı bir durumdan ( $\Delta G>0$ ), tepkimenin olacağı bir duruma ( $\Delta G<0$ ), nasıl geçileceğini gösterir.  $\Delta S$  pozitif ise, sıcaklığın artması ile sonuç negatif olacaktır.  $\Delta S$  negatif ise, sıcaklığın azalması ile kendiliğinden olan tepkime elde edilecektir.

DSC yönteminde malzeme ve referans maddesine aynı sıcaklık programı uygulanırken malzemede bir değişiklik olması halinde, malzeme veya referansa bir elektrik devresi yardımıyla dışarıdan ısı eklenerek her ikisinin de aynı sıcaklıkta kalması sağlanır. DSC eğrilerinde ısı akışının sıcaklıkla değişimi gösterilir. Grafikte elde edilen pikin altında kalan alan tepkimede emilen veya açığa çıkan ısıyı vermekle birlikte, pik yükseklikleri tepkimenin hızıyla ilgili bilgi verir.  $\Delta$ H pozitif ise (endotermik), malzeme ısıtıcısına ısı eklenir ve pozitif bir sinyal elde edilir.  $\Delta$ H negatifse (ekzotermik), referans ısıtıcısına ısı eklenir ve 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 refaransın ısı kapasiteleri arasındaki farka karşı da çok duyarlıdır[31].

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

#### 3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

# 3.1. Fe-%30Ni-%2.6Mo-%XPd Alaşımlarında Oluşan Martensitik Faz Dönüşümleri

# 3.1.1. Fe-%30Ni-%2.6Mo-%0.8Pd Alaşımının Atermal Martensite Yapısının Taramalı Elektron Mikroskobu İle İncelenmesi

Üretilen Fe-%30Ni-%2.6Mo-%0.8Pd alaşımının austenite yapıdan martensite yapıya geçişi atermal özellik göstermektedir. Alaşımımızın martensite yapıları çok kısa süre içerisinde ve patlama şeklinde meydana gelmiştir. İnceleme sürecinde meydana gelen yapının morfolojik ve kristallografik özellikleri araştırılmıştır.

Fe-%30Ni-%2.6Mo-%XPd alaşımlarında martensite faz dönüşümlerinin incelenmesi için üretilen alaşımlar 1100 °C' de 12 saat ısıl işlem uygulandıktan sonra bu sıcaklıktan direk suyun içine almak suretiyle soğutulmuştur. Numune SEM ile incelenmiş ve austenite fazda tanecik yapıları gözlemlenmiştir. Gözlenen yapılar Şekil-3.1. de verilmiştir.



Şekil 3.1. Fe-%30Ni-%2.6Mo-0.8Pd numunesinde gözlenen austenite kristalleri

Kristal tanecikli austenite yapıdaki numune sıvı azot içerisine atılarak 10 s bekletilmiştir. Numune sıvı azot içerisindeyken bir ses duyulmuştur. Sıvı azot içerinden çıkarılan numune SEM'de incelenmiş ve inceleme sonucunda martensite yapılar oluştuğu gözlenmiştir. Gözlenen martensite yapı Şekil-3.2. de verilmiştir. Numunenin sıvı azot içerisine atılarak hızla soğutulmasının sağlanmasıyla meydana gelen sıcaklık farkı, martensitik dönüşüm için gereken sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına neden olmuştur[53,54].

Martensitik yapıların oluşumunu tetikleyen ilk olayın numune yüzeyinin asitle reaksiyonu sırasında oluşan kristallografik kusurlar olduğu ve martensitik yapıların buradan başlayarak zamanla büyüdüğü ve tanecik sınırına gelindiğinde ise büyümenin durduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Easterling ve Porter[44] çalışmalarında martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiğini ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisi olmamakla birlikte, oluşan martensite plakalarının şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğunu söylemişlerdir.



Şekil 3.2. Fe-%30Ni-%2,6Mo-0,8Pd numunesinde gözlenen atermal martensite

kristalleri

## 3.1.2. Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd Alaşımının Deformasyon Etkili Oluşan Martensite Yapısının SEM İle İncelenmesi

Üretilen Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd numunesi %0.8Pd içeren numuneden farklı martensite olarak austenite fazdan faza geçerken atermal özellik göstermemektedir. Numune 1100 °C' de 12 saat ısıl işlem uygulandıktan sonra bu sıcaklıktan direk suyun içine almak suretiyle soğutulmuştur. Termal etkiye maruz bırakıldıktan sonra (-196 °C'de 10 s) SEM ile incelenen numunede martensite yapılara rastlanmamıştır. Beklenmeyen bu durum neticesinde numuneye zor uygulama kararına varılmıştır. Uygulanan zor miktarı kademeli olarak arttırılarak numunenin martensite yapıya geçiş süreci incelenmiştir. Uygulanan ilk zor oranı %2 olarak gerçekleşmiştir. SEM kullanılarak incelenen numunede martensitik yapıya rastlanmamış ve zor oranı %5'lik ilave ile toplamda %6.9 seviyesine yükseltilmiştir. Tekrar SEM ile incelenen numunede martensitik yapı gözlenmemekle beraber faz dönüşümü başlangıcını tetikleyebilecek bazı kaymalar tespit edilmiştir (Şekil 3.5.). Numuneye 900 °C' de 30 dakika süreyle ısıl işlem uygulanıp hızlı soğutma yapılmıştır. Numunenin SEM incelemesi sonucunda yeni bir faz dönüsümü görülmemiştir. Numuneye üçüncü kez zor uygulanarak deformasyon %20 oranına yükseltilmiştir. Numunenin SEM ile incelenmesi sonucu oluşan martensite yapılar gözlemlenmiştir. Uygulanan zor miktarı ve numunenin kalınlığındaki değişimi gösteren Çizelge 3.1. oluşturulmuştur. Numunenin her adımdaki durumu Şekil-3.3., Şekil-3.4., Şekil-3.5., Sekil-3.6., Sekil-3.7. ve Sekil-3.8.'te verilmiştir.

Alaşım içinde bulunan paladyum oranının artmasıyla alaşımın austenite fazdan martensite faza geçişinin zorlaştığı ilk olarak bu çalışma sonucunda tespit edilmiştir. Ayrıca alaşım içindeki paladyum oranının artmasıyla alaşımın tane boyutunda artma olduğu tespit edilmiştir.

Bu yüksek lisans tez çalışmasında daha önce üzerinde araştırmalar yapılmış olan Fe-Ni-Mo alaşımına eklediğimiz paladyumun etkisini ilk kez gözlemlemeyi amaçladık. Sonuç olarak paladyumun martensite faz dönüşümünü zorlaştırıcı etki yaptığını ilk kez göstermiş olduk.



Şekil 3.3.. Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında gözlenen austenite kristalleri



Şekil 3.4. Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında termal etki uygulandıktan sonra

gözlenen austenite kristalleri



Şekil 3.5. Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında zor etkisi sonucu oluşan kayma doğrultuları



**Şekil 3.6.** Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında %6.9 zor uygulandıktan sonra gözlenen az miktarda martensite kristalleri



Şekil 3.7. Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında %20 zor uygulandıktan sonra

gözlenen martensite kristalleri



Şekil 3.8.. Fe-%30Ni-%2,6Mo-1,8Pd alaşımında %20 zor uygulandıktan sonra gözlenen martensite kristalleri

Çizelge 3.1. Fe-% 30Ni-%2,6Mo-1,8Pd (A2) alaşımına uygulanan zor oranları ve

numunenin kalınlığındaki de	eğişim
-----------------------------	--------

Numune	Kalınlık	%2 zor uyg.	%6,9 zor uyg.	%20 zor uyg.
	(µm)	sonra(µm)	sonra(µm)	sonra(µm)
$A_2$	230	225,4	214,13	184

# 3.2. Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd Alaşımlarında Oluşan Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometrisi Yöntemi İle İncelenmesi

Metal ve metal alaşımlarının faz dönüşümlerinin incelenmesinde mössbauher spektrometrisi yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. Mösbauher spektrometrisi yöntemiyle austenite ve martensite yapıların manyetik özellikleri, değişik etkilerle oluşan martensite kristallerinin hacim yüzdeleri ve martensite fazın iç manyetik alanı belirlenebilmektedir.

Fe bazlı alaşımların paramanyetik özellik gösteren austenite fazı bir soğurma çizgisiyle, antiferromanyetik ya da ferromanyetik özellik gösterebilen martensite fazı ise altı soğurma çizgisiyle gösterilir.

Çalışmanın bu bölümünde değişik yöntemlerle austenite fazdan martensite faza dönüştürdüğümüz Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd(X=0.8, 1.8) alaşımının austenite ve martensite fazlarının mössbauer spektrumlarını elde edilecektir. Ayrıca martensite kristallerinin hacimce büyüklükleri bulunulacaktır.

Austenite Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd(X=0.8, 1.8) alaşımı paramanyetik olduğundan bir soğurma çizgisiyle gösterilir. Atermal ve zor etkiyle martensite faza dönüşen alaşımın mösbauer spektrumları Şekil-3.9. ve Şekil-3.10. da altı soğurma çizgisiyle gösterilmiştir[56,57].
Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd(X=0.8, 1.8) alaşımlarının mössbauer ölçüm sonuçları için bir çizelge oluşturulmuştur. Bu çizelgede(çizelge-3.2.) martensite faz için elde edilen hacim yüzdeleri(austenite-%A, martensite-%M), izomer kayma değerleri(austenite- $\delta_A$ , martensite- $\delta_M$ ) ve martensite faz için iç manyetik alan(B<sub>iç</sub>) değerleri kaydedilmiştir.



Şekil-3.9. 1100°C'de 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%2,6Mo-0.8Pd alaşımında, (-196 °C)'de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.



Şekil-3.10. 1100°C'de 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%2,6Mo-1.8Pd alaşımında, (-196 °C)'de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu

## **Çizelge 3.2.** Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd (X=0.8(A<sub>1</sub>),1.8(A<sub>2</sub>)) alaşımında mössbauer

Numune	Faz	%A	%M	δ <sub>M</sub> (mm/sn)	B <sub>iç</sub> (T)
A <sub>1</sub>	М	35,672	64,328	0,1569	34,1313
A <sub>2</sub>	М	31,458	68,542	0,1087	33,1336

spektrometrisi yöntemiyle elde edilen sonuçlar.

Mössbauer spektrometresi kullanılarak, Fe-%30Ni-%2,6Mo-%XPd alaşımlarında, Pd oranı fazla olan alaşımda martensite miktarının fazla olduğu görülmüştür (Çizelge 3.2.). Bu sonucun uygulanan zor miktarıyla ilişkili olduğu değerlendirilmektedir. Ayrıca Pd oranının artması ile martensite faza ait iç manyetik alan değerinin azaldığı bulunmuştur.

## 3.3. Fe-%30Ni-%2,6Mo-%XPd Alaşımlarında Oluşan Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Termal Özelliklerinin DSC Yöntemi İle Belirlenmesi

Fe-%30Ni-%2.6Mo-%0.8Pd alaşımında görülen atermal martensite'lerin başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) ve bitiş sıcaklığı( $A_f$ ) ve Pd'nin  $M_s$ ,  $A_s$  ve  $A_f$  sıcaklıklarına etkisini belirlemek için DSC (Differantial Scannig Calorimetry) ölçümleri yapıldı. Yüksek enerjili austenite fazdan düşük enerjili martensite faza dönüşüm olayı ekzotermik (ısı veren) bir olay, düşük enerjili martensite fazdan yüksek enerjili austenite faza dönüşüm olayı ise endotermik (ısı alan) bir olaydır.

Fe-%30Ni-%2-6Mo-%0.8Pd alaşımının martensite başlama sıcaklığını ( $M_s$ ), bulmak için 25 °C 'den (-150 °C) 'ye kadar dakikada 10 °C 'e olacak şekilde soğutuldu. Soğutulurken martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), (-95 °C) olarak belirlendi. (Şekil-3.11.)

Ayrıca Fe-%30Ni-%2-6Mo-%0.8Pd alaşımı için yapılan DSC ölçümleri sonucu austenite başlangıç sıcaklığı (A<sub>s</sub>) 435 °C olarak gözlendi. (Şekil-3.12.)



Şekil-3.11. 1100 °C'de 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%2-6Mo-%0.8Pd alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi (M<sub>s</sub>)



Şekil-3.12. 1100 °C'de 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%2-6Mo-%0.8Pd alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi (A<sub>s</sub>)

**Çizelge 3.3.** Fe-%30Ni-%2.6Mo-%XPd ve Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımlarında ortalama tane boyutu, M<sub>s</sub> sıcaklığı ve martensite yüzdesi arasındaki ilişki

Numune	Ortalama Tane	Ms (°C)	Martensite
	Boyutu (µm)		Yüzdesi
Fe-%30Ni-%2.6Mo-%0.8Pd	80	-95	64%
Fe-%30Ni-%2.6Mo-%1.8Pd	95		68%
Fe-%30Ni-%2.6Mo *	80	-177	53%

\* Yaşar, ERDEM, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi,2005 sf.99

## 4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd (X=0.8, 1.8) alaşımlarında austenite fazda oluşan martensite kristallerinin, morfolojik ve kristallografik yönden değişik özellikleri açıklandı. Literatürde Fe alaşımlarının martensite faz oluşumunu tetikleyen farklı fiziksel olaylar ortaya konmuştur. Bunlardan; deformasyon (elastik, plastik), numune üzerine uygulanan yüksek manyetik alan, hidrostatik basınç ve termal etkiler örnek olarak verilebilir.

Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd (X=0.8, 1.8) alaşımları aynı termal etkilere maruz bırakılacak şekilde 1100 °C'de 12 saat ısıl işlem uygulandı. Numuneler aynı şekilde 1100 °C'den alınıp suya atılmak suretiyle soğutuldu. Numuneler sıvı azot içerisinde (-196 °C) 10 s bekletildikten sonra Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelendi.

Fe-%30Ni-%XMo alaşımları üzerinde yapılan çalışmada[31] ve Fe-Ni alaşımları üzerinde yapılan çalışmalarda Fe-Ni bazlı alaşımların termal etkilerle martensite faza dönüşebildikleri görülmüştür[48]. Bu çalışmada Fe-Ni-Mo alaşımına 4. Element olarak eklenen Paladyum(Pd)'nin alaşımın martensite faz dönüşümü üzerine etkisini incelendi.

Fe-%30Ni-%2,6Mo-0.8Pd alaşımının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) incelemelerinde, ortalama olarak 80 µm austenite tane boyutuna sahip olduğu

gözlendi (Şekil-3.1.). Numune sıvı azot içinde (-196 °C'de 10s.) bekletildikten sonra yapılan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) incelemelerinde atermal dönüşümün gerçekleştiği görüldü(Şekil-3.2.). SEM gözlemlerinde yüksek oranda martensite yapıların oluştuğu gözlendi. Mössbauer spektrometresi ile yapılan hacim ölçümünde de gözlemlerimize paralel olarak %64 oranında martensite yapılar oluştuğu sonucuna varıldı. Ayrıca mössbauer incelemelerinde austenite fazın paramanyetik(tek soğurma cizgisi), martensite fazın manyetik düzlenim(ferromanyetik veya antiferromanyetik) (altı soğurma çizgisi) olduğu görüldü. Martensite fazın iç manyetik alanının ise B<sub>ic</sub>= 34.1313 T olduğu bulundu(Çizelge 3.2.). alaşımın M<sub>s</sub> sıcaklığını tespit etmek için DSC ölçümü alındı. Fe-%30Ni-%2-6Mo-%0.8Pd alaşımının martensite başlama sıcaklığını (M<sub>s</sub>), bulmak için 25 °C 'den (-150 °C) 'ye kadar dakikada 10 °C 'e olacak şekilde soğutuldu. Soğutulurken martensite başlama sıcaklığı ( M<sub>s</sub> ), (-95 °C) olarak belirlendi (Şekil-3.11.). Yaşar'ın[31] Fe-%30Ni-%2-6Mo alaşımı için bulduğu M<sub>s</sub> sıcaklığı -177 °C'dir. Bu durumda alaşım içerisine eklenen az miktarda Pd M<sub>s</sub> sıcaklığını 82 °C arttırmıştır. Elde edilen bu sonuç çok ilgi çekicidir.

Alaşım içindeki Pd oranı arttıkça atermal martensite dönüşüm zorlaşmaktadır. Pd miktarı %1.8 oranına ulaştığında atermal martensite dönüşümünün imkansızlaştığı, dönüşümün ancak deformasyon etkisiyle mümkün olabildiği tespit edilmiştir.

Fe-%30Ni-%2,6Mo-1.8Pd alaşımının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) incelemelerinde, ortalama austenite tane boyutunun 95 μm olduğu gözlendi (Şekil-3.3.). Alaşım içerisindeki Pd oranının arttırıldığında ortalama tane boyutunun büyüdüğü sonucuna ulaşıldı. Numune sıvı azot içine bırakılıp

64

(-196°C) 10 s bekletildikten sonra yapılan SEM incelemelerinde martensite faz dönüşümüne rastlanmadı (Şekil-3.4.).

Bu aşamada numuneye kademeli olarak zor uygulandı. Uygulanan zor etkilerinin büyüklüğü ve numunenin kalınlığındaki değişim tablo haline getirildi. (Çizelge 3.1.)

Uygulanan ilk zor numunenin kalınlığında %2'lik değişim meydana getirdi. Numune SEM ile incelendi fakat martensite faz dönüşümü gözlenmedi. Ancak numune üzerinde oluşan kayma doğrultuları açık şekilde görüldü (Şekil-3.5.). Uygulanan ikinci zor sonunda numunenin kalınlığı %6.9 oranında azalırken, SEM incelenmesinde çok az miktarda martensite yapıya rastlandı (Şekil-3.6.). Bu seviyede martensitik dönüşümün atermal devam edip etmeyeceğini tespit etmek için numuneye 900 °C'de 30 dakika ısıl işlem uygulandı. Yapılan SEM incelemesi sonucunda atermal dönüşümün oluşmadığı anlaşıldı. Uygulanan 3. zor numuneyi %20 oranında inceltirken, yapılan SEM incelemesi numune içerisinde martensite faz dönüşümünün gerçekleştiğini gösterdi. Gözlenen martensite yapılarının çok yoğun olduğu görüldü (Şekil-3.7. ve Şekil-3.8.).

Fe-%30Ni-%2,6Mo-1.8Pd alaşımının mössbauer spektrometrisi ölçümleriyle dönüşüm sonrası oluşan martensite yapıların miktarının % 68. olduğu bulundu mössbauer incelemelerinde (Cizelge 3.2.). Ayrıca austenite fazın paramanyetik(tek soğurma çizgisi), martensite fazın manyetik düzlenim(ferromanyetik veya antiferromanyetik) (altı soğurma çizgisi) olduğu görüldü. Martensite fazın iç manyetik alanının ise  $B_{ic}$ = 33.1336 T olduğu bulundu (Cizelge 3.2.).

65

Çalışmada ilgi çekici bir nokta da şudur: Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımına ait M<sub>s</sub> sıcaklığı Yaşar tarafından -177 °C olarak ölçülmüştür[31]. Alaşım içerisine katılan az miktardaki Pd M<sub>s</sub> sıcaklığını 82 °C yükselterek -95 °C'ye çıkarmıştır. Martensite oluşum yüzdesi de % 11 oranında artış göstermiştir. Bunlar ilgi çekici bilgilerdir. Fakat alaşım içerindeki Pd oranını arttırmak alaşıma farklı bir etki yaparak atermal martensite dönüşümünü zorlaştırmıştır.

Ayrıca Yaşar yaptığı çalışmada Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımı için yaptığı DSC ölçümlerinde  $A_s$  sıcaklığını 344 °C olarak tespit etmiştir. Bizim Fe-%30Ni-%2,6Mo-0.8Pd alaşımı için bulduğumuz  $A_s$  sıcaklığı ise 435 °C'dir.

Sonuç olarak, Fe-%30Ni-%2,6Mo-XPd (X=0.8, 1.8) alaşımında meydana gelen martensite faz dönüşümleri alaşım içerindeki Pd oranına göre şu özelliklere sahiptir.

- Pd oranı arttıkça martensitik dönüşüm zorlaşmaktadır.
- Pd oranı 1.8 ve üzeri değerlerde atermal dönüşüm imkansızdır. Ancak zor etkili martensitik faz dönüşümü oluşabilmektedir.
- Numuneye uygulanan zor miktarı arttıkça martensite yapılar çoğalmaktadır.
- Pd oranı arttıkça tane boyutu büyümüştür.
- Pd oranı arttıkça iç manyetik alanın değeri azalmaktadır.

## KAYNAKLAR

- [1] L. Kaufman and M. Cohen, Prog. Metal Phys., 7, 165(1958).
- [2] Z.Nishiyama, martensitic Transformations, Academic pres,London,1978.
- [3] Bain, E.C., Dunkirk, N.Y., The nature of martensite. Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 70:25,1924
- [4] G.B.Oslon and M.Choen, Metal trans.A, 7A 1897(1976)
- [5] G.B.Oslon and M.Choen, Metal trans.A, 7A 1897(1976)
- [6] Reed, R.P., Breedis, J.F., Behavior of Metarials at Cryogenic Tempratures. American Society for Testing and Metarials, Special-Technical Publication, 60:387,1960.
- [7] Wechsler, M.S., Lieberman, D.S., Read, T.A., On the theory of the formation of martensite. Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 197:1503,1953

- [8] Bowles, J.S., Maackenzie, J.k., The crystallography of martensite tansformations I., Acta Metallurgica, 2:129,1954
- [9] Bowles, J.S., Maackenzie, J.k., The crystallography of martensite tansformations IV body-centered cubic to orthorhombic transformations. Acta Metallurgica, 5:137,1957.
- [10] Bowles, J.S., Maackenzie, J.k., The crystallography of martensite tansformations II., Acta Metallurgica, 2:138,1954
- [11] Bowles, J.S., Maackenzie, J.k., The crystallography of martensite tansformations III. Face-centred cubic to body-centered tetragonal transformation. Acta Metallurgica, 2:224,1954.
- [12] Patterson, R.L., Wayman, G.M., The crystallography and growth of partially-twinned martensite plates in Fe-Ni alloys, Acta Metallurgica, 14(3):347-369,1966.
- [13] Golovin, I.S., Nilsson, J.O., Serzhantova, G.V., Golovin, S.A., Anelastic effects connected with isothermal martensitic transformations in 24Ni4Mo austenitic and 12Cr9Ni4Mo maraging steels, Journal of Alloys and Compounds, 310(1):411-417,2000.

- [14] Yasar, E., Gungunes, H., Akturk, S., Durlu, T.N., New observations On the Formation of the Athermal Martensite in Fe-Ni-Mo Alloys, Journal of Alloys and Compounds, 428:125,2007.
- [15] Yasar, E., Gungunes, H., Akturk, S., Durlu, T.N., New observations On the Formation of the Athermal Martensite in Fe-Ni-Mo Alloys, Journal of Alloys and Compounds, 424:51,2006.
- [16] Yasar, E., Gungunes, H., Akturk, S., Durlu, T.N., Some Characteristics of Thermally Induced Martensite in Fe-%30Ni-%3.6Mo Alloy, 37. Metarials Characterisation, 59:769,2008.
- [17] Maksimova, O.P., Nikonorova, A.L., Microstuructural Investigation of Martensitic Transformation, Problem of Metallography and Physics of Metals, Forth Symposium, Moscow, p.69,1955.
- [18] U. Sarı, T. Kırındı, M. Yüksel and S. Ağan, Journal of Alloys and Compounds, 476, 160(2009).
- [19] W.D.Callister, Jr., Materials Science and Engineering an Introduction,
  4<sup>th</sup> ed., Jhon Willey & Sons, Inc., New York, (1996).

- [20] F. Hasabi, Handbook of Extractive Metallurgy, Vol.2, WILLEY-VCH, Germany,1977.
- [21] Metals Handbook 'Properties and Selection' Non-ferrous Alloys and Pure Metals, 9th Edition, Vol.2, 239-248,1978.
- [22] D.A.Porter, K. E. Easterling, Phase Trasformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London, 1981.
- [23] J.W.Cristian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975.
- [24] Sarı Uğur, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, 2004.
- [25] Kırındı Talip, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, 2004.
- [26] T.Shimming, L. Jinhai and Y. Shiwei, Scripta Metall. Mater., 25,2613,1991.
- [27] T.N.Durlu Fe-Ni-C Alaşımlarının Tek ve İnce Austenite Kristallerindeki Martensitik Evre Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar, Doçentlik tezi, Ankara,1979.

- [28] T.Kakeshita, K. Kuriowa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi and M.Date, Mater. Trans. JIM, 34, 415,1993.
- [29] C.M. Wayman Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillan Company, New York, 1964.
- [30] J.S.Bowles and J.K. Mackenzie, Acta Metallurgica, 2, 224,1954
- [31] E. Yaşar, Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik Faz Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005.
- [32] R.E.Read, Physical metallurgy Principles, International Student Edition, NewYork, USA, 1970.
- [33] T. Kikuchi, S. Kajiwara and Y. Tomota, Mater. Trans., JIM, 36, 719,1995.
- [34] K. Gall, H. Sehitoğlu, H. J. Maier and K. Jacobus, Metall. Mater. Trans. A, 29A, 765,1998.

- [35] Karaman, H. Sehitoğlu, H. J. Maier and M. Balzer, Metall. Mater. Trans. A, 29A, 427,1998.
- [36] Karaman, H. Sehitoglu, K. Call, Y. I. Chumlyakov and H. J. Maier, Acta mater., 48, 1345,2000.
- [37] T.N.Durlu, J. Mater. Sci., 36,5665,2001.
- [38] T.N.Durlu, J. Mater. Sci., 31, 2585,1996.
- [39] C.M.Bikas, M.Krishnan and V. V. Rama Rao, Metall. Mater. Trans., 34A, 1029,2003.
- [40] S. Kajiwara, Mater. Sci. Eng, A273-275, 67,1999.
- [41] J.H. Yang and C.M. Wayman, Acta Metall. Mater., 40, 2025,1992.
- [42] K. Onaran, Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, 1997.
- [43] T. Savaşkan, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Derya Kitabevi, Trabzon, 1999

- [44] D.A. Porter, K.E. Easterling, Phase Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975.
- [45] T. N. Durlu, F. Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi, 13:1,2001.
- [46] A.G. Khachaturyan, Theory of Structural Transformations in Solids, John Wiley, New York, 1983.
- [47] H. Güngüneş, Fe-%24,5Ni-%4,5Si Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005.
- [48] J. H. Yang, H. Chen and C. M. Wayman, Metall. Trans. A, 23A, 1431,1992.
- [49] C.Kittel, Çeviri: B. Karaoğlu, Katıhal Fiziğine Giriş, Bilgitek yayıncılık, İstanbul, 1996.
- [50] S. Kırım, Faraday Sistemi ve Manyetik Alınganlık Ölçümü, Atatürk Üniversitesi Yayınları, Erzurum, 1979.

- [51] Lawrance Livemore, Radiation Safety Regulation, App. B, Summary of Radiation Generating Devices, Radiation Safety Requirements.
- [52] Butrón-Guillén, M.P., da Costa Viana, C.S., Jonas, J.J., Materias, Science Forum,151:273,1998.
- [53] Y.T.Hsu and X Zuyao, Mater. Sci. Eng., A 273-275, 494, 1999.
- [54] Kaufman, L., Cohen, M., Thermodynamics and Kinetics of Martensitic Transformations, Progress in Metal Physics, 7:165,1958.
- [55] S. Aktürk, Fe-%25Ni-%5Mn Alaşımında Atermal ve İzotermal Martensite Dönüşümleri ve Bunların Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi,2001.
- [56] Wertheim, G.K., Mössbauer Effect, Princeples and Applications, Academic Press, 1964.
- [57] Akgün, I., Gedikoglu, A., Durlu, T.N., Mössbauer study of martensitic transformations in an Fe-%29.6Ni alloy, Journal of Materials Science, 17(12):3479-3483,1982.