

T.C.
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%25Ni-%3V ALAŞIMINDA ZOR ETKİLİ MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMÜN
İNCELENMESİ

ERHAN ŞAHİN

OCAK-2008

Fen Bilimleri Enstitü Müdürünün onayı.

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

Müdür

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

Prof. Dr. İhsan ULUER

Anabilim Dalı Başkanı

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

Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ

Danışman

Jüri Üyeleri

Doç. Dr. Sedat AĞAN

Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ

Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI

ÖZET

Fe-%25Ni-%3V ALAŞIMINDA ZOR ETKİLİ MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMÜN İNCELENMESİ

ŞAHİN, Erhan

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman : Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ

Ocak 2008, 40 sayfa

Bu çalışmada, Fe-%25Ni-%3V alaşımında deformasyon etkisi ile oluşan Martensitik dönüşümün mikro yapısı ve termal özellikleri araştırıldı. Zor etkili martensitelerin mikro yapıları Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelendi ve bunların termal özellikleri ise Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) ölçümleri sonucunda belirlendi. Farklı oranlarda uygulanan plastik deformasyon miktarı arttırıldığında zor etkili martensite miktarının arttığı mikro yapı incelenmesinde gözlemlendi. Ayrıca plastik

deformasyon miktarının M_s Martensitik dönüşüm sıcaklıklarını arttırdığı DSC ölçümleri ile ortaya kondu.

Anahtar Kelimeler : Austenite, Martensite, Martensitik Dönüşümler, DSC, SEM,Zor-zorlanma Eğrisi

ABSTRACT

INVESTIGATING OF DEFORMATION INDUCED MARTENSITIC TRANSFORMATION IN Fe-%25 Ni-%3V ALLOY

ŞAHİN, Erhan

Kırıkkale University

Graduate School Of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, M. Sc. Thesis

Supervisor : Asst. Prof. Dr Nermin KAHVECI

January 2008, 40 pages

In this study, the micro structure and the thermal properties of martensite transformation induced with deformation effect were investigated in Fe-25%Ni-3%V alloy. Micro structures of deformation induced martensite were observed with Scanning Electron Microscope (SEM) and thermal properties of these were determined by result of Differential Scanning Calorimeter (DSC) measurements. It was observed that the amount of martensite was increased in the investigation of the microstructure when the amount of practiced plastic deformation was increased different rates. In addition, it was exposed that the amount of plastic deformation increased M_s Martensitic transformation temperatures with DSC measurements.

Key Words : Austenite, Martensite, Martensitic Transformations , DSC, SEM, Stress-strain curve.

TEŐEKKÜR

Tezimin hazırlanmasının her aŐamasında bilgi , öneri ve eleŐtirileri ile alıŐmalarına yön veren, yardımlarını esirgemeyen ve biz genç araŐtırmacılara büyük destek olan, tez yöneticisi hocam Yrd. Do Dr. Nermin KAHVECİ' ye teŐekkürlerimi sunarım.

Bilimsel alıŐmalarımızı yapmamız için, üniversitemize kazandırmıŐ olduĐu deneysel imkanlardan dolayı DeĐerli hocamız Prof. Dr. Tahsin Nuri DURLU' ya teŐekkürlerimi sunarım.

alıŐmaların başlamasından bitmesine kadar alıŐmalarımın her safhasında bana destek veren, her türlü yardımın yanında, deneysel imkanları da sonuna kadar bizlerin hizmetine sunan Yrd. Do. Dr. Talip KIRINDI' ya ve Yrd. Do. Dr. UĐur SARI' ya teŐekkür ederim.

Her türlü destekle her zaman yanımda olan eŐim Selda ŐAHİN' e ve aileme sonsuz teŐekkür ederim.

Eşime ve Aileme ...

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	iv
İÇİNDEKİLER	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
1.1. Literatür Özeti	2
1.1.1. Çalışmanın Amacı	2
2. MATERYAL VE YÖNTEM	4
2.1. Metal ve Metal Alaşımları	4
2.1.1. Demir ve Demir Alaşımlarına Diğer Elementlerin Etkisi ..	5
2.2. Faz Dönüşümleri	6
2.3. Austenite- Martensite Faz Dönüşümleri	9
2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli	13
2.5. Martensitik Dönüşüme Dış Zorun Etkisi	15
2.6. Martensitik Dönüşümlerde Örgü Kusurlarının Etkisi.....	21
2.7. Deneysel Materyal ve Yöntem	23
2.7.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	23

2.7.2. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçüm Sistemi ...	23
2.7.3. Numunelerin Hazırlanması	25
2.7.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri İçin Numunelerin Hazırlanması	26
2.7.5. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması	27
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	28
3.1. Fe-%25Ni-%3V Alaşımının Mikro Yapısı Üzerinde Isıl İşlemlerin Etkisi	28
3.2. Fe-%25Ni-%3V Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerinde Deformasyon Etkisi	28
3.2.1. Martensitik Dönüşümün Mekanik Özelliklerinin Zor – Zorlanma Deneyleri ile İncelenmesi	30
3.2.2. Zor Etkili Martensitik Dönüşümün Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi	32
3.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi(DSC) İle Dönüşüm Sıcaklıklarının Tayini	34
4. SONUÇ	36
KAYNAKLAR	37

ŞEKİLLER DİZİNİ

ŞEKİL

2.1. Austenite ve martensite fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi	8
2.2.(a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi	
(b) İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi	11
2.3. Fe-%30Ni alaşımı için Direnç-Sıcaklık eğrisi	13
2.4. Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak gösterimi	19
3.1. 1100 °C sıcaklıkta 1 hafta homojenleştirilen ve yavaş (fırında) soğutulan numuneye ait austenite tane yapısı	29
3.2. 1100 °C sıcaklıkta 1 hafta homojenleştirilen ve yavaş (fırında) soğutulan numunelere ait zor-zorlanma eğrileri	31
3.3. (a) %5, (b) %25, (c) %40 plastik deformasyon sonucu oluşan numunelerin SEM yüzey fotoğrafları	33
3.4. (a) Austenite (b) D1 (c) D2 (d) D3 numunelerine ait DSC eğrileri	35

ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE

3.1 1100°C sıcaklıkta 1 hafta homojenleştirilen ve yavaş (fırında) soğutulan numunelere deformasyon uygulanarak hazırlanan örnekler	30
---	----

SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ

$fcc(\gamma)$	Yüz merkezli kübik yapı
$bcc(\alpha')$	Hacim merkezli kübik yapı
$bct(\alpha)$	Hacim merkezli tetragonal yapı
$hcp(\epsilon)$	Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
DSC	Diferansiyel Tarama Kalorimetre
MPa	Megapaskal
M_s	Austenite-martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
M_f	Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
A_s	Martensite-austenite ters dönüşüm sıcaklığı
M_d	Plastik deformasyondan sonra soğutma ile oluşan martensite fazın başlama sıcaklığı
A_d	Plastik deformasyondan sonra ters dönüşüm başlama sıcaklığı
T_0	Austenite ve martensite fazın dengede bulunduğu sıcaklık
G^A	Austenite fazın serbest enerjisi
G^M	Martensite fazın serbest enerjisi
$\Delta G^{A \rightarrow M}$	Austenite ve martensite fazlar arasındaki Gibbs serbest enerji farkı
E	Toplam enerji

S	Entropi
P	Basınç
G	Gibbs serbest enerji
H	Entalpi
T	Mutlak Sıcaklık
V	Hacim

1. GİRİŞ

Materyal bilimi ile uğraşan araştırmacılar, 19. yy sonlarından itibaren, yumuşak demirin bazı etkilerle sertleşmesi üzerinde yaptıkları çalışmalar sonucu bu etkilerin özellikle kristal yapıda önemli değişikliklere neden olduğunu ve gözlenen mekanik değişimlerin bunun sonucunda gerçekleştiğini göstermişlerdir. Alman bilim adamı Martens ise yaptığı mikroskopik gözlemlerle demirin soğutulması sonucu yeni kristal taneciklerin oluştuğunu bulmuş ve daha sonra bu tip oluşumlar *martensitik dönüşüm* şeklinde Alman bilim adamının adıyla anılmıştır. 1950'li yıllardan sonra elektron mikroskop yöntemlerinin geliştirilmesi ile austenite-martensite faz dönüşümü olayının araştırılması büyük hız kazanmış ve bu konuda önemli ilerlemeler kaydedilmiştir.

Metal ve alaşım sistemlerindeki faz dönüşümleri; çekirdeklenme-büyüme dönüşümleri ve martensitik dönüşümler olmak üzere iki sınıfa ayrılır. Çekirdeklenme-büyüme dönüşümleri sabit sıcaklıkta termal etkileşme ile difüzyonlu olarak meydana gelirken martensitik dönüşümler, sistemin sıcaklığı değiştirilerek veya dış zor uygulanarak meydana gelebileceği gibi her iki etkinin birlikte uygulanması ile de gerçekleşebilir. Sıcaklık etkisiyle oluşan martensitik dönüşümler alaşım sistemlerine göre atermal ve izotermal olarak gerçekleşir. Dış zorun etkisiyle oluşan martensiteler ise zor-etkili, zorlanma-etkili veya deformasyon etkili martensite şeklinde adlandırılırlar^(1,2).

1.1. Literatür Özeti

İlk olarak Fe bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde yüz merkezli kübik (fcc) yapıdaki ana fazın, hacim merkezli kübik (bcc), hacim merkezli tetragonal (bct) veya sıkı paketlenmiş hekzagonal (hcp) yapıdaki martensite faza dönüşüm şeklinde de ortaya çıkar⁽⁹⁾.

Maksimova ve Nikonorova⁽¹⁹⁾, deformasyon, dengeleme ve tersinirlik üzerine yaptıkları çalışmalarda, Fe-%23.4Ni-%0.5C alaşımı için M_s sıcaklığını (-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-%0.0.2C alaşımı için (-20 °C) ve Fe-%22.5Ni-%3.3Mn-%0.04C alaşımı için ise (-40 °C) bulmuşlardır.

E.Güler⁽³⁷⁾, Fe-%29Ni-%2Mn alaşımı için yapmış olduğu yüzey incelemesinde; hem soğutma etkili hem de deformasyon etkili numunelerde oluşan martensite kristallerinin büyük taneli numunelerde miktarca fazlalık göstermekle beraber, aynı alaşımda artan deformasyon miktarı ile oluşan martensite kristallerinin miktarının arttığını gözlemiştir.

1.1.1.Çalışmanın Amacı

Bu çalışmada Fe-%25Ni%3V alaşımında meydana gelen martensitik dönüşümün mekanik ve termodinamik özellikleri araştırılacaktır. Plastik zorlanmanın martensitik dönüşümler üzerine etkisi, alaşıma farklı büyüklüklerde basma zoru uygulanarak martensite yapılar üzerinde deformasyon etkisi araştırılacaktır. Plastik zorlanma oranının artması ile alaşımda oluşan martensite fazın miktarının değişimi (yüzey morfolojisi),

taramalı elektron mikroskop (SEM) alıřmaları ile, alařımın mekanik zellikleri ise basma zoru deneyleriyle ortaya konulurken dnüşüm sıcaklıkları diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ile tayin edilecektir. Buradan elde edilecek sonuçlarla martensite oluşumunun fiziksel zellikleri ortaya konulurken , bu tür faz dnüşümlerinin materyalin fiziksel zelliklerinde ortaya ıkarttığı deęişiklikler bulunmaya alıřılacaktır.

2. MATERYAL ve YÖNTEM

2.1. Metal ve Metal Alaşımaları

Metal ve metal alaşımaları, tuncun keşfedildiği dönemden itibaren insanlığın hizmetine girmiş; günlük yaşamdan ulaşıma, sanayiden tıp bilimlerine kadar bir çok alanda ihtiyaç duyulan temel malzeme grubunu oluşturmuşlardır. Bu anlamda metal ve alaşımların sergilediği bir çok ilginç özellik geçmişten günümüze kadar çok sayıda araştırmaya konu olmuştur.

Uygulanan bir elektrik alanının etkisi altında; elektriği iyi ileten katıya *metal* veya *iletken*⁽³⁾, en az biri metal olmak üzere iki veya daha fazla elementten oluşan ve metal özelliği gösteren maddeye ise *alaşım* denir⁽⁴⁾. Metaller katı durumda kristal yapıdadırlar, yani maddeyi oluşturan atomlar üç boyutlu bir düzlem içinde bulunurlar⁽⁵⁾.

Endüstride saf metaller yerine bunların alaşımları kullanılır. Bir metalin yapısına başka maddeler katılarak onun özellikleri, amaçlara uygun bir şekilde değiştirilebilir. Bu nedenle malzeme bilgisi içerisinde alaşımların önemli bir yeri vardır.

Genelde aşağıda sıralanan ihtiyaçlara cevap vermesi amacıyla alaşım yapılır⁽⁶⁾:

- Çok sayıda ve değişik özelliklerde malzemeler geliştirerek ihtiyaçlara cevap vermek.
- Malzemenin fiziksel ve mekaniksel özelliklerini değiştirmek suretiyle daha elverişli malzemeler üretmek.

- Isıl işlemlere uygun malzemeler üretmek.
- Malzemeyi aşınma ve dış şartların yıpratıcı etkilerinden korumak.
- Malzemenin maliyetini düşürmek.

Alaşım sistemi, farklı element atomlarının mümkün olan bütün oranlarda karıştırılması sonucu meydana gelen bütün alaşımları içerir. Alaşımlar genellikle yapılarına ve faz diyagramlarına bağlı olarak sınıflandırılabilmektedir.

2.1.1. Demir ve Demir Alaşımlarına Diğer Elementlerin Etkisi

Alaşım çelikleri yüzde 1'den az karbon içeren çelikler olup, çeliğin özelliklerini değiştirmek için diğer metallere (alaşım elementleri) yeterli miktarlarda çeliğe ilave edilir. En önemli alaşım elementlerinden bazıları şunlardır:

Nikel

Alaşım çeliklerinde nikel, tane ıslahı yaparak, dayanımı artırır. Çeliklerin korozyon direncini geliştirir. Olumsuz tarafı, kuvvetli bir grafit yapıcı olduğundan, yapı içerisinde karbitlerin dengesini olumsuz etkiler.

Vanadyum

Alaşım çelikleri içindeki bu elementin alaşımın özelliklerine çok ve çeşitli etkileri vardır.

- Karbit oluşumuna yardımcı olur.

- Martensiti dengeli hale getirerek, malzemenin sertleştirilmesine katkı sağlar.
- Tane oluşumunu azaltır.
- Çeliklerin yorulma dayanımlarını geliştirici bir etkiye sahiptir.
- Takım ve kalıp çeliklerin kızıl sertlik derecesine erişmelerine imkan sağlar⁽³⁵⁾.

2.2. Faz Dönüşümleri

Faz; sürekli bir madde içinde, kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan bir bölge olarak tanımlanır⁽⁷⁾. 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 bilinir. 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. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine *yayılmalı (difüzyonlu) faz dönüşümleri*, atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de *yayılmaz (difüzyonsuz) faz dönüşümleri* denir. Metalik sistemlerdeki faz dönüşümleri *çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri* ve *martensitik dönüşümler* olmak üzere iki ana sınıfa ayrılır⁽²⁾.

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^(2,7).

Faz dönüşümü, iki faz arasındaki serbest enerji farkından meydana gelir. Serbest enerji sıcaklık ve basınçtan etkilenir. Bir faz dönüşümü sıcaklık ve basıncın yanında dış zor ve yapı kusurları gibi diğer faktörlerden de etkilenir. Dolayısıyla dönüşümün hangi şartlar altında gerçekleştiğini bilmek önemlidir⁽⁸⁾.

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 çok önemlidir. Bir fazdan diğer bir faza dönüşüm olabilmesi için sistemin son faza göre kararsız olması gerekir. Sabit sıcaklık ve basınçta sistemin kararlılığı ;

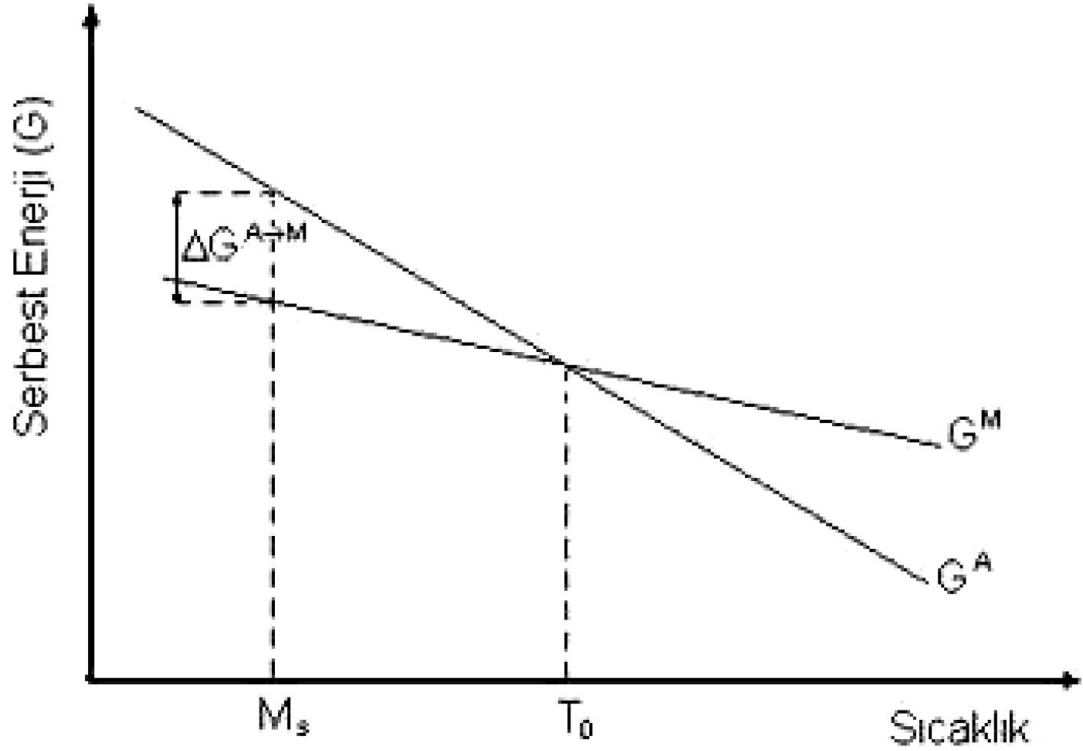
$$G = H - TS \quad (2.1)$$

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

$$H = E + PV \quad (2.2)$$

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 (denklem 2.2), sabit basınç altında sistemin hacmindeki değişime de bağlıdır. Ancak katılarda, PV terimi E ile kıyaslandığında ihmal edilebilir ve $H \cong E$ alınabilir⁽⁸⁾.



Şekil 2.1. Austenite ve martensite 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,

$$\Delta G^{A \rightarrow M} = G^A - G^M \quad (2.3)$$

şeklinde verilebilir. Burada G^A ve G^M sırasıyla ana ve ürün fazın serbest enerjileridir. Denge sıcaklığı olarak tanımlanan T_0 sıcaklığında iki fazın

serbest enerjileri eşit ve farkları sıfırdır. T_0 denge sıcaklığının altında fark sıfırdan büyüktür ve ürün faz serbest enerjisi daha küçük olduğu için daha karardır. T_0 'ın üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçüktür ve ana faz daha karardır. Minimum serbest enerji kuralına göre bir sistem bir çok 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⁽⁸⁾.

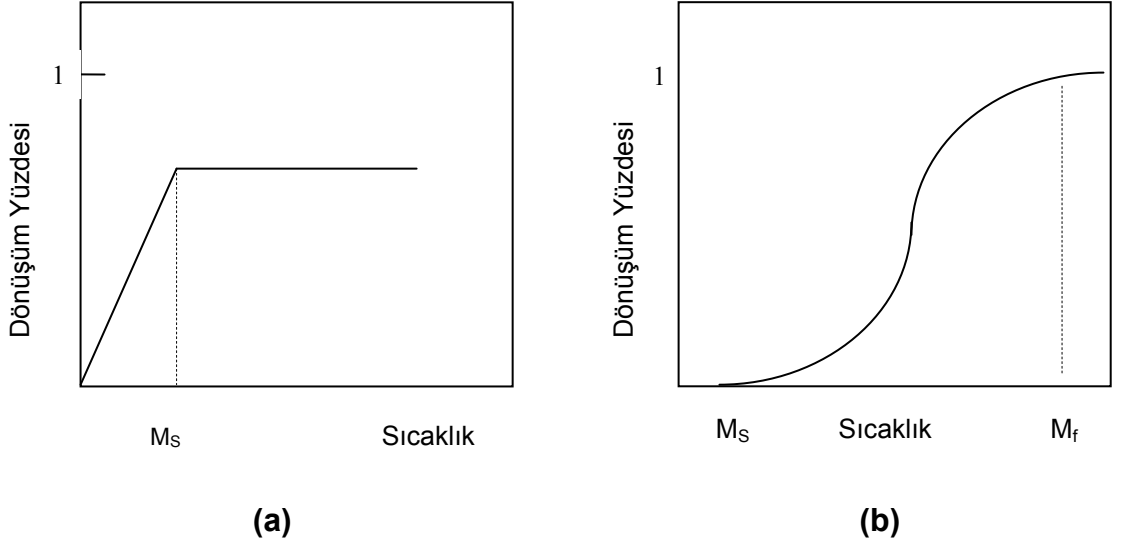
2.3. Austenite- Martensite Faz Dönüşümleri

Fe alaşımları yaklaşık olarak 1400 °C 'de ergir. 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 hekzagonal (hcp) veya hacim merkezli kübik (bcc) kristal yapıya dönüşür. Alaşımın bu fazına ise "martensite" adı verilir⁽⁹⁾.

Austenite-martensite faz dönüşümleri difuzyonsuz oluşabilme özelliklerinden dolayı, katıhal fiziğinde önemli bir yere sahiptir. 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, difuzyonsuz faz dönüşümü olarak bilinir. Faz dönüşümü sırasında kristali oluşturan atomların birbirlerine göre konumları yada komşulukları değişiyorsa bu tür dönüşümlere difuzyonlu faz dönüşümü denir⁽¹⁰⁾.

Austenite, martensite'e dönüşünce ana kristal yapı tümü ile ürün kristale dönüşmez. Martensite kristalleri düzgün olmayan bir dağılımla, austenite içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkar. Austenite içerisinde martensite'nin kaplayacağı hacim, dönüşümü oluşturan etkinin 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'e dönüştüğünü göstermiştir⁽¹¹⁾.

Austenite-Martensite faz dönüşümlerinde soğutma ile oluşturulan martensite'lerin oluşmaya başlaması dönüşüm sıcaklığı olarak bilinen M_s sıcaklığında, dönüşümün tamamlanması da M_f 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^(12,13). Şekil 2.2. (a) 'de atermal dönüşümün zamanla değişimi, Şekil 2.2. (b)'de ise izotermal dönüşümün zamanla değişimi verilmektedir.



Şekil 2.2. (a) Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi. **(b)** İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.

Austenite-Martensite faz dönüşümleri genellikle, çok kısa bir zaman aralığı içinde patlama şeklinde ve atermal olarak meydana gelir⁽¹⁴⁾. Martensite'nin oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda patlama şeklinde yeni martensite'ler oluşabilir, ancak bir kez oluşan martensite'ler düşük sıcaklıklarda hacimce bir büyüme göstermez. Bunshah ve Mehl (1953) tarafından, Fe ve Fe alaşımlarında ısıl etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} sn gibi bir zamanda ortaya çıktığı ölçülmüştür^(1,2). Gerçekte bu atermal davranış martensitik dönüşümün genel kavramlarından biri olarak düşünülür⁽¹⁵⁾. Az sayıda olmakla beraber bazı alaşımlarda da martensite'lerin oluşumu izotermal ve gözle görülebilecek kadar yavaş olabilir. Bazı demir alaşımlarında, atermal ve izotermal tipi martensitik dönüşümlerin her ikisi birden meydana gelebilir⁽⁹⁾.

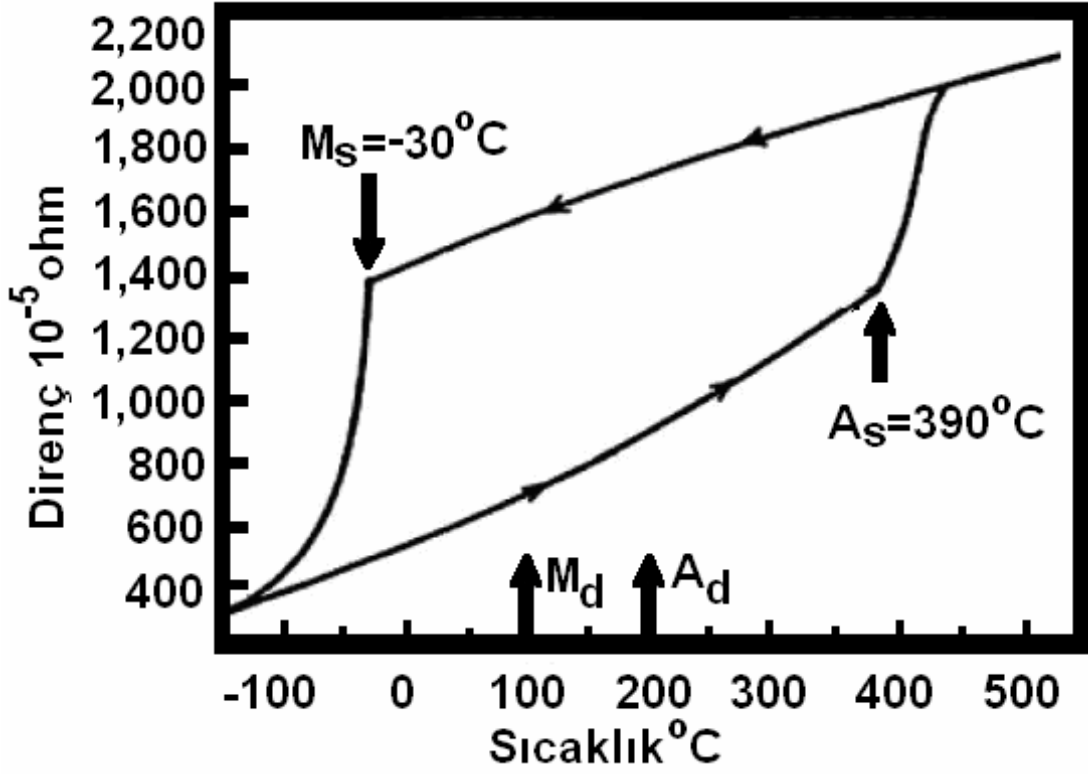
Martensite faz dönüşümlerinin diğer bir özelliği ise tersinir olmasıdır. Oluşan martensite kristalleri, M_s sıcaklığından daha yüksek bir A_s

sıcaklığında yeniden austenite' e dönüşebilir. Bazı Fe alaşımlarında martensite kristalinin, austenite kristaline dönüştüğü bu sıcaklık, oda sıcaklığının çok üstünde olduğundan normal gözlem koşullarında martensite kristalleri daha kararludur⁽¹²⁾. İçerisinde martensite faz oluşmuş bir kristal denge sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta tavlınırsa (Fe alaşımları için bu sıcaklık yaklaşık 600 °C civarındadır) ve tekrar soğutulursa martensite fazın başlama sıcaklığı, M_s' den aşağı bir sıcaklığa çekilir⁽¹⁶⁾ .

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 T₀ sıcaklığı;

$$T_0 = \frac{A_d + M_d}{2} \quad (2.4)$$

şeklinde verilebilir⁽¹⁾. Martensitenin bitiş sıcaklığı da M_f sıcaklığıdır. M_s ve M_f sıcaklıkları DSC (Differential Scanning Calorimetry) ile tespit edilmektedir. Şekil 2.3.' de M_s M_d, A_s ve A_d sıcaklıkları Fe-%30Ni alaşımı için Direnç-Sıcaklık grafiğinde gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Fe-%30Ni alaşımı için Direnç-Sıcaklık eğrisi⁽¹⁾.

2.4. 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 tümü ile dönüşmez⁽⁹⁾.

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 oluştuğu gözlenmiştir⁽²⁾.

-Soğutma ile oluşturulan martensitik dönüşümlerin oluşumu ilk kez Bain modeli ile açıklanmış olup, bu tür oluşumlarda yalnızca sıcaklığın etkisi vardır.

-Martensitik fazın oluşmaya başladığı sıcaklık olan M_s sıcaklığının hemen altında uygulanan ve elastik sınırı aşmayan zorla etkilendirerek, soğutma ile meydana getirilen martensitik dönüşümler

- M_s 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 bozunmasına (distortion) yol açacağı için, martensite oluşumu ile mekanik zorlar arasında fiziksel bir ilişkinin varlığı düşünülmelidir. Bu tür zorlara bağlı olarak M_s sıcaklığı da değişir. Örneğin dışarıdan uygulanan mekanik zor atermal dönüşüm için M_s sıcaklığını artırırken, izotermal dönüşüm için uyarıcı bir etkiye sahiptir⁽¹⁷⁾. Dışarıdan uygulanan zor; martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise, bu durumda dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı yükselecek ve (M_s-A_s) sıcaklık aralığı daralacaktır. Diğer taraftan, uygulanan zor martensite plakasının oluşumunu engelleyici yönde ise, bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı düşecektir⁽¹⁸⁾. Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan, yalnızca zor etkisi ile de martensitik faz dönüşümü olayının gerçekleşebileceğini göstermiştir⁽¹⁸⁾.

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⁽⁹⁾.

Martensitik dönüşüm olayı, ana faz (austenite)'ın belirli bir hacminin belirli bir sıcaklıkta ürün faza (martensite) geçişi şeklinde ortaya çıkar ve bu ilk geçişi takiben oluşumu gerçekleştiren fiziksel etken sürdürülmez ise, başka bir dönüşüm gözlenmez. Bu gözlem, martensite kristallerinin oluşumunun atomik büyüklükler düzeyinde yer değiştirerek büyümelerinin atomların birlikte bir konumdan diğerine geçmesi ile ortaya çıktığını gösterir⁽⁹⁾.

2.5. Martensitik Dönüşüme Dış Zorun Etkisi

Martensite oluşumu sırasında austenite yapıya dışardan uygulanan mekanik zor da dönüşüm için etkilidir. Dışardan uygulanan küçük zorlar ana fazın bozulmasına (distortion) yol açacağı için martensite oluşumu ile mekanik zor arasında fiziksel bir ilişkinin varlığı düşünülebilir^(1,20,21). Uygulanan zor, martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekir ve M_s sıcaklığı yükselir. Böylelikle (M_s-A_s) aralığı değişecek ve daralacaktır.

Dışardan uygulanan zor martensite plakanın oluşumunu engelleyici yönde ise bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden M_s sıcaklığı düşer. Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan yalnızca zor etkisi ile martensite faz dönüşümünün olabileceğini göstermiştir^(1,21,22).

Bir martensitik dönüşüm için zorun uygulanma sıcaklığının, M_s sıcaklığının üstünde olması oldukça anlamlıdır. Bu 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^(23,24).

M_s 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⁽²⁵⁾. Zor etkili martensite'nin kinetiği; M_s sıcaklığına,

alaşımın kompozisyonuna, austenite miktarına, austenite ve martensite sertliğine ve uygulanan zorun etkisine bağlıdır^(24,25).

M_s sıcaklığının üzerinde bir zor uygulandığı zaman, sıcaklık çok yüksek olmasına rağmen martensite oluşur. Zor uygulanarak martensite'nin oluşabileceği bu yüksek sıcaklık M_d olarak isimlendirilir⁽²⁾.

Bugüne kadar bir çok alaşım sisteminde plastik zorlanma etkisi incelenmiştir. Bunlardan en yaygını çeliklerdeki dönüşümdür. Fe-Cr-Ni alaşımında martensite miktarının zorlanmaya göre değişimi incelenerek zorlanma miktarı artıkça martensite miktarının arttığı ortaya konmuştur. Fe-bazlı birçok alaşımında uygulanan plastik deformasyon altında zorlanma-etkili (strain-induced) martensite gözlenmiştir^(26,27,28). Öte yandan zorlanma-etkili martensite yapısının genel olarak termal-etkili martensitelerden farklı olduğu görülmüştür. Bunun nedeni deformasyon etkisi ile M_s sıcaklığının artması sonucu oluşumun daha yüksek dönüşüm sıcaklığına sahip martensite karakteristiğine benzer yapılarda ortaya çıkmasıdır. Ayrıca zorlanma-etkili martensitenin, mekaniksel özellikleri etkilediği bilindiği için böyle bir morfolojik değişimi gayet doğaldır⁽⁸⁾.

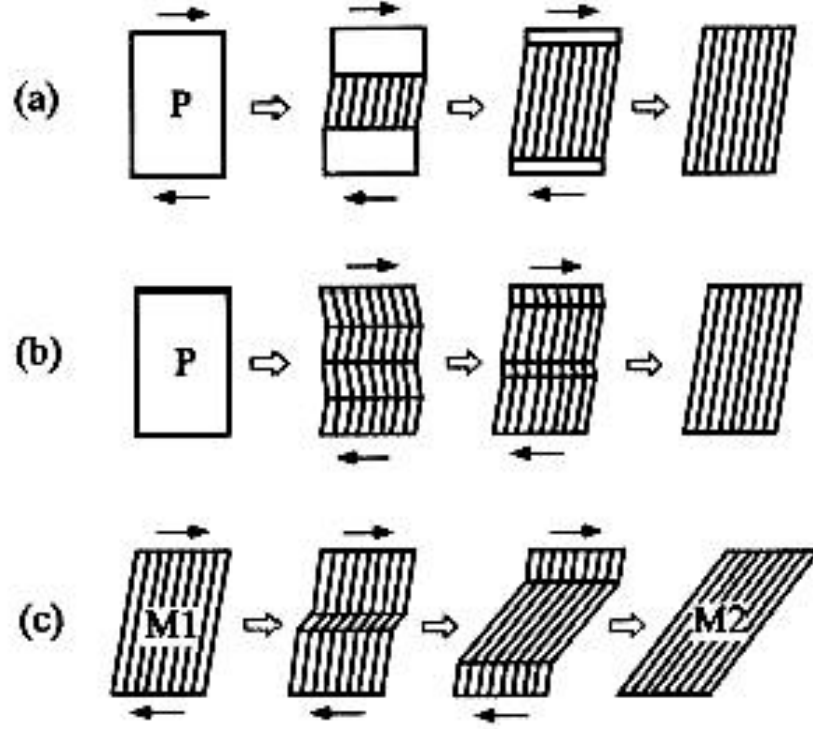
Uygulanan dış zor altında martensite oluşmuş alaşımlarda yüksek zor etkisi nedeniyle sık sık kırılma yüzeyi görülür. Bu yüzeyde austenite tamamen martensite dönüşmüştür⁽⁸⁾.

Bazı alaşımlarda dış zorun uygulaması ile oluşturulan martensite'lerin tersinir özellik gösterdikleri bulunmuş ve bu tür martensite'ler *elastik martensite* şeklinde sınıflandırılmıştır^(25,29). 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_s 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⁽²⁶⁾.

Şekil hatırlama, martensite fazda iken deforme edilen bir malzeme daha sonra austenite faz sıcaklığına kadar ısıtıldığında, austenite fazda iken sahip olduğu ilk şeklini hatırlamasıdır. Dış zorun etkisi ile meydana gelen plastik deformasyonu termal etki ile yok edilmesi dönüşümün tersinir olma özelliğinin bir sonucudur^(30,31).

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



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⁽³⁰⁾.

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⁽¹⁾ zor ve termodinamik üzerine yapmış oldukları çalışmadan sonra, demir bazlı alaşımların martensite dönüşümünde dış zorun etkisi daha çok tartışılmıştır⁽³²⁾.

2.6. Martensitik Dönüşümlerde Örgü Kusurlarının Etkisi

Katılar atomik dizilmelerinde bir takım kusurlar içerir. Gerek katılma sürecinde gerekse ısı, dış zor ve basınç gibi sonradan etkilerle ortaya çıkan bu kusurlar; noktasal kusurlar, çizgisel kusurlar, iki-boyutlu yüzeysel kusurlar ve üç-boyutlu hacimsel kusurlar olmak üzere dört grupta toplanabilir. Bu kusurlar, katının mekanik ve fiziksel davranışları üzerinde önemli etkilere sahiptir⁽⁸⁾.

Martensitik dönüşümlerde ana fazın mikro yapısal özellikleri önemlidir. Dönüşüm öncesi ana fazda bulunan örgü kusurlarının martensitik dönüşüm süresince atomların düzenli bir şekilde yeniden dizilimlerini etkilemesi beklenir. Genellikle ana fazda farklı türde bulunan bu kusurların etkilerini birbirinden ayırmak oldukça güçtür⁽⁸⁾.

Bir kristal yapı içerisinde kusur olarak en çok dislokasyonlar (çizgisel yapı kusurları) görülür. Dislokasyonlar, genel anlamda kristal yapı içerisinde yerlerini değiştirmiş atomların oluşturduğu bir çizgi olarak düşünülebilir. Bir katıda dislokasyonlar sonucu atomlar denge konumlarından ayrıldıklarından çizgi çevresinde gerilmeler doğar. Dolayısıyla bir şekil değiştirme enerjisi depo edilir. Dislokasyonların ortaya çıkardığı bölgeler bozulmamış bölgelere göre daha yüksek enerjili bölgelerdir⁽⁸⁾.

Martensitik oluşumun çekirdeklenme aşamasında dislokasyonların büyük önem taşıdığı yapılan araştırmalarla ortaya konmuştur^(7,8). Dislokasyonların bulunduğu bölgeler, çekirdeklenmeler için daha küçük bir aktivasyon enerjisi engeli oluşturacaklarından, çekirdeklenme olasılığı bu bölgelerde en büyüktür ve bu bölgelerde çekirdekler kolayca ortaya

çıkabilirler. Ayrıca dönüşüm sırasında oluşan çekirdeklerin, dislokasyon zorlanma enerjilerini küçültmeleri nedeniyle çekirdeği ortaya çıkaracak olan atomlar dislokasyonlar tarafından çekilerek çekirdek oluşumu kolaylaştırabilir. Böylece çekirdekler daha çok dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkarlar. O halde dislokasyonlar dönüşümün çekirdeklenme miktarını artırabilir ve bu nedenle de M_s sıcaklığında bir yükselme gerçekleşebilir⁽⁸⁾.

Martensitik dönüşüm üzerinde dislokasyonların etkisi yalnızca çekirdeklenme değildir. Martensite kristaller büyüme aşamasında iken çekirdek üç boyutta genişleyerek , zayıfta olsa dislokasyonların çekirdeğin büyümesini durdurma gibi bir olasılığı da vardır. Bu şekilde austenite-martensite faz dönüşümünü engelleyebildiği gibi martensite-austenite dönüşümünü de engelleyebilir⁽⁸⁾.

Yukarıda verilen örgü kusurlarından başka çökelti ve yığılım kusurlarının da martensitik dönüşümde önemi vardır. Çökelti bazen şekil değişimine engel oluşturarak dönüşümün başlamasını güçleştirir ve bu durumda M_s sıcaklığı düşer⁽⁸⁾. Bir kristal yapısı içerisindeki atomik düzlemlerin yığılım sıralanışında meydana gelen bir düzensizlik olarak ortaya çıkan yığılım kusurlarının da martensitik dönüşüm üzerinde dislokasyonlara benzer bir etkiye sahiptir^(8,26).

2.7. Deneysel Materyal ve Yöntem

2.7.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Elektrooptik prensipler çerçevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu (SEM), birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarının kullanımı yanında; sanayi, fizik, biyoloji ve tıpta yaygın olarak kullanılmaktadır.

SEM, Katod Işınları tüpü mantığı ile çalışmaktadır. Numuneler havası boşaltılmış (vakum yapılarak) bir tüpe yerleştirilir.

Elektron demeti uygun potansiyel altında hızlandırılıp, numune üzerine düşürülür. Elektron demeti-numune etkileşiminden ortaya çıkan sinyallerin uygun algılayıcılar tarafından algılandıktan sonra çeviriciler tarafından görüntüye düşürülmesi yolu ile yüzey incelemesi yapılacak numunenin yüzey görüntüsü elde edilir⁽³⁶⁾.

2.7.2. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçüm Sistemi

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

$$\Delta G = \Delta H - T \cdot \Delta S \quad (2.5)$$

Gibbs-Helmholtz ifadesidir. 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 alınır,

$$\frac{d(\Delta G)}{dT} = -\Delta S \quad (2.6)$$

ifadesi elde edilir. Bu denklem tepkimenin olmadığı bir durumdan ($\Delta G > 0$), tepkimenin olacağı bir duruma ($\Delta G < 0$) nasıl geçileceğini gösterir. ΔS pozitif ise, sıcaklığın artması ile sonuç negatif olacaktır, ΔS 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 yardımı ile dışarıdan ısı eklenerek her ikisinin de aynı sıcaklıkta kalması sağlanır. DSC eğrileri ısı akışının sıcaklığa karşı çizilen grafikleridir. Grafikte elde edilen pikin altında kalan alan tepkimede emilen veya açığa çıkan ısı ile pik yükseklikleri tepkime hızı ile doğrudan 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, camlı geçiş sıcaklığı, ısı kararlılık, saflık ve Curie sıcaklığı gibi özellikleri incelenmektedir⁽⁹⁾.

2.7.3. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada incelenen Fe-%25Ni-%3V alaşımı, TÜBİTAK Gebze Araştırma Merkezi'nde hazırlanmıştır. %99.9 saflık derecesinde toz halinde bulunan Fe , Ni ve V elementleri bir araya getirilip yüksek sıcaklıkta eritilerek 1 cm çapında, 10 cm uzunluğunda silindirik çubuklar halinde dökülmüştür. Bu şekilde elde edilen alaşımın kompozisyonu, IXRF sistemi kullanılarak EDS (elektron dispersion spectroscopy) tekniği ile Fe-%25Ni-%3V (% ağırlık) şeklinde tespit edildi.

Silindirik çubuk halinde bulunan alaşımdan, elmas bıçaklı kesicilerle uygun boyutta kesilen numuneler, termal etkili ve deformasyon etkili martensite faz dönüşümü olayını incelemek üzere farklı ısı işlem ve zor etkisine tabi tutuldular. Isıl işlem sırasında, yüksek sıcaklıklarda malzemedeki oksitlenmeyi önlemek amacıyla, numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen kuartz cam tüpler içine konuldu ve daha sonra ısı işlem uygulandı.

Fe-%25Ni-%3V alaşımında termal etkili martensitik dönüşümler üzerinde ısısal ve zor-zorlanma davranış etkilerini incelemek üzere; 3 adet orijinal numune, 1100 °C'de 1 hafta süreyle homojenleştirilerek fırında yavaş soğutma işlemine tabi tutuldular.

Martensitik dönüşüm üzerinde deformasyon etkisini incelemek için ise numuneler, elmas bıçaklı uygun kesicilerle 5x5x10mm³ boyutlarında

dikdörtgen prizması şeklinde kesilerek hazırlandı. Daha sonra bu numuneler, Instron sıkıştırma ve çekme test makinesi yardımı ile oda sıcaklığında dakikada 0.2 mm hızla sıkıştırılarak farklı oranlarda basma zoru etkisinde bırakıldılar.

Isıl ve mekanik işlemler uygulanarak elde edilen numuneleri incelemek için aşağıdaki teknikler kullanıldı;

a) Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yüzey gözlemleri,

b) Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) ölçümleri ile dönüşüm sıcaklıklarının tayini yapıldı.

2.7.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey gözlemleri için; yalnız ısıl işlem görmüş numuneler ile ısıl işlem sonrası basma zoru uygulanmış numuneler, değişik kalınlıktaki su zımparaları ile (600-800-1200 lük) kalından inceye doğru gidilerek zımparalandı ve bu şekilde yüzeydeki pürüzler ve kalın çizgiler ortadan kaldırılmış oldu. Daha sonra ise parlatma cihazı kullanılarak 6, 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla numune yüzeyleri parlatıldı. Mekanik olarak parlatılan yüzeyler % 10 nital (10 ml nitrik asit , 90 ml metanol) karışımından oluşan çözelti içerisinde oda sıcaklığında bir dakika bekletilerek dağlandı. Numunelerin yüzeylerinde oluşan mikro yapı karakteristikleri 30 kV gücünde Jeol 5600 SEM yüzey taramalı elektron mikroskobu ile incelendi.

2.7.5. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ölçümleri için martensitik dönüşüm gösteren uygun bir numunelerden eğelenerek küçük toz parçacıkları halinde örnek oluşturuldu. Bu örneğin DSC eğrileri alınarak dönüşüm sıcaklıkları tayin edildi. Bu ölçümlerde ısıtma hızı 10 °C/dk olarak alınmıştır.

3.ARAŐTIRMA BULGULARI ve TARTIŐMA

AlaŐıma uygulanan ısıl iŐlem ve soĐutma hızının, bu alaŐımın mekanik davranıŐları üzerindeki etkisi, zor-zorlanma deneyleri ve taramalı elektron mikroskobu ile incelendi.

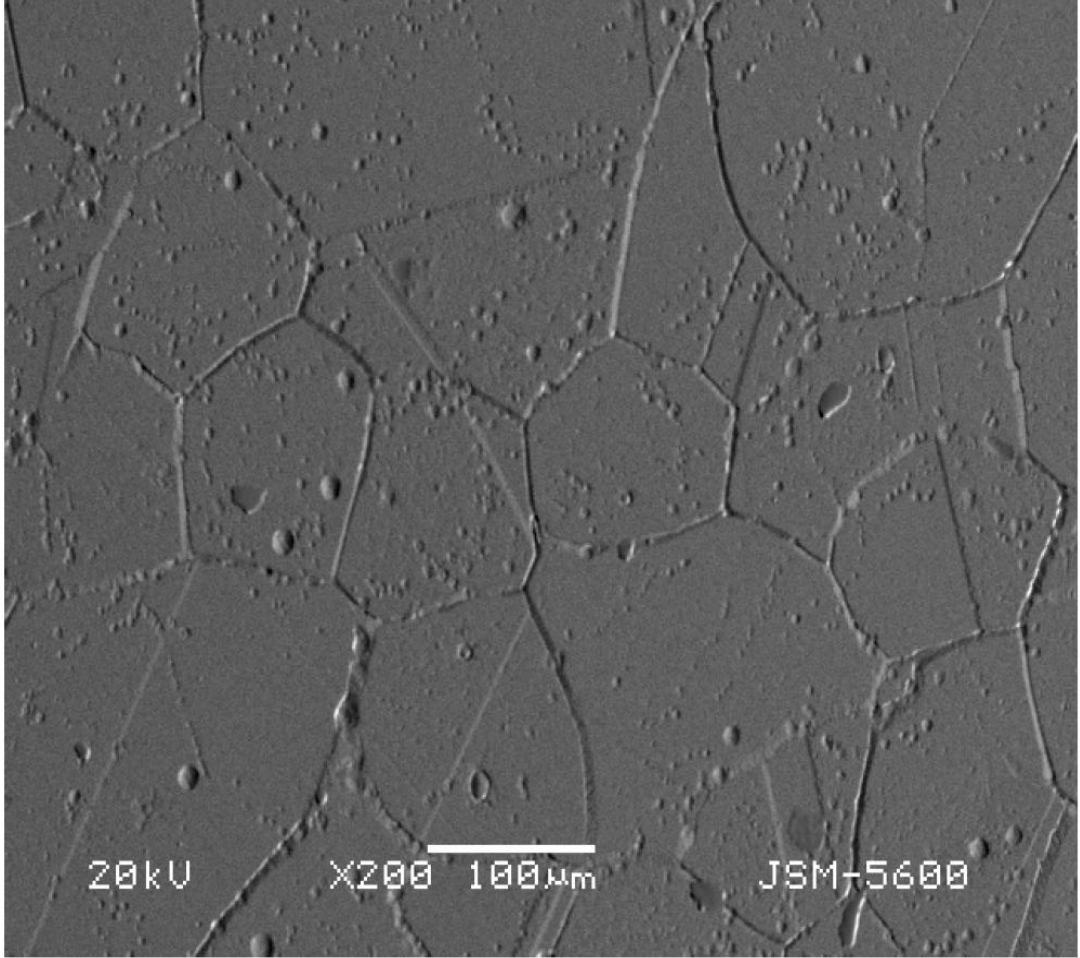
3.1. Fe-%25Ni-%3V AlaŐımının Mikro Yapısı Üzerinde Isıl İŐlemlerin Etkisi

1100 °C de 1 hafta süresince homojenleŐtirilen ve fırında yavaŐ soĐutmaya bırakılan Fe-%25Ni-%3V alaŐımının mikro yapısı üzerinde ısıl iŐlemlerin etkisi incelendi. Fırında yavaŐ soĐutulan mikro yapıya sahip numunenin austenite fazı gösteren SEM fotoĐrafı Őekil 3.1. de verilmektedir. Őekilden anlaŐıldıĐı gibi SEM gözlemlerinde austenite taneler görölmektedir. Bu tanelerin boyutu 100-150 µm arasında deĐiŐmektedir. Bu sonuçlar ise literatür ile uyum ierisinde dir⁽⁹⁾. Ayrıca fırında yapılan yavaŐ soĐutma neticesinde numunenin austenite fazda kaldıĐı gözlemlendi.

3.2. Fe-%25Ni-%3V AlaŐımında Martensitik DönüŐümler Üzerinde Deformasyon Etkisi

Fe-%25Ni-%3V alaŐımında Martensitik dönüŐüm üzerinde deformasyon etkisini araŐtırmak ve martensite ile austenite yapının mekanik özelliklerini incelemek amacıyla zor-zorlanma deneyleri yapıldı. Őekil 3.1. deki austenite faz yapısındaki üç adet numuneye, mekanik özelliklerini ve

sergilemiş olduđu zor-zorlanma davranışlarını incelemek için farklı büyüklüklerde basma zorları uygulandı. Böylece belirli oranlarda deformasyona uğratılmış numuneler elde edildi (Çizelge 3.1). Bu numunelerin mikro yapısını incelemek için SEM çalışmaları yapılarak martensitik dönüşüm üzerinde deformasyon etkisi araştırıldı.



Şekil 3.1. 1100 °C sıcaklıkta 1 hafta homojenleştirilen ve yavaş (fırında) soğutulan numuneye ait austenite tane yapısı

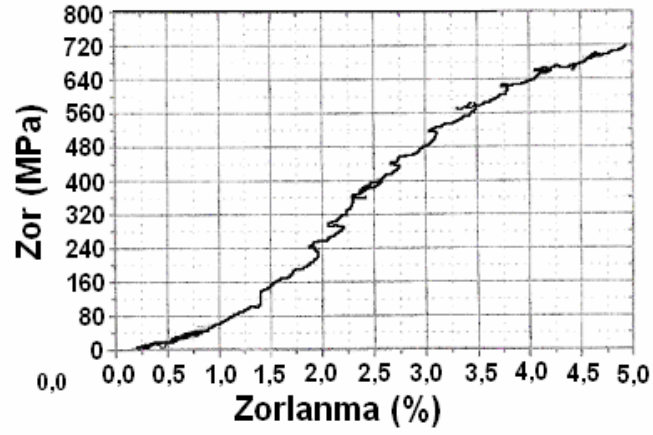
3.2.1 Martensitik Dönüşümün Mekanik Özelliklerinin Zor – Zorlanma Deneyleri ile İncelenmesi

Martensite yapının mekanik özelliklerini incelemek amacıyla belirli oranlarda basma zoruna maruz bırakılarak deforme edilen D1, D2, D3 numuneleri incelendi. Oda sıcaklığında elde edilen bu sonuçlar Çizelge 3.1'de verilen

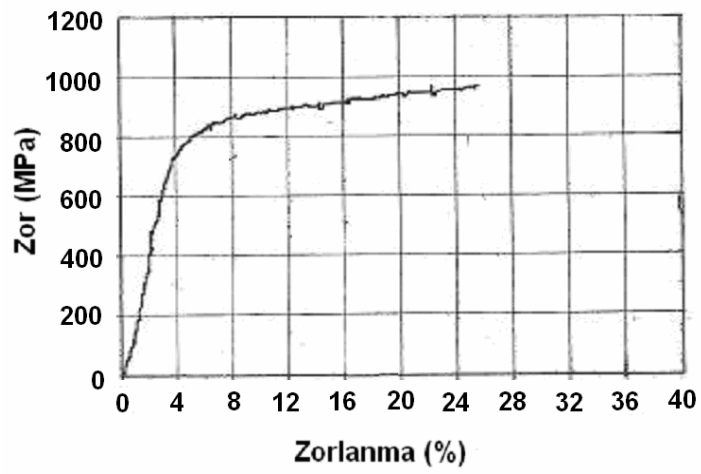
Çizelge 3.1 1100°C sıcaklıkta 1 hafta homojenleştirilen ve yavaş soğutulan numunelere deformasyon uygulanarak hazırlanan örnekler

Deforme Edilmiş Numune No	Deformasyon Miktarı	Uygulanan Maksimum Basma Zoru (MPa)
D1	% 5	720
D2	% 25	985
D3	% 40	1090

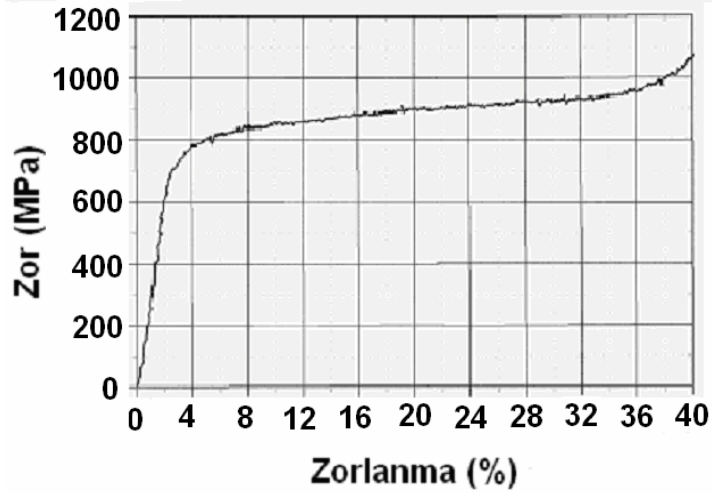
Yapılan bütün bu deneyler neticesinde elde edilen zor-zorlanma eğrileri %5 için Şekil 3.2. (a) da, %25 için Şekil 3.2. (b) de ve %40 için Şekil 3.2. (c) 'de verildi. Grafiklerden çıkarılan sonuçlara göre hazırlanan çizelge 3.1 deki D1, D2 ve D3 numunelerinin maksimum basma zorları incelendiğinde akma dayanımlarının % 3 - % 4 civarında olduğu görüldü⁽²⁴⁾.



(a)



(b)

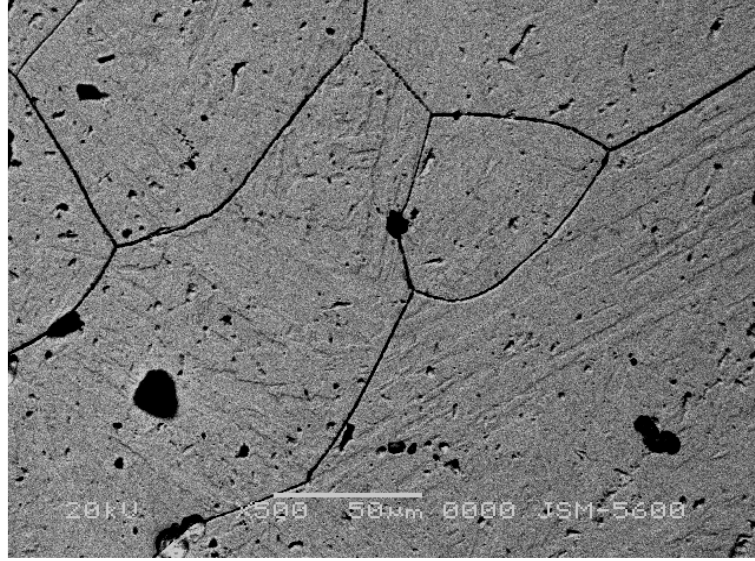


(c)

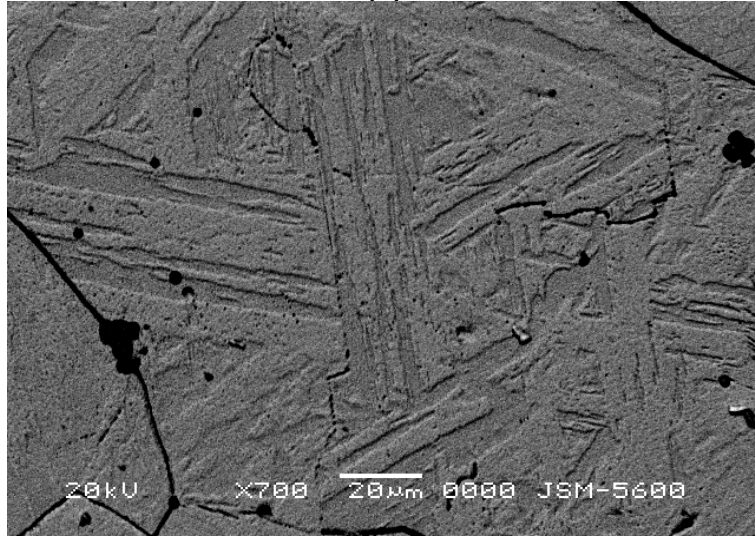
Şekil 3.2. 1100 °C sıcaklıkta 1 hafta homojenleştirilen ve yavaş (fırında) soğutulan numunelere uygulanan deformasyon miktarının (a) %5, (b) %25 ve (c) %40 olduğundaki zor-zorlanma eğrileri.

3.2.2. Zor Etkili Martensitik Dönüşümün Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi

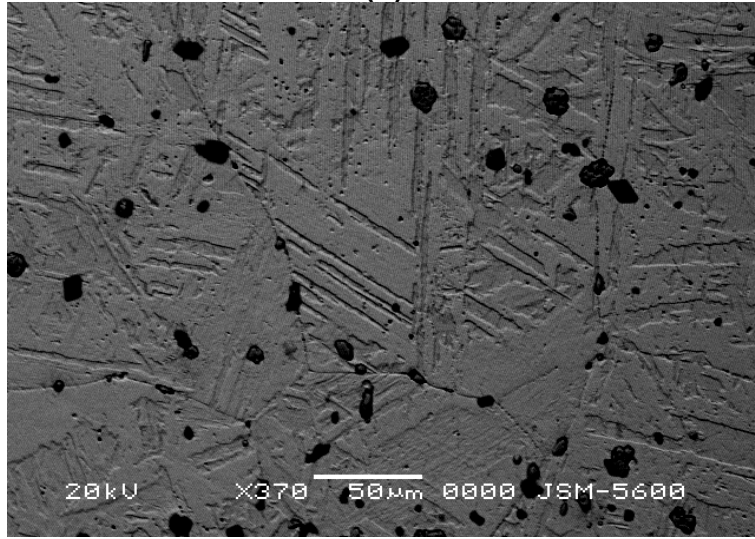
Numunelere %5, %25 ve %40 plastik deformasyona uğratıldığında yüzey morfolojisindeki değişme Şekil 3.3. (a), (b) ve (c) 'de görülmektedir. Bu şekiller incelendiğinde plastik zorlanmanın büyük olduğu durumlarda yüzey morfolojilerinde oluşan martensite plakalarının sayısının, homojenleştirme süresine bağlı olarak, arttığı söylenebilir. Nishiyama'nın⁽²⁶⁾ belirttiği gibi plastik deformasyonun artması ile martensite miktarı da artmaktadır. Yaptığımız deney sonucunda da deformasyon miktarının artması ile birlikte, numunelerin martensite miktarının arttığı Şekil 3.3. (a), (b) ve (c) 'de de görülmektedir. Yapılan mikroyapı analizleri neticesinde elde edilen bu sonuçların literatür ile uyumlu olduğu anlaşılmaktadır.



(a)



(b)



(c)

Şekil 3.3. (a) %5, (b) %25 ve (c) %40 plastik deformasyon sonucu oluşan numunelerin SEM yüzey fotoğrafları

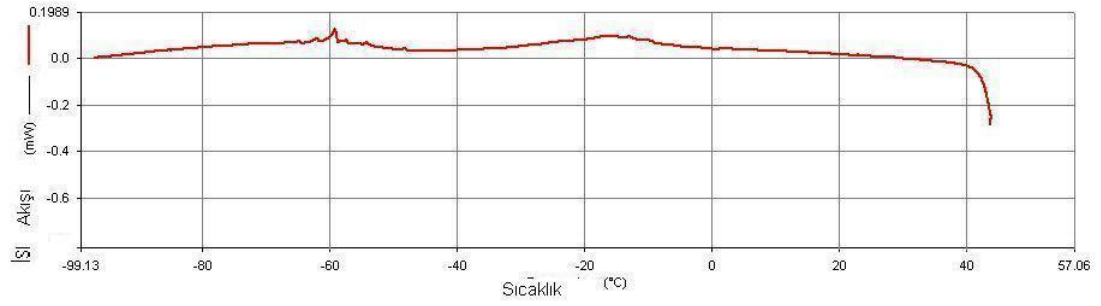
3.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) İle Dönüşüm Sıcaklıklarının Tayini

Fe-%25Ni-%3V alaşımında martensite dönüşüm ve ters dönüşüm sıcaklıkları tayini için Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) tekniği kullanıldı. Alaşımın dönüşüm sıcaklıklarını tayin etmek için Çizelge 3.1'de verilen numunelerin diferansiyel tarama kalorimetre eğrileri alınarak dönüşüm sıcaklıkları belirlendi. Numunelerden alınan örneklerin, dakikada 10°C lik ısıtma ve soğutma hızıyla DSC ölçümleri alındı. Elde edilen dönüşüm eğrileri Şekil 3.4.'de verilmektedir.

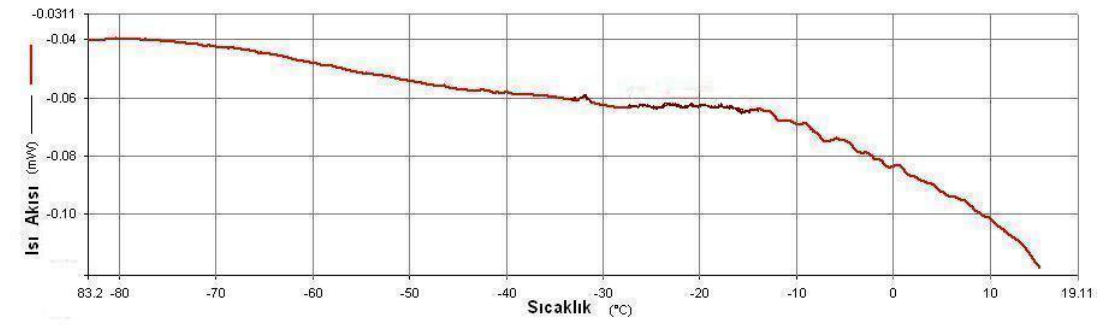
Şekil 3.4.'de sırasıyla %5, %25 ve %40 oranlarında zorlanan numunelere ve austenite yapıya ait dönüşüm sıcaklıkları (M_s) görülmektedir. Grafiklerde görüldüğü gibi zor miktarı arttıkça austenite yapıdan martensite yapıya dönüşüm sıcaklığı (M_s) yükselmektedir. Austenite fazdaki numuneye ait DSC eğrisine bakıldığında dönüşüm sıcaklığı -64 °C, %5 lik deformasyon uygulanan numunenin dönüşüm sıcaklığı -59°C, %25 lik deformasyon uygulanan numunenin dönüşüm sıcaklığı -32°C, %40 lık deformasyon uygulanan numunenin dönüşüm sıcaklığı -28°C olduğu görülmektedir. Bu sonuçların literatür ile uyum içerisinde olduğunu söyleyebiliriz. Dönüşüm sıcaklığının değişmesi, zor uygulanan numunelerin iç yapılarında meydana gelen kusurların artması ile oluşur. Bu kusurlar dönüşüm sırasında kimyasal serbest enerjinin azalmasına yol açar ve dönüşüm için gerekli olan sıcaklık değeri yükselir^(33,34,37). Şekil 3.4 deki grafikler incelendiğinde de plastik zorlanma miktarı arttıkça dönüşüm sıcaklığının arttığı anlaşılmaktadır.



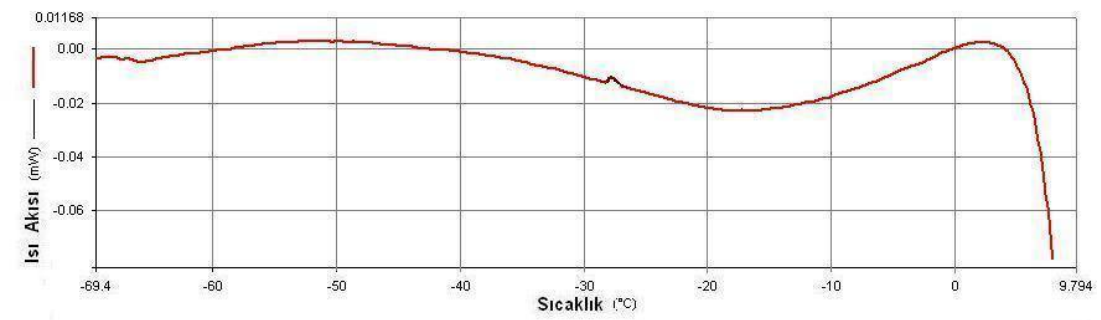
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 3.4. (a) Austenite, (b) D1, (c) D2 ve (d) D3 numunelerine ait DSC eğrileri

4. SONUÇ

Bu çalışmada, Fe-%25Ni-%3V alaşımında meydana gelen deformasyon etkili Martensitik dönüşümünün mikro yapısı ve termal özellikleri araştırıldı. Oda sıcaklığında yapılan zor-zorlanma deneyleri ile austenite ve martensite fazların mekanik özellikleri ortaya çıkarıldı. Plastik deformasyonun martensitik sıcaklığı (M_s) üzerine etkisi incelendi.

Aynı ısıl işleme tabi tutulan numuneler %5, %25 ve %40 oranlarında plastik deformasyona uğratıldığında martensite fazın miktarının arttığı yani plastik deformasyon miktarı arttıkça martensite faz miktarının arttığı mikro yapı analizlerinden gözlenmiştir.

Plastik deformasyonun austenite ve martensite dönüşüm sıcaklıkları üzerine etkisi incelendi ve yapılan DSC ölçümlerinde numunelere uygulanan plastik deformasyon miktarı arttıkça M_s dönüşüm sıcaklığının da arttığı gözlemlendi. M_s sıcaklığındaki bu değişimin, zor uygulanan numunelerin iç yapılarında meydana gelen kusurlardan kaynaklandığı anlaşılmaktadır. Alaşımda oluşan bu kusurlar martensite fazdan austenite faza dönüşüm için gerekli olan enerjiyi azaltır. Dolayısıyla dönüşüm sıcaklıkları üzerine deformasyonun etkili olduğu sonucuna varılmıştır. Bu sonuç literatür çalışmalarıyla da uyum içindedir.

KAYNAKLAR

1. L. Kaufman and M. Cohen, Prog. Metal Phys.,7, 165(1958).
2. J.W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975.
3. M. Dikici, Katihal Fiziğine Giriş, 19 Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun, 1993.
4. T. Savaşkan, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Derya Kitabevi, Trabzon, 1999.
5. W. D. Callister, Jr., Materials Science and Engineering an Introduction, 4th ed., Jhon Willey & Sons, Inc., New York, (1996).
6. F. Yılmaz, Alaşımların Yapı ve Özellikleri, Sakarya Üniversitesi Basım Evi, Adapazarı, 1996.
7. D.A. Porter, K. E. Easterling, Phase Trasformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London , 1981.
8. U. Sarı, Şekil Hatırlamalı Cu-%11.92Al-%3.78Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Mekanik Etkiler, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü ,Kırıkkale, 2004.
9. E. Yaşar , Fe-%30Ni -%XMo Alaşımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik Faz Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi , Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale , 2005.

10. T. Shiming, L. Jinhai and Y. Shiwei, Scripta Metall. Mater., **25**,2613(1991).
11. T.N. Durlu, Fe-Ni-C Alařımlarının Tek ve İnce Austenite Kristallerindeki Martensitik Evre Dönüřümleri Üzerinde Çalıřmalar, Doçentlik tezi, Ankara ,1979.
12. T. Kakeshita, K. Kuriowa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi and M.Date, Mater. Trans. JIM, **34**, 415(1993).
13. C.M. Wayman, Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillan Company, New York ,1964.
14. J.S. Bowles and J.K. Mackenzie, Acta Metallurgica, **2**, 224(1954).
15. A.R.Troiano and A.B. Greninger, Metal Progress, **50**, 303(1946).
16. L. Kaufman, The Martensitic Transformation in Iron-Nickel Systems, Sc.D. Thesis, M.I.T, 1958.
17. S. Kajiwara, In Proc. ICOMAT-82, Leuven, Belgium, Journal De Physique, Vol. 43, C4-97(1982).
18. R.E. Read, Physical Metallurgy Principles, International Student Edition, New York, USA,1970.
19. O.P. Maksimova and A.I. Nikonorova, Problem of Metallography and Physics of Metals, Fourth Symposium, Moscow, 69(1955).
20. T. N. Durlu and J. W. Christian, Metal Sci., **8**, 1(1974).
21. J. W. Christian, Metall. Trans. A, **14A**, 1237(1983).
22. T. Kikuchi, S. Kajiwara and Y. Tomota, Mater. Trans., JIM, **36**, 719 (1995).
23. K. Gall, H. Sehitoglu, H. J. Maier and K. Jacobus, Metall. Mater. Trans. A, **29A**, 765 (1998).

24. I. Karaman, H. Sehitoglu, H. J. Maier and M. Balzer, Metall. Mater. Trans. A, **29A**, 427 (1998).
25. I. Karaman, H. Sehitoglu, K. Call, Y. I. Chumlyakov and H. J. Maier, Acta mater., **48**, 1345(2000).
26. Z. Nishiyama, Martensitic Transformations, Academic Press, London, 1978.
27. T.N.Durlu, J. Mater. Sci., **36**,5665(2001).
28. T. N. Durlu, J. Mater. Sci., **31**, 2585(1996).
29. C. M. Bikas, M. Krishnan and V. V. Rama Rao, Metall. Mater. Trans., **34A**, 1029(2003).
30. S. Kajiwara, Mater. Sci. Eng, **A273-275**, 67(1999).
31. J. H. Yang, H. Chen and C. M. Wayman, Metall. Trans. A, **23A**, 1431(1992).
32. T. Kırındı, Fe-%12,5Mn-%5,5Si-%9Cr-%3,5Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Zor Etkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü ,Kırıkkale, 2004.
33. Y. T. Hsu and X. Zuyao, Mater. Sci. Eng., **A273-275**, 494(1999).
34. T. Aikawa, Y. Nishino and S. Asano, Scripta Metall. Mater., **29**, 135(1993).
35. R. L. Timings; editör: Ruhi Kılıç ; Çeviren: Rıza Gürbüz, Malzeme Teknolojisi Seviye 3, Longman, Ankara,1995.
36. P. B. Hirsch, Electron Microscopy of Thin Crystals, Fourth Impression, Butterworths, London,1971.

37. E.Güler, Fe-%29Ni-%2Mn Alařımında Farklı Etkilerle Oluřan Martensitenin Bazı Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi,Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale, 2005.