

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

Fe-%30Ni-%3Pd ALAŞIMINDA AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ
DÖNÜŞÜMLERİ ÜZERİNE ÇALIŞMALAR

Yasin Göktürk YILDIZ

Mayıs 2010

Fizik Anabilim Dalında Yasin Gktrk YILDIZ tarafından hazırlanan Fe-%30Ni-%3Pd ALAŞIMINDA AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ DNŞMLERİ ZERİNE ÇALIŞMALAR adlı Doktora Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

03./5./2010


Prof. Dr. İhsan ULUER

Anabilim Dalı Başkanı

Bu tezi okuduğumu ve tezin **Doktora Tezi** olarak btn gereklilikleri yerine getirdiğini onaylarım.


Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

Danışman

Jri yeleri

Başkan : Prof. Dr. Nezihe ÇALIŞKAN

ye (Danışman) : Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

ye : Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU

ye : Doç. Dr. Uğur SARI

ye : Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI

Bu tez ile Kırıkkale niversitesi Fen Bilimleri Enstits Ynetim Kurulu Doktora derecesini onaylamıştır.


Doç. Dr. Burak BİR GREN

Fen Bilimleri Enstits Mdr

ÖZET

Fe-%30Ni-%3Pd ALAŞIMINDA AUSTENİTE - MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMLERİ ÜZERİNE ÇALIŞMALAR

YILDIZ, Yasin Göktürk

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Doktora Tezi

Danışman: Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

Mayıs 2010, 116 sayfa

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında termal etkiyle elde edilen martensitik dönüşümlerin kinetik, morfolojik, kristalografik ve manyetik özellikleri ile M_s sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklıkta ön-zorlanmanın austenite faza etkisi ve ön-zorlanmadan sonra M_s sıcaklığı altına soğutulularak elde edilen martensitik dönüşümlerin kinetik, morfolojik ve manyetik özellikleri incelendi.

Alaşımında meydana gelen fazlara ait ana düzlemler ve her iki fazın örgü parametreleri X-ışınları kırınımı (XRD) metodu kullanılarak hesaplandı. Bu sonuçlara göre austenite (f.c.c.) yapı içerisinde sadece martensite (b.c.c.) yapının oluştuğu belirlendi. Martensitik dönüşümün kinetikleri (martensite başlama sıcaklığı (M_s), austenite başlama sıcaklığı (A_s) ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f)) Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) ile tespit edildi. Bu yöntem ile martensitik dönüşüm kinetiğinin atermal karakteristikte olduğu ve ön-zorlanmanın M_s sıcaklığını düşürdüğü belirlendi.

Oda sıcaklığında %5 ve %10 oranlarında uygulanan ön-zorlanma austenite fazda kayma çizgileri oluşturdu. % 5 ön-zorlanmadan sonra soğutmayla elde edilen martensite plakalarda kırılma ve bükülme, %10 ön-zorlanmadan sonra soğutmayla elde edilen martensite plakalarda ise küçülme, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak gözlemlendi. Bunun yanında, Geçirmeli

Elektron Mikroskobu (TEM) kullanılarak martensite fazın ince yapısı ve dönüşümün kristalografik özellikleri belirlendi. Austenite fazda oluşan martensite fazın Kurdjumov-Sachs türü kristalografik dönme bağıntısına uyduğu bulundu.

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında oluşan martensite faza ait hacim yüzdeleri, martensite fazın iç manyetik alan ve izomer kayma değerleri Mössbauer Spektrometresi yöntemi kullanılarak belirlendi. Dönüşümün kinetikleri ve martensite plakaların morfolojisi üzerinde etkili olan ön-zorlanma, martensite fazın hacim oranını artırdı. Ayrıca Mössbauer spektrumlarından austenite fazın paramanyetik, martensite fazın ise ferromanyetik (ya da antiferromanyetik) özellikte olduğu açığa çıkartıldı.

Anahtar Kelimeler: Austenite, Martensite, Martensitik Dönüşümler, Atermal Martensite, Ön-Zorlanma, Mössbauer Spektrometresi, SEM, TEM, DSC, XRD

ABSTRACT

STUDIES ON THE AUSTENITE - MARTENSITE PHASE TRANSFORMATIONS IN AN Fe-30%Ni-3%Pd ALLOY

YILDIZ, Yasin Göktürk

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Ph. D. Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

May 2010, 116 pages

In this study, both the kinetics, morphological, crystallographic and magnetic properties of thermal induced and prestrain of austenite martensitic transformations in an Fe-30%Ni-3%Pd alloy were investigated. Effect of prestrain to austenite phase above the M_s temperature and kinetics, morphological, and magnetic properties of martensitic transformations which was formed by below the M_s temperature after the prestrain were investigated.

X-ray diffraction method was used to calculate the lattice parameters which belong to phases in the alloy. According to these results, only austenite (f.c.c.) and martensite (b.c.c.) structures were determined in this alloy. Kinetics of martensitic transformation (martensite start temperature (M_s), austenite start temperature (A_s) and austenite finish temperature (A_f)) were determined by Differential Scanning Calorimetry (DSC). Kinetics of the transformation was found to be as athermal type and M_s temperature decreased with increasing prestrain.

5% and 10% prestrain which was applied to austenite phase at room temperature formed slip lines. Martensite plates, which were broken and bent, formed by cooling the alloy after 5% prestrain and martensite plates which were decrescent formed by cooling after 10% prestrain, observed by

Scanning Electron Microscopy (SEM). Furthermore, substructure of martensite phase and crystallographic properties of transformation were investigated by Transmission Electron Microscopy (TEM). It was also found that the martensite which was formed in the austenite matrix exhibited a Kurdjumov-Sachs type orientation relationship.

The volume fraction of martensite and austenite phases, the hyperfine magnetic field of martensite phase and isomery shift values in Fe-30%Ni-3%Pd alloy have been determined by using Mössbauer Spectroscopy. The pre-strain which are influential on the transformation kinetics and the martensite plates morphology, increased the rate of martensite volume. Moreover, the Mössbauer spectra of alloy showed a paramagnetic character for the austenite phase and a ferromagnetic (or antiferromagnetic) character for the martensite phase.

Key Words: Austenite, Martensite, Martensitic Transformations, Athermal Martensite, Prestrain, Mössbauer Spectroscopy, SEM, TEM, DSC, XRD

Sevgili Aileme...

TEŐEKKÜR

Tezimin hazırlanmasında yardımlarını esirgemeyen, sonsuz bilgi ve tecrübe birikimini sunarak bana yol gösteren, tez yöneticisi hocam, Sayın Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ'ye, tez çalışmalarımın her aşamasında değerli bilgi ve önerileri ile bilimsel deney imkanlarını sonuna kadar bizlerin hizmetine veren hocam, Sayın Prof. Dr. Tahsin Nuri DURLU'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Tez yazımında desteğini gördüğüm hocalarım, Sayın Prof. Dr. Yıldırım AYDOĞDU ve Sayın Doç. Dr. Uğur SARI'ya, deneysel çalışmalarımda ve tez yazımında bana daima yardımcı olan hocam, Sayın Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI'ya ve bana birçok konuda olduğu gibi, tezimi hazırlamam esnasında da yardımlarını esirgemeyen değerli arkadaşım Dr. Gökçen DİKİCİ'ye teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiii
SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
1.1. Kaynak Özetleri	2
1.2. Çalışmanın Amacı	4
2. MATERYAL VE YÖNTEM	6
2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri.....	6
2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri	7
2.3. Martensite Fazın Oluşumu ve Klasik Çekirdeklenme Teorileri ...	10
2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri	19
2.5. Martensitik Dönüşümlerin Tersinirliği	22
2.6. Martensitik Dönüşüme Dış Zor Etkisi	25
2.7. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Özellikleri ve Teorileri.....	27
2.8. Kayma ve İkizlenmenin Kristalografisi	39
2.8.1. Kaymanın Kristalografisi	39
2.8.2. İkizlenmenin Kristalografisi	44
2.8.2.1. F.C.C. Yapıda İkizlenme	47
2.8.2.2. B.C.C. Yapıda İkizlenme	49
2.9. Kullanılan Deneysel Teknikler	50
2.9.1. Mössbauer Spektrometresi Sistemi	50
2.9.1.1. Mössbauer Spektroskopisinden Elde Edilebilecek Bilgiler	51
2.9.2. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Sistemi	55

2.9.3. X-Işınları Difraktometresi (XRD) Sistemi	57
2.10. Deneysel Materyal ve Yöntem	59
2.10.1. Fe-%30Ni-%3Pd Alaşımının Elde Edilmesi.....	59
2.10.2. X-Işını Difraktometresi (XRD) Ölçümleri İçin	
Numunelerin Hazırlanması	60
2.10.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin	
Numunelerin Hazırlanması	60
2.10.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri İçin	
Numunelerin Hazırlanması	61
2.10.5. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin	
Numunelerin Hazırlanması	61
2.10.6. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin	
Numunelerin Hazırlanması	62
2.10.7. Zor-Zorlanma Deneyleri İçin Numunelerin Hazırlanması	62
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	64
3.1. Fe-Ni-Pd Alaşımının Örgü Parametrelerinin X-Işınları	
Difraktometresi (XRD) Metodu İle Belirlenmesi	64
3.2. Fe-Ni-Pd Alaşımında Oluşan Austenite-Martensite	
Faz Dönüşümlerinin Termal Özelliklerinin DSC Yöntemi	
İle Belirlenmesi	67
3.3. Fe-Ni-Pd Alaşımında Termal Etkili Martensitik Faz Dönüşümlerinin	
Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi	75
3.4. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün	
Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi	78
3.5. Fe-Ni-Pd Alaşımında Oluşan Austenite-Martensite	
Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin	
Mössbauer Spektrometresi Yöntemi İle İncelenmesi	84
3.6. Deformasyonun Martensitik Dönüşümler Üzerine Etkisi	86
3.6.1. Fe-Ni-Pd Alaşımının Zor-Zorlanma Davranışı	87
3.6.2. Fe-Ni-Pd Alaşımında Deformasyon Etkisinin	
Yüzey İncelemeleri	88

3.6.3. Fe-Ni-Pd Alařımında Deformasyon Sonrası Soęutma İřlemi ile Elde Edilen Martensite Fazın Yüzey İncelemeleri	90
3.6.4. Fe-Ni-Pd Alařımında Deformasyonun Martensite Kinetikleri Üzerine Etkisi	93
3.6.5. Fe-Ni-Pd Alařımında Deformasyonun Martensite Hacim Oranına Etkisi ve Martensite Fazın Manyetik Özellikleri	95
4. SONUÇLAR	98
KAYNAKLAR	106
ÖZGEÇMİŐ	116

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Martensitik dönüşümün kinetikleri; a. atermal martensite için dönüşüm yüzdesinin sıcaklıkla değişimi, b. atermal patlama martensite, c. izotermal martensite için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi ..	9
2.2. Hacmi $\pi r^2 c$, yüzey alanı $2\pi r^2$ olan bir martensite embriyonun şematik çizimi	12
2.3. Knapp ve Dehlinger tarafından verilen martensite embriyosu oluşumu modeli	13
2.4. Martensite çekirdeği ile austenite arasındaki arayüzey enerjisinin bir fonksiyonu olarak demir bazlı alaşımlarda homojen çekirdeklenme için aktivasyon enerjisi	16
2.5. Fe-Ni-C alaşımlarında M_s^c sıcaklığının altında zor yardımıyla oluşan α' martensite çekirdeği ile M_s^c sıcaklığının üzerinde zorlanma etkisiyle oluşan α' martensite çekirdeğinin arasındaki ilişkinin şematik gösterimi	18
2.6. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi	20
2.7. Termoelastik olmayan Fe-Ni alaşımı ve termoelastik olan Au-Cd alaşımında periyodik dönüşümlerin karşılaştırılması	23
2.8. 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	24
2.9. Austenite yapıdan farklı 3 yolla martensite yapının elde edilmesi...	28
2.10. Bain'e göre örgü bozulması	29
2.11. Bain deformasyonunun küre ile gösterimi	30

2.12. Austenite'den martensite'e (b.c.t.) dönüşüm için	
Kurdjumov-Sachs'ın önerdiği atom hareketleri	32
2.13. (111) _γ düzlemindeki kesme doğrultuları; a. N ilişkisi, b. K-S ilişkisi .	33
2.14. Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama'nın ileri sürdükleri $\gamma \rightarrow \alpha$	
dönüşümlerinde kesme mekanizmaları arasındaki ilişki	33
2.15. Alışım (Habit) düzlemi	34
2.16. Örgü deformasyonunun iki türünün şematik gösterimi:	
a. Kayma ve b. ikizlenme	37
2.17. Yüz merkezli kübik (f.c.c.) örgüde kayma vektörleri	40
2.18. Bir f.c.c. örgüde kenar dislokasyonu: a. Kısmi b. Tam	42
2.19. Yığılım hatasının şematik gösterimi	43
2.20. İkizlenme geometrisi	46
2.21. İkizlenmede sabit vektörler	47
2.22. Bir f.c.c. örgüdeki ikizlenme geometrisi	48
2.23. B.c.c. örgüde ikizlenme	49
2.24. Çekirdek enerji seviyelerinin değişimi	52
2.25. Mössbauer spektrumunda izomer kayma diyagramı	52
2.26. ⁵⁷ Fe nin manyetik dipol etkileşimi ve Mössbauer	
Spektrumundaki sonucu	53
2.27. Kuadropol yarılma şeması ve Mössbauer spektrum çizgileri	55
2.28. DSC'nin şematik gösterimi	57
2.29. a. Yüksek atomik yoğunluklu düzlemler, b. Atomların düzenli	
sıralanışından elde edilen düzlemler, bu düzlemlerden saçılan dalgalar	
ve kırınımın şematik gösterimi	58
3.1. 1200 °C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan	
Fe-%30Ni-%3Pd numunesine ait XRD ölçümü	64
3.2. 1200 °C 'de 6 saat ısıtma uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd	
alaşımında (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan	
martensite ait XRD ölçümü	66
3.3. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma gören Fe-%30Ni-%3Pd	
alaşımının birinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı	
akışı değişimi	68

3.4. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtıl işlem gören Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının birinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	69
3.5. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının ikinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	70
3.6. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının ikinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	70
3.7. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtıl işlem gören Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının üçüncü döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	71
3.8. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının üçüncü döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	71
3.9. 1200 °C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%3Pd numunesine ait austenite kristallerinin SEM fotoğrafı	76
3.10. Fe-%30Ni-%3Pd numunesinde gözlemlenen martensite kristallerinin SEM fotoğrafı	76
3.11. a. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında austenite ve martensite faza ait TEM aydınlık alan görüntüsü	79
b. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında austenite ve martensite faza ait TEM karanlık alan görüntüsü	79
c. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında seçilmiş bölgeden alınmış kırınım deseni ve diyagramı	80
3.12. a. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin TEM görüntüsü	81
b. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında martensite plakanın seçilmiş bölgesinden alınmış kırılma indisi ve diyagramı	81
3.13. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında TEM'de gözlenen dislokasyon ağı	82
3.14. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında oluşan martensite plakanın TEM aydınlık alan görüntüsü	83

3.15. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu	85
3.16. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının, austenite kristal yapısında oluşan martensite fazın oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu	85
3.17. %5 zorlanma uygulanan Fe-Ni-Pd alaşımının zor- zorlanma grafiği	87
3.18. %10 zorlanma uygulanan Fe-Ni-Pd alaşımının zor-zorlanma grafiği	87
3.19. %5 zorlanma sonrası austenite fazın SEM görüntüsü	88
3.20. %10 zorlanma sonrası austenite fazın SEM görüntüsü	89
3.21. %5 zorlanmadan sonra sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazın SEM görüntüsü	91
3.22. %10 zorlanmadan sonra sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazın SEM görüntüsü	91
3.23. %5 ön-zorlanma uygulanan numunenin sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	94
3.24. %10 ön-zorlanma uygulanan numunenin sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	94
3.25. %5 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılan numunenin Mössbauer spektrumu	96
3.26. %10 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılan numunenin Mössbauer spektrumu	96

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>ÇİZELGE</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Hazırlanan alaşımın XRF analizi	59
3.1. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının XRD sonuçları ve austenite örgü parametresi.....	65
3.2. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının XRD sonuçları ve martensite örgü parametresi	67
3.3. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında termal döngü ile M_s , A_s ve A_f sıcaklıkları arasındaki ilişki	74
3.4. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının Mössbauer Spektrometresi sonuçları	86
3.5. Zor-zorlanma deneyine ait veriler	88
3.6. %5 ve %10 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılan numunelerin manyetik özellikleri	96

SİMGELER DİZİNİ

M_s	Austenite-Martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
A_s	Martensite-Austenite ters dönüşümün başlama sıcaklığı
M_f	Austenite-Martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
r	Martensitik çekirdeğin yarıçapı
c	Martensitik çekirdeğin yarı kalınlığı
ΔW	Martensite çekirdeklenme enerjisi
Δg_c	Kimyasal serbest enerji
σ	Martensitik çekirdeğin birim yüzey başına yüzey enerjisi yoğunluğu
A	Zorlanma enerji parametresi
ν	Poisson oranı
ξ	Genleşme zorlanması
σ_y	Austenite'in akma zoru
T_0	Austenite ve Martensite fazın dengede bulunduğu sıcaklık
F^γ	Austenite fazın Helmholtz serbest enerjisi
$F^{\alpha'}$	Martensite fazın Helmholtz serbest enerjisi
$\Delta F^{\alpha' \rightarrow \gamma}$	Austenite ve Martensite fazlar arasındaki Helmholtz serbest enerji farkı
E_U	Uyarılmış durum enerjisi
E_T	Taban durum enerjisi
E_γ	Gama ışınının enerjisi
E_G	Geri tepme enerjisi

P_G	Geri tepme momentumu
δ	İzomer kayma
$B_{i\dot{c}}$	Martensite fazın iç manyetik alanı
δ_A	Austenite fazın izomer kayması
δ_M	Martensite fazın izomer kayması
%A	Austenite hacim yüzdesi
%M	Martensite hacim yüzdesi

KISALTMALAR DİZİNİ

f.c.c.	Yüz merkezli kübik yapı
b.c.c.	Cisim merkezli kübik yapı
b.c.t.	Cisim merkezli tetragonal yapı
f.c.t.	Yüz merkezli tetragonal yapı
h.c.p.	Sıkı paketlenmiş hegzagonal
XRD	X-Işınları kırınımı
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetre
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TEM	Geçirmeli elektron mikroskobu

1.GİRİŞ

Milattan önce 5000'li yıllarda demir, bakır, altın ve gümüş gibi metallerin keşfedilmesiyle ve yine aynı yıllarda Mısır'da bakırın işlenmesiyle beraber metal ve metal alaşımları insanoğlunun günlük hayatının vazgeçilmez bir parçası olmuştur. Özellikle 1678 yılında Avrupa ve Çin'de makine yapımı için temel materyal olarak demirin kullanılmasıyla metal ve metal alaşımları üzerine çalışmalar hız kazanmış ve teknolojik gelişmelere paralel olarak sürmüştür (1).

19 y.y. sonlarından itibaren malzeme bilimi ile uğraşan araştırmacılar modern teknolojinin gelişmesiyle özellikle yumuşak demirin çeşitli fiziksel etkilerle neden sertleştiği konusunda birçok araştırma yapmışlardır. Bu araştırmalar sonucunda bazı fiziksel ve mekanik etkiler sonucunda kristal yapı ile mekanik özelliklerdeki değişimin, malzemedeki içyapı değişimlerinden kaynaklandığı anlaşılmıştır. Bu olay ilk olarak Alman bilim adamı A. Martens tarafından bulunmuş ve bu nedenle 1895 yılında F. Osmond tarafından A. Martens onuruna sertleştirilmiş çeliklerde bulunan "bileşen veya yapı" olarak belirtilen ifadeye "*martensite*" terimi önerilmiştir (2). Benzer şekilde metal ve metal alaşımlarının fiziksel özellikleri üzerine çalışma yapan İngiliz bilim adamı W.C. Roberts Austen (3) onuruna da yüz merkezli kübik yapının (f.c.c.) ismi "*austenite*" olarak adlandırılmıştır (4).

Austenite ana kristal yapının martensite ürün faza difüzyonsuz olarak dönüşmesi şeklinde gerçekleşen martensitik dönüşümler başlangıçta çeliğin su verilerek sertleştirilmesi sonucu ortaya çıkan bir olay iken, daha sonra yapısal, kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri nedeni ile

akademik açıdan ilgi çekici bir araştırma konusu haline gelmiştir (5). Bu çerçevede 1950'li yıllardan sonra elektron mikroskop yöntemlerinin gelişmesiyle austenite-martensite faz dönüşümü olayını açıklamaya çalışan modeller üzerinde önemli ilerlemeler sağlanmıştır. Fakat austenite-martensite faz dönüşümü olayını tam olarak açıklayan kristalografik, kinetik ve termodinamik modellerin gelişmesi henüz tamamlanamamıştır. Bu nedenle, günümüzde de bu konu ile ilgili çalışmalar devam etmektedir.

Martensitik dönüşümler demir içermeyen alaşımları da içeren çok sayıda alaşım sistemlerinde bulunmuştur ve aynı zamanda saf metaller ile bileşiklerde de meydana geldiği gözlenmiştir. Örneğin; Fe, Zr, Co, Li, Hg, U, Pu ve Ti gibi saf metallerde ve ZrO_2 , $BaTiO_3$, V_3Si , Nb_3Sn , NiTi ve NiAl gibi birkaç oksit ve metallerarası bileşiklerde meydana geldiği bulunmuştur (6).

1.1. Kaynak Özetleri

Dış etkenler ile oluşan martensitik faz dönüşümünde, dönüşümü etkileyen faktörler detaylı bir biçimde ele alınmış ve dönüşümün doğası anlaşılmaya çalışılmıştır. Araştırmacılar dönüşümü etkileyen faktörleri, genel olarak kristalografik, kinetik, morfolojik, termodinamik, mekanik ve yapısal olarak çeşitli başlıklar altında incelemişlerdir.

Demir bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıdaki ana fazın, cisim merkezli kübik (b.c.c.), cisim merkezli tetragonal (b.c.t.) veya sıkı paketlenmiş hegzagonal (h.c.p.) yapıdaki martensite faza dönüşümü şeklinde ortaya çıkar (7-9).

Visvesvaran (10); Fe-Ni ve Fe-Ni-Cr alařımlarında martensite morfolojisi üzerine alıřma yapmıř ve martensite morfolojisindeki deęiřimin alařımın kompozisyonuna baęlı olduęunu gstermiřtir.

Kaufman ve Cohen (11); bir dizi Fe-Ni alařımında termal etkili martensitik dnüşümü incelemiř ve martensitik dnüşümün bařladıęı sıcaklık olan M_s 'de dnüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin, ters dnüşüm sıcaklıęı olan A_s 'deki sürücü kuvvete eřit olduęunu tespit etmiřlerdir.

Seo vd. (12); Fe-%15Ni ve Fe-%31Ni alařımlarında, termal dngünün martensite yapının mekanięi ve mikroyapısı üzerine etkisini incelemiř ve dngü sayısı arttıka dislokasyon yoęunluęunda artma ve termal dngü öncesi martensite yapıda gözlemlenen iç ikizlenmelerde önemli derecede azalma tespit etmiřtir.

Han ve Xu (13); Fe-%32Ni alařımında zorlanma etkili martensite faz dnüşümünü incelemiř ve uygulanan dıř zorun artması ile M_s sıcaklıęında ve martensite hacminde azalma elde etmiřlerdir.

Maki vd. (14); Fe-Ni alařımlarında aęırlıkça nikel yüzdesindeki deęiřimin M_s sıcaklıęına etkisini incelemiř, Fe-%29Ni-%0.25C alařımında M_s sıcaklıęını (-66 °C), Fe-%30Ni-%0.25C alařımı için (-88 °C) ve Fe-%31Ni-%0.25C alařımı için (-150 °C) bulmuřlardır.

Hayzelden ve Cantor (15); Fe-Ni-C alařımında yaptıkları alıřmada austenite tane boyutlarının martensite bařlama sıcaklıęına etkisini arařtırmıř ve tane boyutlarındaki küçülmenin martensite bařlama sıcaklıęını düşürdüęünü gözlemlemiřlerdir.

Zor ve zorlanma etkili martensitik faz dönüşümleri için yapılan çalışmalarda ise, deformasyon mekanizmasındaki değişimlerin deformasyon ikizlenmesi ve kayma dislokasyonlarına neden olduğu, plastik deformasyonun austenite - martensite faz dönüşümü için gerekli olan sürücü kuvveti oluşturduğu, uygulanan zorun artması ile zorlanmanın da arttığı ve bu artışın M_s sıcaklığında düşüşe neden olduğu, martensite sınır hareketinin ana yapının elastik veya plastik deformasyonunun bir fonksiyonu olduğu, deformasyon etkisinin martensite miktarı ve morfolojisinde değişmelere neden olduğu belirlenmiştir (13, 16-24).

1.2. Çalışmanın Amacı

Martensitik dönüşümler üzerine yapılan çalışmalarda (25-29), geometrik faktörlerle beraber, austenite'in yığılım hatası, martensite'te ikizlenme ve kayma için kritik kesme zoru analizi ve dönüşüm sıcaklığı (M_s) gibi temel faktörler incelenmiştir (10). Ancak martensitik dönüşümlerde altyapı, morfoloji ve dönüşüm kinetiklerindeki faktörler tam olarak saptanamamıştır (10).

Günümüzde birçok kullanım alanı olan metal ve metal alaşımlarından daha fazla verim alabilmek için çalışmalar teknolojik gelişmelere paralel bir şekilde devam etmektedir. Metal ve metal alaşımlarının fiziksel özelliklerini belirleyici en önemli faktör içyapıdır (30). Dış etki ile içyapıda meydana gelebilecek değişimler malzemenin fiziksel özelliklerini büyük ölçüde değiştirecektir ve bu nedenle değişimin karakteristik özelliklerini belirlemek akademik ve teknolojik çalışmalar için önemini korumaktadır.

Fe-Ni bazlı alařım sistemindeki alıřmaların dikkate deęer konusu martensitik faz dnüşümleridir (11). Ayrıca martensitik dnüşüm kinetiklerinin önemi, bilimsel ve teknolojik ilgiden yeni yapısal alařımları oluřturmaya kadar ulařmıştır (31).

Ferromanyetik řekil hatırlamalı alařımlardan Fe-Pd ikili alařımları, eriřim düzeneęi (actuator) malzemelerinde bir manyetik anahtar gibi kullanıldıęı için son zamanlarda oldukça dikkat çekicidir. Ayrıca bu alařımlar geniş mıknatıslanma, küçük termal histerisis gösteren martensitik dnüşümler, alařımın kompozisyonu ile martensitik dnüşümün sıcaklıęının kolay kontrol edilebilmesi ve yüksek esneklik gibi özelliklere sahiptir (32). Paladyum elementi ise korozyona karşı dirençli olduęu için kaplama sanayisinde geniş řekilde kullanılmaktadır.

Bu doktora tez alıřmasında, Fe-%30Ni-%3Pd alařımında meydana gelebilecek termal etkili martensitik faz dnüşümleri ve deformasyonun (basma zoru) martensitik faz dnüşümleri üzerine etkisi incelenecektir. Deneysel alıřmalarda, X-ıřınları kırınımı (XRD), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirmeli elektron mikroskobu (TEM), Mössbauer spektrometresi ve Instron çekme-sıkıřtırma test makinesi kullanılacaktır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri

Sürekli bir maddede; kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan her bölge bir faz olarak tanımlanır. Burada homojen olma, belirli fiziksel şartlar altında özel bir yapıda bulunma şeklinde tanımlanır (33,34). 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. Bu yer değiştirmelerde atomların komşuluklarını korudukları dönüşümler katıhal fiziğinde önemlidir (33,34). Diğer bir tanımda ise faz; sistem içerisinde tekrarlanabilir yapısı ve bileşimiyle, ayırt edici yüzeyler tarafından sınırlanan bir bölgedir (6).

Metallerde meydana gelen faz dönüşümleri iki türde sınıflandırılmıştır. Birinci tür martensitik dönüşümler olarak bilinir. Bu dönüşümde, ana fazda dönüşüm bölgesindeki şeklin değişmesi işbirlikli ve düzenli olan atomların hareketiyle yeni kristallerin oluşmasıdır. Dönüşüm süresince atomların komşularıyla konumunda değişme yoktur. İkinci türü ise çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri olarak bilinir. Bu dönüşümde ana fazdan yeni faza atomların termal etkili difüzyonu yoluyla bir çekirdekten yeni faz büyür. Dönüşüm bölgesinin şeklinde değişim yoktur ve komşu atomların pozisyonunun yer değiştirmesi atomların faz sınırlarından geçişi olarak ortaya

çıkar (35). Faz deęişimi, sıcaklık ve basıncın deęiştirilmesiyle kendiliğinden ilerler, buna serbest enerjideki azalma eşlik eder. Austenite'in serbest enerjisi martensite'in serbest enerjisinden daha yüksek olmadıkça ana fazda (austenite), ürün faz (martensite) oluşmaz. Austenite'in serbest enerjisindeki bu fazlalık martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvveti oluşturur (36).

2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri

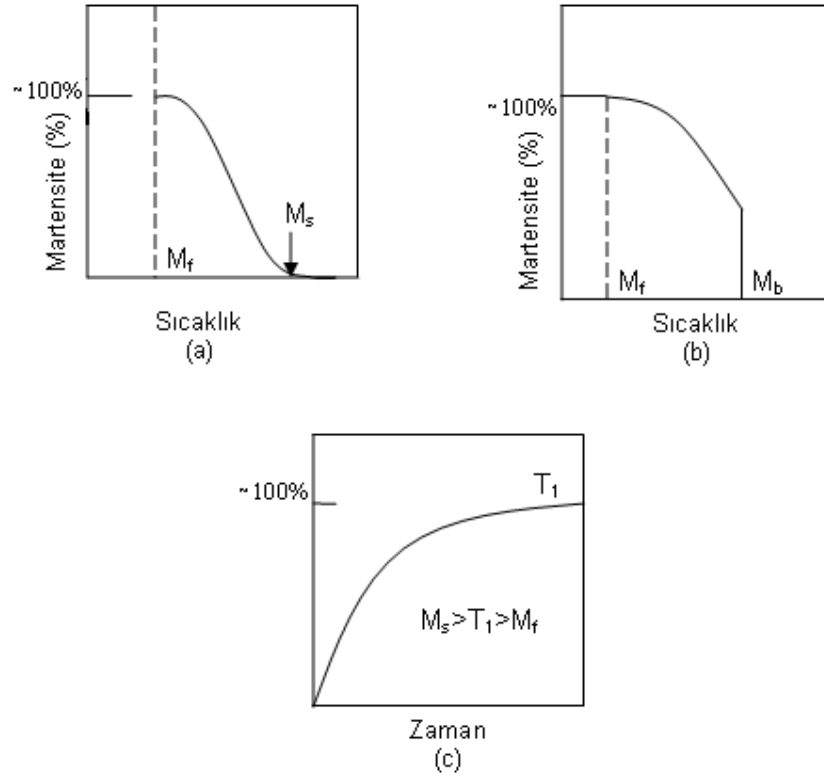
Martensitik reaksiyonlar sadece katı durumda mümkündür. Bu reaksiyonlar difüzyon içermez ve ürün fazın kompozisyonu ana fazdaki gibi deęişmeden kalır. Martensitik reaksiyon, kristal içinde ses dalgasına yakın bir hız ile birkaç bin atomun difüzyonsuz hareketiyle meydana gelir. Martensitik reaksiyonda, her bir kristal aynı kimyasal kompozisyonlu yeni kristallere dönüşür (30).

Martensitik dönüşümler komşu atomların konumlarını deęiştirmeden sonuçlandıęı için, martensite yapı ile ana yapı arasında deęişmez bir arayüz ve dönme baęıntıları gözlenir ve dönüşen bölgenin şeklinde deęişme ortaya çıkar. Martensitik dönüşümler dönüşüm süresince meydana gelen atom hareketlerinin doğrudan bir sonucudur. Atom hareketleri bu yüzden kristalografik verilerle ortaya çıkartılabilir (35).

Soğutma ile oluşturulan austenite-martensite faz dönüşümlerinde martensite'lerin oluşmaya başlaması dönüşüm sıcaklığı olarak bilinen M_s sıcaklığında, dönüşümün tamamlanması da M_f sıcaklığında gerçekleşir. Dönüşümü sağlayan austenite-martensite fazları arasındaki serbest enerji

farkı sıcaklığın ve kompozisyonun fonksiyonudur, ayrıca dönüşümün başladığı sıcaklıkta (austenite → martensite) dönüşüm için gereken sürücü kuvvet, ters dönüşüm (martensite → austenite) sıcaklığındaki sürücü kuvvete eşittir (11).

Martensitik dönüşüm kinetiklerinin temel iki türü vardır. Bunlar atermal ve izotermal işlemlerdir. Atermal dönüşümde dönüşüm kritik bir sıcaklık (M_s) noktasında başlar ve sıcaklığın azalmasıyla martensite miktarı artar. Bu sıcaklık zamandan ve soğutma oranından bağımsızdır ancak martensite miktarı sıcaklığın bir fonksiyonudur. İzotermal dönüşümde ise dönüşüm zamanın ve sıcaklığın bir fonksiyonu olarak devam eder (37). Şekil 2.1.a., 2.1.b. ve 2.1.c.'de atermal ve izotermal dönüşümler için sıcaklığa bağlı dönüşüm yüzdeleri verilmiştir. Termal etkili bir martensitik dönüşüm M_s sıcaklığında oluşur, sıcaklığın düşmesiyle ilerleyen dönüşüm uzantısı artar ve tamamlanır, sonunda M_f sıcaklığında tamamlanan dönüşüme ulaşılır (Şekil 2.1.a.). Şekil 2.1.b.'de gösterildiği gibi, atermal martensitik dönüşümün bazı durumlarında M_b ' de dönüşüm yüzdesi bir patlama ile keskin bir yükseliş gösterir (M_b martensite patlama sıcaklığıdır). M_s ve M_f arasında verilen herhangi bir sıcaklıkta gösterilen dönüşüm yüzdesine ulaşması için alınan zaman çok kısadır ve aynı sıcaklıkta uzun süre tutulduğunda dönüşüm yüzdesinde başka artma gözlenmez. Diğer bir martensitik dönüşüm olan izotermal dönüşüm Şekil 2.1.c.' de gösterilmiştir. Bu dönüşümlerde, martensite fazın dönüşüm yüzdesi, M_s ve M_f arasında verilen herhangi bir sıcaklıkta zamanla artmaya devam eder (6).



Şekil 2.1. Martensitik dönüşümün kinetikleri; **a.** atermal martensite için dönüşüm yüzdesinin sıcaklıkla değişimi, **b.** atermal patlama martensite, **c.** izotermal martensite için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi (6)

Austenite-martensite faz dönüşümleri çok kısa bir zaman aralığında atermal reaksiyon ile patlama şeklinde meydana gelebilir. Bunshah ve Mehl (38), Fe-%30Ni alaşımında, martensite'nin bir plakasının oluşma süresini $3 \cdot 10^{-7}$ sn olarak belirlemişlerdir.

Martensite faz dönüşümlerinin önemli özelliklerinden birisi de dönüşümün tersinir olmasıdır. Martensitik reaksiyonlar ilk atomik düzenin defalarca meydana gelebileceği anlamında tersinidir. Orijinal fazın tek kristalli soğuma ile yeni fazın birkaç kristaline dönüşebilir. Isınmayla beraber tersinir

dönüşüm başlar ve genellikle orijinal kristaldeki gibi aynı büyüklük, şekil ve dönme ile sonuçlanır (30).

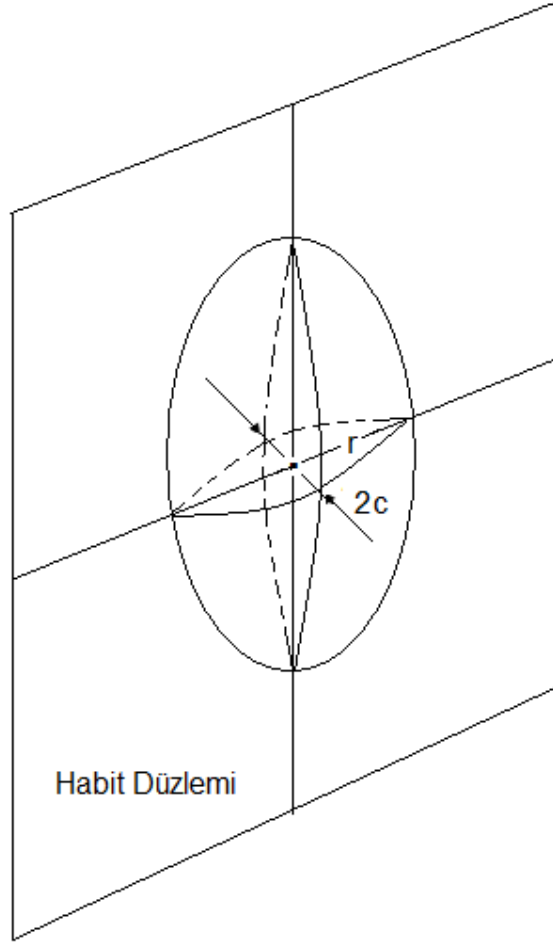
Ana yapı olan austenite kristaline dışarıdan uygulanan zor martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvveti sağlar. Herhangi bir sıcaklıkta uygulanan zorla genellikle dönüşüm miktarı artar. Dış zor veya plastik deformasyon ile austenite yapı martensite yapıya dönüşebildiği gibi bazı durumlarda martensite yapı bir başka martensite yapıya da dönüşebilir. Bir martensitik dönüşüm için zorun uygulanma sıcaklığının M_s sıcaklığının üstünde olması önemlidir. Bu sıcaklığın üzerinde bir sıcaklık aralığında austenite faza veya her iki fazın (austenite ve martensite) bulunduğu yapıya 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 var olan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensite zor-etkili martensite olarak isimlendirilir. Şayet dönüşüm, plastik deformasyon sonucu yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu şekilde oluşan martensite zorlanma-etkili martensite olarak adlandırılır. Zor etkili martensite'in kinetiği; M_s sıcaklığına, alaşımın kompozisyonuna, austenite miktarına, austenite ve martensite sertliğine ve uygulanan zorun etkisine bağlıdır (39).

2.3. Martensite Fazın Oluşumu ve Klasik Çekirdeklenme Teorileri

Martensitik bir reaksiyonda, her bir kristal aynı kimyasal kompozisyonlu yeni kristallere dönüşür, hacim değişimleri sıktır ve dönüşüm

sonucunda ana faz tümüyle ürün faza dönüşmez. Martensitik dönüşüm olayı, ana fazın belirli bir hacminin belirli bir sıcaklıkta ürün faza geçişi şeklinde ortaya çıkar ve bu ilk geçişi takiben oluşumu gerçekleştiren fiziksel etken sürdürülmez ise, başka bir dönüşüm gözlenmez. Atomlar difüzyonsuz yer değiştirir ve kimyasal bileşimde değişme yoktur. Martensitik dönüşümün olduğu sıcaklık aralığı verilen bir alaşımın özelliğidir (30).

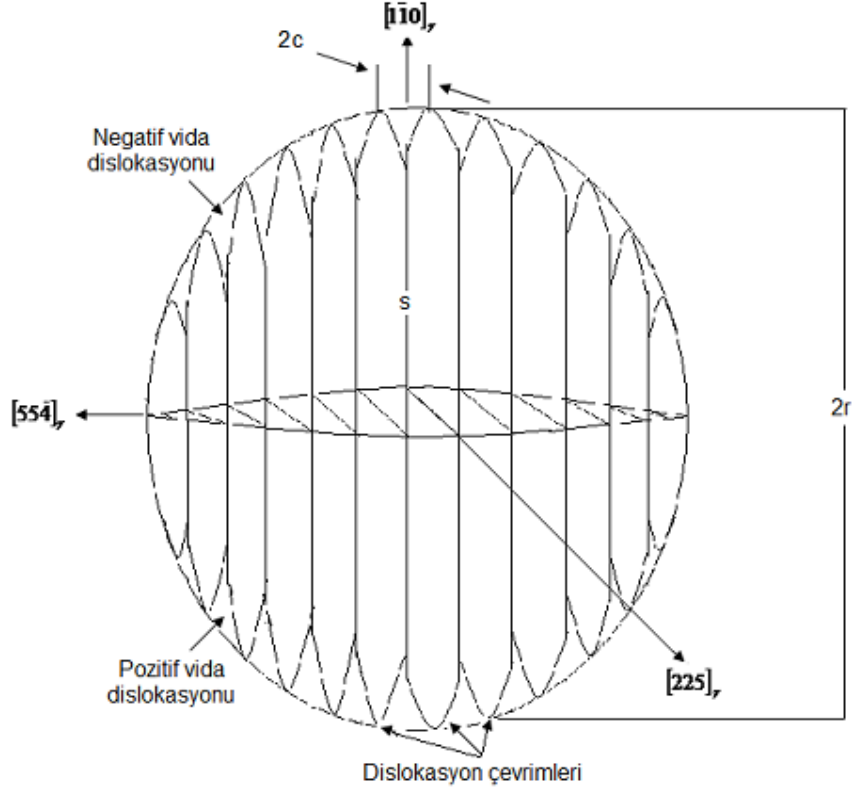
Kaufman ve Cohen (40), martensitik çekirdeklenmenin mekanizmasını homojen çekirdeklenmenin açığa çıkardığını göstermişlerdir. Martensitik dönüşümü tetikleyen embriyo adındaki bölgesel heterojenlikleri ve bu embriyoları ısı işlem sırasında yok olmayan dengesiz örgü kusuru olarak tanımlamışlardır (Şekil 2.2.). Embriyolar kristal içerisinde sınırlı bölgelerde görünür, bu bölgelerdeki bölgesel serbest enerji, martensitik dönüşüm için gerekli olan serbest enerjiyi oluşturur. Belli potansiyeldeki çekirdekler atermal martensite'i başlatır. Bunun için gerekli olan kimyasal sürücü kuvvete ulaşmak gerekir. Bu da ancak, embriyonun enerjisi, çekirdeklenmeyi meydana getirecek serbest enerji engelinden büyük olduğu zaman olur. En yüksek potansiyeldeki embriyolar M_s sıcaklığında martensitik dönüşümü tetikler, düşük potansiyeldeki embriyolar, daha düşük sıcaklıklarda martensitik dönüşümü tetikler (40).



Şekil 2.2. Hacmi $\pi r^2 c$, yüzey alanı $2\pi r^2$ olan bir martensite embriyonun şematik çizimi (40)

Bu teoriden sonra Olson ve Cohen (7-9) tarafından martensitik dönüşümlerin bilinen heterojen doğasını, dönüşüm kristalografisini ve dönüşüm kinetiğinin temel atermal karakterini içeren martensitik çekirdeklenmenin genel mekanizması verildi. Bu mekanizmaya göre martensite çekirdeklerinin oluşumu austenite yapı içerisindeki kristal yapı bozukluklarından meydana gelir. Martensite kristallerin büyüme aşamasında, kusurlarda bulunan çekirdek üç boyutta genişleyerek ürün fazı oluşturur.

Dislokasyon türü yapı bozukluklarının bulunduğu bölgeler, çekirdeklenme için daha küçük bir aktivasyon enerjisi gerektireceğinden, çekirdeklenmenin bu bölgelerde oluşması beklenir. Şekil 2.3.'de Knapp ve Dehlinger (41) tarafından verilen bir martensite embriyonun oluşum modeli gösterilmiştir (40).



Şekil 2.3. Knapp ve Dehlinger (41) tarafından verilen martensite embriyonu oluşumu modeli (40)

Klasik çekirdeklenme teorisi; homojen ana yapıda yarıçapı " r ", yarı kalınlığı " c ", kutupları basık küre şeklinde olan bir martensitik çekirdeğin oluşması için çekirdeklenme enerjisini;

$$\Delta W = \frac{4}{3} \pi r^2 c \left(\Delta g_c + \frac{c}{r} A \right) + 2 \pi r^2 \sigma \quad (2.1)$$

eşitliği ile verir.

Burada Δg_c ; martensitik dönüşüm için sürücü kuvveti sağlayan serbest kimyasal enerji, σ ; martensitik çekirdeğin ana fazda birim yüzey başına arayüzey enerjisi, A ; zorlanma enerji parametresi, $\left(\frac{c}{r} A \right)$; martensite oluşumunun birim hacim başına elastik zorlanma enerjisidir (42).

Değişmez düzlem zorlanması altında martensitik dönüşüm için; elastik zorlanma enerjisi, genişleme zorlanma enerjisi ve kesme zorlanma enerjisinden oluşur. Zorlanma enerjisi parametresi A;

$$A = \frac{\pi(2-\nu)}{8(1-\nu)} \mu V (c/r) s^2 + \frac{\pi}{4(1-\nu)} \mu V (c/r) \xi^2 \quad (2.2)$$

eşitliği ile tanımlanır (42).

Burada ν Poisson oranı, V martensitik çekirdeğin hacmi, μ kesme modülü, s ve ξ sırasıyla homojen kesme zorlanması ve genişleme zorlanmasıdır (42).

c , r ve ΔW kritik değerleri Eşitlik 2.3'ten elde edilebilir;

$$\frac{\partial \Delta W}{\partial c} = \frac{\partial \Delta W}{\partial r} = 0 \quad (2.3)$$

$$c^* = \frac{-2\sigma}{\Delta g_c} \quad (2.4)$$

$$r^* = \frac{4A\sigma}{\Delta g_c^2} \quad (2.5)$$

$$\Delta W^* = \frac{32\pi A^2 \sigma^3}{3\Delta g_c^4} \quad (2.6)$$

Burada ΔW^* , martensitik çekirdek başına kritik çekirdeklenme enerjisidir.

Eşitlik 2.4 ve 2.6'dan bir çekirdek başına kritik çekirdeklenme enerjisi, eşitlik 2.7 ile verilebilir.

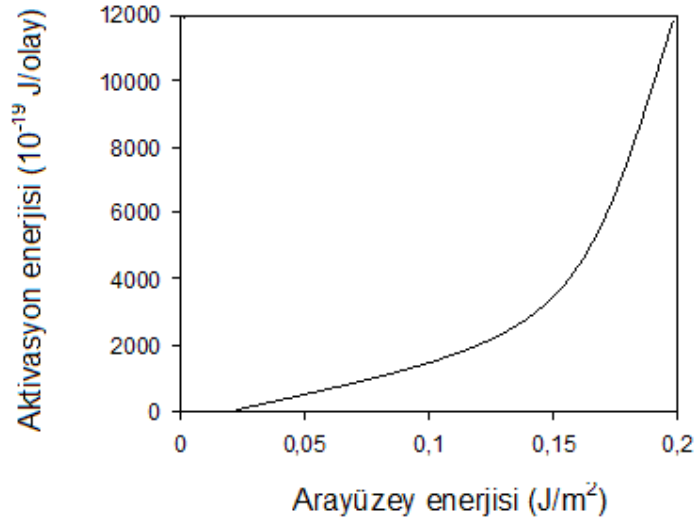
$$\frac{\Delta W^*}{V^*} = -\frac{\Delta g_c}{4} \quad (2.7)$$

Eşitlik 2.7'ye göre; V^* hacminde bir martensitik embriyonun oluşumu için kimyasal serbest enerjideki değişimin dörtte biri, homojen çekirdeklenme için kritik çekirdeklenme enerjisine eşittir. Diğer bir deyişle, martensitik çekirdeğin ($\Delta W^* / V^*$) birim hacim başına dönüşüm süresince Gibbs serbest enerji değişimi, M_s sıcaklığında martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin dörtte birine eşittir (42).

Örnek olarak Fe-%30Ni alaşımı için Δg_c 'nin tipik değeri -1260 J/mol'dür. Eşitlik 2.7'ye göre kritik çekirdeklenme enerjisi 315 J/mol'dür ve bu değer termal değişimdeki yeri çok küçük enerji seviyesindedir. Bunun anlamı soğutma süresince termal değişim yoluyla martensitik çekirdeklenme homojen olarak aktifleşebilir. Yüksek sıcaklıklardan soğutulan alaşımlarda, ana fazın içinde iç zor yoğunluğu veya bileşimde sapmalar içeren mikro bölgeler var olabilir. Martensitik çekirdeklenme tercihen bu enerji bölgelerinde

oluşur. Çünkü bu durumda küçük bir aktivasyon enerjisi martensitik çekirdeklenme olayının başlaması için yeterlidir (Şekil 2.4.) (42).

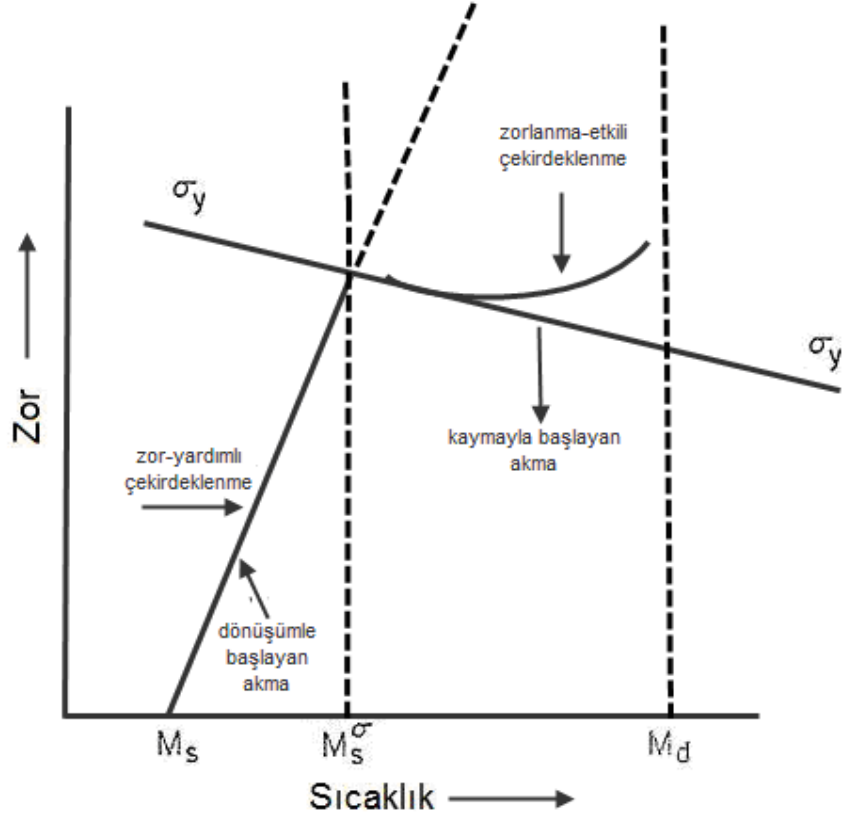
Belirli bir şekle sahip çekirdeğin boyutları (r^* - c^*) ve çekirdeklenme enerjisi (ΔW^*) ile martensitik çekirdeklenme oluşumunu veren 2.4 ve 2.6 eşitlikleri aslında austenite faz ve martensitik çekirdek arasındaki arayüzey enerjisine bağlıdır. Kaufman ile Cohen (40) ve Knapp ile Dehlinger (41) çekirdek/austenite arayüzey enerjisini 0.15 ile 0.33 J/m² aralığında elde etmişlerdir. Bu değerlere göre çekirdeğin yarı kalınlığının ve yarıçapının değerleri sırasıyla yaklaşık olarak 2.3 nm ve 50 nm olarak hesaplanmıştır. Katı faz dönüşümleri için klasik çekirdeklenme teorisi bazında çekirdeğin kendiliğinden bozulması veya kendiliğinden büyümesi gibi her iki durumda da kritik çekirdeklenmeye serbest enerjideki bir azalma eşlik eder (42).



Şekil 2.4. Martensite çekirdeği ile austenite arasındaki arayüzey enerjisinin bir fonksiyonu olarak demir bazlı alaşımlarda homojen çekirdeklenme için aktivasyon enerjisi (42)

Olson ve Cohen (43), zorlanma etkili martensitik faz dönüşümlerinin çekirdeklenme mekanizması üzerine yaptıkları çalışmada ise, zorlanma etkili çekirdek oluşumunu, plastik deformasyonla yeni bölgelerin ve embriyoların oluşmasına bağlamışlardır. Bu olay martensitik dönüşüm sırasında otokatalitik çekirdeklenmeye katkıda bulunan önemli bir yoldur.

Zorlanma etkili çekirdeklenme düşük enerjili yığılım hataları içeren austenite yapıda mümkündür. Uygulanan zor, plastik zorlanma ve martensitik dönüşümler arasındaki ilişkiler Bolling ve Richman (44-47) tarafından bazı Fe-Ni-C ve Fe-Ni-Cr-C alaşımlarında geniş şekilde çalışılmıştır (43). Bu çalışmalarda M_s^c 'in üzerine uzanan bir M_s^c sıcaklığı belirlemişlerdir. Tanımlanan bu sıcaklık, uygulanan zor altında ana fazda düzenli kayma işlemleriyle başlayan akmanın altında, martensite oluşumuyla başlayan akmanın üzerindedir. Fe-Ni-C alaşımlarında M_s^c sıcaklığının altında zor yardımıyla oluşan α' martensite çekirdeği ile M_s^c sıcaklığının üzerinde zorlanma etkisiyle oluşan α' martensite çekirdeğinin arasındaki ilişki şematik olarak Şekil 2.5'te verilmiştir.



Şekil 2.5. Fe-Ni-C alaşımlarında M_s^σ sıcaklığının altında zor yardımıyla oluşan α' martensite çekirdeği ile M_s^σ sıcaklığının üzerinde zorlanma etkisiyle oluşan α' martensite çekirdeğinin arasındaki ilişkinin şematik gösterimi (43)

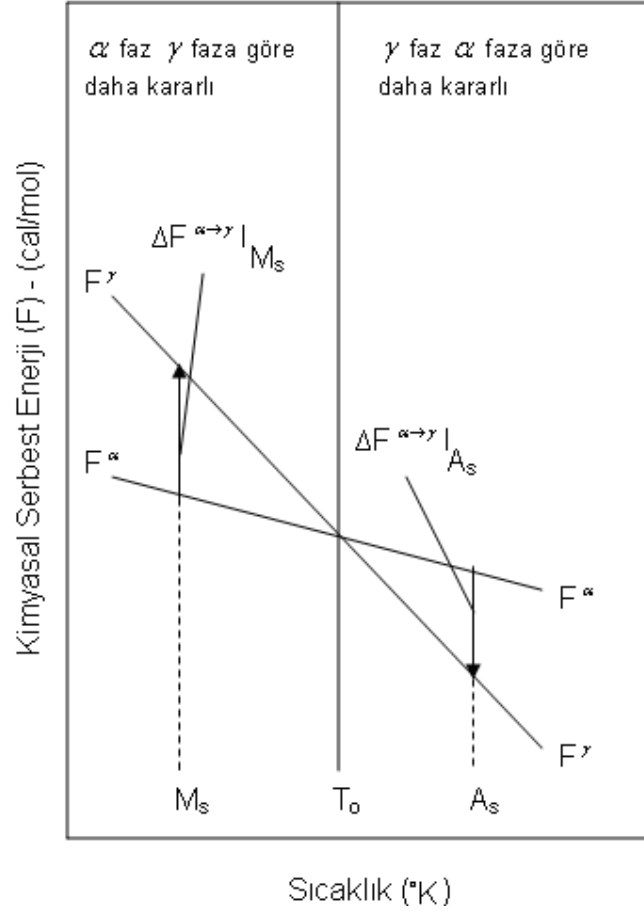
M_s^σ sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda martensitik dönüşüme eşlik eden akma, austenite'in akma zoru (σ_y) altında meydana gelir. Bununla birlikte M_s^σ sıcaklığının üzerinde uygulanan zor, martensitik dönüşümü başlatmak için σ_y akma zoruna ulaşmak veya geçmek zorundadır. Genelde, M_s sıcaklığında kimyasal sürücü kuvvet zor uygulamaksızın ana faz austenite'de bulunan embriyoları veya önceden var olan çekirdeklenme bölgelerini etkinleştirmek için büyük ölçüde yeterlidir. M_s ve M_s^σ arasındaki

sıcaklıklarda da benzer çekirdeklenmeler olabilir ancak bu çekirdeklenmeler sadece uygulanan zor yardımıyla mümkündür. Bu zor-yardımlı dönüşümün kuralıdır. Burada gerekli olan zor, σ_y değerinin altındaki elastik bölgededir ama kimyasal sürücü kuvvetteki azalmayla beraber olduğu için sıcaklıkla birlikte artar. M_s^o sıcaklığında çekirdeklenme için başlayan zor, orijinal bölge ve embriyolara temel olur ve σ_y seviyesine ulaşır. Böylece plastik zorlanma başlar. Bunun yanında, zor-yardımlı çekirdeklenmeden daha düşük zorlarda zorlanma etkili çekirdeklenmeler aktifleşir (43).

2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri

Metal ve metal alaşımları ısıtıldığı veya soğutulduğu zaman kimyasal serbest enerjideki değişimle yeni bir yapıya dönüşür. Termal etki sonucunda austenite ve martensite fazların termodinamik olarak dengede bulunduğu sıcaklık denge sıcaklığı (T_0) olarak tanımlanır. T_0 iki bağımsız serbest enerji eğrisinin kesişmesiyle elde edilen denge sıcaklığıdır ve bu eğriler arasındaki fonksiyon sürücü kuvvet olarak tanımlanır (48). Austenite fazdan martensite faza dönüşümün başladığı sıcaklık, martensite başlama sıcaklığı (M_s) ve martensite faz dönüşümünün tamamlandığı sıcaklık ise martensite bitiş sıcaklığı (M_f) olarak tanımlanır. Martensite fazın austenite faza tekrar dönüştüğü sıcaklık, austenite başlama sıcaklığıdır (A_s). Austenite fazdan martensite faza dönüşüm sıcaklığı; alaşımın kompozisyonuna ve daha önce uygulanan fiziksel etkilere bağlı olarak değişir (35).

Şekil 2.6'da austenite fazdan martensite faza geçişin T_0 denge sıcaklığına göre değişimi verilmektedir. M_s sıcaklığı T_0 sıcaklığından daha düşük bir değere sahiptir. M_s – M_f sıcaklık aralığında dönüşüm gerçekleşir. $(T_0$ – $M_s)$ arasındaki sıcaklık farkı ve ΔF kimyasal serbest enerji değişimi sürücü kuvveti açığa çıkarır (30,40).



Şekil 2.6. Austenite (γ) ve martensite (α) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi (40)

Kimyasal serbest enerji değişimi

$$\Delta F^{\alpha-\gamma} = F^{\gamma} - F^{\alpha} \quad (2.8)$$

eşitliği ile verilir. 2.8. eşitliğinde F^α ürün fazın, F^γ ise ana fazın kimyasal serbest enerjisini temsil etmektedir. T_0 sıcaklığında iki fazın, kimyasal serbest enerjileri eşit ve farkları sıfırdır. Termodinamik etkiler ile oluşan martensitik dönüşümün başlayabilmesi için austenite kristalinin sıcaklığı, austenite ve martensite kristallerin kararlı buldukları denge sıcaklığının (T_0) altına düşürülmelidir. Kristal yapı yüksek sıcaklıklardaki kararlı durumdan, daha düşük sıcaklıklardaki kararlı duruma geçer ve austenite fazdan martensite faza dönüşüm gerçekleşir (40). Austenite ve martensite fazlar arasındaki serbest enerji farkı ($\Delta F^{\alpha-\gamma}$) sıcaklığın ve kompozisyonun fonksiyonudur (11).

Martensite faz dönüşümleri, çok kısa zaman aralığında ve austenite yapı içinde patlama şeklinde meydana gelir ve bu oluşum çok kısa bir sürede tamamlanırsa bu dönüşüm atermaldir. Eğer dönüşüm zamana bağlı olarak devam ederse bu dönüşüm izotermaldir. Martensite dönüşümün teorik düşünceleri atermal ve izotermal çekirdeklenme işlemleri süresince herhangi bir ayrıma sebep olmaz. Her bir teori reaksiyonun izotermalliğini ve atermalliğini kendi sınırları içinde açıklar. Çeşitli dış faktörler bazı alaşımlarda atermal ve izotermal işlemler üzerinde farklı etkilere sahiptir. Bu ise iki farklı martensite reaksiyonun varlığına neden olur. Atermal ve izotermal dönüşümlerin sıcaklık oranlarına bağlı durumları, kimyasal kompozisyon ve uygulanan işlemlerle ilişkilendirilir (49).

Austenite yapıya uygulanan zor, dönüşüm kinetiği üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Kaufman ve Cohen (11), Fe-Ni alaşımlarında austenite→martensite ve martensite → austenite reaksiyonları üzerine plastik deformasyon etkisini T_0 sıcaklığına benzer şekilde araştırmışlar ve bunun

yanında M_d ile A_d sıcaklıklarını da eklemiştir. Burada M_d deformasyonla başlayan austenite→martensite reaksiyonunda en yüksek sıcaklıktır. A_d ise yine deformasyonla başlayan martensite→austenite reaksiyonunda en düşük sıcaklıktır.

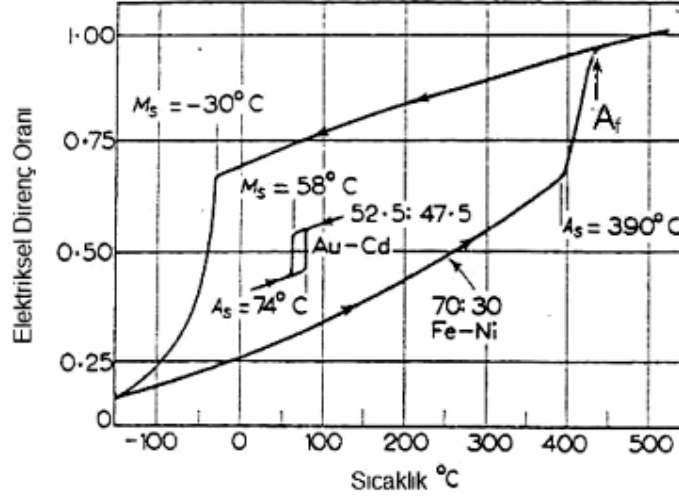
2.5. Martensitik Dönüşümlerin Tersinirliği

Martensitik dönüşümler belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliği gösterirler. Martensitik reaksiyonlar sıcaklık değişimi ile tersinir özellik gösterirlerse bu tür martensite'ler termoelastik martensite olarak isimlendirilir. Dış zorun uygulanması ile oluşturulan martensite'ler de tersinir özellik gösterebilirler. Bu şekilde tersinir özellik gösteren martensite'ler ise elastik martensite şeklinde isimlendirilir (50). Termoelastik dönüşümler ilk olarak Greninger ve Mooradian (1938) tarafından gözlenmiştir ve Kurdjumov ile Khandros (1949) termoelastik martensitik dönüşümleri detaylı olarak çalışmışlardır (50).

Isınmayla tersinir değişim genellikle orijinal kristal ile aynı büyüklükte, aynı şekil ve aynı dönme ile sonuçlanır. Tersinirlik, sıcaklık histerezisine ve M_s üstündeki bir sıcaklık da başlayan ters reaksiyona bağlıdır. Ayrıca tekrarlanan dönüşümlerde, soğumayla oluşan plakalar (tek kristaller) aynı büyüklük ve şekle sahip olup, orijinal kristalin aynı bölgelerinde görünür (30). Şekil 2.7'de Fe-%30Ni alaşımında elektriksel direncin sıcaklığa göre değişimi verilmiştir. Burada geri dönüşüm, sıcaklık–elektriksel direnç histerezis eğrisinden de görüldüğü gibi M_s sıcaklıklarının üstündeki sıcaklıklarda başlar ve A_f sıcaklığında sona erer. Termal yolla gerçekleşen martensite faz

dönüşümlerinde kristalin soğutulması sırasında elektriksel dirençte ani değişim gözlenir ve bu değişim M_s sıcaklığında başlar.

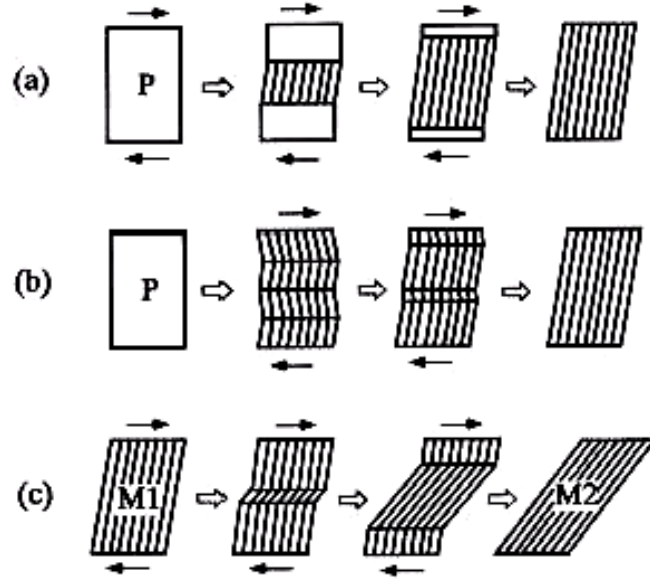
Dönüşüm tamamlandıktan sonra tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı vermek gerekir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik sıcaklıkta elektriksel dirençte ani bir değişim gözlenir ve işleme devam edilirse austenite faza geri dönüşüm tamamlanır (50).



Şekil 2.7. Termoelastik olmayan Fe-Ni alaşımı ve termoelastik olan Au-Cd alaşımında periyodik dönüşümlerin karşılaştırılması (50)

Elastik özellik gösteren martensite'ler şekil hatırlama olayında önemli etkiye sahiptirler. 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 deformasyonun termal etki ile yok edilmesi dönüşümün tersinir olma özelliğinin bir sonucudur (51-54).

Demir bazlı şekil hatırlamalı alaşıma dışarıdan uygulanan üç tip deformasyon biçimi ile tersinirlik özelliği açıklanabilir. Şekil 2.8'de bu modeller şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.8. 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 (54)

Şekil 2.8.a.'da dış zor ile martensite tabakanın oluşumu ve martensite tabakanın zor etkisi ile kalınlaşması şematik olarak gösterilmiştir. Isıtma ile austenite–martensite ara yüzeyinde geri oluşum başlar ve ana faza geri dönüşüm meydana gelir. Şekil 2.8.b.'de austenite faz M_f sıcaklığının altında bir sıcaklığa soğutulduğunda oluşan martensite varyantları zor etkisi ile büyür ve diğer varyantlarla birleşerek ürün fazı oluşturur. Büyümüş olan martensite

varyantlar termal etki ile ana faza geri dönerler. Şekil 2.8.c.'de uzun çubuklar şeklinde periyodik olarak yığılmış benzer martensite yapılarına zor uygulandığında, yeni martensite tabakalar meydana gelir. Isıl işlem ile (M2) martensite tabakası Şekil 2.8.b.'deki duruma benzer şekilde geri dönüşüm gösterir ve böylece orijinal faz ortaya çıkar (54).

Bununla birlikte şekil hatırlama özelliği Şekil 2.8.a.'daki şematik gösterimle meydana geliyorsa zor etkili martensite diye isimlendirilir ve reaksiyon tersinirlik gösterir. Demir bazlı birçok alaşımda zor etkili martensite faz dönüşümleri f.c.c.→b.c.c., f.c.c.→b.c.t. şeklinde meydana gelir. Şekil hatırlama olayı austenite–martensite ara yüzeyindeki dislokasyon hareketleri ile açıklanmaya çalışılmıştır (54). Bu tür özellik sergileyen alaşımlara Fe-Pd, Fe-Pt, Fe-Ni-C, Fe-Ni-Ti-Co, Fe-Ni-Cr ve Fe-Mn-Si örnek olarak verilebilir (55).

2.6. Martensitik Dönüşüme Dış Zor Etkisi

Zor veya termal etki ile austenite fazda meydana gelen mikroskobik hacim değişikliği dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olur.

Plastik deformasyonla austenite yapı martensite yapıya dönüşebildiği gibi bazı durumlarda martensite yapı bir başka martensite yapıya da dönüşebilir. Bir martensitik dönüşüm için zorun uygulanma sıcaklığının M_s sıcaklığının üstünde olması önemlidir. Bu sıcaklığın üzerinde bir sıcaklık aralığında austenite faza veya austenite ile martensite fazın her ikisinin olduğu karışıma 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 var olan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensite zor-etkili martensite olarak isimlendirilir. Bunun yanında dönüşüm, plastik deformasyon sonucu yeni çekirdeklenmeler oluşarak meydana geliyorsa bu şekilde oluşan martensite zorlanma-etkili martensite olarak adlandırılır. Zor etkili martensite'nin kinetiği; M_s sıcaklığına, alaşımın kompozisyonuna, austenite miktarına, austenite ve martensite sertliğine ve uygulanan zorun etkisine bağlıdır (39).

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 daralacaktır. Kaufman ve Cohen (11) yaptıkları deneysel çalışmada Fe-Ni alaşımları için; termal etkili dönüşüm sonucunda A_s ile M_s sıcaklık aralığı 400 °C iken, zor etkili dönüşüm için A_d ile M_d sıcaklık aralığı 75 °C'de sınırlı kalmıştır. Şayet dışarıdan 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 (56, 57).

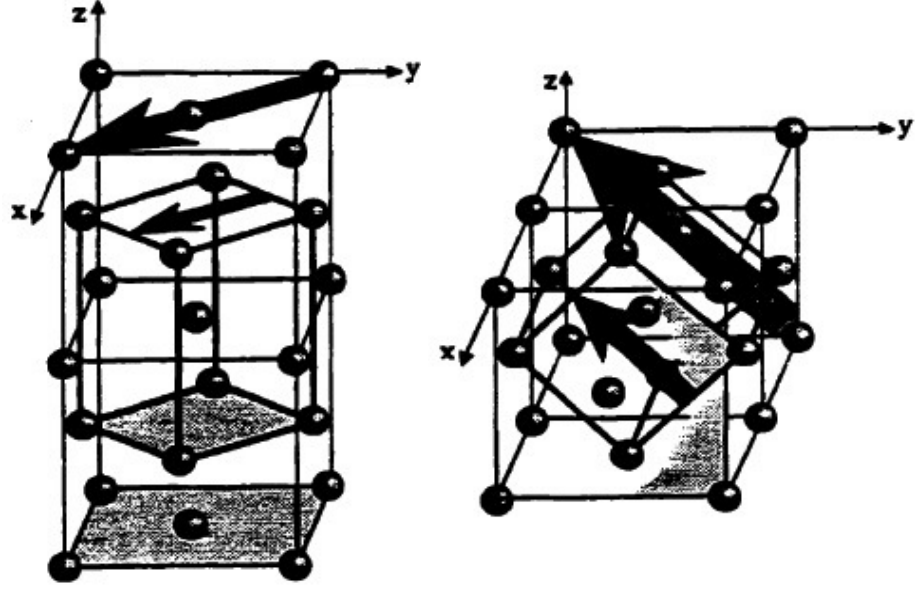
2.7. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Özellikleri ve

Teorileri

Martensitik dönüşümler; atomların komşulukları değişmeden sonuçlandığı için, martensite yapı ve ana yapı arasında değişmez bir arayüz (habit düzlemi), dönme bağıntıları ve dönüşüm hacminin şeklinde değişme meydana gelir. Ayrıca bu olay dönüşüm süresince meydana gelen atom hareketlerinin doğrudan bir sonucudur. Atom hareketleri bu yüzden kristalografik veriler ile ortaya çıkartılabilir (35).

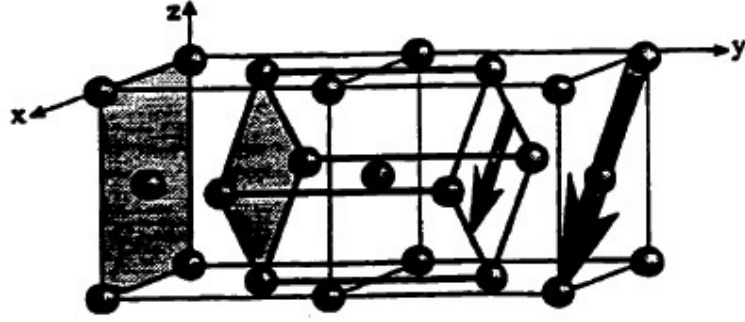
Diğer faz dönüşümlerinde olduğu gibi ana fazın içinde oluşan bu yeni faz çok küçük çekirdek halinde başlar. Çekirdeğin ve kinetiğin problemleri önceleri ele alınmış ve çok iyi şekilde tartışılmıştır. Ancak bu problemlere kristalografik yönden yaklaşım, ince metal film elektron mikroskopisi kullanılına kadar iyi bir şekilde yapılamamıştır (58).

Martensitik dönüşümde atomların hareketini tanımlayan ilk çalışma Bain (59) tarafından yapılmıştır. Bir başka ifadeyle austenite-martensite faz dönüşümünde; atomların komşuluklarını koruyarak, bir kristal yapıdan başka bir kristal yapıya nasıl geçebileceğini gösteren ilk kristalografik model bu çalışmayla ortaya atılmıştır. Bu modelde; çelikte yüz merkezli kübik (f.c.c.) örgüden cisim merkezli tetragonal (b.c.t.) örgüsünün nasıl oluşabileceği hakkında bir mekanizma önerilmiştir (35). Yüzey merkezli kübik yapı olarak tanımlanan austenite, bir $c:a$ ($\sqrt{2}:1$) aksenal oranı ile hacim merkezli tetragonal örgü olarak da düşünülebilir (60). Bu dönüşüm üç farklı yolla gösterilir (Şekil 2.9.).



a) $(001)_\gamma // (001)_\alpha$
 $[100]_\gamma // [1\bar{1}0]_\alpha$

b) $(001)_\gamma // (100)_\alpha$
 $[100]_\gamma // [0\bar{1}1]_\alpha$



c) $(001)_\gamma // (010)_\alpha$
 $[100]_\gamma // [10\bar{1}]_\alpha$

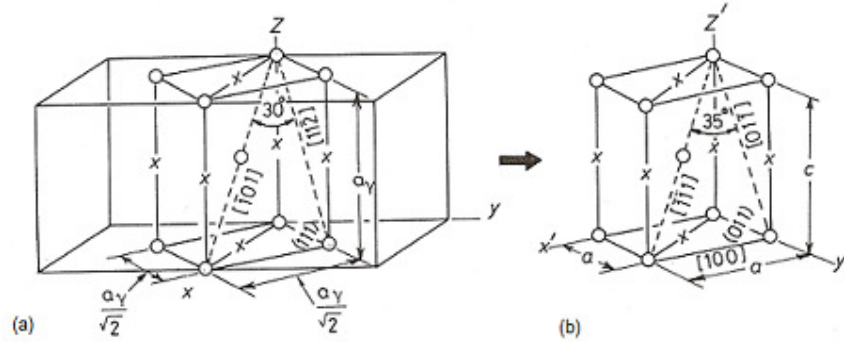
Şekil 2.9. Austenite yapıdan farklı 3 yolla martensite yapının elde edilmesi (60)

Bu dönüşüm, f.c.c. kristalinde $\langle 100 \rangle$ doğrultulu 3 eksenin her birinin 45° lik dönmesiyle ifade edilir. Bain mekanizmasındaki kristal düzlemler ve yönelimlerdeki uygunluk bağıntısı; $\{001\}_\gamma // \{001\}_\alpha$ ve $\langle 100 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$

şeklinde ve bu dönme bağıntısı mümkün olan üç değişkenle ifade edilir (60).

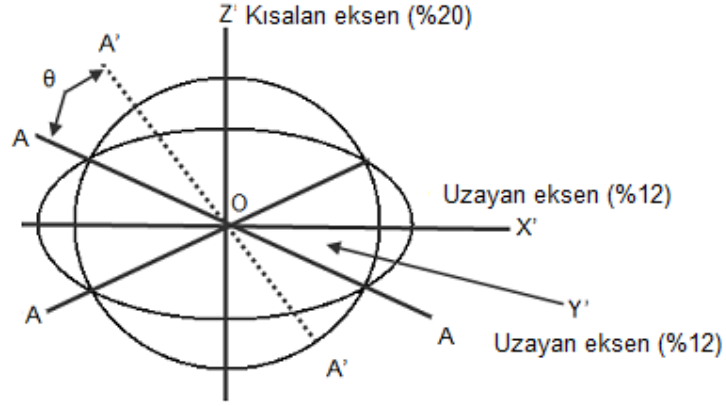
Bu modelle Bain, ana örgüde minimum zorlanma ve minimum atomik hareketlenme ile f.c.c. örgüde b.c.t. örgüsünün nasıl oluşabileceğini göstermiştir. Bu gösterimle f.c.c. ve b.c.c. birim hücrelerinin x, y, z ve x', y', z' ile temsil edilen başlangıç ve bitiş koordinatları kullanılır (61).

Bu modele göre, f.c.c. kristal yapıya sahip atomlar komşuluklarını korur. Ancak aralarındaki uzaklıklar x' ve y' eksenleri doğrultusunda belirli bir oranda artarken, z' eksenini doğrultusunda azalarak, cisim merkezli tetragonal (b.c.t.) yapıya geçebilir. Bu örgü bozunumu sonucunda martensite birim hücresinde z -ekseni boyunca yaklaşık %20' lik azalma, x ve y eksenini boyunca ise %12' lik artma elde edilmiştir (Şekil 2.10.).



Şekil 2.10. Bain'e göre örgü bozulması (61)

F.c.c. yapısı birim yarıçaplı bir küre ile temsil edilirse, Bain bozulmasından sonra iki ekseninde (x' ve y') %12 lik genişleme ve üçüncü ekseninde (z') %20 lik büzülme ile bir elips oluşur. Ele alınan kürenin ilk hali ve dönüşüm sonrası meydana gelen bozulma Şekil 2.11'de gösterilmiştir.



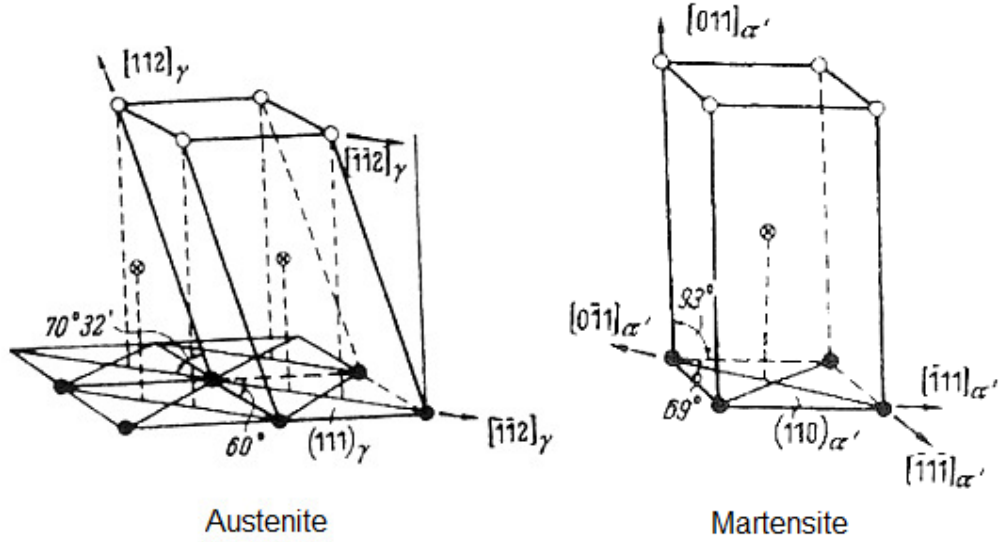
Şekil 2.11. Bain deformasyonunun küre ile gösterimi (61)

Bain bozulmasıyla bu düzlemde sadece OA veya $O'A'$ vektörleri uzamaz veya kısalmaz. Ayrıca f.c.c. yapıda bulunan ve dönüşüm sonucu bozulmayan bir düzlem için, bozulmamış bir OY' vektörü (diyagrama dik) zorunludur. Bu açıkça doğru değildir ve bu yüzden bozulmayan bir düzlem içeren Bain dönüşümü, dönüşümün beraberinde getirdiği gereksinimleri tamamlamaz. Bu da martensitik dönüşümlerin kristalografik teorisine ek bir bozulma postulatı eklenmesini gerekli kılmıştır. Bu Şekil 2.11. de gösterildiği gibi OA düzleminde θ kadar az bir dönme yapan y' nün sifıra uzantısını kısaltır. Bu ikinci deformasyon ikizlenme veya kayma dislokasyonlarının meydana gelmesine sebep olur (61).

Bain tarafından ortaya atılan bu ilk model, uzun yıllar austenite martensite faz dönüşümlerinin kristalografisini açıklamada yeterli sanılmıştır. Ancak daha sonra çeşitli araştırmacılar, dönüşümün bu kadar basit olmadığını gösterdiler. Atom hareketlerinin teorisinin gelişimindeki sonraki aşama ise, ana ve martensite fazlar arasında var olan değişmez düzlem ve dönme bağıntılarının belirlenmesidir (35).

%1,4 karbonlu çelik alaşımında martensite ve austenite arasındaki dönme bağıntısını ilk olarak Kurdjumov ile Sachs belirlediler ve bu bağıntı ile dönüşüm mekanizmasının belirlenebileceğini önerdiler (35). Bu mekanizma ile martensite'in $(111)_A$ $[\bar{1}\bar{1}2]_A$ ve $(1\bar{1}2)_M$ $[\bar{1}11]_M$ iki ardışık kesme ile oluştuğunu belirlediler (35). Ayrıca bu mekanizma, yapı ve dönme bağıntısını doğrulamaya öncülük etmiştir.

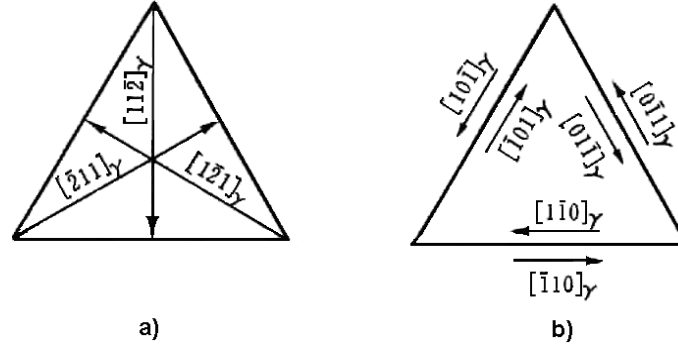
Nishiyama Fe-%30Ni alaşımında Kurdjumov ve Sachs'ın bulduğu dönme bağıntısından biraz farklı olan yeni bir dönme bağıntısı buldu ve bunun dönüşümün mekanizmasını önerdi (35). Nishiyama bu dönüşümün $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 11\bar{2} \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme ile meydana geldiğini kabul etti. Bu ilk adım Kurdjumov-Sachs mekanizması ile aynıdır. Ancak Kurdjumov-Sachs'ın ikinci kesmesi, istenilen kübik yapıyı yaklaşık olarak üretmesine rağmen, Nishiyama bağıntısındaki $[\bar{1}\bar{1}2]_A$ yönelimi $[\bar{1}\bar{1}0]_M$ yönelimine paralel olduğu için bu durum izin verilebilir değildir. Bu yüzden Şekil 2.12.' de gösterilen Kurdjumov-Sachs mekanizmasında meydana gelen ikinci kesmeyle sonuçlanan ana yapıya ait açının 60° den $70^\circ 38'$ ya büyümesiyle, Nishiyama mekanizması da "yeniden düzenleme" (readjustments) ile sonuçlanmalıdır (35).



Şekil 2.12. Austenite'den martensite'e (b.c.t.) dönüşüm için Kurdjumov-Sachs'ın önerdiği atom hareketleri (35)

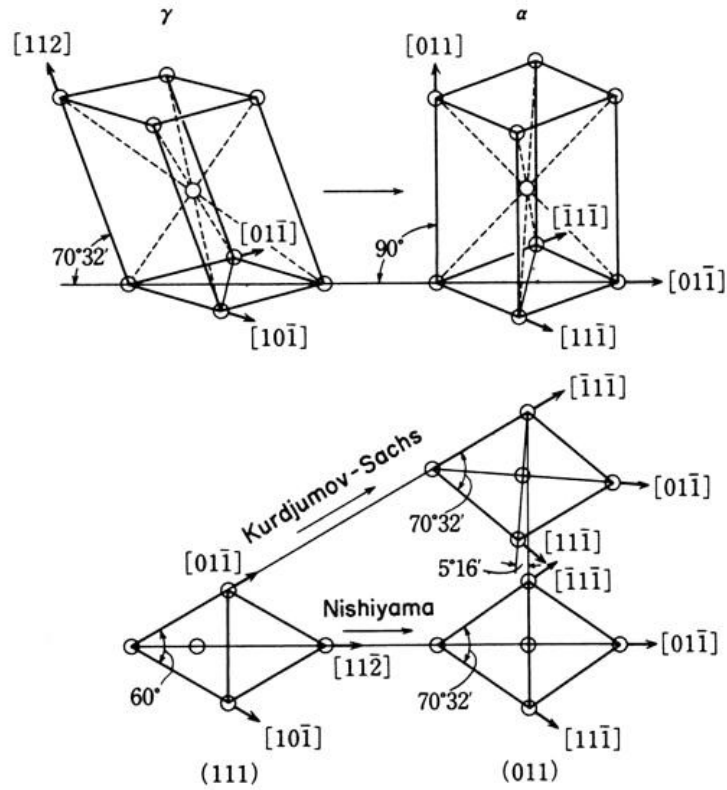
Fe-Ni alaşımlarında iki yapı arasındaki ilişki ise $(111)_\gamma // (011)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}2]_\gamma // [0\bar{1}1]_\alpha$ şeklinde verilir. Bu yönelim ilişkisi, Nishiyama (N) yönelim ilişkisi olarak bilinir. Nishiyama ilişkisinde $(111)_\gamma$ düzlemi en az dört düzlemden birisine paralellik gösterir. Bu düzlemler (111) , $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ ve $(11\bar{1})$ dir.

Şekil 2.13.a.'da gösterildiği gibi bir düzlemde üç doğrultu seçilebilir. Böylelikle α kristal yapısı γ kristal yapısı içinde 12 farklı yönelime sahip olabilir (5, 61). K-S ilişkisinde ise dört çeşit düzlem kıyaslanabilir. Fakat bir $(111)_\gamma$ düzleminde eşdeğer altı kesme doğrultusu yer alır ve Şekil 2.13.b.'de gösterildiği gibidir. Oluşan bu üç çift kesme doğrultularında, çiftleri oluşturan kesme doğrultuları birbirlerine zıttır. Böylece Şekil 2.13.b.'de gösterildiği gibi K-S ilişkilerinde 24 değişik durum vardır.



Şekil 2.13. $(111)_\gamma$ düzlemindeki kesme doğrultuları **a.** N ilişkisi, **b.** K-S ilişkisi (5)

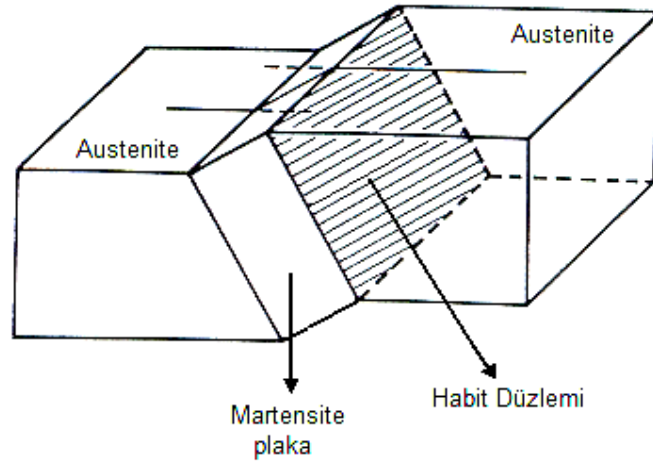
Martensitik dönüşümün gerçekleşmesi için, f.c.c. yapının sıkı paket düzlemlerine Şekil 2.14.' de görüldüğü gibi uygulanacak küçük bir kesme bu iş için yeterlidir.



Şekil 2.14. Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama'nın ileri sürdüğüleri $\gamma \rightarrow \alpha$ dönüşümlerinde kesme mekanizmaları arasındaki ilişki (5)

Kurdjumov-Sachs tarafından önerilen kristalografik dönme bağıntısına göre, austenite yapının $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 110 \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme (ikizlenme veya kayma) ile, Nishiyama tarafından önerilen bağıntıya göre ise $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 112 \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme ile dönüşümün gerçekleşebileceği öngörülmüştür. Bu modeller her ne kadar tüm dönüşüm şekilleri için genelleştirilemedilerse de, yine de olayın kristalografisini açıklamada kısmen başarı elde edilmiştir.

Martensite faz dönüşümlerinin kristalografik özellikleri üzerine yapılan çalışmalarda, iki kristalografik yapı arasında sınır özelliği taşıyan, bozulmamış ve dönmemiş olan düzlem, alışım (habit) düzlemi olarak isimlendirilir (Şekil 2.15.).



Şekil 2.15. Alışım (habit) düzlemi (62)

Dönüşümden sonra meydana gelen makroskobik değişim kristalin dış yüzeyinden de kolayca gözlenebilir (5, 63, 64). Martensitik dönüşüm sırasında, verilen bir tane içinde bütün plakalar sınırlı yönelimlerde büyür. Eğer martensite yaklaşık olarak ses hızına yakın hızda büyürse ara yüzeyde

çok çeşitli yüksek hareketli dislokasyon gerektirir. Bu problem austenite düzlemi üzerindeki yüksek hareketli bir arayüzeyin hareketi ile açıklanır, fakat daima dislokasyon kayması ile ilişkilendirilmez. Başka bir ifade ile martensite alışım düzlemi veya büyümesi makroskobik bozulma olmadan meydana gelir. Alışım düzlemi dönüşüm süresince değişmeyen; hem martensite hem de austenite içinde bütün açı, yön ve ayırmaların ortak olduğu bir düzlemdir. Greninger-Troiano'nun (2), alışım düzleminin austenite'nin küçük miller indisli düzlemlerinden birisi olduğu şeklindeki ölçümlerine karşın, daha sonraki ölçümler, büyük indisli düzlemlerin de alışım düzlemi olabileceğini kanıtlamıştır (65).

Fe-Ni-C alaşımlarında ise muhtemel yönelimler K-S ve N yönelimlerinden çok az bir farklılık gösterir ve

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

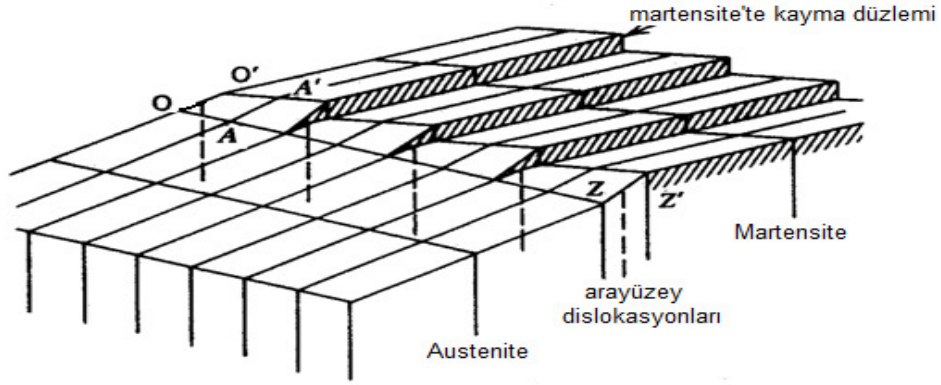
yönelim ilişkisi Greninger-Troiano (G-T) dönme bağımlılığı olarak isimlendirilir (5).

Martensitik dönüşümün kristalografisi üzerine geliştirilen teorilerin çıkış noktası değişmez düzlem zorlanmasıdır. Çünkü dönüşüme ait kristalografik özellikler ancak değişmez düzlem zorlanması ile tanımlanabilmiştir. Kristalografik teoriler, değişmez düzlem zorlanmasını temel alarak yönelim bağıntıları, alışım düzlemleri, şekil değişimi ve diğer dönüşüm karakteristiklerini açıklamışlardır (66).

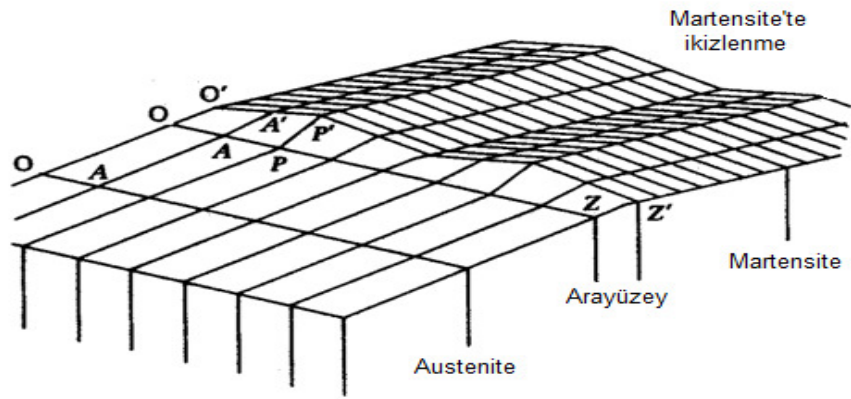
Bain'den sonra "klasik" veya "tek bozulmalı" teoriler şeklinde de bilinen ilk kristalografik martensite teorileri Wechsler, Lieberman ve Read (67) ile Bowles ve Mackenzie (68-71) tarafından geliştirilmiştir. Bu teoriler,

austenite-martensite dönüşümü tamamlandıktan sonra, iki kristal yapı arasında dönme ve bozulmaya uğramamış bir düzlemin bulunduğunu varsayar. Farklı olarak, Bowless ve Mackenzie teorisine göre, alışım düzlemi üzerindeki atomların, bu düzlemde kalırken konumlarını çok küçük boyutlarda yer değiştirdikleri varsayılır. Bu yer değiştirme "açılma parametresi" ile ayrı bir serbestlik derecesi içerir. Bu şekilde kullanılan matematiksel yaklaşımlar farklı olmakla birlikte, iki teori de birbirinin aynısıdır. Bu teorilere göre, Bain modeline uygun bir zorlanma ile elde edilen şekil değişimden sonra ürün kristal yapı, kristal örgüyü değiştirmeyen ilave zorlanma ve dönmeye uğrayarak, dönme ve bozulmaya uğramamış bir ara düzlemin oluşmasını sağlayabilir. Kristal örgüyü bozmayan şekil değişiminin ikizlenme veya kayma olabileceği de teorilerde önerilmektedir.

Plastik deformasyon sonucunda, bir kristal örgü boyunca dislokasyonlar hareket eder ve bunun sonucunda kayma meydana gelir (72). Cahn (73), katının uygun bir bölümünde birlikte temsil edilen iki kristalin bazı kristalografik eksen veya düzlem çevresinde simetriye bağlı olarak yerleşmesini kristal örgülerin ikizlenmesi olarak tanımlar (74). Şekil 2.16.'da kayma ve ikizlenme şematik olarak gösterilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 2.16. Örgü deformasyonunun iki türünün şematik gösterimi:

a. Kayma b. ikizlenme

Klasik teorilerin önerdikleri modelde, dönüşüm sırasında, Bain modeline uygun bir kristal yapı değişimi, kristal örgüsünü değiştirmeyen bir şekil bozulması ve iki kristal yapı arasında bir dönme olduğu varsayılmaktadır. Wechsler-Lieberman-Read (WLR) bu şekilde belirlenen dönüşüm için; F toplam şekil değişimini (toplam şekil deformasyonu), B Bain değişimini (zorlanmasını), S basit kesme zorlanmasını, R katı cismin dönmesini temsil edecek şekilde ve F, B, S, R nicelikleri (3x3) matrisleri ile

gösterilmek üzere; $F = RBS$ şeklinde vermişlerdir. Bowles-Mackenzie (BM) teorisi ise mekanizma olarak WLR teorisine benzer ancak hesaplama üstünlükleri sağlayacak şekilde oluşturulur. Bowles-Mackenzie teorisinde ana yapı $FC = RB$ şeklindedir. Burada C tamamlayıcı kesmedir. R, B ve F ise WLR teorisinde tanımlandığı gibidir. Çeliklerde $\{225\}$ alışım düzlemine sahip martensitik dönüşümlere klasik teoriler başarılı şekilde uygulandı. Ancak teorik hesaplamalara paralel olarak, $\{225\}$ martensite'lerin farklı kesme elemanları içerdiği geçirmeli elektron mikroskopuyla belirlendi. Klasik teorilerde ortaya çıkan bu aksaklıkları açıklayabilmek amacı ile, Ross ve Crocker (75) ile Acton ve Bevis (76) aşağı yukarı aynı tarihlerde ve birbirinden bağımsız olarak, "iki kesmeli" kristalografik martensite teorileri olarak bilinen yeni teoriler geliştirdiler. Bu teorilerde, toplam şekil değişimini oluşturan bileşenler klasik teorilerdekinin aynısı olmakla birlikte kristal örgüyü değiştirmeyen şekil bozulmasının iki tane olabileceği düşünülmüştür. Böylece klasik teorilerde S ile verilen bir tek zorlanma, yeni teorilerde S_1 ve S_2 gibi iki zorlanmadan oluştu. Ross ve Crocker (75) ile Acton and Bevis (76) teorilerinin B Bain değişimini ve R dönmesini de içerdiği düşünülürse, bu teorilerde toplam şekil değişiminin $F; F = RBS_1S_2$ olarak verildiği görülebilir. Bunun yanında, Cu-%15Sn alaşımında oluşan martensite yapının kristalografisi üzerine yapılan çalışmada ise, ne tek kesme (ya da tek bozulma) teorileri ne de çift kesme teorileri, bu alaşımda gözlemlenen şekil zorlanmasını açıklayamadı. Bu nedenle "çok kesmeli" martensitik dönüşüm modeli Wayman (66) tarafından geliştirildi.

2.8. Kayma ve İkizlenmenin Kristalografisi

2.8.1. Kaymanın Kristalografisi

Plastik deformasyon sonrası parlatılmış bir metal kristalinin yüzeyinde bulunan paralel çizgilerin bir veya daha fazla setine kayma çizgileri denir. Bir düzlemde kesme doğrultusu kayma doğrultusu olarak, kaymanın gerçekleştiği kristalografik düzlemlerde kayma düzlemleri olarak adlandırılır (72).

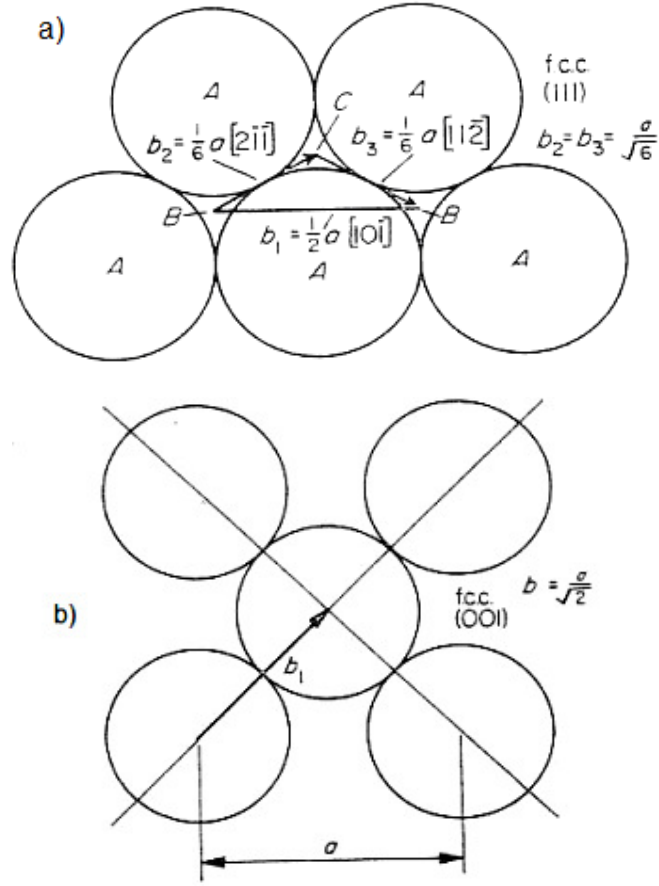
Yüz merkezli kübik yapıda, sekiz yüzeyle $\{111\}_y$ düzlemleri ve $\langle 110 \rangle$ doğrultuları sıkı paketli sistemlerdir. F.c.c. birim hücrelerinde $\{111\}_y$ düzlemleri 8 adettir. Bunun yanında küpün karşıt köşelerindeki düzlemler birbirlerine paraleldir. Bu yüzden bu bölgede sekiz yüzeyle düzlemlerin sadece 4 takımı vardır. $\{111\}_y$ düzlemlerinin her biri 3 adet $\langle 110 \rangle$ doğrultusunu içerir. Böylece f.c.c. örgüde 12 kayma sistemi mümkündür (77).

Bir küp yüzeyinin merkezinde ve küpün köşesinde bulunan atomlar arasındaki vektör olarak bilinen $\frac{1}{2}a\langle 110 \rangle$ vektörü en kısa örgü vektörüdür.

Heidenreich ve Shockley bir tam dislokasyonun kısmi (parçalı) veya kusurlu olarak ikiye ayrılabilceğini önermiştir (72).

$\frac{1}{2}a\left[10\bar{1}\right] \rightarrow \frac{1}{6}a\left[\bar{2}\bar{1}\bar{1}\right] + \frac{1}{6}a\left[11\bar{2}\right]$ şeklinde ayrılan bir tam dislokasyon Şekil

2.17'de verilmiştir.



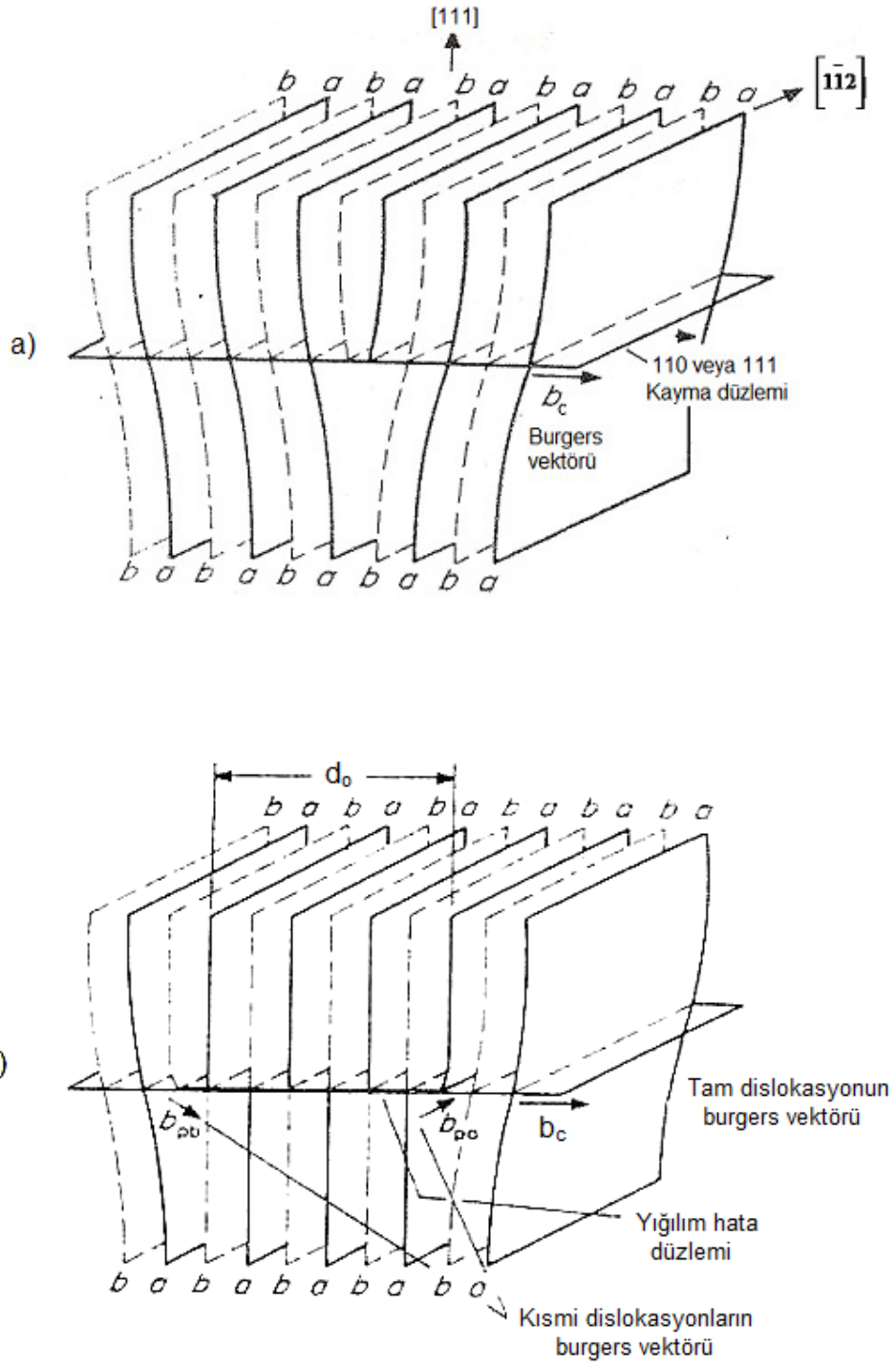
Şekil 2.17. Yüz merkezli kübik (f.c.c.) örgüde kayma vektörleri (72)

Yüz merkezli kübik örgüde $\{111\}$ sıkı paketli düzlemlerin düzenlenişi ABCABCABC şeklinde verilebilir. Burada ABC harfleri katmanları belirtir ve dördüncü katmanda birinci katmana benzer şekilde yerleşir. Eğer üçüncü katman birinci katmana benzer şekilde yerleşecek olursa ardışık ABABAB katmanları ortaya çıkar. Bu durum ise kristalde bir başka sıkı paketli yapının varlığını mümkün kılar. Örnek olarak yüz merkezli kübik kristalde birbirini takip eden ABCACACBCA şeklinde sıkı paket hegzagonal CACA düzlemlerini içeren bölgesel bir değişim olursa bu olay yığılım hatası (stacking fault) olarak bilinir. Benzer şekilde hegzagonal bir yapıda da

ABABCABAB şeklinde sıralanma ile f.c.c. tipinde bir yığılım hatası olabilir (72).

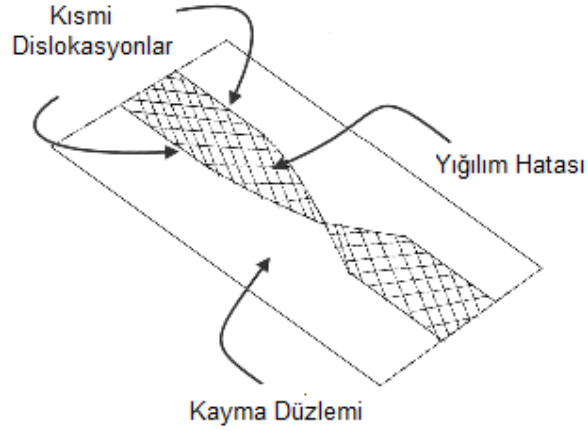
Şekil 2.17.a'da 'B' deki atomlar b_1 vektörü ile 'B' konumuna geçerse sıkı paketli yapı korunur. Ancak b_2 vektörü yönünde bir kayma olursa 'B' konumundaki atomlar 'C' konumuna geçer. Bu durumda ABCACABC şeklinde katmanların yeni düzenlenişiyle sıkı paketli yapıda bölgesel bir değişiklik üretilir ve Heidenrech-Shockley'in önerdiği kısmi dislokasyon gerçekleşerek $\frac{1}{2}a[10\bar{1}]$ tam dislokasyonu $\frac{1}{6}a[2\bar{1}\bar{1}]$ ve $\frac{1}{6}a[1\bar{1}\bar{2}]$ kısmi dislokasyonlarına bölünür (72).

Tam dislokasyonun bu şekilde kısmi dislokasyonlara bölünmesiyle kısmi dislokasyonların arasında yığılım hatalı bölgeler oluşur. Bu oluşum Şekil 2.18.a. ve 2.18.b.' de gösterilmiştir.



Şekil 2.18. Bir f.c.c. örgüde kenar dislokasyonu: a. Kısmi b. Tam (72)

(110) düzlemlerinin bir serisiyle gösterilen bir f.c.c. örgü için 110 dislokasyon yapısı ABABAB paketli normal kayma düzlemine sahiptir. Bu sıkı paketle temsil edilen kenar dislokasyonlu yapı (110) yöneliminde 2 ekstra yarım düzleme sahip olmak zorundadır. Eğer bir d_0 uzaklığıyla yarım düzlemli (110) dislokasyonları birleşirse bu bölge arasında yığılım hatası oluşur. Şekil 2.19'da yığılım hatasının şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.19. Yığılım hatasının şematik gösterimi (77)

Yığılım hatası birim alan başına γ enerjisine sahiptir. Bu enerji iki kısmi dislokasyon arasındaki itici kuvvete karşılık gelen bir yüzey gerilmesi olarak kabul edilir. Böylece d_0 dengeli bölünme uzaklığına ulaşılır.

Seeger kısmi dislokasyonların d_0 uzaklığıyla dengeli olarak bölünmesini boyutsuz bir parametre olan $\frac{\gamma c}{Gb^2}$ ile tanımlamıştır. Burada γ yığılım hata enerjisi, G kayan düzlemin kesme modülü ve b kayan komşu

düzlemlerin bölünmesidir. Eğer bu parametre 10^{-2} değerinden büyük olursa d_0 b'ye eşit olur ve malzeme yüksek yığılım hata enerjisine sahip olur (72).

B.c.c. yapı f.c.c. veya h.c.p. yapıları gibi sıkı paket değildir. Buna göre b.c.c. yapıda, f.c.c. yapıdaki (111) ve h.c.p. yapıdaki (0001) düzlemleri gibi atomik yoğunluğun baskın bir düzlemi yoktur. B.c.c. yapıda $\langle 111 \rangle$ doğrultusu f.c.c. ve h.c.p. yapılardaki $\langle 110 \rangle$ ve $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ doğrultuları gibi sıkı paketlidir. Bundan dolayı b.c.c. metallerde kayma işlemi, kaymanın genel kurallarına uygun olarak, yapının sıkı paket doğrultusunda $\langle 111 \rangle$ gerçekleşir. Ancak b.c.c. metalleri birçok metalden farklı olarak, tanımlanan bir tek kayma düzlemine sahip değildir. B.c.c. metallerde kayma doğrultusu her zaman $[111]$ doğrultusu iken, kayma düzlemleri $\{110\}$, $\{112\}$ ve $\{123\}$ olarak bulunmuştur. Bu yapılarda 48 mümkün kayma sistemi vardır, ama f.c.c. yapıdaki gibi sıkı-paket olmadığı için, kayma işlemi genelde yüksek kesme zorlarını gerektirir (77).

2.8.2. İkizlenmenin Kristalografisi

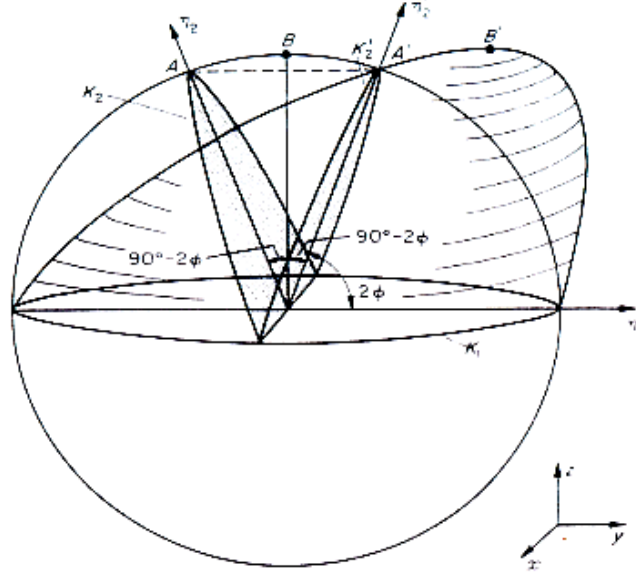
Bowles ve Mackenzie (68) tarafından verilen değişmez düzlem zorlanması, martensitik dönüşümlerin kristalografik teorisinde önemli bir yer tuttu ve bu zorlanma;

$$S = I + dp' \quad (2.9)$$

eşitliği ile verildi

WLR ve BM teorilerinde ikizlenme düzlemi ve doğrultusunun bilindiği varsayılıyordu. Ancak doğrudan gözlemlerle sadece ikizlenme düzlemi belirlenebilirken ikizlenme doğrultusunun hesaplanması gerekiyordu. Bu ise simetri yardımıyla mümkün olabildi ve bu nedenle ikizlenme düzlemi ve doğrultusu için uygun bir kristalografik eşitlik sağlandı (Eşitlik 2.9). Buna göre; ikizlenme düzlemi, ilk yapıda bulunan simetrik bir düzlemden üretilmek zorundadır. Bunun yanında, ikizlenme düzlemine bitişik olan ikizlenme doğrultusu artık tamamen belirlenebildi (69).

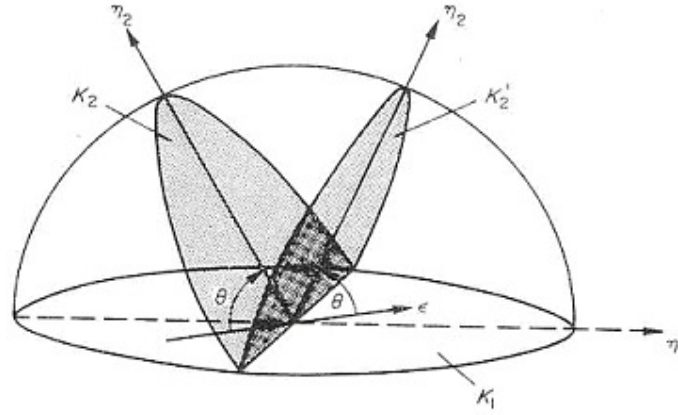
Metallerde deformasyonun baskın bir biçimi ikizlenme değildir ancak sınırlı kayma sistemlerine sahip metallerde oldukça önemlidir. İkizlenme birbirlerine bağlı atomların sadece bir bölümünün özel olarak işbirlikli hareketidir. İkizlenme geometrisi Şekil 2.20.'de verilmiştir. Küresel bir tek kristal gözönüne alınırsa ikizlenme oluşumu daha iyi anlaşılabilir. Burada K_1 ekvator düzlemi olarak ikizlenme düzlemi ve η_1 kesme doğrultusudur. İkizlenme için ayrılan üst yarı küre bozulma sayesinde elips şeklini alacaktır. Bozulmaya uğramamış sadece iki düzlem içeren ve Şekil 2.20.'de yarı dairesel bölgede olan ikizlenme düzlemi k_1 ile aynı açığa sahip bozulmaya uğramayan diğer bir düzlem k_2 görülmektedir. İkizlenme dönüşümünün önemli kriteri dönüşüm öncesi aynı açığa sahip k_1 ile k_2 düzlemlerinin dönüşümden sonrada aynı açığa sahip olmalarıdır (72).



Şekil 2.20. İkizlenme geometrisi (72)

Birim yarıçapta bir küreyi ele alırsak kesmenin büyüklüğü (S), BB' uzaklığıyla verilir ve bozulmamış düzlemler arası açı 2Φ ile gösterilirse $S = 2 \cot 2\phi$ eşitliğiyle hesaplanabilir.

Sonuçta iki bozulmamış düzlem bulunuyorsa düzlemler arası açının ölçülmesiyle ikizde kesme zoru hesaplanabilir. İkizlenme bölgesinin dönme açısındaki değişme ikizlenme dönüşümüne neden olurken, kristalin yapısı veya simetrisi değişmez. İkizlenme bölgesinde dönüşüm öncesi ve sonrası aynı açı ve büyüklüğe sahip 3 tane örgü vektörü bulunmalıdır. Bu özellik birim hücrenin boyutunu ve şeklini değiştirmez (72). Bu sabit vektörler Şekil 2.21'de gösterilmiştir.



Şekil 2.21. İkizlenmede sabit vektörler (72)

Malzemenin kristal yapısını ve simetrisi koruyan kesmenin 3 modu vardır. Bunlar

1. Birinci tür ikizler
 K_1 düzlem oranlı, η_2 doğrultu oranlı
2. İkinci tür ikizler
 K_2 düzlem oranlı, η_1 doğrultu oranı
3. Birleşik ikizler
 K_1 ve K_2 oranlı, η_1 ve η_2 oranlı

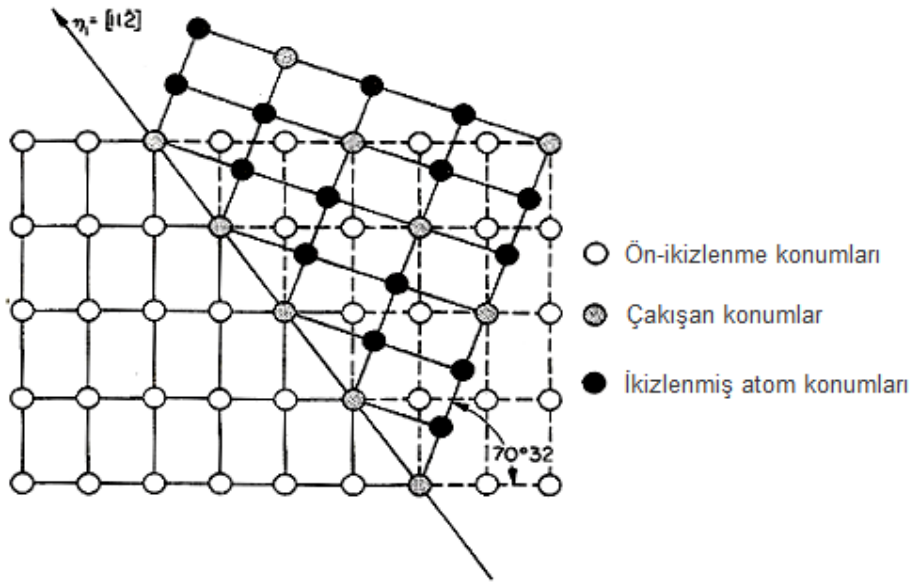
İkizlenme süresince örgüdeki dönmenin tam doğası, ikizlenme bölgelerindeki ikiz türlerine bağlıdır (72).

2.8.2.1. F.C.C. Yapıda İkizlenme

Bütün yüz merkezli kübik metallerde, ikizlenme doğrultusu $\langle 112 \rangle$ iken, ikiz düzlemi sıkı paket $\{111\}$ düzlemleridir ve kaymada bu düzlemlerde olur. Deformasyonla yeteri kadar yüksek bir seviye için kesme zoru yükseldikten sonra ikizlenme düzlemi öncelikli (111) kayma düzleminde oluşur. Elektron

mikroskop gözlemlerine göre ikizlenmiş bölge çok sayıda ikiz bantları içerir. Bu bantların genişliği 5000 Å kadardır ve ikizlenmiş bölge hacminin yaklaşık %50'sini oluşturur (72).

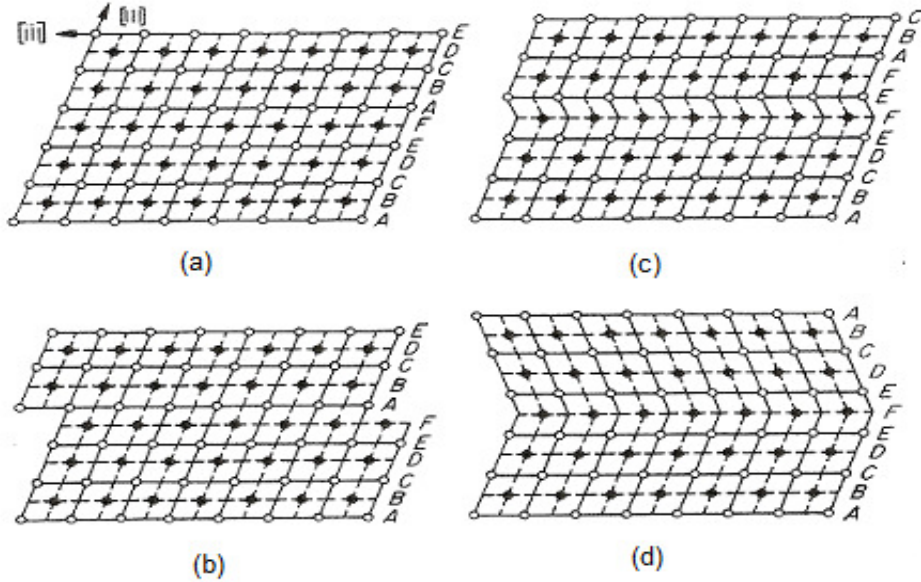
Sıkı paket $\{111\}$ düzlemlerinin ardışık yığılımındaki değişimler ile ikizler oluşur ve bu yığılım hataları dislokasyon ayrılmalarıyla kolayca meydana gelir. Yüz merkezli kübik metallerde ikizlenme işleminin geometrisi iyi kurulmuştur. Kesme, ABCABCABC olarak paketlenmiş $\{111\}$ düzlemlerinde ve $\langle 112 \rangle$ doğrultularındadır. Bir ikizin oluşumu katmanların ABCABACBA ardışık sıralanmasıyla meydana gelir. Okla belirtilen kısım, kristalin ikizlenmemiş bölgesindeki zıt yığılımları içeren ikiz sınırını belirtmektedir (72). Şekil 2.22'de bir f.c.c. örgüde ikizlenmenin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.22. Bir f.c.c. örgüde ikizlenme geometrisi (72)

2.8.2.2. B.C.C. Yapıda İkizlenme

Birçok cisim merkezli kübik yapıdaki metallerde deformasyon boyunca ikizler oluştuğu bilinmektedir. Sistematik bilgilerin çoğunluğu demir üzerine yapılan çalışmalardan elde edilmiştir. Cisim merkezli kübik kristallerde ikizler genelde ince ve uzundur. Nadiren $5 \cdot 10^{-4}$ cm' den kalındır, çünkü bu bölgede büyük bir kesme zorlanması ikizlenmeye eşlik eder. İkizlenme düzlemi çoğunlukla $\{112\}$ düzleindedir ve kesmenin doğrultusu $\langle 111 \rangle$ doğrultusudur (72). Şekil 2.23'de bu işlemin şematik gösterimi verilmiştir. İkizlenme düzlemleri ardışık ABCDEFABCDE... şeklinde paketlenmiştir. Eğer $\frac{1}{6}a \begin{bmatrix} - \\ - \\ 111 \end{bmatrix}$ yer değiştirmesi üretilirse (Şekil 2.23.c.), yığılım hatası ABCDEFEFABC... şeklinde oluşur.



Şekil 2.23. B.c.c. örgüde ikizlenme (72)

2.9. Kullanılan Deneysel Teknikler

2.9.1. Mössbauer Spektrometresi Sistemi

Mössbauer spektroskopisi teknikleri fen bilimlerinin birçok alanında çeşitli bilgiler sağlamaktadır. Mössbauer spektroskopisi nükleer gama rezonansı spektroskopisi olarak da bilinir. Atomların çekirdeklerinde gama ışınları soğurulması çalışmalarında kullanılan bir tekniktir. Bu teknik bazı elementlerin atomlarının fiziksel ve kimyasal özelliklerini hassas bir şekilde açıklar.

Kırk yılı aşkın zaman boyunca Mössbauer spektroskopisi bilimin pek çok dalında karanlıkta kalan kısımları aydınlatmada önemli rol oynamıştır. Bu spektroskopik metot özellikle nükleer fizik ve katıhal fiziği arasındaki olguların keşfinde temel olarak kullanılmıştır. Günümüzde ise bu metot; kimya, metalurji, jeoloji, biyoloji, biyofizik ve jeokimya alanlarında yapılan çok geniş deneysel çalışmalara kadar yayılmıştır.

Bu teknik özellikle nükleer fizikte çekirdek momenti bilgisiyle, ince yapı modelinin anlaşılmasında önemli katkıda bulunmuştur (78). Kimyada ise organik metallerin yüzeylerinde meydana gelen aşınmadaki yüzey çalışmalarına, katıhal fiziğinde ise faz dönüşümlerine kadar birçok konudaki çalışmalarda önemli rol oynamıştır.

Mössbauer deneyi genel olarak radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, sürücü sistem ve soğurucudan geçen gama ışınlarını sayan bir dedektörden meydana gelir. Radyoaktif kaynak olarak yani gama kaynağı olarak genellikle uyarılmış durumdaki kararlı izotoplar kullanılır. Mössbauer olayı yaklaşık 65

izotopla gözlenmiştir (78). Fiziksel metalurjinin çok önemli elementi olan ^{57}Fe izotopu, Mössbauer olayı için de çok önemlidir. Mössbauer olayının kullanıldığı çalışmalarda, %50 nin üzerinde bu izotop kullanılmıştır. Ayrıca izomer kayması, nükleer zeeman olayı, kuadropol yarılması gibi bütün önemli olaylar ilk olarak bu izotop ile kanıtlanmıştır.

2.9.1.1. Mössbauer Spektroskopisinden Elde Edilebilecek Bilgiler

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

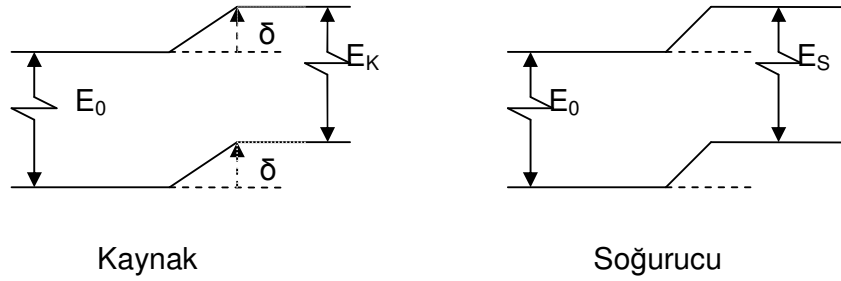
- 1) Elektriksel monopol etkileşimi (izomer kayma)
- 2) Manyetik dipol etkileşimi (Manyetik dipol yarılma)
- 3) Elektriksel kuadropol etkileşimi (Elektrik kuadropol yarılma) dir.

Mössbauer olayında kaynak ve soğurucu atomları ayrı kimyasal kombinasyona sahip değilse rezonans olayını gözleyebilmek için; kaynak ve soğurucuyu birbirine göre bağıl olarak kesin bir Doppler hızı ile hareket ettirmek gerekir. Bu durumda Mössbauer çizgisi $\delta = \Delta E = \left(\frac{v}{c}\right) E_0$ kadar kayar.

Bu olaya “izomer kayması“ denir (79).

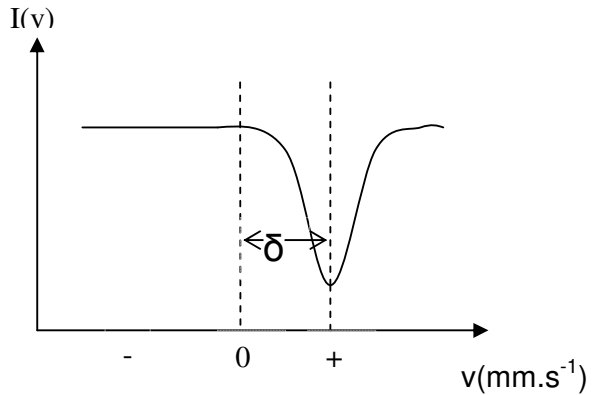
Nükleer yük dağılımları değişen kimyasal bileşiklerin taban ve uyarılmış durumları farklılık gösterirse, geçiş enerjisi de değişecektir. Bu

nedenle nükleer enerji seviyelerinde çok küçük miktarda kayma oluşacaktır. Enerji seviyelerindeki bu kayma Şekil 2.24.' de verilmiştir.

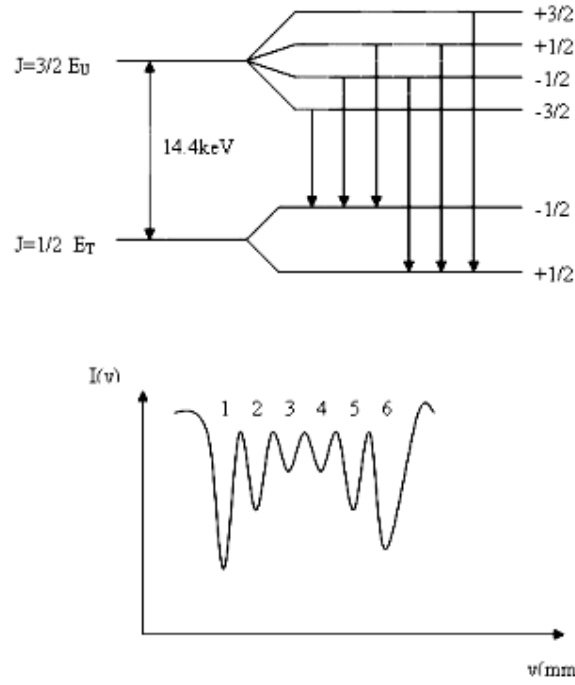


Şekil 2.24. Çekirdek enerji seviyelerinin değişimi

Çekirdek etrafındaki s-elektron yoğunluğuna bağlı olarak; uyarılmış durumdaki çekirdeğin yarıçapının, taban durumundaki çekirdek yarıçapından küçük ya da büyük olması, izomer kaymadaki değerlerin negatif ya da pozitif olmasına sebep olur. Mössbauer spektrumundan ölçülen izomer kayma (δ); soğurucu ve kaynak arasındaki nükleer geçiş enerjilerinin farkıdır. Mössbauer spektrumlarında izomer kayma diyagramı Şekil 2.25.' de gösterilmiştir.



Şekil 2.25. Mössbauer spektrumunda izomer kayma diyagramı



Şekil 2.26. ^{57}Fe nin manyetik dipol etkileşimi ve Mössbauer spektrumundaki sonucu

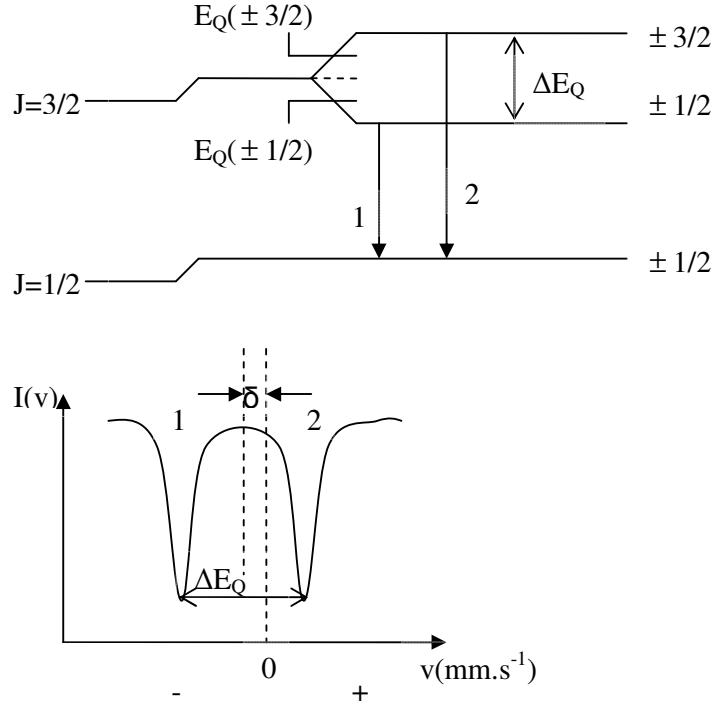
^{57}Fe çekirdeğine manyetik alan uygulandığında iki alt seviye ve uyarılmış durumda dört alt seviyeye yarılmaya sebep olur. Bu durum Şekil 2.26.' da gösterilmiştir.

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

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

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

Kuantum spin (çekirdek spin) sayıları $\ell=0, \frac{1}{2}$ olduğu nükleer durumlarda kuadropol yarılımları gözlenmez. Sadece çekirdek spini $\frac{1}{2}$ den büyük nükleer durumlarda kuadropol yarılımları gözlenir. ^{57}Fe çekirdeğinin taban durumu için $\ell = \frac{1}{2}$ olduğundan bu çekirdeğin taban durumu için kuadropol yarılma gözlenmez. Fakat aynı çekirdeğin uyarılmış durumu $\ell = \frac{3}{2}$ spin kuantum sayısına sahip olduğundan Mössbauer spektrumunda $\pm \frac{3}{2}$ ve $\pm \frac{1}{2}$ seviyelerin de yarılımlar gözlenir. Bu ^{57}Fe çekirdeğinde meydana gelen kuadropol yarılımlar Şekil 2.27.' de gösterilmiştir.



Şekil 2.27. Kuadropol yarılma şeması ve Mössbauer spektrum çizgileri

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

2.9.2. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Sistemi

Alaşımlarda meydana gelebilecek faz dönüşümlerinin hangi sıcaklıklarda gerçekleştiğini tespit etmek amacıyla DSC tekniklerinden yararlanılmıştır. DSC yönteminde araştırılan materyal 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. Sıcaklığın bir

fonksiyonu olarak faz geçişlerini tespit eden bu sistemde numune ile beraber sisteme referans olarak alüminyum kap yerleştirilir. Sıcaklık akışı her ikisi için sabit oranda değişmektedir. DSC eğrileri ısı akışının sıcaklığa karşı çizilen grafikleridir. Grafikte elde edilen pikin altında kalan alan, tepkimede soğurulan veya açığa çıkan ısı ile doğru orantılı iken, pik yükseklikleri de tepkime hızı ile doğrudan orantılıdır. 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 oldukça duyarlıdır. DSC ile birçok malzemenin; entalpi, kristalleşme sıcaklığı, camsı geçiş sıcaklığı, ısı kararlılık, saflık ve curie sıcaklığı gibi özellikleri incelenmektedir.

Sıcaklık akışına bağlı olarak entalpi değişimleri;

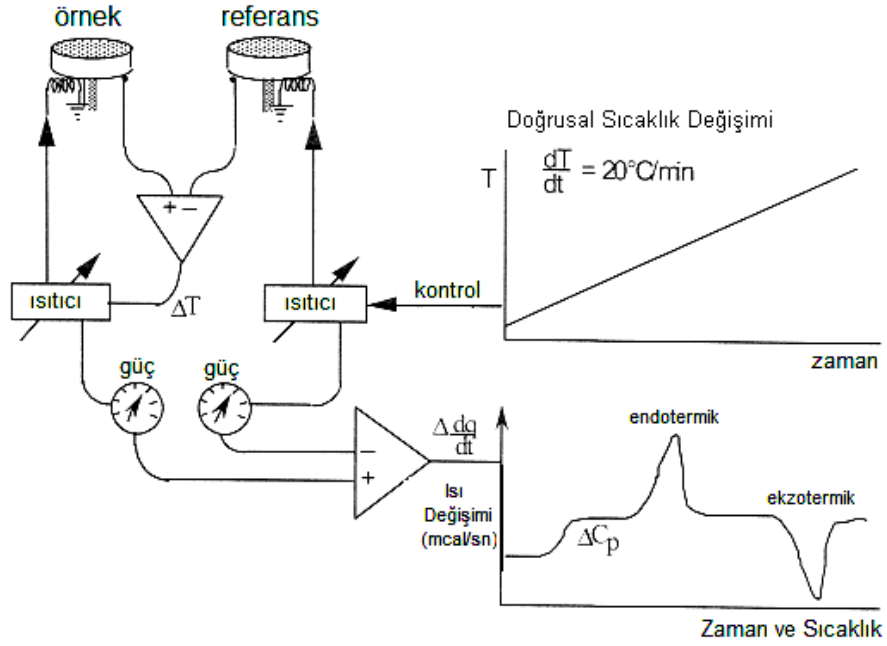
$$\left(\frac{dq}{dt}\right)_p = \frac{dH}{dt} \quad (2.9)$$

eşitliği ile verilir. Örnek ile referans arasındaki sıcaklık akışındaki fark ise;

$$\left(\frac{dH}{dt}\right)_{\text{örnek}} - \left(\frac{dH}{dt}\right)_{\text{referans}} = \Delta \frac{dH}{dt} \quad (2.10)$$

eşitliği ile verilir.

Faz geçişleri gibi bir endotermik işlemde sıcaklık soğurular ve bundan dolayı örnekteki ısı akışı, referanstan yüksektir. Bu yüzden $\Delta dH/dt$ pozitifdir. Kristalleşme gibi bir ekzotermik işlemde ise $\Delta dH/dt$ negatiftir. Şekil 2.28.' de DSC'nin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.28. DSC'nin şematik gösterimi

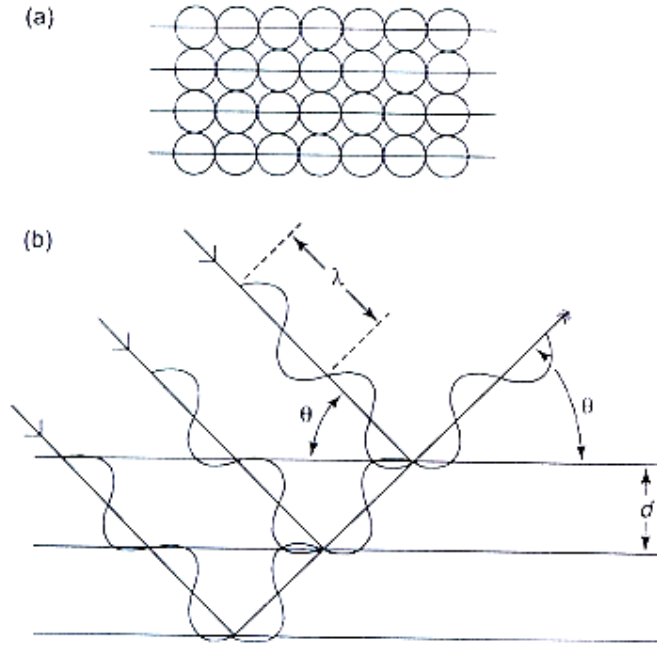
2.9.3. X-Işınları Difraktometresi (XRD) Sistemi

X-ışınları 1895 yılında Wilhelm Roentgen tarafından keşfedilmiştir. X-ışını fotonlarının soğrulmasına bağlı olarak atom numarasının özellikleri hızla belirlenmiş ve tıbbi tanı amaçlı uygulamalar başlamıştır. X-ışınları difraksiyonunun keşfini takiben 1913 yılında Max von Laue malzeme analizinin başlıca iki alanını geliştirmiştir. X-ışınları spektrometresi tekniklerindeki gelişmeler 1950'li yılların başlarında teorik fizikçiler için önemli bilgiler sağlamış ve kristal örgüdeki atomik düzenlenmeler bu teknikle elde edilmiştir. X-ışınları difraksiyonu genelde kristalli malzemelerde kullanılır. Kırınım deseni kristal düzlemleri arasındaki ilişkileri ve kristalleşmenin derecesini belirlemek için kullanılır (80). Şekil 2.29'da kristal yapı boyunca var olan yüksek atomik yoğunluklu katmanlar ile atomların düzenli

sıralanışından oluşan kristal örgü görülmektedir. Yüksek atomik yoğunluğun oluşturduğu düzlemler, yüksek elektron yoğunluğunun düzlemleridir.

X-Işınları kırınım deseninde, üç parametre ile gerekli olan bilgiler elde edilebilir. Bu parametreler;

- en yüksek kırınımın yeri,
- pik yoğunlukları
- kırınım açısının bir fonksiyonu olarak şiddetin dağılımıdır.



Şekil 2.29. a. Yüksek atomik yoğunluklu düzlemler, b. Atomların düzenli sıralanışından elde edilen düzlemler, bu düzlemlerden saçılan dalgalar ve kırınımın şematik gösterimi (80)

Elde edilen bu üç parametre ile; zor-zorlanma, kristalleşme ve materyalde kristal düzlemleri ile örgü parametreleri gibi değerler hesaplanabilir. Ayrıca numunenin kimyasal bileşimini tespit ederek, numune içindeki her bir elementin yüzdesi de bulunabilir.

2.10. Deneysel Materyal ve Yöntem

2.10.1. Fe-%30Ni-%3Pd Alaşımının Elde Edilmesi

Bu çalışmada incelenen alaşım, TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi Malzeme Enstitüsü'nde hazırlanmıştır. Katı halde bulunan Fe, Ni ve Pd elementleri ark fırınında bir araya getirilip yüksek sıcaklıkta eritilerek 1 cm çapında, 10 cm uzunluğunda silindirik çubuk şeklindeki seramik kalıplara dökülmüştür. Alaşımın kompozisyonu bu merkezde bulunan Philips PW-2404 model dalga boyu dağılımlı X-ışını floresans (XRF) spektrometre cihazı ile yapılan yarıkantitatif element analiziyle belirlenmiş ve element analizi Çizelge 2.1.'de verilmiştir. Bunun yanında alaşımın kompozisyonunu belirlemek için diğer bir teknik olan EDS (electron dispersion spectroscopy) tekniği kullanılmış ve alaşımın kompozisyonu Fe-%30.058Ni-%3.036Pd (% ağırlık) olarak belirlenmiştir.

Çizelge 2.1. Hazırlanan alaşımın XRF analizi.

Element	Fe	Ni	Pd	Si	Mn	Cu	Cr	P
Kütlece Yüzde Ağırlık(wt.%)	66.544	30.186	3.044	0.086	0.058	0.053	0.021	0.009

Silindirik çubuk halinde bulunan alaşımlardan, elmas bıçaklı kesicilerle uygun boyutta numuneler hazırlandı ve numunelerin homojen hale gelebilmesi için ısıtma işlemi uygulandı. Yüksek sıcaklıklarda malzemede oluşan oksitlenmeyi önlemek amacıyla, numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen kuartz cam tüpler içine konuldular ve tüpler vakumlandılar. Daha sonra vakumlu ortamda bulunan tüplere 1200 °C' de 6 saat ısıtma işlemi uygulandıktan sonra fırın içerisinde oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

2.10.2. X-Işını Difraktometresi (XRD) Ölçümleri İçin Numunelerin

Hazırlanması

Bu çalışmada, 1200 °C de 6 saat ısıtma işleminden sonra fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımına ait numunelerde oluşan austenite faz ile bu fazda bulunan numuneler sıvı azota atılarak elde edilen martensite faza ait X-ışını kırınım desenleri alınmıştır. Ölçümler için numunelerden 20 mg' lık toz örnekler hazırlanmıştır. Hazırlanan numunelerden, Türkiye Atom Enerji Kurumu'nda bulunan X-ışınları toz difraktometresinde (Bruker D8 Advance) oda sıcaklığında ölçümler alınmıştır. Difraktogramın elde edilmesi için filtre edilmiş Cu-K_α radyasyonu kullanılmış ve dalga boyu 1,5418 Å dur.

2.10.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin

Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında faz geçiş sıcaklıklarının belirlenmesi için DSC analizi yapıldı. Bu deney için 1200 °C de 6 saat ısıtma işleminden sonra fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımına ait 10

mg'lık küçük parçalar DSC ölçümleri için hazırlandı. Bu ölçümlerde ısıtma hızı 5 °C/dakika olarak alındı. DSC ölçümleri ile ısı akışı–sıcaklık (heat flow–temperature) eğrileri çizildi.

2.10.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri İçin

Numunelerin Hazırlanması

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey gözlemleri için ısıtma işlemine tabi tutulan numuneler, elmas bıçaklı kesici yardımıyla 1cm çapında, 0,5 cm kalınlığında kesildi. Bu numunelerin yüzeylerindeki pürüzler ve kalın çizgiler farklı kalınlıktaki su zımparaları ile kalından inceye doğru gidilerek ortadan kaldırıldı. Daha sonra sırasıyla 6, 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla numune yüzeyleri parlatıldı. Mekanik olarak parlatılan yüzeyler 90 ml H₂O₂, 15 ml H₂O ve 5 ml HF karışımından oluşan çözelti içerisinde oda sıcaklığında 60-80 saniye kadar bekletilerek dağlandı. Numunelerin yüzey incelemeleri JEOL5600 marka taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelendi.

2.10.5. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin

Numunelerin Hazırlanması

Geçirmeli elektron mikroskobu incelemeleri için ısıtma işlemi gördükten sonra sıvı azota atılarak termal etkiye maruz bırakılan numuneler elmas kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlığında kesildi. Kesilen parçalar sırasıyla 600, 800 ve 1200 kum inceliklerde olan su zımparaları kullanılarak 50–70 µm'ye kadar inceltildi. Bu numuneler daha sonra 3 mm çapında diskler haline getirildi. 50–70 µm kalınlığa kadar inceltilen bu numuneler son olarak ikili asit

jeti (double-jet) yöntemi ile oda sıcaklığında, 300 ml Ethanol, 150 ml Butoxy Ethanol ve 50 ml Perciloric Asit karışımından hazırlanan çözelti ile 20 volt (DC)' ta Struers-Tenupol 3 marka sistemle, inceltme, parlatma ve delme işlemi yapılarak elektron mikroskop incelemelerine hazır hale getirildi. Elektron ışınımını geçirebilecek kadar inceliğe sahip olan bu numuneler, 300 kV gücünde JEOL3010 geçirmeli elektron mikroskop (TEM) ile incelendi.

2.10.6. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Mössbauer spektrometresi deneyleri için ısıl işlemleri tamamlanmış austenite ve martensite fazdaki alaşımlardan 1 mm kalınlığında kesilerek hazırlanan alaşımlar; 500, 800 ve 1000 kumluk su zımparaları ile yaklaşık olarak 50 µm kalınlığına kadar mekanik olarak inceltildi. Hazırlanan alaşımların Mössbauer spektrumları, Wissel marka Mössbauer spektrometresi ile 50 mCi' lik ⁵⁷Co kaynağı kullanılarak oda sıcaklığında elde edildi. Elde edilen spektrumlar Normos-90 en küçük kareleri fit etme programı ile analiz edildi.

2.10.7. Zor-Zorlanma Deneyleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında termal etkiyle oluşan faz dönüşümlerine deformasyon etkisini incelemek için zor-zorlanma deneyleri yapıldı. Bu deneyler için numuneler 1 cm çapında ve 4 cm uzunluğunda silindirik çubuk şeklinde hazırlandı. Daha sonra numunelere 1200 °C' de 6 saat ısıl işlem uygulandı ve fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutuldu. Austenite fazda

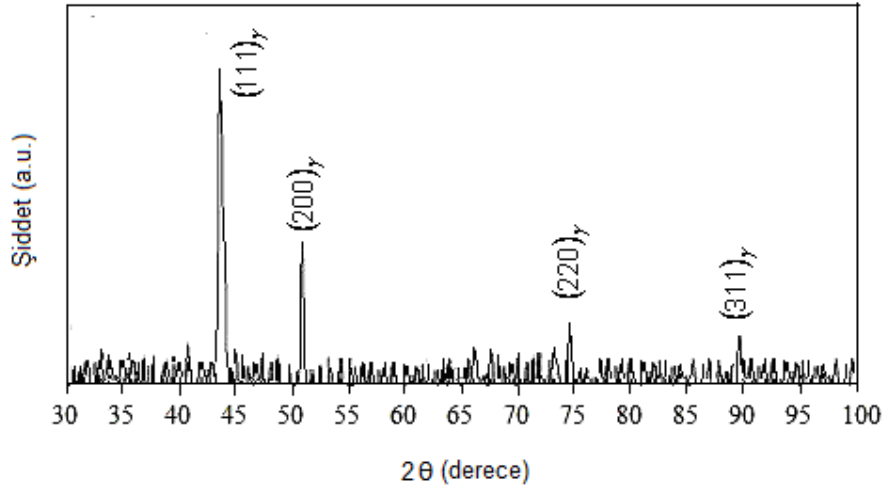
bulunan numunelere oda sıcaklığında dakikada 0.4 mm hızla Instron sıkıştırma ve çekme test makinesinde %5 ve %10 oranlarında ön-zor uygulandı.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1. Fe-Ni-Pd Alaşımının Örgü Parametrelerinin X-Işınları

Difraktometresi (XRD) Metodu İle Belirlenmesi

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında bulunan austenite ve martensite faza ait ana düzlemler ve bu düzlemlere ait örgü parametrelerinin bulunması için XRD ölçümleri alınmıştır. 1200 °C'de 6 saat ısıtılma işlemi uygulandıktan sonra fırın içinde oda sıcaklığına kadar yavaş soğutulan numune için X-ışınları kırınım deseni Şekil 3.1.'de, hesaplama sonuçları Çizelge 3.1.'de verilmiştir.



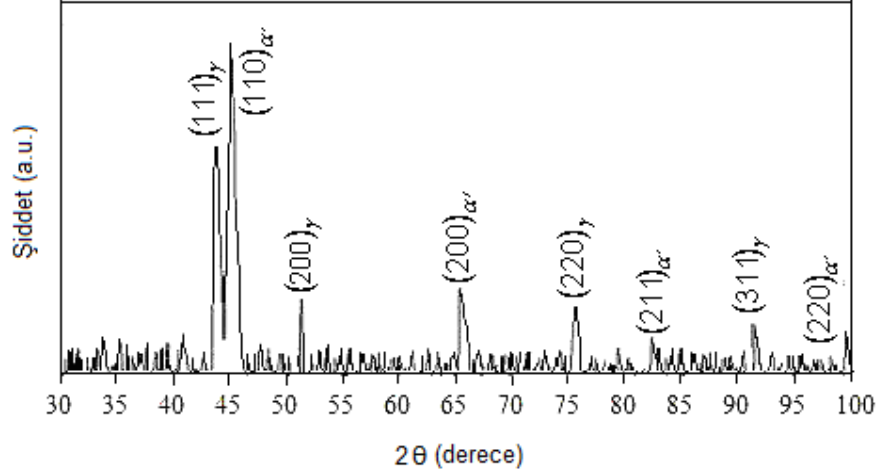
Şekil 3.1. 1200 °C' de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%3Pd numunesine ait XRD ölçümü

Çizelge 3.1. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının XRD sonuçları ve austenite örgü parametresi.

Pik $(hkl)_\gamma$	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a_γ (Å)
$(111)_\gamma$	3	43.93	3.5721
$(200)_\gamma$	4	51.17	3.5690
$(220)_\gamma$	8	75.29	3.5709
$(311)_\gamma$	11	91.40	3.5723
$\langle a_\gamma \rangle = 3.5710 \text{ Å}$			

XRD ölçümü sonucunda, numunenin sadece austenite (f.c.c.) faza sahip olduğu ve austenite faza ait $(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$, $(220)_\gamma$, $(311)_\gamma$ düzlemlerini içerdiği belirlenmiştir.

Austenite faza sahip olduğu belirlenen numune daha sonra termal etkiyle faz dönüşümünün sağlanması için sıvı azot (-196 °C) içerisine atılmış ve 5-7 sn bekletilerek oda sıcaklığına alınmıştır. Hazırlanan numunenin X-ışınları kırınım deseni Şekil 3.2.'de verilmiştir.



Şekil 3.2. 1200 °C'de 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite ait XRD ölçümü

XRD ölçümü sonucunda numunenin austenite kristal yapısı içerisinde b.c.c. martensite kristal yapının oluştuğu belirlenmiştir. Her iki faza ait örgü parametreleri hesaplamalarında

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + l^2 + k^2}} = \frac{a}{\sqrt{N}} \quad (3.1.)$$

eşitliğinden yararlanılmıştır. Martensite faza ait ölçüm ve hesaplama sonuçları Çizelge 3.2.'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Fe-%30Ni-%3Pd alařımının XRD sonuçları ve martensite örgü parametresi

Pik $(hkl)_\alpha$	$N=h^2+k^2+l^2$	2θ	a_α (Å)
$(110)_\alpha$	2	44,78	2,8620
$(200)_\alpha$	4	65,20	2,8616
$(211)_\alpha$	6	82,55	2,8622
$(220)_\alpha$	8	99,35	2,8598
$\langle a_\alpha \rangle = 2,8614 \text{ Å}$			

3.2. Fe-Ni-Pd Alařımında Oluřan Austenite-Martensite Faz

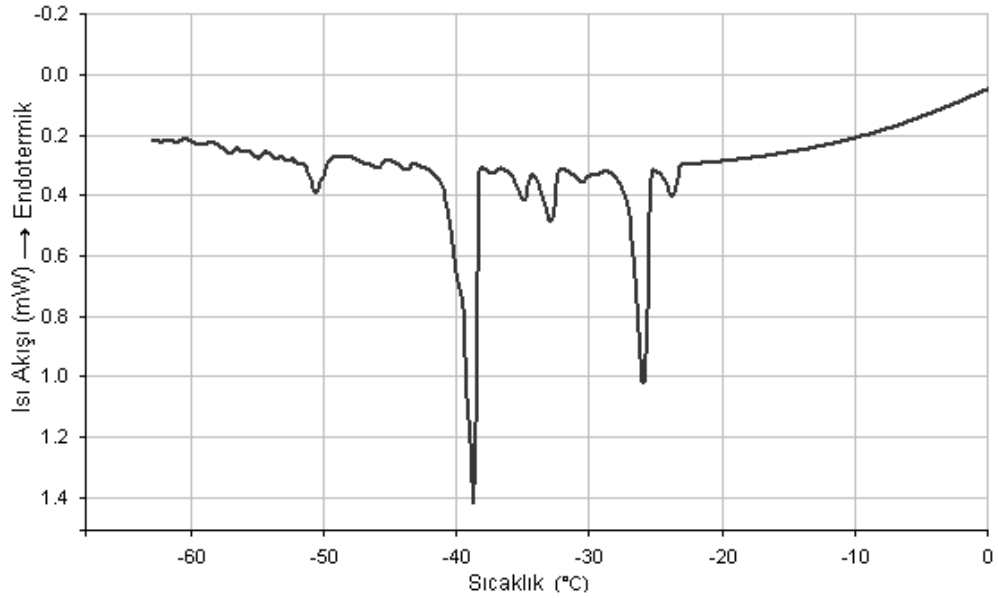
Dönüřümlerinin Termal Özelliklerinin DSC Yöntemi İle Belirlenmesi

Fe-%30Ni-%3Pd alařımında görülen austenite→martensite ve martensite→austenite faz dönüřümleri için, martensite başlama sıcaklığı (M_s), austenite başlama sıcaklığı (A_s) ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f) değerlerini belirlemek için DSC (Differential Scanning Calorimetry) ölçümleri yapıldı.

Yapılan çalışmada sıcaklık aralıkları, soğutma işlemi için (20 °C) - (-150 °C), ısıtma işlemi için (20 °C) - (500 °C) olacak şekilde tercih edildi.

Fe-%30Ni-%3Pd alařımının martensite bařlama sıcaklıęını (M_s) tespit etmek iin alařımın sıcaklıęı 20 °C'den (-150 °C)' ye kadar dakikada 5 °C' lik bir azalma ile soęutuldu. Sonra alařım 20 °C' den 500 °C' ye kadar dakikada 5 °C' lik bir artıřla ısıtılarak A_s ve A_f sıcaklıkları belirlendi.

Birinci dngde numune soęutulurken martensite bařlama sıcaklıęı (M_s), (-26 °C)'de keskin bir pik ile patlama řeklinde meydana geldi (řekil 3.3.).

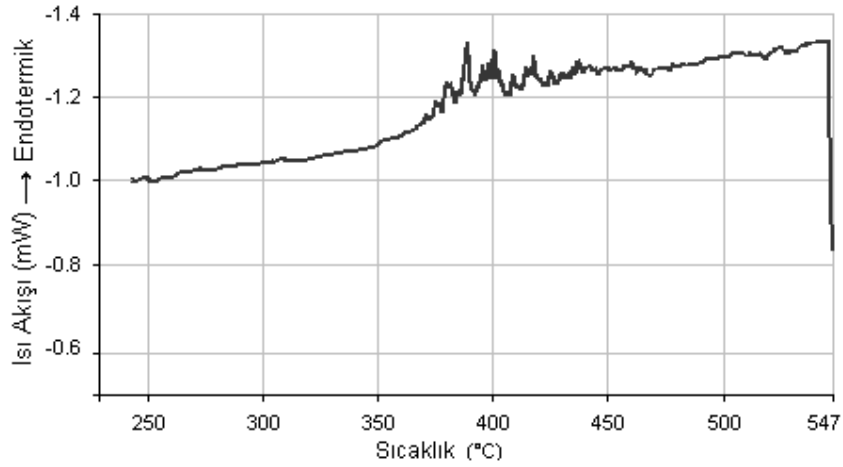


řekil 3.3. 1200 °C sıcaklıęında 6 saat ısıl iřlem gren Fe-%30Ni-%3Pd alařımının birinci dngsnn (soęutma) sıcaklıęa baęlı ısı akıřı deęiřimi

Martensitik dnřmn keskin bir pik ile patlama řeklinde meydana gelmesi dnřmn atermal zellięe sahip olduęunu gsterir. Kaufman ve Cohen (11), bir dizi Fe-Ni alařımlarında yaptıkları alıřmada austenite→martensite faz dnřmlerini incelemiř ve Ni oranı aęırlıka %28'in zerinde olan alařımlarda austenite→martensite faz dnřmnn (M_b) sıcaklıęı ile

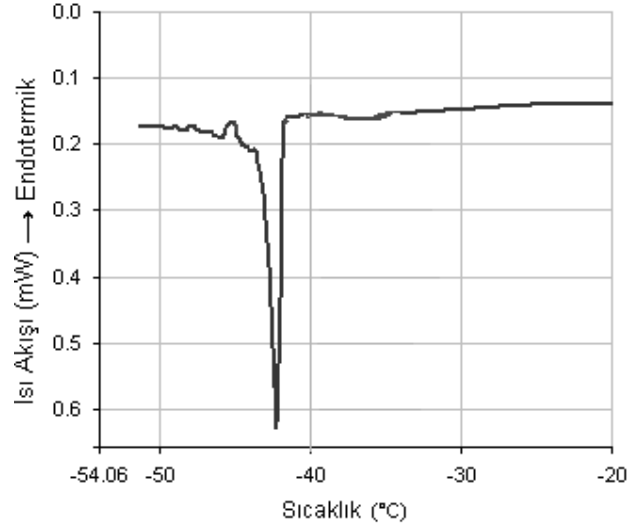
verilen martensite başlama sıcaklığında patlama şeklinde meydana geldiğini tespit etmişlerdir. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında elde ettiğimiz martensitik dönüşüm kinetiğinin atermal karakteristikte patlama ile meydana gelmesi literatür ile uyum içerisindedir. Buna göre demir bazlı alaşımlarda nikel elementinin ağırlıkça konsantrasyonu martensitik dönüşüm kinetiklerinde etkin bir faktördür.

Martensite→austenite ters dönüşümünün başladığı sıcaklığı tespit etmek için numune 20 °C' den 500 °C' ye ısıtılarak, austenite başlama sıcaklığı (A_s) 370 °C ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f) 450 °C olarak bulundu (Şekil 3.4.).



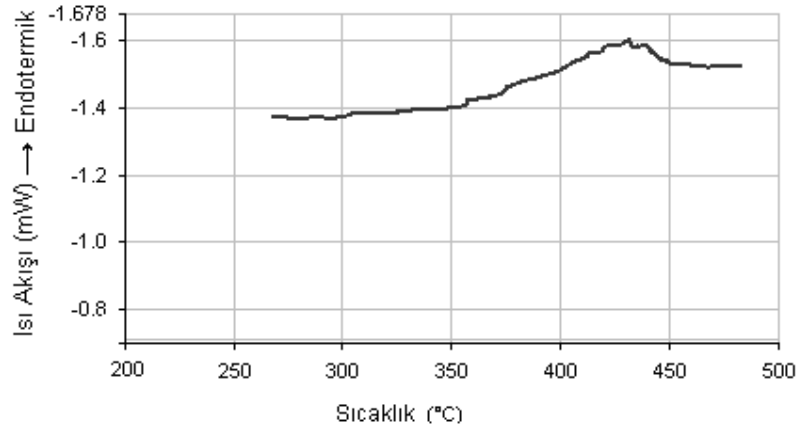
Şekil 3.4. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım gören Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının birinci döngüsünün (ısıtım) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi

İkinci döngüde martensite başlama sıcaklığı (M_s), (-42 °C) olarak elde edilmiş ve dönüşüm yine keskin bir pik vererek patlama şeklinde meydana gelmiştir (Şekil 3.5.).



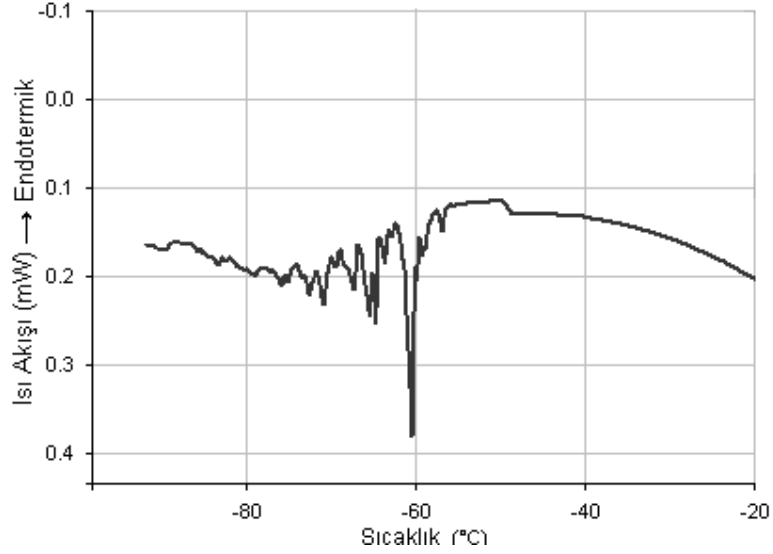
Şekil 3.5. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının ikinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi

Ters dönüşüm için yapılan ısıtma işlemi sonucunda ise austenite başlama sıcaklığı (A_s) 360 °C ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f) 460 °C bulundu (Şekil 3.6.).

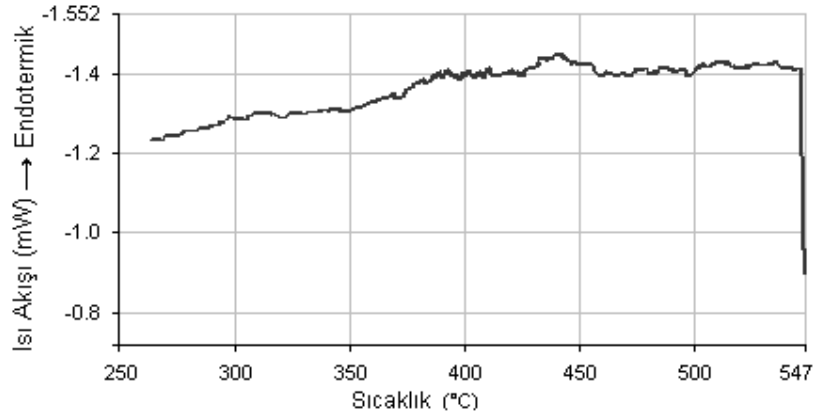


Şekil 3.6. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının ikinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi

Üçüncü döngüde numunenin martensite başlama sıcaklığı (M_s), $-60\text{ }^\circ\text{C}$ olarak bulunmuştur (Şekil 3.7.). Isıtılarak yapılan üçüncü döngüde ise austenite başlama sıcaklığı $360\text{ }^\circ\text{C}$ ve austenite bitiş sıcaklığının $450\text{ }^\circ\text{C}$ olduğu belirlenmiştir (Şekil 3.8.).



Şekil 3.7. $1200\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklığında 6 saat ısıtım gören Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının üçüncü döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi



Şekil 3.8. $1200\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının üçüncü döngüsünün (ısıtım) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi

Fe-%30Ni-%3Pd alařımına uygulanan termal dngler sonucunda, austenite bařlama sıcaklıęı (A_s) ve bitiř sıcaklıęı (A_f) sıcaklıklarında byk bir deęiřim gzlemlenmezken, martensite bařlama sıcaklıęı (M_s) her dngde dřmřtr. Hayzelden ve Cantor (15), M_s sıcaklıęındaki bu dřřlerin nedenini, tane boyutlarının kclmesine baęlamıřlar ve tane boyutlarındaki kclmenin de ilk patlama derecesinde azalma meydana getirdięini belirtmiřlerdir. Ancak Sastri ve West (81)'e gre austenite'in kusurlu yapısı, austenite'in tane boyutlarından daha fazla dnřm kinetiklerine egemen bir faktrdr (15). Entwisle ve Feeney (82) ise yaptıkları alıřmada kck tane boyutu ve dřk homojenleřtirme sıcaklıęıyla uyumlu yksek src kuvvet (dřk M_s sıcaklıęı), byk tane boyutu ve yksek homojenleřtirme sıcaklıęıyla uyumlu dřk src kuvvet (yksek M_s sıcaklıęı) olabileceęini nermiřlerdir (15).

Seo vd.(12), yaptıkları benzer bir alıřmada Fe-%31Ni ve Fe-%15Ni alařımlarında ubuk (lath) ve ię (lenticular) martensite'lerin mekanik ve mikroyapı zellikleri zerine termal dngnn etkisini incelemiřler ve martensite→austenite ters dnřm iin Fe-%31Ni alařımına yedi termal dng uygulamıřlardır. İlk dng sonrası ortalama tane boyutu 87.00 $\mu\text{m}'$ den 61.63 $\mu\text{m}'$ ye dřmřtr. Yedinci termal dng sonrası ise ortalama tane boyutu 50.75 $\mu\text{m}'$ de sınırlı kalmıřtır. Buna gre her termal dng sonrası martensite→austenite ters dnřmyle meydana gelen yksek dislokasyon yoęunluęu austenite'i stabilize etmiř ve tane boyutlarını kcltmřtr (12). Fe-%30Ni-%3Pd alařımına uyguladıęımız  termal dng (ısıtma ve

soğutma), tane boyutlarının küçülmesine, dislokasyon yoğunluğunun ve ana fazda bulunan kusurların artmasına neden olmuş ve buna bağlı olarak M_s sıcaklığı düşmüştür.

Kaufman ve Cohen (11), bir dizi Fe-Ni alaşımında yaptıkları çalışmada; martensite ve austenite başlama sıcaklığının (A_s ve M_s) ısıtma ve soğutma oranlarından bağımsız olduğunu belirlemişlerdir. Buna göre, Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında uyguladığımız termal döngüler için seçilen dakikada 5 °C'lik ısıtma ve soğutma oranları, DSC grafiklerinden belirlediğimiz A_s ve M_s sıcaklıkları üzerinde etkin değildir.

Gupta ve Raghavan (83), Fe-Ni ikili alaşımlarda sınırlı bir sıcaklık için ve alaşımların kompozisyon oranlarına bağlı olarak, izotermal kinetikten patlama kinetiğine geçişin sonuçlarını incelemişlerdir. Elde ettikleri sonuçlara göre, dönüşüm kinetiğinin kompozisyon oranına bağlı olduğunu belirlemişlerdir. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında yaptığımız çalışmaya göre, dönüşümün kinetiği atermal karakteriste olup izotermal dönüşüm gerçekleşmemiştir. Bu sonuca göre nikel ve paladyum elementlerinin ağırlıkça yüzde oranları dönüşümün kinetiği üzerinde etkili olmuştur.

Dikici (84), Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarının fiziksel özellikleri üzerine yaptığı çalışmasında, her iki alaşıma benzer şekilde termal döngü uygulamış ve Fe-%30Ni-%1Pd alaşımı için M_s sıcaklıklarını sırasıyla -33 °C, -36 °C ve -47 °C olarak tespit etmiştir. Bu alaşımda da termal döngülerin artmasıyla M_s sıcaklığı düşmüştür.

Fe-%30Ni-%3Pd alařımında, austenite→martensite ve martensite→austenite faz geiř sıcaklıklarını belirlemek iin yaptığımız DSC analizlerine gre; alařıma uygulanan termal dng sayısı arttıka austenite fazdan martensite faza geiř sıcaklıđını veren M_s sıcaklıđında dřř gzlemlendi. Tespit edilen her M_s sıcaklıđı yine atermal karakteristikte patlamayla meydana geldi, ancak bir nceki patlama hacmine ulařılamadı. Buna bađlı olarak martensite hacmi termal dngnn artmasıyla azaldı. Benzer Őekilde martensite fazdan austenite faza geiř sıcaklıđını veren A_s sıcaklıkları incelendi. Termal dng sayısının artmasına rađmen A_s sıcaklıklarında byk bir farklılık gzlemlenmedi. A_s sıcaklıklarının hemen hemen sabit kalması austenite fazın stabilize olduđunu gsterdi. Her termal dng sonrası artan dislokasyon yođunluđu, austenite tanelerinin termal dnglere bađlı olarak klmesi ve austenite fazda oluřan kusurlar austenite fazın stabilize olmasında etkilidir (12, 15, 82). Ayrıca, Fe-Ni-Pd alařımlarında paladyum elementinin ađırlıka yzdesinin artması, M_s sıcaklıđını ykseltmiřtir. Termal dngler sonucunda elde edilen M_s , A_s ve A_f sıcaklıkları izelge 3.3. de verilmiřtir.

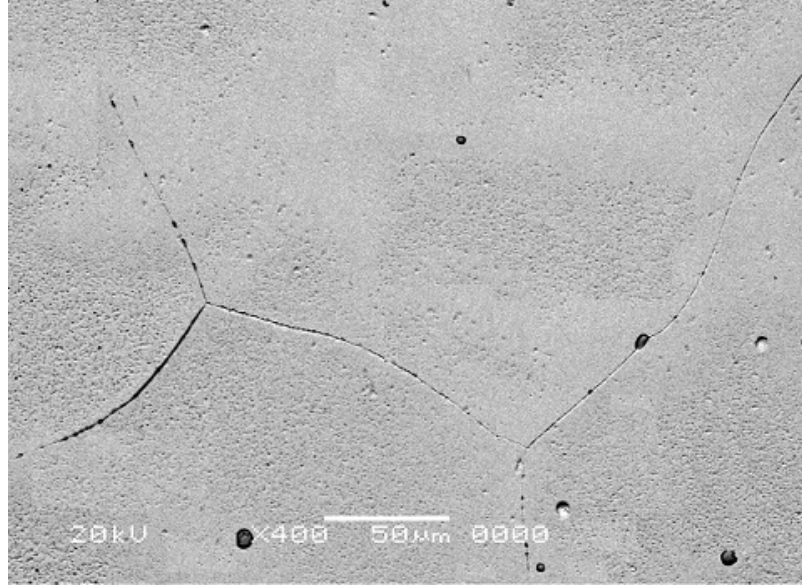
izelge 3.3. Fe-%30Ni-%3Pd alařımında termal dng ile M_s , A_s ve A_f sıcaklıkları arasındaki iliřki

Termal Dng	Fe-%30Ni-%3Pd		
	M_s (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)
1. Dng	-26	370	450
2. Dng	-42	360	460
3. Dng	-60	360	450

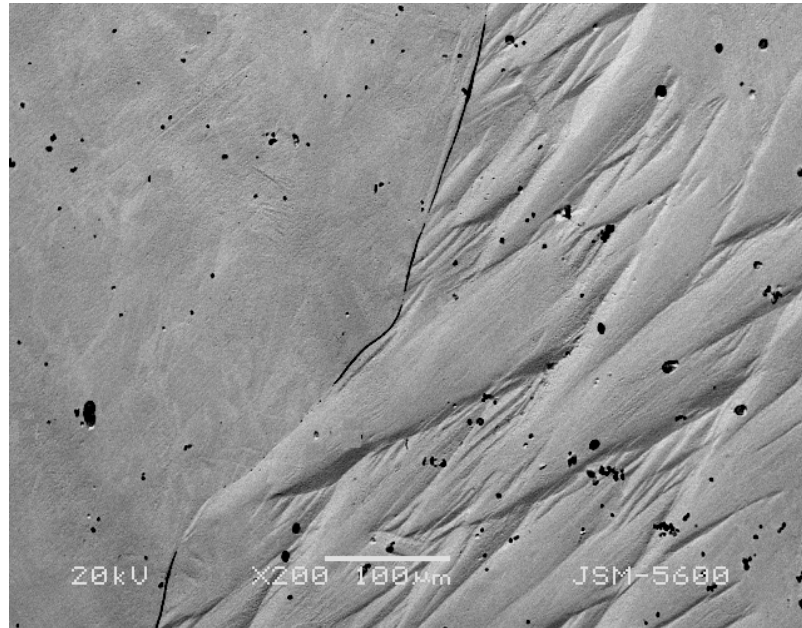
3.3. Fe-Ni-Pd Alařımında Termal Etkili Martensitik Faz Dönüřümlerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi

XRD spektrometresi ile örgü parametreleri belirlenen, DSC tekniđiyle dönüřüm kinetikleri elde edilen austenite ve martensite fazların yüzey incelemeleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yapıldı. Numuneler 1200 °C'de 6 saat ısıtılma tabi tutuldu ve fırın içinde oda sıcaklığına kadar yavaş sođutuldu. Bu ısıtılma işlemi sonucunda hazırlanan numunelerin, oda sıcaklığında yapılan yüzey incelemelerinde büyük kristal taneciklere (grain) sahip austenite yapıda oldukları gözlemlendi (Şekil 3.9.) Austenite faza ait olan kristal tanelerin boyutları homojenleştirme süresine, sıcaklığına ve sođutma şekline bađlı olarak deđiřir (35). Yapılan ısıtılma işlemi sonrası Fe-%30Ni-%3Pd alařımında ortalama tane boyutu yaklaşık 300 µm' dir.

Austenite kristal yapısına sahip numune termal etkili dönüřüm için sıvı azot içerisinde atılarak faz dönüřümü için gerekli olan sürücü kuvvet termal etki ile sađlanmış ve bu etki numuneye 5-7 sn uygulanmıřtır. Numune olası bir izotermal dönüřümü önlemek için ılık su içerisinde atılmıřtır. İnceleme sonucunda gözlemlenen martensite yapı Şekil 3.10.'da verilmiřtir.



Şekil 3.9. 1200 °C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%3Pd numunesine ait austenite kristallerinin SEM fotoğrafı



Şekil 3.10. Fe-%30Ni-%3Pd numunesinde gözlemlenen martensite kristallerinin SEM fotoğrafı

Easterling ve Porter (61), martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiğini ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığını ama oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğunu belirtmişlerdir. Tane sınırları kristalografik yapı kusurlarının yoğun olduğu bölgeler olduğundan dolayı, martensite çekirdekleri için tercihli bölgelerdir (5). Tane sınırları, martensite dönüşümlerini engellemek için ana fazın stabilize olmasına neden olur ve martensite kristallerin büyümesi tane sınırlarında durur (5). Şekil 3.10'da da görüldüğü gibi Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında oluşan martensite kristallerinin büyümesi tane sınırlarında durmuştur.

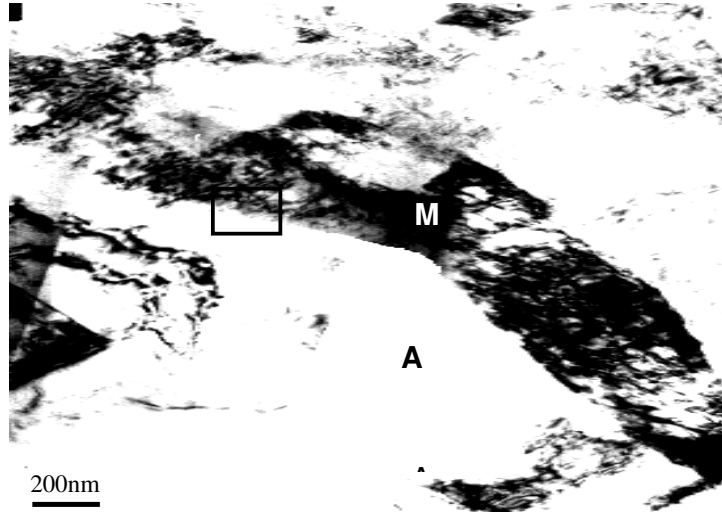
Martensite oluşumu nedeniyle matriksin elastik veya plastik olarak deforme olup olmadığı, martensite sınırının hareketi için çok önemli bir faktördür (14). Hayzelden ve Cantor (15)' a göre patlama ile meydana gelen martensitik faz dönüşümlerinin büyüklüğü tane boyutuna bağlıdır. P. Visvesvaran (10), yaptığı çalışmada, Fe-Ni ve Fe-Ni-Cr alaşımlarında ortalama tane boyutlarını dikkate almış ve tane boyutlarının M_b (patlama ile oluşan martensite başlama sıcaklığı) sıcaklığına etkisi olmadığını tespit etmiştir. Ayrıca bu çalışmasında bir dizi Fe-Ni ve Fe-Ni-Cr alaşımlarında oluşan martensite plakalarının yarı kalınlıklarını (\bar{c}) ve çaplarını (\bar{r}) hesaplamıştır. Nikel oranı %30.5' den %34.0' e kadar yedi adet Fe-Ni ikili alaşımı kullanmış ve en yüksek martensite plaka kalınlığını ve çapını Fe-%30.5Ni alaşımında elde etmiştir. Nikel oranı arttıkça martensite plakaların yarı kalınlıkları ve çaplarında azalma gözlemlenmiştir. Buna göre alaşımın kompozisyonu martensite plaka boyutları üzerine etkin bir faktördür (10).

Plaka boyutlarındaki bu deęişimlerin dönüşüm kesriyle herhangi bir bağlantısının olmadığı belirtilmiştir. Ayrıca martensite plakanın morfolojik özelliklerini etkileyen iç ikizlenmeler ve arayüzey gibi faktörler dikkate alındığında, alaşım kompozisyonu dönüşüm sıcaklığından daha önemlidir (10).

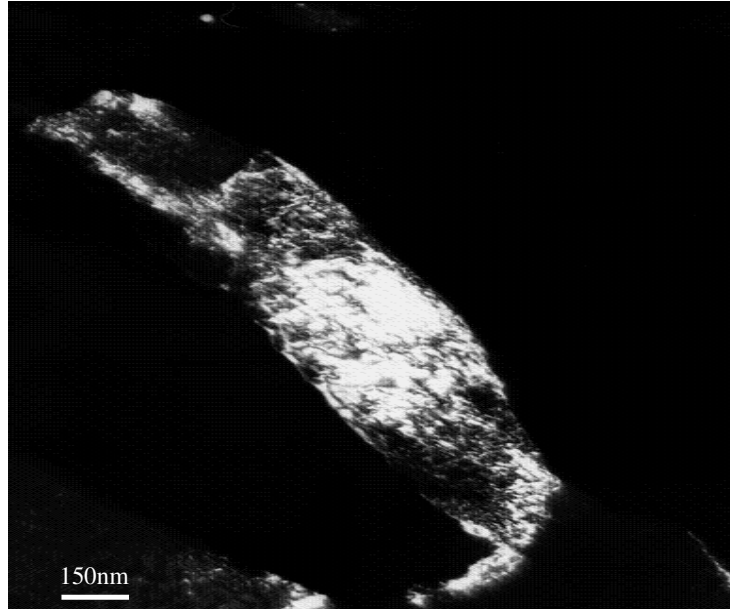
3.4. Termal Etkili Martensitik Dönüşümün Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında atermal özellik gösteren martensitik fazın altyapısı (substructure) Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelendi. Yapılan incelemelerde austenite yapıda yığılım hataları ve yüksek dislokasyon yoğunluğu gözlemlendi. Bunun yanında martensite fazda iç ikizlenmeler (internal twinning) görüldü. Austenite ve martensite fazları arasındaki kristalografik ilişkiyi ortaya çıkarabilmek için elektron kırınımı desenlerinden yararlandı.

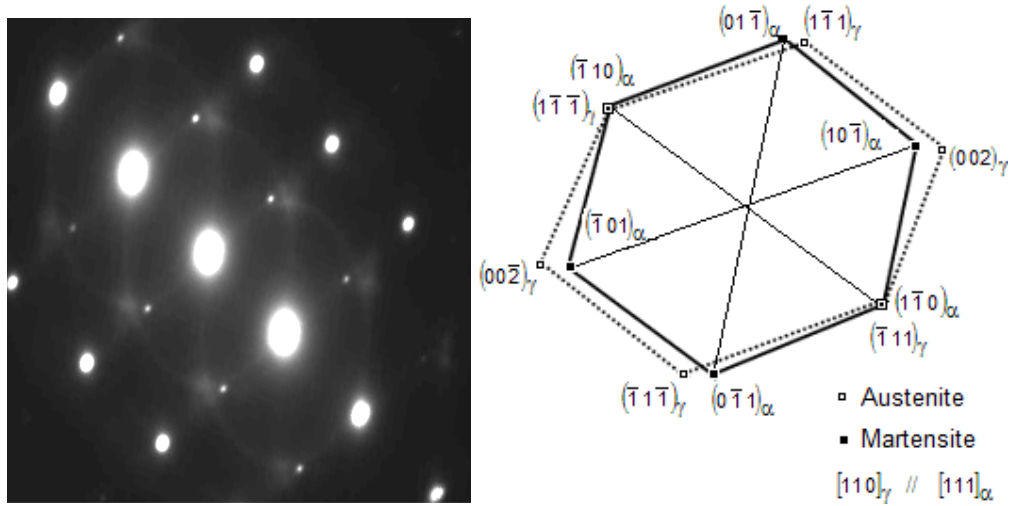
Martensite faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüsü Şekil 3.11.a. ve Şekil 3.11.b.' de gösterilmiştir. Şekil 3.11.a. ve Şekil 3.11.b.' de austenite faz A harfiyle, martensite faz ise M harfiyle gösterilmiştir. Şekil 3.11.a.'da seçilmiş (austenite ve martensite fazın her ikisinin de olduğu) bölgeden alınmış elektron kırınım deseni ve bunların indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.11.c.'de verilmiştir.



Şekil 3.11.a. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında austenite ve martensite faza ait TEM aydınlık alan görüntüsü



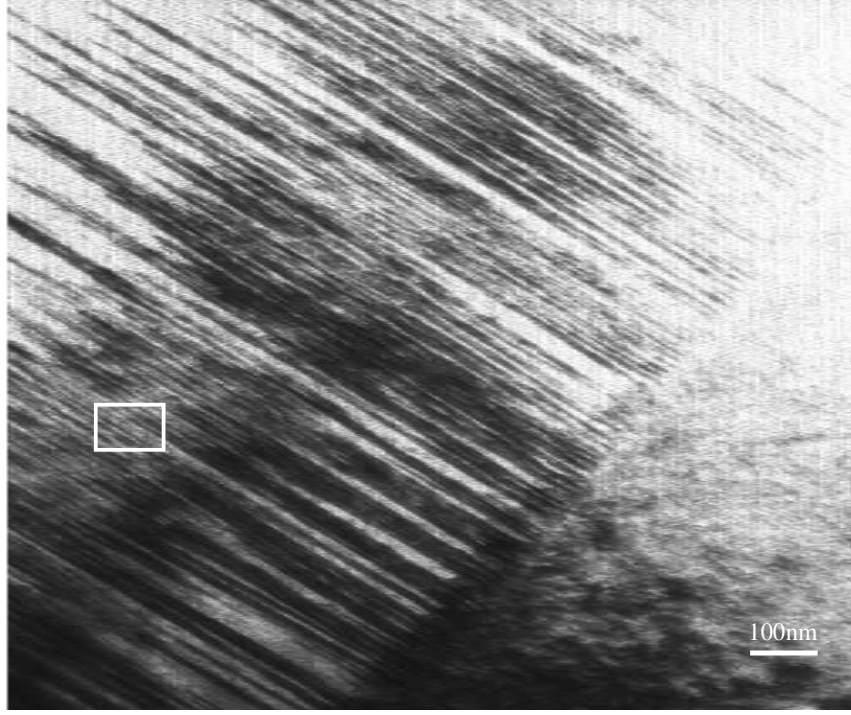
Şekil 3.11.b. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında austenite ve martensite faza ait TEM karanlık alan görüntüsü



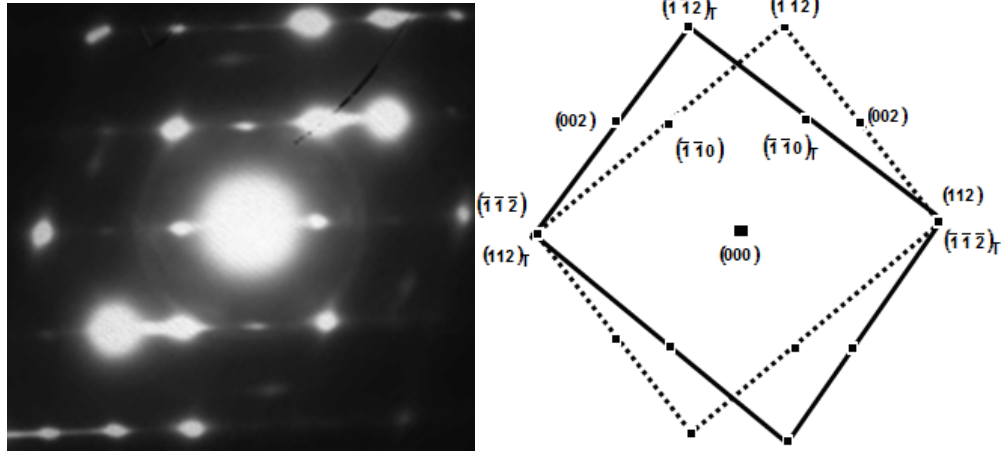
Şekil 3.11.c. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında seçilmiş bölgeden alınmış kırınım deseni ve diyagramı

Şekil 3.11.a. ve şekil 3.11.b.'de görüldüğü gibi α' martensite kristallerinin austenite yapıdan belirgin ve düz bir sınır ile ayrıldığı gözlemlenmiştir. Elde edilen elektron kırınım deseni incelendiğinde Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında martensite faz dönüşümünün, Kurdjumov-Sachs türüne ait $(1\bar{1}0)_{\alpha'} // (1\bar{1}\bar{1})_{\gamma}$, $[111]_{\alpha'} // [110]_{\gamma}$ dönme bağıntılarına sahip olduğu bulunmuştur.

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının başka bir bölgesinden alınmış TEM görüntüsü Şekil 3.12.a.'da verilmiş olup, ikizlenmiş bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı Şekil 3.12.b.'de verilmiştir.



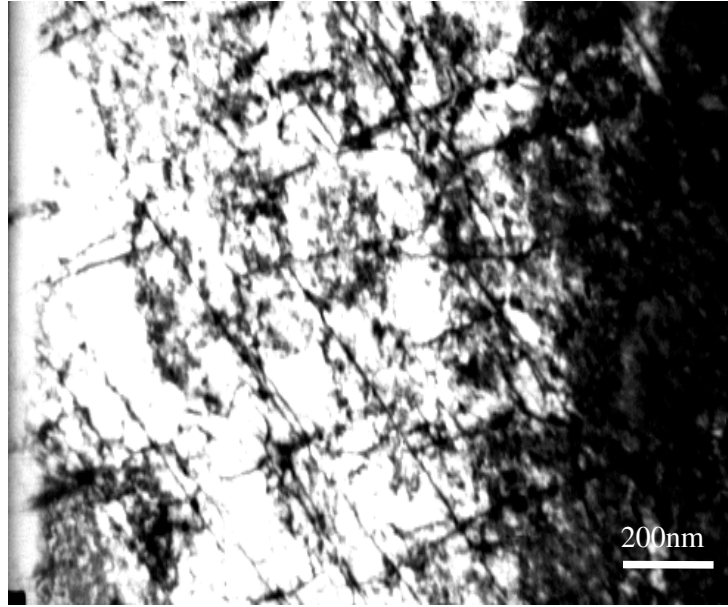
Şekil 3.12.a. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin TEM görüntüsü



Şekil 3.12.b. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında martensite plakanın seçilmiş bölgesinden alınmış kırılma indisi ve diyagramı

Elde edilen kırınım deseni incelendiğinde Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında oluşan martensite kristalinin içyapısının $\{112\}_\alpha$ dönüşüm ikizlerinden oluştuğu bulunmuştur. Şekil 3.12.a'da görülen ve aynı doğrultuda yönelmiş ince plakalar $(112)_\alpha$ düzlemine paraleldir.

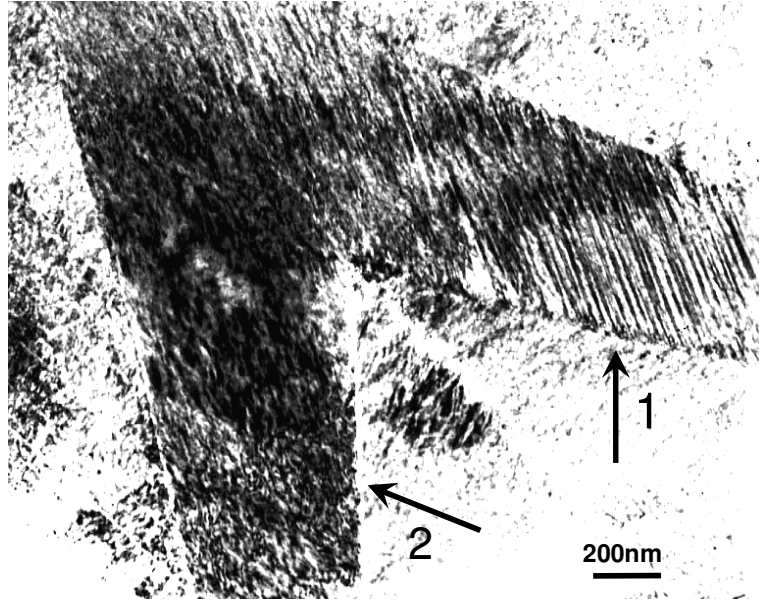
Martensite oluşumu ile ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modellerine göre, dislokasyon gruplarından oluşan martensite çekirdeklerin ana austenite faz içerisindeki yapı bozukluklarından oluştuğu önerilmiştir (8). Şekil 3.13.'de numunenin farklı bir bölgesinde rastlanan dislokasyon ağı gösterilmiştir.



Şekil 3.13. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında TEM'de gözlenen dislokasyon ağı

Morito vd. (85), Fe-C ve Fe-Ni alaşımlarında dislokasyon yoğunluğunu incelemişler ve dislokasyon yoğunluğunun martensite'lerde oluşan ikizlenmelere etkisini araştırmışlardır. Yaptıkları araştırmada Fe-%31Ni alaşımı için ortalama dislokasyon yoğunluğunu $2.8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ olarak

hesaplamışlardır. Fe-Ni alaşımlarında, nikel oranı dikkate alınarak dislokasyon yoğunluğunun değişimi incelenmiş ve nikel oranı %11'den %23'e artarken, dislokasyon yoğunluğu da buna bağlı olarak artmıştır. Buna göre nikel elementinin alaşımdaki yüzdesi dislokasyon yoğunluğunu değiştirmektedir. Elde ettikleri deneysel sonuçlara göre, kısmi ikizlenmenin martensite'te dislokasyon yoğunluğundaki azalmadan kaynaklandığını önermişlerdir. Dislokasyon yoğunluğundaki artışla beraber ikizlenmede azalma meydana gelir ve alaşımın kompozisyon oranına bağlı olarak dislokasyon yoğunluğu değişir (85). Yaptığımız TEM gözlemlerinde, bu önermeye uygun bir martensite plakası Şekil 3.14'de verilmiştir. Şekil 3.14'de görülen martensite plakanın, 1 numaralı ok ile gösterilen bölgesinde ikizlenme görülürken, 2 numaralı ok ile gösterilen bölgesinde ikizlenme oluşmamıştır.



Şekil 3.14. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında oluşan martensite plakasının TEM aydınlık alan görüntüsü

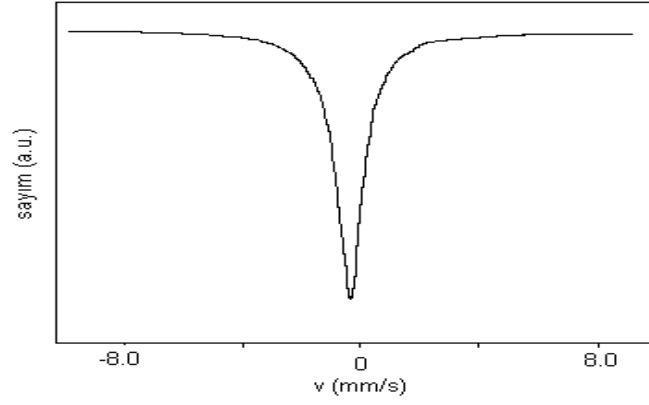
3.5. Fe-Ni-Pd Alařımında Oluřan Austenite-Martensite Faz

Dönüřümünün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometresi Yöntemi İle İncelenmesi

Mössbauer spektrometresi, metal ve metal alařımlarında meydana gelen faz dönüřümlerinin manyetik özelliklerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biridir. Bu yöntemle austenite ve martensite yapıların manyetik özellikleri, hacim yüzdeleri ve martensite fazın iç manyetik alanı belirlenebilir.

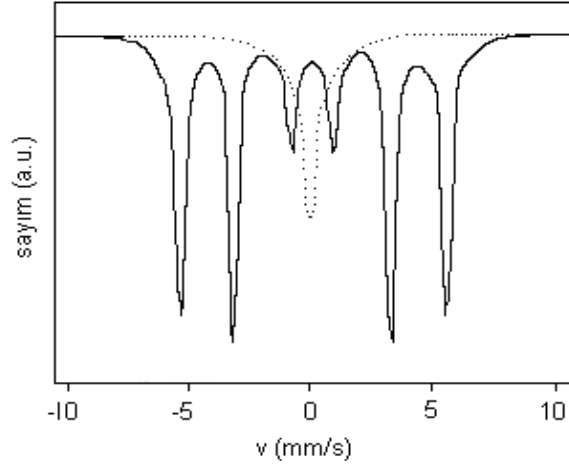
Fe bazlı alařımlarda austenite faz paramanyetik olduđunda, bu faz tek sođurma çizgisiyle, martensite faz antiferromanyetik ya da ferromanyetik olduđunda ise altılı sođurma çizgisiyle karakterize edilir (86).

Fe-%30Ni-%3Pd alařımında oluřan austenite ve martensite fazın hacimce büyüklükleri, martensite faza ait iç manyetik alan ve izomer kayma deđerleri Mössbauer spektrometresi ile belirlendi. Fe-%30Ni-%3Pd alařımına 1200 °C'de 6 saat ısıtılma işleminden sonra fırın içerisinde yavař sođutma sonucunda oluřan austenite faza ait Mössbauer spektrumu Őekil 3.15'de verilmiřtir.



Şekil 3.15. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu

Paramanyetik austenite fazda bulunan alaşım daha sonra sıvı azot içerisine atılarak austenite-martensite faz dönüşümü gerçekleşmiş ve Mössbauer spektrumu alınmıştır. Şekil 3.16'da gösterilen bu spektrumda martensite faz altılı soğurma çizgisi ile tanımlanmıştır.



Şekil 3.16. 1200 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının, austenite kristal yapısında oluşan martensite fazın oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımı için yapılan ısıtma işlemi sonucunda oluşan austenite ve martensite faz için elde edilen hacim yüzdeleri (austenite-%A, martensite-%M), izomer kayma değerleri (austenite- δ_A , martensite- δ_M) ve martensite faz için iç manyetik alan ($B_{iç}$) değerleri Çizelge 3.4'te gösterilmiştir (Çizelge 3.4'te fırında soğutma işlemine tabi tutulan numune "F.S." ile; fırında soğutmadan sonra sıvı azota atılan numune ise "S.A." ile belirtilmiştir).

Çizelge 3.4. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının Mössbauer Spektrometresi sonuçları

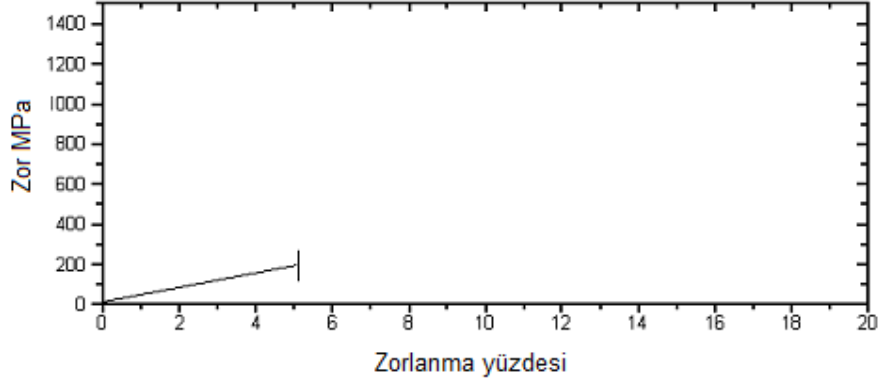
Numune	Isıl işlem	%A	%M	δ_A (mm/s)	δ_M (mm/s)	$B_{iç}$ (T)
Fe-30Ni-3Pd	F.S.	100	-	0.50577 ± 0.00388	-	-
	S.A.	23,59	76,41	0.13325 ± 0.00394	0.43149 ± 0.02133	32,983

3.6. Deformasyonun Martensitik Dönüşümler Üzerine Etkisi

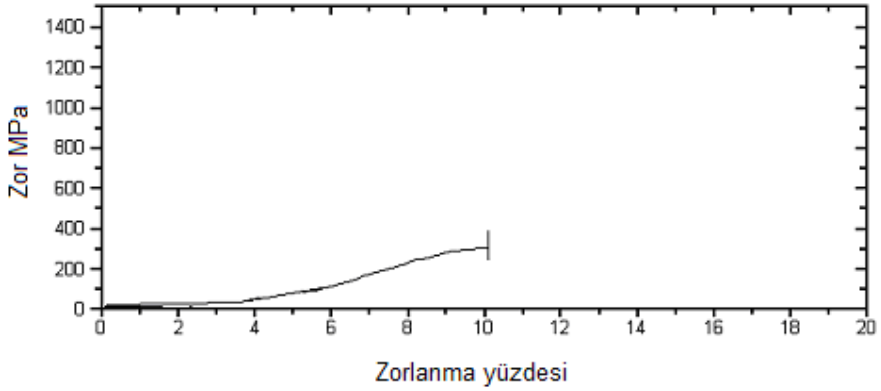
1200 °C'de 6 saat ısıtma işlemine tabi tutulan ve fırında yavaş soğutulan iki adet numune, oda sıcaklığında sıkıştırma zoru ile %5 ve %10 oranlarında ön-zorlanmaya maruz bırakıldı. Uygulanan dış zorun austenite faz üzerine etkisi ve ön-zorlanma sonrasında sıvı azota atılarak oluşturulan martensite fazın yüzey morfolojisi SEM ile gözlemlendi. Ayrıca ön-zorlanmanın martensite fazın kinetiklerine etkisini görmek için diferansiyel taramalı kalorimetre ve martensite fazın oluşum yüzdesine etkisini görmek için Mössbauer spektrometresi kullanıldı.

3.6.1. Fe-Ni-Pd Alařımının Zor-Zorlanma Davranıřı

Austenite fazda bulunan Fe-%30Ni-%3Pd alařımına oda sıcaklıęında uygulanan deformasyonun zor-zorlanma grafikleri Őekil 3.17. ve 3.18'de, zor-zorlanma deneyine ait veriler ise Őizelge 3.5'de verilmiřtir.



Őekil 3.17. %5 zorlanma uygulanan Fe-Ni-Pd alařımının zor-zorlanma grafięi



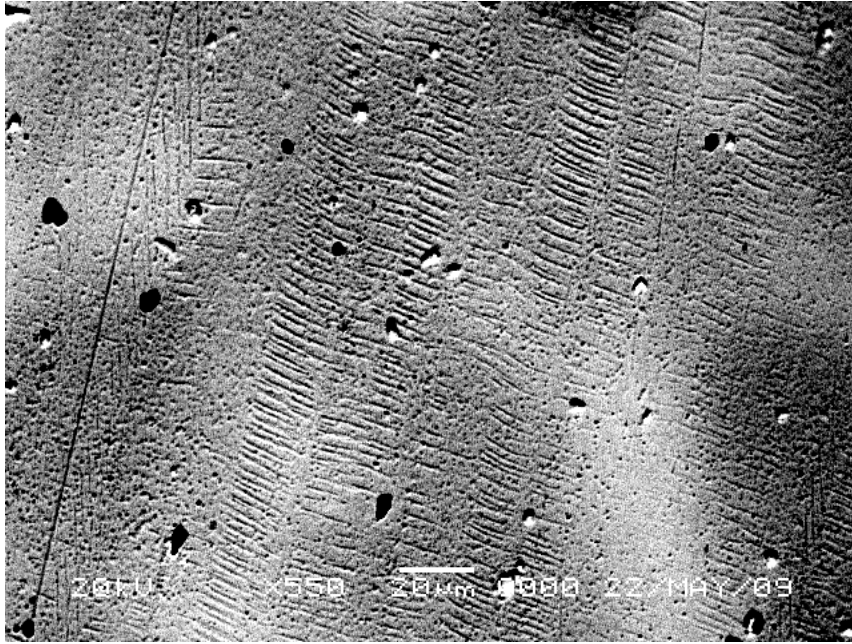
Őekil 3.18. %10 zorlanma uygulanan Fe-Ni-Pd alařımının zor-zorlanma grafięi

Çizelge 3.5. Zor-zorlanma deneyine ait veriler

Zorlanma Yüzdesi (%)	Maksimum Yükleme (kN)	Maksimum Zor (MPa)	Maksimum Zorlanma (%)
5	19.09	193.8	5.092
10	31.46	319.4	10.03

3.6.2. Fe-Ni-Pd Alaşımında Deformasyon Etkisinin Yüzey İncelemeleri

Austenite fazda bulunan numuneler oda sıcaklığında %5 ve %10 ön-zorlanmaya maruz bırakıldılar. Uygulanan dış zorun austenite faza etkisini görmek için numunelerin yüzey incelemeleri SEM ile yapıldı (Şekil 3.19 ve 3.20).



Şekil 3.19. %5 zorlanma sonrası austenite fazın SEM görüntüsü



Şekil 3.20. %10 zorlanma sonrası austenite fazın SEM görüntüsü

Plastik deformasyon sonrası parlatılmış bir metal kristalinin yüzeyini kaplayan paralel çizgilerin bir veya daha fazla setine kayma çizgileri denir (72).

Şekil 3.19. ve 3.20.'de deformasyon sonrası numunelerde oluşan kayma çizgileri görülmektedir. Her iki numunede oluşan kayma çizgileri birbirlerine paralel ve ardışıktır. Ancak %5 zorlanan numunede kayma çizgileri kısa iken, %10 zorlanan numunede oluşan kayma çizgileri ise daha uzundur. Buna göre uygulanan dış zor oranı kayma çizgileri üzerine etkin bir faktördür.

M_s sıcaklığına çok yakın bir sıcaklıkta plastik zorlanmanın başlamasından hemen sonra martensitik dönüşüm gerçekleşir. Yüksek sıcaklıklarda ise martensitik dönüşümün gerçekleşmesi için daha yüksek plastik zorlanmaya ihtiyaç vardır (87). Bu bağlamda Fe-%30Ni-%3Pd alaşımına oda sıcaklığında uyguladığımız %5 ve %10 oranlarındaki

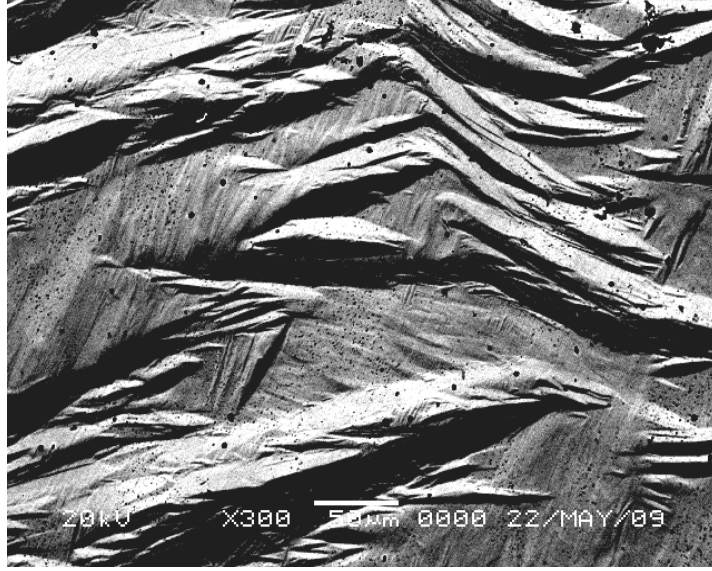
zorlanma, martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvveti oluşturamamıştır.

Deformasyonun uygulandığı sıcaklık ve zorlanma oranı martensite oluşumu için önemli bir faktördür (87). Belirli bir maksimum sıcaklık olan M_d (deformasyonla başlayan martensite başlama sıcaklığı) sıcaklığının üzerinde zorlanma etkili dönüşüm oluşmaz. Austenite yapıda kayma oluştuğunda, soğutmayla meydana gelen kendiliğinden dönüşüme (martensitik dönüşüm) karşı belirli bir ölçüde ana faz stabilize olur ve buna bağlı olarak M_s düşer (35). Scheil'e (88) göre bu etkinin nedeni, kayma bantlarının tane sınırlarına benzer şekilde martensite fazın oluşumunu engelleyici olarak hareket etmesidir (35).

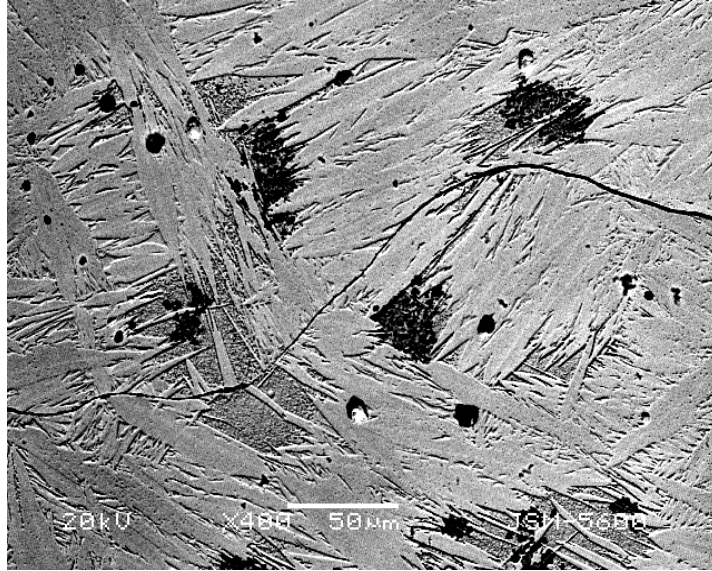
3.6.3. Fe-Ni-Pd Alaşımında Deformasyon Sonrası Soğutma

İşlemi ile Elde Edilen Martensite Fazın Yüzey İncelemeleri

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımına ait numunelere oda sıcaklığında uygulanan deformasyon sonrası, numuneler sıvı azota atılarak martensitik dönüşüm elde edildi. Elde edilen martensitik dönüşümlerin yüzey incelemeleri Şekil 3.21 ve Şekil 3.22'de verildi.



Şekil 3.21. %5 zorlanmadan sonra sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazın SEM görüntüsü



Şekil 3.22. %10 zorlanmadan sonra sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazın SEM görüntüsü

Yapılan yüzey gözlemlerine göre, %5 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazın daha önce deformasyon uygulamaksızın sıvı azota atarak elde ettiğimiz martensite fazla morfolojik olarak aynı olduğu görülmektedir. Ancak oluşan martensite plakalarında kırılma ve bükülme gözlemlenmiştir (Şekil 3.21.). Bu sonuca göre %5 oranındaki ön-zorlanma, martensite morfolojisinde herhangi bir değişiklik meydana getirmezken, martensite plakalarda zorlanmaya bağlı olarak bükülmeler ve kırılmalar oluşmuştur. Yaptığımız çalışmaya benzer bir çalışmada Fe-%30Ni-%0.11C alaşımında yapılmıştır (89). M_s sıcaklığının üzerinde uygulanan basma deformasyonu boyunca bu alaşımda da martensite oluşmamış, ancak deformasyon sonrasında herhangi bir zor uygulamaksızın M_s sıcaklığının altına soğutma işlemi yapılarak kırılmış ve bükülmüş martensite'ler elde edilmiştir (90).

%10 ön-zorlanma sonrasında sıvı azota atılarak elde edilen martensite faz yine plaka şeklinde oluşmuştur. Ancak daha önce deformasyon uygulamaksızın sıvı azota atılarak elde edilen martensite plakalarla karşılaştırıldığında, plaka boyutlarında küçülme gözlemlenmiştir (Şekil 3.22.). Elde edilen bu sonuca göre, %10 oranındaki ön-zorlanma martensite morfolojisinde bir değişim meydana getirmezken plaka boyutlarında küçülmeye neden olmuştur. Kayma bantları tane sınırları gibi martensite plakalarını engelleyici olarak hareket eder (88). Austenite'te ön-zorlanmanın daha yüksek seviyelerinde patlamayla oluşan martensite'nin doğası otokatalitik olarak kalır. Ancak plaka boyutu sürekli azalır ve dislokasyon etkileşimleri boyunca diğer bariyerler gelişir (91).

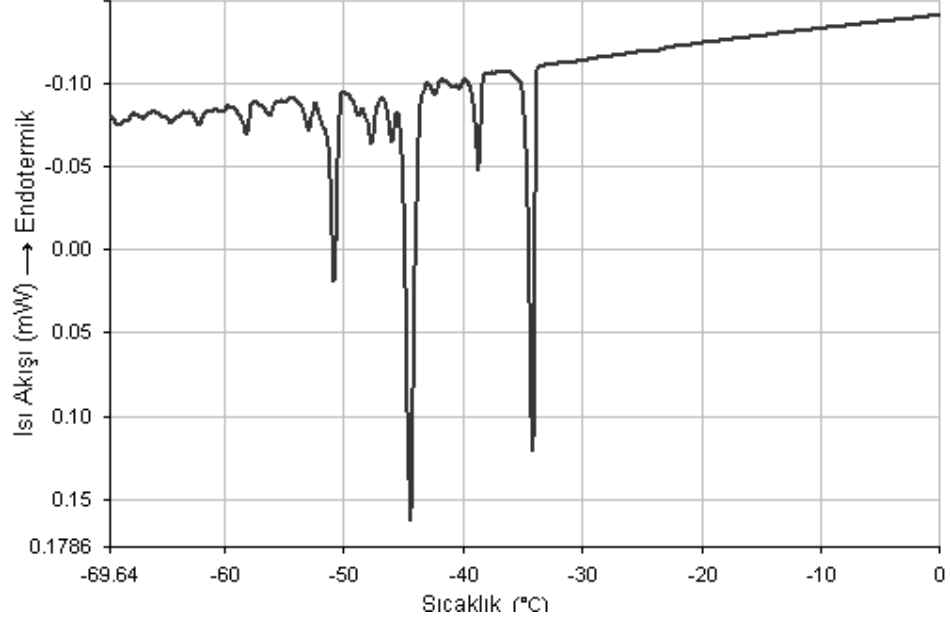
Bunun yanında, %10 oranında uygulanan ön-zorlanmayla numunede oluşan martensite plakaların boyutları küçülürken, sayıları belirgin bir ölçüde artmıştır. Şekil 3.22'de de görüldüğü gibi numune yüzeyinin büyük bir bölümü martensite plakaları tarafından kaplanmıştır. Buna göre %10 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılan numunede oluşan martensite yüzdesinin, %5 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılan ve daha önce deformasyon uygulamaksızın sıvı azota atılarak elde edilen martensite yüzdesinden fazla olması beklenebilir.

Önceki bölümlerde verilen zor-zorlanma etkili martensitik faz dönüşümlerinin teorileri ve deformasyonun martensitik dönüşümler üzerine etkileri incelendiğinde; M_s sıcaklığının üzerinde uygulanan deformasyon, termal etkiyle önceden oluşmuş çekirdeklenme yerlerine ek olarak yeni çekirdeklenme bölgeleri meydana getirebilir. Buna göre önceden var olan martensite çekirdeklerine ek olarak deformasyonla oluşturulan yeni çekirdeklenmeler martensite fazın yüzdesini artırır.

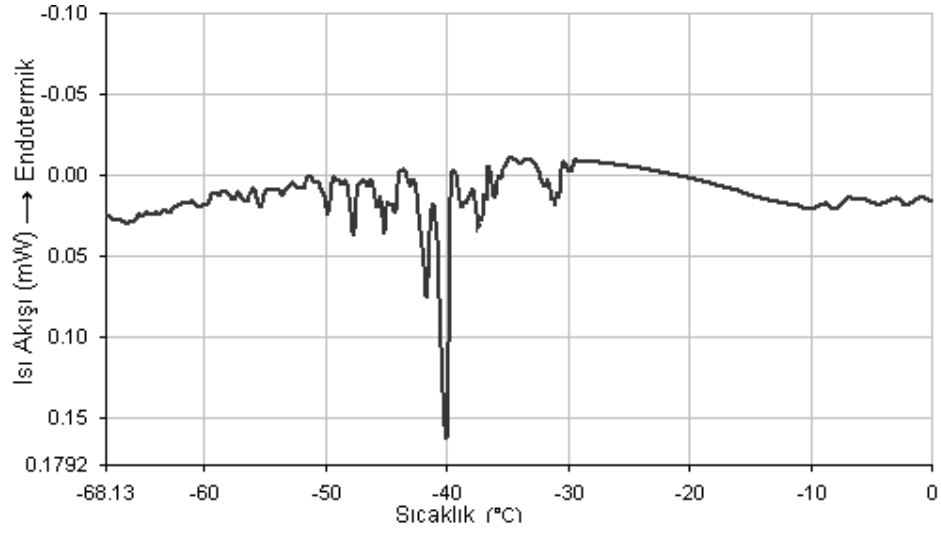
3.6.4. Fe-Ni-Pd Alaşımında Deformasyonun Martensite Kinetikleri

Üzerine Etkisi

Fe-Ni-Pd alaşımına uygulanan deformasyonun dönüşüm kinetiklerine etkisini görmek için DSC ölçümleri alındı. Alınan ölçümlere göre, %5 ön-zorlanmaya maruz bırakılan numunede M_s sıcaklığı $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$, %10 ön-zorlanmaya maruz bırakılan numunede ise M_s sıcaklığı $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ olarak tespit edildi. Elde edilen sıcaklığa bağlı ısı akışı grafikleri Şekil 3.23 ve 3.24'de verilmiştir.



Şekil 3.23. %5 ön-zorlanma uygulanan numunenin sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi



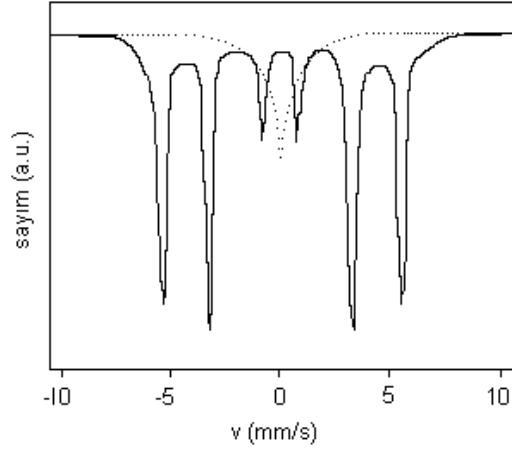
Şekil 3.24. %10 ön-zorlanma uygulanan numunenin sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi

DSC sonuçlarına göre, deformasyon uygulamaksızın sıvı azota atılan numunenin M_s sıcaklığı $-26\text{ }^\circ\text{C}$ iken, %5 ve %10 oranlarında ön-zorlanma uygulanan numunelerin M_s sıcaklıkları sırasıyla $-33\text{ }^\circ\text{C}$ ve $-40\text{ }^\circ\text{C}$ olarak belirlendi. Bu sonuçlara göre, alaşıma uygulanan deformasyon M_s sıcaklığını düşürmüştür. Austenite fazın kusurlu yapısı, yüksek dislokasyon yoğunluğu ve austenite'te oluşan kayma bantları belirli bir ölçüde ana fazı stabilize eder ve buna bağlı olarak M_s düşer (12, 15, 88).

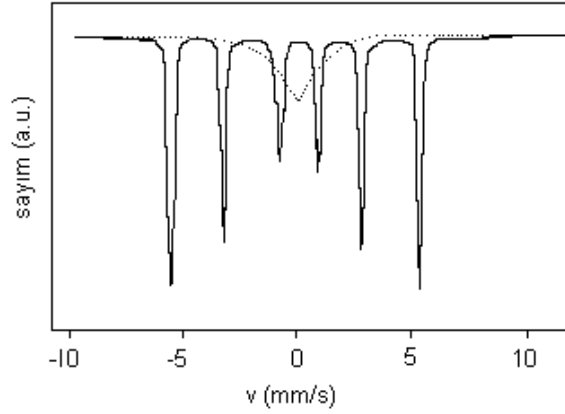
Genelde ön-zorlanmanın artmasıyla patlama boyutu küçülür. Birçok demir bazlı alaşımlarda ön-zorlanmanın bir fonksiyonu olarak M_s sıcaklığının bastırılması karakteristik bir özelliktir. Ayrıca M_d sıcaklığı üzerinde austenite'in zorlanmasındaki artışın bir sonucu olarak, sonradan soğutmayla elde edilen martensitik dönüşümün M_s sıcaklığı düşer (91).

3.6.5. Fe-Ni-Pd Alaşımında Deformasyonun Martensite Hacim Oranına Etkisi ve Martensite Fazın Manyetik Özellikleri

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımına oda sıcaklığında uygulanan %5 ve %10 oranlarındaki ön-zorlanma sonrasında, sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazın hacim oranı ve manyetik özelliklerini belirlemek için Mössbauer spektrometresinden yararlanıldı. Elde edilen Mössbauer spektrumları Şekil 3.25 ve Şekil 3.26'da, martensite fazın manyetik özellikleri ve hacim yüzdesi Çizelge 3.6'da verildi.



Şekil 3.25. %5 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılan numunenin Mössbauer spektrumu



Şekil 3.26. %10 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılan numunenin Mössbauer spektrumu

Çizelge 3.6. %5 ve %10 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılan numunelerin manyetik özellikleri

Zorlanma Yüzdesi (%)	%A	%M	δ_A (mm/s)	δ_M (mm/s)	$B_{iç}$ (T)
5	16,72	83,28	0.50577 ± 0.00388	0.47641 ± 0.00953	32,976
10	10,49	89,51	0.13325 ± 0.00394	0.35641 ± 0.01353	32,073

Daha önce deformasyon uygulanmaksızın elde edilen martensite fazın hacim yüzdesi %76,41 iken; %5 ve %10 ön-zorlanmadan sonra termal etki ile elde edilen martensite fazın hacim yüzdelerinin sırasıyla %83,28 ve %89,51'e yükseldiği belirlendi. Mössbauer spektrometresinden elde edilen sonuçlara göre, ön-zorlanma oranı arttıkça martensite hacim oranının da arttığı görüldü.

Alaşıma uygulanan dış zor, yeni çekirdeklenme bölgeleri ve embriyolar oluşmasını sağlar. M_s ve M_s^c arasındaki sıcaklıklarda çekirdeklenmeler olabilir ancak bu çekirdeklenmeler sadece uygulanan zor yardımıyla mümkündür (43). Martensite çekirdeği heterojen çekirdeklenmenin bir türü olarak düşünülür. Yüksek zorlanma deformasyonu ile gelişen yapılar, hem dengesiz tane sınırlarına hem de yüksek dislokasyon yoğunluğuna bağlı olan yüksek iç zorlarla karakterize edilir ve bu yapılar soğutma boyunca martensite'in heterojen çekirdeklenme bölgeleri için hizmet eder (13).

Yaptığımız çalışmaya göre, martensitik dönüşüm için yeterli sürücü kuvveti sağlayamayan ön-zorlanma, austenite fazda önceden var olan çekirdeklenme bölgelerine ve embriyolara ek olarak yeni çekirdeklenme bölgeleri oluşturmuştur. Bu nedenle martensite fazın hacim yüzdesi artmış ve bu artış Mössbauer spektrometresi verileriyle belirlenmiştir. Ayrıca martensite yüzdesinin artmasıyla martensite faza ait iç manyetik alan değerinin azaldığı görülmüştür.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%3Pd (% ağırlık) alaşımında oluşan austenite-martensite faz dönüşümünün kinetik, yapısal ve kristalografik özellikleri incelendi. Ayrıca, atermal özellik gösteren martensitik dönüşümün karakteristik özellikleri üzerine ön-zor etkileri araştırıldı. Isıl işlem sonrası alaşımda meydana gelen fazlara ait örgü parametreleri ve ana düzlemler X-ışınları difraktometresi ile, austenite→martensite ve martensite→austenite faz dönüşümlerinin kinetik özellikleri DSC ile, yüzey incelemeleri SEM ile, kristalografik ve inceyapı özellikleri TEM ile, oluşan fazların manyetik özellikleri ve bu fazların hacim yüzdeleri Mössbauer spektrometresi ile belirlendi. Bunun yanında oda sıcaklığında uygulanan ön-zorlanmanın, dönüşüm kinetiklerine, austenite ve martensite fazın yüzey morfolojisine ve dönüşüm hacimlerine etkisi araştırıldı.

XRD ölçümleri sonucunda Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında oluşan austenite (f.c.c.) ve martensite (b.c.c.) fazların örgü parametreleri ve bu fazlara ait ana düzlemler tespit edildi. Austenite faza ait ana düzlemlerin $(111)_{\gamma}$, $(200)_{\gamma}$, $(220)_{\gamma}$, $(311)_{\gamma}$ olduğu ve bu faza ait örgü parametresi $\langle a_{\gamma} \rangle = 3.5710 \text{ \AA}$ olarak belirlendi. Austenite fazda bulunan numunenin sıvı azota atılarak termal etki ile elde edilen martensite faza ait ana düzlemlerin $(110)_{\alpha}$, $(200)_{\alpha}$, $(211)_{\alpha}$, $(220)_{\alpha}$ olduğu ve bu fazın örgü parametresi $\langle a_{\alpha} \rangle = 2.8614 \text{ \AA}$ olarak hesaplandı.

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımında görülen austenite→martensite ve martensite→austenite faz dönüşümlerinin kinetik özelliklerini belirlemek için

DSC analizleri yapıldı ve martensite başlama sıcaklığı (M_s), austenite başlama sıcaklığı (A_s) ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f) tespit edildi. 1200 °C'de 6 saat ısıtma işlemi gören ve fırında oda sıcaklığına yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının oda sıcaklığında austenite faz yapısına sahip olduğu görüldü. Yapılan deneyde sıcaklık aralıkları, soğutma işlemi için (20 °C) - (-150 °C), ısıtma işlemi için (20 °C) – (500 °C) olacak şekilde tercih edildi. Fe-%30Ni-%3Pd alaşımının martensite başlama sıcaklığını (M_s) tespit etmek için alaşımın sıcaklığı 20 °C'den (-150 °C)' ye kadar dakikada 5 °C'lik bir azalma ile soğutuldu. Sonra alaşım 20 °C'den 500 °C' ye kadar dakikada 5 °C'lik bir artışla ısıtılarak A_s ve A_f sıcaklıkları belirlendi. Bu şekilde Fe-%30Ni-%3Pd alaşımına ait numuneye üç döngü yapıldı. Yapılan her döngü sonrası belirlenen M_s sıcaklıkları sırasıyla -26 °C, -42 °C ve -60 °C olarak ölçüldü. Elde edilen ısı akışı-sıcaklık grafikleri incelendiğinde, M_s sıcaklığının her döngüde keskin bir pik vererek oluştuğu tespit edildi. Buna göre martensitik dönüşümün atermal karakteristikte patlamayla oluştuğu belirlendi.

Alaşıma uygulanan termal döngü sayısı arttıkça austenite fazdan martensite faza geçiş sıcaklığını veren M_s sıcaklığında düşüş gözlemlendi. Tespit edilen her M_s sıcaklığı yine atermal karakteristikte patlamayla meydana geldi ancak bir önceki patlama hacmine ulaşamadı. Buna bağlı olarak martensite hacminde bir önceki oluşum hacmine göre azalma meydana geldi. Her termal döngü sonrası martensite→austenite ters dönüşümüyle meydana gelen yüksek dislokasyon yoğunluğu, austenite'yi stabilize eder ve termal döngüye bağlı olarak austenite tane boyutları küçülür (12). M_s sıcaklığındaki düşüş tane boyutlarındaki küçülmeye bağlıdır ve tane boyutlarındaki küçülme de ilk patlama derecesinde azalma meydana getirir.

Küçük tane boyutu ve düşük homojenleştirme sıcaklığıyla uyumlu yüksek sürücü kuvvet (düşük M_s sıcaklığı), büyük tane boyutu ve yüksek homojenleştirme sıcaklığıyla uyumlu düşük sürücü kuvvet (yüksek M_s sıcaklığı) olur (15). Austenite tane yapısındaki küçülmenin bir sonucu olarak austenite→martensite faz dönüşümü için gerekli olan sürücü kuvvet yükselir. Yükselen sürücü kuvveti elde etmek için de M_s sıcaklığı düşer (15).

Fe-30Ni-3Pd alaşımında yapılan termal döngüler sonucunda belirlenen austenite başlama sıcaklığı, her termal döngü sonrası sırasıyla 370 °C, 360 °C ve 360 °C olarak belirlendi. Austenite bitiş sıcaklığı ise yine her termal döngü sonrası sırasıyla 450 °C, 460 °C, 450 °C olarak tespit edildi. Elde edilen bu değerlere göre, A_s ve A_f sıcaklıklarında büyük bir değişim gerçekleşmedi. Bu sıcaklık değerlerinin hemen hemen sabit kalması austenite fazın stabilize olduğunu gösterdi. Her termal döngü sonrası artan dislokasyon yoğunluğu, austenite tanelerinin termal döngülere bağlı olarak küçülmesi ve austenite fazda oluşan kusurlar austenite fazın stabilize olmasında etkilidir (12, 15, 82).

Fe-30Ni-3Pd alaşımı 1200 °C de 6 saat ısıtıldıktan sonra fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutuldu. Isıl işlem etkisinin yüzey incelemeleri için SEM kullanıldı. Yapılan yüzey incelemesinde alaşımın austenite kristal taneciklerine sahip olduğu belirlendi ve ortalama tane boyutu 300 µm olarak ölçüldü. Bu çalışmadan sonra termal etki ile meydana gelebilecek martensitik faz dönüşümü için oda sıcaklığında tutulan numune sıvı azot (-196 °C) sıcaklığında 8-10 sn tutularak soğutuldu. Fe-30Ni-3Pd

alaşımında elde edilen atermal özellikli martensitik faz dönüşümlerinin yüzey morfolojisi SEM ile belirlendi. Yapılan incelemeler sonucunda martensite plakalarının tane sınırlarına doğru incelenerek durduğu ve plakaların gelişigüzel bir dağılım gösterdiği görüldü. Martensite plakalarının büyümesi tane sınırlarında engellenir ve oluşan martensite plakaların şekli ile büyüklüğü tane boyutunun bir fonksiyonudur (61). Patlama ile meydana gelen martensitik faz dönüşümlerinin büyüklüğü tane boyutuna bağlıdır (15). Martensite oluşumu nedeniyle matriksin elastik veya plastik olarak deforme olup olmadığı, martensite sınırının hareketi için çok önemli bir faktördür (14) ve alaşımın kompozisyonu martensite plaka boyutları üzerinde etkilidir (10).

Fe-30Ni-3Pd alaşımında atermal özellik gösteren martensitik fazın ince yapısı Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelendi. Yapılan incelemelerde austenite yapıda yığılım hataları ve yüksek dislokasyon yoğunluğu gözlemlendi. Bunun yanında martensite fazda iç ikizlenmeler görüldü. Austenite ve martensite fazları arasındaki kristalografik ilişkiyi ortaya çıkarabilmek için elektron kırınımı deseninden yararlanıldı.

Elde edilen elektron kırınım deseni incelendiğinde Fe-30Ni-3Pd alaşımında martensite faz dönüşümünün, Kurdjumov-Sachs türüne ait $(1\bar{1}0)_{\alpha'} // (1\bar{1}\bar{1})_{\gamma}$, $[111]_{\alpha'} // [110]_{\gamma}$ dönme bağıntılarına sahip olduğu bulundu. Ayrıca Fe-30Ni-3Pd alaşımının başka bir bölgesinden alınan martensite fazda meydana gelen ikizlenmenin elektron kırınım deseni incelendiğinde martensite kristalinin iç yapısının $\{112\}_{\alpha}$ dönüşüm ikizlerinden oluştuğu bulundu.

Fe-%30Ni-%3Pd alařımında termal etkiyle meydana gelen martensite faza ait hacim y%zdeleri, martensite fazın i manyetik alan ve izomer kayma deęerleri M%ssbauer spektrometresi y%ntemi kullanılarak bulundu. Yapılan incelemelerde austenite fazın paramanyetik (tek soęurma izgisi), martensite fazın ferromanyetik ya da antiferromanyetik (altı soęurma izgisi) olduęu ve martensite fazın i manyetik alan deęerinin $B_{i} = 32,983 \text{ T}$ olduęu belirlendi. Martensitik d%n%ř%em elde edilen numunede austenite fazın hacim oranı %23,59, martensite fazın hacim oranı ise %76,41 olarak tespit edildi.

1200 °C'de 6 saat ısıtılma tabi tutulan ve fırında yavaş soęutulan iki adet numune, oda sıcaklıęında sıkıřtırma zoru ile %5 ve %10 oranlarında nzorlanmaya maruz bırakıldı. %5 zorlanma iin maksimum zor 193,8 MPa ve %10 zorlanma iin maksimum zor 319,4 MPa olarak uygulandı. Her iki numuneye uygulanan deformasyonun austenite faz zerine etkisini incelemek iin numunelerin y%zey incelemeleri SEM ile yapıldı. Yapılan y%zey g%zlemlerinde her iki numunede paralel ve ardıřık kayma izgileri g%r%ld% . Ancak %5 oranında zorlanan numunede kayma izgileri kısa iken, %10 oranında zorlanan numunede kayma izgileri daha uzun oldu. Uygulanan n-zorla martensitik d%n%ř%em meydana gelmedi. M_s sıcaklıęına ok yakın bir sıcaklıkta plastik zorlanmanın bařlamasından hemen sonra martensitik d%n%ř%em gerekleřir. Ancak y%ksek sıcaklıklarda martensitik d%n%ř%em gerekleřmesi iin daha y%ksek plastik zorlanmaya ihtiya vardır (88). Deformasyonun uygulandıęı sıcaklık ve deformasyon oranı martensite oluřumu iin nemli bir fakt%rd%r (88). Belirli bir maksimum sıcaklık olan M_d (deformasyonla bařlayan martensite bařlama sıcaklıęı) sıcaklıęının zerinde

zorlanma etkili dönüşüm oluşmaz. Ayrıca austenite yapıda kayma oluştuğunda, soğutmayla meydana gelen kendiliğinden dönüşüme (martensitik dönüşüm) karşı belirli bir ölçüde ana faz stabilize olur (35).

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımına ait numunelere oda sıcaklığında uygulanan %5 ve %10 oranlarındaki ön-zorlanma sonrası, numuneler sıvı azota atılarak martensitik dönüşüm elde edildi ve martensite fazın yüzey morfolojisi SEM ile gözlemlendi. Yapılan yüzey gözlemlerine göre, %5 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazın daha önce deformasyon uygulamaksızın sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazla morfolojik olarak aynı olduğu görüldü. Ancak martensite plakalarında kırılma ve bükülme gözlemlendi. %10 ön-zorlanma sonrası sıvı azota atılarak elde edilen martensite faz yine plaka şeklinde oluştu. Daha önce deformasyon uygulamaksızın sıvı azota atılarak elde edilen martensite plakaları karşılaştırıldığında ise plaka boyutlarında küçülme gözlemlendi. Kayma bantları tane sınırları gibi martensite plakalarını engelleyici olarak hareket eder (89). Austenite'te ön-zorlanmanın daha yüksek seviyelerinde patlamayla oluşan martensite'nin doğası otokatalitik olarak kalır. Ancak plaka boyutu sürekli azalır ve dislokasyon etkileşimleri boyunca diğer bariyerler gelişir (91). Bunun yanında %10 ön-zorlanmaya maruz bırakılan numunede oluşan martensite plakaların boyutları küçülürken, sayıları belirgin bir ölçüde arttı.

Fe-Ni-Pd alaşımına uygulanan deformasyonun dönüşüm kinetiklerine etkisini görmek için DSC ölçümleri alındı. Alınan ölçümlere göre %5 ön-zorlanmaya sahip numunede M_s sıcaklığı $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$, %10 ön-zorlanmaya sahip numunede ise M_s sıcaklığı $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ olarak tespit edildi. Deformasyon

uygulamaksızın sıvı azota atılan numunede M_s sıcaklığı $-26\text{ }^{\circ}\text{C}$ olarak bulunmuştur. Buna göre ön-zorlanmanın M_s sıcaklığını düşürdüğü belirlendi. Austenite fazın kusurlu yapısı, yüksek dislokasyon yoğunluğu ve austenite'te oluşan kayma bantları belirli bir ölçüde ana fazı stabilize eder ve buna bağlı olarak M_s düşer (12, 15, 89). Genelde ön-zorlanmanın artmasıyla patlama boyutu küçülür. Birçok demir bazlı alaşımlarda ön-zorlanmanın bir fonksiyonu olarak M_s sıcaklığının bastırılması karakteristik bir özelliktir. Ayrıca M_d sıcaklığı üzerinde austenite'in zorlanmasındaki artışın bir sonucu olarak, sonradan soğutmayla elde edilen martensitik dönüşümün M_s sıcaklığı düşer (91).

Fe-%30Ni-%3Pd alaşımına oda sıcaklığında uygulanan %5 ve %10 oranlarındaki ön-zorlanma sonrasında, sıvı azota atılarak elde edilen martensite fazın hacim oranı ve manyetik özelliklerini belirlemek için Mössbauer spektrometresinden yararlanıldı. Daha önce deformasyon uygulamaksızın elde edilen martensite fazın hacim yüzdesi %76,41 iken; %5 ve %10 ön-zorlanma sonrası termal etki ile elde edilen martensite fazın hacim yüzdeleri sırasıyla %83,28 ve %89,51 olarak belirlendi. Bu sonuçlara göre deformasyona bağlı olarak martensite fazın hacim oranı yükseldi. Alaşıma uygulanan dış zor, yeni çekirdeklenme bölgeleri ve embriyolar oluşmasını sağlar. (43). Martensite çekirdeği heterojen çekirdeklenmenin bir türü olarak düşünülür. Yüksek zorlanma deformasyonu ile gelişen yapılar, hem dengesiz tane sınırlarına hem de yüksek dislokasyon yoğunluğuna bağlı olan yüksek iç zorlarla karakterize edilir ve bu yapılar soğutma boyunca martensite'in heterojen çekirdeklenme bölgeleri için hizmet eder (13).

Yaptığımız çalışmaya göre martensitik dönüşüm için yeterli sürücü kuvveti sağlayamayan ön-zorlanma, austenite fazda önceden var olan çekirdeklenme bölgelerine ve embriyolara ek olarak yeni çekirdeklenme bölgeleri oluşturmuştur. Bu nedenle martensite fazın hacim yüzdesi artmış ve bu artış Mössbauer spektrometresi verileriyle belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- (1) Burakowski, T., Wierzchoń, T., Surface Engineering of Metals Principles, Equipment, Technologies. CRC Pres, Washington D.C., 1999.
- (2) Troiano, A. R., Greninger, A. B., The martensite transformation. Metal Progress. 50, 303-307, 1946.
- (3) Austen, W. C. R., An Introduction to the Study of Metallurgy. Charles Griffin Company, London, 1891.
- (4) Davis, J. R., Metals Handbook Desk Edition. ASM International, 1998.
- (5) Nishiyama, Z., Martensitic Transformations. Academic Press, London, 1978.
- (6) Banerjee, S., Mukhopadhyay, P., Phase Transformations. Pergamon Materials Series, Elsevier, 2007.
- (7) Olson, G. B., Cohen, M., A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC→HCP transformation. Metall. Trans. A. 7, 1897-1904, 1976.
- (8) Olson, G. B., Cohen, M., A general mechanism of martensitic nucleation: Part II. FCC→BCC and other martensitic transformations. Metall. Trans. A. 7, 1905-1914, 1976.
- (9) Olson, G. B., Cohen, M., A general mechanism of martensitic nucleation: Part III. Kinetics of martensitic nucleation. Metall. Trans. A. 7, 1915-1923, 1976.
- (10) Visvesvaran, P., A study on morphology and plate mean dimensions in Fe-Ni and Fe-Ni-Cr alloys. Metall. Mater. Trans. A. 27, 973-980, 1996.

- (11) Kaufman, L., Cohen, M., The martensitic transformation in the Iron-Nickel system. *Trans. AIME, J. Metals.* 206, 1393-1401, 1956.
- (12) Seo, S. B., Leem, D. S., Jun, J. H., Choi, C. S., Effect of thermal cycling on microstructures and mechanical properties of lath and lenticular martensites in Fe-Ni alloys. *ISIJ International.* 41, 350-355, 2001.
- (13) Han, B., Xu, Z., Martensitic transformation behaviour of large strain deformed Fe-32%Ni alloy. *Mater. Sci. Eng. A.* 431, 109-113, 2006.
- (14) Maki, T., Shimoaka, S., Fujiwara, S., Tamura, I., Formation temperature and growth behavior of thin plate martensite in Fe-Ni-C alloys. *Trans. JIM.* 16, 35-41, 1975.
- (15) Hayzelden, C., Cantor, B., The martensite transformation in Fe-Ni-C alloys. *Acta Metall.* 34, 233-242, 1986.
- (16) Nilles, J. L., Owen, W. S., Deformation twinning of martensite. *Metall. Trans.* 3, 1877-1883, 1972.
- (17) Durlu, T. N., High voltage transmission electron microscopy studies of strain-induced martensite in Fe-Ni-C alloys. *Acta Metall.* 26, 1855-1861, 1978.
- (18) Durlu, T. N., Christian, J. W., Effect of prior deformation on the martensite burst transformation in single crystals of an Fe-Ni-C alloy. *Acta Metall.* 27, 663-666, 1979.
- (19) Sridharan, K., Worzala, F. J., Dodd, R. A., Martensitic transformation and invar effect in Fe-Ni-Co alloys. *Materials Chemistry Physics.* 30, 115-119, 1991.

- (20) Volosevitch, P. Yu., Girzhon, V. V., Danil'chenko, V. E., Formation of the structure of Fe-Ni alloys at the result of multiple martensite transformations. *Scripta materialia*. 37, 977-981, 1997.
- (21) Navruz, N., Durlu, T. N., Application of the infinitesimal deformation approach to the fcc→bcc martensitic transformation for a Fe-31%Ni alloy. *Journal of Material Science Letters*. 18, 959-961, 1999.
- (22) Kitihara, H., Tsuji, N., Minamino, Y., Martensite transformation from ultrafine grained austenite in Fe-28.5 at.%Ni. *Mat. Sci. Eng. A*. 438-440, 233-236, 2006.
- (23) Hsu, T. Y., Martensitic transformation under stress. *Mater. Sci. Eng. A*. 438-440, 64-68, 2006.
- (24) Guimarães, J. R. C., Stress assisted martensite: Pre-strain, grain-size and strain-rate effects. *Mater. Sci. Eng. A*. 475, 343-347, 2008.
- (25) Davies, R. G., Magee, C. L., Influence of austenite and martensite strength on martensite morphology. *Metall. and Mater. Trans. B*. 2, 1939-1947, 1971.
- (26) Thomas, G., Electron microscopy investigations of ferrous martensites. *Metall. and Mater. Trans. B*. 2, 2373-2385, 1971.
- (27) Krauss, G., Marder, A. R., The morphology of martensite in iron alloys. *Metall. and Mater. Trans. B*. 2, 2343-2357, 1971.
- (28) Maki, T., Shimooka, S., Umemoto, M., Tamura, I., The morphology of strain-induced martensite and thermally transformed martensite in Fe-Ni-C alloys. *Trans. JIM*. 13, 400, 1972.
- (29) Umemoto, M., Yoshitake, E., Tamura, I., The morphology of martensite in Fe-C, Fe-Ni-C and Fe-Cr-C alloys. *J. Mater. Sci*. 18, 2893, 1983.

- (30) Christian, J. W., The Theory of Transformations in Metals Alloys. Pergamon Press, Part 1, Third Edition, London, 2002.
- (31) Ghosh, G., Olson, G. B., Computational thermodynamics and the kinetics of martensitic transformation. Journal of Phase Equilibria. 22, 199-207, 2001.
- (32) Wada, T., Tagawa, T., Taya, M., Martensitic transformation in Pd-rich Fe-Pd-Pt alloy. Scripta Mater. 48, 207-211, 2003.
- (33) Durlu, T. N., F.Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi. 13(1), 1, 2001.
- (34) M. Dikici, Fe Alaşımlarının Austenite – Martensite Dönüşümlerinde Çekirdeklenme Olayı, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Elazığ, 1980.
- (35) Chalmers, B., Progress in Metal Physics 3. Pergamon Press Ltd., London, 1952.
- (36) Olson, G. B., Owen, W. S., Martensite. The Materials Information Society, New York, 1992.
- (37) Georgiva, I. YA., Maksimova, O. P., Relation between kinetics and structure during martensitic transformations. Fiz. Metal. Metalloved. 32, 364-376, 1971.
- (38) Bunshah, R. F., Mehl, R. F., Rate of propagation of martensite. Trans. AIME. Journal of Metals, 5, 1251-1258, 1953.
- (39) Karaman, I., Sehitoglu, H., Maier, H. J., Balzer, M., Stress-state effects on the stress-induced martensitic transformation of carburized 4320 steels. Metall. Mater. Trans. A. 29, 427-437, 1998.
- (40) Kaufman, L., Cohen, M., Thermodynamics and kinetics of martensitic transformations. Progress in Metal Physics. 7, 165-247, 1958.

- (41) Knapp, H., Dehlinger, U., Mechanik und kinetik der diffusionslosen martensitbildung. *Acta Met.* 4, 289-297, 1956.
- (42) Zhao, X. Q., Han, Y. F., Kinetics of homogeneous martensitic nucleation in iron-based alloys. *Metall. Mater. Trans. A.* 30, 884-887, 1999.
- (43) Olson, G. B., Cohen, M., A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. *Journal of the Less-Common Metals.* 28, 107-118, 1972.
- (44) Bolling, G. F., Richman, R. H., The influence of stress on martensite start temperatures in Fe-Ni-C alloys. *Scripta Met.* 4, 539-543, 1970.
- (45) Bolling, G. F., Richman, R. H., The plastic deformation of ferromagnetic face-centred cubic Fe-Ni-C alloys. *Phil.Mag.* 19, 247-264, 1969.
- (46) Bolling, G. F., Richman, R. H., The plastic deformation-transformation of paramagnetic fcc Fe-Ni-C alloys. *Acta Met.* 18, 673-681, 1970.
- (47) Richman, R. H., Bolling, G. F., Stress, deformation and martensitic transformation. *Metall. and Mater.Trans. B.* 2, 2451-2462, 1971.
- (48) Christian, J. W., Thermodynamics kinetics of martensite. *ICOMAT.* Cambridge, Massachusetts, USA, 221-234, 1979.
- (49) Georgiva, I. YA., Nikitina, I. I., Isothermal and athermal martensitic transformations. *Trans. Metallov.* 5, 68-72, 1972.
- (50) Christian, J. W., *The Theory of Transformations in Metals Alloys.* Pergamon Press, Third Edition, Part 2, London, 2002.
- (51) Yang, J. H., Chen, H., Wayman, C. M., Development of Fe-based shape memory alloys associated with face-centered cubic-hexagonal

- close-packed martensitic transformations: Part I. Shape memory behavior. *Metall. Trans. A.* 23, 1431-1437, 1992.
- (52) Yang, J. H., Chen, H., Wayman, C. M., Development of Fe-based shape memory alloys associated with face-centered cubic-hexagonal close-packed martensitic transformations: Part II. Transformation behavior. *Metall. Trans. A.* 23, 1439-1444, 1992.
- (53) Yang, J. H., Wayman, C. M., Development of Fe-based shape memory alloys associated with face-centered cubic-Hexagonal close-packed martensitic transformations: Part III. Microstructures. *Metall. Trans. A.* 23, 1445-1454, 1992.
- (54) Kajiwara, S., Characteristic features of shape memory effect and related transformation behavior in Fe-based alloys. *Mater. Sci. Eng. A.* 273-275, 67-88, 1999.
- (55) Maji, B. C., Krishnan, M., Rama Rao, V. V., The microstructure of an Fe-Mn-Si-Cr-Ni stainless steel shape memory alloy. *Metall. Mater. Trans. A.* 34, 1029-1042, 2003.
- (56) Kikuchi, T., Kajiwara, S., Tomota, Y., Microscopic studies on stress-induced martensite transformation and its reversion in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy. *Mater. Trans. JIM*, 36, 719-728, 1995.
- (57) Kato, M., Mori, T., Stress-induced martensite in single crystals of an Fe-23Ni-5Cr alloy. *Acta Metall.* 24, 853-860, 1976.
- (58) Bilby, B. A., Christian, J. W., The crystallography of martensitic transformations. *Journal of the Iron Steel Institute.* 197, 122-131, 1961.
- (59) Bain E. C., *Trans. Am. Inst. Min. Metall. Engrs (AIME)*, 70 , 25, 1924.

- (60) M. Sum, Variant Selection During the Austenite to Martensite Transformation, Master Theses, McGill University, Montreal, Canada, 1998.
- (61) Porter, D. A., Easterling, K. E., Phase Transformation in Metals and Alloys. VNR Co. Ltd., London, 1982.
- (62) Mackenzie, J. K., The crystallography of martensite transformations. The Journal of the Australian Institute of Metals. 5, 90-105, 1960.
- (63) Wayman, C. M., Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations. The Macmillan Company, New York, 1964.
- (64) Khachaturyan, A. G., Theory of Structural Transformations in Solids. John Wiley & Sons, New York, 1983.
- (65) Patterson, R. L., Wayman, C. M., The crystallography and growth of partially-twinned martensite plates in Fe-Ni alloys. Acta Metall. 14, 347-366, 1966.
- (66) Wayman, C. M., Crystallographic theories of martensitic transformations. J. Less-Common Metals. 28, 97-105, 1972.
- (67) Wechsler, M. S., Lieberman, D. S., Read, T. A., On the theory of the formation of martensite. Trans. AIME. Journal of Metals. 197, 1503-1515, 1953.
- (68) Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., The crystallography of martensite transformations I. Acta Metall. 2, 129-137, 1954.
- (69) Mackenzie, J. K., Bowles, J. S., The crystallography of martensite transformations II. Acta Metall. 2, 138-150, 1954.

- (70) Bowles, J. S., Mackenzie, J. K., The crystallography of martensite transformations III. Face-centred cubic to body-centred tetragonal transformations. *Acta Metallurgica*. 2, 224-231, 1954.
- (71) Mackenzie J. K., Bowles, J. S., The crystallography of martensite transformations IV. Body-centred cubic to orthorhombic transformations. *Acta Metall.* 5, 137-149, 1957.
- (72) Honeycombe, R. W. K., *The Plastic Deformation of Metals*. Edward Arnold Ltd., London, 1968.
- (73) Cahn, R. W., Soviet work on mechanical twinning. *Nuovo Cimento*, Suppl. 10, N.4, 350-386, 1953.
- (74) Fisher, J. C., Johnston, W. G., Thomson, R., Vreeland, Jr. T., *Dislocations and Mechanical Properties of Crystals*. John Wiley & Sons Inc., New York, 1956.
- (75) Ross, N. D. H., Crocker, A. G., A generalized theory of martensite crystallography and its application to transformations in steels. *Acta Metall.* 18, 405-418, 1970.
- (76) Acton, A. F., Bevis, M., A generalised martensite crystallography theory. *Mater. Sci. Eng.* 5, 19-29, 1969/70.
- (77) Dieter, E. G., *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill Book Company, New York, Toronto, London, 1961.
- (78) May, L., *An Introduction to Mössbauer Spectroscopy*. Plenum Press., New York-London, 1971.
- (79) N. Durlu, Mössbauer Study of Fe-%1V Alloys, Yüksek Lisans Tezi. O.D.T.Ü., Ankara, 1982.

- (80) Jenkins, R., X-ray Techniques: Overview. In Encyclopedia of Analytical Chemistry. 13269-13288. Ed: by R. A. Meyers. John Wiley and Sons Ltd., Chichester, 2000.
- (81) Sastri, A. S., West, D. R. F., Effect of austenitizing conditions on the kinetics of martensite formation in certain medium-alloy steels. J.Iron Steel Inst. 203, 138, 1965.
- (82) Entwisle, A. R., Feeney, J. A., The effect of austenitizing conditions on martensite transformation by bursts. Inst. Metals Monogr. 33, 156-161, 1968.
- (83) Gupta, S. K., Raghavan, V., Some correlations between the athermal and the isothermal modes of martensitic transformation. Acta Metallurgica. 23, 1239-1245, 1975.
- (84) G. Dikici, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo Alařımlarının Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi. Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2009.
- (85) Morito, S., Nishikawa, J., Maki, T., Dislocation density within lath martensite in Fe-C and Fe-Ni alloys. ISIJ Int. 43, 1475-1477, 2003.
- (86) Akgün, İ., Gedikođlu A., Durlu, T. N., Mössbauer study of martensitic transformations in an Fe-29.6%Ni alloy. J. Mater. Sci. 17, 3479-3483, 1982.
- (87) Kozelkova, I., Dagbert, C., Gregoire, P., Galland, J., Hyspecka, L., Kinetics of austenite to martensite transformations in iron-nickel-carbone alloys during their cooling or tensile testing. Journal De Physique IV. 5, C8-323-328, 1995.

- (88) Scheil, E., Über die umwandlung des austenits in martensit in eisen-nickellegierungen unter belastung. *Z. Anorg. Chem.* 207, 21, (1932).
- (89) Zhang, X., Qi, Y., Zhong, J., Guo, Y., Effect of compressive deformation on lenticular and thin plate martensitic transformations. *Chin. J. Metals Sci. Technol.* 6, 351, 1990.
- (90) Li, D. F., Zhang, X. M., Gautier, E., Zhang, J. S., Morphology transitions of deformation-induced thin-plate martensite in Fe-Ni-C alloys. *Acta Mater.* 46, 4827-4834, 1998.
- (91) Strife, J. R., Carr, M. J., Ansell, G. S., The effect of austenite prestrain above the M_d temperature on the martensitic transformation in Fe-Ni-Cr-C alloys. *Metall. Trans. A.* 8, 1471-1484, 1977.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Yasin Göktürk YILDIZ

Doğum Tarihi : 30/5/1981

Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim Durumu

Lisans : Kırıkkale Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi,
Fizik Bölümü (2000-2004)

Yüksek Lisans : Kırıkkale Üniversitesi, Fen-Bilimleri Enstitüsü,
Fizik Anabilim Dalı, Katıhal Fiziği Bilim Dalı,
(2004-2006)

Doktora : Kırıkkale Üniversitesi, Fen-Bilimleri Enstitüsü,
Fizik Anabilim Dalı, Katıhal Fiziği Bilim Dalı,
(2006-2010)

Çalıştığı Kurum ve Yıl:

Araştırma Görevlisi, Kırıkkale Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, 2004-...

Araştırma Alanları :

- Katıhal Fiziği
- Martensitik faz dönüşümleri
- Metal ve metal alaşımları