

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%30Ni-%XTi ALAŞIMLARINDA MARTENSİTİK FAZ
DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

MEHMET AKİF TUNA

OCAK 2010

Mehmet AKİF TUNA

Yüksek Lisans Tezi

KÜ 2010

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%30Ni-%XTi ALAŞIMLARINDA MARTENSİTİK FAZ
DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

MEHMET AKİF TUNA

OCAK 2010

Fizik Anabilim Dalında Mehmet Akif TUNA tarafından hazırlanan Fe-%30Ni-%XTi (X: 0.8, 1.6, 2.6) ALAŞIMLARINDA MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

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

Prof.Dr.İhsan ULUER

Anabilim Dalı Başkanı

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

Yrd.Doç.Dr.Erdem YAŞAR

Danışman

Jüri Üyeleri

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

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

Doç.Dr.Burak BİRGÖREN

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ÖZET

Fe-%30Ni-%XTi (X: 0.8, 1.6, 2.6) ALAŞIMLARINDA MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

TUNA, Mehmet Akif

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman : Yrd.Doç.Dr.Erdem YAŞAR

Ocak 2010, 70 sayfa

Fe-%30Ni-%XTi ($x=0.8, 1.8$ ve 2.6) alaşımında gözlenen atermal özellikli martensitik faz dönüşümlerinin morfolojik, kristallografik ve manyetik özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak araştırılmıştır. Fe-%30Ni-%XTi alaşımlarında austenite fazdan martensite faza geçiş Ti elementinin oranına bağlı olarak atermal özellik göstermekte olup, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) kullanılarak incelenmiştir. Austenite fazı içerisinde atermal olarak oluşan martensite fazı arasında Kurdjumov-Sachs türü kristalografik dönme bağıntısının var olduğu bulundu. Fe-%30Ni-%XTi alaşımında gözlenen α' (bcc) martensite yapının Ti oranına bağlı olarak bu alaşımda oluşabileceği ilk defa bu çalışmada ortaya konuldu. Fe-%30Ni-%XTi alaşımında Mössbauer spektrometresi yöntemi kullanılarak, austenite faz içerisinde oluşan atermal martensite fazın hacim yüzdeleri bulunmuş ve austenite fazın paramanyetik, martensite fazın

antiferromanyetik veya ferromanyetik fazda olduđu aıĝa ıkarılmıřtır. DSC sistemi ile alařımın (Fe-%30Ni-%Ti, X=0.8, 1.8, 2.6) martensite bařlama sıcaklıĝı (M_s) belirlenmiřtir.

Anahtar Kelimeler: Austenite, Martensite, Martensitik Dönüřümler α' Martensite, Atermal Martensite, Mössbauer Spektrometresi, DSC, TEM, SEM.

ABSTRACT

PHYSICAL PROPERTIES OF ATHERMAL MARTENSITIC PHASE TRANSFORMATIONS IN Fe-%30 Ni-%XTi ALLOYS

TUNA, Mehmet Akif

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Msc. Thesis

Supervisor : Assist.Prof Dr. Erdem YAŞAR

January 2010, 70 pages

In this study, morphologic, thermal, magnetic and crystallographic properties of the athermal martensitic phase transformations, observing in Fe-%30Ni-%XTi (X=0.8, 1.8, 2.6) alloys, have been investigated by using different physical characterisation methods respectively. Moreover, the dependence of the rate of Ti element on the athermal characteristics resulting from the transformation of austenite phase to martensite in %30Ni-%XTi alloys have been obtained as another interesting result. Athermal characteristic formation and growth process were investigated using various microscopical methods such as Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM). Identical studies were also carried out for athermal phase transformations. It was defined by Kurdjumov-Sachs crystallographic orientation relationships. In this study, α' (bcc) martensite were observed in Fe-%30Ni-%XTi alloy as an interesting result.

Mössbauer spectroscopy was used to determine volume fraction of athermal martensite formed in austenite phase . As a result, unlike austenite, which shows paramagnetic behaviour, martensitic phase showed antiferromagnetic or ferromagnetic behaviour. Finally, DSC was used to determine the starting Martensite temperature (M_s) in Fe-30Ni-XTi (X=0.8, 1.8, 2.6) alloys.

Key Words: Austenite, Martensite, Martensitic Transformation, α' Martensite, Athermal Martensite, Mössbauer Spectroscopy, DSC, TEM, SEM.

Sevgili Eşime ve Aileme

TEŞEKKÜR

Tezin hazırlanmasında öneri ve eleştirileri ile çalışmalarına destek veren, kütüphanesini ve engin bilgisini benimle paylaşan ve yolumu aydınlatan tez danışmanı hocam Sayın Yrd.Doç.Dr. Erdem YAŞAR'a teşekkürlerimi sunarım.

Numunenin hazırlanmasında yardımlarını esirgemeyen Sayın Prof.Dr.Ali GENCER'e, Yrd.Doç.Dr.Ahmet KILIÇ, Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI ve Arş.Gör. Mustafa Burak TÜRKÖZ'e teşekkürlerimi sunarım.

Manevi desteğini hiç esirgemeyen sevgili eşime ve aileme teşekkürlerimi borç bilirim.

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

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET	ii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
SİMGELER DİZİNİ.....	xiii
1. GİRİŞ	1
1.1. Kaynak Özeti	3
1.1.1. Çalışmanın Amacı	5
2. MATERYAL VE YÖNTEM	8
2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri.....	8
2.2. Austenite- Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri.....	8
2.3. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli	14
2.4. Martensitik Faz Dönüşümü Olayının Kinetik Özellikleri.....	18
2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Tersinir Olma Özelliği	21
2.6. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri	22
2.7. Deneysel Materyal ve Yöntem.....	31
2.7.1. Alaşımların Hazırlanması.....	31
2.7.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması	32
2.7.3. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması	32

2.7.4.	Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması	33
2.7.5.	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması	33
2.8.	Yöntem.....	34
2.8.1.	Mössbauer Spektrometresi Sistemi.....	34
2.8.2.	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçüm Sistemi....	35
3.	ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	38
3.1.	Fe-Ni-Ti Alaşımınlarında Oluşan Termal Etkili Atermal Martensitik Faz Dönüşümleri	38
3.1.1.	Atermal α' (bcc) Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu İle İncelenmesi.....	38
3.1.2.	Fe-Ni-Ti Alaşımında Atermal Martensitik Yapının Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi.....	41
3.2.	Fe-Ni-Ti Alaşımalarında Oluşan Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometresi Yöntemi İle İncelenmesi	45
3.3.	Fe-Ni-Ti Alaşımında Oluşan Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Termal Özelliklerinin DSC Yöntemi İle Belirlenmesi.....	52
4.	SONUÇ	56
	KAYNAKLAR	60

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>ÇİZELGE</u>	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2. 1. K-S Dönme Bağımlılıkları	25
Çizelge 2. 2. Üretilen Alaşımlar ve Oranları.....	31
Çizelge 3. 1. Fe-%30Ni-%XTi Alaşımında Mössbauer Spektroskopetresi Yöntemi ile Elde Edilen Sonuçlar.....	50
Çizelge 3. 2. Fe-%30Ni-%XTi Alaşımlarında, Ms sıcaklığı ve Martensite Yüzdesi Arasındaki İlişki	55

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>ŞEKİL</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.....	10
2.2. İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.....	11
2.3. Fe-%30Ni alaşımı için Direnç-Sıcaklık eğrisi.....	13
2.4. Austenite ve martensite fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi.....	20
2.5. Bain'e göre austenite yapı (fcc) 3 farklı yolla martensite yapıya (bct) dönüşebilir.....	23
2.6. Bain'e göre örgü bozunumu.....	24
2.7. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite habit düzlemi.....	26
2.8. fcc yapı için kayma doğrultuları.....	28
2.9. (111) düzlemi üzerinde atomik düzenlenim.....	29
2.10. fcc ve bcc kristal yapılar arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama türü kristalografik dönme bağıntıları.....	30
2.11. Mössbauer Spektrometresi.....	34

3.1.	Fe-%30Ni-%0.8Ti numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.....	39
3.2.	Fe-%30Ni-%1.8Ti numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.....	40
3.3.	Fe-%30Ni-%2.6Ti numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.....	40
3.4.a.	Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımında austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X 40K Ölçek boyutu :200nm)	41
3.4.b.	Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımında austenite ve martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı.....	42
3.5.a.	Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin aydınlık alan görüntüsü (X 80K Ölçek boyutu :100nm)	43
3.5.b.	Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımında Şekil 3.14.deki A bölgesinden alınan kırınım deseni ve diyagramı.....	43
3.6.a.	Fe-%30Ni-%2.6Ti alaşımında austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü.....	44
3.6.b.	Fe-%30Ni-%2.6Ti alaşımında austenite ve martensite üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı.....	45
3.7.	1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtılma uygulanan Fe-%30Ni-0.8Ti alaşımında (-196 °C)'de Austenite kristal yapısı içerisinde oluşan Martensit yapısının oda sıcaklığındaki Mössbauer Spektrumu.....	47
3.8.	1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtılma uygulanan Fe-%30Ni-1.8Ti alaşımında (-196 °C)'de Austenite kristal yapısı içerisinde oluşan Martensit yapısının oda sıcaklığındaki Mössbauer Spektrumu.....	48
3.9.	1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtılma uygulanan Fe-%30Ni-2.6Ti alaşımında (-196 °C)'de Austenite kristal yapısı içerisinde oluşan Martensit yapısının oda sıcaklığındaki Mössbauer Spektrumu.....	49
3.10.	Ti oranına karşı termal etkili martensitin oluşum yüzdesinin değişimi.	51
3.11.	1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtılma uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	53
3.12.	1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtılma uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	54

SİMGELER DİZİNİ

SİMGE

fcc (γ)	Yüz merkezli kübik yapı
bcc (α')	Hacim merkezli kübik yapı
bct (α)	Hacim merkezli tetragonal yapı
hcp (ϵ)	Sıkı paketlenmiş hegzagonal yapı
M_s	Austenite-martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
M_f	Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
A_s	Martensite-austenite ters dönüşüm sıcaklığı
M_d	Plastik deformasyondan sonra soğutma ile oluşan martensite fazın başlama sıcaklığı
A_d	Plastik deformasyondan sonra ters dönüşüm başlama sıcaklığı
T_0	Austenite ve martensite fazın dengede bulunduğu sıcaklık
E	Toplam enerji
S	Entropi
P	Basınç
G	Gibbs serbest enerji
T_C	Curie Sıcaklığı
T_f	Donma Sıcaklığı
χ	Manyetik alınganlık
H_{AC}	AC manyetik alan
M	Mıknatıslanma
V	Numunenin hacmi
%A	Austenite hacmi

$\%M$	Martensite hacmi
δ_A	Austenite fazın izomer kayması
δ_M	Martensite fazın izomer kayması
$B_{iç}$	Martensite fazın iç manyetik alanı

1. GİRİŞ

Metallerin günümüz dünyasında teknolojik önemi eski çağ insanların madenleri tanıması ve bulunduğu çağın şartlarına uygun şekilde işlemeyi deneysel olarak öğrenmesi ile başlamıştır. M.Ö 1300' lü yıllarda çeşitli fiziksel etkenler uygulanarak yumuşak demirin sertleştirildiği bilinmektedir. 19.yy'ın sonlarından itibaren Modern teknolojinin gelişmesiyle birlikte fiziksel etkenler yardımı ile yumuşak demirin neden sertlik kazandığı ve metal alaşımlarındaki bu sertliğin malzemenin içindeki martensitik fazdan ileri geldiği büyük ölçüde anlaşılmıştır. Bazı metal alaşımları içindeki faz dönüşümleri martensitik dönüşüm gibi bir takım geometrik karakteristiklere uyan ayrıcalıklar gösterirler. Soğutulan ve dövülen yumuşak demirde çeşitli mikro yapıların oluştuğunu ilk defa Alman bilim adamı Martens bulmuş ve bulunan mikro yapılara "martensite kristalleri" adı verilmiştir. Uygulanan fiziksel etkenler sonucu Austenite ana yapı içerisinde ortaya çıkan martensite kristalleri materyalin fiziksel özelliklerinde önemli değişikliklere neden olur. Martensite' nin austenite içerisinde oluşumu, geniş bir alanda sarsıntıya yol açan bir depremin, küçük bir yarık ortaya çıkarmasına benzetilebilir (1).

Demir alaşımları üzerinde ilk araştırmalar, 1924 yıllarında Bain (2) tarafından yapılmıştır. 1950'li yıllardan sonra ElektronMikroskop yöntemlerinin gelişmesiyle birlikte austenite-martensite faz dönüşümü olayında büyük gelişmeler görülmüştür. Austenite-martensite faz dönüşümü önemli endüstriyel sonuçlar ortaya koymakla birlikte, olayı tam anlamı ile açıklayabilecek kristalografik, kinetik ve termodinamik modellerin

geliştirilmesi henüz mümkün olmadığı için günümüzde de bu konu üzerinde çalışmalar devam etmektedir (2).

Austenite-Martensite faz dönüşümleri difuzyonsuz karakterleri dolayısı ile ortaya çıkan önemli ve ilgi çekici fiziksel özellikleri yanında; materyalin mekanik özelliklerinde de yaptıkları büyük değişiklikler nedeni ile katıhal fiziğinde bir çok araştırmaya konu olmuştur. Martensitik dönüşümlerin çok kısa bir sürede ve difuzyonsuz özellikte ortaya çıkması; bir yandan olayın gözlenmesini zorlaştırmış diğer yandan karmaşık kristalografik Modellerin geliştirilmesi gereğini doğurmuştur. Katıhal fiziğinde önem arzeden martensitik dönüşümlerin kristalografisini ilk olarak Bain araştırmış, daha sonra ise martensite tek kristalleriyle ilgili olarak Wechler, Lieberman ve Read (3) ile Bowles ve Mackenzie (4-7) çalışmışlardır.

Başlangıçta yalnızca Fe ve Fe alaşımlarında olduğu sanılan bu dönüşümlerin Cu, Zn, Co, La, Li, Hg, Sn, Al, Au, Ti, In gibi metal alaşımlarında da oluşabildiği bulunmuştur (8).

Metallerde şekil hatırlama özelliğinin teknolojik öneminden dolayı martensitik faz dönüşümü üzerinde yapılan çalışmalar daha da önem kazanmıştır. Genel olarak şekil hatırlama olayı: Belirli bir şekle sahip alaşımın düşük sıcaklıklarda deformasyona uğratılmasından sonra, dönüşüm sıcaklığının üzerinde bir sıcaklığa ısıtılması sonucu alaşımın eski şekline dönmesi olarak bilinir. Ti-Ni bazlı alaşımların çok üstün şekil hatırlama özelliği

göstermesi yanında maliyetinin yüksek olması teknolojik kullanımında geniş bir alana yayılmasını engeller. Bunun yanında bazı Fe bazlı alaşımların şekil hatırlatma özelliği göstermesi ve maliyetinin ucuz olmasından dolayı, martensitik faz dönüşümlerinin Fe bazlı alaşımlarda yoğunlaşmasına sebep olmuştur⁽⁵⁾. Bunlar arasında, Fe-Mn-Si ve Fe-Ni bazlı şekil hatırlama özelliğine sahip alaşımlar maliyetinin ucuz olmasından dolayı teknolojik uygulamalarda tercih edilen alaşımlardır (9). Fe-Ni-C (10), Fe-Ni-Co-Ti (11,12), Fe-Ni-Al-Co-C(13), Fe-Ni-Nb (14) gibi bazı Fe-Ni bazlı alaşımlar şekil hatırlama özelliği gösterir.

1.1. Kaynak Özeti

Austenite ana kristal yapısının martensite ürün faza dönüşmesi ile gerçekleşen martensitik dönüşümler, ilk başta çeliğin su verilerek sertleştirilmesi şeklinde ortaya çıkan teknolojik açıdan önemli bir oluşum olması nedeni ile üzerinde yoğun çalışmalar yapılan bir konu olmuştur. Bu dönüşüm daha sonra, yapısal, kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri nedeni ile teknolojik olduğu kadar akademik açıdan da ilgi çekici bir araştırma konusu durumunu gelmiştir. Martensitik faz dönüşümü, tüm metal ve metal alaşımlarının atomlarının difüzyonlu bir oluşumla yer değiştirmeyecekleri kadar hızlı bir şekilde soğutulduklarında (veya ısıtıldıklarında) meydana gelir (15).

İlk olarak Fe bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde yüz merkezli kübik (fcc) yapıdaki ana fazın, hacim merkezli kübik (bcc), hacim merkezli tetragonal (bct) veya sıkı paketlenmiş hekzagonal (hcp) yapıdaki

martensite faza dönüşüm şeklinde de ortaya çıkar (16-19). Fe-Ni-X alaşımlarında gözlenen fcc → bcc martensitik faz dönüşümü, birçok araştırmacıya konu olmuştur (20-30).

Bu çalışmalardan bazıları;

Golovchiner ve Tyapkin (26) , Fe-%27 Ni alaşımı ile tersinir dönüşümler üzerine yaptıkları çalışmada M_s sıcaklığını 30 °C, aynı alaşıma %1.5 Ti ekleyerek yaptıkları çalışmada M_s sıcaklığını (-60 °C) bulmuşlardır.

Maksimova ve Nikonorova (27), deformasyon, dengeleme ve tersinirlik üzerine yaptıkları çalışmalarda, Fe-%23.4Ni-%0.5C alaşımı için M_s sıcaklığını (-50 °C), Fe-%20.9Ni-%0.5C alaşımı için (-20 °C), Fe-%17.5Ni-%0.8C alaşımı için (-10 °C), Fe-%31.7Ni-%5.5Co-%0.0.2C alaşımı için (-20 °C) ve Fe-%22.5Ni-%3.3Mn-%0.04C alaşımı için ise (-40 °C) bulmuşlardır.

Patterson ve Wayman (30), Fe-Ni alaşımlarında meydana gelen martensitlerin ikizlenmesi, büyümesi ve kristalografisi üzerine araştırma yapmışlardır. Yaptıkları bu çalışmada Ni oranı değiştikçe Morfolojinin değiştiğini ve meydana gelen ikizlenme bölgelerinin genişlediğini göstermişlerdir. Ayrıca %30Ni için habit düzleminin $\{3,15,10\}_\gamma$ olduğunu, ikizlenmemiş bölgelerde meydana gelen dislokasyonların $[\bar{1}11]$ ve $[1\bar{1}\bar{1}]$ doğrultularına paralel olduğunu ve yapı kusurlarınca yoğun bölgelerden bahsederek midrib düzlemini göstermişlerdir.

Durlu (31,32), Fe-%21.3Ni-%0.13C alařımı için M_s sıcaklıđını ($-40\text{ }^\circ\text{C}$) , Fe-%40.2Ni-%0.36C alařımı için ($-55\text{ }^\circ\text{C}$), Fe-%17.1Ni-%0.81C alařımı için ($-65\text{ }^\circ\text{C}$) ve Fe-%24Ni-%0.45C alařımı için ($-50\text{ }^\circ\text{C}$) bulmuřtur.

1972 yılında, Georgiyeva ve Nikitina (33), Fe-%23.4Ni-%5.2Mo-%0.20Ti alařımında meydana gelen izotermal ve atermal martensite dnřm ve bu alařıma dıřardan uygulanan zorların farklı etkileri zerine bir alıřma yapmıřlardır. İzotermal dnřmn bařlama sıcaklıđını ($-50\text{ }^\circ\text{C}$) ile ($-150\text{ }^\circ\text{C}$) aralıđında, atermal dnřm için M_s sıcaklıđını ($-180\text{ }^\circ\text{C}$) bulmuřlardır. Ayrıca sođutma oranının dnřm sıcaklıđına etkisini incelemiřlerdir.

2000 yılında Golovin vd. (34), 2006, 2007 ve 2008 yılında Yasar vd. (35-37), Fe-%30Ni-%XMo (X:0,8, 1,8, 2,6, 3,6, 5) alařımlarında meydana gelen izotermal ve atermal martensitik dnřmleri incelemiřlerdir. İnceleme sonucunda Mo oranı arttıķa M_s sıcaklıđının dřtđn, dolayısıyla oluřan martensite miktarının azaldıđını ayrıca Mo elementinin austenite stabilize bir element olduđunu gstermiřlerdir.

Bu řekilde Fe-Ni-X alařımları zerinde alıřmalar yapılmıř ve hala gnmzde de yapılmaktadır.

1.1.1. alıřmanın Amacı

Alařımlar, gnlk hayatımızda hemen hemen her alanda kullanılabilen temel malzeme grubunu oluřurmaktadır. İinde bulunduđumuz bilgi ađında, teknolojik geliřmelerin getirdiđi gereksinimlerden dolayı, alařımların mekanik ve fiziksel zelliklerinin anlařılması pek ok arařtırmaya konu olmuřtur.

Alařımların, çeřitli mekanik ve termodinamik Őartlar altında sergilediđi bir ok ilgin özellik, modern bilim ve yksek teknolojiye rađmen henz tam olarak anlařılamamıřtır. zellikle sıcaklık, basın, zor veya bunların farklı bileřimleri gibi etkilere maruz kalan bazı metal ve alařımlarda grlen olađanst mikro yapısal deđiřimler ve bunun sonucunda oluřan makroskobik Őekil deđiřimlerinin atomik boyuttaki nedenleri henz aıka ortaya konamamıřtır.

Gnmz teknolojisinde malzemelerde istenilen zelliđi elde etmek iin kullanılan yntemlerden biri de faz dnřmleridir. Yapı ierisinde fazların oluřumu ve dnřm, sıcaklık, basın ve bunların bileřimi olmak zere  etki ile gerekleřir. Bu etkilerle oluřan fazın tr ve zelliklerinin bilinmesi uygulama ynnden ok nemlidir. Bylece amaca uygun zelliklere sahip malzeme retilir.

Fe-Ni bazlı alařımlarda gzlenen atermal ve izotermal martensite oluřumu zellikle nemli Morfolojik, kristalografik, kinetik ve termodinamik sonular ortaya ıkaran bir faz dnřm olayıdır (1,30,38,39). Fe-Ni bazlı alařımlara katılan nc ve bazı durumlarda drdnc elementler, kristal yapıda olduđu kadar alařımların manyetik ve mekanik zellikleri zerinde de byk deđiřikliklerin gzlenmesine yol amakla beraber, bu tr fiziksel zellik deđiřimleri ok ilgin deđiřim tabloları ortaya koymaktadır. Kristalografik dnřme eřlik eden manyetik deđiřimler, alařımların atomik yapısı ve zellikle dıř mekanik zorların bu yapı zerindeki etkilerinin ortaya konulmasında, ok yararlı sonular ortaya ıkarmaktadır.

Bu tez çalışmasında, Fe-30Ni-xTi ($x=0.8, 1.8$ ve 2.6) alaşımlarında meydana gelebilecek olan atermal ve izotermal martensite dönüşümün (40-44) kristalografik, morfolojik, kinetik, termodinamik ve manyetik özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak bulunacak ve buradan elde edilecek sonuçlarla bir yandan bu tür martensite oluşumunun fiziksel özellikleri ortaya konulurken öte yandan bu tür faz dönüşümlerinin materyalin fiziksel özelliklerinde ortaya çıkarttığı değişiklikler bulunmaya çalışılacaktır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. 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. Yapı içerisinde belirli fazlardan oluşan bir denge yapısından değişik fazlardan oluşan bir başka denge yapısına geçiş olayı ise faz dönüşümü olarak bilinir (45). Faz dönüşümü sıcaklığın hızlıca düşürülmesi veya yükseltilmesi sonucunda ya da dışarıdan uygulanan mekaniksel zorun etkisi altında meydana gelir. Bu dönüşüm esnasında dönüşmüş ve dönüşmemiş bölgelerin kimyasal bileşimleri değişmez, sadece kristal yapıları değişir (46).

2.2. Austenite- Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri

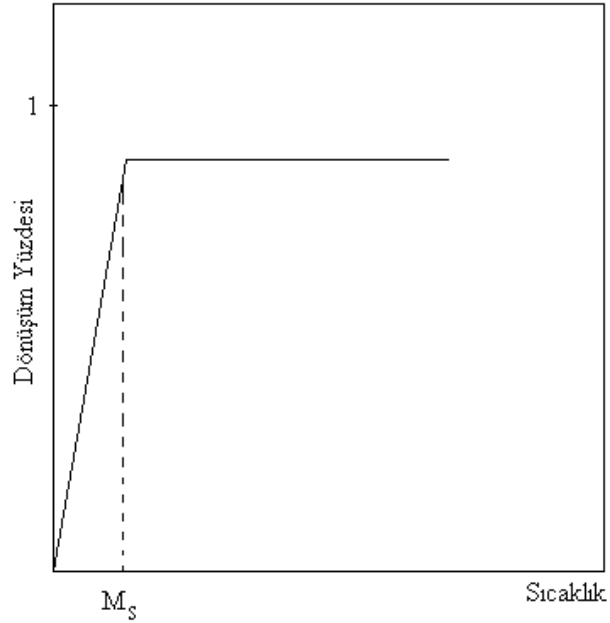
Austenite-martensite faz dönüşümleri difuzyonsuz oluşabilme özelliklerinden dolayı, katıhal fiziğinde önemli bir yere sahiptir. Austenite kristal yapının, martensite kristal yapıya dönüşmesi şeklinde gerçekleşen dönüşüm sonunda atomlar dönüşümden önceki komşuluklarını korudukları ve yalnızca atomlar arası uzaklıktan çok olmayan uzaklıklarda yer değiştirdikleri için austenite-martensite faz dönüşümü, difuzyonsuz faz dönüşümü olarak bilinir. Faz dönüşümü sırasında kristali oluşturan atomların birbirlerine göre konumları ya da komşulukları değişiyorsa bu tür dönüşümlere difuzyonlu faz dönüşümü denir (47).

Fe alařımları yaklaşık olarak 1400 °C 'de ergir. Havasız ortamda oda sıcaklıđına sođutulurken yaklaşık 900 °C civarında yüz merkezli kübik (fcc) yapıda kristalleřir. Alařımın bu fazına "austenite" adı verilir. Austenite fazdaki alařım, uygulanan fiziksel etkenler sebebi ile hacim merkezli tetragonal (bct), sıkı paketlenmiř heksagonal (hcp) veya hacim merkezli kübik (bcc) kristal yapıya dönüşür. Alařımın bu fazına ise "martensite" adı verilir.

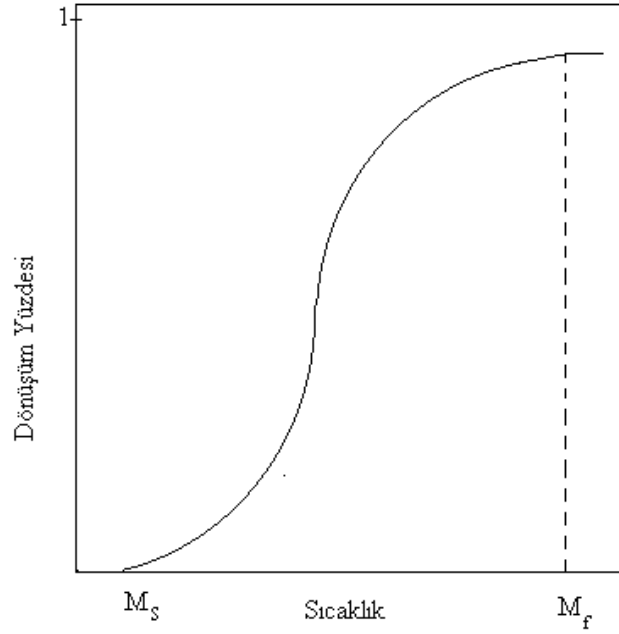
Austenite, martensite'e dönüşünce ana kristal yapı tümü ile ürün kristale dönüşmez. Martensite kristalleri düzgün olmayan bir dağılımla, austenite içerisinde serpilmiř olarak açığa çıkar. Austenite içerisinde martensite'nin kaplayacađı hacim, dönüşümü oluřturan etkenin büyüklüđüne bađlıdır. Fe-Ni-C alařımlarının polikristal yapıdaki austenite örneklerinde yapılan ölçümler, austenite hacminin yaklaşık %25'lik bir bölümünün martensite oluřumunun başlama sıcaklıđında, %95'lik bölümünün ise bu sıcaklıktan daha ařađı sıcaklıklarda martensite'e dönüştüđünü göstermiřtir (1).

Ortaya çıkan martensite kristalleri ana yapı içerisinde deđiřik řekillerde rastgele bir dağılım gösterir. Oluřan tanecikler, daha çok uçlara dođru incelen plakalar řeklinde veya düşük karbon çeliđinde olduđu gibi, belirli düzlemler üzerinde iđnecik řeklinde ya da bařka metallerde olduđu gibi çatal, mızrak ya da kama řekillerinde görünebilir. Ayrıca Durlu (1), dönüşümün M_s sıcaklıđında veya M_s den daha düşük sıcaklıklarda gerçekleřmesinin martensite'nin tipini deđiřtirdiđi göstermiřtir.

Austenite-Martensite faz dönüşümlerinde soğutma ile oluşturulan martensite'lerin oluşmaya başlaması dönüşüm sıcaklığı olarak bilinen M_s sıcaklığında, dönüşümün tamamlanması da M_f sıcaklığında gerçekleşir. Dönüşümün atermal veya izotermal olması alaşımın kimyasal bileşimine bağlıdır. Martensitik dönüşüm, zamana bağlı olmayıp sadece sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse **atermal dönüşüm**, hem zamana hem de sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse **izotermal dönüşüm** olarak adlandırılır (48,49). Şekil 2.1'de atermal dönüşümün zamanla değişimi, Şekil 2.2 'de ise izotermal dönüşümün zamanla değişimi verilmektedir.



Şekil 2.1. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.



Şekil 2.2. İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.

Austenite-Martensite faz dönüşümleri genellikle, çok kısa bir zaman aralığı içinde patlama şeklinde ve atermal olarak meydana gelir (6). Martensite'nin oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda patlama şeklinde yeni martensite'ler oluşabilir, ancak bir kez oluşan martensite'ler düşük sıcaklıklarda hacimce bir büyüme göstermez. Bunshah ve Mehl (1953) tarafından, Fe ve Fe alaşımlarında ısıl etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} sn gibi bir zamanda ortaya çıktığı ölçülmüştür (50). Gerçekte bu atermal davranış martensitik dönüşümün genel kavramlarından biri olarak düşünülür (51). Az sayıda olmakla beraber bazı alaşımlarda da martensite'lerin oluşumu izotermal ve gözle görülebilecek kadar yavaş olabilir. Örneğin, izotermal dönüşüm ilk defa Kurdujumov ve Maksimova (52,53) tarafından Fe-Mn-C ve Fe-Ni-Mn alaşımlarında

gözlenmiştir. Bu araştırmacılar, her ne kadar çekirdeklenme tam olarak dönüşüm oranı ile kontrol edilse de izotermal martensite'nin çekirdeklenme ve büyüme ile meydana geldiğinden bahsetmişlerdir. Bu tür dönüşümlerde, M_s sıcaklığından aşağı sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri zamana bağlı olarak hacimce bir büyüme gösterebilir (1). Fakat bazı demir alaşımlarında, atermal ve izotermal tipi martensitik dönüşümlerin her ikisi birden meydana gelebilir. Kakeshita vd. (48) Fe-%31.4Ni-%0.5Mn alaşımında martensitik dönüşümün atermal tipinde ve dönüşüm sıcaklığını 195 °K , Fe-%24.9Ni-%3.9Mn alaşımında ise dönüşümün izotermal tipinde ve dönüşüm sıcaklığını 153 °K olarak bulmuşlardır.

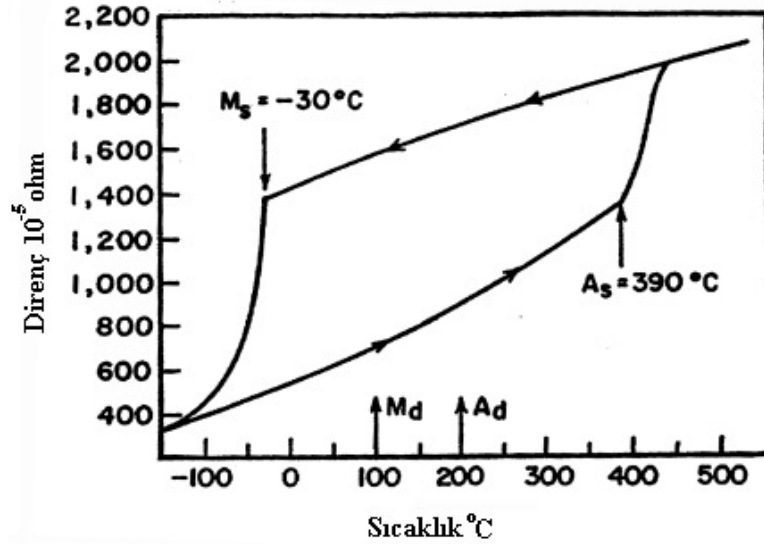
Güngüneş (39), Fe-%22.3Ni-%2.7Mn alaşımında izotermal dönüşüm meydana getirmek için yaptığı çalışmada, sıvı azot sıcaklığında 1 hafta bekletilen alaşımda, mössbauer spektrometresi kullanarak izotermal faz dönüşümü sonucunda austenite fazın %75.9'nun martensite faza dönüştüğünü göstermiştir.

Martensite faz dönüşümlerinin diğer bir özelliği ise tersinir olmasıdır. Oluşan martensite kristalleri, M_s sıcaklığından daha yüksek bir A_s sıcaklığında yeniden austenite'e dönüşebilir. Bazı Fe alaşımlarında martensite kristalinin, austenite kristaline dönüştüğü bu sıcaklık, oda sıcaklığının çok üstünde olduğundan normal gözlem koşullarında martensite kristalleri daha karardır (48). İçerisinde martensite faz oluşmuş bir kristal denge sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta tavlınırsa (Fe alaşımları için bu sıcaklık yaklaşık 600 °C civarındadır) ve tekrar soğutulursa martensite fazın başlama sıcaklığı, M_s ' den aşağı bir sıcaklığa çekilir (54) .

Austenite kristale uygulanan plastik zorlar da dönüşümü etkileyebilir. Uygulanan zor, dönüşüm miktarını artırabileceği gibi M_s ve A_s sıcaklıklarını da değiştirir. Soğutma ile elde edilen martensite fazın başlama sıcaklığı M_s iken plastik zor uygulandıktan sonra soğutma ile elde edilen martensite fazın başlama sıcaklığı M_s sıcaklığından daha büyük olan M_d sıcaklığına yükselir. Plastik zorun etkisi ile ters dönüşümün gerçekleştiği sıcaklık olan A_s sıcaklığı da A_d değerine düşer. Eğer M_d ve A_d plastik zorlarla aynı değeri almıyorsa, her iki fazın dengede bulunduğu sıcaklık olarak tanımlanan T_0 sıcaklığı;

$$T_0 = \frac{A_d + M_d}{2}$$

şeklinde verilebilir (46). Şekil 2.3' de M_s , M_d , A_s ve A_d sıcaklıkları Fe-%30Ni alaşımı için Direnç-Sıcaklık grafiğinde gösterilmiştir.



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

2.3. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli

Martensitik faz dönüşümü; ana yapıdan (austenite) ürün yapıya (martensite) atomların komşuluklarını değiştirmeksizin gerçekleşen bir faz dönüşümü olup, dönüşüm sonucunda ana faz, ürün faza tümü ile dönüşmez. Martensite oluşumu ile ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modelleri, martensite kristallerinin çekirdeklerinin ana (austenite) faz içerisindeki kristal yapı bozukluklarında oluştuğunu varsaymış ve bu daha sonraki deneysel çalışmalarda da kanıtlanmıştır (55). Her ne kadar, klasik teori bu tür bir çekirdeklenme olayının düzgün dağılımlı (homojen) ve gelişigüzel dağılımlı (heterojen) olarak ortaya çıkabileceğini ön görmüş ise de, özellikle dislokasyon türü çizgisel yapı kusurlarından oluştuğu bilinen martensite çekirdekleri için, ana kristal yapıda homojen bir dağılım düşünülmesi kristalografik açıdan mümkün değildir. Böylece austenite yapı içerisindeki aktif çekirdeklenme merkezleri, dönüşümün başlarında martensite çekirdekçisi olarak belirir ve dönüşüm ilerledikçe bu çekirdekçikler büyüyüp, üç boyutta genişleyerek, austenite yapı içerisinde faz dönüşümünü gerçekleştirir (56).

Kaufman ve Cohen (46) martensitik çekirdeklenmenin mantıklı mekanizmasını homojen çekirdeklenmenin açığa çıkardığını gösterdi. Aynı zamanda martensitik dönüşümü tetikleyen "embryos" adındaki bölgesel heterojenlikleri tanımladılar. Bu embroyoları ısıtma işlemi sırasında yok olmayan dengesiz örgü kusuru olarak tanımladılar. Diğer bir deyişle, embroyolar kristal içerisinde sınırlı bölgelerde görünür, bu bölgelerdeki bölgesel serbest enerji, martensitik dönüşüm için gerekli olan serbest enerjiyi oluşturur.

Böylece atermal çekirdeklenme, fcc kristal içerisinde bulunan değişik potansiyellerdeki embryoların davranışları tarafından açıklandı. Belli potansiyeldeki çekirdekler atermal martensite'yi başlatır. Bunun için gerekli olan kimyasal sürücü kuvvete ulaşmak gerekir. Bu da ancak, embryonun enerjisi, çekirdeklenmeyi meydana getirecek serbest enerji engelinden büyük olduğu zaman olur. En yüksek potansiyeldeki embryolar M_s sıcaklığında martensitik dönüşümü tetikler, düşük potansiyeldeki embryolar, daha düşük sıcaklıklarda martensitik dönüşümü tetikler (46).

İzotermal çekirdeklenme, serbest enerji engelinden daha yüksek enerjiye sahip olan embryoların termal aktivasyonu ile meydana gelir. Bu engellerin embryo serbest enerjisine eşit ve bazı bölgelerde azaldığı tahmin ediliyordu. Ayrıca Kaufman ve Cohen (46) tarafından, aktivasyon enerjisinin sürücü kuvvete bağlı olduğu bulunmuştur.

Austenite fazdan martensite faza dönüşüm olayı; kristalografik olarak ele alındığında bu olay, özelliği materyalin kompozisyonuna ve kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkenler altında oluşur. Austenite ve martensite yapı arasındaki serbest enerji farkı ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinin, genelde üç tür fiziksel etki ile oluştukları gözlenmiştir (57).

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

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

- M_s sıcaklığının üzerinde zorlanma ile meydana getirilen martensitik dönüşümlerdir.

Termodinamik etkenler ile oluşan martensitik dönüşümün başlayabilmesi için; austenite kristalinin sıcaklığı, austenite ve martensite kristallerinin kararlı buldukları denge sıcaklığının (T_0) altına düşürülmelidir. Bu şekilde kristal, yüksek sıcaklıklardaki kararlı durumdan, daha alçak sıcaklıklardaki kararlı duruma geçer ve austenite fazdan martensite faza dönüşüm gerçekleşir (58). Diğer bir ifadeyle martensitik faz dönüşümünün gerçekleşebilmesi için, ürün fazın serbest enerjisinin ana fazın serbest enerjisinden daha düşük olması gerekmektedir. Yukarıda da sözünü ettiğimiz gibi martensitik faz dönüşümünü oluşturacak olan fiziksel etkenin büyüklüğü ve cinsi, dönüşümde kullanılacak olan katının kompozisyonu ve onun içerisinde bulunan elementlerle yakından ilgilidir. Burada bir örnek vermek gerekirse, Fe-Ni alaşımları için, sıcaklık etkisi ile oluşturulan martensitik dönüşümde; alaşım içerisindeki Ni konsantrasyonu arttıkça, austenite başlama sıcaklığı (A_s) ve martensite başlama sıcaklığı (M_s) düşmektedir. Örneğin; Ni konsantrasyonu %5'den %20'ye yükseldiğinde A_s sıcaklığı 1020 °K' den 835 °K sıcaklığına; M_s sıcaklığı da 800 °K' den 480 °K sıcaklığına düşmektedir (59).

Martensite oluşumu sırasında ana kristal yapıya dıştan uygulanan mekanik zorlar da dönüşümü etkiler, bu durum küçük zorlar için ana fazın homojen bir bozunmasına (distortion) yol açacağı için, martensite oluşumu ile mekanik zorlar arasında fiziksel bir ilişkinin varlığı düşünülmelidir. Bu tür zorlara bağlı olarak M_s sıcaklığı da değişir. Örneğin dışarıdan uygulanan mekanik zor atermal dönüşüm için M_s sıcaklığını artırırken, izotermal dönüşüm için uyarıcı bir

etkiye sahiptir (60). Dışarıdan uygulanan zor; martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise, bu durumda dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı yükselecek ve (M_s-A_s) sıcaklık aralığı daralacaktır. Diğer taraftan, uygulanan zor martensite plakasının oluşumunu engelleyici yönde ise, bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı düşecektir (61). Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan, yalnızca zor etkisi ile de martensitik faz dönüşümü olayının gerçekleşebileceğini göstermiştir (27).

Yukarıda da açıklandığı gibi martensitik dönüşüm olayı, ana faz (γ -austenite) 'in belirli bir hacminin belirli bir sıcaklıkta ürün faz (α' -martensite) geçişi şeklinde ortaya çıkar ve bu ilk geçişi takiben oluşumu gerçekleştiren fiziksel etken sürdürülmez ise, başka bir dönüşüm gözlenmez. Bu gözlem, martensite kristallerinin oluşumunun atomik büyüklükler düzeyinde yer değiştirerek büyümelerinin atomların birlikte bir konumdan diğerine geçmesi ile ortaya çıktığını gösterir. Burada tanımlandığı şekli ile, martensitik dönüşümün oluşumu, bozulma ikizlenmelerinin (deformation twinning) oluşumuna benzer, ancak bazı araştırmacıların (62) da ileri sürdükleri gibi, bozulmayla oluşan ikizlenme türü hacimsel yapı bozuklukları ile martensitik oluşum arasında görünüşte ortaya çıkan bu benzerliğe karşın, önemli bir farklılık vardır: Martensitik dönüşümlerde kristal yapılar arasındaki geçiş için kristal örgü bozulması gerekirken, bozulma ikizlenmesi, yalnızca, örgüyü değiştirmeyen basit bir kesme ile oluşabilir.

Durlu (1) Fe-Ni-C alařımı ile hazırladıđı numuneleri yksek gerilim- geirme elektron mikroskopunda inceleyerek oluřum anında olayı gzlemiřtir. Oda sıcaklıđında zor ile oluřan martensite'lerin oluřumu kinetik olarak gzlenmiř ve aynı zamanda dnřm 1/25 s aralıklarla kayıt yapan bir video monitre kayıt etmiřtir. Gzlem sırasında, bazı austenite tek kristallerinde (grain) dnřm bařlamasına karřılık bazılarında dnřmn gzlenememesi, dnřme belirli dođrultulardaki bozulmaların neden olabileceđi sonucuna gtrmřtir. Video monitrdeki kaydın incelenmesinden sonra oluřum hızının 1/25 s 'den daha kk olduđunu gren Durlu (1), zorlanma ile oluřan martensite dnřmnn, sođutma ile meydana gelen martensite dnřm gibi hızlı bir dnřm olduđu kanısına varmıřtır.

Fe-Ni-C alařımında zor ile oluřmuř martensite'lerin yapısını, geirmeli ve taramalı elektron mikroskoplarında inceleyen Durlu (1), daha nce band yapısında olduđu sylenen yapının ok ince iđnecik gruplarından meydana geldiđini ve yksek zme glerinde, bu iđneciklerin dislokasyon yıđınlarından oluřtuđunu, normal plaka martensite'leri ve zor ile etkilendirilmiř martensite'ler ierisinde gzlenen ikizlenmelerin ise bu iđneciklerden oluřmadıđını belirlemiřtir.

2.4. Martensitik Faz Dnřm Olayının Kinetik zellikleri

Metal ve metal alařımlarının eřitli denge hallerindeki i yapıları, termodinamik kanunların kontrol altında olup, kullanılan maddenin atomları ve moleklleri gibi kk elemanlarının toplamı, termodinamik sistemi meydana getirir. Byle bir sistem, evreden yalıtılmıř olarak kendi i řartları iinde yeteri kadar

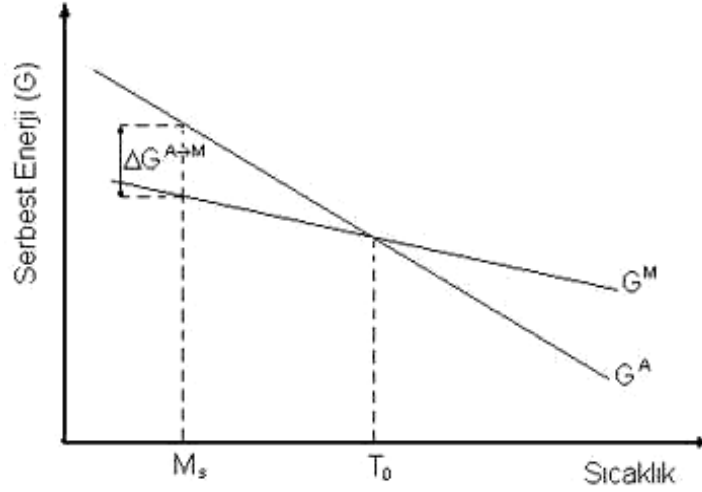
bekletilirse kararlı hale gelir ki, bu duruma denge hali denir. Denge haline gelmiş herhangi iki sistem, kendi içlerinde homojen olmakla birlikte ikisi bir arada bulunduğu zaman heterojendir (63). Bu şekilde heterojen bir sistem homojen kısımlarına ayrılabilir, böyle gruplara sistemin fazları denir.

Termodinamik etkenlerle oluşturulan martensitik dönüşümlerde, dönüşüm soğutma hızından bağımsız olarak martensite başlama sıcaklığı olan M_s ' de başlar ve martensite için bitiş sıcaklığı olarak tanımlanan M_f sıcaklığında sona erer. M_s ve M_f sıcaklıkları alaşımın ısısal ve mekanik geçmişi ile kompozisyonuna bağlıdır. Demir bazlı alaşımlarda alaşım içerisindeki elementlerin (karbon, nikel, manganez ve molibden gibi) oranları arttıkça, M_s ve M_f sıcaklıklarının nerede ise doğrusala yakın bir değişimle azaldığı deneysel gözlemlerle kanıtlanmıştır (64).

Austenite yapıdan martensite yapıya dönüşümün başlayabilmesi için, austenite fazın sıcaklığı, her iki fazın kararlı bulunduğu T_0 denge sıcaklığından, M_s sıcaklığına düşürülmelidir. Denge sıcaklığı olarak tanımlanan T_0 sıcaklığında her iki fazın serbest enerjileri eşit olduğundan, serbest enerji farkları sıfırdır. Şekil 2.4' de austenite ve martensite fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlılığı şematik olarak görülmektedir.

Termodinamiğin minimum enerji kuralına göre; bir sistem değişik durumlara izin verirse, sistem bu durumlardan en düşük serbest enerjili olanını seçer. O halde, T_0 denge sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda serbest enerji farkı sıfırdan büyük ve martensite fazın serbest enerjisi daha küçük olduğu için, martensite

faz daha kararlıdır. T_0 denge sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçüktür ve austenite faz daha kararlıdır.



Şekil 2.4. Austenite ve martensite fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi (65).

Sıcaklık T_0 ' dan M_s ' ye düşürüldüğü zaman ortaya çıkan serbest enerji değişimi ΔG , dönüşümü oluşturacak sürücü kuvveti açığa çıkarır ve dönüşümü gerçekleştirir. Şekil 2.4'de görüldüğü gibi, T_0 denge sıcaklığının altında martensite faz kararlı iken, bu sıcaklığın üzerinde austenite faz kararlıdır. Martensitik faz dönüşümlerinin diğer önemli özelliği; tersinir olmalarıdır. Düşük sıcaklıklarda oluşan martensite faz, yüksek sıcaklıklara kadar ısıtıldığında yeniden austenite faza dönüşebilir. Martensite yapıdan, austenite yapıya tersinir dönüşümün olabilmesi için, (T_0 - A_s) sıcaklık değişimi ile ortaya çıkacak bir serbest enerji değişiminin ortaya çıkması için kristalin sıcaklığının artırılması gerekir.

2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Tersinir Olma Özelliği

Yukarıda anlatıldığı gibi, martensitik faz dönüşümleri belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliği gösterir. Isısal yolla gerçekleşen martensitik faz dönüşümlerinde kristalin soğutulması sırasında, elektriksel dirençte ani bir değişim gözlenir. Doğal olarak bu değişim M_s sıcaklığında başlar. Dönüşüm tamamlandıktan sonra tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı verilmelidir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik bir sıcaklıkta, elektriksel dirençte yeniden ani bir değişim gözlenir ve ısıtma işlemine devam edilirse, martensite yapıdan austenite yapıya tersinir dönüşüm gerçekleşmiş olur (65).

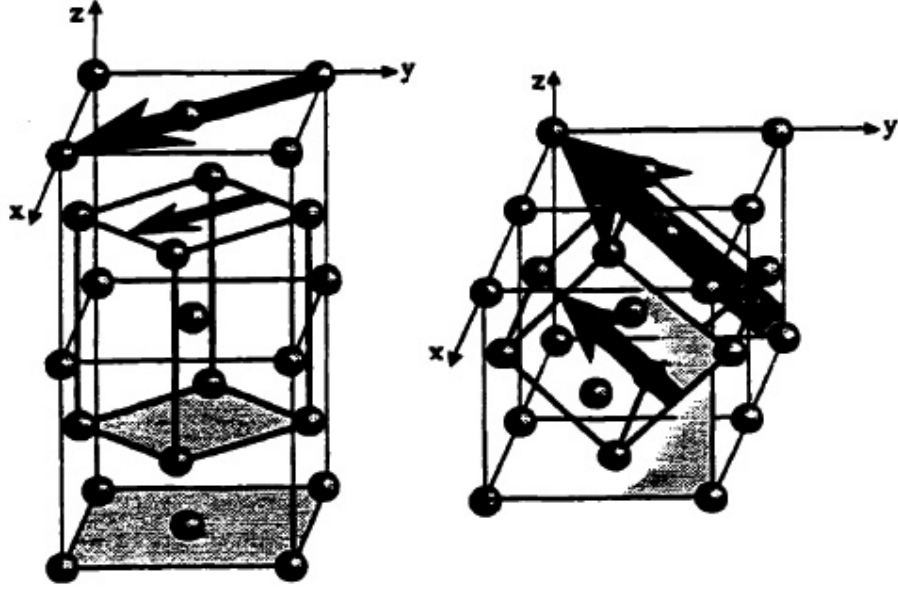
Sıcaklık değişimi ile oluşan ve tersinir özellik gösteren bazı özel martensite' ler termoelastik martensite' ler olarak adlandırılır ve genellikle az da olsa austenite kristal yapı içerisinde kayma (slip) türü kristal yapı bozuklukları içerir. Martensitik dönüşüm sergileyen Fe bazlı alaşımlarda martensite başlama sıcaklığı (M_s), austenite başlama sıcaklığından (A_s) daha düşüktür. Ancak, bazı alaşımlarda durum Fe bazlı alaşımlarda alışlagelen dönüşüm sıcaklıklarından farklıdır. Örneğin; Cu-Zn alaşımında A_s sıcaklığı yaklaşık (-55 °C) iken, M_s sıcaklığı (-20 °C) civarındadır (66). Bu tip termoelastik martensitik davranış gösteren alaşımlara Ag-Zn ve In-Tl alaşımları da örnek gösterilebilir (66). Bazı alaşımlarda ise, uygulanan dış zor etkisiyle oluşan martensite' lerin de tersinir özellik gösterdikleri bulunmuş ve bu tür martensite' ler elastik martensite' ler olarak adlandırılmıştı (67). Bu tür martensitik dönüşümlerde, sabit sıcaklıkta uygulanan zor etkisiyle oluşan martensiteler, kristal austenite başlama sıcaklığından daha yüksek

sıcaklıklara ısıtıldığında ters doğrultuda zorlanma etkisiyle yeniden austenite yapıya dönüşebilir. Bu şekilde, plastik olarak deforme edilmiş bazı özel alaşımların, ısıtma yoluyla yeniden austenite yapıya dönmesi ve orijinal boyutlarına ulaşması anlamına gelen şekil hatırlama olayının fiziksel şartları da ortaya konmuş olur. Bu tür özellik sergileyen alaşımlara Cu-Al-Ni, Au-Cd, Ni-Ti, Fe-Pt ve Fe-Mn-Si örnek olarak verilebilir (66).

2.6. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri

Martensitik faz dönüşümünde; atomların komşuluklarını koruyarak, bir kristal yapıdan diğerine nasıl geçebileceğini gösteren ilk kristalografik model Bain (2) tarafından 1924 yılında ortaya atılmıştır. Bu modelde, fcc yapının hacim merkezli tetragonal (bct) yapıya dönüşümü 3 farklı yolla açıklandı (Şekil 2.5). Bu modele göre, yüz merkezli kübik (fcc) kristal yapıya sahip atomlar komşuluklarını koruyarak, ancak aralarındaki uzaklıklar x' ve y' eksenleri üzerinde belirli bir oranda artarken, z' ekseni üzerinde aynı şekilde azalarak, hacim merkezli tetragonal (bct) yapıya geçebiliyordu.

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 (68). Dönüşüm sırasında ortaya çıkan makroskobik bir şekil değişimi yanında, martensite'in değişmeyen belli bir alışım (habit) düzlemi ile ana ve ürün fazlar arasında belirli bir dönme bağıntısı vardı.

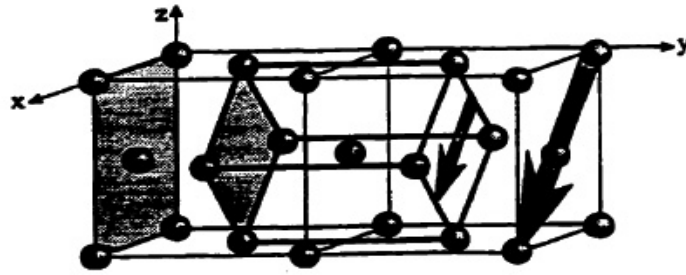


a) $(001)_\gamma // (001)_\alpha$

b) $(001)_\gamma // (100)_\alpha$

$[100]_\gamma // [1\bar{1}1]_\alpha$

$[100]_\gamma // [0\bar{1}1]_\alpha$

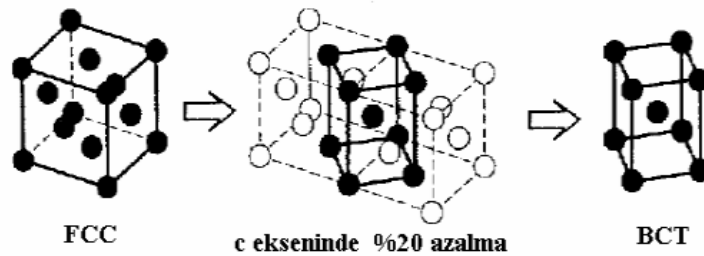


c) $(001)_\gamma // (010)_\alpha$ $[100]_\gamma // [10\bar{1}]_\alpha$

Şekil 2.5. Bain (2)'e göre austenite yapı (fcc) 3 farklı yolla martensite yapıya (bcc) dönüşebilir.

Atomlar tümü ile hareket edince, iki kristal yapı arasında sınır özelliği taşıyacak değişime uğramamış bir yüzey kalmayacağından, Bain modeli austenite-martensite sınırını belirleyemezdi. Ayrıca, martensite dönüşen austenite kristal hacminde büyümeyi içeren bir şekil değişimi bulundu. Dönüşümden önce austenite kristalinin yüzeyine çizilen doğru şekilli karşılaştırma çizgileri incelendiğinde, martensite dönüşen bölgelerde çizgilerin kopmaya uğramadan, sürekliliğini ve doğruluklarını koruyabildikleri, yalnızca kırılmaya uğradıkları görüldü (59). Bu gözlemler, martensite dönüşen hacmin, ana kristal ile sürekliliğini koruduğunu, ancak makroskobik boyutta düzgün dağılımlı bir şekil değişimine uğradığını kanıtlar.

1930 yıllarında Kurdjumov ve Sachs (68), austenite'den ferrite ve austenite'den martensite dönüşümü analiz etti. Her ne kadar dönüşümün doğasından farklı olsa da bu dönüşümlerden ilki difüzyon mekanizmasını, ikincisi kesme mekanizmasını içeriyordu. Kurdjumov ve Sachs austenite örgüye uygulanan basit kesme ile bu olguyu tanımladılar. Bu örgü bozunumu sonucunda martensite birim hücrenin c-ekseni boyunca yaklaşık %20' lik azalma, a ve b eksenleri boyunca %12 lik artma olduğunu gördüler (Şekil 2.6).



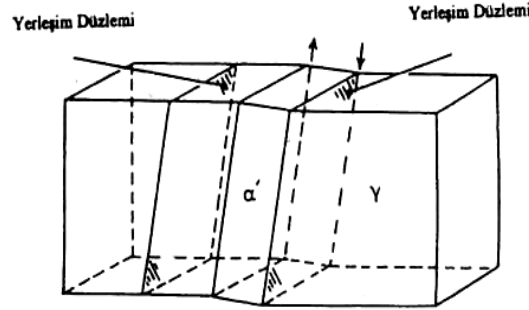
Şekil 2.6. Bain(2)'e göre örgü bozunumu

Austenite yapıdan ferrite yapıya ve austenite yapıdan martensite yapıya dönüşüm sırasında önemsenemeyecek kadar küçük atomik yer değiştirmeler gözlemlenir. Kurdjumov ve Sachs tarafından bulunan austenite yapıdan ferrite yapıya ve austenite yapıdan martensite yapıya dönme bağımlılığı Çizelge 2.1’ de verilmiştir.

Çizelge 2. 1. K-S Dönme Bağımlılıkları

Austenite Yapıdan Martensite Yapıya Dönüşüm	Austenite Yapıdan Ferrite Yapıya Dönüşüm
$(111)_\gamma // (011)_{\alpha'}$	$(111)_\gamma // (011)_\alpha$
$[10\bar{1}]_\gamma // [1\bar{1}1]_{\alpha'}$	$[10\bar{1}]_\gamma // [1\bar{1}1]_\alpha$
$(001)_{\alpha'}$ düzlemi ile $\{100\}_\gamma$ arasında 9°	$(001)_\alpha$ düzlemi ile $\{100\}_\gamma$ arasında 10°
$(100)_{\alpha'}$ düzlemi ile $\{110\}_\gamma$ arasında 4.5°	$(100)_\alpha$ düzlemi ile $\{110\}_\gamma$ arasında 5.5°
$(010)_{\alpha'}$ düzlemi ile $\{110\}_\gamma$ arasında 8°	$(010)_\alpha$ düzlemi ile $\{110\}_\gamma$ arasında 10°

Martensitik dönüşüm olayından sonra oluşan martensite kristali yapıyı, austenite' den ayırması gereken ve düzlem olduğu varsayılan sınıra da alışım (yerleşim) (habit) düzlemi denir. Şekil 2.7 'de gösterildiği gibi dönüşümün önemli bir parametresi olarak bilinen bu düzlem ana kristal yapıya bağlı olarak tanımlanır. Greninger ve Troiano (23)'nun, alışım düzleminin austenite' nin basit miller indisli düzlemlerinden birisi olduğu şeklindeki ölçümlerine karşın, daha sonraki ölçümler, büyük indisli düzlemlerin de alışım düzlemi olabileceğini kanıtlamıştır (30,51).



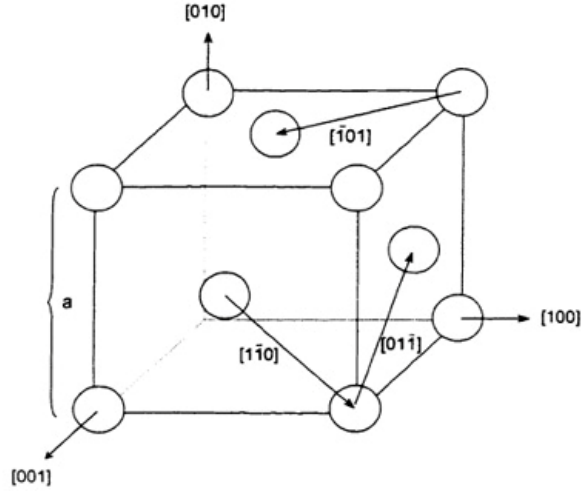
Şekil 2.7. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite habit düzlemi.

Dönüşüm olayının Bain modeli ile açıklanamayacağı anlaşıldıktan sonra, "klasik" veya "tek bozulmalı" teoriler şeklinde de tanımlanan ilk kristalografik martensite teorileri Wechsler, Lieberman ve Read (3) ile Bowles ve Mackenzie (4-7) tarafından geliştirildi. Bu teoriler, austenite-martensite dönüşümü tamamlandıktan sonra, iki kristal yapı arasında dönme ve bozulmaya uğramamış bir düzlemin bulunabileceğini varsayar.

Diğerlerinden 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. W.L.R (3) teorisine göre ise alışım düzlemi kesinlikle sapmamış olmalıdır. Teorilere göre, Bain modeline uygun bir şekil değişimden sonra ürün kristal yapı, kristal örgüyü değiştirmeyen bir şekil bozulmasına ve dönmeye uğrayarak, dönme ve bozulmaya uğramamış bir ara düzlemin oluşmasını sağlayabilir. Kristal örgüyü bozmayan şekil değişiminin ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) olabileceği de teorilerde önerilmektedir.

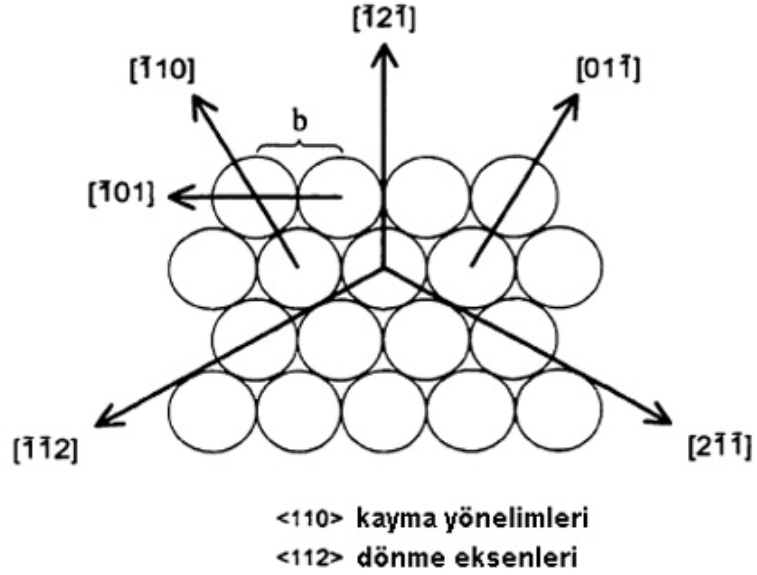
Plastik deformasyon sonucunda, bir kristal örgü boyunca dislokasyonlar hareket eder ve bunun sonucunda kayma meydana gelir (69,70). Atomik yer değiştirmeler için gerekli olan zor sağlanıp dislokasyonlar hareket ettiği zaman, kristalografik doğrultular boyunca kristalografik düzlemler üzerinde kesme meydana gelir. Bu kristalografik düzlemler ve doğrultular alışımın kayma sistemlerinin özelliğine göre tercih edilir. Kayma düzlemleri çoğunlukla, sıkı paketlenmiş kristalografik düzlemlerdir. Kayma doğrultuları en kısa mesafe (burgers vektörü olarak bilinir) ile tekrar edecek olan kristalografik doğrultulardır (Şekil 2.8). Kayma sonucu meydana gelecek olan kesmenin büyüklüğü dislokasyonlar tarafından meydana gelen atomlar arası mesafenin sayısı ile ölçülür. Her ne kadar kayma kristalografik düzlemlerin bir kısmı üzerinde meydana gelse de,

örgü bozunumun sonucu, arkalarında dislokasyon yığılmaları meydana gelir (71-76).



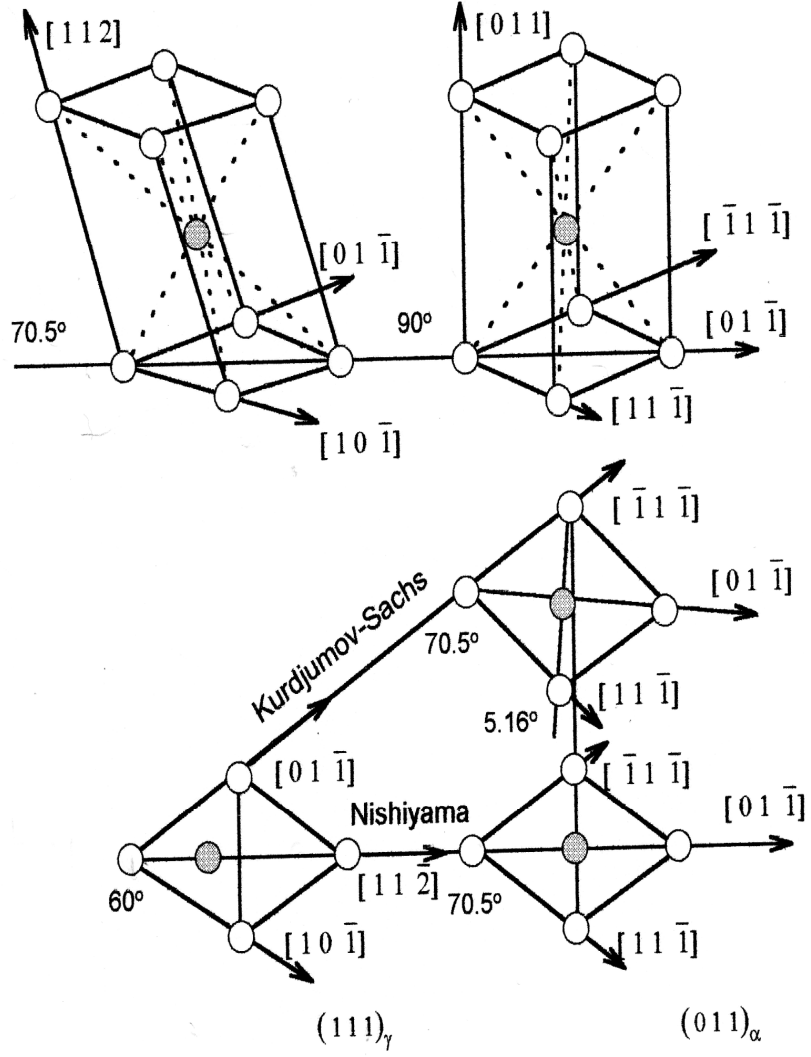
Şekil 2.8. fcc yapı için kayma doğrultuları.

Şekilden görüldüğü gibi fcc yapı için 4 tane $\{111\}_\gamma$ kayma düzlemleri kristalin sıkı paketlenmiş düzlemleri; $(111)_\gamma$, $(\bar{1}11)_\gamma$, $(1\bar{1}1)_\gamma$, $(11\bar{1})_\gamma$ ve her bir düzlem üzerinde mümkün olabilecek 3 tane $\langle 110 \rangle_\gamma$ kayma doğrultusu vardır. Bu şekilde fcc yapı için 12 tane kayma sistemi vardır. Şekil 2.9' da mümkün olan en küçük kayma doğrultusu olan $\langle 110 \rangle_\gamma$ Burgers vektörü ile beraber $\{111\}_\gamma$ düzlemi üzerindeki atomik düzenlenim gösterilmiştir.



Şekil 2.9. $(111)_\gamma$ düzlemi üzerinde atomik düzenlenim.

Martensitik dönüşümün gerçekleşmesi için, fcc yapının sıkı paketlenmiş düzlemlerine Şekil 2.10' da görüldüğü gibi uygulanacak küçük bir kesme bu iş için yeterlidir. Kurdjumov ve Sachs (68) tarafından önerilen kristalografik dönme bağıntısına göre, austenite yapının $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 110 \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme (ikizlenme veya kayma) ile, Nishiyama tarafından önerilen bağıntıya göre ise $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 11\bar{2} \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme ile dönüşümün gerçekleşebileceği öngörülmüştür. Bu modeller her ne kadar tüm dönüşüm şekilleri için genelleştirilemedilse de, yine de olayın kristalografisini açıklamada kısmen başarı elde etmiştir.



Şekil 2.10. fcc ve bcc kristal yapılar arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama türü kristalografik dönme bağıntıları.

2.7. Deneysel Materyal ve Yöntem

2.7.1. Alaşımların Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda kullanılacak söz konusu alaşımlar, %98 saflıktaki Fe,Ni,Ti elementleri incelenecek oranlarda hazırlandı. Daha sonra Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuvarlarındaki ark fırınında argon gazı atmosferinde ergitilerek hazırlandı. Alaşımları oluşturan elementlerin eritme işleminden önceki ve elde edilen alaşımların sonraki ağırlıkları 0.001 gr incelikli terazilerde kontrol edilmiş ve sonuçta alaşımların önceden planlanan element oranlarını etkileyecek düzeyde bir fark gözlenememiştir. Hazırlanan alaşımlar 6 gr ağırlığında olacak şekilde elde edilmiş ve elde edilen alaşımların kompozisyonu IXRF sistemi kullanılarak EDS (Electron Dispersion Spectroscopy) yöntemi ile belirlenmiştir. Üretilen alaşımlar çizelge 2.2 de verilmiştir.

Çizelge 2. 2. Üretilen Alaşımlar ve Oranları

Numune	Fe	Ni	Ti
A1	69.2	30	0.8
A2	68.2	30	1.8
A3	67.4	30	2.6

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

2.7.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey gözlemleri için ısıtma işlemi tamamlanmış alaşımdan 1cm çapında, 0.3cm kalınlığındaki numuneler elmas bıçaklı kesiciyle kesilmiştir. Kesilen numunelerin yüzeyindeki pürüzler ve kalın çizgiler değişik kalınlıktaki su zımparaları ile kalından inceye doğru gidilerek ortadan kaldırılmış ve sonra elmas pastalarla parlatma aleti kullanılarak yüzeyler parlatılmıştır. Daha sonra, mekanik olarak parlatılan yüzeyler 80ml H₂O₂, 5ml HF ve 25ml H₂O karışımından oluşan çözelti içerisinde 70°C de 10sn bekletilerek dağlanmış. Numunelerin yüzeylerinde oluşan mikroyapı karakteristikleri JEOL5600 marka elektron mikroskobu ile incelenmiştir.

2.7.3. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Geçirmeli elektron mikroskobu incelemeleri için ısıtma işlemi görmüş numunelerden elmas bıçaklı kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlığında örnekler

kesilmiş ve daha sonra bu örnekler sırasıyla 600, 800 ve 1200 lük su zımparaları kullanılarak 50 µm kalınlığına indirilmiştir. Bu numuneler, daha sonra delme makinası (punching) 3 mm çapında diskler haline getirilmiştir. Bu şekilde elde edilen numuneler son olarak ikili asit jeti (double-jet) yöntemi kullanılarak -30 °C de , %95 Methanol ve %5 Percloric Asit karışımından hazırlanan çözelti ile 20 Volt (DC)'ta Struers-Tenupol 3 marka sistemle, inceltme parlatma ve delme işlemi yapılarak elektronmikroskop incelemelerine hazır hale getirilmiştir. Daha sonra bu numuneler, 300 kV gücünde Jeol 3010 geçirmeli elektronmikroskop ile incelenmiştir.

2.7.4. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Mössbauer Spektrometresi deneyleri için ısıtma işlemleri tamamlanmış austenite fazdaki alaşımlardan 250µm kalınlığında kesilerek hazırlanan numuneler; 10ml HF,45ml H₂O ve 45ml H₂O₂ oranlarında biraraya getirilen asit çözeltisi içerisinde kimyasal inceltme yöntemi ile yaklaşık olarak 50µm kalınlığına getirilmiştir. Daha sonra ana faz austenite, atermal olarak meydana gelen martensite faz dönüşümlerine ait Mössbauer Spektrumları elde edilmiştir.

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

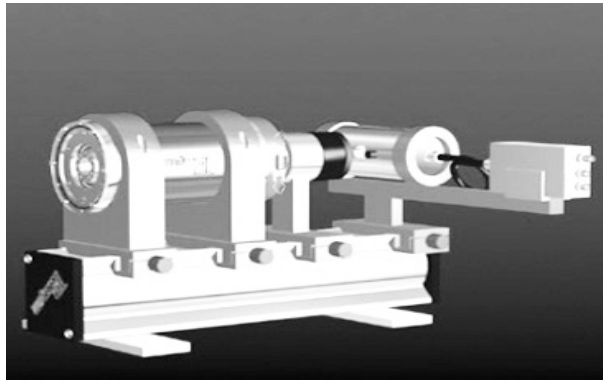
Bu deney için 1100 °C 12 saat ısıtma işlemi tabii tutulup suda hızlı soğutulan ve sıvı azot sıcaklığında atermal dönüşüm gerçekleşen Fe-%30Ni-%0.8Ti , Fe-%30Ni-%1.8Ti ve Fe-%30Ni-%2.6Ti numuneler seçilmiştir. Bu numunelerden

3mm çapında 75µm kalınlığında DSC ölçümleri için numuneler hazırlanmıştır. Bu ölçümlerde ısıtma hızı 5 °C / dakika olarak alınmıştır. DSC ölçümleri ile ısı akışı (heat flow)–sıcaklık eğrileri çizilmiştir. Ti elementinin dönüşüm sıcaklığına etkisi incelenmiştir.

2.8. Yöntem

2.8.1. Mössbauer Spektrometresi Sistemi

R. L. Mössbauer tarafından bulunan ve "Mössbauer Olayı" olarak bilinen bu sistem ile austenite-martensite faz dönüşümlerinin kristalografik özelliklerini açıklamak mümkündür. Bir kristal örgüsü içindeki bir çekirdek tarafından bir enerji kaybı olmaksızın γ -fotonu salınması olayı "Mössbauer Olayı" olarak tanımlanır (77). Fizikte geniş bir uygulama alanına sahip olan Mössbauer olayı ile atomların parçalanma şemalarının incelenmesi, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri yine bu seviyelerin yaşama zamanları, çekirdek elektrik kuadropol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer diğer kavramlar ölçülebilir.



Şekil 2.11. Mössbauer Spektrometresi.

Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskriminatörü ve bir çok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca, kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzene kurulummalıdır. Şekil 2.11' de genel bir Mössbauer düzeneği görülmektedir. Bu şekilde kurulan bir Mössbauer deney düzeneğinin çalışma şekli aşağıdaki gibi açıklanabilir. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen γ ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmalar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek çok kanal analizatörüne gider. Bu analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup, çift kutuplu atmalar, 1-256 ile 256-512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir.

Mössbauer araştırmalarının büyük bölümünde ^{57}Fe ve ^{119}Sn kullanılmaktadır. Mössbauer olayı, sayıları 50' yi geçen izotoplarda gözlenmekle beraber, deneysel zorluklar nedeniyle bu izotopların ancak 20 tanesi kullanılabilir. Mössbauer spektrometresinde, radyoaktif kaynaktan çıkan γ ışını enerjisi, kaynağa bir Doppler hızı verilerek değiştirilir ve γ ışınları soğurucu tarafından rezonans durumunda soğurulur.

2.8.2. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçüm Sistemi

Termal analiz, incelenen numuneye ait bir fiziksel özelliğin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü veya bir tepkimede soğurulan ya da açığa çıkan ısının izlendiği yöntemleri içerir. Bu yöntemlerin başlıcaları, termogravimetri (TG), diferansiyel termal analiz (DTA), diferansiyel taramalı

kalorimetre (DSC), termometrik titrasyon ve doğrudan enjeksiyon entalpimetresidir. Biz bunlardan diferansiyel taramalı kalorimetre yöntemi ile ilgileneceğiz. Termal analizler, genellikle sabit basınç altında yürütüldüğünden, geçerli olan termodinamik eşitlik,

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

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

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

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

DSC yönteminde malzeme ve referans maddesine aynı sıcaklık programı uygulanırken malzemede bir değişiklik olması halinde, malzeme veya referansa bir elektrik devresi yardımı ile dışarıdan ısı eklenerek her ikisinin de aynı sıcaklıkta kalması sağlanır. DSC eğrileri ısı akışının sıcaklığa karşı çizilen grafikleridir. Grafikte elde edilen pikin altında kalan alan tepkimede emilen veya açığa çıkan ısı ile pik yükseklikleride tepkime hızı ile doğrudan orantılıdır. ΔH pozitif ise (endotermik), malzeme ısıtıcısına ısı eklenir ve

pozitif bir sinyal elde edilir. ΔH negatif ise (ekzotermik), referans ısıtıcısına ısı eklenir ve bir negatif sinyal elde edilir. Bu piklerin integrali numunenin aldığı veya verdiği ısı miktarına bağlıdır. DSC yalnız entalpi değişiminin olduğu olaylara karşı değil, aynı zamanda numune ile referansın ısı kapasiteleri arasındaki farka karşı da çok duyarlıdır.

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

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1. Fe-Ni-Ti Alaşımınlarında Oluşan Termal Etkili Atermal Martensitik Faz Dönüşümleri

3.1.1. Atermal α' (bcc) Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu İle İncelenmesi

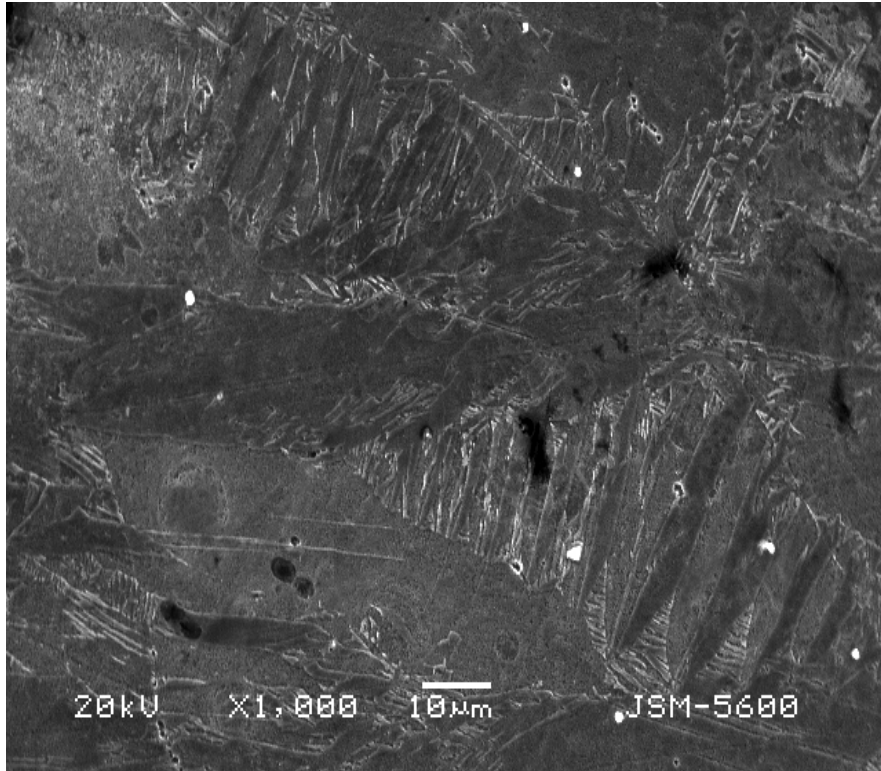
Üretilen Fe-%30Ni-%0.8Ti, Fe-%30Ni-%1.8Ti ve Fe-%30Ni-%2.6Ti alaşımlarında austenite yapıdan martensite yapıya geçiş atermal özellik göstermektedir. Atermal martensite yapının özelliği çok kısa zaman içerisinde patlama şeklinde meydana gelmesidir. İzotermal yapıdan morfolojik olarak farklı olarak meydana gelen bu yapının morfolojisi ve kristalografisi açığa çıkarılmaya çalışılmıştır.

Fe-%30Ni-%0.8Ti, Fe-%30Ni-%1.8Ti ve Fe-%30Ni-%2.6Ti alaşımlarında atermal martensite incelemeleri için alaşımlar 1100 °C ' de 12 saat ısıl işlem uygulandıktan sonra bu sıcaklıktan alınarak su içerisinde soğutulmuştur.

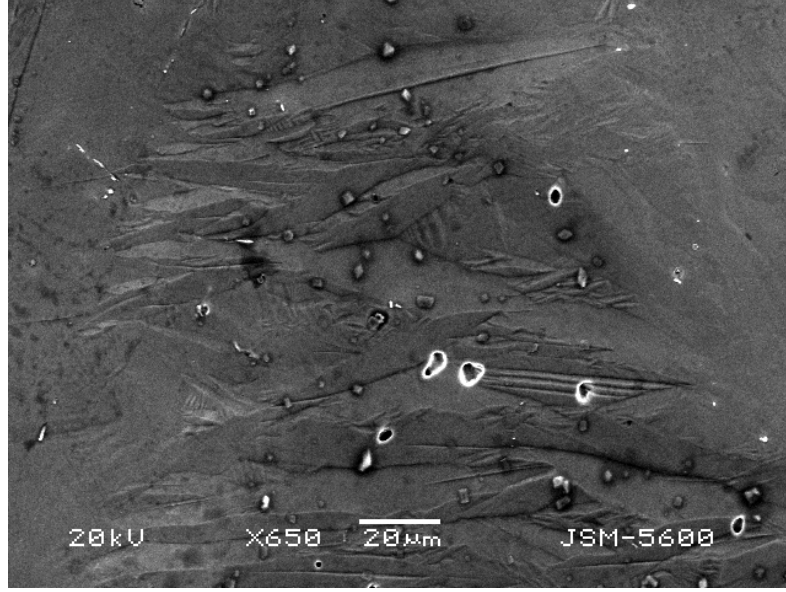
Büyük kristal tanecikleri içeren austenite kristal yapısındaki numuneler ilk olarak atermal dönüşüm sıcaklığının altına, sıvı azot içerisinde düşürülmüştür. Sıvı azot içerisinde yaklaşık 10 s bekletilmiştir. Numuneler sıvı azot içerisinde bekletilirken bir ses duyulmuş ve olası izotermal dönüşümü önlemek için ılık su içerisinde soğutularak incelenmiştir. İnceleme sonucunda gözlenen atermal martensite yapılar Şekil 3.1, Şekil 3.2 ve Şekil 3.3 'de verilmiştir. Numunenin sıvı azotta hızlı soğutulması sonucu meydana

getirilen sıcaklık farkı, martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olmuştur (46).

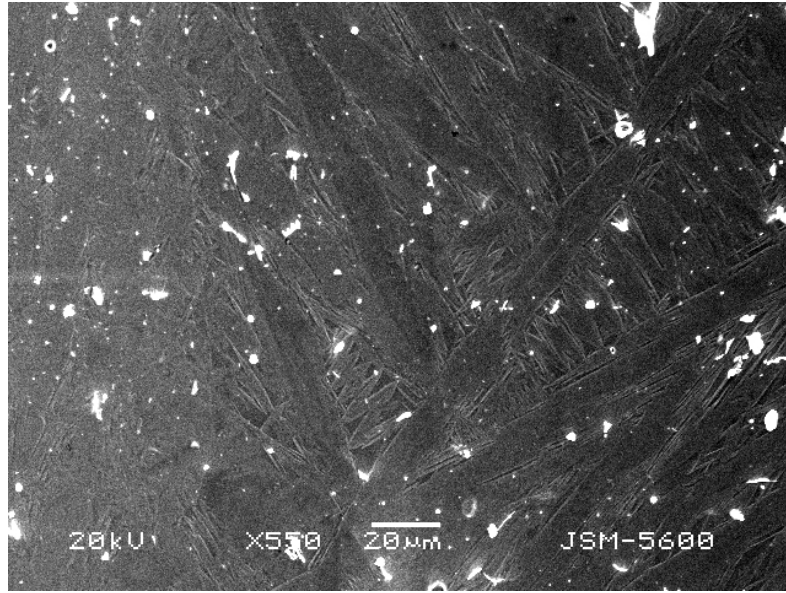
Oluşan martensite kristallerinin ilk oluşumunun, numune yüzeyinin dağlanması sırasında oluşan kristalografik kusurlarda başladığı ve zaman içerisinde buradan başlayarak büyüdüğü, bu büyümenin tanecik sınırlarına dayanarak durduğu ve oluşan atermal martensite yapının Ti oranı arttıkça azaldığı ve tane boyutu arttıkça martensite miktarının da arttığı sonucuna varılmıştır (38).



Şekil 3.1. Fe-%30Ni-%0.8Ti numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.



Şekil 3.2. Fe-%30Ni-%1.8Ti numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.



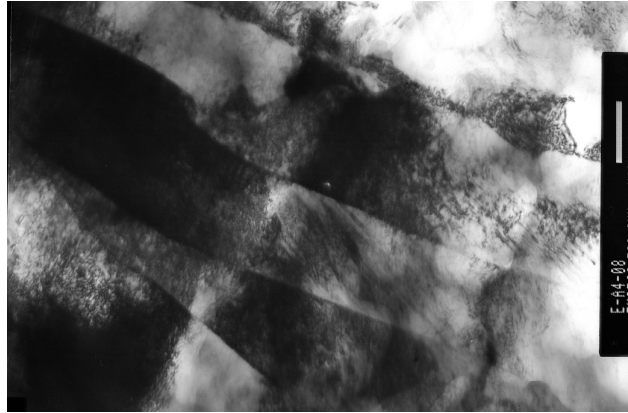
Şekil 3.3. Fe-%30Ni-%2.6Ti numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.

Easterling ve Porter (56) tarafından martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiği ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığı ama oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğu belirtilmiştir.

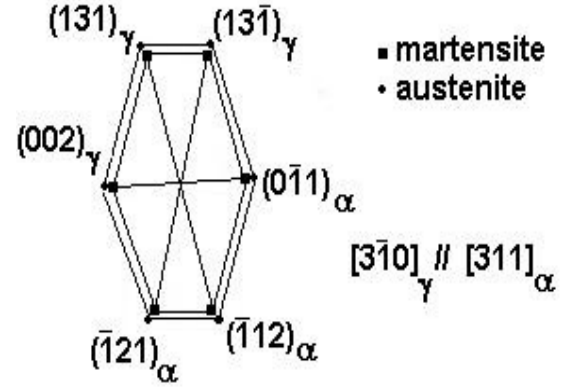
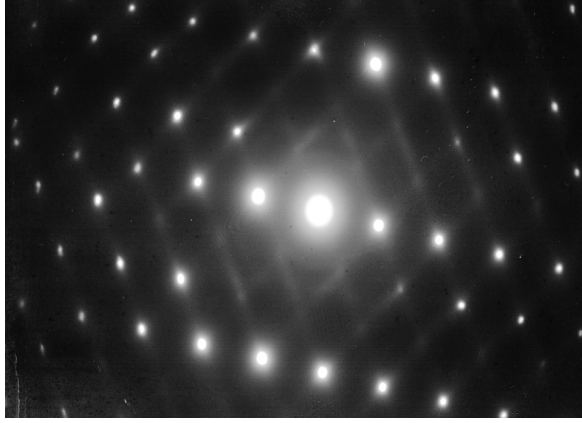
3.1.2. Fe-Ni-Ti Alaşımında Atermal Martensitik Yapının Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi

Fe-Ni-Ti alaşımda yapılan TEM gözlemlerinde morfolojik olarak farklılıklar gözlenmiştir.

Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımında oluşan atermal özellikli martensitik faza ait aydınlık alan görüntüsü Şekil 3.4.a da gösterilmiş olup austenite ve martensite fazın ikisinin de olduğu bölgeden alınmış elektron kırınım deseni ve bunların indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.4.b 'de verilmiştir.



Şekil 3.4.a. Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımında austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X 40K, Ölçek boyutu: 200nm).



Şekil 3.4.b. Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımında austenite ve martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

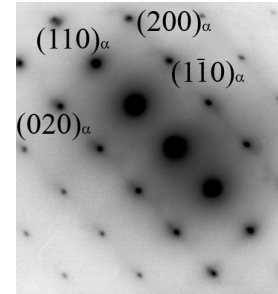
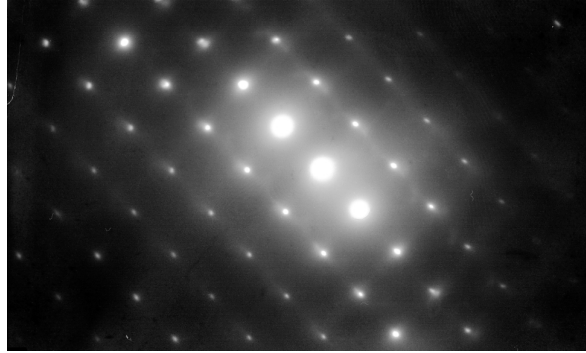
TEM çalışmaları sonucunda atermal martensite kristalinin iç yapısının yoğun dislokasyonlara sahip olduğu belirlenmiştir. Kırınım deseni incelendiğinde austenite kristaline ait elektron demetinin doğrultusu $[310]_{\gamma}$, martensite kristaline ait elektron demetinin doğrultusu $[311]_{\alpha}$ bulunmuştur. Kırınım deseni incelendiğinde martensite ikizlenmelerinin, martensite kristal yapının $\{112\}_{\alpha} \langle 111 \rangle_{\alpha}$ sistemleri üzerinde meydana geldiği açığa çıkarılmıştır. Bu sonuçlar düzlemler arasında K-S türünde yönelim bağıntısı $(111)_{\gamma} // (101)_{\alpha'}$ olduğunu ortaya çıkarmıştır.

Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımında oluşan atermal özellikli martensitik faza ait aydınlık alan görüntüsü Şekil 3.5.a' da gösterilmiş olup austenite ve martensite fazın ikisinde birarada olduğu bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı Şekil 3.5.b' de verilmiştir. Şekil 3.5.a'da martensite kristalinin iç yapısının kristalografik teorilerin örgördüğü gibi şekilde iç ikizlenmelere sahip olduğu gözlenmiştir. Siyah paralel ince bantlar

bunun bir kanıtıdır. İkizlenmelerin kalınlığının 2-20nm arasında değiştiği bulunmuştur. Kırınım deseninden görüldüğü gibi bu siyah ince bantların hepsi aynı doğrultuya sahiptir.



Şekil 3.5.a. Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin aydınlık alan görüntüsü (X 80K, ölçek boyutu:100nm).

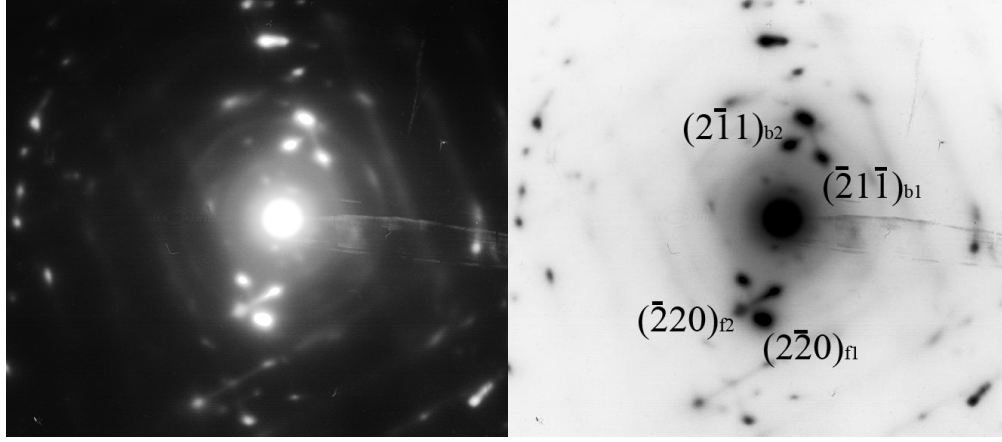


Şekil 3.5.b. Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımında austenite ve martensite bölgesinden alınan kırınım deseni ve diyagramı.

Fe-%30Ni-%2.6Ti alařımında oluřan atermal zellikli martensitik faza ait aydınlık alan grnts Őekil 3.6.a 'da gsterilmiř olup austenite ve martensite fazın ikisinin de olduėu blgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiř diyagramı ise Őekil 3.6.b 'de verilmiřtir. Kırınım deseninden grldė gibi dzlemler arasında K-S trnde ynelim baėıntısı - (111)_γ // (011)_α - olduėu ortaya ıkmıřtır.



Őekil 3.6.a. Fe-%30Ni-%2.6Ti alařımında austenite ve martensite faza ait aydınlık alan grnts. (X 80K, lek boyutu:100nm)



Şekil 3.6.b. Fe-%30Ni-%2.6Ti alaşımında austenite ve martensite üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

Kırınım deseni incelendiğinde martensite ikizlenmelerinin, martensite kristal yapının $\{112\}_{\alpha'}\langle 111 \rangle_{\alpha'}$ sistemleri üzerinde meydana geldiği açığa çıkarılmıştır.

3.2. Fe-Ni-Ti Alaşımlarında Oluşan Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometresi Yöntemi ile İncelenmesi

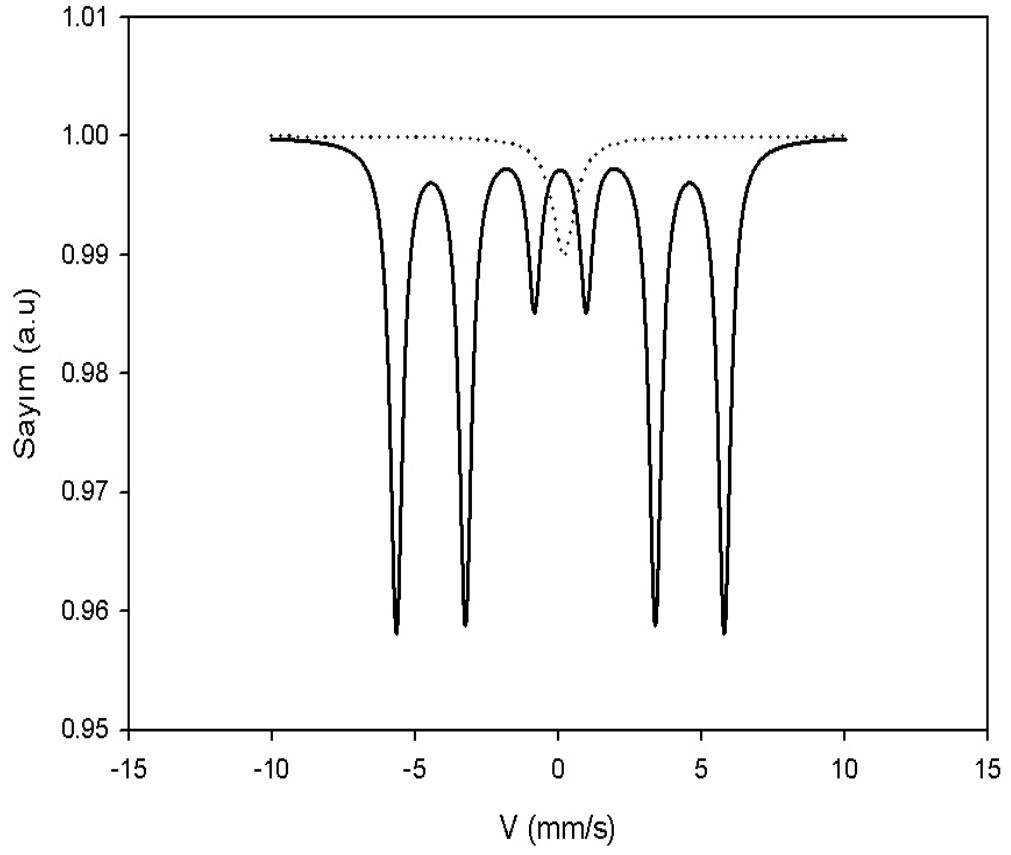
Mössbauer spektrometresi, metal ve metal alaşımlarında faz dönüşümlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biridir. Bu yöntemle, austenite ve martensite yapıların manyetik düzenlenimleri, çeşitli fiziksel etkenler etkisiyle oluşan martensite kristallerinin hacim yüzdeleri ve martensite fazın iç manyetik alanı kesin bir şekilde belirlenebilir.

Fe bazlı alařımlarda austenite fazı paramanyetik olduđunda, bu faz tek sođurma izgisiyle, martensite fazı antiferromanyetik ya da ferromanyetik olduđunda ise altı sođurma izgisiyle karakterize edilir (78,79)

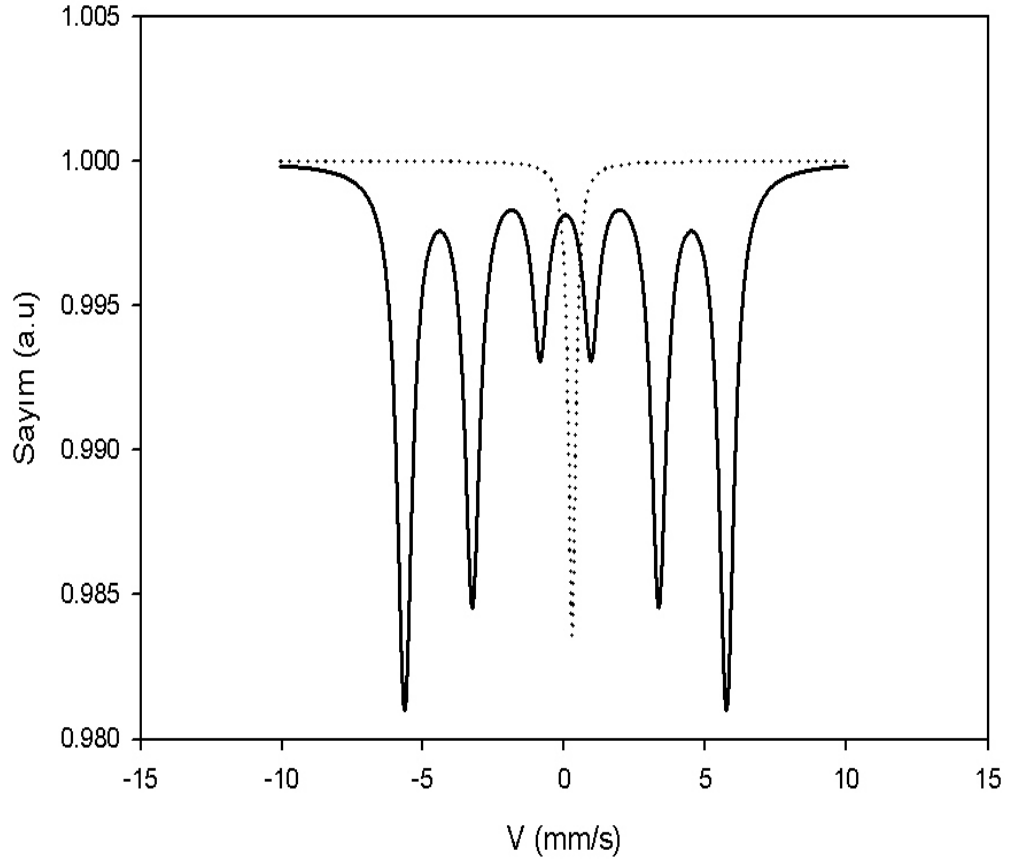
Fe-%30Ni-%XTi alařımı oda sıcaklıđında austenite fazdadır ve daha nceki blmlerde aıklandığı gibi bu alařımlarda incelediđimiz Ti oranına bađlı olarak atermal($x=0.8, 1.8, 2.6$) dnřm olayı gerekleřmektedir. Bu blmde austenite fazın ve martensite fazın Mssbauer spektrumları elde edilerek oluřan martensite kristallerinin hacimce byklkleri bulunmuřtur.

Austenite fazındaki Fe-%30Ni-%XTi ($x=0.8, 1.8, 2.6$) alařımı paramanyetik olduđundan, bu faz tek bir sođurma izgisi ile karakterize edilir. Daha sonra paramanyetik austenite fazda bulunan alařımlarda sıvı azot ierisinde atermal dnřm gerekleřmiř ve mssbauer spektrumları alınmıřtır. Őekil 3.7, Őekil 3.8 ve Őekil 3.9 'de gsterilen bu spektrumlarda martensite faz altı sođurma izgisiyle tanımlanmıřtır.

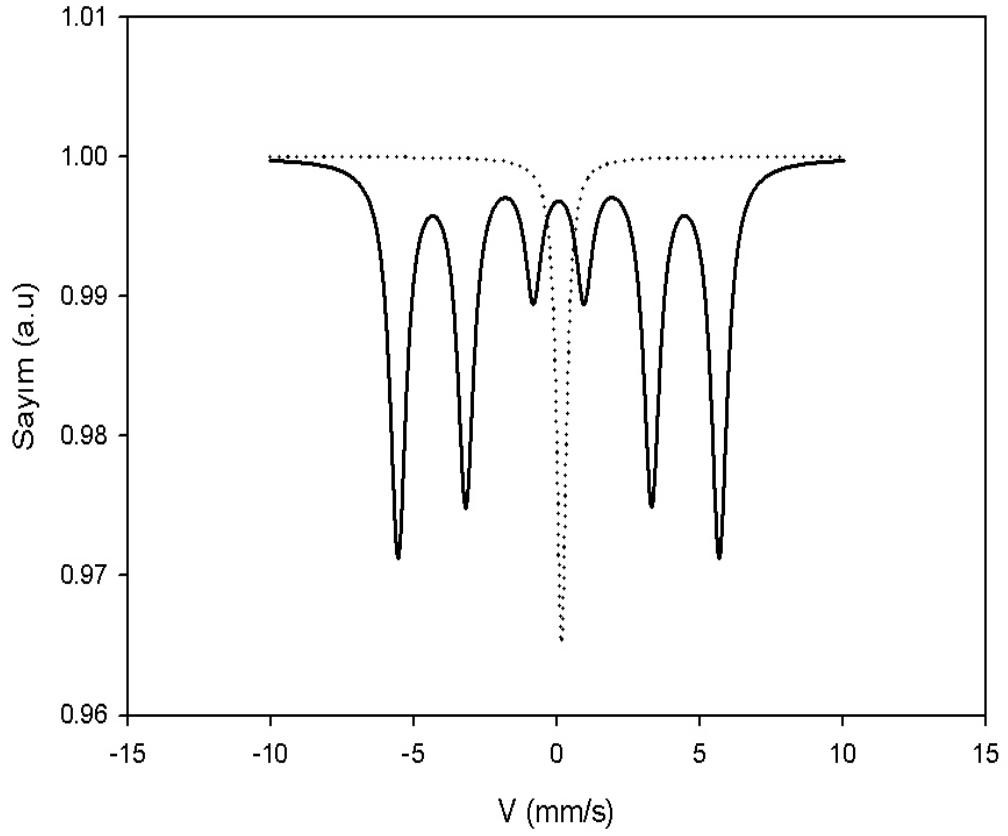
Fe-%30Ni-%XTi ($x=0.8, 1.8, 2.6$) alařımları iin austenite ve atermal martensite faz iin elde edilen hacim yzdeleri (austenite -%A, martensite -%M) izomer kayma deđerleri (austenite- δ_A , martensite- δ_M) ve martensite faz iin i manyetik alan ($B_{i}$) deđerleri izelge 3.1'de toplu olarak verilmiřtir.



Şekil 3.7. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısı içerisinde oluşan martensite yapısının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.



Şekil 3.8. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısı içerisinde oluşan martensite yapısının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.

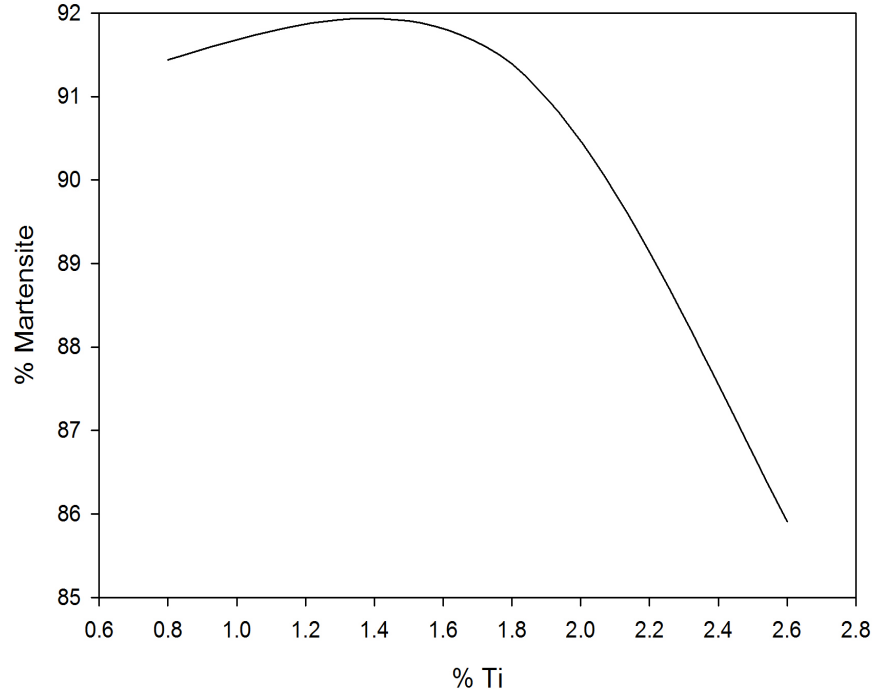


Şekil 3.9. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%2.6Ti alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.

Çizelge 3. 1. Fe-%30Ni-%XTi Alaşımında Mössbauer Spektroskopetresi Yöntemi ile Elde Edilen Sonuçlar

XTi	Faz	%A	%M	$\delta_M(\text{mm/sn})$	$B_{iç}(T)$
0.8Ti	Austenite				
	Martensite	8.561	91.439	0.1905 ± 0.073	35.5328
1.8Ti	Austenite				
	Martensite	8.608	91.392	0.274 ± 0.001	35.3462
2.6Ti	Austenite				
	Martensite	14.09	85.910	0.171 ± 0.001	34.8424

Mössbauer spektrometresi kullanılarak, Fe-%30Ni-%XTi alaşımlarında, ısıtma işlem süresi, ısıtma işlem sıcaklığı ve soğutma hızı aynı olmasına rağmen oluşan martensite miktarının Ti oranı azaldıkça arttığı bulunmuştur (Şekil 3.10). Ayrıca oluşan martensite miktarının artması ile martensite faza ait iç manyetik alan değerinin arttığı bulunmuştur.



Şekil 3.10. Ti oranına karşı termal etkili martensitenin oluşum yüzdesinin değişimi.

Isıl işlem sıcaklığı ve ısıl işlem süresi aynı olmasına rağmen oluşan martensite miktarının artmasını tane boyutlarına ve Ti oranına bağlayabiliriz. Tane sınırları kristallografik yapı kusurlarının yoğun olduğu bölgeler olduğu için, martensite çekirdekleri için tercihli yer olduğu düşünülür (66). Tane sınırları martensite dönüşümlerini engellemek için ana fazın stabilize olmasına hizmet eder. Martensite kristallerinin büyümesi tane sınırlarında durur (80). Bunun için küçük taneler ana fazın stabilize olmasının bir sonucudur. Ayrıca Ti elementi austenite fazın stabilize olmasına katkı sağlar. Yapmış olduğumuz çalışma sonucu Ti oranı arttıkça, martensite miktarı azalmış, tane boyutu küçülmüş ve M_s sıcaklığı artmıştır. Araştırmacılar, Fe-

15Ni-C ve Fe-14.3Mn-3.7Ti alařımlarında tane boyutu arttıkça oluřan martensite miktarının arttığını göstermiřlerdir(66,80).

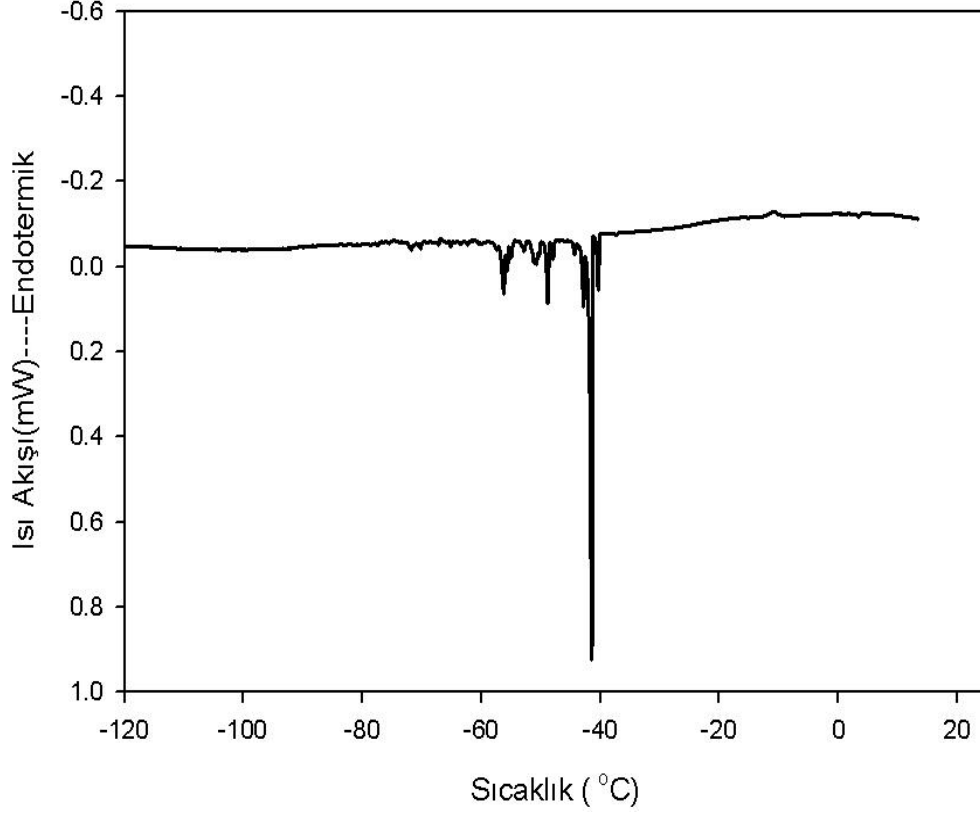
3.3. Fe-Ni-Ti Alařımında Oluřan Austenite-Martensite Faz Dönüřümünün Termal Özelliklerinin DSC Yöntemi İle Belirlenmesi

Fe-%30Ni-%XTi (X= 0.8, 1.8, 2.6) alařımınlarında görülen atermal martensite'lerin bařlama sıcaklığı (M_s), austenite bařlama sıcaklığı (A_s) ve bitiş sıcaklığı (A_f) ve Ti nin M_s , A_s ve A_f sıcaklıklarına etkisini belirlemek için DSC (Differential Scanning Calorimetry) ölçümleri yapıldı. Yüksek enerjili austenite fazdan düşük enerjili martensite faza dönüşüm olayı ekzotermik (ısı veren) bir olay , düşük enerjili martensite fazdan yüksek enerjili austenite faza dönüşüm olayı ise endotermik (ısı alan) bir olaydır.

Fe-%30Ni-%0.8 Ti alařımının martensite bařlama sıcaklığını (M_s), bulmak için 22 °C 'den -120 °C 'ye kadar dakikada 20 °C 'e olacak şekilde soğutuldu. Soğutulurken martensite bařlama sıcaklığı(M_s), (-42 °C) 'de patlama şeklinde meydana gelmiřtir (Şekil 3.11).

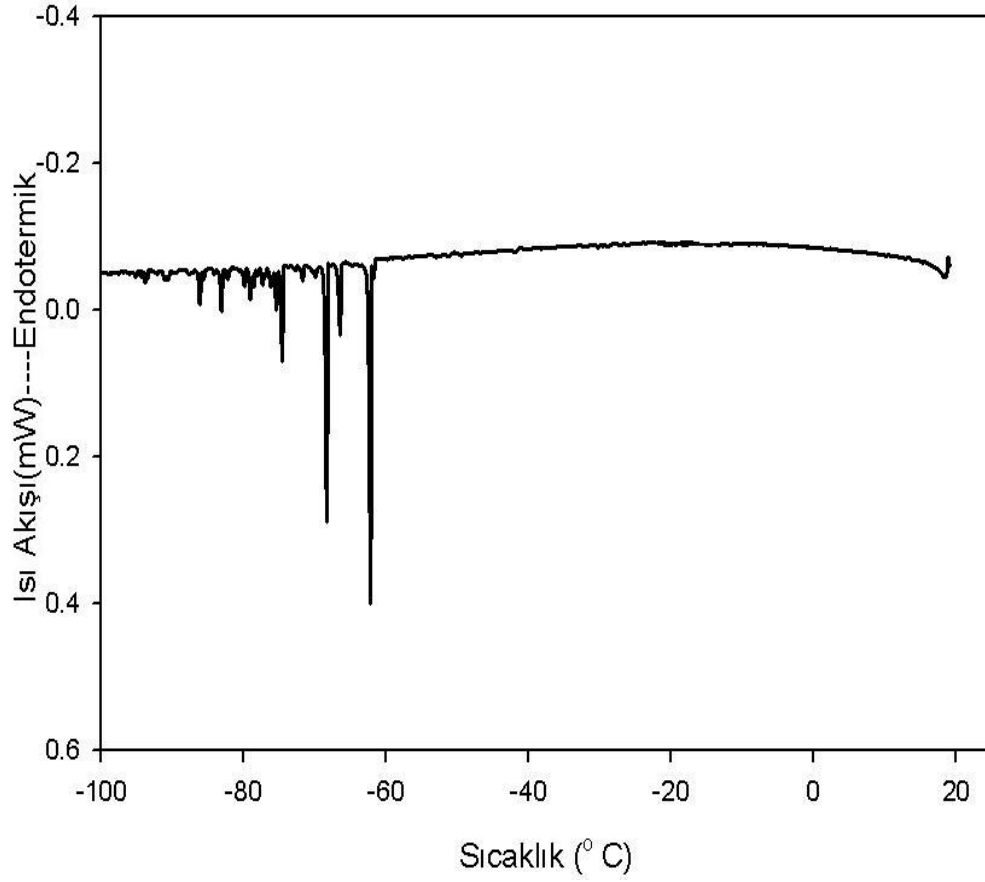
Fe-%30Ni-%0.8Ti alařımı her nasılsa austenite stabilize olmuřtur. Burada Ti elementinin etkisi görünüyor. Ti austenite stabilize sađlayan bir elementtir (70). Ayrıca bulduđumuz sonuçlar Kaufman (54) 'ın Fe-%30Ni için bulduđu sonuçlardan farklı deđildir. Kaufman (54), Fe-%30Ni için martensite bařlama sıcaklığını (-42 °C), austenite bařlama sıcaklığını 335 °C ve austenite bitiş

sıcaklığını 420 °C bulmuştur. Bu sonuçlara göre Ti elementi austenite stabilize olarak görev yapar.



Şekil 3.11. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

Fe-%30Ni-%1.8 Ti alaşımının martensite sıcaklığını (M_s) bulmak için 20 °C 'den (-120 °C) 'ye kadar dakikada 20 °C 'e olacak şekilde soğutuldu. Martensite başlama sıcaklığı (M_s), (-62 °C) 'de patlama şeklinde meydana gelmiştir (Şekil 3.12).



Şekil 3.12. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

DSC sonuçlarına göre tane boyutu ile M_s sıcaklığı arasında bir ilişki olduğu bulunmuştur. Martensite başlama sıcaklığı austenite tane boyutunun bir fonksiyonudur(1,76,80,70) .1100 °C 'de 12 saat ısıl işlem gören Fe-%30Ni-%XTi (X=0.8, 1.8, 2.6) alaşımlarında tane boyutu, M_s sıcaklığı ve Martensite yüzdesi arasında Çizelge 3.2 'de gözüken ilişki bulunmuştur. Çizelgeden görüldüğü gibi Ti oranı arttıkça M_s sıcaklığı ve oluşan martensite miktarı artmıştır.

Çizelge 3. 2. Fe-%30Ni-%XTi Alaşımlarında, Ms sıcaklığı ve Martensite Yüzdesi Arasındaki İlişki

Numune	Ortalama Tane Boyutu (μm)	M_s ($^{\circ}\text{C}$)	Martensite Yüzdesi
Fe-30Ni-0.8Ti	85	-41	%91,439
Fe-30Ni-1.8Ti	80	-62	%91,392
Fe-30Ni-2.6Ti	40	ölçülemedi	%85,910

4. SONUÇ

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%XTi ($x=0.8, 1.8, 2.6$) alaşımlarında austenite fazda oluşan martensite kristallerinin, morfolojik ve kristalografik yönden farklı özellikleri açıklandı. Fe alaşımları içerisinde değişik fiziksel etkenlerle martensite faz oluşturulabildiği bilinmektedir. Termal, elastik deformasyon, plastik deformasyon, alaşıma uygulanan yüksek manyetik alan ve hidrostatik basınç bu etkilere örnek olarak verilebilir.

Fe-%30Ni-%XTi alaşımında bu fiziksel etkenlerden termal etkiyle oluşan martensite yapıyı tek grupta toplayabiliriz. Bu dönüşümün çok kısa zaman aralığında, M_s dönüşüm sıcaklığında hızlı bir şekilde gerçekleştiği ve oluşan martensite kristallerinin M_s 'den daha aşağı sıcaklıklarda büyümediği atermal martensitik faz dönüşümü ($X=0.8, 1.8, 2.6$) olayıdır.

Fe-%30Ni-%XTi ($X= 0.8, 1.8, 2.6$) alaşımları üzerinde yapılan Elektron Mikroskopu incelemelerinde, ısıtma işlem süresi (12 Saat) ve ısıtma işlem sıcaklığı ($1100\text{ }^\circ\text{C}$) aynı tutuldu. Tüm numuneler $1100\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıktan alınarak suda soğutuldu. Ti elementinin dönüşüm üzerine etkisi incelendi.

Fe-%30Ni-%0.8Ti alaşımının Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) incelemelerinde, ortalama olarak $85\text{ }\mu\text{m}$ austenite tane boyutuna sahip olduğu gözlemlendi. Numune sıvı azot sıcaklığında ($-196\text{ }^\circ\text{C}$) 10 s bekletildikten sonra yapılan SEM incelemelerinde atermal dönüşümün gerçekleştiği görüldü (Şekil 3.1). TEM incelemelerinde atermal martensitelerin çok sayıda dislokasyona sahip olduğu (Lath türü martensite) gözlemlendi. Elektron kırınımı

yöntemleri kullanılarak austenite fazın γ (fcc), martensite fazın ise α' (bcc) olduğu belirlendi. Kırınım deseni incelendiğinde düzlemler arasında K-S (Kurdjumov ve Sachs) türünde yönelim bağıntısı $-(111)_\gamma // (101)_{\alpha'}$ ve $[1\bar{2}1]_\gamma // [10\bar{1}]_{\alpha'}$ - olduğu bulundu SEM ve TEM incelemelerinde martensite yapının çok yüksek oranda olduğu gözlemlendi. Gerçekten de yapılan Mössbauer spektrometresi incelemeleri sonucunda dönüşüm sonrası martensite miktarının %91.43 olduğu bulundu. Ayrıca Mössbauer incelemelerinde Austenite fazın paramanyetik (tek soğurma çizgisi), martensite fazın manyetik düzenlenim (ferromanyetik veya antiferromanyetik) (altı soğurma çizgisi) olduğu ve martensite fazın iç manyetik alanının $B_{ic} = 35.53$ T olduğu bulundu (Çizelge 3.1). Gerçekten de bu sıcaklığın M_s sıcaklığı olup olmadığından emin olabilmek ve alaşımın martensite ve austenite' den başka faz içerip içermediğini belirlemek için DSC ölçümü alındı (Şekil 3.11). DSC ölçümleri austenite haldeki numune üzerinde yapıldı. Alaşım 22°C 'den (-140°C)' ye kadar $20^\circ\text{C} / \text{dk}$ olacak şekilde soğutularak ölçümler alındı ve martensite başlama sıcaklığının (M_s), (-42°C) 'de patlama şeklinde meydana geldiği gözlemlendi. Ayrıca bulduğumuz sonuçlar Kaufman'ın Fe-%30Ni için bulduğu sonuçlardan farklı değildir. Kaufman (54) Fe-%30Ni için martensite başlama sıcaklığını (-72°C) bulmuştur.

Fe-%30Ni-%1.8Ti alaşımının SEM incelemelerinde, ortalama olarak $85\ \mu\text{m}$ austenite tane boyutuna sahip olduğu gözlemlendi. Numune sıvı azot sıcaklığında (-196°C) 10 s bekletilerek yapılan SEM incelemelerinde atermal dönüşümün gerçekleştiği görüldü (Şekil 3.2). TEM incelemelerinde gözlenen

atermal martensitelerin (lenticular martensite) siyah bantlar şeklinde ve iç ikizlenmelere sahip olduğu gözlemlendi. Martensite kristalinin iç yapısının kristalografik teorilerin öngördüğü gibi yoğun bir şekilde iç dönüşüm ikizlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Siyah paralel ince bantlar bunun bir kanıtıdır. İkizlenmelerin kalınlığının 2-20nm arasında değiştiği bulundu. Kırınım deseninden görüldüğü gibi bu siyah ince bantların hepsi aynı yönelime sahiptir. Bu bulunan sonuç, Fe-30Ni ile yapılan çalışmalarda bulunan sonuçlarla tamamen uyum içerisindedir (30,68). SEM ve TEM incelemelerinde martensite yapının yüksek oranda olduğu gözlemlendi. Gerçekten de yapılan Mössbauer spektrometresi incelemeleri sonucunda dönüşüm sonrası martensite miktarının %91.392 olduğu bulundu. Ayrıca Mössbauer incelemelerinde austenite fazın paramanyetik (tek soğurma çizgisi), martensite fazın (ferromanyetik veya antiferromanyetik) (altı soğurma çizgisi) olduğu ve martensite fazın iç manyetik alanının $B_{iç} = 35.34$ T olduğu bulundu (Çizelge 3.1). Alaşımın martensite ve austenite den başka faz içerip içermediğini belirlemek ve M_s , sıcaklıklarını belirlemek için DSC ölçümü alındı (Şekil 3.12). DSC ölçümleri austenite haldeki numune üzerinde yapıldı. Alaşım 50 °C'den (-140 °C)' ye kadar 20 °C/dk olacak şekilde soğutulmuş olarak alındı. Martensite başlama sıcaklığının (M_s), (-65 °C) 'de patlama şeklinde meydana geldiği gözlemlendi.

Fe-%30Ni-%2.6Ti alaşımının SEM incelemelerinde, ortalama olarak 40 µm austenite tane boyutuna sahip olduğu gözlemlendi. Numune sıvı azot sıcaklığında (-196 °C) 10 s bekletilerek yapılan SEM incelemelerinde atermal dönüşümün gerçekleştiği görüldü (Şekil 3.3). TEM incelemelerinde elektron

kırınımı yöntemleri kullanılarak austenite fazın γ (fcc), martensite fazın ise α' (bcc) olduğu belirlendi. Bu sonuçlarla düzlemler arasında K-S (Kurdjumov ve Sachs) türünde yönelim bağıntısı $-(111)_\gamma // (1\bar{1}\bar{1})_{\alpha'}$ ve $[0\bar{1}1]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$ olduğu ortaya çıkarıldı. Numunenin farklı bir yerinde yapılan TEM gözleminde kırınım deseni incelendiğinde martensite ikizlenmelerinin, martensite kristal yapının $\{112\}\langle 111\rangle$ sistemleri üzerinde meydana geldiği açığa çıkarıldı . Bu sonuçlar düzlemler arasında $[3\bar{1}0]_\gamma // [311]_{\alpha'}$ şeklinde K-S türünde yönelim bağıntısı olduğunu ortaya çıkardı (Şekil 3.7). SEM ve TEM incelemelerinde martensite yapının %0.8Ti ve %1.8Ti içeren alaşımlara göre az oranda olduğu gözlemlendi. Gerçekten de yapılan Mössbauer spektrometresi incelemeleri sonucunda dönüşüm sonrası martensite miktarının %85.91 olduğu bulundu. Ayrıca Mössbauer incelemelerinde Austenite fazın paramanyetik(tek soğurma çizgisi), martensite fazın (ferromanyetik veya antiferromanyetik) (altı soğurma çizgisi) olduğu ve martensite fazın iç manyetik alanının $B_{iç} = 34.84$ T olduğu bulundu (Çizelge 3.1).

Sonuç olarak, Fe-%30Ni%XTi (X=0.8, 1.8, 2.6) alaşımında meydana gelen atermal dönüşüm Ti oranına göre şu özelliklere sahiptir.

- Ti oranı arttıkça martensitik dönüşüm miktarı azalmıştır.
- Ti oranı arttıkça tane boyutu küçülmüştür.
- Tane boyutu küçüldükçe martensite başlama sıcaklığı düşmüştür.
- Ti 'nin alaşımlar üzerinde austenite stabilize yapıcı olarak etkisi vardır (81).
- Ti oranı arttıkça iç manyetik alanın değeri azalmıştır.

KAYNAKLAR

- (1) T.N., Durlu, Fe-Ni-C Alařımlarının Tek ve İnce Austenite Kristallerindeki Martensitik Evre Dönüřümleri Üzerinde Çalıřmalar, Doçentlik Tezi, Ankara 1979.
- (2) Bain, E.C., Dunkirk, N.Y., The nature of martensite. Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 70: 25, 1924.
- (3) Wechsler, M.S., Lieberman, D.S., Read, T.A, On the theory of the formation of martensite. Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 197:1503, 1953.
- (4) Bowles, J.S., Mackenzie, J.K., The crystallography of martensite transformations I., Acta Metallurgica, 2: 129, 1954.
- (5) Bowles, J.S., Mackenzie, J.K., The crystallography of martensite transformations II. Acta Metallurgica, 2: 138, 1954.
- (6) Bowles, J.S., Mackenzie, J.K., The crystallography of martensite transformations III. Face-centred cubic to body-centred tetragonal transformation. Acta Metallurgica, 2: 224, 1954.
- (7) Bowles, J.S., Mackenzie, J.K., The crystallography of martensite transformations IV body-centred cubic to orthorhombic transformations. Acta Metallurgica, 5: 137, 1957.

- (8) Reed, R.P., Breedis, J.F., Behavior of Materials at Cryogenic Temperatures. American Society for Testing and Materials, Special-Technical Publication, 60: 387, 1960.
- (9) Himuroa, Y., Kainumaa, R., Ishida, K., Martensitic Transformation and Shape Memory Effect in Ausaged Fe–Ni–Si Alloys, ISIJ International, 42 (2): 184–190, 2002.
- (10) Kajiwara, S., Roles of dislocations and grain bound aries in martensite. Transactions Japan Institute of Metals, 26: 595, 1985.
- (11) Maki, T., Kobayashi, K., Minato, M., Tamura, I., Thermoelastic martensite in an ausaged Fe---Ni---Ti---Co alloy. Scripta Metallurgy, 18: 1105, 1984.
- (12) Maki, T., Furutani, S., Tamura, I., Shape Memory Effect Related to Thin Plate Martensite with Large Thermal Hysteresis in Ausaged Fe–Ni–Co–Ti Alloy. The Iron and Steel Institute of Japan, 29: 438, 1989.
- (13) Kajiwara, S., , T., Kikuchi, N., Shape Memory Effect in High Nickel Steels. Sakuma Japan Institute of Metallurgy, 991,1986.
- (14) Koval, Y.N., Monastyrsky,G.E., Reversible martensite transformation and shape memory effect in Fe-Ni-Nb alloys. Scripta Metallurgy, 28: 41, 1993.
- (15) Cohen, M., Olson G.B., Clapp P.C., New Aspects of Martensitic Transformations. In Proceedings of The International Conference Martensitic Transformations-79, Cambridge, MA, M.I.T, p.1, 1979.

- (16) Olson, G.B., Cohen, M., A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC \rightarrow HCP transformation. Metallurgical Transactions, A, 7: 1897, 1976.
- (17) Olson, G.B., Cohen, M., A general mechanism of martensitic nucleation: Part II. FCC \rightarrow BCC and other martensitic transformations. Metallurgical Transactions, A, 7: 1905, 1976.
- (18) Olson, G.B., Cohen, M., A general mechanism of martensitic nucleation: Part III. Kinetics of martensitic nucleation. Metallurgical Transactions, A, 7: 1915, 1976.
- (19) Kaufman, L., Hillert, M., In martensite- A tribute to Moris Cohen. ASM International, First Edition, Number 1, Part 5, pp.59-96, 1992.
- (20) Nishiyama, Z., X-ray investigation of the mechanism of the transformation from face-centred cubic lattice to body centered cubic. Tohoku Imperial University, 23: 637, 1934-1935.
- (21) Wassermann, G., Archiv für das Eisenhüttenwesen Mitt Kaiser Wilhelm Institute Eisenforsch, 17: 149, 1935.
- (22) Mehl, R.F., Derge, G., Studies upon the Widmanstätten Structure VIII- The Gamma-alpha Transformation in Iron-nickel Alloys. Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 125: 482, 1937.

- (23) Greninger, A.B., Troiano, A.R., Crystallography of Austenite Decomposition, Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 140: 307, 1940.
- (24) Machlin, E.S., Cohen, M., Habit Phenomenon in the Martensitic Transformation, Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 191: 1019, 1951.
- (25) Kochendorfer, F., Otto, G., Mathematische Beschreibung des Oricutinmgzu-sammerhangs zwischen Martensit und Austenit in Eisen – Nickel – Einkristallen, Arch. Eisenhtittenw., 30(4): 227 – 232, 1959.
- (26) Golovchiner, Y.M., Tyapkin, Y.D., Phenomenon of Stabilization in Reverse Martensitic Transformation Problem of Metallography and Physics of Metals, Fourth Symposium, Moscow, p. 141, 1955.
- (27) Maksimova, O.P., Nikonorova, A.L., Microstructural Investigation of Martensitic Transformation, Problem of Metallography and Physics of Metals, Fourth Symposium, Moscow, p. 69, 1955.
- (28) Otte, H.M., The orientation of martensite in austenite, Acta Metallurgica, 8 (12): 892-896, 1960.
- (29) Breedis, J. F., Wayman, C. M., The Martensitic Transformation in Fe-31 wt Pct Ni. The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 224: 1128-1133, 1962.

- (30) Patterson, R.L., Wayman, G.M., The crystallography and growth of partially-twinned martensite plates in Fe-Ni alloys, *Acta Metallurgica*, 14 (3): 347-369, 1966.
- (31) Durlu, T.N., Effect of High Austenitizing Temperature And Austenite Deformation on Formation of Martensite in Fe-Ni-C alloys, *Journal Of Materials Science Letters*, 36: 5665, 2001.
- (32) Durlu, T.N., Structure of the Martensite Midrib in Fe-24%Ni-0.45 %C Alloys, *Journal of Material Science Letters*, 16: 1307, 1997.
- (33) Georgieva, I. Ya., Nikitina, I.I., On the Differences of the Effect of Various Factors on the Martensite Transformations with Athermal and Isothermal Kinetics, *Fizika Metallov Metallovedenie*. 33 (1): 144–150, 1972.
- (34) Golovin I.S., Nilsson J.O., Serzhantova G.V., Golovin S.A., Anelastic effects connected with isothermal martensitic transformations in 24Ni4Mo austenitic and 12Cr9Ni4Mo maraging steels, *Journal of Alloys and Compounds*, 310 (1): 411-417, 2000.
- (35) Yaşar, E., Gungunes, H., Akturk, S., Durlu, T.N., New Observations On The Formation of the Athermal Martensite in Fe-Ni-Mo Alloys *Journal of Alloys and Compounds*, 428, 125, (2007)
- (36) Yasar, E., Gungunes, H., Kılıç, A., Durlu, T.N., Effect of Mo on the magnetic properties of martensitic phase in Fe–Ni–Mo alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 424: 51, 2006.

- (37) Yasar, E., Gungunes, H., Durlu, T.N., Some Characteristics of Thermally Induced Martensite in Fe–30%Ni–3.6%Mo Alloy, 37. Materials Characterization, 59: 769, 2008.
- (38) S. Aktürk, Fe-%25Ni-%5Mn Alařımında Atermal ve İzotermal Martensite Dönüşümleri ve Bunların Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, 2001.
- (39) H. Güngüneş, Fe- %22.3Ni-%2.7Mn Alařımında Soğutma Etkisi Sonucu Oluřan İzotermal Martensitik Faz Dönüşümlerinin Mössbauer Spektroskopisi Yöntemiyle İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2001.
- (40) Georgieva, I.Ya., Izotov, V.I., Nikitina, I.I., Khandarov, P., A., Structural Characteristics Of Athermal And Isothermal Martensite In An Fe-Ni-Mo Alloy, Fizika Metallov Metallovedenie, 27 (6): 1129-1131, 1969
- (41) Georgieva, I.Ya., Izotov, V.I., M.N. Pankova, L.M., Utevskiy, P.A. Khandarov, Fizika Metallov I Metallovedenie,(USSR) 32 (3):626, 1972.
- (42) Georgieva, I.Ya., Nikitina, I.I., Izotermichescoe i Atermicheskoe Martensitnye Prevrashcheniia, MiTOM, Fizika Metallov I Metallovedenie, 33 (1): 144, 1972.
- (43) Golovin, I.S., Nilsson, J.O., Serzhantova, G.V., Golovin, S.A., Unelastic Effects Connected with Isothermal Martensitic Transformations in 24Ni4Mo Austenitic and 12Cr9Ni4Mo Maraging Steels, Journal of Alloys and Compounds, 310 (1-2): 411, 2000.

- (44) Golovin, I.S., Seleznev, V.N., Isothermal and Athermal Phase Transformation of FeNiMo Alloys, Journal de Physique IV, 8 (5): 305, 1995.
- (45) Khachaturyan, A.G., Theory of Structural Transformations in Solids, John Wiley-Sons, New York ,1983.
- (46) Kaufman, L., Cohen, M., Thermodynamics and Kinetics of Martensitic Transformations, Progress in Metal Physics, 7: 165, 1958.
- (47) E. Yaşar, Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Athermal ve İzotermal Martensite Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005.
- (48) Kakeshita, T., Kuriowa, K., Shimizu, K., Ikeda, T., Yamagishi, A., Date, M., Material Transactions, Japan Institute of Metals, 34:415, 1993.
- (49) Wayman, C.M., Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillan Company, New York ,1964.
- (50) Bunshah, R.F., Mehl, R.F., The Rate of Propagation of Martensite, Transactions American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 197: 1251, 1956.
- (51) Troiano, A.R., Greninger, A.B., Metal Progress, 50: 303, 1946.
- (52) Kurdjumov, G.V., Maksimova, O.P., Kinetics of Austenite to Martensite Transformation at Low Temperatures, Doklady Akademii Nauk SSSR, 61: 83, 1948.

- (53) Kurdjumov, G.V., Maksimova, O.P., On the Energy of Formation of Martensite Nuclei, Doklady Akademii Nauk SSSR, 73:95, 1950.
- (54) L. Kaufman, The Martensitic Transformation in Iron-Nickel Systems, Sc.D. Thesis, M.I.T, 1958.
- (55) Wayman, C.M., Wakasa, K., Isothermal Martensite Formation in an Fe-20%Ni-5%Mn, Metallography, 14:37, 1981.
- (56) Easterling, K.E., Porter, D.A., Phase Transformation in Metals and Alloys, VNR Co. Ltd, London, 1982.
- (57) Christian, J.W., The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, Oxford, 1975.
- (58) Easterling, K.E., Tholen, A.R., On the Growth of Martensite in Steel, Pergamon Press, Oxford, 1976.
- (59) Wayman, C.M., Advances in Materials Research, Interscience Publishers, London, 1968.
- (60) Kajiwara, S., In Proceedings of The International Conference Martensitic Transformations-82, Leuven, Belgium, Journal De Physique, 43 (4): 97, 1982.
- (61) Read, R.E., Physical Metallurgy Principles, International Student Edition, New York, USA, 1970.
- (62) Christian, J.W., Mahajan, S., Progress in Materials Science, 39:1, 1995.

- (63) Kaufman, L., Cohen, M., The Mechanism Of Phase Transformation in Metals and Alloys , Institute of Metals Monography and Report Series, 18: 187, London, 1955.
- (64) Pretty, E.R., Martensite Fundamentals and Tecnology, London, 1970.
- (65) Olson, G.B., Owen, W.S., Martensite, The Materials Information Society, New York, 1992.
- (66) Nishiyama, Z., Martensitic Transformation, Academic Press, London, 1978.
- (67) Wayman, C.M., In Proceedings of The International Conference Martensitic Transformations-77, Kiev, 159 (1977).
- (68) Kurdjumov, G., Sachs, G., Über den mechanismus det stahlhartung, Zeitschrift Physik, 64: 225, 1930.
- (69) Durlu, T. N., The effect of $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ cycles on strain-induced martensite formation in an Fe-27.3 Ni alloy, Journal of Materials Science Letters, 11 (10): 702, 1992.
- (70) Honeycombe, R.W.K., The Plastic Deformation of Metals, Second Edition, Edward Arnold, ASM, London,1984.
- (71) Hull, D., Introduction to Dislocations, Pergamon Press, London, 1965.
- (72) Davies, G.J., Bateman, R.M., International Conference on Textures of Materials-6 ,1: 132, 1981

- (73) Bateman, R.M., Davies, G.J, International Conference on Textures of Materials-6, The Iron and Steel Institute of Japan, 1: 690, 1981.
- (74) Sum, M., Butron Guillen, M.P., da Costa Viana, C.S., Jonas, J.J., Institute of Theoretical Applied Physics (ITAP), Materials Science Forum, 157: 273, 1998.
- (75) Butron Guillen, M.P., Da Costa Viana, C.S., Jonas, J.J., International Conference on Textures of Materials-11,604, 1996.
- (76) Butrón-Guillén, M. P., Da Costa Viana, C. S., Jonas, J.J., Variant Selection Model For Predicting The Transformation Texture Of Deformed Austenite, Metallurgical and Materials Transactions A, 28 (90): 1755-1768, 1997.
- (77) Butrón-Guillén, M.P., da Costa Viana, C.S., Jonas, J.J., Materias, Science Forum, 151: 273, 1998.
- (78) Wertheim, G.K., Mössbauer Effect, Principles and Applications, Academic Press ,1964.
- (79) Akgün, I., Gedikoglu, A., Durlu, T.N., Mössbauer study of martensitic transformations in an Fe-29.6% Ni alloy, Journal of Materials Science, 17 (12): 3479-3483, 1982.
- (80) A.K. Sachdev, The Substructure and Aging of High-Carbon Ferrous Martensites, Sc.D. Thesis, M.I.T, 1977.

(81) J. Enerhaug, A study of Localized Corrosion in Super Martensitic Stainless Steel Weldments, Doctora Thesis, Norwegian University, 2002.