

T.C.  
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI  
DOKTORA TEZİ

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo ALAŞIMLARININ FİZİKSEL  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

GÖKÇEN DİKİCİ

HAZİRAN 2009

Fen Bilimleri Enstitü Müdürünün onayı.

30.16.2009

Doç. Dr. Burak BİRGÖREN  
Müdür

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

Prof. Dr. İlhan ULUER  
Anabilim Dalı Başkanı

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

Prof. Dr. Saffet NEZİR  
Danışman

Jüri Üyeleri

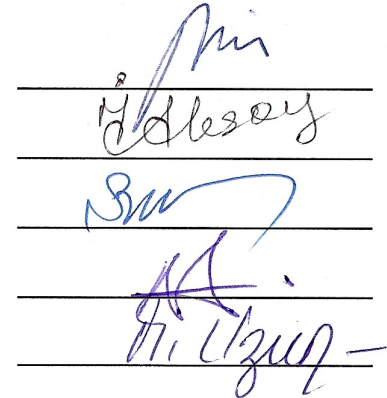
Prof. Dr. Saffet NEZİR

Prof. Dr. İlhan AKSOY

Prof. Dr. Şerafettin EREL

Prof. Dr. Ayşe AYDOĞDU

Doç. Dr. Orhan UZUN



## ÖZET

### Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo ALAŞIMLARININ FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

DİKİCİ, Gökçen

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Doktora Tezi

Danışman: Prof. Dr. Saffet Nezir

Haziran 2009, 109 Sayfa

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında termal etki ile meydana gelen martensitik faz dönüşümlerinin, kinetik, morfolojik, kristalografik ve manyetik özellikleri araştırıldı. Her iki alaşım için martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) ve austenite bitiş sıcaklığı ( $A_f$ ) Diferansiyel Taramalı Kalorimetresiyle (DSC) belirlendi ve martensitik dönüşümün kinetiği atermal özellikli olarak bulundu.

Bu alaşımlarda martensitik dönüşümlerin mikroyapısal ve kristalografik özelliklerini belirlemek için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) metodları kullanıldı. Austenite kristal yapısında oluşan (b.c.c.) martensite'nin Kurdjumov-Sachs türü dönme bağıntısına

uyduđu bulundu. Austenite ve martensite fazlara ait ana düzlemler ve örgü parametrelerini belirlemek için X-Işınları kırınım metodu kullanıldı.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında oluşan austenite ve martensite faza ait hacim yüzdeleri, izomer kayma değerleri ve martensite fazın iç manyetik alan değerleri Mössbauer spektrometresi yöntemi kullanılarak belirlendi. Bu alaşımlar için Mössbauer spektrumları austenite fazın paramanyetik, martensite fazın ise ferromanyetik (ya da antiferromanyetik) özellik de olduğunu gösterdi.

**Anahtar Kelimeler:** Austenite, Martensite, Martensitik Dönüşümler, Atermal Martensite, SEM, TEM, Mössbauer Spektrometre, DSC, XRD.

## ABSTRACT

### THE INVESTIGATION OF PHYSICAL PROPERTIES OF Fe-30%Ni-1%Pd and Fe-30%Ni-1%Pd-1%Mo ALLOYS

DİKİCİ, Gökçen

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Ph.D. Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Saffet Nezir

June 2009, 109 pages

In this study, kinetics, morphologic, crystallographic and magnetic properties of thermally induced martensitic transformation in Fe-30%Ni-1%Pd and Fe-30%Ni-1%Pd-1%Mo alloys were investigated. Martensite start temperature ( $M_s$ ), austenite start temperature ( $A_s$ ) and austenite finish temperature ( $A_f$ ) for both alloys determined by Differential Scanning Calorimetry (DSC) and kinetics of the martensitic transformation was found to be as athermal type.

Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) methods were applied for revealing microstructural and crystallographic properties of martensitic transformations in these alloys. It was also found that the (b.c.c.) martensite which was formed in the austenite matrix exhibited a Kurdjumov-Sachs type orientation relationship. X-ray

diffraction method was used to determine lattice parameters and planes of austenite and martensite phases.

The volume fraction changes of martensite and austenite phases, the hyperfine magnetic field of martensite phase and isomery shift values in Fe-30%Ni-1%Pd and Fe-30%Ni-1%Pd-1%Mo alloys have been determined by Mössbauer spectroscopy. The Mössbauer spectra for these alloys showed a paramagnetic character for the austenite phase and a ferromagnetic (or antiferromagnetic) character for the martensite phase.

**Key Words:** Austenite, Martensite, Martensitic Transformations, Athermal Martensite, SEM, TEM, Mössbauer Spektroskopy, DSC, XRD.

Sevgili aileme...

## TEŐEKKÜR

Doktora tezimin hazırlanmasında ilgi ve yardımlarını esirgemeyen tez danışmanı hocam Sayın Prof. Dr. Saffet NEZİR' e, tez çalışmalarının her aşamasında değerli bilgi, öneri ve eleştirileri ile bilimsel deney imkanlarını sonuna kadar bizlerin hizmetine veren Sayın Prof. Dr. Tahsin Nuri Durlu ve Sayın Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ' ye, labaratuvar çalışmalarında desteklerini esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI' ya teşekkür ederim.

Bana birçok konuda olduğu gibi, tezimi hazırlamam esnasında da yardımlarını esirgemeyen ve büyük fedakarlıklarla bana destek olan arkadaşım Y. Göktürk YILDIZ' a sonsuz teşekkür ederim.



## İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
SİMGELER DİZİNİ.....	xvii
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Kaynak Özeti.....	3
1.2. Çalışmanın Amacı.....	5
2. MATERYAL VE YÖNTEM.....	7
2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri.....	7
2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri.....	8
2.3. Martensitik Dönüşümün Oluşum Şekli.....	12
2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri.....	16
2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Tersinir Olma Özelliği.....	20
2.6. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri.....	24
2.7. Kullanılan Deneysel Teknikler.....	35
2.7.1. Mössbauer Spektrometresi Sistemi .....	35
2.7.1.1. Mössbauer Olayının İlkeleri.....	36
2.7.1.2. Mössbauer Spektroskopisinden Elde Edilebilecek Bilgiler.....	41
2.7.2. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Sistemi... ..	47

2.7.3. X-Işını Difraktometresi Sistemi .....	49
2.8. Deneysel Materyal ve Yöntem.....	50
2.8.1. Alaşımların Üretilmesi.....	50
2.8.2. X-Işını Difraktometresi (XRD) Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması.....	53
2.8.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması.....	53
2.8.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri İçin Numunelerin Hazırlanması.....	54
2.8.5. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması.....	55
2.8.6. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması.....	55
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	57
3.1. Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo Alaşımlarının Örgü Parametrelerinin X-Işını Difraktometresi (XRD) Metodu İle İncelenmesi.....	57
3.2. Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo Alaşımlarında Oluşan Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Termal Özelliklerinin Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Yöntemi İle İncelenmesi.....	62
3.3. Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo Alaşımlarında Termal Etkili Martensitik Faz Dönüşümlerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi.....	73

3.4. Termal Etkili Atermal Martensitik Dönüşümün	
Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ile İncelenmesi.....	78
3.5. Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo Alaşımlarında Oluşan Austenite-	
Martensite Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin	
Mössbauer Spektrometresi İle İncelenmesi.....	88
4.SONUÇ.....	94
KAYNAKLAR.....	102

## ÇİZELGELER DİZİNİ

### ÇİZELGE

2.1. K-S Dönme Bağımlılıkları.....	28
2.2. Hazırlanan Alaşımların EDS Oranları (% ağırlık).....	52
3.1. Fe-%30Ni-%1Pd Alaşımının XRD Sonuçları ve Austenite Örgü Parametresi.....	58
3.2. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo Alaşımının XRD Sonuçları ve Austenite Örgü Parametresi.....	59
3.3. Fe-%30Ni-%1Pd Alaşımının XRD Sonuçları ve Martensite Örgü Parametresi.....	60
3.4. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo Alaşımının XRD Sonuçları ve Martensite Örgü Parametresi.....	61
3.5. Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo Alaşımlarında Termal Döngü İle $M_s$ , $A_s$ ve $A_f$ Sıcaklıkları Arasındaki İlişki.....	73
3.6. Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo Alaşımlarının Mössbauer Spektrometresinden Elde Edilen Sonuçları.....	92

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### ŞEKİL

- 2.1. Martensitik dönüşümün kinetikleri (a) atermal martensite için dönüşüm yüzdesinin sıcaklıkla değişimi, (b) atermal patlama martensite, (c) izotermal martensite için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.....10
- 2.2. Austenite ( $\gamma$ ) ve martensite ( $\alpha$ ) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi.....18
- 2.3. Termoelastik olmayan Fe-Ni alaşımı ve termoelastik olan Au-Cd alaşımında periyodik dönüşümlerin karşılaştırılması.....22
- 2.4. Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak gösterimi, (a) Martensite plakanın oluşumu ve zor etkisi ile martensite tabakaların kalınlaşması, (b) Uygulanan zorun etkisi ile martensite yapının varyantlarının hareketi sonucu oluşan martensite, (c) Martensite yapının zor etkisi ile başka bir martensite yapıya dönüşümü.....23
- 2.5. Austenite yapının 3 farklı yolla martensite yapıya geçişi.....25
- 2.6. Bain'e göre örgü bozunumu.....26
- 2.7. Austenite'den (b.c.t.) martensite dönüşüm için Kurdjumov-Sachs'in önerdiği atom hareketleri.....27
- 2.8.  $(111)_\gamma$  düzlemindeki kesme doğrultuları (a) N ilişkisi, (b) K-S ilişkisi.....29
- 2.9. Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama'nın ileri sürdükleri  $\gamma \rightarrow \alpha$  dönüşümlerinde kesme mekanizmaları arasındaki ilişki.....30

2.10. Örgü deformasyonunun iki türünün şematik gösterimi:	
Kayma ve ikizlenme.....	33
2.11. Radyoaktif $^{57}\text{Co}_{27}$ izotopunun, kararlı $^{57}\text{Fe}_{26}$ ya bozunma şeması.....	37
2.12. Rezonans olayı.....	37
2.13. Gama ışını yayınlayan bir çekirdeğin $p_G$ geri tepme momentumu ve $E_G$ enerjisi ile geri tepmesi.....	38
2.14. Yayınlanma ve soğurulma çizgilerinin rezonans hali.....	40
2.15. Çekirdek enerji seviyelerinin değişimi.....	42
2.16. Mössbauer spektrumunda izomer kayma diyagramı.....	43
2.17. $^{57}\text{Fe}$ nin manyetik dipol etkileşimi ve Mössbauer spektrumundaki sonucu.....	45
2.18. Kuadropol yarıma şeması ve Mössbauer spektrum çizgileri.....	47
2.19. DSC'nin şematik gösterimi.....	48
2.20. a. Yüksek atomik yoğunluklu düzlemler.....	49
2.20. b. Atomların düzenli sıralanışından elde edilen saçılma ve kırınımın şematik gösterimi.....	50
2.21. Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının EDS sonucu.....	51
2.22. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının EDS sonucu.....	52
3.1. 1100°C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni- %1Pd numunesine ait XRD ölçümü.....	57
3.2. 1100°C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni- %1Pd-%1Mo numunesine ait XRD ölçümü.....	58
3.3. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtılma uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite'e ait XRD ölçümü.....	60

3.4. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite'e ait XRD ölçümü.....	61
3.5. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi gören Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının birinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	63
3.6. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi gören Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının birinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	64
3.7. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının ikinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	64
3.8. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının ikinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	65
3.9. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi gören Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının üçüncü döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	65
3.10. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının üçüncü döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	66
3.11. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi gören Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının birinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	67

3.12. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının birinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	68
3.13. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının ikinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	68
3.14. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının ikinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	69
3.15. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının üçüncü döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	70
3.16. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının üçüncü döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.....	70
3.17. 1100°C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%1Pd numunesine ait austenite kristallerinin SEM fotoğrafı.....	74
3.18. 1100°C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo numunesine ait austenite kristallerinin SEM fotoğrafı.....	75
3.19. Fe-%30Ni-%1Pd numunesinde gözlemlenen martensite kristalleri....	76
3.20. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo numunesinde gözlemlenen martensite kristalleri.....	76
3.21.a. Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında austenite ve martensite faza ait TEM aydınlık alan görüntüsü.....	79



3.21.b. Fe-%30Ni-%1Pd alařımında austenite ve martensite faza ait TEM karanlık alan grnts.....	79
3.21.c. Fe-%30Ni-%1Pd alařımında seilmiř blgeden alınmıř kırınım deseni ve diyagramı.....	80
3.22.a. Fe-%30Ni-%1Pd alařımında martensite plakanın ikizlenmiř blgesinin TEM aydınlık alan grnts.....	81
3.22.b. Fe-%30Ni-%1Pd alařımında martensite plakanın ikizlenmiř blgesinin TEM karanlık alan grnts.....	81
3.22.c. Fe-%30Ni-%1Pd alařımında martensite plakanın seilmiř blgesinden alınmıř kırılma indisi ve diyagramı.....	82
3.23. Fe-%30Ni-%1Pd alařımında TEM'de gzlenen dislokasyon ađı.....	83
3.24.a. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımında oluřan austenite ve martensite faza ait TEM aydınlık alan grnts.....	83
3.24.b. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımında seilmiř blgeye ait elektron kırınım deseni ve indis diyagramı.....	84
3.25. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımında oluřan ikizlenme (1 nolu ok) ve dislokasyona (2 nolu ok) ait TEM aydınlık alan grnts.....	85
3.26. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımında dislokasyon ađının TEM grnts.....	86
3.27.a. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımında oluřan austenite ve martensite faza ait TEM aydınlık alan grnts.....	86
3.27.b. Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımında oluřan martensite (seilmiř) blge zerinden alınmıř kırınım deseni ve diyagramı.....	87

3.28. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.....	89
3.29. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.....	90
3.30. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite'in oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu.....	91
3.31. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite'in oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu.....	91

## SİMGELER DİZİNİ

### SİMGE

f.c.c. ( $\gamma$ )	Yüz merkezli kübik yapı
b.c.c. ( $\alpha'$ )	Cisim merkezli kübik yapı
b.c.t. ( $\alpha$ )	Cisim merkezli tetragonal yapı
$\Delta W$	Martensite çekirdeklenme enerjisi
$\Delta g_c$	Serbest kimyasal enerji
$M_s$	Austenite-Martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
$M_f$	Austenite-Martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
$A_s$	Martensite-Austenite ters dönüşümün başlama sıcaklığı
$T_o$	Austenite ve Martensite fazın dengede bulunduğu sıcaklık
$F^\gamma$	Austenite fazın Helmholtz serbest enerjisi
$F^{\alpha'}$	Martensite fazın Helmholtz serbest enerjisi
$\Delta F^{\alpha' \rightarrow \gamma}$	Austenite ve Martensite fazlar arasındaki Helmholtz serbest enerji farkı
$E_U$	Uyarılmış durum enerjisi
$E_T$	Taban durum enerjisi
$E_\gamma$	Gama ışınının enerjisi

$E_G$	Geri tepme enerjisi
$P_G$	Geri tepme momentumu
$\delta$	İzomer kayma
$B_{i\check{C}}$	Martensite fazın iç manyetik alanı
$\delta_A$	Austenite fazın izomer kayması
$\delta_M$	Martensite fazın izomer kayması
%A	Austenite hacim yüzdesi
%M	Martensite hacim yüzdesi

## 1. GİRİŞ

Günlük hayatımızın vazgeçilmez bir parçası haline gelen metallerin, milattan önce 5000'li yıllardan beri işlendiği tahmin edilmektedir. Yapılan keşifler doğrultusunda, Mısır'da bakır metalinin işlenmesiyle başlayan metal ve metal alaşımları üzerine yapılan çalışmalar günümüze kadar teknolojinin gelişimiyle paralel olarak sürmüştür<sup>(1)</sup>. Bu nedenle, o yıllardan günümüze kadar uzanan zaman diliminde bilimin ve buna bağlı olarak teknolojinin gelişmesiyle metal ve metal alaşımları birçok alanda insanoğlunun kullanımına sunulmuştur. Günümüzde hala devam etmekte olan pekçok araştırma ile metal ve metal alaşımları, fiziksel ve mekanik özellikleri geliştirilerek ulaşımdan sanayiye, tıp biliminden günlük yaşantımıza kadar birçok alanda kullanılır duruma gelmiştir.

19 y.y. sonlarından itibaren malzeme bilimi ile uğraşan araştırmacılar modern teknolojinin gelişmesiyle, özellikle yumuşak demirin çeşitli fiziksel etkilerle neden sertleştiği konusunda birçok araştırma yapmışlardır. Bu araştırmalar da bazı fiziksel ve mekanik etkiler sonucunda kristal yapıda ve mekanik özelliklerde oluşan değişimin, malzemedeki içyapı değişimlerinden kaynaklandığı anlaşılmıştır. Bu olay ilk olarak Alman bilim adamı Martens tarafından bulunmuş ve bu nedenle sertleştirilmiş çeliklerde bulunan ve "bileşen veya yapı" olarak belirtilen ifadeye martensite teriminin verilmesi, Martens onuruna 1895 yılında Osmond tarafından önerilmiştir<sup>(2)</sup>. Benzer şekilde, metal ve metal alaşımlarının fiziksel özellikleri üzerine

çalışma yapan İngiliz malzeme bilimci Austen<sup>(3)</sup> onuruna da yüz merkezli kübik yapının (f.c.c.) ismi “austenite” olarak adlandırılmıştır<sup>(4)</sup>.

Austenite ana kristal yapının, martensite ürün faza difüzyonsuz olarak dönüşmesi şeklinde gerçekleşen martensitik dönüşümler, başlangıçta çeliğin su verilerek sertleştirilmesi sonucu ortaya çıkan bir olay iken, daha sonra yapısal, kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri nedeni ile akademik açıdan ilgi çekici bir araştırma konusu haline gelmiştir<sup>(5,6)</sup>. Bu çerçevede 1950’li yıllardan sonra elektron mikroskop yöntemlerinin gelişmesiyle austenite-martensite faz dönüşümü olayını açıklamaya çalışan modellerin gelişmesinde önemli ilerlemeler sağlanmıştır. Fakat austenite-martensite faz dönüşümü olayını tam olarak açıklayan kristalografik, kinetik ve termodinamik modellerin gelişmesi henüz tamamlanamamıştır. Bu nedenle, günümüzde bu konu ile ilgili çalışmalar devam etmektedir.

Geçmiş yıllarda demir bazlı alaşımlardaki martensitik dönüşümlerin, şaşırtıcı ve istenilen eşsiz özellikleri nedeniyle bilimsel araştırmalar bu alaşımlara odaklanmıştır<sup>(7-10)</sup>. Ayrıca, martensitik dönüşümler demir içermeyen alaşımları da içeren çok sayıda alaşım sistemlerinde bulunmuştur ve aynı zamanda saf metaller ile bileşiklerde de meydana geldiği gözlenmiştir<sup>(1)</sup>. Örneğin; Fe, Zr, Co, Li, Hg, U, Pu ve Ti gibi saf metallerde ve ZrO<sub>2</sub>, BaTiO<sub>3</sub>, V<sub>3</sub>Si, Nb<sub>3</sub>Sn NiTi ve NiAl gibi birkaç oksit ve metallerarası bileşiklerde meydana geldiği bulunmuştur<sup>(11)</sup>.

## 1.1. Kaynak Özeti

Fe bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıdaki ana fazın, cisim merkezli kübik (b.c.c.), cisim merkezli tetragonal (b.c.t.) veya sıkı paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) yapılardaki martensite faza dönüşümü şeklinde ortaya çıkar<sup>(12-15)</sup>.

Kaufman ve Cohen<sup>(16)</sup>, %9,5 ve %33,2 arasındaki Ni oranlı Fe-Ni sisteminde austenite ve martensite başlama sıcaklıklarını ( $A_s$  ve  $M_s$ ) belirlemişlerdir. Buna göre, %9,5 Ni içeren Fe-Ni alaşımının  $M_s$  sıcaklığı 525 °C ve  $A_s$  sıcaklığı 680 °C, %29,7 Ni içeren Fe-Ni alaşımının  $M_s$  sıcaklığı -42 °C ve  $A_s$  sıcaklığı 365 °C ve %30,7 Ni içeren Fe-Ni alaşımının ise  $M_s$  sıcaklığı -72 °C ve  $A_s$  sıcaklığı ise 335 °C olarak bildirilmiştir.

Patterson ve Wayman<sup>(17)</sup>, Fe-Ni alaşımlarında meydana gelen martensite'lerin ikizlenmesi, büyümesi ve kristalografisi üzerine yaptıkları araştırmada, Ni oranı değiştikçe martensite morfolojisinin değiştiğini ve meydana gelen ikizlenme bölgelerinin genişlediğini göstermişlerdir. Ayrıca %30Ni için habit düzleminin  $\{3,15,10\}_\gamma$  olduğunu göstermişlerdir.

Maki ve Wayman<sup>(18)</sup>, Fe-33Ni ( $M_s = -105$  °C) ve Fe-31Ni-0,23C ( $M_s = -170$  °C) alaşımlarının dönüşümden sonra farklı iki martensite altyapı olan "kısmi ikizlenmiş" ve "tamamen ikizlenmiş martensite" altyapıları çalışmışlardır. Fe-Ni alaşımında, ikizlenmiş (midribe yakın) ve ikizlenmemiş (arayüzeye yakın) bölgelerin her ikisi de bulunmuş, sonra düzenli bir dislokasyon ağı üretilmiş ve bu austenitin dislokasyon yapısını

değiřtirmemiřtir. Benzer olarak, Fe-Ni-C alařımında, dnřm ikizleri ilk hcre yapısını engellememiřtir.

Kajiwara ve Kikuchi<sup>(19)</sup>, tersinirlik zerine yaptığı alıřmada, Fe-%31Ni-%0,3C ve Fe-%30Ni-%0,4C alařımları iin martensitik dnřmn bařlama sıcaklıđını ( $M_s$ ) (-153 °C) ve Fe-%28Ni-%0,6C alařımı iin  $M_s$  sıcaklıđını (-143 °C) bulmuřtur.

Hayzelden ve Cantor<sup>(20)</sup>, tane boyutlarının martensite bařlama sıcaklıđına etkisini arařtırmıř ve tane boyutlarının klmesiyle martensite bařlama sıcaklıđında dřř gzlemiřlerdir.

Durlu<sup>(21)</sup> Fe-%27,3Ni alařımının tek kristalli austenite'inde oluřan martensite plakaların keřiřim mekanizması zerine yaptığı alıřmada, keřiřen martensite plakalı yapıda martensite bařlama sıcaklıđına ( $M_s$ ) yakın dnřm sıcaklıđında apraz plaka iinde deformasyon ikizleri oluřmasına rađmen, dřk dnřm sıcaklıklarında yeni martensite plakaların oluřabileceđini ve apraz yapı iinde keřiřen martensitelerin bymeye devam edebileceđini gstermiřtir.

Seo ve arkadařları<sup>(22)</sup>, Fe-%31Ni alařımı iin yaptıkları termal dng sonucunda tane boyutlarında klme elde etmiřler ve austenite yapının kararlılıđını artan dislokasyon yođunluđuna bađlamıřlardır.

Zor ve zorlanma etkili martensitik faz dnřmleri iin yapılan alıřmalarda ise; deformasyon mekanizmasındaki deđiřiřlerin kayma dislokasyonlarına ve ikizlenmelere sebep olduđu, zellikle zor derecesinin



artmasıyla metal alaşımlarında faz dönüşümlerinin gözlemlendiği; plastik deformasyon etkisinin austenite - martensite faz dönüşümü için gerekli olan sürücü kuvveti oluşturduğu, uygulanan zorun artması ile zorlanmanın da arttığı ve bu artışa bağlı olarak  $M_s$  sıcaklığında azalma olduğu, deformasyon etkisinin martensite'in miktarı ve morfolojisinde değişmelere neden olduğu; kesme zoruna martensite dönüşümün eşlik ettiği ve dönüşüm başladığında kesme düzlemlerinin austenite'in deformasyonu ile gerçekleştiği belirlenmiştir<sup>(23-32)</sup>.

## 1.2. Çalışmanın Amacı

Metal ve metal alaşımlarının fiziksel özelliklerini belirleyici en önemli etken iç yapıdır<sup>(33)</sup>. Martensitik faz dönüşümleri de iç yapıdaki değişimin bir sonucu olduğu için bu dönüşüm üzerine pek çok araştırma yapılmıştır. Metal ve metal alaşımlarını, kullanım alanına göre daha elverişli hale getirebilmek ve oluşturulan materyallerin fiziksel özelliklerini belirlemek için süren bu çalışmalar, akademik ve teknolojik araştırmalar için önemini korumaya devam etmektedir.

Fe-Ni bazlı alaşım sisteminde günümüze kadar ki çalışmaların başlıca konusu martensitik faz dönüşümleridir. Martensitik faz dönüşümlerinin bilimsel ve teknolojik öneminden dolayı, yeni yapısal alaşımlar sürekli geliştirilmeye devam etmektedir.

Ferromanyetik şekil hatırlamalı alaşımlardan Fe-Pd ikili alaşımları, erişim düzeneği (actuator) malzemelerinde bir manyetik anahtar gibi

kullanıldığı için son zamanlarda oldukça dikkat çekicidir. Bu alaşımlar geniş miktarda, küçük termal histerisis gösteren martensitik dönüşüm, alaşımın kompozisyonu ile martensitik dönüşümün sıcaklığının kolay kontrol edilebilmesi ve yüksek esnekliğe sahiptir<sup>(34)</sup>. Ayrıca paladyum elementi korozyona karşı direçli olduğu için kaplama sanayisinde geniş şekilde kullanılmaktadır. Fe-Ni-Pd alaşımı ve Fe-Ni-Pd alaşımına Mo elementinin eklenmesiyle ilgili olarak herhangi bir literatür çalışmasına rastlanmamıştır.

Bu doktora tez çalışmasında Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında termal etki ile meydana gelebilecek martensitik faz dönüşümlerinin, kinetik, morfolojik, kristalografik, manyetik ve yapısal özellikleri belirlenmeye çalışılacaktır. Deneysel çalışmalarda, X-ışınları kırınımı (XRD), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) ve Mössbauer spektrometresi tekniklerinden faydalanılacaktır. Ayrıca, Fe-Ni-Pd alaşımına molibden elementinin katılmasıyla ortaya çıkabilecek farklılıklar araştırılacaktır.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

### 2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri

Sürekli bir madde de; kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan her bölge bir faz olarak tanımlanır. Burada homojen olma, belirli fiziksel şartlar altında özel bir yapıda bulunma şeklinde tanımlanır<sup>(6,35)</sup>.

Metal ve metal alaşımları, farklı fiziksel şartlar altında farklı fazlarda bulunur. Yapı içerisinde belirli fazlardan oluşan bir denge yapısından değişik fazlardan oluşan bir başka denge yapısına geçiş olayı ise faz dönüşümü olarak bilinir. Katı yapıdaki faz dönüşümleri sırasında atomlar yeni faz yapısını oluştururken yer değiştirirler. Bu yer değiştirmelerde atomların komşuluklarını korudukları dönüşümler katıhal fiziğinde önemlidir<sup>(6,35)</sup>. Diğer bir tanımda ise faz; sistem içerisinde tekrarlanabilir yapısı ve bileşimiyle, ayırt edici yüzeyler tarafından sınırlanan bir bölgedir<sup>(11)</sup>.

Faz dönüşümü, olay sırasında atomların komşuluklarının değişip değişmemesine göre iki ana gruba ayrılır. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine difüzyonlu faz dönüşümleri, atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de difüzyonsuz faz dönüşümleri denir. Metalik sistemlerdeki faz dönüşümleri çekirdeklenme ve büyüme dönüşümleri ve martensitik dönüşümler olmak üzere iki ana sınıfa ayrılır<sup>(33,36)</sup>.

Faz deęişimi, sıcaklık ve basıncın deęiştirilmesiyle kendilięinden ilerler, buna serbest enerjideki azalma eşlik eder. Austenite'nin serbest enerjisi martensite'nin serbest enerjisinden daha yüksek olmadıkça ana fazda (austenite), ürün faz (martensite) oluşmaz. Austenite'nin serbest enerjisindeki bu fazlalık martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvveti oluşturur<sup>(37)</sup>.

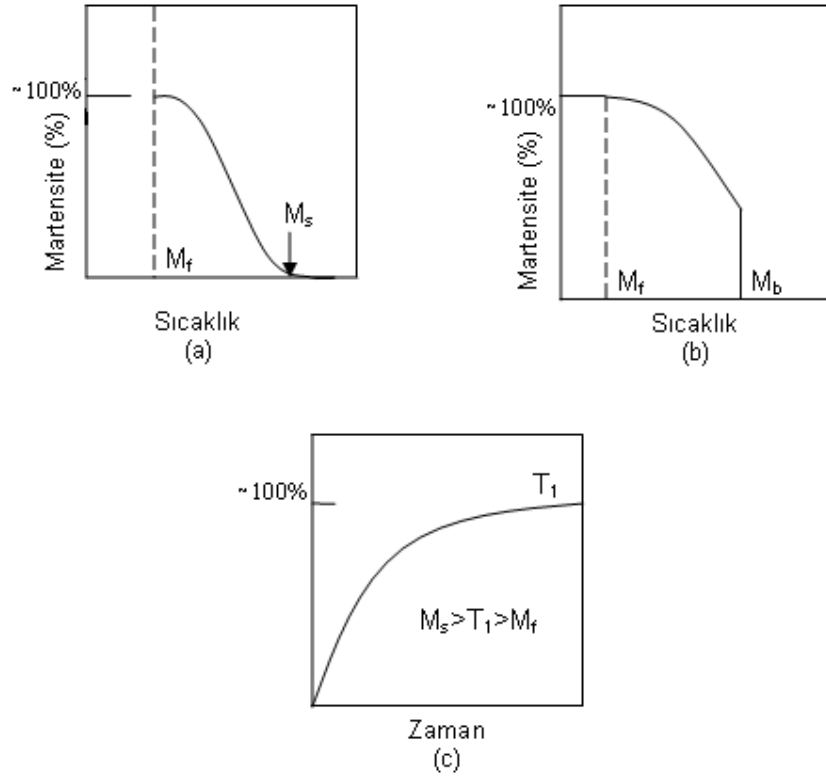
## 2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri

Martensitik reaksiyonlar sadece katı durumda mümkündür. Bu reaksiyonlar difüzyon içermez ve ürün fazın kompozisyonu ana fazdaki gibi deęişmeden kalır. Martensitik reaksiyon, kristal içinde ses dalgasına yakın bir hız ile birkaç bin atomun difüzyonsuz hareketiyle meydana gelir. Martensitik reaksiyonda, her bir kristal aynı kimyasal kompozisyonlu yeni kristallere dönüşür<sup>(33)</sup>. Ortaya çıkan martensite kristalleri ana yapı içerisinde deęişik şekillerde rastgele bir dağılım gösterir. Oluşan tanecikler, daha çok uçlara doğru incelen plakalar şeklinde veya düşük karbon çeliğinde olduğu gibi, belirli düzlemler üzerinde iğnecik şeklinde ya da başka metallerde olduğu gibi çatal, mızrak ya da kama şekillerinde görünebilir. Durlu<sup>(6)</sup> yaptığı çalışmada, dönüşümün martensite başlama sıcaklığında veya bu sıcaklığın altında başlamasının martensite'nin tipini deęiştirdiğini göstermiştir.

Soğutmayla oluşturulan Austenite→Martensite faz dönüşümlerinde dönüşümün başladığı sıcaklık ( $M_s$ ) ile, dönüşümün bittiği sıcaklık ise ( $M_f$ ) ile gösterilir. Dönüşüm zamandan bağımsız ve sadece sıcaklığın bir fonksiyonu

olarak oluşursa atermal dönüşüm, hem zamana hem de sıcaklığa bağlı olursa izotermal dönüşüm olarak adlandırılır<sup>(2)</sup>. Martensitik dönüşümün olduğu sıcaklık aralığı ise verilen bir alaşımın özelliğidir.

Soğumayla meydana gelen bir martensitik dönüşüm  $M_s$  sıcaklığında oluşur, sıcaklığın düşmesiyle ilerleyen dönüşüm uzantısı artar ve tamamlanır, sonunda  $M_f$  sıcaklığında tamamlanan dönüşüme ulaşılır (Şekil 2.1.a. atermal dönüşümün zamanla değişimi). Şekil 2.1.b.'de gösterildiği gibi, atermal martensitik dönüşümün bazı durumlarında  $M_s'$  de dönüşüm yüzdesi bir patlama ile keskin bir yükseliş gösterir ( $M_b$  martensite patlama sıcaklığıdır).  $M_s$  ve  $M_f$  arasında verilen herhangi bir sıcaklıkta gösterilen dönüşüm yüzdesine ulaşması için alınan zaman çok kısadır ve aynı sıcaklıkta uzun süre tutulduğunda dönüşüm yüzdesinde başka artma gözlenmez. Diğer bir martensitik dönüşüm olan izotermal dönüşüm Şekil 2.1.c.' de gösterilmiştir. Bu dönüşümde, martensite fazın dönüşüm yüzdesi  $M_s$  ve  $M_f$  arasında verilen herhangi bir sıcaklıkta zamanla artmaya devam eder<sup>(11)</sup>.



**Şekil 2.1.** Martensitik dönüşümün kinetikleri <sup>(11)</sup>; **a)** atermal martensite için dönüşüm yüzdesinin sıcaklıkla değişimi, **b)** atermal patlama martensite, **c)** izotermal martensite için dönüşüm yüzdesini zamanla değişimi.

Austenite-Martensite faz dönüşümleri genellikle çok kısa bir zaman aralığında atermal reaksiyon ile patlama şeklinde meydana gelir. Bunshah ve Mehl<sup>(38)</sup> yaptıkları çalışmada Fe-%30Ni alaşımında martensite'nin bir plakasının oluşma süresini  $3 \cdot 10^{-7}$  sn olarak belirlemişlerdir. Bazı alaşımlarda ise dönüşüm gözle izlenebilecek kadar yavaş olabilir<sup>(39)</sup>. Bu tür dönüşümlerde  $M_s$  sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabilir veya martensite tabakaları genişleyip büyüeyebilir<sup>(6,39)</sup>. Bu izotermal dönüşüme örnek olarak Wakasa ve Wayman<sup>(40)</sup>, yaptıkları çalışmada Fe-%20Ni-%5Mn alaşımı için martensitin morfolojisinde bir değişim

gözlemleyememiş, ancak farklı sıcaklıklarda ve zamana bağlı olarak tutulan örneklerde oluşan martensite'nin miktarında artış elde etmişlerdir.

Martensite faz dönüşümlerinin önemli özelliklerinden birisi de dönüşümün tersinir olmasıdır. Martensitik reaksiyonlar ilk atomik düzenin defalarca meydana gelebileceği anlamında tersinidir. Orijinal fazın tek kristali soğuma ile yeni fazın birkaç kristaline dönüşebilir. Isınmayla beraber tersinir dönüşüm başlar ve genellikle orijinal kristaldeki gibi aynı büyüklük, şekil ve dönme ile sonuçlanır<sup>(33)</sup>. Singh ve Wayman<sup>(41)</sup> Fe-Ni-Mn alaşımında ürün faz termal etkiyle tekrar ana faza dönüştürmüş ve dönüşümün karakteristik özelliklerinin sıcaklığa bağlı olarak değiştiğini göstermiştir.

Austenite kristaline dışarıdan uygulanan zor martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvveti sağlar. Herhangi bir sıcaklıkta, uygulanan zorla genellikle dönüşüm miktarı artar<sup>(33)</sup>. Dış zor veya plastik deformasyon ile austenite yapı martensite yapıya dönüşebildiği gibi bazı durumlarda martensite yapı bir başka martensite yapıya da dönüşebilir. Bir martensitik dönüşüm için zorun uygulanma sıcaklığının  $M_s$  sıcaklığının üstünde olması önemlidir. Bu sıcaklığın üzerinde bir sıcaklık aralığında austenite faza veya austenite ve martensite her iki fazın karışımına uygulanan zor dönüşüm için bir tetikleme görevi yapar. Bu şekilde oluşan bir dönüşüm, termal etkiyle önceden oluşmuş çekirdeklenme yerlerinde fakat zor etkisiyle gerçekleşir. Yani uygulanan zor ile yeni çekirdeklenme oluşmaz ancak zor öncesi var olan çekirdeklenme noktalarında oluşum gerçekleşir. Bu şekilde oluşan martensite zor-etkili martensite olarak isimlendirilir. Şayet dönüşüm, plastik deformasyon sonucu yeni çekirdeklenmeler oluşturarak meydana geliyorsa

bu şekilde oluşan martensite zorlanma–etkili martensite olarak adlandırılır. Zor etkili martensite'nin kinetiği;  $M_s$  sıcaklığına, alaşımın kompozisyonuna, austenite miktarına, austenite ve martensite sertliğine ve uygulanan zorun etkisine bağlıdır<sup>(42,43)</sup>. Han ve Xu<sup>(31)</sup>, Fe-%32Ni alaşımında zor-zorlanma etkili martensitik dönüşümü incelemiş ve martensite dönüşümün başladığı sıcaklık olan  $M_s$  sıcaklığında, martensite'nin morfolojisi ve hacminde değişimler olduğunu gözlemişlerdir.

### **2.3. Martensitik Dönüşümün Oluşum Şekli**

Martensitik bir reaksiyonda, her bir kristal aynı kimyasal kompozisyonlu yeni kristallere dönüşür, hacim değişimleri sıktır ve dönüşüm sonucunda ana faz tümüyle ürün faza dönüşmez<sup>(33)</sup>.

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<sup>(44)</sup>.

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<sup>(45)</sup>.

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



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

ile verilir. Burada  $\Delta g_c$ ; martensitik dönüşüm için sürücü kuvveti sağlayan serbest kimyasal enerji,  $\sigma$ ; martensitik çekirdeğin ana fazda birim yüzey başına arayüz enerjisi,  $A$ ; zorlanma enerji parametresi,  $\left(\frac{c}{r} A\right)$ ; martensite oluşumunun birim hacim başına elastik zorlanma enerjisidir<sup>(46)</sup>.

Zhao ve Han<sup>(46)</sup> yaptıkları çalışmada demir bazlı alaşımlarda martensitik dönüşüm için homojen çekirdeklenmenin kinetik özelliklerini ele almış ve elde edilen sonuçlara göre demir bazlı alaşımlarda homojen çekirdeklenme termal aktivasyon yoluyla uyarılır sonucuna varmışlardır.

Kaufman ve Cohen<sup>(47)</sup> martensitik çekirdeklenmenin mantıklı mekanizmasını homojen çekirdeklenmenin açığa çıkardığını göstermiştir. Aynı zamanda martensitik dönüşümü tetikleyen “embryos” adındaki bölgesel heterojenlikleri ve bu embriyoları ısıl işlem sırasında yok olmayan dengesiz örgü kusuru olarak tanımlamışlardır. Diğer bir ifadeyle embriyolar, kristal içerisinde sınırlı bölgelerde görünür, bu bölgelerdeki bölgesel serbest enerji, martensitik dönüşüm için gerekli olan serbest enerjidir.

Böylece atermal çekirdeklenme, f.c.c. kristal içerisinde bulunan değişik potansiyellerdeki embriyoların davranışları tarafından açıklandı. Belli potansiyeldeki çekirdekler atermal martensitik dönüşümü başlatır. Bunun için gerekli olan kimyasal sürücü kuvvete ulaşmak gerekir. Bu da ancak,

embiriyonun enerjisi, çekirdeklenmeyi meydana getirecek serbest enerji engelinden büyük olduğu zaman olur. En yüksek potansiyeldeki embiriyolar  $M_s$  sıcaklığında martensitik dönüşümü tetikler, düşük potansiyeldeki embiriyolar, daha düşük sıcaklıklarda martensitik dönüşümü tetikler<sup>(47)</sup>.

DeneySEL verilerden atermal olarak ortaya çıkan dönüşümlerin sınıflandırılması ve dönüşümün ilerlemesi, soğutma oranından bağımsızdır ve alaşımların martensite başlama sıcaklığının altında ya da üstünde tutulmasıyla ortaya çıkmamıştır. Bu özellikler atermal çekirdeklenme ve büyüme mekanizmasının termal etkinleştirmeden ortaya çıktığını gösterir<sup>(48)</sup>.

Austenite fazdan martensite faza dönüşüm olayı; kristalografik olarak ele alındığında bu olay, 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<sup>(33)</sup>.

-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.

Martensitik faz dönüşümünü oluşturacak olan fiziksel etkenin büyüklüğü ve cinsi, dönüşümde kullanılacak olan katının kompozisyonu ve onun içerisinde bulunan elementlerle yakından ilgilidir. Örnek olarak, termal etkili martensitik faz dönüşümünde; alaşımlardaki Ni oranı arttıkça martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ) ve austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) düşmektedir. Bununla beraber martensite'nin yapısında da farklılıklar meydana gelir<sup>(49)</sup>.

Austenite yapıya uygulanan dış zor dönüşümü etkiler ve martensite reaksiyonu ile arasında fiziksel bir ilişki mevcuttur. 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 dönüşümü uyarıcı bir etkiye sahiptir<sup>(50)</sup>.

Uygulanan zor, martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekir ve  $M_s$  sıcaklığı yükselir. Böylelikle ( $M_s-A_s$ ) aralığı daralacaktır. Şayet dışardan uygulanan zor martensite plakanın oluşumunu engelleyici yönde ise bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden  $M_s$  sıcaklığı düşer. Yapılan deneysel çalışmalar sıcaklık değişimi olmadan yalnızca zor etkisi ile martensite faz dönüşümünün olabileceğini göstermiştir<sup>(47,51,52)</sup>.

Sonuç olarak, martensitik faz dönüşümü olayı; sıcaklık değişimi ve bozulma ile veya ana faza her iki etkinin beraber uygulanması ile oluşabilmektedir. Ayrıca alaşım içerisinde sıcaklık ve deformasyon etkisi dışında, manyetik alan etkisi ile de martensite fazın oluşturulabileceği ve manyetik alan etkisi ile oluşturulan martensitik faz dönüşümünün olabilmesi

için yaklaşık 50 Gauss'luk bir manyetik alan uygulamak gerektiği Kakeshita ve arkadaşları<sup>(39)</sup> tarafından belirtilmiştir.

Martensitik dönüşüm olayı, ana faz ( $\gamma$ -austenite) 'in belirli bir hacminin belirli bir sıcaklıkta ürün faza ( $\alpha'$ -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.

#### **2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri**

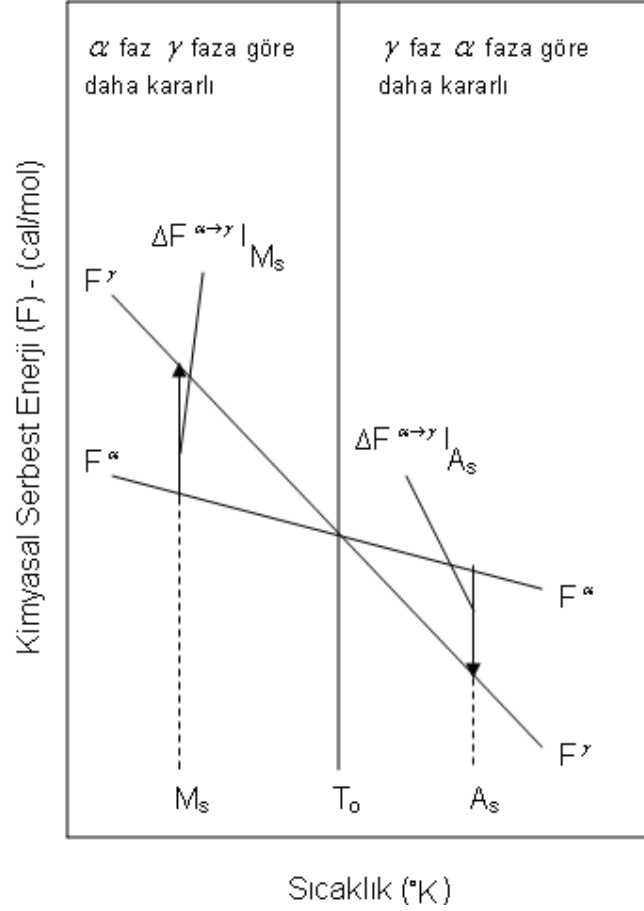
Metal ve metal alaşımlarının iç yapıları termodinamik kanunlarına göre dengede olup, yapıyı oluşturan atom ve moleküller gibi küçük elemanların toplamı termodinamik sistemi meydana getirir. Böyle bir sistem, çevreden yalıtılarak kendi iç şartları içinde yeteri kadar bekletilirse kararlı bir hale gelir ki, bu duruma denge hali denir.

Metal ve metal alaşımları ısıtıldığı veya soğutulduğu zaman kimyasal serbest enerjideki değişme nedeni ile yapıda değişim meydana gelir ve yeni bir yapı oluşur. Termal etki sonucunda austenite ve martensite fazların termodinamik olarak dengede bulunduğu, ya da her iki fazın kararlı olduğu sıcaklığa denge sıcaklığı ( $T_0$ ) denir.  $T_0$  iki bağımsız serbest enerji eğrisinin kesişmesiyle elde edilen denge sıcaklığıdır ve bu eğriler arasındaki ilişki sürücü kuvvet olarak tanımlanır<sup>(53)</sup>. Martensite fazın austenite faza tekrar dönüştüğü sıcaklık, austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) olarak tanımlanır.

Martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ) ve martensite bitiş sıcaklığı ( $M_f$ ); alaşımın kompozisyonuna ve daha önce uygulanan fiziksel (ısısal ve mekanik) etkilere bağlı olarak değişir.

Austenite fazın kimyasal serbest enerjisi martensite'in kimyasal serbest enerjisinden daha büyük olmadıkça austenite (ana faz) fazda martensite oluşmaz. Austenite fazın kimyasal serbest enerjisindeki bu fazlalık martensitik dönüşümün gerçekleşmesini sağlayan sürücü kuvvetle ilgilidir. Sürücü kuvvet, aynı oluşumda austenite'in mol başına kimyasal serbest enerjisindeki fazlalık olarak tanımlanır.

Şekil 2.2.'de görüldüğü gibi austenite fazdan martensite faza geçiş  $T_0$  denge sıcaklığına göre değişmektedir.  $M_s$  sıcaklığı  $T_0$  sıcaklığından daha düşük bir değere sahiptir.  $M_s$ – $M_f$  sıcaklık aralığında dönüşüm gerçekleşir.  $(T_0 - M_s)$  arasındaki sıcaklık farkı ve  $\Delta F$  kimyasal serbest enerji değişimi sürücü kuvveti açığa çıkarır<sup>(33,47)</sup>.



**Şekil 2.2.** Austenite ( $\gamma$ ) ve martensite ( $\alpha$ ) fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi<sup>(47)</sup>.

Verilen bir alaşım için her faz; sıcaklığa ve alaşımın kompozisyonuna bağlı bir serbest enerjiye sahiptir. Sabit bileşimli bir alaşım için kimyasal serbest enerjinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi Şekil 2.2.'de verilmiştir.

Kimyasal serbest enerji değişimi

$$\Delta F^{\alpha-\gamma} = F^{\gamma} - F^{\alpha} \quad (2.2)$$

olarak verilir. (2.2) denkleminde  $F^{\alpha}$  ürün fazın,  $F^{\gamma}$  ise ana fazın kimyasal serbest enerjisini temsil etmektedir.  $T_0$  sıcaklığında iki fazın, kimyasal serbest enerjileri eşit ve farkları sıfırdır. Termodinamik etkiler ile oluşan martensitik

dönüşümün başlayabilmesi için austenite kristalinin sıcaklığı, austenite ve martensite kristallerin kararlı buldukları denge sıcaklığının ( $T_0$ ) altına düşürülmelidir. Kristal yapı yüksek sıcaklıklardaki kararlı durumdan, daha düşük sıcaklıklardaki kararlı duruma geçer ve austenite fazdan martensite faza dönüşüm gerçekleşir<sup>(47,54)</sup>. Austenite ve martensite fazlardaki serbest enerji farklılığı ( $\Delta F^{\alpha-\gamma}$ ) sıcaklığın ve kompozisyonun fonksiyonudur<sup>(16)</sup>.

Martensite faz dönüşümleri, çok kısa zaman aralığında ve austenite yapı içinde patlama şeklinde meydana gelir ve bu oluşum zamandan bağımsız olursa bu dönüşüm atermaldir. Eğer dönüşüm zamana bağlı olarak devam ederse bu dönüşüm izotermaldir. Martensite dönüşümün teorik düşünceleri atermal ve izotermal çekirdeklenme işlemleri süresince herhangi bir ayrıma sebep olmaz. Her bir teori reaksiyonun izotermalliğini ve atermalliğini kendi sınırları içinde açıklar. Çeşitli dış faktörler bazı alaşımlarda atermal ve izotermal işlemler üzerinde farklı etkilere sahiptir. Bu ise iki farklı martensitik reaksiyonun varlığına neden olur. Yeni kristallerin oluşumları için her biri kendi mekanizmasına sahiptir. Atermal ve izotermal dönüşümlerin sıcaklık oranlarına bağlı durumları, kimyasal kompozisyon ve uygulanan işlemlerle ilişkilendirilir<sup>(55)</sup>.

Georgiva ve Maksimova<sup>(56)</sup> yaptıkları çalışmada Fe-Ni alaşımlarını tercih etmiş ve Ni oranı %30'un altında olan paramanyetik austenite fazda izotermal dönüşüm, Ni oranı %30'un üzerinde olan alaşımlarda ise atermal dönüşüm gözlemlemişlerdir. Dönüşüm mekanizması üzerine reaksiyonun sıcaklık derecesinin etkisi; ana ve ürün fazların sıcaklığa bağlı karakteristik

özellikleri ve işlemin yapı ile kinetik parametreleri arasındaki ilişkinin kanıtı olarak görülebilir<sup>(56)</sup>.

Kaufman ve Cohen<sup>(47)</sup> Fe-Ni alaşımlarında austenite→martensite ve martensite → austenite reaksiyonları üzerine plastik deformasyon etkisini  $T_0$  sıcaklığına benzer şekilde araştırmış ve bunun yanında  $M_d$  ile  $A_d$  sıcaklıklarını araştırmışlardır. Burada  $M_d$  deformasyonla başlayan austenite→martensite reaksiyonunda en yüksek sıcaklıktır.  $A_d$  ise yine deformasyonla başlayan martensite→austenite reaksiyonunda en düşük sıcaklıktır. Fe-%29Ni ve Fe-%31Ni alaşımlarında  $M_s$ ,  $A_s$ ,  $M_d$  ve  $A_d$  sıcaklıkları tespit etmişler ve  $M_s$ - $A_s$  sıcaklık aralığı 400 °C iken  $M_d$  –  $A_d$  sıcaklık aralığını 75 °C ile sınırlı kaldığını gözlemlemişlerdir.

## 2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerin Tersinir Olma Özelliği

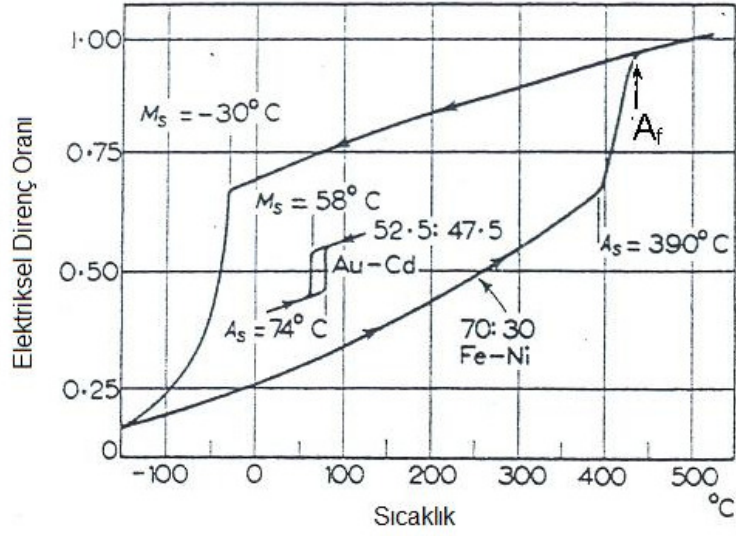
Austenite- martensite dönüşüm belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliği gösterirler. Termal yolla gerçekleşen martensite faz dönüşümlerinde, kristalin soğutulması sırasında  $M_s$  sıcaklığında elektriksel dirençte ani bir değişme gözlenir. Martensitik dönüşüm gerçekleştikten sonra tersinirliğin başlayabilmesi için kristale ısı verilmelidir. Meydana gelen ters dönüşüm, austenite bitiş sıcaklığında ( $A_f$ ) tamamlanır ve dönüşüm sonucu oluşan kristal, orijinal kristal ile aynı şekil, boyut ve yönelime sahiptir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik sıcaklıkta elektriksel dirençte ani bir değişme gözlenir ve işleme devam edilirse austenite faza geri dönüşüm tamamlanır<sup>(5,57)</sup>.



Sıcaklık deęiřimi (ısıtma veya soęutma) ile meydana gelen ve tersinirlik özellięi gösteren bazı özel martensitik dönüşümlerde meydana gelen martensite'ler termoelastik martensite olarak isimlendirilir. Termoelastik dönüşümler ilk olarak Greninger ve Mooradian (1938) tarafından gözlenmiştir ve Kurdjumov ile Khandros (1949) detaylı olarak çalışmıştır <sup>(58)</sup>. Dış zorun uygulanması ile oluşturulan martensite'ler de tersinir özellik gösterebilirler. Bu şekilde tersinir özellik gösteren martensite'ler ise elastik martensite şeklinde isimlendirilir<sup>(43,59)</sup>.

Isınmayla tersinir deęişim genellikle orijinal kristal ile aynı büyüklükde, aynı şekil ve aynı dönme ile sonuçlanır. Tersinirlik, sıcaklık histerezisine ve  $M_s$  üstündeki bir sıcaklık da başlayan ters reaksiyona bağlıdır. Ayrıca tekrarlanan dönüşümlerde, soęumayla oluşan plakalar (tek kristaller) aynı büyüklük ve şekile sahip olup, orijinal kristalin aynı bölgelerinde görünür<sup>(60)</sup>.

Şekil 2.3.'de Fe-%30Ni ve Au-%47,5Cd alařımlarında elektriksel direncin sıcaklığa göre deęişimi verilmiştir. Burada geri dönüşüm, sıcaklık–elektriksel direnç histeresis eęrisinden de görüldüęü gibi Fe-Ni alařımı için  $M_s$  sıcaklıklarının üstündeki sıcaklıklarda başlar ve  $A_f$  sıcaklığında sona erer. Burada gözlenen Fe-%30Ni alařımı termoelastik olmayan bir dönüşüm gösterir. Au-%47,5Cd alařımı ise termoelastik bir dönüşüm sergiler. Termoelastik histeresis demir-nikel alařımından çok küçüktür. Bu tip dönüşümde sıcaklık histerezisi eęrisinde ( $A_s$ - $M_s$ ) sıcaklık farkının oldukça küçük olduęu görülmüştür <sup>(58)</sup>.

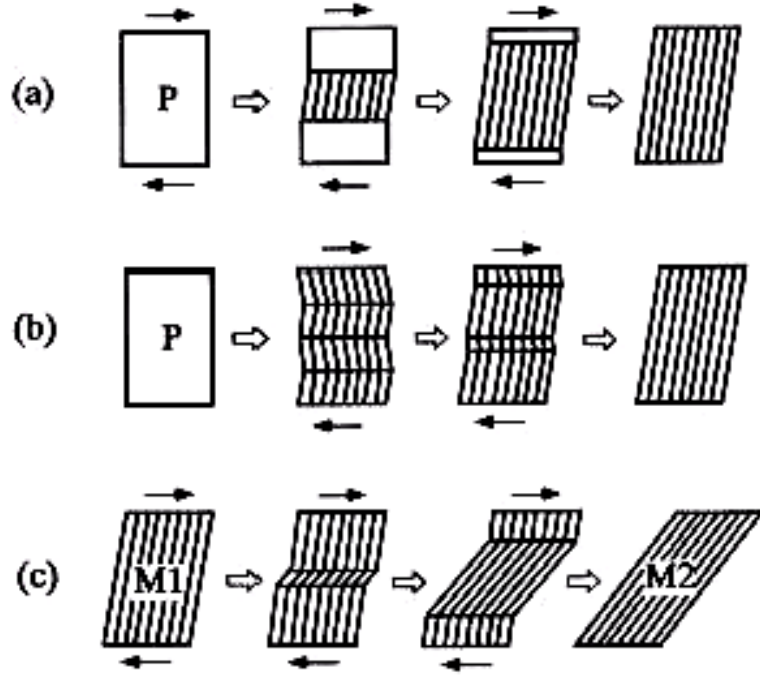


**Şekil: 2.3.** Termoelastik olmayan Fe-Ni alaşımı ve termoelastik olan Au-Cd alaşımında periyodik dönüşümlerin karşılaştırılması <sup>(58)</sup>.

Elastik özellik gösteren martensite'ler şekil hatırlama olayında önemli etkiye sahiptirler. Şekil hatırlama, martensite fazda iken deforme edilen bir malzeme daha sonra austenite faz sıcaklığına kadar ısıtıldığında, austenite fazda iken sahip olduğu ilk şeklini hatırlaması; yani austenite faza dönüşmesi olayıdır. Dış zorun etkisi ile meydana gelen plastik deformasyonun termal etki ile yok edilmesi dönüşümün tersinir olma özelliğinin bir sonucudur<sup>(61-64)</sup>.

Demir bazlı şekil hatırlamalı alaşıma dışardan uygulanan üç tip deformasyon biçimi ile tersinirlik özelliği açıklanabilir. Şekil 2.4.'de bu modeller şematik olarak gösterilmektedir. Şekil 2.4.a.'da dış zor ile martensite tabakanın oluşumu ve martensite tabakanın zor etkisi ile kalınlaşması şematik olarak gösterilmiştir. Isıtma ile austenite-martensite ara yüzeyinde geri dönüşüm başlar.

Şekil 2.4.b.'de austenite faz  $M_f$  sıcaklığının altında bir sıcaklığa soğutulduğunda oluşan martensite varyantları zor etkisi ile büyür ve diğer varyantlarla birleşerek ürün fazı oluşturur. Büyümüş olan martensite varyantlar termal etki ile ana faza geri dönerler. Şekil 2.4.c.'de uzun çubuklar şeklinde periyodik olarak yığılmış benzer martensite yapılar zor uygulandığında, yeni martensite tabakalar meydana gelir. Isıl işlem ile (M2) martensite tabakası Şekil 2.4.b.'de ki duruma benzer şekilde geri dönüşüm gösterir ve böylece orijinal faz ortaya çıkar<sup>(64)</sup>.



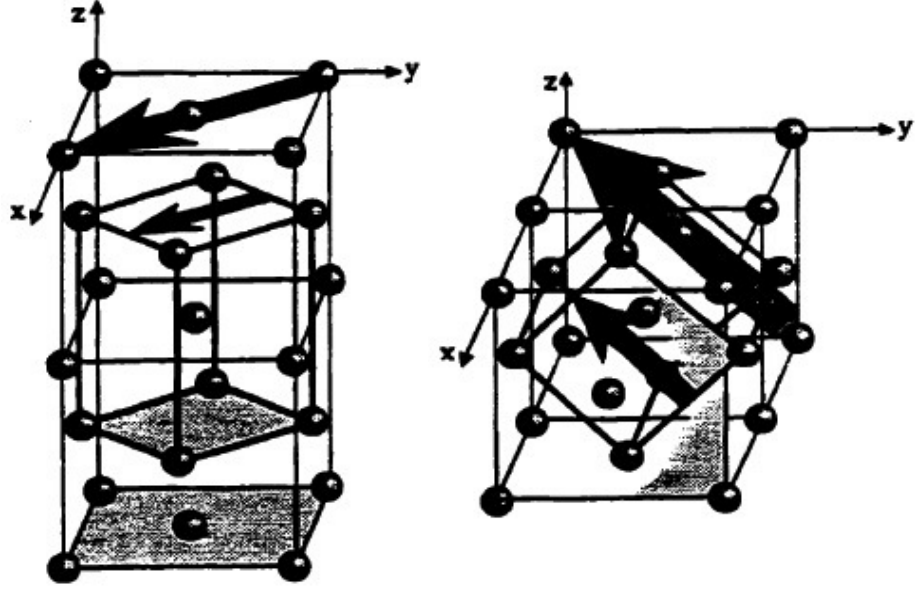
**Şekil 2.4.** Şekil hatırlamalı alaşımlarda üç tip deformasyon biçiminin şematik olarak gösterimi, **a)** Martensite plakanın oluşumu ve zor etkisi ile martensite tabakaların kalınlaşması, **b)** Uygulanan zorun etkisi ile martensite yapının varyantlarının hareketi sonucu oluşan martensite, **c)** Martensite yapının zor etkisi ile başka bir martensite yapıya dönüşümü<sup>(64)</sup>.

Bununla birlikte şekil hatırlama özelliği Şekil 2.4.a.'daki şematik gösterimle meydana geliyorsa zor etkili martensite diye isimlendirilir ve reaksiyon tersinirlik gösterir. Demir bazlı birçok alaşımda zor etkili martensite faz dönüşümleri f.c.c.→b.c.c., f.c.c.→b.c.t. şeklinde meydana gelir. Şekil hatırlama olayı, austenite→martensite ara yüzeyindeki dislokasyon hareketleri ile açıklanmaya çalışılmıştır<sup>(64)</sup>. Bu tür özellik sergileyen alaşımlara Fe-Pd, Fe-Pt, Fe-Ni-C, Fe-Ni-Ti-Co, Fe-Ni-Cr ve Fe-Mn-Si örnek olarak verilebilir<sup>(59)</sup>.

## 2.6. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri

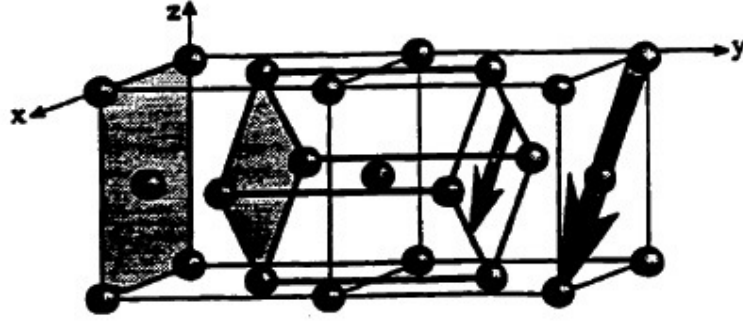
Martensitik dönüşümler; atomların komşulukları değişmeden sonuçlandığı için, martensite yapı ve ana yapı arasında dönme bağıntıları ve dönüşüm hacminin şeklinde değişme meydana geldiği gözlenmiştir. Ayrıca bu olay dönüşüm süresince meydana gelen atom hareketlerinin doğrudan bir sonucudur. Atom hareketleri bu yüzden kristalografik veriler ile ortaya çıkarılabilir<sup>(65)</sup>.

Martensitik dönüşümde atomların hareketini tanımlayan ilk çalışma Bain tarafından yapılmıştır. Bir başka ifadeyle austenite- martensite faz dönüşümünde; atomların komşuluklarını koruyarak, bir kristal yapıdan başka bir kristal yapıya nasıl geçebileceğini gösteren ilk kristalografik model bu çalışmayla ortaya atılmıştır. Bu modelde; çelikte yüz merkezli kübik (f.c.c.) yapıdan cisim merkezli tetragonal (b.c.t.) yapıya dönüşüm için bir mekanizma önerilmiştir. Bu dönüşüm 3 farklı yolla açıklandı (Şekil 2.5.).



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

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

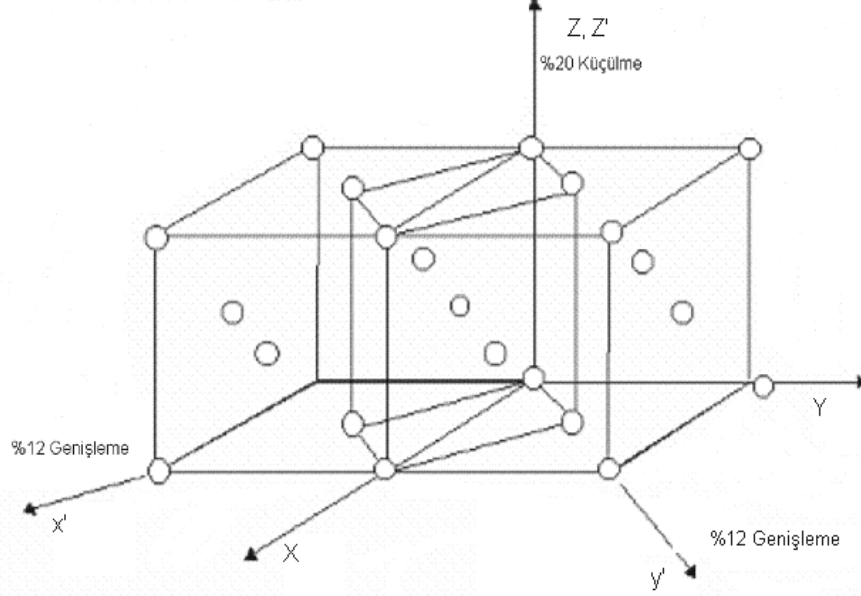


c)  $(001)_\gamma // (010)_\alpha$   
 $[100]_\gamma // [10\bar{1}]_\alpha$

**Şekil 2.5.** Austenite yapının 3 farklı yolla martensite yapıya geçişi <sup>(66)</sup>.

Bu modele göre, f.c.c. kristal yapıya sahip atomlar komşuluklarını koruyarak, ancak aralarındaki uzaklıklar  $x'$  ve  $y'$  eksenleri doğrultusunda belirli bir oranda artarken,  $z'$  eksenini doğrultusunda azalarak, cisim merkezli tetragonal (b.c.t.) yapıya geçebiliyordu. Bu örgü bozunumu sonucunda

martensite birim hücrenin z-ekseni boyunca yaklaşık %20' lik azalma, x ve y eksenleri boyunca %12'lik artma olduğunu buldular (Şekil 2.6.).



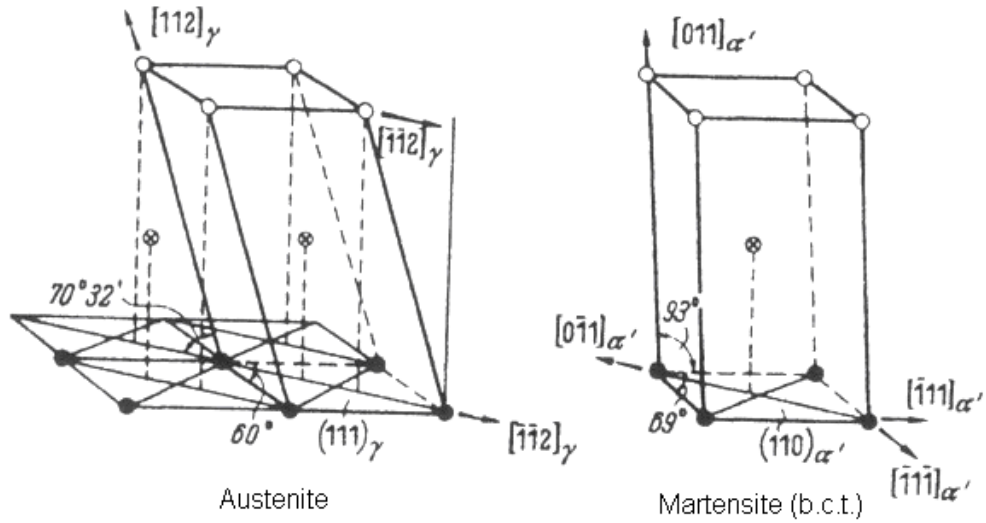
**Şekil 2.6.** Bain'e göre örgü bozunumu.

Bain tarafından ortaya atılan bu ilk model, uzun yıllar austenite martensite faz dönüşümlerinin kristalografisini açıklamada yeterli sanılmıştır. Ancak daha sonra çeşitli araştırmacılar, dönüşümün bu kadar basit olmadığını gösterdiler. Atom hareketlerinin teorisinin gelişimindeki sonraki aşama ise, ana ve martensite fazlar arasında var olan dönme bağıntılarının belirlenmesidir <sup>(65)</sup>.

%1,4 karbonlu çelik alaşımında martensite ve austenite arasındaki dönme bağıntısını ilk olarak Kurdjumov ve Sachs belirlediler ve bu bağıntı ile dönüşüm mekanizmasının hesaplanabileceğini önerdiler<sup>(65)</sup>. Bu mekanizma ile martensite'in  $(111)_A$   $[\bar{1}\bar{1}2]_A$  ve  $(\bar{1}\bar{1}2)_M$   $[\bar{1}11]_M$  iki ardışık kesme ile

oluşturduğunu belirlediler<sup>(65)</sup>. Ayrıca bu mekanizma, yapı ve dönme bağıntısını doğrulamada öncülük etmiştir.

Nishiyama Fe-%30Ni alaşımında Kurdjumov ve Sachs'ın bulduğu dönme bağıntısından biraz farklı olan yeni bir dönme bağıntısı buldu ve bunun dönüşüm mekanizmasını önerdi<sup>(65)</sup>. Nishiyama bu dönüşümün  $\{111\}_\gamma$  düzleminde  $\langle 11\bar{2} \rangle_\gamma$  doğrultusu boyunca bir kesme ile meydana geldiğini kabul etti. Bu ilk adım Kurdjumov-Sachs mekanizması ile aynıdır. Kurdjumov-Sachs'ın ikinci kesmesi, istenilen kübik yapıyı yaklaşık olarak üretmesine rağmen, Nishiyama bağıntısındaki  $[\bar{1}\bar{1}2]_A$  yönelimi  $[1\bar{1}0]_M$  yönelimine paralel olduğu için bu durum izin verilebilir değildir. Bu yüzden Şekil 2.7.'de gösterilen Kurdjumov-Sachs mekanizmasında meydana gelen ikinci kesmeyle sonuçlanan ana yapıya ait açının  $60^\circ$  den  $70^\circ 38'$  ya büyümesiyle, Nishiyama mekanizması da "yeniden düzenleme" (readjustments) ile sonuçlanmalıdır<sup>(65)</sup>.



**Şekil 2.7.** Austenite'den (b.c.t.) martensite dönüşüm için Kurdjumov-Sachs'in önerdiği atom hareketleri<sup>(65)</sup>.

Kurdjumov-Sachs (K-S) tarafından bulunan austenite yapıdan martensite yapıya dönme bağımlılıkları Çizelge 2.1.'de verilmiştir.

**Çizelge 2.1.** K-S Dönme Bağımlılıkları.

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

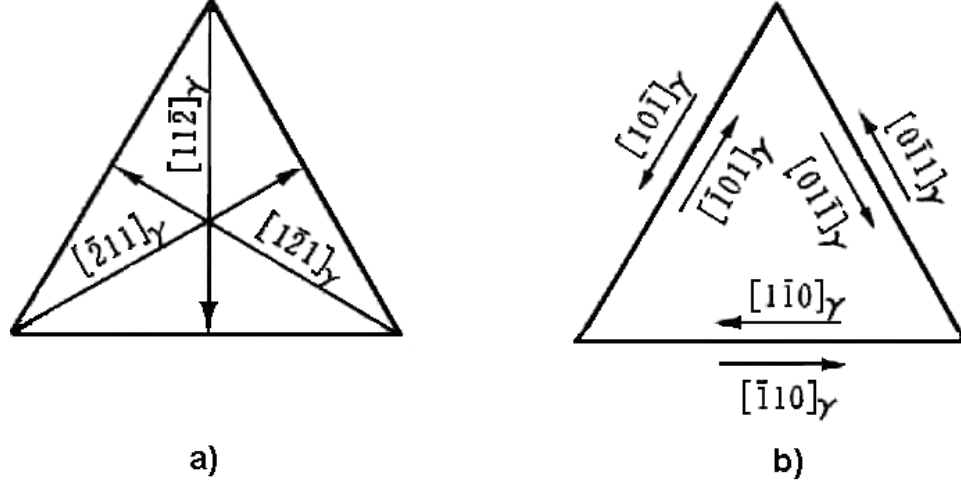
Fe–Ni alaşımlarında iki yapı arasındaki ilişki ise

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

şeklinde verilir. Bu yönelim ilişkisi, Nishiyama (N) yönelim ilişkisi olarak bilinir. N ilişkisinde  $(111)_\gamma$  düzlemi en az dört düzlemden birisine paralellik gösterir. Bu düzlemler  $(111)$ ,  $(\bar{1}11)$ ,  $(1\bar{1}1)$  ve  $(11\bar{1})$  dir. Ayrıca Şekil 2.8.a.'da gösterildiği gibi bir düzlemde en az üç doğrultu seçilebilir. Böylelikle  $\alpha$  kristal yapısı  $\gamma$  kristal yapısı içinde 12 farklı yönetime sahip olabilir<sup>(5,67)</sup>. K–S ilişkisinde ise dört çeşit düzlem kıyaslanabilir. Fakat bir  $(111)_\gamma$  düzleminde eşdeğer altı kesme doğrultusu yer alır ve Şekil 2.8.b.'de gösterildiği gibidir. Oluşan bu üç çift kesme doğrultularında, çiftleri oluşturan kesme doğrultuları

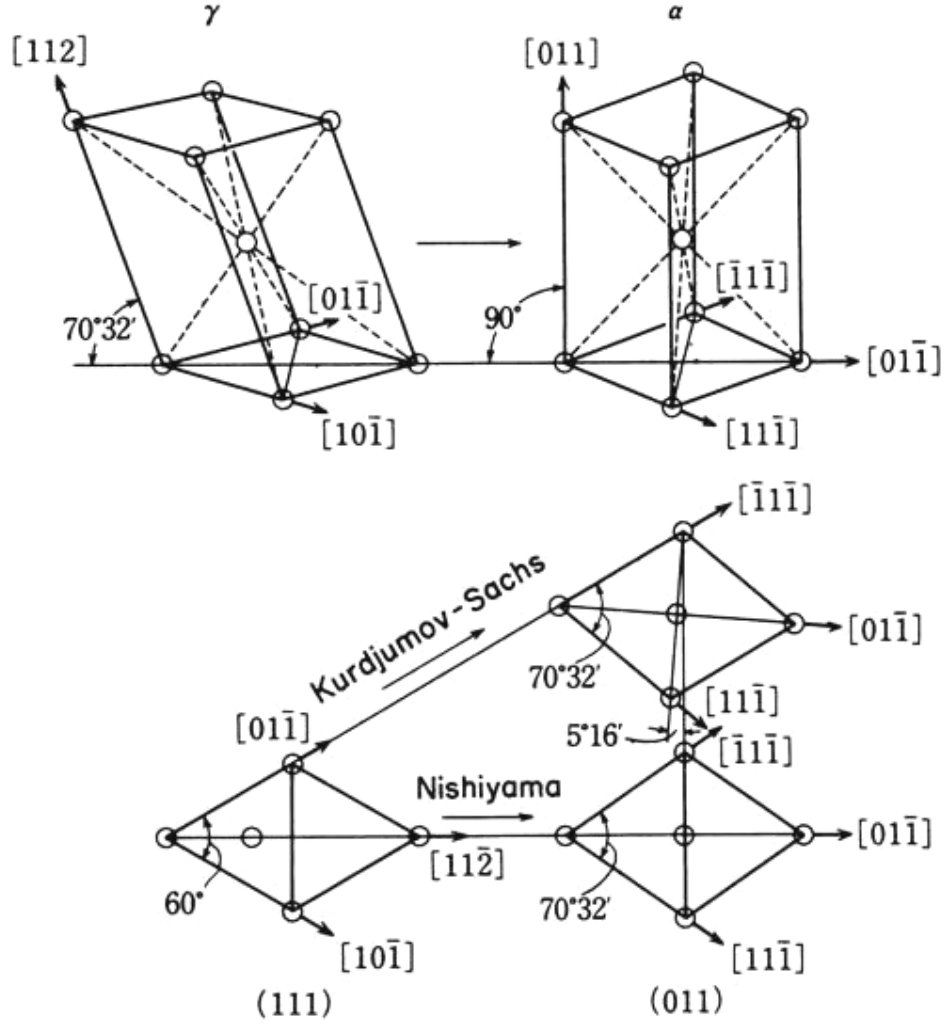


birbirlerine zıttır. Böylece Şekil 2.8.b.'de gösterildiği gibi K–S ilişkilerinde 24 değişik durum vardır.



**Şekil 2.8.**  $(111)_\gamma$  düzlemindeki kesme doğrultuları **a)** N ilişkisi, **b)** K–S ilişkisi<sup>(5)</sup>.

Martensitik dönüşümün gerçekleşmesi için, f.c.c. yapının sıkı paket düzlemlerine Şekil 2.9.' da görüldüğü gibi uygulanacak küçük bir kesme bu iş için yeterlidir. Kurdjumov-Sachs tarafından önerilen kristalografik dönme bağıntısına göre, austenite yapının  $\{111\}_\gamma$  düzleminde  $\langle 110 \rangle_\gamma$  doğrultusu boyunca bir kesme (ikizlenme veya kayma) ile, Nishiyama tarafından önerilen bağıntıya göre ise  $\{111\}_\gamma$  düzleminde  $\langle 112 \rangle_\gamma$  doğrultusu boyunca bir kesme ile dönüşümün gerçekleşebileceği öngörülmüştür. Bu modeller her ne kadar tüm dönüşüm şekilleri için genelleştirilemedilerse de, yine de olayın kristalografisini açıklamada kısmen başarı elde edilmiştir.



**Şeki 2.9.** Kurdjumov–Sachs ve Nishiyama'nın ileri sürdükleri  $\gamma \rightarrow \alpha$  dönüşümlerinde kesme mekanizmaları arasındaki ilişki<sup>(5)</sup>.

Kurdjumow-Sachs (K-S) ve Nishiyama (N) f.c.c.  $\rightarrow$  b.c.c. dönüşümünü incelerken, Burgers Zr metalinde b.c.c.  $\rightarrow$  h.c.p. dönüşümünü incelemiştir<sup>(68)</sup>.

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

sonra meydana gelen makroskobik deęişme kristalin dış yüzeyinden de kolayca gözlenebilir<sup>(5,68,69)</sup>.

Greninger-Troiano'nun, alışıım düzleminin austenite'nin küçük miller indisli düzlemlerinden birisi olduęu şeklindeki ölçümlerine karşın, daha sonraki ölçümler, büyük indisli düzlemlerin de alışıım düzlemi olabileceęini kanıtlamıştır<sup>(2,17)</sup>.

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

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

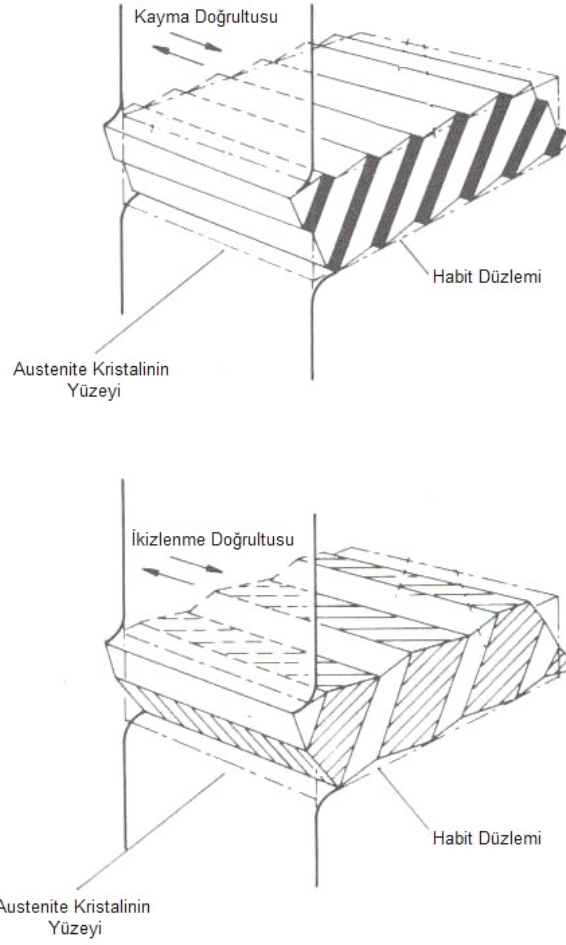
yönelim ilişkisi Greninger-Troiano (G-T) dönme bağımlılığı olarak isimlendirilir<sup>(5)</sup>.

Martensitik dönüşümün kristalografisi üzerine geliştirilen teorilerin çıkış noktası deęişmez düzlem zorlanmasıdır. Çünkü dönüşüme ait kristalografik özellikler ancak deęişmez düzlem zorlanması ile tanımlanabilmiştir. Kristalografik teoriler, deęişmez düzlem zorlanmasını temel alarak yönelim bağıntıları, alışıım düzlemleri, şekil deęişimi ve dięer dönüşüm karakteristiklerini açıklamışlardır<sup>(70,71)</sup>.

Bain'den sonra "klasik" veya "tek bozulmalı" teoriler şeklinde de bilinen ilk kristalografik martensite teorileri Wechsler, Lieberman ve Read<sup>(72)</sup> ile Bowles ve Mackenzie<sup>(73-76)</sup> tarafından geliştirildi. Bu teoriler, austenite-martensite dönüşümü tamamlandıktan sonra, iki kristal yapı arasında dönme ve bozulmaya uğramamış bir düzlemin bulunduęunu varsayar. Dięerlerinden farklı olarak, Bowless ve Mackenzie teorisine göre, alışıım düzlemi üzerindeki

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

Plastik deformasyon sonucunda, bir kristal örgü boyunca dislokasyonlar hareket eder ve bunun sonucunda kayma meydana gelir<sup>(67,77)</sup>. 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 alaşımın kayma sistemlerinin özelliğine göre tercih edilir. Kayma düzlemleri çoğunlukla, sıkı paketlenme düzlemlerdir. Kayma doğrultuları en kısa mesafe (burgers vektörü olarak bilinir) ile tekrar edecek olan kristalografik doğrultulardır. Kesme sonucu meydana gelecek olan kaymanın büyüklüğü dislokasyonlar tarafından meydana gelen atomlar arası uzaklığa bağlı olarak ölçülür. Her ne kadar kayma kristalografik düzlemlerin bir kısmı üzerinde meydana gelse de, örgü bozunumunun sonucu, arkalarında dislokasyon yığılmaları meydana gelir<sup>(78-81)</sup>. Şekil 2.10.'da kayma ve ikizlenme mekanizmaları şematik olarak gösterilmiştir.



**Şekil 2.10.** Örgü deformasyonunun iki türünün şematik gösterimi:  
Kayma ve ikizlenme<sup>(82)</sup>.

Klasik teorilerin önerdikleri modelde, dönüşüm sırasında, Bain modeline uygun bir kristal yapı değişimi, kristal örgüsünü değiştirmeyen bir şekil bozulması ve iki kristal yapı arasında bir dönme olduğu varsayılmaktadır. Wechsler-Lieberman-Read (WLR) ile Bowless-Mackenzie (BW) bu şekilde belirlenen dönüşümün F toplam şekil değişimini (toplam şekil deformasyonu) teorilerinde, B Bain değişimine (zorlanmasına), S basit kesme zorlanmasına ve R' de dönmeye (katı cismin dönmesi) karşı gelecek şekilde

ve F, B, S, R nicelikleri (3x3) matrisleri ile gösterilmek üzere; F= RBS şeklinde vermişlerdir. Ana ve ürün fazdaki kristallerin ilk ve son durumlarını irdelemekle birlikte, oluşum sırasında neler olduğunu açıklayamayan bu teorilerde, toplam şekil değişimini ortaya çıkaran üç bileşenin oluşum sırası belirsizdir. Daha sonra yapılan gözlemler, pek çok martensite kristalinde ikizlenmenin varlığını göstermiştir ve özellikle bazı Fe alaşımlarında, ölçülen şekil değişimi ile bu teorilerin önerdiği şekil değişimi arasında bir uyum bulunmuştur. Ancak, bazı Fe alaşımlarında, Bowles ve Mackenzie teorisindeki açılma parametresi ile varsayılan konum değişikliğinin aksine, alışım düzleminin atomları arasındaki uzaklığın değişmediği deneysel olarak kanıtlanmıştır. Klasik teorilerde ortaya çıkan bu aksaklıkları açıklayabilmek amacı ile, Ross and Crocker<sup>(83)</sup> ve Acton and Bevis<sup>(84)</sup> aşağı yukarı aynı tarihlerde ve birbirinden bağımsız olarak, "iki kesmeli" teorik olarak tanımlanan yeni teoriler geliştirdiler. Bu teorilerde, toplam şekil değişimini oluşturan bileşenler klasik teorilerdekinin aynısı olmakla birlikte kristal örgüyü değiştirmeyen şekil bozulmasının iki tane olabileceği düşünülmüştür. Böylece klasik teorilerde S ile verilen bir tek zorlanma, yeni teorilerde S1 ve S2 gibi iki zorlanmadan oluştu. Ross and Crocker<sup>(83)</sup> ve Acton and Bevis<sup>(84)</sup> teorilerinin B Bain değişimini ve R dönmesini de içerdiği düşünülürse, bu teorilerde toplam şekil değişimin **F; F=RBS1S2** olarak verildiği görülebilir. İki ikizlenme ve kaymanın veya bir ikizlenme ile bir kaymanın birlikte olabileceğini öne süren yeni teorilerin, bazı gözlemlerle,  $\{225\}_\gamma$  alışım düzlemlerinde martensite'lerin dönme bağıntılarını bulmada başarılı olamadıkları ileri sürülmüştür<sup>(85)</sup>. Daha sonra "çok kesmeli" martensitik dönüşüm modeli Wayman tarafından geliştirildi<sup>(70)</sup>.

## 2.7. Kullanılan Deneysel Teknikler

### 2.7.1. Mössbauer Spektrometresi Sistemi

Mössbauer spektroskopisi nükleer gama rezonansı spektroskopisi olarak da bilinir. Atomların çekirdeklerinde gama ışınları soğurulması çalışmalarında kullanılan bir tekniktir. Bu teknik bazı elementlerin atomlarının fiziksel ve kimyasal özelliklerini hassas bir şekilde açıklar.

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

Bu teknik özellikle nükleer fizikte çekirdek momenti bilgisiyle, ince yapı modelinin anlaşılmasında önemli katkıda bulunmuştur<sup>(86)</sup>. Kimyada ise organik metallerin yüzeylerinde meydana gelen aşınmadaki (corrosion) yüzey çalışmalarına, katıhal fiziğinde ise faz dönüşümlerine kadar birçok konudaki çalışmalarda önemli rol oynamıştır.

Mössbauer deneyi genel olarak radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, sürücü sistem ve soğurucudan geçen gama ışınlarını sayan bir dedektörden meydana gelir. Radyoaktif kaynak olarak yani gama kaynağı olarak genellikle uyarılmış durumdaki kararlı izotoplar kullanılır. Mössbauer olayı yaklaşık 65 izotopla gözlenmiştir<sup>(86)</sup>. Fiziksel metalurjinin çok önemli elementi olan <sup>57</sup>Fe

izotopu, Mössbauer olayı için de çok önemlidir. Mössbauer olayının kullanıldığı çalışmalarda, %50 nin üzerinde bu izotop kullanılmıştır. Ayrıca izomer kayması, nükleer zeeman olayı, kuadropol yarılması gibi bütün önemli olaylar ilk olarak bu izotop ile kanıtlanmıştır.

### 2.7.1.1. Mössbauer Olayının İlkeleri

1957' de R. L. Mössbauer tarafından bulunan ve kendi ismiyle anılan Mössbauer olayı ile martensitik faz dönüşümlerinin manyetik özelliklerini açıklamak mümkündür. Bir kristal örgü içindeki bir çekirdek tarafından bir enerji kaybı olmazsınız  $\gamma$  fotonu saçılması olayı "Mössbauer Olayı" olarak tanımlanır<sup>(87)</sup>.

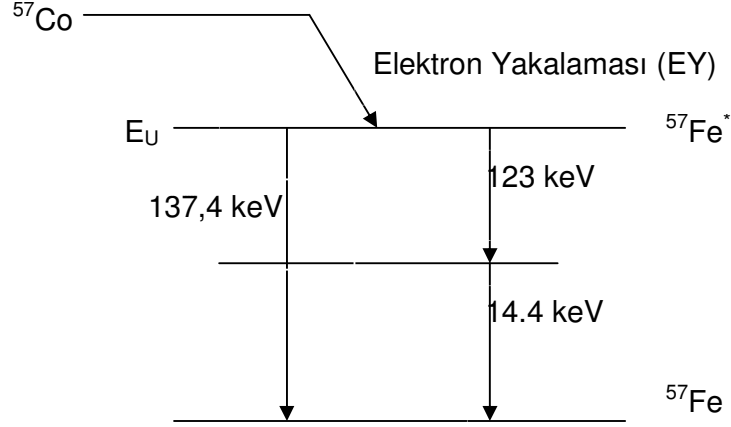
Uyarılmış bir durumdaki bir çekirdek daha düşük bir enerji seviyesine ya da taban durumuna geçişi sırasında enerjileri 12 keV ile 2,5 MeV arasında değişen  $\gamma$  ışınları yayınlar<sup>(88)</sup>. Mössbauer spektroskopisinde,  $^{57}\text{Fe}$  izotopunun döteronlarla ( $^1_2\text{H}$ ) bombardıman edilmesi ile elde edilen radyoaktif  $^{57}\text{Co}$  izotopu kaynak olarak kullanılır. Bu radyoaktif kaynağın en önemli özelliklerinden biri 270 günlük yarı ömre sahip olmasıdır. Ayrıca bu radyoaktif izotop bir elektron yakalaması yaparak uyarılmış durumdaki  $^{57}\text{Fe}^*$  çekirdeğini meydana getirir.



Uyarılmış durumdaki  $^{57}\text{Fe}^*$  çekirdeği taban durumuna geçerken enerjileri 14,4, 123 ve 137,4 keV olan üç tane gama ışını yayınlar<sup>(89)</sup>.

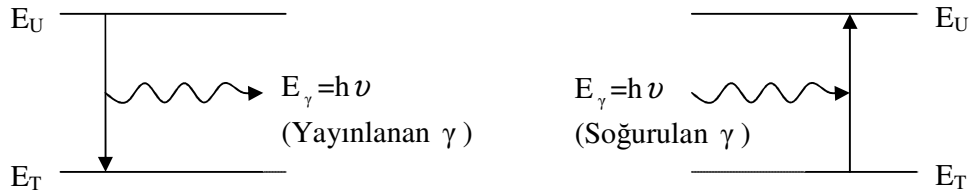


Radyoaktif  $^{56}_{27}\text{Co}$  izotopunun kararlı  $^{57}_{26}\text{Fe}$  ya bozunumu olayı Şekil 2.11. de gösterilmiştir.



**Şekil 2.11.** Radyoaktif  $^{57}\text{Co}_{27}$  izotopunun, kararlı  $^{57}\text{Fe}_{26}$  ya bozunma şeması.

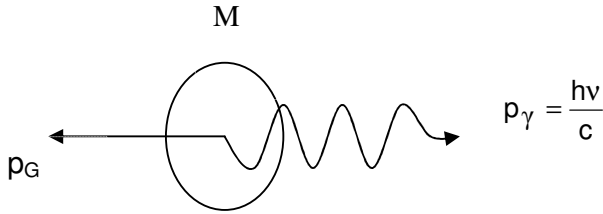
Uyarılmış durumdaki bir çekirdek taban durumuna geçişi sırasında  $\gamma$  ışını yayınlar. Yayınlanan bu  $\gamma$  ışınının aynı çekirdeğin taban durumu tarafından tamamının soğurulmasıyla, uyarılmış duruma geçmesi olayına "rezonans" denir. Bu olay Şekil 2.12. de verilmiştir.



**Şekil 2.12.** Rezonans olayı.

Mössbauer olayı, uyarılmış çekirdekten yayınlanan  $\gamma$  ışınlarının taban durumundaki aynı tip bir çekirdeği uyarması olayını, yani rezonans olayını inceler. Bu olayı  $^{57}\text{Co}$  radyoaktif kaynağıyla açıklarsak, Şekil 2.11. de görülen uyarılmış  $^{57}\text{Fe}^*$  çekirdeği taban durumuna inerken 14,4 keV lik bir  $\gamma$  ışını yayınlıyor. Mössbauer olayındaki rezonansın olması için bu  $\gamma$  ışınının başka bir taban durumundaki  $^{57}\text{Fe}$  çekirdeği tarafından soğurulması gerekir.

Kütlesi  $M$  olan, uyarılmış bir çekirdekten  $\gamma$  ışını yayınlanmasında, ya da  $\gamma$  ışınının soğurulduğu taban durumundaki çekirdekte, momentum korunumu kanununa göre geri tepme olayı gerçekleşir. Geri tepme olayı Şekil 2.13. de gösterilmiştir. Ayrıca bu olay momentum korunumuna göre (2.4) denklemi ile ifade edilir.



**Şekil 2.13.** Gama ışını yayınlayan bir çekirdeğin  $p_G$  geri tepme momentumu ile geri tepmesi<sup>(90)</sup>.

$$p_G = -p_\gamma = -\frac{E_\gamma}{c} = -\hbar k \quad (2.4)$$

Gama ışını yayılması olayında momentum korunur ve  $p_\gamma$ ,  $\gamma$  ışını çizgisel momentumu;  $c$ , ışık hızı;  $\hbar$ , Planck sabitinin ( $h$ )  $2\pi$  ye bölümü ve  $k$ , gama ışınının dalga vektörünün büyüklüğüdür<sup>(91)</sup>. Bu hareketten kaynaklanan geri tepme enerjisi ise

$$E_G = \frac{1}{2} M v_G^2 = \frac{p_G^2}{2M} = \frac{p_\gamma^2}{2M} \quad (2.5)$$

şeklinde verilir.

Yayınlanan fotonun enerjisi, enerji korunumuna göre;

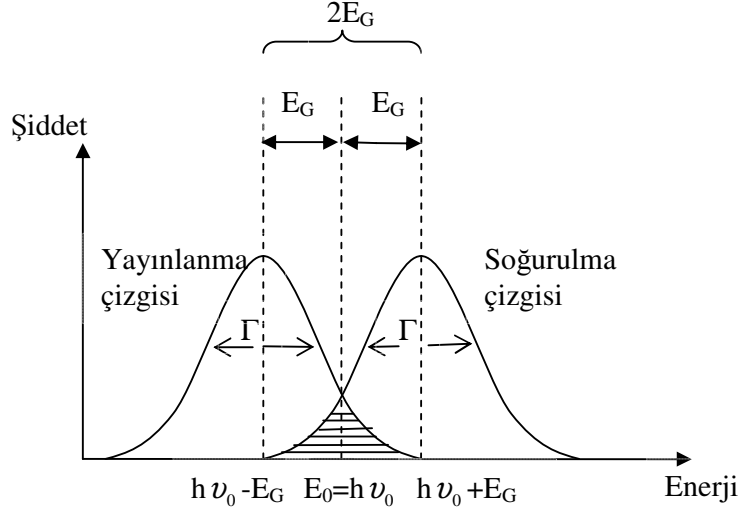
$$E_\gamma = E_0 - E_G \quad (2.6)$$

olur. Burada  $E_0$  geri tepme olmadığında yayınlanması beklenen fotonun enerjisidir.

Aynı şekilde soğurulma olayında da enerji korunur, bu nedenle soğurulan fotonun enerjisi;

$$E_\gamma = E_0 + E_G \quad (2.7)$$

olmalıdır. Bu enerji çekirdeğin uyarılması için gerekli enerjidir. Bu nedenlerle, yayılma ve soğurulma çizgileri arasındaki enerji farkı  $2E_G$  olur. Bu enerji farkı Şekil 2.14.' de gösterilmektedir. Bu şekildeki taranmış bölge ise  $E_0$  enerjili gama ışını fotonlarının rezonans soğurulması ihtimalinin bir ölçüsüdür <sup>(92)</sup>.



**Şekil 2.14.** Yayınlanma ve soğurulma çizgilerinin rezonans hali.

Şekil 2.14.' de gösterilen taranmış bölgedeki enerji farkından dolayı  $\gamma$  ışınlarının yayınlanma ve soğurulma çizgilerinin merkezleri üst üste gelmez. Gama ışınlarının rezonansla soğurulmasını gerçekleştirmek için iki eğrinin üst üste binmesini sağlamak üzere genellikle Doppler kaymasından yararlanır. Doppler kayması, kaynağın veya soğurucunun birbirine göre hareket ettirilmesi ile elde edilir <sup>(93)</sup>.

Genellikle bu olayı gözlemek için kaynağı soğurucuya göre hareket ettirmek tercih edilir. Eğer kaynak soğurucuya göre bir  $v$  hızıyla yaklaştırılırsa veya uzaklaştırılırsa, kaynaktan yayınlanan  $\gamma$  ışınlarının enerjisi  $E_0$  dan  $E_\gamma$  ya değişir. Bu durumda,  $E_0$  yayınlanan gama ışınlarının enerjisi olmak üzere

$$E_\gamma = E_0 \left( 1 \pm \frac{v}{c} \right) \quad (2.8)$$

olur. Kaymadaki Doppler enerjisi ise,

$$(\Delta E)_D = E_\gamma - E_0 = \left( \frac{v}{c} \right) E_0 \quad (2.9)$$

olur.

Eğer kaymadaki Doppler enerjisi  $2E_G$  olacak şekilde  $v$  hızı ile ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerji Doppler enerjisi tarafından karşılanmış olur. Böylece yayınlanma çizgisi ve soğurma çizgisinin üst üste gelmesi sonucu rezonans ile soğurulma gerçekleşir.

Alman fizikçi Mössbauer 1958 de, yukarıdaki deneyleri tekrarlararken gama kaynağı olarak tek tek serbest atomlar yerine bir kristal örgüsüne bağlı atomları aldığıında, geri tepmesiz  $\gamma$  yayınlanması ve soğurulması olacağını ve böylece, rezonans soğurmasının kolaylıkla gözlenebileceğini keşfetmiştir<sup>(88, 93)</sup>.

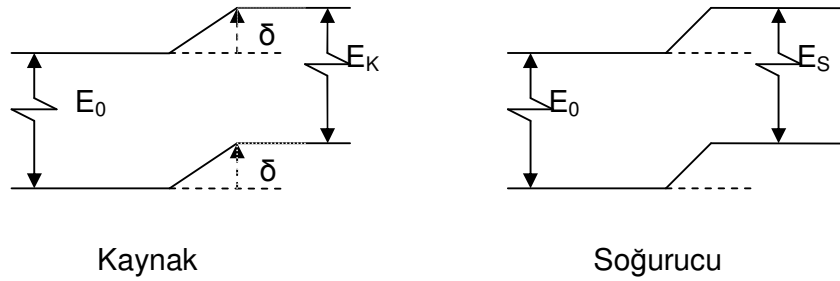
### 2.7.1.2. Mössbauer Spektroskopisinden Elde Edilebilecek Bilgiler

Mössbauer spektroskopisi aşırı ince yapı etkileşimleri olarak da bilinen; çekirdek ve elektronlar gibi etkileşimler,  $\gamma$  ışının yüksek çözünürlüğü gibi parametreler hakkında bilgiler verir. Bu aşırı ince yapı etkileşimleri başlıca üçe ayrılırlar:

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

Mössbauer olayında kaynak ve soğurucu atomları ayrı kimyasal kombinasyona sahip değilse rezonans olayını gözlemleyebilmek için; kaynak ve soğurucuyu birbirine göre bağıl olarak kesin bir Doppler hızı ile hareket ettirmek gerekir. Bu durumda Mössbauer çizgisi  $\delta = \Delta E = \left(\frac{v}{c}\right) E_0$  kadar kayar. Bu olaya “izomer kayması” denir. İzomer kayma, nükleer boyutlar içerisindeki çekirdeğin s-elektron yörüngesi ile nükleer pozitif yörüngesinin elektrostatik etkileşimi sonucunda meydana gelir<sup>(94)</sup>. Bu etkileşim, atomun elektronik seviyelerinde herhangi bir düzensizliğe ve çekirdeğin etkin yükünün değişimine sebep olabilir.

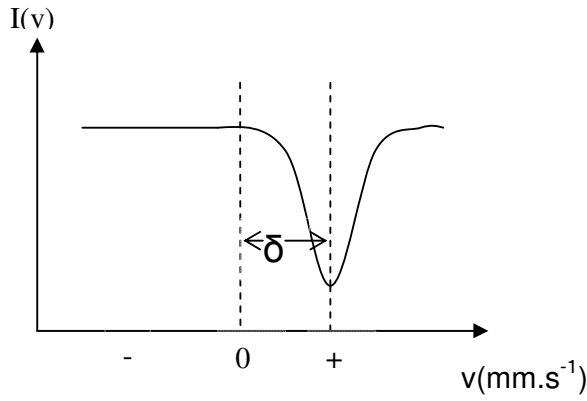
Nükleer yük dağılımları değişen kimyasal bileşiklerin taban ve uyarılmış durumları farklılık gösterirse, geçiş enerjisi de değişecektir. Bu nedenle nükleer enerji seviyelerinde çok küçük miktarda kayma oluşacaktır. Enerji seviyelerindeki bu kayma Şekil 2.15.' de verilmiştir.



**Şekil 2.15.** Çekirdek enerji seviyelerinin değişimi.

Çekirdek etrafındaki s-elektron yoğunluğuna bağlı olarak; uyarılmış durumdaki çekirdeğin yarıçapının, taban durumdaki çekirdek yarıçapından küçük ya da büyük olması, izomer kaymadaki değer negatif ya da pozitif olmasına sebep olur.

Mössbauer spektrumundan ölçülen izomer kayma( $\delta$ ); soğurucu ve kaynak arasındaki nükleer geçiş enerjilerinin farkıdır. Mössbauer spektrumlarında izomer kayma diyagramı Şekil 2.16.' da gösterilmiştir.



**Şekil 2.16.** Mössbauer spektrumunda izomer kayma diyagramı.

İzomer kayma,

$$\delta = \frac{4\pi}{5} Z e^2 R^2 \left( \frac{\delta R}{R} \right) \left[ |\psi(0)|_s^2 - |\psi(0)|_k^2 \right] \quad (2.10)$$

denklemleri ile belirlenir. Uyarılmış durumdan taban durumuna radyoaktif çekirdek bozunmalarına göre çekirdek yarıçapının göreceli değişimini ve kaynak ile soğurucu izotopları arasındaki elektron yoğunluğunun farkı  $\frac{\delta R}{R}$ , parametre terimini gösterir<sup>(91,94,95)</sup>. Ayrıca  $|\psi(0)|_k^2$  terimi, kaynaktaki çekirdeğin elektron yoğunluğunu;  $|\psi(0)|_s^2$  terimi ise soğurucudaki çekirdeğin

elektron yoğunluğunu gösterir. (2.10) denklemindeki  $\frac{\delta R}{R}$  terimi pozitif ise, kaynaktan soğurucuya giden çekirdeklerde s-elektron yoğunluğu artar ve pozitif izomer kayma gözlenir. Eğer  $\frac{\delta R}{R}$  negatif ise, kaynaktan soğurucuya giden çekirdeklerde s-elektron yoğunluğu azalır ve negatif izomer kayma gözlenir<sup>(95)</sup>.

Bir Mössbauer spektral çizgisinin izomer kayması ilk kez Kistner ve Sunyar tarafından gözlenmiştir<sup>(95)</sup>.

Mössbauer spektrumlarında izomer kayma değerlerinin ölçülmesi ile Mössbauer izotopunun bağ durumları (kimyasal bağlanma türleri) hakkında bilgiler elde edilir<sup>(91)</sup>. Ayrıca değerlik elektronlarının durumu hakkında da bilgiler verir.

İkinci aşırı ince yapı etkileşimi manyetik dipol etkileşimidir. Bu etkileşim, çekirdek bir dış manyetik alan veya çekirdeğin içinde bulunduğu ortam tarafından oluşturulmuş bir manyetik alan etkisine bırakılırsa meydana gelir.

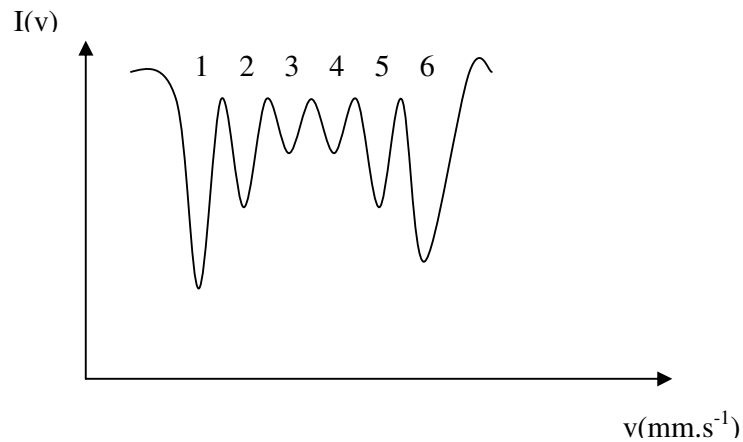
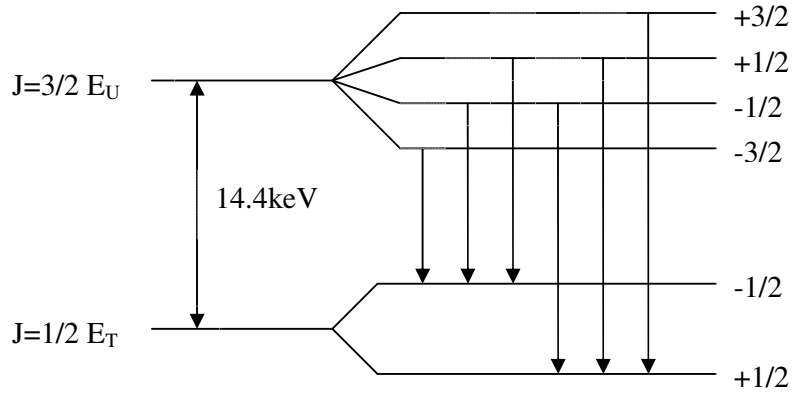
Çekirdek H manyetik alanın da nükleer manyetik dipol etkileşiminde nükleer enerji seviyeleri  $2\ell + 1$  tane alt enerji seviyelerine yarırlılar. Bu durumda oluşan enerji seviyeleri,  $E_m$  ise

$$E_m = -\frac{(H \cdot m_\ell \cdot \mu)}{\ell} \equiv -g \cdot \mu_N \cdot H \cdot m_\ell \quad (2.11)$$



dir. Bu denklemde  $\ell$ , nükleer spin;  $m_\ell$  ( $\ell, \ell-1, \dots, 0, \dots, -\ell$ ), değişen manyetik kuantum sayısı;  $g$ , nükleer  $g$  çarpanı  $\left( g = \frac{\mu}{\ell \cdot \mu_N} \right)$  ve  $\mu_N = 5,04929 \cdot 10^{-24}$  ergs/gauss değerinde nükleer Bohr magnetonu  $\left( \frac{e\hbar}{2Mc} \right)$  dur <sup>(94)</sup>.

<sup>57</sup>Fe çekirdeğine manyetik alan uygulandığında iki alt seviye ve uyarılmış durumda dört alt seviyeye yarılmaya sebep olur. Bu durum Şekil 2.17.' de gösterilmiştir <sup>(96)</sup>.



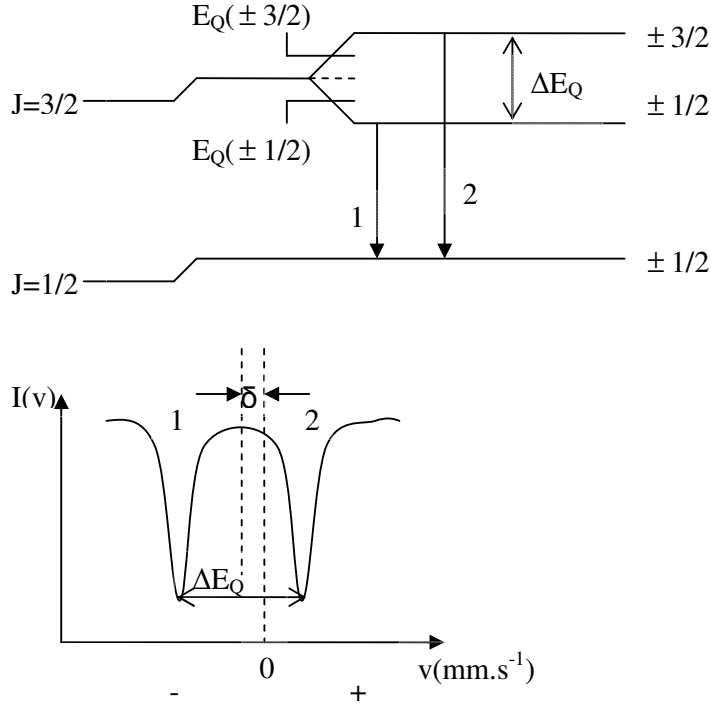
**Şekil 2.17.** <sup>57</sup>Fe nin manyetik dipol etkileşimi ve Mössbauer spektrumundaki sonucu <sup>(96)</sup>.

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

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

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

Kuantum spin (çekirdek spin) sayıları  $\ell = 0, \frac{1}{2}$  olduğu nükleer durumlarda kuadropol yarılmaları gözlenmez. Sadece çekirdek spini  $\frac{1}{2}$  den büyük nükleer durumlarda kuadropol yarılmaları gözlenir.  $^{57}\text{Fe}$  çekirdeğinin taban durumu için  $\ell = \frac{1}{2}$  olduğundan bu çekirdeğin taban durumu için kuadropol yarılma gözlenmez. Fakat aynı çekirdeğin uyarılmış durumu  $\ell = \frac{3}{2}$  spin kuantum sayısına sahip olduğundan Mössbauer spektrumunda  $\pm \frac{3}{2}$  ve  $\pm \frac{1}{2}$  seviyelerin de yarılmalar gözlenir. Bu  $^{57}\text{Fe}$  çekirdeğinde meydana gelen kuadropol yarılmalar Şekil 2.18.' de gösterilmiştir.



**Şekil 2.18.** Kuadropol yarılma şeması ve Mössbauer spektrum çizgileri.

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

### 2.7.2 Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Sistemi

Alaşımlarda meydana gelen austenite→martensite ve martensite→austenite faz dönüşümlerinin sıcaklık aralığını tespit etmek amacıyla DSC tekniklerinden yararlanılmıştır. Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak faz geçişlerini tespit eden bu sistemde numune ile beraber sisteme referans olarak alüminyum kap yerleştirilir. Sıcaklık akışı her ikisi için sabit oranda değişmektedir. Sıcaklık akışına bağlı olarak entalpi değişimleri;

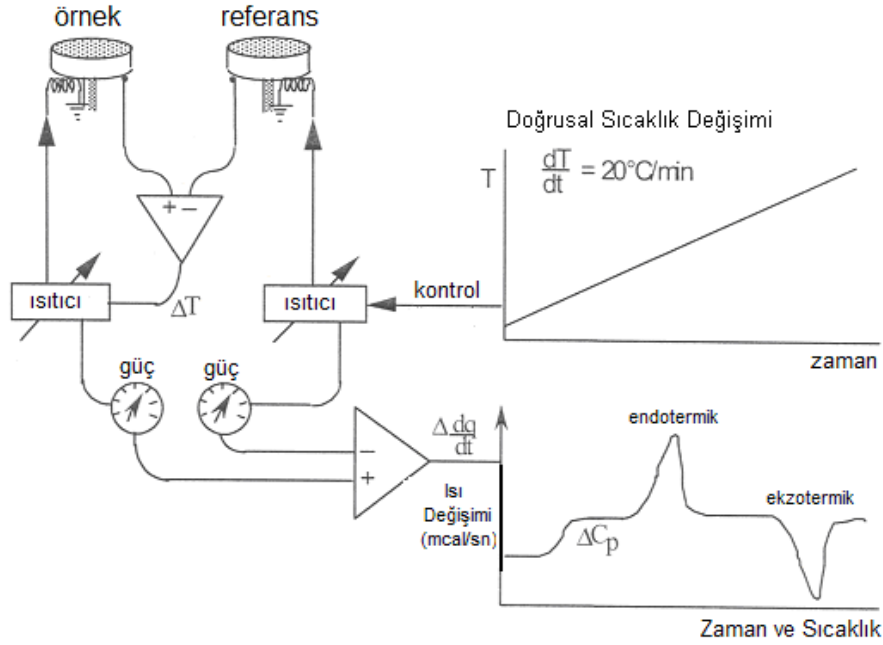
$$\left(\frac{dq}{dt}\right)_p = \frac{dH}{dt} \quad (2.12)$$

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

$$\left(\frac{dH}{dt}\right)_{\text{örnek}} - \left(\frac{dH}{dt}\right)_{\text{referans}} = \Delta \frac{dH}{dt} \quad (2.13)$$

ile verilir.

Faz geçişleri gibi bir endotermik işlemde sıcaklık soğurulur ve bundan dolayı örnekteki ısı akışı, referanstan yüksektir. Bu yüzden  $\Delta dH/dt$  pozitifdir. Kristalleşme gibi bir ekzotermik işlemde ise  $\Delta dH/dt$  negatiftir. Şekil 2.19.' da DSC'nin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.19. DSC'nin şematik gösterimi.

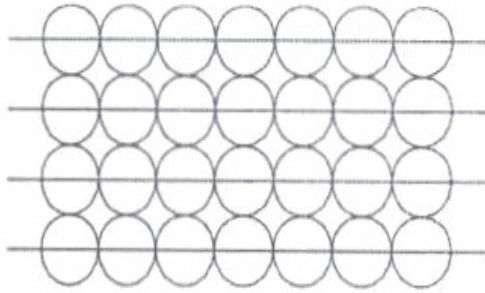
### 2.7.3 X-Işınları Difraktometresi (XRD) Sistemi

X-ışınları difraktometresinde bir kırınım deseni, üç parametrenin birleştirilmesiyle elde edilen bilgileri içerir. Bu parametreler;

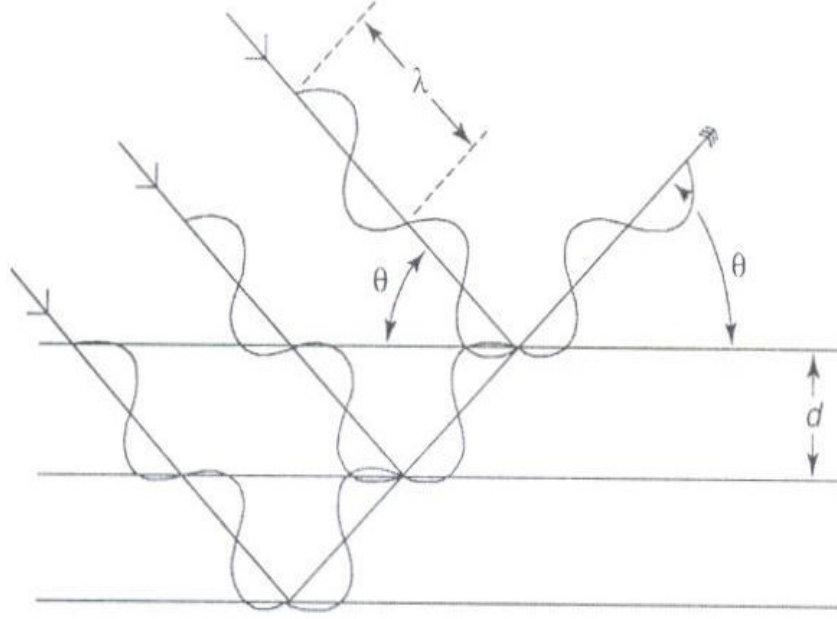
- en yüksek kırınımın pozisyonu,
- en yüksek pikin şiddeti ve
- kırınım açısının bir fonksiyonu olarak şiddetin dağılımıdır.

Elde edilen bu üç parametre ile; materyalde kristal düzlemleri ve örgü parametreleri hesaplanabilir.

Kırınım deseni bir faz içindeki atomik düzenin karakteristiğidir ve elde edilen piklerin yükseklikleri ile pozisyonu bu belirli fazın bir parmak izi olarak tanımlanabilir. Bir kristal örgüsü, kristal yapı boyunca var olan yüksek atomik yoğunluğun katmanları ile atomların düzenli dizilimini içerir. Yüksek atomik yoğunluğun düzlemleri, yüksek elektron yoğunluğunun düzlemleridir. Bir dizi paralel ışının bir  $\theta$  açısı ile kristal düzlemlerinin bir setine çarpmasıyla elde edilen kırınım ve saçılma Şekil 2.20.' de gösterilmiştir <sup>(97)</sup>.



**Şekil 2.20.a.** Yüksek atomik yoğunluklu düzlemler<sup>(97)</sup>.

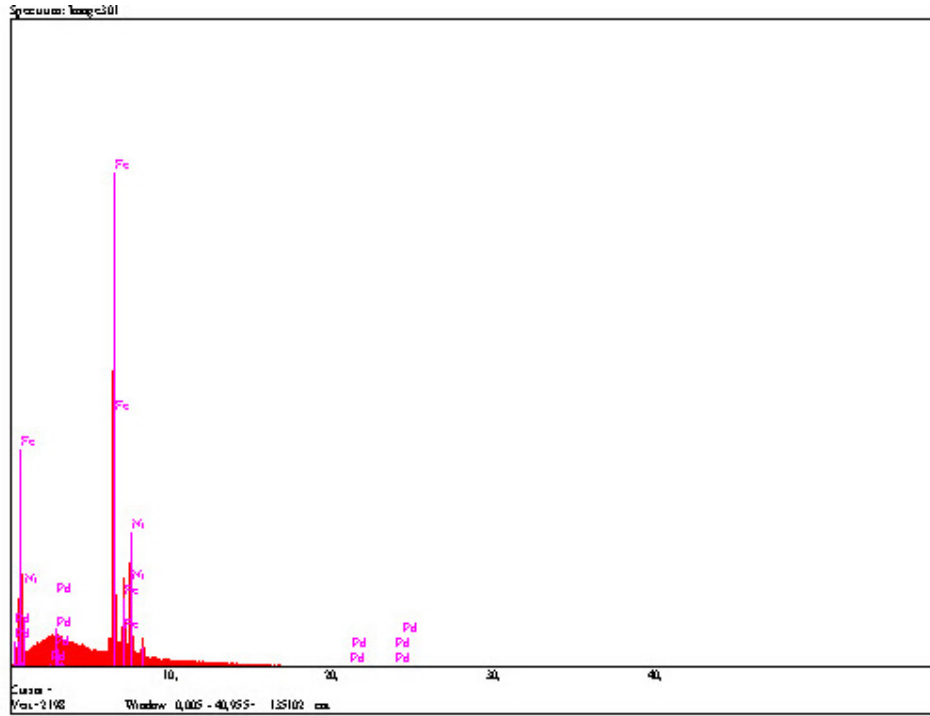


**Şekil 2.20.b.** Atomların düzenli sıralanışından elde edilen saçılma ve kırınımın şematik gösterimi<sup>(97)</sup>.

## 2.8. Deneysel Materyal ve Yöntem

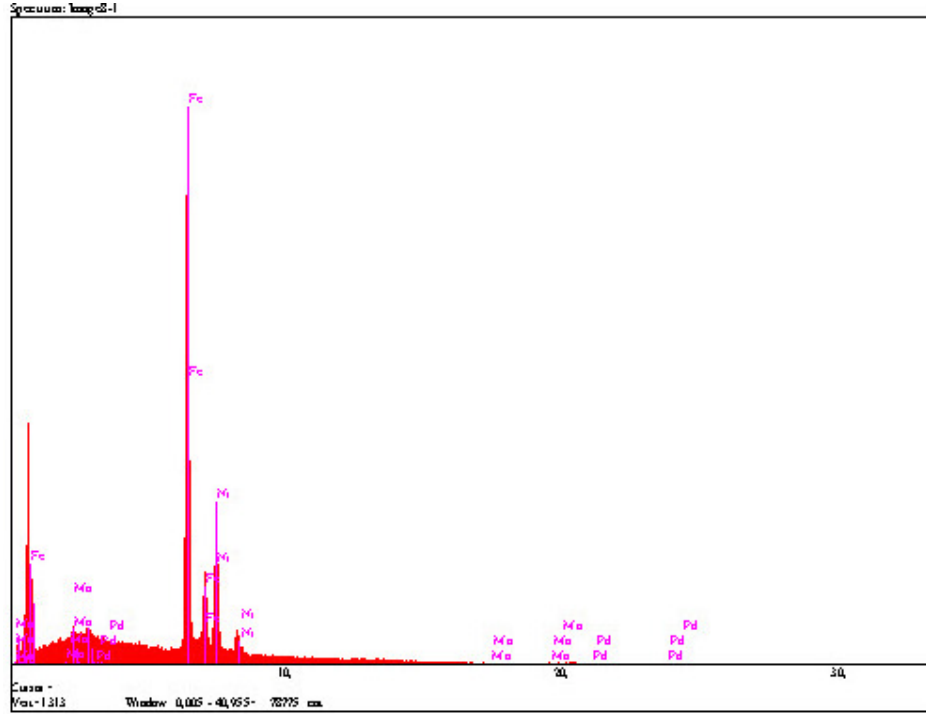
### 2.8.1. Alaşımların Üretimi

Bu çalışmada incelenen Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo alaşımları, TÜBİTAK Gebze Araştırma Merkezi'nde hazırlanmıştır. %99 saflık derecesinde toz halinde bulunan Fe, Ni, Pd ve Mo elementleri ark fırınında bir araya getirilip yüksek sıcaklıkta eritilerek 1 cm çapında, 10 cm uzunluğunda silindirik çubuk şeklindeki seramik kalıplara dökülmüştür. Bu şekilde elde edilen alaşımların kompozisyonu, IXRF sistemi kullanılarak EDS (Electron Dispersion Spectroscopy) tekniği ile tespit edildi (Şekil.21., Şekil 22.). Hazırlanan alaşımların % ağırlık oranları Çizelge 2.2. de verilmiştir.



Elt.	Line	Intensity (c/s)	Enor 2-sig	Conc
Fe	Ka	764,42	8,743	68,972 wt. %
Ni	Ka	207,31	4,553	29,998 wt. %
Pd	La	10,56	1,028	1,030 wt. %
				100,000 wt. % Total
kV		20,0		
Takeoff Angle		35,0°		
Elapsed Live time		40,0		

**Şekil. 2.21.** Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının EDS sonucu.



Elt.	Line	Intensity (c/s)	Enor 2-sig	Conc
Fe	Ka	875,67	10,805	67,955 wt.%
Ni	Ka	237,29	5,625	30,037 wt.%
Mo	Ka	1,00	0,365	1,016 wt.%
Pd	La	18,09	1,553	0,992 wt.%
				100,000 wt.% Total
kV				20,0
Takeoff Angle				35,0°
Elapsed Livetime				40,0

**Şekil. 2.22.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarının EDS sonucu.

**Çizelge 2.2.** Hazırlanan Alaşımların EDS oranları (% ağırlık).

Numune	Fe	Ni	Pd	Mo
A	68,972	29,998	1,030	-
B	67,955	30,037	0,992	1,016

Silindirik çubuk halinde bulunan alaşımlardan, elmas bıçaklı kesicilerle uygun boyutta kesilen numuneler homojen hale getirilmesi için ısıtma işlemi



uygulanmıştır. Yüksek sıcaklıklarda malzemede oksitlenmeyi önlemek amacıyla, numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen kuartz cam tüpler içine konuldular ve tüpler vakumlandılar. Daha sonra vakumlu ortamda bulunan tüplere 1100 °C de 6 saat ısıl işlem uygulandıktan sonra fırın içerisinde oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

### **2.8.2. X-Işını Difraktometresi (XRD) Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması**

Bu çalışmada, 1100 °C de 6 saat ısıl işlemden sonra fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarına ait numunelerde oluşan austenite faz ile bu fazda bulunan numunelerin sıvı azota atılarak elde edilen martensite faza ait X-ışını kırınım desenleri alınmıştır. Ölçümler için numunelerden 20 mg'lık toz örnekler hazırlanmıştır. Hazırlanan numunelerden, Türkiye Atom Enerji Kurumu'nda bulunan X-ışınları difraktometresinde (Bruker D8 Advance) oda sıcaklığında ölçümler alınmıştır. Difraktogramın elde edilmesi için filtre edilmiş Cu-K<sub>α</sub> radyasyonu kullanılmış ve dalga boyu 1,5418 Å dur.

### **2.8.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması**

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarının faz geçiş sıcaklıklarının belirlenmesi için DSC analizleri alındı.

Bu deney için 1100 °C de 6 saat ısıtılma işleminden sonra fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarına ait 10 mg'lık küçük parçalar DSC ölçümleri için hazırlandı. Bu ölçümlerde ısıtma hızı 5 °C/dakika olarak alındı. DSC ölçümleri ile ısı akışı-sıcaklık (heat flow-temperature) eğrileri çizildi.

#### **2.8.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri İçin Numunelerin Hazırlanması**

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey gözlemleri için ısıtılma işlemine tabi tutulan numuneler, elmas bıçaklı kesici yardımıyla 1cm çapında, 0,5cm kalınlığında kesildi. Bu numunelerin yüzeylerindeki pürüzler ve kalın çizgiler farklı kalınlıktaki su zımparaları ile kalından inceye doğru gidilerek ortadan kaldırıldı. Daha sonra sırasıyla 6, 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla numune yüzeyleri parlatıldı. Mekanik olarak parlatılan yüzeyler 90 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 15 ml H<sub>2</sub>O ve 5 ml HF karışımından oluşan çözelti içerisinde oda sıcaklığında 60-80 saniye kadar bekletilerek dağlandı. Numunelerin yüzey incelemeleri JEOL5600 marka taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelendi.

### **2.8.5. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması**

Geçirmeli elektron mikroskobu incelemeleri için ısıtılma işlemi gördükten sonra sıvı azota atılarak termal etkiye maruz bırakılan numuneler elmas kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlığında kesildi. Kesilen parçalar sırasıyla 600, 800 ve 1200 kum inceliklerde olan su zımparaları kullanılarak 50–70 µm' ye kadar inceltildi. Bu numuneler daha sonra 3 mm çapında diskler haline getirildi. 50–70 µm kalınlığa kadar inceltilen bu numuneler son olarak ikili asit jeti (double-jet) yöntemi ile oda sıcaklığında, 300 ml Ethanol, 150 ml Butoxy Ethanol ve 50 ml Perciloric Asit karışımından hazırlanan çözelti ile 20 volt (DC)'ta Struers-Tenupol 3 marka sistemle, inceltme, parlatma ve delme işlemi yapılarak elektron mikroskop incelemelerine hazır hale getirildi. Elektron ışınımını geçirebilecek kadar inceliğe sahip olan bu numuneler, 300 kV gücünde Jeol 3010 geçirmeli elektron mikroskop (TEM) ile incelendi.

### **2.8.6. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması**

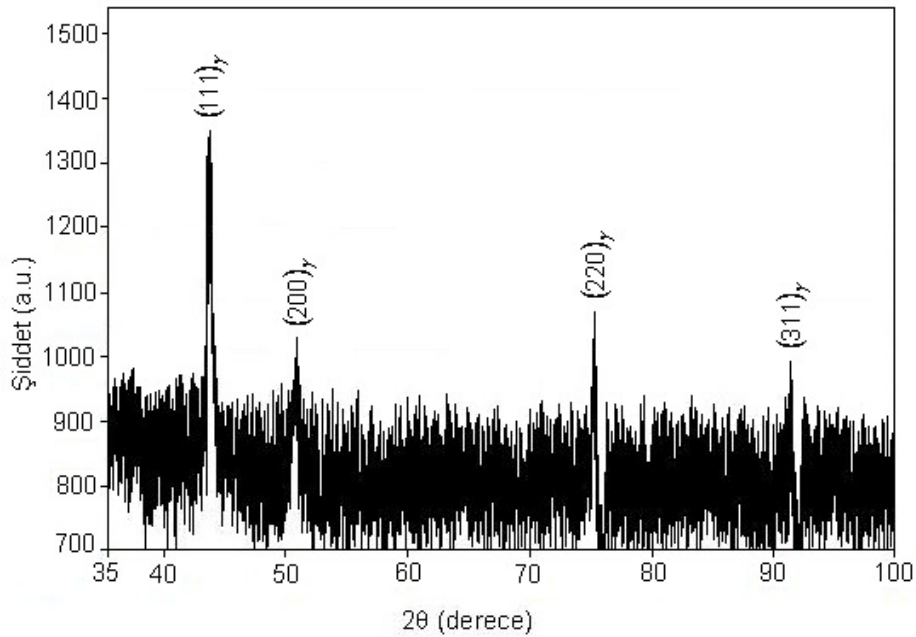
Mössbauer spektrometresi deneyleri için ısıtılma işlemi tamamlanmış austenite ve martensite fazdaki alaşımlardan 1 mm kalınlığında kesilerek hazırlanan alaşımlar; 500, 800 ve 1000 kumluk su zımparaları ile yaklaşık olarak 50 µm kalınlığına kadar mekanik olarak inceltildi. Hazırlanan alaşımların Mössbauer spektrumları, Wissel marka Mössbauer

spektrometresi ile 50 mCi' lik  $^{57}\text{Co}$  kaynađı kullanılarak oda sıcaklıđında elde edildi. Elde edilen spektrumlar Normos-90 en kçük kareleri fit etme programı ile analiz edildi.

### 3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

#### 3.1. Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo Alaşımlarının Örgü Parametrelerinin X-Işınları Difraktometresi (XRD) Metodu İle Belirlenmesi

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında ısıl işlem sonrasında oluşan fazlara ait ana düzlemler ve örgü parametrelerinin bulunması için XRD ölçümleri alınmıştır. Fe-%30Ni-%1Pd alaşımına ait 1100 °C de 6 saat ısıl işlem uygulandıktan sonra fırın içinde oda sıcaklığına kadar yavaş soğutulan numune için XRD ölçümleri Şekil 3.1.'de, hesaplama sonuçları Çizelge 3.1. de verilmiştir.



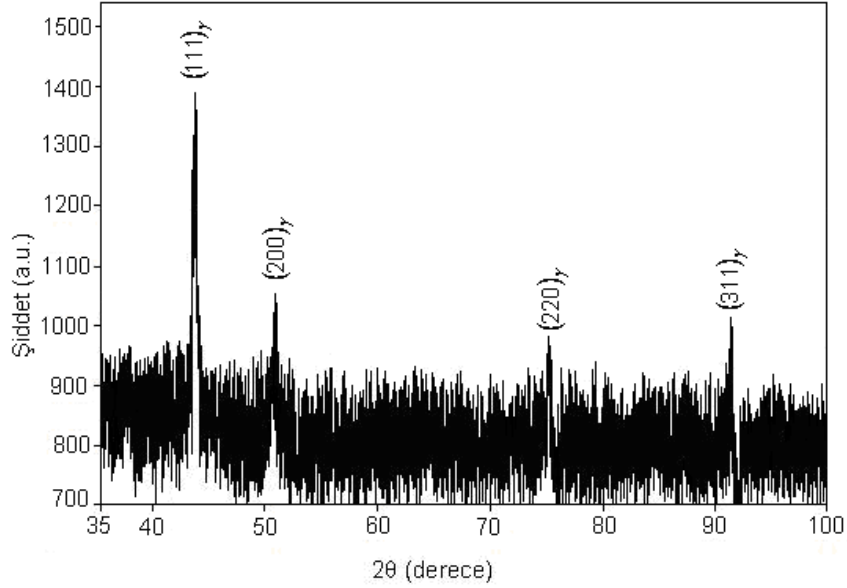
**Şekil 3.1.** 1100 °C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%1Pd numunesine ait XRD ölçümü.

**Çizelge 3.1.** Fe-%30Ni-%1Pd alařımının XRD sonuçları ve austenite örgü parametresi.

Pik $(hkl)_\gamma$	$N=h^2+k^2+l^2$	$2\theta$	$a_\gamma$ (Å)
$(111)_\gamma$	3	43,93	3.5701
$(200)_\gamma$	4	51.17	3.5698
$(220)_\gamma$	8	75.29	3.5697
$(311)_\gamma$	11	91.30	3.5753

$\langle a_\gamma \rangle = 3.5712 \text{ Å}$

Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımının 1100 °C de 6 saat ısıl iřlem uygulandıktan sonra fırın içinde oda sıcaklıđına kadar yavař sođutulan numunenin XRD ölçümleri ise Őekil 3.2.'de, hesaplama sonuçları ise Çizelge 3.2. de verilmiřtir.



**Őekil 3.2.** 1100 °C de 6 saat tutulan ve fırında yavař sođutulan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo numunesine ait XRD ölçümü.

**Çizelge 3.2.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımasının XRD sonuçları ve austenite örgü parametresi.

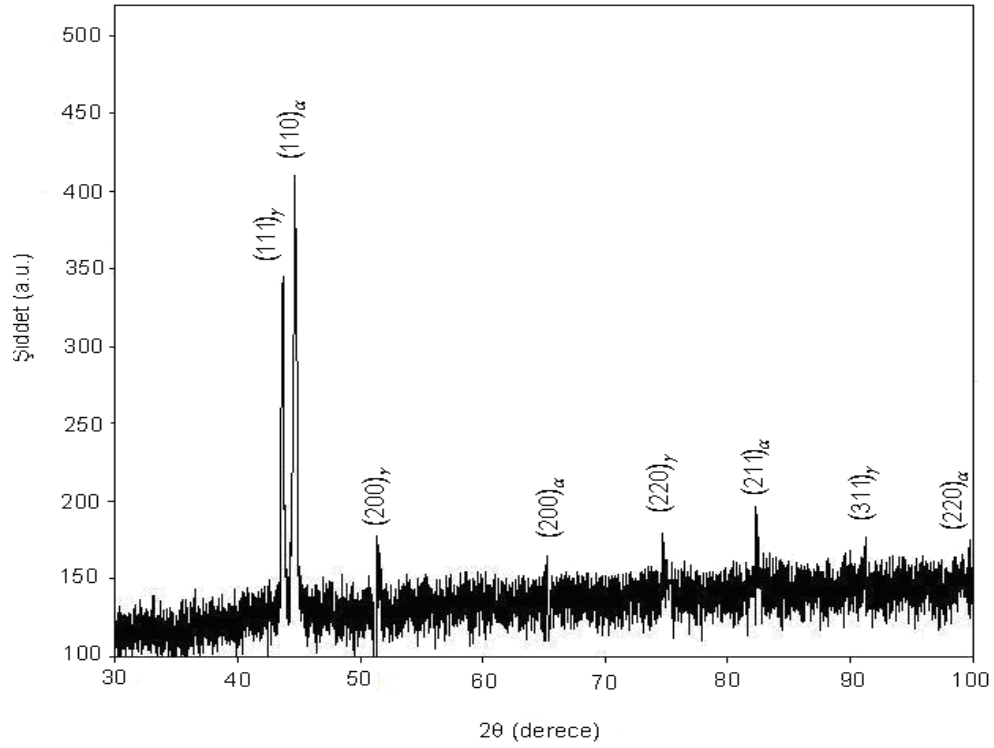
Pik $(hkl)_\gamma$	$N=h^2+k^2+l^2$	$2\theta$	$a_\gamma$ (Å)
$(111)_\gamma$	3	43.87	3.5746
$(200)_\gamma$	4	51.20	3.5688
$(220)_\gamma$	8	75.32	3.5691
$(311)_\gamma$	11	91.5	3.5693
$\langle a_\gamma \rangle = 3.5705 \text{ \AA}$			

XRD ölçümü sonucunda, numunelerin sadece austenite faza sahip olduğu ve austenite faza ait  $(111)_\gamma$ ,  $(200)_\gamma$ ,  $(220)_\gamma$ ,  $(311)_\gamma$  düzlemleri içerdiği hesaplanmıştır.

Austenite faza sahip olduğu belirlenen numuneler daha sonra faz dönüşümünün sağlanması için sıvı azot (-196 °C) içerisine atılmış ve 8-10 sn bekletilerek oda sıcaklığına alınmıştır. Hazırlanan numunelerin XRD ölçümleri Şekil 3.3. ve Şekil 3.4. da verilmiştir. XRD ölçümü sonucunda numunelerin austenite kristal yapısının içerisinde b.c.c. martensite kristal yapının olduğu hesaplanmıştır. Her iki faza ait örgü parametreleri hesaplamalarında

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

denklemden yararlanıldı. Martensite faza ait ölçüm ve hesaplama sonuçları Çizelge 3.3. ve 3.4. de verilmiştir.

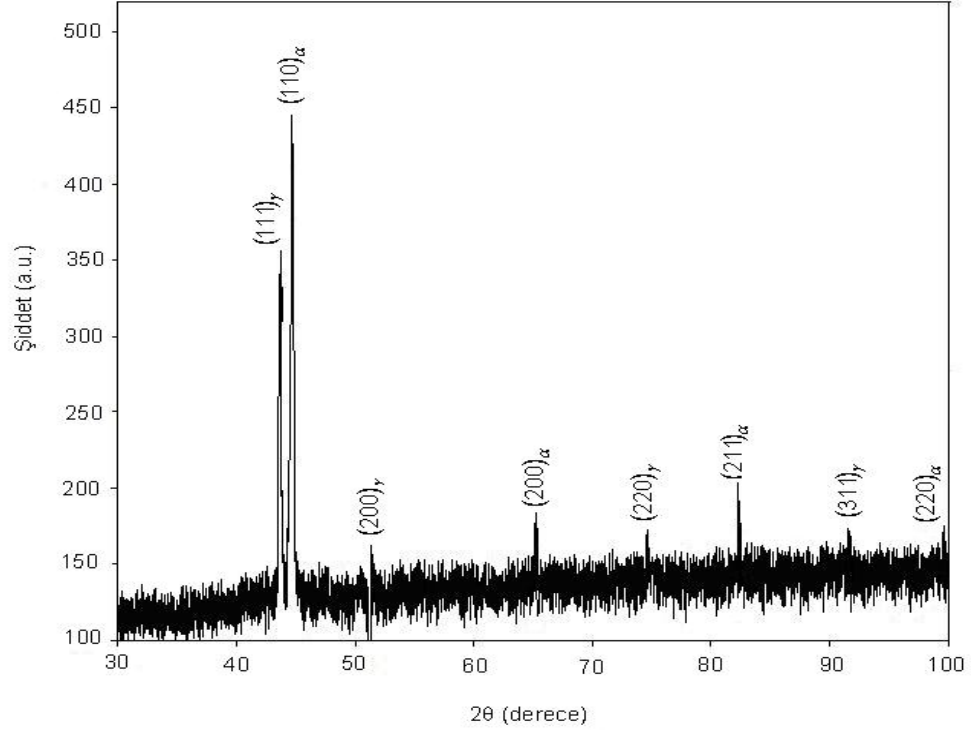


**Şekil 3.3.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite ait XRD ölçümü.

**Çizelge 3.3.** Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının XRD sonuçları ve martensite örgü parametresi.

Pik $(hkl)_\alpha$	$N=h^2+k^2+l^2$	$2\theta$	$a_\alpha$ (Å)
$(110)_\alpha$	2	44,80	2,8614
$(200)_\alpha$	4	65,24	2,8604
$(211)_\alpha$	6	82,53	2,8631
$(220)_\alpha$	8	99,30	2,8609
$\langle a_\alpha \rangle = 2,8615 \text{ Å}$			





**Şekil 3.4.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite ait XRD ölçümü.

**Çizelge 3.4.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının XRD sonuçları ve martensite örgü parametresi.

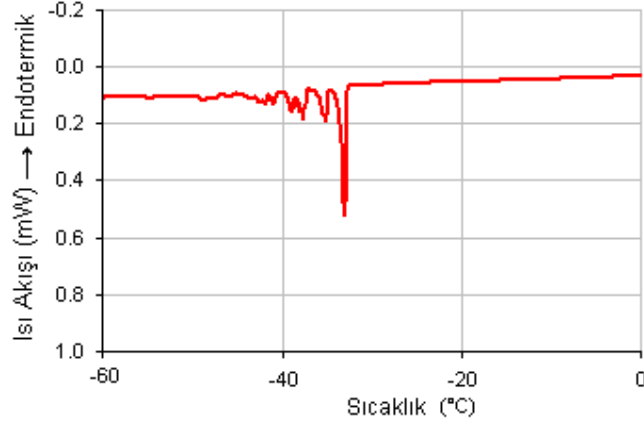
Pik $(hkl)_\alpha$	$N=h^2+k^2+l^2$	$2\theta$	$a_\alpha$ (Å)
$(110)_\alpha$	2	44,64	2,8711
$(200)_\alpha$	4	65,10	2,8658
$(211)_\alpha$	6	82,73	2,8569
$(220)_\alpha$	8	99,42	2,8584
$\langle a_\alpha \rangle = 2,8630 \text{ Å}$			

### 3.2. Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo Alařımlarında Oluřan Austenite-Martensite Faz Dönüřümünün Termal Özelliklerinin DSC Yöntemi İle Belirlenmesi

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımlarında görülen austenite→martensite ve martensite→austenite faz dönüřümlerinin (martensite başlama sıcaklıęı ( $M_s$ ), austenite başlama sıcaklıęı ( $A_s$ ) ve austenite bitiş sıcaklıęı ( $A_f$ )) sıcaklıklarını belirlemek için DSC (Differential Scanning Calorimetry) ölçümleri yapıldı. Yapılan ölçümlerle Fe-Ni-Pd alařımına Mo elementinin eklenmesiyle Fe-Ni-Pd alařımında tespit edilen ( $M_s$ ), ( $A_s$ ) ve ( $A_f$ ) sıcaklıklarında meydana gelen deęişimler elde edildi.

1100 °C de 6 saat ısıtılma gören ve fırında soęutulan Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımları oda sıcaklıęında austenite fazdadır. Yapılan çalışmada bu numuneler kullanılarak sıcaklık aralıkları, soęutma işlemleri için (20 °C) - (-150 °C), ısıtma işlemleri için (20 °C) - (500 °C) olacak şekilde tercih edilmiştir.

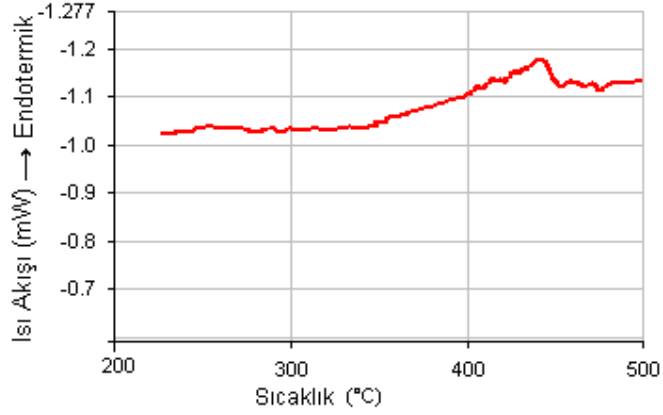
Fe-%30Ni-%1Pd alařımının martensite başlama sıcaklıęını ( $M_s$ ) tespit etmek için alařımın sıcaklıęı 20 °C' den (-150 °C)' ye kadar dakikada 5 °C'lik bir azalma ile soęutuldu. Sonra alařım 20 °C' den 500 °C' ye kadar dakikada 5 °C'lik bir artışla ısıtılarak  $A_s$  ve  $A_f$  sıcaklıkları belirlendi.



**Şekil 3.5.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem gören Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının birinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

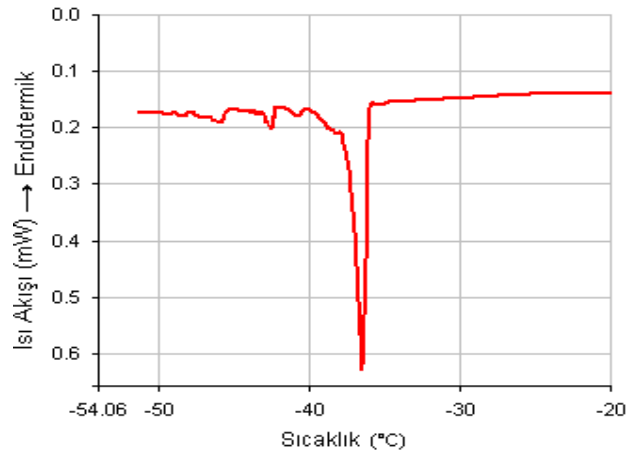
Birinci döngüde numune soğutulurken martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), (-33 °C)'de keskin bir pik ile patlama şeklinde meydana gelmiştir. (Şekil 3.5.). Martensitik dönüşümün keskin bir pik ile patlama şeklinde meydana gelmesi dönüşümün atermal özelliğe sahip olduğunu gösterir. Kaufman ve Cohen<sup>(16)</sup> bir dizi Fe-Ni alaşımlarında yaptıkları çalışmada austenite→martensite faz dönüşümlerini incelemiş ve Ni oranı ağırlıkça %28'in üzerinde olan alaşımlarda austenite→martensite faz dönüşümünün ( $M_b$ ) sıcaklığı ile verilen martensite başlama sıcaklığında patlama şeklinde meydana geldiğini tespit etmişlerdir.

Martensite→austenite ters dönüşümünün başladığı sıcaklığı tespit etmek için numune 20 °C' den 500 °C' ye ısıtılarak, austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) 360 °C ve austenite bitiş sıcaklığı ( $A_f$ ) 450 °C olarak bulunmuştur (Şekil 3.6.).

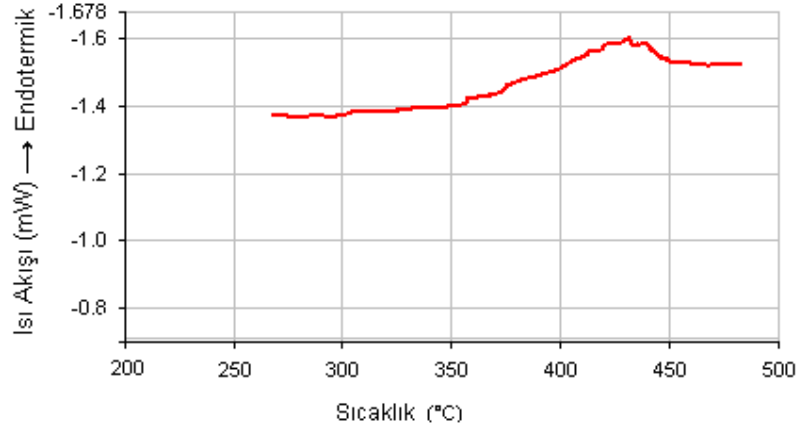


**Şekil 3.6.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem gören Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının birinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

İkinci döngüde martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), (-36 °C) olarak elde edilmiş ve dönüşüm yine keskin bir pik vererek patlama şeklinde meydana gelmiştir (Şekil 3.7.). Ters dönüşüm için yapılan ısıtma işlemi sonucunda ise austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) 360 °C ve austenite bitiş sıcaklığı ( $A_f$ ) 450 °C bulunmuştur (Şekil 3.8.).

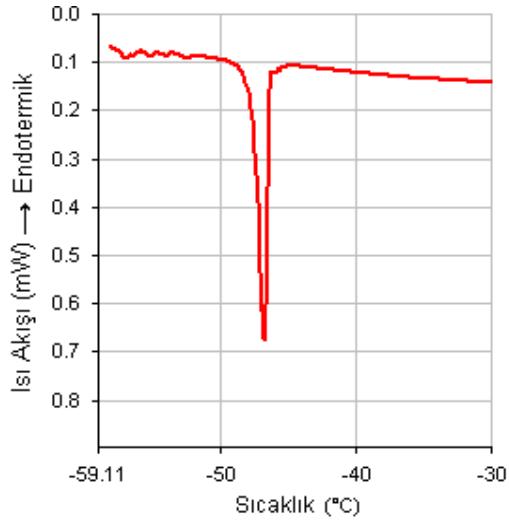


**Şekil 3.7.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının ikinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

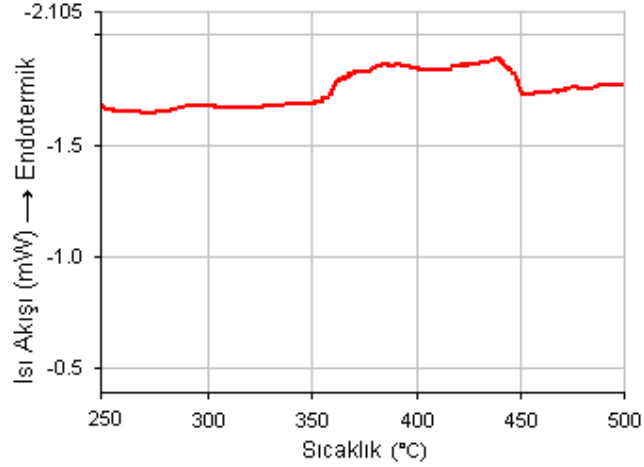


**Şekil 3.8.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının ikinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

Üçüncü döngüde numunenin martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), -47 °C olarak bulunmuştur (Şekil 3.9.). Isıtılarak yapılan üçüncü döngüde ise austenite başlama sıcaklığı 360 °C ve austenite bitiş sıcaklığı 450 °C olduğu belirlenmiştir (Şekil 3.10.).



**Şekil 3.9.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem gören Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının üçüncü döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.



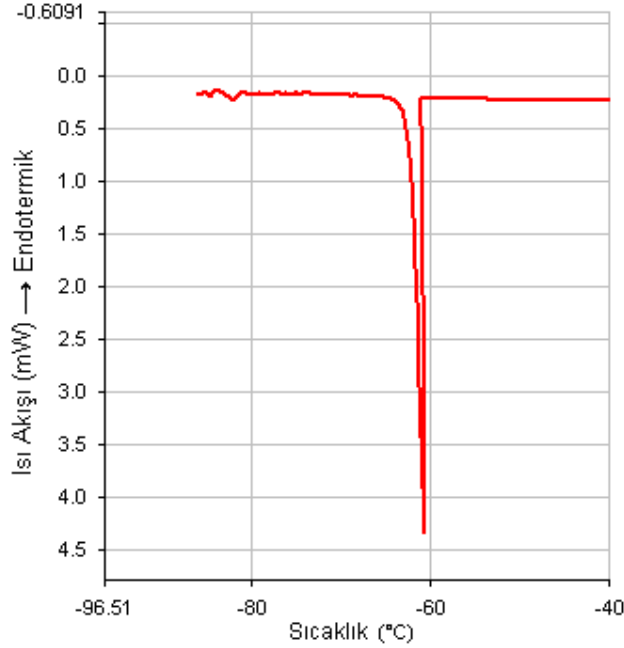
**Şekil 3.10.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının üçüncü döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

Yapılan ölçümler sonucunda, austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) ve bitiş sıcaklığı ( $A_f$ ) sıcaklıkları değişmezken, martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ) her döngüde düşmüştür. Bu döngüler sonucunda Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında austenite faz stabilize olmuştur. Seo ve arkadaşları<sup>(22)</sup> Martensite→austenite ters dönüşümü için numuneye tekrar ısıl işlem uygulamışlar bunun sonucunda ortalama tane boyutu 87  $\mu\text{m}$ ' den 32  $\mu\text{m}$ ' ye düşmüştür. Yedinci termal döngü sonrası ortalama tane boyutu 20  $\mu\text{m}$ ' de sınırlı kalmıştır. Buna göre her termal döngü sonrası martensite→austenite ters dönüşümüyle meydana gelen dislokasyonlar artmış ve austenite'nin stabilizasyonunu buna bağlamışlardır.

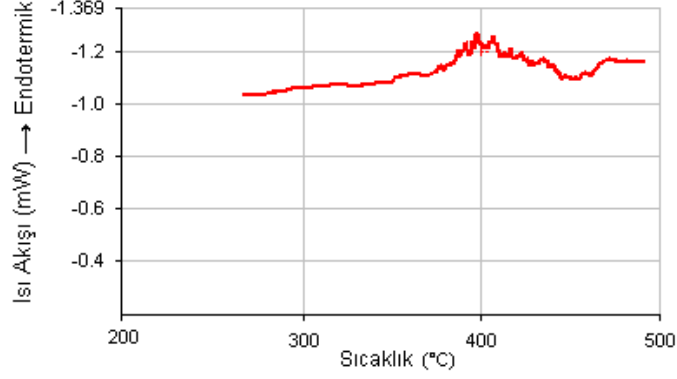
Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının martensite başlama sıcaklığını ( $M_s$ ) bulmak için numune 20 °C' den (-150 °C)' ye kadar dakikada 5 °C' e olacak şekilde soğutuldu. Sonra alaşım 20 °C' den 500 °C' ye kadar

Her 5 dakikada 5 °C olacak şekilde ısıtılarak  $A_s$  ve  $A_f$  sıcaklıkları belirlendi. Bu şekilde üç döngü yapıldı.

Birinci döngüde numune soğutulurken martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), (-61 °C)' de patlama şeklinde meydana gelmiştir (Şekil 3.11.). Isıtırken austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) 370 °C ve austenite bitiş sıcaklığı ( $A_f$ ) 450 °C bulunmuştur (Şekil 3.12.).

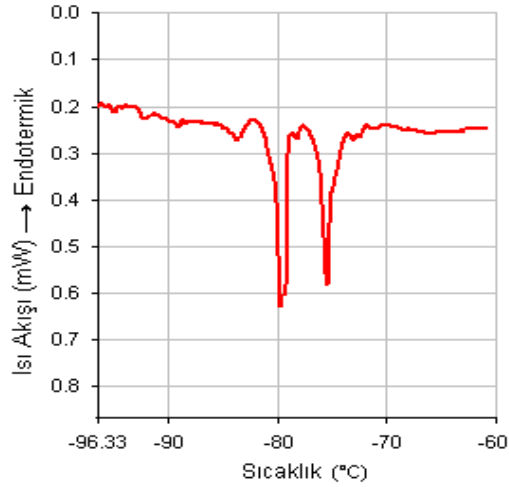


**Şekil 3.11.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem gören Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının birinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.



**Şekil 3.12.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının birinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

İkinci döngüde martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), (-75 °C) de yine keskin bir pikle patlama şeklinde meydana gelmiştir (Şekil 3.13.). Benzer şekilde -79 °C de austenite fazın başka bir hacminde de martensite dönüşüm yine patlama ile meydana gelmiştir.



**Şekil 3.13.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının ikinci döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.



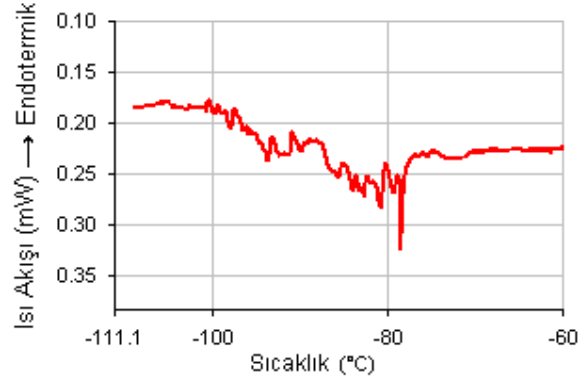
Atermal olarak gerçekleşen martensitik dönüşümler belirli bir  $M_s$  sıcaklığında keskin bir pik vererek gerçekleşir ve  $M_s$  sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda martensite miktarı artar. Martensite miktarındaki bu artış sıcaklığın bir fonksiyonudur ancak  $M_s$  sıcaklığı soğutma oranından bağımsızdır. Maki ve arkadaşları<sup>(49)</sup> Fe-%30Ni-%0,4C alaşımında  $M_s$  sıcaklığını -123 °C tespit etmişler ve sıcaklığı sırasıyla -138 °C ve -157 °C'ye düşürdüklerinde yeni martensite kristalleri elde etmişler ve bu yeni martensite kristalleri bir önceki martensite kristallerine bitişik ve ikizlenme içeren bir dönüşüm sergilemişlerdir. Soğutma boyunca martensite kristalleri kısa bir süre içinde son boyutuna ulaşır ve tekrar soğutma ile kristallerin hacminde yeni bir artış gözlenmez.

İkinci döngüde ısıtırken austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) 370 °C ve austenite bitiş sıcaklığı ( $A_f$ ) 450 °C bulunmuştur (Şekil 3.14.).

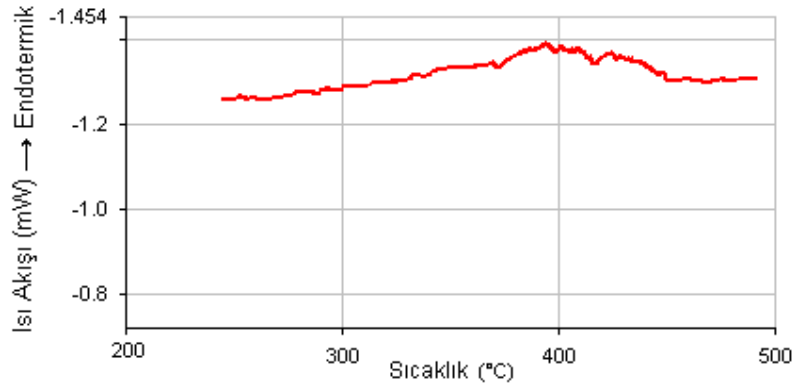


**Şekil 3.14.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının ikinci döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

Üçüncü döngüde martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), (-78 °C) olarak bulunmuştur (Şekil 3.15.). Numunede dönüşüm hacmi birinci ve ikinci döngüye göre azalmıştır. Isıtılarak yapılan üçüncü döngüde ise austenite başlama sıcaklığı 370 °C ve austenite bitiş sıcaklığı 450 °C olduğu belirlenmiştir (Şekil 3.16.).



**Şekil 3.15.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının üçüncü döngüsünün (soğutma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.



**Şekil 3.16.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının üçüncü döngüsünün (ısıtma) sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

DSC sonuçlarına göre, Fe-%30Ni-%1Pd alaşımına Mo elementinin etkisiyle  $M_s$  sıcaklığının düştüğü bulunmuştur. Mo elementinin etkisiyle tane boyutundaki artma  $M_s$  sıcaklığını azaltmıştır. Yapılan bazı araştırmalar<sup>(5,98)</sup> sonucunda; tane boyutunun küçülmesi ile  $M_s$  sıcaklığının arttığı bulunmuştur. Ayrıca, alaşım içinde martensite çekirdeklenmesine sebep olan kusurların artması ile de  $M_s$  sıcaklığının arttığı tespit edilmiştir<sup>(99)</sup>.

Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında da martensite başlama sıcaklığının ( $M_s$ ) her döngüde düştüğü ve austenite başlama ile bitiş sıcaklıklarının ( $A_s$ ,  $A_f$ ) değişmediği gözlenmiştir. Bu döngüler sonucunda Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının austenite fazı stabilize olmuştur.

Hayzelden ve Cantor<sup>(20)</sup>  $M_s$  sıcaklığındaki bu düşüşlerin nedenini, tane boyutlarının küçülmesine bağlamışlar ve tane boyutlarındaki küçülmenin de ilk patlama derecesinde azalma meydana getirdiğini belirtmişlerdir. Kaufman ve Cohen<sup>(16)</sup> bir dizi Fe-Ni alaşımında yaptıkları çalışmada; martensite ve austenite başlama sıcaklığının ( $A_s$  ve  $M_s$ ) ısıtma ve soğutma oranlarından bağımsız olduğunu, martensite→austenite ters dönüşümünde sıcaklığın  $A_s$ 'nin üzerinde tutulduğunda ise austenite fazın stabilize olduğunu tespit etmişlerdir.

Yaptığımız çalışmada her iki alaşım içinde döngü sayısı arttıkça austenite fazdan martensite faza geçiş oranının azaldığı gözlenmiştir. Seo ve arkadaşları<sup>(22)</sup> Fe-%31Ni alaşımına uyguladıkları termal dönüşümün sayısı arttıkça bu alaşım da austenite fazdan martensite faza geçiş oranının azaldığını tespit etmişlerdir.

Singh ve Wayman<sup>(41)</sup> ise Fe-Ni-Mn alařımında yaptıkları alıřmada, martensite fazda bulunan alařım saniyede 5  C' lik artıřla ısıtılmaya bařlanmış ve ters d nüş m n ilk dakikalarda bařladığını tespit etmişlerdir. Isıtma devam ederken martensite sınırlarında ikincil austenite fazın ekirdeklenmesi bařlamıř ve martensite kristallerinin yer deęiřtirmesiyle austenite faz b y meye bařlamıřtır.

Martensite faz d nüş m  her d ng de patlama řeklinde atermal  zellikli oluřmuř, ancak d ng  sayısı arttıka bir  nceki patlama derecesine g re azalma g r lm ř ve buna baęlı olarak oluřan martensite miktarı azalmıřtır. Elde edilen bu sonular literat r ile uyum ierisindedir.

Gupta ve Roghavan<sup>(100)</sup> Fe-Ni ikili alařımlarda sınırlı bir sıcaklık iin ve alařımların kompozisyon oranlarına baęlı olarak, izotermal kinetikten patlama kinetięine geiřin sonularını incelemiřlerdir. Elde ettikleri sonulara g re, d nüş m kinetięi kompozisyon oranına baęlı olduęunu belirlemiřlerdir. Yaptığımız bu alıřmada ise, atermal martensite faz g zlenen Fe-%30Ni-%1Pd alařımına molibden elementinin eklenmesi ile martensitik d nüş m n kinetięinde bir deęiřme g zlemlenmemiřtir. Her iki alařımda da atermal martensitik d nüş m g r lm řt r.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımlarında termal d ng  ile  $M_s$ ,  $A_s$  ve  $A_f$  sıcaklıkları arasındaki iliřki g steren tablo izelge 3.5. de verilmiřtir.

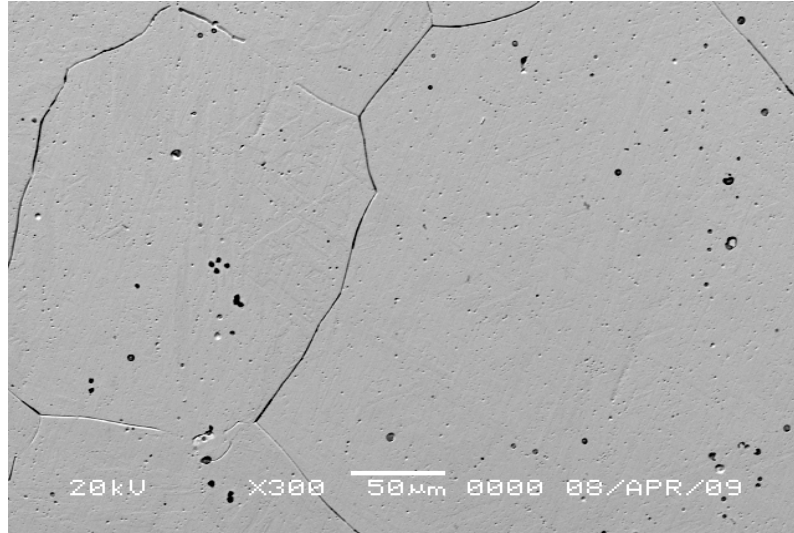
**Çizelge 3.5.** Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında termal döngü ile  $M_s$ ,  $A_s$  ve  $A_f$  sıcaklıkları arasındaki ilişki.

Termal Döngü	Fe-%30Ni-%1Pd			Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo		
	$M_s$ (°C)	$A_s$ (°C)	$A_f$ (°C)	$M_s$ (°C)	$A_s$ (°C)	$A_f$ (°C)
1. Döngü	-33	360	450	-61	370	450
2. Döngü	-36	360	450	-75	370	450
3. Döngü	-47	360	450	-78	370	450

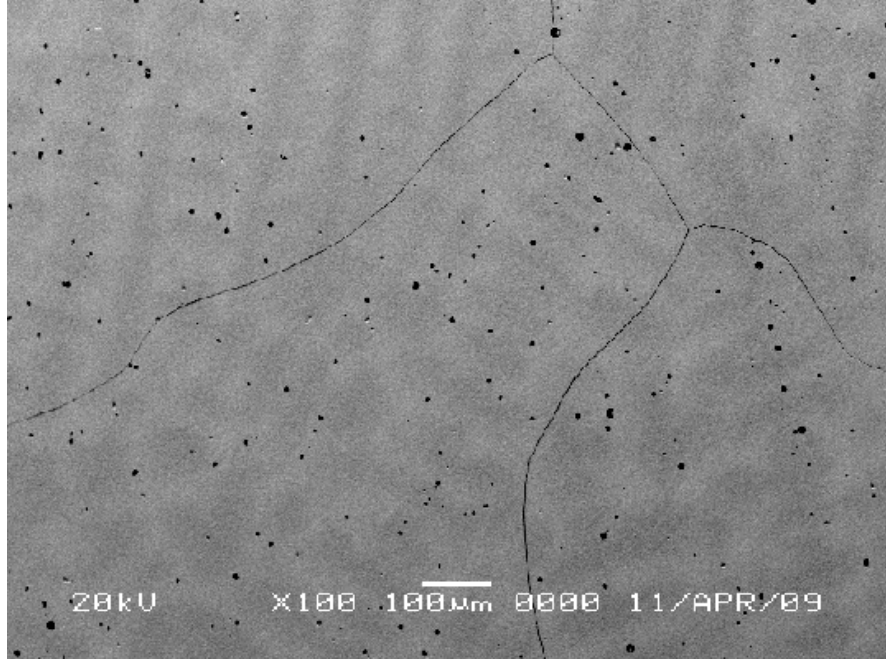
### 3.3. Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo Alaşımlarında Termal Etkili Martensitik Faz Dönüşümlerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi

Hazırlanan Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında termal etki ile oluşan austenite ve martensite fazların yüzey incelemeleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yapıldı. Numuneler 1100 °C de ısıtılıp işleme tabi tutuldu ve fırın içinde oda sıcaklığına kadar yavaş soğutuldu. Bu ısıtım işlemi sonucunda hazırlanan numunelerin, oda sıcaklığında yapılan yüzey incelemelerinde büyük kristal taneciklere (grain) sahip austenite yapıda oldukları gözlemlendi (Şekil 3.17. ve Şekil 3.18.). Tane sınırları genelde safsızlık atomları, atomlar arası boşluklar ve dislokasyonlar gibi kusurlar içerdiği için tane içlerinde olduğu gibi özdeş atom dizilimlerinden söz edilemez<sup>(5)</sup>. Austenite faza ait olan kristal tanelerin boyutları homojenleştirme süresine,

sıcaklığına ve soğutma şekline bağlı olarak değişir<sup>(65)</sup>. Özellikle Fe bazlı alaşımlarda, homojenleştirme süresi ve sıcaklığının artması ile tane boyutunun arttığı gözlenmiştir<sup>(99, 101)</sup>. Yapmış olduğumuz incelemede ise, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarına aynı homojenleştirme süresi ve homojenleştirme sıcaklığı uygulanılarak alaşımlarda meydana gelen austenite fazın yüzey incelemeleri ve ayrıca molibden elementinin Fe-Ni-Pd alaşımının tane boyutuna etkisi gözlenmiştir. Yapılan ısı işlem sonrası ortalama tane boyutları, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımları için sırasıyla 250 µm ve 400 µm olarak ölçülmüştür. Ortalama tane boyutlarına bakıldığında; molibden elementinin Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında tane boyutunu artırıcı etki gösterdiği gözlemlenmiştir.

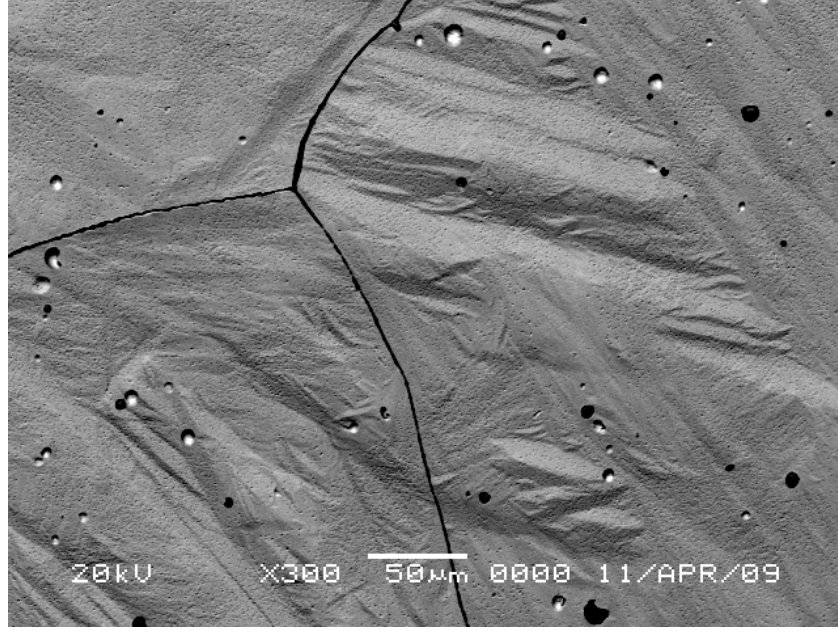


**Şekil 3.17.** 1100 °C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%1Pd numunesine ait austenite kristallerinin SEM fotoğrafı.

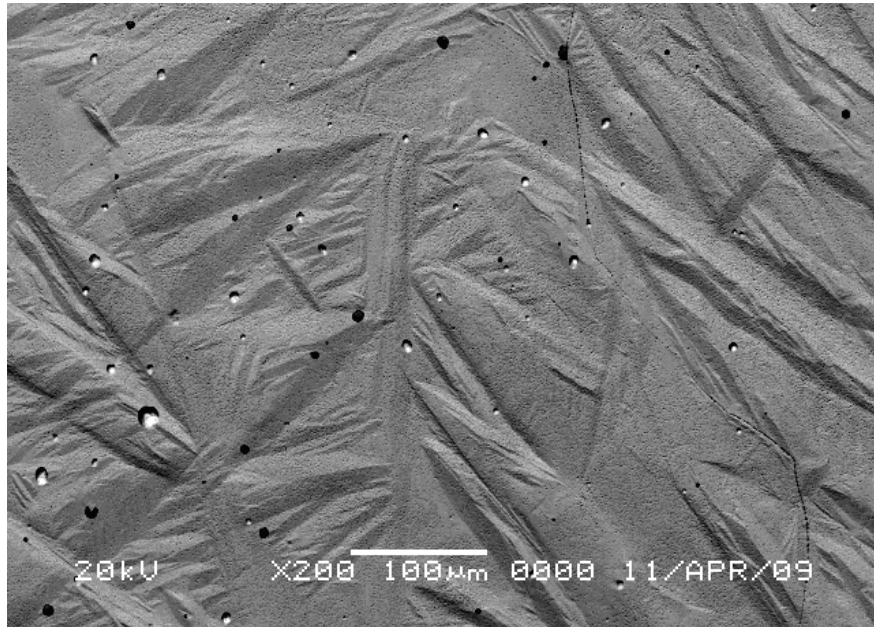


**Şekil 3.18.** 1100 °C de 6 saat tutulan ve fırında yavaş soğutulan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo numunesine ait austenite kristallerinin SEM fotoğrafı.

Büyük kristal tanecikleri içeren austenite kristal yapısındaki numuneler sıvı azot içerisine atılarak dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvet termal etki ile sağlanmıştır ve bu etki numunelere 8-10 sn uygulanmıştır. Numuneler olası bir izotermal dönüşümü önlemek için ılık su içerisinde atılmıştır. İnceleme sonucunda gözlenen martensite yapılar Şekil 3.19. ve şekil 3.20. de verilmiştir.



**Şekil 3.19.** Fe-%30Ni-%1Pd numunesinde gözlemlenen martensite kristalleri.



**Şekil 3.20.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo numunesinde gözlemlenen martensite kristalleri.



Easterling ve Porter<sup>(45)</sup>, martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiğini ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığını ama oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğunu belirtmişlerdir.

Tane sınırları kristalografik yapı kusurlarının yoğun olduğu bölgeler olduğundan dolayı, martensite çekirdekleri için tercihli bölgelerdir<sup>(5)</sup>. Tane sınırları martensite dönüşümlerini engellemek için ana fazın stabilize olmasına neden olur. Martensite kristallerin büyümesi tane sınırlarında durur<sup>(5)</sup>.

Martensite oluşumu nedeniyle matriksin elastik veya plastik olarak deforme olup olmadığı, martensit sınırının hareketi için çok önemli bir etkendir<sup>(49)</sup>. Hayzelden ve Cantor<sup>(20)</sup> ' a göre patlama ile meydana gelen martensitik faz dönüşümlerinin büyüklüğü tane boyutuna bağlıdır ve  $M_s$  sıcaklığı termal etkinin bir fonksiyonudur. P. Visvesvaran<sup>(102)</sup> yaptığı benzer bir çalışmada, Fe-Ni ve Fe-Ni-C alaşımlarında ortalama tane boyutlarını dikkate almış ve tane boyutlarının  $M_b$  (patlama ile oluşan martensite başlama sıcaklığı) sıcaklığına etkisi olmadığını tespit etmiştir.

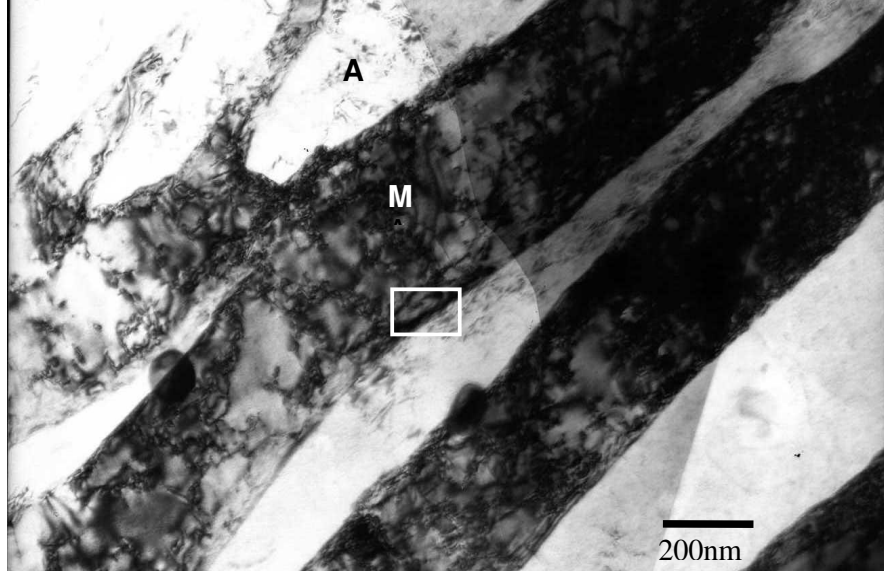
Yapmış olduğumuz bu çalışmada, her iki alaşım için aynı ısıl işlemler uygulanmış ve alaşımlarda oluşan martensite fazın morfolojisinde bir değişim belirlenmemiştir. Ayrıca bu çalışmada Fe-Ni-Pd alaşımına Mo elementinin etkisi incelenmiştir. Buna göre Fe-Ni-Pd alaşıma katılan Mo elementi austenite tane boyutunu ve martensite miktarını arttırmıştır. Her iki alaşımda meydana gelen martensite kristalleri karşılaştırıldığında ise molibden

elementini içeren alaşımda meydana gelen martensite kristallerinin hacimce daha fazla yer kapladığı tespit edilmiştir. Tane boyutunu artırıcı özellik sergileyen molibden elementi benzer şekilde martensite miktarını da artırmıştır.

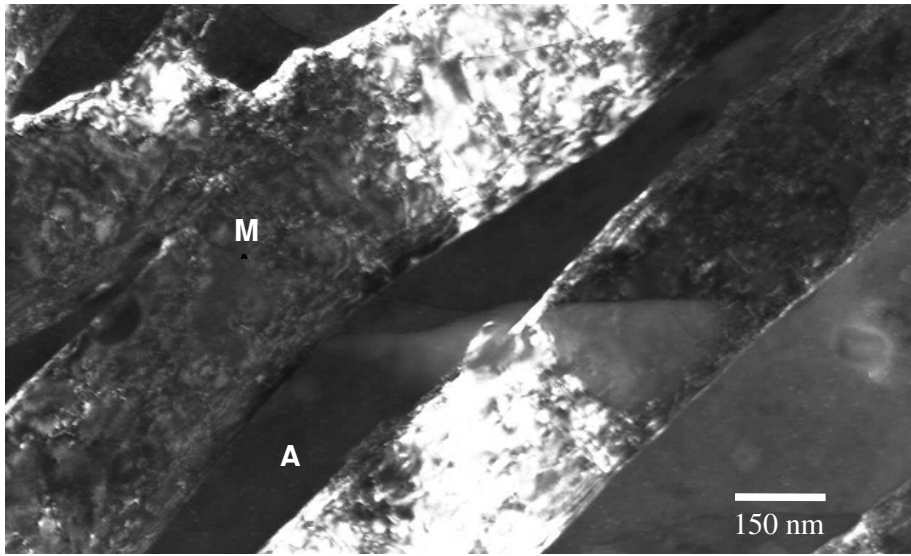
### **3.4. Termal Etkili Atermal Martensitik Dönüşümün Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi**

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında atermal özellik gösteren martensitik fazın inceyapısı Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelendi. Fe-Ni-Pd alaşımına Mo eklenmesiyle martensite fazın mikro yapısında meydana getirdiği değişiklikler ve ana faz içinde oluşan kusurlar ortaya konuldu. Austenite ve martensite fazlar arasındaki kristalografik ilişkiyi ortaya çıkarabilmek için elektron kırınımı desenlerinden yararlanıldı.

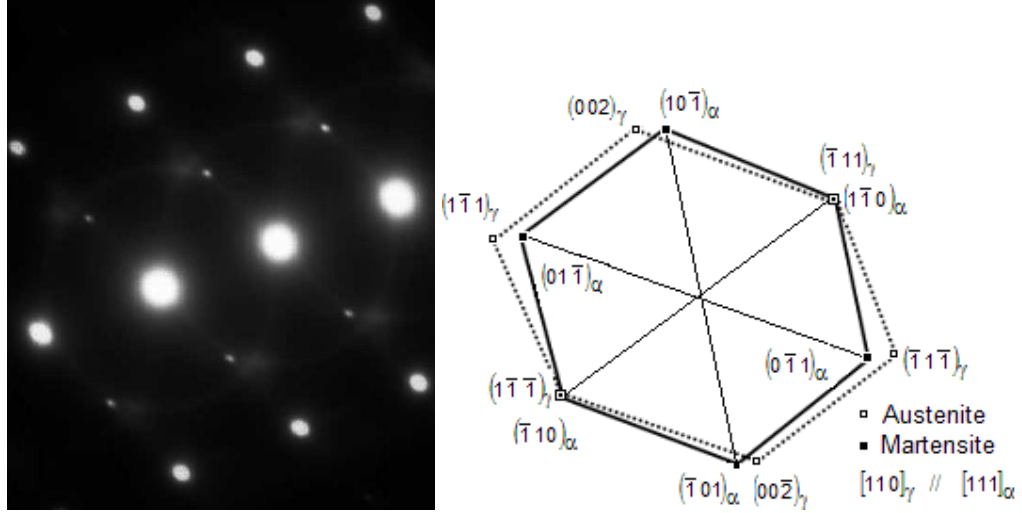
Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının 1100 °C de 6 saat ısıtılma işleminden sonra fırında soğutulan ve daha sonra sıvı azota atılarak martensitik faz dönüşümü gerçekleştirilen numunede oluşan martensite faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüsü Şekil 3.21.a. ve Şekil 3.21.b.' de gösterilmiştir. Şekil 3.21.a. ve Şekil 3.21.b.' de austenite faz A harfiyle, martensite faz ise M harfiyle gösterilmiştir. Şekil 3.21.a.'da seçilmiş (austenite ve martensite fazın her ikisinin de olduğu) bölgeden alınmış elektron kırınım deseni ve bunların indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.21.c.'de verilmiştir.



**Şekil 3.21.a.** Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında austenite ve martensite faza ait TEM aydınlık alan görüntüsü.



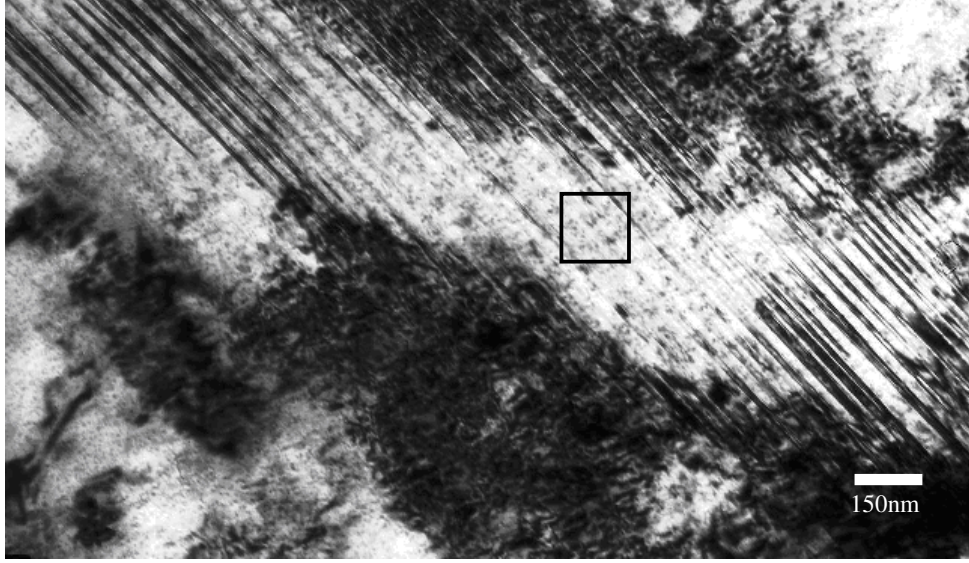
**Şekil 3.21.b.** Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında austenite ve martensite faza ait TEM karanlık alan görüntüsü.



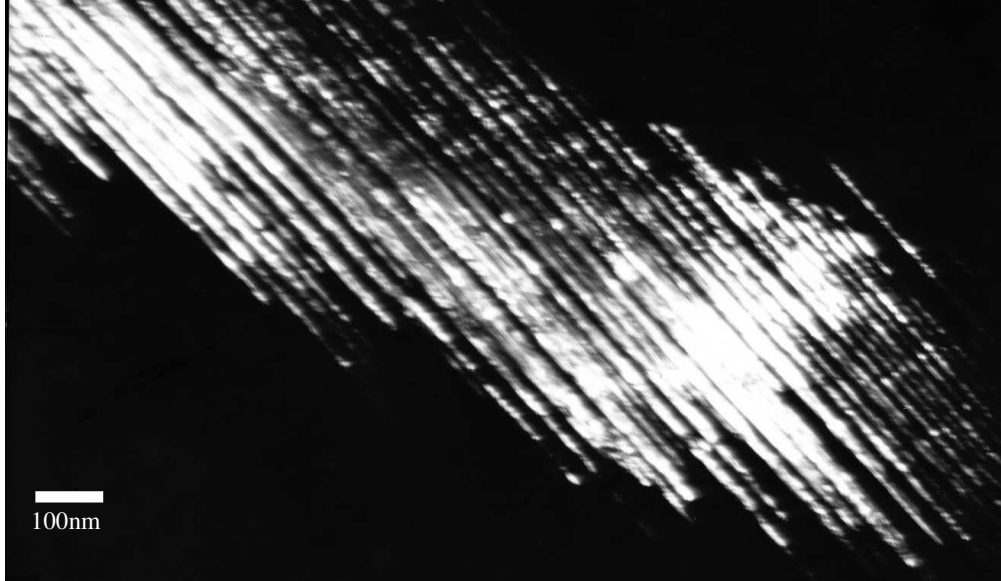
**Şekil 3.21.c.** Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında seçilmiş bölgeden alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

Şekil 3.21.c' de görüldüğü gibi b.c.c. martensite kristallerinin austenite yapıdan belirgin ve düz bir sınır ile ayrıldığı gözlemlenmiştir. Elde edilen elektron kırınım deseni incelendiğinde Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında martensite faz dönüşümünün, Kurdjumov-Sachs türüne ait  $(1\bar{1}0)_{\alpha} // (\bar{1}11)_{\gamma}$ ,  $[111]_{\alpha} // [110]_{\gamma}$  dönme bağıntılarına sahip olduğu bulunmuştur.

Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında, martensite fazın ikizlenmiş bölgesinden alınan aydınlık alan ve karanlık alan görüntüleri Şekil 3.22.a ve Şekil 3.22.b' de verilmiş olup, elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.22.c'de verilmiştir.

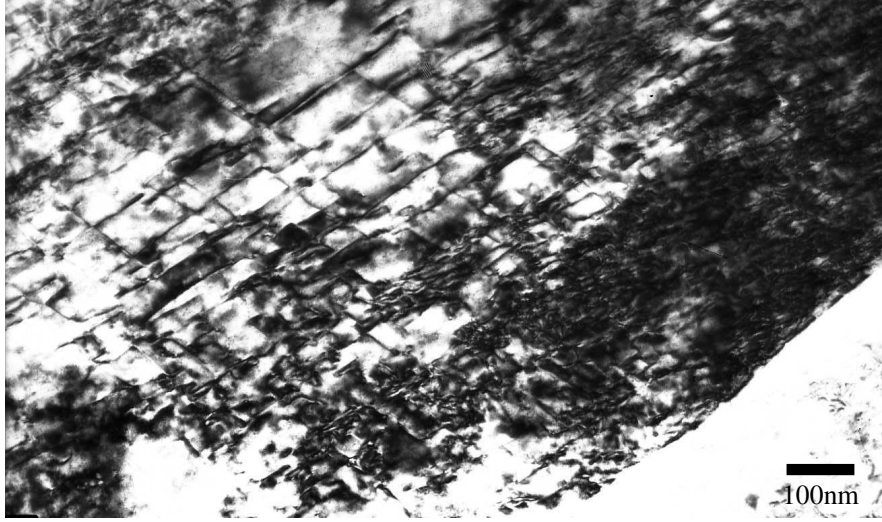


**Şekil 3.22.a.** Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin TEM aydınlık alan görüntüsü.



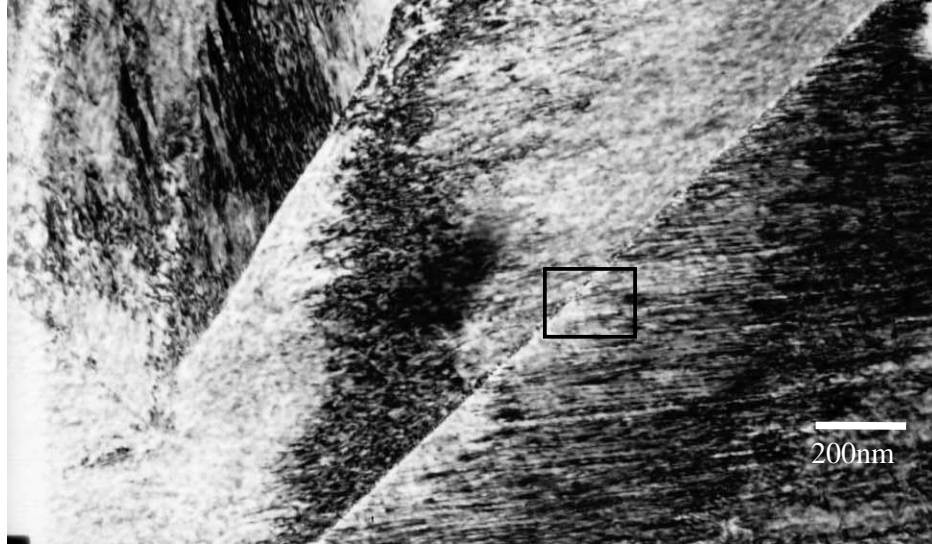
**Şekil 3.22.b.** Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin TEM karanlık alan görüntüsü.



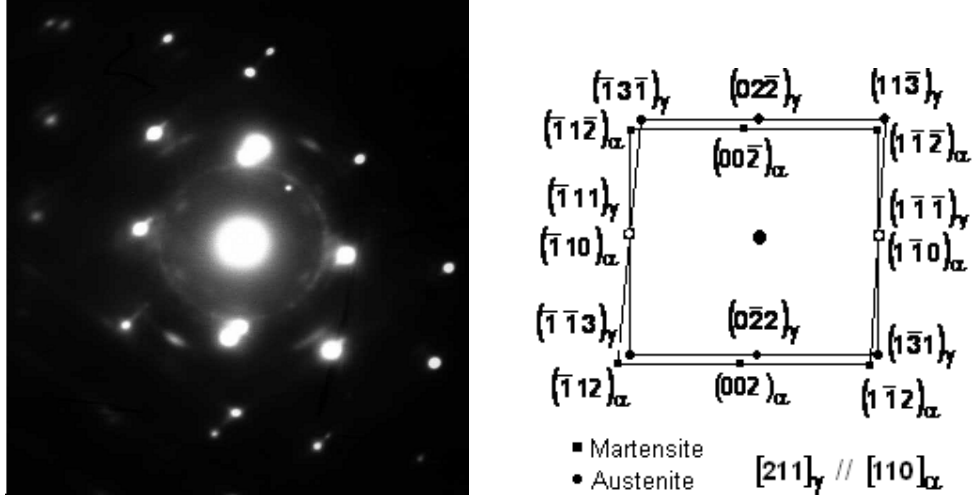


**Şekil 3.23.** Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında TEM'de gözlenen dislokasyon ağı.

Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında oluşan martensite faza ait TEM görüntüsü Şekil 3.24.a.' da gösterilmiş olup, austenite ve martensite fazın her ikisinin bulunduğu bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı Şekil 3.24.b' de verilmiştir.



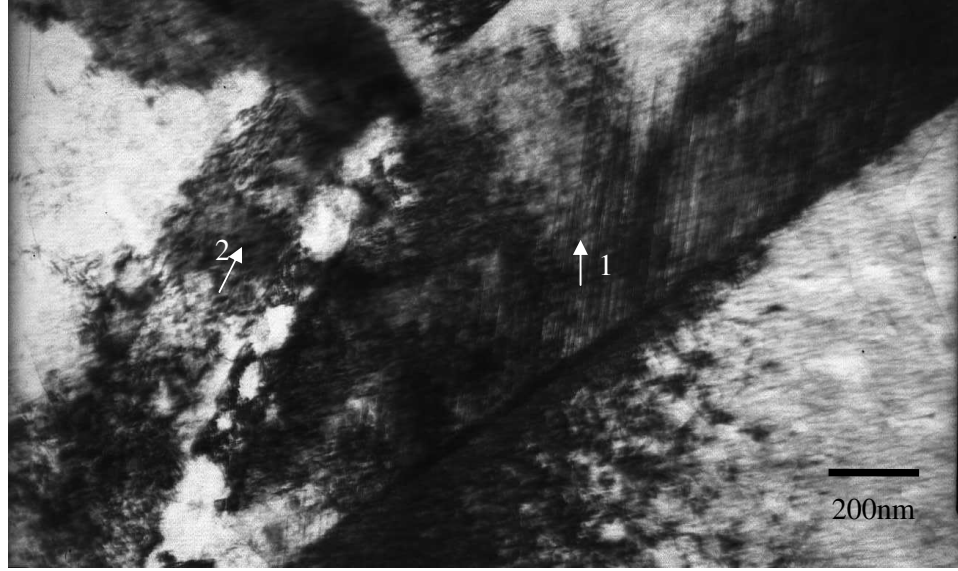
**Şekil 3.24.a.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında oluşan austenite ve martensite faza ait TEM aydınlık alan görüntüsü.



**Şekil 3.24.b.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında seçilmiş bölgeye ait elektron kırınım deseni ve indis diyagramı.

TEM çalışmaları sonucunda Şekil 3.24.a' da gösterilen martensite kristalinin, paralelkenar şekilli iç ikizlenmelere sahip olduğu görülmüştür. Kırınım deseni incelendiğinde austenite kristaline ait elektron demetinin doğrultusu  $[211]_{\gamma}$ , martensite kristaline ait elektron demetinin doğrultusu  $[110]_{\alpha}$  olduğu belirlenmiştir. Kırınım deseni incelendiğinde martensite ikizlenmelerinin, martensite kristal yapının  $\{112\}_{\alpha'} <111>_{\alpha'}$  sistemleri üzerinde meydana geldiği bulunmuştur. Bu sonuçlar düzlemler arasında K-S türünde yönelim bağıntısı  $(111)_{\gamma} // (110)_{\alpha'}$  olduğunu ortaya çıkarmıştır.

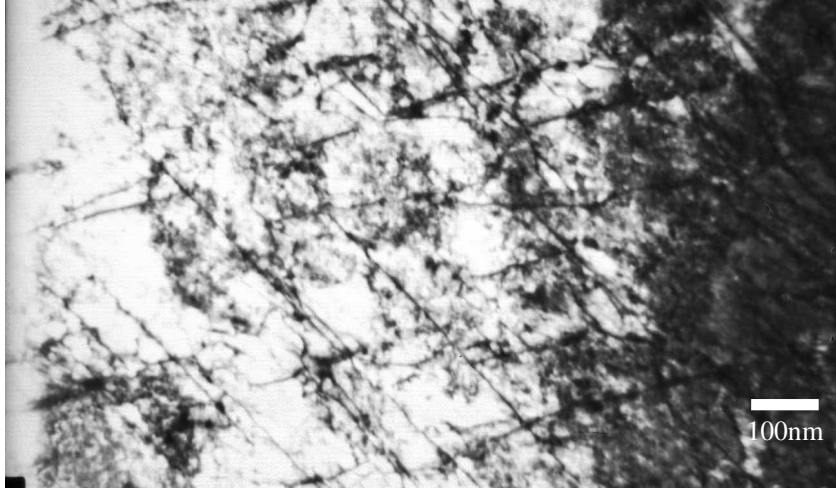




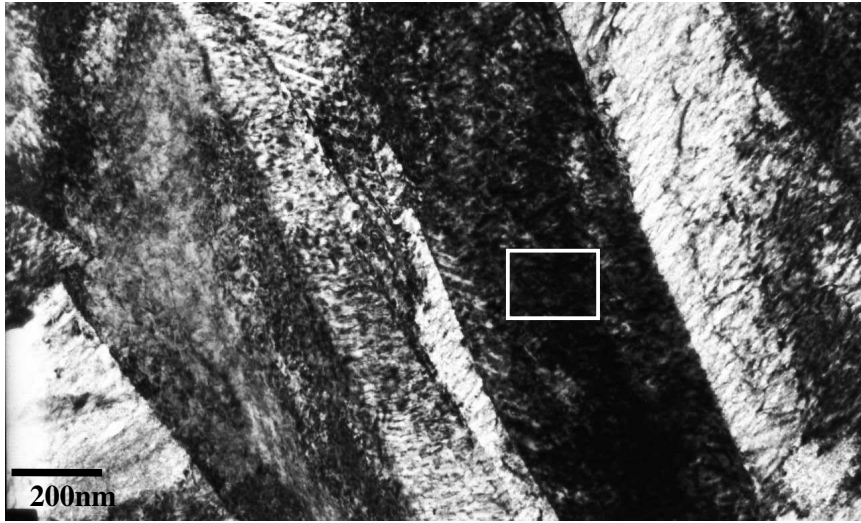
**Şekil 3.25.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında oluşan ikizlenme (1 nolu ok) ve dislokasyona (2 nolu ok) ait TEM aydınlık alan görüntüsü.

Şekil 3.25.' de 1 nolu ok ile martensite plaka içindeki iç ikizlenmeler, 2 nolu ok ile de dislokasyon ağı gösterildi ve dislokasyon ağının yoğunluğunun martensite sınırında arttığı belirlendi.

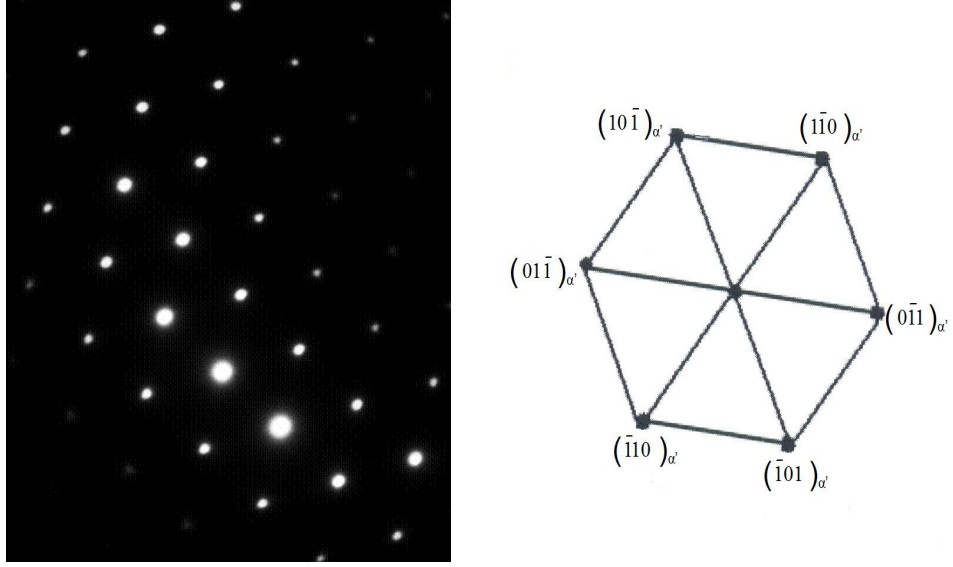
Martensite oluşumu ile ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modellerine göre, kristal yapı kusurları ana faz içinde yumaklar (tangles) şeklinde oluşur ve martensite çekirdeklenmesi bu dislokasyon yumaklarından kaynaklanır<sup>(12-14)</sup>. Şekil 3.26.'da Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında oluşan dislokasyon ağı görülmektedir.



**Şekil 3.26.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında dislokasyon ağının TEM görüntüsü.



**Şekil 3.27.a.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında oluşan austenite ve martensite faza ait TEM aydınlık alan görüntüsü.



**Şekil 3.27.b.** Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında oluşan martensite (seçilmiş) bölge üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

Şekil 3.27.b' de Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında martensite bölge üzerinden alınan elektron kırınım deseni ile indis diyagramı verilmiştir. Kırınım deseninden yapılan incelemeler sonucu, martensite için elektron demetinin yönü  $[111]_{\alpha'}$  olarak bulunmuştur.

Yaptığımız TEM çalışması sonucunda, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında meydana gelen martensitik faz dönüşümlerinin inceyapıları incelendi. Alınan TEM görüntülerine göre her iki alaşımda da martensite morfolojisinin aynı olduğu ve martensite kristallerinin iç ikizlenmelere sahip olduğu tespit edildi.

Morito ve arkadaşları<sup>(103)</sup> Fe-%31Ni ve Fe-%23Ni alaşımlarında dislokasyon yoğunluğunu incelemişler ve dislokasyon yoğunluğunun azalmasını kısmi ikizlenmenin artışına bağlamışlardır. Ayrıca Fe-%31Ni

alaşımında martensite'nin ikizlenmemiş bölgesindeki dislokasyon yoğunluğunun, Ni oranı %23 ve altındaki Fe-Ni alaşımlarında meydana gelen dislokasyon yoğunluğundan daha az olduğunu tespit etmişlerdir. Buna göre dislokasyon yoğunluğundaki artışla beraber ikizlenmede azalma meydana gelmekte ve alaşımın kompozisyon oranına bağlı olarak dislokasyon yoğunluğu değişmektedir. Yaptığımız çalışmada ise, Fe-Ni-Pd alaşımına Mo elementinin eklenmesiyle martensite plakaların genişlediği, iç ikizlenmelerin arttığı ve dislokasyon miktarının ise azaldığı gözlenmiştir.

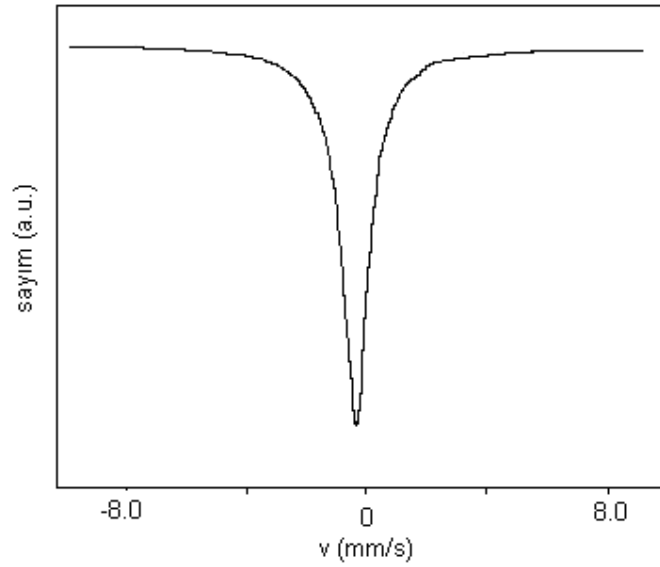
### **3.5. Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo Alaşımlarında Oluşan Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometresi İle İncelenmesi**

Mössbauer spektrometresi, metal ve metal alaşımlarında meydana gelen faz dönüşümlerinin manyetik özelliklerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biridir. Bu yöntem ile, austenite ve martensite yapıların manyetik özellikleri, çeşitli fiziksel etkenlerle oluşan martensite kristallerinin hacim yüzdeleri ve martensite fazın iç manyetik alanı kesin bir şekilde belirlenebilir.

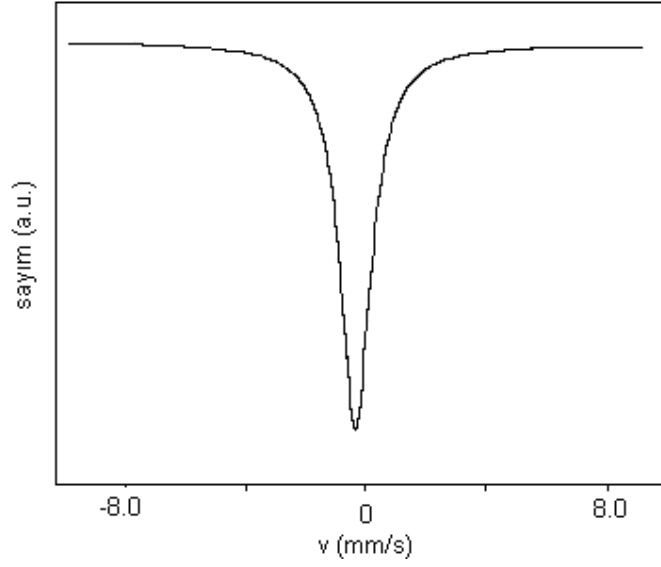
Fe bazlı alaşımlarda austenite fazı paramanyetik olduğunda, bu faz tek soğurma çizgisiyle, martensite fazı antiferromanyetik ya da ferromanyetik olduğunda ise altılı soğurma çizgisiyle karakterize edilir <sup>(104,105)</sup>.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımlarında oluřan austenite ve martensite fazın hacimce byklkleri, martensite faza ait i manyetik alan ve izomer kayma deęerleri Mssbauer spektrometresi ile belirlendi.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alařımlarına 1100 °C de 6 saat ısıl iřlemden sonra fırın ierisinde yavař soęutma sonucunda oluřan austenite fazı paramanyetik olduęundan, bu faz tek bir soęurma izgisiyle karakterize edilmiřtir. Őekil 3.28. ve Őekil 3.29.' da austenite faza ait Mssbauer spektrumları verilmiřtir.

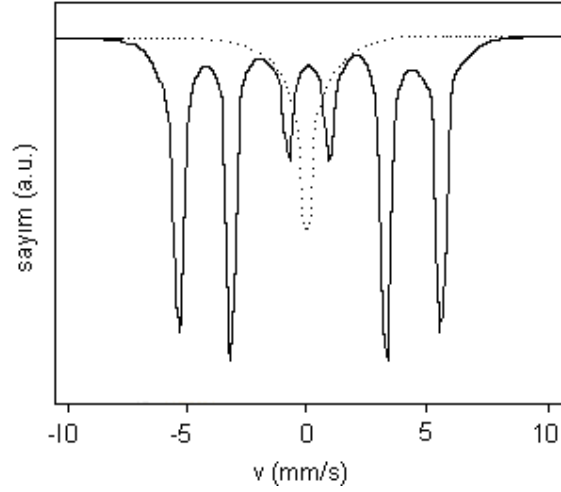


**Őekil 3.28.** 1100 °C sıcaklıęında 6 saat ısıl iřlem uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alařımının oda sıcaklıęında alınan austenite yapının Mssbauer spektrumu.

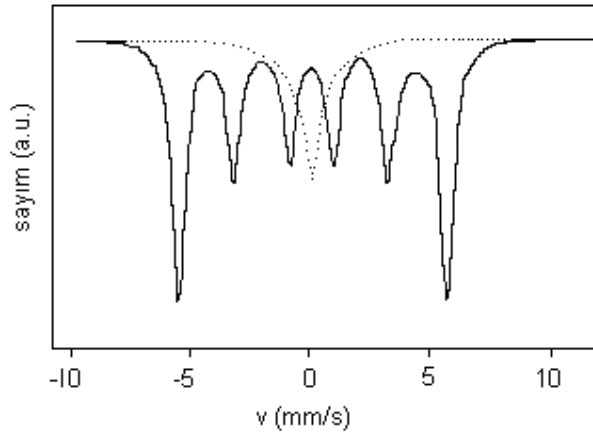


**Şekil 3.29.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.

Paramanyetik austenite fazda bulunan alaşımlar daha sonra sıvı azot içerisine atılarak atermal dönüşüm gerçekleşmiş ve Mössbauer spektrumları alınmıştır. Şekil 3.30. ve Şekil 3.31.'de gösterilen bu spektrumlarda martensite faz altı soğurma çizgisi ile tanımlanmıştır.



**Şekil 3.30.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite' in oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu.



**Şekil 3.31.** 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtma işlemi uygulanan Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısında oluşan martensite'in oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımları için yapılan ısıtma işlemi sonucunda oluşan austenite ve martensite faz için elde edilen hacim yüzdeleri (austenite-%A, martensite-%M), izomer kayma değerleri (austenite-

$\delta_A$ , martensite- $\delta_M$ ) ve martensite faz için iç manyetik alan ( $B_{iç}$ ) değerleri Çizelge 3.6.' da gösterilmiştir (fırında soğutma işlemine tabi tutulan numune “F.S.” ile; fırında soğutmadan sonra sıvı azota atılan numune ise “S.A.” ile belirtilmiştir).

**Çizelge 3.6.** Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarının Mössbauer Spektrometresinden elde edilen sonuçları.

Numune	Isıl işlem	%A	%M	$\delta_A$ (mm/s)	$\delta_M$ (mm/s)	$B_{iç}$ (T)
Fe-30Ni-1Pd	F.S.	100	-	$0,218 \pm 0,0050$	-	-
	S.A.	24,68	75,32	$0,095 \pm 0,0048$	$0,290 \pm 0,0096$	33,5
Fe-30Ni-1Pd-1Mo	F.S.	100	-	$0,180 \pm 0,0072$	-	-
	S.A.	13,13	86,87	$0,075 \pm 0,0044$	$0,494 \pm 0,0048$	32,0

Bu çalışma sonucunda, Fe-Ni-Pd ve Fe-Ni-Pd-Mo alaşımlarına uygulanan ısıl işlemlerin aynı olmasına rağmen alaşımlardaki martensite yüzdelerinin farklı olduğu tespit edilmiştir. Bu farklılığın, alaşımlardaki tane boyutlarından ve Fe-Ni-Pd alaşımına eklenen molibden elementinden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Mössbauer spektrumlarından alınan sonuçlara göre molibden elementinin eklenmesiyle martensite hacim yüzdesinin arttığı; martensite faz için iç manyetik alan değerinin ise azaldığı gözlenmiştir (Çizelge 3.6.).

Araştırmacılar, Fe-15Ni-C ve Fe-14.3Mn-3.7Mo alaşımlarında tane boyutu arttıkça oluşan martensite yoğunluğunun arttığını göstermişlerdir<sup>(5,106)</sup>. Yaptığımız çalışma sonucunda martensite yüzdesinin artmasıyla martensite faza ait iç manyetik alan değerinin azaldığı görülmüştür.

#### 4. SONUÇ

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında oluşan austenite-martensite faz dönüşümünün morfolojik, kinetik, yapısal ve kristalografik özellikleri incelendi. Martensitik faz dönüşümlerinin üç tür etki ile oluştuğu bilinmektedir. Bunlar termal, dış zor ve her iki fiziksel etkinin birlikte uygulanmasıdır. Yaptığımız çalışmada her iki alaşımda bu etkilerden sadece termal etki uygulanması sonucunda martensitik dönüşüm elde edildi. Isıl işlem sonrası alaşımlar da meydana gelen fazlara ait örgü parametreleri ve ana düzlemler X-ışınları difraktometresi ile, austenite→martensite ve martensite→austenite faz dönüşümlerinin kinetik özellikleri DSC ile, yüzey incelemeleri SEM ile, kristalografik ve inceyapı özellikleri TEM ile, oluşan fazların manyetik özellikleri ve bu fazların hacim yüzdeleri Mössbauer spektrometresi ile belirlendi.

XRD ölçümleri sonucunda, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarına ait austenite ve martensite fazların örgü parametreleri ile bu fazlara ait ana düzlemler tespit edildi. Her iki alaşımda da gözlenen austenite faza ait ana düzlemlerin  $(111)_{\gamma}$ ,  $(200)_{\gamma}$ ,  $(220)_{\gamma}$  ve  $(311)_{\gamma}$  olduğu belirlendi (Şekil 3.13., 3.14.). Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının austenite faza ait örgü parametresi  $\langle a_{\gamma} \rangle = 3.5712 \text{ \AA}$  olarak; Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının austenite faza ait örgü parametresi ise  $\langle a_{\gamma} \rangle = 3.5705 \text{ \AA}$  olarak belirlendi. Austenite fazda bulunan numunelerin sıvı azota atılarak termal etki ile elde

edilen martensitik faz dönüşümüne ait ana düzlemlerin  $(110)_\alpha$ ,  $(200)_\alpha$ ,  $(211)_\alpha$  ve  $(220)_\alpha$  olduğu belirlendi (Şekil 3.15., 3.16.). Bu ölçüm sonuçlarına göre Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında oluşan martensite fazın örgü parametresi  $\langle a_\alpha \rangle = 2,8615 \text{ \AA}$ , Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında oluşan martensite faza ait örgü parametresi ise  $\langle a_\alpha \rangle = 2,8630 \text{ \AA}$  olarak hesaplandı.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımalarında görülen austenite→martensite ve martensite→austenite faz dönüşümlerinin kinetik özelliklerini belirlemek için DSC (Differential Scanning Calorimetry) analizleri yapıldı ve martensite başlama sıcaklığı ( $M_s$ ), austenite başlama sıcaklığı ( $A_s$ ) ve austenite bitiş sıcaklığı ( $A_f$ ) tespit edildi.

1100 °C de 6 saat ısıtma işlemi gören ve fırında soğutulan Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının oda sıcaklığında austenite faz yapısına sahip olduğu görüldü. Yapılan deneyde sıcaklık aralıkları, soğutma işlemi için (20 °C) - (-150 °C), ısıtma işlemi için (20 °C) - (500 °C) olacak şekilde tercih edildi.

Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının martensite başlama sıcaklığını ( $M_s$ ) tespit etmek için alaşımın sıcaklığı 20 °C' den (-150 °C)' ye kadar dakikada 5 °C' lik bir azalma ile soğutuldu. Sonra alaşım 20 °C' den 500 °C' ye kadar dakikada 5 °C'lik bir artışla ısıtılarak  $A_s$  ve  $A_f$  sıcaklıkları belirlendi. Bu şekilde Fe-%30Ni-%1Pd alaşımına ait numuneye üç döngü yapıldı. Yapılan her döngü sonrası alınan  $M_s$  sıcaklıkları sırasıyla -33 °C, -37 °C ve -47 °C olarak ölçüldü. (Şekil 3.1., Şekil 3.3. ve Şekil 3.5.). Elde edilen ısı akışı-sıcaklık grafikleri incelendiğinde  $M_s$  sıcaklığının keskin bir pik vererek oluştuğu tespit

edildi. Bu pik ise dönüşümün atermal özellikte ve patlama şeklinde meydana geldiğini gösterdi.

Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının kinetik özellikleri benzer şekilde araştırıldı. Bu alaşım için  $M_s$  sıcaklıkları sırasıyla -61 °C, -75 °C ve -78 °C olarak bulundu (Şekil 3.7., 3.9., 3.11.). Bu alaşım içinde ısı akışı-sıcaklık grafikleri incelendiğinde; austenite→martensite faz dönüşümlerinin martensite başlama sıcaklığında ( $M_s$ ) keskin bir pikle karakterize edilen, atermal özellikli ve patlama şeklinde meydana geldiği belirlendi.

Her iki alaşım için uygulanan termal döngü sayısı arttıkça  $M_s$  sıcaklıklarının düştüğü görüldü. Yapılan her döngü sonrası  $M_s$  sıcaklığındaki düşme tane boyutlarındaki küçülmeye bağlıdır ve tane boyutlarındaki küçülme de ilk patlama derecesinde azalma meydana getirir<sup>(20)</sup>. Her döngü sonrası, austenite tane yapısındaki küçülmenin bir sonucu olarak austenite→martensite faz dönüşümü için gerekli olan sürücü kuvvet yükselir. Yükselen sürücü kuvveti elde etmek için de  $M_s$  sıcaklığı düşer.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında yapılan termal döngüler sonucunda belirlenen austenite başlama ve bitiş sıcaklıklarını ( $A_s$ ,  $A_f$ ) veren grafikler Fe-%30Ni-%1Pd alaşımı için Şekil 3.2, 3.4. ile 3.6.' da ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımı için Şekil 3.8., 3.10. ve 3.12' de verildi. Bu analizlere göre her iki alaşıma uygulanan termal döngüler sonucunda austenite başlama ve bitiş sıcaklıklarının ( $A_s$ ,  $A_f$ ) değişmediği görüldü. Buna göre her iki alaşımda da austenite'nin stabilize olduğu belirlendi. Bu sonuca göre her termal döngü sonrası martensite→austenite

ters dönüşümü nedeniyle dislokasyonlar artmış ve buna bağlı olarak austenite stabilize olmuştur<sup>(22)</sup>.

DSC sonuçlarına göre, Fe-%30Ni-%1Pd alaşımına eklenen Mo elementinin  $M_s$  sıcaklığını düşürdüğü gözlemlendi. Mo elementinin etkisiyle tane boyutundaki artmaya rağmen  $M_s$  sıcaklığı azaldı. Bununla beraber alaşım içinde martensite çekirdeklenmesine sebep olan kusurların artması  $M_s$  sıcaklığını düşürür<sup>(99)</sup>.

Yaptığımız DSC çalışmasında Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında literatür ile benzer sonuçlar elde edildi. Martensite faz dönüşümü her döngüde atermal özellikli ve patlama şeklinde meydana geldi. Döngü sayısı arttıkça bir önceki patlama derecesine göre azalma görüldü ve buna bağlı olarak oluşan martensite miktarı azaldı.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımları 1100 °C de 6 saat ısıtılardan sonra fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutuldu ve alaşımların yüzey incelemeleri için SEM kullanıldı (Şekil 3.17. ve Şekli 3.18.). Yapılan yüzey incelemelerinde her iki alaşımın austenite kristal taneciklerine sahip olduğu belirlendi. Fe-%30Ni-%1Pd alaşımında ortalama tane boyutu 250 µm; Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında ise ortalama tane boyutu 400 µm olarak ölçüldü. Yaptığımız SEM incelemelerinde numunelerin ortalama tane boyutları karşılaştırıldığında Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımının ortalama tane boyutunun, Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının ortalama tane boyutundan yaklaşık 150 µm kadar fazla olduğu görüldü. Her iki alaşıma uygulanan ısıtılardan aynı olmasına rağmen kristal taneciklerinin

hacimlerinde farklılıklar meydana geldi. Bu farklılıklar ise kristal taneciklerinin haciminin alaşımların kompozisyonuna bağlı olarak değiştiğini gösterdi.

Bu çalışmadan sonra termal etki ile meydana gelebilecek austenite→martensite faz dönüşümleri için oda sıcaklığında tutulan numuneler sıvı azot (-196 °C) sıcaklığında 8-10 sn tutularak soğutuldu. Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında elde edilen atermal özellik gösteren martensitik faz dönüşümlerinin yüzey incelemeleri SEM ile yapıldı (Şekil 3.19. ve Şekil 3.20.). Yapılan incelemeler sonucunda martensite plakalarının tane sınırlarına doğru incelenerek durduğu ve plakaların genişgüzel bir dağılım gösterdiği görüldü.

Her iki alaşımda meydana gelen martensitik faz dönüşümlerinin yüzey incelemelerine göre Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında martensite'nin morfolojisinin aynı olduğu ancak Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında martensite plakalarının genişlediği ve martensite miktarının arttığı görüldü.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında atermal özellik gösteren martensitik fazların inceyapıları Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelendi. Ayrıca Fe-Ni-Pd alaşımına molibden elementinin eklenmesiyle bu alaşımda meydana gelen inceyapı değişiklikleri ve her iki alaşım için ana fazda oluşan kusurlar ortaya konuldu. Austenite ve martensite fazlar arasındaki kristalografik ilişkiyi ortaya çıkarabilmek için elektron kırınımı desenlerinden yararlanıldı.

Her iki alaşımda oluşan b.c.c. martensite kristallerinin austenite yapıdan belirgin ve düz bir sınır ile ayrıldığı görüldü. Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının martensite faz dönüşümünün aydınlık alan görüntüsü Şekil 3.21.a., karanlık alan görüntüsü Şekil 3.21.b ve bu bölgeye ait kırınım deseni ile indislenmiş anahtar diyagramı Şekil 3.21.c.' de verildi. Elde edilen kırınım deseni incelendiğinde dönüşümün Kurdjumov-Sachs türüne ait  $(1\bar{1}0)_{\alpha'}/(\bar{1}11)_{\gamma}$ ,  $[111]_{\alpha'}/[110]_{\gamma}$  dönme bağıntılarına sahip olduğu bulundu.

Fe-%30Ni-%1Pd alaşımının başka bir bölgesinden alınan martensite fazda meydana gelen ikizlenmenin aydınlık alan ve karanlık alan görüntüleri Şekil 3.22.a. ve Şekil 3.22.b.' de verildi. İkizlenmiş bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indis diyagramı ise Şekil 3.22.c.' de verildi. Elde edilen kırınım deseni incelendiğinde martensite kristalinin iç yapısının  $\{112\}_{\alpha}$  dönüşüm ikizlerinden oluştuğu bulundu. Şekil 3.22.a.' da görülen ve aynı doğrultuda yönelmiş siyah ince plakalar  $(112)_{\alpha}$  düzlemine paraleldir. Bu alaşımda oluşan dislokasyon ağları ise Şekil 3.23.' de gösterildi.

Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımında oluşan martensite faza ait TEM görüntüsü Şekil 3.24.a.' da gösterilmiş olup, austenite ve martensite fazın her ikisinin bulunduğu bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indis diyagramı Şekil 3.24.b.'de verildi. Şekil 3.24.'de gösterilen martensite kristalinin, paralelkenar şekilli iç ikizlenmelere sahip olduğu görüldü. Kırınım deseni incelendiğinde austenite kristaline ait elektron demetinin doğrultusu  $[211]_{\gamma}$ ,

martensite kristaline ait elektron demetinin doğrultusu  $[110]_{\alpha'}$  olduğu belirlendi. Kırınım deseni incelendiğinde martensite ikizlenmelerinin, martensite kristal yapının  $\{112\}_{\alpha'} <111>_{\alpha'}$  sistemleri üzerinde meydana geldiği bulundu. Bu sonuçlar, düzlemler arasında K-S türünde yönelim bağıntısı  $(111)_{\gamma} // (110)_{\alpha'}$  olduğunu ortaya çıkardı. Bu alışımda meydana gelen dislokasyon ağı ise Şekil 3.26.' da gösterildi.

Yaptığımız TEM çalışması sonucunda, Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında martensite morfolojisinin aynı olduğu, martensite kristallerinin iç ikizlenmelere sahip olduğu tespit edildi. Fe-Ni-Pd alaşımına Mo elementinin eklenmesiyle martensite plakaların genişlediği, iç ikizlenmelerin arttığı ve dislokasyon miktarının ise azaldığı gözlemlendi.

Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarında termal etkiyle meydana gelen martensite faza ait hacim yüzdeleri, martensite fazın iç manyetik alan ve izomer kayma değerleri Mössbauer spektrometresi yöntemi kullanılarak bulundu. Her iki alaşımın austenite fazına ait Mössbauer spektrumlarının paramanyetik olduğu belirlendi (Şekil 3.28., Şekil 3.29.). Martensitik faz dönüşümü meydana gelen alaşımların, ferromanyetik ya da antiferromanyetik özellikli spektrum verdiği görüldü (Şekil 3.30., Şekil 3.31.). Çizelge 3.6.' da gösterilen Mössbauer sonuçlarında Fe-%30Ni-%1Pd ve Fe-%30Ni-%1Pd-%1Mo alaşımlarına uygulanan ısı işlemlerin aynı olmasına rağmen alaşımlardaki martensite yüzdelerinin farklı olduğu ve molibden elementinin eklenmesiyle martensite hacim yüzdesinin arttığı tespit edildi.



Ayrıca martensite miktarının artması ile martensite faza ait iç manyetik alan değerinin azaldığı, buna karşılık izomer kayma değerinin arttığı belirlendi.

## KAYNAKLAR

- 1- T. Burakowski, T. Wierzchoń, Surface Engineering of Metals Principles, Equipment, Technologies, CRC Pres, Washington D.C., (1999).
- 2- A.R.Troiano, A.B. Greninger, Metal Progress, **50**, 303(1946).
- 3- W. C. Roberts Austen, An Introduction to the Study of Metallurgy, Charles Griffin Company, London, (1891)
- 4- Joseph R. Davis, Metals Handbook Desk Edition, ASM International, (1998).
- 5- Z. Nishiyama, Martensitic Transformations, Academic Press, London, 1978.
- 6- T. N. Durlu, F.Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi, **13**(1), 1(2001).
- 7- H.K.D.H. Bhadeshia, M. Dechamps, L.M. Brown, Acta Metall., **29**, 1473(1981).
- 8- G. B. Olson, M. Cohen, Metall. Trans.A, **14A**, 1057(1983).
- 9- T. Wada, T. Tagawa, M. Taya, Scripta Mater., **48**, 207(2003).
- 10- H. Kitihara, M. Ueda, N. Tsuji, Y. Minamino, Mater. Sci. Forum, **512**,117(2006).
- 11- S. Banerjee and P. Mukhopadhyay, Phase Transformations, Pergamon Materials Series, Elsevier Science, (2007)
- 12-G. B. Olson and M. Cohen, Metallurgical Transaction A, **7**, 1897(1976).
- 13-G. B. Olson and M. Cohen, Metall. Trans. A, **7A**, 1905(1976).
- 14-G. B. Olson and M. Cohen, Metall. Trans. A, **7A**, 1915(1976).

- 15-L. Kaufman and M. Hillert, ASM International, First Edition, Number 1, **Part 5**, 59-96(1992).
- 16-L. Kaufman and M. Cohen. Trans. AIME, J. Metals,**206**,1393(1956).
- 17-R. L. Patterson and C. M. Wayman, Acta Metallurgica,**14**, 347-366(1966).
- 18-T. Maki and C. M. Wayman, Metallurgical Trans. A,**7A**,1511(1976).
- 19-S. Kajiwara and T. Kikuchi, Philosophical Magazine A, **48**, 509(1983).
- 20-C. Hayzelden and B. Cantor, Acta Metal, **34**, 233(1986).
- 21-T. N. Durlu, J. Mater. Sci. Lett., **14**, 1251(1995).
- 22- S. B. Seo, D. S. Leem, J. H. Jun, C. S. Choi, ISIJ International, **41**, 350(2001).
- 23-J. L. Nilles and W. S. Owen, Metallurgical Transactions, **3**,1877(1972).
- 24-T. N. Durlu, Acta Metallurgica, **26**,1855-1861(1978).
- 25-T. N. Durlu and J. W. Christian, Acta Metallurgical, **27**, 663(1979).
- 26-K. Sridharan, F.J. Worzala and R.A. Dodd, Materials Chemistry and Physics, **30**,115(1991).
- 27-P. YU. Volosevitch, V. V. Girzhon, V. E. Danil'chenko, Scripta Materialia, **37**, 977(1997).
- 28-N. Navruz and T. N. Durlu, Journal of Material Science Letters, **18**, 959(1999).
- 29-H. Kitihara, N. Tsuji and Y. Minamino, Materials Science and Eng. A, **438-440**, 233(2006).
- 30-T. Y. Hsu, Materials Science and Eng. A, **438-440**, 64(2006).
- 31-B. Han and Z. Xu, Materials Science and Eng. A, **431**,109-113(2006).
- 32-J. R. C. Guimarães, Materials Science and Eng. A, **475**, 343(2008).

- 33-J. W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, (1975).
- 34-T. Wada, T. Tagawa and M. Taya, Scripta Materialia, **48**, 207(2003).
- 35-M. Dikici, Fe Alaşımlarının Austenite – Martensite Dönüşümlerinde Çekirdeklenme Olayı, Yüksek Lisans Tezi, F.Ü. Fen Bil. Enst. Elazığ,1980.
- 36- C. S. Barret, T. B. Massalski, Structure of Metals, Pergamon Press, Oxford, 1980.
- 37- G. B. Olson and W. S. Owen, Martensite, The Materials Information Society, New York, 1992.
- 38- R. F. Bunshah and R. F. Mehl, Trans. AIME, Journoul of Metals,**5**, 1251 (1953).
- 39-T. Kakeshita, K. Kuroiwa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi and M. Date, Mater. Trans., JIM, **34**, 415(1993).
- 40- K. Wakasa and C.M. Wayman, Scripta Metallurgica, **13**,1163(1979).
- 41- J. Singh and C. M. Wayman, Materials Science and Eng. A, **93**, 227(1987).
- 42-I. Karaman, H. Sehitoglu, H.J. Maier, and M. Balzer, Metall. Mater. Trans., **29A**, 427(1998).
- 43-I. Karaman, H. Sehitoglu, K. Call, Y. I. Chumlyakov and H. J. Maier, Acta mater., **48**, 1345(2000).
- 44-C.M. Wayman and K. Wakasa, Metallography,**14**, 37(1981).
- 45- K.E. Easterling and D.A. Porter, Phase Transformation in Metals and Alloys, VNR Co. Ltd., London, 1982.

- 46- X.Q. Zhao and Y.F. Han, Metallurgical and Materials Transactions A, **30A**, 884(1999).
- 47- L. Kaufman and M. Cohen, Progress in Metal Physics, **7**, 165(1958).
- 48- P.J. Fisher and D.J.H. Corderoy, Metallurgical Transactions A, **10A**, 1421(1979)
- 49-T. Maki, S. Shimoaka, S. Fujiwara and I. Tamura, Trans. JIM, **16**,35 (1975).
- 50-S. Kajiwara, In Proc. ICOMAT-82, Leuven, Belgium, Journal De Pysique, **43**, C4-97(1982).
- 51-J. W. Christian, Metall. Trans. A, **14A**, 1237(1983).
- 52-T. Kikuchi, S. Kajiwara and Y. Tomota, Mater. Trans., JIM, **36**, 719(1995).
- 53-J.W. Christian, ICOMAT, Cambridge, Massachusetts, USA, (1979).
- 54-Y. T. Hsu and X. Zuyao, Mater. Sci. Eng., **A273-275**, 494(1999).
- 55- I.YA. Georgiva and I.I. Nikitina, Trans. Metallov, **5**, 68(1972).
- 56-I.YA. Georgiva and O.P. Maksimova, Fiz. Metals Metalloved, **32**, 364(1971).
- 57- T. N. Durlu and J. W. Christian, Metal Sci., **8**, 1(1974).
- 58- J. W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, Third Edition, **Part 2**, London, 2002.
- 59-B. C. Maji, M. Krishnan and V. V. Rama Rao, Metall. Mater. Trans., **34A**, 1029(2003).
- 60-J. W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, Third Edition, **Part 1**, London, 2002.

- 61-J. H. Yang, H. Chen, C. M. Wayman, Metall. Trans. A, **23A**, 1431(1992).
- 62-J. H. Yang, H. Chen, C. M. Wayman, Metall. Trans. A, **23A**, 1439(1992).
- 63-J. H. Yang, C. M. Wayman, Metall. Trans. A, **23A**, 1445(1992).
- 64-S. Kajiwara, Mater. Sci. Eng, **A273-275**, 67(1999).
- 65-Bruce Chalmers, Progress in Metal Physics 3, Pergamon Press Ltd., London, 1952.
- 66-M. Sum, Variant Selection During the Austenite to Martensite Transformation, Master Theses, McGill University, Montreal, Canada, 1998.
- 67- D.Hull, Introduction to Dislocations, Pergamon Press, London, 1965.
- 68-C. M. Wayman, Introduction to The Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillan Company, New York, 1964.
- 69-A. G. Khachaturyan, Theory of Structural Transformations in Solids, John Wiley&Sons, New York, 1983.
- 70-C. M. Wayman, J. Less-Common Metals, **28**, 97(1972).
- 71-H. K. D. H. Bhadeshia, ISIJ International, **42**, 1059(2002).
- 72- M.S. Wechsler, D.S. Lieberman and T.A. Read, Trans. AIME, Journal of Metals, **197**, 1503(1953).
- 73- J.S. Bowles and J.K. Mackenzie, Acta Metallurgica, **2** , 129(1954).
- 74-J.K. Mackenzie and J.S. Bowles, Acta Metallurgica, **2** ,138(1954).
- 75-J.S. Bowles and J.K. Mackenzie, Acta Metallurgica, **2** , 224(1954).
- 76-J.K. Mackenzie and J.S. Bowles, Acta Metallurgica, **5**, 137(1957).

- 77-R.W.K. Honeycombe, The Plastic Deformation of Metals Second Edition, Edward Arnold Ltd., London, 1968.
- 78-M.P. Butron Guillen, C.S. da Costa Viana and J.J. Jonas ICOTOM11, **1**, 604(1996).
- 79-M.P. Butron Guillen, C.S. da Costa Viana and J.J. Jonas, **28A**, 1755(1997).
- 80-M.Sum, M.P. Butron Guillen, C.S. da Costa Viana and J.J. ITAP, Materials Science Forum, **157**, 273(1998).
- 81-M.P. Butron Guillen, C.S. da Costa Viana and J.J. Jonas, ITAP, Materials Science Forum,**151**, 273(1998).
- 82-Chen Zhu, Tempering of Engineering Steels, Oxford Materials, 2005.
- 83-N.D.H. Ross and A.G. Crocker, Acta Metallurgica, **18**, 405(1970).
- 84- A.F. Acton and M. Bevis, Material Science and Engineering, **5**, 19(1969-70).
- 85-D. P. Dunne and C. M. Wayman, Metal Transactions, **2**, 2327(1971).
- 86-L. May, An Introduction to Mössbauer Spectroscopy, Plenum Press., New York, 1971.
- 87-G. K. Wertheim, Mössbauer Effect, Principles and Applications, Academic Press, 1964.
- 88-B. Tanyel, Nükleer Fizik, Ege Üniversitesi Fen Fak. Ders Kitapları Serisi, No.139, 1997.
- 89-G. M. Bancroft, Mössbauer Spectroscopy, McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, Maidenhead-Berkshire England, 1973.

- 90- P. Gütlich, R. Link, A. Trautwein, Mössbauer Spectroscopy in Inorganic Chemistry Concepts, Vol.3, Springer, Berlin-Heidelberg-New York, 1978.
- 91- U. Gonser, Mössbauer Spectroscopy in Topics in Applied Physics, Vol.5, Berlin-Heidelberg-New York, 1975.
- 92- H. Semat, Atom ve Çekirdek Fiziğine Giriş, Ankara Üniversitesi Basımevi, Ankara, 1997.
- 93- A. Gedikoğlu, Atom ve Çekirdek Fiziğine Giriş, Ekonomist Yayınevi, Ankara, 1978.
- 94-N. Durlu, Mössbauer Study of Fe-%1V Alloys, Y.L.T., O.D.T.Ü. Fen Bil. Enst., Ankara, 1982.
- 95- O. C. Kistner and A. W. Sunyer, Phys. Rev. Letters, **4**, 412(1960).
- 96-G. Busch and H. Schade, Lectures on Solid State Physics, Pergaman Press, London, 1976.
- 97-R. Jenkins, X-ray Techniques: Overview. In Encyclopedia of Analytical Chemistry. 13269-13288. Ed: by R.A. Meyers, John Wiley&Sons Ltd., Chichester, 2000.
- 98-Y. Motohashi, K. Ohsawa, T. Hoshiya, Y. Okamoto and M. Ohmori, J. Jpn. Inst. Met., **55**, 132(1991).
- 99-B. H. Jiang, L. Sun, R. Li, and T. Y. Hsu, Scripta Metall. Mater., **33**, 63(1995).
- 100- S. K.Gupta and V. Raghavan, Acta Metallurgica, **23**,1239(1975).
- 101- T. Shiming, L. Jinhai and Y. Shiwei, Scripta Metall. Mater., **25**, 2613(1991).



- 102- P. Visvesvaran, Metallurgical and Materials Transactions A, **27**,973-980(1996).
- 103- S.Morito, J. Nishikawa and T. Maki, ISIJ Int.,**43**, 1475(2003).
- 104- İ. Akgün, A. Gedikoğlu and T. N. Durlu, J. Mater. Sci., **17**, 3479(1982).
- 105- T. N. Durlu, J. Mater. Sci. Lett., **11**, 702(1992).
- 106- T. N. Durlu, J. Mater. Sci. Lett., **16**, 320(1997).

## ÖZGEÇMİŞ

1980 yılında Çankırı' da doğdu. İlk ve orta öğrenimini Çankırı'da, lise öğrenimini İzmir'de tamamladı. 1998 yılında girdiği Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünden 2002 yılında mezun oldu. Aynı yıl Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans Programı'na başladı ve 2004 yılında mezun oldu. 2002 yılında Kırıkkale Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak göreve başladı. 2004 yılında Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Doktora Programı'na başladı. Halen Kırıkkale Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak çalışmalarını sürdürmektedir.