

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

Fe-%30Ni-%XMo ALAŞIMLARINDA ATERMAL VE İZOTERMAL
MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ

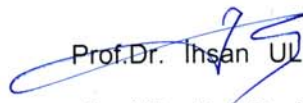
ERDEM YAŞAR

TEMMUZ 2005


Fen Bilimleri Enstitü Müdürünün onayı.


Prof. Dr. Yakup ARICA
Müdür

Bu tezin ~~Yüksek Lisans~~ / Doktora tezi olarak ~~... Fizik~~ Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylım.


Prof. Dr. İhsan ULUER
Anabilim Dalı Başkanı

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


Prof. Dr. Tahsin Nuri DURLU
Danışman

Jüri Üyeleri

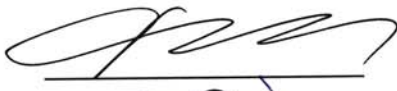
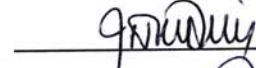
Prof. Dr. Tahsin Nuri DURLU

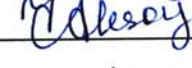

Prof. Dr. Hüseyin AKTAŞ

Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

Prof. Dr. İlhan AKSOY

Doç. Dr. Mehmet KABAK

ÖZET

Fe-%30Ni-%XMo ALAŞIMLARINDA ATERMAL VE İZOTERMAL MARTENSİTİK FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YAŞAR, Erdem

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Doktora Tezi

Danışman : Prof. Dr. Tahsin Nuri Durlu

TEMMUZ 2005, 117 sayfa

Fe-%30Ni-%XMo ($x=0.8, 1.8, 2.6, 3.6$ ve 5) alaşımında gözlenen atermal ve izotermal özellikli martensitik faz dönüşümlerinin morfolojik, kristallografik ve manyetik özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak araştırılmıştır. Fe-%30Ni-%XMo alaşımlarında austenite fazdan martensite faza geçiş Mo elementinin oranına bağlı olarak hem atermal hem de izotermal özellik göstermekte olup, izotermal martensitik fazın ilk oluşumu ve zaman içerisinde büyümesi, oluşum esnasında Taramalı Elektron Mikroskobu(SEM) ve Geçirmeli Elektron Mikroskobu(TEM) kullanılarak incelenmiştir. Austenite fazı içerisinde atermal ve izotermal olarak oluşan martensite fazı arasında Kurdjumov-Sachs türü kristalografik dönme

bağıntısının var olduğu ve habit düzleminin $\{252\}_\gamma$ olduğu bulundu. Fe-%30Ni-%XMo alaşımında gözlenen α' (bcc) martensite yapı ile ε (hcp) martensite yapının Mo oranına bağlı olarak bu alaşımda oluşabileceği ilk defa bu çalışmada ortaya konuldu. Oluşan ε türü martensite yapı ile austenite yapı arasında Shoji-Nishiyama türü dönme bağıntısı bulunduğu ve habit düzleminin $\{111\}_\gamma$ olduğu sonucuna varılmıştır.

Fe-%30Ni-%XMo alaşımında kristalografik faz dönüşümlerine eşlik eden bir manyetik faz geçişinin olup olmadığı AC manyetik alınganlık yöntemi ile araştırılmış olup, bu malzeme için paramanyetik fazdan antiferromanyetik faza geçiş görülmüş ve M_s sıcaklıkları bulunmuştur. Ayrıca Mössbauer spektrometresi yöntemi kullanılarak, austenite faz içerisinde oluşan atermal martensite fazın hacim yüzdeleri bulunmuş ve austenite fazın paramanyetik, martensite fazın antiferromanyetik fazda olduğu açığa çıkarılmıştır. DSC sistemi ile alaşımın (Fe-%30Ni-%XMo, X=0.8, 1.8, 2.6) martensite başlama sıcaklığı (M_s), austenite başlama sıcaklığı (A_s) ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f) belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Austenite, Martensite, Martensitik Dönüşümler, ε Martensite, α' Martensite, Atermal Martensite, İzotermal Martensite, Manyetik Alınganlık, Mössbauer Spektrometresi, DSC, TEM, SEM.

ABSTRACT

PHYSICAL PROPERTIES OF ATHERMAL AND ISOTHERMAL
MARTENSITIC PHASE TRANSFORMATIONS IN Fe-%30 Ni-%XMo
ALLOYS

YAŞAR, Erdem

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Ph.D. Thesis

Supervisor : Prof. Dr. Tahsin Nuri Durlu

JULY 2005, 117 pages

In this study, morphologic, thermal, magnetic and crystallographic properties of the Fe-%30Ni-%XMo ($X=0.8, 1.8, 2.6, 3.6, 5$) alloy, in which athermal and isothermal phase transformations have been investigated using various physical characterisation methods. In Fe-%30Ni-%XMo alloy, the transformation of austenite phase to martensite shows both athermal and isothermal characteristics depend on the rate of Mo element. Isothermal characteristic formation and growth process were investigated using various microscopical methods such as Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM). Identical studies were also carried out for athermal and isothermal phase transformations. It was found that the habit plane of athermal and isothermal martensitic phase is parallel to plane

$\{252\}_\gamma$ of austenite phase, similar to which was defined by Kurdjumov-Sachs crystallographic orientation relationships. Original results in this study, ε (hcp) martensite and α' (bcc) martensite were observed in Fe-30Ni-XMo alloy. Habit plane is parallel to plane $\{111\}_\gamma$ of austenite phase similar to which was defined by Shoji-Nishiyama orientation relationship in Fe-30Ni-5Mo.

An AC magnetic susceptibility method was employed in order to investigate a possible contribution of magnetic transition to martensitic phase transformations. Mössbauer spectroscopy was used to determine volume fraction of athermal martensite formed in austenite phase. As a result, unlike austenite, which has paramagnetic, martensitic phase showed antiferromagnetic behaviour. Finally, DSC was used to determine martensite start temperature (M_s), austenite start temperature (A_s) and austenite finish temperatures (A_f) in Fe-30Ni-XMo (X=0.8, 1.8, 2.6) alloy.

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

Eşime ve Aileme

TEŐEKKÜR

Doktora alıőmalarımın her aőamasında deęerli bilgi, öneri ve eleőtirileri ile alıőmalarıma yön veren, her konuda destek olan, büyük ilgi ve yardımlarını gördüğüm tez danışmanı hocam Sayın Prof. Dr. Tahsin Nuri DURLU' ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Doktora alıőmam süresince yardımlarını esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Hüseyin AKTAŐ, Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ ve Yrd.Do. Dr. Seluk AKTÜRK'e teşekkür ederim. Yardımlarını gördüğüm Arő.Gör. Hakan GÜNGÜNEŐ, Arő. Gör. Dr. Talip KIRINDI, Arő.Gör. Emre GÜLER, Arő.Gör. Dr. Uęur SARI ve Fizik Bölümündeki dięer hocalarıma ve Araőtırma Görevlisi arkadaşlarıma teşekkür ederim. Ankara Üniversitesindeki alıőmalarımda yardımlarını gördüğüm Arő.Gör. Ahmet KILIÇ'a ve Atom Enerjisi Kurumu'ndan Dr. Erhan Aksu'ya ve dięer arkadaşlarıma teşekkür ederim. Ayrıca alıőmalarım boyunca destek gördüğüm Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü Sayın Prof. Dr. Yakup ARICA ve Enstitü personeline teşekkür ederim.

Her türlü destekle her zaman yanımda olan başta eőim Esra Emin YAŐAR'a ve aileme sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

| | |
|---|------|
| ÖZET | i |
| ABSTRACT | iii |
| TEŞEKKÜR | vi |
| İÇİNDEKİLER..... | vii |
| ÇİZELGELER DİZİNİ | x |
| ŞEKİLLER DİZİNİ..... | xi |
| SİMGELER DİZİNİ..... | xvii |
| GİRİŞ | 1 |
| 1.1. Literatür Özeti..... | 2 |
| 1.1.1. Çalışmanın Amacı | 5 |
| 2. MATERYAL VE YÖNTEM | 7 |
| 2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri | 7 |
| 2.2. Austenite- Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri..... | 7 |
| 2.3. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli..... | 13 |
| 2.4. Martensitik Faz Dönüşümü Olayının Kinetik Özellikleri | 18 |
| 2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Tersinir Olma Özelliği..... | 20 |
| 2.6. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri | 21 |
| 2.7. Deneysel Materyal ve Yöntem..... | 30 |
| 2.7.1. Alaşımların Hazırlanması..... | 30 |
| 2.7.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması..... | 31 |
| 2.7.3. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması..... | 31 |

| | |
|---|----|
| 2.7.4. AC Manyetik Alınganlık Ölçümleri İçin | |
| Numunelerin Hazırlanması..... | 32 |
| 2.7.5. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin | |
| Numunelerin Hazırlanması..... | 32 |
| 2.7.6. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin | |
| Numunelerin Hazırlanması..... | 33 |
| 2.7.7. XRD Toz Ölçümü İçin | |
| Numunelerin Hazırlanması..... | 33 |
| 2.8. Yöntem..... | 34 |
| 2.8.1. AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Sistemi..... | 34 |
| 2.8.2. Mössbauer Spektrometresi Sistemi..... | 37 |
| 2.8.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçüm Sistemi..... | 44 |
| 3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA..... | 46 |
| 3.1. Fe-Ni-Mo Alaşımında Oluşan Termal Etkili | |
| İzotermal Martensitik Faz Dönüşümleri..... | 46 |
| 3.1.1. İzotermal α' (bcc) Martensite Yapının | |
| Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi..... | 46 |
| 3.1.2. İzotermal α' (bcc) Martensite Yapının | |
| Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi..... | 53 |
| 3.2. Fe-Ni-Mo Alaşımında Oluşan Termal Etkili | |
| Atermal Martensitik Faz Dönüşümleri..... | 58 |
| 3.2.1. Atermal α' (bcc) Martensite Yapının | |
| Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle İncelenmesi..... | 58 |

| | |
|---|-----|
| 3.2.2. Atermal α' (bcc) Martensite Yapının | |
| Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi..... | 65 |
| 3.3. ε (hcp) Martensite Yapının | |
| Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi..... | 75 |
| 3.4. Fe-Ni-Mo Alaşımında Oluşan Austenite-Martensite | |
| Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin | |
| AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Yöntemi İle Belirlenmesi | 79 |
| 3.5. Fe-Ni-Mo Alaşımında Oluşan Austenite-Martensite | |
| Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin | |
| Mössbauer Spektrometresi Yöntemi İle Belirlenmesi | 81 |
| 3.6. Austenite Örgü Parametresinin XRD Yöntemi İle Bulunması..... | 88 |
| 3.7. Fe-Ni-Mo Alaşımında Oluşan Austenite-Martensite | |
| Faz Dönüşümünün Termal Özelliklerinin | |
| DSC Yöntemi İle Belirlenmesi | 91 |
| 4. SONUÇ..... | 98 |
| KAYNAKLAR..... | 109 |

ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE

| | |
|--|----|
| 2.1. K-S Dönme Bağımlılıkları | 24 |
| 2.2. Üretilen Alaşımlar ve Oranları..... | 31 |
| 3.1. Isıl İşlem Sonrası Tane Boyutları..... | 61 |
| 3.2. Fe-%30Ni-%XMo Alaşımında Mössbauer Spektroskopetresi Yöntemi İle Elde Edilen Sonuçlar..... | 88 |
| 3.3. Fe-%30Ni-%0.8Mo Alaşımının XRD Sonuçları ve Austenite Örgü Parametresi..... | 92 |
| 3.4. Fe-%30Ni-%1.8Mo Alaşımının XRD Sonuçları ve Austenite Örgü Parametresi..... | 92 |
| 3.5. Fe-%30Ni-%2.6Mo Alaşımının XRD Sonuçları ve Austenite Örgü Parametresi..... | 93 |
| 3.6. Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Tane Boyutu, M _s Sıcaklığı ve Martensite Yüzdesi Arasındaki İlişki..... | 99 |

ŞEKİLLER DİZİNİ

ŞEKİL

| | |
|---|----|
| 2.1. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi..... | 9 |
| 2.2. İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi..... | 10 |
| 2.3. Fe-%30Ni alaşımı için Direnç-Sıcaklık eğrisi | 12 |
| 2.4. Austenite ve martensite fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi ⁽⁵⁴⁾ | 19 |
| 2.5. Bain'e göre austenite yapı (fcc) 3 farklı yolla martensite yapıya (bcc) dönüşebilir..... | 22 |
| 2.6. Bain'e göre örgü bozunumu..... | 23 |
| 2.7. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite habit düzlemi..... | 25 |
| 2.8. fcc yapı için kayma doğrultuları..... | 26 |
| 2.9. (111) düzlemi üzerinde atomik düzenlenim..... | 27 |
| 2.10.fcc ve bcc kristal yapılar arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama türü kristalografik dönme bağıntıları..... | 28 |
| 2.11.AC Manyetik Alınganlık ölçüm sistemi şeması..... | 36 |
| 2.12.AC manyetik alınganlık sisteminde bobinlerin şematik gösterimi..... | 39 |
| 2.13.Mössbauer Spektrometresi..... | 40 |
| 2.14.Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş..... | 41 |
| 2.15. γ fotonu yayınlayan çekirdek eşit momentumla geri teper..... | 42 |
| 2.16.Yayınlama ve Soğurma çizgileri..... | 43 |
| 2.17. ⁵⁷ Fe için çekirdek seviyelerindeki yarılımlar..... | 45 |

| | |
|--|----|
| 3.1. 1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-%30Ni-%3.6Mo numunesine ait SEM fotoğrafı..... | 49 |
| 3.2. Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında (-196 °C)' de austenite kristal taneciği içerisinde (a) 7 gün , (b) 1 ay sonunda oluşan izotermal martensite kristalleri..... | 50 |
| 3.3. Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında (-80 °C)' de austenite kristal taneciği içerisinde (a) 1dk, (b) 3 dk sonunda oluşan izotermal martensite kristalleri..... | 52 |
| 3.4. Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında farklı bir bölgede, (-80 °C)' de austenite kristal taneciği içerisinde (a) 1dk , (b) 3 dk sonunda oluşan izotermal martensite kristalleri..... | 53 |
| 3.5. a) Sıvı azotta 1 ay b) -80 °C'de 13dk ve c) 1 saat bekletilen Fe- %30Ni-%3.6Mo alaşımında gözlenen izotermal büyüme..... | 56 |
| 3.6. Şekil 3.5 (c) 'deki martensite bölgesinden alınan kırınım deseni ve diyagramı..... | 57 |
| 3.7. Kelebek türü martensite yapı ve kırınım deseni..... | 57 |
| 3.8. a) Sıvı azotta 1 ay b) -80 °C'de 13dk ve c) 1 saat bekletilen Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında farklı bir bölgede gözlenen izotermal büyüme..... | 59 |
| 3.9. 1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-%30Ni-%0.8Mo numunesine ait SEM fotoğrafı..... | 61 |
| 3.10.1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-30Ni-1.8Mo numunesine ait SEM fotoğrafı..... | 62 |

| | |
|---|----|
| 3.11.1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-%30Ni-%2.6Mo numunesine ait SEM fotoğrafı..... | 62 |
| 3.12.Fe-%30Ni-%0.8Mo numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri..... | 63 |
| 3.13. Fe-%30Ni-%1.8Mo numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri..... | 64 |
| 3.14. Fe-%30Ni-%2.6Mo numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri..... | 64 |
| 3.15.1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-%30Ni-%5Mo numunesine ait SEM fotoğrafı..... | 65 |
| 3.16.(-196 °C)' de 1 hafta tutulan Fe-%30Ni-%5Mo numunesine ait SEM fotoğrafı..... | 66 |
| 3.17.a. Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X 60K)..... | 67 |
| 3.17.b. Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında austenite ve martensite faza ait karanlık alan görüntüsü (X 60K)..... | 68 |
| 3.17.c. Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında austenite ve martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı..... | 68 |
| 3.18.a. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin aydınlık alan görüntüsü .(X 50K)..... | 70 |
| 3.18.b. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin aydınlık alan görüntüsü .(X 150K) | 70 |
| 3.18.c. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin karanlık alan görüntüsü. (X 50K)..... | 71 |

| | |
|--|----|
| 3.18.d. Fe-%30Ni-%1.8Mo alařımında Őekil 3.14.a da ki A bölgesinden alınan kırınım deseni ve diyagramı..... | 71 |
| 3.19. Fe-%30Ni-%1.8Mo alařımında gözlenen martensite bölgesinin TEM resmi..... | 72 |
| 3.20.a. Fe-%30Ni-%2.6Mo alařımında austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü..... | 74 |
| 3.20.b. Fe-%30Ni-%2.6Mo alařımında austenite ve martensite faza ait karanlık alan görüntüsü..... | 74 |
| 3.20.c. Fe-%30Ni-%2.6Mo alařımında austenite ve martensite üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı..... | 75 |
| 3.21.a. Fe-%30Ni-%2.6Mo alařımında başka bir bölgenin austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü..... | 76 |
| 3.21.b. Fe-%30Ni-%2.6 alařımında gözlenen ikizlenmelerin blok Őeklindeki yapısı..... | 76 |
| 3.21.c. Fe-%30Ni-%2.6Mo alařımında başka bir bölgede austenite ve martensite üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı..... | 77 |
| 3.22.a. Fe-%30Ni-%5Mo alařımında austenite kristali içerisinde oluşan dislokasyon ađı..... | 78 |
| 3.22.b. Fe-%30Ni-%5Mo alařımında austenite kristali içerisinde oluşan dislokasyon ađı..... | 79 |
| 3.23.a. Fe-%30Ni-%5Mo alařımında gözlenen ϵ martensite bandının aydınlık alan görüntüsü..... | 79 |
| 3.23.b. Fe-%30Ni-%5Mo alařımında gözlenen ϵ martensite bandının karanlık alan görüntüsü..... | 80 |

| | |
|--|----|
| 3.23.c. Fe-%30Ni-%5Mo alařımında austenite ve martensite üzerinden alınmıř kırınım deseni ve diyagramı..... | 80 |
| 3.24. Fe-%30Ni-%XMo alařımının sıcaklıęa karřı ac manyetik alınganlıęı (a) $x=0.8$, b) 1.8, c) 2.6)..... | 82 |
| 3.25. Mo oranına karřı martensite bařlama sıcaklıęının (M_s) deęiřimi..... | 82 |
| 3.26. 1100 °C sıcaklıęında 12 saat ısıl iřlem uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Mo alařımında, oda sıcaklıęında alınan ustenite yapının mössbauer spektrumu..... | 85 |
| 3.27. 1100 °C sıcaklıęında 12 saat ısıl iřlem uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Mo alařımında, oda sıcaklıęında alınan austenite yapının mössbauer spektrumu..... | 85 |
| 3.28. 1100 °C sıcaklıęında 12 saat ısıl iřlem uygulanan Fe-%30Ni-%2.6Mo alařımında, oda sıcaklıęında alınan austenite yapının mössbauer spektrumu..... | 86 |
| 3.29. 1100 °C sıcaklıęında 12 saat ısıl iřlem uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Mo alařımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapı ięerisinde oluřan martensite yapının oda sıcaklıęındaki Mössbauer spektrumu..... | 86 |
| 3.30. 1100 °C sıcaklıęında 12 saat ısıl iřlem uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Mo alařımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapı ięerisinde oluřan martensite yapının oda sıcaklıęındaki Mössbauer spektrumu..... | 87 |

| | |
|---|----|
| 3.31.1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu..... | 87 |
| 3.32.Mo oranına karşı termal etkili martensitin oluşum yüzdesinin değişimi..... | 89 |
| 3.33.Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımın XRD ölçümü..... | 90 |
| 3.34.Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımın XRD ölçümü..... | 91 |
| 3.35.Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımın XRD ölçümü..... | 91 |
| 3.36.1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi..... | 95 |
| 3.37.1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi..... | 96 |
| 3.38.1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi..... | 97 |
| 3.39.1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi..... | 98 |

SİMGELER DİZİNİ

SİMGE

| | |
|---|--|
| fcc (γ) | Yüz merkezli kübik yapı |
| bcc (α') | Hacim merkezli kübik yapı |
| bct (α) | Hacim merkezli tetragonal yapı |
| hcp (ϵ) | Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı |
| M_s | Austenite-martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı |
| M_f | Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı |
| A_s | Martensite-austenite ters dönüşüm sıcaklığı |
| M_d | Plastik deformasyondan sonra soğutma ile oluşan martensite fazın başlama sıcaklığı |
| A_d | Plastik deformasyondan sonra ters dönüşüm başlama sıcaklığı |
| T_0 | Austenite ve martensite fazın dengede bulunduğu sıcaklık |
| F^γ | Austenite fazın Helmholtz serbest enerjisi |
| $F^{\alpha'}$ | Martensite fazın Helmholtz serbest enerjisi |
| $\Delta F^{\alpha' \rightarrow \gamma}$ | Austenite ve martensite fazlar arasındaki Helmholtz serbest enerji farkı |
| E | Toplam enerji |
| S | Entropi |
| P | Basınç |
| G | Gibbs serbest enerji |
| $\Delta G^{\alpha' \rightarrow \gamma}$ | Austenite ve martensite fazlar arasındaki Gibbs serbest enerji farkı |

| | |
|---|---|
| $\Delta S^{\alpha' \rightarrow \gamma}$ | Austenite ve martensite fazlar arasındaki entropi farkı |
| T_N | Neel sıcaklığı |
| T_C | Curie Sıcaklığı |
| T_f | Donma Sıcaklığı |
| χ | Manyetik alınganlık |
| H_{AC} | AC manyetik alan |
| M | Mıknatıslanma |
| dM | Mıknatıslanmadaki değişme |
| dm | Net manyetik moment sayısı |
| v | Numuneden kaynaklanan gerilim |
| v_1 | Birinci bobinin merkezinde okunan gerilim |
| v_2 | İkinci bobinin merkezinde okunan gerilim |
| v_0 | Sistemden kaynaklanan istenmeyen gerilim |
| V | Numunenin hacmi |
| α | Kalibrasyon sabiti |
| f | Frekans |
| N | Sarım sayısı |
| L | Bobinin uzunluğu |
| d | Bobinlerin çapı |
| FM | Ferromanyetik |
| PM | Paramanyetik |
| AF | Antiferromanyetik |
| δ | İzomerik kayma |
| I | Çekirdek spini |

| | |
|------------|------------------------------------|
| Q | Kuadrapol moment |
| η | Asimetri parametresi |
| %A | Austenite hacmi |
| %M | Martensite hacmi |
| δ_A | Austenite fazın izomer kayması |
| δ_M | Martensite fazın izomer kayması |
| $B_{iç}$ | Martensite fazın iç manyetik alanı |

1. GİRİŞ

Eski çağlardan beri yumuşak demirin çeşitli fiziksel etkenler uygulanarak sertleştirilebildiği bilinmektedir. O dönemde bilim ve teknik bugünkü kadar yeterli olmadığı ve metal fiziği yeteri kadar bilinmediği için bu konuda gerekli araştırmalar yapılamamıştır. 19.yy'ın sonlarından itibaren modern teknolojinin gelişmesiyle birlikte fiziksel etkenler yardımı ile yumuşak demirin neden sertlik kazandığı ve metal alaşımlarındaki bu sertliğin malzemenin içindeki martensitik fazdan ileri geldiği büyük ölçüde anlaşılmıştır. Bazı metal alaşımları içindeki faz dönüşümleri martensitik dönüşüm gibi bir takım geometrik karakteristiklere uyan ayrıcalıklar gösterirler. Bu tip dönüşümler ilk defa Alman bilim adamı Martens tarafından bulunduğu için, bu dönüşümler bu bilim adamının adıyla anılır. Demir alaşımları üzerinde ilk araştırmalar, 1924 yıllarında Bain⁽¹⁾ tarafından yapılmıştır. 1950'li yıllardan sonra ElektronMikroskop yöntemlerinin gelişmesiyle birlikte austenite-martensite faz dönüşümü olayında büyük gelişmeler görülmüştür. Austenite-martensite faz dönüşümü önemli endüstriyel sonuçlar ortaya koymakla birlikte, olayı tam anlamı ile açıklayabilecek kristalografik, kinetik ve termodinamik modellerin geliştirilmesi henüz mümkün olmadığı için günümüzde de bu konu üzerinde çalışmalar devam etmektedir.

Austenite-Martensite faz dönüşümleri difuzyonsuz karakterleri dolayısı ile ortaya çıkan önemli ve ilgi çekici fiziksel özellikleri yanında; materyalin

mekanik özelliklerinde de yaptıkları büyük değişiklikler nedeni ile katıhal fiziğinde bir çok araştırmaya konu olmuştur. Martensitik dönüşümlerin çok kısa bir sürede ve difuzyonsuz özellikte ortaya çıkması; bir yandan olayın gözlenmesini zorlaştırmış diğer yandan karmaşık kristalografik modellerin geliştirilmesi gereğini doğurmuştur. Katıhal fiziğinde önem arzeden martensitik dönüşümlerin kristalografisini ilk olarak Bain⁽¹⁾ araştırmış, daha sonra ise martensite tek kristalleriyle ilgili olarak Wechler, Lieberman ve Read⁽²⁾ ile Bowles ve Mackenzie⁽³⁻⁶⁾ çalışmışlardır.

Başlangıçta yalnızca Fe ve Fe alaşımlarında olduğu sanılan bu dönüşümlerin Cu, Zn, Co, La, Li, Hg, Sn, Al, Au, Ti, In gibi metal alaşımlarında da oluşabildiği bulunmuştur⁽⁷⁾.

1.1. LİTERATÜR ÖZETİ

Austenite ana kristal yapının martensite ürün faza dönüşmesi ile gerçekleşen martensitik dönüşümler, ilk başta çeliğin su verilerek sertleştirilmesi şeklinde ortaya çıkan teknolojik açıdan önemli bir oluşum olması nedeni ile üzerinde yoğun çalışmalar yapılan bir konu olmuştur. Bu dönüşüm daha sonra, yapısal, kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik özellikleri nedeni ile teknolojik olduğu kadar akademik açıdan da ilgi çekici bir araştırma konusu durumunu gelmiştir. Martensitik faz dönüşümü, tüm metal ve metal alaşımlarının atomlarının difüzyonlu bir oluşumla yer değiştirmeyecekleri kadar hızlı bir şekilde soğutulduklarında (veya ısıtıldıklarında) meydana gelir⁽⁸⁾.

İlk olarak Fe bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümler genelde yüz merkezli kübik (fcc) yapıdaki ana fazın, hacim merkezli kübik (bcc), hacim merkezli tetragonal (bct) veya sıkı paketlenmiş hekzagonal (hcp) yapıdaki martensite faza dönüşüm şeklinde de ortaya çıkar⁽⁹⁻¹²⁾.

Fe-Ni alaşımlarında gözlenen fcc → bcc martensitik faz dönüşümü, birçok araştırmacıya konu olmuştur⁽¹³⁻²³⁾.

Bu çalışmalardan bazıları;

Golovchiner ve Tyapkin⁽¹⁹⁾, Fe-%27Ni alaşımı ile tersinir dönüşümler üzerine yaptıkları çalışmada M_s sıcaklığını 30 °C, aynı alaşıma %1.5Ti ekleyerek yaptıkları çalışmada M_s sıcaklığını (-60 °C) bulmuşlardır.

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

Patterson ve Wayman⁽²³⁾, Fe-Ni alaşımlarında meydana gelen martensitlerin ikizlenmesi, büyümesi ve kristalografisi üzerine araştırma yapmışlardır. Yaptıkları bu araştırmada Ni oranı değiştikçe morfolojinin değiştiğini ve meydana gelen ikizlenme bölgelerinin genişlediğini göstermişlerdir. Ayrıca %30Ni için habit düzleminin $\{3,15,10\}_\gamma$ olduğunu, ikizlenmemiş bölgelerde meydana gelen dislokasyonların $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ ve $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ doğrultularına paralel olduğunu ve yapı kusurlarınca yoğun bölgelerden bahsederek midrib düzlemini göstermişlerdir.

Durlu^(24,25), Fe-%21.3Ni-%0.13C alařımı için M_s sıcaklıđını (-40 °C) , Fe-%40.2Ni-%0.36C alařımı için (-55 °C), Fe-%17.1Ni-%0.81C alařımı için (-65 °C) ve Fe-%24Ni-%0.45C alařımı için (-50 °C) bulmuřtur.

Bu řekilde Fe-Ni alařımları üzerinde alıřmalar yapılmıř ve hala gnmzde de yapılmaktadır. Fe-Ni-Mo alařımı ile ilgili yapılan alıřmalara bakılırsa ;

1969 yıllarından itibaren Fe-Ni-Mo alařımları zerine ilk alıřmalar yapılmıřtır. Bu yapılan alıřmalardan ilki;

Georgiyeva ve arkadařları⁽²⁶⁾ tarafından yapılan, Fe-%24.3Ni-%5.2Mo alařımında izotermal ve atermal martensite dnřm zerindedir. Bu alıřma da izotermal dnřm bařlama sıcaklıđını (-50 °C) ile (-150 °C) aralıđında, atermal dnřm için M_s sıcaklıđını -185 °C bulmuřlardır.

Daha sonra 1971 yılında, Georgiyeva ve arkadařları⁽²⁷⁾ tarafından Fe-%24Ni-%3Mn alařımı zerine izotermal martensitin kristalografik zelliđi ve yapısı zerine bir alıřma yapılmıřtır. Bu alıřma sonucunda, Fe-Ni-Mn alařımının dnřm sıcaklıđının, Fe-Ni-Mo ile ok benzer zellikleri olduđu da gsterilmiřtir.

1972 yılında, Georgiyeva ve Nikitina⁽²⁸⁾, Fe-%23.4Ni-%5.2Mo-%0.20Ti alařımında meydana gelen izotermal ve atermal martensite dnřm ve bu alařıma dıřardan uygulanan zorların farklı etkileri zerine bir alıřma yapmıřlardır. İzotermal dnřmn bařlama sıcaklıđını (-50 °C) ile (-150 °C) aralıđında, atermal dnřm için M_s sıcaklıđını (-180 °C) bulmuřlardır. Ayrıca sođutma oranının dnřm sıcaklıđına etkisini incelemiřlerdir.

2000 yılında I.S. Golovin⁽²⁹⁾⁽³⁰⁾ ve arkadaşları, Fe%24Ni-%4Mo alaşımı üzerine yapmış oldukları araştırmada, izotermal dönüşümün başlama sıcaklığının (-40 °C) ile (-160 °C) aralığında olduğunu ve M_s sıcaklığının (-80 °C) olduğunu bulmuşlardır.

1.1.1. ÇALIŞMANIN AMACI

Metal ve metal alaşımları, günümüzde hemen hemen her alanda kullanılabilen temel malzeme grubunu oluşturmaktadır. İçinde bulunduğumuz bilgi çağında, teknolojik gelişmelerin getirdiği gereksinimlerden dolayı, metal ve metal alaşımlarının mekanik ve fiziksel özelliklerinin anlaşılması pek çok araştırmaya konu olmuştur. Metal ve alaşımların, çeşitli mekanik ve termodinamik şartlar altında sergilediği bir çok ilginç özellik, modern bilim ve yüksek teknolojiye rağmen henüz tam olarak anlaşılammıştır. Özellikle sıcaklık, basınç, zor veya bunların farklı bileşimleri gibi etkilere maruz kalan bazı metal ve alaşımlarda görülen olağanüstü mikro yapısal değişimler ve bunun sonucunda oluşan makroskobik şekil değişimlerinin atomik boyuttaki nedenleri henüz açıkça ortaya konamamıştır.

Günümüz teknolojisi, kullanım amacına göre malzemelerde üstün kalite aranmasını gerekli kılmaktadır. Bu nedenle, yapılan birçok araştırmada metal ve alaşımlarında çeşitli kimyasal ve fiziksel etkilerle kalite ve kullanım alanlarının artırılması hedeflenmiştir. Malzemelerde istenilen özelliği elde etmek için kullanılan yöntemlerden biri de faz dönüşümleridir. Yapı içerisinde fazların oluşumu ve dönüşümü, sıcaklık, basınç ve bunların bileşimi olmak üzere üç etki ile gerçekleşir. Bu etkilerle oluşan fazın türü ve özelliklerinin

bilinmesi uygulama yönünden çok önemlidir. Böylece amaca uygun özelliklere sahip malzeme üretilebilir.

Fe-Ni bazlı alaşımlarda gözlenen atermal ve izotermal martensite oluşumu özellikle önemli morfolojik, kristalografik, kinetik ve termodinamik sonuçlar ortaya çıkaran bir faz dönüşümü olayıdır⁽²³⁾⁽³¹⁻³³⁾. Fe-Ni bazlı alaşımlara katılan üçüncü ve bazı durumlarda dördüncü elementler, kristal yapıda olduğu kadar alaşımların manyetik ve mekanik özellikleri üzerinde de büyük değişikliklerin gözlenmesine yol açmakla beraber, bu tür fiziksel özellik değişimleri çok ilginç değişim tabloları ortaya koymaktadır. Kristalografik dönüşüme eşlik eden manyetik değişimler, alaşımların atomik yapısı ve özellikle dış mekanik zorların bu yapı üzerindeki etkilerinin ortaya konulmasında, çok yararlı sonuçlar ortaya çıkarmaktadır.

Bu doktora tez çalışmasında, Fe-%30Ni-%xMo ($x=0.8, 1.8, 2.6, 3.6$ ve 5 Mo) alaşımlarında meydana gelebilecek olan atermal ve izotermal martensite dönüşümün⁽²⁶⁻³⁰⁾ kristalografik, morfolojik, kinetik, termodinamik ve manyetik özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak bulunacak ve buradan elde edilecek sonuçlarla bir yandan bu tür martensite oluşumunun fiziksel özellikleri ortaya konulurken öte yandan bu tür faz dönüşümlerinin materyalin fiziksel özelliklerinde ortaya çıkarttığı değişiklikler bulunmaya çalışılacaktır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri

Sürekli bir maddede, kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan her bölge bir faz olarak tanımlanır. Yapı içerisinde belirli fazlardan oluşan bir denge yapısından değişik fazlardan oluşan bir başka denge yapısına geçiş olayı ise faz dönüşümü olarak bilinir⁽³⁴⁾. Faz dönüşümü sıcaklığın hızlıca düşürülmesi veya yükseltilmesi sonucunda ya da dışarıdan uygulanan mekaniksel zorun etkisi altında meydana gelir. Bu dönüşüm esnasında dönüşmüş ve dönüşmemiş bölgelerin kimyasal bileşimleri değişmez, sadece kristal yapıları değişir⁽³⁵⁾.

2.2 Austenite- Martensite Faz Dönüşümlerinin Genel Özellikleri

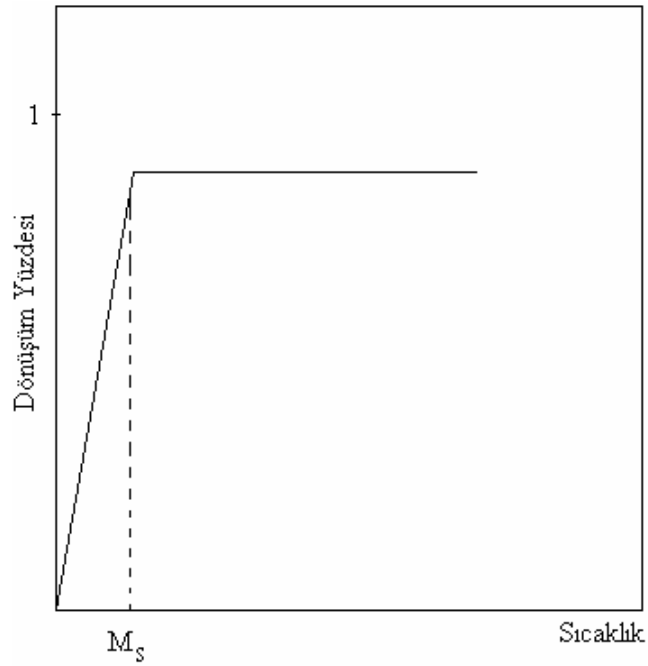
Austenite-martensite faz dönüşümleri difuzyonsuz oluşabilme özelliklerinden dolayı, katıhal fiziğinde önemli bir yere sahiptir. Austenite kristal yapının, martensite kristal yapıya dönüşmesi şeklinde gerçekleşen dönüşüm sonunda atomlar dönüşümden önceki komşuluklarını korudukları ve yalnızca atomlar arası uzaklıktan çok olmayan uzaklıklarda yer değiştirdikleri için austenite-martensite faz dönüşümü, difuzyonsuz faz dönüşümü olarak bilinir. Faz dönüşümü sırasında kristali oluşturan atomların birbirlerine göre konumları ya da komşulukları değişiyorsa bu tür dönüşümlere difuzyonlu faz dönüşümü denir⁽³⁶⁾.

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

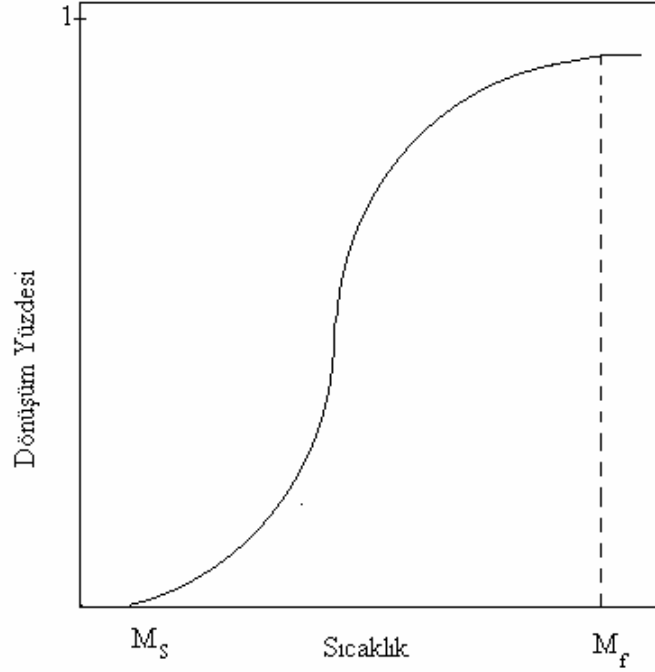
Austenite, martensite'e dönüşünce ana kristal yapı tümü ile ürün kristale dönüşmez. Martensite kristalleri düzgün olmayan bir dağılımla, austenite içerisinde serpilmiř olarak açığa çıkar. Austenite içerisinde martensite'nin kaplayacađı hacim, dönüşümü oluřturan etkenin büyüklüğüne bađlıdır. Fe-Ni-C alařımlarının polikristal yapıdaki austenite örneklerinde yapılan ölçümler, austenite hacminin yaklaşık %25'lik bir bölümünün martensite oluřumunun bařlama sıcaklığında, %95'lik bölümünün ise bu sıcaklıktan daha ařađı sıcaklıklarda martensite'e dönüştüđünü göstermiřtir⁽³¹⁾.

Ortaya çıkan martensite kristalleri ana yapı içerisinde deđiřik şekillerde rastgele bir dağılım gösterir. Oluřan tanecikler, daha çok uçlara dođru incelen plakalar řeklinde veya düşük karbon çeliđinde olduđu gibi, belirli düzlemler üzerinde iđnecik řeklinde ya da bařka metallerde olduđu gibi çatal, mızrak ya da kama şekillerinde görünebilir. Ayrıca Durlu⁽³¹⁾, dönüşümün M_s sıcaklığında veya M_s den daha düşük sıcaklıklarda gerçekteřmesinin martensite'nin tipini deđiřtirdiđi göstermiřtir.

Austenite-Martensite faz dönüşümlerinde soğutma ile oluşturulan martensite'lerin oluşmaya başlaması dönüşüm sıcaklığı olarak bilinen M_s sıcaklığında, dönüşümün tamamlanması da M_f sıcaklığında gerçekleşir. Dönüşümün atermal veya izotermal olması alaşımın kimyasal bileşimine bağlıdır. Martensitik dönüşüm, zamana bağlı olmayıp sadece sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse **atermal dönüşüm**, hem zamana hem de sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse **izotermal dönüşüm** olarak adlandırılır^(37,38). Şekil 2.1'de atermal dönüşümün zamanla değişimi, Şekil 2.2 'de ise izotermal dönüşümün zamanla değişimi verilmektedir.



Şekil 2.1. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.



Şekil 2.2. İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.

Austenite-Martensite faz dönüşümleri genellikle, çok kısa bir zaman aralığı içinde patlama şeklinde ve atermal olarak meydana gelir⁽⁵⁾. Martensite'nin oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda patlama şeklinde yeni martensite'ler oluşabilir, ancak bir kez oluşan martensite'ler düşük sıcaklıklarda hacimce bir büyüme göstermez. Bunshah ve Mehl (1953) tarafından, Fe ve Fe alaşımlarında ısıl etki ile oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} sn gibi bir zamanda ortaya çıktığı ölçülmüştür⁽³⁹⁾. Gerçekte bu atermal davranış martensitik dönüşümün genel kavramlarından biri olarak düşünülür⁽⁴⁰⁾. Az sayıda olmakla beraber bazı alaşımlarda da martensite'lerin oluşumu izotermal ve gözle görülebilecek kadar yavaş olabilir. Örneğin, izotermal dönüşüm ilk defa Kurdujumov ve Maksimova^(41,42) tarafından Fe-Mn-C ve Fe-Ni-Mn alaşımlarında gözlenmiştir. Bu araştırmacılar, her ne kadar çekirdeklenme tam olarak dönüşüm oranı ile

kontrol edilse de izotermal martensite'nin çekirdeklenme ve büyüme ile meydana geldiğinden bahsetmişlerdir. Bu tür dönüşümlerde, M_s sıcaklığından aşağı sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri zamana bağlı olarak hacimce bir büyüme gösterebilir⁽³¹⁾. Fakat bazı demir alaşımlarında, atermal ve izotermal tipi martensitik dönüşümlerin her ikisi birden meydana gelebilir. Kakeshita ve arkadaşları⁽³⁷⁾ Fe-%31.4Ni-%0.5Mn alaşımında martensitik dönüşümün atermal tipinde ve dönüşüm sıcaklığını 195 °K, Fe-%24.9Ni-%3.9Mn alaşımında ise dönüşümün izotermal tipinde ve dönüşüm sıcaklığını 153 °K olarak bulmuşlardır.

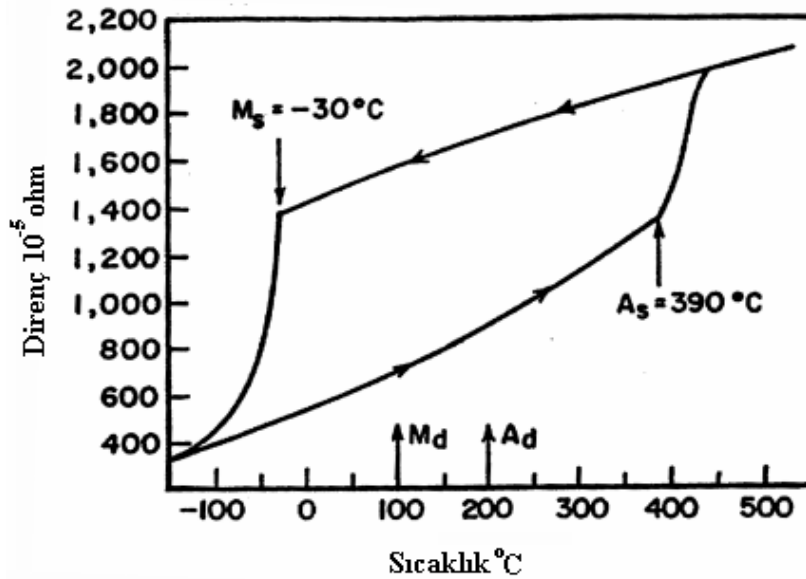
Güngüneş⁽³³⁾, Fe-%22.3Ni-%2.7Mn alaşımında izotermal dönüşüm meydana getirmek için yaptığı çalışmada, sıvı azot sıcaklığında 1 hafta bekletilen alaşımda, mössbauer spektrometresi kullanarak izotermal faz dönüşümü sonucunda austenite fazın %75.9'nun martensite faza dönüştüğünü göstermiştir.

Martensite faz dönüşümlerinin diğer bir özelliği ise tersinir olmasıdır. Oluşan martensite kristalleri, M_s sıcaklığından daha yüksek bir A_s sıcaklığında yeniden austenite'e dönüşebilir. Bazı Fe alaşımlarında martensite kristalinin, austenite kristaline dönüştüğü bu sıcaklık, oda sıcaklığının çok üstünde olduğundan normal gözlem koşullarında martensite kristalleri daha kararlıdır⁽³⁷⁾. İçerisinde martensite faz oluşmuş bir kristal denge sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta tavlınırsa (Fe alaşımları için bu sıcaklık yaklaşık 600 °C civarındadır) ve tekrar soğutulursa martensite fazın başlama sıcaklığı, M_s ' den aşağı bir sıcaklığa çekilir⁽⁸⁹⁾.

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

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

şeklinde verilebilir⁽³⁵⁾. Şekil 2.3' de M_s , M_d , A_s ve A_d sıcaklıkları Fe-%30Ni alaşımı için Direnç-Sıcaklık grafiğinde gösterilmiştir.



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

2.3. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli

Martensitik faz dönüşümü; ana yapıdan (austenite) ürün yapıya (martensite) atomların komşuluklarını değiştirmeksizin gerçekleşen bir faz dönüşümü olup, dönüşüm sonucunda ana faz, ürün faza tümü ile dönüşmez. Martensite oluşumu ile ilgili çekirdeklenme ve dönüşüm modelleri, martensite kristallerinin çekirdeklerinin ana (austenite) faz içerisindeki kristal yapı bozukluklarında oluştuğunu varsaymış ve bu daha sonraki deneysel çalışmalarda da kanıtlanmıştır⁽⁴³⁾. Her ne kadar, klasik teori bu tür bir çekirdeklenme olayının düzgün dağılımlı (homojen) ve gelişigüzel dağılımlı (heterojen) olarak ortaya çıkabileceğini ön görmüş ise de, özellikle dislokasyon türü çizgisel yapı kusurlarından oluştuğu bilinen martensite çekirdekleri için, ana kristal yapıda homojen bir dağılım düşünülmesi kristalografik açıdan mümkün değildir. Böylece austenite yapı içerisindeki aktif çekirdeklenme merkezleri, dönüşümün başlarında martensite çekirdekçisi olarak belirir ve dönüşüm ilerledikçe bu çekirdekçikler büyüyüp, üç boyutta genişleyerek, austenite yapı içerisinde faz dönüşümünü gerçekleştirir⁽⁴⁴⁾.

Kaufman ve Cohen⁽³⁵⁾ martensitik çekirdeklenmenin mantıklı mekanizmasını homojen çekirdeklenmenin açığa çıkardığını gösterdi. Aynı zamanda martensitik dönüşümü tetikleyen “embryos” adındaki bölgesel heterojenlikleri tanımladılar. Bu embroyoları ısıl işlem sırasında yok olmayan dengesiz örgü kusuru olarak tanımladılar. Diğer bir deyişle, embroyolar kristal içerisinde sınırlı bölgelerde görünür, bu bölgelerdeki bölgesel serbest enerji, martensitik dönüşüm için gerekli olan serbest enerjiyi oluşturur.

Böylece atermal çekirdeklenme, fcc kristal içerisinde bulunan değişik potansiyellerdeki embryoların davranışları tarafından açıklandı. Belli potansiyeldeki çekirdekler atermal martensite'yi başlatır. Bunun için gerekli olan kimyasal sürücü kuvvete ulaşmak gerekir. Bu da ancak , embryonun enerjisi, çekirdeklenmeyi meydana getirecek serbest enerji engelinden büyük olduğu zaman olur. En yüksek potansiyeldeki embryolar M_s sıcaklığında martensitik dönüşümü tetikler, düşük potansiyeldeki embryolar, daha düşük sıcaklıklarda martensitik dönüşümü tetikler⁽³⁵⁾.

İzotermal çekirdeklenme, serbest enerji engelinden daha yüksek enerjiye sahip olan embryoların termal aktivasyonu ile meydana gelir. Bu engellerin embryo serbest enerjisine eşit ve bazı bölgelerde azaldığı tahmin ediliyordu. Ayrıca Kaufman ve Cohen⁽³⁵⁾ tarafından, aktivasyon enerjisinin sürücü kuvvete bağlı olduğu bulunmuştur.

Austenite fazdan martensite faza dönüşüm olayı; kristalografik olarak ele alındığında bu olay, özelliği materyalin kompozisyonuna ve kristalografik özelliklerine göre değişen belirli fiziksel etkenler altında oluşur. Austenite ve martensite yapı arasındaki serbest enerji farkı ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinin, genelde üç tür fiziksel etki ile oluştukları gözlenmiştir⁽⁴⁵⁾.

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

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

- M_s sıcaklığının üzerinde zorlanma ile meydana getirilen martensitik dönüşümlerdir.

Termodinamik etkenler ile oluşan martensitik dönüşümün başlayabilmesi için; austenite kristalinin sıcaklığı, austenite ve martensite kristallerinin kararlı buldukları denge sıcaklığının (T_0) altına düşürülmelidir. Bu şekilde kristal, yüksek sıcaklıklardaki kararlı durumdan, daha alçak sıcaklıklardaki kararlı duruma geçer ve austenite fazdan martensite faza dönüşüm gerçekleşir⁽⁴⁶⁾. Diğer bir ifadeyle martensitik faz dönüşümünün gerçekleşebilmesi için, ürün fazın serbest enerjisinin ana fazın serbest enerjisinden daha düşük olması gerekmektedir. Yukarıda da sözünü ettiğimiz gibi martensitik faz dönüşümünü oluşturacak olan fiziksel etkenin büyüklüğü ve cinsi, dönüşümde kullanılacak olan katının kompozisyonu ve onun içerisinde bulunan elementlerle yakından ilgilidir. Burada bir örnek vermek gerekirse, Fe-Ni alaşımları için, sıcaklık etkisi ile oluşturulan martensitik dönüşümde; alaşım içerisindeki Ni konsantrasyonu arttıkça, austenite başlama sıcaklığı (A_s) ve martensite başlama sıcaklığı (M_s) düşmektedir. Örneğin; Ni konsantrasyonu %5'den %20' ye yükseldiğinde A_s sıcaklığı 1020 °K' den 835 °K sıcaklığına; M_s sıcaklığı da 800 °K' den 480 °K sıcaklığına düşmektedir⁽⁴⁷⁾.

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

atermal dönüşüm için M_s sıcaklığını artırırken, izotermal dönüşüm için uyarıcı bir etkiye sahiptir⁽⁴⁸⁾. Dışarıdan uygulanan zor; martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda ise, bu durumda dönüşüm için daha az bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı yükselecek ve (M_s-A_s) sıcaklık aralığı daralacaktır. Diğer taraftan, uygulanan zor martensite plakasının oluşumunu engelleyici yönde ise, bu durumda dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden, M_s sıcaklığı düşecektir⁽⁴⁹⁾. Yapılan deneysel çalışmalar ısı değişimi olmadan, yalnızca zor etkisi ile de martensitik faz dönüşümü olayının gerçekleşebileceğini göstermiştir⁽²⁰⁾.

Sonuç olarak, martensitik faz dönüşümü olayı; ısı değişimi ve bozulma ile veya ana faza her iki etkinin beraber uygulanması ile oluşabilmektedir. Ayrıca alaşım içerisinde sıcaklık ve deformasyon etkisi dışında, manyetik alan etkisi ile de martensite fazın oluşturulabileceği ve manyetik alan etkisi ile oluşturulan martensitik faz dönüşümünün olabilmesi için yaklaşık 50 Gauss'luk bir manyetik alan uygulamak gerektiği Kakeshita ve arkadaşları⁽³⁷⁾ tarafından belirtilmiştir. Ayrıca Korenko⁽⁵⁰⁾ yapmış olduğu doktora çalışmasında yüksek manyetik alan etkisi ile paramanyetik austenite'nin ferromanyetik martensite dönüştüğünü göstermiştir.

Yukarıda da açıklandığı gibi martensitik dönüşüm olayı, ana faz (γ -austenite) 'in belirli bir hacminin belirli bir sıcaklıkta ürün faz (α' -martensite) geçişi şeklinde ortaya çıkar ve bu ilk geçişi takiben oluşumu gerçekleştiren fiziksel etken sürdürülmez ise, başka bir dönüşüm gözlenmez. Bu gözlem, martensite kristallerinin oluşumunun atomik büyüklükler düzeyinde yer değiştirerek büyümelerinin atomların birlikte bir konumdan diğerine geçmesi ile

ortaya çıktığını gösterir. Burada tanımlandığı şekli ile, martensitik dönüşümün oluşumu, bozulma ikizlenmelerinin (deformation twinning) oluşumuna benzer, ancak bazı araştırmacıların⁽⁵¹⁾ da ileri sürdükleri gibi, bozulmayla oluşan ikizlenme türü hacimsel yapı bozuklukları ile martensitik oluşum arasında görünüşte ortaya çıkan bu benzerliğe karşın, önemli bir farklılık vardır: Martensitik dönüşümlerde kristal yapılar arasındaki geçiş için kristal örgü bozulması gerekirken, bozulma ikizlenmesi, yalnızca, örgüyü değiştirmeyen basit bir kesme ile oluşabilir.

Durlu⁽³¹⁾ Fe-Ni-C alaşımı ile hazırladığı numuneleri yüksek gerilim-geçirme elektron mikroskopunda inceleyerek oluşum anında olayı gözlemiştir. Oda sıcaklığında zor ile oluşan martensite'lerin oluşumu kinetik olarak gözlenmiş ve aynı zamanda dönüşümü 1/25 s aralıklarla kayıt yapan bir video monitöre kayıt etmiştir. Gözlem sırasında, bazı austenite tek kristallerinde (grain) dönüşüm başlamasına karşılık bazılarında dönüşümün gözlenememesi, dönüşüme belirli doğrultulardaki bozulmaların neden olabileceği sonucuna götürmüştür. Video monitördeki kaydın incelenmesinden sonra oluşum hızının 1/25 s 'den daha küçük olduğunu gören Durlu⁽³¹⁾, zorlanma ile oluşan martensite dönüşümünün, soğutma ile meydana gelen martensite dönüşümü gibi hızlı bir dönüşüm olduğu kanısına varmıştır.

Fe-Ni-C alaşımında zor ile oluşmuş martensite'lerin yapısını, geçirmeli ve taramalı elektron mikroskoplarında inceleyen Durlu⁽³¹⁾, daha önce band yapısında olduğu söylenen yapının çok ince iğnecik gruplarından meydana geldiğini ve yüksek çözme güçlerinde, bu iğneciklerin dislokasyon yığınlardan oluştuğunu, normal plaka martensite'leri ve zor ile

etkilendirilmiş martensite'ler içerisinde gözlenen ikizlenmelerin ise bu iğneciklerden oluşmadığını belirlemiştir.

2.4. Martensitik Faz Dönüşümü Olayının Kinetik Özellikleri

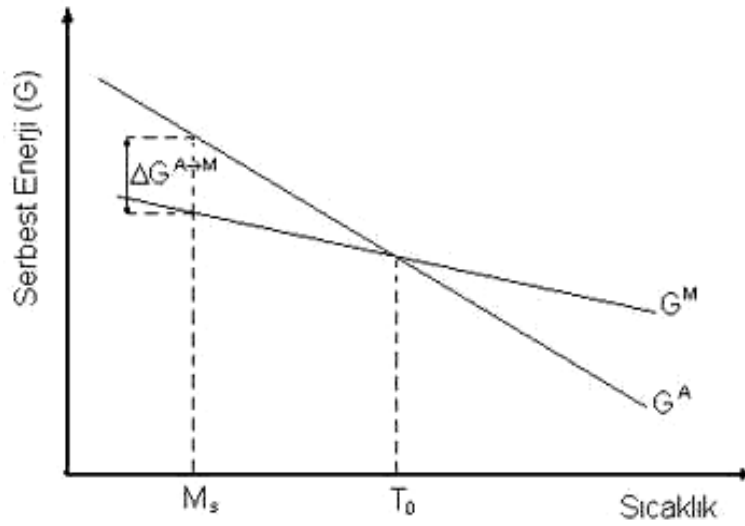
Metal ve metal alaşımlarının çeşitli denge hallerindeki iç yapıları, termodinamik kanunların kontrolü altında olup, kullanılan maddenin atomları ve molekülleri gibi küçük elemanlarının toplamı, termodinamik sistemi meydana getirir. Böyle bir sistem, çevreden yalıtılmış olarak kendi iç şartları içinde yeteri kadar bekletilirse kararlı hale gelir ki, bu duruma denge hali denir. Denge haline gelmiş herhangi iki sistem, kendi içlerinde homojen olmakla birlikte ikisi bir arada bulunduğu zaman heterojendir⁽⁵²⁾. Bu şekilde heterojen bir sistem homojen kısımlarına ayrılabilirse, böyle gruplara sistemin fazları denir.

Termodinamik etkenlerle oluşturulan martensitik dönüşümlerde, dönüşüm soğutma hızından bağımsız olarak martensite başlama sıcaklığı olan M_s ' de başlar ve martensite için bitiş sıcaklığı olarak tanımlanan M_f sıcaklığında sona erer. M_s ve M_f sıcaklıkları alaşımın ısısal ve mekanik geçmişi ile kompozisyonuna bağlıdır. Demir bazlı alaşımlarda alaşım içerisindeki elementlerin (karbon, nikel, manganez ve molipten gibi) oranları arttıkça, M_s ve M_f sıcaklıklarının nerede ise doğrusala yakın bir değişimle azaldığı deneysel gözlemlerle kanıtlanmıştır⁽⁵³⁾.

Austenite yapıdan martensite yapıya dönüşümün başlayabilmesi için, austenite fazın sıcaklığı, her iki fazın kararlı bulunduğu T_0 denge sıcaklığından, M_s sıcaklığına düşürülmelidir. Denge sıcaklığı olarak tanımlanan T_0 sıcaklığında her iki fazın serbest enerjileri eşit olduğundan,

serbest enerji farkları sıfırdır. Şekil 2.4' de austenite ve martensite fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlılığı şematik olarak görülmektedir.

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



Şekil 2.4. Austenite ve martensite fazlarının serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi⁽⁵⁴⁾.

Sıcaklık T_0 ' dan M_s ' ye düşürüldüğü zaman ortaya çıkan serbest enerji değişimi ΔG , dönüşümü oluşturacak sürücü kuvveti açığa çıkarır ve dönüşümü gerçekleştirir. Şekil 2.4'de görüldüğü gibi, T_0 denge sıcaklığının altında martensite faz kararl iken, bu sıcaklığın üzerinde austenite faz karardır. Martensitik faz dönüşümlerinin diğer önemli özelliği; tersinir

olmalarıdır. Düşük sıcaklıklarda oluşan martensite faz, yüksek sıcaklıklara kadar ısıtıldığında yeniden austenite faza dönüşebilir. Martensite yapıdan, austenite yapıya tersinir dönüşümün olabilmesi için, (T_0-A_s) sıcaklık değişimi ile ortaya çıkacak bir serbest enerji değişiminin ortaya çıkması için kristalin sıcaklığının artırılması gerekir.

2. 5. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Tersinir Olma Özelliği

Yukarıda anlatıldığı gibi, martensitik faz dönüşümleri belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliği gösterir. Isısal yolla gerçekleşen martensitik faz dönüşümlerinde kristalin soğutulması sırasında, elektriksel dirençte ani bir değişim gözlenir. Doğal olarak bu değişim M_s sıcaklığında başlar. Dönüşüm tamamlandıktan sonra tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı verilmelidir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik bir sıcaklıkta, elektriksel dirençte yeniden ani bir değişim gözlenir ve ısıtma işlemine devam edilirse, martensite yapıdan austenite yapıya tersinir dönüşüm gerçekleşmiş olur⁽⁵⁴⁾.

Sıcaklık değişimi ile oluşan ve tersinir özellik gösteren bazı özel martensite' ler termoelastik martensite' ler olarak adlandırılır ve genellikle az da olsa austenite kristal yapı içerisinde kayma (slip) türü kristal yapı bozuklukları içerir. Martensitik dönüşüm sergileyen Fe bazlı alaşımlarda martensite başlama sıcaklığı (M_s), austenite başlama sıcaklığından (A_s) daha düşüktür. Ancak, bazı alaşımlarda durum Fe bazlı alaşımlarda alışlagelen dönüşüm sıcaklıklarından farklıdır. Örneğin; Cu-Zn alaşımında A_s sıcaklığı yaklaşık (-55 °C) iken, M_s sıcaklığı (-20 °C) civarındadır⁽⁵⁵⁾. Bu tip termoelastik

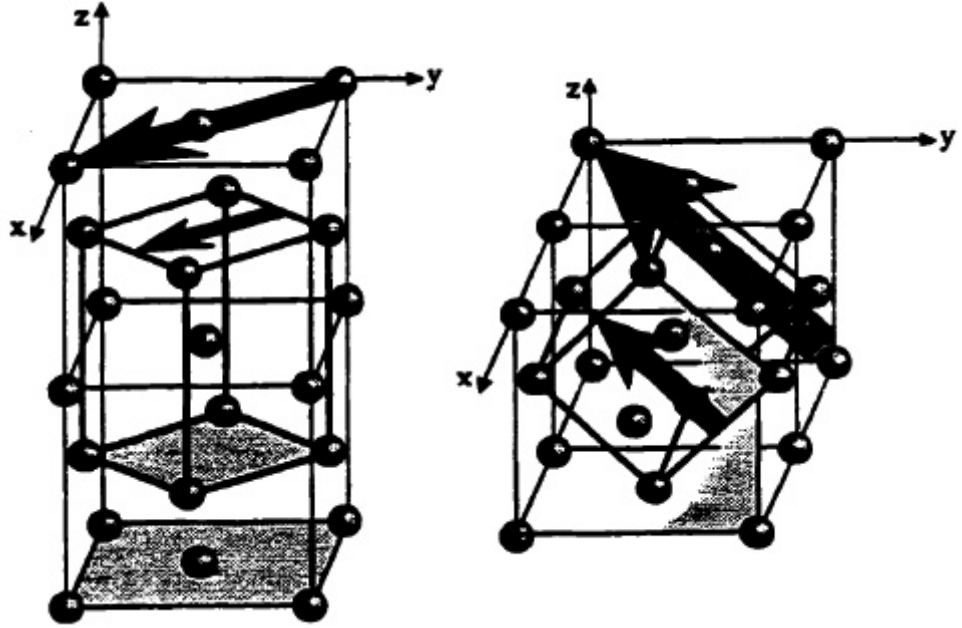
martensitik davranış gösteren alaşımlara Ag-Zn ve In-Tl alaşımları da örnek gösterilebilir⁽⁵⁵⁾. Bazı alaşımlarda ise, uygulanan dış zor etkisiyle oluşan martensite'lerin de tersinir özellik gösterdikleri bulunmuş ve bu tür martensite'ler elastik martensite'ler olarak adlandırılmıştır⁽⁵⁶⁻⁵⁸⁾. Bu tür martensitik dönüşümlerde, sabit sıcaklıkta uygulanan zor etkisiyle oluşan martensiteler, kristal austenite başlama sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklara ısıtıldığında ters doğrultuda zorlanma etkisiyle yeniden austenite yapıya dönüşebilir. Bu şekilde, plastik olarak deforme edilmiş bazı özel alaşımların, ısıtma yoluyla yeniden austenite yapıya dönmesi ve orijinal boyutlarına ulaşması anlamına gelen şekil hatırlama olayının fiziksel şartları da ortaya konmuş olur. Bu tür özellik sergileyen alaşımlara Cu-Al-Ni, Au-Cd, Ni-Ti, Fe-Pt ve Fe-Mn-Si örnek olarak verilebilir⁽⁵⁵⁾.

2. 6. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri

Martensitik faz dönüşümünde; atomların komşuluklarını koruyarak, bir kristal yapıdan diğerine nasıl geçebileceğini gösteren ilk kristalografik model Bain⁽¹⁾ tarafından 1924 yılında ortaya atılmıştır. Bu modelde, fcc yapının hacim merkezli tetragonal (bct) yapıya dönüşümü 3 farklı yolla açıklandı (Şekil 2.5). Bu modele göre, yüz merkezli kübik (fcc) kristal yapıya sahip atomlar komşuluklarını koruyarak, ancak aralarındaki uzaklıklar x' ve y' eksenleri üzerinde belirli bir oranda artarken, z' ekseninde aynı şekilde azalarak, hacim merkezli tetragonal (bct) yapıya geçebiliyordu.

Bain tarafından ortaya atılan bu ilk model, uzun yıllar austenite-martensite faz dönüşümlerinin kristalografisini açıklamada yeterli sanılmıştır.

Ancak daha sonra çeşitli araştırmacılar, dönüşümün bu kadar basit olmadığını gösterdiler⁽⁵⁹⁾. Dönüşüm sırasında ortaya çıkan makroskobik bir şekil değişimi yanında, martensite'in değişmeyen belli bir alışım (habit) düzlemi ile ana ve ürün fazlar arasında belirli bir dönme bağıntısı vardı.

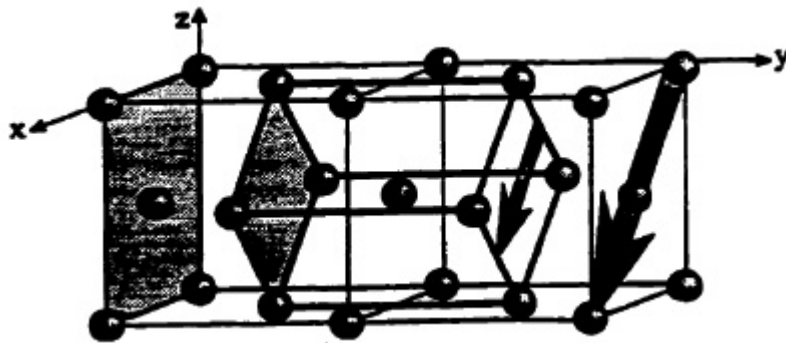


a) $(001)_{\gamma} // (001)_{\alpha}$

$[100]_{\gamma} // [\bar{1}11]_{\alpha}$

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

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

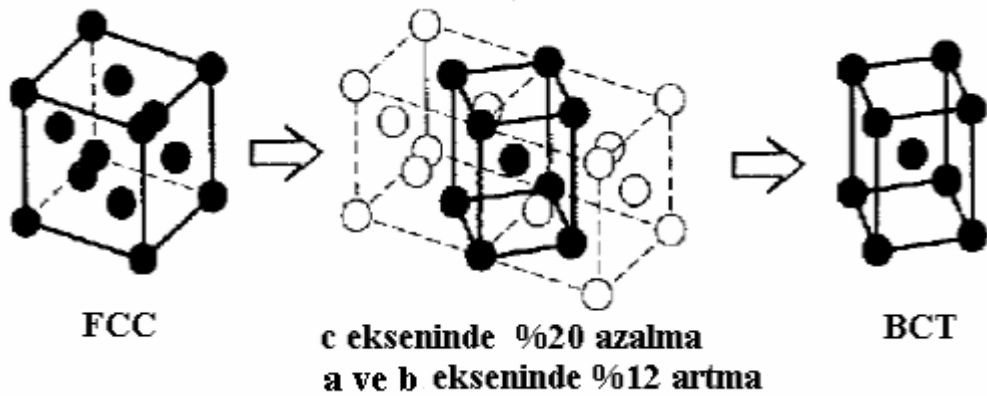


c) $(001)_{\gamma} // (010)_{\alpha}$ $[100]_{\gamma} // [10\bar{1}]_{\alpha}$

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

Atomlar tümü ile hareket edince, iki kristal yapı arasında sınır özelliği taşıyacak değişime uğramamış bir yüzey kalmayacağından, Bain modeli austenite-martensite sınırını belirleyemezdi. Ayrıca, martensite dönüşen austenite kristal hacminde büyümeyi içeren bir şekil değişimi bulundu. Dönüşümden önce austenite kristalinin yüzeyine çizilen doğru şekilli karşılaştırma çizgileri incelendiğinde, martensite dönüşen bölgelerde çizgilerin kopmaya uğramadan, sürekliliğini ve doğruluklarını koruyabildikleri, yalnızca kırılmaya uğradıkları görüldü⁽⁴⁷⁾. Bu gözlemler, martensite dönüşen hacmin, ana kristal ile sürekliliğini koruduğunu, ancak makroskobik boyutta düzgün dağılımlı bir şekil değişimine uğradığını kanıtlar.

1930 yıllarında Kurdjumov ve Sachs⁽⁵⁹⁾, austenite'den ferrite ve austenite'den martensite dönüşümü analiz etti. Her ne kadar dönüşümün doğasından farklı olsa da bu dönüşümlerden ilki difüzyon mekanizmasını, ikincisi kesme mekanizmasını içeriyordu. Kurdjumov ve Sachs austenite örgüye uygulanan basit kesme ile bu olguyu tanımladılar. Bu örgü bozunumu sonucunda martensite birim hücrenin c-ekseni boyunca yaklaşık %20' lik azalma, a ve b eksenine boyunca %12 lik artma olduğunu gördüler (Şekil 2.6).



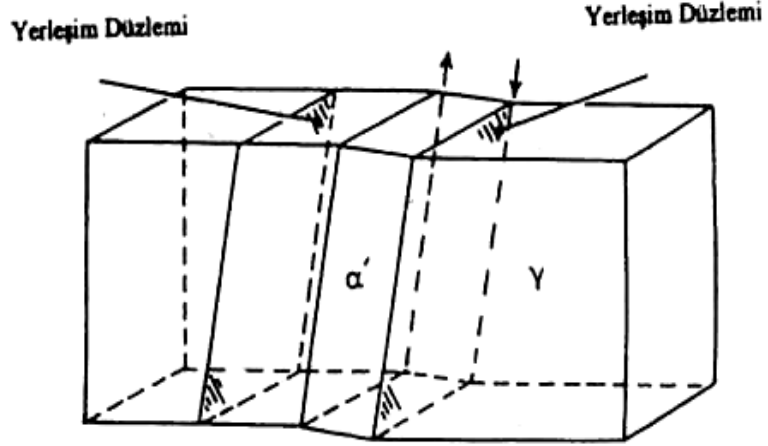
Şekil 2.6. Bain'e göre örgü bozunumu.

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

Çizelge 2.1. K-S Dönme Bağımlılıkları

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

Martensitik dönüşüm olayından sonra oluşan martensite kristali yapıyı, austenite' den ayırması gereken ve düzlem olduğu varsayılan sınıra da alışım (yerleşim) (habit) düzlemi denir. Şekil 2.7 'de gösterildiği gibi dönüşümün önemli bir parametresi olarak bilinen bu düzlem ana kristal yapıya bağlı olarak tanımlanır. Greninger ve Troiano⁽¹⁶⁾ 'nun, alışım düzleminin austenite' nin basit miller indisli düzlemlerinden birisi olduğu şeklindeki ölçümlerine karşın, daha sonraki ölçümler, büyük indisli düzlemlerin de alışım düzlemi olabileceğini kanıtlamıştır^(23,40).



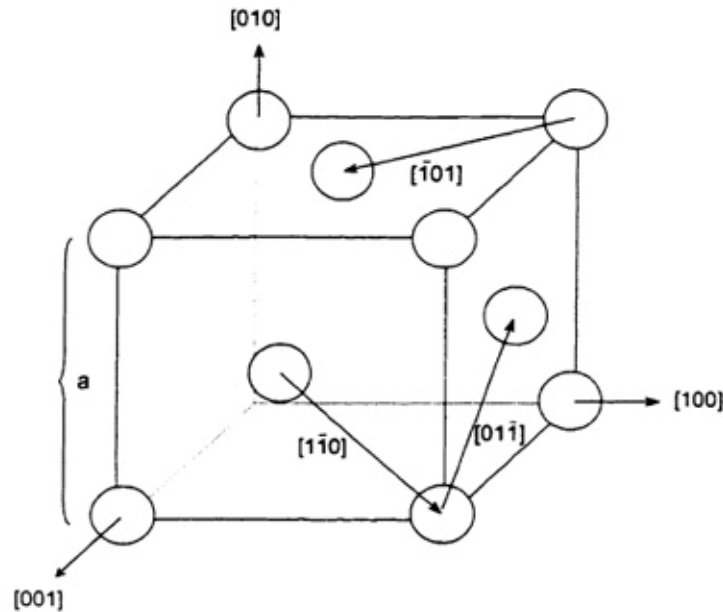
Şekil 2.7. Austenite kristalinde ortaya çıkan martensite habit düzlemi.

Dönüşüm olayının Bain modeli ile açıklanamayacağı anlaşıldıktan sonra, "klasik" veya "tek bozulmalı" teoriler şeklinde de tanımlanan ilk kristalografik martensite teorileri Wechsler, Lieberman ve Read⁽²⁾ ile Bowles ve Mackenzie⁽³⁻⁶⁾ tarafından geliştirildi. Bu teoriler, austenite-martensite dönüşümü tamamlandıktan sonra, iki kristal yapı arasında dönme ve bozulmaya uğramamış bir düzlemin bulunabileceğini varsayar.

Diğerlerinden farklı olarak, Bowless ve Mackenzie teorisine göre, alışım düzlemi üzerindeki atomların, bu düzlemde kalırken konumlarını çok küçük boyutlarda yer değiştirdikleri varsayılır. Bu yer değiştirme "açılma parametresi" ile ayrı bir serbestlik derecesi içerir. Bu şekilde kullanılan matematiksel yaklaşımlar farklı olmakla birlikte, iki teori de birbirinin aynısıdır⁽⁹³⁾. W.L.R⁽²⁾ teorisine göre ise alışım düzlemi kesinlikle sapmamış olmalıdır. Teorilere göre, Bain modeline uygun bir şekil değişiminden sonra ürün kristal yapı, kristal örgüyü değiştirmeyen bir şekil bozulmasına ve dönmeye uğrayarak, dönme ve bozulmaya uğramamış bir ara düzlemin oluşmasını

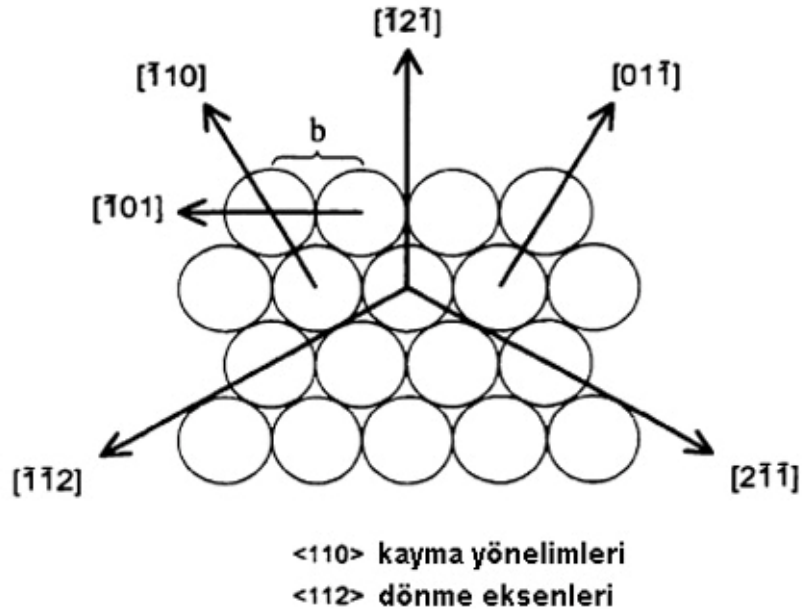
sağlayabilir. Kristal örgüyü bozmayan şekil değişiminin ikizlenme (twinning) veya kayma (slip) olabileceği de teorilerde önerilmektedir.

Plastik deformasyon sonucunda, bir kristal örgü boyunca dislokasyonlar hareket eder ve bunun sonucunda kayma meydana gelir⁽⁶⁰⁻⁶¹⁾. 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 paketlenmiş kristalografik düzlemlerdir. Kayma doğrultuları en kısa mesafe (burgers vektörü olarak bilinir) ile tekrar edecek olan kristalografik doğrultulardır (Şekil 2.8). Kayma sonucu meydana gelecek olan kesmenin büyüklüğü dislokasyonlar tarafından meydana gelen atomlar arası mesafenin sayısı ile ölçülür. Her ne kadar kayma kristalografik düzlemlerin bir kısmı üzerinde meydana gelse de, örgü bozunumunun sonucu, arkalarında dislokasyon yığılmaları meydana gelir⁽⁶²⁻⁶⁷⁾.



Şekil 2.8. fcc yapı için kayma doğrultuları.

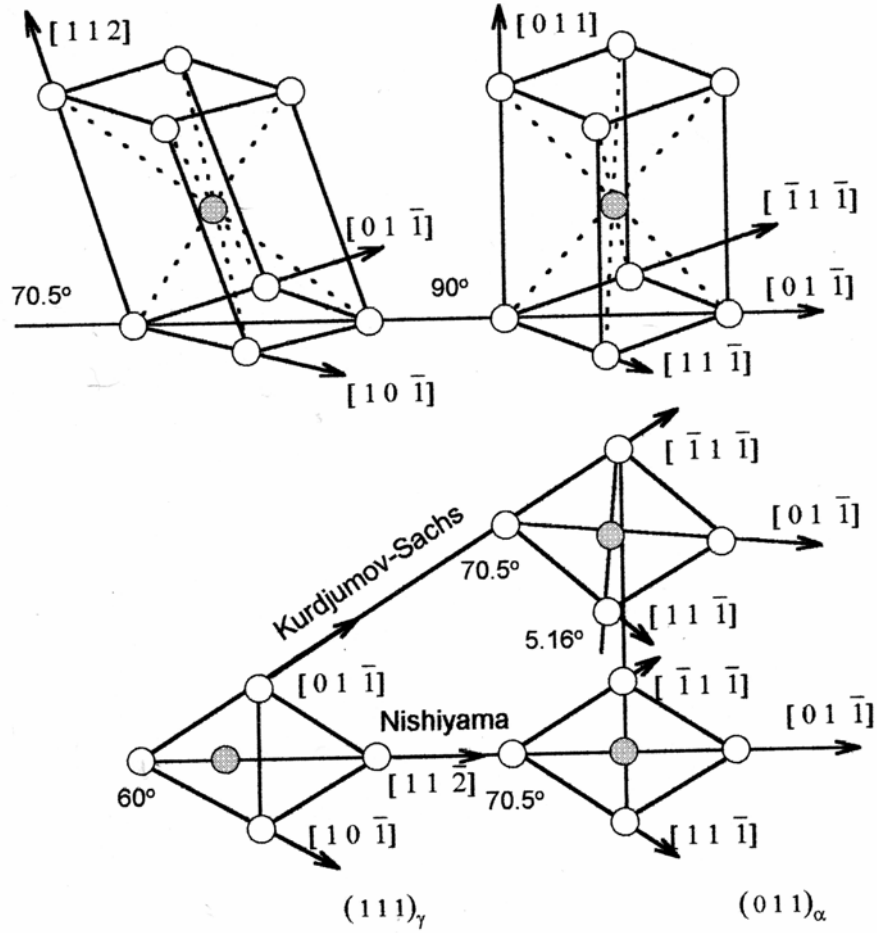
Şekilden görüldüğü gibi fcc yapı için 4 tane $\{111\}_\gamma$ kayma düzlemleri (kristalin sıkı paketlenmiş düzlemleri; $(111)_\gamma$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_\gamma$, $(1\bar{1}\bar{1})_\gamma$, $(11\bar{1})_\gamma$) ve her bir düzlem üzerinde mümkün olabilecek 3 tane $\langle 110 \rangle_\gamma$ kayma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



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

Martensitik dönüşümün gerçekleşmesi için, fcc yapının sıkı paketlenmiş düzlemlerine Şekil 2.10' da görüldüğü gibi uygulanacak küçük bir kesme bu iş için yeterlidir. Kurdjumov ve Sachs⁽⁵⁹⁾ tarafından önerilen kristalografik dönme bağıntısına göre, austenite yapının $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 110 \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme (ikizlenme veya kayma) ile, Nishiyama tarafından önerilen bağıntıya göre ise $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 11\bar{2} \rangle_\gamma$ doğrultusu

boyunca bir kesme ile dönüşümün gerçekleşebileceği öngörülmüştür. Bu modeller her ne kadar tüm dönüşüm şekilleri için genelleştirilemedilerse de, yine de olayın kristalografisini açıklamada kısmen başarı elde etmiştir.



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

Sözü edilen dönme ise, daha önce bulunan austenite-martensite kristalografik dönmesidir. Böylece, 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. $W.L.R^{(2)}$ ile $B.W^{(3)}$ bu şekilde belirlenen dönüşümün F toplam şekil değişimini teorilerinde, B Bain değişimine, S şekil bozulmasına ve R' de dönmeye karşı gelecek şekilde ve F, B, S, R nicelikleri (3x3) matrisleri ile gösterilmek üzere; $F = B \cdot S \cdot R$ 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⁽⁴⁷⁾. Ancak, bazı Fe alaşımlarında, Bowles ve Mackenzie⁽³⁾ 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⁽⁶⁸⁾ ve Acton and Bevis⁽⁶⁹⁾ aşağı yukarı aynı tarihlerde, birbirinden bağımsız olarak, "ikili bozulma" teorileri 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 şekil bozulması, yeni teorilerde S_1 ve S_2 gibi iki bozulmadan oluşuyordu. Ross and Crocker⁽⁶⁸⁾ ve Acton and Bevis⁽⁶⁹⁾ teorilerinin B Bain değişimini ve R dönmelerini de içerdiği düşünülürse, bu teorilerde toplam şekil değişimin $F = B \cdot S_1 \cdot S_2 \cdot R$ olarak verildiği görülebilir. İki ikizlenme ve kaymanın veya bir ikizlenme ile bir kaymanın birlikte olabileceğini öne süren yeni teorilerin, bazı

gözlemlerle, $\{225\}_\gamma$ alışım düzlemleri martensitlerin dönme bağıntılarını bulmada başarılı olamadıkları ileri sürülmüştür⁽⁷⁰⁾.

2.7. Deneysel Materyal ve Yöntem

2.7.1. Alaşımların Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda kullanılacak söz konusu alaşımlar, %98 saflıktaki Fe,Ni,Mo elementleri incelenecek oranlarda hazırlandı. Daha sonra Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuvarlarındaki ark fırınında argon gazı atmosferinde ergitilerek hazırlandı. Alaşımları oluşturan elementlerin eritme işleminden önceki ve elde edilen alaşımların sonraki ağırlıkları 0.001 gr incelikli terazilerde kontrol edilmiş ve sonuçta alaşımların önceden planlanan element oranlarını etkileyecek düzeyde bir fark gözlenememiştir. Hazırlanan alaşımlar 4 gr ağırlığında olacak şekilde elde edilmiş ve elde edilen alaşımların kompozisyonu IXRF sistemi kullanılarak EDS (Electron Dispersion Spectroscopy) yöntemi ile belirlenmiştir. Üretilen alaşımlar çizelge 2.2 de verilmiştir.

Çizelge 2.2. Üretilen Alaşımlar ve Oranları

| Numune | Fe | Ni | Mo |
|--------|------|----|-----|
| A1 | 69.2 | 30 | 0.8 |
| A2 | 68.2 | 30 | 1.8 |
| A3 | 67.4 | 30 | 2.6 |
| A4 | 66.4 | 30 | 3.6 |
| A5 | 65 | 30 | 5 |

Malzemelerin homojen hale getirilmesi için ısıtma işlemi uygulanmıştır. Isıtma işlemi sırasında yüksek sıcaklıklarda malzemedeki oksitlenmeyi önlemek için numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen silika tüpler içine

konulmuştur. Tamamen vakumlu ortamda bulunan tüm numunelere 1100 °C de 12 saat ısıtma işlemi uygulanmış ve bunlar daha sonra fırından alınarak su içerisinde soğutulmuştur.

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

Taramalı elektron mikroskobu ile yapılacak yüzey gözlemleri için ısıtma işlemi tamamlanmış alaşımdan 1cm çapında, 0.3cm kalınlığındaki numuneler elmas bıçaklı kesiciyle kesilmiştir. Kesilen numunelerin yüzeyindeki pürüzler ve kalın çizgiler değişik kalınlıktaki su zımparaları ile kalından inceye doğru gidilerek ortadan kaldırılmış ve sonra 6,3,1,1/4 mikronluk elmas pastalarla parlatma aleti kullanılarak yüzeyler parlatılmıştır. Daha sonra, mekanik olarak parlatılan yüzeyler 80ml H₂O₂ , 5ml HF ve 25ml H₂O karışımından oluşan çözelti içerisinde 70 °C de 10sn bekletilerek dağlanmıştır. Numunelerin yüzeylerinde oluşan mikroyapı karakteristikleri JEOL5600 marka elektron mikroskobu ile incelenmiştir.

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

Geçirmeli elektron mikroskobu incelemeleri için ısıtıl işlem görmüş numunelerden elmas bıçaklı kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlığında örnekler kesilmiş ve daha sonra bu örnekler sırasıyla 600, 800 ve 1200 lük su zımparaları kullanılarak 50 µm kalınlığına indirilmiştir. Bu numuneler, daha sonra 3 mm çapında diskler haline getirilmiştir. Bu şekilde elde edilen numuneler son olarak ikili asit jeti (double-jet) yöntemi kullanılarak oda sıcaklığında, 300ml Ethanol, 150ml Butoxy Ethanol ve 50ml Percloric Asit karışımından hazırlanan çözelti ile 20 Volt (DC)'ta Struers-Tenupol 3 marka sistemle, inceltme parlatma ve delme işlemi yapılarak elektronmikroskop incelemelerine hazır hale getirilmiştir. Elektron dalgasını geçirebilecek kadar inceliğe sahip olan bu numuneler, 300 kV gücünde Jeol 3010 geçirmeli elektronmikroskop ile incelenmiştir.

2.7.4. AC Manyetik Alınganlık Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması

AC manyetik alınganlık ölçümleri için ısıtıl işlemi tamamlanmış austenite fazdaki alaşımdan, korozyon kesici ve zımpara ile 5mm uzunlugunda 2 ve 1 mm eninde diktörgerler prizması şeklinde hazırlanan numuneler Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuvarındaki LakeShore7130 AC manyetik alınganlık ölçüm sistemi ile incelenmiştir.

2.7.5. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması

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

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

Bu deney için 1100 °C 12 saat ısıtma işlemi tabii tutulup suda hızlı soğutulan ve sıvı azot sıcaklığında atermal dönüşüm gerçekleşen Fe-%30Ni-%0.8Mo , Fe-%30Ni-%1.8Mo ve Fe-%30Ni-%2.6Mo numuneler seçilmiştir. Bu numunelerden 20 miligram lık küçük parçalar DSC ölçümleri için hazırlanmıştır. Bu ölçümlerde ısıtma hızı 5 °C / dakika olarak alınmıştır. DSC ölçümleri ile ısı akışı(heat flow)–sıcaklık eğrileri çizilmiştir. Mo elementinin dönüşüm sıcaklığına etkisi incelenmiştir.

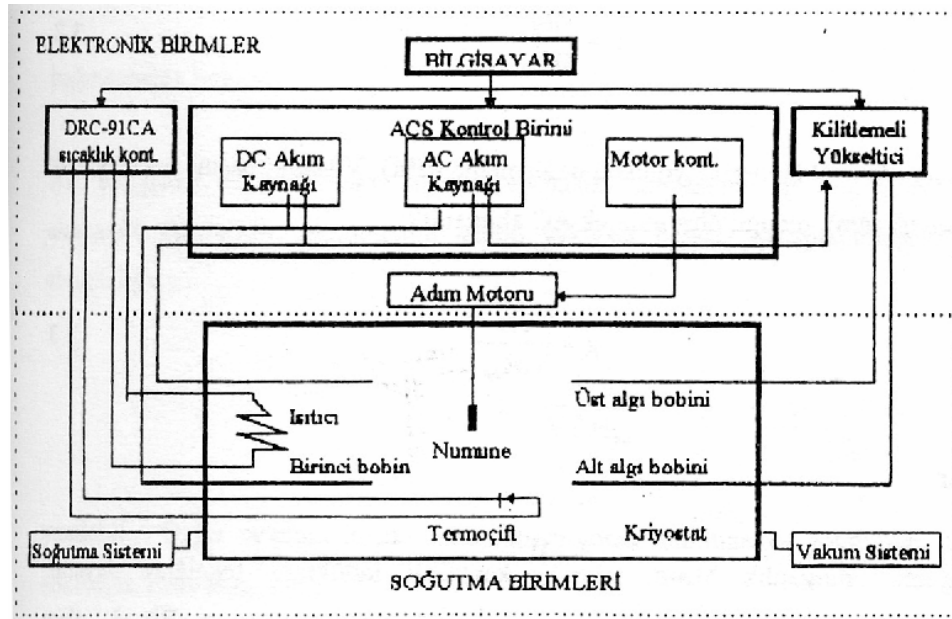
2.7.7. XRD Toz Ölçümü İçin Numunelerin Hazırlanması

Bu ölçüm, atermal dönüşüm gerçekleşen numuneler (Fe-%30Ni-%XMo, X=0.8, 1.8, 2.6) üzerinde yapılmıştır. Ölçüm için numunelerden 20mg lık toz örnekler hazırlanmıştır. Hazırlanan örnekler Atom Enerjisi Kurumu'nda Bruker D8 toz difraktometresinde ölçülerek örgü parametreleri bulunmuştur.

2.8. Yöntem

2.8.1. AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Sistemi

AC Manyetik alınganlık ölçümleri, "LakeShore 7130 AC Susceptometer" sisteminde yapılmıştır. Bu sistem, karşılıklı indüktans ölçüm yöntemi ile manyetik alınganlığı, sıcaklığın, uygulanan AC alanının genliğinin ve frekansının fonksiyonu olarak ölçen sistemdir. Helyum gazı kullanılarak, kapalı devre bir soğutma sistemi ile 10 °K ile 325 °K arasında sıcaklık kontrolünü 10 m°K duyarlılığında sağlayabilmektedir. Şekil 2.11' de AC manyetik alınganlık ölçüm sisteminin şeması gösterilmiştir.



Şekil 2.11. AC Manyetik Alınganlık ölçüm sistemi şeması.

Uygulanan manyetik alan(H) içerisine konulan numunenin miknatıslanması M ise, numunenin miknatıslanmasının ölçüsü olan manyetik alınganlık;

$$\chi = \frac{M}{H}$$

olarak tanımlanır. Burada uygulanan H manyetik alanı DC manyetik alandır. Bir DC manyetik alanda, numunenin manyetik momenti zamanla değişmez fakat bir AC sinyali oluşur. Bu sinyal, numunenin periyodik hareketinden oluşmaktadır. Bu yüzden numunenin kendisine ait DC tepkisini içermez.

Numuneye değişken bir AC manyetik alan uygulayarak ve numunenin bu alandaki tepkisini algılayıcı bir bobin ile kayıt yapılarak AC alınganlık ölçümleri de yapılabilir. Bir AC manyetik alınganlık ölçümünde, numunenin manyetik momenti, uygulanan AC alanına tepki olarak değiştiği için AC manyetik alınganlık;

$$X = \frac{dM}{dH_{ac}}$$

şeklinde tanımlanır. Magnetizasyondaki değişme (dM), V hacmi başına net manyetik moment sayısı (dm), olduğundan AC manyetik alınganlık;

$$X = \frac{dm}{dH_{ac}}$$

şeklinde yazılabilir.

AC manyetik alınganlık ölçüm tekniği, karşılıklı indüktans tekniğine dayanır. Kullanılan bobin sistemi, eş eksenli iç içe geçmiş bobinlerden oluşur. Bir H_{ac} alanı uygulamak için kullanılan birinci bobin içerisinde indüklenen akıyı algılamaya yarayan ikinci bobin vardır. Sadece numuneden kaynaklanan indüklenmiş gerilimin okunabilmesi için, ikinci bobin birbirlerine göre ters bağlanmış iki özdeş bobinden oluşmuştur. AC alınganlık ölçümlerinde kullanılan bobinler şematik olarak Şekil 2.12.'de gösterilmiştir. Bu bobinler ne kadar özdeş yapılırsa yapılsın, numune olmadığı anda sarımlardaki farklılıklardan kaynaklanan dengesiz bir sinyal elde edilir. Bu

istenmeyen sinyalin yok edilebilmesi için numune her iki bobinin merkezinde iken ölçümler yapılır. Her ölçümde, numune adım motoru sayesinde üst algı bobininin merkezi (S₁) ile alt algı bobininin merkezi (S₂) arasında hareket ettirilerek buralarda gerilimlerin okunmasına imkan verir. S₁ ve S₂'deki gerilimler sırası ile;

$$V_1 = V + V_0$$

$$V_2 = -V + V_0$$

şeklinde. Burada v numunenin oluşturduğu akı değişiminden kaynaklanan gerilimi, v₀ ise sistemden kaynaklanan istenmeyen gerilimi göstermektedir.

Sadece numuneden kaynaklanan gerilim;

$$v = \frac{V_1 - V_2}{2}$$

bağıntısından bulunur.

AC alınganlık ölçümlerinde ölçüm yapılacak numunenin şekline göre manyetik alınganlık ölçülebilir. Numunenin hacmi yaklaşık hesaplanabiliyorsa, hacim alınganlığı;

$$\chi = \frac{\alpha v}{V f H_{ac}}$$

yazılabilir. Diğer taraftan hacim hesaplanamıyorsa, numunenin yoğunluğu için içine sokularak kütle alınganlığı;

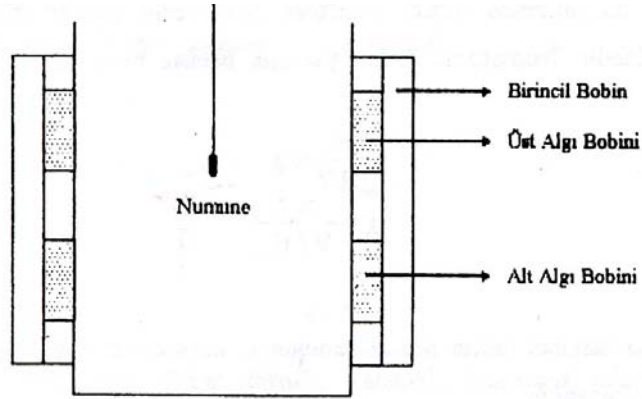
$$\chi = \frac{\alpha v \rho}{m f H_{ac}}$$

şeklinde yazılabilir. Burada v gerilim, M numunenin kütlesi, ρ numunenin yoğunluğu, H uygulanan AC alan, f frekans ve α sistemin kalibrasyon sabitidir.

Kalibrasyon sabiti; N sarım sayısı(birim uzunluk başına),L bobinin uzunluğu,d bobinlerin çapı olmak üzere;

$$\alpha = \frac{10^8}{8\pi^2NL} \sqrt{L^2 + d^2}$$

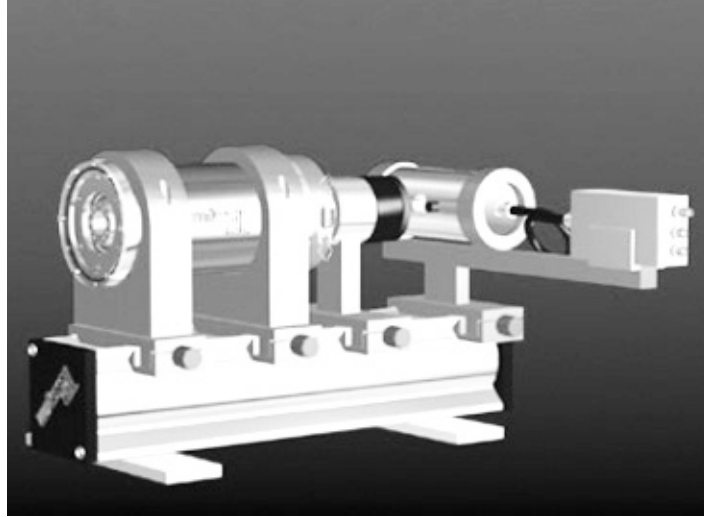
şeklinde yazılabilir.



Şekil 2.12. AC manyetik alınganlık sisteminde bobinlerin şematik gösterimi.

2.8.2. Mössbauer Spektrometresi Sistemi

R. L. Mössbauer tarafından bulunan ve "Mössbauer Olayı" olarak bilinen bu sistem ile austenite-martensite faz dönüşümlerinin kristalografik özelliklerini açıklamak mümkündür. Bir kristal örgüsü içindeki bir çekirdek tarafından bir enerji kaybı olmaksızın γ -fotonu salınması olayı "Mössbauer Olayı" olarak tanımlanır⁽⁸¹⁾. Fizikte geniş bir uygulama alanına sahip olan Mössbauer olayı ile atomların parçalanma şemalarının incelenmesi, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri yine bu seviyelerin yaşama zamanları, çekirdek elektrik kuadropol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer diğer kavramlar ölçülebilir.



Şekil 2.13. Mössbauer Spektrometresi.

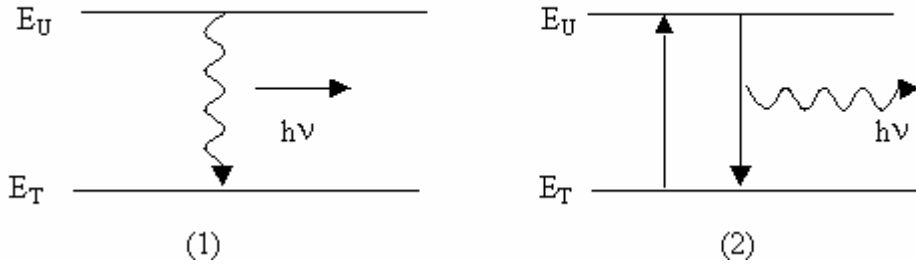
Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskriminatörü ve bir çok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca, kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır. Şekil 2.13' de genel bir Mössbauer düzeneği görülmektedir. Bu şekilde kurulan bir Mössbauer deney düzeneğinin çalışma şekli aşağıdaki gibi açıklanabilir. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen γ ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmlar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek çok kanal analizatörüne gider. Bu analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup, çift kutuplu atmlar, 1-256 ile 256-512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir.

Mössbauer araştırmalarının büyük bölümünde ^{57}Fe ve ^{119}Sn kullanılmaktadır. Mössbauer olayı, sayıları 50' yi geçen izotoplarda gözlenmekle beraber, deneysel zorluklar nedeniyle bu izotopların ancak 20 tanesi kullanılabilir. Mössbauer spektrometresinde, radyoaktif

kaynaktan çıkan γ ışını enerjisi, kaynağa bir Doppler hızı verilerek değiştirilir ve γ ışınları soğurucu tarafından rezonans durumunda soğurulur.

2.8.2.1. Gama Işınlarının Rezonansla Soğurulması ve Mössbauer Olayı

Genel olarak, uyarılmış bir çekirdek, E_U uyarılmış enerji durumundan E_T taban enerji durumuna geçerken $h\nu = E_U - E_T$ bağıntısına göre, ν frekanslı bir γ fotonu yayımlar. Şekil 2.14' de görüldüğü gibi bu foton, taban durumunda bulunan, öncekinin aynısı olan başka bir çekirdek üzerine düştüğünde, onu, E_T taban durumundan E_U uyarılmış durumuna çıkartmak için, kolaylıkla soğurması beklenir. Fizikte çok rastlanılan bu duruma *rezonans* adı verilir. Rezonansla uyarılan bu çekirdekler tekrar taban durumuna geçerken, aynı ν frekanslı ışınımını bütün doğrultularda yayımlarlar.

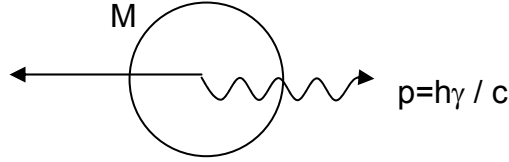


Şekil 2.14. Uyarılmış durumdan taban durumuna geçiş.

Rezonansla soğurma olayının meydana gelmesi için, birinci çekirdeğin yayınladığı fotonun ν frekansının ikinci çekirdek için;

$$\nu = \frac{E_U - E_T}{h}$$

bağıntısı ile verilen ν frekansına tam eşit olması gerekir. Halbuki, gerçekte, birinci çekirdek bir γ fotonu yayınlarken, momentumun korunumu kanununa göre, çekirdek de, Şekil 2.15'de görüldüğü gibi; aynı momentumla zıt yönde geri teper. E_G ile göstereceğimiz geritepme enerjisini bu olayda ortaya konulan $E_U - E_T$ enerjisinden alacağı için, yayınlanan fotonun enerjisi, kütle merkezi sisteminde $E_U - E_T$ olduğu halde, laboratuvar sisteminde;



Şekil 2.15. γ fotonu yayınlayan çekirdek eşit momentumla geri teper.

$$h\nu_{yay} = h\nu_0 - E_G$$

olur ki burada $h\nu_0 = E_U - E_T$, geri tepme olmadığında yayınlanması beklenen foton enerjisidir. Aynı şekilde, ikinci çekirdek gelen fotonu soğurduğunda yine momentumun korunumu kanununa göre, E_G enerjisi ile geri tepeceğinden, bu çekirdeğin uyarılması için gerekli enerji;

$$h\nu_{soğ} = h\nu_0 + E_G$$

dir. Bu sebeple, yayınlama ve soğurma çizgileri arasındaki frekans farkı;

$$\Delta\nu = \nu_{soğ} - \nu_{yay} = \frac{2E_G}{h}$$

olur. İkisi arasındaki enerji farkı ise;

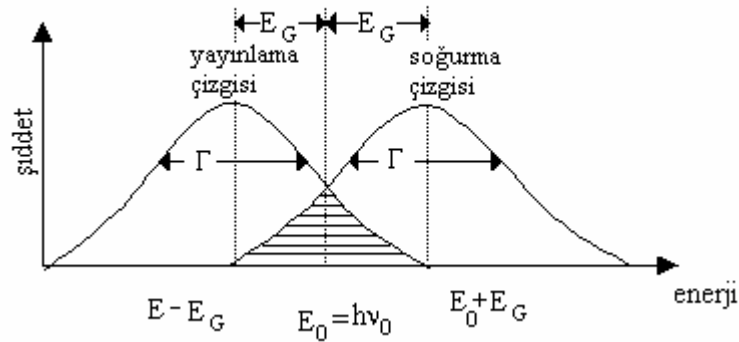
$$h\Delta\nu = 2E_G$$

olacaktır. Şekil 2.16' da görüldüğü gibi yayınlama ve soğurma çizgileri arasındaki $2E_G$ enerji farkından dolayı γ ışınlarının yayınlama ve soğurma çizgilerinin merkezleri üst üste gelmez. Gama ışınlarının rezonansla soğurulmasını gerçekleştirmek için iki eğrinin üst üste binmesini sağlamak üzere genellikle Doppler kaymasından yararlanılır.

Kaynağın çizgisel hızı v ise, doppler olayı sonucu ışınımın enerjisinde;

$$(\Delta E)_D = h(\Delta \nu)_D = h\nu_0 \frac{v}{c} = E_0 \frac{v}{c}$$

değerinde bir artma sağlanmış olur.



Şekil 2.16. Yayınlama ve Soğurma çizgileri.

$(\Delta E)_D = 2E_G$ olacak şekilde v hızı ayarlanırsa, geri tepme sonucu azalan enerji Doppler enerji artması ile karşılanmış olur ve böylece yayınlama çizgisi ile soğurma çizgisinin üst üste gelmesi sonucu rezonansla soğurma mümkün olur. Doppler kayması, kaynağın ya da soğurucunun birbirine göre hareket etmesiyle sağlanır⁽⁸²⁾.

2.8.2.2. İzomer Kayması

Bir atomun kimyasal değerliğinin değişmesi sonucunda bu atomun s-elektron yoğunluğunda değişeceği gerçektir. İşte bu sebeple sıfırdan farklı bir değerlikte olan bir atomun çekirdeği ile s-elektronları arasındaki Coulomb çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri bir değişime uğrar. Bu olay Mössbauer spektrumunda izomer kayması olarak kendini gösterir. İzomer kaymasının değeri

$$\text{İzomer Kayma} = \frac{4\pi}{5} Ze^2 R^2 \left(\frac{\sigma R}{R} \right) \left[|\psi(0)|_{\text{Sogurucu}}^2 - |\psi(0)|_{\text{Kaynak}}^2 \right]$$

ile verilir. Burada $R = R_{\text{Uyarılmış}} - R_{\text{Temel}}$ dir.

Bu denklem iki çarpandan meydana gelmiştir. Birinci durum nükleer parametreleri ihtiva eder, özellikle uyarılmış durum ile temel durum arasındaki izomerik yarıçap farklıdır. İkinci durum, çekirdekdeki yük yoğunluğunu ihtiva eder, bu da atomun valans hali ile etkilenen atomik veya kimyasal bir parametredir.

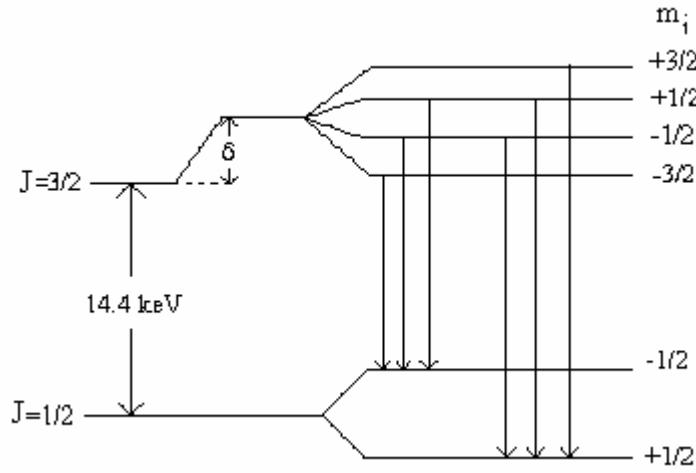
İzomer kayması kendini Mössbauer spektrumunda $v=0$ da olması gereken maksimum rezonansta bir kayma olarak gösterir.

Mössbauer spektrumlarında izomer kayması değerinin ölçülmesiyle, Mössbauer izotopunun bağ durumları hakkında çeşitli bilgiler elde edilir.

Demir ferromanyetik olduğu için, aynı atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği H manyetik alan şiddeti büyüktür

ve çekirdek, Zeeman olayı sonucu enerji seviyelerinde yarıma beklenir. J nin H doğrultusundaki izdüşümü m_j nin aldığı değerlere göre, her enerji seviyesi $2J+1$ sayıda alt seviyelere yarılar. Fe^{57} de, taban durum için $J=1/2$, 14,4 KeV luk ilk uyarılmış durum için $J=3/2$ olduğundan, H manyetik alan etkisi ile, çekirdeğin enerji düzeylerinde yarılmalar olur.

İşte bu yarılmalar sonucunda da Mössbauer spektrumunda çok sayıda çizgiler görülür. Şekil 2.17'de ^{57}Fe için böyle bir durumda çekirdek seviyelerindeki yarılmalar gösterilmiştir.



Şekil 2.17. ^{57}Fe için çekirdek seviyelerindeki yarılmalar.

2.8.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçüm Sistemi

Termal analiz, incelenen numuneye ait bir fiziksel özelliğin sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü veya bir tepkimede soğurulan ya da açığa

çıkan ısının izlendiği yöntemleri içerir. Bu yöntemlerin başlıcaları, termogravimetri (TG), diferansiyel termal analiz (DTA), diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), termometrik titrasyon ve doğrudan enjeksiyon entalpimetresidir. Biz bunlardan diferansiyel taramalı kalorimetre yöntemi ile ilgileneceğiz. Termal analizler, genellikle sabit basınç altında yürütüldüğünden, geçerli olan termodinamik eşitlik,

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

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

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

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

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

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

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

3. ARAŐTIRMA BULGULARI VE TARTIŐMA

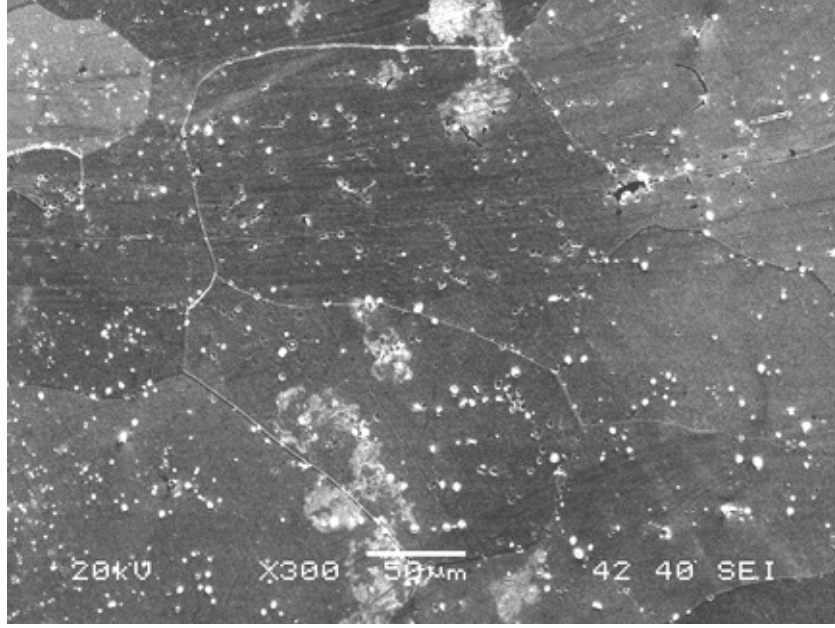
3.1. Fe-Ni-Mo AlaŐımında OluŐan Termal Etkili İzotermal Martensitik Faz DönüŐümleri

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

Hazırlanan numunelerden sadece Fe-%30Ni-%3.6Mo numunesinde austenite yapıdan martensite yapıya faz dönüŐümü, izotermal bir özellik göstermektedir. İzotermal dönüŐüm zamana ve sıcaklıĐa baĐlı olduĐu için deneyler sıvı azot sıcaklıĐında ve belli bir zaman diliminde yapılmıŐtır. Numune sıvı azot sıcaklıĐında çok uzun süre bekletilmiŐtir. Gözlenen izotermal martensite kristallerinin zaman ierisinde büyümesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiŐtir.

Fe-%30Ni-%3.6Mo alaŐımı, izotermal martensite oluşumunu gözlemek için 1100 °C ' de 12 saat ısıl işlem uygulandıktan sonra bu sıcaklıktan alınarak su ierisinde soĐutulmuŐtur.

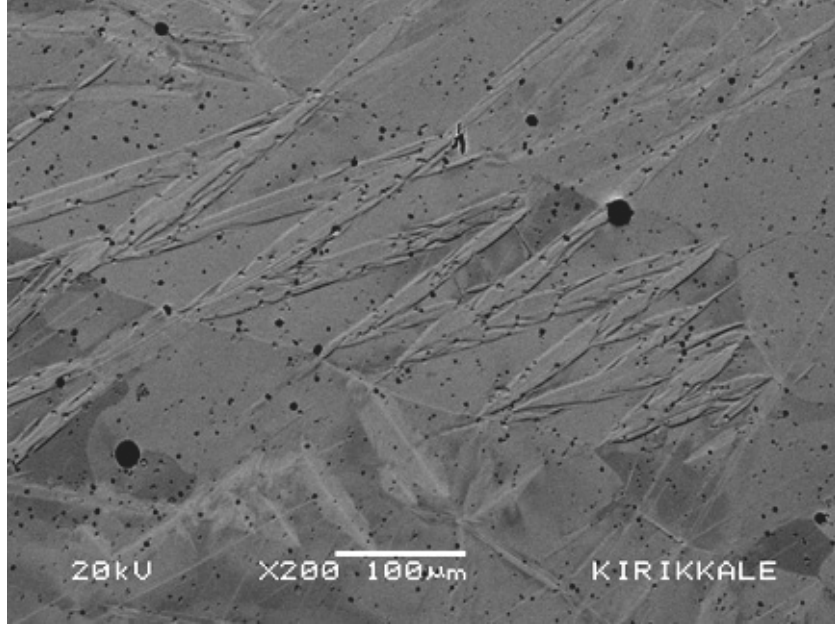
Hazırlanan numunenin oda sıcaklıĐında yapılan mikroskop incelemelerinde onun büyük kristal taneciklerine (grain) sahip austenite yapıda olduĐu gözlenmiŐtir (Őekil 3.1).



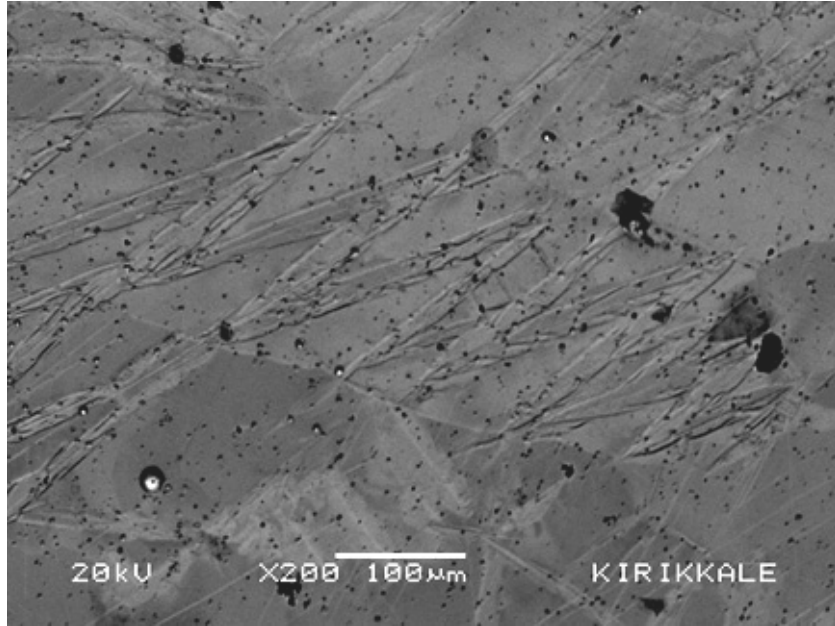
Şekil 3.1. 1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-%30Ni-%3.6Mo numunesine ait SEM fotoğrafı.

Büyük kristal tanecikleri içeren austenite kristal yapıdaki numune, izotermal dönüşüm gerçekleştirmek için (-196 °C) 'de soğutulmaya bırakılmış ve çok uzun süre bekletilmiştir. Bu sıcaklıkta bekletilen numunede 7 gün sonunda izotermal martensite oluştuğu gözlenmiştir. Bu gözlenen izotermal martensite kristallerinin fotoğrafı Şekil 3.2.a' da verilmiştir. Daha sonra bu izotermal martensite kristallerinin büyümesini görmek için aynı numune 1 ay süre ile (-196 °C) sıcaklığında bekletilmiştir. Fakat herhangi bir büyüme gözlenememiştir. Gözlenen izotermal martensite kristalleri Şekil 3.2.b' de verilmiştir.

(a)



(b)



Şekil 3.2. Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımlında (-196 °C)' de austenite kristal taneciği içerisinde (a) 7 gün , (b) 1 ay sonunda oluşan izotermal martensite kristalleri.

Büyümeyi gözleyememizin nedeni; oluşan izotermal martensite kristallerinin büyümelerini tamamlamaları olarak düşünülmüştür. Büyümeyi gözleyebilmek için numuneye çok ince zımpara yapılarak, kalınlığı yaklaşık 80µm olan martensiteler ortadan kaldırılmıştır. Daha sonra yüzey mekanik olarak parlatılmış ve izotermal dönüşümün daha kısa sürede başlayacağı sıcaklık⁽²⁶⁾ olan (-80 °C) 'de 1 dk ve 3dk bekletilerek oluşan izotermal martensite kristallerinin büyümeleri gözlenmiştir (Şekil 3.3, Şekil 3.4).

(a)

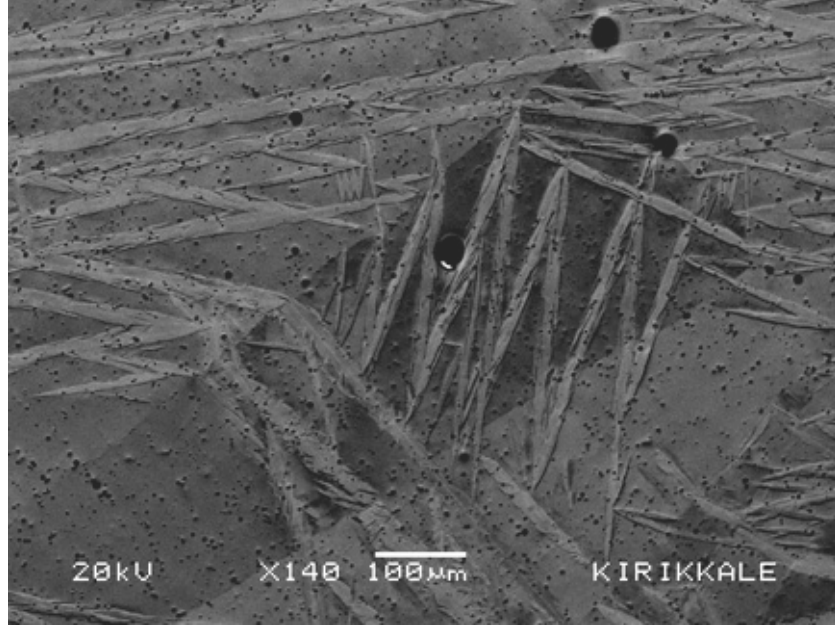


(b)

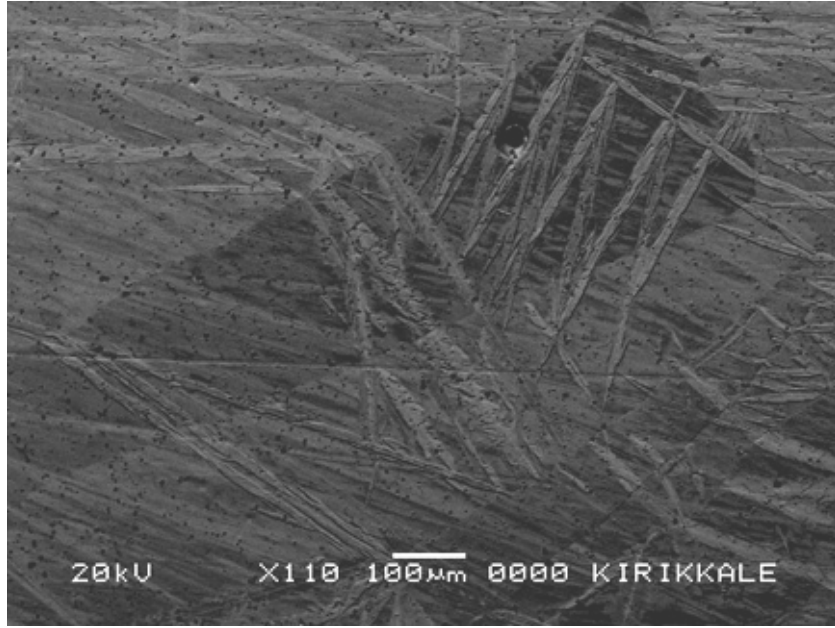


Şekil 3.3. Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında (-80 °C)' de austenite kristal taneciği içerisinde (a) 1dk , (b) 3 dk sonunda oluşan izotermal martensite kristalleri.

(a)



(b)

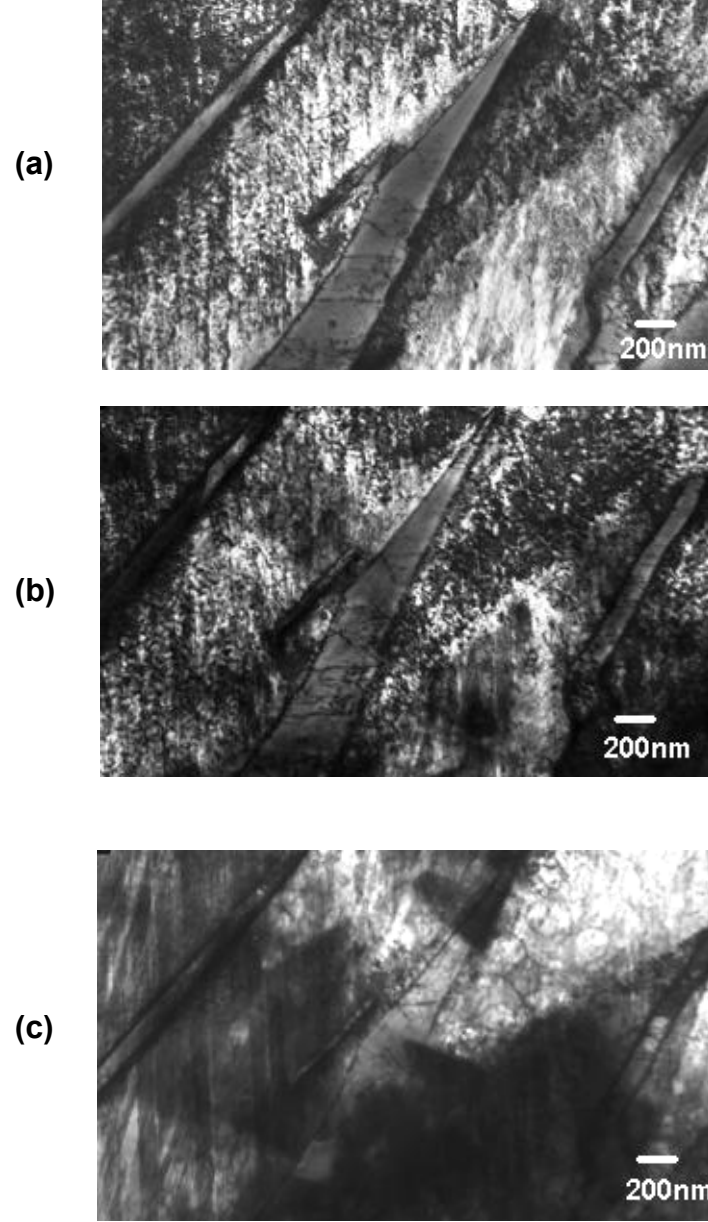


Şekil 3.4. Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında farklı bir bölgede, (-80 °C)' de austenite kristal taneciği içerisinde (a) 1dk , (b) 3 dk sonunda oluşan izotermal martensite kristalleri.

Yapılan incelemelerde bu kez izotermal martensite kristalinin çok kısa sürede oluştuğu ve zaman içerisinde büyüdüğü, tane sınırında büyümenin durduğu, ancak tane içerisinde büyümenin devam ettiği gözlenmiştir. Aynı zamanda izotermal martensite'le beraber atermal martensite kristalleri de gözlenmiştir. Benzer bir çalışmada Aktürk⁽³²⁾, Fe-%25Ni-%5Mn alaşımı üzerine izotermal martensite oluşumunu incelediği çalışmada, oluşan martensite kristallerinin ilk oluşumunun, numune yüzeyinde yüzey dağlanması sırasında oluşan kristallografik kusurlarda başladığı ve zaman içerisinde buradan başlayarak büyüdüğü, bu büyümenin tanecik sınırlarına dayanarak durduğu ve bu sırada başka kristal tanecikleri içerisinde yeni martensite kristallerinin oluştuğunu gözlemiştir. Zaten Fe-Ni-Mn ile Fe-Ni-Mo alaşımlarında meydana gelen izotermal ve atermal martensite dönüşümleri benzerlik göstermektedir⁽²⁶⁻³⁰⁾⁽⁷¹⁾.

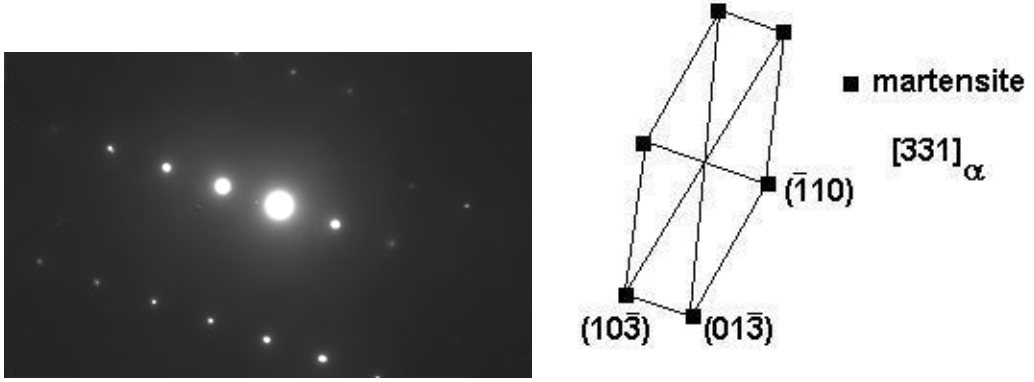
3.1.2. İzotermal α' (bcc) Martensite Yapının Geçirmeli Elektron Mikroskobu İle İncelenmesi

Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında izotermal martensite oluşumunun ilk başlangıç zamanını ve nasıl oluştuğunu belirlemek için, geçirmeli elektron mikroskop (TEM) çalışmaları yapılmıştır. 1100 °C de 12 saat ısıl işlem gördükten sonra aniden su içerisinde soğutulan numune, bir ay kadar sıvı azot sıcaklığında bekletilmiş ve SEM çalışmalarında izotermal martensite'ler gözlenmiştir. Bu alaşımdan TEM numunesi hazırlanarak ilk gözlemler yapılmıştır. Yapılan gözlemlerde tüm numunede martensite yapıdan austenite yapının daha fazla olduğu gözlenmiştir. Ayrıca austenite tanesi içerisinde dislokasyonlar gözlenmiştir. Bu dislokasyonlar Şekil 3.5 (a) 'da gösterilmiştir. İzotermal büyümeyi görmek için numune, izotermal dönüşümün daha çabuk gerçekleşeceği sıcaklık olan (-80 °C) 'de 13dk ve 1saat bekletilerek aynı bölgeden tekrar gözlem yapılmıştır. Gözlem sonuçları, Şekil 3.5 (b) ve Şekil 3.5 (c) 'de verilmiştir.



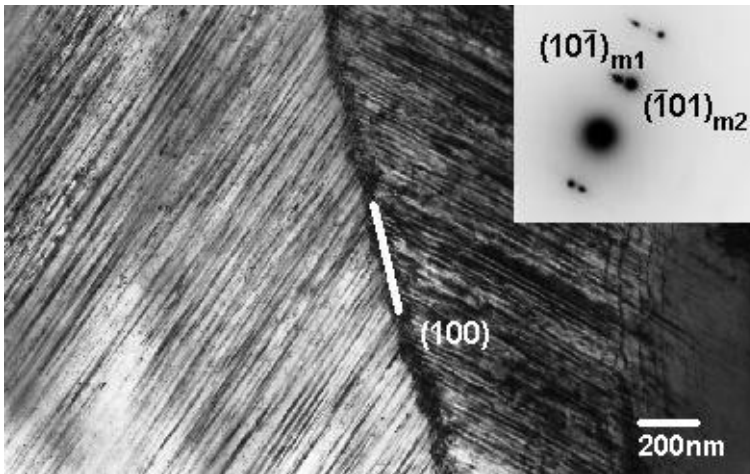
Şekil 3.5. a) Sıvı azotta 1 ay b) $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 13dk ve c) 1 saat bekletilen Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında gözlenen izotermal büyüme.

Şekil 3.5 (c) 'de ki martensite plakaları üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı Şekil 3.6' da verilmiştir.



Şekil 3.6. Şekil 3.5 (c) 'deki martensite bölgesinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

Ayrıca numunenin çok küçük bir kısmında kelebek türü martensite yapı gözlenmiştir. Gözlenen bu kelebek türü martensite yapılar çoğunlukla $\{252\}_\gamma$ habit düzlemine ve $\{112\}'_{\alpha'}$ dönüşüm ikizlerine sahiptir⁽²⁴⁾⁽⁸⁵⁾. Ayrıca martensite'nin sadece bir doğrultuda büyüdüğü gözlenmiştir. Bu kelebek türü martensite yapı ve kırınım deseni Şekil 3.7' de gösterilmiştir.

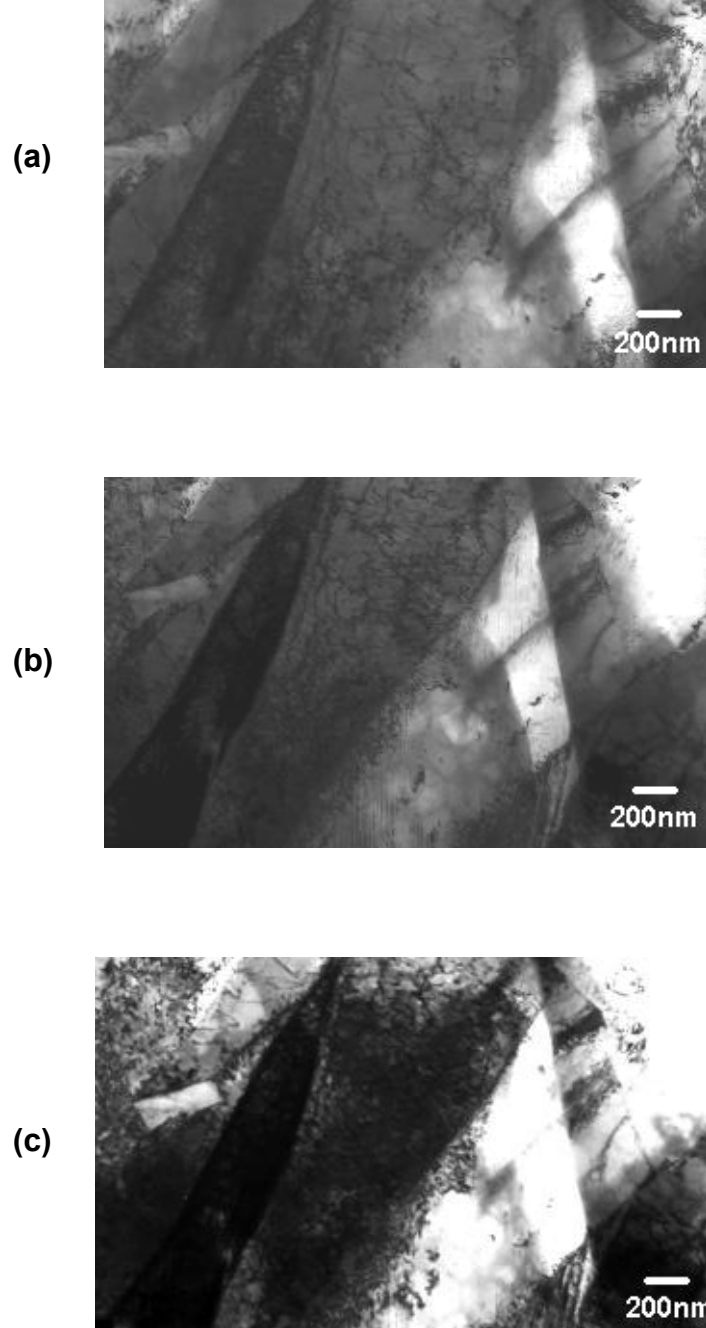


Şekil 3.7. Kelebek türü martensite yapı ve kırınım deseni.

Kırınım deseninden yapılan hesaplama sonucu elektron demetinin doğrultusu martensite için $[1\bar{3}1]_{\alpha'}$, ikiz için $[\bar{1}3\bar{1}]_t$ bulunmuştur. Dönüşüm

ikizlerini oluřturan dzlemler, kırınım deseninde gözkmese de elektron demetlerinin doęrultularından faydalanarak bunların $\{112\}_{\alpha}'$ olması gerektięi bulunmuřtur. Ayrıca kelebek tr martensite yapıdaki çatıyı oluřturan dzlemler arasındaki aı 90° ve buradan hareketle eklem dzlemi (junction plane) $(100)_{\gamma}$ olarak bulunmuřtur.

Aynı numuneden farklı bir bölge seçerek ve sıvı azotta 1 ay , -80°C 'de 13dk ve 1 saat bekleterek bu bölgedeki değişim gözlenmiştir. Sonuçlar Şekil 3.8 (a), Şekil 3.8 (b) ve Şekil 3.8 (c)'de verilmiştir.



Şekil 3.8. a) Sıvı azotta 1 ay b) -80°C 'de 13dk ve c) 1 saat bekletilen Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımında farklı bir bölgede gözlenen izotermal büyüme.

3.2. Fe-Ni-Mo Alařımınlarında Oluřan Termal Etkili Atermal Martensitik Faz Dönüřümleri

3.2.1. Atermal α' (bcc) Martensite Yapınının Taramalı Elektron Mikroskobu İle İncelenmesi

Üretilen alařımlardan sadece Fe-%30Ni-%0.8Mo, Fe-%30Ni-%1.8Mo ve Fe-%30Ni-%2.6Mo alařımlarında austenite yapıdan martensite yapıya geçiř atermal özellik göstermektedir. Atermal martensite yapınının özelliđi çok kısa zaman ierisinde patlama řeklinde meydana gelmesidir. İzotermal yapıdan morfolojik olarak farklı olarak meydana gelen bu yapının morfolojisi ve kristalografisi aıđa ıkarılmaya alıřılmıřtır.

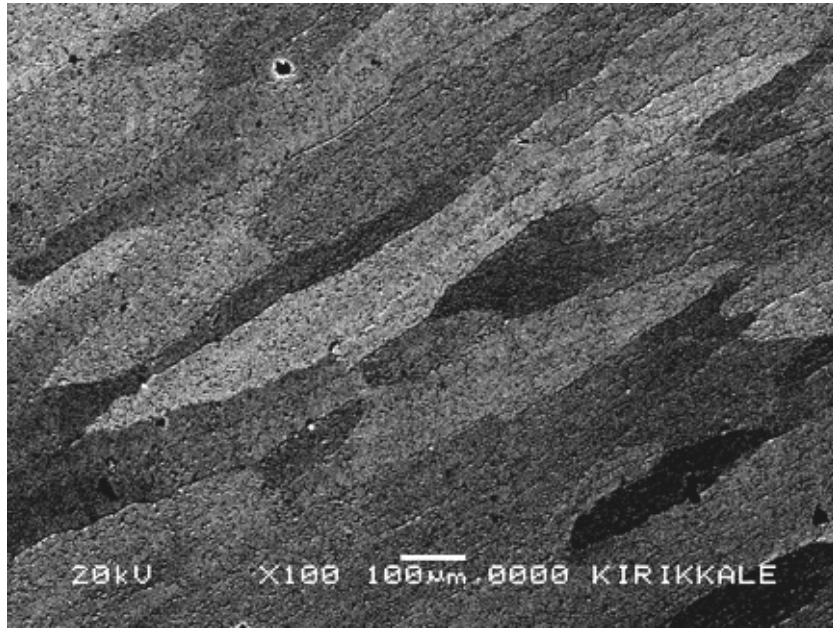
Fe-%30Ni-%0.8Mo, Fe-%30Ni-%1.8Mo ve Fe-%30Ni-%2.6Mo alařımlarında atermal martensite incelemeleri iin alařımlar 1100 °C ' de 12 saat ısıtılma uygulandıktan sonra bu sıcaklıktan alınarak su ierisinde sođutulmuřtur.

Hazırlanan numunelerin oda sıcaklıđında yapılan SEM incelemelerinde bunların büyük kristal taneciklerine (grain) sahip austenite yapıda olduđu gözlenmiřtir (řekil 3.9, řekil 3.10 ve řekil 3.11). Tane sınırları genelde safsızlık atomları, atomlar arası bořluklar ve dislokasyonlar gibi kusurlar ierdiđi iin tane ilerinde olduđu gibi özdeř atom dizilimlerinden söz edilemez⁽⁵⁵⁾. Austenite faza ait tanelerin boyutları homojenleřtirme süresine, sıcaklıđına, sođutma řekline ve alařımı oluřturan elementlerin oranına bađlı olarak deđiřir⁽³⁶⁾. Özellikle Fe bazlı alařımlarda, homojenleřtirme süresi ve sıcaklıđının artması ile tane boyutunun arttıđı gözlenmiřtir^(78,79). Yapılmıř olduđumuz incelemede homojenleřtirme sıcaklıđı ve homojenleřtirme süresi

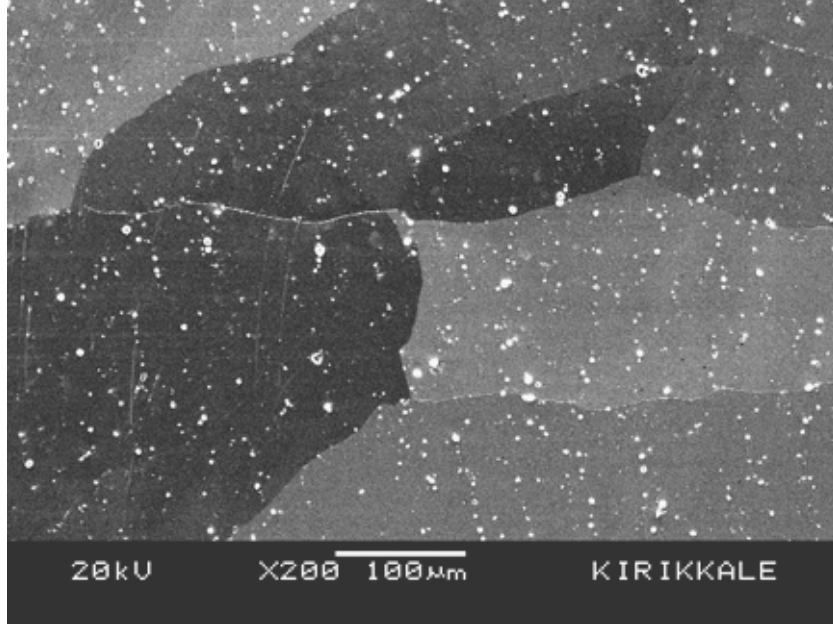
aynı olan numunelerin tane boyutları üzerinde Mo oranında etkisi olduğu sonucuna varılmıştır. Isıl işlem sonrasında gözlenen tane boyutları Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Isıl İşlem Sonrası Tane Boyutları

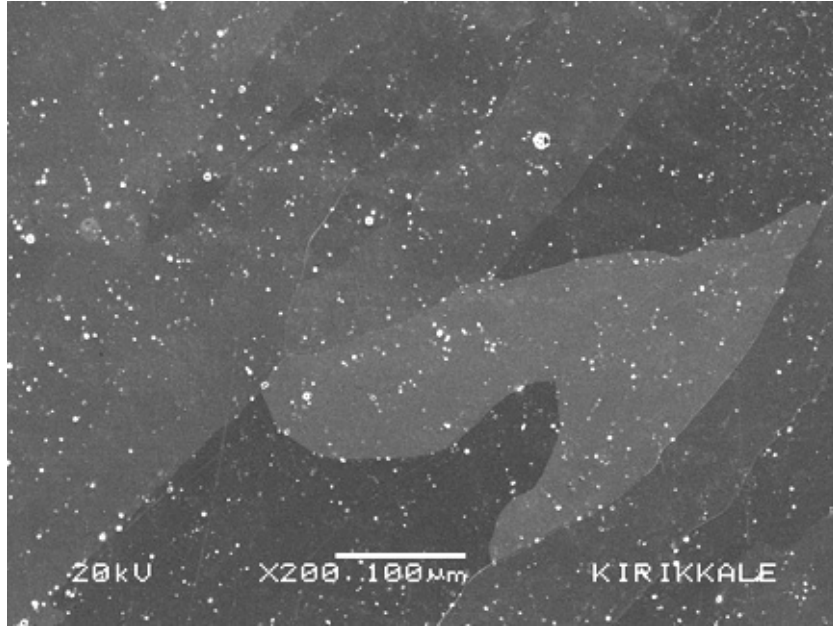
| Alaşım | Austenitleme Sıcaklığı | Ortalama Tane boyutu |
|-----------------|------------------------|----------------------|
| Fe-%30Ni-%0.8Mo | 1100 °C | 150 µm |
| Fe-%30Ni-%1.8Mo | 1100 °C | 85 µm |
| Fe-%30Ni-%2.6Mo | 1100 °C | 80 µm |
| Fe-%30Ni-%3.6Mo | 1100 °C | 77 µm |
| Fe-%30Ni-%5Mo | 1100 °C | 256 µm |



Şekil 3.9. 1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-%30Ni-%0.8Mo numunesine ait SEM fotoğrafı.



Şekil 3.10. 1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-30Ni-1.8Mo numunesine ait SEM fotoğrafı.

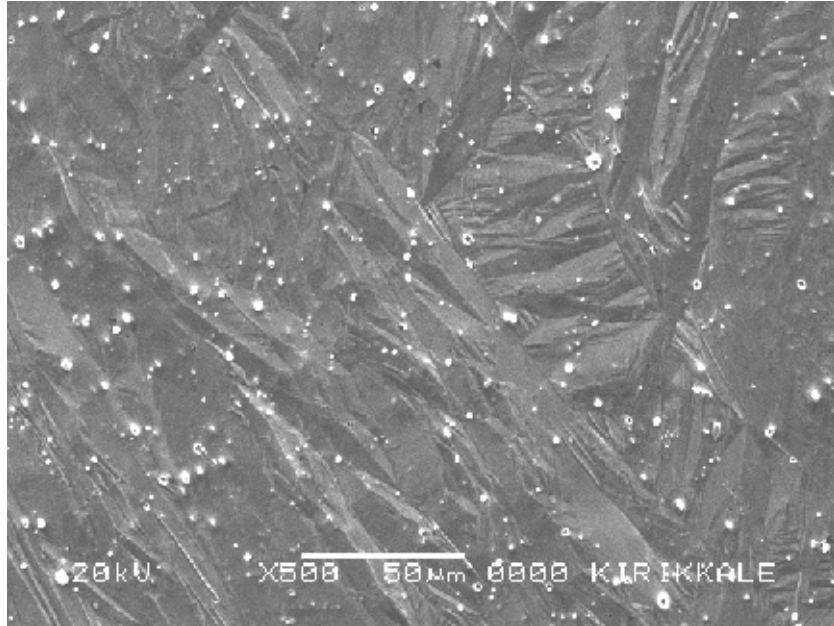


Şekil 3.11. 1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-30Ni-2.6Mo numunesine ait SEM fotoğrafı.

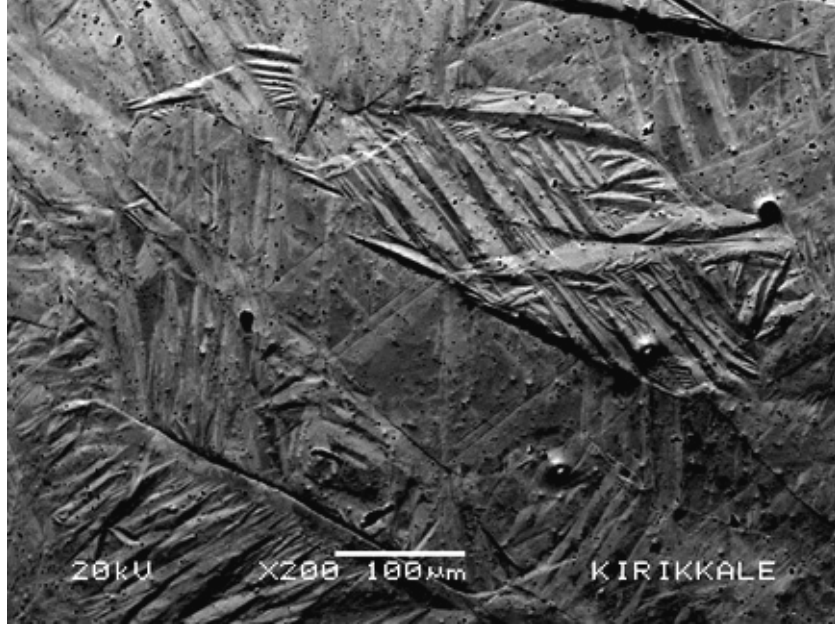
Büyük kristal tanecikleri içeren austenite kristal yapısındaki numuneler ilk olarak atermal dönüşüm sıcaklığının altına, sıvı azot içerisinde düşürülmüştür. Sıvı azot içerisinde yaklaşık 10sn bekletilmiştir. Numuneler

sıvı azot içerisinde bekletilirken bir ses duyulmuş ve olası izotermal dönüşümü önlemek için ılık su içerisinde soğutularak incelenmiştir. İnceleme sonucunda gözlenen atermal martensite yapılar Şekil 3.12, Şekil 3.13 ve Şekil 3.14 'da verilmiştir. Numunenin sıvı azotta hızlı soğutulması sonucu meydana getirilen sıcaklık farkı, martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olmuştur^(35,80).

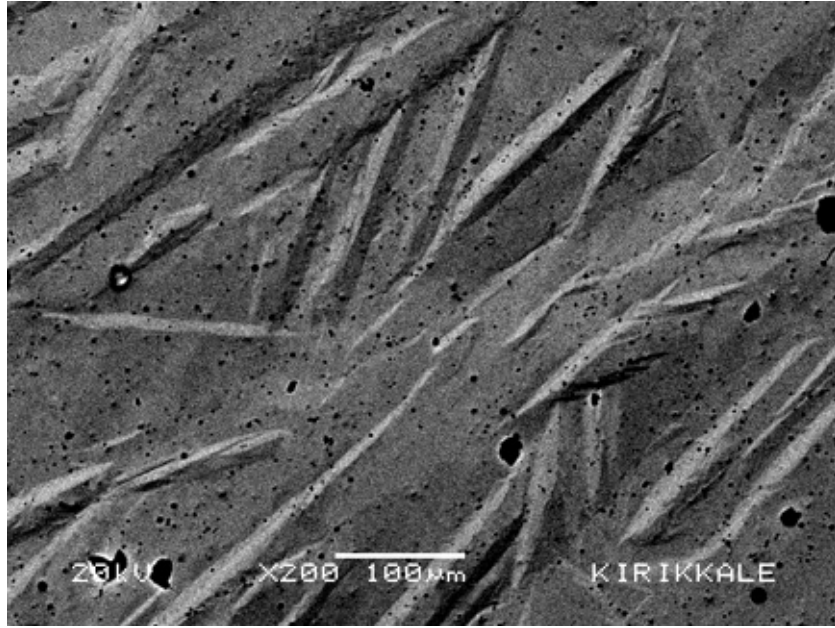
Oluşan martensite kristallerinin ilk oluşumunun, numune yüzeyinin dağlanması sırasında oluşan kristalografik kusurlarda başladığı ve zaman içerisinde buradan başlayarak büyüdüğü, bu büyümenin tanecik sınırlarına dayanarak durduğu ve oluşan atermal martensite yapının Mo oranı arttıkça azaldığı, yani izotermal dönüşüme geçiş olduğu ve tane boyutu arttıkça martensite miktarının da arttığı sonucuna varılmıştır⁽³²⁾.



Şekil 3.12. Fe-%30Ni-%0.8Mo numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.



Şekil 3.13. Fe-%30Ni-%1.8Mo numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.

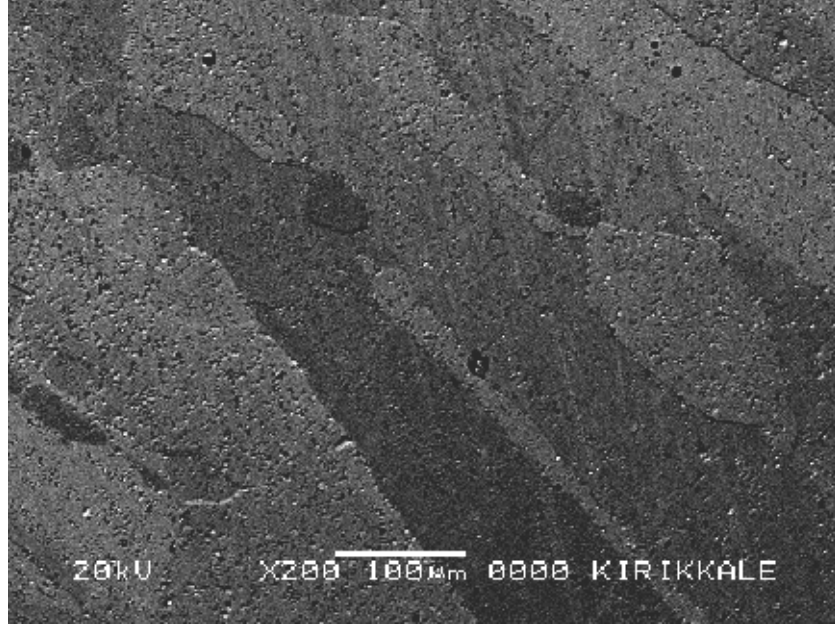


Şekil 3.14. Fe-%30Ni-%2.6Mo numunesinde gözlenen atermal martensite kristalleri.

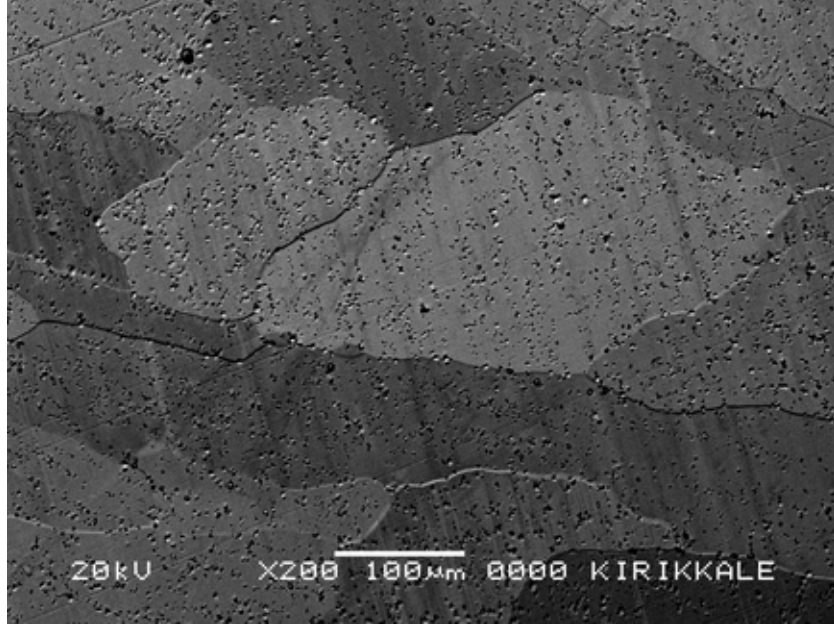
Easterling ve Porter⁽⁴⁴⁾ tarafından martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiği ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığı ama oluşan martensite

plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğu belirtilmiştir.

Hazırlanan numunelerden Fe-%30Ni-%5Mo numunesi bir ay kadar sıvı azotta bekletilmesine rağmen SEM gözlemlerinde herhangi bir martensite kristal yapı gözlenmemiştir(Şekil 3.15, Şekil 3.16).



Şekil 3.15. 1100 °C de 12 saat tutulup suda hızlı soğutulan Fe-%30Ni-%5Mo numunesine ait SEM fotoğrafı.

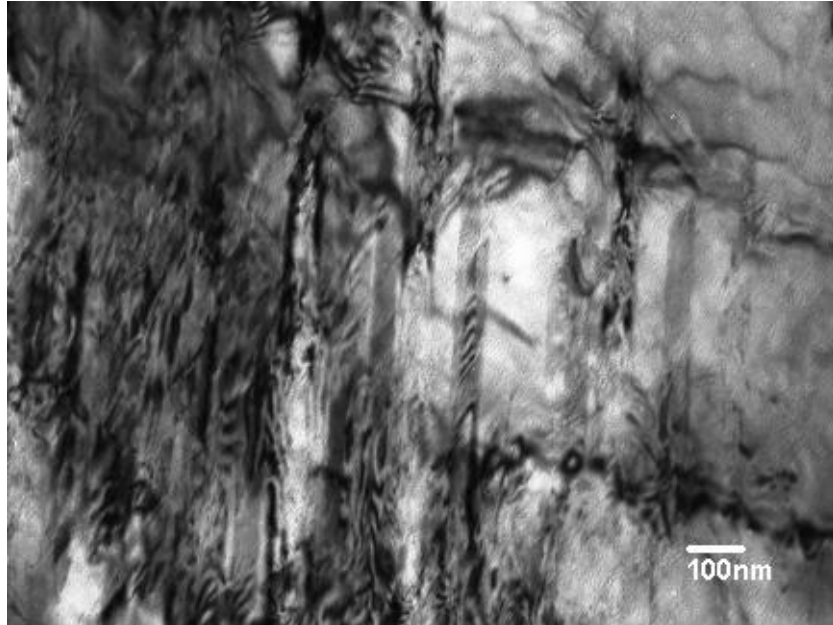


Şekil 3.16. (-196 °C)' de 1 hafta tutulan Fe-%30Ni-%5Mo numunesine ait SEM fotoğrafı.

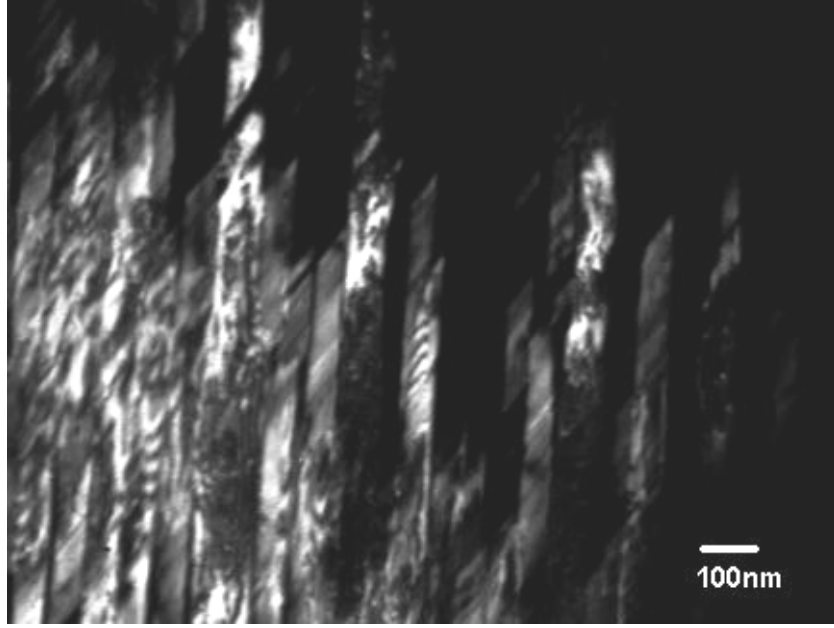
3.2.2. Fe-Ni-Mo Alařımında Atermal Martensitik Yapının Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi

Fe-Ni-Mo alařımında yapılan TEM gözlemlerinde morfolojik olarak farklılıklar gözlenmiřtir.

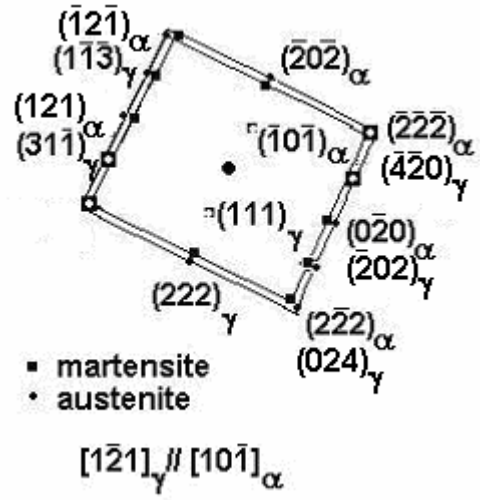
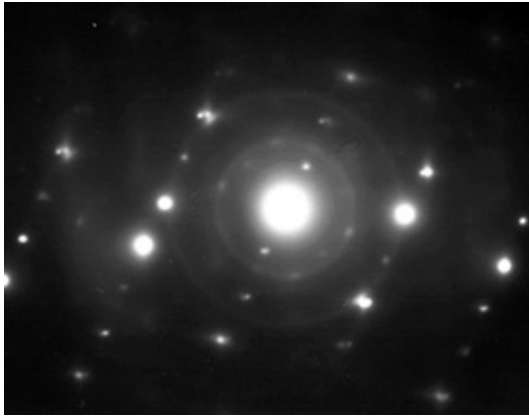
Fe-%30Ni-%0.8Mo alařımında oluřan atermal özellikli martensitik faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüsü Őekil 3.17.a ve Őekil 3.17.b 'de gösterilmiř olup austenite ve martensite fazın ikisinin de olduđu bölgeden alınmıř elektron kırınım deseni ve bunların indislenmiř diyagramı ise Őekil 3.17.c 'de verilmiřtir.



Őekil 3.17.a. Fe-%30Ni-%0.8Mo alařımında austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü (X 60K).



Şekil 3.17.b. Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında austenite ve martensite faza ait karanlık alan görüntüsü (X 60K).

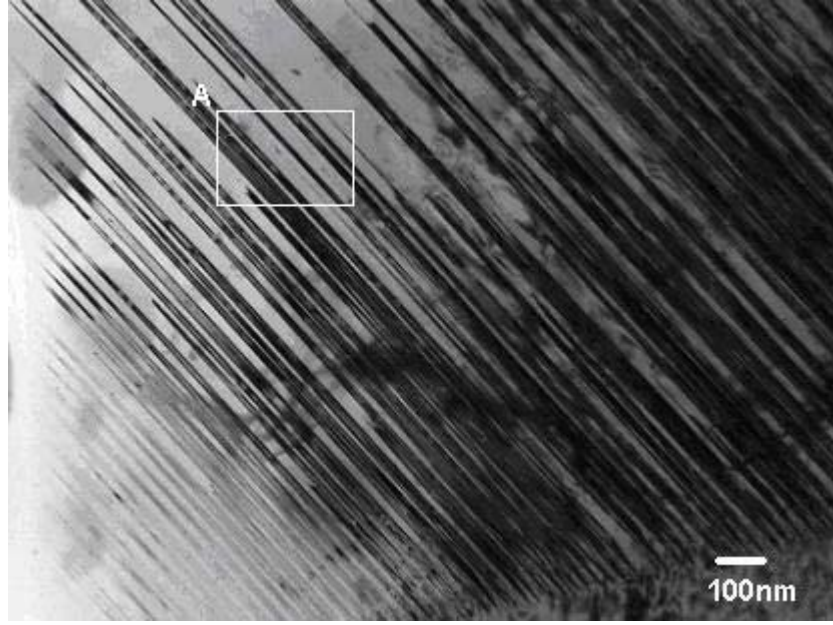


Şekil 3.17.c. Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında austenite ve martensite bölge üzerinde alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

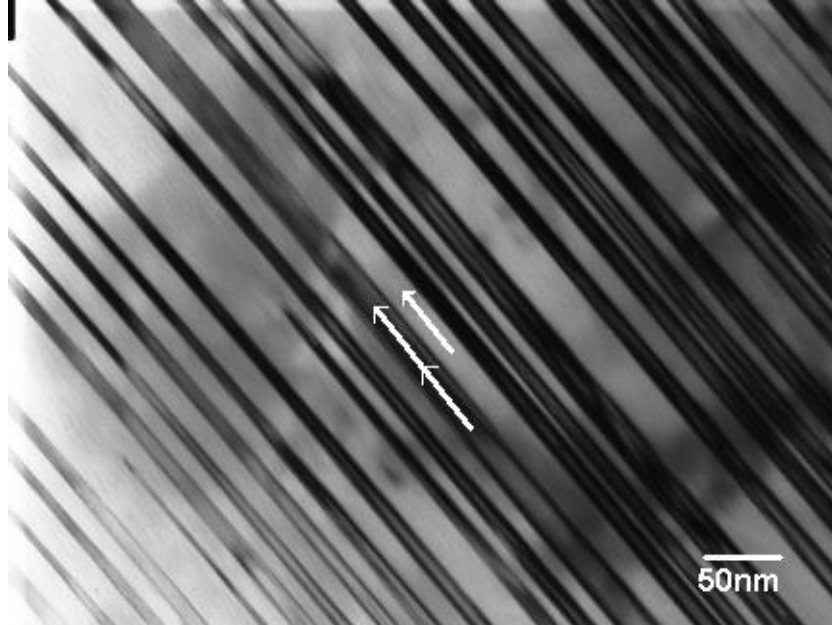
TEM çalışmaları sonucunda atermal martensite kristalinin iç yapısının paralelkenar şekilli iç ikizlenmelere sahip olduğu belirlenmiştir. Kırınım deseni incelendiğinde austenite kristaline ait elektron demetinin doğrultusu $[1\bar{2}1]_{\gamma}$,

martensite kristaline ait elektron demetinin doğrultusu $[10\bar{1}]_{\alpha'}$ ve ikizlenmeye ait elektron demetinin doğrultusunun $[\bar{1}01]_{\alpha'}$ olduğu bulunmuştur. Kırınım deseni incelendiğinde martensite ikizlenmelerinin, martensite kristal yapının $\{112\}_{\alpha'}\langle 111\rangle_{\alpha'}$ sistemleri üzerinde meydana geldiği açığa çıkarılmıştır. Bu sonuçlar düzlemler arasında K-S türünde yönelim bağıntısı - $(111)_\gamma // (101)_{\alpha'}$ - olduğunu ortaya çıkarmıştır.

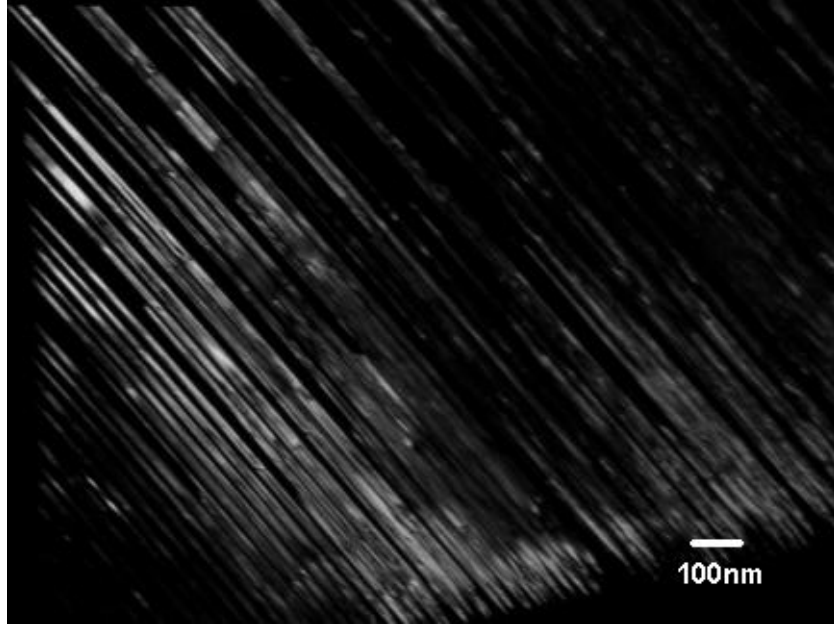
Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında oluşan atermal özellikli martensitik faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüsü Şekil 3.18.a, Şekil 3.18.b ve Şekil 3.18.c' de gösterilmiş olup austenite ve martensite fazın ikisinde birarada olduğu bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı Şekil 3.18.d' de verilmiştir. Şekil 3.18.a'da martensite kristalinin iç yapısının kristallografik teorilerin öngördüğü gibi $\{112\}_{\alpha'}$ düzlemleri üzerinde yoğun şekilde iç ikizlenmelere sahip olduğu gözlenmiştir. Siyah paralel ince bantlar bunun bir kanıtıdır. İkizlenmelerin kalınlığının 2-20nm arasında değiştiği bulunmuştur. Kırınım deseninden görüldüğü gibi bu siyah ince bantların hepsi aynı doğrultuya sahiptir.



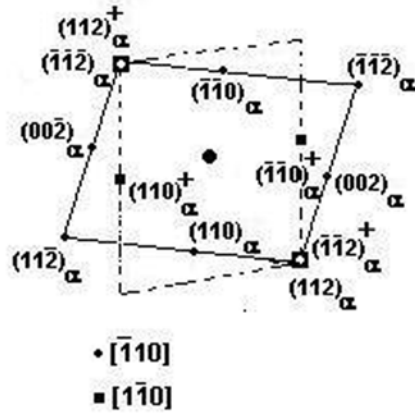
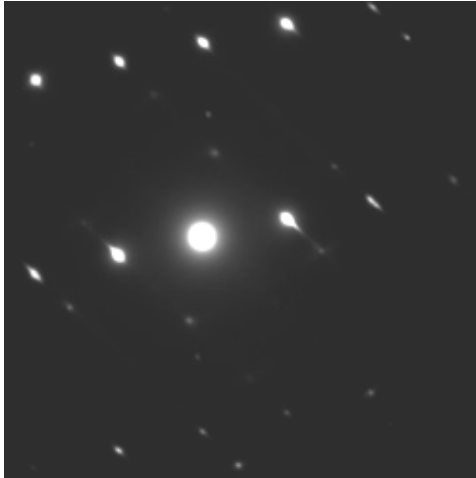
Şekil 3.18.a. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin aydınlık alan görüntüsü(X 50K).



Şekil 3.18.b. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin aydınlık alan görüntüsü(X 150K). Resim üzerinde \rightarrow gösterimi ikiz arayüzeyin doğrultusunu, $\rightarrow\rightarrow$ gösterimi $\langle 111 \rangle_{\alpha'}$ ikizlenme yöneliminin doğrultusunu göstermektedir.

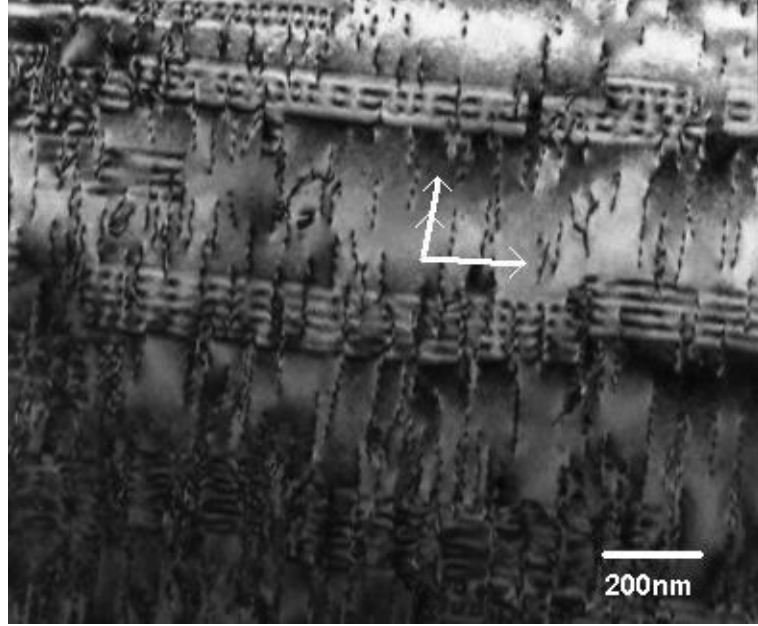


Şekil 3.18.c. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında martensite plakanın ikizlenmiş bölgesinin karanlık alan görüntüsü(X 50K).



Şekil 3.18.d. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında Şekil 3.14.a da ki A bölgesinden alınan kırınım deseni ve diyagramı.

Numunenin farklı bir bölgesinde dislokasyonlara rastlanmıştır (Şekil 3.19).



Şekil 3.19. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımda gözlenen martensite bölgesinin TEM resmi. Dislokasyonlar, ikizlenme yönelimine($\rightarrow\rightarrow$) paraleldir.

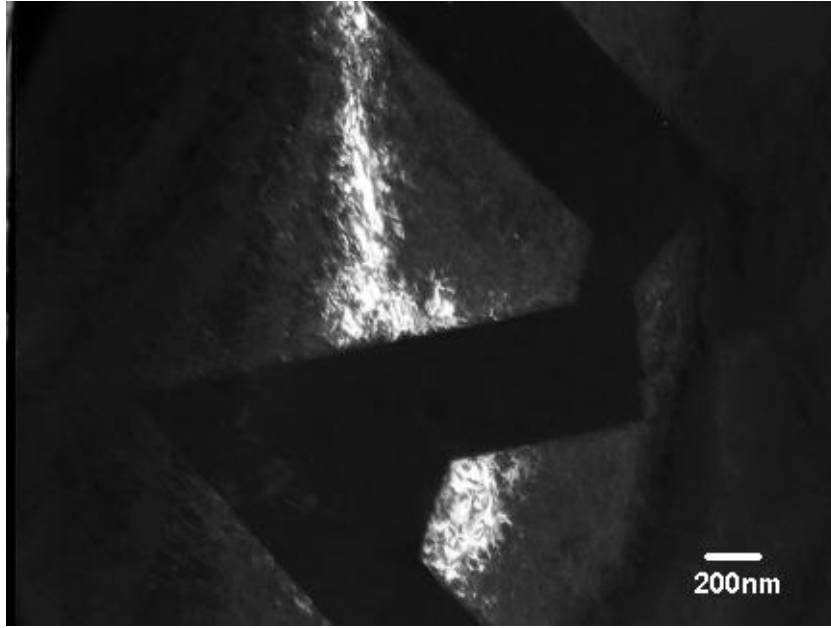
Dislokasyon yapısı, bir veya daha fazla doğrusal dislokasyon gruplarından oluşur. Bu gözlenen dislokasyonlar, $\langle 111 \rangle_{\alpha'}$ ikizlenme doğrultusuna paralel, $b = (1/2) \cdot \langle 111 \rangle_{\alpha'}$ Burgers vektörünün hareketinden oluşmuştur. İkizlenme doğrultusu, dislokasyon çizgilerine paralel olduğundan bu dislokasyonlar vida dislokasyonudur. Bu alaşımda elde edilen vida türü dislokasyonların, plaka türü martensite kristallerinde Patterson ve Wayman⁽²³⁾, Oka ve Wayman⁽⁸³⁾, ve Sachdev⁽⁸⁴⁾ tarafından gözlenen vida türü dislokasyonlarla aynı yapıda olduğu bulunmuştur.

Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımda oluşan atermal özellikli martensitik faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüsü Şekil 3.20.a ve Şekil 3.20.b 'de gösterilmiş olup austenite ve martensite fazın ikisinin de olduğu bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.20.c 'de

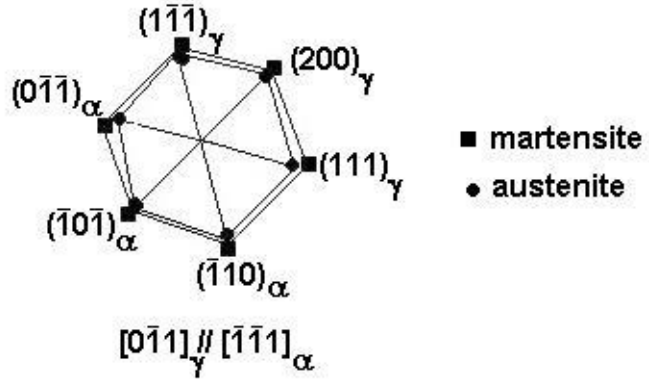
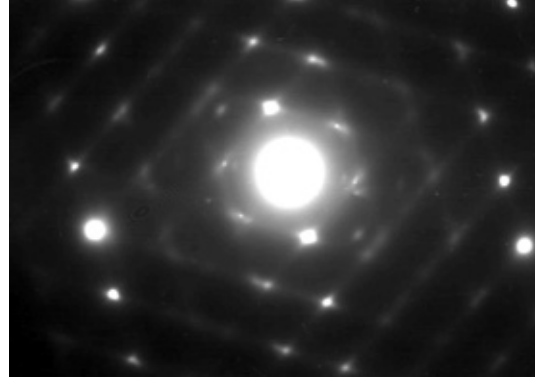
verilmiştir. Kırınım deseninden görüldüğü gibi düzlemler arasında K-S türünde yönelim bağıntısı - $(111)_\gamma // (011)_{\alpha'}$ - olduğu ortaya çıkmıştır.



Şekil 3.20.a. Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü.



Şekil 3.20.b. Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında austenite ve martensite faza ait karanlık alan görüntüsü.



Şekil 3.20.c. Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında austenite ve martensite üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

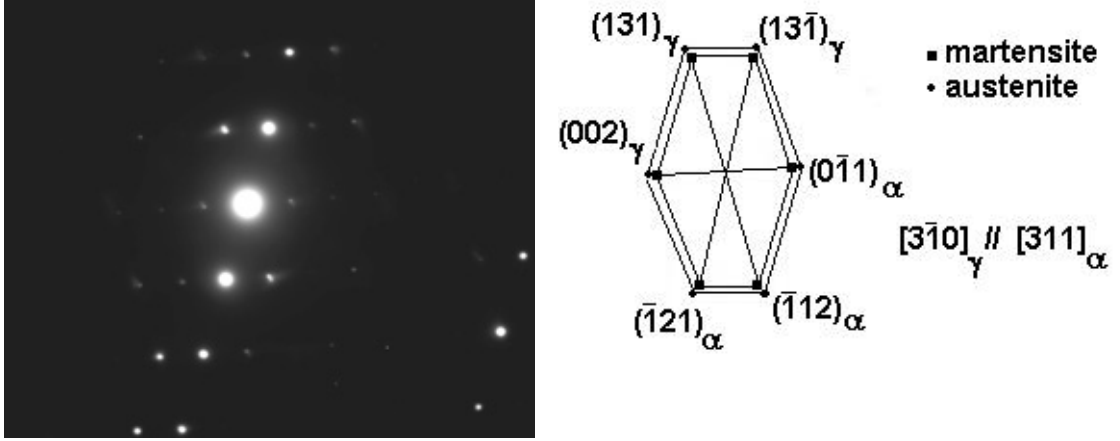
Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında numunenin başka bir bölgesinde oluşan atermal özellikli martensitik faza ait aydınlık alan ve karanlık alan görüntüsü Şekil 3.21.a ve Şekil 3.21.b 'de gösterilmiş olup austenite ve martensite fazın ikisinin de bir arada olduğu bölgeden alınan elektron kırınım deseni ve indislenmiş diyagramı ise Şekil 3.21.c 'de verilmiştir.



Şekil 3.21.a. Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında başka bir bölgenin austenite ve martensite faza ait aydınlık alan görüntüsü



Şekil 3.21.b. Fe-%30Ni-%2.6 alaşımında gözlenen ikizlenmelerin blok şeklindeki yapısı. İkizlenmeler, ikizlenme yönelimine (→→) paraleldir.



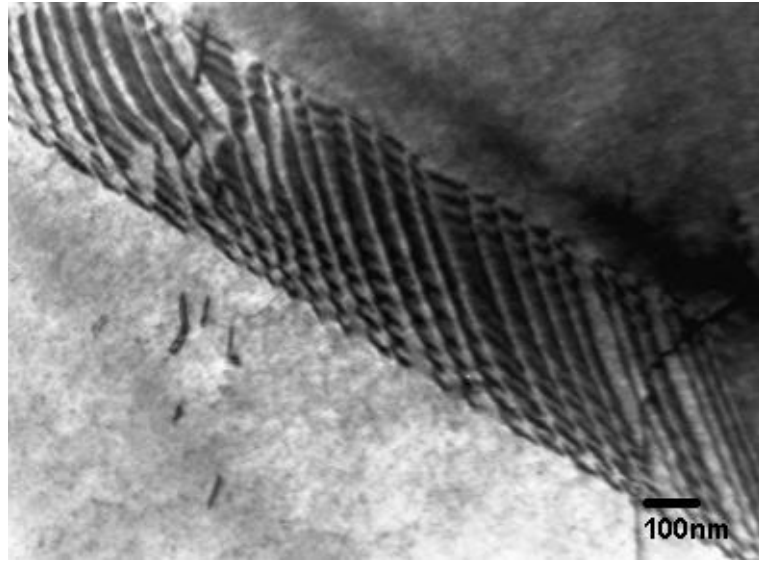
Şekil 3.21.c. Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında başka bir bölgede austenite ve martensite üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı.

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

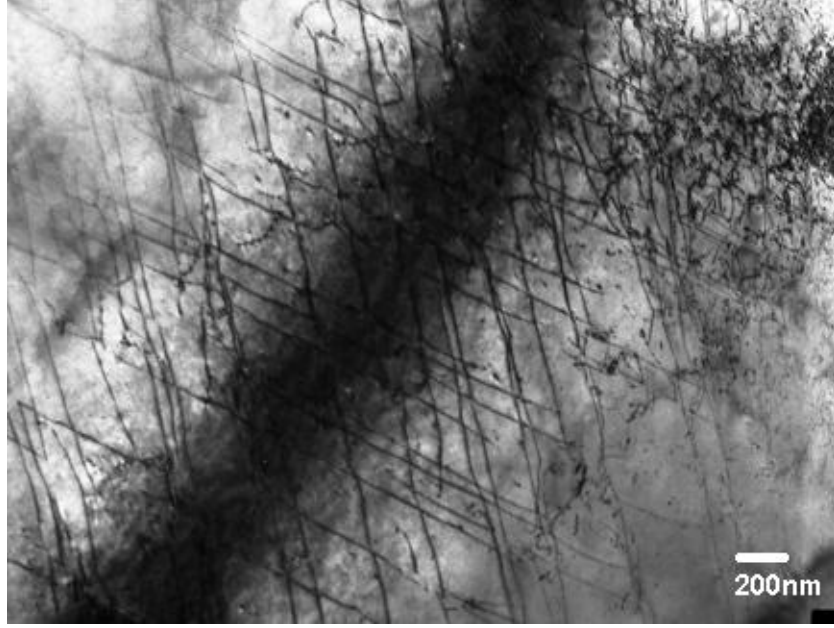
3.3. ϵ (hcp) Martensite Yapının Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) İle İncelenmesi

Numunelerden Fe-%30Ni-%5Mo alaşımının SEM incelemelerinde herhangi bir martensite yapıya rastlanmamıştı. TEM incelemelerinde ilk göze çarpan çok ilginç bir şekilde dislokasyonların dizildiği ve bir dislokasyon ağı oluşturduğu olmuştur. Şekil 3.22.a ve Şekil 3.22.b 'de bu dislokasyon ağı görülmektedir. Bu dislokasyon ağı yaklaşık olarak 500nm genişliğinde ve 2 μ m uzunluğundadır. Buradaki dislokasyon ağlarının oluşturduğu yapının elektron kırınım desenine TEM 'de bakıldığında bu kırınım deseninin “ ϵ martensite” yapıdaki kristalin kırınım desenine benzediği görülmüştür. Ancak net bir kırınım deseni fotoğrafa aktarılamamıştır. Aynı numune incelenmeye

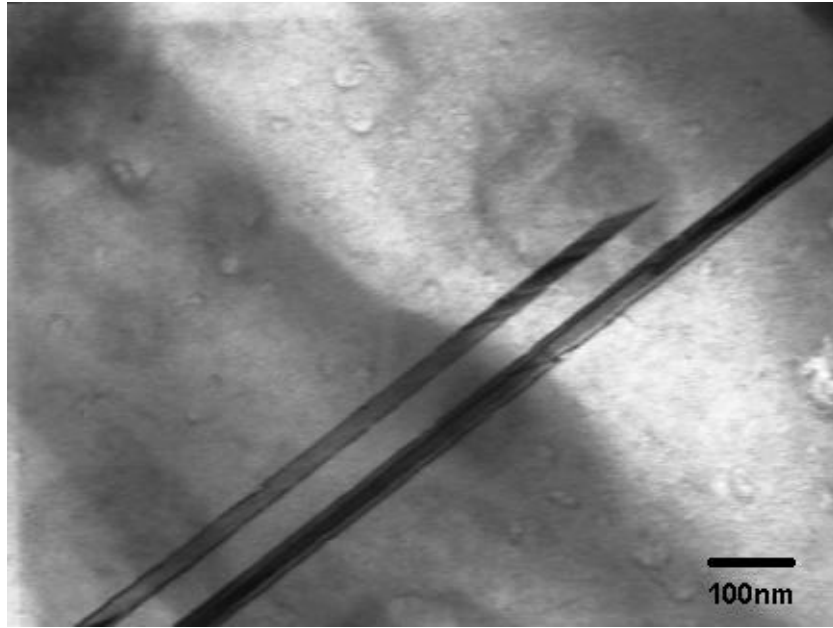
devam edildiğinde ince uzun çubuk şekilli ϵ martensite yapıya rastlanmış ve bu yapının ana austenite yapıdan belirgin ve düz bir sınır ile ayrıldığı gözlenmiştir. Şekil 3.23.a 'da bu tek ϵ martensite ait aydınlık alan görüntüsü, Şekil 3.23.b 'de ϵ martensite ait karanlık alan görüntüsü ve aynı bölgeden alınan elektron kırınım deseni ile indislenmiş diyagramı Şekil 3.23.c 'de görülmektedir.



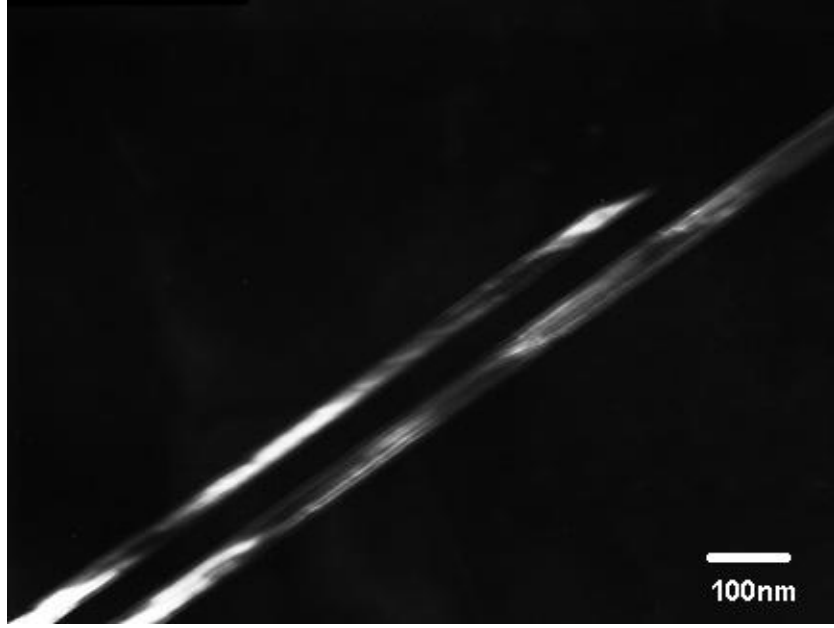
Şekil 3.22.a. Fe-%30Ni-%5Mo alaşımında austenite kristali içerisinde oluşan dislokasyon ağı.



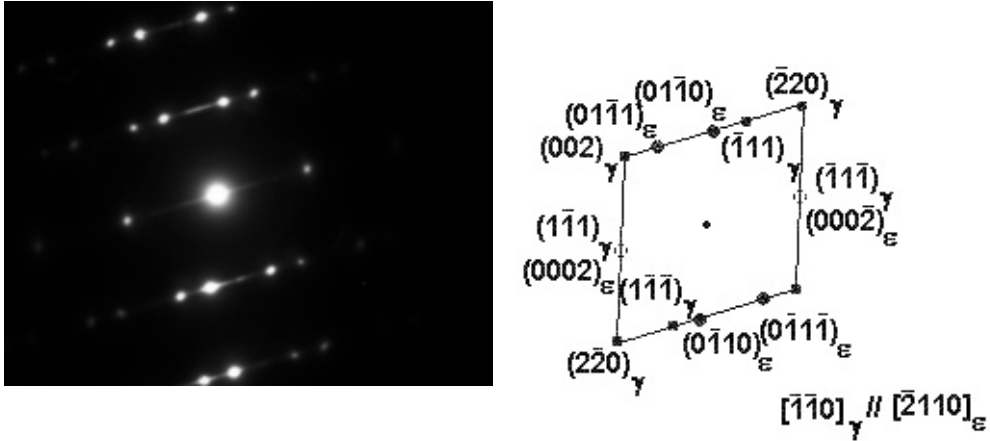
Şekil 3.22.b. Fe-%30Ni-%5Mo alaşımında austenite kristali içerisinde oluşan dislokasyon ağı.



Şekil 3.23.a. Fe-%30Ni-%5Mo alaşımında gözlenen ϵ martensite bandının aydınlık alan görüntüsü.



Şekil 3.23.b. Fe-%30Ni-%5Mo alaşımında gözlenen ϵ martensite bandının aydınlık alan görüntüsü.



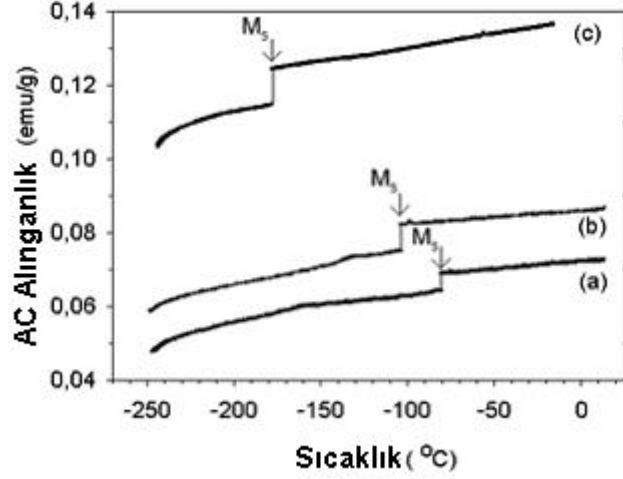
Şekil 3.23.c. Fe-%30Ni-%5Mo alaşımında austenite ve martensite üzerinden alınmış kırınım deseni ve diyagramı .

DeneySEL çalışmalarına bağlı olarak yapılan kristalografik ölçümler sonucu, ϵ martensite kristalleri ile austenite ana yapı arasındaki yönelim bağıntısı $[\bar{1}10]_{\gamma} // [\bar{2}110]_{\epsilon}$ ve habit düzlemi $\{111\}_{\gamma}$ olarak bulunmuştur. Bu bağıntının Shoji – Nishiyama yönelim bağıntısına uyduğu bulunmuştur.

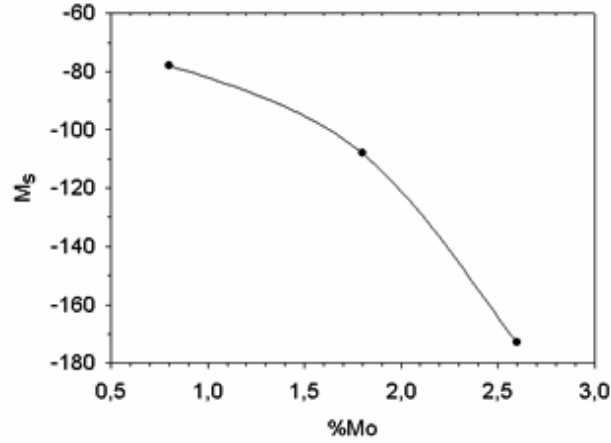
3.4. Fe-Ni-Mo Alařımında Oluřan Austenite-Martensite Faz Dönüřümünün Manyetik Özelliklerinin AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Yöntemi İle Belirlenmesi

Demir alařımlarında meydana gelen austenite-martensite faz dönüřümleri ile bunların manyetik davranıřları arasında güçlü bir iliřki kurulabilir. Austenite faz paramanyetik davranıř göstermesine karřın, martensite bundan farklı olarak ferromanyetik veya antiferromanyetik davranıř gösterebilir⁽⁷²⁾. Fe-Mn-Si ve Fe-Cr-C alařımları üzerinde yapılan çalıřmalarda, austenite-martensite faz dönüřümü sırasında belirgin bir manyetik geçiř olduđu manyetik alınganlıđın sıcaklıkla deđiřimi incelenerek gösterilmiřtir⁽⁷³⁾⁽⁷⁴⁾. Diđer taraftan Tamarat, Andre ve Dubois ⁽⁷³⁾ yaptıkları çalıřmada paramanyetik durumdan antiferromanyetik duruma geçiř sıcaklıđı olan M_s sıcaklıđını ve antiferromanyetik durumdan paramanyetik duruma geçiř sıcaklıđı olan Neel sıcaklıđını (T_N), belirlemiřlerdir. Bu çalıřmada atermal dönüřüm gerçekleřen Fe-Ni-Mo alařımları için manyetik faz geçiřleri belirlenmiř ve M_s sıcaklıkları bulunmuřtur.

Manyetik alınganlık ölçümleri, atermal özellik gösteren numuneler (Fe-%30Ni-%XMo , X=0.8, 1.8, 2.6) üzerinde yapılmıřtır. Ölçüm için 1100 °C de 12 saat ısıl iřlem gören numunelerden 1.5 mm x 1.5mm x 1mm boyutlarında dikdörgenler prizması řeklinde örnekler hazırlanmıřtır. Lakeshore Model 7130 ac manyetik alınganlık cihazı ile 25 °C ile (-250 °C) sıcaklık aralıđında ölçümler alınmıřtır. Ölçüm sonuçları řekil 3.24 'de , Mo oranına karřı martensite bařlama sıcaklıđı (M_s) řekil 3.25 'de verilmiřtir.



Şekil 3.24. Fe-%30Ni-%XMo alaşımının sıcaklığa karşı ac manyetik alinganlıđı ((a) x=0.8 , (b) 1.8, (c) 2.6)



Şekil 3.25. Mo oranına karşı martensite başlama sıcaklığının (M_s) deđişimi.

Şekil 3.24 'de görüldüğü gibi M_s sıcaklığında austenite paramanyetik fazdan, martensite manyetik düzenli faza geçiş görülmektedir. Manyetik düzenli fazın alinganlık değeri, paramanyetik austenitin manyetik alinganlık değerinden küçüktür. Mo oranı arttıkça martensite başlama sıcaklığı (M_s) düşmüştür. Ayrıca manyetik alinganlık değerleri Mo miktarı arttıkça çok küçük bir deđişimle artmıştır. Bunun nedeni Mo' nin mıknatıslanma üzerine etkisindedir. Mo elementi mıknatıslanmayı güçlendirir⁽⁷⁵⁾. Ayrıca

paramanyetik fazdan manyetik düzenlenime (ferromanyetik veya antiferromanyetik) geçerken mıknatıslanma değeri çok küçük miktarda küçülmüştür. Bunun nedenini, martensite kristal yapı içerisinde yer alan manyetik duvarlarla açıklamak mümkündür. Martensitik faz yüksek yoğunlukta dislokasyon içerir⁽⁷⁶⁾. Yoğun sayıdaki dislokasyonlar manyetik sınırlarda birikirler ve uygulanan manyetik alandan artık etkilenmezler yani manyetik sınırlar içerisinde yer alan spinler manyetik alanla aynı doğrultuya yönelmezler, bunun sonucunda da mıknatıslanma küçülür. Bu tür özellikler gösteren malzemelere sert manyetik materyal denir⁽⁷⁷⁾.

3.5. Fe-Ni-Mo Alaşımlarında Oluşan Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometresi Yöntemi İle İncelenmesi

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

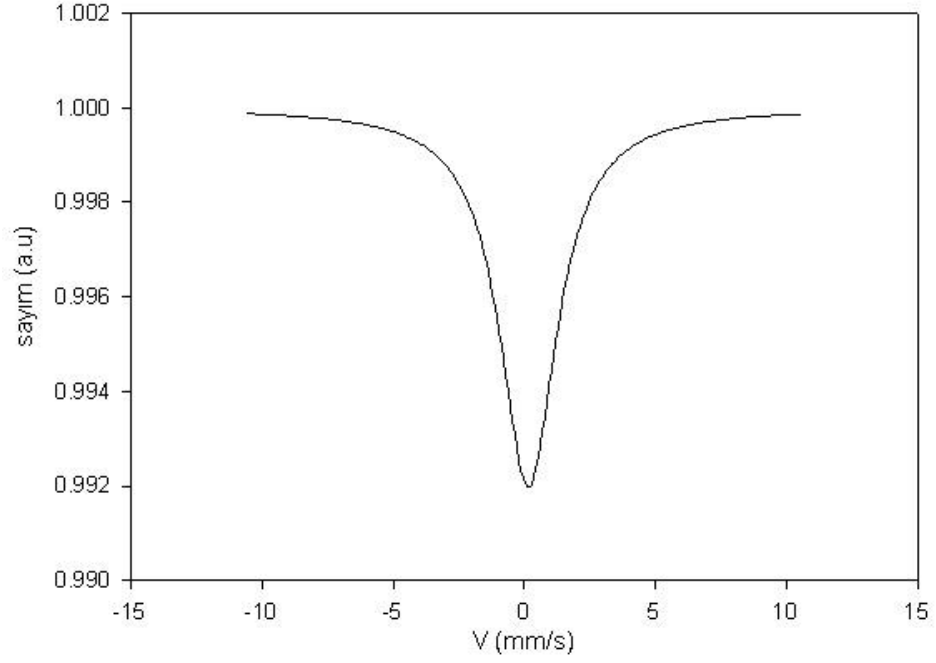
Fe bazlı alaşımlarda austenite fazı paramanyetik olduğunda, bu faz tek soğurma çizgisiyle, martensite fazı antiferromanyetik ya da ferromanyetik olduğunda ise altı soğurma çizgisiyle karakterize edilir^(86,87).

Fe-%30Ni-%XMo alaşımı oda sıcaklığında austenite fazdadır ve daha önceki bölümlerde açıklandığı gibi bu alaşımlarda Mo oranına bağlı

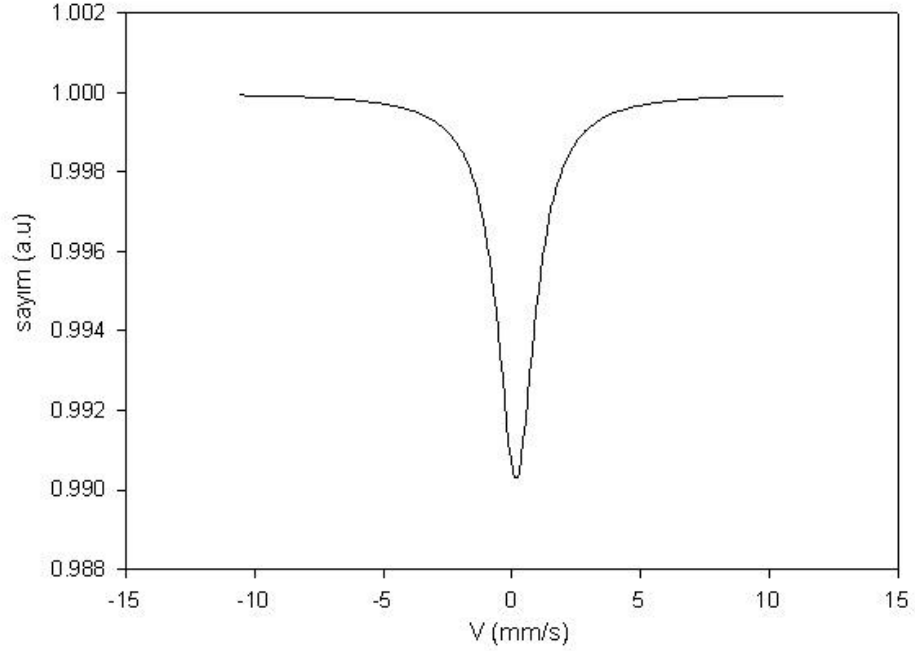
olarak hem atermal($x=0.8, 1.8, 2.6$) hem de izotermal($x=3.6$) dönüşüm olayı gerçekleşmektedir. Bu bölümde austenite fazın ve martensite fazın Mössbauer spektrumları elde edilerek oluşan martensite kristallerinin hacimce büyüklükleri bulunmuştur.

Austenite fazındaki Fe-%30Ni-%XMo ($x=0.8, 1.8, 2.6$) alaşımı paramanyetik olduğundan, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilir. Şekil 3.26, Şekil 3.27 ve Şekil 3.28 'de austenite faza ait spektrumları verilmiştir. Daha sonra paramanyetik austenite fazda bulunan alaşımlarda sıvı azot içerisinde atermal dönüşüm gerçekleşmiş ve mössbauer spektrumları alınmıştır. Şekil 3.29, Şekil 3.30 ve Şekil 3.31 'de gösterilen bu spektrumlarda martensite faz altı soğurma çizgisiyle tanımlanmıştır.

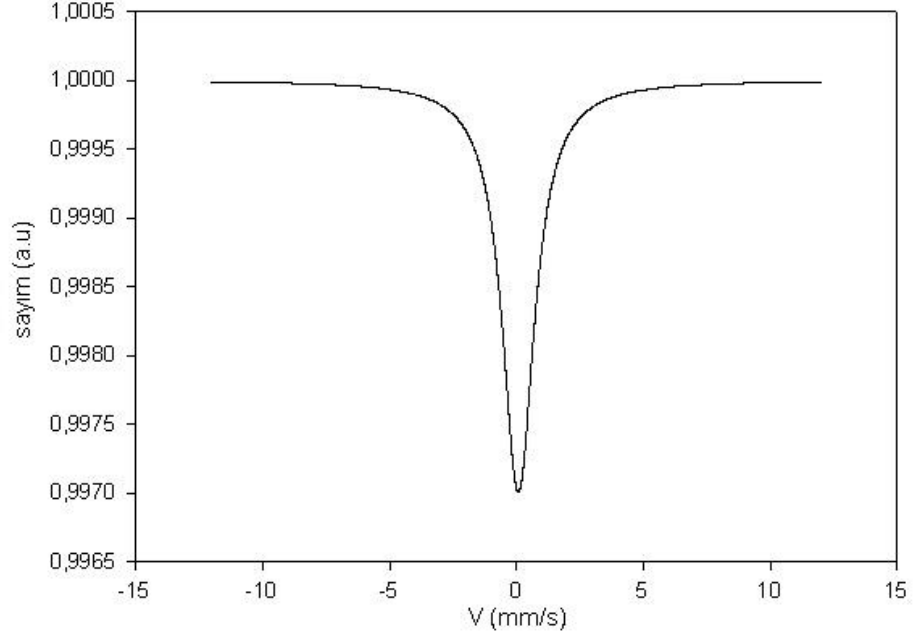
Fe-%30Ni-%XMo ($x=0.8, 1.8, 2.6$) alaşımları için austenite ve atermal martensite faz için elde edilen hacim yüzdeleri (austenite -%A, martensite -%M) izomer kayma değerleri (austenite- δ_A , martensite- δ_M) ve martensite faz için iç manyetik alan ($B_{iç}$) değerleri Çizelge 3.2 'de toplu olarak verilmiştir.



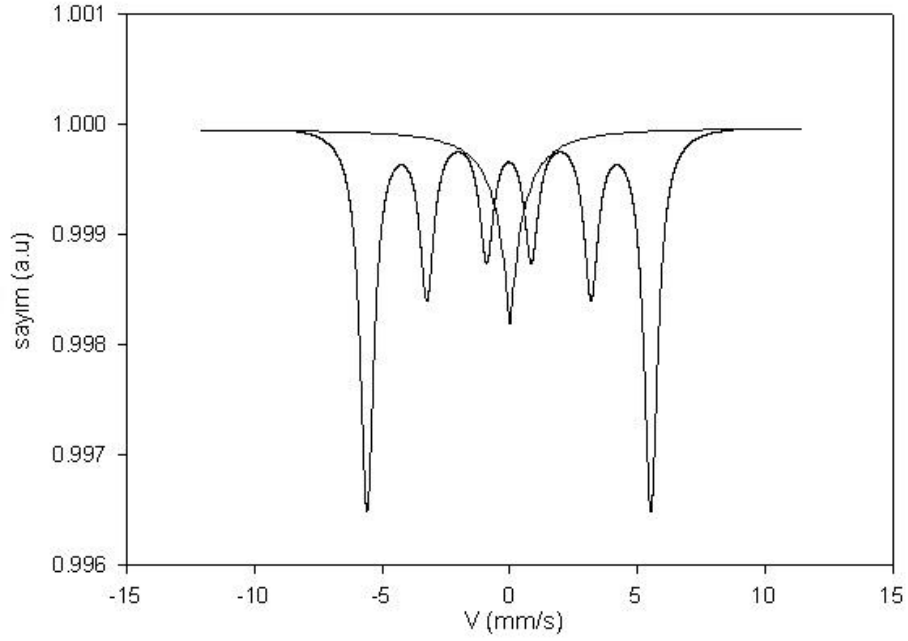
Şekil 3.26. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımda, oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.



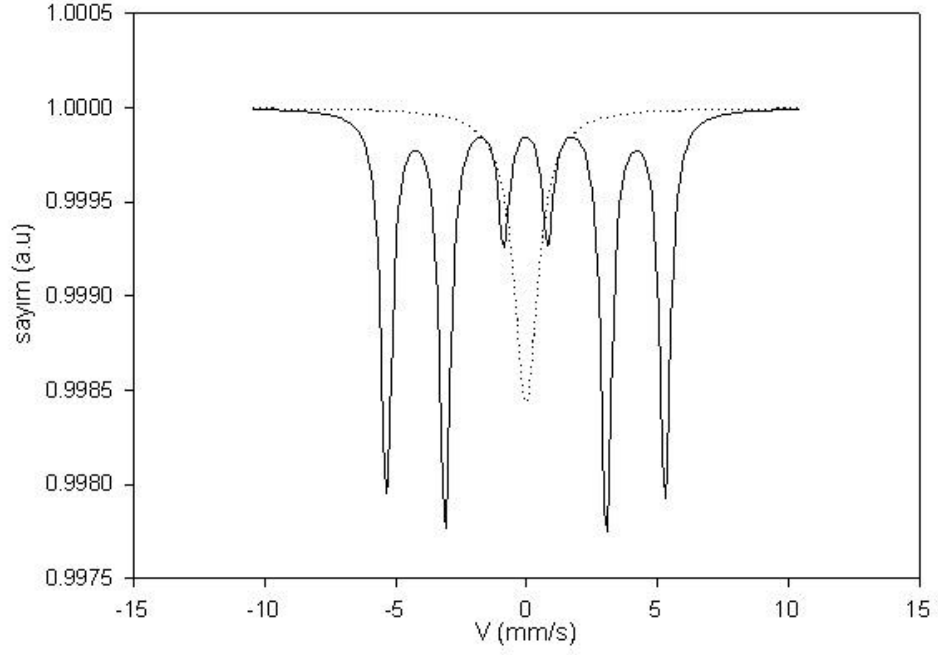
Şekil 3.27. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımda, oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.



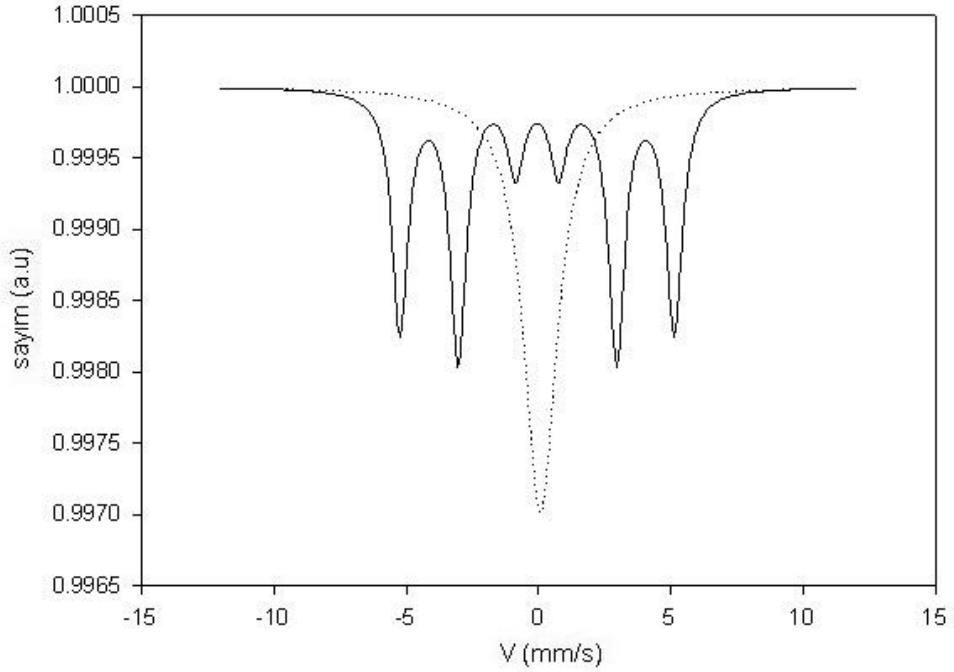
Şekil 3.28. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında, oda sıcaklığında alınan austenite yapının Mössbauer spektrumu.



Şekil 3.29. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapısı içerisinde oluşan martensite yapısının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.



Şekil 3.30. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.

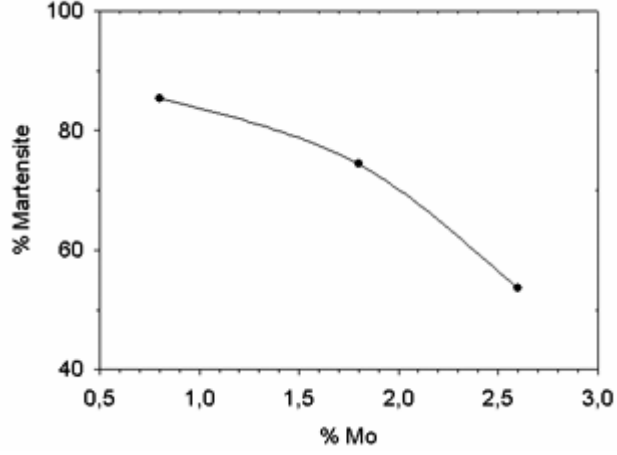


Şekil 3.31. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıtım uygulanan Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımında, (-196 °C)' de austenite kristal yapı içerisinde oluşan martensite yapının oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrumu.

Çizelge 3.2. Fe-%30Ni-%XMo Alaşımında Mössbauer Spektroskopetresi Yöntemi ile Elde Edilen Sonuçlar

| XMo | Faz | %A | %M | δ_A (mm/s) | δ_M (mm/sn) | $B_{iç}$ (T) |
|-------|------------|-------|-------|-------------------|--------------------|--------------|
| 0.8Mo | Austenite | 100 | - | 0.151 ± 0.006 | - | - |
| | Martensite | 14.66 | 85.34 | 0.199 ± 0.007 | 0.200 ± 0.0074 | 32.0001 |
| 1.8Mo | Austenite | 100 | - | 0.160 ± 0.034 | - | - |
| | Martensite | 25.62 | 74.38 | 0.017 ± 0.001 | 0.023 ± 0.001 | 33.0125 |
| 2.6Mo | Austenite | 100 | - | 0.018 ± 0.001 | - | - |
| | Martensite | 46.38 | 53.62 | 0.021 ± 0.001 | 0.051 ± 0.001 | 31.8808 |

Mössbauer spektrometresi kullanılarak, Fe-%30Ni-%XMo alaşımlarında, ısıl işlem süresi, ısıl işlem sıcaklığı ve soğutma hızı aynı olmasına rağmen oluşan martensite miktarının Mo oranı azaldıkça arttığı bulunmuştur(Şekil 3.32). Ayrıca oluşan martensite miktarının artması ile martensite faza ait iç manyetik alan değerinin azaldığı bulunmuştur.

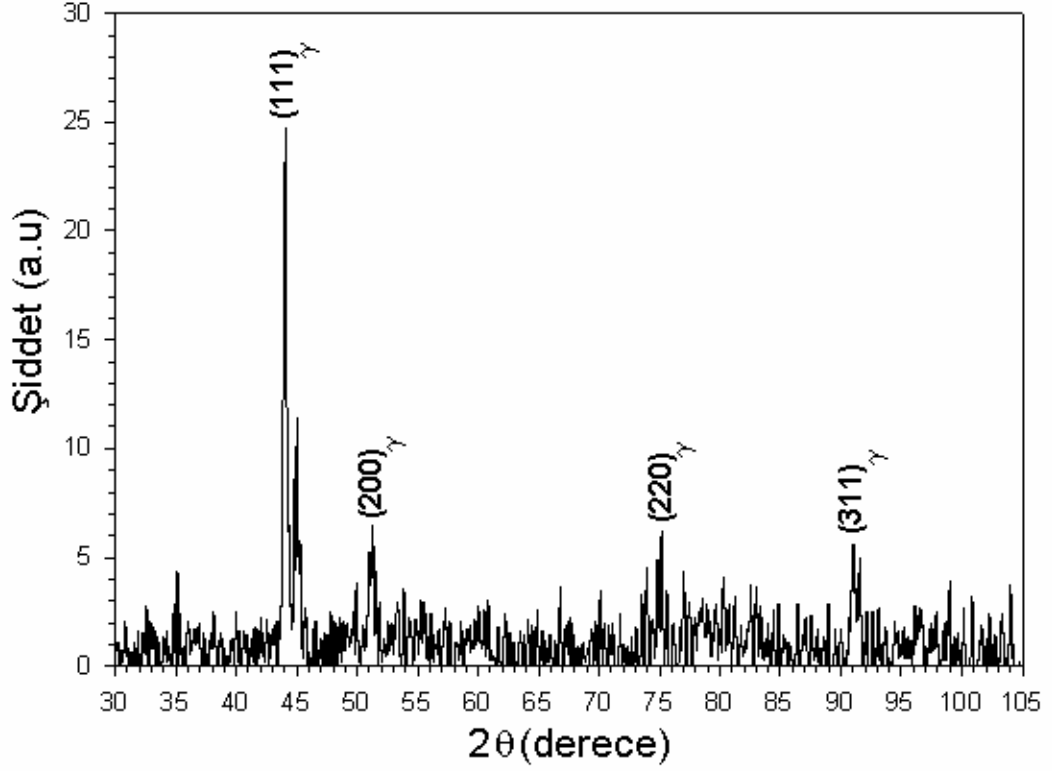


Şekil 3.32. Mo oranına karşı termal etkili martensitenin oluşum yüzdesinin değişimi.

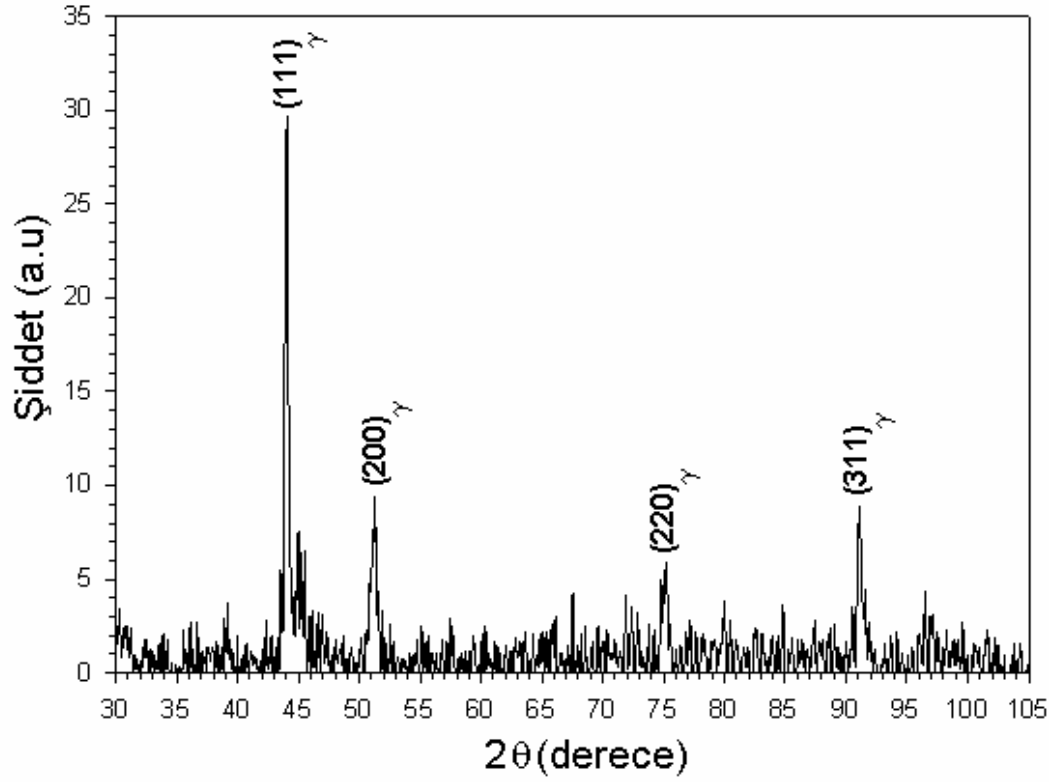
Isıl işlem sıcaklığı ve ısıl işlem süresi aynı olmasına rağmen oluşan martensite miktarının artmasını tane boyutlarına ve Mo oranına bağlayabiliriz. Tane sınırları kristallografik yapı kusurlarının yoğun olduğu bölgeler olduğu için, martensite çekirdekleri için tercihli yer olduğu düşünülür⁽⁵⁵⁾. Tane sınırları martensite dönüşümlerini engellemek için ana fazın stabilize olmasına hizmet eder. Martensite kristallerinin büyümesi tane sınırlarında durur⁽⁷³⁾. Bunun için küçük taneler ana fazın stabilize olmasının bir sonucudur. Ayrıca Mo elementi austenite fazın stabilize olmasına katkı sağlar⁽⁹²⁾. Yapmış olduğumuz çalışma sonucu Mo oranı arttıkça, martensite miktarı azalmış, tane boyutu küçülmüş ve M_s sıcaklığı artmıştır. Araştırmacılar, Fe-15Ni-C ve Fe-14.3Mn-3.7Mo alaşımlarında tane boyutu arttıkça oluşan martensite miktarının arttığını göstermişlerdir⁽⁵⁵⁾⁽⁸⁸⁾.

3.6. Austenite Örgü Parametresinin XRD Methodu İle Bulunması

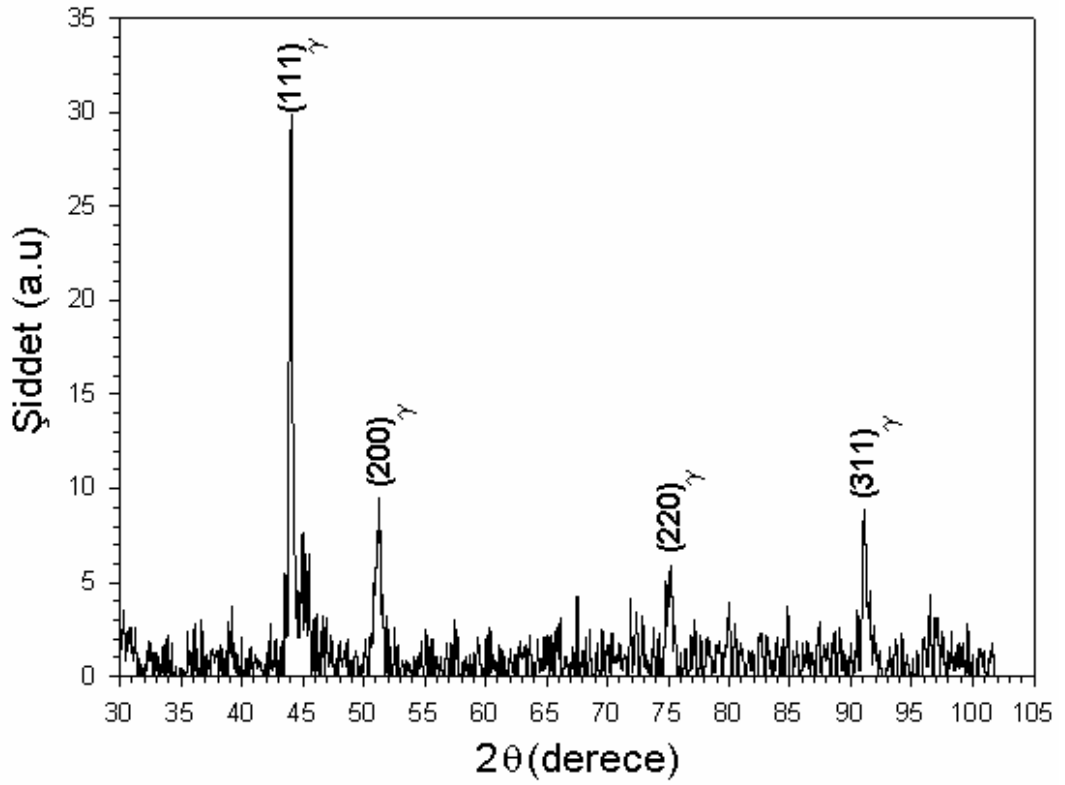
XRD ölçümleri, austenite fazdaki Fe-%30Ni-%X Mo (X= 0.8, 1.8, 2.6) alaşımları üzerinde yapılmıştır. XRD toz ölçümleri için alaşımlardan 20mg'lık toz numuneler hazırlandı. Elde edilen sonuçlar Şekil 3.33, Şekil 3.34 ve Şekil 3.35 'de verilmiştir. XRD toz ölçümü sonucunda, austenite haldeki numunenin sadece austenite faza ait düzlemleri ($(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$, $(220)_\gamma$, $(311)_\gamma$) içerdiği ve austenite faza ait örgü parametresi bulunmuştur. Ölçüm sonuçları Çizelge 3.3, Çizelge 3.4 ve Çizelge 3.5'de verilmiştir.



Şekil 3.33. Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımın XRD ölçümü.



Şekil 3.34. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşıminin XRD ölçümü.



Şekil 3.35. Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşıminin XRD ölçümü.

Çizelge 3.3. Fe-%30Ni-%0.8Mo Alaşımının XRD sonuçları ve Austenite Örgü Parametresi

| Pik (hkl) _γ | N=h ² +k ² +l ² | 2θ | a _γ (Å) |
|-----------------------------|--|-------|--------------------|
| (111) _γ | 3 | 44.03 | 3.5625 |
| (200) _γ | 4 | 51.26 | 3.5661 |
| (220) _γ | 8 | 75.17 | 3.5753 |
| (311) _γ | 11 | 91.04 | 3.5839 |
| < a _γ >=3.5719 Å | | | |

Çizelge 3.4. Fe-%30Ni-%1.8Mo Alaşımının XRD Sonuçları ve Austenite Örgü Parametresi

| Pik (hkl) _γ | N=h ² +k ² +l ² | 2θ | a _γ (Å) |
|------------------------------|--|-------|--------------------|
| (111) _γ | 3 | 44.04 | 3.5617 |
| (200) _γ | 4 | 51.27 | 3.5648 |
| (220) _γ | 8 | 75.24 | 3.5724 |
| (311) _γ | 11 | 91.08 | 3.5827 |
| < a _γ >= 3.5704 Å | | | |

Çizelge 3.5. Fe-%30Ni-%2.6Mo Alaşımının XRD Sonuçları ve Austenite Örgü Parametresi

| Pik (hkl) _γ | N=h ² +k ² +l ² | 2θ | a _γ (Å) |
|------------------------------|--|-------|--------------------|
| (111) _γ | 3 | 44.04 | 3.5617 |
| (200) _γ | 4 | 51.27 | 3.5648 |
| (220) _γ | 8 | 75.24 | 3.5724 |
| (311) _γ | 11 | 91.08 | 3.5827 |
| < a _γ >= 3.5704 Å | | | |

3.7. Fe-Ni-Mo Alaşımında Oluşan Austenite-Martensite Faz

Dönüşümün Termal Özelliklerinin DSC Yöntemi İle Belirlenmesi

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

1100 °C' de 12 saat ısıl işlem görmüş Fe-%30Ni-%XMo alaşımları oda sıcaklığında austenite fazdadır. Bu alaşımların 50 °C ile (-150 °C) arasında 20 °C/min soğutma hızı ve 50 °C ile 500 °C arasında 20 °C/min ısıtma hızı ile sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimleri elde edildi.

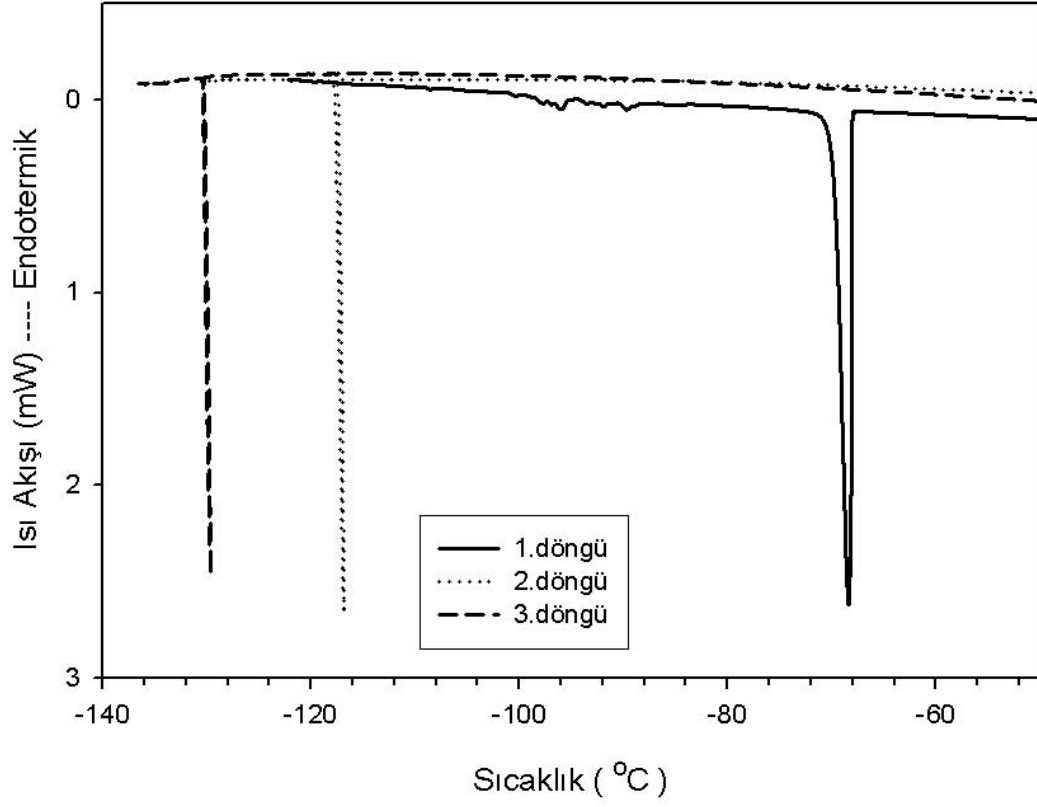
Fe-%30Ni-%0.8 Mo alařımının martensite bařlama sıcaklıđını (M_s), bulmak iin 50 °C 'den (-150 °C) 'ye kadar dakikada 20 °C 'e olacak řekilde sođutuldu. Sonra alařım 50 °C'den 600 °C' ye kadar dakikada 20 °C 'e olacak řekilde ısıtılarak A_s ve A_f sıcaklıkları belirlendi. Bu řekilde 3 dng yapıldı (řekil 3.36).

Birinci dngde rnek sođutulurken martensite bařlama sıcaklıđı (M_s), (-65 °C) 'de patlama řeklinde meydana gelmiřtir (řekil 3.36). Isıtırken austenite bařlama sıcaklıđı (A_s) 344 °C ve austenite bitiř sıcaklıđı (A_f) 420 °C bulunmuřtur (řekil 3.37) .

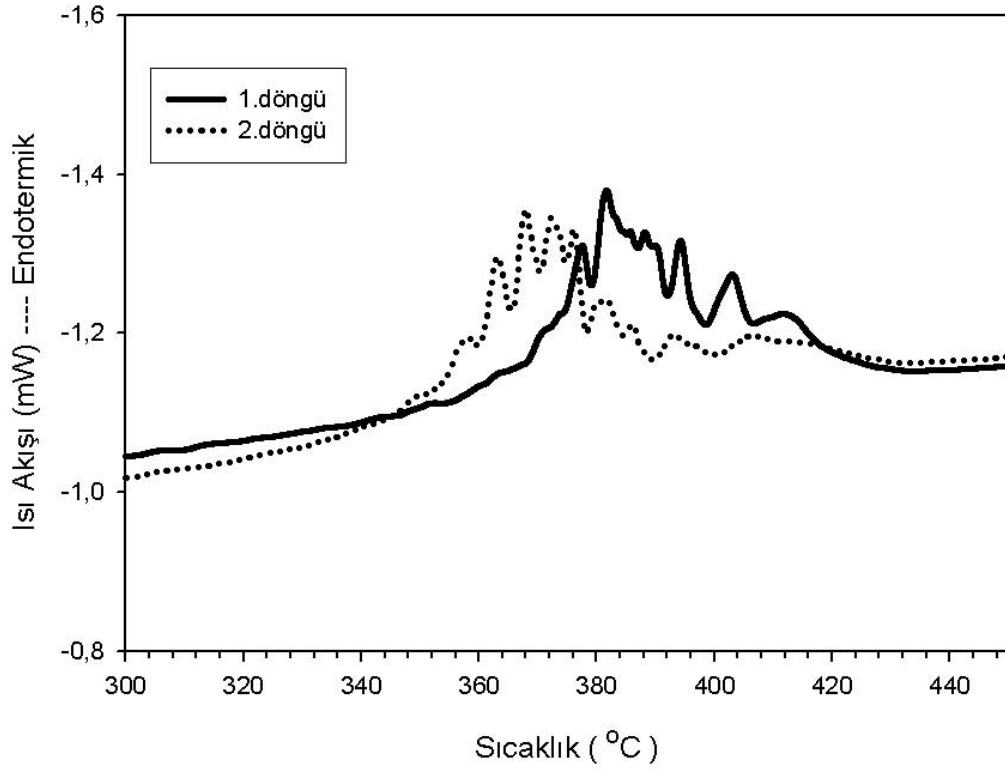
İkinci dngde martensite bařlama sıcaklıđının (M_s) , (-117 °C) 'de keskin bir pik verecek řekilde yani patlama řeklinde meydana geldiđi gzlenmiřtir. Isıtırken austenite bařlama sıcaklıđı (A_s) 344 °C , austenite bitiř sıcaklıđı (A_f) 420 °C bulunmuřtur.

nc dngde martensite bařlama sıcaklıđı (M_s), (-130 °C) olarak bulunmuřtur.

Yapılan lmler sonucu, austenite bařlama (A_s) ve bitiř (A_f) sıcaklıkları deđiřmezken, martensite bařlama sıcaklıđı (M_s) her dng sonucunda giderek azalmıřtır. Fe-%30Ni-%0.8Mo alařımı her nasılsa austenite stabilize olmuřtur. Burada Mo elementinin etkisi grnyor. Mo austenite stabilize sađlayan bir elementtir⁽⁹²⁾. Ayrıca bulduđumuz sonular Kaufman⁽⁸⁹⁾ 'ın Fe-%30Ni iin bulduđu sonulardan farklı deđildir. Kaufman⁽⁸⁹⁾ Fe-%30Ni iin martensite bařlama sıcaklıđını (-72 °C), austenite bařlama sıcaklıđını 335 °C ve austenite bitiř sıcaklıđını 420 °C bulmuřtur. Bu sonulara gre Mo elementi austenite stabilize olarak grev yapar.



Şekil 3.36. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.



Şekil 3.37. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

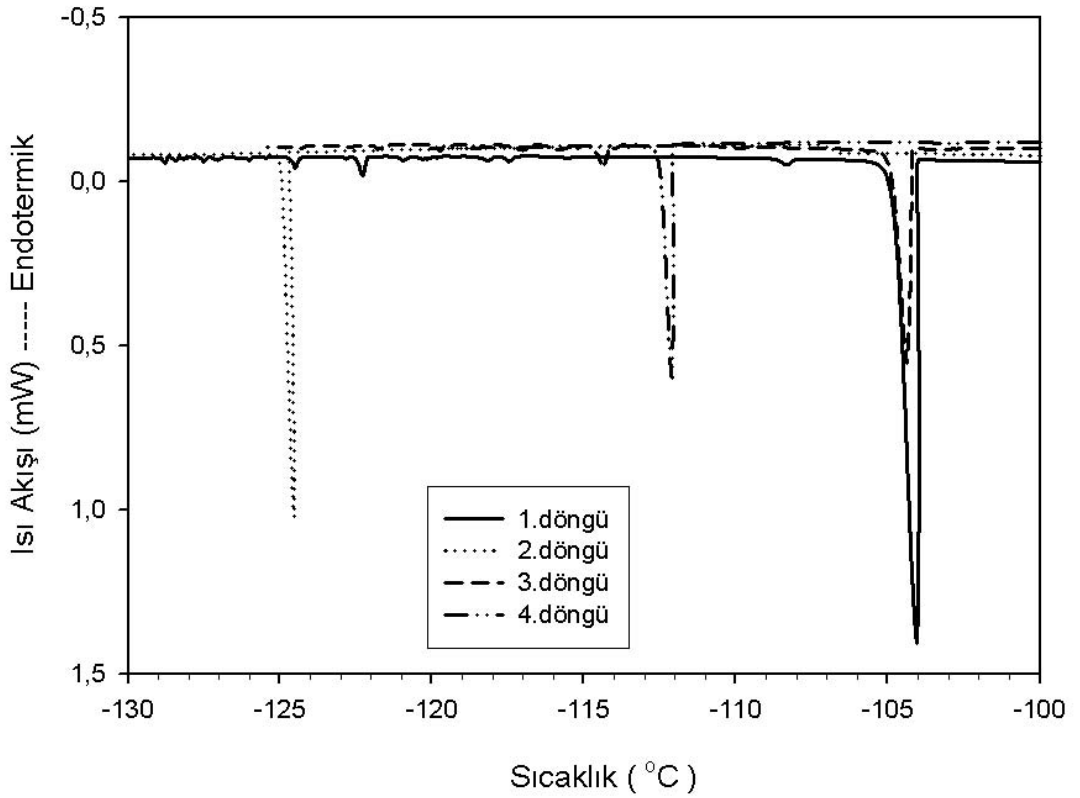
Fe-%30Ni-%1.8 Mo alaşımının martensite sıcaklığını (M_s) bulmak için 50 °C ‘den (-150 °C) ‘ye kadar dakikada 20 °C ‘e olacak şekilde soğutuldu. Sonra alaşım 50 °C‘den 600 °C’ ye kadar dakikada 20 °C ‘e olacak şekilde ısıtılarak A_s ve A_f sıcaklıkları belirlendi. Bu şekilde 4 döngü yapıldı.

Birinci döngüde martensite başlama sıcaklığı(M_s), (-104 °C) ‘de patlama şeklinde meydana gelmiştir (Şekil 3.38). Isıtırken austenite başlama sıcaklığı (A_s) 344 °C ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f) 408 ° C bulunmuştur (Şekil 3.39) .

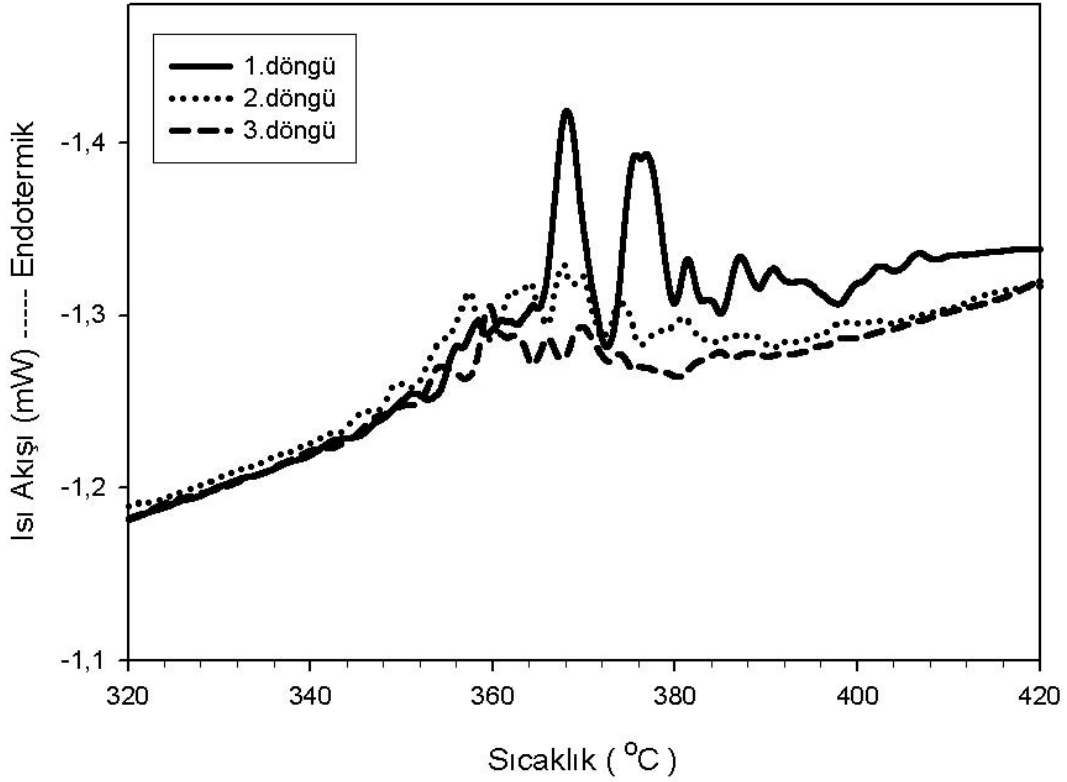
İkinci döngüde martensite başlama sıcaklığının (M_s), ($-124.5\text{ }^\circ\text{C}$) 'de keskin bir pik verecek şekilde meydana geldiği gözlenmiştir. Isıtırken austenite başlama sıcaklığı (A_s) $344\text{ }^\circ\text{C}$ ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f) $404\text{ }^\circ\text{C}$ bulunmuştur.

Üçüncü döngüde martensite başlama sıcaklığının (M_s), ($-104\text{ }^\circ\text{C}$) 'de keskin bir pik verecek şekilde meydana geldiği gözlenmiştir. Isıtırken austenite başlama sıcaklığı (A_s) $344\text{ }^\circ\text{C}$ ve austenite bitiş sıcaklığı (A_f) $404\text{ }^\circ\text{C}$ bulundu.

Dördüncü döngüde martensite başlama sıcaklığı (M_s), ($-112\text{ }^\circ\text{C}$) olarak bulunmuştur.



Şekil 3.38. $1100\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklığında 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.



Şekil 3.39. 1100 °C sıcaklığında 12 saat ısıl işlem uygulanan Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında gözlenen sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi.

DSC sonuçlarına göre tane boyutu ile M_s sıcaklığı arasında bir ilişki olduğu bulunmuştur. Martensite başlama sıcaklığı austenite tane boyutunun bir fonksiyonudur^(31,55,91,92). 1100 °C 'de 12 saat ısıl işlem gören Fe-%30Ni-%XMo (X=0.8, 1.8, 2.6) alaşımlarında tane boyutu, M_s sıcaklığı ve Martensite yüzdesi arasında Çizelge 3.6 'de gözükten ilişki bulunmuştur. Çizelgeden görüldüğü gibi tane boyutu arttıkça M_s sıcaklığı ve oluşan martensite miktarı artmıştır.

Çizelge 3.6. Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Tane Boyutu, M_s sıcaklığı ve Martensite Yüzdesi Arasındaki İlişki

| Numune | Tane Boyutu (μm) | M_s ($^{\circ}\text{C}$) | Martensite Yüzdesi |
|-----------------|-------------------------------|------------------------------|--------------------|
| Fe-30Ni-0.8Mo | 150 | -68 | %85 |
| Fe-30Ni-1.8Mo | 85 | -104 | %74 |
| Fe-30Ni-2.6Mo * | 80 | -177 | %53 |

4. SONUÇ

Bu çalışmada, Fe-%30Ni-%XMo ($x=0.8, 1.8, 2.6, 3.6, 5$) alaşımlarında austenite fazda oluşan martensite kristallerinin, morfolojik ve kristalografik yönden farklı özellikleri açıklandı. Fe alaşımları içerisinde değişik fiziksel etkenlerle martensite faz oluşturulabildiği bilinmektedir. Termal, elastik deformasyon, plastik deformasyon, alaşıma uygulanan yüksek manyetik alan ve hidrostatik basınç bu etkilere örnek olarak verilebilir.

Fe-%30Ni-%XMo alaşımında bu fiziksel etkenlerden termal etkiyle oluşan martensite yapıyı iki farklı grupta toplayabiliriz. Bunlardan birincisi, dönüşümün çok kısa zaman aralığında, M_s dönüşüm sıcaklığında hızlı bir şekilde gerçekleştiği ve oluşan martensite kristallerinin M_s 'den daha aşağı sıcaklıklarda büyümediği atermal martensitik faz dönüşümü ($X=0.8, 1.8, 2.6$) olayıdır. İkincisi ise, dönüşüm sıcaklığı belirli bir sıcaklık aralığında olan ilk oluşan martensite kristallerinin zaman içerisinde büyüdüğü ve daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite kristallerinin oluşup büyüdüğü izotermal martensitik faz dönüşümüdür ($X= 3.6$).

Fe-%30Ni-%XMo ($X= 0.8, 1.8, 2.6, 3.6, 5$) alaşımları üzerine yapılan Elektron Mikroskobu incelemelerinde, ısıtma süresi(12 Saat) ve ısıtma sıcaklığı($1100\text{ }^{\circ}\text{C}$) aynı tutuldu. Tüm numuneler $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıktan alınarak suda soğutuldu. Mo elementinin dönüşüm üzerine etkisi incelendi.

Fe-%30Ni-%0.8Mo alařımının Taramalı Elektron Mikroskopu(SEM) incelemelerinde, ortalama olarak 150 μm austenite tane boyutuna sahip olduđu ve herhangi bir martensitik dđnüşüm olmadıđı gözlemlendi (Şekil 3.9). Numune sıvı azot sıcaklıđında (-196 $^{\circ}\text{C}$) 10 s bekletildikten sonra yapılan SEM incelemelerinde atermal dđnüşümün gerçekteştiđi görüldü (Şekil 3.12). TEM incelemelerinde atermal martensitelerin paralelkenar řeklinde ve iç ikizlenmelere sahip olduđu gözlemlendi. Elektron kırınımı yöntemleri kullanılarak austenite fazın γ (fcc), martensite fazın ise α' (bcc) olduđu belirlendi. Kırınım deseni incelendiđinde martensite dđnüşüm ikizlenmelerinin, martensite kristal yapının $\{112\}<111>$ sistemleri üzerinde meydana geldiđi açığa çıkarıldı. Bu sonuçlarla düzlemler arasında K-S (Kurdjumov ve Sachs) türünde yönelim bađıntısı $-(111)_{\gamma} // (101)_{\alpha'}$ ve $[1\bar{2}1]_{\gamma} // [10\bar{1}]_{\alpha'}$ - olduđu bulundu (Şekil 3.17.a, Şekil 3.17.b, Şekil 3.17.c). SEM ve TEM incelemelerinde martensite yapının çok yüksek oranda olduđu gözlemlendi. Gerçekten de yapılan Mössbauer spektrometresi incelemeleri sonucunda dđnüşüm sonrası martensite miktarının %85.34 olduđu bulundu. Ayrıca Mössbauer incelemelerinde Austenite fazın paramanyetik (tek sođurma çizgisi), martensite fazın antiferromanyetik (altı sođurma çizgisi) olduđu ve martensite fazın iç manyetik alanının $B_{i\check{c}}= 32 \text{ T}$ olduđu bulundu (Çizelge 3.2). Ancak martensite fazın antiferromanyetik olduđu konusunda řüphelerimiz vardı. Çünkü altı sođurma çizgisi aynı zamanda ferromanyetik de olabilir. Bu amaçla manyetik alınganlık ölçümü yapıldı. Aynı zamanda manyetik alınganlık ölçümleri ile kristalografik dđnüşüme eşlik eden manyetik faz dđnüşümünün olup olmadıđı araştırıldı. AC manyetik alınganlıđın sıcaklıkla deđişimi araştırıldıđında, oda

sıcaklığında paramanyetik fazda bulunan Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımının (-80 °C) ' de paramanyetik fazdan antiferromanyetik faza geçtiği görülmüştür (Şekil 3.24). Bu geçiş sıcaklığı alaşımın (M_s) martensite başlama sıcaklığıdır. Çünkü Tamarat ve arkadaşları⁽⁷³⁾ paramanyetik fazdan antiferromanyetik faza geçiş sıcaklığını M_s sıcaklığı olarak tanımlamışlardır. Gerçekten de bu sıcaklığın M_s sıcaklığı olup olmadığından emin olabilmek ve alaşımın martensite ve austenite' den başka faz içerip içermediğini belirlemek için DSC ölçümü alındı (Şekil 3.36, Şekil 3.37). DSC ölçümleri austenite haldeki numune üzerinde yapıldı. Alaşım 50 °C'den (-140 °C) ' ye kadar 20 °C/dk olacak şekilde soğutulur ve 50 °C ' den 600 °C'ye kadar 20 °C/dk ısıtılarak ölçümler alındı. Bu şekilde üç döngü yapıldı. Birinci döngüde martensite başlama sıcaklığının (M_s), (-65 °C) 'de patlama şeklinde meydana geldiği gözlemlendi. Isıtırken austenite başlama sıcaklığı (A_s) 344 °C , austenite bitiş sıcaklığı (A_f) 420 ° C bulundu. İkinci döngüde martensite başlama sıcaklığı (M_s) , (-117 °C) 'de keskin bir pik verecek şekilde yani patlama şeklinde meydana geldiği gözlemlendi. Isıtırken austenite başlama sıcaklığı (A_s) 344 °C , austenite bitiş sıcaklığı (A_f) 420 ° C bulundu. Üçüncü döngüde martensite başlama sıcaklığı (M_s), (-130 °C) olarak bulundu. Yapılan ölçümler sonucu austenite başlama (A_s) ve bitiş (A_f) sıcaklıkları değişmezken, martensite başlama sıcaklığı (M_s) her döngü sonucunda giderek düşmüştür. Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımı her nasılsa asustenite stabilize olmuştur. Burada Mo elementinin etkisi de görünmektedir. Mo austenite stabilize sağlayan bir elementtir⁽⁹²⁾. Aynı zamanda içerisinde martensite faz oluşmuş bir kristale denge sıcaklığından daha yüksek sıcaklıkta ısıl işlem uygulanırsa (Fe alaşımları için bu sıcaklık yaklaşık 600 °C civarındadır) ve tekrar soğutulursa

martensite fazın başlama sıcaklığı, M_s 'den daha aşağı bir sıcaklığa çekilir. Ayrıca bulduğumuz sonuçlar Kaufman'ın Fe-%30Ni için bulduğu sonuçlardan farklı değildir. Kaufman⁽⁸⁹⁾ Fe-%30Ni için martensite başlama sıcaklığını (-72 °C), austenite başlama sıcaklığını 335 °C ve austenite bitiş sıcaklığını 420 °C bulmuştur. Bu sonuçlara göre manyetik alınganlıkta bulduğumuz sıcaklık da M_s sıcaklığıdır. Bu sıcaklığın DSC ölçümünde ilk döngüde bulduğumuz sıcaklıktan çok az farklı olması numunelerin boyutlarından ve soğutma hızından kaynaklanıyor. Ayrıca artık kesin olarak diyebiliriz ki alaşımda paramanyetik fazdan antiferromanyetik faza geçiş söz konusudur. Bununla birlikte DSC sonuçlarına göre Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında austenite ve martensite fazın dışında başka bir faz yoktur. Bu sonucu desteklemek için XRD toz ölçümü alındı. Toz ölçümü sonucunda austenite haldeki numunenin sadece austenite faza ait düzlemleri ((111) $_{\gamma}$, (200) $_{\gamma}$, (220) $_{\gamma}$, (311) $_{\gamma}$) içerdiği bulunmuştur (Şekil 3.33). Ayrıca XRD ölçümü sonucu Fe-%30Ni%0.8Mo alaşımının austenite faza ait örgü parametresi $\langle a_{\gamma} \rangle = 3.5719 \text{ \AA}$ bulundu (Çizelge 3.3).

Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımının SEM incelemelerinde, ortalama olarak 85 μm austenite tane boyutuna sahip olduğu ve herhangi bir martensitik dönüşüm olmadığı gözlemlendi (Şekil 3.10). Numune sıvı azot sıcaklığında (-196 °C) 10 s bekletilerek yapılan SEM incelemelerinde atermal dönüşümün gerçekleştiği görüldü (Şekil 3.13). TEM incelemelerinde gözlenen atermal martensitelerin (lenticular martensite) siyah bantlar şeklinde ve iç ikizlenmelere sahip olduğu gözlemlendi. Martensite kristalinin iç yapısının kristalografik teorilerin öngördüğü gibi $\{112\}_{\gamma}$ düzlemleri üzerinde yoğun bir şekilde iç dönüşüm ikizlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Siyah paralel ince

bantlar bunun bir kanıtıdır. İkizlenmelerin kalınlığının 2-20nm arasında değiştiği bulundu. Kırınım deseninden görüldüğü gibi bu siyah ince bantların hepsi aynı yönelime sahiptir ve bu dönüşüm ikizlerinin martensite kristal yapının {112}<111> sistemleri üzerinde meydana geldiği açığa çıkarıldı (Şekil 3.18.a, Şekil 3.18.b, Şekil 3.18.c, Şekil 3.18.d). Numunenin ikizlenmemiş bölgelerinde yapılan incelemede gözlenen dislokasyonların, <111> ikizlenme yöneline paralel, $b=(1/2).<111>$ Burgers vektörünün hareketinden oluştuğu bulunmuştur (Şekil 3.19). İkizlenme yönelimi, dislokasyon çizgilerine paralel olduğundan bu dislokasyonlar vida dislokasyonlardır. Bu bulunan sonuç, Fe-30Ni ile yapılan çalışmalarda bulunan sonuçlarla tamamen uyum içerisindedir⁽²³⁾⁽⁸³⁾⁽⁸⁴⁾. SEM ve TEM incelemelerinde martensite yapının yüksek oranda olduğu gözlemlendi. Gerçekten de yapılan Mössbauer spektrometresi incelemeleri sonucunda dönüşüm sonrası martensite miktarının %74.38 olduğu bulundu. Ayrıca Mössbauer incelemelerinde austenite fazın paramanyetik(tek soğurma çizgisi), martensite fazın antiferromanyetik (altı soğurma çizgisi) olduğu ve martensite fazın iç manyetik alanının $B_{iç}= 33.01$ T olduğu bulundu (Çizelge 3.2). Manyetik alınganlık ölçümleri ile kristalografik dönüşüme eşlik eden manyetik faz geçişi olup olmadığı araştırıldı. AC manyetik alınganlığının sıcaklıkla değişimi araştırıldığında, oda sıcaklığında paramanyetik fazda bulunan Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımının (-108 °C)' de paramanyetik fazdan antiferromanyetik faza geçtiği görülmüştür (Şekil 3.24). Bu geçiş sıcaklığı alaşımın (M_s) martensite başlama sıcaklığıdır. Alaşımın martensite ve austenite den başka faz içerip içermediğini belirlemek ve M_s , A_s ve A_f sıcaklıklarını belirlemek için DSC ölçümü alındı (Şekil 3.38, Şekil 3.39). DSC ölçümleri austenite haldeki

numune üzerinde yapıldı. Alaşım 50 °C'den (-140 °C)' ye kadar 20 °C/dk olacak şekilde soğutulur ve 50 °C 'den 600 °C'ye kadar 20 °C/dk ısıtılarak ölçümler alındı. Bu şekilde 4 döngü yapıldı. Birinci döngüde martensite başlama sıcaklığının (M_s), (-104 °C) 'de patlama şeklinde meydana geldiği gözlemlendi. Isıtırken austenite başlama sıcaklığı (A_s) 344 °C , austenite bitiş sıcaklığı (A_f) 408 ° C bulundu. İkinci döngüde martensite başlama sıcaklığının (M_s) , 124.5 °C de keskin bir pik verecek şekilde meydana geldiği gözlemlendi. Isıtırken austenite başlama sıcaklığı (A_s) 344 °C , austenite bitiş sıcaklığı (A_f) 404 ° C bulundu. Üçüncü döngüde martensite başlama sıcaklığının (M_s) , (-104 °C) 'de keskin bir pik verecek şekilde yani patlama şeklinde meydana geldiği gözlemlendi. Isıtırken austenite başlama sıcaklığı (A_s) 344 °C , austenite bitiş sıcaklığı (A_f) 404 ° C bulundu. Dördüncü döngüde martensite başlama sıcaklığı (M_s), (-112 °C) olarak bulundu. Yapılan ölçümler sonucu austenite başlama (A_s) ve bitiş (A_f) sıcaklıkları değişmezken, martensite başlama sıcaklığı (M_s) her döngü sonucunda giderek düşmemiştir. Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımı da her nasılsa austenite stabilize olmuştur. Ayrıca Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında DSC ölçümleri sonucu Fe-%30Ni-%0.8Mo alaşımında alınan ölçüm sonucundan farklılık göstermiştir. M_s sıcaklığı 0.8Mo de olduğu gibi her döngüde düşmeye devam etmemiştir. Örneğin 1.8Mo alaşımında üçüncü döngüde elde edilen M_s sıcaklığı, birinci döngüde elde edilen M_s sıcaklığı ile aynıdır. Bu yönüyle bulunan sonuç ilginçtir. Bununla birlikte DSC sonuçlarına göre Fe-%30Ni-%1.8Mo alaşımında austenite ve martensite fazın dışında başka bir faz yoktur. XRD Toz ölçümü sonucunda austenite haldeki numunenin sadece austenite faza ait düzlemleri ($(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$, $(220)_\gamma$, $(311)_\gamma$) içerdiği

bulunmuştur (Şekil 3.34) . Ayrıca XRD ölçümü sonucu Fe-%30Ni%1.8Mo alaşımının austenite faza ait örgü parametresi $\langle a_\gamma \rangle = 3.5704 \text{ \AA}$ bulundu (Çizelge 3.4).

Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımının SEM incelemelerinde, ortalama olarak 80 μm austenite tane boyutuna sahip olduğu ve herhangi bir martensitik dönüşüm olmadığı gözlemlendi (Şekil 3.11). Numune sıvı azot sıcaklığında (-196 °C) 10 s bekletilerek yapılan SEM incelemelerinde atermal dönüşümün gerçekleştiği görüldü (Şekil 3.14). TEM incelemelerinde elektron kırınımı yöntemleri kullanılarak austenite fazın γ (fcc), martensite fazın ise α' (bcc) olduğu belirlendi. Bu sonuçlarla düzlemler arasında K-S (Kurdjumov ve Sachs) türünde yönelim bağıntısı $(111)_\gamma // (\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\alpha'}$ ve $[0\bar{1}1]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\alpha'}$ olduğu ortaya çıkarıldı (Şekil 3.20.a, Şekil 3.20.b, Şekil 3.20.c). Numunenin farklı bir yerinde yapılan TEM gözleminde kırınım deseni incelendiğinde martensite ikizlenmelerinin, martensite kristal yapının $\{112\}\langle 111 \rangle$ sistemleri üzerinde meydana geldiği açığa çıkarıldı . Bu sonuçlar düzlemler arasında $[\bar{3}\bar{1}0]_\gamma // [311]_{\alpha'}$ şeklinde K-S türünde yönelim bağıntısı olduğunu ve habit düzleminin $\{252\}_\gamma$ olduğunu ortaya çıkardı (Şekil 3.21.c). SEM ve TEM incelemelerinde martensite yapının %0.8Mo ve %1.8Mo içeren alaşımlara göre az oranda olduğu gözlemlendi. Gerçekten de yapılan Mössbauer spektrometresi incelemeleri sonucunda dönüşüm sonrası martensite miktarının %53.62 olduğu bulundu. Ayrıca Mössbauer incelemelerinde Austenite fazın paramanyetik (tek soğurma çizgisi), martensite fazın antiferromanyetik (altı soğurma çizgisi) olduğu ve martensite fazın iç manyetik alanının $B_{iç} = 31.88\text{T}$ olduğu bulundu (Çizelge 3.2). Manyetik

alınanlık ölçümleri ile kristalografik dönüşüme eşlik eden manyetik faz geçişinin olup olmadığı araştırıldı. AC manyetik alınganlığının sıcaklıkla değişimi araştırıldığında, oda sıcaklığında paramanyetik fazda bulunan Fe-%30Ni-%2.6Mo alaşımının (-173 °C)' de paramanyetik fazdan antiferromanyetik faza geçtiği görülmüştür (Şekil 3.24). Bu geçiş sıcaklığı alaşımın (M_s) martensite başlama sıcaklığıdır. DSC ölçümleri sistem bu sıcaklığa kadar inemediğinden alınamadı. XRD Toz ölçümü sonucunda austenite haldeki numunenin sadece austenite faza ait düzlemleri ($(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$, $(220)_\gamma$, $(311)_\gamma$) içerdiği bulunmuştur (Şekil 3.35). Ayrıca XRD ölçümü sonucu Fe-%30Ni%2.6Mo alaşımının austenite faza ait örgü parametresi $\langle a_\gamma \rangle = 3.5704 \text{ \AA}$ bulundu (Çizelge 3.5).

Fe-%30Ni-%3.6Mo alaşımının SEM incelemelerinde, ortalama olarak 150 μm austenite tane boyutuna sahip olduğu ve herhangi bir martensitik dönüşüm olmadığı gözlemlendi (Şekil 3.1). Numune sıvı azot sıcaklığında 7 gün bekletildikten sonra izotermal martensitler gözlemlendi (Şekil 3.2). Daha sonra aynı numune sıvı azotta bir ay kadar bekletilmiş fakat herhangi bir büyüme gözlenmemiştir. İzotermal martensite kristallerinin büyümelerini tamamladığına karar verilmiştir. İzotermal martensite kristallerinin büyümesini görmek için literatürde Fe-%24Ni-%4Mo alaşımı için yapılmış çalışmalardan⁽²⁹⁾⁽³⁰⁾ esinlenerek izotermal dönüşüm sıcaklığı olan (-80 °C) 'de bekletilmiştir. Daha kısa sürede izotermal kristallerinin büyümesi gözlenmiştir (Şekil 3.3, Şekil 3.4). Sonuç olarak oluşan martensite kristallerinin hacminin, dönüşüm yaptırılmak istenilen sıcaklığa ve bu sıcaklıkta bekletilme süresine bağlı olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca austenite kristallerinin büyüklüklerini kontrol eden ısıl işlem sıcaklıkları ve süreleri de izotermal martensite

oluşumu etkileyen önemli faktörlerden birisidir. Fe-%30Ni%3.6Mo alaşımında austenite kristalleri içerisinde oluşan izotermal martensite yapının morfolojisi makroskopik olarak araştırıldıktan sonra bu oluşumun nasıl gerçekleştiğini mikroskopik boyutta açıklayabilmek için TEM ile dönüşümün gerçekleşebileceği sıcaklıklar olan -80 °C ve -196 °C 'de bekletilerek incelemeler yapılmıştır. Numune önce sıvı azotta 1 dk ve 3dk bekletilerek aynı bölgedeki değişim incelenmiştir (Şekil 3.5). Daha sonra -80 °C de beklettikten sonra aynı bölgede izotermal martensitlerin büyüdüğü gözlenmiştir (Şekil 3.8). (-196 °C) 'de bekletilen numune incelendiğinde austenite kristali içerisinde çok az dislokasyon gözlenmiştir. -80 °C de 1 saat bekletildikten sonra bu oluşan dislokasyonların belirli bir düzen içerisinde biraraya gelerek çok sayıda yığın hatası oluşturduğu gözlenmiştir. Sonra birbirine paralel olarak dizilen bu yığın hatalarının martensite yapıyı oluşturduğu gözlenmiştir. Bu gözlenen izotermal martensite kristallerinin plaka tipinde olduğu ve kristalografik olarak K-S türü kristalografik dönme bağıntısına uyduğu bulunmuştur. Ayrıca numunenin farklı bir yerinde kelebek türü martensite yapı gözlenmiştir. Gözlenen bu kelebek türü martensite yapının $\{252\}_\gamma$ habit düzlemine ve $\{112\}_\alpha'$ dönüşüm ikizlerine sahip olduğu bulunmuştur (Şekil 3.7).

Fe-%30Ni-%5Mo alaşımının SEM incelemelerinde, ortalama olarak 256 μm austenite tane boyutuna sahip olduğu ve herhangi bir martensitik dönüşüm olmadığı gözlendi (Şekil 3.15) . Numune sıvı azot sıcaklığında 1 ay kadar bekletilmesine rağmen herhangi bir martensite yapıya rastlanmamıştır (Şekil 3.16). Çok küçük oranda martensite kristalleri olsa da

bunların SEM' de gözlenemeyeceğini düşünerek aynı numuneden TEM numunesi hazırlanarak TEM gözlemi yapılmıştır. TEM incelemelerinde austenite kristali içerisinde dislokasyon ağı gözlenmiştir (Şekil 3.22.a, Şekil 3.22.b). Bu dislokasyon ağının üzerine başka bir dislokasyon ağının yerleştiği dikkati çekmiş ve bu kristallografik yapı incelendiğinde dislokasyon ağlarının üst üste gelmesi ile oluşan ϵ martensite kristalinin çekirdekçığı olduğu anlaşılmıştır. Fe-Ni-Mo alaşımlarında bu zamana kadar yapılan hiçbir çalışmada austenite kristali içerisinde ϵ martensite kristalinin oluştuğunun gözlenememesi bu çalışmayı çok daha önemli bir konuma getirmiştir. İncelemeler sonucunda alaşım içerisinde ϵ martensite kristallerinin bazı austenite kristal tanecikleri içinde tek başına band şeklinde ve aynı fiziksel koşullar altında başka kristal tanecikleri içinde ise birbirine paralel olarak dizilen bandlar şeklinde olduğu gözlenmiştir. Deneysel çalışmalara bağlı olarak yapılan kristallografik ölçümler, ϵ martensite kristalleri ile austenite ana yapı arasındaki yönelim bağıntısı $[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma} // [2\bar{1}10]_{\epsilon}$ ve habit düzlemi $\{111\}_{\gamma}$ olarak bulunmuştur. Bu bağıntının Shoji – Nishiyama yönelim bağıntısına uyduğu bulundu (Şekil 3.23.a, Şekil 3.23.b, Şekil 3.23.c).

Sonuç olarak, Fe-%30Ni% X Mo ($X=0.8, 1.8, 2.6, 3.6, 5$) alaşımında meydana gelen atermal dönüşüm Mo oranına göre şu özelliklere sahiptir.

- Mo oranı arttıkça martensitik dönüşüm miktarı azaldı.
- Mo oranı arttıkça tane boyutu küçüldü.
- Tane boyutu küçüldükçe martensite başlama sıcaklığı düşmüştür.
- Mo oranı arttıkça austenite örgü parametresi çok az küçülmüştür.

- Mo içeren alaşımların hiç birinde Fe_2Mo_4 gibi fazlara rastlanmamıştır.
- Mo 'nin alaşımlar üzerinde austenite stabilize yapıcı olarak etkisi vardır⁽⁹²⁾.
- Mo miktarı arttıkça manyetik alınganlık değerleri çok küçük bir değişimle artmıştır. Bunun nedeni Mo nin mıknatıslanma üzerine etkisinden dolayıdır. Mo elementi mıknatıslanmayı güçlendirir⁽⁷⁵⁾. Ayrıca paramanyetik fazdan antiferromanyetik faza geçerken mıknatıslanma değeri çok küçük miktarda küçülmüştür. Bunun nedenini martensite kristal yapı içerisinde yer alan manyetik duvarlarla açıklamak mümkündür. Martensitik faz yüksek yoğunlukta dislokasyon içerir⁽⁷⁶⁾. Yoğun sayıdaki dislokasyonlar manyetik sınırlarda birikirler ve uygulanan manyetik alandan artık etkilenmezler yani manyetik sınırlar içerisinde yer alan spinler manyetik alanla aynı doğrultuda yönelmezler bunun sonucunda da mıknatıslanma küçülür.

KAYNAKLAR

1. E.C. Bain, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Engrs (AIME), **70** , 25(1924).
2. M.S. Wechsler, D.S. Lieberman and T.A. Read, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Engrs (AIME), **197**, 1503(1953).
3. J.S. Bowles and J.K. Mackenzie, Acta Metallurgica, **2** , 129(1954).
4. J.K. Mackenzie and J.S. Bowles, Acta Metallurgica, **2** ,138(1954).
5. J.S. Bowles and J.K. Mackenzie, Acta Metallurgica, **2** , 224(1954).
6. J.K. Mackenzie and J.S. Bowles, Acta Metallurgica, **5**, 137(1957).
7. R.P. Read and J.F. Breedis, J.F. ASTM Spec-Tech. Publ.,**60**, 387(1960).
8. M. Cohen, G.B. Olson and P.C. Clapp, In Proc. Intl. Conf. Mart. Transf. ICOMAT-79, Cambridge, MA, M.I.T, page 1, (1979).
9. G. B. Olson and M. Cohen, Metall. Trans. A, **7A**, 1897(1976).
10. G. B. Olson and M. Cohen, Metall. Trans. A, **7A**, 1905(1976).
11. G.B. Olson and M. Cohen, Metallurgical Transaction A, **7**, 1915(1976).
12. L. Kaufman and M. Hillert, ASM International, First Edition, Number 1, **Part 5**, 59-96 (1992).
13. Z. Nishiyama, Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ., **23**, 637(1934-35)
14. G. Wassermann, Mitt. Kaiser Wilhelm Inst. Eisenforsch, **17**, 149(1935)
15. R.F. Mehl and G. Derge, Transactions AIME, **125**, 482(1937)
16. A.B. Greninger and A.R. Troiano, Transactions AIME, **140**, 307(1940).
17. E.S. Machlin and M. Cohen, Transactions AIME, **191**, 1019(1951).
18. A. Kochendörfer and G. Otto, Archiv. Eisenhüttenw, **30**, 227(1950).

19. Y.M. Golovchiner and Y.D. Tyapkin, Problem of Metallography and Physics of Metals, Fourth Symposium, Moscow, 141(1955).
20. O.P. Maksimova and A.I. Nikonorova, Problem of Metallography and Physics of Metals, Fourth Symposium, Moscow, 69(1955).
21. H.M. Otte, Acta Met. **8**, 892(1960).
22. J.F. Breedis and C.M. Wayman, Transactions AIME, **224**, 1128(1962).
23. R.L. Patterson and C.M. Wayman, Acta Metallurgica, **14**, 347(1966).
24. T.N. Durlu, Journal Of Materials Science, **36**, 5665(2001).
25. T.N. Durlu, Journal of Material Science Letters, **16**, 1307(1997).
26. I.Ya. Georgiyeva, V.I. Izotov, I.I. Nikitina and P.A. Khandarov, Fiz. Metal. Metalloved, **27**, 6, 1129(1969).
27. I.Ya. Georgiyeva, V.I. Izotov, M.N. Pankova, L.M. Utevskiy and P.A. Khandarov, Fiz. Metal. Metalloved, **32**, 3, 626(1971).
28. I.Ya. Georgiyeva and I.I. Nikitina, Fiz. Metal. Metalloved, **33**, 1, 144(1972).
29. I.S. Golovin, J.O. Nilsson, G.V. Serzhantova, S.A. Golovin, Journal of Alloys and Compounds, v. **310** (1-2), 411(2000).
30. I.S. Golovin, V.N. Seleznev and S.A. Golovin, Journal de Physique IV, C8, v.**5**, 305(1995).
31. T.N. Durlu, Fe-Ni-C Alařımlarının Tek ve İnce Austenite Kristallerindeki Martensitik Evre Dönüřümleri Üzerinde Çalıřmalar, Doçentlik tezi, Ankara 1979.
32. S. Aktürk, Fe-%25Ni-%5Mn Alařımında Atermal ve İzotermal Martensite Dönüřümleri ve Bunların Fiziksel Özellikleri, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, 2001.

33. H. Güngüneş, Fe- %22.3Ni-%2.7Mn Alaşımında Soğutma Etkisi Sonucu Oluşan İzotermal Martensitik Faz Dönüşümlerinin Mössbauer Spektroskopisi Yöntemiyle İncelenmesi, Master Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2001.
34. A.G. Khachaturyan, Theory of Structural Transformations in Solids, John Wiley-Sons, New York ,1983.
35. L. Kaufman and M. Cohen, Progress in Metal Physics, **Vol.7**, 165(1958).
36. T. Shiming, L. Jinhai and Y. Shiwei, Scripta Metall. Mater., **25**, 2613(1991).
37. T. Kakeshita, K. Kuriowa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi and M. Date, Mater. Trans. JIM, **34**, 415(1993).
38. C.M. Wayman, Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillan Company, New York ,1964.
39. R.F. Bunshah and R.F. Mehl, Journal of Metals, **5**, 1251(1953).
40. A.R. Troiano and A.B. Greninger, Metal Progress, **50**, 303(1946).
41. G.V. Kurdjumov and O.P. Maksimova, Doklady Akad. Nauk SSSR, **61**,83(1948).
42. G.V. Kurdjumov and O.P. Maksimova, Doklady Akad. Nauk SSSR, **73**, 95(1950).
43. C.M. Wayman and K. Wakasa, Metallography, **14**, 37(1981).
44. K.E. Easterling and D.A. Porter, Phase Transformation in Metals and Alloys, VNR Co. Ltd , London,1982.
45. J.W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, Oxford,1975.

46. K.E. Easterling and A.R. Tholen, On the Growth of Martensite in Steel, Pergamon Press, Oxford, 1976.
47. C.M. Wayman, Advances in Materials Research, Interscience Publishers, London, 1968.
48. S. Kajiwara, In Proc. ICOMAT-82, Leuven, Belgium, Journal De Physique, Vol. 43, C4-97(1982).
49. R.E. Read, Physical Metallurgy Principles, International Student Edition, New York, USA, 1970.
50. M.K. Korenko, Martensitic Transformations In High Magnetic Fields, Doctoral Thesis, M.I.T, USA, 1973.
51. J.W. Christian and S. Mahajan, Progress in Materials Science, **39**, 1(1995).
52. L. Kaufman and M. Cohen, The Mechanism Of Phase Transformation in Metals And Alloys, Institute of Metals Monography and Report Series , No. 18, London, 187(1955).
53. E.R. Petty, Martensite Fundamentals and Technology, London, 1970.
54. G.B. Olson and W.S. Owen, Martensite, The Materials Information Society, New York, 1992.
55. Z. Nishiyama, Martensitic Transformation, Academic Press, London, 1978.
56. C. Barrett and T.B. Massalski, Structure of Metals, McGraw - Hill Inc. London, 1966.
57. J.W. Christian, The Theory Of Transformations In Metals And Alloys, Oxford, Pergamon Press, 1965.
58. C.M. Wayman, In Proc. ICOMAT-77, Kiev, 159(1977).

59. G. Kurdjumov and G. Sachs, Über den Mechanismus der Stahlhärtung, Z. Physik, Vol. **64**, 225(1930).
60. R.W.K. Honeycombe, The Plastic Deformation of Metals, Second Edition, Edward Arnold, ASM, London, 1984.
61. D.Hull, Introduction to Dislocations, Pergamon Press, London, 1965.
62. G.J. Davies and R.M. Bateman, ICOTOM6, **1**, 132(1981).
63. R.M. Bateman and G.J. Davies, ICOTOM6, The Iron and Steel Institute of Japan, **1**, 690(1981).
64. M. Sum, M.P. Butron Guillen, C.S. da Costa Viana and J.J. Jonas, ITAP, Materials Science Forum, **157**, 273(1998).
65. M.P. Butron Guillen, C.S. da Costa Viana and J.J. Jonas, ICOTOM11, **1**, 604(1996).
66. M.P. Butron Guillen, C.S. da Costa Viana and J.J. Jonas, **28A**, 1755(1997).
67. M.P. Butron Guillen, C.S. da Costa Viana and J.J. Jonas, ITAP, Materials Science Forum, **151**, 273(1998).
68. N.D.H. Ross and A.G. Crocker, Acta Metallurgica, **18**, 405(1970).
69. A.F. Acton and M. Bevis, Material Science and Engineering, **5**, 19(1970).
70. D.P. Dunne and C.M. Wayman, Metal Transactions, **2**, 2327(1971).
71. V.N. Zambrzhitskiy, O.P. Maksimova, P.L. Gruzin et al., Physics of Metals and Metallography, **49**, 86(1980).
72. J. H. Yang, H. Chen and C. M. Wayman, Met. Trans. 23A, 1439(1992).
73. K. Tamarat, G. Andre and B. Dubois, ICOMAT 92, 1181(1992).
74. S. Aktürk, A. Gencer and T. N. Durlu, J. Mater. Sci. Lett., **16**, 389(1997).

75. W. Tang, Z.Q. Jin, J.R. Zhang, S.Y. Zhang and Y.W. Du, *Journal of Applied Physics*, **83**, 5585(1998).
76. F. B. Pickering, *Hardenability Concepts with Applications to Steel*, AIME, Warrendale, PA, 1978.
77. J. Crangle, *The magnetic properties of solids*, Edward Arnold, London, 1977.
78. T. Shiming, L. Jinhai and Y. Shiwei, *Scripta Metall. Mater.*, **25**, 2613(1991).
79. B. H. Jiang, L. Sun, R. Li, and T. Y. Hsu, *Scripta Metall. Mater.*, **33**, 63(1995).
80. Y. T. Hsu and X. Zuyao, *Mater. Sci. Eng.*, **A273-275**, 494(1999).
81. G.K. Wertheim, *Mössbauer Effect, Principles and Applications*, Academic Press, 1964.
82. A. Gedikoğlu, *Atom ve Çekirdek Fizikine Giriş*, Ekonomist Yayınevi, Ankara, 1978.
83. M. Oka and C.M. Wayman, *Trans. ASM*, **62**, 370(1968).
84. A.K. Sachdev, *The Substructure and Aging of High-Carbon Ferrous Martensites*, Sc.D. Thesis, M.I.T, 1977.
85. M. Umemoto and I. Tamura, *ICOMAT-82, Journal De Physique*, **C-4**, 523(1982).
86. T. N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **11**, 702(1992).
87. İ. Akgün, A. Gedikoğlu and T. N. Durlu, *J. Mater. Sci.* **17**, 3479(1982).
88. T. N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **16**, 320 (1997).
89. L. Kaufman, *The Martensitic Transformation in Iron-Nickel Systems*, Sc.D. Thesis, M.I.T, 1958.

90. A.W. McReynolds, Journal of Applied Physics, **20**, 896(1949).
91. R.E. Cech and D. Turnbull, Trans. AIME, **206**, 124(1956).
92. Enerhaug Jakob, A study of Localized Corrosion in Super Martensitic Stainless Steel Weldments, Doctora. Thesis, Norwegian University, 2002.
93. J.W. Christian, Journal of The Institute of Metals, **84**, 386(1955).

ÖZGEÇMİŞ

1977 yılında Ankara'da doğdu. İlk ve orta öğrenimini Ankara'da tamamladı. 1993 yılında girdiği Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü'nden 1997 yılında mezun oldu. Aynı yıl Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans Programına başladı ve 2000 yılında mezun oldu. 1997 yılında Kırıkkale Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak göreve başladı. 2000 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 ve evlidir.