

T.C.
HİTİT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Fe-28%Ni-x%Ti ALAŞIMLARINDA Ti ELEMENTİNİN
BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLER ÜZERİNE ETKİSİ

Ozan ÖNAL

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

DANIŞMAN

Prof. Dr. Hakan GÜNGÜNEŞ

ŞUBAT 2018

ÇORUM

Ozan Önal tarafından hazırlanan “Fe-28%Ni-x%Ti alaşımlarında Ti elementinin bazı fiziksel özellikler üzerine etkisi” adlı tez çalışması 09/02.2018 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oy birliği / ~~oy~~ çokluğu ile Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Emre GÜLER

Prof. Dr. Hakan GÜNGÜNEŞ

Doç. Dr. Kutalmış GÜVEN

Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun 02.02.2018... tarih ve 2018/86... sayılı kararı ile Ozan Önal’ın Fizik Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans derecesi alması onanmıştır.

Doç. Dr. Cengiz BAYKASOĞLU
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdür V.

TEZ BEYANI

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını beyan ederim.



Ozan ÖNAL

Fe-28%Ni-x%Ti ALAŞIMLARINDA Ti ELEMENTİNİN BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLER ÜZERİNE ETKİSİ

Ozan ÖNAL

HİTİT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Şubat 2018

ÖZET

Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti and Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımlarının morfolojik, manyetik, mekanik ve thermal özellikleri incelendi. Alaşımların fiziksel özelliklerini belirlemek için Taramalı Electron Mikroskobu (SEM), Mössbauer spektrometre, DSC ve Vickers sertlik kullanıldı. İç Manyetik Alan (B_{hf}), Kuadrupol Kayma (Q.S), İsoomer Kayma (I.S), Çizgi Genişliği (W) ve fazların yüzde kısmı alanları gibi Mössbauer parametreleri belirlendi. Ti miktarına bağlı olarak Morfolojik değişim, M_s, A_s ve sertlik değerleri belirlendi.

Anahtar Kelimeler: Mössbauer, Martensite, DSC, Vickers Sertlik, İç manyetik alan

**THE EFFECT OF Ti ELEMENT ON SOME PHYSICAL PROPERTIES IN
Fe-28%Ni-x%Ti ALLOYS**

Ozan ÖNAL

HITIT UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

February 2018

ABSTRACT

Morphological magnetic, mechanical and thermal properties in Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti and Fe-27.6Ni-4.2Ti alloys were investigated. Scanning electron microscopy (SEM), Mössbauer spectrometer, DSC and Vickers hardness were used to determine the physical properties of alloys. The Mössbauer parameters such as hyperfine field (B_{hf}), the quadrupole shift (QS), the isomer shift (IS), the line width (W) and percentage relative area (RA) of the phases were determined. The morphological changes, M_s, A_s and hardness values were determined by depending on Ti content.

Keywords: Mössbauer, Martensite, DSC, Vickers hardness, Internal magnetic field

TEŐEKKÜR

Danışmanlığımı üstlenerek, tez aşaması boyunca bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşarak yardımını esirgemeyen tez danışmanı hocam Sayın Prof. Dr. Hakan Güngüneş' e teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmalarım süresince yardımlarını esirgemeyen Sayın Öğr. Gör. Utkan Alp ve Enstitü personeli Sayın Murat Karakuş' a teşekkür ederim.

Hayatımın her döneminde yanımda bulunan ve tüm zor zamanlarımda maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman üstümden eksik etmeyen ÖNAL ailesinin değerli üyeleri babam Ruşen ÖNAL ve annem İkbâl ÖNAL'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

“Bu tez çalışmasına, FEF 19004.16.003 numaralı proje kapsamında vermiş oldukları destekten dolayı, Hitit Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü’ne teşekkür ederiz.”

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiii
1.GİRİŞ	1
1.1. Literatür Özeti	2
1.2. Çalışmanın Amacı	4
2.MATERYAL VE YÖNTEM	5
2.1.Martensitik Faz Dönüşümü	5
2.2. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Genel Karakteristikleri	6
2.3. Martensitik Faz Dönüşümü Oluşumu.....	9
2.4. Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Kinetik Özellikleri.....	12
2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerinde Tersinir Olma Özelliği.....	15
2.6. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri	17
2.7. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Yapısal Ve Kristalografik Özellikleri	22
3. DENEYSEL MATERYAL VE YÖNTEM	27
3.1. Deneysel Materyal.....	27
3.1.1. Alaşımların Hazırlanması	27
3.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Alaşımların Hazırlanması.....	27
3.1.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Alaşımların Hazırlanması.....	28

3.1.4. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Alaşımların Hazırlanması	28
3.1.5. Mikro Sertlik Ölçümleri için Alaşımların Hazırlanması.....	28
3.2. Yöntem	29
3.2.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Sistemi.....	29
3.2.2. Mössbauer Spektrometrisi Sistemi.....	30
3.2.2.1. Gama Işınlarnın Rezonansla Soğurulması Ve Mössbauer Olayı	34
3.2.2.2. İzomer Kayma	38
3.2.2.3. Mössbauer Spektrumunun Elde Edilişi	39
3.2.3. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM).....	41
3.2.4. Sertlik Deneyleri	45
3.2.4.1. Vickers Sertlik Ölçme Yöntemi	46
4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA	49
4.1 Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımlarında oluşan Martensite yapınının Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) İncelemesi	49
4.2 Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımlarının Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometresinde İncelemesi.....	51
4.3. Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımlarının Martensitik Dönüşümlerinin Termal Özellikleri	54
4.4 Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımlarının Mekanik Özellikleri.....	55
5. SONUÇ	58
KAYNAKLAR	61
ÖZGEÇMİŞ	67

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Mössbauer etkisi gözlenen izotoplar (Özaydın, 2008).	33
Çizelge 3.2. Fe ⁵⁷ izotopunun özellikleri (Özaydın, 2008).....	37
Çizelge 3.3. Vickers sertlik skalası ve test kuvvetleri (Bektes, 2004).	47
Çizelge 4.1. Alaşımların Mössbauer Parametreleri (H _{eff} : İç Manyetik Alan, I.S: İzomer Kayma W: Yarı Yükseklikteki Tam Genişlik, R _A : Oluşan fazların hacimsel yüzdesi).....	54
Çizelge 4.2. Alaşımların M _s ve A _s değerleri	55
Çizelge 4.3. Fe-Ni-Ti alaşımında Ti bağlı sertlik değişimi.....	57

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Ti-Ni alaşımının martensit ve austenit yapısı (Toy, 2016).	5
Şekil 2.2. Sabit yük altındaki bir numunede ısıtma ve soğutma durumunda tipik dönüşüm - sıcaklık eğrisi. T: sıcaklık, T_h : dönüşüm histerezisi ; M_s : martensite başlangıcı, A_s : austenit başlangıcı, M_f : martensit bitişi, A_f : austenit bitişi (Akdoğan ve Nurveren, 2003).....	6
Şekil 2.3. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.....	8
Şekil 2.4. İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi.	8
Şekil 2.5. Austenite ve martensite fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi (Olson ve ark., 1992).	13
Şekil 2.6. Fe-23.2%Ni-3.62%Mn-0.016%C alaşımında izotermal dönüşümde gerçekleşen C eğrisi (Nishiyama, 1978).....	14
Şekil 2.7. FeNi (termoelastik olmayan) ve AuCd (termoelastik olan) alaşımlarında martensite dönüşümlerinin histerize eğrileri (Mostafa, 2009).....	16
Şekil 2.8. a) Fe-%30 Ni alaşımında elektiriksel direncin sıcaklığa göre değişimi b)Cu – Zn alaşımları için, martensitik faz dönüşümlerinde elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi (Nishiyama, 1978).	17
Şekil 2.9. fcc yapının bcc yapıya dönüşümü. (a) fcc birim hücresi, (b) bcc birim hücresi (Bain, 1924).	18
Şekil 2.10. Austenite ve martensite faz arasındaki süreklilik	19
Şekil 2.11. Kristalografik yapının sıcaklığa bağlı olarak değişiminin gösterildiği grafik.	19
Şekil 2.12. Austenite kristalinde meydana gelen martensite kristallerinin yerleşim şekli.....	20
Şekil 2.13. Martensitik dönüşümün difüzyonsuz gerçekleşmesine bağlı olarak düzlem ve doğrultulardaki değişim (Gökdemir, 2006).	23
Şekil 2.14. a) fcc kristal yapısı, b) bcc kristal yapısı.....	25

Şekil 2.15. fcc ve bcc kristal yapılar arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama kristalografik dönme bağıntıları.....	26
Şekil 3.1. Mössbauer Spektrometisi (Güngüneş, 2005).....	32
Şekil 3.2. Mössbauer spektrometresinin şematik gösterimi.....	32
Şekil 3.3. Uyarılmış durumdan taban duruma geçiş (Özaydın, 2008).....	34
Şekil 3.4. Yayınlama ve soğurma çizgileri (Özaydın, 2008).....	36
Şekil 3.5. ^{57}Fe ' nin özellikleri ve γ ışınımın elde edilişi (Özaydın, 2008).....	38
Şekil 3.6. $(3/2 - 1/2)$ geçişinde gözlenen izomer kaymaya sahip bir tek çizgi.....	39
Şekil 3.7. Bir izometrik kaymaya bağlı olarak ideal bir Mössbauer spektrumu.....	39
Şekil 3.8. ^{57}Fe ' nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları.(Yaşar, 2005).....	40
Şekil 3.9. 1940 yıllarında kullanılan bir taramalı elektron mikroskobu görüntüsü....	41
Şekil 3.10. Elektron-numune etkileşmesi sonucu oluşan ışınlar ve elektronlar (Erkoç, 2010).....	42
Şekil 3.11. Elektron-numune etkileşmesi (Akay, 2013).	44
Şekil 3.12. Vickers sertlik deneyinde kullanılan ucun şematik gösterimi (Bektes, 2004).....	47
Şekil 4.1. Fe-28.2Ni-0.5Ti Alaşımında oluşan martensite kristalleri.....	49
Şekil 4.2. Fe-26.8Ni-1.5Ti Alaşımında oluşan martensite kristalleri	50
Şekil 4.3. Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımında oluşan martensite kristalleri	50
Şekil 4.4. a) Fe-28.2Ni-0.5Ti b) Fe-26.8Ni-1.5Ti c) Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımları için oda sıcaklığında Mössbauer spektrumları	53
Şekil 4.5. a) Fe-28.2Ni-0.5Ti b) Fe-26.8Ni-1.5Ti c) Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımları için sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi	56

SİMGELER VE KISALTMALAR**Simgeler**

γ	Yüzey merkezli kübik yapı
α	Hacim merkezli tetragonal yapı
α'	Hacim merkezli kübik yapı
T_0	Austenite ve martensite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
M_S	Martensite başlama sıcaklığı
M_F	Martensite bitiş sıcaklığı
ΔG	Kimyasal serbest enerji değişimi
A_S	Austenite başlama sıcaklığı
δ	İzomer kayma
E_U	Uyarılmış durum enerjisi
E_T	Taban durum enerjisi
E_G	Geri tepme enerjisi

Kısaltmalar

fcc	Yüzey merkezli kübik yapı
bct	Hacim merkezli tetragonal yapı
bcc	Hacim merkezli kübik yapı
hcp	Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı
DSC	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi

TEM	Geçirmeli Elektron Mikroskobu
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu



1.GİRİŞ

Günümüzde de önemini büyük ölçüde sürdüren metal ve metal alaşımların kullanışlı ve dayanıklı hale gelmesi için çalışmalar halen devam etmektedir. Faz dönüşümlerinin kullanılması ile yumuşak demirin sertleştiği anlaşılmıştır. Bazı alaşımlar sıcaklığın değişimi ve zorlama etkisinin uygulanmasıyla birlikte şekil değiştirir. Daha sonra geri dönüşümle tekrar eski halini alır. İşte bu bahsettiğimiz etki (Şekil Hafıza Etkisi) günümüz endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır

İlk olarak 1938’lerde gözlenen şekil hatırlatma olayı, sırası ile birlikte 1951 yılında AuCd, 1953’de InTi alaşımlarında gözlenmiştir. İlk uygulamaya konan şekil hatırlatma olayı 1963 yılında NiTi alaşımında olmuştur. Şekil hatırlama olayı kullanım yerleri itibariyle oldukça geniş bir alanı kapsamaktadır. Modern teknolojinin gelişmesiyle birlikte eski çağlarda sır olarak kalan bu malzemelerin yeteneği gün yüzüne çıkmaya başlamıştır. Bu malzemelerin araştırma alanı katıhal fiziğinin bir konusu olarak tarihe adını yazdırmıştır.

Şekil hafızalı alaşımlar da şu ana kadar Fe-30Mn-6Si, Fe-30Mn-6Si-5Cr, Ni-49.6Ti ve Cu-6.94Al-18.86Zn alaşımlarındaki çalışmalara rastlanmıştır. Bu alaşımların TIG, lazer ve difüzyon kaynağı yöntemleriyle kaynak edilebilirlikleri araştırılmıştır (Kurt ve Orhan, 2003). Karbon çeliklerde mikro yapılar olduğunu gözlemleyen Adolf Martens demiri soğutmuş ve kristal yapıları gözlemlemiştir. Bu kristal yapılara da bu yüzden ‘‘Martensite’’ adı verilmiştir (Durlu, 1979; Porter ve Easterling, 1981). Bu martensite kristal yapılar sadece demirde gözlemlenmemektedir. Bain tarafından gözlemlenen demir alaşımları tarihe ‘‘demir alaşımlarının incelenmesi’’ olarak yazılmıştır (Bain, 1924). Martensite dönüşmeden önceki austenite yapı elektron mikroskop yönteminin bulunmasıyla büyük aşamalar kaydetmiştir (Yaşar, 2005). Austenite-Martensite faz dönüşümlerinin katıhal fiziği üzerinde önemli bir yer kaplamasının en büyük nedeni difüzyonsuz oluşabilme özelliği ile ilgilidir (Yaşar, 2005).

Belirli fiziksel etkenler altında oluşan Austenite-Martensite faz dönüşümleri deformasyon, sıcaklık veya manyetik alan uygulanmasıyla yeni hallerini alırlar. Faz

dönüşümlerinin atermal veya izotermal özellikte olması büyük öneme sahip olduğunu göstermektedir. En başında Fe ve Fe alaşımlarında olduğu sanılan austenite ve martensite dönüşümlerinin La, Li, Cu, Zn, Co, In, Sn, Ti, Au, Hg gibi metal gruplarında da olduğu görülmüştür (Read ve Breedis, 1960).

1.1. Literatür Özeti

Şekil hafızalı dönüşüm ilk kez AuCd alaşımlarında fark edilmiştir. Chang ve Read tarafından anlaşılmıştır (Akdoğan ve Nurveren, 2003). 1938'de de bu yapısal dönüşümün pirinç malzemedeki de olduğu görülmüştür. 1951 yılında AuCd alaşımlı bir çubuk üzerinde keşfedilen şekil hafızası daha sonra 1962'de Buehler ve çalışma arkadaşları tarafından nikel titanyum alaşımlarında şekil hafıza etkisi olduğu görülmüştür (Akdoğan ve Nurveren 2003).

En başta martensitik dönüşümler; çeliğin su verilerek sertleştirilmesi sonucunda farkedilmiş ve teknoloji açısından önemli bir yere sahip olacağı anlaşıldığından dolayı ise çok yoğun olarak araştırılmıştır. Dönüşümün daha sonra kinetik, termodinamik, mekanik, yapısal ve kristalografik özellikleri de olduğu anlaşıldığından dolayı akademik açıdan da büyük bir ilgiye ve araştırmaya konu olmuştur. Düşük maliyetinden dolayı Fe-Ni ve Fe-Mn-Si alaşımları en çok tercih edilen alaşımlardır (Himuro ve ark., 2002). Martensitik faz dönüşümleri ilk başta 1864 yılında Sorby tarafından incelenmiştir. Daha sonrasında ise 1866 yılında Tschernoff ve 1878 yılında Martens tarafından demir bazlı alaşımlarda gözlenmiştir. 1895 yılında Osmond tarafından Martens'in tezine benzer yorum yapılmıştır. Yüksek sıcaklık fazı austenite ve olaya da martensite geçiş denilmiştir (Aydoğdu, 1995).

Teknolojik açıdan bakıldığında çok önemli bir yere sahip olan bu alaşımlar yoğun çalışmalara sebebiyet vermiş ve hala vermektedir. Bu konu üzerinde yapılan bazı önemli araştırmalar şu şekildedir:

Golovchiner ve Tyapkin, Fe-%27Ni alaşımı ile tersinir dönüşümleri incelemişler ve bunun üzerine yaptıkları bu çalışmada M_s sıcaklığını 30 °C bulmuşlardır. Bu alaşıma

%1.5Ti eklediklerinde ise M_s sıcaklığını (-60 °C) bulmuşlardır (Golovchiner ve Tyapkin, 1955).

Durlu, Fe-%21.3Ni-%0.13C alaşımı üzerinde yaptığı araştırmada M_s sıcaklığını -40 °C bulmuştur. Fe-%40.2Ni-%0.36C alaşımını incelediğinde ise bu sıcaklığı -55 °C , Fe-%17.1Ni-%0.81C için -65 °C ve Fe-%24Ni-%0.45C için ise -50 °C bulmuştur (Golovin ve ark., 2000; Kakeshita ve ark., 1993).

Patterson ve Wayman, Fe-Ni ve Fe-Ni-C alaşımlarında meydana gelen martensitlerin ikizlenmesi, büyümesi ve kristallografisi üzerine çalışmalar yapmış ve bu çalışmalar esnasında Ni oranının azalıp artması durumunda morfolojinin değiştiğini ve oluşan ikizlenme bölgelerinin arttığını gözlemlemişlerdir (Gi Cho, 2010).

Maksimova ve Nikonorova, dengeleme, deformasyon ve tersinirlik üzerine yaptıkları araştırmalarda, Fe-%23.4Ni-%0.5C alaşımı için M_s sıcaklığını -50 °C bulmuşlardır. Fe-%17.5Ni-%0.8C alaşımında -10 °C , Fe-%20.9Ni-%0.5C alaşımında -20 °C Fe-%31.7Ni-%5.5Co-%0.02C alaşımın da(-20 °C) ve Fe-%22.5Ni-%3.3Mn-%0.04C alaşımında ise -40 °C bulmuşlardır (Maksimova ve Nikonorova, 1995).

Günümüzde de devam eden bu çalışmalardan 1969'dan beri literatüre geçen bazı çalışmalar şunlardır;

Georgiyeva ve arkadaşları tarafından yapılan, Fe-%24.3Ni-%5.2Mo alaşımlarını izotermal ve atermal martensite dönüşüm üzerinde incelemişlerdir. Bu çalışmada izotermal dönüşüm başlama sıcaklığı -50 °C ile -150 °C aralığında bulunurken atermal dönüşüm M_s sıcaklığı ise -185°C bulunmuştur (Georgiyeva ve ark., 1969).

Georgiyeva ve arkadaşları daha sonra Fe-%24Ni-%3Mn alaşımı üzerinde izotermal martensitin kristalografik özelliği ve bunun yapısı üzerine bir araştırma yapmışlardır. Bu araştırma ve çalışma sonucunda, Fe-Ni-Mn alaşımının dönüşüm sıcaklığının, Fe-Ni-Mo ile neredeyse birebir aynı olduğunu da göstermişlerdir (Georgiyeva ve ark., 1971).

2000'de I.S. Golovin ve arkadaşları, Fe%24Ni-%4Mo alaşımı üzerinde araştırmalar yapmışlardır ve bu yapılan çalışmalarda, izotermal dönüşümün başlama sıcaklığının -40 °C ve -160 °C aralığında bulmuşlardır. M_s sıcaklığını ise -80 °C' de olduğunu bulmuşlardır (Golovin ve ark., 1995; Golovin ve ark., 2000).

1.2. Çalışmanın Amacı

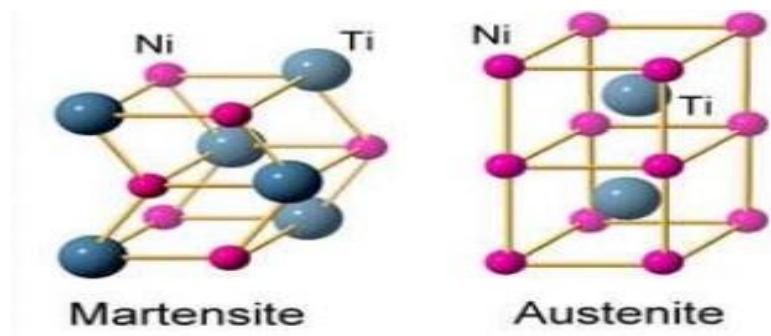
Farklı mekanik ve termodinamik şartlar altında birçok ilginç özellik sergileyen metal ve metal alaşımları şu an ki yüksek teknolojiye rağmen hala tam anlamıyla anlaşılammıştır. Günümüzün yapısına ve yaşam şartlarına binayen daha yüksek kalitede malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu durumdan dolayı metal ve metal alaşımlarının kullanım alanlarının genişletilmesi bu alandaki büyük hedeflerdendir. Faz dönüşümleri ise maddenin bu alanda daha sağlam ve kaliteli olmasını sağlayan önemli etkenlerdendir. Faz oluşumu sıcaklık, basınç ve sıcaklıkla basıncın birleşimi olarak oluşmaktadır. Bu şekilde hedefe uygun özelliklerde en kaliteli malzemeler üretilebilir. Bu alaşımların günümüzde her alanda kullanılabilmesi de bu alandaki gelişmeleri ön plana çıkarmaktadır. Martensitik faz dönüşümünü gerçekleştiren bu malzemelerin tam anlamıyla kullanılabilmesi için mekanik, manyetik, kinetik ve kristalografik özelliklerinin çok iyi bir şekilde incelenmesi gerekmektedir. Bu tez çalışmasında; literatürde Fe-Ni-Ti alaşımlarına yönelik çok az sayıda çalışma bulunduğundan dolayı bu tez çalışmasında farklı oranlarda Ti elementinin Fe-Ni alaşımına eklenmesi sonucu alaşımın manyetik, morfolojik, termal ve mekanik gibi bazı fiziksel özelliklerinin nasıl değiştiği incelenmiştir.

2.MATERYAL VE YÖNTEM

2.1.Martensitik Faz dönüşümü

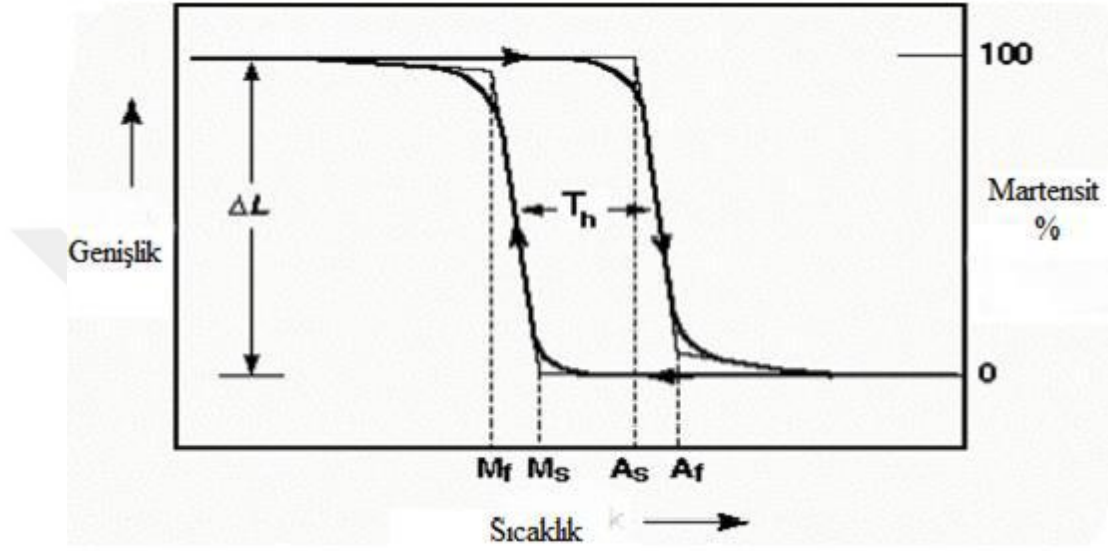
Malzeme bilimi olarak ‘‘faz’’ kelimesi incelendiğinde, fiziksel ve kimyasal özelliklerin değişmediği homojen yapıları belirtmek için kullanılır. Eğer saf bir elementten bahsediyorsak, elementin katı, sıvı, gaz halini temsil edecektir. Katı halde birden fazla kristal yapı sergileyebilen metal ve metal alaşımlar söz konusu olduğunda ise bu kelimeyi malzeme içindeki farklı kristal yapıya sahip bölgeleri tanımlamak için kullanırız. Bundan yola çıkarak ‘‘faz dönüşümü’’ dediğimizde ise malzemedeki kristal yapılarda meydana gelen dönüşümler olarak tanımlayabiliriz.

Katı yapıları incelediğimizde atomlar başka bir faz yapısını oluştururken yer değiştirir. Atomun komşu atomla bağına değiştirmeden gerçekleşen faz dönüşümlerine ‘‘difüzyonsuz’’; atomun komşu atomla olan bağına değiştirerek gerçekleşen faz dönüşümlerine ‘‘difüzyonlu’’ faz dönüşümü denir (Porter ve Easterling, 1981; Shiming ve ark., 1991). Difüzyonsuz faz dönüşümleri austenite yapısındaki fazın martensite faza dönüşmesinden dolayı oluşur. Bu olay materyalde önemli fiziksel değişikliklere yol açar. Katı hal fiziğinde çok önemli bir yere sahip olan bu durumu 19. Yüzyılda ilk olarak Alman bilim adamı A. Martens incelediği için bu olaya kendi ismini vermiştir (Nishiyama, 1978). Martensitin çelikleri sertleştirilmesi ve güçlendirmesinden dolayı martensitin önemi büyük bir yere sahiptir. Şekil 2.1’ de Ti ve Ni alaşımının austenite ve martensite yapıları verilmiştir.



Şekil 2.1. Ti-Ni alaşımının martensit ve austenit yapısı (Toy, 2016)

Her alařım için katılařma sıcaklıęı farklıdır. Martensitik dnřm belirli sıcaklıklar arasında olmalıdır. Dnřm sırasında srekli olarak uygulanan ısıtma ve soęutma sıcaklıkları arasındaki farka histerezis denmektedir (Akdoęan ve Nurveren, 2013). Bu ifadeye rnek bir Őekil Őekil 2.2' de verilmiřtir.



Őekil 2.2. Sabit yk altındaki bir numunedeki ısıtma ve soęutma durumunda tipik dnřm-sıcaklık eęrisi. T: sıcaklık, T_h : dnřm histerezisi; M_s : martensit bařlangıcı, A_s : austenit bařlangıcı, M_f : martensit bitiři, A_f : austenit bitiři (Akdoęan ve Nurveren, 2003)

2.2. Martensitik Faz Dnřmlerinin Genel Karakteristikleri

Faz dnřmlerinin meydana gelmesi olayı ekirdeklenme ve byme denen iki ayrı kısımda gerekleřir. Yaklařık birkaç yz atomdan oluřmakta olan, byyebilme yeteneęine sahip yeni faza ait ekirdek ve paracık oluřumuna ekirdeklenme evresi denir. ekirdeklenen yeni paracıkların byyerek nceki fazın bir kısmının veya hepsinin yok olmasına ise byme safhası denmektedir.

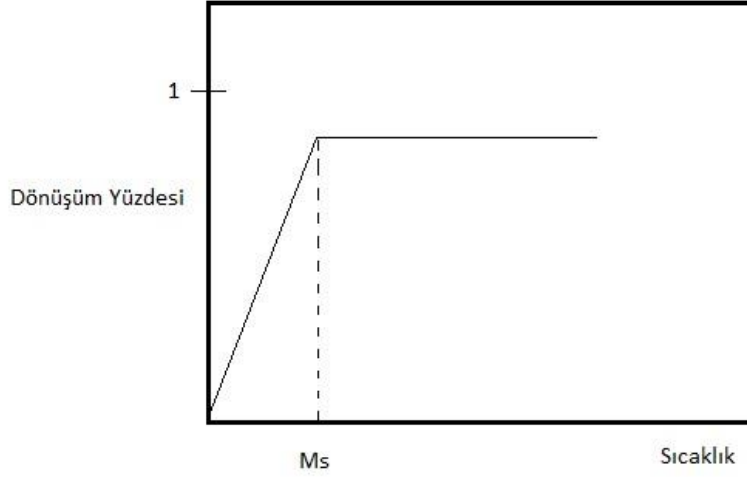
1535 °C' de eriyen Fe alařımları, havasız ortamda soęutulurken hemen hemen 900 °C civarında yzey merkezli kbik yapıda kristalleřir. Yeniden oluřan alařımın bu fazına "austenite" adı verilir. Bu fazdaki alařım, etkilendięi fiziksel etmenler sebebi ile hacim merkezli tetragonal (bct), sıkı paketlenmiř heksagonal (hcp), veya hacim

merkezli kübik (bcc) kristal yapıya dönüşür. Sonuç olarak oluşan yeni faza ‘‘martensite’’ adı verilir. Austenite yapı martensite yapıya dönüştüğünde ana kristal yapı tamamen izlerini kaybetmemektedir. Martensite yapının kristalleri austenite yapıda farklı yerlere dağılmış şekildedir. Hacim olarak martensitenin kaplayacağı yer dönüşümdeki etkinin ne kadar büyük olduğuna bağlı olarak değişmektedir. Fe-Ni-C alaşımlarında ki incelemelerde oluşumun başlama sıcaklığında martensitin austenite yapının %25’ini kapladığı bulunmuştur. Başlama sıcaklığından aşağı sıcaklıklarda ise %95’inin martensite dönüştüğü saptanmıştır (Durlu, 1979).

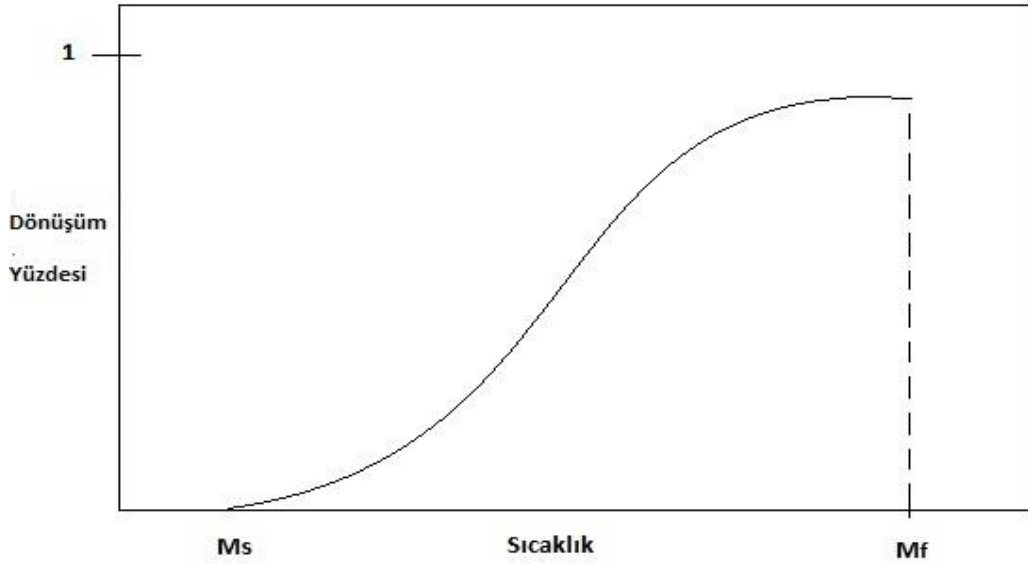
Martensite, austenite yapı üzerinde gelişigüzel bir şekilde dağılım sergilemektedir. Martensite kristallerinin ana yapı üstünde oluşturduğu tanecikler ise uçlara gittikçe incelen yani sivrileşen plakalar şeklinde ya da düşük karbon çeliklerinde oluşan yapı gibi iğnecik şeklindedir. Diğer metallerin bazılarında bu yapı toplu iğne, çatal, bıçak, mızrak şekillerinde olabilmektedir. Durlu’ya göre martensitenin oluşturduğu şeklin değişmesi M_s sıcaklığında ya da M_s sıcaklığının daha aşağı sıcaklıklarında olmasına göre farklılık göstermektedir (Durlu, 1979). Austenite yapıdan martensite yapıya geçiş M_s olarak bilinen dönüşüm sıcaklığında başlayıp dönüşümün tamamlanması olarak bilinen M_f sıcaklığında son bulur. Sadece sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşen martensitik dönüşümlere atermal dönüşüm denir. Sıcaklık ile birlikte zamana da bağlı olan dönüşümlere ise izotermal dönüşüm denmektedir. Austenite-Martensite faz dönüşümlerinin genellikle tamamı patlama olayı olarak da bilinen atermal yol ile meydana gelmektedir. Dönüşüm sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda da martensite faza geçiş olağandır. Nadir bir biçimde izotermal dönüşümlerde meydana gelebilir. Fakat bu dönüşümler çok yavaş gerçekleştiğinden gözle görülmesi neredeyse imkansızdır. Bazı demir alaşımlarında ise alışagelmış durum dışında hem atermal hem de izotermal dönüşümler bir arada görülebilir. Atermal ve İzotermal dönüşüm için, dönüşüm yüzdesinin zamana bağlı olarak değişimleri Şekil 2.3 ve Şekil 2.4’ te verilmiştir.

Güngüneş; Fe- %22,3 Ni-%2,7 Mn üzerinde yaptığı çalışmalarda izotermal dönüşüm meydana getirmek istemiştir. Bu alaşımı bir hafta boyunca sıvı azotta bekletmiştir. Sonuç olarak ise austenite yapının %75,9’unun martensite faza geçtiğini göstermiştir

(Güngüneş, 2001). Austenite-Martensite faz dönüşümleri aynı zamanda tersinir olma özelliğine sahiptir. Martensite kristalleri sıcaklık değişimi tam tersine çevrildiği zaman yani austenitin başlama sıcaklığında martensite faz içinde austenit faz oluşmaya başlayacaktır



Şekil 2.3. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi



Şekil 2.4. İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi

2.3. Martensitik Faz Dönüşümü Oluşumu

1535 °C' de eriyen demir alaşımları oda sıcaklığında, havasız ortamda soğumaya bırakıldığında yüzey merkezli kübik yapıda kristalleşir. Austenite fazda olan bu yapıya dışarıdan fiziksel etkenlerin etki etmesi sonucunda hacim merkezli tetragonal (bct), hacim merkezli kübik (bcc) veya sıkı paketlenmiş haksagonal (hcp) yapı haline dönüşür. Bu oluşan yapı martensite adını almaktadır. Martensite oluşumunun kristal yapı bozukluklarından dolayı oluştuğu farkedilmiştir. Daha sonra ise deneyler ile ispat edilmiştir (Olson ve Cohen, 1976).

Faz dönüşümleri basit ve yayınma esaslı, yayınma esaslı ve yayınmasız dönüşümler olmak üzere üç ana kısımda incelenir. Faz dönüşümlerinin oluşumu ise; çekirdeklenme ve büyüme olmak üzere iki kısımda incelenir. Çekirdeklenme safhasında; birkaç yüz atomdan oluşan ve büyüebilme yeteneğine sahip olan yeni faza ait çekirdekler oluşur. Büyüme safhasında ise çekirdeklenen yeni faz parçacıklarının büyüyerek önceki fazın bir kısmının ya da tamamının zamanla yok edilmesini ifade eder. Çizgisel yapı kusurlarından meydana gelen martensite çekirdekleri en başta austenite yapı üzerinde rastgele olarak dağılmış biçimde görünür. Dönüşümün ileri safhasında ise çekirdekler büyür ve austenite yapıdan martensite yapıya tam dönüşüm gerçekleşir.

Austenite fazdan; martensite faz haline geçiş austenite yapı ile martensite faz arasında ki serbest enerji farkından dolayı başlar (Nishiyama, 1978; Porter ve Easterling, 1981). Ana faza deformasyon uygulayarak dönüşüm sağlanabilir. Bunun yanı sıra sıcaklık ile oynanması veya bu her iki etkinin de bir anda ana faza uygulanması ile dönüşüm gerçekleşebilir. Fakat bu dönüşümde austenite yapı tamamı ile martensite yapıya dönüşmez. Oluşan yeni yapıda martensite yapı austenite yapı üzerinde homojen olmayan biçimde gelişigüzel dağılmış olarak görülür. Fe-Ni-Mn alaşımında yapılan incelemede dönüşümün gerçekleşmesinden sonra austenit yapının %81,2'lik bir bölümünün martensite faza dönüştüğü incelenmiştir (Aydın ve ark., 2002).

Martensitik faz dönüşümünün oluşabilmesi için austenite ve martensite kristallerinin kararlı halde buldukları T_0 sıcaklığının dahada altına sıcaklık düşürülmelidir. Sıcaklık düşürüldüğünde martensite başlama sıcaklığına (M_s) ulaşıldığı takdirde dönüşüm başlayacaktır (Porter ve Easterling, 1981). Soğutma ile dönüşüm oluşturulabileceği model ilk kez Bain tarafından açıklanmıştır. Bain yaptığı bu modelde sadece sıcaklık etkisini kullanmıştır. Bain'in yaptığı bu modelin temel amacı yüksek sıcaklıkta kararlı olan kristal yapıyı; düşük sıcaklıktaki kararlı yapıya dönüştürerek austenite yapıdan martensite yapıya dönüşümün gerçekleştiğini göstermektedir. Martensite dönüşümün başlama sıcaklığı alaşımın içerisindeki elementlerin ne kadar çok ya da ne kadar az olduğuna göre değişim göstermektedir. Alaşımdaki tanecik boyutlarına göre M_s değişimi deneyler ve araştırmalar ile ispat edilmiştir. Fe-Ni-Si alaşımında yapılan araştırmada Si miktarı arttıkça M_s sıcaklığının azaldığı görülmüştür (Himuro ve ark, 2001). Fe-Ni-Mo alaşımlarında yapılan başka bir araştırmada sıcaklık arttırılmıştır. Bunun sonucunda tane boyutu artmış, M_s sıcaklığı yükselmiştir (Durlu, 1997).

Austenite yapıya dışarıdan uygulanan mekanik zor ile martensitik yapıya geçiş sağlanabilir (Nishiyama, 1978; Durlu, 1996; Kaufman ve Cohen 1958). Austenite yapıya uygulanan küçük zorlar bu yapıda bir şekil değişimine sebep olacağı için martensite ve dışarıdan uygulanan zorlar arasında bağlantı kurmak mümkündür (Kaufman ve Cohen, 1958; Durlu ve Christian, 1974). Martensit dönüşümünde; austenite yapıya etki eden deformasyon sıcaklığının M_s sıcaklığının üstünde olması önemli etkidir. Durlu oda sıcaklığında numuneleri taramalı elektron mikroskobunda inceleyerek martensite yapıya dönüşümü anlık olarak incelemiştir. Bu incelemeler sonucunda bazı austenite yapılarda dönüşüm gözlemlenmiş; fakat bazılarında dönüşüm gözlemlenmemiştir. Sonuç olarak ise dönüşüme sınırlı yönlerdeki bozulmaların sebep olabileceği kanısına varmıştır. Durlu oluşum hızının 1/25 saniyeden daha az olduğunu görmüş ve zorlama etkisi ile altında yapılan martensite dönüşüm hızının neredeyse soğutma ile yapılan martensite dönüşüm hızı ile aynı olduğu yorumunu yapmıştır (Durlu, 1979). Dışarıdan etki eden zor, martensite kristal yapının oluşumunu engelleyebilir. Bu durumda dönüşüm için daha büyük bir kuvvet gerekecektir ve M_s sıcaklığı bulunduğu sıcaklıktan daha az bir sıcaklığa düşecektir.

Dışarıdan etki eden zor, martensite kristal yapının oluşumunu hızlandırıcı yönde ise dönüşüm için daha az kuvvet gerekeceğinden M_s sıcaklığı yükselecektir (Christian, 1965). Deformasyon miktarının artması ya da azalması durumuna göre M_s sıcaklığının artması ve azalması arasında bir bağlantı vardır. Fe-N-C kristallerinde yapılan bir deneyde oda sıcaklığı koşullarında deformasyon miktarı arttırılmıştır. Sonuç olarak M_s sıcaklığının arttığı tespit edilmiştir. Aynı yapıda deformasyon miktarı %40'ı geçtiğinde M_s sıcaklığının düştüğü gözlemlenmiştir (Durlu, 1978). Martensitik dönüşümün sağlanabilmesi için deformasyon sıcaklığının M_s sıcaklığından daha fazla olması önemli etkenlerin başındadır. M_s sıcaklığının üzerinde etki eden zor; dönüşüm için harekete geçirici özelliktedir. Etki eden zor ile çekirdeklenme oluşmayacaktır. Zor öncesi çekirdeklenen yerlerde oluşum gerçekleşecektir. Bu yollar ile oluşan martensite zor-etkili martensite (stress-induced) denir. Fakat oluşum yeni çekirdeklenmeler ile oluşuyor ise martensite zorlanma-etkili martensite (strain-induced) denir (Karaman ve ark, 1998).

Ana faza (austenite) dışarıdan etki eden manyetik alan ile de martensite yapı oluşabilir. Etki ettirilen manyetik alan sonucu M_s sıcaklığının yükseldiği bulunmuştur (Nishiyama, 1978). Manyetik alanın yokluğunda martensite kristal yapıya geçiş M_s sıcaklığında başlar. Austenite ve martensite arasındaki serbest enerji farkından kaynaklı olarak oluşan sürücü kuvvet; manyetik alan devreye girdiğinde manyetik enerjiden dolayı azalır. Yapılan bir deney sonucunda manyetik alan şiddeti arttırılmıştır. Manyetik alana maruz kalan Fe-Ni alaşımlarında M_s sıcaklığı yükselmiştir. Ve bununla birlikte martensite miktarı artmıştır (Shimuzu ve Kakeshita, 1989). Korenko (1973); doktora aşamasında yaptığı çalışmada yüksek manyetik alanı paramanyetik austenite yapıya etki ettirmiş ve sonucunda ferromanyetik martensite yapının oluştuğunu göstermiştir. Manyetik alanın etkisi ile martensitik faz dönüşümünün sağlanabilmesi için takriben 50 Gauss'luk bir manyetik alanın yapıya uygulanması gerektiğini Kakeshita ve arkadaşları açıklamışlardır (Kakeshita ve ark., 1993).

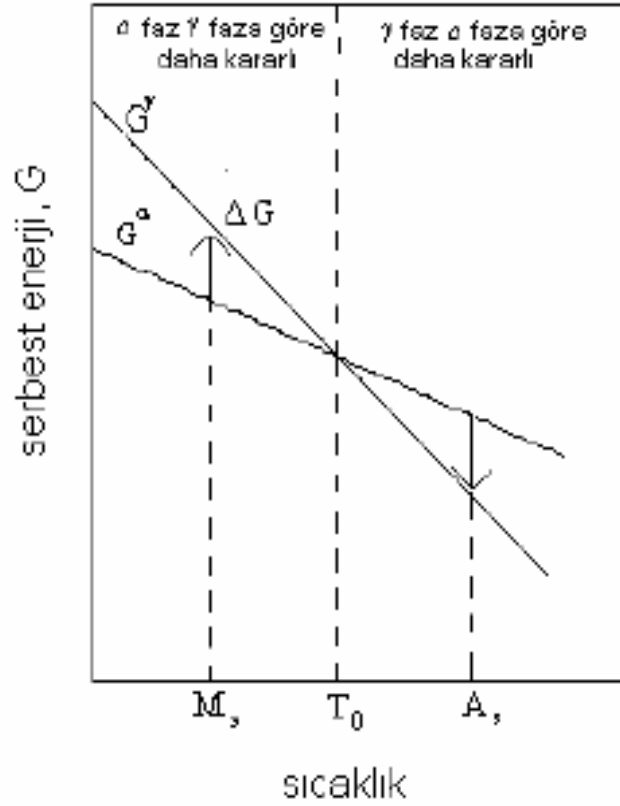
Fe-Ni-Mn alaşımlarında Mn oranının arttırılması kritik manyetik alanın artmasında önemli etkidir. İzotermal dönüşüm süresinin diğer fiziksel etkilerinden daha kısa

olduğu saptanmıştır. Sıcaklık-Zaman-Dönüşüm diyagramındaki doğrultunun aynı olması dönüşümde karakter olarak bir farklılık olmadığını göstermiştir.

2.4. Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Kinetik Özellikleri

Termodinamik etkenler altında oluşan austenite-martensite faz dönüşümünde austenite yapının soğutulması sonucunda martensite yapı elde edilmeye başlanır. Martensite yapıya geçişin olduğu sıcaklık M_s (dönüşüm) sıcaklığı, martensite yapının oluştuğu sıcaklık ise M_f sıcaklığı olarak kabul görür. Metal ve metal alaşımlarının değişik denge hallerinde ki iç yapıları termodinamik kanunların denetimi altındadır. Kullanılan maddenin atom ve molekülleri başta olmak üzere ufak elemanların tümü termodinamik sistemi oluşturmaktadır. Böyle bir oluşumun çevreden soyutlanmış bir biçimde kendi iç koşulları altında yeteri kadar bekletilmesi sonucu kararlı bir yapı meydana gelir ki bu duruma denge hali denir. Denge halinde bulunan iki farklı sistem kendi içinde homojen, birlikte iken heterojen yapıdadır. Heterojen olan yapının homojen kısımlara ayrıldığı kısımlara sistemin fazları adı verilir (Onaran, 1997). Faz dönüşümünü harekete geçirebilmek için austenite fazın sıcaklığının her iki fazın kararlı yapıda olduğu T_0 sıcaklığından M_s sıcaklığına indirilmesi gerekecektir. T_0 ve M_s sıcaklık farkından dolayı meydana gelen kimyasal serbest enerji değişimi ΔG , dönüşümü oluşturan sürücü kuvveti açığa çıkaracaktır. Açığa çıkan sürücü kuvvetle birlikte dönüşüm gerçekleşecektir. Şekil 2.5' te austenite-martensite fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi grafik yolu ile gösterilmiştir.

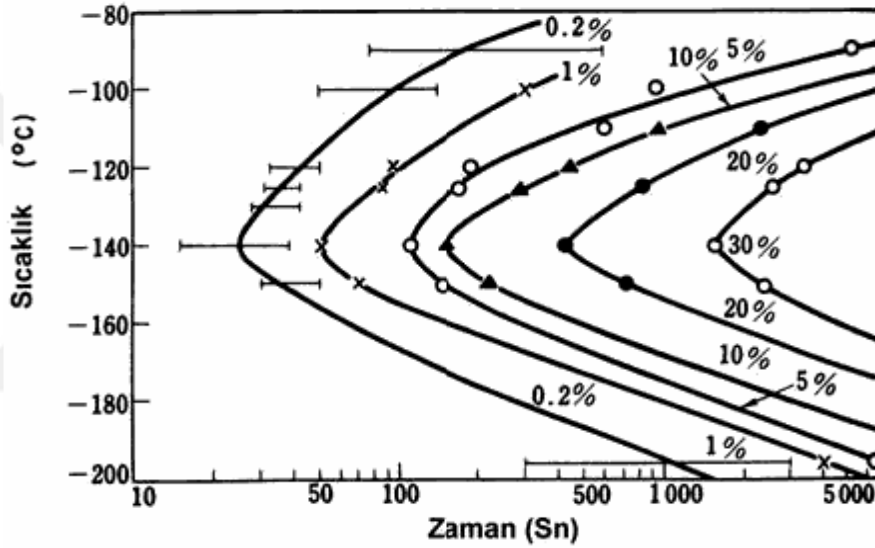
Austenite-martensite faz dönüşümü aynı zamanda tersinir dönüşüm özelliğine sahiptir. Martensite faz M_s sıcaklığının daha üstünde bir sıcaklıkta tekrar austenite faza dönüşebilme ihtimaline sahiptir. Oluşmuş olan martensite fazın, austenite yapıya tekrar dönmesi için gereken sıcaklığa A_s sıcaklığı denir. Austenite fazdan martensite faza geçişin sağlanabilmesi için (T_0-A_s) arasında ki sıcaklık farkından kaynaklı olarak meydana gelen serbest enerji değişimi gereklidir. Martensite kristalin sıcaklığının arttırılması ile bu değişim sağlanabilir. T_0 sıcaklığında iki ayrı fazın serbest enerjileri eşit olduğundan kaynaklı olarak serbest enerji farkları sıfırdır.



Şekil 2.5. Austenite ve martensite fazların serbest enerjilerinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi (Olson ve ark., 1992)

Kinetik olarak martensite dönüşümü ele aldığımızda atermal ve izotermal olmak üzere iki farklı şekilde bu dönüşümleri inceleriz. Atermal dönüşüm M_s sıcaklığında başlar ve M_f sıcaklığında sona erer. Atermal dönüşümün ilk kısmında yüksek hızlarda patlamalar meydana gelirken ikinci kısmında ise martensite hacmi sıcaklığa eksponansiyel bir bağımlılık gösterir. Atermal özellikli dönüşümlerde M_s sıcaklığının daha aşağısı sıcaklıklarda yine patlamaların meydana gelebilme olasılığı ve buna binayen yeni martensitelerin oluşabilme ihtimali mevcuttur. Fakat yeni oluşan martensitelerde herhangi bir büyümeye yeniden rastlanmaz. Fe alaşımlarında yapılan araştırma sonucunda; ısısal etki sonucunda meydana gelen atermal özellikteki martensite kristallerinin 10^{-7} saniyede oluştuğu ortaya çıkmıştır (Bunshah ve Mehl, 1953).

Nadir bazı alaşımlarda oluşum izotermal olabilir. Ve bu tür alaşımlar fark edilemeyecek kadar yavaş gerçekleşebilir (Wayman ve Wakasa, 1981). Bu denli alaşımlarda M_s sıcaklığından daha aşağı sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabileceği gibi öncesinde oluşmuş martensitik kristallerinde hacimce büyüme gözlenebilir (Yang ve Wayman, 1984). İzotermal martensite dönüşümlerinin M_s sıcaklığının kesin bir değeri yoktur. Fe-23,2 %Ni-3,62 %Mn-0,016 %C alaşımında aşağıda C eğrisinde zaman ve sıcaklığın değişimine göre dönüşüm miktarı şekil 2.6 'da verilmiştir.



Şekil 2.6. Fe-23.2%Ni-3.62%Mn-0.016%C alaşımında izotermal dönüşümde gerçekleşen C eğrisi (Nishiyama, 1978)

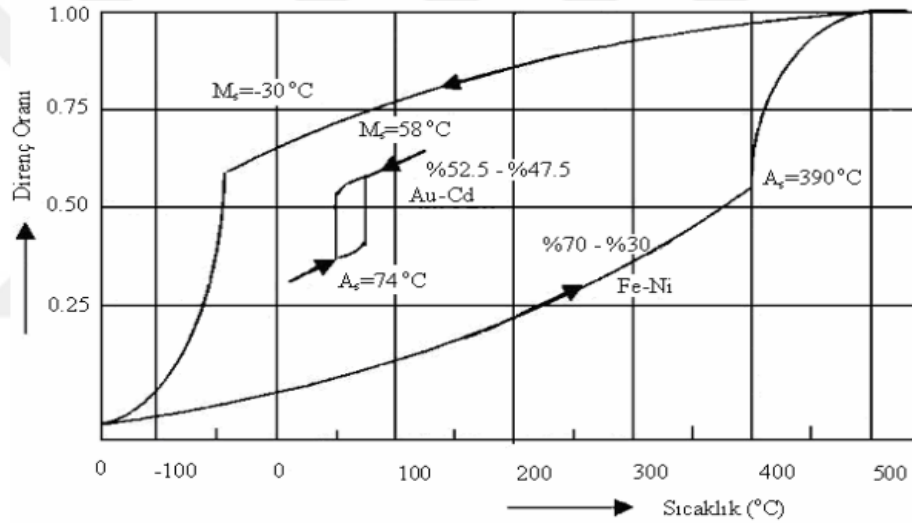
Martensite dönüşümün atermal ya da izotermal olarak dönüşebilmesi alaşımın yapısına bağlıdır (Nishiyama, 1978). Bazı Fe bazlı alaşımlar hem atermal hem izotermal özellik gösterir (Nishiyama, 1978; Kakeshita ve ark., 1993; Akturk ve ark., 2005). Fe-Ni-Mn alaşımlarında hem atermal hem izotermal özellik görülür (Kakeshita ve ark., 1993; Akturk ve ark., 2005). Fe-Ni-Mn alaşımını Kakeshita ve arkadaşları ciddi bir şekilde Mn miktarına bağlı olarak atermal ve izotermal dönüşümlerini incelemiştir. Fe-Ni-Cr alaşımları üzerindeki bir araştırmada, zamana bağlı olarak izotermal martensite değişim miktarı belirtilmiştir (Akturk ve ark., 2005).

2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerinde Tersinir Olma Özelliği

Martensite dönüşmüş numune ısıtıldığında austenite yapıya dönüşebilir. Bu dönüşüm ile ilgili bazı detayları yukarıdaki bazı kısımlarda kısa bilgiler ile anlatmıştık. Buradan anlayacağımız üzere martensitik dönüşüm tersinir bir olay olma özelliğine sahiptir. Ters dönüşümde de martensite dönüşümde olan etkiler görülür. Belli bir sıcaklıkta başlayıp belli bir aralıkta devam ederek tamamlanır. Tersinir olma olayında başlama sıcaklığı A_s ile gösterilir. Bitiş sıcaklığı ise A_f ile gösterilir. Termal etki yoluyla oluşan martensitik faz dönüşümlerinde kristalin soğutulması esnasında dirençte ani bir şekilde değişim gözlenir. M_s sıcaklığında başlayacak olan bu dönüşüm bir süre sonra tamamlanır. Tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı verilmeye başlanmalıdır. Isı verilmesi sonucunda A_s sıcaklığında yeniden elektriksel dirençte ani bir değişim gözlenmeye başlanacaktır. Bir müddet daha ısıtma işlemine devam edildiği takdirde tersinir dönüşüm gerçekleşmiş olacaktır (Durlu ve Christian, 1974).

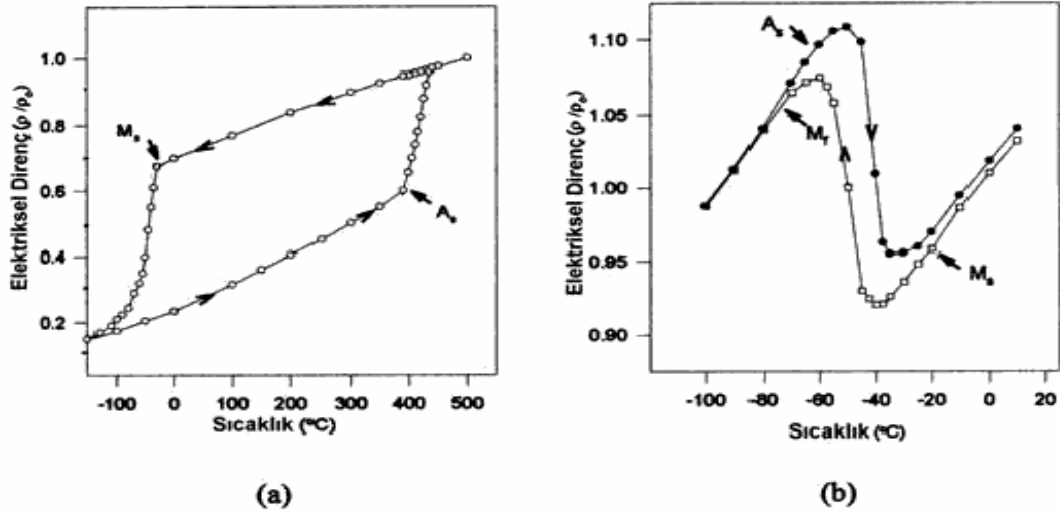
İki tip martensitik dönüşüm mevcuttur. Bunlar termoelastik martensitik dönüşümler ve termoelastik olmayan martensitik dönüşümlerdir. Şekil hafızalı alaşımlar termoelastik martensitik dönüşüm gösterirler. Termoelastik martensite yapıya sahip şekil hafızalı alaşımlar sıcaklık değişimi ile oluşup, tersinir özellik gösterirler. Termoelastik martensite yapıya sahip bu alaşımların austenite kristal yapılarının içerisinde de az da olsa kayma (slip) denilen yapı bozuklukları vardır (Nishiyama, 1978). Termoelastik olmayan martensite yapıya sahip dönüşümler ise; soğutma esnasında bir martensite plakası maksimum büyüklüğe ulaşır. Soğutma devam etse dahi tekrar bir büyüme gözükmez. Büyüme adımı, soğutma esnasında artan sürücü kuvvet ile termodinamik dengede kalma meyilindedir. Nedeni ise arayüzey açık bir şekilde sabitlenmiştir. Ara yüzey ısıtma esnasında geri hareket etmez. Bunun yerine ana faz sabitlenmiş olan martensit plakalar arasında çekirdeklenir ve herhangi bir plakanın yüzde yüzü orjinal ana faz yönelimine geri dönemez (Nishiyama, 1978; Durkaya, 2010). Şekil 2.7' de FeNi ve AuCd alaşımlarında ki martensite dönüşümlerinin histerize eğrileri verilmiştir. Şekil 2.8 b'de Cu -38,8%Zn alaşımı incelendiğinde tersinir dönüşümle alakalı olarak elektriksel direncin sıcaklığa bağlı

olarak deęişimi verilmiştir. Şekilden anlayacağımız üzere M_s sıcaklığı A_s sıcaklığından daha yüksektir ki bu yapı termoelastik martensite yapıya has bir davranıştır. In-TI ve Ag-Zn gibi alaşımlarında termoelastik martensite davranışı gösteren alaşımlara örnektir (Nishiyama, 1978). Elastik martensiteler demir bazlı martensitik dönüşümlerden farklı yapıdadır. Martensite yapıya uygulanan sabit sıcaklıkta ki zor etkisiyle meydana gelen martensiteler, A_s sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklarda ısıtıldığı takdirde ters istikamette zorlanma etkisi ile yeniden austenite yapıya dönüşebilir.



Şekil 2.7. FeNi (termoelastik olmayan) ve AuCd (termoelastik olan) alaşımlarında martensit dönüşümlerinin histerize eğrileri (Mostafa, 2009)

Bu doğrultuda deformeye uğratılmış alaşımlardan ısıtılarak tekrar austenite yapının elde edilmesi ayrıca tekrar orijinal boyutuna gelmesi olayı olarak bilinen şekil hafıza olayının fiziksel şartlarının da ispat etmiş olur. Bu yapıda ki alaşımlardan bazıları şunlardır: Fe-Ni-C, Fe-Ni-Co-Ti, Fe-Ni-Al-Co-C, Fe-Ni-Nb, Fe-Ni-Si (Nishiyama, 1978). Bu tipte geri dönüşüm özelliği sergileyebilen faz dönüşümleri ısıl döngünün sonucu ile martensite oluşumunu kolaylaştırmaktadır. Fe-Ni tek kristallerinin üzerinde yapılan bir araştırma da, tersinir dönüşüm olmadan evvel martensite oluşturabilmek için gerekli en az deformasyon miktarı %4'tür. Fakat beş defa ısıl döngü sonucunda en az deformasyon miktarı %3'e düşmüştür (Nishiyama, 1978).

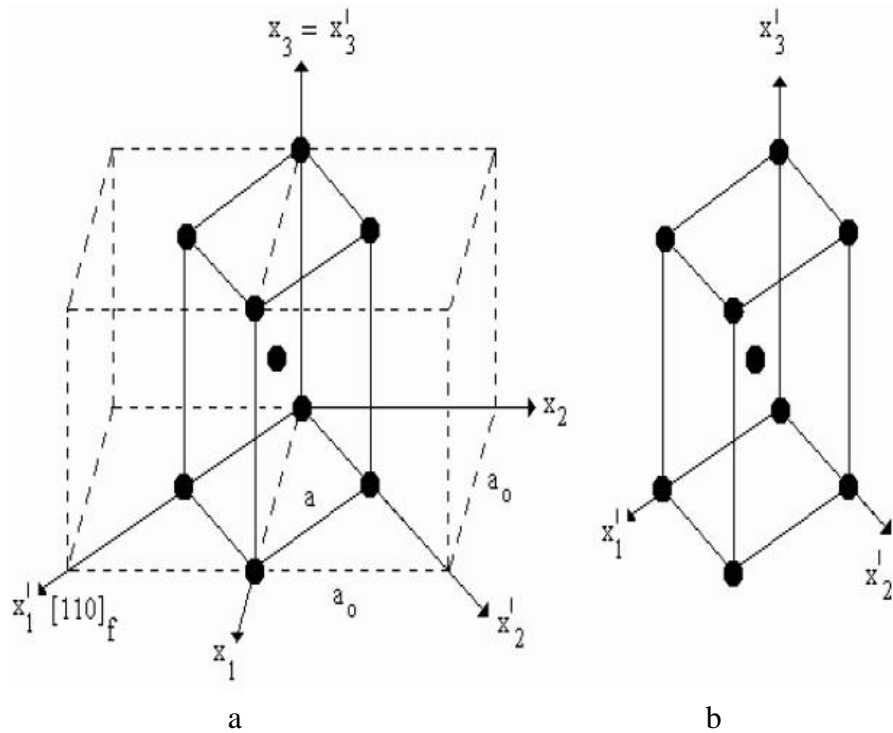


Şekil 2.8. a) Fe-%30 Ni alaşımında elektriksel direncin sıcaklığa göre değişimi b) Cu – Zn alaşımları için, martensitik faz dönüşümlerinde elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi (Nishiyama, 1978)

2.6. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri

Martensitik dönüşümün oluşumu çok fazla hızlı gerçekleştiğinden dolayı göz ile gözlenemez. Bu nedenden dolayı dönüşümün kristalografisi farklı iki fazın kristalografi yapıları araştırılarak belirlenebilir. Faz dönüşümünde atomların komşuluklarının bozulmadan, kristal yapının birinden diğerine geçiş yapabilmesi konusundaki ilk araştırmayı 1924'te Bain yapmıştır (Nishiyama, 1978; Porter ve Easterling, 1981). Bain yaptığı araştırmalara dayanarak oluşturduğu modelde martensitik dönüşüm esnasında kristal yapının bir deformasyona maruz kaldığını belirtmiştir. Bu modelde atomların komşuluklarını koruyarak yüzey merkezli kübik (fcc) yapıdan hacim merkezli tetragonal (bct) veya hacim merkezli kübik (bcc) yapıya atomlar arasındaki uzaklıkların değişmesi ile nasıl geçiş yapabildiğini gösterilmiştir. Şekil 2.9' da gösterilen modelde; yüzey merkezli kübik (fcc) kristal yapıya ait atomlar arasındaki mesafe x_1^l ve x_2^l eksenleri %12 oranında artarken, x_3^l ekseninin %20 oranında azalması sonucunda hacim merkezli teragonal yapıya geçtiği gösterilmiştir (Porter ve Easterling, 1981). Yapı geçişlerinin sonucunda ise birim hücredeki hacim değişmektedir. Uzun yıllar boyunca Bain modeli dönüşümleri sorulara cevap verecek nitelik taşımıştır (Porter ve Easterling, 1981). Fakat daha sonrasında da araştırmacıların yapmış olduğu birçok deneysel araştırma ve inceleme

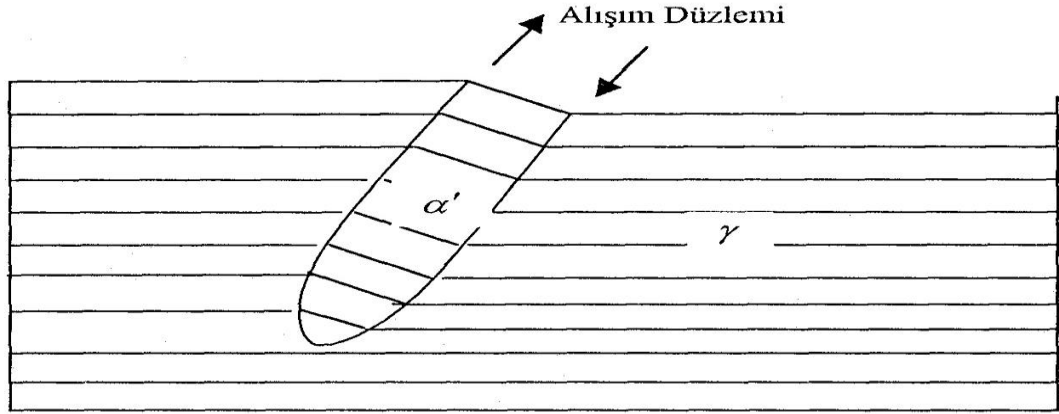
sonucunda Bain'in modelinin tek başına bu dönüşümleri açıklayamayacağı kanısına varılmıştır (Nishiyama, 1978). Dönüşümün tamamının bu kadar yalın bir model ile açıklanamayacağı konusunda araştırmacılar hemfikir olmuşlardır. Atomlar tümü ile hareket ettiklerinde iki kristal yapı arasında sınır özelliği taşıyacak ve değişime maruz kalmamış bir yüzey kalmayacağından Bain'in modeli austenite-martensite dönüşümündeki sınırı belirleyemeyecektir (Durlu 1974).



Şekil 2.9. fcc yapının bcc yapıya dönüşümü. (a) fcc birim hücresi, (b) bcc birim hücresi (Bain, 1924)

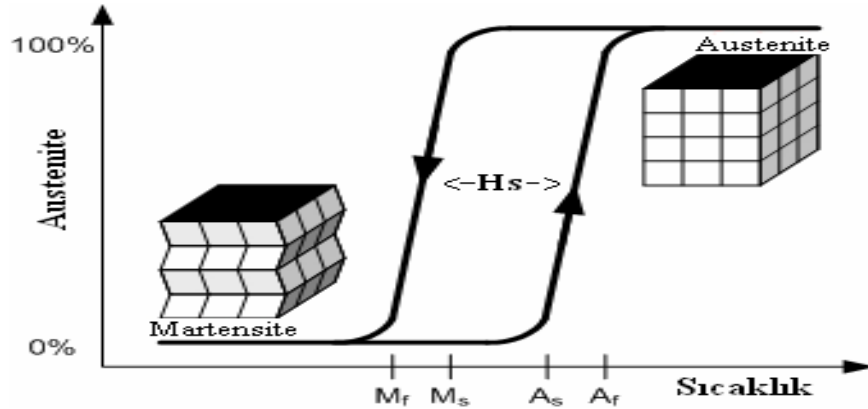
Bundan farklı olarak martensite yapıya dönüşen austenite yapının kristal hacminde büyümeyi içermekte olan bir şekil dizisi bulunmuştur. Dönüşüm esnasında; meydana gelen makroskobik bir şekil değişiminin ve bu iki yapı arasında sınır özelliğine sahip dönmemiş yerleşme (habit) düzlem ayrıca, ana ve ürün faz arasında kristalografik belirli bir dönme bağıntısının varlığı saptanmıştır (Bhadeshia, 2001). Bain modelinde açıklanamayan bir diğer şey atomların birlikte hareket etmeleri neticesinde austenite-martensite faz dönüşümünde yüzey kısmında çıkıntıların oluşmasıdır (Bhadeshia, 2001). Dönüşüm olmadan evvel austenite yapının yüzeyine çizilen doğru şekilli karşılaştırma çizgileri incelendiğinde, martensite yapıya dönüşmüş kısımlarda

çizgilerin arasındaki bağlantı kopmadan devamlılığını sürdürebildiği, yalnızca kırılmaya maruz kaldıkları belirlenmiştir (Wayman, 1968). Alışım düzleminde austenite yapı ve martensite yapı arasındaki süreklilik şekil 2.10'da verilmiştir.



Şekil 2.10. Austenite ve martensite faz arasında ki süreklilik

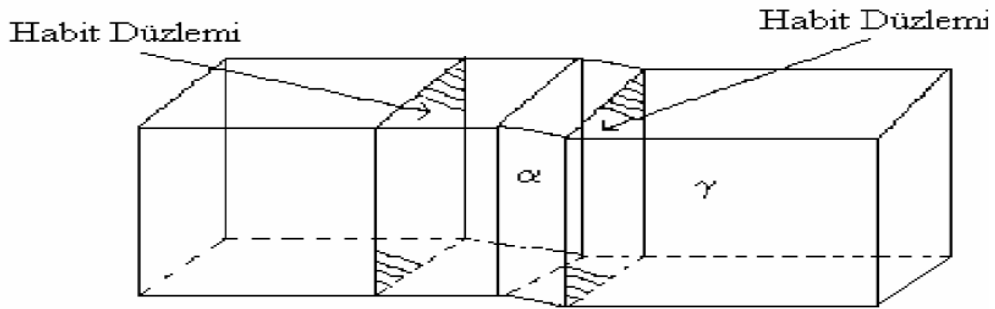
Kurdjumov ve Sachs, difüzyonsuz bir dönüşüm olması sebebi ile ana ve ürün fazlar arasında bir dönme bağlantısının söz konusu olacağını düşünerek, martensitik dönüşümde ki dönme bağlantılarını X-ışınları yöntemi ve Laue metodu ile açıklamışlardır (Bhadeshia, 2001). Martensite yapıya geçiş olduktan sonra martensite kristal yapıyı austenite'den ayırmakta olan düzlem şeklinde anılan ayrı iki faz arasında ki sınıra alışım (habit) düzlemi denir. Araştırmacıların vermiş olduğu dönme bağlantıları şekil 2.11'de verilmiştir.



Şekil 2.11. Kristalografik yapının sıcaklığa bağlı olarak değişiminin gösterildiği grafik

Troiano ve Greninger 1940'ta alıřım (habit) düzeninin austenite'in basit miller indisli düzlemlerden birisi olduđu ölçümlerini yapmışlardır. Daha sonra arařtırmacılar Troiano ve Greninger'in yaptıđı bu ölçümlere karşı bulunan bulgular sonucunda büyük indisli düzlemlerinde alıřım (habit) düzlemi olabileceđini bulmuşlardır (Wayman, 1968).

Bain modelinde ki yetersizlik sonucunda arařtırmacılar sorulara yanıt aramak için arařtırmalarını sürdürmüşlerdir. İlk arařtırmalar 1950 yıllarında sorulara yanıt niteliđi taşımaktadır. İlk olarak "klasik" veya "tek bozulmalı" teoriler adları altında oluşturulmuş ve Bowles-Mackenzie (1954-1962) ve Wechsler-Lieberman ve Read (1953) tarafından ortaya konmuştur (Çalık, 2002). Bu teoriler de martensite yapıya geçiř sağlandıktan sonra, iki kristal yapı arasında bozulmaya maruz kalmamış bir düzlemin ve dönmenin olabileceđi saptanmıştır. Şekil 2.12' de meydana gelen martensite kristallerinin yerleşim düzeni gösterilmiştir. Bowles ve Mackenzie'nin geliřtirmiş olduđu teoriler diđer teoriler ile kıyaslandıđında matematiksel olarak farklılık göstermesine rağmen aslında aynı şeyi savunan teorilerdir.



Şekil 2.12. Austenite kristalinde meydana gelen martensite kristallerinin yerleşim şekli

Bowles ve Mackenzie'nin geliřtirmiş olduđu teoriler diđer teoriler ile kıyaslandıđında matematiksel olarak farklılık göstermesine rağmen aslında aynı şeyi savunan teorilerdir. Bowles ve Mackenzie'ye göre alıřım (habit) düzlemi üzerinde bulunan atomların düzlem üzerinden ayrılmadan mevkilerini çok küçük miktarda deđiřtirdiklerini öngörmüştür. Atomların düzlem üzerinden ayrılmadan küçük boyutlarda mevkilerini deđiřtirmesi "açılma parametresi" ile ayrı bir serbestlik

derecesi içermektedir. Fakat Fe alaşımı üzerinde yapılan bazı araştırmalarda Bowles ve Mackenzie teorisine zıt olarak alışımlar (habit) düzleminde bulunan atomların arasındaki uzaklığın ne arttığı ne de azaldığı incelemeleri deneysel yollarla ifade edilmiştir. Kristal örgüyü bozmayan şekil değişiminin ikizlenme ve kaymadan olduğu da teorilerde varsayılan özelliklerden bir tanesidir. Buradaki dönme; daha önce var olan austenite-martensite kristalografik dönmedir. Bu teoriler sonucunda oluşturulan modelde; dönüşüm aşağıda ki maddelerle özetlenebilir.

1. Bain modeliyle örtüşen bir kristal yapı değişimi
2. Kristal örgüsünü değiştirmeyen bir şekil bozulması
3. İki kristal yapı arasında bir dönme olduğunun varsayılmasıdır.

Wechsler-Lieberman-Read ve Bowles-Mackenzie oluşturmuş oldukları dönüşümde; F=toplam şekil değişimi, B=Bain değişimi, S=Şekil bozulması, R=Dönme olmak üzere F,B,S,R ifadeleri (3x3)'lük matris ile gösterilmek üzere;

$$\mathbf{F}=\mathbf{B.S.R}$$

Şeklinde ifade etmişlerdir. Ana faz ve ürün fazdaki ilk ve son kısmı inceleyen bu teoriler, oluşum esnasında ne gibi değişimler olduğunu açıklamaz. Üç bileşenin oluşum sırası hakkında bir yorum yapılamaz (Çalık, 2002).

İlerideki yıllarda kristalografik teorileri ispat eden ve edemeyen bir sürü araştırma literatüre geçmiştir. Bazı Fe alaşımlarının üzerinde yapılan araştırmalarda bu teorilerin ortaya koyduğu maddelerle doğruluk söz konusu iken bazı Fe alaşımlarında bu maddelerin aksine alışımlar (habit) üzerindeki atomların aralarındaki uzaklığın değişmemesi ile bu maddelere ters düşmüştür. Aynı zamanda bazı martensite kristallerinde ikizlenme (twinning) ve kayma (slip) türü şekil bozukluklarının teorilere zıt yönde bazen bir den çok olabileceği bulunmuştur (Read, 1967) .

Bain modelinde açıklanamayan bazı durumlardan sonra, bu teorilerde de yaşanan bazı aksaklıklar üzerine Ross-Crocker ve Acton-Bevis birbirinden ayrı olarak yeni

teoriler ortaya koymuşlardır. ‘‘İkili bozunma teorileri’’ adı altında oluşturulan bu teorilerde deęişimler ařaęıdaki gibi sıralanmaktadır.

1. Toplam Őekil deęiřimi, klasik teorilerdeki Őekil deęiřimi ile aynıdır.
2. Őekil bozunmasının ikili olduęu varsayılmıřtır.

Klasik teoriler kısmında S ile verilen Őekil bozulması, Ross-Crocker ve Acton-Bevis teorilerinde S_1 ve S_2 olarak ifade edilmiřtir. Bain deęiřimini yine $\rightarrow B$ ve dnmeyi $\rightarrow R$ olarak almıřlardır. Yeni teoriye gre toplam Őekil deęiřimini;

$$F=B. S_1. S_2.R$$

olarak ifade etmiřlerdir.

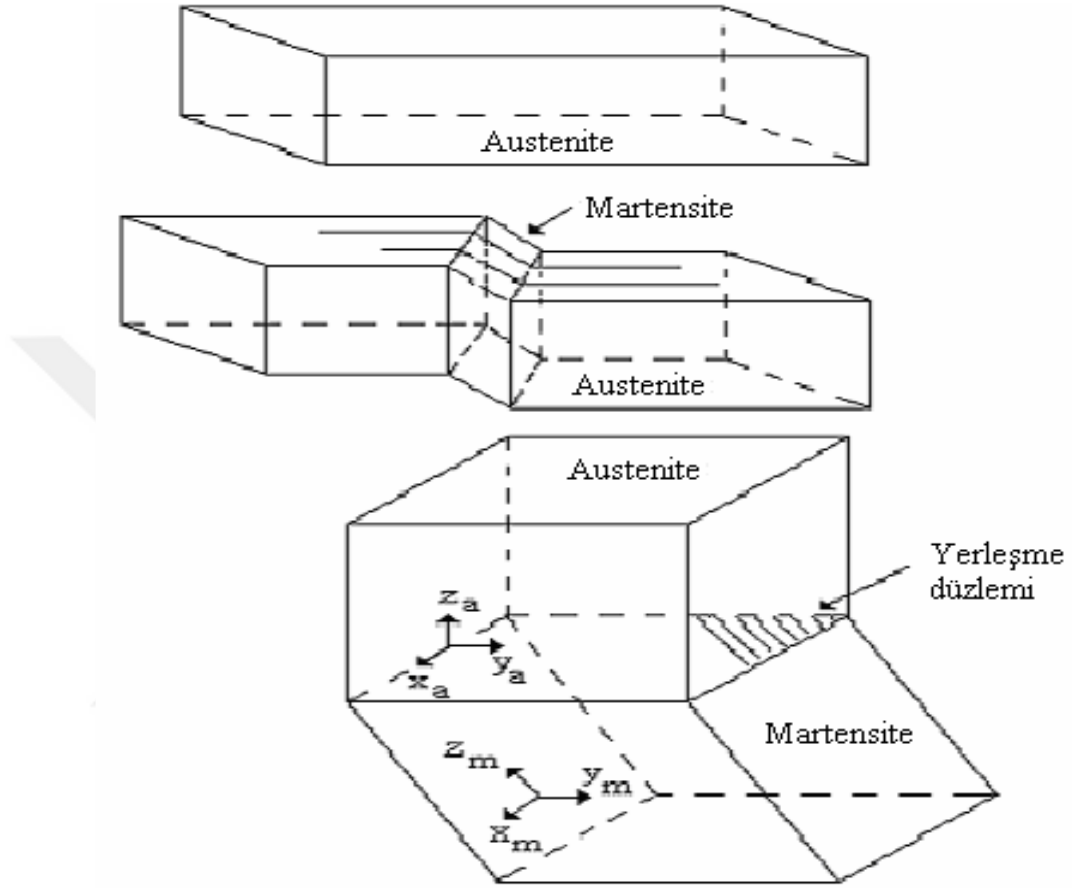
Bu yeni teorinin zerinden zaman getikten sonra bir ikizlenme ve bir kaymanın veya iki ikizlenme ve bir kaymanın olabileceęini ifade eden bazı teorileri gzlemlerin bazılarıyla uyuma saęlamıř, $\{2,2,5\}$ alıřım dzlemi martensitelerin dnme baęıntılarını bulmakta bařarı saęlayamadıęı ngrlmřtr. Mevcut teorilerin dıřında ortaya atılan modeller ise genelleřtirilemedikleri uygulama alanlarının sınırlı olmasından kaynaklı olarak konuya cevap nitelięi taşıyamadılar (alık, 2002).

2.7. Austenite-Martensite Faz Dnřmlerinin Yapısal Ve Kristalografik zellikleri

Difzyonsuz gerekleřen austenite-martensite faz dnřmlerinin kristalografik oluřumu ilgin bir yapıya sahiptir. Atomlar arası komřuluklar korunurken yer deęiřtirirler. Martensitik dnřmn difzyonsuz oluřmasına baęlı olarak dzlem ve doęrultulardaki deęiřim Őekil 2.13’ te verilmiřtir.

Yksek enerjili kristal yapıdan dřk enerjiye sahip kristal yapıya geiř saęlanır. Kristal yapıların deęiřmesi sonucunda yukarıda tanımını yaptıęımız iki kristal yapı arasında oluřan ve sınır zellięi taşıyan alıřım (habit) dzlemi meydana gelir (Nishiyama, 1978). Dnřm sonucunda atomlar arası komřulukların bozulmadan

yer deęiřtirmesi sonucunda oluřan Őekil bozulması, plastik bir deformasyonun olduęunu gsterir.



Őekil 2.13. Martensitik dnüşümün difüzyonsuz gerekleřmesine baęlı olarak dzlem ve doęrultulardaki deęiřim (Gkdemir, 2006)

Plastik deformasyonun oluřmasında izgisel yapı kusuru olarak bilinen diskolasyonun byk payı vardır. Diskolasyonların hareketleri sonucunda oluřabilecek yapısal kusurları ařaęıdaki gibi birkaç maddede zetlemek mmkündür (Nishiyama, 1978).

1. Kayma Tr
2. Yıęılım Kusuru
3. İsel ikizlenme

Martensite faz dönüşümleri bir kristalografik yapıdan ötekine dönüşüm şeklinde gerçekleşir. Ve bu dönüşüm çoğunluk itibari ile;

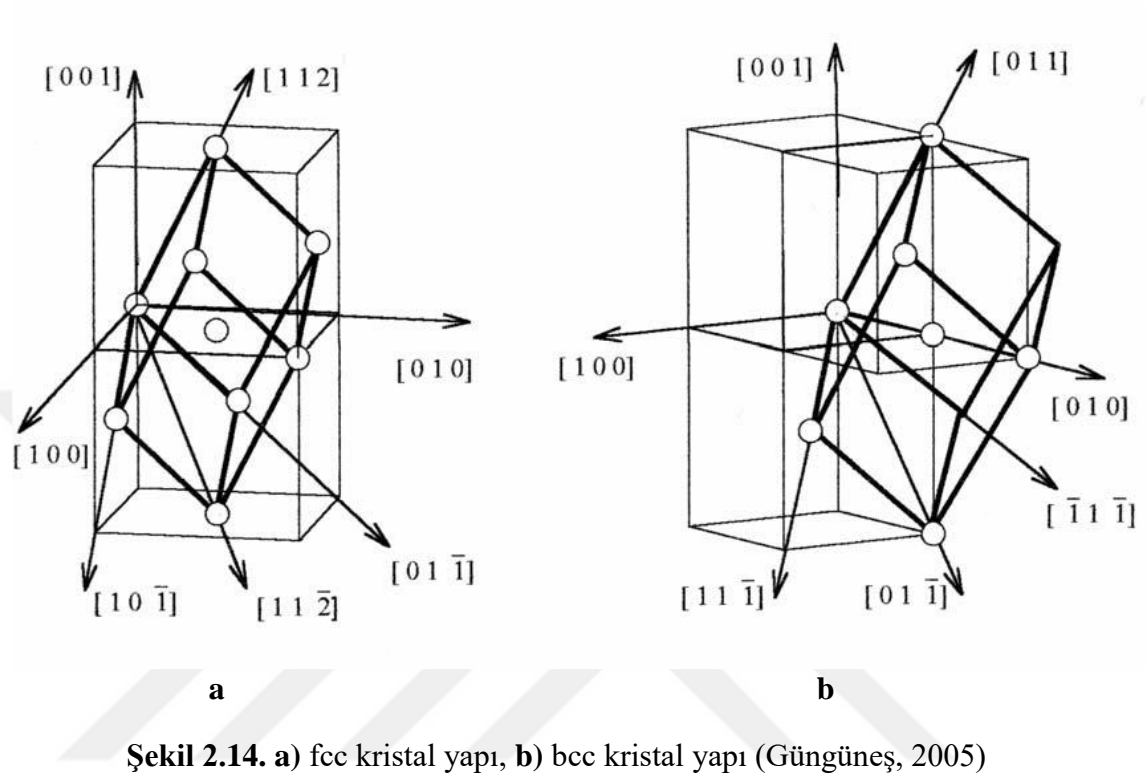
1. Yüzey merkezli kübik (fcc) yapıdan, hacim merkezli (bcc veya bct) yapıya,
2. Yüzey merkezli kübik (fcc) yapıdan, sıkı paketlenmiş hegzagonal (hcp), yapıya
3. Hacim merkezli kübik (bcc) yapıdan, sıkı paketlenmiş hegzagonal (hcp) yapıya,

dönüşür. En fazla görülen dönüşüm fcc \rightarrow bcc dönüşümüdür. Bu dönüşüm kristalografik olarak kesme mekanizması ile gerçekleşir. Dönme bağıntısının oluşmasına sebep olan başlıca şey ana ve ürün kristal yapıların düzlem ve doğrultuları arasında oluşan açılardır. Yüzey merkezli kübik (fcc) yapıdan hacim merkezli kübik (bcc) yapıya dönüşümü şeklinde gerçekleşen martensitik dönüşümlerde hat safhada plastik deformasyon oluşmakla birlikte yapısal kusurun olması da fazlaca kayma türünün oluşmasından kaynaklıdır. Şekil 2.14'te bu iki yapıya ait şekiller gösterilmiştir. Düşük sıcaklıkta gerçekleşen dönüşümlerde genel itibari ile ikizlenme olayında kristalin bir bölümü düzlemin tamamında makaslanarak ayna görüntüsüne dönüşür. Martensitik faz dönüşümlerde bazı alaşımlar düşük sıcaklıklarda dönüşebilir. Bu yapıda ki alaşımlarda ikizlenme türü hacimsel yapı bozukluklarına daha sık rastlanmaktadır (Nishiyama, 1978; Olson ve ark., 1976) .

Martensite dönüşümlerde kesme işleyişini iyi bir şekilde irdelemek fcc ve bcc yapılarında ki örgü ahenginin araştırılması ile mümkün olacaktır. Buradaki dönüşümün gerçekleşebilmesi; birim örgü hücresindeki atomların küçük mevki değişimlerinin olması ile sağlanacaktır.

Kurdjumov-Sachs yaptıkları araştırma neticesinde, kristalografik dönme bağıntısına bakıldığında, ana faz (austenite)' daki yapının $\{111\}_\gamma$ düzleminde $[110]_\gamma$ doğrultusu boyunca bir kesme ile dönüşümün oluşabileceği kanaatine vardılar. Nishiyama ise yaptığı araştırma sonucunda $\{111\}_\gamma$ düzleminde $\langle 112 \rangle_\gamma$ doğrultusu boyunca aynı işlemin gerçekleşeceğini savundu. Şekil 2.15' da yapılan araştırmalar sonucu oluşan modelde dönme bağıntılarının gösterimi verilmiştir. Yapılan bu araştırmalar ve

oluşturulan bu model olayın büyük bir bölümüne yanıt niteliği taşımıştır (Nishiyama, 1978).



Austenite-martensite faz dönüşümünün meydana gelebilmesi için yüzey merkezli kübik (fcc) yapının sıkı paketlenmiş düzlemlerine küçük bir kesme işlemi uygulanması sonucuna varılması yeterlidir. Kurdjumov-Sachs'ın araştırmaları neticesinde oluşturdukları ana faz (γ) ile martensite ürün fazı (α) arasında ki dönme bağıntısı aşağıda verilmiştir (Kurdjumov ve Sachs, 1930).

<u>Düzlem</u>	<u>Doğrultu</u>
$(111)_\gamma$	$(011)_\alpha$
$[\bar{1}01]_\gamma$	$[\bar{1} \bar{1} 1]_\alpha$

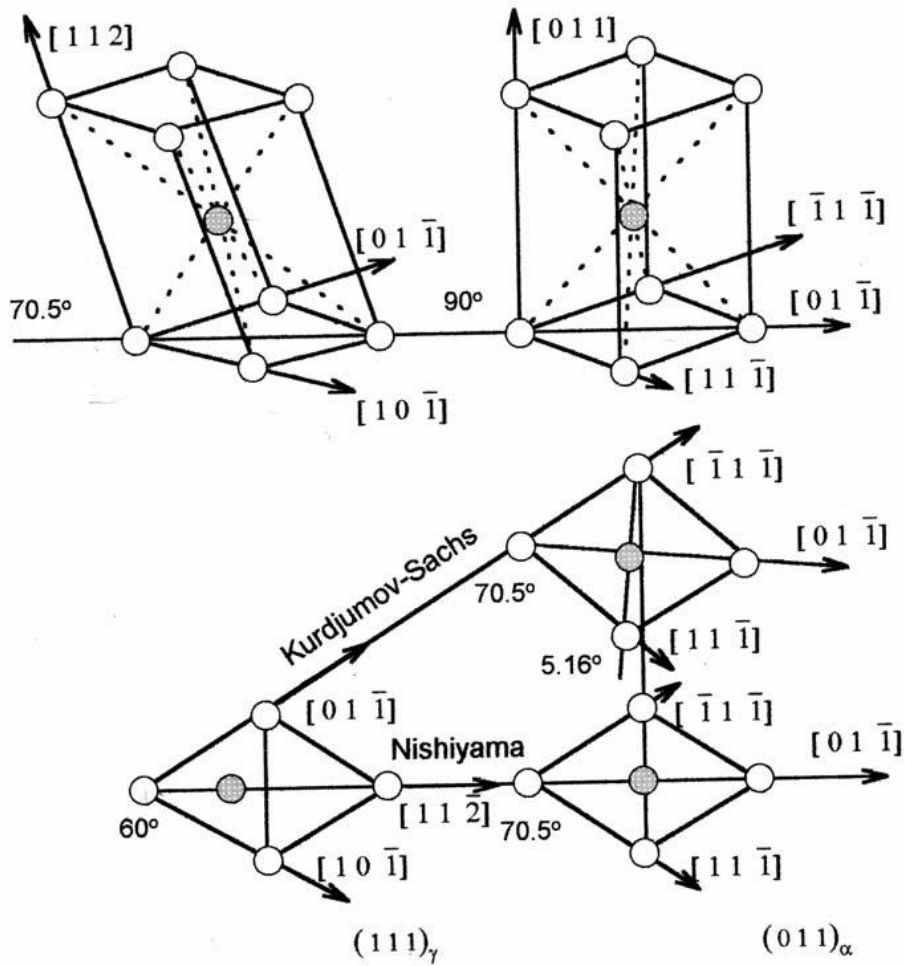
Nishiyama'nın $\{259\}_\gamma$ alışım düzlemleri karbon çeliklerinde yaptığı araştırmada dönme bağıntısı aşağıdaki gibidir.

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

Greningo-Troiano'nun yaptığı araştırmalar sonucu oluşturulan dönme bağıntısı ise aşağıdaki gibidir (Nishiyama, 1978).

$$(111)_\gamma \overset{1^\circ}{\approx} (011)_\alpha, [101]_\gamma \overset{2.5^\circ}{\approx} [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$$

Kurdjumov-Sachs'ın oluşturduğu dönme bağıntısındaki α kristalinin dönmesi ile, Nishiyama'nın oluşturduğu dönme bağıntısındaki α kristalinin dönmesi arasında sadece 5.16° lik fark vardır.



Şekil 2.15. fcc ve bcc kristal yapıları arasındaki Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama kristalografik dönme bağıntıları (Yaşar, 2005)

3. DENEYSEL MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Deneysel Materyal

3.1.1. Alaşımların Hazırlanması

Bu tez çalışmasında kullanılacak olan Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımları üretmek için elementler %99.5 ve üzeri saflıktaki metal tozları ağırlıkça uygun oranlarda karıştırılarak hazırlanmıştır. Hazırlanan tozlar 1 cm çapındaki paslanmaz çelikten yapılmış silindir yuvalara doldurularak hidrolik pres' te 4 ton basınç altında tablet haline getirilmiştir. Daha sonra Hitit Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik bölümü malzeme araştırma laboratuvarında bulunan ark fırınının içerisine yerleştirilen tabletler argon gazı atmosferinde yüksek akımda ergitilerek alaşım haline getirilmiştir. Alaşımların homojenliğinin sağlanması için ark fırınında 3 kere tekrar tekrar ergitilerek soğutulmuştur. Elde edilen alaşımların kompozisyonu HÜBTÜAM merkez laboratuvarında FEI / Quanta 450 FEG Elektron Mikroskop' unda kullanılan EDS (Electron Dispersion Spectroscopy) yöntemi ile belirlenmiştir. Daha sonra alaşımların ısıl işlem esnasında oksitlenmesini engellemek amacıyla yüksek sıcaklıklara dayanıklı silica cam tüplerin içerisine alınmıştır. Daha sonra alaşımlar ısıl işlem fırınında 1100 C°' de 22 saat homojenize edilmiş ve doğrudan buzlu su içerisinde soğutulmuştur. Oda sıcaklığına soğutulan alaşımlar daha sonra Martensitik faz oluşturmak için sıvı azot içerisine atılıp çıkarılmıştır.

3.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri İçin Alaşımların Hazırlanması

Alaşımlar daha sonra hassas kesme cihazında elmas kesiciler kullanılarak 1 cm kalınlığında kesilmiştir. Kesilen örnekler önce 800, 1000, 1200, 2500 ve 4000 mikronluk zımparalardan geçirilmiş daha sonra 3 ve 1 mikronluk elmas pastalar kullanılarak keçelerde yüzeyi parlatılmıştır. Parlatılan alaşımlar 99 ml metanol + 2ml nitric acid + 5g ferric chloride içeren kimyasal solüsyonlar ile yüzeyleri SEM

gözlemlenmeleri için dađlanmıřtır. Yüzeyleri dađlanarak hazırlanan alařımların yüzey karakterizasyonu Hitit Üniversitesi HÜBTÜAM merkez laboratuvarında FEI / Quanta 450 FEG Elektron Mikroskop kullanılarak yapılmıřtır.

3.1.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Alařımların Hazırlanması

Ti miktarının M_s sıcaklıđını nasıl deđiřtirdiđini belirlemek amacı ile ısıl iřlemine tamamlanmıř alařımlar, austenite fazda iken yaklaşık 20 mg'lık parçalar halinde 60-80 μm kalınlıđına kadar inceltilmıřtir. Hazırlanan alařımların DSC ölçümleri için yapılmıřtır. Bu ölçümlerde sođutma hızı 20 $^{\circ}\text{C}/\text{dakika}$ olarak alınmıřtır. DSC ölçümleri ile ısı akıřı (heat flow) – sıcaklık (temperature) eđrileri çizilmiřtir.

3.1.4. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Alařımların Hazırlanması

Mössbauer Spektrometresi deneyleri için ısıl iřlemleri tamamlanmıř oda sıcaklıđındaki ve sıvı azot içerisine atılan alařımlar ince ađızlı bir eye ile toz haline getirilmiřtir. Mössbauer spektrumları Wissel marka Mössbauer spektrometresi ile Rh içine diffuze edilmiř 50 mCi' lik ^{57}Co kaynađı kullanılarak oda sıcaklıđında elde edilmiřtir. Kaynađın hızı α - Fe kullanılarak laser interferometre kullanılarak kalibre edilmiř ve elde edilen spektrumlar Win Normos en küçük kareleri fit etme programı ile analiz edilmiřtir.

3.1.5. Mikro Sertlik Ölçümleri için Alařımların Hazırlanması

Bu çalıřmada alařımların yüzeyi önce sırası ile 800, 1000, 1200, 2500 ve 4000 lük zımparalarla daha sonra keçelerde 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla parlatılmıřtır. Alařımların sertlik deđeri HÜBTÜAM merkez laboratuvarında Qness / Q250 MS marka Universal sertlik cihazında 20N luk kuvvet uygulanarak yüzeyden 4 farklı noktadan sertlik ölçümü alınmıř ve ortalamaları alınarak sertlik deđerleri belirlenmiřtir.

3.2. Yöntem

3.2.1. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Sistemi

Termal yöntemler, sıcaklık ile bağıntılı olarak bir sistemin kütle, reaksiyon hızı ya da hacim gibi bazı özellikleri arasındaki dinamik ilişkinin tetkikine dayanır. Termal analiz yöntemlerinin 12 civarında olmasına rağmen bu yöntemlerden en çok kullanılanları termogravimetrik analiz (TGA), termometrik titrasyon (TT) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yöntemleridir. Biz bu yöntemler arasından kullanmış olduğumuz diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yöntemini inceleyeceğiz.

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), numunenin ısıtılması veya soğutulması esnasında ya da sabit sıcaklıkta tutulurken soğurulan ya da bırakılan enerji miktarını ölçmeye yarar. Bu yöntem de örnek ile referanstan gelmekte ya da uzaklaşmakta olan ısı farkı sıcaklık veya zamana bağlı olarak gösterilmektedir. Örnek numune ile referans arasında bir sıcaklık farkı belirlendiğinde sıcaklıkları aynı tutmak için örnek numuneye verilen enerji miktarı değiştirilir. Bu yöntem ile faz değişimi sırasında transfer olan ısı miktarı ölçülebilir (Uzunlar, 2017). Diferansiyel taramalı kalorimetrede örnek ve referans kapları ısıtıcıların çok yakınında olması gerekir.

Bu çalışmada bu yöntemi kullanmamızdan dolayı bazı termal analizler yapılmıştır. Sabit basınç altında yürütülen termal analizler Gibbs-Helmholtz bağıntısı ile;

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

ifade edilir. Buradaki terimleri tanımlayacak olursak; G: Sistemin serbest enerjisi, H: Sistemin entalpisi, S: Sistemin entropisi, T: Kelvin sıcaklığı'dır. TG, DTA, DSC yöntemlerinde sıcaklık bağımsız olduğu için T.ΔS terimi büyük önem ifade etmektedir. Gibbs-Helmholtz denkleminin türevi alındığında;

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

ifadesi elde edilecektir. Bu denklemi okuyacak olursak, denklemde anlatılmak istenen; tepkimenin olmadığı durumdan ($\Delta G > 0$), tepkimenin olacağı duruma ($\Delta G < 0$) geçişi gösterir. Burada ΔS negatif ise, sıcaklıkta azalma olacağından, kendiliğinden olan tepkime elde edilecektir. ΔS ' nin pozitif olduğu durumda ise; sıcaklığın artması sonucunda sonuç negatif olacaktır. Tepkime başladıktan sonra tepkime esnasında bu üç yöntemden biri kullanılarak olay izlenebilir.

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) yönteminde numune ve referans maddeye aynı sıcaklık programı uygulanır. Eğer numunede bir değişiklik gözlenirse, numuneye dışarıdan belirli yollarla ısı eklenerek numune ve referansın aynı sıcaklıkta kalması sağlanmış olacaktır. DSC eğrileri bize ısı akışının sıcaklık ile değişimini gösterir. Grafikte pik yükseklikleri tepkimenin hızı ile alakalı bilgi vermekte olup, pikin altında kalan ise tepkime esnasında soğulan ve açığa çıkan ısıyı verir. DSC entalpi olaylarına karşı çok duyarlı olduğu gibi numune ile referansın arasındaki farka da çok duyarlı bir yapıya sahiptir (Yaşar, 2005). ΔH pozitif olduğunda (endotermik), malzeme ısıtıcısının ısıyı artırılır ve pozitif sinyal elde edilir. ΔH negatif durumda ise (ekzotermik), referans ısıtıcısının ısıyı artırılarak negatif sinyal elde edilmiş olur. Burada kullanılan referans maddeler bir kez kullanılırlar, ve sonrasında boşa çıkarılırlar. Referans maddesi olarak "indiyumun"un kullanılması tek seferlik kullanıma mahsus değildir. Birçok kez kullanım imkanına sahiptir. Ondan dolayı "indiyumun" yaygın olarak kullanılmaktadır. DSC ile; camsı geçiş sıcaklığı, erime ve kaynama noktası, kristalleşme zamanı ve sıcaklığı, reaksiyonların ve füzyonun ısıyı, özgül ısı kapasitesi, oksidatif ve termal kararlılık, küreleşme derecesi ve oranı, reaksiyon kinetiği, saflık, curie sıcaklığı gibi özellikler incelenebilir (Güngüneş, 2005). Sıvı kristalleri, ilaç endüstrisi, genel kimyasal analizler, polimerler, gıda sektörü, yeni metaller DSC'nin uygulama alanlarının başlıcalarıdır.

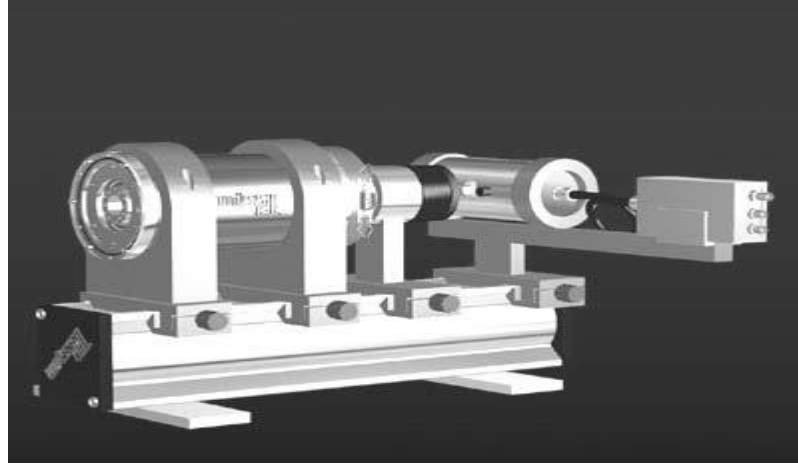
3.2.2. Mössbauer Spektrometrisi Sistemi

"Mössbauer olayı" 1957 yılında Rudolf Ludwing Mössbauer tarafından keşfedilmiştir. Münih Teknik Üniversitesi'nde fizik eğitimi gören Ludwing

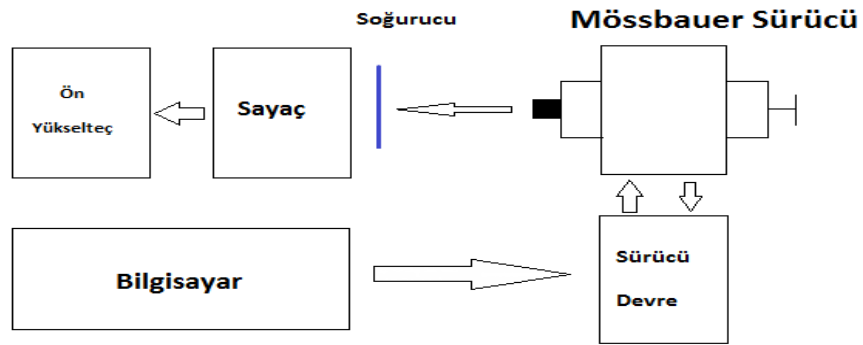
Mössbauer, Amerikalı Robert Hofstadler ile 1961 yılında ‘‘Mössbauer etkisi’’ üzerine yaptığı çalışmasıyla Nobel fizik ödülünü almaya hak kazanmıştır. Mössbauer olayı en kısa biçimde; kristal örgü içerisinde bulunan çekirdek tarafından enerji kaybı olmadan γ fotonu salınması olarak tanımlanabilir. Mössbauer olayı aracılığı ile austenite-martensite faz dönüşüm kristalografisi açıklanabilir. Mössbauer olayı; katıhal fiziği, biyoloji, metalurji, kimya gibi birçok alanda geniş bir kullanım yelpazesine sahiptir. Bu olay ile fiziğin birçok alanında belli sorulara cevap bulunmaktadır. Çekirdekteki enerji düzeyleri arasındaki geçişler, çekirdek elektrik kuadrupol momentleri, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri ve bu seviyelerdeki yaşama zamanları ve benzeri kavramlar bunlardan sadece bazılarıdır. Elemente has bir teknik olan Mössbauer olayı ile bir deney yapabilmek için; bir soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskriminatörü ve birçok kanal analizatörü lazımdır. Kaynak ile soğurucu arasındaki bağıl hızın sağlanabilmesi için bir düzenek gereklidir. Kaynak ile soğurucu arasındaki bağıl hızın sağlanabilmesi için bir düzenek gereklidir. Bu Mössbauer düzeneği şekil 3.1’ de gösterilmiştir.

Şekildeki gibi kurulmuş bir olan bir Mössbauer düzeneğinin çalışma prensibi şu şekildedir: Bir γ ışını belirli bir kaynaktan yayınlanırken önüne soğurucu konur. Soğurucudan geçen her γ ışını sayaca gelir. Sayaçtan gelecek olan atmalar çizgisel şekillendirici yoluyla çift kutuplu hale gelip kanal analizatörüne gidecek ve bu analizatör ayrı enerji değerlerine sahip atmaları farklı kanallara gönderecektir. Çift kutuplu atmalar, 1-256 ile 256-512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak göze çarpar. En fazla kanal sayısı 512’ dir (Güngüneş, 2005). Kararlı yapıda bulunan izotoplar çoğunlukla gama kaynağı olarak Mössbauer spektrometrisinde kullanılmaktadır. Mössbauer spektromerisinin şematik olarak gösterilişi şekil 3.2’ de verilmiştir. $^{57}\text{Fe}_{26}$ ile $^{119}\text{Sn}_{50}$ Mössbauer spektrometrisinde net gözükten izotoplardır. Bu nedenden dolayı bu iki yapı Mössbauer spektrometrisinde diğer izotoplara göre daha fazla kullanılır.

Elli civarında izotop olmasına karşın bu izotoplardan sadece bazıları deneylerde kullanılmaktadır. Nedeni ise; deneylerin yeterince zor olmasıdır. Kaynak seçimi önemli bir faktördür.



Şekil 3.1. Mössbauer Spektrometisi (Güngüneş, 2005)



Şekil 3.2. Mössbauer spektrometresinin şematik gösterimi

Geçiş enerjisi atomun kafes titreşiminden büyük olmalıdır (10-150 eV). Uyarılmış haldeki atomun ömrü geçiş enerjisinden mutlaka büyük olmalıdır. Emitör uyarılmış haldeyken bile uzun yarılanma ömrüne sahip malzemelerden olmalıdır. İzotoplar temel halde kararlı yapıda bulunmalıdır. Mössbauer spektrometresinin çalışma prensibini ayrıntılı bir biçimde inceleyecek olursak; katı numune gama ışınlarına maruz bırakılacaktır. İletken ışınların yoğunluğuna dedektör ölçecektir. Yayıcı absorplayan çekirdek aynı kimyasal ortamda ise; nükleer enerji geçişleri her iki malzeme ile gözlemlenen eşit ve referans absorlaması olacaktır. Farklı kimyasal ortamlarda ise nükleer enerji seviyelerinde kaymalara sebep olur. Kaynak belirli bir hız aralığında lineer motor kullanarak ivmeli bir şekilde hızlandırılarak Doppler etkisi üretir.

γ ışınları radyoaktif kaynaktan çıkarken, bu ışınların hızları kaynağa doppler hızı verilerek ayarlanır. Sonucunda ise bu ışınlara soğurucu etkinin ortamda bulunması ve etki etmesi üzerine rezonans durumunda soğurulacaktır. Mössbauer etkisi gözlenen bazı izotoplar aşağıda ki çizelgede mevcuttur (Özaydın, 2008).

Çizelge 3.1. Mössbauer etkisi gözlenen izotoplar (Özaydın, 2008)

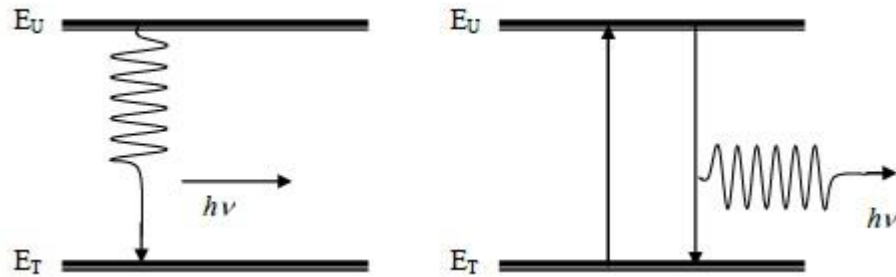
İzotop	Gama Işını	Uyarılmış Durumun Ömrü (ns)
Fe ⁵⁷	14.4	100
Ni ⁶¹	71	51
Zn ⁶⁷	93	10000
Kr ⁸³	9
Ru ⁹⁹	89
Sn ¹¹⁹	24	18
Te ¹²⁵	35.5	2.2
I ¹²⁹	27
Xe ¹²⁹	40	1
Sm ¹⁴⁹	22	1
Eu ¹⁵¹	22	3
Sm ¹⁵²	122	1.4
Gd ¹⁵⁵	87	0.6
Tb ¹⁵⁹	58
Dy ¹⁶⁰	84	2.5
Dy ¹⁶¹	26	28
Er ¹⁶⁶	81	1.8
Tm ¹⁶⁹	8	4
Yb ¹⁷⁰	84	1.6
Hf ¹⁷⁷	113	0.6
Ta ¹⁸¹	6.25	9800
W ¹⁸²	100	1.3
W ¹⁸³	{ 46 99	0.15 0.57
Re ¹⁸⁷	134	2
Ir ¹⁹¹	129	0.13
Ir ¹⁹³	73
Pt ¹⁹⁵	99	0.16
Au ¹⁹⁷	77	1.9

3.2.2.1. Gama Işıklarının Rezonansla Soğurulması Ve Mössbauer Olayı

E_U ; uyarılmış enerji durumunu, E_T ; taban enerji durumunu ifade etmektedir. Aşağıda verilen bağıntı; uyarılmış enerji durumundan taban enerji durumuna geçiş yapılırken ν frekanslı γ fotonunun yayınlandığını gösterir. (Güngüneş, 2005).

$$h\nu = E_U - E_T$$

Kısaca frekansların uyumu olarak bilinen rezonans; şekil 3.3.'e göre yorumlanarak tanımı yapılmak istenirse, foton taban durumda bulunan, öncekinin aynı ama başka bir çekirdek üzerine düştüğünde onun, taban durumdan uyarılmış duruma çıkarmak üzere, kolaylıkla soğurulması beklenir. Fizikte sık sık karşılaştığımız bu duruma rezonans denir (Özaydın, 2008).



Şekil 3.3. Uyarılmış durumdan taban duruma geçiş (Özaydın, 2008)

Rezonans tarafından uyarılarak bu hale gelen çekirdeklerin tekrar taban durumuna . geçişinde, ν frekanslı ışın tüm doğrularda yayınlanır (Güngüneş, 2005).

İlk çekirdeğin yayınlandığı fotonun ν frekansının ikinci çekirdek için aşağıda bağıntısı verilen ν frekansına tam olarak eşit olması rezonans olayının gerçekleşmesi için gereklidir (Güngüneş, 2005).

$$\nu = (E_U - E_T) / h$$

Zıt yönde geri dönüş olayı fizikte geri tepme olayı olarak bilinmekte ve E_G ile gösterilmektedir. Geri tepme enerjisi bu hadisede ortaya konmuş olan $E_U - E_T$ enerjisinden alacaktır. Bundan dolayı kütle merkezi sisteminde yayınlanan fotonun enerjisi; ifade edildiği $E_U - E_T$ olacak halde, laboratuvar koşulları altındaki sistemde;

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

olur. $h\nu = E_U - E_T$ ifadesi ise burada geri tepmenin olmadığı durumdaki foton enerjisini belirtmektedir (Güngüneş, 2005).

İkinci çekirdek gelen fotonu soğurduğunda tekrar momentumun korunumu kanunu devreye girecektir. E_G enerjisi ile ötelenir. Ve bu çekirdeğin uyarılması gereken enerji;

$$h\nu_{sog} = h\nu_0 + E_G$$

ile ifade edilir. Buna binayen yayınlanma ile soğurma çizgileri arasında oluşan frekans farkı;

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

ifadesi ile gösterilir.

Yayınlanma ve soğurma çizgileri arasında oluşan enerji farkı ise;

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

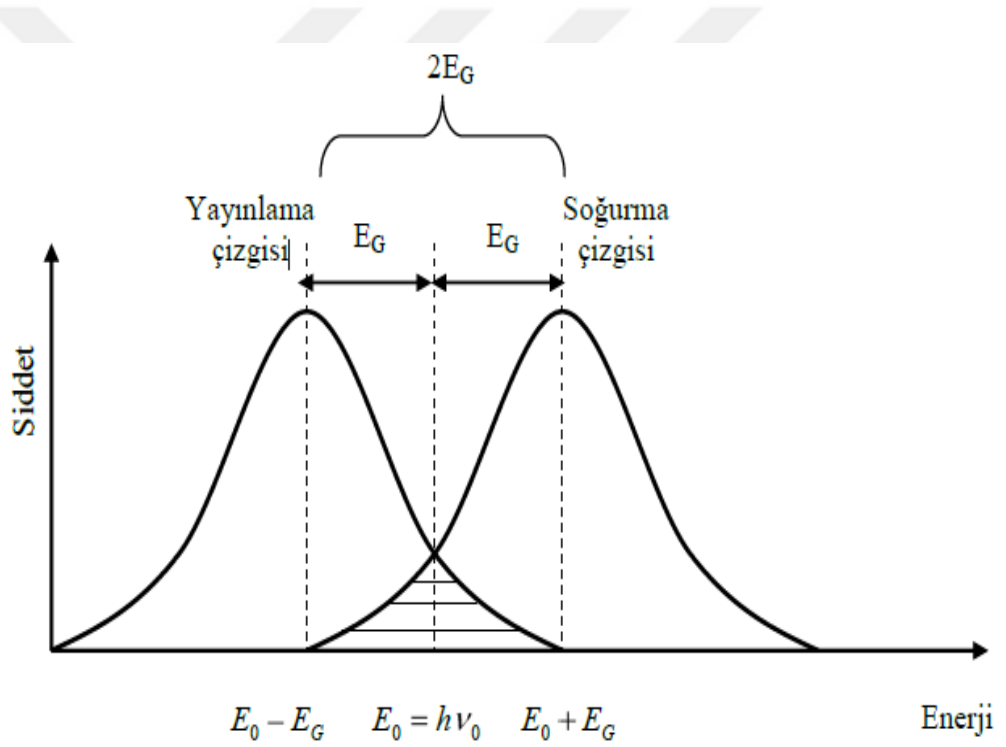
ile gösterilir.

İfade ettiğimiz üzere yayınlanma ve soğurma çizgileri arasında meydana gelen $2E_G$ enerji farkından kaynaklanarak γ ışınlarının yayınlanma ve soğurma çizgilerinin merkez kısımları üst üste binmeyecektir ki bu şekil 3.4' te gösterilmiştir İşte bu kısımda doppler kayması ışın içine girecektir. Doppler kaymasından yararlanılarak yayınlanma ve soğurma çizgilerinin üst üste gelmesi sağlanarak γ ışınlarının rezonans vasıtasıyla soğurulması sağlanır.

Kaymanın çizgisel hızını v olarak ifade edersek, doppler olayı ile oluşan sonuç ışınının enerjisinde;

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

Değerinde bir artma sağlanmış olur. Doppler kaymasının sağlanması, kaynağın ya da soğurucunun birbirine göre hareket etmesi ile olur.



Şekil 3.4. Yayınlama ve soğurma çizgileri (Özaydın, 2008)

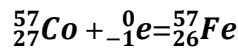
Mössbauer yukarıda ifade ettiğimiz deneyleri tekrarlarlarken bir sonuca varmıştır. Bu sonuç gama kaynağı olarak tek tek atomlar yerine bir kristal örgüsüne bağlı atomların alındığı takdirde, geri tepmesiz γ ışınının yayınlanması ve soğurulması olacaktır. Buna binayen ise rezonans soğurması kolaylıkla gerçekleşecektir. İşte biz bu olaya “Mössbauer olayı” diyoruz (Tanyel, 1994). ^{57}Fe çekirdeği; ilk uyarılış seviyesinde uygun bir enerji ile uygun bir yarı ömre sahiptir. Bu izotopda en iyi

Mössbauer etkisi gözlenir. Kararlı yapıya sahip olan demir izotopuna ait sadece bazı özellikler aşağıdaki tabloda mevcuttur (Çizelge 3.2) (Özaydın, 2008).

Çizelge 3.2. Fe ⁵⁷ izotopunun özellikleri (Özaydın, 2008)

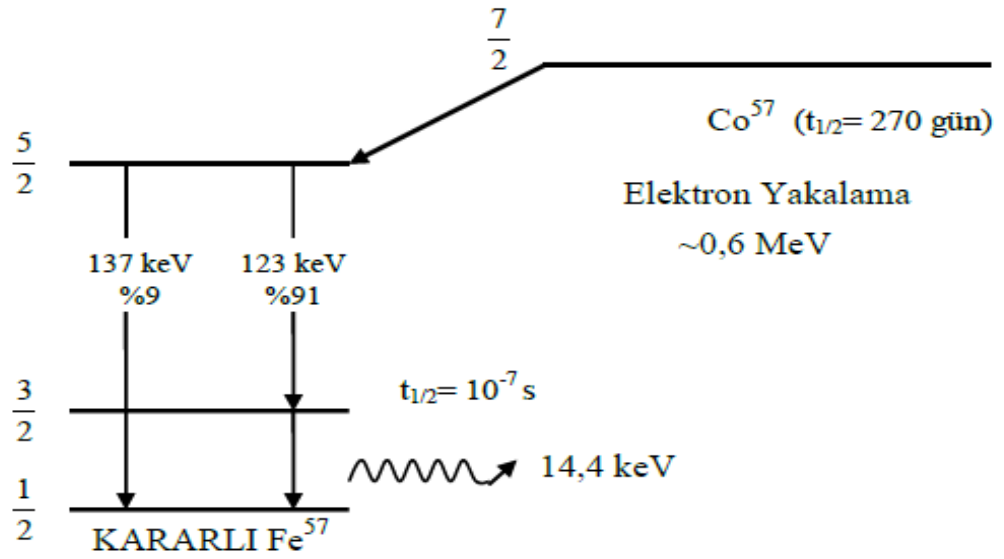
Enerji	Taban Durum	Birinci Uyarılmış Durum
Enerji (keV)	0	14,36
Spin ve Parite	-1/2	-3/2
Magnetik Moment (nm)	0,0903	-0,153
Kuadrupol Moment (barn)	0	0,29
Ortalama Ömür(sn)	Kararlı	1,4x10 ⁻⁷

⁵⁷Fe₂₆ ortalama 270 günlük yarılanma süresine sahip olan ⁵⁷Co₂₇' nin elektron yakalaması sonucunda oluşacaktır. Buna bağlı olarak reaksiyon;



olacaktır (Özaydın, 2008)

Şekil 3.5' de ⁵⁷Fe' nin taban durumuna geçerken yayınladığı üç γ ışını gösterilmiştir. Mössbauer olayında kullanılan γ ışınımı 14,4 keV' dur (Özaydın, 2008). Fe⁵⁷'nin Mössbauer olayı gösterdiğine dair sonuçlar bulunduktan sonra Mössbauer olayı birçok dalda kullanım alanına sahip olmuştur. Bunlardan bazıları; katıhal fiziği, biyoloji, metalurji, kimya, nükleer fizik' tir.



Şekil 3.5. ^{57}Fe 'nin özellikleri ve γ ışınımın elde edilişi (Özaydın, 2008)

3.2.2.2. İzomer Kayma

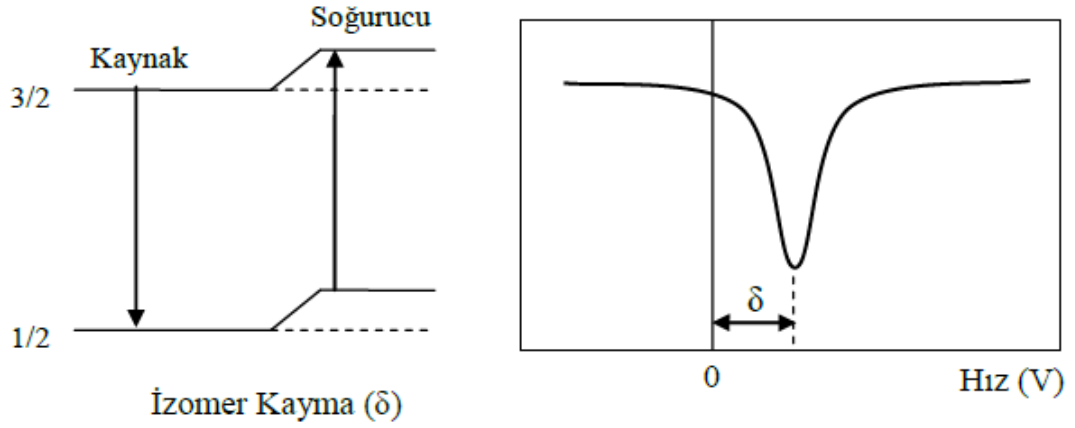
Nükleer yük yoğunluğu ve çevreleyen 's' elektron yük bulutu arasındaki etkileşim sonucunda ortaya çıkar (Özaydın, 2008). Nükleer yüklü çekirdekte, elektron yoğunluğu etkileşiminde atom değerlik etkisiyle oluşan Mössbauer rezonanstaki kayma olarak ifade edilir.

Atomun kimyasal değeri değişirse, kuşkusuz atomun 's' elektron yoğunluda değişir. Buna bağlı olarak eğer bir atomun değeri sıfırdan farklı ise 's' elektronları arasındaki etkileşimden dolayı atomun çekirdek enerji seviyeleri değişiklik gösterir. İşte biz buna izomer kayma deriz ve izomer kaymaya sahip Mössbauer spektrumu Şekil 3.6 ve Şekil 3.7' de verilmiştir. (Özaydın, 2008). İzomer kaymanın değeri;

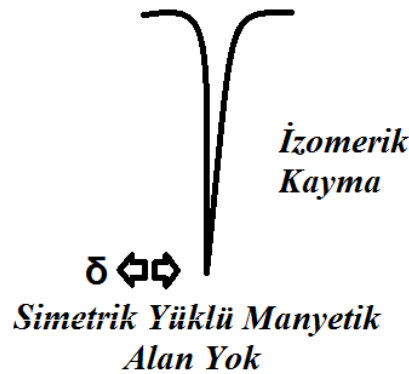
$$\delta = \frac{4\pi}{5} Z e^2 R^2 \left(\frac{\sigma R}{R} \right) [|\psi(0)|^2_{\text{soğurucu}} - |\psi(0)|^2_{\text{kaynak}}]$$

ile ifade edilmiştir. Buradaki $R = R_{\text{uyarılmış}} - R_{\text{temel}}$ ' dir. Bu ifadeye birinci durum nükleer parametreleri içerirken, ikinci durum çekirdekteki yük yoğunluğunu ifade eder. $v=0$ '

da maksimum rezonansa izomer kayma ortaya çıkar. İzomer kaymanın değerinin bulunması ile birlikte Mössbauer izotopunun bağ durumları ile alakalı verilere ulaşılır.



Şekil 3.6. (3/2 - 1/2) geçişinde gözlenen izomer kaymaya sahip bir tek çizgi Mössbauer spektrumu (Özaydın, 2008)



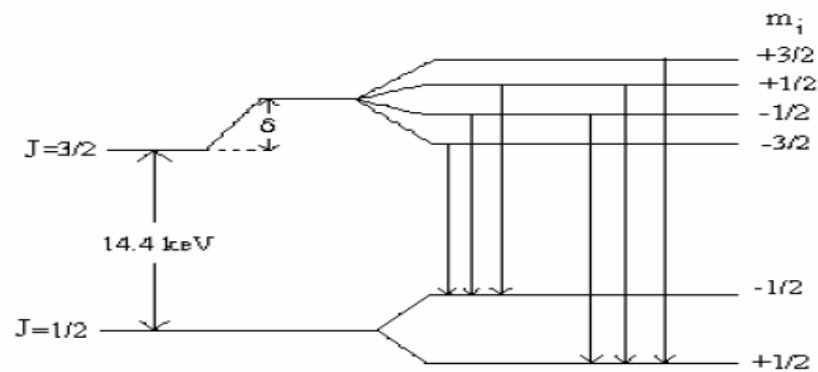
Şekil 3.7. Bir izometrik kaymaya bağlı olarak ideal bir Mössbauer spektrumu

3.2.2.3. Mössbauer Spektrumunun Elde Edilişi

Mössbauer olayında özellikle demirin ne kadar önemli olduğunu yukarıdaki bölümlerde incelemiştik. Demir ferromanyetik özelliğe sahiptir. Ferromanyetik maddeler bağlı manyetik geçirgenlikleri 1'den çok büyük olan maddelerdir. Demir,

nikel, kobalt oda sıcaklığında ferromanyetik olan metallerdir. İşte demirin bu özelliğe sahip olmasından kaynaklı olarak aynı atomun dış elektronlarının oluşturmuş olduğu H manyetik alan şiddeti gerçekten büyüktür. Ve Zeeman olayı neticesinde çekirdek enerji seviyelerinde yarıma olması büyük olasılıktır (Wertheim, 1964; Tanyel, 1994). Normal Zeeman olayı; açılal momentumuyla ilişkili yörünge manyetik momentten dolayı $(2I+1)$ tane dejenere m bileşeninin yarıması olayına denir. Bu tanıma bağılı olarak ise J' nin H doğrultusundaki izdüşümü J' nin H doğrultusundaki izdüşümü m_j' nin aldığı değerlere binayen, her bir enerji seviyesi $2j+1$ sayıda alt seviyeye yarılacaktır.

^{57}Fe ' nin taban durumunu inceleyecek olursak; taban durumunda $J=1/2$ ' dir. 14,4 keV' luk ilk uyarılmış halinde ise $J=3/2$ olacaktır. Bundan dolayı H manyetik etkisi sonucunda, taban durum iki seviyeye yarılrken, ilk uyarılmış durumun dört seviyeye yarıması gözlenecektir. Birbirinden ayrı altı gama geçişi neticesinde, gama çizgisi altı bileşene ayrılır. Bu durum ise $\Delta m_j=0, \pm 1$ seçim kuralına bağılı olarak gerçekleşir. ^{57}Fe üzerinde yapılan bu işlemler sonucunda enerji seviyeleri yarımları olacaktır. Bundan dolayı ise Mössbauer spektrumunda fazlaca çizgi oluşacaktır (Güngüneş, 2005). Şekil 3.8' de ^{57}Fe için bu durumdaki çekirdek seviyelerindeki yarımlar gösterilmiştir.



Şekil 3.8. ^{57}Fe ' nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarımları (Yaşar, 2005).

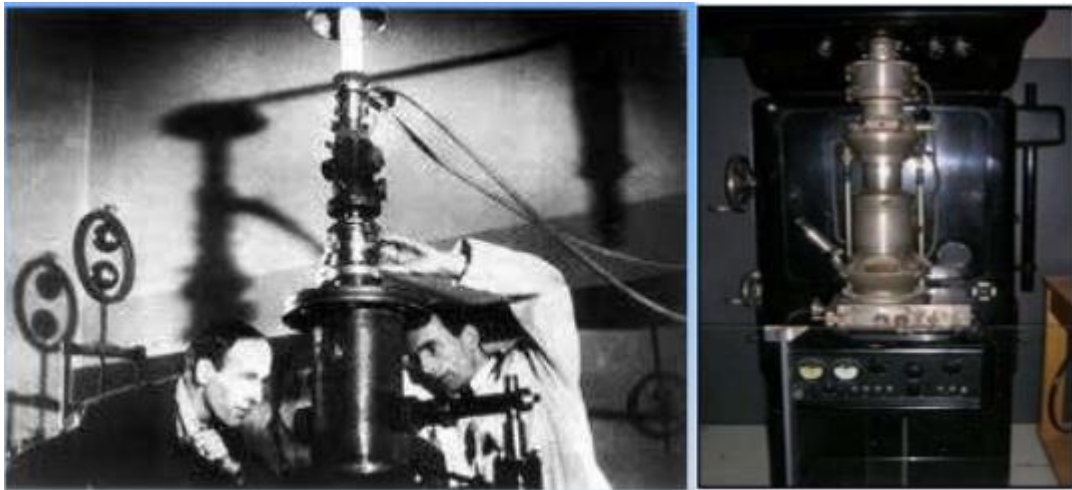
Metal ve metal alaşımlarında gerçekleşen faz dönüşümlerinin incelenmesinde çoğunlukla Mössbauer spektrometrisi kullanılmaktadır. Çok kullanışlı bir metod

olmasından kaynaklı olarak birçok alanda bu metoda başvurulmaktadır. Nükleer rezonans probunda oksidasyon ve spin durumu moleküler simetri, malzemenin manyetik özelliklerinin incelenmesi, soğutma ve deformasyona maruz kalmış malzemenin martensitlerin hacim oranları martensite fazın iç manyetik alanı, izomer kayma değerleri belirlenebilmektedir.

Fe bazlı alaşımlar dönüşümden önce (austenite) paramanyetik özellik gösterir. Dönüşümden önceki faz tek bir soğurma çizgisine sahiptir. H manyetik alan şiddeti bulmanın yollarından biri; taban durum için çekirdek manyetik momentinin bilinmesidir. Hanna ve birlikte çalıştıkları diğer araştırmacılar Fe için $H=3,33$ Tesla olarak bulmuşlardır (Tanyel, 1994).

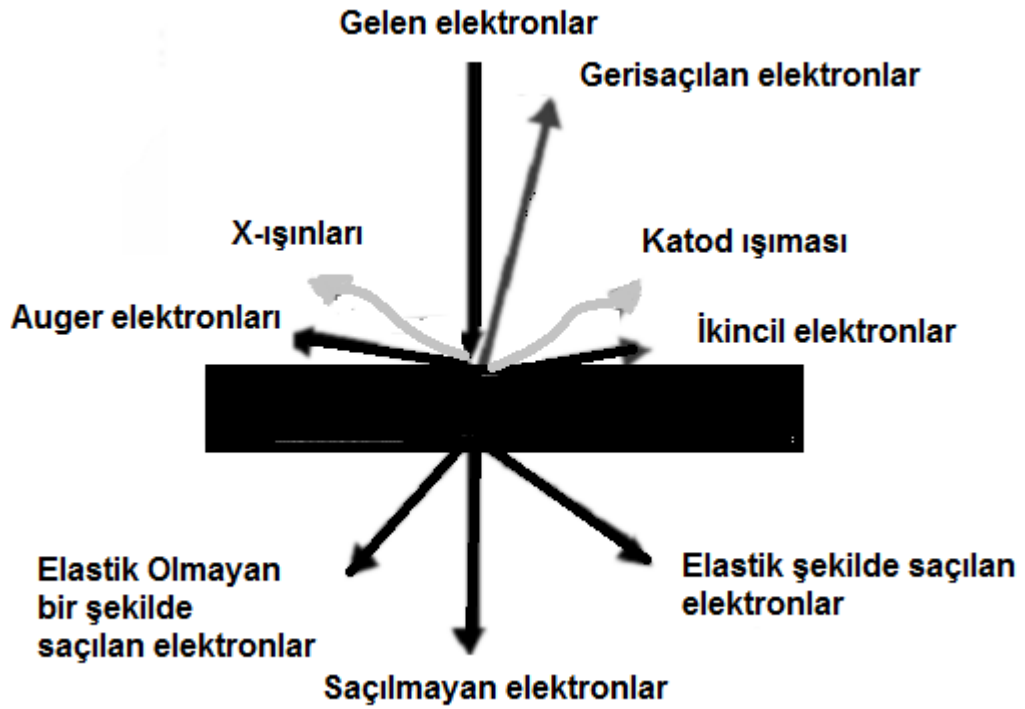
3.2.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

1935 yılında Max Knoll tarafından ilk taramalı elektron mikroskobu üretilmiştir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM), bir elektron demetinin incelenen örnek boyunca taranması şeklinde uygulanan bir araştırma yöntemidir. Bu yöntem ile örneği en ince ayrıntısına kadar görebilmek mümkündür.



Şekil 3.9. 1940 yıllarında kullanılan bir taramalı elektron mikroskobu görüntüsü

Taramalı elektron mikroskobu yardımıyla 1 nm' den daha yüksek çözünürlüğü elde etmek mümkündür. SEM' de görüntü oluşturmak için en fazla elektron demeti tarafından uyarılan numune atomlarının yaymış olduğu ikincil elektronlardan yararlanır. Numuneden kopan bu ikincil elektronların sayısı ilk olarak demetin yüzey ile buluşma açısına bağlıdır. Bu elektron demetinin, numuneye çarpması sonucu yaymış olduğu elektron ve ışınların gösterimi Şekil 3.10' de verilmiştir .



Şekil 3.10. Elektron-numune etkileşmesi sonucu oluşan ışınlar ve elektronlar

Burada gösterimdeki ışın ve elektronların ne işe yaradığı konusunda bilgi verecek olursak;

Katod ışınması: Numune atomlarının valans elektronlarının geçişleri sonucunda oluşan ışınlardır.

Auger Elektronları: Numune atomların iç kabuklarından gelirler.

X-ışınları: Numune atomlarıyla alakalı bilgi verir.

Birincil geri saçılan elektronlar: Numune atomlarıyla birlikte yüzey yapısı hakkında bilgi verir.

İkincil elektronlar: Numune yüzeyi hakkında bilgi verir diyebiliriz (Akay, 2013).

Bu yapıdaki mikroskoplar taramalı olarakta kullanılmaktadır. İnsan gözünün ayırım yapma gücü sınırlıdır. İnsan gözünün ayırım yapabilme gücü, aralarında 2,5 cm fark olan iki yapıyı 100 m' den görebilme hassaslığı taşıyacak kadardır. Bu nedenden dolayı bu tür mikroskoplara ihtiyaç duyulmuştur (Damgacı, 2010).

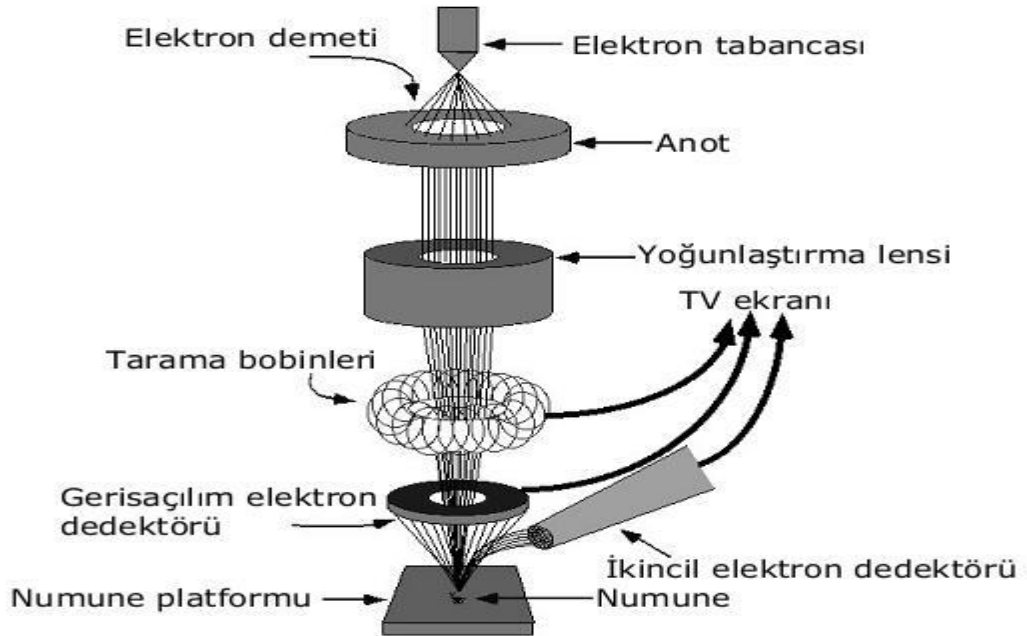
SEM 'in çözme gücü ve çözme derinliği çok yüksektir. Bu özelliklerden dolayı SEM araştırma ve incelemede kullanılan vazgeçilmez bir aygıt haline gelmiştir.

SEM için numunenin hazırlanması gayet basittir. Numunede aranılan başlıca özellikler vakum halinde bozulmamalarıyla birlikte iletken özelliğe olmalarıdır. SEM' in bazı özelliklerinin diğer mikroskoplara göre üstün yönlerinin olmasının yanı sıra daha zayıf kaldığı özellikleride mevcuttur. Buna örnek verecek olursak; geçirmeli elektron mikroskopunda (TEM) ayırım yapma gücü 0,1 nm'dir. Büyültme özelliği ise 1.000.000 civarındadır. SEM için inceleyecek olursak; ayırım yapma gücü 4 nm iken büyültme gücü 300.000 x civarındadır (Damgacı, 2010).

Elektron demetinde bulunan elektronların enerjisi 1-40 kV arasında değişkenlik gösterir. Burada incelenmesi gereken numune vakumlu ortamda bulunmalıdır. Manyetik merceklerden geçtikten sonra numune üzerine gönderilen elektron demeti; numune ile çarpıştıktan sonra numuneden birtakım elektronlar çıkmaya başlar. İşte bu çıkan elektronlar ikincil elektronlardır. İkincil elektronları algılayan dedektördür. Dedektöre gelmiş olan elektronların oluşturmuş olduğu sinyal görüntüye dönüşüp incelenen numune hakkında bize bilgi aktarır (Akay, 2013). Elektron numune etkileşimi Şekil 3.11' de verilmiştir.

Ağır atomlu numunelerden oluşan görüntü çok iyi oluşurken, hafif atomlu numunelerin görüntüsü çok net olmayabilir.

Geri saçılan elektronları dikkate alarak işlem yapan veya ikincil elektronları dikkate alarak işlem yapan olmak üzere taramalı elektron mikroskobunun iki çeşidi mevcuttur. Burada ikincil elektronlar doğrudan malzemenin kendisinden gelirken geri saçılan elektronlar direk malzemeden gelmez. Geri saçılan elektronlar elektron demetinden gelir ve malzeme hakkında tam olmasa da bilgi verme yeteneğine sahiptir. Şekildeki atomların atom numarası ne kadar büyükse o kadar sayıda geri saçılan elektron elde edilir (Akay, 2013).



Şekil 3.11. Elektron-numune etkileşmesi (Akay, 2013)

Doğrudan numuneden çıkan ikincil elektronlar X-ışını yaymaktadır. X-ışını yayması sonucunda bilgilerde önümüze gelmiş olacaktır. Bu elektronlar, gelen elektronlar ile iletkenlik bandındaki zayıf bağlı elektronlar veya valans elektronları arasındaki elastik olmayan çarpışmadan dolayı meydana gelir (Yılmaz, 2013).

SEM aygıtında; yalıtkan numunelerin analizini yapmak için ise numune hazırlamada kullanmak üzere yüksek vakum sputter platin kaplama cihazı ve karton kaplama

ataçmanı mevcuttur. Biyolojik örnekler için ise kritik nokta kurutucusu vardır. Bunun sayesinde fizyolojik ve patolojik olarak deneysel yöntemler sonucunda ortaya çıkan morfolojik değişikliklerinin yapılması söz konusudur. SEM' in amacı; çeşitli malzemelerin yüzeylerinin görüntülenmesi ve parçacık boyutlarının ve element içeriklerinin belirlenmesidir. Temel bilimler, malzeme bilimi ve mühendislik uygulamaları başlıca kullanım alanlarıdır.

3.2.4. Sertlik Deneyleri

Numuneyi daha az tahrip etmesinden dolayı en çok tercih edilen deney, sertlik deneyidir. Numunelerin üzerinde yapılan en genel deney olma özelliğini taşımaktadır. Sertlik deneyinin en genel avantajlarından bir tanesi numunenin sertliği ile numunenin diğer mekanik özellikleri arasında doğru orantılı bir bağlantının bulunmasıdır. Örnek verecek olursak; çeliklerde numunenin dayanımı ile sertliği doğru orantılıdır. Yani numuneye sertlik deneyini uyguladığımızda dayanımı hakkında bilgi edinebiliriz.

Sertlik bağıl bir ölçü olup malzemelerin sürtünmeye, kesmeye, kalıcı şekil değiştirmeye karşı direnci olarak ifade edilebilir. Laboratuvar ortamında belirli cihazlar vasıtasıyla ölçülen sertlik değerleri, malzemenin plastik deformasyona karşı göstermiş olduğu dirençtir. Sertlik deneyi özellikle mekanik özelliklerin belirlenmesinde günümüz teknolojisinde büyük bir yer kaplamaktadır. Cisimlerin en önemli mekanik özellikleri basınç, çekme, kesme ve eğilme dayanımlarıdır. Başka bir deyişle sertlik ölçme genellikle, konik veya küresel standart bir ucun malzemeye batırılması sonrasında malzemenin batırma olayına karşı gösterdiği direnci ölçmekten oluşmaktadır. İlk önce uygun sert bir uç seçilir. Bu uç malzemeye batırıldığında malzeme üzerinde bir iz bırakır. Malzemenin sertliği, bu izin büyüklüğü ile ters orantılıdır. Bir cismin sertliğini bildiğimiz takdirde o cismin; kökenini ve mekanik özelliklerini öğrenebiliriz. Sertlik deneyinde dört temel yöntem vardır.

1. Parça yüzeyinin çizilmesi,

2. Parçaya bir cismin statik yükü batırılması,
3. Parçaya bir cismin darbeli yükü batırılması,
4. Parça yüzeyine düşürülen bir cismin geriye sıçraması.

Sertlik ölçümleri yapılırken numunenin üzerinde birkaç ölçme yapıldıktan sonra ortalaması alınır. Yapılan sertlik deneyi sonucunda değerler birbirinden çok farklı ise, farklı değer ortalamaya dahil edilmez. Laboratuvar ortamında uygulanan sertlik ölçme yöntemleri dört tanedir.

3.2.4.1. Vickers Sertlik Ölçme Yöntemi

Sertlik, genelde bir maddenin bir başka cismin batırılmasına karşı göstermiş olduğu direnç olarak ifade edilir.

Vickers sertlik ölçme yöntemi, sertliği ölçülecek numune parçasının yüzeyine, tabanı kare olan piramit şeklindeki bir ucun belirli bir yük altında daldırılması ve yük kaldırıldıktan sonra meydana gelen izin köşegenlerinin ölçülmesinden ibaret yöntemdir. Bu deney yönteminde baskı elemanı olarak tepe açısı 136° olan elmas kare piramit tercih edilir. Vickers sertliği yükten bağımsızdır. Ölçmede oluşabilecek hataları azaltabilmek için yükü ve dolayısı ile izi büyültmek oldukça faydalıdır. Burada bir sınırlama getirecek olursak; köşegen uzunluğu sertliği ölçülen parça ya da tabaka kalınlığının en fazla üçte ikisi kadar olmalıdır. Elde edilmiş olan izin köşegeni mikroskop yardımı ile ölçülür. Vickers sertlik değeri ise cetvel yoluyla tayin edilir. 1920' li yıllarda İngiltere' de mühendisler tarafından icat edilmiş bu yöntem günümüzde de önemini korumaktadır (Bektes, 2004). Vickers numarasının (H_v) hesaplanması aşağıdaki formalize ile bulunmaktadır.

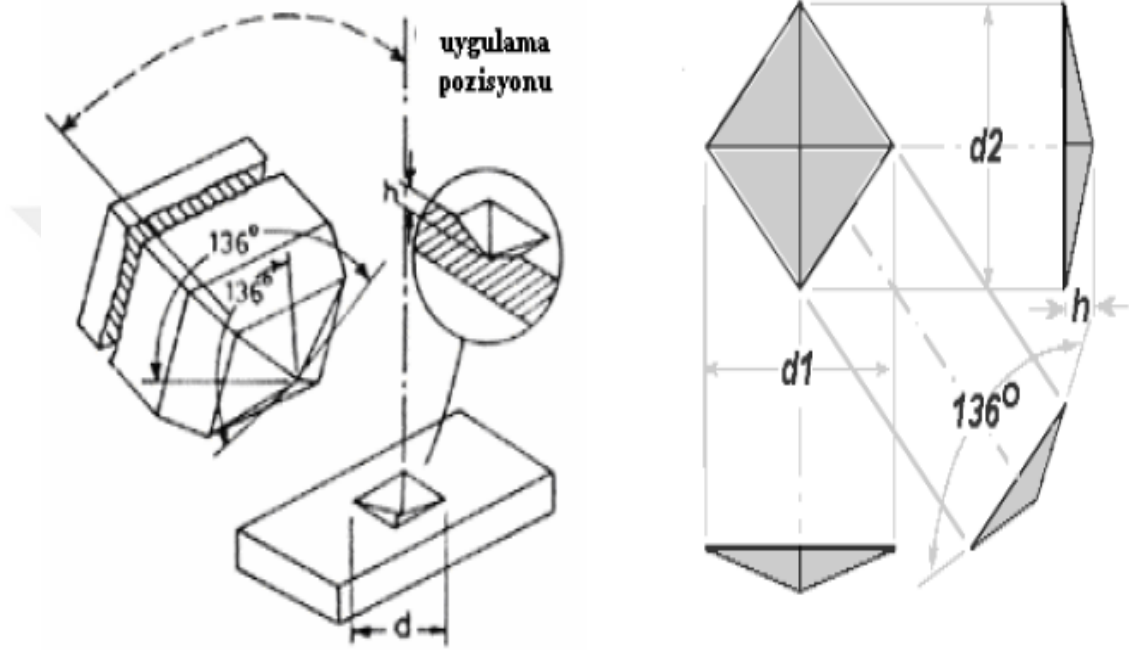
$$H_v = \frac{1.8544 F}{d.d}$$

Burada ki terimleri ifade edecek olursak;

F: uygulanan kuvvet (kg), **d:** iz köşegenlerinin ortalaması (mm) olup, iz köşegenlerinin ortalaması şu şekilde bulunacaktır.

$$d = (d_1 + d_2) / 2$$

d_1 ve d_2 burada köşegen uzunluklarını ifade etmektedir.



Şekil 3.12. Vickers sertlik deneyinde kullanılan ucun şematik gösterimi (Bektes, 2004)

Vickers testinin çalışma prensibi şu şekildedir; numune yiv-vida sisteminden oluşan örs üzerine konulur. Vida aşağı çevrildiğinde örs döner ve iz bırakıcı yaklaşmayı sağlar, işleme başlanır. İz bırakmak için kuvvet yavaş yavaş uygulanır. Numuneli örs, kuvvet yoluyla alçalırken kuvvetin uygulanması veya kaldırılması otomatik kontrol edilir (Bektes, 2004). Şekil 3.12’de vickers sertlik deneyindeki ucun şematik gösterimi verilmiştir.

Vickers skalası metallerle birlikte seramik malzemelerde de sertliğin ölçümünde kullanılan güvenilir bir metottur. Bu metotta gayet başarılı değerler alınır. Tüm metal ve yüzeyler için tek uç kullanılır. Vickers testinin dezavantajları da vardır. Bunlardan birincisi, iz büyüklüğünün optik olarak ölçülmeye ihtiyacının olmasıdır. İkincisi ise,

numunenin hazır hale gelmesi önemsenmez ise 30 dakikadan fazla bir ölçüm süresinin olmasıdır (Bektes, 2004). Çizelge 3.3' te vickers sertlik skalasıyla birlikte test kuvvetleri mevcuttur.

Çizelge 3.3. Vickers sertlik skalası ve test kuvvetleri (Bektes, 2004)

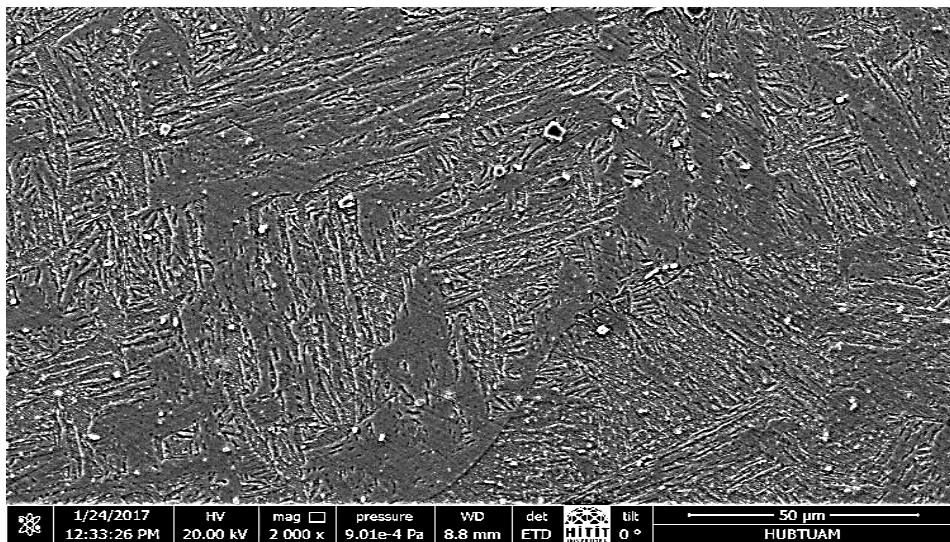
Mikro- sertlik skalası	Test kuvveti (F/N)	Düşük kuvvetlerde sertlik skalası	Test kuvveti (F/N)	Büyük sertlik skalası	Test kuvveti (F/N)
$H_v = 0,01$	0,09807	$H_v = 0,2$	1,961	$H_v = 5$	49,03
$H_v = 0,015$	0,1471	$H_v = 0,3$	2,942	$H_v = 10$	98,07
$H_v = 0,02$	0,1961	$H_v = 0,5$	4,903	$H_v = 20$	196,1
$H_v = 0,025$	0,2452	$H_v = 1$	9,807	$H_v = 30$	294,2
$H_v = 0,05$	0,4903	$H_v = 2$	19,61	$H_v = 50$	490,3
$H_v = 0,1$	0,9807	$H_v = 3$	29,42	$H_v = 100$	980,7

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

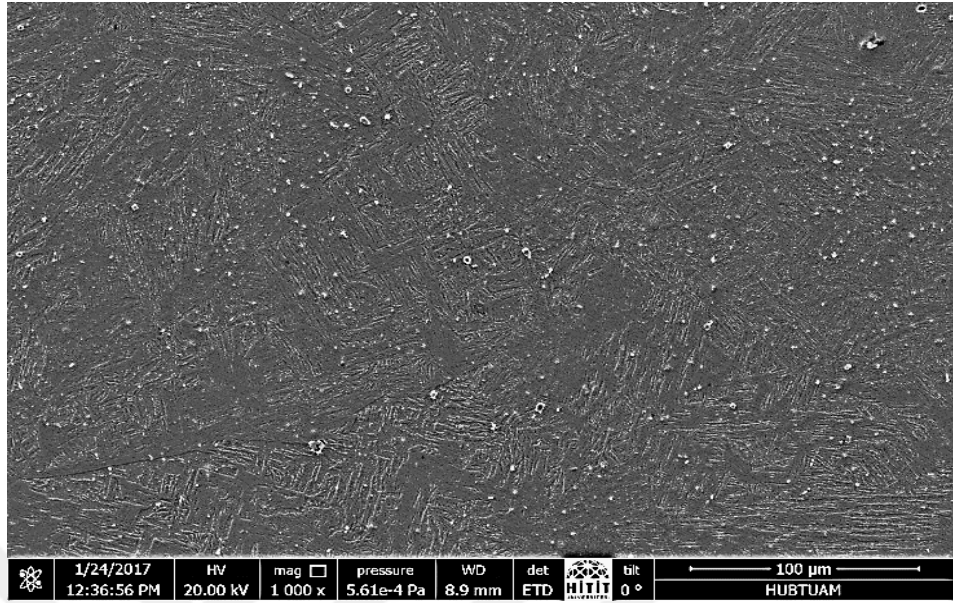
4.1 Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımlarında oluşan Martensite yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemesi

Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımlarında oluşan Martensite yapının morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskopunda (SEM)' da incelenmiştir.

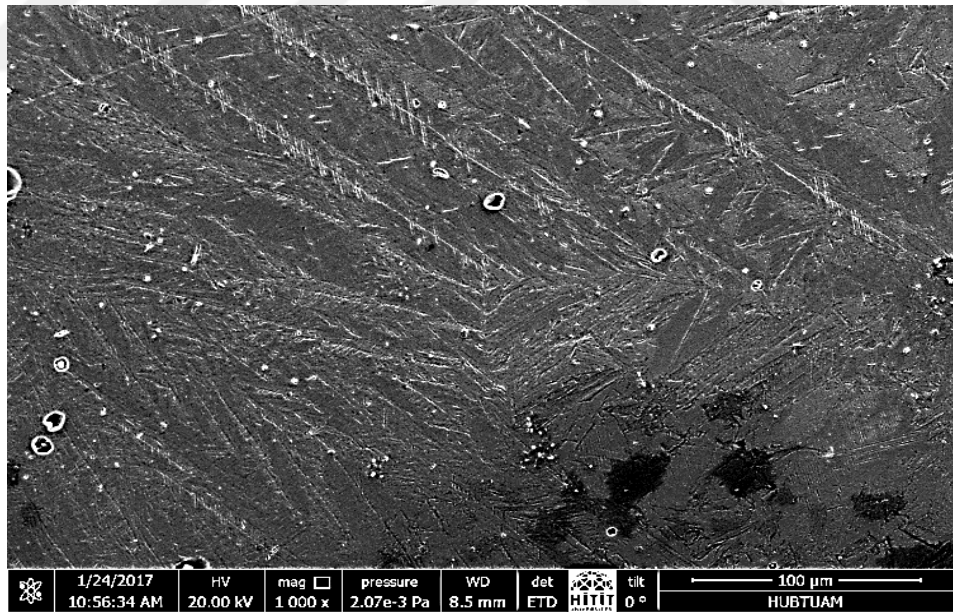
Bu amaçla hazırlanan alaşımlar 1100 C°' de 22 saat homojenize edilmiş ve doğrudan buzlu su içerisinde soğutulmuştur. Alaşımlar daha sonra martensite faz oluşturmak için sıvı azot içerisine atılmıştır. Alaşımların oda sıcaklığında çekilen elektron mikroskop resimleri Şekil 4.1, Şekil 4.2. ve Şekil 4.3 de verilmiştir. Ti miktarı 0.5 ve 1.5 iken oluşan martensite morfolojisi çoğunlukla çubuk (lath) tipi gözlemlenmiştir. Bunun yanı sıra iğne (needle) tipi martensite oluşumunda gözlemlenmiştir. Ti miktarı 4.2 iken yine çubuk (lath) türü martensitelerin yanı sıra kısmi ikizlenmeye sahip mercimek (lenticular) martensite oluşumu gözlemlenmiştir. Aynı zamanda oluşan mercimek (lenticular) martensitelerin miktarının arttığı gözlemlenmiştir. Bununla birlikte oluşan martensite plakaların farklı doğrultularda yönlendiği görülmüştür.



Şekil 4.1. Fe-28.2Ni-0.5Ti Alaşımında oluşan martensite kristalleri



Şekil 4. 2. Fe-26.8Ni-1.5Ti Alaşımında oluşan martensite kristalleri



Şekil 4.3. Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımında oluşan martensite kristalleri

Demir bazlı alaşımlarda deformasyon, termal etki veya yüksek manyetik alan etkisi ile austenite ana faz içerisinde oluşturulan martensite yapının tipi; lath (çubuk), mercimek (lenticular), plaka (plate) ince plaka (thin plate) ve kelebek (butterfly)

morfoloji olmak üzere beş sınıf altında toplanabilir (Morito ve ark., 2003; Ikeda ve ark., 1998). Bunlar arasında yüksek dislokasyon yoğunluğuna sahip lath martensite malzemenin dayanıklılığı için önemli iken, ince plaka martensite yüksek dayanım yanında kırılgan bir özellik gösterir. Malzemede şekil hatırlamalı özellik göstermesi için tamamen ikizlenmiş ince plaka martensite oluşumu teknolojik olarak önem taşır (Zhu ve ark., 2004). Alaşımında element miktarı alaşımında oluşan martensite morfolojisini etkileyen önemli bir faktördür. Ikeda ve arkadaşları Fe-28%Ni-x%Si alaşımında Si miktarı arttıkça martensite morfolojisinin cubuk martensiteden ince plaka martensite dönüştüğünü göstermiştir (Ikeda ve ark., 1998). Güngüneş Fe-Ni-Si-Co alaşımında Co miktarının artmasının mercimek (lenticular) martensite oluşumunun kolaylaştırdığını göstermiştir (Güngüneş, 2016). Martensite morfolojisi alaşım oranlarının yanı sıra austenite tane boyutu, yaşlandırma, Martensite oluşum sıcaklığı gibi martensite morfolojisini etkileyen pek çok faktör vardır, fakat şimdiye kadar demirli alaşımlarda martensite morfolojisinin oluşumunun sebebi tam olarak açıklanamamıştır.

4.2 Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımlarının Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrometresinde İncelemesi

Mössbauer spektrometresi demir içeren metal, metal alaşımları ve bileşiklerinin manyetik özelliklerini belirlemek için kullanılan oldukça hassas bir yöntemdir (Nishiyama, 1978). Bu yöntemle oluşan kristal yapıların manyetik düzenlenişleri, çekirdek ile s yörüngesindeki elektron yoğunluğunun değişimini gösteren izomer kayma değeri, kristal örgünün simetrisi hakkında bilgi veren kuadropol kayma değeri, demir atomlarının valans durumları, çekirdeğin iç manyetik alanı, oluşan ferromanyetik ve paramanyetik fazların hacimsel yüzdeleri belirlenebilmektedir (Bandyopadhyay ve ark., 1998).

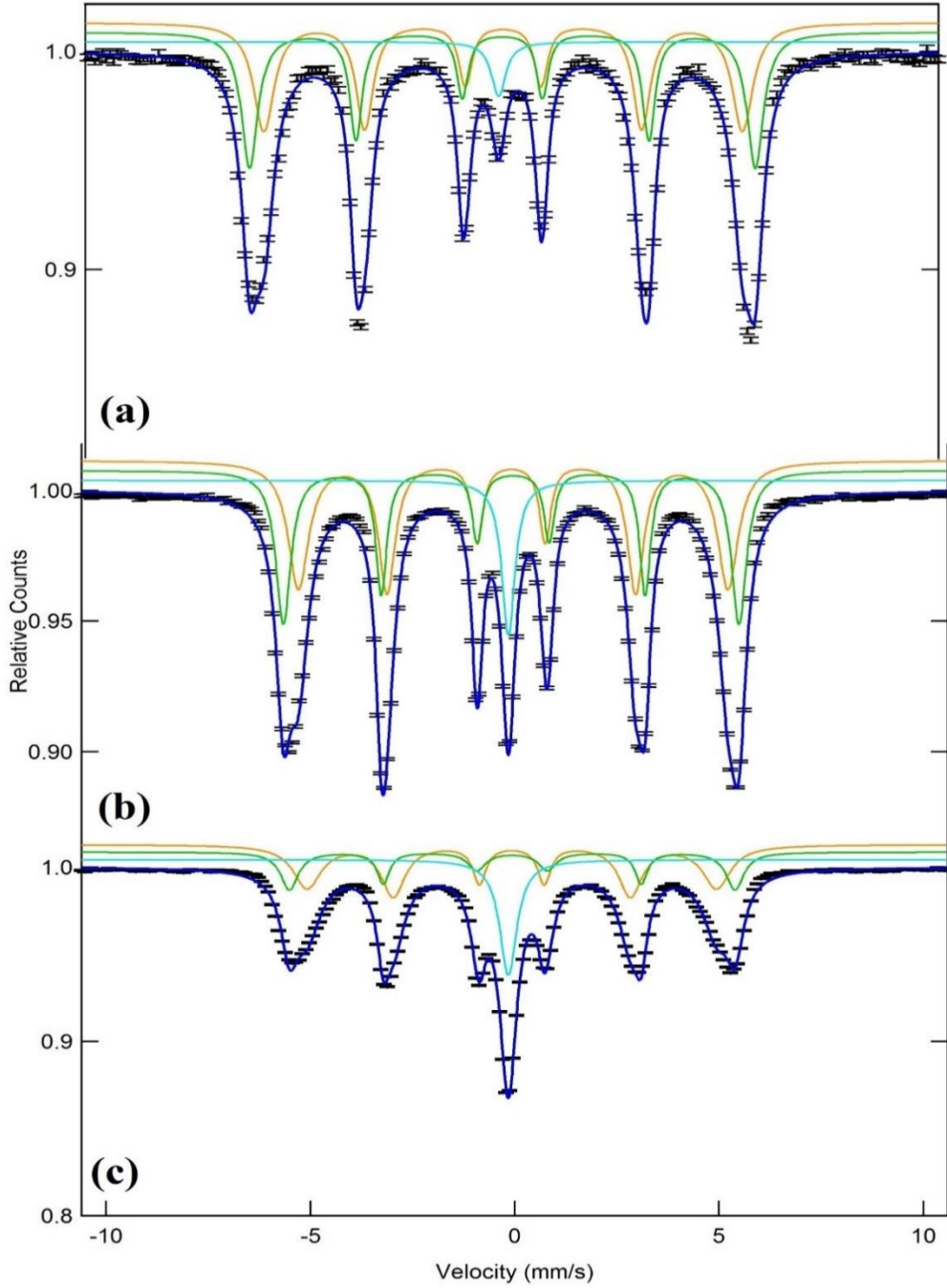
Demir bazlı alaşımlarda austenite yapı paramanyetik, martensite yapı ise ferromanyetik veya antiferromanyetik özellik gösterir. Paramanyetik yapılar Mössbauer spektrumunda tek veya dublet soğurma çizgisi ile kendisini gösterirken, ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlenimler 6' lı çizgi ile karakterize edilir

(Akgün ve ark., 1982). Bu çalışmada Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımlarında Ti miktarının artması sonucu alaşımların manyetik özelliklerinin değişimi Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Alaşımların oda sıcaklığında elde edilen Mössbauer Spektrumları Şekil 4.4' te verilmiştir. Spektrumlar Win Normos programı ile fit edilmiş ve fit sonucu elde edilen izomer kayma, iç manyetik alan gibi Mössbauer parametreleri Çizelge 4.1' de verilmiştir. Alaşımların kuadropol kayma değerleri 10^{-3} m/s mertebesinde olduğundan dolayı ihmal edilmiştir. Kuadropol değerlerin çok küçük çıkması Ti miktarının kristal yapının kübik simetrisi üzerine etkisi olmadığını göstermektedir.

Alaşımların oda sıcaklığında Mössbauer spektrumu martensite faza ait olan 2 adet altılı ve austenite faza ait olan 1 adet tekli alt spektrumdan oluşmuştur. 2 adet altılı spektrum oluşmasının sebebi martensite yapı içerisindeki demir atomlarının komşuluğundaki atomik yapının değişiminden kaynaklanan iki farklı çevresi olmasından kaynaklanır (Mijovilovich ve ark., 2000).

Alaşımların Ti miktarına bağlı olarak Mössbauer parametrelerinin değişimi incelendiğinde; iç manyetik alanın Ti miktarının artması ile azaldığı görülmüştür. Ishikawa Fe-Mn alaşımlarında ortalama iç manyetik alanın $H = a\mu_{Fe} + b\mu$ olduğunu önermiştir. Burada a ve b sabit, μ_{Fe} Fe atomlarının ortalama manyetik momenti ve μ çevredeki atomlar tarafından kutuplaşmadan dolayı iletken elektronların ortalama manyetik momentidir. İkinci terim ihmal edilebilir. Bu durumda iç manyetik alan demir atomlarının manyetik momentleri ile orantılıdır (Ishikawa ve Endoh, 1967). Bundan dolayı Ti miktarının artması sonucu iç manyetik alanın azalması Fe atomlarının manyetik momentinin azalmasından kaynaklanmaktadır. Manyetik momentin azalması dolmamış 3d bandına elektron transferindeki artışa bağlanabilir (Yamauchi ve Mizoguchi, 1975). Güngüneş ve arkadaşları Fe-Ni-Si alaşımlarında Si miktarının artması (Güngüneş, 2011), Yaşar ve arkadaşları Fe-Ni-Mo alaşımlarında Mo miktarının artması sonucu (Yaşar ve ark., 2006) iç manyetik alanın azaldığını göstermişlerdir. Austenite ve Martensite 2 yapının izomer kayma değerinin azaldığı, martensite 1 yapının ise arttığı belirlenmiştir. Demir atomlarının s elektron yoğunluğunun artması izomer kaymanın azalmasına yol açar (ref). Bundan dolayı

Austenite ve Martensite 2 yapıda Ti miktarının artması sonucu kristal yapıdaki demir atomlarının s elektron yoğunluğu artarken, Martensite 1 yapıda azalmıştır.



Şekil 4.4. a) Fe-28.2Ni-0.5Ti b) Fe-26.8Ni-1.5Ti c) Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımları için oda sıcaklığında Mössbauer spektrumları

Çizelge 4.1. Alaşımların Mössbauer Parametreleri (H_{eff} : İç Manyetik Alan, I.S: İzomer Kayma W: Yarı Yükseklikteki Tam Genişlik), R_A : Oluşan fazların hacimsel yüzdesi)

Alaşım	Tip	H_{eff} (T) (± 0.03)	I.S (mm s ⁻¹) (± 0.004)	W (mm s ⁻¹) (± 0.02)	R_A (%)
Fe-28.2Ni-0.5Ti	Austenite	-	-0.0486	0.3827	4.7313
	Martensite 1	34.775	0.0362	0.3052	41.832
	Martensite 2	32.915	0.0527	0.3502	53.436
Fe-26.8Ni-1.5Ti	Austenite	-	-0.0491	0.391	11.028
	Martensite 1	34.577	0.0429	0.3059	36.883
	Martensite 2	32.593	0.0446	0.3333	52.089
Fe-27.6Ni-4.2Ti	Austenite	-	-0.0512	0.5089	22.058
	Martensite 1	33.816	0.0453	0.5169	30.321
	Martensite 2	31.080	0.0357	0.3832	47.621

Çizelge 4.1'e göre Ti miktarı artması sonucu alaşımda oluşan martensite miktarının azaldığı görülmektedir. Bundan dolayı Ti elementi austenite stabilize bir elementtir.

4.3. Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımlarının Martensitik Dönüşümlerinin Termal Özellikleri

Alaşımlarda Ti miktarının M_s (Martensite başlama sıcaklığı) ve A_s (Austenite başlama sıcaklığı) üzerine etkisi belirlemek amacı ile DSC (Differential Scanning Calorimetry) ölçümleri yapılmıştır. Oda sıcaklığından -100 °C' ye soğutulan alaşımlar daha sonra 500 °C' ye ısıtılmıştır. Hem soğutma hem ısıtma hızı 20 °C/dakika olarak ayarlanmıştır. Alaşımların sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi Şekil 4.5' te verilmiştir. Alaşımların, grafikten elde edilen M_s ve A_s değerleri Çizelge 4.2' de verilmiştir.

Çizelge 4.2' ye göre alaşımlarda Ti miktarı arttıkça M_s ve A_s sıcaklıklarının düştüğü görülmektedir. Benzer şekilde Yasar ve arkadaşları Fe-30% Ni-x%Mo alaşımında

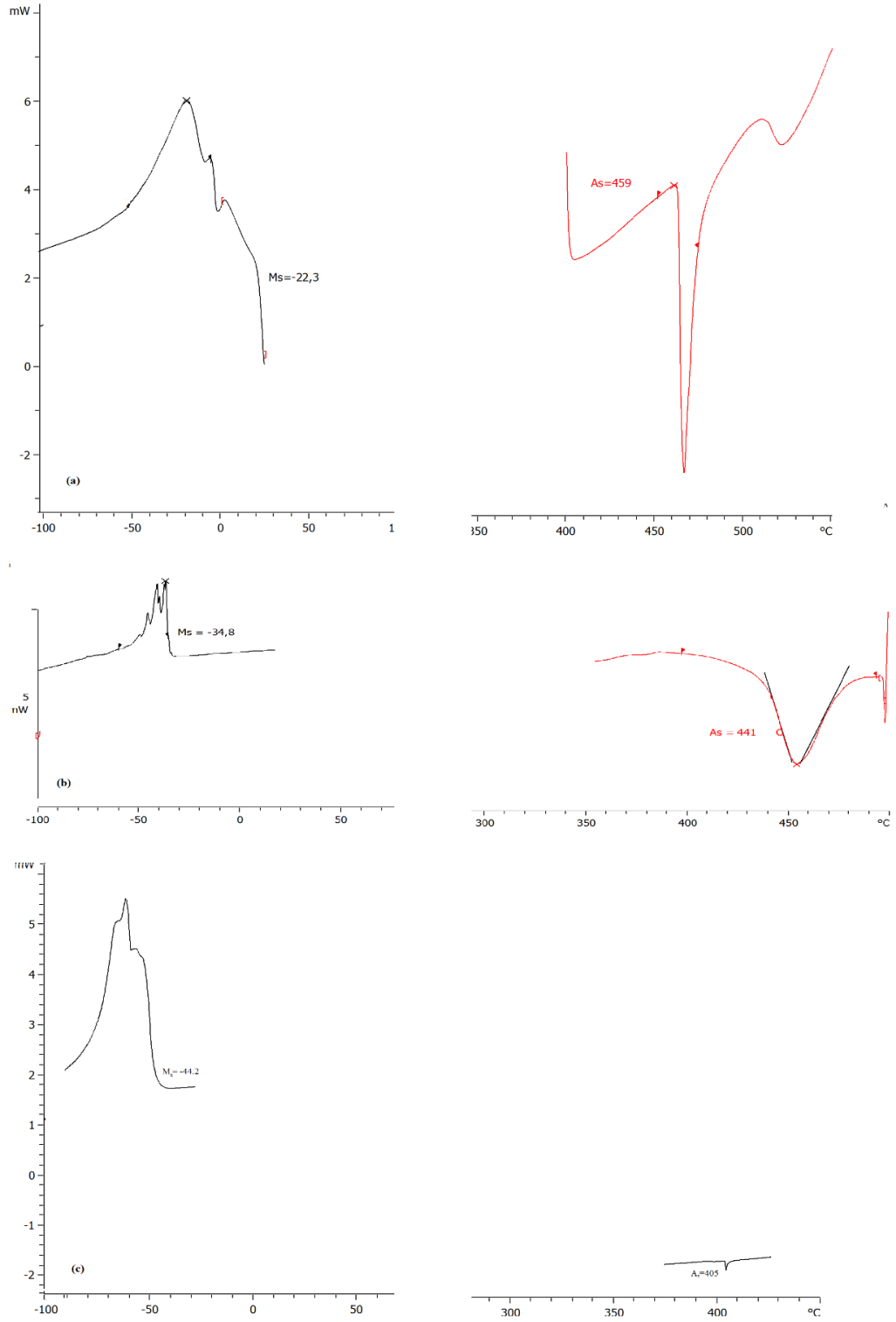
(Yasar, 2006), Ikeda ve arkadaşları Fe-28%Ni-x%Si alaşımında (Ikeda ve ark., 1998) Mo ve Si miktarının artması sonucu M_s ' in düştüğünü göstermiştir.

Çizelge 4.2. Alaşımın M_s ve A_s değerleri

Alaşım	M_s (°C)	A_s (°C)
Fe-28.2Ni-0.5Ti	-22.3	459
Fe-26.8Ni-1.5Ti	-34.8	441
Fe-27.6Ni-4.2Ti	-44.2	405

4.4 Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti Alaşımının Mekanik Özellikleri

Alaşımın mekanik özellikleri Vickers sertlik yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Sertlik bir malzemenin yüzeyine batırılan sert bir cisme karşı gösterdiği dirençtir. Sertlik deneyi; malzemelerin dayanımları ile ilgili bağıl değerler veren bir test yöntemidir. Bu çalışmada alaşımın yüzeyi önce 1000, 1200 ve 4000' lik zımparalarla daha sonra keçelerde 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla parlatılmıştır. Alaşımın sertlik değeri HÜBTÜAM merkez laboratuvarında Qness / Q250 MS marka Universal sertlik cihazında 20N' luk kuvvet uygulanarak yüzeyden 4 farklı noktadan sertlik ölçümü alınmış ve ortalamaları alınarak bulunan sertlik değerleri Çizelge 4.3' te verilmiştir.



Şekil 4.5. a) Fe-28.2Ni-0.5Ti b) Fe-26.8Ni-1.5Ti c) Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımları için sıcaklığa bağlı ısı akışı değişimi

Çizelge 4.2. Fe-Ni-Ti alaşımında Ti bağlı sertlik değişimi

Alaşım	H _v
Fe-28.2Ni-0.5Ti	245.3
Fe-26.8Ni-1.5Ti	257.2
Fe-27.6Ni-4.2Ti	263

Çizelge 4.3' den görüldüğü gibi Ti miktarı arttıkça alaşımların sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. SEM sonuçlarına göre Ti miktarının artması sonucu alaşımda kısmi ikizlenmiş mercimek (lenticular) martensite oluşumu kolaylaştığı gözlemlenmiştir. Alaşımlarda mercimek tipi ve ince plaka martensite oluşumu malzemelerin sertlik değerini artırırken, kırılgenliğini da artırır. Sonuçlar SEM gözlemlenmelerini destekler doğrultuda Ti miktarının artması ile sertlik değerlerinin arttığı şeklinde bulunmuştur.

5. SONUÇ

Metal ve alaşımları günümüz teknolojisinde yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. Bunlar arasında maliyetinin ucuz olması bakımından demir bazlı alaşımların kullanımı her geçen gün yaygınlaşmaktadır. Amaca uygun malzeme üretmek için üretilen alaşımın fiziksel özelliklerini bilmek önem arz etmektedir. Termal etki deformasyon veya manyetik alan etkisi ile yüzey merkezli kübik (f.c.c) kristal yapıda bulunan austenite ana faz içerisinde mercimek (lenticular), çubuk (lath), plaka (plate), ince plaka (thin plate) ve kelebek (butterfly) şekilde oluşan hacim merkezli kübik (b.c.c) veya hacim merkezli tetragonal (b.c.t) kristal yapıda oluşan martensite faz, alaşımın manyetik, mekanik ve termal özelliklerini önemli oranda değiştirmektedir. Alaşımlarının şekil hatırlama özelliğinin keşfinden sonra martensite faz üzerine çalışmalar yoğunlaşmıştır. Bir alaşımın şekil hatırlama özelliği göstermesi için alaşımda oluşan martensite morfolojisinin düşük ikiz sınırı enerjisinden dolayı ince plaka martensite olması gerekmektedir. Özellikle son yıllarda yüksek sıcaklık şekil hatırlama özelliğine sahip alaşımların keşfinden sonra önemi daha da artmıştır. Bu çalışmada Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti ve Fe-27.6Ni-4.2Ti alaşımlarında Ti miktarının alaşımın morfolojik, manyetik, mekanik ve termal gibi bazı fiziksel özelliklerini nasıl değiştirdiği SEM, Mössbauer, Vickers sertlik ve DSC yöntemleri kullanılarak incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde özetlenmiştir.

1. Alaşımların morfolojik özellikleri SEM ile belirlendi. Fe-28.2Ni-0.5Ti, Fe-26.8Ni-1.5Ti alaşımlarında yüksek miktarda çubuk (lath) tipi ve iğne (needle) tipi martensite oluşumu gözlemlenirken, Fe-27.6Ni-4.2 Ti alaşımında çubuk (lath) martensitelerin yanı sıra kısmi ikizlenmeye sahip mercimek (lenticular) tipi martensite ve oluşan mercimek (lenticular) miktarının arttığı oluşumu gözlemlenmiştir. Çizgisel yapı bozukluğu olan Dislokasyonlar Martensite oluşumunda büyük önem taşımaktadır. Dislokasyonların bulunduğu bölgeler martensite çekirdeklerinin oluşumunun en olası olduğu yerlerdir. Diğer taraftan, dönüşüm sırasında oluşan çekirdeklerin, dislokasyonların zorlanma enerjilerini küçültmeleri nedeni ile, martensite çekirdeğini ortaya çıkaracak olan atomlar dislokasyonlar tarafından çekilerek, çekirdek

oluşumunu kolaylaştırıcı yönde etkide bulunurlar ve böylece çekirdekler, dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkar ve büyüme gerçekleşir. Dislokasyonların etkisi yalnızca çekirdeklenme ile sınırlı kalmaz ve martensite kristallerinin büyüme aşamasında da önemli bir rol oynar. Büyüme aşamasında, daha önce oluşan çekirdek üç boyutta genişleyerek, ürün martensite kristallerini oluştururken, dislokasyonlar; bu oluşumu, doğrultusuna göre bazen kolaylaştırıcı bazen de engelleyici etki yaparlar. Çubuk (lath) martensite yüksek yoğunlukta dislokasyondan oluşurken, mercimek (lenticular) tipli martensitenin, ortasında midrib ile, yüksek yoğunlukta kısmi ikizler ve dislokasyonların plakanın kenarında birleşmesi ile oluştuğu bilinmektedir. Yüksek dayanım gereken malzeme ihtiyacı gereken bölgelerde çubuk martensite oluşumu önemli iken, daha sert malzeme gerektiği bölgelere mercimek veya ince plaka martensite oluşumu önemlidir.

2. Alaşımların manyetik özellikleri Mössbauer Spektroskopi' si yöntemi ile belirlenmiştir. Oda sıcaklığında Mössbauer spektrumları ferromanyetik veya antiferromanyetik martensite faza ait 2 adet altılı ve paramanyetik austenite faza ait 1 adet tekli spektrumun üst üste binmesi ile oluştuğu bulunmuştur. Spektrumlar Win Normos programı ile fit edilmiş ve fit sonucu elde edilen izomer kayma, iç manyetik alan ve oluşan fazların yüzde hacim oranları gibi Mössbauer parametreleri belirlenmiştir. Çekirdeğin simetrisini gösteren kuadrupol kayma değerleri 10^{-3} m/s mertebesinde çıktığı için ihmal edilmiştir. Bu durum Ti elementinin kristal yapının kübik simetrisini etkilemediği sonucuna varılmıştır. Ti miktarının artması sonucu Fe atomlarının iç manyetik alan değerlerinin azaldığı elde edilmiş buda Ti miktarının artması ile Fe atomlarının manyetik momentlerinin azaldığını göstermiştir. Çekirdeğin etrafında s yörüngesindeki elektron yoğunluğunun bir göstergesi olan izomer kayma değerleri elde edilmiştir. İzomer kayma değerinde azalış elektron yoğunluğunun artması demektir. Bundan dolayı Austenite ve Martensite 2 yapıda Ti miktarının artması sonucu kristal yapıdaki demir atomlarının s elektron yoğunluğu artarken, Martensite 1 yapıda azalmıştır. Aynı zamanda Ti miktarı artması sonucu alaşımda oluşan martensite miktarının azaldığı görülmektedir. Bundan dolayı Ti elementi austenite stabilize bir elementtir.

3. Alařımların termal zellikleri DSC yntemi kullanılarak belirlenmiřtir. Elde edilen sıcaklıęa baęlı ısı akıř grafiklerinden yararlanılarak alařımların martensite bařlama sıcaklıęı M_s ve austenite bařlama sıcaklıęı A_s sıcaklıkları tespit edilmiřtir. Elde edilen sonulara gre Ti miktarı arttıka M_s ve A_s sıcaklıklarının dřtę grlmřtr.

4. Alařımların mekanik zellikleri Vickers sertlik yntemi kullanılarak belirlenmiřtir. Sertlik deęerlięi belirlenirken alařımlar martensite fazda iken oda sıcaklıęında 20 N' luk kuvvet uygulanmıř yzeyde 4 farklı noktadan elde edilen deęerlerin ortalaması alınmıřtır. Elde edilen sonulara gre Ti miktarının artması ile sertlik deęerinin arttıęı belirlenmiřtir.

KAYNAKLAR

- Akay, M.S., 2013. Fe-%30Ni-%2,6Mo-%XCo Alařımlarında Martensitik Faz Dönüřümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Akdoğan, A., Nurveren, K., 2003. Őekil Hafızalı Alařımlar. Mühendis ve Makina, 44 (521), 35-44.
- Akgün, I., Gedikođlu A., ve Durlu T. N., 1982. Mössbauer study of martensitic transformations in an Fe-29.6% Ni alloy. Journal of Material Science. 17, 3479–3483.
- Aktürk, S., Güner, M., Aktas H., 2005. Isothermal martensite formation in a magnetically ordered austenite phase of an Fe-32%Ni-0.4%Cr alloy. Journal of Alloys and Compounds, 387, 279-281.
- Aydın, A., Güler, E., Aktas, H., Gungunes, 2002. Mössbauer studies on athermal martensite formation in an Fe–Ni–Mn alloy. Bulletin of Materials Science, 359-360.
- Aydođdu, A., 1995. Őekil Hatırlamalı Cu-Al-Ni Alařımlarındaki Martensitik Dönüřümler Üzerinde Termal Yařlandırma Etkileri, Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ.
- Bain E.C., 1924. The nature of martensite. Transactions of the Metallurgical Society of AIME., 70 , 25-46.
- Bandyopadhyay, D., Suwas, S., Singru, R.M. ve Bhargava, S. 1998. Mössbauer spectroscopic study of heat-treated and control-cooled Fe₃Al alloys. Journal of Materials Science, 33, No.1, 109-116.
- Barrett C., Massalski T. B., 1966. Structure of Metals. McGraw-Hill Inc., London, 592 p.
- Bektes, M., 2014. Fe-Mn Alařımlarının Mikrosertlik Ölçümleri. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.
- Bhadeshia, H. K. D. H., 2001. “Martensite”, Worked examples in the Geometry of Crystals, Institute of Materials. London, 2nd ed., 25-57.
- Bunshah, R.F., Mehl R.F., 1953. Rate of propagation of martensite. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Journal of Metals, 5, 1251-1258.
- Christian, J.W., 1965. The Theory of Transformations in Metals and Alloys. Pergamon Press, Oxford, 1113 s.

- Çalık, A.E., 2002. Fe-%9Mn Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümünün Kristalografik, Kinetik ve Manyetik Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya.
- Damgacı, B., 2010. Fe-%20,2Mn-%4,86Mo Alaşımında Deformasyon Etkili Martensitik Dönüşümün İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Durkaya, F., 2010. Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında martensitik dönüşümler ve şekil hatırlama özelliğinin termal ve mekanik etkiler altında incelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Durlu T. N., Christian J.W., 1974. The Effect of Plastic Deformation on the Martensite–Austenite Transformation in Two Fe–Ni–C Alloys. *Metal Science*, 8, 1-4.
- Durlu, T.N., 1974. Doçentlik tezi, Ankara Üniversitesi, 60s.
- Durlu, T. N., 1978. The effect of plastic deformation upon martensite burst transformation in Fe-24%Ni-0.45%C alloy single crystals. *Scripta Metall.*, 12, 865.
- Durlu T.N., 1979. Fe-Ni-C Alaşımının Tek ve İnce Austenite Kristallerindeki Martensitik Evre Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar, Doçentlik tezi, Ankara.
- Durlu T. N., 1996. Strain-Induced Martensite Formation During The Intersection Of Plate Martensites In Fe-17.1 Wt-Percent Ni-0.81 Wt-Percent Alloy. *Journal of Materials Science Letters*, 15, 1412-1415.
- Durlu T. N., 1996. New Observations on the Formation of Strain-Induced Martensite in Fe-29.6%Ni Alloy. *Journal of Materials Science Letters*, 31, 2585-2589.
- Durlu, T. N., 1997. Effect o austenite grain-size on epsilon-martensite formation in an Fe-Mn-Mo Alloy. *Journal of Materials Science Letters*, 16, 320-321.
- Georgiyeva I.Ya., Izotov V.I., Nikitina I.I. ve Khandarov P.A., 1969. Structural Singularities of Athermic and Isothermic Martensite in an Fe-Ni-Mo Alloy. *Fiz. Metal. Metalloved*, 27, 6, 1129-1130.
- Georgiyeva I.Ya., Izotov V.I., Pankova M.N., Utevskiy L.M. ve Khandarov P.A. 1971. Structural and crystallographic characteristics of isothermal martensite in Fe-24%, Ni-3%, Mn alloys. *Fiz. Metal. Metalloved*, 32, 3, 623-631.

- Gi Cho, C. 2010. Shape memory material, in, Smart Clothing Technology and Applications Ed. Gilsoo Cho, CRC Press, Taylor & Francis Group, USA, 287 s.
- Golovchiner Y.M. ve Tyapkin Y.D., 1955. Problem of Metallography and Physics of Metals. Fourth Symposium, Moscow, 141.
- Golovin, I.S., Seleznev V.N., Golovin S.A., 1995. Isothermal and Athermal Transformation of FeNiMo Alloys. Journal de Physique IV, C8, v.5, 305-310.
- Golovin, I.S., Nilsson J.O., Serzhantova G.V., Golovin S.A., 2000. Anelastic effects connected with isothermal martensitic transformations in 24Ni4Mo austenitic and 12Cr9Ni4Mo maraging steels. Journal of Alloys and Compounds, 310, 411-417.
- Gökdemir, N., 2006. Şekil Hatırlamalı Cu-%14,70Al-%4,72Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümün Kristalografik ve Kinetik Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Güngüneş, H., 2001. Fe- %22.3Ni-%2.7Mn Alaşımında Soğutma Etkisi Sonucu Oluşan İzotermal Martensitik Faz Dönüşümlerinin Mössbauer Spektroskopisi Yöntemiyle İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Güngüneş, H., 2005. Fe %24,5Ni-%4,5Si Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar. Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Güngüneş, H., 2016. Microstructure, hyperfine interaction and magnetic transition of Fe-25%Ni-5%Si-x%Co alloys. Hyperfine Interact, 237, 11-19.
- Güngüneş, H., Yasar, E., Dikici, M., 2011. Effect of Si on austenite stabilization, martensite morphology, and magnetic properties in Fe-26%Ni-x%Si alloys. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials Volume 18, Number 2, April, Page 192-196.
- Himuro, Y., Kainuma R. ve Ishida K., 2002. Martensitic transformation and shape memory effect in ausaged Fe-Ni-Si alloys. ISIJ International, 42, 184-190.
- Himuro, Y., Ikeda, O., Kainuma, R., Ishida, K., 2001. Effect of ausaging on the morphology of martensite in an Fe-25%Ni-7.5%Si alloy. Journal de Physique IV, 11, 205-210.
- Ikeda, O., Himuro Y., Ohnuma I., Kainuma R., ve Ishida K., 1998. Phase equilibria in the Fe-rich portion of the Fe-Ni-Si system. Journal of Alloys and Compounds, 268, 130-136.

- Ishikawa, Y. ve Endoh Y., 1967. Antiferromagnetism of γ -FeMn alloys. II. Neutron diffraction and Mössbauer effect studies. Journal of the Physical Society of Japan, 23, 205-213.
- Kakeshita, T., Kuroiwa K., Shimizu K., Ikeda T., Yamagishi A., 1993. Effect of magnetic fields on athermal and isothermal martensitic transformations in Fe-Ni-Mn alloys. M. Date, JIM., 34, 415-422.
- Karaman, I., Sehitoglu H., Maier, H. J., Balzer, M., 1998. Stress-state effects on the stress-induced martensitic transformation of carburized 4320 steels. Metallurgical and Materials Transactions, 29A, 427-437.
- Kaufman, L., Cohen, M., 1958. Martensitic transformations. Progress in Metal Physics, 7, 165-246.
- Korenko, M.K., 1973. Martensitic Transformations In High Magnetic Fields, Doctoral Thesis, M.I.T, USA,.
- Kurdjumov, G. V., Sachs G., 1930. Über den Mechanismus der Stahlhärtung. Phys., 64, 325-343.
- Kurt, B., Orhan ,N., 2003. Şekil Hafızalı Alaşımların Kaynak Edilebilirliği. Doğu Anadolu Bölgesi Araştırmaları, 4, 1-5.
- Maksimova, O.P. ve Nikonorova A.I., 1955. Problem of Metallography and Physics of Metals. Fourth Symposium, Moscow, 69.
- Mijovilovich, A., Goncalves Vieira A., Paniago R., Pfannes H.D., Mendonca Gonzalez B., 2000. Materials Science and Engineering. A283, 65-69.
- Morito, S., Tanaka H., Konishi R., Furuhashi T. ve T. Maki 2003. The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. Acta Materialia, 51, 1789-1799.
- Mostafa, K.M., 2009. A study of iron based alloys by positron annihilation spectroscopy. PhD Thesis, Ghent University, Mei.
- Nishiyama, Z., 1978. Martensitic transformation, Academic Press, New York, 304.
- Olson, G. B., Cohen M., 1976. A general mechanism of martensitic nucleation: Part II. FCC \rightarrow BCC and other martensitic transformations. Metallurgical and Materials Transactions, A., 7A, 1905-1914.
- Onaran, K. 1997. Malzeme Bilimi. Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, 418 s.
- Özaydın, E.T., 2008. Kaolinit Klinin Mössbauer Spektrometrisiyle İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.

- Porter, D. A. ve Easterling K. E., 1981. Phase Transformations in Metals and Alloys. Chapman and Hall, London 393.
- Read, R.P., Breedis J.F., 1960. J.F. ASTM Spec-Tech. Publ., 60, 387.
- Read, R.P., 1967., The Plate-Like Martensite Transformation in Fe-Ni Alloys. Acta Materialia, 15, 1287-1296.
- Shiming, T., Jinhai L. ve Shiwei Y., 1991. Two-way shape memory effect of an Fe-Mn-Si alloy. Scripta Metallurgica et Materialia, 25, 2613-2615.
- Shimizu, K., Kakeshita T., 1989. Effect of magnetic fields on martensitic transformations in ferrous alloys and steels. ISIJ International, 29, 97-116.
- Tanyel B., 1994. Nükleer Fizik. Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir, 340 s.
- Toy, Y.G., 2016. Ortodontik Teller.,
<https://www.slideshare.net/YaseminGkeToy/ortodontik-teller> (19,09,2017).
- Uzunlar, A., 2014. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre,
<https://prezi.com/w4ljxiiojlp9/diferansiyel-taramali-kalorimetre/>
(03.08.2017).
- Wayman, C.M., 1968. The crystallography of martensitic transformations in alloys of iron: In: H.Hermans, ed., Advanced in Materials Research. John Willey and Sons 3, 147-304.
- Wayman, C. M., Wakasa K. 1981. Isothermal martensite formation in an Fe20% Ni5%Mn alloy. Metallography, 14, 37-48.
- Yamauchi, K. ve Mizoguchi T., 1975. The magnetic moments of amorphous metal-metalloid alloys. Journal of the Physical Society of Japan, 39, 541-542.
- Yang, J.H., Wayman, C.M., 1984. On Saturday Variants Formed at Intersections of ϵ Martensite Variants. Acta Metallurgica, 40, 2001-2003.
- Yang, J.H., Wayman, C.M., 1984. Slow Growth of Isothermal Lath Martensite in Fe-21Ni-4Mn Alloy. Acta Metallurgica, 32, 949-954.
- Yasar, E., Güngüneş, H., Kilic A., ve Durlu T.N., 2006. Effect of Mo on the magnetic properties of martensitic phase in Fe- Ni-Mo alloys. Journal of Alloys and Compounds, 424, 51-54.
- Yaşar, E., 2005. Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.

Yılmaz, D., 2013. Taramalı Elektron Mikroskobu,
<https://www.slideshare.net/iuslu/taramal-elektron-mikroskobu> (06.08.2017).

Zhu, J.W., Xu, Y., Liu, Y.N., 2004. Lath martensite in 1.4%C ultra-high carbon steel and its grain size effect. *Materials Science and Engineering, A* 385, 440–444.



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, Adı : Önal Ozan
Uyruğu : T.C
Doğum tarihi ve yeri : 24.01.1990 - Ankara
Medeni hali : Bekar
Telefon : 0(506) 3622732
e-mail : ozan.onal1905@outlook.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Lisans	Hitit Üniversitesi/ Fizik Bölümü	09/06/2014
Lise	Selahattin Akbilek Lisesi	15/06/2007

Yabancı Dil

İngilizce