KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

Fe-%18,97Mn-%1,92V Alaşımında Martensitik Dönüşümler ve Şekil Hatırlama Özelliğinin Termal ve Mekanik Etkiler Altında İncelenmesi

Figen DURKAYA

HAZİRAN 2010

ÖZET

Fe-%18,97Mn-%1,92V ALAŞIMINDA MARTENSİTİK DÖNÜŞÜMLER VE ŞEKİL HATIRLAMA ÖZELLİĞİNİN TERMAL VE MEKANİK ETKİLER ALTINDA İNCELENMESİ

DURKAYA, Figen

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Doktora tezi

Danışman: Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

Haziran 2010, 100 sayfa

Bu çalışmada, termal ve mekaniksel işlemler etkisi ile Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımının dönüşüm parametrelerinde ortaya çıkan değişimler taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirmeli elektron mikroskobu (TEM), X-ışını difraksiyonu, Mössbauer spektrometresi ve bükme deneyleri aracılığı ile incelendi.

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında ısıl işlem sıcaklığının etkisi sonucunda γ(f.c.c.)$\rightarrow\varepsilon$(h.c.p.) martensitik dönüşümün meydana geldiği gözlendi. Geçirmeli elektron mikroskobu yardımıyla numunedeki fazlar tayin edildi ve kırınım deseni yardımıyla bu fazların örgü parametrelerinin X-ışınlarından bulunan değerlerle uyumlu olduğu görüldü. Mössbauer spektrometresi yardımıyla malzeme içerisinde gerçekleşen faz dönüşümleri ve malzemenin magnetik özellikleri incelendi. Alaşımın Mössbauer spektrumlarının austenite ve martensite fazlar için paramanyetik karakteri gösteren tekli pik verdiği ve γ(f.c.c.)$\rightarrow\varepsilon$(h.c.p.) martensitik dönüşümden sonra alaşımın manyetik özelliğinin değişmediği görüldü. Ayrıca, bükme deneyleri yardımıyla numunelerin şekil hatırlama özellikleri incelendi.

Anahtar kelimeler: Austenite, Martensite, Martensitik Faz Dönüşümü, Şekil Hatırlama Özelliği, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM), Mössbauer Spektrometresi.

ABSTRACT

MARTENSITIC TRANSFORMATION IN Fe-%18,97Mn-%1,92V ALLOYS AND INVESTIGATION OF SHAPE MEMORY PROPERTIES OF UNDER MECHANICAL AND THERMAL EFFECTS

DURKAYA, Figen

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, Ph. D. Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ

June 2010, 100 pages

In this study, the changes which occured on transformation parameters of Fe-%18,97Mn-%1,92V alloy with due to the effects of various thermal and mechanical procedures have been investigated by using X-ray diffraction, differential scanning calorimetry, mössbauer spectroscopy, transmission electron microscope (TEM), scanning electron microscope (SEM) and bending tests.

It has been observed that the γ(f.c.c.)$\rightarrow\varepsilon$(h.c.p.) martensitic transformation occured with thermally-induced in Fe-%18,97Mn-%1,92V alloy. The phases in the materials were found by using the transmission electron microscope and the lattice parameters of these phases were investigated by electron diffraction patterns. The phase transformations and the magnetic properties of the sample were investigated by using Mössbauer spectroscopy. It has been seen that Mössbauer spectra of the alloy above mentioned give a singlet peak of the paramagnetic character for austenite and martensite phases and the magnetic character of alloy doesn't change after γ(f.c.c.)$\rightarrow\varepsilon$(h.c.p.) martensitic transformation. Also, the shape memory properties of the specimens were examined by using bending tests.

Key Words: Austenite, Martensite, Martensitic Phase Transformation, Shape Memory Property, Scanning Electron Microscopy (SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM), Mössbauer Spektrometer, Fe-Mn-V Alloys.

TEŞEKKÜR

Doktora öğrenimim süresince karşılaştığım zorlukların çözümlenmesinde değerli bilgileri, tecrübeleri ve önerileri ile çalışmalarıma yön veren ve yardımlarını esirgemeyen Değerli Hocam Prof. Dr. Mustafa DİKİCİ' ye en içten saygı ve şükranlarımı sunarım.

Çalışmalarım esnasında desteklerini esirgemeyen Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü Başkanı Sayın Prof. Dr. İhsan ULUER'e teşekkürlerimi sunarım.

Deneylerin yapılması ve tezin yazılması sırasında, tecrübelerini ve bilimsel konulardaki yardımlarını esirgemeyen Doç. Dr. Uğur SARI ve Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI' ya yaptığı yardımlardan dolayı sonsuz teşekkür ederim. Yardımlarını gördüğüm Sayın Doç. Dr. Abdullah AYDIN, Sayın Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ YAĞCI, Yrd. Doç. Dr. Hasan İNAÇ ve Doç. Dr. Hüsnü DİRİKOLU'na teşekkür ederim. Ayrıca çalışmalarım süresince yardımlarını esirgemeyen Eğitim Fakültesinin Öğretim Üyelerine, Öğretim Görevlilerine ve Araştırma Görevlilerine teşekkür ederim.

Büyük fedakarlıkları ile bana maddi manevi destek olan, her zaman verdikleri manevi güçle beni hayata bağlayan değerli aileme sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET i
ABSTRACT iii
TEŞEKKÜR vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ iv
ÇİZELGELER DİZİNİ viii
ŞEKİLLER DİZİNİ xi
SİMGELER DİZİNİ xii
KISALTMALAR DİZİNİ xiii
1. GİRİŞ 1
1.1. Kaynak Özetleri 2
1.2. Çalışmanın Amacı 3
2. MATERYAL VE YÖNTEM 5
2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri 5
2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli 7
2.3. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri 11
2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Özellikleri 13
2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerin Kristalografik Teorileri 21
2.6. Martensitik Faz Dönüşümlerin Tersinir Olma Özelliği 25
2.7. Martensitik Faz Dönüşümlerinde Örgü Kusurlarının Etkisi 28
2.8. Yığılma Kusurları 32
2.9. Şekil Hatırlama Olayı 35
2.10. Deneysel Materyal ve Yöntem 40
2.10.1. Fe-Mn-V Alaşımının ve Numunelerin Hazırlanması 40
2.10.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Yöntemi 42
2.10.3. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) Yöntemi 43
2.10.4. XRD Toz Ölçümü Yöntemi 44
2.10.5. Çekme Deformasyonu Uygulama Yöntemi 45
2.10.6. Mössbauer Spektrometresi Yöntemi 46
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA 50

3.1. Fe-%18Mn-%2V Alaşımında Termal Etkili Martensitik Faz Dönüşümünün İncelenmesi…… 50
3.2. Fe-%18Mn-%2V Alaşımında Martensitik Faz Dönüşümü Üzerine Isıl İşlem Sıcaklığının Etkisi…….. 58
3.3. Fe-%18Mn-%2V Alaşımında Martensitik Faz Dönüşümü Üzerine Çekme Zorunun Etkisi…….. 68
3.4. Fe-%18Mn-%2V Alaşımında Şekil Hatırlama Etkisinin İncelenmesi….. 78
3.5. Fe-%18Mn-%2V Alaşımının Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrum İle İncelenmesi…….. 82
4. SONUÇLAR …… 87
5. KAYNAKLAR …….. 91

ŞEKİLLER DİZİNİ

ŞEKİL Sayfa

2.1. Austenite ve martensite fazların kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi …….. 9

2.2. Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama kesme mekanizmaları ……..... 16

2.3. Burgers tarafından önerilen b.c.c.→h.c.p. dönüşüm modeli……..... 18

2.4. a) f.c.c. yapının $<111>_{f.c.c.}$ doğrultularının,
b) h.c.p. yapının $<0001>_{h.c.p.}$ doğrultularına paralel olacak şekilde gösterimi ……. 19

2.5. H.c.p. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi …… 20

2.6. Sıkı paketlenmiş f.c.c. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi ……. 20

2.7. a-b) f.c.c.→h.c.p. dönüşüm mekanizması,
c) f.c.c.→h.c.p. dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu……..... 21

2.8. Bain dönüşümü ……. 22

2.9. a) Fe-Ni alaşımında, b) Cu-Zn alaşımında martensitik dönüşüm süresince elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi …… 27

2.10. a) f.c.c. yapının tam ve Shockley kısmi dislokasyonları
b) h.c.p. yapının tam ve Shockley kısmi dislokasyonları …….. 33

2.11. Şekil hatırlama olayında bükme deformasyonu ……. 37

2.12. Tek yönlü şekil hatırlama etkisi …….. 38

2.13. Çift yönlü şekil hatırlama etkisi …….. 39

2.14. Kaynak ve numune etkileşimi sonucunda meydana gelen
a) izomer kayma
b) izomer kayma sonucu elde edilen spektrum ……... 47

2.15. a) ^{57}Fe'in taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları
b) Yarılmalar sonucu Mössbauer spektrumunda oluşan çizgiler …… 49

3.1. 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve yavaş soğutulan numuneye ait austenite tane yapısı …… 50

3.2. 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve yavaş soğutulan numuneye ait martensite oluşumunun TEM görünümü ……..... 51

3.3. 900 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve suda hızlı soğutulan numunede oluşan ε martensite plakalarının yüzey görünümü ……. 52
3.4. 900 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve suda hızlı soğutularak oluşturulan ε martensite kristalinin a) Aydınlık alan görüntüsü, b) Karanlık alan görüntüsü, c) Kırınım deseni ve indis diyagramı …..... 53
3.5. 900 °C de 30 dakika ısıl işlem uygulanan Fe-%18Mn-%2V alaşımının X-ışını kırınım deseni ……. 57
3.6. Farklı sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulan numunelerde meydana gelen martensite plakalarının yüzey morfolojileri a) 600 °C, b) 850 °C, c) 1000 °C …… 59
3.7. a) 600 °C, b) 850 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve hızlı soğutulan numunelerin TEM görüntüleri …….. 61
3.8. 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve hızlı soğutularak oluşturulan birbirine paralel bantlar şeklindeki ε martensite kristallerinin a) Aydınlık alan görünümü, b) Karanlık alan görünümü c) Kırım deseni ve indislenmiş anahtar diyagramı …….. 63
3.9. a) 600 °C , b) 850 °C , c) 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan Fe-%18Mn-%2V alaşımının X-ışını kırınım deseni …… 66
3.10. Austenite yapıdaki numunelerin a) %10 ve b) %15 oranındaki çekme zoru sonrası yüzey görünümleri …… 69
3.11. Austenite yapıdaki numunenin a) %10, b) %15 oranında çekme zoru ile deforme edilmesi sonucundaki TEM görünümü …….. 70
3.12. a) %10, b) %15 oranındaki çekme zoru sonucu oluşan martensite plakalarının yüzey morfolojileri …….. 72
3.13. Martensite yapıdaki numunenin a) %10, b) %15 oranında çekme zoru ile deforme edilmesi sonucundaki TEM görünümü …….. 73
3.14. Martensite yapıdaki numunenin a) %10, b) %15 çekme zoru ile deforme edilmesi sonucu X-ışını kırınım deseni …… 75
3.15. Çekme zoru etkisi ile oluşan α′ (b.c.c) martensite'nin a) Aydınlık alan görüntüsü b) Karanlık alan görüntüsü c) Kırınım deseni ve indis diyagramı …… 77
3.16. Numunelerin şekil hatırlama oranlarının uygulanan ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi …… 80

3.17. 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilip fırında yavaş soğutulan numunenin, oda sıcaklığında alınan austenite fazın Mössbauer spektrumu…….. 84
3.18. 850 °C de 30 dakika ısıl işlem sonrası %15' lik çekme deformasyonu uygulanan numunenin oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu… 84
3.19. 850 °C de 30 dakika ısıl işlem sonrası %15' lik çekme deformasyonu uygulanan numunenin oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu… 85

ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE Sayfa

2.1. Numuneye uygulanan ısıl işlem ve çekme zoru miktarı ……. 41

3.1. 900 °C de 30 dakika ısıl işlem uygulanan numunenin γ ve ε fazına ait X-ışını kırınımı yardımıyla hesaplanan örgü parametreleri ile elektron kırınımından elde edilen örgü parametreleri ……. 58

3.2. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanan numunelere ait f.c.c. austenite fazı ve h.c.p. martensite fazı için hesaplanan a_γ, a_ε ve c_ε örgü parametreleri ……. 67

3.3. Austenite fazda numunelerin şekil hatırlama oranlarının uygulanan çekme zoru bağlı olarak değişimi ……... 81

3.4. Martensite fazda numunelerin şekil hatırlama oranlarının uygulanan çekme zoruna bağlı olarak değişimi …… 82

3.5. Isıl işlem ve çekme zoruna tabi tutulan numunelere ait dönüşüm miktarları …….. 86

SİMGELER DİZİNİ

γ	Yüz merkezli kübik yapı
α	Hacim merkezli tetragonal yapı
α'	Hacim merkezli kübik yapı
ε	Sıkı Paketlenmiş hekzagonal yapı
T_0	Austenite ve martensite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
M_s	Austenite-martensite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
M_f	Austenite-martensite faz dönüşümünün bitiş sıcaklığı
A_s	Martensite-austenite faz dönüşümünün başlama sıcaklığı
$\Delta G^{\alpha-\gamma}$	Kimyasal serbest enerji değişimi
G^{γ}	Ana fazın kimyasal serbest enerji değişimi
G^{α}	Ürün fazın kimyasal serbest enerji değişimi
E	Sistemin kinetik ve potansiyel enerjileri toplamı
T	Mutlak sıcaklık
H	Entalpi
S	Entropi
E	İç Enerji
°C	Santigrat
dak	Dakika
a_{γ}	Austenite fazın örgü parametresi
c_{ε}	Martensite fazın örgü parametresi
a_{ε}	Martensite fazın örgü parametresi
h,k,l	Miller indisleri

KISALTMALAR DİZİNİ

f.c.c.	Yüz merkezli kübik yapı
b.c.t.	Hacim merkezli tetragonal yapı
b.c.c.	Hacim merkezli kübik yapı
h.c.p.	Sıkı Paketlenmiş hekzagonal yapı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	Geçirmeli Elektron Mikroskobu
EDS	Elektron Kırınımı Tekniği
XRD	X-Işını Kırınımı

1.GİRİŞ

Metal ve metal alaşımları, iç yapılarında meydana gelen değişiklerin neler olduğu bilinmemesine rağmen, çok eski çağlardan itibaren insanlığın hizmetine girmiş ve çeşitli alanlarda kullanılarak insanlığın gelişimine büyük katkılar sağlamıştır. Metal alaşımları geçmişten günümüze kadar yapılan araştırmalar sonucunda önemli gelişmeler katetmiş ve günlük yaşamdan ulaşıma, sanayiden tıp bilimine kadar birçok alanda ihtiyaç duyulan temel malzeme grubunu oluşturmuştur. Bu nedenle metal ve metal alaşımlarının çeşitli mekanik ve termodinamik şartlar altında sergiledikleri birçok ilginç özellik geçmişten günümüze çok sayıda araştırmaya konu olmuştur. Özellikle sıcaklık, zor ve bunların farklı kombinezonları gibi fiziksel etkilere maruz kalan metal ve alaşımlarda görülen mikroyapısal değişimler ve bunun sonucunda oluşan makroskobik şekil değişimlerinin istenilen şekilde kontrolünü sağlama çalışmaları halen devam etmektedir (1).

İnsanlığın başlangıcından itibaren yumuşak demirin bazı fiziksel etkiler uygulanarak sertleştirilebildiği bilinmektedir. 19. yüzyıl sonlarından itibaren malzeme bilimi ile uğraşan araştırmacılar, uygulanan fiziksel etkiler sonucunda kristal yapıda önemli mekanik değişikliklerin meydana geldiğini göstermişlerdir. Bu konu üzerindeki ilk çalışmalar 1861' de Henry Sorby ile başlamış ve daha sonra Alman metalograf Adolph Martens ile devam etmiştir. 1890 yılında Floris Osmond çeliğin soğuması esnasında bir anlık uzamasını gözlemlerken, demirde meydana gelen faz değişimlerini gözlemlemiştir. F. Osmond 1895 yılında çelikde gözlenen mikroyapıların gözlemleyen kişinin adı ile anılmasını önermiştir. Bunun üzerine H.Sorbi'nin gözlemlediği mikro yapı ''sorbit'' ve A.Martens'in gözlemlediği mikro yapı ise ''martensite'' olarak tanımlanmıştır (2). Bir başka ifadeyle elde edilen ürün faz martensite, bunun yüksek sıcaklıklardaki fazı Austenite ve bu dönüşüm de Martensitik faz dönüşümü olarak ifade edilir.

Austenite ana fazın martensite ürün faza difüzyonsuz olarak dönüşmesi şeklinde gerçekleşen martensitik dönüşümler kristalografik, termodinamik, kinetik ve mekanik gibi değişik özellikleri nedeni ile akademik açıdan ilgi çekici bir araştırma

konusu olmuştur. Martensitik faz dönüşümü olayı önce çelikte gözlenmiş, daha sonraları yapılan araştırmalarla bazı saf metallerde ve diğer metal alaşımların bir kısmında görülmüştür. Martensitik dönüşüm çelik alaşımlarına üstün kaliteli malzeme olma özelliği kazandırdığı gibi diğer metal alaşımlarına da ilave olarak termoelastik, süperelastik ve şekil hatırlatma gibi teknolojik ve fiziksel özellikler kazandırır (3,4).

Metal ve metal alaşımlarındaki faz dönüşümleri, çekirdeklenme-büyüme dönüşümleri ve martensitik dönüşümler olmak üzere iki ana gruba ayrılır. Çekirdeklenme-büyüme dönüşümleri sabit sıcaklıkta termal etkileşme ile kristaldeki atomların konumları yanında komşulukları da değiştiği için difüzyonlu olarak meydana gelirler. Martensitik dönüşümler ise termal etki ile sistemin sıcaklığı değiştirilerek ya da dış zor uygulanarak meydana gelebileceği gibi her iki etkinin birlikte uygulanması ile de meydana gelirler. Termal etki ile oluşan martensitik dönüşümler alaşım sistemlerine göre atermal ve izotermal olarak gerçekleşirler. Dış zorun etkisiyle oluşan martensiteler ise zor etkili, zorlanma etkili veya deformasyon etkili martensite şeklinde adlandırılırlar (5,6).

Martensitik dönüşümler ilk olarak demir alaşımlarında gözlendiğinden ve demirin sanayideki öneminden dolayı araştırmalardaki yoğunluk demir alaşımları üzerine toplanmıştır. Ayrıca bu araştırmalar sadece demir alaşımları üzerinde kalmayarak, birçok metal alaşımı üzerinde de gün geçtikçe artmaktadır. Böylece difüzyonsuz faz dönüşümleri demir alaşımlarına kaliteli malzeme olma özelliği kazandırdığı gibi diğer alaşımlara da teknolojik ve fiziksel özellikler kazandırır.

1.1. Kaynak Özetleri

Martensitik faz dönüşümü, ilk başta çeliğin su verilerek sertleştirilmesi şeklinde ortaya çıkan ve teknolojik bakımdan önemli bir oluşum olması nedeni ile üzerinde yoğun çalışmalar yapılan bir konudur. Genelde tüm metal ve metal alaşımlarında çok değişik özellikler ortaya koyacak şekilde meydana geldikleri için, oluşumlarını

açıklayabilecek teorik modellerin ortaya konulmaları ve genelleştirilebilmeleri zordur. Elektron kırınımı teknikleri başta olmak üzere geliştirilen pek çok deneysel yöntem, konuyu iyi anlamamıza yardımcı olsa bile ortaya çok başarılı modeller konulduğu söylenemez. Martensitik faz dönüşümleri, şimdilerde özellikle şekil hatırlama özelliğine sahip yeni malzemelerin yapımındaki önemleri nedeniyle büyük teknolojik önem taşımaktadır. Bu nedenle yoğun madde fiziğinde üzerinde çok yoğun çalışmaların yapıldığı bir konudur.

Çalışmalar ilk olarak Fe bazlı alaşımlarda gözlenen martensitik dönüşümlerin genelde yüz merkezli kübik yapıdaki ana fazın; hacim merkezli kübik, hacim merkezli tetragonal veya sıkı paketlenmiş hekzagonal yapıdaki martensite ürün faza dönüşümü şeklinde meydana geldiğini ortaya koyar (7,8).

Fe-Mn, Fe-Mn-Si, Fe-Mn-V, Fe-Mn-Si-Cr, … gibi alaşımlarında gözlenen γ(f.c.c.)$\rightarrow\varepsilon$(h.c.p.) türü martensite faz dönüşümleri üzerine yapılan çalışmalar özellikle bu alaşımların şekil hatırlama özelliğinin gözlenmesi ile artmıştır. Bu alaşımlarda görülen önemli bir özellik de, alaşımda yer alan elementlerin yüzdesine ve dış etkilere bağlı olarak h.c.p. yapıdaki ε martensite yanında b.c.c. yapıda α' martensitelerin de oluşmasıdır (9,10). Bugüne kadar yapılan çalışmalarda, Fe-Mn bazlı alaşımlarda meydana gelen γ (f.c.c.)$\rightarrow\varepsilon$ (h.c.p.) faz dönüşümü üzerinde ilave olunan elementin yüzde oranının dönüşümü nasıl değiştirdiği ve alaşım içinde oluşan kusurların h.c.p. fazın oluşumundaki etkisi incelenmiştir (11-13).

Yapılan çalışmalarda araştırmacılar Fe-Mn bazlı alaşımlarda oluşan ε martensite yönelimlerini deneysel ve teorik bulguları ile birlikte değerlendirerek ortaya koymuşlar ve dönüşümün kristalografisini açıklamışlardır.

1.1. Çalışmanın Amacı

Günümüz teknolojisinin sürekli gelişmesine bağlı olarak endüstriyel alanda ihtiyaç duyulan metal ve metal alaşımların önemi her geçen gün artmaktadır. Yaygın kullanım alanına sahip bu metal alaşımlarının büyük bir bölümünü Fe bazlı alaşımlar

oluşturur. Bu nedenle içinde bulunduğumuz bilgi çağında teknolojik gelişmelerin getirdiği gereksinimlerden dolayı, metal ve metal alaşımların mekanik ve fiziksel özelliklerinin belirlenmesi pek çok araştırmaya konu olmuştur.

Teknolojik çalışmalar kullanım amacına göre tercih edilen malzemelerin üstün kaliteli olmasını gerektirir. Bu nedenle, yapılan araştırmalarda metal ve metal alaşımlarının çeşitli kimyasal ve fiziksel etkilerle kalite ve kullanım alanlarının artırılması hedeflenmiştir. Malzemede istenilen özelliği elde edebilmek için kullanılan yöntemlerden biri de faz dönüşümleridir. Malzemede oluşan fazın türü ile mekanik, kinetik, kristalografik özelliklerinin belirlenmesi halinde amaca uygun özelliklere sahip malzemelerin üretimi de sağlanmış olur.

Bu doktora çalışmasında Fe-%18,97Mn-%1,92V şekil hatırlamalı alaşımında meydana gelen martensite faz dönüşümünün karakteristik özelliklerinin belirlenmesi amaçlandı. Çalışılan alaşımda farklı ısıl işlemler ve farklı mekanik etkiler uygulanarak şekil hatırlamalı austenite-martensite faz dönüşümlerinin nasıl bir davranış sergilediği termal, kristalografik, morfolojik ve mekanik özellikleri bakımından incelendi.

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında termal ve zor etkisi ile oluşturulan austenite-martensite fazların yüzey morfolojileri, mikro yapılarında meydana gelen değişiklikler ve bunların kristalografileri Taramalı Elektron Mikroskobu ve Geçirmeli Elektron Mikroskobu kullanılarak incelenecektir. Isıl işlem sıcaklığının ve çekme zoru oranının artması ile alaşımda oluşan martensite fazın miktarının değişimi, yüzey morfolojisinden ve mikro yapı incelemelerinden yararlanılarak ortaya konulacaktır. Bazı termal ve mekanik etkiler altında alaşımda şekil hatırlama etkisi incelenecektir. Termal ve mekanik etki ile oluşan martensite yapının X-ışını toz kırınım yöntemi ile elde edilen kırınım desenleri incelenerek kristalin yapısı hakkında bilgi verilecektir. Martensitik faz dönüşümünün manyetik ve termodinamik özellikleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak elde edilecektir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri

İnsanlığın başlangıcından itibaren geçen ilk dönemler taş, tunç, bakır ve demir devri gibi malzeme adları ile anılır. İnsanlar kullandığı malzeme ile yaşamını idame ettirdiği ve günümüze kadar malzemesini geliştirdiği için bugünkü teknik ve teknolojik düzeye ulaşabilmiştir. Böylece insanların değişik türlerdeki ihtiyaçlarını gidermek için kullandığı her türlü cisim genel olarak malzeme olarak tanımlanır (14).

Doğadaki malzemeler metal, metal olmayan ve kompozit malzemeler olmak üzere üç grupta sınıflandırılırlar. Metal malzemelere, iç yapılarında ağırlıklı olarak demir metali bulunduran demir alaşımları örnek olarak verilebilir. Teknolojinin temel yapı taşlarından biri haline gelen metal ve metal alaşımları, kullanım alanlarının çok geniş olmasından dolayı özelliklerinin anlaşılması ve kullanım alanlarının artırılması için pek çok araştırmaya konu olmuştur. Metal malzemelerin, istenilen nitelikte üretilebilmeleri ve amaca uygun yerlerde kullanılabilmeleri için malzeme özelliklerinin iyi bilinmesi gerekir.

Metal malzemelerin özellikleri fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikler olmak üzere üç gruba ayrılır. Fiziksel özellikler malzemenin manyetik, elektrik, termal (ısıl) ve optik özelliklerinin belirlenmesini sağlar. Kimyasal özellikler, bir malzemedeki kimyasal bileşimin analizini, alaşım elementlerinin dağılım oranlarının ölçülmesini ve sertlik ölçümünü konu alır. Mekanik özellikler ise uygulanan bir kuvvete karşı malzemenin nasıl davrandığını gösterir (14,15).

Kullanılan malzemenin atom veya molekülleri gibi en küçük elemanlarının tamamı termodinamik sistemi meydana getirir. Böyle bir sistem, kapalı bir sistem olarak çevreden yalıtılarak kendi iç şartları içinde yeteri kadar bekletilirse kararlı bir hale gelir ve bu durum denge hali olarak tanımlanır. Termodinamik denge halindeki sistemin serbest enerjisi minimumdur (16). Kararlı denge durumunda sistemdeki

atom veya moleküller belirli bir faz meydana getirirler. Malzeme içinde kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından farklı yönelimle ayrılan her bir bölge faz olarak tanımlanır. Sistemin fiziksel şartları değiştirildiğinde, sistemi oluşturan atomların mevcut enerji dengeleri değişeceğinden atomlar bulundukları konumdan daha düşük enerji gerektiren bir başka konuma geçmeye zorlanırlar. Bu durumda sistemin içyapısı değişir ve yeni bir denge yapısı elde edilir. Bir başka deyimle bir faz bir başka faza dönüşmüş olur. Belirli fazlardan oluşan bir denge yapısının değişik fazlardan oluşan bir başka denge yapısına geçiş olayına ise faz dönüşümü denir (3,16,17).

Katı malzemelerde faz dönüşümleri meydana gelirken, atomlar yeni faz yapısını oluştururken yerdeğiştirirler. Yoğun madde fiziğinde, yerdeğiştirmelerin olduğu esnada atomların komşuluklarını korudukları dönüşümler önemli bir yere sahiptir. Faz dönüşümü olayı, atomların komşuluklarının değişip değişmemesine göre iki gruba ayrılır. Atomların komşuluklarını değiştirecek şekilde meydana gelen faz dönüşümlerine yayılmalı (difüzyonlu) faz dönüşümleri, atomların komşuluklarını değiştirmeden meydana gelen faz dönüşümlerine de yayılmasız (difüzyonsuz) faz dönüşümleri denir (3,5).

Metal ve metal alaşımlarının atomları yayılmalı bir oluşumla yerdeğiştiremeyecekleri kadar hızlı bir şekilde soğutulduklarında yayılmasız faz dönüşümü gösterirler. Bu tür dönüşümler martensitik faz dönüşümleri olarak adlandırılır. İlk kez demir bazlı alaşımlara da A. Martens tarafından incelendiği için bu tür dönüşümler Martensitik dönüşüm olarak isimlendirilir (3,18). Daha sonra martensitik dönüşümler morfolojik, kristalografik, kinetik ve mekanik özelliklerinden dolayı ilgi çeken bir araştırma konusu olduğundan, araştırmacılar tarafından dönüşüm için pek çok tanım yapılmıştır. Christian (5), basit oluşum mekanizması nedeni ile atomik difüzyonun gerekmediği, serbest enerjinin net bir azalımı ile gerçekleşen en hızlı bir yeni oluşum olduğunu belirtmiştir. Kaufman ve Cohen (6)'e göre martensitik faz dönüşümü; atomların dönüşüme uğrayan bölgede bir zorlanma altında topluca hareket ettikleri, yerdeğiştirme içeren bir reaksiyondur. Oluşumun difüzyonsuz olmasından dolayı ürün ve ana faz aynı kompozisyona sahiptir. Clark ve Wayman (19)'a göre

martensitik faz dönüşümü, uzun-düzende atomik yer değişimlerinin olmadığı belirli kristalografik sistemlerde oluşan ve ikizlenme gibi iç uyum bozukluklarına yol açan bir yapılanma olarak tanımlanır. Atomik yerdeğiştirmeler mekaniksel olarak ikizlenmenin oluşumuyla aynıdır ve difüzyonsuz dönüşümlerdir. Nishiyama (3)'ya göre atomların topluca hareket ettikleri bir faz dönüşümüdür. Sonuçta tanımlamaların tamamı bir arada göz önüne alındığında Clapp (20)'ın yaptığı kısa ve öz tanıma göre martensitik dönüşüm, bir atom takımının şekil değişimi ortaya çıkaracak şekilde bir ara yüzey boyunca topluca hareketi ile oluşan bir faz geçişi olarak tanımlanır.

Genel olarak Fe bazlı alaşımlar 900- 1400 °C sıcaklık aralığında ısıtıldıklarında f.c.c. kübik yapıda kristalleşirler ve alaşımın bu fazı Austenite (ana) faz olarak tanımlanır. Austenite faz γ ile gösterilir. Austenite faza hızlı soğutma, deformasyon gibi fiziksel etkiler ayrı ayrı ya da birlikte uygulandığında, austenite faz içinde farklı bir kristal yapı oluşur ve bu faz Martensite (ürün) faz olarak tanımlanır. F.c.c. yapılı austenite faz içinde oluşan martensite fazın yapısı genellikle alaşımın kompozisyonuna bağlı olarak b.c.c. (α′), b.c.t. (α) ya da h.c.p. (ε) yapıda olabilir. Ayrıca alaşımın austenite fazında yine alaşımın kompozisyonuna bağlı olarak b.c.c. (α′), b.c.t. (α) ya da h.c.p. (ε) kristal yapılarından sadece biri bulunabileceği gibi birkaç tanesi de bulunabilir. Kısaca austenite fazdan martensite faza dönüşüm olayı, metal ve metal alaşımlarının kompozisyonuna ve kristalografik özelliklerine göre değişen fiziksel etkenler altında oluşur.

2.2. Austenite-Martensite Faz Dönüşümlerinin Oluşum Şekli

Austenite fazdan martensite faz dönüşüm olayı, alaşımın kompozisyonuna ve kristalografik özelliklerine göre değişen fiziksel etkenlerin uygulanması ile meydana gelir. Austenite ve martensite yapı arasındaki serbest enerji farkı ile oluşan martensitik faz dönüşümlerinin genel olarak üç tür fiziksel etki ile oluştukları gözlenmiştir. Austenite yapının sıcaklığının değiştirilmesi ile dönüşüm sağlanabileceği gibi, ana faza deformasyon uygulanması ya da her iki etkinin beraber

uygulanması ile dönüşümün meydana geldiği görülür. Martensitik faz dönüşümü, austenite (ana) yapıdan martensite (ürün) yapıya atomların bağıl hareketi ile komşulukları değişmeden gerçekleşir. Dönüşüm difüzyonsuz meydana geldiğinden ürün yapının kompozisyonu ana yapınınki ile aynıdır. Bu tür faz dönüşümlerinde kimyasal bir değişim meydana gelmez sadece fiziksel etkenlerden dolayı ana yapının kristal yapısında değişiklikler gözlenir (5,21,22).

Austenite-Martensite faz dönüşümleri termodinamik etkenlerin kontrolünde meydana gelir. Faz termodinamik bir denge hali olduğundan, dönüşüm için kullanılan kristal malzemenin içyapısını termodinamik kanunları yönetir. Kristallerde içyapı oluşumunda ana etken enerji olduğundan, enerjisi azalan bir sistemin kararlılığı artar. Sistemler daima sahip oldukları enerjiyi azaltan konumlara yönelerek daha kararlı hale gelme eğilimi göstereceklerinden, sistemin çevre şartları değiştirildiğinde atomlar genellikle düşük enerjili kararlı denge yapısını tercih ederler. Bu nedenle bir fazdan diğer bir faza dönüşüm olabilmesi için sistemin son faza göre kararsız olması gerekir. Sabit sıcaklık ve basınçta sistemin kararlılığı

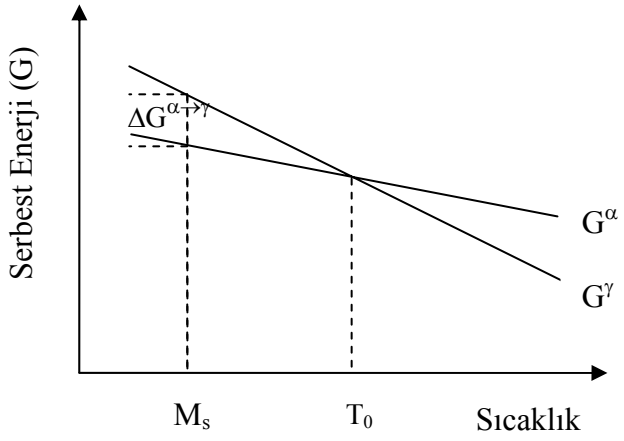
$$G = H - TS \tag{2.1}$$

olarak tanımlanan Gibbs Serbest Enerjisinin en küçük değeri ile belirlenir (5,6,23). Burada H entalpi, T mutlak sıcaklık ve S sistemin entropisidir. Entalpi sistemin ısı miktarının bir ölçüsüdür ve

$$H = E + PV \tag{2.2}$$

olarak tanımlanır. Bu eşitlikte E sistemin iç enerjisi, P basıncı ve V hacmidir. Sistemin iç enerjisi, sistemdeki atomların kinetik ve potansiyel enerjilerinin toplamıdır. Kinetik enerji, katıda atomların titreşimlerinden doğarken potansiyel enerji sistemdeki atomlar arası bağlar ve etkileşmelerden kaynaklanır. Sistemin iç enerjisindeki değişime bağlı olarak ısı miktarı değiştiğinde faz dönüşümü meydana gelir. Ayrıca ısı miktarı, sabit basınç altında sistemin hacmindeki değişime de bağlıdır. Ancak katılarda, PV terimi E ile kıyaslandığında ihmal edilebilir.

Sistemin Gibbs serbest enerjisinde etkili olan diğer bir etken, sistemin girilebilir durumlarının bir ölçüsü olan entropidir. Düşük sıcaklıklarda katı fazları, güçlü atomik bağlanmaya sahip olduklarından en düşük iç enerjiye (entalpiye) de sahip olurlar. Bu nedenle en kararlı fazları meydana getirirler. Sistem üzerindeki şartların değişmesi, sistemin en düşük iç enerjili atomik konfigürasyonu tercih etmesine neden olur (5,6). Alaşımlarda her faz, sıcaklığa ve alaşımın kompozisyonuna bağlı bir serbest enerjiye sahiptir. Sabit bileşimli bir alaşım için kimyasal serbest enerjinin sıcaklığa bağlı grafiği Şekil 2.1.' de verilmiştir.



Şekil 2.1. Austenite ve martensite fazların serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi (6)

Kimyasal serbest enerji değişimi

$$\Delta G^{\alpha-\gamma} = G^{\gamma} - G^{\alpha} \qquad (2.3)$$

olarak verilir. Kimyasal serbest enerji değişimi denkleminde G^{α} ürün fazı, G^{γ} ise ana fazın kimyasal serbest enerjisini ifade eder. T_0 sıcaklığı iki fazın termodinamik dengede olduğu sıcaklıktır. Dengedeki bu sıcaklık da iki fazın kimyasal serbest enerjileri eşit ve farkları sıfırdır. T_0 denge sıcaklığının altında fark sıfırdan büyük ve ürün fazın serbest enerjisi daha küçük olduğu için daha kararlıdır. T_0 denge sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda ise fark sıfırdan küçük olduğundan ana faz daha

kararlıdır. Minimum serbest enerji kuralına göre bir sistem birçok değişik durumlara izin verirse sistemin bu durumlardan en düşük serbest enerjili olanını seçmesi beklenir. Serbest enerji farkı faz dönüşümü için gerekli olan sürücü kuvvet olarak adlandırılır. Sürücü kuvvet sistemin sıcaklığına ve uygulanan zora bağlıdır (5,6,23).

Termodinamik etkenlerle oluşturulan martensitik dönüşümün başlayabilmesi için dönüşüm soğutma hızından bağımsız olarak martensite başlama sıcaklığı olarak tanımlanan M_s sıcaklığında başlar ve martensite bitiş sıcaklığı olarak tanımlanan M_f sıcaklığında sona erer. M_s ve M_f sıcaklıkları alaşımın kompozisyonuna bağlı olabildiği gibi alaşımın maruz kaldığı ısıl işlemlere ve mekanik etkilere de bağlıdır.

Austenite yapıdan martensite yapıya dönüşümün başlayabilmesi için austenite fazın sıcaklığı, her iki fazın kararlı bulunduğu T_0 denge sıcaklığından martensite başlama sıcaklığı M_s ye düşürülmelidir. Bu durumda T_0-M_s sıcaklık farkı ile ortaya çıkan kimyasal serbest enerji değişimi, dönüşümü oluşturacak sürücü kuvveti açığa çıkarır. Böylece kristal yapı yüksek sıcaklıklardaki kararlı durumundan daha düşük sıcaklıklardaki kararlı durumuna geçer ve austenite fazdan martensite faza dönüşüm gerçekleşir. Bu durumda martensite fazın serbest enerjisinin ürün fazın serbest enerjisinden daha düşük olması gerekir. Austenite ve martensite fazların kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklığın fonksiyonu olarak değişimi Şekil 2.1.' de gösterilmektedir. Şekilde T_0 denge sıcaklığının altında martensite faz kararlı iken, bu sıcaklığın yukarısında austenite faz kararlıdır. Martensitik dönüşümler tersinirlik özelliğine sahip olduklarından oluşan martensite faz daha yüksek sıcaklıklarda yeniden austenite faza dönüşebilir. Martensite fazın austenite faza tekrar dönüştüğü sıcaklık, austenite başlama sıcaklığı A_s dir. Tersinir dönüşümün olabilmesi için T_0-A_s sıcaklık değişimi ile ortaya çıkacak bir serbest enerji değişimi gereklidir ve bu değişim kristal yapının sıcaklığı artırılarak sağlanabilir.

Martensitik faz dönüşümün meydana gelmesi esnasında, ana kristal yapıya dıştan uygulanan mekanik zorlar da dönüşümü etkiler. Uygulanan küçük zorlar ana fazın bozulmasına yol açacağı için martensite oluşumu ile mekanik zorlar arasında fiziksel bir ilişkinin varlığı düşünülebilir. Dışarıdan uygulanan zor martensite kristalinin oluşumunu kristalografik açıdan kolaylaştırıcı doğrultuda olması halinde, dönüşüm

için daha az bir sürücü kuvvet gerekeceğinden M_s sıcaklığı yükselecek ve M_s-A_s sıcaklık aralığı daralacaktır (5,6,15). Uygulanan zor martensite kristalinin oluşumunu engelleyici yönde olduğunda ise, dönüşüm için daha büyük bir sürücü kuvvet gerekeceğinden M_s sıcaklığı düşer. Mekanik zor martensite başlama sıcaklığını değiştirdiği gibi dönüşen hacim miktarını da arttırır (5). Ayrıca deneysel çalışmalar, ısı değişimi olmadan yalnızca zor etkisi ile de martensitik faz dönüşümünün gerçekleşebileceğini göstermiştir. Sonuç olarak martensitik faz dönüşümü ısı değişimi ile zor etkisi ile ve her iki etkinin beraber uygulanması ile meydana gelmektedir (21).

2.3. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kinetik Özellikleri

Austenite-Martensite faz dönüşümlerinin kinetik özellikleri incelenirken çekirdeklenme ve büyüme olayı önem taşır. Çünkü austenite faz içinde dönüşüm için gerekli enerjiyi bulan martensite kristalleri önce çekirdeklenmeye sonrada büyümeye başlar. Fakat bazı martensitik dönüşümlerde bu etkenlerin ikisi birden aniden olup biterken kimilerinde ise martensite kristallerinin büyümesi zamanın bir fonksiyonu olarak devam edebilir. Bu nedenle martensitik faz dönüşümleri kinetik olarak incelendiğinde, martensite kristallerinin zamana ve sıcaklığa bağlı oluşumuna göre atermal ve izotermal olarak iki gruba ayrılırlar. Yalnızca sıcaklığın bir fonksiyonu olarak meydana gelen dönüşümlere atermal, hem sıcaklığa hem de zamana bağlı olarak meydana gelen dönüşümlere de izotermal dönüşüm denilmektedir.

Genel olarak martensitik dönüşümler bir M_s sıcaklığında başlar ve sıcaklığın düşürülmesiyle devam eder. Soğutma durdurulduğunda dönüşüm dururken yeniden devam ettirildiğinde dönüşüm tekrar gerçekleşir ve M_f bitiş sıcaklığına ulaşıldığında dönüşüm biter. Dönüşüm yalnızca sıcaklığın değişimine bağlı olarak oluştuğundan atermal dönüşüm, oluşan martensite kristalleri de atermal martensite olarak tanımlanır. Atermal özellik gösteren martensitik dönüşümler, austenite yapı içinde çok kısa zaman aralığında patlama şeklinde meydana gelirler (5). Martensite fazın oluşmaya başladığı sıcaklıktan daha aşağı sıcaklıklarda yeni patlamalar olabilir fakat

bir kez oluşan martensite yapı daha düşük sıcaklıklarda büyüme göstermez. Fe-bazlı alaşımlarda ısıl işlemle oluşan atermal özellikli martensite kristallerinin 10^{-7} sn de oluştuğunu gözlenmiştir. Bu durum katılarda elastik dalganın yayılma hızı ile aynı basamakta olan 10^5 cm/sn oluşum hızı ile aynı boyuttadır (17). Bu gözlem, martensitik dönüşümlerde atomik yerdeğiştirmenin küçük, düzenli ve difüzyonsuz meydana geldiği şeklindeki kristalografik modellerle birebir uyar. Fe, Cu, Au gibi metaller baz alınarak hazırlanan alaşımlarda atermal özellik gösteren martensitik dönüşümler meydana gelir (6).

Atermal özellik gösteren martensitik faz dönüşümlerinin genel kinetik özellikleri

1- Dönüşüm hızı zamandan bağımsız olarak gerçekleşir
2- Dönüşüm miktarı sıcaklığın fonksiyonudur
3- Dönüşüm hızı sıcaklığa bağlı değildir
4- Soğutma ile elde edilen ürün faz daha sonra yüksek sıcaklıkta tekrar ana faza dönüşebilir
5- Plastik zorlanma dönüşümü etkileyebilir şeklinde özetlenir (5,6,17,24,25).

Bazı dönüşümlerde ise martensitik faz dönüşümleri izotermal olarak gerçekleşir. İzotermal dönüşüm gözle görülebilecek kadar yavaş meydana gelir (26). İzotermal dönüşümlerde çekirdeklenme zamana bağlıdır ve oluşan çekirdeklenmenin sabit bir sıcaklıkta zamanla devam ettiğini gösterir. Bu tür dönüşümlerde M_s sıcaklığından daha küçük sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabileceği gibi daha önce oluşanlar da hacimce büyüme gösterebilirler (17,26). İzotermal dönüşümler Fe-Ni, Fe-Ni-C, Fe-Ni-Mn, Fe-Mn-C gibi alaşımlarda gözlenmiştir (27).

İzotermal olarak gerçekleşen dönüşümler genellikle M_s sıcaklığından daha küçük sıcaklıklarda gözlenir fakat bazı durumlarda izotermal dönüşümler M_s sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda da gözlenmiştir (26,28).

Bir martensitik dönüşümün atermal ya da izotermal olması temel olarak alaşımın kimyasal kompozisyonuna bağlıdır. Bazı alaşım sistemleri atermal özellik gösterebileceği gibi izotermal özellik de gösterebilirler. Böyle bir durumda, kimyasal

kompozisyona bağlı olarak iki dönüşüm sıcaklığı söz konusu olup martensitik dönüşüm sonucu martensite miktarları ve morfolojileri her iki kinetik türü için de farklılıklar gösterir. Aynı alaşımda dönüşümün atermal ya da izotermal kinetik özellik göstermesi kimyasal kompozisyona bağlı olabileceği gibi dönüşümden önceki ısıl işlemlere de bağlı olabilir. Alaşımın kinetik olarak bu farklılığı göstermesi austenite tane büyüklüğünün değişiminden kaynaklandığının bir göstergesi olarak açıklanır (3).

2.4. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Özellikleri

Martensitik dönüşümlerin kristalografisini incelemek için deneysel gerçekleri ve dönüşümün teorisini açıklamak gerekir. Austenite-martensite faz dönüşümleri deneysel olarak incelendiğinde üç önemli karakteristik özellik sergiler. Bu karakteristik özellikler şekil değişimi, habit düzlemi ve kristalografik dönme bağıntılarıdır.

Martensitik dönüşüm meydana gelirken atomik kongrifigasyondaki değişim düzenli ve koordineli olduğundan, kristalografik olarak ilginç bir oluşum şekli gösterir. Kristal yapı mikroskopik anlamda kimyasal komposizyonu kendine benzer yeni bir kristal yapıya dönüşür. Atomların birlikte hareket etmeleri, ana ve ürün kristaller arasındaki yüzeyin özellikle kohorent olmasını gerektirir. Böylece iki kristalografik yapı arasında sınır özelliği taşıyacak olan ve alışım düzlemi (Habit Düzlemi) olarak adlandırılan değişmemiş ve dönmemiş bir düzlem bulunur. Bu iki özelliğe sahip olan düzlem değişmeyen (invariant) düzlem, bu düzlemde meydana gelen deformasyon ise değişmeyen düzlem zorlanması (invariant plane strain) olarak tanımlanır (3,29,30).

Habit düzlemi austenite yapıyı martensite yapıdan ayıran düzlem olarak da tanımlanır. Austenite-martensite faz dönüşümleri sonucu değişmeden kalan ve bir kristalografik dönmeye sahip olmayan bu düzlem genellikle austenite faz ile birlikte ifade edilir. $(225)_{\gamma}$, $(259)_{\gamma}$… gibi. Habit düzlemi üzerine yapılan çalışmalar;

dönüşüme sebep olan fiziksel etkenlerden biri olan zorlanmadan ziyade, metal ve metal alaşımının kompozisyonuna ve uygulanan ısıl işleme bağlı olarak meydana geldiğini ortaya koyar (31).

Martensitik faz dönüşümlerinde; bir kristalografik yapıdan diğerine dönüşümler genelde, yüzey merkezli kübik (f.c.c.) yapıdan hacim merkezli kübik (b.c.c.) yapıya, yüzey merkezli kübik (f.c.c.) yapıdan sıkı paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) yapıya ve hacim merkezli kübik (b.c.c.) yapıdan sıkı paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) yapıya geçişler şeklinde olmak üzere üç grup altında toplanır. Dönüşüm sonucunda, ana fazın kristalografik eksenleri ile ürün fazın kristalografik eksenleri arasında kesin bir yönelim ilişkisi vardır. Ana faz ile ürün faz arasındaki bazı düzlem ve doğrultular arasında belirli açılar gözlenir ve bu yönelim ilişkisi kristalografik dönme bağıntısını ortaya çıkarır.

Martensitik dönüşümlere ait dönme bağıntıları deneysel gözlemlerle ortaya konulmuş ve bu bağıntılar dikkate alınarak austenite yapıdan martensite yapıya dönüşüm olayı kesme mekanizmaları yöntemiyle açıklanmaya çalışılmıştır. Bu dönüşümlerde atomik yerdeğiştirmeler üzerine detaylı araştırmalar 1930'lu yıllarda başlamış, f.c.c.→b.c.c. ve b.c.c.→h.c.p. dönüşümleri için modeller geliştirilmiştir. Fe bazlı alaşımlarda f.c.c.→b.c.c. dönüşümünü Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama incelerken, Zr da b.c.c.→h.c.p. dönüşümünü de Burgers incelemiştir. Bu teoriler, austenite ve martensite örgüler arasındaki dönme bağıntılarını ortaya koymuş ve atomların asıl hareketlerini açıklayabilmek için gerçek örgü kesmelerinin kullanılmasını sağlamışlardır (3).

Kristalografik dönme bağıntısı ilk olarak Kurdjumov-Sachs (K-S) tarafından 1930 yılında Fe-(%0.5-%1.4)C alaşımı için gözlenmiştir. Kurdjumov-Sachs' a göre austenite (γ) ve martensite (α) fazlar arasındaki dönme bağıntısı

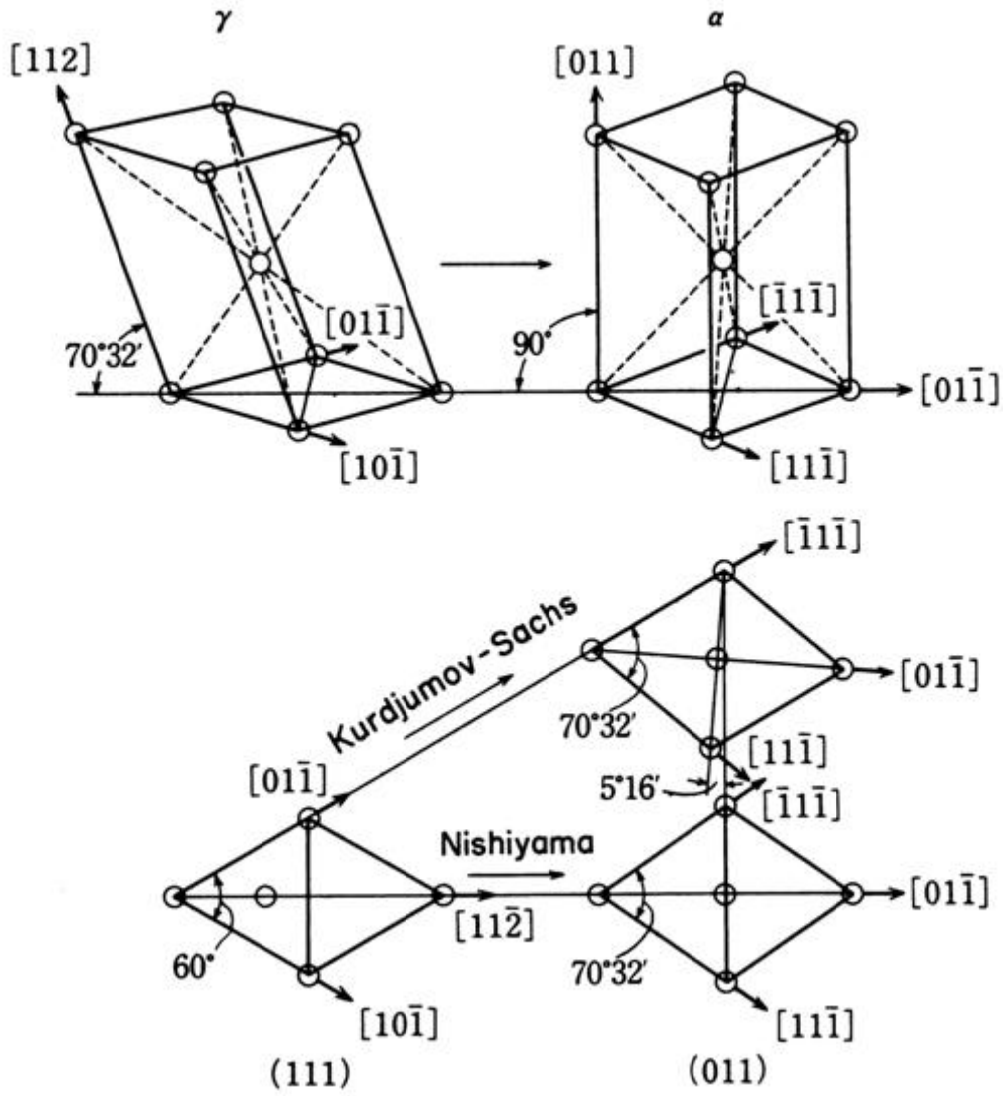
$$(111)_\gamma // (011)_\alpha \quad , \quad [\bar{1}01]_\gamma // \ [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$$

yönelim ilişkisi ile verilir. Bu dönme bağıntısı karbon oranı %0.5-%1.4 aralığında olduğunda habit düzlemi $\{225\}_\gamma$ olup, karbon oranı arttıkça habit düzlemi $\{259\}_\gamma$ 'a doğru değişir.

Diğer dönme bağıntısı ise Nishiyama (N) tarafından 1934 yılında Fe-Ni alaşımı için (Ni oranı %28'den büyük)

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

yönelim ilişkisi ile verilmiştir. Nishiyama dönme bağıntısı genellikle $\{259\}_\gamma$ habit düzlemi ile verilir. Kurdjumov-Sachs dönme bağıntısına uyum gösteren α kristalinin dönmesi ile Nishiyama dönme bağıntısına uyan α kristalinin dönmesi arasında yalnızca 5,6° lik bir fark vardır. Kurdjumov-Sachs tarafından önerilen kristalografik dönme bağıntısına göre, austenite yapının $\{111\}_\gamma$ düzlemlerinde $< 01\bar{1} >_\gamma$ doğrultuları boyunca bir kesme sonucu martensite yapının meydana geldiği düşünülürken Nishiyama tarafından önerilen bağıntıya göre ise, $\{111\}_\gamma$ düzlemlerinde $< 11\bar{2} >_\gamma$ doğrultuları boyunca bir kesme ile dönüşümün gerçekleşebileceği öngörülür (Şekil 2.2.). Bu modeller her ne kadar tüm dönüşüm şekilleri için genelleştirilememelerine rağmen yinede dönüşüm kristalografisini açıklamada kısmen başarı elde etmişlerdir (3,32).



Şekil 2.2. Kurdjumov-Sachs ve Nishiyama kesme mekanizmaları (3)

Bununla birlikte deneysel gerçekler kesme mekaniğinin elde edilmesini sağlar. İlk olarak kesme austenite yapının $(111)_\gamma$ düzleminde oluşursa, $(111)_\gamma$ düzlemi martensite plakanın habit düzlemi olmalıdır. Fakat gerçek habit düzlemleri $(111)_\gamma$ düzleminden oldukça farklıdır, bu nedenle habit düzlemleri alaşımın kompozisyonuna ve dönüşüm sıcaklığına bağlıdır. Ayrıca kesme, bu mekanizmalarda önerildiği gibi paralel atomik düzlemlerin her biriyle aynı yönde meydana gelmek zorunda değildir (3).

Üçüncü dönme bağıntısı ise K-S ve N türü dönme bağıntıları arasında yer alan Greninger-Troiano (G-T) dönme bağıntısıdır. G-T dönme bağıntısı Fe-Ni-C alaşımlarında

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

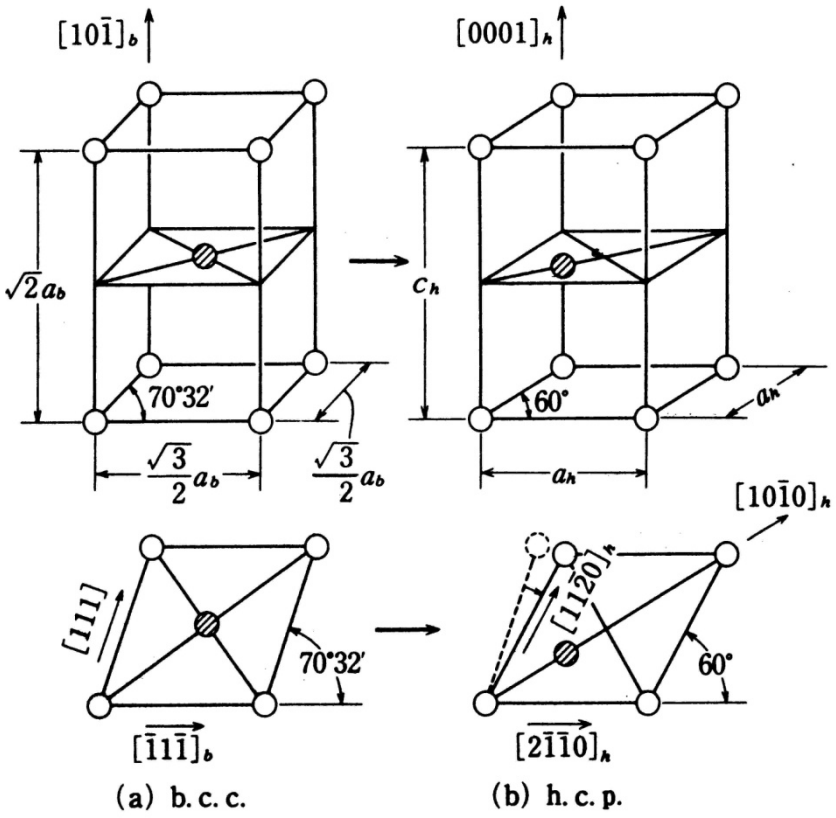
yönelim ilişkisi ile verilir ve $(3\ 10\ 15)_\gamma$ habit düzlemine sahiptir.

Kurdjumov-Sachs, Nishiyama ve Greninger-Troiano dönme bağıntıları f.c.c. austenite faz ile b.c.c. veya b.c.t. martensite ürün fazlar arasındaki kristalografik dönme bağıntılarıdır. Martensitik dönüşümlerde f.c.c. austenite fazdan h.c.p. martensite faza dönüşüm sonucunda ortaya çıkan dönme bağıntısı Shoji ve Nishiyama tarafından

$$(111)_\gamma \; // \, (0001)_\varepsilon \text{ ve } [11\bar{2}]_\gamma // \; [1\bar{1}00]_\varepsilon \text{ veya } \; [1\bar{1}0]_\gamma // \; [11\bar{2}0]_\varepsilon$$

şeklinde belirlenmiştir (3). Burada f.c.c. austenite faz ile h.c.p. martensite faz arasındaki dönme bağıntısında sıkı paketlenmiş düzlem ve doğrultular birbirine paraleldir.

Martensitik dönüşümlerin bir diğer kristalografik türü de, b.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya dönüşüm sonucunda gerçekleşir. Bu tür dönüşüme Li, Ti, Zr ve Hf metal alaşımları örnek verilebilir. B.c.c. austenite fazdan h.c.p. martensite faza dönüşümü açıklamak için dönme bağıntısı Burgers tarafından 1934'de verilmiştir.



Şekil 2.3. Burgers tarafından önerilen b.c.c.→h.c.p. dönüşüm modeli (3)

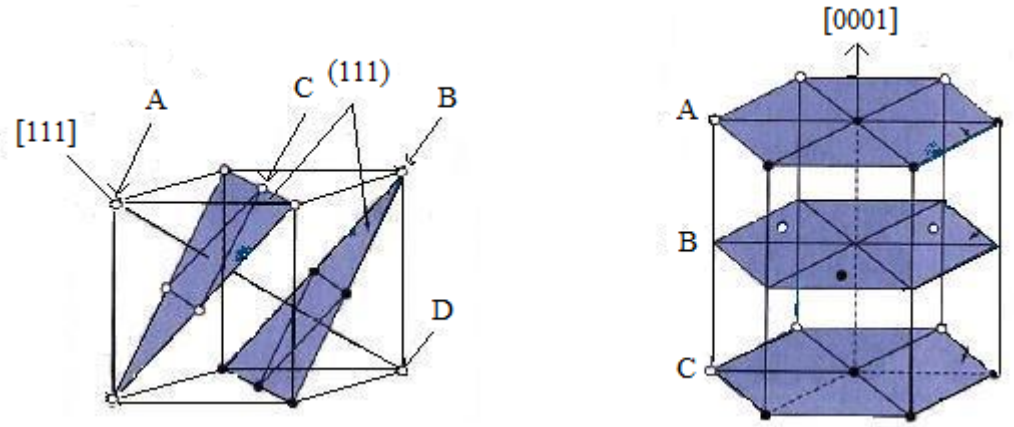
Burgers tarafından önerilen kristalografik model de b.c.c. austenite fazdan h.c.p. martensit faza dönüşüm iki adımda gerçekleşir. İlk adımda b.c.c. yapının [$\bar{1}$11] doğrultusu boyunca bir kesme ve ikinci adımda ise b.c.c. yapının her ikinci (110) düzleminde atomik kayma ile h.c.p. yapıya dönüşümü sağlanır. B.c.c. austenite fazdan h.c.p. martensite faza dönüşüm için verilen kristalografik dönme bağıntısı

$$(110)_{\alpha'} \parallel (0001)_{\varepsilon} \quad \text{ve} \quad [\bar{1}11]_{\alpha'} \parallel [11\bar{2}0]_{\varepsilon}$$

şeklindedir.

Martensitik dönüşümlerde gerçekleşen bir başka kristalografik tür de yüzey merkezli kübik (f.c.c.) yapıdan sıkı paketlenmiş hekzagonal (h.c.p.) yapıya dönüşmesidir. F.c.c.→h.c.p. faz dönüşümü sonucunda oluşan martensite, ε martensite olarak tanımlanır. Yüz merkezli kübik yapı ile sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı arasında

bir benzerlik bulunur. Bu benzerlik ilk bakışta kolayca görülmese de; her iki kristal yapıda sıkı paketlenmiş düzlemlerden meydana gelir ve bu iki yapının sıkı paketlenmiş düzlem ve doğrultuları birbirine paralel olarak yerleşir (33). Şekil 2.4.' de ki f.c.c. yapının sıkı paket düzlemleri olan {111} düzlemlerindeki atomları sırası ile A,B,C,D,… olarak tanımlarsak D tabakasındaki atomların A tabakasındaki atomlara düzenlenim olarak özdeş olduğu görülür. Böylece f.c.c. yapıdaki bir kristalin {111} düzlemlerinin tabaka sıralanışı ABCABC… şeklinde olur. F.c.c. hücresinin <111> doğrultusu, h.c.p. hücresinin <0001> doğrultusuna paralel olacak şekilde, f.c.c. ve h.c.p. yapılarının gösterimi Şekil 2.4.'de verilmiştir.

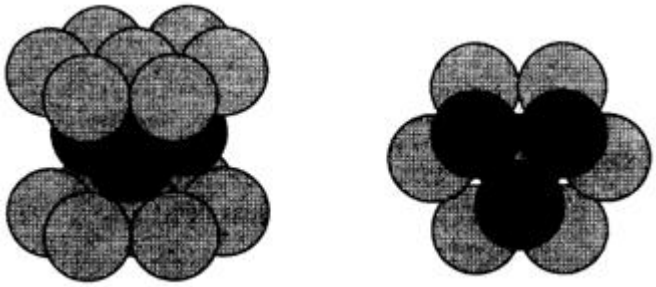


a) **b)**

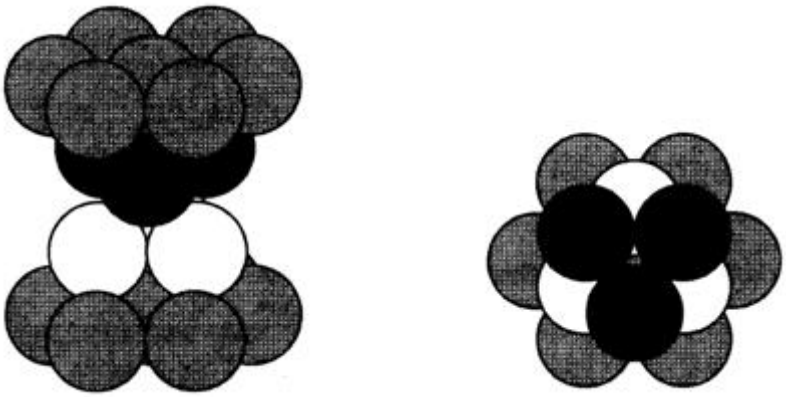
Şekil 2.4. a) f.c.c. yapının <111>$_\gamma$ doğrultularının, **b)** h.c.p. yapının <0001>$_\varepsilon$ doğrultularına paralel olacak şekilde gösterimi

Hekzagonal sıkı paketlenmiş bir kristalde ikinci tabaka üzerinde atomlar, birinci tabakadaki boşlukların üzerinde ve üçüncü tabakadaki atomlar ise birinci tabakadaki atomların üzerine yerleşirler. Böylece hekzagonal bir yapıda ardışık tabakaların yığılım sırası ACACAC… şeklinde gösterilir. Yüz merkezli kübik yapıda ise, ilk iki tabaka sıkı paketlenmiş hekzagonal yapıdaki gibi yerleşmiştir. Sadece f.c.c. yapının üçüncü tabaka atomları, ikinci tabakanın boşlukları üzerindedir. Böylece f.c.c. yapıda

sıkı paketlenmiş düzlemlerin yığılım sırası ABCABC… şeklindedir. Kısaca yüzey merkezli kübik yapı ile hekzagonal yapıların her ikisi de sıkı paketlenmiş yapı olup, iki yapı arasındaki tek fark tabakaların yığılma sırasıdır. Şekil 2.5.' de ve Şekil 2.6.' da atomların yığılım sırası şematik olarak kürelerle gösterilmiştir.



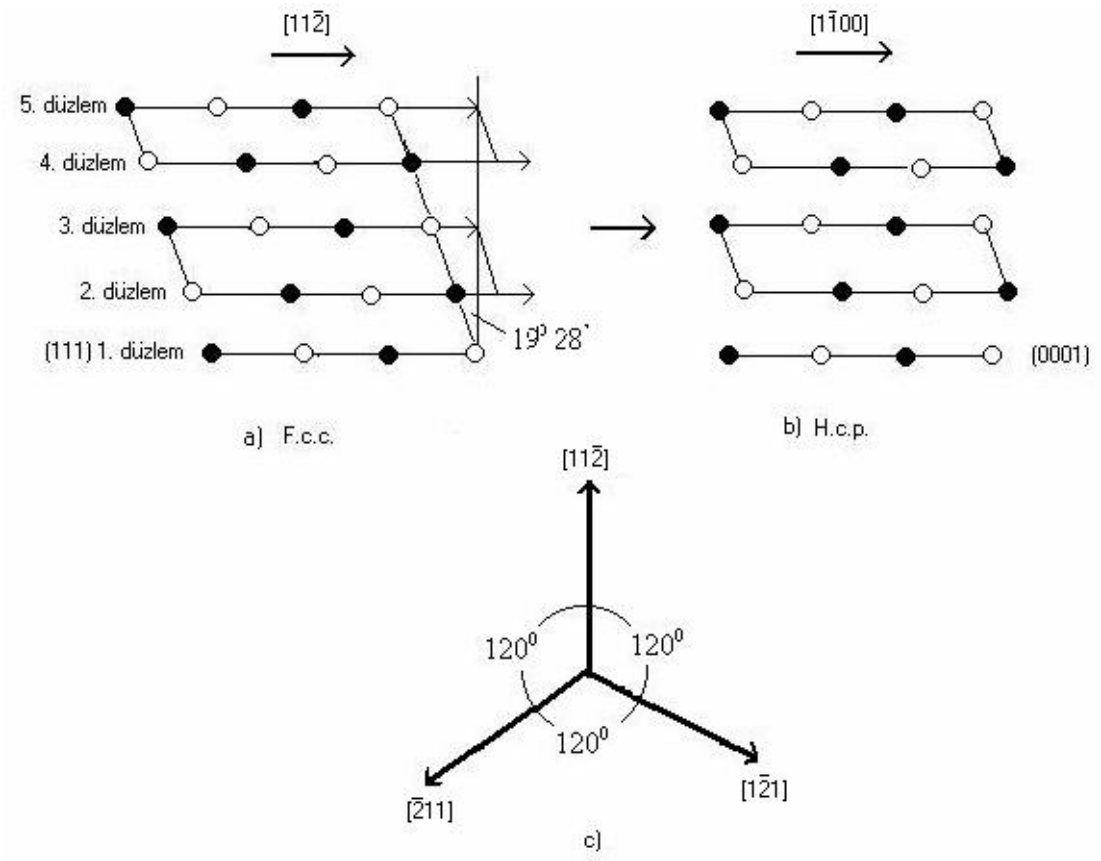
Şekil 2.5. H.c.p. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi



Şekil 2.6. Sıkı paketlenmiş f.c.c. kristal yapının kürelerle şematik gösterimi

İlk olarak ε türü martensite, kobalt metalinin yüksek sıcaklıklarda f.c.c. yapıdan yavaş soğutma yapılarak h.c.p. yapıya dönüşümü sırasında gözlenmiştir (3). ε türü martensite ile f.c.c. kristal yapısındaki austenite arasındaki yönelim ilişkisi $(111)_\gamma$ // $(0001)_\varepsilon$, $[11\bar{2}]_\gamma$ // $[1\bar{1}00]_\varepsilon$ veya $[1\bar{1}0]_\gamma$ // $[11\bar{2}0]_\varepsilon$ olarak verilir ve bu yönelim ilişkisi Shoji-Nishiyama (S-N) ilişkisi olarak verilir. Şekil 2.7.' de iki fazın atomik yer değiştirmeleri $[1\bar{1}0]$ ve $[11\bar{2}0]$ doğrultularında gösterilmiştir. Bu şekilde kapalı ve

açık dairelerin atomik düzlemdeki yerleşimleri gösterilmiştir. Şekil 2.7.' den de görüleceği gibi birbirini izleyen f.c.c. yapıdan h.c.p. martensite yapıya dönüşüm sırasında $(111)_\gamma$ düzlemi ile bitişik olan iki düzlem $[11\bar{2}]_\gamma$ doğrultusunda $a/\sqrt{6}$ (a örgü parametresi) kadar yer değiştirmiştir. F.c.c. örgüsündeki bu kesme miktarı 19,5° dir (34-36).



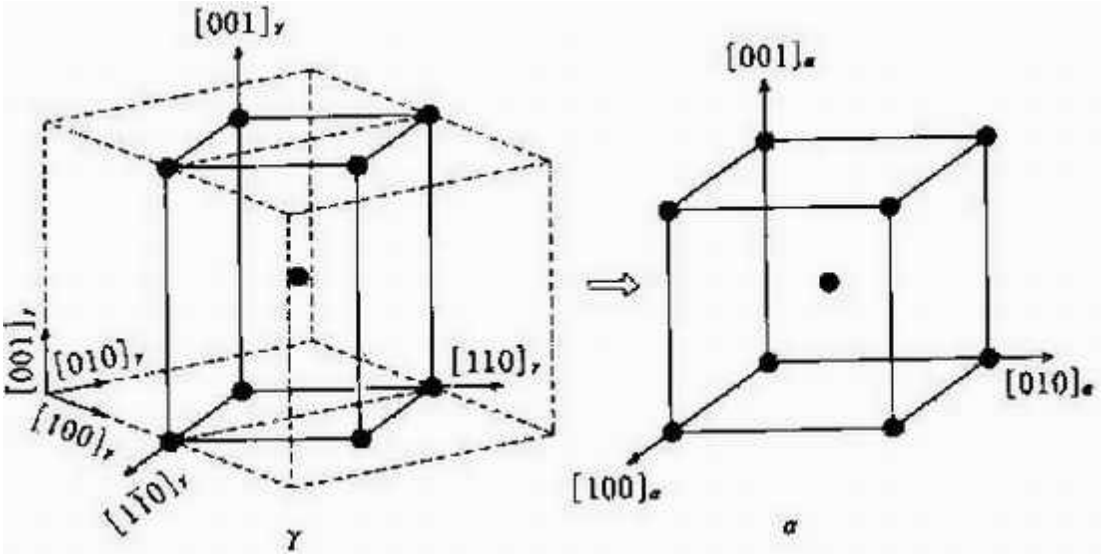
Şekil 2.7. a-b) f.c.c.→h.c.p. dönüşüm mekanizması, **c)** f.c.c.→h.c.p. dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu (3,34)

2.5. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Teorileri

Martensitik faz dönüşümünde kristalografik teorilerin ortaya çıkışı, kristalografik özelliklerinden biri olan şekil değişiminin üzerine kurulmuştur. İlk kristalografik

teori 1924 yılında C. Edgar Bain tarafından bir model ile ortaya konulmuştur. Bain modeline göre homojen bir deformasyon sonucunda f.c.c. yapı b.c.c. yapıya veya b.c.t. yapıya dönüşür. Bu modelde dönüşümü gerçekleştiren homojen deformasyon, Bain zorlanması veya Bain bozulması olarak da adlandırılır (31).

Bain f.c.c. yapıya homojen bir deformasyon uygulandığında, f.c.c. yapının örgü eksenlerinden birinin doğrultusunun yaklaşık %17 lik büzülmesiyle ve ona dik doğrultulardaki diğer eksenlerin %12 lik uzamasıyla b.c.c. veya b.c.t. yapıya dönüşebileceğini gösterdi (3,22).



Şekil 2.8. Bain dönüşümü

Şekilde görüldüğü gibi yüz merkezli kübik yapılardan oluşan bir kristalde, cisim merkezli tetragonal yapının seçilmesiyle, bu yapının maruz kaldığı homojen deformasyon sonucunda cisim merkezli kübik ya da cisim merkezli tetragonal yapıların oluştuğu görülür (31). Ayrıca Bain, f.c.c. yapıdaki atomlar komşuluklarını koruyarak b.c.c. veya b.c.t. yapıdaki düzene geçebileceğini ileri sürmüştür. Martensitik dönüşümler difüzyonsuz faz dönüşümlerine örnek olduklarından dolayı dönüşüm boyunca atomlar bir uçtan diğer bir uca birlikte hareket ederler. Bu nedenle f.c.c. yapı ve b.c.c. (veya b.c.t.) yapı arasında kohorent, bozulmamış ve dönmemiş bir arayüzeyin olması gerekir. Böyle bir arayüzün gerçekleştiği hareket, ancak

martensitik ürünün çabukça şekillenmesine yardımcı olacak bozulmalarla oluşur. Bu bozulma sadece homojen bir deformasyon (Bain bozulması) içeriyorsa, ana ve ürün kristal yapı arasında yapışık bir arayüzey elde etmek imkansızdır. İki kristal yapı arasında sınır özelliği taşıyacak değişime uğramamış bir arayüzey (Habit düzlemi) kalmadığından ve kristalografik dönmeyi açıklayamadığından Bain'in ileri sürdüğü model tam bir başarı sağlayamamıştır.

Bain modelinin martensitik dönüşümü tam olarak açıklayamaması üzerine, homojen (Bain) ve inhomojen (shear veya twin) hareketlerin doğurduğu sonuçlar değerlendirilerek yeni kristalografik teoriler ortaya konmuştur. 1953 yılında Wechsler, Lieberman, Read (WLR) ve 1954 yılında ise Bowles, Mackenzie (BM) tek bozunmalı veya klasik teoriler olarak tanımlanan kristalografik martensite teorilerini birbirinden bağımsız olarak geliştirmişlerdir. WLR ve BM teorilerinde kullanılan matematiksel yaklaşımlar birbirlerinden farklıdır, fakat iki teori birbiriyle özdeştir (31,37-39).

Deneysel gözlemler dönüşüm sonrası kristal yapıda bozulmamış bir arayüzeyin varlığını kanıtlar. Bain bozulması ile böyle bir arayüzey (Habit düzlemi) açıklanamadığından WLR ve BM teorileri, Bain bozulması ile bir başka zorlanmanın birleşimi sonucu bozulmamış bir arayüzeyin oluşabileceğini kabul etmiş, ikinci bir zorlanma olarak da inhomojen veya tamamlayıcı kesme önermiştir (31,37,40). Kısaca bu iki teori, faz dönüşümü sonucunda makroskopik olarak görülebilir şekil değişimini veren homojen bir örgü zorlanmasının olduğunu, sonra da kristal örgüyü bozmadan oluşan mikroskopik ölçekte homojen fakat makroskopik ölçekte inhomojen bir kesme zorlanmasının olduğunu kabul eder. Teorilerin her ikisinde de kristal örgüyü bozmayan şekil değişiminin kayma veya ikizlenme olabileceği kabul edilmiştir.

WLR ve BM teorilerine göre homojen ve inhomojen zorlanmalar sonucunda kristal örgüsünü değiştirmeyen bir şekil bozulması ve iki kristal yapı arasında bir dönme vardır.

WLR teorisi

$$\mathbf{F=RBS} \tag{2.4}$$

denklemi ile verilir.

Burada **F** toplam şekil deformasyonu (shape strain), **B** Bain zorlanması, **S** basit kesme zorlanması (inhomojen kesme) ve **R** katı cisim dönmesidir. (2.4) denkleminde verilen **F**, **R** ve **B** 3x3 tipinde matrislerdir.

BM teorisi mekanizma olarak WLR teorisine tamamen özdeştir fakat hesaplama avantajlarına sahip olarak yapılanır. BM teorisi

$$\mathbf{FC= RB} \quad \text{ya da} \quad \mathbf{F= RBC^{-1}} \tag{2.5}$$

denklemi ile verilir.

Burada **C** tamamlayıcı kesmedir. **F**, **R** ve **B** ise WLR teorisinde tanımlandığı gibidir. (2.5) denklemi ve (2.4) denklemi birbiri ile kıyaslandığında, tamamlayıcı kesme WLR teorisindeki inhomojen kesmenin tersidir. **C** ve **S** aynı düzlem üzerindeki kesmelerdir fakat yönelimleri zıttır.

WLR ve BM teorilerinin her ikisi de bir çok sayıda dönüşüme başarılı bir şekilde uygulanmıştır (40,41). Özellikle Fe bazlı alaşımlar üzerinde elektron mikroskobu ile yapılan deneysel çalışmalar, ikizlenme ve kayma türü şekil bozulmalarının sayısının bazı martensite kristallerinde WLR ve BM teorilerinin aksine birden fazla olabileceğini gösterdi (17). Ross ve Crocker ile Acton ve Bevis birbirlerinden bağımsız olarak ikili bozulma teorileri olarak tanımlanan yeni teoriler geliştirdiler. Bu teorilerde toplam şekil değişimini oluşturan bileşenler, WLR ve BM teorilerindekilerle aynı olduğu ve kristal örgüyü değiştirmeyen şekil bozulmasının ise iki tane olabileceği düşünülmüştür. Böylece WLR ve BM teorilerinde **S** ile verilen kesme yerine $\mathbf{S_1}$ ve $\mathbf{S_2}$ gibi iki kesme kabul edilerek toplam şekil bozulması

$$\mathbf{F=RB\ S_2\ S_1} \qquad (2.6)$$

şeklinde verilmiştir. Burada **B** Bain zorlanmasını, **R** katı cisim dönmesini gösterir (29,42).

Daha sonraları Bowles ve Dunne, S bozulması ile birlikte plastik bozulmayı da içeren farklı bir çalışma yapmışlardır. Bu çalışmaya göre toplam şekil bozulması

$$\mathbf{F= RBC^{-1}P} \qquad (2.7)$$

olarak verilmiştir. Burada **C** tamamlayıcı kesme, **P** ise plastik bozulmadır. Ortaya konan bu modellerden sonra yapılan çalışmalarla ne tek kesme teorilerinin ne de çift kesme teorilerinin bazı dönüşümlerde gözlenen şekil bozulmasını açıklayamayacağı, olayı açıklamak için toplam şekil bozulmasının

$$\mathbf{F=RB\ S_n\ldots S_2\ S_1} \qquad (2.8)$$

şeklinde ilave kesmelerle verilmesi gerektiği ortaya konmuştur. Böylece oldukça karmaşık yapılı çoklu kesme teorileri doğmuştur (40-42).

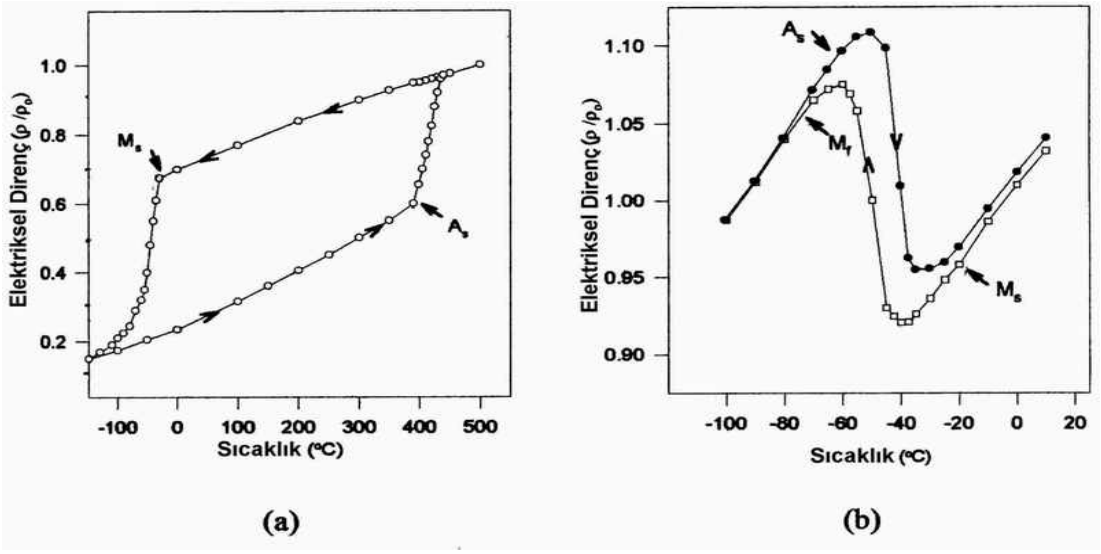
Austenite-martensite faz dönüşümünün kristalografisini açıklamaya çalışan klasik ve yeni teoriler bazı yerlerde yetersiz kalsalar da, ortaya koydukları temel unsurlar hem deneysel olarak hem de ölçümlerle kanıtlanmıştır.

2.6. Martensitik Faz Dönüşümlerinin Tersinir Olma Özelliği

Martensitik dönüşümler belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliğine sahiptirler. Bu nedenle martensitik dönüşümler, termoelastik ve termoelastik olmayan dönüşümler olmak üzere ikiye ayrılırlar.

Sıcaklık değişimi ile oluşan ve tersinir özellik gösteren martensite yapılar termoelastik martensite olarak tanımlanırlar. Termoelastik dönüşüm esnasında meydana gelen faz dönüşümü, kristalin soğutulması ile M_s sıcaklığında başlar. Bu sıcaklıkta kristalin içinde, kimyasal serbest enerjinin en düşük olduğu noktalarda plakalar oluşmaya başlar. Sıcaklık düşüşü ile mevcut plakalar büyüdüğü gibi dönüşüm tamamlanıncaya kadar bunlara yenileri de eklenir. Böylece dönüşüm sıcaklık değişimi ile ana yapı ürün yapıya dönüşünceye kadar devam eder. Bu sıcaklığına ulaşılıncaya kadar elektriksel dirençte ani bir değişim gözlenir. Dönüşümün tamamlandığı sıcaklık M_f martensite bitiş sıcaklığıdır. Dönüşüm tamamlandıktan sonra martensite yapıda iken sıcaklık tersine çevrildiğinde $T>A_s$ sıcaklığına kadar ısıtılırsa tersinir dönüşüm meydana gelir. Bu defa ise martensite yapı içerisinde austenite yapı oluşmaya başlar. Tersinir dönüşüm A_f austenite bitiş sıcaklığında tamamlanır ve dönüşüm sonucu kristalin şekli ve kompozisyonu değişmeden kalır. Bu işlem esnasında A_s sıcaklığında elektriksel dirençte yeniden ani bir değişim gözlenir. Bu şekilde elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi bir histerisis eğrisi verir ve bu histerisis eğrisi alaşımın cinsine ve kompozisyonuna bağlı olarak değişir (3,43).

Termoelastik dönüşümlerde, dönüşümün başlaması ile martensite plakaların büyümesi ve tekrar geriye küçülmesi, termal ve elastik etkiler arasındaki bir denge altında meydana geldiği için tersinirlik meydana gelir. Şekil 2.9.b.' de Cu-%38.8Zn alaşımı için martensite ve tersinir dönüşümle ilgili olarak elektriksel direncin değişimi verilmektedir (3).



Şekil 2.9. a) Fe-Ni alaşımında, **b)** Cu-Zn alaşımında martensitik dönüşüm süresince elektriksel direncin sıcaklıkla değişimi (3).

Soğutma ve ısıtma işlemleri süresince dönüşüm sıcaklık aralığında görüldüğü gibi M_s sıcaklığı A_s sıcaklığından daha yüksektir. Bu durum termoelastik martensitik dönüşümün karakteristik özelliğidir. Termoelastik dönüşümler Au-Cd, Cu-Al-Ni ve Cu-Zn alaşımları ile demir bazlı olmayan Mn-Cu ve In-Tl alaşımlarında meydana geldiği gözlenmiştir. Bu tip dönüşümlerde direnç-sıcaklık histerisisi eğrisinde A_s-M_s sıcaklık farkının oldukça küçük olduğu gözlenmiştir. Küçük histerisis gösteren Au-Cd ve Cu-Zn alaşımları termoelastik martensit dönüşüm gösterirler (3).

Termoelastik olmayan martensitik dönüşümler, soğutma esnasında ses hızında ani bir patlama ile atermal olarak ana yapı içinde yayılarak meydana gelirler. Şekil 2.9.a.' da görüldüğü gibi Fe-Ni alaşımı için verilen termoelastik olmayan dönüşümün sıcaklık histerisisi oldukça geniştir. Böyle bir dönüşümün ise M_s sıcaklığının A_s sıcaklığından daha düşük olduğu görülmektedir.

Bazı alaşımlarda, dış zorların uygulanması ile oluşturulan zor-etkili martensiteler de tersinir özellik gösterirler. Bu tür martensiteler elastik martensite şeklinde sınıflandırılırlar (24,44). Bu şekilde oluşturulan elastik martensiteler şekil hatırlama olayında büyük rol oynarlar. Örneğin Cu-Al-Ni alaşımı sabit sıcaklıkta uygulanan zor ile martensitik faz dönüşümü meydana getirdiğinde, alaşım austenite başlama

sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklığa kadar ısıtılırsa, martensite kristalleri ters doğrultuda zorlanmanın etkisi ile austenite yapıya dönüşebilir. Böylece, plastik olarak deforme edilen bazı özel numunelerin ısıl işlem ile austenite yapıya dönmesi şeklinde tersinir dönüşüm gerçekleşebilir. Bu özellik şekil hatırlama olayının fiziksel şartlarını belirler (3). Şekil hatırlama özelliğine sahip alaşımlara Au-Cd, Cu-Al-Ni, Fe-Mn-Si, Fe-Pt alaşımlarını örnektir.

2.7. Martensitik Faz Dönüşümlerinde Örgü Kusurlarının Etkisi

Katılar, atom veya atom gruplarının oluşturduğu temel birimlerin tekrarı ile oluşurlar. Katı içerisinde bu temel birimler rast gele dağılmış değildirler. Atom veya atom gruplarından meydana gelen temel birimlerin üç boyutta periyodik tekrarı ile oluşan yapılara kristal denir. Bazı katılarda atomlar rast gele düzenlenmiş olabilirler. Bu katılar kristal yapıda değildirler. Belirli bir simetri özelliğine sahip olmayan katılara ise Amorf katılar denir (45).

Doğada ideal kristal yapıya rastlamak hemen hemen mümkün değildir. Kristalin periyodik yapısını bozan birçok neden olduğundan, bu nedenler kristal yapı kusurlarını oluşturur. Katılaşma süresince olabileceği gibi sıcaklık, dış zor ve basınç gibi sonradan etkilerle ortaya çıkan kusurlar; noktasal kusurlar, çizgisel kusurlar, iki boyutlu yüzeysel kusurlar ve üç boyutlu hacimsel kusurlar olmak üzere dört gruba ayrılır. Kristal kusurlarının yapısını anlamak için kristal yüzeyinin incelenmesi gerekir. Bu kusurlar, katının mekanik ve fiziksel davranışları üzerinde önemli etkilere sahiptir (46,47).

Martensitik dönüşümlerde ana fazın mikroyapısal özellikleri önemlidir. Dönüşüm öncesi ana fazda bulunan örgü kusurlarının martensitik dönüşüm süresince atomların düzenli bir şekilde yeniden dizilimlerini etkilemesi beklenir. Genellikle ana fazda farklı türde bulunan bu kusurların etkilerini birbirinden ayırmak oldukça güçtür (48).

Noktasal kusurlar; kristal yapı içerisinde bir atomun bulunması gereken konumda bulunmaması, örgü noktasında başka cins atomun bulunması ya da örgü noktaları arasındaki bölgelerde atomların bulunmasından kaynaklanır. Noktasal kusurlar termal etki veya mekanik etki ile meydana gelirler. Maddenin termal dengeden ayrıldığı durumlarda kusurlar, madde içerisinde bir noktada toplanıp birlikte de hareket edebilirler. Örgü noktasında titreşim hareketi yapan atoma yeteri kadar enerji verilirse bu atom yerini terk eder ve meydana gelen boşluğu doldurmak için komşu atomlar açılarak boşluk civarında düzensizliğe sebep olurlar. Kristal yapıdaki atom yerini terk ettiğinde yeri boş kalırsa Schottky kusuru, yapı içerisinde bir ara yere girerse Frenkel kusuru oluşur. Bu kusurların oluşma sebebi kristaldeki ısı değişimidir (49).

Martensitik dönüşüm olayında boşluklar önemli etkiye sahiptir. Bir metal yüksek sıcaklıklarda daha yüksek yoğunlukta boşluk içerir. Bir atom boşluk bölgesinde daha hareketli olduğundan, boşluklar dönüşümün daha kolay gerçekleşmesini sağlar. Ana fazda yüksek yoğunlukta boşlukların bulunması hızlı soğutma sürecinde M_s sıcaklığını meydana getirir ve böylece dönüşüm gerçekleşir. Bu nedenle daha küçük bir sürücü kuvvet dönüşümü meydana getirebilir ve martensite çekirdeklenme ve büyüme oluşumu daha rahat olabilir. Ayrıca kullanılan metal alaşım daha yüksek sıcaklıklardan hızlı soğutmaya maruz bırakıldığında dönüşüm miktarının arttığı görülmektedir (48).

Kristal yapılardaki bir diğer kusur çizgisel yapı kusurudur. Kristal yapılarda yerlerini değiştirmiş atomların oluşturduğu çizgisel kusurlara dislokasyon denilmektedir. Dislokasyonlar kristali boydan boya katedebildikleri gibi kapalı bir ilmek de oluşturabilirler. Kristalde oluşan dislokasyonlar sonucunda, atomlar denge konumlarından ayrıldıklarından çizgi çevresinde gerilmeler doğar. Dolayısıyla bir şekil değiştirme enerjisi depo edilir. Dislokasyonların ortaya çıkardığı bölgeler bozulmamış bölgelere göre daha yüksek enerjili bölgelerdir. Metal ve alaşımlar hem katılaşma sürecinde hem de uygulanan plastik deformasyondan sonra ortaya çıkan dislokasyon içerirler. Ayrıca uygulanan plastik deformasyon miktarı arttıkça dislokasyonların sayısı da artar (50,51).

Martensite oluşumunun çekirdeklenme aşamasında dislokasyonlar büyük önem taşırlar. Martensite kristallerinin büyüme aşamasında oluşan çekirdek üç boyutta genişleyerek martensite çekirdeklerini oluşturur. Dislokasyonlar, bu oluşumu doğrultusuna göre bazen kolaylaştırıcı bazen de engelleyici yönde etki yaparlar. Bu nedenle austenite kristali içerisinde homojen dağılımlı martensite oluşumu gerçekleşmez. Dislokasyonların bulunduğu bölgeler, çekirdeklenme için daha küçük bir aktivasyon enerjisi engeli oluşturacaklarından, çekirdeklenme olasılığı bu bölgelerde en büyüktür. Bu nedenle çekirdekler daha çok dislokasyon çizgileri boyunca ortaya çıkarlar (8,52).

Martensitik faz dönüşümlerinde dislokasyonların etkisi sadece çekirdeklenme aşaması ile sınırlı değildir. Martensite kristallerinin büyüme aşamasında çekirdek üç boyutta genişleyerek ürün martensite kristali oluştururken, dislokasyonlar bu oluşuma doğrultusuna göre kolaylaştırıcı etki yapabildiği gibi engelleyici etkide yapabilirler. Zayıfta olsa dislokasyonların çekirdeğin büyümesini durdurma gibi bir olasılığı da vardır. Bu nedenle dislokasyonlar, austenite-martensite faz dönüşümünü engelleyebildiği gibi martensite-austenite faz dönüşümünü de engelleyebilir (3,48).

Martensitik faz dönüşümlerinde yüzey kusurları da önemli bir etkiye sahiptir. Bu tür kusurlar katılaşma esnasında ya da uygulanan ısıl işlem sırasında ortaya çıkar. Bu tür kusurlara tane sınırları, yığılma kusurları ve ikiz sınırları verilebilir. Metal ve alaşımlar tanelerden oluşur. Katılar sıvı halden katılaşırken aynı anda birçok kristal çekirdeği oluşmaya başlar ve sonuçta her biri tane (grain) olarak bilinen kristallerden oluşan çok kristalli yapı elde edilir. Tane, içerisinde atom dizilimlerinin özdeş olduğu bir kısımdır. Yapı içinde taneleri birbirinden ayıran sınırlar atomların düzgün olarak yerleşmediği alanlardır. Katıyı bölgelere ayıran bu sınırlar yüzey kusuru olarak bilinir. Bir kristal yapıda uygulanan ısıl işleme bağlı olarak tane boyutu, tane sayısı değiştirilebildiğinden, tane sınırlarının alanı da değiştirilebilir (50,53).

Kristal yapılarda tane sınırları bir kusur bölgesi olduğundan martensitenin oluşumu esnasında çekirdeklenme için tercihli bir yer olarak düşünülebilir. Bilindiği gibi tane sınırları ana fazın kararlı yapıda olmasına katkıda bulunur ve böylece martensitik dönüşümü engeller. Tane sınırı atomları, komşu atomların durumuna göre kısmen

serbest olduklarından dolayı martensitik dönüşüm için nispeten kararlıdırlar ve bu bölgede atomlar dönüşüm için toplu harekete eğilimli değildir. Ayrıca tane sınırı yakınındaki örgü kusurları sınıra hareket ederek yok olabilir ve böylece çekirdeklenme noktalarının sayısında azalma beklenir. Yapılan araştırmalar, austenite tane boyutunun küçülmesi ile çekirdeklenme oranının azaldığını ve kalan austenite miktarının arttığını gösterir. Kısaca bu durum austenite tane sınırlarının martensite oluşumunu engellediğini gösterir (3,48).

Martensitik dönüşüm sonrasında yapıda oluşan martensite plakaların boyutu tane boyutuna bağlıdır. Tane sınırları martensite kristallerinin büyümesini durdurur fakat tane içindeki martensite plakalarının yoğunluğu austenite tane boyutundan bağımsızdır. Ayrıca tane boyutunun martensitik dönüşüm sıcaklığını da etkilediği bilinir. Alaşımlarda tane boyutlarının artması ile birlikte martensite başlama sıcaklığının da arttığı gözlenir (3,48,52).

Bir diğer yüzey kusuru olan yığılma kusurları ise kristal yapı içerisindeki atomik düzlemlerin yığılım sıralanışlarında meydana gelen bir düzensizlik sonucunda oluşur. Kristallerdeki yığılma kusurları düzlemsel yapıda ortaya çıkan kusurlardır. Bu kusurların varlığı ilk başlarda teorik modellerde ortaya konulmuş daha sonra da X-ışınları teknikleri ve elektron mikroskop gözlemleri ile kanıtlanmıştır (39). Martensitik dönüşüm sırasında meydana gelen plastik bozulma sonucunda çizgisel yapı kusuru olan dislokasyonların varlığının ve hareketlerinin büyük önemi vardır. Tam dislokasyonların hareketi sonucu kayma (slip) türü, kısmi dislokasyonların hareketi ile de yığılma kusurları (stacking fault) veya iç ikizlenme (internal twins) türü yapısal bozuklukları meydana gelir.

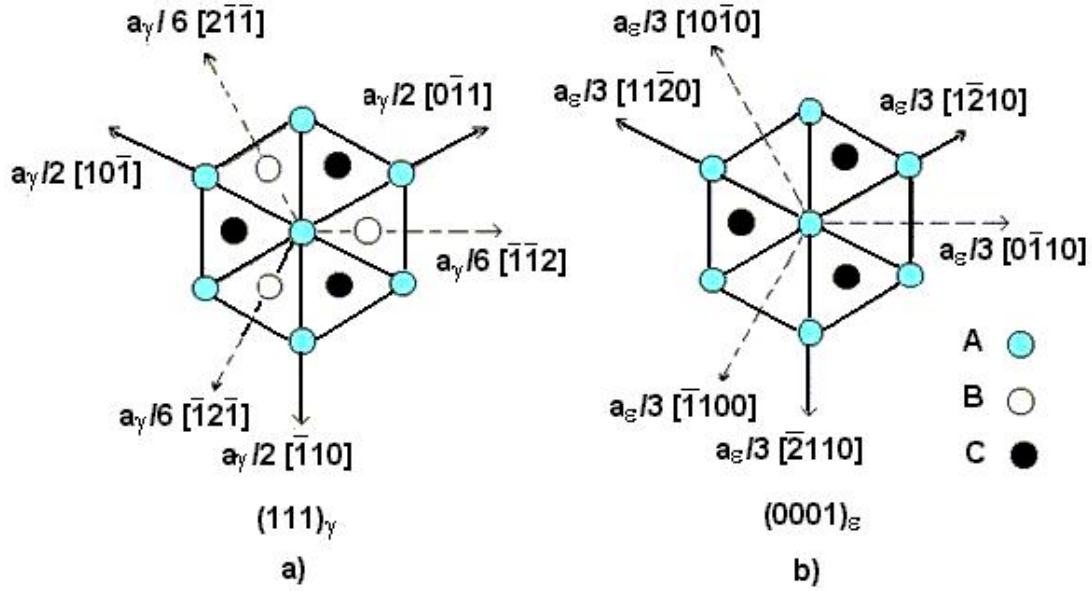
Kristal yapı içinde belli bir hacmi olan bölgenin fazı onu çevreleyen bölgeden farklı bir yapıya dönüşürse bu bölgede üç boyutlu hacimsel kusur bulunur. Üç boyutlu kusurlar kaynaklarda inclusion, inhomogeneity ve precipitate v.b isimlerle tanımlanır (49). Martensitik dönüşümlerde bu gruba dahildir. Bunlar esneklik özelliklerine göre değişik adlar almaktadır.

2.8. Yığılma Kusurları

Martensite oluşumu sırasında dislokasyonların önemi olduğu kadar yığılma kusurlarının da önemini belirtmemiz gerekir. Bir kristal yapı içerisindeki atomik düzlemlerin yığılım sıralanışlarında meydana gelen düzensizlikler yığılım kusuru oluşturur. Kristaldeki yığılım kusurları düzlemsel yapıda ortaya çıkan yüzeysel kusurlardır.

Yüz merkezli kübik yapıdan hekzagonal yapıya dönüşüm şeklinde gerçekleşen martensitik faz dönüşümlerinde bir yapıdan diğerine geçiş esnasında, sıkı paketlenmiş atomik düzlemlerin sıralanışlarında meydana gelen bir değişiklik sonucu yığılma kusurları meydana gelir. F.c.c. yapıdaki kristallerde içsel, dışsal ve ikizlenme olarak üç çeşit yığılma kusurları oluşur.

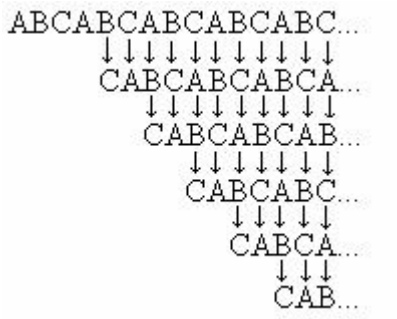
F.c.c. kristal yapılarda sıkı paketlenmiş {111} düzlemleri kayma ve ikizlenme düzlemleridir. Böyle bir kristalde {111} düzlemlerinde oluşabilecek kayma ve ikizlenme kesmesinin neden olacağı bozulma normal yığın sıralanışında bir yığılma kusuru ortaya çıkarır. Şekil 2.10.' da f.c.c. yapının $(111)_\gamma$ ve h.c.p. yapının $(0001)_\varepsilon$ projeksiyonlarında yer alan atomların konumlarını ve bu konumlardan geçen tam ve Shockley kısmi dislokasyonların Burgers vektörleri gösterilmektedir.



Şekil 2.10. a) f.c.c. yapının tam ve Shockley kısmi dislokasyonları

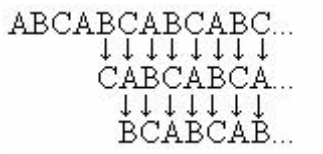
b) h.c.p yapının tam ve Shockley kısmi dislokasyonları

B düzlemi ile bu düzlem üzerindeki tüm düzlemler, f.c.c. yapının sıkı paketlenmiş {111} düzlemindeki $a_\gamma/2[0\bar{1}1]_\gamma$ tam dislokasyonun ikiye ayrılması ile ortaya çıkan $a_\gamma/6[\bar{1}\bar{1}2]_\gamma$ ve $a_\gamma/6[1\bar{2}1]_\gamma$ kısmi dislokasyonlarından, $a_\gamma/6[\bar{1}\bar{1}2]_\gamma$ parçası ile yer değiştirirse B düzlemindeki atomlar C düzlemindeki atomların konumlarına gelir ve bu düzlem doğrultusundaki tüm atomlar bu yer değiştirmeden etkilendikleri için konumlarını değiştirirler (11,34,50). Böylece A konumundaki atomlar B atomlarının konumlarına, B konumlarındaki atomlar C atomlarının konumlarına ve C konumlarındaki atomlar da A atomlarının konumlarına yer değiştirirler. Bu yer değiştirme oklarla gösterilirse



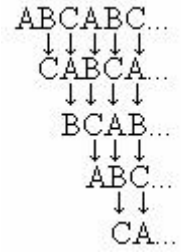
şeklinde ortaya konulabilir ve ABCACACACACA… sıralaması oluşur. Bu yığılım sıralanmasında görülen ACACACACA… sıralaması, bir h.c.p. kristalinin içsel yığılım sırasıdır. Bu sıralama ile verilen içsel yığılma kusuru h.c.p. kristal yapıyı oluşturan çekirdektir. İçsel yığılma kusurlarının üst üste gelmesi ile h.c.p. kristal yapı oluşur. Bu oluşum $a_\gamma/6[\bar{1}\bar{1}2]_\gamma$ Burgers vektörlü Shockley kısmi dislokasyonunun ikinci bir sıkı paket düzleme geçişi ile olur.

Dışsal yığılım kusuru, $a_\gamma/6[\bar{1}\bar{1}2]_\gamma$ Shockley kısmi dislokasyonunun Burgers vektörü art arda iki düzleme uygulanırsa, önce A düzlemi üzerindeki B düzlemi ve bunun üzerindeki tüm düzlemler bu vektörle yerdeğiştirirler. Böylece sonuçta ABCACABCABC… sıralaması elde edilir. Daha sonra bu sıralanışta üçüncü A düzlemi ve bu düzlem üzerindeki tüm düzlemler Shockley kısmi dislokasyonu kadar yer değiştirirse, bu yer değiştirme



şeklinde bir değişim ortaya çıkar ve ABCACBACBAC… sıralaması elde edilir. Böyle bir oluşum dışsal bir yığılım kusuru olup, bitişik düzlemlerin iki içsel kusuruna denktir. Aynı zamanda dışsal kusur sıkı paketlenmiş düzlemler arasına dışarıdan bir düzlemin sokulması ile de oluşabilir.

F.c.c. yapıya sahip kristallerde oluşan bir diğer yığılım kusuru da ikizlenme kusurudur. Bu kusur art arda gelen tüm düzlemlerin Shockley kısmi dislokasyonunun Burgers vektörü ile yer değiştirmesi sonucu ortaya çıkar. Böylece dışsal kusur bir ikizlenme çekirdeği olarak düşünülebilir. İkizlenme kusurunda yer değiştirme



olarak verilir ve ABCABCACBACB… şeklinde ortaya çıkar (54). Meydana gelen ikizlenmelerin yönelimleri $\{111\}_\gamma$ düzleminde 180° lik dönmeye karşılık geldiği ve A düzlemine göre ayna simetrisi özelliği taşıdığı belirtilir (50).

Yüz merkezli kübik yapıda olduğu gibi hekzagonal yapıda sıkı paketlenmiş atomik düzlemlerin sıralanışlarında meydana gelebilecek bir değişiklik yığılım kusurunu meydana getirir. Hekzagonal kristal yapıda sıkı paketlenmiş düzlemlerin yığılma sırası ACACAC… şeklindedir. H.c.p. kristal yapıda içsel ve dışsal olmak üzere iki çeşit yığılma kusuru meydana gelir. H.c.p. yapıdaki $a_\varepsilon/3\ [11\bar{2}0]_\varepsilon$ tam dislokasyonun ikiye ayrılması ile $a_\varepsilon/3[01\bar{1}0]_\varepsilon$ ve $a_\varepsilon/3[10\bar{1}0]_\varepsilon$ Shockley kısmi dislokasyonları oluşur. İçsel yığılma kusuru ACACAC… sıralamasındaki kristalin A düzlemi üzerindeki C düzlemi ve bunun üzerindeki tüm düzlemlerin $a_\varepsilon/3[01\bar{1}0]_\varepsilon$ vektörüyle yer değiştirmesi sonucu oluşur. Böyle bir yer değiştirme ile A konumundaki atomlar C konumuna geçerler. Böylece A konumuna C, C konumuna B ve B konumuna A şeklinde konumlar arası geçişler olur. Bu geçişler



şeklinde olur. ACABCBCB… sıralaması elde edilir.

H.c.p. kristal yapıda bir başka yığılım kusuru da dışsal yığılım kusurudur. Dışsal yığılım kusuru düzlemlerin ACABCAC… şeklinde sıralanma ile oluşur. Hekzagonal yapıda böyle bir oluşum A ile C düzlemleri arasına B düzleminin girmesi ile meydana gelir (43,50).

2.9. Şekil Hatırlama Olayı

Şekil hatırlamalı alaşımlar malzeme biliminde, uygun bir ısıl işlem sonucunda gerçek şekline ve boyutuna geri dönebilme yeteneğine sahip metalik malzemeler olarak

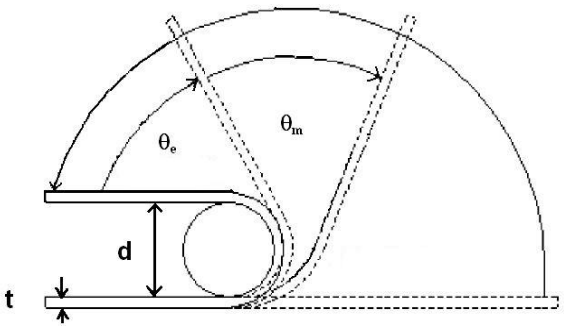
bilinirler. Bu alaşımlar ısıl işlemlere duyarlı malzemelerdir. Dönüşüm sıcaklığının üzerinde ve altında iki farklı kristal yapıya sahip olmaları en belirgin özellikleridir.

Şekil hatırlamalı alaşımları ilk olarak Chang ve Read tarafından 1932 yılında Au-Cd alaşımında gözlenip, daha sonra ise 1938 de Cu-Zn alaşımlarında gözlenmiştir. Yaygın olarak kullanılan Ti-Ni alaşımı ise 1963 yılında bulunmuştur. Daha sonraları araştırmalar daha çok TiNi-bazlı, Cu- bazlı ve Fe-bazlı şekil hatırlama alaşımları üzerine yönelmiştir. Fe-bazlı şekil hatırlamalı alaşımlar diğerlerine göre daha ucuz olmaları sebebi ile son yıllarda diğer şekil hatırlamalı alaşımlara göre daha fazla ilgi çekmektedirler. Fakat Fe-bazlı şekil hatırlamalı alaşımların sanayide kullanım alanlarında önemli bir gelişme görülmemektedir. Bunun sebebi ise Fe-bazlı alaşımların TiNi ya da bakır bazlı şekil hatırlamalı alaşımlara göre daha az şekil hatırlama özelliği göstermesidir. Fe-bazlı şekil hatırlamalı alaşımlarda iyi bir şekil hatırlama etkisi elde etmek için zor etkili bir martensitik dönüşümün gerçekleşmesi gerekmektedir (54,55).

Şekil hatırlama olayı genel olarak, austenite fazda belirli bir şekle sahip malzemenin, martensite faz sıcaklığına kadar soğutulup martensite yapıda plastik deformasyonla şekli değiştirildikten sonra tekrar austenite faz sıcaklığına kadar ısıtılması durumunda ilk şeklini geri kazanması olarak tanımlanır. Şekil hatırlamalı alaşımlarda dönüşümün kristalografik açıdan tersinirliği, termoelastik dönüşümün veya martensitik dönüşümün belirgin bir özelliğidir. Bu nedenle şekil hatırlama özelliği termoelastik martensite dönüşümü gösteren alaşımlarda ortaya çıkar. Ayrıca alaşımlarda şekil hatırlama özelliğinin görülebilmesi için deformasyonun, dislokasyon kayması ile değil ikizlenme benzeri bir kesme mekanizması ile gerçekleşmesi gerekir (48,56,57).

Şekil hatırlama olayının mekanizması şu şekilde açıklanır. Şekil hatırlama olayı gösteren bir alaşım belirli bir kristal yapıya sahip olmalıdır. Bu yapı martensite kristal yapısına sahipken sıcaklık ve zor etkisine bağlı olarak şekli değişebilir. Şekil hatırlama özelliğine sahip bir alaşımdan yapılmış numune, martensite dönüşüm sağlandıktan sonra silindir şeklindeki bir kalıp etrafında bükülürse ve daha sonra numune ısıtılırsa austenite kristal yapısındaki şekline geri döner. Şekil hatırlama

olayını açıklarken uygulanan bükme deformasyonun mekanizması Şekil 2.11.' de olduğu gibi gösterilir.



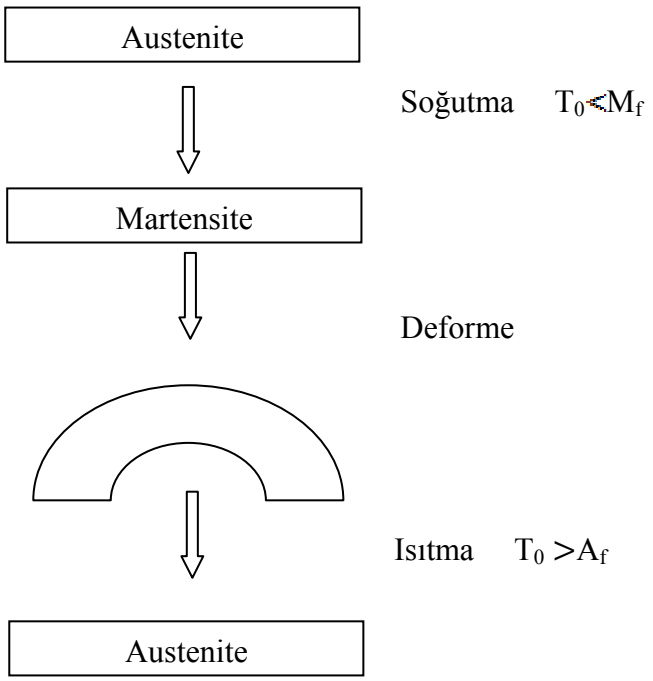
Şekil 2.11. Şekil hatırlama olayında Bükme deformasyonu (58,59)

Numune orijinal halinde iken büküldüğünde, numuneye elastik olarak verilen şekil verme açısı burada θ_e açısı ile gösterilir. Uygulanan ısıl işlem sonucunda numunenin şekil geri alma açısı ise θ_m olarak gösterildiğinde, numunenin şekil hatırlama oranı η ile verilir. Şekil hatırlamanın değeri ise

$$\eta = \frac{\theta_m}{(180 - \theta_e)} x100 \qquad (2.8)$$

formülü ile hesaplanır (59,60-62).

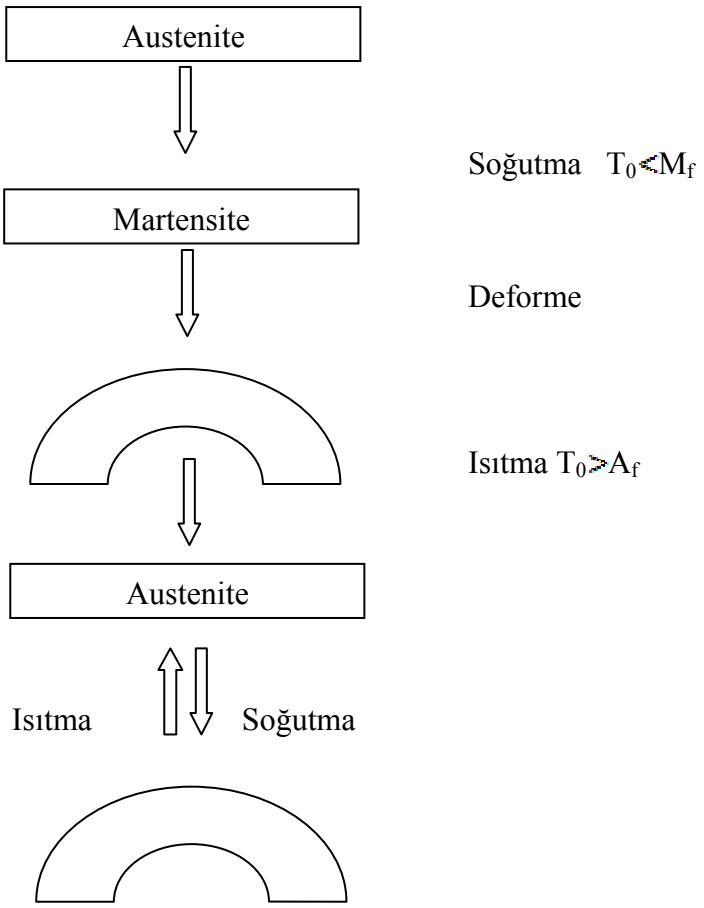
Alaşımın sadece ısıl işlem ile şeklini hatırlayabilmesi tek yönlü şekil hatırlama olarak tanımlanır. Tek yönlü şekil hatırlama olayına tersinmez şekil hatırlama olayı da denir. Şekil 2.12.' de tek yönlü şekil hatırlama özelliği gösteren bir numune gösterilmektedir. Austenite fazındaki bir numune, soğutma işlemine tabi tutularak martensite fazına dönüştürüldüğünde şekli değişmeden kalır. Martensite fazında bulunan numuneye deformasyon uygulandığında şekli bozulur. Şekli bozulan martensite fazındaki numune tekrar ısıtıldığında ise austenite fazındaki ilk orijinal halini geri aldığı görülmektedir. Tek yönlü şekil hatırlama olayı Ni-Ti, Ni-Al, Ti-Nb, Fe-Pt, Cu-Zn-Sn, Fe-Mn-C gibi birçok alaşımda gözlenmiştir (56,57).



Şekil 2.12. Tek Yönlü Şekil Hatırlama Etkisi

Şekil hatırlamalı alaşımların bazıları ise çift yönlü şekil hatırlama (tersinirlik) özelliği gösterir. Alaşımın gösterdiği bu tersinirlik özelliği onun diğer alaşımlardan farklı mekaniksel davranış sergilemesini sağlar. Şekil 2.13.' de bu özellik gösterilmektedir. Bu tip alaşımlarda hem ısıtma hem soğutma durumunda şekil değişimi meydana gelir. Çift yönlü şekil hatırlama özelliğine sahip alaşımların şekil değişiminin büyüklüğü daima tek yönlü şekil hatırlama alaşımlarından elde edilene oranla oldukça azdır.

Çift yönlü şekil hatırlama olayının mekanizmasında, martensit fazdaki bir numuneye dışarıdan bir zor uygulandığında istenilen uygun bir şekil verilebilir. Uygulanan zorun kaldırılması ile numune deforme edilmiş halini korur. Deforme edilmiş numunenin sıcaklığı yükseltildiğinde deformasyon ortadan kalkar ve deformasyon öncesi şekle ulaşılır. Numunenin sıcaklığı tekrar düşürülürse daha önceki deforme edilmiş şeklini alır. Bu özellik de çift yönlü şekil hatırlama olayının bir sonucudur (57).



Şekil 2.13. Çift Yönlü Şekil Hatırlama Etkisi

2.10. Deneysel Materyal ve Yöntem

2.10.1. Fe-Mn-V Alaşımının ve Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada incelenen Fe-Mn-V alaşımı, TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezinde bulunan Malzeme Enstitüsündeki alaşım hazırlama laboratuarında hazırlatıldı. %99.9 saflık oranında toz halinde bulunan Fe, Mn, V elementleri bir araya getirilip yüksek sıcaklıkta eritilerek 1cm çapında, 10cm uzunluğunda silindirik çubuklar şeklinde dökülmesiyle elde edildi. Alaşım kompozisyonu IXRF sistemi kullanılarak EDS (Elektron Dispersion Spectroscopy) tekniği ile Fe-%18,97Mn-%1,92V (% ağırlık) olarak tespit edildi.

Martensitik faz dönüşümü üzerine ısıl işlem ve zor etkisini incelemek için, silindirik çubuk şeklindeki alaşımdan elmas bıçaklı kesicilerle 0,5mmx5mmx50mm boyutlarında şeritler halinde 10 adet numune kesildi. Isıl işlem sırasında, yüksek sıcaklıklarda alaşımdaki oksitlenmeyi önlemek amacıyla, numuneler yüksek sıcaklıklara dayanabilen kuartz cam tüp içine konuldu. Hazırlanan numunelerin tamamı kuartz cam tüp içinde 1100 °C sıcaklıkta 12 saat süre ile homojenleştirilerek, numune tavlama sıcaklığından fırında yavaş soğumaya bırakıldı.

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında martensitik faz dönüşümü üzerinde termal etki ve çekme zorunun etkisini incelemek için austenite kristal yapıdaki numuneler üç grupta ele alındı. Yapılan işlemler Çizelge 2.1.'de verildi. Birinci grup numunelerde, martensitik faz dönüşümü üzerinde ısıl işlem etkisi incelenerek, dönüşüm için en uygun sıcaklık belirlenmeye çalışıldı. Numunelerden 5 tanesi sıra ile 600 °C, 700 °C, 850 °C, 900 °C ve 1000 °C deki sıcaklıkta 30 dakika süre ile ısıl işleme tabi tutuldu ve oda sıcaklığındaki suda hızlı soğutuldu. İkinci grup numunelerde, austenite yapı üzerinde deformasyonun etkisi incelemek için %10 ve %15'lik çekme zoru uygulandıktan sonra 850 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işleme tabi tutuldu. Martensite yapı üzerinde deformasyonun etkisini incelemek için son gruptaki numunelere öncelikle 850 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulandıktan sonra %10 ve %15'lik çekme zoru uygulandı. Bu numunelere Instron 8516 tipi sıkıştırma ve çekme test

makinesi yardımı ile oda sıcaklığında dakikada 0,35mm hızla %10 ve %15 oranlarında çekme zoru uygulandı.

Çizelge 2.1. Numuneye uygulanan ısıl işlem ve çekme zoru miktarı
(ısıl işlem süresi 30 dak)

Grup	Isıl İşlem Sıcaklığı	Çekme Deformasyonu	Isıl İşlem Sıcaklığı
Austenite 1	600 °C		
	700 °C		
	850 °C		
	900 °C		
	1000 °C		
Austenite 2		% 10	850 °C
		% 15	850 °C
Martensite 3	850 °C	% 10	
	850 °C	% 15	

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında şekil hatırlama etkisini belirlemek için yukarıda bahsedilen işlem basamağından geçen numuneler, 10mm çaplı bir silindir kalıp kullanılarak oda sıcaklığında büküldü. Bükülme işlemine tabi tutulan 1., 2. ve 3. grup numuneler daha sonra 400 °C sıcaklıkta 10 dakika süre ile ayrı ayrı bekletilerek, numunelerin ısıl işlem sonucunda şekil hatırlama oranları (2.8)' deki formül ile hesaplandı.

Termal ve çekme zoru etkisine maruz kalan numuneleri incelemek için aşağıdaki teknikler kullanıldı.

a) Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yüzey gözlemleri
b) Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ile mikroyapı ve kristalografik

incelemeleri

c) XRD toz difraktometresi ölçümleri ile kristalografik inceleme ve örgü parametrelerinin tayini

d) Mössbauer spektrometresi ölçümleri ile manyetik özellikler incelendi.

2.10.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Yöntemi

Yüksek enerjili elektron demeti ile numune yüzeyinin taranması sonucu üç boyutlu yüzey görüntüsü veren taramalı elektron mikroskobu (SEM) fizik, kimya, biyoloji, tıp, malzeme bilimi ve daha birçok bilim dalında kullanılmaktadır. Taramalı elektron mikroskobunda incelenen numune kesit olarak değil bütün olarak incelenir. Numunenin yüzeyine çarpan elektronların yüzey girinti ve çıkıntılarından farklı açı ile yansıması ve üç boyutlu görüntü oluşturması prensibi ile çalışır.

Taramalı elektron mikroskobu katot ışınları tüpü mantığı ile çalışmaktadır. Numuneler vakumlanmış bir kolona yerleştirilerek çalıştırma potansiyeli uygulanıp, flamandan elektron kopartılmaya başlar ve demet halinde gelen elektronlar uygun potansiyelde hızlandırılırlar. Taramalı elektron mikroskopta örnekler elektron ışınlarının yüzeyden yansıması ile incelenebilir. Bu yöntemde elektron ışını örnek yüzeyine odaklanır ve örnek yüzeyini taramaya başlar. Işının örnek yüzeyini taramaya başlamasıyla yüzeyden yansıyan elektronlar örneğe göre birkaç yüz volt pozitif voltajda tutulan anot ile toplanır. Toplayıcı anottaki akım yükseltilir ve katot ışın tüpündeki mikroskop ışını ile eş zamanlı olarak taranan elektron ışınlarını değiştirmek için kullanılır. Bu nedenle katot ışın tüpü, örneğin oldukça büyütülmüş olan görüntüsünü alır.

Bu çalışmada taramalı Elektron mikroskobu ile yüzey incelemeleri yapmak için ısıl işlemlere tabi tutulan numuneler ve ısıl işlem sonrası çekme zoru uygulanmış numunelerin, yüzeydeki pürüzlerini ve kesmenin etkisiyle ortaya çıkan derin çizik izlerini kaybetmek için kalından inceye doğru giden su zımparaları ile zımparalandı.

Daha sonra parlatma aleti kullanılarak 6, 3 ve 1 mikronluk elmas pastalarla numune yüzeyleri mekanik olarak parlatıldı. Parlatılan yüzeyler 1 birim HNO_3+ 2 birim HCl+ 3 birim $C_3H_8O_3$ (1 birim nitrik asit+ 2 birim hidroklorik asit+ 3 birim gliserin) karışımından oluşan kimyasal çözeltisi içerisinde oda sıcaklığında 30-60sn aralığında bekletilerek dağlandı. Yüzey gözlemlerinin yapılması için hazır hale getirilen numuneler, 30 kV' luk hızlandırma gerilimine sahip Jeol marka JSM–5600 model taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelendi.

2.10.3. Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) Yöntemi

Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar ince numune üzerine gönderildiğinde elektronların bir kısmı etkileşmeden geçerken diğer kısmıda Bragg yasası sonucu kırınıma uğrayarak numunenin alt yüzeyinden dışarı çıkar. Dışarı çıkan bu elektronların verdiği görüntülerden ise numunenin kristalografik yapısı ve iç yapısı gibi karakteristik özelliklerini belirleyen önemli sonuçlar elde edilir. Geçirmeli elektron mikroskopları temel olarak ve fonksiyonel olarak optik mikroskopların aynısıdır. Yani her iki mikroskopta çıplak gözle görülemeyen cisimleri büyütmek için kullanılır. Aralarındaki tek fark optik mikroskopta ışık ışını, elektron mikroskobunda ise elektron kullanılmasıdır.

Geçirmeli elektron mikroskobu TEM kolon şeklinde üst üste dizilmiş manyetik merceklerden oluşur. Büyük hızlandırma gerilimine sahip geçirmeli elektron mikroskobunda vakumlu optik kolon içindeki filamentin ısıtılması ile elde edilen elektronlar merceklerden geçerek numune üzerine düşürülür. Objektif mercek vasıtası ile meydana gelen cismin görüntüsü daha sonra ara mercekler ve projektör mercek tarafından büyültülerek ekran üzerine düşürülür.

Kristal yapıdaki maddelerin TEM incelemelerinde en çok elektron kırınım görüntüsü ve aydınlık alan görüntü olmak üzere iki temel görüntü kullanılır. Elektron kırınım görüntüsü numune üzerine düşüp kırınıma uğramış elektronların oluşturduğu görüntüdür ve bu görüntü üzerindeki noktalar (hkl) Miller indisleri ile gösterilen

atomik düzlemleri temsil eder. Numune içinden etkileşmeden geçen ve kırınıma uğrayan elektronların birlikte oluşturduğu görüntü ise aydınlık alan görüntü olarak bilinir. Bu tür görüntüde, elektronların numune ile etkileşmeden geçtiği bölgeler aydınlık ve kırınımın oluştuğu bölgeler ise karanlık olarak izlenir.

Bu çalışmada TEM incelemeleri için ısıl işleme ve çekme zoruna maruz bırakılmış numuneler elmas kesici ile yaklaşık 1 mm kalınlığında hazırlandı. Hazırlanan numuneler korozyon kesici (spark-cutter) kullanılarak 3 mm çapında silindir şekline getirildi ve grit yardımıyla 600, 800 ve 1200 inceliklerinde su zımparaları kullanılarak 50-60 μm kalınlığına kadar inceltildi. İnceltilen numuneler %5 HF+ %65 H_2O_2+ %30 H_2O kimyasal çözeltisi içinde oda sıcaklığında yaklaşık 10 sn kimyasal inceltmeye tabi tutuldu. Elde edilen numuneler son olarak 20 V (DC) ve 68-76 μA akım kullanılarak Struers-Tenupol 3 marka ikili-jet (double-jet) cihazında 10 °C sıcaklıkta %8 perklorik asit + %92 asetik asit karışımından oluşan kimyasal çözelti ile inceltme ve parlatma işlemi yapıldı. Gelen elektron demetini üzerinden geçirebilecek kadar inceliğe sahip olan numuneler 300 kV' luk hızlandırma gerilimine sahip olan JEOL marka 3010 model geçirmeli elektron mikroskobu kullanılarak incelendi. Geçirmeli elektron mikroskobu ile yapılan incelemelerde austenite ve martensite fazlara ait aydınlık alan (bright field) ve karanlık alan (dark field) görüntüleri elde edildi. Martensite kristallerinden kristalografik verileri elde edebilmek için geçirmeli elektron mikroskobunun kırınım (diffraction) metodundan yararlanıldı.

2.10.4. XRD Toz Ölçümü Yöntemi

X-ışını toz kırınımı yönteminde kristalle etkileşen X-ışını dalgalarının oluşturduğu kırınım desenleri incelenerek kristalin yapısı hakkında bilgi sağlanır. Yani bu teknik ile kristal örgü parametreleri, farklı sıcaklıklarda oluşan faz yapıları ve farklı faz bileşenleri ortaya konulabilir.

X-ışınları toz difraktometresi deneyinde; kristal halindeki bir madde ince toz haline getirilerek, çok sayıda küçük kristallerden meydana gelmiş bir örnek elde edilir. Toz halindeki örnek üzerine λ dalga boyunda bir X-ışını demeti düşürülür. Toz kristaller belli bir tarama hızı ile döndürüldüğünde Bragg kanununa uygun olarak verilen açı değerlerine uygun düzlemlerden kırınım elde edilir. Bu şekilde elde edilen uygun açı ve şiddet değerleri bir grafiğe dökülerek 2θ açılarına karşılık şiddet pikleri elde edilir. Bu pikleri sağlayan (hkl) düzlemleri belirlenerek yapı analizi gerçekleştirilir.

XRD ölçümü Çizelge 2.1.'de verilen birinci grup ısıl işlem numuneleri ile üçüncü grupta verilen martensite yapıda olan ve çekme zoru uygulanmış numuneler üzerinde yapılmıştır. Ölçüm için numunelerden 20mg lık toz örnekler hazırlanmıştır. Hazırlanan örnekler Türkiye Atom Enerjisi Kurumu'nda Bruker D8 toz difraktometresinde ölçülerek örgü parametreleri bulunmuştur.

2.10.5. Çekme Deformasyonu Uygulama Yöntemi

Çekme deneyi numunenin mekanik özelliklerini belirlemekte kullanılan bir tekniktir ve çekme-basma test cihazlarında çekme kuvveti uygulanarak gerçekleştirilir. Çekme deneyinde genelde silindir, kare, dikdörtgen veya prizma kesitli numuneler kullanılır ve boyu çapının beş katında seçilen numuneler çekme deneyinin yapılacağı cihaza iki ucundan bağlanır. Numunenin iki ucundan yavaşça çekilmesi sonucunda çapında bir değişiklik olmadan boyunda bir miktar uzama olur, daha sonra kesit daralması olur ve numuneye uygulanan kuvvet ile uzama değerleri kaydedilir.

Bu çalışmada şekil hatırlamalı martensitik faz dönüşümünde çekme zorunun etkisini incelemek için 0,5mmx5mmx50mm boyutunda kesilen numunelerin öncelikle ısıl işlemleri tamamlandı. Austenite ve martensite fazda bulunan şerit halindeki numunelere Instron 8516 tipi sıkıştırma-çekme test makinesi yardımıyla oda sıcaklığında dakikada 0,35 mm hızla gererek %10 ve %15 oranlarında çekme zoru uygulanarak dönüşümdeki etkisi araştırılmaya çalışıldı.

2.10.6. Mössbauer Spektrometresi Yöntemi

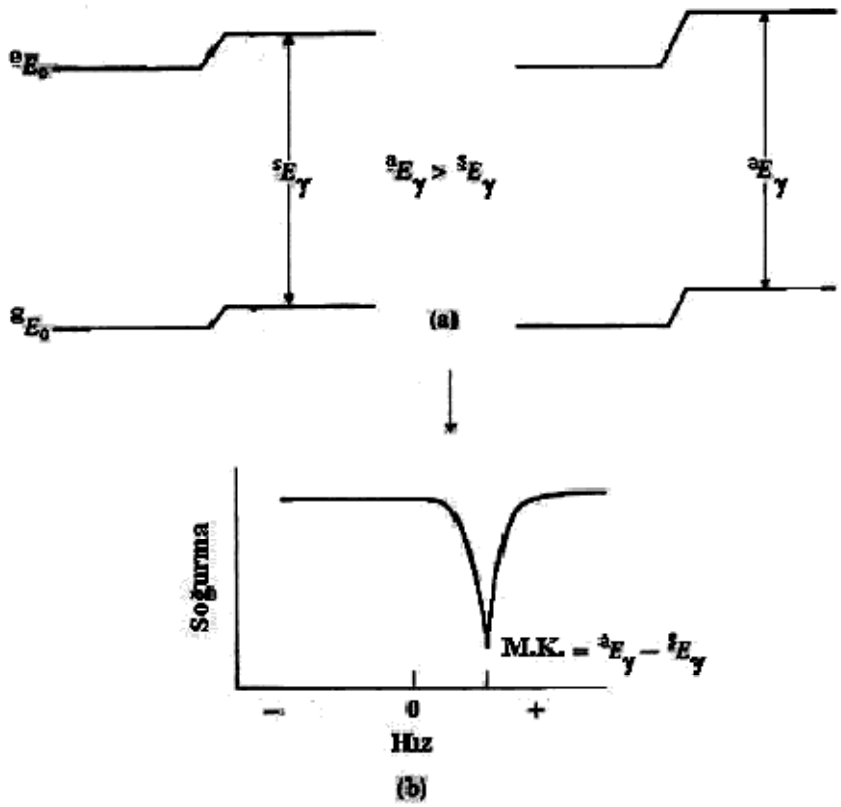
R.L. Mössbauer tarafından keşfedilen ve nükleer gama rezonansı olarak da bilinen Mössbauer spektroskopi sistemi ile austenite-martensite faz dönüşümlerinin manyetik özelliklerini açıklamak mümkündür. Bir kristal örgüsü içindeki bir çekirdek tarafından bir enerji kaybı olmaksızın γ-fotonu salınması olayı ‘‘Mössbauer Olayı’’ olarak tanımlanır (27).

Mössbauer spektroskopi yöntemi ile austenite-martensite yapıların manyetik düzenlenimleri, çeşitli fiziksel etkenler sebebi ile oluşan martensite kristallerinin hacim yüzdeleri, martensite fazın iç manyetik alanı ve çekirdek ile s elektronları arasındaki etkileşimin değişimini gösteren izomer kayması belirlenebilmektedir (3).

Genel bir Mössbauer deneyinin yapılabilmesi için radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir γ-ışını dedektörü ve birçok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır. Mössbauer deney düzeneğinin çalışma şekli şu şekilde açıklanabilir. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ-ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen γ-ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atmalar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek çok kanal analizatörüne gider. Bu analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup, çift kutuplu atmalar, 1-256 ile 256-512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir. Deneysel çalışmada kullanılan Mössbauer spektroskopide radyoaktif bir $_{57}Co$ çekirdeğinin elektron yakalaması ile oluşan uyarılmış durumdaki $_{57}Fe^{*}$ çekirdeği taban durumuna inerken 14.4keV’lik bir gama ışını yayınlar. Yayınlanan gama ışınının enerjisi ise taban durumundaki bir başka $_{57}Fe$ çekirdeği tarafından tamamen soğurulduğunda nükleer rezonans olayı gerçekleşir. Böylece Mössbauer spektroskopisi ile tayin edilebilecek izomer kayması parametresi elde edilebilir.

δ izomer kaymasının temeli çekirdekteki yük dağılımları ile s elektronlarının coulomb etkileşmelerine dayanır. Kaynaktan γ-ışınlarını yayınlayan çekirdeğe ait s

elektron yoğunluğu ve numuneye ait s elektron yoğunluğu kimyasal etkileşim sonucu değişebilir. Kaynağa ve numuneye ait geçiş enerjileri arasındaki fark, izomer kayma olarak kabul edilir (63). Şekil 2.14' de kaynak ve numunenin etkileşimi sonucunda meydana gelen izomer kayma ve izomer kayma spektrumu gösterilmektedir.



Şekil 2.14. Kaynak ve numune etkileşimi sonucunda meydana gelen a) izomer kayma, b) izomer kayma sonucu elde edilen spektrum (63)

İzomer kayma, ^{57}Fe atomlarının kimyasal komşuluklarını ve kristalografik durumlarını anlatan bir fonksiyondur. İzomer kaymanın oluşum sebebi, faz dönüşümü sonucu austenite fazdaki tüm Fe atomlarının eski konumlarını ve komşuluklarını koruyamamasından dolayıdır.

Mössbauer olayı, çekirdeklerin ilk uyarılmış düzeylerinden taban düzeylerine geçerken yayınlanan γ-ışınlarının soğurulması ile ilgilidir. Uyarılmış bir çekirdek, kristalin yapısını değiştirmeden bir γ-ışınını yayınlayabilir. Bu durumda geri tepkimesiz γ-ışını yayınlanmasından söz edilir ve bunlar Mössbauer çizgisini

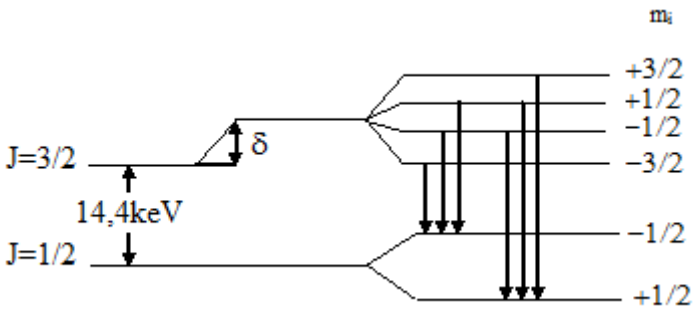
meydana getirirler. Mössbauer çizgilerinin meydana gelmesini şu şekilde açıklayabiliriz. Demir ferromanyetik özelliğe sahip olduğu için aynı atomun dış elektronlarının çekirdekte meydana getirdiği **H** manyetik alan şiddeti büyüktür ve Zeeman olayı sonucu çekirdek enerji seviyelerinde yarılmalar beklenir(64,65). **J** nin **H** doğrultusundaki izdüşümü m_j' nin aldığı değerlere göre her enerji seviyesi 2**J**+1 sayıda alt seviyeye yarılır. Fe^{57} de taban durum için J=1/2 ve ilk uyarılmış durum için **J**=3/2 olduğundan, **H** manyetik alan etkisi ile taban durum 2 seviyeye ve ilk uyarılmış durum 4 seviyeye yarılacaktır. $\Delta m_j=0,\pm1$ seçim kuralı göz önüne alınırsa, farklı altı gama geçişi sonucu gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir. Fe^{57} de beklenen enerji seviyesi yarılmaları sonucunda da Mössbauer spektrumunda çok sayıda çizgi görülür. Şekil 2.15.a.' da ^{57}Fe için böyle bir durumda çekirdek seviyelerindeki yarılmalar, Şekil 2.15.b.' de ise Mössbauer spektrumunun şekli gösterilmiştir.

İlk Mössbauer spektroskopisini faz dönüşümlerine uygulayan bilim adamı Epstein'dir. Faz dönüşümü sonucunda dönüşmeden kalan austenite miktarını belirlemek için önerilen bir teknikdir. Dönüşüm esnasında dönüşmeden kalan austenite miktarının yanı sıra dönüşüm sonrası oluşan ürün fazının miktarını ve iç manyetik alanını da belirler. Ayrıca Mössbauer spektroskopisi austenite-martensite faz dönüşümlerinde dönüşüm yüzdeleri ile austenite fazda oluşan martensite fazın manyetikliği hakkında bilgi verir.

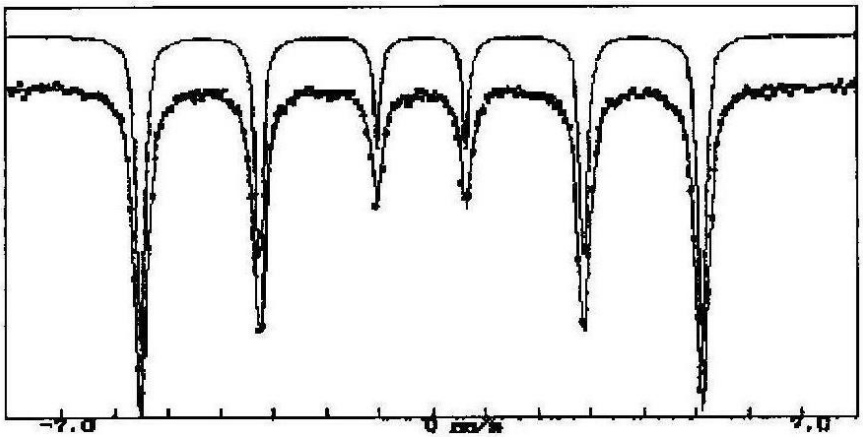
Fe-bazlı alaşımlarda martensitik faz dönüşümü sonucunda, austenite fazın alaşımın kompozisyonuna bağlı olarak paramanyetik yada ferromanyetik özellik gösterirken martensitik fazın ferromanyetik bir özellik gösterebilir (66). Bu sonuçlar Mössbauer spektrumunda, austenite faza karşılık gelen ve tek bir pikten oluşan paramanyetik yapı gösterirken, martensite oluşumundan sonra ortaya çıkan spektrumda ise austenite ana pikin üzerine yerleşmiş altı-pikli spektrum tipik bir ferromanyetik veya antiferromanyetik oluşumu belirlemektedir (17,66,67).

Çalışmamızda Mössbauer spektroskopisi incelemeleri için termal ve deformasyon etkiye (bükme ve çekme) maruz bırakılmış numuneler yaklaşık 5 mm olarak kesilerek, SEM numunelerinin hazırlanmasına benzer şekilde yaklaşık 50 μm

kalınlığına kadar inceltildi. Spektroskopi için hazır hale getirilen numuneler, Wissel marka Mössbauer spektroskopisi kullanılarak ölçümler alındı.



a)



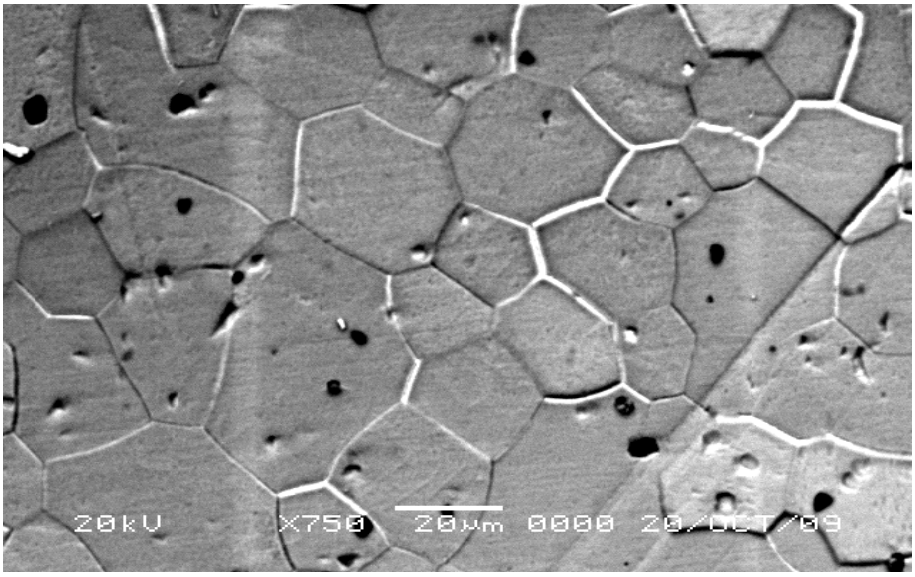
b)

Şekil 2.15. a) ^{57}Fe' nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları **b)**Yarılmalar sonucu Mössbauer Spektrumunda oluşan çizgiler

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1. Fe-%18,97Mn-%1,92V Alaşımında Termal Etkili Martensitik Faz Dönüşümünün İncelenmesi

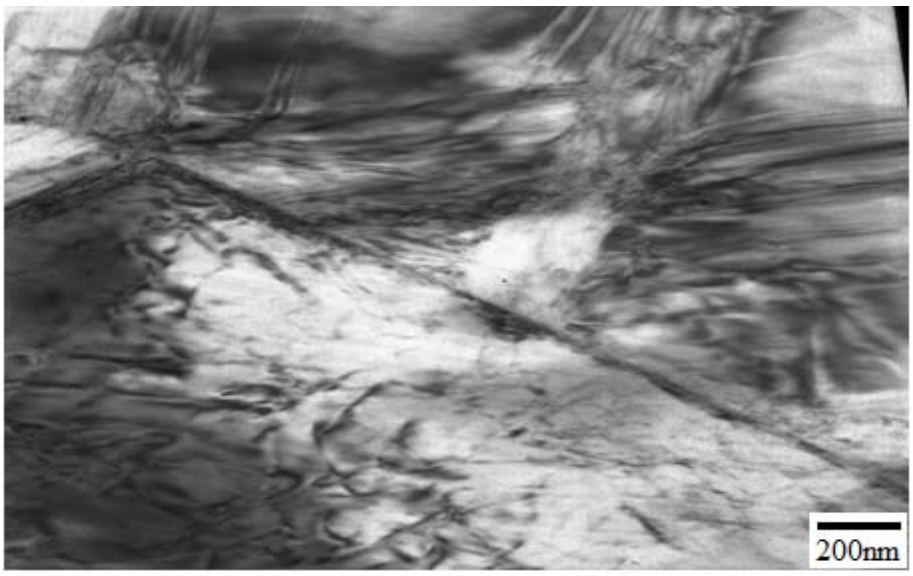
Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında termal etkili martensitik faz dönüşümünü ve austenite-martensite mikroyapılarını incelemek amacıyla 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilip fırında yavaş soğutulan numune ile bu homojenleştirme işlemi sonrası 900 °C de 30 dakika ısıl işleme tabi tutulup oda sıcaklığındaki suda hızlı soğutulan numunenin SEM ve TEM gözlemleri yapıldı. Yavaş soğutma sonucu elde edilen numunenin yüzey incelemelerinde austenite fazda kaldığı ve numunede küçük tanelerin (grain) oluştuğu gözlendi (Şekil 3.1.). Numunenin yüzey incelemelerinde martensitik dönüşümün gerçekleşmediği görüldü.



Şekil 3.1. 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve yavaş soğutulan numuneye ait austenite tane yapısı

Yavaş soğutma sonucunda gözlenen bu tanelerin içindeki atom dizilimlerinin özdeş olduğu ve oluşan bu tanelerin her birinde atomların dizilme yönelimlerinin farklı olduğu bilinmektedir (53). Tane sınırları genelde safsızlık atomları, atomlar arası boşluklar ve dislokasyonlar gibi kusurlar içerdiği için tane içlerinde olduğu gibi özdeş atom dizilimlerinden söz edilemez (3). Ayrıca deneysel çalışmalar sonucunda austenite faza ait olan tanelerin boyutları homojenleştirme süresine, sıcaklığa ve soğutma şekline bağlı olarak değiştiği görülmüştür (68,69,81).

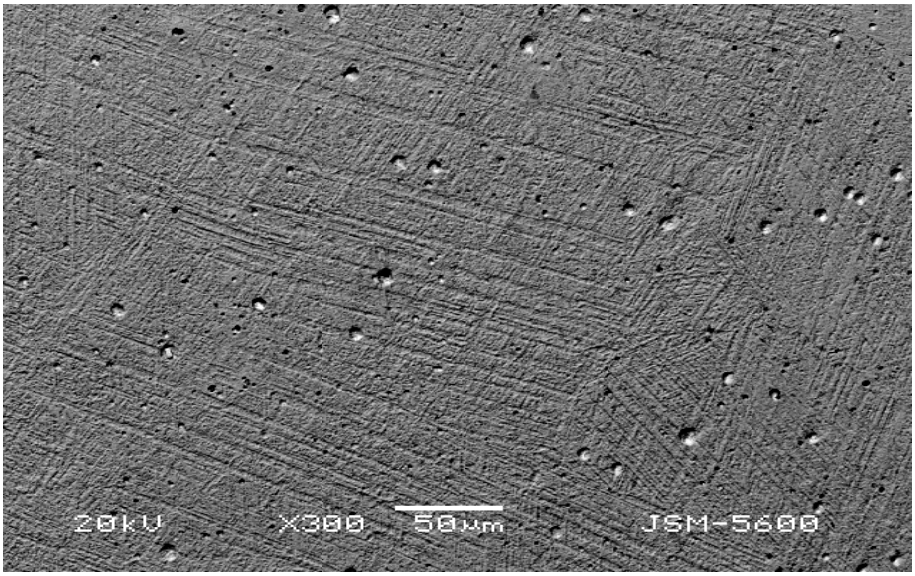
Termal etki ile yavaş soğutma sonucunda meydana gelen austenite fazdaki numunenin mikro yapısında meydana gelen değişikleri gözlemlemek için TEM incelemeleri yapıldı. Austenite fazda olan numunenin mikroyapı gözlemleri Şekil 3.2.' de verildi. Austenite faz içerisinde yığılma kusurları ve dislokasyon şebekelerinin meydana geldiği görüldü. Aynı zamanda tane sınırlarından başlayarak dislokasyon şebekelerinin oluştuğu gözlendi.



Şekil 3.2. 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilen ve yavaş soğutulan numunenin TEM görünümü

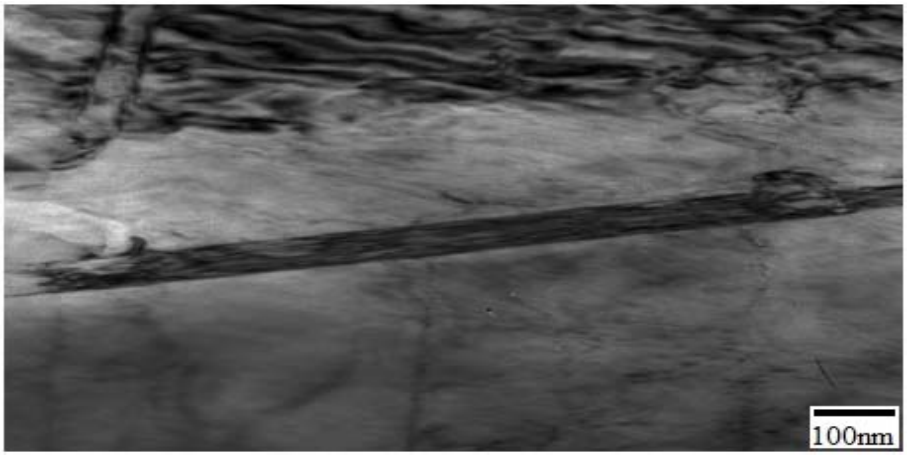
Austenite fazda bulunan numune 900 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işleme tabi tutularak oda sıcaklığında suda hızlı soğutulduğunda numunenin yüzey

incelemelerinde termal etki ile martensite fazın oluştuğu gözlendi. Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında termal etki ile oluşturulan ε martensite plakalarının yüzey görünümü Şekil 3.3.'de verildi.

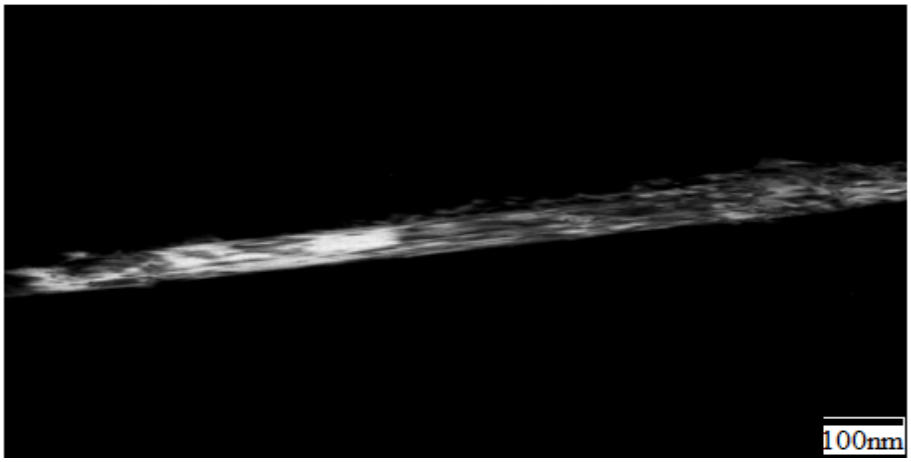


Şekil 3.3. 900 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve suda hızlı soğutulan numunede oluşan ε martensite plakalarının yüzey görünümü

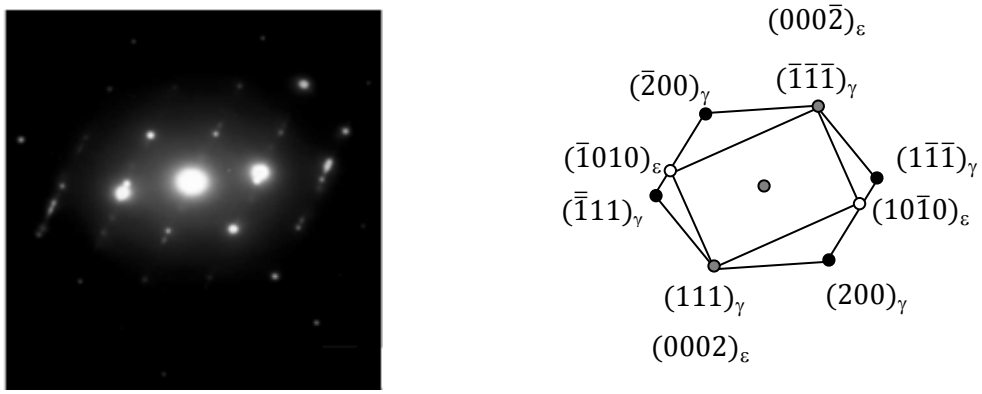
Numunenin hızlı soğutulması sonucunda meydana getirilen sıcaklık farkı, martensitik dönüşümün oluşabilmesi için gerekli olan sürücü kuvvetin ortaya çıkmasına sebep olmuştur (3,6,70). Hızlı soğutma ile numunede meydana gelen tanelerin içinde, birbirine paralel olarak yığılmış ve farklı yönelimlere sahip ε martensite plakalarının oluştuğu ve bu plakaların tane sınırlarında kesildiği görüldü. Austenite faz içerisinde ε martensitenin çekirdeklenmesini sağlayan kristal yapı kusurlarının alaşım içinde dağılımı sebebi ile oluşan ε martensite plakalarının yönelimleri tanelere göre değişmiştir. Easterling ve Porter (1981), martensite plakalarının büyümesinin tane sınırlarında engellendiğini ve martensite çekirdeklerinin sayısının tane boyutuna bir etkisinin olmadığı ama oluşan martensite plakaların şeklinin ve büyüklüğünün tane boyutunun bir fonksiyonu olduğunu belirtilmiştir. ε martensite plakalarının tane içinde birbirine paralel plakalar şeklinde meydana geldiği daha önceki çalışmalarda ortaya konulmuştur (10,69,71,72).



(a)



(b)



(c)

Şekil 3.4. 900°C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve suda hızlı soğutularak oluşturulan ε martensite kristalinin **a)** Aydınlık alan görüntüsü, **b)** Karanlık alan görüntüsü, **c)** Kırınım deseni ve indis diyagramı

900 °C sıcaklıkta 30 dakika bekletildikten sonra suda hızlı soğutulan numunenin TEM gözlemleri yapıldı. Numunenin TEM görüntüleri ve kırınım deseni Şekil 3.4.'de verildi. Yapılan bu gözlemlerde numunenin genelinde martensite fazın oluştuğu görüldü. Martensite yapıda gözlenen ε martensite plakaların ince uzun çubuk şeklinde oluştuğu gözlendi (Şekil 3.4.a.). ε martensite plakaları tek başlarına oluşabilecekleri gibi aynı fiziksel koşullar altında birbirine paralel bandlar halinde de oluşabilirler. Bu tür oluşum farklılıkları austenitenin iç yapısında yer alan ve ε martensite oluşumunda çekirdeklenmeyi ortaya çıkaran dislokasyonların dağılımları ile ilişkilidir.

Çubuk şeklinde oluşan ε martensite kristalinin austenite fazdan belirgin ve düz bir sınır ile ayrıldığı görüldü. Takeuchi ve Honma' nın ileri sürdüğü gibi bu tür sınırların oluşumu iki farklı faz arasında, dönüşüm sırasında ortaya çıkan uyuşmama (misfit) enerjisinin küçük olmasından kaynaklanır (43). Ayrıca bu tür sınır oluşumu austenite faz içerisindeki kristal yapı kusurlarının da topluca hareket ettiklerinin açık bir belirtisidir. Yapılan deneysel çalışmada Fe-Mn-V alaşımında austenite kristal yapı içerisinde dislokasyon ve yığılma kusurları türünde çizgisel kristal yapı kusurlarının büyük çoğunlukla oluştuğu gözlendi. Martensite oluşumu sırasında çizgisel kristal yapı bozukluklarının yapıda çok fazla meydana gelmesine rağmen, bu kusurların her iki fazın arayüzeyini oluşturan alaşım düzlemini (habit düzlemi) bozacak enerji düzeyine sahip olamadığı sonucunu gösterir (43).

Şekil 3.4.c.'de indis diyagramı yardımı ile ana yapının yüz merkezli kübik, martensite yapının ise hekzagonal sıkı paket yapı olduğu belirlendi. Kırınım deseni ve indislenmiş anahtar diyagramı austenite (γ) ve martensite (ε) yapılarına ait düzlemleri içermektedir. Bu iki yapının ortak doğrultuları elde edildi ve Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında meydana gelen γ→ε martensite faz dönüşümünde yönelim bağıntısının

$$\{111\}_{\gamma} \,//\, \{0001\}_{\varepsilon}$$

$$< 01\bar{1} >_{\gamma} // < \bar{1}2\bar{1}0 >_{\varepsilon}$$

$$< 11\bar{2} >_{\gamma} // < 01\bar{1}0 >_{\varepsilon}$$

Shoji-Nishiyama türü kristalografik dönme bağıntısına uyduğu görülmektedir (3,73). Martensite plakaların yönelimi ana fazın $\{111\}_\gamma$ düzlemleri üzerinde olduğu ve bu düzlemler arasındaki açı ile oluşan martensite plakalar arasındaki açının aynı olduğu görüldü. Bu durum ise literatür ile tam bir uyum içerisindedir (35,36).

Yapılan deneysel çalışma sonucunda Şekil 3.4.c.' de verilen elektron kırınımı deseninden faydalanılarak f.c.c. yapıdaki austenite fazın örgü parametresi ile h.c.p. yapıdaki ε martensite fazına ait örgü parametreleri hesaplandı. Elektron kırınım deseni üzerinde her bir örgü noktasının kırınım deseninin merkezine olan uzaklığı r ve kristal düzlemleri arasındaki uzaklık d olmak üzere, geçirmeli elektron mikroskobu için r ve d arasındaki bağıntı

$$d = \frac{\lambda L}{r} = \frac{19{,}6(\text{Å.mm})}{r(\text{mm})} \qquad (3.1)$$

olarak verilir. Burada λ elektron ışınımının dalga boyu ve L geçirmeli elektron mikroskobunun kamera sabitidir. Kullanılan geçirmeli elektron mikroskobunun kamera sabiti L=100cm ve elektron ışınımının dalga boyu ise λ=0,0196 Å'dır. Eşitlik 3.1.'den düzlemler arasındaki uzaklık hesaplandıktan sonra yüz merkezli kübik yapıdaki austenite fazın örgü parametresi

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \qquad (3.2)$$

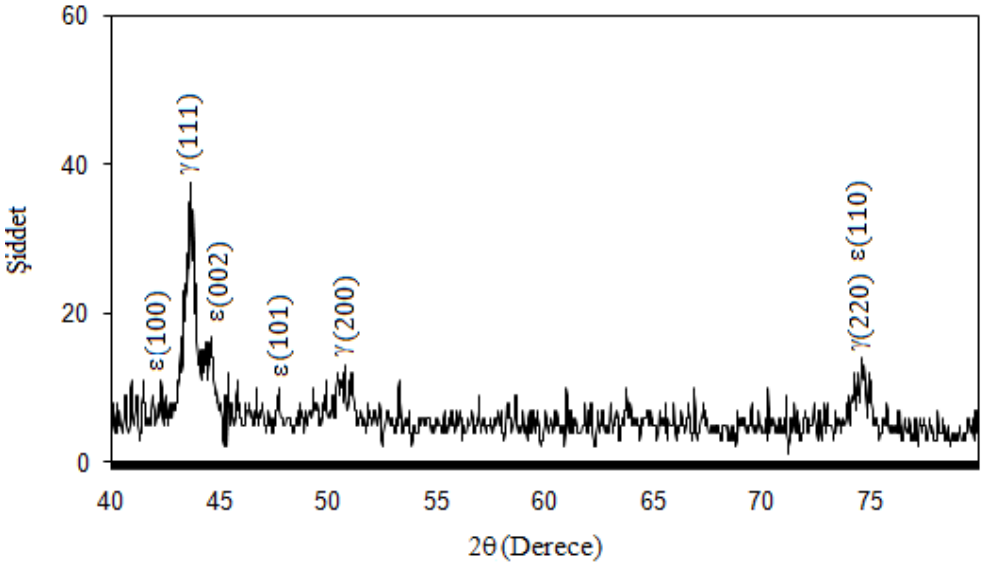
eşitliği ile, hekzagonal yapıdaki ε martensite fazın örgü parametreleri ise

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2} \qquad (3.3)$$

eşitliği ile hesaplandı (45,74). Yapılan hesaplamalarda austenite fazına ait örgü parametresi a_γ= 3,5735 Å olarak bulundu. ε martensite fazına ait örgü parametreleri ise a_ε= 2,3823 Å ve c_ε= 4,1263 Å olarak elde edildi.

Martensitik dönüşümün meydana geldiği Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında kristalografik yapı hakkındaki bilgileri artırmak için X-ışını kırınım çalışmaları yapıldı. Bir kristalde düzlemler arası uzaklık d, kırınım açısı θ, kullanılan X-ışınının dalga boyu λ olduğunda Bragg yasası $2d\sin\theta=\lambda$ olarak ifade edilir (45,74). Kristal yapılarının incelenmesinde Bragg yasasının kullanılmasının temel nedeni λ bağımsız olarak tayin edilebildiğinden ve θ açısı XRD ölçümlerinden belirlenebildiğinden, düzlemler arasındaki d uzaklığını hesaplayabilmek için kullanılır. Bu nedenle X-ışını kırınımı deseninde (hkl) miller indisli düzlemlere karşılık gelen 2θ açıları belirlenip Bragg yasasında kullanılarak kristal düzlemler arasındaki d uzaklığı belirlendi. Burada kullanılan CuK_α radyasyonu için dalga boyu λ=1,54056Å dur.

Alaşımlar γ faz bölgesinde homojenleştirilip 900 °C sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulduktan sonra alınan X-ışını kırınımının deneysel verileri kullanılarak, Eşitlik 3.2.' den yüz merkezli kübik yapıya ait örgü parametresi ve Eşitlik 3.3.' den ε martensite faza ait örgü parametreleri elde edildi. 900 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanıp suda hızlı soğutularak oluşturulan martensite durumundaki numunenin oda sıcaklığında alınan X-ışını kırınım deseni Şekil 3.5.' de verildi. Belirlenen d değeri ve (hkl) miller indisleri (3.2) ve (3.3) eşitliğinde kullanılarak ε martensite faza ait örgü parametreleri a_ε= 2,5341 Å ve c_ε= 4,0633 Å olarak bulundu. Yüz merkezli kübik yapının örgü parametresi ise a_γ= 3,5957 Å olarak hesaplandı. X-ışını kırınım deseni analizi sonucunda martensite yapının hekzagonal kristal sistemine sahip olduğu görüldü. Kırınım deseni üzerinde verilen indisleme literatürde görülen hekzagonal martensite yapıya ait desen ile uyum içerisindedir (75).



Şekil 3.5. 900 °C de 30 dakika ısıl işlem uygulanan Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımının X-ışını kırınım deseni

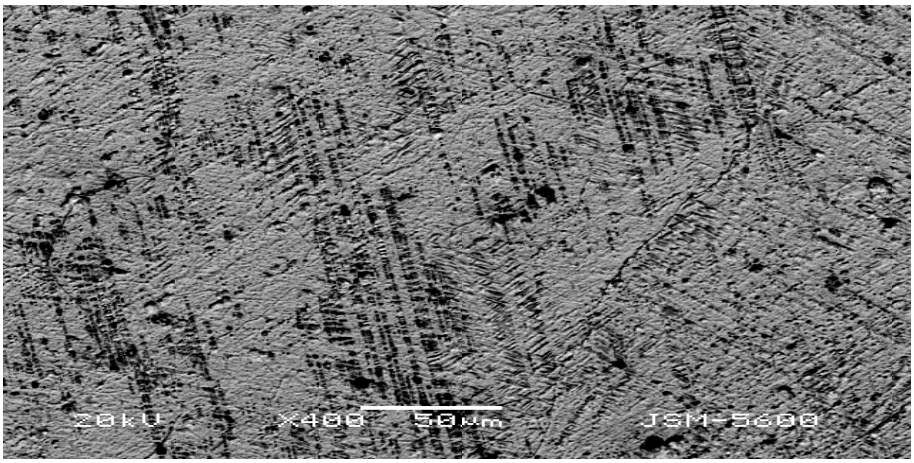
Çizelge 3.1.'de, γ austenite fazına ve ε martensite fazına ait örgü parametrelerinin X-ışını kırınım deseni ve elektron kırınım deseni yardımıyla hesaplanan değerleri verildi. Sonuç olarak X-ışını kırınımı ile TEM elektron kırınımı karşılaştırıldığında γ austenite fazına ait örgü parametresinin birbirine çok yakın değerde olduğu gözlendi. Aynı şekilde ε fazına ait X-ışını kırınımı ile TEM elektron kırınımı karşılaştırıldığında, a_ε ve c_ε örgü parametrelerinin birbirine yakın değerlere sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca, yüz merkezli kübik yapıdan en ideal hekzagonal yapıya dönüşümünün gerçekleşebilmesi için $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranının 1,633 olduğu bilinmektedir. Bu çalışmada elde edilen hesaplamalarda ise, X-ışını kırınımı ile TEM elektron kırınımı sonuçlarının verdiği $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranının da beklenilen sonuca yakın bir değerde olduğu görülmektedir.

X- ışını kırınımı				Elektron kırınımı			
a_γ (Å)	a_ε(Å)	c_ε(Å)	$c_\varepsilon / a_\varepsilon$	a_γ (Å)	a_ε(Å)	c_ε(Å)	$c_\varepsilon / a_\varepsilon$
3,5957	2,5341	4,0633	1,6034	3,5735	2,3823	4,1263	1,7320

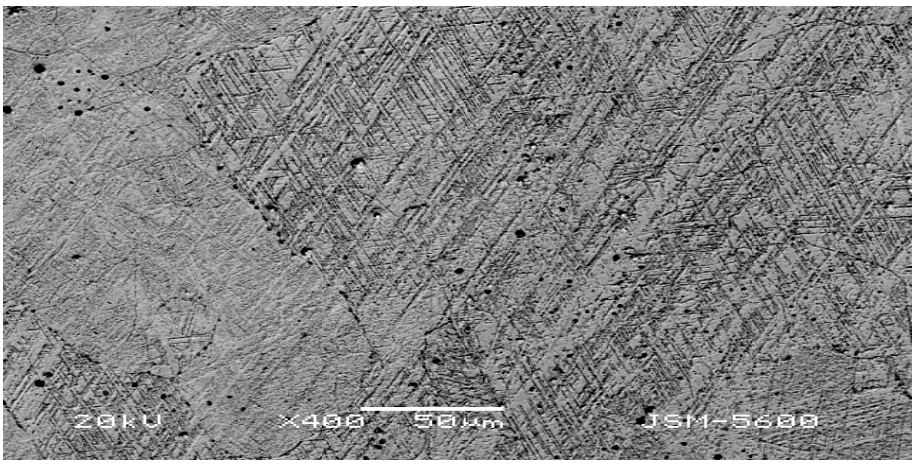
Çizelge 3.1. 900 °C de 30 dakika ısıl işlem uygulanan numunenin γ ve ε fazına ait X-ışını kırınımı yardımıyla hesaplanan örgü parametreleri ile elektron kırınımından elde edilen örgü parametreleri

3.2. Fe-%18,97Mn-%1,92V Alaşımında Martensitik Faz Dönüşümü Üzerine Isıl İşlem Sıcaklığının Etkisi

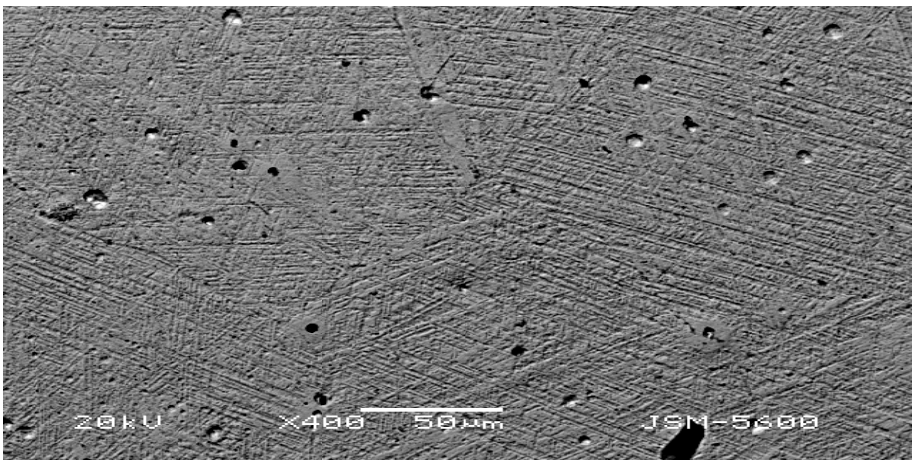
Alaşımda martensitik faz dönüşümü üzerinde ısıl işlem sıcaklığının etkisini inceleyebilmek için birinci grupta ele alınan beş adet numune 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirildikten sonra ayrı ayrı; 600 °C, 700 °C, 850 °C, 900 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda 30 dakika bekletilerek oda sıcaklığındaki suda hızlı soğumaya bırakıldılar. Bu işlemleri yapmaktaki amacımız ε martensite oluşumu için en ideal ısıl işlem sıcaklığını ve böylece maksimum şekil hatırlama veren sıcaklık noktasını belirlemektir. Hazırlanan numuneler içerisinde seçilen 600 °C, 850 °C ve 1000 °C sıcaklıkta ısıl işlem uygulanmış numunelerin SEM incelemeleri Şekil 3.6' da verildi.



a)



b)



c)

Şekil 3.6. Farklı sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulan numunelerde meydana gelen martensite plakalarının yüzey morfolojileri **a)** 600°C, **b)** 850°C, **c)** 1000°C

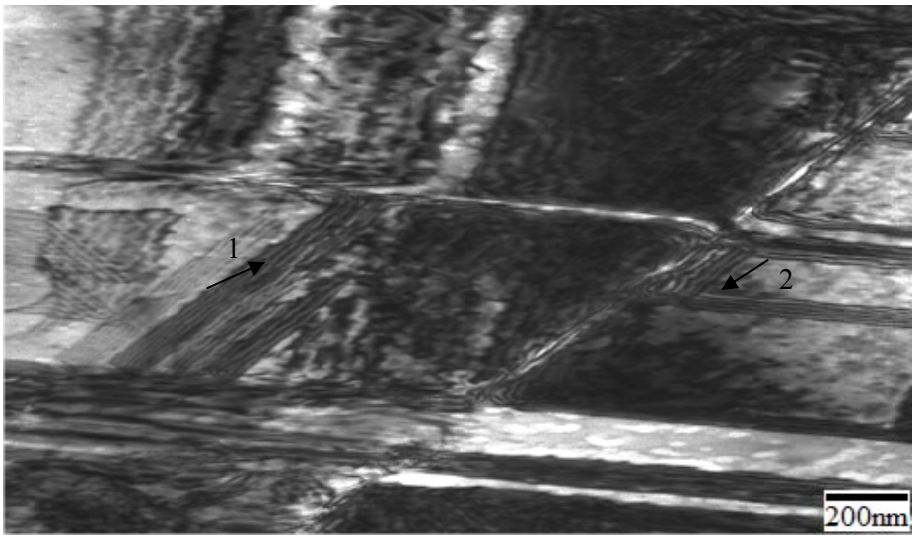
600 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem sonucunda hızlı soğutma ile meydana gelen tanelerin, homojenleştirme sonrası gözlenen austenite yapıdaki tanelere göre büyüdüğü ve oluşan martensite plakaların kısa olduğu gözlendi (Şekil 3.6.a.).

850 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işleme tabi tutulan bir diğer numunede ε martensite plakalarının tane sınırında başladığı ve yine tane sınırında sona erdiği Şekil 3.6.b.' de görülmektedir. 850 °C sıcaklıkta oluşan bu plakaların Şekil 3.6.a.'da verilen ε martensite plakalardan daha uzun ve tanelerinde daha büyük olduğu görüldü. Uygulanan ısıl işlem sıcaklığı artıkça ε martensite plakaların daha belirgin olarak ortaya çıktığı ve yönelimlerinin tanelere göre değiştiği gözlendi. Ayrıca numunenin yüzey görüntülerinde yapının belirli yerlerinin de austenite fazda kaldığı görüldü.

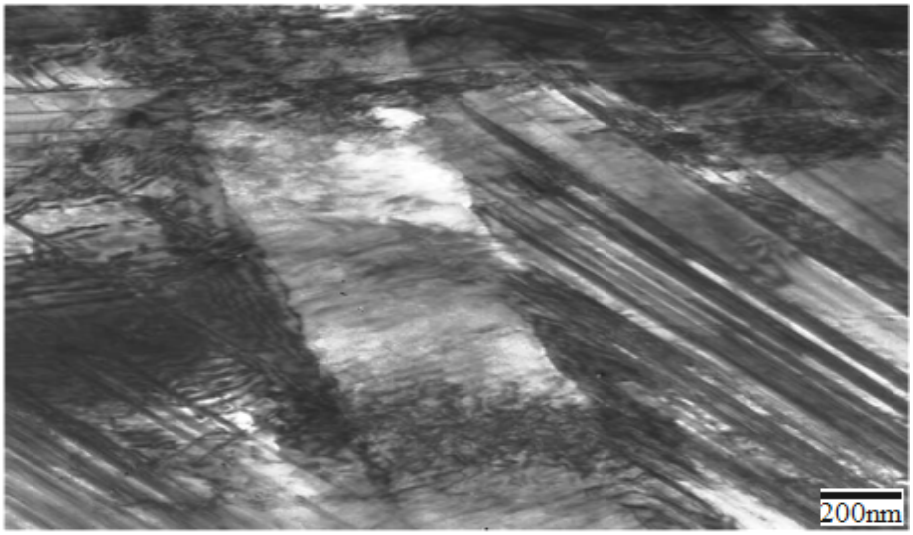
Şekil 3.6.c.'de 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işleme tabi tutulan numune de, sıcaklığın artması ile tane içinde farklı yönelimlere sahip ε martensite plakalarının oluştuğu gözlendi. Benzer şekilde daha önce yapılan çalışmalarda da ısıl işlem sıcaklığı arttıkça martensitelerin daha da büyüyerek belirginleştiği gösterilmiştir (10, 69,71,72).

Genel olarak farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmış bütün numunelerde ε türü martensitelerin oluştuğu görüldü. Numunelerde sıcaklık arttıkça oluşan ε martensite plakalarının büyüdüğü, kalınlaştığı ve miktarının arttığı gözlendi. Austenite faza uygulanan ısıl işlem sonucunda ε martensitenin çekirdeklenmesini sağlayan kusurların alaşım içinde dağılması sebebi ile meydana gelen ε martensite plakaların yönelimlerinin tanelere göre değiştiği görülmektedir. Ayrıca tane sınırları, ε martensite plakalarının düzenli bir şekilde sona erdiği bölgeler olarak ortaya çıkmıştır.

Martensitik faz dönüşümü üzerine ısıl işlem sıcaklığının etkisini mikroyapı ve kristalografik açıdan değerlendirebilmek için TEM incelemeleri yapıldı. Farklı ısıl işlem sıcaklığının martensite fazın mikro yapısında meydana getirdiği değişiklikler Şekil 3.7. ve Şekil 3.8.'de verildi.



a)



b)

Şekil 3.7. a) 600 °C, **b)** 850 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve hızlı soğutulan numunelerin TEM görüntüleri

Şekil 3.7.a.' da 600 °C sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulan numunede yığılma kusurlarının oluştuğu ve yığılma kusurlarının birleşmesi ile daha kalın ε martensite plakalarının meydana geldiği görüldü. 1 nolu okla gösterilen bölgede bu yığılma kusurları ε martensite plakasını oluştururken oldukça yoğun ve belirli bir bazal düzlemde birbirleri üzerine dizilmiş oldukları gözlendi. Ayrıca yığılma kusurlarının yapıda arttığı ve değişik yönelimlerde oluştuğu gözlendi. 2 nolu okla gösterilen bölgede ise termal etki ile oluşan ε bantlarının kesiştiği görülür. Numune içinde

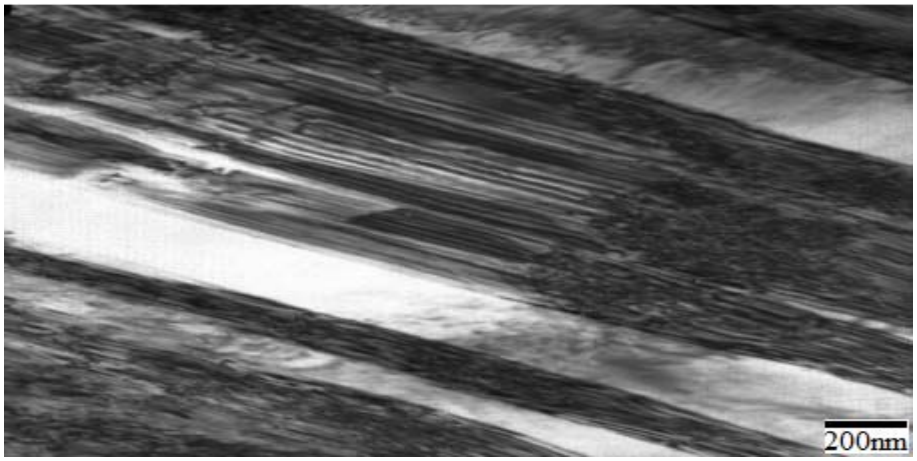
oluşan yığılma kusurları düzenli veya düzensiz olarak birbiri üzerinde yerleşerek martensite yapıyı oluştururlar (76). Yığılma kusurlarının büyümesi de ε martensite plakaları gibi numune içinde dislokasyonlar veya tane sınırları tarafından durdurulurlar (52).

ε martensite plakalarının oluşumu sırasında iki tip yığılma kusurunun olduğundan söz edilir. Birinci gruptaki yığılma kusurları belirli bir bazal düzlem üzerine yerleşerek ε martensite plakasını oluşturur. Bu yığılma kusurları ε martensite plakasını oluştururken oldukça yoğun ve aynı yönelime sahip olacak şekilde yerleşirler. İkinci grupta ise herhangi bir bazal düzlem olmaksızın ε martensite plakasını oluşturan yığılma kusurları birbiri üzerine rast gele yerleşirler. ε martensite plakaları ve yığılma kusurları ana fazın düzlemleri üzerine yerleşirler ve bunların yönelimleri arasında belirli açılar vardır (48).

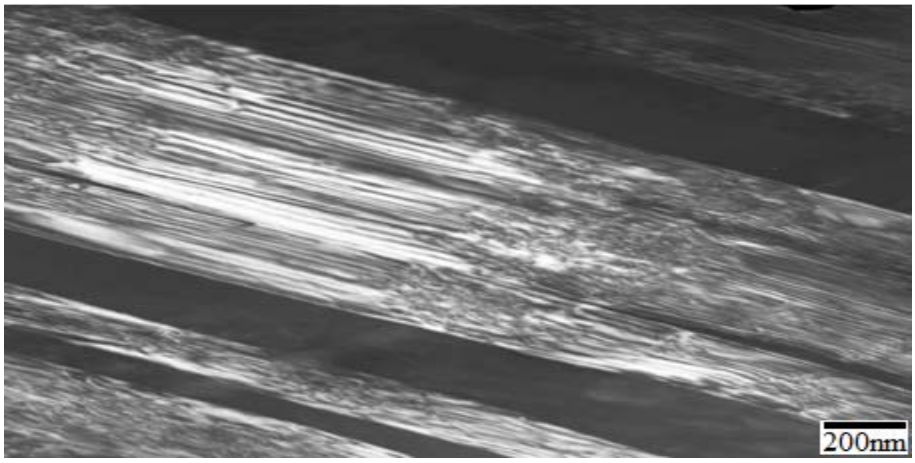
Şekil 3.7.b.' de 850 °C sıcaklıkta ısıl işlem uygulanan numunenin mikro yapısı incelendiğinde yığılma kusurlarının birleşerek ε martensite plakalarını oluşturduğu, ε martensite plakalarının birbiri üzerinden kayarak birbirine paralel bir düzende yerleştiği ve kalın bir ε martensite plaka ile belirli bir yönelime sahip olacak şekilde bir oluşum sergilediği gözlendi. Ayrıca yapılan incelemelerde ε türü martensitelerin tek başlarına oluşabildikleri de gözlenmiştir (Şekil 3.4.). Bu durumda ε martensite plakalarının tek başlarına veya birbirine paralel şekilde oluştukları söylenebilir. Bu tür oluşum farklılıkları austenite kristalinin içyapısında yer alan ve ε martensite oluşumunda çekirdeklenmeyi ortaya çıkaran dislokasyonların dağılımları ile ilişkilidir.

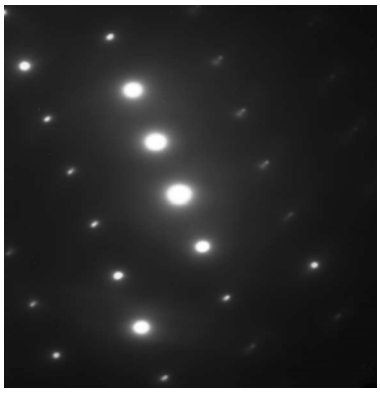
1000 °C sıcaklıkta ısıl işlem sonrası elde edilen numunenin mikro yapı incelemeleri sonucunda birbirine paralel bantlar şeklinde meydana gelen ε martensite kristallerinin aydınlık alan görünümü, karanlık alan görünümü ve kırınım deseni ile indislenmiş anahtar diyagramı Şekil 3.8.' de verilmiştir.

a)

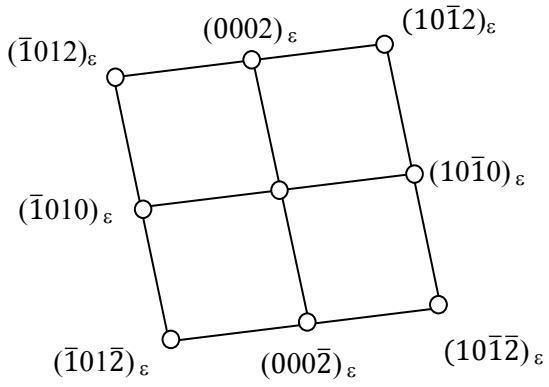


b)





c)



Şekil 3.8. 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve hızlı soğutularak oluşturulan birbirine paralel bantlar şeklindeki ε martensite kristallerinin **a)** Aydınlık alan görünümü, **b)** Karanlık alan görünümü **c)** Kırım deseni ve indislenmiş anahtar diyagramı

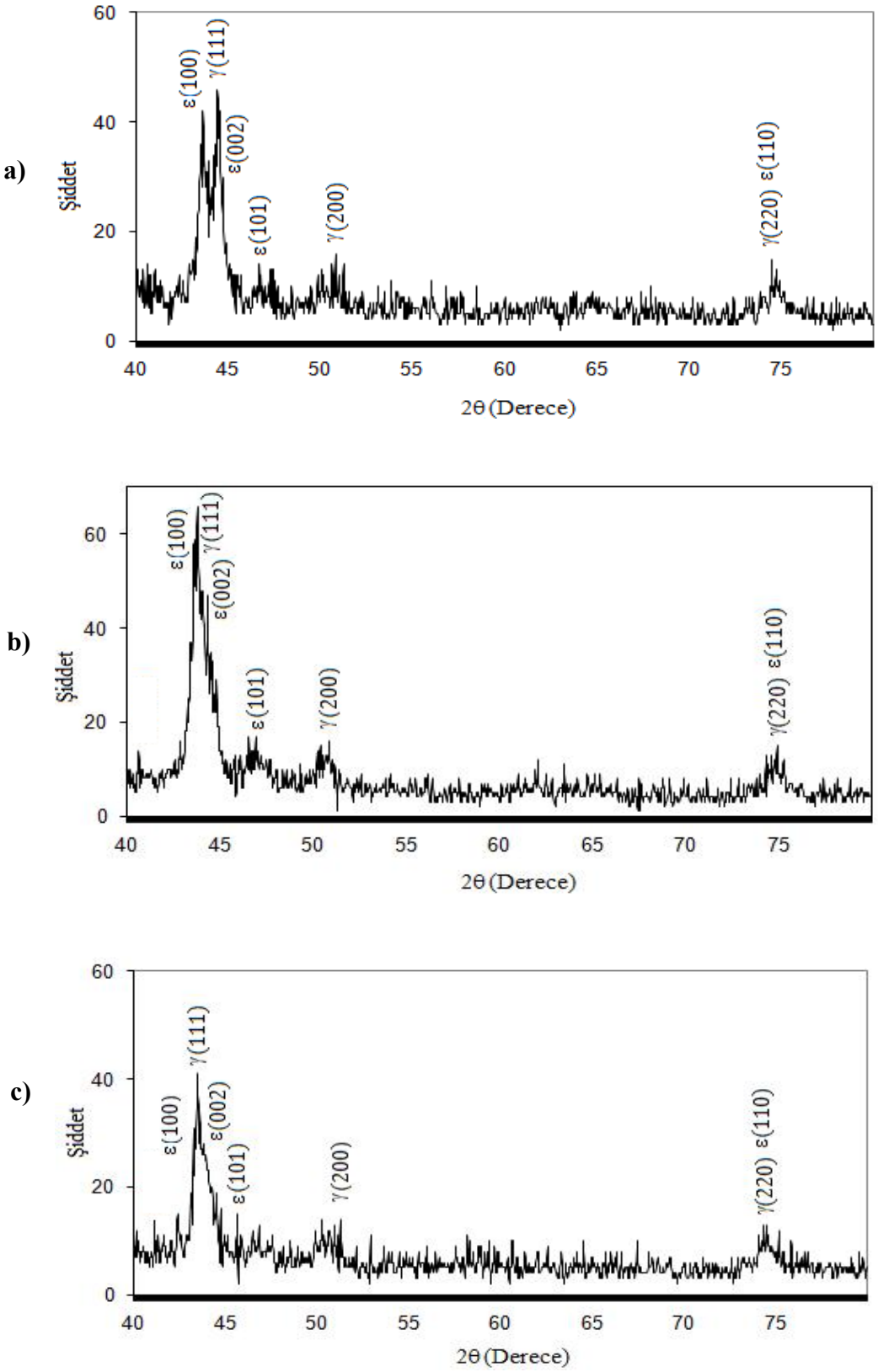
Şekil 3.8.a-b.' de h.c.p. yapıdaki ε martensite plakaların birbirine paralel yığılma kusurlarından oluştuğu görülmektedir. Şekil 3.8.c.' de ise elektron kırınımı deseni ε martensite düzlemlerine karşılık gelen noktaları içermekte ve h.c.p. yapıdaki ε martensitenin indislenmiş anahtar diyagramı verilmektedir. Yang ve Wayman, f.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya martensitik faz dönüşümünün basit bir kesme mekanizması ile elde edilebileceğini belirtmişlerdir ve elde edilen ε martensite fazı ''birincil ε martensite varyasyonları '' olarak tanımlamışlardır. F.c.c.→ h.c.p. martensite faz dönüşümü için $\{111\}<11\overline{2}>$ kesme sisteminden oniki tane ε martensite varyasyonu elde edilir. Bir başka deyişle, f.c.c. yapıda simetrik özellikli olanlar dışında dört tane {111} düzlemi ve her {111} düzlemine düşen üç kesme doğrultusu olduğundan, toplam oniki tane birincil ε martensite varyasyonu olduğu görülür. Fakat her {111} düzlemine düşen üç kesme doğrultusunun her biri aynı yönelimli h.c.p. kristali oluşturacağından, birbirinden ayırt edilebilen dört tane birincil ε martensite varyasyonu ortaya çıkabilir. Bunlar genel olarak $\{111\}<11\overline{2}>$ kesme sistemi şeklinde verilir (77).

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında martensitik faz dönüşümünde ısıl işlem sıcaklığının etkisini incelerken austenite yapıdan martensite yapıya geçiş, atermal bir özellik göstermekte olup dönüşüm zamandan bağımsız olacak şekilde sıcaklığa bağlı olarak gerçekleştiği görülür. Martensite kristallerinin tane içinde veya tane sınırlarında başlamış olduğu, farklı yönelimlerle yerleştiği ve başka tane sınırları tarafından durdurulmuş olduğu gözlendi. Ayrıca oluşan martensite kristallerinin morfolojileri çubuk şekilli martensite plakaları yapısındadır.

Farklı sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulan numunelerin oda sıcaklığında alınan X-ışını kırınım desenleri Şekil 3.9.' da gösterilmiştir. Şekil 3.9.a.' da ki X-ışını kırınım deseninden 600 °C sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulan numunenin içerisinde iki farklı fazın mevcut olduğu tespit edildi. Bu fazlar, f.c.c. yapıya sahip olan γ austenite fazı ve h.c.p. martensite yapıya sahip olan ε martensite fazlarıdır. Şekil 3.9.a.' da X- ışını kırınım deseninden $(111)_\gamma$ pikinden γ austenite faza ait olan örgü parametresi a_γ= 3,5980 Å olarak; $(002)_\varepsilon$ ve $(101)_\varepsilon$ piklerinden de ε martensite faza ait örgü parametreleri a_ε= 2,5561 Å ve c_ε= 4,1249 Å olarak hesaplandı.

850 °C sıcaklıkta ısıl işlem uygulanan numuneden alınan X-ışını kırınım deseni indislenmiş hali ile Şekil 3.9.b.' de verildi. Bu X-ışını kırınım deseninden numunenin f.c.c. yapıda austenite faza, h.c.p. yapıda martensite faza sahip olduğu tespit edildi. Şekil 3.9.b.' de ki kırınım deseninden $(111)_\gamma$ pikinden, γ austenite faza ait olan örgü parametresi a_γ= 3,5988 Å olarak bulundu. ε martensite faza ait örgü parametreleri $(002)_\varepsilon$ ve $(101)_\varepsilon$ piklerinden a_ε= 2,5440 Å ve c_ε= 4,1429 Å olarak hesaplandı.

1000 °C sıcaklıkta ısıl işlem uygulanan numuneden alınan X-ışını kırınım deseni indislenmiş olarak Şekil 3.9.c.' de verildi ve bu ısıl işleme tabi tutulan numunenin içinde iki farklı fazın mevcut olduğu tespit edildi. Şekil 3.9.c.' de ki kırınım deseninden $(111)_\gamma$ pikinden austenite fazın örgü parametresi a_γ= 3,6067 Å olarak; $(002)_\varepsilon$ ve $(101)_\varepsilon$ piklerinden de ε martensite faza ait örgü parametreleri a_ε= 2,5474 Å ve c_ε= 4,1519 Å olarak hesaplandı. Kırınım deseni üzerinde verilen indislemenin literatürde görülen hekzagonal martensite yapıya ait desen ile uyum içerisinde olduğu görülür (75).



Şekil 3.9. a) 600 °C, **b)** 850 °C **c)** 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımının X-ışını kırınım deseni

Çizelge 3.2. Farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanan numunelere ait f.c.c. austenite fazı ve h.c.p. martensite fazı için hesaplanan a_γ, a_ε ve c_ε örgü parametreleri

Isıl İşlem	a_γ(Å)	a_ε(Å)	c_ε(Å)	$c_\varepsilon/a_\varepsilon$
600 °C	3,5980	2,5561	4,1249	1,6137
850 °C	3,5988	2,5440	4,1429	1,6284
1000 °C	3,6067	2,5474	4,1519	1,6298

Şekil 3.9.' da farklı sıcaklıklara ait kırınım desenlerinden, 850 °C ısıl işlem uygulanan numunenin ε faza ait piklerin diğer numunelerdeki ε faz piklerinden daha şiddetli olduğu görülmektedir. Bu sonuç ise 850 °C de daha fazla ε martensite oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca numunelere farklı sıcaklıklarda uygulanan ısıl işlem sonrasında alınan X-ışını analizi sonucu elde edilen austenite ve martensite kristal yapılarına ait örgü parametreleri Çizelge 3.2.' de tablo halinde verilmiştir. Bu sonuçlara göre ısıl işlem sıcaklığı artıkça γ austenite fazın örgü parametrelerinin arttığı görülmektedir. Ayrıca ε martensite faz için $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranının da arttığı ve ideal hekzagonal yapının değerine yaklaştığı görülmektedir. X-ışını analiz sonuçları SEM ve TEM inceleme sonuçlarını desteklediği için X-ışını analiz ölçümleri incelenen alaşımların karakterizasyonunu belirlemek açısından önemlidir. Farklı sıcaklıkta ısıl işlem uygulanan numunelerde martensite fazına rastlanılmıştır ve bu numunelerde $\gamma \rightarrow \varepsilon$ martensitik dönüşümü gerçekleşmiştir.

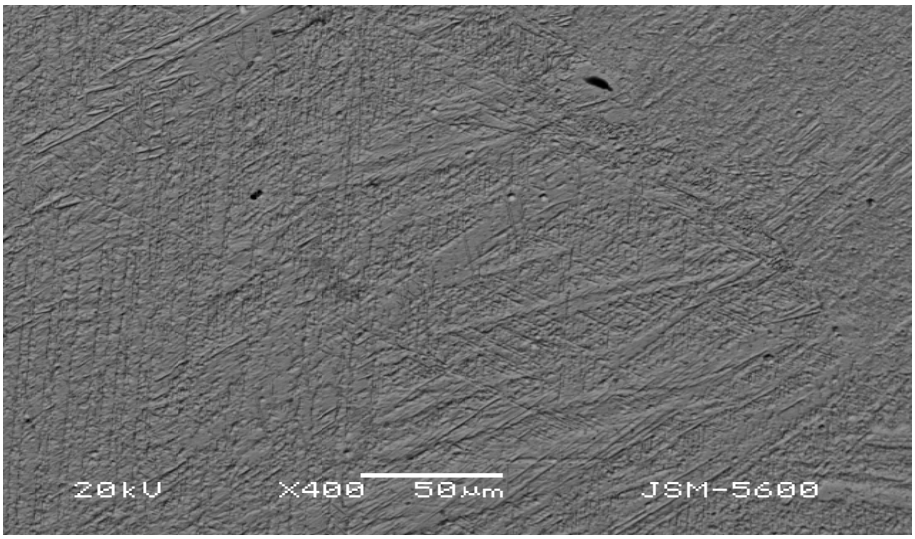
Yüz merkezli kübik yapının hekzagonal sıkı paket yapıya martensitik faz dönüşüm olayı, $(111)_\gamma$ $<11\bar{2}>$ kesme sisteminde, austenite yapının her ikinci $(111)_\gamma$ düzlemlerinden $a_\gamma/6[11\bar{2}]_\gamma$ Burgers vektörlü Shockley kısmi dislokasyonunun geçişi ile ortaya çıkar. F.c.c. yapıdaki austenite yapının $(111)_\gamma$ düzlemindeki $a_\gamma/6[\bar{1}2\bar{1}]_\gamma$ ve $a_\gamma/6[2\bar{1}\bar{1}]_\gamma$ kaymaları ile aynı yönelimli h.c.p. yapıda martensite yapı oluşur. Martensitik faz dönüşümü sonucunda, yüz merkezli kübik yapı sıkı paket heksagonal

yapıya dönüşürken düzlemler birbirlerine göre $a_\gamma/\sqrt{6}$ büyüklükte yer değiştirirler ve bu büyüklükte $a_\varepsilon/\sqrt{3}$ eşittir (3). Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımı için teorik modelin sayısal uygulaması da yapılarak ve X-ışını kırınım deseninden yararlanarak bulunan austenite ve martensite örgü parametresi değerleri kullanılarak $a_\gamma/\sqrt{6} = a_\varepsilon/\sqrt{3}$ olduğu deneysel yolla doğrulanmıştır.

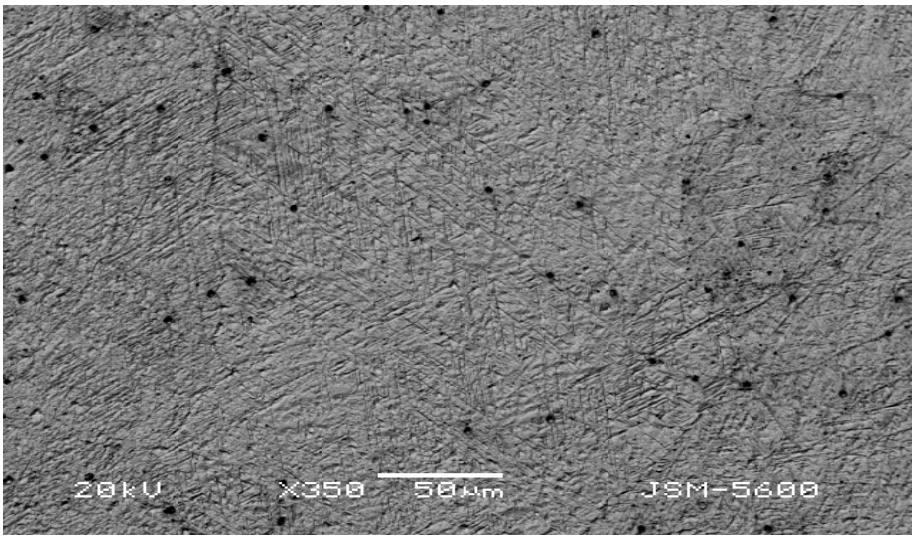
3.3. Fe-%18,97Mn-%1,92V Alaşımında Martensitik Faz Dönüşümü Üzerine Çekme Zorunun Etkisi

Martensitik dönüşüm üzerinde plastik deformasyon etkisinin çalışılması, termoelastik martensitik dönüşüme bağlı şekil hatırlama etkisinin anlaşılmasında son derece önemlidir. Şekil hatırlamalı Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında martensitik dönüşüm üzerinde deformasyonun etkisini araştırmak için iki grup numune üzerinde çekme zoru deneyleri yapıldı. Bir grup numune austenite fazında çekme zoruna maruz bırakılırken, diğer grup numunelere ise martensite faza dönüşüm sonrası çekme zoru uygulandı. Çizelge 2.1.' de ikinci grupta verilen numunelere, öncelikle 1100 °C sıcaklıkta homojenleştirilme işlemi yapıldı ve sonra austenite fazındaki numuneler üzerinde deformasyon etkisini inceleyebilmek için oda sıcaklığında %10 ve %15 oranlarında çekme zoru uygulandı. Daha sonra martensite oluşumu için belirlenen en ideal sıcaklık 850 °C de 30 dakika ısıl işlem uygulanarak suda soğutuldu. Böylece austenite fazda plastik deformasyonun etkisi ile meydana gelen yüzeysel ve mikro yapısal değişiklikler SEM ve TEM çalışmaları ile incelendi.

Austenite fazda bulunan Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında plastik deformasyonun etkisini incelemek üzere numunenin yüzey morfolojisi incelendi. Bu numunelerin yüzey morfolojilerinde meydana gelen değişme Şekil 3.10.' da verildi.



a)

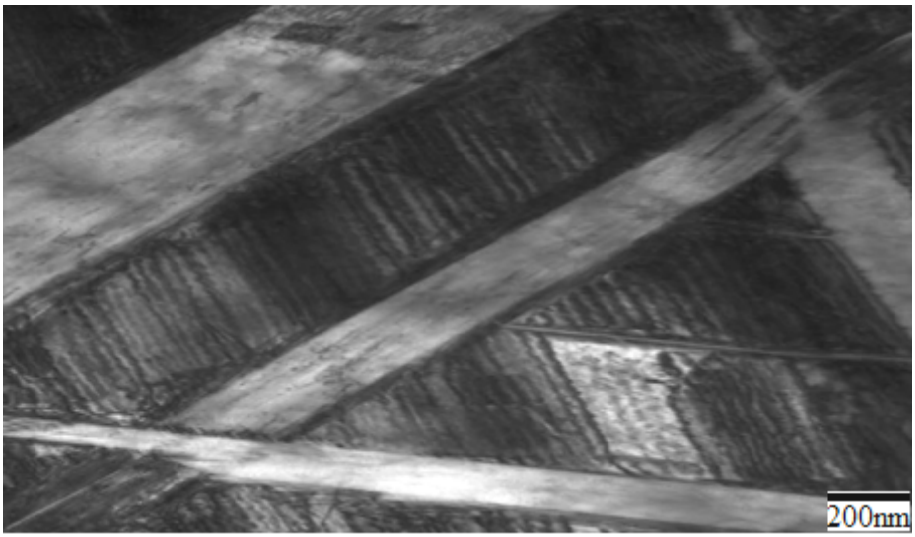


b)

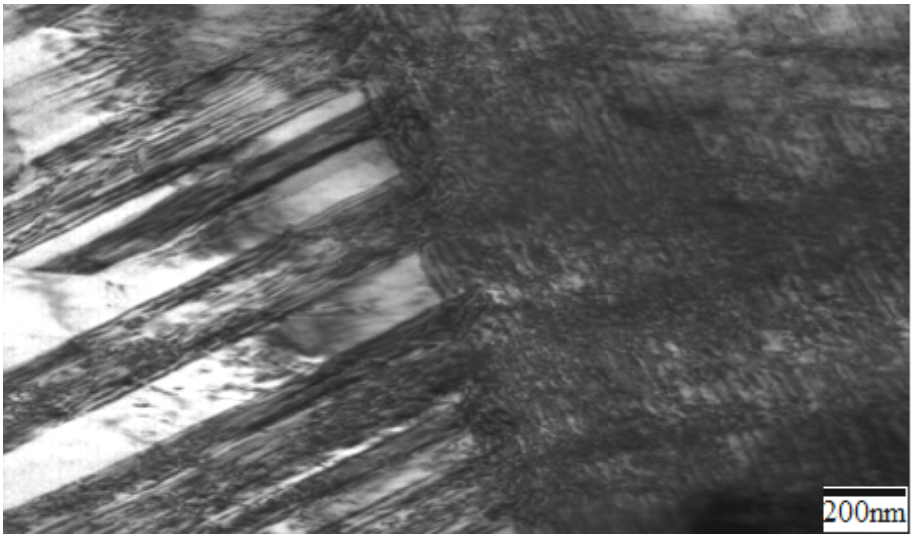
Şekil 3.10. Austenite yapıdaki numunelerin **a)** %10 ve **b)** %15 oranındaki çekme zoru sonrası yüzey görünümleri

Şekil 3.10.a.' da %10 çekme zoru uygulanarak ısıl işlem uygulanmış numunenin yüzeyinde martensite kristallerinin oluştuğu ve martensite kristallerinin farklı taneler içinde farklı yönelimlerde olduğu görüldü. Yine aynı grupta bulunan bir başka numuneye %15'lik çekme zoru uygulandığında ise oluşan martensite plakalarının daha ince yapıya sahip oldukları gözlendi (Şekil 3.10.b.). Ayrıca uygulanan çekme zorunun büyüklüğü artıkça tanelerinde giderek büyüdüğü görüldü.

Austenite yapıdaki numuneye %10 ve %15'lik çekme zoru uygulandıktan sonra ısıl işleme tabi tutulması sonucunda mikro yapısında meydana gelen değişiklikler TEM çalışmaları ile incelendi (Şekil 3.11.).



a)



b)

Şekil 3.11. Austenite yapıdaki numunenin **a)** %10, **b)** %15 oranında çekme zoru ile deforme edilmesi sonucundaki TEM görünümü

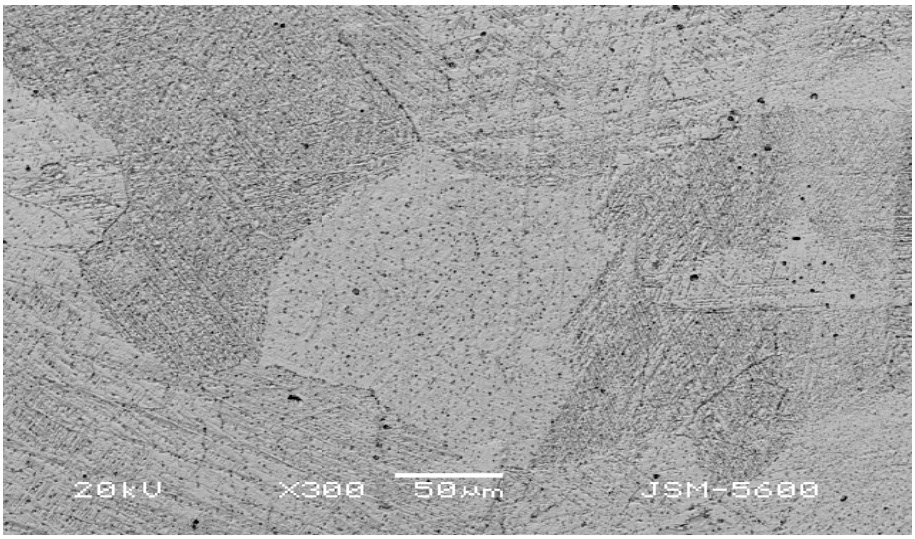
Şekil 3.11.a' da üç farklı martensite plakasının kesiştiği ve kesişen bölge arasında yığılma kusurlarının oluştuğu gözlendi. Bu kusurlar, ε martensitenin çekirdeklenme

yerleşim yerleri olması nedeniyle zorla meydana gelen $\gamma \rightarrow \varepsilon$ martensitik dönüşümünün kinetiğini sağlar. Zorun uygulanması sonucunda meydana gelen martensitik faz dönüşümlerinde, yığılma kusurlarının tane sınırlarında çekirdeklendikleri gözlenir. Ayrıca birbirine paralel bulunan iki martensite plakanın arasında oluşan yığılma kusurları ile kesişen martensite plakaları arasında bulunan yığılma kusurlarının aynı yönelime sahip olduğu görülmektedir.

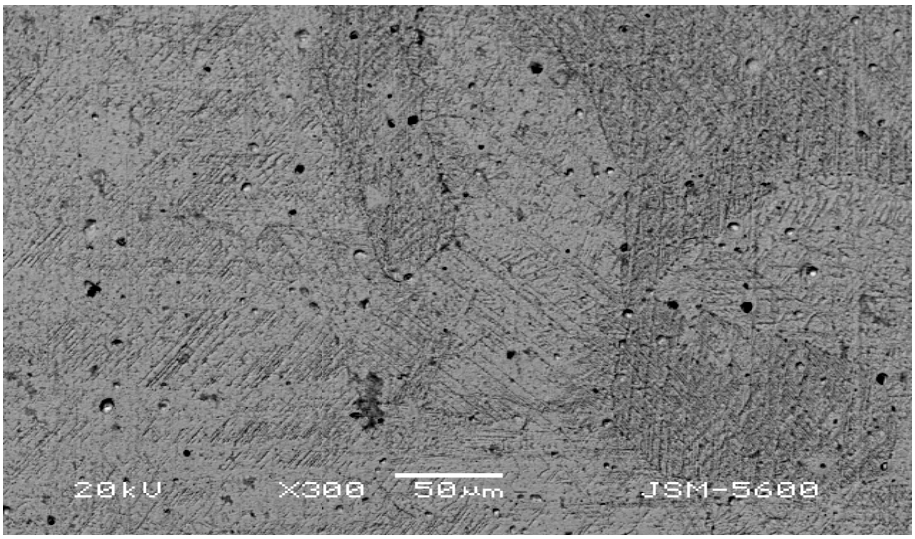
Şekil 3.11.b.' de austenite yapıdaki numuneye %15' lik çekme zorunun etkisi incelenirken, yığılma kusurlarının belirli bir bazal düzlem üzerine yerleşerek martensite plakalarını oluşturduğu gözlendi. Çekme zorunun etkisi ile oluşan kalın bir martensite plakanın, birbirine paralel olarak yönelmiş daha ince yapıda ki diğer martensite plakaları ile belirli bir yönelimle kesiştiği görülmektedir. Austenite yapıdaki numuneye uygulanan çekme zorunun büyüklüğü arttıkça yapıda oluşan martensite plakalarının kalınlığının da arttığı gözlendi.

Austenite fazındaki numunelere uygulanan deformasyon sonucunda, çekme zorunun büyüklüğünün artması ile numunede meydana gelen yığılma kusurlarının arttığı görüldü. Ayrıca deformasyon etkisi ile meydana gelen yığılma kusurlarının miktarının, ısıl işlem sıcaklığının etkisi ile meydana gelen yığılma kusurlarından daha fazla olduğu gözlendi.

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında oluşturulan martensite yapı üzerinde plastik deformasyonun etkisini incelemek için üçüncü grupta verilen numuneler, 1100 °C sıcaklıkta homojenleştirildikten sonra 850 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanarak suda soğutuldu ve böylece martensitik dönüşüm sağlandı. Daha sonra bu numunelere oda sıcaklığında %10 ve %15 büyüklüğünde çekme zoru uygulanarak deformasyonun etkisi SEM, TEM ve X-ışını kırınımı analiz çalışmaları ile incelendi (Şekil 3.12.).



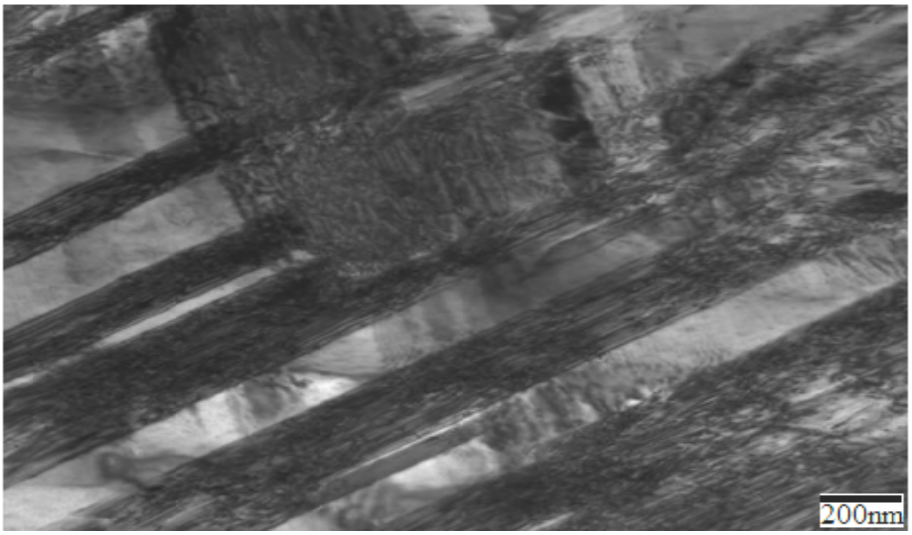
a)



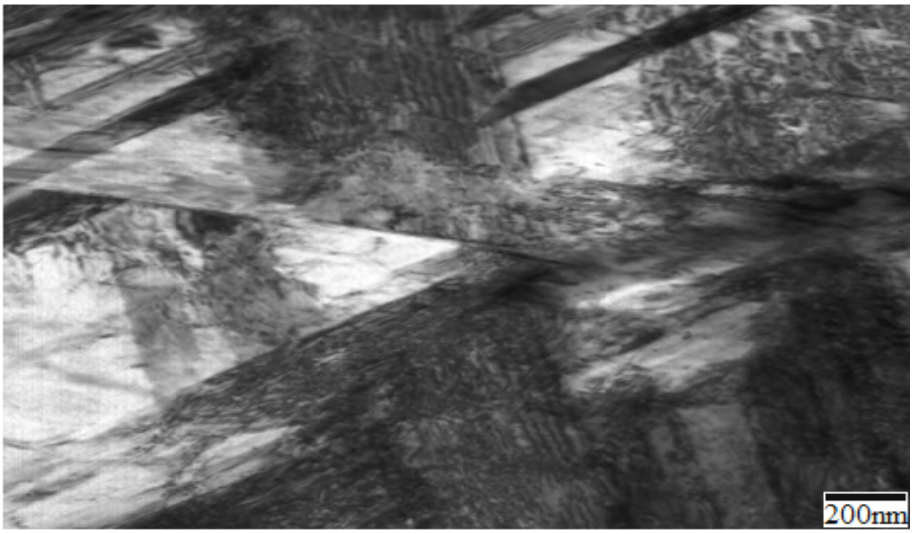
b)

Şekil 3.12. a) %10, **b)**%15 oranındaki çekme zoru sonucu oluşan martensite plakalarının yüzey morfolojileri

Şekil 3.12.a.' da martensite yapıda ki numuneye uygulanan %10'luk deformasyon sonrasında, numunenin yüzeyinde tanelerin oluştuğu ve tane sınırları içerisinde ε martensite plakaların meydana geldiği gözlendi. Martensite yapıya uygulanan çekme zorunun büyüklüğü arttırılarak miktarı %15 olduğunda ise tane büyüklüğünün arttığı ve tane içinde martensite plakalarının oluştuğu Şekil 3.12.b.' de gözlendi. Uygulanan plastik deformasyonun büyüklüğü arttıkça yapıda meydana gelen martensite miktarının da arttığı yapılan yüzey incelemelerinde görüldü.



a)



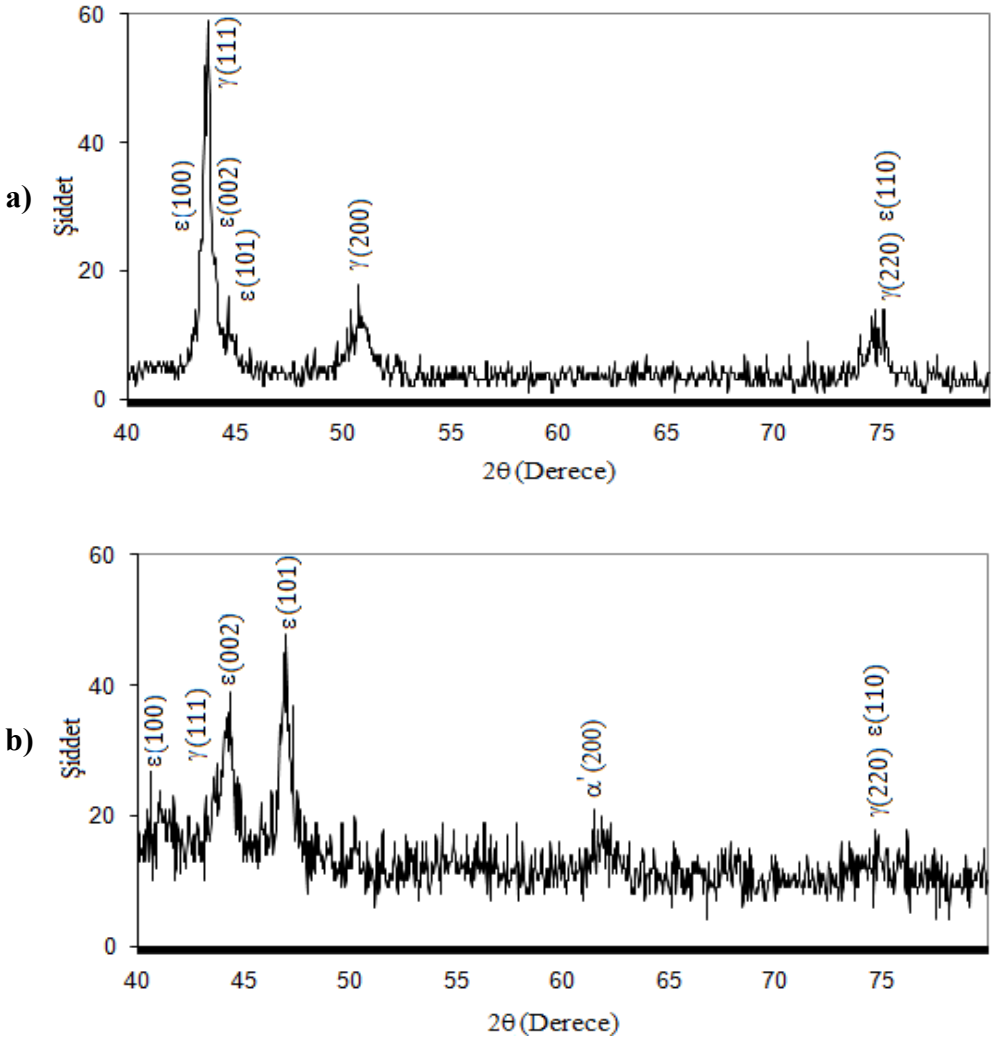
b)

Şekil 3.13. Martensite yapıdaki numunenin **a)** %10, **b)** %15 oranında çekme zoru ile deforme edilmesi sonucundaki TEM görünümü

Bu numunelerin TEM incelemelerinde %10 çekme zoru sonrası birbirine paralel yönlenmiş martensite plakaların, farklı yönelimde oluşmuş martensite plakaları ile kesiştiği gözlendi (Şekil 3.13.a.). Yığılma kusurlarının birbirine paralel gruplar halinde oluşarak martensite plakaları oluşturduğu ve sayılarının ısıl işlem etkisi ile oluşan yığılma kusurlarından daha fazla olduğu görüldü. Martensite fazdaki numuneye %15 büyüklüğünde çekme zoru uygulandığında ise numunenin

mikroyapısında şekil 3.13.b.' de görüldüğü gibi birbiri ile kesişen martensite plakaları gözlendi. ε martensite plakalarının kesişme bölgelerinde plastik deformasyon önemli rol oynar. Martensite plakalarının kesişme bölgelerinde α′(b.c.c.) türü martensite yapının oluşması beklenen sonuçtur. Zorlanma miktarının artması ile birçok kesişme bölgesinde yeni yönelimlerin ve çekirdeklenmelerin oluşması beklenir. Çekme zorunun büyüklüğü artırıldığında martensite plakalarının kırıldığı ve kırılan bu plakaların yeni yönelimlerde bulunduğu görülmektedir. Ayrıca uygulanan zor miktarının artması ile martensite plakalarının miktarı da artar.

Martensite faza dönüştürüldükten sonra %10 ve %15 oranında uygulanan çekme zorunun etkisi X-ışını kırınımı yöntemi ile de incelendi. Numunelerin kırınım desenlerinin analiz sonuçları ile martensite yapının hekzagonal kristal sistemine ait olduğu görüldü. %10 çekme deformasyonuna maruz bırakılan numunede iki farklı fazın mevcut olduğu tespit edildi. Şekil 3.14.a.' daki kırınım deseninden $(111)_\gamma$ pikinden austenite fazın örgü parametresi a_γ=3,6035Å olarak; $(002)_\varepsilon$ ve $(101)_\varepsilon$ piklerinden de ε martensite faza ait örgü parametreleri a_ε=2,5478Å ve c_ε=4,1339Å olarak hesaplandı. Numuneye %15' lik çekme deformasyonu uygulandığında alınan x-ışını kırınım deseninden üç farklı fazın mevcut olduğu gözlendi. Şekil 3.14.b.' deki kırınım deseninden $(111)_\gamma$ pikinden austenite fazın örgü parametresi a_γ=3,5894Å olarak; $(002)_\varepsilon$ ve $(101)_\varepsilon$ piklerinden de ε martensite faza ait örgü parametreleri a_ε=2,5613Å ve c_ε=4,0599Å olarak hesaplandı. Ayrıca Şekil 3.14.b.' deki kırınım deseninden $(200)_{\alpha'}$ pikinden, α′ martensite fazın örgü parametresi $a_{\alpha'}$=2,8454Å olarak elde edildi. Kırınım deseni üzerinde verilen indislemeler literatürde ki martensite yapıya ait desen ile uyum içerisindedir (75). Şekil 3.14.' de martensite yapıdaki numunede çekme zorunun artması ile ε martensite piklerinin şiddetinin arttığı görüldü. Bu sonuçlar uygulanan çekme zorunun artması ile ε martensite miktarının arttığını ve SEM gözlemlerini doğruladığını gösterir.



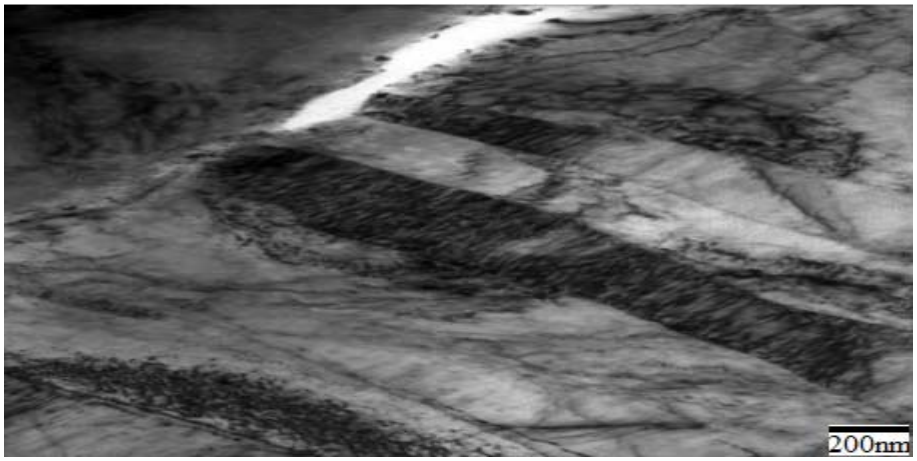
Şekil 3.14. Martensite yapıdaki numunenin **a)** %10, **b)** 15 çekme zoru ile deforme edilmesi sonucu X-ışını kırınım deseni

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında oluşturulan martensite fazda çekme zorunun etkisi incelenirken, austenite fazın ısıl işlem ve dış zorlarla plastik deformasyonu sonucunda yapısında b.c.c. yapıda α′ martensite kristallerinin oluştuğu gözlendi. Fe-Mn bazlı alaşımlarda, ε ve α′ türündeki martensitelerin oluşumunda Mn yüzdesi etkili bir faktördür. %10-12' den daha az Mn içeren alaşımlarda yalnızca α′ türünde martensite gözlenirken, Mn yüzdesinin artması ile ε türü martensite oluştuğu gözlenir. Ayrıca her iki martensite türünün de aynı austenite fazında birlikte ortaya çıkması mümkündür (3,35).

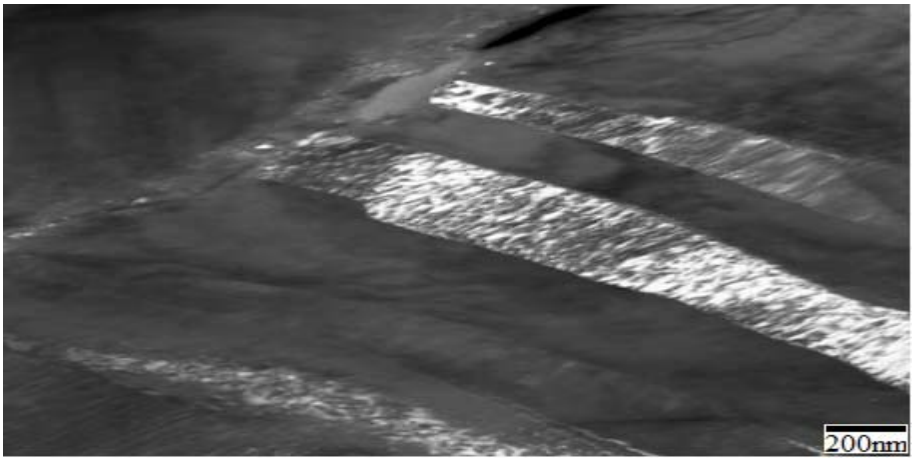
α′ türü martensitenin tek başına ısıl işlem etkisi ile oluşmadığı, sıcaklık değişiminin yanında dış zorların uygulanması ile bu tür oluşumun yapılandığı görüldü. Termal etki sonucunda yalnızca ε martensite yapı meydana gelirken çekme zoru sonucunda ε martensite plakalarının kesişme bölgelerinde α′ (b.c.c) türü martensite yapı meydana geldiği gözlendi (9,58,78). Çekme zoru sonucunda oluşan ε martensitenin yapısının, termal etki ile oluşan ε martensite yapısından farklı olduğu gözlendi. Şekil 3.15.'de α′ martensitenin mikro yapısı ve elektron kırınım deseni verildi. Burada görüldüğü gibi çekme zoru sonucu oluşan ε martensitenin yapısı, termal etki sonucu oluşan ε martensiteden daha kalın ve uçlara doğru incelen bir yapıda olduğu gözlendi. Bu bize α′ türündeki martensite yapının, ε türü martensite yapıya göre oluşurken daha büyük sürücü kuvvetler etkisi altında meydana geldiğini gösterdi.

ε martensite plakalarının kesiştiği bölgelerde meydana gelen α′ martensite fazın, austenite faz ve ε martensite faz arasında bulunan ilişki daha önceki çalışmalarda verilmiştir (58). ε martensite plakalarının veya benzer kesme mekanizmalarının kesişme bölgelerinde α′ martensite fazı oluşturma mekanizması Olson ve Cohen tarafından ortaya konulmuştur. Bu oluşum mekanizmasına göre α′ türündeki martensitelerin çekirdeklenmesi, austenite yapıdaki dislokasyon türü çizgisel yapı bozukluklarından kaynaklanır. Burada oluşumu gerçekleştirebilmek için uygulanan dış zorlar, başlangıçta var olan α′ martensite çekirdeklerini ek sürücü kuvvetle büyüterek yeni α′ martensiteleri oluşturur (8). Bu nedenle uygulanan dış zorların büyüklüğü iyi belirlenmelidir. Çünkü dış zorların etkisi ile oluşan bir başka çizgisel yapı bozuklukları önceden oluşmuş çekirdeklerin büyümesine engel de olabilir.

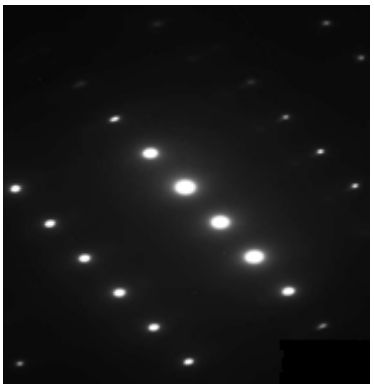
a)

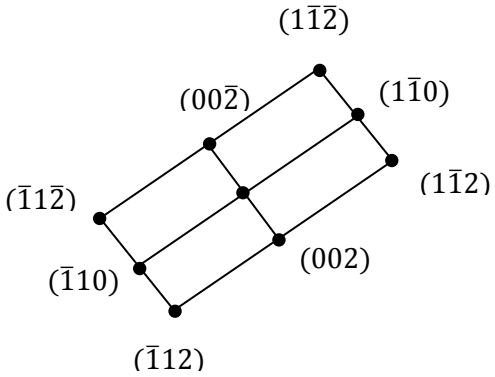


b)



c)





Şekil 3.15. Çekme zoru etkisi ile oluşan α′ (b.c.c) martensite'nin **a)** Aydınlık alan görüntüsü **b)** Karanlık alan görüntüsü **c)** Kırınım deseni ve indis diyagramı

Şekil 3.15.c.' de iki yapının ara bölgesinden alınan elektron kırınım deseni ve bu desene ait indis diyagramı verildi. İndis diyagramından da görüldüğü gibi sadece α′ (b.c.c) martensite'nin düzlemi kırınım deseninde görülmektedir. Uygulanan plastik deformasyon sonucu ε martensite plakalarının kesişme bölgelerinde α′ martensite fazın oluştuğu belirtilir (77). Fe-Mn alaşımlarında austenite→martensite faz dönüşümlerin de, austenite γ fazının ε ve α′ yapıdaki martensite faza dönüşebildiği ve bazı fiziksel şartlar altında ε→α′ dönüşümünün de mümkün olduğu açıklanır. γ→ε→α′ faz dönüşümü plastik deformasyonla meydana gelebilir. Bu dönüşümün gerçekleşebilmesi alaşımın Mn içeriğine bağlıdır (3).

3.4. Fe-%18,97Mn-%1,92V Alaşımında Şekil Hatırlama Etkisinin İncelenmesi

Şekil hatırlamalı alaşımlar, uygun ısıl işlemle önceden belirlenmiş şekline geri dönebilme yeteneğine sahip olan metal alaşımlardır. Genel olarak bu alaşımlar, oldukça düşük sıcaklıklarda plastik olarak deforme edildikten sonra, daha yüksek sıcaklıklara maruz kaldıklarında deformasyondan önceki şekillerine geri dönerler (79).

Şekil hatırlama olayı martensitik dönüşüm sergileyen Fe bazlı alaşımlarda, Cu bazlı alaşımlarda, Ti-Ni alaşımlarında, seramik ve polimerlerde gözlenir. Martensite dönüşümü tamamlandıktan sonra numune deforme edilirse ve kendine özgü dönüşüm sıcaklığının üzerinde ısıtılırsa, numunenin deformasyon öncesi orijinal şeklini tekrar kazanma olayı Şekil Hatırlama Olayı olarak tanımlanır (80).

Şekil hatırlama olayının oluşmasında martensite yapı tekrar austenite yapıya dönüşürken, martensitenin ilk kez oluşumu sırasında austenite yapı içerisinde ortaya çıkan kristal yapı bozulmaları ve martensitenin türü önemli rol oynar. Bu nedenle özellikle Fe-bazlı alaşımlarda gözlenen şekil hatırlama olayı hem austenite yapının hem de martensite yapının kristalografik özellikleri ile yakından ilişkilidir.

Alaşımın şekil hatırlama etkisini incelemek için 0,5mmx5mmx50mm boyutunda dokuz adet numune hazırlandı. Bu numuneler 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirildikten sonra fırında yavaş soğutuldu. Isıl işlem etkisi ve austenite ile

martensite kristal yapılarında deformasyon etkisini incelemek için bu numunelere ısıl ve mekanik işlemler uygulandı.

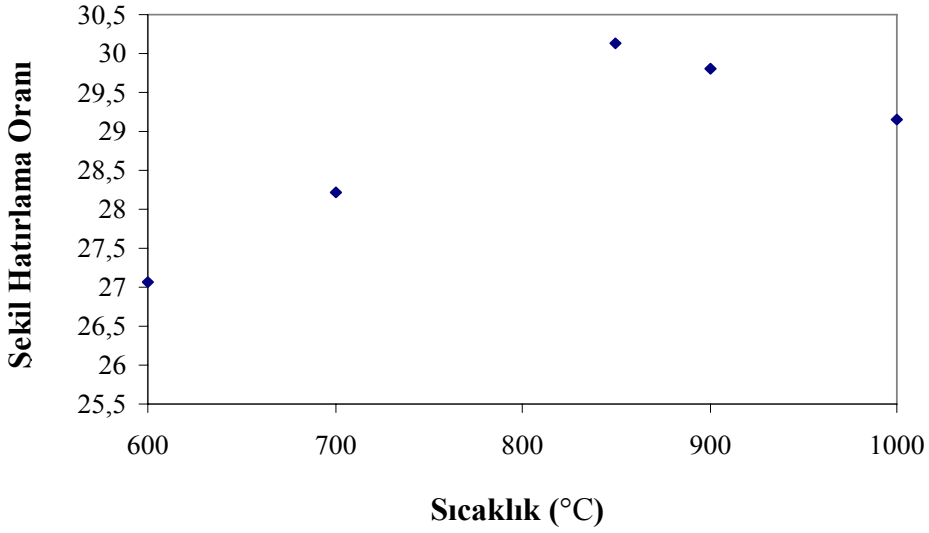
Isıl işlem etkisini incelemek için numuneler sıra ile 600 °C, 700 °C, 850 °C, 900 °C ve 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika süre ile ısıl işleme tabi tutulduktan sonra oda sıcaklığındaki suda hızlı soğutuldu.

Austenite fazında bulunan iki adet numunede (Çizelge 2.1.'de 2.grup) şekil hatırlama üzerinde çekme zorunun etkisini incelemek için %10 ve %15 oranında çekme zoru uygulandı. Daha önce alaşım üzerinde ısıl işlem sıcaklığının etkisi incelenirken, ε martensite oluşumu için en ideal ısıl işlem sıcaklığı bir başka ifadeyle maksimum ε oluşumunun gözlendiği sıcaklık noktası 850 °C olarak belirlenmişti. Plastik olarak deforme edilen numuneler sonra 850 °C de 30 dakika ısıl işleme tabi tutulduktan sonra oda sıcaklığında suda hızlı soğutuldu.

Martensitik dönüşümün sağlandığı iki adet numunede (Çizelge 2.1.'de 3.grup) şekil hatırlama üzerinde çekme zorunun etkisini incelerken de, austenite fazında bulunan numunelere 850 °C' de 30 dakika ısıl işlem uygulanarak oda sıcaklığındaki suda hızlı soğutma yapıldı. Martensite faz oluşturulduktan sonra numunelere %10 ve %15 oranında çekme zoru uygulandı. Daha sonra ısıl işlem uygulanan numuneler ve austenite ile martensite fazında çekme zoru uygulanan numuneler üzerinde şekil hatırlama etkisini inceleyebilmek için bükme metodu kullanıldı.

Numuneler oda sıcaklığında 10mm çaplı bir kalıp kullanılarak Şekil 2.11.' de verilen bükme deformasyonu mekanizması ile büküldü. Elastik olarak deforme edilen numunelerin θ_e şekil verme açıları ölçüldü. Daha sonra elastik olarak deforme edilen dokuz adet numune ayrı ayrı 400 °C' de 10 dakika bekletildi. Uygulanan bu ısıl işlem sonrasında numunelerin şekil geri alma açısı θ_m ölçüldü. Elde edilen θ_e ve θ_m açı değerleri kullanılarak şekil hatırlama oranı η (2.8) eşitliğinde verilen formülle hesaplandı. Isıl işlem uygulanan numunelerin, şekil hatırlama oranının sıcaklıkla değişiminin grafiği Şekil 3.16.' da verildi. Grafikte de görüldüğü gibi maksimum şekil hatırlamanın olduğu sıcaklık değeri 850 °C dir. Daha önce yapılan ısıl işlem

incelemelerinde SEM, TEM ve X-ışını kırınım sonuçları ile ε martensite oluşumu için en ideal sıcaklık noktasının 850 °C olduğunu belirlenmişti.



Şekil 3.16. Numunelerin şekil hatırlama oranlarının uygulanan ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

Austenite fazındaki numunelerde çekme zorunun şekil hatırlama etkisi incelenirken, şekil hatırlama oranının uygulanan çekme zoruna bağlı olarak değişimi Çizelge 3.3.' de verildi. Daha önce austenite fazındaki numuneler üzerinde çekme zorunun etkisi incelenirken, TEM incelemelerinde austenite fazındaki numunelere uygulanan deformasyon sonucunda, çekme zorunun büyüklüğünün artması ile numunede meydana gelen yığılma kusurlarının arttığı gözlenmişti. Uygulanan deformasyon, tam dislokasyonların kaymasına ve yığılma kusurlarının çoğalmasına sebep olur (9). Deformasyon miktarı artıkça şekil hatırlama etkisinin çok az bir miktar azaldığı görülmektedir. Bunun sebebi ise çekme zorunun etkisi ile austenite yapıda oluşan kusurların geri dönüşüme engelleyici rol oynamasından kaynaklandığı düşünülmektedir (83). Son yıllarda, Fe-Mn alaşımları üzerinde yapılan çalışmalarda benzer sonuç bulunmuştur (82-84).

Martensite fazındaki numunelerde çekme zorunun şekil hatırlama etkisi incelendiğinde, şekil hatırlama etkisinin daha da azaldığı görüldü (Çizelge 3.4.). Bükme deformasyonunun etkisi ile ε martensite plakalarının kırıldığı ve kristal

kusurlarının yoğunluğunun arttığı gözlendi. ε martensite plakalarının arakesit bölgelerinde α′ martensite kristali oluşur. Daha önce bu grupta verilen numuneler için yapılan TEM incelemelerinde, martensite fazındaki numunelere uygulanan %15'lik deformasyon sonucunda α′ martensitelerin oluştuğu gözlenmişti. Martensite fazındaki numunelerde α′ martensitelerinin oluşması, şekil hatırlama etkisini yok eder. Bunun nedeni ise α′ martensitelerinin geri dönüşümü engellemesinden kaynaklanır (62). Maji ve Krishnan' a göre α′ martensitelerin oluşumu tersinir dönüşümün tamamlanmamasına neden olur. Bunun nedeni ise Shockley kısmi dislokasyonlarının tersinir hareketi engellemesidir (10). Şekil hatırlama olayının ortaya çıkabilmesi için f.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya martensitik dönüşümü gerçekleştiren Shockley kısmi dislokasyonunun tersinir dönüşüm sırasında geriye hareket ederek f.c.c. yapıyı oluşturması gerekmektedir. Ancak bu durumda tersinir dönüşüm gerçekleşir ve austenite faz orijinal yapısını koruyarak, başlangıçtaki boyutlarına geri dönmüş olur. Bu nedenle yapılan deneysel çalışmalarda şekil hatırlatma olayının gerçekleşebilmesi için, bir doğrultuda plastik zorlanma uygulanır.

Çekme Zoru Oranı	**Şekil Hatırlama Oranı**
%0	30,13
%10	28,5
%15	26,63

Çizelge 3.3. Austenite fazda numunelerin şekil hatırlama oranlarının uygulanan çekme zoruna bağlı olarak değişimi

Çekme Zoru Oranı	Şekil Hatırlama Oranı
%0	30,13
%10	29,11
%15	22,9

Çizelge 3.4. Martensite fazda numunelerin şekil hatırlama oranlarının uygulanan çekme zoruna bağlı olarak değişimi

3.5. Fe-%18,97Mn-%1,92V Alaşımının Manyetik Özelliklerinin Mössbauer Spektrum İle İncelenmesi

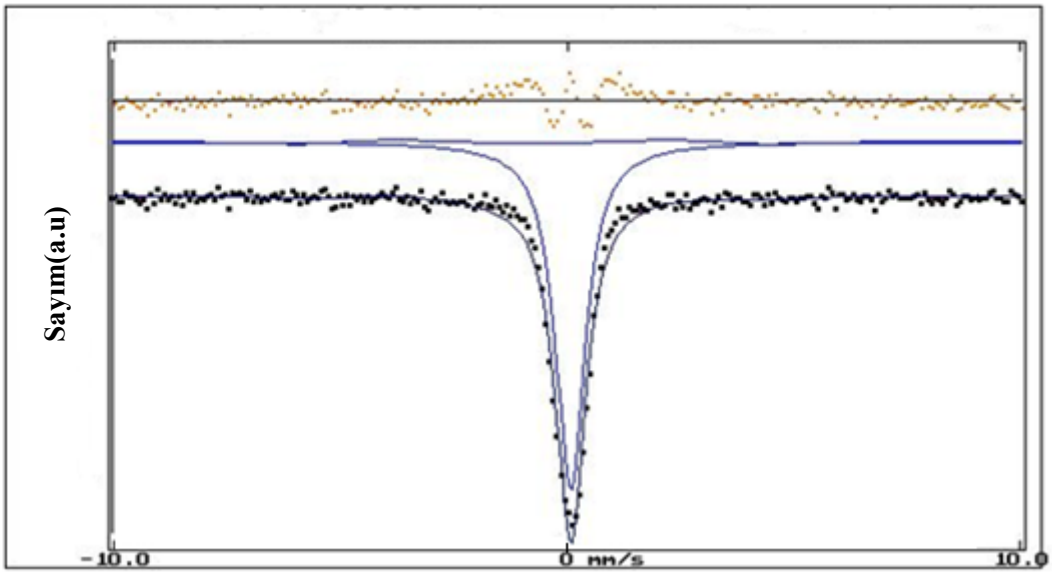
Metal ve metal alaşımlarında gözlenen austenite-martensite faz dönüşümü olayının fiziksel özellikleri tümü ile ortaya konulurken, manyetik özelliklerinin de çeşitli yöntemlerle incelenmesi gerekir. Bu yöntemlerden en yaygın olarak kullanılanı ise Mössbauer spektroskopisidir. Mössbauer etkisi, γ-ışınlarının malzeme tarafından soğurulması sonucu atom çekirdeklerindeki enerji seviyeleri arasındaki geçişlerden doğar (3).

Fe bazlı alaşımlarda austenite faz paramanyetik olduğundan, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilir. Dönüşüm sonucu oluşan martensite faz ise ferromanyetik ya da antiferromanyetik özellik gösterdiğinden altı soğurma çizgisi spektrumu verir (66). Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda austenite fazın ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir.

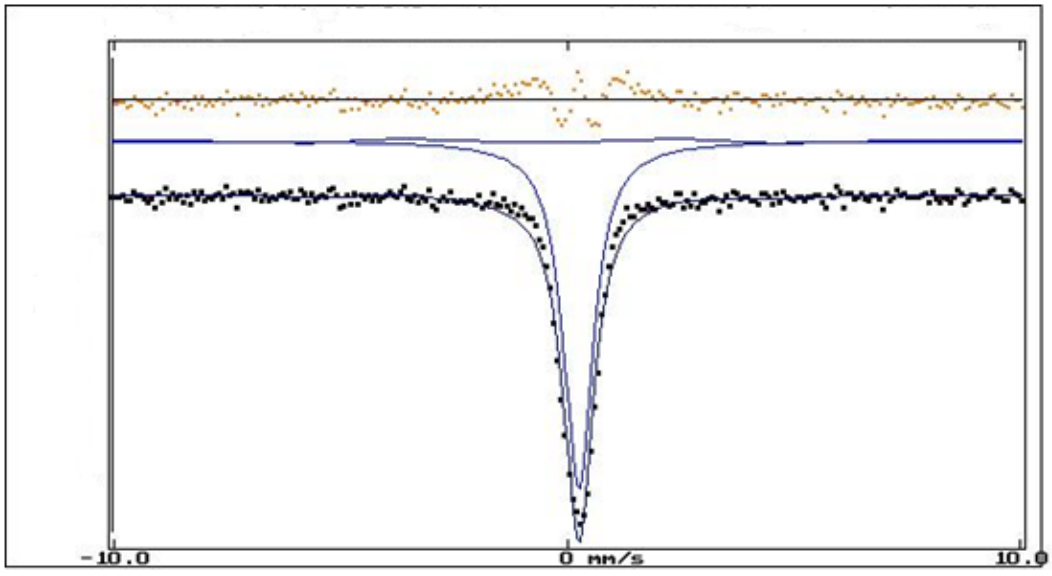
Fe-Mn alaşımlarında γ (f.c.c.) ve ε (h.c.p.) fazları genellikle paramanyetik özellik gösterirken α′ (b.c.c.) fazı ferromanyetik özellik sergiler. Bu çalışmada Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında austenite ve martensite yapıların manyetik özelliklerini incelemek için 1100 °C de 12 saat homojenleştirilip fırında yavaş

soğutularak elde edilen numunenin, 850 °C de 30 dakika ısıl işlem uygulandıktan sonra suda hızlı soğutulan numunenin ve martensite fazında %15' lik çekme deformasyonu uygulanan numunenin oda sıcaklığında Mössbauer spektrumu alınmıştır.

1100 °C de 12 saat homojenleştirilip fırında yavaş soğutularak elde edilen austenite fazdaki numunenin ve 850 °C de 30 dakika ısıl işlem uygulandıktan sonra suda hızlı soğutulan numunenin oda sıcaklığında Mössbauer spektrometresinden alınan sonuçları Şekil 3.17. ve Şekil 3.18.' de verilmiştir. Yavaş soğutma sonucu elde edilen austenite fazın ve 850 °C de 30 dakika ısıl işlem sonrasında hızlı soğutma sonucu oluşan martensite fazın her ikisine ait Mössbauer spektrumlarının tekli pik verdiği görüldü. Bilindiği gibi, Mössbauer spektrometresinde ferromanyetik veya antiferromanyetik yapı altılı pik sergilerken, paramanyetik yapı tekli pik gösterir (82). Bu çalışmada Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımı için hem austenite hem de ε martensite yapının paramanyetik olduğu görülmektedir. Son yıllarda, Fe-Mn alaşımları üzerinde yapılan çalışmalarda austenite (γ) ve martensite (ε) yapının paramanyetik özellik sergilediği belirtilmiştir (82,83).

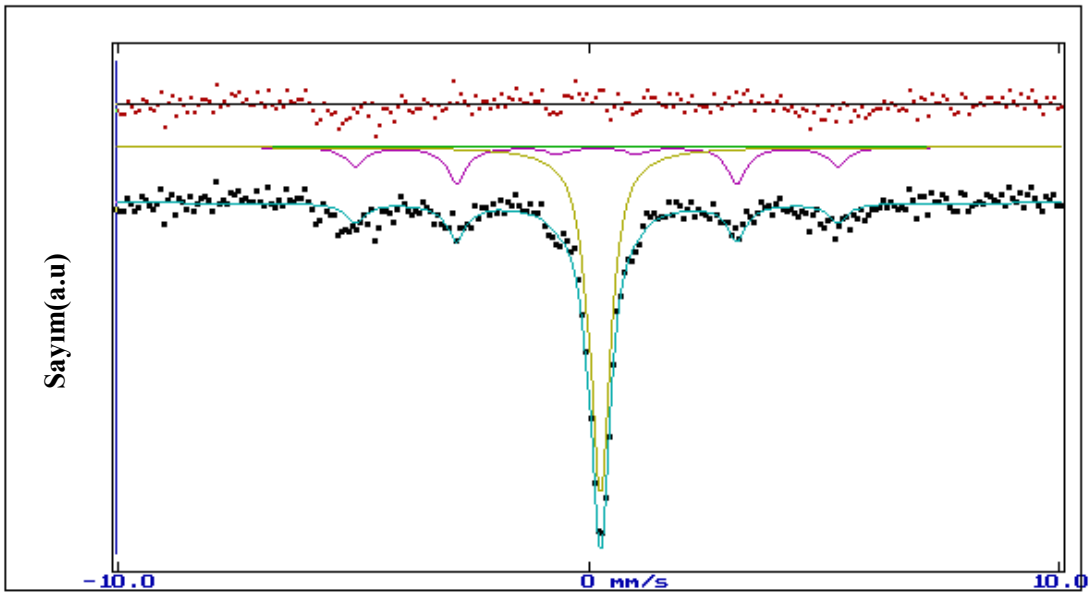


Şekil 3.17. 1100 °C sıcaklıkta 12 saat homojenleştirilip fırında yavaş soğutulan numunenin, oda sıcaklığında alınan austenite fazın Mössbauer spektrumu



Şekil 3.18. 850 °C sıcaklıkta 30 dakika ısıl işlem uygulanan ve suda soğutulan numunenin, oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu

Daha sonra austenite fazda bulunan numune 850 °C de 30 dakika ısıl işleme tabi tutulduktan sonra oluşan martensite faz üzerinde %15' lik çekme deformasyonu etkisini inceleyebilmek için Mössbauer spektrumu alınmıştır. Şekil 3.19.' da gösterilen spektrumda, oluşan α′ fazın austenite paramanyetik piki üzerine yerleştiği ve altılı pikler şeklinde kendini gösteren ferromanyetik türde olduğu bulundu. Bu piklerden birincisi, α′ faza ait altılı pik, ikincisi de austenite faza ait tekli piktir. En alttaki pik (spektrum) ise iki pikin toplamıdır.



Şekil 3.19. 850 °C de 30 dakika ısıl işlem sonrası %15' lik çekme deformasyonu uygulanan numunenin oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumu.

Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak elde edilen austenite ve martensite yapıların oluşum yüzdeleri, martensite yapıya ait iç manyetik alan değerleri ile austenite ve martensite fazlara ait izomer kayma değerleri Çizelge 3.5.' de verilmiştir. 850 °C de 30 dakika ısıl işlem sonrası %15' lik çekme deformasyonu uygulanan numunenin oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumuna göre, numunede az miktarda α′ martensite fazın oluştuğu ve martensite faza ait iç

manyetik alanın değerinin 32.1744 Tesla olduğu bulundu. Oluşan fazların hacim değişiminden veya s-elektronlarının yoğunluğundaki değişimden kaynaklanan izomer kayma değerleride bulunmuştur.

Numune	Austenite (%)	Martensite(%)	BHT(T)	$\delta_{Austenite}$	$\delta_{Martensite}$
1100 °C	100	---------	---------	0.246050	---------
%15(M)	90.889	9.111	32.1744	0.247568	0.181385

Çizelge 3.5. Isıl işlem ve çekme zoruna tabi tutulan numunelere ait dönüşüm Miktarları

Mössbauer spektroskop yöntemiyle bir alaşımda oluşan austenite ve martensite fazların hacim oranları da belirlenebilmektedir. Bu hacim yüzdeleri, fazların gösterdiği farklı manyetik karakteristikler yoluyla hesaplanır. Ancak bu çalışmada, γ austenite ve ε martensite fazın her ikisi de paramanyetik özellik gösterdiği için oda sıcaklığındaki Mössbauer spektrometresi ile bu fazları birbirinden ayırmak mümkün değildir (84). Bu nedenle hızlı soğutulan numunenin Mössbauer spektrumunda tekli pikten oluştuğu, martensitik dönüşüm sırasında alaşımın manyetik özelliğinin değişmediği yani austenite ve martensite fazların karışımına ait olan yapının da paramanyetik özellik sergilediği görülmektedir. Buna karşın martensitik dönüşüm sonrası alaşıma %15 lik deformasyon uygulandığında ise az miktarda α' fazın oluştuğu ve $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \alpha'$ martensitik dönüşümü ile birlikte paramanyetik$\rightarrow$ferromanyetik şeklinde bir manyetik geçişin oluştuğu tespit edilmiştir.

4.SONUÇLAR

Bu çalışmada, Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında meydana gelen martensite faz dönüşümünün morfolojik, kristalografik, termal ve manyetik özellikleri gibi fiziksel özelliklerinin yanı sıra mekanik özelliklerini de incelemek için çalışma yapıldı. Bu araştırmada, Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında termal etkili martensitik dönüşümler ve bu dönüşümler üzerinde ısıl işlem sıcaklığının etkisi ile çekme zorunun etkisi incelendi. Martensite faz dönüşümünün, alaşımın manyetik özellikleri üzerine etkisi Mössbauer spektrometresi ile incelendi. Ayrıca alaşımda gözlenen şekil hatırlama etkisi incelendi.

Yavaş soğutmaya tabi tutulan numunelerin SEM gözlemlerinde austenite fazda kaldığı, martensitik faz dönüşümünün meydana gelmediği gözlendi. Austenite fazdaki numunenin mikroyapısını incelemek için yapılan geçirmeli elektron mikroskop (TEM) incelemesinde ise yığılma kusurları ve dislokasyon şebekelerinin oluştuğu görüldü. ε martensite oluşumu sırasında çekirdeklenme olayı, austenite fazın kristal yapısında oluşan yığılma kusurlarından kaynaklanır. Daha sonra Shockley kısmi dislokasyonlarının hareketi ile oluşan çekirdek büyüyerek martensite yapıyı ortaya çıkarır. Kısaca bu tür yapılarda martensite oluşumu, Shockley kısmi dislokasyonlarının küçük enerjiler ile hareket etmesinden dolayı kolay gerçekleşir (35).

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımı üzerinde ısıl işlem sıcaklığının etkisini incelemelerinde, ısıl işlem sıcaklığı arttıkça numune yüzeyinde oluşan ε martensite'lerin daha da büyüyerek belirginleştiği ve kalınlaştığı gözlendi. Austenite faz içerisinde ε martensite plakalarının tane sınırlarından başlayarak oluştuğu ve birbirine paralel bantlar şeklinde meydana geldiği görülmektedir. Ayrıca ε martensite plakalarının yönelimlerinin tanelere göre değiştiği görüldü. Bu durum, austenite faza uygulanan ısıl işlem sonucunda ε martensite'nin çekirdeklenmesini sağlayan kristal kusurlarının alaşım içinde dağılmasından kaynaklanır. Sonuç olarak numuneye uygulanan ısıl işlem sıcaklığı arttıkça tanelerin büyüdüğü, alaşımda oluşan tane

sınırlarının ε martensite plakalarının başladığı veya sona erdiği bölgeler olduğu SEM gözlemleri ile ortaya konuldu.

Yüzey gözlemlerinden sonra ısıl işlem uygulanan numunelerde oluşan ε martensitelerin kristalografisini ve içyapısını incelemek için TEM gözlemleri yapıldı. 600 °C sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulan numunede yığılma kusurlarının oluştuğu ve bu yığılma kusurlarının birbirlerine göre değişik yönelimlerde meydana geldiği gözlendi. 850 °C sıcaklıkta ise numunede meydana gelen yığılma kusurlarının miktarının arttığı gözlendi. Yığılma kusurlarının birleşerek ε martensite plakalarını oluşturduğu göz önüne alındığında, ısıl işlem sıcaklığının artması ile ε martensite miktarının arttığı sonucuna varılabilir.

Yığılma kusurları ε martensite plakalarını meydana getirirken düzenli veya düzensiz olarak birbiri üzerine yerleştiği gözlendi. Yığılma kusurlarının düzenli olarak yerleşmesi sonucu oluşan ε martensite plakalarının elektron kırınımı deseninde daha şiddetli pikler verdiği ortaya çıktı. Ayrıca düzensiz olarak yerleşen yığılma kusurlarının oluşturduğu ε martensite plakalarının daha kalın oldukları gözlendi. Sonuç olarak yığılma kusurlarının düzenli veya düzensiz olarak birbiri üzerine yerleşerek ε martensite plakalarını oluşturduğu tespit edildi.

900 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda ise ε martensite plakalarının tek ya da birbirine paralel bandlar şeklinde kristal yapıda meydana geldikleri gözlendi. Band şeklinde meydana gelen bu kristal yapılar, ε martensite kristallerinden oluşur. Yapılan kristalografik ölçümler, bandlar içerisinde yer alan ince ε martensite kristallerinin aynı alaşım düzlemine ve kristalografik dönme bağıntısına sahip olduğunu göstermiştir. Bu tür bir oluşumun kaynağı ε martensite çekirdeklerinin ortaya çıkmasını sağlayan yığılım kusurları ve dislokasyonlardır.

Sonuç olarak Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımına uygulanan ısıl işlem sonrasında kristal yapıda çok fazla yığılma kusurlarının meydana geldiği görüldü. Yığılma kusurları Fe-Mn-V alaşımında $\gamma \rightarrow \varepsilon$ dönüşümünün gerçekleşmesi için gerekli yapılardır. Yığılma kusurları ε martensitenin oluşumunda çekirdeklenmeyi sağlar. Yığılma kusurlarının bu kadar geniş bir alanda oluşarak yer işgal etmesinin sebebi

ise enerjisinin düşük olmasından kaynaklanır. Numuneye yığılma kusurlarının yayılma doğrultusuna paralel bir doğrultuda zor uygulandığında, yığılma kusurlarının ε martensite plakalarına dönüşmesi daha kolay gerçekleşir. Aksi halde ε martensite fazının oluşumu engellenir. Bu durum ise numunenin şekil hatırlama özelliğini olumsuz yönde etkiler.

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında martensitik faz dönüşümünde ısıl işlem sıcaklığının etkisini incelerken austenite yapıdan martensite yapıya geçişin atermal olarak gerçekleştiği gözlendi. ε martensite oluşumunu için en ideal ısıl işlem sıcaklığı deneysel gözlemler sonucunda 850 °C olarak belirlendi. En ideal ısıl işlem sıcaklığını belirlemekteki amacımız ise maksimum şekil hatırlama veren sıcaklık noktasını belirlemekti.

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında meydana gelen martensitik faz dönüşümünde, alaşımın kristalografik yapısına ait bilgileri artırmak için X-ışını kırınım çalışmaları yapılarak, austenite ve martensite yapılarına ait örgü parametreleri belirlenmeye çalışıldı. Ayrıca TEM elektron kırınım deseninden faydalanılarak da austenite ve martensite yapılarına ait örgü parametreleri belirlenerek, X-ışını kırınım sonuçlarından elde edilen verilerle karşılaştırılması yapıldı. İncelenen numunelerin tamamında ısıl işlem sonucunda dönüşümün γ fazından ε fazına, $\gamma \rightarrow \varepsilon$ şeklinde dönüşümün meydana geldiği görüldü. Bu dönüşümün sağlanması için en ideal $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranı 1,633 olması halinde h.c.p. faz dönüşümü meydana gelir. Bu çalışmada da ısıl işlem sıcaklığı artıkça $c_\varepsilon/a_\varepsilon$ oranının ideal orana yakın bir değer aldığı gözlendi.

Austenite fazındaki Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında çekme zorunun etkisi incelenirken, uygulanan zorun büyüklüğü artıkça oluşan martensite kristallerinin daha belirgin olarak meydana geldiği ve tanelerinde büyüdüğü yüzey morfolojisinde görüldü. Austenite yapıdaki numuneye uygulanan zorunun büyüklüğü artıkça mikro yapısında meydana gelen değişiklikler ise TEM çalışmalarında yığılma kusurlarının artması şeklinde görüldü.

Martensite fazındaki Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında çekme zorunun etkisi incelemek için yapılan yüzey morfolojileri incelemelerinde, numuneye uygulanan zorunun büyüklüğü artıkça tane büyüklüğünün arttığı ve tane içinde martensite

plakalarının oluştuğu gözlendi. Martensite fazındaki numuneye çekme zoru uygulanarak yapılan TEM analizinde ise yığılma kusurlarının birbirlerine paralel gruplar halinde oluşması ile martensite plakalarını oluşturduğu görüldü. Ayrıca çekme zorunun etkisi incelenirken, dönüşüm sonucunda α′ türünde martensite fazın da meydana geldiği görüldü. Burada uygulanan dış mekanik zor, başlangıçta martensite fazda var olan α′ türündeki martensite çekirdeklerini ek sürücü kuvvetin etkisi ile büyüterek yeni α′ türündeki martensite kristallerinin oluşumunu sağladı.

Isıl işlem sıcaklığının şekil hatırlama etkisi incelendiğinde ε martensite oluşumunu veren en ideal sıcaklığın, şekil hatırlama oranının sıcaklıkla değişim grafiğinden 850 °C olduğu elde edildi.

Austenite fazındaki numunelerde şekil hatırlama üzerinde çekme zorunun etkisi incelendiğinde, deformasyon miktarı artıkça şekil hatırlama etkisinin çok az bir miktar azaldığı görüldü. Bunun nedeni ise çekme zorunun etkisi ile austenite yapıda oluşan kusurların geri dönüşüme engelleyici rol oynamasından kaynaklanır.

Martensite fazındaki numunelerde şekil hatırlama üzerinde çekme zorunun etkisi incelenirken ise, şekil hatırlama etkisinin daha da azaldığı görüldü. TEM incelemelerinde martensite fazındaki numunelere uygulanan deformasyon sonucunda α′ martensitelerin oluştuğu gözlenmişti. Bu nedenle martensite fazındaki numunelerde α′ martensitelerinin oluşmasından dolayı şekil hatırlama etkisi azalır. Bunun sebebi de α′ martensitelerinin geri dönüşümü engellemesidir.

Fe-%18,97Mn-%1,92V alaşımında termal etki ve deformasyon etkisi sonucu, austenite faz içerisinde oluşan martensite fazın manyetik özelliklerini incelemek amacı ile Mössbauer spektrumlarına da bakıldı. 1100 °C sıcaklık da 12 saat homojenleştirilen ve fırında soğutulan numunede martensite yapının oluşmadığı, numunenin tamamının SEM gözlemlerini destekler doğrultuda austenite fazda kaldığı gözlendi. 850 °C de 30 dakika ısıl işlem sonrası %15’ lik çekme deformasyonu uygulanan numunenin oda sıcaklığında alınan Mössbauer spektrumuna göre, numunede martensite fazın oluştuğu ve martensite faza ait iç manyetik alanın değerinin 32.1744 Tesla olduğu bulundu.

KAYNAKLAR

(1) Timings, R.L., Malzeme Teknolojisi. (Çeviri: Rıza Gürbüz), YÖK-Endüstriyel Eğitim Projesi Başkanlığı, 1984.

(2) Clapp, P.C., How would we recognize a Martensitic Transformation if it Bumped into us on a Dark & Austty Night?. J. De Physique 5. C8, 11-19, 1995.

(3) Nishiyama, Z., Martensitic Transformations, Academic Pres London, 1978.

(4) Durlu, T.N., Effect of High Austenitizing Temperature and Austenite Deformation on Formation of Martensite in Fe-Ni-C Alloy. Journal of Materials Science. 36, 5665-5671, 2001.

(5) Christian, J.W., The Theory of Transformations in Metals and Alloys. Pergaman Pres. London. 1975.

(6) Kaufman, L. and Cohen, M., Thermodynamics and Kinetics of Martensitic Transformations. Prog. Metal Phys. 7, 165-170, 1958.

(7) Olson, G.B. and Cohen, M., General Mechanism of Martensitic Nucleation: PartI- General Concepts and f.c.c.→h.c.p. Transformation. Metall. Trans. A, 7A, 1897-1914, 1976.

(8) Olson, G.B. and Cohen, M., A General Mechanism of Martensitic Nucleation: Part III- Kinetics of Martensitic Nucleation. Metall Trans. A, 7A, 1915-1923, 1976.

(9) Bergeon, N. and Guenin, G. and Esnouf, C., Microstructural Analysis of the Stress-Induced ε Martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy: PartI- Calculated Description of the Microstructure. Mater. Sci. Eng. A242, 77-86, 1998.

(10) Maji, B.C. and Krishnan, M., The Effect of Microstructure on the Shape Recovery of a Fe-Mn-Si-Cr-Ni Stainless Stell Shape Memory Alloy. Scripta Mater., 48, 71-77, 2003.

(11) Inagaki, H., Shape Memory Effect of Fe-14%Mn-6%Si-9%Cr-6%Ni Alloy Polycrystals. Z. Metallkd. 83, 90, 1992.

(12) Inagaki, H., Effect of Ni on Stacking Fault Distribitions in Fe-Mn-Si-Ni-Cr Shape Memory Alloys. Z. Metallkd. 86, 275-280, 1995.

(13) Inagaki, H., In situ TEM Observation of the $\alpha \rightarrow \gamma$ Reverse Transformation in Fe-%14Mn-%6Si-%9Cr-%6Ni Shape Memory Alloy. Z. Metallkd. 83, 304, 1992.

(14) Yüksel, M., Malzeme Bilgisi. TMMOB, Ankara, 2001.

(15) Avner, S.H., Introduction to Physical Metallurgy. Kingsport Press, USA, 1974.

(16) Dikici, M., Fe Alaşımlarının Austenite-Martensite Dönüşümlerinde Çekirdeklenme Olayı. Yüksek Lisans Tezi. Fırat Üniversitesi, Elazığ, 1980.

(17) Durlu, T.N., Difüzyonsuz Faz Dönüşümleri Üzerinde Yeni Gözlemler. F.Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi. 13(1), 1, 2001.

(18) Bilby, B.A. and Christian, J.W., The Crystallography of Martensitic Transformations. Journal of the Iron and steel Institute. 197,1961.

(19) Clark, H.M. and Wayman, C.M., Phase Transformation. ASM, Metals Park, 110, 1970.

(20) Clapp, P.C., Proceeding ICOMAT, 8-11, 1995.

(21) Machlin, E.S. and Cohen, M., Burst Phenomenon in the Martensitic Transformation. Journal of Metals, 8, 746-754, 1951.

(22) Verhoeven, J.D., Fundamentals of Physical Metallurgy. 487-488, London,1974.

(23) Olson, G.B. and Owen, W.S., Martensite. The Materials Information Society, New York, 1992.

(24) Karaman, I., Sehitoglu, H., Call, K., Chumlyakov, I.Y., Maier, H.J., Deformation of Single Crystal Hadfield Steel by Twinning and Slip. Acta Mater. 48, 1345-1359, 2000.

(25) Durlu, T.N., Deformation Properties of Austenitic Fe-Ni-C Alloy Single Crystals. J.Mater.Sci. 14, 486, 1979.

(26) Kakeshita, T. and Kuroiwa, K. and Shimizu, K. and Ikeda, T. and Yamagishi, A. and Date M., Effect of Magnetic – Fields on Athermal and Isothermal Martensitic Transfotmations in Fe-Ni-Mn Alloys. Mater. Trans. JIM. 34, 415, 1993.

(27) Yaşar, E., Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik Faz Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi. Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005.

(28) Kakeshita, T. and Kuroiwa, K. and Shimizu, K. and Ikeda, T. and Yamagishi, A. and Date M., A New Model Explainable for both the Athermal and Isothermal Naturesnof Martensitic Transformations in Fe-Mn-Ni Alloys. Mater. Trans. JIM. 34, 423, 1993.

(29) Wayman, C.M., Introduction to The Crystallography of Martensitic Transformations. The Macmillan Company, New York, 1964.

(30) Khachaturyan, A.G., Theory of Structural Transformations in Solids. John Wiley, New York, 1983.

(31) Wechsler, M.S. and Lierberman, D.S. and Read T.A., On the Theory of the Formation of Martensite. J. Metals. 1503, 1953.

(32) Jaswon, M.A. and Wheeler, J.A., Atomic Displacements in the Austenite-Martensite Transformation. Acta Cryst.1, 216, 1948.

(33) Hull, D., Introduction to Dislocation, Pergamon Press, London, 1965.

(34) Maki, T. and Tsuzaki, K., Transformation Behavior of ε-Martensite in Fe-Mn-Si Shape Memory Alloys. Proc. of ICOMAT . 92, 1151, 1992.

(35) Yang, J.H. and Wayman, C.M., Self-Accommodation and Shape Memory Mechanism of ε Martensite–I. Experimental Observations. Mater. Characterization. 28, 23, 1992.

(36) Yang, J.H. and Wayman, C.M., Self-Accommodation and Shape Memory Mechanism of ε-Martensite–II. Theoretical Considerations. Mater. Characterization. 28, 37-47, 1992.

(37) Bowles, J.S. and Mackenzie, J.K., The Crystallography of Martensite Transformation-I. Acta Met. 2, 129, 1954.

(38) Mackenzie, J.K. and Bowles, J.S., The crystallography of martensite transformation-II. Acta Met. 2, 138, 1954.

(39) Christian, J.W., Applications of the Phenomenological Theories of Martensite-I.-II. Journal of the Enstitute of Metals. 84, 386-394, 1955.

(40) Wayman, C.M., Crystallographic Theories of Martensitic Transformations. J.Less-Common Metals, 28, 97, 1972.

(41) Bowles, J.S. and Dunne, D.P., The Crystallographic Theory of Martensitic Transformations. Metal Science Journal, 7, 118-120, 1973.

(42) Dunne, D.P. and Wayman,C.M., An Assessment of the Double Shear Theory As Applied to Ferrous Martensitic Transformations. Acta Metallurgica, 19, 425-438, 1971.

(43) Navruz, N., Demir Bazlı Alaşımlarda ε Martensitenin Oluşumu ve Diğer Martensite Türleri ile Etkileşmesi. Doktora Tezi. A.Ü. Fen. Bil. Enst, Ankara, 1996.

(44) Bikas, C.M., Krishnan, M., Rama Rao, V.V., Microstructure of an Fe-Mn-Si-Cr-Ni Stainless Steel Shape Memory alloy. Metallurgical and Materials Transactions A. 34A, 1029-1042, 2003.

(45) Dikici, M., Katıhal Fiziğine Giriş. O.M.Ü. Yayınları No:71, Samsun, 1993.

(46) Bollman, W., Crystal Defect and Crystalline Interfaces. Sipringer-Verlag, Berlin, 1970.

(47) Mura, T., Micromechanics of Defect in Solids. Martinus Nijhoff Publishers, Datrecht, 1982.

(48) Sarı, U., Şekil Hatırlamalı Cu-%11,92Al-%3.78Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerinde Termal ve Mekanik Etkiler. Doktora Tezi. Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2004.

(49) Dege, N., Anizotropik Ortam İçindeki Elipsoidal Parçacığın Elastik Zorlanma Enerjisi. Doktora Tezi. O.M.Ü.,Samsun, 1994.

(50) Hirth, J. P. and Lothe, J., Theory of Dislocations, Second Edition, A Wiley – Interscience Publication, New York, 1982.

(51) Cottrell, A.H., Oxford at the Clarendon Press, London, 1953.

(52) Porter, D.A., Easterling, K. E., Phase Trasformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London , 1981.

(53) Askeland, D.R., The Science and Enginering of Materials. 1. Cilt (Çeviri: Dr. M. Erdoğan) Nobel Yayınları, Ankara, 1998.

(54) Sato, A. and Mori, T., Development of a Shape Memory Alloy Fe-Mn-Si Materials Sci. and Eng.A, 146, 197-204, 1991.

(55) Akdoğan, A., Nurveren, K., www.mmo.org.tr/ , (Erişim Tarihi: 24.12.2009)

(56) Baksan, B., Gürler, R., Bakır Esaslı Şekil Bellekli Alaşımların Üretimi ve Çekme Deneyi ile Karakterizasyonu. SAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 10.Cilt, 1.Sayı, 2006.

(57) Soğuksu, A.K., Şekil Hatırlamalı Cu-Al-Ni ve Cu-Zn-Al Alaşımlarının Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Kahramanmaraş, 2006.

(58) Yang, J.H., Chen, H., Wayman, C.M., Development of Fe-Based Shape Memory Alloys Associated with Face Centered Cubic-Hexagonal Close Packed Martensitic Transformations: PartI. Shape Memory Behavior. Metallurgical Transactions. 23, 1431-1437, 1992.

(59) Sato, A., Chishima, E., Yamaji, Y., Mori, T., Orientation and composition Dependencies of Shape Memory Effect in Fe-Mn-Si Alloys. Acta Metall. 32, 539-547, 1984.

(60) Li, J.C., Zhao, M., Jiang, Q., Comparison of Shape Memory Effect Between Casting and Forged Alloys of Fe-14Mn-6Si-9Cr-5Ni. Journal of Materials Engineering and Performance. 11, 313-316, 2002.

(61) Wen, Y.H., Yan, M., Li, N., Effects of Carbon Addition and Aging on the Shape Memory Effect of Fe-Mn-Si-Cr-Ni Alloys. Scripta Materialia. 50, 441-444, 2004.

(62) Kırındı, T. and Sarı U. and Dikici M., The Effects of Pre-strain, Recovery Temperature, and Bending Deformation on Shape Memory Effect in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni Alloy. Journal of Alloys and Compounds. 475, 145-150, 2009.

(63) Eskil, M., FeMnSi Alaşımlarının Mekanik ve Termal Etkiler altında Şekil Hatırlama Özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi. Fırat Üniversitesi, Elazığ, 2006.

(64) Gullien, M.P., Costa Viana C.S., Jonas, J.J., A Variant Selection Model for Predicting the Transformation Texture of Deformed Austenite. Metallurgical and Materials Transactions A, 28A, 1755-1768, 1997.

(65) Ross, N.D.H. and Crocker, A-G., A Generalized Theory of Martensite Crystallography and its Application to Transfotmations in Steels. Acta Metall. 18, 405, 1970.

(66) Durlu, T.N., The Effect of γ-α-γ Cycles on Strain-Induced Martensite Formation in on Fe-27.3 Ni Alloy. J. Matter. Sci. Lett. 11, 702, 1992.

(67) Akgün, İ. and Gedikoğlu, A. and Durlu, T.N., Mossbauer Study of Martensitic Transformations in an Fe-29.6-% Ni Alloy. J. Mater Sci. 17, 3479, 1982.

(68) Shiming, T., Jinhai, L., Shiwei, Y., Influence of Grain Size on Shape Memory Effect of Polycrystalline Fe-Mn-Si Alloys. Scripta Metall. et Materialia, 25, 11, 2613-2615, 1991.

(69) Jiang, B.H., Sun, L., Li, R., Hsu, T.Y., Influence of Austenite Grain Size on γ-ε Martensitic Transformation Temperature in Fe-Mn-Si-Cr Alloys. Scripta Metall. et Materialia, 33, 63-68, 1995.

(70) Hsu, Y.T., Zuyao, X., Martensitic Transformation in Fe-Mn-Si Based Alloys, Mater. Sci. Eng.A, 273, 494-497, 1999.

(71) Bergeon, N., Guenin, G., Esnouf, C., Mirostructural Analysis of the Stress-Induced ε Martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy:PartII: Transformation Reversibility. Mater. Sci. Eng.A, 242, 87-95, 1998.

(72) Arruda, G.J., Buono, V.T.L. and Andre., M.S., The influence of deformation on the microstructure and transformation temperatures of Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloys. Mater. Sci. Eng., A273-275, 528, 1999.

(73) Inagaki, H., In situ TEM observation of the $\alpha \rightarrow \gamma$ reverse transformation in Fe-%14Mn-%6Si-%9Cr-%6Ni Shape memory alloy. Z. Metallkd. 83, 87, 1992.

(74) Cullity, B.D., X-Işınlarının Difraksiyonu, (Çeviri:Prof.Dr. Ali Sümer), İstanbul Teknik Üniversitesi, 1966.

(75) Martinez, J., Cotes, S.M., Cabrera, A.F., Desimoni, J., Fernandez Guillermet, A., On the Relative Fraction of ε Martensite in γ-Fe-Mn Alloys. Materials Science and Engineering. A 408, 26–32,2005.

(76) Jian, L., and Wayman, C.M., On the Mechanism of the Shape Memory Effect Associated with γ(fcc) to ε(hcp) Martensitic Transformations in Fe-Mn-Si Based Alloys. Scripta Metall. Mater., 27, 279, 1992.

(77) Yang, J.H. and Wayman, C.M., Development of Fe-Based Shape Memory Alloys Associated with Face-Centered Cubic-Hexagonal Close-Packed Martensitic Transformations:PartIII.Microstructures. Metallurgical Transactions A, 23A, 1445-1454, 1992.

(78) Kikuchi, T. and Kajiwara, S. and Tomota, Y., Microscopic Studies on Stress-induced Martensite Transformation and Its Reversion in an Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy. Mater. Trans. JIM. 36, 719, 1995.

(79) Aydoğdu, A., Şekil Hatırlamalı CuAlNi Alaşımlarındaki Martensitik Dönüşümler Üzerinde Termal Yaşlandırma Etkileri. Doktora Tezi. Fırat Üniversitesi, 1995.

(80) Adıgüzel, O., Martensite Ordering and Stabilization in Copper Based Shape Memory Alloys. Mater. Res. Bull. 30(6), 755-760. 1995.

(81) Kırındı, T., Dikici, M., Effects of Homogenazition Time on the Both Martensitic Transformations and Mechanical Properties of Fe-Mn-Si-Cr-Ni Shape Memory Alloy. Journal of Alloys and Compounds. 433,202-206, 2007.

(82) Sarı, U., Guler, E., Kırındı, T., Dikici, M., Characterization of Martensite in Fe-%25Ni-%15Co-%5Mo Alloy. J.Phys. and Chem. Solids 70, 1226-1229, 2009.

(83) Kırındı, T., Sarı, U., Influence of Mn Content on the Magnetic Properties and Microstructure in Fe-Mn-Mo Alloys. J. Alloys and Compd., 488, 129-133, 2010.

(84) Sarı, U., Kırındı, T., Yuksel, M., Ağan, S., Influence of Mn and Co on the Magnetic Properties and Martensitic Transformation Characteristics of a Fe-Mn Alloy. J. Alloys and Compd., 476, 160-163, 2009.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Figen DURKAYA

Doğum Tarihi : 05.08.1972

Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim Durumu :

Lisans : Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Eğitim Fakültesi Fizik Öğretmenliği Böl. - 1994

Yüksek Lisans : Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı - 1998

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl/Yıllar: Kırıkkale Üniversitesi, 2000-2010

Yayınları (SCI) :

Yayınları (Diğer) :

Araştırma Alanları :