

# Fe-%31.5Ni-%10Mn ALAŞIMINDA AUSTENİTE-MARTENSİTE FAZ DÖNÜŞÜMÜNÜN KRİSTALOĞRAFİK VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN X-IŞINLARI LAUE METODU İLE İNCELENMESİ

An Investigation on the Crystallographic and Morphologyic Properties of  
the Austenite-Martensite Tranformation in Fe-31.5%Ni-10%Mn Alloy by  
X-Rays Methods

hamza yaşar OCAK\*  
irfan AKGÜN\*\*

## ÖZET

Bu çalışmada özel metotlar kullanılarak TÜBİTAK-MAM 'da hazırlanan Fe-%31.5Ni-%10Mn alaşımı incelendi. Farklı dış fiziksel etkiler ile oluşturulan austenite-martensite faz dönüşümünün kristalografik özellikleri X-ışınları geri yansımali Laue metotları ile çalışıldı. Alaşımında austenite-martensite faz dönüşümünün izotermal olduğu ve dış etkiler ile değişmediği görüldü. Numunelerin yüzeyinde Lath türü martensitlerin meydana geldiği gözlemlendi. Numunelerin kristal yapıların örgü parametreleri dış fiziksel etkilere bağlı olarak değiştiği ve alaşımın martensite alışıım düzleminin ise dış fiziksel etkilere bağlı olarak (225)<sub>a</sub> ve (259)<sub>a</sub>'da olduğu bulundu.

## Abstract

In this study, Fe-31.5%Ni-10%Mn alloy prepared using special methods in TÜBİTAK-MAM was investigated. The crystallographic properties of austenite martensite phase transformation created by different external physical effects have been studied with X-rays Laue method. Austenite martensite phase transformation in alloy was observed as isothermal and not changed by external physical effects. Experimental resaults showed that the Lath martensit occured on surfaces of the samples. The lattice parameters of the samples change depeding on the external physical effects and the martensite habit planes of alloy were found as (225)<sub>a</sub> and (259)<sub>a</sub> considering to external physical effects.

"**Anahtar Kelimeler**": Auetenite, Martensite, Örgü Parametresi, Alışıım Düzlemi  
İzotermal

"**Key Words**": Austenite, Martensite, Lattice Prameter, Habit Planes, Isothermal

\* Yard.Doc.Dr. D.P.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü-KÜTAHYA

\*\*Prof.Dr. G.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü-ANKARA

# 1. GİRİŞ

Austenite-Martensite difüzyonsuz faz dönüşümleri ve bu dönüşümlerin metaller ile alaşımların çeşitli fiziksel özelliklerinde meydana getirdikleri değişiklikler yıllardır çalışılmaktadır. Başlangıçta sadece demir (Fe) ve alaşımlarında olduğu sanılan bu dönüşümlerin farklı metal alaşımlarında ve bazı ametallerde de meydana geldiği sonradan tespit edilmiştir(Nishiyama, 1978). Austenite-Martensite dönüşümleri, maddenin kristalografik, manyetik ve termodinamik özelliklerinde meydana getirdikleri değişiklikler nedeni ile büyük ilgi çekmektedir. Austenite-Martensite faz dönüşümü belirli fiziksel etkenlere bağlıdır(Olson and Cohen, 1976; Easterling and Tholen, 1974;). Bu fiziksel etkenleri termal, deformasyon ve her ikisinin beraberce uygulanması şeklinde alabiliriz. Bu alandaki çalışmalar, faz dönüşümlerinin çok kısa süreli atermal ve çok uzun süreli izotermal özellikte olduğunu göstermiştir. Atermal dönüşüm ile oluşan martensite çekirdeklerinde düşük sıcaklıklarda büyüme olmamasına rağmen, izotermal dönüşümlerde faz geçişi sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite çekirdekleri oluşabileceği gibi, daha önce oluşanlarda hacimce büyüme görülebilir(Durlu, 1974). Bazı Fe-bazlı alaşımlarda austenite-martensite faz dönüşümleri çoğunlukla atermal özellik gösterirken, özellikle Fe-Ni-Mn alaşımlarında izotermal dönüşüm gözlenmiştir(Wakasa and Wayman, 1981; Wakasa and Wayman, 1981). Fe-Ni-Mn alaşımları, diğer Fe-bazlı alaşımlardan izotermal dönüşüm göstermeleri ve düşük karbon içeren tipik çelikler ile de kristalografik benzerlik göstermeleri bakımından ilginçtirler(Nishiyama, 1978; Wakasa and Wayman, 1981). Ayrıca bu alaşımlar  $\epsilon$  ve  $\alpha'$  türü lath martensitelere sahip olmaları nedeniyle de ilgi çekmiştir(Nishiyama, 1978).

Bu güne kadar incelenen Fe-Ni-Mn alaşımlarında Mn oranının en fazla %5 olduğu literatürlerden bilinmektedir(Chang and Meyers, 1988; Yang and Sandvik, 1984). Fe-Ni-Mn alaşımları hakkında literatüre girecek özelliklere katkıda bulunabilmek amacı ile yeni bir Fe-%31.5Ni-%10Mn alaşımı yapıldı. Amaç Mn oranının %5 den büyük olduğunda Fe-Ni-Mn alaşımlarının kristalografik ve yapısal özelliklerinin dış fiziksel etkiler ile nasıl değiştiğini incelemektir.

## 2. MALZEME VE YÖNTEM

Fe-%31.5Ni-%10Mn alaşımı Gebze'deki TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM)'da hazırlanarak, 1150 °C de 16 saat süre ile argon gazı atmosferinde homojenleştirildi. Oda sıcaklığına soğutulan alaşımlar farklı fiziksel etkiler için İZOMET tipi kesicide elmas bıçaklar kullanılarak düşük hızda kesildi. Deformasyon işlemi instrom cihazı ile 10 ton kuvvet uygulanarak 2mm/dak. hızla gerçekleştirilip, deneysel işlemler aşağıdaki şartlar altında yapıldı.

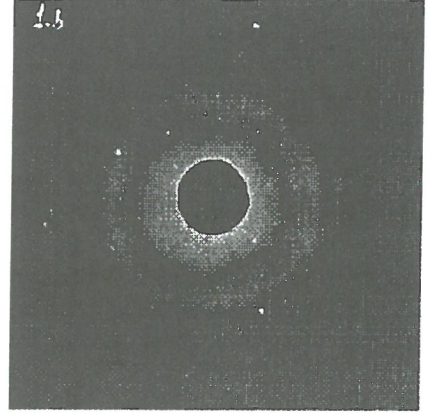
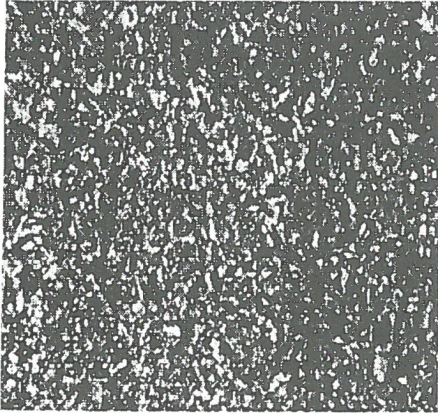
Tablo 1. Fe-%31.5Ni-%10Mn Alaşımına Ait Örneklerin Fiziksel Özellikleri

Örnek	Örneğin Fiziksel Özelliği
A	oda sıcaklığında normal numune
B	oda sıcaklığında %30 deformasyonlu numune
C	sıvı azot içinde 15 gün bekletilen normal numune
D	%30 deformasyondan sonra 15 gün sıvı azotta bekletilen numune

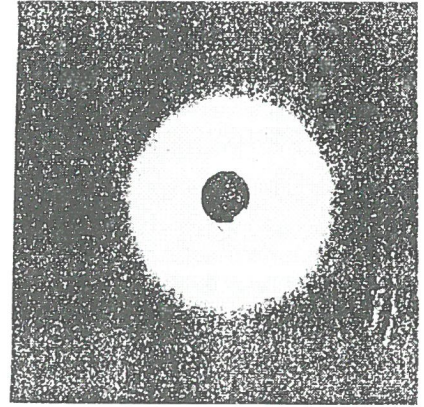
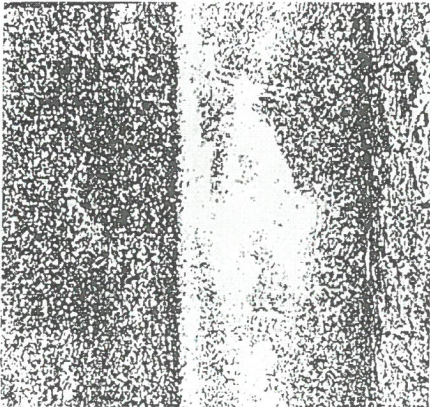
### 3. BULGULAR

#### 3.1 Martensite Alışım Düzlemi

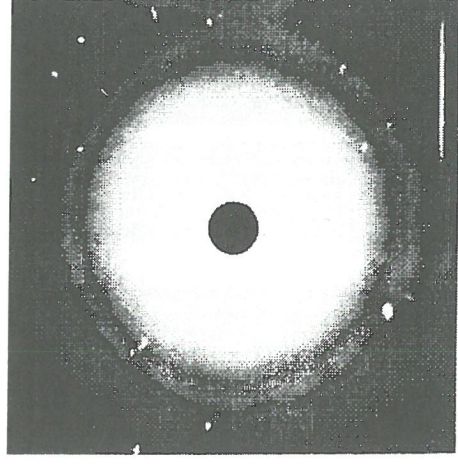
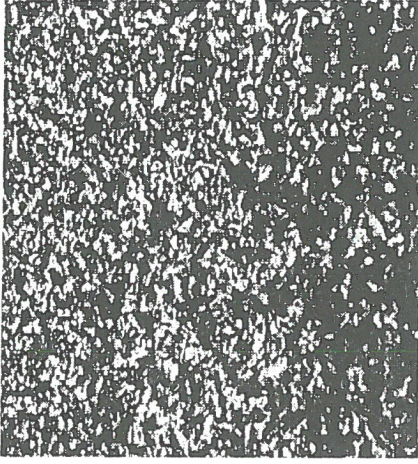
Hazırlanan örneklerin yüzeylerini optik mikroskop ile inceleyebilmek için, yüzeyler MAM'da "Metals Research Multipol" tipi parlatma cihazı ile parlatılarak %45H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+%45H<sub>2</sub>O+%10HF karışımında dağlandı. Yüzeylerdeki değişiklikler "Olympus PEM" metal mikroskopunda gözlemlendi. Örnekler üzerindeki gözlemler periyodik olarak on iki ay sürdü ve örneklerin yüzeyinde oluşan martensite bölgelerinin difraksiyonu ile kırınım desenleri MAM' X-Işımları laboratuvarında geri yansımali Laue tekniği ile elde edildi. Örneklerin on iki ay sonraki yüzeylerine meydana gelen martensitler ve kırınım desenleri (Şekil 1-4)'dir.



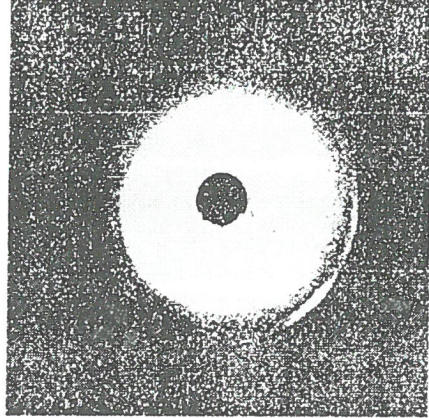
Şekil.1. A-Örneğine Ait Yüzey Fotoğrafı ve Aynı Bölgenin Kırınım Deseni.



Şekil.2. B-Örneğine Ait Yüzey Fotoğrafı ve Aynı Bölgenin Kırınım Deseni.



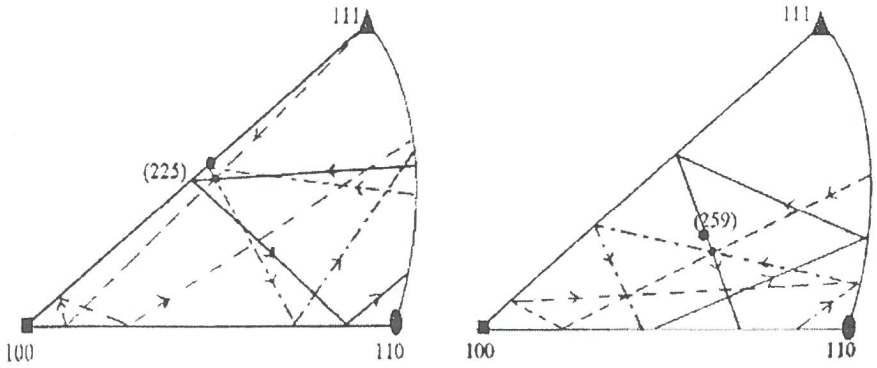
Şekil.3. C-Örneğine Ait Yüzey Fotoğrafi ve Aynı Bölgenin Kırınım Deseni.



Şekil.4. D-Örneğine Ait Yüzey Fotoğrafi ve Aynı Bölgenin Kırınım Deseni.

Austenite-Martensite dönüşüm olayında ürün kristal yapısının ana yapıdan ayrılması gereken ve düzlem olduğu var sayılan sınıra alışım(habit) düzlemi denir(Nishiyama, 1978). A ve C örnekleri için alışım düzlemi tek yüz analizi metodu ile kırınım desenlerinden Greninger kartı ve Wulf ağı(Cullity, 1967) yardımıyla stereografik (küresel) izdüşümlerden elde edilir. Stereografik izdüşümler en küçük Miller indisli düzlemleri tanımlayan birim üçgenlerden meydana gelir(Cullity, 1967). Örneklerin yüzey fotoğraflarında gözlenen martensitelerin referans kenarları dikkate alınarak farklı en az iki martensite doğrultusu

küresel izdüşümün üzerine çizilir. Martensite normalleri birden fazla birim üçgeni kestiğinden, normalleri en fazla kestiği nokta martensite alışıma düzlemin yerini gösterir. Elde edilen birim üçgenler standart birim üçgen(Nishiyama, 1978; Olson and Cohen, 1976; Kajiwara, 1981) ile karşılaştırılarak örneklere ait alışıma düzlemlerin yeri tayin edilir (Şekil 5).



Şekil.5. A ve C Numunelerine Ait Martensite Alışıma Düzlemleri

### 3.2. Kristal Örgü Parametreleri

Bu metot ile f.c.c. yapıdaki kristallerin austenite fazına ait örgü parametreleri bulundu. Buna göre A ve C örnekleri için elde edilen birim üçgenlerin köşeleri (100), (110) ve (111) düzlemlerine karşılık olup, her düzlemin tanımlandığı noktalardan birim üçgenin merkezine doğrular çizilerek Wulf Ağı yardımı ile açı değerleri ( $\theta$ ) ölçüldü. Örneklerin örgü parametreleri ( $a$ ), birim üçgenin köşelerinin birim üçgen merkezine olan uzaklığı ( $r_{hkl}$ ) ve film ile numune arasındaki  $D$  uzaklığı kullanılıp Bragg yasasından hesaplandı (Cullity 1967). A ve C örnekleri için küresel izdüşümlerden X-ışınları demetinin kristal düzlemine geliş doğrultusu, düzlem noktalarının birim üçgenin merkezi ile yaptığı açılar, referans açılar ile karşılaştırılarak [321] olarak bulundu. Bu doğrultunun (111) düzlemleri ile yaptığı açılar Bragg şartında kullanılarak f.c.c. fazın örgü parametreleri aşağıdaki eşitlikten hesaplandı.

$$a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta} \quad (1)$$

Burada  $\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = \sqrt{3}$ ,  $\lambda$  kullanılan  $\text{CuK}\alpha$  ışınımının 1.541 Å olan dalga boyu ve  $\theta$  açısı ise ya yukarıdaki tanımlanan metot veya aşağıdaki eşitlik yardımı ile bulunur (Cullity, 1967):

$$r_{hkl} = D \tan(180 - 2\theta) \quad (2)$$

B ve D örneklerine ait Debye halkaları  $\theta$  açısına bağlı olarak genellikle yüksek ve düşük açı değerlerinde oluşmaktadır. Geri yansımali X-ışınları metodunda herhangi bir  $\theta$  açısı(Cullity, 1967)

$$\tan(180 - 2\theta) = \frac{r}{2D} \quad (3)$$

eşitliğinden bulunur. Burada r, film üzerindeki Debye halkasının çapıdır. Buna göre hesaplanan sonuçlar Tablo 2'de verildi.

**Tablo 2. Geri Yansımali Laue Metodu ile Hesaplanan Bazı Kristalografik Örgü Parametreleri**

Örnek	$\theta$	$r_{hkl}(\text{cm})$	$r(\text{cm})$	$a_{fcc}(\text{Å})$	Alışım düzlemi
A	22.5 <sup>0</sup>	3.27		3.53	(225) <sub>a</sub>
B	22.0 <sup>0</sup>		5.66	3.61	
C	21.66 <sup>0</sup>	2.30		3.56	(259) <sub>a</sub>
D	21.51 <sup>0</sup>		5.62	3.62	

#### 4.Sonuç ve Tartışma

Daha önce Fe-Ni-Mn alaşımları üzerinde araştırmacılar tarafından yapılan çalışmalarda deformasyon ve Mn oranları düşük tutulmuştur(Wakasa and Wayman, 1981; Yang and Sandvik, 1984). Bizim çalışmamızda bu iki oran yüksek tutularak elde edilen deney sonuçları Çizelge 2'de verildi. Çizelge 2' den örneklerin örgü parametreleri ve alışım düzlemlerinin dış fiziksel etkilere göre değiştiği anlaşılmaktadır. Fe-Ni-Mn alaşımlarında fiziksel etkilere göre alışım düzlemlerinin yerinin değiştiği önceki araştırmacıların çalışmalarında mevcuttur(Nishiyama, 1978). Örneklere ait kırınım desenlerinden B ve D örneklerinde Debye halkaları: alaşımın normalde büyük olan tane sınırlarının (grainlerin) deformasyon etkisi ile daha da büyümesinden meydana gelmiş olabileceği düşünülmektedir. Yüksek deformasyon Fe-%31.5Ni-%10Mn alaşımında Fe-Mn alaşımlarında olduğu gibi kırınım desenleri oluşturmamıştır. Fe-%14Mn ve Fe-%9Mn alaşımları için yaptığımız çalışmalarda da kırınım desenlerinin oluşmadığı görüldü. Bu olay Mn atomlarının kompleks bir yapıya sahip olmaları ile açıklanabilir. Kristal örgü parametreleri bu alaşımların f.c.c. fazı için (3.55-3.60) Å aralığında(Nishiyama, 1978) olduğu bilindiğinden, elde edilen sonuçların Wulf ağındaki standart  $\pm 2^\circ$ 'lik hata sınırları ve kullanılan  $\text{CuK}_\alpha$  kaynağının Fe alaşımlarında ki floresant ışımaya etkisi düşünüldüğünde uygun olduğu görülür. Fiziksel parametrelerin tayini için bir çok farklı teknikler mevcuttur. Kullandığımız bu metoda göre bulk numunelerdeki floresant etkiler de dikkate alındığında A ve C örneklerinin alışım düzlemleri bulunurken, B ve D örneklerinin kırınım deseni oluşmadığı için alışım düzlemi bulunamamıştır. Fe-Ni-Mn alaşımlarında martensite alışım düzlemleri birçok çalışmada (225)<sub>a</sub> ve (259)<sub>a</sub>' da oluştuklarından(Nishiyama, 1978; Easterling and Tholen, 1974), bulduğumuz sonuçların uygun olduğunu belirte biliriz. Örneklerin kristalografik parametrelerinin dış fiziksel etkilere göre değiştiği, ayrıca Bowles-Mackenzie teoremine göre de(Kajiwara, 1981) martensitler için genişleme

parametresi ( $\delta$ )'nin bir den küçük olması, dış fiziksel etkilerin martensitlerde büyüme meydana getirdiği anlaşılır ki, bu dönüşümün izotermal olduğunu gösterir. Mn oranının yüksek olması ile martensitlerin düşük hızda büyümelerinin gözlenmesine rağmen, martensite türlerin' de değişiklik gözlenmemiştir. Yüksek deformasyon etkisinde meydana gelen martensite türlerinin aynı olduğu görüldü. Araştırmacılar Fe-Ni-Mn alaşımları üzerinde yaptıkları optik mikroskop çalışmalarında on iki farklı doğrultuda Lath türü martensitlerin meydana geldiğini belirtmişlerdir(Wakasa,1981; Wakasa, 1981). Bu çalışma da gözlenen martensitler, önceki çalışmalarda gözlenen martensitler ile yapısal olarak aynı türdendir. Bu tür martensitler grainler içerisinde küçük çaplı ışık kümeleri şeklinde ortaya çıkıp, zamanla yüzeye yayılırlar. Bu ise martensitlerin izotermal olarak meydana gelen Lath türünde olabilecekleri fikrini doğrular. Bu çalışmada on iki aylık periyodik gözlemlerden, martensitlerin farklı doğrultularda ve bir birlerine paralel olarak değişik büyüklüklerde meydana geldikleri gözlemlendi. Martensitlerin uzun bir sürede büyüme göstermeleri, bu alışımda martensitlerin meydana gelmesini sağlayan aktivasyon enerjisinin(Borgenstam and Hillert, 1997) çok düşük olması ile açıklanabilir.

## KAYNAKLAR

- Borgenstam, A. And Hillert, M., 1997, "Activation Energy for Isothermal Martensite in Ferrous Alloys", Acta Metall, 45, pp 651.
- Chang, S.N. and Meyers, M.A., 1988, "Martensitic Transformation induced by a Tensile Stress Pulse in Fe-22.5%Ni- 4%Mn Alloy", Acta Metall, 36, pp 1085.
- Cullity, B.D., 1967., "Elements of X- Ray Diffraction", Addison-Wesley Publishing Company, Inc, London.
- Durlu, T.N.,1974 "Some Aspects of the Martensitic Transformation in Fe-Ni-C Alloys, Doktora Tezi, Oxford Ün., Oxford.
- Easterling,K.E. and Tholen, A.R., 1974, "On the Growth of Martensite in Steel", Pergaman Press. Oxford.
- Kajiwara, S., 1981, "Morphology and Crystallography of the Isothermal Martensite Transformation in Fe-Ni- Mn Alloy", Philosophical Magazine A, 43, pp 1483.
- Olson,G.B. and Cohen, M., 1976, "A General Mechanism of Martensitic Nucleation, Part III.Kinetics of Martensitic Nucleation", Metallurgical Transactions A, 7, pp 1915.
- Nishiyama,Z., 1978, "Martensitic Transformation", Academic Press, London.
- Wakasa,K 1981, " Crystallography and Morphology of Ferrous Lath Martensite", Metallography, 14, pp 49
- Wakasa, K. and Wayman, C.M., 1981, "Isothermal Martensite Formation in an Fe-20%Ni-5%Mn Alloy", Metallograph, 14, pp 37.

- Wakasa, K. and Wayman, C.M., 1981, "The Morphology and Crystallography of Ferrous Lath Martensite - Studies of Fe-20%Ni- 5%Mn-I Optical Microscopy", *Acta Metall*, 29, pp 973.
- Yang, D.Z., Sandvik, B.P.J. and Wayman, C.M., 1984, "On the Substructure of Athermal and Isothermal Martensites Formed in an Fe-21%Ni- 4%Mn Alloy", *Metallurgical Transactions A*, 15, pp 1555.