

T.C.
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo ALAŞIMINDA
DİFÜZYONSUZ FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN
İNCELENMESİ

UĞUR BEKTAŞ

HAZİRAN 2009

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürünün onayı.

..../..../.....

Doç. Dr. Burak BİRGÖREN

Müdür

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

Prof. Dr. İhsan ULUER

Anabilim Dalı Başkanı

Bu tezi okuduğumuzu ve Yüksek Lisans tezi olarak bütün gerekliliklerini yerine getirdiğini onaylarız.

Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ

Danışman

Jüri Üyeleri

Doç. Dr. Sedat AĞAN

Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ

Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI

ÖZET

Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo ALAŞIMINDA DİFÜZYONSUZ FAZ DÖNÜŞÜMLERİNİN İNCELENMESİ

BEKTAŞ, Uğur

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ

Haziran 2009, 46 sayfa

Bu tez çalışmasında, Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alaşımında termal etkili martensitik faz dönüşümleri çeşitli fiziksel yöntemler kullanılarak araştırıldı. Isıl işlem sıcaklığının martensite morfolojisini, dönüşüm türünü ve martensite miktarını değiştirdiği gözlenmiştir. Austenite yapı içinde termal etki ile ϵ (h.c.p.) ve α' (b.c.c.) martensitelerin meydana geldiği yüzey ve mikro yapı incelemelerinde ortaya kondu.

Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alaşımında ısıl işlem sıcaklığının değişmesi ile α' (b.c.c.) martensite miktarının azaldığı bunun yanı sıra γ (f.c.c.) ve ϵ

(h.c.p.) fazların arttığı, bu deęişimin sonucu olarak da iç manyetik alanın azaldığı Mössbauer spektroskopisi yöntemiyle belirlendi.

Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alaşımında ısıtılma sıcaklığı artması ile martensite başlama sıcaklığının (M_s) arttığı termal analiz sistemi (DSC) ölçümleriyle belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Austenite, Martensite, Fe-Mn-Mo-Co Alaşımı, Mössbauer Spektroskopisi, Martensitik Dönüşüm Sıcaklığı

ABSTRACT

INVESTIGATION OF DIFFUSIONLESS
PHASE TRANSFORMATIONS
IN AN Fe-15Mn-4,5Co-1,5Mo ALLOY

BEKTAŞ, Uğur

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, M. Sc. Thesis

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Nermin KAHVECİ

June 2009, 46 pages

This thesis studies thermal effective martensitic phase transformations in Fe-15Mn-4,5Co-1,5Mo alloy, utilising various physical methods. It has been observed that the temperature of heat treatment altered martensite morphology, transformation type and the amount of martensite. The manifestation of ε (h.c.p.) and α' (b.c.c.) martensite with thermal effect within austenite structure has been proven through analysis of surface and micro structure.

The reduction of α' (b.c.c.) martensite amount by a change in heat treatment temperature in Fe-15Mn-4.5Co-1.5Mo alloy in addition to increase of γ (f.c.c.) and ϵ (h.c.p.) phases and as a result of this change, a reduction of inner magnetic field have been determined by utilisation of Mössbauer spectroscopy method.

Using thermal analysis system measurements (DSC), it has been determined that martensite start temperature (M_s) increases with the rising of heat treatment temperature in Fe-15Mn-4.5Co-1.5Mo alloy.

Key Words: Austenite, Martensite, Fe-Mn-Mo-Co Alloy, the Mössbauer Spectroscopy, the Martensitic Transformation Temperature

Anneme ve Babama

TEŐEKKÜR

Tezimin hazırlanmasında bilgi, öneri ve eleştirileri ile çalışmalarına yön veren, yardımlarını esirgemeyen ve biz genç arařtırmacılara büyük destek olan, tez danışmanı hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Nermin KAHVECİ' ye teőekkürlerimi sunarım.

Üniversitemize Elektron Mikroskop Laboratuarını kurarak, bizlere çalışmalarımızı yapmamız için gerekli deneysel imkânı sağladığı için Sayın Prof. Dr. Tahsin Nuri DURLU' ya teőekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam süresince bilgi, destek ve yardımlarını esirgemedikleri için başta Sayın Doç. Dr. Sedat AĞAN olmak üzere Yrd. Doç. Dr. Talip KIRINDI, Yrd. Doç. Dr. Uğur SARI' ya ve Fizik bölümündeki diđer hocalarıma teőekkür ederim.

Destekleri ile her zaman yanımda olan A. Duygu SANDAL ve M. Volkan SANDAL' a, aileme ve arkadaşlarıma sonsuz teőekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma Kırıkkale Üniversitesi 2005/38 numaralı BAB projesi tarafından desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
SİMGELER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
1.1. Kaynak Özeti	3
1.2. Çalışmanın Amacı	4
2. MATERYAL VE YÖNTEM.....	5
2.1. Alaşımda Kullanılan Elementlerin Özellikleri	5
2.1.1. Demir.....	5
2.1.2. Manganez (Mangan)	6
2.1.3. Kobalt	7
2.1.4. Molibden.....	8
2.2. Austenite – Martensite Faz Dönüşümleri ve Özellikleri	8
2.3. Martensitik Dönüşümler	9
2.4. Martensitik Dönüşümlerin Kinetik Özellikleri	11
2.5. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi ve Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Özellikleri	14
2.5.1. Kayma	15

2.5.2. İkizlenme	18
2.6. Deneysel Materyal ve Yöntem.....	23
2.6.1. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM).....	23
2.6.2. Mössbauer Spektrometresi Sistemi.....	25
2.6.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC)	28
2.6.4. Numunelerin Hazırlanması	28
2.6.5. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması	29
2.6.6. Mössbauer Spektrometresi Ölçümleri İçin Alaşımların Hazırlanması	30
2.6.7. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) Ölçümleri İçin Numunelerin Hazırlanması	30
3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	31
3.1. Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo Alaşımında Oluşan Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi.....	31
3.2. Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo Alaşımının Mössbauer Spektroskopisi Yöntemi ile İncelenmesi	35
3.3 Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo Alaşımının Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) ile İncelenmesi.....	39
4. SONUÇ	42
KAYNAKLAR	43

ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE

- 2.1. Numuneye uygulanan ısıtma işlemi ve soğutma şekli29
- 3.1. Fe-%15Mn-%4,5Co-1,5Mo Alaşımının Mössbauer sonuçları 37

ŞEKİLLER DİZİNİ

ŞEKİL

2.1. Austenite-Martensite fazlarının kimyasal serbest enerjilerinin sıcaklıkla değişimi	10
2.2. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi	12
2.3. İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi	14
2.4. Kayma çizgisinin şematik gösterimi ve Burgers vektörü	15
2.5. Kaymanın kolay ve zor olduğu doğrultuların gösterimi	17
2.6. İkizlenmenin kristalografik gösterimi	18
2.7. İkiz bandının görünümü	19
2.8. Bain modeline göre f.c.c. yapının b.c.t. yapıya dönüşümü	20
2.9. a) f.c.c. kristal yapı b) b.c.c. kristal yapı	21
2.10. a-b) f.c.c. → h.c.p. dönüşüm mekanizması c) f.c.c. → h.c.p. dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu	22
2.11. (a) ⁵⁷ Fe' nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılımları (b) Yarılımlar sonucu Mössbauer spektrumunda oluşan çizgiler	27
3.1. 1000 °C sıcaklığında 6 saat ısıtılma uygulanan sonrasında fırında soğutulan yapı	31

3.2. 800 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan sonrasında suya atılan yapı	32
3.3. 1000 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan sonrasında suya atılan yapı.....	33
3.4. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan sonrasında suya atılan yapı	34
3.5. 800 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan sonrasında suya atılan yapının Mössbauer spektrumu	35
3.6. 1000 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan sonrasında suya atılan yapının Mössbauer spektrumu	36
3.7. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan sonrasında suya atılan yapının Mössbauer spektrumu	36
3.8. b.c.c. martensite dönüşüm yüzdesinin sıcaklığa bağlı değişimi	37
3.9. f.c.c. ve h.c.p. martensite dönüşüm yüzdesinin sıcaklığa bağlı değişimi	38
3.10. 800 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan numunenin DSC görüntüsü	39
3.11. 1000 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan numunenin DSC görüntüsü	40
3.12. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan numunenin DSC görüntüsü	40

SİMGELER DİZİNİ

γ	Yüz merkezli kübik yapı
α	Hacim merkezli tetragonal yapı
ϵ	Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı
α'	Hacim merkezli kübik yapı
T_0	Austenite ve martensite fazların dengede bulunduğu sıcaklık
M_s	Martensite başlama sıcaklığı
M_f	Martensite bitiş sıcaklığı
A_s	Austenite başlama sıcaklığı
E_D	Dislokasyon enerjisi
G	Kayma modülü
\vec{b}	Burgers vektörü

KISALTMALAR

f.c.c.	Yüz merkezli kübik yapı
b.c.c.	Hacim merkezli kübik yapı
b.c.t.	Hacim merkezli tetragonal yapı
h.c.p.	Sıkı paketlenmiş hekzagonal yapı
DSC	Diferansiyel tarama kalorimetresi
SEM	Taramalı elektron mikroskopu

1. GİRİŞ

İnsanlar yaşam standartlarını yükseltmek için ilkçağlardan beri çeşitli malzemeler kullanmışlardır. Günümüzde de sürekli olarak yeni malzemeler araştırılarak bilimin ve insanlığın hizmetine sunulmaya çalışılmaktadır. Kolaylık olması açısından malzemeler; Metal, Polimer (Plastikler) ve Seramik malzemeler olmak üzere üçe ayrılır⁽¹⁾.

Teknolojik gelişmelerin getirdiği gereksinimlerden dolayı da metal ve metal alaşımlı malzemeler bunların başında gelir ve bu yüzden pek çok bilimsel çalışmaya konu olmuştur. Özellikle sıcaklık, zor ve zorlanma ve bunların farklı bileşimleri gibi etkilere maruz kalan bazı metal ve metal alaşımlarda görülen olağanüstü mikro yapısal değişiklikler ve bunun sonucunda oluşan makroskobik şekil değişimlerinin atomik boyuttaki nedenleri açıklanmaya çalışılmıştır^(2,3).

Martensitik dönüşümler, ilk olarak Alman bilim adamı A. Martens tarafından bulunduğu için bu olay onun adı ile anılır⁽⁴⁾ ve 19.yy sonlarından itibaren günümüze kadar gelişme göstermiştir.

Uygulanan bir elektrik alan etkisi altında elektriği iyi ileten katıya metal,⁽⁵⁾ en az biri metal olmak üzere iki veya daha fazla elementten oluşan

ve metal özelliđi gösteren maddeye ise alařım denir⁽⁶⁾. Alařımlar karıřımdaki metallerin özelliklerinden farklı özellikler gösterirler. Alařımlar, uygulamaların gerektirdiđi fiziksel özelliklere sahip malzemelerin üretilmesini sađlar. Yüksek sıcaklıklar, aşınma, kimyasal etkiler, metal yorgunluđu vb. gibi her türlü etkilere saf metallerin yetersiz kaldıđı durumlarda, gerekli olan özellikleri sađlayan niteliklerde alařımlar kullanılır⁽⁷⁾. Őekil verilebilme, mukavemet vb özellikleri metallerin ve alařımların yaygın bir Őekilde kullanılmasına neden olmaktadır.

Martensite faz dönüşümü; başlangıçta çeliđin su verilerek sertleşmesi sonucu ortaya çıkan bir olay olsa da sonraları yapılan arařtırmalarla bazı saf metallerde ve diđer metal alařımlarının bir kısmında görölmüşür⁽³⁾. Martensitik dönüşüm olayı çelik alařımlarına üstün kaliteli malzeme olma özelliđi kazandırdıđı gibi diđer alařımlara da termoelastiklik, süperelastiklik ve Őekil hatırlama gibi teknolojik ve fiziksel özellikler kazandırır⁽⁸⁾.

1.1. Kaynak Özeti

Simgesi Latince “ferrum” dan gelen demir, yer kabuğunda en çok bulunan metaldir. Dünya’ nın çekirdeği bir demir-nikel alaşımıdır. Diğer elementlerle kolayca tepkimeye girmesi sebebiyle demir, doğada bileşik halinde bulunur. Tüm metaller içinde en çok kullanılanıdır ve tarih boyunca büyük öneme sahip olmuştur⁽⁹⁾. Bu kadar önemli bir metal olmasından dolayı demir ve demir alaşımları pek çok bilimsel çalışmaya konu olmuştur, ortaya çıkarılan özellikleri sayesinde çeşitli alanlarda yararlanılması sağlanmıştır.

Cotes ve arkadaşları⁽¹⁰⁾, Fe-%13.7Mn alaşımının manyetik özelliklerini X-ışınları kırınımı ve Mössbauer spektrometresi yardımı ile incelemiştir. Marinelli ve arkadaşları⁽¹¹⁾, Fe-Mn ve Fe-Mn-Co alaşımlarında $\gamma \rightarrow \alpha'$ tipi martensitik dönüşümlerini incelemiştir. Sarı ve arkadaşları⁽¹²⁾, Fe-Mn alaşımlarına eklenen Mo ve Co’ ın manyetik özelliklerinin etkisini ve martensitik dönüşümlerini, SEM, DSC ve Mössbauer spektrometresi yardımı ile incelemiştir. İnceleme sonucunda ε (h.c.p.) ve α' (b.c.c.) martensitelerin oluştuğunu ve iç manyetik alanın azaldığını gözlemiştir. Durlu⁽¹³⁾, Fe-Mn-Mo alaşımlarında yaptığı çalışmada austenite tane boyutunun artması ile martensite miktarının arttığını gözlemiştir.

1.2. Çalışmanın Amacı

Bu yüksek lisans tez çalışmasında Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alaşımında ısıtma işlem sıcaklığının değiştirilmesi sonucu alaşımda oluşacak martensitik dönüşümler taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları ile manyetik özelliklerinde gerçekleşecek değişimler Mössbauer spektroskopisi yöntemi ile martensite dönüşüm sıcaklıkları diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile bulunacaktır. Buradan elde edilecek sonuçlarla bir yandan martensite oluşumunun fiziksel özellikleri ortaya konulurken diğer yandan bu tür faz dönüşümlerinin materyalin fiziksel özelliklerinde ortaya çıkardığı değişiklikler bulunmaya çalışılacaktır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Alaşımında Kullanılan Elementlerin Özellikleri

2.1.1. Demir

Atom numarası 26 olan, dünyada en bol bulunan elementlerin başında gelen demir Fe ile gösterilir.

Saf demir, gümüş parlaklığında, gri renkte, dövülebilen, işlenebilen, kolayca tel ve levha haline getirilebilen orta sertlikte, kobalt ile nikel arasında bir metaldir. Çekme direnci 20-25 kg/mm², uzama kabiliyeti % 40-50' dir. Isı ve elektrik akımını iyi iletirse de bakıra göre düşüktür. Nemli havalarda kolay paslanır. Üç tane allotropik kristal şekli gösterir. Kristal yapısı iç merkezli kübik olan delta demir (ferrit d), yaklaşık 1400 °C' nin üzerinde kararlıdır ve bu sıcaklığın altında gamma demire (austenite) dönüşür. Gamma demir, yüz merkezli kübik yapıdadır ve paramagnetiktir. Demir karbürle kolayca katı çözeltiler meydana getirebilme özelliği çelik yapımında önemlidir. 910 °C' de, iç merkezli kübik yapıdaki alfa demir'e (ferrit) geçiş başlar. 768 °C' de ise alfa demir, kristal yapısı sabit kalmak üzere, elektron yapısındaki bir değişimle ferromagnetik özellik kazanır. Yumuşak, sünek ve gri-beyaz renkte bir metal olan alfa demirin çekme direnci yüksektir⁽¹⁴⁾.

2.1.2. Mangan (Manganez)

Doğal olarak oksit, karbonat ve silikat hâlinde dağılmış olarak bulunan, metalik bir elementtir. En önemli bileşiği MnO_2 , 1774' e kadar bir demir bileşiği olarak biliniyordu. Ancak bu tarihte K.W. Scheele tarafından yeni bir element ihtiva ettiği keşfedildi. 1856 yılına kadar manganın ticari bir önemi yokken, Sir Henry Bessemer tarafından çeliğe bir katkı maddesi olarak katılarak önem kazandı. Aşağı yukarı her bir ton çelik için 7 kg kadar mangan kullanılmaktadır.

Mangan, gümüş parlaklığında, sert ve kırılğan bir metaldir. Toz haline getirilebilir. Erime noktası $1245\text{ }^{\circ}C$, kaynama noktası $2150\text{ }^{\circ}C$ dir. Özgül ağırlığı $7,43\text{ g/cm}^3$ tür. Mn sembolüyle gösterilip, atom numarası 25, atom tartısı 54,938' dir. Elektron düzeni (Ar) $3d^54s^2$ dir. Bileşiklerinde 1+, 2+, 3+, 4+, 5+, 6+ ve 7+ değerliklerini alabilir. 2+ değerlikli oksidi oldukça bazik olup, zayıf asitlerde, mangan tuzlarını verecek şekilde çözünür. MnO, daha yüksek oksidasyon sayısındaki oksitlerin, indirgen atmosferde, ısı ile kısmen indirgenmesiyle veya metalin oksitlenmesiyle elde edilir. Manganın, 2+ ve 6+ değerlikli tuzları, çözeltiler içinde, diğer tuzlarından daha kararlıdır.

Mangan tabiatta proluzit (MnO_2), manganit ($Mn_2O_3H_2O$), hausmannit (Mn_3O_4) gibi oksit mineralleri şeklinde ve mangan silikat ($MnSiO_3$), mangat spat ($MnCO_3$), mangan sülfür (MnS) şeklinde bulunur⁽¹⁵⁾.

2.1.3. Kobalt

Manyetik özellikte, metalik bir element olan kobalt, Co ile gösterilir. Kobalt sert, gümüş renginde, davranış ve özellik bakımından nikel ile demire çok benzeyen bir metaldir. Erime noktası 1495°C ve kaynama noktası da 2967°C civarındadır. Özgül ağırlığı 8,99 g/cm³ tür. Sertliği, saf demirinki kadardır. Çekme direnci 25 kg/mm² dir.

Kükürt, karbon ve fosfor, kobaltın şekillendirilebilme özelliğini kötüleştirir. Kobalt, demire katıldığı zaman yüksek sıcaklıklarda yumuşamasını önler, bu sebepten hava çeliklerinin en mühim alaşım elemanıdır. Nikel gibi ferromagnetiktir. Fakat bu özellik, allotropik hal değişmesi sebebiyle 850 °C' de kaybolur. Oksitlenme kabiliyeti demirden azdır. Kuru ve normal atmosfer şartlarında korozyona uğramaz.

Hava çelikleri içinde % 5-12 arasında kobalt bulunur. Kobalt, çeliklere % 40'a kadar ilave edildiği zaman mıknatıslanma özelliğini iyileştirir. Bu sebepten mıknatısların vazgeçilmez bir alaşım elemanıdır. Genel olarak kobalt, cam ve metal birleştirmelerinde yüksek sıcaklığa, oksitlenme ve korozyon dayanımı gereken yerlerde, gaz türbinleri motorlarında, türbin paletlerinde, vida, civata, egzoz çıkış kanalları ve benzeri yerlerde kullanılır. İçerisinde % 20-65 arasında kobalt bulunan alaşımlar şiddetli korozif etkilere, aşınmaya oksitlenmeye direnç gösterirler. Bu bakımdan dişçilik ve cerrahi

takımları, bıçak, pens, neşterler ile aydınlatma reflektörlerinde kobaltlı çelikler kullanılır. Bu çelikler genel olarak kobalt yanında krom, volfram veya nikel, volfram ve molibden ihtiva ederler⁽¹⁶⁾.

2.1.4. Molibden

Molibden metali 1778 yılında Carl Wilhelm Scheele tarafından keşfedilmiştir. Atom numarası 42 olan element, Mo ile gösterilir. Molibden, yüksek sıcaklıklarda çeliğin kuvvetini arttırmak için, hava taşıtları ve uzay araçlarının yapımında, nükleer enerji uygulamalarında, elektrik uygulamalarındaki tellerin yapımında, yüksek sıcaklıklarda yağların yapısı bozulduğu için molibden sülfat kaydırıcı yağ olarak, katalizör olarak, mineralleri boya endüstrisinde renk verici (pigment) olarak kullanılır⁽¹⁷⁾.

2.2. Austenite – Martensite Faz Dönüşümleri ve Özellikleri

Faz; sürekli bir madde içinde, kristal özellikleri ve atomların düzenlenişi kendi içinde homojen olan ve fiziksel olarak maddenin diğer kısımlarından ayrılan bir bölge olarak tanımlanır⁽¹⁸⁾. Maddenin içinde bulunduğu çevre koşulları değişirse mevcut enerji dengesi bozulur ve atomlar buldukları konumdan daha düşük bir enerji gerektiren başka bir konuma geçmeye zorlanır. Kütle halinde atomsal hareket sonucu içyapı 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 diğer bir denge yapısına geçişi şeklinde oluşan bu olaya faz dönüşümü denir⁽¹⁹⁾.

2.3. Martensitik Dönüşümler

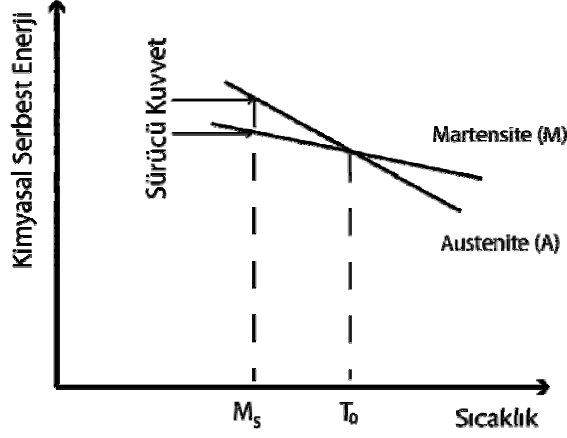
Metal veya metal alaşımlarında, numune sıcaklığının hızla düşürülmesi veya austenite yapıya dıştan uygulanan zor-zorlanma ya da her ikisinin de uygulanması ile martensitik faz dönüşümü meydana gelir. Martensite faz dönüşümleri hakkında yapılan çalışmalarda Christian⁽²⁰⁾; “basit oluşum mekanizması nedeni ile atomik difüzyonun gerekmediği, serbest enerjinin net bir azalımı ile hızlı bir yeni oluşum” olarak, Clapp⁽²¹⁾ ise “bu tür faz dönüşümü, ana ve ürün fazlar arasında belirli bir kristalografik dönme olan, yeni kristal yapının ana yapının belirli düzlemlerde yerleşik olduğu, heterojen özellikli, belirli bir şekil değişimi ile ortaya çıkan bir oluşumdur” , “dönüşümü uzun- düzende atomik yer değişmelerin olmadığı, belirli kristalografik sistemlerden oluşan ve ikizlenme gibi iç uyum bozukluklarına yol açan bir yapılanmadır” şeklinde ifade etmişlerdir.

Dışarıdan uygulanan fiziksel etkiler austenite ve martensite fazlar arasındaki serbest enerji farkını ortaya çıkarır. Bu faz ise martensitik dönüşümün meydana gelmesine sebep olur. Martensitik faz dönüşümünde austenite yapı tümü ile martensite yapıya dönüşmez. Dönüşüm sonrası

martensite kristalleri homojen olmayan bir dağılımla, austenite yapı içerisinde serpilmiş olarak açığa çıkar ve değişik şekillere sahip olabilir⁽²²⁾.

Austenite kristal yapı, bir T_0 sıcaklığında termodinamik dengededir. Kristal yapı bu sıcaklıktan hızla soğutulursa kritik bir M_s sıcaklığından sonra, austenite kristal yapı içerisinde martensite yapı oluşmaya başlar. Bu M_s sıcaklığına martensite başlama sıcaklığı denir ve değişik alaşımlar için farklı değerlere sahiptir. T_0 - M_s sıcaklık farkı, fazlar arasındaki kimyasal serbest enerjiyi, bu enerjide dönüşüm için gerekli olan Şekil 2.1' de ki sürücü kuvveti doğurur. Bu anda dışarıdan uygulanacak bir mekanik zor ile M_s sıcaklığı T_0 sıcaklığının çok altına düşmeden dönüşüm başlayabilir⁽³⁾.

Dışarıdan uygulanan bu mekanik zor M_s' yi artırdığı gibi dönüşen hacim miktarını da artırır⁽²³⁻²⁵⁾. Martensite dönüşümün bittiği sıcaklığa ise M_f denir. Martensitik faz dönüşümleri belirli fiziksel şartlar altında tersinir olma özelliği gösterir⁽²²⁾. Dönüşüm tamamlandıktan sonra tersinir dönüşümün başlayabilmesi için kristale ısı verilmelidir. Bu işlem sırasında austenite başlama sıcaklığına karşılık gelen kritik bir sıcaklıkta, elektriksel dirençte tekrar ani bir değişim gözlenir ve ısıtma işlemine devam edilirse martensite yapıdan austenite yapıya tersinir dönüşüm gerçekleşmiş olur^(26,27).



Şekil 2.1. Austenite ve Martensite fazların Kimyasal Serbest Enerjilerinin sıcaklıkla değişimi⁽²⁷⁾

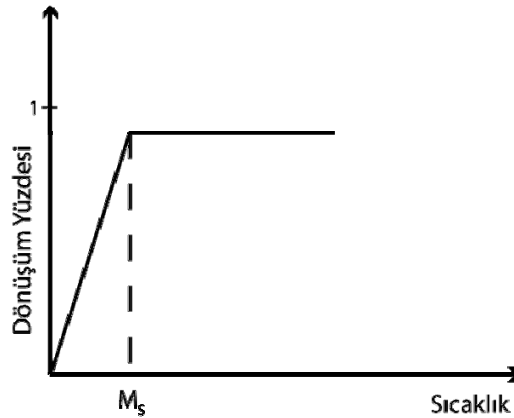
2.4. Martensitik Dönüşümlerin Kinetik Özellikleri

Metal ve alaşımlarının çeşitli denge hallerindeki içyapıları, termodinamik kanunların kontrolü altında olup maddenin atomları ve molekülleri termodinamik sistemi meydana getirir. Böyle bir sistem, çevreden yalıtılmış olarak kendi iç şartları içinde yeteri kadar bekletilirse kararlı hale gelir. Bu duruma denge hali denir. Denge haline geçmiş herhangi iki sistem kendi içlerinde homojen olmakla birlikte ikisi bir arada bulunduğu zaman heterojendir. Bu şekilde oluşan heterojen bir sistem homojen kısımlara ayrılabilirse, böyle gruplara sistemin fazları denir⁽²⁸⁾.

Martensitik dönüşümlerde; martensite başlama sıcaklığı (M_s) ve martensite bitiş sıcaklığı olarak tanımlanan (M_f) alaşımın, ısısal ve mekanik

geçmişi ile kompozisyonuna bağlıdır. Demir bazlı alaşımlarda alaşım içerisindeki elementlerin (karbon, nikel, manganez ve molibden gibi) oranları değiştikçe M_s ve M_f sıcaklık değerlerinin değiştiği deneysel olarak gözlenmiştir^(4,20,29,30). Martensitik dönüşümlerde, reaksiyonun oluşumu yalnızca sıcaklığın değişimine bağlı oluyorsa, bu tür martensiteye atermal martensite denir. Atermal özellik gösteren martensite faz dönüşümlerinin genel kinetik özellikleri şu şekilde sıralanabilir.

- Dönüşüm miktarı zamandan bağımsızdır⁽²⁾.
- Dönüşüm miktarı sıcaklığın fonksiyonudur.
- Dönüşüm hızı sıcaklığa bağlı değildir⁽⁸⁾.
- Soğutma ile elde edilen ürün faz daha sonra yüksek sıcaklıkta tekrar ana faza dönüşebilir⁽²⁰⁾.
- Plastik zorlanma atermal dönüşümü etkileyebilir⁽³¹⁻³³⁾.

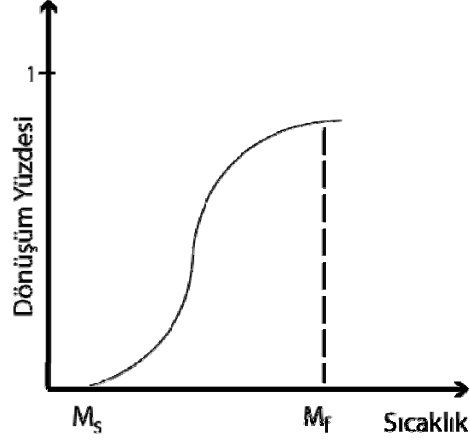


Şekil 2.2. Atermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi⁽³⁰⁾

Martensitik dönüşümler, hem zamana hem de sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşirse bu tür dönüşümlere de izotermal dönüşüm denir⁽³⁴⁾.

İzotermal reaksiyonlar genellikle M_s sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda gözlenir fakat bazı durumlarda izotermal reaksiyonlar M_s sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda da gözlenmiştir^(35,36).

İzotermal dönüşüm ilk defa Kurdujumov ve Maksimova^(37,38) tarafından Fe-Mn-C ve Fe-Ni-Mn alaşımlarında gözlenmiştir. Bu araştırmacılar, her ne kadar çekirdeklenme tam olarak dönüşüm oranı ile kontrol edilse de izotermal martensite' nin çekirdeklenme ve büyüme ile meydana geldiğinden bahsetmişlerdir. Çekirdeklenme zamana bağlıdır, yani oluşan çekirdeklenme sabit bir sıcaklıkta zamanla devam eder. İzotermal martensitik dönüşümlerde; M_s sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda yeni martensite kristalleri oluşabileceği gibi daha önce oluşanlarda hacimce büyüme gösterebilirler. İzotermal reaksiyonlarda kritik adım çekirdeklenme olarak gösterilir. Reaksiyon, oluşan çekirdeklerin büyümesinden daha çok yeni plakaların çekirdeklenmesi ile ilerler^(3,39,40).



Şekil 2.3. İzotermal dönüşüm için dönüşüm yüzdesinin zamanla değişimi⁽³⁰⁾

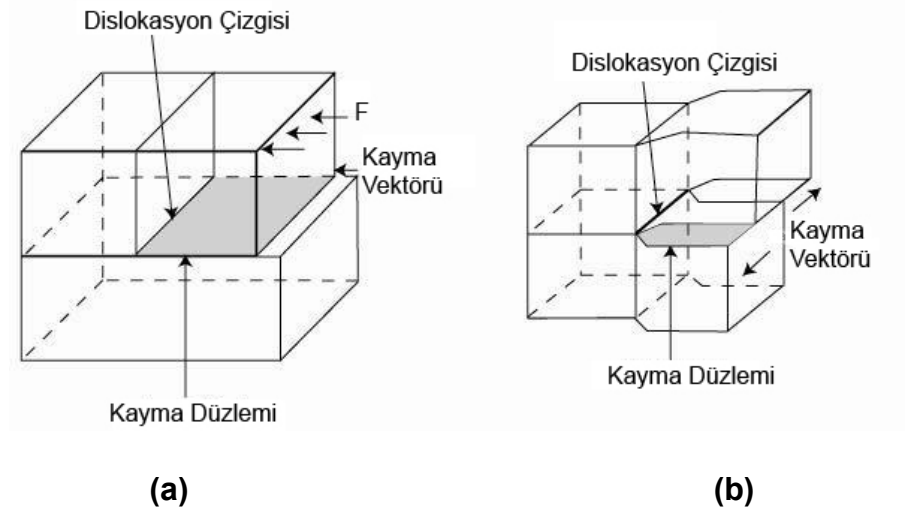
2.5. Yapı Kusurlarının Martensitik Dönüşümlere Etkisi ve Martensitik Faz Dönüşümlerinin Kristalografik Özellikleri

Atomların toplu hareketi ile oluşan dönüşümler sonucunda meydana gelen şekil bozulması plastik bozulmanın varlığını kanıtlar. Gözlenen bu bozulmanın elastik sınırlar içinde açıklanması mümkün değildir. Martensitik dönüşüm sırasında meydana gelen plastik bozulmada çizgisel yapı kusuru olan dislokasyonların varlığının ve hareketlerinin büyük rolü vardır. Tam (perfect) dislokasyonların hareketi sonucu kayma (slip) türü, kısmi (partial) dislokasyonların hareketi ile de yığılma kusuru (stacking fault) veya iç ikizlenme (internal twins) türü yapısal bozukluklar ortaya çıkar.

Özellikle dönüşüm sıcaklığı düşük olan alaşımlarda ikizlenme türü yapı bozuklukları daha sık ortaya çıkmaktadır. Martensitik dönüşümlerde bu tür kusurların yanı sıra, dislokasyonlar ve bunların hareketi sonucu ortaya çıkan düzlemsel özellikli yığılma kusurları da oluşur^(3,4,18).

2.5.1. Kayma

Kristal yapı malzemelerde, plastik şekil değiştirme büyük ölçüde dislokasyon hareketlerinden doğan kayma ile oluşur. Dislokasyonların en kolay hareket ettiği doğrultular Burgers vektörünün en kısa olduğu yani atomların en sık olduğu doğrultulardır⁽²⁸⁾. Kayma çizgisinin şematik gösterimi ve Burgers vektörü Şekil 2.4' de gösterilmektedir.

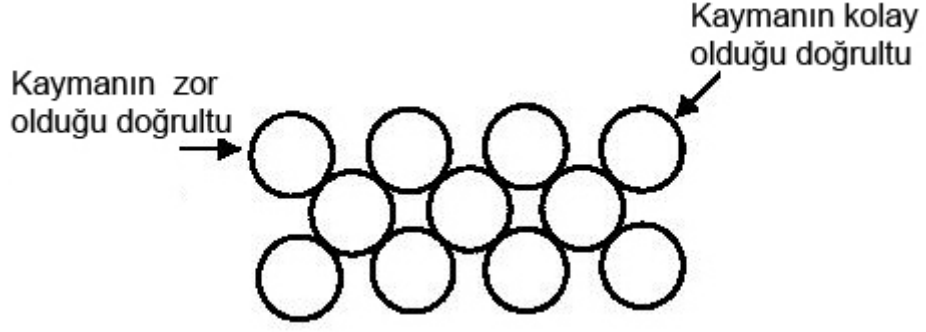


Şekil 2.4. Kayma çizgisinin şematik gösterimi ve Burgers vektörü;

(a) kenar dislokasyonu (b) vida dislokasyonu

Kayma, oluřan kayma gerilmesinin malzemenin kayma mukavemetini ařması durumunda meydana gelir. Ancak kayma bazı doęrultularda kolay meydana gelirken, bazı doęrultularda zor meydana gelir. Dislokasyon etrafındaki atomlar kafesteki normal konumlarından farklı yerlerde bulduklarından, yani denge konumunda olmadıklarından dislokasyonların etrafında bir gerilme veya deformasyon alanı oluřur. Bu gerilme alanında biriken potansiyel enerjiye “dislokasyon enerjisi denir”. Bir dislokasyonu için dislokasyon enerjisi; $E_D = G \cdot b^2$ baęıntısı ile hesaplanır. Burada G; kayma modülü, b ise Burgers vektörüdür.

Dislokasyon enerjisinin düşük tutulabilmesi için Burgers vektörünün kısa olması gerekir. Bu ifadeye göre; dislokasyonların en kolay şekilde hareket edebileceęi veya kayma direncinin en düşük olduęu doęrultu, atom yoğunluęu en yüksek olan düzlem üzerinde Burgers vektörünün en kısa, yani atomların en sık olarak dizildikleri doęrultulardır. Bu nedenle, kayma olayı atomların en yoğun olarak dizildikleri düzlem ve doęrultularda meydana gelir. Atomların diziliřine göre kaymanın kolay ve zor olduęu doęrultular Őekil 2.5’de Őematik olarak gösterilmektedir.

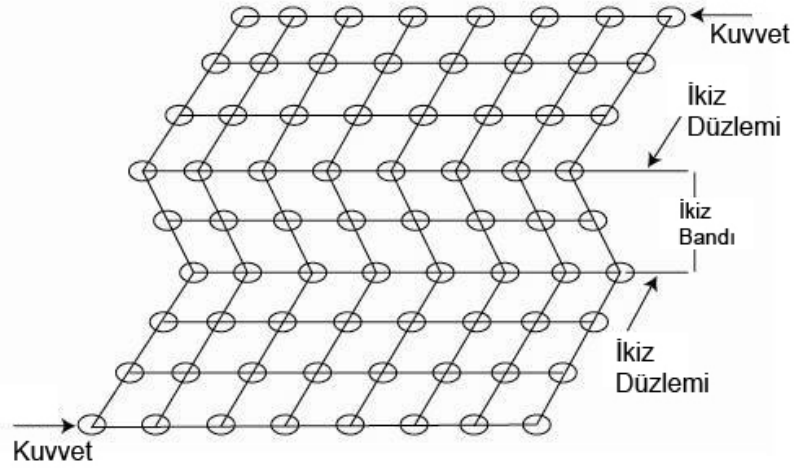


Şekil 2.5. Kaymanın kolay ve zor olduğu doğrultuların gösterimi

Bu bir f.c.c kristalinde atomların en sık dizildiği düzlemler grubu $\{111\}_\gamma$ dir. Bunların üzerinde atomların en sık dizildiği ve Burgers vektörünün en kısa olduğu doğrultular $\langle 110 \rangle_\gamma$ grubuna aittir. Buna göre bir f.c.c. kristalinde en düşük kayma direncine sahip olası eşdeğer kayma sistemleri $\{111\}_\gamma - \langle 110 \rangle_\gamma$ dir. $\{111\}_\gamma$ düzlem grubunda 4 üye ve bu her üye üzerinde $\langle 110 \rangle_\gamma$ doğru grubundan 3 üye bulunduğuna göre $\{111\}_\gamma - \langle 110 \rangle_\gamma$ kayma sisteminde toplam 12 eşdeğer kayma sistemi vardır. Benzer şekilde bir b.c.c. kristalinde atomların en sık dizildiği düzlemler $\{110\}_\alpha$ grubunda ve bunlar üzerinde Burgers vektörünün en kısa olduğu doğrultular $\langle 111 \rangle_\alpha$ grubundadır. Buna göre $\{110\}_\alpha - \langle 111 \rangle_\alpha$ kayma sistemleri grubu en düşük kayma direncine sahiptir. $\{110\}_\alpha$ düzlem grubunda 6 üye ve bunların her biri üzerinde $\langle 111 \rangle_\alpha$ doğru grubundan 2 üye bulunduğuna göre $\{110\}_\alpha - \langle 111 \rangle_\alpha$ kayma sisteminde toplam 12 eşdeğer kayma sistemi vardır^(3,28). Burada bilinmesi gereken en önemli nokta kristallerde kaymanın belirli düzlemlerde ve bu düzlemlerin belirli doğrultularda oluşabilme zorunluluğudur.

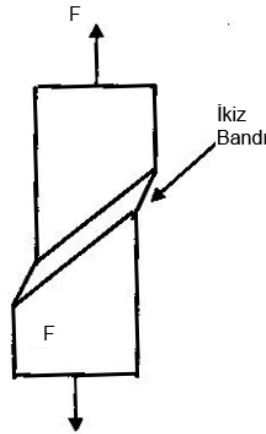
2.5.2. İkizlenme

İkizlenme, kaymanın zor olduğu durumlarda örneğin; düşük sıcaklıklarda veya yüksek deformasyon hızlarında meydana gelen plastik şekil değiştirme mekanizmasıdır⁽⁶⁾. İkizlenme hem toplam şekil değişimine katkıda bulunur, hem de kaymayı kolaylaştıracak şekilde atom düzlemlerini yönlendirir. İkizlenme olayı, atom düzlemlerinin ikiz düzlemine paralel hareket etmeleri sonucunda, örgü yapısının farklı yönelmiş iki simetrik kısma bölünmesi şeklinde tanımlanabilir. İkizlenme bölgesinde bulunan atom düzlemlerinin hareket miktarları, bunların ikiz düzlemine olan uzaklıkları ile orantılıdır. Kristal yapısının ikizlenmiş kısmı, ikizlenmemiş kısmının aynadaki görüntüsü gibidir. İkizlenmenin atomsal boyuttaki kristalografik gösterimi Şekil 2.6' da verilmiştir. İkiz bandının gösterimi ise Şekil 2.7' de verilmiştir.



Şekil 2.6. İkizlenmenin kristalografik gösterimi

F.c.c. kristal yapı için ikiz düzlemleri $\{111\}_\gamma$ ikiz doğrultusu $\langle 112 \rangle_\gamma$,
b.c.c. kristal yapı için ise $\{112\}_\alpha$ ikiz doğrultusu $\langle 111 \rangle_\alpha$ olarak
bilinmektedir^(3,6,41).

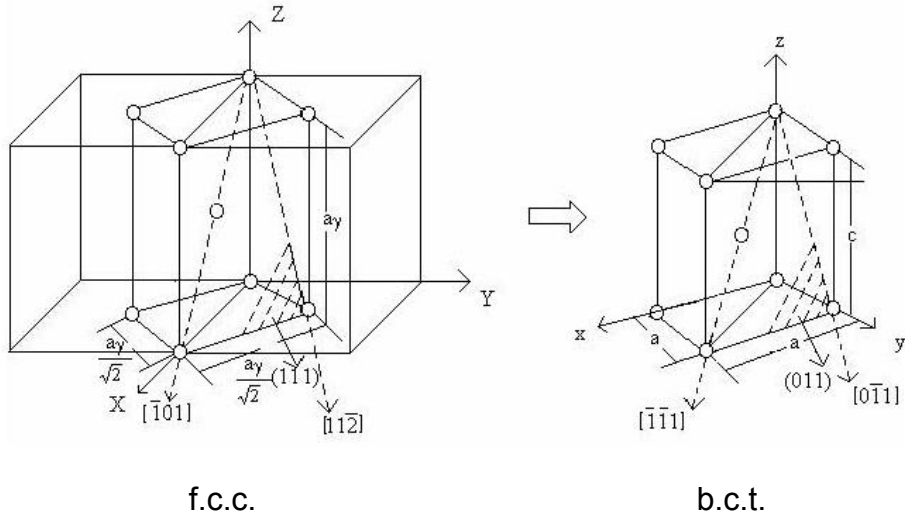


Şekil 2.7. İkiz bandının görünümü

Martensitik dönüşümler difüzyonsuz olması nedeni ile dönüşümden sonra kristalografik olarak birçok değişik oluşum meydana gelir. Dönüşüm koşullarına bağlı olarak, özellikle Fe bazlı alaşımlarda oluşan martensite kristalleri çok geniş yapısal çeşitlilik gösterirler. Yapısal ve kristalografik açıdan yalnızca Fe bazlı alaşımlardan bile oluşum mekanizmasını genel modeller ile açıklamak henüz başılamamıştır^(4,8,34,42).

Martensitik faz dönüşümünde; atomların komşuluklarını koruyarak bir kristal yapıdan diğerine nasıl geçebileceği konusundaki ilk kristalografik model Bain tarafından yapılmıştır. Bu modelde, yüz merkezli kübik (f.c.c.)

yapının hacim merkezli tetragonal (b.c.t.) yapıya dönüşümü Şekil 2.8' de açıklanmıştır. Bu modele göre yüz merkezli kübik (f.c.c.) kristal yapıya sahip atomların komşuluklarını koruyarak, ancak aralarındaki uzaklıklar x ve y eksenleri üzerinde belirli bir oranda artarken, z ekseninde aynı şekilde azalarak hacim merkezli (b.c.t.) yapıya geçebildiği gösterilmiştir⁽²²⁾.

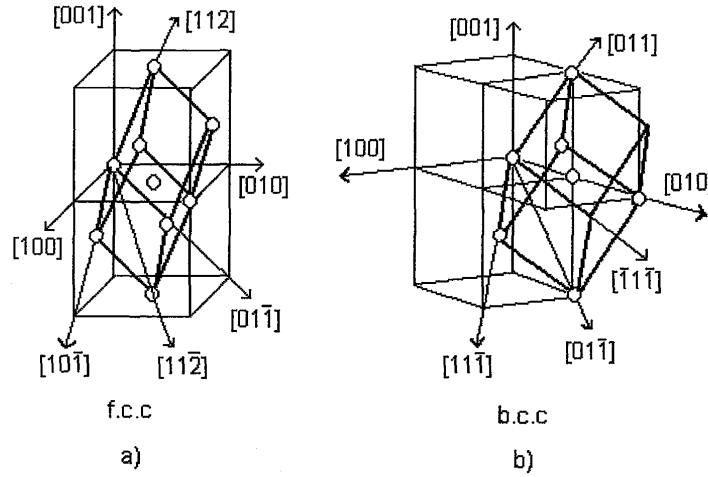


Şekil 2.8. Bain modeline göre f.c.c. yapının b.c.t. yapıya dönüşümü

Bunun yanında; f.c.c. yapıdan b.c.c. veya h.c.p. yapıya martensite faz dönüşümünün gerçekleşebilmesi için f.c.c. yapının sıkı paket düzlemlerine uygulanacak küçük bir kesme zoru bu iş için yeterlidir^(3,43).

Kesme mekanizmalarını açıklayabilmek için Şekil 2.9' da verilen f.c.c. ve b.c.c. birim hücreleri göz önüne alınarak, f.c.c. yapıdan b.c.c. yapıya

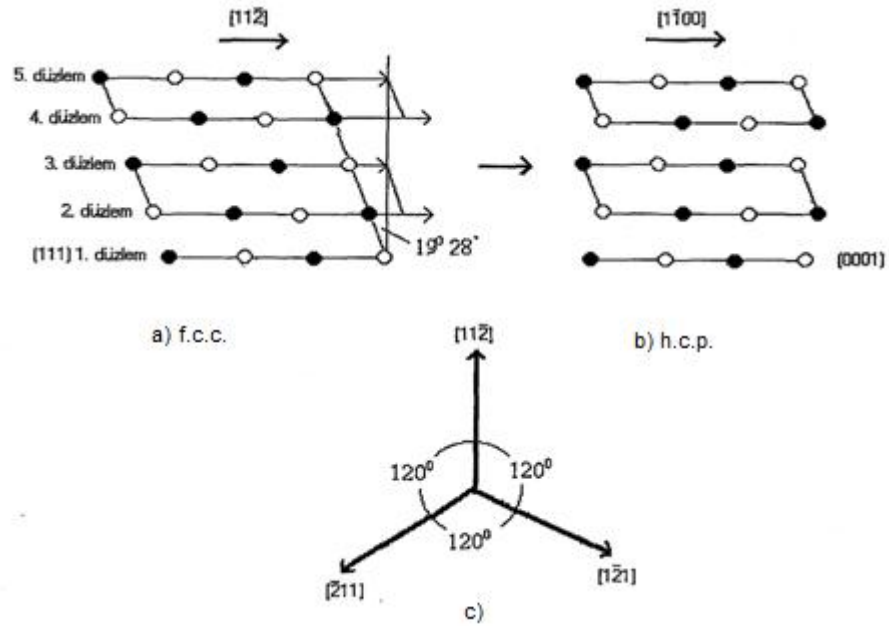
dönüşümün mekanizması düşünülür. Yapılar arasındaki kristalografik dönme bağıntıları dikkate alındığında, bir yapıdan diğer yapıya dönüşüm, yapıların birim örgü hücreesindeki atomların küçük yer değiştirmeleri ile gerçekleşir⁽⁴⁾.



Şekil 2.9. a) f.c.c. kristal yapı b) b.c.c. kristal yapı

Martensitik dönüşümlerde bir başka kristalografik türde f.c.c. yapıdan h.c.p. yapıya dönüşüm şeklinde gerçekleşir. f.c.c. → h.c.p. türü martensite (ϵ martensite) faz dönüşümünü ilk olarak Kobalt metalinin yüksek sıcaklıklarda f.c.c. yapıdan yavaş soğutma ile h.c.p. yapıya dönüşümü sırasında gözlenmiştir⁽³⁾. ϵ türü martensite ile austenite yapı olan f.c.c. arasındaki yönelim ilişkisi $(111)_{f.c.c.} // (0001)_{h.c.p.}$, $[11\bar{2}]_{f.c.c.} // [1\bar{1}00]_{h.c.p.}$ veya $[1\bar{1}0]_{f.c.c.} // [11\bar{2}0]_{h.c.p.}$ olarak verilir ve bu yönelim ilişkisi Shoji-Nishiyama (S-N) ilişkisi olarak isimlendirilir. Şekil 2.10' da iki fazında atomik yer değiştirmeler $[1\bar{1}0] // [11\bar{2}0]$ doğrultularında gösterilmiştir. Bu şekilde kapalı ve açık dairelerin

atomik düzlemdeki yerleşimleri gösterilmiştir. Şekil 2.10' dan da görüleceği gibi birbirini izleyen f.c.c. yapıdan h.c.p. martensite yapıya dönüşüm sırasında $(111)_{f.c.c.}$ düzlemi ile bitişik olan iki düzlem $[11\bar{2}]_{f.c.c.}$ doğrultusunda $a/\sqrt{6}$ (a örgü parametresi) kadar yer değiştirmiştir. f.c.c. örgüsündeki bu kesme miktarı 19.5° dir⁽⁴⁾.



Şekil 2.10. a-b) f.c.c. → h.c.p. dönüşüm mekanizması

c) f.c.c. → h.c.p. dönüşümünde üç çeşit kesme doğrultusu⁽⁴⁾

2.6. Deneysel Materyal ve Yöntem

1931 yılında Almanya'da elektron ışınlarının manyetik bobinler tarafından odaklanması ile ilk elektron mikroskobu yapıldı. Elektron mikroskobu yüksek vakum bölgesinde yer alır; hava molekülleri tarafından saptırılamaz. Elektron mikroskopları iki çeşittir. Bunlar: Transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ve Taramalı elektron mikroskobu (SEM)'dir⁽⁴⁴⁾.

2.6.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Optik mikroskoptan daha çok kapalı devre televizyon sistemine benzer. İlk bölümde, televizyon kamerasına benzer bir şekilde, net olarak odaklandırılmış elektron merceği tarafından cisim üzerine odaklandırılır. Çarptığı yerden gelen elektronlar toplanır ve güçleri yükseltilir. Mikroskobun ikinci bölümü televizyon alıcısına benzer ve burada bir katot ışını tüpü mevcuttur. Böylece yüksek kaliteli televizyon resmine benzer bir görüntü elde edilir. Sadece düzeni farklıdır. Bu cins mikroskoplar taramalı olarak da kullanılır. Genel olarak sert yüzlerin 20-50 nm'lik hassaslıktaki incelenmesinde kullanılır. Odaklama ile çeşitli derinlikte görüntüler elde edilebildiğinden üç boyutlu hissi veren resimler elde etmek mümkün olmaktadır.

Bazı deneysel mikroskoplarla 3 nm'lik hassaslığa kadar inmek mümkün olmaktadır. Cisimden gelen elektronlar mikro elektrik ve manyetik alanları da hassas hale getirebildiğinden, elektrik ve manyetik alanların görüntüsünü elde etmek mümkündür. Bundan faydalanılarak bilgisayar ve benzerlerindeki çok küçük elektronik devrelerin kontrolü yapılır. Elektronların yönlerini değiştirmesinden, bir cisimdeki mikro kristallerin dizilişini belirlemek de mümkündür⁽⁴⁵⁾.

Taramalı Elektron Mikroskobu Optik Kolon, Numune Hücresi ve Görüntüleme Sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için kondenser mercekleri, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta apatürler ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde, elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışınmaları toplayan dedektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır⁽⁴⁶⁾.

2.6.2. Mössbauer Spektrometresi Sistemi

Temel olarak spektroskopiyi maddenin özelliklerini, soğrulan ve salınan parçacıklar, ışık veya ses aracılığı ile incelenmesidir. Tarihsel olarak sadece görünür ışık kullanılırken, bunların dışında elektromanyetik olan ve olmayan ışınım da kullanılmaktadır (mikrodalgalar, radyo dalgaları, X ışınları vs.)⁽⁴⁷⁾.

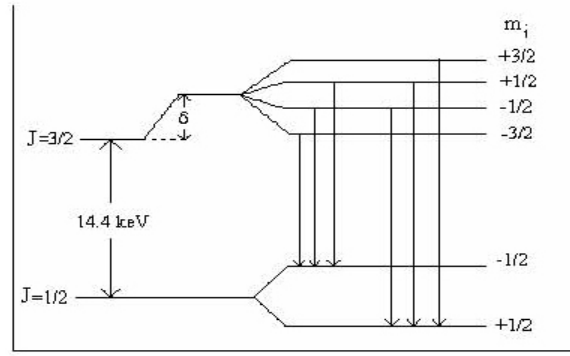
1957' de R.L. Mössbauer tarafından keşfedilen Mössbauer olayı, kristal örgü içerisindeki bir çekirdek tarafından enerji kaybı olmaksızın γ fotonu salınması olayı olarak bilinir⁽⁴⁸⁾. Mössbauer olayı ile çekirdekteki enerji düzeyleri arasındaki geçişler, uyarılmış seviyelerin enerji genişlikleri ve bu seviyelerin yaşama zamanları, çekirdek elektrik quadrupol momentleri, çekirdek manyetik dipol momentleri ve bunlara benzer diğer kavramlar belirlenebilir.

Genel bir Mössbauer deneyi yapmak için, radyoaktif bir kaynak, bir soğurucu, bir γ sayıcısı, bir tek kanal diskriminatörü ve bir çok kanal analizatörü gereklidir. Ayrıca, kaynak ile soğurucu arasında bağıl hızı sağlamak için bir düzenek kurulmalıdır. Bir radyoaktif kaynaktan yayınlanan belirli bir γ ışınımının önüne bir soğurucu konulur. Soğurucudan geçen γ ışınları sayaca gelir. Sayaçtan gelen atımlar bir çizgisel şiddetlendirici ile çift kutuplu hale gelerek çok kanal analizatörüne

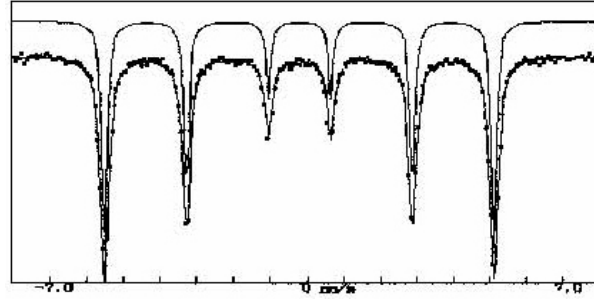
gider. Bu analizatör, her biri farklı enerjilere karşılık gelen atmaları farklı kanallara yerleştirir. Maksimum kanal sayısı 512 olup, çift kutuplu atmalar, 1 - 256 ile 256 - 512 kanalları arasında simetrik spektrumlar olarak gözlenir. Mössbauer araştırmalarının büyük bölümünde ^{57}Fe ve ^{119}Sn izotopları kullanılmaktadır. Bu olay sayıları 50'yi geçen izotop üzerinde gözlenmekle birlikte, deneysel zorluklar nedeniyle bunların ancak 20 tanesi kullanılabilir.

Bir atomun kimyasal değerliğinin değişmesi sonucunda bu atomun s-elektron yoğunluğunun da değişeceği gerçektir. Bu sebepten dolayı sıfırdan farklı bir değerlikte olan bir atomun çekirdeği ilke onun s-elektronları arasındaki Coulomb çekim kuvveti etkileşmesi sonucu atomun çekirdek enerji seviyeleri bir değişime uğrar. Bu olay Mössbauer spektrumunda izomer kayma olarak kendini gösterir. İzomer kayma, kendini Mössbauer spektrumunda $v=0$ da olması gereken maksimum rezonansta bir kayma olarak gösterir. 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 yarıma beklenir. J nin H doğrultusundaki izdüşümü m_j ' nin aldığı değerlere göre, her enerji seviyesi $2J+1$ sayıda alt seviyeye yarılar. ^{57}Fe de taban durum için $J=1/2$, 14,4 KeV' luk ilk uyarılmış durum için $J=3/2$ olduğundan dolayı, H manyetik alan etkisi ile taban durum 2 seviyeye ve ilk uyarılmış durum 4 seviyeye yarılacaktır. $\Delta m_j = 0, \pm 1$ seçim

kuralı göz önüne alınır, farklı altı gama geçişi sonucu, gama çizgisinin altı bileşene ayrılması beklenir⁽²²⁾. ^{57}Fe 'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları ve Mössbauer spektrumunda oluşan çizgiler Şekil 2.11. de verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 2.11. (a) ^{57}Fe 'nin taban ve uyarılmış düzeylerinin manyetik alanda yarılmaları

(b) Yarılmalar sonucu Mössbauer spektrumunda oluşan çizgiler

2.6.3. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC)

DSC geniş deęerlere sahip çeřitli katı malzemelerin termal iletkenlięini belirlemede kullanılır. Genellikle yaygın olarak polimerik malzemeler ve camsı malzemelerde bu ölçüm yöntemi kullanılır. Bu yöntem malzemelerin termal iletkenlięini ölçmede hızlı bir yöntemdir. Hızlı ve doğrudan sonuç veren bir yöntem olduęu için geniş bir kullanıma sahip olabileceęi beklenir. DSC ile termal iletkenlik ölçüm yöntemi, hassas, çok yönlü ve rutin tespitler için kullanılmaktadır⁽⁴⁹⁻⁵²⁾.

2.6.4. Numunelerin Hazırlanması

Tez çalışmamıza konu olan Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alařımı %99 saflıkta Tübitak Marmara Arařtırma Merkezi (MAM)' de Fe, Mn, Co ve Mo elementleri kullanılarak hazırlanmıřtır. Hazırlanan alařımlarda; ısıl işlem sıcaklıęı ve soęutma hızının alařımın özellięini nasıl deęiřtirdięini incelemek için ısıl işlem uygulanmıřtır. Numunenin sıcaklıęı 6 saat ierisinde 800, 1000 ve 1100 °C' lere kadar ıkarılmıřtır. Bunlardan 800 ve 1100 °C deki numuneler fırından ıkarıldıktan sonra suya atılmıřtır. 1000 °C' deki numuneye ise fırında yavař soęutma ve ıkarıldıktan sonra suya atılma olarak iki farklı soęutma işlemi uygulanmıřtır. Isıl işlem öncesinde malzemelerimiz oksitlenmeyi önlemek adına ısıya dayanıklı kuartz tüplere konulmuřtur.

2.6.5. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) İncelemeleri İçin Numunelerin Hazırlanması

Farklı ısıtma işlem ve soğutma şekilleri uygulanan numunelerimiz Çizelge 2.1’ de gösterilmiştir. Numuneler uygun boyutlarda elmas kesiciler yardımı ile kesildikten sonra, yüzeyindeki pürüzler ve kalın çizgiler 1000 ve 1200 kalınlıklarındaki su zımparaları yardımı ile temizlenmiş, elmas pasta ile parlatılmıştır. Bu işlemlerin sonunda %5’ lik Nital (%5 Nitrik asit + %95 Metanol) çözeltisi hazırlanarak yaklaşık 1 dakika bekletilerek dağlanmıştır. Numunelerimizde oluşan etkileri Jeol – JSM 5600 marka taramalı elektron mikroskopu ile incelenmiştir.

Çizelge 2.1. Numuneye uygulanan ısıtma işlem ve soğutma şekli

NUMUNE	TAVLAMA SICAKLIĞI	TAVLAMA SÜRESİ	SOĞUTMA ŞEKLİ
1	800 °C	6 saat	Hızlı- Suya Atıldı
2	1000 °C	6 saat	Hızlı- Suya Atıldı
3	1000 °C	6 saat	Yavaş- Fırında Soğutma
4	1100 °C	6 saat	Hızlı- Suya Atıldı

2.6.6. Mssbauer Spektrometresi lmleri iin Alařımların Hazırlanması

Isıl iřlemleri tamamlanmıř, taramalı elektron mikroskopunda incelenip grntleri alınmıř numunelerimizden, yaklaşık 2 mm kalınlığında kesilen paralar 800 ve 1200 kalınlıklarındaki su zımparaları yardımı ile yaklaşık 60 µm kalınlığına kadar mekanik olarak inceltilmiřtir. Bu numunelerin Mssbauer spektrumları Wissel marka Mssbauer spektrometresi kullanılarak elde edilmiřtir. Bu spektrumlar Normos 90 en kk kareleri fit etme programı ile analiz edilmiřtir.

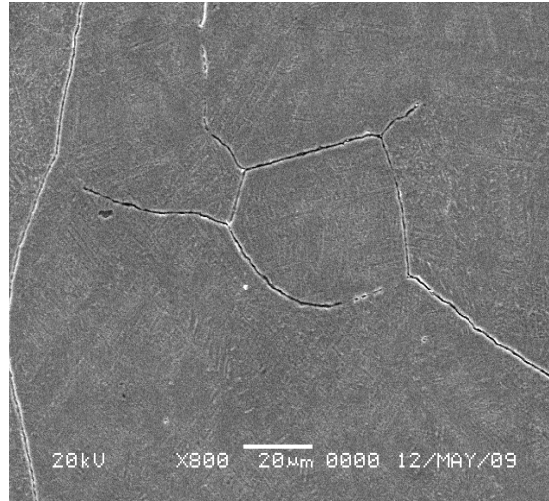
2.6.7. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) lmleri iin Numunelerin Hazırlanması

Su zımparaları yardımı ile 3 mm apında 60 µm kadar inceltilen numuneler ısı iřlem sıcaklığı ve sođutma řekillerinin M_s sıcaklığını nasıl deđiřtirdiđini belirlemek amacı ile DSC lmleri yapılmıřtır. Bu lmlerin sonucunda ısı akıřı – sıcaklık eđrileri izilmiřtir.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

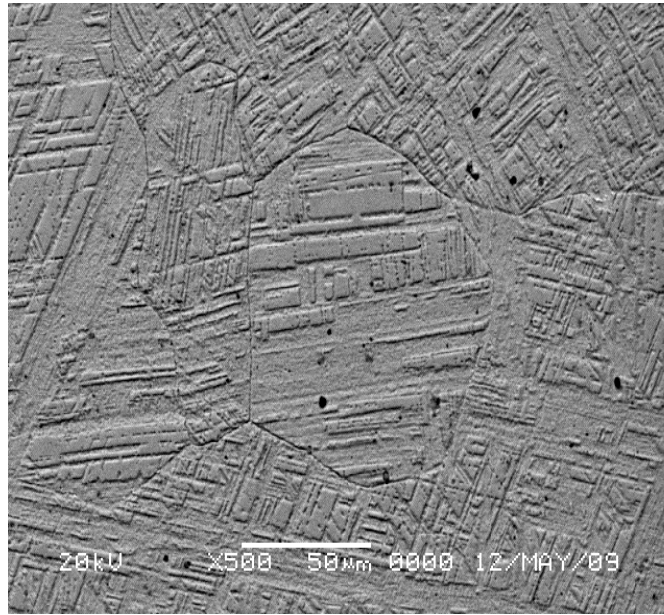
3.1. Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo Alaşımında Oluşan Martensite Yapının Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İncelenmesi

Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alaşımına uygulanan ısıtma işlemleri sonrasında numunelerin yüzey incelemesi SEM yardımı ile yapılmıştır. Uygulanan ısıtma işlemleri, ısıtma işlem süresi ve soğutma şekli Çizelge 2.1' de gösterilmiştir. Bu işlemlerin ardından alaşımlarda austenite tanelerinin oluştuğu farklı yönelim ve boyutlara sahip olduğu gözlemlenmiştir. Alaşımların oda sıcaklığında çekilen elektron mikroskop resimleri aşağıdaki şekillerde verilmiştir.



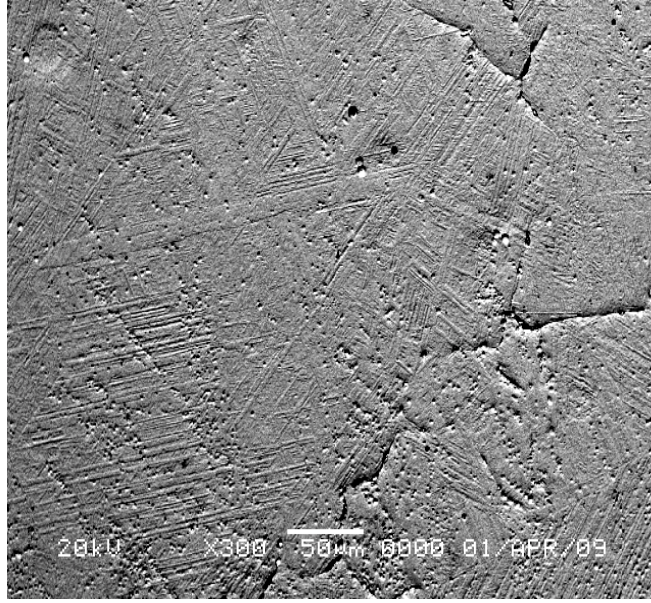
Şekil 3.1. 1000 °C de 6 saat ısıtma işlemi uygulanan sonrasında fırında soğutulan yapı

Yavaş soğutma sonucu sürücü kuvvet martensite oluşturamamış, numunenin austenite fazda kaldığı ve tanelerin (grains) oluştuğu gözlenmiştir. Şekil 3.1. de 1000 °C de 6 saat ısıtılma tabi tutulan numunenin yavaş soğutma sonucu oluşan austenite taneler görülmektedir. Askeland⁽⁵³⁾, yavaş soğutma sonucu gözlenen bu tanelerin içindeki atom dizilimlerinin özdeş olduğunu ve oluşan bu tanelerin her birinde atomların dizilme yönelimlerinin farklı olduğunu belirtmiştir. Austenite faza ait olan tanelerin boyutları homojenleştirme süresine, sıcaklığına ve soğutma şekline bağlı olarak değişir. Özellikle Fe bazlı alaşımlarda, homojenleştirme süresi ve sıcaklığının artması ile tane boyutunun arttığı gözlenmiştir⁽⁵⁾.

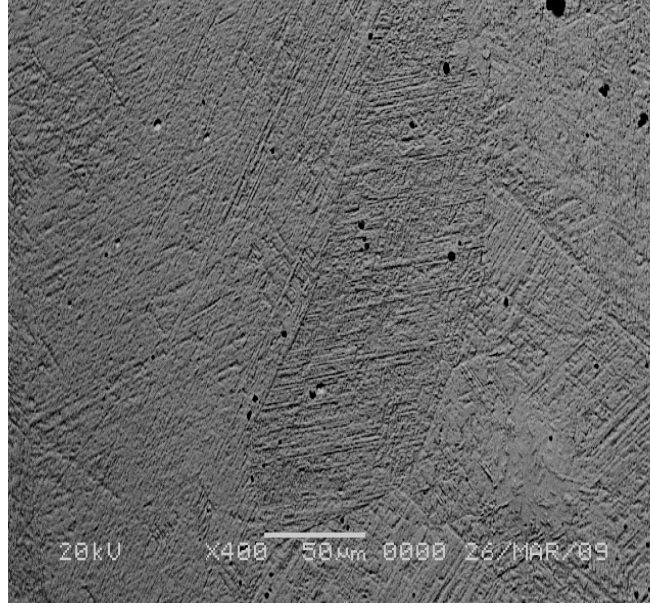


Şekil 3.2. 800 °C sıcaklığında 6 saat ısıtılma uygulanan sonrasında suya atılan yapı

800 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulandıktan sonra oda sıcaklığında suya atılan numunenin yüzey görünümü Şekil 3.2. de verilmektedir. Yavaş soğutma ile alaşımda meydana gelen tanelerin içinde martensite plakaları gözlenmezken hızlı soğutma ile alaşımda α' ve ϵ tipi martensitelerin oluştuğu gözlemlendi.



Şekil 3.3. 1000 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan sonrasında suya atılan yapı

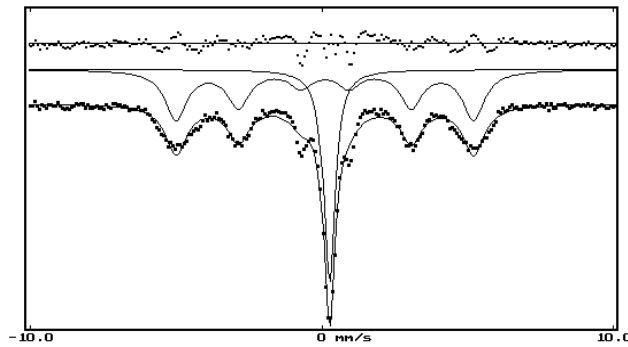


Şekil 3.4. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım uygulanan sonrasında suya atılan yapı

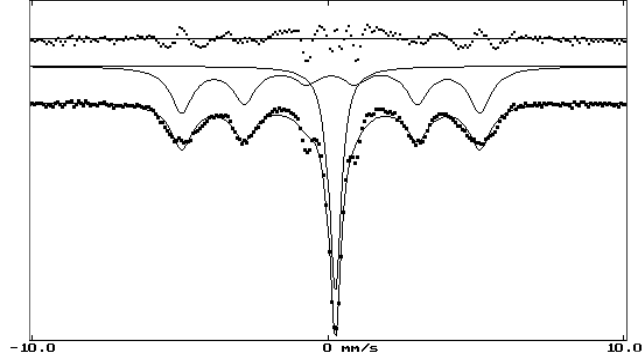
Şekil 3.3. ve Şekil 3.4. de 1000 ve 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıtım işlemine tabi tutulan sonrasında oda sıcaklığında suya atılan numunelerin yüzey görüntüleri bulunmaktadır. Numunenin suya atılmasıyla meydana gelen sıcaklık farkı martensitik dönüşüm için gerekli olan sürücü kuvveti doğurmuştur. Bu kuvvet sonucunda tane sınırları içinde α' ve birbirine paralel olarak yığılmış ε martensite plakaları bulunmaktadır. Sarı ve arkadaşları⁽¹²⁾ Fe-Mn alaşımlarına Mo ve Co' in eklenmesiyle, alaşımda α' ve ε martensitelerin oluştuğunu ortaya koymuştur. Meydana gelen bu martensite plakaları tane sınırlarından itibaren oluşarak tane içinde veya tane sınırlarında sona erdiği görüldü. Sıcaklığın ve soğutma hızının etkisi ile alaşımda α' martensit miktarının azaldığı, ε martensit miktarının arttığı gözlenmiştir.

3.2. Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo Alařımının M6ssbauer Spektroskopisi Y6ntemi ile İncelenmesi

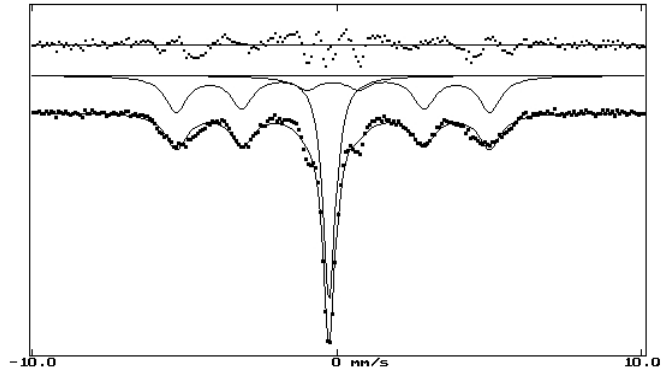
M6ssbauer spektroskopisi, metal ve metal alařımlarında austenite-martensite faz d6n6ř6mlerinin incelenmesinde yaygın olarak kullanılan y6ntemlerden birisidir. Bu y6ntemle, austenite ve martensite yapıların manyetik d6zenlenimleri, 7eřitli fiziksel etkenler sebebi ile oluřan martensite kristallerinin hacim y6zdeleri, martensite fazın i7 manyetik alanı ve 7ekirdek ile s elektronları arasındaki etkileřimin deęiřimini g6steren izomer kayma kesin bir řekilde belirlenebilir⁽³⁾. Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alařımında oluřan martensite yapının manyetik 6zelliklerini belirlemek amacı ile M6ssbauer spektrumları alınmıřtır ve bu spektrumlar ařaęıdaki řekillerde verilmektedir.



řekil 3.5. 800 °C sıcaklıęında 6 saat ısıl iřlem uygulanan ve suya atılan yapının M6ssbauer spektrumu



Şekil 3.6. 1000 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan ve suya atılan yapının Mössbauer spektrumu



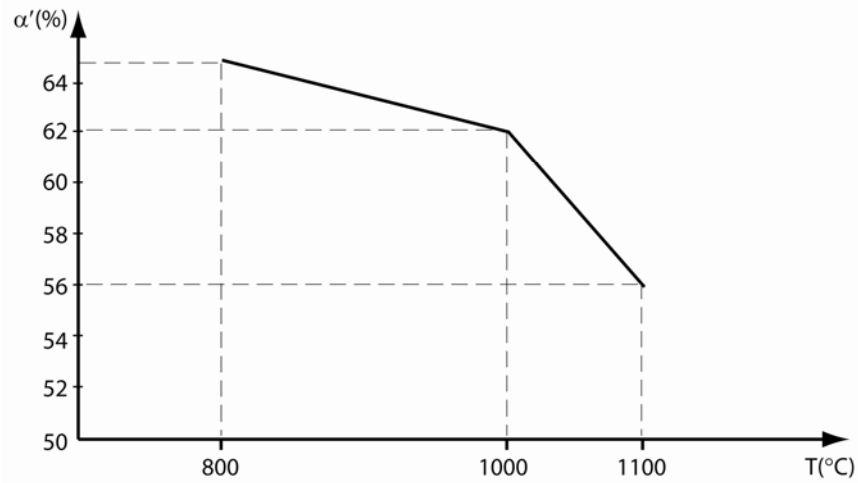
Şekil 3.7. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan ve suya atılan yapının Mössbauer spektrumu

Fe bazlı alaşımlarda austenite yapı paramanyetik olduğundan, bu faz tek bir soğurma çizgisi ile karakterize edilir. Ancak, dönüşüm sonucu oluşan martensitelerin ferromanyetik ve antiferromanyetik düzenlenimleri, karakteristik 6 çizgi spektrumu verir^(56,57). Ancak bazı Fe bazlı alaşımlarda

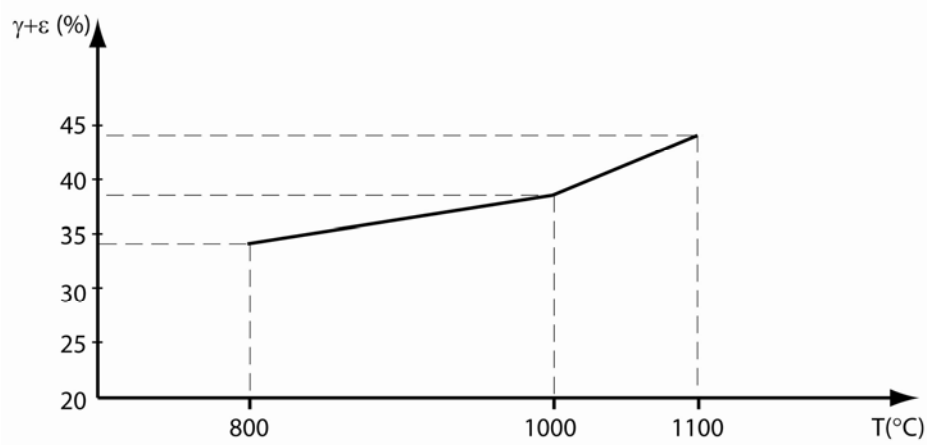
austenite yapının ferromanyetik özellik gösterdiği de bilinmektedir^(58,59). Şekil 3.5, Şekil 3.6. ve Şekil 3.7. de gösterildiği gibi 6 çizgi spektrumu veren α' fazı ferromanyetik özellik gösterirken γ ve ε fazlarına ait tek bir soğurma çizgisi paramanyetik özellik gösterir.

Çizelge 3.1. Fe-%15Mn-%4,5Co-1,5Mo Alaşımının Mössbauer sonuçları

T (°C)	t (saat)	$\gamma+\varepsilon$ (%)	α' (%)	$\delta\alpha'$ (mm/s)	$\delta\gamma+\varepsilon$ (mm/s)	$B_{hf}(\alpha')$ (T)
800	6	34	65	0,1048	0,2507	31,56
1000	6	38	62	0,1043	0,2395	31,18
1100	6	44	56	-0,1204	-0,2307	31,08



Şekil 3.8. b.c.c. martensite dönüşüm yüzdesinin sıcaklığa bağlı değişimi



Şekil 3.9. f.c.c. ve h.c.p. martensite dönüşüm yüzdesinin sıcaklığa bağlı değişimi

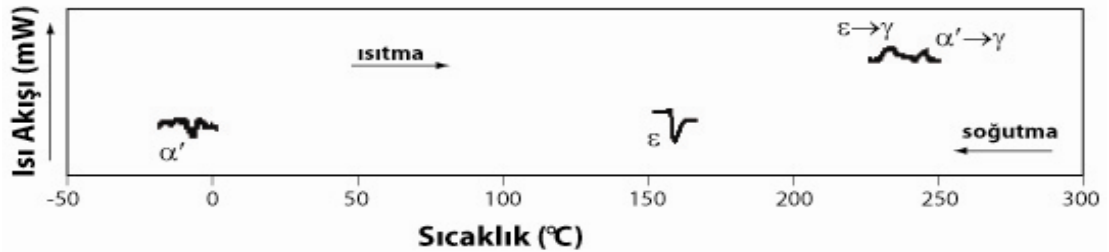
Çizelge 3.1. de Fe-%15Mn-%4,5Co-1,5Mo alaşımında oluşan martensite kristallerinin hacim yüzdeleri, martensite fazın iç manyetik alanı ve izomer kayma değerleri verilmiştir. Bu değerler sonucunda oluşan α' , γ ve ε fazlarına ait grafikler Şekil 3.8. ve Şekil 3.9. da gösterilmiştir.

Tane sınırları geniş kusur bölgeleri olduğu için, martensite çekirdekleri için tercihli yer olduğu düşünülmektedir⁽³⁾. Tane sınırları, martensitik dönüşümleri ana fazın stabilize olmasına hizmet eder. Martensite kristallerinin büyümesi ise tane sınırlarında durur. Bundan dolayı küçük taneler ana fazın stabilize olmasının bir sonucudur. Isıl işlem sıcaklığı ve süresi artması ile tane boyutu artar. Bundan dolayı, toplam tane sınırları artar ve oluşan martensite miktarı artar⁽³⁾. Fe-Mn-Mo alaşımlarında, austenite tane boyutunun artması ile oluşan martensite miktarının arttığı Mössbauer spektroskopisi yöntemi kullanılarak gösterilmiştir⁽¹³⁾.

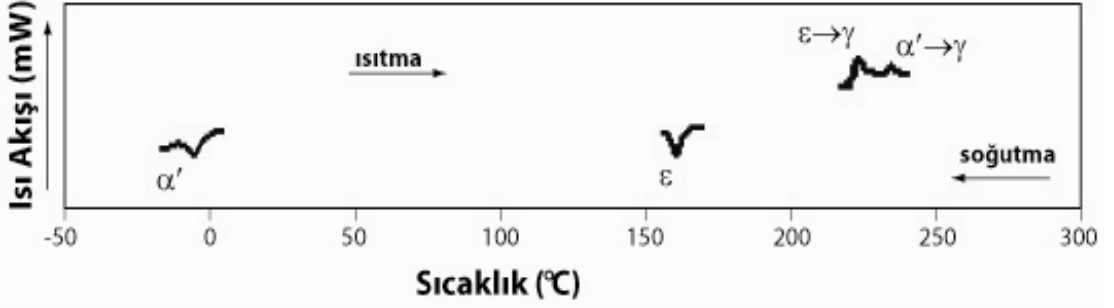
Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alařımında ısıl iřlem sıcaklıđının ve sođutma hızının deđiřmesi ile martensite miktarının arttıđı buna karřın i manyetik alanın azaldıđı Mssbauer spektroskopisi yntemi ile belirlenmiřtir.

3.3. Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo Alařımının Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) ile İncelenmesi

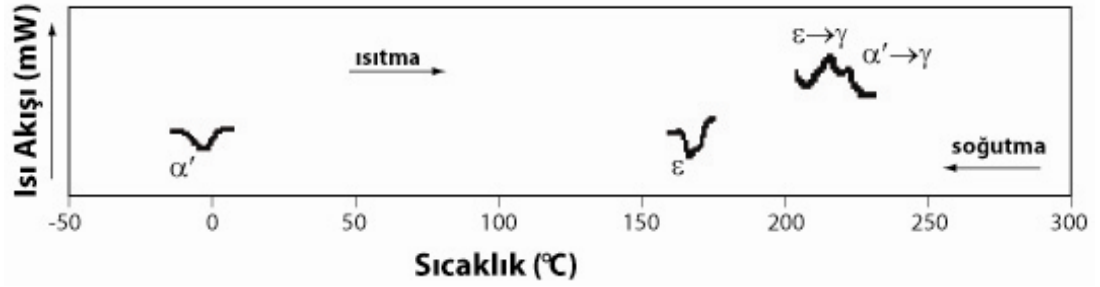
Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alařımında martensite dnřm sıcaklıđının tayini iin Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC) tekniđi kullanıldı. izelge 2.1. de verilen numunelerin diferansiyel tarama kalorimetre eđrileri alınarak dnřm sıcaklıkları belirlendi.



řekil 3.10. 800 °C sıcaklıđında 6 saat ısıl iřlem uygulanan numunenin DSC grnts



Şekil 3.11. 1000 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan numunenin DSC görüntüsü



Şekil 3.12. 1100 °C sıcaklığında 6 saat ısıl işlem uygulanan numunenin DSC görüntüsü

Farklı ısıl işlem uygulanan numunenin martensite dönüşüm sıcaklığını (M_s) belirlemek amacı ile DSC ölçümleri yapılmıştır. Şekil 3.10., Şekil 3.11 ve Şekil 3.12' de sırasıyla 800, 1000 ve 1100 °C' de ısıtılan numunelerin DSC görüntüleri bulunmaktadır. Durlu⁽¹³⁾, Fe-%14,3Mn-3,7Mo alaşımı üzerinde yaptığı çalışmada numuneye uygulanan sıcaklığın artması ile martensite dönüşüm sıcaklığının (M_s) arttığını gözlemlemiştir.

Yukarıdaki şekiller incelendiğinde Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alaşımında ısıtma sıcaklığının artması ile numunede martensite başlama sıcaklığının arttığı termal analiz sistemi (DSC) ölçümleriyle belirlenmiştir. Tane boyutunun artması M_s sıcaklığını arttırmış, martensite oluşumunu kolaylaştırmıştır.

4. SONUÇ

Fe-%15Mn-%4,5Co-%1,5Mo alařımında ısıl iřlem sıcaklıđı ve sođutma hızı gibi farklı iřlemler sonucu oluřan martensitik faz dđnüşümleri Taramalı elektron mikroskobu(SEM), Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) ve Mössbauer spektroskopisi yardımıyla incelenmiştir.

Alařımımızın sıcaklıđı 800, 1000 ve 1100 °C lere ıkartılıp fırında sođutma ve suya atılma řeklinde farklı iřlemlere tabi tutulmuřtur. Bu iřlemler sonucunda taramalı elektron mikroskobunda yapılan incelemelerde alařımda ϵ (h.c.p.) ve α' (b.c.c.) martensiteler meydana gelmiştir. Sıcaklıđın artması ve sođuma hızının deđiřmesi ile tane boyutunun kısmen büyüdüđü b.c.c. martensite miktarının azaldıđı h.c.p. martensite miktarının ise arttıđı gözlenmiştir.

Mössbauer spektroskopisi yöntemiyle de martensite miktarının arttıđı buna karřın iç manyetik alanın azaldıđı görülmüřtür.

Martensite bařlama sıcaklıđının (M_s) ısıl iřlem sıcaklıđı ve hızının artması ile arttıđı diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile belirlenmiştir.

Yukarıda bulunan sonuçlar literatür alıřmalarıyla uyum ierisindedir.

KAYNAKLAR

1. William F. Smith, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Üçüncü Basımdan Çeviri Nihat G. Kınıkoğlu, Literatür Yayıncılık, 2001
2. L. Kaufman and M. Cohen, Prog. Metal Phys., **7**, 165 (1958)
3. Z. Nishiyama, Martensitic Transformations, Academic Press, London, 1978
4. T. Kırındı, Fe-%12,5Mn-%5,5Si-%9Cr-%3,5Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerine Termal ve Zor Etkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2004
5. M. Dikici, Katıhal Fiziğine Giriş, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun, 1993
6. T. Savaşkan, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Derya Kitabevi, Trabzon, 1999
7. <http://tr.wikipedia.org/wiki/Alaşımlar> (Erişim tarihi: 16/05/2009)
8. T. N. Durlu, F. Ü. Fen ve Müh. Bilimleri Dergisi, **13**,1(2001)
9. http://www.metalurji.org.tr/hurdaci/sayi_2/hurdaci2_0204.pdf
10. S.M Cotes, A.F. Cabrera, L.C.Damonte, R.C. Mercader, J. Desimoni, PhysicaB: Condensed Matter, **320**, 274(2002)
11. P. Marinelli, A. Baruj, S.Cotes, A. Fernandez Guillermet, M. Sade, Mater. Sci. Eng., **A273**, 498(1999)
12. U. Sarı, T. Kırındı, M. Yüksel and S. Ağan, Journal of Alloys and Compounds, **476**, 160(2009)
13. T.N. Durlu, J. Mater. Sci. Lett., **16**, 320(1997)
14. <http://ansiklopedi.turkcebilgi.com/demir> (Erişim tarihi: 16.05.2009)
15. <http://ansiklopedi.turkcebilgi.com/Mangan> (Erişim tarihi: 16.05.2009)
16. <http://ansiklopedi.turkcebilgi.com/kobalt> (Erişim tarihi: 16.05.2009)
17. <http://www.kimyaevi.org/elementler/molibden/alan.asp> (Erişim tarihi: 17.05.2009)

18. D.A. Porter, K.E. Easterling, Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman and Hall, London, 1981
19. D.R. Askeland, The Science and Engineering of Materials, Chapman and Hall, London, 1990
20. J.W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975
21. P.C. Clapp, J. Phys. (France), IV, **5**, 11(1995)
22. H. Güngüneş, Fe-%24,5Ni-%4,5Si Alaşımında Austenite-Martensite Faz Dönüşümleri Üzerinde Çalışmalar, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005
23. J.K. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys Part 1, Pergamon Press, Hungary (1975)
24. H. Funakubo, Shape Memory Alloys, Japonyadan İngilizceye çeviri, J.B. Kennedy, Gordon and Breach Science Publishers, London, 1986
25. A.K. Soğuksu, Şekil Hatırlamalı Cu-A-Ni ve Cu-Zn-Al Alaşımların Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Y. Lisans Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Kahramanmaraş, 2006
26. T.N. Durlu and J.W. Christian, Metal Sci., **8**, 1(1974)
27. G.B. Olson and W.S. Owen, Martensite, The Materials Information Society, New York, 1992
28. K. Onaran, Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, 1997
29. P. Marinelli, A. Baruj, J. Pons, M. Sade, A. Fernandez Guillermet and E. Cesari, Mater. Sci. Eng., **A 335**, 137(2002)
30. E. Yaşar, Fe-%30Ni-%XMo Alaşımlarında Atermal ve İzotermal Martensitik Faz Dönüşümlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2005
31. T.N. Durlu, J. Mater. Sci., **36**, 5665(2001)
32. J.F. Breedis and L. Kaufmann, Metall.Trans., **2**, 2359(1971)
33. U. Sarı, Şekil Hatırlamalı Cu-%11,92Al-%3,78Ni Alaşımında Martensitik Dönüşümler Üzerinde Termal ve Mekanik Etkiler, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2004

34. C.M. Wayman, Introduction to The Crystallography of Martensitic Transformations, The Macmillian Company, New York, 1964
35. T. Kakeshita, K. Kuroiwa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi and M. Date, Mater. Trans., JIM, **34**, 415(1993)
36. T. Kakeshita, K. Kuroiwa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi and M. Date, Mater. Trans., JIM, **34**, 423(1993)
37. G.V. Kurdjumov and O.P. Maksimova, Doklady Akad. Nauk SSSR, **61**, 83(1948)
38. G.V. Kurdjumov and O.P. Maksimova, Doklady Akad. Nauk SSSR, **73**, 95(1950)
39. A. Borgenstam, Mater. Sci. Eng., **A 273**, 425(1999)
40. S. Kajiwara, Mater. Trans. JIM, **33**, 1027(1992)
41. D.A. Porter, K.E. Easterling, Phase Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press, London, 1975
42. A.G. Khachaturyan, Theory of Structural Transformations in Solids, John Wiley, New York, 1983
43. J.H. Yang and C.M. Wayman, Acta Metall. Mater., **40**, 2025(1992)
44. <http://www.onlinefizik.com/content/view/836/176/> (Eriřim tarihi: 17.05.2009)
45. [http://ansiklopedi.turkcebilgi.com/Elektron Mikroskobu](http://ansiklopedi.turkcebilgi.com/Elektron_Mikroskobu) (Eriřim tarihi: 17.05.2009)
46. <http://www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm> (Eriřim tarihi: 17.05.2009)
47. <http://tr.wikipedia.org/wiki/spektroskopi> (Eriřim tarihi: 17.05.2009)
48. D. Hull, Introduction to Dislocation, Pergamon Press, London, 1965
49. M. Kk, DSC ile Termal İletkenlik lm ve Uygulamaları, Y. Lisans Tezi, Fırat niversitesi, Elazıę, 2006
50. N. Mathis, C. Chandler, United States Patent, (2004)
51. Luis Alfonso Torres- Gomez, Ricardo Yanez- Nieto, Wide Range Determination of Thermal Conductivity by Differential Scanning Calorimetry, **140**, 139-144, (1988)

52. Y.P. Khanna, T. J. Taylor and G. Chomyn, A New Differential Scanning Calorimetry Based Approach for The Estimation of Thermal Conductivity of Polymer Solids and Melts, *Polymer Engineering and Science*, **28(16)**, 1033-1041(1988)
53. D.R. Askeland, *The Science and Engineering of Materials*, I.Cilt (Çeviri: Dr. M. Erdoğan), Nobel Yayınları, Ankara(1998)
54. T. Shiming, L. Jinhai and Y. Shiwei, *Scripta Metall. Mater.*, **25**,2613(1991)
55. B.H. Jiang, L. Sun, R. Li and T.Y. Hsu, *Scripta Metall. Mater.*, **33**,63(1995)
56. T.N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **11**, 702(1992)
57. İ. Akgün, A. Gedikoğlu and T.N. Durlu, *J. Mater. Sci. Lett.*, **17**,3479(1982)
58. J. Hesse, Ch. Böttger, A. Wukfe, J. Sievert and H. Ahlers, *Physica Status Solid*, **135**, 343(1993)
59. T. Kakeshita, Y. Sato, T. Saburi, K. Shimizu, Y. Matsuoka and K. Kinda, *Mat. Trans. JIM*, **34(5)**, 415(1999)