

**TERMOMEKANİK OLARAK HADDELENMİŞ
X70 KALİTE PETROL BORU ÇELİKLERİNİN
EBSD VE TEM TEKNİKLERİ
İLE KARAKTERİZASYONU**

Yüksek Lisans Tezi

Semih ENGÜN

Eskişehir, 2016

**TERMOMEKANİK OLARAK HADDELENMİŞ X70 KALİTE PETROL BORU
ÇELİKLERİNİN EBSD VE TEM TEKNİKLERİ İLE KARAKTERİZASYONU**

Semih ENGÜN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN

İkinci Danışman Prof. Dr. Orhan UZUN

Eskişehir

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Haziran,2016

Bu Tez Çalışması BAP Komisyonunca kabul edilen 1404F233 no lu proje kapsamında desteklenmiştir.

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Semih Engün'ün "Termomekanik Olarak Haddelenmiş X70 Kalite Petrol Boru Çeliklerinin EBSD ve TEM Teknikleri ile Karakterizasyonu" başlıklı tezi 03/06/2016 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği" nin ilgili maddeleri uyarınca Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Unvanı- Adı Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı): Prof.Dr. Servet TURAN
Üye : Prof. Dr. Gürsoy ARSLAN
Üye : Yrd. Doç. Dr. Kemal DAVUT

.....

Enstitü Müdürü

ÖZET

TERMOMEKANİK OLARAK HADDELENMİŞ X70 KALİTE PETROL BORU ÇELİKLERİNİN EBSD VE TEM TEKNİKLERİ İLE KARAKTERİZASYONU

Semih ENGÜN

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Haziran, 2016

Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN

İkinci Danışman: Prof. Dr. Orhan UZUN

Düşük sıcaklık ve yüksek basınç ortamında, özellikle petrol boru hatlarında kullanılan API X70 çeliklerinde daha önce az sayıda yapı-özellik ilişkisi üzerine çalışma yapılmıştır. Bu nedenle, bu çalışmada yapı-özellik ilişkisi kurulması amacıyla malzemenin özellikleri ölçülmüş ve iç yapısı EBSD ve TEM teknikleri ile incelenmiştir. Öncelikle, yüksek kalitede kırınım deseni elde etmek üzere Al ve çelik gibi farklı malzemeler için uygun numune hazırlama ve analiz parametreleri belirlenmiştir. Bu bağlamda literatürden farklı olarak ince kesitli numunelerde gerçekleştirilecek EBSD analizleri ile daha kesin sonuçlar elde edileceği öngörülmüştür. Buna göre: (i) bu malzemeler için en uygun parlatma yönteminin mekanik + elektrolitik parlatma olduğu, (ii) tane boyutu ve numune kalınlığına göre Monte Carlo yazılımı ile özellikle ince kesitlerde düşük hızlandırma voltajı ile yapılan EBSD incelemelerinin daha güvenilir sonuçlar vereceği, (iii) elektron geçirgenliğine sahip bir numuneye yapılan t-EBSD analizinde geleneksel EBSD' ye göre yüksek büyütmelerde ve yüksek çözünürlükte görüntüler elde edilebildiği görülmüştür. Geliştirilen numune hazırlama teknikleri ve inceltme şartları kullanılarak hazırlanan X70 Petrol Boru Çelik numunelerinin EBSD ve TEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Bunun sonucunda elde edilen kristalografik ve mikroyapısal veriler doğrultusunda: (iv) mikroyapısal bileşenler sahip oldukları dislokasyon yoğunluklarına göre oluşan bant kontrastı yardımıyla ayrılmıştır. Bu bağlamda, dislokasyon yoğunluğunun azalması ile çekme özelliklerinin kötüleştiği, darbe özelliklerinin ise iyileştiği gözlenmiştir. (v) Farklı termomekanik işlemler sonucu bünyede oluşan tane boyutu farklılıkları, yönelme ve tane sınır karakteristikleri incelenerek malzemenin sahip olduğu sertlik ve kırılma tokluğu değerleri arasındaki ilişki ele alınmıştır. Buna göre en düşük tane boyutuna sahip, yönelmenin en az olduğu ve düşük LAGB ile $\Sigma 3$ tane sınırına sahip numunenin düşük çekme özelliklerine, fakat yüksek darbe özelliklerine sahip olduğu görülmüştür. (vi) Son olarak, STEM ve t-EBSD teknikleri ile çökelti incelemesi yapılmış olup farklı şekil ve boyutlarda bulunan ve Mn, Ti, Nb ve S içeren çökeltilerin varlığı görülmüştür.

Anahtar Sözcükler: EBSD, TEM, API X70, bant kontrastı, CSL, t-EBSD

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF THERMOMECHANICAL ROLLED X70 GRADE PIPELINE STEELS BY EBSD AND TEM TECHNIQUES

Semih ENGÜN

Department of Materials Science and Engineering
Anadolu University, Graduate School of Sciences, June, 2016

Supervisor: Prof. Dr. Servet TURAN

Co-Supervisor: Prof. Dr. Orhan Uzun

There are limited studies on structure-property relationship of API X70 steels used under low temperature and high pressure atmosphere, especially pipelines. Therefore, properties of material were measured and microstructure was investigated via EBSD and TEM techniques in order to reveal structure-property relationship in this study. Firstly; suitable sample preparation and analysis parameters were determined for Al and steel based alloys in order to obtain high quality diffraction pattern. Accordingly, (i) it was seen that combined mechanical + electrolytic polishing is the most suitable method for these materials. (ii) After studying the effect of accelerating voltage on the pattern quality and reliability of the EBSD data and sample thickness it was found better that the lower accelerating voltage with thin sections gave the more reliable data. (iii) According to the t-EBSD results of fine milled and electron transparent sample, data was at all magnifications compared to the conventional EBSD. Next, EBSD and TEM analysis of X70 Pipeline Steels were carried out by conditions determined at the first stage. In accordance with obtained crystallographic and microstructural results; it was concluded that (iv) microstructural constituents could be distinguished and quantified according to the band contrast raised as a result of dislocation density. In this regard, while tensile properties decrease with decreasing dislocation density, impact properties increase. (v) Hardness, tensile and impact properties were correlated with the grain size, texture and grain boundary characteristics. In conclusion, it was seen that the sample having smallest grain size, random texture, smaller LAGB and less $\Sigma 3$ grain boundaries has lower tensile but higher impact properties. (vi) In addition, Mn, Ti, Nb and S based precipitates were obtained by STEM and t-EBSD analysis.

Keywords: EBSD, TEM, API X70, band contrast, CSL, t-EBSD

TEŞEKKÜR

Paulo Coelho' nun Simyacı isimli romanında kişisel menkıbesini gerçekleştirmek isteyen çobana bir çingene kadın, bir kral, bir tüccar, bir İngiliz ve bir de simyacı rehberlik eder. Çoban, bu yol göstericiler sayesinde amacına ulaşır. Tıpkı bu romanda olduğu gibi, benim de çıktığım bu yolculukta bana kılavuzluk edip beni lüzumsuz gayretlerden kurtaran önderlerim olmuştur.

Bu önderlerin tabii ki en başında gelen, çalışmalarımın gerçekleşmesinde bilgi, tecrübe, fikir ve önerileriyle maddi - manevi katkılarını esirgemeyen, sağladığı imkanlarla büyük bir yol almamı sağlayan çok değerli tez danışmanım Prof. Dr. Servet TURAN' a en derin saygı ve şükranlarımı sunarım.

Ayrıca, çalışmalarım süresince benden desteğini hiçbir zaman esirgemeyen, ikinci danışmanım saygıdeğer hocam Prof. Dr. Orhan UZUN' a, numunelerin temini ve elde edilen sonuçların yorumlanmasındaki katkılarından dolayı Erdemir Ar-Ge Merkezi Direktörü Dr. Oğuz GÜNDÜZ ' e, dönemin Sıcak Ürün ve Proses Ar-Ge Müdürü, şu anda ise Arcelor Mittal' de çalışmakta olan Doç. Dr. Oktay ELKOCA' ya ve EBSD konusunda derin bilgi sahibi olan ve benden yardımımı hiç esirgemeyen Atılım Üniversitesi Öğretim Üyesi Yrd. Doç. Dr. Kemal Davut' a en derin saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Deneyisel çalışmalarım boyunca EBSD eğitimi, kullanımı ve karşılaştığım sorunların çözümündeki desteklerinden ötürü Uzm. Sinem BAŞKUT, TEM analizlerini gerçekleştiren Arş. Gör Umut SAVACI, numune hazırlama sırasındaki yardımlarından dolayı Alper ÇINAR ve ihtiyaç duyduğumda yardımımı esirgemeyen teknisyenimiz Sayın Seyfi YAMAK başta olmak üzere tüm Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü' ne, ayrıca bu çalışmayı başlatan yayın teşvik projesi kapsamındaki maddi desteğinden dolayı Anadolu Üniversitesi Proje Birimi' ne ve t-EBSD analizlerini gerçekleştiren Oxford ve Bruker firmalarına teşekkür ederim.

Bu zorlu süreçte bana pozitif enerjisi ile moral kaynağı, zor günlerimde yoldaş olan kıymetli meslektaşım ve ofis arkadaşlarım İrem ŞİMŞEK, Eren ÖZBİLGİN ve Tayfun KOÇAK' a teşekkür ederim.

Son olarak, güven ve desteklerini hep yanımda hissettiğim, bugünkü noktaya kadar gelmem için verdikleri emekleri hiçbir zaman ödeyemeyeceğim sevgili annem Fatma ENGÜN, babam Hayri ENGÜN, kardeşim Melih ENGÜN' e ve sevgisi ile desteğini bir an bile yanımdan eksik hissetmediğim Burcu ALTIN' a yürek dolusu teşekkürlerimi sunarım.

Semih ENGÜN
HAZİRAN 2016

*Bu tezi aileme ve yüksek lisansım sırasında vefat eden
dedeme adıyorum.*

24/06/2016

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalardan bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilemeyen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Anadolu Üniversitesi tarafından kullanılan "bilimsel intihal tespit programı"yla tarandığını ve hiçbir şekilde "intihal içermediğini" beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara razı olduğumu bildiririm.

.....

Semih ENGÜN

İÇİNDEKİLER

BAŞLIK SAYFASI	i
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	v
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ	vii
İÇİNDEKİLER	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
TABLolar DİZİNİ	xvii
1 GİRİŞ	1
2 PETROL BORU ÇELİKLERİ	3
2.1 Petrol Boru Çeliklerinin Genel Özellikleri	3
2.2 Termomekanik Haddeleme	3
2.3 Petrol Boru Çeliklerinde Görülen Mikroyapılar	6
2.3.1 Allotrimorfik ferrit	6
2.3.2 Perlit	6
2.3.3 Beynitik ferrit:	7
2.3.4 İğnemsî ferrit	8
2.3.5 Martenzit	10
2.3.6 Kalıntı östenit	11
2.3.7 Martenzit östenit bileşeni	12
2.4 Petrol Boru Çeliklerinde Mikroyapı Karakterizasyonu . . .	12
3 PETROL BORU ÇELİKLERİNDE	
İLERİ KARAKTERİZASYON TEKNİKLERİ	15
3.1 Geri Yansıyan Elektronların Kırınımı (EBSD) Tekniği ve Petrol Boru Çeliklerinde Kullanımı	15
3.1.1 EBSD sisteminin çalışma prensibi	15
3.1.2 Kikuchi bantlarının belirlenmesi ve indekslenmesi .	16
3.1.3 EBSD ile elde edilen veriler	18
3.1.4 EBSD ile yapılan ölçümler	18
3.2 Geçirimli Kikuchi Kırınımı (TKD)	29
3.3 Taramalı Geçirimli Elektron Mikroskobu (STEM) Tekniği	31

4	AMAÇ VE ÖNEM	33
4.1	API X70 Petrol Boru Çeliklerinde Yapı Özellik İlişkileri .	33
4.1.1	Mikroyapısal bileşenlerin mekanik özelliklere etkisi	33
4.1.2	Tane yönlenmesi ve tane sınırı karakteristiği dağılımının mekanik özelliklere etkisi	34
4.1.3	STEM tekniği ile X70 çeliğinde yapı özellik ilişkisi kurulması	35
4.2	EBSD Analizinde Numune Hazırlama Yöntemleri ve Mikroskop Parametrelerinin Görüntü Kalitesine Olan Etkisi	37
5	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	39
5.1	X70 Petrol Boru Çeliklerinin Üretimi	39
5.2	Numune Hazırlama	40
5.2.1	Mekanik parlatma ile numune hazırlama	40
5.2.2	Dağlama	41
5.2.3	Elektrolitik parlatma ile numune hazırlama	41
5.2.4	İyon inceltici ile numune hazırlama	45
5.2.5	Kesit parlatma ile numune hazırlama	45
5.3	Ticari Alüminyum Folyo Numunelerinin Hazırlanması	45
5.3.1	Sadece mekanik parlatma ile numune hazırlama	45
5.3.2	Sadece elektrolitik parlatma ile numune hazırlama	46
5.3.3	Mekanik parlatma + elektrolitik parlatma ile numune hazırlama	46
5.3.4	Mekanik parlatma + elektrolitik parlatma cihazı ile delerek ve parlatarak ince numune hazırlama	46
5.4	SEM-EBSD Analizleri	47
5.5	Geçirimli (t-EBSD) Analizleri	47
5.6	TEM Analizleri	48
5.7	Sertlik Ölçümleri	48
6	SONUÇLAR VE TARTIŞMA	49
6.1	EBSD Analizinde Numune Hazırlama Yöntemleri ve Mikroskop Parametrelerinin Görüntü Kalitesine Olan Etkisi	49
6.1.1	Elektrolitik parlatmada uygun parlatma voltajı ve süresinin belirlenmesi	49
6.1.2	Faz miktarının belirlenmesinde veritabanında seçilen fazların etkisi	50

6.1.3	Elektrolitik parlatma ve iyon inceltici yöntemlerinin yüzey topografyasına ve desen kalitesine olan etkisi	50
6.1.4	Elektron - numune etkileşiminin görüntü kalitesine olan etkisi	51
6.1.5	Geçirimli Kikuchi kırınımı (t-EBSD) sonuçları . . .	66
6.1.6	Özet	71
6.2	API X70 Petrol Boru Çeliklerinde Yapı-Özellik İlişkileri .	72
6.2.1	Mekanik test sonuçları	72
6.2.2	Mikroyapısal bileşenlerin mekanik özelliklere etkisi	73
6.2.3	Tane yönelmesi ve tane sınırı karakteristiği dağılımının mekanik özelliklere etkisi	84
6.2.4	STEM ve t-EBSD tekniği ile görüntülenen çökeltilerin incelenmesi	91
6.2.5	Özet	99
7	GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER	101
7.1	Genel Sonuçlar	101
	KAYNAKLAR	103
	ÖZGEÇMİŞ	111

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Bu tezde amaçlanan yapı, özellik, proses, performans ve karakterizasyon ilişkisi	1
Şekil 2.1 Mikro alaşımlama elementlerinin yeniden kristalleşme sıcaklığına olan etkileri	4
Şekil 2.2 Mikro alaşımlama elementlerinin östenit bölgesine olan etkileri .	5
Şekil 2.3 800°C’ de kısmi dönüşüme uğramış Fe-5.0W-0.23C wt% çeliğinde bulunan allotrimorfik ferritin ışık mikroskobu görüntüsü . .	6
Şekil 2.4 705°C’ de izotermal olarak oluşan sade karbon çeliğinde bulunan lameler perlitin ışık mikroskobu görüntüsü	7
Şekil 2.5 (a) 705° C’de kısmi olarak dönüşmüş Fe-0.3C-4Cr wt % alaşımında bulunan beynit demetlerini gösteren ışık mikroskobu görüntüsü, (b)alt beynitin alt birimlerini gösteren TEM görüntüsü . .	8
Şekil 2.6 X70 çeliğinde iğnemsiz ferrit yapısını gösteren ışık mikroskobu görüntüsü	9
Şekil 2.7 Martenzit matrisi içinde bulunan iğnemsiz ferrit yapısının TEM görüntüsü	9
Şekil 2.8 Plaka ve çita martenzit yapılarının ışık mikroskobu görüntüsü. Ok işaretleri plaka martenziti göstermektedir.	10
Şekil 2.9 Martenzit ve kalıntı östenitin (a) aydınlık alan, (b) karanlık alan TEM görüntüleri.	11
Şekil 2.10 C-Mn çeliğinin kaynak sonrası ısıdan etkilenmiş bölgesinin ışık mikroskobu görüntüsü. Karbürler siyah, martenzit-östenit bileşeni beyaz, ferrit ise gri renkle gösterilmektedir.	12
Şekil 2.11 Görüntünün sayısallaştırılması	13
Şekil 3.1 EBSD çalışma prensibi	16
Şekil 3.2 (a) x-y düzleminde bulunan bir noktanın farklı doğrulardan geçtiğini varsayarak θ açısı ve ρ mesafesindeki değişim. (b) aynı noktanın Hough düzleminde θ ve ρ değerlerine göre oluşturduğu sinüs eğrisi	17
Şekil 3.3 EBSD çalışma prensibi	17
Şekil 3.4 EBSD kırınım desenlerinin oluştuğu elektron demeti numune etkileşiminin boyut ve şeklinin şekilsel gösterimi. Etkile	19
Şekil 3.5 Fazları tanımlamak için kullanılan farklı simetri elementindeki kikuchi desenleri	20

Şekil 3.6	7 farklı kristal sistemin kikuchi desenleri ile gösterilmesi	20
Şekil 3.7	Yönlenmenin mukavemete olan etkisi	21
Şekil 3.8	İzotropi ve anizotropi durumlarında tanelerin referans noktasına göre konumu	22
Şekil 3.9	Euler açıları	23
Şekil 3.10	Tek kristale ait (a)Farklı düzlem ailelerine tek bir yönden bakış. (b) aynı düzlem ailelerine farklı yönden bakış	24
Şekil 3.11	Çok kristalli malzemelerin pole figür ve inverse pole figür haritaları ile gösterimi	24
Şekil 3.12	Düşük açılı tane sınırı (LAGB) için dislokasyon modeli	26
Şekil 3.13	Sigma 3 tane sınırının gösterimi	27
Şekil 3.14	Sigma 5 tane sınırının gösterimi	27
Şekil 3.15	Tane sınırları ile kırılma sürecinin ilişkisi	28
Şekil 3.16	TKD modunda numunenin farklı konumları (a) fosfor ekrana paralel, kısa çalışma mesafesi (b) fosfor ekrana (20°)'lik açı ile konumlandırılmış, orta çalışma mesafesi	30
Şekil 3.17	(a) TKD (b) EBSD modlarında numunenin konumlandırılması	30
Şekil 3.18	STEM' de oluşumu	32
Şekil 5.1	SEM-EBSD ve TEM incelemeleri için numune hazırlama yönleri	40
Şekil 5.2	SEM-EBSD ve TEM incelemeleri için numune hazırlama aşamaları	40
Şekil 5.3	Elektrolitik parlatma düzeneği	42
Şekil 5.4	Elektrolitik parlatma mekanizması	43
Şekil 5.5	Elektrolitik parlatmada akım yoğunluğunun voltaja göre değişimi.	44
Şekil 5.6	Elektrolitik parlatmada tarama fonksiyonu	44
Şekil 5.7	Elektrolitik parlatma ile üretilen TEM numunesini, SEM-EBSD ile incelemek için tasarlanan numune tutucu	47
Şekil 6.1	Elektrolitik parlatma cihazında voltaj ve süre optimizasyonu . .	49
Şekil 6.2	Elektrolitik parlatma ile hazırlanan X70 çeliği faz haritası. (a)Veritabanında sadece ferrit ve östenit fazları seçildiğinde; (b) ferrit, östenit, martenzit ve sementit seçildiğinde ortaya çıkan faz oranları	50
Şekil 6.3	Elektrolitik parlatma ve iyon inceltici ile parlatılmış X70 petrol boru çeliğinde (a) ve (b) ikincil elektron görüntüleri, (c) ve (d) AFM yüzey topografyaları, (e) ve (f) desen kalite haritaları, (g) ve (h) yönlenme haritaları kıyaslamaları	52

Şekil 6.4	Ticari saflıkta bulunan Al için 15, 20, 25 ve 30 kV hızlandırma voltajı ile 0° ve 70° tilt açılarında elde edilen Monte Carlo simülasyonu (mavi çizgiler birincil elektronları, kırmızı çizgiler ise numuneden geri yansıyan elektronları göstermektedir.)	53
Şekil 6.5	X70 çeliği için için 15, 20, 25 ve 30 kV hızlandırma voltajı ile 0° 70° tilt açılarında elde edilen Monte Carlo simülasyonu (mavi çizgiler birincil elektronları, kırmızı çizgiler ise numuneden geri yansıyan elektronları göstermektedir.)	54
Şekil 6.6	Elektrolitik parlatma ile parlatılmış ve delinmiş Al folyo numunesinin (a) 70°' lik açı ile alınmış ikincil elektron, (b) Kikuchi desen kalitesi, (c) desen kalite haritası ve (d) yönlenme haritası görüntüleri (Not: İki farklı görüntü birleştirilmiştir.)	56
Şekil 6.7	Elektrolitik parlatma ile parlatılmış ve delinmiş çelik numunesinin (a) 70°' lik açı ile alınmış ikincil elektron, (b) kırınım deseni kalitesi, (c) desen kalite haritası, (d) yönlenme haritası görüntüleri (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir.)	57
Şekil 6.8	Ticari saflıkta bulunan Al' da (a) ortalama desen kalite haritası değerinin ve (b) çözümlenen alan miktarının numune hazırlama metodu ve hızlandırma voltajına göre değişimi.	59
Şekil 6.9	Sadece mekanik olarak parlatılmış Al folyo numunesinde (a) desen kalite ve (b) yönlenme haritalarının hızlandırma voltajına göre değişimi.	60
Şekil 6.10	Sadece elektrolitik olarak parlatılmış Al folyo numunesinde (a) desen kalite ve (b) yönlenme haritalarının hızlandırma voltajına göre değişimi.	61
Şekil 6.11	Mekanik parlatma sonrası elektrolitik olarak parlatılmış Al folyo numunesinin farklı bölgelerinde Kikuchi desen kalitesinin hızlandırma voltajına göre değişimi.	62
Şekil 6.12	Mekanik parlatma sonrası elektrolitik olarak parlatılmış Al folyo numunesinde (a) desen kalite ve (b) yönlenme haritalarının hızlandırma voltajına göre değişimi.	63
Şekil 6.13	Elektrolitik parlatma ile hazırlanan Al folyo TEM numunesinde Kikuchi desenlerinin numune kalınlığı ve hızlandırma voltajına göre değişimi.	64
Şekil 6.14	Mekanik parlatma ile parlatılmış ve elektrolitik parlatma ile delinmiş Al folyo numunesinden farklı kalınlıklar ve voltaj değerlerinde elde edilen (a) desen kalite haritası ve (b) yönlenme haritası	65

Şekil 6.15 Aşırı oyuklanmış ve delinmiş numune yüzeyini gösteren ikincil elektron görüntüsü (a) (167x), (b) daha detaylı görüntüsü	67
Şekil 6.16 X70 çeliğinde geçirimli EBSD analizinde elde edilen (a) bant kontrast haritası, (b) ileri saçınan elektronlar, (c) yönlenme haritası .	68
Şekil 6.17 (a) TKD ve (b) EBSD tekniklerinin kıyaslanması.	69
Şekil 6.18 İyon inceltme ile hazırlanan X70 numunesinde t-EBSD ile elde edilen (a) bant kontrast haritası, (b) yönlenme haritası	70
Şekil 6.19 İki farklı dağlama rejimi ile hazırlanmış X70 numunelerine ait 50 büyütmede normal yönden elde edilmiş ışık mikroskobu görüntüleri. % 5 lik nital çözeltisi ile dağlanmış (a) x numunesi, (c) y numunesi ve (e) z numunesi ile renkli dağlama çözeltisi ile dağlanmış (b) x numunesi, (d) y numunesi ve (e) z numunesi.	74
Şekil 6.20 İki farklı dağlama rejimi ile hazırlanmış X70 numunelerine ait 50 büyütmede haddeleme yönünden elde edilmiş ışık mikroskobu görüntüleri. % 5 lik nital çözeltisi ile dağlanmış (a) x numunesi, (c) y numunesi ve (e) z numunesi ile renkli dağlama çözeltisi ile dağlanmış (b) x numunesi, (d) y numunesi ve (e) z numunesi.	75
Şekil 6.21 İki farklı dağlama rejimi ile hazırlanmış X70 numunelerine ait 50 büyütmede çapraz yönden elde edilmiş ışık mikroskobu görüntüleri. % 5 lik nital çözeltisi ile dağlanmış (a) x numunesi, (c) y numunesi ve (e) z numunesi ile renkli dağlama çözeltisi ile dağlanmış (b) x numunesi, (d) y numunesi ve (e) z numunesi.	76
Şekil 6.22 Nital çözeltisi ile dağlanmış X70 çeliklerinin normal yönden 3000 büyütmede çekilmiş ikincil elektron görüntüleri; (a) x numunesi, (b) y numunesi ve (c) z numunesi	78
Şekil 6.23 DP 600 çeliği' nde bulunan fazların BC yöntemi ile miktarlarının belirlenmesi: (a) Ham desen kalite haritası (b) BC değerlerine göre görüntü işleme tekniği ile elde edilmiş faz haritası (c) BC profil dağılımı	79
Şekil 6.24 X70 Petrol Boru Çeliği' nde bulunan fazların BC yöntemi ile miktarlarının belirlenmesi (a) Ham desen kalite haritası (b) BC değerlerine göre görüntü işleme tekniği ile elde edilmiş faz haritası (c) BC profil dağılımı	81
Şekil 6.25 X70 numunesinde bulunan mikroyapı bileşenlerinin miktarlarının BC yöntemi ile belirlenmesi (a) x numunesi (b) y numunesi (c) z numunesi	82
Şekil 6.26 X70 çeliğinde akma ve çekme mukavemetlerinin dislokasyon yoğunluğuna göre değişimi	83

Şekil 6.27 X70 çeliğindeinde çentik darbe ve DWTT tokluklarının dislokasyon yoğunluğuna göre değişim	83
Şekil 6.28 X70 numunelerinde normal yönden çekilmiş yönlenme haritaları. (a) x numunesi, (b) y numunesi, (c) z numunesi, (d) renklerin kristal yönlere göre dağılımı.	84
Şekil 6.29 X70 numunelerinde çapraz yönden çekilmiş yönlenme haritaları. (a) x numunesi, (b) y numunesi, (c) z ve numunesi, (d) renklerin kristal yönlere göre dağılımı.	85
Şekil 6.30 X70 numunelerinde normal yönden çekilmiş (a) x, (b) y, (c) z ve çapraz yönden çekilmiş (d) x, (e) y, (f) z numunelerine ait pole grafiği haritası	86
Şekil 6.31 X70 numunelerinde normal yönden çekilmiş (a) x, (b) y, (c) z ve çapraz yönden çekilmiş (d) x, (e) y, (f) z numunelerine ait inverse pole grafiği haritası	86
Şekil 6.32 x numunesinde normal yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı	87
Şekil 6.33 y numunesinde normal yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı	87
Şekil 6.34 z numunesinde normal yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı	88
Şekil 6.35 x numunesinde çapraz yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı	88
Şekil 6.36 y numunesinde çapraz yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı	89
Şekil 6.37 z numunesinde çapraz yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı	89
Şekil 6.38 Akma mukavemetinin tane sınırı çeşidine göre değişimi	90
Şekil 6.39 Çekme mukavemetinin tane sınırı çeşidine göre değişimi	90
Şekil 6.40 Çentik darbe tokluğunun tane sınırı çeşidine göre değişimi	91
Şekil 6.41 DWTT tokluğunun tane sınırı çeşidine göre değişimi	91
Şekil 6.42 X70 numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen çökeltilerin görünümü ve kimyasal analizleri.	92

Şekil 6.43 X70 numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen çökeltilerin görünümü ve kimyasal analizleri.	93
Şekil 6.44 X70 numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen çökeltilerin görünümü ve kimyasal analizleri.	93
Şekil 6.45 z numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen çökeltilerin farklı şekil ve boyut dağılımı; (a) 60kx, (b) 150kx, (c) 300kx ve (d) 250kx.	94
Şekil 6.46 z numunesinde STEM modunda elde edilen (a) HAADF görüntüsü, (b) Fe-K, (c) Nb-L ve (d) S-K EDS haritaları.	95
Şekil 6.47 z numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen EDS analizi sonuçları.	95
Şekil 6.48 z numunesinde STEM modunda elde edilen (a) HAADF görüntüsü, (b) Ti-K, (c) Nb-L ve (d) S-K EDS haritaları.	96
Şekil 6.49 z numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen EDS analizi sonuçları.	96
Şekil 6.50 z numunesinde STEM modunda elde edilen (a) HAADF görüntüsü, (b) Fe-K, (c) Mn-K ve (d) S-K EDS haritaları.	97
Şekil 6.51 z numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen EDS analizi sonuçları.	97
Şekil 6.52 z numunesinde STEM modunda elde edilen (a) HAADF görüntüsü, (b) Fe-K, (c) Nb-L ve (d) S-K EDS haritaları. Nb ve S haritaları X-ışını piklerinin çakışması nedeniyle çok benzerdirler. . .	98
Şekil 6.53 X70 çeliği y numunesinde t-EBSD modunda elde edilen çökeltiler kırmızı dairelerin içine alınmıştır.	98

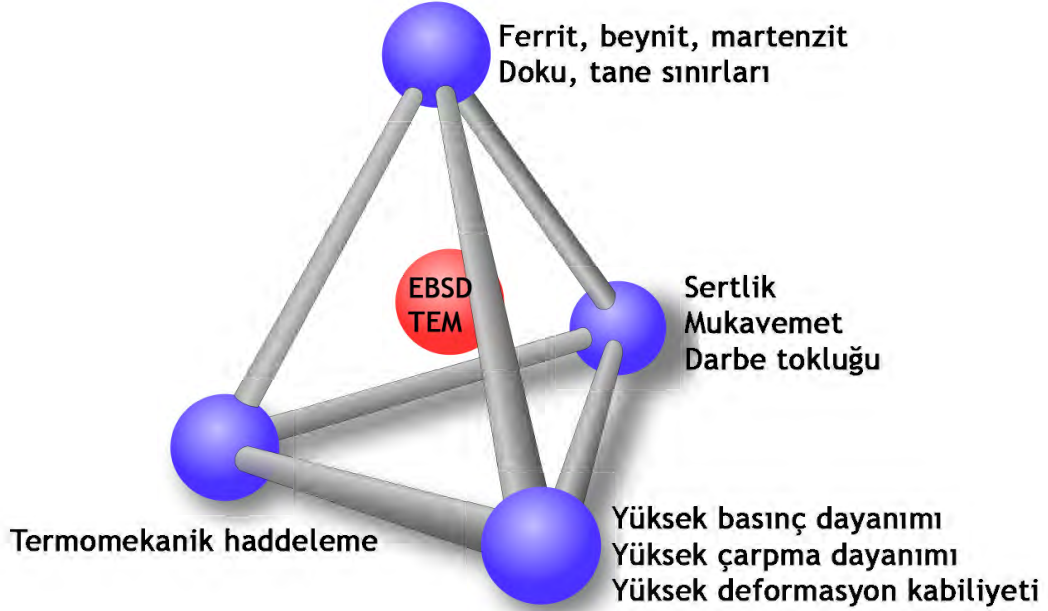
TABLULAR DİZİNİ

Tablo 5.1	X70 petrol boru çeliklerinin kimyasal kompozisyonu ve üretim şartları	39
Tablo 5.2	X70 çelikleri için uygulanan mekanik parlatma prosedürü. . . .	41
Tablo 5.3	Kalın ve ince Al folyo numunelerinin elektrolitik parlatma metodu	46
Tablo 6.1	Ticari saflıkta bulunan Al için 15, 20, 25 ve 30 kV hızlandırma voltajı ile 70° tilt açılarında elde edilen elektron - numune etkileşim derinliği	51
Tablo 6.2	Mekanik test sonuçları	72
Tablo 6.3	Çelik numunelerin üç farklı yönden ölçülmüş sertlik değerleri .	72
Tablo 6.4	X70 numunelere normal ve çapraz yönden yapılan tane boyutu ölçümleri	77
Tablo 6.5	DP 600 çeliğinde ferrit ve martenzit yapılarının miktarlarının seçilen eşik değerine göre dağılımı	77
Tablo 6.6	X70 çeliğinde beynit, ferrit ve martenzit yapıların miktarlarının seçilen eşik değerine göre dağılımı	80
Tablo 6.7	X70 çeliğinde düşük, orta ve yüksek dislokasyon oranlarının seçilen eşik değerine göre dağılımı	83
Tablo 6.8	X70 numunelerinde normal ve çapraz yönden ölçülen düşük açılı, yüksek açılı ve kafes yeri kesişimi tane sınırlarının miktarsal oranı	90

1 GİRİŞ

Yüzyıllardır her ne kadar yerine alternatif bir malzeme bulunmaya çalışılsa da çelik günümüz endüstrisinde en yaygın olarak kullanılan malzemedir. Bir ülkenin gelişmişlik ve refah düzeyi o ülkede kişi başına düşen çelik miktarı ile ölçülmektedir. Otomotiv, elektronik, beyaz eşya, petrol ve doğalgaz endüstrisi ve ambalaj üretiminde kullanılan yassı hadde çeliklerinin üretim miktarı da yine bir ülkenin gelişmişliğini gösteren en büyük göstergedir. Örneğin gelişmiş ve gelişmekte olan ülkelerde yassı çelik üretimi toplam üretimin %60'ı iken Türkiye'de bu rakam %16.7'dir. Yine gelişmiş ülkelerde yüksek katma değerli çeliklerin üretimi toplam çelik üretiminin %12-20 'si iken Türkiye'de bu oran %3-4 arasında değişmektedir[1]. Sürekli gelişen rekabet ortamında yüksek katma değerli yassı ürünlerin üretilmesi ve geliştirilmesi için endüstriyel yatırımların yanı sıra ciddi Ar-Ge yatırımları da gerekmektedir.

Çelik malzemelerde karakterizasyon tekniklerini kullanarak elde edilen kristalografik bilgi ile yapı-özellik ilişkisinin kurulması, yüksek katma değerli çelik türlerinin ve uygun proseslerin geliştirilmesi açısından önem arz etmektedir (Şekil 1.1).



Şekil 1.1. Bu tezde amaçlanan yapı, özellik, proses, performans ve karakterizasyon ilişkisi

Bu yüksek lisans tezi kapsamında taramalı elektron mikroskopunda kullanılan "Geri Yansıyan Elektronların Kırınımı (EBSD)" tekniği ile yüksek katma değer sağlayan, Amerikan Petrol Enstitüsü (API) sınıflandırmasına göre X70 kalite petrol boru çelikleri karakterize edilerek kristal ve mikroyapıları ile çekme mukavemeti, çentik darbe tokluğu, düşen ağırlık yırtılma (DWTT) ve sertlik gibi mekanik özellikleri ilişkilendirilmiştir.

Bu kapsamda farklı kristal yapıya sahip ferrit ve östenit bileşenleri EBSD tekniğinin sunduğu ve Bragg kanununa göre düzlemler arası mesafeden yola çıkarak ayırt edilmiştir. Öte yandan aynı kristal yapıya sahip olan ferrit, beyrit ve martenzit bileşenleri ise dislokasyon yoğunluklarına göre Kikuchi desen kalitesinin tanımlandığı bant kontrastı yönteminden yararlanarak ayırt edilmiş ve miktarları belirlenmiştir.

Yine X70 petrol boru çeliklerinde farklı kompozisyon ve sarım sıcaklıklarında gerçekleştirilen termomekanik haddeleme sonucu elde edilen tane boyutu, yönelme ve tane sınırı karakteristikleri ortaya konulmuştur.

Bütün bu incelemelerin doğru bir şekilde ortaya konulması için yüzey kalitesine bağlı görüntü kalitesinin iyi olması oldukça önemlidir. Bu yüzden farklı numune hazırlama teknikleri kullanarak yüksek kalitede parlatılmış numune yüzeyleri elde edilmeye çalışılmıştır. Bu kapsamda TEM numunesine SEM-EBSD analizi yapılarak numune kalınlığının ve hızlandırma voltajının görüntü kalitesine olan etkileri incelenmiştir. Ayrıca geleneksel SEM-EBSD analizine göre daha yüksek büyütme ve çözünürlükte görüntü alınmasını sağlayan geçirimli EBSD (t-EBSD) tekniği de ele alınmış olup her iki tekniğin de avantaj ve dezavantajları ortaya konulmuştur.

Son olarak, geçirimli elektron mikroskopisi tekniği olan ve yüksek çözünürlükte inceleme yapılmasına olanak veren taramalı geçirimli elektron mikroskobu (STEM) tekniği ile X70 çeliklerinde bulunan çökeltilerin boyut, dağılım ve elementel analizleri gerçekleştirilmiştir.

2 PETROL BORU ÇELİKLERİ

2.1 Petrol Boru Çeliklerinin Genel Özellikleri

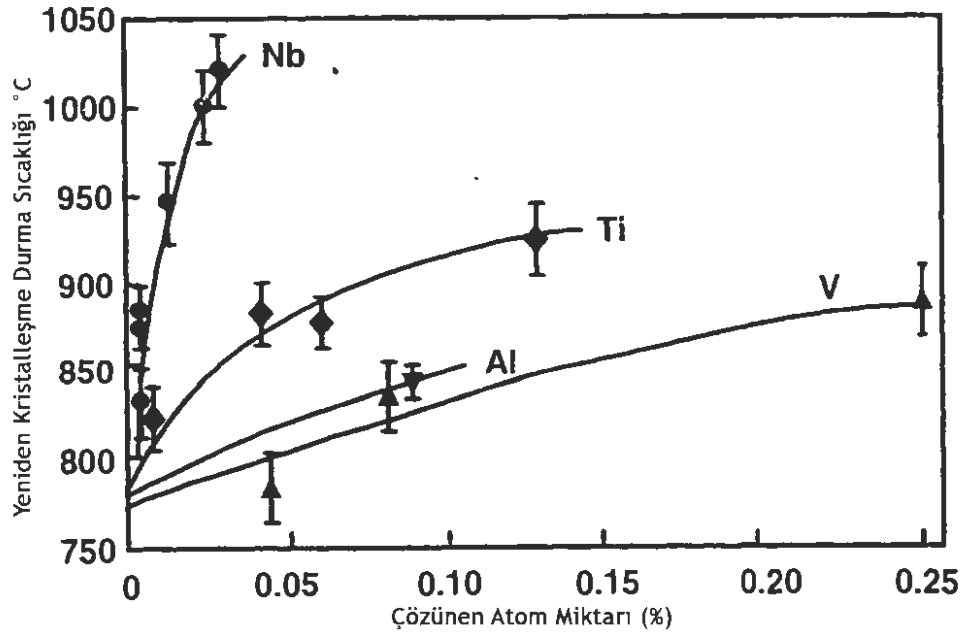
Dünya'daki petrol ve doğalgaz yataklarının yüzde 20'si kadarı kuzey kutup bölgesinde yer aldığından ve rafinelerin bu bölgelerden çok uzakta olmasından dolayı taşınımı sağlayabilmek için çok yüksek basınçlar kullanılır. Bu nedenle petrol boru çeliklerinde yüksek dayanç, yüksek çarpma tokluğu, yüksek kaynaklanabilirlik, deformasyon kabiliyeti ve korozyon direnci gibi özellikler aranmaktadır. API (American Petroleum Institute) standartlarına göre yüksek dayanç gereksinimlerine göre petrol boru çelikleri X-52, X-60, X70 ve X80 şeklinde sınıflandırılmıştır. Günümüzde X-100 çeliği üretilmekte ve X-120 için AR-GE çalışmaları devam etmektedir[2]. Nb, V, Ti petrol boru çeliklerinde alaşım elementi olarak kullanılmakta, ferritli çok az perlitli mikroyapılar geliştirilmektedir. Petrol boru çeliklerinde bugüne kadar geliştirilen bileşenler ise aşağıda açıklanmıştır [3]. X70 Petrol Boru Çelikleri'nin API standartında olabilmesi için akma mukavemetinin 485 MPa' dan, kaynak bölgesi de dahil çekme mukavemetinin 570 MPa'dan, -20°C 'daki darbe tokluğunun ise 190J' den, düşen ağırlık yırtılma testinin (DWTT) ise % 85' ten yüksek olması gerekmektedir[4].

2.2 Termomekanik Haddeleme

Sürekli döküm ile üretilen slab yarı mamulüne deformasyonla şekil verme ve ısıl işlem ile mikroyapı-özellik kontrolünün eşzamanlı olarak tek seferde gerçekleştirilmesi işlemine termomekanik haddeleme denir. Termomekanik haddeleme işlemi sayesinde malzemeye şekil verme, tokluk ve mukavemet gibi istenilen özelliklerin kazandırılmasının yanısıra ek bir ısıl işleme gerek kalmaması ve az miktarda alaşım elementi kullanılmasından dolayı büyük ölçüde tasarruf sağlamaktadır. Başarılı bir termomekanik haddeleme işlemi için başlangıç malzemesinin kompozisyonu ile uygun sıcaklık, zaman ve deformasyon sisteminden oluşan proses tasarımı gereklidir. Ayrıca, malzemeye uygulanan sıcaklık ve deformasyonun homojen olması, bilgisayar destekli ekipmanlar ve tecrübe; termomekanik haddeleme için çok önemli etkenlerdir. Katı çözelti sertleşmesi ve çökelti sertleşmesi gibi mekanizmaların gerçekleştiği termomekanik haddeleme işlemi sonucunda ince ve homojen tane boyutu, optimum kesit boyutu ve ferrit, perlit, beyrit ve martenzit gibi istenilen yapıda ve miktarda dönüşüm ürünlerinin elde edilmesi amaçlanmaktadır [5].

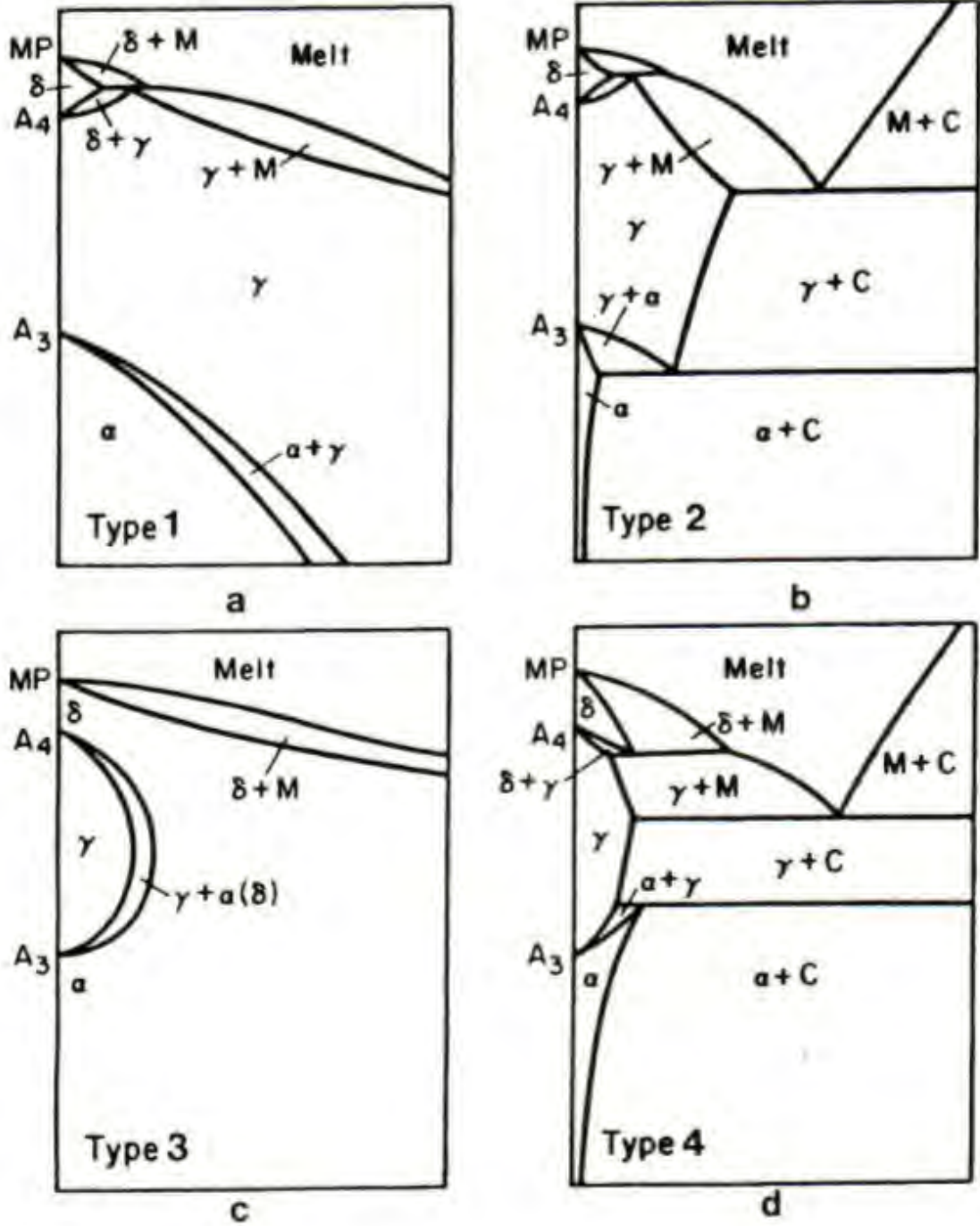
Petrol boru çeliklerinde daha iyi tokluk elde edilmesi için yüksek kırılma tokluğuna sahip martenzitten kaçınılması gerekmektedir. Bunun da yolu karbon miktarını

% 0.06 civarına düşürmekten geçer; fakat karbon miktarının çok da düşük olması bölgesel yer alan atomların azlığından dolayı tane sınırı kırılması tehlikesini arttırmaktadır [6]. Niobyum, molibdenyum, vanadyum, titanyum çelik malzemelerde kullanılan mikro alaşımlama elementleridir. Bu elementlerin ortak özellikleri çelik malzemeye çok az miktarda eklenmesine rağmen çok yüksek mukavemet ve tokluk sağlamalarıdır. Artan mikro alaşımlama elementi atom çaplarının demirin atom çapına oranla fazla olmasından dolayı difüzyon kontrollü olan östenit dönüşümünü geciktirmektedir [4]. Böylece daha yüksek sıcaklıklarda termomekanik işlem yapılabilen ve östenitin yeniden kristallenmediği bölgede daha fazla deformasyon gerçekleşmektedir [7]. Ti, Al, V ve Nb'un çözünen atom miktarı-yeniden kristalleşme durma sıcaklığı Şekil 2.1' de verilmiştir [8]. Bor ilavesi ise beyrit dönüşüm sıcaklığını etkilemektedir [9].



Şekil 2.1. Mikro alaşımlama elementlerinin yeniden kristalleşme sıcaklığına olan etkileri [8].

Şekil 2.2' de mikroalaşımlama elementlerinin demir karbon denge diyagramında meydana getirdiği etkiler gösterilmiştir [10]. Buna göre (a) Ni, Co, Mn ilavesi ile östenit bölgesini açabilir, (b) Cr, Ti, Ta, Si, Mo, V ilavesi ile östenit bölgesini kapatarak ferriti kararlı hale getirebilir, (c) Cu, Zn ve Au ilavesi ile A_1 ve A_3 sıcaklığını düşürüp A_4 sıcaklığını yükselterek östenit bölgesini genişletebilir ya da (d) B, Ta, Nb, Zr ilavesi ile A_1 ve A_3 sıcaklığını yükselterek östenit bölgesini daraltabilir.



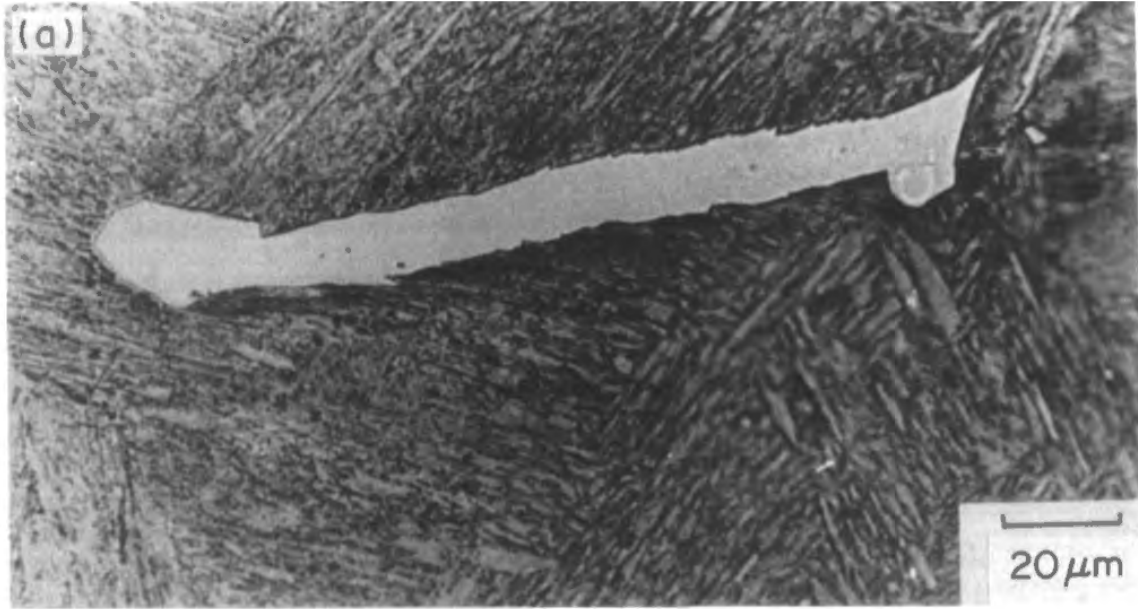
Şekil 2.2. Mikro alaşımlama elementlerinin östenit bölgesine olan etkileri [10].

%0.03 ile 0.10 arasında eklenen Al, Nb, Ti, V gibi alaşım elementleri matriste karbür, nitrür ya da karbo-nitrür şeklinde dağıldıklarından dolayı östenit sıcaklığında tane büyümesini önemli ölçüde önlemektedir. Böylece hem tokluk hem de mukavemet artışının aynı anda gerçekleştiği tek mekanizma olan tane küçülmesi mekanizması harekete geçmektedir.

2.3 Petrol Boru Çeliklerinde Görülen Mikroyapılar

2.3.1 Allotrimorfik ferrit

Ötektik öncesi ferrit, tane sınırı ferriti ya da poligonal ferrit olarak da ifade edilen [11] allotrimorfik ferrit, östenitin soğuma sırasında dönüştüğü ilk yapıdır. Ar3 sıcaklığının hemen altında dönüşmeye başlayan bu yapı düşük dislokasyon yoğunluğu ile bilinir. Allotrimorfun anlamı iç kristal simetrisini yansıtmayan şekle sahip demektir. γ/γ tane sınırlarında çekirdeklenerek yeniden yapılandırıcı dönüşüm ile büyüme gösteren allotrimorfik ferrit, östenit tane sınırları ile de sınırlı kalmayarak γ/α sınırları boyunca yer alan atomların transferleri ve karbon atomlarının difüzyonu ile ilerlemektedir (Şekil 2.3). Allotrimorfik ferrit taneleri komşu östenit taneleri ile uyumlu bir oryantasyona sahip olmakla kalmayıp diğer östenit taneleri ile de uyumlu oryantasyona sahip olma eğilimleri vardır. Bu sebeple, bir yüzden kristalografik olarak yüzleşebilirken diğer yüzlerden kavisli sınırlara sahiptir [11].

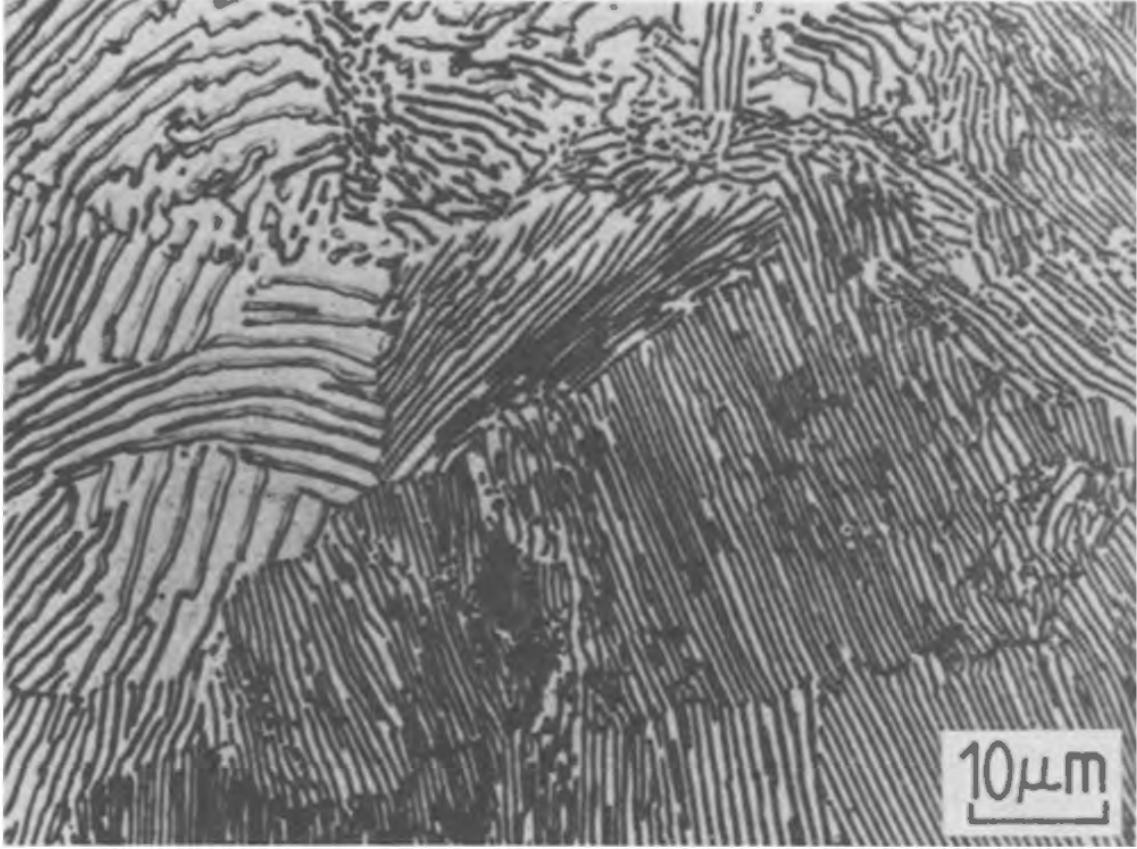


Şekil 2.3. 800°C' de kısmi dönüşüme uğramış Fe-5.0W-0.23C wt% çeliğinde bulunan allotrimorfik ferritin ışık mikroskobu görüntüsü [12].

2.3.2 Perlit

Ferrit ve sementitin lameller karışımı olan perlit, sementit ve ferritin iki kristali östenitten büyüyerek perlit kolonisi oluşturmaktadır (Şekil 2.4). Bu büyüme yeniden

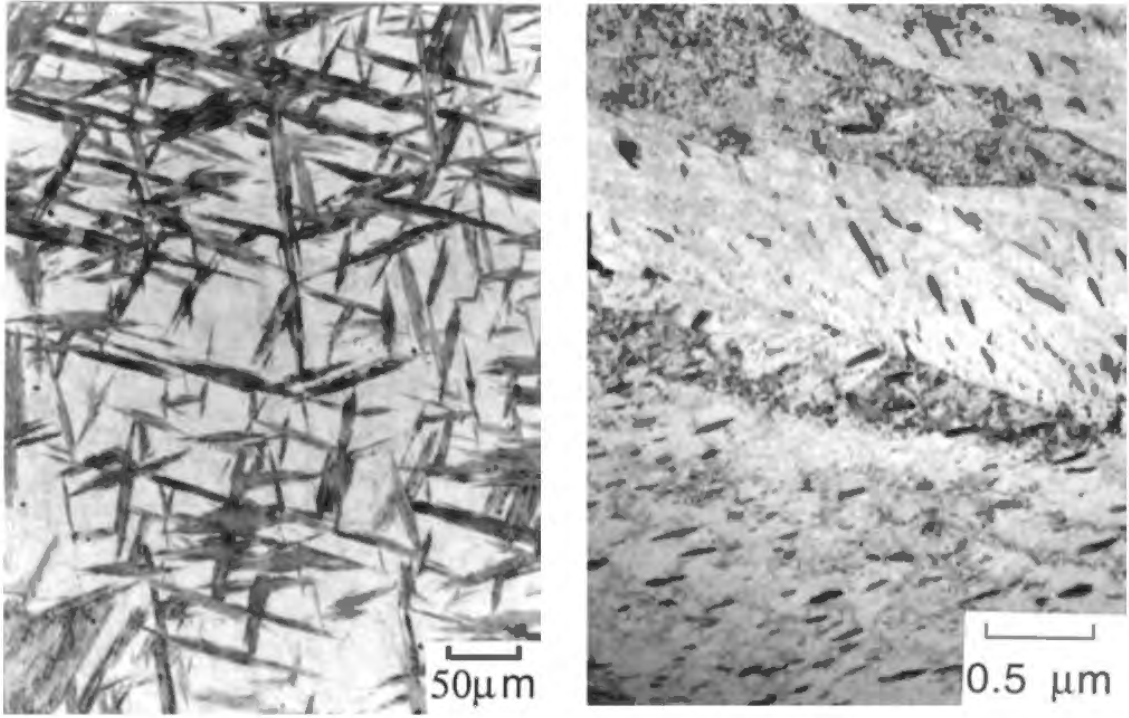
yapılandırıcı dönüşüm ile gerçekleşir. Büyüme hızı ise ilgili atomların difüzyon hızı ile kontrol edilir. Perlit yapısı inci görünümüne sahip olduğundan dolayı bu isimle sahiptir [13, 14, 15].



Şekil 2.4. 705°C’ de izotermal olarak oluşan sade karbon çeliğinde bulunan lameller perlitin ışık mikroskobu görüntüsü [14].

2.3.3 Beynitik ferrit:

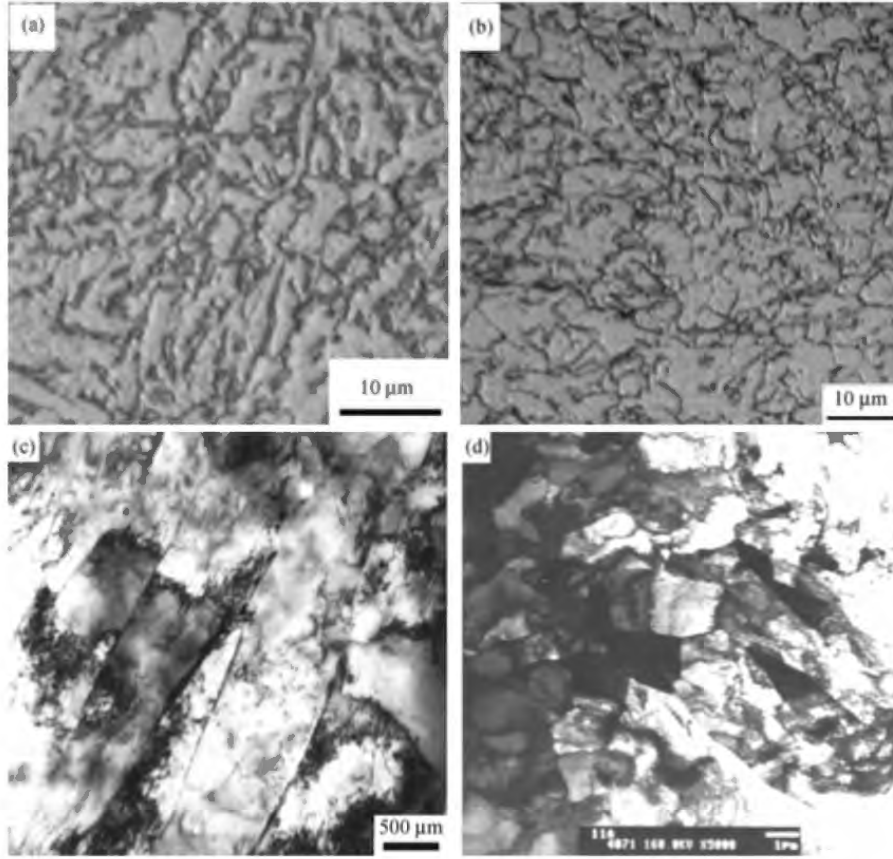
Karbürlü ya da karbürsüz şekilde olabilen beynit, ferritin lameller olmayan yapısındadır. Beynitik dönüşüm sırasında ilk ferrit tanesi büyürek çökülür. İnce plakamsı şekilde olan ferrit taneleri kümelenerek demet oluştururlar (Şekil 2.5). Bu oluşumun gerinme deformasyonu şeklinde gerçekleşen yerdeğiştirmeli dönüşüm takip eder. Bu dönüşüm beynit, perlit ve allotrimorfik ferritin durgun olduğu bütün sıcaklıklardaki eş ısı dönüşümlerde elde edilebildiği gibi mertenzit oluşum sıcaklığı altında da oluşabilir. Beynit, morfolojik olarak üst ve alt beynit olmak üzere ikiye ayrılır. Üst beynit alt beynite göre daha yüksek sıcaklıklarda, çıta ve plaka şeklinde paralel ferrit kristallerinin demet ve gruplarından oluşurken; alt beynit 55-60 derece açığa sahip ince karbürler içeren ferrit plakaları ile karakterize edilir. Eğer karbon difüzyonu için verilen süre karbürlerin beynitik ferrit içerisinde çökme süresinden az ise üst beynit elde edilir. Bu nedenle, üst beynit ferrit içerisinde karbür içermezken alt beynit geleneksel olarak ferrit içerisinde karbür içermektedir [16].



Şekil 2.5. (a)705°C' de kısmi olarak dönüşmüş Fe-0.3C-4Cr wt% alaşımında bulunan beynit demetlerini gösteren ışık mikroskobu görüntüsü, (b) alt beynitin alt birimlerini gösteren TEM görüntüsü [16].

2.3.4 İğnemsî ferrit

İğnemsî ferrit, dönüşüm mekanizmasının beynitik ferrite benzemesinden dolayı beynitik ferrit olarak da sınıflandırılabilir. Bu yapı, ergimiş çeliğin metalik olmayan partiküllerin kontrollü olarak aşılmasını ile beynit inklüzyonlarda tanelerarası olarak çekirdeklenebilir. Örneğin, beynit plakaları inklüzyonlarda heterojen bir şekilde çekirdeklenecek pek çok farklı yönde saçınırlar (Şekil 2.7 ve Şekil 2.6). Beynit ile iğnemsî ferrit arasındaki en büyük fark mikroyapılarının morfolojisinden gelmektedir; çünkü östenit, tane yüzeyinde ilk olarak paralel plakaların demetleri şeklinde büyüdüktan sonra inklüzyonlarda çekirdekleme gerçekleşir ve böylece farklı yönlerdeki bitişik plakalar ile daha düzensiz mikroyapıya sahip hale gelir. İğnemsî ferrit mikroyapısı, sahip olduğu ince taneler ve düzensiz mikroyapısından dolayı çatlak ilerlemesini engelleyerek mekanik özellikleri olumlu olarak etkilemektedir. Bhadeshia'ya göre iğnemsî ferrit ince mercek plakaları şeklinde üç boyutlu yapıda bulunur ve rasgele bir kesitte en boy oranı 0.1 dir. İğnemsî ferrit aynı zamanda taneler arası büyümüş beynit olarak da tanımlanır. Öte yandan petrol boru çeliklerinde sözde iğnemsî ferrit yapısının taneler arası olarak büyümüş büyümediği de şu ana kadar net bir şekilde ortaya konulamamıştır [17, 18, 19].



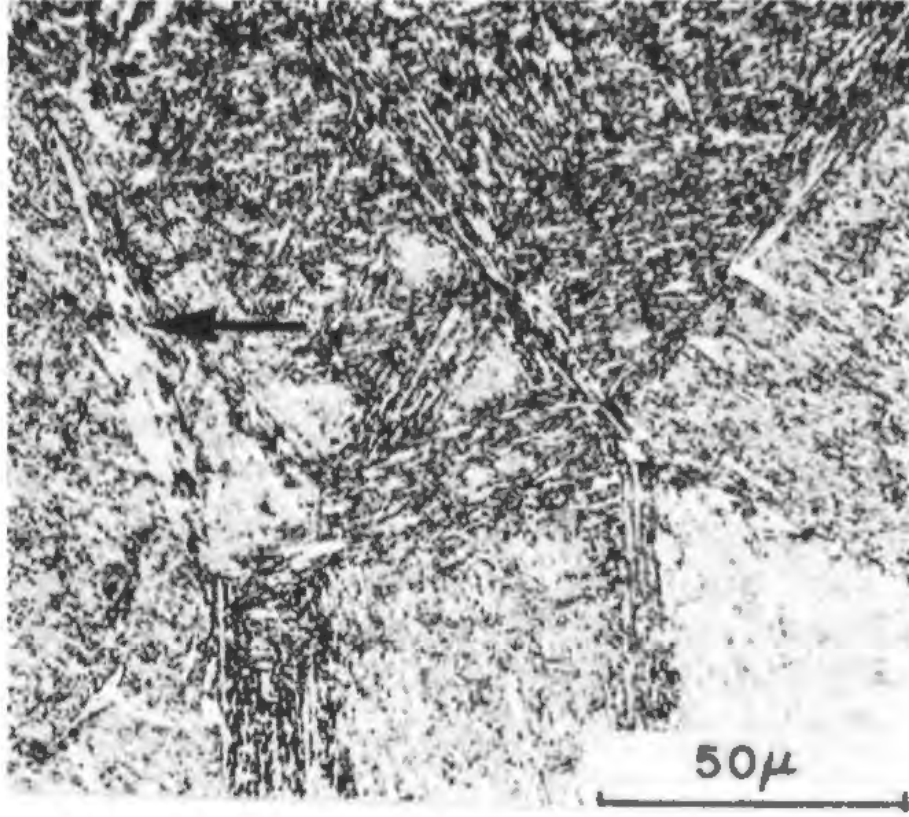
Şekil 2.6. X70 çeliğinde iğnemsiz ferrit yapısını gösteren (a) ışık mikroskobu, (b) TEM görüntüsü [20].



Şekil 2.7. Martenzit matrisi içinde bulunan iğnemsiz ferrit yapısının TEM görüntüsü [12].

2.3.5 Martenzit

Kaydırımlı bir dönüşüm ile oluşan martenzit, yapısında östenit latisinde herhangi bir atom difüzyon gerçekleşmeden deformasyon ile oluşmaktadır. Östenit yapısındaki karbon katı çözeltili halinde olduğundan dolayı martenzitik dönüşüm sırasında dışarı difüze olmaz. Bu sebeple martenzit, içerdiği karbon katı çözeltilisinden dolayı sert bir fazdır. Martenzit yapısı genellikle yüksek dislokasyon yoğunluğu içerir ve bağlı olduğu östenit ile spesifik bir oryantasyon ilişkisine sahiptir. Martenzit, şekil deformasyonu ile bağlantılı gerinim enerjisini minimize etmek amacıyla iğne plakası ya da çıta şeklide morfolojiye sahip olup (Şekil 2.8) ısıl olmayan reaksiyon ile meydana gelmektedir [12].

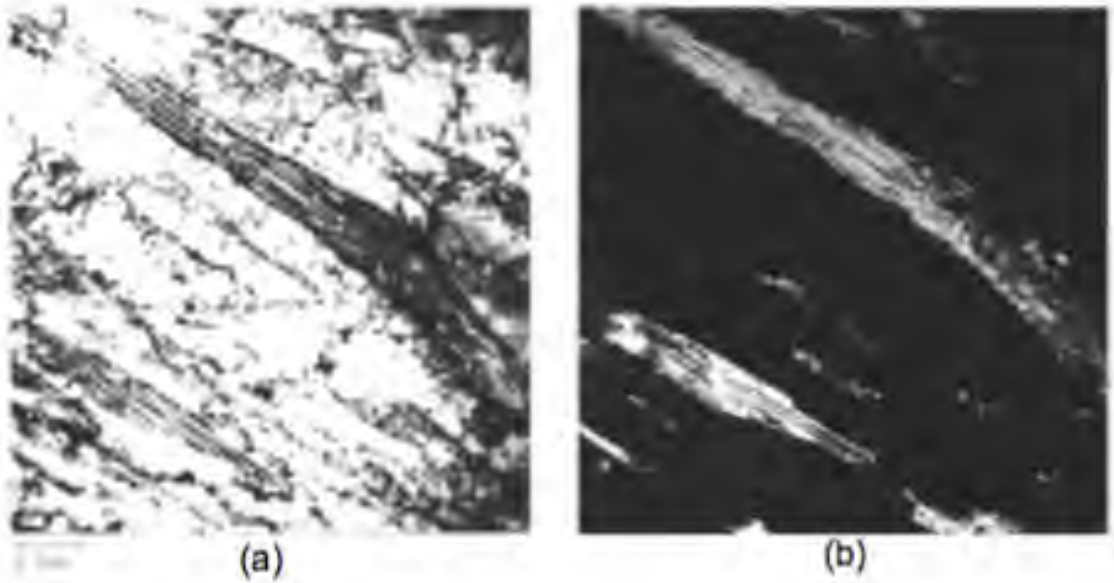


Şekil 2.8. Plaka ve çıta martenzit yapılarının ışık mikroskobu görüntüsü. Ok işaretleri plaka martenziti göstermektedir [21].

Eğer östenit fazının içerdiği karbon miktarı düşükse; yüksek dislokasyon yoğunluklu çıta martenzit yüksek ve düşük açılı tane sınırları ile birbirinden ayrılarak plaka martenzit yapısı oluşur. Plaka martenzit, etrafı büyük miktarda kalıntı östenitle kuşatılmış bir yapıya sahiptir [21]. Çıta martenzit genellikle yüksek süneklik ile düşük mukavemete sahip iken, plaka martenzit yüksek tokluk değerine sahip; fakat kırılğan bir yapıdadır.

2.3.6 Kalıntı östenit

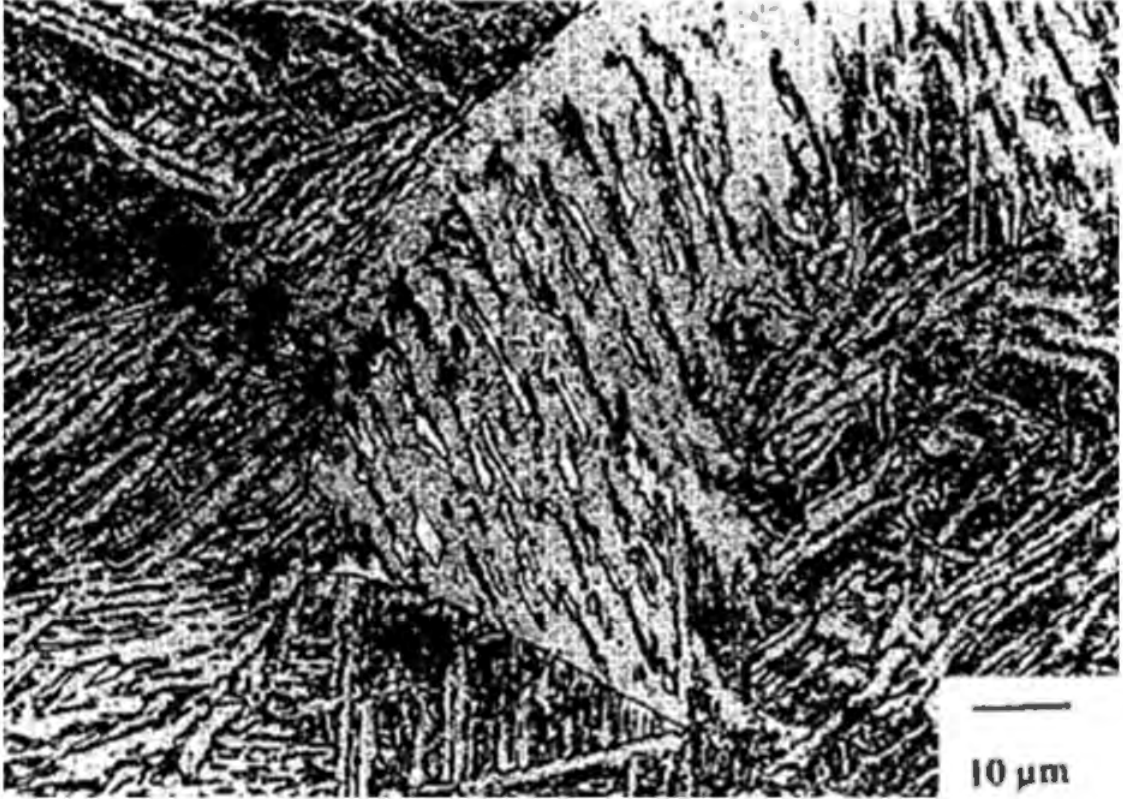
Bhadeshia' ya göre ortam sıcaklığında dönüşmemiş östenite kalıntı östenit adı verilir [22]. Östenit içerisindeki karbon miktarı arttığında martenzit oluşum başlangıcı (M_s) ve bitişi (M_f) daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmediğinden dolayı östenitin martenzite dönüşümü zorlaşmakta ve yapıda kalmaktadır (Şekil 2.9). Kalıntı östenit, çeliklerin servis sırasında maruz kaldığı kuvvetlerden dolayı martenzite dönüşebilmekte ve bu esnada ölümcül sonuçlar doğurabilmektedir. Öte yandan kalıntı östenit, son zamanlarda petrol ve otomobil endüstrisinde kullanılan TRIP (Transformation Induced Plasticity) çeliklerinin üretimi için istenilen bir faz haline gelmiştir. Bu sebeple kalıntı östenit miktarının belirlenmesi oldukça önem taşımaktadır. X-ışınları difraktometresi, kalıntı östenit incelemelerinde kullanılan birincil araç olmasına rağmen, mikroyapı görüntülemesi yapılamaması büyük bir dezavantajdır. Işık mikroskobu ise kalıntı östenit miktarını ancak %10-15' in üzerindeki miktarlarda tespit edebilmektedir. Geçirimli Elektron Mikroskobu Tekniği ile %2'nin altındaki kalıntı östenit miktarları tespit edilebilir; ancak pahalı ve numune hazırlama işleminin uzun sürmesinden dolayı pek tercih edilen bir yöntem değildir. Vandercoort' a göre EBSD tekniği sayesinde ise kalıntı östenit mikroyapısal olarak görüntülenebilmesinin yanısıra XRD sonuçları ile paralel miktarsal sonuçlar elde edilebilirken [23]; Jacques yaptığı karşılaştırma çalışmasında aynı çelik türünde XRD ile %10-30 arasında kalıntı östenit tespit ederken EBSD ile bu oranı %6-11 arasında bularak EBSD ile daha küçük miktarda kalıntı östenit miktarı belirleneceğini göstermiştir [24].



Şekil 2.9. Martenzit ve kalıntı östenitin (a) aydınlık alan, (b) karanlık alan TEM görüntüleri [3].

2.3.7 Martenzit östenit bileşeni

Östenit yapısı ferrite dönüştüğü sırada yeterince hızlı soğuma olmaması durumunda dönüşmeyen östenit karbonca zengin bir yapıdadır. İşte kalan bu östenit tanesi daha sonra düşük sıcaklıklarda çıta ve ikiz martenzite dönüşür ve yapıda küçük oranda östenit de kalır (Şekil 2.10). Bu yapıya martenzit-östenit bileşeni (M/A) adı verilir ve bileşenler ışık mikroskobu kullanılarak ayırt edilemezler [25, 26].



Şekil 2.10. C-Mn çeliğinin kaynak sonrası ısıdan etkilenmiş bölgesinin ışık mikroskobu görüntüsü. Karbürler siyah, martenzit-östenit bileşeni beyaz, ferrit ise gri renkle gösterilmektedir [3].

2.4 Petrol Boru Çeliklerinde Mikroyapı Karakterizasyonu

Çelik yapılarda kompleks mikroyapıların miktarının belirlenmesi yapı ve özellik ilişkisinin kurulmasında kritik bir öneme sahiptir. Görüntü analizi birbirinden keskin bir kontrast ile ayrılan mikroyapı miktarlarının belirlenmesinde yaygın kullanılan bir metoddür. Bununla beraber karmaşık görüntülerde çok daha ileri görüntü işleme teknikleri kullanılmaktadır. Görüntüler çözünürlüğe bağlı olarak optik ya da taramalı elektron mikroskobunda elde edilebilir. Görüntü analizinin temeli görüntünün sayısallaştırılması tekniğine dayanır. EBSD kameraları ve SEM’de çekilen tipik resimler 8-bit gri skalaya sahiptir. Yani görüntüyü oluşturan her piksel siyah ile beyaz arasında $2^8=256$ farklı gri bir tona sahip olabilir ve bu yüzden 0

ile 255 arasında bir değeri temsil eder [27]. Örneğin 4x4 piksellik bir görüntünün her pikselinin sahip olduğu sayısal değerler matrisi Şekil 2.11'de gösterilmiştir. Yani 1024x768 çözünürlüğünde bir görüntü elde edildiğinde bu görüntünün sayısal değerleri de yine 1024x768 lik bir matristen oluşacaktır. Seçimli dağlama, renkli dağlama, polarizasyon ya da EBSD gibi özel teknikler kullanarak incelemek istenilen numunedeki fazlara karşılık gelen renk değerlerine göre yapılacak bir algoritma ile faz miktarlarının belirlenmesi mümkündür [28]. Buradaki en önemli nokta fazların doğru bir şekilde tespit edilmesi ve eşik değerinin belirlenmesidir. Bu açıdan görüntü kalitesi, numune hazırlama ve kullanıcı tecrübesi çok önem arz etmektedir.

235	240	233	202
240	235	217	191
240	233	219	216
243	240	237	233

Şekil 2.11. Görüntünün sayısallaştırılması

Işık mikroskobu bu amaçla kullanılan en basit ve yaygın yöntemdir. Beynit ile ferrit fazlarının çeşitli dağlayıcılar kullanılarak ışık mikroskobu ile tespiti ve miktarlarının belirlenmesi için bu zamana kadar pek çok çalışma yapılmıştır. Sodyum metabisülfid içeren ajanlar ile dağlama yapıldığında beynit ve martenziti ferritten ayıtmak mümkündür. Renkli dağlama yöntemi ile ferrit açık kahverengi, kalıntı östenit ve martenzit beyaz, beynit bölgeleri ise mavi ile koyu kahverengi arasında değişiklik göstermektedir [29, 30]. Ancak, optik mikroskobun çözünürlük limitleri, API standartı çelik kalitelerinin mikron altı detaylara sahip iç yapısı ve martenzit ile yüksek karbonlu kalıntı östenitin aynı renk gözükmesinden dolayı fazlar detaylı bir şekilde görülememekte ve bu uygulama yetersiz kalmaktadır.

Manyetik yöntemler çelikteki ferrit ya da östenit miktarını belirlemek için kullanılan diğer bir miktarsal analiz yöntemidir. Bu yöntem, şekil, boyut ve yönlenmeden bağımsız olmasından dolayı basit, hızlı ve tekrarlanabilir bir metottur. Manyetik yöntem daha çok ferromanyetik faz (ferrite, martenzit ve beynit) miktarının az olduğu durumlarda daha etkilidir. Petrov ve arkadaşları yaptıkları çalışmada YMK yapıda olan kalıntı östeniti HMK (ferrit/beynit) yapıdan ayırt etmişlerdir [31]. Ancak, manyetik yöntemde manyetiklenebilir ağırlık numune içerisindeki manyetik faz miktarına bağlı olduğundan dolayı kesin sonuçlar elde edilememektedir [32].

Öte yandan bir malzemenin kristal yapısı x- ışınları, nötronlar veya elektronların kırınımı ile belirlenmektedir. Elde edilen kırınım malzemenin kristal

yapısına ve elde edilen radyasyonun çeşidine göre farklılık göstermektedir. Bu sayede pek çok yapısal özellikler tespit edilebilmektedir [33]. Bilinmeyen bir fazın belirlenmesinde güçlü bir teknik olmasının yanısıra kolay numune hazırlanmasından da dolayı X-ışınları kırınımı tekniği bu amaçla kullanılan en yaygın yöntemdir. Bununla beraber çelik malzemelerde numunenin üretim sırasında oluşan yönelme, kalıntı östenit gibi bazı fazların sadece belirli bölgelerde olması, fazların tespiti için X-ışınlarının hacimsel çözünürlüğünün yetersiz olması, çökelti karbürlerinden kaynaklı elde edilen piklerin çakışması ve en önemlisi de faz analizinin mikroyapısal olarak görüntülenmemesi gibi sebeplerden dolayı XRD çok tercih edilen bir yöntem değildir.

Bir taramalı elektron mikroskobu tekniği olan EBSD analizi ile elektronların yüksek hacimsel çözünürlüğe sahip olmalarından dolayı her ölçüm noktasından faz ve oryantasyon bilgisi elde edilebilmektedir. Böylece XRD tekniğinin aksine yönelmeden etkilenmemekte ve çok küçük alanda bile mikroyapı görüntülemesi ile birlikte faz analizi yapabilmektedir.

EBSD tekniği, x-ışınları yöntemine benzer bir çalışma prensibine sahiptir. Malzemenin sahip olduğu yapı faktörüne bağlı olarak elde edilen kırınım desenlerinden HMK-YMK gibi yapılar birbirinden kolaylıkla ayırt edilebilir. Fakat olması muhtemel fazların bilgisi daha önceden yazılıma girilmesi gerekmektedir. Eğer incelenen bölgede elde edilen ve farklı fazlara ait kırınım desenleri ile yazılımda işaretlenen kırınım desenleri birbirleri ile eşleşiyorsa bu faz numunede bulunuyor anlamına gelir [34]. Bu sebepten dolayı EBSD analizi öncesi XRD incelemesi yapmak ve olması muhtemel fazların sayısını en aza indirmek veya EBSD ile eşzamanlı EDS analizi yaparak fazları belirlemek gerekmektedir. Öte yandan çeliklerde görülen ferrit, martenzit ve beyrit gibi aynı ya da birbirine çok yakın kristal yapıya sahip östenit dönüşüm ürünlerinin ayrımı yapı faktörü ile gerçekleştirilemez. Ancak bu ürünler farklı latis hatalarına (dislokasyon yoğunluklarına) sahiptirler. Dahası EBSD analizinde elde edilen kırınım desenleri bu latis hatalarına göre farklılıklar göstermektedir. Bu yüzden elde edilen desen kalite haritaları çeşitli görüntü işleme teknikleri kullanılarak yukarıda bahsedilen mikroyapısal bileşenler ayırt edilebilmektedir.

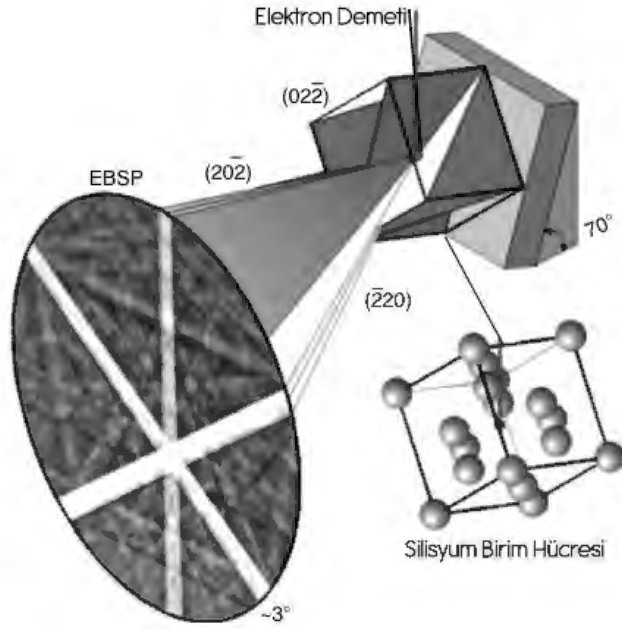
3 PETROL BORU ÇELİKLERİNDE İLERİ KARAKTERİZASYON TEKNİKLERİ

3.1 Geri Yansıyan Elektronların Kırınımı (EBSD) Tekniği ve Petrol Boru Çeliklerinde Kullanımı

Geri yansıyan elektronların kırınımı (EBSD), taramalı elektron mikroskopuna (SEM) bağlı olarak kullanılabilen bir tekniktir. Kristal malzemelerde mikroyapısal bilgilerin miktarsal olarak elde edilmesinin yanısıra mikroskobik olarak seçili alandaki tane boyutu, tane sınırı karakteri, tanelerin yönlenmesi, doku çözümü (texture) ve faz analizi hakkındaki veriler hem görsel hem de miktarsal olarak bu teknik sayesinde elde edilebilmektedir. EBSD sisteminin bileşenleri [35]' de ayrıntılı bir şekilde anlatılmıştır.

3.1.1 EBSD sisteminin çalışma prensibi

EBSD incelemesi yapılacak numune elektron mikroskopunun içerisine elektron demeti 70° 'lik açı ile gelecek şekilde konumlandırılır. Numune yüzeyinden 1-10 nm arası derinlikte etkileşime giren elektron demeti kristal düzlemlerinden kırınım uğrayarak geri yansıyıp fosfor ekran üzerine düşer. Burada oluşan ve birbiri ile kesişen yoğun elektron çizgilerine Kikuchi çizgileri adı verilir. Geri yansıyan elektronların oluşturduğu kırınım desenleri (EBSP) elektron demetinin temas ettiği noktanın kristal yapısının latis parametresine, kristalin uzaydaki oryantasyonuna ve gelen elektronun dalga boyuna göre farklılık gösterebilmektedir. Bu sebepten dolayı karakteristik yapıda olan Kikuchi bantlarının birbirleri ile kesiştikleri noktalar kristal yapının zone eksenini hakkında bilgi verirken, çizgi çiftleri de düzlemleri temsil etmektedir. Bu çizgi çiftlerinin genişliği düzlemlerarası mesafe ile ters orantılıdır. (Şekil 3.1)



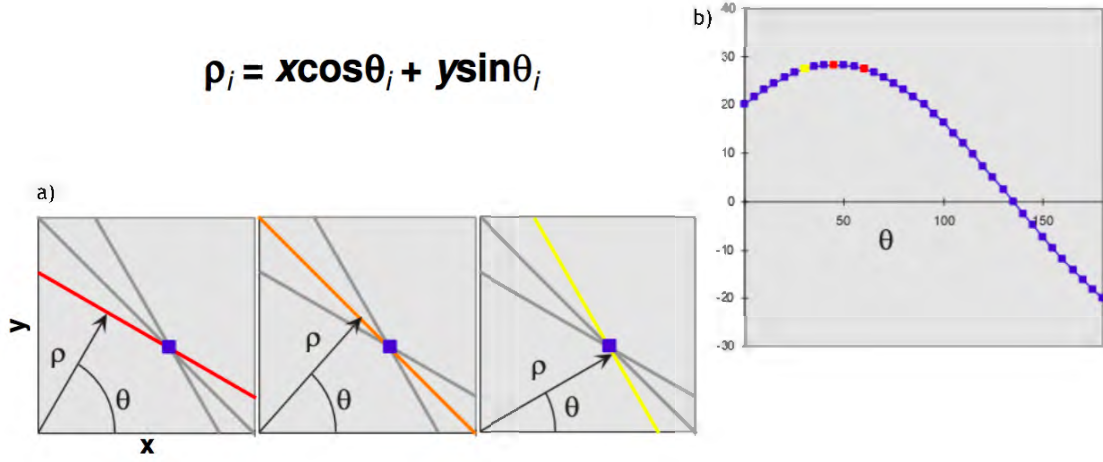
Şekil 3.1. EBSD çalışma prensibi. Silisyum tek kristali örnek alınarak (-220) , $(20-2)$ ve $(02-2)$ düzlemleri için gösterilmiştir [36].

3.1.2 Kikuchi bantlarının belirlenmesi ve indekslenmesi

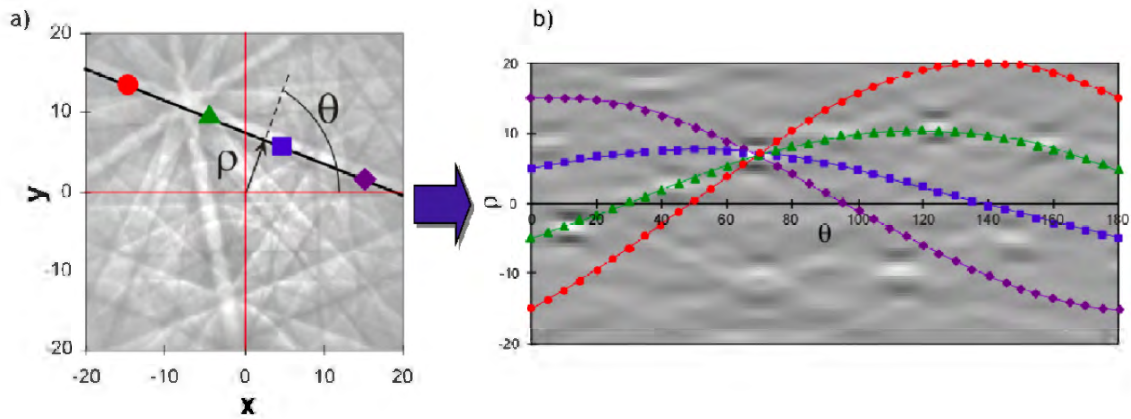
EBSP farklı açı ve pozisyonlarda pek çok Kikuchi bantları içermektedir. Bu bantlar malzemeyi oluşturan kristal yapıların yönlenmesiyle ilişkilidir. Deseni indekslemek ve kristalin yönünü tayin etmek için öncelikle bant pozisyonlarının Hough Dönüşümü ile belirlenmesi gerekmektedir. Kırınımına uğrayarak fosfor ekran üzerine düşen desenler özel bilgisayar yazılımı kullanılarak Hough dönüşümü ile optimize edilir. Bu dönüşümde Kikuchi desenleri içerisindeki bantların pozisyonu ve genişlikleri geleneksel yöntemlere göre daha kesin bir şekilde belirlenmekte, böylece bantların indekslenmesi daha güvenilir bir şekilde gerçekleşmektedir. Doğru bir şekilde belirlenmiş bantların artması demek yönlenme ölçümünün de daha sağlıklı yapılması anlamına gelmektedir [37]. Hough dönüşümde kayıtlı Kikuchi çizgileri Hough uzayında tek noktalara dönüştürülür. Noktaların konumu çizgilere göre daha kesin olarak belirlendiğinden Hough uzayındaki yüksek yoğunluklu pikin bulunması kırınım desenindeki bantın bulunmasından daha kolaydır [38].

3.1.2.1 Hough dönüşümü

Hough dönüşümü doğru parametrelerinin, dolayısıyla bant konumlarının elde edilmesi için uygun bir tekniktir. Şekil 3.2' de x-y düzleminde çizilen bir çizgi normaline olan açı θ ve orijine olan mesafesi ρ ile belirtilmektedir. Her çizginin belirli bir θ ve ρ değeri bulunmaktadır. Örneğin kırmızı çizgi θ_1 ve ρ_1 açlarına sahip iken turuncu çizgi θ_2 ve ρ_2 açlarına, sarı çizgi θ_3 ve ρ_3 açlarına sahiptir. Bir çizgi üzerinde bulunan her nokta aşağıdaki denklemi sağlamaktadır.



Şekil 3.2. (a) x-y düzleminde bulunan bir noktanın farklı doğrulardan geçtiğini varsayarak θ açısı ve ρ mesafesindeki değişim. (b) aynı noktanın Hough düzleminde θ ve ρ değerlerine göre oluşturduğu sinüs eğrisi



Şekil 3.3. (a) Aynı doğrudan geçen farklı noktaların x-y ve (b) Hough düzleminde gösterimi

Artık her nokta θ ve ρ cinsinden yazılabildiğine göre çizgiyi Şekil 3.2 (a)'da belirtilen θ ve ρ Hough düzleminde de gösterebiliriz. Her noktanın x ve y koordinatları bilindiğinden dolayı her bir θ değeri için ρ değeri bulunabilmektedir. Artan θ değeri ile birlikte elde edilen ρ değeri Hough düzlemine yerleştirildiğinde bir sinüs eğrisi oluşmaktadır.

İkinci bir (x,y) noktası için ise farklı bir sinüs eğrisi oluşmaktadır. Bu şekilde her θ ve ρ değeri belirlenen noktalar Hough düzlemi üzerinde göstererek pek çok sinüs eğrisi elde edilmektedir (Şekil 3.3). Elde edilen sinüs eğrilerinin maksimum kesişim noktaları o noktalardan geçen doğrunun θ ve ρ değerlerini verdiğinden dolayı doğrunun yeri kolaylıkla belirlenebilmektedir.

3.1.3 EBSD ile elde edilen veriler

EBSD analizi sırasında elektron demetinin düştüğü her noktanın x ve y koordinatları, o noktada bulunan fazın düzlemlerarası mesafesi ve kristalin ya da tanenin hangi oryantasyonda bulunduğunu gösteren φ_1 , ϕ ve φ_2 açıları elde edilmektedir. Ortalama açılal sapma (MAD), bant kontrastı (BC) ve bant eğimi (BS) kırınımına uğrayan elektron demetinin oluşturduğu desenlerin farklı şekildeki kalite ölçütleridir.

3.1.4 EBSD ile yapılan ölçümler

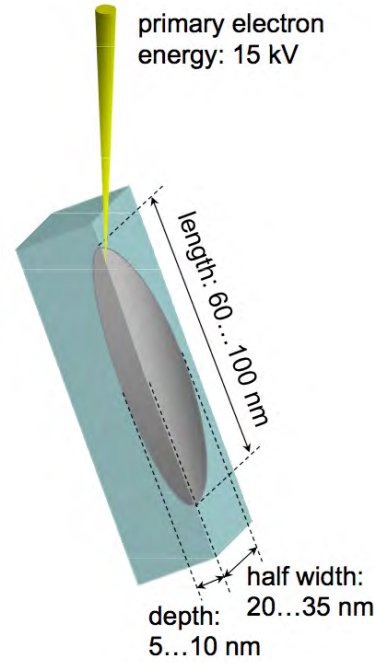
Belirli bir alanda EBSD taraması yapılırken elde edilen veriler doğrultusunda yapılan ölçümler her nokta için kaydedilmekte ve bunun sonucunda malzemeye ait tane boyutu analizi, faz haritaları, yönelme haritaları, doku haritaları, tanelerin belirli bir oryantasyondaki dağılımları ve belirli bir lokasyondaki kalıntı gerilmeler ile ilgili bilgiler elde edilir. Yapılan bu ölçümler aşağıda detaylı olarak anlatılmıştır. Davut ve Zaefferer EBSD ölçümlerinin istatistiksel doğruluğunu incelemişler ve taranan alan ne kadar geniş ise istatistiksel doğruluğun o kadar arttığı sonucuna varmışlardır. Özellikle heterojen yapıya sahip malzemelerde küçük alanların taranmasının kesin olmayan sonuçlar verdiğini gözlemlemişlerdir [39].

3.1.4.1 Kikuchi bantları-faz tanımlaması

Bir malzemede fazların kesin olarak belirlenebilmesi için o fazı eşsiz olarak tanımlayan malzemenin yapısı ve kimyası hakkında bilgi sahibi olmak, dolayısıyla o fazı oluşturan atomların diziliminden kaynaklı düzlemlerarası mesafe, uzay grubu simetrisi ve latis parametrelerinin bilinmesi gerekmektedir. Temelleri kırınım dayanan EBSD tekniği ile doğrudan malzeme yapısı hakkında bilgi sahibi olmak için pek çok sınırlamalar ile karşılaşıldığından dolayı oldukça zor bir işlemdir. Bu sebeple, kapsamlı bir faz tanımlaması yapmak için elde edilen kırınım deseninin çok titiz bir şekilde incelenmesinin yanısıra analiz EDS ve WDS gibi kimyasal analiz

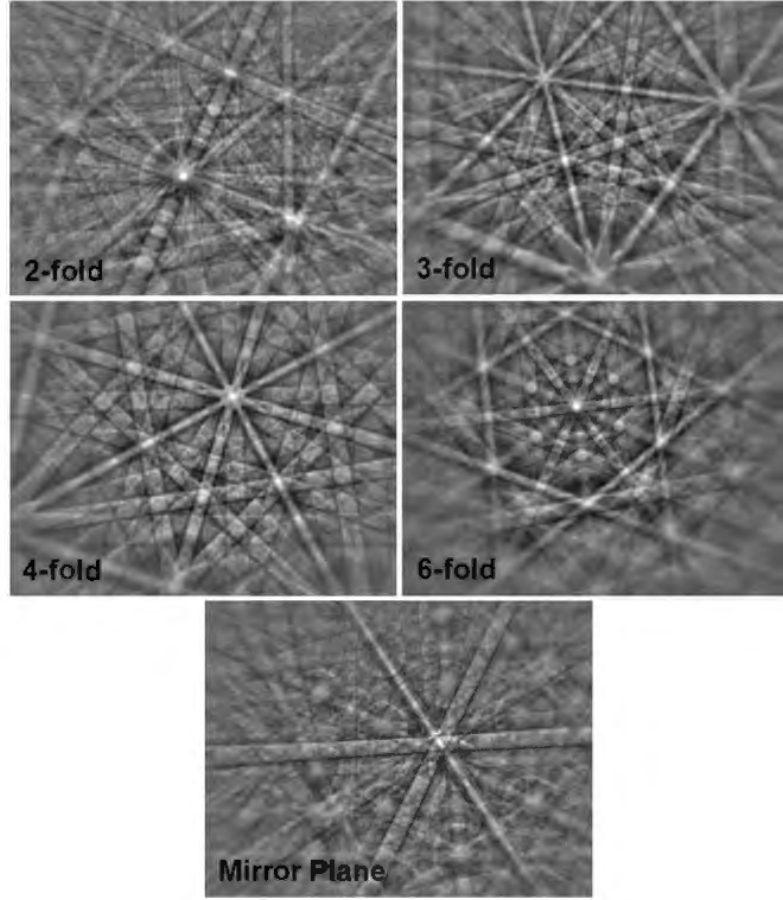
teknikleri ile de desteklenmelidir.

EBSD analizi ile fazların tanımlanmasının karşılaşılan engellere rağmen belirgin avantajları da bulunmaktadır. Bu avantajların en başında hacimsel çözünürlük (spatial resolution) gelir. Şekil 3.4’ de EBSD deseninin oluşumu esnasında numune-elektron etkileşim boyutu üç ekseninde de gösterilmiştir. EBSD, SEM tipine bağlı olarak 0.1-0.01 mikron arasında değişerek geleneksel XRD yöntemlerinden daha yüksek; fakat geçirimli elektron mikroskopundan (TEM) daha düşük hacimsel çözünürlüğe sahiptir. Ayrıca EBSD analizinde SEM ile hem morfolojik görüntüleme hem de kimyasal analiz teknikleri kombinasyonu ile tekrar numune hazırlama ve farklı bir cihazda analiz gerekmeden yüksek büyütme oranlarında faz incelemesi kolaylıkla yapılabilmektedir [40].

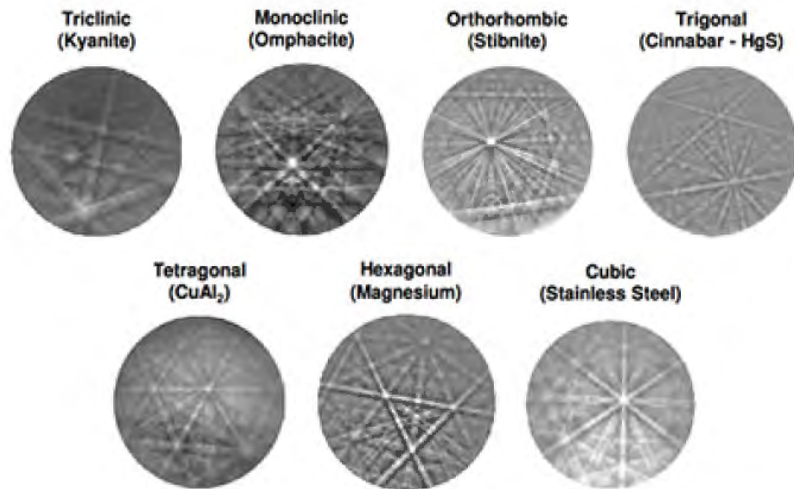


Şekil 3.4. EBSD kırınım desenlerinin oluştuğu elektron demeti numune etkileşiminin boyut ve şeklinin şekilsel gösterimi. Etkileşim hacmi demir esaslı alaşımlar için deneysel olarak Zaefferer (2007) [41] tarafından belirlenmiştir.

EBSD analizi sırasında oluşan kırınım desenleri zengin bir yapısal bilgi içerdiğinden dolayı ayna düzlemi, 2 li, 3 lü, 4 lü ve 6 lı simetri elementleri bu kırınım desenlerinden elde edilebilmektedir (Şekil 3.5). Böylece sadece kırınım desenine bile bakarak olası yapı ihtimallerini azaltmaktadır. Örneğin kristal yapının 6 lı simetri elemanına sahip olduğunu gördüğümüzde olması muhtemel nokta gruplarının sayısını 32 den 6 ya indirdiği görülür [40]. Baba Kishi 1984 yılında elde ettiği Kikuchi desenlerinden yedi farklı kristal sistemin analizini yaparak belirlediği nokta grubu simetrileri Şekil 3.6’ de gösterilmiştir [42, 43].



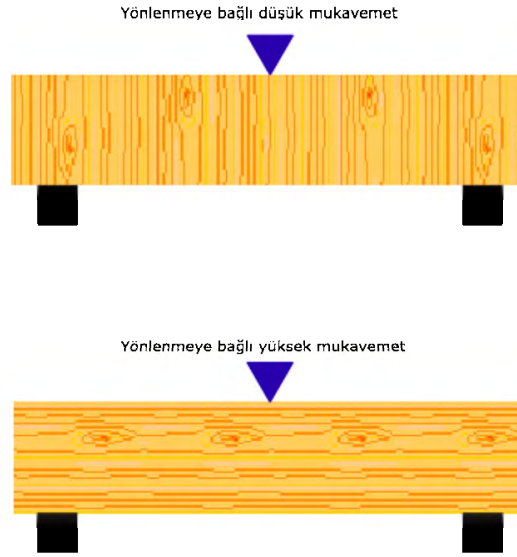
Şekil 3.5. Fazları tanımlamak için kullanılan farklı simetri elementindeki kikuchi desenleri [43]



Şekil 3.6. 7 farklı kristal sistemin kikuchi desenleri ile gösterilmesi [44]

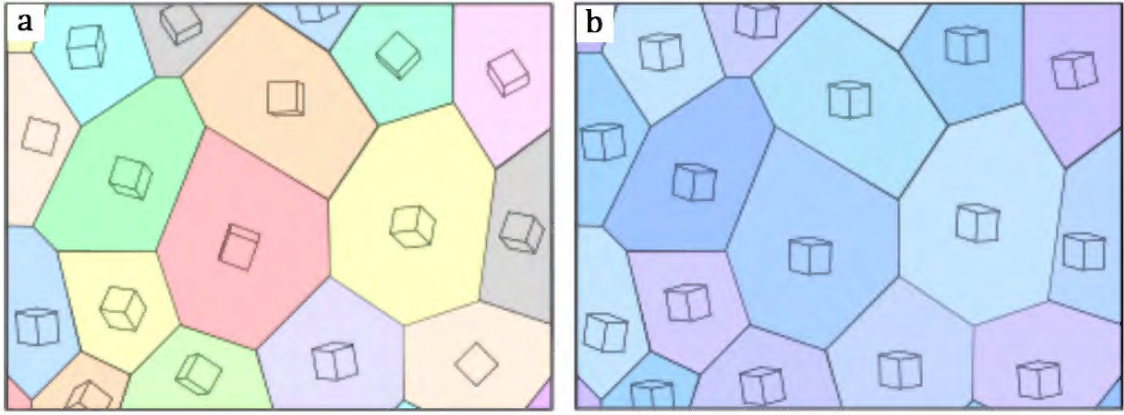
3.1.4.2 Kristalografik yönlenme ve doku analizi

Şekil 3.7’de gösterilen ahşap malzemede fiberler tek bir yönde uzama gösterdiklerinden dolayı bu malzemenin bir balta ile kesilme şekli, baltanın vurulduğu yöne göre farklılık gösterecektir. Örneğin balta bu malzemeye fiberlere paralel yönde gelirse daha kolay; dik yönde gelirse ise daha zor kesilecektir. Aynı durum kristal yapılar için de geçerlidir. Tek kristal malzemelerde atomların birbirleri ile farklı dizilimlerinden dolayı bazı yönlerde birbirleri üzerlerinde kayması daha kolay gerçekleşecektir. Bu yüzden tek bir kristal yapının mekanik ya da fiziksel özellikleri yöne göre farklılık göstermektedir. Bu özelliğe anizotropi denir. Bazı tek kristal yapılarda ise mekanik ya da fiziksel özellikler yönden bağımsızdır buna ise izotropi denir. Çok kristalli bir malzemenin büyük kısmında taneler rasgele yönlendiklerinden dolayı malzemenin izotropik özellikte olduğu kabul edilir (Şekil 3.8 (a)). Ancak, pek çok şekillendirme yöntemi sırasında malzemeye deformasyon verildiği için taneler tek bir yönde yönlenecek aynı tek kristal malzemeler gibi anizotropik özellik gösterebilmektedirler. Buna seçimli yönlenme ya da doku (texture) denir (Şekil 3.8 (b)). Malzemelerde Young modülü, poisson oranı, mukavemet, esneklik, tokluk, manyetik geçirgenlik, elektriksel iletkenlik termal genişleme gibi özellikler seçimli yönlenmeye bağlıdır [45].



Şekil 3.7. Yönlenmenin mukavemete olan etkisi

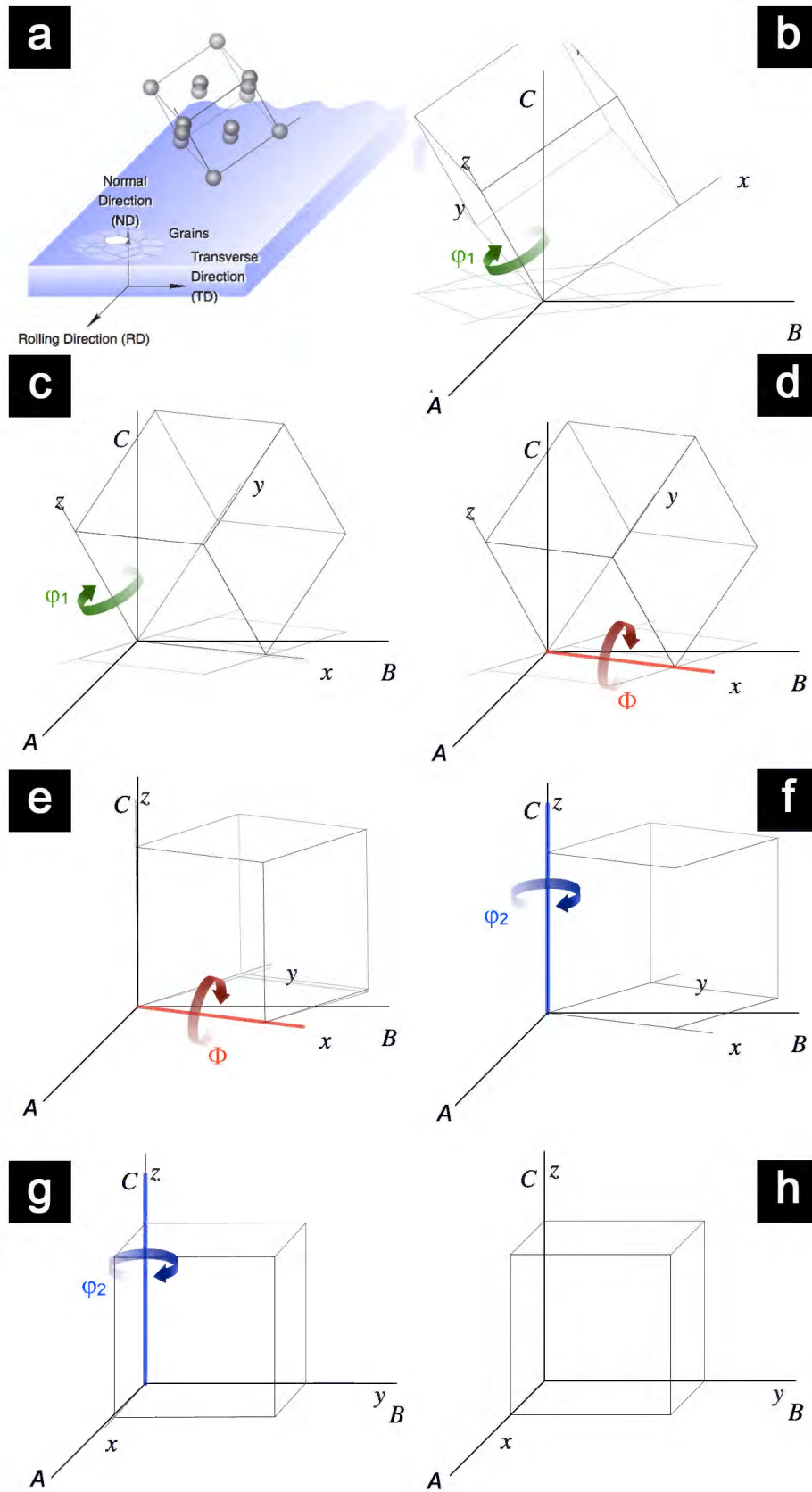
X-ışınları, doku analizi için en yaygın kullanılan yöntemlerden biri olmasına rağmen yapılan inceleme makro seviyede olduğundan dolayı bu yöntem ile sadece numunede meydana gelen ortalama oryantasyon dağılımı hakkında bilgi sahibi olunur. Öte yandan malzemelerde yapı-özellik ilişkisi kurulması açısından hem kristal yapı hem de mikroyapı hakkında bilgi sahibi olmak oldukça önemlidir.



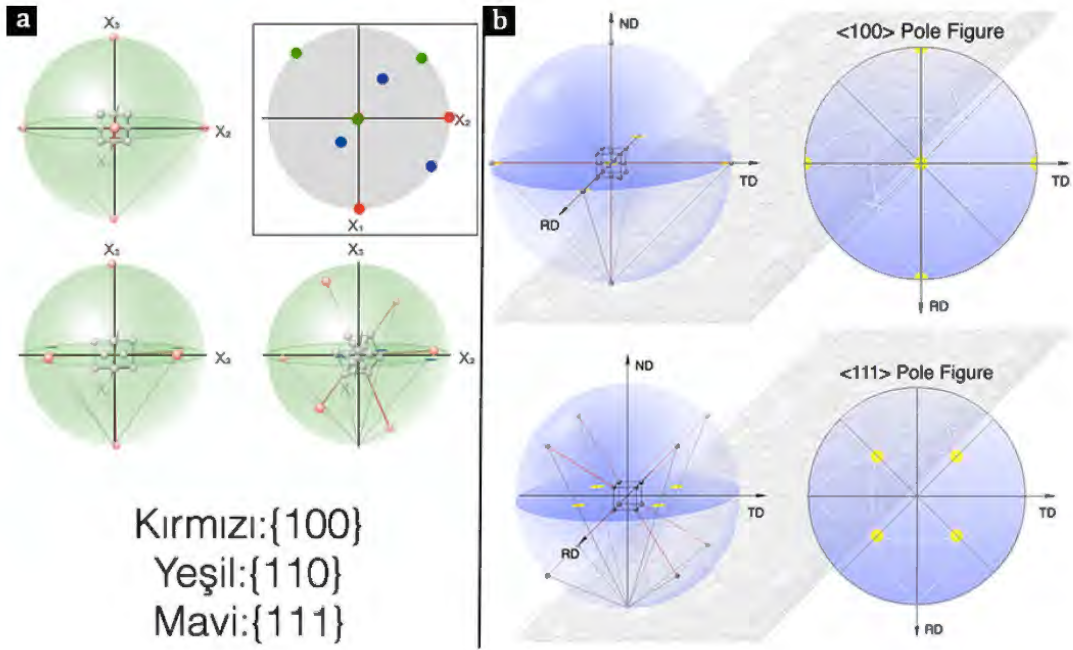
Şekil 3.8. İzotropi ve anizotropi durumlarında tanelerin referans noktasına göre konumu

Bu durumda taramalı elektron mikroskobu tekniği olan EBSD ile mikro seviyede ve görsel olarak doku incelemeleri kolaylıkla yapılabilmektedir. Euler açıları oryantasyon mikroskobisinin en temel bileşenidir. Üç Euler açısı (φ_1 , ϕ , φ_2) sayesinde incelenen noktanın referans düzleme göre olan konumu belirlenmektedir. Burada φ_1 , ϕ , φ_2 , x, y ve z kristal düzlemlerinin numune referans düzlemi olan A, B ve C üzerindeki oryantasyonunu göstermektedir (Şekil 3.9 (a)). İlk döndürme z eksenini etrafında φ_1 açısıyla yapıldığında x eksenini AB düzlemine paralel konuma gelmektedir (Şekil 3.9 (b-c)). Daha sonra ikinci döndürme x eksenini etrafında ϕ açısıyla yapıldığında ise z eksenini ile C eksenini hizalanmış konuma gelmektedir (Şekil 3.9 (d-e)). Son olarak dönmüş tane z eksenini etrafında φ_2 açısıyla döndürülürse x, y ve z eksenleri sırasıyla A, B ve C eksenleri ile paralel konuma gelmektedir (Şekil 3.9 (f-h)). Buradan yola çıkarak her bir Euler açısına kırmızı, yeşil ya da mavi renklerden biri atandığında taranan alanın yönlenme haritası elde edilir. Bu haritada birbirine yakın renkler birbirine yakın yönlenmenin göstergesidir.

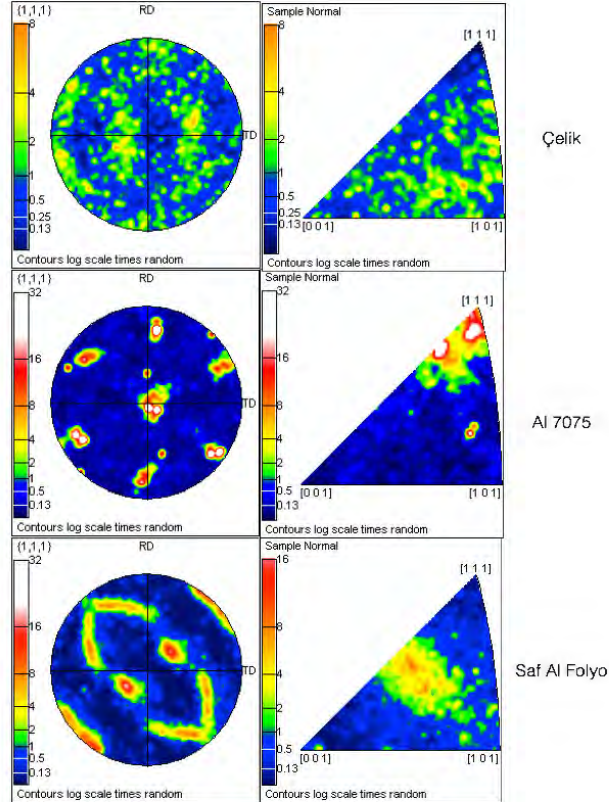
Euler açılarından yola çıkarak kristal yapıların uzaydaki oryantasyonunun grafiksel olarak temsil edildiği kürelere pole grafiği ve inverse pole grafiği adı verilir. Tek kristalli yapıların $\{100\}$, $\{110\}$ ve $\{111\}$ düzlem ailelerinin pole grafik haritaları Şekil 3.10'de gösterilmiştir. Şekil 3.10(a)'da görüldüğü üzere her renkten üçer adet nokta bulunmaktadır. Örneğin her bir kırmızı nokta 100, 010 ve 001 düzlemlerini ifade etmektedir. Kübik yapılarda bu üç düzlem birbiri ile simetrik oluşu için inverse pole grafik haritasında sadece $\{100\}$ düzlem ailesi olarak gösterimi daha basit olacaktır. Öte yandan pole grafik haritalarına hangi yön ya da yön ailesinden bakıldığı da önemlidir. Örneğin $\langle 100 \rangle$ ve $\langle 111 \rangle$ yönlerinden bakılan düzlemlerin izdüşümleri arasındaki farklılık Şekil 3.10(b)'de gösterilmiştir. Çok kristalli çelik ve alüminyum malzemelerinin pole grafik haritaları ise Şekil 3.11'de gösterilmiştir. Burada her bir nokta, elektron demetinin üzerinde bulunduğu kristalin ya da tanenin referans düzleme göre konumunu göstermektedir. Bu durumda çelik alaşımında



Şekil 3.9. Euler açıları [46]



Şekil 3.10. Tek kristale ait (a)Farklı düzlem ailelerine tek bir yönden bakış. (b) aynı düzlem ailelerine farklı yönden bakış



Şekil 3.11. Çok kristalli malzemelerin pole figür ve inverse pole figür haritaları ile gösterimi

tanelerin belirli bir yönde yönelmediği, Al 7075 alaşımında tanelerin [111] yön ailesinde; saf alüminyumda ise [111] ve [001] yön aileleri arasında yönlendiği görülmektedir.

3.1.4.3 Tane boyutu analizi

Işık mikroskobu ya da diğer geleneksel yöntemlerle gerçekleştirilebilen tane boyutu ölçümü görünür ışığın dalga boyundan kaynaklanan sınırlamadan dolayı büyütme ve metalin dağlama rejimine göre değişiklik göstermektedir. EBSD analizi sırasında tane sınırlarında farklı yönelmeye sahip iki tanenin kırınım desenleri üst üste geldiklerinden dolayı bu bölgeler çok düşük bant kontrastı değerine sahiptirler. Bu sebepten dolayı yüksek büyütme oranlarında bile ortalama tane boyutu, eşdeğer tane çapı (ECD) gibi ölçümler kolaylıkla yapılabilir.

3.1.4.4 Tane sınırı karakteristikleri

Tane sınırı tasarımı ve kontrolü yaparak yüksek performanslı malzemeler geliştirmeyi amaçlayan mühendislik dalına "tane sınırı mühendisliği" denir [47]. SEM-EBSD tekniği ile tanelerin yönelme ilişkilerinin çok güçlü bir şekilde belirlenmeye başlanması ile birlikte çok kristalli malzemelerde tane sınırlarının özellik ve performansları olan etkileri de ciddi bir biçimde ortaya konulmaya başlanmıştır.

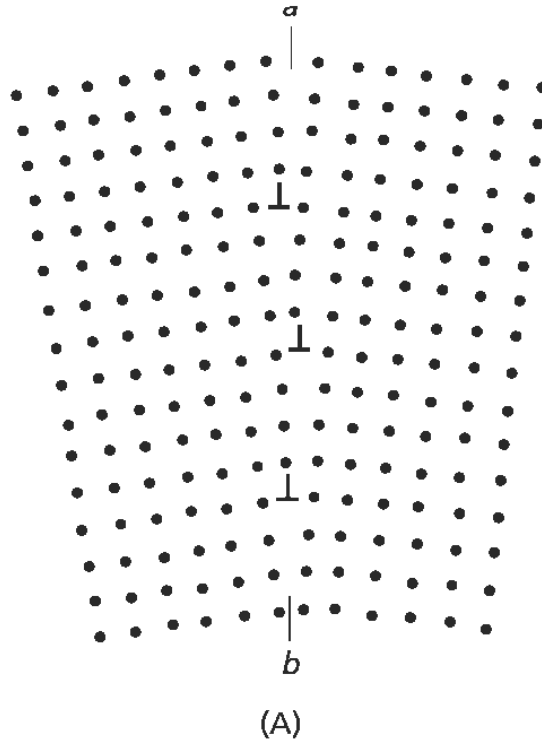
İki tanenin çekirdeklenme sonrası büyümesi esnasında birbiri ile karşılaştıkları noktada kaçık yönelme (misorientation) gerçekleşir ve bu bölgeye tane sınırı denir [48]. Bragg ve Burger aynı kristal yapıdaki tanelerin arasındaki sınırları dislokasyonlar dizgesi olarak değerlendirilmiştir. Eğer iki tane arasındaki kaçık yönelme açısı (15°)' den az ise buna düşük açılı tane sınırı (LAGB) denir. Şekil 3.12' de a ve b noktalarının arası tane sınırını göstermekte ve sınırın her iki tarafındaki latisin sınır boyunca aşağı kadar eğimli olduğu görülmektedir. Bunun sonucunda her iki kristalin latis düzlemleri sınırdaki kenar dislokasyonları ile sonlanmaktadır. Eğer kristaller birbirlerine göre daha fazla dönerse kaçık yönelme açısı daha da artar, tane sınırında daha fazla dislokasyonla sonuçlanan daha fazla eğimli düzlemler meydana gelir, dislokasyonlar dikey sınırdaki birbirleri ile çakışmaya başlar ve böylece tane sınırının düzenli yapısı kırılmaya başlar ve orijinal tane tamamen iki taneye ayrılır. Oluşan bu tane sınırına yüksek açılı tane sınırı (HAGB) denir [49]. Yüksek açılı tane sınırlarının enerjisi daha yüksek olduğundan bu sınırların hareketi için daha düşük aktivasyon enerjisine ihtiyaç vardır. Yani yüksek açılı tane sınırları düşük açılı tane sınırlarına göre daha düzensiz ve hareketlidir.

Öte yandan, kafes yeri kesişimi (coincident site lattice) kavramının ortaya çıkmasıyla beraber her yüksek açılı tane sınırının hareketli olmadığı da görülmüştür. Bazı yönelme açılarında tane sınırının her iki tarafındaki latisler birbiri ile kesiştiği

kısımlarda oluşan özel tane sınırına kafes yeri kesişimi (CSL) denir ve şöyle hesaplanır:

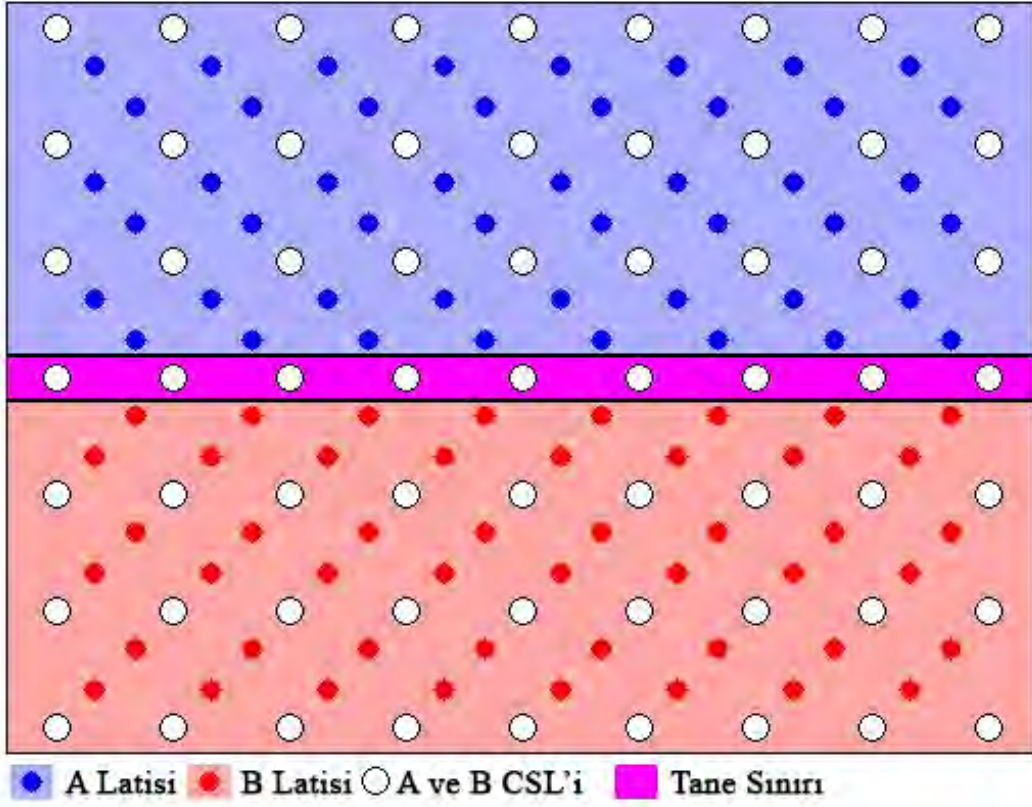
$$\Sigma = \frac{\text{Kafes yeri kesişimlerinin hacmi}}{\text{Kristal kafesteki hücrelerin hacmi}}$$

Örneğin $\Sigma 3$ sınırı A ve B taneleri arasında her 3 latis noktasından 1 tanesinin paylaşıldığı anlamına gelmektedir (Şekil 3.13). $\Sigma 3$ tane sınırının bir diğer adı da ikiz tane sınıridir. Aynı şekilde $\Sigma 5$ sınırı ise A ve B taneleri arasında her 5 latis noktasından birinin paylaşıldığını göstermektedir (Şekil 3.14).

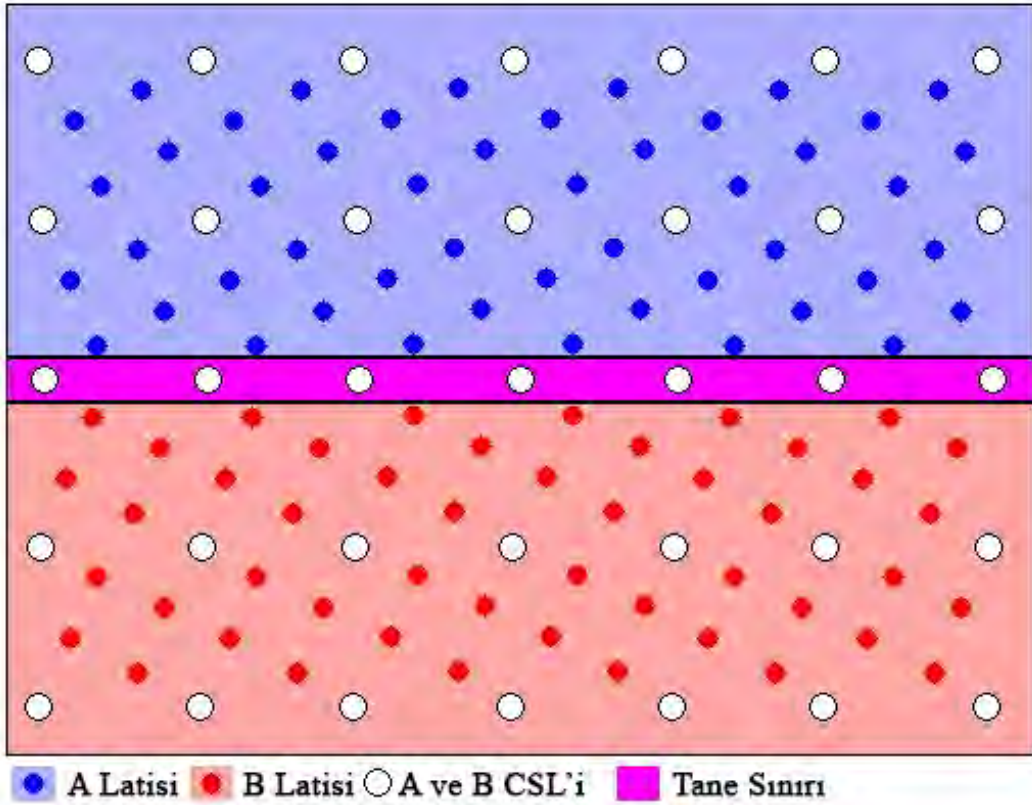


Şekil 3.12. Düşük açılı tane sınırı (LAGB) için dislokasyon modeli [49]

Tane sınırları malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde önemli rol oynamaktadır. Şekil 3.15' de malzemede meydana gelen çatlakın ilerleme sırasında karşılaştığı tane sınırı çeşidine göre davranışını temsil etmektedir. Burada R (rastgele), L (düşük açılı tane sınırı), Σ ise kafes yeri kesişimidir. L ve Σ tipi tane sınırları düşük enerjiye sahip olduklarından dolayı difüzyon, ayrışma, korozyon, kayma ve kırılmaya karşı dayanıklı iken, R tipi tane sınırları yüksek enerjiye sahip, dolayısıyla bu etkenlere karşı daha zayıftırlar [50]. B yolundan ilerleyen bir çatlak sürekli rastgele tane sınırları ile karşılaştığından dolayı hızlı bir şekilde kırılır. Bu olaya tane sınırı kırılması (intergranular fracture) denir. Öte yandan A yolu boyunca ilerleyen çatlak L veya Σ çeşidi tane sınırı ile karşılaşarak tane sınırından tane içine sapar, bu olaya ise tane içi kırılma (transgranular fracture) denir. Çatlakın tane

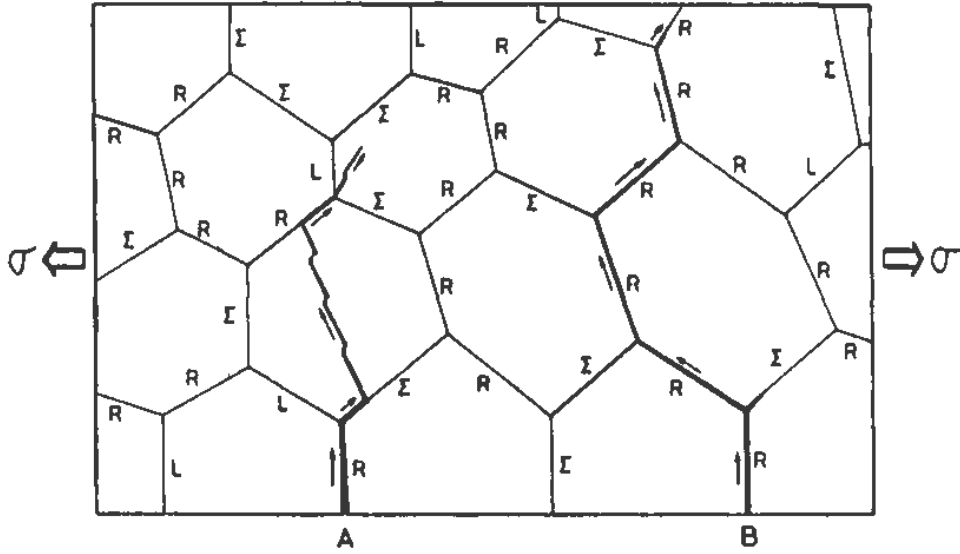


Şekil 3.13. Sigma 3 tane sınırının gösterimi



Şekil 3.14. Sigma 5 tane sınırının gösterimi

içerisinde ilerlemesi taneler arasında ilerlemesine göre daha zor olduğundan dolayı enerjisini kaybetmesi kolaylaşır ve malzeme daha dayanıklı bir hal almaktadır. Bu sebepten dolayı malzeme içerisindeki düşük açılı ve Σ tipi tane sınırlarının sayısı ve dağılımı oldukça önem arz etmektedir. Tane boyutu ve doku tane sınırı özelliğini belirleyen en önemli faktörlerdendir. Tane boyutu küçüldüğünde veya belirli yönlerde tercihli yönelme olduğu durumlarda düşük enerjili ve Σ) çeşidi tane sınırlarının sayısı artmaktadır.



Şekil 3.15. Tane sınırları ile kırılma sürecinin ilişkisi [50]

3.1.4.5 Bant kontrastı (bc) ve bant eğimi (bs)

EBSD analizinde tarama yapılırken her noktada elde edilen Kikuchi bantlarının kalitesi kaydedilmektedir ve bunun sonucunda bant kontrastına dayanan bir desen kalite haritası elde edilmektedir. En düşük kontrasta sahip kırınım deseni 0; en yüksek kontrasta sahip olanı ise 255 olarak kabul edilir. Böylece 0 ile 255 arasındaki her değer bir elektron demetinin düştüğü o noktadaki kırınım deseninin kalitesini ifade etmektedir. Bu durumda tane sınırı, dislokasyon yoğunluğuna sahip ve deformasyona uğramış bölgelerde koyu bir kontrast oluşurken deforme olmamış, iyi hazırlanmış bölgelerde açık bir kontrast oluşmaktadır. Bazı görüntü işleme tekniklerinin kullanılmasıyla elde edilen kontrast farklılıkları sayısallaştığında malzemelerin sahip olduğu mikroyapısal bileşenler, gerinme, dislokasyon yoğunluğu ve bunların miktarları bilgisine sahip olmak mümkündür. Öte yandan tane sınırları, yüzey topografyası, ikincil fazlar, elektron demeti şartları, numune hazırlama ve kamera ayarları gibi pek çok etken de bant kontrastını etkileyen faktörler arasındadır. Bu sebeple, mikroyapısal bileşenlerin, dislokasyon yoğunluğunun ya da gerinme miktarlarının kesinliği için yukarıda belirlenen parametrelerin optimizasyonu

gerekmektedir [51, 52].

Bant kontrastı (BC) ticari EBSD sistemlerinde desen kalitesini ifade ederken bant slobu (BS) ise desenin bant sınırlarındaki maksimum yoğunluk farklılığı olarak değerlendirilir. Diğer bir deyişle BC gürültüye göre sinyal yoğunluğu iken BS ise bant kenarındaki yoğunluğun eğimidir. Bu yüzden yüksek kaliteli desenler parlak bantlar ve keskin bant sınırları ile ifade edilir. Bu iki parametrenin formülasyonu EBSD sistemlerine ve Hough dönüşümünün değerlendirilmelerine göre değişiklik göstermektedir. Kang ve arkadaşlarına göre, BS latis hatalarına ve az yönlenmeye bile yüksek hassaslık göstermesinden dolayı BC' ye göre daha güçlü bir faz kontrastı sağlamaktadır. Böylece faz ayrımı için gerekli olan eşik değeri daha kolay bir biçimde tespit edilir. [53]. BS' nin en büyük dezavantajı ise martenzit gibi yapılarda zayıf kırınımına uğrayan fazlardan dolayı tam indeksleme gerçekleşmemesidir [54].

3.1.4.6 Bölgesel yönlenme farkı

Ferrit ve beynit yapılarının her ikisinde de hacim merkezli kübik yapıya sahip olduklarından bu fazların ayırt edilmesi oldukça zordur. Bu yapıların arasındaki en ayırt edici fark ise östenitin dönüşümü sırasında beynitik fazda oluşan dislokasyonlardır. İşte bu yüksek yoğunluklu dislokasyon bölgeleri desen kalite haritasının yanısıra tanelerin bölgesel yönlenme farkı, diğer adıyla Kernel ortalama yönlenme farkı haritası (KAM) ile de belirlenebilir. Zaefferer' e göre görüntü kalitesinden yola çıkarak beynit ve ferriti ayırt edecek kesin bir eşik değeri belirlemek mümkün olmadığından dolayı beynitik dönüşüm sırasında gerçekleşen küçük oryantasyonlar kullanılarak yapılan KAM yöntemi ile beynit ve ferriti ayırt edilmelidir [52].

3.2 Geçirimli Kikuchi Kırınımı (TKD)

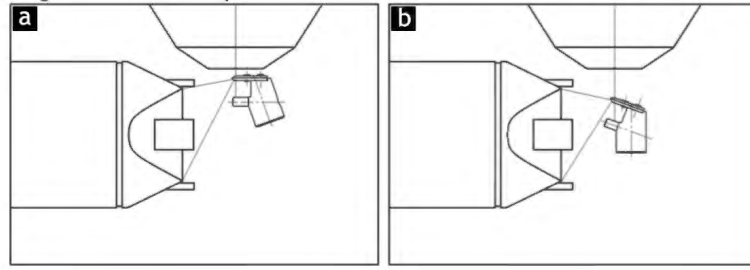
Son zamanlardaki teknolojik gelişmelere rağmen EBSD tekniği ile nano seviyedeki malzemelerin incelenmesi çözünürlüğün 25-100 nm olmasından dolayı sınırlıdır. Bu yüzden tane boyutu 100 nm altında olan malzemelerin EBSD ile kesin bir biçimde incelenmesi yetersiz olmasından dolayı SEM-EBSD temelli bir teknoloji olan ancak numune yüzeyinden yansıyan değil de numunenin içerisinden geçen elektronların toplandığı bir sistem geliştirilmiştir. Bu tekniğe geçirimli EBSD (t-EBSD) ya da geçirimli Kikuchi kırınımı (TKD) adı verilmiştir. t-EBSD yöntemiyle 10 nm altında hacimsel çözünürlük elde etmek mümkündür. Böylece hem nano yapıları hem de yüksek oranda deforme olmuş malzemelerin EBSD karakterizasyonu yapılabilmektedir.

TKD numunelerinin hazırlanış yöntemi TEM numunesi ile aynıdır. Bu amaçla genel olarak elektrolitik parlatma, iyon inceltme ve FIB yöntemleri kullanılmaktadır. Numune kalınlığı kritik olup en iyi sonuçlar 50-150 nm arasında elde edilmektedir.

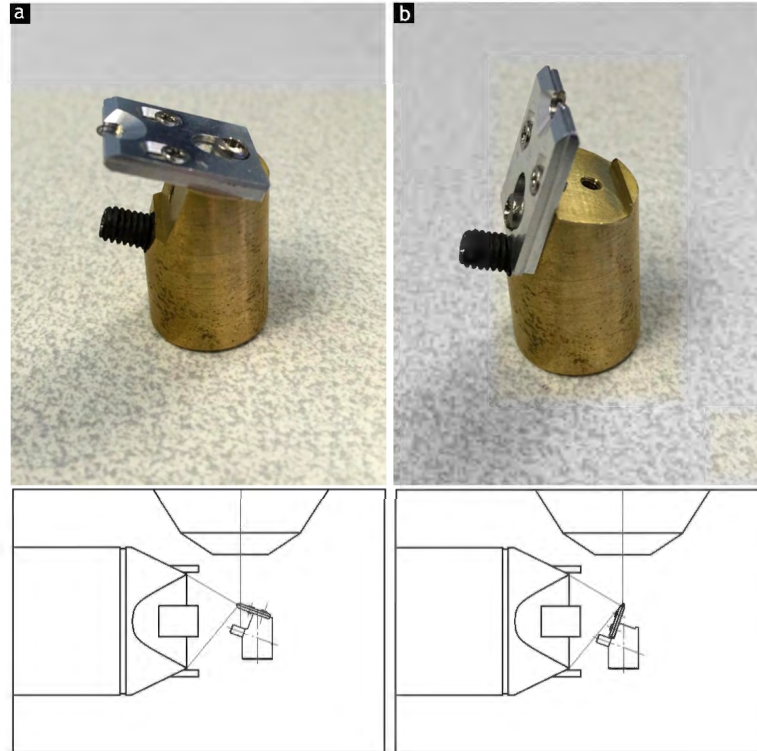
İncelenecek olan numune SEM haznesine yatay konumda, EBSD fosfor dedektörünün üst kısmı ile aynı hizaya gelecek şekilde konular. Çalışma mesafesi genel olarak 5-10 mm arasındadır.

Şekil 3.16' da numunenin t-EBSD modunda numunenin iki farklı biçimde konumlandırıldığı görülmektedir. İlk şekilde (a) numune fosfor ekrana paralel olarak konumlandırılmıştır ve çalışma mesafesi kısadır. İkinci şekilde ise (b) numune fosfor ekrana 20° ' lik açı ile konumlandırılmış olup çalışma mesafesi daha uzaktır. Çalışma mesafesi arttıkça elektron demetinin boyutu artmakta ve kırınım desenini yenecek bir genişliğe ulaşmaktadır.

Şekil 3.17' de ise standart EBSD ve t-EBSD modunda numunenin elektron tabancası ve EBSD dedektörüne göre olan konumlar gösterilmiştir.



Şekil 3.16. TKD modunda numunenin farklı konumları (a) fosfor ekrana paralel, kısa çalışma mesafesi (b) fosfor ekrana (20°)'lik açı ile konumlandırılmış, orta çalışma mesafesi



Şekil 3.17. (a) TKD (b) EBSD modlarında numunenin konumlandırılması

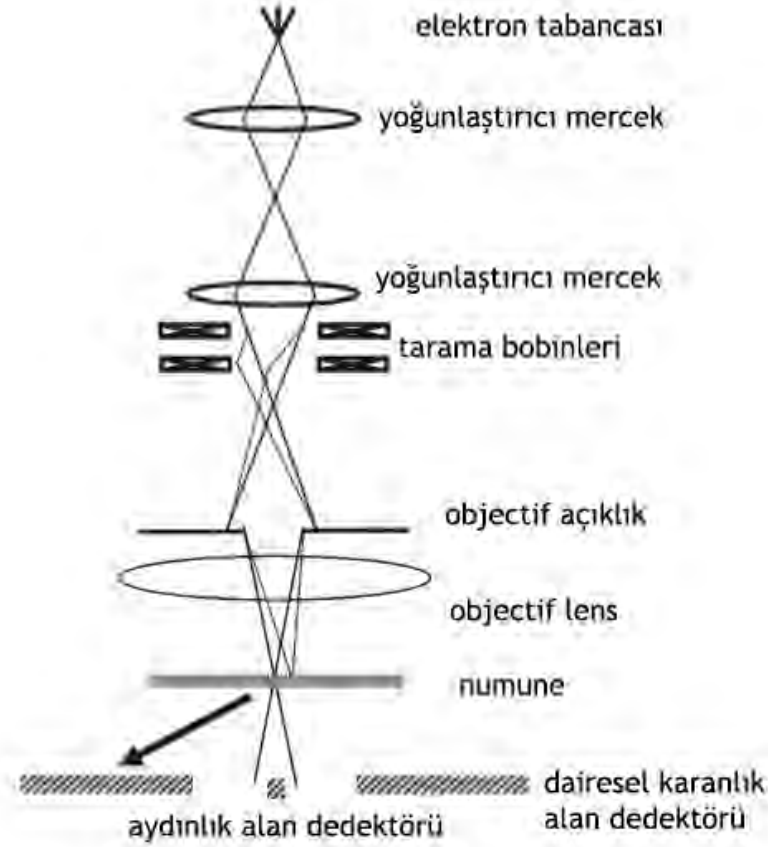
3.3 Taramalı Geçirimli Elektron Mikroskobu (STEM) Tekniđi

STEM tekniđi nano yapıların karakterizasyonu için çok deđerli bir araç olup farklı görüntüleme modları ile elementel kompozisyon ve elektronik yapı hakkında en üst düzeyde bilgi sağlamaktadır. Normal taramalı elektron mikroskobu ile aynı çalışma prensibine sahip olan STEM ile belirli bir noktada odaklanmış elektron demetinin numuneyi taraması sonucu elde edilen sinyaller toplanarak görüntü elde edilmektedir. Tıpkı SEM' de olduđu gibi STEM' de de ikincil ya da geri yansıyan elektronlar kullanılabilir. Ancak bu teknikte SEM' den farklı olarak elektron geçirgenliğini sağlamak amacıyla ince numune ve yüksek hızlandırma voltajı kullanılmaktadır. Bu yüzden de SEM' e göre numuneden geçen elektronlar yüksek hacimsel çözünürlük ve sinyal seviyesi ile dedektöre ulaşmaktadır [55, 56]. STEM sisteminde aydınlık alan (BF) ve karanlık alan (DF) olmak üzere iki ana dedektör bulunmaktadır. BF dedektörü geçirime uğrayan elektronları tespit ettiğinden dolayı delikler parlak olurken DF dedektörü geçen elektronları dahil etmediğinden dolayı delikler koyu olarak görülmektedir. Karanlık alan dedektörleri de kendi içinde topladığı açığa göre yüksek açılı (HAADF) orta açılı (MAADF) gibi şekillere ayrılmaktadır. Her iki dedektör de aynı anda çalıştırılarak numuneden farklı ve birbirini tamamlayan görüntü elde edilmekte ve böylece her taramada maksimum bilgi elde edilmektedir.

STEM dedektörü taramalı elektron mikroskoplarına kolaylıkla uyarlanabilmesine rağmen, geçirimli elektron mikroskoplarındaki STEM tekniđi ile çok daha yüksek hızlandırma voltajına ulaşıldığından dolayı yüksek enerjili elektronların numuneye daha fazla nüfuz etmesinin yanısıra düşük elektron dalgaboyu sayesinde daha yüksek hacimsel çözünürlük elde edilmektedir. Böylece nano yapılı malzemelerin içerisindeki atomik dizilimler de görüntülenebilmektedir.

Şekil 3.18' de STEM tekniđinde görüntü oluşumu gösterilmiştir. Elektron kaynağından hızlandırılan elektronlar yoğunlaştırıcı ve objektif lensler yardımıyla tek bir noktada toplanır. Objektif açıklığı tarama bobinleri tarafından numune boyunca taranan demetin aydınlatma açısını sınırlandırır.

Görüntü oluşumunda birden fazla dedektör kullanılarak tamamlayıcı bilgiler doğrultusunda numuneye farklı açılardan bakılabilir. Klasik STEM' dedektörü numuneden geçen elektronların kesiştiđi BF ile geçen elektronların etrafını çevreleyen saçınan elektronların toplandığı dairesel karanlık alan (ADF) dedektörlerini içermektedir. Dedektörün iç açısı gelen elektron demeti konisinin dışarisından ileri numune mercekleri ile deđiştirilmesiyle saçınan elektronların toplanmasında maksimum verimlilik sağlanmaktadır. Bu açının bir kaç katına çıkarılması ile görüntü kontrastı atom numarasına (Z) bađlı olarak iyileşmektedir. Buna Z- kontrastı ya da yüksek açısız karanlık alan (HAADF) olarak adlandırılır.



Şekil 3.18. STEM' de görüntü oluşumu [57].

STEM' de yukarıda belirtilen dedektörlerin dışında diğer dedektörler de kullanılabilir. EDX, SE, katodoluminesans ya da elektron beam - induced current dedektörlerinin hepsi görüntü oluşturma amaçlı kullanılabilir. Fakat bu dedektörlerde elde edilen sinyaller daha az yoğunluğa sahip olduklarından dolayı nanoyapılarda net ve yüksek çözünürlüklü görüntü elde etmesi zorlaşmaktadır. Üstelik yeterli sinyal gürültü oranı elde etmek amacıyla elektron enerji kaybı spektrometresi (EELS) de STEM' in bir parçası olarak kullanılabilir.

Merceklerde meydana gelen geometrik sapmaların düzeltilmesiyle beraber son zamanlarda STEM' de iki katından daha fazla çözünürlüğe ulaşılabilmektedir. Kristallerde Angstrom altı çözünürlükteki ilk görüntü ise 300-kV STEM modunda elde edilmiştir [58].

4 AMAÇ VE ÖNEM

4.1 API X70 Petrol Boru Çeliklerinde Yapı Özellik İlişkileri

4.1.1 Mikroyapısal bileşenlerin mekanik özelliklere etkisi

Demir-karbon denge diyagramında en çok çalışılan hacim merkezli kübik ferrit ile yüzey merkezli kübik östenit yapılarının kristal yapı farklılıklarından dolayı ayırt edilmesi oldukça kolaydır. Ancak, ferrit, beynit ve martenzit gibi aynı kristal yapıya sahip olan yapıların kristal yapı farklılıklarına göre ayırt edilmesi oldukça zordur. Örneğin ferrit - martenzit yapıları çift fazlı çeliklerin X- ışınları ya da nötron difraksiyonu ile karakterizasyonunda yapıdaki martenzit sadece ferrit piklerinin genişlemesine yol açacaktır [59]. Bu sebepten dolayı her fazın hacim oranını yeterli güvenilirlikle belirlemek zor bir işlemdir. Bu durum yapıda beynit fazı olduğu durumlarda daha da zor bir hale gelmektedir [60]. Böyle durumlarda normal EBSD şartları ile de bu yapıların belirlenmesi mümkün değildir [54].

Diğer taraftan, ferrit, martenzit ve beynit yapıları farklı latis distorsiyonuna ve dislokasyon yoğunluklarına sahip olduklarından dolayı kırınım desen kalitesinin artan dislokasyon yoğunluğu ile azaldığı kabul edilmiştir [31, 54]. Bu durumda ferrit yapısından elde edilen Kikuchi bantlarının kalitesinin beynit ve martenzite göre daha iyi olduğu görülmüş ve bu durum mikro ve nano sertlik testleri ile de doğrulanmıştır [61].

Waterschoot [62] a göre görüntü kalitesi sayısallaştırıldığı takdirde, gerinme miktarını ölçmek, aynı nokta grubuna sahip faz bileşenlerini ayırt etmek ya da ölçümlerin kesinliğini belirlemek mümkün olabilecektir. Wright ve arkadaşları [63] ise geleneksel görüntü kalitesinden yola çıkarak tane sınırları ve gerinmenin belirlenebileceğini; Kikuchi bant yoğunluğundan yola çıkarak ise topolojik özellikler ve faz kontrastlarının ayırt edilebileceğini ortaya koymuşlardır.

Daha ötesinde Wilson ve arkadaşları [64] ise bant kontrast değerini kullanarak duplex çelikte ferrit ve martenziti eşik desen kalitesi değeri kullanarak ayırmayı başarmışlardır. Bu çalışmada incelenen yapıların numunenin desen kalitesi düzgün bimodal dağılım gösterdiğinden dolayı iki pikin birbiri ile karşılaştığı vadi noktasında eşik değeri kolayca seçilebilmiştir. Ancak bu noktada karşılaştığımız en büyük soru ise bu yöntemin farklı çelik türlerinde uygulanıp uygulanamayacağıdır. Ne yazık ki bant kontrast değeri malzemenin malzemeye farklılık gösterir ve çoğu malzemede bu ayrımı yapmanın hiç de kolay olmadığı görülmüştür.

Beynitik fazın ferrite göre daha fazla barındırdığı latis hatalarının daha düşük desen kalitesine sahip olmasından yola çıkan Hutchinson ve Petrov bant kontrastı ve güvenilirlik indeksini kullanarak beynitik ve ferritik fazları ayırt etmek için çalışma

yapmışlardır [65, 31]. Fakat, bant kontrastı ve güvenilirlik indeksinin numunedeki safsızlık, yönlenme ve numune hazırlama gibi parametrelerden de etkilendiği için bu yapıların ayrımının yapılmasının kesin sonuçlar vermeyeceğini ifade eden Zafferer [52] beynitik dönüşüm sırasında oluşan küçük yönlenme farklılıklarından yola çıkarak geliştirilen KAM tekniğinin beynit ve ferriti ayırmada başarılı bir yöntem olduğunu belirtmiştir [52].

Daha sonraki yıllarda Wu ve arkadaşları [61] Gaus piklerini kullanarak ferrit yapısının belirlenmesinde sayısallaştırma işlemini olumsuz etkileyen tane sınırı etkisini azaltan bir normalizasyon işlemi uygulamışlardır. Böylece, her fazın hacim oranının pik alanından hesaplanabileceğini ifade etmişlerdir; ancak bu yöntem ile görüntü kalitesi ve mikroyapı haritaları arasında bir bağlantı kurulamadığını ifade eden Zhu [66], piksellerin konumu ve yönlerinden gelecek bilgilerin de kaybolacağından dolayı yapılan analizlerin sağlıklı olmayacağını belirtmiştir. Bu sebeple Zhu yaptığı çalışmada aynı taneye sahip olan piksellerin farklı fazlar olarak algılanmasını önlemek için ortalama tane bant slobu tekniğini kullanarak beyniti ferritten ayırmıştır. Kang ve arkadaşları da yine fazların piksel birimleri olarak değil de tane birimleri ile ayırmının daha doğru sonuçlar verdiğini ortalama bant kontrast fonksiyonlarını kullanarak ifade etmişlerdir [60].

Tüm bu çalışmalar neticesinde, API X70 petrol boru çelikleri içerdikleri karmaşık yapılarından dolayı BC değerinden yola çıkarak mikroyapısal bileşenlerine net bir şekilde ayıramadığı, dolayısıyla miktarsallaştırma işleminin sağlıklı bir şekilde yapılamadığı görülmektedir. İşte bu sebeple **bu çalışmada** API X70 çeliğinde mikroyapısal bileşenler EBSD desen kalite haritasındaki BC değerine göre ferrit, beynit ve martenzit gibi isimlendirilmek yerine içerdikleri dislokasyon yoğunluklarına göre düşük, orta ve yüksek dislokasyon yoğunluğu olarak sınıflandırılmıştır. Üç farklı sarılma sıcaklığında elde edilen numunelerde bu sınıflandırma sonucu elde edilen miktarlar, tane boyutu, yönlenme ve tane sınırı karakteristikleri ile de bağdaştırılarak akma ve çekme mukavemeti, sertlik, Charpy darbe tokluğu ve düşen ağırlık yırtılma testi (DWTT) arasındaki ilişki ortaya konulmuştur.

4.1.2 Tane yönlenmesi ve tane sınırı karakteristiği dağılımının mekanik özelliklere etkisi

Arafin ve ve Szpunar [67] API X65 kalite çeliğinde yönlenme ve tanelerarası gerilme korozyon çatlağı (IGSCC) ilerlemesi ve durdurulmasında tane sınırı karakteri etkilerini ortaya koymuşlardır. Bu araştırma sonucunda petrol boru çeliklerinde IGSCC ye etki eden tane sınırı karakterinin yanı sıra dokuya bağlı çatlak resistansı ile ilgili yeni anlayışlar kazanarak mükemmel IGSCC dirençli çeliklerin üretimine

rehberlik etmişlerdir. Bu bağlamda sonuçlar, tane sınırı karakterinin, tanelerarası stres korozyon çatlamasında önemli rol oynadığını göstermiştir. LAGB ve CSL taneleri ($\Sigma 11$, $\Sigma 13$ ve $\Sigma 5$) çatlak dirençli iken rastgele ve HAGB taneleri çatlak oluşumuna yatkındır. Ayrıca, $\Sigma 13$ üzeri tane sınırlarının gözle görülür IGSCC çatlak direncine sahip olabilecekleri gözlenmemiştir. Özetle, IGSCC oluşumu ve ilerlemesinin ya yüksek oranda LAGB ve CSL tane sınırları ile ya da doku kontrolü ile önlenebileceği belirlenmiştir..

Venegas ve arkadaşları [68] API X46 kalite çeliğinde mikroyapı, doku ve tane sınırı dağılımının hidrojen nedenli çatlamalara olan etkisini incelemişlerdir. Bu çalışma sonucunda, çatlak ilerlemesinin taneler arasında HAGB ile sağlanırken tane içinde ise 001 düzlemi ve $112\langle 111 \rangle$ ile $123\langle 111 \rangle$ kayma düzlemleri ile gerçekleştiği görülmüştür.

Watanabe [69] Ni3Al' da yaptığı araştırmada tane sınırlarının türü ve yapısı ile kırılma davranışı arasında lineer bir ilişki olduğunu ifade etmiş ve artan LAGB, $\Sigma 1$ ve $\Sigma 3$ tane sınırları ile sünekliğin arttığını göstermiştir.

Literatürdeki bir kaç çalışma da $\Sigma 3$ oranı fazla olan malzemelerin yüksek kırılma dayanımına sahip olduğunu desteklemektedir [70, 71, 72].

Castro ve arkadaşları [73] ise termomekanik olarak haddelenmiş X80 çeliklerinde CSL tane sınırlarının mukavemeti nasıl etkilediğini araştırmışlar ve termomekanik haddelemenin mukavemet arttırıcı $\Sigma 3$ ve $\Sigma 11$ tane sınırlarını arttırırken $\Sigma 5$, $\Sigma 7$ ve $\Sigma 9$ tane sınırı miktarını azalttığını gözlemlemişlerdir.

Pek çok çalışmada malzemelerin tane sınırı türleri, miktarı ve doku yapıları incelenmiş olmasına rağmen X70 kalite petrol boru çeliklerinde Charpy darbe direnci ve düşen ağırlık yırtılma direnci başta olmak üzere mekanik özellikleri ilinti kuran herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu sebeple, **bu çalışmada** X70 çeliklerinin termomekanik haddeleme sırasında maruz kaldığı farklı haddeleme ve sarım sıcaklıklarının Charpy darbe ve düşen ağırlık yırtılma direnci başta olmak üzere mekanik özelliklere olan etkisi doku ve tane sınırı karakteristikleri ile bağdaştırılması amaçlanmıştır.

4.1.3 STEM tekniği ile X70 çeliğinde yapı özellik ilişkisi kurulması

Tao ve arkadaşları [74] X100 petrol boru çeliklerinde Nb, Ti ve V çökeltilerinin mukavemet arttırma mekanizmasına olan etkilerini incelemişlerdir. Bu çalışmada çökeltilerin basit ve karmaşık olarak farklı boyutlarda homojen olarak dağıldığını, artan tane boyutu ile Nb/Ti oranının azaldığını ve Ashby Orowan modeline göre çökeltilerin 52 MPa kadar mukavemet artışı sağladığını belirlemişler, böylece bu mekanizmanın diğer mekanizmalara göre çok da dominant olmadığı sonucuna varmışlardır.

Qi [75] X100 çeliğinde yaptığı yerinde TEM-plastik deformasyon testi incelemesinde ilk olarak quasipoligon ferritin deforme olduğunu, daha sonra iğnemi ferrit ve granular beynitin deforme olduğunu belirtmiştir. Ayrıca, deformasyon sırasında ilk mikro çatlakların M/A bileşeninden başladığını, dolayısıyla M/A bileşenlerinin boyutu, sayısı ve dağılımının önemli olduğunu ifade etmişlerdir. Son olarak, deformasyon öncesi 110 <111> yönünde yönlenmiş tanelerin deformasyon sonrası 110 <112> yönünde yönlendiklerini ifade etmişlerdir.

Li [76] yaptığı çalışmada artan soğutma süresi ile uzanmış M/A bileşeni iri hale geldiğine tokluğun önce artıp sonra azaldığı sonucuna varmıştır. Öte yandan, azalan soğutma süresi ile çita beynitin granular beynite dönüşerek tokluğu olumlu etkilediğini; hızlı soğuma sebebiyle ise oluşan M/A bileşeninin tokluğu düşürdüğünü rapor etmiştir. Dahası Li' ye göre tokluğu olumsuz etkileyen diğer bir bileşen ise kaba beynit demetleridir.

Zhou ve arkadaşları [77] X70 çeliğinde farklı boyutta ve şekildeki çökelti ve inklüzyonların kırılma tokluğu üzerindeki etkisini inceleyerek yüksek sarım sıcaklığında granüler beynit oluşumu gözlenirken, düşük sarım sıcaklığında ise iğnemi ferrit yapısının meydana geldiğini ve böylece kırılma tokluğunun arttığı sonucuna varmışlardır.

Haskel, X70 kalite çelikte darbe testi sırasında kırılma etkisi ile oluşan delaminasyon mekanizmalarını inceleyerek çatlak tutucu ve çatlak bölücü iki mekanizma olduğunu göstermişlerdir. Çatlak tutucu delaminasyon çentiğe paralel iken, çatlak bölücü delaminasyonun çentiğe dik olduğunu göstermişlerdir. Ayrıca her iki delaminasyonun üst kabuk enerjisini arttırdığını ve azalan sıcaklıkla bu delaminasyonların kaybolduğunu belirtmişlerdir [78]

Çökelti elementlerinin malzemenin mukavemetine etkisinin olup olmadığını incelemek amacıyla çökeltilerin atomik seviyede karakterize edilmesi gerekmektedir. Bu amaçla daha düşük sapmaya (aberration-corrected) sahip olan yüksek açılı dairesel taramalı geçirimli elektron mikroskobu (HAADF-STEM) tekniğinin pek çok avantajı vardır. HAADF-STEM çok yüksek hacimsel (spatial) çözünürlük sağlamanın yanısıra geleneksel yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskoplarına (HRTEM) göre objektif mercekle odak ayarsızlığından ve numune kalınlığından daha az etkilenmektedir. Bu teknikte ayrıca daha ağır atomların daha parlak görüldüğü atomik numara kontrastı (Z-kontrast) özelliği bulunmaktadır. Bu teknik sayesinde demir matrisi içinde bulunan Ti ve V çökelti elementleri daha düşük kontrasta sahip olurken Nb ve Mo gibi çökelti elementleri ise daha yüksek kontrasta sahip olacaktır [79].

Wang ve Atrens [80] stres korozyon kırılması mekanizmasını anlamak için X70 mikroyapısını ve tane sınırı karakteristiğini analitik mikroskop (STEM modu) ile

incelemişlerdir. Yapıda ferrit, ferrit tane sınırlarında karbürler, biraz perlit ve ferrit tanelerinin içerisinde Ti, Nb, V ve N elementlerinden oluşan karmaşık karbo-nitrür (Ti, Nb, V) (C, N) çökeltileri gözlemlemişlerdir. Ayrıca tane sınırlarındaki karbon ayrışmasının taneler arası stress korozyona sebep olduğu yönünde güçlü kanıtlar bulmuşlardır.

Ancak literatürde X70 çeliğinde oluşan bu çökeltilerin mekanik özelliklerine olan etkisini inceleyen bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu **çalışmanın amacı** mikroalaşım elementlerinin oluşturduğu (Ti, Nb, V) (C, N) çökeltileri geçirimli elektron mikroskobu tekniği olan STEM modunda yüksek çözünürlükte atomik seviyede belirleyip kimyasal analizle ağırlıkça oranlarını tespit ederek malzemenin akma ve çekme mukavemeti, sertlik, Charpy darbe tokluğu ve düşen ağırlık yırtılma testi (DWTT) arasındaki ilişkiyi ortaya koymaktır.

4.2 EBSD Analizinde Numune Hazırlama Yöntemleri ve Mikroskop Parametrelerinin Görüntü Kalitesine Olan Etkisi

EBSD analizi, kristal yapıdan kırınıma uğrayan elektron sinyalleri yüzeyin birkaç nanometre derininden geldiklerinden dolayı yüzey hassasiyeti gerektiren bir uygulamadır. Numune yüzeyi ne kadar düz ve parlak olursa fosfor ekrana düşen kırınım desenleri de o kadar kaliteli olur. Bu durum kısım 3.1.4 'de belirtilen ölçümleri önemli derecede etkilemektedir. Bu sebeple, numunede deformasyonun, çiziklerin, yüzey pürüzlülüğünün ve safsızlıkların minimum seviyede olması gerekmektedir. EBSD uygulamaları için kullanılan pek çok numune hazırlama yöntemi vardır. Bu yüzden her kompozisyon ve kristal sistem için farklı numune hazırlama tekniğinin belirlenmesi gerekir. Numune hazırlarken elektriksel iletkenliğin az olmasından kaynaklanan şarjlanmalara, yüzeyde oluşan gerinme ve deformasyonlara, analiz öncesi numune yüzeyinin temizliği ve çevresel etkilerden dolayı oluşabilecek çiziklere dikkat edilmelidir.

Mekanik, elektrolitik ve kesit parlatma ile iyon demeti inceltmesi EBSD analizlerinde yaygın olarak kullanılan numune hazırlama yöntemleridir. Bu tezde yukarıda sayılan parlatma yöntemlerinin hepsi kullanılmış olup incelenen numunelerin metalik, yani iletken olmasından dolayı elektrolitik parlatmaya daha fazla ağırlık verilmiştir.

Wynick ve arkadaşları [81] Inconel 718 alaşımında (Al_2O_3) süspansiyonu ile parlatma ve sonrasında yapılan elektrolitik parlatmanın koloidal silika ile daha uzun süre ve daha dikkat gerektirerek yapılan mekanik parlatmadan daha iyi sonuç verdiğini ve EBSD analizi için daha iyi bir yüzey oluşturduğunu gözlemlemişlerdir. Ayrıca, yüzey topografyası ve mikro gerinmelerin de EBSD desen kalitesine olan etkilerini inceleyerek, yüzey topografyasının desen kalitesine herhangi bir etkisi yokken mikro gerinmelerin EBSD desen kalitesini baskın bir şekilde etkilediğini

ortaya koymuşlardır.

Beşyüz nanometre altı parçacıklar için atom numarası ve yoğunluğun EBSD desen kalitesine olan etkilerinin incelendiği başka bir çalışmada [82] ise, uyumsuz saçınan elektronların gürültüye sebep olduğu ifade edilmiş, çözüm olarak da alt kısmı boş bir numune tutucu tasarlanması öngörülmüştür. Bu sayede yapılan EBSD analizi sonucunda elde edilen kırınım desenlerinin sinyal - gürültü oranıyla doğrudan ilişkili olduğu sonucuna varılmış ve karşılaşılan kötü desen kalitesinin en baskın sebebinin bu parçacıkların altına geçen elektronlardan kaynaklanan gürültü olduğu ifade edilmiştir.

Geleneksel EBSD tekniği ile 300 nm ve altındaki ince numunelerde yüksek kalitede kırınım deseni elde etmek oldukça zor ya da imkansız olduğundan dolayı Geiss ve akadaşları [83] ise EBSD dedektörünü numunenin alt kısmına yerleştirerek InGaN nanotellerde taramalı elektron mikroskopunda geçirimli EBSD incelemesi yapmışlardır. Bu çalışma sonucunda kırınımına uğrayan elektronların yansıtılması sırasında pek çoğunun saçınımına uğrayarak kaybolmasından dolayı oluşan gürültü ve düşük desen kalitesinin geçirimli EBSD tekniği ile azaltılabileceğini göstermişlerdir.

Bu **çalışmanın amacı** çelik ve yumuşak bir malzeme olan ticari saflıkta Al folyo malzemelerinde daha kaliteli ve güvenilir EBSD verileri elde etmek amacıyla numune hazırlama ve mikroskop parametreleri optimizasyonu gerçekleştirmektir. Bu bağlamda farklı mekanik ve elektrolitik parlatma teknikleri uygulanarak numune yüzeyindeki kusurları en aza indirmenin yanısıra numunenin derinden gelen ve kırınımına uğramamış elektronları toplamamak amacıyla hazırlanan TEM numunesinin EBSD analizini yaparak desen kalite haritasında bant kontrastı (BC) ve çözümlenen alan miktarına olan etkilerini diğer geleneksel yöntemlerle karşılaştırmaktır.

5 DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1 X70 Petrol Boru Çeliklerinin Üretimi

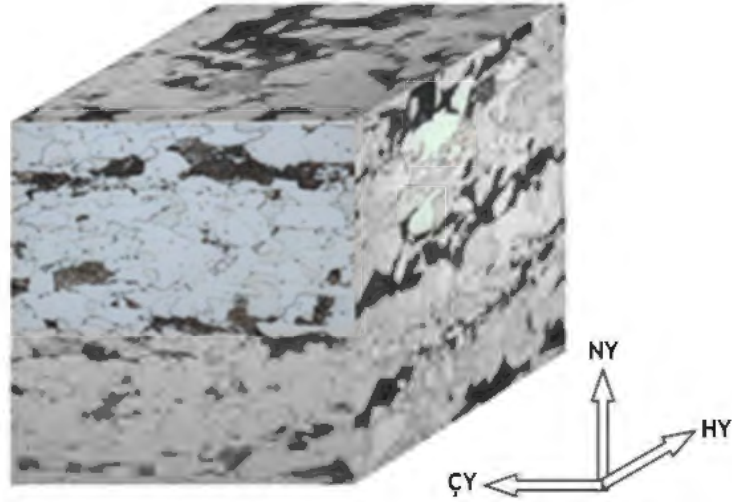
Ereğli Demir Çelik Fabrikaları T.A.Ş' de termomekanik haddeleme ile üretilen X70 numunelerinin kimyasal kompozisyonu, ikmal ve sarım sıcaklıkları belirtilmiştir. Burada z numunesinde diğer numunelere göre Al ve V gibi tane inceltici alaşım elementlerinin fazla olduğu görülmektedir.

Çizelge 5.1. X70 petrol boru çeliklerinin kimyasal kompozisyonu ve üretim şartları

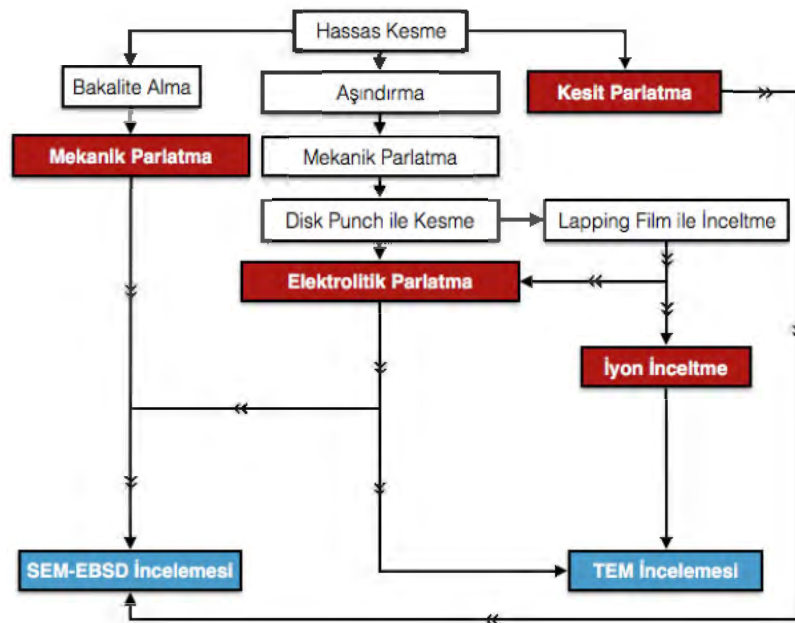
Element (ağ.%)	Numune Kodu		
	x	y	z
C	0,08	0,07	0,07
Mn	1,6	1,6	1,6
Si	0,15	0,17	0,16
P	0,01	0,02	0,01
S	60 ppm	60 ppm	30 ppm
Al	0,01	0,01	0,02
V	0	0	0,01
Ti	0,008	0,021	0,012
Nb	0,09	0,09	0,09
Mo	0,24	0,24	0,18
Ca	0,002	0,001	0,001
N	0,004	0,005	0,007
Cu	0,03	0,04	0,03
Ni	0,2	0,2	0
Cr	0	0	0,3
Ceq	0,4	0,4	0,4
İkmal Sic. (°C)	898	875	816
Sarım Sic. (°C)	479	462	514

5.2 Numune Hazırlama

X70 petrol boru çelik numuneleri ışık mikroskopunda, EBSD ve sertlik ölçümlerinin gerektirdiği üzere normal (NY), haddeme (HY) ve çapraz (ÇY) olmak üzere (Şekil 5.1) üç farklı yönden hassas kesme cihazı ile kesilmiştir. Daha sonra, (Şekil 5.2)' deki adımlar izlenerek gerekli incelemeler yapılmak üzere hazır hale getirilmiştir.



Şekil 5.1. SEM-EBSD ve TEM incelemeleri için numune hazırlama yönleri [84]



Şekil 5.2. SEM-EBSD ve TEM incelemeleri için numune hazırlama aşamaları

5.2.1 Mekanik parlatma ile numune hazırlama

SEM- EBSD incelemesinin uzun saatler sürmesinden dolayı analiz sırasında oluşabilecek şarjlanma ve görüntüdeki kaymalar büyük sorun teşkil etmektedir.

Hazırlanan numunenin kalıpsız ve olabildiğince küçük olacak şekilde numune tutucusuna yerleştirilmesi analizi daha sağlıklı hale getireceğinden dolayı numuneler tekrar çıkartılmak amacıyla soğuk kalıba alınmıştır. Numuneler Çizelge 5.2’de gösterilen metodla otomatik parlatma cihazında (Struers Tegrapol-25) mekanik olarak parlatılmıştır.

Çizelge 5.2. X70 çelikleri için uygulanan mekanik parlatma prosedürü.

Kullanılan Kağıt/ Keçe	Sıvı/Çözelti	Süre (dakika)	Dönme Hızı (devir/dk)	Kuvvet (N)
SiC- Kağıt 320	Su	1	300	30
Largo	9 µm	10	150	30
Dac	3 µm	5	150	30
Dac	3 µm	5	150	15
Nap	1 µm	5	150	10
Chem	0,25 µm	5	150	10

5.2.2 Dağlama

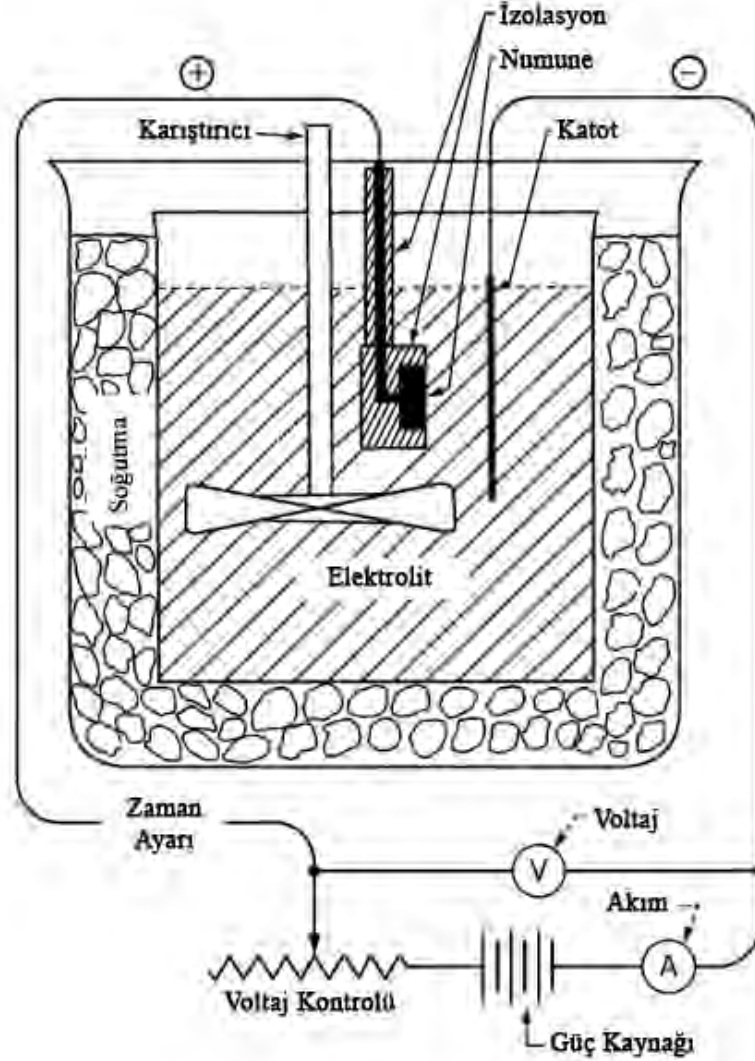
Işık mikroskopunda ve sertlik incelemeleri için mekanik parlatma işlemi sonrası iki farklı dağlama rejimi uygulanmıştır. İlk dağlama işlemi %5 nitrik asit (HNO_3), %95 etanol kullanılarak yaklaşık 15-20 saniyelik daldırma işlemi yapılmıştır. Diğer dağlama işlemi ise beynitik ve martenzitik fazların belirlenmesi açısından Zakerina ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada [29] belirtildiği gibi %4'lük pikral (100 ml etanol içerisinde 4 g pikrik asit) ile 60 saniyelik ön dağlama sonrası %10' luk sodyum metabisülfid (100 ml saf su içerisinde 10 g ($Na_2S_2O_5$) çözeltisi ile 15 saniyelik renkli dağlama işlemi yapılmıştır

5.2.3 Elektrolitik parlatma ile numune hazırlama

Aluminyum, titanyum, zirkonyum, niyobyum gibi düşük sertliğe sahip saf malzemelerin mekanik olarak parlatılması, kullanılan aşındırıcı taneciklerin numune yüzeyine gömülerek çizmesinden dolayı oldukça zor bir yöntemdir. Bu nedenle mekanik parlatma ile giderilemeyen yüzey çizikleri elektrolitik parlatma yöntemi ile giderilebilmektedir [28]. Elektrolitik parlatma yöntemi ilk olarak 1930 yılında Jacquet ve Figour tarafından bulunmuştur [85]. Bu yöntemin kullanılması için en temel gereksinim malzemenin iletken olmasıdır. Elektrolitik parlatma basit

olmasının yanında oldukça deneyim isteyen bir parlatma yöntemidir.

Elektrolitik parlatma metallerin anodik olarak çözünürken aynı zamanda yüksek enerjili olan pürüzlü yüzeylerinin de parlatılmasını sağlayan bir yöntemdir. Uygun bir elektrolit içine konulan ve anot görevi gören numunenin yüzeyi, uygun bir elektrolitik banyo sıcaklığı, voltaj, akım yoğunluğu ve zaman değerleri ile pürüzsüz ve parlak bir hale gelir.[86].



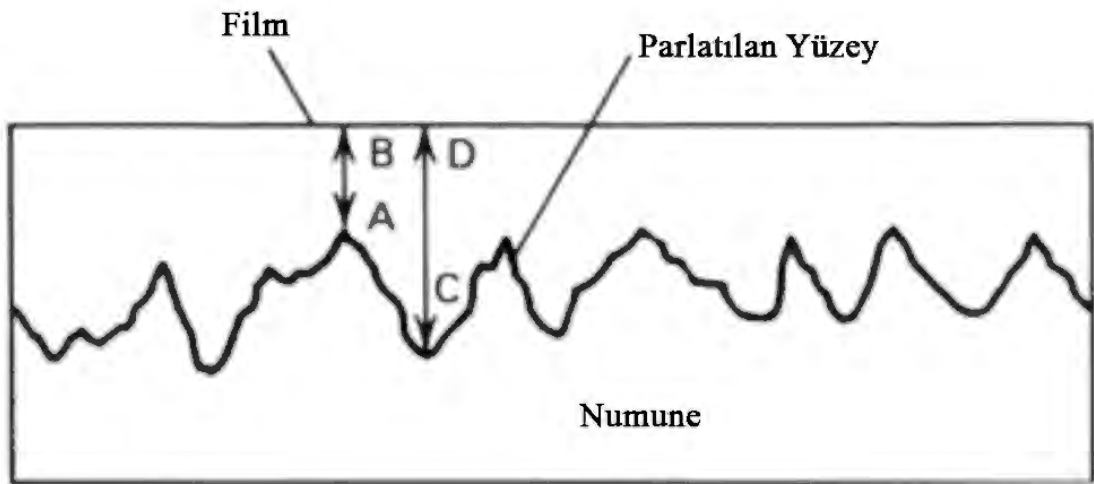
Şekil 5.3. Elektrolitik parlatma düzeneği [87].

Elektrolitik Parlatma ile bazı metaller için mekanik yöntemlerle elde edilmiş yüzeylere eşdeğer ya da daha iyi bir yüzey kalitesi ile hızlı ve tekrar üretilebilir sonuçlar elde edilebilir. Ayrıca büyük parçalar için kesme işlemi gerekmeksizin tahribatsız numune hazırlaması elektrolitik parlatma ile yapılabilir. Son olarak, düşük yüklü sertlik testi, X-ışınları ve elektron mikroskobu çalışmalarında istenilmeyen mekanik işlem sırasında oluşan çizik, ikizleme gibi hataların bulunmadığı, doğru mikroyapıyı gösteren numuneler bu yöntemle elde

edilebilir [87].

Öte yandan elektrolitik parlatmada kullanılan kimyasalların birçoğu uygun kullanılmadığında zehirli ve tehlikelidir. Çok fazlı alaşımlarda her fazın parlama hızı farklı olduğundan dolayı düz olmayan yüzeyler elde edilir.

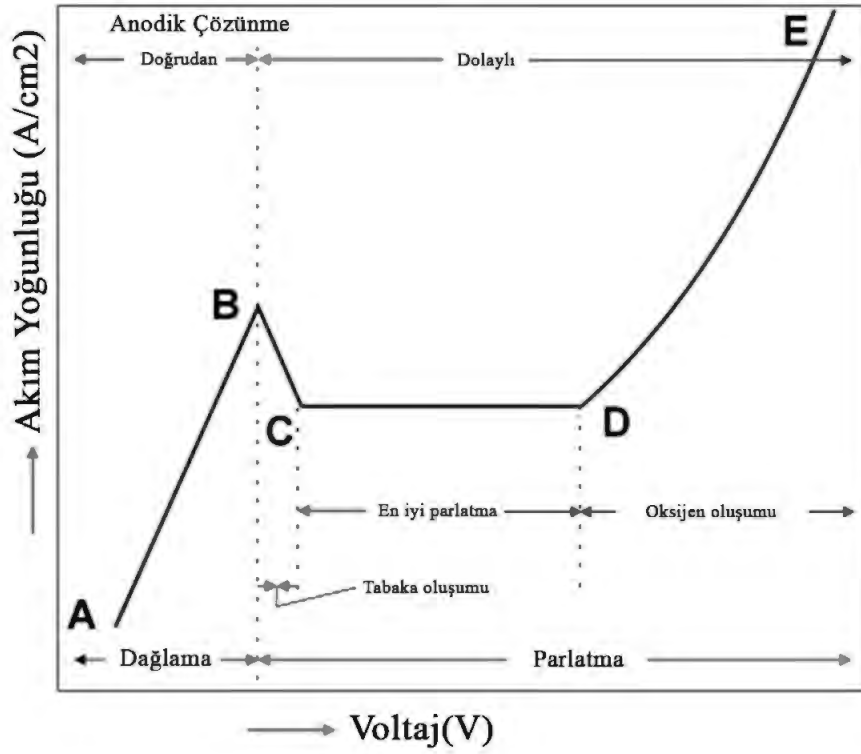
Şekil 5.4' de elektrolitik parlatmanın mekanizması olan anodik çözünme gösterilmiştir. Burada numune yüzeyindeki çıkıntılar tercihli çözünmesi ile yüzeydeki pürüzlerin ortadan kalktığı ve çıkıntılar arasındaki çukurların çözünme hızı çıkıntılı kısımlara göre daha az olduğundan dolayı anodik çözünmeden korunduğu görülmektedir [85].



Şekil 5.4. Elektrolitik parlatma mekanizması [87].

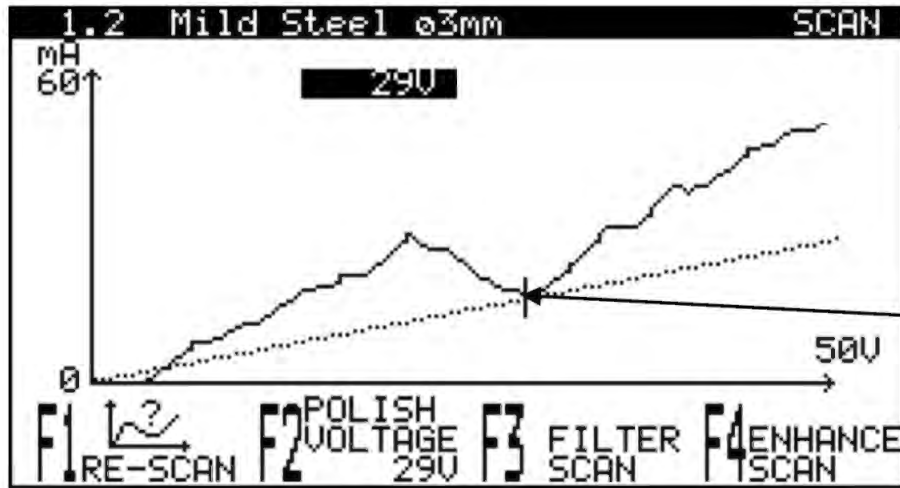
Elektrolitik parlatma işleminin başarılı olarak gerçekleşmesi, uygulanan akım yoğunluğu ile voltaj arasındaki ilişkiye bağlıdır. Değişen voltaj ile beraber akım yoğunluğunun değişmemesi gerekmektedir. Şekil 5.5' te akım yoğunluğunun uygulanan voltaja göre değişimi gösterilmiştir. Buna göre I. bölgede metal doğrudan çözünürken diğer bir yandan metal yüzeyi dağlanmaya başlar. II. bölgede yüzeyde pasivasyon tabakası oluşmaya başlarken artık III. bölgede pasivasyon tabakası karardır ve çözünme işlemi bu pasif tabaka yoluyla gerçekleşir. Bu esnada düşük yüzey alanına sahip bölgelere oranla yüksek yüzey alanına sahip bölgelerin çözünmesi ile yüzey pürüzlülükleri yok olur ve parlatma işlemi gerçekleşir. Eğer voltaj arttırılmaya devam edilirse artık IV. bölgede pasivasyon tabakasında kırılma, yüzeyde oksijen gelişimi beraberinde oyuklanma korozyonu oluşmaktadır [88].

Elektrolitik parlatma işlemi için otomatik kontrollü, dijital program kaydetme özelliğine sahip TEM numunesi hazırlamak için tasarlanan elektrolitik parlatma cihazı (Struers Tenupol-5) kullanılmıştır. Cihazın kendine özgü tarama programı sayesinde (Şekil 5.6) ideal akım yoğunluğu eğrisini elde etmek amacıyla 0-40 V arası tarandı. Yapılan tarama sonrasında edilen eğrinin türevinin en düşük olduğu voltaj



Şekil 5.5. Elektrolitik parlatmada akım yoğunluğunun voltaja göre değişimi [88].

değerinde optimum parlatma gerçekleşmektedir. Böylece yeni malzemelerde voltajı belirlerken, zaman alan deneme yanılma deneyleri yapmak yerine tek bir tarama yeterlidir. [88].



Şekil 5.6. Elektrolitik parlatmada tarama fonksiyonu

Tüm elektrolitik parlatma ve delme işlemlerinde ticari ismi A2 olan % 73 etanol (C_2H_6O) + % 9 2-butoxyetanol ($BuOC_2H_4OH$) + % 4.5 perklorik asit + ($HClO_4$) + %13.5 saf su çözeltisi kullanılmıştır. Elektrolitik parlatma cihazının otomatik tarama özelliği sayesinde optimum voltaj değeri kolaylıkla belirlenmiştir. Elektrolit sıcaklığı

ise çözelti buzdolabında tutularak ve cihazın ısı izolatör ekipmanı sayesinde buz banyosu uygulanarak istenilen düşük sıcaklık değerinde tutulmuştur. Optimizasyon işlemi yapılırken Ünlü'nün yaptığı çalışma da gözönünde bulundurulmuştur [89].

5.2.4 İyon inceltici ile numune hazırlama

EBSD analizinde etkileşim hacminin olumsuz etkilerini giderebilmek için iyon inceltme cihazı (BALTEC, Res 101) ile TEM numunesi şeklinde inceltme için 7 kV tabanca hızlandırma voltajı ve 9 derecelik iyon demeti geliş açısı ile başlanmış ve 5 kV ve 5 derece ile numune hazırlama sonlandırılmıştır. Bu işlem sonucunda 100 nm ve altı kalınlığa sahip numuneler elde edilmiştir.

5.2.5 Kesit parlatma ile numune hazırlama

Kesit parlatma (CP) ile numunenin yüzeyinde oluşan deformasyon en aza indirilmektedir. Ayrıca, CP işlemi optimum koşullarda yapıldığında numune yüzeyi daha pürüzsüz olmaktadır. Böylece EBSD analizi sırasında daha güvenilir Kikuchi desenleri elde edilmektedir. X70 numunesi kesit parlatma işlemi öncesi, numunenin CP cihazına sığması amacıyla sadece hassas kesme cihazı ile kesilmiş, ayrıca herhangi bir yüzey işlemi yapılmamıştır. Daha sonra, CP cihazı ile (Jeol SM-09010) normal yönden 3.5 kV hızlandırma voltajı uygulanarak 12 saat süreyle parlatılmıştır.

5.3 Ticari Aluminyum Folyo Numunelerinin Hazırlanması

Bu çalışmadaki amaç farklı numune hazırlama tekniklerinin EBSD görüntü kalitesine olan etkilerini araştırarak ticari saflıkta Al numunesi için en iyi yöntemi belirlemektir. Yapılan çalışmada Al seçilmesinin sebebi ise sertliğinin düşük olmasından dolayı alüminyumun EBSD analizi için hazırlanmasının oldukça zor olmasıdır. Bu yüzden alüminyum için optimum hazırlama yöntemi elde edildiğinde diğer metalik malzemeler için de hazırlama yönteminin uygulanabileceği varsayılmıştır.

Ticari olarak alınan yaklaşık 110 μm kalınlığındaki Al folyo başlangıç numunesi olarak kullanılarak aşağıda belirtilen yöntemlerle ayrı ayrı hazırlanmıştır.

5.3.1 Sadece mekanik parlatma ile numune hazırlama

Wax ile tutucuya yapıştırılan numune sırasıyla 800, 1000, 1200, 2000 grid zımparalar ile aşındırıldıktan sonra sırasıyla 3 μm , 1 μm ve 0.25 μm ' lik parlatma solüsyonu ve uygun keçelerle parlatılmıştır. Parlatılan numunelerin daha sonra diğer numunelerle aynı şartlarda olması için disk punch ile 3 mm çapında kesildikten sonra EBSD incelemesi yapılmıştır.

5.3.2 Sadece elektrolitik parlatma ile numune hazırlama

Başlangıç numunesi disk puch ile 3 mm çapında kesilip yüzeyi temizlendikten sonra çizelge 5.3'deki elektrolitik parlatma işlemi yapılarak EBSD analizi için hazır hale getirilmiştir.

5.3.3 Mekanik parlatma + elektrolitik parlatma ile numune hazırlama

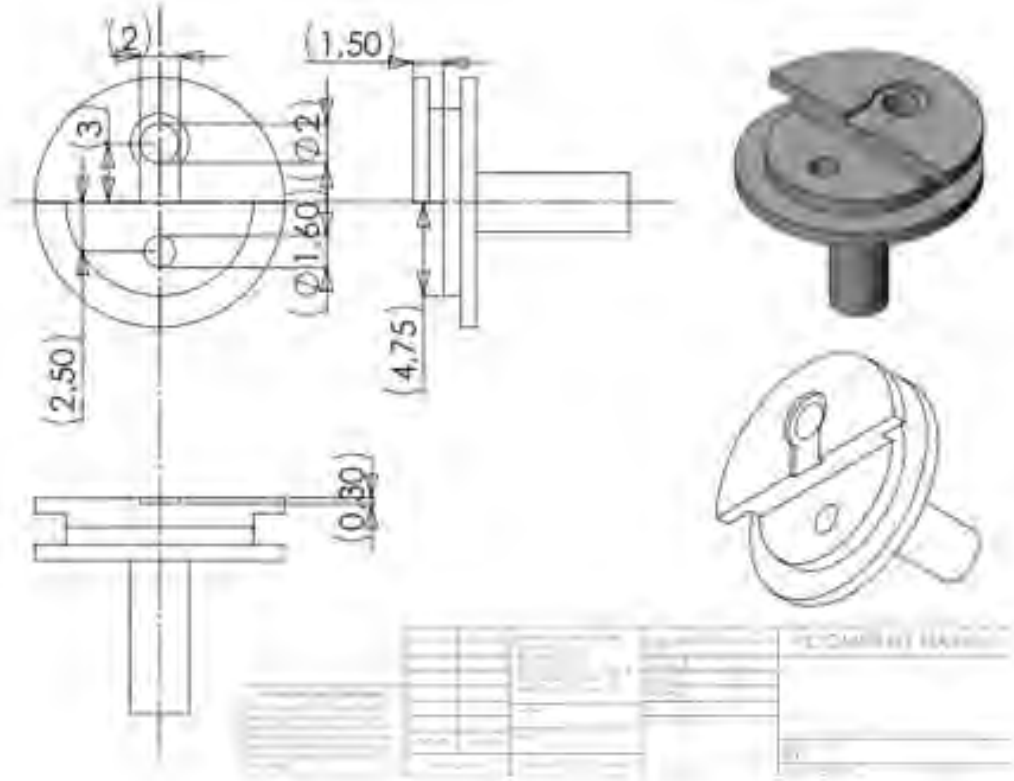
Kısım 5.3.1' de belirtilen mekanik parlatma sonrası Kısım 5.3.2' de belirtilen elektrolitik parlatma işlemi uygulandıktan sonra EBSD incelemesi için hazır hale getirilmiştir.

Çizelge 5.3. Kalın ve ince Al folyo numunelerinin elektrolitik parlatma metodu

Numune	Kalın Al Folyo	İnce Al Folyo
Elektrolit	Struers A2 ^(B)	Struers A2 ^(B)
Voltaj	25 V	25 V
Süre	20 s	5 s
Sıcaklık	5-7 °C	5-7 °C
Aloş Hızı	15	15

5.3.4 Mekanik parlatma + elektrolitik parlatma cihazı ile delerek ve parlatarak ince numune hazırlama

Başlangıç numunesi disk puch ile 3 mm çapında kesildikten sonra sırasıyla 15 μm , 9 μm , 6 μm ve 3 μm ' lik lapping filmleri ile yaklaşık 35 μm kalınlığa inceltildikten sonra Çizelge 5.3'de belirtilen elektrolitik parlatma rejimi uygulanarak hem delinmiş hem de parlatılmıştır. Hazırlanan bu TEM numuneleri, tasarımı Şekil.5.7' de gösterilen numune tutucuda incelenerek numune tutucudan gelecek elektron etkilerinin azaltılması sağlanmıştır.



Şekil 5.7. Elektrolitik parlatma ile üretilen TEM numunesini, SEM-EBSD ile incelemek için tasarlanan numune tutucu

5.4 SEM-EBSD Analizleri

Tüm numunelerin görüntülemeleri (SE), kimyasal (EDX) analizleri SEM' de (Zeiss Supra 50 VP) gerçekleştirilmiştir. Kristal yönlenme ve faz haritaları SEM' e entegre edilmiş EBSD (Oxford Instruments, INCA HKL) dedektörü kullanılarak elde edilmiştir. Analizlerin tümü 17.5 mm çalışma mesafesi, 120 μm diyafram açıklığı [90] ve "drift correction" yazılımı kullanarak gerçekleştirilmiştir. Giriş fazları malzemeye göre belirlenmiştir.

Ticari alüminyum folyo numunelerinin incelemelerinde hızlandırma voltajının Kikuchi patern kalitesine ve çözümlenen faz miktarına olan etkisinin incelenmesi amacıyla diğer tüm mikroskop parametreleri ve numunelerin konumu sabit tutularak 15 kV, 20 kV, 25 kV ve 30 kV değerlerinde aynı alanlar analiz edilmiştir.

5.5 Geçirimli (t-EBSD) Analizleri

İyon inceltici ile hazırlanan X70 çeliğine ait TEM numunelerinin t-EBSD incelemeleri Bruker ve Oxford firmaları laboratuvarlarında yüksek çözünürlüklü EBSD dedektörü (e Flash HR) ve t-EBSD dedektörü (OPTIMUS TKD) ile gerçekleştirilmiş ve raporlanmıştır.

5.6 TEM Analizleri

X70 petrol boru eliđinde ökelti incelemeleri TEM'de (Jeol, JEM 2100 F) yüksek açılı dairesel karanlık alan (HAADF) STEM modunda (Fischione 3000 dedektör) 200 kV hızlandırma voltajında yapılmıştır.

5.7 Sertlik Ölçümleri

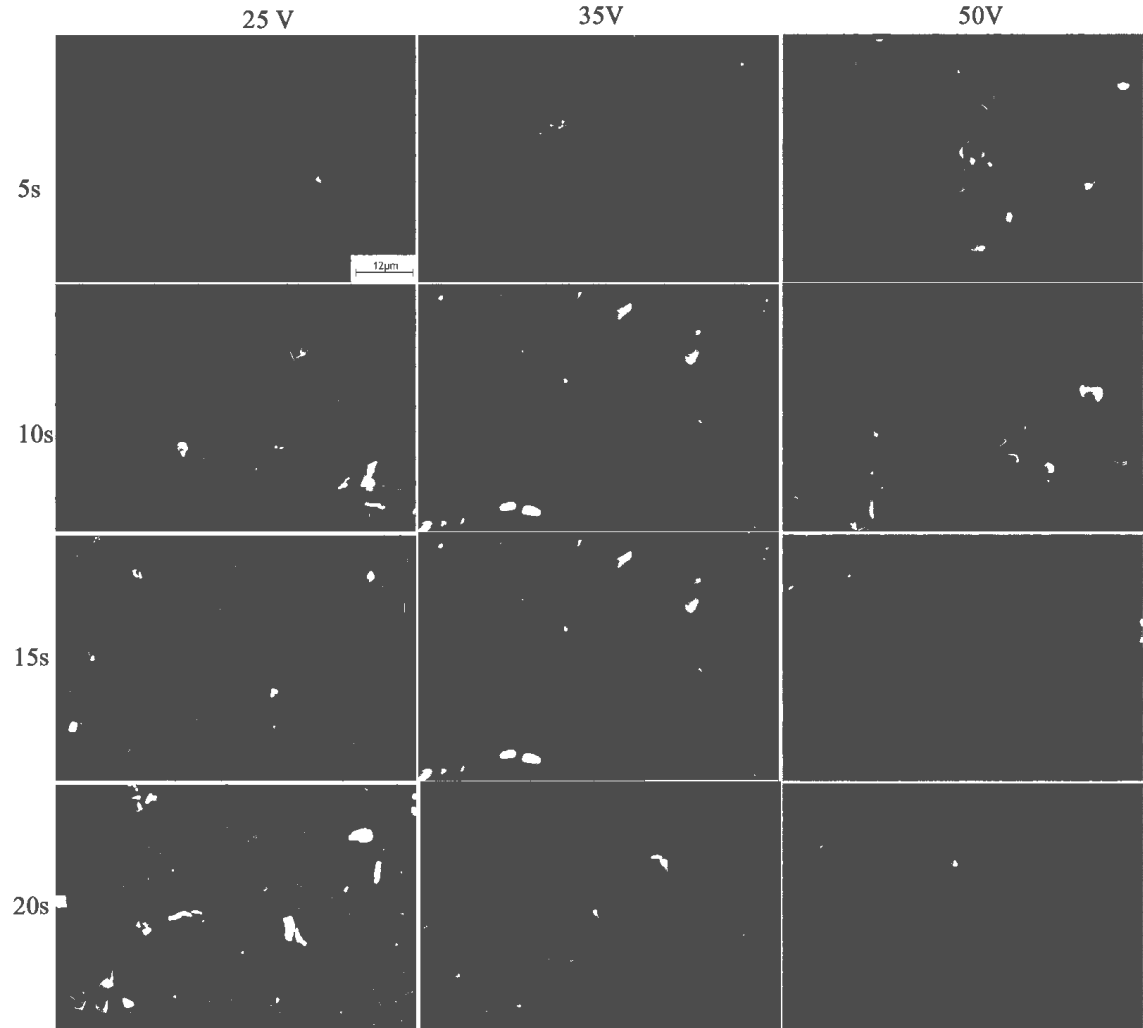
Sertlik ölçümleri mikrosertlik ölçüm cihazı (Shimadzu, HVM-G) ile Vickers cinsinden yapılmıştır. Ölçümler HV 0.5 (4.9 N) kuvvetinde 20 sn bekleme süresi ile gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri her numunenin normal, haddeleme ve apraz yönlerinden en az üç ölçüm alınarak yapılmış olup, yüksek sapma değerlerinde ölçümler tekrarlanmış, sapmaya neden olacak ölçümler hesaplamadan çıkarılıp değerlerin ortalaması alınmıştır.

6 SONUÇLAR VE TARTIŞMA

6.1 EBSD Analizinde Numune Hazırlama Yöntemleri ve Mikroskop Parametrelerinin Görüntü Kalitesine Olan Etkisi

6.1.1 Elektrolitik parlatmada uygun parlatma voltajı ve süresinin belirlenmesi

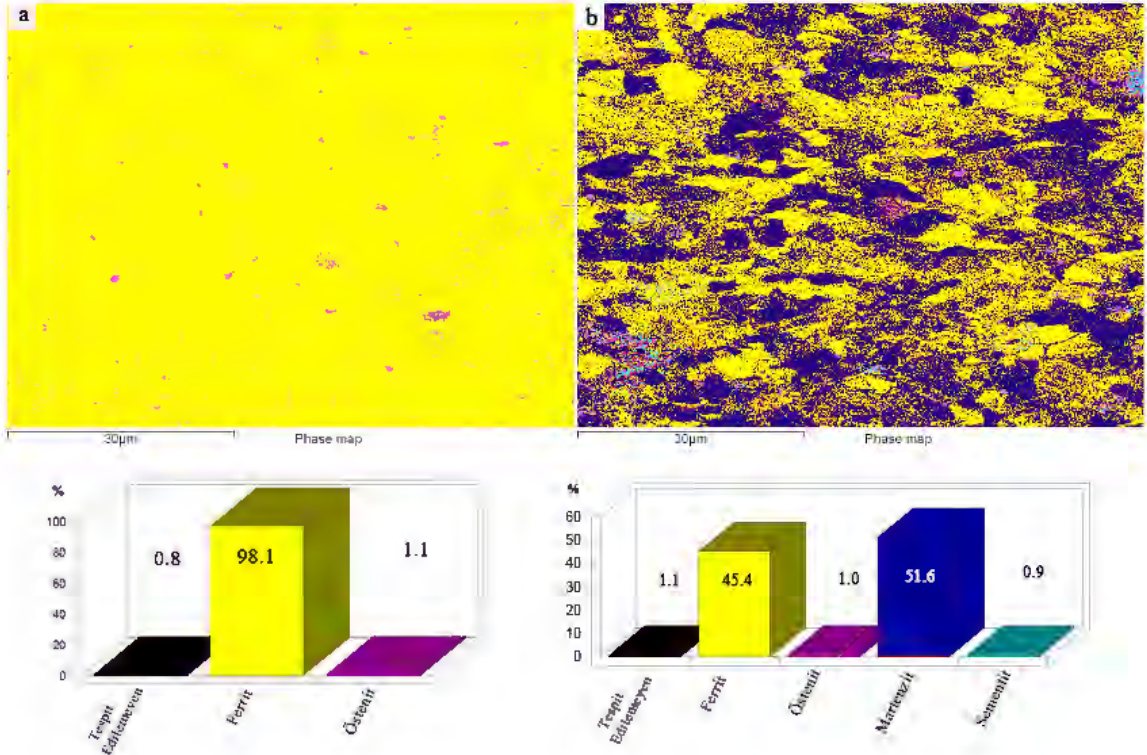
Ticari olarak alınan alüminyum folyo numunesini en iyi şekilde elektrolitik olarak parlatmak için 20, 35 ve 50 V voltaj değerleri seçilerek 5, 10, 15, 20' şer saniye süreyle parlatılmış ve ikincil elektron görüntüleri Şekil 6.1' de gösterilmiştir. Buna göre optimum voltajın 25-35 V; sürenin ise 10-15 s civarlarında olduğu gözlenmiştir. Elektrolitik parlatma cihazı ile yapılan otomatik taramada ise bu numune için en uygun voltajın 29V olduğu belirlenmiştir.



Şekil 6.1. Elektrolitik parlatma cihazında voltaj ve süre optimizasyonu

6.1.2 Faz miktarının belirlenmesinde veritabanında seçilen fazların etkisi

Elektrolitik Parlatma ile hazırlanan X70 petrol boru çeliğine normal yönden iki farklı EBSD analizi yapılmıştır. İlk analizde veritabanında sadece ferrit ve östenit fazları seçilirken (Şekil 6.2(a)); ikinci analizde ise ferrit, östenit, martenzit ve sementit fazları seçilmiştir (Şekil 6.2(b)). Sadece ferrit ve östenit seçildiği durumda yapının % 98.1'inin ferrit, %1.1'inin östenitten oluştuğu gözlenirken %0.8' lik bir kısmın çözümlenemediği görülmektedir. Öte yandan ferrit, östenit, martenzit ve sementit seçildiği durumda ise yapının %45.4 ferrit, % 1.0 östenit, % 51.6 martenzit ve % 0.9 sementitten oluştuğu ve % 1.1' lik bir kısmın çözümlenemediği belirlenmiştir..



Şekil 6.2. Elektrolitik parlatma ile hazırlanan X70 çeliği faz haritası. (a) Veritabanında sadece ferrit ve östenit fazları seçildiğinde; (b) ferrit, östenit, martenzit ve sementit seçildiğinde ortaya çıkan faz oranları

6.1.3 Elektrolitik parlatma ve iyon inceltici yöntemlerinin yüzey topografyasına ve desen kalitesine olan etkisi

Şekil 6.3' da elektrolitik parlatma ve iyon inceltici ile hazırlanan X70 çeliğine ait iki farklı TEM numunesinde yüzey topografyasının desen ve görüntü kalitelerine olan etkileri incelenmiştir. İkincil elektron (Şekil 6.3 (a) ve (b)) ile atomik kuvvet mikroskobu (Şekil 6.3 (c) ve (d)) görüntülerine bakıldığında elektrolitik parlatma sırasında oluşan korozif ataklardan dolayı iyon inceltmeye göre daha fazla yüzey

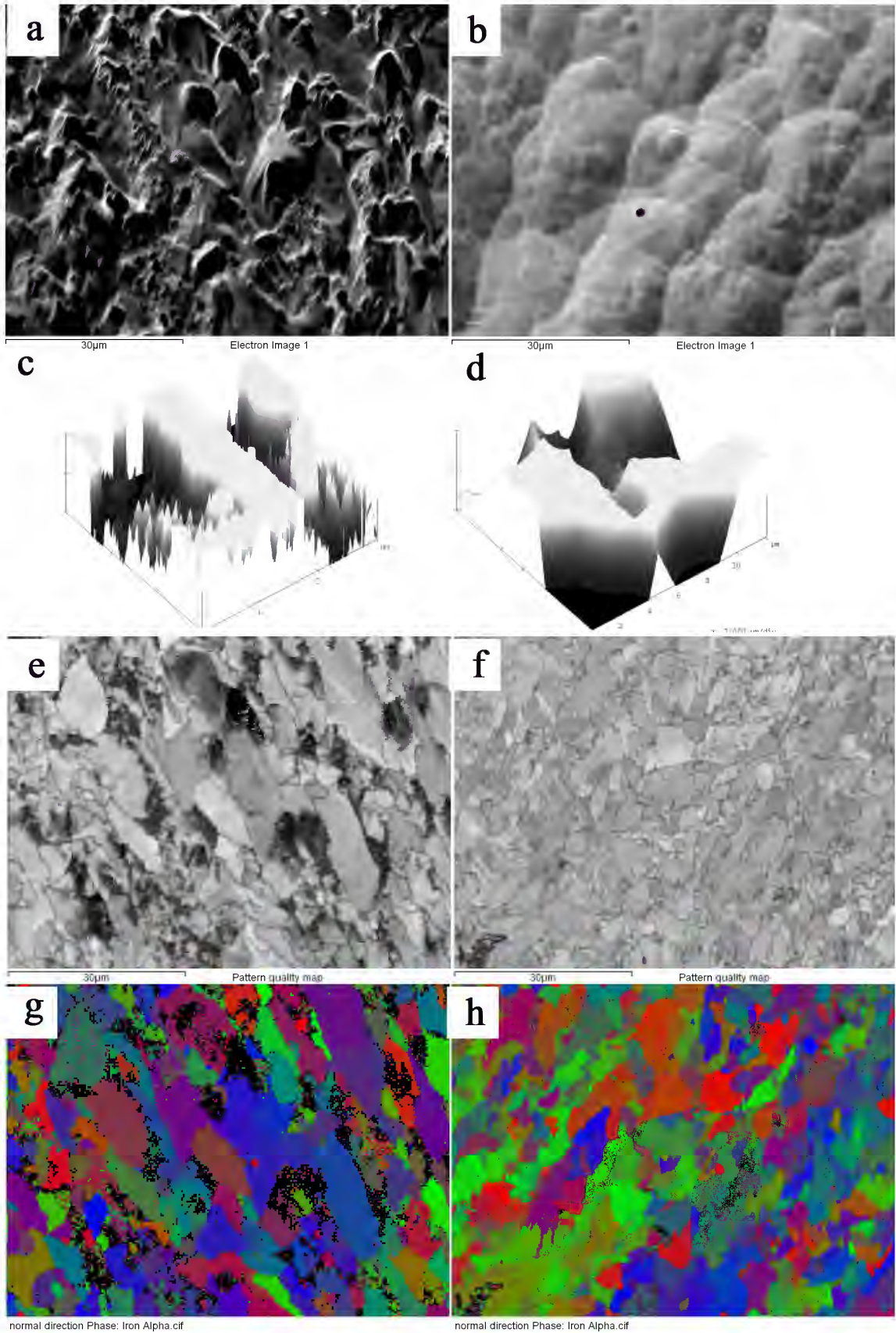
topografyası olduğu gözlemlenmektedir. Desen kalite (Şekil 6.3 (e) ve (f)) ile yönlenme (Şekil 6.3 (g) ve (h)) haritalarına bakıldığında ise yüzeyde oluşan çukur ve tümseklerin desen kalitesini düşürdüğü açıkça görülmektedir. Bu durumun sebebinin yüzey topografyasının olduğu kısımlarda elektron demetinin gölgelenmesinden dolayı kırınım desenlerinin indekslenememesi olduğu düşünülmektedir [40].

6.1.4 Elektron - numune etkileşiminin görüntü kalitesine olan etkisi

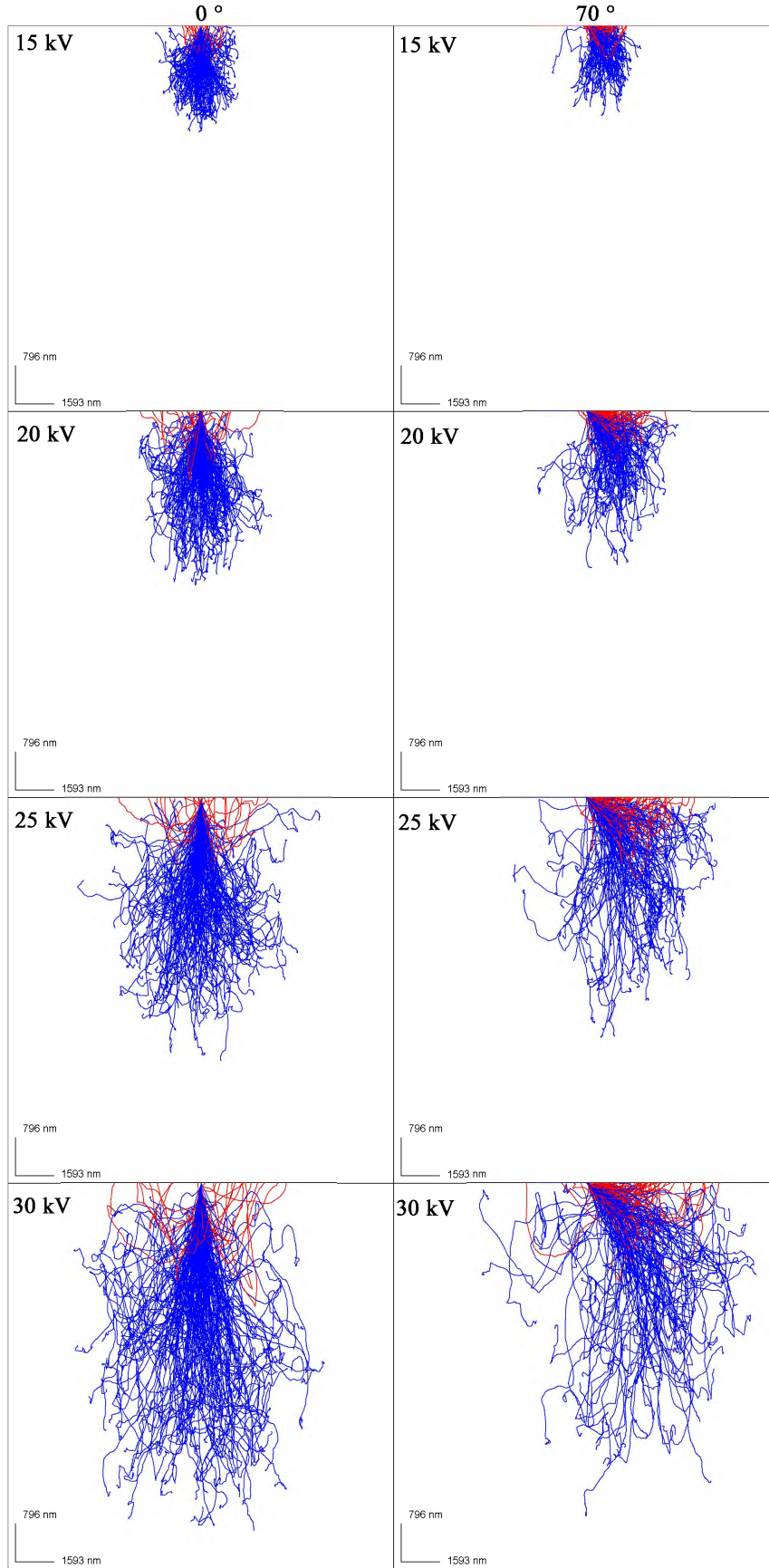
Ticari safıktaki alüminyum ve çelik için 15, 20, 25 ve 30 kV' da, 0° ve EBSD analizinin yapıldığı 70° tilt açısında elektron demeti ile olan etkileşimi Monte Carlo simülasyonunda elde edilerek sırasıyla Şekil 6.4 ve 6.5' de gösterilmiş olup elde edilen etkileşim derinlikleri Çizelge 6.1' de verilmiştir. Örneğin 188 nm ve altı kalınlığa sahip Al tanesinin 70° tilt açısında 15 kV üzeri hızlandırma voltajı ile EBSD analizi yapıldığında hemen altındaki taneden de dedektöre sinyal ulaşacak ve bunun sonucunda EBSD analizinde elde edilen faz, yönlenme ve tane sınırı bilgilerinde yanlış veya kalitesiz veri elde edilmesine sebep olacaktır. Aynı durum X70 çeliği için ise 75 nm ve altı kalınlıkta gerçekleşecektir.

Çizelge 6.1. Ticari safıkta bulunan Al için 15, 20, 25 ve 30 kV hızlandırma voltajı ile 70° tilt açılarında elde edilen elektron - numune etkileşim derinliği

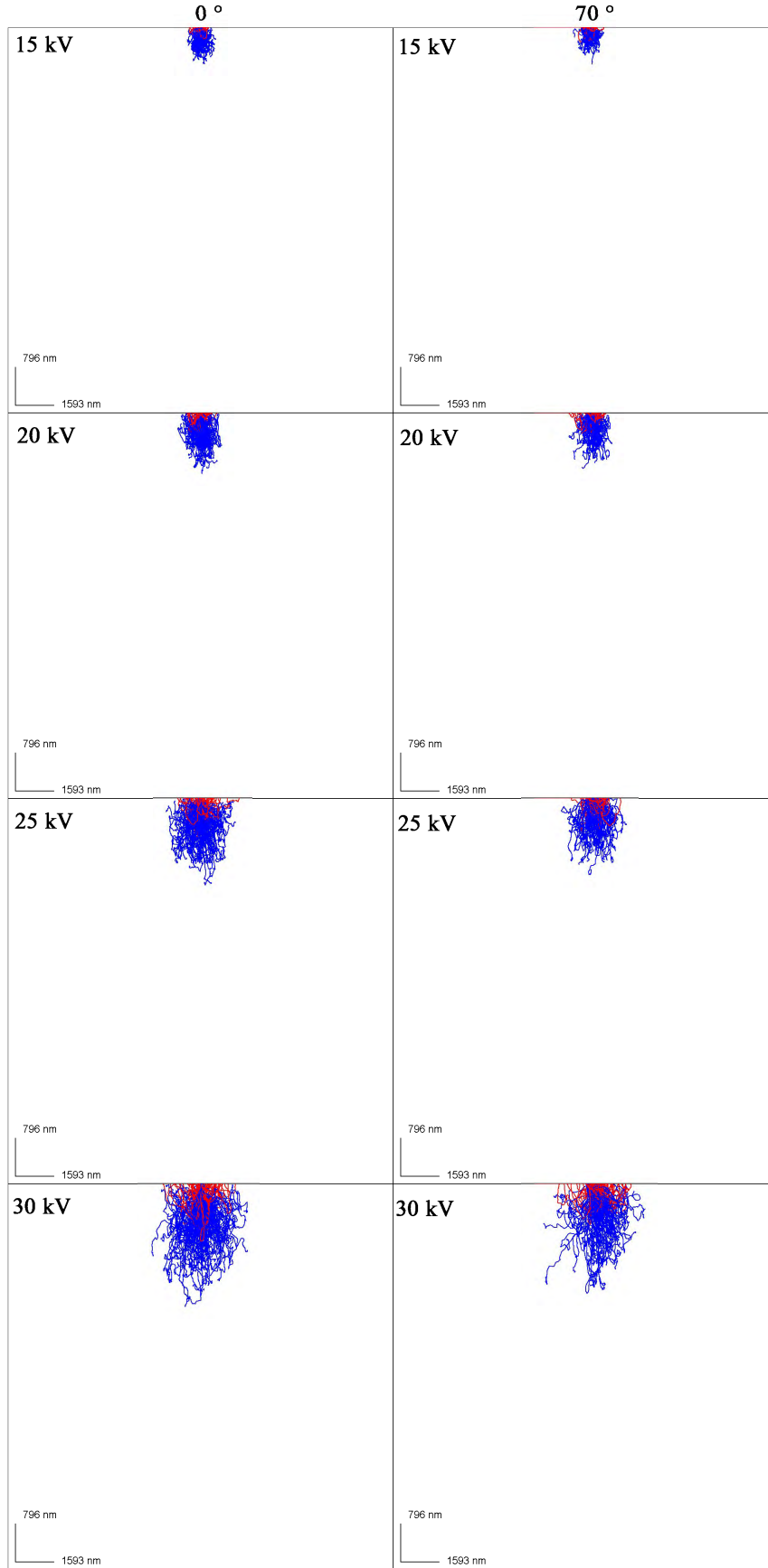
Numune	Tilt Açısı (derece)	Hızlandırma Voltajı / Etkileşim Derinliği			
		15 kV	20 kV	25 kV	30 kV
Al	0	219 nm	356 nm	531 nm	706 nm
	70	188 nm	328 nm	497 nm	688 nm
Fe	0	73 nm	125 nm	179 nm	256 nm
	70	75 nm	115 nm	157 nm	227 nm



Şekil 6.3. Elektrolitik parlatma ve iyon inceltici ile parlatılmış X70 petrol boru çeliğinde (a) ve (b) ikincil elektron görüntüleri, (c) ve (d) AFM yüzey topografyaları, (e) ve (f) desen kalite haritaları, (g) ve (h) yönlenme haritaları kıyaslamaları



Şekil 6.4. Ticari saflıkta bulunan Al için 15, 20, 25 ve 30 kV hızlandırma voltajı ile 0° ve 70° tilt açılarında elde edilen Monte Carlo simülasyonu (mavi çizgiler birincil elektronları, kırmızı çizgiler ise numuneden geri yansıyan elektronları göstermektedir.)



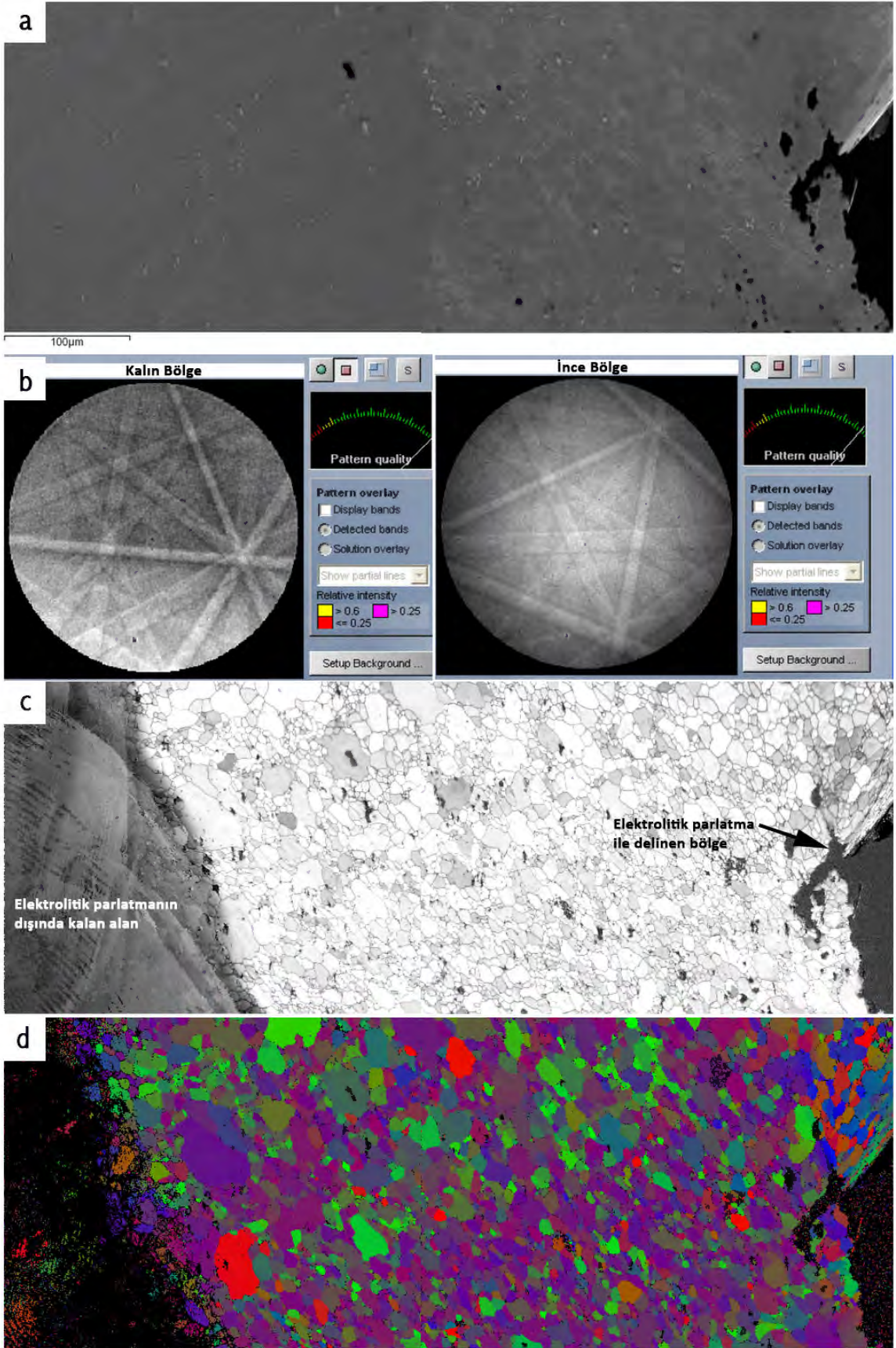
Şekil 6.5. X70 çeliği için 15, 20, 25 ve 30 kV hızlandırma voltajı ile 0° ve 70° tilt açılarında elde edilen Monte Carlo simülasyonu (mavi çizgiler birincil elektronları, kırmızı çizgiler ise numuneden geri yansıyan elektronları göstermektedir.)

6.1.4.1 Numune kalınlığı etkisi

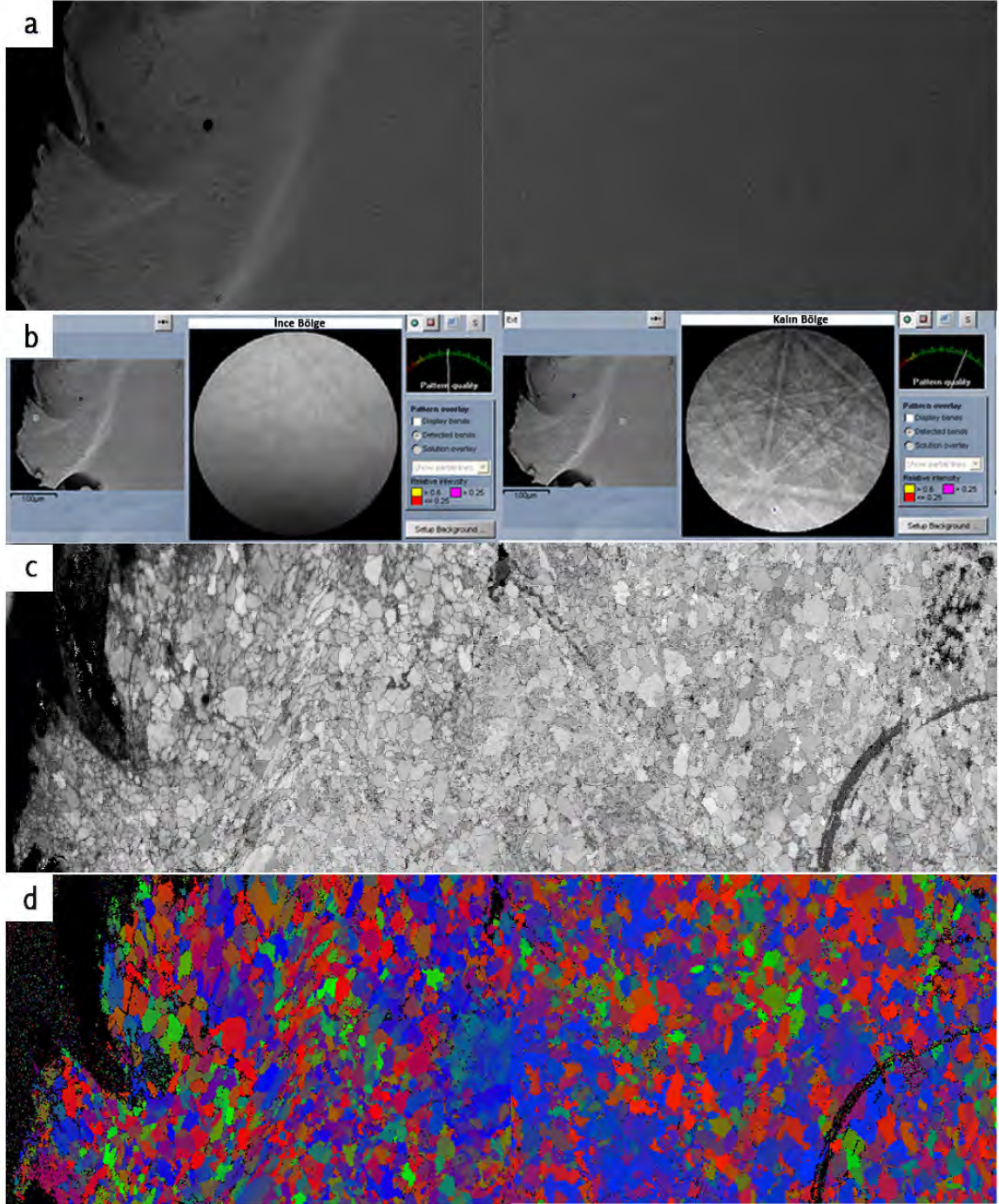
Bu çalışma ticari saflıkta bulunan Al ve X70 çeliği numunelerinde 20 kV' da gerçekleştirilen EBSD incelemesi sırasında etkileşim hacminin numunenin farklı kalınlıktaki bölgelerine olan etkisini incelemek için yapılmıştır. Her iki numune de Şekil 5.7' de gösterilen numune tutucuda incelenerek numunenin altından gelen sinyallerin dedektöre ulaşması engellenmiştir. Şekil 6.6 ve 6.7' de sırasıyla ticari saflıkta bulunan Al ve X70 çelik numunelerinden hazırlanan TEM numunelerine yapılan SEM-EBSD görüntüleri verilmiştir.

Şekil 6.6 (a)' da ikincil elektron görüntüsü gösterilen Al folyo numunesinin en sağ kısmı elektron geçirgenliği sağlarken numune kalınlığı sola doğru giderek artmaktadır. Şekil 6.6 (b)' de deliğe yakın ve uzak iki noktadan alınan kırınım desenleri kıyaslanmıştır. Bu kıyaslama sonucunda kalın bölgeden elde edilen kırınım deseninin ince bölgeye oranla daha net olduğu; bunun beraberinde gürültünün de arttığı görülmektedir. Bu bölgede numune kalınlığının 328 nm' den fazla olduğu düşünülürse oluşan gürültünün Şekil 6.4' de gösterildiği gibi elektron - numune etkileşiminden kaynaklandığı ve elektron demetinin üzerine düştüğü tanenin komşu tanelerinden de dedektöre sinyal ulaştığı görülmektedir. Öte yandan Şekil 6.6 (c) ve (d)' de gösterilen desen kalite haritası ve oryantasyon haritasına bakıldığında ise farklı kalınlıkların görüntü kalitesi açısından çok fark oluşturmadığı gözlenmiştir. Bunun nedenlerinin EBSD incelemesinin sadece 20 kV' da ve düşük büyütmede yapılması olduğu düşünülmektedir. Bu sebeple bu deney daha yüksek büyütmede ve farklı hızlandırma voltajı değerlerinde tekrar gerçekleştirilmiş olup sonuçları Kısım 6.1.4.2' da verilmiştir.

Şekil 6.7 (a)' da gösterilen ikincil elektron görüntüsünde ise X70 numunesinde soldan sağa doğru gidildikçe numune kalınlığının arttığı ve numunenin ince kısmında deformasyon olduğu görülmektedir. Şekil 6.7 (b)' de numunenin ince kısmından Kikuchi desenlerinin belirgin bir biçimde elde edilemediği, numunenin kalın kısmında ise desen kalitesinin daha iyi olmasıyla beraber gürültünün fazla olduğu görülmektedir. Numunede oluşan deformasyon göz ardı edildiği takdirde, Şekil 6.5' ye göre ince kısımda numune kalınlığının 115 nm altında olduğu ve numunenin alt kısmının boş olmasından dolayı herhangi bir sinyal alınamadığı görülmektedir. Şekil 6.7 (c)' de verilen BC haritası ile Şekil 6.7 (d)' de gösterilen yönlenme haritaları ise numunedeki deformasyon, düşük büyütme ve tek hızlandırma voltajı değerinde inceleme yapılmasından dolayı kıyaslama yapılmasına olanak vermemektedir.



Şekil 6.6. Elektrolitik parlatma ile parlatılmış ve delinmiş Al folyo numunesinin (a) 70° lik açı ile alınmış ikincil elektron, (b) Kikuchi desen kalitesi, (c) desen kalite haritası ve (d) yönlenme haritası görüntüleri (Not: İki farklı görüntü birleştirilmiştir.)



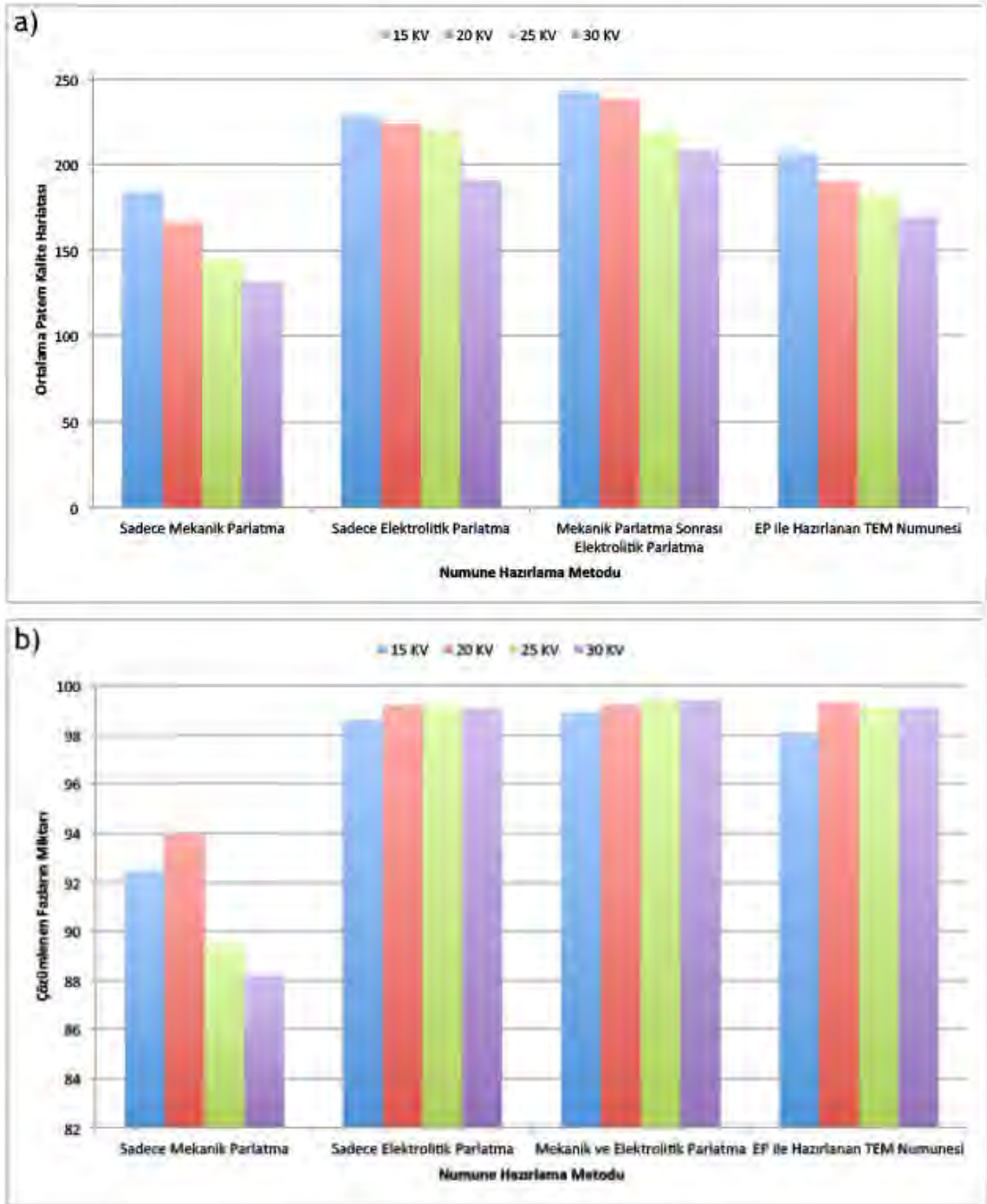
Şekil 6.7. Elektrolitik parlatma ile parlatılmış ve delinmiş çelik numunesinin (a) 70° lik açı ile alınmış ikincil elektron, (b) kırınım deseni kalitesi, (c) deseni kalite haritası, (d) yönelme haritası görüntüleri (Not: Üç farklı görüntü birleştirilmiştir.)

6.1.4.2 Hızlandırma voltajı etkisi

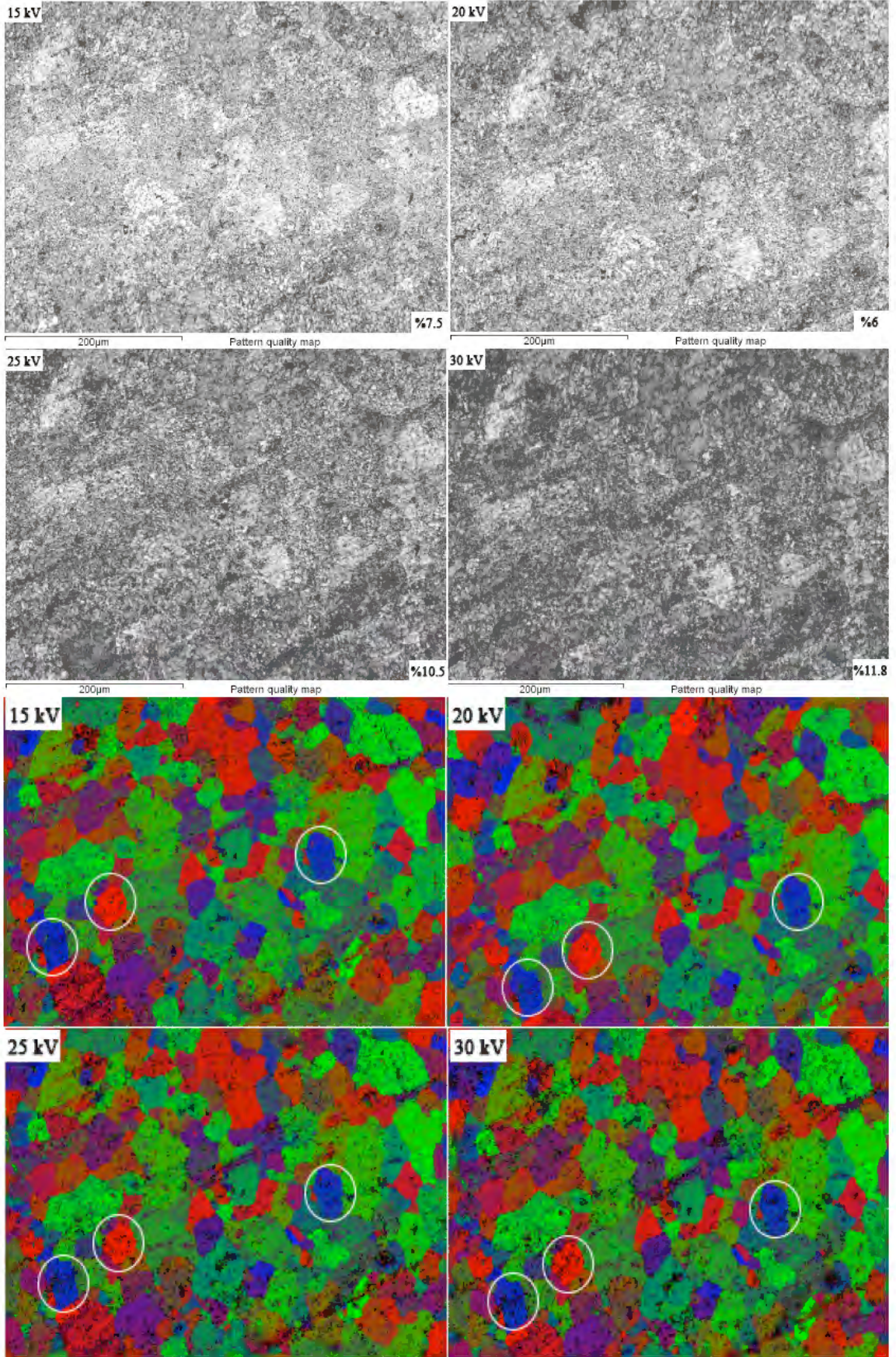
Al numunesi dört farklı yöntem ile parlatıldıktan sonra farklı hızlandırma voltajında EBSD analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen BC değerleri ile çözümlenen faz miktarları Şekil 6.8 (a) ve (b)' de sırasıyla gösterilmiştir. Buna göre en iyi numune hazırlama metodu mekanik + elektrolitik parlatma olarak belirlenirken; en iyi desen kalite haritası 15 kV, en fazla çözümlenen faz miktarı ise 30 kV' da elde edilmiştir.

Sadece mekanik parlatma ile hazırlanan Al' da diğer yöntemlere göre desen kalitesinin ve çözümlenen faz miktarının ne kadar düşük olduğu Şekil 6.9' da görülmektedir. Her ne kadar nihai parlatma en iyi şekilde yapılmaya çalışılsa da Al çok yumuşak bir malzeme olduğundan dolayı yüzeyi parlatma solüsyonu ile kolayca çizilebilmektedir. Hızlandırma voltajına göre yapılan incelemede aynı seçili alanda çözümlenen alan yüzdesinin artan hızlandırma voltajı ile artması beklenirken, en fazla alan 20 kV' da çözümlenmiş; 25 ve 30 kV' da ise diğer yöntemlere nazaran bir düşüş gözlenmiştir.

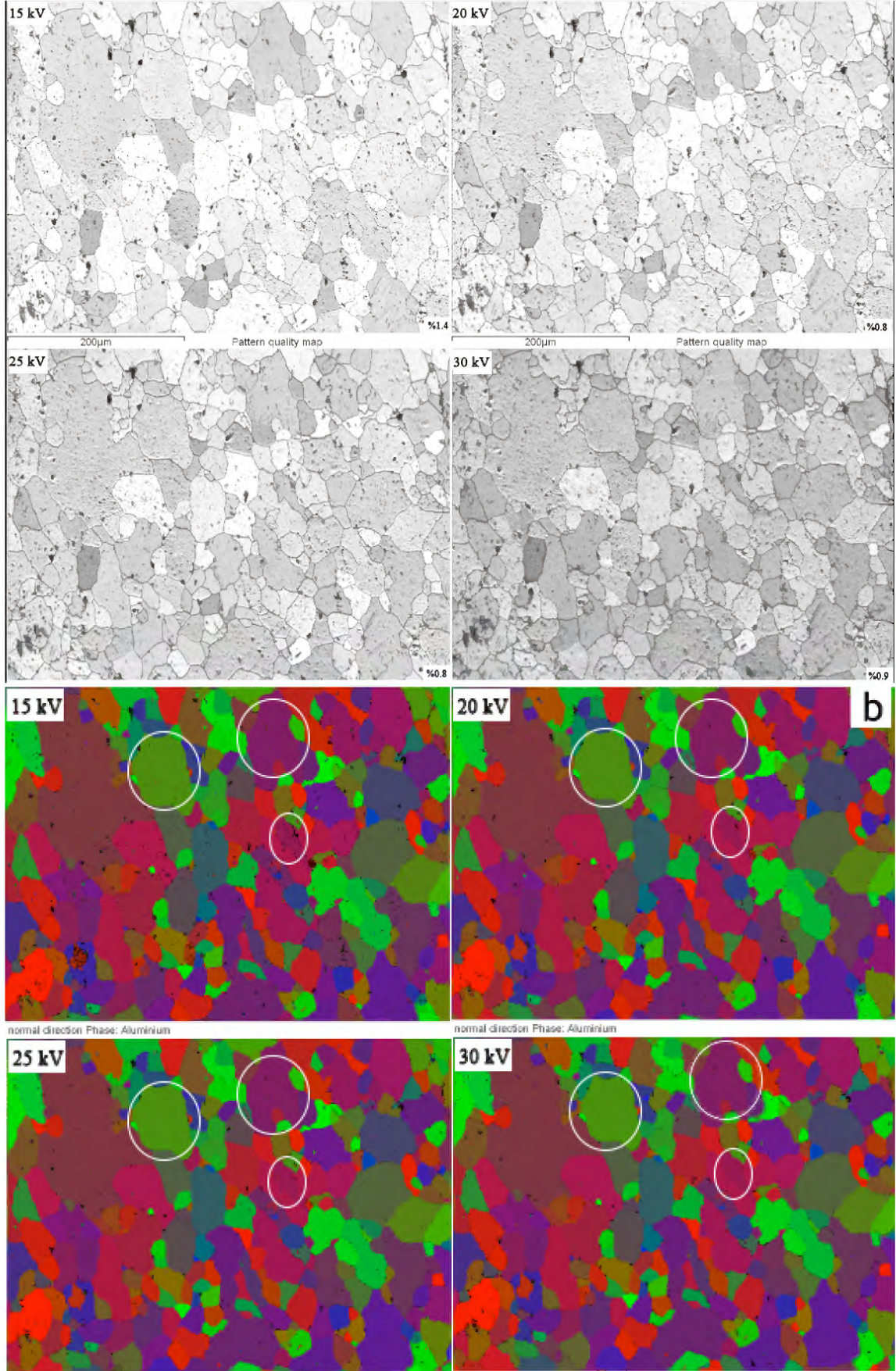
Mekanik parlatma + elektrolitik parlatmada elde edilen desen kalite haritasının sadece elektrolitik parlatmaya göre daha iyi bir yöntem olduğu ve artan hızlandırma voltajının desen kalitesini azalttığı Şekil 6.8, 6.10 ve 6.12' den anlaşılmaktadır. Çözümlenemeyen faz miktarlarına bakıldığında ise bu iki parlatma yönteminden mekanik + elektrolitik parlatma yönteminin biraz daha iyi olduğu gözlemlense de aralarındaki fark çok büyük değildir. Genellikle büyük tanelerde artan hızlandırma voltajı ile beraber çözümlenemeyen alan miktarı azalırken nadir olarak küçük tanelerde ise 25 ve 30 kV' da 15 ve 20 kV' ya göre çözümlenen alan miktarının tekrardan azalmaya başladığı görülmektedir. Bu durum Şekil 6.4' de gösterilen Monte Carlo simülasyonunda görüldüğü üzere 25 ve 30 kV değerlerinde elektron demetinin çok küçük tanelerin altında bulunan ve farklı bir yönlenmeye sahip tanelerden sinyal almasından dolayı kaynaklanmaktadır. Şekil 6.11' da mekanik parlatma sonrası elektrolitik parlatma ile hazırlanan numunede dört farklı noktadan farklı hızlandırma voltajında alınmış Kikuchi bantlarının kalitesini ve indekslenen bant sayısını gösterilmiştir. Hızlandırma voltajı aynı noktada 15 kV' dan 30 kV' ya artarken Kikuchi bantlarının kalınlıklarının incelendiği ve artan gürültü miktarı ile desen kalite haritasının kalitesinin azaldığı görülmektedir. Öte yandan artan hızlandırma voltajı ile beraber indekslenen bant sayısının, dolayısıyla çözümlenen faz miktarının arttığı görülmektedir.



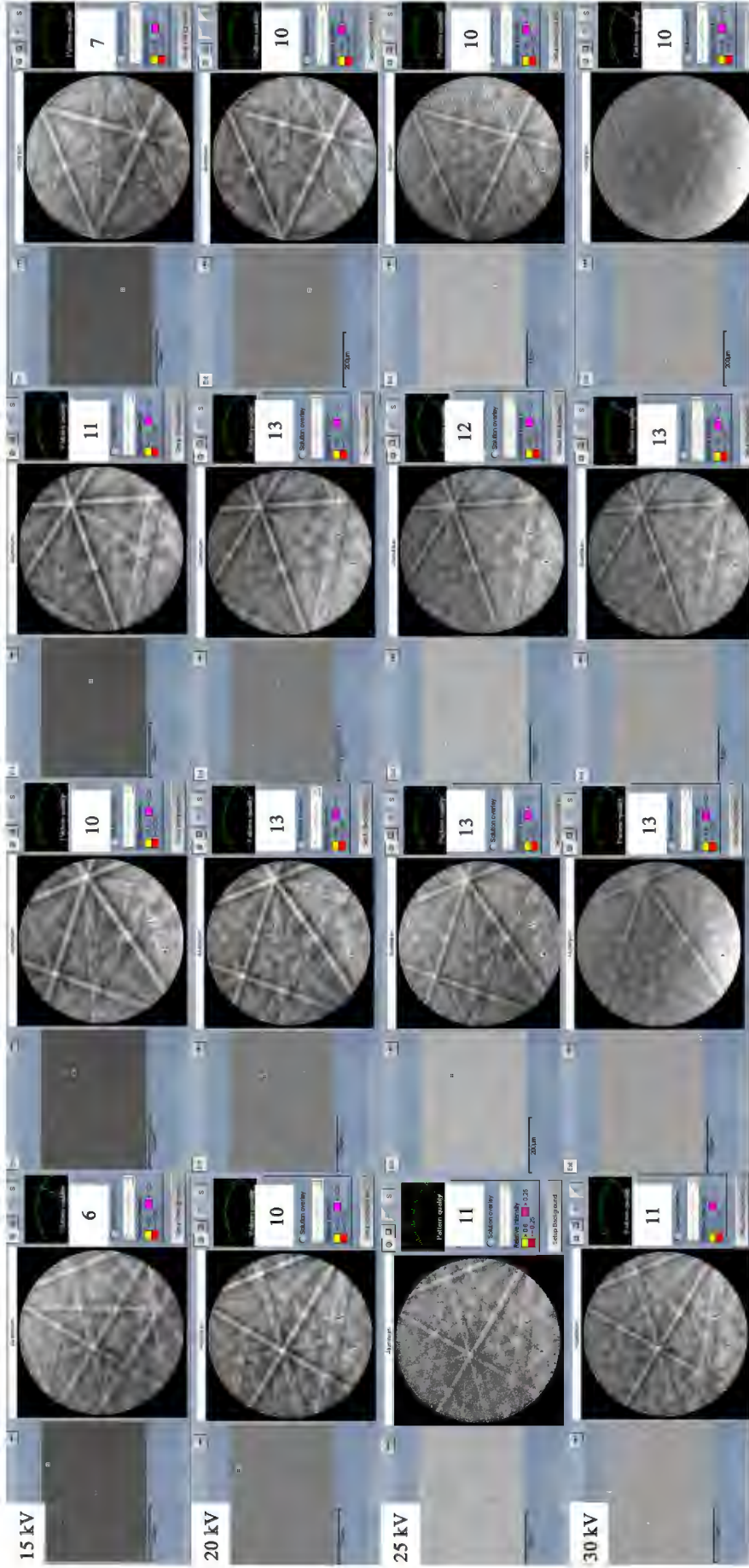
Şekil 6.8. Ticari saflıkta bulunan Al' da (a) ortalama desen kalite haritası değerinin ve (b) çözümlenen alan miktarının numune hazırlama metodu ve hızlandırma voltajına göre değişimi.



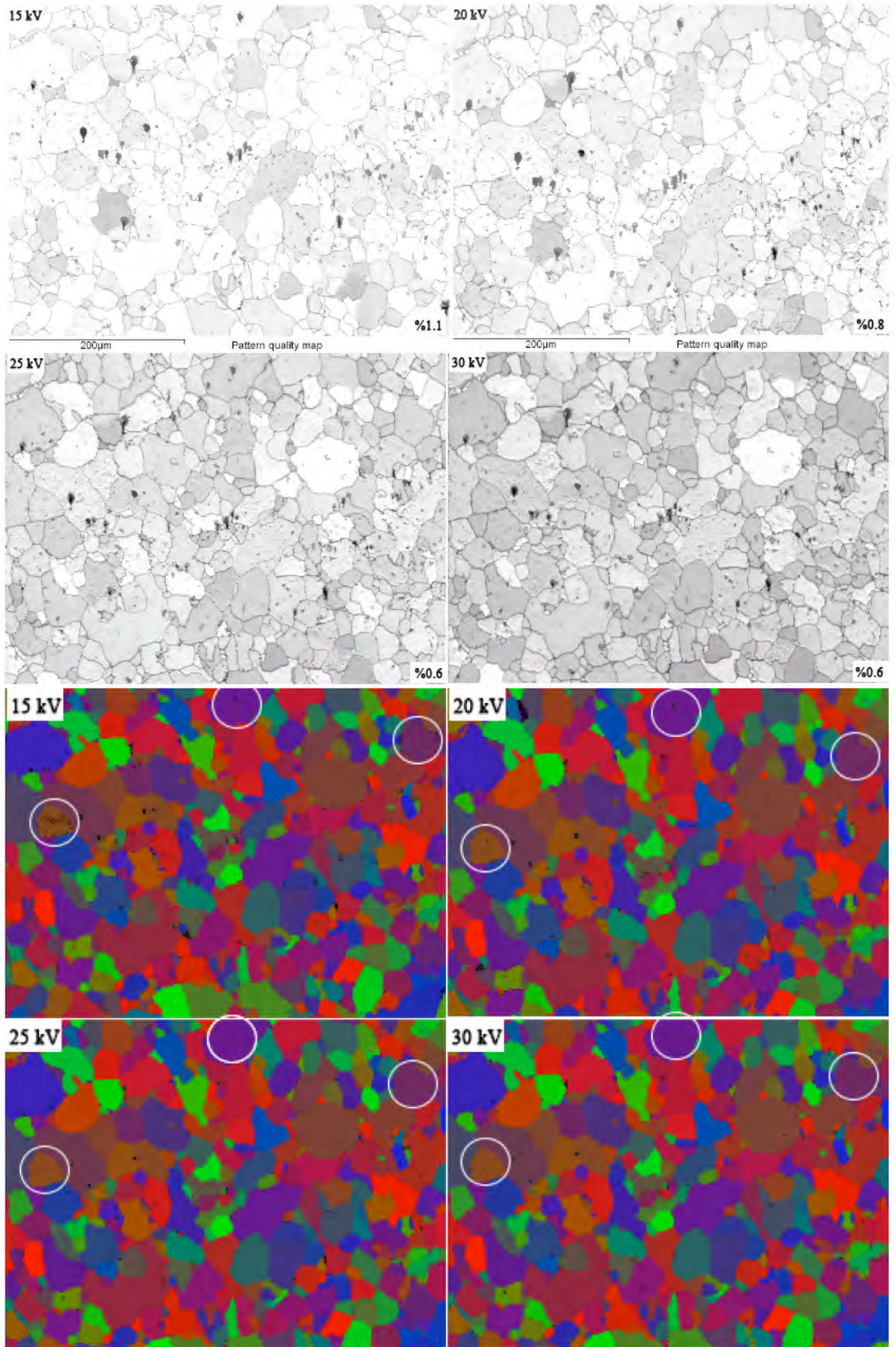
Şekil 6.9. Sadece mekanik olarak parlatılmış Al folyo numunesinde (a) desen kalite ve (b) yönlendirme haritalarının hızlandırma voltajına göre değişimi.



Şekil 6.10. Sadece elektrolitik olarak parlatılmış Al folyo numunesinde (a) desen kalite ve (b) yönlendirme haritalarının hızlandırma voltajına göre değişimi.



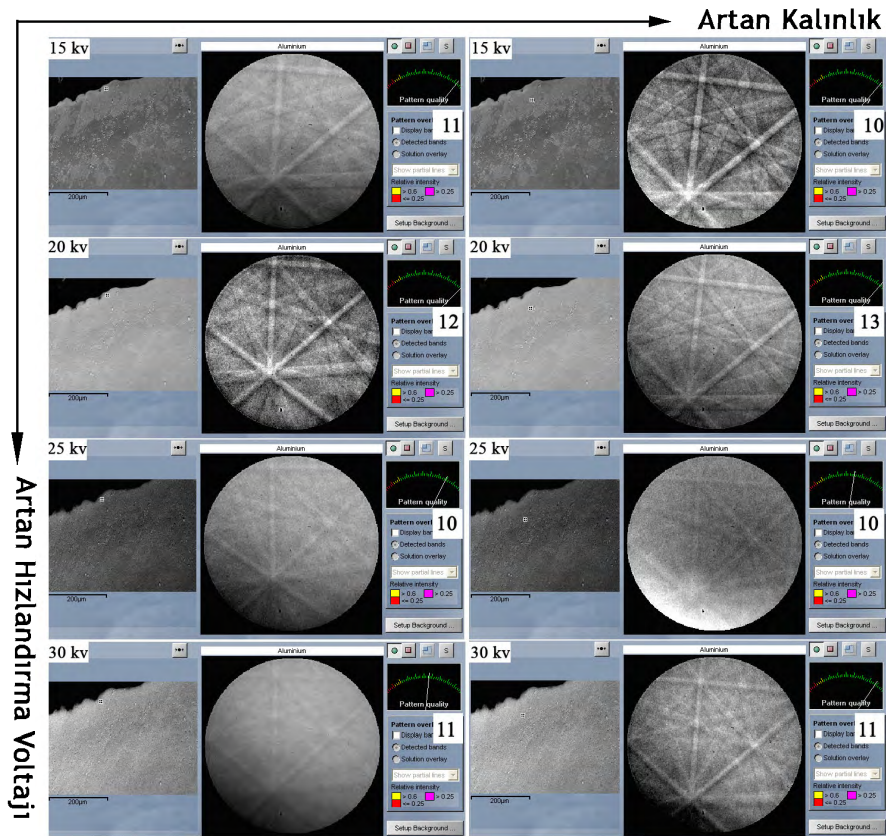
Şekil 6.11. Mekanik parlatma sonrası elektrolitik olarak parlatılmış Al folyo numunesinin farklı bölgelerinde Kikuchi desen kalitesinin hızlandırma voltajına göre değişimi.



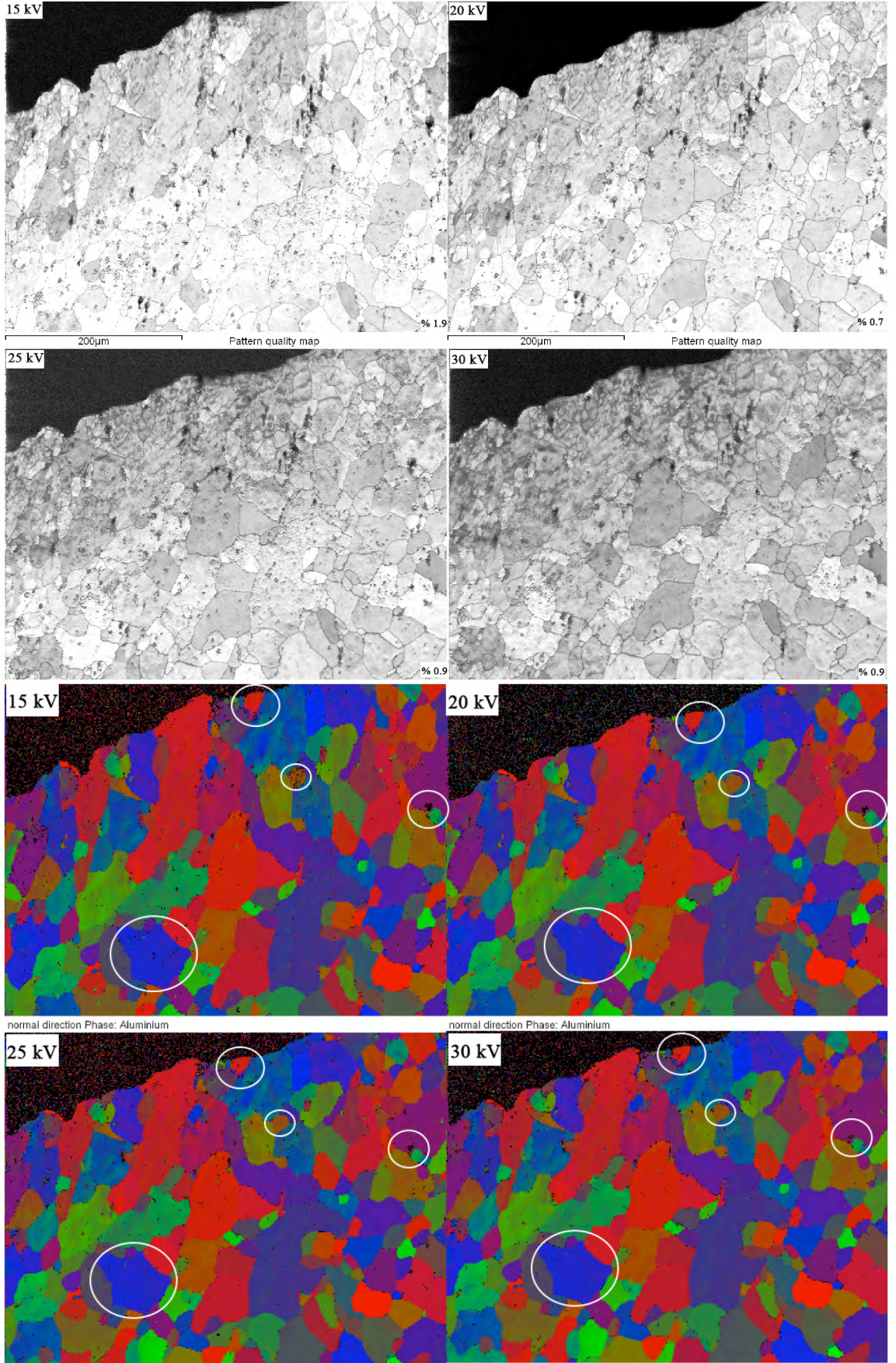
Şekil 6.12. Mekanik parlatma sonrası elektrolitik olarak parlatılmış Al folyo numunesinde (a) desen kalite ve (b) yönlenme haritalarının hızlandırma voltajına göre değişimi.

6.1.4.3 Numune kalınlığı ve hızlandırma voltajı etkisi

Kısım 6.1.4.2' de elde edilen sonuçlar yaklaşık 150 mikron kalınlığındaki numunelerden elde edilmiştir. Bu sebeple, hızlandırma voltajının artmasıyla birlikte elektronlar etkileşim hacminden dolayı daha derine nüfuz etmekte ve dedektöre bu bölgelerden sinyal gelmektedir. Ancak bu kısımda numunede elektrolitik parlatma ile delik açılmış ve deliğin etrafının nanometre seviyesinde ince olduğu öngörülerek kısım 5.3.4' de belirtilen numune tutucu ile inceleme yapılmış olup, numunenin derin bölgeleri ile numune tutucudan gelen elektronların dedektöre ulaşmasının engellenmesi amaçlanmıştır. Şekil 6.13'e bakıldığında numunenin en ince noktasında en iyi Kikuchi desenin 20 kV da elde edildiği ve artan hızlandırma voltajı ile gürültünün arttığı, numune kalınlığı arttıkça toplanan sinyalin daha fazla olmasından dolayı Kikuchi desenlerinin daha belirgin olduğu gözlemlenmekte olup gürültü hakkında kesin bir kaniya varılamamıştır. Şekil 6.14 (a)' da ise desen kalite haritası yine bu hipotezi doğrulamaktadır. Numunenin en ince kısımlarında 15 ve 20 kV değerlerinde desen kalite haritasının iyi olduğu gözlenirken 25 ve 30 kV değerlerinde kalite azalmaktadır. Şekil 6.14 (b)' de ise yönlenme haritasına bakıldığında en ince kısımlarda 20 kV değerinde çözümlenemeyen fazların en az olduğu gözlemlenmektedir.



Şekil 6.13. Elektrolitik parlatma ile hazırlanan Al folyo TEM numunesinde Kikuchi desenlerinin numune kalınlığı ve hızlandırma voltajına göre değişimi.



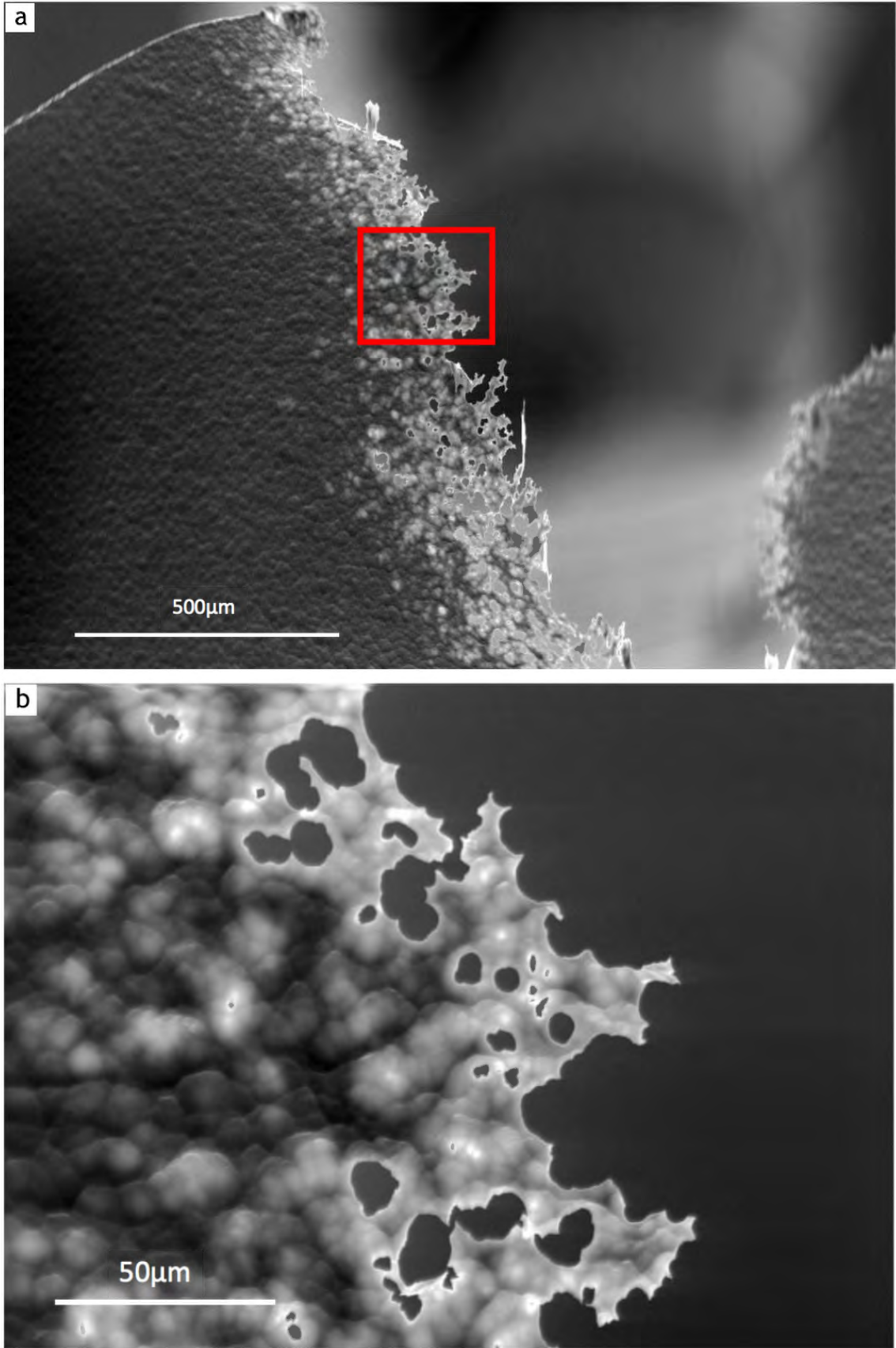
Şekil 6.14. Mekanik parlatma ile parlatılmış ve elektrolitik parlatma ile delinmiş Al folyo numunesinden farklı kalınlıklar ve voltaj değerlerinde elde edilen (a) desen kalite haritası ve (b) yönlendirme haritası

6.1.5 Geçirimli Kikuchi kırınımı (t-EBSD) sonuçları

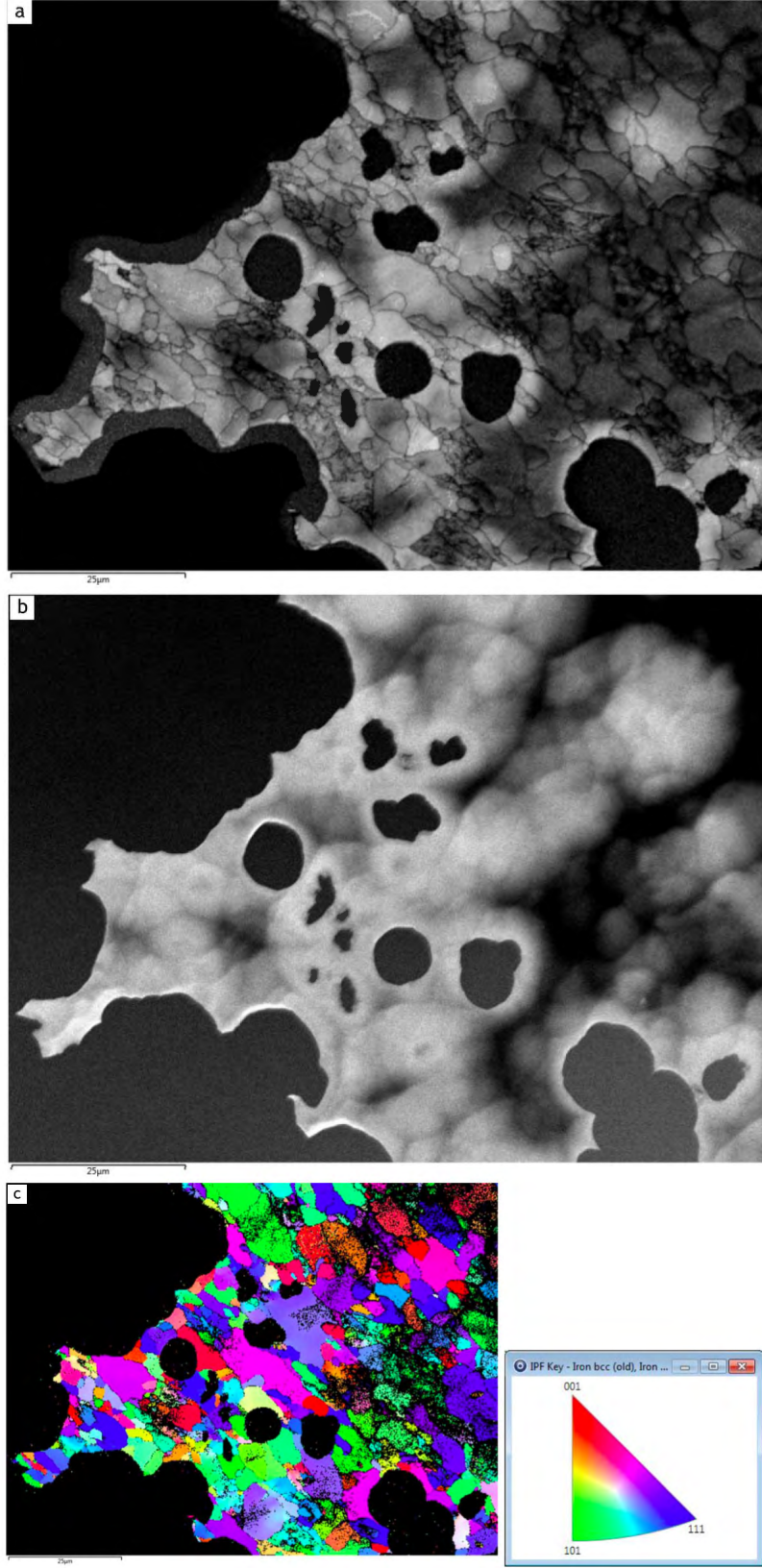
İyon inceltme ile hazırlanan X70 numunesinin t-EBSD incelemeleri Oxford Inst. tarafından yapılmış olup elde edilen sonuçlar bu kısımda özetlenmiştir. Şekil 6.15 (a) ve (b)' de görülen ikincil elektron görüntülerinde hazırlanan numunenin oldukça fazla yüzey topografyasına ve birden fazla deliğe sahip olduğu görülmektedir. Yapılan t-EBSD analizi sonuçlarına göre ise Şekil 6.16 (a)' da verilen sonuçlar kırınım desenlerinin BC görüntüsüdür. Açık renkli bölgeler yüksek; koyu renkli bölgeler ise düşük desen kalitesini göstermektedir. Numunenin kenarları boyunca görülen koyu kısımlar ise iyon inceltme sırasında oluşan amorf tabakadır. Şekil 6.16 (b)' de ise fosfor ekranın etrafında bulunan ileriye doğru saçınan (forward scattering) electron dedektörü ile elde edilmiş görüntü gösterilmiştir. Her iki görüntüde de koyu bölgeler numunenin kalın olmasından dolayı kontrastın düşük olduğu yerleri belirtmektedir. Şekil 6.16 (c)' de ise alfa demir fazının yönlenme haritası gösterilmiştir. Görüntünün yanında verilen anahtarda belirtilen renkler numune yüzeyine paralel düzlemi referans olarak tanelerin hangi yönlerde yönlendiği gösterilmektedir.

EBSD' de numunenin yüzeyine gelen elektronlardan, t-EBSD' de ise numunenin içinden geçen elektronlardan yararlanılmaktadır. t-EBSD incelemesinde numune kalınlığı çok önemli bir parametredir. TEM numunesi kalınlığı malzemeden malzemeye farklılık göstermekle beraber genel olarak 100 nm' nin altındadır. Kırınım deseni eldesinin şiddet, kontrast ve desenlerin keskinlik özelliklerinin sürekliliği kesitin kalınlığına yüksek ölçüde bağlıdır. Eğer yüzey topografyasından kaynaklı kesit kalınlığında bir değişiklik varsa desen kalitesi düşecektir. Yüzeyi iyi hazırlanmamış bir numunenin hem t-EBSD (Şekil 6.17 (a)) hem de geleneksel EBSD (Şekil 6.17 (b)) görüntülerine bakıldığında geleneksel EBSD ile daha iyi sonuçlar elde edildiği görülmektedir. Numunenin kalın kısımlarından t-EBSD ile sinyal alınamazken aynı bölgenin geleneksel EBSD görüntüsünde kırınım oluştuğu ve yönlenme haritasında çözümlendiği görülmektedir.

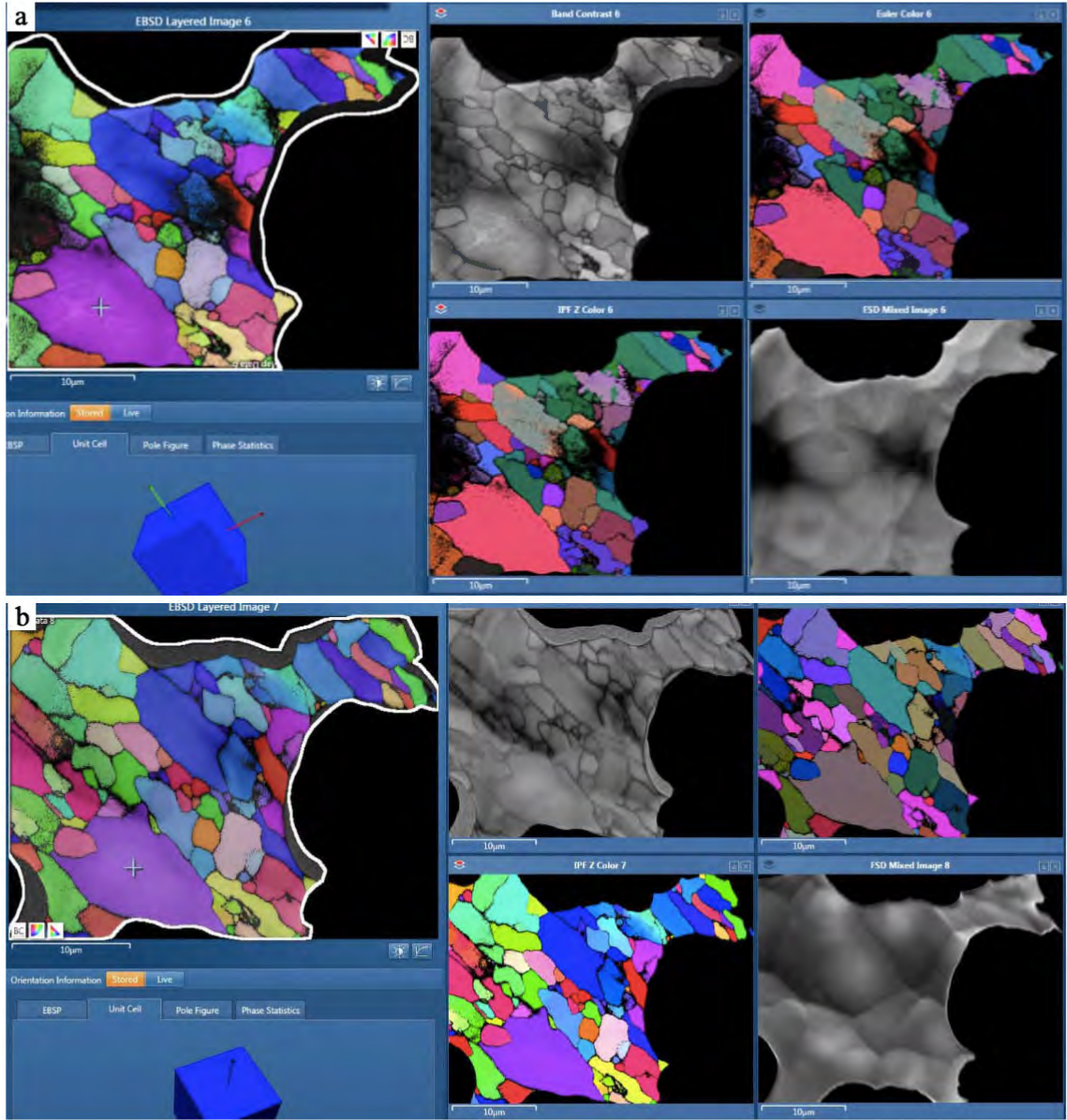
Öte yandan, Şekil 6.18 (a)' da daha hassas olarak yapılan iyon inceltme sonrası elde edilen desen kalite haritası gösterilmiştir. Burada numune kalınlığına bağlı bir kontrast farkı gözlemlense de diğer t-EBSD incelemelerine göre çok daha iyi bir desen kalitesi ve geleneksel EBSD' ye göre de daha iyi bir çözünürlük elde edilmiştir. Şekil 6.18 (b)' de gösterilen yönlenme haritasına bakıldığında genellikle tane sınırlarında görülen ve çökelti olduğu düşünülen 50-100 nm aralığındaki taneler yüksek çözünürlüklü bir şekilde görüntülenmiştir. Ancak bu tanelerin çökelti olduğunun doğrulanması için faz analizi yapılması gerekmektedir. Sonuç olarak numune çok iyi hazırlandığı takdirde t-EBSD tekniği ile geleneksel EBSD yöntemine göre çok daha yüksek çözünürlüklü görüntülemeler yapılabilmektedir.



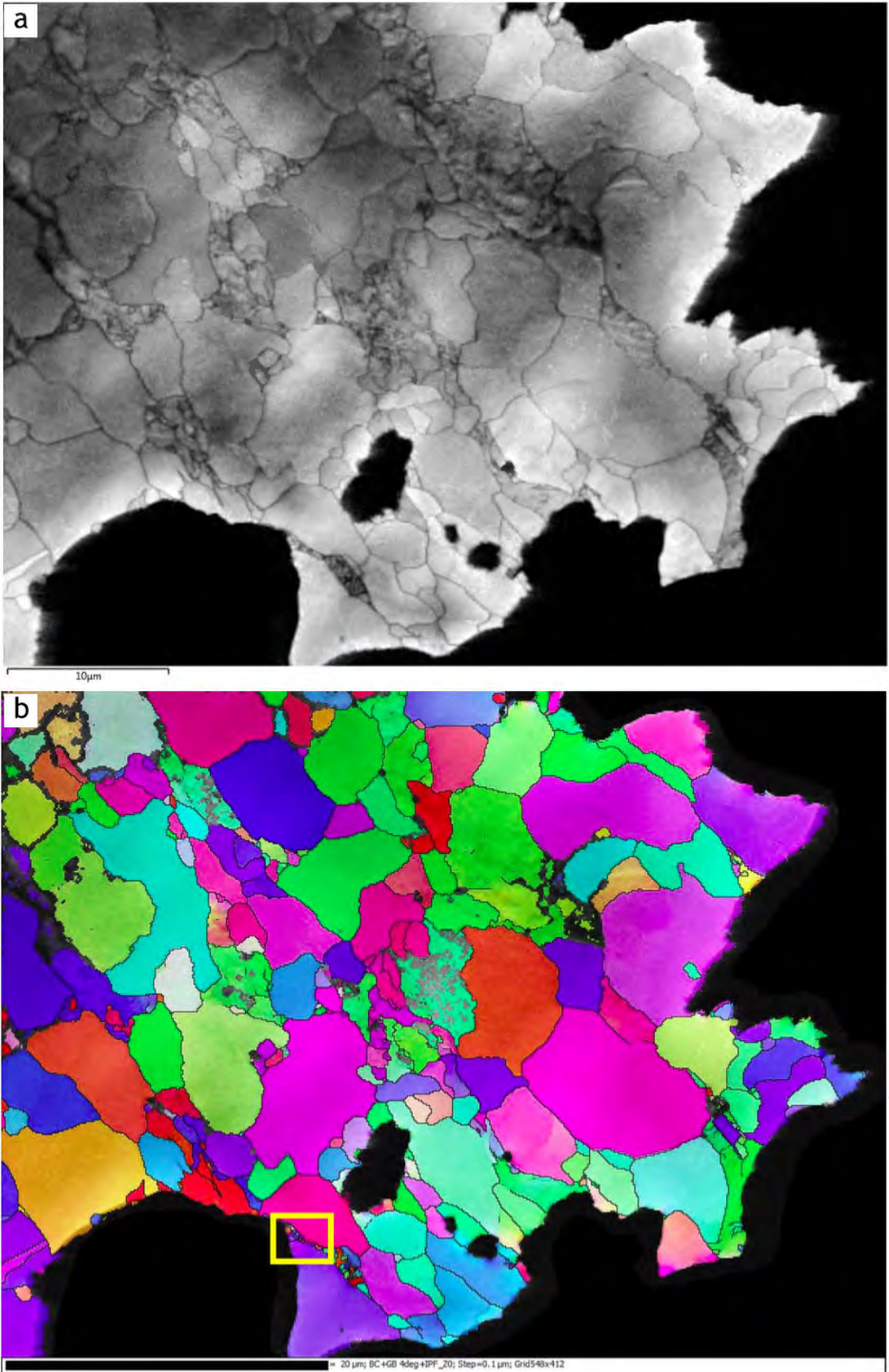
Şekil 6.15. Aşırı oyuklanmış ve delinmiş numune yüzeyini gösteren ikincil elektron görüntüsü (a) (167x), (b) daha detaylı görüntüsü



Şekil 6.16. X70 çeliğinde geçirimli EBSD analizinde elde edilen (a) bant kontrast haritası, (b) ileri saçınan elektronlar, (c) yönlenme haritası



Şekil 6.17. (a) TKD ve (b) EBSD tekniklerinin kıyaslanması.



Şekil 6.18. İyon inceltme ile hazırlanan X70 numunesinde t-EBSD ile elde edilen (a) bant kontrast haritası, (b) yönlenme haritası

6.1.6 Özet

Bu çalışmada çelik ve Al malzemeler üzerinde uygulanan farklı numune hazırlama teknikleri ve mikroskop parametrelerinin EBSD analizine olan etkileri incelenmiştir. Ayrıca EBSD ile t-EBSD kıyaslaması da yapılmıştır. Bu bağlamda elde edilen sonuçlar şöyle özetlenebilir:

(1) Ticari saflıkta Al için uygun parlatma voltajı 25-30 V; uygun parlatma süresi ise 10-15 sn olarak belirlenmiştir.

(2) EBSD tekniği ile düzlemler arası mesafeden yola çıkarak tespit edilen ve miktarları belirlenen faz miktarları yazılım veritabanında seçilen fazlara ve numune hazırlama tekniğine göre farklılık gösterebilmektedir.

(3) X70 numunesinde yüzey elektrolitik ve iyon inceltici ile parlatma sırasında oluşan yüzey topografyasının EBSD desen kalitesine olan etkisi incelenmiş olup, elektrolitik parlatma ile daha fazla yüzey topografyası olduğu ve bu sebeple oluşan çukur ve tümseklerin kırınımına uğrayan Kikuchi desenlerinin dedektöre ulaşmasını engellemesinden dolayı desen kalite haritasını olumsuz yönde etkilediği görülmüştür.

(4) Elektron numune etkileşimi sonuçlarına göre:

(i) 70°' lik tilt açısı ve 20 kV' da yapılacak incelemelerde maksimum tane büyüklüğünün Al numunesi için 328 nm; X70 numunesi için ise 115 nm olması durumunda komşu tanelerden sinyal alınmayacağı ve böylece gürültüsüz Kikuchi desenleri elde edilebileceği görülmüştür.

(ii) 20 kV' da Al ve X70 TEM numunelerine yapılan EBSD analizi sonuçlarına göre; numunelerin ince bölgesinde elde edilen Kikuchi deseninin gürültüye sahip olmadığı; fakat kalın bölgeye göre de net olmadığı görülmüştür. Öte yandan elde edilen BC ve yönlenme haritalarında numune kalınlığına bağlı bir değişiklik olmadığı gözlenmiştir.

(iii) BC değerinin numune yüzeyinin iyi olup olmamasına bağlı kalmaksızın hızlandırma voltajının artmasıyla beraber azaldığı gözlenmiştir.

(iv) İyi hazırlanmış bir numune yüzeyinde aynı bölgede yapılan incelemede hızlandırma voltajının artması ile çözümlenen alan miktarının artarken iyi hazırlanmamış bir numunede ise 20 kV' dan sonra çözümlenen alan miktarının azaldığı gözlenmiştir.

(v) Al folyodan hazırlanan TEM numunesine yapılan, farklı kalınlıktaki bölgelere farklı hızlandırma voltaj değerlerinde EBSD analizleri yapılmıştır. Sonuç olarak, hem kalın hem ince bölgelerde desen kalitesinin en düşük değer olan 15 kV' da en iyi olduğu gözlenmiştir. Ancak, yönlenme haritasına bakıldığında kalın bölgelerde 15 kV ile çözümlenemeyen tanelerin 30 kV ile çözümlendiği gözlenirken, ince bölgelerde 15 kV ile tamamı çözümlenmiş tanelerin 30 kV ile çözümlenemediği görülmektedir. Bu durum numunenin ince kısımlarında artan hızlandırma voltajı ile etkileşim hacminin arttığını ve numunenin arka kısmı da boş olduğu için daha az sinyal alındığını

göstermektedir.

(5) X70 numunesine yapılan t-EBSD analizi sonuçlarına bakıldığında:

(i) İyi bir şekilde hazırlanamamış ve elektron geçirgenliğinin homojen olarak sağlanamadığı bölgelerde BC ve yönlenme haritasının iyi olmadığı gözlenmiştir. Aynı numuneye SEM-EBSD yapıldığında ise t-EBSD' ye göre daha iyi sonuçlar elde edildiği gözlenmiştir.

(ii) Öte yandan daha hassas bir şekilde hazırlanmış ve elektron geçirgenliğini her yerde homojen olarak sağlandığı numunede ise t-EBSD tekniği ile SEM-EBSD' ye göre daha yüksek çözünürlüğe sahip görüntüler elde edilmiş ve çökeltilerin görüntülenmesi başarılı bir şekilde gerçekleşmiştir.

6.2 API X70 Petrol Boru Çeliklerinde Yapı-Özellik İlişkileri

6.2.1 Mekanik test sonuçları

Çizelge 6.2' de farklı ikmal ve sarma sıcaklıklarında üretilen üç numuneye ait mukavemet, uzama, çentik darbe ve ağırlık düşürerek yırtma test (DWTT) sonuçları gösterilmiştir. x ve y numunelerinin akma ve çekme mukavemetleri ile DWTT toklukları birbirine yakın değerlere sahip iken z numunesinin akma ve çekme mukavemeti x ve y numunesine göre daha düşüktür. Öte yandan % uzama ve çentik darbe toklukları y numunesinde çok önemli bir azalış göstermektedir. Bu farklılığın sebeplerini ortaya çıkarmak için tüm numunelerin tane boyutları, şekilleri, yönlenme ilişkileri, tane sınırı karakteristikleri ve çökelti yapıları incelenmiştir. Çizelge 6.3' de verilen vickers sertlik ölçümlerine bakıldığında x, y ve z numunelerin sertliklerinin çapraz yönde bir azalış gösterdiği görülmektedir.

Çizelge 6.2. Mekanik test sonuçları

Numune	Akma Muk. (kg/mm ²) (±5)	Çekme Muk. (kg/mm ²) (±5)	Uzama (%)	Çentik Darbe Testi (-20°C) (J) (±10)	DWTT Testi (-20°C) (%) (±10)
x	64.7	75.8	32	190	24
y	62.5	73.9	30	65	30
z	54.7	67	42	299	94

Çizelge 6.3. Çelik numunelerin üç farklı yönden ölçülmüş sertlik değerleri

Numune	Normal Yön (HV)	Haddeleme Yönü (HV)	Çapraz Yön (HV)
x	250	250	265
y	249	264	234
z	208	200	210

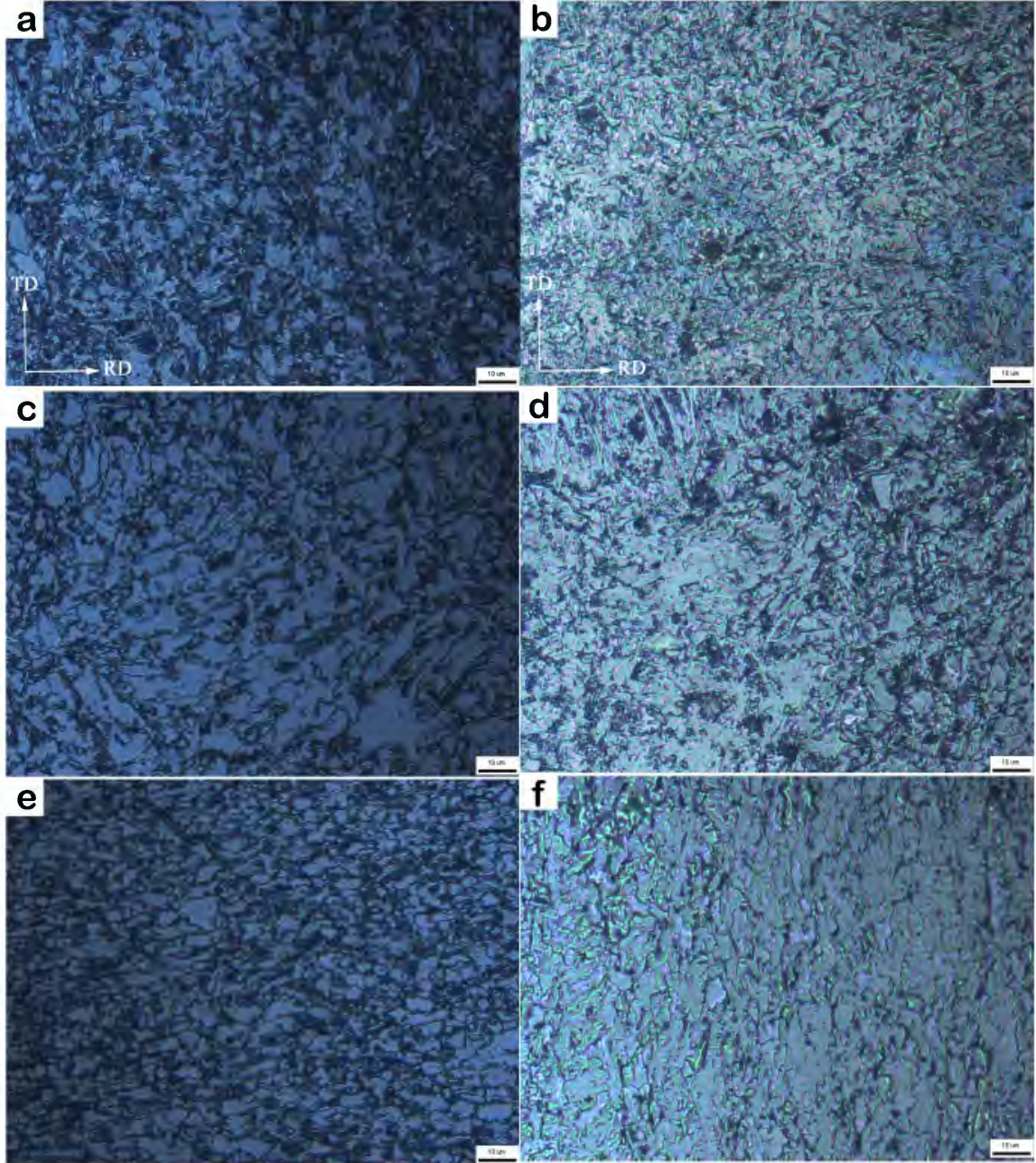
6.2.2 Mikroyapısal bileşenlerin mekanik özelliklere etkisi

Kısım 5.1' de anlatıldığı şekilde üretilen x, y ve z numunelerinin yapı-özellik ilişkileri bu bölümde incelenmiştir. Bu kapsamda yapılan ışık mikroskobu, SEM-EBSD ve mekanik test sonuçları aşağıda verilmiştir.

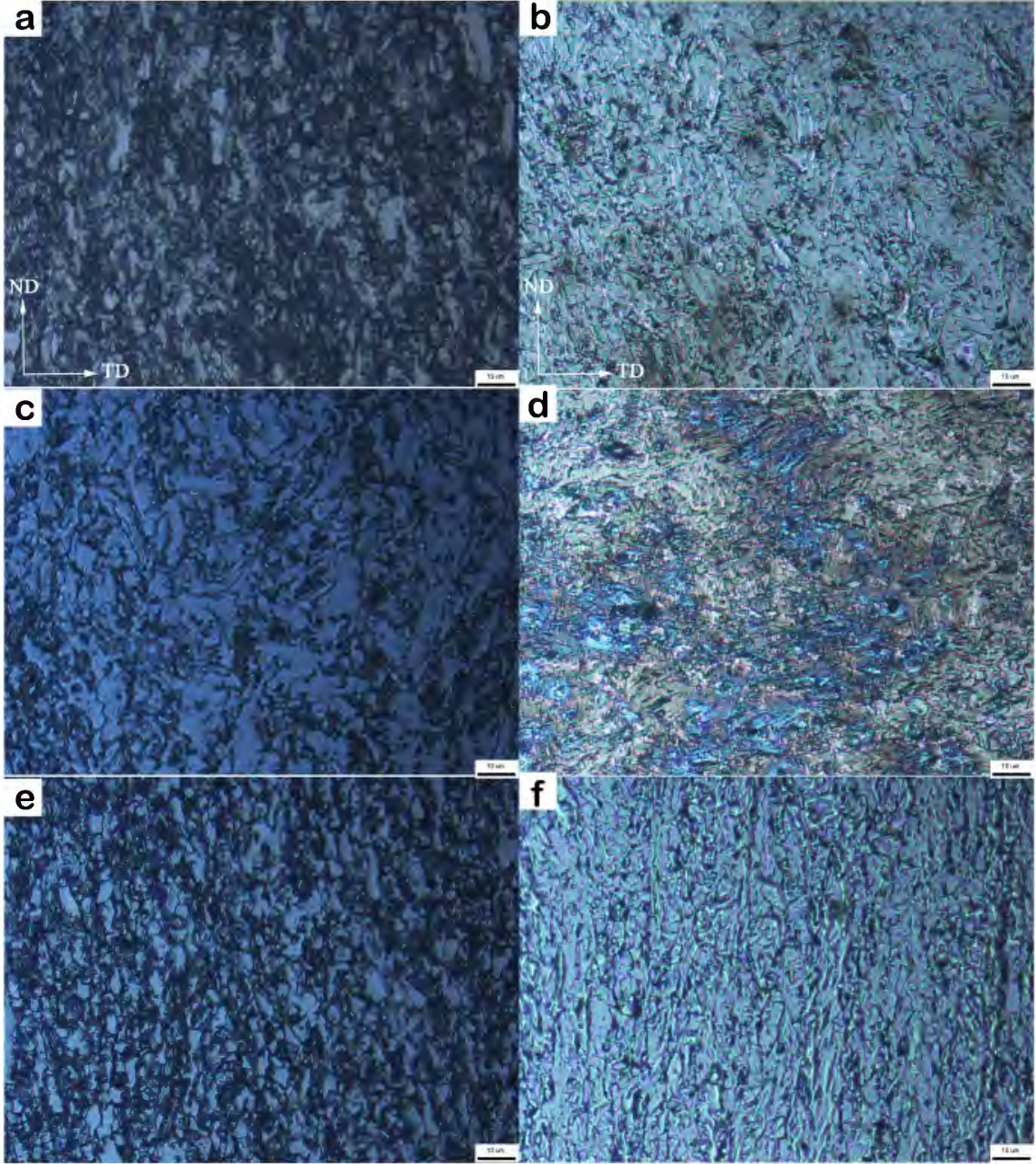
%5'lik nital çözeltisi ile dağlanmış x, y ve z numunelerinin sırasıyla normal yön, haddeleme yönü ve çapraz yönden çekilmiş ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 6.19, 6.20 ve 6.21 (a), (c) ve (e)' de verilmiştir. Bu mikroyapı görüntülerinde nital çözeltisi ferrit ve tane sınırlarına atak yaptığından dolayı yoğunlukta olan beyaz bölgelerin iğnemi ferrit, koyu bölgelerin ise beynitik ve perlitik yapıda olduğu düşünülmektedir. Özellikle y numunesine normal ve haddeleme yönlerinden bakıldığında tane yapısının daha büyük ve demet şeklinde olduğu görülmektedir. z numunesinde ise tanelerin eş eksenli ve homojen olduğu görülmektedir. y numunesinin mikroyapısındaki bu değişikliğin sebebinin daha hızlı soğutulmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Dahası, Çizelge 5.1' e bakıldığında y numunesinde Ti oranının yüksek olduğu görülmektedir. Wang' a göre Ti/N oranı %3.2' yi geçtiğinde birincil östenit tanelerinde büyümeye yol açarak Ti' nin tane inceltici etkisi ters yönde işlemektedir [91]. Gerçekten de y numunesinde Ti/N oranı % 4.2 olup elde edilen sonuçlar Wang'ı desteklemektedir. Ayrıca z numunesi içerdiği Al ve V alaşım elementlerinin fazlalığından dolayı daha ince taneli yapıya sahiptir.

Kısım 5.2.2' de belirtilen renkli dağlama rejimine göre pikral çözeltisi ferrit ve beynit arasındaki ara fazlara atak yapmaktadır. Böylece karbür ve beynit yapısı daha belirgin bir şekilde görülmektedir. Renkli dağlama işleminde mavi renk beynit, kahverengi martenzit, beyaz renk ise ferrit ve östeniti ifade etmektedir. Ferrit ve östenit yapılarının ayrımı zor olduğundan dolayı bu ayrım kristalografik farklılıklar kullanılarak EBSD analizi ile yapılabilir. Renkli dağlama yöntemi ile dağlanmış X70 çeliklerinin normal, haddeleme ve çapraz yönden çekilen ışık mikroskobu görüntüleri Şekil 6.19, 6.20 ve 6.21' de sırasıyla gösterilmiştir. Burada yine nital dağlamasına paralel olarak c numunesinde tanelerin a ve b numunelerine göre daha homojen ve eş eksenli olduğu, buna ilave olarak beynit tanelerinin ortaya çıkmasıyla tanelerin daha küçük yapıda olduğu görülmektedir.

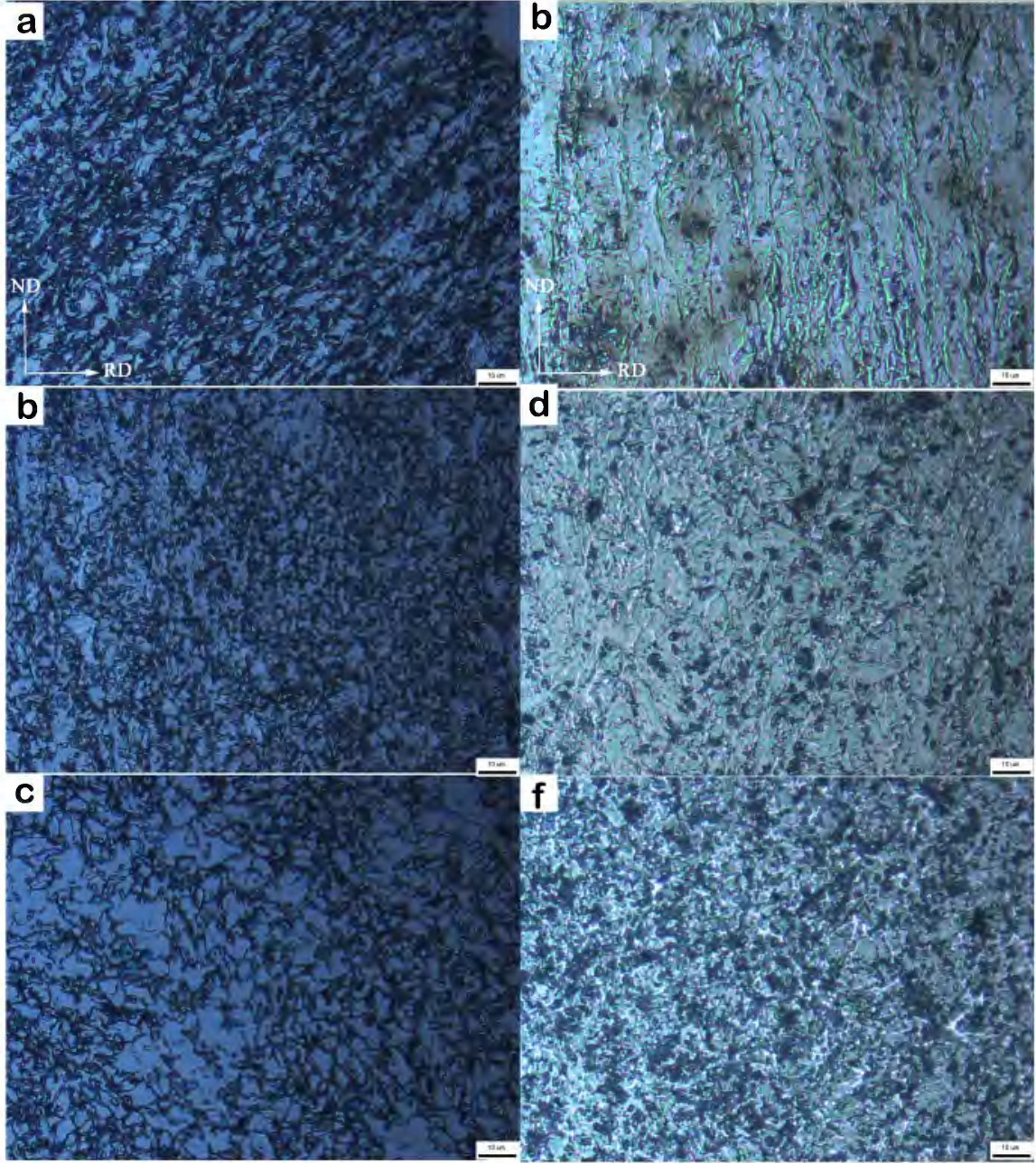
Şekil 6.22' de X70 çeliklerinin normal yönden çekilmiş ikincil elektron görüntüleri gösterilmektedir. Burada x ve y numunelerine göre daha yüksek sarım sıcaklığına ve daha fazla tane inceltici elemente sahip z numunesinin daha küçük, homojen ve eş eksenli tanelere sahip olduğu görülmektedir. Çizelge 6.4' de malzemede normal ve çapraz yönden elde edilen tane boyutu dağılımları ışık mikroskobu görüntüleri ile paralellik göstermiş olup Çizelge 5.1 ile bağdaştırıldığında artan sarım sıcaklıklarında z numunesinde tane boyutu ve equivalent circle diameter (ECD)' nin biraz da olsa arttığı daha güvenilir sonuçlarla tekrarlanmıştır.



Şekil 6.19. İki farklı dađlama rejimi ile hazırlanmış X70 numunelerine ait 50 büyütmede normal yönden elde edilmiş ışık mikroskobu görüntüleri. % 5 lik nital çözeltisi ile dađlanmış (a) x numunesi, (c) y numunesi ve (e) z numunesi ile renkli dađlama çözeltisi ile dađlanmış (b) x numunesi, (d) y numunesi ve (e) z numunesi.



Şekil 6.20. İki farklı dağlama rejimi ile hazırlanmış X70 numunelerine ait 50 büyütmede haddeleme yönünden elde edilmiş ışık mikroskobu görüntüleri. % 5 lik nital çözeltisi ile dağlanmış (a) x numunesi, (c) y numunesi ve (e) z numunesi ile renkli dağlama çözeltisi ile dağlanmış (b) x numunesi, (d) y numunesi ve (e) z numunesi.



Şekil 6.21. İki farklı dađlama rejimi ile hazırlanmış X70 numunelerine ait 50 büyütmede çapraz yönden elde edilmiş ışık mikroskobu görüntüleri. % 5 lik nital çözeltisi ile dađlanmış (a) x numunesi, (c) y numunesi ve (e) z numunesi ile renkli dađlama çözeltisi ile dađlanmış (b) x numunesi, (d) y numunesi ve (e) z numunesi.

Burada tanelerin eş eksenli ve homojen yapıda olması toklukta büyük bir artış sağlamaktadır. Öte yandan tane büyümesi mukavemet yönünden istenilen bir özellik değildir. Numuneler çapraz yönden incelendiğinde ise tane boyutunun ve ortalama ECD' nin sırasıyla azaldığı görülmektedir. Şekil 6.29' de bu durumu destekler nitelikte olup x ve y numunelerinde sarım sıcaklığının yetersiz olmasından dolayı ferrit tanelerinin bant şeklinde uzadığını; z numunesinde ise yüksek sarma sıcaklıklarından dolayı tanelerinin daha homojen ve eş eksenli bir şekil aldığını göstermektedir.

Çizelge 6.4. X70 numunelere normal ve çapraz yönden yapılan tane boyutu ölçümleri

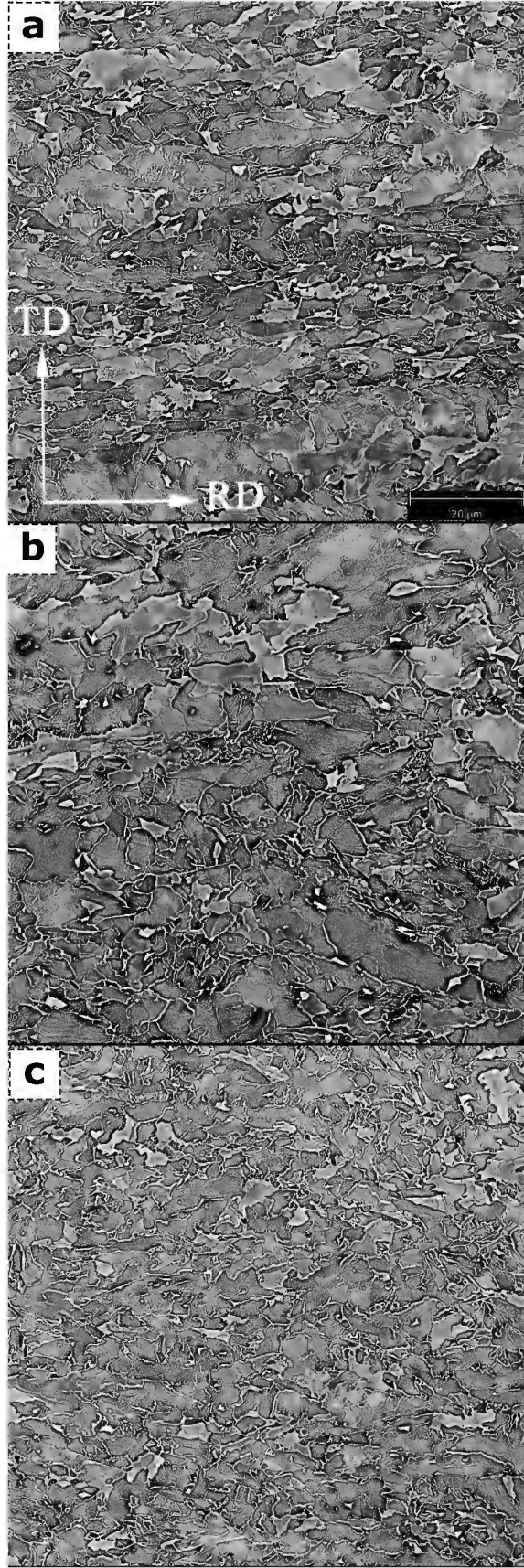
Yön	Numune	Ortalama Tane Boyutu (μm^2)	Ortalama ECD (μm)	ASTM Tane Boyutu
Normal Yön	x_n	3.88	2.22	15.0
	y_n	3.99	2.25	15.0
	z_n	3.51	2.11	15.2
Çapraz Yön	$x_ç$	4.86	2.49	14.7
	$y_ç$	3.60	2.14	15.1
	$z_ç$	1.87	1.54	16.1

Işık mikroskobunda görünür ışığın dalga boyunun sınırlı olmasından dolayı mikroyapı bileşenleri Kısım 4.1.1' de belirtilen SEM-EBSD tekniği kullanılarak bant kontrastı yöntemi ile daha yüksek büyütmelede ayırt edilebilmekte ve miktarları belirlenebilmektedir. Bu ayırımın en iyi görülebileceği çelik türü ferritik-martenzitik yapıya sahip çift fazlı (DP) çeliklerdir. Bu yüzden örnek olarak Şekil 6.23' de DP 600 çeliğinin (a) ham desen kalite haritası, (b) bant kontrastı (BC) değerlerine göre görüntü işleme tekniği ile elde edilmiş faz haritası ve (c) de ise bu yapıların ayırımı için yararlanılan bant kontrastı dağılımı gösterilmiştir. Yapılan ayırım ile belirlenen ferrit ve martenzit miktarları ise Çizelge 6.5' de gösterilmiştir.

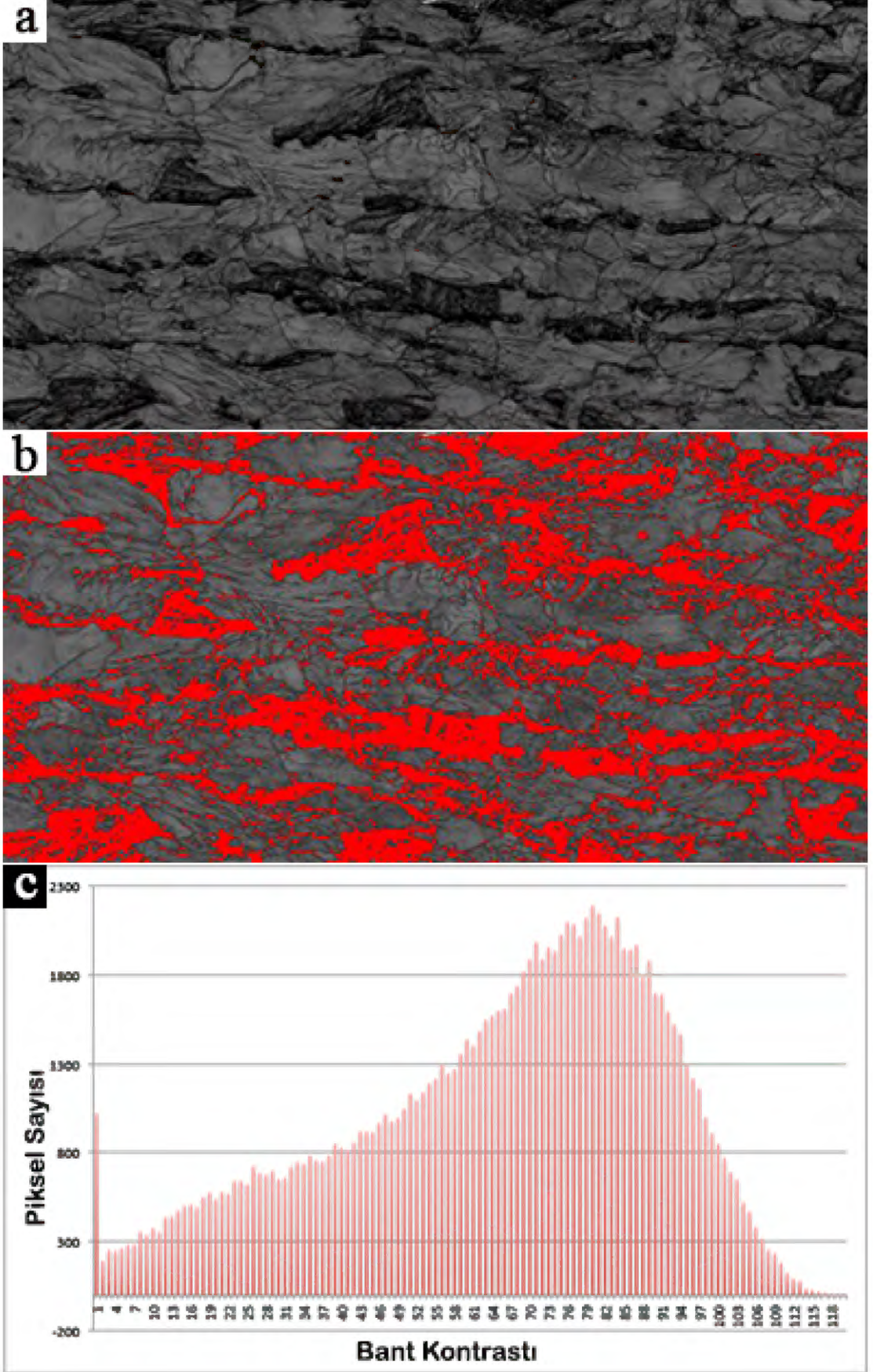
Çizelge 6.5. DP 600 çeliğinde ferrit ve martenzit yapılarının miktarlarının seçilen eşik değerine göre dağılımı

Renk	Eşik Değeri	Mikroyapı	Miktar (%)
Gri	51-255	Ferrit	71
Kırmızı	0-51	Martenzit	29

Mikroyapısal bileşenler dislokasyon yoğunlukları en fazladan en aza doğru sırasıyla ferrit, beyrit ve martenzit şeklinde olacağı için desen kalite haritalamasında



Şekil 6.22. Nital çözeltisi ile dağlanmış X70 çeliklerinin normal yönden 3000 büyütmede çekilmiş ikincil elektron görüntüleri; (a) x numunesi, (b) y numunesi ve (c) z numunesi



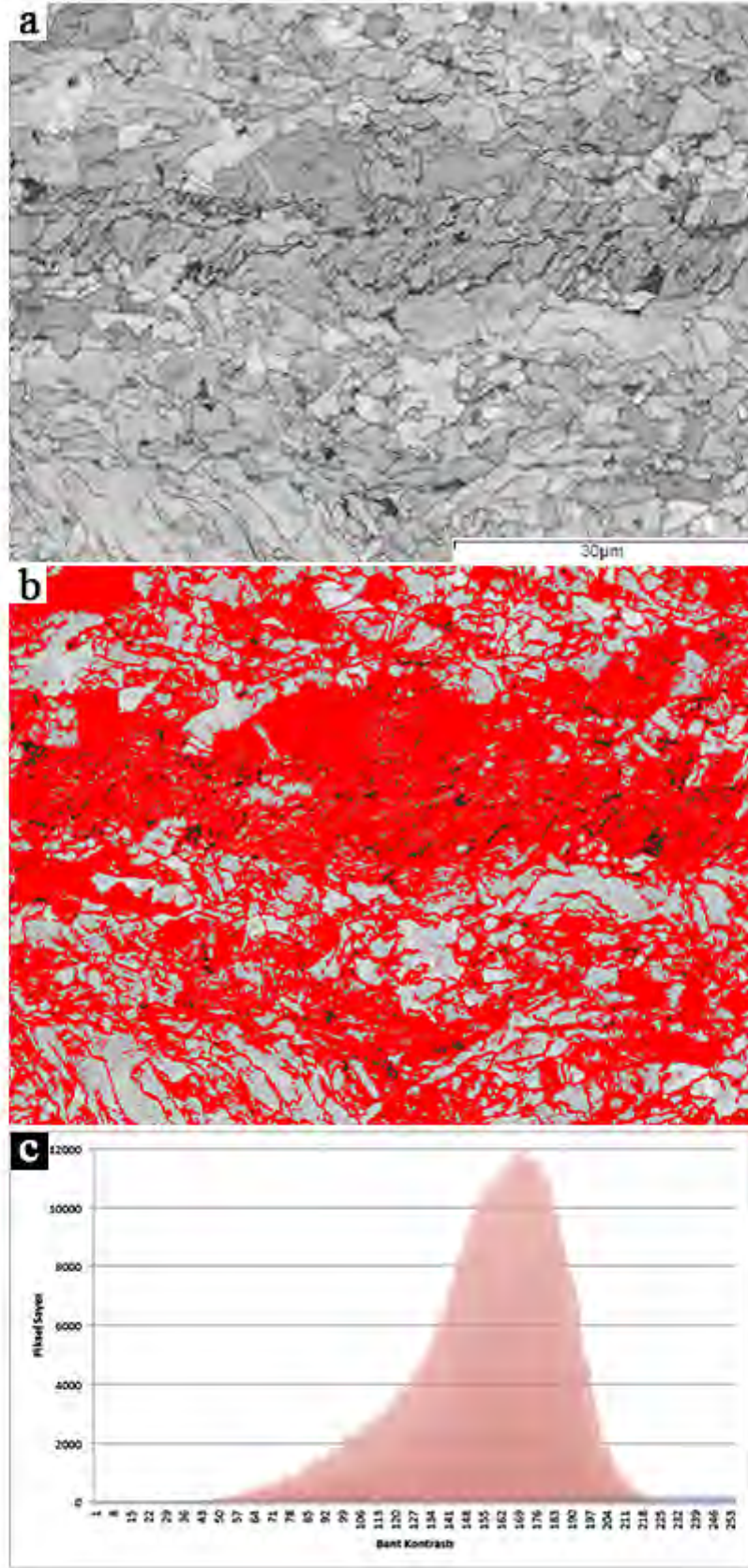
Şekil 6.23. DP 600 çeliği' nde bulunan fazların BC yöntemi ile miktarlarının belirlenmesi: (a) Ham desen kalite haritası (b) BC değerlerine göre görüntü işleme tekniği ile elde edilmiş faz haritası (c) BC profil dağılımı

da gri skalanın açıktan koyuya sırasıyla ferrit, beynit ve martenzit olacağı düşünülmektedir. Fakat düşük karbon oranından dolayı X70 çeliklerindedeki martenzit oluşmaması ya da çok az miktarda oluşması beklenilmektedir. Öte yandan X70 çeliği içerdiği karmaşık mikroyapısından dolayı bileşenlerin ayrımının yapılması DP 600 çeliğindeki kadar kolay değildir. Şekil 6.24' da a numunesinde çapraz yönden elde edilmiş EBSD desen kalite haritasından yola çıkarak martenzit, beynit ve ferrit yapılarının ayrıştırılması ve miktarsallaştırılması yapılmaya çalışılmıştır. EBSD ile Ancak her bir faz için BC eşik değerlerinin belirlenmesi, Şekil 6.24 (c) bimodal dağılım göstermediğinden dolayı oldukça zor olduğundan dolayı miktarlar kesin bir şekilde belirlenemeyecektir. Bu nedenle bu çelik türünde mikroyapısal bileşenleri ferrit, beynit ve martenzit gibi isimlendirmek yerine içerdikleri dislokasyon yoğunluklarına göre düşük, orta ve yüksek dislokasyon yoğunluklu olarak sınıflandırmak daha uygun olacaktır. Şekil 6.24 (a) bu çeliğe ait ham desen kalite haritasını, Şekil 6.24 (b)' de ise gri renkle ifade edilen alan düşük; kırmızı alan orta; siyah alan ise yüksek dislokasyon yoğunluğuna sahip bölgeleri ifade etmektedir. Yapılan ayırım ile belirlenen mikroyapısal bileşenlerin miktarları Çizelge 6.6' de gösterilmiştir.

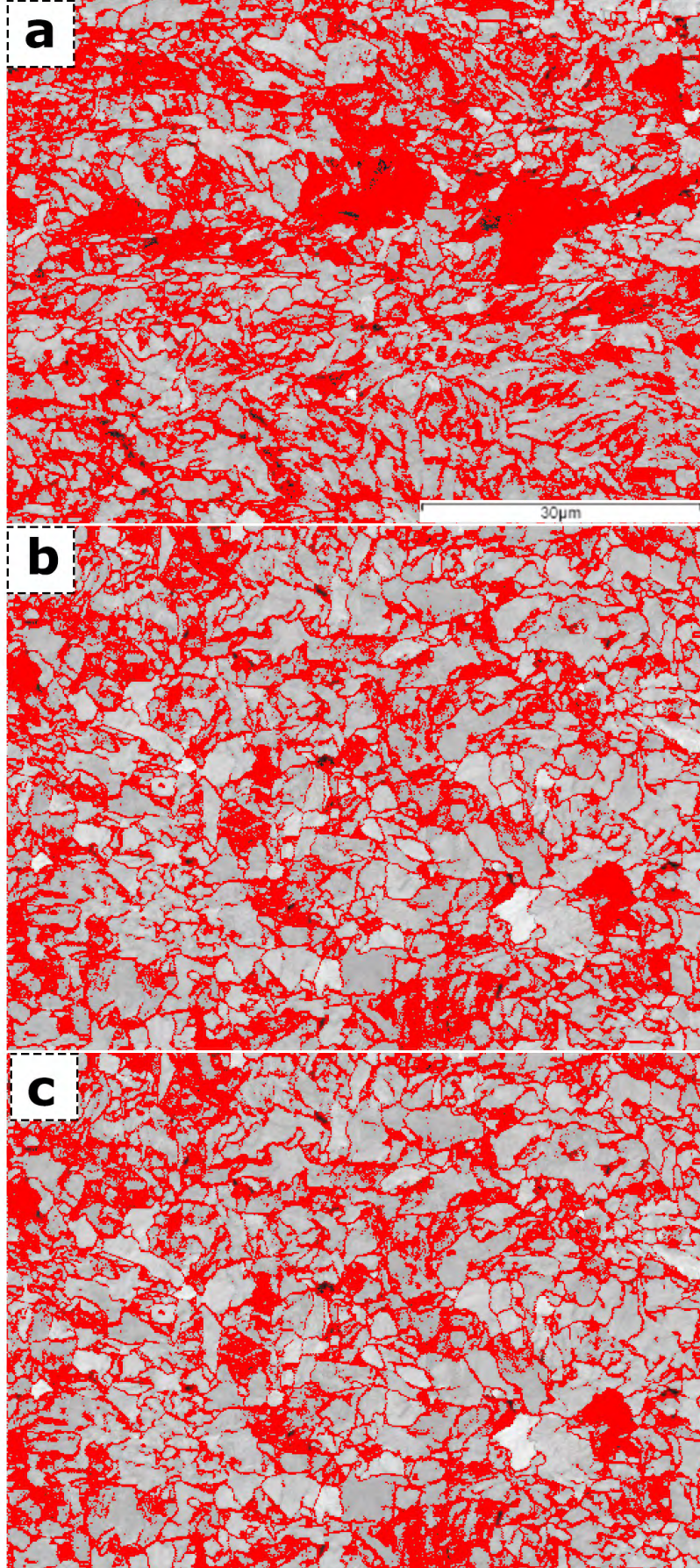
Çizelge 6.6. X70 çeliğinde beynit, ferrit ve martenzit yapıların miktarlarının seçilen eşik değerine göre dağılımı

Renk	Eşik Değeri	Mikroyapı	Miktar (%)
Kırmızı	0-60	Beynit	64.14
Gri	60-170	Ferrit	34.39
Siyah	170-255	Martenzit	1.47

Üç farklı haddeleme ve sarılma sıcaklığına sahip X70 numunelerinin mikroyapısal bileşenlerinin desen kalite haritasına göre dağılımları Şekil 6.25' de, bu dağılımların oranları ise Çizelge 6.7' de gösterilmiştir. Buna göre sarım sıcaklığı en yüksek olan, yani soğutma hızı en düşük olan z numunesinde x ve y numunelerine göre orta ve yüksek seviye dislokasyon yoğunluğunun azaldığı; düşük dislokasyon yoğunluğunun ise arttığı açık bir şekilde görülmektedir. Şekil 6.26 ' te akma ve çekme mukavemetinin dislokasyon yoğunluğuna bağlı değişimi gösterilmiştir. Beklenildiği üzere, azalan dislokasyon yoğunluğu ile akma ve çekme mukavemetinin aynı oranda azaldığı görülmektedir. Şekil 6.27' da ise Çentik darbe tokluğu ve DWTT değerlerinin dislokasyon yoğunluğuna göre değişimi görülmektedir. DWTT değeri azalan dislokasyon yoğunluğu ile artarken y numunesinin çentik darbe tokluğundaki azalışta dislokasyon yoğunluğunun etkin bir mekanizma olmadığı görülmektedir. Bu durum yukarıda belirtilen Wang [91]' un bulgularını doğrulamaktadır.



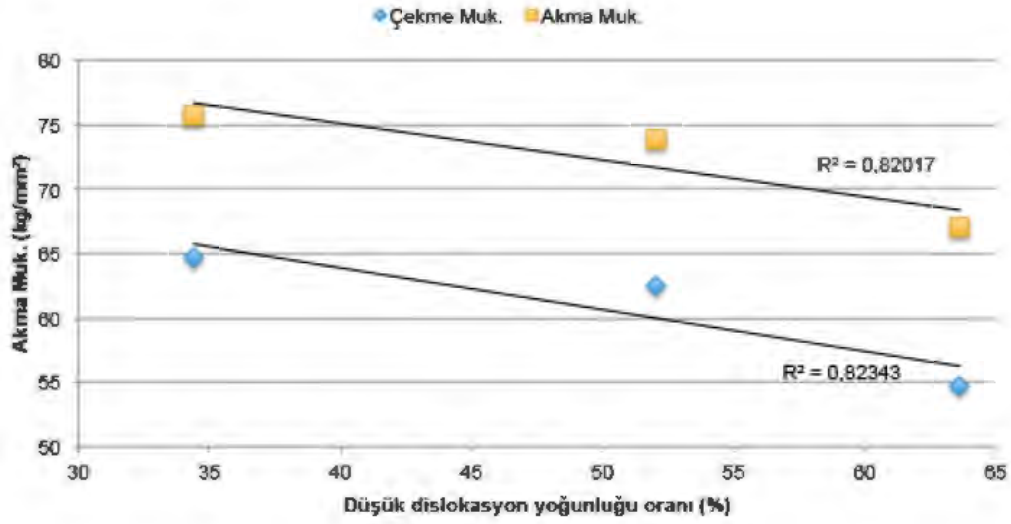
Şekil 6.24. X70 Petrol Boru Çeliği' nde bulunan fazların BC yöntemi ile miktarlarının belirlenmesi (a) Ham desen kalite haritası (b) BC değerlerine göre görüntü işleme tekniği ile elde edilmiş faz haritası (c) BC profil dağılımı



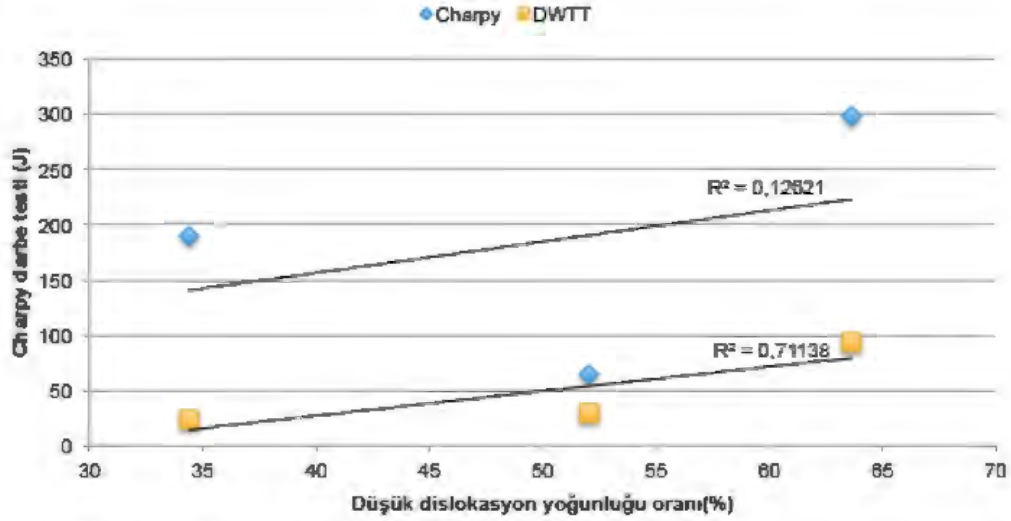
Şekil 6.25. X70 numunesinde bulunan mikroyapı bileşenlerinin miktarlarının BC yöntemi ile belirlenmesi (a) x numunesi (b) y numunesi (c) z numunesi

Çizelge 6.7. X70 çeliğinde düşük, orta ve yüksek dislokasyon oranlarının seçilen eşik değerine göre dağılımı

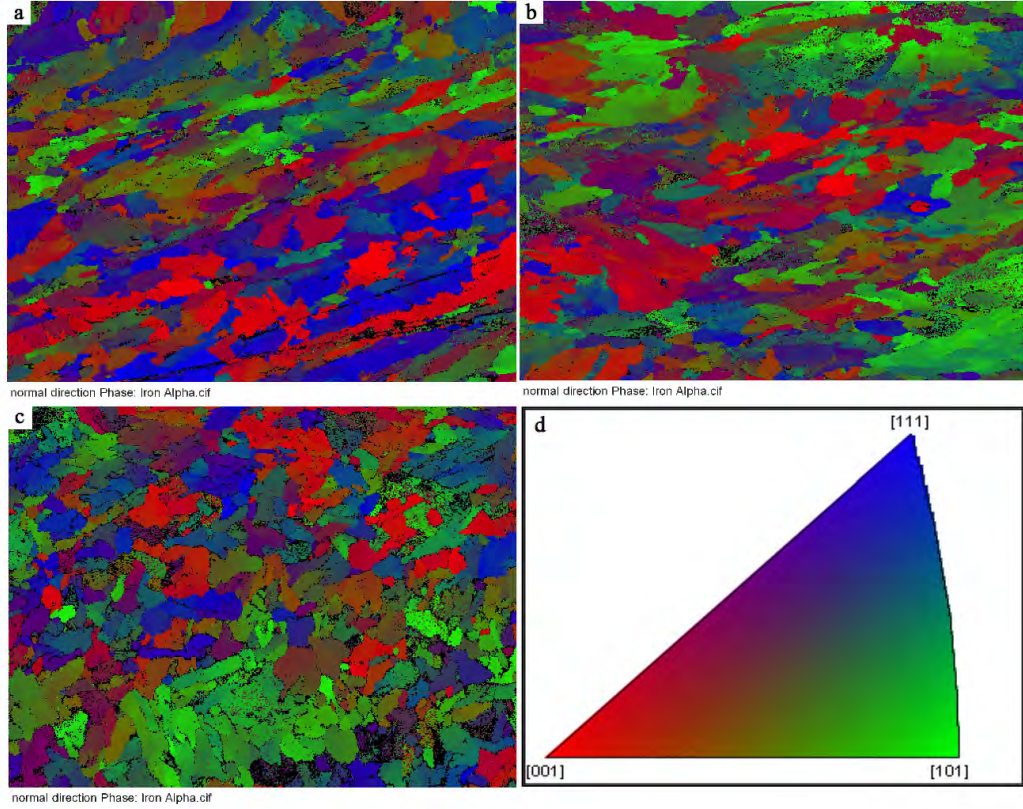
Renk	Eşik Değeri	Disl. Yoğ.	Miktar (%)		
			x	y	z
	170-255	Düşük	34.39	52.91	63.65
	60-170	Orta	64.14	48.5	36.04
	0-60	Yüksek	1.47	0.59	0.31



Şekil 6.26. X70 çeliğinde akma ve çekme mukavemetlerinin dislokasyon yoğunluğuna göre değişimi



Şekil 6.27. X70 çeliğindeinde çentik darbe ve DWTT tokluklarının dislokasyon yoğunluğuna göre değişim

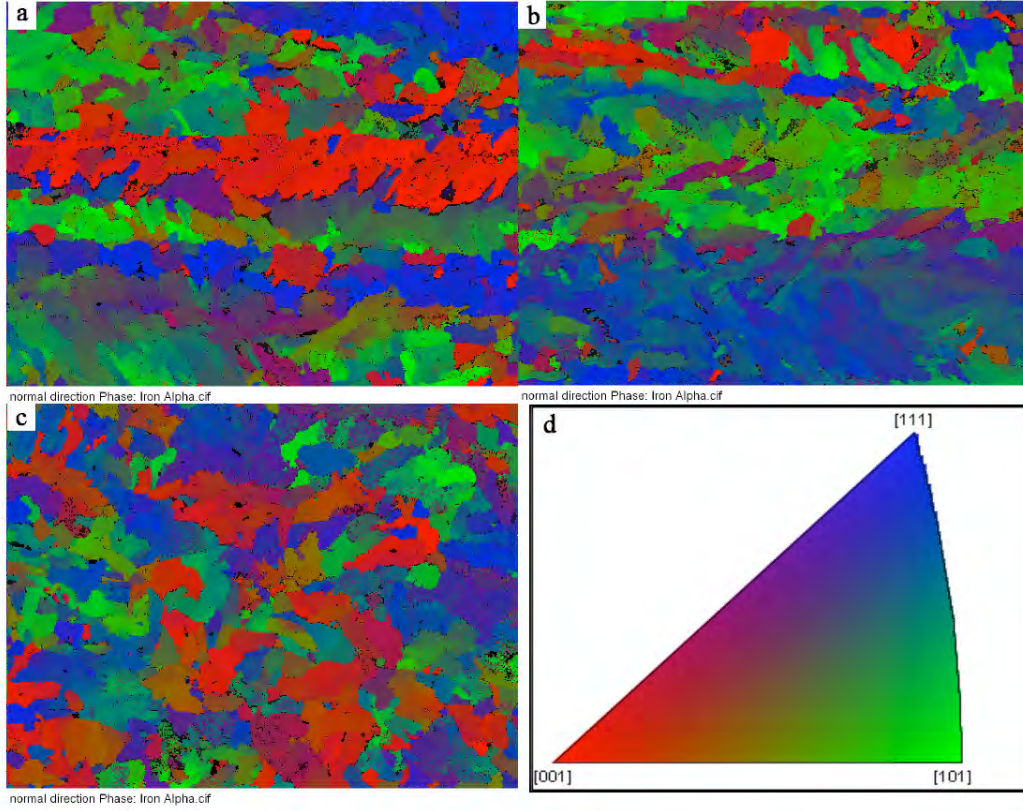


Şekil 6.28. X70 numunelerinde normal yönden çekilmiş yönlenme haritaları. (a) x numunesi, (b) y numunesi, (c) z numunesi, (d) renklerin kristal yönlere göre dağılımı.

6.2.3 Tane yönlenmesi ve tane sınırı karakteristiği dağılımının mekanik özelliklere etkisi

Şekil 6.28 (a), (b) ve (c) sırasıyla x, y ve z numunelerinin normal yönden yapıda miktarca çoğunlukta olan ferrit, beynit ve martenzitten oluşan östenit dönüşüm ürünlerinin termomekanik haddeleme işlemi sırasında uğradığı tane yönlenmesini göstermektedir. Buna göre her üç numunede de taneler güçlü bir yönlenme göstermediği görülebilmektedir. Tane yönlenme profili bir diğer türlü olarak, tüm kristalografik düzlemlere ve yönlere göre Şekil 6.30 (a), (b) ve (c) pole grafikleri ile sadece kristalografik düzlem ve yön ailerine göre Şekil 6.31 (a), (b) ve (c) inverse pole grafikleri ile gösterilmiştir. Buna göre normal yönden incelenen (a) x numunesinde [111] zone eksen kısmında, (b) y numunesinde [101] zone eksenine doğru bir yönlenme gözlenirken, (c) z numunesinde yönlenmenin daha az olduğu görülmektedir.

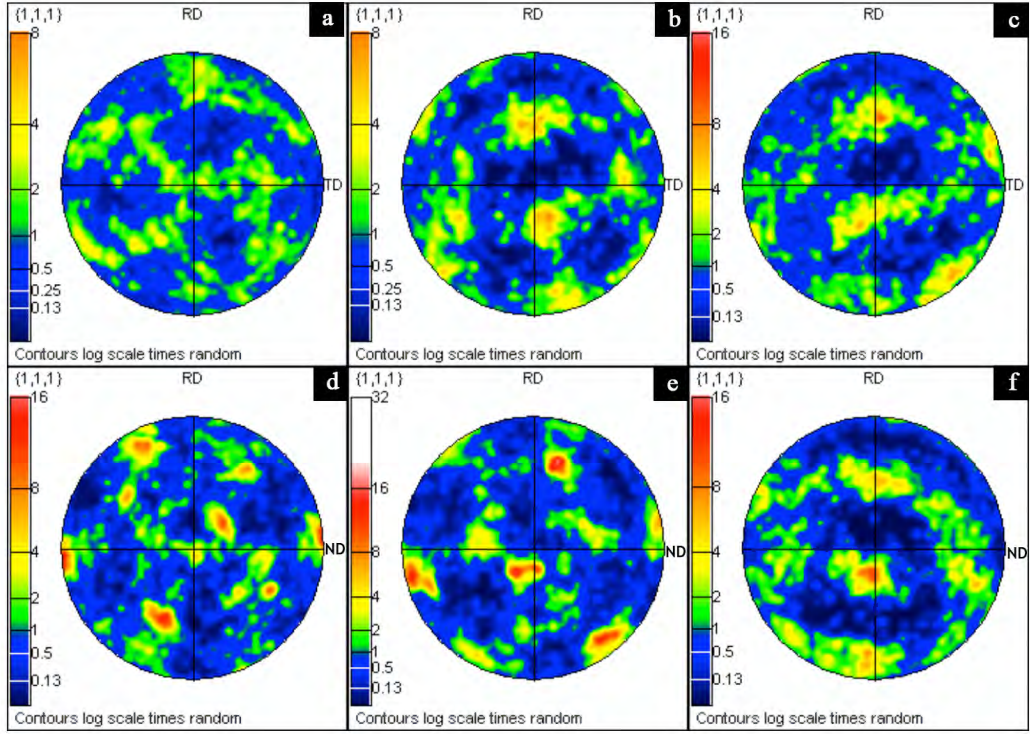
Şekil 6.29 (a), (b) ve (c) ise sırasıyla x, y ve z numunelerinin çapraz yönden incelenen tane yönlenmesini göstermektedir. x ve y numunelerinde [001] ve [101] yönlerinde bantlaşmalar görülürken c numunesinde güçlü bir yönlenmeye rastlanamamıştır. Ayrıca Şekil 6.30 ve Şekil 6.31 (d), (e), (f)' de gösterildiği üzere yönlenmelerin normal yöne göre daha yoğun bir şekilde oluştuğu gözlemlenmektedir.



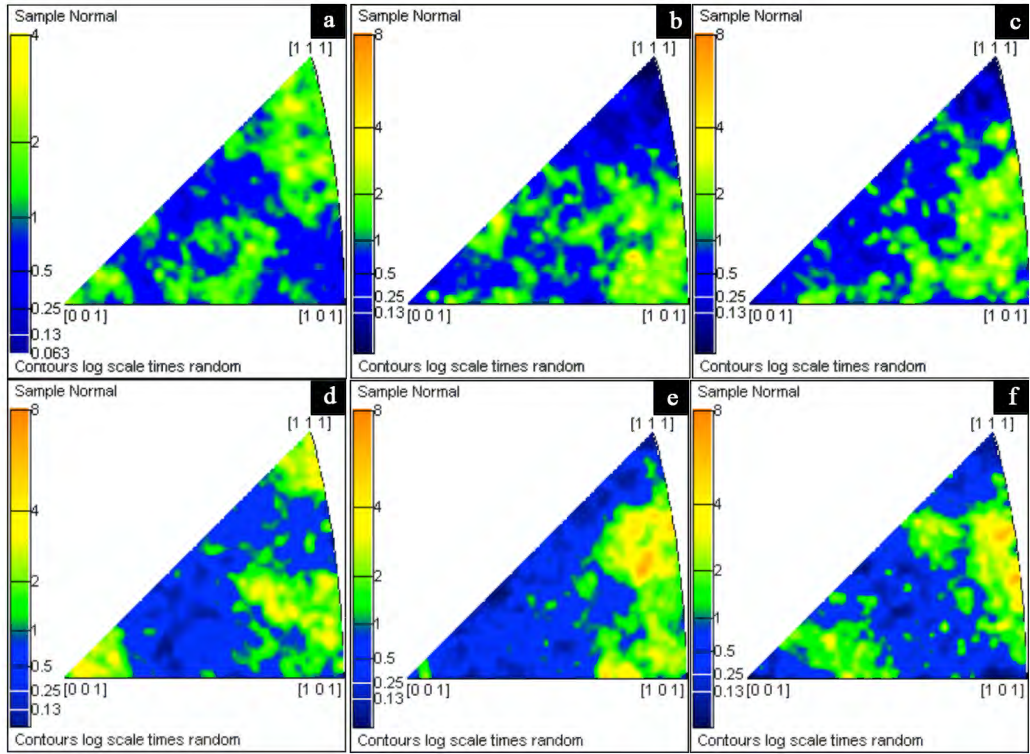
Şekil 6.29. X70 numunelerinde çapraz yönden çekilmiş yönlenme haritaları. (a) x numunesi, (b) y numunesi, (c) z ve numunesi, (d) renklerin kristal yönlere göre dağılımı.

X70 numunelerinde tane sınırı karakteristikleri ve miktarlarının haddeleme ve sarım sıcaklıklarına göre değiştiği görülmektedir. Çizelge 6.8 X70 numunelerinin normal ve çapraz yönlerden düşük açılı, yüksek açılı ve kafes yeri kesişimi tane sınırlarının oranını göstermektedir. Sarım sıcaklığının artmasıyla düşük açılı tane sınırı (LAGB) oranı normal yönde birbirine yakın değerlere sahip iken bu oran çapraz yönde sarım sıcaklığı en yüksek olan c numunesinde en düşük değere sahiptir. $\Sigma 3$ ve $\Sigma 13$ tane sınırları normal yönde rasgele bir dağılım gösterirken, çapraz yönde bu özel tane sınırları azalan tane boyutu ile beraber artış göstermiştir. En yüksek sarım sıcaklığında ise en fazla CSL tane sınırı oranına sahip olduğu görülmektedir. Şekil 6.32, 6.33, 6.34' de normal yönden; Şekil 6.35, 6.36, 6.37' de ise çapraz yönden yönlenme farkı haritaları (a) ve yönlenme farkı dağılımları (c) gösterilmiştir. Öte yandan, Şekil 6.32, 6.33, 6.34' de normal yönden; Şekil 6.35, 6.36 ve 6.37' de ise çapraz yönden kafes yeri kesişimi haritaları (b) ve kafes yeri kesişimi dağılımları (d) gösterilmiştir.

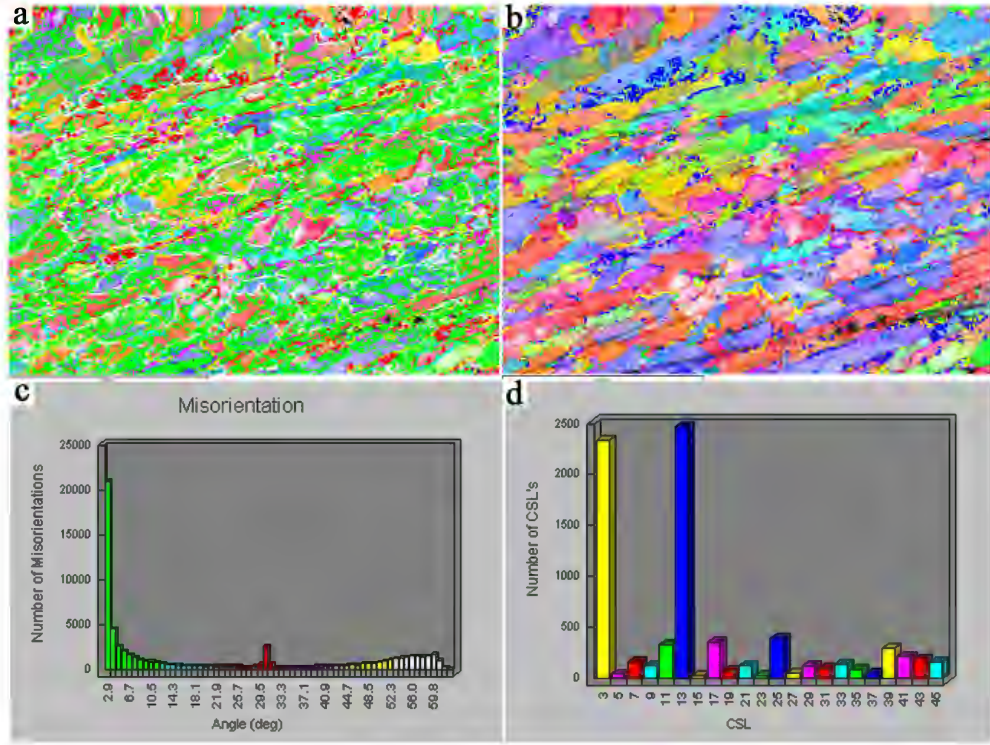
Şekil 6.38 ve 6.39' da sırasıyla akma ve çekme mukavemetlerinin tane sınırı çeşidine göre değişimi gösterilmektedir. Buna göre akma ve çekme mukavemetlerinin düşük açılı (LAGB) ve $\Sigma 3$ tane sınırlarının artması ile artarken $\Sigma 13$ tane sınırının artması ile azaldığı görülmektedir.



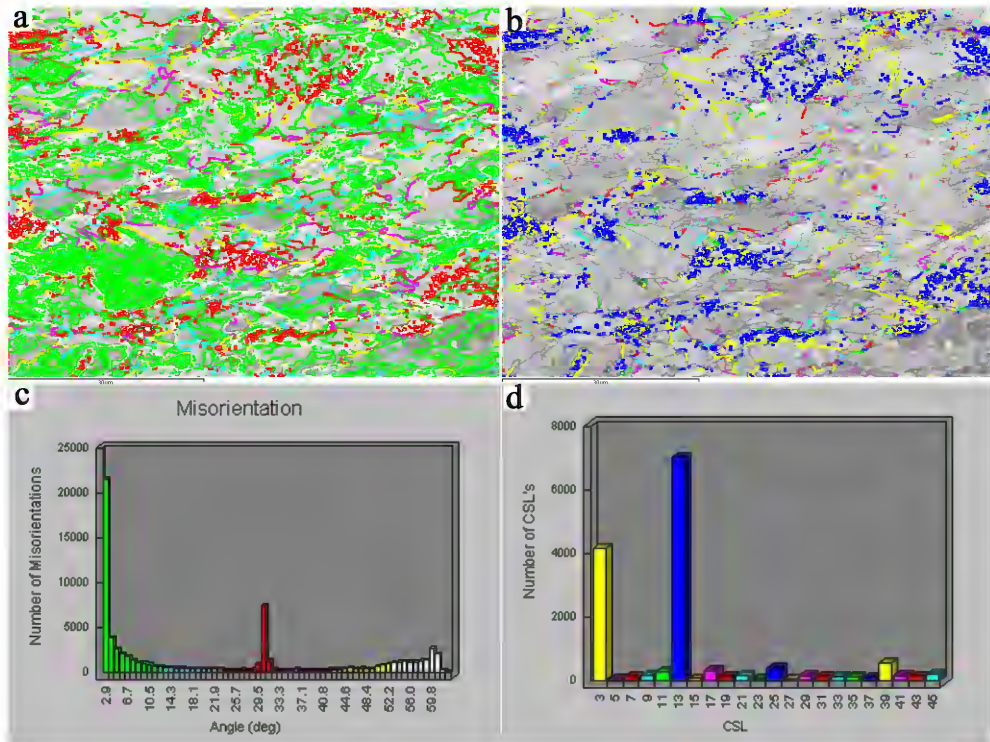
Şekil 6.30. X70 numunelerinde normal yönden çekilmiş (a) x, (b) y, (c) z ve çapraz yönden çekilmiş (d) x, (e) y, (f) z numunelerine ait pole grafiği haritası



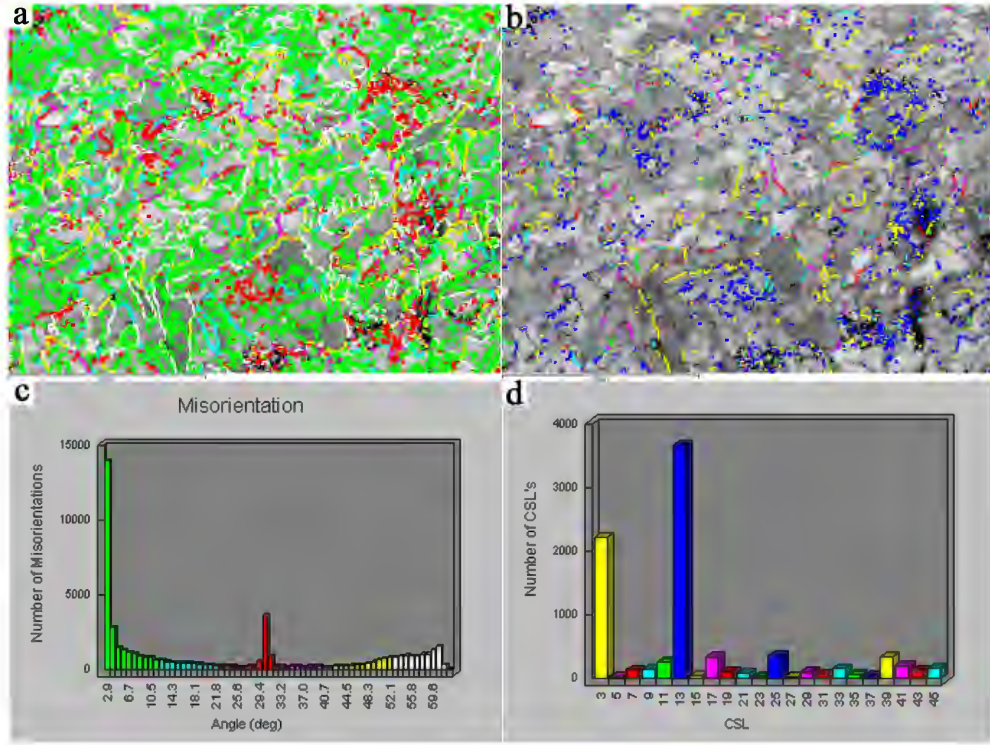
Şekil 6.31. X70 numunelerinde normal yönden çekilmiş (a) x, (b) y, (c) z ve çapraz yönden çekilmiş (d) x, (e) y, (f) z numunelerine ait inverse pole grafiği haritası



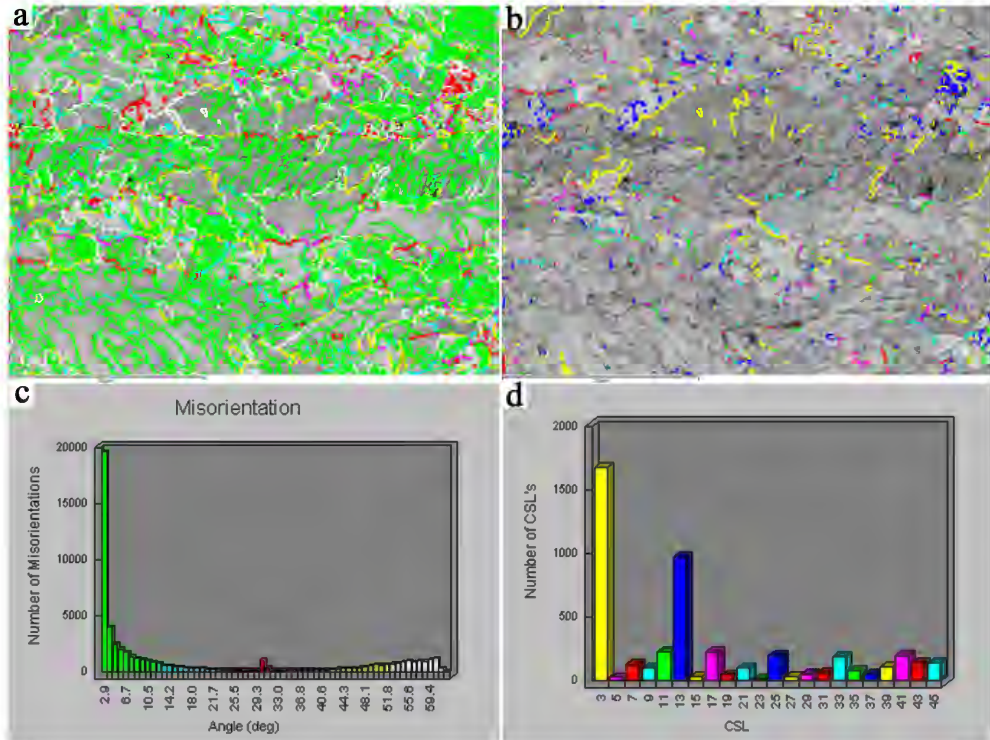
Şekil 6.32. x numunesinde normal yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı



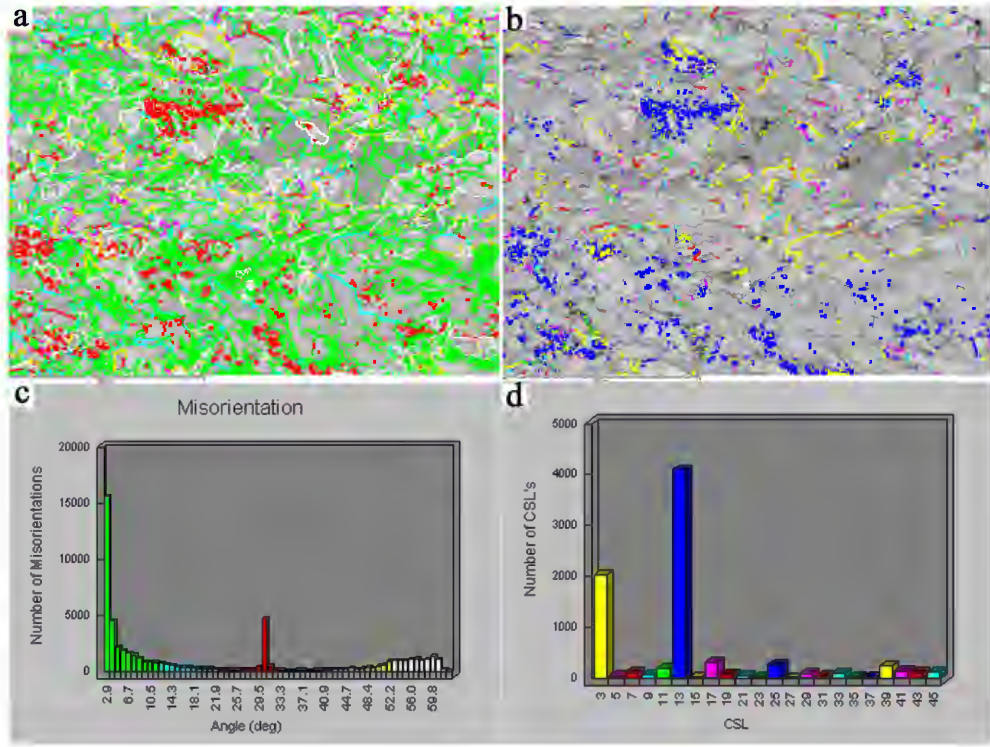
Şekil 6.33. y numunesinde normal yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı



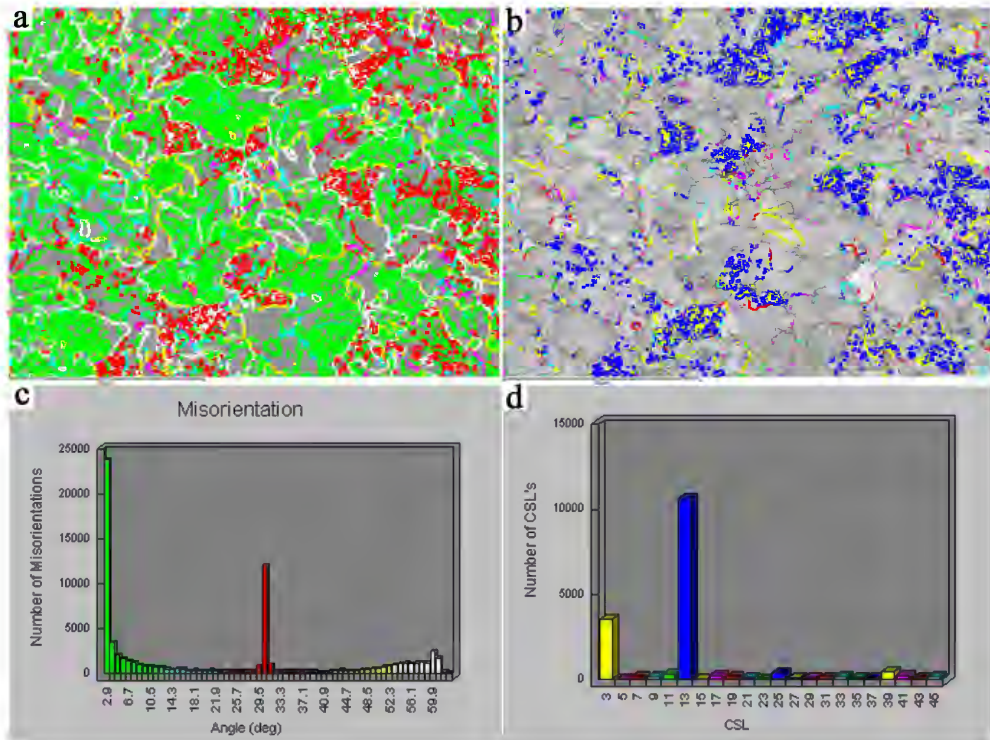
Şekil 6.34. z numunesinde normal yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı



Şekil 6.35. x numunesinde çapraz yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı



Şekil 6.36. y numunesinde çapraz yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı

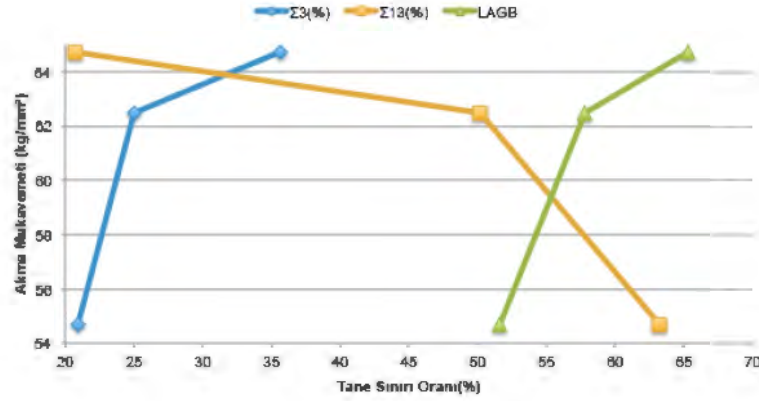


Şekil 6.37. z numunesinde çapraz yönden çekilmiş (a) Yönlenme farkı haritası, (b) Kafes yeri kesişimi haritası, (c) Yönlenme farkı dağılımı, (d) Kafes yeri kesişimi dağılımı

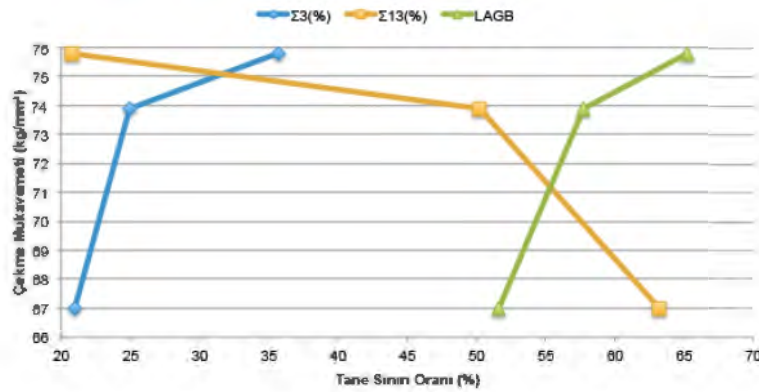
Çizelge 6.8. X70 numunelerinde normal ve çapraz yönden ölçülen düşük açılı, yüksek açılı ve kafes yeri kesişimi tane sınırlarının miktarsal oranı

Yön	Numune	Düşük Açılı Tane Sınırı	Yüksek Açılı Tane Sınırı	Kafes Yeri Kesişimi Tane Sınırları (CSL)		
		<15°(%)	>15°(%)	Σ3(%)	Σ13(%)	Σ3+Σ13
NY	x _n	55,32	44,68	29,96	31,69	61,65
	y _n	51,70	48,30	24,70	59,02	83,72
	z _n	51,63	48,37	26,10	43,28	69,38
ÇY	x _ç	65,28	34,72	35,64	20,75	56,39
	y _ç	57,80	42,20	24,97	50,20	75,17
	z _ç	51,65	48,35	20,97	63,24	84,21

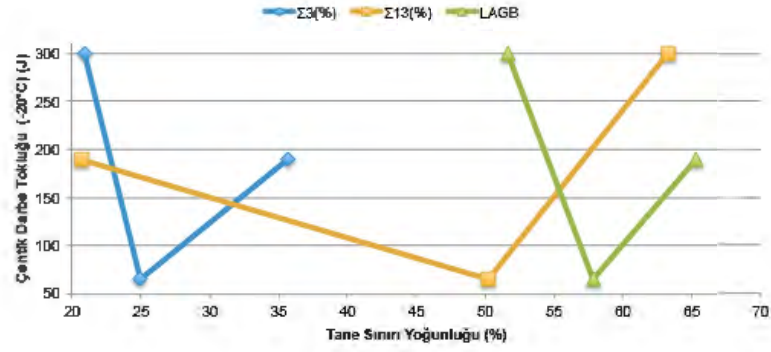
Şekil 6.40 ve Şekil 6.41’ de sırasıyla çentik darbe ve DWTT tokluklarının tane sınırı çeşidine göre değişimi gösterilmektedir. y numunesinin çentik darbe tokluğundaki artış düşük ya da CSL tane sınırları yoğunluğunun çentik darbe tokluğuna etki eden baskın mekanizmalar olmadığını göstermekte ve azalış sebebinin Ti/N oranından kaynaklı birincil östenit tanelerinin büyüklüğünden kaynaklandığını bir kez daha doğrulamaktadır [91].



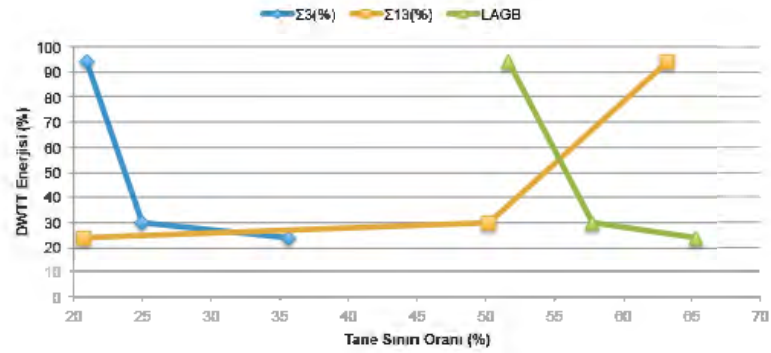
Şekil 6.38. Akma mukavemetinin tane sınırı çeşidine göre değişimi



Şekil 6.39. Çekme mukavemetinin tane sınırı çeşidine göre değişimi



Şekil 6.40. Çentik darbe tokluğunun tane sınırı çeşidine göre değişimi



Şekil 6.41. DWTT tokluğunun tane sınırı çeşidine göre değişimi

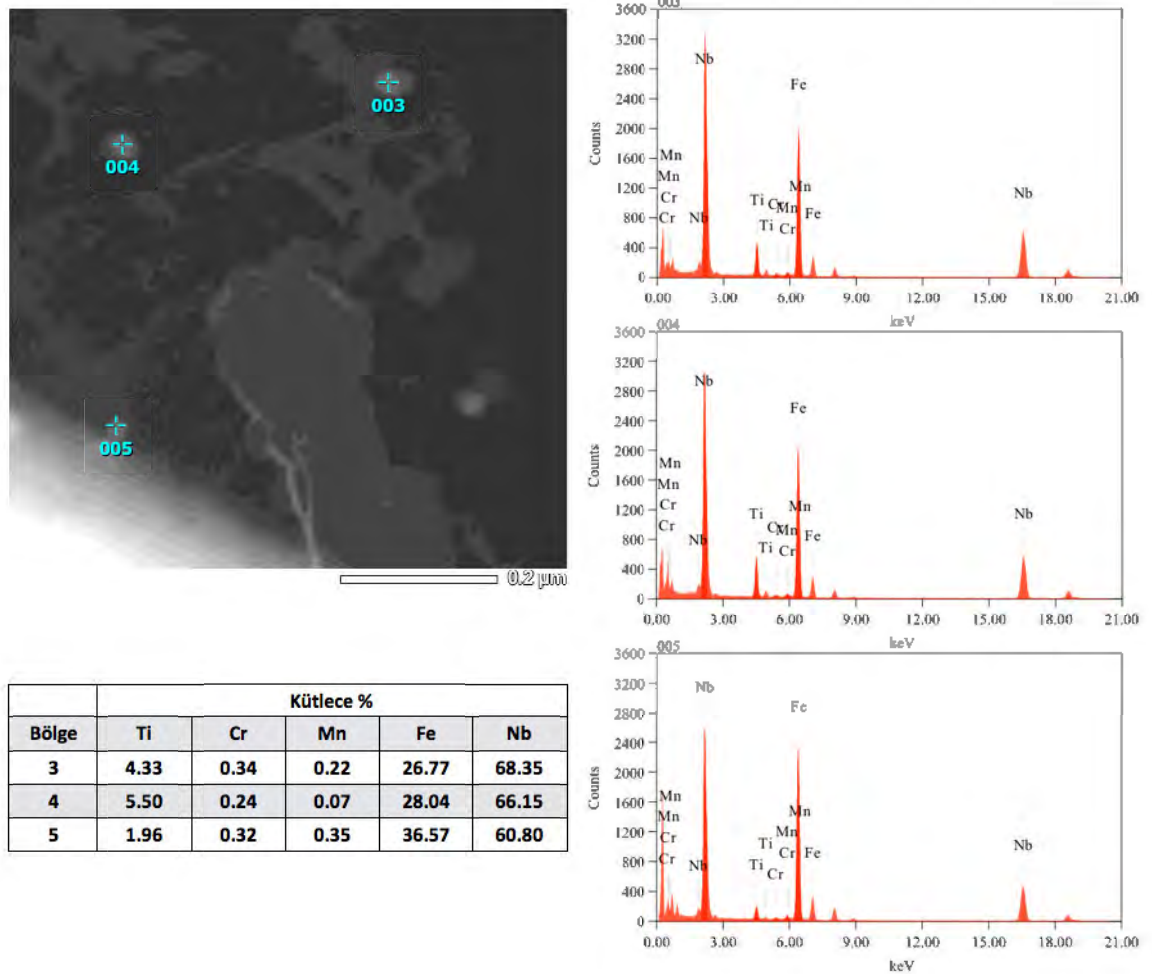
6.2.4 STEM ve t-EBSD tekniği ile görüntülenen çökeltilerin incelenmesi

Elektrolitik parlatma ve delme ile elde edilmiş X70 çeliğinde STEM modunda elde edilen çökeltilerin dağılımı ve kimyasal analiz sonuçları aşağıda belirtildiği gibidir. Şekil 6.42' de 3, 4 ve 5 nolu bölgelerin niyobyumca zengin olduğu; Şekil 6.43' de 13 numaralı bölgede titanyum çökeltileri, Şekil 6.44' de yine niyobyum ve titanyum çökeltileri gözlenmiştir.

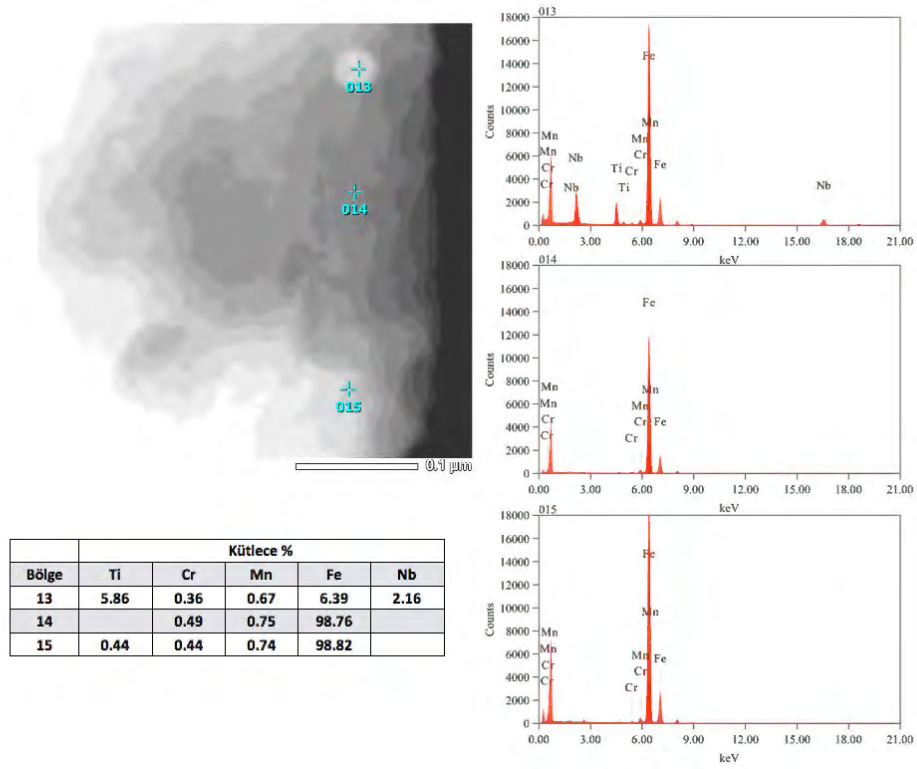
Şekil 6.45' de z numunesinde numune hazırlama sırasında yerinden kopan çökeltilerin şekil ve boyut dağılımları gösterilmektedir. Bu çökeltiler 60-170 nm arasında olup farklı farklı şekillere sahiptirler. Z numunesinde gözlenen çökeltilerin EDS haritasına bakıldığında Fe matrisinin içerisinde Nb ve S elementleri görülmektedir (Şekil 6.52 ve Şekil 6.46). Ancak; niyobyum ile sülfürün bileşik oluşturduğuna dair herhangi bir bulguya literatürde rastlanamamıştır. Dahası Şekil 6.47' te gösterilen EDS sonuçlarına bakıldığında Nb ile S' nin piklerinin çakıştığı görülmektedir. O bölgede bulunması öngörülen Nb ve S elementlerinin varlığını ve miktarını daha kesin bir biçimde göstermek için WDX analizi yapılması, bu

iki elementin herhangi bir bileşik oluşturup oluşturmadığını göstermek için ise elektron kırınımı incelemesi yapılması gerekmektedir. Şekil 6.48’ de ise yine z numunesinde gözlenen Ti, Nb ve S elementlerinin dağılımı gösterilmektedir. Elde edilen yüksek açılı dairesel karanlık alan (HAADF) görüntüsünde (a) görülemeyen yüksek kontrasta sahip kısmın Nb ve S olduğu, düşük kontrasta sahip kısmın ise göre daha düşük atom numarasına sahip olan Ti olduğu (b) şeklinde görülmektedir. Son olarak Şekil 6.51’ te HAADF görüntüsünde (a) yaklaşık 200 nm çapında boşluğa rastlanmıştır. Yapılan EDS haritalaması sonucunda bu yapının Mn-S inklüzyonu olduğu görülmektedir.

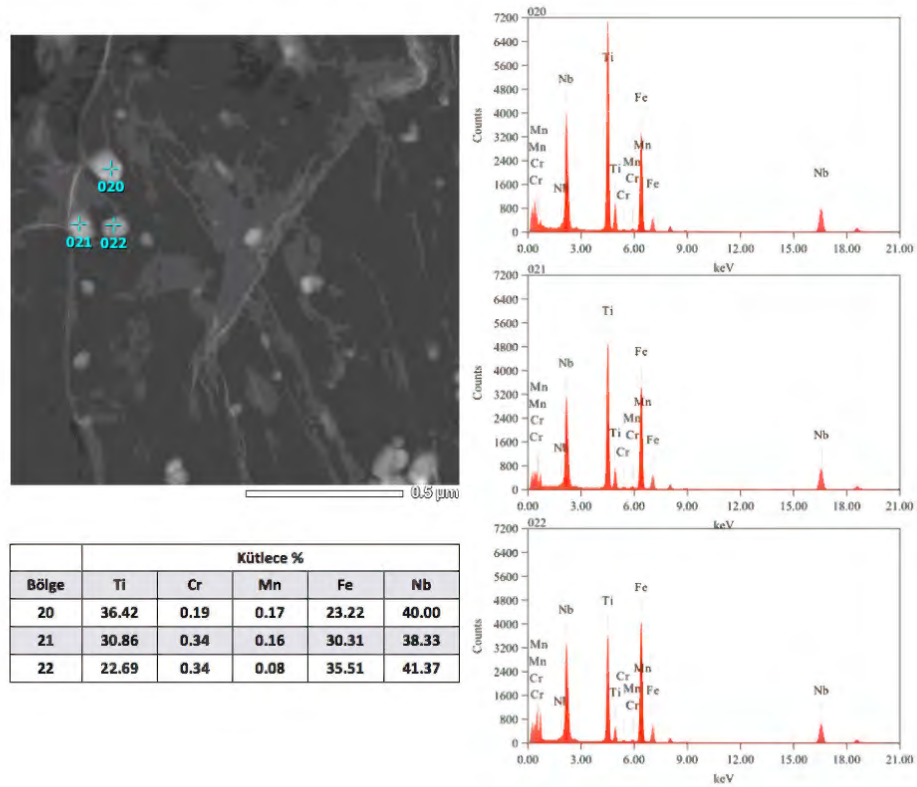
Öte yandan Şekil 6.53’ de Ti/N oranı 4.2 olan y numunesinde yapılan t-EBSD analizi sonucunda 30 kx büyütmede tane içi ve tane sınırlarında bulunan çökeltiler görüntülenmiş olup bu çökeltilerin farklı şekillerde ve 30-120 nm arasında boyutlarda olduğu gözlenmiştir. Ayrıca bu numunede tanelerin büyük olduğu eş eksenli olmadığı görülmektedir.



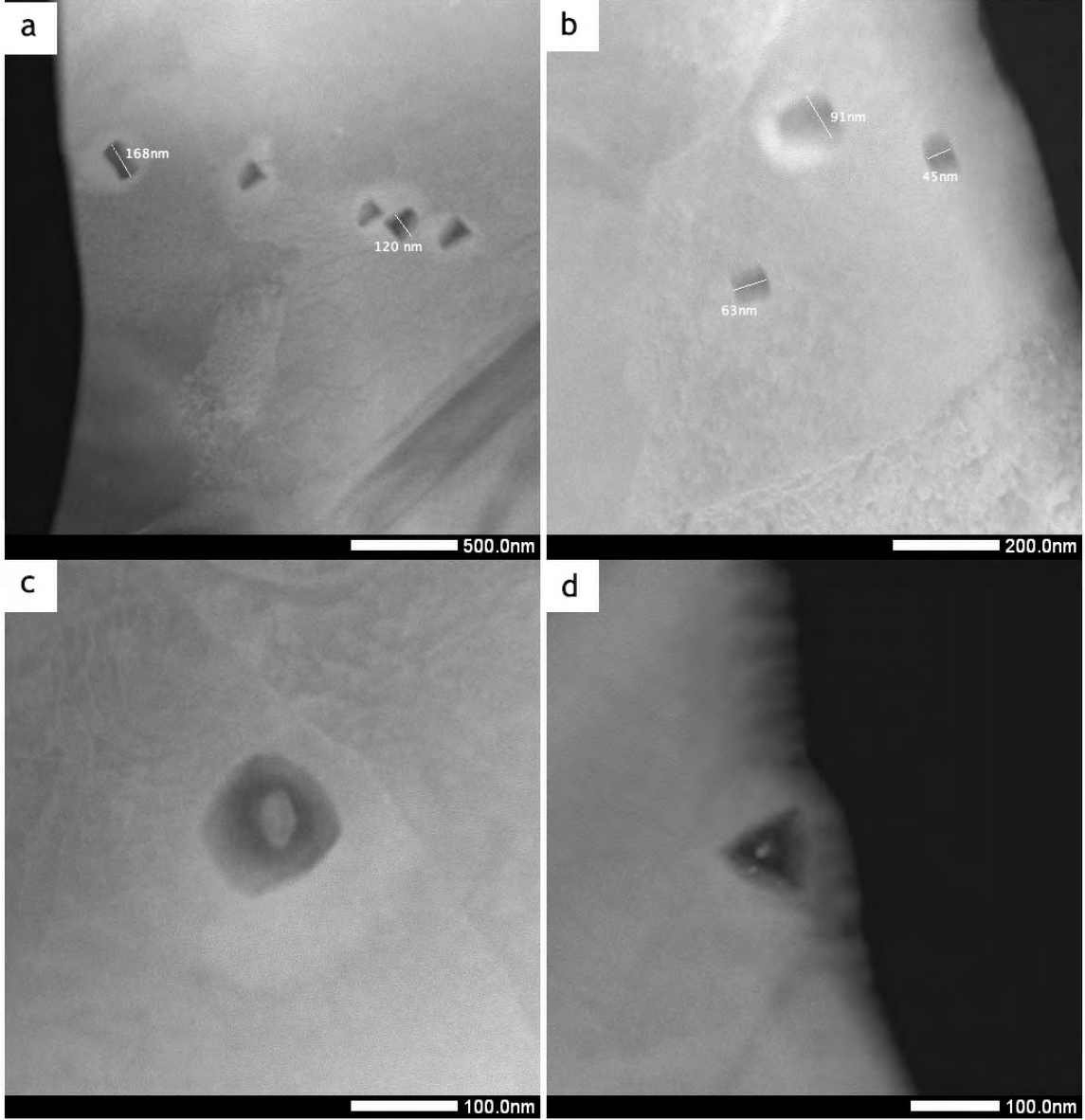
Şekil 6.42. X70 numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen çökeltilerin görünümü ve kimyasal analizleri.



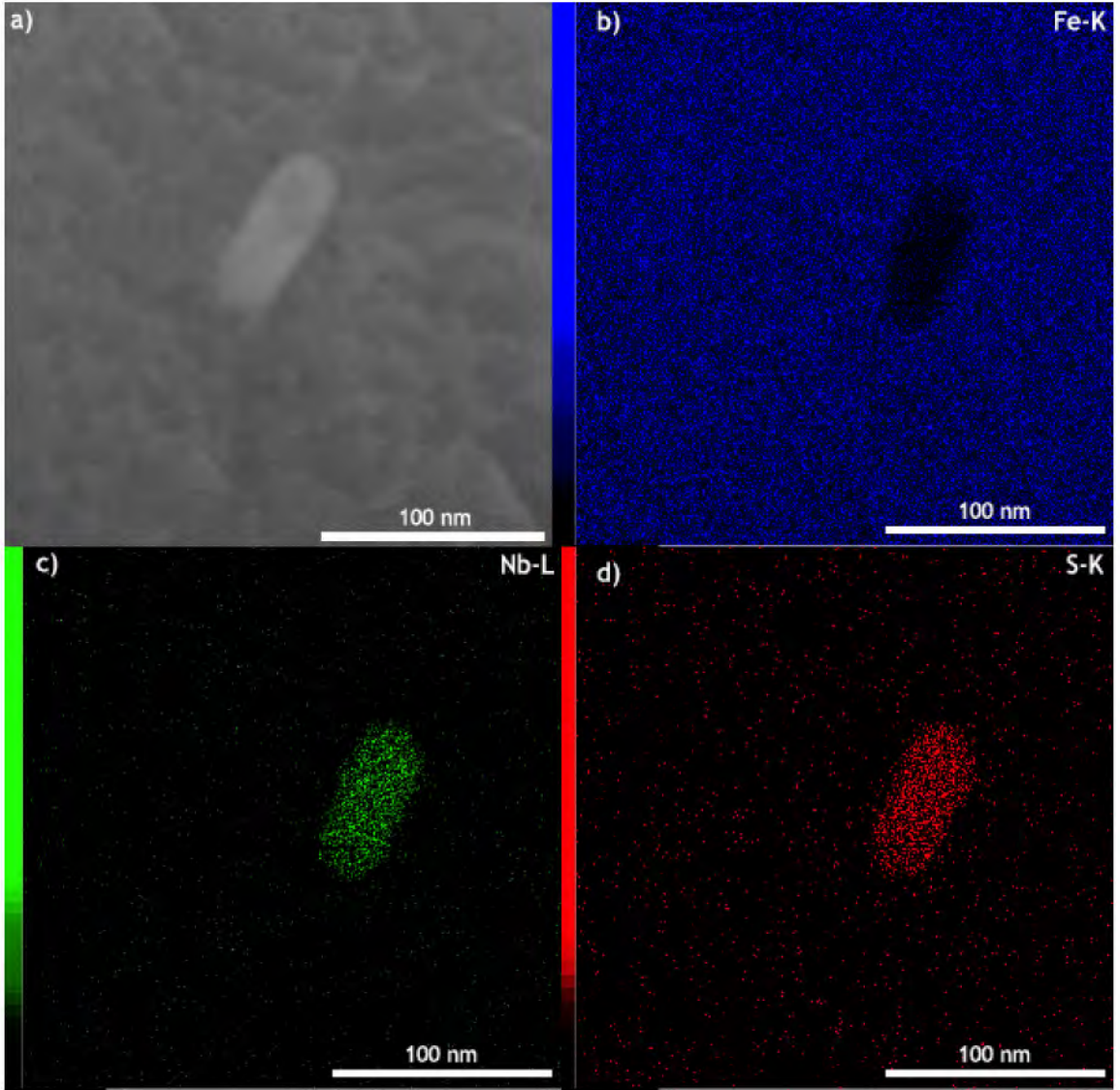
Şekil 6.43. X70 numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen çökeltilerin görünümü ve kimyasal analizleri.



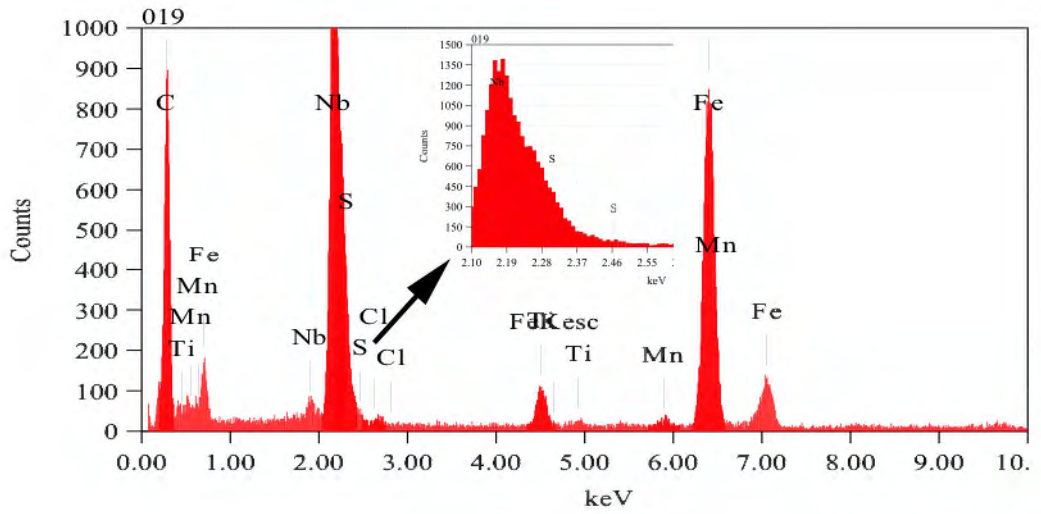
Şekil 6.44. X70 numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen çökeltilerin görünümü ve kimyasal analizleri.



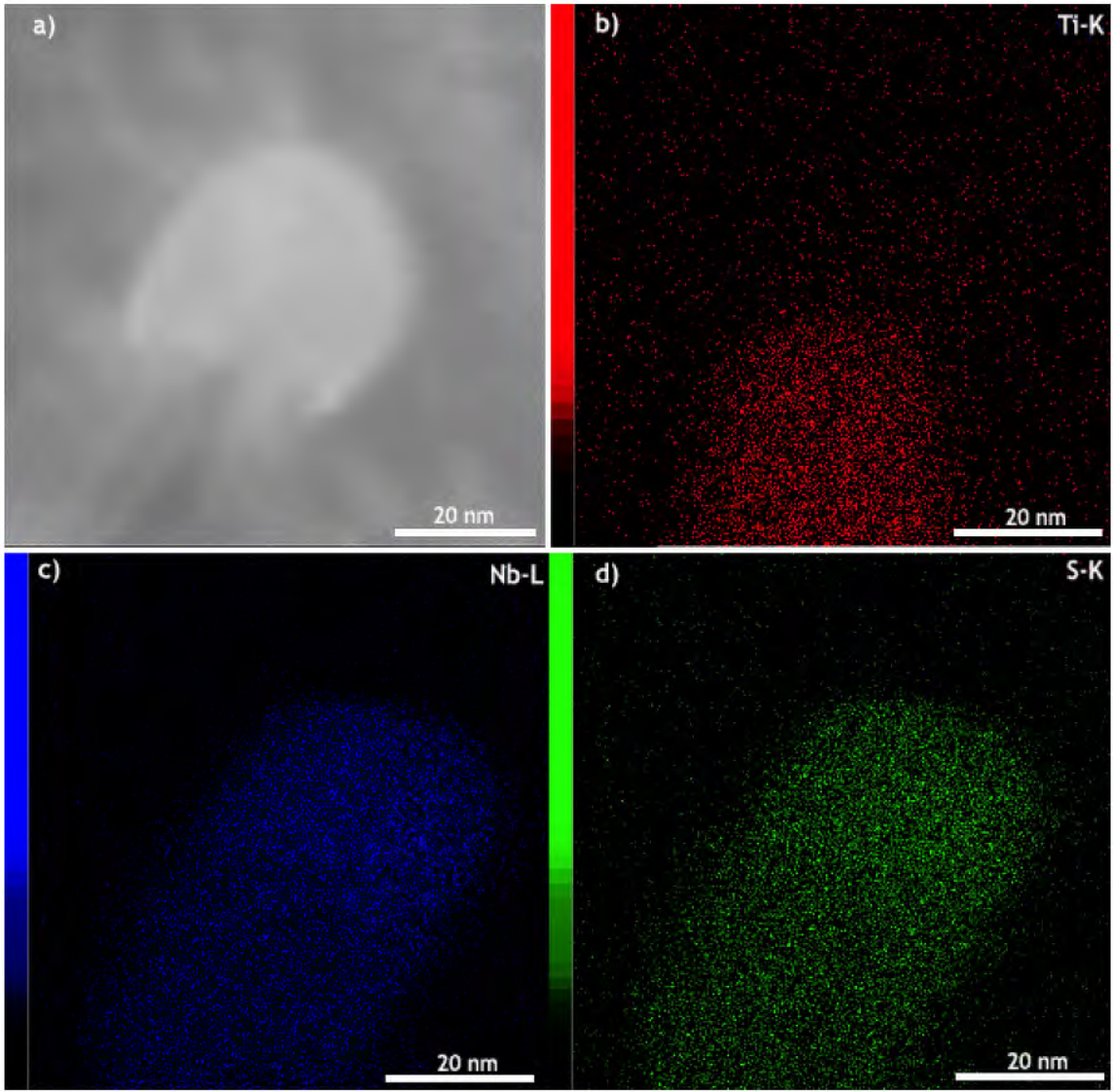
Şekil 6.45. z numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen çökeltilerin farklı şekil ve boyut dağılımı; (a) 60kx, (b) 150kx, (c) 300kx ve (d) 250kx.



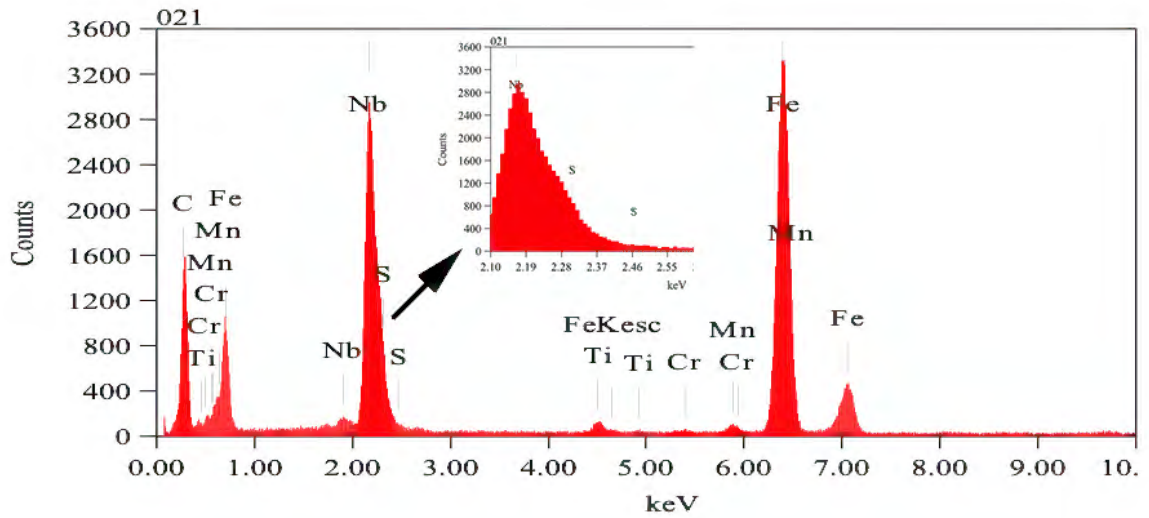
Şekil 6.46. z numunesinde STEM modunda elde edilen (a) HAADF görüntüsü, (b) Fe-K, (c) Nb-L ve (d) S-K EDS haritaları.



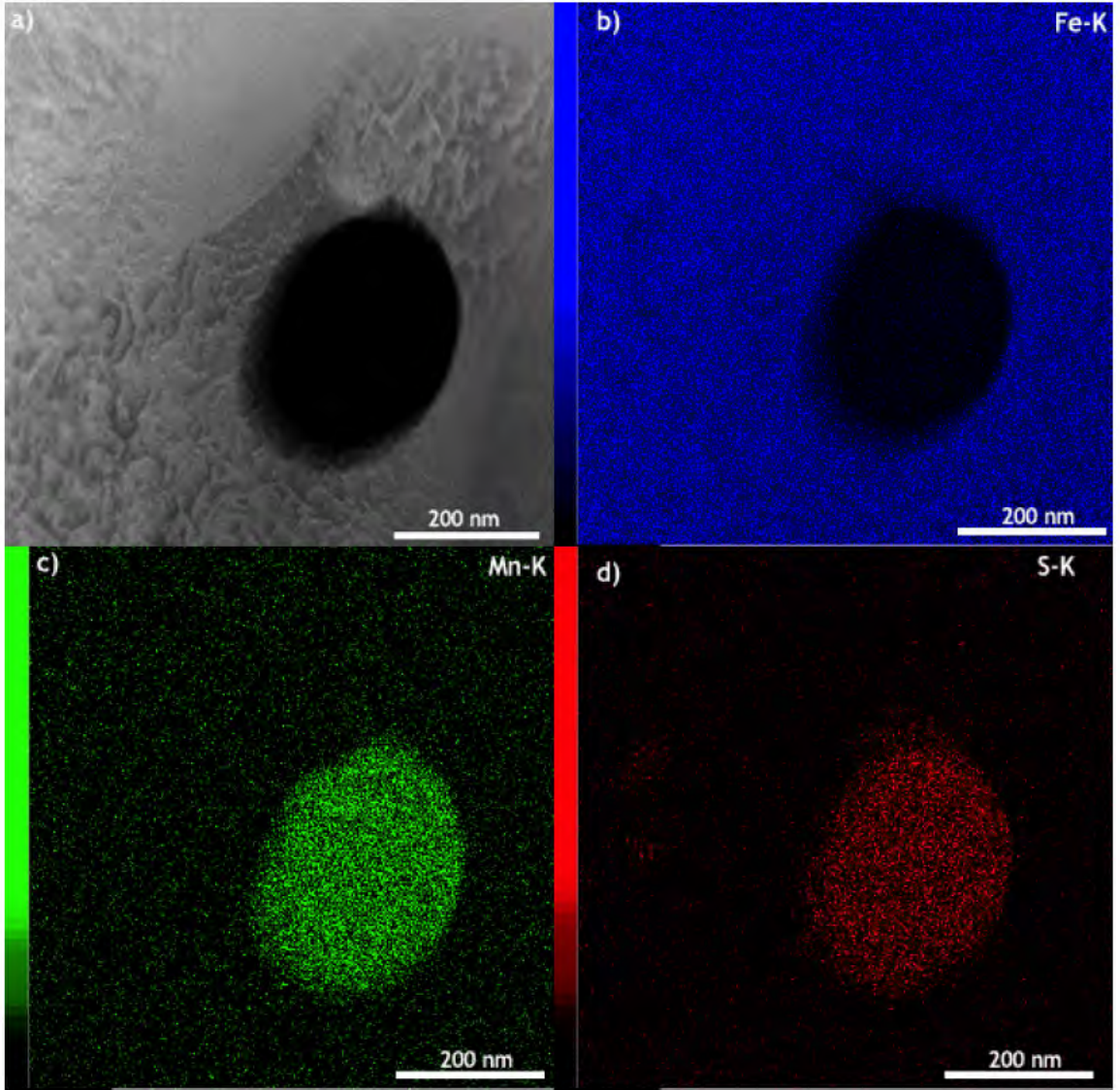
Şekil 6.47. z numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen EDS analizi sonuçları.



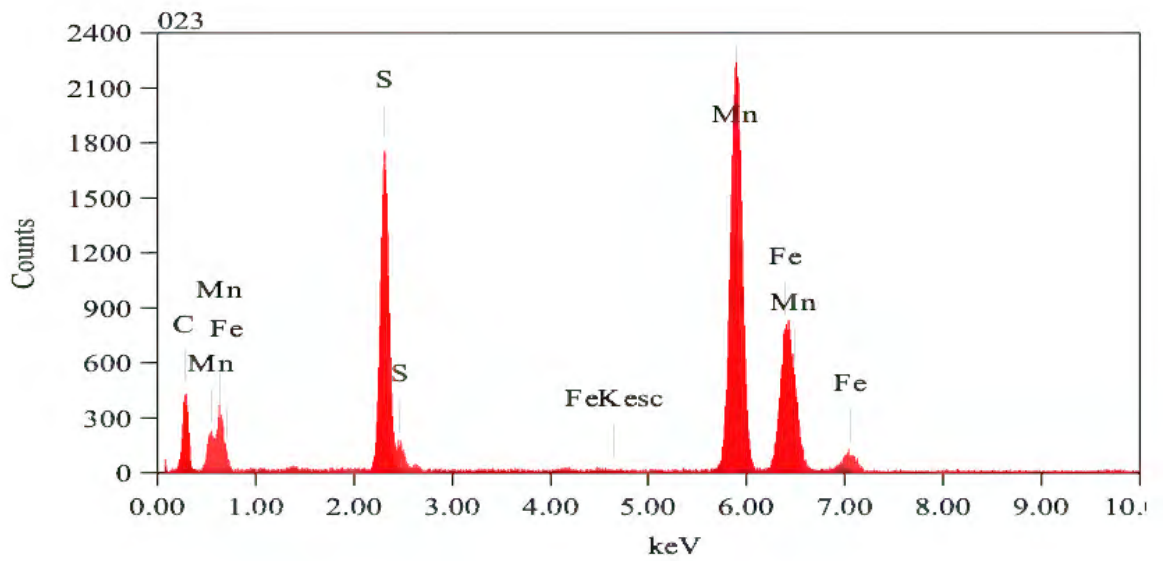
Şekil 6.48. z numunesinde STEM modunda elde edilen (a) HAADF görüntüsü, (b) Ti-K, (c) Nb-L ve (d) S-K EDS haritaları.



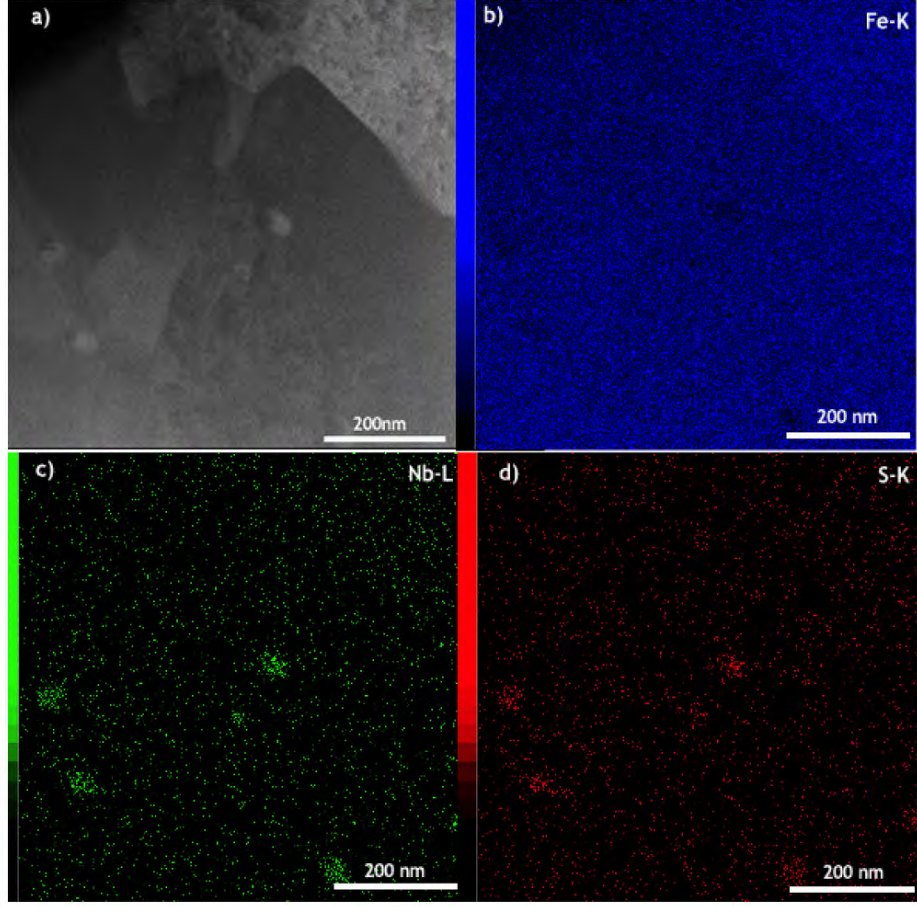
Şekil 6.49. z numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen EDS analizi sonuçları.



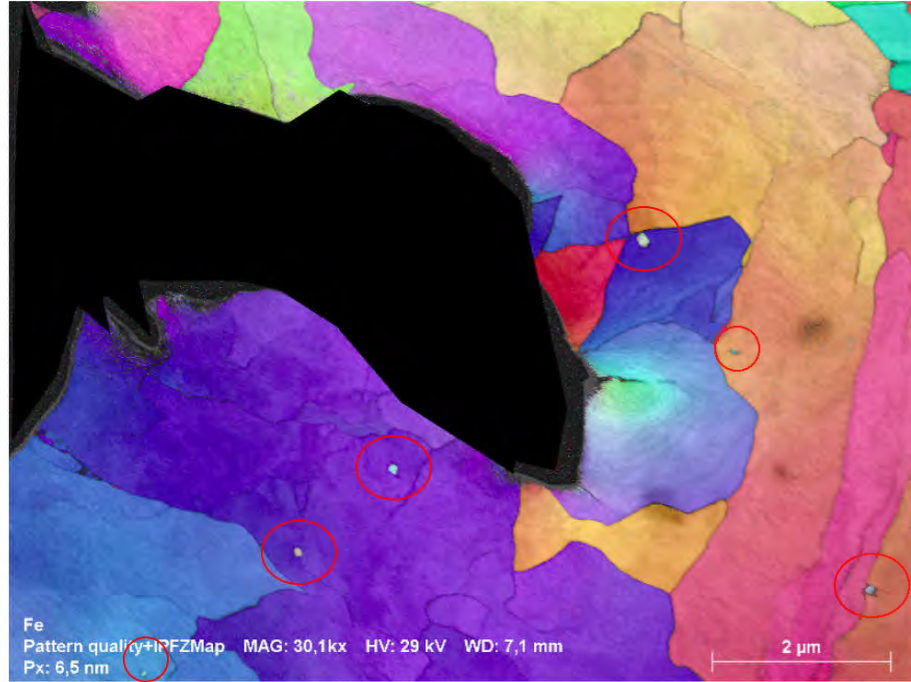
Şekil 6.50. z numunesinde STEM modunda elde edilen (a) HAADF görüntüsü, (b) Fe-K, (c) Mn-K ve (d) S-K EDS haritaları.



Şekil 6.51. z numunesinde HAADF STEM modunda elde edilen EDS analizi sonuçları.



Şekil 6.52. z numunesinde STEM modunda elde edilen (a) HAADF görüntüsü, (b) Fe-K, (c) Nb-L ve (d) S-K EDS haritaları. Nb ve S haritaları X-ışını piklerinin çakışması nedeniyle çok benzerdirler.



Şekil 6.53. X70 çeliği y numunesinde t-EBSD modunda elde edilen çökelti kırmızı dairelerin içine alınmıştır.

6.2.5 Özet

Bu çalışmada üç farklı X70 kalite petrol boru çeliği üzerinde yapılan ışık mikroskobu, SEM ikincil elektronlar, SEM-EBSD ve TEM-STEM teknikleri ile yapılan mikro ve kristal yapı incelemeleri yapılmıştır. Elde edilen veriler sertlik, çekme ve darbe özellikleri ile karşılaştırılarak yapı-özellik ilişkisi kurulmuştur. Bu bağlamda varılan sonuçlar şöyle özetlenebilir:

(1) Işık mikroskobu, SEM ikincil elektronları ile elde edilen görüntülerin analizlerine göre X70 numunelerinin iğnemsî ferrit ile beynitik ve perlitik yapıda oldukları görülmüştür. Ayrıca, hızlı oranda soğutulan x ve y numunelerindeki iğnemsî ferrit yapılarının demet şeklinde olduğu görülürken daha düşük soğutma hızına ve daha fazla tane inceltici alaşım elementi oranına sahip z numunesinde tanelerin daha küçük ve eş eksenli oldukları görülmektedir.

(2) Bant kontrastı tekniği kullanılarak DP 600 çeliğinde net olarak yapılabilen ferrit, beynit ve martenzit miktarlarının belirlenmesi ne yazık ki BC eşik değerlerinin net olarak ortaya konulamamasından dolayı X70 çeliğinde yapılamamaktadır. Bu nedenle mikro yapısal bileşenler dislokasyon yoğunluklarına göre düşük, orta ve yüksek olarak sınıflandırılarak miktarları belirlenmiş ve akma, çekme mukavemetleri ile çentik darbe ve düşen ağırlık yırtılma enerjileri ile bağdaştırılmıştır. Sonuç olarak daha fazla tane inceltici alaşım elementine sahip ve en düşük soğutma hızına sahip z numunesinde düşük dislokasyon yoğunluğu en fazla, çekme özellikleri en düşük, darbe özellikleri ise en yüksek olarak belirlenmiştir. Öte yandan y numunesinin akma, çekme mukavemeti ve DWTT tokluğu x ve z ile aynı trendde iken çentik darbe tokluğunda anormal bir azalış gözlenmiştir. Bu azalış dislokasyon yoğunluğu ile ilişkilendirilememiştir.

(3) Tane yönlenme, pole ve inverse pole grafiklerine bakıldığında z numunesinde diğerlerine göre güçlü bir yönlenme ve bantlaşma bulunmadığı gözlenmiştir.

(4) Tane sınırı karakteristiği ve dağılımlarına bakıldığında x, y ve z numunelerinde çapraz yönde düşük açılı (LAGB) ve $\Sigma 13$ tane sınırı yoğunluklarının azaldığı ve $\Sigma 3$ tane sınırı yoğunluğunun arttığı gözlenmiştir. Akma ve çekme mukavemeti ile DWTT tokluklarının artan LAGB ve $\Sigma 13$ ve azalan $\Sigma 3$ tane sınırları ile arttığı; çentik darbe tokluğunda ise y numunesinin trende uymadığı gözlenmiştir. Çentik darbe testlerinin üçer defa yapıldığı ve her test sonucunun da birbirine yakın değerlerde olduğu göz önünde bulundurulduğunda y numunesinde çentik darbe tokluğunu etkileyen farklı bir mekanizma olduğu düşünülmektedir.

(5) Taramalı geçirimli elektron mikroskobu (STEM) ile HAADF modunda yapıda bulunan çökelti incelenmiş olup boyutları 170 nm' ye varan çökelti gözlenmiştir. Yapılan kimyasal analiz sonucunda çökelti elementlerinin Mn, Ti, Nb, S elementlerinden oluştuğu görülmüştür. Ancak; bu çökelti elementlerinin hangi fazlardan oluştuğunu belirlemek

için elektron kırınımı incelemesi yapılması gerekmektedir. Ayrıca, çökeltelerde EDS ile saptanan S elementi, Nb elementinin pikiyle çakışması nedeniyle çökeltelerde mevcut olmayabilir. Bunun için daha hassas olan WDS veya EELS analizi yapılmalıdır.

(6) y numunesinde çentik darbe tokluğundaki azalışın sebebini incelemek amacıyla yapılan t-EBSD analizinde 30-120 nm aralığında çökeltilere rastlanmış ve ortalama tane boyutunun da büyük olduğu görülmüştür. Ti tane inceltici element olmasına ve y numunesinde diğerlerine göre fazla bulunmasına rağmen, yapılan literatür araştırmasında bu numunede 3.2 sınırını geçen Ti/N oranının oluşan çökeltelerin iri olmasına ve bu nedenle de soğutma öncesi östenit tane boyutunu büyüttüğü ve böylece tokluğu düşürdüğü sonucuna varılmıştır [91].

7 GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

7.1 Genel Sonuçlar

- 1- EBSD analizi yapılmadan önce sistemde olduğu öngörülen fazların bilinmesi, EBSD analizinin kesinliğini arttıracaktır.
- 2- Ticari alüminyum folyo numunesi için uygun elektrolitik parlatma voltajı olarak 25-35 V; uygun parlatma süresi de 10-15 sn olarak belirlenmiştir. Elektrolitik parlatma cihazının otomatik tarama özelliği ile bulunan optimum voltaj değeri 29 V' dur.
- 3- Elektrolitik parlatma ile hazırlanan TEM numunesinin ince kısımlarında kırınım ugramadan saçınan elektronların miktarı daha az olduğundan dolayı kalın kısımlara göre daha az gürültülü Kikuchi desenleri elde edilmiştir. Ancak numunelerin ince ve kalın olması desen kalite haritasını ve yönlenme haritasını çok da etkilememektedir.
- 4- Yapılan atomik kuvvet mikroskobu (AFM) incelemeleri doğrultusunda elektrolitik parlatma ile hazırlanan X70 Petrol Boru Çeliği numunesinde iyon inceltme yöntemi ile hazırlanan numuneye göre korozif ataklardan dolayı daha fazla yüzey pürüzlülüğü gözlenmiş olup bu oyukların desen kalitesini azalttığı belirlenmiştir.
- 5- Mekanik, elektrolitik parlatma ve bunların kombinasyonlarından oluşan numune hazırlama yöntemleri ile hazırlanan ve farklı hızlandırma voltajlarında aynı alandan EBSD analizi yapılan ticari alüminyum folyo numunelerinde en iyi desen kalite haritasının mekanik parlatma sonrası yapılan elektrolitik parlatma ile oluştuğu, mekanik + elektrolitik parlatma içinde de en fazla çözümlenen faz miktarının 30 kV' da oluştuğu görülmüştür. Sadece mekanik parlatma ile yüzeydeki çiziklerin tamamı giderilemediğinden dolayı desen kalite haritası bundan olumsuz şekilde etkilenmektedir.
- 6- Öte yandan elektrolitik parlatma sonrası hazırlanan TEM numunesinde 20 Kv' dan sonraki ölçümlerde kırınım ugramadan saçınan elektron miktarının artmasından dolayı daha az faz miktarı çözümlenmiştir.
- 7- Geçirimli EBSD analizi için hazırlanan numunelerde iyi bir desen kalite ve yönlenme haritası elde etmek için hassas öğütmenin çok iyi yapılması gerektiği görülmüştür.
- 8- X70 Petrol Boru Çelikleri' nin ışık mikroskobu ve EBSD analizleri sonucunda sarılma sıcaklığı yüksek olan, Al ve V oranları daha fazla olan z numunesinde tanelerin eş eksenli ve homojen olarak dağıldığı, yönlenmenin en az olduğu gözlenmiştir.
- 9- Dislokasyon yoğunluklarına göre mikroyapısal bileşenleri belirlenen X70 numunelerinde en düşük dislokasyon yoğunluğuna sahip z numunesinde çekme

özelliklerinin düşük; fakat darbe özelliklerinin iyi olduğu gözlenmiştir.

10- Yine z numunesinde $\Sigma 3$ tane sınırlarının en fazla; düşük açılı ve $\Sigma 13$ tane sınırlarının ise en az olduğu gözlenmiştir.

11- X70 Petrol Boru Çelikleri'nin mekanik özellikleri incelendiğinde mikroyapı analizlerine paralel olarak sarılma sıcaklığı en yüksek olan numunede tane büyümesinden dolayı akma ve çekme mukavemeti biraz düşüş; yüzde uzamada artış olduğu gözlenirken çentik darbe test ve düşen ağırlık yırtılma test sonuçlarında büyük bir artış görülmüştür. Öte yandan Ti/N oranının 4.2 olduğu y numunesinde çentik darbe tokluğundaki azalışın kabalaşan TiN çökeltilerinden kaynaklanan soğutma öncesi östenit tanelerinin büyümesinden kaynaklandığı bir kez daha doğrulanmıştır [91].

12- Çelik yapılarda ferrit kristal sistemi ile aynı yapıda olan beynit ve martenzit faz miktarları net bir şekilde ortaya konulamamıştır.

13- Bu çalışmada görüntülenen çökeltilerin hangi fazlardan oluştuğu TEM' de elektronların kırınımı tekniği ile incelenerek ve yönelme ilişkileri SEM' de yapılan geleneksel ve t-EBSD tekniklerine göre daha yüksek çözünürlükte görüntülenerek daha kesin sonuçlara ulaşılabilir. 14- Bu çalışmada gerçekleştirilen SEM-EBSD ve TEM analizleri, ayrıca yüksek sıcaklık ortamında gerçekleştirilebilir. Böylece, mikroyapısal bileşenlerin, yönelmelerin, tane sınırı karakteristiklerinin ve çökeltilerin sıcaklığa bağlı değişimi gözlenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] Anonim (2000). *Demir-Celik Sanayii Ozel Ihtisas Komisyonu Raporu*. Technical report, Devlet Planlama Teskilati.
- [2] Tekin, E. (2012). *API Standardı Petrol ve Doğalgaz Boruları Celiklerine Genel Bir Bakış*. Technical report, Atılım Üniversitesi.
- [3] Joo, M. S. (2012). Anisotropy of charpy properties in linepipe steels. Ph.D. thesis, Phoang University of Science and Technology, South Korea.
- [4] Graf, M., Schorder, J., Schwinn, W. and Hulka, K. (8-9 November, 2002). Production of large diameter pipes grade x70 with high toughness using acicular ferrite microstructures. *International Conference on Application and Evaluation of High Grade Linepipes in Hostile Environments*. Yokohama, Japan.
- [5] Black, J. and Kohser, R. (2008). *Degarmo's Materials and Process in Manufacturing*. Wiley, 10th edition.
- [6] Taira, T., Matsumo, K. and Kobayashi, Y. (1983). Development of super tough acicular ferrite steel for linepipe- optimization of carbon and niobium content in low-carbon steel. *HSLA Steels Technology and Applications*, (ed.) Taira T, K. Y., Matsumo K. ASM Metals Park, Philadelphia, Pennsylvania.
- [7] Cuddy, L. (1982). Thermomechanical processing of microalloyed austenite. *TMS*, 129–140. Warrendale (PA).
- [8] Morrison, W. (2000). Overview of microalloying in steel. *The Proceedings of the Vanitec Symposium*. The Vanadium International Technical Committee, Guilin, China.
- [9] Hillenbrand, H., Graf, M. and Kalwa, C. (2001). Development and production of high strength pipeline steels. *Niobium 2001*. Orlando, FL.
- [10] Bain, E. (1939). *Alloying Elements in Steels*. ASM, Cleveland, Ohio, USA.
- [11] Bhadeshia, H. K. D. H. (1985). Diffusional formation of ferrite in iron and its alloys. *Progress in Materials Science*, 29(4), 321–386.
- [12] Bhadeshia, H. K. D. H. and Honeycombe, R. (2006). *Steels*. Elsevier Ltd., 3rd edition.
- [13] Sorby, H. (1886). On the application of very high powers to study of microscopic structure of steel. *J.Iron Steel Inst.*, 1, 140–147.

- [14] Ridley, N. (1984). A review of the data on the interlamellar spacing of pearlite. *Metallurgical Transactions A*, 15(6), 1019–1036.
- [15] Howell, P. R. (1998). The pearlite reaction in steels mechanisms and crystallography. *Materials Characterization*, 40(4–5), 227–260.
- [16] Bhadesia, H. (2001). *Bainite in Steels*. The Institute of Materials, London.
- [17] Ito, Y. and Nakashi, M. (1976). Study on charpy impact properties of weld metal with submerged arc welding. *Sumitomo Search*, (15), 42–62.
- [18] Abson, D. J. and Pargeter, R. J. (1986). Factors influencing as-deposited strength, microstructure, and toughness of manual metal arc welds suitable for c-mn steel fabrications. *International Metals Reviews*, 31(1), 141–196.
- [19] Bhadesia, H. (1992). Models for acicular ferrite. *In International Trends in Welding Research*, 213–222.
- [20] Yu, H. (2008). Influences of microstructure and texture on crack propagation path of x70 acicular ferrite pipeline steel. *Journal of University of Science and Technology Beijing, Mineral, Metallurgy, Material*, 15(6), 683–687.
- [21] Smith, W. F. (2000). *Mühendislik Alaşımalarının Yapı ve Özellikleri*, volume 1. Nobel Yayınevi.
- [22] Bhadesia, H. (1979). The theory and significance of retained austenite in steels. Ph.D. thesis, University of Cambridge.
- [23] Voort, G. F. V. (2009). Martensite and retained austenite. *Industrial Heating*.
- [24] Jacques, P. J., Allain, S., Bouaziz, O., De, A., Gourgues, A.-F., Hance, B. M., Houbaert, Y., Huang, J., Iza-Mendia, A., Kruger, S. E., Radu, M., Samek, L., Speer, J., Zhao, L. and van der Zwaag, S. (2009). On measurement of retained austenite in multiphase trip steels — results of blind round robin test involving six different techniques. *Materials Science and Technology*, 25(5), 567–574.
- [25] Ikawa, H., Oshige, T. and Tanoue, T. (1980). Effect of martensite-austenite constituent on the haz toughness of a high strength steel. *International Institute of Welding*, 10, 1156–80.
- [26] Alé, R. M., Rebello, J. M. A. and Charlier, J. (1996). A metallographic technique for detecting martensite-austenite constituents in the weld heat-affected zone of a micro-alloyed steel. *Materials Characterization*, 37(2–3), 89–93.

- [27] Russ, J. C. (1999). *The Image Processing Hand Book*. CRC Press, 3rd edition.
- [28] Voort, G. F. V. (2004). *Metallography and Microstructures*, volume 9, chapter Photomicroscopy, 870–876. ASM INTERNATIONAL.
- [29] Zakerinia, H., Kermanpur, A. and Najafizadeh, A. (2009). Color metallography; a suitable method for characterization of martensite and bainite in multiphase steels. *International Journal of Iron & Steel Society of Iran*, 6(1), 14–18.
- [30] LePera, F. (1980). Improved etching technique to emphasize martensite and bainite in high-strength dual-phase steel. *JOM*, 32(3), 38–39.
- [31] Petrov, R., Kestens, L., Wasilkowska, A. and Houbaert, Y. (2007). Microstructure and texture of a lightly deformed trip-assisted steel characterized by means of the ebsd technique. *Materials Science and Engineering: A*, 447(1–2), 285–297.
- [32] Khokar, F. S. (2005). Quantitative analysis of multi-phase systems - steels with mixture of ferrite and austenite. Master's thesis, Linköping University Institute of Technology, Sweden.
- [33] Cullity, B. (1956). *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing, 2nd. edition.
- [34] Uğuz, T. (2010). Seramik metal kompozitlerin sem-ebsd teknikleri ile karakterizasyonu. Master's thesis, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [35] Başkut, S. (2013). Farkli katyon içeren sialon seramiklerinin oksidasyon davranışlarının karakterizasyon teknikleri ile belirlenmesi. Master's thesis, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü- İleri Teknolojiler A.B.D.
- [36] Maitland, T. and Sitzman, S. (2007). *Backscattering Detector and EBSD in Nanomaterials Characterization*, 41–75. Springer New York, New York, NY.
- [37] Krieger Lassen, N. C. (1992). Image processing procedures for analysis of electron back scattering patterns. *Scanning Microscopy*, 6, 115–121.
- [38] Stojakovic, D. (2012). Electron backscatter diffraction in materials characterization. *Processing and applications of Ceramics*, 6(1), 1–13.
- [39] Davut, K. and Zaefferer, S. (2010). Statistical reliability of phase fraction determination based on electron backscatter diffraction (ebsd) investigations on the example of an al-trip steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(9), 2187–2196.

- [40] Schwartz, A. J. (2000). *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer, 2nd. edition.
- [41] Davut, K. (2013). Relation between microstructure and mechanical properties of a low-alloyed trip steel. Ph.D. thesis, Von der Fakultat für Georesourcen und Materialtechnik der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen.
- [42] Baba-Kishi, K. Z. (2002). Review electron backscatter kikuchi diffraction in the scanning electron microscope for crystallographic analysis. *Journal of Materials Science*, 37(9), 1715–1746.
- [43] Baba-Kishi, K. Z. and Dingley, D. J. (1989). Backscatter kikuchi diffraction in the sem for identification of crystallographic point groups. *Scanning*, 11(6), 305–312.
- [44] Rene de Kloe, M. N. J. C., Stuart Wright. *Electron Backscatter Diffraction: Basics and applications*. Technical report, EDAX-TSL.
- [45] Engler, O. and Randle, V. (2010). *Introduction to Texture Analysis*. Taylor and Francis.
- [46] G. Gottstein, M. B. (2009). Interactive resource. <http://core.materials.ac.uk/search/detail.php?id=2623>.
- [47] Watanabe, T. (1984). An approach to grain boundary design for strong and ductile polycrystals. *Res Mechanica*.
- [48] Callister, W. (2007). *Materials Science and Engineering An Introduction*. John Wiley and Sons, Inc.
- [49] Abbaschian, L., Abbaschian, R. and Reed-Hill, R. (2009). *Physical Metallurgy Principles*. Cengage Learning.
- [50] Watanabe, T. (1993). Grain boundary design for advanced materials on the basis of the relationship between texture and grain boundary character distribution. *Textures and Microstructures*, 20, 195–216.
- [51] Wright, S., Nowell, M. S. and Field, D. (2011). A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, 17(03), 316–329.
- [52] Zaefferer, S., Romano, P. and Friedel, F. (2008). Ebsd as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed al-trip steels. *Journal of Microscopy*, 230(3), 499–508.

- [53] Kang, J.-Y., Park, S.-J. and Moon, M.-B. (2013). Phase analysis on dual-phase steel using band slope of electron backscatter diffraction pattern. *Microscopy and Microanalysis*, 19(Supplement S5), 13–16.
- [54] Ryde, L. (2006). Application of EBSD to analysis of microstructures in commercial steels. *Materials Science and Technology*, 22(11), 1297–1306.
- [55] Pennycook, S. J., Lupini, A. R., Varela, M., Borisevich, A., Peng, Y., Oxley, M. P., Van Benthem, K. and Chisholm, M. F. (2007). *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*, chapter Scanning Transmission Electron Microscopy for Nanostructure Characterization, 152–191. Springer New York, New York, NY.
- [56] Crewe, A. V., Wall, J. and Langmore, J. (1970). Visibility of single atoms. *Science*, 168(3937), 1338–1340.
- [57] Nellist, P. D. (2011). *The Principles of STEM Imaging*, 91–115. Springer New York, New York, NY.
- [58] Nellist, P. D., Chisholm, M. F., Dellby, N., Krivanek, O. L., Murfitt, M. F., Szilagy, Z. S., Lupini, A. R., Borisevich, A., Sides, W. H. and Pennycook, S. J. (2004). Direct sub-angstrom imaging of a crystal lattice. *Science*, 305(5691), 1741–1741.
- [59] Filippone, R., Root, J., Jacques, P. and Yue, S. (2002). The influence of martensite on line broadening in neutron diffraction spectra of a dp steel. *ISIJ International*, 42(3), 304–309.
- [60] Kang, J.-Y., Kim, D. H., Baik, S.-I., Ahn, T.-H., Kim, Y.-W., Han, H. N., Oh, K. H., Lee, H.-C. and Han, S. H. (2011). Phase analysis of steels by grain-averaged ebsd functions. *ISIJ International*, 51(1), 130–136.
- [61] Wu, J., Wray, P. J., Garcia, C. I., Hua, M. and Deardo, A. J. (2005). Image quality analysis: A new method of characterizing microstructures. *ISIJ International*, 45(2), 254–262.
- [62] Waterschoot, T., Kestens, L. and De Cooman, B. C. (2002). Hot rolling texture development in cmncrsi dual-phase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(4), 1091–1102.
- [63] Wright, S. I. and Nowell, M. M. (2006). Ebsd image quality mapping. *Microscopy and Microanalysis*, 12(01), 72–84.

- [64] Wilson, A. W., Madison, J. D. and Spanos, G. (2001). Determining phase volume fraction in steels by electron backscattered diffraction. *Scripta Materialia*, 45(12), 1335–1340.
- [65] Hutchinson, B., Ryde, L., Lindh, E. and Tagashira, K. (1998). Texture in hot rolled austenite and resulting transformation products. *Materials Science and Engineering: A*, 257(1), 9–17.
- [66] Zhu, K., Barbier, D. and Iung, T. (2013). Characterization and quantification methods of complex bcc matrix microstructures in advanced high strength steels. 48(1), 413–423.
- [67] Arafin, M. A. and Szpunar, J. A. (2009). A new understanding of intergranular stress corrosion cracking resistance of pipeline steel through grain boundary character and crystallographic texture studies. *Corrosion Science*, 51(1), 119–128.
- [68] Venegas, V., Caleyó, F., González, J. L., Baudin, T., Hallen, J. M. and Penelle, R. (2005). Ebsd study of hydrogen-induced cracking in api-5 l-x46 pipeline steel. *Scripta Materialia*, 52(2), 147–152.
- [69] Watanabe, T. (1994). The impact of grain boundary character distribution on fracture in polycrystals. *Materials Science and Engineering: A*, 176(1), 39–49.
- [70] Arafin, M. A. and Szpunar, J. A. (2010). Modeling of grain boundary character reconstruction and predicting intergranular fracture susceptibility of textured and random polycrystalline materials. 50(2), 656–665.
- [71] Kurishita, H., Oishi, A., Kubo, H. and Yoshinaga, H. (1983). Grain boundary fracture in molybdenum bicrystals with a 110 direction symmetric tilt boundary. 47(7), 546–554.
- [72] Tanaka, T., Tsurekawa, S., Nakashima, H. and Yoshinaga, H. (1994). Misorientation dependence of fracture stress and grain boundary energy in molybdenum with symmetric tilt-boundaries. 58(4), 382–389.
- [73] De Castro, R. S., Ferreira, R. A. S., Pedrosa, I. R. V. and Yadava, Y. P. (2013). Effects of thermomechanical treatment on the occurrence of coincident site lattice boundaries in high strength low alloy steel. 16(6), 1350–1354.
- [74] Niu, T., Kang, Y. L., Gu, H. W., Yin, Y. Q. and Qiao, M. L. (2010). Precipitation behavior and its strengthening effect of x100 pipeline steel. 17(11), 73–78.

- [75] Qi, L., Yang, L., Niu, J., Feng, Y. and Zhang, J. (2010). Microstructure evolution of grade x100 pipeline under plastic deformation condition. 2010.
- [76] Li, C., Wang, Y., Han, T., Han, B. and Li, L. (2011). Microstructure and toughness of coarse grain heat-affected zone of domestic x70 pipeline steel during in-service welding. 46(3), 727–733.
- [77] Zhou, M. W. and Yu, H. (2012). Effects of precipitates and inclusions on the fracture toughness of hot rolling x70 pipeline steel plates. 19(9), 805–811.
- [78] Haskel, H., Pauletti, E., Martins, J. P. and Carvalho, A. L. M. (2013). Evaluation of delamination mechanisms from charpy impact test in api-x70 steel. *13th International Conference on Fracture 2013, ICF 2013*, volume 2, 1112–1121.
- [79] Mortsell, E. A., Marioara, C. D., Andersen, S. J., Royset, J., Reiso, O. and Holmestad, R. (2015). The effect of cu and ge additions on strength and precipitation in a lean 6xxx aluminium alloy. *Electron Microscopy And Analysis Group Conference (Emag2015)*, 644, 012028.
- [80] Wang, J. and Atrens, A. (2003). Microstructure and grain boundary microanalysis of x70 pipeline steel. *Journal Of Materials Science*, 38(2), 323–330.
- [81] Wynick, G. L. and Boehlert, C. J. (2005). Use of electropolishing for enhanced metallic specimen preparation for electron backscatter diffraction analysis. *Materials Characterization*, 55(3), 190–202.
- [82] Small, J. A., Michael, J. R. and Bright, D. S. (2002). Improving the quality of electron backscatter diffraction (ebstd) patterns from nanoparticles. *Journal of Microscopy*, 206(2), 170–178.
- [83] Geiss, R., Katherine, P. and Keller, R. (2013). Transmission ebstd in the scanning electron microscope. *Microscopy Today*, 21(3), 16–20.
- [84] Haskel, H., Pauletti, E. and Martins, J. (2014). Microstructure and microtexture assessment of delamination phenomena in charpy impact tested specimens. *Materials Research*, 17, 1238–1250.
- [85] Salman, S. and Gülsoy, H. (2014). *Metalografi Bilimi*, volume 1. Nobel Yayınevi, 2 edition.
- [86] Vander Voort, G. (1984). *Metallography Principles*. ASM International, New York.

- [87] Anonim (2009). *Standart Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens*. ASTM International.
- [88] Anonim. *Automatic Electrolytic Thinning of Specimens for Transmission Electron Microscopy*. Struers.
- [89] Ünlü, N. (2008). Preparation of high quality al tem specimens via a double-jet electropolishing technique. *Materials Characterization*, 59(5), 547–553.
- [90] Unal, D. (2010). Karbon nanotup uretimi için kullanılan demir katkili aluminada tane yonlenme miktarinin belirlenmesi. Master's thesis, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [91] Wang, S. C. (1989). The effect of titanium and nitrogen contents on the austenite grain coarsening temperature. *Journal of Materials Science*, 24(1), 105–109.