

## Yüksek Enerjili Öğütme İşlemi Uygulanan 316L Paslanmaz Çeliğinin Özelliklerinin İncelenmesi

Hasan SAFA\*

<sup>1</sup> Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Mühendislik Fakültesi, Mersin Üniversitesi, Mersin, Türkiye  
<sup>\*1</sup> [hasansafa77@gmail.com](mailto:hasansafa77@gmail.com)

(Geliş/Received: 06/07/2020);

Kabul/Accepted: 22/08/2020)

**Öz:** 316L paslanmaz çelik göstermiş olduğu üstün korozyon özelliklerinden dolayı pek çok uygulamada kullanılabilirler. Özellikle, son yıllarda toz metalürji metotlarıyla 316L paslanmaz çelik tozları kullanılarak metal parçalar üretilmektedir. Yüksek enerjili değirmen kullanılarak öğütülmesi ve öğütülen tozların özelliklerindeki değişim toz metalürjisi metoduyla üretilen parçaların üretim şartlarının iyileşmesine neden olabilecektir. Bu amaçla, bu çalışmada ticari olarak temin edilen 316L paslanmaz çelik tozları yüksek enerjili değirmende öğütme işlemine tabi tutularak ve bu tozlardan parça üretilerek elde edilen numunelerin özelliklerindeki değişimler ortaya konulmuştur. Öğütme süresi olarak 12 ve 24 saat seçilmiştir. Aşırı öğütme sürelerinde yapı içerisinde intermetalik fazların oluştuğu gözlemlenmiştir. Bunun yanında tozların oksijene olan afinitelerinde artışlar meydana gelmiştir. Öğütme süresindeki artış toz boyutlarının nanometre seviyelerine düşmesine neden olmuştur. Bunun yanında, 12 saat öğütme uygulanmış tozun ergime sıcaklığı, uygulanmamış tozun ergime sıcaklığına göre %20 daha düşük çıkmıştır. Elde edilen 12 ve 24 saat öğütülen 316L tozlarının partikül boyutunda artan öğütme süresiyle beraber artış meydana gelmiştir. İdeal öğütme süresinin 12 saat olduğu görülmüştür. 12 saat öğütme sonunda 316L paslanmaz çeliğin ergime sıcaklığında % 20'lik bir azalış meydana geldiği görülmüştür. 12 saat öğütülmüş numunenin sinterlenmesi başarıyla gerçekleştirilmiş ve bulk numune elde edilmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Yüksek enerjili öğütme, 316L, paslanmaz çelik, toz metalürjisi

### Investigation of the Characteristics of 316L Stainless Steel with High Energy Milling Process

**Abstract:** 316L stainless steel can be used in many applications due to its superior corrosion properties. Especially in recent years, metal parts have been produced by using 316L stainless steel powders with powder metallurgy methods. Grinding using high energy mill and change in properties of grinded powders may cause the production conditions of the parts produced with powder metallurgy method to improve. For this purpose, in this study, the changes in the properties of the samples obtained by subjected to commercially available 316L stainless steel powders grinding in high energy mill and by producing parts from these powders have been revealed. 12 and 24 hours were chosen as the grinding time. It was observed that intermetallic phases were formed in the structure during excessive grinding times. In addition, there has been an increase in the affinity of powders to oxygen. The increase in grinding time caused the powder sizes to fall to nanometer levels. In addition, the melting temperature of the powder applied for 12 hours was 20% lower than the melting temperature of the unapplied powder. The particle size of 316L powders, which were milled for 12 and 24 hours, increased with the increasing grinding time. It was observed that the ideal grinding time was 12 hours. It was observed that after 12 hours of grinding, a 20% decrease occurred in the melting temperature of 316L stainless steel. The sintering of the ground sample for 12 hours was successfully performed and a bulk sample was obtained.

**Key words:** High energy grinding, 316L, stainless steel, powder metallurgy

#### 1. Giriş

Toz metalürjisi işlemi, ana matris ve takviye malzemelerinin (metal ve/veya alaşım tozları) karıştırılması, elde edilen karışımın isteğe bağlı olarak soğuk veya sıcak presleme işlemine tabi tutulması, preslenmiş parçaların mukavemet özelliklerini arttırmak için sinterlenmesi prosesine dayanır. Toz metalürjisiyle üretilen parçalarda sinterlemeyle %80 civarında yoğunluk artışı sağlanmaktadır. Sinterleme sonrası parçalar ikincil işlemler olarak adlandırılan bazı uygulamalar (Gaz giderme, yağ emdirme, ilave presleme, haddeleme, ekstrüzyon) yapılarak nihai şekline getirilir [1,2]. Toz metalürjisinin en iyi yanı uygulamalardaki devrimsel gelişmedir. Toz metalürjisi kullanılmasındaki amaç uzun süreçte değişmiştir. İlk zamanlarda toz metalürjisi ile üretilen malzemeler düşük maliyetlerinden dolayı tercih edilmekteydiler. Günümüze gelindikçe toz metalürjisi yönteminin tercih

\* Sorumlu yazar: [hasansafa77@gmail.com](mailto:hasansafa77@gmail.com). Yazarların ORCID Numarası: 0000-0001-7889-5439.

edilmesindeki amaç arttırılmış kalitesi, homojenizasyon ve özelliklerin çekici maliyetler ve üretim kolaylığı ile birleşmesinden kaynaklıdır [3]. Metalik tozların üretim yöntemlerini bilmek, gerek son ürün gerekse de başlangıç tozların özelliklerini anlamak açısından temel teşkil eder. Tüm malzemeleri toz haline getirmek mümkünse de toz üretimi için seçilen yöntem ve üretim süreçleri malzemenin bazı spesifik özelliklerine bağlıdır. Metal tozlarının üretiminde genel olarak dört yöntem vardır. Kimyasal tepkimelerle toz üretimi [4], elektroliz Yöntemi [5], atomizasyon yöntemi [6], mekanik öğütme ve mekanik alaşımlamadır [7]. Döküm, plastik şekillendirme gibi geleneksel yöntemlerle üretilemeyen parçaların üretiminde yaygın olarak toz metalurjisi yöntemleri kullanılmaktadır ve bu yöntemler son zamanlarda teknolojinin de gelişmesiyle hızlı bir şekilde gelişme göstermiştir. Özellikle son yıllarda nanoteknolojiye olan ilginin artması ve nanoteknolojideki hızlı gelişme toz metalurjisini, özellikle de toz metalurjisinin yeni yöntemlerinden biri olan mekanik alaşımlama (MA) yöntemini daha önemli hale getirmiştir [8]. Öğütme aynı kimyasal bileşime sahip tozların partikül boyutlarının küçültülmesidir. Karıştırma ise farklı kimyasal bileşime sahip tozların karıştırılarak alaşımlanması işlemidir. Mekanik alaşımlama öğütme işlemleri arasında en başarılı yöntemlerden biri olarak bilinir. Bilyalar ile atritor etkisi yaparak alaşımlanmış bir kompozit üretme tekniğidir. İşlem bir miktar bilya ve elementel tozun karıştırıcı içerisinde karıştırılmasıdır. Bu karışıma esnasında mikroskopik boyutta tekrarlanan çarpışma, soğuk kaynama ve kırılma işlemleri istenilen kompozit tozunun üretilmesini sağlamaktadır [9]. Mekanik alaşımlama yöntemi ilk olarak 1966 yılında International Nickel Company (INCO) şirketinden Benjamin ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir [10]. Bu çalışma ilk olarak oksit dağılımıyla sertleştirilmiş (ODS) alaşımların üretimi amacıyla yapılmış ancak daha sonraki çalışmalar ticari olarak uygulama alanına sahip olan Fe, Ni, Al esaslı süper alaşımların üretimi üzerine yoğunlaşmıştır. Bu yöntemin en önemli avantajı; normal eritme teknikleriyle alaşım haline getirilmesi güç olan (birbiri içerisinde sıvı veya katı fazda çözünmeyen) sistemler bu yöntem sayesinde alaşımlanabilmektedir. Ayrıca son zamanlarda bu yöntem ile nano boyutlu malzemelerde üretilebilmektedir [11]. Mekanik alaşımlama, yüksek enerjili bir değirmende yapılan ve tane boyutu küçülmüş kompozit tozların elde edildiği katı hal alaşımlama yöntemidir [12]. Alaşımı yapılmak istenen toz kompozisyonu hazırlanarak bilyalar ile birlikte yüksek enerjili değirmene yerleştirilir ve belirlenen sürede alaşımlanır. Bu işlem tek toz çeşidi kullanıldığında, parçacık boyutu küçültme işlemi olup, parçacık büyüklüğü kırılma yoluyla düşer fakat parçacık kimyası değişmez. Mekanik alaşımlamayı diğer bilyalı öğütme işlemlerinden ayıran en önemli özellik, farklı toz çeşitleri kullanıldığında parçacık kırılmasının sürekli olarak sağlanması ve mekanik alaşımlama işlemi boyunca farklı toz parçacıkların birbiriyle kaynaklaşarak tekrar kırılması sayesinde alaşımlanmasıdır. Mekanik alaşımlamanın sağladığı faydalar şöyle sıralanabilir;

- 1) Katı çözünürlük sınırlarını genişletir.
- 2) Birbirlerinden oldukça farklı erime sıcaklığına sahip olan malzemelerden metaller arası bileşiklerin üretilebilmesine olanak sağlar.
- 3) Nano kristal malzemelerin üretilmesini mümkün kılar.
- 4) Amorf malzemelerin üretilebilmesini sağlar.
- 5) MA sonucu matris içerisinde parçacıkların homojen bir şekilde dağılması sağlanır ve böylece dislokasyon hareketleri için engeller oluşturulur [13].

Mekanik alaşımlama esnasında meydana gelen fiziksel değişimi anlamak amacıyla bu alaşımlama prosesini üç aşamada incelemek uygun olacaktır [14].

Başlangıç kademelerinde tozlar daha yumuşaktır ve birbiri ile kaynarak daha büyük boyutlu parçalar oluşturma eğilimleri daha yüksektir. Bu aşamada başlangıç tozlarına oranla üç kat daha büyük boyutlu parçalar meydana gelebilir. Kompozit partiküllerinin bu aşamada karakteristik olan katmanlı görüntüsü oluşur [15].

Metalik faz bu çarpışmalar esnasında düzleşip üst üste bindikçe atomik düzeyde temiz yüzeyler birbiri ile temas eder ve birbirine soğuk şekilde kaynar. Aynı aşamada kırılma fazlar bu kaynayan yüzeyler arasında sıkışarak kaplanır ve yapıya karışır.

Orta kademede devamlı olan kırılma ve kaynama aşamalı sonucu tozlar deformasyon sertleşmesine maruz kalmış ve pekiştirici fazlar sürekli bir hal almıştır. Partikül boyutunda meydana gelen azalma mikro yapıdaki karışmayı hızlandırır. Mekanik alaşımlamada bilyalar tarafından absorblanan kinetik enerjinin etkisi ve ısı artışı ile metalik matriste çözünme meydana gelir. Bu kademede atomik düzeyde difüzyonun artması sonucu yeni fazlar meydana gelebilmektedir [14]. Son kademe düzenli yapı elde edilmiş ve partikül boyutunun yükselmesine sebep olan kaynama seviyesi ile partikül boyutunu düşürücü etkiye sahip kırılma mekanizmaları arasında dengeye ulaşılmıştır. Sonuçta küçük partiküller ile büyük boyutlu partiküller birbiri ile karışarak boyutsal olarak homojenleşmiş bir yapıyı oluştururlar [15].

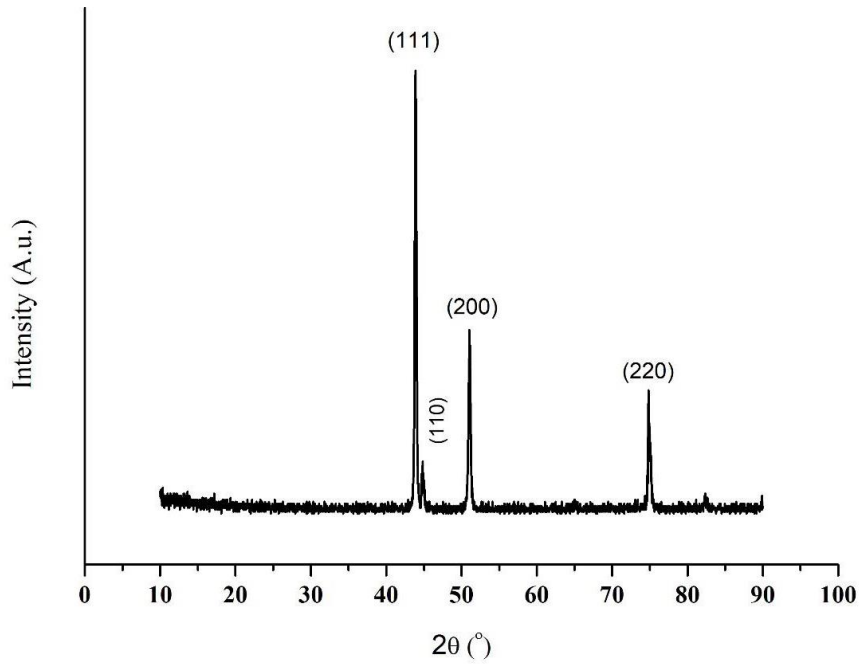
Bu çalışmada yüksek enerjili bilyalı değirmende mekanik alaşımlama yöntemi ile öğütülen 316L paslanmaz çelik tozunun özellikleri incelenmiştir. Elde edilen numune X-ışını spektroskopisi (XRD), diferansiyel termal analiz (DTA) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizlerine tabii tutulmuştur.

## 2. Materyal ve Metot

Bu paslanmaz çelik tozunun analizi Tablo 1’de verilmiştir. Söz konusu paslanmaz çelik tozunun partikül boyutu ortalama 50 $\mu$ m’dir. Temin edilen paslanmaz çelik tozundan alınan X-ışını spektroskopisi (XRD) Şekil 1’de verilmiştir.

**Tablo 1.** Ticari olarak temin edilen 316L paslanmaz çeliğin kimyasal analizi.

	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo
<b>316 L</b>	0.03	2	0.045	0.03	1	17	12	2.5



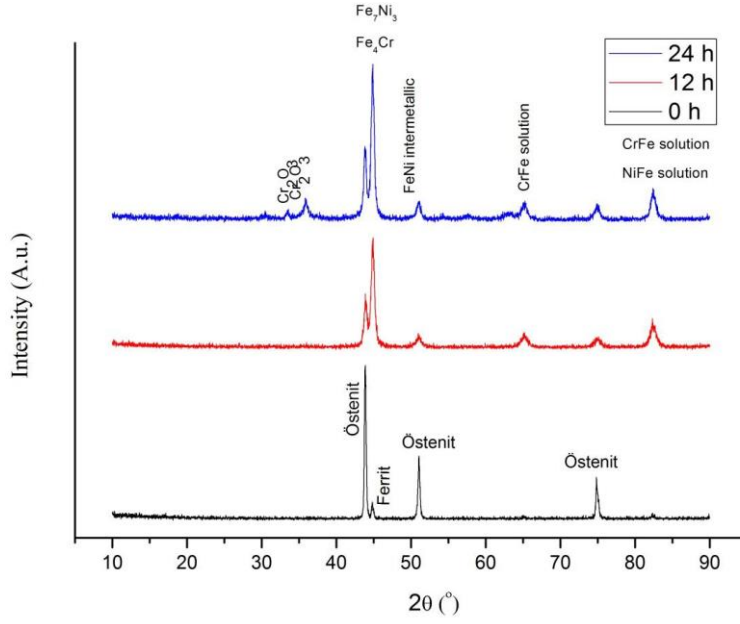
**Şekil 1.** Ticari olarak temin edilen 316L paslanmaz çeliğin XRD analiz sonucu.

Ticari olarak temin edilen paslanmaz çelik tozu Retsch PM 100 marka yüksek enerjili değirmen kullanılarak 500 d/d’de 10/1 Bilya/Toz oranında ve argon atmosferinde öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Öğütme işlemi 30 dakika çalışma 30 dakika durma şeklinde 24 saat yapılmıştır. Elde edilen tozların XRD analizi yapılmıştır. Elde edilen tozların DTA sonuçları alınmıştır. Elde edilen tozların SEM incelemesi yapılmıştır. Öğütme işlemi sonunda elde edilen tozlar sinterleme işlemine tabi tutularak elde edilen kütleli numunenin mikroyapı incelemesi yapılmıştır.

## 3. Bulgular

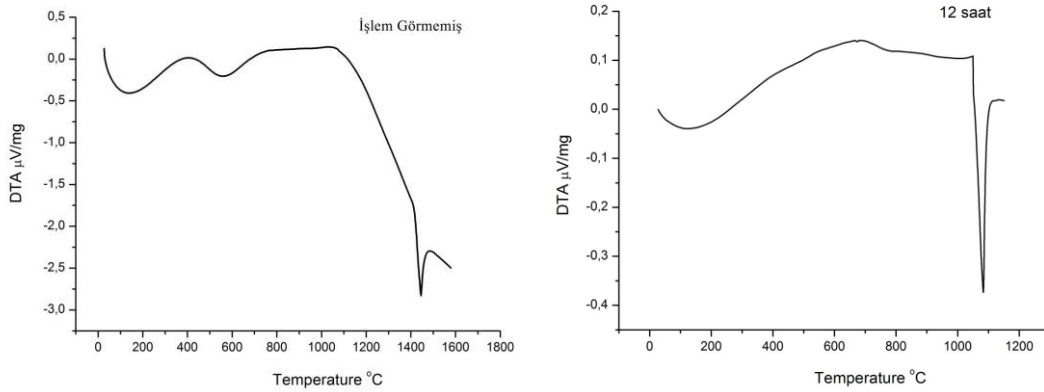
Şekil 2’de öğütme işlemi sonunda elde edilen tozlardan alınan XRD sonuçları verilmiştir. XRD analizinden de görüleceği gibi artan öğütme süresiyle piklerde genişlemeler ve şiddetlerinde düşmeler görülmektedir. Bu durum tozun amorflaştırıldığını gösterir. Daha önce yapılan pek çok çalışmada da piklerin şiddetlerinde düşme ve genişliklerinin artması gibi sonuçlar görülmüştür. Fakat burada diğer çalışmalarda farklı olan, 12 saat ve 24 saatlik öğütme sonunda tozlarda yeni piklerin ortaya çıkmasıdır. Tozların yüksek enerjili değirmende öğütülmesi sonucu uygulanan gerilmeler tozlara bir iç stress kazandırmıştır. Öğütmenin hava atmosferinde yapılması ise, tozların oksitlenmesine neden olmuştur. Kısmi oksitlenme sırasında ortaya çıkan enerji ise yapıda farklı fazların oluşmasını ve metaller arası bazı yapıların ortaya çıkmasını sağlamıştır. Söz konusu fazların dönüşümü veya bazı intermetaliklerin oluşumu için çok yüksek sıcaklıklara ihtiyaç vardır. Kısmi oksitlenmenin vermiş olduğu ısıyla bu dönüşümlerin gerçekleşmesi yapıda çok yüksek oranda gerilmelerin olduğunu gösterir.

Havaya açık şekilde yapılan veya argon atmosferinde yapılan öğütme işlemi sonucunda tozların havayla nihai temasında bu durum tozların kontrolsüz dönüşümüne neden olmuştur. Bu yüzden öğütme sırasında argon atmosferinin kullanılmasının bile bu sorunu çözemeyeceği düşünülmüş ve bu sorunun ancak tozların kontrollü bir atmosferde kaplı olarak alınmasıyla veya başka bir deyişle toz partikülleri ile oksijenin temasının kesilmesi ile mümkün olacağına karar verilmiştir. Söz konusu problem, tozların kaptan alınmasının veya toza uygulanan tüm işlemlerin glove box'da yapılarak çözülebilir. Fakat, üretilecek tozun ticarileşebilmesi için böyle bir çözüm gerçekçi değildir. Bu sorunu çözebilmek için öğütme işlemi sırasında tozlara bir katkı katılmasına karar verilmiştir. Tozlara katılan polimerik bir katkı öğütme işlemi sırasında toz partiküllerinin etrafını sararak aşırı aktif hale gelen tozun kaptan alındıktan sonra oksijenle temasını kesmiştir. Böylece toz istenildiği gibi hava atmosferinde işleme tabi tutulabilecek ve aktif tozlar havadaki oksijenden etkilenmeyeceklerdir. Bu amaçla tozun içerisine polimerik katkı ilave edilerek 12 saat öğütme işlemi gerçekleştirilmiş ve elde edilen tozlardaki değişimleri tespit edebilmek için DTA-TG analizi yapılmıştır.



Şekil 2. Numunelerden alınan XRD sonuçları

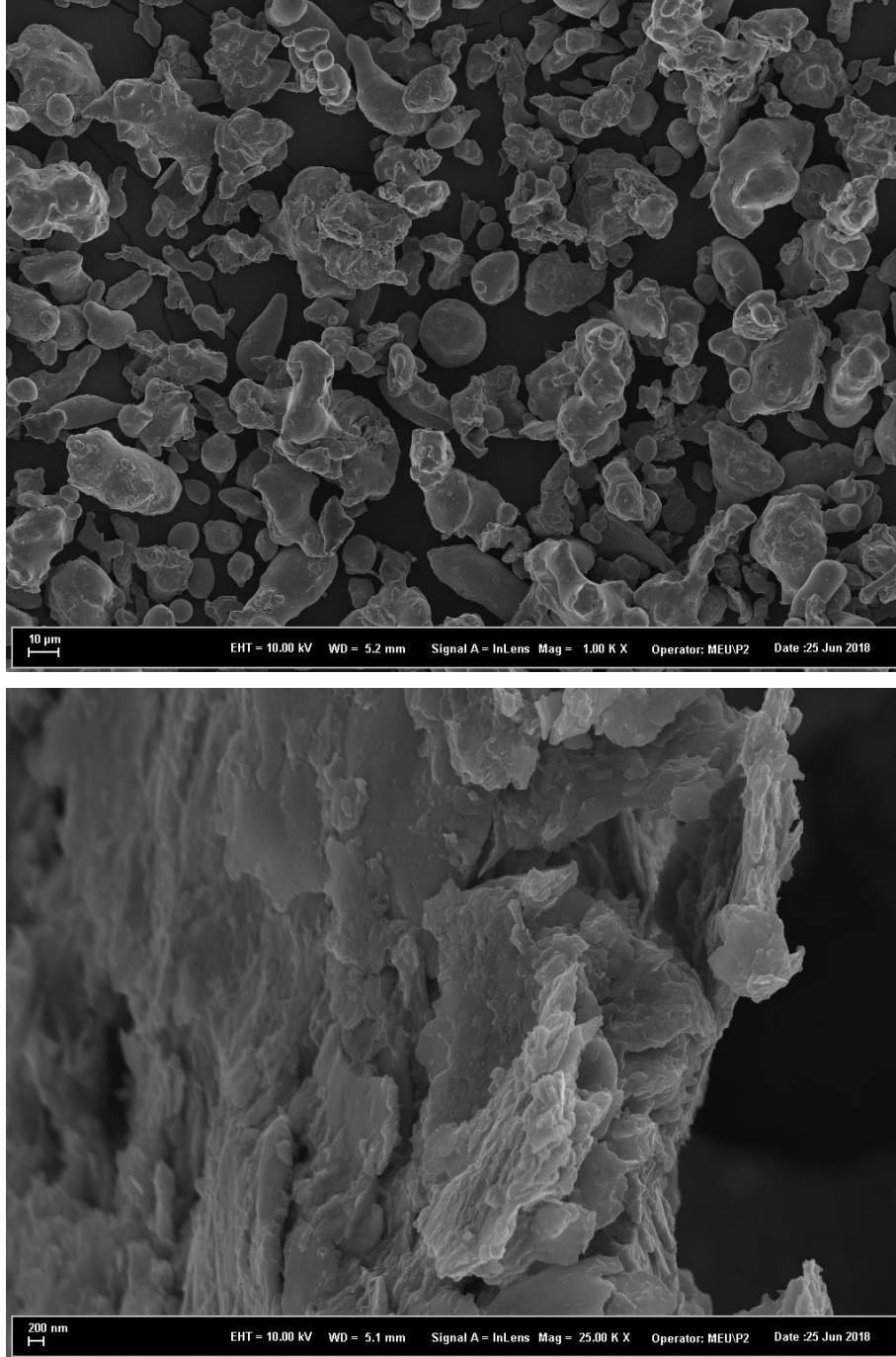
Şekil 3'de öğütülmüş ve öğütülmemiş tozlardan alınan DTA analiz sonucu verilmiştir. Şekil 2'den de görüldüğü gibi, işlem görmemiş 316L tozunun ergime sıcaklığı 1430°C civarındadır. Tozun yüksek enerjili bilyalı değirmende öğütülmesi sonucunda ergime sıcaklığında %20'lik bir azalış gerçekleşmiştir. İşlem sonunda yapılan TG analizinde ise tozlardaki kütle kaybının %2 civarında olduğu görülmüştür.



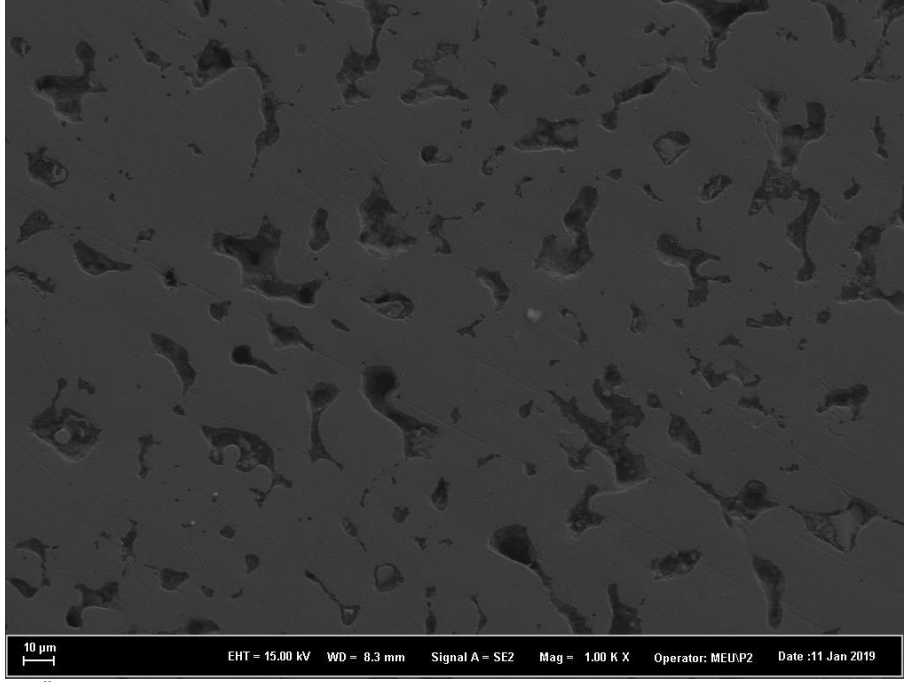
Şekil 3. İşlem görmemiş ve 12 saat öğütülmüş paslanmaz çelik tozlarından alınan DTA sonuçları

Öğütme işlemi sırasında bilyalar arasında ve bilya-kap arasında kalan tozlara mekanik enerji yüklenir. Bu mekanik enerji tozun iç enerjisini artırırken, kafes yapısının da bozulmasına neden olur. Tüm bunlardan dolayı tozun aktivitesi artarken, ergime sıcaklığında azalmalarda meydana gelir.

Şekil 4'de 316 L tozunun taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü verilmiştir. Başlangıç tozlar gayet homojen bir boyut dağılımına sahiptir. Tozlar küresel formdadır. 24 saatlik öğütme işleminin ardından şekil 4.b'den görüleceği gibi tozların partikül boyutları nanometre seviyelerine düşmüştür. Ayrıca öğütmeden dolayı tozlarda bir birine yapışma meydana gelmiştir. Tozlar, küresel formdan levhasal bir forma dönüşmüştür. Bu da bilya darbelerinin etkisiyle olmuştur. Şekil 5'de öğütülmüş tozun sinterleme sonucunda elde edilen bulk numunenin mikroyapı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4. a) Öğütülmemiş tozun, b) öğütülmüş tozun SEM görüntüsü



Şekil 5. Öğütülmüş tozun sinterlenmesi sonucunda elde edilen bulk numunenin SEM görüntüsü

Elde edilen öğütülmüş tozların sinterlenmesi sonucunda bulk numune başarıyla üretilmiştir. Üretilen bulk numune içerisinde yer yer poroziteler olmasına karşın bu beklenen bir durumdur. Üretim yönteminin TM olması ve yoğunluk artırıcı son işlemlerin bu numunelere uygulanmaması bu duruma sebep olmuştur.

#### 4. Sonuçlar

Bu çalışmada yüksek enerjili öğütme işleminin 316L paslanmaz çeliğin özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. 12 ve 24 saat öğütülen 316L tozlarının partikül boyutunda artan öğütme süresiyle beraber artış meydana gelmiştir. Bunun yanında artan öğütme süresiyle beraber, yapı içerisinde bazı intermetalik fazların oluşmaya başladığı gözlemlenmiştir. İdeal öğütme süresinin 12 saat olduğu görülmüştür. 12 saat öğütme sonunda 316L paslanmaz çeliğin ergime sıcaklığında % 20'lik bir azalış meydana geldiği görülmüştür. 12 saat öğütülmüş numunenin sinterlenmesi başarıyla gerçekleştirilmiş ve bulk numune elde edilmiştir.

#### Teşekkür

2170711 nolu bu proje TÜBİTAK 1512 destek programı ile desteklenmiştir. TÜBİTAK'ın sağlamış olduğu bu destekten ötürü teşekkürü borç biliriz.

#### Kaynaklar

- [1] Li Oyd DJ. Particle Reinforced Aluminium and Magnesium Matrix Composites. Journal of Materials Science 1994; 39: 1-23.
- [2] Huda MD, Hamsi MS. Materials, Manufacturing and Mechanical Properties. Metal Matrix Composites Part I, Application and Processing, Hobb the Printers Ltd., UK, 1995.
- [3] German RM. Powder Metallurgy Science. Princeton, New Jersey, 1994.
- [4] Çolak NY, Turhan H. Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen Al-Si/B4C Kompozit Malzemenin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması. Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi 2016; 28(2): 259-266.
- [5] Akkaş M, Çetin T, Boz M. Gaz Atomizasyon Yöntemi ile Am60 Magnezyum Alaşım Tozu Üretimi ve Karakterizasyonu. SDU International Journal of Technological Science 2018; 10(3).
- [6] Akpınar İŞ. Atomizasyon Yöntemiyle Toz Metal Üretimi ve Tozların Karakterizasyonu. Doktora Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2011.

- [7] Tekin M. Mekanik Alařımlama Yöntemi ile Nanokristal Yapılı Metal Alařımlarının Üretimi ve Karakterizasyonu. Necmettin Erbakan Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2019.
- [8] Karabulut H, Çıtak R, Çinici H. Mekanik Alařımlama Süresinin Al%10 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Kompozitlerde Eğme Dayanımına Etkisi. Yüksek Lisans, Gazi Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi Dergisi, 2013.
- [9] Newkirk JW, Kosher RA. Designing with Powder Metallurgy Alloys. In Handbook of Mechanical Alloy Design, Ed. Totten GE, Xie L, Funatani KM, Dekker, New York, 2004.
- [10] Söyler AU. Mekanik Alařımlama Yöntemleri ile Üretilmiş Al-Fe Tabanlı Sic ve Y2O3 Pekiřtiricili Kompozitlerin Geliřtirilmesi ve Karakterizasyonu. Doktora Tezi İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2008.
- [11] Őimşek İ, Yıldırım M, Tunçay T, Özyürek D, Őimşek D. Mekanik Alařımlama/Öğütme Yöntemi ile Üretilen Al-Sic Kompozitlerin İncelenmesi. Technological Applied Sciences 2018; 13(2): 165-171.
- [12] Őimşek İ. Mekanik Alařımlama Yöntemi ile Üretilen Farklı Miktarlarda ZrO<sub>2</sub> Takviyeli Al-2Gr Matrisli Kompozit Malzemelerin Ařınma Performanslarının İncelenmesi. El-Cezeri Journal of Science and Engineering 2019; 6(3): 594-605.
- [13] Ataç MA, Gural A. Çinko-Alüminyum (ZA) Alařımlarının Mekanik Alařımlama Yöntemiyle Üretilbilirlięi Üzerine Bir Çalışma. Politeknik Dergisi 2013; 16(4): 147-154.
- [14] Keçeli Z. Characterization Investigations Of Powder and Sintered Al-Sic and Al-B4C Composites Developed Via Mechanical Alloying, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2007.
- [15] Suryanarayana C, Ivanov E, Boldyrev VV. The Science and Technology of Mechanical Alloy. Science and Engineering 2001; 304-306: 151-158.