

Grafen Takviye Miktarının Fe Esaslı Hibrit Nanokompozitlerin Mekanik ve Aşınma Özellikleri Üzerindeki Etkisi

Abdullah Hasan KARABACAK✉

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Mühendislik Fakültesi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, Türkiye

✉: hasankarabacak@ktu.edu.tr  [0000-0003-4551-5254](https://orcid.org/0000-0003-4551-5254)

Geliş (Received): 16.01.2026

Düzeltilme (Revision): 27.02.2026

Kabul (Accepted): 03.03.2026

ÖZ

Bu çalışmada, B4C/grafen nanoparçacıkları ile takviye edilmiş Fe esaslı fren malzemeleri toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiş ve özellikleri incelenmiştir. Grafen içeriği ağırlıkça %0–7 arasında değiştirilirken, B4C oranı ağırlıkça %1’de sabit tutulmuştur. Tozlar, oksidasyonu önlemek amacıyla argon atmosferinde 4 saat öğütülmüştür. Mikroyapısal karakterizasyon için Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM) ve Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS) kullanılmıştır. Grafen miktarının mikroyapı, yoğunluk, sertlik ve aşınma davranışı üzerindeki etkileri değerlendirilmiştir. Sonuçlar, grafen oranının artmasıyla yoğunluğun azaldığını ve gözenekliliğin arttığını göstermiştir. TEM incelemelerinde B4C’nin matriste homojen dağıldığı, grafenin ise yer yer topaklandığı belirlenmiştir. Sertlik, %5 grafen ilavesiyle 88,81 HB’den 94,42 HB’ye yükselmiş, daha yüksek oranlarda azalmıştır. Ayrıca, %5 grafen katkısı 5 N yük altında yaklaşık %40, 10 N yük altında ise yaklaşık %50 daha düşük ağırlık kaybı sağlayarak aşınma direncini önemli ölçüde artırmıştır.

Anahtar Kelimeler: Aşınma, B₄C, Fren balatası, Grafen

The effect of graphene reinforcement content on mechanical and wear properties of Fe-based Hybrid Nanocomposites

ABSTRACT

In this study, Fe-based brake materials reinforced with B4C/graphene nanoparticles were produced by powder metallurgy and their properties were investigated. Graphene content was varied between 0–7% by weight, while B4C content was kept constant at 1% by weight. The powders were ground in an argon atmosphere for 4 hours to prevent oxidation. Scanning Electron Microscopy (TEM) and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) were used for microstructural characterization. The effects of graphene content on microstructure, density, hardness, and wear behavior were evaluated. The results showed that density decreased and porosity increased with increasing graphene content. TEM analyses revealed that B4C was homogeneously distributed in the matrix, while graphene was clumped in places. Hardness increased from 88.81 HB to 94.42 HB with the addition of 5% graphene and decreased at higher percentages. Furthermore, the addition of 5% graphene significantly improved wear resistance, resulting in approximately 40% lower weight loss under a 5 N load and approximately 50% lower weight loss under a 10 N load.

Keywords: Wear, B₄C, Brake pad, Graphene

GİRİŞ

Son on yılda, metal matrisli nanokompozitler (MMnK), yüksek elastik modülleri, geliştirilmiş özgül mukavemetleri ve geliştirilmiş aşınma direnci nedeniyle otomotiv ve havacılık endüstrilerinden büyük ilgi gören yeni bir malzeme kategorisidir [1–5]. Metal matrisli kompozitlerden farklı olarak bu malzemelerde nano boyutlu takviyeler kullanılmaktadır. Takviye boyutunu nano ölçeğe indirerek artan yüzey alanı, kompozit malzemelerde yüksek sıcaklıkta daha yüksek yorulma ömrü, daha iyi sürünme direnci ve yüksek aşınma direnci gibi üstün özelliklere yol açar [6–8].

MMnK’lerin mekanik özelliklerindeki ve aşınma direncindeki iyileştirmeler kullanılan takviye malzemelerine bağlıdır. Şekil, boyut, matris içindeki dağılım, sertleşme mekanizması ve termal kararlılık, MMnK’lerin nihai özelliklerini belirleyen en önemli faktörlerdir [9, 10]. MMnK üretimindeki en popüler ve gelecek vaat eden potansiyel takviye malzemeleri arasında oksitler, nitrürler, karbürler, metaller arası alaşımlar ve karbon allotropları bulunur [11]. Elde edilen üstün özelliklere rağmen, MMnK’lerin üretiminde yaşanan sorunlar bu malzemelerin pratik uygulamalarını sınırlandırmaktadır. Nano boyuttaki parçacıkların erimiş metal matrisi ile düşük

ıslanabilirliği nedeniyle, geleneksel döküm yöntemleri seramik parçacıkların matris içerisinde homojen dağılmasını sağlayacak yeteneğe sahip değildir. Bundan dolayı günümüzde metal matrisli nanokompozitlerin üretimi konusunda birçok çalışma yürütülmektedir [11]. Karıştırılmalı döküm, mekanik alaşımlama, geleneksel metalürji yöntemi ve sıkıştırılmalı döküm gibi MMnK üretimi için çeşitli üretim teknikleri bulunmaktadır. Bunlar arasında mekanik alaşımlama ya da öğütme (MA) işlemi, nano partikülün metal matris içinde daha homojen dağılımı nedeniyle özellikle nano partikül takviyeli kompozitler için daha uygun olduğu söylenmektedir. Mekanik alaşımla ya da öğütme işlemi, plastik deformasyon, kırılma ve soğuk kaynak mekanizmalarını içeren bir toz üretim yöntemidir. Bu yöntemde toz partikülleri toz-bilya-toz ve toz-hazne-toz etkileşimlerine maruz kalır ve bunun sonucunda tozlar birbirlerine soğuk kaynak olurlar. İşlemin devam etmesiyle toz partikülleri soğuk kaynak noktalarında kırılır ve daha sonra tekrar kaynaklanırlar. Tekrarlanan bu mekanizma sonucunda toz partikülleri sertleşmesine ve takviye parçacıkların matris içerisinde homojen bir şekilde dağılmasına sebep olur [12, 13].

Fren sistemi araçlardaki en önemli sistemdir ve gelişen teknolojiyle birlikte bu sistemlerin daha güvenli ve uzun ömürlü olması yönünde birçok çalışmalar yapılmaktadır. Fren sisteminin en önemli parçası olan fren balataları hafiflik, uzun kullanım ömrü, sabit sürtünme katsayısı, minimum gürültü, düşük aşınma oranı, düşük fiyat performans oranı gibi özelliklere sahip olması beklenir [14]. Fren balataları, mevcut koşullarda ve tekrarlı kullanımlarda geniş bir hız, basınç ve sıcaklık aralığında aynı performansı tekrarlayabilmelidir. Sürtünme sırasında sıcaklığın artması nedeniyle oksidasyona, çatlamaya ve termal yorgunluğa karşı dayanıklı olmalıdır. Uygulanan basınca ve kullanım sırasında oluşan kesme gerilmelerine karşı yeterli dayanıma sahip olmalı, kolay ve sürekli aynı kalitede üretilebilir olmalı ve ayrıca düşük ısı geçirgenliğine sahip olmalıdır.

Toz metalürjisi ile üretilen fren malzemeleri, ticari/askeri uçaklarda ve yüksek hızlı trenlerde fren balatası olarak yaygın olarak kullanılmaktadır. Konvansiyonel fren malzemeleri demir ve bakır esaslı olup, katı yağlayıcılar ($BaSO_4$, Sb_2S_3 , MoS_2 , grafit, kurşun) ve katı aşındırıcılar (silika, alümina, silisyum karbür, bor karbür vb.) ile takviye edilmektedirler [15]. Literatürde metal matrisli kompozitlerde grafen katkı oranının belirli bir seviyeye kadar mekanik ve aşınma özelliklerini iyileştirdiği, ancak daha yüksek katkı oranlarında aglomerasyon ve gözenekliliğe bağlı performans düşüşleri görüldüğü belirtilmektedir [16, 17]. Literatürde Fe-esaslı powder metallurgy fren padlerinin mekanik ve tribolojik performansı üzerine çalışmalar yer almakla birlikte, bunlarda grafen takviye oranına bağlı kritik eşik davranışına odaklanan sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır; örneğin Fe-bazlı ve Cu-bazlı PM fren padlerinin sürtünme davranışlarını karşılaştıran bir çalışma ile Fe-bazlı padlerin aşınma ve sürtünme özelliklerini inceleyen güncel bir derleme

bildirimi mevcuttur [18, 19]. Grafit ve MoS_2 gibi katı yağlayıcılar, sürtünme yüzeyinde ince bir film oluşturarak sürtünme katsayısını düşürmektedir. Fren balatalarında sürtünme üzerinde büyük etkisi olan grafit, yapısı gereği yüzeylerde küçük temas alanları oluşturarak yüzeylerin daha az yırtılmasını sağlar. İnce tabakalı katmanlardan oluşan grafit, bu tabakalı yapısından dolayı düşük sürtünme katsayısına sahiptir. Grafit miktarı, ısı transferinin yüksek olduğu metalik bazlı sinter astar uygulamalarında ağırlıkça 15-20 arasında, düşük ısı transferli sistemlerde ise ağırlıkça %6-10 arasında tutulmalıdır. Grafit 600 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda iyi yağlama özelliği gösteremediğinden, özellikle yüksek sıcaklıklarda ikincil yağlayıcı bir sürtünme düzenleyici olarak kullanılır. Bakır bir takviye görevi görür ve sürtünme tabakasının oluşumunda kritik bir rol oynayan birincil platoların (muhtemelen gerinim sertleşmesinden sonra) oluşumuna yol açar [20].

Fren balataları için geliştirilen kompozit malzemelerden; yüksek aşınma direnci, kararlı sürtünme katsayısı, yeterli mekanik dayanım ve farklı yük koşulları altında stabil performans göstermesi beklenmektedir. Literatürde, Fe-esaslı fren malzemelerinin maliyet, mekanik dayanım ve termal kararlılık açısından yaygın olarak tercih edildiği, ancak tribolojik performansın iyileştirilmesi için takviye fazlarına ihtiyaç duyulduğu raporlanmıştır [19]. Bu kapsamda, B_4C gibi sert seramik takviyelerin aşınma direncini ve sertliği artırdığı [21], grafen ve grafen türevi nano-karbon takviyelerin ise tabakalı yapıları sayesinde yağlayıcı etki oluşturarak sürtünme ve aşınma davranışını iyileştirdiği bildirilmiştir [22]. Ancak bu iki takviyenin birlikte kullanılmasıyla oluşabilecek sinerjik etkinin, özellikle Fe-esaslı fren malzemeleri özelinde sınırlı sayıda çalışmada ele alındığı görülmektedir. Bu çalışmanın özgünlüğü, grafen ve B_4C katkılarının birlikte kullanıldığı Fe-esaslı fren malzemelerinde, grafen takviye oranının mikroyapı, bağlı yoğunluk, sertlik ve aşınma davranışı üzerindeki etkilerinin sistematik ve karşılaştırmalı olarak incelenmesinden kaynaklanmaktadır. Literatürde grafen veya seramik takviyelerin tekil olarak kullanıldığı Fe-esaslı fren malzemelerine yönelik çalışmalar bulunmasına karşın, grafen katkı oranının sabit B_4C içeriği altında tribolojik davranış üzerindeki rolünü ele alan çalışmalar sınırlıdır. Ayrıca, bu çalışmada grafen ilavesinin farklı yük koşulları (5 N ve 10 N) altındaki aşınma mekanizmalarına etkisi, SEM aşınma yüzeyi analizleri ile birlikte değerlendirilerek grafenin aşınma mekanizmasını nasıl değiştirdiği ortaya konmuştur. Elde edilen bulgular, optimum grafen katkı oranının belirlenmesine katkı sağlamakta olup, Fe-esaslı fren malzemelerinin tasarımı açısından uygulamaya yönelik önemli veriler sunmaktadır.

MATERYAL ve YÖNTEM

Toz metalürjisi yöntemiyle fren balatası üretimi için kullanılacak tozlar, Graphene Chemical Industries'den (Graphene Co.) temin edilmiştir. Matris malzemesi

olarak Fe (D50: 30 µm) tozları, takviye olarak Cu (D50: 5 µm), grafen (D50: 100 nm) ve B₄C (D50: 10 µm) kullanılmıştır.

Hibrit nanokompozit tozlar mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmiştir. Aglomerasyonu en aza indirmek için bir proses kontrol katkısı (PCA) olarak ağırlıkça %0,25 stearik asit kullanılmıştır. Mekanik alaşımlama işlemi, öğütme işlemi sırasında oksidasyonu önlemek için argon gazı ile doldurulmuş gezegen tipi bilyalı değirmende (Retsch PM 100) gerçekleştirilmiştir. Demir, bakır, B₄C ve nano-grafen tozları 4 saat süresince öğütülmüştür. Ayrıca bilye:toz oranı 10:1 olup, 10mm çapında tungsten karbür bilyeler kullanılmış ve devir sayısı 400 rpm olarak belirlenmiştir. Mekanik alaşımlama ile üretilen hibrit nanokompozit tozlar, aşınma testi numuneleri elde etmek için bir kalıba doldurulmuş ve karıştırılan tozlar 500 MPa'da soğuk preslenmiştir. Daha sonra bu sıkıştırılmış tozlar 900°C'de vakum atmosferinde 2 saat sürekli sinterlenmiştir. Bu çalışmada 5 farklı fren malzemesi üretilmiştir. Fren malzemesi üretiminde kullanılan bileşenler ve yüzdeleri Tablo 1'de verilmiştir.

Table 1. Üretilen numunelerin ağırlıkça yüzde bileşenleri

Numune Kodu	Grafen (ağ.%)	B ₄ C (ağ.%)	Cu (ağ.%)	Fe
A0	0	1	2	Kalan
A1	1	1	2	Kalan
A3	3	1	2	Kalan
A5	5	1	2	Kalan
A7	7	1	2	Kalan

Kullanılan takviyelerin varlığını, dağılımını ve matris ile arasındaki arayüzey bütünlüğünü belirlemek için mikroyapısal çalışmalar yapılmıştır. Bu amaç için bir enerji dağıtıcı spektroskop (EDX) ile donatılmış bir Zeiss Evo LS10 taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Fren balatası numunelerinin yoğunluğu Arşimet yöntemi ile belirlenmiştir. Yoğunluk testleri Ohaus marka PA224C model hassas terazide yapılmıştır. Fren malzemelerinin teorik yoğunlukları karışımlar kuralı kullanılarak hesaplanmıştır. Gözeneklilik değerleri ise teorik ve deneysel yoğunluklar kullanılarak ölçülmüştür.

Numunelerin sertlik değerleri Innovatest marka Nemesis 9000 model Brinell sertlik cihazında 31,25 kg yük ve 15 sn bekleme süresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir numune için en az 5 ölçüm alınmış ve sertlik değeri bu 5 ölçümün ortalaması alınarak belirlenmiştir.

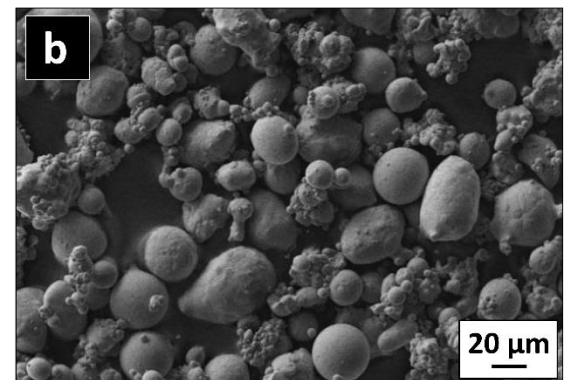
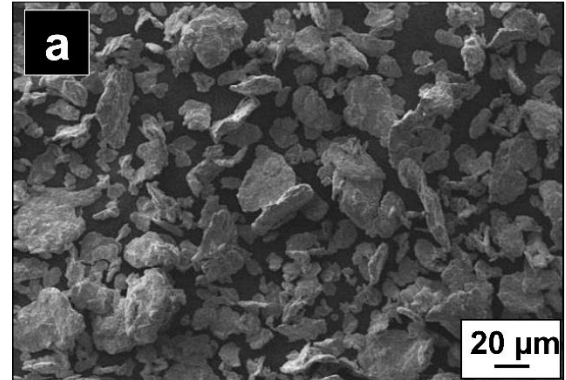
Aşınma deneyleri UTS marka Tribolog model bir ball-on-disk aşınma test cihazında, oda sıcaklığında ve 100 rpm dönüş hızında gerçekleştirilmiştir. Alınan toplam aşınma yolu sabit ve 300 m olacak şekilde 5 ve 10 N'luk yükler uygulanarak testler yapılmıştır. Numuneler deneyden önce ve sonra 0,0001 gr hassasiyetli bir terazide tartılarak ağırlık kaybı değerleri belirlenmiştir. Bu çalışmada seçilen grafen katkı oranları (%0, %1, %3, %5 ve %7), literatürde metal matrisli kompozitlerde grafen takviyesinin düşük oranlarda olumlu, yüksek oranlarda ise aglomerasyon ve gözeneklilik kaynaklı olumsuz etki oluşturduğu

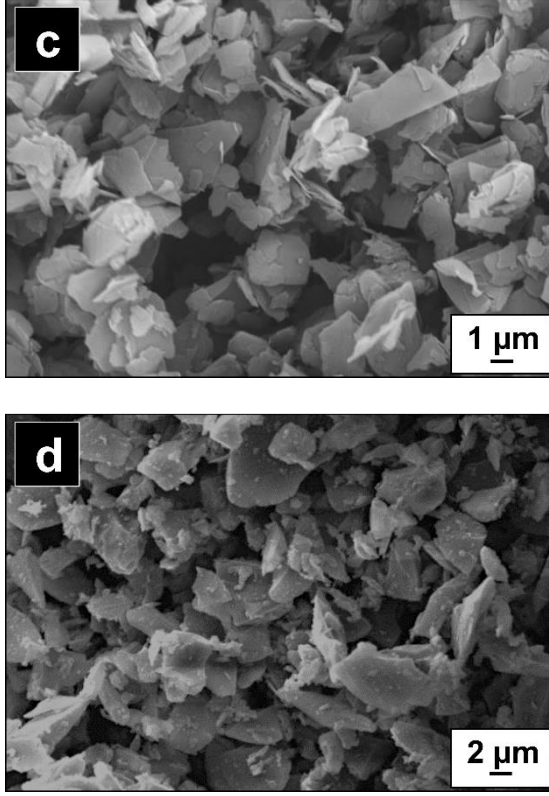
yönündeki bulgular dikkate alınarak belirlenmiştir. Özellikle %5 civarındaki grafen katkı oranlarının mekanik ve tribolojik özellikler açısından kritik bir eşik oluşturduğu, önceki çalışmalarda farklı metal matris sistemleri için raporlanmıştır. Bu nedenle, grafen katkı oranının Fe-esaslı fren malzemeleri üzerindeki etkisini sistematik olarak ortaya koyabilmek amacıyla, düşükten yükseğe doğru artan katkı oranları tercih edilmiştir. Aşınma testlerinde uygulanan yükler (5 N ve 10 N) ise, fren balatası uygulamalarında karşılaşılan orta ve yüksek temas basınçlarını temsil edecek şekilde seçilmiştir.

TARTIŞMA

Toz ve Mikroyapı Morfolojisi

B₄C ve Grafen nanoparçacıkları ile takviye edilmiş Fe esaslı fren malzemeleri üretiminde kullanılacak tozların SEM görüntüleri Şekil 1'de gösterilmiştir. Matris malzemesi olarak kullanılan demir toz parçacıklarının pulsu bir morfolojiye sahip olduğu Şekil 1-a'da gözükmektedir. Takviye olarak yapıya katılacak olan bakır tozlarının küresel formda (Şekil 1-b), grafenin nano levha formda (Şekil 1-c) ve B₄C'ün ise düzensiz ve yassı bir formda olduğu açık bir şekilde görülmektedir.

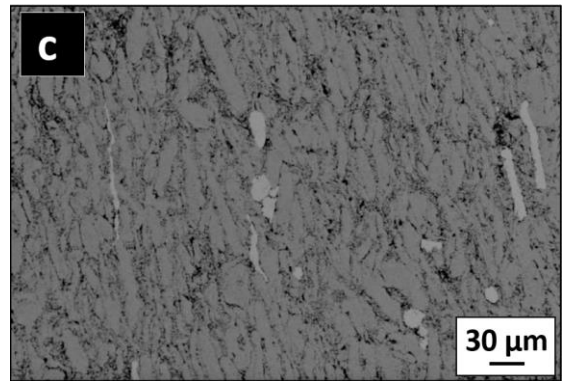
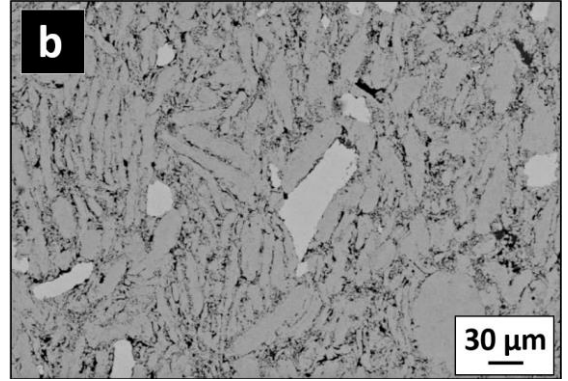
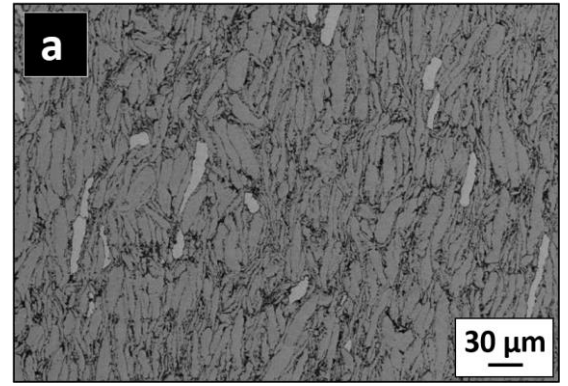


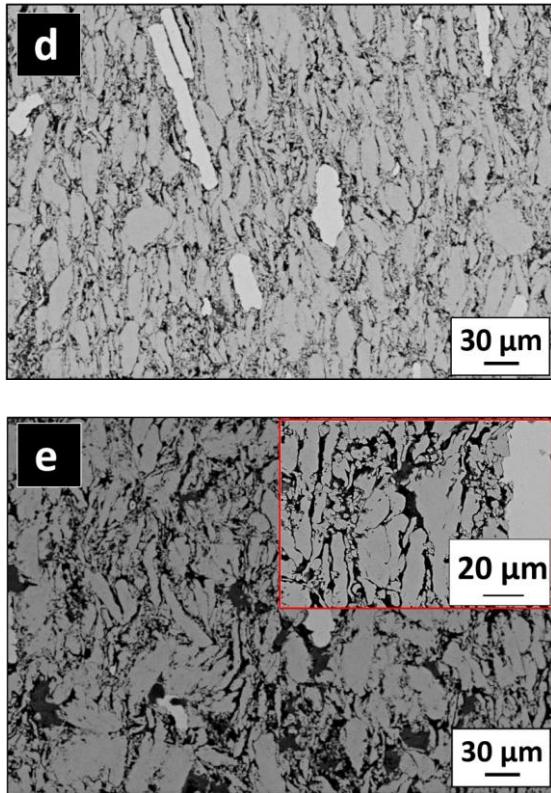


Şekil 1. Başlangıç malzemelerin toz morfolojileri: (a) Fe, (b) Cu, (c) Nano-grafen ve (d) B₄C

Fe bazlı fren malzemesi numunelerinde B₄C oranı ağırlıkça %1 olarak sabitlenmiş ve grafen nanoparçacık içeriği ağırlıkça %0'dan ağırlıkça %7'e değiştirilmiştir. Takviyelerin matris içerisindeki dağılımı ve nanokompozit numunelerin mikroyapı morfolojilerini analiz etmek için SEM resimleri alınmıştır. Şekil 2'de farklı grafen içeriğine sahip nanokompozit numunelerin düşük (500X) ve yüksek (2000X) büyütmedeki SEM mikroyapı resimleri gösterilmiştir. Resimlerdeki açık gri alanlar Cu tanelerini, gri alanlar Fe tanelerini, siyah köşeli yapıya sahip noktalar B₄C parçacıklarını, çoğunlukla tane sınırlarında birikmiş parlak siyah renkli alanlar grafenin topaklandığı bölgeleri ve tane sınırları boyunca uzanan koyu siyah noktalar ise mikroyapı içerisinde bulunan poroziteyi göstermektedir. SEM resimleri incelendiğinde Fe tozları ile Cu tozlarının, her iki tozun da sünek yapıda olması sebebiyle mekanik alaşımlama işlemiyle birbirine karışmadığı açık bir şekilde görülmektedir. Bununla birlikte, Fe ve Cu tozları mekanik alaşımlama işleminde bilye-hazne-toz etkileşimleriyle kırılmadığı, sadece boyutlarında ve formlarında değişiklik olduğu, sünek yapıdaki bu tozların 4 saatlik mekanik alaşımla işlemi sonucunda yassılaştığı mikroyapı resimlerinden de anlaşılmaktadır. Diğer bir yandan, artan grafen miktarıyla birlikte tozlardaki yassılaştırmanın da azaldığı görülmektedir. Ayrıca, artan grafen takviyesi yapıdaki gözenek miktarını büyük oranda etkilemiştir. Grafen takviye oranının artmasıyla, grafenin aglomera olduğu alanların miktarı ve boyutlarında büyük bir artış olmuş,

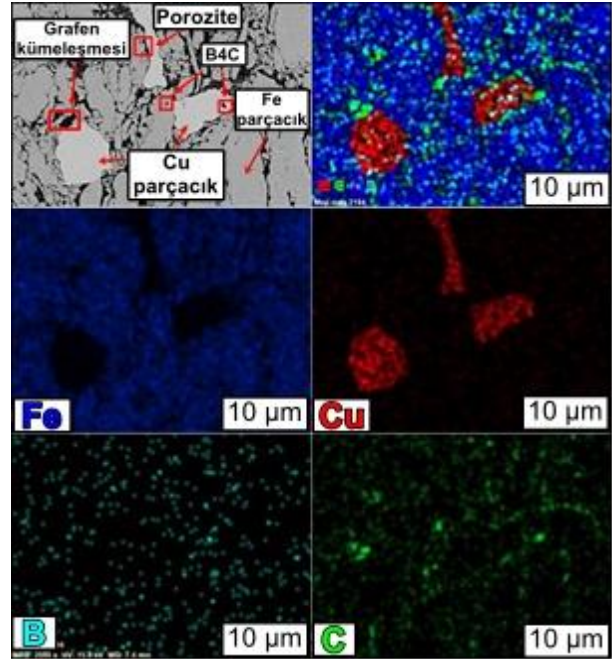
dolayısıyla bu kümeleşme de tozların sinterlenebilirliğini olumsuz yönde etkilemiş ve dolayısıyla gözenekliliği de büyük oranda arttırmıştır. Resim 2-a ve 2-e kıyaslandığında (A0 ve A7 kodlu numuneler), grafenin gözenekliliğe etkisi çok net bir şekilde ortaya konmaktadır. Özellikle %5 grafen içeriğinden sonra grafenin kümeleştiği bölgelerin boyut ve miktarlarında büyük bir artış olmuştur. Grafen oranındaki bu büyük değişim tozların dağıtılması için daha uzun bir mekanik alaşımla süresine ihtiyaç duyulduğunu göstermektedir. Yani 4 saatlik mekanik alaşımlama süresi ağırlıkça %7 orandaki grafenin matris içerisindeki homojen dağılımını sağlamak için yeterli değildir. Dolayısıyla %5 grafen takviye miktarı Fe esaslı hibrit nanokompozitlerin mikro yapı içerisinde homojen dağılımının sağlanması açısından kritik değerdir.





Şekil 2. Üretilen hibrit nanokompozit numunelerin SEM mikroyapı görüntüleri: (a) A0, (b) A1, (c)A3, (d) A5 ve (e) A7

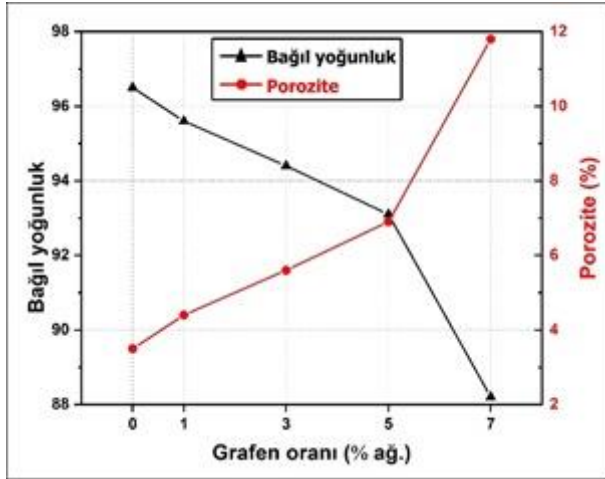
Şekil 3'te A5 kodlu nanokompozit numunenin SEM/EDS haritalama analizi gösterilmiştir. EDS haritalama mikro yapı resimlerinde kırmızı, mavi, yeşil ve açık mavi bölgeler sırasıyla bakır, demir, grafen ve B₄C parçacıklarının mikroyapı içerisindeki dağılımını temsil etmektedir. Takviye elemanları olan B₄C ve grafen, haritalama analizinde açıkça bir şekilde görülmüştür. B₄C mikroyapı içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı, grafen ise nispeten homojen dağıldığı ancak bazı bölgelerde topaklandığı analiz edilmiştir. Bu topaklanma, gözenekliliğin artmasına ve dolayısıyla yoğunluğun azalmasına neden olmuştur. Bununla birlikte, Bakır ve demirin sünek matris davranışı gösterdiği ve birbiriyle karışmadığı açık bir şekilde görülmektedir. Şekil 3'te sunulan SEM ve EDS haritalama görüntüleri, takviye fazlarının kesin parçacık boyutlarının belirlenmesinden ziyade, kompozit yapı içerisindeki genel dağılım eğilimlerini ve varlıklarını göstermeyi amaçlamaktadır. Bu bağlamda, grafen ve B₄C fazlarına ilişkin işaretlemeler, lokal zenginleşme bölgelerini temsil etmekte olup, tekil parçacık boyutlarını ifade etmemektedir.



Şekil 3. A5 kodlu nanokompozit numunenin SEM resmi ve EDS haritalama analizi

Bağlı Yoğunluk ve Porozite

B₄C ve grafen takviyeli Fe esaslı fren malzemesi numunelerinin bağlı yoğunluk ve gözeneklilik değerlerinin grafen takviye miktarına göre değişimini gösteren grafik Şekil 4'te verilmiştir. Şekil incelendiğinde artan grafen miktarıyla birlikte bağlı yoğunluk değerlerinin düştüğü görülmektedir. Bu düşüş iki açıdan değerlendirilebilir. Birincisi, grafenin yoğunluk değeri matris malzemesi olarak kullanılan Fe'nin yoğunluğundan çok daha düşük olması üretilen nanokompozitlerin yoğunluğunun azalmasında önemli bir etkisi olmaktadır. İkincisi ise artan grafen takviye miktarıyla birlikte grafenin topaklandığı alanların büyümesi ve dolayısıyla matris toz tanelerinin sinterleme işlemi sırasında birbirlerine tam olarak bağlanmasının engellenerek yapıdaki gözenekliliğin artması yoğunluğun düşmesine neden olmaktadır. Buna bağlı olarak %5 grafen takviyesinden sonra grafen tozlarının tane sınırlarında büyük oranda topaklanması numunenin bağlı yoğunluk değerinde büyük bir düşüş olmasına sebep olmuştur. %5 grafen takviyeli numunenin bağlı yoğunluk değeri 93,1 iken, grafen takviye miktarı %7 olduğunda bu değer yaklaşık %5 azalarak 88,2 olarak elde edilmiştir.



Şekil 4. Üretilen nanokompozit numunelerin bağıl yoğunluk ve porozite değerlerinin grafen oranına göre değişimi

Fiziksel ve mekanik özellikleri olumsuz etkilemesi nedeniyle yüksek gözeneklilik endüstriyel uygulamalarda istenmeyen bir özelliktir [22]. Üretilen numunelerin gözeneklilik değerleri artan grafen takviyesiyle birlikte artmış olduğu Şekil 4'ten açık bir şekilde görülmektedir. Özellikle %5 grafen takviyesinden sonra artan topaklanma numunelerin sinterlenmesini büyük orandan olumsuz etkilemiş ve gözenekliliğin hemen hemen %100 oranından artmasına neden olmuştur. Bu nedenle %7 grafen takviyesinde en yüksek gözeneklilik değerleri elde edilmiş ve bu durum nanokompozit numunenin mekanik ve aşınma özelliklerini olumsuz yönde etkilemiştir.

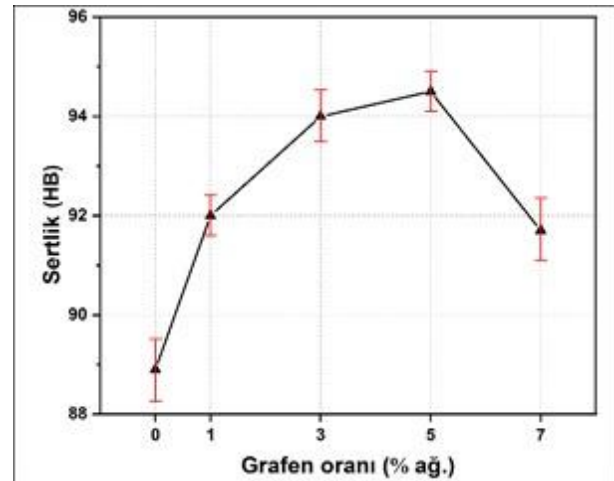
Şekil 4'te görüldüğü üzere grafen katkı oranının artmasıyla birlikte bağıl yoğunluk değerlerinde bir miktar azalma meydana gelmiştir. Bu durum, grafenin düşük yoğunluğu ve yüksek özgül yüzey alanı nedeniyle özellikle yüksek katkı oranlarında aglomere olma eğilimi göstermesi ve buna bağlı gözeneklilik artışı ile ilişkilendirilmektedir. Ancak literatürde grafen takviyeli metal matrisli kompozitlerde, yoğunluktaki bu düşüşe rağmen sertlik ve aşınma direncinde belirgin iyileşmelerin raporlandığı çalışmalar mevcuttur. Bunun temel nedeni, grafenin yüksek elastik modülü ve tabakalı yapısı sayesinde yük aktarımını iyileştirmesi ve sürtünme sırasında yüzeyde yağlayıcı bir transfer film tabakası oluşturmasıdır [22].

Ayrıca grafen takviyesinin, dislokasyon hareketini sınırlandırarak ve tane sınırlarında engelleyici bir rol üstlenerek sertlik artışına katkı sağladığı; buna karşın yoğunluk üzerindeki etkisinin ikincil planda kaldığı literatürde vurgulanmaktadır [23]. Bu bağlamda, grafen katkısı ile yoğunlukta azalma gözlenmesine rağmen sertlik ve aşınma performansındaki iyileşme, malzeme yapı-özellik ilişkisi açısından beklenen ve literatürle uyumlu bir davranış olarak değerlendirilmektedir. Sunulan çalışmada da benzer şekilde, optimum grafen katkı oranında sertlik ve aşınma direncinin maksimum seviyeye ulaştığı, daha yüksek grafen oranlarında ise

artan gözenekliliğin bu olumlu etkiyi sınırladığı görülmüştür.

Sertlik

Üretilen hibrit nanokompozit numunelerin sertlik değerlerine grafen takviyesinin etkisini gösteren grafik Şekil 5'te gösterilmiştir. Grafen yüksek mekanik özelliklere sahip bir malzemedir ve kompozit yapıya takviye malzemesi olarak katıldığında kompozit malzemenin mekanik ve termal özelliklerini olumlu yönde etkiler [24]. Şekil 5'te de görüldüğü gibi artan grafen takviye miktarıyla birlikte numunelerin sertlik değerlerinde bir artış olmuştur. Ancak sertlik değerlerindeki artış miktarı artan grafen miktarıyla azalmaktadır. Örneğin %1 grafen takviyesinde sertlik yaklaşık yüzde 4 artarken, %3 grafen takviyesinde ise %1 artmaktadır. Sertlik değerlerindeki artış miktarında meydana gelen azalma gözenekliliğin artmasından kaynaklanmaktadır. Öyle ki, grafenin mekanik özellikleri artırıcı etkisi %5 grafen takviyesine kadar etkisini göstermiş ancak grafen takviyesinin %7 oranına yükselmesiyle gözenekliliğin sertlik üzerindeki etkisi daha baskın olmuş ve sertlik değerinde büyük bir düşüşe sebep olmuştur. Grafen %5 takviyeye kadar mekanik özellikleri olumlu etkilerken, daha sonra artan grafen miktarıyla birlikte tane sınırlarında topaklanmanın dolayısıyla gözenekliliğin artmasına ve sonuç olarak da sertlik değerinin azalmasına sebebiyet vermiştir. En yüksek sertlik değeri %5 grafen takviye oranında 94,42 HB olarak elde edilmiştir.



Şekil 5. Üretilen nanokompozit numunelerin sertlik değerlerinin grafen oranına göre değişimi

Aşınma

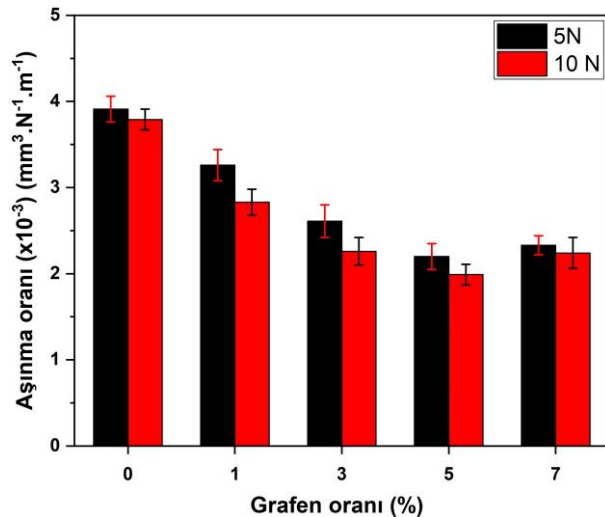
Grafen takviye miktarı (ağırlıkça %0, 1, 3, 5 ve 7) ve uygulanan aşınma yüküne (5 ve 10 N) bağlı olarak üretilen nanokompozit numunelerin hacimsel aşınma oranları ($\text{mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$) Şekil 6'da verilmiştir. Ball-on-disk aşınma deneyleri sonucunda elde edilen verilere göre, 5 N aşınma yükü altında en yüksek hacimsel

aşınma oranı A0 numunesinden elde edilmiştir. Bu numune için hesaplanan hacimsel aşınma oranı $3.91 \times 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ 'dir. Grafen ilavesiyle birlikte aşınma oranlarında belirgin bir düşüş meydana gelmiş; %1 grafen takviyesinde bu değer $3.26 \times 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ seviyesine gerileyerek yaklaşık %20'lik bir azalma göstermiştir.

5 N yük altında en düşük hacimsel aşınma oranı A5 elde edilmiş olup bu değer $2.20 \times 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ olarak hesaplanmıştır. A0 ile kıyaslandığında, %5 grafen takviyeli numunenin aşınma oranının yaklaşık %45-50 daha düşük olduğu görülmektedir. Bu durum, artan grafen miktarıyla birlikte nanokompozitlerin aşınma direncinde önemli bir iyileşme sağlandığını açıkça ortaya koymaktadır. Ancak %7 grafen takviyesinde aşınma oranı $2.33 \times 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ değerine yükselmiş ve %5 grafen takviyesine kıyasla sınırlı bir artış göstermiştir.

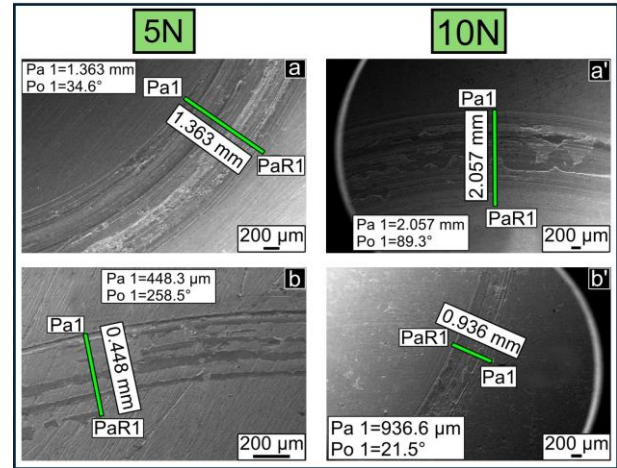
10 N aşınma yükü altında da benzer bir eğilim gözlemlenmiştir. En yüksek hacimsel aşınma oranı yine A0 elde edilmiş olup bu değer $3.79 \times 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ olarak hesaplanmıştır. Grafen ilavesiyle birlikte aşınma oranları düzenli biçimde azalmış ve en düşük hacimsel aşınma oranı A5 numunesinde $1.99 \times 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ olarak belirlenmiştir. %7 grafen takviyesinde ise aşınma oranı $2.24 \times 10^{-3} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ seviyesine çıkararak, aşırı grafen ilavesinin aşınma direncini sınırlı ölçüde olumsuz etkileyebileceğini göstermiştir.

Aşınma oranlarındaki bu azalma, aşınma sırasında uygulanan yükün bir kısmının yüksek mekanik dayanım ve elastik modüle sahip grafen takviye fazı tarafından karşılanmasıyla ilişkilidir. Bu sayede nanokompozitler, saf matris yapısına kıyasla daha yüksek bir aşınma direnci sergilemektedir [25, 26]. Ayrıca grafenin tabakalı yapısı sayesinde katı yağlayıcı olarak görev yapması, sürtünme katsayısının azalmasına ve dolayısıyla aşınma oranlarının düşmesine katkı sağlamaktadır [26-28]. Bununla birlikte %5 grafen takviyesinin üzerinde, artan grafen içeriğine bağlı olarak gözeneklilik ve olası aglomerasyonların artması, aşınma oranlarında sınırlı bir yükselmeye neden olmuştur.



Şekil 6. Üretilen nanokompozit numunelerin aşınma oranı değerlerinin grafen oranına ve uygulanan test yüküne göre değişimi

Şekil 7'de, grafen içermeyen A0 ve A5 grafen takviyeli Fe-esaslı kompozitlerin 5 N ve 10 N yükler altında elde edilen aşınma yüzeyi SEM görüntüleri verilmiştir. A0 numunesine ait a ve a' görüntülerinde, aşınma yönüne paralel uzanan derin ve sürekli oluklar, malzeme yüzeyinde belirgin abrasif aşınma mekanizmasının baskın olduğunu göstermektedir. Özellikle 10 N yük altında (a'), oluk derinliklerinin ve yüzey hasarının belirgin şekilde arttığı, bununla birlikte yer yer malzeme transferine ve yüzeyden kopmalara bağlı olarak adesif aşınma izlerinin de oluştuğu gözlemlenmiştir. Ayrıca yüksek yük koşullarında sürtünmeye bağlı lokal sıcaklık artışı nedeniyle yüzeyde oksidatif aşınmaya işaret eden düzensiz ve pul pul yapıların oluştuğu değerlendirilmektedir. Buna karşılık, A5 numunesine ait b ve b' görüntülerinde, aşınma izlerinin daha sığ, kesintili ve daha düzgün olduğu görülmektedir. Grafen takviyesinin tabakalı yapısı sayesinde sürtünme yüzeyinde yağlayıcı bir film etkisi oluşturduğu ve bu durumun abrasif aşınma şiddetini önemli ölçüde azalttığı anlaşılmaktadır. Özellikle 10 N yük altında (b'), grafen içermeyen numunelere kıyasla oluk derinliklerinin belirgin şekilde azaldığı, yüzey bütünlüğünün büyük ölçüde korunduğu ve adesif aşınma izlerinin sınırlı kaldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca grafen varlığının, oksidatif aşınmaya bağlı yüzey bozulmalarını da baskıladığı değerlendirilmektedir. Bu sonuçlar, grafen takviyesinin Fe-esaslı kompozitlerde aşınma mekanizmasını şiddetli abrasif-adesif aşınmadan, daha kontrollü ve hafif abrasif aşınma rejimine dönüştürdüğünü göstermektedir.



Şekil 7. Nanokompozitlerin aşınma testleri sonrası aşınma yüzey görüntüleri (a-a') A0 ve (b-b') A5

SONUÇ

Bu çalışma kapsamında, toz metalurjisi yöntemi kullanılarak B₄C ve grafen nanoparçacıkları ile takviye

edilmiş Fe-esaslı hibrit nanokompozit fren malzemeleri üretilmiş ve grafen takviye miktarının mikroyapı, bağıl yoğunluk, sertlik ve aşınma davranışı üzerindeki etkileri sistematik olarak incelenmiştir. Elde edilen deneysel sonuçlar aşağıda sayısal ve karşılaştırmalı olarak sunulmuştur:

1- Mikroyapı incelemeleri sonucunda, düşük grafen takviye oranlarında (%1 ve %3) B₄C parçacıklarının matris içerisinde büyük ölçüde homojen dağıldığı gözlemlenmiştir. %5 grafen takviyesinde mikroyapı halen kabul edilebilir düzeyde homojenlik gösterirken, %7 grafen içeriğinde grafen parçacıklarının tane sınırlarında belirgin şekilde aglomere olduğu ve gözeneklilik miktarının gözle görülür biçimde arttığı tespit edilmiştir.

2- Bağıl yoğunluk ölçümleri, grafen takviye miktarının artmasıyla birlikte sürekli bir azalma eğilimi gösterdiğini ortaya koymuştur. %5 grafen takviyeli numunenin bağıl yoğunluğu, grafen içermeyen numuneye kıyasla yaklaşık %4-5 oranında daha düşük elde edilirken, %7 grafen takviyesinde bu düşüş yaklaşık %10 seviyesine ulaşmıştır. Buna paralel olarak, gözeneklilik değerleri grafen içeriğiyle ters orantılı olarak artış göstermiştir.

3- Sertlik deneyleri sonucunda, grafen takviyesinin sertlik üzerinde olumlu bir etki yarattığı belirlenmiştir. Grafen içermeyen numunede 88,81 HB olarak ölçülen sertlik değeri, %5 grafen takviyesiyle 94,42 HB'ye yükselmiş ve yaklaşık %6,3 oranında bir artış sağlanmıştır. Ancak grafen oranının %7'ye çıkarılmasıyla, artan gözeneklilik nedeniyle sertlik değerinde yeniden bir düşüş meydana gelmiştir.

4- Aşınma testleri, grafen takviyesinin Fe-esaslı fren malzemelerinin aşınma direncini belirgin şekilde iyileştirdiğini göstermiştir. %5 grafen takviyeli numunede, grafen içermeyen numuneye kıyasla 5 N yük altında ağırlık kaybı yaklaşık %40, 10 N yük altında ise yaklaşık %50 oranında azalmıştır. Bu sonuçlar, grafenin yağlayıcı etkisi ve yük taşıma kabiliyeti sayesinde aşınma direncini önemli ölçüde artırdığını ortaya koymaktadır. Ancak %7 grafen içeriğinde, artan gözeneklilik nedeniyle aşınma direncinde sınırlı bir gerileme gözlemlenmiştir.

Genel olarak değerlendirildiğinde, %5 grafen takviye oranının, mikroyapı homojenliği, bağıl yoğunluk, sertlik ve aşınma direnci açısından en dengeli ve optimum performansı sağladığı belirlenmiştir. Daha yüksek grafen oranlarında ise aglomerasyon ve gözeneklilik etkilerinin baskın hale gelmesiyle mekanik ve tribolojik özelliklerde düşüş meydana gelmiştir.

KAYNAKÇA

- [1] Kök, M. Abrasive wear of Al₂O₃ particle reinforced 2024 aluminium alloy composites fabricated by vortex method, Composite Part A Applied Science and Manufacturing. 37 457-464, 2006.
- [2] Canakci, A. Microstructure and abrasive wear behaviour of B₄C particle reinforced 2014 Al matrix composites, Journal of Materials Science. 46 2805-2813, 2010.
- [3] Abachi, P., Masoudi, A., Purazrang, K. Dry sliding wear behavior of SiCP/QE22 magnesium alloy matrix composites, Materials Science and Engineering: A. 435-436 653-657, 2006.
- [4] Veeresh Kumar, G.B., Rao, C.S.P., Selvaraj, N. Studies on mechanical and dry sliding wear of Al6061-SiC composites, Composite Part B: Engineering. 43 1185-1191, 2012.
- [5] Srivastava, A.K., Das, K. The abrasive wear resistance of TiC and (Ti,W) C-reinforced Fe-17Mn austenitic steel matrix composites, Tribology International. 43 944-950, 2010.
- [6] Eddoumy, F., Kasem, H., Dhieb, H., Buijsters, J.G., Dufrenoy, P., Celis, J.P., Desplanques, Y. Role of constituents of friction materials on their sliding behavior between room temperature and 400 °C, Materials & Design. 65 179-186, 2015.
- [7] Sellami, A., Kchaou, M., Elleuch, R., Cristol, A.L., Desplanques, Y. Study of the interaction between microstructure, mechanical and tribo-performance of a commercial brake lining material, Materials Design. 59 84-93, 2014.
- [8] Chan, D., Stachowiak, G.W. Review of automotive brake friction materials, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part D: Journal of Automobile Engineering. 218 953-966, 2004.
- [9] Bijwe, J. Composites as friction materials: Recent developments in non-asbestos fiber reinforced friction materials - A review, Polymer Composites. 18 378-396, 1997.
- [10] Straffelini, G. Friction, Springer Tracts in Mechanical Engineering. 11 21-60, 2015.
- [11] Zhu, Y., Ju, J.W. Interface energy effect on effective elastoplastic behavior of spheroidal particle reinforced metal matrix nanocomposites, International Journal of Solids and Structures. 233 111211, 2021.
- [12] Suryanarayana, C., Klassen, T., Ivanov, E. Synthesis of nanocomposites and amorphous alloys by mechanical alloying, Journal of Materials Science. 46 6301-6315, 2011.
- [13] Luo, X.T., Yang, G.J., Li, C.J. Preparation of cBNp/NiCrAl nanostructured composite powders by a step-fashion mechanical alloying process, Powder Technology. 217 591-598, 2012.
- [14] Kim, S.J., Jang, H.: Friction and wear of friction materials containing two different phenolic resins reinforced with aramid pulp, Tribology International. 33 477-484, 2000.
- [15] Asif, M., Chandra, K., Misra, P.S. Development of Iron Based Brake Friction Material by Hot Powder Preform Forging Technique used for Medium to Heavy Applications, Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering. 10 231, 2011.

- [16] Güler, Ö, Bağcı, N. A short review on mechanical properties of graphene reinforced metal matrix composites, *Journal of Materials Research and Technology*. 9 (3) 6808-6833, 2020.
- [17] Wang, F., Liu, H., Liu, Z., Guo, Z., Sun, F. Microstructure analysis, tribological correlation properties and strengthening mechanism of graphene reinforced aluminum matrix composites, *Scientific Reports*. 12 9561, 2022.
- [18] Zhong, W., Zhang, X., Zhang X., Yan, Q., Braking Performance of Fe-Based and Cu-Based Powder Metallurgy Pads Paired with C/C-SiC Disk on Full-Scale Dynamometer, *Tribology Transactions*. 67 (3) 436-451, 2024.
- [19] Yu, C., Chen, J., Zhang, Q., Li, W., Research progress on friction and wear properties of powder metallurgy brake pad, *Advances in Mechanical Engineering*. 14 (12) 1-9, 2022.
- [20] Gilardi, R., Alzati, L., Thiam, M., Brunel, J.F., Desplanques, Y., Dufrenoy, P., Sharma, S., Bijwe, J. Copper Substitution and Noise Reduction in Brake Pads: Graphite Type Selection, *Materials*. 5 2258-2269, 2012.
- [21] Shen, Z., Zhu, Q., Feng, T., Qian, K., Xie, J., Liu, L., Zhang, G., Wang, W., Yuan, Q., Feng, M., Jiang, B., Fan, J., Zhang L., Fabrication of infrared-transparent Y2O3-MgO composites using nanopowders synthesized via thermal decomposition, *Ceramics International*. 47 (9) 13007-13014, 2021.
- [22] Hasan, M.S., Wong, T., Rohatgi, P.K., Nosonovsky, M. Analysis of the friction and wear of graphene reinforced aluminum metal matrix composites using machine learning models, *Tribology International*. 170 107527, 2022.
- [23] Sander, G., Jiang, D., Wu, Y., Birbilis, N., Exploring the possibility of a stainless steel and glass composite produced by additive manufacturing, *Materials & Design*. 196 109179, 2020.
- [24] Pérez-Bustamante, R., Bolaños-Morales, D., Bonilla-Martínez, J., Estrada-Guel, I., Martínez-Sánchez, R. Microstructural and hardness behavior of graphene-nanoplatelets/aluminum composites synthesized by mechanical alloying, *Journal of Alloys Compounds*. 615 578-582, 2014.
- [25] Akçamlı, N., Şenyurt, B. B4C particulate-reinforced Al-8.5 wt% Si-3.5 wt% Cu matrix composites: Powder metallurgical fabrication, age hardening, and characterization, *Ceramic International*. 47 6813-6826, 2021.
- [26] Akçamlı, N., Gökçe, H., Uzunsoy, D. Processing and characterization of graphene nano-platelet (GNP) reinforced aluminum matrix composites, *Materialprüfung/Materials Testing*. 58 946-952, 2016.
- [27] El-Ghazaly, A., Anis, G., Salem, H.G. Effect of graphene addition on the mechanical and tribological behavior of nanostructured AA2124 self-lubricating metal matrix composite. *Composite Part A Applied Science Manufacturing*. 95 325-336, 2017.
- [28] Zhai, W., Shi, X., Wang, M., Xu, Z., Yao, J., Song, S., Wang, Y., Zhang, Q. Effect of graphene nanoplate addition on the tribological performance of Ni3Al matrix composites, *Journal of Composite Materials*. 48 3727-3733, 2014.