



Impregnacja smarami stałymi i zastosowanie wysokotemperaturowych części proszkowych

Application of high temperature solid lubricants for impregnation of P/M parts

(1) M. Lijewski*, (2) V. Leshchynsky

Instytut Obróbki Plastycznej, ul. Jana Pawła II 14, 61-139 Poznań, Poland

Informacje o artykule

Data przyjęcia: 18.03.2015
Data recenzji: 7.04.2015
Data akceptacji: 30.06.2015

Wkład autorów

- (1) Autor koncepcji, metodyki prac naukowo-badawczych, współautor analizy i interpretacji wyników i wniosków
(2) Autor założeń, metodyki badań, współautor analizy i interpretacji wyników i wniosków

Streszczenie

Nowoczesne układy tribologiczne są bardzo często poddawane trudnym warunkom pracy. Najbardziej skomplikowany proces tribologiczny występuje w układach współpracujących związanych ze smarowaniem mieszanym i granicznym. Dotyczy to zwłaszcza jednostek eksploatowanych w podwyższonych temperaturach. W takich warunkach konwencjonalne metody smarowania działają znacznie mniej efektywnie i poszukiwane są nowe rozwiązania. Od niedawna alternatywną koncepcją okazał się kierunek adaptacji na środki smarujące nanocząstek smarów stałych o strukturze płytkowej [1, 2, 3]. W pracy zostały przedstawione wyniki badań tribologicznych i strukturalnych smarów stałych. Praca obejmuje także prezentację wyników badań smarów stałych poddanych innowacyjnej metodzie mechanicznego rozwarstwiania materiałów. Efektem procesu rozwarstwiania jest obecność płatków o strukturze nanometrycznej. Tego typu materiały cechują się znacznie lepszymi właściwościami tribologicznymi [2, 4]. Testy tribologiczne zostały przeprowadzone na testerach T-10 i T-21 (Instytut Technologii Eksploatacji - Państwowy Instytut Badawczy ITeE-PIB w Radomiu). Badaniu poddano MoS_2 , WS_2 , h-BN, BaF_2 , CaF_2 oraz mieszaniny MoS_2 z dodatkiem grafitu i WS_2 z dodatkiem grafitu. Proces mikromechanicznego rozwarstwiania smarów realizowano na nagniatarce proszkowej (NP-1). Badania SEM wykonano za pomocą mikroskopu FEI-INSPECT-S z przystawką EDSEDAX, znajdującego się w Instytucie Obróbki Plastycznej (INOP) w Poznaniu. Uzyskane wyniki wykazały, że nanocząstki smarów stałych: MoS_2 , WS_2 , MoS_2 z dodatkiem grafitu, WS_2 z dodatkiem grafitu, są materiałami, które znajdują zastosowanie w modyfikacji warstwy wierzchniej części stosowanych na elementy pracujące w trudnych warunkach eksploatacyjnych. Zastosowanie tego typu smarów pozwala na zmniejszenie i uzyskanie współczynnika tarcia poniżej 0,1, co bezpośrednio wpływa na 2-3-krotne zwiększenie trwałości elementów współpracujących jako pary trące. Otrzymane siarczkowe nanocząstki grafenopodobne smarów stałych oraz mieszaniny z grafitem, charakteryzują się małym współczynnikiem tarcia, dobrą wytrzymałością na wysokie obciążenia i dużą stabilnością mechaniczną i chemiczną oraz wysoką odpornością na zużycie [3, 4].

Słowa kluczowe: smary stałe, układy tribologiczne, tribologia, tarcie, zużycie, metalurgia proszków, MoS_2 , WS_2 , grafit, nanocząstki, impregnacja, wysokotemperaturowe

Article info

Received: 18.03.2015
Reviewed: 7.04.2015
Accepted: 30.06.2015

Abstract

Modern tribological systems are very often subjected to difficult operating conditions. The most complicated tribological process occurs in mating systems associated with mixed and boundary lubrication. This especially concerns units used at elevated temperatures. Under such conditions, conventional methods of lubrication are much less effective; new solutions are being sought. Recently, the direction of adaptation to lubricating agents consisting of nanoparticles of solid lubricants with a plate structure has arisen as an alter-

* Autor do korespondencji. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: marcin.lijewski@inop.poznan.pl

* Corresponding author. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: marcin.lijewski@inop.poznan.pl

Authors' contribution

- (1) Author of the concept, research work methods, co-author of the results' analysis and interpretation
 (2) Author of the assumptions, research methods, co-author of the results' analysis and interpretation

tive concept [1, 2, 3]. The results of tribological and structural tests of solid lubricants are presented in this work. The work also includes the presentation of results of tests of solid lubricants subjected to an innovative method of mechanical delamination of materials. An effect of the delamination is the presence of nanostructured flakes. Materials of this type exhibit significantly better tribological properties [2, 4]. Tribological tests were conducted on T-10 and T-21 testers (Institute for Sustainable Technologies – National Research Institute, ITeE-PIB in Radom). Testing was performed on MoS₂, WS₂, h-BN, BaF₂, CaF₂, and a mixture of MoS₂ with an addition of graphite and WS₂ with an addition of graphite. The process of micromechanical delamination of lubricants was carried out with a powder burnishing tool (NP-1). SEM tests were performed using an FEI-INSPECT-S microscope with an EDSEDAX attachment, located at the Metal Forming Institute (INOP) in Poznan. The results obtained showed that nanoparticles of solid lubricants — MoS₂, WS₂, MoS₂ with the addition of graphite, and WS₂ with the addition of graphite — are materials that will find applications in the modification of the surface layers of parts used for components working in difficult usage conditions. The use of this type of lubricant allows for decreasing the friction coefficient and achieving a value below 0.1, which directly effects a 2–3-time increase in the durability of components cooperating as friction pairs. The obtained graphene-like sulphide nanoparticles of solid lubricants and mixtures with graphite are characterized by a low coefficient of friction, good endurance under heavy loads, high mechanical and chemical stability, and high resistance to wear [3, 4].

Keywords: solid lubricants, tribological systems, tribology, friction, wear, powder metallurgy, graphite, nanoparticle, impregnation, high temperature

1. WPROWADZENIE

W dobie kryzysu ekonomicznego i energetycznego ważne jest ograniczenie kosztów produkcji i wydłużenie bezawaryjnego czasu pracy maszyn i urządzeń. W tym aspekcie podstawowym elementem jest problem zużycia, tarcia współpracujących węzłów kinematycznych [3, 5, 6]. Zapewnienie niskiego zużycia tribologicznego w wysokiej temperaturze, współpracujących układów mechanicznych, gwarantuje dobra odporność na ścieranie będąca wynikiem łączenia twardości i odporności na pękanie. Problem dotyczący tarcia granicznego i mieszanego w wysokiej temperaturze jest bardzo złożony. W przemyśle wyróżnia się grupę skojarzeń trących, do których zaliczane są m.in. łożyska toczne oraz łożyska ślizgowe, zwłaszcza grupę łożysk samosmarujących [5, 7].

Rozwój technologii otrzymywania warstw, jak i litych materiałów o strukturze nanokrystalicznej, pozwolił na uzyskanie nowych tworzyw o interesujących możliwościach aplikacyjnych. Niekonwencjonalne metody wytwarzania nanomateriałów pozwalają uzyskać materiały o składach fazowych nieosiągalnych metodami tradycyjnymi. Zmniejszając wymiary podstawowych

1. INTRODUCTION

In a time of economic and energy crisis, it is important to limit the costs of production and to extend the failure-free working time of machines and devices. In this regard, the basic element is the problem of wear and friction of cooperating kinematic nodes [3, 5, 6]. Ensuring low tribological consumption of cooperating mechanical systems at high temperatures guarantees good wear resistance, the result of the combination of hardness and resistance to cracking. The problem concerning boundary and mixed friction at high temperatures is very complex. In industry, a group of frictional associations stands out, including rolling bearings and sliding bearings, especially the group of self-lubricating bearings [5, 7].

The development of technologies for obtaining layers, as well as uniform materials with nanocrystalline structures, allowed the obtainment of new materials with interesting possibilities for application. Unconventional methods of production of nanomaterials make it possible to obtain materials with phase compositions unachievable with traditional methods. Changing the dimen-

ziaren znanych materiałów, można uzyskać znacznie lepsze właściwości fizykochemiczne i mechaniczne [5, 8, 9].

W celu poprawy właściwości tribologicznych współpracujących układów stosuje się, w trących węzłach kinematycznych, smary stałe. Częstki smarów stałych mogą być wykorzystywane zarówno jako dodatki do olejów, jak również mogą służyć jako samodzielne środki smarne do modyfikacji warstwy wierzchniej. Istotnym elementem jest wielkość i geometria stosowanych cząstek smarów stałych. Ważnym elementem smarów okazały się również cząstki o strukturze nanometrycznej [10, 11]. Tego typu układy smarujące zapewniają niski współczynnik tarcia i małe zużycie powierzchni trących. Większość nanocząstek znajdująca się w strefie styku ulega degradacji, częściowemu rozwarstwieniu. Wykazano że stopniowe złuszczenie się cząstek prowadzi do powstania struktur „nanowarstw”, które osadzają się na powierzchni współpracujących elementów i wpływają na obniżenie współczynnika tarcia, stanowiąc ochronę powierzchni przed zużyciem. Istotnym czynnikiem wpływającym na zdolność do obniżenia wartości współczynnika tarcia jest ilość warstw w wytworzonej nanostrukturze. Doświadczalnie wykazano, że wzrost liczby nanowarstw do 8–10 powoduje znaczne zmniejszenie tego współczynnika, najkorzystniejsze z uwagi na właściwości tribologiczne (tarcie wewnętrzne); obserwowany jest efekt przesuwania się względem siebie warstw występujących w nanocząsteczce smaru stałego. Eksperymentalnie wykazano, iż wartość współczynnika tarcia jest określona; zależy od wielkości nanocząstek o strukturze płytkowej. Struktury nanocząstek smarów stałych odgrywają kluczową rolę w mechanizmie zmniejszania tarcia w samosmarujących częściach [12, 13].

W pracy zostały przedstawione nowe technologie zwiększające wydajność tarcia suchego, przeznaczone do urządzeń lub elementów pracujących w wysokich temperaturach. Istotne jest opracowanie i przedstawienie nowych rozwiązań znajdujących praktyczne zastosowanie w przemyśle. Potrzeba ulepszenia technologii smarowania jest bardzo ważna z punktu widzenia rozwoju gospodarki i przemysłu. Propo-

sions of basic grains of known materials, much better physical-chemical and mechanical properties can be obtained [5, 8, 9].

In order to improve the tribological properties of contacting systems, solid lubricant is used in frictional kinematic nodes. Particles of solid lubricants can be used both as additions to oils and as independent lubricating agents for modification of the surface layer. An important aspect is the size and geometry of the particles used in the solid lubricants. Nanostructured particles have also proven to be an important aspect of lubricants [10, 11]. Lubricating systems of this type ensure a low coefficient of friction and low wear of mating surfaces. Most of the nanoparticles found in the contact zone undergoes degradation and partial delamination. It has been shown that gradual peeling of particles leads to the formation of a structure of “nano-layers,” which settle on the surfaces of the mating components and effect a lowering of the friction coefficient, serving as wear protection for the layer. An important factor influencing the ability to lower the value of the friction coefficient is the number of layers in the produced nano-structure. It has been empirically demonstrated that an increase in the number of nano-layers to 8–10 causes a significant decrease of this coefficient, the most beneficial in terms of tribological properties (internal friction); an effect of shifting of the layers existing in a nanoparticle of solid lubricant relative to each other is observed. It has been experimentally demonstrated that the value of the friction coefficient is defined; it depends on the sizes of the nanoparticles with a plate structure. The structures of nanoparticles of solid lubricants play a key role in the mechanism of decreasing friction in self-lubricating parts [12, 13].

In this work are presented new technologies increasing the effectiveness of dry friction, intended for devices or components working at high temperatures. The elaboration and presentation of new solutions finding practical application in industry is significant. The need to improve lubricating technology is very important from the point of view of economic and industrial development. A proposed solution is to use particles

nowanym rozwiązaniem jest zastosowanie cząstek smarów stałych. Wydłużenie czasu użytkowania układów tribologicznych uzyskano przez zastosowanie wysokotemperaturowych smarów stałych – HTSL (np. MoS₂, WS₂, h-BN, BaF₂, CaF₂, WSe₂).

W pracy przedstawiono wyniki badań, które zmierzają do zmniejszenia wartości współczynnika tarcia i zużycia części maszyn pracujących w wysokich temperaturach. Założono, że czas użytkowania elementów ciernych po zastosowaniu technologii opracowanej w INOP wydłuży się 2-3-krotnie.

2. MATERIAŁY I METODY BADAWCZE

Badania właściwości tribologicznych smarów stałych zostały przeprowadzone w INOP, z wykorzystaniem dwóch rodzajów testerów tribologicznych i z zastosowaniem parametrów zestawionych w tab. 1. Na podstawie badań i analiz tribologicznych zostały określone właściwości tarciove smarów stałych.

of solid lubricants. Extension the service lives of tribological systems has been attained through the use of high-temperature solid lubricants — HTSL (such as MoS₂, WS₂, h-BN, BaF₂, CaF₂, WSe₂).

In this work are presented the results of investigations which seek a decrease in the friction coefficient and in the wear of parts of machines working at high temperatures. It was assumed that the service life of frictional components would expand 2–3 times after applying the technology developed at INOP.

2. RESEARCH MATERIALS AND METHODS

Tests of the tribological properties of solid lubricants were performed at INOP, using two kinds of tribological testers and with the use of the parameters listed in Tab 1. On the basis of the tests and tribological analysis, the frictional properties of the solid lubricants were determined.

Tab.1. Zastosowane parametry testu tribologicznego

Tab. 1. Applied parameters of the tribological test

Testery / Testers	T-10, T-21
Próbka / Disc	WCL (X37CrMoV5-1)
Przeciwpróbka / Ball (Ø10mm)	α-Al ₂ O ₃
Temperatura / Temperature	23°C, 300°C, 500°C
Siła / Load	10 N
Prędkość / RPM (sliding speed)	106 rpm (0,1 m/s)

Materiałem badanym była stal X37CrMoV5-1, stopowa stal narzędziowa do pracy na gorąco o dużej hartowności i odporności na odpuszczanie, odporna na szok termiczny, odpowiednia do azotowania.

Na testerach: T-10 (skojarzenie pary trącej typu kula–tarcza) i T-21 (wysokotemperaturowy tester tribologiczny w układzie skojarzeniowym typu kula–tarcza) zostały zbadane cechy tribologiczne smarów stałych; wpływ dodatku grafitu i temperatury na ich właściwości.

Submikrometryczna struktura smarów stałych otrzymana została w procesie mechanicznej delaminacji z wykorzystaniem technologii

The tested material was X37CrMoV5-1 steel, a tool alloy for hot work, having high hardenability and temper resistance, resistant to thermal shock, appropriate for nitriding.

The tribological traits of the solid lubricants and the influence of the addition of graphite and temperature on their properties were tested on the T-10 (association of a ball-on-disc friction pair) and T-21 (high-temperature tribological tester with a ball-disc type associative system) testers.

The sub-micrometric structure of the solid lubricants was obtained in a process of mechanical delamination using Rolling Cleavage Techno-

Rolling Cleavage Technology (RCT). Metoda realizowana jest w oparciu o aparaturę opracowaną, skonstruowaną i wykonaną w INOP. Urządzeniem służącym do delaminacji cząstek smarów stałych była nagniatarka proszkowa NP-1. Proszek smaru stałego po procesie mechanicznego rozdrabniania został poddany także wyżarzaniu rekrytalizacyjnemu. Badania SEM wykonano za pomocą mikroskopu FEI-INSPECT-S z przystawką EDSEDAX, w INOP.

3. WYNIK BADAŃ I ICH ANALIZA

3.1. Technologia modyfikacji struktury smarów stałych (metoda *Rolling Cleavage Technology* – RCT)

Metoda mechanicznego wytwarzania nano-warstwowych cząstek smarów stałych znacznie zwiększa wydajność smarowania modyfikowanych materiałów, w których powstaje mieszanina nano- i mikrocząstek, które ulegają stopniowemu rozwarstwianiu w warunkach tarcia. Z uwagi na fakt, że molekularne zachowanie grafenopodobnych nanocząstek zapewnia lepsze smarowanie i mniejsze zużycie par trących, istotnym staje się tworzenie cząstek o frakcji nanometrycznej. Struktura grafenopodobnych nano- i mikrocząstek (submikrometryczna) charakteryzuje się większą powierzchnią właściwą, w przeciwieństwie do zamkniętych struktur fullerenowych. W efekcie powstają zdecydowanie korzystniejsze warunki do tworzenia się stabilnych układów smarujących.

Na rys. 1–5 zostały przedstawione zdjęcia SEM badanych proszków smarów stałych. Z uwagi na właściwości i budowę strukturalną, procesowi mechanicznej delaminacji zostały poddane smary MoS₂ i WS₂ (rys. 1–2). Pozostałych materiałów (rys. 3–5), z uwagi na ich właściwości i budowę strukturalną, nie można było poddać procesowi RCT.

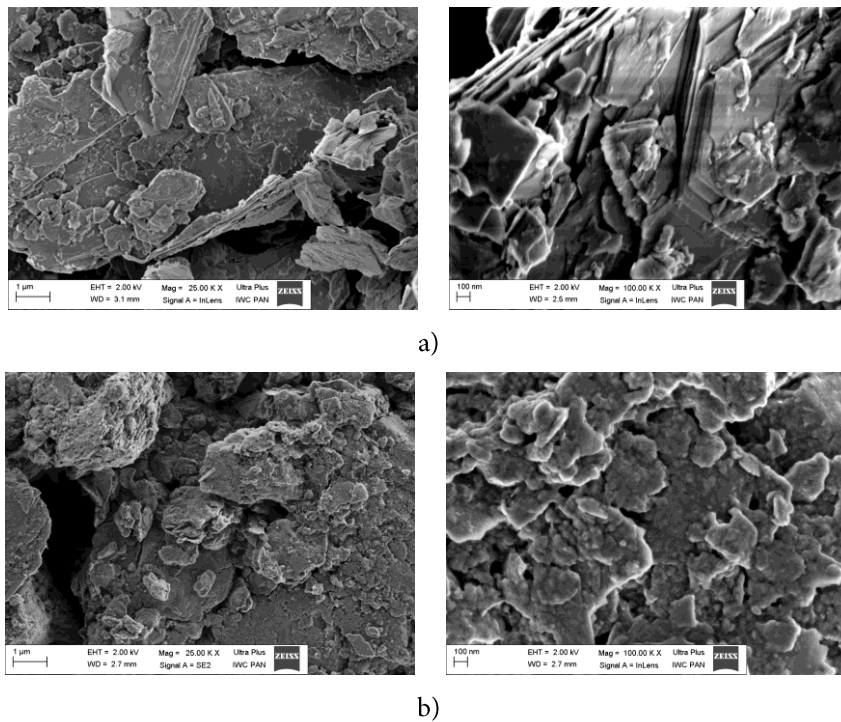
Rolling Cleavage Technology (RCT). The method is implemented based on equipment developed, constructed, and produced at INOP. The device used for delamination of particles of solid lubricants was the NP-1 powder burnisher. The solid lubricant powder following the mechanical process of diminution was also subjected to recrystallization annealing. SEM tests were performed using an FEI-INSPECT-S microscope with an EDSEDAX attachment at INOP.

3. STUDY RESULTS AND ANALYSIS

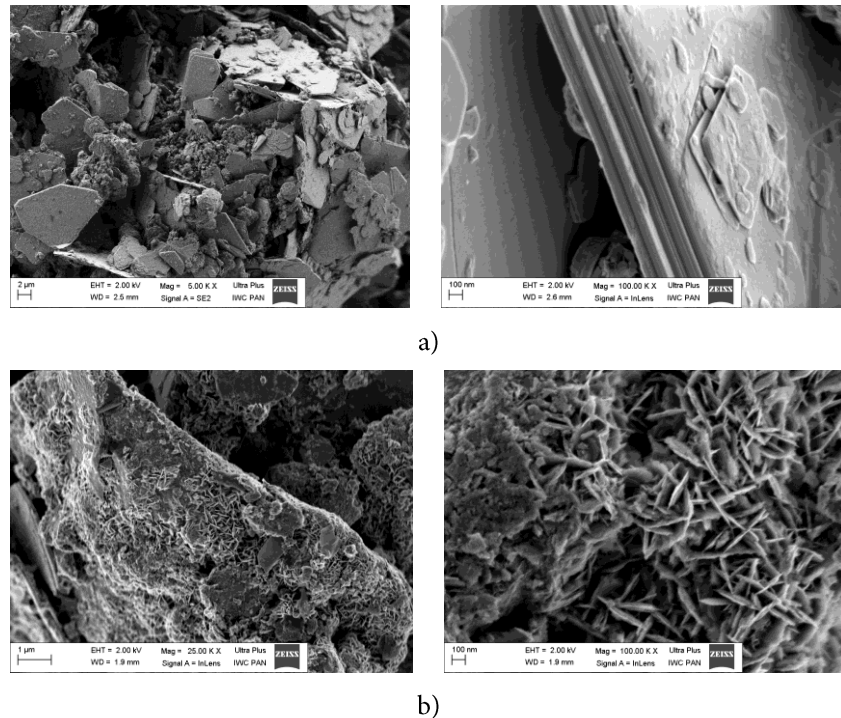
3.1. Technology of modifying solid lubricants' structures (*Rolling Cleavage Technology* – RCT)

The method of mechanical production of nano-layer particles of solid lubricants significantly increases the effectiveness of lubrication of modified materials, in which there forms a mixture of nano- and micro-particles which undergo gradual delamination under the conditions of friction. Due to the fact that the molecular behavior of graphene-like nanoparticles ensures better lubrication and less wear of friction pairs, the creation of particles with a nanometric fraction becomes important. The (sub-micrometric) structure of graphene-like nano- and micro-particles exhibits a greater proper surface area, unlike closed fullerene structures. In effect, there arise decidedly more favorable conditions for the creation of stable lubricating systems.

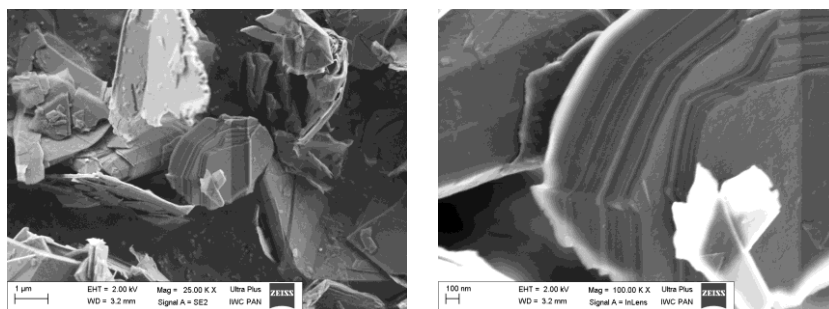
SEM photographs of the tested solid lubricant powders are presented in Fig. 1–5. Due to properties and structure, the MoS₂ and WS₂ solid lubricants were subjected to the mechanical delamination process (Fig. 1–2). The remaining materials (Fig. 3–5) could not be subjected to the RCT process due to their properties and structures.



Rys. 1. Struktura proszku smarującego stałego MoS_2 :
 a) materiał wyjściowy, b) materiał po procesie mechanicznej delaminacji, SEM
 Fig. 1. Structure of the MoS_2 solid lubricant powder:
 a) starting material, b) material after the mechanical delamination process, SEM

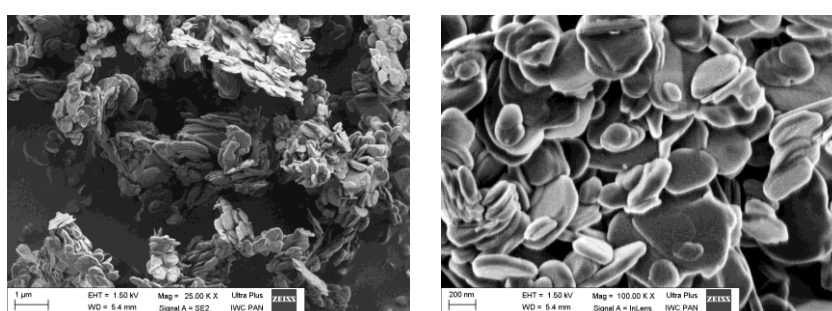


Rys. 2. Struktura proszku smarującego stałego WS_2 :
 a) materiał wyjściowy, b) materiał po procesie mechanicznej delaminacji, SEM
 Fig. 2. Structure of the WS_2 solid lubricant powder:
 a) starting material, b) material after the mechanical delamination process, SEM



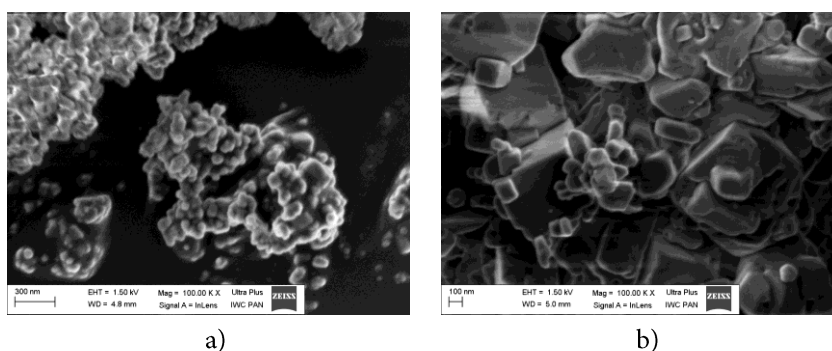
Rys. 3. Struktura ultradrobного proszku grafitu, $d_{10} = 1,9 \mu\text{m}$, $d_{50} = 4,8 \mu\text{m}$, $d_{90} = 9,6 \mu\text{m}$, (materiał niepoddany procesowi mechanicznej delaminacji), SEM

Fig. 3. Structure of ultra-fine graphite powder, $d_{10} = 1,9 \mu\text{m}$, $d_{50} = 4,8 \mu\text{m}$, $d_{90} = 9,6 \mu\text{m}$, (material not subjected to the mechanical delamination process), SEM



Rys. 4. Struktura proszku h-BN (materiał niepoddany procesowi mechanicznej delaminacji), SEM

Fig. 4. Structure of h-BN powder (material not subjected to the mechanical delamination process), SEM



Rys. 5. Struktura proszku: a) CaF_2 , b) BaF_2 (materiał niepoddany procesowi mechanicznej delaminacji), SEM

Fig. 5. Structures of: a) CaF_2 powder, b) BaF_2 powder (material not subjected to the mechanical delamination process), SEM

Materiał wyjściowy do technologii mechanicznej delaminacji (rys. 1 i 2) stanowiły siarczkowe grafenopodobne proszki smarów: WS_2 – o rozmiarze $2 \mu\text{m}$ (max. $20 \mu\text{m}$) oraz MoS_2 – o rozmiarze $6 \mu\text{m}$ (max. $40 \mu\text{m}$). W wyniku działania nagniatarki proszkowej NP-1 następuje toczenie się układu kulek w strefie roboczej urządzenia, w której umieszczony jest modyfikowany proszek smaru stałego, a w rezultacie następuje redukcja wielkości i złuszczenie się cząsteczek smaru sta-

The starting materials for the mechanical delamination process (Fig. 1 and 2) were graphene-like sulphide powders of the lubricants: WS_2 – $2 \mu\text{m}$ (max. $20 \mu\text{m}$) in size and MoS_2 – $6 \mu\text{m}$ (max. $40 \mu\text{m}$) in size. As a result of the operation of the NP-1 powder burnisher, there occurs rolling of the system of balls in the device's work zone, in which the modified powder of the solid lubricant is placed; as result, there occurs a reduction in size and peeling of particles of the so-

łego. Metoda ta posiada możliwość stałej kontroli wielkości cząstek powstałej struktury. Rezultatem jest wytworzenie cząstek grafenopodobnych o wielkości 150–200 nm i grubości 30–50 nm. Analiza otrzymanego materiału pozwoliła na określenie ilości wytworzonych nanocząstek. Szacuje się że udział struktury nano wynosi 15–20% całej objętości. Pozostałe cząstki mają strukturę mikrometryczną. Na zdjęciach SEM widoczne są wytworzone aglomeraty nanocząstek grafenopodobnych, warstwowanych (rys. 2). Proces RCT powoduje generowanie nanocząstek w modyfikowanym materiale.

Na rys. 3 przedstawiono proszek grafitu. W tym przypadku ultradrobny proszek grafitu nie został poddany procesowi RCT. Na zdjęciach SEM (rys. 3) obserwuje się strukturę nanocząstek. Widoczne są nanometryczne, warstwowe struktury, ułożone równolegle. Taka forma grafitu uważana jest za strukturę dwuwymiarową. Wzajemne ułożenie warstwowych struktur grafitu umożliwia przemieszczanie się płaszczyzn względem siebie w węzle tribologicznym. Dzięki takiemu zachowaniu następuje zmniejszenie wartości współczynnika tarcia określonych par tribologicznych, w których zastosowano grafit jako smar.

3.2. Badania tribologiczne

Tak przygotowane nano- i mikrocząstki smarów stałych zostały poddane badaniom właściwości tribologicznych. Badania pozwoliły na określenie wpływu rodzaju smaru stałego, temperatury i dodatku grafitu na właściwości tarcia węzłów. Na rys. 6 przedstawiono przykładowe zależności wartości współczynnika tarcia w funkcji drogi tarcia dla określonych smarów. W przypadku grafitu, zastosowanego jako dodatek do smaru stałego, zaobserwowano, że powoduje on zwiększenie zakresu pracy środka smarującego. Smar stały WS_2 jest przeznaczony do pracy w podwyższonej temperaturze (550–600°C). Natomiast zakres pracy MoS_2 jest ograniczony, ze względu na właściwości utleniające, do 350°C. Dodatek grafitu powoduje wydłużenie zakresu pracy par tribologicznych. Wyniki badań dowodzą słuszności tworzenia mieszanin

lid lubricant. This method possesses the option of constant control of the particle size of the formed structure. The result is the creation of graphene-like particles with a size of 150–200 nm and a thickness of 30–50 nm. Analysis of the obtained material allowed determination of the number of nanoparticles created. It is estimated that the nano share of the structure is 15–20% of the total volume. The remaining particles have a micrometric structure. The produced agglomerates of layered, graphene-like nanoparticles are visible in the SEM photographs (Fig. 2). The RCT process causes the generation of nanoparticles in the material being modified.

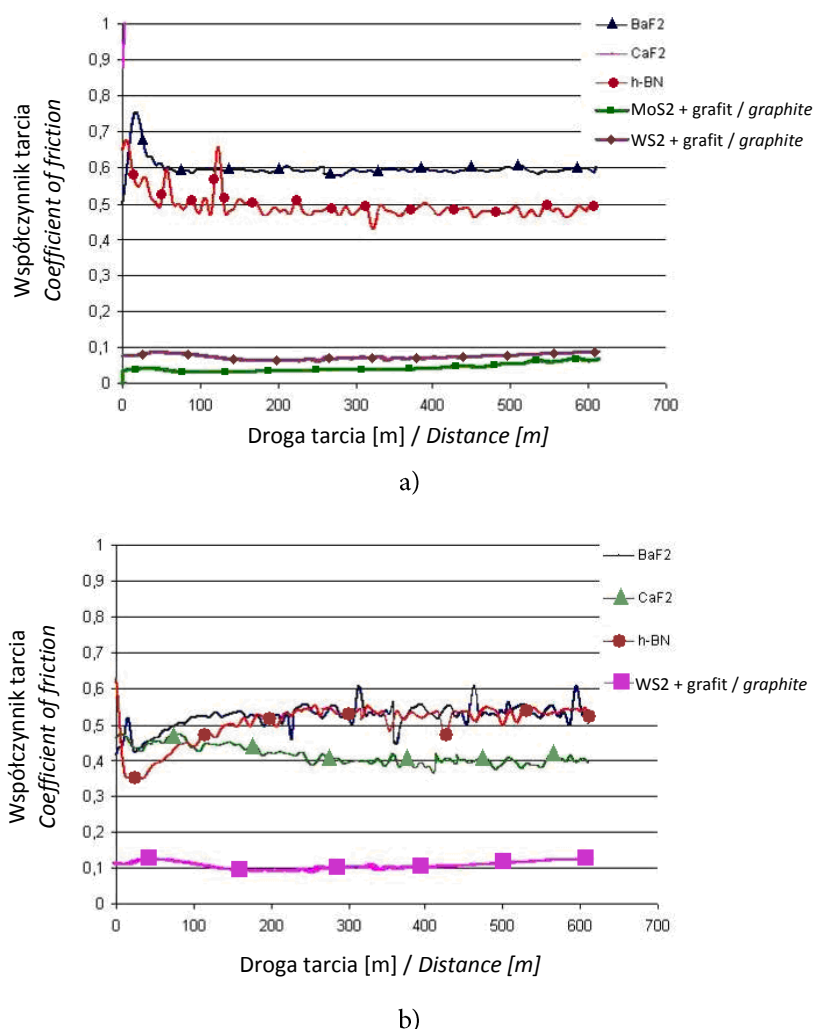
The graphite powder is presented in Fig. 3. In this case, the ultra-fine graphite powder was not subjected to the RCT process. The structures of the nanoparticles can be observed in the SEM photographs (Fig. 3). Nanometric, layered structures, arranged in parallel, are visible. This form of graphite can be considered a two-dimensional structure. The mutual arrangement of layer structures of graphite allows the movement of faces relative to each other in the tribological node. Thanks to this behavior, there occurs a decrease in the values of the friction coefficients of specified tribological pairs in which the graphite was used as a lubricant.

3.2. Tribological tests

Thus prepared, the nano- and micro-particles of solid lubricants were subjected to tests of tribological properties. The tests made it possible to determine the influence of the type of solid lubricant, temperature, and addition of graphite on the friction properties of nodes. Sample relations of the value of the friction coefficient as a function of the friction path for selected lubricants are shown in Fig. 6. In the case of graphite, used as an addition to the solid lubricant, it was noted that it causes an increase in the range of work of the lubricating agent. The WS_2 solid lubricant is intended for work at increased temperatures (550°C–600°C). However, the range of work of MoS_2 is limited, due to oxidizing properties, to 350°C. The addition of graphite causes an extension of the range of work of tribological pairs. The results of the tests prove the validity of creating

środków smarujących, pozwalających na znaczne zwiększenie zakresu pracy danego smaru.

mixtures of lubricating agents allowing for a significant increase in the range of work of a given lubricant.



Rys. 6. Zależność współczynnika tarcia od drogi tarcia. Temperatura badania: a) 300°C, b) 500°C

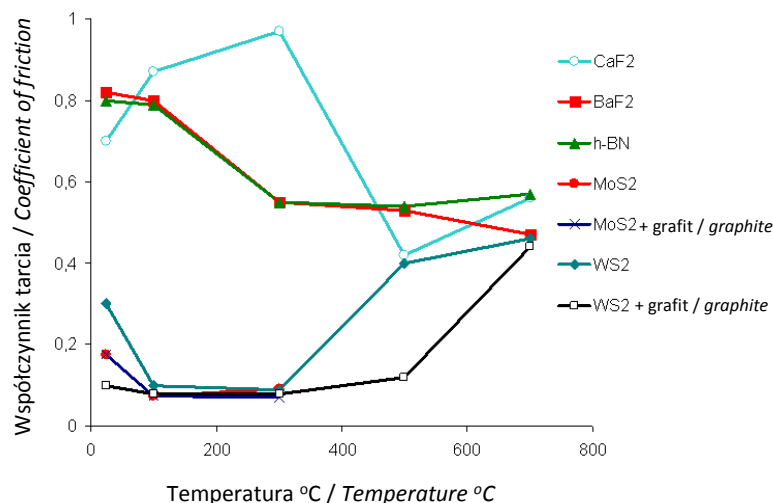
Fig. 6. Dependence of friction coefficient on friction path. Test temperature: a) 300°C, b) 500°C

Właściwości tribologiczne w istotny sposób zależą od rodzaju badanego materiału. Badania miały na celu określenie właściwości tribologicznych wytypowanych smarów stałych. Na rys. 7 przedstawiono wyniki badań tribologicznych w określonej temperaturze dwóch różnych grup smarów stałych. Pierwsza z grup (BaF_2 , CaF_2 i h-BN) cechuje się wysoką wartością współczynnika tarcia. Jednocześnie zaobserwowano, że w pewnych przypadkach następuje proces zatarcia par tribologicznych. Druga grupa smarów to MoS_2 i WS_2 oraz mieszaniny MoS_2 i WS_2 z dodatkiem grafitu. Układy tribologiczne z zastosowaniem tych smarów i ich mieszanin ce-

Tribological properties strongly depend on the type of tested material. The tests sought to specify the tribological properties of selected solid lubricants. The results of tribological tests of two different groups of solid lubricants at specified temperatures are presented in figure 7. The first of the groups (BaF_2 , CaF_2 , and h-BN), is characterized by high values of the friction coefficient. At the same time, it was observed that in certain cases there occurs a process of blurring of tribological pairs. The second group of lubricants is MoS_2 , WS_2 , and the mixtures of MoS_2 and WS_2 with an addition of graphite. Tribological systems using these lubricants and their mixtures are cha-

chują się długą i stabilną pracą oraz małą wartością współczynnika tarcia. MoS₂ z uwagi na właściwości i zakres pracy (max. temperatura 350°C), nie został poddany badaniu w temperaturze 500°C i 700°C.

characterized by long and stable work and by a low value of the friction coefficient. Due to properties and scope of work (max. temperature of 350°C), MoS₂ was not subjected to testing at temperatures of 500°C and 700°C.



Rys. 7. Zależność wartości współczynnika tarcia od temperatury badanych smarów stałych

Fig. 7. Dependence of the value of the friction coefficient on the temperatures of the tested solid lubricants

Współpracujące układy tribologiczne, w których jako środek smarujący wykorzystano MoS₂ i WS₂ oraz mieszaniny MoS₂ i WS₂ z dodatkiem grafitu charakteryzują się stabilnym przebiegiem pracy oraz niską wartością współczynnika tarcia. Wzrost temperatury powoduje nieznaczny wzrost wartości współczynnika tarcia, ale układ nadal pracuje stabilnie. Wyniki te pokazują charakter właściwości tribologicznych smarów stałych MoS₂ i WS₂ oraz mieszaniny MoS₂ i WS₂ z dodatkiem grafitu. Tego typu mieszaniny smarów umożliwiają pracę par tribologicznych w trudnych warunkach eksploatacyjnych. Dodatek grafitu wpływa na zwiększenie zakresu roboczego środka smarującego (WS₂ i MoS₂). W przypadku pozostałych badanych materiałów właściwości tribologiczne są znacznie gorsze; współczynnik tarcia waha się od 0,9 do 0,5, w zależności od temperatury badań. Jednocześnie warto podkreślić, że aktualnie stosowane środki smarujące posiadają liczne ograniczenia z uwagi na temperaturę pracy i obciążenie układu tribologicznego. Przedstawione wyniki badań pozwoliły wytypować grupę środków smarujących, które znajdują zastosowanie w przemyśle.

Mating tribological systems in which MoS₂, WS₂, or the mixtures of MoS₂ and WS₂ with an addition of graphite were used as a lubricating agent are characterized by a stable work course and a low value of the friction coefficient. The rise in temperature causes a small increase in the value of the coefficient of friction, but the system continues to work stably. These results show the nature of the tribological properties of the solid lubricants MoS₂, WS₂, and the mixtures of MoS₂ and WS₂ with an addition of graphite. Mixtures of lubricants of this type enable the operation of tribological pairs under difficult use conditions. The addition of graphite effects the increase in the working range of the lubricating agent (WS₂ and MoS₂). In the case of the remaining tested materials, the tribological properties are substantially worse; the friction coefficient varies from 0.9 to 0.5 depending on the temperature of the tests. At the same time, it is worth emphasizing that the lubricating agents currently used possess numerous limitations due to the temperature of work and burden on the tribological system. The presented results of the tests made it possible to select the group of lubricating agents which will find applications in industry.

4. WNIOSKI

1. Proces mechanicznej delaminacji (metoda RCT) powoduje rozdrobnienie struktury modyfikowanego materiału. Udział frakcji nanometrycznej w rozdrabnianym materiale wynosi 15–20%, co powoduje zmianę właściwości materiału (powstaje submikrometryczna struktura).
2. Modyfikacja warstwy wierzchniej siarczkowymi nano- i mikrocząstkami MoS₂ i WS₂ oraz mieszaniną MoS₂ i WS₂ z dodatkiem grafitu wpływa na wzrost trwałości pary trącej i obniżenie współczynnika tarcia.
3. Określono wpływ rodzaju smaru na właściwości tribologiczne. Grafenopodobny MoS₂ zachowuje swoje właściwości smarne do temperatury rzędu 300–350°C, natomiast WS₂ do 500–550°C. Dodatek grafitu do siarczkowych grafenopodobnych smarów stałych powoduje zachowania właściwości fizykochemicznych (współczynnika tarcia i właściwości tribochemicznych) w wyższej temperaturze do około 700°C dla WS₂ i 400°C dla MoS₂.
4. Właściwości tribologiczne w istotny sposób zależą od rodzaju zastosowanego smaru stałego. Bardzo dobre właściwości tribologiczne posiadają siarczki MoS₂ i WS₂ oraz ich mieszaniny z dodatkiem grafitu. Tego typu smary i mieszaniny zachowują dobre właściwości tribologiczne w trudnych warunkach eksploatacyjnych.
5. Smary stałe CaF₂, BaF₂ i h-BN nie spełniają wymagań tribologicznych do pracy w wysokiej temperaturze.

PODZIĘKOWANIA

Realizowana praca i otrzymane wyniki powstały dzięki finansowaniu ze środków 7. Programu Ramowego Unii Europejskiej FP7/2007-2013 na podstawie umowy w sprawie przyznania grantu nr 606009, w których zamawiającymi są MŚP. Praca naukowa dofinansowana ze środków na naukę w latach 2014–2015 przyznanych na realizację współfinansowanego projektu międzynarodowego.

4. CONCLUSIONS

1. *The process of mechanical delamination (RCT method) causes the diminution of the structure of the material being modified. The participation of the nanometric fraction in the crushed material is 15–20%, which causes a change in the material's property (a sub-micrometric structure forms).*
2. *Modification of the surface layer with sulphide nano- and micro-particles of MoS₂, WS₂, and mixtures of MoS₂ and WS₂ with the addition of graphite effects an increase in the endurance of the friction pair and the lowering of the coefficient of friction.*
3. *The influence of the type of lubricant on tribological properties was determined. Graphene-like MoS₂ retains its lubricating properties to temperatures of around 300–350°C, while WS₂ does so through 500–550°C. The addition of graphite to graphene-like sulphide lubricating agents causes the preservation of physical-chemical properties (coefficient of friction and tribochemical properties) at higher temperatures, up to about 700°C for WS₂ and 400°C for MoS₂.*
4. *Tribological properties strongly depend on the type of solid lubricant used. MoS₂ and WS₂ sulphides and their mixtures with added graphite possess very good tribological properties. Lubricants and mixtures of this type retain their good tribological properties under difficult use conditions.*
5. *The CaF₂, BaF₂, and h-BN solid lubricants do not fulfill the tribological requirements for work at high temperatures.*

ACKNOWLEDGEMENTS

The work carried out and the results obtained were possible thanks to financing from the resources of 7. European Union Framework Program, FP7/2007-2013, on the basis of the agreement on the awarding of grant no. 606009, in which the ordering parties are small or medium businesses. The research work was also financed with the resources for science in the years 2014-2015 awarded for the realization of a co-financed, international project.

LITERATURA

- [1] Lawrowski Z.: *Bezobsługowe łożyska ślizgowe*. Politechnika Wroclawska, Wrocław 2006.
- [2] Zwierzycki W.: *Oleje i smary przemysłowe*. Rafineria Nafty „Glimar” S.A. w Gorlicach, Instytut Technologii Eksploatacji w Radomiu 1999.
- [3] Leshchynsky V., Ignatiev M., Wiśniewska-Weinert H., Borowski J., Rybak T., Dobrovnik I.: *Forging tools modification with graphene-like solid lubricant nanoparticles*. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* vol. 43 November (2010), s. 341–348.
- [4] Lijewski M., Leshchynsky V., Wiśniewska-Weinert H., Sulej-Chojnacka J., Rybak T.: *Iron and bronze powdered based materials for bearings with surface modified with solid lubricant nanoparticles*. *Archives of Metallurgy and Materials*. *Archives of Metallurgy and Materials* vol. 59 no. 1 (2014), s. 251-255.
- [5] Wiśniewski T., Rybak T., Wendland J., Majchrzak W., Leshchynsky V.: *Spiekane tuleje proszkowe samosmarnego łożyska ślizgowego o zmodyfikowanych właściwościach*. *Obróbka Plastyczna Metali* t. XXI nr 1 (2010), s. 53–64.
- [6] Lijewski M., Wiśniewski T., Janczak M., Leshchynsky V.: *Wpływ procesu azotowania i modyfikacji warstwy wierzchniej nanokompozytem smarów stałych na właściwości tribologiczne i trwałość części układów pracujących w trudnych warunkach eksploatacyjnych*. *Obróbka Plastyczna Metali* t. XXII nr 3 (2011), s. 163–176.
- [7] Tenne R.: *Advances in the Synthesis of Inorganic Nanotubes and Fullerene-Like Nanoparticles*. *Angewandte Chemie – International Edition* vol. 42 no. 3 November (2003), s. 5124–5132.
- [8] Lijewski M., Leshchynsky V., Wiśniewska-Weinert H., Sulej-Chojnacka J.: *Wpływ submikrometrycznych cząstek smarów stałych w warstwie wierzchniej części pracujących w podwyższonych temperaturach na właściwości tribologiczne*. *Tribologia* R. 45 nr 3 (2014), s. 119–130.
- [9] Sulej-Chojnacka J., Leshchynsky V., Lijewski M., Ziółkiewicz S.: *Ocena i analiza impregnowanych układów tribologicznych pracujących w podwyższonych temperaturach*. *Tribologia* R. 45 nr 4 (2014), s. 113–123.
- [10] Berthier Y., Godet M., Brendle M.: *Velocity Accommodation in Friction*. *Tribology Transactions* vol. 32 no. 4 (1998), s. 490–496.
- [11] Wisniewska-Weinert H.: *Friction and wear of porous sliding bearings at high temperature. Influence of MoS₂ nanoparticle solid lubricant*. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* vol. 52 no. 7–8 (2013), s. 424–430.
- [12] Cizaire L., Vacher B., Le Mogne T., Martin J.M., Rapoport L., Margolin A., Tenne R.: *Mechanisms of ultra-low friction by Hhllow inorganic fullerene-like MoS₂ nanoparticles*. *Surface and Coatings Technology* vol. 160 no. 2–3 (2002), s. 282–287.

REFERENCES

- [1] Lawrowski Z.: *Bezobsługowe łożyska ślizgowe*. Politechnika Wroclawska, Wrocław 2006.
- [2] Zwierzycki W.: *Oleje i smary przemysłowe*. Rafineria Nafty „Glimar” S.A. w Gorlicach, Instytut Technologii Eksploatacji w Radomiu 1999.
- [3] Leshchynsky V., Ignatiev M., Wiśniewska-Weinert H., Borowski J., Rybak T., Dobrovnik I.: *Forging tools modification with graphene-like solid lubricant nanoparticles*. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* vol. 43 November (2010), pp. 341–348.
- [4] Lijewski M., Leshchynsky V., Wiśniewska-Weinert H., Sulej-Chojnacka J., Rybak T.: *Iron and bronze powdered based materials for bearings with surface modified with solid lubricant nanoparticles*. *Archives of Metallurgy and Materials*. *Archives of Metallurgy and Materials* vol. 59 no. 1 (2014), pp. 251-255.
- [5] Wiśniewski T., Rybak T., Wendland J., Majchrzak W., Leshchynsky V.: *Sintered powder sleeves of a self-lubricating slide bearing with modified properties*. *Obróbka Plastyczna Metali* vol. XXI no. 1 (2010), pp. 53–64.
- [6] Lijewski M., Wiśniewski T., Janczak M., Leshchynsky V.: *An influence of nitriding and nanocomposite solid lubricant processing on the tribological properties and lifetime of sliding components working under severe conditions*. *Obróbka Plastyczna Metali* vol. XXII no. 3 (2011), pp. 163–176.
- [7] Tenne R.: *Advances in the Synthesis of Inorganic Nanotubes and Fullerene-Like Nanoparticles*. *Angewandte Chemie – International Edition* vol. 42 no. 3 November (2003), s. 5124–5132.
- [8] Lijewski M., Leshchynsky V., Wiśniewska-Weinert H., Sulej-Chojnacka J.: *Influence of sub-micrometric solid lubricant particles in the surface layer of parts operating at high temperatures on the tribological properties*. *Tribologia* vol. 45 no. 3 (2014), pp. 119–130 (article in Polish).
- [9] Sulej-Chojnacka J., Leshchynsky V., Lijewski M., Ziółkiewicz S.: *Assessment and analysis of impregnated tribological systems working at elevated temperatures*. *Tribologia* vol. 45 no. 4 (2014), pp. 113–123 (article in Polish).
- [10] Berthier Y., Godet M., Brendle M.: *Velocity Accommodation in Friction*. *Tribology Transactions* vol. 32 no. 4 (1998), pp. 490–496.
- [11] Wisniewska-Weinert H.: *Friction and wear of porous sliding bearings at high temperature. Influence of MoS₂ nanoparticle solid lubricant*. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* vol. 52 no. 7–8 (2013), pp. 424–430.
- [12] Cizaire L., Vacher B., Le Mogne T., Martin J.M., Rapoport L., Margolin A., Tenne R.: *Mechanisms of ultra-low friction by Hhllow inorganic fullerene-like MoS₂ nanoparticles*. *Surface and Coatings Technology* vol. 160 no. 2–3 (2002), pp. 282–287.

[13] Leshchinsky V., Alyoshina E., Lvovsky M., Volovik Y., Lapsker I., Tenne R., Rapoport L.: *Inorganic nanoparticle impregnation of self lubricated materials. International Journal of Powder Metallurgy* vol. 38 no. 5 (2002), s. 50–57.

[13] Leshchinsky V., Alyoshina E., Lvovsky M., Volovik Y., Lapsker I., Tenne R., Rapoport L.: *Inorganic nanoparticle impregnation of self lubricated materials. International Journal of Powder Metallurgy* vol. 38 no. 5 (2002), pp. 50–57.

