

Prof. dr hab. inż. Volf LESHCHYNSKY, prof. dr hab. inż. Michail IGNATIEV,  
mgr inż. Tomasz RYBAK  
Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań

## Badania procesu tarcia w wysokich temperaturach pary tuleja-wałek z nanocząsteczkowym smarem stałym

### *High temperature friction behavior of a friction pair “sleeve-shaft” with solid lubricant nanoparticles*

#### Streszczenie

W artykule opisano badania procesu tarcia i zużycia proszkowego smaru stałego z nanocząstkami  $WS_2$  i  $MoS_2$  w wysokiej temperaturze. Przeprowadzono badania pary trącej tuleja-wałek w wysokiej temperaturze smarowania chemicznie zsyntezowanym i zmielonym smarem stałym z nanocząstek. Charakterystyka procesu tarcia i morfologii cząstek na zużycie elementów łożyska w wysokiej temperaturze. W pracy omówiono badania mikro i nanocząstek proszków smarujących  $WS_2$  i  $MoS_2$  zastosowanych do łożysk ślizgowych do układów wentylacyjnych samolotu AIRBUS, stanowiące fragment badań wykonanych m.in. w projektach międzynarodowych INTAS i TRIBO.

#### Abstract

In the past tribology of  $WS_2$  and  $MoS_2$  nanoparticles is being studied intensively. So the tasks of characterization and analysis of nanoparticles behavior during the tribological process are of great importance. The last one is associated with solid lubricant particles' ensembles loading, movement, compression and destruction at sliding interface. The loose solid lubricant powders especially nanopowders behave very differently in many aspects compared with other powders. We study the friction behaviour and the approach to determine friction regimes and friction coefficients of  $WS_2$  nanoparticles during a sliding process of real friction pair 'sleeve-shaft' at high temperature. The high temperature 'sleeve-shaft' friction tests with chemically synthesized and milled solid lubricant nanoparticles which possess vastly different particle morphology are made. The characteristics of the friction process are analyzed by calculation of Stribeck curves to account for the combined influence of the friction regime and particle morphology on the friction and wear behavior of bearing components at high temperature.

**Słowa kluczowe:** tarcie w wysokiej temperaturze, zużycie cierne, smar stały, nanocząstki  $WS_2$ , nanocząstki  $MoS_2$ ,

**Key words:** high temperature friction, wear, solid lubricant,  $WS_2$  nanoparticles,  $MoS_2$  nanoparticles

## 1. WSTĘP

Z rozwojem przemysłu i zaawansowanych technologii coraz większa ilość urządzeń mechanicznych pracuje w wysokiej temperaturze. Przykładem są urządzenia używane m.in. w lotnictwie, w przemyśle elektrycznym, elementy ślizgowe silników i stosowane w przemyśle jądrowym. Tradycyjne smary stałe pracujące w wysokiej temperaturze spełniają tylko ograniczone wymagania. Konieczne jest tworzenie i rozwój nowych materiałów o doskonałych właściwościach samosmarują-

## 1. INTRODUCTION

*With the rapid development of industries and advanced technologies, more and more mechanical devices are required to work in high temperature, for example, the various devices used in aviation and electrical industries, the engine sliding components, and the mechanical devices in the nuclear industry. The conventional grease lubricating systems used in the high temperature do not meet the present requirements, so it is urgent to develop materials with excellent self-lubricating*

cych od temperatury pokojowej do około 1000 °C. Sliney i współpracownicy [1-6] opracowali kilka rodzajów wysokotemperaturowych spiekanych materiałów samosmarujących (PS101, PS200 i PS300). Materiały te wykazały dobre właściwości samosmarujące w szerokim zakresie temperatury (współczynnik tarcia ok. 0,1-0,3).

Nowoczesne materiały samosmarujące mogą być stosowane w wysokiej temperaturze, dlatego istotne jest dalsze rozwijanie nowoczesnych smarów stałych. Smary stałe z nanocząstkami zostały zakwalifikowane jako materiały potencjalnie bardzo ważne dla wielu zastosowań w przemyśle przy pracach w wysokiej temperaturze. Wynika to z oryginalnej dwuwymiarowej struktury płytkowej i korzystnych właściwości tarciovych smarów stałych z nanocząsteczkami. Smary te zostały zalecone do zastosowań w parach trących pracujących w wysokiej temperaturze, gdyż ich struktura atomowa charakteryzuje się silnymi wiązaniami kowalencyjnymi i nieupakowanym wypełnieniem przestrzeni. Szczegółowa analiza zachowań mechanicznych nanocząstek podczas poślizgu jest ważna dla zrozumienia złożonej natury fizycznej nanostruktur w procesie tarcia. Kształt, wytrzymałość, pęknięcia i właściwości tarcia międzycząsteczkowego takiej nanostruktury są bardzo istotne.

Zachowanie zbioru nanocząstek w procesie tarcia jest oceniane metodami mechaniki kontinuum ponieważ występują w nich te same procesy co podczas przemieszczania ziaren. We wcześniejszych opracowaniach modyfikowano modele, które zostały opracowywane dla proszków spiekanych. Jednak, sypkie proszki smarów stałych zachowują się inaczej w porównaniu z proszkami spiekanymi. Sypkie proszki smarów stałych zachowują się podobnie jak np.: sypki metal, ceramika, farmaceutyki i inne proszki granulowane.

Z mechaniki gruntu wiemy, że ściskanie gruntu zależy od wielu mechanizmów:

- a) przegrupowania ziaren,
- b) pęknięcia i przegrupowania ziaren,
- c) odkształcenia lub zginania ziaren.

Kohezja pomiędzy cząstkami proszku zwiększa się wraz ze wzrostem względnej gęstości. Jeśli kohezja jest bardzo wysoka,

*property from the room temperature to about 1000 °C. Sliney and co-workers prepared several high temperature self-lubricating sintered materials [1-6], three typical materials among which are PS101 (30% Ni-Cr, 30% Ag, 25% CaF, 15% glass), PS200 (80% Ni-Co-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, 10% Ag, 10% BaF<sub>2</sub>/CaF<sub>2</sub>), and PS300(80% Ni-Cr-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 10% Ag, 10% BaF<sub>2</sub>/CaF<sub>2</sub>). These materials show good self-lubricating properties (friction coefficient about 0.1-0.3) in a wide temperature range.*

*New advanced materials are generally considered as essential for the development of novel solid lubricants giving access to high temperature applications. The nanoparticle solid lubricant materials have been identified as being of potentially utmost importance for many industrial high temperature applications, as a consequence of their original two-dimensional lamellar structure and superior friction properties. These materials have been identified as strong candidates for high temperature tribology applications because of their atomic-scale structure involving strong covalent bonds and non-compact space filling. Detailed analysis of nanoparticles mechanical behaviour during sliding is essential to gain understanding of the complex physical nature of these nanostructures during friction process. The shape, strength, fracture and interparticle friction properties of such nanostructures are of great importance.*

*The nanoparticle ensemble behavior is believed to be identified by continuum mechanics methods because of the same processes occurred during granular loading. Many of the earlier studies modified the models which were originally developed for the sintered powders. However, the loose powders behave very differently from the sintered metal powders. For example, loose metal, ceramic, pharmaceutical and other powders flow like a granular material. It is well known from soil mechanics [6] that compression of soils is due to a number of mechanisms: i) rearrangement of grains, ii) fracture and rearrangement of grains and iii) distortion or bending of grains. The cohesion between powder particles increases with relative density. If the cohesion is very high, the powder system then beha-*

materiał proszkowy zachowuje się jak spieczony materiał porowaty (trzecie ciało).

Trudność stanowi opracowanie kompleksowego modelu konstytutywnego do opisania zmieniających się charakterystyk w różnych warunkach w typowym procesie ślizgania w wysokiej temperaturze. Fragmentacja i krystalograficzny poślizg cząstek smaru stałego oraz nagromadzenie trzeciej fazy powodują, że mogą się one poruszać i obracać względem siebie z międzyfazowym tarciem lub kohezją. Takie zachowanie jest nazywane „trzecim ciałem”, a pomysł ten został rozwinięty przez M. Codeta i Y. Berthiera [7-9]. Zachowanie trzeciego ciała zależy od typu i rozmiaru cząstek a w szczególności nanocząstek smaru stałego.

W artykule opisano zjawiska zachodzące w warunkach tarcia suchego z nanocząsteczkowym smarem stałym w wysokiej temperaturze.

## 2. METODYKA BADAŃ

Badania metalograficzne i tribologiczne przeprowadzone w Instytucie Obróbki Plastycznej w Poznaniu były kontynuacją badań wykonywanych w ramach projektów międzynarodowych: TRIBO, INTAS oraz Krajowego Projektu Zamawianego PBZ-KBN-114/T08/2004.

Badania te dotyczyły opracowania nowej technologii wytwarzania łożysk ślizgowych nowej generacji, pracujących w układach wentylacyjnych samolotów AIRBUS.

Badania SEM wykonano za pomocą mikroskopu FEI-INSPECT-S z przystawką EDSEDAX, a badania AFM za pomocą mikroskopu Scanning Probe FemtoScan.

### 2.1. Wprowadzanie proszku $WS_2$ w spiekane tuleje proszkowe

Nowoczesne technologie metalurgii proszków są stosowane w produkcji wysokiej jakości łożysk i kół zębatych, o długiej żywotności i niezawodności działania w trudnych warunkach eksploatacyjnych (duże obciążenie i duże prędkości poślizgu) przy stosunkowo niskich kosztach wytwarzania. Nowoczesnymi technologiami metalurgii proszków (PM) wykonuje

*ves like a sintered porous material (third mechanism). It is difficult to establish a comprehensive constitutive model to describe the changing characteristics at the different conditions in a typical sliding process at high temperature. Many of the differences between a powder media and separate solid lubricant nanoparticles originate from its individuality. In addition to fragmentation or crystallographic glide of solid lubricant particles, the assemblage of these particles can move and rotate against each other with interfacial friction or cohesion. This behaviour is known as “third body” concept developed by M. Codet and Y. Berthier [7-9]. The third body behaviour depends on type and size of particles and in particular nanoparticles of solid lubricant.*

*Thus the goal of this paper is to describe the phenomena encountered in dry sliding contact with solid lubricant nanoparticles at high temperature and to analyze the friction performance of solid lubricant modified journal bearings for high temperature conditions.*

## 2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

### 2.1. Milling and incorporation of $WS_2$ powder into powder sleeves

*Modern PM technologies are used to produce low cost high quality bearings and gears with long-term performance and reliability in critical applications (high loads and sliding velocities). Advances in Powder Metallurgy (PM) technology offer various types of self-lubricating bearings, such as solid lubricant embedded bearings, oil-impregnated bronze, iron, iron-graphite bearing and so on. One of the main advantages of PM technology is the possibility to provide controlled porosity for self-lubrication. Interconnected system of pores renders the supply of oil the impregnation throughout the entire metal piece. The lubricating fluid flows through the porous structure and is furnished to the metal surface, providing thereby permanent lubrication (Fig. 1).*

się różne typy samosmarujących łożysk, np. łożyska osadzone (wbudowane), z brązu, żelaza, łożyska żelazo-grafitowe modyfikowane olejem. Jedną z głównych zalet technologii metalurgii proszków (PM) jest możliwość zapewnienia kontrolowanej porowatości umożliwiającej proces samosmarowania. Płyn smarujący płynie przez strukturę porowatą i jest wprowadzany do wnętrza elementu łożyska, zapewniając tym samym trwałe smarowanie w czasie jego pracy (rys. 1). Celem zwiększenia parametrów obciążenia łożysk, smary typu  $WS_2$  i  $MoS_2$ , są zwykle używane jako dodatek do proszków podczas spiekania. Jednakże efektywność cząstek  $WS_2$  i  $MoS_2$  jest niska z powodu ich degradacji termicznej.

W przypadku tarcia wysokotemperaturowego lepiej zastosować proces zagęszczanie-spiekanie-modyfikacja warstwy wierzchniej-suszenie. Nośnikiem smarującym jest w tym przypadku zawiesina smaru ciekło-stałego. Zawiesina została wprowadzona do porowatych próbek tulei łożysk samosmarujących wykonanych z proszku stali nierdzewnej AISI 316L metodą metalurgii proszków (PM). Spiekanie próżniowe tulei odbyło się w temperaturze  $1200\text{ }^\circ\text{C}/3\text{h}$ . Nanocząstki  $MoS_2$  zostały przygotowane metodą mielenie-walcowanie opracowaną w Instytucie Obróbki Plastycznej. Na rys. 2 przedstawiono skupienie mikro-nanocząstek (rys. 2a) i oddzielne nanocząstki (rys. 2b).

Celem wytworzenia warstwy cząsteczkowej na wewnętrznej powierzchni tulei wprowadzono metodą modyfikacji ciśnieniowej mieszaninę smaru stałego mikro-nanocząsteczkowego w wewnętrzną powierzchnię tulei. Obrazy modyfikowanej powierzchni tulei łożyska SEM, wykonane w Instytucie Obróbki Plastycznej w Poznaniu, pokazano na rysunku 3a,b.

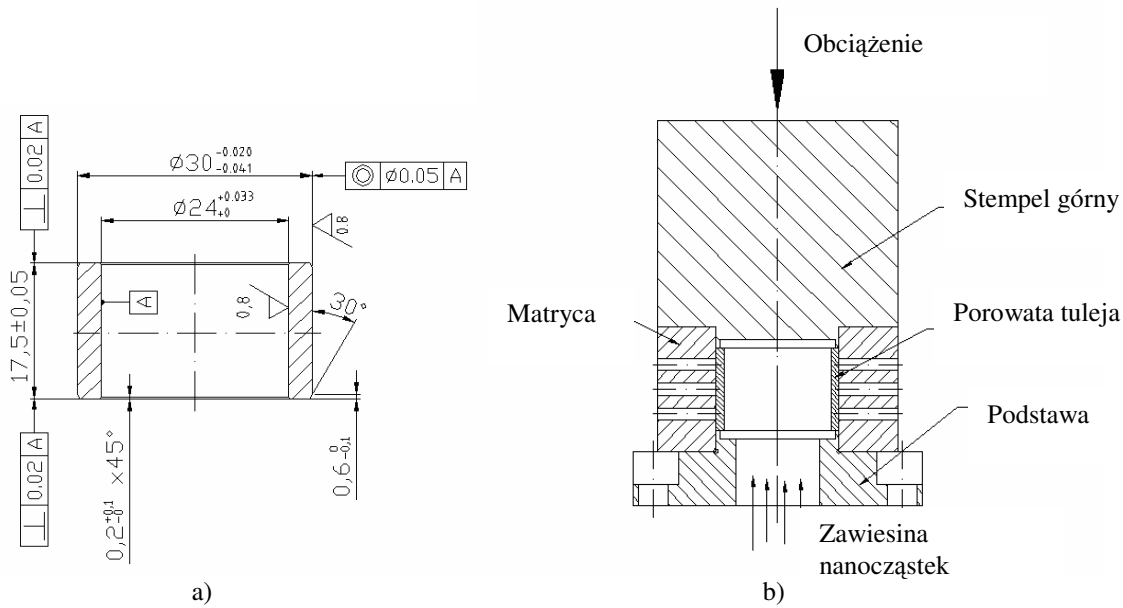
## 2.2. Procedura testu łożyska

Stanowisko do badania tribologicznego łożyska ślizgowego w Instytucie Obróbki Plastycznej w Poznaniu przedstawiono na rysunku 4a. Piezoelektryczny siłomierz rejestruje styczną siłę tarcia. Obciążenie normalne jest stosowane przez zawieszony obciążnik. Badanie rozpoczyna się bez stosowania żadnego

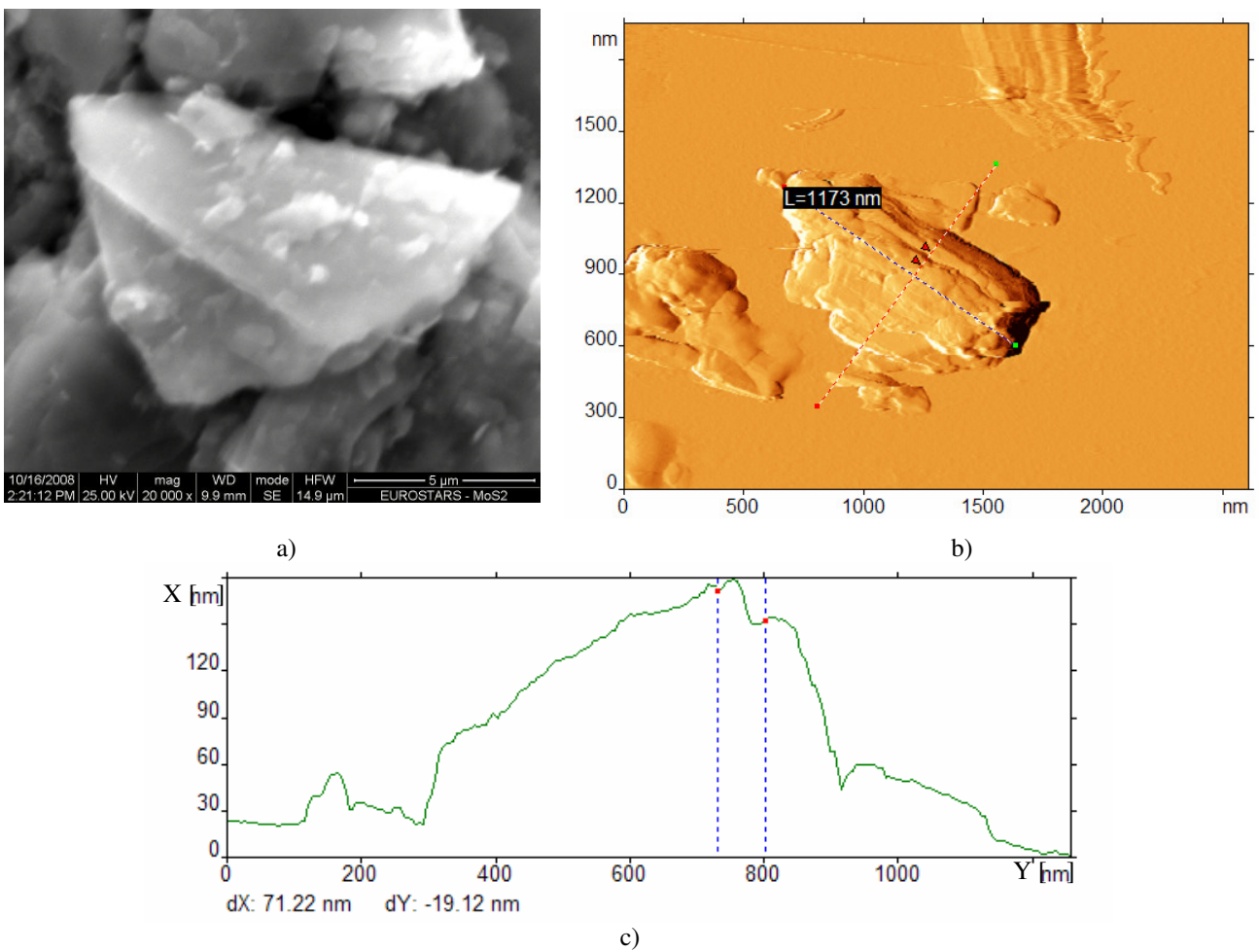
*In order to increase the loading parameters of the bearings, the solid lubricants like  $WS_2$  and  $MoS_2$  are usually used as additions to powders under a sintering. However an effectiveness of  $WS_2$  and  $MoS_2$  is very low because of its thermal degradation. In the case of high temperature friction it seems to be better to apply a compacting-sintering-impregnation drying PM route. An carrier liquid-solid lubricant suspension was employed to prepare PM porous self-lubricating bearing samples made of stainless steel AISI 316L powder. Vacuum sintering of sleeves was made at  $1200\text{ }^\circ\text{C}$  during 3 hours.  $MoS_2$  nanoparticles were prepared by milling-rolling method developed in INOP. The natural  $MoS_2$  and  $WS_2$  powders were with sizes of  $3\text{-}5\text{ }\mu\text{m}$  were used. The micro-nanoparticle mixture and separate nanoparticles are shown on Fig. 2a,b. Pressure impregnation route was employed to incorporate the solid lubricant micro-nano-particles mixture into porous network and create the particulate layer on the inner surface of the sleeve. The SEM images of the sleeve inner surface are shown on Figures 3a,b. A thickness of the powder layer at the inner surface of the sleeve is about of  $10\text{-}30\text{ }\mu\text{m}$  (Fig. 3a).*

## 2.2. Bearing test procedure

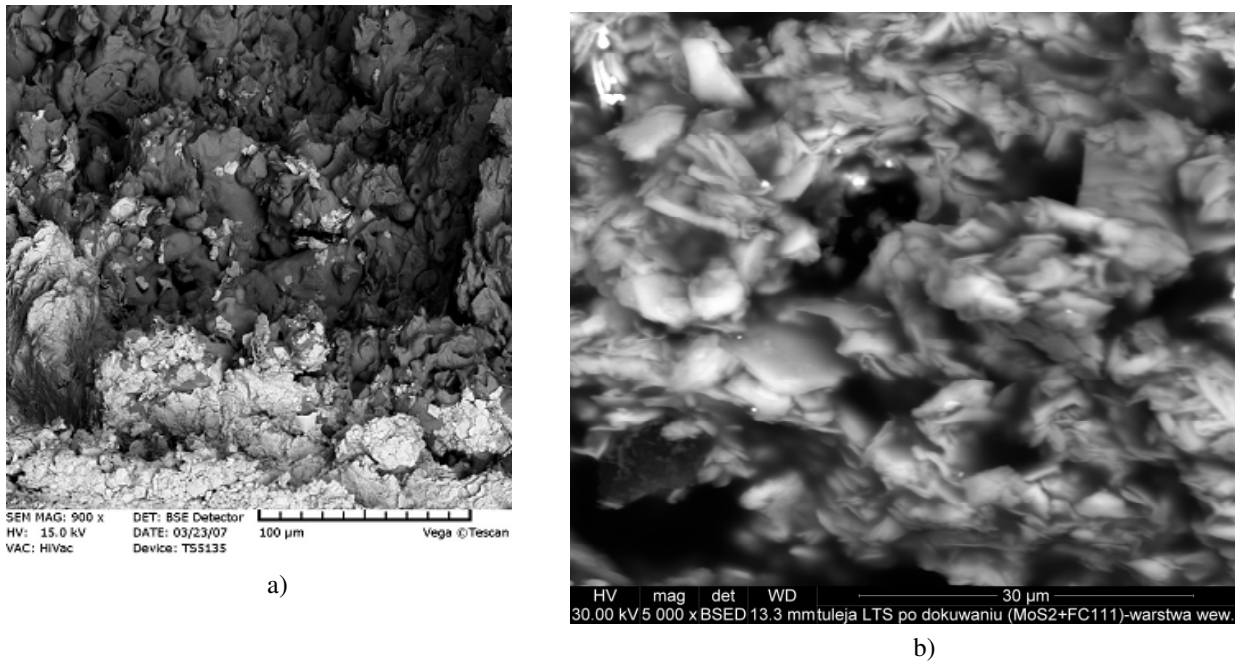
*The drawing of the bearing test bench is shown on Fig. 4. The test bearing is lightly press fit into self-aligning mounting. The stainless steel test shaft is tapered to provide a non-slip locking fit into the driveshaft of the test bench. A piezoelectric load cell senses the tangential friction force. The normal load is applied by dead weights. The test is started with no applied load on the test bearing in order to measure tare force due to frictional drag. The radial load is then applied to the test bearing. Test bearing friction coefficients are calculated by dividing the tangential force by the radial load on the bearing.*



Rys. 1. Porowata tuleja (a) i przyrząd do modyfikacji ciśnieniowej (b)  
 Fig 1. Porous sleeve (a) and nanoparticle pressure impregnation tool (b)

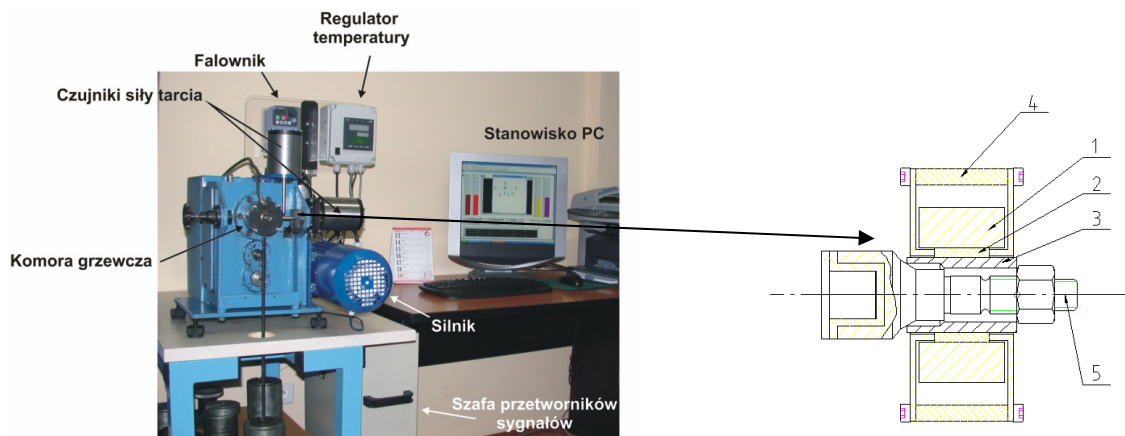


Rys. 2. Obraz SEM mikro i nanocząstek  $\text{MoS}_2$  (a); obraz AFM nanocząstki  $\text{MoS}_2$  (b); rozkład grubości pojedynczej nanocząstki  $\text{MoS}_2$  przed obróbką cieplną (c)  
 Fig. 2. SEM image of  $\text{MoS}_2$  micro and nanoparticles (a); AFM image of  $\text{MoS}_2$  nanoparticle (b); single  $\text{MoS}_2$  nanoparticle thickness distribution before heat treatment (c)



Rys. 3. Obraz porowatej, kompozytowej tulei samosmarującej modyfikowanej MoS<sub>2</sub>: (a) – obraz SEM agregatów nanocząstek, (b) – obraz w trybie elektronów wstecznie rozproszonych warstwy smaru stałego na wewnętrznej powierzchni tulei

Fig. 3. Composite selflubricating porous sleeve – SEM images of the inner surface: (a) nanoparticles aggregates; (b) back scattering electrons image of solid lubricant at inner surface



Rys. 4. Stanowisko do badań tribologicznych w podwyższonej temperaturze: (a) – widok ogólny stanowiska badawczego, (b) – schemat węzła tarcia

1 – grzałka, 2 – badana tuleja, 3 – czop, 4 – obudowa, 5 – wałek napędowy  
 Fig. 4. High temperature test rig: (a) overall view, (b) ring on shaft friction device  
 1 – heater, 2 – sleeve, 3 – shaft, 4 – housing, 5 – driving shaft

obciążenia na łożysku w celu zbalansowania siły z powodu oporu tarciovego. Następnie stosowane jest promieniowe obciążenie. Współczynnik tarcia obliczamy przez stosunek siły stycznej do obciążenia normalnego na łożysku.

The journal diameter and inside (bore) diameter are measured with micrometer before and after the test to determine any changes in diametric clearance. Increases in clearance were not observed for room and 300 °C bearing test temperatures.

### 3. WYNIKI PRZEPROWADZONYCH BADAŃ

#### 3.1. Mikrostruktura

Morfologię cząstek smaru stałego zmielnego MoS<sub>2</sub> przedstawiono na rys. 2a, a strefę przypowierzchniową samosmarnej tulei kompozytowej na rys. 3a). Mielenie proszku MoS<sub>2</sub> (WS<sub>2</sub>) kończy się wytworzeniem mikro i nanocząstek, które są zlokalizowane na powierzchni dużych cząstek MoS<sub>2</sub> (WS<sub>2</sub>). Obraz SEM ujawnia także skupienie nanocząstek (rys. 2a). Pojedyncze nanocząstki były badane za pomocą mikroskopu skaningowego Scannig Probe FemtoScan w trybie kontaktowym (rys. 2b). Aby związać cząstki MoS<sub>2</sub> na podłożu, zastosowano specjalną metodę przygotowania próbek. Została użyta chemicznie czysta woda do przygotowania zawiesiny cząstek. Zawiesina ta została następnie osadzona na powierzchni miki. Po wysuszeniu pojedynczej cząstki miki zostały odpowiednio związane na jej powierzchni. Wytrzymałość wiązania była wystarczająca aby uniknąć przemieszczenia cząstek przez dźwignikę w trybie kontaktowym i w trybie tarciovym. Typowe obrazy pojedynczych nanocząstek MoS<sub>2</sub> pokazano na rys. 2b. Typowe wymiary pojedynczych mikrocząstek wynoszą: długość 1857 nm, grubość 330 nm (rys. 2c). Kilka nanocząstek otacza mikrocząstki. Widoczna jest struktura warstwowa. Wyniki badania SPM ujawniają, że mechaniczne metody pozwalają produkować płytki MoS<sub>2</sub> z grafenopodobnymi strukturami warstwowymi.

Kształtowana wstępnie stal nierdzewna 316L wykazywała porowatość 22%. Mikropory utworzyły połączone wzajemnie nieprzerwane kanały, w które wprowadzono zawiesinę smaru stałego. Porowatość, rozmiar pory i rozmiar rozkładu por po wstępnym formowaniu może być zależna od parametrów i warunków procesu spiekania oraz procesu prasowania i dogęszczania (kalibrowanie). Ciśnienie procesu modyfikacji jest uzyskiwane za pomocą specjalnego narzędzia, które pozwala cząstkom osadzać się w porach i na wewnętrznej powierzchni tulei łożyska. Wytworzone kompozyty mają jednolitą mikrostrukturę, jak również widoczna jest wzajemnie powiązana struktura sieciowa.

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

#### 3.1. Microstructure

*Fig. 2 shows the morphology of MoS<sub>2</sub> solid lubricant particles after milling (Fig. 2a) and infiltration into porous self-lubrication composite sleeve (Fig. 3). Milling of natural MoS<sub>2</sub> and WS<sub>2</sub> solid lubricant particles results in generation of micro and nanoparticles that are locating on the surfaces of big MoS<sub>2</sub> particles. SEM image (Fig. 2a) reveals nanoparticle aggregates too. The individual nanoparticles were studied by Scanning Probe Femto-Scan microscope in a contact mode. To fix the MoS<sub>2</sub> particles on substrate the special method for sample preparation was applied. Chemically pure water was used to prepare suspension of particles. This suspension was deposited on the mica surface. After drying the mica individual particles were properly fixed on it's surface. The fixation strength was enough in order to avoid displacement of particle by cantilever in contact and friction modes. Typical image of individual nanoparticles of MoS<sub>2</sub> is presented on Fig. 2b. Fig. 2c illustrates typical dimensions of individual micro-particle: length 1857 nm, thickness 330 nm. Some nanoparticles surrounds the micro-particle. Layered structure is clear observed on the image. The results of SPM examination reveal that mechanical method allows to produce MoS<sub>2</sub> flakes with graphene-like layered structure.*

*Clearly, the stainless steel preform with an open porosity of 22% was a three-dimensionally interconnected porous material. The micropores could provide interconnected continuous channels into which solid lubricant suspension might be impregnated. The porosity, pore size and pore size distribution of preforms could be controlled by the sintering conditions and/or by the compaction and repressing (sizing) pressures. The pressure impregnation conditions are achieved with special tool which allowed to make particle settling in the pores and inner surface of the sleeve. The fabricated composites have topologically uniform microstructure, and interconnected network structure (as shown in Fig. 3a) is evident.*

Obserwacja w trybie SEM-BSE warstwy cząsteczkowej smaru stałego (rys 3b) ujawnia porowatą strukturę i dobrą gęstość upakowania płytek  $\text{MoS}_2$  w określonych obszarach tulei. Dlatego też warstwa ta wydaje się służyć za źródło cząstek smaru stałego na granicy faz poślizgu, a siły odrywania cząstek wydają się być małe. Obecność mikro i nanocząstek świadczy o zmniejszeniu odrywania cząstek smaru stałego. Wiele cząstek jest uwięzionych i znajduje się w porach.

### 3.2. Współczynnik tarcia

Typowe wykresy zależności współczynnika tarcia od czasu trwania poślizgu (liczby cykli) podczas obciążenia w zakresie 10-50 N w temperaturze 20 °C i 300 °C pokazano na rysunku 5. Z wykresów wynika, że współczynnik tarcia kompozytów ze stali nierdzewnej ze smarem stałym  $\text{MoS}_2$  lub  $\text{WS}_2$  zależy od obciążenia normalnego. Najniższa i najbardziej stabilna wartość współczynnika tarcia  $\mu$  została zaobserwowana dla kompozytu modyfikowanego  $\text{MoS}_2$ , który wykazał względnie stabilny współczynnik tarcia ze średnią wartością 0,04 w temperaturze 20 °C. W wysokiej temperaturze (300 °C) średni współczynnik tarcia ze smarem stałym  $\text{WS}_2$  wahał się w zakresie 0,04-0,05.

Aby ustalić wpływ współczynnika tarcia  $\mu$  na zmienne procesy tarcia (parametr Sommerfelda), wyliczone zostały krzywe Stribeck'a (rys. 6) na podstawie wyników pokazanych na rysunku 5. Parametr Sommerfelda, znany z teorii hydrodynamicznej, opisany jest wzorem  $\Delta = \eta \frac{V}{P/L} (R/c)^2$ , gdzie  $\eta$  – współczynnik dynamicznej lepkości [ $P$  lub  $(\text{N}/\text{m}^2) \cdot \text{s}$ ];  $V$  – prędkość poślizgu [ $\text{m}/\text{s}$ ];  $P$  – obciążenie normalne [ $\text{N}$ ];  $L$  – długość łożyska [ $\text{m}$ ];  $R$  – promień czopa [ $\text{mm}$ ];  $c$  – przeswit promieniowy [ $\text{mm}$ ].

Heshmat [11] wykazał, że właściwie zdefiniowana równoważna lepkość  $\eta$  dla  $\text{MoS}_2$  i  $\text{WS}_2$  wynosi około  $\eta = 69 \text{ cP}$ ,  $c = 0,03 \text{ mm}$ . Obciążenie normalne -  $P$  zmienia się w zakresie 10-500 N. Prędkość poślizgu  $V$  wynosi 0,075 m/s.

Krzywa Stribeck'a jest znana jako ważne narzędzie do określenia w jakich warunkach

*The back scattered electron image of the solid lubricant particulate layer (Fig. 3b) reveals its porous structure and good packing density of  $\text{MoS}_2$  lamellas in definite areas. Thus this layer seems to serve as a source of solid lubricant particles at sliding interface, and particle detachment forces seems to be small.*

### 3.2. Coefficient of friction

*The typical diagrams of the friction coefficient with skidding duration under a load of 10-50 N at 20 °C and 300 °C are presented on Fig. 5. It can be seen that the friction coefficient of stainless steel composites with  $\text{MoS}_2$  and  $\text{WS}_2$  solid lubricants slightly depends on normal load. The lowest and most stable friction coefficient was obtained for composite modified with  $\text{MoS}_2$ , which showed relatively stable friction coefficient, with an average value of 0.04 at the temperature of 20 °C. At high temperature (300 °C), the average friction coefficient with  $\text{WS}_2$  solid lubricants was in the range of 0.04-0.05.*

*To understand a dependence of the friction coefficient on the friction process variables (Sommerfeld parameter) the Stribeck curves were calculated (Fig. 6) based on the results shown on Fig. 5. The Sommerfeld parameter, known from hydrodynamic theory, has been defined as  $\Delta = \eta \frac{V}{P/L} (R/c)^2$ , where  $\eta$  - dynamic viscosity of lubricant,  $P$  or  $(\text{N}/\text{m}^2) \cdot \text{sec}$ ;  $V$  - sliding velocity,  $\text{m}/\text{sec}$ ;  $P$  - normal load,  $\text{N}$ ;  $L$  - bearing length,  $\text{m}$ ;  $R$  - journal radius,  $\text{mm}$ ;  $c$  - radial clearance,  $\text{mm}$ .*

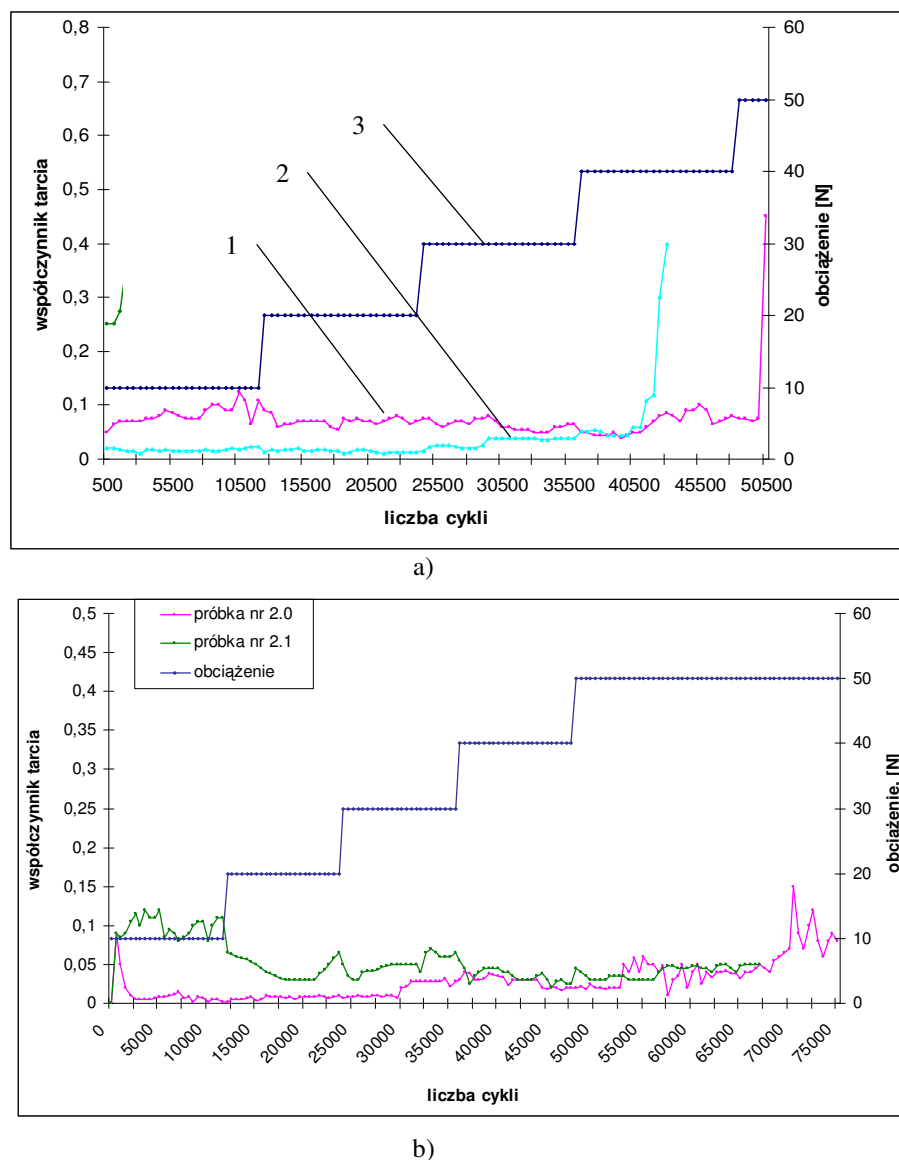
*Heshmat [11] has shown that a properly defined equivalent viscosity,  $\eta$ , found for  $\text{MoS}_2$  and  $\text{WS}_2$  is about  $\eta = 69 \text{ cP}$ ,  $c = 0.03 \text{ mm}$ ,  $P$  varied in the range of 10-500 N,  $V$  is of 0.075 m/s.*

*Stribeck curve is known an important tool to determine in which lubrication regime the sliding interface operates [12].*



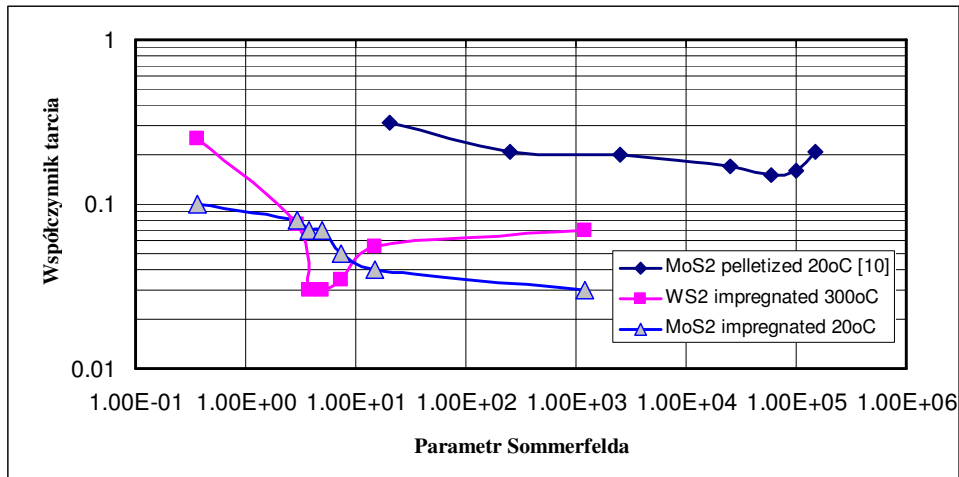
pracy smaru, pracują granice faz poślizgu [12]. Wyniki ukazują, że w styku tarciovym (tuleja-wałek) nie występuje smarowanie hydrodynamiczne, ale raczej smarowanie mieszane, a nawet smarowanie graniczne, które w znacznym stopniu podobne jest do smarowania cząsteczkami smarów stałych. Porównanie danych eksperymentalnych z wynikami Higgsa i Heshmata [10] pokazuje, że warunki hydrodynamiczne dla cząstek smaru bardzo zależą od geometrii kontaktu (chropowatości, luzu, itd.), grubości warstwy smaru pośredniego i ich właściwości.

*The results reveal that the contact between components (the sleeve and shaft) no longer operate under hydrodynamic lubrication conditions but rather a mixed lubrication or boundary lubrication is more likely to occur for the particulate solid lubrication case. A comparison of experimental data with Higgs and Heshmat results [10] show that the hydrodynamic conditions for the particulate lubrication greatly depends on geometry of contact (roughness, clearance, etc.), thickness of intermediate lubrication layer and its properties.*



Rys. 5. Wykresy współczynnika tarcia  $\mu$  w warunkach tarcia suchego: (a) – z zastosowaniem  $\text{MoS}_2$  w  $20^\circ\text{C}$  oraz (b) – z zastosowaniem  $\text{WS}_2$  w  $300^\circ\text{C}$ ; 1, 2 – współczynnik tarcia  $\mu$ , 3 – obciążenie normalne [N]

Fig. 5. Friction coefficient diagrams for dry particulate lubrication (a) with  $\text{MoS}_2$  at  $20^\circ\text{C}$  and (b) with  $\text{WS}_2$  at  $300^\circ\text{C}$ ; 1, 2 - friction coefficient dependences, 3 - normal load dependence



Rys. 6. Wykres zależności współczynnika tarcia  $\mu$  od parametru Sommerfelda (krzywe Stribecka)  
 Fig. 6. Dependences of friction coefficient and temperature ratio vs. Sommerfeld parameter (Stribeck curves)

Na rysunku 6 przedstawione są krzywe Stribeck'a odniesione do większych obciążeń normalnych i mniejszych prędkości poślizgu, co może być spowodowane działaniem smaru stałego mikro i nanocząsteczkowego. Wygląda na to, że zastosowanie nanocząstek smaru stałego przyczynia się do wytworzenia bardziej stabilnych warstw pośrednich smaru. W rzeczywistości, przy smarowaniu mieszanym, całkowite normalne obciążenie  $F_t$  jest dzielone na działanie hydrodynamiczne i oddziaływanie chropowatości [12]:  $F_t = F_c + F_H$  gdzie:  $F_c$  – obciążenie zadawane przez chropowatość,  $F_H$  – obciążenie zadawane przez komponent hydrodynamiczny. Zatem działanie hydrodynamiczne (ścinięcie warstwy smaru) i oddziaływanie chropowatości, określają wielkość tarcia na powierzchni. Podobnie, wpływ działania mikro i nanocząstek smaru stałego na tarcie może wynikać z dwu zjawisk. Pierwsza składowa jest opisana przez Heshmata i Brewe [13], którzy dopasowali względne prędkości pomiędzy dwoma powierzchniami i wykazali, że w tarcu na sucho, oba ciała są odseparowane materiałem proszkowym. Właściwości smarne trzeciego ciała są głównie kontrolowane przez cząstki smaru stałego.

Nawiązując do pracy [9] trzecie ciało stałe może być zaopatrywane z zewnętrznego źródła, analogicznie do smarowania cieczą, lub poprzez odrywanie cząstek ciała pierwszego. Pierwszy przypadek występuje z łożyskiem smarowanym proszkowo, podczas gdy drugi przypadek występuje ze smarem stałym głównie podczas pracy na sucho.

*It is seen (Fig. 6) the Stribeck curves are shifted to the higher normal loads and lower sliding speeds perhaps due to action of micro- and nanoparticle solid lubricant. It looks like application of the nanoparticle solid lubricant results in creation of more stable intermediate solid lubricant layers. Indeed, at the case of mixed lubrication the total normal load  $F_t$  is shared by the hydrodynamic action and interacting asperities [12]:  $F_t = F_c + F_H$ , where  $F_c$  is the load carried out by the asperities and  $F_H$  the load carried out by hydrodynamic component. Thus, hydrodynamic action (shearing lubricant layer) and friction due to asperity interaction defines the friction losses at the sliding interface. Similarly, the effect of micro and nanoparticle solid lubricant may be divided into two components: shearing particulate lubricant layer and creation of thin solid lubricant film on the asperities. The first component is firstly described by Heshmat and Brewe [13] who show that at dry friction the first and second bodies are separated by powder bed which accommodates the relative velocity between the two surfaces (solid third body). The lubrication properties of the solid third body are mainly controlled by solid lubricant particles.*

*According the review [9] a solid third body can be supplied from an external source, analogous to a liquid lubricant or by first body particle detachment. The first case occurs with powder lubricated bearings while the second occurs with solid lubricants and most dry contacts.*

Całkowity przepływ smaru stałego rozdziela się na kilka form:

- przepływ źródłowy może zostać oddzielony cząstkami (naturalne trzecie ciało) lub smar stały zaopatrywany zewnętrznie;
- wewnętrzny przepływ uczestniczy w dostosowaniu prędkości i rozprowadzaniu obciążenia pomiędzy pierwsze ciała;
- zewnętrzny przepływ dzieli się na dwa ruchy: przepływ recyrkulujący, który może ponownie wkraczać na obszar kontaktu i przepływ przeciekowy, który nigdy nie powraca do kontaktu, typowe cząstki zużyte.

Porównanie wartości absolutnych współczynnika tarcia wyraźnie pokazuje nadrzędny wpływ nanocząstek smaru stałego: minimalny współczynnik tarcia zmniejsza się od 0,18 [10] do 0,03 dla proszku  $\text{MoS}_2$  (temp. 20 °C) i dla proszku  $\text{WS}_2$  (temp. 300 °C). Zmiany współczynnika tarcia w obu przypadku nie są duże. Wydaje się, że mechanizm tarcia jest rezultatem płynięcia pośredniej warstwy proszku. W takim przypadku różnica pomiędzy właściwościami smarującymi  $\text{MoS}_2$ , a  $\text{WS}_2$  wydaje się nie być wysoka. Efekt  $\text{WS}_2$  jest widoczny w temperaturze 300 °C w liczbach Sommerfelda 1-10. Przeciwnie, zwiększenie obciążenia normalnego ma wpływ na aktywację (pobudzenie) cienkiej warstwy smaru na chropowatej powierzchni. Z tego powodu współczynnik tarcia przy obciążeniu normalnym 500 N, dla COF  $\text{WS}_2$  jest znacznie wyższy ( $\mu = 0,18$ ) niż dla  $\text{MoS}_2$  ( $\mu = 0,1$ ) ponieważ wykazuje on lepsze właściwości smarujące.

### 3.3. Morfologia powierzchni zużytej

Typowe właściwości powierzchni zużytej czyli wewnętrznej powierzchni tulei łożyska przedstawiono na rysunku 7. Na powierzchni tarcia tulei widocznych jest kilka wyżłobień (rys. 7a) oraz produkty zużycia osadzone w porach warstw wierzchnich (rys. 7b). Warstwa smaru ma grubość ok. 10  $\mu\text{m}$ , została zaobserwowana na powierzchni zużytej podczas gdy uszkodzenie warstwy smaru jest widoczne w obszarach przylegających do powierzchni granicznych por (rys. 7b). Obecność warstwy smarującej przy suchym styku tarciovym ujawnia się efektywnym przystosowaniem

*The total flow separates into several forms, as follows:*

- *the source flow can be detached particles (natural third body) or a solid lubricant supplied externally;*
- *the internal flow participates in velocity accommodation and distributes the loads between the first bodies;*
- *the external flow divides into two flows. A recirculating flow, which can reenter the contact area and leakage flow which never reenters the contact, typical of wear particles.*

*The comparison of absolute values of friction coefficient clearly show the superior effect of solid lubricant nanoparticles: the minimal friction coefficient is decreased from 0.18 [10] to 0.03 for both  $\text{MoS}_2$  (at 20 °C) and  $\text{WS}_2$  (at 300 °C) powders. One have to note the variation of the friction coefficient for both experimental cases is not large. In view of above mentioned approach to the subject of friction mechanism this effect seems to be result of the powder intermediate layer flow. At this case a difference of  $\text{MoS}_2$  and  $\text{WS}_2$  lubricating properties seems to not so high. The effect of  $\text{WS}_2$  solid lubricant is evident at the 300 °C at Sommerfeld numbers of 1-10. Contrary, the increase of normal loads results in activation of the thin solid lubricant film on the asperities. For this reason at the normal loads of 500 N the COF of  $\text{WS}_2$  is much higher ( $f = 0.18$ ) then for  $\text{MoS}_2$  ( $f = 0.1$ ) because of  $\text{MoS}_2$  better lubrication properties.*

### 3.3. Morphology of the worn surface

*Typical features of the worn surfaces of the sleeve inner surface are shown in Fig. 7. It can be seen that on the worn surface of the sleeve there were obvious some furrow marks (Fig. 7a) and wear debris particles collected in the pores (Fig. 7b). The lubricating layer about 10  $\mu\text{m}$  of thick was observed on the worn surface (Fig. 7a), while the damage of lubricating layer is seen at the areas adjacent to pore boundaries (Fig. 7b). The presence of lubricating layer at dry particulate lubricated sliding interface reveals about effective accommodation of sliding velocity differences due to both solid lubricant*

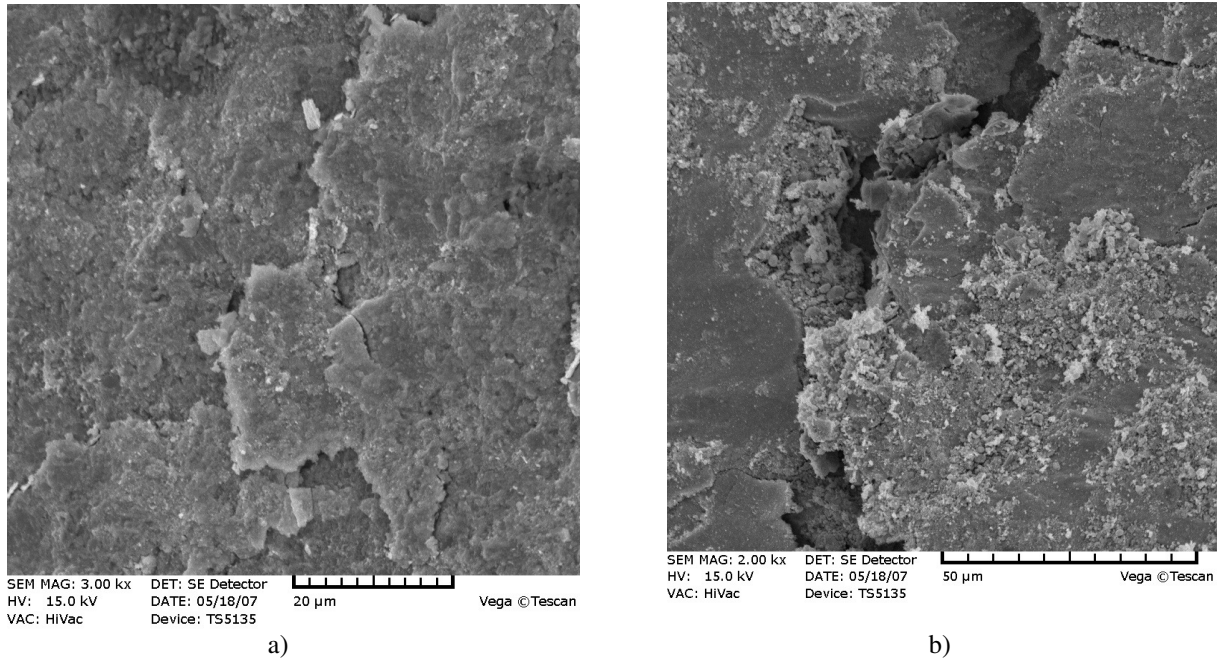
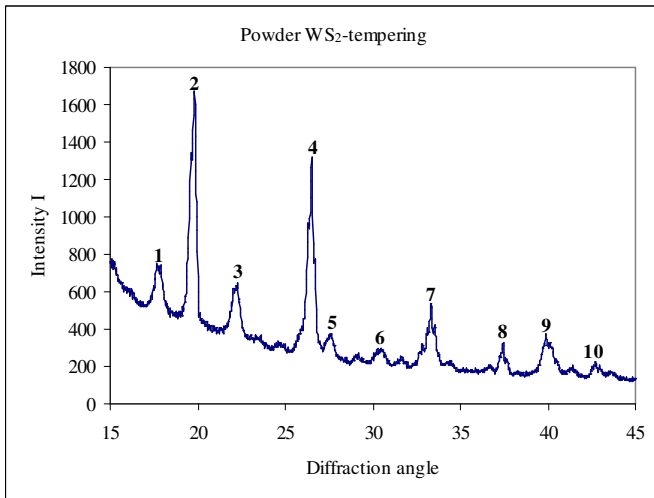
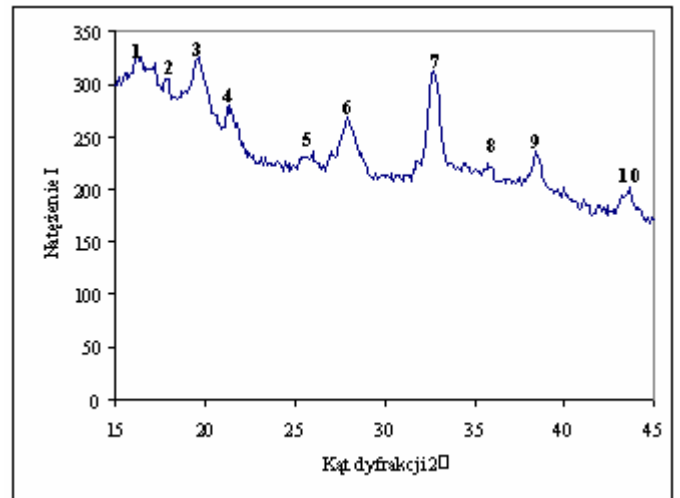


Fig. 7. Widok zużytej powierzchni wewnętrznej tulei: (a) – warstwa smarna na zużytej powierzchni, (b) – produkty zużycia zgromadzone w porach warstwy wierzchniej

Fig. 7. Worn inner surface: (a) - solid lubricant layer on worn surface, (b) – wear debris cumulated in surface layer pores



a)



b)

Rys. 8. Widma rentgenowskie cząstek  $WS_2$  przed testami tarciovymi (a) oraz cząstki zużycia po testach tribologicznych w  $300\text{ }^\circ\text{C}$  (b)

(a): 1-10 –  $WS_2$ ; (b): 1,3,4,5,6,7,8 -  $FeW_3$ ,  $(FeCr_2)S$ ; 2,9 -  $FeW_3$ ; 6,7,10 -  $WS_2$

Fig. 8. X-ray spectra of  $WS_2$  particles before friction test (a) and wear debris after friction test at  $300\text{ }^\circ\text{C}$ . (b)

(a) – 1-10 –  $WS_2$ ; (b) – 1,3,4,5,6,7,8 -  $FeW_3$ ,  $(FeCr_2)S$ ; 2,9 -  $FeW_3$ ; 6,7,10 -  $WS_2$

różnic prędkości poślizgu z powodu płynięcia smaru stałego i produktów zużycia (cząstek proszku). Deformacja ścinania miękkich cząstek smarów stałych jest również ważna. Cząstki miękkich smarów stałych są wsmarowywane w powierzchnię chropowatą przez co zmniejsza się siła tarcia i zużycie.

and debris powder particles flow. The shear deformation of the soft solid lubricant particles is important as well. Soft solid lubricant particles are smeared onto asperities surface thereby alleviating lower friction losses and wear.

Procesy zużycia są przyczyną wytworzenia trzeciego ciała i jego płynięcia. Prowadzi to do zmian w składzie warstwy proszku. Wyniki analizy RTG proszku  $WS_2$  osadzonego na tulei i pozostałości cząstek po teście tarciovym wysokotemperaturowym są przedstawione na rysunku 8.

Odpadki cząstkowe zawierają produkty reakcji pomiędzy smarem stałym i bazowym metalem tulei podczas gdy piki dyfrakcyjne smaru (rys. 8a) należą tylko do  $WS_2$ . Proces zużycia definiuje ostateczną zawartość smaru stałego w cząstkach trzeciego ciała. Dodatkowo, utlenianie cząstek trzeciego ciała występuje w wysokiej temperaturze co pogarsza efekt smarowania. Jednakże wyniki testów tarciovych ujawniają niski współczynnik tarcia ( $\mu = 0,03-0,05$ ) podczas normalnych obciążeń do 500 N i temperaturze 300 °C na dystansie ok. 10000 m.

#### 4. WNIOSKI

W przedstawionych badaniach, podczas testów tarciovych metodą tuleja-walek w temperaturze otoczenia i w podwyższonej temperaturze, zdefiniowano właściwości smarowania nowoczesnymi mieszaninami smarów stałych z mikro i nanocząstkami, które mogą być używane w zastosowaniach przemysłowych.

Zaproponowane mieszaniny mikro i nanocząstek  $MoS_2$  i  $WS_2$  smarów stałych przewyższają w działaniu inne smary i są doskonałym środkiem kompletnie naturalnym bez żadnych syntetycznych dodatków nanocząstkowych. W badaniach stwierdzono, że mieszaniny smarów stałych mikro i nanocząstek z zawartością nanocząstek rzędu 7-15% i rozmiarem nanocząstek 50-200 nm są efektywnym sposobem smarowania ze zminimalizowanym tarcieniem ( $\mu = 0,03-0,05$ ) w temperaturze otoczenia jak również w podwyższonej temperaturze.

W badaniach opracowano nową technologię modyfikacji ciśnieniowej smarem stałym, umieszczając zawiesinę w porowatej tulejce co pozwala uzyskać warstwę smaru zwiększając udział cząstek smaru stałego w porach.

*The wear processes result in third body generation and flow. It leads to the change of powder layer composition. The results of X-ray analysis of the  $WS_2$  powder deposited on the sleeve and debris particles after high temperature friction test are depicted on Fig. 8. The particulate debris contains the products of reaction between the solid lubricant and the base sleeve metal whilst the lubricant diffraction peaks (Fig. 8a) belong to only  $WS_2$ . The wear process defines the final content of solid lubricant in the particulate third body. Additionally the oxidation of third body particles occurs at high temperature that deteriorates the lubrication effect. However, the results of friction tests reveal the low friction coefficient (0.03-0.05) at the normal loads up to 500N and temperature of 300 °C for sliding distance about 10000 m.*

#### 4. CONCLUSION

*In the present investigation, sleeve-shaft friction tests at ambient and high temperature were carried out to determine the lubrication performance of a novel micro and nanoparticle solid lubricant mixtures that could be used in industrial applications. The proposed micro and nanoparticle  $MoS_2$  and  $WS_2$  solid lubricant mixture outperform other lubricants and demonstrate excellent potential for use as a completely natural without any synthetic nanoparticle additives. It was determined that the micro and nanoparticle solid lubricant mixtures with a nanoparticle fraction about 7-15% and nanoparticle sizes of 50-200 nm would be the effective lubricant for minimizing the friction (0.03-0.05) both at ambient and high temperatures. This work also described the new technology of pressure impregnation of solid lubricant containing suspensions into porous sleeves that allows to obtain the powder lubricant layer increase a solid fraction solid lubricant particles in the pores.*

Porównanie wartości współczynnika tarcia wskazuje na znaczny efekt zastosowania nano-cząstkowego smaru stałego: współczynnik tarcia jest zmniejszony z 0,18 [10] do 0,03 dla obu proszków MoS<sub>2</sub> (w temp. otoczenia) i WS<sub>2</sub> (w 300 °C). Analiza krzywych Stribeck'a wykazuje, że efekt wydaje się być wynikiem płynięcia warstwy pośredniej proszku.

*The comparison of absolute values of friction coefficient clearly show the superior effect of solid lubricant nanoparticles: the minimal friction coefficient is decreased from 0.18 [10] to 0.03 for both MoS<sub>2</sub> (at 20 °C) and WS<sub>2</sub> (at 300 °C) powders. The analysis of Stribeck curves reveals this effect seems to be result of the intermediate powder layer flow.*

### Podziękowania

Autorzy dziękują dr. inż. Jackowi Borowskiemu i dr. inż. Jarosławowi Samolczykowi za pomoc przy realizacji pracy.

### Acknowledgment

*The authors would like to thank dr. Jacek Borowsky and dr. Jarosław Samolczyk for their support of this work.*

### LITERATURA/REFERENCES

- [1] C. Dellacorte, H.E. Sliney, Lubr. Eng. 47 (4) (1991) 298–303.
- [2] H.E. Sliney, Thin Solid Films 64 (1979) 217–221.
- [3] C. Dellacorte, H.E. Sliney, ASLE Trans. 30 (1) (1987) 77–83.
- [4] C. Dellacorte, J.A. Laskowski, Tribol. Trans. 40 (1) (1997) 163–167.
- [5] M.B. Peterson, S.Z. Li, S.F. Murray, J. Mater. Sci. Technol. 13 (1997) 99–106.
- [6] Atkinson, J. H., An introduction to the mechanics of soils and foundations: Through critical state soil mechanics, McGraw-Hill Book Co. (London and New York), 1993, 337 p.
- [7] Godet, M., The Third Body Approach: A Mechanical View of Wear, Wear, 1984, 100, pp. 437–452.
- [8] Berthier, Y., Godet, M., and Brendle, M., “Velocity Accommodation in Friction,” Tribol. Trans., 1989, 32, pp. 490–496.
- [9] Iordanoff, Y. Berthier, S. Descartes, H. Heshmat, A Review of Recent Approaches for Modeling Solid Third Bodies, Journal of Tribology, 2002, 124, 725–735.
- [10] C.Fr.Higgs III, H. Heshmat, Characterization of Pelletized MoS<sub>2</sub> Powder particle Detachment Process J. of Tribology, 2001, 123, 455–461.
- [11] Heshmat, H., “The Quasi-Hydrodynamic Mechanism of Powder Lubrication. Part III: On Theory and Rheology of Triboparticulates,” Tribol. Trans., 1995, 38(2), pp. 269–276.
- [12] I.C. Faraon, D.J. Schipper, Stribeck Curve for Starved Line Contacts, J. of Tribology, 2007, 129, 181–187.
- [13] Heshmat, H., and Brewe, D.E., 1992, On Some Experimental Rheological Aspects of Triboparticulates, Wear Particles: From the Cradle to the Grave, D.D. Dowson, C.M. Taylor, T.H. Childs, M. Godet, and G. Dalmaz, eds., Elsevier Tribology Series 21, Elsevier Science Publishers BV (North-Holland), Amsterdam, Netherlands, 357–367.