PERFORMANCE ANALYSIS AND OPTIMIZATION OF MINERAL SILICATE FILLED LOW METALLIC COMPOSITE FRICTION MATERIALS

DEBARGHYA SAHA

DEPARTMENT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING
INDIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY DELHI
OCTOBER 2022

PERFORMANCE ANALYSIS AND OPTIMIZATION OF MINERAL SILICATE FILLED LOW METALLIC COMPOSITE FRICTION MATERIALS

by

DEBARGHYA SAHA

Department of Materials Science and Engineering

Submitted

in fulfilment of the requirements of the degree of Doctor of Philosophy

to the

INDIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY DELHI

OCTOBER 2022

Dedicated to my family

CERTIFICATE

This is to certify that the thesis entitled, "**Performance Analysis and Optimization of Mineral Silicate Filled Low Metallic Composite Friction Materials**" being submitted by Mr. Debarghya Saha to Indian Institute of Technology Delhi for the award of degree of Doctor of Philosophy is a record of bonafied research work carried out by him. Mr. Saha has worked under my guidance and supervision and has fulfilled the requirements for the submission of this thesis, which to my knowledge has reached the requisite standard. The results contained in this thesis are original and have not been submitted, in part or full, to any other University or Institute for the award of any other degree or diploma.

Professor Bhabani K. Satapathy

Department of Materials Science & Engineering

Indian Institute of Technology Delhi

Hauz Khas, New Delhi- 110016

ACKNOWLEDGEMENTS

Foremost, I would like to thank my supervisor Prof. Bhabani K. Satapathy, for his continuous support, guidance, and motivation for my Ph.D. dissertation. It was a truly enlightening journey that helped me understand and explore this exciting scientific research area and address the problems. His involvement in my research was inspirational and always provided a new horizon toward my perspective while addressing any issue. On several occasions, his pretension of being hard pushed me to work harder and extended my knowledge in various science and technology domains. This journey with him will always remain memorable and cherishable for me during my entire life.

I am thankful to Prof. A.K. Ghosh, Prof. Leena Nebhani, and Prof. Pulak M Pandey, for their constructive comments, suggestions, and encouragements during my semester evaluation. I acknowledge Prof. J Jacob, Prof. S Saha, Prof. B P Tripathi, Prof. Shib Shankar Banerjee and other faculty members in DMSE for their support and encouragement.

I would like to take this opportunity to express my gratitude to Mr. Etheshamul Islam, Mr. Ashok Kapoor, Mr. Surinder Sharma, Mr. Ashish Sharma, Mr. Gajraj Singh, Mr. Brijesh Kumar, Mr. Gyanendra Kr. Yadav, Mr. Subhash Chand, Mr. Jitendra Kumar, Mrs. Shalini Arora, and Mr. Amit Kumar for their technical support to implement my research. I appreciate the members of our research group Dr. Sucharita Shetty, Dr. Deepika Sharma, Mr. Saroj K. Samantaray, Mr. Harshal Peshne, Mr. Vikram Thakur, Ms. Krishna P. Das and Ms. Pratibha for their help and support. I also thank all the students of the Department of Materials Science and Engineering for their continuous encouragement. Finally, I would like to thank my parents and family members for their unconditional support in this journey.

I am very grateful to the Ministry of Education for providing a Ph.D. research fellowship.

ABSTRACT

Phenolic resin-based short fiber reinforced and filled heterogeneous material system as composite friction materials are the part of the vehicle's braking system that is responsible for the overall safety of the passenger. Pertaining to the microplastic and particulate matter emission due to the presence of synthetic and metallic ingredients in the form of brake wear debris the recent requirement is to design sustainable bio-resourced, naturally derived ingredient-based friction composites. Therefore, designing sustainable and commercially viable friction materials for braking applications without compromising the thermal stability and frictional-fade resistance remains a challenge especially in formulations with a substantial amount of thermally degradable components. To address the above issue structurally dissimilar clay type silicates, halloysite (tubular), montmorillonite (platy), and wollastonite (acicular)-based compression-molded low metallic hybrid friction composites were fabricated with and without magnesium oxide (MgO) followed by their structural, mechanical, thermal, thermo-mechanical, and tribological performance evaluation. Wollastonite type clay-based friction composite showed maximum CoF (~ 0.48) during the fade-recovery test (as per SAEJ661a testing protocol), whereas the montmorillonite type clay silicate exhibited maximum wear resistance (~ 8.3 %) with a greater extent of friction stabilization as supported by I_D/I_G data from Raman spectra. The combination of halloysite–MgO in the friction composite led to minimum fade (~2.2%), whereas that of wollastonite–MgO showed a maximum friction coefficient (~0.47) with enhanced rotor friendliness as indicated from optical surface profilometry. The friction fade-recovery behaviour was correlated with sliding induced interfacial contact dynamics showing three distinct phases i.e., uniform tribo-film formation, brittle tribo-layer, and subsurface exposer-third body abrasion. During velocity dependent friction response scanning electron microscopy of the contact patches suggested breakage of contact plateaus in the composites with halloysite, whereas relatively small contact patches

were developed in montmorillonite-based friction composites. The presence of wollastonite in the composites leads to the ploughing effect during sliding. The intensity of creep groan remained controlled by the shear strength of the interfacial junction involving asperity contact/welding whereas dynamic groan remains predominated by the stiffness of the composites. The optimal tuning of friction oscillation to reduce braking-induced noise and vibration propensity has been achieved by montmorillonite clay with platelet-type morphology. Where the extent of Fe- content in wear debris close to ~80% on the composite surface led to an optimal level of friction oscillation amplitude (A_{amp}). The friction response during cyclic loading showed montmorillonite-based composites characterized by maximum hysteresis loss due to the difference between μ-level during loading and unloading in presence of MgO as an abrasive. Wollastonite with the relatively minimum area to volume ratio showed inefficient reinforcement in the tribo-film thus debris formation and subsequent third body abrasion leading to undulating μ-level. Similarly, the composites with circular and transverse cracks over the surface demonstrated fatigue wear-mechanism. The non-linear regression-based optimization showed minimum volumetric wear (< 7 %) of the fabricated friction composites. The tribological performance attributes were governed by the relative abrasiveness of the clay types and reversible plateau dynamics of the worn surfaces. The gradient descent learning algorithm based-artificial neural network (GD-ANN) with optimally tuned network architecture predicted (R^2 ~ 97 %) both the tribological performance attributes (coefficient of friction and specific wear rate) of the natural silicate-filled friction composites more accurately as compared to the conventional regression analysis. The performance attributes were governed by the compressive stiffness of the friction composites, hardness, thermal stability, and morphological aspects of the clay-type silicates, and their induced contact dynamics as evident from scanning electron microscopy–energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM–EDX) studies.

सार

मिश्रित घर्षण सामग्री के रूप में फेनोलिक राल-आधारित शॉर्ट फाइबर प्रबलित और भरी हुई विषम सामग्री प्रणाली वाहन के ब्रेकिंग सिस्टम का हिस्सा है जो यात्री की समग्र सुरक्षा के लिए जिम्मेदार है। ब्रेक वियर मलबे के रूप में सिंथेटिक और धात्विक अवयवों की उपस्थिति के कारण माइक्रोप्लास्टिक और पार्टिकुलेट मैटर उत्सर्जन से संबंधित, हाल की आवश्यकता टिकाऊ जैव-संसाधन, स्वाभाविक रूप से व्युत्पन्न संघटक-आधारित घर्षण कंपोजिट को डिजाइन करने की है। इसलिए, थर्मल स्थिरता और घर्षण-फीका प्रतिरोध से समझौता किए बिना ब्रेकिंग अनुप्रयोगों के लिए टिकाऊ और व्यावसायिक रूप से व्यवहार्य घर्षण सामग्री को डिजाइन करना विशेष रूप से थर्मली डिग्रेडेबल घटकों की पर्याप्त मात्रा के साथ फॉर्मूलेशन में एक चुनौती बनी हुई है। उपरोक्त मुद्दे को संरचनात्मक रूप से भिन्न मिट्टी के प्रकार के सिलिकेट, हेलोसाइट (ट्यूबलर), मॉन्टमोरिलोनाइट (प्लेटी), और वोलास्टोनाइट (एसिकुलर) आधारित संपीड़न-मोल्ड कम धातु हाइब्रिड घर्षण कंपोजिट को मैग्नीशियम ऑक्साइड (एमजीओ) के साथ और बिना गढ़ा गया था। , मैकेनिकल, थर्मल, थर्मो-मैकेनिकल और ट्राइबोलॉजिकल परफॉर्मेंस मूल्यांकन। फेड-रिकवरी टेस्ट (एसएईजे 661 ए परीक्षण प्रोटोकॉल के अनुसार) के दौरान वोलास्टोनाइट प्रकार की मिट्टी-आधारित घर्षण समग्र ने अधिकतम सीओएफ (~ 0.48) दिखाया, जबकि मॉन्टमोरिलोनाइट प्रकार के क्ले सिलिकेट ने घर्षण स्थिरीकरण की अधिक सीमा के साथ अधिकतम पहनने के प्रतिरोध (~ 8.3%) का प्रदर्शन किया। जैसा कि रमन स्पेक्ट्रा से आईडी/आईजी डेटा द्वारा समर्थित है। घर्षण सम्मिश्र में हैलोसाइट-एमजीओ के संयोजन से न्यूनतम फीका (~2.2%) हो गया, जबकि वोलास्टोनाइट-एमजीओ ने अधिकतम घर्षण गुणांक (~0.47) को बढ़ाया रोटर मित्रता के साथ दिखाया जैसा कि ऑप्टिकल सतह प्रोफिलोमेट्री से संकेत मिलता है। घर्षण फीका-पुनर्प्राप्ति व्यवहार को तीन अलग-अलग चरणों यानी एक समान ट्राइबो-फिल्म निर्माण, भंगुर ट्राइबो-लेयर और उपसतह एक्सपोजर-थर्ड बॉडी घर्षण दिखाते हुए स्लाइडिंग प्रेरित इंटरफेसियल कॉन्टैक्ट डायनेमिक्स के साथ सहसंबद्ध किया गया था। वेग पर निर्भर घर्षण प्रतिक्रिया के दौरान संपर्क पैच के स्कैनिंग इलेक्ट्रॉन माइक्रोस्कोपी ने हेलोसाइट के साथ कंपोजिट

में संपर्क पठारों के टूटने का सुझाव दिया, जबकि अपेक्षाकृत छोटे संपर्क पैच मॉन्टमोरिलोनाइट-आधारित घर्षण कंपोजिट में विकसित किए गए थे। कंपोजिट में वोलास्टोनाइट की उपस्थिति से फिसलने के दौरान जुताई का प्रभाव पड़ता है। रेंगने वाले कराह की तीव्रता को इंटरफेसियल जंक्शन की कतरनी शक्ति द्वारा नियंत्रित किया जाता है जिसमें एस्परिटी संपर्क / वेल्डिंग शामिल होता है जबकि गतिशील कराह कंपोजिट की कठोरता से प्रबल होती है। ब्रेकिंग-प्रेरित शोर और कंपन प्रवृत्ति को कम करने के लिए घर्षण दोलन का इष्टतम ट्यूनिंग प्लेटलेट-प्रकार आकारिकी के साथ मॉन्टमोरिलोनाइट क्ले द्वारा प्राप्त किया गया है। जहां मिश्रित सतह पर 80% के करीब पहनने वाले मलबे में Fe- सामग्री की सीमा घर्षण दोलन आयाम (Aamp) का एक इष्टतम स्तर है। चक्रीय लोडिंग के दौरान घर्षण प्रतिक्रिया ने मोंटमोरिलोनाइट-आधारित कंपोजिट को अधिकतम हिस्टैरिसीस नुकसान की विशेषता दिखायी, जो कि एमजीओ की उपस्थिति में एक अपघर्षक के रूप में लोडिंग और अनलोडिंग के दौरान μ-स्तर के बीच अंतर के कारण होता है। वॉल्यूम अनुपात के अपेक्षाकृत न्यूनतम क्षेत्र के साथ वोलास्टोनाइट ने ट्राइबो-फिल्म में अक्षम सुदृढीकरण दिखाया, इस प्रकार मलबे का निर्माण और बाद में तीसरे शरीर के घर्षण के कारण μ-स्तर को कम करना पड़ा। इसी तरह, सतह पर वृत्ताकार और अनुप्रस्थ दरारें वाले कंपोजिट ने थकान पहनने-तंत्र का प्रदर्शन किया। गैर-रेखीय प्रतिगमन-आधारित अनुकूलन ने गढ़े हुए घर्षण कंपोजिट के न्यूनतम वॉल्यूमेट्रिक वियर (<7%) को दिखाया। आदिवासी प्रदर्शन विशेषताओं को मिट्टी के प्रकार के सापेक्ष घर्षण और पहना सतहों के प्रतिवर्ती पठार की गतिशीलता द्वारा नियंत्रित किया गया था। प्राकृतिक सिलिकेट से भरे घर्षण कंपोजिट के आदिवासी प्रदर्शन विशेषताओं (घर्षण और विशिष्ट पहनने की दर का गुणांक) दोनों की भविष्यवाणी की गई नेटवर्क आर्किटेक्चर (R2 97%) के साथ ग्रेडिएंट डिसेंट लर्निंग एल्गोरिदम आधारित-कृत्रिम तंत्रिका नेटवर्क (GD-ANN) अधिक पारंपरिक प्रतिगमन विश्लेषण की तुलना में सटीक रूप से। प्रदर्शन विशेषताओं को घर्षण कंपोजिट, कठोरता, थर्मल स्थिरता, और मिट्टी के प्रकार के सिलिकेट्स के रूपात्मक पहलुओं और उनके प्रेरित संपर्क गतिशीलता की संपीड़ित कठोरता द्वारा नियंत्रित किया गया

था, जैसा कि इलेक्ट्रॉन माइक्रोस्कोपी-ऊर्जा-फैलाने वाले एक्स-रे स्पेक्ट्रोस्कोपी (एसईएम) को स्कैन करने से स्पष्ट है। -EDX) अध्ययन।

TABLE OF CONTENTS

LIST OF FIGURES

LIST OF TABLES

LIST OF ABBREVIATIONS

μ

μ- instantaneous: μ_i, 66

μ-performance: μ_p, 92

A

Aluminum: Al, 21

Aluminum oxide: Al_2O_3, 38

Amplitude of creep groan: $\Delta\mu$, 146

Analytical hierarchy process- technique for order performance by similarity to ideal solution: AHP-TOPSIS, 52

Applied load: L, 169

Artificial Neural Network: ANN, 54

Average friction coefficient: μ_{avg}, 153

Average surface roughness: R_a, 95

B

Barium: Ba, 21

Barium sulfate: $BaSO_4$, 39

Binder: B_n, 49

Brake wear debris: BWDs, 19

Brake wear dust: BWD, 4

C

Calcium: Ca, 21

Calcium carbonate: $CaCO_3$, 39

Carbon: C, 165

Cashew shell nut liquid: CSNL, 26

Closeness coefficient: CC_i, 174

Coefficient of determination: R^2, 199

CoF: μ, 71

Complex proportional assessment: COPRAS, 52

Composite friction materials: CFMs, 59

Copper: Cu, 21

Criteria importance through inter-criteria correlation: CRITIC, 52

Critical speed: V_c, 148

D

Damping parameter: Tan δ, 126

Derivative thermogravimetric analysis: DTGA, 105

Design of experiments: DOE, 53

Desirable: D, 49

Disc temperature rise: DTR, 66

Dynamic mechanical analysis: DMA, 72

E

Electric vehicles: EVs, 19

Elimination and Choice Expressing Reality: ELECTRE, 52

Energy-dispersive X-ray spectroscopy: EDX, 28

F

Fiber: F_b, 49

Field emission scanning electron microscopy: FESEM, 73

Filler: F_l, 49

First fade run: FFR, 64