

# ***Tribologische Optimierung von Industrieölen durch Nanofluide***

**Dissertation**

zur Erlangung des Grades

Doktor der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

der Fakultät für Physik  
der Universität Bielefeld

von

Alexander Beel

Bielefeld,

*27. Februar 2019*

***Erster Gutachter: Prof. Dr. Dario Anselmetti***

Experimentelle Biophysik &  
Angewandte Nanowissenschaften  
Fakultät für Physik, Universität Bielefeld

***Zweiter Gutachter: Prof. Dr. Andreas Hütten***

Dünne Schichten &  
Physik der Nanostrukturen  
Fakultät für Physik, Universität Bielefeld

## **Eidesstattliche Erklärung**

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel verwendet habe. Dritte haben keine geldwerten Leistungen erhalten, die im Zusammenhang mit dieser Arbeit stehen. Diese Arbeit wurde weder für eine staatliche oder wissenschaftliche Prüfung noch bei einer anderen Hochschule als Dissertation eingereicht. Die geltende Promotionsordnung der Fakultät für Physik ist mir bekannt.

Bielefeld, den 27.02.2019

(Alexander Beel)

Copyright © 2019 Alexander Beel

Universität Bielefeld, Fakultät für Physik

Experimentelle Biophysik & Angewandte Nanowissenschaften

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
2	Grundlagen.....	4
2.1	Tribologie.....	6
2.2	Reibung.....	7
2.3	Verschleiß.....	9
2.4	Schmierstechnik.....	11
2.5	Viskosität.....	15
2.6	Schmierstoffe.....	17
2.6.1	Grundöl.....	17
2.6.2	Additive.....	18
2.7	Formulierungstechnik.....	21
2.8	Werkstoffe.....	26
2.8.1	Metallbindung.....	26
2.8.2	Eisen-Kohlenstoff-Legierung.....	29
2.8.3	Wärmebehandlung.....	31
2.9	Oberflächentechnologie.....	33
2.9.1	Rauheit.....	33
2.10	Nanotechnologie.....	35
2.10.1	Nanostrukturierte Teilchen.....	35
2.10.2	Herstellprozess der nanostrukturierten Partikel.....	37
2.11	Design of Experiments.....	39
3	Materialien und Methoden.....	41
3.1	Untersuchung der tribologischen Kennwerte.....	41
3.1.1	Rotationstribometer RT8000.....	41
3.1.2	Kontaktkonfigurationen.....	42
3.1.3	Scheibe–Scheibe Messungen.....	42
3.1.4	Kugel-Scheibe Messungen.....	43
3.1.5	Prüfkörper.....	44



3.1.6	Oberflächenvorbehandlung der Prüfkörper .....	46
3.1.7	Standard-Versuchsparameter .....	49
3.1.8	Wiederholgenauigkeit des Tribometers .....	51
3.2	Untersuchung der Werkstoffkennwerte und der Oberflächentopographie .....	52
3.2.1	Rasterkraftmikroskop .....	52
3.2.2	Dual-Beam-System .....	53
3.2.3	Profilometer .....	55
3.2.4	Dynamische Lichtstreuung .....	55
3.2.5	Härteprüfung .....	56
3.2.6	Ultraschallhomogenisator .....	57
3.2.7	Rheometer .....	57
3.3	Formulierung der Dispersion .....	58
3.4	Standard-Dispersion .....	58
3.5	Einfluss der Bestandteile des Additivpakets .....	59
3.5.1	Nexbase® 3043 .....	61
4	Ergebnisse und Diskussion .....	63
4.1	Nachweis der Reibungsreduktion durch nanostrukturierte Partikel.....	63
4.2	Einfluss der Versuchsparameter auf die reibungsreduzierende Wirkung...	66
4.2.1	Einfluss des Materials .....	66
4.2.2	Einfluss des Grundöls .....	72
4.2.3	Einfluss der Partikelkonzentration .....	76
4.2.4	Einfluss des Dispergiervfahrens .....	80
4.2.5	Einfluss der Dispergieradditive .....	82
4.2.6	Einfluss der Partikelart .....	85
4.2.7	Einfluss des Druckes .....	91
4.2.8	Einfluss der Geschwindigkeit .....	97
5	Diskussion zur Reibminderung durch nanostrukturierte Partikel .....	102
5.1	Viskosität .....	104
5.2	Kugellagereffekt .....	106

5.3	Schichtbildung.....	110
5.4	Nano-Politur .....	119
5.5	Modellbildung zur Reibminderung durch nanostrukturierte Partikel .....	131
6	Zusammenfassung und Ausblick .....	133
7	Danksagung.....	135
8	References .....	137
	Abbildungsverzeichnis .....	148
	Tabellenverzeichnis .....	153
	Abkürzungsverzeichnis.....	154
	Publikationen.....	156

## 1 Einleitung

Das Wissenschafts- und Technikgebiet der Tribologie wurde im Jahr 1966 von Peter Jost nach einer umfassenden Studie [2,3] zur volkswirtschaftlichen Bedeutung von Reibung und Verschleiß geprägt. Der Begriff der Tribologie entstand zur selben Zeit und setzt sich aus den griechischen Wörtern „tribos“ (reiben) und „logia“ (Lehre von) zusammen. Nach [3] wird die Tribologie wie folgt definiert: „Tribologie ist die Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung. Sie umfasst das Gesamtgebiet von Reibung und Verschleiß, einschließlich Schmierung und schließt entsprechende Grenzflächenwechselwirkungen sowohl zwischen Festkörpern als auch zwischen Festkörpern und Flüssigkeiten oder Gasen ein“.

Jedoch entstammt lediglich die Fachterminologie Tribologie neueren Ursprungs. Die erste Dokumentation tribologischer Vorgänge geht auf den gezielten Einsatz eines Schmierstoffes beim Transport einer ägyptischen Statue auf das Jahr um 1880 v. Chr. zurück. Dargestellt sind 172 Menschen, welche einen ca. 60 t schweren Koloss auf einem Schlitten ziehen. Auf dem Schlitten steht ein Mensch, der eine Flüssigkeit, wahrscheinlich ein Schmiermittel vor den Schlitten gießt (siehe Abbildung 1).

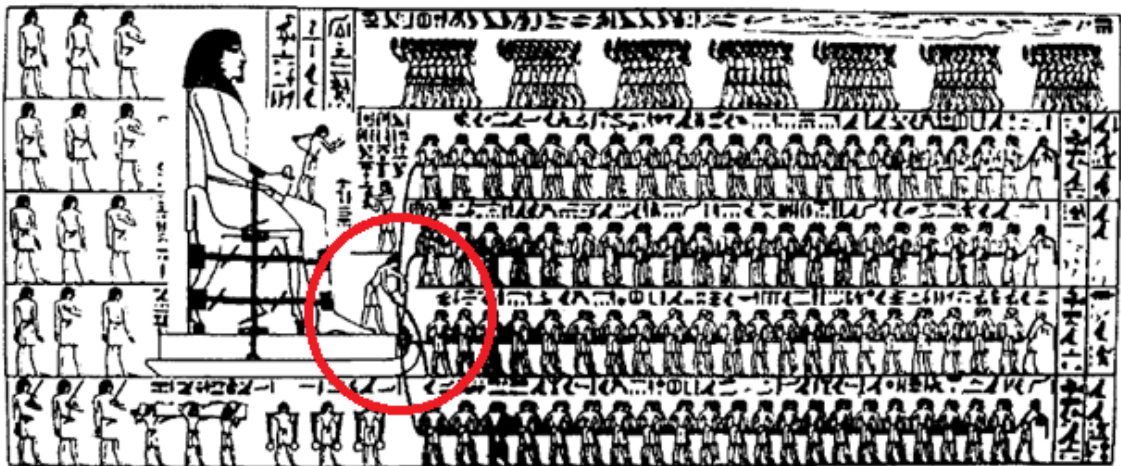


Abbildung 1: Transport einer ägyptischen Statue um 1880 v. Chr. (Grab des Tehuti-Heteb, El-Bersheh) [4]

Auch in der heutigen Zeit ist das Potential der Tribologie von großem Ausmaß. So werden 20 % (103 EJ) des weltweiten Energieverbrauchs dazu benötigt, tribologische Kontakte zu überwinden und weitere 3 % (16 EJ) werden zur Wiederherstellung verschlissener Bauteile benötigt [5]. Das Potential der Einsparung der Reibungsverluste durch neuartige Technologien, z.B. in der Schmierstoff- und

Materialforschung wird auf 40 % beziffert, was ca. 1,4 % des Bruttosozialproduktes entspricht [5]. Auch andere Studien [6] sehen für Industrienationen das Einsparpotential durch Anwendung neuester tribologischer Techniken bei 1 % bis 1,4 % des Bruttosozialproduktes.

Ein aktuelles Forschungsgebiet in der Schmierstofftechnik zur Vermeidung von Reibung und Verschleiß stellt die Additivierung von Schmierstoffen mit nanostrukturierten Partikeln dar. Auch an der Universität Bielefeld am Lehrstuhl für Experimentelle Biophysik und Angewandte Nanowissenschaften (Prof. Dr. Dario Anselmetti) wurde bereits eine Schmierstoffformulierung auf Basis von TiO<sub>2</sub>-nanostrukturierten Partikeln (NP) entwickelt, welche sowohl die Reibung als auch den Verschleiß minimiert [7,8]. Diese Verbesserung der tribologischen Eigenschaften durch TiO<sub>2</sub>-NP wird zudem durch andere Studien [8–16] bestätigt. Es wird zudem berichtet, dass auch andere nanostrukturierte Partikel zu einer Reibverminderung führen, wie z.B. Siliziumdioxid [8], Aluminiumoxid [9,15–17], Kupferoxid [9,18], aber auch Kombinationen aus Nanodiamanten und Graphen [19]. Es existieren jedoch auch Studien, welche die verbesserten tribologischen Eigenschaften durch nanostrukturierte Partikel lediglich unter ausgewählten Bedingungen bzw. Testkonfigurationen feststellen können [15]. Der genaue Mechanismus der Reibverminderung durch nanostrukturierte Partikel ist nicht hinreichend erforscht. Es existieren jedoch mehrere Theorien. So wird von einem möglichen Kugellagereffekt berichtet [9,13]. Die Partikel stellen nach dieser Theorie Kugeln zwischen den Reibflächen dar und führen zu einer Umwandlung einer Gleitreibung in eine Roll- bzw. Wälzreibung. Andere Studien berichten von einem Poliereffekt [20], bei welchem die Partikel die Funktion eines Poliermittels einnehmen und zu einer glatten Oberfläche führen. Eine weitere Theorie beruht auf dem Prinzip der „structural lubricity“ [21], wo die nanostrukturierten Partikel, welche sich u.a. in den Rauheitstälern ablagern, eine Verzahnung der Kontaktoberflächen verhindern. Zudem wird auch von Ablagerungen der nanostrukturierten Partikel auf der Oberfläche berichtet [8].

In einem gemeinsamen Forschungsvorhaben der Universität Bielefeld und der Firma Evonik Resource Efficiency GmbH werden TiO<sub>2</sub>-NP Systeme als Schmierstoffadditive weitergehend untersucht. Ziel dieser Arbeit ist es, den Parameterraum näher einzugrenzen, bei dem die nanostrukturierten Partikel eine Reib- bzw. Verschleißminimierung bewirken. Hier sollen insbesondere Parameter des tribologischen Systems, wie beispielsweise der Druck, Werkstoffpaarungen oder die Schmierstoffdispersionen variiert und so untersucht werden. Des Weiteren soll der

---

Mechanismus der Reib- und Verschleißminderung durch nanostrukturierte Partikel näher untersucht werden.

Zur Bewerkstelligung der im vorherigen beschriebenen Aufgabe wird zunächst das tribologische System betrachtet und in seine einzelnen Bestandteile zerlegt. Anschließend werden die einzelnen Bestandteile theoretisch beschrieben, um daraus abzuleiten, welche Parameter im Rahmen dieser Arbeit experimentell untersucht werden. Es folgt eine Beschreibung des experimentellen Versuchsaufbaus, der Messmittel sowie deren Methodiken. Im Folgenden werden die ermittelten Parameter in dem beschriebenen Versuchsaufbau variiert, um so die Parameter einzugrenzen, bei dem die nanostrukturierten Partikel zu einer Minimierung der Reibung bzw. des Verschleißes führen. Basierend auf den Ergebnissen dieser Versuchsdurchführung wird der Reibmechanismus der nanostrukturierten Partikel in Schmierölen genauer analysiert. Es werden weitere experimentelle Untersuchungen durchgeführt, um gezielt mögliche Mechanismen auszuschließen bzw. eine nähere Eingrenzung vorzunehmen.

## 2 Grundlagen

In diesem Kapitel sollen die einzelnen Bestandteile des tribologischen Systems theoretisch beschrieben werden, um aus diesen Grundlagen die Versuchsparameter der experimentellen Durchführung abzuleiten.

Ein System besteht nach [22] aus Eingangsgröße, einem Belastungskollektiv (aufgeteilt in kontrollierbare und nicht kontrollierbare Faktoren) und Ausgangsgrößen bzw. Messgrößen.

Ziel dieser Arbeit ist es, eine Reibungs- bzw. Verschleißminimierung durch die Additivierung eines Schmieröls mit nanostrukturierten Partikeln zu erzielen und genauer zu beschreiben. Folglich stellen die Reibung und der Verschleiß die Ziel- bzw. Messgrößen dar und müssen notwendigerweise theoretisch betrachtet werden. Nach [23] beeinflussen die Größen des Beanspruchungskollektives wie beispielsweise die Pressung oder Geschwindigkeit die Messgrößen (siehe Abbildung 2).

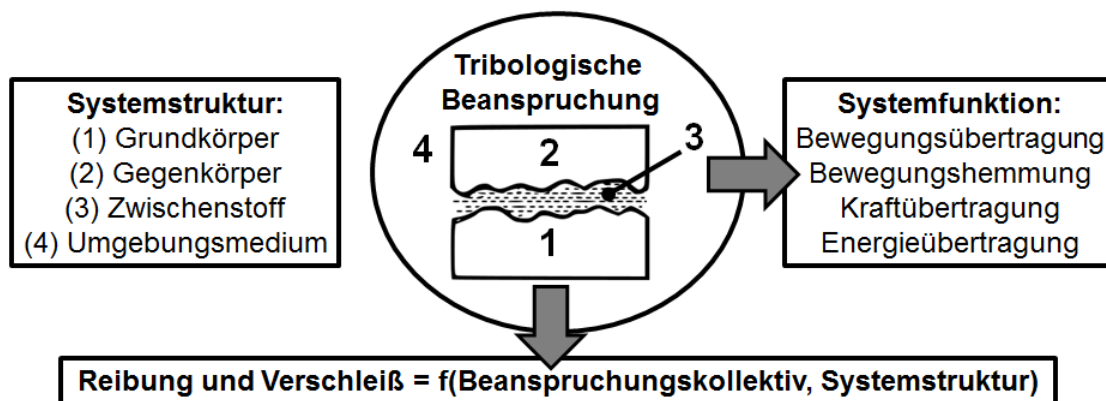


Abbildung 2: Struktur eines Tribosystems in Anlehnung an [23]

Die Eingangsgrößen stellen das tribologische System dar, welches sich nach [23] aus folgenden vier Strukturelementen zusammensetzt: Grundkörper, Gegenkörper, Zwischenstoff und Umgebungsmedium. Der Grund- und Gegenkörper sind die Proben, welche aus unterschiedlichsten Werkstoffen und Oberflächen bestehen können. Folglich müssen sowohl die Werkstoffkunde als auch die Oberflächenbeschaffenheit theoretisch genauer betrachtet werden.

Da beide Proben vollständig mit dem Schmierstoff bedeckt sind, stellt dieser den Zwischenstoff bzw. das Umgebungsmedium dar. Um eine stabile Formulierung aus einem Schmieröl und nanostrukturierten Partikeln herzustellen, ist es notwendig, sich theoretisch dem Gebiet der Schmierstoff- bzw. Formulierungstechnik zu befassen. Da

das Innovative dieser Formulierung die nanostrukturierten Partikel darstellen, soll auch eine Einführung in die Nanotechnologie erfolgen.

## 2.1 Tribologie

Obwohl sich die heutige Technik stark von der Technik früherer Zeiten unterscheidet, verbindet die Historie mit der Gegenwart das Streben Reibung- und Verschleißverluste zu minimieren. Aufgrund dessen wurden bereits grundlegende Gesetzmäßigkeiten der Reibung weit in der Vergangenheit erkannt. So veröffentlicht Amontons bereits im Jahre 1699 Gesetze zur trockenen Reibung [24]:

- Die Reibkraft  $F_R$  ist proportional zur Normalkraft  $F_N$ :

$$F_R = \mu \cdot F_N \quad (1)$$

mit dem Reibungskoeffizienten  $\mu$  (auch Reibwert oder Reibungszahl genannt)

- Die Reibkraft ist unabhängig zur scheinbaren Kontaktfläche

Bereits in einem Alter von zwölf Jahren soll sich Leonard Euler mit der Beschreibung der Reibung beschäftigt haben und erkannt haben, dass die Haftreibung die Gleitreibung überschreitet [25]. Jedoch stammen erste Untersuchungen der Haftreibung von Charles Augustin Coulomb, welche im Buch von Gillmor beschrieben sind [26]. Er hat zudem die Reibung als eine Funktion vieler Faktoren beschrieben, welche nach Coulomb abhängig ist von folgenden Faktoren [27]: Material der Kontaktpartner, Oberflächenbeschaffenheit, Schmierung, Gewicht (Normalkraft), Kontaktfläche, Deformation, geometrische Orientierung der Oberflächen (parallel oder orthogonal zur Holzmaserung), Geschwindigkeit, Temperatur, Luftfeuchte, Bewegungszustand und dem Luftdruck.

Mit zunehmender Industrialisierung gewann die Betrachtung der Reibung nochmals an Bedeutung sowie die Minimierung derer durch eine Schmierung. So wurden grundlegende Erkenntnisse zur Schmierung im 19. Jahrhundert gelegt. So hat Beauchamp Tower experimentell festgestellt, dass sich ein tragfähiger Schmiermittelfilm selbsttätig aufbaut [28]. Die theoretischen Grundlagen zur hydrodynamischen Schmierung wurden von Reynolds gelegt [29].



## 2.2 Reibung

Der Begriff der Reibung wird in der heutigen Literatur mit unterschiedlichen Schwerpunkten definiert. Eine verbreitete Definition nach [30] beschreibt die Reibung als eine Kraft: „Die Reibung ist eine Kraft in der Berührfläche von zwei Stoffbereichen, die deren tangentielle Relativbewegung hemmt (Bewegungsreibung) oder verhindert (Ruhereibung). Ihr Vektor ist eine gemeinsame Tangente der makroskopischen Oberfläche der Stoffbereiche“. Eine Reibung ist auf Wechselwirkungen zwischen den Reibpartnern zurückzuführen [31]. Sie stellt eine Energiedissipation dar und entsteht aus mehreren im Kontaktbereich ablaufenden einzelnen Reibmechanismen. In der aktuellen Literatur werden vier Reibmechanismen [31] beschrieben: Die Adhäsion, die plastische Deformation, die Furchung und die elastische Hysterese (Dämpfung) [23]. Alle vier Reibmechanismen sind schematisch in Abbildung 3 gezeigt.

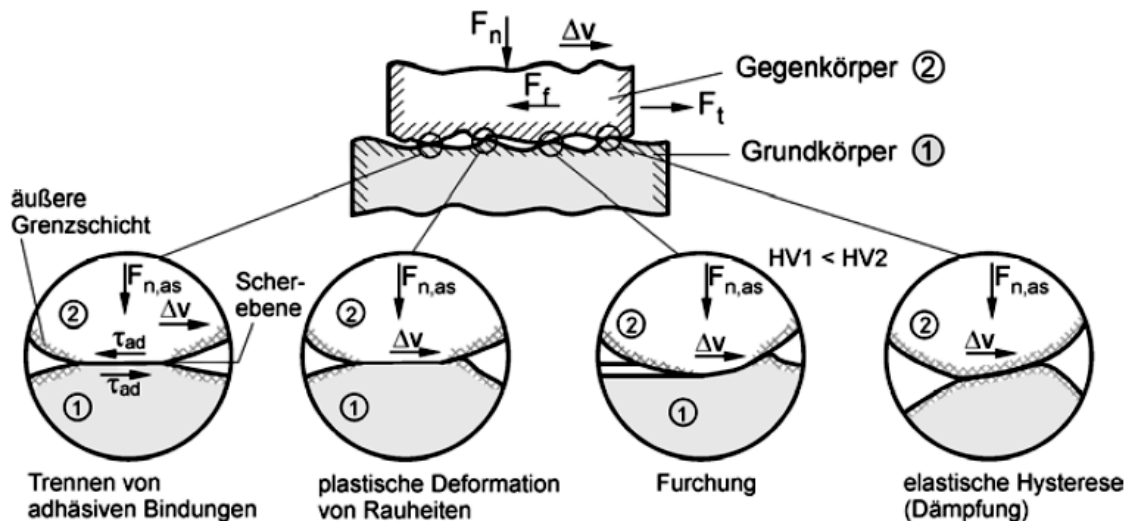


Abbildung 3: Grundlegende Reibungsmechanismen bei mikroskopischer Betrachtungsweise [32]

Der Reibanteil der Adhäsion beruht darauf, dass in den Kontaktflächen aufgebaute atomare und molekulare Bindungen durch eine Relativbewegung wieder getrennt werden [31]. Des Weiteren wird Energie dafür aufgewendet, Rauheitshügel plastisch zu deformieren, was unter der gleichnamigen plastischen Deformation zu verstehen ist. Besonders bei Materialpaarungen mit unterschiedlichen Härten dringen die Rauheitshügel des härteren Materials in den weichen Gegenkörper ein. Bei anliegender Relativbewegung wird der Widerstand des Materials gegenüber der Furchung als eine Reibungskomponente angesehen. Der Anteil der Hysterese beruht auf der inneren Reibung und besitzt eine dämpfende Wirkung. Gitterschwingungen sind die Folge dieses Reibmechanismus [23]. In der Praxis überlagern sich die

Reibungsmechanismen mit nicht erfassbaren, zeitlich und örtlich wechselnden Anteilen, welche experimentell charakterisiert werden können [23].

Je nach Art der Relativbewegung der Kontaktpartner wird die Reibung zudem in drei verschiedene Reibungsarten kategorisiert:

- Gleitreibung: „Unter Gleiten wird eine translatorische Relativbewegung zweier Körper verstanden, bei denen ihre jeweilige Einzelgeschwindigkeiten nach Größe oder Richtung unterschiedlich sind“ [23].
- Rollreibung: Es wird von Rollen gesprochen, „bei einem Drehkörper, dessen Drehachse parallel zur Kontaktfläche angeordnet ist, und dessen Bewegungsrichtung senkrecht zur Drehachse verläuft“ [23]:
- Bohrreibung: Es wird von Bohren gesprochen, „bei rotatorischer Relativbewegung zwischen Körpern, deren Drehachse senkrecht zur Kontaktfläche steht“ [33].

Diese drei Reibungsarten können sich zudem überlagern. Beispielsweise stellt eine Kombination aus einer Gleit- und Rollreibung eine Wälzreibung dar. Die anderen Kombinationsmöglichkeiten sind dem Reibungsdreieck in Abbildung 4 zu entnehmen.

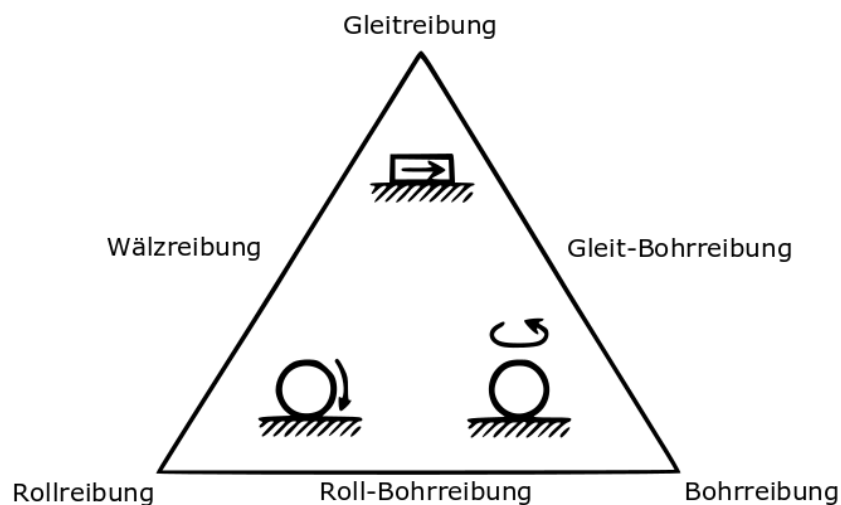


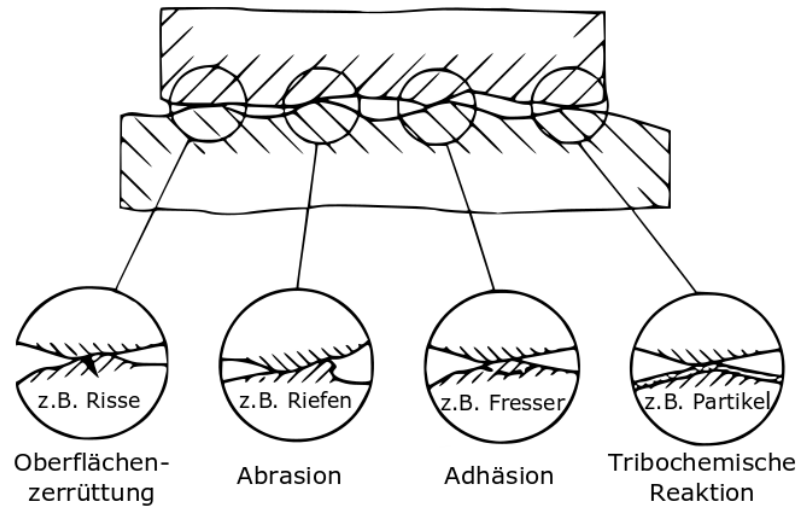
Abbildung 4: Einteilung der Reibungsarten nach der Kinematik („Reibungsdreieck“) in Anlehnung an [23]

## 2.3 Verschleiß

Eine nicht minder hohe Bedeutung besitzt der Verschleiß. Der Begriff des Verschleißes wird nach DIN 50320 (zurückgezogen) [34], wie folgt definiert: „Verschleiß ist der fortschreitende Materialverlust an der Oberfläche eines festen Körpers, hervorgerufen durch mechanische Ursachen, d.h. Kontakt und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers“.

In entsprechender Fachliteratur [23,35] wird der Verschleiß nach ihren physikalischen (Verschleiß-) Mechanismen (siehe Abbildung 5) unterteilt:

- **Abrasiver Verschleiß:** Rauheitsspitzen eines härteren Materials dringen in ein weicheres Material ein. Bei einer Bewegung werden Furchen in Gleitrichtung in das weichere Material geschnitten [35].
- **Adhäsiver Verschleiß:** Weisen die Reibpartner vergleichbare Härten auf, tritt vermehrt adhäsiver Verschleiß auf. Der adhäsive Verschleiß kann mit einem Zusammenschweißen von Mikrorauigkeiten erklärt werden. In Folge dessen werden Volumenelemente (Verschleißteilchen) aus der Oberfläche herausgelöst [35].
- **Korrosiver Verschleiß:** Aufgrund von tribochemischen Reaktionen in der Kontaktstelle durch Wechselwirkungen zwischen den Reibpartnern und der Umgebung bzw. Zwischenmedien entstehen Reaktionsschichten. Eine Relativbewegung führt dazu, dass sich ständig neue tribochemische Schichten bilden und abgetragen werden [23].
- **Oberflächenermüdung oder Oberflächenzerrüttung:** Tribologische Wechselbeanspruchungen führen zu Ermüdung und Rissbildungen in Oberflächenbereichen. Häufig ist dieser Verschleißmechanismus durch Bildung von Grübchen gekennzeichnet [23].



**Abbildung 5: Schematische Darstellung der Verschleißmechanismen in Anlehnung an [36]**

## 2.4 Schmierungstechnik

Schmierstoffe werden in tribologischen Systemen eingesetzt, um die Reibung und den Verschleiß zu reduzieren [23]. Durch eine Schmierung werden zwei gegeneinander bewegte und belastete Oberflächen durch die Einbringung eines Zwischenstoffes (Schmierstoff) ganz bzw. teilweise voneinander getrennt [31]. Je nach Trennungsgrad der Oberflächen zueinander, wird zwischen vier Reibungszuständen unterschieden, welche in der folgenden Abbildung 6 beschrieben sind:

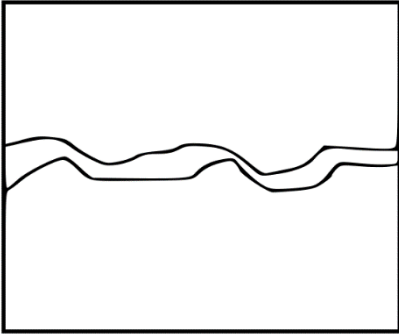
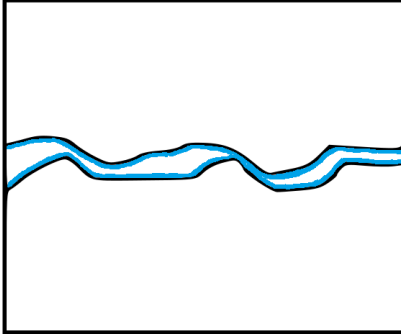
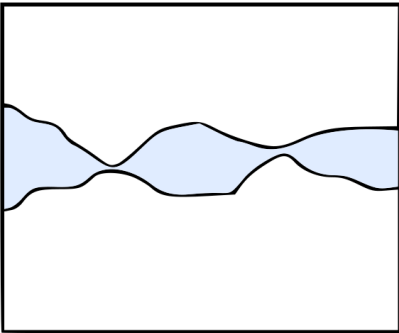
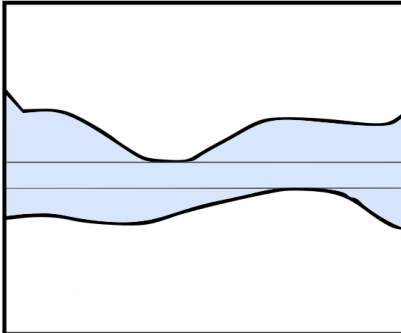
<p>Reine Festkörperreibung (<math>\frac{F_{Rf}}{F_N}</math>) [37]</p>	<p>Grenzschichtreibung [37]</p>
	
<p>- Unmittelbarer Kontakt der Reiboberflächen</p>	<p>- Die Oberflächen der Reibpartner sind mit einem dünnem reibungsmindernden Schmierstoffilm bedeckt</p>
<p>Mischreibung (<math>\frac{F_{Rf}}{F_N} + \frac{F_{Rh}}{F_N}</math>) [37]</p>	<p>Flüssigkeitsreibung (<math>\frac{F_{Rh}}{F_N}</math>) [37]</p>
	
<p>- Die Schmierfilmdicke ist nicht ausreichend dick, um die Oberflächen vollständig voneinander zu trennen. Rauheitshügel berühren sich.</p>	<p>- Die Oberflächen der Reibpartner sind vollständig von einem Schmierfilm voneinander getrennt.</p>

Abbildung 6: schematische Darstellung der Reibungszustände

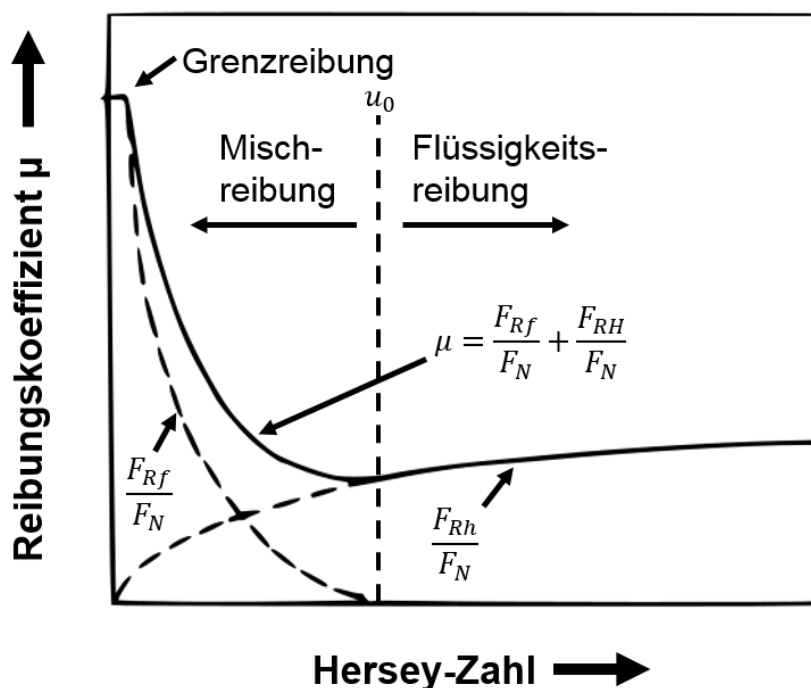
Reibungsart und -zustand sind entscheidende Größen für die zu erwartende Reibung. In der Tabelle 1 sind die zu erwartenden Größenordnungen von Reibungskoeffizienten

$\mu$  (siehe Gleichung 1) für die verschiedenen Reibungsarten und -zustände zu entnehmen.

Reibungsart	Reibungszustand	Reibungskoeffizient $\mu$
Gleitreibung	Festkörperreibung	0,1 ... >1
	Grenzreibung	0,01 ... 0,2
	Mischreibung	0,1 ... 0,1
	Flüssigkeitsreibung	0,001 ... 0,01
Rollreibung	Mischreibung	0,001 ... 0,005

**Tabelle 1: Reibungszahl-Größenordnungen für verschiedene Reibungsarten und -zustände in Anlehnung an [38]**

Die Abhängigkeit der unterschiedlichen Reibungszustände von den Parametern Pressung, Viskosität und Geschwindigkeit wurden von Richard Stribeck entdeckt [39]. Seine Erkenntnisse hat er in einer Kurve verdeutlicht, der sogenannten Stribeck-Kurve.



**Abbildung 7: Stribeck-Kurve in Anlehnung an [40]**

Dafür wird der Reibungskoeffizient  $\mu$  gegen die sogenannte Hersey-Zahl aufgetragen, welche nach [41] wie folgt definiert ist:

$$H = \frac{\eta \cdot u}{p} \quad (2)$$

mit  $H =$  Hersey-Zahl,  $\eta =$  Viskosität,  $u =$  Geschwindigkeit und  $p =$  Pressung. In Abbildung 7 ist eine Stribeck-Kurve dargestellt. Häufig findet man auch eine Auftragung des Reibungskoeffizienten  $\mu$  gegen die Geschwindigkeit  $u$  bei konstanter Pressung  $p$  und konstanter Viskosität  $\eta$ . Die Stribeck-Kurve setzt sich aus zwei Anteilen zusammen: Dem Anteil der reinen Flüssigkeitsreibung  $F_{RH}/F_N$  (annähernd parabelförmiger Verlauf) sowie dem Anteil der Festkörperreibung  $F_{RF}/F_N$ . Im Mischreibungsgebiet wirken lokal und zeitlich wechselnde Anteile der Flüssigkeits- und Festkörperreibung, welche sich mithilfe eines Kräftegleichgewichtes zusammenfassen lassen. Ab der Geschwindigkeit  $u_0$  stimmt die Stribeck-Kurve mit dem Anteil der Flüssigkeitsreibung völlig überein und es gelten die Beziehungen der hydrodynamischen Schmierung [40].

Bei einer hydrodynamischen Schmierung entsteht ein trennender Flüssigkeitsfilm zwischen den Kontaktflächen, der einen verschleiß- und reibungsarmen Betrieb ermöglicht. Den maßgeblichen Anteil an der Reibung besitzt die innere Reibung des Schmiermittels, welche von der Viskosität bestimmt wird [42]. Im Jahre 1886 entwickelte Reynolds aus der Navier-Stokes-Gleichung die Grundgleichung für die hydrodynamische Schmierung unter Zuhilfenahme einiger Vereinfachungen, wie u.a.:

- Trägheitswirkungen im Fluid werden vernachlässigt.
- Die Filmdicke  $h$  ist im Verhältnis zur Restgeometrie klein.
- Der Schmierstoff weist ein Newtonsches Fließverhalten auf.
- Es gelten die Stokes'schen Haftbedingungen.
- Die Oberflächen sind ideal glatt.

Die Grundgleichung für die hydrodynamische Schmierung hängt von drei Termen dem Keil-Term (1), dem Dehnungs-Term (2) und dem Quetsch-Term (3) ab [42].

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{h^3}{\eta} \frac{\partial p}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( \frac{h^3}{\eta} \frac{\partial p}{\partial z} \right) = 6 \left( \underbrace{(u_1 - u_0) \frac{\partial}{\partial x}}_{(1) \text{Keil-Term}} + \underbrace{h \frac{\partial}{\partial x} (u_1 - u_0)}_{(2) \text{Dehnungs-Term}} + \underbrace{2 \frac{\partial h}{\partial t}}_{(3) \text{Quetsch-Term}} \right) \quad (3)$$

mit  $x =$  Abszissenkoordinate,  $z =$  Ordinatenkoordinate,  $u =$  Geschwindigkeiten der Platten,  $p =$  örtlicher Druck,  $h =$  Filmdicke und  $\eta =$  dynamische Viskosität. Zur besseren Verdeutlichung sind die einzelnen Terme der Grundgleichung für die hydrodynamische Schmierung in Abbildung 8 schematisch dargestellt.

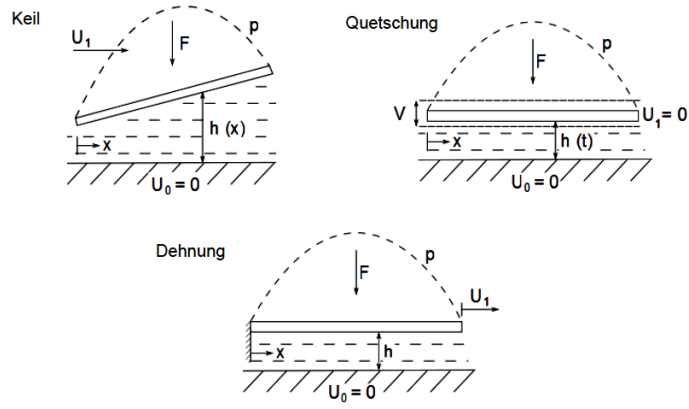


Abbildung 8: Traganteile ölgeschmierter Gleitflächen [42]



## 2.5 Viskosität

Die Bedeutung der Viskosität in der Schmierung kann zum einen durch den direkten Zusammenhang der Reibung mit der (Schmierstoff-)Viskosität in der Stribeck-Kurve verdeutlicht werden. Zum anderen wird durch die Grundgleichung der hydrodynamischen Schmierung der Aufbau eines Schmierfilms mit der Viskosität in Zusammenhang gesetzt. Wird die Viskosität eines Schmierstoffes zu niedrig ausgewählt, bildet sich unter Umständen kein tragfähiger Film aus. Wird die Viskosität zu hoch gewählt, steigt die innere Reibung unnötigerweise an.

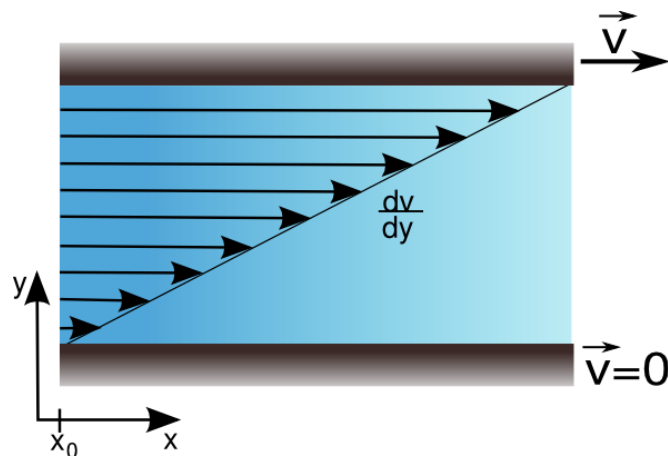


Abbildung 9: Das Zwei-Platten-Modell [43]

Im Allgemeinen wird als Viskosität die Zähigkeit einer Flüssigkeit bezeichnet [43,44]. Mithilfe des Zwei-Platten-Modells (siehe Abbildung 9) wird die Viskosität genauer definiert: Zwischen zwei Platten der Fläche  $A$  mit dem Abstand  $y$  zueinander befindet sich eine Flüssigkeit. Die obere Platte wird nun mit einer Geschwindigkeit  $v$  bewegt. Die oberste Schicht des Flüssigkeitsfilms haftet an dieser Platte, während die innen liegenden Schichten linear mit abnehmenden Geschwindigkeiten in Richtung der ruhenden Platte bewegt werden. Um die obere Platte überhaupt in Bewegung versetzen zu können, ist eine Kraft  $F$  notwendig, die wie folgt definiert ist [43]:

$$F = \eta \cdot A \cdot \frac{dv}{dy} \quad (4)$$

Dabei definiert der Proportionalitätsfaktor  $\eta$  die dynamische Viskosität. In der Literatur wird die dynamische Viskosität  $\eta$  zudem häufig über die Scherung  $\tau$  und dem Geschwindigkeitsgefälle  $\dot{\gamma}$  definiert. Dabei wird die Scherung  $\tau$  als das Verhältnis von Kraft  $F$  durch die Fläche  $A$  definiert [43]:

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (5)$$

Das Geschwindigkeitsgefälle  $\dot{\gamma}$  ist wie folgt definiert[43]:

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dy} \quad (6)$$

Folglich kann die dynamische Viskosität  $\eta$  auch mithilfe der Scherung  $\tau$  und des Geschwindigkeitsgefälles  $\dot{\gamma}$  ausgedrückt werden [43]:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (7)$$

Zudem existiert die kinematische Viskosität  $\nu$ , welche über die Dichte  $\rho$  in direktem Zusammenhang mit der dynamischen Viskosität  $\eta$  steht [43]:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (8)$$

## 2.6 Schmierstoffe

Im Allgemeinen werden Schmierstoffe in Schmieröle, Schmierfette und Festschmierstoffe unterteilt [23]. Da in dieser Arbeit Dispersionen auf Basis eines Schmieröls untersucht werden, werden diese in diesem Kapitel näher beschrieben.

Schmieröle setzen sich durchschnittlich zu 90% aus dem Grundöl und zu 10% aus chemischen Additiven zusammen [23].

### 2.6.1 Grundöl

Das Grundprodukt eines solchen Grundöls stellt Erdöl dar. Die Inhaltsstoffe eines Erdöls variieren nach Herkunft. So weist pennsylvanisches Erdöl hauptsächlich Alkane (gesättigte, acyclische Kohlenwasserstoffe) auf, während ein Erdöl aus Russland zu einem hohen Anteil aus Cycloalkanen (ringförmige Struktur gesättigter Kohlenwasserstoffe) besteht [45]. Um aus dem Erdöl ein Grundöl für Schmierstoffe herzustellen, sind nach [46] mehrere Verfahrensschritte notwendig, welche Abbildung 10 schematisch zeigt.

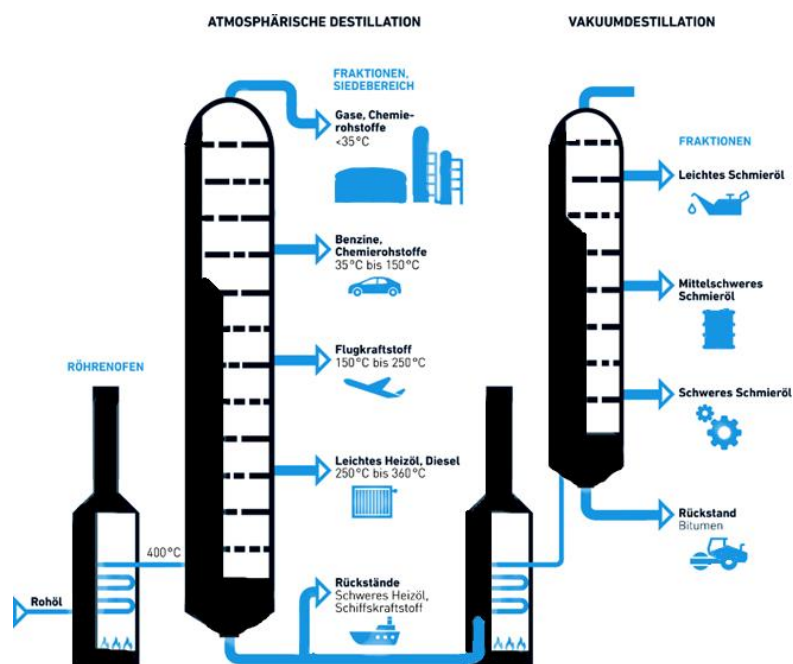


Abbildung 10: Schematische Darstellung Destillation des Erdöls [46]

Im ersten Verfahrensschritt -dem atmosphärischen Destillieren- wird das Erdöl bei Atmosphärendruck in Fraktionen aufgetrennt. Auf diese Weise werden leichte Bestandteile wie Gase, Benzine oder Diesel vom Erdöl getrennt. Im zweiten Verfahrensschritt -dem Vakuumdestillieren- wird der nicht verdampfte Rückstand im Vakuum ein zweites Mal erhitzt. Durch die niedrigere Siedetemperatur der einzelnen

Komponenten im Vakuum können die höhersiedenden Komponenten wie Spindelöle, mittelschweres Schmieröl und Zylinderöle getrennt werden.

Im dritten Verfahrensschritt, dem Cracken, werden die destillierten Erdölfractionen in Produkte mit kürzerer Kettenlänge (geringerem Siedepunkt) überführt. Die Schwingungen der Atome der Kohlenwasserstoffketten nehmen mit zunehmender Temperatur zu. Ab ca. 400°C ist die Schwingungsenergie so stark, dass die C-C-Bindungsenergie überwunden wird. Es entstehen Spaltprodukte mit kürzeren Kettenlängen [45].

Für das in dieser Arbeit verwendete Grundöl Nexbase® 3043 wird das Verfahren des Hydrocrackens verwendet. Hierbei handelt es sich um ein katalytisches Crackverfahren, welches in Gegenwart von Wasserstoff bei einem Druck von 80 bis zu 200 bar und Temperaturen von 270 bis 480°C stattfindet. Der Vorteil dieses Verfahrens besteht darin, dass Verunreinigungen wie Schwefel ebenfalls leicht abgetrennt werden. Zudem fängt der zugeführte Wasserstoff die entstehenden Radikale ab, sodass lediglich gesättigte Alkane entstehen. Aufgrund des hohen Bedarfs an Wasserstoff und den Reaktionsbedingungen entstehen beim Hydrocracken hohe Kosten [47].

### **2.6.2 Additive**

Weitere Bestandteile in konventionellen Schmierölen sind Additive. Bis in die 50er Jahre hinein wurden keine Schmierstoffadditive dem Grundöl hinzugegeben und Verschleißprobleme wurden lediglich mithilfe der Viskosität des Schmieröls gelöst [48]. Additive nehmen jedoch in der heutigen Zeit eine wichtige Rolle ein, um u.a. die CO<sub>2</sub>-Emissionen und den Kraftstoffverbrauch zu reduzieren [49]. Die Optimierung eines Schmieröls erfordert zudem den Einsatz mehrerer Additive. In einem heutigen Schmierstoff befinden sich eine Vielzahl von Additiven. Die einzelnen Additive können sich dabei gegenseitig unterstützen (Synergismus), jedoch auch gegenseitig stören (Antagonismus). Deshalb werden in der industriellen Praxis „Additivpakete“ oder komplett additivierte Schmierstoffe zusammengestellt, dessen Zusätze aufeinander abgestimmt sind [23]. Typische Aufgaben der Additive in einem Schmierstoff sind u.a. die Verringerung der temperaturabhängigen Viskositätsänderung (VI-Verbesserer), die Reibungsminimierung und die Verschleißminimierung. Da die in dieser Arbeit untersuchten nanostrukturierten Partikel ein neuartiges Schmierstoffadditiv darstellen, werden im Folgenden die Wirkungsweisen konventioneller Schmierstoffadditive betrachtet.

### 2.6.2.1 Viskositätsindex (VI)-Verbesserer

Der Viskositätsindex beschreibt die temperaturabhängige Veränderung der kinematischen Viskosität [50]. Da der Ausbau eines tragfähigen Schmierfilmes von der Viskosität abhängt (Vgl. Kapitel 0), hilft ein VI-Verbesserer die temperaturabhängige Viskositätsänderung zu reduzieren. Als VI-Verbesserer werden dem Schmierstoff langkettige Kohlenwasserstoffpolymere zugegeben. Bei niedrigeren Temperaturen liegen sie als Knäuel vor. Bei höheren Temperaturen entfalten sich die Polymere. Die damit verbundene Volumenzunahme führt zu einem Eindickeffekt mit Viskositätszunahme. Dieser Effekt wirkt somit der Viskositätsabnahme bei ansteigender Temperatur entgegen [51]. Schematisch ist die Wirkungsweise in Abbildung 11 dargestellt.

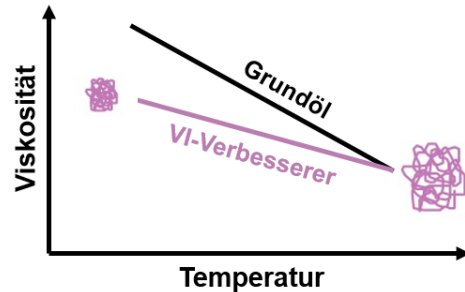


Abbildung 11: schematische Darstellung der VI-Verbesserer [1]

### 2.6.2.2 Friction-Modifier

Die sogenannten Friction-Modifier sind reibungssenkende Additive. Besonders im Mischreibungsbereich entfalten sie ihre Wirkung. Die amphiphilen Moleküle der Friction-Modifier lagern sich mit ihrem polaren Ende an der Metalloberfläche an. Die dabei entstehende Schicht lässt sich schwer komprimieren aber leicht an der Schnittstelle der Kohlenwasserstoffketten scheren [52]. Die schematische Wechselwirkung der Moleküle zeigt die Abbildung 12.

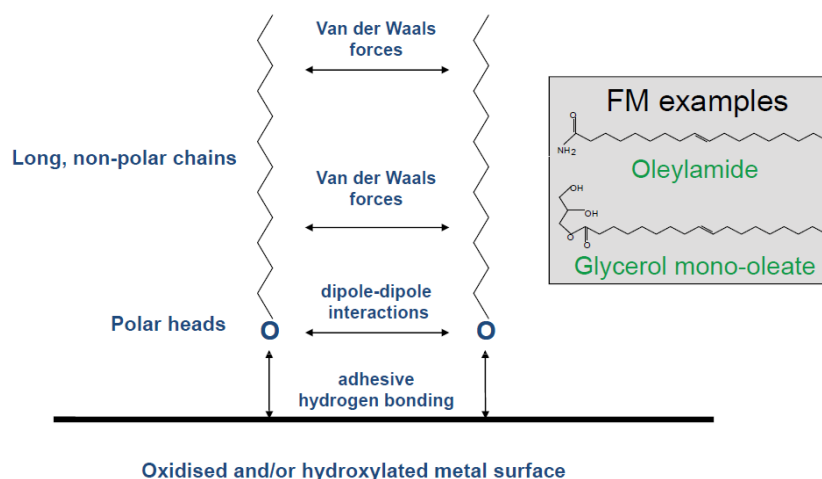


Abbildung 12: schematische Darstellung der Friction-Modifier [53]

### ***2.6.2.3 EP-Additive und Verschleißschutzadditive***

Extreme Pressure (EP)-Additive und Verschleißschutzadditive werden immer dann angewendet, wenn das tribologische System im Mischreibungsgebiet betrieben wird. Es lassen sich die chemisch reaktiven Additive von den physikalisch adsorptiv wirkenden Additiven unterscheiden. Die chemischen Zusätze bilden bei hohen Temperaturen (durch die Reibung im Mischreibungsgebiet) tribochemische Reaktionsschichten. Zinkdialkyldithiophosphate (ZnDDP) zählen zu den wirksamsten Zusätzen dieser Gruppe [54]. Zu den physikalisch adsorptiv wirkenden Additiven zählen u.a. Metallseifen und Ester, welche ebenfalls Zwischenschichten auf der Oberfläche bilden. Die im Mischreibungsgebiet relativ einfach abgescherten Schichten bilden sich ständig nach [23].

## 2.7 Formulierungstechnik

Die Verteilung eines dispersen Stoffes in einem Dispersionsmittel (kontinuierliche Phase) wird als kolloidal bezeichnet [55]. Genau durch diese Kolloidchemie wird unsere Formulierung des Nexbase® 3043 (kontinuierliche Phase) mit den TiO<sub>2</sub> NKT90 Nanopartikeln (disperse Phase) beschrieben. Nach [56] handelt es sich bei der in dieser Arbeit zu untersuchenden Formulierung um eine Suspension bzw. Dispersion. Alle Arten von zweiphasigen Gemischen sind in Tabelle 2 dargestellt.

		Disperse Phase		
		gasförmig	flüssig	fest
Kontinuierliche Phase	gasförmig	Gasmischung	Aerosol (flüssiger Teilchen), z.B. Nebel	Aerosol (fester Teilchen), z.B. Rauch
	flüssig	Schaum	Emulsion	Suspension/Dispersion

Tabelle 2: kolloidale Verteilungen in Anlehnung an [55]

Zwischen einer Suspension und einer Dispersion wird durch die Größe des festen Mediums unterschieden. Da die verwendeten TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikel einen hydrodynamischen Durchmesser zwischen 10 nm und 100 nm aufweisen, wird die verwendete Formulierung nach [55,57] als Dispersion klassifiziert. Werden größere Partikel (>100 nm) einem Medium zugesetzt, handelt es sich um eine Suspension.

Ziel ist es eine stabile Dispersion herzustellen, was nach [56] folgendes bedeutet: „Gesamtzahl und Größe der Partikel in der Dispersion dürfen sich im Verlauf der Zeit nicht verändern“. In Abbildung 13 werden sechs Prozesse illustriert, die zu einer instabilen Dispersion führen [57]:

- *Creaming*: Auf die Partikel wirkende Auftriebskräfte führen zu einer Entmischung der Dispersion. Die Partikel würden sich folglich über dem Öl ablagern.
- *Sedimentation*: Auf die Partikel wirkende Gewichtskräfte führen zu einer Ablagerung der Partikel auf dem Boden.

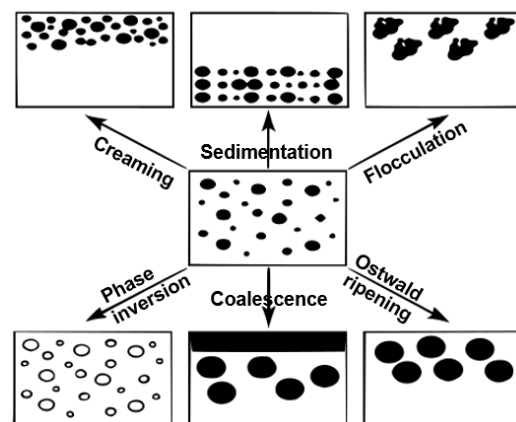


Abbildung 13: Prozesse einer instabilen Dispersion

- *Flockung*: Durch die Brownsche Molekularbewegung kommt es zu Kollisionen zwischen den Partikeln. Adhäsionskräfte unter den Partikeln führen zur Bildung von Clustern mehrerer Partikel (Reagglomeration).
- *Ostwald-Reifung*: Das Partikelsystem strebt an, ein Minimum an Oberflächenenergie zu erreichen. Dies führt dazu, dass die kleineren Partikel mit den größeren Partikeln zusammenwachsen.
- *Koaleszenz*: Eine stark fortschreitende Flockung führt zur Bildung zweier kohärenter Phasen.
- *Phaseninversion*: Bei z.B. auftretenden Temperaturwechseln kann es zu einem Wechsel der dispersen Phase mit der kontinuierlichen Phase kommen.

Der Prozess, eine Dispersion mit ausreichender Stabilität zu formulieren, lässt sich in drei Schritte einteilen [56]:

1. Benetzung der nanostrukturierten Partikel:

Unter einer Benetzung wird das Verhalten einer Flüssigkeit verstanden, welche in Kontakt mit der Oberfläche eines Feststoffes ist. Durch den Kontaktwinkel des Flüssigkeitstropfens auf der Oberfläche wird die Benetzung charakterisiert. Liegt ein Kontaktwinkel von größer als 90 Grad vor, wird von einer hydrophoben Oberfläche gesprochen. Ist der Kontaktwinkel kleiner als 90 Grad spricht man von hydrophilen Oberflächen. Wird die Oberfläche ideal benetzt, so breitet sich die Flüssigkeit vollständig aus (Kontaktwinkel von 0 Grad).

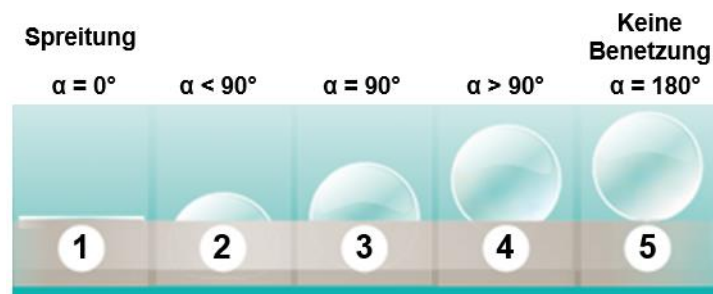


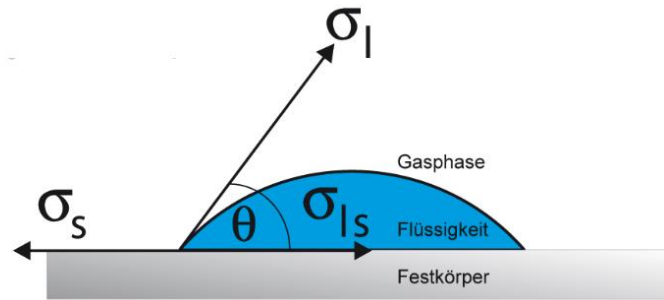
Abbildung 14: Charakterisierung benetzter Oberflächen [58]

Theoretisch wird der Kontaktwinkel durch die Youngsche-Gleichung [59] beschrieben:

$$\cos \theta = \frac{\sigma_s - \sigma_{ls}}{\sigma_l} \quad (9)$$

mit  $\theta$  = Kontaktwinkel,  $\sigma_s$  = freie Oberflächenenergie des Festkörpers,  $\sigma_{ls}$  = Grenzflächenenergie zwischen Flüssigkeit und Festkörper und  $\sigma_l$  = Oberflächenspannung der Flüssigkeit.





**Abbildung 15: Zusammenhang zwischen dem Kontaktwinkel und dem Benetzungsverhalten [60]**

In der vorliegenden Dispersion muss die Oberfläche der nanostrukturierten Partikel benetzt werden. Jene liegen jedoch nicht als glatte Oberfläche vor, sondern als Aggregate bzw. Agglomerate. Die Eindringgeschwindigkeit des Nexbase® 3043 in die Zwischenräume der Aggregate bzw. Agglomerate der Partikel lässt sich mathematisch durch die Washburn-Gleichung [61] beschreiben:

$$v = \frac{dl}{dt} = \frac{r}{2l\eta} \cdot \gamma \cos \theta \quad (10)$$

mit  $v$  = Eindringgeschwindigkeit,  $l$  = Eindringtiefe,  $t$  = Zeit,  $r$  = Kapillarradius,  $\eta$  = Viskosität (der kontinuierlichen Phase),  $\gamma$  = Oberflächenspannung und  $\theta$  = Kontaktwinkel.

Die Washburn-Gleichung zeigt, dass eine schnelle Benetzung durch grobe, lose gepackte Agglomerate (großer Kapillarradius) und einer niedrigen Viskosität begünstigt wird. Vom Netzadditiv werden diese beiden ersten Faktoren nicht beeinflusst, jedoch können die Oberflächenspannung und der Kontaktwinkel durch das Netzmittel eingestellt werden. Da sich eine hohe Oberflächenspannung bei gleichzeitig geringem Kontaktwinkel nicht realisieren lässt, wird durch ein Netzadditiv die Oberflächenspannung soweit reduziert bis der Kontaktwinkel nahe Null Grad liegt [62]. Folglich dient das Netzadditiv dazu, den Kontaktwinkel zwischen den nanostrukturierten Partikeln und dem Nexbase® 3043 zu reduzieren, um die Eindringgeschwindigkeit des Nexbase® in die Agglomeratstruktur (bzw. Aggregat) zu erhöhen. In dieser Arbeit dient Oleylamin als Netzmittel, welches bessere Absorption an TiO<sub>2</sub>-Nanopartikel gewährleistet als Ölsäure oder Oleylalkohol [63].

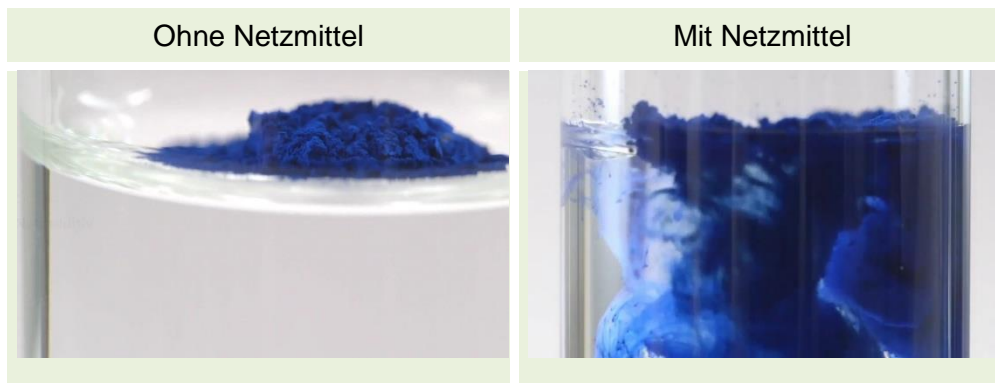


Abbildung 16: Pigmentbenetzung [62]

2. Zerkleinerung und Verteilung der Partikel in der kontinuierlichen Phase:  
In dieser Arbeit werden zur Zerkleinerung der Partikel in der kontinuierlichen Phase das Ultraschall Verfahren und die Zerkleinerung mittels der Wet-Jet-Mill angewendet.

3. Stabilisierung der nanostrukturierten Partikel:  
Um die nanostrukturierten Partikel vor Flockung zu schützen, werden diese stabilisiert. Es existieren zwei Stabilisierungsmaßnahmen: Die elektrostatische Stabilisierung und die sterische Stabilisierung.

Bei der elektrostatischen Stabilisierung wird die Oberfläche der Partikel durch Additive elektrisch aufgeladen. Das führt dazu, dass sich im angrenzenden Öl eine Grenzschicht mit entsprechenden Gegenionen bildet. Es bildet sich die sogenannte Stern-Doppelschicht, welche

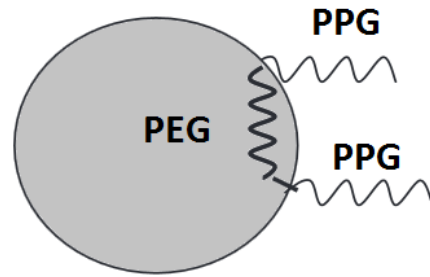


Abbildung 17: Schematische Darstellung der Doppelschicht [62]

sich aus einer absorptiv gebundenen und einer diffusiven Schicht zusammensetzt. Diese ist schematisch in Abbildung 17 dargestellt [62]. Eine effektive elektrostatische Stabilisierung von Partikeln in organischen Lösungsmitteln wird durch Phosphatester erzielt [64]. Das Hostaphat® 1306 ist ein solcher Phosphatester und führt in der TiO<sub>2</sub> Dispersion zur elektrostatischen Stabilisierung.

Die sterische Stabilisierung hingegen kann sowohl in wässrigen als auch in ölhaltigen Systemen erfolgen [57]. In dieser Arbeit dient das Additiv Pluronic®

RPE 2520 zur sterischen Stabilisierung der Dispersion. Das Pluronic® RPE 2520 besitzt einen Block aus Polyethylenglycol (PEG), welcher sich an die Partikeloberfläche anlagert. Hingegen ragen die beiden Polypropylenglycol-Ketten (PPG) in das Dispersionsmedium. Es bildet sich eine Polymerhülle um das Partikel.



**Abbildung 18: Schematische Darstellung des adsorbierten Pluronic® RPE 2520**

## 2.8 Werkstoffe

Alle technischen Produkte, abgesehen von Dienstleistungen, bestehen aus Werkstoffen, an welche ein Anforderungsprofil gestellt wird. Dieses kann beispielsweise mechanische, thermische, tribologische oder chemische Eigenschaften der Werkstoffe umfassen.

Eine der wichtigsten Werkstoffe in der Technik bilden die Stähle und die Gusswerkstoffe. So besitzen beispielsweise die Stähle einen Anteil von etwa 50% (2010) der in der Automobilindustrie eingesetzten Werkstoffe [23]. Jedoch werden neben den mechanischen Eigenschaften bei der Werkstoffauswahl auch ökologische, ökonomische und ästhetische Faktoren berücksichtigt [65]. So gewinnen Aluminium-Legierungen in der Automobilindustrie an Bedeutung, um Gewichtsreduzierungen [66] und folglich u.a. eine Kraftstoffersparnis bzw. eine Schadstoffminimierung zu erzielen. Beispielsweise besteht der Motorblock und der Zylinderkopf des Ingenium Motors von Jaguar Land Rover aus Aluminium, der 24 kg leichter ist und eine um 17 Prozent geringere Reibung aufweist als herkömmliche Motoren [67]. Aufgrund dessen werden die Stähle, Gusswerkstoffe und Aluminium-Legierungen im Folgenden näher betrachtet.

### 2.8.1 Metallbindung

Eine Einteilung der Werkstoffe erfolgt häufig nach ihrer Bindungsart, welche in

Abbildung 19 visualisiert ist [68].

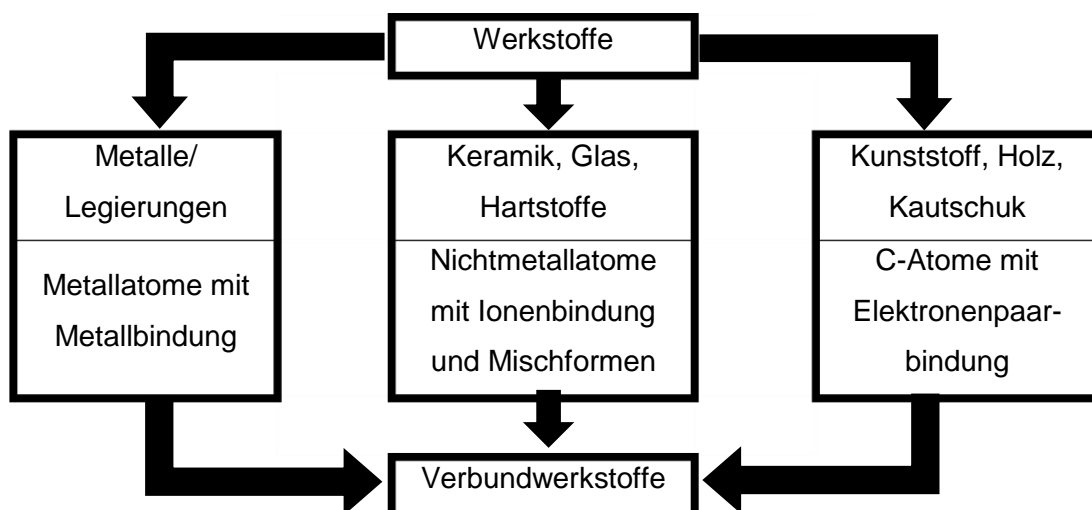


Abbildung 19: Grobeinteilung der Werkstoffe nach Bindungsart in Anlehnung an [2]



Bei den Werkstoffen, welche in dieser Arbeit untersucht werden, liegt eine Metallbindung vor. Im Vergleich zur Ionenbindung und zur kovalenten Bindung weist jene schwache Kräfte zwischen den Metallatomen auf [69]. Die Metallatome lagern sich in der Regel in kubischen oder hexagonalen Packungen aneinander. Jedes Metallatom stellt je nach seiner Wertigkeit ein oder mehrere Valenzelektronen dem Gesamtgitter zur Verfügung. Diese frei beweglichen Elektronen, das sogenannte „Elektronengas“, sind über das ganze Gitter verteilt und sorgen für den Zusammenhalt der positiven Metallatome [70]. Die Beweglichkeit der Elektronen wird u.a. mithilfe der Molekülorbitaltheorie beschrieben. Wenn sich  $n$  Metallatome einander annähern, dann entstehen  $n$  Molekülorbitale, welche sich über eine gleiche Anzahl an  $n$  Atomrümpfe erstreckt. Je größer  $n$  wird, desto kleiner wird der Abstand zwischen den einzelnen Energieniveaus. Es wird von einem Energieband gesprochen. Daraus folgt, dass eine hohe Beweglichkeit lediglich bei unvollständig besetzten Bändern erzielt wird bzw. durch Überlappen von vollbesetzten und leeren Bändern [71].

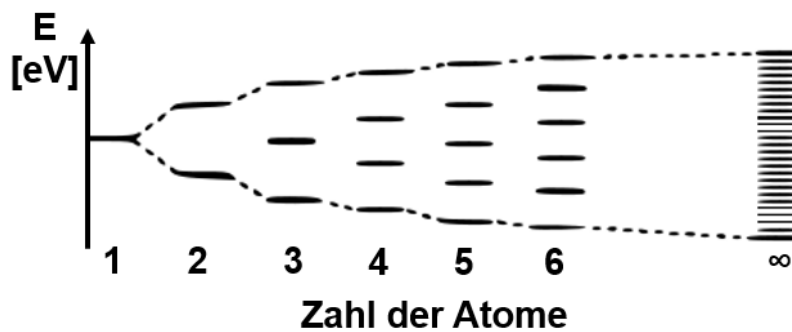


Abbildung 20: Aufbau eines Energiebandes [71]

## 2.8.2 Eisen-Kohlenstoff-Legierung

Die DIN EN 10020 [72] definiert einen Stahl als einen „Werkstoff, dessen Massenanteil an Eisen größer ist als der jedes anderen Elementes, dessen Kohlenstoffgehalt im Allgemeinen kleiner als 2 % ist und der andere Elemente enthält. Eine begrenzte Anzahl von Chromstählen kann mehr als 2 % Kohlenstoff enthalten, aber 2 % ist die übliche Grenze zwischen Stahl und Gusseisen.“ Besitzt der Kohlenstoffgehalt einen größeren Massenanteil als 2%, so spricht man von Gusseisen bzw. Gusswerkstoffen.

Die möglichen Phasenzusammensetzungen des Stahls werden durch das Eisen-Kohlenstoff-Diagramm beschrieben. Als eine Phase wird ein Bereich mit gleicher Kristallstruktur bezeichnet. Mithilfe dieses Diagramms lässt sich die maximale Grenze des Legierungsbestandteils von 2% Kohlenstoff erklären. Bis zu diesem Grenzwert liegt der Werkstoff in Form von Austenit vor, eine mögliche Kristallstruktur des Gitters [73].

Die Bildung einer bestimmten Phase hängt von der Temperatur, der Kohlenstoff-Konzentration und dem Druck ab. In einem reinen Eisen (Kohlenstoff-Konzentration von 0%) treten temperaturabhängig drei Kristallstrukturen auf. Über einer Temperatur von 1536°C liegt das Eisen als eine Schmelze (flüssig) vor. Unterhalb dieser Temperatur erstarrt das Eisen zu Kristallen mit einem kubisch-raumzentrierten Gitter, welches  $\delta$ -Ferrit oder auch  $\delta$ -Eisen genannt wird. Jedes Fe-Atom ist von acht Nachbarn (Koordinationszahl 8) umgeben. Kühlt das Eisen auf unter 1392°C ab, findet eine Umwandlung zum sogenannten Austenit ( $\gamma$ -Eisen) statt. Diese Kristallstruktur wird durch ein kubisch-flächenzentriertes Raumgitter gekennzeichnet und jedes Fe-Atom hat zwölf Nachbaratome (Koordinationszahl

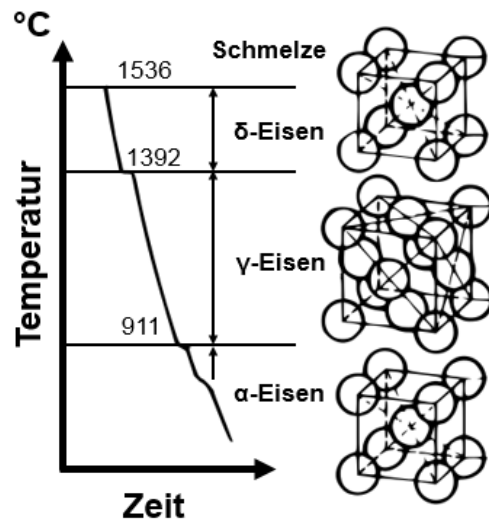


Abbildung 21: Abkühlkurve des reinen Eisens [69]

12). Nach einer weiteren Abkühlung auf 311°C entsteht wieder ein kubisch-raumzentriertes Gitter, das  $\alpha$ -Ferrit oder  $\alpha$ -Eisen. Dieses kennzeichnet sich durch eine etwas kleinere Gitterkonstante im Gegensatz zum  $\gamma$ -Ferrit aus [69]. Der gesamte Abkühlvorgang mit Gitterstruktur und –konstanten ist in Abbildung 21 dargestellt.

Diese Phasen existieren auch in einer Legierung aus Eisen und Kohlenstoff (Stahl). Der Kohlenstoff lagert sich dabei in die bestehenden Phasen ein. Dabei verzerren die C-Atome das bestehende Gitter nur leicht. Je nach Kristallgitter existieren unterschiedliche Löslichkeiten des Kohlenstoffs. Aufgrund der größten Oktaederlücken (siehe Abbildung 21) besitzt Austenit die maximale Kohlenstofflöslichkeit der Phasen. Bei Überschreiten der maximalen Löslichkeit bilden sich neben der bestehenden Phase Graphit und Zementit. Zementit beschreibt dabei ein metastabiles System von Eisen mit Kohlenstoff der Zusammensetzung  $\text{Fe}_3\text{C}$  (Eisencarbid). Treten die Phasen als Gemisch (Gefüge) auf, spricht man von Perlit und Ledeburit. Perlit beschreibt ein Phasengemisch aus Ferrit und Zementit vor, während Ledeburit ein Gemisch aus Austenit mit Zementit beschreibt [74].

Eine Übersicht über die vorliegende Phasenzusammensetzung in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt und der Temperatur wird im Eisen-Kohlenstoff-Diagramm beschrieben, welches in Abbildung 22 dargestellt ist.



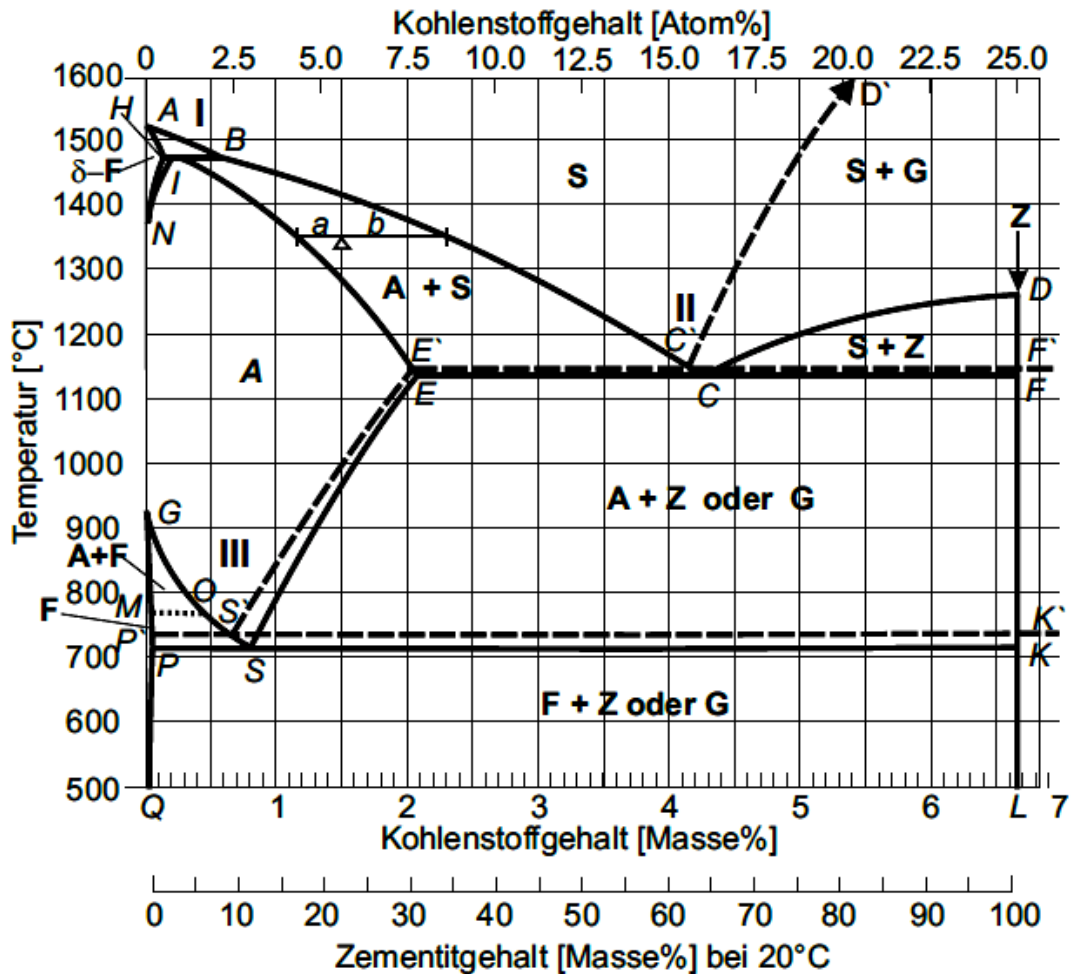


Abbildung 22: Das Phasendiagramm der Eisen-Kohlenstoff-Legierung unter Normaldruck. Die Abkürzungen stehen für folgende Phasen: Schmelze (S), δ-Ferrit (δ-F), Austenit (A), α-Ferrit (F), Zementit (Z), Graphit (G) [74].

Die Gitterstruktur spielt zudem eine Rolle für die Adhäsionskomponente der Reibung [23]. So konnte beispielsweise eine niedrigere Adhäsionskomponente für hexagonale Gitter ermittelt werden als für kubisch-flächenzentrierte Gitter [75].

### 2.8.3 Wärmebehandlung

Die im Zustandsschaubild der Eisen-Kohlenstoff-Legierung beschriebenen Gefüge entstehen bei einer langsamen Abkühlung, da sich das Gleichgewicht durch die Atombewegung infolge von Diffusion einstellt. Durch eine beschleunigte Abkühlung werden die Diffusionsbedingungen verändert oder ggf. unterdrückt. Auf diese Weise ist es möglich, die Werkstoffeigenschaften gezielt durch ein bestimmtes Gefüge herzustellen [76].

In dieser Arbeit werden die verwendeten Stahl-Proben zum Teil wärmebehandelt, um die Härte des Stahls einzustellen. Dafür wird eine Umwandlungshärtung durchgeführt.

Die Stahl-Scheiben werden dabei soweit erwärmt, dass sich  $\alpha$ -Ferrit in Austenit umwandelt, da in diesem deutlich mehr Kohlenstoff gelöst werden kann. Zudem löst sich der vorhandene Zementit auf und es entsteht ein kohlenstoffreicher Austenit. Durch einen folgenden Abschreckvorgang wird eine Diffusion und folglich eine Umwandlung des Austenit in Ferrit und Zementit unterdrückt. Stattdessen entsteht ein tetragonal raumzentriertes Raumbgitter, welches durch den Kohlenstoff verzerrt ist. Das entstehende Gefüge wird als Martensit bezeichnet. Je größer die Temperaturdifferenz beim Abkühlen ist, desto mehr Martensit bildet sich bzw. je härter wird das Material. Bei dünnen Proben und hohen Abschreckgeschwindigkeiten kann eine Durchhärtung des gesamten Materials erfolgen [77].

## 2.9 Oberflächentechnologie

Die Oberfläche hat einen entscheidenden Einfluss auf das tribologische Verhalten eines Systems, da jene bei tribologischer Beanspruchung im direkten Kontakt zueinanderstehen. Die Eigenschaften einer Werkstoffoberfläche können große Unterschiede gegenüber dem Werkstoffinneren aufweisen. Beispielsweise konnte nachgewiesen werden, dass für eine Kupfer-Aluminium-Legierung der Anteil des Aluminiums an der Oberfläche um den Faktor 6,5-fach höher ist gegenüber dem Werkstoffinneren [78]. Ebenfalls konnte gezeigt werden, dass sich die Versetzungsdichte in belasteten Oberflächenbereichen erhöht [79]. Auch kann sich die Härte der Oberfläche stark vom Werkstoffinneren unterscheiden. Dies kann z.B. aus einer Oberflächenhärtung, einer Kaltverfestigung, der chemischen Zusammensetzung und der Mikrostruktur resultieren [23]. Eine weitere bedeutende Charakteristik stellt die Rauheit der Oberfläche dar. So hängen die Kontaktgeometrie und Kontaktmechanik von der Rauheit der Oberfläche ab.

### 2.9.1 Rauheit

Zur Beschreibung der Oberflächenrauheit existieren genormte Kenngrößen. In dieser Arbeit wird der arithmetische Mittenrauwert  $R_a$  als Kenngröße der Rauheit verwendet. Nach [80] ist der arithmetische Mittenrauwert wie folgt definiert:

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |Z(x)| dx \quad (11)$$

mit  $R_a$  = arithmetische Mittenrauwert,  $l$  = Messstrecke,  $Z$  = Ordinatenwert und  $x$  = Abszissenwert.

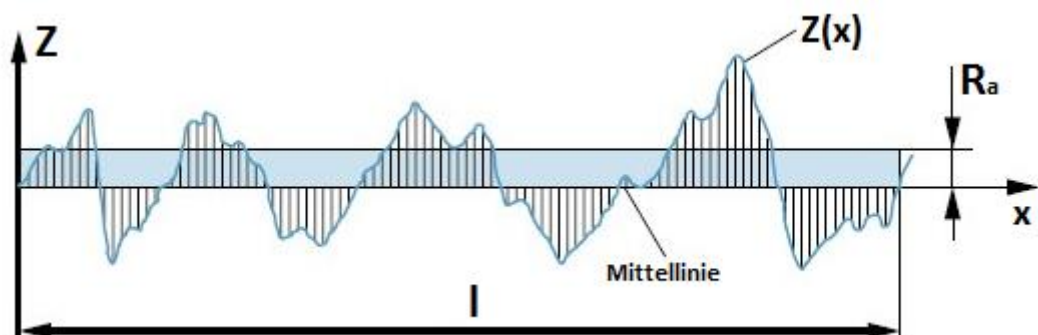


Abbildung 23: schematische Darstellung des arithmetischen Mittenrauwerths nach [80]

Um eine bestimmte Oberflächenstruktur bzw. Rauheit zu erzielen, können die Oberflächen poliert werden. Nach DIN 8589 [81] führt eine Politur zu einer glänzenden Oberfläche. Jedoch wird nach dieser Norm eine Politur nicht als eigenständiges Fertigungsverfahren angesehen, sondern kommt nur in Verbindung mit anderen Fertigungsverfahren vor, z.B. als Politorschleifen, als Polierhonen oder als Polierlappen. Das Polierlappen beispielsweise ist ein spanendes Verfahren, bei welchem lose Polierkörner zwischen einem Werkstück und einer Lapp- bzw. Polierscheibe gegeben werden. Durch eine Relativbewegung zwischen der Scheibe und dem Werkstück führen die Polierkörner eine Roll- bzw. Wälzbewegung durch. Die Körner sind besonders scharfkantig und drücken sich in das Werkstück ein. An der Oberfläche entstehen Mikrorisse und einzelne Werkstoffpartikel brechen heraus, welche in der Summe zu einem Materialabtrag führen. Das Verfahren zeigt schematisch die Abbildung 24. Als Polierkörner werden besonders verschleißfeste Werkstoffe, wie beispielsweise Korund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), Borcarbide, aber auch Diamantkörnungen verwendet [82]. Untersuchungen haben gezeigt, dass mit abnehmender Körnergröße geringere Rauheiten erzielt werden [83].

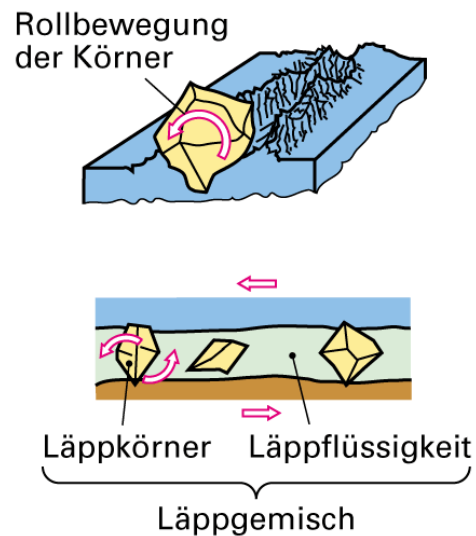


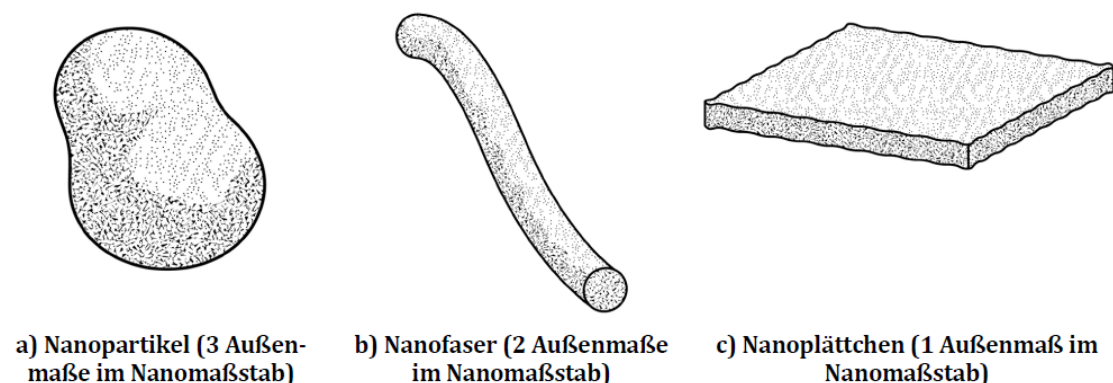
Abbildung 24: schematische Darstellung des Polierlappens [83]

## 2.10 Nanotechnologie

Die Nanotechnologie wird als Schlüsseltechnologie der Zukunft [84] oder als Schlüsseltechnologie des 21. Jahrhunderts [85] bezeichnet. Nach dem Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) gibt die Nanotechnologie wichtige Impulse für Innovationen und wirtschaftliches Wachstum [86].

Nanomaterialien besitzen besondere physikalische Eigenschaften aufgrund von quantenmechanischen Effekten und einem großen Verhältnis von Oberflächen- zu Volumenatomen [87]. Bei einem kugelförmigen Nanopartikel bestehend aus ca. 8000 Atomen befinden sich ca. 20% der Atome an der Oberfläche. Bei einem makroskopischen Körper aus z.B.  $10^{23}$  Atomen beträgt der Anteil an Oberflächenatomen lediglich  $10^{-7}\%$  [87]. Aufgrund dessen ist auch die reaktive Oberfläche der Nanopartikel weitaus größer [88].

Schon heute finden sich Nanomaterialien in unterschiedlichsten Anwendungsbereichen wieder, z.B. in Sonnencremes als UV-Schutz, in der Medizin zur Tumorbekämpfung oder in Autoreifen zur Optimierung des Rollwiderstandes [89,90].



**Abbildung 25: Schematische Darstellung einiger Formen von Nanoobjekten [91]**

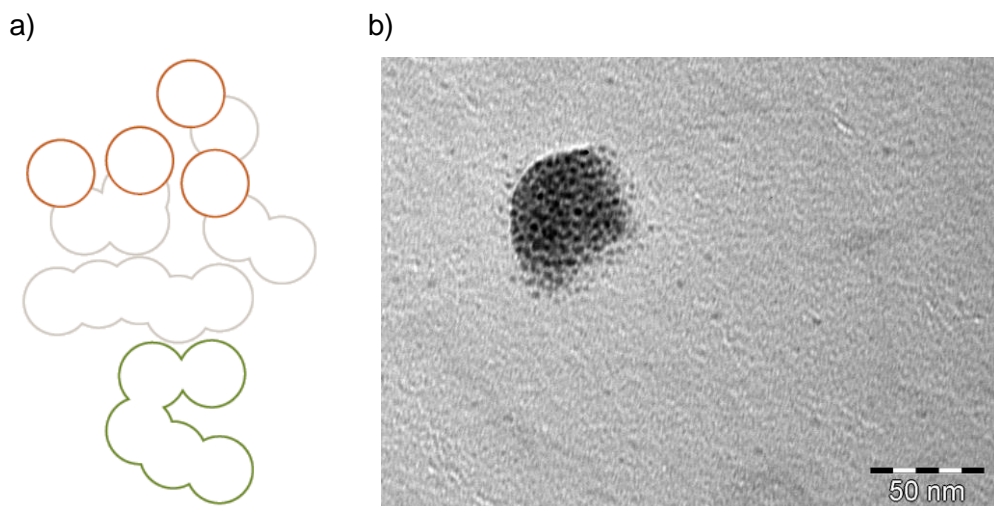
Als Nanoobjekt werden nach [92] Materialien bezeichnet mit einem, zwei oder drei Außenmaßen in einem Längenbereich von 1 nm bis 100 nm. Verschiedene Nanoobjekte sind in Abbildung 25 dargestellt. Nanopartikel sind eine Art dieser Nanoobjekte, für welche alle drei Außenmaße in diesem Größenbereich liegen müssen.

### 2.10.1 Nanostrukturierte Teilchen

In [93] werden verschiedene Klassen von nanostrukturierten Materialien definiert wie z.B. nanostrukturiertes Pulver oder Nanodispersionen. Die in dieser Arbeit

verwendeten Nanomaterialien liegen als Ausgangsmaterial in Pulverform vor. Zur Beschreibung eines nanostrukturierten Pulvers wird zwischen Primärpartikeln, Aggregaten und Agglomeraten unterschieden, welche wie folgt definiert sind:

- Primärpartikel: Nanoobjekt mit allen drei Außenmaßen im Nanomaßstab [92].
- Aggregat: Partikel aus stark gebundenen oder verschmolzenen Partikeln, bei dem die resultierende Oberfläche wesentlich kleiner als die Summe der berechneten Oberflächen der einzelnen Bestandteile sein kann [93].
- Agglomerate: Schwach gebundene Partikel oder Aggregate bzw. Gemische der beiden, in der die resultierende Oberfläche ähnlich der Summe der Oberflächen der einzelnen Bestandteile ist [93].



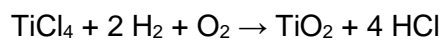
**Abbildung 26: a) Schematische Darstellung zur Erläuterung der Begriffe Primärpartikel, Aggregate und Agglomerate [11]; b) TEM-Aufnahme eines  $\text{TiO}_2$  NKT90 Aggregat mit freundlicher Genehmigung von Frau Dr. Wiebke Hachmann**

Eine schematische Darstellung zur Erläuterung der Bausteine von nanostrukturiertem Pulver ist in Abbildung 26a) zu sehen. Die kleinsten Bausteine sind Primärpartikel und sind in der Abbildung 26a) rot dargestellt. Sie liegen nicht einzeln vor, sondern verwachsen miteinander in ein Aggregat (grüne Markierung in Abbildung 26a). Ein Verbund von Aggregaten bildet durch schwache Wechselwirkungen wie Van-der-Waals-Kräfte oder Wasserstoffbrückenbildungen ein Agglomerat. Die gesamte Abbildung 26a zeigt ein Agglomerat aus vier Aggregaten [94]. Eine TEM-Aufnahme eines nanostrukturierten Partikels, welches in dieser Arbeit untersucht wird, ist in Abbildung 26b) dargestellt.

### 2.10.2 Herstellprozess der nanostrukturierten Partikel

Nanomaterialien können entweder im Top-Down-Verfahren oder im Bottom-Up-Verfahren hergestellt werden. Bei der Top-Down-Nanoherstellung werden Nanoobjekte aus makroskopischen Gegenständen durch Verkleinerung erzeugt [95]. Ein typisches Top-Down-Verfahren stellt eine Kugelmühle dar. Hingegen werden beim Bottom-Up-Verfahren chemische Reaktionen dazu verwendet Nanoobjekte zu erzeugen [95].

Die in dieser Arbeit verwendeten nanostrukturierten Partikel werden mittels eines Aerosil®-ähnlichen Prozesses hergestellt, einem Bottom-Up-Verfahren. Der chemische Prozess lässt sich wie folgt zusammenfassen:



Die nanostrukturierten  $\text{TiO}_2$  Partikel werden in der Gasphase mittels einer Flammensynthese hergestellt. Im ersten Schritt wird das Ausgangsmaterial  $\text{TiCl}_4$  verdampft und folglich mit Luft und Wasserstoff vermischt. Die Bildung der nanostrukturierten Partikel findet in der Flamme statt, in welcher ein Gemisch aus Titandioxid und salzsäurehaltigen Gasen entsteht. Nach einem Abkühlvorgang werden die beiden Reaktionsprodukte voneinander getrennt. Eigenschaften wie die spezifische Oberfläche, die Oberflächenbeschaffenheit, die Teilchengröße und deren Verteilung werden in der Flamme bestimmt und lassen sich in einem Tröpfchenmodell vereinfacht darstellen, welches in Abbildung 27 schematisch dargestellt ist [94].

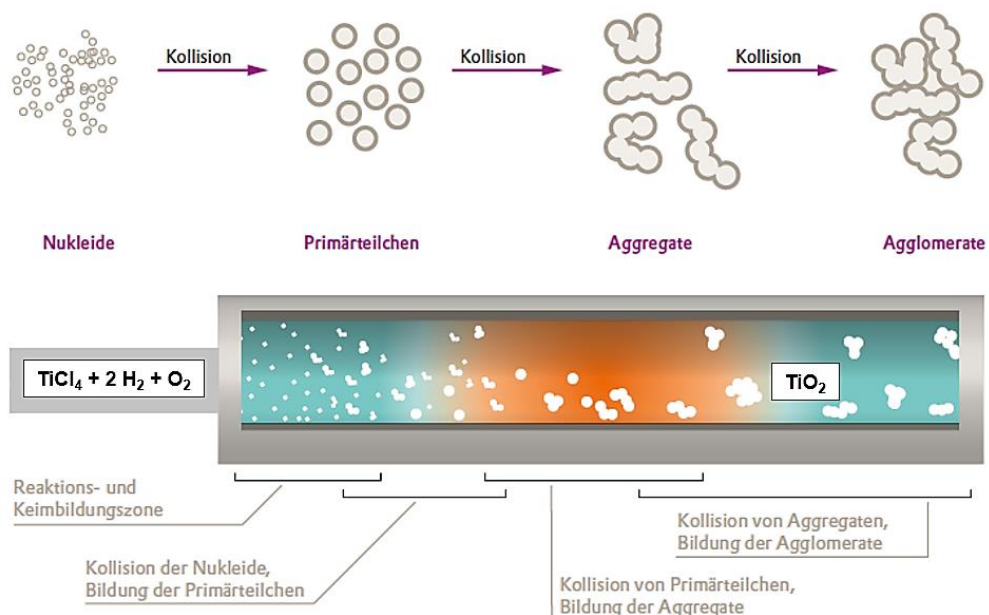
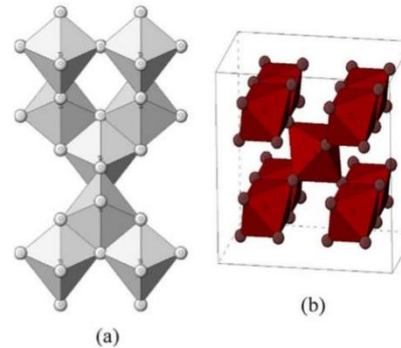


Abbildung 27: schematische Darstellung eines Modells der Partikelgenese in der Flamme [94]

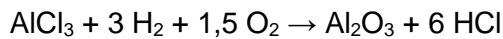
In der Nähe der Flamme bilden sich kleinste Tröpfchen aus  $\text{TiO}_2$ . Aufgrund ihrer Bewegung kollidieren diese Tröpfchen miteinander und bilden dabei größere Tröpfchen. Sobald sich die Tröpfchen von der Flamme in kältere Bereiche bewegen, stoßen sie zusammen und erhärten. Solange die Tropfen nicht vollständig erhärtet sind, führen Kollisionen zu einem teilweisen Zusammenschmelzen (Bildung von Aggregaten). Gelangen diese Aggregate in noch kältere Bereiche, so erhärten diese vollständig. Bei nachfolgenden Kollisionen lagern sich die Aggregate durch schwache Wechselwirkungen zu Agglomeraten zusammen [94].



**Abbildung 28: Kristallstruktur von a) Anatas und b) Rutil [97]**

Titandioxid kann in vier unterschiedlichen Modifikationen vorliegen: Anatas, Rutil; Brookit und Riesit. Die nanostrukturierten Partikel  $\text{TiO}_2$  NKT90 [96] (Evonik Industries, Deutschland) bestehen aus ca. 85 wt% Anatas und 15wt% Rutil. Die Kristallstrukturen von Anatas und Rutil [97] sind der Abbildung 28 zu entnehmen.

Der Prozess zur Herstellung von Aluminiumoxidprodukten ist dem Aerosil® Prozess ähnlich und lässt mit folgendem chemischen Prozess zusammenfassen [94]:



Die verwendeten nanostrukturierten Alu C Partikel [98] (Evonik Industries, Deutschland) bestehen aus kristallinem Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), welches sowohl aus kubischen (Tonerde) und trigonalen (Korund) Kristallelementen besteht.



## 2.11 Design of Experiments

Die theoretische Betrachtung (siehe Kapitel 2) von Reibung und Verschleiß zeigt eine mögliche Abhängigkeit dieser Parameter von der Werkstoffpaarung, der Oberfläche und den mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes (z.B. Härte). Durch eine Variation der Werkstoffe des Grund- und Gegenkörpers können verschiedene Werkstoffpaarungen untersucht werden. Es muss analysiert werden, ob eine Verbesserung der tribologischen Eigenschaften durch eine Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln im Schmierstoff eine Materialabhängigkeit aufweist. Die zu untersuchenden Materialien müssen folglich unterschiedlichste Eigenschaften aufweisen, wie beispielsweise die chemische Zusammensetzung, das Gefüge oder die Härte.

Im Kapitel der Schmierungs- und Formulierungstechnik wurde gezeigt, dass die Dispersion eine Vielzahl an Freiheitsgraden aufweist. Das Grundöl kann sich in seiner Art (z.B. Mineralöl, Synthetiköl), Viskosität und Additivierung (z.B. Grundöl, volladditivierte Schmieröle) unterscheiden. Die verwendeten Partikel können zudem aus verschiedenen Materialien bestehen (z.B.  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), deren Oberfläche mit unterschiedlichen Silanen zur Hydrophobierung beschichtet werden. Um die Partikel im Grundöl zu stabilisieren, können unterschiedliche Additive der Formulierung zugesetzt werden. Des Weiteren kann eine Variation der Partikelkonzentrationen erfolgen.

Neben diesen Eingangsgrößen existieren Faktoren des Belastungskollektivs, welche direkt die Reibung über die Stribeck Kurve bzw. die Hersey Zahl beeinflussen. Dazu zählen der Druck und die Geschwindigkeit. Des Weiteren soll eine Variation der Beschleunigung erfolgen. Eine weitere Größe des Belastungskollektivs stellt die Temperatur dar, welche indirekt über die Viskosität Einfluss auf die Reibung bzw. den Verschleiß ausübt.

Als Output der Experimente werden tribologische Kenngrößen wie die Reibung und der Verschleiß ermittelt. Es konnte jedoch in den Grundlagen gezeigt werden, dass auch Faktoren wie die Belegung der Oberfläche mit nanostrukturierten Partikeln, die Viskosität der Dispersion, die Rauheit der Scheiben und die Partikelgröße Messgrößen von Interesse sind.

Das gesamte tribologische System mit allen Parametern ist zusammenfassend in Abbildung 29 dargestellt.

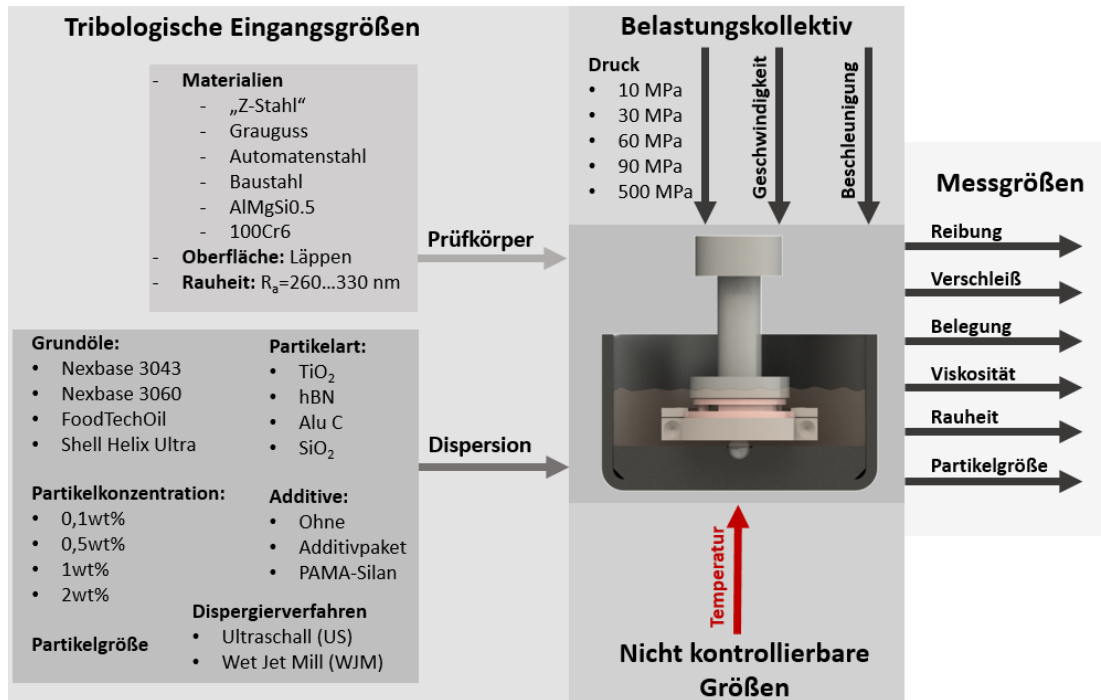


Abbildung 29: Design of Experiment

### 3 Materialien und Methoden

#### 3.1 Untersuchung der tribologischen Kennwerte

##### 3.1.1 Rotationstriebometer RT8000

Die tribologischen Untersuchungen wurden an dem Rotationstriebometer RT8000 durchgeführt, welches vom „Kompetenzzentrum Tribologie“ der Hochschule Mannheim entwickelt und gebaut wurde. Angetrieben wird das Tribometer von einem Servo-Synchronmotor MCS12L41 (Lenze SE, Aerzen, Deutschland) und kann Drehzahlen von bis zu  $6000 \text{ min}^{-1}$  realisieren. Eine Normalkraft wird mittels eines Pneumatikbalgs aufgebracht, dessen Druck über ein Druckregelventil R414002402 (Bosch Rexroth AG, Lohr am Main, Deutschland) eingestellt



Abbildung 30: Rotationstriebometer RT8000

wird. Dabei können Normalkräfte von bis zu 10 kN erreicht werden, was einem Druckregelbereich von 0 bis zu 6 bar entspricht (bei einer Hysterese  $< 0,05 \text{ bar}$ ). Mit dem Zweikomponentensensor werden sowohl die Normalkraft bis zu 10 kN als auch Drehmomente bis zu 10 Nm aufgezeichnet. Für beide Messgrößen des Sensors gilt die Genauigkeitsklasse 0,2 nach DIN 1319. Ein Messtaster DG/2.5 (Solartron Metrology, Bognor Regis, Großbritannien) zeichnet den Verschleiß eines Versuches mit einer Wiederholgenauigkeit von  $< 0,15 \mu\text{m}$  auf. Eine Erfassung der Temperatur erfolgt mittels eines Thermoelements des Typs K. Die Datenerfassung erfolgt durch die Datenerfassungskarte NI 6221 (National Instruments, Austin, Texas, USA) mit einer Auflösung von 16 bit. Die Software für den Betrieb wurde vom „Kompetenzzentrum Tribologie“ der Hochschule Mannheim auf Basis von NI LabView (National Instruments, Austin, Texas, USA) erstellt.

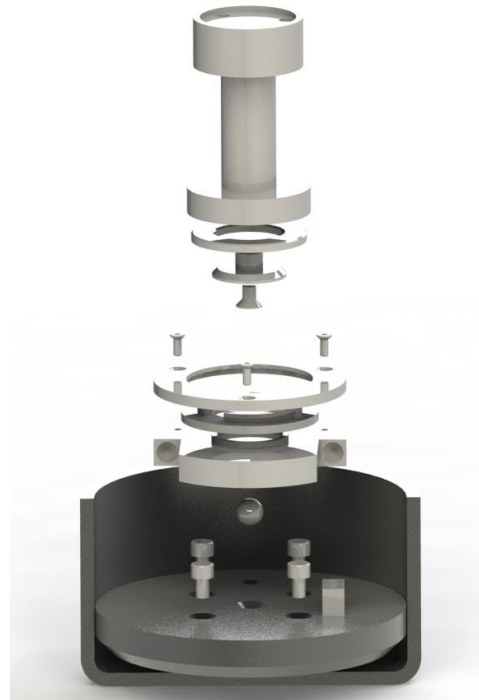
### 3.1.2 Kontaktkonfigurationen

Die tribologischen Untersuchungen werden an dem Rotationstriboometer RT8000 (siehe Abbildung 30) in der Universität Bielefeld durchgeführt, mit welchem Scheibe-Scheibe, Kugel-Scheibe, Stift-Scheibe und Vier-Kugel Konfigurationen untersucht werden können. In dieser Arbeit werden sowohl Scheibe-Scheibe als auch Kugel-Scheibe Messungen durchgeführt.

### 3.1.3 Scheibe–Scheibe Messungen

Für vorherige Untersuchungen [7,8] wurde eine Halterung zur Realisierung von Scheibe-Scheibe Triboexperimenten konstruiert. Diese Halterung wurde auch für die Experimente dieser Arbeit verwendet (siehe Abbildung 31).

Zur Durchführung einer Scheibe-Scheibe Messung wird zunächst die Grundplatte mit dem Becher verschraubt. Im Folgenden wird die untere Scheibe mittels einer Scheibenaufnahme und einem Klemmring positioniert und anschließend verschraubt. Ein sich auf der Grundplatte befindlicher Anschlag dient dazu, die obere Scheibe samt Halterung rotatorisch fest zu positionieren. Zudem wird die obere Scheibe mit ihrer Halterung durch eine Kugel kardanisch gelagert, welche in eine Aussparung der Grundplatte gelegt wird. Auf diese Weise wird sichergestellt, dass die obere und untere Scheibe plan zueinander ausgerichtet sind, selbst bei Formabweichungen der Scheiben. Die obere Scheibe wird mittels eines weiteren Zentrierstückes an der Antriebswelle positioniert und anschließend mit einer M5 Schraube befestigt. Anschließend werden 200 ml des Schmiermittels in den Topf gefüllt, sodass die Reibpartner während des Experiments vollständig mit dem Schmiermittel bedeckt sind. Bevor beide Scheiben nun in Kontakt gebracht werden, werden die Sensoren zur Ermittlung der Normalkraft und des Reibmoments genullt. Durch den Pneumatikbalg werden beide Scheiben aneinandergespresst. Bei der folgenden Feinjustierung wird darauf geachtet, dass sich beide Scheiben berühren und nahezu kraftlos (ca. 2-5 N) aufeinander liegen. Im Anschluss wird das Experiment via der Software gestartet.



**Abbildung 31: Versuchsaufbau der Scheibe-Scheibe Experimente**

Bei den Scheibe-Scheibe-Experimenten bleibt die Kontaktfläche über das gesamte Experiment konstant und die Kontaktdrücke lassen sich in der Folge gezielt steuern.

### 3.1.4 Kugel-Scheibe Messungen

Die Halterung für die Kugel-Scheibe-Experimente wurde am Kompetenzzentrum Tribologie in Mannheim konstruiert und beinhaltet eine Grundplatte, einen Kugelhalter sowie eine obere Scheibe (siehe Abbildung 32).

Die Grundplatte wird zunächst über eine Stiftverbindung mit dem Becher verbunden. Die Grundplatte beinhaltet drei Bohrungen mit dem Durchmesser 18 mm, um den Kugelhalter aufzunehmen. Diese drei Bohrungen weisen mit Reibradien von 17 mm, 18 mm und 19 mm unterschiedliche Abstände zum Mittelpunkt der Grundplatte auf. Auf diese Weise lassen sich neben einer Variation der Geschwindigkeit (bei gleichbleibender Drehzahl) auch die aufgebrachten Reibmomente differenzieren.

Eine 100Cr6 Kugel mit einer Härte von  $> 58$  HRC (durchgehärtet) wird über eine Schraube in den Kugelhalter geklemmt, sodass ein Gleitkontakt mit der oberen Scheibe realisiert wird und eine Rotation der Kugel während des Experimentes ausgeschlossen wird. Dieser Kugelhalter wird in eine Bohrung der Grundplatte geführt. Durch eine Aussparung am unteren Ende des Kugelhalters und eine entsprechende Gegenform in der Bohrung der Grundplatte entsteht eine formschlüssige Verbindung.

Die obere 100Cr6 Scheibe wird wie bei der Scheibe-Scheibe-Konfiguration über ein Zentrierstück mit einer M5 Schraube befestigt.

Mithilfe der Kugel-Scheibe-Triboexperimente lassen sich deutlich höhere Kontaktdrücke ( $> 1$  GPa) realisieren als bei Scheibe-Scheibe-Experimenten. Ebenfalls lässt sich der Verschleiß besser quantifizieren. Nachteilig gegenüber den Scheibe-Scheibe-Konfigurationen ist die sich verändernde Kontaktfläche, da sich während des

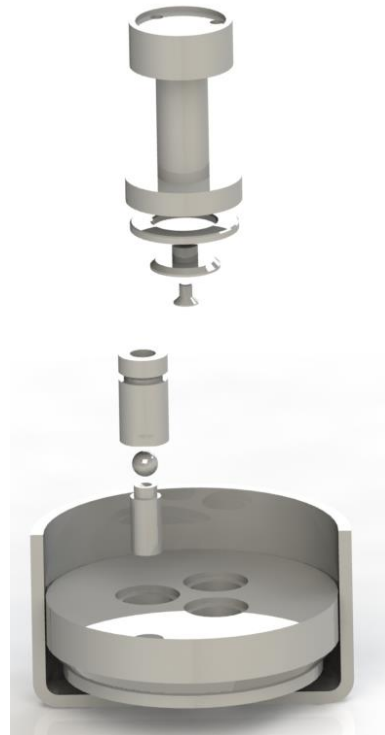
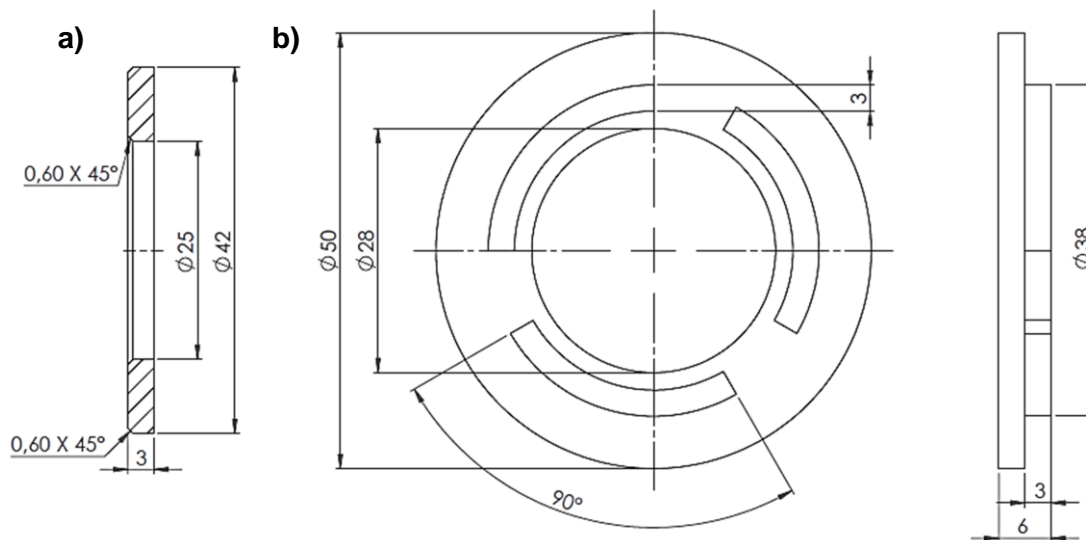


Abbildung 32: Versuchsaufbau der Kugel-Scheibe Experimente

Experimentes die Kugel zunehmend abplattet. Folglich variieren auch die Kontaktdrücke im Verlauf des Experimentes (besonders zu Beginn des Experimentes).

### 3.1.5 Prüfkörper

Bei der oberen Scheibe handelt es sich um eine Axiallagerscheibe des Typs LS2542 (Schäffler, Deutschland), welche aus einem von Hersteller auf eine Rockwellhärte von  $> 58$  HRC gehärtetem 100Cr6 Wälzlagerstahl besteht. Die Scheiben weisen einen Außendurchmesser von 42 mm, einen Innendurchmesser von 25 mm und eine Dicke von 3 mm auf (siehe Abbildung 33 a).



**Abbildung 33: a) Axiallagerscheibe des Typs LS2542; b) selbst konstruierte Scheibe (Kontaktfläche  $A \approx 247 \text{ mm}^2$ )**

Die untere Scheibe wurde selbst konstruiert und in der mechanischen Werkstatt der Universität Bielefeld (Fakultät Physik) hergestellt. Auf diese Weise lassen sich Geometrien und Materialien der Scheiben frei und zeitnah realisieren. Die Kontaktfläche besteht aus drei Kreisringsegmenten. Die Standardvariante weist drei  $90^\circ$  Kreisringsegmente mit einem Außendurchmesser von 38 mm bei einer Dicke von 3 mm auf, was einer Kontaktfläche von ca.  $247 \text{ mm}^2$  entspricht (siehe Abbildung 33 b). Durch Variation des Segmentwinkels kann die Kontaktfläche verändert werden, um einen gewünschten Kontaktdruck einzustellen. In dieser Arbeit wurden Scheiben mit folgenden Kontaktflächen verwendet:  $82,5 \text{ mm}^2$ ,  $165 \text{ mm}^2$  und  $247,5 \text{ mm}^2$ . Um unterschiedliche Materialpaarungen zu untersuchen, wird die untere Scheibe aus verschiedenen Materialien gefertigt. Es werden beispielsweise Untersuchungen an EN-GJL 300 Grauguss, S355 Baustahl, 11SMnPb30 Automatenstahl, AlMgSi0.5 Aluminiumlegierung und 100Cr6 Wälzlager-Scheiben durchgeführt. Des Weiteren

werden Scheiben aus vergangenen Arbeiten [7,8] an der Universität Bielefeld untersucht. Die Scheiben bestehen aus einem Stahl, der folgende chemische Zusammensetzung besitzt (siehe Tabelle 3), und wird im Folgenden als „Z-Stahl“ bezeichnet. Die ausgewählten Werkstoffe unterscheiden sich in ihren mechanischen Eigenschaften wie z.B. die Härte sowie in ihren chemischen Zusammensetzungen, welche ebenfalls in der folgenden Tabelle dargestellt sind. So weist beispielsweise die Aluminiumlegierung AlMgSi0.5 die geringste Härte aller getesteten Materialien mit 143 HBW<sup>1</sup> auf, während die 100Cr6 Scheiben die höchste Härte aufweisen. Durch einen Abschreckprozess wurde nachträglich eine Härte > 60HRC<sup>1</sup> erzielt (Ferrum Edelstahlhärterei GmbH, Augustdorf, Deutschland).

	Material	Norm	Chemische Zusammensetzung [in wt%]				Härte
			C	Si	Mn	Diverse	
<b>Obere Scheibe</b>	100Cr6	ISO 683-17	1,00	0,25	0,35	-	>58HRC
<b>Untere Scheibe (selbst konstruiert)</b>	100Cr6	ISO 683-17	1,00	0,25	0,35	-	>58HRC
	EN GJL 300	EN 1561	2,98	2,30	0,55	S = 0,065	240HBW
	11SMnPb30	EN 10277-3	0,13	0,05	1,31	S = 0,52; Pb = 0,36	143HBW
	S235	EN 10025-2	0,2	-	<1,4	S = 0,035	148HBW
	Z-Stahl		0,18	0,23	1,53	S = 0,28; Pb = 0,06	185HBW
	AlMgSi0.5	EN 573-3	Al ≥ 97,7; Mg = 0,6; Si = 0,6				75 HBW

Tabelle 3: chemische Zusammensetzung der Scheibenmaterialien

<sup>1</sup> Aufgrund der hohen Härteunterschiede wird von unterschiedlichen Härte-Einheiten gesprochen. Die gehärteten 100Cr6 Scheiben lassen sich nicht durch das Messverfahren nach Brinell (HBW) beschreiben. Hingegen lassen sich die AlMgSi0.5 Scheiben nicht durch das Messverfahren nach Rockwell (HRC) beschreiben.

### 3.1.6 Oberflächenvorbehandlung der Prüfkörper

In vorherigen Untersuchungen [8] konnten mit dem Verfahren des Läppens reproduzierbare und vergleichbare Ergebnisse erzielt werden. Es wird berichtet [99,100], dass im Gegensatz zum Polieren geläppte Oberflächen in der Einlaufphase höher belastet werden können. Des Weiteren wird beim Läppen von einer Veränderung der Mikrostruktur der Kontaktfläche (Bildung eines „third bodies“) berichtet. Dadurch wird gewährleistet, dass die Kontaktfläche identische Eigenschaften aufweist und nicht von anderen Faktoren, wie z.B. dem Fertigungsprozess der Scheibe beeinflusst wird.

Bei Flächenkontakten ist die Kontaktfläche eine bedeutende Systemgröße, um reproduzierbare und vergleichbare Ergebnisse zu gewährleisten. Neben einer konstanten Oberflächenrauigkeit muss die Kontaktfläche höchsten Genauigkeiten in der Formabweichung unterliegen - insbesondere der Ebenheit. Nach [101] wird mit der Ebenheit eine Toleranz bezeichnet, in welcher sich die selbst gedrehte Lauffläche befinden muss. Durch zwei Ebenen wird die Toleranzgrenze beschrieben, welche sich parallel zur idealen Lauffläche befinden (in Abbildung 34 mit  $t$  bezeichnet). Liegen die Scheiben nicht planparallel übereinander (bzw. in einer nicht ausreichenden Ebenheitstoleranz), so kann keine konstante Belastung (Pressung) im Tribokontakt hergestellt werden.

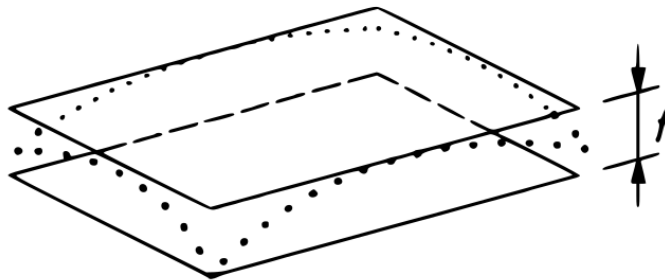


Abbildung 34: Definition der Ebenheitstoleranzzone [102]

Die Anforderung der konstanten Oberflächenrauigkeit wurde mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM) mit einem BioScope (Bruker, Massachusetts, USA) überprüft. Dafür wurden für jede Scheibenvariante an drei Stellen  $25 \times 25 \mu\text{m}$  Bilder aufgezeichnet und der arithmetische Mittenrauwert ( $R_a$ ) gebildet. Für alle Materialarten liegen die gemittelten Werte zwischen  $R_a = 260 \text{ nm}$  und  $R_a = 326 \text{ nm}$ . Durch das Läppen werden somit vergleichbare Mittenrauwerte erzielt. In Abbildung 35 sind beispielhaft die Geometrien der Oberflächen dreier verschiedener Materialien sowie das arithmetische Mittel der Rauigkeiten dargestellt.



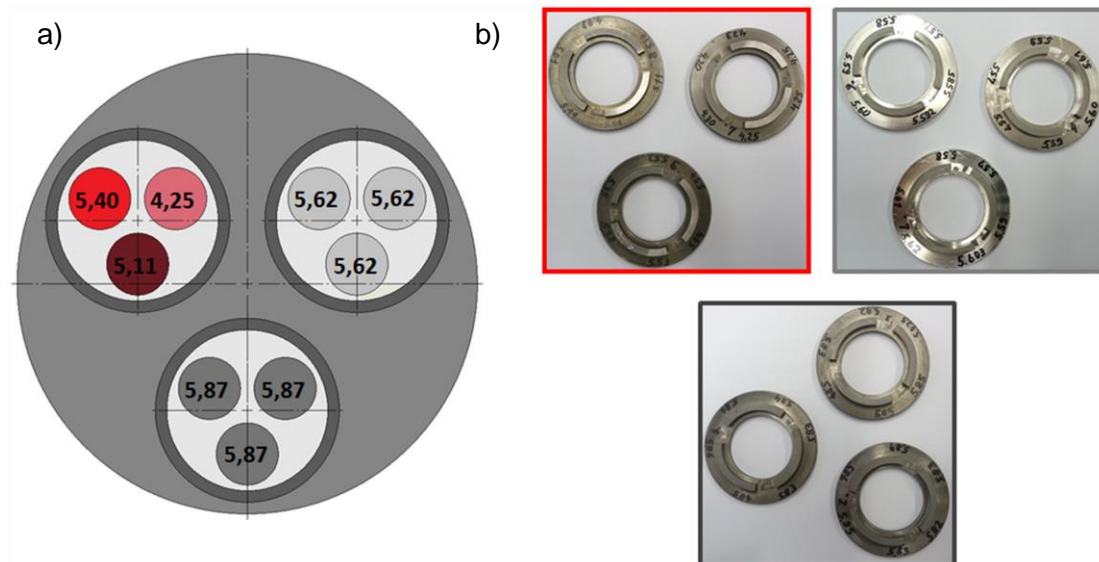


**Abbildung 35: AFM Topografie der Scheiben nach dem Läppvorgang**

In einem weiteren Versuch wurde die Ebenheit der Scheiben nach dem Läppvorgang untersucht. Die verwendete Läppmaschine (Wesentzky-3R55GR, Peter Wolters, Rendsburg, Deutschland) besteht aus drei Arbeitsstationen, in welchen je drei Scheiben bearbeitet werden können (siehe Abbildung 36). Jede Arbeitsstation wird mit Scheiben eines Materials bestückt. In den Arbeitsstationen werden jedoch Scheiben mit unterschiedlichen Höhen eingesetzt, um zusätzlich einen möglichen Einfluss zur Ebenheit herzustellen. Die Arbeitsstationen wurden wie folgt bestückt:

1. 100Cr6 Scheiben, welche auf eine Höhe geschliffen wurde (Abbildung 6, hellgrau)
2. EN GJL 300 Scheiben, welche auf eine Höhe geschliffen wurden (Abbildung 6, dunkelgrau)
3. EN GJL Scheiben, welche auf unterschiedliche Höhen geschliffen wurden (Abbildung 6, rot)

Die Höhen und Ebenheiten wurden mit einer Messschraube (Genauigkeit:  $\pm 0,01\text{mm}$ ) überprüft und aufgezeichnet. Die gemessenen Ausgangshöhen sind in Abbildung 36a dargestellt. Die auf eine Höhe geschliffenen Scheiben weisen nach einem 30-minütigen Läppvorgang mit dem Läppmittel (L-Pulver SiC 800, Stähli Läpp Technik



**Abbildung 36: a) schematische Darstellung der Höhen der Scheiben in den einzelnen Arbeitsstationen; b) Scheiben nach dem Läppprozess**

AG, Schweiz) auf den Triboflächen unterschiedliche Höhen auf. So besitzt der höchste Punkt einer 100Cr6 Scheibe eine Höhe von 5,61 mm und der niedrigste Punkt eine Höhe von 5,57 mm. Durch den Läppvorgang wird demnach keine Parallelität zwischen Ober- und Unterseite gewährleistet. Es wird aber deutlich, dass die Punkte mit der niedrigsten Höhe beieinander liegen und die Höhe kontinuierlich bis zum höchsten Punkt ansteigt. Es kann eine hinreichend genaue Ebenheit erzielt werden, welche die Genauigkeit des Messmittels (Messschraube) übersteigt. Für die Scheiben, welche während des Läppvorgangs unterschiedliche Höhen aufweisen, kann eine Ebenheit mit dieser Genauigkeit nicht festgestellt werden. Es wird deutlich, dass einige Bereiche der Triboflächen nicht geläppt wurden (siehe Abbildung 36 rote Umrahmung), was mit einer ungleichmäßigen Lastverteilung erklärt werden kann. Es muss daher darauf geachtet werden, dass die Scheiben beim Läppvorgang gleiche Höhen aufweisen.

Nach dem Läppvorgang findet für jede Scheibe der in [8] beschriebene Reinigungsvorgang statt. Jede Scheibe wird in ein Gemisch aus Aceton und Petroleumbenzin im Ultraschallbad für 2 min gereinigt und letzte Rückstände mit einem CO<sub>2</sub>-Snow-Cleaner (Applied Surface Technologies, USA) entfernt.

### 3.1.7 Standard-Versuchsparameter

Die Standard-Versuchsparameter der tribologischen Untersuchungen am Flächenkontakt blieben zu vorangegangenen Untersuchungen [7,8] an der Universität Bielefeld unverändert, um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten. So wurden die tribologischen Untersuchungen mit einer konstanten Drehzahl von 85 Umdrehungen/min durchgeführt, was einer Geschwindigkeit von  $v \approx 0,15$  m/s im Scheibe-Scheibe Kontakt entspricht. Zu Beginn des Versuches wird die gewünschte Drehzahl mit einer konstanten Beschleunigung innerhalb von 5 s lastfrei angefahren. Die Einlaufphase beginnt mit einer Normalkraft von 100 N. Nach 5 min wird die Normalkraft mit einer konstanten Beschleunigung innerhalb von 5 s auf 250 N erhöht. Im Folgenden wird die Kraft alle 5 min um 250 N bis zu einer Kraft von 2500 N erhöht. Der Druck wird dabei bis zum Ende des Versuches nach 3:52 [h:min] konstant gehalten. Der Anstieg der Normalkraft wird mit einer konstanten Beschleunigung über 5 s über den Pneumatikbalg auf die Probe gebracht. Die blaue Kurve in Abbildung 37 zeigt das Kraft-Zeit-Profil. Durch dieses Kraftprofil wird ein Druck von ca. 10 MPa (Kontaktfläche der Scheiben: 247 mm<sup>2</sup>) bis 30 MPa (Kontaktfläche der Scheiben: 82 mm<sup>2</sup>) realisiert.

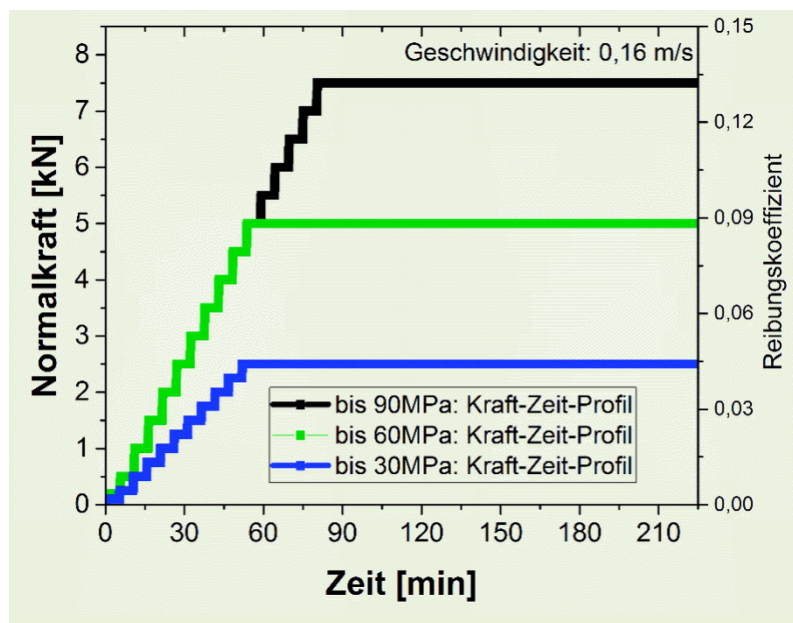
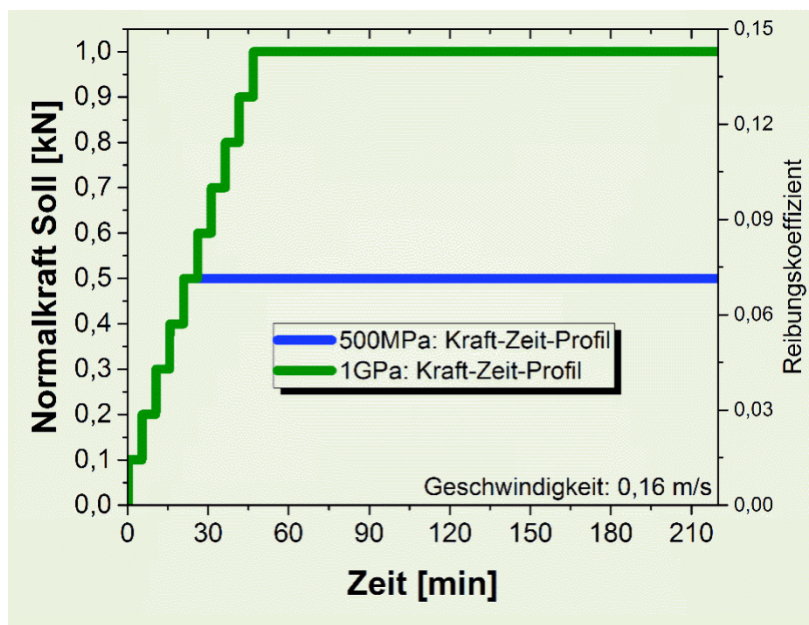


Abbildung 37: Kraft-Zeit-Profile für Scheibe-Scheibe-Experimente

Um höhere Kontaktdrücke in der Scheibe-Scheibe-Konfiguration zu ermöglichen, werden in dieser Arbeit zwei weitere Kraft-Zeit-Profile verwendet. Beide Profile starten mit einer Normalkraft von 200 N. Nach 5 min wird die Normalkraft mit einer konstanten Beschleunigung innerhalb von 10 s auf 500 N erhöht. In 5 min Schritten wird die Kraft

um 500 N gesteigert. Für das eine Kraft-Zeit-Profil (grüne Kurve in Abbildung 37) wird ab einer Normalkraft von 5000 N die Kraft bis zum Ende des Versuches konstant gehalten, was Kontaktdrücken von 20 MPa (Kontaktfläche der Scheiben: 247 mm<sup>2</sup>) bis 60 MPa (Kontaktfläche der Scheiben: 82 mm<sup>2</sup>) entspricht. Für das andere Kraft-Zeit-Profil (schwarze Kurve in Abbildung 37) wird die Kraft weiter in 500 N Schritten bis auf eine Normalkraft von 7500 N erhöht, um Kontaktdrücke zwischen 30 MPa (Kontaktfläche der Scheiben: 247 mm<sup>2</sup>) und 90 MPa (Kontaktfläche der Scheiben: 82 mm<sup>2</sup>) zu realisieren.



**Abbildung 38: Kraft-Zeit-Profile für Kugel-Scheibe-Experimente**

Die Standard-Versuchsparameter bleiben bei den Kugel-Scheibe-Messungen unverändert zu vorangegangenen Untersuchungen [7,8]. So werden die Experimente mit einer Drehzahl von 85 Umdrehungen/min ( $v \approx 0,15$  m/s) durchgeführt. Während der Einlaufphase wird die Kraft alle 5 min schrittweise um 100 N bis zu einer Normalkraft von 500 N erhöht (siehe blaue Kurve in Abbildung 38). Die schrittweise Erhöhung der Kraft erfolgt mit einer konstanten Beschleunigung für einen Zeitraum von 5 s. Die Normalkraft wird bis zum Ende des Versuches nach 3:52 [h:min] konstant bei 500 N gehalten. Da die Kontaktfläche während des Versuches zunimmt (Abplatten der Kugel), variieren folglich auch die Kontaktdrücke. Eine typische Kalottenfläche (Kontaktfläche) beträgt ca. 1 mm<sup>2</sup> nach Beendigung des Versuches. Folglich wird am Ende des Versuches ein Kontaktdruck von 500 MPa erreicht.

Um Kontaktdrücke von 1 GPa zu realisieren, wird die Normalkraft in einem weiteren Kraft-Zeit-Profil (grüne Kurve in Abbildung 38) ebenfalls in 100 N Schritten bis auf 1000 N erhöht.

### 3.1.8 Wiederholgenauigkeit des Tribometers

Bevor Messergebnisse ausgewertet und miteinander verglichen werden können, ist es notwendig, zu bestimmen, mit welcher Genauigkeit Messungen am Tribometer durchgeführt werden können.

Um die Genauigkeit der Reproduzierbarkeit zu ermitteln, werden sieben identische Versuche mit den gleichbleibenden Versuchsparametern durchgeführt. Dabei werden die in Kapitel beschriebenen Standard-Kraft-Zeit-Profile abgefahren (Drehzahl: 85 Umdrehungen/min, Normalkraft am Ende des Versuches: 2500N) und eine untere Scheibe mit einer Kontaktfläche von 247mm<sup>2</sup> verwendet. Aufgrund der hohen Zeitbelastung für die Reproduzierbarkeitsuntersuchungen (ca. sieben Tage), werden lediglich Untersuchungen bei den Materialpaarungen 100Cr6-100Cr6 und 100Cr6- AlMgSi0.5 durchgeführt. Beide Materialpaarungen wurden ausgewählt, da mit jenen Versuchen unterschiedlichste Reibniveaus erzielt werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 39 dargestellt.

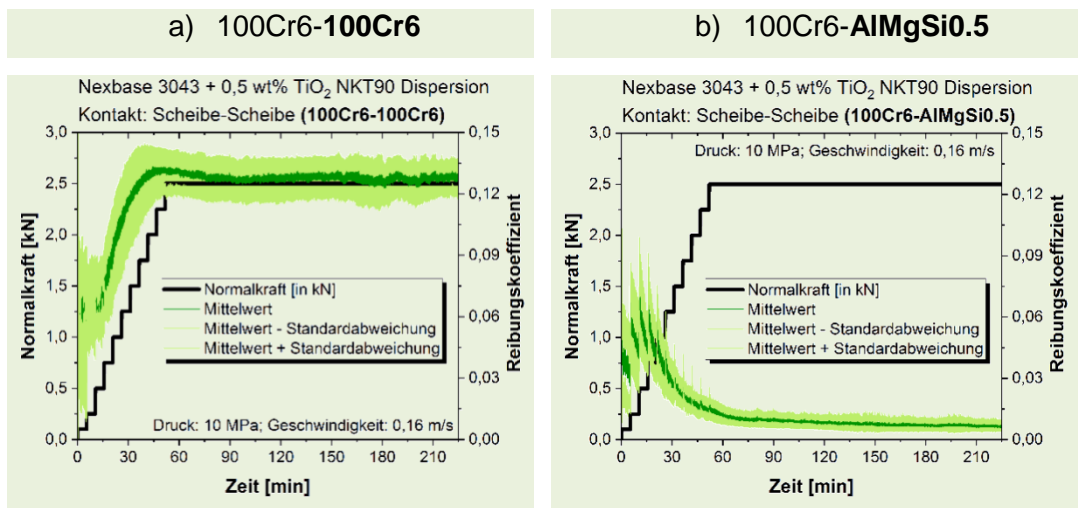


Abbildung 39: Wiederholgenauigkeit für Triboexperimente der Materialpaarung a) 100Cr6-100Cr6 und b) 100Cr6- AlMgSi0.5

Die Reibungskoeffizienten am Ende des Versuches für die 100Cr6-100Cr6 Materialpaarung liegen im Bereich  $0,115 \leq \mu \leq 0,14$ . Für alle sieben Messungen ergibt sich ein Mittelwert von  $\mu \approx 0,125$  bei einer Standardabweichung von 0,08. Der Mittelwert sowie die Bereiche der Standardabweichung sind in Abbildung 39a dargestellt.



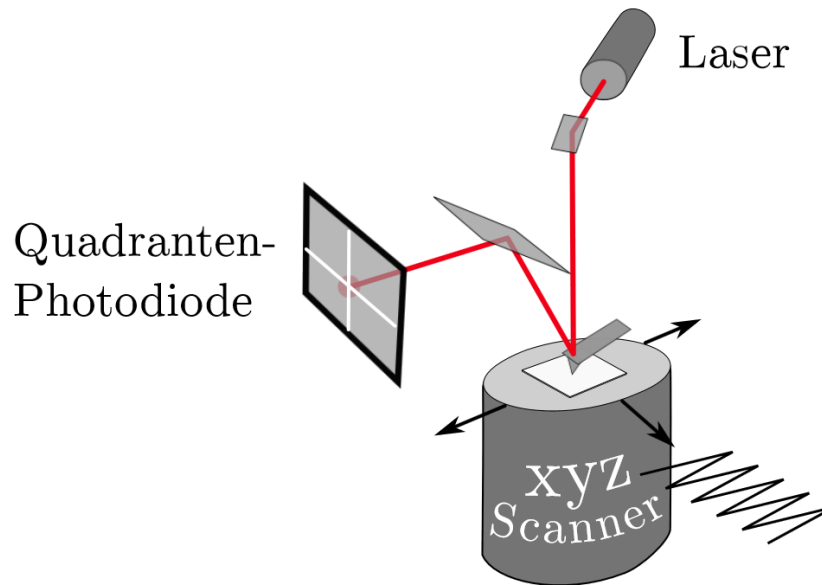
Für die 100Cr6-1AlMgSi0.5 Materialpaarung werden Reibungskoeffizienten im Bereich  $0,005 \leq \mu \leq 0,014$  bei einem Mittelwert von  $\mu \approx 0,01$  ermittelt. Die Standardabweichung beträgt ca. 0,003. Der Mittelwert und die Standardabweichungen sind über der Zeit in Abbildung 39b aufgetragen.

## **3.2 Untersuchung der Werkstoffkennwerte und der Oberflächen-topographie**

### **3.2.1 Rasterkraftmikroskop**

Mit dem Rasterkraftmikroskop (AFM, atomic force microscope), welches von G. Binnig, C. Quate und C. Gerber entwickelt wurde [103], lassen sich Topografien von Oberflächen im Vakuum, in der Luft oder in Flüssigkeiten abbilden. Mithilfe dieser Methode können sowohl atomare Strukturen als auch Strukturen im Mikrometerbereich abgebildet werden.

Die Funktionsweise des Rasterkraftmikroskops beruht auf der Wechselwirkung zwischen der zu untersuchenden Oberfläche und einer nanoskaligen Messnadel (auch Spitze oder Tip genannt), welche sich am Ende einer Blattfeder befindet, dem sogenannten Cantilever (siehe Abbildung 40). Die feine Nadel wird in Reichweite der Wechselwirkung zur Oberfläche gebracht. Je nach Position erfährt die Nadel anziehende Kräfte (z.B. Van-der-Waals-Kräfte oder Kapillarkräfte) oder beispielsweise eine Abstoßung aufgrund des Pauli-Prinzips. Diese anziehenden und abstoßenden Kräfte überlagern sich und werden durch das Lennard-Jones-Potential beschrieben. Bei einer punktförmigen Abtastung der Oberfläche wird die Auslenkung des Cantilevers gemessen, welche durch die an- und abstoßenden Kräfte verursacht wird. Diese Auslenkung beträgt einige Nanometer und kann durch die Lichtzeiger-Methode detektiert werden [104]. Dazu wird ein Laserstrahl auf die Cantilever-Spitze gerichtet. Der reflektierte Laserstrahl wird mittels einer Quadranten-Photodiode detektiert. Auf diese Weise werden sowohl Normalkräfte als auch Lateralkräfte aufgezeichnet. Mithilfe dieser Daten wird in einem Regelkreis die Auslenkung bzw. die Krafteinwirkung auf den Cantilever konstant gehalten. Durch das Regelsignal wird die Topografie der Oberfläche dargestellt.



**Abbildung 40: Schematischer Aufbau des Rasterkraftmikroskops [105]**

Das Rasterkraftmikroskop kann in verschiedenen Betriebsmodi betrieben werden: Im sogenannten Kontakt-Modus wird der Cantilever durch direkten Kontakt der Nadel mit der Probenoberfläche ausgelenkt. Im Tapping-Modus wird der Cantilever über ein Piezoelement zur Oszillation nahe seiner Resonanzfrequenz gebracht. Als Messgrößen über den Lichtzeiger dienen hier die Amplitude, Phase und Frequenz des Cantilevers. Wird der Cantilever nun über die Probenoberfläche gefahren, werden die Messgrößen verändert und die Topografie der Probenoberfläche wird daraus abgeleitet.

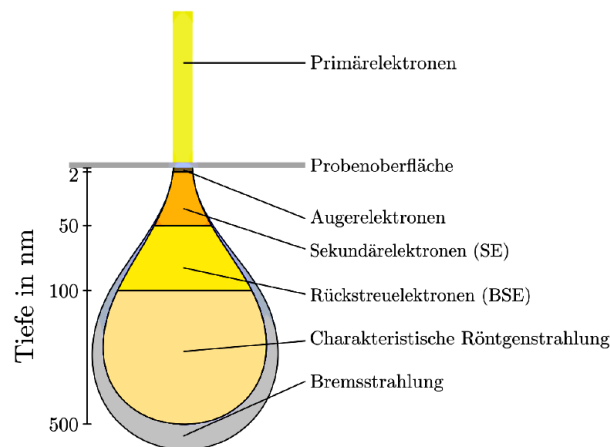
Die Oberflächentopografien der Proben wurden in dieser Arbeit mit dem Rasterkraftmikroskop BioScope (Bruker, Massachusetts, USA) im Tapping-Modus aufgenommen, welches den Nanoscope Controller IIIa verwendet und dabei der Cantilever Tap300Al-G (BudgetSensors® Innovative Solutions Bulgaria Ltd., Sofia, Bulgarien) verwendet. Auswertungen der Oberflächentopografie, um beispielsweise den arithmetischen Mittelrauheitswert zu bestimmen, erfolgten mit der Software Gwyddion 2.44 (Czech Metrology Institute, Brno, Czech Republic).

### 3.2.2 Dual-Beam-System

Beim Dual-Beam-System Helios NanoLab 600 (FEI, Hillsboro, USA) handelt es sich um eine Kombination aus einem Rasterelektronenmikroskop (REM) und einem fokussierten Ionenstrahl-Mikroskop (engl. Focused Ion Beam Microscope kurz FIB). Des Weiteren steht ein Detektor zur energiedispersiven Röntgenspektroskopie (engl.: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy kurz EDX) zur Verfügung. Untersuchungen am

Dual-Beam-System werden von Herrn Dr. Martin Gottschalk aus der Arbeitsgruppe „Dünne Schichten & Physik der Nanostrukturen“ (Prof. Dr. Günter Reiss/ Prof. Dr. Andreas Hütten) der Universität Bielefeld durchgeführt.

Das REM-Verfahren dient zur Abbildung von Oberflächen. Dafür wird ein Elektronenstrahl mit Hilfe einer Elektronenkathode erzeugt und zur Anode hin beschleunigt. Durch mehrere Linsen wird der Elektronenstrahl auf die Oberfläche der zu untersuchenden Probe fokussiert. Je nach angelegter Spannung und Probenmaterial variiert die Eindringtiefe der Elektronen zwischen mehreren Nanometern und wenigen Mikrometern [106]. Die in die Probenoberfläche eindringenden Elektronen lösen mehrere Signale aus, welche in Abbildung 41 aufgezeigt sind [107]. Zur Bildgebung werden meistens Sekundärelektronen genutzt, welche durch eine angelegte Spannung von einer Anode detektiert werden und die entsprechenden Impulse auf einen Monitor übertragen werden.



**Abbildung 41: Die Elektronenbirne veranschaulicht den Tiefenursprung der ausgelösten Signale [107]**

Das EDX-Verfahren dient zur orts aufgelösten Elementaranalyse der Probenoberfläche und kann mögliche Ablagerungen oder Schichtbildungen detektieren. Dafür schlagen hochenergetische Elektronen des REM gebundene Elektronen aus den Schalen der Probenatome. Die entstandenen Leerstellen werden durch energetisch höher gelegene Elektronen des Atoms aufgefüllt. Die Energiedifferenz des alten und neuen Energieniveaus wird in Form der charakteristischen Röntgenstrahlung frei. Diese charakteristische Röntgenstrahlung wird detektiert und ist kennzeichnend für ein chemisches Element.

Das FIB-Mikroskop kann sowohl als bildgebendes Verfahren als auch zum Materialabtrag bzw. zur gezielten Strukturierung verwendet werden. In dieser Arbeit



wird das FIB-Mikroskop lediglich zum Materialabtrag verwendet. Dafür wird Gallium im Vakuum in Richtung der Probenoberfläche beschleunigt. Beim Auftreffen findet ein Impulsübertrag (Gallium-Ionen auf die Probenoberfläche) statt und die Probenoberfläche wird zerstäubt bzw. abgetragen.

### **3.2.3 Profilometer**

Mit einem Profilometer wird eine Probenoberfläche in einem Tastschrittverfahren mit einer feinen Diamantspritze entlang eines Linienprofils abgetastet. Es wird ein Höhenprofil aufgezeichnet, aus welchem sich Parameter wie u.a. die Rauheit und Formabweichungen ableiten lassen [108].

In dieser Arbeit wird das Profilometer Dektak 3030ST (Sloan Technology Corporation, Santa Barbara, USA) verwendet, dessen Eigenschaften [109] in beschrieben sind . Für jede Messung in dieser Arbeit wird eine Strecke von 2 mm abgefahren.

### **3.2.4 Dynamische Lichtstreuung**

Die Lichtstreuung stellt eine Methodik zur Analytik der Masse, Struktur und Dynamik mesoskopischer Strukturen dar. Die Partikelgrößenanalyse einer kolloidalen Lösung lässt sich mithilfe der dynamischen Lichtstreuung durchführen [110].

Aufgrund von Wechselwirkungen der Moleküle des Dispersionsmediums mit nanostrukturierten Partikeln befinden sich diese in einer konstanten Brownschen Bewegung. Die Partikelbewegung von glatten Kugeln bei geringen Konzentrationen wird nach der Stokes-Einstein-Beziehung [111] durch die Viskosität und die Temperatur des Dispersionsmedium sowie durch die Partikelgröße beschrieben. Da die Viskosität und die Temperatur bekannte Größen darstellen, kann durch Messung der Partikelbewegung auf die Größe der Partikel geschlossen werden.

Bei der dynamischen Lichtstreuung wird die Dispersion mit einer kohärenten monochromatischen Lichtquelle (Laser) angestrahlt. Da die Partikeldurchmesser im Vergleich zur Wellenlänge des Lichts klein sind, wird das Licht in alle Raumrichtungen gestreut (Rayleigh-Streuung). Das Streulicht verschiedener Partikel interferiert miteinander. Da sich die Abstände der Partikel durch die Brownsche Bewegung ständig ändern, führt dies zu kleinen Änderungen der Streuintensität. Die zeitliche Analyse dieser Fluktuationen ist eine Information zu der Geschwindigkeit, mit welcher sich die Partikel bewegen [110].

### 3.2.5 Härteprüfung

Nach Martens [112] wird die Härte eines Werkstoffes als der Widerstand bezeichnet, den ein Körper dem Eindringen eines weniger verformbaren Gegenkörpers entgegensetzt.

Je nach zu erwartender Härte des Werkstoffes existiert eine Vielzahl an Verfahren zur Härteprüfung. Die in dieser Arbeit verwendeten Materialien lassen sich durch die Skalen der Härteprüfungen Brinell und Rockwell beschreiben, welche daher auch näher erläutert werden.

Bei dem gehärtetem 100Cr6 Stahl handelt es sich im Vergleich zu anderen Stahlsorten um einen besonders harten Werkstoff. Diese Härte kann mit dem Härtemessverfahren nach Brinell nicht vermessen werden, daher erfolgt die Bestimmung der Härte nach Rockwell (HRC) [113] für den gehärteten 100Cr6 Stahl. Die Härte wird dabei mit einem kegelförmigen Prüfkörper aus Diamant mit einem Spitzenwinkel von  $120^\circ$  und einer abgerundeten Spitze mit einem Radius von 0,2 mm bestimmt (Skala C). Bei der Bestimmung der Härte wird der Prüfkörper zunächst mit einer Prüfvorlast von 98,07 N in die Probe (die 100Cr6 Scheibe) eingedrückt und die Eindringtiefe bestimmt, welche als Bezugsebene dient. Im Folgenden wird eine erhöhte Last von 1,471 kN aufgebracht. Nach 2 s wird die Kraft wieder auf die Prüfvorkraft verringert. Die bleibende Eindringtiefe wird bestimmt und der Härtewert nach Rockwell lässt sich aus der Differenz zwischen der bleibenden und der anfänglichen Eindringtiefe bestimmen.

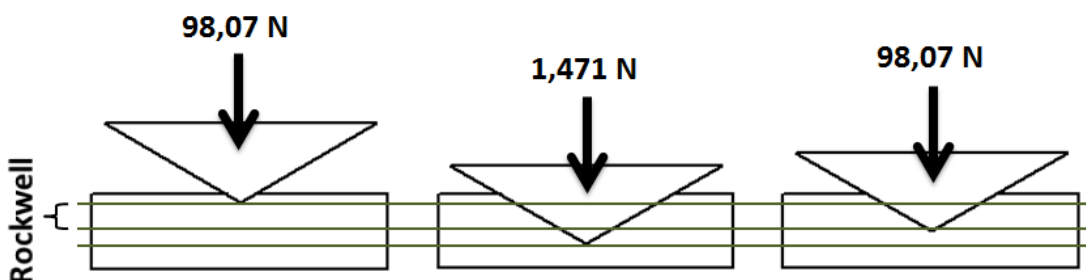


Abbildung 42: Prinzip der Härtemessung nach Rockwell

Für die weiteren Scheibenmaterialien wird die Härte nach Brinell gemäß der Norm DIN EN ISO 6506 [114] bestimmt. Dafür wird eine Wolframcarbidkugel mit einem Durchmesser von 2,5 mm mit einer Prüfkraft von 1839 N in die Probenoberfläche eingedrückt. Die vorgegebene Prüfkraft wird nach ca. 7 s erreicht und für 14 s aufrechterhalten. Nach Wegnahme der Prüfkraft wird der Eindruckdurchmesser bestimmt und aus der Formel (12) die Härte nach Brinell bestimmt:

$$HBW = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D^2 \cdot \left(1 - \sqrt{1 - \frac{d^2}{D^2}}\right)} \quad (12)$$

Mit HBW = Brinellhärte, F = Prüfkraft (1837 N), D = Kugeldurchmesser (2,5 mm) und d = Eindruckdurchmesser.

Für jede Untersuchung wird die Härtemessung sieben Mal wiederholt und Durchschnittswerte sowie Abweichungen bestimmt.

Die Härteprüfungen werden an der Fachhochschule Bielefeld im Labor für Werkstoffprüfung (Leitung: Prof. Dr.-Ing. Thomas Kordisch) an einer Härteprüfmaschine (Zwick/Roell 2.5S1S, Deutschland) durchgeführt.

### 3.2.6 Ultraschallhomogenisator

Die nanostrukturierten Partikel liegen pulverförmig in Agglomeraten vor, welche mittels eines Dispergiervorgangs aufgebrochen werden. Zur Herstellung von Dispersionen im Labormaßstab eignet sich ein Ultraschallhomogenisator, dessen Wirkung und Einfluss schon untersucht wurde [115–117]. Die Homogenisierung mittels Ultraschall basiert auf Kavitation. Durch die Schallwellen wird der Dampfdruck erreicht. Es bilden sich Blasen, welche implodieren. Dadurch entstehende Strömungen und Turbulenzen führen dazu, dass die Partikel miteinander kollidieren und in der Folge gebrochen werden [118]. In dieser Arbeit wird der Ultraschallhomogenisator SONOPLUS HD 3200 (Bandelin electronic GmbH & Co. KG, Berlin, Deutschland) mit einer Ultraschalleistung von  $P_{HF} = 200W$  und der Sonotrode VS 70 T (Durchmesser von  $d_{Sonotrode} = 13mm$ ) verwendet. Betrieben wird der Ultraschallhomogenisator mit einer Frequenz von 20 kHz mit einer konstanten Amplitude von  $A_{Spitze-Spitze} = 170 \mu m$ .

### 3.2.7 Rheometer

Der Begriff der Rheologie leitet sich aus dem Griechischem (rhei – „fließen“ und logos – „Lehre“) ab. Das Teilgebiet der Physik bzw. der physikalischen Chemie die Rheologie wird definiert als die Lehre vom Fließverhalten von Fluiden sowie das Deformationsverhalten von Festkörpern [119]. Die zeitliche Verformung von Substanzen durch das Aufbringen einer Kraft wird beobachtet. Dabei stellt sich ein Verhalten ein, welches zwischen den beiden Extremen einer idealviskosen Flüssigkeit (z.B. Öl) und einem idealelastischen Festkörper (z.B. Stahl) liegt. Die zentrale Größe der Rheologie stellt die Viskosität dar [44] und bezeichnet u.a. auch die Zähigkeit bzw. Zähflüssigkeit von Fluiden [120]. Die dynamischen Viskositäten und weitere rheologische Messungen werden mit dem Rheometer Physica MCR 101-0 SN875912

(Anton Paar Germany GmbH, Ostfildern, Deutschland) durchgeführt. Die Messungen werden mit dem Kegel/Platte Messsystem „CP25-1-33979“ (Durchmesser  $d = 24,979$  mm, dem Winkel von  $1,001^\circ$  und einer Kegelspitzenabnahme von  $48 \mu\text{m}$ ,) aufgezeichnet. Eine Temperierung erfolgt auf Basis eines Peltier-Elements (P-PTD200/62-81441686). Der Messaufbau wird von der Arbeitsgruppe Physikalische Chemie III (Prof. Dr. Thomas Hellweg) zur Verfügung gestellt.

### 3.3 Formulierung der Dispersion

### 3.4 Standard-Dispersion

In dieser Arbeit werden Dispersionen analysiert, welche aus dem Grundöl Nexbase<sup>®</sup> 3043 (Neste Oyj, Espoo, Finnland), einem Additivpaket und nanostrukturierten Partikeln der Art TiO<sub>2</sub> NKT90 (Evonik Industries AG, Essen, Deutschland) bestehen. Um eine stabile Dispersion herzustellen, hat die Firma Evonik Resource Efficiency GmbH ein Additivpaket mit folgenden Bestandteilen entwickelt: Hostaphat<sup>®</sup> 1306 (Clariant AG, Pratteln, Schweiz), Oleylamin (Sigma Aldrich Corporation, St. Louis, USA) und Pluronic<sup>®</sup> RPE2520 (BASF SE, Ludwigshafen am Rhein, Deutschland). Die Standard-Dispersion wird von der Firma Evonik Resource Efficiency GmbH in zwei Arbeitsschritten hergestellt. Im ersten Schritt werden folgende Bestandteile vermischt:

- 463 g Nexbase<sup>®</sup> 3043
- 18,9 g Hostaphat<sup>®</sup> 1306
- 6,3 g Oleylamin
- 4,73 g Isobutyltrimethoxysilan
- 63 g TiO<sub>2</sub> NKT90 nanostrukturierte Partikel

Anschließend wird das Gemisch 1,5 h mittels Ultraschall homogenisiert und anschließend nochmals

- 4,73 g Isobutyltrimethoxysilan
- 28,35 g Oleylamin

hinzugegeben.

Diese Dispersion wird der Universität Bielefeld zur Verfügung gestellt und für die Triboexperimente mit Nexbase<sup>®</sup> 3043 zu gewünschten TiO<sub>2</sub> NKT90 Konzentrationen (typische Konzentration: 0,5 wt% TiO<sub>2</sub> NKT90) verdünnt.

### 3.5 Einfluss der Bestandteile des Additivpakets

Die in dieser Arbeit verwendeten nanostrukturierten Partikel weisen nach dem in Kapitel 2.10.2 beschriebenen Herstellungsprozess hydrophile Eigenschaften auf. Damit die Partikel im Öl dispergiert werden können, wird werkseitig vom Hersteller eine Hydrophobierung der Partikel mittels Isobutyltrimethoxysilan durchgeführt. Dabei reagiert das Silan unter Abspaltung von Methanol mit der  $\text{TiO}_2$ -Oberfläche unter Bildung einer hydrophobierten Oberfläche (siehe Abbildung 43). Während der Herstellung der Dispersion kommt es durch die Ultraschallhomogenisierung zu einer Zerkleinerung der Partikel. Es werden Agglomerationen der nanostrukturierten Partikel aufgebrochen und es entstehen Bruchflächen, welche keine hydrophoben Eigenschaften aufweisen. Diese Bruchflächen werden durch die Zugabe des Isobutyltrimethoxysilan im Herstellprozess der Standard-Dispersion ebenfalls hydrophobiert.

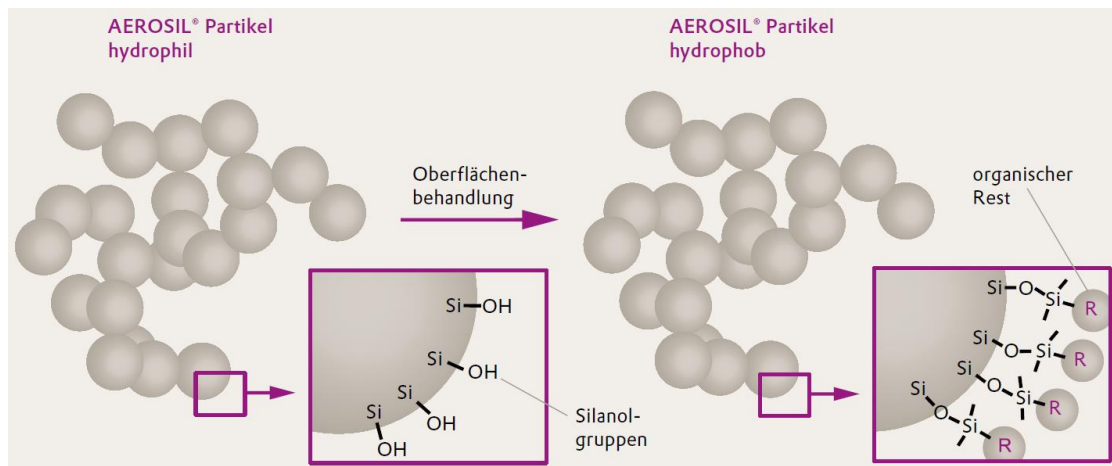


Abbildung 43: Hydrophobierung der Partikeloberfläche [94]

Um den Einfluss der weiteren Bestandteile des Additivpakets auf die Stabilität der Dispersion zu beurteilen, wurden sowohl eine Analyse der Sedimentation nach 14 Tagen als auch DLS-Messungen zur Überprüfung der Partikelgröße von der Evonik Resource Efficiency GmbH durchgeführt. Die DLS-Messungen dienen dazu, die Partikelgröße zu analysieren. Dafür wird der mittlere Partikeldurchmesser  $d_{50}$  angegeben. Das  $d_{50}$  bedeutet, dass 50% der Partikel kleiner sind als der angegebene Wert. Um einen Überblick über die Verteilung der Partikelgröße zu erhalten, wird zudem der Partikeldurchmesser  $d_{99}$  angegeben. 99% der Partikel sind kleiner als dieser Wert. Die gemessenen Partikeldurchmesser sind in Tabelle 4 zusammengefasst.

Im ersten Schritt wurde eine Dispersion aus Nexbase® 3043 und den nanostrukturierten TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikeln (ohne das Additivpaket) erstellt. Noch am gleichen Tag konnte mittels DLS ein mittlerer Durchmesser von  $d_{50} = 436$  nm festgestellt werden bei einem  $d_{99}$ -Durchmesser von 509nm. Dieser verändert sich im Laufe der Zeit jedoch nicht mehr (nach sieben Tagen  $d_{50} = 403$  nm; nach 14 Tagen:  $d_{50} = 371$  nm). Des Weiteren lässt sich eine Sedimentation der Partikel bereits nach 14 Tagen feststellen (siehe Abbildung 44).

Grundöl	Additive	Partikelart	Nach 0 Tagen		Nach 7 Tagen		Nach 14 Tagen	
			$d_{50}$	$d_{99}$	$d_{50}$	$d_{99}$	$d_{50}$	$d_{99}$
Nexbase® 3043	-	TiO <sub>2</sub> NKT90	436	509	403	485	371	444
Nexbase® 3043	Oleylamin	TiO <sub>2</sub> NKT90	227	398	350	467	299	388
Nexbase® 3043	Hostaphat®	TiO <sub>2</sub> NKT90	85	210	78	169	75	187
Nexbase® 3043	Oleylamin Hostaphat®	TiO <sub>2</sub> NKT90	75	169	58	167	74	169
Nexbase® 3043	Oleylamin Hostaphat® Pluronic®	TiO <sub>2</sub> NKT90	71	107	71	160	75	163

**Tabelle 4: Einfluss der Additive auf die Partikelgröße (mit freundlicher Genehmigung von Herrn Dr. Daniel Neß von der Evonik Resource Efficiency GmbH)**

Durch die alleinige Additivierung von Oleylamin kann die Partikelgröße auf  $d_{50} = 227$  nm verkleinert werden, welche am Tag der Herstellung aufgenommen wurde. Auch nach vierzehn Tagen wird eine vergleichbare Partikelgröße mit  $d_{50} = 299$  nm gemessen. Zudem ist in Abbildung 44 zusehen, dass es bei der alleinigen Additivierung mit Oleylamin zur Sedimentation kommt.

Wird lediglich Hostaphat® 1306 der Formulierung – Nexbase® 3043 mit nanostrukturierten Partikeln TiO<sub>2</sub> NKT90 – hinzugegeben, so lässt sich die Partikelgröße stark verkleinern. So wird direkt am Tag der Herstellung ein Durchmesser von  $d_{50} = 85$  nm, nach sieben Tagen von  $d_{50} = 78$  nm und nach vierzehn Tagen von  $d_{50} = 75$  nm festgestellt. Jedoch zeigt die Langzeituntersuchung nach vierzehn Tagen, dass es auch zur Sedimentation kommt.

Wird die Formulierung sowohl mit Oleylamin als auch mit Hostaphat® 1306 additiviert, werden vergleichbare Partikelgrößen wie beim Hostaphat® erzielt. Die Sedimentation der Partikel wird jedoch verlangsamt. Es lässt sich nach vierzehn Tagen jedoch immer noch eine leichte Sedimentation feststellen.

Durch die zusätzliche Zugabe von Pluronic® RPE 2520 lässt sich kein Einfluss auf die Partikelgröße und deren Streuung feststellen (Messung nach 0 Tagen:  $d_{50} = 71$  nm und  $d_{99} = 101$  nm). Eine Sedimentation der Partikel ist nach 14 Tagen jedoch nicht mehr feststellbar (siehe Abbildung 44).

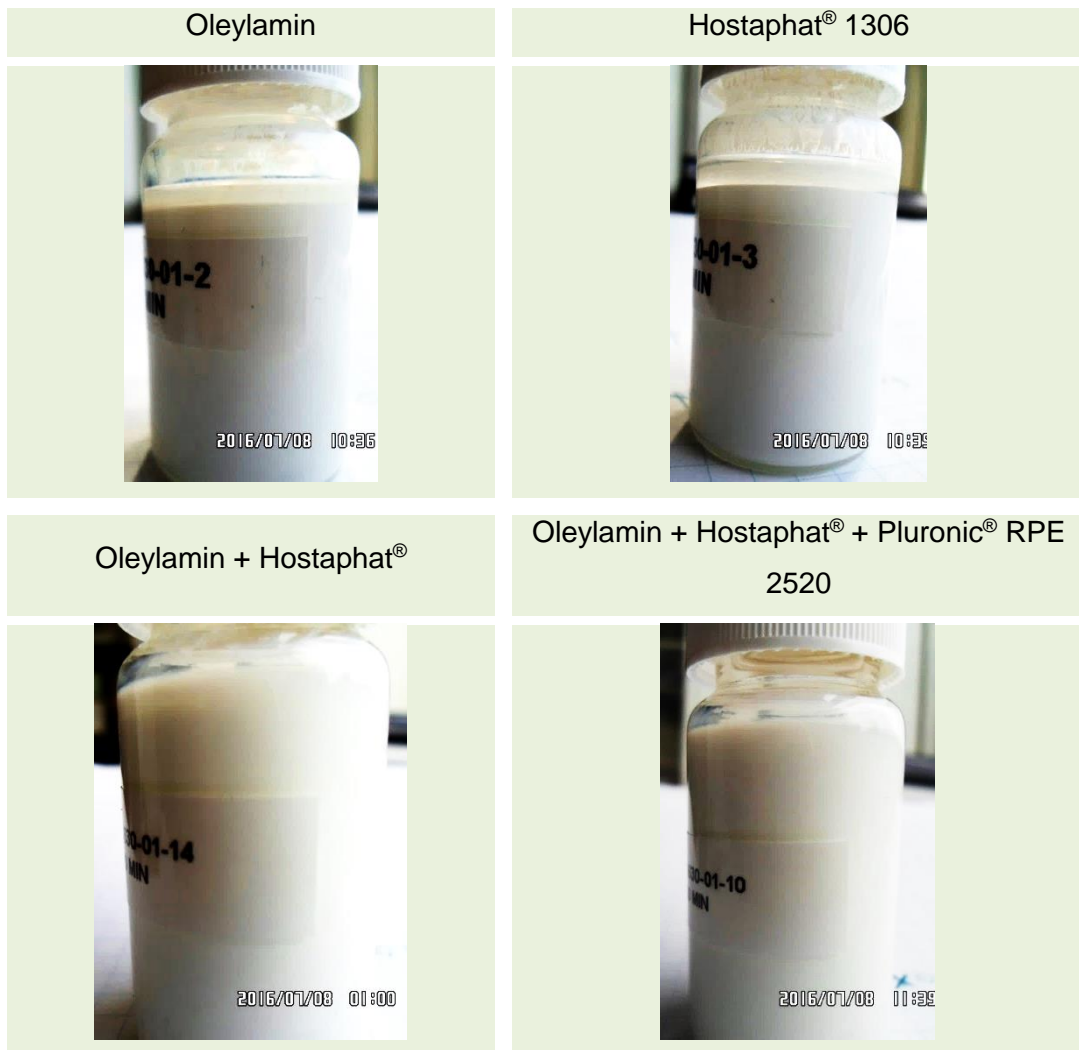


Abbildung 44: Einfluss der Additive auf die Sedimentation (mit freundlicher Genehmigung von Herrn Dr. Daniel Neß von der Evonik Resource Efficiency GmbH)

### 3.5.1 Nexbase® 3043

Nexbase® 3043 (Neste Oyj, Espoo, Finnland) ist ein farbloses Grundöl auf Paraffin-Basis [121]. Es entspricht der API/ATIEL Base Stock Group III Klassifizierung des

American Petroleum Institute, in welcher mineralölbasierende Produkte höchster Qualität zusammengefasst sind. So müssen jene einen gesättigten Anteil an Kohlenwasserstoffketten von mehr als 90% aufweisen, weniger als 0,03% Schwefel beinhalten und einen Viskositätsindex größer 120 besitzen [122].



## 4 Ergebnisse und Diskussion

Im Folgenden wird der Einfluss der im Kapitel 3.1 beschriebenen Parameter (Eingangsgrößen und kontrollierbare Größen) auf die Wirkungsweise der nanostrukturierten Partikel in einem Schmieröl untersucht. Ein Schwerpunkt wird auf die Auswertung der Reibung gelegt. Bevor mit der Variation der Parameter begonnen wird, soll zunächst der reibvermindernde Effekt der nanostrukturierten Partikel aus [7,8] bestätigt werden. Dafür wird die bereits entwickelte Schmierstoffformulierung auf Basis von TiO<sub>2</sub>-nanostrukturierten Partikeln [7,8] entsprechend so verändert, dass das Grundöl ausgetauscht wird. Das FoodTechOil (Bio-Circle Surface Technology GmbH, Gütersloh, Deutschland) wird durch Nexbase<sup>®</sup> 3043 (Neste Oyj, Espoo, Finnland) ersetzt, da Nexbase<sup>®</sup> 3043 in vielen industriellen Schmierölen [121] Anwendung findet. Alle anderen Versuchsparameter bleiben unverändert zu [7,8] und sind im Kapitel 3.1.3 beschrieben.

### 4.1 Nachweis der Reibungsreduktion durch nanostrukturierte Partikel

In diesem Kapitel soll die Reibverminderung durch Zugabe der nanostrukturierten TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikel in ein Schmieröl (Nexbase<sup>®</sup> 3043) bestätigt werden. Um den Einfluss der nanostrukturierten Partikel herauszuarbeiten, wird im ersten Schritt das reine Grundöl Nexbase<sup>®</sup> 3043 getestet. Im zweiten Schritt wird das Grundöl Nexbase<sup>®</sup> 3043 mit dem Additivpaket (aus Kapitel 3.4) vermischt. Im dritten und letzten Schritt werden die nanostrukturierten Partikel hinzugegeben. Die folgenden Triboexperimente werden in der Materialkombination 100Cr6-„Z-Stahl“ durchgeführt.

Beim Experiment mit dem reinem Nexbase<sup>®</sup> 3043 schwankt der Reibungskoeffizient im Bereich von  $0,12 \leq \mu \leq 0,14$  nach der Einlaufphase (mit konstantem Druck). Der Reibverlauf ist in Abbildung 45 als hellgrüne Messkurve visualisiert.

Ein Additivpaket ist notwendig, um die nanostrukturierten Partikel im Öl zu stabilisieren. Um den Einfluss des Additivpakets auf die Reibung zu bewerten, wurde ein Versuch mit einer Mischung des Nexbase<sup>®</sup> 3043 mit dem Additivpaket durchgeführt. In der Einlaufphase steigt der Reibungskoeffizient mit ansteigendem Druck an und erreicht zum Ende der Einlaufphase einen Reibungskoeffizient von  $\mu \approx 0,10$ . Bis zum Ende des Experiments sinkt der Reibkoeffizient auf einen Wert von ca.  $\mu \approx 0,03$  (siehe grüner Graph in Abbildung 45). Es konnte folglich eine Reibverminderung um den Faktor vier durch das Additivpaket festgestellt werden.

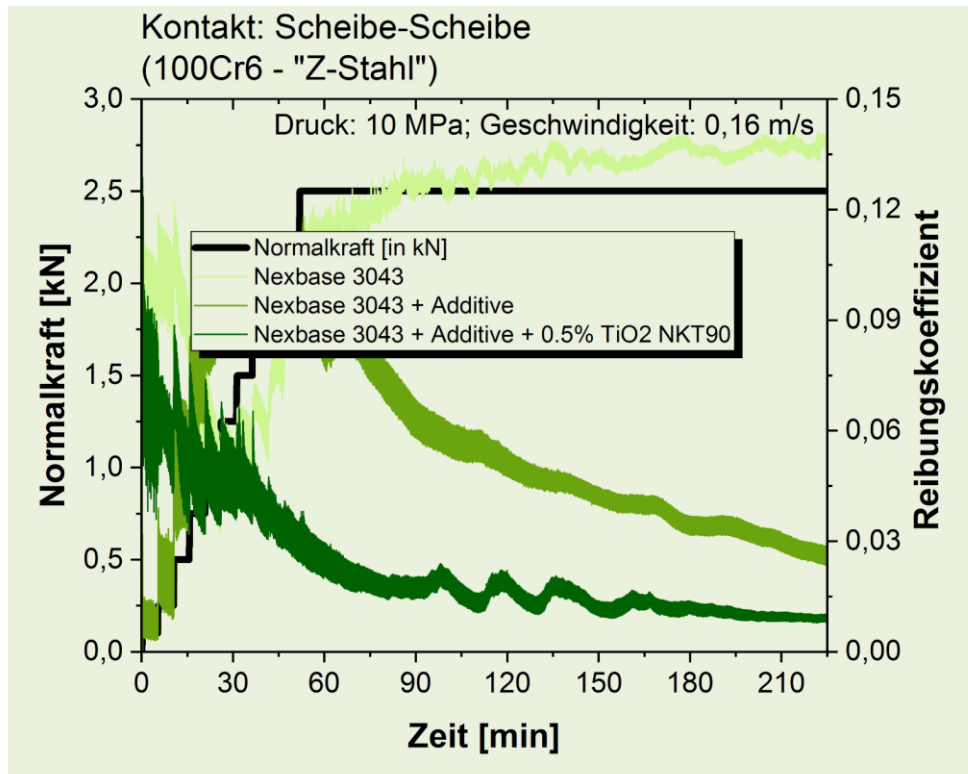


Abbildung 45: Nachweis des Partikeleffektes bei einem Druck von 10 MPa, einer Geschwindigkeit von 0,16 m/s an der Materialkombination 100Cr6-„Z-Stahl“

Im Folgenden soll der Einfluss nanostrukturierter TiO<sub>2</sub>-NKT90-Partikel auf das Reibverhalten herausgearbeitet werden. Dazu werden in der Formulierung aus Nexbase<sup>®</sup> 3043 und dem Additivpaket 0,5 wt% nanostrukturierte TiO<sub>2</sub>-NKT90-Partikel dispergiert. Im Gegensatz zu den Experimenten ohne Partikel wird zu Beginn des Experiments ein maximaler Reibungskoeffizient von ca.  $\mu \approx 0,08$  gemessen. Im weiteren zeitlichen Verlauf des Experiments reduziert sich die Reibung kontinuierlich. Nach ca. 15 min weist das Experiment mit dispergierten Partikeln im Gegensatz zum vergleichenden Experiment ohne Partikel durchgängig geringere Reibungskoeffizienten auf. Die Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln führt bei der Materialkombination 100Cr6-„Z-Stahl“ ab ca. 30 min nahezu zu einer Verringerung der Reibung um den Faktor drei auf im Vergleich zur Mischung aus Nexbase<sup>®</sup> 3043 und dem Additivpaket. Am Ende des Versuches werden Reibkoeffizienten von  $\mu < 0,01$  erzielt (siehe dunkelgrüner Graph in Abbildung 45). Durch die Zugabe der nanostrukturierten Partikel wird demnach sowohl die Einlaufphase zeitlich deutlich reduziert als auch die Reibung um den Faktor drei verringert.

Es konnte somit gezeigt werden, dass die Zugabe der nanostrukturierten TiO<sub>2</sub>-NKT90-Partikel die Reibung maßgeblich verringert. In einem weiteren Experiment soll die Bedeutung der nanoskaligen Größe der Partikel hervorgehoben werden.

Dafür wird ein Experiment unter identischen Versuchsbedingungen (Materialpaarung: 100Cr6-„Z-Stahl“, Pressung: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0,16 m/s) durchgeführt, bei dem die Partikel nicht mittels Ultraschall zerkleinert werden. Es wird ein mittlerer Partikeldurchmesser von  $d_{50} = 416 \text{ nm}$  ( $d_{99} = 575 \text{ nm}$ ) mittels DLS ermittelt. Die Einlaufphase des Ex-

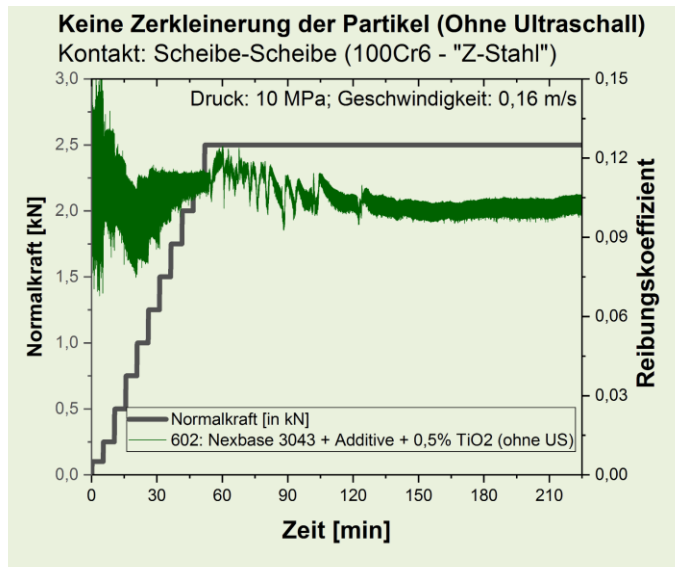


Abbildung 46: Reibverlauf eines Experiments mit Partikeln der Größe  $d_{50} = 416 \text{ nm}$

periments zeichnet sich durch eine anfängliche Abnahme des Reibungskoeffizienten aus, welche durch ein Abplattens der Rauheitshügel erklärt werden kann. Im weiteren Verlauf verbleibt der Reibungskoeffizient bei ca.  $\mu \approx 0,10$  (siehe Abbildung 46). Dieser Wert ist um einen Faktor von ca. 10 höher als beim vergleichenden Experiment mit zerkleinerten Partikeln. Der reibreduzierende Effekt beruht somit zudem auf der nanoskaligen Größe der TiO<sub>2</sub>-NKT90-Partikel.

## **4.2 Einfluss der Versuchsparameter auf die reibungsreduzierende Wirkung**

Der reibungsreduzierende Effekt der nanostrukturierten TiO<sub>2</sub> Partikel aus [7,8] wurde bestätigt. Im Folgenden wird untersucht, inwieweit eine Variation der Versuchsparameter die reibungsreduzierende Wirkung der Partikel beeinflusst.

### **4.2.1 Einfluss des Materials**

Tribologische Kontakte können aus den unterschiedlichsten Materialien bestehen. Eine Beziehung zwischen Kontaktmaterialien und den einzelnen Reibungsmechanismen wurde hergestellt. Beispielsweise konnte der Reibanteil der Adhäsion in Beziehung zu Materialeigenschaften wie der Härte gesetzt werden [123] oder ein Einfluss der Elektronenstruktur der Metalle auf die Adhäsionsbindungen festgestellt werden [124]. Aber auch andere Reibmechanismen, wie die Deformation, zeigen einen Zusammenhang zur Reibung [23]. Aufgrund dieser Abhängigkeit ist es notwendig, Untersuchungen zu einer möglichen Materialabhängigkeit des reibvermindernden Partikeleffekts durchzuführen. Tribologische Standardversuche wie MTM-Tester [125] und der Vier-Kugel-Apparat [126] werden mit dem Stahl 100Cr6 durchgeführt. Aufgrund dessen wird ein Großteil der tribologischen Modellversuche mit 100Cr6-100Cr6 Materialpaarungen durchgeführt, wie z.B. in [15,17,18]. Dieser Stahl findet typischerweise Anwendung in Wälzlagern [127], einem tribologisch beanspruchten Maschinenelement. Damit die Untersuchungen dieser Arbeit so genau wie möglich mit anderen Studien vergleichbar sind, wird diese Materialpaarung im Folgenden untersucht. Ein weiteres Material, welches für tribologische Experimente eingesetzt wird, ist Grauguss [13,128,129]. Genutzt wird Grauguss beispielsweise als Gegenkörperwerkstoff in Zylinderlaufbahnen und zeichnet sich durch besonders hohe Fresslasten (lokale Verschweißungen) aus [23]. Daher wird der Grauguss als Gegenkörper zur 100Cr6 Scheibe analysiert. Zur Übersicht werden die Ergebnisse der Materialkombination 100Cr6-“Z-Stahl“, bei dem der Partikeleffekt nachgewiesen wurde (siehe Kapitel 4.1), nochmals aufgeführt. Um den Einfluss der nanostrukturierten Partikel hinsichtlich einer Materialabhängigkeit herauszuarbeiten, wird im ersten Schritt das reine Grundöl Nexbase® 3043 getestet. Im zweiten Schritt wird das Grundöl Nexbase® 3043 mit dem Additivpaket vermischt. Im dritten und letzten Schritt werden die nanostrukturierten Partikel hinzugegeben.

Für die folgenden drei Materialkombinationen wurden Triboexperimente mit reinem Nexbase® 3043 durchgeführt:

- 100Cr6 – 11SMnPb30
- 100Cr6 – EN-GJL 300
- 100Cr6 – 100Cr6

Es zeigte sich, dass alle drei Materialien vergleichbare Reibeigenschaften im Triboexperiment mit dem Nexbase® 3043 aufweisen. Während der Einlaufphase waren alle Experimente durch einen ansteigenden Reibkoeffizienten gekennzeichnet. Mit zunehmendem Fortschritt des Experiments bewegen sich die Reibungskoeffizienten (siehe Abbildung 47a) in einem vergleichbaren Bereich von  $0,11 < \mu < 0,14$  für die getesteten Materialkombinationen.

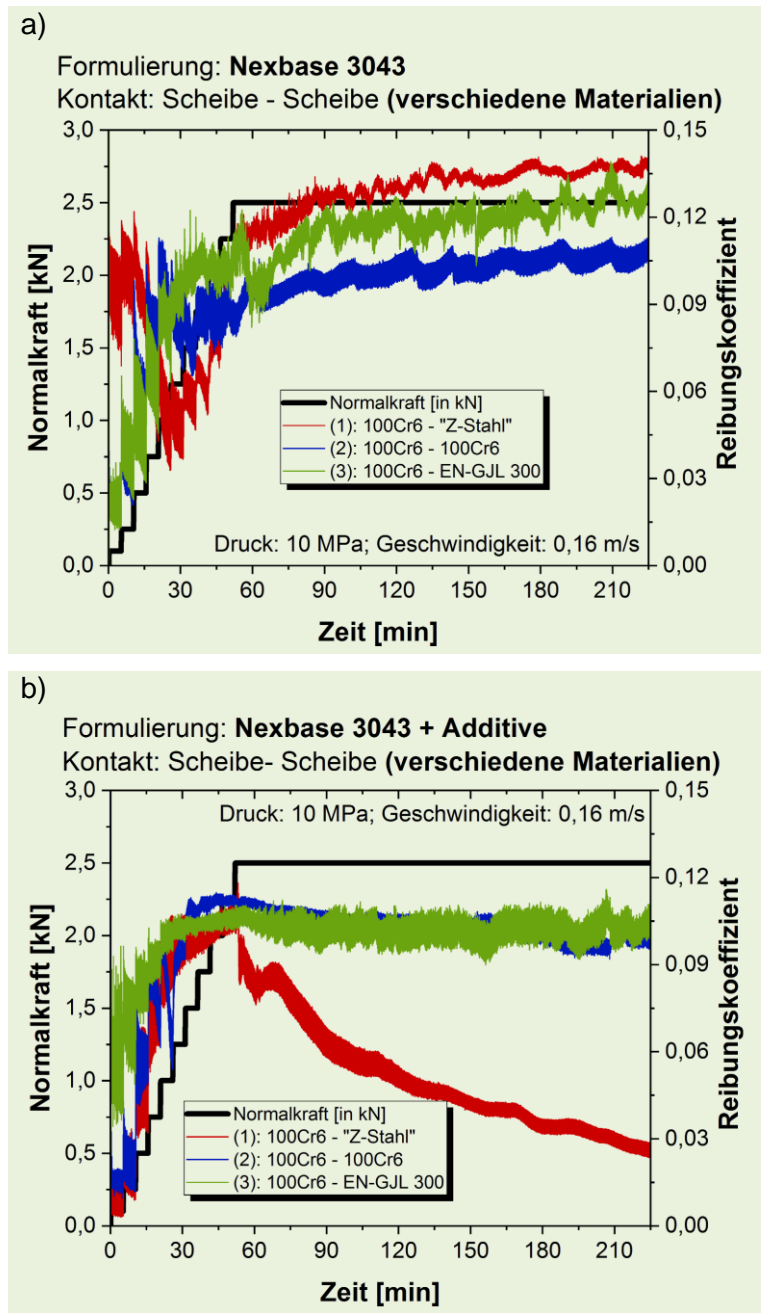


Abbildung 47: a) Scheibe-Scheibe Triboexperimente mit reinem Nexbase® 3043; b) Scheibe – Scheibe Triboexperimente mit einer Mischung aus Nexbase® 3043 und dem Additivpaket

Um den Einfluss des Additivpakets auf die Reibung zu bewerten, wurden für die drei Materialkombinationen Versuche mit einer Mischung des Nexbase® 3043 mit dem Additivpaket durchgeführt. Im Gegensatz zur Materialpaarung 100Cr6-“Z-Stahl“ bleibt der Reibungskoeffizient für die beiden anderen Materialkombinationen (100Cr6–100Cr6 und 100Cr6–EN-GJL 300) nahezu unverändert bei  $\mu \approx 0,1$  (siehe Abbildung 47b).

Im Folgenden wird der Einfluss nanostrukturierter  $\text{TiO}_2$ -NKT90-Partikel auf das Reibverhalten in einem Experiment mit einer 0,5 wt%  $\text{TiO}_2$ -NKT90-Partikel Dispersion untersucht. In der Einlaufphase lässt sich ein kontinuierlich ansteigender Reibkoeffizient von  $\mu \approx 0,13$  für die Materialkombination 100Cr6 – EN-GJL 300 feststellen (siehe Abbildung 48). In den folgenden 30 min sinkt der Reibungskoeffizient auf  $\mu \approx 0,12$ , was mit einem Abplatten der Rauigkeit erklärt werden kann. Der Reibungskoeffizient bewegt sich nahezu konstant um dieses Niveau von  $\mu \approx 0,12$  bis zum Ende des Versuches. Die Materialkombination 100Cr6 – 100Cr6 weist zum Ende des Versuches einen vergleichbaren Reibkoeffizienten auf. Hingegen führt die Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln bei der Materialkombination 100Cr6 – „Z-Stahl“ zu einer deutlichen Verringerung der Reibung. Es kann somit gezeigt werden, dass die nanostrukturierten  $\text{TiO}_2$ -NKT90-Partikel die Reibung an der ausgewählten Materialkombination (100Cr6 – 11SMnPb30) verringern, jedoch lässt sich diese Reibreduktion nicht bei den Materialkombinationen 100Cr6-EN GJL 300 sowie 100Cr6-100Cr feststellen. Der Partikeleffekt weist somit eine Materialabhängigkeit auf.

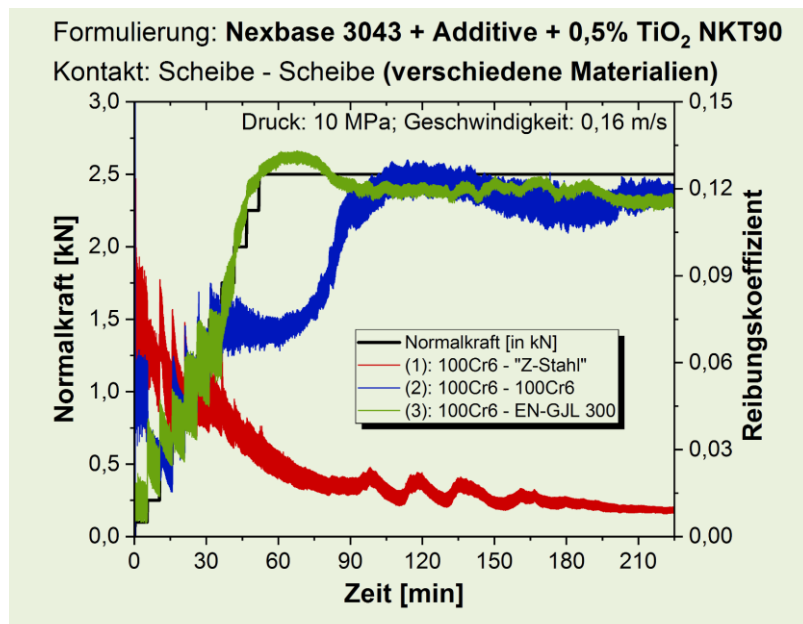


Abbildung 48: Scheibe-Scheibe Triboexperimente in einer Dispersion aus Nexbase 3043, einem Additivpaket und 0,5wt%  $\text{TiO}_2$  NKT90 Partikeln

Um diese Materialabhängigkeit genauer spezifizieren zu können, werden weitere Versuche mit folgenden anderen Materialien durchgeführt. Da Studien einen Zusammenhang zwischen Reibung und Härte der Kontaktpartner zeigen [123], wurde anhand dieses Kriteriums Materialien mit unterschiedlichsten Härten ausgewählt. Die Materialien sowie die Härteangaben sind in Tabelle 5 aufgeführt und den Herstellerangaben entnommen bzw. mit der Prüfmaschine (Zwick/Roell 2.5S1S, Germany) aufgezeichnet. Die Triboexperimente mit den Standardparametern in einer 0,5% TiO<sub>2</sub>-NKT90 Dispersion haben ähnliche Reibungskoeffizienten für die Materialpaarungen 100Cr6-S355 und 100Cr6-S235 ergeben. In der Einlaufphase steigt der Reibungskoeffizient für diese

Material	Härte [in HBW]
100Cr6	250
EN GJL 300	240
S355	201
„Z-Stahl“	185
S235	148
AlMgSi0,5	70-80

**Tabelle 5: Härteangaben der verwendeten Materialien**

Materialien konstant mit dem Druck auf einen Reibungskoeffizienten von  $\mu \approx 0,12$  an und verbleibt dort bis zum Ende des Versuches. Ein ganz anderes Reibverhalten weist die Aluminiumlegierung AlMgSi0.5 auf, welche Parallelen zur Materialkombination 100Cr6-„Z-Stahl“ zeigt. Der Reibungskoeffizient steigt zunächst bis zu einer Normalkraft von 750 N auf  $\mu \approx 0,06$  an und in Folge sinkt die Reibung nach ca. 90 min auf einen Wert von  $\mu < 0,01$ . Bis zum Ende des Versuches verbleibt die Reibung auf diesem Niveau. Alle Experimente sind in Abbildung 49 visualisiert.



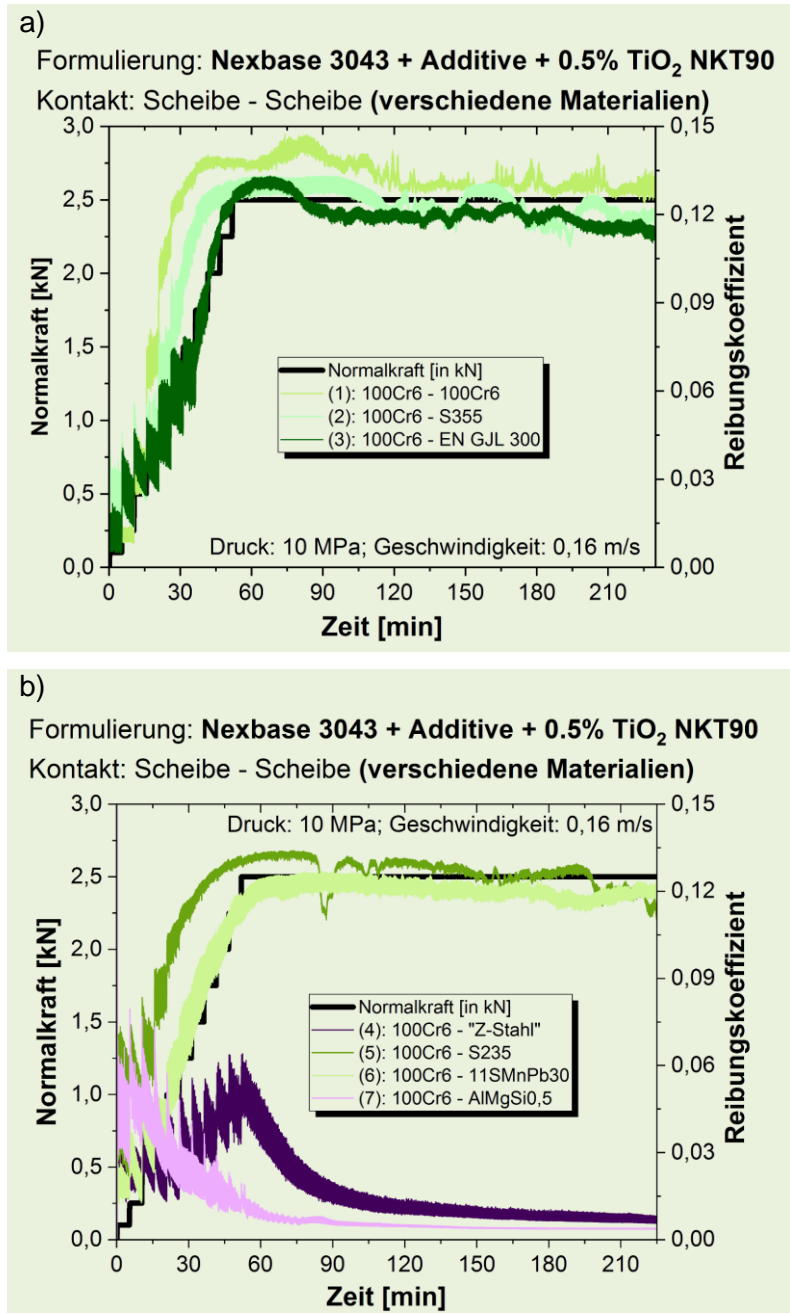


Abbildung 49: Reibverläufe für a) die härtere und b) die weicheren Materialkombinationen

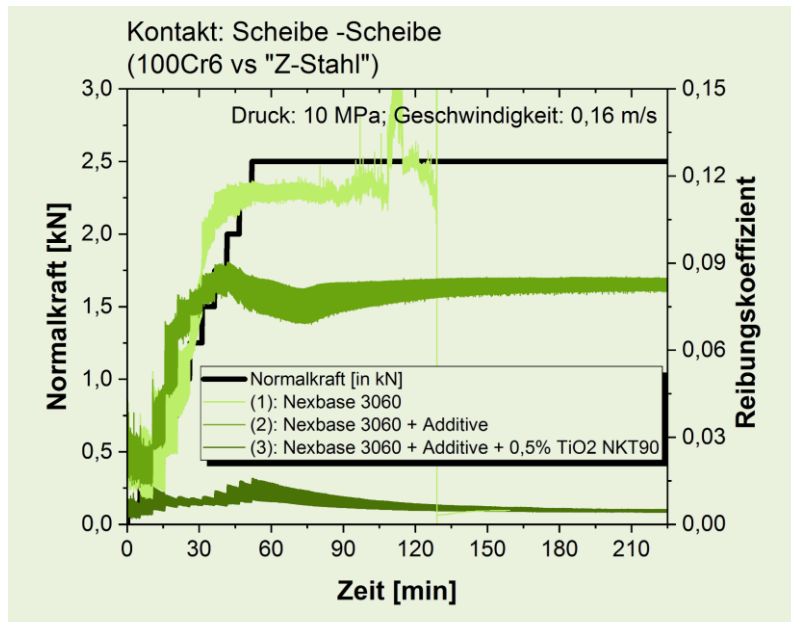
## 4.2.2 Einfluss des Grundöls

Um den Einfluss der unterschiedlichen Arten von Grundölen auf den Partikeleffekt bewerten zu können, werden Experimente mit weiteren Grundölen durchgeführt. In den folgenden Untersuchungen wurde die Standard-Dispersion mit dem Grundöl Nexbase® 3060 (Neste Oyj, Espoo, Finnland) und dem vollformulierten PKW Motorenöl Shell Helix Ultra 5W/30 (Shell Deutschland Oil GmbH, Deutschland) auf eine TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikelkonzentration von 0,5 wt% verdünnt. Des Weiteren wurde die Reibreduktion durch die Formulierung aus [8] nochmals bestätigt.

### 4.2.2.1 Partikeleffekt beim Nexbase® 3060

Nexbase® 3060 besitzt mit 32 mm<sup>2</sup>/s eine höhere kinematische Viskosität (bei 40°C) als Nexbase® 3043 mit 20 mm<sup>2</sup>/s. Beide Grundöle werden jedoch nach API/ATIEL Base Stock Group III klassifiziert und weisen ansonsten auch vergleichbare chemische Strukturen auf. Das Nexbase® 3060 findet hauptsächlich in Kompressoren-, Hydraulik- und Getriebeölen Anwendung [130]. In den folgenden Experimenten wurde das Nexbase® 3060 mit der Standard-Dispersion vermischt, sodass eine TiO<sub>2</sub>-NKT90-Partikelkonzentration von 0,5 wt% vorlag.

Zunächst werden die Reibungskoeffizienten für das Scheibe-Scheibe Triboexperiment für das Nexbase® 3060 ohne Zusätze ermittelt, welche in Abbildung 50 dargestellt ist. Nach der Einlaufphase konnte für die folgenden 60 min ein konstanter Reibungskoeffizient von  $\mu = 0,12$  ermittelt werden (siehe hellgrüne Kurve in Abbildung 50). Danach erfolgte ein abrupter Anstieg des Reibungskoeffizienten auf  $\mu > 0,15$  und das Experiment musste nach weiteren 15 min aufgrund des Erreichens des maximalen Reibmomentes abgebrochen werden. Durch die Zugabe des Additivpakets konnte der Reibungskoeffizient auf  $\mu = 0,08$  gesenkt werden (siehe grüne Kurve in Abbildung 50). Das weitere Dispergieren mit nanostrukturierten TiO<sub>2</sub>-NKT90-Partikeln führte zu einer Verminderung des Reibungskoeffizienten auf  $\mu < 0,01$  (siehe dunkelgrüne Kurve in Abbildung 50).



**Abbildung 50: Nachweis des Partikeleffektes in Scheibe – Scheibe Triboexperimenten auf Basis des Nexbase® 3060**

Auch mit dem höher viskosen Grundöl Nexbase® 3060 konnte eine reibreduzierende Wirkung durch Zugabe der nanostrukturierten Partikel erzielt werden.

#### 4.2.2.2 Partikeleffekt beim Shell Helix Ultra 5W/30

Das Shell Helix Ultra 5W/30 (Royal Dutch Shell, Den Haag, Niederlande) ist ein kommerzielles, volladditiviertes Motorenöl. Für dieses Motorenöl wurde zunächst der Reibungskoeffizient in der Scheibe-Scheibe Konfiguration für die Materialkombination 100Cr6-“Z-Stahl“ ermittelt. Das Shell Helix Ultra 5W/30 wurde zweimal getestet. Nach der Einlaufphase konnte ein Reibungskoeffizient von  $\mu = 0,12$  und  $\mu = 0,11$  gemessen werden. Anschließend nimmt der Reibungskoeffizient ab. Nach ca. 180 min stellt sich für beide Versuche ein nahezu identischer Reibungskoeffizient von  $\mu = 0,065$  ein (siehe blaue Kurven in Abbildung 51). Das Shell Helix Ultra 5W/30 wurde im nächsten Schritt mit TiO<sub>2</sub>-NKT90-nanostrukturierten Partikeln dispergiert und Triboexperimente für TiO<sub>2</sub> Konzentrationen von 0,5 wt% bzw. 0,25 wt% durchgeführt (siehe grüne Kurven in Abbildung 51). Der Reibungskoeffizient sinkt im Laufe des Versuches auf  $\mu = 0,025$  (für eine 0,25 wt% TiO<sub>2</sub> Dispersion) und  $\mu = 0,015$  (für eine 0,5 wt% TiO<sub>2</sub> Dispersion).

Auch die Zugabe von TiO<sub>2</sub> nanostrukturierten Partikeln in das volladditiviertes Motorenöl Shell Helix Ultra 5W/30 führte zu einer Reibverminderung.

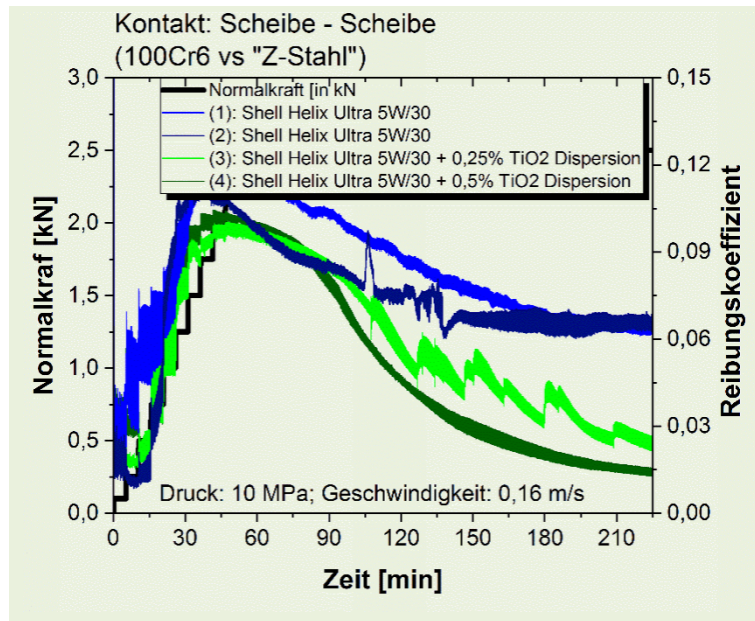


Abbildung 51: Nachweis des Partikeffektes in Scheibe – Scheibe Triboexperimenten auf Basis des Shell Helix Ultra 5W/30

#### 4.2.2.3 Partikeffekt beim FoodTechOil

Der in diesem Kapitel aufgezeigte Partikeffekt wurde bereits in den Arbeiten [7,8] nachgewiesen und soll an dieser Stelle nochmals bestätigt werden. Dafür wurde das Grundöl FoodTech Oil (Bio-Circle Surface Technology, Gütersloh, Deutschland) verwendet, welches ein Paraffinöl ist. Daneben wurde auch das Additivpaket aus [7,8] verwendet. Dieses beinhaltet 1 wt% Estisol 242, 1 wt% Ölsäure, 0,15 wt% Oleylamin und 0,15 wt% Pluronic® RPE2520. Das reine Grundöl FoodTech Oil weist nach der Einlaufphase einen Reibungskoeffizient zwischen  $\mu = 0,09$  und  $\mu = 0,10$  auf (siehe die hellgrüne Kurve in Abbildung 52). Durch Mischung des oben beschriebenen Additivpakets mit dem Grundöl wird eine kontinuierliche Reibverminderung erreicht, welche mit einem Koeffizienten von  $\mu = 0,06$  am Ende der Einlaufphase startet und nach 4 h einen Reibungskoeffizienten von  $\mu = 0,03$  aufweist (siehe grüne Kurve in Abbildung 52). Durch das Dispergieren von TiO<sub>2</sub>-T805-nanostrukturierten Partikeln wird ein Reibungskoeffizient von  $\mu < 0,01$  erreicht. Der reibungsreduzierte Partikeffekt dieser Formulierung kann somit bestätigt werden.

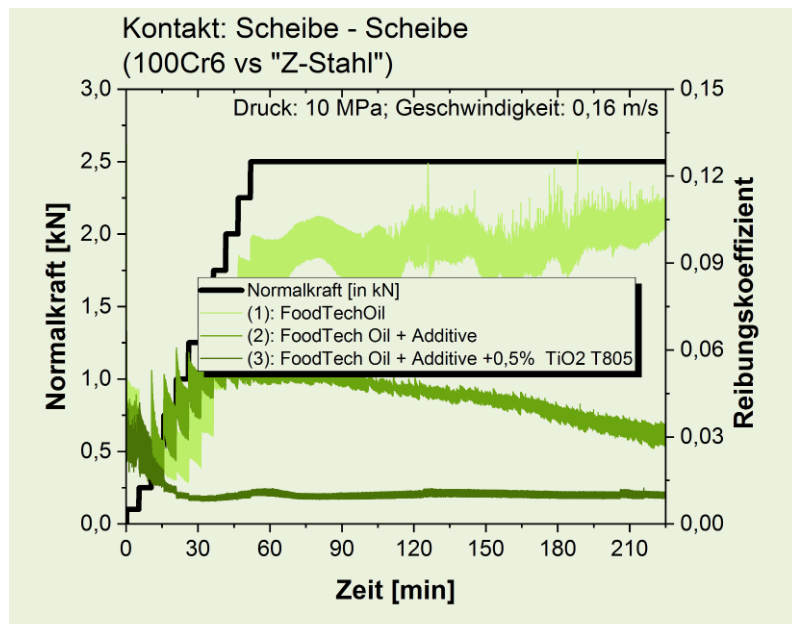
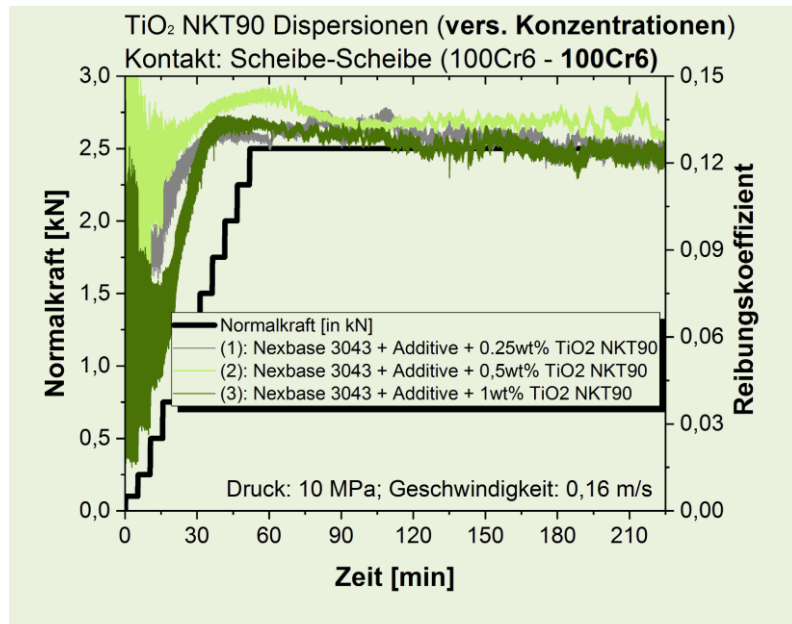


Abbildung 52: Nachweis des Partikeleffektes in Scheibe – Scheibe Triboexperimenten mit TiO<sub>2</sub> T805 nanostrukturierten Partikeln im FoodTechOil

### 4.2.3 Einfluss der Partikelkonzentration

Die Standardformulierung weist eine  $\text{TiO}_2$ -NKT90 Partikelkonzentration von 0,5wt% auf. Diese Konzentration entspricht der minimalen Partikelkonzentration, mit welcher in einer vergleichbaren Formulierung an der Universität Bielefeld bereits eine signifikante Reibungsreduktion festgestellt wurde. [7,8]. Auch andere Studien weisen auf eine optimierte Partikelkonzentration bei 0,5wt% hin [14]. Jedoch variieren die reibungsoptimierten Partikelkonzentrationen in der bestehenden Literatur. So wird in einer Studie [15] von einem Reibminimum bei einer Partikelkonzentration von 1wt% gesprochen. Eine andere Untersuchung [16] stellt eine optimierte Reibung bei Konzentrationen von 0,25% fest. Aufgrund dieser Angaben wird die Abhängigkeit der Reibminimierung von der Partikelkonzentration untersucht. Dafür werden Experimente mit einer doppelten (1wt%) und einer halben (0,25wt%) Partikelkonzentration zum Standard durchgeführt. Die Versuche werden unter Standardversuchsparametern mit den Materialpaarungen 100Cr6-AlMgSi0,5 und 100Cr6-“Z-Stahl“ durchgeführt, bei denen der Partikeleffekt bereits bewiesen wurde (siehe Kapitel 4.2.1). Aufgrund seiner häufigen Anwendung in tribologischen Untersuchungen werden ebenfalls Experimente mit der Materialkombination 100Cr6-100Cr6 realisiert.

Bei der Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 weisen alle drei getesteten Konzentrationen einen vergleichbaren Reibungs-Zeit-Verlauf auf. Mit ansteigendem Druck erhöht sich auch die Reibung und erreicht mit  $\mu \approx 0,12$  ihr Maximum, an welchem auch der Maximaldruck induziert wird. Im weiteren Verlauf verbleibt die Reibung auf einem nahezu konstanten Niveau (siehe Abbildung 53). Im verwendeten Konzentrationsbereich von 0,25 wt% bis 1 wt% lässt sich somit keine Veränderung des Reibungskoeffizienten feststellen.



**Abbildung 53: Experimente mit verschiedenen Partikelkonzentrationen bei der Materialpaarung 100Cr6-100Cr6**

Bei der Materialpaarung 100Cr6- $\text{AlMgSi}_0.5$  konnte ebenfalls ein vergleichbares Reibverhalten unabhängig von der Konzentration festgestellt werden. Bei allen drei Konzentrationen zeigt sich ein fallender Reibkoeffizient mit zunehmender Zeit bzw. zunehmenden Druck. Nach ca. 60 min und Erreichen des Maximaldruckes wird ein Reibkoeffizient  $\mu \leq 0,01$  ermittelt. Bis zum Ende des Versuches nach 225 min bleibt die Reibung unverändert auf diesem Niveau. Der Reibverlauf ist in Abbildung 54a) dargestellt.

Bei der Materialkombination 100Cr6-“Z-Stahl“ konnte hingegen eine Abhängigkeit zwischen Partikelkonzentration und Reibung ermittelt werden. Bei einer Formulierung mit 1wt%  $\text{TiO}_2$ -NKT90 Partikeln steigt die Reibung während der ersten 30 min auf einen Reibungskoeffizienten von  $\mu \approx 0,05$  an und verbleibt für die nächsten 60 min auf diesem Niveau. In der Folge setzt ein unruhiger Reibverlauf ein. Nach mehreren sprunghaften Anstiegen weist der Reibkoeffizient am Ende des Versuches einen Wert von  $\mu \approx 0,09$  auf. Im Experiment mit der 0,25 wt% Partikel Formulierung steigt der Reibkoeffizient während der Einlaufphase kontinuierlich auf  $\mu \approx 0,06$  an. Im Weiteren Verlauf sinkt die Reibung mit der Zeit und erreicht mit  $\mu \approx 0,015$  am Ende des Versuches sein Minimum. Im Vergleich dazu wird bei dem Experiment mit einer 0,5 wt%  $\text{TiO}_2$ -NKT90 Formulierung der maximale Reibungskoeffizient ebenfalls am Ende der Einlaufphase erreicht, jedoch weist das Reibmaximum ( $\mu \approx 0,015$ ) einen um den Faktor vier geringeren Wert auf. Die Einlaufphase wird damit erheblich reduziert.

Mit der Zeit verringert sich dieser Reibungskoeffizient, so dass eine Reibung von  $\mu < 0,01$  erzielt wird. Während des gesamten Verlaufs ist der Reibungskoeffizient beim Versuch mit der 0,5 wt% Konzentration auf einem deutlich geringeren Niveau im Gegensatz zum Experiment mit 0,25 wt% TiO<sub>2</sub>-NKT90 Partikeln. Die Messkurven sind in Abbildung 54b visualisiert.

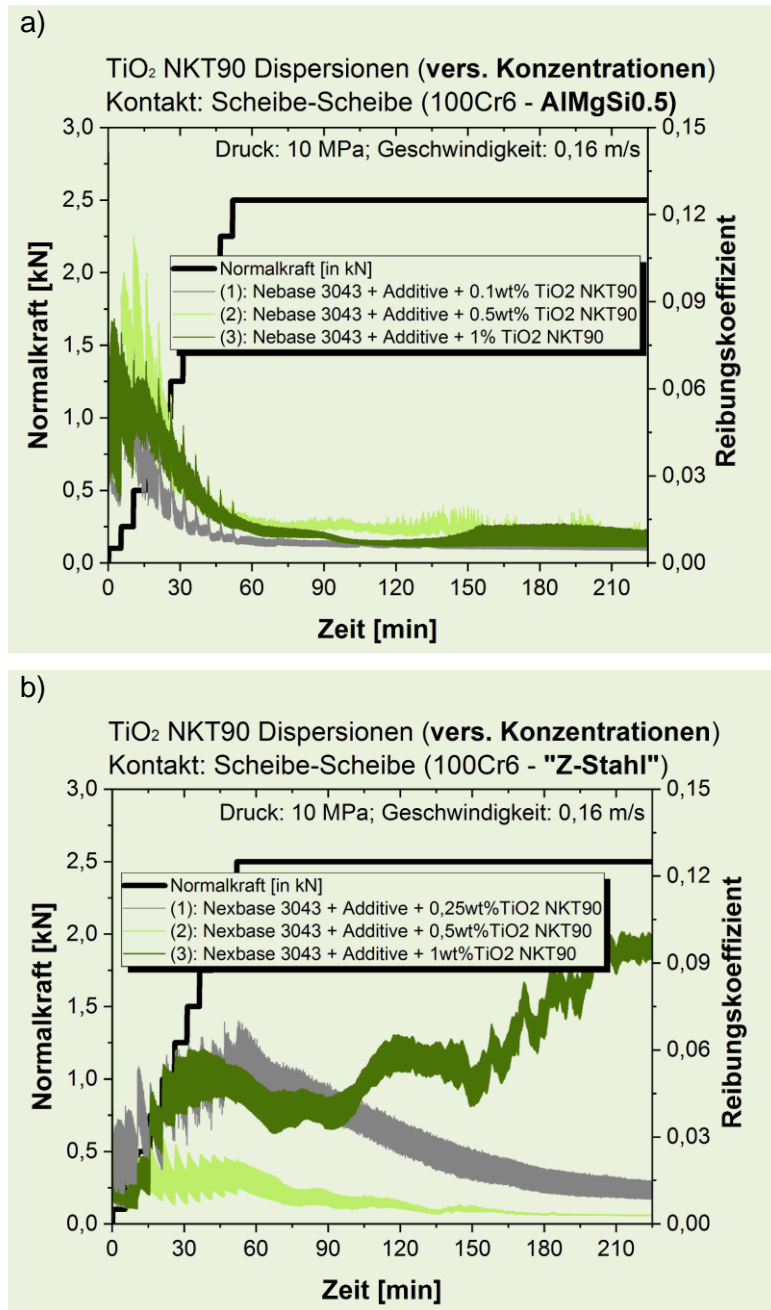


Abbildung 54: Experimente mit verschiedenen Partikelkonzentrationen bei der Materialpaarung a) 100Cr6-10MgSi0.5 und b) 100Cr6-"Z-Stahl"



Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die Partikelkonzentration beim „Z-Stahl“ Einfluss auf die Reibung besitzt. Bei den Materialkombinationen 100Cr6-100Cr6 und 100Cr6-AlMgSi0.5 lässt sich kein Einfluss der Partikelkonzentration im Bereich zwischen 0,25wt% und 1wt% feststellen. Für die Materialpaarung 100Cr6-„Z-Stahl“ lässt sich das Ergebnis aus [7,8,14] bestätigen. Es kann gezeigt werden, dass mit einer TiO<sub>2</sub>-NKT90 Konzentration von 0,5wt% eine maximale Reibungsreduktion mit einem Reibungskoeffizienten von  $\mu \leq 0,01$  erreicht wird. Sowohl höhere als auch niedrigere Konzentrationen als 0,5 wt% führen zu einem Anstieg der Reibung.

#### 4.2.4 Einfluss des Dispergiervfahrens

Alle bisherigen Messungen wurden mit Formulierungen durchgeführt, welche mittels Ultraschall hergestellt wurden. In den meisten Studien [8,131,132] erfolgt eine Dispergierung immer mit dem Ultraschallverfahren. Mithilfe dieses Verfahrens lassen sich jedoch lediglich Dispersionsmengen im Labormaßstab realisieren. Wie in Kapitel 2.7 beschrieben, existieren jedoch eine Vielzahl von Dispergiervfahren. Um eine industrielle Herstellung von Dispersionen mit nanostrukturierten Partikeln zu ermöglichen, kann beispielsweise die Wet-Jet-Mill [133] zur Zerkleinerung und Dispergierung der Partikel verwendet werden. Es muss jedoch vorab untersucht werden, ob das Dispergiervfahren einen Einfluss auf die reibvermindernde Wirkung der nanostrukturierten Partikel aufweist. Daher wird in diesem Kapitel der Einfluss des Dispergiervfahrens auf die Reibung untersucht. Dafür werden zwei Experimente miteinander verglichen, bei denen die nanostrukturierten Partikel in der Dispersion mittels der Wet-Jet-Mill und Ultraschall zerkleinert werden. Alle weiteren Größen wie Druck- und Geschwindigkeitsprofile bleiben unverändert. Aufgrund der im Kapitel 4.2.1 festgestellten Materialabhängigkeit werden die Experimente für die Materialkombinationen 100Cr6-100Cr6 (Partikeleffekt tritt nicht ein;  $\mu \approx 0,12$ ) und 100Cr6-“Z-Stahl“ (Partikeleffekt tritt ein;  $\mu \approx 0,01$ ) durchgeführt.

Bei der Materialkombination 100Cr6-100Cr6 zeigt sich, dass der Reibungskoeffizient im Experiment mit der Dispersion aus der Wet-Jet-Mill innerhalb der ersten 30 min auf  $\mu \approx 0,09$  fällt. Ab diesem Zeitpunkt steigt der Reibungskoeffizient nach ca. 120 min auf ein Reibmaximum von  $\mu \approx 0,17$  an. Anschließend sinkt der Reibungskoeffizient bis zum Ende des Experiments. Das vergleichende Experiment mit der Ultraschall-Dispersion liefert zeitlich ähnliche Reibminima und -maxima. Die gemessenen Reibungen liegen nahezu auf einem Niveau (siehe Abbildung 55 a).

Bei der Materialkombination 100Cr6-“Z-Stahl“, bei dem ein Partikeleffekt nachgewiesen wurde (siehe Kapitel 4.1), zeigt sich auch beim Versuch mit der Wet-Jet-Mill eine reibvermindernde Wirkung der nanostrukturierten Partikel. In einer Einlaufphase sinkt der Reibung bei beiden Versuchen auf einen Reibkoeffizienten von  $\mu \leq 0,01$  nach ca. 75 min und verbleibt so nahezu unverändert bis zum Ende des Versuches (siehe Abbildung 55b).

Bei beiden Materialkombinationen weisen die Experimente mit den Partikeldispersionen hergestellt sowohl mit der Wet-Jet-Mill als auch mit dem Ultraschall-Verfahren vergleichbare Reibverläufe auf. Daraus kann angenommen

---

werden, dass das Dispergiervorgang keinen maßgeblichen Einfluss auf den reibvermindernden Effekt der nanostrukturierten Partikel besitzt.

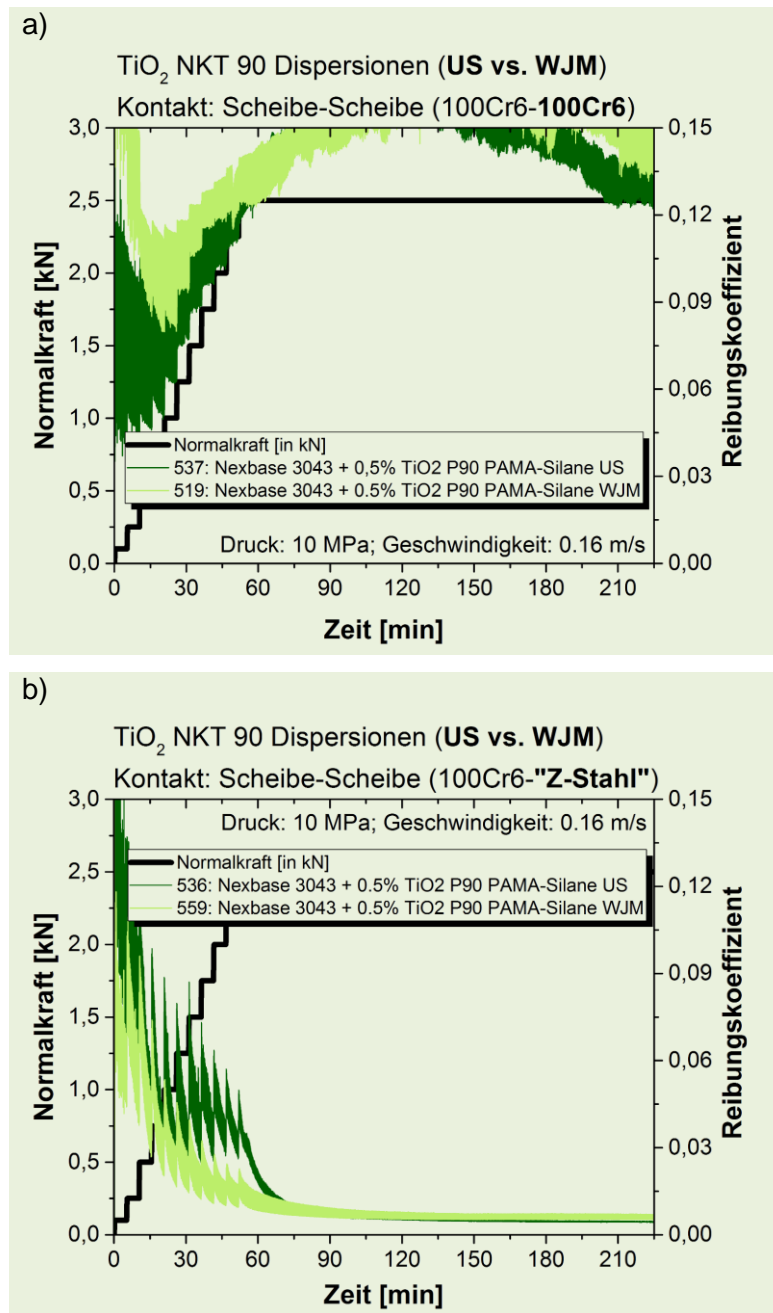
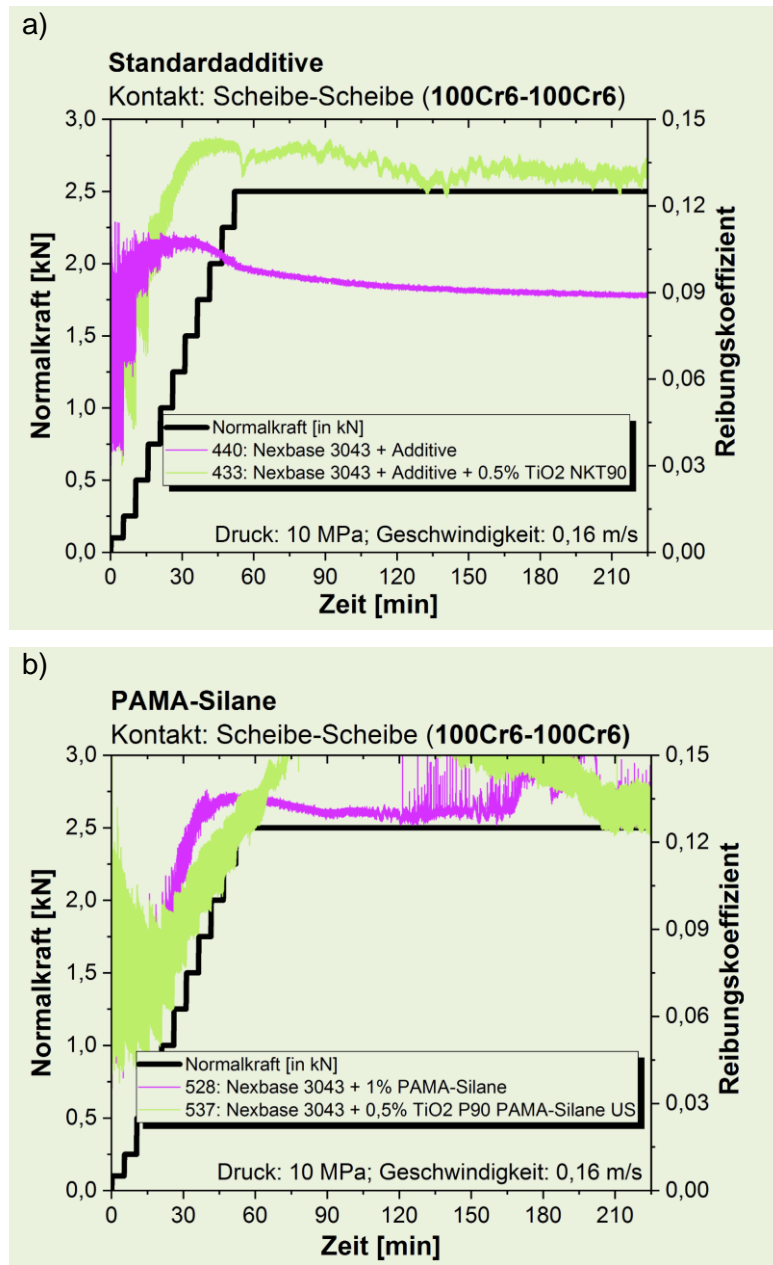


Abbildung 55: Vergleichende Untersuchungen zwischen Dispersionen hergestellt mit der Wet-Jet-Mill (hellgrün) und dem Ultraschall-Verfahren (dunkelgrün) für die Materialkombination 100Cr6 gegen a) 100Cr6 und b) „Z-Stahl“

#### 4.2.5 Einfluss der Dispergieradditive

Zur Stabilisierung der nanostrukturierten Partikel in der Formulierung werden verschiedene Additive benötigt. Alle bisher durchgeführten Experimente wurden mit dem Standardadditivpaket aus dem Kapitel 3.4 durchgeführt. Es existiert jedoch eine Vielzahl von weiteren Additiven, um eine Dispersion zu stabilisieren. In diesem Kapitel soll nun überprüft werden, ob der reibvermindernde Partikeleffekt auch mit einem anderen dispersionsstabilisierenden Additiv eintritt. Als alternatives Stabilisierungsadditiv wird ein PAMA-Silan (Polyalkyl(meth)acrylat-Silan) verwendet und damit die Oberfläche der  $\text{TiO}_2$ -P90 Partikel beschichtet. Die  $\text{TiO}_2$ -P90 Partikel sind identisch zu den  $\text{TiO}_2$ -NKT90 Partikeln, weisen jedoch keine Oberflächenbeschichtung mit Isobutyltrimethoxysilan auf. Das PAMA-Silan wird verwendet, da es neben der Dispersionsstabilisierung auch noch als Viskositätsindex (VI) -Verbesserer wirkt und als dieses schon seit Jahrzehnten vertrieben wird [134]. Es werden Experimente für die Materialkombinationen 100Cr6-100Cr6 und 100Cr6-“Z-Stahl“ durchgeführt und mit denen der Standarddispersion verglichen.

Im Vergleich zu den Formulierungen ohne Partikel führt die Zugabe der  $\text{TiO}_2$ -Partikel zu einer Erhöhung der Reibung bei der Materialkombination 100Cr6-100Cr6. Außerdem weisen die Experimente mit den Standardadditiven geringere Reibungskoeffizienten sowohl mit als auch ohne nanostrukturierte Partikel auf im Gegensatz zu den Experimenten mit PAMA-Silan als Dispergieradditiv (siehe Abbildung 56). Eine mögliche Begründung dafür neben der Oberflächenaktivität der Additive stellt die Eigenschaft des PAMA-Silans als VI-Verbesserer dar. Mittels temperaturabhängiger Viskositätsmessungen mit einem Rheometer konnte bei ca. 60°C eine Viskositätszunahme um ca. 20% festgestellt werden.



**Abbildung 56: Reibverläufe zur Bestimmung des Einflusses der Additive für die Materialkombination 100Cr6-100Cr6 a) mit Standardadditiven und b) mit PAMA-Silan (violette Kurve für die Additivpakete und grüne Kurven für die Partikeldispersionen)**

Für die Materialkombination 100Cr6-“Z-Stahl“ kann eine maßgebliche Reibungsreduktion durch die Zugabe von TiO<sub>2</sub>-Partikeln festgestellt werden. Bei beiden Versuchen weisen die Experimente mit TiO<sub>2</sub>-Partikeln Reibungskoeffizienten von  $\mu \leq 0,01$  auf (siehe Abbildung 57). Durch die Standardadditive wird eine geringere Reibung im Vergleich zum PAMA-Silan gemessen. Die Begründung kann wie bei der Materialkombination 100Cr6-100Cr6 in der erhöhten Viskosität und der unterschiedlichen Oberflächenaktivität liegen.

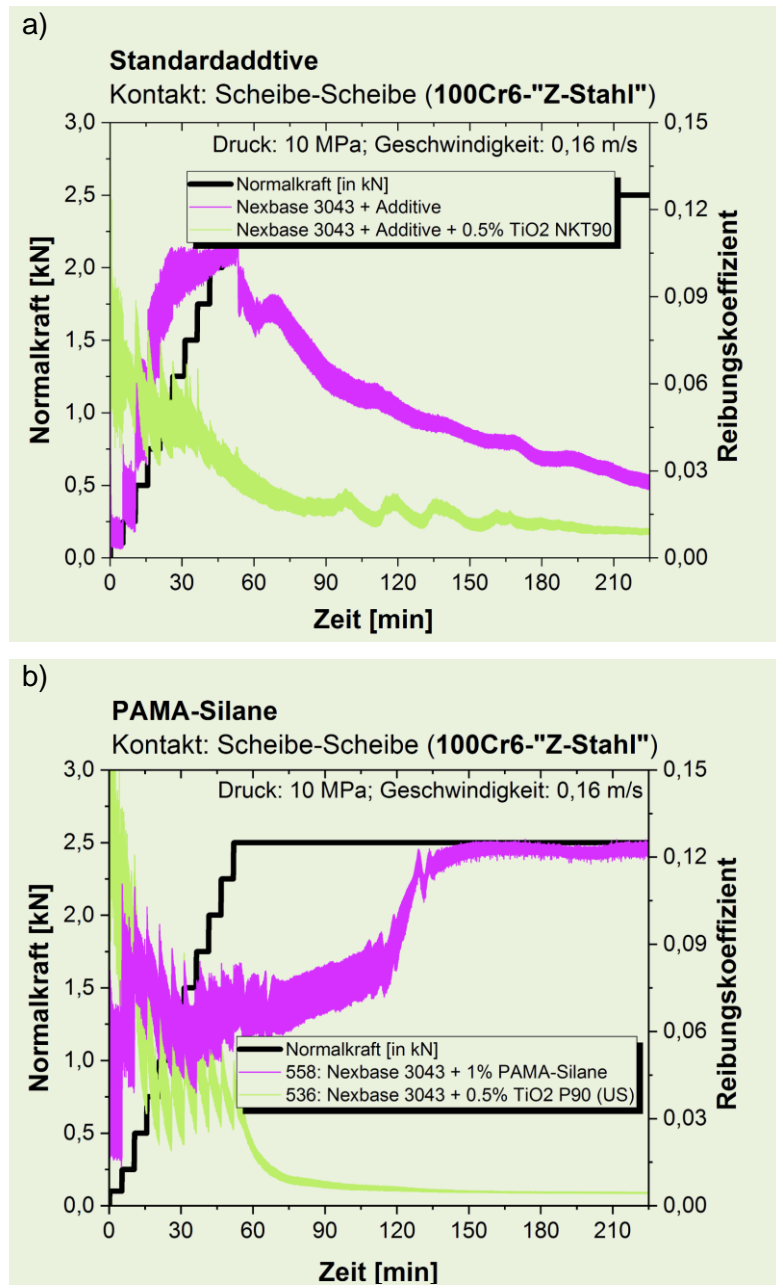


Abbildung 57: Reibverläufe zur Bestimmung des Einflusses der Additive für die Materialkombination 100Cr6-,"Z-Stahl" a) mit Standardadditiven und b) mit PAMA-Silane (violette Kurve für die Additivpakete und grüne Kurven für die Partikeldispersionen)

#### 4.2.6 Einfluss der Partikelart

Die bisherigen Untersuchungen wurden alle mit nanostrukturierten TiO<sub>2</sub>-Partikeln durchgeführt. Andere Studien beschreiben hingegen ebenfalls einen reibreduzierenden Effekt durch die Additivierung mit nanostrukturiertem hexagonalem Bohrnitrid (hBN) [129,135,136] oder Aluminiumoxid (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [15,16,137,138].

Für die Additivierung mit nanostrukturierten Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partikeln gilt [15] die Einschränkung, dass die Reibreduktion von vielen Parametern, wie beispielsweise die Metallurgie der Kontaktflächen oder die Kontaktdrücke, beeinflusst wird. Auch wird für die hBN-Partikel eine Abhängigkeit zu Parametern wie die Partikelkonzentration [135] und dem Druckbereich [136] beschrieben. Eine Variation des Materials der Kontaktkörper erfolgte jedoch nicht.

Um den reibreduzierenden Effekt der Partikelarten Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und hBN für die Testkonfigurationen dieser Arbeit zu beurteilen, werden Untersuchungen mit beiden Partikelarten unter Standardversuchsbedingungen durchgeführt. Da in dieser Arbeit bereits eine Materialabhängigkeit festgestellt wurde (siehe Kapitel 4.2.1), werden Versuche mit den Materialpaarungen 100Cr6-100Cr6, 100Cr6-AlMgSi0.5 und 100Cr6-“Z-Stahl“ durchgeführt. Da die Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- und hBN-Dispersionen von der Firma Evonik mit PAMA-Silan stabilisiert werden, sollen vergleichende Untersuchungen der Formulierungen mit und ohne Additivierung von nanostrukturierten Partikeln erfolgen.

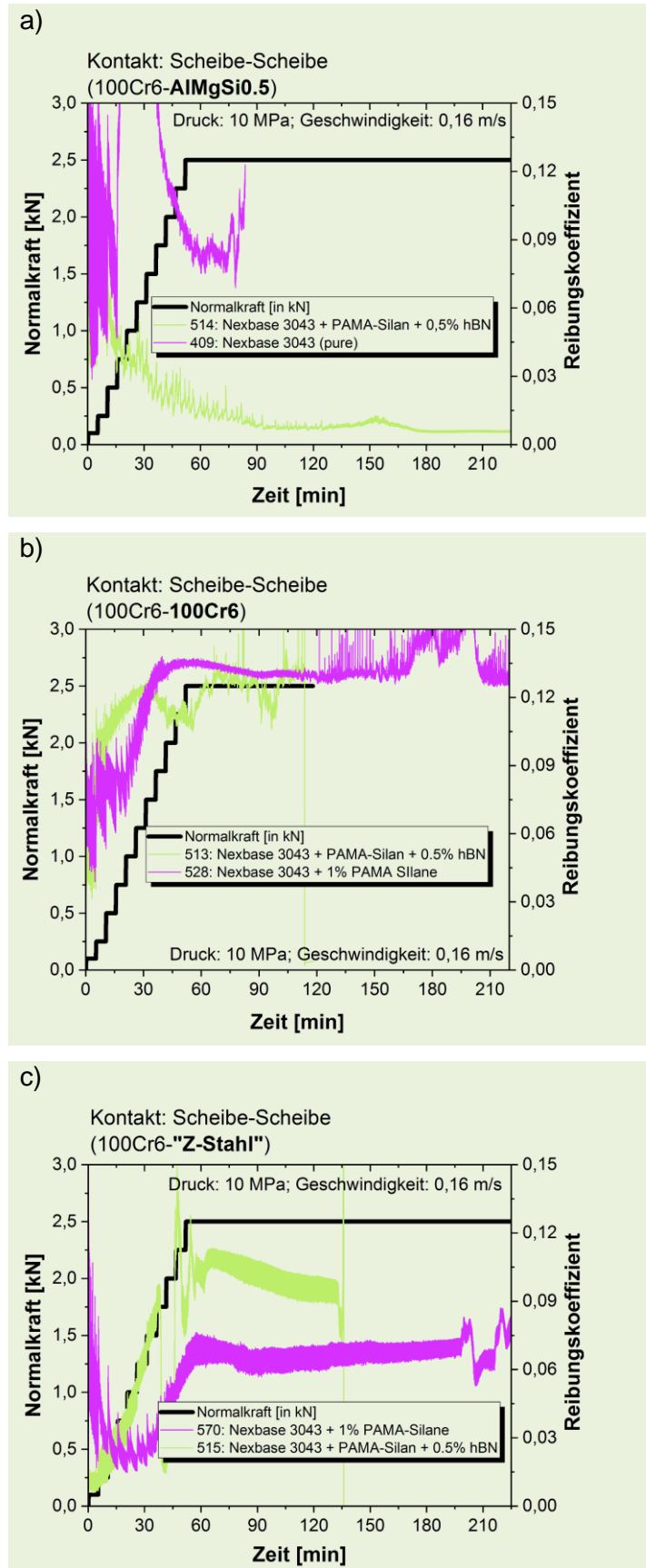
Für die hBN-Partikel wurde mittels DLS ein mittlerer Partikeldurchmesser von  $d_{50} = 302 \text{ nm}$  ( $d_{99} = 402 \text{ nm}$ ) ermittelt, womit es sich nach [92] nicht mehr um Nanoobjekte handelt.

Das Experiment an der Materialkombination 100Cr6-AlMgSi0.5 in reinem Nexbase® 3043 musste nach ca. 90 min aufgrund stark schwankender Reibmomente abgebrochen werden. In den vorangegangenen 30 min konnte jedoch ein relativ konstanter Reibungskoeffizient um  $\mu \approx 0,09$  ermittelt werden. Durch die Zugabe von hBN-Partikel konnte während des gesamten Versuches die Reibung vermindert werden. Während der Einlaufphase sinkt die Reibung mit zunehmender Normalkraft und erreicht ein Minimum von  $\mu < 0,01$ , dessen Wert bis zum Ende des Versuches nahezu konstant bleibt. Visualisiert sind beide Experimente in Abbildung 58 a.

Bei der Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 verhält sich die Reibung beider Formulierungen vergleichbar. Zunächst steigt der Reibungskoeffizient in der Einlaufphase auf einen Wert von ca.  $\mu \approx 0,12$  an. Der Versuch ohne hBN Partikel weist

jedoch weniger starke Reibschwankungen auf als der Versuch mit hBN Partikeln. Diese Schwankungen führten zu einem Abbruch des Versuches nach ca. 110 min. Zum Ende des Versuches kam es auch bei der Formulierung ohne Partikel zu nennenswerten Schwankungen.





**Abbildung 58: Vergleichende Triboexperimente mit Formulierungen mit und ohne Additivierung von hBN-Partikeln für die Materialkombinationen a) 100Cr6-**AlMgSi0.5**, b) 100Cr6-**100Cr6** und c) 100Cr6-**"Z-Stahl"****

Bei der Kontakt-Materialpaarung 100Cr6-“Z-Stahl“ weisen die Experimente mit hBN- und TiO<sub>2</sub>-Dispersionen unterschiedliche Reibverläufe auf. Während die TiO<sub>2</sub>-NKT90-Partikel einen reibreduzierenden Effekt aufweisen, führt die Zugabe von hBN-Partikeln zu einem Anstieg der Reibung. Das Experiment mit hBN-Partikeln weist in der Einlaufphase einen Anstieg der Reibung auf. Nach einem festgestellten Reibmaximum am Ende der Einlaufphase sinkt im Anschluss der Reibungskoeffizient von  $\mu \approx 0,11$  auf  $\mu \approx 0,09$  nach ca. 130 min. Zu diesem Zeitpunkt kam es aufgrund einer Störung zu einem Abbruch des Versuches. Der unter identischen Bedingungen durchgeführte Versuch mit einer Formulierung ohne hBN-Partikel weist nach Ende der Einlaufphase mit einem Reibkoeffizienten um  $\mu \approx 0,07$  nahezu einen konstanten Wert für die folgenden 180 min auf (siehe Abbildung 58).

Die Alu C Partikel bestehen aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und weisen eine deutlich höhere Härte auf als die beiden bisher getesteten Partikelarten hBN und TiO<sub>2</sub>. Die Alu C Partikel werden ebenfalls mit PAMA-Silan im Grundöl Nexbase® 3043 stabilisiert. Um den Einfluss der Alu C Partikel herauszuarbeiten, werden vergleichende Untersuchungen zwischen Formulierungen mit Alu C Partikeln in einer Konzentration von 0,5wt% und einer identischen Formulierung ohne Partikel durchgeführt. Die Partikel weisen nach DLS einen mittleren Partikeldurchmesser von  $d_{50} = 148$  nm ( $d_{99} = 183$  nm) auf. Für die Materialpaarung 100Cr6-AlMgSi0.5 lässt sich eine Erhöhung der Reibung durch die Alu C nanostrukturierten Partikeln ermitteln. Nach der Einlaufphase wird bis zum Ende des Experiments ein Reibungskoeffizient von ca.  $\mu \approx 0,13$  gemessen. Der Verlauf der Reibung ist in Abbildung 59a dargestellt. Die Oberfläche weist starken Verschleiß auf, was sich nach einer Sichtprüfung in einer rauen Oberfläche widerspiegelt.

Für die Scheiben-Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 wurde in einem ersten Versuch ein nahezu konstanter Reibungskoeffizient von  $\mu \approx 0,03$  über den gesamten Versuch ermittelt, was eine deutliche Reduktion der Reibung ( $\mu \approx 0,13$ ) zum Versuch ohne Alu C Partikel entspricht. Während des Versuches hat sich eine spiegelnde Oberfläche gebildet, was für eine abrasive Wirkung der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partikel spricht. In folgenden Experimenten konnte diese starke Reibreduktion nicht bestätigt werden und zudem kein einheitliches Reibverhalten festgestellt werden, obwohl die Testbedingungen nicht verändert werden. Die gemessenen Reibungen variieren zwischen  $\mu \approx 0,07$  und  $\mu \approx 0,11$  (siehe Abbildung 59b). Die Reibungen mit Partikeln liegen jedoch unter den gemessenen Reibungskoeffizienten ( $\mu > 0,13$ ) der Formulierung aus Nexbase® 3043

mit 1wt% PAMA-Silan. Des Weiteren spiegelt die Oberfläche bei höheren Reibungen nicht so stark, wie bei dem Versuch, wo der starke Reibabfall festgestellt wurde. Die Oberfläche wird in Kapitel 5.4 genauer analysiert.

Bei der Materialpaarung 100Cr6-“Z-Stahl“ konnte mit der Alu C Formulierung ebenfalls ein reibungsreduzierender Effekt gezeigt werden. In einem Experiment ohne nanostrukturierte Partikel konnte nach der Einlaufphase ein Reibkoeffizient von  $\mu \approx 0,07$  ermittelt werden, welcher bis zum Ende des Experiments nach 4h nahezu auf diesem Reibniveau verbleibt. Die Zugabe von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikeln zu dieser Dispersion bewirkt schon in der Einlaufphase eine Reibreduktion. Der Reibungskoeffizient steigt nicht über einen Wert von  $\mu \approx 0,04$ . Bei Erreichen eines konstanten Druckes stellt sich ein Reibungskoeffizient von  $\mu < 0,01$  ein und ist somit um ein Vielfaches (Faktor sieben) geringer als bei dem vergleichenden Versuch ohne nanostrukturierte Partikel. Beide Messkurven sind in Abbildung 59 visualisiert.

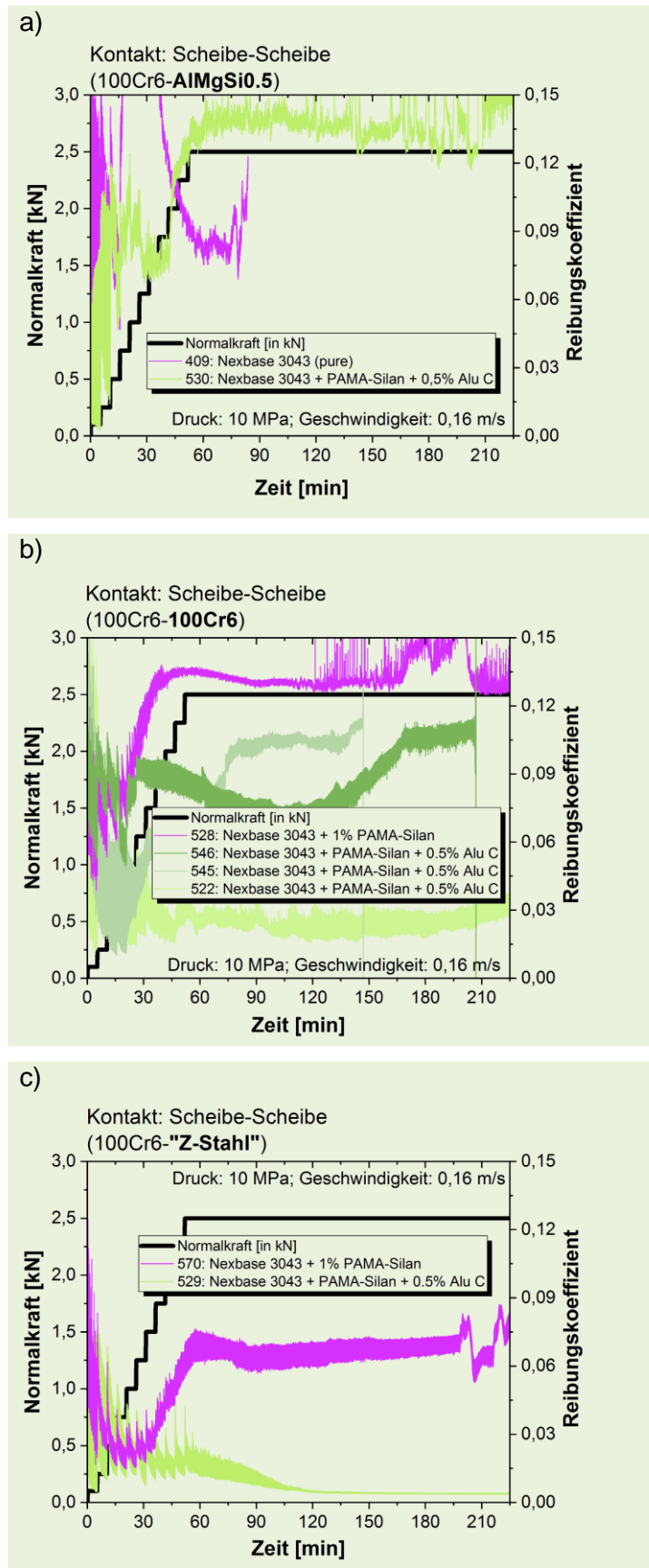


Abbildung 59: Vergleichende Triboexperimente mit Formulierungen mit und ohne Additivierung von Alu C-Partikeln für die Materialkombinationen a) 100Cr6-**AlMgSi0.5**, b) 100Cr6-**100Cr6** und c) 100Cr6-**„Z-Stahl“**

#### 4.2.7 Einfluss des Druckes

Einige Additive weisen eine Druckabhängigkeit auf und weisen je nach Druckbereich andere Eigenschaften auf [54]. Ob die reibungsreduzierende Wirkung der nanostrukturierten Partikel ebenfalls eine Druckabhängigkeit aufweist, wird in diesem Kapitel untersucht. Durch die Standardparameter wird ein Druck von 10 MPa aufgebracht. Um einen höheren Druck zu realisieren, wird zum einen eine höhere Normalkraft von dem Tribometer aufgebracht und zum anderen die Kontaktfläche verkleinert. Beide Varianten zur Realisierung eines höheren Drucks sind in Abbildung 60 dargestellt. Durch Kombination dieser beiden Möglichkeiten kann ein Druck von bis zu 90 MPa erzielt werden. Um einen noch größeren Druckbereich zu untersuchen, wird eine Scheibe durch eine Kugel aus gehärtetem 100Cr6 Stahl ersetzt. Bei einer Kalottenfläche von ca. 1 mm<sup>2</sup> wird dadurch ein Druck von 500 MPa aufgebracht. Es sollen die drei Materialkombinationen 100Cr6-100Cr6, 100Cr6-AlMgSi0.5 und 100Cr6-„Z-Stahl“ untersucht werden. Aufgrund der großen Härteunterschiede der Materialpaarung bewirkt ein Druck von 500 MPa, dass die harte Stahlkugel in das weichere Material eingedrückt wird und eine Furche entsteht. Eine gleichbleibende Kontaktfläche ist somit nicht gewährleistet. Es ist deshalb nicht möglich, Untersuchungen mit einem Druck von 500 MPa mit den Materialien AlMgSi0,5 und „Z-Stahl“ durchzuführen, da jene Materialien deutlich weicher sind als die 100Cr6 Kugel.

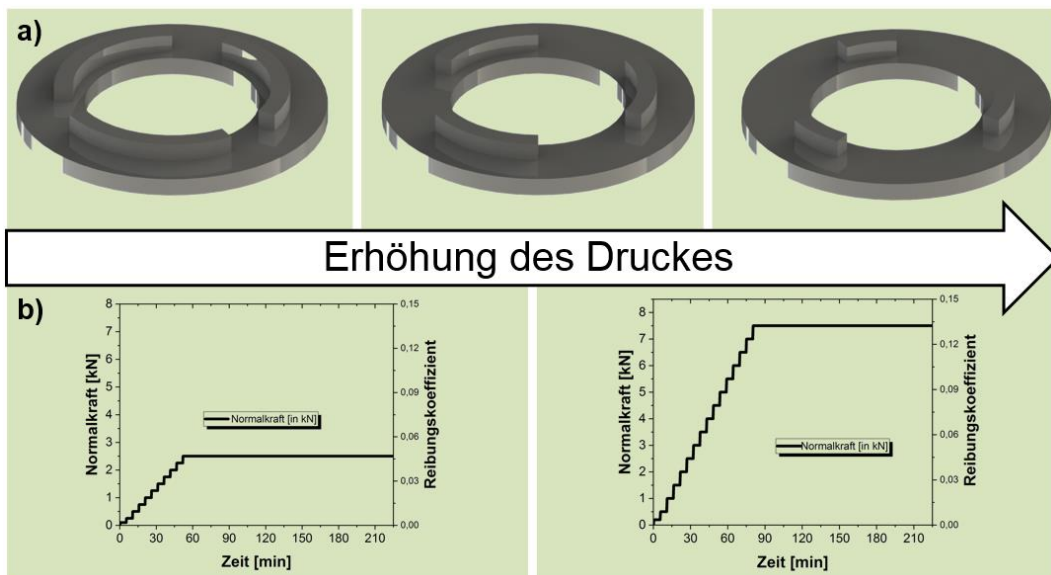
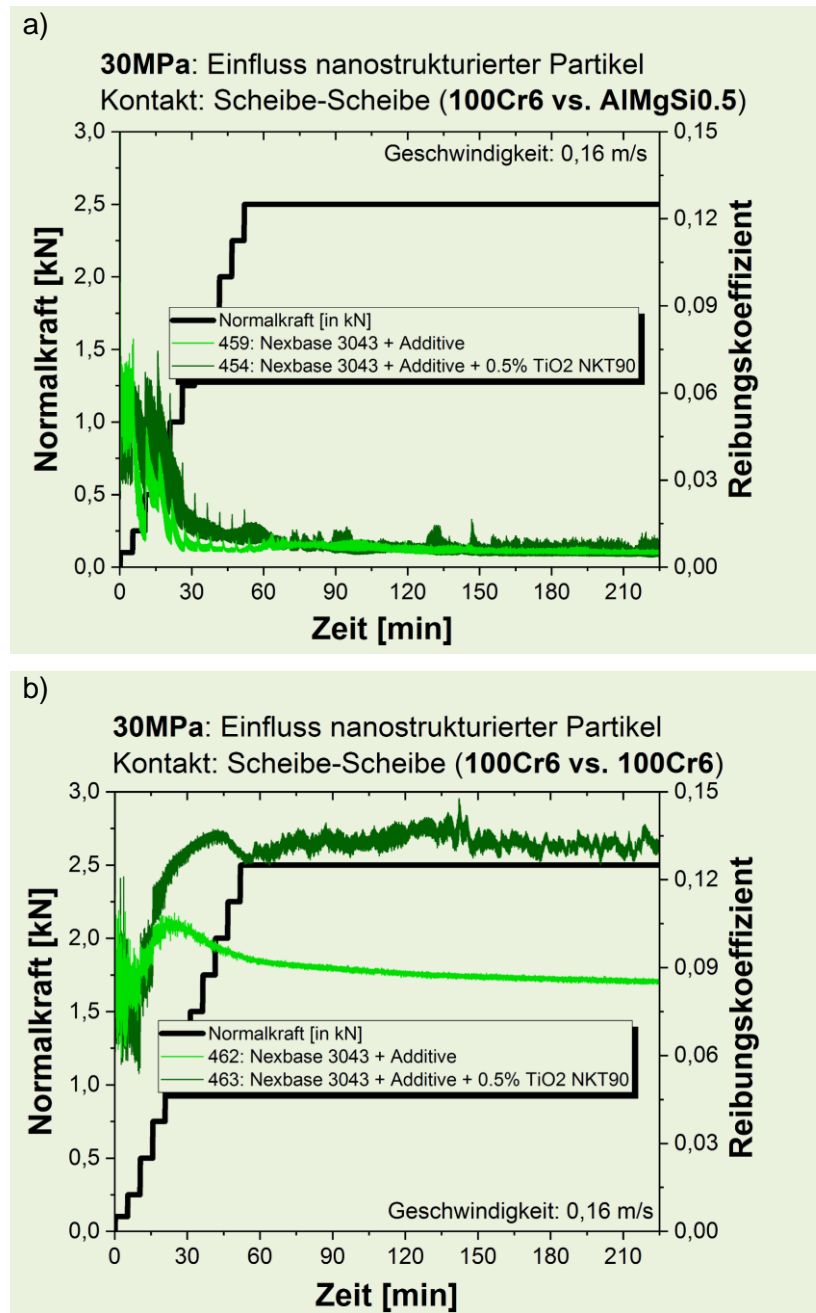


Abbildung 60: Erhöhung des Kontaktdruckes durch a) Minimierung der Kontaktfläche und b) Erhöhung der Normalkraft

Um Versuche mit 30 MPa durchzuführen, wird die Kontaktfläche verkleinert unter Beibehaltung des Kraftprofils des Tribometers. Bei der Scheiben-Materialpaarung 100Cr6-1AlMgSi0.5 konnten vergleichbare Reibkoeffizienten ermittelt werden sowohl für eine 0,5wt% TiO<sub>2</sub> NKT90 Dispersion als auch für die Formulierung ohne Partikel (siehe Abbildung 61a). Mit 100Cr6-100Cr6 Scheiben lässt sich auch bei einem Druck von 30 MPa eine ansteigende Reibung feststellen, wenn nanostrukturierte Partikel additiviert werden. Die ermittelten Reibungskoeffizienten liegen für beide Formulierungen auf einem vergleichbaren Niveau wie bei den Versuchen mit 10 MPa (siehe Abbildung 61b).

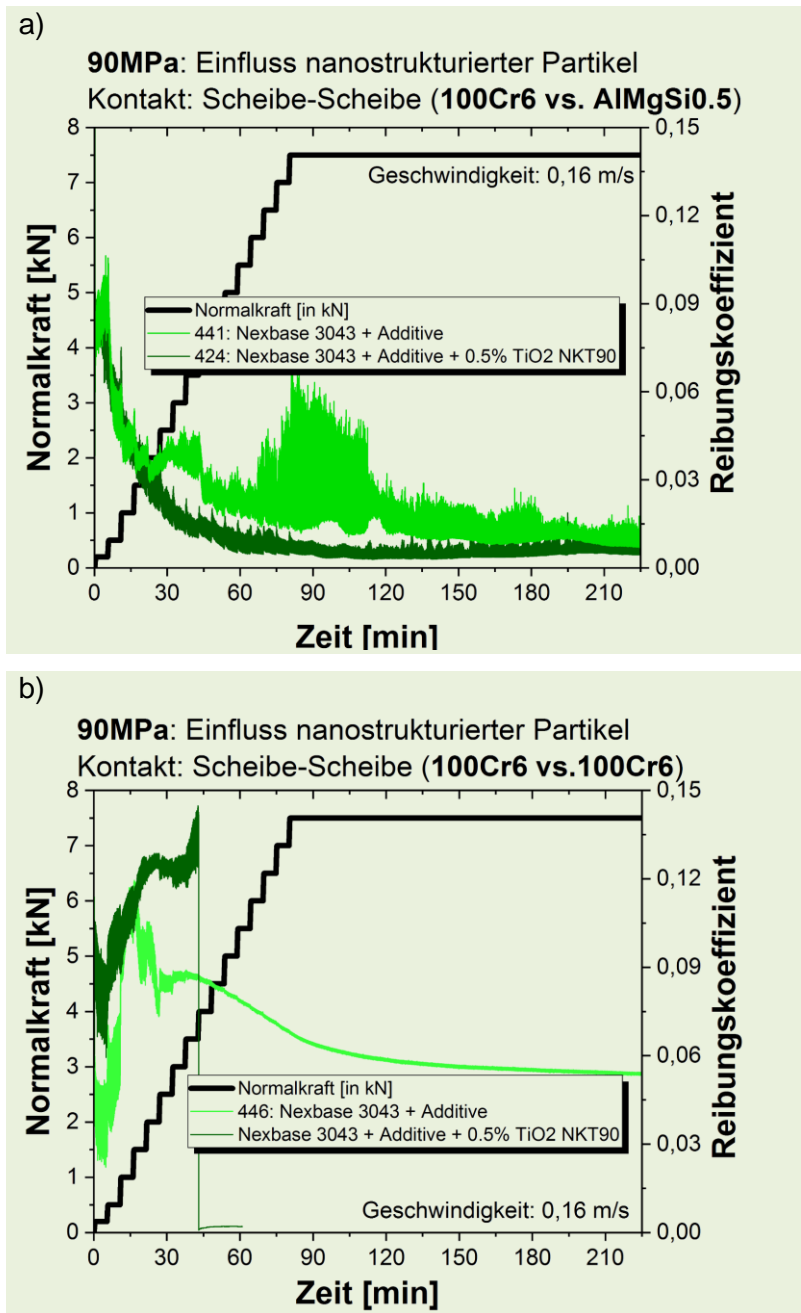


**Abbildung 61: Vergleichende 30 MPa Experimente mit und ohne TiO<sub>2</sub> Partikel für die Materialkombinationen a) 100Cr6-AlMgSi0.5 und b) 100Cr6-100Cr6**

Um einen Kontaktdruck von 90 MPa zu realisieren, werden sowohl die Kontaktflächen verkleinert als auch eine Normalkraft von 7500 N aufgebracht. Bei einer Scheiben-Materialpaarung 100Cr6-AlMgSi0.5 konnte durch die Zugabe der TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikel eine schnellere Abnahme der Reibung erzielt werden (siehe Abbildung 62a). Zudem weist das Experiment mit nanostrukturierten Partikeln durchgängig geringere Reibungskoeffizienten auf als bei dem Referenzexperiment ohne Partikel. Jedoch ist dieser Unterschied des Reibungskoeffizienten im Vergleich zum 10 MPa Versuch sehr

gering. So weist der Versuch mit Partikeln nach 120 min einen Reibkoeffizienten von  $\mu \approx 0,01$  auf, während der Versuch ohne Partikel einen Reibkoeffizienten von  $\mu \approx 0,015$  aufweist. Der Versuch mit  $\text{TiO}_2$  NKT90 Partikeln mit der Materialkombination 100Cr6-100Cr6 musste aufgrund einer Überschreitung des maximal zulässigen Reibmoments des Tribometers nach 45 min abgebrochen werden (siehe Abbildung 62b). Auch weitere Versuche unter diesen Konfigurationen mussten aufgrund eines Überschreitens des maximalen Reibmomentes abgebrochen werden. Innerhalb dieser ersten 45 min weist die Formulierung einen deutlich höheren Reibungskoeffizienten auf als die Experimente ohne nanostrukturierte Partikel. Dieses Verhalten ist dem mit geringeren Kontaktdrücken ähnlich.





**Abbildung 62: Vergleichende 90 MPa Experimente mit und ohne TiO<sub>2</sub> Partikel für die Materialkombinationen a) 100Cr6-AlMgSi0.5 und b) 100Cr6-100Cr6**

Wie oben beschrieben, kann die Materialpaarung 100Cr6-AlMgSi0.5 aufgrund des enormen Härteunterschiedes nicht bei 500 MPa untersucht werden. Um dennoch andere Materialpaarungen zu analysieren, werden zusätzlich neben der 100Cr6-100Cr6 Materialkombination folgende Paarungen untersucht: 100Cr6-EN GJL 300 und 100Cr6-11SMnPb30. Für die Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 beeinflusst die Additivierung mit TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikeln das Reibverhalten nicht. Sowohl mit als auch ohne Partikel werden nahezu identische Reibkurven erzielt. In der Einlaufphase sinkt

der Reibungskoeffizient und verbleibt nach Beendigung der Krafterhöhung auf einem Niveau von  $\mu \approx 0,095$  bei beiden Experimenten (siehe Abbildung 63a). Auch bei den anderen Materialpaarungen ist kein Einfluss der nanostrukturierten Partikel erkennbar. Nach der Einlaufphase verbleibt der Reibungskoeffizient um  $\mu \approx 0,09$ . Zudem weist das Reibverhalten bei 500 MPa mit TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikeln keine Abhängigkeit zum Material auf (siehe Abbildung 63b).

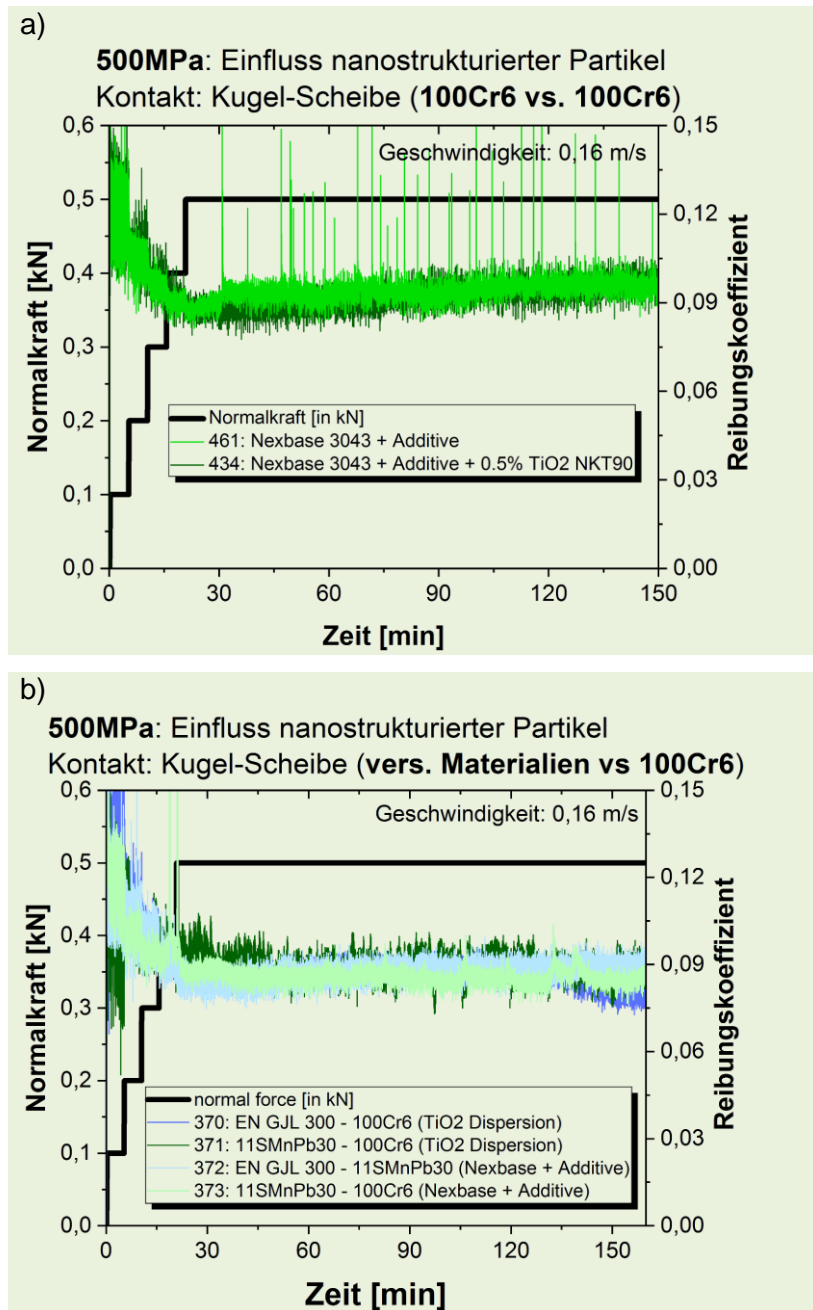


Abbildung 63: Vergleichende 500 MPa Experimente mit und ohne TiO<sub>2</sub> Partikel mit den Materialkombinationen a) 100Cr6-100Cr6 und b) 100Cr6-EN G.JL 300 und 100Cr6-11SMnPb30

#### 4.2.8 Einfluss der Geschwindigkeit

Wie in Kapitel 2.4 beschrieben, steht die Geschwindigkeit in einem direkten Zusammenhang mit dem Reibungskoeffizienten. Bei einer kontinuierlichen Geschwindigkeitserhöhung kann die Stribeck-Kurve mit ihren Reibungszuständen abgefahren werden. Um den Einfluss der nanostrukturierten Partikel auf die einzelnen Reibungszustände bewerten zu können, müssen folglich Versuche mit variierenden Geschwindigkeiten durchgeführt werden. Dafür wird mit dem Tribometer ein Geschwindigkeitsprofil abgefahren, bei welcher von geringen Geschwindigkeiten auf hohe Geschwindigkeiten beschleunigt wird und folglich wieder auf die anfängliche geringe Geschwindigkeit abgebremst wird. Das Geschwindigkeitsprofil ist in Abbildung 64 visualisiert. Begonnen wird mit der kleinsten möglichen Drehzahl des Tribometers von 30 Umdrehungen/min (U/min), was einer Geschwindigkeit von 0,06 m/s ( $\text{m s}^{-1}$ ) entspricht. Kontinuierlich erfolgt eine Beschleunigung innerhalb von 90 s auf eine maximale Drehzahl von  $210 \text{ min}^{-1}$  ( $0,41 \text{ m s}^{-1}$ ). Darauffolgend wird die Drehzahl wieder auf ihr anfängliche Drehzahl von  $30 \text{ min}^{-1}$  entschleunigt. Die Vorgangsdauer entspricht exakt derselben Zeit wie beim Beschleunigungsvorgang. Das Experiment wird mit einer Normalkraft von 2500 N durchgeführt. Dies entspricht bei den verwendeten Scheibengeometrien (Kontaktfläche:  $247 \text{ mm}^2$ ) einem Druck von ca. 10 MPa. Um ein mögliches zeitabhängiges Verhalten zu untersuchen, wird die Drehzahl anschließend auf den Wert des Standardversuches (Geschwindigkeit:  $0,16 \text{ m s}^{-1}$ ) beschleunigt. Unter diesen Bedingungen wird der Versuch für 15 min durchgeführt. Im Folgenden wird die Geschwindigkeit wieder auf  $30 \text{ min}^{-1}$  abgebremst, um danach die Geschwindigkeitsrampe abzufahren. Das Abfahren des Geschwindigkeitsprofils wird insgesamt dreimal wiederholt (siehe Abbildung 64).

Um eine mögliche Abhängigkeit der Geschwindigkeit vom Reibungskoeffizienten in Gegenwart zu den nanostrukturierten Partikeln zu untersuchen, werden Triboexperimente mit der Scheiben Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 durchgeführt. Die Materialpaarung wird aufgrund der häufigen Anwendung in anderen Untersuchungen ausgewählt, um so eine Vergleichbarkeit mit diesen anderen Untersuchungen zu gewährleisten.

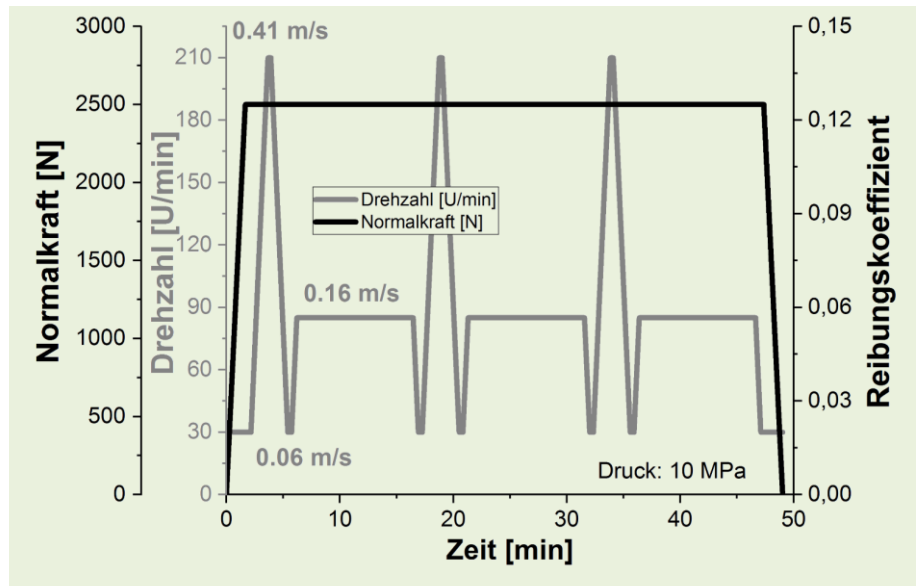


Abbildung 64: Geschwindigkeits- und Kraftverlauf

Zunächst werden Experimente mit einer Formulierung aus Nexbase® 3043 und 1% PAMA-Silan untersucht, um anschließend durch einen Vergleich mit Partikel-Dispersionen den Einfluss der nanostrukturierten Partikel herauszuarbeiten.

Bei Betrachtung des Reibverlaufs in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit fällt in Abbildung 65 auf, dass die Reibungskoeffizienten beim ersten Beschleunigungsprofil von den beiden anderen Profilen abweichen. Dieses Verhalten kann durch ein Abplatten der Rauheitshügel erklärt werden. Bei diesem Experiment weist der Reibungskoeffizient mit  $\mu \approx 0,15$  den höchsten Wert bei den Geschwindigkeiten von  $0,06 \text{ m s}^{-1}$  auf. Bei der maximalen Geschwindigkeit wird der geringste Reibungskoeffizient mit  $\mu \approx 0,12$  ermittelt. Es ergibt sich eine Differenz zwischen maximaler und minimaler Reibung von 0,03. Dieses Verhalten entspricht den theoretischen Grundlagen der Stribeck-Kurve.

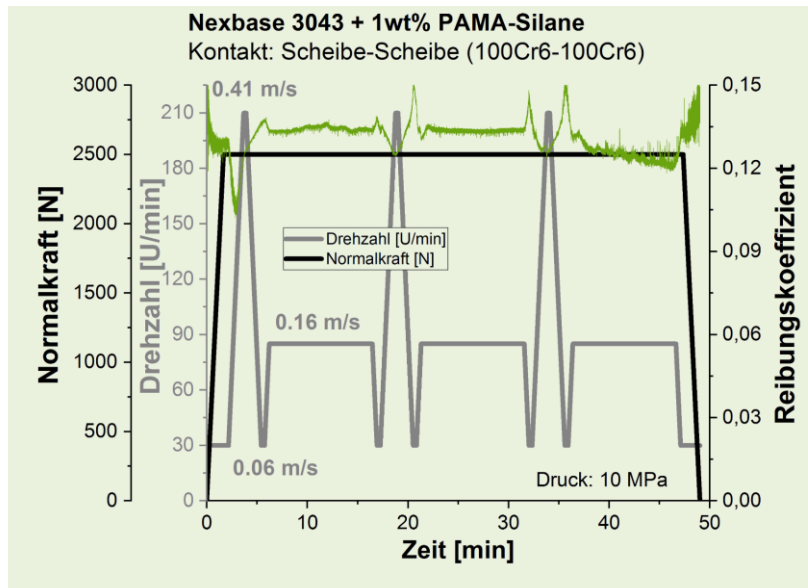
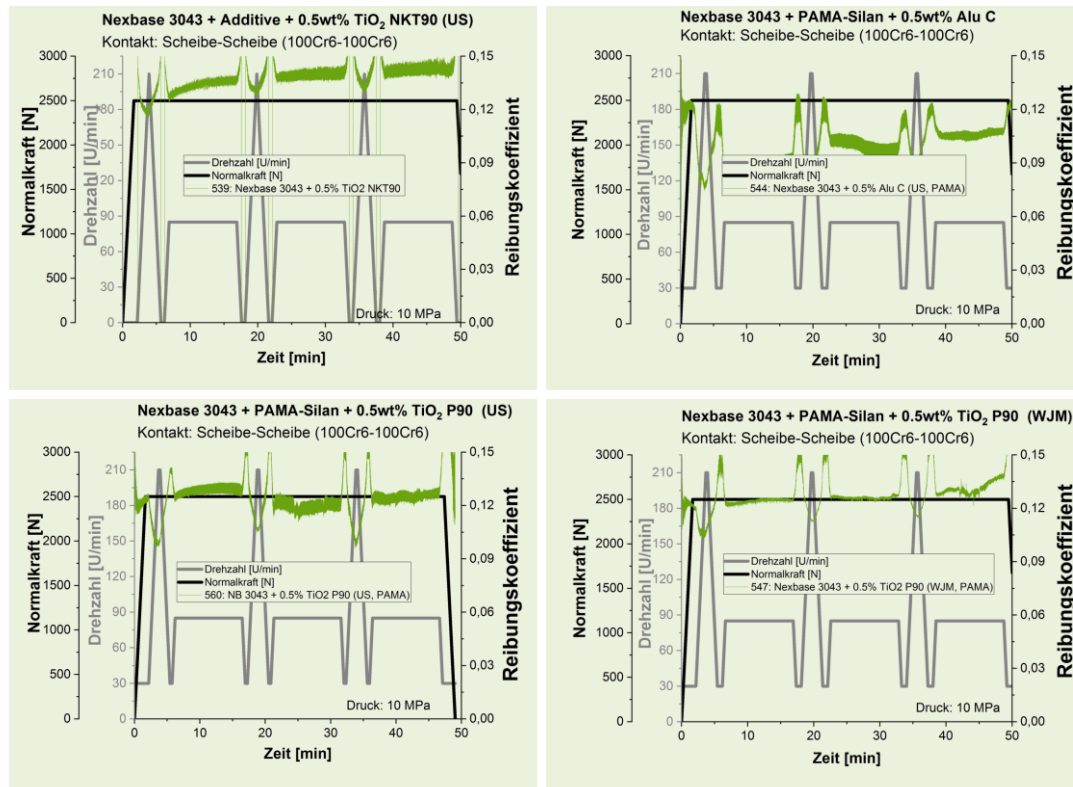


Abbildung 65: Geschwindigkeitsabhängigkeit einer Formulierung aus Nexbase® 3043 und 1 % PAMA-Silan

Ein Experiment mit der 0,5wt% TiO<sub>2</sub> NKT90-Dispersion weist einen größeren Unterschied zwischen der Haft- und Gleitreibung auf (siehe Abbildung 66). So werden Haftreibungen von ca. 0,17 ermittelt, während bei maximaler Geschwindigkeit die geringste gemessene Reibung von 0,13 bestimmt wird. Auch bei diesem Versuch weichen die Reibungskoeffizienten des ersten Geschwindigkeitsprofils von den anderen beiden Experimenten ab. Es ergibt sich eine Differenz des Reibkoeffizienten von 0,04. In der Phase mit einer konstanten Drehzahl von 85 min<sup>-1</sup> (0,16 m s<sup>-1</sup>) stellt sich ein Reibungskoeffizient von ca. 0,14 ein.



**Abbildung 66: Geschwindigkeitsabhängigkeit des Reibungskoeffizienten gemessen mit verschiedenen nanostrukturierten Partikeln**

In den Untersuchungen mit verschiedenen Partikelarten (siehe Kapitel 4.2.6) konnte die geringste Reibung mit 0,5 wt% Alu C Formulierungen festgestellt werden. Daher soll nun die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Reibung dieser Formulierung untersucht werden. Bei allen Geschwindigkeitsbereichen weist das Experiment mit den Alu C Partikeln die geringsten Reibkoeffizienten im Vergleich zu den Untersuchungen mit nanostrukturierten  $\text{TiO}_2$ -Partikeln auf (siehe Abbildung 66). So wird ein maximaler Reibkoeffizient von  $\mu \approx 0,125$  bestimmt, während alle anderen Formulierungen Maxima von  $\mu \geq 0,15$  aufweisen. Es wird bei der Alu C Formulierung bei der höchsten getesteten Geschwindigkeit von  $0,41 \text{ m s}^{-1}$  die minimalsten Reibkoeffizienten von ca.  $\mu \approx 0,08$  ermittelt. Auch dieser Reibkoeffizient ist deutlich geringer als bei den anderen Formulierungen, welche bei ca.  $\mu \approx 0,1$  liegen. Unter Standardbedingungen konnten Reibungskoeffizienten zwischen ca.  $\mu \approx 0,09$  und  $\mu \approx 0,1$  erzielt werden. Die 0,5 wt% Alu C-Formulierungen weisen ein vergleichbares Geschwindigkeitsverhalten auf wie die  $\text{TiO}_2$  nanostrukturierten Partikel, jedoch bestätigt sich, dass geringere Reibungskoeffizienten durch Alu C Partikel erzielt werden.

Des Weiteren werden zwei geschwindigkeitsabhängige Versuche mit 0,5 wt% TiO<sub>2</sub> P90 Formulierungen durchgeführt, welche mit PAMA-Silanen stabilisiert werden. Der Unterschied beider Experimente besteht im Dispergierverfahren. Eine Formulierung wird mittels Ultraschall dispergiert und bei der anderen Formulierung wird das Wet-Jet-Mill-Verfahren angewendet. Wie in der Stribeck-Kurve beschrieben, werden die minimalen Reibkoeffizienten bei der maximal getesteten Geschwindigkeit mit  $\mu \approx 0,10$  für das Ultraschall- und  $\mu \approx 0,11$  für das Wet-Jet-Mill-Verfahren erzielt. Entgegengesetzt werden bei der kleinsten Geschwindigkeit von  $0,06 \text{ m s}^{-1}$  Reibkoeffizienten von  $\mu \approx 0,15$  (Ultraschall) und  $\mu \approx 0,16$  (Wet-Jet-Mill) erreicht. Die Differenz zwischen maximalem und minimalem Reibkoeffizienten beträgt somit bei beiden Experimenten ca. 0,05. Unter Standardbedingungen werden bei beiden Experimenten Reibkoeffizienten von ca.  $\mu \approx 0,125$  gemessen. Das Dispergierverfahren übt auch bei Variation der Geschwindigkeit keinen Einfluss auf die Reibung aus. Beide Messkurven sind in Abbildung 66 dargestellt.

## 5 Diskussion zur Reibminderung durch nanostrukturierte Partikel

Es existieren unterschiedlichste Ansätze, den reibreduzierenden Effekt der nanostrukturierten Partikel in Schmierölen zu erklären, welche schematisch in Abbildung 67 dargestellt sind. Der genaue Mechanismus ist jedoch nicht hinreichend erforscht.

Da die Viskosität über die Stribeck-Kurve bzw. der Grundgleichung der hydrodynamischen Reibung in direktem Zusammenhang zur Reibung steht, kann auch eine Änderung der Viskosität eine Reibungsverminderung erklären. Es konnte bereits gezeigt werden, dass die Additivierung eines Schmieröls mit nanostrukturierten Partikeln einen Einfluss auf die Viskosität und die Rheologie der Dispersion besitzt [139–142].

Ein weit verbreiteter Ansatz, um die Reibreduktion durch Zugabe der nanostrukturierten Partikel zu erklären, ist ein möglicher Kugellagereffekt [9,12,13,143,144]. Nach dieser Theorie werden die nanostrukturierten Partikel als „Kugeln“ zwischen den in Kontakt stehenden Oberflächen angesehen. Bei einer Relativbewegung führen die „Kugeln“ (nanostrukturierten Partikel) zu einer Umwandlung einer Gleitbewegung zu einer Roll- bzw. Wälzreibung.

Zudem wird von Ablagerungen der nanostrukturierten Partikel auf der Oberfläche berichtet [8,14,15]. Diese Ablagerungen können als eine Art eines Tribofilms angesehen werden, welcher als Grund für die Reibungsreduktion angesehen werden kann. Generell wird als Tribofilm eine dünne Beschichtung definiert, welche sich in Folge einer tribologischen Beanspruchung auf der Oberfläche der Kontaktpartner bzw. eines Kontaktpartners bildet. Diese Tribofilme stellen einen „third body“ dar und beeinflussen sowohl die Reibung als auch den Verschleiß [145].

Des Weiteren wird berichtet, dass durch die Zugabe nanostrukturierter Partikel in das Schmiermittel die Rauheit der Oberflächen abnimmt [15,20,146]. Zudem existieren wissenschaftliche Arbeiten, welche diesen Politureffekt mitverantwortlich machen für die reibvermindernde Wirkung [20] der Partikel. Andere Studien untersuchten den generellen Zusammenhang zwischen Oberflächentextur (Richtung von Riefen durch den Schleifprozess) und Rauheit mit der Gleitreibung mit dem Ergebnis, dass eine starke Korrelation zwischen Oberflächentextur und Reibung sowie eine schwächer ausgeprägte Korrelation zwischen Rauheit und Reibung festgestellt wurde [147].



Im Folgenden sollen die unterschiedlichen Lösungsansätze genauer untersucht werden.

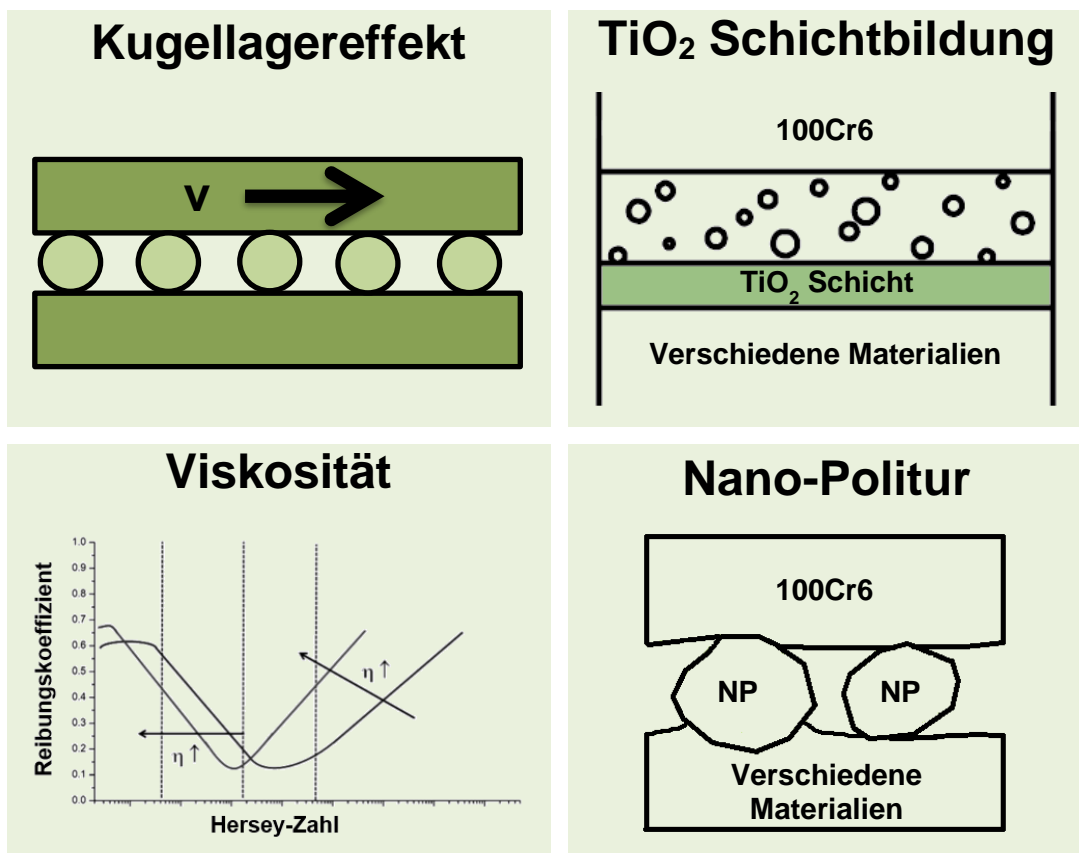
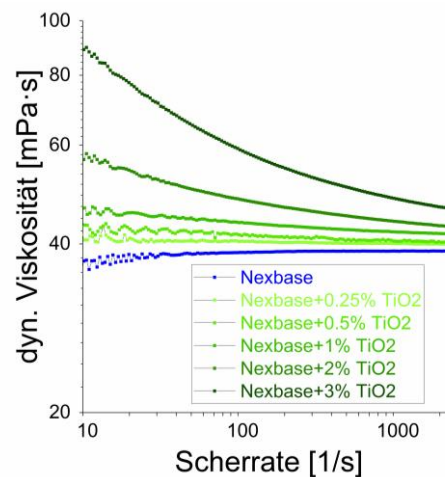


Abbildung 67: schematische Darstellung der verschiedenen Mechanismen, um die Reibreduktion durch die Additivierung von nanostrukturierten Partikeln

## 5.1 Viskosität

Das Reibverhalten eines tribologischen Systems lässt sich durch die Stribeck-Kurve beschreiben, dessen Verlauf von der Viskosität des Schmierstoffes abhängt. Andere Untersuchungen [139,141] deuten bereits darauf hin, dass nanostrukturierte Partikel einen Einfluss auf die Rheologie einer Dispersion haben. Deshalb wurde das rheologische Verhalten des Nexbase® 3043 mit unterschiedlichen Partikelkonzentrationen im Rahmen einer Bachelorarbeit [148] untersucht. Dazu wurde das Rheometer Physica MCR 101-0 SN875912 (Anton Paar Germany GmbH, Deutschland) in einer Kegel/Platte Konfiguration verwendet.

Zunächst wurde die dynamische Viskosität mit ca. 40 mPa\*s (bei 20°C) für das Grundöl Nexbase® 3043 ermittelt, was mit der angegebenen dynamischen Viskosität (39,4 mPa\*s) aus dem Datenblatt [121] übereinstimmt. Zudem weist Nexbase® 3043 ein linear viskoses Fließverhalten auf und kann somit als newtonsches Fluid charakterisiert werden. Mit der Partikelkonzentration steigt auch die Viskosität der Dispersion an. So weist eine 0,5wt% TiO<sub>2</sub>-Dispersion eine dynamische Viskosität von 41,5 mPa\*s bei einer Scherrate von 100 1/s. Bei gleichbleibender Scherrate weist hingegen eine 3wt% TiO<sub>2</sub>-Dispersion eine dynamische Viskosität von



**Abbildung 68: Viskositätsbestimmung mittels Rotationsversuchen (mit Scherratenvorgabe) des Nexbase® 3043 mit unterschiedlichen TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikelkonzentrationen [148]**

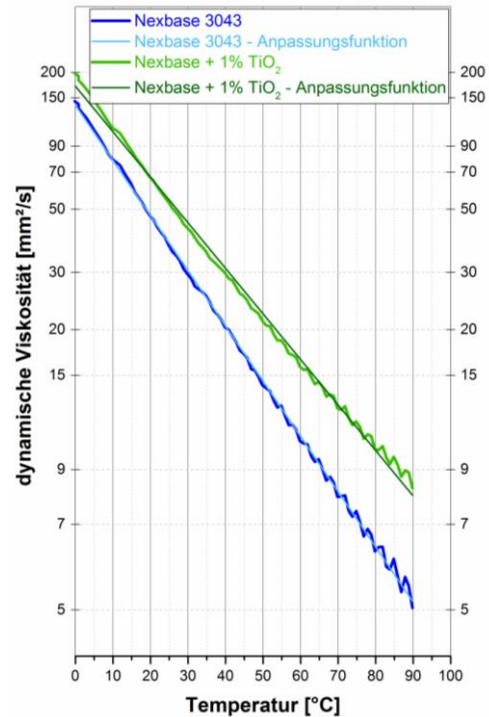
eine dynamische Viskosität von 59,21 mPa\*s auf. Zusätzlich weisen die Nanodispersionen ein komplexeres Fließverhalten auf. Es lässt sich eine Scherverdünnung feststellen, welche von der Konzentration der Partikel abhängt (verschiedene Konzentrationen sind in Grüntönen in Abbildung 68 dargestellt). Die gemessenen Viskositäten stimmen mit dem für TiO<sub>2</sub>-Nanofluide existierenden Modellen [139] überein und können folglich durch dieses beschrieben werden.

Viele Anwendungen (z.B. Automotoren [149]) werden bei unterschiedlichsten Temperaturen betrieben. Um gleichbleibende Bedingungen zu gewährleisten, ist es erstrebenswert, wenn sich die Viskosität eines Schmierstoffes nicht bzw. nur kaum mit der Temperatur ändert. Der

Viskositätsindex (VI-Index) beschreibt mithilfe eines Zahlenwertes die Änderung eines Mineralölerzeugnisses mit der Temperatur [150] und wird als eine der wichtigsten Eigenschaften eines Schmierstoffes angesehen [151]. Je höher der Zahlenwert für den Viskositätsindex ist, desto geringer ist die Temperaturabhängigkeit. Für unterschiedlichste Temperaturen wurde folglich die Viskosität des Nexbase<sup>®</sup> 3043 und der TiO<sub>2</sub>-Dispersion gemessen und in ein Ubbelohde-Walter-Diagramm (siehe Abbildung 69) eingetragen. Anhand der geringeren Steigung der Gerade für die TiO<sub>2</sub>-Nanopartikel-Additivierung lässt sich eine geringere Temperaturabhängigkeit aufzeigen im Vergleich zum

unadditivierten Nexbase<sup>®</sup> 3043. Zahlenmäßig lässt sich diese schwächere Temperaturabhängigkeit am nach [150] berechneten VI-Index aufzeigen. Das Nexbase<sup>®</sup> 3043 besitzt einen VI-Index von 122, hingegen führt eine Additivierung mit 1% TiO<sub>2</sub> NKT90 Nanopartikeln zu einem Anstieg des VI-Index auf 172.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass trotz eines Anstieges der Viskosität durch die nanostrukturierten Partikel eine Reibverminderung festgestellt wird. Somit beruht die reibungsreduzierende Wirkung durch die Zugabe der nanostrukturierten nicht auf einer Änderung der Viskosität.



**Abbildung 69: Vergleich der Temperaturabhängigkeit des Nexbase<sup>®</sup> 3043 zu einer 1wt% TiO<sub>2</sub> NKT90 Dispersion dargestellt im Ubbelohde-Walter-Diagramm [148]**

## 5.2 Kugellagereffekt

Nach der Theorie des Kugellagereffektes führen die nanostrukturierten Partikel zu einer Umwandlung einer Gleitbewegung zu einer Roll- bzw. Wälzreibung. Das Tribologie-Handbuch gibt einen ca. 10fach größeren Reibungskoeffizienten für eine Gleitreibung an als für eine Rollreibung im Mischreibungsgebiet [23]. Diese Größenordnung stimmt der in dieser Arbeit gemessenen Reibungsreduktion überein ( $\mu_{\text{Nexbase3043}} \approx 0,12$ ;  $\mu_{\text{Nexbase3043+Additive}} \approx 0,03$ ;  $\mu_{\text{Nexbase3043+Additive+0,5\%TiO}_2} \leq 0,01$ ).

Ein möglicher Kugellagereffekt kann aber ausgeschlossen werden, wenn in einem Experiment ohne nanostrukturierte Partikel eine Reibverminderung festgestellt wird. Dafür werden Triboexperimente mit „gebrauchten“ Scheiben durchgeführt, da die alternativen Erklärungen die Schichtbildung und die Nano-Politur eine Modifikation der Oberfläche für die Reibverminderung verantwortlich machen. Die zuerst untersuchten Scheiben bestehen aus den Materialien 100Cr6 sowie dem „Z-Stahl“ und stammen aus einem Experiment mit der Standard-TiO<sub>2</sub>-Dispersion. Unter Anwendung der Standardparameter (Pressung: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0,16 m s<sup>-1</sup>) konnte in diesem Experiment der reibungsreduzierende Partikeleffekt nachgewiesen werden. Diese Scheiben werden vor einem neuen Experiment in einem Ultraschallbad mit einem Gemisch aus Petroleumbenzin und Aceton gereinigt. Die schon abgeplattete Oberfläche sowie mögliche Ablagerungen werden durch den Reinigungsprozess nicht beeinträchtigt, was mittels AFM (Rauheit) und EDX (Ablagerungen) überprüft wird.

Das nächste Experiment wird nun mit diesen Scheiben in dem reinem Grundöl Nexbase® 3043 unter Standardparametern (Pressung: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0,16 m s<sup>-1</sup>) durchgeführt. In der Einlaufphase schwankt der Reibkoeffizient zwischen  $\mu \approx 0,03$  und  $\mu \approx 0,06$ . Am Ende der Einlaufphase wird ein maximaler Reibungskoeffizient von  $\mu \approx 0,06$  ermittelt. Innerhalb der nächsten 30 min fällt der Reibungskoeffizient auf einen Wert von  $\mu < 0,01$  (siehe Abbildung 70). Damit wird ein geringerer Reibungskoeffizient erfasst als im vergleichenden Experiment mit nanostrukturierten Partikeln. Da keine nanostrukturierten Partikel verwendet wurden, kann ein Kugellagereffekt auch nicht stattgefunden haben.

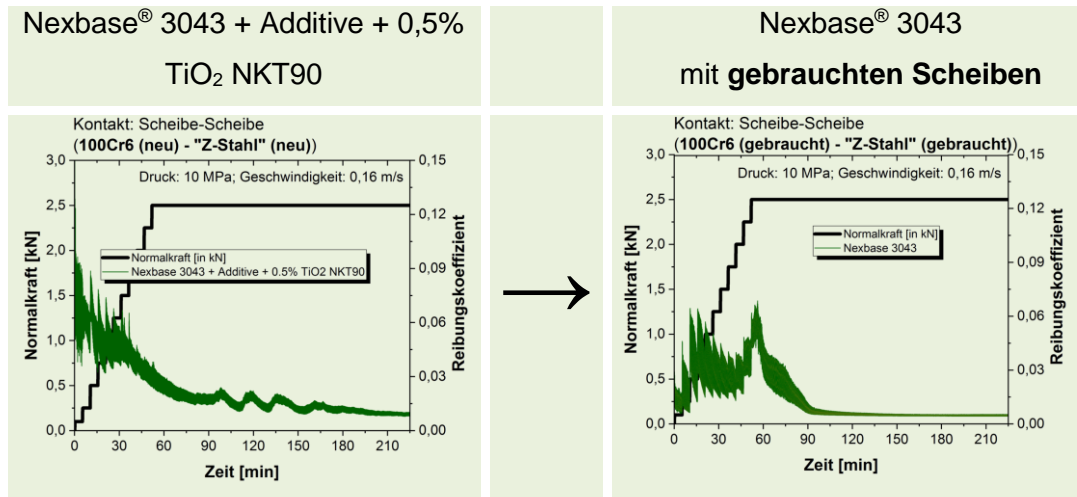


Abbildung 70: Versuche zum Ausschluss des Kugellagereffekts mit Nexbase® 3043

Zur Bestätigung wird ein Experiment mit „gebrauchten“ Scheiben (100Cr6-„Z-Stahl“) aus einer FoodTechOil Dispersion mit 0,5 wt% TiO<sub>2</sub> T805 Partikeln durchgeführt, welche mit 1 wt% Estisol 242, 1 wt% Ölsäure, 0,15 wt%, Oleylamin, and 0,15 wt% Pluronic® RPE 2520 stabilisiert wurden. Die bereits verwendeten Scheiben werden nach der Reinigungsprozedur in unadditiviertem FoodTechOil getestet. Nach einem Reibmaximum von  $\mu \approx 0,03$  am Anfang des Experiments sinkt der Reibungskoeffizient bereits nach 30 min auf einen Koeffizienten von  $\mu \approx 0,01$  (siehe Abbildung 71).

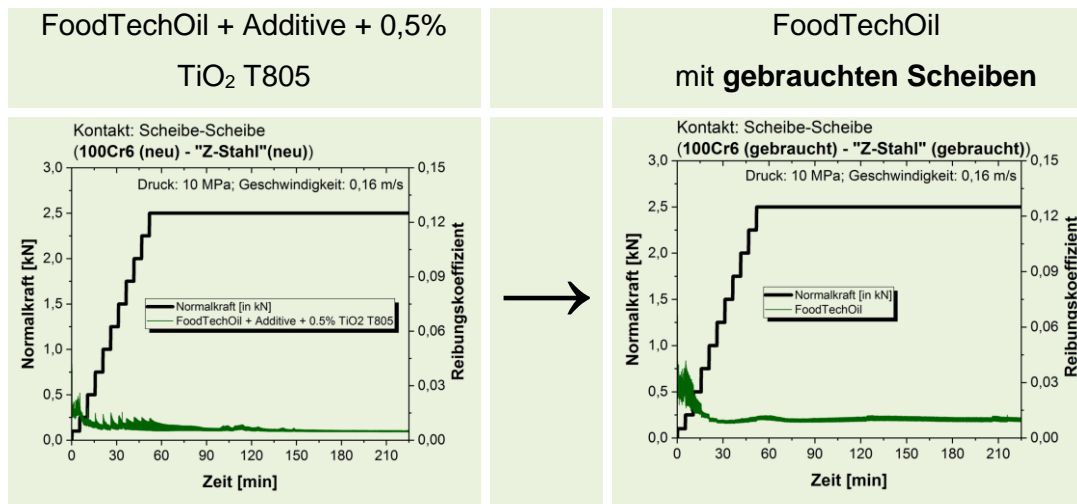


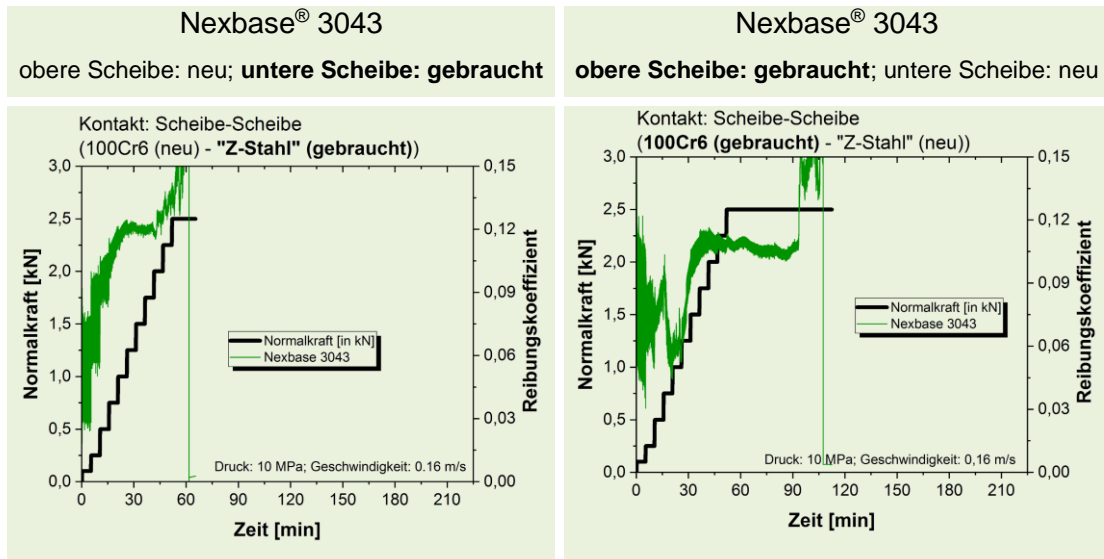
Abbildung 71: Versuche zum Ausschluss des Kugellagereffekts mit FoodTechOil

Obwohl in keinem der beiden Experimente mit „gebrauchten“ Scheiben nanostrukturierte Partikel verwendet werden, wird ein Reibungskoeffizient auf dem Niveau von Experimenten mit nanostrukturierten Partikeln von  $\mu < 0,01$  erreicht.

Daraus kann geschlossen werden, dass ein Kugellagereffekt nicht verantwortlich ist für die festgestellte Reibungsreduktion. Auf den „gebrauchten“ Scheiben kann sich jedoch eine mögliche Schicht gebildet haben bzw. eine Politur stattgefunden haben. Bevor diese Mechanismen im Einzelnen näher betrachtet werden, wird untersucht, ob eine Reibreduktion auch in der Kombination aus einer „gebrauchten“ Scheibe und einer neuen Scheibe auftritt.

In einem ersten Versuch wird eine „gebrauchte“ untere Scheibe aus dem „Z-Stahl“ gegen eine neue obere 100Cr6 Scheibe in reinem Nexbase® 3043 untersucht. Die „gebrauchte“ Scheibe stammt aus einem Experiment einer Standarddispersion (0,5 wt% TiO<sub>2</sub> NKT90) unter Standardparametern (Druck: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0,16 m s<sup>-1</sup>) und wird im Vorfeld im Ultraschallbad in einem Gemisch aus Aceton und Petroleumbenzin gereinigt. In der Einlaufphase steigt der Reibungskoeffizient auf einen Wert von ungefähr  $\mu \approx 0,12$  an, welcher nach ca. 20 min erreicht wird. Auf diesem Niveau bleibt der Reibkoeffizient die nächsten 30 min nahezu konstant. Nach ca. 55 min kommt es zu einem abrupten Reibungsanstieg und der Versuch musste nach ca 65 min abgebrochen werden, da das höchst zugelassene Drehmoment des Tribometers erreicht wird. Das Ergebnis ist in Abbildung 72a dargestellt. Um eine Reibreduktion zu erreichen, reicht es somit nicht aus, nur eine „gebrauchte“ untere Scheibe zu verwenden.

In einem zweiten Versuch wird eine „gebrauchte“ obere Scheibe aus 100Cr6 Stahl gegen eine neue untere Scheibe aus dem „Z-Stahl“ im Nexbase® 3043 untersucht. Die „gebrauchte“ Scheibe stammt ebenfalls aus einem Experiment einer Standarddispersion (mit 0,5 wt% TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikeln) unter Standardparametern (Druck: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0,16 m s<sup>-1</sup>). Das Reibungs-Zeit-Verhalten weist eine starke Ähnlichkeit zum Experiment mit einer „gebrauchten“ unteren Scheibe auf und ist in Abbildung 72b visualisiert. In der Einlaufphase steigt die Reibung auf einen Reibungskoeffizienten von ca.  $\mu \approx 0,11$  an und verbleibt auf diesem Niveau für ca. 60 min. Es folgt ein Reibungsanstieg, der zu einem Überschreiten des maximalen Reibmoments führt und folglich einen Abbruch des Experiments zur Folge hat.



**Abbildung 72: Experimente mit a) einer „gebrauchten“ unteren Scheibe gegen eine neue obere Scheibe und b) einer neuen unteren Scheibe gegen eine „gebrauchte“ obere Scheibe**

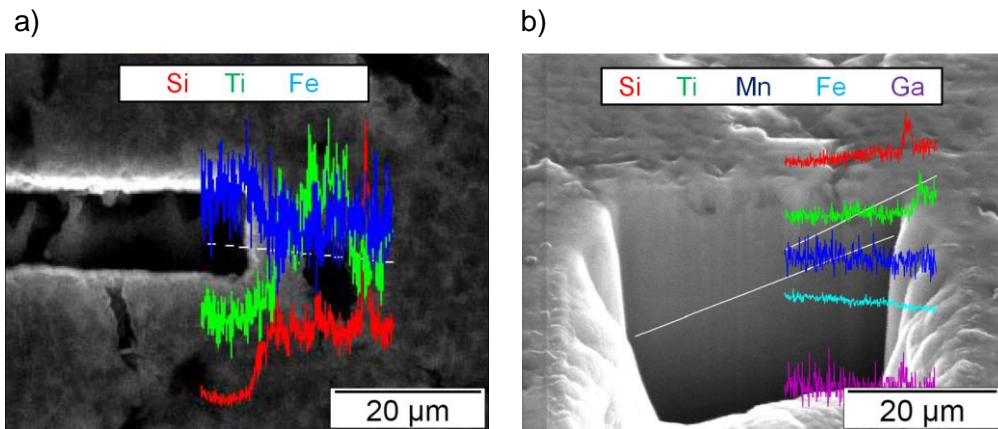
Um eine Reibreduzierung durch die Verwendung von „gebrauchten“ Scheiben zu erhalten, müssen beide Reibpartner bereits in einer Nano-Dispersion gelaufen sein. Ob eine Schichtbildung auf den Scheiben erfolgt und diese für die Reibreduktion verantwortlich ist, wird im Folgenden Kapitel analysiert.

### 5.3 Schichtbildung

Bereits in mehreren Studien [14,15,152] wurde gezeigt, dass sich die nanostrukturierten Partikel auf der Oberfläche ablagern und als Grund für die Reibungsminimierung angesehen werden. Um eine mögliche Schichtbildung in Zusammenhang mit der Reibreduktion durch die nanostrukturierten Partikel zu bringen, wird zunächst untersucht, ob es bei den Standardkonfigurationen bei den unterschiedlichen Materialien zu einer Schichtbildung kommt. Die Ergebnisse werden mit der festgestellten Materialabhängigkeit in Verbindung gebracht. Dazu werden die Scheibenoberflächen nach einem Triboversuch mittels eines EDX-Mappings hinsichtlich der Partikelmaterialien Titan bzw. Aluminium untersucht.

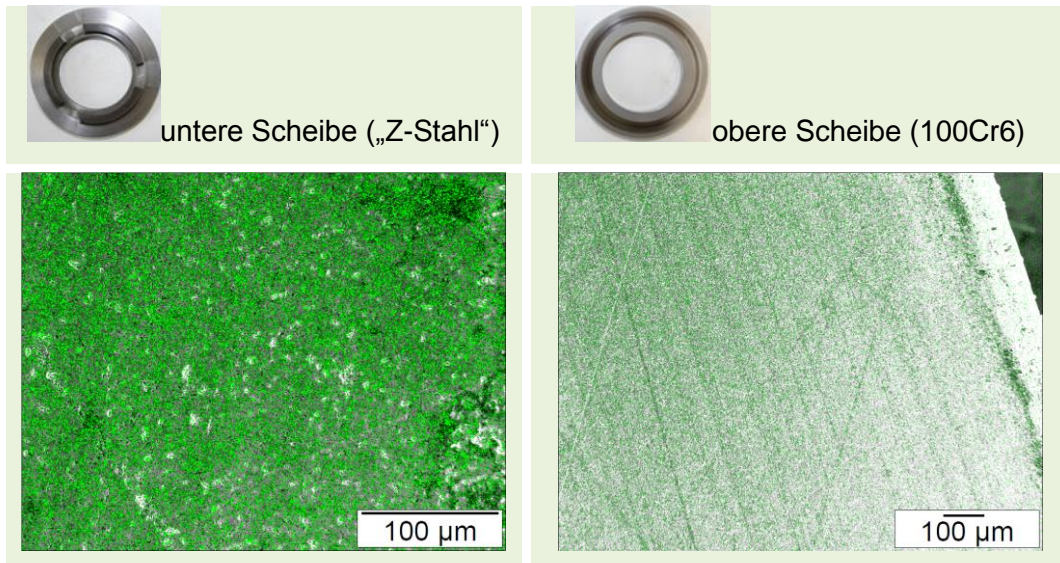
Da die nanostrukturierten Partikel durch den Schmierstoff in direktem Kontakt mit den Scheibenoberflächen stehen, ist anzunehmen, dass sich jene auch vorrangig auf der Oberfläche ablagern. Um dies zu bestätigen wird mittels FIB (Focused Ion Beam) eine rechteckige Fläche auf der Scheibenoberfläche („Z-Stahl“) abgetragen. Jene Scheibe stammt aus einem Experiment mit einer Standarddispersion (mit 0,5 wt% TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikeln), welche unter Standardbedingungen (Pressung: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0,16 m s<sup>-1</sup>) getestet wurde. Im Inneren des Scheibenmaterials sollte sich kein Titan(dioxid) befinden, während an der äußeren Oberfläche Titan(dioxid) festgestellt werden sollte. Mit einem Linescan findet qualitativ eine Analyse der Elemente Titan, Silizium und Eisen statt. Durch den Linescan werden die Elemente sowohl an der direkten Scheibenoberfläche als auch in der abgetragenen tieferen Scheibenschicht detektiert. Am Übergang zwischen der Oberflächenschicht und der tieferen Ebene lässt sich ein Anstieg des detektierten Titan(dioxids) feststellen. Eine zweite Messung bestätigt dieses Ergebnis. Das Titan(dioxid) setzt sich demnach an der Oberfläche fest. Außerdem wird Silizium an der Oberfläche detektiert. Die Herkunft des Siliziums lässt sich mit dem Lappmittel erklären, welches aus Siliziumkarbiden besteht und sich folglich ebenfalls auf der Oberfläche festsetzt. Das Ergebnis des Linescans ist in Abbildung 73 visualisiert.





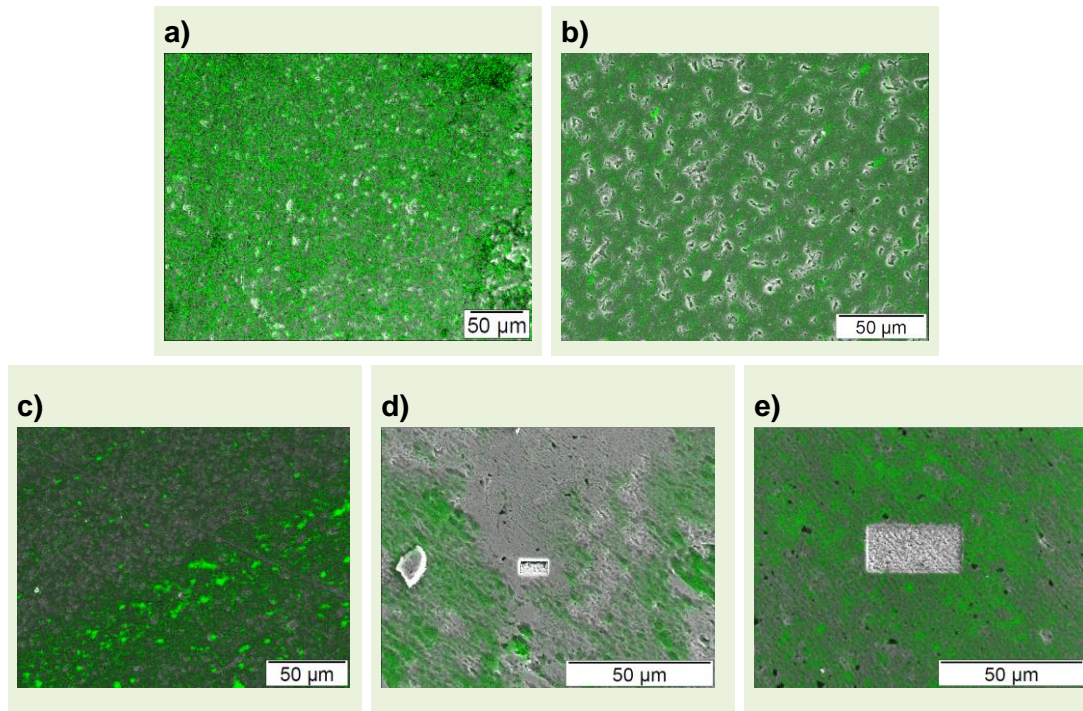
**Abbildung 73: FIB-Untersuchungen der unteren Scheibe**

Da nun festgestellt wurde, dass sich Titan(dioxid) an der Oberfläche befindet, soll die Verteilung und Intensität näher untersucht werden. Zunächst für eine Materialkombination, bei welcher eine reibreduzierende Wirkung der nanostrukturierten Partikel nachgewiesen wurde. In ersten EDX-Mappings werden eine obere (100Cr6) und untere Scheibe („Z-Stahl“) aus einem Experiment mit einer Standarddispersion (0,5 wt% TiO<sub>2</sub> NKT90) unter Standardbedingungen (Pressung: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0,16 m s<sup>-1</sup>) untersucht. In den EDX-Mappings symbolisiert die grüne Farbe das detektierte Titan. Die Mappings sind in Abbildung 74 dargestellt. Die grüne Farbe (Titandioxidschicht) auf der unteren Scheibe ist deutlich kräftiger und homogener verteilt, während auf der oberen Scheibe lediglich in geringer Intensität Titan detektiert wird. Das heißt, dass die Ausprägung der Titan(dioxid)-Schicht auf der unteren Scheibe deutlich intensiver und homogener ist als auf der oberen Scheibe. Eine mögliche Begründung kann mit der größeren Härte der oberen Scheibe erklärt werden. Die Partikel lagern sich auf der Scheibe mit der geringeren Härte ab, da sie sich dort leichter einlagern lassen als auf der härteren Scheibe.



**Abbildung 74: Vergleich Schichtbildung zwischen der oberen und der unteren Scheibe (grün symbolisiert das detektierte Titan)**

Um weitergehend zu untersuchen, ob die Schichtbildung verantwortlich ist für die Reibreduktion durch die Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln, werden EDX-Mappings von Scheibenmaterialien mit einer Reibungsreduktion denen ohne eine Reibungsreduktion gegenübergestellt. Alle Scheiben stammen aus Experimenten die unter Standardbedingungen (Pressung: 10 MPa; Geschwindigkeit:  $0,16 \text{ m s}^{-1}$ ) in einer Standarddispersion (mit 0,5 wt%  $\text{TiO}_2$  NKT90 Partikeln) durchgeführt wurden. Die EDX-Mappings sind in Abbildung 75 dargestellt.



**Abbildung 75: EDX-Mapping von einer oberen Scheibe aus a) „Z-Stahl“, b) AlMgSi<sub>0.5</sub>, c) 100Cr6, d) EN-GJL-300 und e) S235 nach einem 10 MPa Experiment**

Gerade bei den beiden Materialien, bei welchen ein reibungsreduzierender Partikeleffekt festgestellt wurde („Z-Stahl“ in Abbildung 75a und AlMgSi<sub>0.5</sub> in Abbildung 75b), wird eine gleichmäßig homogen verteilte Titan(dioxid)-Schicht detektiert. An den weiteren Materialien lässt sich zwar auch Titan(dioxid) detektieren, jedoch ist dieses nicht gleichmäßig verteilt (siehe Abbildung 75c bis e). Lediglich an lokalen Stellen lässt sich Titan(dioxid) feststellen, während ebenfalls Bereiche existieren, an denen kein Titan(dioxid) gefunden wird.

Bereits bei der Analyse der oberen und unteren Scheibe konnte festgestellt werden, dass sich das Titan vornehmlich an der weicheren Scheibe anlagert. Die Härte könnte somit ein Kriterium für die Schichtbildung sein. Um den Einfluss der Härte auf die Ausprägung der Schichtbildung zu analysieren, erfolgt eine Härtebestimmung an einer Härteprüfmaschine (Zwick/Roell 2.5S1S, Deutschland). Für die Materialien „Z-Stahl“, AlMgSi<sub>0.5</sub>, EN-GJL-300 und S235 erfolgt die Härteangabe nach Brinell [153]. Da bei der Härteprüfung nach Brinell eine gehärtete Kugel als Prüfkörper dient, können gehärtete Stähle nicht mithilfe der Härteskala nach Brinell beschrieben werden. Daher muss die Härteangabe der 100Cr6 Scheiben nach Rockwell [154] erfolgen. Für die

Materialien AlMgSi0.5 mit 75 HBW und dem „Z-Stahl“ mit 185 HBW werden die geringsten Härten der hier getesteten Materialien festgestellt. Die weiteren verwendeten Materialien besitzen höhere Härtewerte (siehe Abbildung 76). Die beiden Materialien, an denen eine reibreduzierende Wirkung durch die Additivierung von nanostrukturierten Partikeln nachgewiesen wurde, besitzen somit die geringsten Härtewerte. Falls die

Material	Härte
100Cr6	> 60 HRC
EN-GJL-300	240 HBW
S355	201 HBW
„Z-Stahl“	185 HBW
AlMgSi0.5	75 HBW

**Höchste Härte**

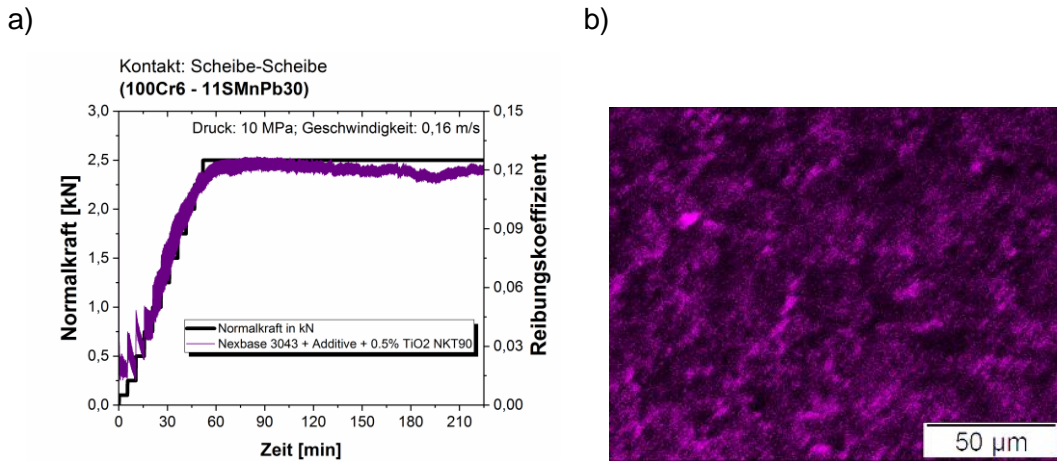
**Abbildung 76: Härtevergleich der getesteten Materialien**

Härte ein entscheidendes Kriterium für die Ausbildung einer Titan(dioxid)-Schicht ist, kann die lokale Verteilung des Titan(dioxid) durch das Gefüge der Materialien begründet werden. Das Titan(dioxid) würde in weichere Gefügebestandteile wie Ferrit [73] eingedrückt während es in härtere Gefügebestandteile wie Perlit und Martensit [73] nicht eingedrückt werden kann. Diese These muss an einem Material mit einer Reibungsreduktion durch nanostrukturierte Partikel überprüft werden und mit einem vergleichbaren Material ohne Reibungsreduktion verglichen werden. Es eignet sich lediglich der „Z-Stahl“, da die AlMgSi0.5-Legierung kein Gefüge nach dem Eisen-Kohlenstoff-Diagramm besitzt. In einem ersten Schritt wird die chemische Zusammensetzung des „Z-Stahls“ bestimmt, um einen vergleichbaren Stahl auszuwählen. Der Kohlenstoff-Gehalt besitzt bei Stählen eine tragende Rolle, da dieser das Gefüge konzentrationsabhängig entscheidend bestimmt und somit auch die Eigenschaften des Stahles prägt [69]. Eine C-Elementaranalyse bei der Firma Evonik mit dem Elementanalysator CS600 hat einen Gehalt von  $0,18 \pm 0,2$  % Kohlenstoff ergeben. Als weitere Legierungsbestandteile charakterisiert eine optische Emissionsspektralanalyse im Labor für Werkstoffprüfung der Fachhochschule Bielefeld Schwefel S (0,28% S) und Mangan Mn (1,5% Mn). Ein Material, welches Schwefel, Mangan und Kohlenstoff in ähnlichen Konzentrationen aufweist, ist ein Automatenstahl (z.B. 11SMnPb30). Dieser Stahl soll als Vergleichsmaterial dienen.

In einem tribologischen Experiment bei 10 MPa in einer 0,5 wt% TiO<sub>2</sub>-NKT90 Dispersion konnte mit der Scheibenmaterialpaarung 100Cr6-11SMnPb30 zum Ende des Experiments ein Reibungskoeffizient von  $\mu \approx 0,12$  ermittelt werden (siehe Abbildung 77 a). Vergleichende Untersuchungen ohne nanostrukturierte Partikel



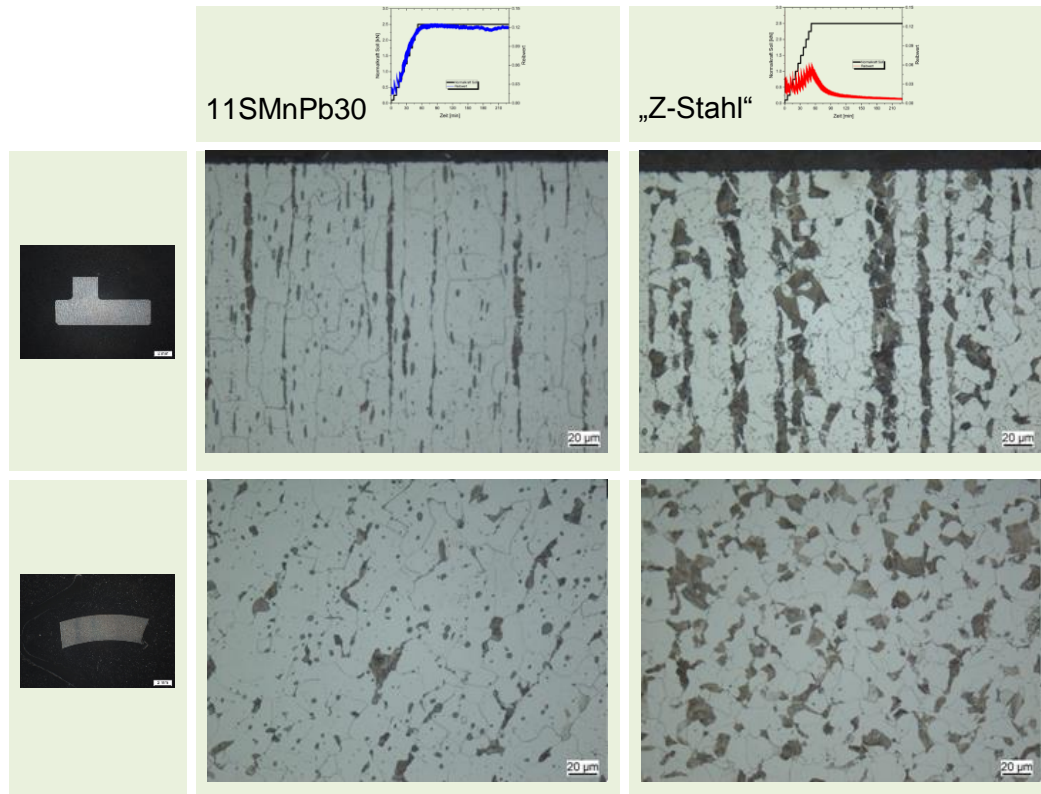
führen zu einer Reibung auf demselben Niveau. Die Zugabe der nanostrukturierten Partikel hat das Reibverhalten somit nicht beeinflusst und es konnte keine reibreduzierende Wirkung festgestellt werden.



**Abbildung 77: a) Triboexperiment mit 100Cr6-11SMnPb30 Scheiben; b) EDX-Mapping der 11SMnPb30 Scheibe. Die Farbe Violett symbolisiert das detektierte Titan(dioxid)**

Ein anschließendes EDX-Mapping zur Bestimmung der Titan(dioxid)-Schicht zeigt lokale Maxima in der Titan(dioxid)detektion sowie Stellen mit schwacher bzw. keiner Titan(dioxid)detektion (siehe Abbildung 77 b).

Um den Einfluss des Gefüges auf die Härte zu bestimmen, werden die Gefüge dieser beiden Materialien miteinander verglichen. Eine Untersuchung des Gefüges wird ebenfalls im Labor für Werkstoffprüfung der Fachhochschule Bielefeld durchgeführt. Von beiden Proben werden sowohl ein Längs- als auch ein Querschliff erstellt. Die Schlifffanfertigung erfolgt in zwei Schleif- und drei Polierstufen. Eine anschließende Ätzung wird mit Nital (5% Salpetersäure und 95% Ethanol) durchgeführt. Die Gefüge sind in Abbildung 78 dargestellt.



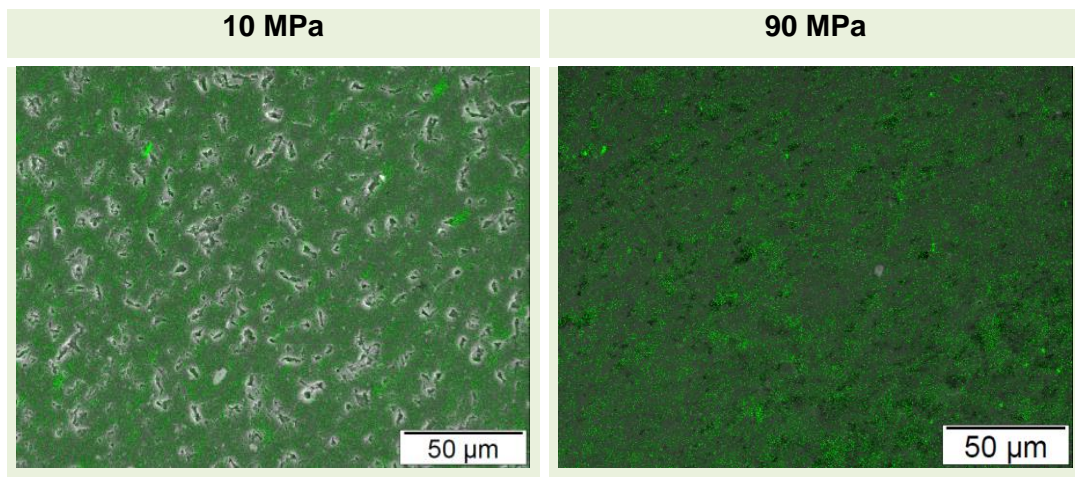
**Abbildung 78: Gefügeuntersuchung der Scheibenmaterialien 11SMnPb30 und „Z-Stahl“**

Beide Materialien weisen Perlit (dunkle Bereiche), Ferrit (helle Bereiche) und Sulfidzeilen (graue Zeilen) auf. Im „Z-Stahl“ liegt jedoch ein deutlich höherer Anteil von Perlit und Sulfidzeilen vor als im 11SMnPb30 Material. Das Perlit und die Sulfidzeilen erhöhen die Härte des Werkstoffes. Der „Z-Stahl“ muss somit die höhere Härte in diesem Vergleich besitzen. Eine Referenzmessung der Härte bestätigt dies. Für den 11SMnPb30 Stahl wird eine Härte von 143 HBW gemessen und liegt damit unter der Härte des „Z-Stahls“ (185 HBW). Da mit dem härteren Material der reibreduzierende Effekt nachgewiesen wurde, ist die Materialeigenschaft der Härte nicht das entscheidende Kriterium für die Ausbildung einer Schicht und das Einsetzen des Partikeleffektes.

Sollten die nanostrukturierten Partikel in die Oberfläche eingedrückt werden, dann müsste die Schichtbildung durch höhere Drücke positiv beeinflusst werden. Deshalb werden sowohl ein Material mit auftretender Reibungsreduktion (AlMgSi0.5) als auch ein Material ohne auftretende Reibungsreduktion (100Cr6) unter höherem Druck hinsichtlich ihrer Schichtbildung untersucht. Für beide Materialien werden EDX-Mappings für Experimente bei 10 MPa und 90 MPa mit einer 0,5 wt% TiO<sub>2</sub>-NKT90 Standarddispersion aufgezeichnet. Aufgrund der hohen Härteunterschiede kann für

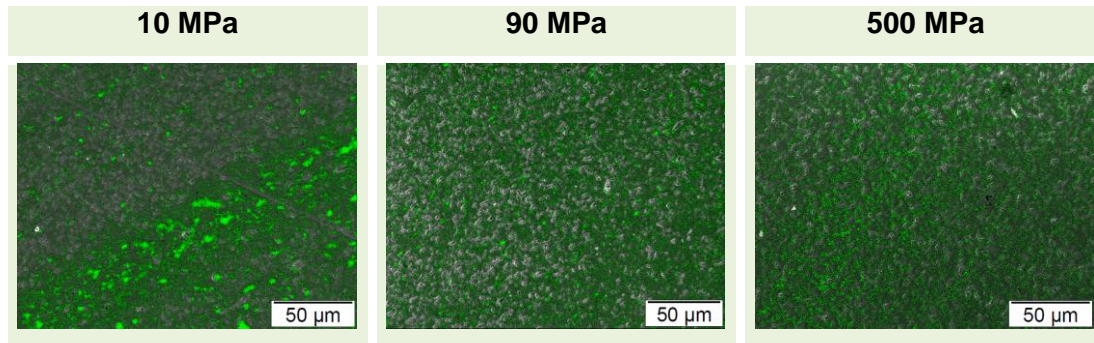
die Materialpaarung 100Cr6- $\text{AlMgSi}_{0,5}$  keine Kugel-Scheibe-Messung erfolgen. Lediglich für die Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 kann folglich ein EDX-Mapping aus einem 500 MPa Experiment aufgenommen werden.

Für die  $\text{AlMgSi}_{0,5}$ - Scheibe wurde bereits bei einem 10 MPa Experiment eine homogen verteilte Titan(dioxid)-Schicht festgestellt. Es ist jedoch ersichtlich, dass die Oberfläche eine hohe Anzahl an Löchern aufweist. Nach einem 90 MPa Experiment werden auf der Oberfläche der Scheibe keine Löcher mehr festgestellt. Diese Löcher könnten die Täler des Lappprozesses darstellen und verschwinden durch den erhöhten Materialabtrag (Preston-Beziehung; siehe Kapitel 5.4) bei höherem Druck. Das EDX-Mapping zeigt jedoch eine stark und homogen ausgeprägte Titan(dioxid)-Schicht (siehe Abbildung 79), was in Einklang mit der oben genannten These steht.



**Abbildung 79: EDX-Mappings an  $\text{AlMgSi}_{0,5}$ -Scheiben, welche in einer 0,5 wt%  $\text{TiO}_2$ -NKT90 Dispersion bei a) 10 MPa und b) 90 MPa gelaufen sind**

Im Gegensatz dazu konnte an der Oberfläche der 100Cr6 Scheibe nach einem Experiment mit einem Druck von 10 MPa lediglich lokal Titan(dioxid) detektiert werden. Nach einem 90 MPa Experiment weist die Oberfläche ähnlich der  $\text{AlMgSi}_{0,5}$  Oberfläche nach dem 10 MPa Experiment eine Vielzahl von Löchern auf. Um diese Löcher herum werden jedoch homogen verteilte Titan(dioxid) Ablagerungen festgestellt. Die Scheiben-Oberfläche besitzt nach dem 500 MPa Versuch ebenfalls eine Oberflächenstruktur mit Löchern auf. Sie weist jedoch eine stärker ausgeprägte Titan(dioxid)-Schicht (siehe Abbildung 80) auf als die Scheibe aus dem 90 MPa Versuches.



**Abbildung 80: EDX-Mappings an 100Cr6-Scheiben, welche in einer 0,5 wt% TiO<sub>2</sub>-NKT90 Dispersion bei a) 10 MPa, b) 90 MPa und c) 500 MPa gelaufen sind**

Bei den Experimenten sowohl bei 90 MPa als auch bei 500 MPa wird eine homogen ausgeprägte Titan(dioxid)-Schicht auf der Oberfläche identifiziert, welche der AlMgSi0.5 Oberfläche nach 10MPa ähnelt. Ein ansteigender Druck fördert die Schichtbildung, um eine intensivere und homogen verteilte Schicht auszubilden. Trotzdem kann bei den Experimenten keine reibreduzierende Wirkung durch die Additivierung mit den nanostrukturierten Partikeln festgestellt werden. Folglich kann nicht bestätigt werden, dass der reibreduzierende Effekt allein auf die Schichtbildung zurückzuführen ist.

In diesem Kapitel konnte jedoch gezeigt werden, dass bei Experimenten mit einer reibungsreduzierenden Wirkung der nanostrukturierten Partikel eine Schichtbildung vorliegt. Daher besteht die Möglichkeit, dass eine Schichtbildung in Kombination mit einer Nano-Politur verantwortlich ist für die reibungsreduzierende Wirkung der nanostrukturierten Partikel.



## 5.4 Nano-Politur

Bestehende Studien berichten von einer Abnahme der Rauheit der Kontaktflächen durch die Zugabe von nanostrukturierten Partikeln in Schmiermitteln [15]. Diese Abnahme der Rauheit wird als Politur beschrieben und mitverantwortlich gemacht für die reibvermindernde Wirkung [20]. Um einen möglichen Politurvorgang durch die nanostrukturierten Partikel herauszuarbeiten, werden die arithmetischen Mittenrauwerte im Kontakt stehenden Scheibenoberflächen aus Experimenten mit einer Nano-Dispersion mit denen eines identischen Experiments ohne nanostrukturierte Partikel verglichen. Dazu werden von jedem Experiment mindestens drei topografische AFM-Aufnahmen ( $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ ) der Scheibenoberfläche aufgezeichnet und aus diesen mittels Gwyddion der arithmetische Mittenrauwert ( $R_a$ ) berechnet. Das arithmetische Mittel dieser Mittenrauwerte sowie deren Standardabweichung der Stichprobe wird in den folgenden Tabellen angegeben. Des Weiteren werden mögliche Abhängigkeiten zwischen der Rauheit und den Versuchsparametern Partikelart, Partikelkonzentration, Druck und Kontaktmaterialien untersucht.

Durch die vorangegangene Oberflächenbearbeitung durch den Prozess des Läppens werden vergleichbare Oberflächenqualitäten erzielt mit arithmetischen Mittenrauwerten zwischen  $R_a = 260 \text{ nm}$  und  $R_a = 326 \text{ nm}$  (siehe Kapitel 3.1.6).

In den vorangegangenen Experimenten konnte eine Materialabhängigkeit zur Reibungsreduktion durch Zugabe der nanostrukturierten Partikel herausgearbeitet werden. Im Folgenden soll ein möglicher Zusammenhang dieser Materialabhängigkeit zu einem Politureffekt (Rauheit) analysiert werden. Dafür werden Scheiben aus dem „Z-Stahl“ und AlMgSi0.5 untersucht, bei denen eine Reibreduktion durch die Additivierung von nanostrukturierten Partikeln festgestellt wurde. Die Rauheit dieser Scheiben wird mit denen der EN-GJL 300 und 100Cr6 Scheiben verglichen, bei denen keine Reibverminderung festgestellt wurde. Die Rauheit wird nach Triboexperimenten unter Standardbedingungen (Druck: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0,16 m/s) in der Standarddispersion (mit 0,5 wt% TiO<sub>2</sub> NKT90 Partikeln) ermittelt.

Die Scheibenmaterialien „Z-Stahl“ und AlMgSi0.5, bei welchen eine Reibungsverminderung in Gegenwart von nanostrukturierten Partikeln festgestellt wurde, weisen mit  $R_a = 8,1 \text{ nm}$  und  $R_a = 7,9 \text{ nm}$  deutlich geringere Rauheiten auf als die Materialien 100Cr6 und EN-GJL 300, bei denen keine Reibungsreduktion festgestellt wurde (siehe Tabelle 6).

	<b>Arithmetischer Mittenrauwert</b>			
	<b>R<sub>a</sub> (nach dem Experiment)</b>			
	<b>„Z-Stahl“</b>	<b>AlMgSi0.5</b>	<b>EN-GJL 300</b>	<b>100Cr6</b>
Nexbase® 3043				
<b>+ 0,5 wt% TiO<sub>2</sub>-NKT90</b>	8,1 nm	7,9 nm	21,36 nm	37,6 nm
<b>Dispersion</b>	(s = 0,74 nm)	(s = 1,31 nm)	(s = 4,11 nm)	(s = 11,0 nm)
Nexbase® 3043				
<b>+ Additivpaket</b>	109 nm	38,7 nm	40,1 nm	176 nm
	(s = 31,0 nm)	(s = 5,40 nm)	(s = 13,2 nm)	(s = 15,8 nm)

**Tabelle 6: Arithmetische Mittenrauwerte der verschiedenen Scheibenmaterialien gelaufen gegen eine obere 100Cr6 Scheibe**

Zudem konnte gezeigt werden, dass durch die Additivierung mit nanostrukturierten TiO<sub>2</sub>-NKT90-Partikeln die Rauheit für jede Materialkombination verringert wird im Vergleich zu identischen Experimenten ohne Partikel (siehe Tabelle 6). Jedoch weichen die Größenunterschiede erheblich voneinander ab. Beispielsweise wird die Rauheit der „Z-Stahl“ Scheibe von R<sub>a</sub> = 109 nm (ohne Partikel) auf R<sub>a</sub> = 8,1 nm (mit Partikeln) reduziert. Hingegen ist der Unterschied bei der AlMgSi0.5 Scheibe mit R<sub>a</sub> = 38,7 nm (ohne Partikel) auf R<sub>a</sub> = 7,9 nm (mit Partikeln) deutlich kleiner.

Die Reduzierung der Rauheit durch die Additivierung mit TiO<sub>2</sub>-Partikeln wird unabhängig von dem Additivpaket festgestellt. Untersuchungen mit TiO<sub>2</sub>-Partikeln stabilisiert durch PAMA-Silan, welche das Standardadditivpaket ersetzen, weisen ebenfalls eine geringere Rauheit auf als identische Experimente ohne Partikel. Aufgrund des hohen Zeit- bzw. Testaufwandes werden lediglich Experimente mit dem Materialpaarungen 100Cr6-„Z-Stahl“ und 100Cr6-100Cr6 durchgeführt. Die Rauheit dieser Untersuchungen sind in der Tabelle 7 zusammengefasst.

	Arithmetischer Mittenrauwert $R_a$ (nach dem Experiment)	
	„Z-Stahl“	100Cr6
Nexbase® 3043 + 0,5 wt% TiO <sub>2</sub> -P90 (PAMA Silan)	15,9 nm (s = 0,72 nm)	24,8 nm (s = 3,26 nm)
Nexbase® 3043 + 1% PAMA-Silan	66,7 nm (s = 27,0 nm)	42,7 nm (s = 16,7 nm)

**Tabelle 7: Arithmetische Mittenrauwerte der verschiedenen Scheibenmaterialien in Gegenwart von PAMA-Silanen gegen eine obere 100Cr6 Scheibe**

Auch die Scheiben aus Experimenten mit Dispersionen, wo lediglich das Dispergiervfahren variiert wird, weisen eine vergleichbare Rauheit auf. Somit kann davon ausgegangen werden, dass zwar die Partikelgröße, aber nicht das Dispergiervfahren, Einfluss auf die Oberflächenrauheit nach dem Experiment besitzt.

Im Folgenden soll eine mögliche Abhängigkeit zwischen Druck und Rauheit untersucht werden. Eine Proportionalität zwischen Materialabtrag und Druck ist bekannt und wird durch die Preston Beziehung beschrieben [155] mit  $\xi$  = Dicke des Materialabtrages,  $t$  = Dauer des Polierprozesses,  $k_p$  = Preston-Konstante,  $p$  = Druck und  $v_R$  = Relativgeschwindigkeit:

$$\frac{d\xi}{dt} = k_p \cdot p \cdot v_R \quad (13)$$

Es werden druckabhängige Experimente in den Materialkombinationen 100Cr6-100Cr6 und 100Cr6-AlMgSi0.5 durchgeführt. Für die 100Cr6-100Cr6 Materialpaarung wird zunächst der arithmetische Mittenrauwert für die Formulierung aus Nexbase® 3043 und dem Additivpaket für 10 MPa, 30 MPa und 90MPa bestimmt. Es werden folgende Rauheiten bestimmt: Für 10 MPa ein  $R_a = 176$  nm, für 30 MPa ein  $R_a = 59,3$  nm und für 90 MPa ein  $R_a = 19,7$  nm. Eine Zusammenfassung der Rauheiten erfolgt in Tabelle 8. Das Ergebnis stimmt mit der oben beschriebenen Preston-Beziehung nahezu überein. Für jede Erhöhung des Druckes um den Faktor drei nimmt die Rauheit um einen Faktor drei ab.

<b>Arithmetischer Mittenrauwert <math>R_a</math></b> für <b>100Cr6–100Cr6</b> (nach dem Experiment)		
	<b>Nexbase<sup>®</sup> 3043 + Additivpaket</b>	<b>Nexbase 3043<sup>®</sup> + Additivpaket + 0,5 wt% TiO<sub>2</sub>-NKT90</b>
10 MPa	176 nm (s = 15,8 nm)	37,6 nm (s = 11,0 nm)
30 MPa	59,3 nm (s = 14,4 nm)	49,9 nm (s = 9,0 nm)
90 MPa	19,7 nm (s = 11,8 nm)	33,1 nm (s = 7,0 nm)

**Tabelle 8: Abhängigkeit der Rauheit der Scheibenoberflächen vom Druck für die Materialpaarung 100Cr6-100Cr6**

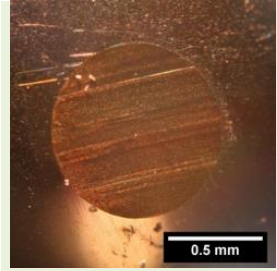
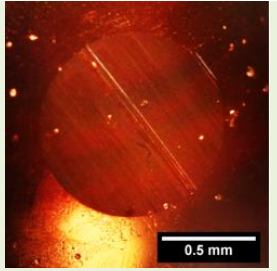
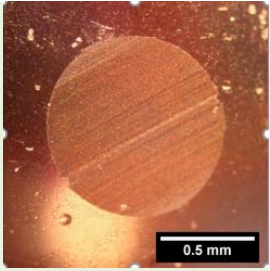
Durch die Additivierung dieser Formulierung mit nanostrukturierten Partikeln besitzt die Preston-Beziehung keine Gültigkeit mehr. Es werden jedoch für jeden Druckbereich immer geringere Rauheitswerte erzielt als bei vergleichbaren Experimenten ohne eine Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln. Bei Drücken von 10 MPa wird ein arithmetischer Mittenrauwert von  $R_a = 37,6$  nm, für 30 MPa ein  $R_a = 49,9$  nm und für 90 MPa ein  $R_a = 33,1$  nm bestimmt. Eine Übersicht aller arithmetischen Mittenrauwerte für die Experimente der Druckabhängigkeit bei der Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 ist in Tabelle 8 aufgeführt.

<b>Arithmetischer Mittenrauwert <math>R_a</math></b> für <b>100Cr6–AlMgSi0.5</b> (nach dem Experiment)		
	<b>Nexbase<sup>®</sup> 3043 + Additivpaket</b>	<b>Nexbase<sup>®</sup> 3043 + Additivpaket + 0,5 wt% TiO<sub>2</sub>-NKT90</b>
10 MPa	38,7 nm (s = 5,40 nm)	7,9 nm (s = 1,31 nm)
30 MPa	8,9 nm (s = 1,4 nm)	11,2 nm (s = 2,6 nm)
90 MPa	15,6 nm (s = 12,8 nm)	13,4 nm (s = 6,0 nm)

**Tabelle 9: Abhängigkeit der Rauheit der Scheibenoberflächen vom Druck für die Materialpaarung 100Cr6-AlMgSi0.5**

Der reibreduzierende Partikeleffekt konnte für die Scheibenmaterialpaarung 100Cr6- AlMgSi0.5 bei 10 MPa festgestellt werden. Am Ende des Experiments konnte ein Reibungskoeffizient von  $\mu \approx 0,01$  festgestellt werden und ein Mittenrauwert von  $R_a = 7,9$  nm bestimmt werden. Für das Vergleichsexperiment ohne Partikel wird ein Reibungskoeffizient von  $\mu \approx 0,09$  und ein Mittenrauwert von  $R_a = 38,7$  nm ermittelt. Der Abfall des Reibungskoeffizienten geht somit mit einem Glätten der Oberfläche einher. Bei Drücken von 30 MPa und 90 MPa konnte sowohl für Experimente mit Partikeln als auch für Experimente ohne Partikel ein Reibkoeffizient von ca.  $\mu \approx 0,01$  ermittelt werden. Unabhängig vom Druck und der Anwesenheit von Partikeln konnten nahezu konstante Mittenrauwerten zwischen  $R_a = 8,9$  nm und  $R_a = 15,6$  nm ermittelt werden. Diese Experimente deuten darauf hin, dass für die Reduktion der Reibung eine geringe Rauheit erforderlich ist.

Noch höhere Druckbereiche können mit dem Tribometer RT8000 lediglich unter Anwendung der Kontaktkonfiguration Kugel-Scheibe in der Materialkombination 100Cr6-100Cr6 realisiert werden. Dabei ist es jedoch nicht möglich, AFM-Messungen an der Kugelkalotte und an der Scheibe, mit eingedrücktem Kugelprofil, durchzuführen. Eine Glättung sollte jedoch mit einem abrasiven Verhalten der nanostrukturierten Partikel einhergehen. Ein abrasives Verhalten der nanostrukturierten Partikel sollte sich zudem in einem erhöhten Verschleiß deutlich machen. Dieser ist bei der Kontaktkonfiguration Kugel-Scheibe gut ersichtlich durch die Kalottenfläche der Kugel. Es lässt sich feststellen, dass Experimente mit 0,5 wt% TiO<sub>2</sub>-NKT90 Partikeln eine größere Kalottenfläche ( $A \approx 0,754$  mm<sup>2</sup> und  $A \approx 0,719$  mm<sup>2</sup>) aufweisen als vergleichende Experimente ohne Partikel ( $A \approx 0,643$  mm<sup>2</sup>). Für das Vergleichsexperiment werden dem Nexbase® 3043 die Standardadditive aus Kapitel 3.4 hinzugegeben.

	Nexbase® 3043 + Standardadditive	Nexbase® 3043 + Standardadditive + 0,5wt% TiO <sub>2</sub> NKT 90	Nexbase® 3043 + Standardadditive + 0,5wt% TiO <sub>2</sub> NKT 90
			
Kalottenfläche [in mm <sup>2</sup> ]	0,643	0,754	0,719

**Tabelle 10: Kalottenfläche bei 500 MPa Experimenten der Materialkombination 100Cr6-100Cr6**

Die bisherigen Untersuchungen zeigen eine eindeutige Abnahme der Rauheit bzw. einen erhöhten Verschleiß durch die Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln. Im nächsten Schritt wird untersucht, ob die Partikel-Konzentration einen Einfluss auf die Rauheit der Scheibenoberfläche besitzt. Es werden dafür Untersuchungen bei 10 MPa für die Materialkombinationen 100Cr6-100Cr6 und 100Cr6- $\text{AlMgSi0.5}$  durchgeführt jeweils für eine 0,1 wt% und 1 wt%  $\text{TiO}_2$ -NKT90 Konzentration. Für die 100Cr6-100Cr6 Materialpaarung wird für eine 0,1 wt% Partikelkonzentration ein Mittenrauwert von  $R_a = 44,4$  nm ermittelt. Die schon ermittelte Rauheit der Scheiben aus dem 0,5 wt% Konzentrationsversuch besitzt eine Rauheit von  $R_a = 37,6$  nm. Hingegen weisen die Scheibenoberflächen, welche in Gegenwart von 1 wt%  $\text{TiO}_2$ -NKT90 gelaufen sind, die geringste gemessene Rauheit von  $R_a = 26,6$  nm auf. Zwar weisen die Scheiben aus den Experimenten mit 0,1wt% und 0,5wt% Partikeln vergleichbare Rauheitswerte auf, jedoch wird die Rauheit durch eine Partikelkonzentration von 1wt% deutlich verringert, was auf einen abrasiven Charakter der  $\text{TiO}_2$ -NKT90 hindeuten kann. Bei der Materialkombination 100Cr6- $\text{AlMgSi0.5}$  werden für alle getesteten Konzentrationen vergleichbare arithmetische Mittenrauwerte ermittelt. So beträgt die maximal gemessene Rauheit  $R_a = 11,7$  nm (bei 0,1 wt%) und die minimal gemessene Rauheit  $R_a = 7,9$  nm (bei 0,5 wt%).

TiO <sub>2</sub> NKT90 Konzentration	Arithmetischer Mittenrauwert R <sub>a</sub> (nach dem Experiment)	
	AlMgSi0.5	100Cr6
0,1 wt%	11,7 nm (s = 0,7 nm)	44,4 nm (s = 4,3 nm)
0,5 wt%	7,9 nm (s = 1,31 nm)	37,6 nm (s = 11,0 nm)
1 wt%	10,9 nm (s = 3,95 nm)	26,6 nm (s = 10,9 nm)

**Tabelle 11: Abhängigkeit der Rauheit Scheibenoberfläche von der Partikelkonzentration bei verschiedenen Scheibenmaterialien, die gegen eine obere 100Cr6 Scheibe laufen**

Um die oben getätigte Aussage, dass eine steigende Partikelkonzentration zu einer geringeren Rauheit (erhöhte Abrasion) führt, zu bestätigen, wird der Verschleiß in der Form von Aluminiumrückständen in der Dispersion durch eine ICP-Analyse bestimmt. In der 0,1 wt% Formulierung konnten 4 mg/kg, in der 0,5 wt% Formulierung konnten 7 mg/kg und in der 1 wt% Formulierung konnten 18 mg/kg festgestellt werden. Der Zusammenhang zwischen Partikelkonzentration und detektiertem Verschleiß (Aluminium) bestätigen, dass die die TiO<sub>2</sub>-NKT90 nanostrukturierten Partikel einen abrasiven Charakter aufweisen. Die vergleichbaren Mittenrauwerte bei den Versuchen mit AlMgSi0.5-Scheiben können durch die geringe Härte (ca. 70 HBW) und hohe Verschleißraten erklärt werden. Bereits geringe Mengen an abrasiven Partikeln können ausreichend sein, um die Oberfläche zu glätten.

Elementanalyse nach ICP* (Inductively Coupled Plasma)		
Aluminium [in mg/kg]		
0,1wt%	0,5wt%	1wt%
4	7	18

**Tabelle 12: ICP-Analyse der konzentrationsabhängigen Experimente mit AlMgSi0.5 Scheiben**

Die Untersuchungen aus Kapitel 4.2.6 zeigten, dass durch die Additivierung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Alu C) nanostrukturierten Partikeln ebenfalls eine reibreduzierende Wirkung durch die Zugabe von nanostrukturierten Partikeln erzielt wird. Für diese Partikel soll untersucht werden, ob diese ebenfalls einen abrasiven und rauheitminimierenden Charakter aufweisen. Da diese Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partikel (zwar in einer anderen Größe) in Polituren

verwendet werden und zudem eine höhere Härte aufweisen, sollte die Additivierung mit diesen Partikeln ebenfalls zu einer geglätteten Oberfläche führen.

Wie in Kapitel 4.2.6 beschrieben wurden bei zwei eigentlich identischen Experimenten mit 0,5 wt% Alu C Partikeln in der Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 vollständig unterschiedliche Reibungskoeffizienten ( $\mu \approx 0,03$  zu  $\mu \approx 0,12$ ) ermittelt. Die Rauheiten dieser Experimente werden zunächst miteinander verglichen und mit der Rauheit von Scheiben aus einem Experiment ohne Alu C Partikel gegenübergestellt. In Abbildung 81 sind die arithmetischen Mittenrauwerte der beiden Experimente mit 0,5 wt% Alu C Partikeln dargestellt. Es zeigt sich, dass die Scheibe aus dem Experiment mit einem Reibungskoeffizienten von  $\mu \approx 0,03$  augenscheinlich (durch eine spiegelnde Oberfläche) eine glattere Oberfläche aufweist als die Scheibenoberfläche aus dem Experiment mit einem Reibungskoeffizienten von  $\mu \approx 0,12$ . Dieser Unterschied in der Rauheit wird durch AFM-Messungen bestätigt. Für die Scheibe aus dem Experiment mit einer Reibung von  $\mu \approx 0,03$  konnte ein arithmetischer Mittenrauwert von  $R_a = 12,7$  nm bestimmt werden. Die Scheibenoberfläche aus dem Experiment mit erhöhtem Reibungskoeffizienten besitzt hingegen einen nahezu doppelt so hohen Mittenrauwert ( $R_a = 24,8$  nm). Die Scheibe aus dem vergleichenden Experiment ohne Alu C Partikel weist mit  $R_a = 66,7$  nm (siehe Tabelle 7) einen deutlich höheren Mittenrauwert auf. Die getestete Formulierung ohne Partikel besteht aus Nexbase<sup>®</sup> 3043 mit 1 wt% PAMA-Silan. Bei den Alu C Partikeln wird somit der glättende Effekt bzw. abrasive Charakter der nanostrukturierten Partikel bestätigt.

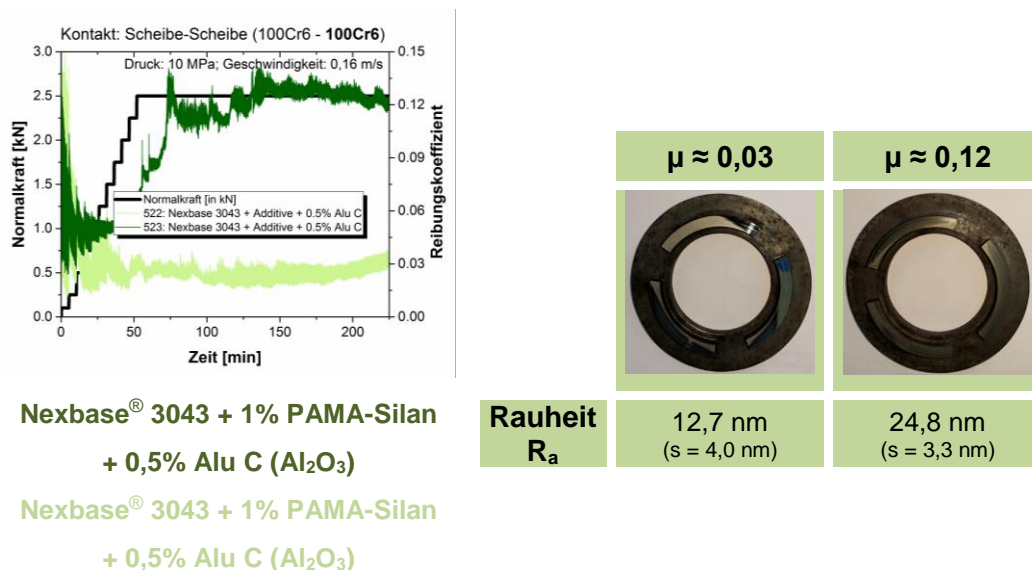


Abbildung 81: Vergleich der arithmetischen Mittenrauwerte zweier identisch durchgeführter Experimente mit  $Al_2O_3$  (Alu C) nanostrukturierten Partikeln



Für die Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partikel soll bestätigt werden, dass eine erhöhte Partikelkonzentration zu einer erhöhten Abrasion bzw. stärkeren Glättung führt. Dafür werden Experimente mit 0,1 wt% und 1 wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Formulierungen für 10 MPa an der Materialkombination 100Cr6-100Cr6 durchgeführt. Sowohl im Reibverhalten als auch bei der Rauheit konnte mit einer 1 wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Dispersion ein vergleichbares Resultat erzielt werden wie bei der 0,5 wt%-Konzentration. Bei einem Experiment mit einer 1 wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Dispersion konnte ein Reibkoeffizient von  $\mu \approx 0,03$  ermittelt werden. Ein Reproduktionsexperiment weist hingegen einen vierfach erhöhten Reibkoeffizienten von  $\mu \approx 0,12$  auf. Auch der arithmetische Mittenrauwert weist für den Versuch mit der geringeren Reibung einen deutlich geringeren Wert mit  $R_a = 5,8$  nm auf als der des Reproduktionsexperiment ( $R_a = 26,3$  nm). Zwei Experimente in einer Dispersion mit einer 0,1 wt% Konzentration weisen Reibkoeffizienten von  $\mu \approx 0,12$  auf. Es wird ein Mittenrauwert von  $R_a = 27,8$  nm ermittelt. Es wird somit bestätigt, dass eine erhöhte Partikelkonzentration zu einem erhöhten glättenden bzw. abrasiven Verhalten führt.

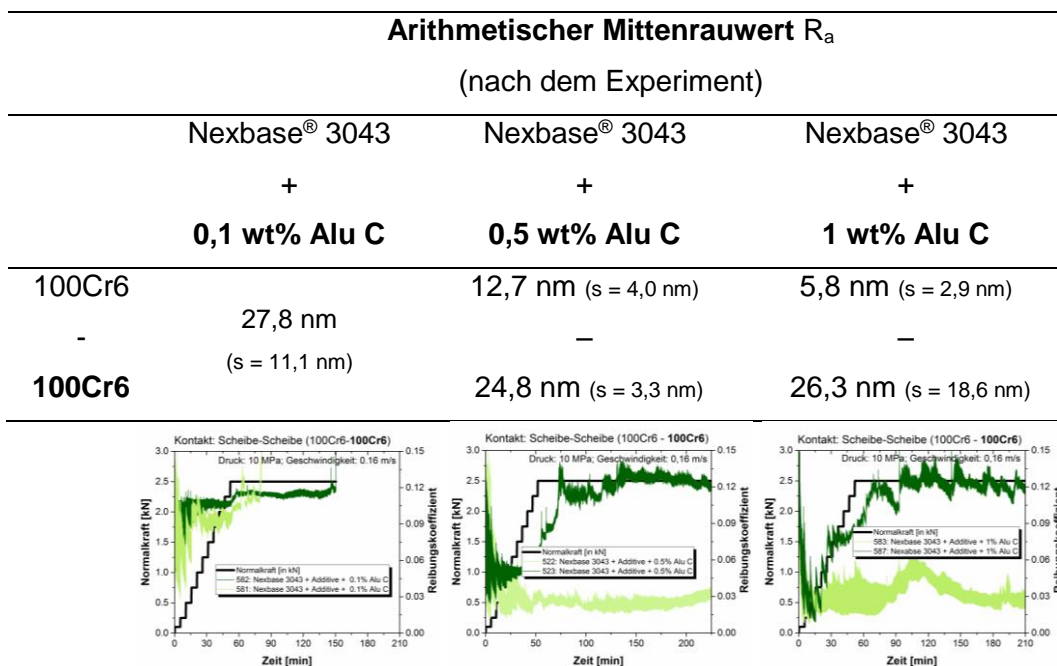


Abbildung 82: Konzentrationsabhängige Experimente mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Alu C) nanostrukturierten Partikeln (identische Versuchsparameter)

Um das glättende bzw. abrasive Verhalten der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-nanostrukturierten Partikel näher zu analysieren, wird mit 500 MPa eine weitere Druckkonfiguration getestet. Wie bereits bei den anderen Untersuchungen bei 500 MPa wird die Kalottenfläche als Messgröße für das abrasive Verhalten der Partikel verwendet. Dabei wird die Kalottenfläche aus Experimenten mit 0,5 wt% Alu C (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Partikeln denen ohne Partikel

gegenübergestellt. Es lässt sich zeigen, dass die Kalottenfläche nach den Experimenten mit Partikeln ungefähr bei  $A = 1,380 \text{ mm}^2$  liegt, hingegen die Kalottenfläche ohne Partikel mit  $A = 0,777 \text{ mm}^2$  deutlich kleiner ist. Des Weiteren werden zwei weitere Partikelkonzentrationen mit 0,1 wt% Alu C und 1 wt% Alu C näher betrachtet. Bestätigend zu den bisherigen Ergebnissen, weist das Experiment mit einer Partikelkonzentration von 1 wt% die größte Kalottenfläche auf ( $A = 1,679 \text{ mm}^2$ ). Mit geringeren Partikelkonzentrationen (0,1 wt% Alu C) wird eine kleine Kalottenfläche erzielt ( $A = 1,121 \text{ mm}^2$ ). Die kleinste Kalottenfläche weist analog zu den bisherigen Untersuchungen die Referenzmessung ohne nanostrukturierte Partikel auf. Durch diese Experimente wird ein deutlicher Zusammenhang zwischen der Partikelkonzentration und der Kalottenfläche (bzw. abrasivem Verhalten) gezeigt. Zudem wird bestätigt, dass die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikel ein stärker ausgeprägtes abrasives Verhalten zeigen als die  $\text{TiO}_2$ -Partikel, da für jede Konzentration die Kalotten bei Experimenten mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikeln größere Flächen aufweisen als bei Experimenten mit  $\text{TiO}_2$ -Partikeln.

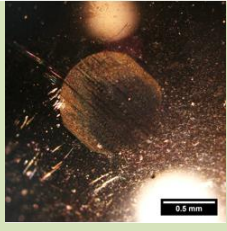
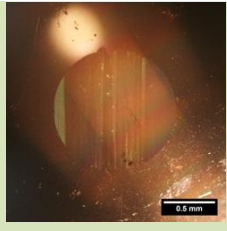
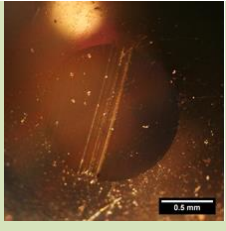
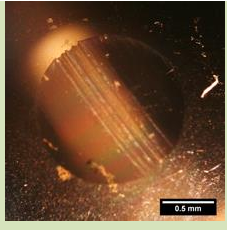
Kalottenfläche				
	Nexbase® 3043 + 1% PAMA-Silan	Nexbase® 3043 + 1% PAMA-Silan + 0,1% Alu C	Nexbase® 3043 + 1% PAMA-Silan + 0,5% Alu C	Nexbase® 3043 + 1% PAMA-Silan + 1,0% Alu C
				
Exp. 1	0,777 mm <sup>2</sup>	1,121 mm <sup>2</sup>	1,380 mm <sup>2</sup>	1,680 mm <sup>2</sup>
Exp. 2	0,754 mm <sup>2</sup>		1,373 mm <sup>2</sup>	

Tabelle 13: Kalottenflächen konzentrationsabhängig nach 500 MPa Experimenten

In diesem Kapitel konnte eine gezeigt werden, dass die Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln in einem Schmieröl zu einer Abnahme der Rauheit führt. Eine geringere Rauheit führt dazu, dass die reale Kontaktfläche zunimmt. Dadurch

sollte der Reibanteil der plastischen Deformation und der Furchung verringert werden, jedoch bei einer Zunahme des Reibanteils der Adhäsion.

Im Folgenden wird untersucht, ob die Abnahme der Rauheit allein für die festgestellte Reibungsverminderung verantwortlich ist. Dazu werden Experimente mit Scheiben der Materialpaarung 100Cr6-„Z-Stahl“ durchgeführt, welche vor dem Experiment auf einen arithmetischen Mittenrauwert von  $R_a = 4,5$  nm poliert wurden. Die Politur fand an der Technischen Universität Darmstadt statt und wurde von Herrn Benjamin Juretzka durchgeführt. Mit diesen Scheiben werden unter Standardparametern (Druck: 10 MPa; Geschwindigkeit: 0.16 m/s) Experimente sowohl im reinen Nexbase® 3043 als auch in einer Formulierung des Nexbase® 3043 und den Standardadditiven durchgeführt.

Beim Experiment mit dem reinen Nexbase® 3043 konnte innerhalb der ersten Minuten ein starker Abfall des Reibungskoeffizienten auf ungefähr  $\mu \approx 0,02$  festgestellt werden, auf dessen Niveau der Reibungskoeffizient für die nächsten 45 min verbleibt. Jedoch kommt es anschließend zu einem sprunghaften Anstieg der Reibung auf ca.  $\mu \approx 0,15$ . Bis zum Ende des Experiments schwankt der Reibungskoeffizient um dieses Niveau. Das Resultat dieses Experiments ist in Abbildung 83 visualisiert. Der Schmierstoff weist nach Beendigung des Experiments eine grauliche Verfärbung auf, was für einen stark erhöhten Verschleiß spricht.

Auch beim Experiment mit der Formulierung aus dem Nexbase® 3043 und den Standardadditiven erfolgt innerhalb der ersten 15 min ein Abfall der Reibung auf ein Niveau von ca.  $\mu \approx 0,02$ . Für die folgenden 30 min verbleibt der Reibungskoeffizient auf diesem Niveau und es folgt ein kontinuierlicher Anstieg des Reibungskoeffizienten auf ca.  $\mu \approx 0,06$ . Auf diesen Wert verbleibt der Reibungskoeffizient bis nach ca. 165 min. Es folgt ein sprunghafter Anstieg des Reibungskoeffizienten. Es kommt zum Abbruch des Experimentes, da das maximal zulässige Reibmoment des Tribometers überschritten wird. Die entsprechende Messkurve ist in Abbildung 83 gezeigt. Auch nach diesem Experiment weist die Formulierung eine gräuliche Verfärbung auf.

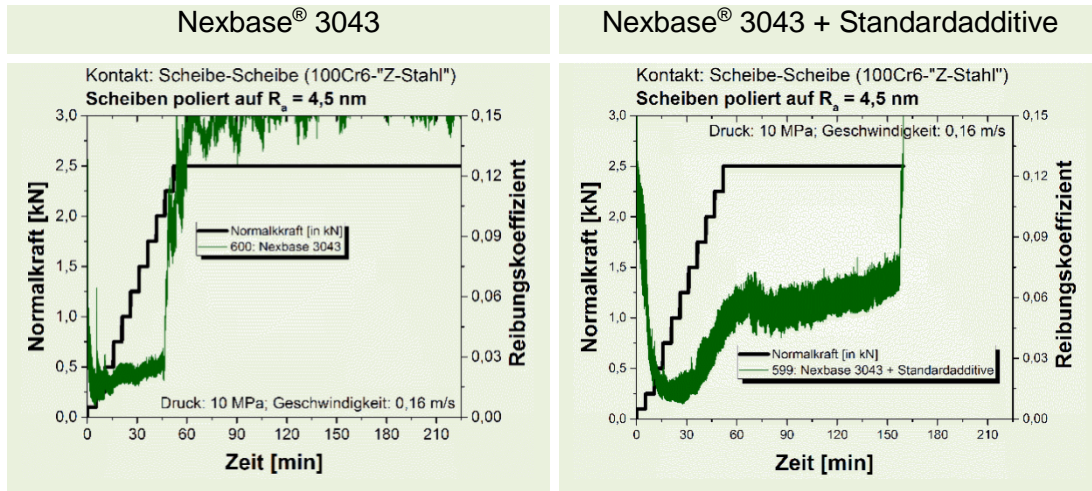


Abbildung 83: Experimente mit polierten Scheiben in a) Nexbase® 3043 und b) einer Formulierung aus Nexbase® 3043 mit den Standardadditiven

Mithilfe dieser Experimente kann nicht bestätigt werden, dass die Abnahme der Rauheit allein für die Reibverminderung verantwortlich ist.

## **5.5 Modellbildung zur Reibminderung durch nanostrukturierte Partikel**

In dieser Arbeit wurden bestehende Modelle zur Erklärung der Reibminimierung durch nanostrukturierte Partikel diskutiert (siehe Kapitel 5). Ein Einfluss der Viskosität (siehe Kapitel 5.1) und ein Kugellagereffekt (siehe Kapitel 5.2) können ausgeschlossen werden.

In Kapitel 5.3 konnte gezeigt werden, dass eine Reibungsreduktion mit einer homogen verteilten Schichtbildung der nanostrukturierten Partikel auf der Probenoberfläche einhergeht (siehe Abbildung 75). Außerdem weisen jene Oberflächen nach dem Experiment eine besonders starke Abnahme der Rauheit ( $R_a < 13 \text{ nm}$ ) auf (siehe Kapitel 5.4).

In den vorangegangenen Experimenten konnte zudem gezeigt werden, dass die bestehenden Modelle im Einzelnen nicht ausreichen, die beobachtete Verminderung des Reibungskoeffizienten zu erklären. Aus den Ergebnissen dieser Arbeit kann abgeleitet werden, dass sowohl eine Schichtbildung als auch eine Nano-Politur vorliegen müssen, um eine Reibverminderung zu erzielen. Beide Mechanismen scheinen, je nach Versuchsparametern zu unterschiedlichen Anteilen Einfluss auf die reibungsreduzierende Wirkung der nanostrukturierten Partikel zu haben.

In Abbildung 84 ist eine Kombination der beiden Mechanismen schematisch dargestellt. Die grünen Kreise sollen die eingebetteten nanostrukturierten Partikel darstellen, welche die Schichtbildung visualisieren.

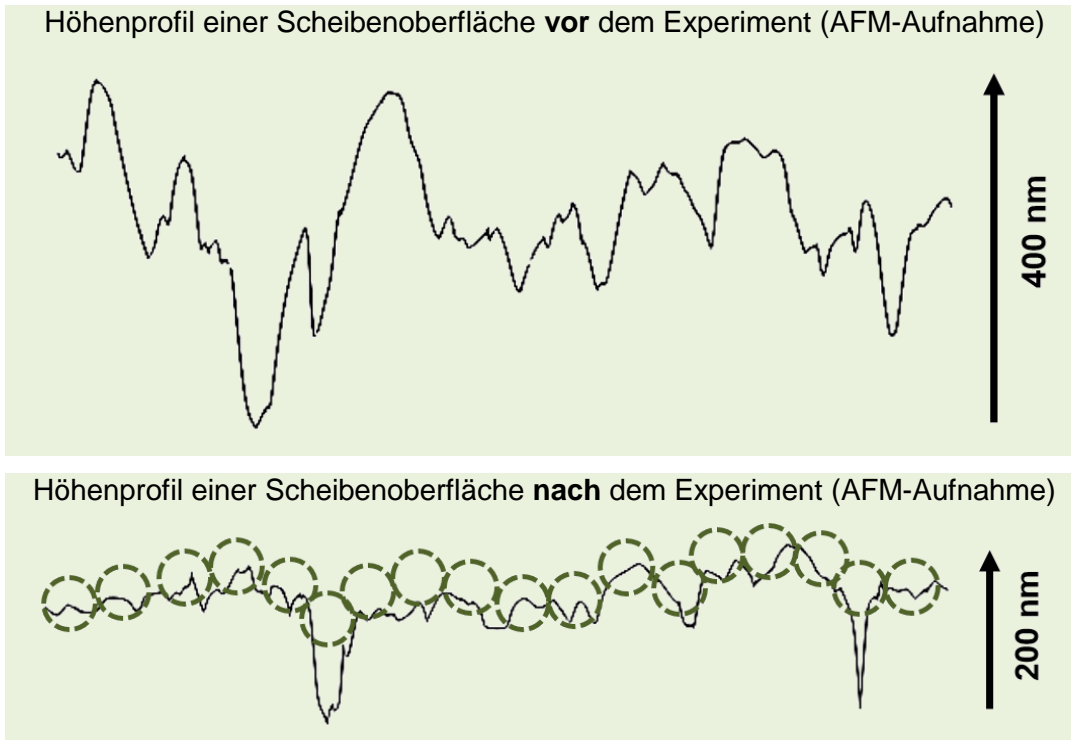


Abbildung 84: mögliche Kombination der Mechanismen "Schichtbildung" und "Nano-Politur" schematisch dargestellt

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Die Nanotechnologie findet heute schon in zahlreichen Bereichen Anwendung, wie z.B. in der Pharmazie, im Automobilsektor oder in Pflegeprodukten [90]. Auch in der Schmierungstechnik weisen Studien darauf hin, dass nanostrukturierte Partikel zu einer Verbesserung der Schmierstoffe hinsichtlich einer Verringerung der Reibung und des Verschleißes führen. Das Potential, die Reibung maßgeblich durch die Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln in einem Schmieröl zu verringern, wurde in dieser Arbeit bestätigt. Des Weiteren wurde der Einfluss der verschiedenen Versuchsparameter auf ein tribologisches System hinsichtlich der Wirkungsweise der nanostrukturierten Partikel in einem Schmieröl untersucht. Anschließend wurden u.a. diese Ergebnisse dafür genutzt, den Mechanismus der Wirkungsweise der nanostrukturierten Partikel in einem geschmierten tribologischen System zu diskutieren.

Die reibungsreduzierende Wirkung durch die Zugabe von nanostrukturierten Partikeln in ein Schmieröl konnte mithilfe von Scheibe-Scheibe-Experimenten an einem Rotationstribometer bestätigt werden. Im Vergleich zu Experimenten mit identischen Versuchsbedingungen konnte durch die nanostrukturierten Partikel die Reibung um den Faktor 3 auf einen Reibungskoeffizienten  $\mu \leq 0,01$  verringert werden.

Durch die Untersuchung der Versuchsparameter konnte gezeigt werden, dass die Reibungsreduktion durch die Zugabe von nanostrukturierten Partikeln in ein Schmieröl stark abhängig von den eingesetzten Materialpaarungen ist. So weisen Experimente mit Partikeln bei den Materialpaarungen 100Cr6-„Z-Stahl“ und 100Cr-AlMgSi0.5 eine Reduzierung der Reibung um den Faktor 3 bzw. 5 auf im Gegensatz zu Experimenten ohne Partikel mit identischen Versuchsbedingungen. Bei den Materialkombinationen 100Cr6-EN GJL 300, 100Cr6-100Cr6, 100Cr6-S235 und 10Cr6-S355 konnte hingegen keine Reibungsreduktion gemessen werden.

Es wurden die Partikelarten Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ), Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) und hexagonales Bohrnitrid (hBN) untersucht. Durch die Additivierung der nanostrukturierten Titandioxid- und Aluminiumoxid-Partikel konnte die aufgezeigte Reibungsreduktion erzielt werden. Durch hexagonales Bohrnitrid wurde lediglich die Reibung bei der Materialkombination 100Cr6-AlMgSi0.5 herabgesetzt. Es konnte zudem gezeigt werden, dass eine optimale Partikelkonzentration zur Reibungsreduzierung bei ca. 0,5 wt% vorliegt.

Die reibungsreduzierende Wirkung der nanostrukturierten Partikel konnte materialabhängig für die Drücke 10 MPa, 30 MPa und 90 MPa gezeigt werden. Für Experimente bei 500 MPa wurden Kugel-Scheibe Experimente durchgeführt, bei denen die nanostrukturierten Partikel keinen Einfluss auf die Reibung zeigten.

Hingegen konnte gezeigt werden, dass die reibungsreduzierende Wirkung der nanostrukturierten Partikel nicht maßgeblich von der Rotationsgeschwindigkeit, vom eingesetzten Grundöl, von den Dispergieradditiven und dem eingesetzten Dispergierverfahren abhängig ist.

Des Weiteren wurden unterschiedlichste Ansätze diskutiert, welche den reibungsreduzierenden Effekt der nanostrukturierten Partikel in Schmierölen erklären.

Die reibungsreduzierende Wirkung durch die Zugabe der nanostrukturierten kann nicht durch eine Änderung der Viskosität erklärt werden, da trotz eines Anstieges der Viskosität eine Reibungsreduktion erzielt wird. Der weit verbreitete Ansatz des Kugellagereffektes konnte in dieser Arbeit ausgeschlossen werden, da in Experimenten ohne Einsatz von nanostrukturierten Partikeln mit „gebrauchten“ Scheiben ein Reibungskoeffizient  $\mu \leq 0,01$  gemessen wurde. Auf den „gebrauchten“ Scheiben konnte jedoch mittels EDX-Mappings eine homogen verteilte Schicht aus dem Material der Partikel festgestellt werden sowie eine geglättete Oberfläche (Nano-Politur). Durch diese Nano-Politur weisen die Scheiben aus Experimenten mit Partikeln eine deutlich geringere Rauheit auf ( $R_a = 8,9$  nm) als Scheiben aus Experimenten ohne Partikel ( $R_a = 107$  nm). Es wurde jedoch verdeutlicht, dass beide Mechanismen im Einzelnen nicht verantwortlich sind für die Reibungsreduktion.

In einer abschließenden Modellbildung wurde gezeigt, dass sowohl eine Schichtbildung als auch eine Nano-Politur vorliegen müssen, um eine Reibungsreduktion durch die Additivierung mit nanostrukturierten Partikeln zu erzielen. Je nach Versuchsparameter scheinen beide Mechanismen zu unterschiedlichen Anteilen Einfluss auf die reibungsreduzierende Wirkung zu besitzen.

Durch die Abhängigkeit der Reibungsreduktion (durch die Zugabe der nanostrukturierten Partikel) von einigen Versuchsparametern (besonders von der Materialpaarung) können Schmierstoffe mit nanostrukturierten Partikeln nicht universell eingesetzt werden. Bei vorheriger genauer Analyse bieten die nanostrukturierten Partikel jedoch das Potential die Reibung in Tribokontakten maßgeblich zu verringern.



## 7 Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all denjenigen bedanken, die zum Gelingen dieser Doktorarbeit beigetragen haben. Zunächst bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. Dario Anselmetti für die Möglichkeit, in seiner Arbeitsgruppe *Experimentelle Biophysik & Angewandte Nanowissenschaften* zu promovieren sowie für seine Anleitung und sein offenes Ohr für die neusten Ergebnisse. Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Prof. Dr. Andreas Hütten für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Besonderer Dank gilt auch der Firma Evonik Resource Efficiency GmbH für die finanzielle Unterstützung und ganz besonders für die sehr enge Kooperation. Besonders hervorheben möchte ich Herrn Dr. Roland Wilkens, Herrn Dr. Daniel Neß und Herrn Dr. Bodo Frings für die sehr hilfreichen Anregungen und Diskussionen. Auch das zur Verfügung stellen der Dispersionen und der Untersuchungen zur Stabilität der Dispersion waren mir eine große Hilfe.

Mein ganz besonderer Dank gilt Frau Dr. Katja Tönsing für ihre Betreuung. Während meiner Promotion habe ich sowohl in fachlicher Hinsicht als auch zwischenmenschlich sehr große Unterstützung erhalten und durfte viele wertvolle Diskussionen mit ihr führen.

Des Weiteren danke ich Herrn Martin Gottschalk aus der Arbeitsgruppe *Dünne Schichten & Physik der Nanostrukturen* für die Übernahme der FIB Messungen und die Erstellung der EDX-Mappings. Dem *Labor für Werkstoffprüfung* an der Fachhochschule Bielefeld unter der Leitung von Herrn Prof. Thomas Kordisch danke ich für die Bereitstellung der Härteprüfmaschine und die Übernahme der Gefügeuntersuchung. Frau Dr. Wiebke Hachmann möchte ich erwähnen, welche die TEM-Aufnahmen der nanostrukturierten Partikel erstellt hat. Frau Carina Dargel und Herrn Timo Brändel aus der Arbeitsgruppe Physikalische und Biophysikalische Chemie von Herrn Prof. Thomas Hellweg danke ich für die Unterstützung bei der Charakterisierung der nanostrukturierten Partikel. Des Weiteren bedanke ich mich für die Bereitstellung des Profilometers bei der Arbeitsgruppe *Molekül & Oberflächenphysik*.

Ganz besonders möchte ich mich auch bei allen Gruppenmitgliedern unserer Arbeitsgruppe für die Unterstützung im Labor und das familiäre Arbeitsklima bedanken. Besonders hervorheben möchte ich Herrn Niklas Biere für die Anleitung am AFM und seine Beratung. Für seine Bachelorarbeit über das Viskositätsverhalten von nanostrukturierten Partikeln in Schmierölen möchte ich Herrn Julian Führer meinen

Dank aussprechen. Auch möchte ich mich ganz herzlich bei Frau Helene Schellenberg für ihre Unterstützung im Labor und für die vielen Gespräche bedanken. Der gesamten Arbeitsgruppe gilt auch mein ganz besonderer Dank für das vorbildliche Verhalten während meines Unfalls.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Freundin und meiner Familie bedanken, die mir während meines gesamten Studiums und der Promotion zur Seite standen und diese Arbeit erst ermöglicht haben.

## 8 References

- [1] T. Stoehr, B. Eisenberg, Evoniks Performance: Envelope of Fuel- and Cost-efficient Solutions for Your Driveline Fluids, TM Symposium China, 2013.
- [2] P. Jost, Lubrication (Tribology) Education and Research. A Report on the Present Position and Industry's Need, Department of Education and Science, Great Britain, 1966.
- [3] DIN 50323-1:1988-11 (zurückgezogen), Tribologie; Begriffe, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1988.
- [4] W.J. Bartz, Zur Geschichte der Tribologie, expert-Verl., Ehningen bei Böblingen, 1988.
- [5] K. Holmberg, A. Erdemir, Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions, *Friction* 5 (2017) S. 263–284.
- [6] H.P. Jost, Tribology micro & macro economics: A road to economic savings, *Lubrication Engineering* 61 (2015) S. 18–22.
- [7] L. Bogunovic, S. Zuenkeler, K. Toensing, D. Anselmetti, An Oil-Based Lubrication System Based on Nanoparticulate TiO<sub>2</sub> with Superior Friction and Wear Properties, *Tribology Letters* 59 (2015).
- [8] S. Zünkeler, Tribologische Untersuchungen an Nanopartikel-additiven Schmierstoffen. Universität Bielefeld, Dissertation, 2013.
- [9] W. Dai, B. Kheireddin, H. Gao, H. Liang, Roles of nanoparticles in oil lubrication, *Tribology International* 102 (2016) S. 88–98.
- [10] Y.-Y. Wu, M.-J. Kao, Using TiO<sub>2</sub> nanofluid additive for engine lubrication oil, *Industrial Lubrication and Tribology* 63 (2011) S. 440–445.
- [11] B.S. Shenoy, K.G. Binu, R. Pai, D.S. Rao, R.S. Pai, Effect of nanoparticles additives on the performance of an externally adjustable fluid film bearing, *Tribology International* 45 (2012) S. 38–42.
- [12] M. Laad, V.K.S. Jatti, Titanium oxide nanoparticles as additives in engine oil, *Journal of King Saud University - Engineering Sciences* (2016).
- [13] M.-J. Kao, C.-R. Lin, Evaluating the role of spherical titanium oxide nanoparticles in reducing friction between two pieces of cast iron, *Journal of Alloys and Compounds* 483 (2009) 456–459.
- [14] F. Ilie, C. Covaliu, Tribological Properties of the Lubricant Containing Titanium Dioxide Nanoparticles as an Additive, *Lubricants* 4 (2016) 12.

- [15] N.G. Demas, R.A. Erck, C. Lorenzo-Martin, O.O. Ajayi, G.R. Fenske, Experimental Evaluation of Oxide Nanoparticles as Friction and Wear Improvement Additives in Motor Oil, *Journal of Nanomaterials* (2017) S. 1–12.
- [16] M.K.A. Ali, H. Xianjun, L. Mai, C. Qingping, R.F. Turkson, C. Bicheng, Improving the tribological characteristics of piston ring assembly in automotive engines using  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{TiO}_2$  nanomaterials as nano-lubricant additives, *Tribology International* 103 (2016) S. 540–554.
- [17] M. Abdullah, M. Abdollah, H. Amiruddin, N. Tamaldin, N. Nuri, Optimization of Tribological Performance of hBN/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  Nanoparticles as Engine Oil Additives, *Procedia Engineering* 68 (2013) S. 313–319.
- [18] M. Asrul, N.W.M. Zulkifli, H.H. Masjuki, M.A. Kalam, Tribological Properties and Lubricant Mechanism of Nanoparticle in Engine Oil, *Procedia Engineering* 68 (2013) S. 320–325.
- [19] D. Berman, S.A. Deshmukh, Sankaranarayanan, S.K., Erdemir, Ali, A.V. Sumant, Friction. Macroscale superlubricity enabled by graphene nanoscroll formation, *Science (New York, N.Y.)* 348 (2015) S. 1118–1122.
- [20] X. Tao, Z. Jianzheng, X. Kang, The ball-bearing effect of diamond nanoparticles as an oil additive, *Journal of physics* 11 (1996) S. 2932–2937.
- [21] D. Dietzel, U.D. Schwarz, A. Schirmeisen, Nanotribological studies using nanoparticle manipulation, *Friction* 2 (2014) S. 114–139.
- [22] NIST/SEMATECH, e-Handbook of Statistical Methods, 2012, <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/>, accessed 24 February 2019.
- [23] H. Czichos, *Tribologie-Handbuch*, Springer Fachmedien, Wiesbaden, 2010.
- [24] G. Amontons, De la Resistance Cause´ e Dans les Machines, *Mem l'Academie* (1699) S. 257–282.
- [25] V.P. Zhuravlev, On the history of the dry friction law, *Mech. Solids* 48 (2013) S. 364–369.
- [26] C.S. Gillmor, *Coulomb and the Evolution of Physics and Engineering in Eighteenth-Century France*, Princeton University Press, s.l., 2017.
- [27] E. Popova, V.L. Popov, The research works of Coulomb and Amontons and generalized laws of friction, *Friction* 3 (2015) S. 183–190.
- [28] B. Tower, First Report on Friction Experiments, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* (1883) S. 632–659.
- [29] O. Reynolds, On the Theory of Lubrication and Its Application to Mr. Beauchamp Tower's Experiments, Including an Experimental Determination of the Viscosity of Olive Oil, *Proceedings of the Royal Society of London* 40 (1886) S. 191–203.

- [30] H. Krause, G. Poll, *Mechanik der Festkörperreibung*, VDI-Verl., Düsseldorf, 1980.
- [31] L. Deters, *Reibung, Verschleiß und Schmierung*, in: *Konstruktionselemente des Maschinenbaus 2*, S. 1–68.
- [32] W. Steinhilper, A. Albers, *Konstruktionselemente des Maschinenbaus 2: Grundlagen von Maschinenelementen für Antriebsaufgaben*, 6th ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2008.
- [33] K. Sommer, R. Heinz, J. Schöfer, *Verschleiß metallischer Werkstoffe: Erscheinungsformen sicher beurteilen*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2014.
- [34] DIN 50320:1979-12 (zurückgezogen), *Verschleiß; Begriffe, Systemanalyse von Verschleißvorgängen, Gliederung des Verschleißgebietes*, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1979.
- [35] V. Popov, *Kontaktmechanik und Reibung: Von der Nanotribologie bis zur Erdbebendynamik*, 3rd ed., Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2016.
- [36] Martin Kommer, *Einfluss der Oberflächengüte des Substrats auf Reibung und Verschleißverhalten beschichteter Kolbenbolzen – Teil 1*, [https://www.wotech-technical-media.de/womag/ausgabe/2014/03/24\\_kommer\\_oberflaechenguete\\_kolbenbolzen\\_03j2014/24\\_kommer\\_oberflaechenguete\\_kolbenbolzen\\_03j2014.php](https://www.wotech-technical-media.de/womag/ausgabe/2014/03/24_kommer_oberflaechenguete_kolbenbolzen_03j2014/24_kommer_oberflaechenguete_kolbenbolzen_03j2014.php), accessed 19 December 2018.
- [37] F. Hipler, *Chemie gegen Reibung und Verschleiß: Untersuchung molekularer Wirkungsmechanismen von Thiadiazol-Schmierstoffadditiven*. Ruhr-Universität Bochum, Dissertation, 2003.
- [38] H. Dubbel, K.-H. Grote, J. Feldhusen, *Taschenbuch für den Maschinenbau*, 23rd ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011.
- [39] R. Stribeck, *Die wesentlichen Eigenschaften der Gleit- und Rollenlager, Mitteilungen über Forschungsarbeiten auf dem Gebiete des Ingenieurwesens, insbesondere aus den Laboratorien der technischen Hochschulen 1903*.
- [40] H. Schwarze, *Versuch 6: "Auslaufmessungen an Gleitlagern"*, 2019, <http://www.itr.tu-clausthal.de/fileadmin/weitere/Skripte/Auslaufversuch07.pdf>, accessed 24 February 2019.
- [41] M.D. Hersey, *The Laws of Lubrication of Horizontal Journal Bearings*, *Journal of the Washington Academy of Sciences* 4 (1914) S. 542–552.
- [42] H. Toan Nguyen, *Optimierung des Schmiermittelangebots zur Steigerung der Energieeffizienz von hydrodynamischen Gleitlagern mittels Körperschallanalyse*. Karlsruher Institut für Technologie, Dissertation, 2013, 2013.

- [43] Mira Prior, Viskosität, 2009, <https://lp.uni-goettingen.de/get/text/4979>, accessed 24 February 2019.
- [44] T. Mezger, Das Rheologie Handbuch: Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern, 4th ed., Vincentz Network, 2012.
- [45] A. Wollrab, Organische Chemie: Eine Einführung für Lehramts- und Nebenfachstudenten, 4th ed., Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2014.
- [46] Mineralölwirtschaftsverband e.V., Säulen unserer Wirtschaft – Deutschlands Raffinerien, <https://www.mwv.de/unser-oel/deutschlands-raffinerien/>, accessed 8 January 2019.
- [47] ChemgaPedia, Cracking: Hydrocracken, [http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/2/vlu/alkane/alk\\_cracken.vlu/Page/vsc/de/ch/2/oc/stoffklassen/systematik\\_struktur/acyclische\\_verbindungen/gesaettigte\\_kohlenwasserstoffe/cracking/hydrocracken.vscml.html](http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/2/vlu/alkane/alk_cracken.vlu/Page/vsc/de/ch/2/oc/stoffklassen/systematik_struktur/acyclische_verbindungen/gesaettigte_kohlenwasserstoffe/cracking/hydrocracken.vscml.html), accessed 24 February 2019.
- [48] J. Stoffregen, Motorradtechnik: Grundlagen und Konzepte von Motor, Antrieb und Fahrwerk, 9th ed., Springer Vieweg, Wiesbaden, 2018.
- [49] BASF SE, Compounded Lubricants, <http://www.performancechemicals.basf.com/ev/internet/lubricants/en/content/compounded/index>, accessed 9 January 2019.
- [50] Klüber Lubrication, Viskositätsindex, <https://www.klueber.com/de/service/viskositaetsrechner/viskositaetsindex/>, accessed 9 January 2019.
- [51] H. Tschöke, K. Mollenhauer, R. Maier (Eds.), Handbuch Dieselmotoren, 4th ed., Springer Vieweg, Wiesbaden, 2018.
- [52] L.R. Rudnick (Ed.), Lubricant additives: Chemistry and applications, CRC Press, Boca Raton, 2009.
- [53] N. Canter, Fuel economy, TRIBOLOGY & LUBRICATION TECHNOLOGY 69 (2013) S. 14–27.
- [54] K. Eriksson, Fatty Amines as Friction Modifiers in Engine Oils: Correlating Adsorbed Amount to Friction and Wear Performance. Chalmers University of Technology, Masterthesis, 2014, Gothenburg.
- [55] G. Lagaly, O. Schulz, R. Zimehl, Dispersionen und Emulsionen: Eine Einführung in die Kolloidik feinverteilter Stoffe einschließlich der Tonminerale, Steinkopff-Verlag, Darmstadt, 1997.

- [56] H. Mollet, A. Grubenmann, Formulierungstechnik: Emulsionen Suspensionen feste Formen, Wiley-VCH, Weinheim [u.a.], 2000.
- [57] M. Takeo, Disperse systems, Wiley-VCH, Weinheim [u.a.], 1999.
- [58] Evonik Industries AG, Der große TEGO: Produkte - Service - Datenblätter, 4th ed., 2014.
- [59] P.G. de Gennes, Wetting, *Reviews of Modern Physics* 57 (1985) S. 827–863.
- [60] T. Skrivanek, In-line Prozesskontrolle und quantitative Analyse von Oberflächenbehandlungsprozessen mittels mobiler Kontaktwinkelmessung, <http://kidb.kruss.de/fileadmin/kruss-website/literature/kruss-pre-parts2clean-2010.pdf>, accessed 25 February 2019.
- [61] E.W. Washburn, The Dynamics of Capillary Flow, *Physical Review* 17 (1921) S. 273–283.
- [62] BYK-Chemie GmbH, Netz- und Dispergieradditive, <https://ebooks.byk.com/de/wetting-and-dispersing/warum-werden-netz-und-dispergieradditive-eingesetzt/>, accessed 27 April 2018.
- [63] C.-C. Li, S.-J. Chang, M.-Y. Tai, Surface Chemistry and Dispersion Property of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles, *Journal of the American Ceramic Society* 93 (2010) S. 4008–4010.
- [64] T. Uchikoshi, Y. Sakka, Phosphate Esters as Dispersants for the Cathodic Electrophoretic Deposition of Alumina Suspensions, *Journal of the American Ceramic Society* 91 (2008) S. 1923–1926.
- [65] M. Ashby, K. Johnson, *Materials and Design*, Elsevier, 2014.
- [66] H. Ye, An Overview of the Development of Al-Si-Alloy Based Material for Engine Applications, *Journal of Materials Engineering and Performance* 12 (2003) S. 288–297.
- [67] Jaguar Land Rover Deutschland GmbH, Aluminium-Leichtbau-Konstruktion, <https://www.jaguar.de/privacy-policy/index.html>, accessed 20 September 2018.
- [68] A. Böge, W. Böge (Eds.), *Handbuch Maschinenbau: Grundlagen und Anwendungen der Maschinenbau-Technik ; mit 424 Tabellen*, 22nd ed., Springer Vieweg, Wiesbaden, 2015.
- [69] W. Weißbach, *Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung*, 18th ed., Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2012.
- [70] J.K. Felixberger, *Chemie für Einsteiger*, Springer Spektrum, Berlin, 2017.
- [71] H.P. Latscha, H.A. Klein, M. Mutz, *Allgemeine Chemie*, 10th ed., Springer, Berlin, 2011.

- [72] DIN EN 10020:2000-07, Begriffsbestimmung für die Einteilung der Stähle, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2000.
- [73] E. Roos, K. Maile, Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung, 5th ed., Springer Vieweg, Berlin, 2015.
- [74] H. Berns, W. Theisen, Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen, 4th ed., Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2008.
- [75] M.E. Sikorski, Correlation of the Coefficient of Adhesion With Various Physical and Mechanical Properties of Metals, Journal of Basic Engineering 85 (1963) S. 279-285.
- [76] H.-J. Bargel, G. Schulze, Werkstoffkunde, 11th ed., Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2012.
- [77] E. Hornbogen, Werkstoffe: Aufbau und Eigenschaften von Keramik- Metall- Polymer- und Verbundwerkstoffen, 8th ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2006.
- [78] D.H. Buckley, Surface effects in adhesion, friction, wear, and lubrication, Elsevier Scientific Pub. Co, Amsterdam, 2010.
- [79] W. Wuttke, Tribophysik: Reibung u. Verschleiß von Metallen, Hanser-Verlag, München, 1987.
- [80] DIN EN ISO 4287: 2010-07, Geometrische Produktspezifikation (GPS) – Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren – Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2010.
- [81] DIN 8589-0:2003-09, Fertigungsverfahren Spanen: Teil 0: Allgemeines, Einordnung, Unterteilung, Begriffe, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2003.
- [82] J. Dillinger, Fachkunde Metall, 55th ed., Verlag Europa-Lehrmittel Nourney, Haan-Gruiten, 2007.
- [83] Jiun-Yu Lai, Mechanics, Mechanism, and Modeling of the Chemical Mechanical Polishing Process. Massachusetts Institute of Technology, Dissertation, 2001.
- [84] Hans-Dieter Bauer, Der Materie auf den Leib gerückt, VDE Rhein-Main (2015) S. 38-44.
- [85] K.E. Jopp, Nanotechnologie: Aufbruch ins Reich der Zwerge, 2nd ed., Betriebswirtschaftlicher Verlag Dr. Th. Gabler | GWV Fachverlage GmbH Wiesbaden, Wiesbaden, 2006.
- [86] Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF), Winzige Riesen in unserem Alltag: Verantwortungsvoller Umgang mit Nanomaterialien, 2016.



- [87] Annegret Terheiden, Selbstorganisation von metallischen Nanopartikeln in Phospholipid-Multischichten. Universität Duisburg-Essen, Dissertation, 2005, 2005.
- [88] Stephanie Hirn, Biodistribution von Gold-Nanopartikeln in Abhängigkeit von ihrer Größe, Oberflächenladung und Applikationsart. Ludwig-Maximilians-Universität zu München, Dissertation, 2013.
- [89] Bundesministerium für Bildung und Forschung, Nanomaterialien im Alltag: Den Umgang mit Nanomaterialien sicher gestalten, 2018.
- [90] NanoCare, Gesundheitsrelevante Aspekte synthetischer Nanomaterialien, 2009, <https://www.nanopartikel.info/files/downloads/NanoCare-Broschuere-DE.pdf>, accessed 25 February 2019.
- [91] DIN CEN ISO/TS 80004-2:2017-09, Nanotechnologien – Fachwörterverzeichnis – Teil 2: Nanoobjekte, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2017.
- [92] DIN CEN ISO/TS 80004-1:2016-04, Nanotechnologien – Fachwörterverzeichnis – Teil 1: Kernbegriffe ICS 01.040.07, 2016.
- [93] DIN CEN ISO/TS 80004-4:2015-03, Nanotechnologien -Fachwörterverzeichnis - Teil 4: Nanostrukturierte Materialien, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2015.
- [94] Evonik Resource Efficiency GmbH, AEROSIL® – Pyrogene Kieselsäure: Technical Overview, 8th ed.
- [95] DIN CEN ISO/TS 80004-8:2015-07, Nanotechnologien -Fachwörterverzeichnis - Teil 8: Industrieller Nanoherstellungsprozess, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2015.
- [96] Evonik Resource Efficiency GmbH, Produktinformation AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> NKT 90 (2018).
- [97] A. Ettwein, Rechtliche Aspekte zur Dissipation von synthetischen Stoffen am Beispiel von Nano-Titandioxid im Wasser. Fachhochschule Nordwestschweiz, Masterthesis, 2017.
- [98] Evonik Resource Efficiency GmbH, Produktinformation AEROXIDE® Alu C (2018).
- [99] A. Brink, K. Lichtenberg, M. Scherge, The influence of the initial near-surface microstructure and imposed stress level on the running-in characteristics of lubricated steel contacts, *Wear* 360 (2016) S. 114–120.
- [100] L.D. Scherge M. (Ed.), Der Einlauf als Steuergröße der Zuverlässigkeit tribologischer Systeme, GfT-Fachtagung, 2016.
- [101] S. Labisch, C. Weber, Technisches Zeichnen: Selbstständig lernen und effektiv üben, 4th ed., Springer Vieweg, Wiesbaden, 2013.

- [102] DIN EN ISO 1101:2017-09, Geometrische Produktspezifikation (GPS) – Geometrische Tolerierung – Tolerierung von Form, Richtung, Ort und Lauf, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2017.
- [103] Binnig, Quate, Gerber, Atomic force microscope, Physical review letters 56 (1986) S. 930–933.
- [104] G. Meyer, N.M. Amer, Optical-beam-deflection atomic force microscopy, Applied Physics Letters 56 (1990) S. 2100–2101.
- [105] M. Dieding, Funktionale Charakterisierung Herzmuskelspezifischer Proteinvarianten. Universität Bielefeld, Dissertation, 2016.
- [106] N. Yao (Ed.), Focused ion beam systems: Basics and applications, Cambridge University Press, Cambridge, 2007.
- [107] M. Gottschalk, Anwendungen der Ionen- & Elektronenmikroskopie im Grenzgebiet zwischen Nanostrukturphysik und Biologie. Universität Bielefeld, Dissertation, 2017.
- [108] DIN EN ISO 25178-601:2011-01, Geometrische Produktspezifikation (GPS) – Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft –Teil 601: Merkmale von berührend messenden Geräten (mit Taster), Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2011.
- [109] Sloan Technology Corporation, Dektak 3030 Surface Profiling Measuring System, 1st ed.
- [110] M. Stiehs, Mechanische Verfahrenstechnik: Partikeltechnologie 1, 3rd ed., Springer, Berlin, 2009.
- [111] A. Einstein, Investigations on the theory of Brownian movement, Dover Publications Inc., Mineola, 1956.
- [112] DIN EN ISO 14577-1:2015-11, Metallische Werkstoffe - Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter - Teil 1: Prüfverfahren, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2015.
- [113] DIN EN ISO 6508-1:2016-12, Metallische Werkstoffe – Härteprüfung nach Rockwell – Teil 1: Prüfverfahren, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2016.
- [114] DIN EN ISO 6506-1:2015-02, Metallische Werkstoffe – Härteprüfung nach Brinell – Teil 1: Prüfverfahren, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2015.
- [115] M. Pohl, S. Hoge Kamp, N.Q. Hoffmann, H.P. Schuchmann, Dispergieren und Desagglomerieren von Nanopartikeln mit Ultraschall, Chemie Ingenieur Technik 76 (2004) S. 392–396.
- [116] K. Sato, J.-G. Li, H. Kamiya, T. Ishigaki, Ultrasonic Dispersion of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles in Aqueous Suspension, Journal of the American Ceramic Society 91 (2008) S. 2481–2487.

- [117] S. van Nguyen, D. Rouxel, R. Hadji, B. Vincent, Y. Fort, Effect of ultrasonication and dispersion stability on the cluster size of alumina nanoscale particles in aqueous solutions, *Ultrasonics sonochemistry* 18 (2011) S. 382–388.
- [118] Hielscher Ultrasonics GmbH, Homogenisieren und Mischen mittels Ultraschall, [https://www.hielscher.com/de/homogenize\\_01.htm](https://www.hielscher.com/de/homogenize_01.htm), accessed 26 October 2018.
- [119] DIN 1342-1:2003-11, Viskosität; Teil 1: Rheologische Begriffe, 2003.
- [120] Florian Fleischmann, Ein Beitrag zur Bestimmung der Rheologischen Eigenschaften Selbstverdichtender Betone mit dem Kugel-Messsystem. Ruhr-Universität Bochum, Dissertation, 2014.
- [121] Neste Oil N.V., Nexbase 3043 - Technical Data Sheet, 5th ed.
- [122] American Petroleum Institute, Engine Oil Licensing and Certification System, September 2012.
- [123] M.E. Sikorski, The adhesion of metals and factors that influence it, *Wear* 7 (1964) S. 144–162.
- [124] H. Czichos, Über den Zusammenhang zwischen Adhäsion und Elektronenstruktur von Metallen bei der Rollreibung im elastischen Bereich. TU Berlin, Dissertation, 1968.
- [125] PCS Instruments, MTM2 Mini-Traction Machine, <https://pcs-instruments.com/wp-content/uploads/2014/03/MTM2.pdf>, accessed 25 February 2019.
- [126] DIN 51350-1:2015-03, Prüfung von Schmierstoffen – Prüfung im Vierkugel-Apparat – Teil 1: Allgemeine Arbeitsgrundlagen, Beuth Verlag GmbH, 2015.
- [127] thyssenkrupp Materials Austria GmbH, TK 3505 - Werkstoffdatenblatt - Wälzlagerstahl, [http://www.thyssenkrupp.at/files/bs/TK\\_3505.pdf](http://www.thyssenkrupp.at/files/bs/TK_3505.pdf), accessed 25 February 2019.
- [128] Y. Hwang, C. Lee, Y. Choi, S. Cheong, D. Kim, K. Lee, J. Lee, S.H. Kim, Effect of the size and morphology of particles dispersed in nano-oil on friction performance between rotating discs, *Journal of Mechanical Science and Technology* 25 (2011) S. 2853–2857.
- [129] M.S. Charoo, M.F. Wani, Tribological properties of h-BN nanoparticles as lubricant additive on cylinder liner and piston ring, *Lubrication Science* 29 (2017) S. 241–254.
- [130] Neste Oil N.V., Nexbase 3060 - Technical Data Sheet, 6th ed.
- [131] M. Kalin, J. Kogovšek, M. Remškar, Mechanisms and improvements in the friction and wear behavior using MoS<sub>2</sub> nanotubes as potential oil additives, *Wear* 280-281 (2012) S. 36–45.

- [132] P. Rabaso, F. Ville, F. Dassenoy, M. Diaby, P. Afanasiev, J. Cavoret, B. Vacher, T. Le Mogne, Boundary lubrication: Influence of the size and structure of inorganic fullerene-like MoS<sub>2</sub> nanoparticles on friction and wear reduction, *Wear* 320 (2014) S. 161–178.
- [133] N. Omura, Y. Hotta, K. Sato, Y. Kinemuchi, S. Kume, K. Watari, Wet jet milling of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> slurries, *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007) S. 733–737.
- [134] Evonik Degussa GmbH, elements35: Quarterly Science Newsletter, 2nd ed., 2011.
- [135] Q. Wan, Y. Jin, P. Sun, Y. Ding, Tribological Behaviour of a Lubricant Oil Containing Boron Nitride Nanoparticles, *Procedia Engineering* 102 (2015) S. 1038–1045.
- [136] Y. Wang, Z. Wan, L. Lu, Z. Zhang, Y. Tang, Friction and wear mechanisms of castor oil with addition of hexagonal boron nitride nanoparticles, *Tribology International* 124 (2018) S. 10–22.
- [137] A.A. Thakre, A. Thakur, Study of behaviour of aluminium oxide nanoparticles suspended in SAE20W40 oil under extreme pressure lubrication, *Industrial Lubrication and Tribology* 67 (2015) S. 328–335.
- [138] V. Le, J.-W. Lin, Tribological Properties of Aluminum Nanoparticles as Additives in an Aqueous Glycerol Solution, *Applied Sciences* 7 (2017) 80.
- [139] W. Duangthongsuk, S. Wongwises, Measurement of temperature-dependent thermal conductivity and viscosity of TiO<sub>2</sub>-water nanofluids, *Experimental Thermal and Fluid Science* 33 (2009) S. 706–714.
- [140] A. Kotia, S.K. Ghosh, Experimental analysis for rheological properties of aluminium oxide (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)/gear oil (SAE EP-90) nanolubricant used in HEMM, *Industrial Lubrication and Tribology* 67 (2015) S. 600–605.
- [141] M.A. Kedzierski, R. Brignoli, K.T. Quine, J.S. Brown, Viscosity, density, and thermal conductivity of aluminum oxide and zinc oxide nanolubricants, *International Journal of Refrigeration* 74 (2017) S. 3–11.
- [142] M. Afrand, K. Nazari Najafabadi, M. Akbari, Effects of temperature and solid volume fraction on viscosity of SiO<sub>2</sub>-MWCNTs/SAE40 hybrid nanofluid as a coolant and lubricant in heat engines, *Applied Thermal Engineering* 102 (2016) S. 45–54.
- [143] S. Hwang, S. Chang, T. Zhang, H. Kim, Tribology behavior of a lubricant with nano-diamond particles on steel, *International Journal of Engineering and Technology* 9 (2017) S. 169–174.

- [144] X. Tao, Z. Jiazheng, X. Kang, The ball-bearing effect of diamond nanoparticles as an oil additive, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 29 (1996) S. 2932–2937.
- [145] Q.J. Wang, Y.-W. Chung (Eds.), *Encyclopedia of Tribology*, Springer, 2013.
- [146] A. Beel, M. Gottschalk, A. Huetten, K. Toensing, D. Anselmetti, Tribological Performance of TiO<sub>2</sub> -Nanostructured Particles as Oil-Lubricant Additives for Different Iron-Carbon Alloys, *Materials Today: Proceedings* 4 (2017) S. 75–80.
- [147] P.L. Menezes, Kishore, S.V. Kailas, M.R. Lovell, Influence of Surface Texture and Roughness of Softer and Harder Counter Materials on Friction During Sliding, *Journal of Materials Engineering and Performance* 24 (2015) S. 393–403.
- [148] Julian Führer, *Rheologisches Verhalten von schmierstoffbasierten Nanodispersionen*. Universität Bielefeld, Bachelorthesis, 2016.
- [149] A.-A.A. Abdel-Azim, R.M. Abdel-Aziem, Polymeric additives for improving the flow properties and viscosity index of lubricating oils, *Journal of Polymer Research* 8 (2001) S. 111–118.
- [150] DIN ISO 2909:2004-08, *Mineralölerzeugnisse - Berechnung des Viskositätsindex aus der kinematischen Viskosität*, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2004.
- [151] Y. Yang, T.A. Pakkanen, R.L. Rowley, NEMD Simulations of Viscosity and Viscosity Index for Lubricant-Size Model Molecules, *International Journal of Thermophysics* 23 (2002) S. 1441–1454.
- [152] V.V. Alisin, B.V. Pokidko, M.N. Roshchin, T.V. Silova, G.A. Simakova, Studying colloidal greases with hard nanoparticles of aluminum silicates used to reduce wear of steel friction pairs, *Journal of Friction and Wear* 34 (2013) S. 460–465.
- [153] DIN EN ISO 6506-1:2015-02, *Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Brinell*, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2015.
- [154] DIN EN ISO 6508-1:2016-06, *Metallische Werkstoffe –Härteprüfung nach Rockwell – Teil 1: Prüfverfahren*, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2016.
- [155] D. Wächter, *Wirkweise des Poliermittelträgers beim Polieren optischer Gläser*, 1st ed., Apprimus Wissenschaftsverlag, Aachen, 2018.

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Transport einer ägyptischen Statue um 1880 v. Chr. (Grab des Tehuti-Heteb, El-Bersheh) [4].....	1
Abbildung 2: Struktur eines Tribosystems in Anlehnung an [23] .....	4
Abbildung 3: Grundlegende Reibungsmechanismen bei mikroskopischer Betrachtungsweise [32] .....	7
Abbildung 4: Einteilung der Reibungsarten nach der Kinematik („Reibungsdreieck“) in Anlehnung an [23].....	8
Abbildung 5: Schematische Darstellung der Verschleißmechanismen in Anlehnung an [36] .....	10
Abbildung 6: schematische Darstellung der Reibungszustände.....	11
Abbildung 7: Stribeck-Kurve in Anlehnung an [40].....	12
Abbildung 8: Traganteile ölgeschmierter Gleitflächen [42] .....	14
Abbildung 9: Das Zwei-Platten-Modell [43] .....	15
Abbildung 10: Schematische Darstellung Destillation des Erdöls [46].....	17
Abbildung 11: schematische Darstellung der VI-Verbesserer [1] .....	19
Abbildung 12: schematische Darstellung der Friction-Modifier [53].....	19
Abbildung 13: Prozesse einer instabilen Dispersion .....	21
Abbildung 14: Charakterisierung benetzter Oberflächen [58].....	22
Abbildung 15: Zusammenhang zwischen dem Kontaktwinkel und dem Benetzungsverhalten [60] .....	23
Abbildung 16: Pigmentbenetzung [62] .....	24
Abbildung 17: Schematische Darstellung der Doppelschicht [62] .....	24
Abbildung 18: Schematische Darstellung des absorbierten Pluronic® RPE 2520 .....	25
Abbildung 19: Grobeinteilung der Werkstoffe nach Bindungsart in Anlehnung an [2] .....	26
Abbildung 20: Aufbau eines Energiebandes [71] .....	28
Abbildung 21: Abkühlkurve des reinen Eisens [69] .....	29
Abbildung 22: Das Phasendiagramm der Eisen-Kohlenstoff-Legierung unter Normaldruck. Die Abkürzungen stehen für folgende Phasen: Schmelze (S), $\delta$ -Ferrit ( $\delta$ -F), Austenit (A), $\alpha$ -Ferrit (F), Zementit (Z), Graphit (G) [74]. .....	31
Abbildung 23: schematische Darstellung des arithmetischen Mittenrauwerts nach [80] .....	33
Abbildung 24: schematische Darstellung des Polierlappens [83] .....	34

Abbildung 25: Schematische Darstellung einiger Formen von Nanoobjekten [91] .....	35
Abbildung 26: a) Schematische Darstellung zur Erläuterung der Begriffe Primärpartikel, Aggregate und Agglomerate [11]; b) TEM-Aufnahme eines TiO <sub>2</sub> NKT90 Aggregat mit freundlicher Genehmigung von Frau Dr. Wiebke Hachmann.....	36
Abbildung 27: schematische Darstellung eines Modells der Partikelgenese in der Flamme [94] .....	37
Abbildung 28: Kristallstruktur von a) Anatas und b) Rutil [97] .....	38
Abbildung 29: Design of Experiment .....	40
Abbildung 30: Rotationstribometer RT8000.....	41
Abbildung 31: Versuchsaufbau der Scheibe-Scheibe Experimente .....	42
Abbildung 32: Versuchsaufbau der Kugel-Scheibe Experimente.....	43
Abbildung 33: a) Axiallagerscheibe des Typs LS2542; b) selbst konstruierte Scheibe (Kontaktfläche $A \approx 247 \text{ mm}^2$ ).....	44
Abbildung 34: Definition der Ebenheitstoleranzzone [102].....	46
Abbildung 35: AFM Topografie der Scheiben nach dem Läppvorgang .....	47
Abbildung 36: a) schematische Darstellung der Höhen der Scheiben in den einzelnen Arbeitsstationen; b) Scheiben nach dem Läppprozess .....	48
Abbildung 37: Kraft-Zeit-Profile für Scheibe-Scheibe-Experimente.....	49
Abbildung 38: Kraft-Zeit-Profile für Kugel-Scheibe-Experimente.....	50
Abbildung 39: Wiederholgenauigkeit für Triboexperimente der Materialpaarung a) 100Cr6-100Cr6 und b) 100Cr6- AlMgSi0.5 .....	51
Abbildung 40: Schematischer Aufbau des Rasterkraftmikroskops [105] .....	53
Abbildung 41: Die Elektronenbirne veranschaulicht den Tiefenursprung der ausgelösten Signale [107] .....	54
Abbildung 42: Prinzip der Härtemessung nach Rockwell.....	56
Abbildung 43: Hydrophobierung der Partikeloberfläche [94].....	59
Abbildung 44: Einfluss der Additive auf die Sedimentation (mit freundlicher Genehmigung von Herrn Dr. Daniel Neß von der Evonik Resource Efficiency GmbH) .....	61
Abbildung 45: Nachweis des Partikeleffektes bei einem Druck von 10 MPa, einer Geschwindigkeit von 0,16 m/s an der Materialkombination 100Cr6- „Z-Stahl“ .....	64
Abbildung 46: Reibverlauf eines Experiments mit Partikeln der Größe $d_{50} = 416 \text{ nm}$ .....	65

Abbildung 47: a) Scheibe-Scheibe Triboexperimente mit reinem Nexbase® 3043; b) Scheibe – Scheibe Triboexperimente mit einer Mischung aus Nexbase® 3043 und dem Additivpaket.....	68
Abbildung 48: Scheibe-Scheibe Triboexperimente in einer Dispersion aus Nexbase 3043, einem Additivpaket und 0,5wt% TiO <sub>2</sub> NKT90 Partikeln.....	69
Abbildung 49: Reibverläufe für a) die härtere und b) die weicheren Materialkombinationen.....	71
Abbildung 50: Nachweis des Partikeleffektes in Scheibe – Scheibe Triboexperimenten auf Basis des Nexbase® 3060.....	73
Abbildung 51: Nachweis des Partikeleffektes in Scheibe – Scheibe Triboexperimenten auf Basis des Shell Helix Ultra 5W/30.....	74
Abbildung 52: Nachweis des Partikeleffektes in Scheibe – Scheibe Triboexperimenten mit TiO <sub>2</sub> T805 nanostrukturierten Partikeln im FoodTechOil.....	75
Abbildung 53: Experimente mit verschiedenen Partikelkonzentrationen bei der Materialpaarung 100Cr6-100C6.....	77
Abbildung 54: Experimente mit verschiedenen Partikelkonzentrationen bei der Materialpaarung a) 100Cr6-AlMgSi0.5 und b) 100Cr6-„Z-Stahl“.....	78
Abbildung 55: Vergleichende Untersuchungen zwischen Dispersionen hergestellt mit der Wet-Jet-Mill (hellgrün) und dem Ultraschall-Verfahren (dunkelgrün) für die Materialkombination 100Cr6 gegen a) 100Cr6 und b) „Z-Stahl“.....	81
Abbildung 56: Reibverläufe zur Bestimmung des Einflusses der Additive für die Materialkombination 100Cr6-100Cr6 a) mit Standardadditiven und b) mit PAMA-Silan (violette Kurve für die Additivpakete und grüne Kurven für die Partikeldispersionen).....	83
Abbildung 57: Reibverläufe zur Bestimmung des Einflusses der Additive für die Materialkombination 100Cr6-„Z-Stahl“ a) mit Standardadditiven und b) mit PAMA-Silan (violette Kurve für die Additivpakete und grüne Kurven für die Partikeldispersionen).....	84
Abbildung 58: Vergleichende Triboexperimente mit Formulierungen mit und ohne Additivierung von hBN-Partikeln für die Materialkombinationen a) 100Cr6-AlMgSi0.5, b) 100Cr6-100Cr6 und c) 100Cr6-„Z-Stahl“.....	87
Abbildung 59: Vergleichende Triboexperimente mit Formulierungen mit und ohne Additivierung von Alu C-Partikeln für die Materialkombinationen a) 100Cr6-AlMgSi0.5, b) 100Cr6-100Cr6 und c) 100Cr6-„Z-Stahl“.....	90



Abbildung 60: Erhöhung des Kontaktdruckes durch a) Minimierung der Kontaktfläche und b) Erhöhung der Normalkraft.....	91
Abbildung 61: Vergleichende 30 MPa Experimente mit und ohne TiO <sub>2</sub> Partikel für die Materialkombinationen a) 100Cr6-AlMgSi0.5 und b) 100Cr6-100Cr6 .....	93
Abbildung 62: Vergleichende 90 MPa Experimente mit und ohne TiO <sub>2</sub> Partikel für die Materialkombinationen a) 100Cr6-AlMgSi0.5 und b) 100Cr6-100Cr6 .....	95
Abbildung 63: Vergleichende 500 MPa Experimente mit und ohne TiO <sub>2</sub> Partikel mit den Materialkombinationen a) 100Cr6-100Cr6 und b) 100Cr6-EN GJL 300 und 100Cr6-11SMnPb30.....	96
Abbildung 64: Geschwindigkeits- und Kraftverlauf.....	98
Abbildung 65: Geschwindigkeitsabhängigkeit einer Formulierung aus Nexbase <sup>®</sup> 3043 und 1 % PAMA-Silan .....	99
Abbildung 66: Geschwindigkeitsabhängigkeit des Reibungskoeffizienten gemessen mit verschiedenen nanostrukturierten Partikeln.....	100
Abbildung 67: schematische Darstellung der verschiedenen Mechanismen, um die Reibreduktion durch die Additivierung von nanostrukturierten Partikeln.....	103
Abbildung 68: Viskositätsbestimmung mittels Rotationsversuchen (mit Scherratenvorgabe) des Nexbase <sup>®</sup> 3043 mit unterschiedlichen TiO <sub>2</sub> NKT90 Partikelkonzentrationen [148].....	104
Abbildung 69: Vergleich der Temperatur-abhängigkeit des Nexbase <sup>®</sup> 3043 zu einer 1wt% TiO <sub>2</sub> NKT90 Dispersion dargestellt im Ubbelohde-Walter-Diagramm [148].....	105
Abbildung 70: Versuche zum Ausschluss des Kugellagereffekts mit Nexbase <sup>®</sup> 3043 .....	107
Abbildung 71: Versuche zum Ausschluss des Kugellagereffekts mit FoodTechOil.....	107
Abbildung 72: Experimente mit a) einer „gebrauchten“ unteren Scheibe gegen eine neue obere Scheibe und b) einer neuen unteren Scheibe gegen eine „gebrauchte“ obere Scheibe .....	109
Abbildung 73: FIB-Untersuchungen der unteren Scheibe .....	111
Abbildung 74: Vergleich Schichtbildung zwischen der oberen und der unteren Scheibe (grün symbolisiert das detektierte Titan) .....	112

Abbildung 75: EDX-Mapping von einer oberen Scheibe aus a) „Z-Stahl“, b) AlMgSi0.5, c) 100Cr6, d) EN-GJL-300 und e) S235 nach einem 10 MPa Experiment .....	113
Abbildung 76: Härtevergleich der getesteten Materialien .....	114
Abbildung 77: a) Triboexperiment mit 100Cr6-11SMnPb30 Scheiben; b) EDX-Mapping der 11SMnPb30 Scheibe. Die Farbe Violett symbolisiert das detektierte Titan(dioxid) .....	115
Abbildung 78: Gefügeuntersuchung der Scheibenmaterialien 11SMnPb30 und „Z-Stahl“ .....	116
Abbildung 79: EDX-Mappings an AlMgSi0.5-Scheiben, welche in einer 0,5 wt% TiO <sub>2</sub> -NKT90 Dispersion bei a) 10 MPa und b) 90 MPa gelaufen sind .....	117
Abbildung 80: EDX-Mappings an 100Cr6-Scheiben, welche in einer 0,5 wt% TiO <sub>2</sub> -NKT90 Dispersion bei a) 10 MPa, b) 90 MPa und c) 500 MPa gelaufen sind .....	118
Abbildung 81: Vergleich der arithmetischen Mittenrauwerte zweier identisch durchgeführter Experimente mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Alu C) nanostrukturierten Partikeln .....	126
Abbildung 82: Konzentrationsabhängige Experimente mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Alu C) nanostrukturierten Partikeln (identische Versuchsparameter) .....	127
Abbildung 83: Experimente mit polierten Scheiben in a) Nexbase <sup>®</sup> 3043 und b) einer Formulierung aus Nexbase <sup>®</sup> 3043 mit den Standardadditiven .....	130
Abbildung 84: mögliche Kombination der Mechanismen "Schichtbildung" und "Nano-Politur" schematisch dargestellt .....	132

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:Reibungszahl-Größenordnungen für verschiedene Reibungsarten und- zustände in Anlehnung an [38] .....	12
Tabelle 2: kolloidale Verteilungen in Anlehnung an [55] .....	21
Tabelle 3: chemische Zusammensetzung der Scheibenmaterialien .....	45
Tabelle 4: Einfluss der Additive auf die Partikelgröße (mit freundlicher Genehmigung von Herrn Dr. Daniel Neß von der Evonik Resource Efficiency GmbH) .....	60
Tabelle 5: Härteangaben der verwendeten Materialien .....	70
Tabelle 6: Arithmetische Mittenrauwerte der verschiedenen Scheibenmaterialien gelaufen gegen eine obere 100Cr6 Scheibe.....	120
Tabelle 7: Arithmetische Mittenrauwerte der verschiedenen Scheibenmaterialien in Gegenwart von PAMA-Silanen gegen eine obere 100Cr6 Scheibe .....	121
Tabelle 8: Abhängigkeit der Rauheit der Scheibenoberflächen vom Druck für die Materialpaarung 100Cr6-100Cr6 .....	122
Tabelle 9: Abhängigkeit der Rauheit der Scheibenoberflächen vom Druck für die Materialpaarung 100Cr6-AlMgSi0.5.....	122
Tabelle 10: Kalottenfläche bei 500 MPa Experimenten der Materialkombination 100Cr6-100Cr6.....	124
Tabelle 11: Abhängigkeit der Rauheit Scheibenoberfläche von der Partikelkonzentration bei verschiedenen Scheibenmaterialien, die gegen eine obere 100Cr6 Scheibe laufen .....	125
Tabelle 12: ICP-Analyse der konzentrationsabhängigen Experimente mit AlMgSi0.5 Scheiben .....	125
Tabelle 13: Kalottenflächen konzentrationsabhängig nach 500 MPa Experimenten .....	128

## Abkürzungsverzeichnis

„Z-Stahl“	Stahl aus einer vorangegangenen Arbeit an der Universität Bielefeld. Die chemische Zusammensetzung zeigt die Tabelle 3.
100Cr6	Wälzlagerstahl (nach ISO 683-17)
11SMnPb30	Automatenstahl (nach EN 10277-3)
AFM	Rasterkraftmikroskop
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aluminiumoxid
AlMgSi0.5	Aluminiumlegierung (nach EN 573-3)
DLS	dynamische <i>Lichtstreuung</i>
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EN-GJL-300	Gusseisen mit Lamellengrafit (nach EN 1561)
Fe	Eisen
FIB	fokussierter Ionenstrahl
Ga	Gallium
hBN	hexagonales Bornitrid
<i>HBW</i>	Härte nach Brinell
HRC	Härte nach Rockwell
ICP	(optische Emissionsspektrometrie mittels) induktiv gekoppelten Plasma
Mn	Mangan
NP	nanostrukturierte Partikel
PAMA	Polyalkylmethacrylaten
PPG	Polypropylenglycol
R <sub>a</sub>	arithmetischer Mittenrauwert (nach DIN EN ISO 4287)
REM	Rasterelektronenmikroskop

RT	Rotationstribometer
S	Standardabweichung der Stichprobe
S235	Baustahl (nach EN 10025-2)
S355	Baustahl (nach EN 10025-2)
Si	Silizium
Standardadditive	stabilisierende Additive aus Kapitel 3.4
Ti	Titan
TiO <sub>2</sub>	Titandioxid
US	Ultraschall
WJM	Wet-Jet.Mill

## Publikationen

- **The Mechanism of Nanostructured Particles as an Industrial Lubrication Oil Additive;**  
*A. Beel, M. Gottschalk, A. Huetten, K. Toensing, and D. Anselmetti,* Proceedings of the GfT Annual Meeting 2018, 24.-26.9.2018, Göttingen, (Gesellschaft für Tribologie e.V.), 75, 2018. (ISBN 978-3-9817451-3-9)
- **Tribological Performance of TiO<sub>2</sub>-Nanostructured Particles as Oil-Lubricant Additives for Different Iron-Carbon Alloys;**  
*A. Beel, M. Gottschalk, A. Huetten, K. Toensing, and D. Anselmetti,* Proceedings of the 7. NRW NanoConference, 07./08.12.2016, Münster, Germany, Materials Today: Proceedings, 4 (Suppl. 2), S75–S80, 2017. (DOI: doi.org/10.1016/j.matpr.2017.09.170)

## Tagungsbeiträge

- **The Mechanism of Nanostructured Particles as an Industrial Lubrication Oil Additive;**  
*A. Beel, M. Gottschalk, A. Huetten, K. Toensing, and D. Anselmetti,* GfT Annual Meeting 2018, 24.-26.9.2018, Göttingen, Berlin, Germany. (Talk)
- **Functional Principles of Nanostructured Particles as an Industrial Lubrication Oil Additive;**  
*A. Beel, K. Toensing, and D. Anselmetti,* DPG Frühjahrstagung, 11.-16-03.2018, Berlin, Germany. (Poster)
- **Friction Performance of Nanostructured Particles as Industrial Oil Lubricant Additives;**  
*A. Beel, K. Toensing, and D. Anselmetti,* Friction Wear an Wear Protection 2017, 21./22.02.2017, Esslingen, Germany. (Poster)
- **Tribological Performance of TiO<sub>2</sub>-Nanostructured Particles as Oil-Lubricant Additives for Different Iron-Carbon Alloys;**  
*A. Beel, K. Toensing, and D. Anselmetti,* 7. NRW NanoConference, 07./08.12.2016, Münster, Germany. (Poster)