

ULTRADÜNNE SCHICHTEN AUS ETHANOLAMIN – ENERGIEEFFIZIENTE WARTUNGSARME SCHMIERSTOFFE

Priv.Doz. Dipl.-Ing. Dr. techn. Ilse C. GEBESHUBER ^{1,2,3}

Dipl.-Ing. Dr. techn. Nicole DOERR ²

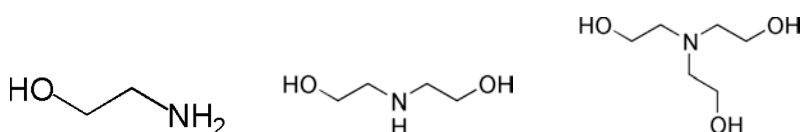
MSc. Agnieszka TOMALA ²

1 EINLEITUNG

Ethanolamine (Bild 1) sind wasserlösliche Additive. Nanotribologische Untersuchungen mit dem Rasterkraftmikroskop an ultradünnen Schichten aus Mono-, Di- und Triethanolamin machen deutlich, dass Ethanolamine oligomerspezifische Schmiereigenschaften aufweisen. Photoelektronenspektroskopische Untersuchungen zeigen oligomerspezifische Unterschiede in der Chemisorption der Moleküle an der Oberfläche (Kupfer). Mikrotribologische, und „Ball-on-Disk“ Experimente an Ethanolaminen zeigen ebenfalls oligomerspezifische Schmiereigenschaften. Das Ziel dieser Studie ist eine experimentell untermauerte Theorie der Schmiereigenschaften von Ethanolaminen vom Nano- über den Mikro- in den Makrobereich. Ethanolamine werden als Reinigungssubstanzen verwendet. In der Tribologie finden sie als antikorrosive Additive bei der Metallbearbeitung und als Kühlschmierstoff Verwendung. Auf Kupfer, Stahl und Silizium bilden sie self-assembled monolayers verschiedener Qualität (d.h. es bestehen Unterschiede im Bedeckungsgrad).

Bild 1:

*Mono-, Di- und
Triethanolamin.*



¹ Institut für Allgemeine Physik, Technische Universität Wien,
Wiedner Hauptstrasse 8-10/134, 1040 Wien, A; gebeshuber@iap.tuwien.ac.at

² AC²T research GmbH – Österreichisches Kompetenzzentrum für Tribologie,
Viktor-Kaplan-Str.2, 2700 Wiener Neustadt, A

³ TU BIONIK, TU weites Kooperationszentrum für Bionik/Biomimetics, Getreidemarkt 9/166,
1040 Wien, A

2 MATERIALIEN UND METHODEN

2.1 Nanoskalig: Rasterkraftmikroskop

Siliziumwafer wurden mit einer dünnen Kupferschicht (ca. 150 nm) besputtert (Plasmasputtering, Eisenmenger-Sitter, Institut für Festkörperphysik, TU Wien).

Kontrollexperimente wurden in doppel destilliertem Wasser durchgeführt. Anschliessend wurden Mono-, Di- oder Triethanolamine in Wasser gelöst (Konzentration 250 ppm) und mit einer Glasspritze durch die Luer Fittings in die geschlossene Flüssigkeitszelle des Rasterkraftmikroskopes eingebracht. Das verwendete rasterkraftmikroskop ist ein MFP-3D mit top-view Optik (Asylum Research, Santa Barbara, CA, USA). Die verwendeten Cantilever sind aus Siliziumnitrid, die Federkonstante beträgt 0.001 N/m, $f_{res}=(4-10)$ kHz, the load was 3.3 nN. Die Experimente wurden im Kontaktmodus durchgeführt, Rasterwinkel 90 Grad, damit das Reibsignal aufgezeichnet werden kann.

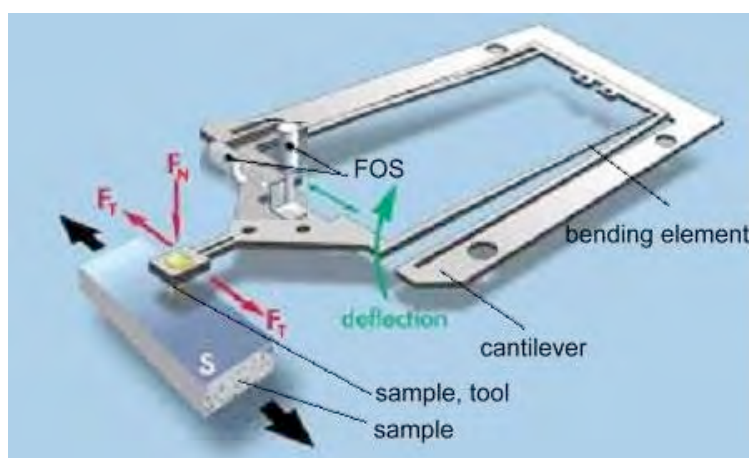
Die Reibkraftwerte [1] wurden zuerst unter Wasser an den ungeschmierten Kupferplättchen ermittelt, dann in der Ethanolamin-Wasser Umgebung. Die Messungen in der Ethanolamin-Wasser Umgebung wurden frühestens 20 Minuten nach dem Einbringen der Oligomere gestartet, damit bestand genug Zeit zur Schichtformierung an der Kupferoberfläche).

Bei den rasterkraftspekroskopischen Untersuchungen an den Ethanolaminen betrug der Cantileverweg zwei Mikrometer.

2.2 Mikroskalig: Mikrotribometer

Bei den Experimenten mit dem FALEX-MUST 2D-FM Mikrotribolmeter (Bild 2) wurde eine 100Cr6-Stahlkugel (Durchmesser 3 mm) verwendet. Die Last betrug zwischen 1 mN und 1N. Die Stahlkugel ist auf den 2-D Kraftüberträger geklebt, zwei Faseroptiksensoren (FOS, Bild 2) messen die Normal- und die Tangentialkraft. Die Kugel bewegt sich gegen die Probe mit einer Geschwindigkeit von 5 mm/s, der Hub ist 7 mm, die Anzahl der Zyklen pro Track beträgt 10.

Bild 2:
Das FALEX-MUST
2D-FM
Mikrotribometer.



2.3 Makroskalig: „Ball-on-Disk“

Für die „Ball-on-Disk“ Experimente wurde das T-10 Tribometer vom SFK Forschungsinstitut in Holland verwendet. Die Testparameter sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Bewegung	gleitend
Kontaktgeometrie	Punkt
Konfiguration	Vertikale oder horizontale Scheibenrotationsachse
Durchmesser des Balles	6.35 mm
Scheibendurchmesser	50 mm
Gleitgeschwindigkeit	0.05 m/s
Normallast	2 N
Spurradius	10 mm
Öl	PAO
Additivkonzentration	500 ppm

Tabelle 1: Testparameter der „Ball-on-Disk“ Experimente

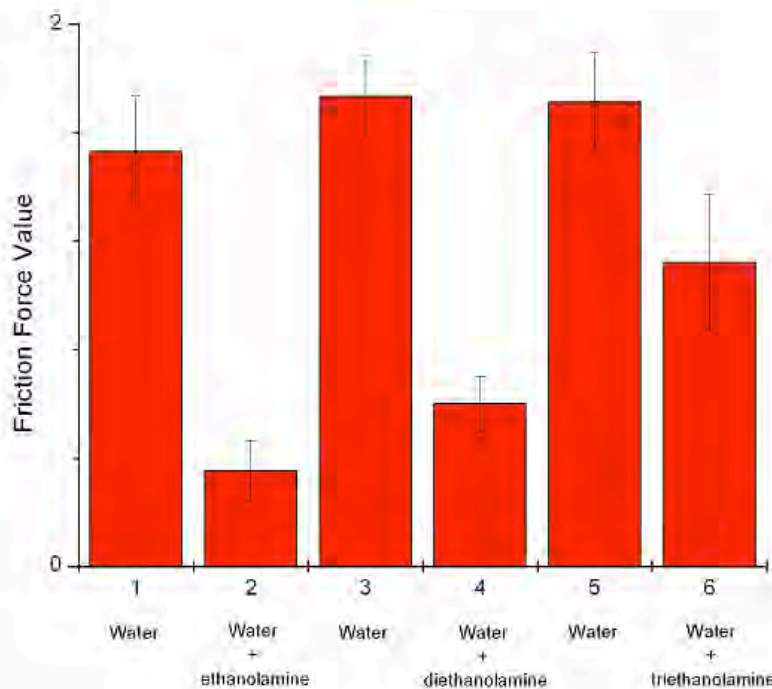
3 ERGEBNISSE

Alle drei Untersuchungsmethoden zeigen dieselben Ergebnisse: Monoethanolamine sind die besten Schmierstoffe unter den untersuchten

Bedingungen, Diethanolamin bewegt sich im Mittelfeld, und Triethanolamin reduzierte die Schmeirung am wenigsten. Weiters trat bei Triethanolamin starke Korrosion auf (weniger als bei reinem Wasser, aber mehr als bei den beiden anderen Oligomeren).

3.1 Nanoskalig: Rasterkraftmikroskop

Die relative Reduktion der Reibkräfte verglichen zu doppeldestilliertem Wasser ist 76% bei Monoethanolamin, 65% bei Diethanolamin und 35% bei Triethanolamin (Bild 3). Auch Kraftkurven (rasterkraftspektroskopische Ergebnisse) zeigen distinktive Unterschiede bei den drei untersuchten Oligomeren. Repräsentative Kraftkurven sind in Bild 4 zu sehen. Bild 5 zeigt die Veränderung der Oberfläche durch die Beschichtung mit Monoethanolamin. Die Oberflächenrauigkeit wird reduziert: in reinem destilliertem Wasser ist sie 3.59 ± 1.97 nm r.m.s., in Monoethanolamin ist sie 0.89 ± 0.58 nm r.m.s. Dies zeigen auch die Scanlinien in Bild 6 und 7.



*Bild 3:
Reibkraftwert (FFV Wert) in reinem doppelt desilliertem Wasser und in doppelt desilliertem Wasser mit verschiedenen Ethanolaminoligomeren.*

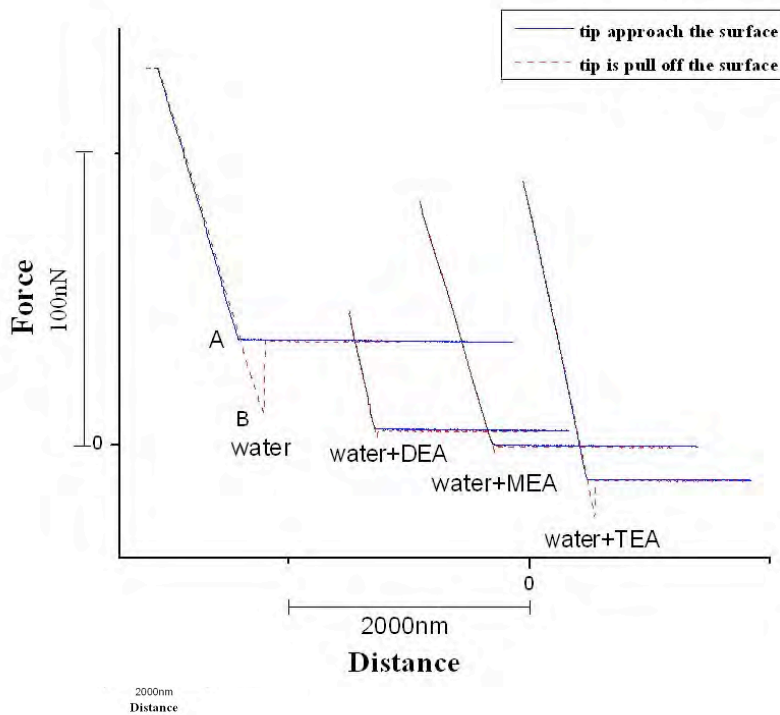


Bild 4:
Kraftspektroskopie auf
den Ethanolamin-
Monolagen.

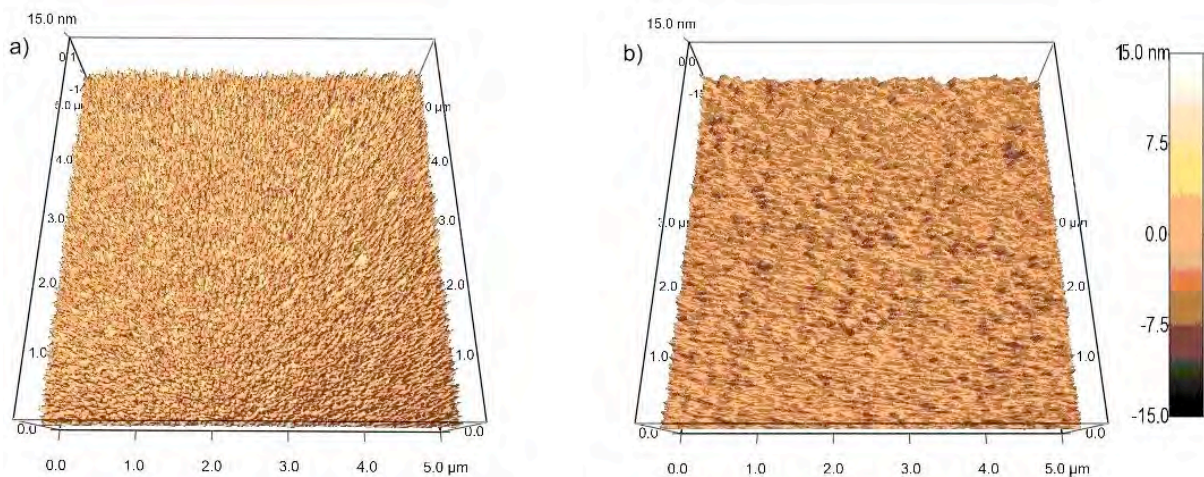


Bild 5: Links: reines Wasser, AFM Topographie. Rechts: Wasser mit
Monoethanolamin, 20 Minuten nach der Einbringung, AFM Topographie

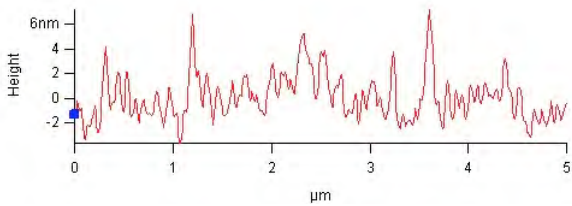


Bild 6: Scanlinie in reinem Wasser, AFM Topographie.

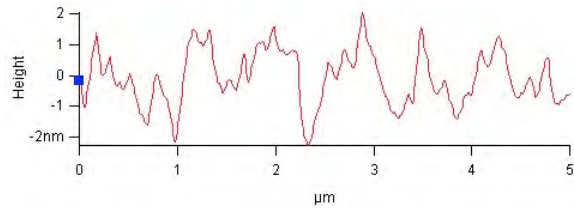
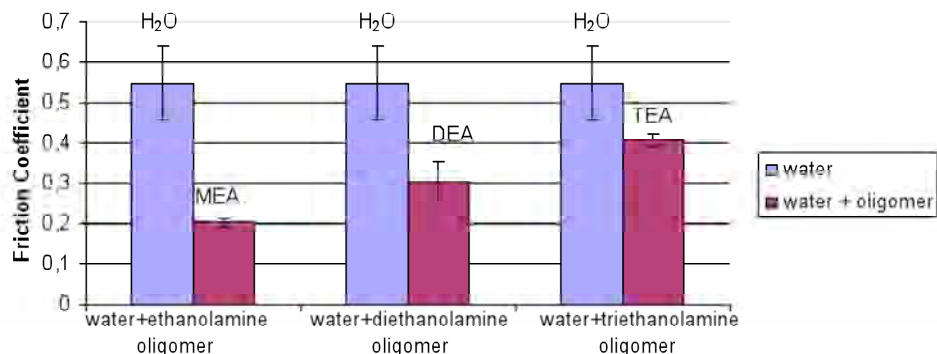


Bild 7: Scanlinie in Wasser mit Monoethanolamin, 20 Minuten nach der Einbringung, AFM Topographie

3.2 Mikroskalig: Mikrotribometer

Die Reibzahlreduktion im Vergleich zu reinem doppeldestilliertem Wasser beträgt für Monoethanolamin 63%, für Diethanolamin 44% und für Triethanolamin 25% (Bild 8).

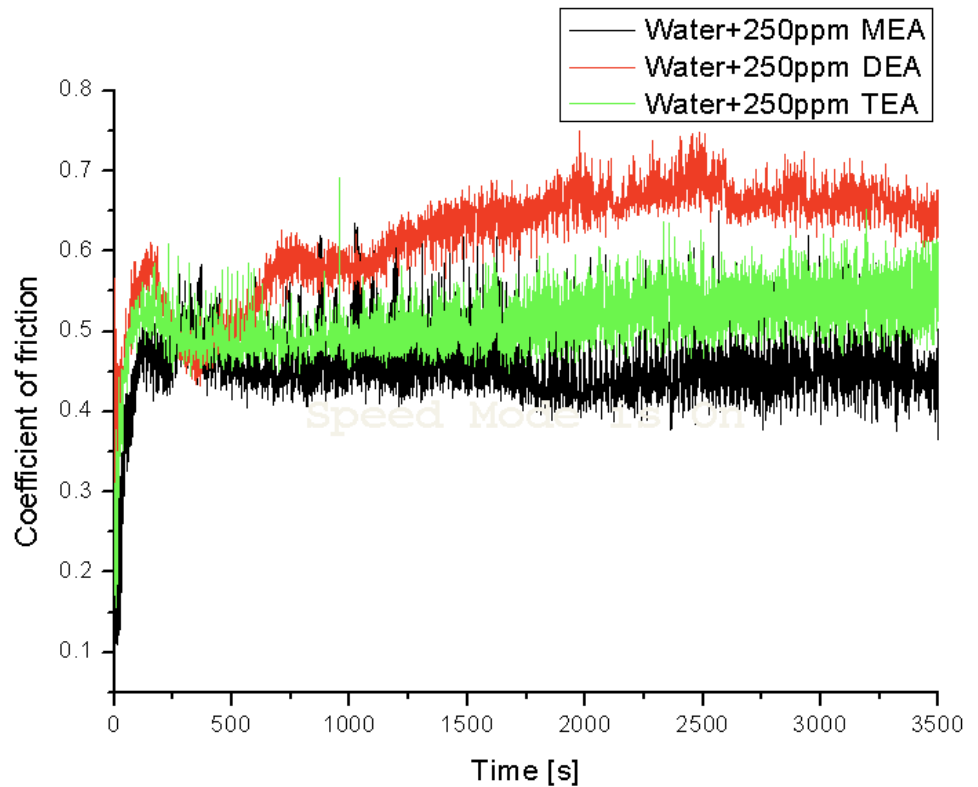
Bild 8: Mikrotribometer-
resultate für die Reibzahl bei verschiedenen Ethanolamin-oligomeren.



3.3 Makroskalig: Ball-on-Disk

Auch bei den Ball-on-Disk Experimenten zeigen sich vergleichbare Ergebnisse: Die Reibzahlreduktion ist am größten für Monoethanolamin (Bild 9).

Bild 9:
Ball-on-Disk
Ergebnisse für
0.025 % (250
ppm)
Ethanololigomere
auf doppelt
destilliertem
Wasser.



4 DISKUSSION DER ERGEBNISSE

Photoelektronenspektroskopische Untersuchungen [2,3] an Ethanolaminoligomeren auf Kupfer und Stahl unterstützen die oben beschriebenen Ergebnisse: Stickstoff bindet chemisch an die Oberfläche (Chemisorption), und die Hydroxylgruppen sind an der Oberseite der dünnen Schmierstofflagen [4].

Auch die kraftspektroskopischen Untersuchungen zeigen, dass die Abrisskraft für Monoethanolamin am geringsten ist [5]. Die Erklärung dafür ist, dass die Oberflächenenergie durch die Additive erhöht wird und deswegen die drei Oligomere, die ja verschiedene Anzahl an Hydroxylgruppen haben, auch verschieden stark binden.

5 AUSBLICK

Verschiedene Additive mit ähnlichen funktionalen Gruppen (Amine, Hydroxylgruppen) sollen mit den oben beschriebenen Methoden vermessen und mit den bereits untersuchten Additiven verglichen werden. Weiters sind Untersuchungen geplant, die den Einfluss der Länge der Kohlenstoffketten auf die Reibeigenschaften der Ethanolamine beleuchten.

6 DANKSAGUNG

Dank an Herrn Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christoph Eisenmenger-Sittner für die Plasmabesputterung der Siliziumwafer. Aldara Naveira-Suarez für die Durchführung der Experimente im SKF Forschungsinstitut in Holland. Ein Teil dieser Arbeit wurde durch das EU TMR WEMESURF unter der Kontrakt Nummer MRTN-CT-2006-035589 finanziert.

7 LITERATUR

- [1] Bhushan B. (Ed.): Nanotribology and Nanomechanics: an Introduction, Springer, Berlin; 2nd Rev. Ed. 2008
- [2] Kolm R., Gebeshuber I.C., Kenesey E., Ecker A., Pauschitz A., Werner W.S.M. und Störi H. (2005) "Tribiochemistry of mono molecular additive films on metal surfaces, investigated by XPS and HFRR", in: Life Cycle Tribology, Eds.: D. Dowson, M. Priest, G. Dalmaz and A.A. Lubrecht, Tribology and Interface Engineering Series, No. 48, Series Editor B.J. Briscoe, Elsevier, 269-282.
- [3] Störi H., Kleiner R., Werner W.S.M., Kolm R., Gebeshuber I.C. und Jögl C. (2004) "Characterisation of monomolecular lubricant films" , Proceedings 14th International Colloquium Tribology, Technische Akademie Esslingen, Volume III, 1663-1666, January 13-15, 2004
- [4] Bogus A., Gebeshuber I.C., Dörr N., Werner W.S.M. und Störi H. (2008) "Tribiochemistry of monomolecular lubricant films of ethanolamine oligomers", Proceedings 13th Nordic Symposium on Tribology NORDTRIB, June 2008, Tampere, Finland, paper NT2008-24-3
- [5] Bogus A., Pieczetowski C., Vasko C.A., Doerr N., Stoeri H. und I.C. Gebeshuber (2007) "AFM nanotribology study of the frictional properties of ethanolamine oligomers", Proc. 34th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, paper XXX/4