

# PolyBioFe: Entwicklung biobasierter Verdickersysteme zur Herstellung von Schmierfetten

Schmierstofftagung, 21.06.2023

Mohammad Vafaei RWTH Aachen, MSE – Institut für Maschinenelemente und Systementwicklung











- 1 Einleitung und Problemstellung
- 2 Arbeitspakete und Zusammenarbeit
- 3 Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme
- 4 Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen
  - 4.1 Screening Teste am Kugel-Scheiben-Tribometer
  - 4.2 Verschleißteste auf Axiallagerprüfstand FE8
  - 4.3 Lebensdauerteste auf Radiallagerprüfstand
- 5 Zusammenfassung









- 1 Einleitung und Problemstellung
- 2 Arbeitspakete und Zusammenarbeit
- 3 Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme
- 4 Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen
  - 4.1 Screening Teste am Kugel-Scheiben-Tribometer
  - 4.2 Verschleißteste auf Axiallagerprüfstand FE8
  - 4.3 Lebensdauerteste auf Radiallagerprüfstand
- 5 Zusammenfassung







#### **Einleitung und Motivation**

## Stand der Forschung und Problemstellung



#### Aktuelle Situation

- Die negativen Einflüsse petrochemischen Materialien auf die Umwelt sind weitgehend bekannt
- Die Herstellung von Schmierstoffen auf der Basis nachwachsender Rohstoffe reduziert den Einsatz petrochemischer Materialien

#### Fettschmierung in Wälzlagern

- Etwa 90 % der Wälzlager werden mit Schmierfetten geschmiert, die aus petrochemischen Stoffen hergestellt werden
- Um ein vollständig biologisch abbaubares Schmierfett zu entwickeln, müssen das Grundöl und das Verdickungssystem zunächst aus erneuerbaren Materialien hergestellt werden
- Verfügbare biobasierte Fette mit nichtpolymeren Verdickern zeigen im Vergleich zu Fetten mit polymeren Verdickern ein schlechtes tribologisches Verhalten







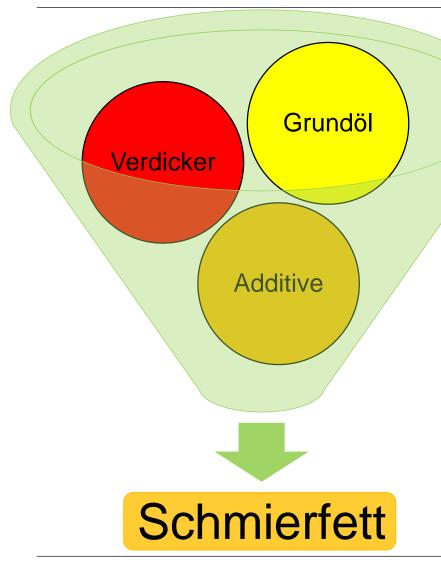


Vafaei

## **Einleitung und Motivation**

## Stand der Forschung





#### Marktübliche Schmierfette

**65 – 95%** 

3 - 30%

0 - 10%

Mineralöl: Synthetisches Öl: naphthenisches Öl Silikone Polyalphaolefine paraffinisches Öl Organohalogene Polyester aromatisches Öl Cycloaliphaten Sila-KW

Zielschmierfette

**Biobasierte Basisöle:** 

Sonnenblumenöl Rapsöl Olivenöl Rizinusöl

Sojabohnenöl

**Verdicker:** 

**Grundöl:** 

Seifen Silika

PTFE Harnstoffe

Bentonite Polyharnstoffe

**Biobasierte Verdicker:** 

Polyharnstoffe Polyester

Polyamide

**Additive:** 

Reibungsmodifizierer Antioxidationtien Antioxidationtien Anti-Verschleiß-Additiv Reinigungsmittel Antischaummittel Stockpunktverbesserer Hochdruckadditiv Dispergiermittel Viskositätsindexverbesser Korrosionsinhibitor

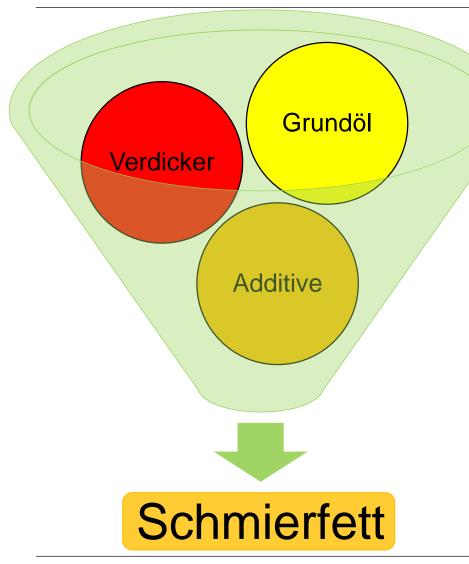




## **Einleitung und Motivation**

#### Stand der Forschung





#### Marktübliche Schmierfette

#### Zielschmierfette

#### **Grundöl:**

Mineralöl:
naphthenisches Öl
paraffinisches Öl
aramatisches Öl

Synthetisches Öl:

65 - 95%

3 - 30%

Polyalphaolefine Silikone Organohalogene Polyester Cycloaliphaten Sila-KW

#### **Biobasierte Basisöle:**

Rapsöl Olivenöl Sonnenblumenöl Bizinusöl

Sojabohnenöl

#### Verdicker:

Seifen Silika

PTFE Harnstoffe

Bentonite Polyharnstoffe

#### **Biobasierte Verdicker:**

Polyharnstoffe Polyester

Polyamide

#### Ziele:

- ➤ Herstellung biobasierter Verdickersysteme für Schmierfette
- ➤ Untersuchung der tribologischer Leistung von biobasierten Schmierfetten mit unterschiedlichen Verdickertypen









- 1 Einleitung und Problemstellung
- 2 Arbeitspakete und Zusammenarbeit
- 3 Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme
- 4 Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen
  - 4.1 Screening Teste am Kugel-Scheiben-Tribometer
  - 4.2 Verschleißteste auf Axiallagerprüfstand FE8
  - 4.3 Lebensdauerteste auf Radiallagerprüfstand
- 5 Zusammenfassung





#### Projektübersicht

#### Zusammenarbeit



#### Randbedingung

- Entwicklung eines kompletten biobasierten Fettes mit Grundöl und Verdickersystem, das mit klassischen petrochemischen Fetten vergleichbar ist
- Entwicklung und Synthese stabiler biobasierter Polymer-Verdickersysteme

#### AK Weberskirch TU Dortmund

- Entwicklung und Produktion von stabilen biobasierten Verdickersystemen
- Rheologische Tests an Fetten und Nachweis der Stabilität



#### Carl Bechem GmbH

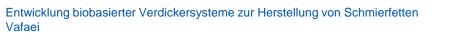
- Schmierstoffcharakterisierung mit Tests am Fette in größere Menge
- Chemische Eigenschaften
- Fettherstellung in größere Menge



#### MSE RWTH Aachen

 Tribologische Untersuchungen an den biobasierten Fetten, wie z. B. Schmierfilmdicken- und Reibungsmessungen mit dem Kugel-Scheibe-Tribometer













- 1 Einleitung und Problemstellung
- 2 Arbeitspakete und Zusammenarbeit
- 3 Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme
- 4 Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen
  - 4.1 Screening Teste am Kugel-Scheiben-Tribometer
  - 4.2 Verschleißteste auf Axiallagerprüfstand FE8
  - 4.3 Lebensdauerteste auf Radiallagerprüfstand
- 5 Zusammenfassung







## Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme

## Schmierfettentwicklung an der TU Dortmund





Polyharnstoff

Formulierung des Fetts	NLGI Klasse
PDI-BAMF	2
PDI-MDA	2
PDI-PDA	2

Polyester

Formulierung des Fetts	NLGI Klasse
DDS-BD	4
DDS-PrD	4
BS-BD	3

Polyamide

Formulierung des Fetts	NLGI klasse
AS-MDA	3
DCF-BAMF	3

Apparat zur Herstellung von

Zirkulationsapparat für die Herstellung von Polyester in einem Quasi-In-Situ-Polymerisationsverfahren

> 8 Schmierfette mit 3 verschiedenen Verdickersystemen wurden für tribologische Untersuchungen hergestellt

Polyamiden in einer
Polykondensationsreaktion



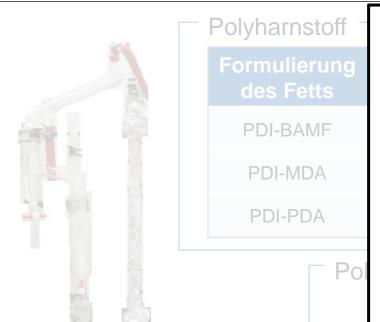




## Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme

## Schmierfettentwicklung an der TU Dortmund





Zirkulationsapparat für die Herstellung von Polyester in einem Quasi-In-Situ-Polymerisationsverfahren

> 8 Schmie für tribolo





Biobasierte, polymere Verdickersysteme zur Herstellung von Schmierfetten für Hochtemperaturund *Fill-For-Life-*Anwendungen

#### Dissertation

Zur Erlangung des Doktorgrades der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

Technische Universität Dortmund

Fakultät für Chemie und Chemische Biologie

Arbeitsgruppe Polymere Hybridsysteme

Vorgelegt von Max Jopen

aus Mönchengladbach

Dortmund, 2022



1

3



Apparat zur Herstellung von Polyamiden in einer Polykondensationsreaktion

wurden











- 1 Einleitung und Problemstellung
- 2 Arbeitspakete und Zusammenarbeit
- 3 Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme
- 4 Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen
  - 4.1 Screening Teste am Kugel-Scheiben-Tribometer
  - 4.2 Verschleißteste auf Axiallagerprüfstand FE8
  - 4.3 Lebensdauerteste auf Radiallagerprüfstand
- 5 Zusammenfassung



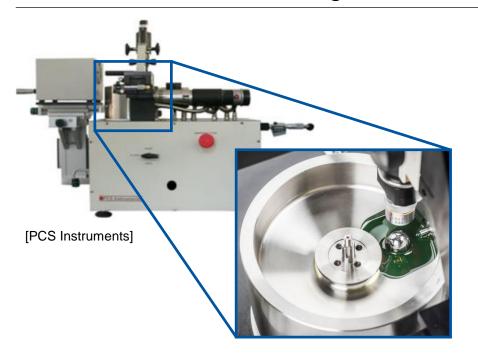




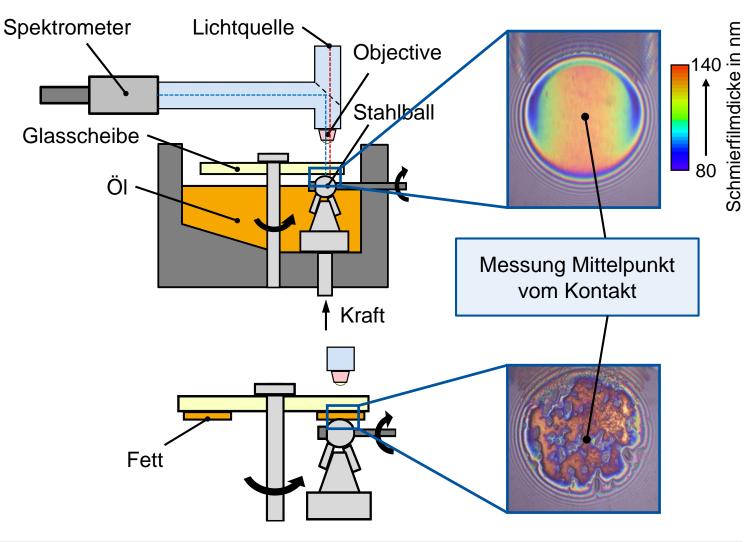
## Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen auf Kugel-Scheiben-Tribometern

## Schmierfilmdickenmessung





Druck	180 bis 1100 MPa
Temperatur	-15 bis 150 °C
Rollgeschwindigkeit	1 bis 4000 mm/s
Slide-Roll-Ratio (SRR)	0 bis 200 %





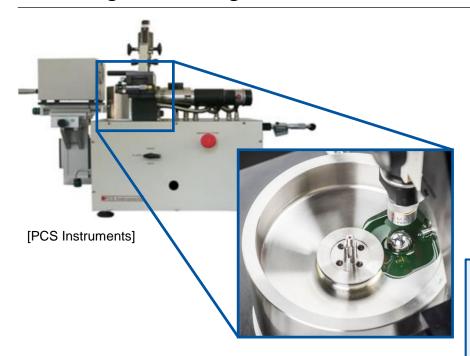




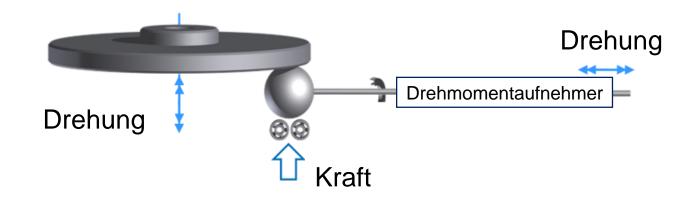
## Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen auf Kugel-Scheiben-Tribometern

#### Reibungsmessung





Druck	180 bis 1100 MPa
Temperatur	-15 bis 150 °C
Rollgeschwindigkeit	1 bis 4000 mm/s
Slide-Roll-Ratio (SRR)	0 bis 200 %

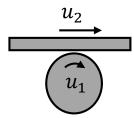


- Reibungstest werden mit Stahlkugel und Scheibe durchgeführt
- Rollgeschwindigkeit steigt w\u00e4hrend der Messung

$$u_{Roll} = \frac{(u_1 + u_2)}{2}$$

 Gleiteffekte werden durch das Slide-Roll-Ratio (SRR) eingestellt und es ist während der Messungen konstant

$$SRR = \frac{u_{sliding}}{u_{rolling}} = 2 \left| \frac{u_1 - u_2}{u_1 + u_2} \right| \cdot 100\%$$



- $u_1 = u_2$ Rolling, SRR =0
- $u_1 \neq u_2$ Relative Geschwindigkeit, 0<SRR<200%
- $u_1 \ or \ u_2 = 0$ Sliding, SRR=200%



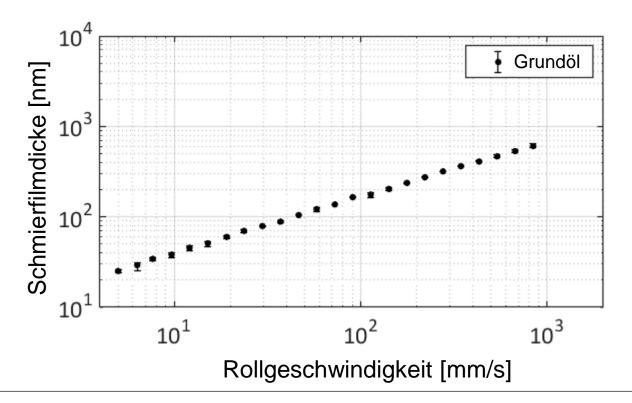




#### Schmierfilmdicke und Auftreten von Starvation im EHD-Kontakt



Schmierstoffeigenschaften		
Schmierfett	-	
Verdicker	-	
Gründöl	Rizinusöl	
Viskosität (40 °C)	240 mm²/s	
Betriebsbedingung		
Temperatur	40 °C	
Druck	700 MPa	





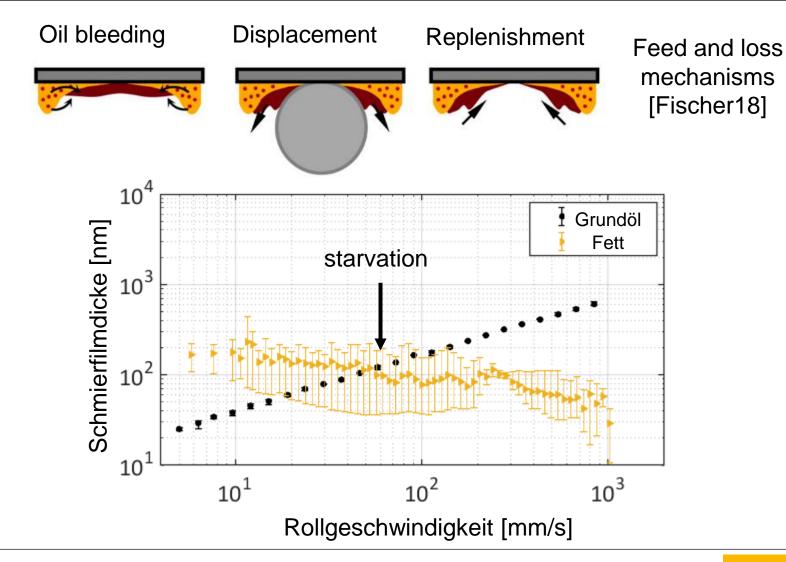




#### Schmierfilmdicke und Auftreten von Starvation im EHD-Kontakt



Schmierstoffeigenschaften		
Schmierfett	DDS-Bd	
Verdicker	Polyester	
Gründöl	Rizinusöl	
Viskosität (40 °C)	240 mm²/s	
Betriebsbedingung		
Temperatur 40 °C		
Druck	700 MPa	



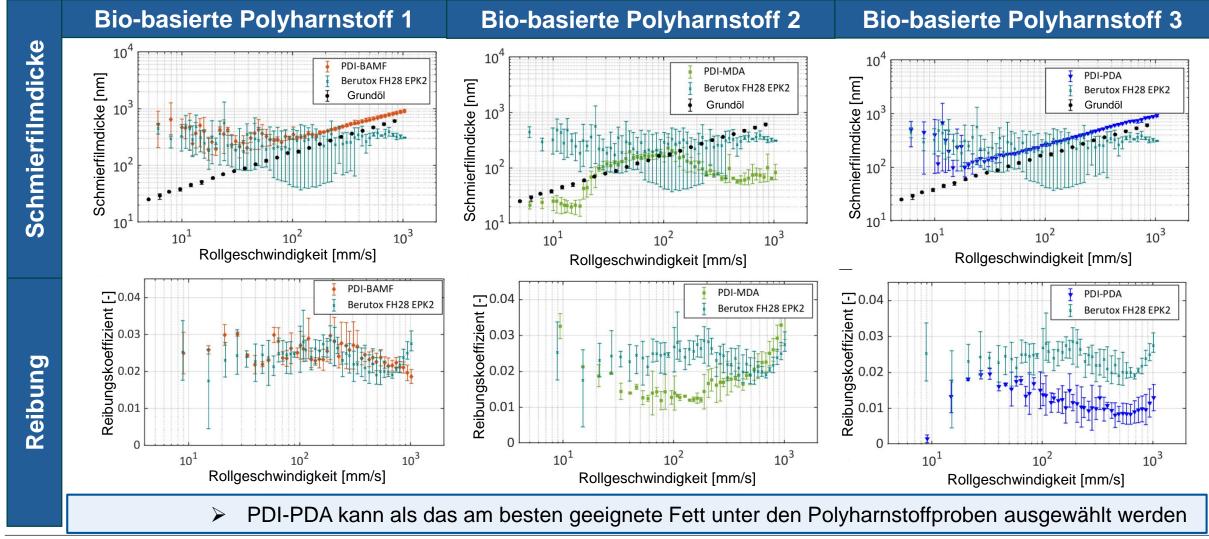






Schmierfilmdicke und Reibungsmessung im EHD-Kontakt (Polyharnstoffe)





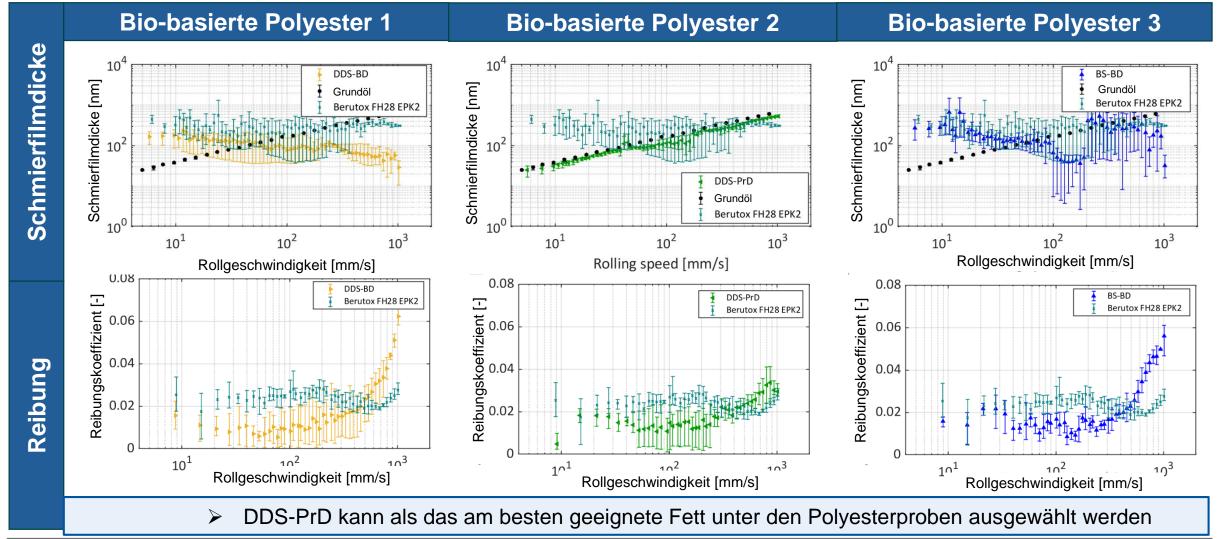






Schmierfilmdicke und Reibungsmessung im EHD-Kontakt (Polyester)





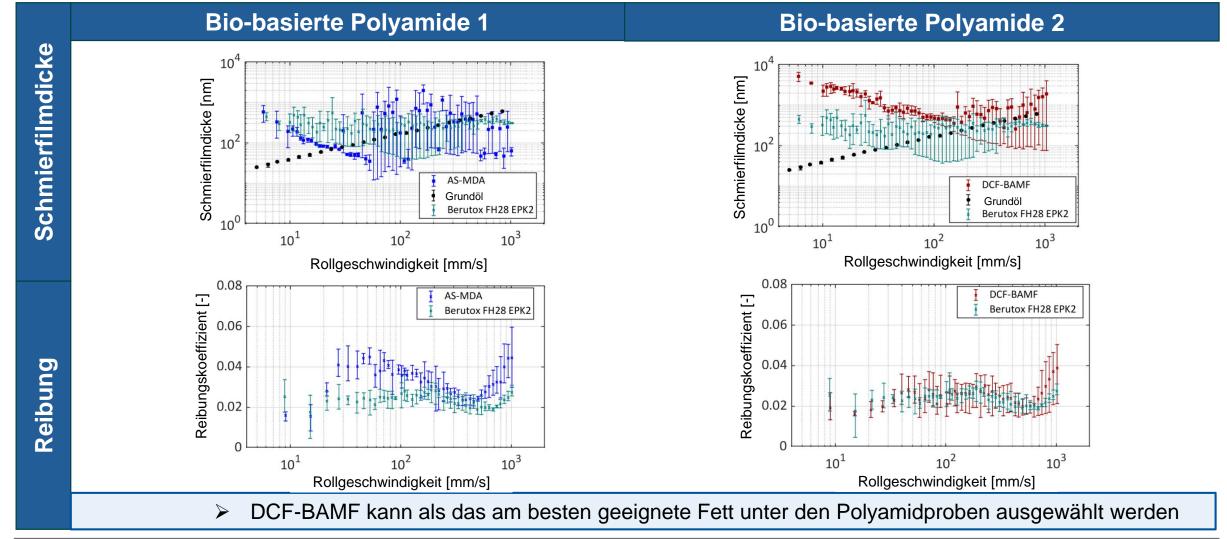






Schmierfilmdicke und Reibungsmessung im EHD-Kontakt (Polyamide)





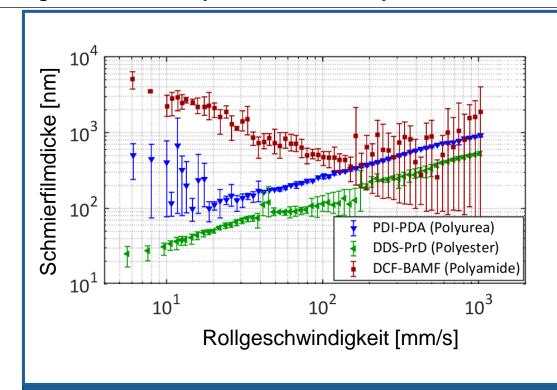


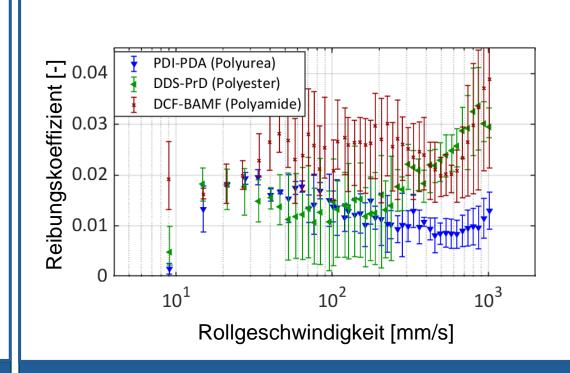




Vergleich von Polyharnstoff-, Polyester- und Polyamidfetten







#### **Schmierfilmdicke**

- Die Schmierfilmdicke von Polyamidfett ist höher als die von Polyharnstoff- und Polyesterfetten
- ➤ Höherer Reibungskoeffizient des Polyamidfetts im Vergleich zu Polyharnstoff und Polyester
- Instabiles Verhalten von Polyamiden aufgrund von Kristallisationen



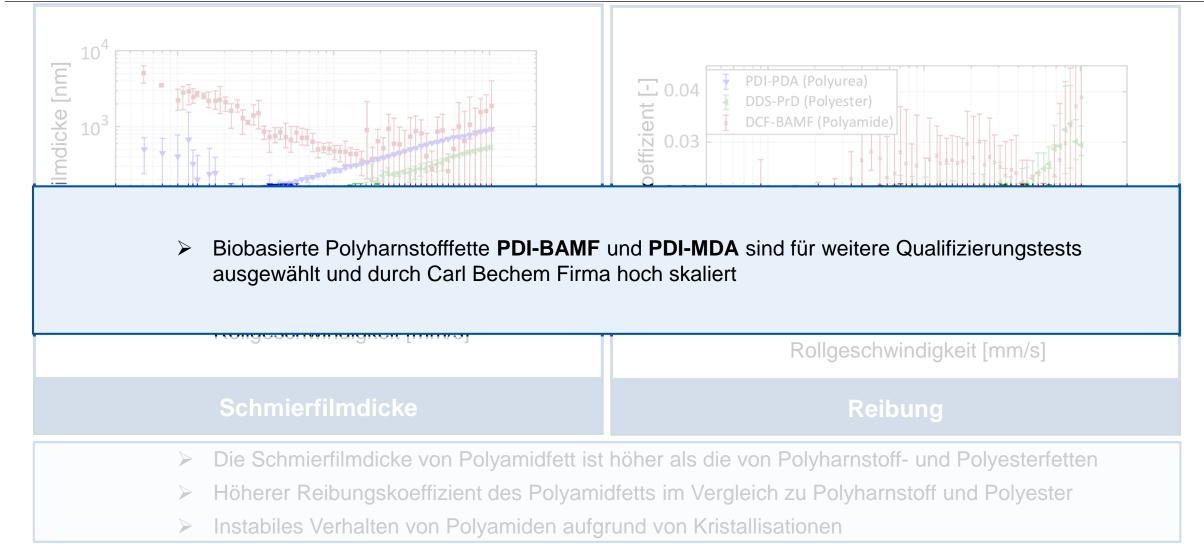


Reibung



Vergleich von Polyharnstoff-, Polyester- und Polyamidfetten













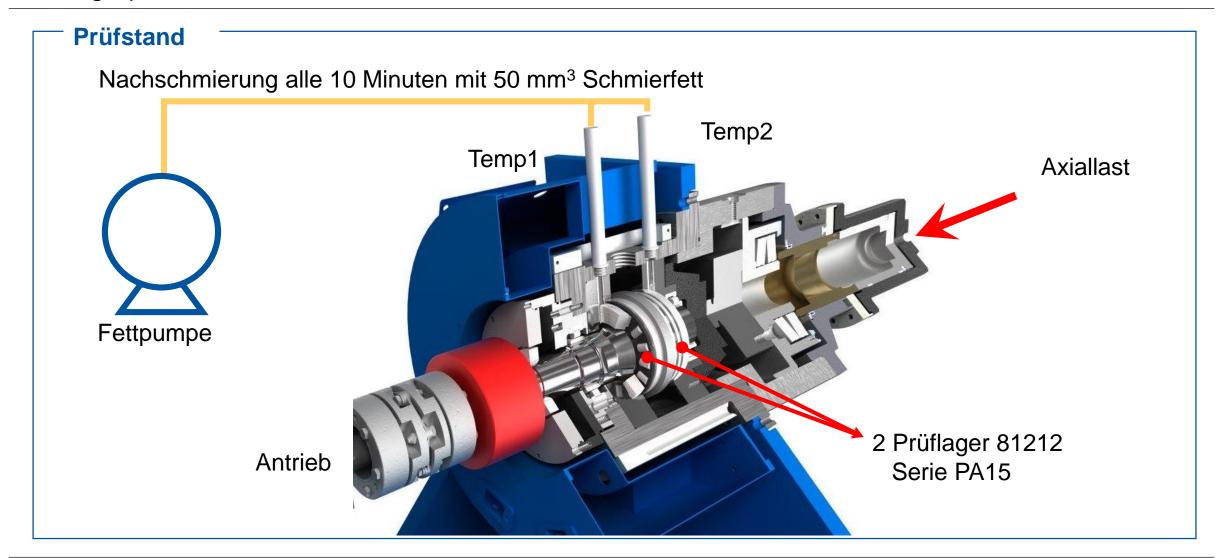
- 1 Einleitung und Problemstellung
- 2 Arbeitspakete und Zusammenarbeit
- 3 Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme
- Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen
  - 4.1 Screening Teste am Kugel-Scheiben-Tribometer
  - 4.2 Verschleißteste auf Axiallagerprüfstand FE8
  - 4.3 Lebensdauerteste auf Radiallagerprüfstand
- 5 Zusammenfassung







Axiallagerprüfstand FE8 nach DIN 51819









#### Axiallagerprüfstand FE8



#### Ziel

Bestimmung des Verschleißschutzes von Schmierstoffen

#### Verschleißmasse

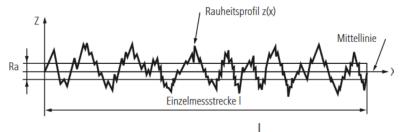
Messung des Gewichts der Laufbahn und der Wälzkörper vor und nach den Messungen

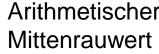


81212 Axialzylinderrollenlagers mit Käfig aus Polyamid PA66 mit 15 Wälzkörpern (WK)

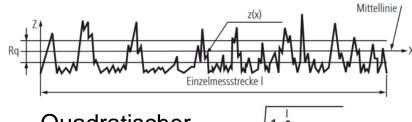
#### **Oberflächenrauheit**

Messung der Rauheit der Laufbahn und der Wälzkörper vor und nach den Messungen (DIN EN ISO 4287)



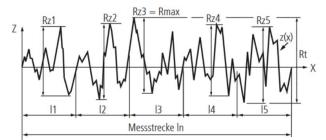






Quadratischer Mittelrauwert

$$Rq = \sqrt{\frac{1}{I} \int_{0}^{I} z^{2}(x) dx}$$



Gemittelte Rautiefe

$$Rz = \frac{1}{n}(Rz1 + Rz2 + ... + Rzn)$$

[Zeiss]



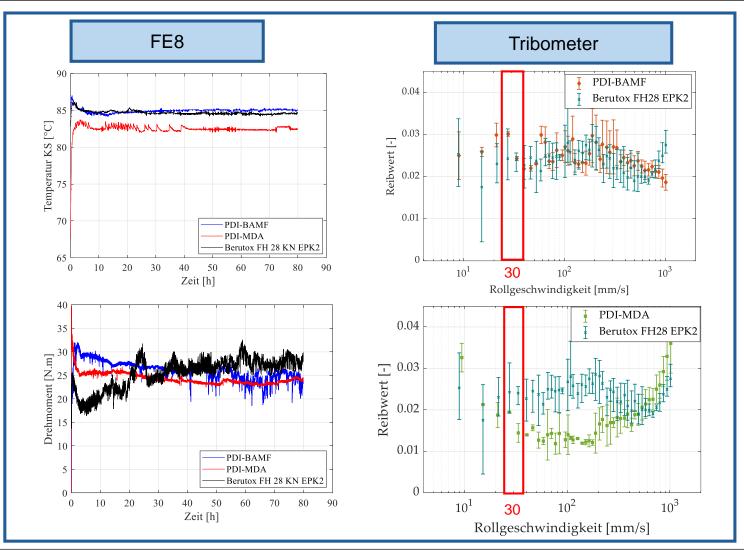




## Axiallagerprüfstand FE8 (Korrelation)



Korrelation		
Prüfstand	FE8	Tribometer
Temperatur	80 °C	40 °C
Druck	1900 MPa	700 MPa
Geschw.	30.4 mm/s	30 mm/s
Kontakt	Linienkontakt	Punktkontakt
Schmierung	Fettverteilung auf der Scheibe ohne Nachschmierung	Erste Schmierung und Nachschmierung alle 10 Minuten mit 22.5 mm <sup>3</sup> Fett









## Axiallagerprüfstand FE8 (Gesamtbewertung)



PDI-MDA

Unterschied	Ra	Rq	Rz
WS	0.005	0.01	0.075
GS	0	0.005	0.035
WK	0.025	0.025	0.105

Mittelwert	Masse [mg]
Lager 1 und 2 WK	10.3

Guter Verschleißschutz

PDI-BAMF

Unterschied	Ra	Rq	Rz
WS	-0.01	-0.005	0.005
GS	-0.005	-0.01	-0.05
WK	-0.01	-0.01	-0.065

- 4	A.
/	1
_	

Mittelwert	Masse [mg]
Lager 1 und 2 WK	4.8

Sehr guter Verschleißschutz



Mittelwert	Masse [mg]	
Lager 1 und 2 WK	0.6	

Sehr guter Verschleißschutz

Verschleißmasse der Rollen (WK)	Bewertung der Verschleißschutzwirkung
< 10 mg	Sehr guter Verschleißschutz
10 – 30 mg	Guter Verschleißschutz
30 – 100 mg	Mäßiger Verschleißschutz
> 100 mg	Zu viel Verschleiß

28 KN EPK2

Unterschied	Ra	Rq	Rz
WS	-0.02	-0.02	-0.095
GS	-0.015	-0.02	-0.07
WK	0	0.005	0

- Sehr guter Verschleißschutz durch das petrochemische Schmierfett
- vergleichbarer Verschleißschutz des BAMF im Vergleich zum petrochemischen Fett.
- Guter Verschleißschutz von MDA







**Berutox FH** 

Axiallagerprüfstand FE8 (Gesamtbewertung)



PDI-MDA

 Unterschied
 Ra
 Rq
 Rz

 WS
 0.005
 0.01
 0.075

 GS
 0
 0.005
 0.035

Lager 1 und 2 WK	10.3	

Guter Verschleißschutz

Verschleißmasse der Rollen (WK)	Bewertung der Verschleißschutzwirkung
< 10 mg	Sehr guter Verschleißschutz
10 – 30 mg	Guter Verschleißschutz

#### Zwischenfazit

 Die Fette mit dem besten Verschleißschutz beim FE8 Test k\u00f6nnen wie folgt eingestuft werden: das petrochemische Fett > das biobasierte Fett BAMF > das biobasierte Fett PDA

• Die Ergebnisse des FE8 stimmen mit den Ergebnissen des EHD-Tribometers überein

PDI-BAMF

Berutox FH 28 KN EPK2

Unterschied			Rz
WS	-0.02	-0.02	-0.095
GS	-0.015	-0.02	-0.07
WK			0

Lager 1 und 2 WK	0.6

Sehr guter Verschleißschutz

#### OUIIIIIEIIEU

- vergleichbarer Verschleißschutz des BAMF im Vergleich zum petrochemischen Fett.
- Guter Verschleißschutz von MDA







ıtz



- 1 Einleitung und Problemstellung
- 2 Arbeitspakete und Zusammenarbeit
- 3 Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme
- Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen
  - 4.1 Screening Teste am Kugel-Scheiben-Tribometer
  - 4.2 Verschleißteste auf Axiallagerprüfstand FE8
  - 4.3 Lebensdauerteste auf Radiallagerprüfstand
- 5 Zusammenfassung

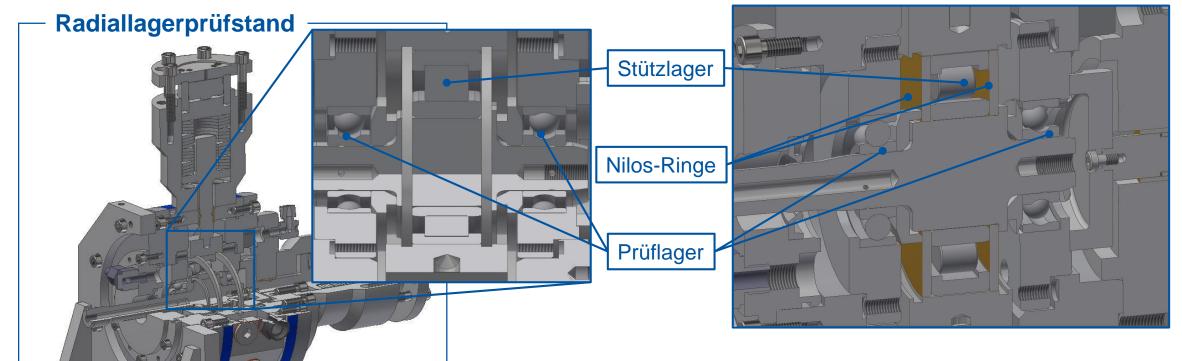






#### Lebensdauerversuche





#### **Umbau des Prüfstandes**

- Umstellung von Öl- auf Fettschmierung
- Prüflager (Rillenkugellager) können abgedichtet eingekauft werden
- Bei Stützlager (Zylinderrollenlager) ist Abdichtung durch Nilos-Ringe (Labyrinthdichtung) erforderlich







#### Lebensdauertest



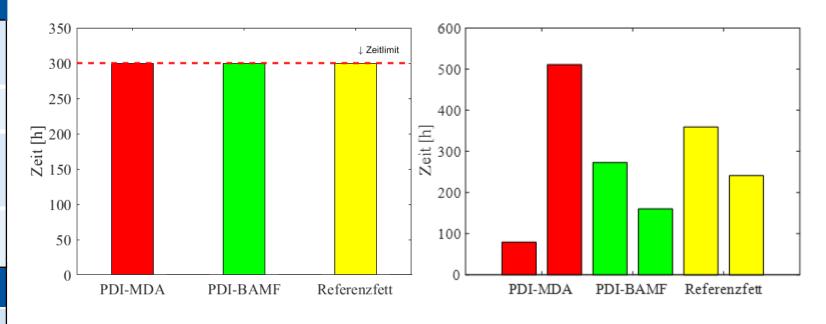
Lagertyp: Rillenkugellager 6305

Fette			
Fett	PDI- MDA	PDI- BAMF	Berutox (Ref)
Gründöl	Rizinusöl	Rizinusöl	PAO
Gründöl Viskosität (40°C)	254 mm²/s	254 mm²/s	242,5 mm²/s
NLGI Klasse	2	2	1 – 2

# Temperatur 50 °C Radialast 10 kN (2183.6 MPa) Drehzahl 2500 min<sup>-1</sup> (4.07 m/s) Max. Zeit 300 Stunden

#### Mit Zeitlimit





- ➤ Hohe Streuung in den Ergebnissen der Lebenszeit von Biofette
- ➤ Beide Biofette konnten mindestens einen Test mit 300 Stunden bestehen



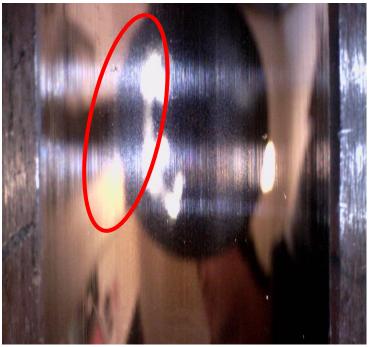




Optische Ergebnisse (Lichtmikroskop)









MDA nach 300 Stunden

<

BAMF nach 300 Stunden



Referenzfett nach 300 Stunden

Deutlich bessere Qualität der Oberflächen im Innenring des Wälzlagers mit Referenzfett als die biobasierten Fette BAMF und MDA nach 300 Stunden.

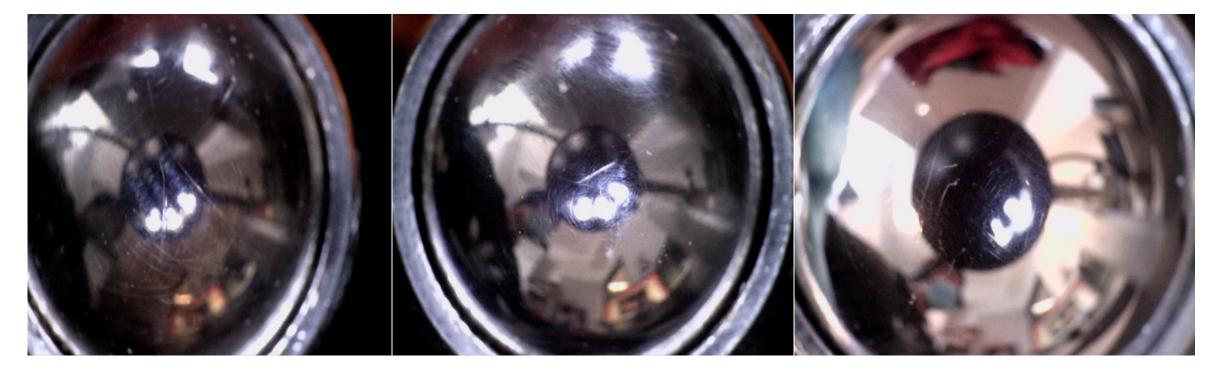






Optische Ergebnisse (Lichtmikroskop)





MDA nach 300 Stunden

BAMF nach 300 Stunden

<

Referenzfett nach 300 Stunden

Deutlich bessere Qualität der Oberflächen der Kugeln des Wälzlagers mit dem Referenzfett als die biobasierten Fette BAMF und MDA nach 300 Stunden.









- 1 Einleitung und Problemstellung
- 2 Arbeitspakete und Zusammenarbeit
- 3 Entwicklung von biobasierten Verdickersysteme
- 4 Qualifizierung von entwickelten Schmierstoffen
  - 4.1 Screening Teste am Kugel-Scheiben-Tribometer
  - 4.2 Verschleißteste auf Axiallagerprüfstand FE8
  - 4.3 Lebensdauerteste auf Radiallagerprüfstand
- 5 Zusammenfassung







#### Zusammenfassung



#### Zusammenfassung

- Es wurden biobasierte Verdickersysteme (Polyharnstoffe, Polyester und Polyamide) entwickelt und rheologische Tests an entwickelten biobasierten Fetten mit Rizinusölbasis durchgeführt
- Das tribologische Verhalten der entwickelten biobasierten Fette wurde am Kugel-Scheiben Tribometer, FE8 (Verschleißtest) und Radiallagerprüfstand (Lebensdauertest) ermittelt

#### **Fazit**

- Die Ergebnisse der Screening Versuche auf dem Tribometer stimmen mit den Verschleißtests auf FE8 und den Lebensdauertests auf RLP überein
- Vergleichbares tribologisches Verhalten der biobasierten Fette mit dem petrochemischen Referenzfett

#### Zukünftige Arbeit

- Weitere polymere Strukturen k\u00f6nnen in die Entwicklung der neuen alternativen biobasierten Fette einbezogen werden
- Weitere Langzeitversuche im Lagerprüfstände erforderlich um die Ergebnisse des Projekts statistisch abzusichern







## Projektübersicht Gemeinsame Publikationen



Autoren	Titel	Jahr	Art	Ort
•	Tribological behaviour of lubricating greases composed by different bio- based polymer thickeners	2020	Konferenz	Gesellschaft für Tribologie (GfT)
Vafaei, S., Fischer, D., Jopen, M., Jacobs, G., König, F., Weberskirch, R.	Schmierfetten	2021	Konferenz	Bioschmierstoff- Tagung 2021 FNR
· ·	Investigation of Tribological Behavior of Lubricating Greases Composed of Different Bio-Based Polymer Thickeners.  https://doi.org/10.3390/lubricants9080080.	2021	Fachzeitschrift	Lubricants journal
•	Polyurea Thickened Lubricating Grease—The Effect of Degree of Polymerization on Rheological and Tribological Properties https://doi.org/10.3390/polym14040795.	2022	Fachzeitschrift	Journal of Polymers
Vafaei, S., Jopen, M., Jacobs, G., König, F., Weberskirch, R.	Synthesis and tribological behavior of bio-based lubrication greases with bio-based polyester thickener systems  https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.132659	2022	Fachzeitschrift	Journal of Cleaner Production
Vafaei, S., Goeldel, S., Jacobs, G., König	Evaluation of Bio-based Lubricating Greases and PTFE-Lubrication under EHL Conditions	2022	Konferenz	TriboUK
Vafaei, S., Jacobs, G., König	Tribological Performance of Lubricating Greases Composed by Different Bio-based Polymer Thickeners under Elastohydrodynamic Lubrication Conditions	2022	Konferenz	Tribology International Conference, Barcelona, Spanien
Vafaei, S., Jacobs, G., König	Tribological Evaluation of Lubricating Greases Composed by Different Biobased Polymer Thickeners	2022	Konferenz	Arnold Tross Kolloqium,
				Hamburg









## Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

Mohammad Vafaei

RWTH Aachen, MSE – Institut für Maschinenelemente und Systementwicklung



