
Mikrotribologische Modelluntersuchungen
an Keramik, Hartmetall und Stahlpaarungen im
ungeschmierten und mediengeschmierten
Gleit- und Wälzkontakt

Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
der Fakultät für Maschinenbau
Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte
Dissertation
von

Dipl.-Ing. Sven Kurzenhäuser

Referent: o. Prof. Dr.-Ing. Karl-Heinz Zum Gahr
Korreferent: o. Prof. Dr. rer. nat. Oliver Kraft

Tag der mündlichen Prüfung: 7. 12. 2009

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	VI
Abstract	VII
1 Einleitung	1
1.1 Fertungsverfahren in der Mikrotechnik	2
1.1.1 Dünnschichttechnologie und LIGA-Verfahren	2
1.1.2 Miniaturisierung feinwerktechnischer Herstellungsverfahren	4
1.1.3 Mikropulverspritzguss	4
1.2 Werkstoffe der Mikrotechnik	6
1.2.1 Hochleistungskeramik	6
1.2.2 Hartmetall und Stahl	9
1.3 Grundlagen der Tribologie	11
1.3.1 Reibung und Verschleiß	12
1.3.2 Schmierung	14
1.4 Tribologische Eigenschaften	14
1.4.1 Kenntnisstand zum Werkstoffverhalten	15
1.4.1.1 Tribologisches Verhalten von Keramik	15
1.4.1.2 Tribologisches Verhalten von Hartmetall und Stahl	20
1.5 Systemanalyse	22
1.6 Inhalt und Zielsetzung	23
2 Versuchsmaterial und experimentelle Methoden	27
2.1 Versuchsmaterialien und Probekörper	27
2.1.1 Herstellung und Geometrie der Versuchskörper	28
2.1.2 Rapid-Prototyping Probekörper	29
2.2 Probencharakterisierung	31
2.2.1 Materialographische Präparation	31
2.2.2 Gefügecharakterisierung	32
2.2.2.1 Bestimmung der Korngröße	32
2.2.2.2 Bestimmung der mittleren freien Weglänge	32
2.2.2.3 Bestimmung der Dichte	33
2.2.3 Mechanische Werkstoffprüfung	34
2.2.3.1 Bestimmung der Vickershärte	34
2.2.3.2 Bestimmung der Bruchzähigkeit über ICL	34
2.2.4 Oberflächencharakterisierung	35

2.2.4.1	Optische und elektronenoptische Mikroskopieverfahren . . .	35
2.2.4.2	Taktile Profilometrie	36
2.2.4.3	Weißlichtmikroskopie	37
2.3	Tribologische Charakterisierung	38
2.3.1	Tribologische Modellsysteme und Standardbedingungen	38
2.3.2	Gleitreibungsversuche	39
2.3.2.1	Prüfstand	39
2.3.2.2	Versuchsführung und Auswertung	41
2.3.3	Wälzreibungsversuche	42
2.3.3.1	Prüfstand	42
2.3.3.2	Versuchsführung und Auswertung	44
2.3.4	Haftreibungsversuch	46
2.3.4.1	Prüfstand	46
2.3.4.2	Versuchsführung und Auswertung	46
3	Versuchsergebnisse	49
3.1	Werkstoffgefüge und Proben	49
3.1.1	Korngröße	49
3.1.2	Dichte	51
3.1.3	Oberflächenqualität der Proben	52
3.2	Mechanische Eigenschaften	54
3.2.1	Vickershärte	55
3.2.2	Bruchzähigkeit	56
3.3	Tribologische Eigenschaften	56
3.3.1	Einsinniger Gleitkontakt	56
3.3.1.1	Einfluss der Materialpaarung	57
3.3.1.2	Einfluss des Zwischenmediums	59
3.3.1.3	Einfluss der Normalkraft	67
3.3.2	Wälzkontakt	72
3.3.2.1	Einfluss des Schlupfs	73
3.3.2.2	Einfluss des Zwischenmediums	83
3.3.2.3	Einfluss der Normalkraft	91
3.3.3	Haftreibungsuntersuchungen	98
3.3.3.1	Einfluss des Zwischenmediums	98
4	Diskussion	101
4.1	Werkstoffeigenschaften	101
4.2	Tribologische Eigenschaften	103
4.2.1	Einsinniger Gleitkontakt	103
4.2.2	Wälzkontakt	115
4.2.3	Haftreibungsuntersuchungen	126
4.3	Folgerungen für praktische Anwendungen und Ausblick	130

5 Zusammenfassung	133
Literaturverzeichnis	137
Danksagung	i
Lebenslauf	ii

Kurzfassung

Die Performance von mikromechanischen Systemen mit beweglichen Komponenten wird sehr stark von den tribologischen Eigenschaften der eingesetzten Materialpaarungen beeinflusst. Ingenieurkeramiken und Hartmetalle zeichnen sich gegenüber Polymeren und Metallen durch hohe Festigkeit, E-Modul und Härte sowie hohe Korrosions- und Temperaturbeständigkeit aus. Durch das ungünstige Oberflächen- zu Volumenverhältnis in Mikrosystemen können Adhäsions- und Kapillarkräfte hohe Werte erreichen und sogar die von außen aufgebrachtten Kräfte überschreiten. Selbst bei geringem Verschleiß können lose Verschleißpartikel zu einem Verlust der Funktionsfähigkeit von miniaturisierten mechanischen Systemen führen. Daher ist das Reibungs- und Verschleißverhalten für die mechanische Mikrosystemtechnik von besonderer Bedeutung.

In der vorliegenden Arbeit wurden tribologische Modelluntersuchungen an den beiden Oxid- bzw. Nichtoxidkeramiken ZrO_2 und Si_3N_4 , einer Hartmetallqualität WC-Co und einem ausscheidungsgehärteten Stahl 17-4PH in Selbstpaarung unter einsinniger Gleit- und Wälzbeanspruchung sowie beim Übergang Haften/Gleiten im Hinblick auf Anwendungen in tribologisch hoch beanspruchten Mikrosystemen durchgeführt. Anwendungsbezogene Belastungsbedingungen wurden durch eine Systemanalyse einer Mikroturbine mit angeflanschem Planetengetriebe bestimmt. Die Untersuchungen erfolgten jeweils ungeschmiert in Laborluft (50% r.F.) oder mit den flüssigen Zwischenmedien dest. Wasser bzw. dem niedrigviskosen Öl FVA Nr. 1. Zur Bestimmung der Grenzbelastung und günstiger Betriebsparameter wurde der Einfluss der Normalkraft im einsinnigen Gleitkontakt an Paarungen mit günstigem Reibungs- und Verschleißverhalten untersucht. Im Wälzkontakt wurde die Normalkraft und zusätzlich der eingestellte Schlupf variiert.

Vor den tribologischen Modelluntersuchungen wurden die Werkstoffgefüge charakterisiert und weitere, für tribologische Beanspruchung relevante Kenngrößen, wie Härte und Bruchzähigkeit, bestimmt. Ergänzend wurden rasterelektronenmikroskopische und oberflächenprofilometrische Untersuchungen der Wirkflächen durchgeführt, die Verschleißerscheinungsformen analysiert und die tribologischen Wechselwirkungsmechanismen der jeweiligen Materialpaarung erklärt.

Die tribologischen Untersuchungen zeigten einen ausgeprägten Einfluss von Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Schlupf und Umgebungsmedium auf das Reibungs- und Verschleißverhalten. Das WC-Co-Hartmetall zeichnete sich gegenüber den anderen Werkstoffpaarungen durch einen hohen Verschleißwiderstand und niedrige Reibungszahlen in den untersuchten Medien aus. Im wassergeschmierten Gleit- und Wälzkontakt war die Siliziumnitridpaarung nach einer Einlaufphase durch die niedrigsten Werte der Reibungszahl gekennzeichnet. Hohe Werte der Haftreibungszahl zeigten, dass bei dieser Paarung mit einem ungünstigen Anlaufverhalten gerechnet werden muss und die Eignung für wassergeschmierte Mikrosysteme somit fragwürdig ist. Im ungeschmierten Gleitkontakt wurde bei der Zirkonoxidpaarung eine ausgeprägte Abhängigkeit des tribologischen Verhaltens von dem Werkstoffgefüge festgestellt.

Abstract**Microtribological characterisation of ceramics, cemented carbides and steel under sliding and slip-rolling conditions.**

Performance of micro-mechanical systems with movable components is strongly affected by the tribological behavior of the materials used. Engineering ceramics as well as cemented carbides offer some major advantages compared to polymeric and metallic materials due to their unique combination of high strength, stiffness and hardness, temperature and corrosion resistance. Because of the large surface area to volume ratio in micro-mechanical systems adhesion and/or capillary forces become critical and can even surpass externally applied forces. Even very small amounts of wear resulting in loose wear debris can cause the loss of function of micro-mechanical devices. Hence, friction and wear have to be recognized as very important issues in micro-technology.

The aim of the present study was to characterize the microtribological properties of two engineering ceramics (ZrO_2 , Si_3N_4), a cemented carbide (WC-Co) and a precipitation-hardened steel 17-4PH in model tests with respect to applications in highly loadable microsystems. Relevant loading conditions were determined by a system analysis of a micro-turbine with a flanged planetary gear. The unidirectional sliding and slip-rolling behaviour was characterized as well as the transition from static to kinetic friction. The tests were carried out for self-mated tribopairs unlubricated in ambient air with a relative humidity of 50% and lubricated with distilled water or the oil FVA No. 1 of low viscosity. In order to determine limiting as well as favorable loading conditions, the influence of the normal load in unidirectional sliding was characterized for pairings with favorable friction and wear behavior. Normal load and slip values were varied in the slip-rolling tests.

Before the tribological tests, the microstructure was characterized and tribological relevant material parameters like fracture toughness and hardness of the materials were determined. Tribological tests were accompanied by the analysis of the tribological loaded surfaces using scanning electron microscopy and optical profilometry. The wear phenomena were analyzed and the tribological interaction mechanisms of each material pairing were explained.

The tribological tests on the self-mated materials showed a strong influence of normal force, sliding speed, slip and surrounding medium on the friction and wear behavior. The WC-Co-cemented carbides pairing was distinguished over the other material pairings by high wear resistance and low friction coefficient in the investigated media. In water-lubricated sliding and rolling the self-mated silicon nitride was characterized after a short running-in phase by the lowest values of the friction coefficient. However, the high values of the static friction coefficient showed that a poor starting performance has to be expected with this pairing. Thus, the suitability is questionable for water-lubricated microsystems. Unlubricated zirconia showed a pronounced dependency of the friction and wear behaviour on the materials microstructure.

Verwendete Formelzeichen und deren Bedeutung:

Symbol	Einheit	Bedeutung
A_{KK}	mm^2	Kontaktfläche der verschlissenen Kugel bzw. Stiftkalotte Verfahren
A_P	μm^2	Fläche zwischen den Scheibenprofilen vor und nach der tribologischen Beanspruchung im Wälzkontakt
c		Schnittniveau bei der Rauheitsmessung
C_V	vol. %	Volumenanteil eines Elements
d	μm	Länge der Eindruckdiagonalen bei der Vickershärteprüfung
d_K	mm	Halbkugeldurchmesser des Tribostifts
d_{Korn}	μm	mittlere Korngröße nach dem Linienschnittverfahren
d_{KK}	mm	Durchmesser der verschlissenen Kugel- bzw. Stiftkalotte
d_S	mm^2	Durchmesser der Triboscheiben für den Gleit- und Wälzkontakt
E	N/mm^2	Elastizitätsmodul
F_N	mN	Normalkraft
F_R	mN	Reibungskraft
F_H	mN	Haftreibungskraft (Übergang Haften/Gleiten)
F_T	mN	Tangentialkraft
F_{HV}	N	verwendete Prüfkraft bei der Vickershärteprüfung
ΔG	J	Änderung der freien Enthalpie
h_0	m	minimale Schmierfilmdicke
k_v	mm^3/Nm	volumetrischer Verschleißkoeffizient
$k_{v, 1000\text{m}}$	mm^3/Nm	volumetrischer Verschleißkoeffizient für den Gleitkontakt nach 1000 m Gleitweg
$k_{v, 10\%}$	mm^3/Nm	volumetrischer Verschleißkoeffizient für den Wälzkontakt nach 10^6 Überrollungen bei 10% Schlupf
K_{IC}	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	kritischer Spannungsintensitätsfaktor
l_r	mm	Länge der Einzelmessstrecke
l_t	mm	Taststrecke
L	μm	Linienlänge der einzelnen Geraden
$m_{\text{getränkt, H}_2\text{O}}$	g	Masse des wasserinfiltrierten Probekörpers in dest. Wasser
$m_{\text{infiltriert, Luft}}$	g	Masse des wasserinfiltrierten Probekörpers an Luft
$m_{\text{trocken, Luft}}$	g	Masse des trockenen Probekörpers an Luft
M_{r1}	%	kleinster prozentualer Materialanteil des Kernbereichs
M_{r1}	%	größter prozentualer Materialanteil des Kernbereichs
n	–	Anzahl der Geraden
N	–	Anzahl der Überrollungen im Wälzkontakt
N_{KG}	–	Anzahl der durch n Linien geschnittenen Korngrenzen
p	MPa	Flächenpressung

$p_{20^{\circ}\text{C}}$	kPa	Dampfdruck
$p(s)$	MPa	momentane, scheinbare Flächenpressung
R_a	μm	arithmetischer Mittenrauwert
R_k	μm	Kernrauhtiefe
R_m	N/mm^2	Zugfestigkeit
R_{pk}	μm	reduzierte Spitzenhöhe
R_q	μm	quadratischer Mittenrauwert
R_{vk}	μm	reduzierte Riefentiefe
R_z	μm	maximale Rauheitsprofilhöhe
s	m	zurückgelegter Gleitweg
t	s	Versuchszeit
t_{HV}	s	Prüfzeit bei der Vickershärteprüfung
T	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur
T_s	$^{\circ}\text{C}$	Siedetemperatur
v	m/s	Gleitgeschwindigkeit
v_1	m/s	Umfangsgeschwindigkeit der getriebenen Scheibe
v_2	m/s	Umfangsgeschwindigkeit der treibenden Scheibe
v_A	$\mu\text{m}/\text{s}$	Abzugsgeschwindigkeit bei den Haftreibungsuntersuchungen
V_{Bild}	–	Vergrößerungsmaßstab der Bildvorlage
V_{Probe}	cm^3	Volumen des Probekörpers
W_1^*	μm	nach Versuchsende bestimmter linearer Verschleißbetrag
$W_1(s)$	μm	kontinuierlich als Funktion des Gleitwegs
$dW_1(s)$	μm	momentaner, differentieller Verschleißbetrag gemessener linearer Verschleißbetrag
$W_{1/s}(s)$	$\mu\text{m}/\text{km}$	momentane lineare Verschleißintensität
W_v^*	μm^3	nach Versuchsende bestimmter volumetrischer Verschleißbetrag
Δx_{max}	μm	Digitalisierungsabstand
z	μm m	Abstand
η	Ns/m^2	Viskosität
λ	μm	mittlere freie Weglänge
λ_c	mm	Grenzwellenlänge bei der Rauheitsmessung
μ_H	–	Haftreibungszahl
$\mu_{G, 1000\text{m}}$	–	quasi-stationäre Reibungszahl nach 1000 m Gleitweg
$\mu_{W, 1\%}$	–	quasi-stationäre Reibungszahl im Wälzkontakt mit 1% Schlupf
$\mu_{W, 10\%}$	–	quasi-stationäre Reibungszahl im Wälzkontakt mit 10% Schlupf
ρ_{Roh}	g/cm^3	Rohdichte der Probekörper
$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$	g/cm^3	Dichte von dest. Wasser

Inhaltsverzeichnis

$\rho_{20^\circ\text{C}}$ g/cm^3 Dichte bei 20°C

Verwendete Abkürzungen und deren Bedeutung:

Abkürzung	Bedeutung
Caltech	California Institute of Technology
CVD	chemische Abscheidung aus der Gasphase
DLC	diamantartiger Kohlenstoff
DLP	Mikrospiegelaktor
EDX	energiedispersive Röntgenspektroskopie
FDS	Ferroelastic Domain Switching
FIB	fokussierter Ionenstrahl
FSZ	vollstabilisiertes Zirkonoxid
FVA	Forschungsvereinigung Antriebstechnik
FZK	Forschungszentrum Karlsruhe
ICL	Länge der Risse an den Ecken von Vickershärteeindrücken
IMF III	Institut für Materialforschung III des Forschungszentrums Karlsruhe
kfz	kubisch-flächenzentriert
LIGA	Lithographie, Galvanoformung, Abformung
LPIM	Niederdruck-Pulverspritzguss
Lubricant blau	Isopropanol und blau eingefärbte Seifenlauge im Mischungsverhältnis 1:3
MEMS	mikroelektromechanisches System
MIM	Metallspritzguß
MST	Mikrosystemtechnik
PMMA	Polymethylmethacrylat
PP	Polypropylen
PSZ	teilstabilisiertes Zirkonoxid
PVD	physikalische Abscheidung aus der Gasphase
PZT	Blei-Zirkonat-Titanat
QCMB	Quarz-Mikro-Waage
REM	Rasterelektronenmikroskop
RKM	Reibungskraftmikroskopie
RP	Rapid-Prototyping
SAM	selbstorganisierte Monolage
SFA	Oberflächen-Kraft-Apparat
SFB 499	Sonderforschungsbereich 499: Entwicklung, Produktion und Qualitätssicherung urgeformter Mikrobauteile aus metallischen und keramischen Werkstoffen
SiC	Siliziumcarbid
Si ₃ N ₄	Siliziumnitrid
SOFC	Festoxidbrennstoffzelle
TEM	Transmissionselektronenmikroskop

TiC	Titancarbid
TiN	Titannitrid
TZP	tetragonal stabilisiertes, polykristallines Zirkonoxid
Whisker	längliche, nadelförmige Kristallite
XRD	Röntgenfeinstrukturanalyse
ZrO ₂	Zirkonoxid
μ-PIM	Mikropulverspritzguss
3Y-TZP	mit 3 mol-% tetragonal stabilisiertes ZrO ₂

Abbildungsverzeichnis

1.1	Schematische Darstellung der Fertigung durch (a) die Siliziumprozesstechnik und (b) den LIGA Prozess.	3
1.2	Schematische Darstellung des Mikropulverspritzgießens.	5
1.3	(a) Phasendiagramm von Y_2O_3 legiertem Zirkonoxid und (b) bei Umgebungsdruck auftretende Kristallstrukturen in Abhängigkeit von der Temperatur.	7
1.4	Schematische Darstellung eines tribologischen Modells	12
1.5	Höchstbelastete Gleit- und Wälzkontakte innerhalb des Demonstratorsystems des Sonderforschungsbereichs 499 „Mikroturbine mit angeflanschem Planetengetriebe“	22
1.6	Schematische Darstellung der Ziele und des Inhalts der Arbeit.	24
2.1	(a) Kugel- bzw. stiftförmige und (b) scheibenförmige Probekörper für die tribologischen Modelluntersuchungen.	28
2.2	(a) Stiftförmige und (b) scheibenförmige Probekörper, welche aus Modellen durch Rapid-Prototyping urgeformt wurden.	29
2.3	Schematische Darstellung der zu ermittelten Größen (a) im Fall von Palmqvist-Rissen und (b) für halbkreisförmig in der Probe verlaufende Risse.	34
2.4	Schematische Darstellung eines Rauheitsprofils und Ermittlung der R_k -, R_{pk} - und R_{vk} -Werte aus der Abbott-Kurve.	37
2.5	Schematische Darstellung des konfokalen Messprinzips bei chromatischem Tiefenscan.	38
2.6	Schematische Darstellung des Modellprüfstands für den eininnigen Gleitkontakt.	40
2.7	Schematische Darstellung des tribologischen Modellsystems Kugel/Scheibe und Versuchsbedingungen für den einsinnigen Gleitkontakt (kursiv: <i>Standardbedingungen</i>).	40
2.8	Schematische Darstellung der Verschleißkalotte der Stifte und des linearen Verschleißbetrags W_1^*	41
2.9	Schematische Darstellung des Modellprüfstands für den Wälzkontakt.	43
2.10	Schematische Darstellung des tribologischen Modellsystems Scheibe/Scheibe für den Wälzkontakt und experimentelle Versuchsbedingungen (kursiv: <i>Standardbedingungen</i>).	44
2.11	Schematische Darstellung der Messanordnung sowie der bei der weißlichtmikroskopischen Verschleißmessung aufgenommenen Profile vor und nach der tribologischen Beanspruchung.	45

2.12	Schematische Darstellung des tribologischen Modellsystems Kugel/Scheibe und Standardbedingungen für die Charakterisierung des Übergangs vom Haften zum Gleiten.	46
3.1	REM-Gefügeaufnahmen der für die Haftreibungs-, Gleitreibungs- und Wälzreibungsversuche verwendeten (a,b) Kugeln, (c) Stifte bzw. (d,e,f) Scheiben der (a,d) Si_3N_4 -Keramiken, (b,e) der Hartmetalle WC-6Co und WC-12Co sowie (c,f) des Stahls 17-4PH.	49
3.2	REM-Gefügeaufnahmen von Zirkonoxid für (a) die Kugel und (b) die Scheibe des kommerziellen Materials sowie der am IMF III hergestellten Chargen (c) Z1300/5h (Sinterparameter: 1300 °C, 5 h), (d) Z1300/10h (1300 °C, 10 h), (e) Z1450/1h (1450 °C, 1 h) und (f) Z1500/1h (1500 °C, 1 h).	51
3.3	Dichte der Kugeln bzw. Stifte und Scheiben für die kommerziellen Prüfkörper und die urgeformten ZrO_2 -Keramik Z1300/5h, Z1300/10h, Z1450/1h und Z1500/1h. (* Werte der kommerziellen Qualitäten nach Herstellerangaben, Tabelle 2.1 und 2.2)	52
3.4	Rauheitskennwerte der für die Haft- und Gleitreibungsuntersuchungen verwendeten (a) Kugeln bzw. Stifte und (b) Scheiben der kommerziellen Referenzmaterialien aus ZrO_2 , Si_3N_4 , WC-Co und 17-4PH sowie der urgeformten Zirkonoxidqualitäten Z1300/10h, Z1450/1h und Z1500/1h.	53
3.5	Rauheitskennwerte der für die Untersuchungen im Wälzkontakt verwendeten Scheiben.	54
3.6	Vickershärte HV0,5 und HV1 der (a) kugel- bzw. (b) scheibenförmigen Probekörper und (c) der polierten, urgeformten RP-Zirkonoxidqualitäten Z1300/5h, Z1300/10h, Z1450/1h und Z1500/1h.	55
3.7	Über das ICL-Verfahren an polierten Querschliffen bestimmte Bruchzähigkeit K_{IC} der (a) ZrO_2 Kugel bzw. Scheibe und (b) der urgeformten ZrO_2 -Probekörper.	56
3.8	Reibungszahl und kontinuierlich gemessener linearer Verschleißbetrag als Funktion des Gleitwegs für die (a) ZrO_2 -, (b) Si_3N_4 -, (c) WC-Co- und (d) 17-4PH-Eigenpaarungen im ungeschmierten Gleitkontakt bei der Normalkraft von 800 mN ($v = 400 \text{ mm/s}$).	58
3.9	(a) Reibungszahl und (b) linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die ZrO_2 -Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F., destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	59
3.10	REM-Aufnahmen der (a,b,c) Kugeln und (d,e,f) Scheiben der ZrO_2 -Gleitpaarung nach einem Gleitweg von 1000 m in (a,d) Luft mit 50% r.F., (b,e) destilliertem Wasser und (c,f) dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	60
3.11	(a) Reibungszahl und (b) linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die Si_3N_4 -Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F., destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	61

3.12	REM-Aufnahmen der (a,b,c) Kugeln und (d,e,f) Scheiben der Si_3N_4 -Gleitpaarung nach einem Gleitweg von 1000 m in (a,c) Luft mit 50% r.F., (b,e) destilliertem Wasser und (c,f) dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	62
3.13	(a) Reibungszahl und (b) linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die WC-Co-Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F., destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	63
3.14	REM-Aufnahmen der (a,b,c) Kugeln und (d,e,f) Scheiben der WC-Co-Gleitpaarung nach einem Gleitweg von 1000 m in (a,d) Luft mit 50% r.F., (b,e) destilliertem Wasser und (c,f) dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	64
3.15	(a) Reibungszahl und (b) linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die 17-4PH-Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F., destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	65
3.16	REM-Aufnahmen der (a,b,c) Stifte und (d,e,f) Scheiben der 17-4PH-Gleitpaarung nach dem Gleitweg von 1000 m in (a,d) Luft mit 50% r.F., (b,e) destilliertem Wasser und (c,f) dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	66
3.17	(a) Linearer und (b) volumetrischer Verschleißbetrag nach einem Gleitweg von 1000 m für die ZrO_2 -, Si_3N_4 -, WC-Co- und 17-4PH-Gleitpaarungen in Abhängigkeit von den Zwischenmedien Luft (50% r.F.), destilliertes Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).	66
3.18	Reibungszahl und kontinuierlich gemessener linearer Verschleißbetrag als Funktion des Gleitwegs für die ZrO_2 -Charge Z1300/10h im ungeschmierten Gleitkontakt bei einer Normalkraft von (a) 200 mN, (b) 400 mN, (c) 800 mN und (d) 1600 mN ($v = 400 \text{ mm/s}$, Luft mit 50% r.F.).	68
3.19	REM-Aufnahmen der bei der Normalkraft von (a,c) 200 mN und (b,d) 400 mN verschlissenen (a,b) Stifte und (c,d) Scheiben der Zirkonoxidcharge Z1300/10h nach dem Gleitweg von 1000 m in Luft mit 50% r.F. ($v = 400 \text{ mm/s}$).	69
3.20	Reibungszahl und linearer Verschleißbetrag der ZrO_2 -Selbstpaarungen (a) Z1300/10h, (b) Z1450/1h, (c) Z1500/1h und (d) der kommerziellen Referenz ZN101B im ungeschmierten Gleitkontakt nach dem Gleitweg von 1000 m ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$, Luft mit 50% r.F.).	70
3.21	Reibungszahl und linearer Verschleißbetrag der ZrO_2 -Selbstpaarungen (a) Z1300/10h und (b) Z1300/5h als Funktion des Gleitwegs im ungeschmierten Gleitkontakt ($F_N = 400 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$, Luft mit 50% r.F.).	71
3.22	REM-Aufnahmen der in Luft mit 50% r.F. verschlissenen Stifte der Charge (a) Z1300/10h und (b) Z1300/5h ($F_N = 400 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$, $s = 1000 \text{ m}$) sowie (c) Querschliff durch die Kontaktfläche der Charge Z1300/5h.	71
3.23	(a) Verlauf der Reibungszahl als Funktion des Gleitwegs und (b) quasi-stationäre Reibungszahl $\mu_{G,1000\text{m}}$ und linearer Verschleißbetrag W_1^* nach dem Gleitweg von 1000 m für die WC-Co-Gleitpaarung bei Variation der Normalkraft in Luft mit 50% r.F. ($v = 400 \text{ mm/s}$).	72

3.24	Reibungszahl der (a) ZrO_2 (ZN101B), (b) Si_3N_4 , (c) WC-12Co und (d) Stahl 17-4PH Wälzpaarung als Funktion der Überrollungen in Luft mit 50% relativer Feuchte bei unterschiedlichem Schlupf ($S = 1, 4, 10\%$, $F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).	74
3.25	REM-Aufnahmen der mit (a,b) 1% Schlupf, (c,d) 4% Schlupf und (e,f) 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c,e) getriebenen bzw. (b,d,f) treibenden Scheiben der ZrO_2 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).	76
3.26	REM-Aufnahmen der mit (a,b) 1% Schlupf, (c,d) 4% Schlupf und (e,f) 10% Schlupf in Luft (50% r.F.) beanspruchten (a,c,e) getriebenen bzw. (b,d,f) treibenden Scheiben der Si_3N_4 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).	77
3.27	REM-Aufnahmen der mit (a,b) 4% Schlupf und (c,d) 10% Schlupf in Luft (50% r.F.) beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der WC-12Co-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).	79
3.28	REM-Aufnahmen der mit (a,b) 1% Schlupf und (c,d) 4% Schlupf in Luft (50% r.F.) beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der 17-4PH-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).	80
3.29	Profile der im Wälzkontakt in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c,e,g) balligen bzw. (b,d,f,h) ebenen Mantelflächen der Scheiben nach 10^6 Überrollungen der (a,b) ZrO_2 - (ZN101B), (c,d) Si_3N_4 -, (e,f) WC-12Co- und (g,h) 17-4PH-Eigenpaarung ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s, 10% Schlupf).	81
3.30	Lineare Verschleißbeträge W_1^* der balligen (getriebenen) bzw. ebenen (treibenden) Scheibe der untersuchten Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen in Luft mit 50% r.F. ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).	82
3.31	Volumetrischer Verschleißbetrag W_v^* der balligen (getriebenen) bzw. ebenen (treibenden) Scheibe der untersuchten Wälzpaarungen nach 10^6 Überrollungen in Luft ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).	83
3.32	Reibungszahl der (a) ZrO_2 (ZN101B), (b) Si_3N_4 , (c) WC-12Co und (d) Stahl 17-4PH Wälzpaarung als Funktion der Überrollungen in Luft mit 50% r.F. bei unterschiedlicher Normalkraft ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	84
3.33	REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in destilliertem Wasser beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der (a,b) ZrO_2 - (ZN101B) und (c,d) Si_3N_4 -Wälzpaarungen nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s, 10% Schlupf).	85
3.34	REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in destilliertem Wasser beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der (a,b) WC-12Co- und (c,d) 17-4PH-Wälzpaarungen nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s, 10% Schlupf).	86

3.35	REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in Öl FVA Nr. 1 beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der (a,b) ZrO_2 -Paarung und (c,d) Si_3N_4 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	88
3.36	REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in Öl FVA Nr. 1 beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der (a,b) WC-12Co-Paarung und (c,d) 17-4PH-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	89
3.37	Reibungszahl der Wälzpaarungen nach (a,c,e) 10^3 und (b,d,f) 10^6 Überrollungen aufgetragen gegen den eingestellten Schlupf für die Wälzpaarungen in (a,b) Luft mit 50% r.F., (c,d) destilliertem Wasser und (e,f) dem FVA Öl Nr. 1 ($F_N = 250$ mN, $v = 800$ mm/s).	90
3.38	Reibungszahl der (a) ZrO_2 - (ZN101B), (b) Si_3N_4 -, (c) WC-12Co und (d) Stahl 17-4PH-Wälzpaarung als Funktion der Überrollungen in Luft mit 50% r.F. bei unterschiedlicher Normalkraft ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	92
3.39	REM-Aufnahmen der mit der Normalkraft von (a,b) 1000 mN und (c,d) 2000 mN mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der ZrO_2 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	93
3.40	REM-Aufnahmen der bei der Normalkraft von (a,b) 1000 mN und (c,d) 2000 mN mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der Si_3N_4 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	94
3.41	REM-Aufnahmen der bei einer Normalkraft von (a,b) 1000 mN und (c,d) 2000 mN mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der WC-12Co-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	95
3.42	REM-Aufnahmen der mit der Normalkraft von (a,b) 250 mN und (c,d) 1000 mN mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der 17-4PH-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	96
3.43	Lineare Verschleißbeträge W_1^* der balligen (getriebenen) bzw. ebenen (treibenden) Scheibe für die (a) Si_3N_4 - und (b) 17-4PH-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen in Luft in Abhängigkeit von der Normalkraft ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).	97
3.44	Verlauf der Tangentialkraft im Haftreibungsversuch als Funktion der Versuchszeit t für die (a) ZrO_2 - und (b) Si_3N_4 -Paarung in den Medien Luft mit 50% r.F., dest. Wasser und dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v_A = 8,3$ mm/s).	98
3.45	Verlauf der Tangentialkraft im Haftreibungsversuch als Funktion der Versuchszeit t für die (a) WC-Co- und (b) 17-4PH-Paarung in den Medien Luft mit 50% r.F., dest. Wasser und dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v_A = 8,3$ mm/s).	99

3.46	Darstellung der Haftreibungszahl beim Übergang Haften/Gleiten für die ZrO_2 -, Si_3N_4 -, WC-Co- und 17-4PH-Paarung in Luft mit 50% r.F., unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser oder dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v_A = 8,3$ mm/s).	100
4.1	Reibungszahl aufgetragen über den linearen Verschleißbetrag nach dem Gleitweg von 1000 m für die Gleitpaarungen in Luft mit 50% r.F. ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s).	104
4.2	Lineare Verschleißintensität $W_{l/s}(s)$ in Abhängigkeit von der momentanen scheinbaren Flächenpressung $p(s)$ für die im einsinnigen Gleitkontakt in Luft mit 50% r.F. untersuchten Selbstpaarungen ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s, $s = 1000$ m).	105
4.3	Reibungszahl aufgetragen über den linearen Verschleißbetrag nach dem Gleitweg von 1000 m für die Gleitpaarungen in destilliertem Wasser ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s).	107
4.4	Lineare Verschleißintensität $W_{l/s}(s)$ in Abhängigkeit von der momentanen scheinbaren Flächenpressung $p(s)$ im einsinnigen Gleitkontakt für die in destilliertem Wasser untersuchten Selbstpaarungen ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s, $s = 1000$ m).	108
4.5	Schematische Darstellung der (a) elektrostatischen Doppelschicht einer Siliziumnitridoberfläche in Wasser, (b) der Viskosität als Funktion des Abstands z , (c) einer hydratisierten Siliziumnitridoberfläche und (d) der Monokieselsäure.	109
4.6	Reibungszahl und linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die Si_3N_4 -Gleitpaarung in destilliertem Wasser (a) während der Einlaufprozedur über den Gleitweg von 25 m bei der Normalkraft von 200 mN und (b) während dem anschließenden Versuchslauf bei der Normalkraft von 800 mN und dem Gleitweg von 1000 m ($v = 400$ mm/s).	110
4.7	Schematische Darstellung der Schädigungsmechanismen für die ungeschmierte ZrO_2 -Wälzpaarung (ZN101B) bei einer Normalkraft von (a) 250 mN, (b) 1000 mN und (c) 2000 mN nach 10^6 Überrollungen ($v = 800$ mm/s, $S = 10\%$).	117
4.8	(a) REM-Aufnahme und (b) EDX-Spektrum der im ungeschmierten Wälzkontakt mit $F_N = 250$ mN bei 10% Schlupf nach 10^6 Überrollungen auf der getriebenen WC-12Co-Scheibe gebildeten Filme sowie die über EDX bestimmte Elementverteilung von (c) Wolfram, (d) Cobalt, (e) Kohlenstoff und (f) Sauerstoff ($F_N = 250$ mN, $v = 800$ mm/s, $S = 10\%$).	118
4.9	(a) Längsschliff im Bereich der Spurmitte an einer getriebenen Si_3N_4 -Scheibe ($F_N = 250$ mN, $S = 4\%$) und (b) Querschliff ($F_N = 250$ mN, $S = 10\%$) nach jeweils $N = 10^6$ Überrollungen in Luft mit 50% r.F.	120

4.10	Volumetrische Verschleißbeträge der Si_3N_4 -Paarung (a) in Abhängigkeit von der Anzahl der Überrollungen in Luft und (b) volumetrischer Verschleißkoeffizient in Abhängigkeit vom relativen Gleitweg bei Variation des Schlupfs ($F_N = 250 \text{ mN}$, $N = 10^6$, $S = 1\%$, 4% , 10%) bzw. bei Variation der Überrollungen ($F_N = 250 \text{ mN}$, $S = 4\%$).	121
4.11	(a) Verlauf der Reibungszahl der wassergeschmierten Si_3N_4 -Paarung im Einlaufbereich bis 10^4 Überrollungen bei Variation des Schlupfs ($F_N = 250 \text{ mN}$, $v = 800 \text{ mm/s}$) und (b) schematische Modellbildung der tribologischen Wechselwirkungsmechanismen nach Beendigung der Einlaufphase.	123
4.12	(a) Haftreibungszahl μ_H der Si_3N_4 -Paarung in Abhängigkeit von der Anzahl der Übergleitungen bei Variation der Luftfeuchte und schematische Darstellung der tribologischen Wechselwirkungsmechanismen in Luft von (b) 50% r.F, (c) 80% r.F sowie (d) in destilliertem Wasser.	128
4.13	REM-Aufnahmen des Spuranfangs der in (a) Luft (50% r.F.), (b) dest. Wasser und (c) dem Öl FVA Nr.1 im Haftreibungsversuch beanspruchten 17-4PH-Scheibe ($F_N = 800 \text{ mm/s}$, $v_A = 8,3 \mu\text{m/s}$).	129
4.14	Volumetrische Verschleißkoeffizienten nach 1000 m Gleitweg ($k_{v,1000\text{m}}$) bzw. 10^6 Überrollungen im Wälzkontakt mit 10% Schlupf ($k_{v,10\%}$), quasi-stationäre Werte der Reibungszahl im Gleitkontakt ($\mu_{G,1000\text{m}}$) und im Wälzkontakt mit 1% ($\mu_{W,1\%}$) und 10% Schlupf ($\mu_{W,10\%}$) sowie Haftreibungszahlen (μ_H) für die ungeschmierten ZrO_2 -, Si_3N_4 -, WC-Co- und 17-4PH-Paarungen unter Standardbedingungen.	130
4.15	Volumetrische Verschleißkoeffizienten nach 1000 m Gleitweg ($k_{v,1000\text{m}}$) bzw. 10^6 Überrollungen im Wälzkontakt mit 10% Schlupf ($k_{v,10\%}$), quasi-stationäre Werte der Reibungszahl im Gleitkontakt ($\mu_{G,1000\text{m}}$) und im Wälzkontakt mit 1% ($\mu_{W,1\%}$) und 10% Schlupf ($\mu_{W,10\%}$) sowie Haftreibungszahlen (μ_H) für die wassergeschmierten ZrO_2 -, Si_3N_4 -, WC-Co- und 17-4PH-Paarungen unter Standardbedingungen.	131

Tabellenverzeichnis

1.1	Nominelle chemische Zusammensetzung des Stahls X5CrNiCuNb 17-4 (Herstellerangaben).	10
1.2	Belastungsbedingungen im Demonstrator Mikrogetriebe.	23
2.1	Eigenschaftskennwerte der als Gegenkörper in den tribologischen Modelluntersuchungen verwendeten Kugeln und Stifte nach Herstellerangaben.	27
2.2	Eigenschaftskennwerte der in den Haft-, Gleit- und Wälzreibungsuntersuchungen verwendeten Scheiben nach Herstellerangaben.	28
2.3	Chargenbezeichnung und Sinterbedingungen für die urgeformten RP-Zirkonoxidproben.	30
2.4	Zusammensetzung der V2A-Beize.	32
2.5	Die verwendeten Messbedingungen bei der Ermittlung der Rauheitskennwerte für die jeweiligen Probengeometrien.	36
2.6	Eigenschaftskennwerte der Zwischenmedien.	39
3.1	Korngröße der in den Haft- und Gleitreibungsuntersuchungen verwendeten Kugelmateriale sowie der für die Untersuchungen im Wälzkontakt verwendeten Scheiben.	50
3.2	Korngröße der über Rapid-Prototyping urgeformten Materialien der ZrO ₂ -Stifte und Scheiben für die Untersuchungen im Gleitkontakt.	50
3.3	Überblick über die an den verschiedenen Werkstoffpaarungen durchgeführten Modelluntersuchungen im einsinnigen Gleitkontakt.	57
3.4	Überblick der an den verschiedenen Werkstoffpaarungen durchgeführten Modelluntersuchungen im Wälzkontakt.	73
4.1	Vergleich der an dem Stahlmodell des Tribostifts und dem bei 1450 °C gesinterten ZrO ₂ -Stift der Charge Z1450/1h ermittelten Rauheitskennwerte.	102
4.2	Vergleich der durch EDX bestimmten chemischen Zusammensetzung der WC-12Co Ausgangsoberfläche und der durch Wälzbeanspruchung in Luft entstandenen Oxidschicht entsprechend Bild 4.8 (F _N = 250 mN, v = 800 mm/s, S = 10%, N = 10 ⁶).	119

1 Einleitung

„*There's Plenty of Room at the Bottom*“ lautete der Titel eines Vortrags des Nobelpreisträgers Richard P. Feynman im Jahre 1959 am Caltech (California Institute of Technology), welcher erstmals die Vision von mikro- und nanoskaligen Maschinen in den Raum stellte und dabei auch deren tribologische Aspekte ansprach [1]. Feynman offerierte in dem Vortrag ein Preisgeld von 1000 US\$ für die Herstellung eines Motors mit Abmessungen kleiner 400 μm . Bereits wenige Monate später wurde von William McLellan ein derart miniaturisierter Elektromotor hergestellt. Mitte der achtziger Jahre des letzten Jahrhunderts wurden dann die wissenschaftlichen [2, 3] und technologischen Grundlagen der Nanotechnologie gelegt [4]. Durch Transistoren und integrierte Schaltungen in Heimcomputern war die Mikroelektronikindustrie bereits allgemein verbreitet. Die Mikrosystemtechnik (MST) befasst sich allgemein mit technischen Systemen, deren funktionsbestimmende Strukturen Abmessungen im Mikrometerbereich haben. Anwendungsfelder finden sich beispielsweise in der Biotechnologie für mikroanalytische Untersuchungen, in Sensor- und Aktoranwendungen im Automobilbau oder in DLP-Chips und LEDs für optoelektronische Anwendungen. Im Jahr 2004 waren in Deutschland bereits etwa 680 000 Arbeitsplätze direkt mit der MST verbunden [5] und durch ein prognostiziertes Wachstum von 16% p.a. ergibt sich weltweit ein Marktvolumen von 200 Milliarden US\$ [6] im Jahr 2010.

In der letzten Dekade finden in zunehmendem Maße mikromechanische Systeme mit beweglichen Komponenten Verwendung. Die fortschreitende Miniaturisierung von Bauteilen und Komponenten wie Zahnrädern, Führungen und Lagerstellen in feinwerktechnischen Produkten führen zu einer höheren Leistungsdichte und damit zu steigender mechanischer und tribologischer Belastung. Reibung und Verschleiß können im Vergleich zur Makrowelt deutlich stärkere Auswirkungen auf die Funktionsfähigkeit und Lebensdauer von Mikrosystemen haben [7] und durch die unterschiedlichen Beanspruchungsbedingungen und Wechselwirkungsmechanismen sind Erkenntnisse aus der Makrowelt nicht ohne weiteres übertragbar [8–11]. Durch das höhere Oberflächen/Volumen-Verhältnis gewinnen Oberflächeneffekte in Mikrosystemen größere Bedeutung, da im Mikrobereich Adhäsions- oder Kapillarkräfte leicht die Größenordnung der von außen aufgetragenen Belastungen erreichen [7, 12, 13] oder diese sogar übersteigen können [14]. Kommt es in Mikrosystemen zu losen Partikeln durch Verschleiß, so kann dies bereits zu einem vollständigen Verlust der Funktionsfähigkeit führen [15, 16]. Die typischen Werkstoffe der Silizium-Mikromechanik sind den Anforderungen in mechanisch und tribologisch hochbeanspruchten Mikrosystemen nicht mehr gewachsen [17], so dass diese oftmals durch Adhäsion [14, 18, 19], Kapillarkräfte [20] oder lose Verschleißpartikel versagen. Daher sind für mikromechanische Systeme im Vergleich zur Mikroelektronik sowohl neue Werkstoffe und Fertigungsverfahren [21, 22] als auch neue tribologische Konzepte und Lösungen

[7, 23, 24] erforderlich.

Mikropulverspritzguss (μ -PIM, Micro-Powder-Injection-Molding) bietet die Möglichkeit kostengünstig keramische und metallische Bauteile großserientauglich zu fertigen [25, 26] und in tribologisch hoch beanspruchten Mikrosystemen einzusetzen.

1.1 Fertigungsverfahren in der Mikrotechnik

Die zunehmende Miniaturisierung führt zur Massenfertigung von feinwerktechnischen Bauteilen mit Toleranzen im Mikrometerbereich (Mikropräzisionsbauteile), mikrostrukturierten Bauteilen mit strukturellen Details in dieser Größe oder auch komplexer Mikrosysteme, deren Bauteilabmessungen im Mikrometerbereich liegen. Es bieten sich eine Reihe von Mikrostrukturierungsverfahren an, die eine Fertigung von hochpräzisen Bauteilen mit minimaler Oberflächenrauheit erlauben. Dabei werden unterschiedliche Ansätze verfolgt. Zum einen werden Produktionsmethoden aus der siliziumbasierten Mikroelektronik, zum anderen replizierende Verfahren wie LIGA (Lithographie, Galvanoformung, Abformung) zur Fertigung von Mikrosystemen eingesetzt. Darüber hinaus werden die Grenzen klassischer, feinwerktechnischer Produktionsmethoden unter Einsatz neu entwickelter mikrotauglicher Werkzeuge und Materialien erweitert [27]. Die Auswahl des geeigneten Fertigungsverfahrens für den jeweiligen Anwendungsfall muss dabei unter Berücksichtigung der optimalen Losgröße, erzielbarer Genauigkeit, erreichbarem Aspektverhältnis und Anwendbarkeit auf den gewünschten Werkstoff unter Beachtung von fixen und variablen Produktionskosten erfolgen.

1.1.1 Dünnschichttechnologie und LIGA-Verfahren

Die **Dünnschichttechnologie** in Kombination mit lithografischen Strukturierungsmethoden, ein seit langem in der siliziumbasierten Mikroelektronik etabliertes Fertigungsverfahren, ist weit verbreitet in der Produktion von MEMS (Micro-Electro-Mechanical System) und wurde bereits 1989 für die Fertigung eines Mikromotors eingesetzt [28, 29]. Bei diesem Fertigungsverfahren werden zunächst durch **PVD** (Physical Vapor Deposition), **CVD** (Chemical Vapor Deposition) oder durch **Spincoating** von Solen und anschließendes Gelieren zweidimensionale Funktions- oder Opferschichten auf einem Substrat, typischerweise Siliziumwafer, abgeschieden (Bild 1.1a). Ein darauf durch Spincoating aufgebracht Photolack wird durch eine Photomaske über UV-Lithographie belichtet und die belichteten oder unbelichteten Bereiche entfernt (Negativ- bzw. Positivphotolack). Die Funktionsschicht wird nun in den von Photolack unbedeckten Bereichen durch isotrope oder anisotrope naßchemische **Ätzprozesse** oder trockene, plasmagestützte Ätzverfahren (RIE) abgetragen. Nach dem Veraschen des Photolacks bleibt eine freistehende, zweieinhalbdimensionale Struktur mit guter Maßhaltigkeit und hoher Oberflächenqualität zurück. Durch Wiederholung der Prozessschritte können komplexere dreidimensionale Strukturen Ebene für Ebene aufgebaut werden. Durch die Dünnschichttechnologie kann

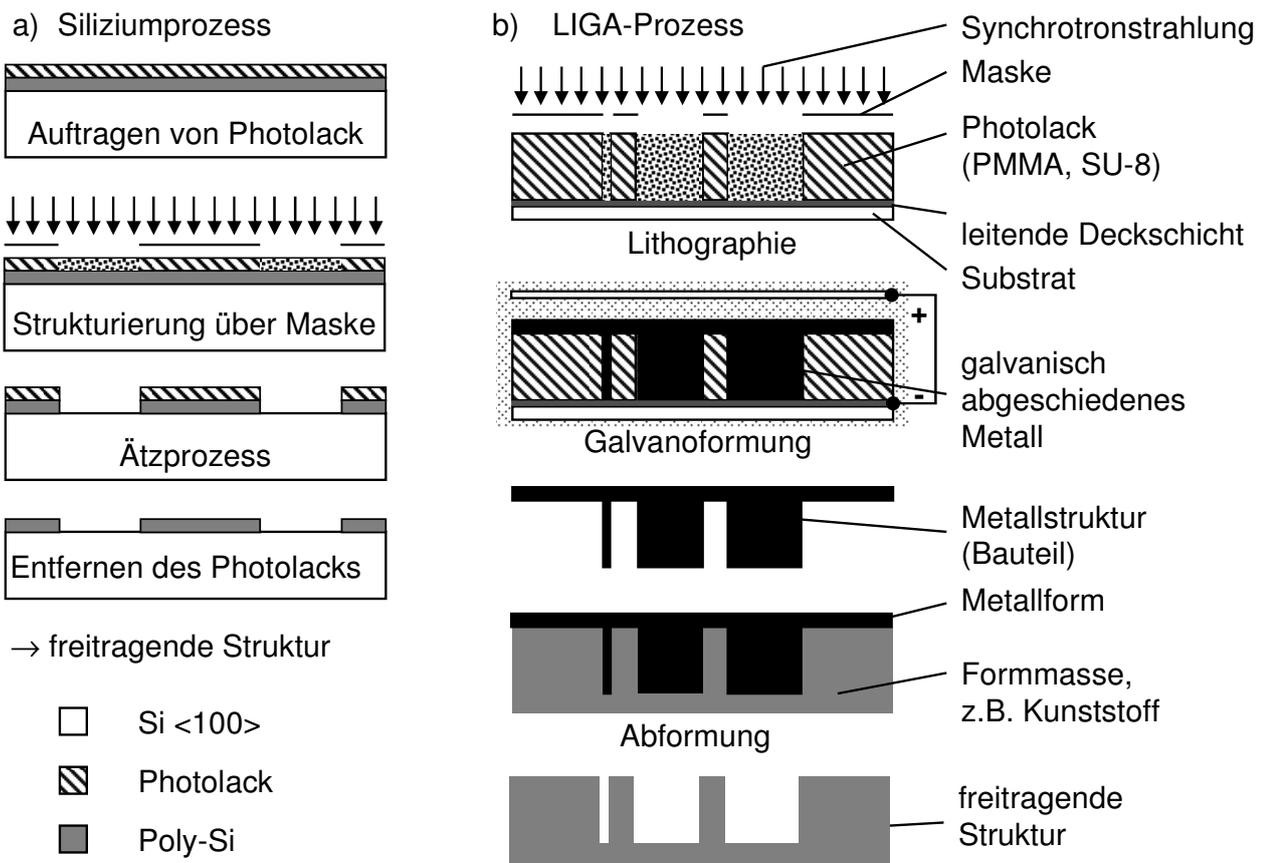


Bild 1.1: Schematische Darstellung der Fertigung durch (a) die Siliziumprozessestechnik und (b) den LIGA Prozess [30, 31].

prinzipiell eine breite Palette an Werkstoffen großserientauglich verarbeitet werden, so können z. B. neben Metallen auch carbidische und nitridische Keramik- und Hartstoffschichten [32] oder auch diamantartiger Kohlenstoff (DLC) [33] eingesetzt werden. Die Entwicklung geeigneter, selektiver **Ätzprozesse** zur Strukturierung ist jedoch sehr zeit- und kostenintensiv.

Der **LIGA-Prozess** (**L**ithographie, **G**alvanoformung, **A**bformung) basiert auf der Kombination von Röntgenstrahlolithografie, galvanischer Abscheidung von Metallen - typischerweise Nickel - und einer anschließenden Abformung der so erzeugten Struktur z. B. in PMMA (Polymethylmethacrylat) oder PP (Polypropylen) (Bild 1.1b) [34–36]. Das Verfahren wurde seit Anfang der achtziger Jahren am damaligen Kernforschungszentrum Karlsruhe entwickelt [37, 38] und verwendet zur Lithographie die kurzwelligen, stark gebündelten Röntgenstrahlen von Synchrotronquellen, wodurch ein sehr scharfes Abbild der Maske durch Schattenwurf auf einem Plexiglassubstrat (PMMA) erzeugt wird. In SU-8 Photolacken können freistehende Strukturen mit Höhen von 4 mm, bei einer lateralen Auflösung von 200 nm und einem Aspektverhältnis zwischen 50 und 500 erzeugt werden, wobei die optisch glatten Seitenwände Rauheiten von $R_a \leq 30$ nm und eine Kantensteil-

heit oberhalb von $89,8^\circ$ zeigen [30]. Wird das Plexiglassubstrat mit einer metallischen Startschicht versehen, können die gewünschten Bauteilstrukturen durch galvanisches Abscheiden von Metallen oder Legierungen (z. B. Gold, Nickel, Kupfer, NiFe) galvanisch abgeformt werden. Anschließend wird das restliche polymere Substrat entfernt. Die erzeugte metallische Struktur kann als Formeinsatz für replizierende Verfahren wie Heißprägen, Foliengießen, Mikrothermoformen oder Spritzgießen polymerer Formmassen verwendet werden. Industriell eingesetzt wird das Verfahren für die Herstellung von z. B. Anker und Ankerrad für hochwertige mechanische Armbanduhren aus galvanisch abgeschiedenem Hartgold, mechanischen Präzisionsantrieben und Mischerplatten aus NiFe-Legierungen [34, 39] oder Kunststoffen [40] aber auch zur Herstellung von hochpräzisen Fresnellinsen für Röntgenstrahlen [35].

1.1.2 Miniaturisierung feinwerktechnischer Herstellungsverfahren

Als alternative Fertigungsmethoden in der Mikroproduktion bieten sich miniaturisierte feinwerktechnische Verfahren zur Produktion von Formeinsätzen und Bauteilen für Mikrosysteme an. Als abtragende Verfahren können Mikrofräsen [41, 42], Mikroschleifen [43], Mikrofunkenerosion [44–46] und Mikrolasern [47, 48] zur reproduzierbaren Herstellung von Mikrosystemen eingesetzt werden. Die im Vergleich zur Makrowelt ungünstige Kombination von höheren Werkzeugkosten von z. B. Fräswerkzeug bei gleichzeitig reduzierter Standzeit führen zu hohen Stückkosten. Mikrofräser versagen oftmals durch Bruchvorgänge und verschleifen stärker, da verschleißbeständige Beschichtungen zu Formabweichungen führen würden, welche oftmals nicht toleriert werden. Dadurch sind diese Verfahren für eine Großserienproduktion nur bei niedrigem Kostendruck geeignet, eignen sich jedoch sehr gut z. B. für das Herstellen von Prototypen, Modellen und Formeinsätzen. Die Laserprozesstechnik hat sich aufgrund der kurzen Prozesszeiten, hoher Flexibilität und Genauigkeit in der Makrowelt für präzise Werkstoffbearbeitungen etabliert und wird in der Mikrotechnik bereits zur Serienproduktion von z. B. Biochips, Formeinsätzen oder zur Mikrostrukturierung von TFT-Bildschirmen verwendet. Abformende Verfahren wie Mikroguss [49–51], Mikrospritzguss [52] oder Mikroprägen [53] sind durch niedrige Produktionskosten aufgrund guter Materialausnutzung und hoher Standzeit von Form oder Werkzeug hervorragend für eine Großserienproduktion geeignet.

1.1.3 Mikropulverspritzguss

Das Mikrospritzgießen als großserientaugliches Produktionsverfahren für Mikroteile aus Kunststoff hat sich in den letzten 15 Jahren erfolgreich am Markt etabliert. Zur Herstellung hochbelastbarer und verschleißbeständiger Mikrobauteile entwickelte sich daraus das Metallspritzgießen (MIM) [54, 55] und **Mikro-Pulverspritzgießen** (μ -PIM) für pulvergefüllte Formmassen. Pulverspritzgießen mit Formmassen aus keramischen oder metallischen Pulvern und plastifizierbaren Bindern kann in zwei Varianten ausgeführt werden. Das handgeführte **Niederdruck-Pulverspritzgießen** (LPIM) in Silikonformen bietet sich als

Rapid-Prototyping-Verfahren (RP-Verfahren) zur Herstellung von Kleinserien an. Großserien können durch das in hohem Maß industriell verbreitete und durch technologischen Aufwand gekennzeichnete μ -PIM (Bild 1.2) mit Zykluszeiten zwischen 55 s und 8 min hergestellt werden. Zunächst werden feinskalige Keramik- oder Metallpulver mit polymeren Bindersystemen zu Formmassen compoundiert und abgeformt. Die so erzeugten Grünlinge werden anschließend entformt, entbindert und gesintert.

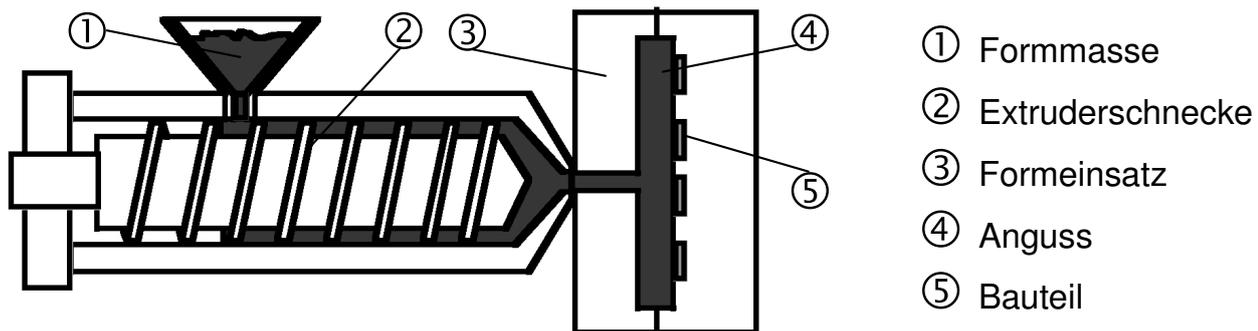


Bild 1.2: Schematische Darstellung des Mikropulverspritzgießens.

Für Formeinsätze beim μ -PIM werden Werkzeugstähle, Keramik, Hartmetall oder Nickellegierungen verwendet, wobei die Strukturen entweder durch Fräsen, Laserbearbeitung, Erodieren oder LIGA-Verfahren erzeugt werden. LIGA-Formeinsätze für das μ -PIM verursachen hohe Werkzeugkosten, ermöglichen es aber komplizierte, dreidimensionale Geometrien mit strukturellen Details ≥ 200 nm zu realisieren. Gelaserte, gefräste oder erodierte Formeinsätze erreichen dagegen lediglich eine Genauigkeit im einstelligen Mikrometerbereich [56], allerdings bei stark reduzierten Kosten. Die Option Formeinsätze, welche durch feinwerktechnische Fertigungsverfahren hergestellt wurden, zu verwenden oder auf LIGA-Formeinsätze zurückzugreifen ermöglicht einen auf die Anforderungen zugeschnittenen Kompromiss zwischen den kleinstmöglichen noch darstellbaren Strukturdetails bei höchstmöglicher Fertigungspräzision auf der einen Seite und Werkzeugkosten auf der anderen. Dadurch kombiniert das μ -PIM die aus der Makrowelt bekannte Fertigungseffizienz von Spritzgießprozessen mit der hohen Detailtreue von Halbleiter- oder LIGA-Prozesstechnik. Beim Niederdruck-Pulverspritzgießen werden Formeinsätze aus Silikon durch Abformen eines Modells hergestellt, so dass das Verfahren für schnellen Prototypenbau geeignet ist [57–59].

Die kleinsten darstellbaren Strukturgrößen beim Spritzgießen werden nicht nur durch die Qualität des Formeinsatzes bestimmt, sondern auch durch die Viskosität der Formmasse und die Korngröße der Pulver. Hohe Pulverfüllgrade erlauben hohe Gründichten und entsprechend geringen Sinterschrumpf, führen aber auch zu einem Ansteigen der Viskosität des Feedstocks [60]. Hochviskose Feedstocks benötigen höhere Einspritzdrücke sowie längere Prozesszeiten und führen zu einer ungenauen Abformung feiner Strukturen.

Die hohen Scherkräfte während der Formfüllung von mikrostrukturierten Formeinsätzen führen zu einer inhomogenen Pulverdichteverteilung in den Grünkörpern und verursachen beim nachfolgenden Entbinderungs- und Sinterprozess Verzug und lokal erhöhte Porosität [61]. Dies kann durch alternative, mikrotaugliche Bindersysteme auf Basis von Reaktionsharzen, Thermoplast-Wachs-Mischungen oder wasserlöslichen Binderkomponenten vermieden werden [62–64].

Kommerziell erhältliche metallische Pulver sind auf Grund der im Vergleich zu Keramik oder Hartmetallen um den Faktor 10 bis 30 größeren Partikelgröße bei der Abformung feiner Strukturdetails weniger geeignet. Zusätzlich neigen Stahlpulver im Vergleich zu Zirkonoxid- oder WC-Co-Pulver zu starkem Kornwachstum während des Sinterns [65]. Bei Bauteilquerschnitten in der Größenordnung der Korngröße können Kornanisotropieeffekte durch die fehlende Kornorientierungsverteilung nicht vollständig ausgeglichen werden. Es kommt zu einer Richtungsabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften. Dies kann sich ungünstig auf die Festigkeit von Bauteilen auswirken und muss daher bei der Dimensionierung von Mikrosystemen berücksichtigt werden. Werkstoffe wie Zirkonoxidkeramik und Hartmetall haben daher durch die Verfügbarkeit von submikrometer- und nanoskaligen Pulvern das höchste Miniaturisierungspotenzial.

1.2 Werkstoffe der Mikrotechnik

Für die Anwendung in hochbeanspruchten, mikromechanischen Systemen sind Strukturwerkstoffe notwendig, d. h. Werkstoffe, die sich durch günstige mechanische, tribologische und chemische Eigenschaften, wie Festigkeit, Verschleißwiderstand und Korrosionsbeständigkeit auszeichnen. Das in der Mikroelektronik verbreitete Silizium ist dafür nur bedingt geeignet, so dass z. B. für Mikrogetriebe in elektrischen Zahnbürsten auf Polymere zurückgegriffen wird. Diese lassen sich zwar über Mikrospritzguss günstig verarbeiten, versagen aber durch den niedrigen E-Modul bei hoher mechanischer Beanspruchung. Im Folgenden wird daher auf pulvertechnologisch herstellbare Strukturwerkstoffe, die unter mechanischer und tribologischer Belastung ein hohes Anwendungspotenzial erwarten lassen, näher eingegangen.

1.2.1 Hochleistungskeramik

In DIN V ENV 14232:2003 wird **Hochleistungskeramik** definiert als "hochentwickelter, hochleistungsfähiger keramischer Werkstoff, der überwiegend nichtmetallisch und anorganisch ist und über bestimmte zweckmäßige Eigenschaften verfügt". Die Definition wird als Abgrenzung zur konventionellen Keramik gesehen und beinhaltet alle Werkstoffe der Technischen Keramik.

Zirkonoxid

Zirkonoxid (ZrO_2) ist eine Verbindung aus dem Metall Zirkonium und dem Nichtmetall

Sauerstoff und neben Aluminiumoxid die am weitesten verbreitete Hochleistungskeramik. Es zeichnet sich aus durch eine hohe Widerstandsfähigkeit gegen chemische, thermische und mechanische Einflüsse und zeigt bei Stabilisierung durch Y_2O_3 (Y-TZP) im Vergleich zu Aluminiumoxidkeramik eine geringere Korngröße und niedrigere Härte bei deutlich höherer Festigkeit, Bruchzähigkeit und Dichte. E-Modul und Wärmeausdehnung liegen auf mit Stählen vergleichbarem Niveau [66]. Es findet daher in der Makrowelt Anwendung bei Ofenauskleidungen und Wärmedämmschichten in Gasturbinen oder als biokompatibler Werkstoff für Implantate in der Medizintechnik. In der Mikrotechnik wird es aufgrund der guten Sauerstoffionenleitfähigkeit als Funktionswerkstoff in Lambdasonden verwendet, findet aber auch Anwendung in Festoxidbrennstoffzellen (SOFC).

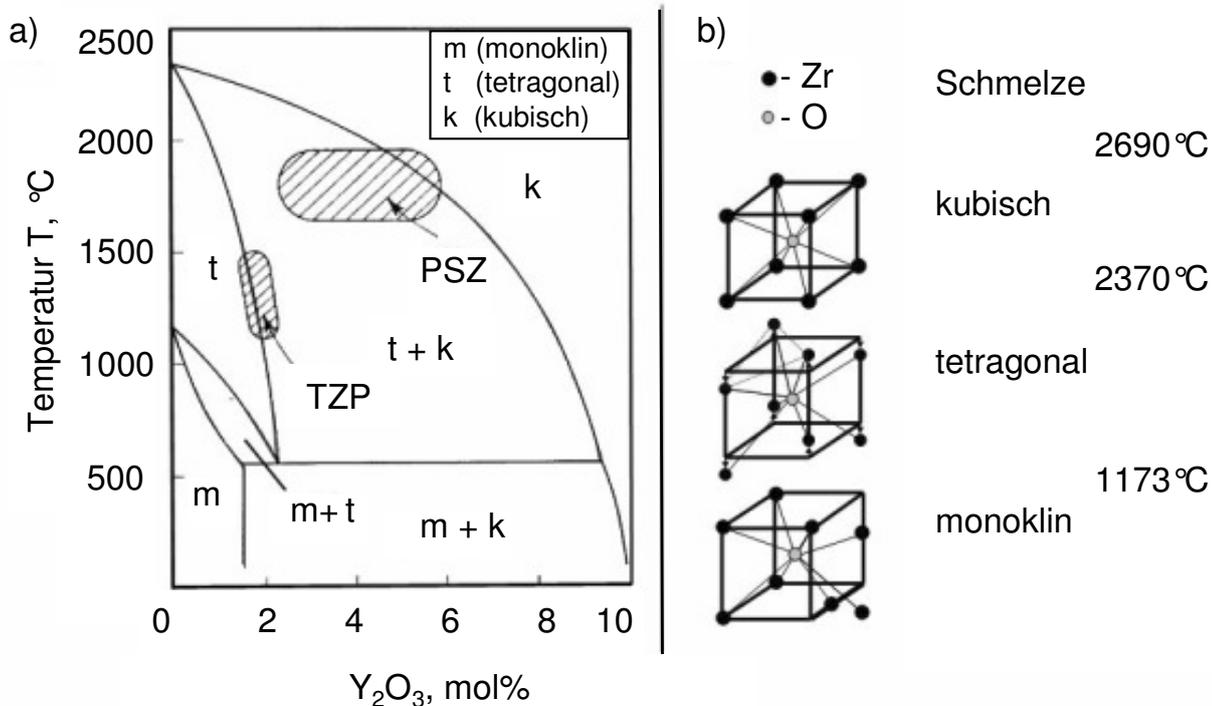


Bild 1.3: (a) Phasendiagramm von Y_2O_3 legiertem Zirkonoxid und (b) bei Umgebungsdruck auftretende Kristallstrukturen in Abhängigkeit von der Temperatur [67].

Bild 1.3a zeigt das Gleichgewichtsphasendiagramm des Stoffsystems Y_2O_3 - ZrO_2 . Reines Zirkonoxid kommt in drei Modifikationen vor: bei Raumtemperatur ist es monoklin, oberhalb von 1170 $^{\circ}C$ tetragonal und oberhalb von 2370 $^{\circ}C$ liegt es in der kubischen Kristallstruktur vor (Bild 1.3b). Ausgehend von typischen Sintertemperaturen oberhalb 1200 $^{\circ}C$ kommt es bei Unterschreiten von 1170 $^{\circ}C$ durch martensitische Scherung zu einer diffusionslosen Phasenumwandlung. Die Volumenzunahme von etwa 3–5%, führt zu mechanischen Spannungen und bei dichten Sinterkörpern zu einer spontanen Zerstörung des

Bauteils durch Rissbildung. Durch Zulegieren von CaO, MgO, CeO₂ oder Y₂O₃ kann die Übergangstemperatur soweit reduziert werden, dass es zu einer kinetischen Hemmung der Phasenumwandlung kubisch-tetragonal und/oder tetragonal-monoklin kommt und bei Raumtemperatur eine metastabile kubische oder tetragonale Kristallstruktur erhalten bleibt. In Abhängigkeit von Art und Menge der Stabilisierungselemente wird zwischen dem vollstabilisierten, kubischen FSZ (Fully Stabilized Zirconia), dem teilstabilisierten PSZ (Partially Stabilized Zirconia) und dem mit 3 mol% teilstabilisierten Zirkonoxid (3Y-TZP) unterschieden. Im Gegensatz zu MgO oder CeO₂ stabilisierten Zirkonoxidqualitäten mit mittleren Korngrößen im ein- und zweistelligen Mikrometerbereich beträgt die Korngröße bei 3Y-TZP in der Regel weniger als 0,5 µm. Die Korngrenzen werden durch Segregation von Y₂O₃ gepinnt und dadurch das Kornwachstum beim Sintern deutlich reduziert. Aufgrund der geringen Korngröße in Kombination mit der hohen Bruchzähigkeit bietet sich 3Y-TZP für die Anwendung in der Mikrotechnik an. Die Korngröße ist neben dem Stabilisatorgehalt ein wichtiger Parameter für die Stabilität der tetragonalen Phase [68–70] und damit auch für die mechanischen Eigenschaften. Unterhalb einer gewissen Korngröße bleibt die tetragonale (bzw. kubische) Kristallstruktur erhalten, da der kritische Keimradius für die Umwandlung nicht mehr erreicht werden kann. Beim Überschreiten der kritischen Korngröße findet eine spontane t-m-Umwandlung bei Raumtemperatur statt, was zu einem deutlichen Abfall der Festigkeitswerte führt. Die kritische Korngröße steht in sehr engem Zusammenhang mit dem Stabilisatorgehalt und steigt im Bereich zwischen 2 und 3 mol% von 0,3 auf über 1,0 µm stark an [71]. 3Y-TZP zeigt für Keramik eine sehr hohe Bruchzähigkeit. Dies ist auf eine spannungsinduzierte Phasenumwandlung bei äußerer mechanischer Beanspruchung zurückzuführen. Dabei führt die Volumenzunahme zum einen zu lokalen Druckeigenstressungen im Gefüge, so dass lokal das Spannungsfeld der äußeren Beanspruchung reduziert wird. Zum anderen kann das Spannungsfeld eines im Werkstück sich ausbreitenden Risses zu einer Phasenumwandlung eines angrenzenden Kornes führen. Die damit verbundene Volumenzunahme kann ein Weiterlaufen des Risses entweder durch Reduzierung des Spannungsfeldes an der Risspitze oder durch Aufspaltung des Risses in mehrere Mikrorisse verhindern, wobei der letztgenannte Mechanismus die Festigkeit reduziert. Durch diese Verstärkungsmechanismen zeigt 3Y-TZP ein für Keramik stark ausgeprägtes plastisches Verhalten [72].

Siliziumnitrid-Keramik

Siliziumnitrid tritt in 3 Kristallmodifikationen auf, einer metastabilen, trigonalen α -Tiefemperaturmodifikation mit der Stapelfolge ABCDABCD, der für technische Anwendungen bevorzugten hexagonalen Hochtemperaturphase β mit der Stapelfolge ABABAB und einer kubisch-flächenzentrierten γ -Modifikation mit Spinellstruktur [73, 74]. Die positiv zu bewertenden Werkstoffeigenschaften, die in dieser Kombination von anderen Keramiken nicht erreicht werden und die derzeit klar dominierende Rolle unter den Nitridkeramiken begründen, sind die hohe Festigkeit, hohe Zähigkeit und gute Kriechbeständigkeit [75, 76].

Diese hochfeste Nichtoxidkeramik findet Verwendung als Hochtemperaturwerkstoff.

Temperaturen oberhalb 1880 °C führen zu thermischer Zersetzung, während bereits bei Temperaturen um 1500 °C das Phasengleichgewicht von flüssigem und gasförmigem Silizium erreicht wird. Allerdings führen bereits Temperaturen um 1200 °C zum Erweichen der Glasphase an Korngrenzen und begrenzen die Anwendungstemperatur. Typische aus Siliziumnitrid gefertigte Bauteile für den Maschinenbau und die Feinwerktechnik sind z. B. Umformwerkzeuge, Schneidplatten, Ventile und Abgasturbolader für Verbrennungsmotoren, Glühstiftkerzen für Dieselmotoren und thermisch und mechanisch hoch beanspruchte Turbinenschaufeln in Gasturbinen aber auch Wälzlager [33, 77–81].

Die Ausgangspulver können z. B. durch carbothermische Nitration von Quarzsand synthetisiert werden. In hochreiner Form können Pulver entweder durch Direktnitrierung von z. B. hochreinen Siliziumabfällen aus der Halbleiterindustrie oder über die Silizium-Diimid Route [82–84] gewonnen werden, wobei die zuletzt genannte Route sich sowohl für die Herstellung sehr reiner, amorpher Pulver mit entsprechend hoher Sinteraktivität als auch zur Abscheidung dünner Siliziumnitridschichten aus der Gasphase (CVD) eignet. Durch den geringen ionischen Bindungsanteil der Si-N Bindung ist die Triebkraft für die Verdichtung des Pulvers während des Sinterprozesses nur gering ausgeprägt, zusätzlich ist die Sintertemperatur durch die thermische Zersetzung des Siliziumnitrids auf etwa 1900 °C nach oben begrenzt, wobei diese Zersetzung durch Erhöhung des N₂-Partialdrucks hin zu höheren Temperaturen verschoben werden kann. Dichte Bauteile können daher nur durch Flüssigphasensintern [85, 86] unter Zuhilfenahme von Sinteradditiven (Al₂O₃, Y₂O₃, MgO etc.) welche mit der passivierenden SiO₂-Oberfläche des Siliziumnitrids niedrigschmelzende Eutektika bilden, erreicht werden. Diese lokalen Eutektika erstarren als Glasphase entlang der Korngrenzen, erweichen bei hohen Temperaturen und beschränken dadurch die Einsatztemperatur von flüssigphasengesinterten Qualitäten auf Temperaturen unterhalb 1200 °C. Beim Sinterprozess lösen sich die thermodynamisch instabilen α -Kristallite in der Flüssigphase auf und lagern sich an den thermodynamisch stabilen β -Kristalliten an. Durch die kristallographischen „Röhren“ in Richtung der c-Achse der hexagonalen β -Modifikation ist diese Phasenumwandlung $\alpha \rightarrow \beta$ begleitet von einem Anstieg des Selbstdiffusionskoeffizienten um mehrere Größenordnungen [87]. Dies führt zu einem deutlich schnelleren Wachstum der β -Kristallite in Richtung der c-Achse und der Ausbildung des typischen stengelförmigen Gefügebau. Ein hoher Anteil an nadel-förmigen β -Kristalliten („Whisker“) im Gefüge führt zur in-situ-Verstärkung [88] durch Rissablenkung, Rissüberbrückung sowie „pull-out“ von Whiskern und ist daher für eine hohe Festigkeit, Zähigkeit, Thermoschockbeständigkeit und die Resistenz der Keramik gegen Ermüdung wünschenswert.

1.2.2 Hartmetall und Stahl

Hartmetall

Hartmetall wird pulvermetallurgisch durch Flüssigphasensintern eines Hartstoffs, z. B. WC mit einer metallischen Bindephase, z. B. Cobalt, Nickel oder Eisen hergestellt. Die Mindestanforderungen an die Bindephase sind eine im Vergleich zur Hartstoffphase

niedrigere Schmelztemperatur, eine gute Benetzung der Hartstoffphase und eine gute Löslichkeit der Elemente des Hartstoffs in der Bindephase.

Die mechanischen Eigenschaften werden wesentlich durch die Korngröße des Hartstoffs und den Anteil an Bindephase, typischerweise 6–20% bestimmt. Ein wichtiger Parameter, der beide Größen vereint, ist die mittlere freie Weglänge λ als Maß für die Dicke der metallischen Bindephase. Die Härte steigt mit abnehmender Korngröße der WC-Partikel und kleinerem Anteil an Bindephase bzw. reduzierter mittleren freien Weglänge an. Auf die Bruchzähigkeit wirken sich eine kleine WC-Korngröße und ein hoher Gehalt an Bindephase positiv aus. Daher muss ein dem Anwendungsfall entsprechender Kompromiss zwischen Bruchzähigkeit, Hochtemperaturfestigkeit und Härte durch eine geeignete chemische Zusammensetzung, Korngröße und Volumenanteil der Bindephase erreicht werden.

Durch Zulegen von TiC, TaC oder TiN erhält man Komplexbindersysteme, welche die Korrosions- und Verschleißbeständigkeit deutlich erhöhen.

Stahl 17-4PH

Die Bezeichnung 17-4PH entstammt der amerikanischen Normbezeichnung nach AISI 630 und bezeichnet einen ausscheidungshärtenden (Precipitation Hardening), rostfreien, martensitischen Chrom-Nickel Stahl mit der ISO-Werkstoffnummer 1.4542. Ausscheidungshärtbare Stähle finden aufgrund der sehr guten mechanischen Eigenschaften seit den vierziger Jahren des letzten Jahrhunderts Anwendung. Korrosionsbeständige Qualitäten bieten darüber hinaus eine hohe Beständigkeit gegen Korrosion in aggressiven Medien und werden, z. B. im maritimen Bereich oder im chemischen Anlagenbau eingesetzt. Die Klassifizierung nach europäischer Normung EN 10088-3 ergibt aufgrund der chemischen Zusammensetzung (Tabelle 1.1) die Bezeichnung X5CrNiCuNb 17-4.

Elementbezeichnung:	C	Cr	Ni	Cu	Nb
min. Masse-%	—	15,0	3,0	3,0	—
max. Masse-%	0,070	17,0	5,0	5,0	0,070

Tabelle 1.1: Nominelle chemische Zusammensetzung des Stahls X5CrNiCuNb 17-4 (Herstellerangaben).

Das Legierungselement Kupfer ist wesentlich für die hervorragenden mechanischen Eigenschaften und Beständigkeit dieser Stahlqualität gegen Säuren und Laugen verantwortlich. Kupfergehalte über 0,3% führen beim Lösungsglühen und anschließendem Auslagern zu fein verteilten Ausscheidungen innerhalb der martensitischen Matrix und erhöhen dadurch sowohl die Zugfestigkeit R_m als auch das Streckgrenze-Festigkeitsverhältnis. Beim Auslagern bilden sich zunächst Cu-reiche Cluster innerhalb einer übersättigten martensitischen Matrix. Sobald diese eine kritische Größe erreichen, entstehen daraus inkohärente Kupferausscheidungen mit kubisch-flächenzentriertem (kfz)

Gitter [89]. Der Chromgehalt von 17% reduziert die für die Martensitbildung erforderliche kritische Abkühlgeschwindigkeit und ist ebenfalls der Korrosionsbeständigkeit zuträglich. Das zulegierte Nickel erhöht die Zähigkeit und erweitert das Gamma-Gebiet.

1.3 Grundlagen der Tribologie

Tribologie ist der Oberbegriff für *Reibung*, *Verschleiß* und *Schmierung* und beschäftigt sich mit den chemisch-physikalischen Wechselwirkungen zwischen Grenzflächen von Festkörpern, Flüssigkeiten und Gasen welche in Relativbewegung zueinander stehen [90, 91]. Der Begriff wurde erstmals von Jost eingeführt [92] und stammt ursprünglich von dem griechischen Wort $\tau\rho\iota\beta\omicron\varsigma$ (= reiben) ab. Ziel tribologischer Forschung ist es, durch eine für den jeweiligen Anwendungsfall optimierte Reibung und die Verminderung von Verschleiß zum Erhalt materieller Werte beizutragen [93]. Durch Reibung und Verschleiß werden bis zu 3% des Bruttosozialproduktes der Industrieländer vernichtet [94]. Diese Verluste entsprechen z. B. im Fall der Bundesrepublik Deutschland etwa 21 Mrd. €/Jahr. Allein durch Umsetzen des bereits vorhandenen tribologischen Wissens könnten davon 3 Mrd. €/Jahr eingespart werden.

Ein tribologisches System besteht aus den vier Elementen Grundkörper, Gegenkörper, Zwischenstoff und Umgebungsmedium (Bild 1.4). In diesem Modellsystem sind alle beteiligten Komponenten und deren, sich dabei gegebenenfalls verändernden, Eigenschaften sowie die für die Beanspruchung charakteristischen Vorgänge und Größen zusammengefasst [93, 95]. Die Aufgaben eines tribologischen Systems ist die Übertragung von Arbeit, Bewegung, Masse oder Information, d. h. die Eingangsgrößen werden, eventuell beeinflusst durch Störgrößen, in nutzbare Ausgangsgrößen umgesetzt. Beispiele für tribologische Systeme finden sich z. B. im Transportwesen in Form von Rad/Schiene, Reifen/Straße oder Wälzkontakten in Getrieben, in der Baustoffindustrie durch den Kontakt von Schüttgut mit Baggerschaufeln oder Förderanlagen aber auch im menschlichen Körper in Form von Gelenken oder Endoprothesen. Das tribologische System mit seinen vier Elementen bildet gemeinsam mit den Stoff- und Formeigenschaften sowie den Wechselwirkungsmechanismen im Kontakt die Struktur des Tribosystems. Das darauf einwirkende Beanspruchungskollektiv beinhaltet u. a. die Bewegungsform, die Normalkraft und Gleitgeschwindigkeit, die Temperatur sowie die Beanspruchungsdauer. Störgrößen sind z. B. durch äussere mechanische Schwingungen verursachte Schwankungen der Normalkraft oder Veränderungen durch Strahlungseinwirkung von außen. In einem tribologischen System werden Eingangsgrößen zu nutzbaren Ausgangsgrößen umgewandelt. Gleichzeitig entstehen unerwünschte, triboinduzierte Verlustgrößen. Die Verlustgrößen können die Eingangs- und Störgrößen sowie das Beanspruchungskollektiv verändern, so dass sich das Verhalten des Tribosystems mit zunehmender Betriebsdauer, insbesondere durch Verschleiß, verändern kann [93]. Daher sind Reibung und Verschleiß nicht als reine Werkstoffkennwerte darstellbar, sondern systemabhängige Größen.

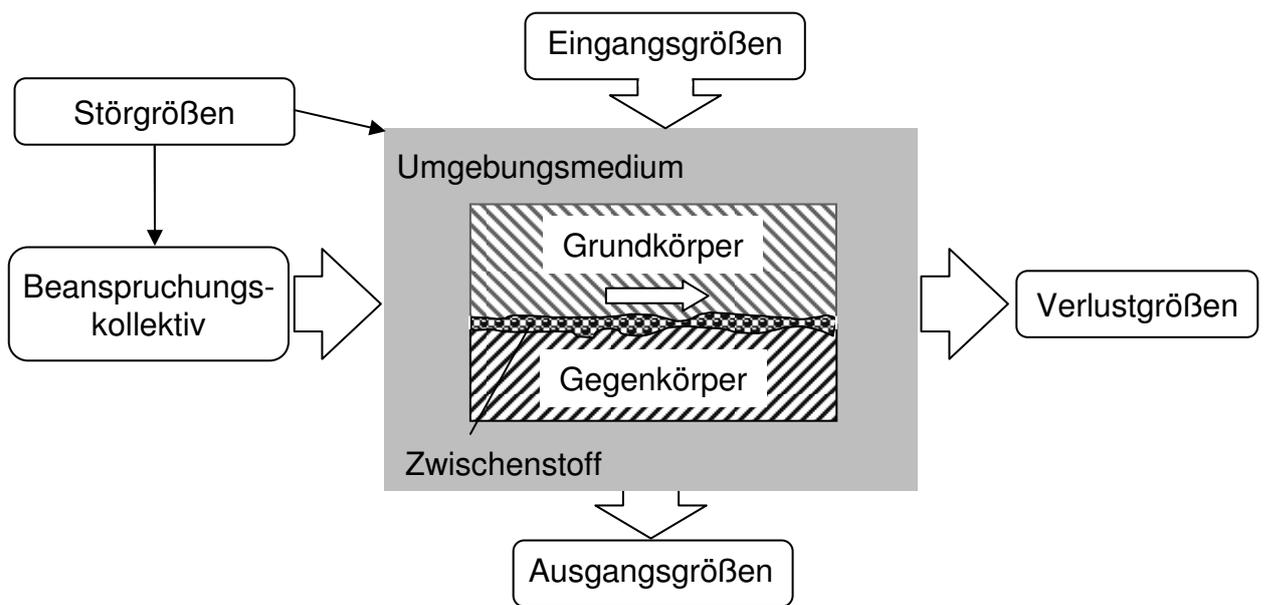


Bild 1.4: Schematische Darstellung eines tribologischen Systems [96].

1.3.1 Reibung und Verschleiß

Reibung ist eines der wichtigsten physikalischen Phänomene und beschäftigt die Menschheit seit mehreren Jahrtausenden [97, 98]. Sie beschreibt eine Kraft, die der Relativbewegung berührender Körper entgegenwirkt und führt zur oftmals unerwünschten Dissipation von Energie. Ohne Reibung wäre das Fügen von Holzbrettern durch Nägel unmöglich, wir könnten nicht laufen oder würden im Sand versinken [99]. Bereits Leonardo da Vinci (1452–1519) stellte fest, dass die dynamische Reibungskraft F_R proportional zur aufgebrauchten Normalkraft F_N zunimmt. Nach Euler (1707–1783) wird die Reibungszahl μ definiert durch [100]:

$$\mu = F_R / F_N \quad (1.1)$$

Reibungsarten werden in Abhängigkeit von der Relativbewegung unterschieden, z. B. Haft-, Gleit- und Wälzreibung. Je nach Kontaktzustand unterscheidet man Festkörperreibung, bei der beide Reibpartner im direkten Kontakt miteinander stehen, Grenzreibung bei Trennung der Oberflächen durch einen (mono-) molekularen Film und Flüssigkeits- bzw. Gasreibung bei der die Festkörperoberflächen vollständig durch einen Zwischenstoff voneinander getrennt werden. Eine Kombination aus Festkörper- bzw. Grenzreibung und Gas- bzw. Flüssigkeitsreibung wird als Mischreibung bezeichnet. **Verschleiß** ist der durch Relativbewegung unter mechanischer Beanspruchung verursachte, ungewollte Materialabtrag eines festen Körpers in Kontakt mit einem anderen festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörper. Er äußert sich im Auftreten von kleinen, losen Teilchen auf den beanspruchten Oberflächen (Verschleißpartikel) und Stoff- sowie Formänderungen der Reibpartner [101]. Als Verschleißarten werden u. a. Gleit-, Roll-, Wälz-, Stoß-, Schwingungs-, Furchungs-, Spül-, Erosions- und Kavitationsverschleiß unterschieden [102]. Der durch die chemi-

schen und physikalischen Wechselwirkungsmechanismen verursachte Verschleiß lässt sich einem oder mehreren der vier Hauptverschleißmechanismen zuordnen [103]:

Adhäsion tritt auf, wenn sich infolge atomarer Wechselwirkung der Reibpartner in der Kontaktzone eine feste Haftverbindung an der Grenzfläche zwischen Grund- und Gegenkörper ausbildet (Kaltverschweißung). Dies passiert, wenn z. B. aufgrund hoher lokaler Pressung an einzelnen Rauheitshügeln sowohl der Ölfilm als auch die schützende Deckschicht der Reibpartner durchbrochen werden. Ist die Festigkeit der dabei entstehenden Grenzflächenverbindung hinreichend hoch, so erfolgt die Trennung im angrenzenden Volumen. Die dabei auftretenden Verschleißerscheinungsformen sind Materialübertrag, Löcher, Kuppen und Schuppenbildung. Aufgrund der niedrigen kovalenten und ionischen Bindungsanteile bei Metallen zeigen diese eine hohe Adhäsionsneigung, sobald die natürliche Oxidschicht zerstört wird („Fressen“) und neigen daher im Gegensatz zu Polymeren und Keramiken zu adhäsivem Verschleiß als Folge von Kaltverschweißungen [90, 91].

Abrasion bezeichnet das Eindringen von harten Reaktionsprodukten oder Rauheiten eines harten Körpers in einen weicheren Körper mit der Folge eines Materialabtrages. Die harten Reaktionsprodukte können z. B. bei metallischen Eigenpaarungen durch Adhäsion und anschließende Verfestigung oder Tribooxidation entstehen. Abrasion lässt sich unterteilen in Mikrospanen, Mikropflügen sowie Mikroermüden und Mikrobrechen. Mikropflügen führt nicht zwingend zu Verschleiß, da die Oberfläche des weicheren Körpers zunächst zwar lokal umgeformt wird, aber kein Materialabtrag z. B. in Form loser Teilchen erfolgt. Mikrobrechen tritt überwiegend bei harten und spröden Werkstoffen oberhalb einer kritischen Belastung auf. Bei keramischen Werkstoffen hängt der Verschleißwiderstand daher von der Härte, der Porosität, der Bruchzähigkeit sowie der Korngrenzenfestigkeit ab [104–106]. Der abrasive Verschleiß zeigt bei den Verschleißerscheinungsformen überwiegend Kratzer, Riefen, Mulden und Wellen.

Tribochemische Reaktionen führen zu chemischer oder chemiko-physikalischer Veränderung von Festkörpern aufgrund der Zuführung mechanischer Energie [107]. Aufgrund der hohen Kontakttemperaturen und Drücke zwischen Grenzflächen können chemische Reaktionen aktiviert werden, die unter normalen Umgebungsbedingungen nicht oder nur sehr langsam ablaufen [108]. Der dadurch bedingte Materialabtrag wird als **tribochemischer Verschleiß** bezeichnet. Als Verschleißerscheinungsform treten Reaktionsprodukte in Form von Schichten und Partikeln (Röllchen) auf.

Oberflächenermüdung ist eine Folge zyklischer mechanischer Beanspruchung von kontaktierenden Oberflächen. Die tribologische Wechselbeanspruchung führt zur Schädigung im Mikrobereich durch Ermüdung und kann zur Folge haben, dass sich Werkstoffpartikel aus der Oberfläche herauslösen. Die wiederholte mechanische Krafteinwirkung in der Grenzschicht führt zunächst zu Rissbildung, Rissausbreitung und letztlich zum Ausbrechen von Verschleißteilchen aus der Oberfläche. Das Verschleißbild ist von Zungen (Keile), Rissen (Delaminationen, Butterflies) und Grübchen (Pitting) gekennzeichnet.

1.3.2 Schmierung

Schmierung dient zur Verringerung von Reibung und Verschleiß durch Zuführen von flüssigen (und/oder festen) Schmierstoffen, welche z. B. metallische Oberflächen vor Oxidation schützen, die Reibung reduzieren, Reibungswärme abtransportieren und die Oberflächen voneinander trennen. Bei der Schmierung von Mikrosystemen mit flüssigen Medien können Kapillarkräfte die von außen anliegenden Kräfte erreichen oder übersteigen und das Reibungsverhalten maßgeblich beeinflussen.

Flüssige Schmiermedien können in Abhängigkeit von Schmier spaltgeometrie, Oberflächentopografie, Flächenpressung, Gleitgeschwindigkeit, Temperatur und Viskosität einen tragfähigen Schmierfilm aufbauen und die Oberflächen vollständig voneinander trennen. Man unterscheidet Grenzschmierung, bei der die Schmierfilmdicke gegen Null geht und die Last durch ggf. monomolekular mit Schmierstoff bedeckte Rauheitshügel getragen wird, Mischreibungszustände bei der ein Teil der Last durch das flüssige Schmiermedium getragen und hydrodynamische Schmierung, bei der der Druckaufbau im Schmiermedium ausreicht, um die Oberflächen vollständig voneinander getrennt zu halten und dementsprechend die gesamte Last durch das Schmiermedium übertragen wird. Für Lager wird die durch den Schmierungszustand bestimmte Reibungszahl in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit in Form einer Stribeckkurve dargestellt [109].

1.4 Tribologische Eigenschaften

Die Mikrotribologie umfasst zwei grundsätzlich verschiedene Bereiche mit teilweise unterschiedlichen Zielsetzungen [11]. Zum einen wird das tribologische Verhalten makroskopischer Systeme auf der Mikrometerskala charakterisiert, zum anderen befasst sich die Mikrotribologie mit der Untersuchung des tribologischen Verhaltens von mikromechanischen Systemen. Das Reibungs- und Verschleißverhalten auf der Makroskala ist die Folge kollektiver Wechselwirkung einer Vielzahl einzelner Mikrokontakte innerhalb der wahren Kontaktfläche. Tribologische Untersuchungen im Mikrokontakt [8, 110] oder werkstoffanalytische Methoden zur Charakterisierung von Gefügeveränderungen tribologisch beanspruchter Wirkflächen auf der Mikroskala können daher nähere Informationen über die zu Grunde liegenden Reibungs- und Verschleißmechanismen liefern.

In tribologisch beanspruchten Mikrosystemen sind nur wenige oder einzelne Mikrokontakte vorhanden, so dass sich eine Skalenabhängigkeit der Reibung einstellt [111–117]. Der überwiegende Anteil an tribologischen Untersuchungen im Hinblick auf bewegliche, mechanische Mikrosysteme stammt aus Untersuchungen an Bauteilen wie z. B. Lager, Aktoren und Motoren sowie Mikromaschinen [16, 21, 24, 118–125]. Mit Hilfe der Untersuchungen an realen Mikrosystemen lässt sich zwar sehr gut die Funktionsfähigkeit und Lebensdauer überprüfen, allerdings zeigen die Ergebnisse oft relativ große Streuungen aufgrund von Schwankungen der Bauteilgeometrie, des Oberflächenzustandes (z. B. Rauheit, Eigenspannungen), der Beanspruchungsbedingungen (z. B. Pressung, relative Luftfeuchte) oder der Materialeigenschaften (z. B. Härte, E-Modul, Korngröße), die nicht exakt erfasst

werden können. Bei Modelluntersuchungen können diese Parameter sehr genau eingestellt und kontrolliert werden. Für die Mikro- und Nanotribometrie werden daher auch Untersuchungen mittels der Reibungskraftmikroskopie (RKM) [9, 10, 20, 111, 119, 120, 126–132], Quarz-Mikro-Waage (QCMB) [115, 133–135] dem Oberflächen-Kraft-Apparat (SFA) [111, 136] und anderen Prüfanordnungen [127, 137] durchgeführt. Bei der am weitesten verbreiteten Reibungskraftmikroskopie wird meist eine Silizium-, Siliziumnitrid- oder Diamantspitze mit Normalkräften im nN-Bereich und Gleitgeschwindigkeiten zwischen einigen $\mu\text{m/s}$ bis etwa 10 mm/s [129] über die zu charakterisierende Oberfläche verfahren. Diese Untersuchungen sind sehr hilfreich, um zu einem vertieften Verständnis der energiedissipativen Prozesse auf der Mikro- und Nanoskala zu gelangen, jedoch ist aufgrund des sehr eingeschränkten Bereiches der einstellbaren Beanspruchungsparameter eine Übertragung auf reale mechanische Mikrosysteme oftmals nicht möglich.

Der steigende Bedarf an hochbelastbaren mechanischen Mikrosystemen hat zur Entwicklung von Mikrotribometern geführt, die Modelluntersuchungen im einsinnigen oder reversierenden Gleitkontakt mit Belastungen vom μN - bis mN -Bereich und Geschwindigkeiten bis zu einigen hundert mm/s ohne größere Einschränkungen der Versuchsmaterialien ermöglichen [138–140]. Mikrotribologische Modelluntersuchungen ermöglichen nicht nur das Anwendungspotenzial dieser Werkstoffe zu charakterisieren und geeignete Parameter für einen zuverlässigen Betrieb zu bestimmen, sondern können auch zum grundlegenden Verständnis tribologischer Wirkmechanismen beitragen [141, 142].

1.4.1 Kenntnisstand zum Werkstoffverhalten

Untersuchungen an Eigenpaarungen im Mikrokontakt haben gezeigt, dass Keramiken, Hartmetalle und metallische Legierungen im Vergleich zu Polymeren aufgrund der höheren Härte und Festigkeit verschleißbeständiger sind [143–149]. Im Gegensatz zu dem in der Mikrotechnik gebräuchlichem Silizium zeigen diese Werkstoffe im Mikrokontakt auch ein günstigeres Reibungsverhalten und bieten sich daher für die Anwendung in tribologisch hochbeanspruchten Mikrosystemen an. Obwohl das tribologische Verhalten im Mikrokontakt im Vergleich zur Makrowelt stärker von der Oberflächenchemie bestimmt wird, wird im Folgenden aufgrund der geringen Anzahl an Untersuchungen an diesen Werkstoffen für Anwendungen in der Mikrotechnik überwiegend auf das tribologische Verhalten auf der Makroebene eingegangen.

1.4.1.1 Tribologisches Verhalten von Keramik

Das Verschleißverhalten von Keramiken ist durch eine Verschleißtieflage mit volumetrischen Verschleißkoeffizienten kleiner $10^{-6}\text{ mm}^3/\text{Nm}$ [150] und einen Übergang [151, 152] in die Verschleißhochlage mit hohem Verschleiß [153] gekennzeichnet. Der Übergang ist systemabhängig und lässt sich in Abhängigkeit von dem Umgebungsmedium, der Flächenpressung p , der Gleitgeschwindigkeit v , der Bruchzähigkeit K_{IC} und Rissen in der Kontaktzone durch einen dimensionslosen Parameter beschreiben [150]. In der Ver-

schleißtieflage kommt es durch tribochemische Reaktionen zu Schichten auf den Oberflächen. Diese gehen oftmals mit einer niedrigen Reibungszahl und einer Einglättung der Oberfläche einher. Zusätzlich werden Kornfragmente, welche durch schubspannungskontrollierte, transkristalline Scherbrüche entstanden sind, in Kavitäten eingelagert und begünstigen ebenfalls eine glatte, kompakte Oberfläche mit geringer Rauheit. Abhängig von den Versuchsparametern wie Flächenpressung, Gleitgeschwindigkeit, Temperatur und Beanspruchungsdauer sowie der Mikrostruktur des Werkstoffs kann das Tribosystem durch den Übergang in die Verschleißhochlage versagen [152–155]. Ein bruchkontrollierter Materialabtrag, infolge von Kornausbrüchen und Delaminationsbrüchen, führt zu einer Aufrauung der Oberfläche und einer höheren Reibungszahl.

Zirkonoxid

Unter den ZrO_2 -Keramiken zeigt die tetragonal stabilisierte Modifikation (TZP) durch die Umwandlungsverstärkung die höchste Bruchzähigkeit. Der Einfluss von Belastungsbedingungen, Temperatur, Zwischenmedium [156, 157] und Mikrostruktur [158, 159] auf das makroskopische Reibungs- und Verschleißverhalten von TZP-Keramiken wurde bereits ausgiebig untersucht.

Reibungszahlen zwischen 0,10 und 0,90 bei volumetrischen Verschleißkoeffizienten zwischen $10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und $10^{-1} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ für ungeschmierte TZP-Eigenpaarungen zeigen eine starke Abhängigkeit des tribologischen Verhaltens von Flächenpressung und Gleitgeschwindigkeit. Untersuchungen [160] zeigten, dass 3Y-TZP-Keramik sich bereits bei niedrigen Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0,04 und 0,14 m/s und einer Normalkraft von 10 N ungeschmiert in der Verschleißhochlage befand. Das Verschleißverhalten wurde durch die Wechselwirkung im Kontakt bestimmt, z. B. durch die Höhe der mechanischen, thermischen oder zyklischen Beanspruchung und einer dadurch induzierten Phasenumwandlung. Die Gleitgeschwindigkeitsabhängigkeit des Übergangs in die Verschleißhochlage deutet auf einen starken Einfluss der Temperatur durch die geringe thermische Leitfähigkeit von Zirkonoxid hin [160].

In destilliertem Wasser zeigen TZP-Eigenpaarungen eine im Vergleich zu Versuchsläufen in Luft stärkere Zunahme von Reibung und Verschleiß bei Erhöhung von Gleitgeschwindigkeit und Flächenpressung [161, 162]. Als Ursache wurde zunächst eine thermisch induzierte t-m Phasenumwandlung und die dabei entstehenden Mikrorisse angenommen. Untersuchungen zeigten jedoch auch eine durch **hydrothermale Korrosion** reduzierte Stabilität der t-Phase [163, 164]. Darunter versteht man das Herauslösen des Y_2O_3 bei höherer Temperatur in feuchter Umgebung und die durch den reduzierten Stabilisatorgehalt induzierte Phasenumwandlung von tetragonal ins monokline im oberflächennahen Bereich. Die Schädigung durch hydrothermale Korrosion zeigt eine starke Abhängigkeit von der Korngröße und chemischen Zusammensetzung [164–168] und führt zu einem Verlust günstiger mechanischer Eigenschaften, z. B. der hohen Bruchzähigkeit. Im Vergleich zur tetragonalen Phase hat die monokline Phase eine eingeschränkte Möglichkeit zur plastischen Verformung [169–171] und eine niedrigere Verschleißbeständigkeit zur Folge

[172, 173]. TZP-Proben, die für 150 h bei 120 °C ausgelagert wurden, zeigten einen um den Faktor 5 erhöhten Verschleiß [174]. Durch Zulegieren geringer Mengen an Al₂O₃ kann die Beständigkeit gegen hydrothermale Korrosion deutlich verbessert werden [163, 164, 175]. In [157] wurde der Einfluss des pH-Werts wässriger Medien untersucht. Lediglich bei pH = 0,9 wurde eine Reduzierung der Reibungszahl und Verschleißbeträge festgestellt, was auf eine reduzierte Löslichkeit der Verschleißpartikel zurückgeführt wurde.

Ölgeschmierte Laststufenversuche an einkristallinem Zirkonoxid [156] zeigten ein bruchkontrolliertes, plötzliches Versagen monokliner Proben während tetragonale auch bei höherer Pressung lediglich plastische Verformung der Wirkflächen zeigten. Diese erfolgte bei niedrigen Belastungen zunächst durch mechanisch induziertes Umklappen einzelner Domänen (Ferroelastic Domain Switching, FDS) [170, 171], während bei höherer Belastung die thermisch oder mechanisch induzierte t-m Umwandlung zur Verformung beitrug und aufgrund der hohen Kontakttemperaturen auch Versetzungsbewegung vermutet wurde.

In [158] wurde der Einfluss mikrostruktureller Kenngrößen wie Korngröße und Porosität auf das Reibungs- und Verschleißverhalten von ZrO₂ im Gleitkontakt in Luft, dest. Wasser und einem niedrigviskosen Öl untersucht. Bei der niedrigsten Korngröße von 0,30 µm zeigte die Paarung die niedrigste Reibungszahl und den höchsten Verschleißwiderstand in Luft. In dest. Wasser und Öl wurde bei einer Korngröße von 0,85 µm die niedrigste Reibungszahl und der geringste Verschleiß ermittelt. Das günstige Verhalten der feinkörnigsten Qualität in Luft konnte auf die im Vergleich bessere Anhaftung der Deckschicht durch die reduzierte Neigung zur Mikrorissbildung aufgrund der hohen Stabilität der tetragonalen Phase zurückgeführt werden. Die Verschleißintensität zeigte eine Abhängigkeit von der mittleren Korngröße zwischen $d_{\text{Korn}}^{1/3}$ und $d_{\text{Korn}}^{1/2}$. In [176–178] wurde ebenfalls eine Zunahme des Verschleißes mit der mittleren Korngröße in Form einer Hall-Petch-Beziehung festgestellt, wobei in [176] ein Absinken der Reibungszahl mit steigender Korngröße und Bruchzähigkeit beobachtet wurde. Bei Proben mit einer Korngröße oberhalb 0,70 µm ergab sich eine lineare Zunahme des Verschleißes mit der Korngröße. Es konnte eine monokline Kristallstruktur auf den verschlissenen Oberflächen festgestellt werden [178]. Porosität begünstigt die Ausbreitung von Oberflächenrissen [158] und führte in [178] zu einer linearen Zunahme des Verschleißes mit zunehmender Porosität. Bereits geringe Anteile an kubischen Körnern wirken sich ebenfalls ungünstig auf das Verschleißverhalten aus [172, 176].

Im wassergeschmierten Wälzkontakt ($p = 3 \text{ GPa}$, $v = 0,8 \text{ m/s}$, $2 \cdot 10^6$ bzw. $2 \cdot 10^7$ Überrollungen, Schlupf 10%) zeigten 3Y-TZP-Eigenpaarungen einen Anstieg der Reibungszahl von 0,10 zu Versuchsbeginn auf 0,40, wobei die Versuche mit polierter bzw. gehonter Oberflächenqualität nach $3 \cdot 10^4$ bzw. $1 \cdot 10^4$ Überrollungen aufgrund der hohen Reibungszahl abgebrochen werden mussten. Die Nachuntersuchung zeigte eine ausgeprägte Pitting- und Rissbildung auf den beanspruchten Oberflächen und ergab volumetrische Verschleißkoeffizienten k_v zwischen $10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ [179]. Schmierung mit Paraffinöl führte zu einem leichten Absinken der Reibungszahl von 0,11 zu Versuchsbeginn auf

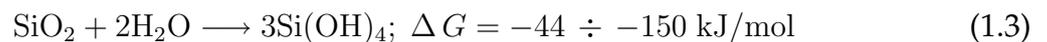
Werte zwischen 0,10 und 0,07. Der Verschleißkoeffizient bei den ölgeschmierten Versuchen mit geschliffener Oberfläche lag bei 10^{-9} mm³/Nm und zeigte einen leichten Anstieg auf 10^{-8} mm³/Nm bei gehonter Ausgangsoberfläche [179].

Siliziumnitrid

Das tribologische Verhalten von Si₃N₄-Paarungen im Gleit- und insbesondere im geschmierten Wälzkontakt ist aufgrund der weiten Verbreitung z. B. als Zerspanungswerkzeug oder in vollkeramischen oder hybriden Wälzlagern von großem Interesse und bereits ausgiebig untersucht worden [180]. Ungeschmierte Siliziumnitrid-Eigenpaarungen zeigen bei niedriger Belastung günstige Reibungszahlen und niedrigen, überwiegend durch tribochemische Reaktionen [108, 181] und Mikroabrasion bedingten Verschleiß. Dadurch glättet sich die Oberfläche ein und erscheint überwiegend poliert [150, 182]. Tribochemischer Verschleiß in Luft führt zur exothermen Umsetzung von Siliziumnitrid zu Siliziumdioxid [183]:



In feuchter Atmosphäre kann Siliziumdioxid durch Einbinden von Wasser Silikathydrate (SiO₂ · x H₂O) bilden [184–186], welche Reibung und Verschleiß reduzieren [187–189].



Bei höherer Beanspruchung zeigen Si₃N₄-Eigenpaarungen hohe Reibungszahlen typischerweise oberhalb 0,60 [187, 190–193], begleitet von einem hohen Verschleißkoeffizienten ($k_v \geq 10^{-5}$ mm³/Nm) [187, 190, 192, 194–196] durch abrasiven Verschleiß, wobei die Sprödigkeit der einzelnen Kristallite ein bruchkontrolliertes Versagen begünstigte [197]. Der bruchkontrollierte Verschleiß erfolgt zum einen durch Mikrobrechen in oberflächennahen Bereichen (bis ca. 1,0 µm) bei hohen lokalen Spannungen, z. B. an Rauheitsspitzen und durch überwiegend interkristalline Rissausbreitung in der Oberfläche. Die Rissausbreitung erfolgt entlang mikrostruktureller Schwachstellen bis etwa 3,0 µm tief in die Oberfläche hinein und konnte auf eine Oberflächenzerrüttung zurückgeführt werden [193]. Dies führt zu überwiegend rauer Oberflächentopografie, losen Verschleißpartikeln aus Si₃N₄ und einer lokalen Ausbildung von Deckschichten aus komprimierten Verschleißpartikeln [192, 198–200].

Im wassergeschmierten Gleitkontakt mit hinreichend hoher Gleitgeschwindigkeit bzw. niedriger Flächenpressung zeigen Siliziumnitrid-Eigenpaarungen ein ausgeprägtes Einlaufverhalten mit Reibungszahlen zwischen 0,30 und 0,70 zu Versuchsbeginn, wobei sich im Anschluss sehr niedrige Werte unterhalb 0,01 einstellten [201–203]. Die Einlaufphase verkürzt sich mit abnehmender Oberflächenrauheit, zunehmender Normalkraft bzw. Gleitgeschwindigkeit, wobei der Einfluss der Normalkraft gegenüber der Gleitgeschwindigkeit dominiert [202]. Während und nach der Einlaufphase bilden sich durch tribochemischen Verschleiß sehr glatte Oberflächen aus [108, 155, 204]. Wie auch in feuchter Luft setzt sich das durch Tribooxidation gebildete Siliziumoxid ganz oder teilweise mit Wasser zu Orthokieselsäure um (Gleichung 1.3), wobei die freiwerdende Enthalpie ΔG stark vom

strukturellen Aufbau der Siliziumoxidoberfläche und der Menge des gebundenen Wassers abhängt [189]. Die im Vergleich zu Wasser erhöhte Viskosität von Ortho- bis Polykieselsäuren können einen dickeren Schmierfilm ($h_0 \geq 70$ nm) [184, 205] begünstigen und so zur Aufrechterhaltung eines hydrodynamischen Schmierzustands zwischen den sich ausbildenden, sehr glatten Oberflächen ($R_a \leq 5$ nm) [204] beitragen [206–208]. Vereinzelt wird bei Stift/Scheibe-Versuchen auch im quasi-stationären Bereich über kurzzeitige Überhöhungen der Reibungszahl berichtet [202], wobei Schädigungen der beanspruchten Oberflächen durch plastische Deformation, Delaminationen und bruchkontrolliertes Versagen auf Grenzreibungszustände hinweisen. Unterhalb einer kritischen, belastungsabhängigen Gleitgeschwindigkeit, z. B. zwischen 30 mm/s ($F_N = 14$ N) [201] und 60 mm/s ($F_N = 22$ N) [203] kann kein hydrodynamischer Schmierzustand erreicht werden und es stellt sich Misch- bzw. Grenzreibung mit Reibungszahlen oberhalb 0,10 ein [209]. Rückschlüsse auf die geschwindigkeitsabhängige, kritische Flächenpressung bei diesen Kugel/Scheibe-Versuchen scheitern an fehlenden Angaben zur Geometrie bzw. zum Verschleißverhalten. In [196] befanden sich wassergeschmierte Siliziumnitridpaarungen bei einer Flächenpressung bis etwa 400 MPa im Geschwindigkeitsbereich zwischen 1 und 10 mm/s in der Verschleißtieflage. Bei Geschwindigkeiten von 100 mm/s erfolgte der Übergang in die Verschleißhochlage bei einer Flächenpressung von etwa 550 MPa während der Übergang bei einer Gleitgeschwindigkeit von 1000 mm/s erst bei einer Flächenpressung von 900 MPa erfolgte. Bei niedriger Gleitgeschwindigkeit und der entsprechend hohen Reibungszahl zeigt sich ein Stick-Slip Verhalten [202], welches auch von der Dynamik des Tribosystems [210], z. B. der Nachgiebigkeit und dem Geschwindigkeits-Zeit-Profil [202] abhängig ist.

Ungeschmierte Siliziumnitrid-Eigenpaarungen zeigten unter Rollbeanspruchung in Abhängigkeit von der Flächenpressung eine Einglättung der Oberfläche bei einer Reibungszahl um 0,30 und niedrigem Verschleiß ($k_v \leq 10^{-6}$ mm³/Nm), wobei ein im Lichtmikroskop transparent erscheinender Tribofilm aus SiO₂ nachgewiesen wurde [150]. Höhere Flächenpressung führte zu Rissbildung und -ausbreitung und einem Übergang in die Verschleißhochlage ($k_v \geq 10^{-5}$ mm³/Nm) mit Reibungszahlen oberhalb 0,30, wobei sich plattenförmige Verschleißpartikel aus Si₃N₄ bilden und sich eine raue Oberfläche einstellt [150, 211, 212]. Bei definiert eingestelltem Schlupf erfolgt der Übergang bereits bei niedrigerer Flächenpressung, wobei der Übergang bei einer Schubspannung um 100 MPa erfolgt und sich im untersuchten Schlupfbereich zwischen 0% und 30% eine umgekehrt proportionale Abhängigkeit vom eingestellten Schlupf ergibt [150].

Wasserschmierung führt bei Siliziumnitridwälzpaarungen wie auch im Gleitkontakt zu einem Einlaufverhalten mit abnehmender Reibungszahl, begleitet von einer Einglättung der beanspruchten Oberflächen [179, 210].

Im ölgeschmierten Wälzkontakt zeigen Siliziumnitridpaarungen bei geläppter Oberfläche zu Versuchsbeginn hohen Einlaufverschleiß und anschließend ein stationäres Verschleißverhalten [213], während bei polierten Oberflächen erst nach einer Inkubationszeit Verschleiß auftrat [211, 213]. Bei höheren Zyklenzahlen zeigen Siliziumnitridpaarungen

Anzeichen einer Oberflächenzerrüttung in Form von konischen Rissen senkrecht zur Wälzrichtung und Ausbrüchen [180, 212, 214–219].

1.4.1.2 Tribologisches Verhalten von Hartmetall und Stahl

Hartmetall

Hartmetalle werden aufgrund der günstigen tribologischen Eigenschaften unter anderem als Zerspanungs- oder Umformwerkzeuge, Werkzeuge für das Spritzgießen oder als Gleitringdichtungen verwendet. Bei abrasiver Beanspruchung zeigten Hartmetalle mit steigendem Volumenanteil an Co-Bindephase zunehmenden Verschleiß [220]. Unter hoher Beanspruchung (hohe Flächenpressung und härterer Gegenkörper) erfolgte der Materialabtrag durch eine tiefe Furchung und überwiegend spröde WC/WC und WC/Co Grenzflächenbrüche. Die Verschleißrate durch Ausbrechungen stieg mit dem Durchmesser der WC-Kristallite. War der Gegenkörper annähernd gleich hart wie das Gesamtgefüge, so war der Materialabtrag durch Furchung geringer ausgeprägt und es kam stattdessen zunächst zu einer starken plastischen Verformung und anschließend zu einem Ausbrechen entlang der WC/WC und WC/Co Grenzflächen. Weichere Gegenkörper führten zu einem Abtragen der Co-Bindephase und plastischer Verformung, wobei anschließend ebenfalls Grenzflächenbrüche auftraten. Die Abnahme der Verschleißrate mit zunehmender Kristallitgröße des WC wurde auf die höhere Bruchzähigkeit zurückgeführt [220]. Für den ungeschmierten Gleitkontakt ergaben sich in Tribometerversuchen an unterschiedlichen Geometrien der Probekörper Reibungszahlen zwischen 0,30 und 1,10 [221–224]. Bei ungeschmierten Eigenpaarungen wurde ein Absinken der Reibungszahl mit zunehmender Normalkraft oder Gleitgeschwindigkeit festgestellt. Ein höherer Rauheitskennwert R_a wirkte sich ebenfalls reibungsmindernd aus [221, 222, 224]. Dies wurde auf hohe Kontakttemperaturen und die mit zunehmender Temperatur abnehmende Härte zurückgeführt [225, 226]. Die Oberflächen zeigten bei niedriger tribologischer Beanspruchung eine Bedeckung mit dicken Tribofilmen, bestehend aus ca. 100 nm großen WC Kristalliten und metallischer Bindephase. In Abhängigkeit von der kristallographischen Orientierung der WC-Kristallite zur äußeren Belastung variierte die Härte um den Faktor 2 [227], so dass unter Gleitbeanspruchung Kornfragmente der WC-Kristallite abscheren können. Über die Anreicherung der Oberfläche mit der metallischen Bindephase in Kombination mit dicken Tribofilmen wurde auch in anderen Untersuchungen [139, 222] berichtet und auf die Extrusion der Bindephase durch die Druckspannungen im Gleitkontakt zurückgeführt. Die metallische Bindephase zwischen benachbarten Körner wurde aus dem Gefüge herausgequetscht und auf der Oberfläche verschmiert [228]. Dadurch reduzierte sich die Belastung. Insbesondere bei Ultrafeinkorn- und nanokristallinen Hartmetallqualitäten führt die Extrusion der Bindephase zu einer erhöhten Zähigkeit der tribologisch beanspruchten Oberflächen [139, 222]. Bei höherer Beanspruchung waren die Filme deutlich dünner und aus ca. 10 nm großen Verschleißpartikeln mit der chemischen Zusammensetzung WO_3 und $CoWO_4$ aufgebaut [222]. Der bei hoher Beanspruchung überwiegend oxidische Aufbau der Deckschicht wurde auf hohe Kontakttemperaturen und einsetzende Oxidation

zurückgeführt [225, 226]. Sowohl die bei erhöhter Kontakttemperatur abnehmende Festigkeit der Oxidschicht [221, 222] als auch die im Vergleich zur WC-Oberfläche verbesserten Schmierungseigenschaften der oxidierten Oberfläche [221, 229, 230] begünstigten eine abnehmende Reibungszahl bei zunehmender Beanspruchung.

Im Mikrokontakt führte ein hoher Cobaltgehalt zu plastischer Verformung der Cobaltbindephase. Dadurch reduzierte sich die Stützwirkung der Matrix. Einzelne WC-Körner konnten abgleiten und es bildeten sich transkristalline Risse als Vorstufe zu bruchkontrolliertem Versagen [139, 231]. Dementsprechend stieg der Verschleiß in makroskopischen Modelluntersuchungen mit dem Cobaltgehalt, der Korngröße der WC-Kristallite, der Normalkraft und Gleitgeschwindigkeit an [223, 232–237]. Im Gegensatz dazu führte ein niedriger Anteil an Co-Bindephase im Mikrokontakt zum Herauslösen der Hartstoffpartikel und begünstigte abrasiven Verschleiß [139, 231].

Modelluntersuchungen an WC-Co-Beschichtungen auf Stahl zeigten unter reiner Rollbeanspruchung ein im Vergleich zu Al_2O_3 -Schichten verbessertes Anhaften der Schicht [238]. Das Versagen erfolgte bei der Keramik- und den Hartmetallbeschichtungen durch Delamination entlang der Grenzfläche Schicht-Substrat. Bei den Hartmetallbeschichtungen wurden unabhängig vom Auftragsverfahren zunächst Risse in der Schicht festgestellt, welche sich in Richtung Substrat ausbreiteten und anschließend zur Delamination führten [239–241]. Sofern die Hartmetallbeschichtungen nicht durch Delamination versagten, zeigten sie kleine Grübchen, welche auf Mikroschlupf in der Kontaktstelle zurückgeführt wurden [242].

Stahl 17-4PH

In [26] wurden mikrotribologische Untersuchungen in Eigenpaarung an über Pulverspritzguss hergestellten Probekörpern aus Stahl 17-4PH und einem austenitischen, rostfreien Stahl 316L mit Sinterhaut („as sintered“) sowie polierter Oberflächenqualität im ungeschmierten Gleitkontakt durchgeführt ($p = 1 \text{ MPa}$, $v = 1 \text{ m/s}$). Als Referenzen wurden kommerzielle Qualitäten dieser beiden Stahlsorten und zusätzlich der Wälzlagerstahl 100Cr6 mit polierter Oberfläche verwendet. Die tendenziell geringsten Werte der Reibungszahl mit Werten zwischen 0,54 und 0,57 wurden für den Stahl 17-4PH ermittelt. Alle anderen Paarungen zeigten geringfügig höhere Werte zwischen 0,53 und 0,68. Gleichzeitig lag der volumetrische Verschleißkoeffizient k_v mit Werten zwischen $3 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und $6,4 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ für die 17-4PH-Paarung um den Faktor 6–18 niedriger als bei der 316L-Paarung und trotz geringerer Mikrohärtigkeit auf einem vergleichbaren Niveau mit der vergüteten 100Cr6-Paarung. Bei der 316L-Paarung führte ein Ablösen der teilweise oxidierten Deckschicht zu hohen Verschleißbeträgen. Die Deckschicht der 17-4PH-Paarung blieb dagegen anhaften und wurde plastisch verformt. Zusätzlich wirkten sich Verschleißpartikel in Form von eingebetteten Carbiden und martensitischen Fragmenten günstig auf das Verschleißverhalten aus. Im Rahmen der Untersuchungen konnte kein nennenswerter Einfluss der fertigungsbedingten Oberflächenqualität auf das Reibungs- und Verschleißverhalten festgestellt werden. Der tendenziell geringere Verschleißwiderstand

der pulverspritzgegossenen Proben wurde auf den Einfluss der Mikrostruktur, u. a. die größere Korngröße, und Oxidationsvorgänge während der tribologischen Beanspruchung zurückgeführt. Weiterhin lagen die Versuchsläufe bei der 17-4PH und 100Cr6 Paarung tendenziell in der Verschleißtieflage. Bei der 316L Paarung erfolgte ein Übergang in die Verschleißtieflage dagegen erst nach einem Gleitweg zwischen 5 km und 30 km. In der Verschleißtieflage war die Oberfläche der 17-4PH-Paarung aufgrund von Adhäsion und vereinzelter Delamination mit Verschleißpartikeln austenitischer (γ -Fe) und ferritischer (α -Fe) Zusammensetzung belegt [26]. In der Hochlage konnten die Verschleißpartikel durch röntgenographische Untersuchungen als Ferrit und Hämatit (Fe_2O_3) identifiziert werden.

1.5 Systemanalyse

Anwendungsrelevante Belastungs- und Umgebungsbedingungen wurden durch eine Systemanalyse für den Demonstrator (Bild 1.5) des DFG-Sonderforschungsbereichs 499 der Universität Karlsruhe (TH), Mikroturbine mit angeflanschem Planetengetriebe, ermittelt [145, 243]. Dabei wurde das tatsächlich auf das Mikrogetriebe wirkende mechanische

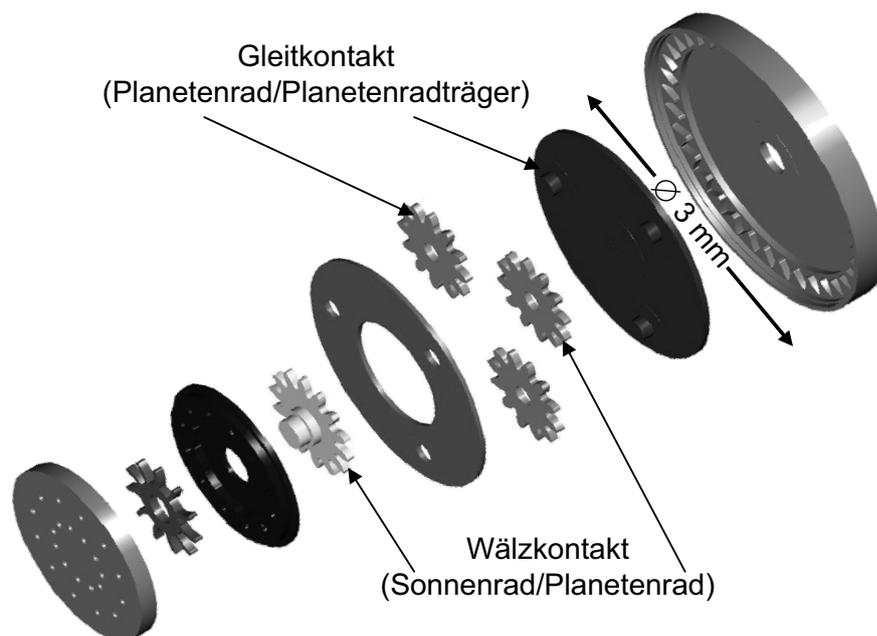


Bild 1.5: Höchstbelastete Gleit- und Wälzkontakte innerhalb des Demonstratorsystems des Sonderforschungsbereichs 499 „Mikroturbine mit angeflanschem Planetengetriebe“.

Belastungskollektiv und die mechanischen Eigenschaften der potentiell geeigneten Werkstoffpaarungen zur Bestimmung der Belastungsparameter für die Modelluntersuchungen herangezogen. Die Eingangsdrehzahl betrug $n = 50000 \text{ min}^{-1}$, das Eingangsmoment

1,56 mNm, so dass sich bei einem angenommenen Wirkungsgrad von 0,8 und einem Übersetzungsverhältnis von 3,46 ein Ausgangsmoment von 1,25 mNm ergab. Die höchsten

Beanspruchung	Flächenpressung p	Geschwindigkeit v	Schlupf S
Gleiten	1580 MPa	400 mm/s	–
Wälzen	378 MPa	870 mm/s	1-10%

Tabelle 1.2: Belastungsbedingungen im Demonstrator Mikrogetriebe.

Belastungen wurden im Gleitkontakt zwischen Planetenrad und Planetenradträger bzw. im Wälzkontakt zwischen Sonnenrad und Planetenrad ermittelt und sind in Tabelle 1.2 dargestellt. Die Flächenpressung im Demonstrator wurde in Form einer Hertzschen Flächenpressung in den Modelluntersuchungen dargestellt, wobei der E-Modul und die Poissonzahl von Zirkonoxid zur Berechnung herangezogen wurden.

1.6 Inhalt und Zielsetzung

Das Rahmen dieser Arbeit wurde das Reibungs- und Verschleißverhaltens von pulvertechnologisch herstellbaren Werkstoffen wie Metallen und Keramiken für die Anwendung in tribologisch hochbeanspruchten Mikrosystemen untersucht. Anwendungsbezogene Belastungsparameter wurden durch eine Systemanalyse eines Mikroplanetengetriebes bestimmt. Das Arbeitsprogramm ist in Bild 1.6 zusammenfassend dargestellt. Zielsetzung war, geeignete Werkstoffe und günstige Betriebsparameter - wie Belastungs- und Umgebungsbedingungen - in Abhängigkeit vom Gefüge- und Oberflächenzustand zu identifizieren und darüber hinaus reibungs- und verschleißmindernde Maßnahmen wie gezielte Einlaufprozeduren nutzbar zu machen. Die dabei ermittelten Kennwerte können für die Auslegung und das Design von Mikropaarungen verwendet werden. Mit Hilfe von Labortribometern waren systematische Untersuchungen unter Gleit- und Wälzbeanspruchung sowie beim Übergang vom Haften zum Gleiten im ungeschmierten Kontakt sowie bei Schmierung mit flüssigen Medien an Modellprüfkörpern durchzuführen. Dabei waren sowohl der Einfluss der Materialpaarung, der Normalkraft und im Wälzkontakt der Einfluss des Schlupfs zu untersuchen. Die ungeschmierten Versuche wurden in einer Klimakammer bei einer Luftfeuchtigkeit von 50% durchgeführt. Die flüssigen Zwischenmedien waren destilliertes Wasser und ein niedrigviskoses Spindelöl FVA Nr. 1.

Durch licht- und elektronenmikroskopische Aufnahmen, EDX-Untersuchungen zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche sowie taktile und profilometrische Untersuchungen der beanspruchten Oberflächen sollte darüber hinaus ein vertieftes Verständnis der Einflüsse von Mikrostruktur, Oberflächen- und Randschichtzustand erreicht werden. Dadurch wird die Bereitstellung von funktionssicheren Mikrokomponenten und -systemen mit reproduzierbarem Eigenschaftsprofil ermöglicht. Die wissenschaftliche Aufklärung der Einflussfaktoren auf das Reibungs- und Verschleißver-

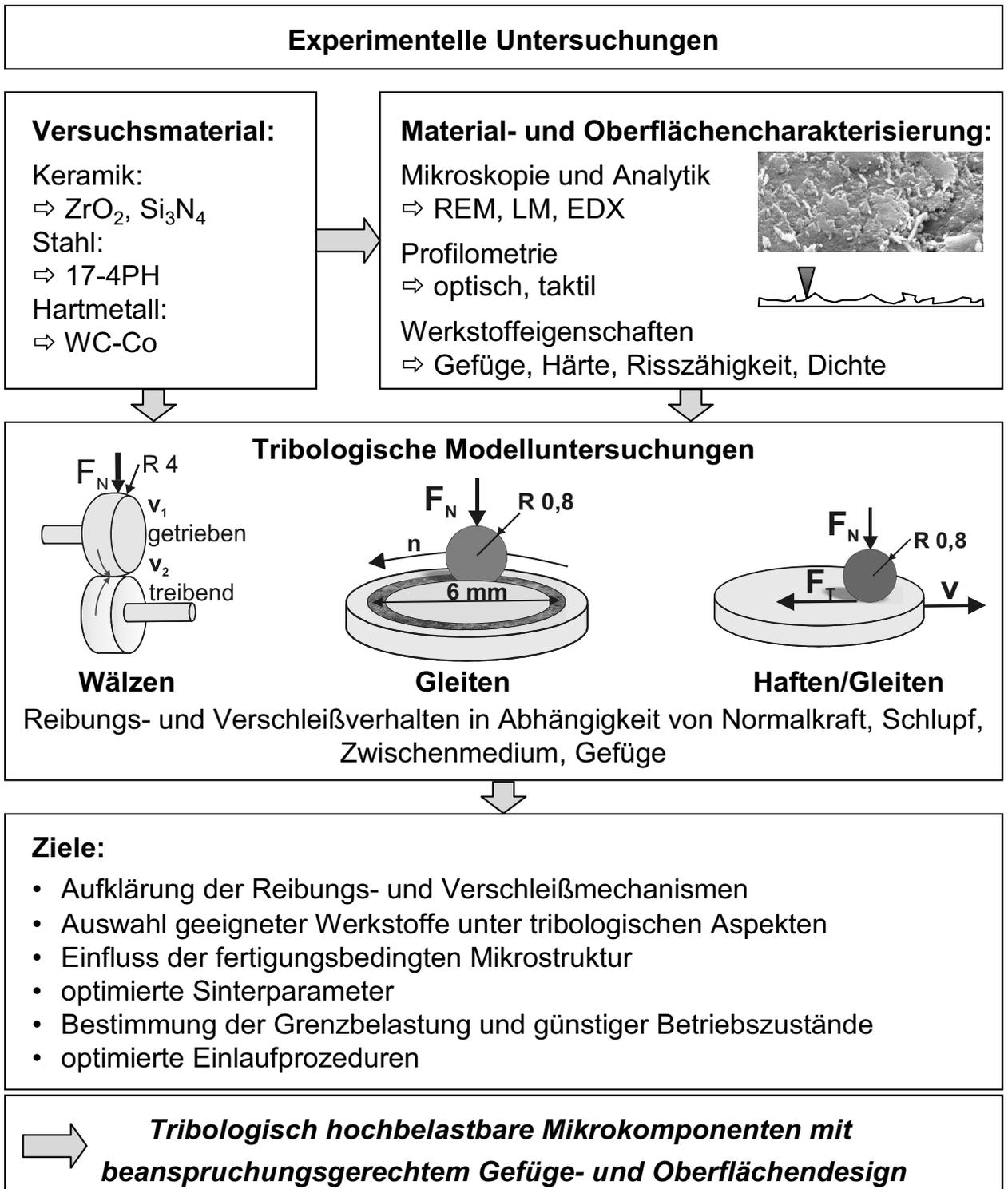


Bild 1.6: Schematische Darstellung der Ziele und des Inhalts der Arbeit.

halten in Form von werkstoffspezifischen Friction bzw. Wear Mechanism Maps sollte es ermöglichen, die Grundlage für ein geeignetes Dimensionierungskonzept für hochbeanspruchte Mikrokomponenten und damit einen funktionssicheren Betrieb und lange Lebensdauer zu legen. Die erfolgreiche Lösung dieser Fragestellungen ist für die Realisierung von tribologisch hoch belastbaren, funktionssicheren mechanischen Mikrosystemen aus metallischen und keramischen Materialien unumgänglich.

2 Versuchsmaterial und experimentelle Methoden

2.1 Versuchsmaterialien und Probekörper

Es wurden zwei monolithische Ingenieurkeramiken, das teilstabilisierte 3Y-TZP Zirkonoxid ZN101B (Fa. Ceramtec) und eine Si_3N_4 -Qualität SL200BG (Fa. Ceramtec) sowie eine Ultrafeinkorn-Hartmetallqualität WC-CO (TSF44, Fa. Ceratizit) eingesetzt. Als Referenz wurde der Stahl 17-4PH (X5CrNiCuNb 17-4, Fa. Remystahl) im lösungsgeglühten (4 h bei 1350 °C) und ausgelagerten (0,5 h bei 560 °C) Zustand verwendet.

Werkstoffkennwert	Keramikkugel		Hartmetallkugel	Stahlstift
	ZrO ₂	Si ₃ N ₄	WC-6Co	17-4PH
Dichte, g/cm ³	6,05	3,2	15,0	7,8
Druckfestigkeit, MPa	2000	3000	6200	—
Biegefestigkeit, MPa	1000	750	2600	—
E-Modul, GPa	196	320	630	200
Härte, HV	1200	1550	1680*	450
Bruchzähigkeit K_{IC} , MPa $\sqrt{\text{m}}$	6–10	6	12	—
Lin. Ausdehnungskoeffizient, 10 ⁻⁶ /K	10	3,2	4,9	10,9–11,6
Wärmeleitfähigkeit, W/m K	2,5	40	100	—

Tabelle 2.1: Eigenschaftskennwerte der als Gegenkörper in den tribologischen Modelluntersuchungen verwendeten Kugeln und Stifte nach Herstellerangaben [244–246]. (* HRC, umgerechnet aus Rockwellhärtewerten nach EN ISO 18265)

Bei den keramischen Kugeln handelte es sich um 3Y-TZP- bzw. Si_3N_4 -Kugeln der Fa. SWIP, während die Hartmetallkugeln von der Fa. Spheric bezogen wurden. Für den Stahl wurden Stifte aus Stangenmaterial herausgearbeitet und an einem Ende mit einem Radius von 0,80 mm versehen. Die im Folgenden verwendeten Abkürzungen und die wichtigsten Werkstoffkennwerte nach Literatur- bzw. Herstellerangaben [244–248] sind in Tabelle 2.1 für die Kugeln bzw. Stifte und in Tabelle 2.2 für die Scheiben dargestellt. In einer weiteren Versuchsreihe wurden urgeformte Mikroproben aus 3Y-TZP, die in einem Rapid-Prototyping-Verfahren (RP-Verfahren) in der Abteilung KER des Institut für Materialforschung III am Forschungszentrums Karlsruhe hergestellt wurden, hinsichtlich des Reibungs- und Verschleißverhaltens im einsinnigen Gleitkontakt charakterisiert.

Werkstoff	Keramik		Hartmetall	Stahl
	ZrO ₂	Si ₃ N ₄	WC-12Co	17-4PH
Abkürzung	ZN101B	SL200BG	TSF44	1.4542
Herstellerbezeichnung				
Dichte, g/cm ³	6,04	3,21	14,1	7,8
Druckfestigkeit, MPa	2200	3000	—	—
Biegefestigkeit, MPa	950	750	4600	—
E-Modul, GPa	210	305	549	196
Härte, HV0,5	1250	1650	1750*	—
Bruchzähigkeit K _{IC} , MPa√m	10,5	7	7,5	—
Lin. Ausdehnungskoeffizient, 10 ⁻⁶ /K	11,4	4,3	—	10,9–11,6
Wärmeleitfähigkeit, W/m K	2,5	21	—	—

Tabelle 2.2: Eigenschaftskennwerte der in den Haft-, Gleit- und Wälzreibungsuntersuchungen verwendeten Scheiben nach Herstellerangaben [244, 247, 248]. (* HV10)

2.1.1 Herstellung und Geometrie der Versuchskörper

Die Versuchskörper für die Modelluntersuchungen zum Anfahrverhalten und für den einseitigen Gleitkontakt waren Kugeln (Ø 1,6 mm) bzw. Stifte (Bild 2.1a), welche gegen Scheiben (Bild 2.1b) gepaart wurden. Im Wälzkontakt wurden scheibenförmige Versuchskörper mit balliger Mantelfläche (Ø 8 mm, R4) und Scheiben mit ebener Mantelfläche (Ø 8 mm) verwendet.

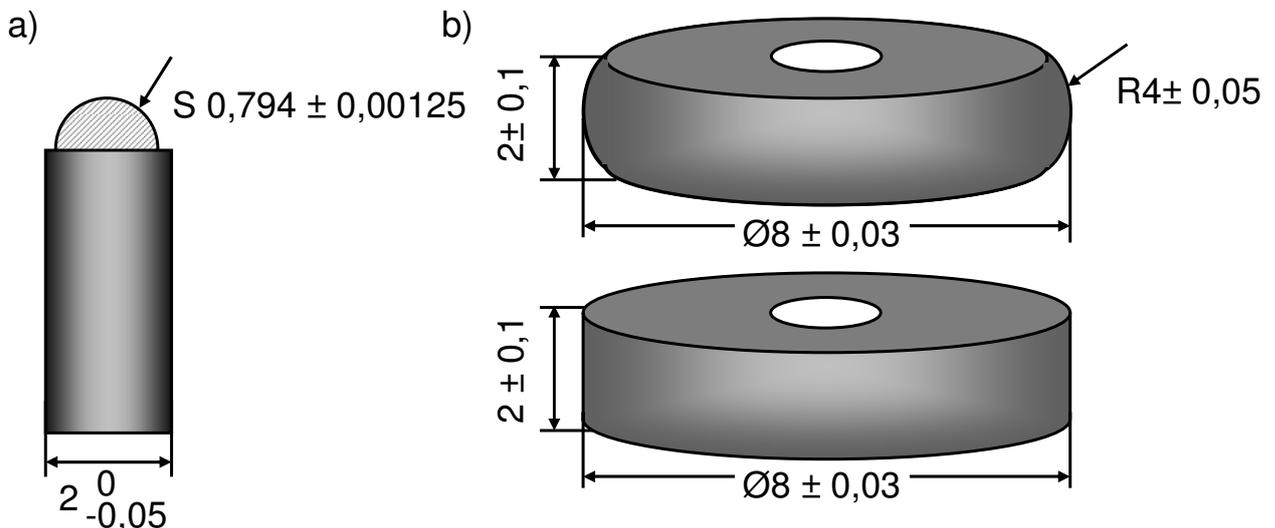


Bild 2.1: (a) Kugel- bzw. stiftförmige und (b) scheibenförmige Probekörper für die tribologischen Modelluntersuchungen.

Die Keramik- und Hartmetallkugeln für die tribologischen Untersuchungen wurden

im polierten Anlieferungszustand in einen Stahlhalter (\varnothing 2,00 mm) mit einem warm-aushärtenden 2K-EP Klebstoff (UHU plus endfest 300, Fa. UHU) bei etwa 80 °C eingeklebt und anschließend für 30 min bei 170 °C ausgehärtet. Für den Stahl 17-4PH wurden Stifte aus bereits lösungsgeglühten und ausgelagerten Stangenmaterial herausgearbeitet. Die Bearbeitung erfolgte spanend unter Kühlung mit Isopropanol wobei ein Ende mittels einer Diamantfeile auf einen Radius von 0,8 mm gefeilt wurde. Nach dem anschließenden Nassschleifen mit SiC-Papier erfolgte die Politur der Oberfläche auf einem feuchten Filztuch mit Diamantpaste bis zur Körnung 1 μ m. Der Radius wurde sowohl während des Formfeilens mittels Radiuslehre als auch nach dem Feinschleifen bzw. Polieren mittels Weißlichtprofilometrie überprüft. Für die Haft- und Gleitreibungsuntersuchungen bei den Keramiken und den Hartmetallen wurden Kugeln mit Durchmesser 1,588 mm auf einen Halter aufgeklebt (Bild 2.1a) und im polierten Anlieferungszustand eingesetzt. Die keramografisch polierten scheibenförmigen Prüfkörper wurden mit einem Klebstoff (Duosan, Fa. UHU) auf einen planparallel geschliffenen Stahlhalter aufgeklebt und über 24 h kaltausgehärtet (Bild 2.1b).

2.1.2 Rapid-Prototyping Probekörper

Um den Einfluss des Spritzgießens auf die Mikrostruktur und den Randschichtzustand tribologisch zu charakterisieren, wurden über Rapid-Prototyping (RP) Stifte und Scheiben aus Zirkonoxid urgeformt. Die Herstellung erfolgte durch Niederdruckspritzgießen (LPIM) in der Abteilung KER des IMF III am Forschungszentrum Karlsruhe, wobei die Sinterbedingungen variiert wurden.

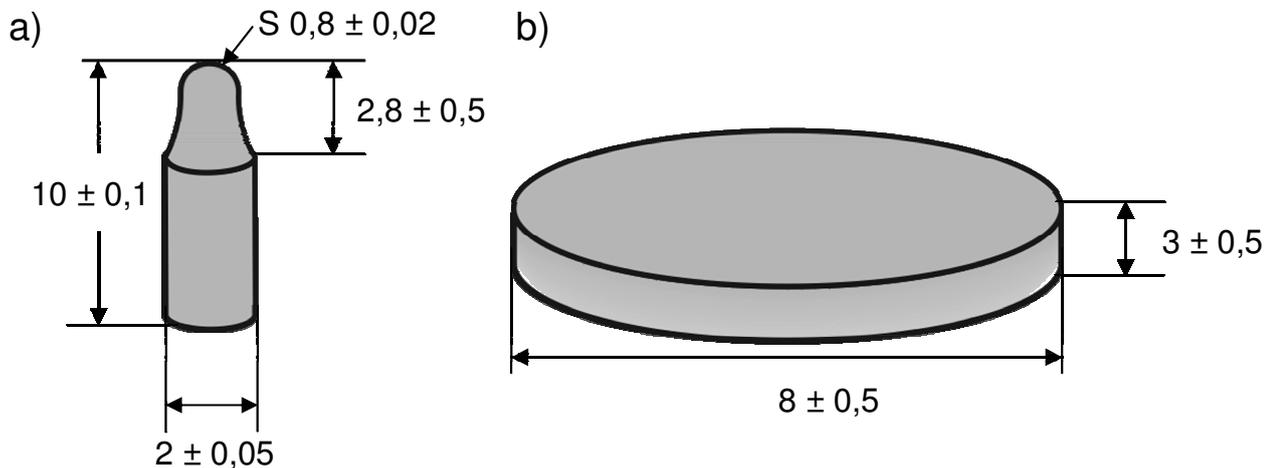


Bild 2.2: (a) Stiffförmige und (b) scheibenförmige Probekörper, welche aus Modellen durch Rapid-Prototyping urgeformt wurden.

Zunächst wurden Stahlmodelle der Stifte mit polierter halbkugelförmiger Kontaktstelle ($R_a = 0,009 \mu\text{m}$) und mit einer Schleifscheibe EK200 feingeschliffene Scheiben ($R_a = 0,091 \mu\text{m}$) hergestellt. Im Rahmen von Vorversuchen zeigte sich die in Bild 2.2

dargestellte Probengeometrie des Stifts als günstig für eine vollständige Formfüllung und es wurde ein Aufmaß von 22% zur Kompensation des Sinterschwunds ermittelt. Die Modelle wurden zunächst in Silikon abgeformt. Nach dem Aushärten des Silikons wurden die Stahlmodelle aus der Silikonform entfernt und diese zur Konditionierung mehrmals mit der späteren Formmasse gefüllt. Die Formmasse hatte einen Pulverfüllgrad von 50%, wobei als Pulver ein hochreines 3Y-TZP-Zirkonoxidgranulat (TZ-3Y-E, Fa. Tosoh, Japan) mit einer spezifischen Oberfläche von $7 \text{ m}^2/\text{g}$ eingesetzt wurde. Das wachsbasierte Bindersystem enthielt Dispergatoren (Hypermer KD4, Fa. Uniquema, England) zur Verbesserung der Benetzung des Granulats und mikrokristallines Paraffinwachs (Terhel 6403, Fa. Schümann Sasol). Zur Vermeidung von Luftblasen erfolgte das Homogenisieren und anschließende Zentrifugieren der Formmasse im Vakuum bei einer Temperatur von $95 \text{ }^\circ\text{C}$. Die Silikonform wurde durch Niederdruckspritzgießen bei einer Formmasstemperatur von $100 \text{ }^\circ\text{C}$ unter einem Druck von $0,3\text{--}0,5 \text{ MPa}$ befüllt. Um Luftblasen in den Grünlingen zu vermeiden, wurde die mit Formmassen gefüllte Silikonform sofort nach der Abformung nochmals bei einer Drehzahl von 2000 U/min für 5 min zentrifugiert, so dass gegebenenfalls eingeschlossene Luft durch geeignet angebrachte Entlüftungslöcher entweichen konnte. Das Entbindern und Vorverdichten der entformten Grünlinge erfolgte in einem Ofen (High Therm VMK 1800, Fa. Linn) durch einen dreistufigen Prozess. Die Proben wurden mit $1 \text{ }^\circ\text{C/min}$ auf $150 \text{ }^\circ\text{C}$, anschließend mit $0,25 \text{ }^\circ\text{C/min}$ auf $240 \text{ }^\circ\text{C}$ und in einem letzten Schritt mit einer Aufheizrate von $0,5 \text{ }^\circ\text{C/min}$ auf die Zieltemperatur von $500 \text{ }^\circ\text{C}$ gebracht. Die Braunlinge wurden anschließend wieder auf Raumtemperatur abgekühlt und gesintert. Bei den in Tabelle 2.3 genannten Sinterbedingungen stellte

Chargenbezeichnung	Aufheizrate	Sintertemperatur	Sinterdauer
	K / min	$^\circ\text{C}$	h
Z1300/5h	2	1300	5
Z1300/10h	2	1300	10
Z1450/1h	2	1450	1
Z1500/1h	2	1500	1

Tabelle 2.3: Chargenbezeichnung und Sinterbedingungen für die urgeformten RP-Zirkonoxidproben.

sich bei Variation von Sintertemperatur und -dauer ein feinkörniges Gefüge mit guten mechanischen Eigenschaften ein.

2.2 Probencharakterisierung

2.2.1 Materialographische Präparation

Zur Charakterisierung der Mikrostruktur der Versuchsmaterialien wurden die Scheiben quer zu den später im Versuch beanspruchten Oberflächen mit einer Diamantscheibe getrennt. Für Längs- bzw. Querschleife wurden die Kugeln, Stifte und Scheibenabschnitte zunächst in 2K-EP Harz eingebettet und ausgehärtet. Zwischen den einzelnen Präparationsschritten beim Schleifen und Polieren wurden die Proben jeweils für 10 min mit destilliertem Wasser und anschließend mit Isopropanol im Ultraschallbad sorgfältig gereinigt. Die erzielte Oberflächenqualität wurde zwischen den einzelnen Bearbeitungsschritten mit einem Lichtmikroskop (MeF3, Fa. Reichert-Jung) kontrolliert.

Präparation der ZrO_2 - und Si_3N_4 -Keramik

Die eingebetteten Keramikproben wurden mit SiC-Papier der Körnung 220 auf einer Poliermaschine unter Wasserschmierung (2 min, Polierkopfdrehzahl 150 min^{-1} , Scheibendrehzahl 300 min^{-1} , Einzelandruck mit 3 bar Druck) plan geschliffen. Anschließend wurden die Proben jeweils zwei Minuten mit Diamantschleifscheiben der Körnung 600 und 1200 feingeschliffen. Die Politur der Keramikproben erfolgte halbautomatisch auf einer Poliermaschine mit Diamantsuspensionen MD-Largo (Fa. Struers S/A), DiaPro AllegroLargo (jeweils 15 min, Drehzahl 150 min^{-1} , Zentralandruck 80 N) und abschließend mit DiaProDUR ($9 \mu\text{m}$) für 2 min. Anschließend wurden die Proben in Dichlormethan eingebettet. Das Gefüge der polierten Zirkonoxidproben wurde durch thermisches Ätzen mit einer Glühdauer von 0,5 h bei $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ im Falle der kommerziellen Qualität bzw. $100 \text{ }^\circ\text{C}$ unterhalb der jeweiligen Sintertemperatur (Tabelle 2.3) im Falle der urgeformten Probekörper sichtbar gemacht. Die Gefügepräparation der Si_3N_4 -Keramiken erfolgte durch Plasmaätzen für 2 min bei einer Mikrowellenleistung von 200 W.

Präparation des WC-Co-Hartmetalls

Bei der Präparation des Hartmetalls WC-Co erfolgte zunächst ein Planschleifen mit SiC-Schleifscheiben der Körnung 220 unter Wasserschmierung (Polierkopfdrehzahl 300 min^{-1} , Scheibendrehzahl 300 min^{-1} , Einzelandruck mit 3 bar Druck) auf einer Poliermaschine. Anschließend wurden die Proben mit einer Diamantschleifscheibe der Körnung 1200 für 3 min fein geschliffen. Die Politur der Proben erfolgte unter Schmierung mit Lubricant blau (Isopropanol und blau eingefärbte Seifenlauge im Mischungsverhältnis 1:3). Der erste Polierschritt wurde mit Diamantsuspension (Körnung $15 \mu\text{m}$, 3 Sprühstöße zu Polierbeginn) für 3 min (Polierkopfdrehzahl 150 min^{-1} , Scheibendrehzahl 300 min^{-1} , Einzelandruck bei 25 N) durchgeführt, anschließend wurden die Proben für 2 min mit Diamantsuspension der Körnung $6 \mu\text{m}$ (3 Sprühstöße zu Polierbeginn) unter ansonsten gleichen Bedingungen endpoliert.

Präparation des 17-4PH-Stahls

Die Präparation der Stahlproben erfolgte durch Schleifen mit SiC-Nassschleifpapier (Körnung 400, 800 und 1200) unter Wasserschmierung. Anschließend wurden die Stahlproben mit Diamantpasten der Körnung 9 μm (10 min, Drehzahl 150 min^{-1} , 3 bar), 3 μm (5 min, Drehzahl 150 min^{-1} , 3 bar) und 1 μm (1 min, Drehzahl 150 min^{-1} , 3 bar) poliert. Zur Gefügeentwicklung wurde an den polierten Probekörper eine nasschemische Kurzzeitätzung mit der in Tabelle 2.4 angegebenen Ätzrezeptur durchgeführt. Dazu wurden

Stoff	dest. H ₂ O	HCl (37%)	HNO ₃	Vogel'sche Sparbeize
Menge, ml	200	200	20	0,6

Tabelle 2.4: Zusammensetzung der V2A-Beize.

die Probekörper 2 min lang in 60–65 °C heißer V2A-Beize [249, 250] geschwenkt, mit destilliertem Wasser und anschließend Isopropanol gründlich abgespült sowie im Ofen bei 100 °C getrocknet. Durch den Ätzprozess traten die Korngrenzen deutlich hervor.

2.2.2 Gefügecharakterisierung

2.2.2.1 Bestimmung der Korngröße

Zur statistisch abgesicherten Bestimmung der Korngröße, wurden die mit einem Rasterelektronenmikroskop bei 10000-facher Vergrößerung (bei Stahl 17-4PH: 500-fach) erstellten Einzelaufnahmen der jeweiligen Proben mit Hilfe der Bildanalysesoftware analySIS zunächst zu einem größeren Gesamtbild zusammengesetzt. Anschließend erfolgte die Bestimmung der Korngröße über das Linienschnittverfahren, wobei Körner die nur halb geschnitten wurden mit dem Faktor 1/2 gewichtet wurden. Unter der Annahme, dass die einzelnen Kristallite in erster Näherung kugelförmig sind und der Volumenanteil an Korngrenze vernachlässigt werden kann, berechnet sich die Korngröße über Gleichung 2.1:

$$d_{\text{Korn}} = \frac{L \cdot n}{(N_{\text{KG}} - 1) \cdot V_{\text{Bild}}} \quad (2.1)$$

mit

- d_{Korn} : mittlere Korngröße nach dem Linienschnittverfahren
- L: Linienlänge der einzelnen Geraden
- n: Anzahl der Geraden
- N_{KG} : Anzahl der durch die n Linien geschnittenen Korngrenzen
- V_{Bild} : Vergrößerungsmaßstab der Bildvorlage

2.2.2.2 Bestimmung der mittleren freien Weglänge

Die mechanischen und tribologischen Eigenschaftskennwerte hängen bei Hartmetallen nicht nur von der Korngröße, sondern auch von der mittleren freien Weglänge der Binde-

phase ab. Zur Berechnung der mittleren freien Weglänge λ wurde Gleichung 2.2 herangezogen:

$$\lambda = \alpha \cdot C_V \cdot d_{\text{Korn}} \quad (2.2)$$

mit

- λ : mittlere freie Weglänge
- α : Faktor zur Berücksichtigung der Kornform
($\approx 1/3$ bei kubischer oder annähernd globularen Körnern)
- C_V : Volumenanteil der Bindephase
- d_{Korn} : mittlere Korngröße der WC-Partikel nach dem Linienschnittverfahren

2.2.2.3 Bestimmung der Dichte

Bei den urgeformten Zirkonoxidprobekörpern wurde die Rohdichte ρ_{Roh} durch Auftriebsmessung nach dem archimedischen Prinzip mit Hilfe von Gleichung 2.3 bestimmt. Für die Bestimmung der Masse der Probekörper an Luft bzw. in dest. Wasser wurde eine Präzisionswaage mit der Messgenauigkeit ± 1 mg eingesetzt.

$$\rho_{\text{Roh}} = \frac{m_{\text{trocken, Luft}}}{V_{\text{Probe}}} = \rho_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \frac{m_{\text{trocken, Luft}}}{m_{\text{infiltriert, Luft}} - m_{\text{getränkt, H}_2\text{O}}} \quad (2.3)$$

Dabei wurden die folgenden Messgrößen bzw. Konstanten verwendet:

- ρ_{Roh} : Rohdichte der Probekörper
- $m_{\text{trocken, Luft}}$: Masse des trockenen Probekörpers
- V_{Probe} : Volumen des Probekörpers
- $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$: Dichte von dest. Wasser
- $m_{\text{infiltriert, Luft}}$: Masse des wasserinfiltrierten Probekörpers an Luft
- $m_{\text{getränkt, H}_2\text{O}}$: Masse des wasserinfiltrierten Probekörpers in dest. Wasser

Zur Vorbereitung wurden die Proben im Ultraschallbad mit destilliertem Wasser und anschließend in Aceton gereinigt, in einem Ofen bei 100°C getrocknet und 24h im Exikator gelagert. Danach wurde die Masse der trockenen Probe in Luft ($m_{\text{trocken, Luft}}$) gemessen. Zur Bestimmung der Masse der wasserinfiltrierten Probe $m_{\text{infiltriert, Luft}}$ wurde die Probe für 2 h in dest. Wasser gekocht, über Nacht auf Raumtemperatur abgekühlt, mit einem feuchten, fusselreien Tuch von anhaftenden Wassertropfen befreit und gewogen. Zuletzt wurde die Masse der Probe in destilliertem Wasser gemessen. Um bei den urgeformten ZrO_2 -Qualitäten genauere Aussagen zur Verteilung der Poren innerhalb der Probekörper zu treffen, wurde zusätzlich die Porosität durch Grauwertanalyse der Gefügebilder von thermisch geätzten Längs- bzw. Querschliffen ermittelt. Dazu wurde der Grauwert einer Pore als Schwellwert definiert und mittels Schwellwertanalyse des Grauwertistogramms dunklere Bildbereiche der Porosität zugeordnet.

2.2.3 Mechanische Werkstoffprüfung

2.2.3.1 Bestimmung der Vickershärte

Zur Charakterisierung der Werkstoffhärte wurde die Mikrohärtigkeit über das Vickers-Verfahren unter Verwendung eines Mikrohärteteprüfgeräts vom Typ HMV-2000 (Shimadzu Corp., Japan) ermittelt. Die Messungen erfolgten an polierten Querschliffen der Proben bei Raumtemperatur in Luft. Dabei wurde eine Diamantpyramide mit einem Spitzenwinkel von 136° zwischen den gegenüberliegenden Flächen senkrecht zur untersuchten Probenoberfläche mit $0,5 \text{ kg}$ ($F_{\text{HV}} = 4,905 \text{ N}$) für eine Dauer von $t_{\text{HV}} = 15 \text{ s}$ belastet. Durch Ausmessen der beiden Diagonalen und Mittelwertbildung ergibt sich zunächst die mittlere Eindruckdiagonale d und daraus über Gleichung 2.4 die Vickershärte.

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F_{\text{HV}} \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \quad (2.4)$$

Die in Tabelle 3.6 angegebenen Werte HV_{0,5/15} und HV_{1/15} entsprechen dabei dem Mittelwert aus mindestens zehn Einzelmessungen.

2.2.3.2 Bestimmung der Bruchzähigkeit über ICL

Die Bruch- oder auch Risszähigkeit K_{IC} ist ein Maß für den Widerstand spröder Werkstoffe gegen instabile Rissausbreitung. Um die Bruchzähigkeit zu bestimmen wurden Vickersseindrücke in die Proben eingebracht und nach dem Eindruckverfahren ICL (Indentation Crack Length) ausgewertet. Die Prüflast von 50 N wurde dabei so gewählt, dass sich Risse von den vier Ecken der Vickersseindrücke ausbreiteten, aber noch keine Abplatzungen auftraten. Aus der Geometrie des Vickersseindrucks (Bild 2.3), der Geometrie der sich ausbildenden Risse und der beim Härteeindruck verwendeten Prüflast lässt sich die Bruchzähigkeit K_{IC} als Werkstoffkennwert berechnen. Je nach Verhältnis der Ein-

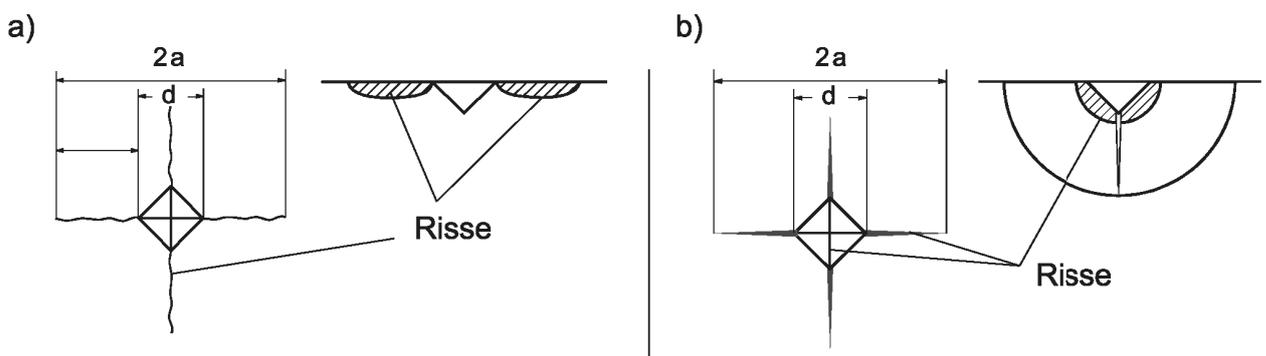


Bild 2.3: Schematische Darstellung der zu ermittelten Größen (a) im Fall von Palmqvist-Rissen und (b) für halbkreisförmig in der Probe verlaufende Risse [251].

druckdiagonalen durch den Vickersseindruck d zur Risslänge a unterscheidet man dabei

zwischen radialen Rissen, die sich nicht weit in die Werkstoffoberfläche hinein erstrecken (Palmqvistrisse, Gleichung 2.5) und sich halbkreisförmig in den Werkstoff ausbreitenden Rissen (Gleichung 2.6). Der Übergang zwischen diesen beiden angenommenen Rissgeometrien wird bei einem bestimmten Wert festgelegt. Für ein Verhältnis $d/a \leq 2,5$ werden im folgenden Palmqvistrisse angenommen und die Bruchzähigkeit K_{IC} über Gleichung 2.6 berechnet [252, 253]:

$$K_{IC} = 0,018 \cdot H \cdot \sqrt{0,5 \cdot d} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} \cdot \left(\frac{a}{d} - 1\right)^{-1/2} \quad (2.5)$$

Für Verhältnisse von $d/a \geq 2,5$ wird von halbkreisförmigen Rissen ausgegangen, wobei sich dann der K_{IC} -Wert über Gleichung 2.6 berechnet.

$$K_{IC} = 0,032 \cdot H \cdot \sqrt{0,5 \cdot d} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \cdot \left(\frac{a}{d}\right)^{-3/2} \quad (2.6)$$

Dabei ist d die Länge der Diagonale des Vickersseindrucks, a die Risslänge, E der Elastizitätsmodul des jeweiligen Werkstoffs und H die gemessene Härte.

2.2.4 Oberflächencharakterisierung

2.2.4.1 Optische und elektronenoptische Mikroskopieverfahren

Vor den tribologischen Versuchen erfolgte eine Qualitätskontrolle der tribologischen Wirkflächen der Probekörper mittels eines Videomikroskops (VHX 100, Fa. Keyence), wobei die Mantelflächen der Wälzproben über den kompletten Umfang durch eine Dreheinrichtung auf Verschmutzungen und Unregelmäßigkeiten hin überprüft wurden. Für die Vermessung der Verschleißkalotten der Stifte nach tribologischen Versuchen im Gleitkontakt wurden optische Auflichtmikroskope der Fa. Reichert-Jung (Polyvar2 MET und MeF3) verwendet. Die Aufnahmen erfolgten über angeschlossene Digitalkameras im Hellfeld und im differentiellen Interferenzkontrast (Normarksikontrast) und wurden mittels der Bildanalysesoftware AnalySIS vermessen.

Die Nachuntersuchung der tribologisch beanspruchten Wirkflächen erfolgte standardmäßig in einem Rasterelektronenmikroskop (Typ JSM 840, Fa. Jeol) bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV unter einem Einfallswinkel von 60° relativ zur Probenoberfläche, wobei die von der Probenoberfläche emittierten Sekundärelektronen zur Kontrastierung verwendet wurden. Durch Aufspütern einer dünnen Goldschicht ($\ll 100$ nm) auf die Oberflächen der keramischen Probekörper wurde eine elektrische Aufladung vermieden. Die geringe Korngröße und die dementsprechend hohe Koerzitivfeldstärke führte bei den Hartmetallproben trotz vorheriger Entmagnetisierung bei hohen Vergrößerungen zu unscharfen Aufnahmen. Die qualitative Bestimmung der Elementverteilung innerhalb der oberflächennahen Bereiche erfolgte in einem anderen Rasterelektronenmikroskop mit energiedispersivem Röntgendetektor (EDX).

2.2.4.2 Taktile Profilometrie

Vor den tribologischen Versuchen wurde die Rauheit der Funktionsflächen durch ein Tastschnittgerät (Typ T8000, Fa. Hommelwerke GmbH) und dem Taster TKL300 (Diamantspitze mit Spitzenradius $5\ \mu\text{m}$, Öffnungswinkel 90°) bestimmt. Es wurden jeweils 6 Tastschnitte aufgenommen. Aufgrund der geringen Abmessungen der Proben und den teilweise gekrümmten Kontaktflächen zeigte sich ein deutlicher Einfluss der lokalen Orientierung der Probenoberfläche relativ zur Tastspitze. Die ansteigende und abfallende Flanke zeigte im Vergleich einen deutlichen Unterschied im gefilterten R-Profil, zusätzlich war das R-Profil durch die Länge der Einzelmessstrecke l_t ($\hat{=} \lambda_c$) moduliert. Durch eine Reduzierung der Grenzwellenlänge λ_c wurden diese Artefakte aus dem Rauheitsprofil entfernt. Bei der zur Charakterisierung von periodischen Profilen anzuwendenden DIN EN ISO 4288:1998 wird analog vorgegangen, allerdings ist darin die Grenzwellenlänge über den mittleren Rillenabstand nach DIN EN ISO 4287 eindeutig festgelegt. Die für die jeweilige Probengeometrie verwendeten Messbedingungen sind in Tabelle 2.5 dargestellt. Da der Unterschied in der Länge der Tastschnittaufnahmen durch mögliche langwellige Anteile zu einer Beeinflussung der R-Werte führen kann, wurde eine Hochpassfilterung durchgeführt. Der arithmetische Mittenrauwert R_a reagiert unempfindlich auf Profilspitzen und

Probengeometrie	Taststrecke l_t	Grenzwellenlänge λ_c	Digitalisierungs- abstand Δx_{max}
	mm	mm	μm
Stifte mit Kugelkappe S0,8	0,48	0,08	0,05
Scheiben für Gleitverschleiß	4,8	0,8	0,05
Wälzscheiben	0,48	0,08	0,05

Tabelle 2.5: Die verwendeten Messbedingungen bei der Ermittlung der Rauheitskennwerte für die jeweiligen Probengeometrien.

Täler, welche bei Keramik z. B. durch Kornausbrüche und Porosität auftreten können und führt zu einer begrenzten Aussagekraft des Kennwerts. Dagegen ist der quadratische Mittenrauwert R_q im Vergleich zum R_a -Wert statistisch wesentlich repräsentativer. Zusätzlich zu diesen Werten wurde die maximale Rauheitsprofilhöhe R_z , sowie die über ein Sonderfilterverfahren mit Rautiefenunterdrückung bestimmte Abbott-Firestone-Kurve (Materialtraganteil in Abhängigkeit vom Schnittniveau c ermittelt. Eine spezielle an die Abbott-Firestone-Kurve angelegte Ausgleichsgerade unterteilt diese in drei Bereiche:

- R_k : Kernrautiefe, die Tiefe des Rauheitskernprofils.
- R_{pk} : Reduzierte Spitzenhöhe, die gemittelte Höhe der aus dem Kernbereich herausragenden Spitzen, welche z. B. bei tribologischer Beanspruchung während des Einlaufens abgetragen werden.

- R_{vk} : Reduzierte Riefentiefe, die gemittelte Tiefe der Riefen im Kernbereich und damit auch ein Maß für das Ölrückhaltevolumen.

M_{r1} und M_{r2} bezeichnen dabei den kleinsten und größten prozentualen Materialanteil des Kernbereichs.

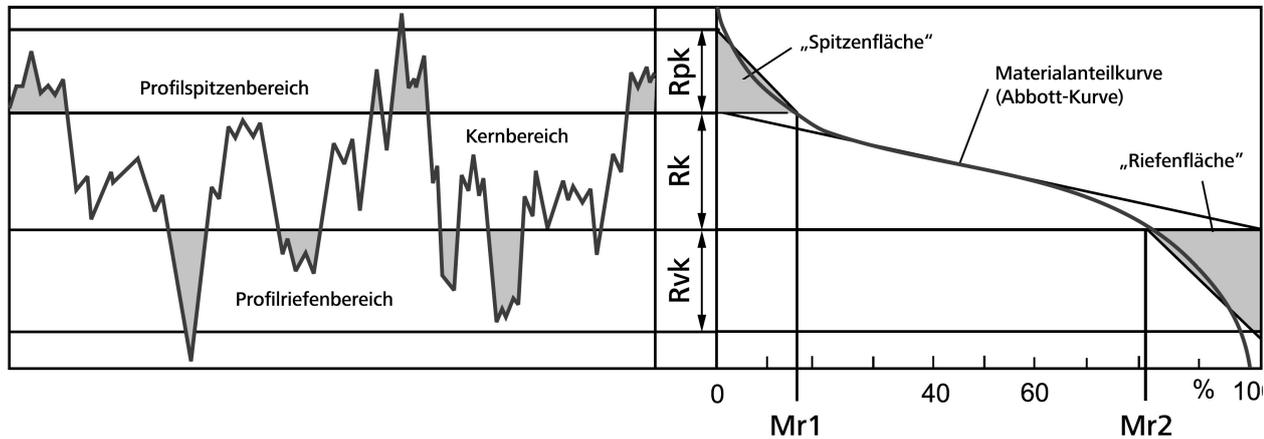


Bild 2.4: Schematische Darstellung eines Rauheitsprofils und Ermittlung der R_k -, R_{pk} - und R_{vk} -Werte aus der Abbott-Kurve.

2.2.4.3 Weißlichtmikroskopie

Die konfokale Weißlichtmikroskopie ist ein berührungsloses, optisches Messverfahren und kann zwei- und dreidimensionale Form- und Oberflächeninformationen zerstörungsfrei mit einer Auflösung bis in den Nanometerbereich liefern. Dazu wird die Oberfläche unter einem mit weißem Licht arbeitenden, konfokalen Punktsensor fokussiert und inkrementell lateral abgerastert. Bei jedem einzelnen Schritt wird der Abstand zwischen Probenoberfläche und Messkopf ermittelt. Das Messprinzip beruht auf der Ausnutzung eines Linsenfehlers, der chromatischen Abberation [254, 255].

Für die weißlichtmikroskopische Vermessung der Oberfläche wurde ein Messgerät FRT Microprof (Fa. Fries Research & Technology GmbH) mit einem chromatischen Sensor CWL 300 (Messbereich 300 μm , nominelle Höhenauflösung 10 nm) in Kombination mit der Messsoftware Acquire und der Analysesoftware Mark III verwendet. Zur Lokalisierung der Verschleißspur wurde zunächst ein grobes Vorschaubild der Oberfläche erstellt und dies anschließend mit der kleinstmöglichen lateralen Schrittweite von 0,5 μm ausgemessen.

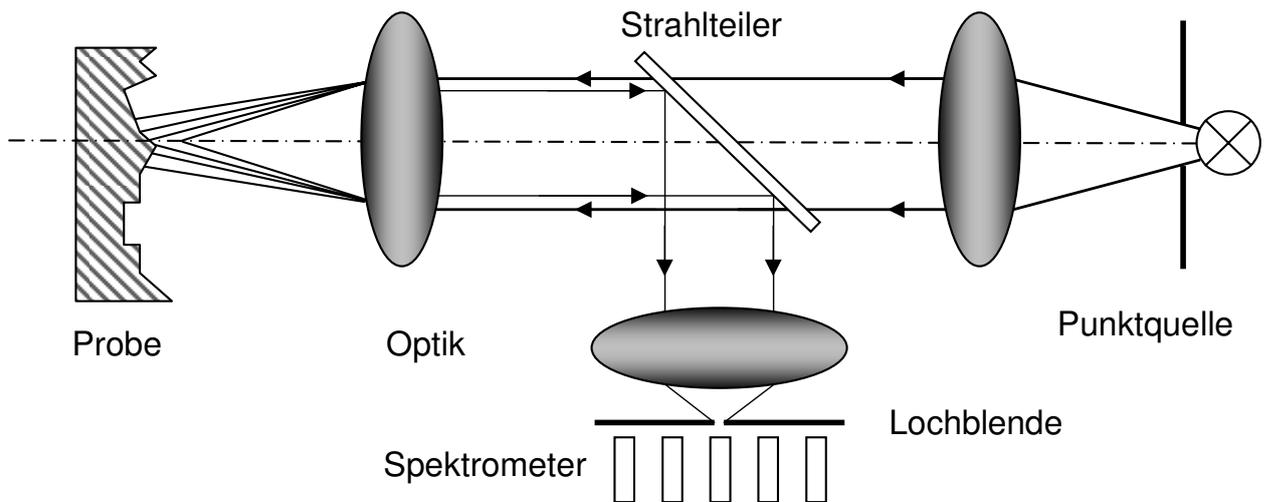


Bild 2.5: Schematische Darstellung des konfokalen Messprinzips bei chromatischem Tiefenscan.

2.3 Tribologische Charakterisierung

2.3.1 Tribologische Modellsysteme und Standardbedingungen

Die tribologischen Modelluntersuchungen erfolgten in drei unterschiedlichen am Institut für Werkstoffkunde II der Universität Karlsruhe (TH) speziell entwickelten Mikrotribometern. Für den Aufbau der Prüfstände wurde dabei nach Möglichkeit auf kommerziell erhältliche Standardkomponenten zurückgegriffen. Die Steuerung und Datenaufnahme erfolgte über Labview, wobei Messwerte auf 5 Kanälen (Normalkraft F_N , Reibungskraft F_R , Temperatur T , relative Luftfeuchte in der geschlossenen Versuchskammer, linearer Verschleißbetrag $W_1(s)$) mit einer konstanten Datenrate von jeweils 10 kHz erfasst wurden. Anschließend wurden für jeden Kanal der Mittelwert, die dazugehörige Standardabweichung sowie als Quotient von Reibungskraft und Normalkraft die Reibungszahl μ berechnet und auf der Festplatte des Messrechners mit einer Datenrate von 1 Datensatz/s abgespeichert. Für die Messung der Normalkraft F_N und Reibungskraft F_R wurden über Vollbrücke geschaltete Plattformwägezellen der Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH mit zugentlasteten, dreifach abgeschirmten Rundkabeln sowie der zugehörige Messverstärker verwendet. Die Messkette wurde im eingebauten Zustand für Normalkräfte zwischen 0 mN und 2000 mN durch Totgewichte kalibriert. Eine Überprüfung der Kalibration der Messkette zeigte eine Abweichung des angezeigten Messwerts von der aufliegenden Kalibriermasse kleiner 0,05 g. Für eine Belastung der Wägezelle mit 200 g über einen Zeitraum von 24 h ergab sich ein Driften des Messwerts von weniger als 2 mN. Über Mikrolineartische (Fa. Physikinstrumente) konnten die Proben exakt zueinander positioniert werden. Die Normalkraft wurde durch Verstellung der Messarmhöhe über einen Mikrolineartisch mit Mikrometerschraube und zusätzlichem piezoelektrischen Stapeltranslator mit einem Piezostellweg von 30 μm aufgebracht. Die Normalkraft wurde über

eine in Labview implementierte PID-Regelung des Piezostellelements auf den vorgegebenen Sollwert eingeregelt und im Falle einer Reduzierung der anliegenden Normalkraft durch zunehmenden Verschleiß jeweils einmal pro Sekunde nachgeregelt. Während der Versuchsläufe befanden sich die Prüfstände unter einer mit Luftfeuchte- und Temperatursensor ausgestatteten Plexiglashaube.

Zwischenstoffe

Die Untersuchungen wurden in den Zwischenmedien Luft von 50% relativer Feuchte, destilliertem Wasser und dem FVA-Öl Nr. 1 durchgeführt. Bei den ungeschmierten tribologischen Modelluntersuchungen wurde die Laborluft auf 22 °C temperiert und die Luftfeuchtigkeit innerhalb der mit Temperatur- und Luftfeuchtesensor ausgestatteten Plexiglaskammer der Prüfstände durch Zuführen von trockener bzw. angefeuchteter Luft auf einen konstanten Wert von 50% r.F. (relative Feuchte) eingestellt. Im Falle der Haft- bzw. Gleitreibungsuntersuchungen wurden die flüssigen Zwischenmedien durch Tauchschmierung zugeführt, während bei den Wälzversuchen eine Tropfschmierung zum Einsatz kam. Die wichtigsten Eigenschaften der flüssigen Zwischenmedien sind in Tabelle 2.6 dargestellt.

Medium	Dichte	dyn. Viskosität	Dampfdruck	Siedetemperatur
	$\rho_{20^\circ\text{C}}, \text{g/cm}^3$	$\eta_{20^\circ\text{C}}, \text{mPas}$	$p_{20^\circ\text{C}}, \text{kPa}$	$T_s, ^\circ\text{C}$
dest. Wasser	0,998	1,002	2,3	99,63
FVA-Öl Nr. 1	0,847	28	—	130-200

Tabelle 2.6: Eigenschaftskennwerte der Zwischenmedien [256].

2.3.2 Gleitreibungsversuche

2.3.2.1 Prüfstand

Die tribologischen Versuche unter einsinniger Gleitbeanspruchung erfolgten in einem Mikrotribometer mit Kugel/Scheibe-Geometrie, dessen schematischer Aufbau in Bild 2.6 dargestellt ist. Normal- und Reibungskraft wurden über Plattformwägezellen gemessen. Über einen Messverstärker (Fa. Eichhorn+Hausmann GmbH) mit angeschlossenem kapazitivem Wegaufnehmer mit einem Messbereich von 100 μm (bidirektionale Wiederholbarkeit $\pm 0,3 \mu\text{m}$) wurde der lineare Verschleißbetrag kontinuierlich als Funktion des Gleitwegs ermittelt. Bei einigen Versuchsläufen wurde ein Wegaufnehmer mit einem Messbereich von 500 μm (Messgenauigkeit $\pm 1,5 \mu\text{m}$) verwendet und dieser bei Bedarf während des Versuchslaufs nachgestellt.

Als Standardbedingung wurden, basierend auf einer Systemanalyse (Tabelle 1.2), die Normalkraft von $F_N = 800 \text{ mN}$ und die Gleitgeschwindigkeit von $v = 400 \text{ mm/s}$ (Spurkreisdurchmesser 6 mm) gewählt (Bild 2.7). Die Versuche erfolgten für alle Materialpaarungen

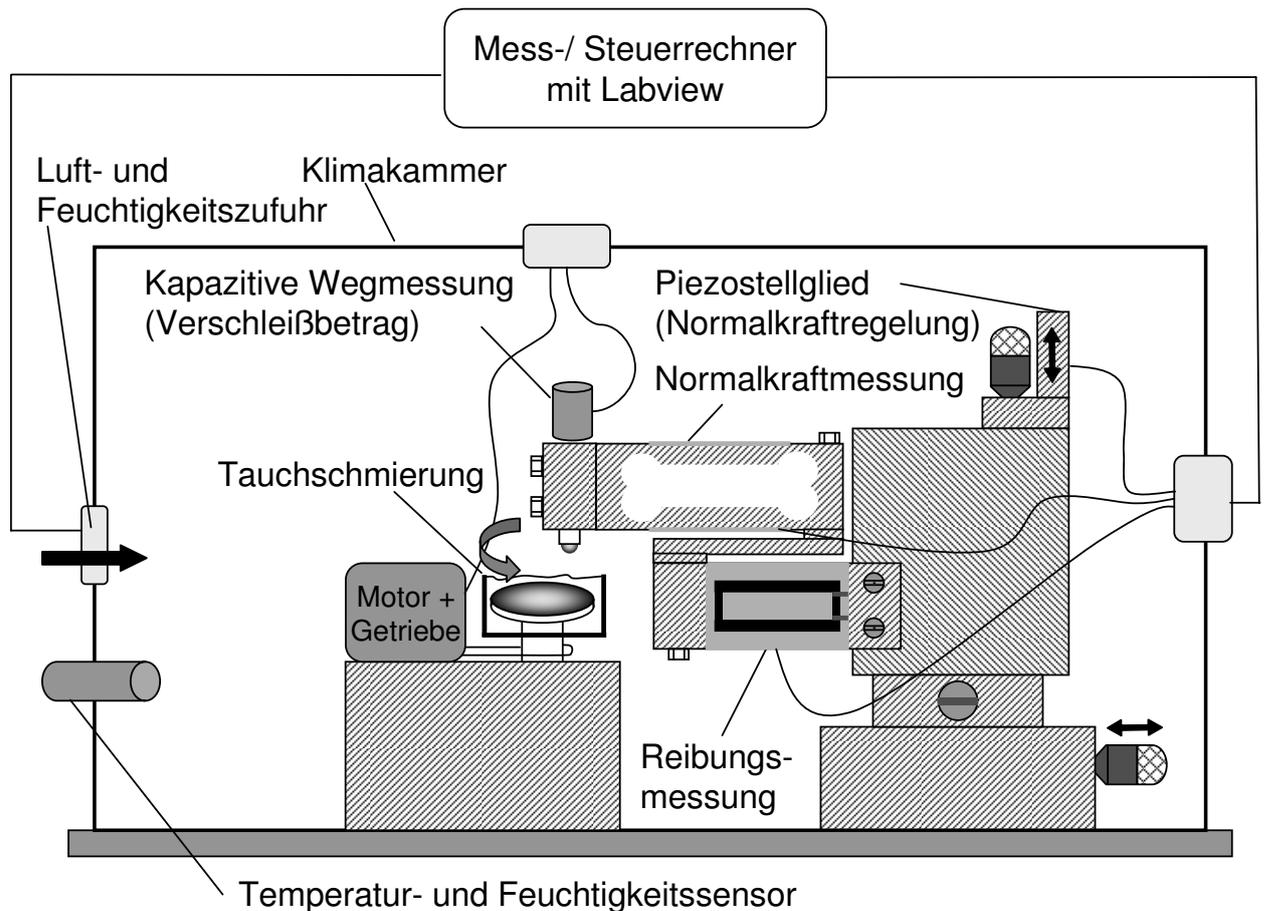
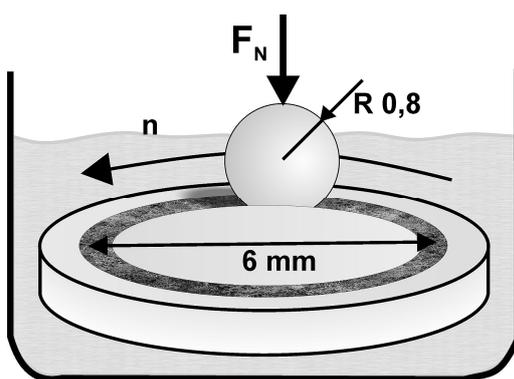


Bild 2.6: Schematische Darstellung des Modellprüfstands für den eininnigen Gleitkontakt.



Normalkraft F_N	200-1600 mN (<i>800 mN</i>)
Geschwindigkeit v_1	400 mm/s
Gleitweg s	1000 m
Kugeldurchmesser	$d_k = 1,6$ mm
Spurkreis	$\varnothing 6$ mm
Scheibengeometrie	$\varnothing 8 \times 2$ mm ²
Temperatur	RT (20°C)
Medium	Luft (50% r.F.), dest. Wasser, Öl FVA Nr.1

Bild 2.7: Schematische Darstellung des tribologischen Modellsystems Kugel/Scheibe und Versuchsbedingungen für den einsinnigen Gleitkontakt (*kursiv: Standardbedingungen*).

ungeschmiert bei Raumtemperatur an Luft mit einer relativen Luftfeuchte von 50% sowie unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser bzw. dem FVA-Öl Nr. 1 über einen Gleitweg von 1000 m, wobei in Halter eingeklebte Kugeln bzw. Stifte mit einem Radius der Stirnflächen von 0,8 mm gegen Scheiben mit einem Durchmesser von 8 mm (Bild 2.7) gepaart wurden. Zusätzlich wurde bei ausgewählten Materialpaarungen die Normalkraft zwischen $F_N = 400$ mN und 1600 mN variiert.

2.3.2.2 Versuchsführung und Auswertung

Durch eine Überwurfmutter mit drei konzentrischen Madenschrauben, welche den Halter der Triboscheibe auf eine darunter liegende Kugelhalbschale pressten, wurde die Scheibe montiert. Vor dem Versuch wurde ein Einrichtungstift bei einem Spurkreisdurchmesser von 3,3 mm in Kontakt mit der Scheibe gebracht, diese unter dem Stift gedreht und der Höhenschlag durch den kapazitiven Wegaufnehmer sowie anhand der Modulation der Normalkraft bestimmt. Der Höhenschlag konnte über die Madenschrauben auf Werte unterhalb ± 500 nm eingestellt werden. Anschließend wurde der Einrichtungstift gegen einen unbeanspruchten, im Ultraschallbad mit Isopropanol gereinigten Tribostift ausgetauscht und der Spurkreisdurchmesser über eine Mikrometerschraube auf 3 mm reduziert und die Probe belastet. In einem Abstand von etwa 20–30 μm wurde der kapazitive Wegaufnehmer oberhalb der Halterung des Tribostifts in einer Passung planparallel zur Halterung fixiert und verfolgte die Absenkung des Messarms. Dadurch konnte der lineare Verschleißbetrag $W_1(s)$ als Summe von linearem Kugel- und Scheibenverschleiß kontinuierlich als Funktion des Gleitwegs s ermittelt werden. Während der Versuchsläufe wurden die Normalkraft und die Reibungskraft durch Plattformwägezellen gemessen. Nach Versuchsende wurden

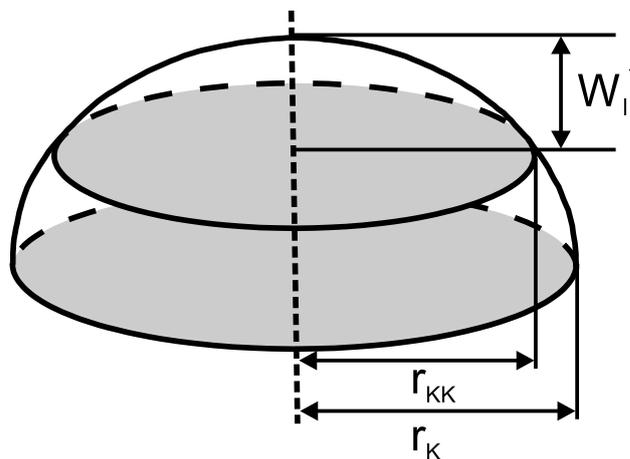


Bild 2.8: Schematische Darstellung der Verschleißkalotte der Stifte und des linearen Verschleißbetrags W_1^* .

aus den mit einem taktilen Profilometer (Kapitel 2.2.4.2) bzw. einem Weißlichtmikroskop (Kapitel 2.2.4.3) gemessenen Geometrieänderungen der Scheibenprüfkörper bzw. der Ku-

gel (Bild 2.8) die linearen Verschleißbeträge W_1^* durch Gleichung 2.7 ermittelt, wobei an den Scheiben kein messbarer Verschleiß (d. h. $W_1^* \leq 200$ nm) auftrat.

$$W_1^* = 0,5 \cdot d_K - \sqrt{\frac{d_K^2 - d_{KK}^2}{4}} \quad (2.7)$$

Darüber hinaus wurde aus dem kontinuierlich als Funktion des Gleitwegs s gemessenen linearen Verschleißbetrag $W_1(s)$ die lineare Verschleißintensität $W_{1/s}(s)$ berechnet:

$$W_{1/s}(s) = \frac{dW_1(s)}{ds} \quad (2.8)$$

Nach Gleichung 2.9 ergibt sich der volumetrische Verschleiß W_v^* zu Versuchsende aus dem aufgenommenen linearen Verschleißbetrag der Kugel W_1^* unter der Annahme, dass nur jeweils die Kugel während des Versuches einem Verschleiß unterliegt zu:

$$W_v^* = \frac{\pi \cdot W_1^{*2}}{3} \cdot (1,5 \cdot d_K - W_1^*) \quad (2.9)$$

Als weitere Kenngröße wurde daraus der volumetrische Verschleißkoeffizient k_v berechnet.

$$k_v = \frac{W_v^*}{F_N \cdot s} \quad (2.10)$$

Um die Unterschiede im tribologischen Verhalten der verschiedenen Materialpaarungen während der Einlaufphase herauszuarbeiten, wurde die lineare Verschleißintensität $dW_1(s)/ds$ berechnet und über der momentanen, scheinbaren Flächenpressung aufgetragen. Zur Versuchsbeginn lag eine Hertz'sche Pressung im Kontakt vor während die momentane scheinbare Flächenpressung $p(s)$ im weiteren Versuchslauf sich über Gleichung 2.11 und den Flächeninhalt der Verschleißkalotte A_{KK} sowie die aufgebrachte Normalkraft F_N berechnet:

$$p(s) = \frac{F_N}{A_{KK}} = \frac{F_N}{\pi \cdot W_l(s) \cdot (d_K - W_1(s))} \quad (2.11)$$

Alle angegebenen Messwerte sind dabei Mittelwerte aus mindestens zwei gleichartigen Versuchsläufen. Im Anschluss an die optische und weißlichtprofilometrische Ermittlung der Verschleißkenngrößen wurden die beanspruchten Probekörper einer rasterelektronenmikroskopischen Nachuntersuchung unterzogen. Im Falle der ölgeschmierten Versuchsläufe wurden die Proben zuvor mit Isopropanol abgespült und anschließend zwei Mal für jeweils 5 min mit Isopropanol im Ultraschallbad gereinigt.

2.3.3 Wälzreibungsversuche

2.3.3.1 Prüfstand

Das tribologische Verhalten der Werkstoffpaarungen unter Wälzbeanspruchung wurde in einem Labormikrotribometer mit Scheibe/Scheibe-Geometrie charakterisiert (Bild 2.9).

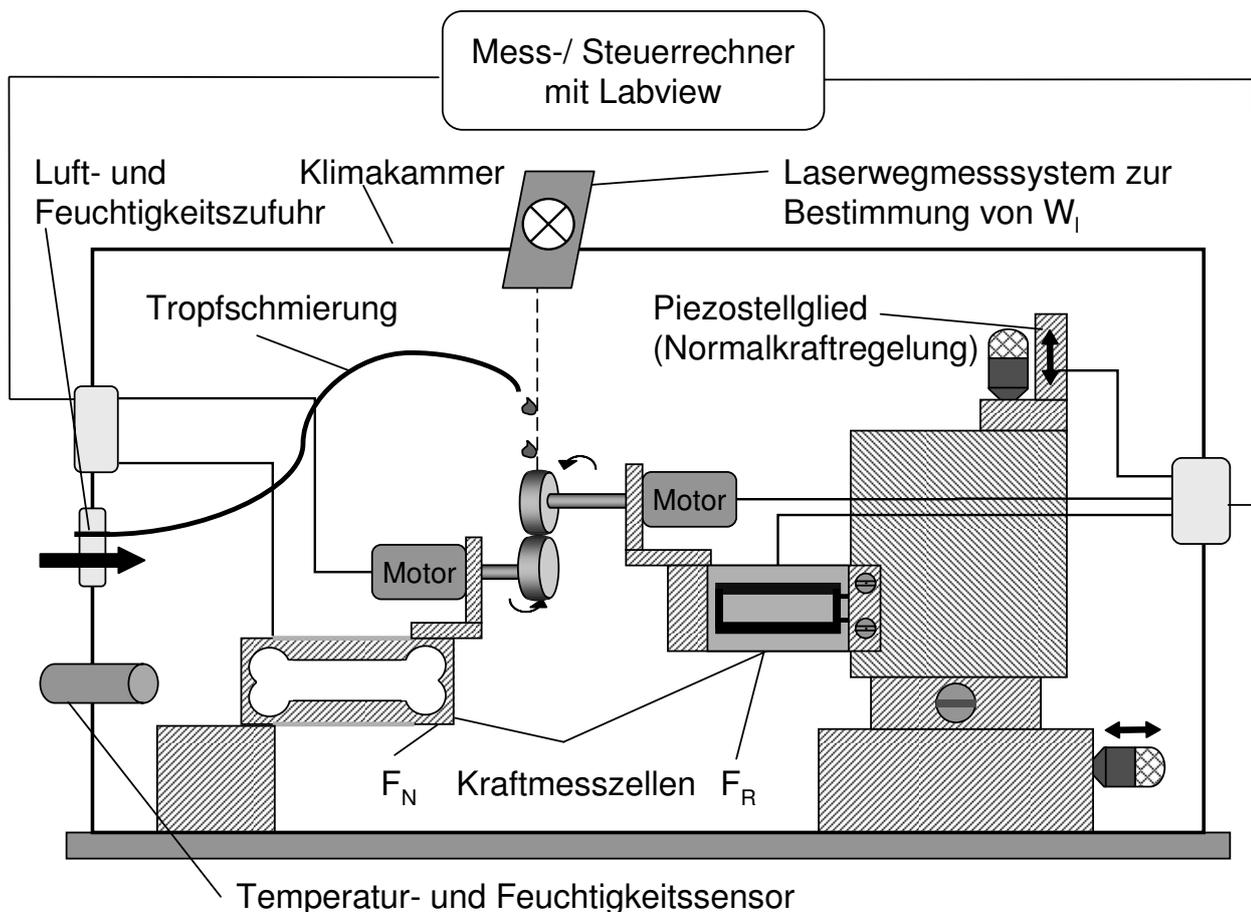
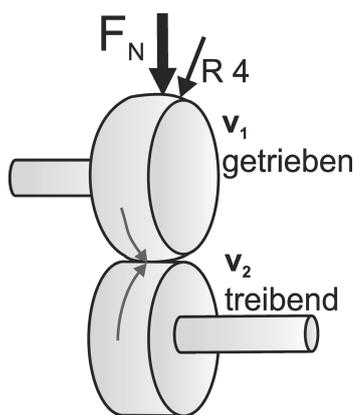


Bild 2.9: Schematische Darstellung des Modellprüfstands für den Wälzkontakt.

Im Wälzprüfstand wurde die Normalkraft ebenfalls durch ein piezoelektrisches Stellglied aufgebracht und über Plattformwägezellen gemessen. Die Rotationsbewegung wurde durch zwei direkt auf den Messzellen angebrachte Motoren realisiert, wobei die Prüfkörper durch geeignete Halterungen direkt auf den Motorachsen befestigt wurden. Eine über den Messrechner gesteuerte Schlauchpumpe wurde zur Förderung der flüssigen Zwischenmedien in Tropfschmierung verwendet. Die Proben im Wälzkontakt waren zwei Scheiben mit einer Dicke von 2 mm und einem Durchmesser von 8 mm. Um ein gutes Tragbild der Kontaktstelle auch bei geringfügigen Fluchtungsfehlern zu garantieren, wurde eine Scheibe mit ebener (treibend) Mantelfläche gegen eine Scheibe mit balliger (getrieben) Mantelfläche (Radius: 4 mm) gepaart (Bild 2.10). Aus der **Systemanalyse** (Tabelle 1.2) ergaben sich die Normalkraft zu $F_N = 250 \text{ mN}$, die Umfangsgeschwindigkeit v_1 von 800 mm/s und ein zu erwartender Schlupf S (Gleichung 2.12) zwischen 0% und 10%. Standardmäßig wurden 10^6 Überrollungen der treibenden Scheibe und der höchste zu erwartende Schlupf $S = 10\%$ gewählt, wobei dieser über die Geschwindigkeit v_2 des treibenden Gegenkörpers



Normalkraft F_N	250 mN – 2000 mN
Geschwindigkeit v_1	800 mm/s
Schlupf S	1%, 4%, 10%
Überrollungen N	10^6 Überrollungen
Scheibengeometrie	$\varnothing 8 \times 2 \text{ mm}^2$
Temperatur	RT (20°C)
Medium	Luft (50% r.F.), dest. Wasser, Öl FVA Nr.1

Bild 2.10: Schematische Darstellung des tribologischen Modellsystems Scheibe/Scheibe für den Wälzkontakt und experimentelle Versuchsbedingungen (kursiv: Standardbedingungen).

eingestellt wurde.

$$S = \frac{v_2 - v_1}{v_1} \quad (2.12)$$

Da sich das Reibungsverhalten der zu charakterisierenden Werkstoffpaarungen bei niedrigerem Schlupf deutlich günstiger gestaltet und der im Demonstrator auftretende Schlupf gegebenenfalls durch konstruktive Maßnahmen reduziert werden kann, wurden Versuchsläufe bei einem auf 4% bzw. 1% reduzierten Schlupf durchgeführt. Zur Ermittlung der Grenzbelastung bezüglich des Übergangs von der Verschleißtief- in die Verschleißhochlage wurden weitere Versuchsläufe bei erhöhten Normalkräften von $F_N = 1000 \text{ mN}$ und 2000 mN bei einem Schlupf von $S = 10\%$ durchgeführt.

2.3.3.2 Versuchsführung und Auswertung

Auf die Motorachsen wurde eine Aufnahme mit planer Stirnfläche und rotationssymmetrischem Außengewinde über eine Bohrung mit Passung zur Motorachse gesteckt und verklebt. Die Proben wurden durch eine Überwurfmutter mit Innengewinde auf den so veränderten Motorachsen spielfrei fixiert. Anschließend wurde die Probe langsam unter einem senkrecht zur späteren Kontaktfläche positionierten Laserwegmesssystem (ILD 2000-5, Fa. MICRO-EPSILON Optronik GmbH) gedreht und der Abstand zwischen Laserwegmesssystem und Probenoberfläche als Funktion des Drehwinkels gemessen. Durch vier senkrecht zur Motorachse platzierte Gewindestifte in der Überwurfmutter wurde die Probe im Halter verschoben und erneut vermessen bis sich ein Höhenschlag, bezogen auf die Motorachse, kleiner als $\pm 2 \mu\text{m}$ ergab. Danach wurde der Laser auf die zweite Probe ausgerichtet und auch diese eingerichtet. Über ein Monookular wurde die tribologische Kontaktstelle vor dem Versuchsbeginn bezüglich eines genauen Fluchtens der

Scheiben überprüft. Zur Kontrolle wurde der Höhengschlag nach den Versuchsläufen nochmals überprüft, wobei als Bezugspunkt auf der Probe ein geringer seitlicher Versatz zur tribologischen Kontaktstelle gewählt wurde.

Zur Bestimmung der linearen und volumetrischen Verschleißbeträge wurden die Probenoberflächen einer weißlichtmikroskopischen Vor- und Nachuntersuchung unterzogen (Bild 2.11). Es wurden sowohl Linienscans in Richtung der Rotationsachse (d. h. quer zur tribologisch beanspruchten Kontaktstelle) mit einer Messstrecke von $900\ \mu\text{m}$ als auch 3-D Profile mit einer Bildgröße von $300 \times 300\ \mu\text{m}$ und $900 \times 900\ \mu\text{m}$ aufgenommen. Anschließend wurde die Probe jeweils um 45° weiter gedreht, so dass insgesamt 8 Linienschnitte aufgenommen wurden. Die Linienschnitte vor der tribologischen Beanspruchung dienen

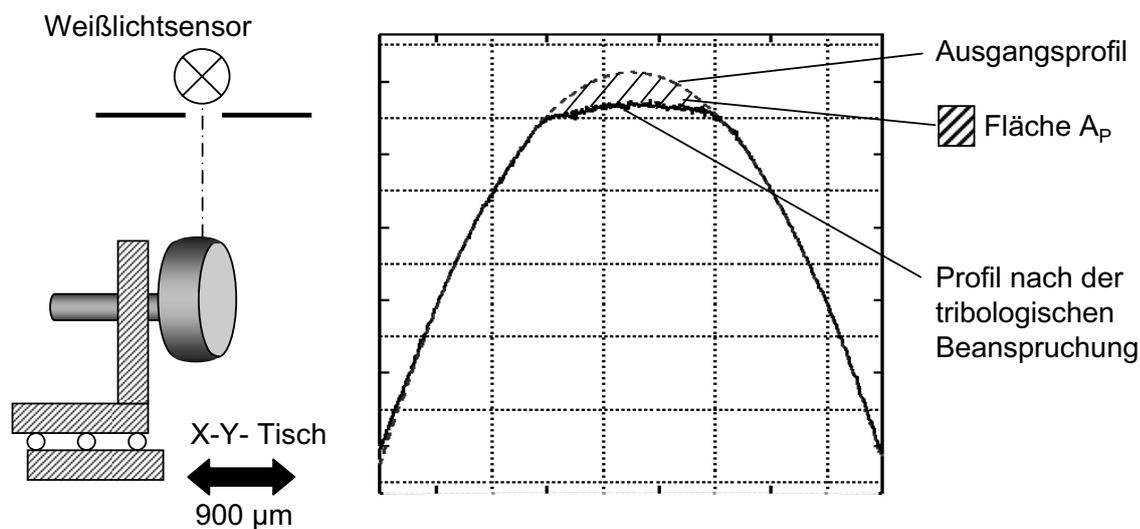


Bild 2.11: Schematische Darstellung der Messanordnung sowie der bei der weißlichtmikroskopischen Verschleißmessung aufgenommenen Profile vor und nach der tribologischen Beanspruchung.

zur Kontrolle des Radius bei den balligen Scheibenkörpern (getrieben) bzw. der Ebenheit bei den Scheibenkörpern mit ebener Mantelfläche (treibend). Darüber hinaus wurden sie als Bezugslinie für die Bestimmung der Verschleißkenngrößen verwendet. Aus den Mittelwerten der Differenzen der Scheibenprofile vor und nach der tribologischen Beanspruchung wurde der lineare Verschleißbetrag W_l^* bestimmt. Unter der Voraussetzung, dass die Abnahme des Scheibendurchmessers durch Verschleiß vernachlässigbar klein ist, wurde der volumetrische Verschleißbetrag W_v^* nach Gleichung 2.13 aus dem durch numerische Integration bestimmten Flächeninhalt A_P zwischen den Scheibenprofilen vor und nach der tribologischen Beanspruchung und dem Scheibendurchmesser d_S vor dem Versuch berechnet.

$$W_v^* = d_S \cdot \pi \cdot A_P \quad (2.13)$$

Im Anschluss an die weißlichtmikroskopische Bestimmung der Verschleißkenngrößen wurden die beanspruchten Mantelflächen rasterelektronenmikroskopisch untersucht.

2.3.4 Haftreibungsversuch

2.3.4.1 Prüfstand

Die Charakterisierung des für das Anfahrverhalten von beweglichen Mikrosystemen relevanten Überganges vom Haften zum Gleiten und des Gleitverhaltens bei niedrigen Relativgeschwindigkeiten der Tribopaarungen erfolgte in einem Mikrolineartribometer, wobei Geometrie und Anordnung der Probekörper den Versuchen im einsinnigen Gleitkontakt (Kapitel 2.3.2) entsprachen. Dabei wurde zunächst die Normalkraft F_N von 800 mN auf die Kugel aufgebracht. Nach einer Haltezeit von 60 s wurde die Scheibe kontinuierlich mit einer Geschwindigkeit $v_A = 8,3 \mu\text{m/s}$ translateral zur Kugel bis zum Übergang vom Haften zum Gleiten gezogen und anschließend ein Gleitweg von ca. 3 mm zurückgelegt (Bild 2.12). Die Verschiebung der Scheibe und das Relativgleiten zwischen Kugel und Scheibe wurden mit Hilfe zweier kapazitiver Wegaufnehmer gemessen und kontinuierlich aufgezeichnet. Für die lineare Bewegung bei gleichzeitig sehr niedriger Geschwindigkeit der scheibenförmigen Probe wurde ein spielfreier Mikrolineartisch M-155.11 (Fa. Physikinstrumente) mit einem Verfahrweg von 100 mm verwendet. Die beiden kapazitiven Wegaufnehmer waren baugleich zu der im Gleitreibungsprüfstand verwendeten Ausführung und ermittelten die Auslenkung des Messarms und die Relativbewegung der Scheibe.

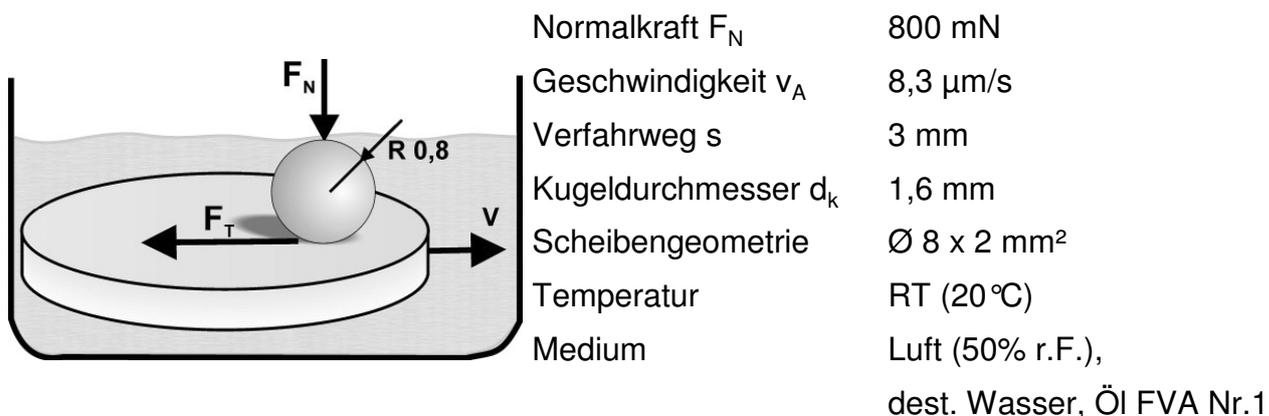


Bild 2.12: Schematische Darstellung des tribologischen Modellsystems Kugel/Scheibe und Standardbedingungen für die Charakterisierung des Übergangs vom Haften zum Gleiten.

2.3.4.2 Versuchsführung und Auswertung

Aus der Unstetigkeit im Verlauf der Tangentialkraft F_T beim Beginn des relativen Gleitens zwischen Kugel und Scheibe wurde die Haftreibungskraft F_H ermittelt und die Haftreibungszahl $\mu_H = F_H/F_N$ berechnet. Aus dem weiteren Verlauf der Gleitbewegung wurde zusätzlich das Reibungsverhalten unter einsinniger Gleitbeanspruchung bei niedrigen Ge-

schwindigkeiten ermittelt. Nach den einzelnen Versuchsläufen wurden die beanspruchten Wirkflächen rasterelektronenmikroskopisch untersucht.

3 Versuchsergebnisse

3.1 Werkstoffgefüge und Proben

3.1.1 Korngröße

In Bild 3.1 sind repräsentative rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (REM) von polierten und angeätzten Querschliffen der verwendeten Siliziumnitridkeramiken, der Hartmetalle WC-Co und des Stahls 17-4PH dargestellt. In Tabelle 2.1 und 2.2 sind die

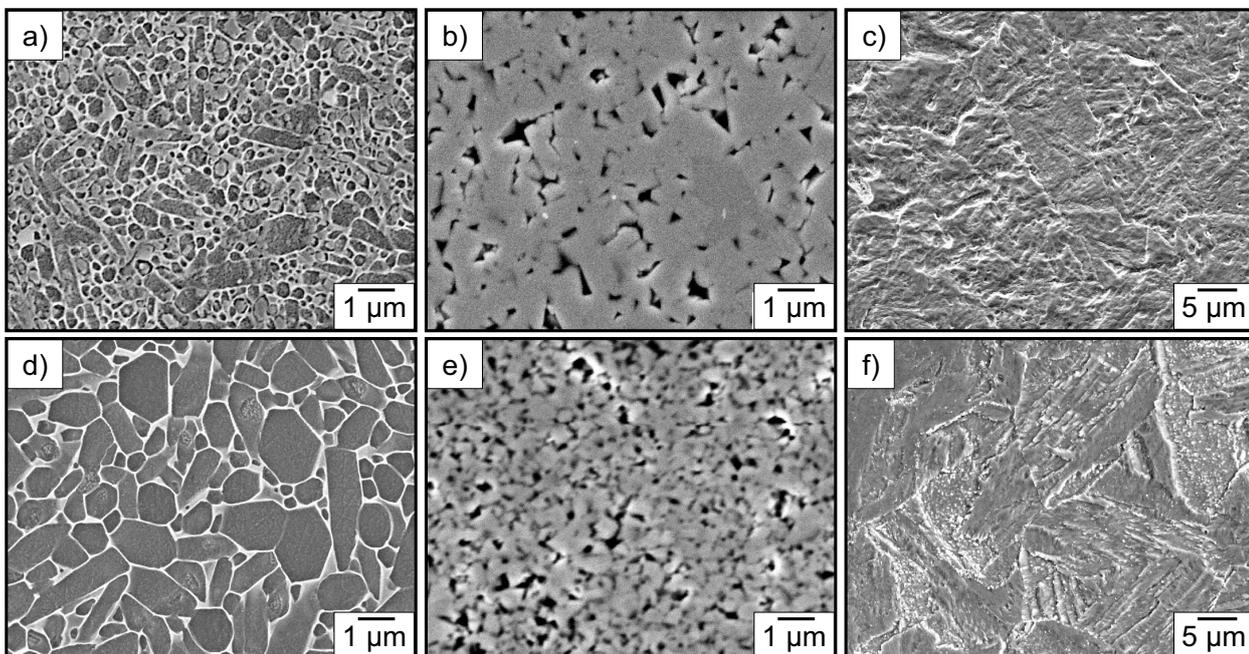


Bild 3.1: REM-Gefügaufnahmen der für die Haftreibungs-, Gleitreibungs- und Wälzreibungsversuche verwendeten (a,b) Kugeln, (c) Stifte bzw. (d,e,f) Scheiben der (a,d) Si_3N_4 -Keramiken, (b,e) der Hartmetalle WC-6Co und WC-12Co sowie (c,f) des Stahls 17-4PH.

Eigenschaftskennwerte nach Herstellerangaben zusammenfassend dargestellt. Die in Tabelle 3.1 dargestellte mittlere lineare Korngröße d_{Kom} wurde aus den Aufnahmen über Gleichung 2.1 bestimmt. Für die Hartmetallqualitäten wurde durch Gleichung 2.2 die mittlere freie Weglänge λ der Bindephase berechnet.

Bei der Si_3N_4 -Kugel (Bild 3.1a) und -scheibe (Bild 3.1d) zeigte sich deutlich die nadelartige Kornform der einzelnen Siliziumnitridkristallite in den Gefügaufnahmen. Im Vergleich zur Kugel war die Scheibe durch einen deutlich geringeren Anteil an Glasphase

Werkstoff	ZrO ₂		Si ₃ N ₄		WC-Co		17-4PH	
	Kugel	Scheibe	Kugel	Scheibe	Kugel	Scheibe	Stift	Scheibe
d _{Korn} , μm	0,28	0,30	0,3	1,2	1,5	0,4	30	30

Tabelle 3.1: Korngröße der in den Haft- und Gleitreibungsuntersuchungen verwendeten Kugelmateriale sowie der für die Untersuchungen im Wälzkontakt verwendeten Scheiben.

auf den Korngrenzen gekennzeichnet, wobei die mittlere Dicke der Korngrenzenphase bei Kugel- und Scheibenmaterial keine signifikanten Unterschiede zeigte. Bei der Si₃N₄-Kugel war die mittlere Korngröße mit 1,2 μm darüber hinaus signifikant größer als bei der Scheibe mit einer mittleren Korngröße von 0,3 μm. Beide Siliziumnitridqualitäten zeigten weder offene noch geschlossene Porosität. Die Mikrostruktur der Hartmetalle WC-6Co bzw. WC-12Co zeigte eine blockige Kornform. Bei den Kugeln war das Gefüge (Bild 3.1b) mit einer mittleren Korngröße von 1,5 μm grobkörniger im Vergleich zur Ultrafeinkorn-Scheibe (Bild 3.1e) mit Werten von 0,4 μm. Aus dem Cobaltgehalt und der Korngröße d_{Korn} ergibt sich über Gleichung 2.2 die mittlere freie Weglänge der Co-Bindephase zwischen den WC-Kristalliten zu 0,03 μm für die Kugel bzw. 0,016 μm für die Scheiben. Der Stahl 17-4PH zeigte im lösungsgeglühten (0,5 h bei 1360 °C) und anschließend ausgelagerten (4 h bei 560 °C) Zustand ein martensitisches Gefüge (Bild 3.1c,f) mit einer mittleren Korngröße von 30 μm.

In Bild 3.2 ist das Gefüge der thermisch geätzten Kugeln und Scheiben der kommerziellen Zirkonoxidqualitäten sowie die Gefüge der vier urgeformten Rapid-Prototyping-Qualitäten, wie sie sich bei den Stiften und Scheiben durch Variation der Sinterbedingungen einstellten, abgebildet. Anhand der Aufnahmen zeigte sich bei allen Qualitäten ein dichtes Gefüge und eine globulare Kornform. Die Korngrößenverteilung war bei der

Werkstoff	Rapid-Prototyping ZrO ₂ (Stifte und Scheiben)			
	Z1300/5h	Z1300/10h	Z1450/1h	Z1500/1h
d _{Korn} , μm	0,22	0,28	0,33	0,43

Tabelle 3.2: Korngröße der über Rapid-Prototyping urgeformten Materialien der ZrO₂-Stifte und Scheiben für die Untersuchungen im Gleitkontakt.

kommerziellen ZrO₂-Kugel und -Scheibe über große Bereiche monomodal, allerdings zeigten einzelne Bereiche deutlich gröbere Körner (Bild 3.2b), so dass sich eine mittlere Korngröße von 0,28 μm für die Kugel und 0,30 μm für die Scheibe ergab. Die variierte Sinter Temperatur bzw. -dauer führte bei den urgeformten Stiften und Scheiben aus Zirkonoxid (Bild 3.2c-f) zu dichten Prüfkörpern mit deutlichen Unterschieden im Gefüge.

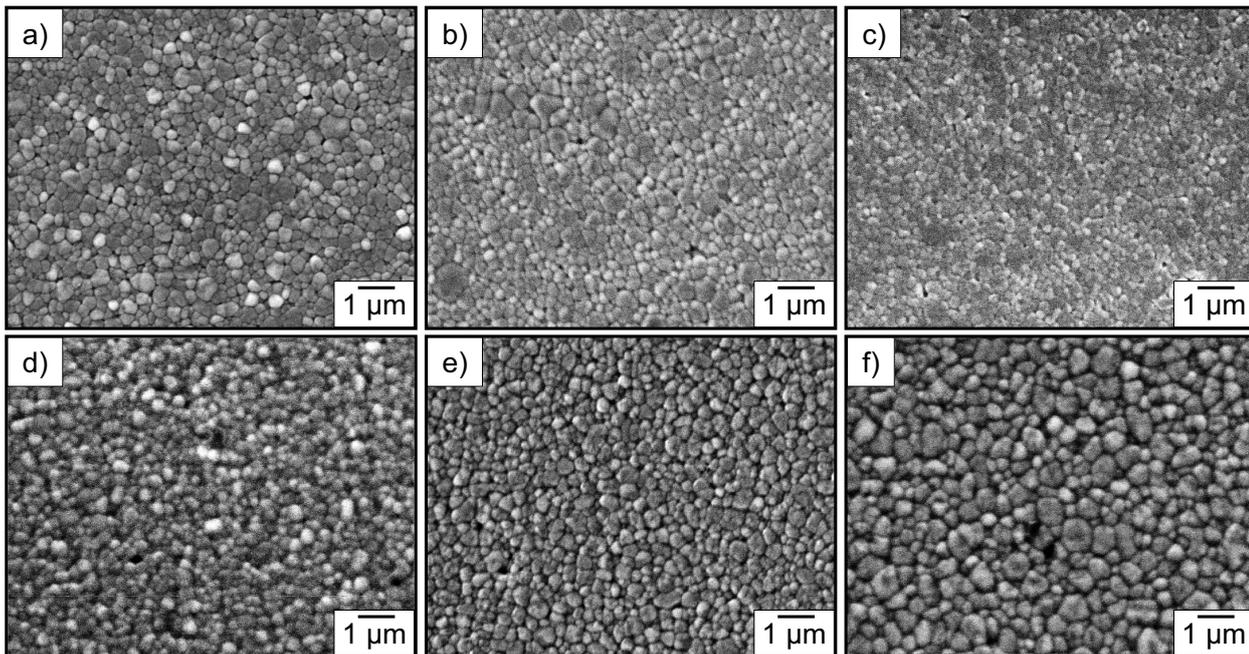


Bild 3.2: REM-Gefügeaufnahmen von Zirkonoxid für (a) die Kugel und (b) die Scheibe des kommerziellen Materials sowie der am IMF III hergestellten Chargen (c) Z1300/5h (Sinterparameter: 1300 °C, 5 h), (d) Z1300/10h (1300 °C, 10 h), (e) Z1450/1h (1450 °C, 1 h) und (f) Z1500/1h (1500 °C, 1 h).

Die über 5 h bei 1300 °C gesinterte Charge Z1300/5h hatte die geringste Korngröße d_{Korn} um 0,22 µm, wobei eine Erhöhung der Sinterdauer auf 10 h bei der Charge Z1300/10h eine Korngröße von 0,28 µm zur Folge hatte (Tabelle 3.2). Sintern bei einer Temperatur von 1450 °C bzw. 1500 °C bei einer Sinterdauer von 1 h ergab eine Korngröße von 0,33 µm bei der Charge Z1450/1h bzw. 0,43 µm bei der Charge Z1500/1h. Damit hatte die Charge Z1500/1h den größten Gefügebau unter den untersuchten Zirkonoxidqualitäten. Im Vergleich zu den beiden bei 1300 °C gesinterten Chargen (Bild 3.2c,d) zeigten die bei höheren Temperaturen von 1450 °C (Bild 3.2e) und 1500 °C (Bild 3.2f) gesinterten Chargen tendenziell eine bimodale Korngrößenverteilung, wobei dies bei der Charge Z1500 stärker ausgeprägt war.

3.1.2 Dichte

Bild 3.3 zeigt die nach dem archimedischen Auftriebsprinzip bestimmte Rohdichte der urgeformten ZrO_2 -Proben bzw. die Werte nach Herstellerangaben für die anderen Versuchsmaterialien. Sie lag bei den Keramiken beginnend bei Werten zwischen 3,21–3,22 g/cm³ für die Si_3N_4 -Kugel bzw. Scheibe am niedrigsten. Unter den fünf Zirkonoxidqualitäten zeigten die Stifte der Charge Z1300/5h die geringste Dichte von 5,89 g/cm³ und die Scheiben Z1450/1h die höchste mit Werten von 6,08 g/cm³. Der Stahl 17-4PH lag mit Werten von

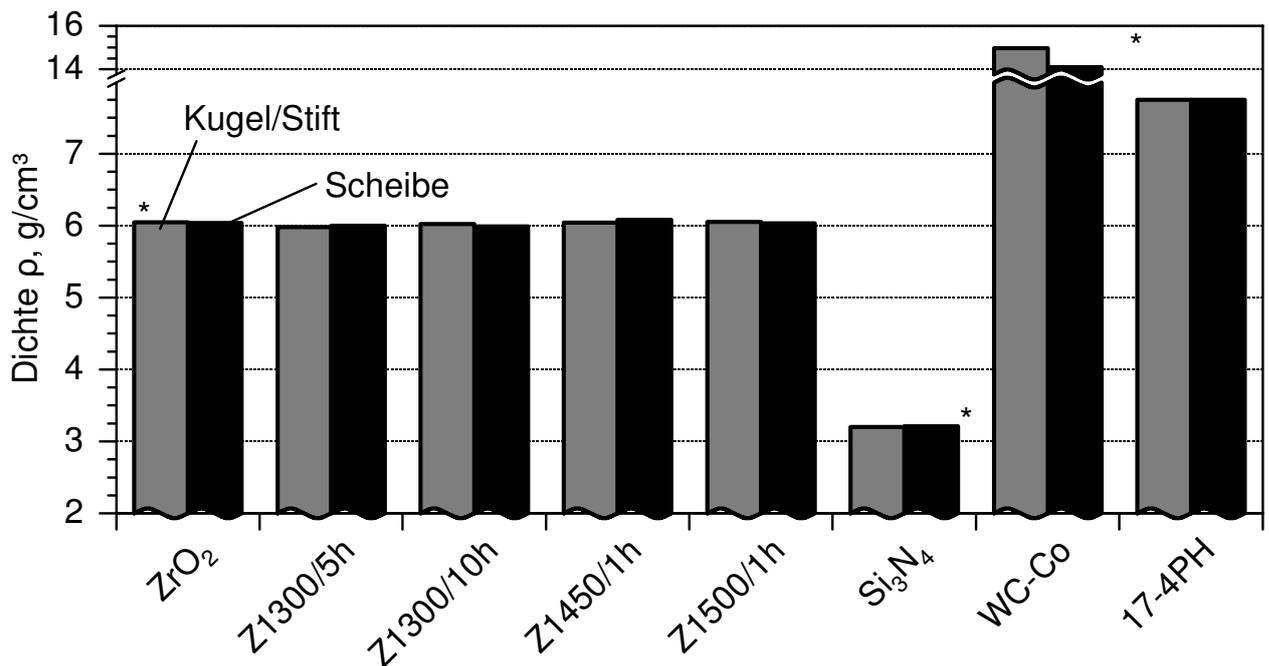


Bild 3.3: Dichte der Kugeln bzw. Stifte und Scheiben für die kommerziellen Prüfkörper und die urgeformten ZrO₂-Keramik Z1300/5h, Z1300/10h, Z1450/1h und Z1500/1h. (* Werte der kommerziellen Qualitäten nach Herstellerangaben, Tabelle 2.1 und 2.2)

7,75 g/cm³ im mittleren Wertebereich. Die höchste Dichte wurde für die WC-6Co-Kugel mit Werten von 14,97 g/cm³ ermittelt, während die cobaltreichere WC-12Co-Scheibe eine etwas geringere Dichte von 14,10 g/cm³ hatte.

3.1.3 Oberflächenqualität der Proben

Die Keramik- und Hartmetallkugeln für den Kugel/Scheibe-Kontakt wurden im polierten Anlieferungszustand eingesetzt, während für den lösungsgeglühten und ausgelagerten Stahl 17-4PH Stifte mit einem polierten Radius von 0,8 mm aus Stangenmaterial herausgearbeitet wurden. Die Zirkonoxidchargen Z1300/10h, Z1300/5h Z1450/1h und Z1500/1h wurden über Rapid-Prototyping (Kapitel 2.1.2) hergestellt, wobei die Stifte im urgeformten Zustand mit Sinterhaut eingesetzt werden konnten.

In Bild 3.4 und 3.5 sind der arithmetische Mittenrauwert R_a , der quadratische Mittenrauwert R_q , die gemittelte Rautiefe R_z , sowie die aus der Abbott-Firestone Kurve ermittelte reduzierte Spitzenhöhe R_{pk} , die Kernrautiefe R_k und die reduzierte Riefentiefe R_{vk} für die unterschiedlichen tribologischen Prüfkörper dargestellt. Bei der Oberflächenpräparation der Funktionsflächen der Scheiben wurde ein mit den im Anlieferungszustand polierten Kugeln vergleichbarer Rauheitskennwert $R_a \approx 0,02 \mu\text{m}$ (Bild 3.4a,b) angestrebt. Die Werte lagen für die Zirkonoxidkugeln (Bild 3.4a) bzw. -scheiben (Bild 3.4b)

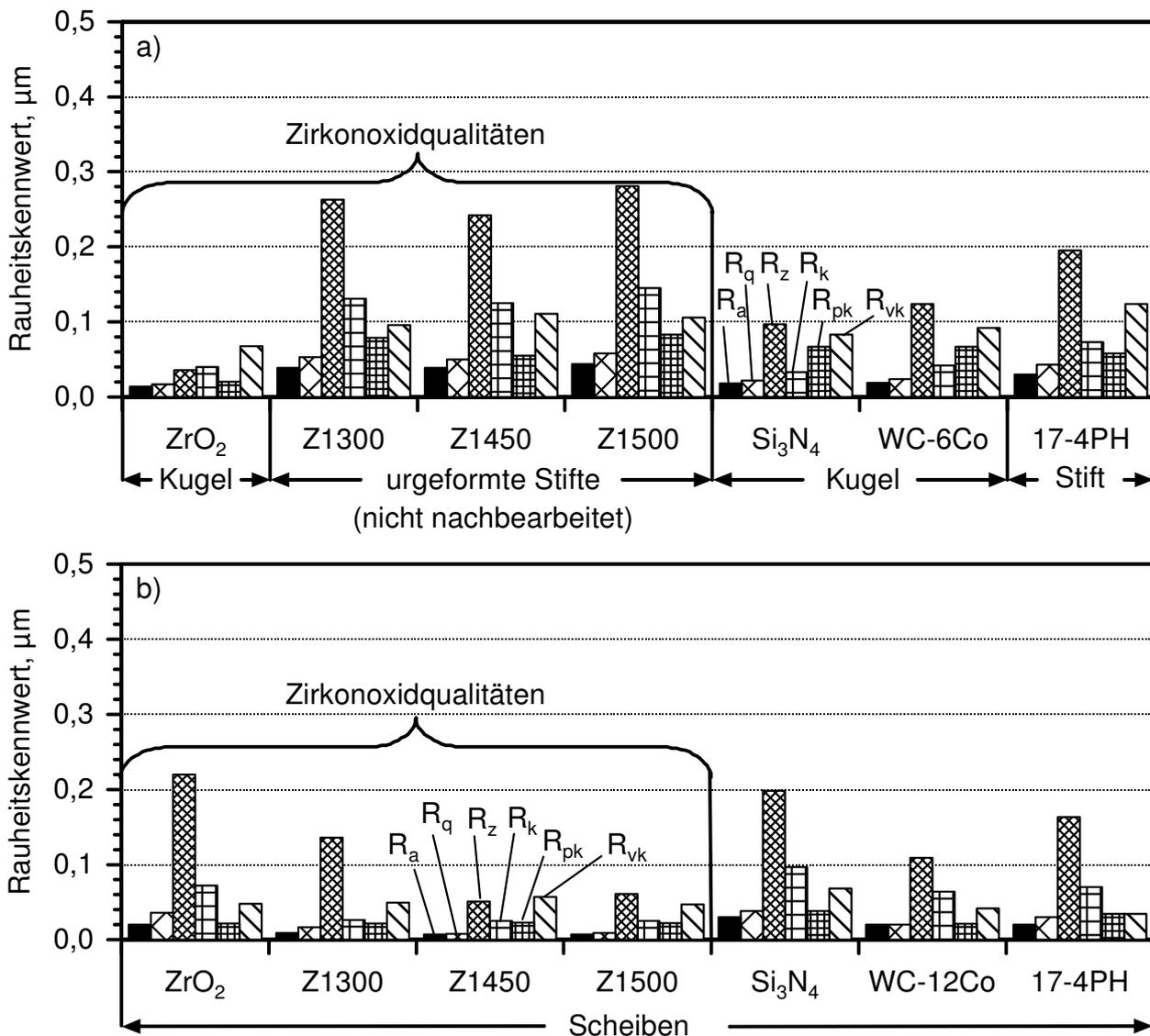


Bild 3.4: Rauheitskennwerte der für die Haft- und Gleitreibungsuntersuchungen verwendeten (a) Kugeln bzw. Stifte und (b) Scheiben der kommerziellen Referenzmaterialien aus ZrO₂, Si₃N₄, WC-Co und 17-4PH sowie der urgeformten Zirkonoxidqualitäten Z1300/10h, Z1450/1h und Z1500/1h.

bei $R_a = 0,014$ (0,020) μm , $R_q = 0,017$ (0,036) μm , $R_z = 0,036$ (0,022) μm , $R_k = 0,040$ (0,072) μm , $R_{pk} = 0,021$ (0,022) μm , $R_{vk} = 0,068$ (0,048) μm . Die ZrO₂-Kugeln zeigten die höchste Oberflächenqualität während bei den Scheiben die gemittelte Rautiefe im Vergleich mit den anderen Werkstoffen den höchsten Wert zeigte. Die Siliziumnitridpaarung zeigte Rauheitskennwerte der Kugeln (bzw. Scheiben) von $R_a = 0,018$ (0,030) μm , $R_q = 0,022$ (0,038) μm , $R_z = 0,097$ (0,198) μm , $R_k = 0,033$ (0,097) μm , $R_{pk} = 0,067$ (0,038) μm , $R_{vk} = 0,083$ (0,068) μm , wobei der für alle Scheiben angestrebte Wert von $R_a = 0,02$ μm leicht überschritten wurde.

Bei der Hartmetallpaarung lagen die Rauheitskennwerte der Kugeln (bzw. Scheiben) bei $R_a = 0,019$ (0,020) μm , $R_q = 0,024$ (0,020) μm , $R_z = 0,124$ (0,109) μm , $R_k = 0,042$ (0,064) μm , $R_{pk} = 0,067$ (0,021) μm , $R_{vk} = 0,092$ (0,042) μm . Die Rauheitsmessung ergab bei den Stahlstiften (bzw. -scheiben) Werte von $R_a = 0,029$ (0,020) μm , $R_q = 0,043$ (0,030) μm , $R_z = 0,195$ (0,163) μm , $R_k = 0,073$ (0,070) μm , $R_{pk} = 0,058$ (0,034) μm , $R_{vk} = 0,124$ (0,034) μm , wobei der Stahlstift im Vergleich zu den kugelförmigen Prüfkörpern etwas höhere Rauheitskennwerte zeigte.

Bei den urgeformten Zirkonoxidqualitäten Z1300/10h, Z1400/1h und Z1500/1h konnten die Stifte ohne Nachbearbeitung eingesetzt werden und zeigten um den Faktor 2 bis 3 höhere Rauheitskennwerte im Vergleich zu den polierten Zirkonoxidkugeln der kommerziellen Qualität (Bild 3.4a). Für die polierten Funktionsflächen der urgeformten Scheiben ergaben sich dagegen etwa 50% niedrigere Werte im Vergleich zu der kommerziellen ZrO_2 -Scheibe (Bild 3.4b).

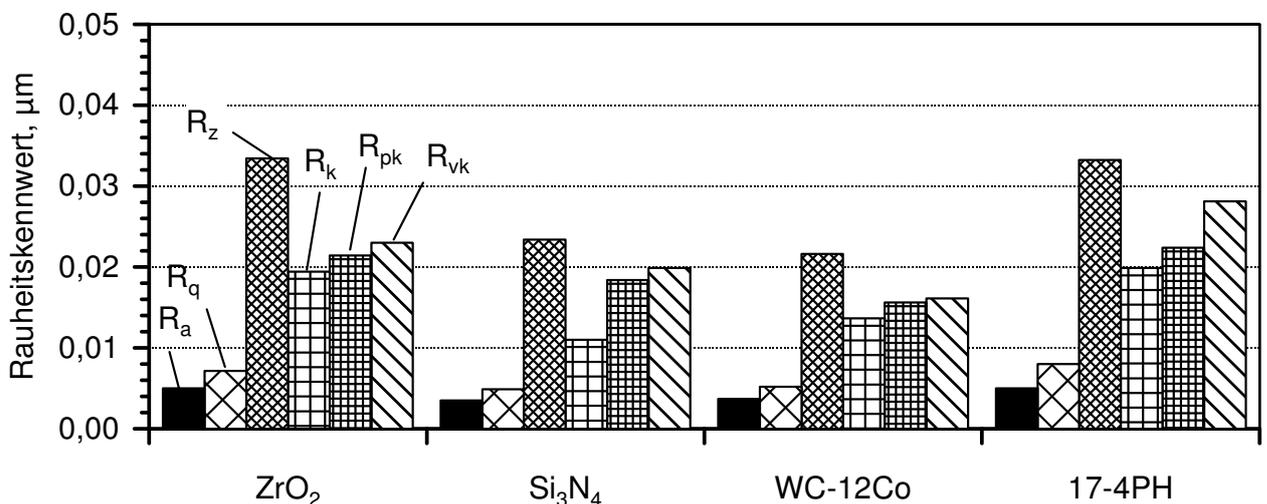


Bild 3.5: Rauheitskennwerte der für die Untersuchungen im Wälzkontakt verwendeten Scheiben.

Die im polierten Anlieferungszustand für die Untersuchungen im Wälzkontakt verwendeten Probekörper zeigten im Vergleich zu den Funktionsflächen der Kugeln bzw. Scheiben (Bild 3.4a,b) für den Gleitkontakt deutlich niedrigere Rauheitskennwerte (Bild 3.5). Auf den Funktionsflächen der Scheiben für den Wälzkontakt wurden jeweils R_a -Werte unterhalb 0,01 μm ermittelt, so dass die Rauheit sowohl bezüglich der Probengeometrie (ballig/eben) als auch der Werkstoffe auf einem vergleichbaren Niveau lagen.

3.2 Mechanische Eigenschaften

Sowohl an den kommerziellen als auch an den urgeformten RP-Materialien wurde, wie in Kapitel 2.2.3.1 beschrieben, die Vickershärte bestimmt. Aus den entstehenden Rissen an

Härteeindrücken bei einer Prüflast von 50 N wurde die Bruchzähigkeit K_{IC} (Kap. 2.2.3.2) berechnet.

3.2.1 Vickershärte

Die ermittelten Härtewerte HV_{0,5} und HV₁ der Prüfkörper sind in Bild 3.6 dargestellt. Alle

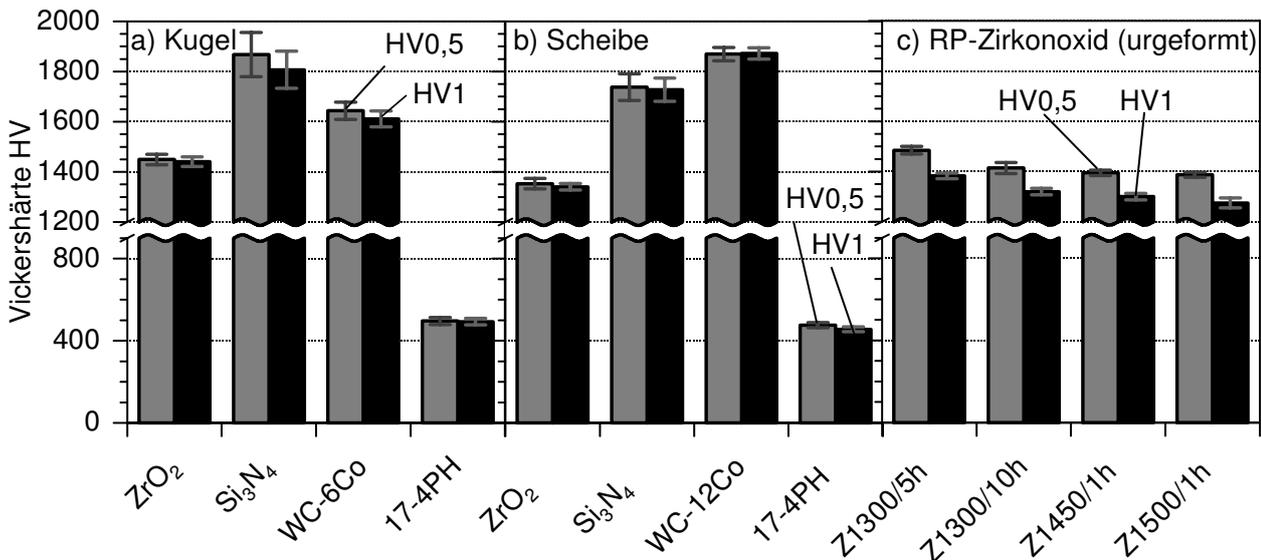


Bild 3.6: Vickershärte HV_{0,5} und HV₁ der (a) kugel- bzw. (b) scheibenförmigen Probenkörper und (c) der polierten, urgeformten RP-Zirkonoxidqualitäten Z1300/5h, Z1300/10h, Z1450/1h und Z1500/1h.

Proben zeigten eine abnehmende Vickershärte bei zunehmender Prüfkraft, mit Ausnahme der Hartmetallscheibe, bei der unabhängig von der Prüfkraft Werte um 1870 gemessen wurden. Die höchste Härte wurde bei der Ultrafeinkorn-Hartmetallscheibe (Bild 3.6b) mit ca. 1870 HV_{0,5} bzw. 1872 HV₁ ermittelt, wobei sich für die Kugel (Bild 3.6a) niedrigere Wert von 1643 HV_{0,5} bzw. 1611 HV₁ ergaben. Die verwendeten Siliziumnitridqualitäten waren mit Härtewerten von 1738 HV_{0,5} bzw. 1728 HV₁ für die Scheiben und 1867 HV_{0,5} bzw. 1807 HV₁ bei den Kugeln die zweithärtesten Werkstoffe und zeigten die größte Streuung der Härtewerte. Für den Stahl 17-4PH ergaben sich deutlich niedrigere Werte der Vickershärte zwischen 496 HV_{0,5} und 456 HV₁. Bei den urgeformten Zirkonoxidqualitäten (Bild 3.6c) zeigte sich eine geringfügige Zunahme der Härtewerte bei von 10 h auf 5 h reduzierter Sinterdauer von 1414 HV_{0,5} und 1320 HV₁ bei der bei 1300 °C gesinterten Charge Z1300/10h auf 1485 HV_{0,5} und 1383 HV₁ bei der Charge Z1300/5h. Eine Erhöhung der Sintertemperatur von 1450 °C auf 1500 °C führte ebenfalls zu einem Abfall der Vickershärte von 1395 HV_{0,5} und 1310 HV₁ bei der Charge Z1450/1h auf 1387 HV_{0,5} und 1275 HV₁ bei der Charge Z1500/1h. Die als kommerzielle Referenz verwendeten Zirkonoxidqualitäten lagen mit Härtewerten von 1449 HV_{0,5} bzw. 1441 HV₁ für die Kugeln

(Bild 3.6a) und 1353 HV0,5 bzw. 1341 HV1 für die Scheiben (Bild 3.6b) im Vergleich zu den urgeformten Qualitäten (Bild 3.6c) im mittleren Bereich.

3.2.2 Bruchzähigkeit

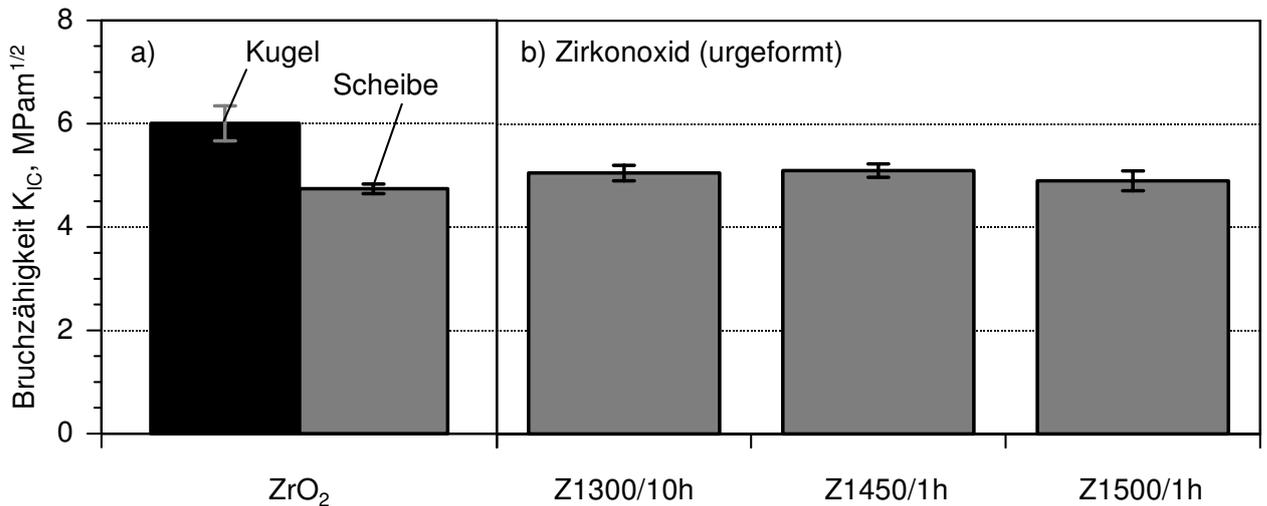


Bild 3.7: Über das ICL-Verfahren an polierten Querschliffen bestimmte Bruchzähigkeit K_{IC} der (a) ZrO₂ Kugel bzw. Scheibe und (b) der urgeformten ZrO₂-Probekörper.

Bild 3.7 zeigt die aus den an HV5-Härteeindrücken über das Eindruckverfahren bestimmte Bruchzähigkeit der Probekörper. Bei der kommerziellen Zirkonoxidkugel wurden $6,01 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ gemessen, während die Scheibe die niedrigste Bruchzähigkeit mit Werten von $4,75 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ zeigte. Die über Rapid-Prototyping urgeformten Zirkonoxidqualitäten wiesen eine Bruchzähigkeit (Bild 3.7b) von $5,00 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ auf und lagen damit um den Mittelwert der kommerziellen Kugel bzw. Scheibe. Für die Charge Z1300/10h und Z1450/1h wurden annähernd gleiche Werte von $5,05 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ und $5,10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ermittelt während sich bei der Charge Z1500/1h ein niedrigerer Wert von $4,90 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ergab. Bei der Charge Z1300/5h bildeten sich keine erkennbaren Risse um den Härteeindruck.

3.3 Tribologische Eigenschaften

3.3.1 Einsinniger Gleitkontakt

Die Untersuchungen im einsinnigen Gleitkontakt wurden standardmäßig bei einer Normalkraft von $F_N = 800 \text{ mN}$ und Gleitgeschwindigkeit $v = 400 \text{ mm/s}$ bei Raumtemperatur ungeschmiert in Luft mit 50% relativer Feuchte (50% r.F.), in Tauchschmierung mit destilliertem Wasser sowie dem Öl FVA Nr. 1 über den Gleitweg $s = 1000 \text{ m}$ durchgeführt. Auf die Versuchsführung im einsinnigen Gleitkontakt wird detailliert in Kapitel 2.3.2 eingegangen.

Werkstoffpaarung Kugel	Scheibe	Variation der Normalkraft	Variation des Zwischenmediums	Variation der Mikrostruktur
ZrO ₂	ZrO ₂	X	X	–
RP-ZrO ₂	RP-ZrO ₂	X	–	X
Si ₃ N ₄	Si ₃ N ₄	-	X	–
WC-Co	WC-Co	X	X	–
17-4PH	17-4PH	-	X	–

Tabelle 3.3: Überblick über die an den verschiedenen Werkstoffpaarungen durchgeführten Modelluntersuchungen im einsinnigen Gleitkontakt.

3.3.1.1 Einfluss der Materialpaarung

Bild 3.8 zeigt den Verlauf der Reibungszahl und des kontinuierlich gemessenen linearen Verschleißbetrags $W_1(s)$ für die ungeschmierten Eigenpaarungen im Gleitkontakt bei konstanter Normalkraft von 800 mN. Die ungeschmierte ZrO₂-Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F. zeigte zu Versuchsbeginn eine niedrige Reibungszahl von 0,30, die auf den ersten 25 m auf Werte von 0,60 anstieg (Bild 3.8a). Nach diesem Gleitweg zeigte die kapazitive Verschleißmessung einen linearen Verschleißbetrag von etwa 0,6 μm an. Bis zu dem Gleitweg von 60 m lag die Reibungszahl im Mittel bei 0,61, wobei in diesem Bereich ein abnehmender Verschleißbetrag beobachtet wurde. Anschließend stieg die Reibungszahl auf Maximalwerte von 0,68 bei 200 m Gleitweg an, während ein linearen Verschleißbetrag von etwa 2,0 μm gemessen wurde. Im weiteren Versuchslauf schwankte die Reibungszahl um den quasi-stationären Endwert von 0,64, der Verschleiß stieg nur noch geringfügig an. Nach einem Gleitweg von 1000 m wurde an der ZrO₂-Kugel ein linearer Verschleißbetrag von 2,4 μm ermittelt, während der lineare Verschleißbetrag der Scheibe unterhalb der Auflösungsgrenze des Profilometers (0,1 μm) lag.

Die Reibungszahl der Si₃N₄-Paarung stieg zu Versuchsbeginn auf Werte von $\mu = 0,70$ an und fiel anschließend mit zunehmendem Gleitweg auf einen quasi-stationären Endwert von etwa 0,49 (Bild 3.8b), wobei es wiederholt zu kurzzeitigen Überhöhungen der Reibungszahl kam. Die Paarung zeigte auf den ersten 100 m Gleitweg eine sehr hohe Verschleißintensität mit $dW_1(s)/ds$ oberhalb 250 $\mu\text{m}/\text{km}$ und erst nach etwa 500 m Gleitweg einen annähernd linearen Verlauf des linearen Verschleißbetrags, wobei die Verschleißintensität $dW_1(s)/ds$ bei etwa 46,0 $\mu\text{m}/\text{km}$ lag. Obwohl sich bei der Si₃N₄-Kugel nach 1000 m Gleitweg ein linearer Verschleißbetrag W_1^* von 75,0 μm ergab, konnte an der Scheibe kein messbarer Verschleiß ermittelt werden.

Zu Versuchsbeginn zeigte die WC-Co Gleitpaarung zunächst eine niedrige Reibungszahl von $\mu = 0,25$, die anschließend bis zu Versuchsende auf einen Wert von $\mu = 0,63$ anstieg (Bild 3.8c). Versuche über 3000 m bestätigten den quasi-stationären Wert der Reibungszahl von 0,60. Nach dem Gleitweg von 1000 m wurde ein linearer Verschleißbetrag W_1^* von etwa 1,0 μm ermittelt (Bild 3.8c).

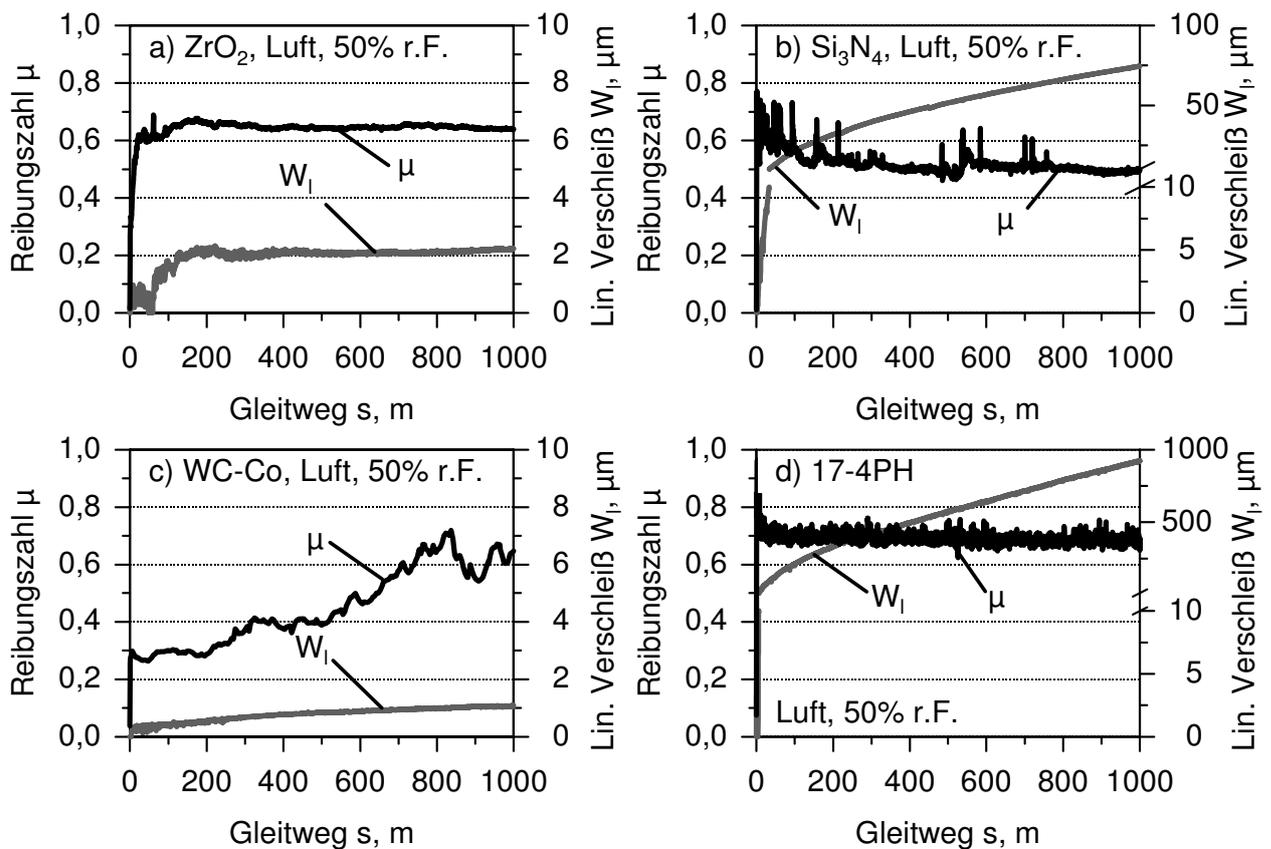


Bild 3.8: Reibungszahl und kontinuierlich gemessener linearer Verschleißbetrag als Funktion des Gleitwegs für die (a) ZrO₂-, (b) Si₃N₄-, (c) WC-Co- und (d) 17-4PH-Eigenpaarungen im ungeschmierten Gleitkontakt bei der Normalkraft von 800 mN ($v = 400$ mm/s).

Die Stahl-Eigenpaarung 17-4PH zeigte zu Versuchsbeginn eine Reibungszahl von 0,82. Auf den ersten 10 m Schwankungen mit kurzzeitigen Überhöhungen auf Werte der Reibungszahl von $\mu = 0,97$ auftraten (Bild 3.8d). Bereits nach 50 m Gleitweg erreichte die Reibungszahl quasi-stationäre Werte von 0,71, wobei die Verschleißintensität bei 2100 $\mu\text{m}/\text{km}$ lag. Der degressive Verlauf führte nach einem Gleitweg von 200 m bzw. einem Verschleiß von etwa 335,0 μm zu einem konstanten Wert der Verschleißintensität von etwa 735 $\mu\text{m}/\text{km}$. Die Nachuntersuchung der beanspruchten Oberflächen zeigte, dass die halbkugelförmige Stirnfläche der Stifte vollständig abgetragen wurde (d. h. $W_1^* > 800$ μm), während an der Scheibe ein linearer Verschleißbetrag von 86,0 μm ermittelt wurde. Daher wurde der Stiftverschleiß als Differenz zwischen dem Endwert der kapazitiven Verschleißmessung und dem linearen Verschleißbetrag der Scheibe zu 855 μm bestimmt.

3.3.1.2 Einfluss des Zwischenmediums

Zirkonoxid-Eigenpaarung

Den Verlauf der Reibungszahl für die ZrO_2 -Gleitpaarung in Abhängigkeit vom Gleitweg in Luft, Wasser und dem Öl FVA Nr. 1 zeigt Bild 3.9a. Der lineare Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg ist in Bild 3.9b dargestellt. Im ungeschmierten Gleitkon-

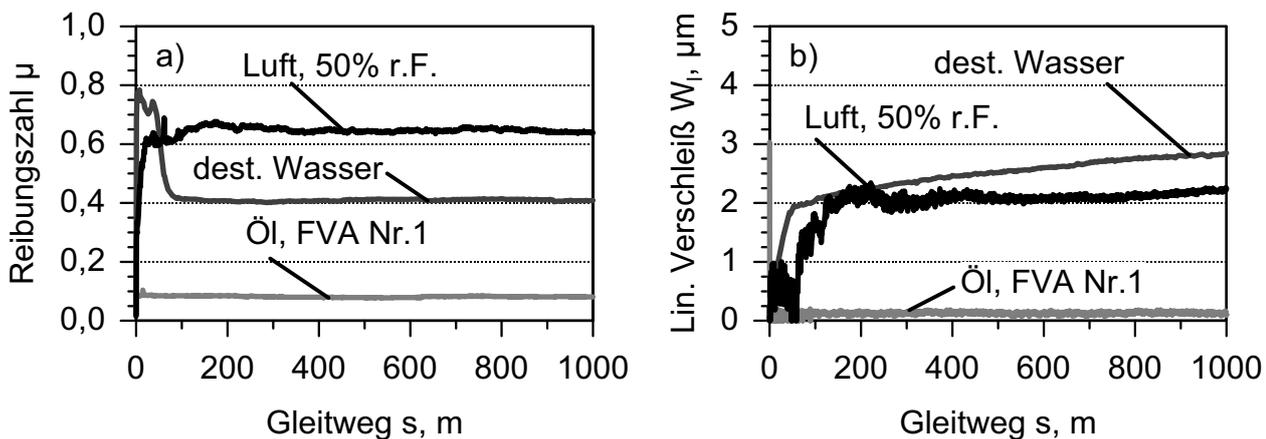


Bild 3.9: (a) Reibungszahl und (b) linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die ZrO_2 -Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F., destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s).

takt zeigte die ZrO_2 -Eigenpaarung nach dem Gleitweg von 50 m bereits eine Reibungszahl oberhalb von 0,60 wobei sich nach dem Gleitweg von 1000 m ein quasi-stationärer Wert von 0,64 ergab und ein linearer Verschleißbetrag von 2,4 μm ermittelt wurde. Unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser zeigte die ZrO_2 -Gleitpaarung ein ausgeprägtes Einlaufverhalten. Die Reibungszahl stieg sofort zu Versuchsbeginn auf 0,78 an und fiel anschließend auf den ersten 80 m auf quasi-stationäre Werte von 0,40 ab. Anhand der kapazitiven Verschleißmessung während des Versuchslaufs zeigte sich ein deutlicher Unterschied zwischen der Einlaufphase und dem darauf folgenden quasi-stationären Bereich. Während der Einlaufphase lag die Verschleißintensität mit Werten von 30 $\mu m/km$ im Vergleich zum quasi-stationären Bereich mit Werten von 0,8 $\mu m/km$ um den Faktor 35 höher. Der nach dem Gleitweg von 1000 m gemessene lineare Verschleißbetrag W_1^* der Kugel lag mit 2,8 μm geringfügig über dem Wert, der im ungeschmierten Gleitkontakt ermittelt wurde. Die taktile profilometrische Vermessung der Spur ergab keinen messbaren Verschleiß der Scheibe. Bei den Versuchen in Tauchschmierung mit dem Öl FVA Nr. 1 lag die Reibungszahl bei der ZrO_2 -Paarung über den gesamten Gleitweg hinweg auf einem konstanten Niveau von $\mu = 0,08$. Bei der im Anschluss an die Versuchsläufe durchgeführten Vermessung der beanspruchten Kugel konnte wie auch an der Scheibe, kein messbarer Verschleiß ermittelt werden.

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der beanspruchten Oberflächen der Zirkonoxidkugel sind in Bild 3.10a–c bzw. in Bild 3.10d–f für die Scheibe dargestellt.

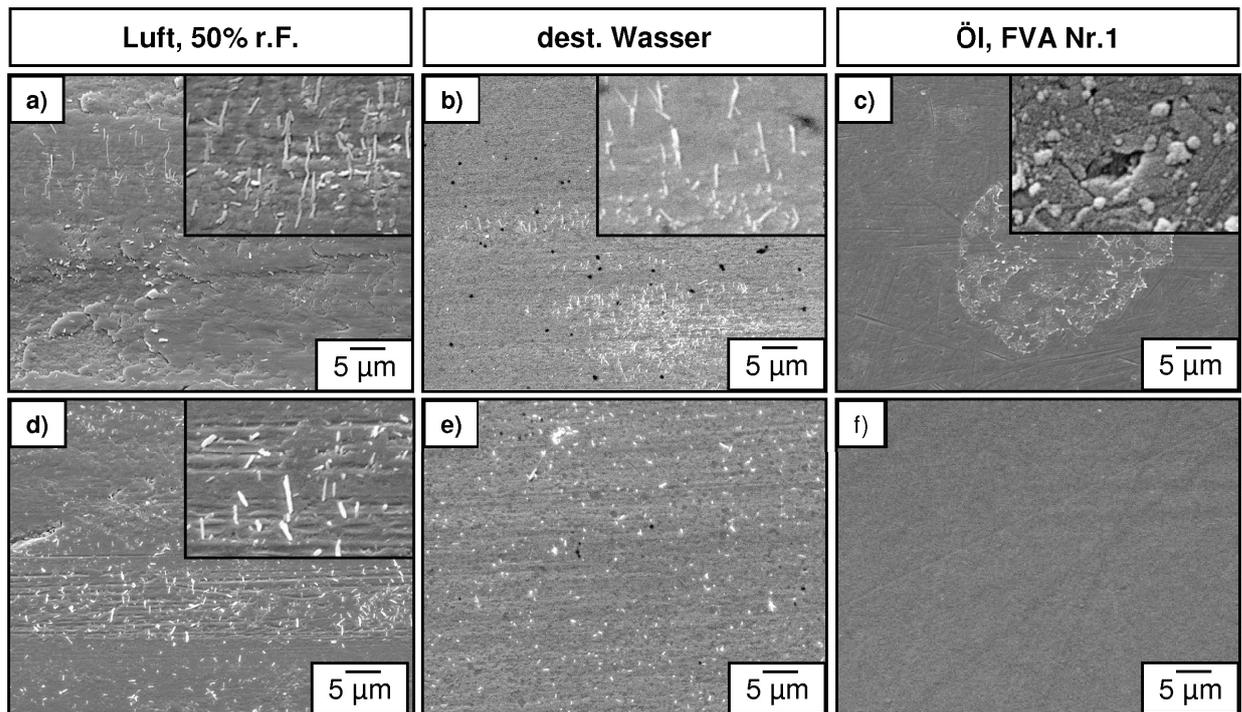


Bild 3.10: REM-Aufnahmen der (a,b,c) Kugeln und (d,e,f) Scheiben der ZrO_2 -Gleitpaarung nach einem Gleitweg von 1000 m in (a,d) Luft mit 50% r.F., (b,e) destilliertem Wasser und (c,f) dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s).

Die beanspruchte ZrO_2 -Kugeloberfläche (Bild 3.10a) zeigte im ungeschmierten einsinnigen Gleitkontakt in Luft von 50% r.F. nach dem Gleitweg von 1000 m eine Deckschicht aus kompaktierten Verschleißpartikeln. Über große Bereiche der Kontaktfläche war die Deckschicht fest anhaftend und stellenweise von losen Röllchen dekoriert, lediglich in vereinzelten Bereichen war ein schuppenförmiges Ablösen dieser Schicht festzustellen. Bei der beanspruchten Scheibenoberfläche (Bild 3.9d) waren die Flächenanteile, von denen sich die Deckschicht ablöste, geringer und die Bereiche mit intakter Deckschicht zeigten zusätzlich zu den Röllchen feine Riefen in Gleitrichtung. Bei Schmierung mit destilliertem Wasser hatte die beanspruchte Kugeloberfläche (Bild 3.10b) nach einem Gleitweg von 1000 m eine glatte Erscheinung und war in vereinzelten Bereichen mit losen Röllchen belegt. Die Kontaktfläche der Scheibe (Bild 3.10e) zeigte im Vergleich zur Kugel eine ausgeprägtere Topografie mit einer geringfügig ausgeprägten Furchung in Gleitrichtung und eine gleichmäßige Bedeckung der Oberfläche mit im Rasterelektronenmikroskop hell erscheinenden, losen Verschleißpartikeln. Bei den in Öl FVA Nr. 1 durchgeführten Versuchen war die ZrO_2 -Gleitpaarung nach dem Gleitweg von 1000 m lediglich durch eine geringfügige Schädigung der beanspruchten Kontaktflächen gekennzeichnet. Die Kugeloberfläche (Bild 3.10c) zeigte eine leichte Furchung in Gleitrichtung und war unregelmäßig mit losen Verschleißpartikeln bedeckt. Bei höherer Vergrößerung konnte im

mittleren Bereich der Kontaktfläche ein Ausbrechen von Körnern sowie vereinzelte feine Risse festgestellt werden. Auf den beanspruchten Scheibenoberflächen waren dagegen keine Anzeichen einer Schädigung erkennbar (Bild 3.10f).

Siliziumnitrid-Eigenpaarung

Im mit destilliertem Wasser geschmierten Gleitkontakt lagen die Reibungszahl und der

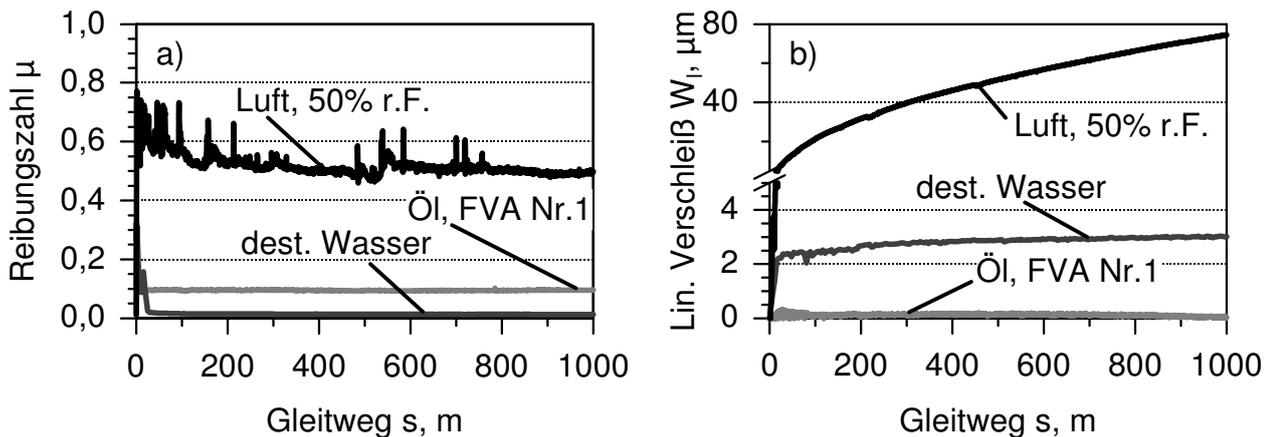


Bild 3.11: (a) Reibungszahl und (b) linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die Si_3N_4 -Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F., destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).

lineare Verschleißbetrag für die Si_3N_4 -Gleitpaarung deutlich unter den Werten der ungeschmierten Paarung. Das selbstgepaarte Si_3N_4 zeigte zu Versuchsbeginn eine kurze Einlaufphase über etwa 20 m Gleitweg, während der die Reibungszahl einen maximalen Wert von $\mu \approx 0,25$ (Bild 3.11a) erreichte und mit $2,6 \mu\text{m}$ etwa 70% des linearen Gesamtverschleißes von $W_1^* = 2,6 \mu\text{m}$ auftrat (Bild 3.11b). Nach dieser im Vergleich zur ZrO_2 -Paarung in destilliertem Wasser deutlich kürzeren Einlaufphase fiel die Reibungszahl der Si_3N_4 -Selbstpaarung auf einen sehr niedrigen quasi-stationären Wert von $\mu < 0,02$ ab. Die kapazitive Verschleißmessung zeigte in diesem Bereich mit sehr niedriger Reibungszahl μ eine ebenfalls sehr geringe Verschleißintensität $dW_1(s)/ds$ von $1 \mu\text{m}/\text{km}$. Bei den in Tauchschmierung mit dem FVA-Öl Nr. 1 durchgeführten Versuchen lagen die Werte der Reibungszahl von $\mu = 0,09$ im Vergleich zu den wassergeschmierten Versuchen deutlich höher. Weiterhin konnte bei den ölgeschmierten Versuchen kein Einlaufverhalten festgestellt werden. Die profilometrische Vermessung der Wirkflächen nach 1000 m ergab bei der Si_3N_4 -Paarung sowohl an der Kugel als auch auf der Scheibe keine messbaren linearen Verschleißbeträge.

Die REM-Aufnahmen der in den verschiedenen Medien beanspruchten Si_3N_4 -Oberflächen sind in Bild 3.12 dargestellt. Nach dem Gleitweg von 1000 m in Luft von 50% relativer Feuchte war die Si_3N_4 -Kugel von feinen, überwiegend losen und vereinzelt kompaktierten Verschleißpartikeln bedeckt (Bild 3.12a). Die beanspruchte Scheibenober-

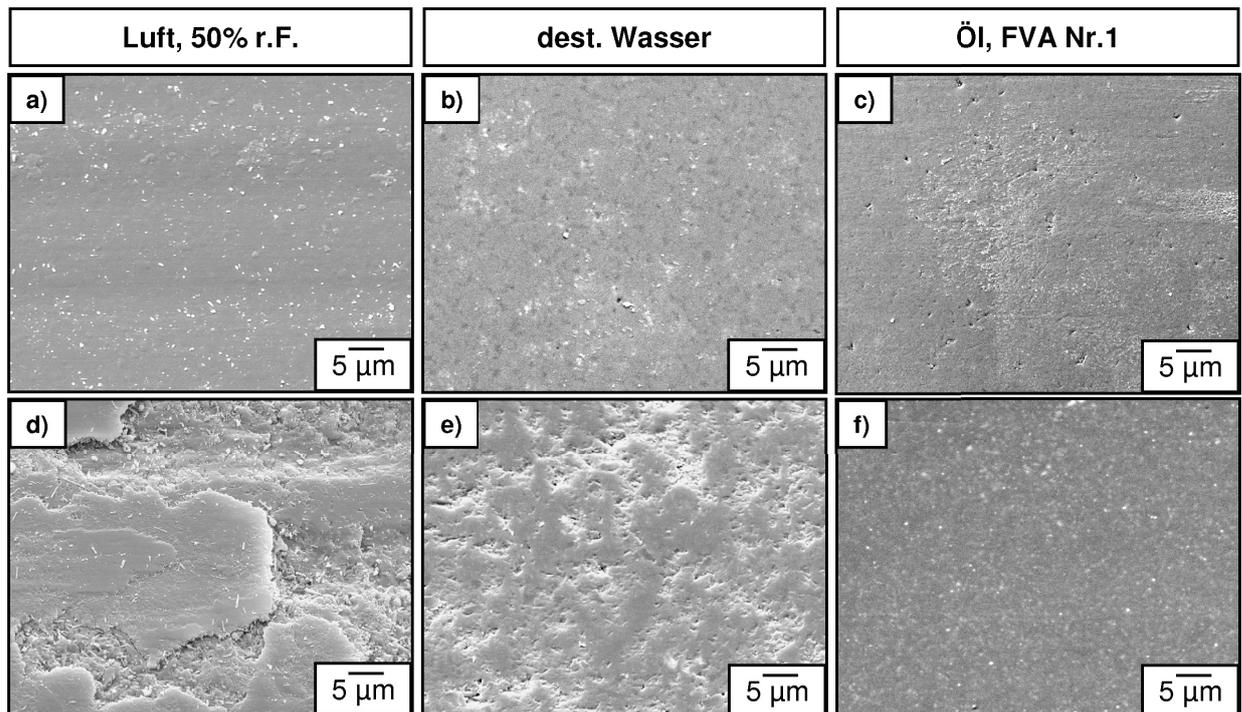


Bild 3.12: REM-Aufnahmen der (a,b,c) Kugeln und (d,e,f) Scheiben der Si_3N_4 -Gleitpaarung nach einem Gleitweg von 1000 m in (a,c) Luft mit 50% r.F., (b,e) destilliertem Wasser und (c,f) dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).

fläche war von einer dicken Deckschicht aus kompaktierten Verschleißpartikeln belegt, welche sich über große Bereiche ablöste (Bild 3.12d). Beide Bereiche waren zusätzlich mit feinen Röllchen belegt. Unter Wasserschmierung zeigte die über einen Gleitweg von 1000 m beanspruchte Kugeloberfläche eine glatte Oberfläche, welche mit vereinzelt, losen Verschleißpartikeln belegt war (Bild 3.12b). Die Scheibenoberfläche hatte ebenfalls einen hohen Flächenanteil mit glattem Erscheinungsbild. Allerdings waren diese Bereiche von rauer erscheinenden Bereichen mit ausgeprägten Kavitäten unterbrochen (Bild 3.12e). Die beanspruchte Oberfläche der Kugel war nach Versuchen unter Tauchschmierung mit dem Öl FVA Nr. 1 mit fest anhaftenden und teilweise kompaktierten Verschleißpartikeln belegt und zeigte im Vergleich zur Ausgangsoberfläche einen erhöhten Anteil an Kavitäten (Bild 3.12c). Dagegen konnte auf der Scheibenoberfläche keine Schädigung durch die tribologische Beanspruchung erkannt werden (Bild 3.12f).

Hartmetall-Eigenpaarung

Der Verlauf der Reibungszahl und des linearen Verschleißbetrags als Funktion des Gleitwegs für die WC-Co-Paarung in Luft (50% r.F.) und unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser bzw. dem Öl FVA Nr. 1 ist in Bild 3.13a,b dargestellt. Im ungeschmierten Gleitkontakt zeigte die Hartmetallpaarung zu Versuchsbeginn noch eine niedrige Reibungszahl

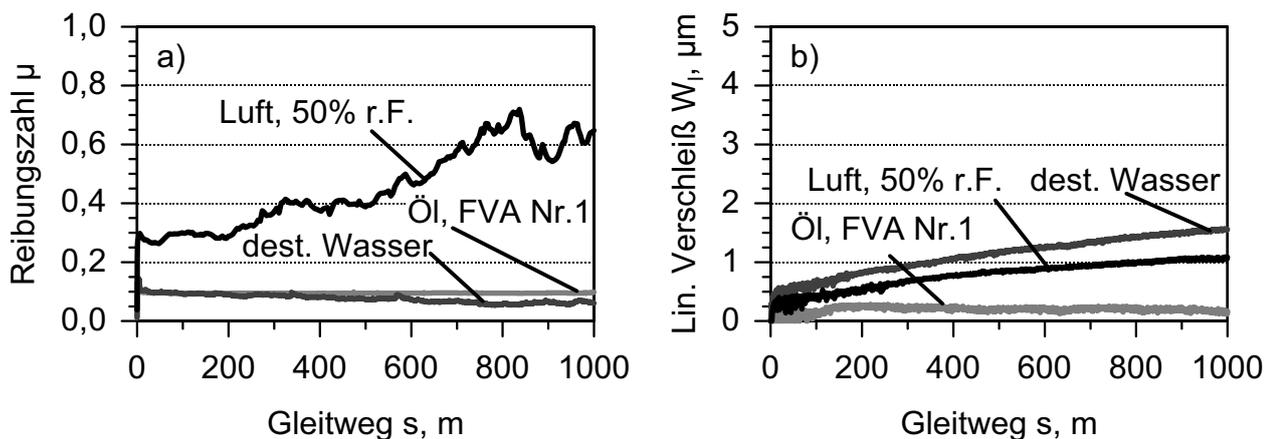


Bild 3.13: (a) Reibungszahl und (b) linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die WC-Co-Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F., destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s).

von 0,25, wobei ein ungünstiges Einlaufverhalten zu einem Ansteigen auf quasi-stationäre Werte von 0,60 führte. Gleichzeitig lag der lineare Verschleißbetrag mit Werten um $1,0 \mu\text{m}$ nach dem Gleitweg von 1000 m auf einem niedrigen Niveau. Die Hartmetall-Gleitpaarung zeigte unter Wasserschmierung ein nur gering ausgeprägtes Einlaufverhalten, wobei die Reibungszahl von Werten zwischen $\mu = 0,10$ und $0,15$ zu Versuchsbeginn auf den ersten 600 m Gleitweg auf einen quasi-stationären Wert von $\mu = 0,07$ abfiel (Bild 3.13a). Der nach einem Gleitweg von 1000 m gemessene lineare Verschleißbetrag W_1^* lag mit $1,5 \mu\text{m}$ geringfügig über dem Wert, der im ungeschmierten Gleitkontakt ermittelt wurde (Bild 3.13b). Bei Tauchschmierung mit dem Öl FVA Nr. 1 lag die Paarung zu Versuchsbeginn mit Werten der Reibungszahl von $\mu = 0,10$ auf einem vergleichbaren Niveau wie bei den wassergeschmierten Versuchen, allerdings war hier über den restlichen Gleitweg kein weiteres Abfallen der Reibungszahl zu beobachten. Nach den Versuchsläufen über einen Gleitweg von 1000 m konnten wie auch bei den ölgeschmierten keramischen Paarungen weder an der Kugel noch an der Scheibe messbare lineare Verschleißbeträge ermittelt werden.

Bild 3.14 zeigt die im einsinnigen Gleitkontakt in Luft mit 50% r.F., in destilliertem Wasser und in dem Öl FVA Nr. 1 bei einer Normalkraft von $F_N = 800$ mN verschlissenen Oberflächen der Kugeln und Scheiben nach einem Gleitweg von 1000 m. Im ungeschmierten Gleitkontakt bildete sich eine glatte Kontaktfläche aus, so dass bei der Kugel das Gefüge des Werkstoffs sichtbar wurde, während auf der Scheibe eine gering ausgeprägte Furchung in Gleitrichtung auftrat (Bild 3.14a,d). Tauchschmierung mit destilliertem Wasser ergab bei der Kugel eine sehr glatte Oberfläche mit vereinzelt Kavitäten deren Größe in etwa der mittleren Korngröße entsprach (Bild 3.14b). Die Scheibe zeigte dagegen eine Vielzahl von feinen Kavitäten und einzelne, deutlich erkennbare Riefen in Gleitrichtung. Die ölgeschmierten Versuche führten bei dem Gleitweg von 1000 m lediglich zu einer einzelnen, etwa $1 \mu\text{m}$ breiten Furche auf der beanspruchten Kugelkontaktfläche, während die Ausgangsoberfläche auf der Scheibe keine erkennbare Schädigung zeigte.

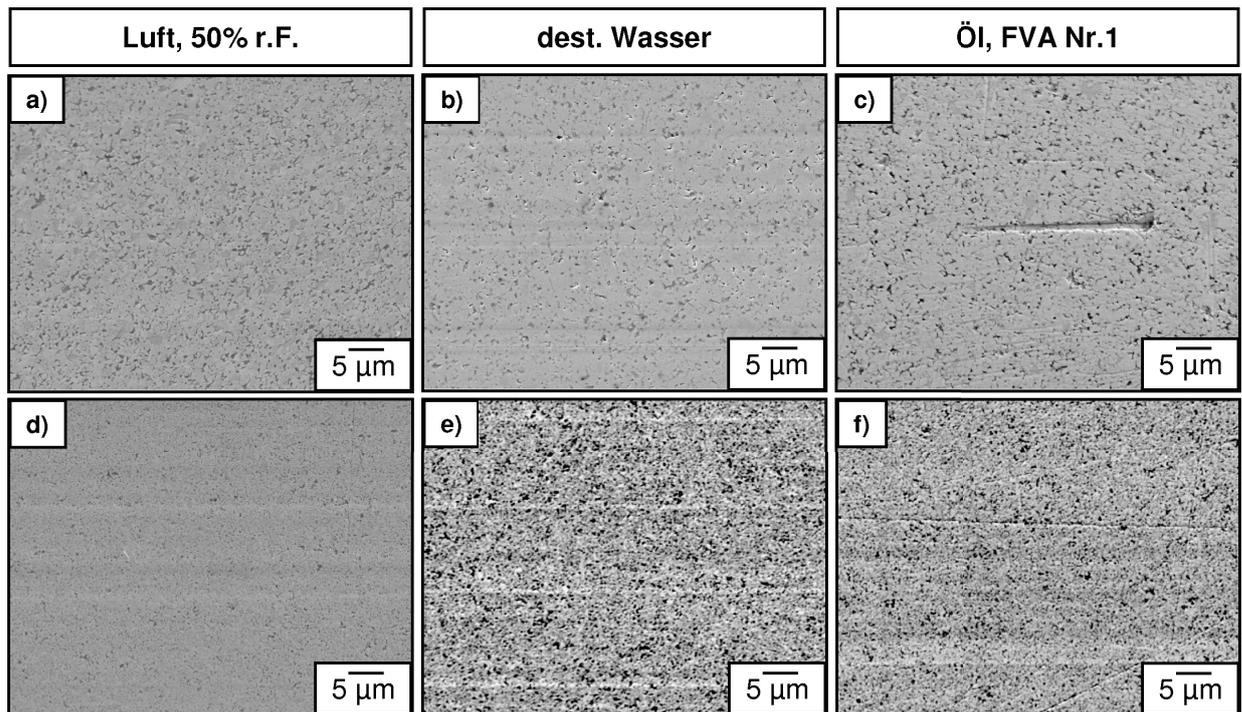


Bild 3.14: REM-Aufnahmen der (a,b,c) Kugeln und (d,e,f) Scheiben der WC-Co-Gleitpaarung nach einem Gleitweg von 1000 m in (a,d) Luft mit 50% r.F., (b,e) destilliertem Wasser und (c,f) dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).

Stahl-Eigenpaarung

In Bild 3.15 ist der Verlauf der (a) Reibungszahl bzw. (b) des linearen Verschleißbetrags $W_l(s)$ in Abhängigkeit vom Gleitweg für die Stahlpaarung 17-4PH ungeschmiert in Luft mit 50% relativer Feuchte, unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser sowie dem FVA Öl Nr. 1 aufgetragen. Ungeschmiert zeigte die 17-4PH-Paarung zu Versuchsbeginn eine Reibungszahl von bis zu 0,97. Auf den ersten Metern fiel die Reibungszahl bereits auf Werte um den quasi-stationären Endwert von 0,71 ab. Die Paarung zeigte nach einem Gleitweg von 1000 m unter allen untersuchten Paarungen den höchsten linearen Verschleißbetrag von $855,0 \mu\text{m}$. In destilliertem Wasser war die Stahlpaarung zunächst durch eine Reibungszahl von 0,47 gekennzeichnet, welche im weiteren Verlauf bis zu einem Gleitweg von 86 m auf einen niedrigen Wert von 0,28 abfiel. Nach einer kurzzeitigen Überhöhung auf Werte von 0,65 nach dem Gleitweg von 245 m zeigte die Reibungszahl einen Abfall bis zu einem quasi-stationären Endwert von 0,43 und war bei einem insgesamt schwankenden Verlauf durch kurzzeitige Überhöhungen gekennzeichnet. Die kontinuierliche Verschleißmessung zeigte im Anfangsbereich bis etwa 80 m einen stark degressiven Verlauf, daran anschließend im Bereich zwischen 150 und 300 m eine Zunahme der Verschleißintensität und bis zu Versuchsende einen annähernd konstanten Wert zwischen $36 \mu\text{m/km}$ und $34 \mu\text{m/km}$. Unter Tauchschmierung mit dem Öl FVA Nr. 1 lag die

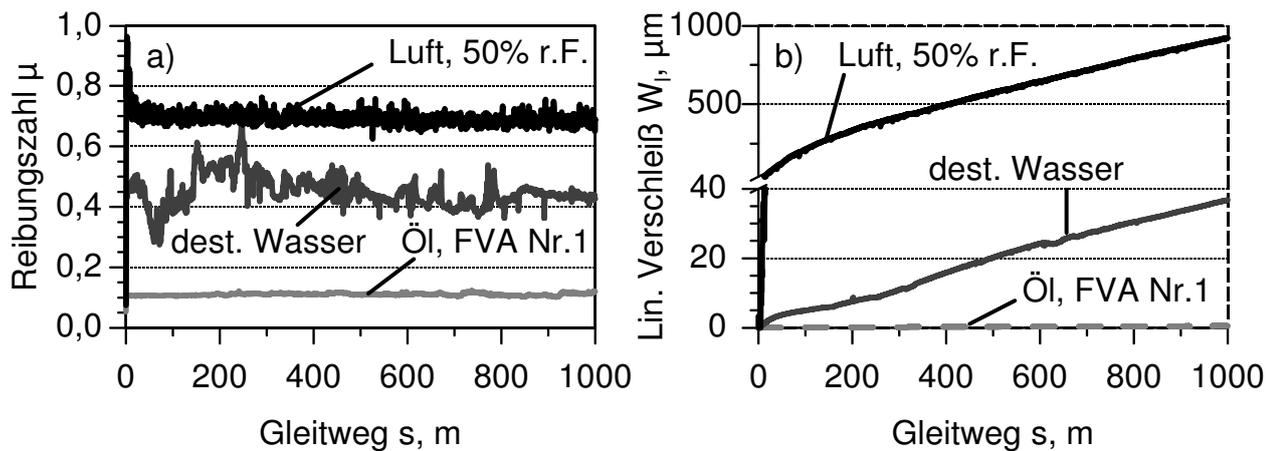


Bild 3.15: (a) Reibungszahl und (b) linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die 17-4PH-Gleitpaarung in Luft mit 50% r.F., destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).

Reibungszahl zu Versuchsbeginn mit Werten um $\mu = 0,11$ etwas höher als bei den Keramik- bzw. Hartmetallgleitpaarungen und pendelte im weiteren Verlauf zwischen Werten von 0,11 und 0,12. Die kapazitive Verschleißmessung ergab einen geringen Einlaufverschleiß von etwa $0,3 \mu\text{m}$ auf den ersten 100 m. Über die profilometrische Vermessung des Stiftes nach dem Gleitweg von 1000 m wurde ein linearer Verschleißbetrag von $0,45 \mu\text{m}$ ermittelt.

Die ungeschmiert beanspruchten Stahlstifte (Bild 3.16a) und Scheiben (Bild 3.16d) zeigten einen homogenen, metallischen Übertrag in Form von schuppenförmigen, in Gleitrichtung plastisch verformten Aufschweißungen und vereinzelt, hell erscheinende lose Verschleißpartikel. Die Versuchsläufe in dest. Wasser führten zu einer überwiegend poliert erscheinenden, von Furchen in Gleitrichtung unterbrochenen Kontaktfläche des Stiftes (Bild 3.16a). Auf der Scheibe wies die Verschleißspur dünne Schichten auf, die teilweise Risse hatten. Die Riefen waren stärker ausgeprägt, wobei darin dunkel erscheinende, körnige Partikelagglomerate erkennbar waren (Bild 3.16e). Nach den Versuchen in Öl war der Stift durch eine dichte, plastisch verformte Deckschicht, welche durch im Vergleich zu den wassergeschmierten Versuchsläufen tiefe und breite Riefen unterbrochen war, gekennzeichnet (Bild 3.16c). Die Verschleißspur der Scheibe war sehr gleichmäßig gefurcht und zeigte im Vergleich zum Stift eine deutlich geringere plastische Verformung (Bild 3.16f).

In Bild 3.17 ist der nach Gleichung 2.7 bzw. 2.9 berechnete (a) lineare bzw. (b) volumetrische Verschleißbetrag nach 1000 m Gleitweg für die Paarungen in Abhängigkeit vom Umgebungsmedium aufgetragen. Für die Zirkonoxid- als auch die Hartmetallpaarung in Luft wurden um etwa eine Größenordnung kleinere Werte für den linearen Verschleißbetrag W_l^* und um drei Größenordnungen niedrigere volumetrische Verschleißbeträge im Vergleich zu der Siliziumnitridpaarung ermittelt, wobei diese ein bzw. zwei Größenordnungen niedrigere Werte als der Stahl 17-4PH zeigte. Bei der Siliziumnitridpaarung konnte der Verschleiß durch Tauchschmierung mit dest. Wasser auf ein mit der

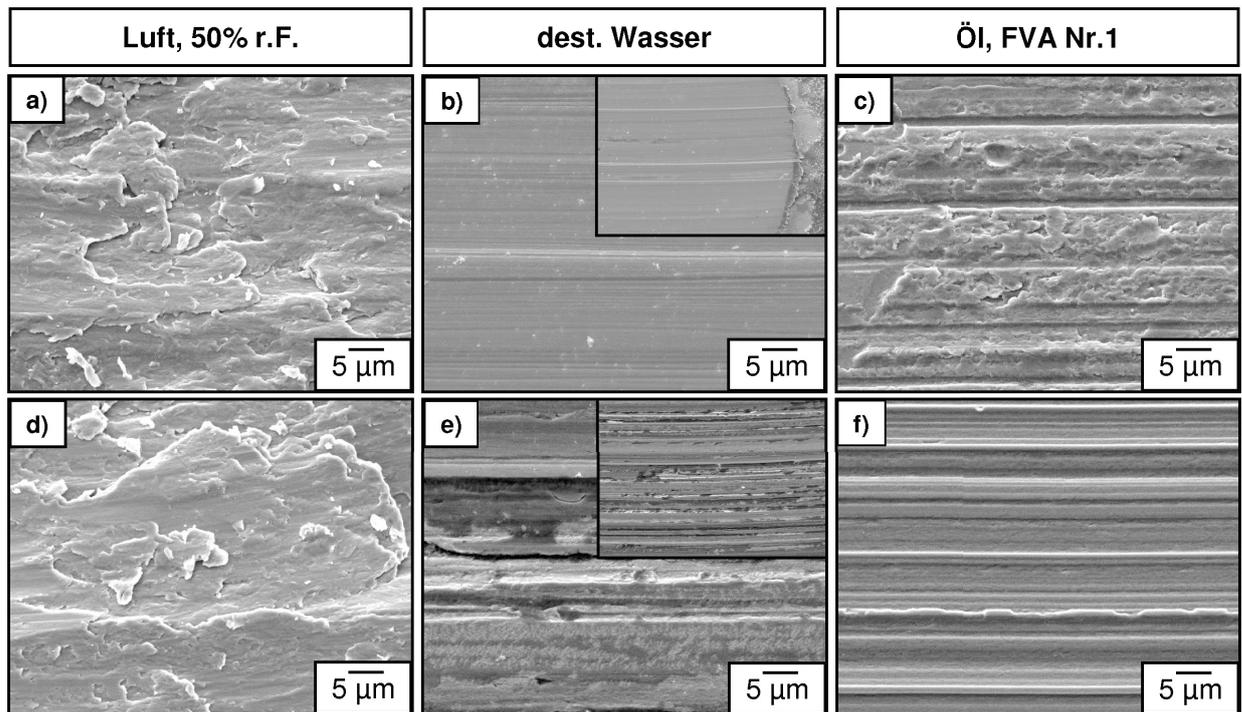


Bild 3.16: REM-Aufnahmen der (a,b,c) Stifte und (d,e,f) Scheiben der 17-4PH-Gleitpaarung nach dem Gleitweg von 1000 m in (a,d) Luft mit 50% r.F., (b,e) destilliertem Wasser und (c,f) dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s).

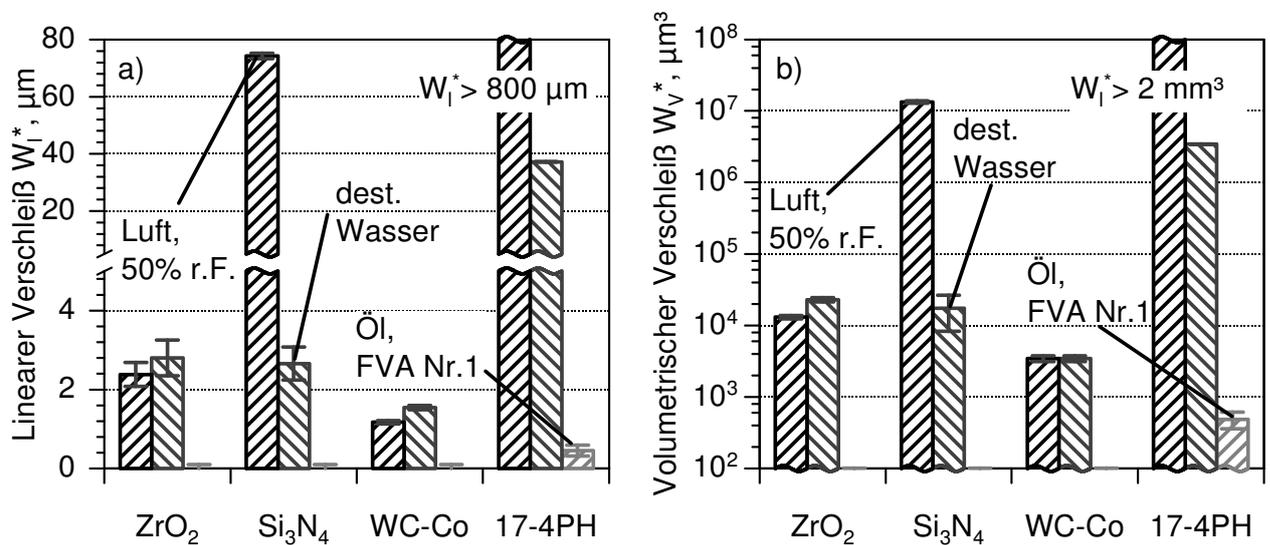


Bild 3.17: (a) Linearer und (b) volumetrischer Verschleißbetrag nach einem Gleitweg von 1000 m für die ZrO₂-, Si₃N₄-, WC-Co- und 17-4PH-Gleitpaarungen in Abhängigkeit von den Zwischenmedien Luft (50% r.F.), destilliertes Wasser und Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s).

ZrO₂- bzw. WC-Co-Paarung vergleichbares Niveau von 10⁴ μm³ reduziert werden. Diese beiden Paarungen zeigten dagegen wassergeschmiert einen etwas höheren Verschleiß als ungeschmiert, während der Verschleiß bei der Stahlpaarung deutlich reduziert wurde. Im ölgeschmierten Gleitkontakt zeigte lediglich die Stahlpaarung noch messbaren Verschleiß mit linearen Verschleißbeträgen um 0,45 μm.

3.3.1.3 Einfluss der Normalkraft

Aufgrund des relativ günstigen tribologischen Verhaltens der ZrO₂-Eigenpaarung im ungeschmierten Gleitkontakt wurde der Einfluss der Normalkraft auf das Reibungs- und Verschleißverhalten zusätzlich zur kommerziellen Paarung auch an 3 unterschiedlich gesinterten, über Rapid-Prototyping urgeformten Qualitäten untersucht. Im mit destilliertem Wasser geschmierten Gleitkontakt zeichnete sich die WC-Co-Paarung aus, so dass auch bei dieser Paarung eine Normalkraftvariation durchgeführt wurde.

Zirkonoxid-Eigenpaarungen

Bild 3.18 zeigt den Verlauf der Reibungszahl und des kontinuierlich gemessenen, linearen Verschleißbetrags $W_1(s)$ der mittels Rapid-Prototyping urgeformten Zirkonoxid-Qualität Z1300/10h bei Variation der Normalkraft. Bei der Normalkraft von 200 mN stieg die Reibungszahl der ungeschmierten ZrO₂-Eigenpaarung auf den ersten 50 m Gleitweg auf $\mu = 0,60$ an, während die kapazitive Wegmessung einen linearen Verschleißbetrag von 2,4 μm anzeigte. Im weiteren Verlauf erreichte die Reibungszahl nach 193 m Gleitweg zunächst den Wert von $\mu = 1,00$ und nach 1000 m Gleitweg den quasi-stationären Endwert von $\mu = 1,05$. Die Steigung der $W_1(s)$ -Kurve war zu Versuchsbeginn teilweise negativ und Betrag ab 200 m Gleitweg etwa 3,0 μm/km, wobei der lineare Verschleißbetrag zu Versuchsende 3,1 μm betrug. Bei der auf 400 mN erhöhten Normalkraft zeigte die Paarung zu Versuchsbeginn ebenfalls einen Anstieg der Reibungszahl, wobei es nach dem Gleitweg von 60 m zu einer kurzzeitigen Überhöhung auf Werte von 0,80 kam, um im folgenden auf Werte um 0,60 abzufallen (Bild 3.18b). Im Bereich von 90 bis 250 m Gleitweg zeigte sich eine ausgeprägte Überhöhung begleitet von starken Schwankungen der Reibungszahl mit Werten von 1,0, wobei im Bereich des Anstiegs der Reibungszahl eine Abnahme des linearen Verschleißbetrages gemessen wurde. Im weiterem Versuchslauf lag die Reibungszahl um den quasi-stationären Endwert von $\mu = 0,60$, wobei sich ab etwa 250 m Gleitweg bei einer konstanten Verschleißintensität von etwa 20,0 μm/km nach einem Gleitweg von 1000 m ein linearer Verschleißbetrag von 18,1 μm ergab. Bei der Normalkraft von 800 mN (Bild 3.18c) zeigte die Paarung Z1300/10h einen mit den Versuchsläufen bei 400 mN vergleichbaren Verlauf der Reibungszahl. Der Anstieg der Reibungszahl war lediglich zu kürzeren Gleitwegen hin verschoben, wobei die von ausgeprägten Reibungszahlüberhöhungen begleitete Einlaufphase bereits nach etwa 120 m Gleitweg abgeschlossen und mit Maximalwerten um 0,70 geringer ausgeprägt war. Im Anschluss an die Einlaufphase ergaben sich Werte der Reibungszahl um den quasi-stationären Endwert von $\mu = 0,58$. Der Kurvenverlauf des linearen Verschleißbetrags $W_1(s)$ zeigte im Anfangsbereich

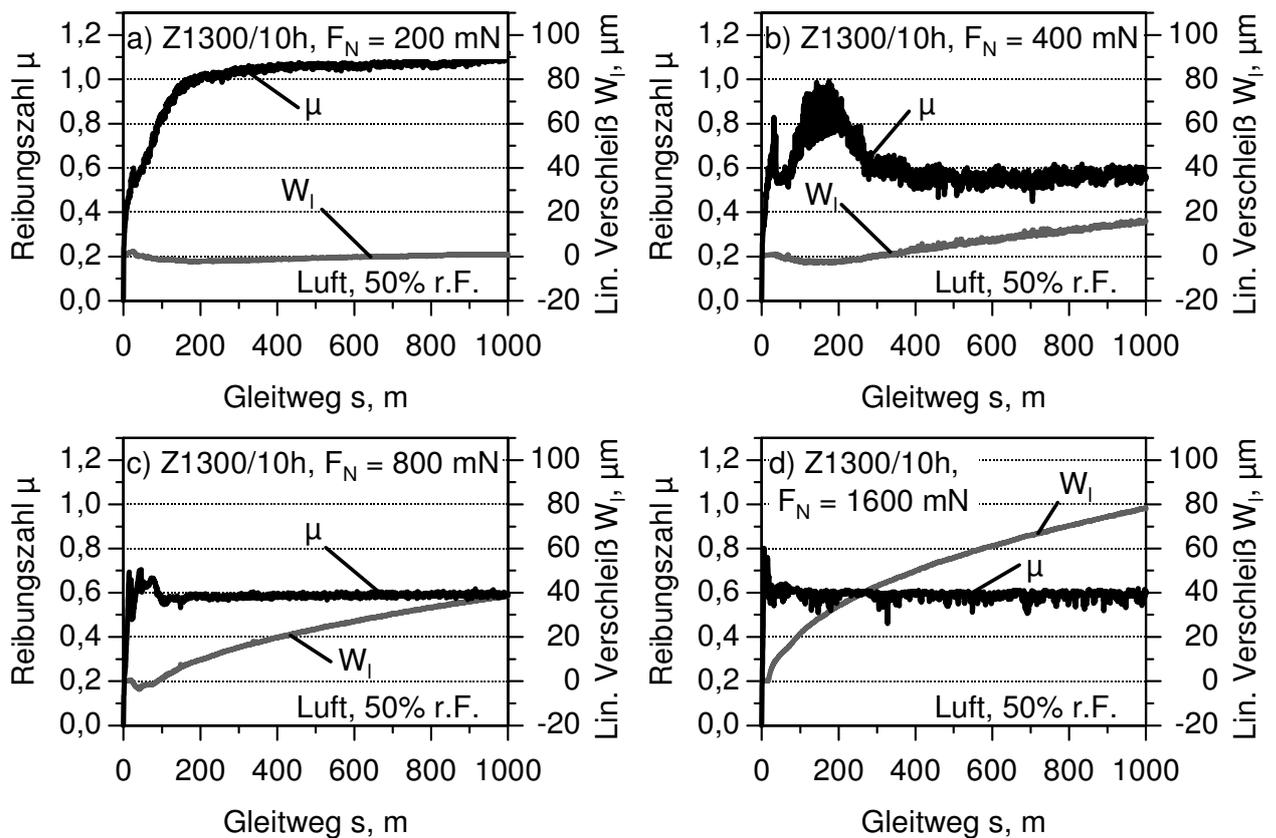


Bild 3.18: Reibungszahl und kontinuierlich gemessener linearer Verschleißbetrag als Funktion des Gleitwegs für die ZrO_2 -Charge Z1300/10h im ungeschmierten Gleitkontakt bei einer Normalkraft von (a) 200 mN, (b) 400 mN, (c) 800 mN und (d) 1600 mN ($v = 400 \text{ mm/s}$, Luft mit 50% r.F.).

der Reibungszahlüberhöhung ebenfalls abnehmende Werte und ab dem Gleitweg von 150 m eine Verschleißintensität von $35,0 \mu\text{m}/\text{km}$ an, wobei der Stift zum Ende des Versuchslaufs einen linearen Verschleißbetrag von $W_l^* = 40,0 \mu\text{m}$ zeigt. In Versuchsläufen mit einer Normalkraft von 1600 mN zeigte die Z1300/10h Paarung bereits nach dem Gleitweg von 15 m einen maximalen Wert der Reibungszahl von 0,76, wobei sich bereits nach 33 m Gleitweg quasi-stationären Werte von 0,60, begleitet von kurzzeitigen Schwankungen, einstellten (Bild 3.18d). Der lineare Verschleißbetrag zu Versuchsende betrug $78,0 \mu\text{m}$.

Bild 3.19 zeigt REM-Aufnahmen der beanspruchten Flächen der ZrO_2 -Eigenpaarung der Charge Z1300/10h nach dem Gleitweg von 1000 m. Nach Versuchsläufen mit der Normalkraft von 200 mN war der Zirkonoxidstift über große Bereiche der Verschleißkalotte mit einer kompakten Deckschicht aus Verschleißpartikeln bedeckt (Bild 3.19a), wobei diese Bereiche bei höherer Vergrößerung vereinzelte feine Furchen und röllchenförmige Verschleißpartikel zeigten. Die beanspruchte Oberfläche der Scheibe (Bild 3.19c) war ebenfalls glatt. Bei hoher Vergrößerung konnten feine, röllchenförmige Verschleißpartikel festgestellt werden. Auf dem Stift bildeten sich während der Versuchsläufe bei höheren Normalkräften

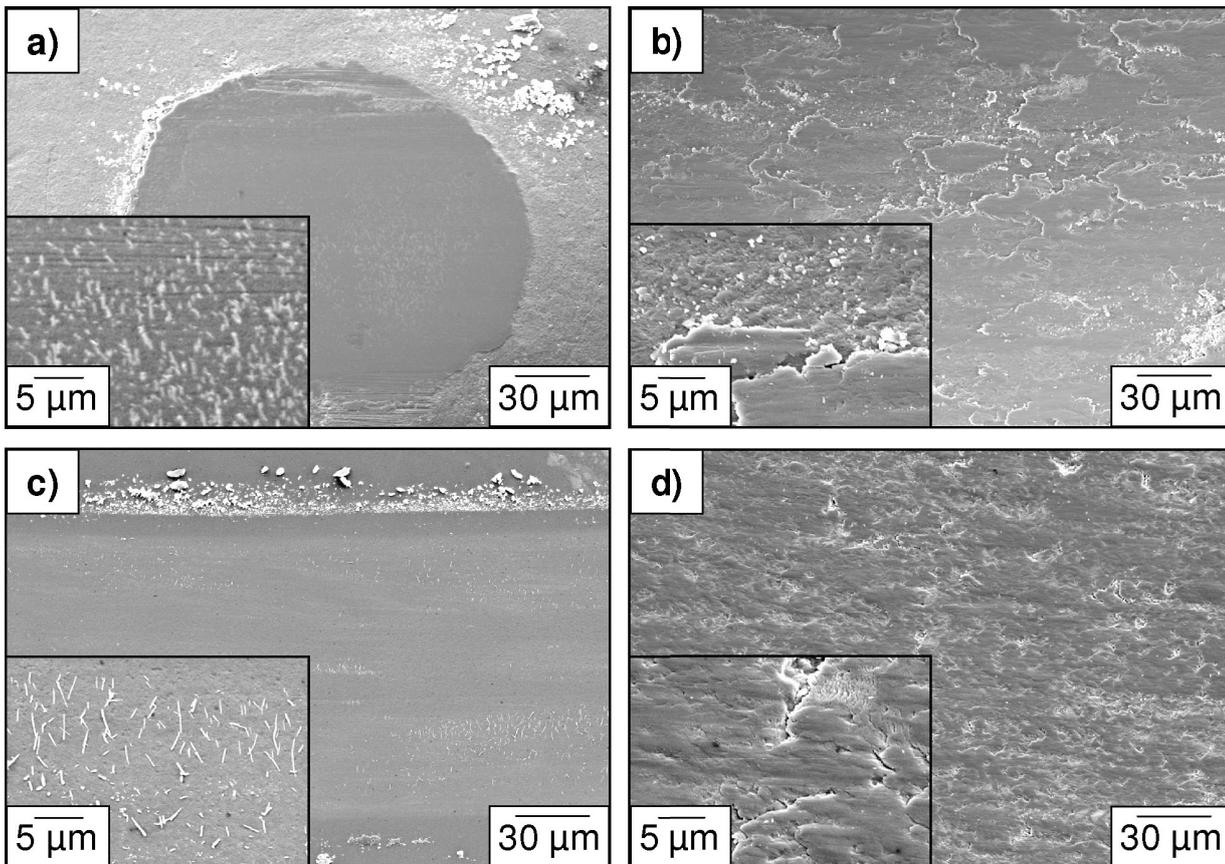


Bild 3.19: REM-Aufnahmen der bei der Normalkraft von (a,c) 200 mN und (b,d) 400 mN verschlissenen (a,b) Stifte und (c,d) Scheiben der Zirkonoxidcharge Z1300/10h nach dem Gleitweg von 1000 m in Luft mit 50% r.F. ($v = 400$ mm/s).

von 400 mN (Bild 3.19b) bis 1600 mN Schichten aus kompaktierten Verschleißpartikeln, welche sich von der darunter liegenden Oberfläche teilweise schuppenförmig ablösen. Die Scheibe (Bild 3.19d) zeigte nach Versuchsläufen bei der Normalkraft von 400 mN im Vergleich zur Kugel (Bild 3.19b) kleinere Schuppen und Mikrorisse. Das Ablösen der Verschleißpartikelschichten war geringer ausgeprägt als bei der Kugel.

Bild 3.20 zeigt den Einfluss der Normalkraft auf das Reibungs- und Verschleißverhalten im einsinnigen Gleitkontakt nach einem Gleitweg von 1000 m für die RP-ZrO₂-Qualitäten (a) Z1300/10h, (b) Z1450/1h, (c) Z1500/1h und (d) die kommerzielle Referenz ZN101B. Für alle ZrO₂-Selbstpaarungen lag die quasi-stationäre Reibungszahl $\mu_{G, 1000m}$ bei niedrigen Belastungen ($F_N = 200$ mN) größer als 0,80. Gleichzeitig wurden niedrigere lineare Verschleißbeträge kleiner 4,0 μm nach 1000 m Gleitweg festgestellt. Eine Erhöhung der Normalkraft auf 400 mN führte bei den urgeformten Qualitäten (Bild 3.20a-c) zu einem Übergang in die Verschleißhochlage mit linearen Verschleißbeträgen zwischen 18,5 μm (Z1300/10h) und 25,5 μm (Z1500/1h) nach Versuchsende. Gleichzeitig zeigte sich eine

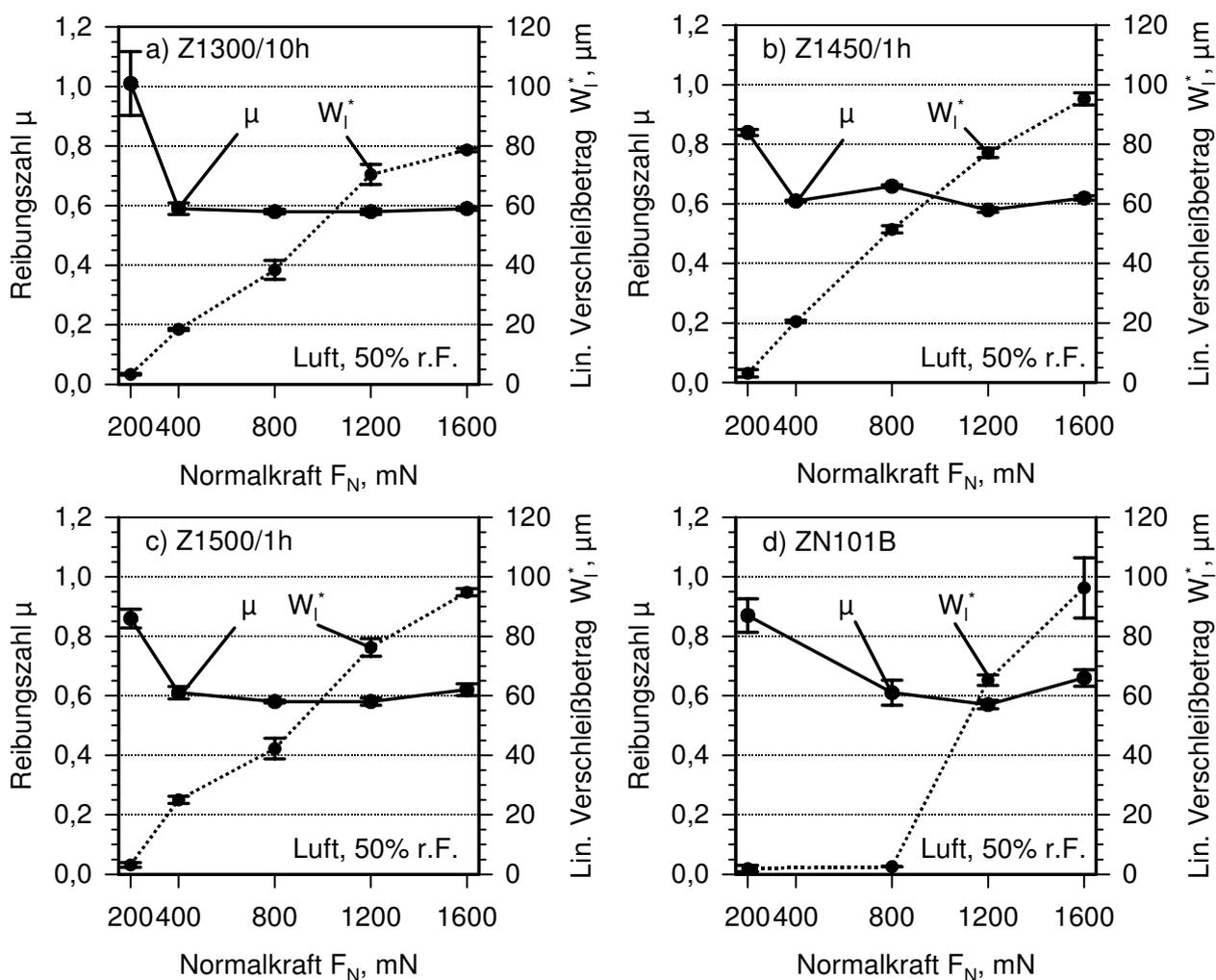


Bild 3.20: Reibungszahl und linearer Verschleißbetrag der ZrO_2 -Selbstpaarungen (a) Z1300/10h, (b) Z1450/1h, (c) Z1500/1h und (d) der kommerziellen Referenz ZN101B im ungeschmierten Gleitkontakt nach dem Gleitweg von 1000 m ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s, Luft mit 50% r.F.).

niedrigere quasi-stationäre Reibungszahl um 0,60. Dagegen verharrte die ZrO_2 -Paarung ZN101B (Bild 3.20d) auch bei der Normalkraft von 800 mN mit linearen Verschleißbeträgen unterhalb von $3,0 \mu\text{m}$ nach 1000 m noch in der Verschleißtieflage. Erst bei Versuchsläufen mit 1200 mN Normalkraft erfolgte der Übergang in die Verschleißhochlage mit um den Faktor 20 gegenüber den Versuchsläufen mit 800 mN Normalkraft erhöhten linearen Verschleißbeträgen von $65,0 \mu\text{m}$ nach 1000 m Gleitweg.

Einfluss der Sinterbedingungen bei Zirkonoxid

Die Charge Z1300/10h zeigte im Vergleich mit den Chargen Z1450/1h und Z1500/1h die niedrigsten linearen Verschleißbeträge, die höchsten Werte für die Vickershärte (Bild 3.6c)

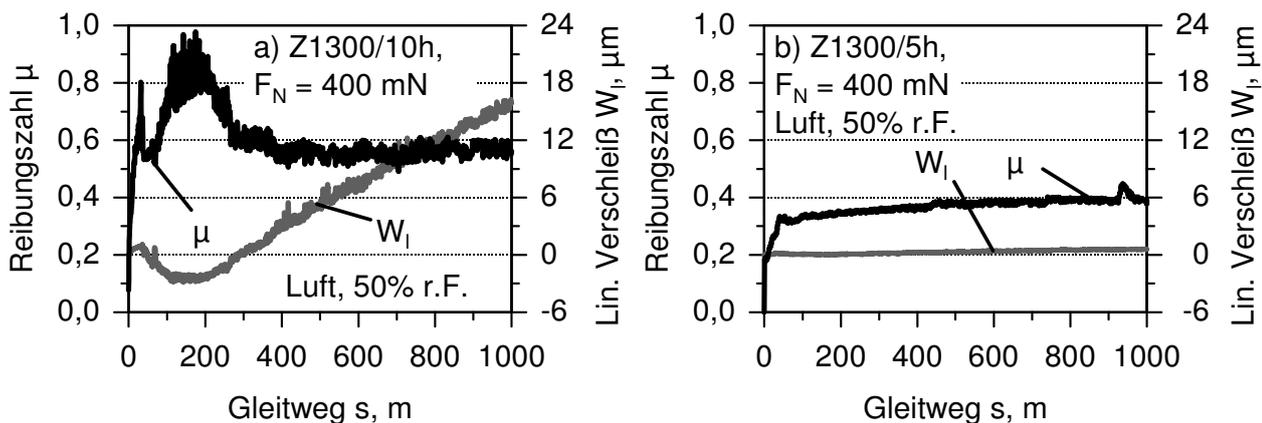


Bild 3.21: Reibungszahl und linearer Verschleißbetrag der ZrO_2 -Selbstpaarungen (a) Z1300/10h und (b) Z1300/5h als Funktion des Gleitwegs im ungeschmierten Gleitkontakt ($F_N = 400$ mN, $v = 400$ mm/s, Luft mit 50% r.F.).

und eine hohe Bruchzähigkeit (Bild 3.7) sowie ein feinkörniges Gefüge (Bild 3.2d). Bei der Charge Z1300/5h konnten durch die Halbierung der Sinterdauer auf 5 h die mechanischen Kennwerte bei einer nur geringfügigen Reduzierung der Dichte erhöht und die Korngröße weiter reduziert werden. Bild 3.21 zeigt exemplarisch das Reibungs- und Verschleißverhalten der Zirkonoxidqualität Z1300/5h im Vergleich zu Z1300/10h im ungeschmierten Gleitkontakt bei der Normalkraft von 400 mN. Bei der Charge Z1300/5h wurde eine Reduzierung der Reibungszahl um mehr als 30% auf quasi-stationäre Werte von 0,40 und eine Abnahme des linearen Verschleißbetrags um den Faktor 30 auf Werte von 0,6 μm erreicht. Bild 3.22 zeigt die beanspruchten Kontaktflächen der Stifte nach Versuchsläufen

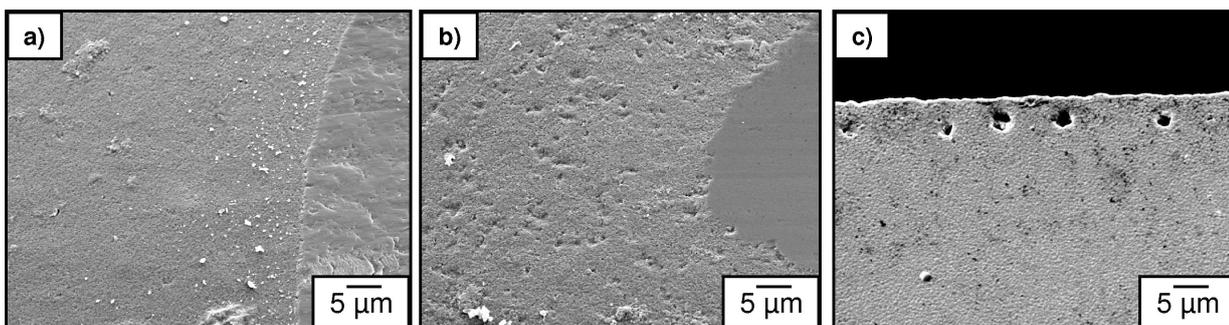


Bild 3.22: REM-Aufnahmen der in Luft mit 50% r.F. verschlissenen Stifte der Charge (a) Z1300/10h und (b) Z1300/5h ($F_N = 400$ mN, $v = 400$ mm/s, $s = 1000$ m) sowie (c) Querschliff durch die Kontaktfläche der Charge Z1300/5h.

bei einer Normalkraft von 400 mN, sowie einen thermisch angeätzten Querschliff der Charge Z1300/5h. Bei der Charge Z1300/5h bildete der Stift eine kompakte Deckschicht auf der Verschleißkalotte aus (Bild 3.22a), während bei der Charge Z1300/10h eine schup-

penförmige Deckschicht vorhanden war (Bild 3.22b). Die unbeanspruchte Oberfläche bei der Charge Z1300/10h (Bild 3.22a) zeigte eine kompakt erscheinende Oberfläche, während die Charge Z1300/5h eine hohe Anzahl von Kavitäten mit Abmessungen von $1\ \mu\text{m}$ aufwies (Bild 3.22b). In dem thermisch angeätzten Querschliff der Charge Z1300/5h (Bild 3.22c) zeigten sich relativ große Poren mit Abmessungen von 1 bis $3\ \mu\text{m}$ im oberflächennahen Bereich bis etwa $5,0\ \mu\text{m}$ Tiefe und zusätzlich auch im Inneren der Probe feine Poren mit Abmessungen kleiner $0,5\ \mu\text{m}$.

Hartmetall WC-Co

Bild 3.23 zeigt den Einfluss der Normalkraft zwischen 400 mN und 1600 mN auf das

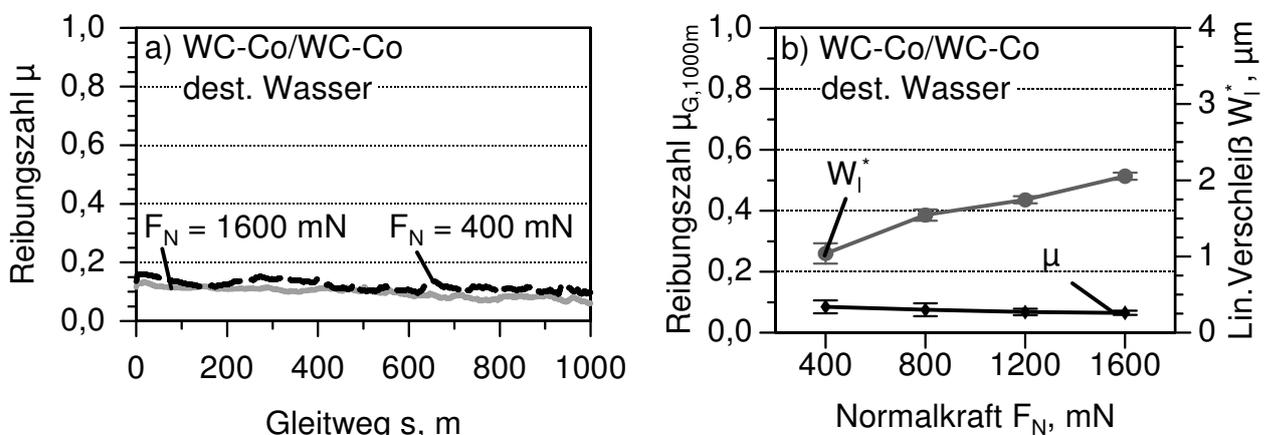


Bild 3.23: (a) Verlauf der Reibungszahl als Funktion des Gleitwegs und (b) quasi-stationäre Reibungszahl $\mu_{G,1000m}$ und linearer Verschleißbetrag W_1^* nach dem Gleitweg von 1000 m für die WC-Co-Gleitpaarung bei Variation der Normalkraft in Luft mit 50% r.F. ($v = 400\ \text{mm/s}$).

Reibungs- und Verschleißverhalten der Hartmetallpaarung im wassergeschmierten Gleitkontakt. Die Paarung zeigte zu Versuchsbeginn eine Reibungszahl von 0,17 ($F_N = 400\ \text{mN}$) bzw. 0,13 ($F_N = 1600\ \text{mN}$) und fiel bis zum Versuchsende nach einem Gleitweg von 1000 m auf Werte von 0,085 bzw. 0,065 ab. Gleichzeitig stieg der lineare Verschleißbetrag W_1^* nach dem Gleitweg von 1000 m von etwa $1,0\ \mu\text{m}$ bei der Normalkraft von 400 mN auf knapp über $2,0\ \mu\text{m}$ bei einer Normalkraft von 1600 mN an.

3.3.2 Wälzkontakt

Bei den tribologischen Untersuchungen zum Reibungs- und Verschleißverhalten im Wälzkontakt mit dem Modellsystem ballige Scheibe/ebene Scheibe (Bild 2.10) wurde zunächst der Einfluss des Schlupfs bei der Normalkraft von 250 mN ungeschmiert an Luft (50% r.F.) untersucht. Weiterhin wurde das Verhalten der Paarungen bei der Normalkraft von 250 mN unter Tropfschmierung mit destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 untersucht. Ei-

Werkstoffpaarung:		ZrO ₂ , Si ₃ N ₄ , WC-12Co und 17-4PH in Eigenpaarung		
Belastung		Umgebungsmedium		
Schlupf S	Normalkraft F _N	Luft, 50% r.F.	dest. Wasser	Öl, FVA Nr. 1
1%	250	X	X	X
4%	250	X	X	X
10%	250	X	X	X
10%	1000	X	X	X
10%	2000	X	X	X

Tabelle 3.4: Überblick der an den verschiedenen Werkstoffpaarungen durchgeführten Modelluntersuchungen im Wälzkontakt.

ne Lastvariation wurde bei dem Schlupf von 10% durchgeführt um die Grenzbelastungen, bei der gegebenenfalls ein Übergang von der Verschleißtief- in die Verschleißhochlage erfolgt, für die Werkstoffpaarungen in Abhängigkeit von den jeweiligen Zwischenmedien zu ermitteln.

3.3.2.1 Einfluss des Schlupfs

Bild 3.24a–d zeigt den Verlauf der Reibungszahl im Wälzkontakt für die Normalkraft von 250 mN bei einem über die treibende Scheibe auf 1%, 4% und 10% eingestellten Schlupf für die ZrO₂-, Si₃N₄-, WC-12Co- und 17-4PH-Eigenpaarung in Luft von 50% relativer Feuchte in Abhängigkeit von der Anzahl der Überrollungen. Die Zirkonoxidpaarung zeigte bei der Normalkraft von 250 mN und der Geschwindigkeit $v_1 = 800$ mm/s der getriebenen Scheibe bei einem Schlupf mit 1% zu Versuchsbeginn eine Reibungszahl von 0,10 (Bild 3.24a). Ab etwa 10^5 Überrollungen war ein leichtes Ansteigen der Reibungszahl begleitet von einer mit der Anzahl der Überrollungen zunehmenden Fluktuation festzustellen, so dass sich nach 10^6 Überrollungen ein Endwert von 0,14 ergab. Bei 4% Schlupf lag die Reibungszahl der ZrO₂-Paarung zu Versuchsbeginn mit Werten von $\mu = 0,15$ im Vergleich zu den Versuchsläufen bei 1% Schlupf um 50% höher und erreichte aufgrund eines kontinuierlichen Anstiegs bei etwa $1,3 \cdot 10^4$ Überrollungen den Wert von 0,20 (Bild 3.24a). Der Bereich zwischen $4,5 \cdot 10^4$ und $1,05 \cdot 10^5$ Überrollungen war durch einzelne Überhöhungen in der Reibungszahl gekennzeichnet. Anschließend erfolgte ein im Vergleich steiler Anstieg der Reibungszahl auf Werte von 0,46, so dass bei der Paarung ein Übergang von der Reibungszahl-tief- in die Reibungszahlhochlage festzustellen war. Währenddessen kam es im Verlauf der Reibungszahl zu kurzzeitigen Überhöhungen und einem darauf folgenden Abfall. Der weitere Versuchslauf war durch starke Schwankungen gekennzeichnet und ergab nach 10^6 Überrollungen einen quasi-stationären Endwert der Reibungszahl von ca. 0,40. Die Wälzbeanspruchung mit dem Schlupf von 10% ergab zu Versuchsbeginn eine Reibungszahl von $\mu = 0,19$ –0,20. Der weitere Kurvenverlauf war bis etwa $5 \cdot 10^3$ Überroll-

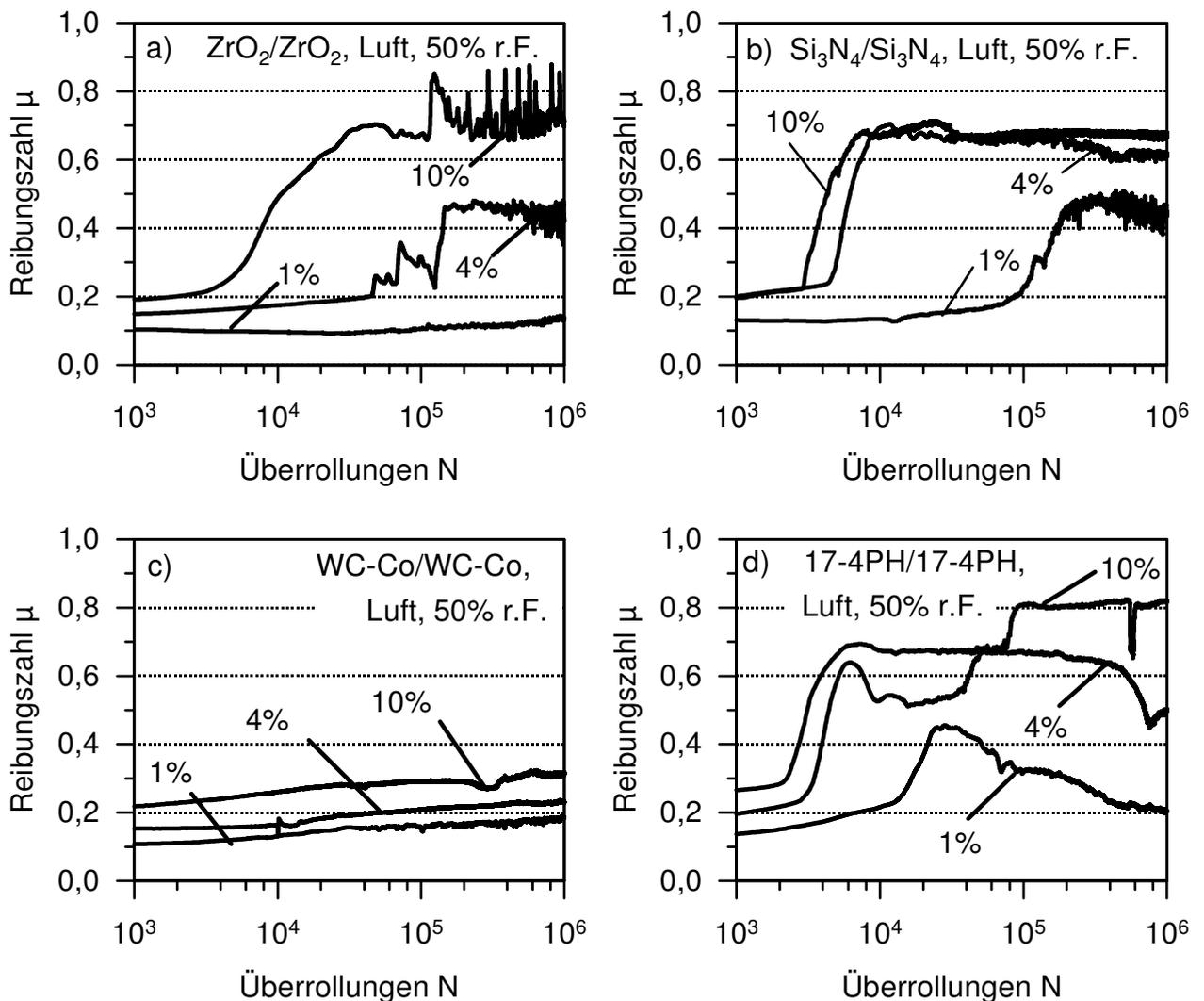


Bild 3.24: Reibungszahl der (a) ZrO_2 (ZN101B), (b) Si_3N_4 , (c) WC-12Co und (d) Stahl 17-4PH Wälzpaarung als Funktion der Überrollungen in Luft mit 50% relativer Feuchte bei unterschiedlichem Schlupf ($S = 1, 4, 10\%$, $F_N = 250 \text{ mN}$, $v_1 = 800 \text{ mm/s}$).

ungen von einem zunächst langsamen Anstieg der Reibungszahl gekennzeichnet. Danach wurden, bei deutlich steilerem Kurvenverlauf, bei etwa $4 \cdot 10^4$ Überrollungen Werte von 0,70 überschritten. Ab $1,1 \cdot 10^5$ Überrollungen zeigte die Paarung bei 10% Schlupf wiederum vereinzelte, kurzzeitige Überhöhungen der Reibungszahl auf Werte von bis zu 0,88, um zu Versuchsende den quasi-stationären Endwert von 0,72 zu erreichen.

Bei der Si_3N_4 -Paarung in Luft ergab sich ein deutlicher Einfluss des eingestellten Schlupfes auf die Höhe der Reibungszahl zu Versuchsbeginn (Bild 3.24b). Mit zunehmendem Schlupf erhöhte sich die Reibungszahl von 0,13 (1% Schlupf) auf 0,20 (10% Schlupf) zu Versuchsbeginn. Die Reihung der Reibungszahl zu Versuchsbeginn bei unterschiedlichem

Schlupf blieb während der Versuchsläufe erhalten. Nach 10^6 Überrollungen wurden quasi-stationäre Endwerte der Reibungszahl zwischen 0,45 (1% Schlupf) und 0,72 (10% Schlupf) festgestellt. Die Höhe des Schlupfes hatte einen deutlichen Einfluss auf den Übergang von der Reibungszahl-tief- in die Reibungszahlhochlage. Während bei 1% Schlupf bis etwa 10^5 Überrollungen nur ein langsamer Anstieg der Reibungszahl zu beobachten war, zeigte die Si_3N_4 -Paarung bei 4% bzw. 10% Schlupf bereits nach $5 \cdot 10^3$ bzw. 10^4 Überrollungen einen deutlichen Anstieg der Reibungszahl. Zu Versuchsbeginn zeigte die ungeschmierte WC-12Co-Paarung (Bild 3.24c) bei dem Schlupf von 1% eine niedrige Reibungszahl von 0,11, die bis zum Ende des Versuchslaufs auf 0,19 anstieg. Auch bei dem Schlupf von 4% bzw. 10% ergaben sich zu Versuchsbeginn zunächst niedrige Werte der Reibungszahl von 0,16 bzw. 0,21, wobei auch diese im weiteren Versuchslauf anstiegen und quasi-stationäre Endwerte von 0,22 bzw. 0,29 ergaben. Der Stahl 17-4PH (Bild 3.24d) zeigte im ungeschmierten Wälzkontakt mit 1% Schlupf bis etwa $3 \cdot 10^4$ Überrollungen einen Anstieg der Reibungszahl von einem Wert von 0,13 zu Versuchsbeginn auf 0,48 und im weiteren Versuchslauf ein Abfallen auf quasi-stationäre Werte von 0,21 nach $5 \cdot 10^5$ Überrollungen. Eine Erhöhung des Schlupfs auf 4% führte bis $2 \cdot 10^3$ Überrollungen zu einer Reibungszahl unterhalb 0,30, wobei diese dann steil anstieg auf Werte von 0,67 und zum Ende des Versuchslaufs auf den quasi-stationären Wert von 0,53 abfiel. Bei 10% Schlupf zeigte die 17-4PH-Eigenpaarung bis etwa $6 \cdot 10^3$ Überrollungen einen Anstieg der Reibungszahl auf Werte von 0,63. Im weiteren Versuchslauf wurden niedriger Werte der Reibungszahl ermittelt, wobei der darauf folgende Anstieg im Bereich zwischen $2 \cdot 10^4$ und 10^5 Überrollungen zu einem quasi-stationären Wert von 0,82 führte.

Bild 3.25 zeigt REM-Aufnahmen der bei der Normalkraft von 250 mN und der Geschwindigkeit der getriebenen Scheibe von $v_1 = 800$ mm/s beanspruchten ZrO_2 -Oberflächen nach 10^6 Überrollungen. Bei 1% Schlupf zeigte die getriebene Scheibe (Bild 3.25a) in Wälzrichtung orientierte etwa 300 nm feine Riefen und etwa 300–600 nm große, fest anhaftende Verschleißpartikel. Dagegen war bei der treibenden Scheibe (Bild 3.25b) im Bereich der Spurmitte eine leichte Einglättung im Vergleich zur Ausgangsoberfläche und an den Ränder eine sich teilweise ablösende Deckschicht aus kompaktierten Verschleißpartikeln zu erkennen. Versuchsläufe mit 4% Schlupf führten auf beiden Scheiben (Bild 3.25c, d) zur Bildung von dichten Schichten, welche sich teilweise ablösten und in Form von 1 μm breiten, in Wälzrichtung orientierten Linien auf den jeweiligen Reibpartner übertrugen. Im Vergleich zu den Versuchsläufen mit 4% Schlupf zeigte die getriebene Scheibe bei 10% Schlupf (Bild 3.25e) zusätzlich zur Deckschicht fest anhaftende, inselnförmige Verschleißpartikel und einzelne Furchen in Wälzrichtung welche mit im REM hell erscheinenden Verschleißpartikeln dekoriert waren. Bei der treibenden Scheibe (Bild 3.25f) waren ebenfalls Furchen zu erkennen. Die gefurchten Bereiche der Spur waren im Vergleich zur getriebenen Scheibe deutlich stärker mit sowohl globular als auch röllchenförmig vorliegenden Verschleißpartikeln belegt.

In Bild 3.26 sind die REM-Aufnahmen der beanspruchten Siliziumnitridproben nach 10^6 Überrollungen in Luft dargestellt. Die Normalkraft von 250 mN führte bei dem Schlupf

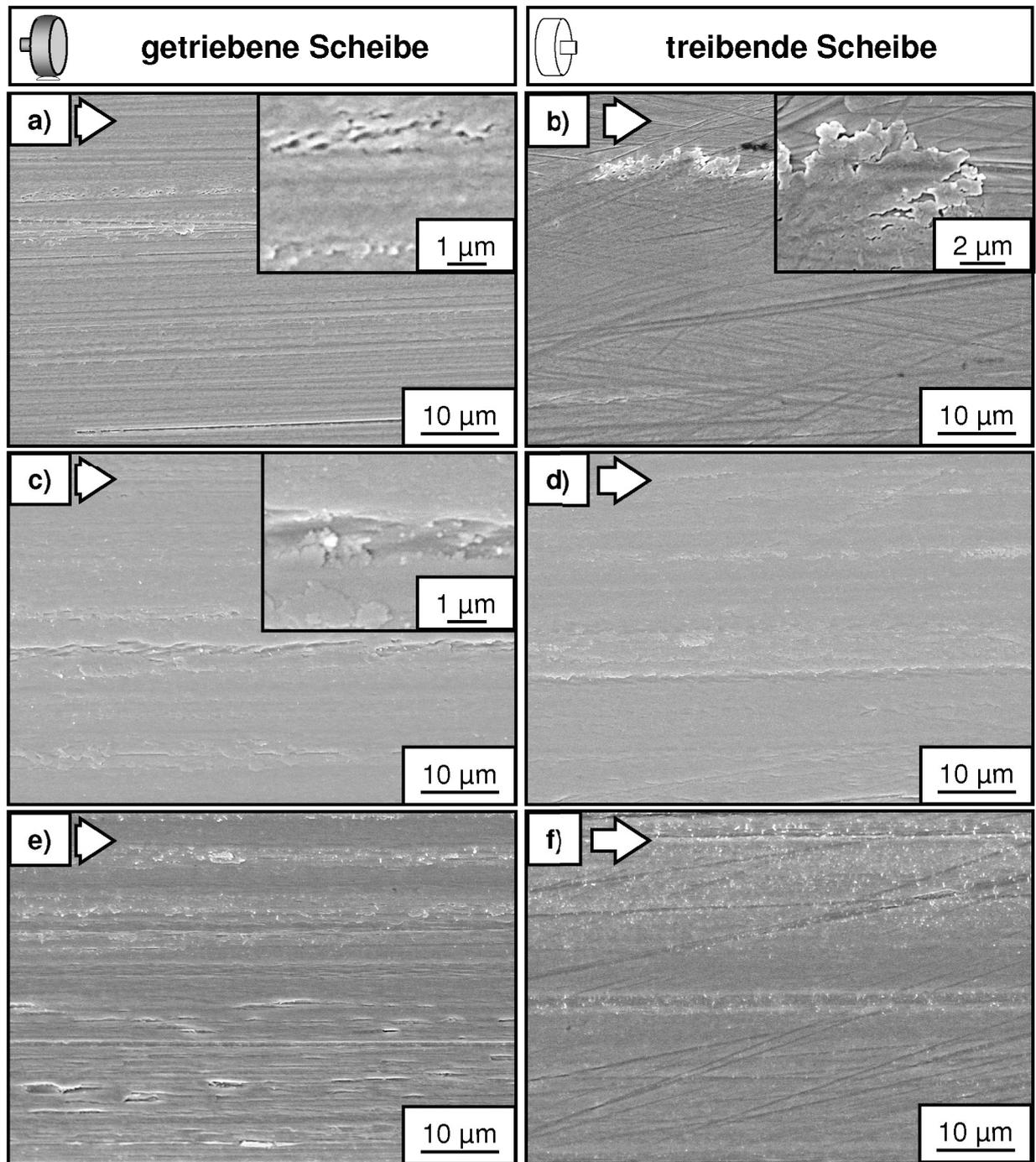


Bild 3.25: REM-Aufnahmen der mit (a,b) 1% Schlupf, (c,d) 4% Schlupf und (e,f) 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c,e) getriebenen bzw. (b,d,f) treibenden Scheiben der ZrO_2 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).

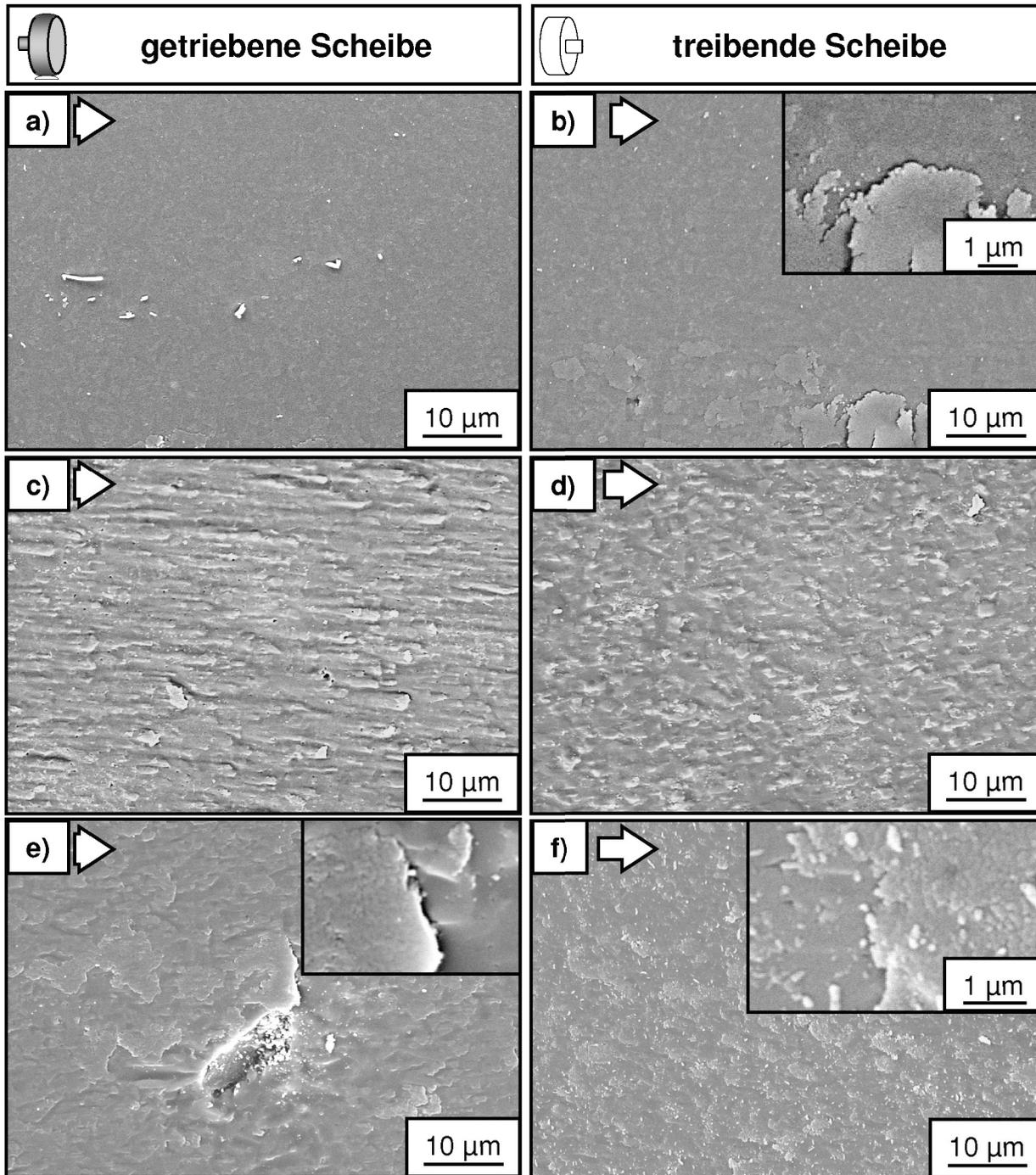


Bild 3.26: REM-Aufnahmen der mit (a,b) 1% Schlupf, (c,d), 4% Schlupf und (e,f) 10% Schlupf in Luft (50% r.F.) beanspruchten (a,c,e) getriebenen bzw. (b,d,f) treibenden Scheiben der Si_3N_4 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250 \text{ mN}$, $v_1 = 800 \text{ mm/s}$).

von 1% zu einer Einglättung der Lauffläche. Die getriebene Scheibe (Bild 3.26a) zeigte vereinzelt lose und zum Teil röllchenförmige Verschleißpartikel, während der Randbereich der Spur auf der treibenden Scheibe (Bild 3.26b) stellenweise von zu dünnen Platten kompaktierten Verschleißpartikeln belegt war. Der Schlupf von 4% führte zu einer Aufrauung der beanspruchten Oberflächen. Die geriebene Scheibe (Bild 3.26c) zeigte länglich in Wälzrichtung gestreckte, höher liegende Plateaus und Vertiefungen sowie eine nur gering ausgeprägte Bedeckung durch feine, lose, bis zu etwa 1-4 μm große Plättchen aus verdichteten Verschleißpartikeln. Bei der treibenden Scheibe (Bild 3.26d) war die beanspruchte Oberfläche plateauartig mit einer Vielzahl von Kavitäten mit Abmessungen in der Größenordnung der Korngröße gekennzeichnet, wobei diese stellenweise von kleinen, losen Verschleißpartikeln gefüllt waren. Die Oberflächentopografie zeigte im Vergleich zur treibenden Scheibe keine erkennbare Vorzugsorientierung in Wälzrichtung. Versuchsläufe mit dem Schlupf von 10% führten zu einer homogenen Bedeckung der beanspruchten Oberfläche der getriebenen Scheibe (Bild 3.26e) mit sich in großen Bereichen ablösenden Schichten aus kompaktierten Verschleißpartikeln, wobei sich vereinzelt bis zu etwa 20 μm breite, klaffende Risse mit einer Orientierung senkrecht zur Wälzrichtung zeigten. Die treibende Scheibe (Bild 3.26f) zeigte zusätzlich eine Vielzahl von lose aufliegenden, teilweise zu Platten verdichteten Verschleißpartikeln. Risse bzw. Anzeichen einer einsetzenden Rissbildung konnten dagegen nicht festgestellt werden.

In Bild 3.27 sind die beanspruchten Oberflächen der Hartmetallwälzpaarung nach ungeschmierten Versuchsläufen mit einem Schlupf von 4% und 10% dargestellt. Auf eine Abbildung der während 10^6 Überrollungen bei einer Normalkraft von 250 mN und einem Schlupf von 1% beanspruchten Oberflächen wurde verzichtet, da keine erkennbare Veränderung im Vergleich zur unbeanspruchten Oberfläche vorlag. Bei dem Schlupf von 4% war die getriebene Scheibe (Bild 3.27a) der Hartmetallpaarung bis auf geringe Spuren der Hartbearbeitung eingeglättet und sehr vereinzelt von feinen Röllchen belegt, während die treibende Scheibe (Bild 3.27b) noch deutlich erkennbare Spuren der Ausgangsoberfläche in Form von Furchen und verformten Materialaufwerfungen zeigte. Darüber hinaus war die Oberfläche in kleinen, maximal 10 μm großen Bereichen von dünnen Filmen bedeckt, wobei in den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen die darunter liegende Mikrostruktur des Hartmetalls noch deutlich zu erkennen war. Bei Versuchsläufen mit einem auf 10% erhöhten Schlupf zeigte die getriebene Scheibe (Bild 3.27c) einzelne lose Verschleißpartikel und eine weitgehende Einglättung der Hartbearbeitungsspuren. Die treibende Scheibe (Bild 3.27d) zeigte ebenfalls eine zunehmende Einglättung der Lauffläche, wobei sich in der Spurmitte im Vergleich zu den Versuchsläufen bei 4% Schlupf in größeren Bereichen Deckschichten ausbildeten. Teilweise waren diese von tendenziell senkrecht zur Beanspruchungsrichtung orientierten Rissen durchzogen.

Die tribologische Beanspruchung im Wälzkontakt bei der Normalkraft von 250 mN während 10^6 Überrollungen mit 1% Schlupf führte bei der ungeschmierten 17-4PH Paarung zu einer Einglättung der getriebenen Scheibe und der Bildung von dünnen Filmen, die sich lokal schuppenförmig ablösten (Bild 3.28a). Auf der treibenden Scheibe war

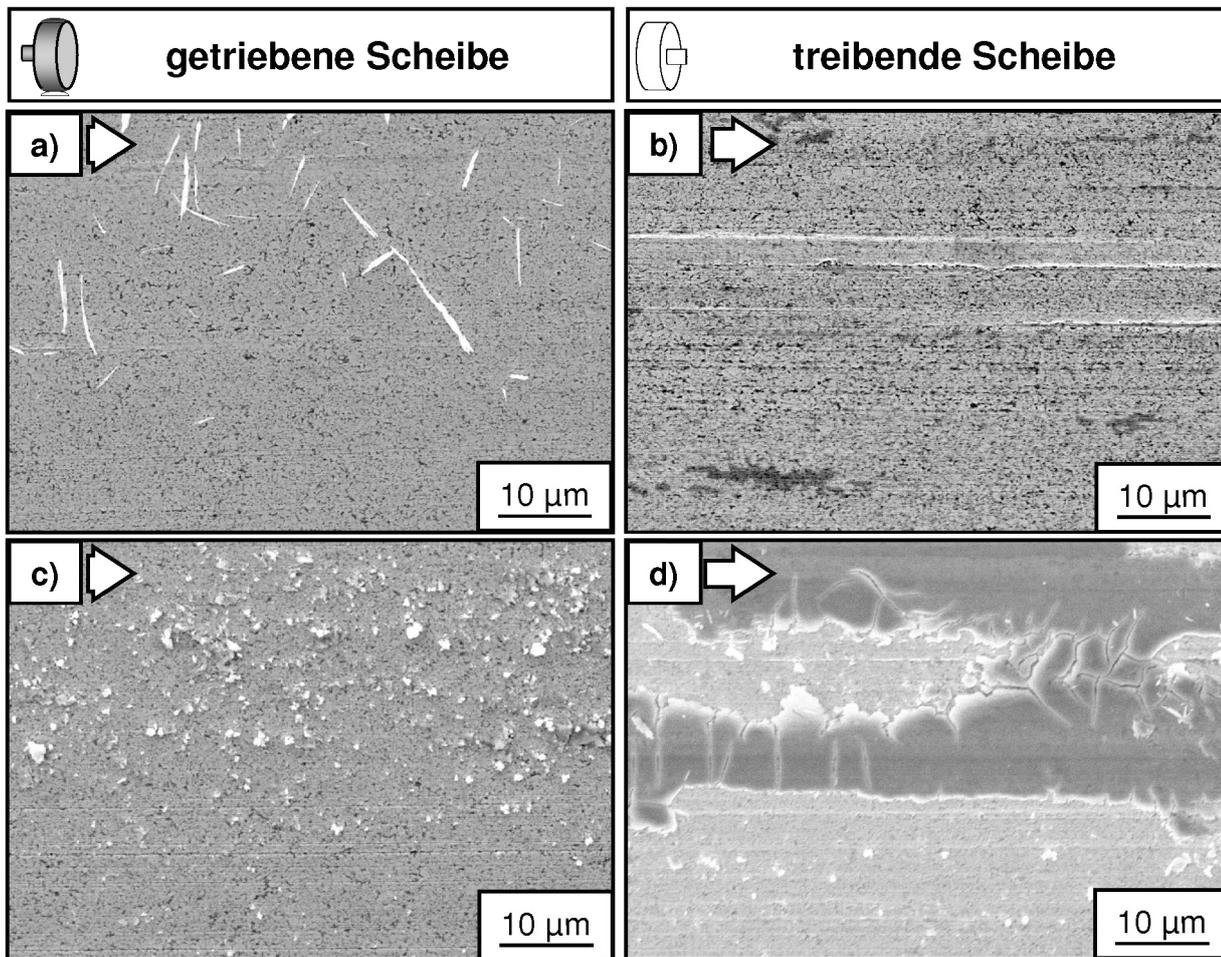


Bild 3.27: REM-Aufnahmen der mit (a,b) 4% Schlupf und (c,d) 10% Schlupf in Luft (50% r.F.) beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der WC-12Co-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).

zusätzlich im mittleren Bereich der Spur stellenweise eine in Wälzrichtung ausgedehnte Übertragsschicht und feine, lose Verschleißpartikel vorhanden (Bild 3.28b). Versuchsläufe mit dem Schlupf von 4% führten bei der getriebenen Scheibe zu einer Oberfläche mit zungenförmigen, stark kaltverformten Bereichen, wobei stellenweise eine einsetzende Rissbildung zu erkennen war (Bild 3.28c, Pfeile). Zusätzlich zeigte sich eine ausgeprägte Bedeckung mit lose aufliegenden und zum Teil in tiefer liegenden Bereichen eingebettete Verschleißpartikel. Dagegen war bei der treibenden Scheibe die Kaltverformung deutlich geringer ausgeprägt und die Oberfläche dadurch im Vergleich etwas glatter und durch viele, im Rasterelektronenmikroskop überwiegend hell erscheinende, lose aufliegende Verschleißpartikel belegt (Bild 3.28d).

Sowohl vor als auch nach den tribologischen Versuchsläufen über 10^6 Überrollungen wurden die beanspruchten Probenoberflächen der Paarungen durch optische Profilometrie

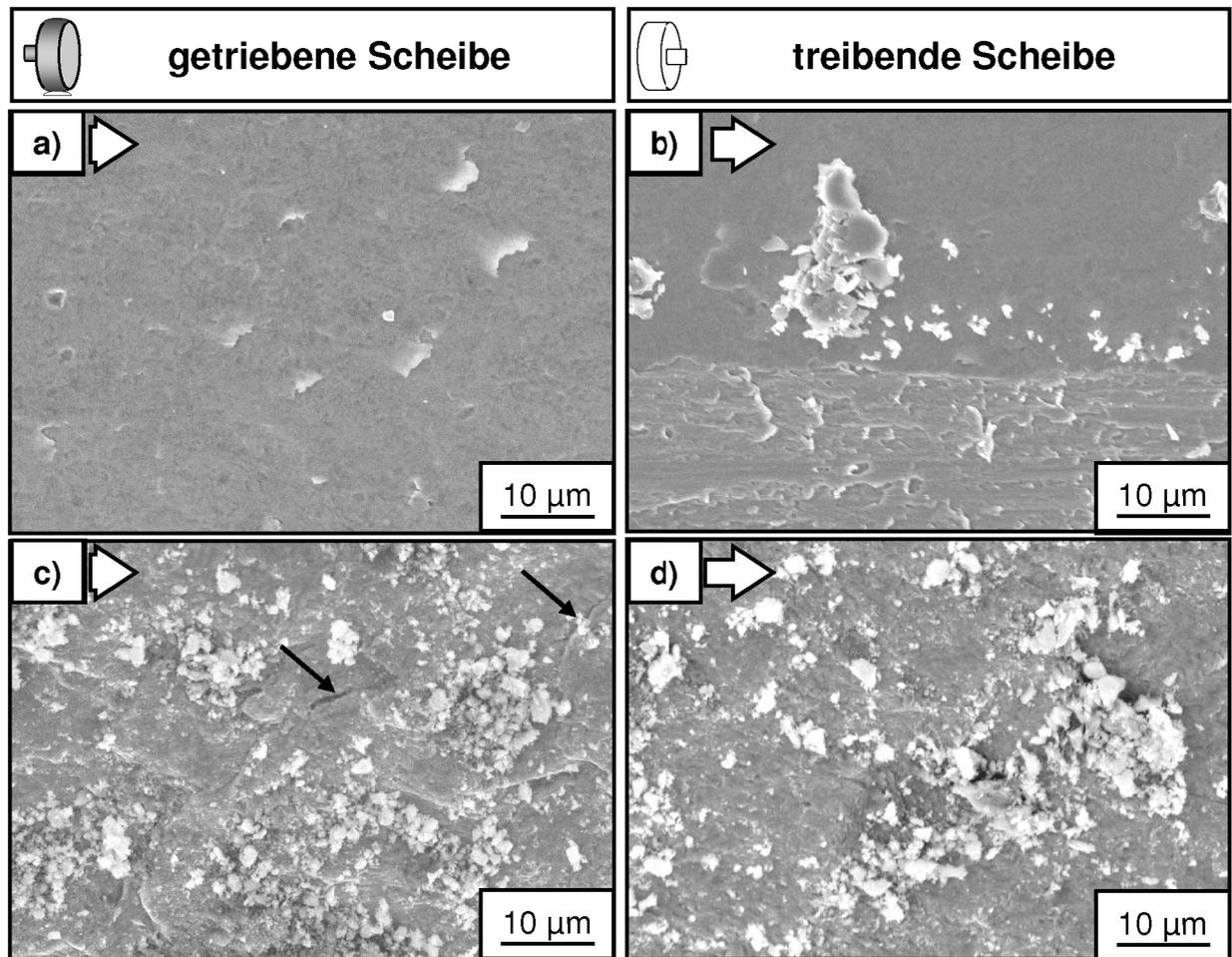


Bild 3.28: REM-Aufnahmen der mit (a,b) 1% Schlupf und (c,d) 4% Schlupf in Luft (50% r.F.) beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der 17-4PH-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).

an jeweils 8 Stellen senkrecht zur Wälzrichtung vermessen. Aus der Differenz zwischen den Profilen vor bzw. nach der tribologischen Beanspruchung wurden durch Mittelung über jeweils 8 Einzelmessungen der lineare Verschleißbetrag der treibenden und getriebenen Scheibe bestimmt. Die Profile der jeweiligen Paarung sind in Bild 3.29 exemplarisch nach Versuchsläufen mit 10% Schlupf dargestellt und die daraus ermittelten linearen Verschleißbeträge in Bild 3.30. Die ZrO_2 -Paarung zeigte sowohl nach Versuchsläufen mit 1%, 4% und 10% Schlupf (Bild 3.29a,b) keine erkennbare Veränderung der Probengeometrie nach 10^6 Überrollungen, so dass von einem linearen Verschleißbetrag unterhalb der Auflösungsgrenze des verwendeten Weißlichtprofilometers ausgegangen werden kann, d. h. $W_1^* \leq 100$ nm. Die Si_3N_4 -Paarung zeigte sowohl eine Abplattung der getriebenen Scheibe (Bild 3.29c) als auch einen ausgeprägten Abtrag der treibenden Scheibe (Bild 3.29d). Aus der Differenz zwischen Ausgangsprofil und Profil der beanspruchten Oberflächen

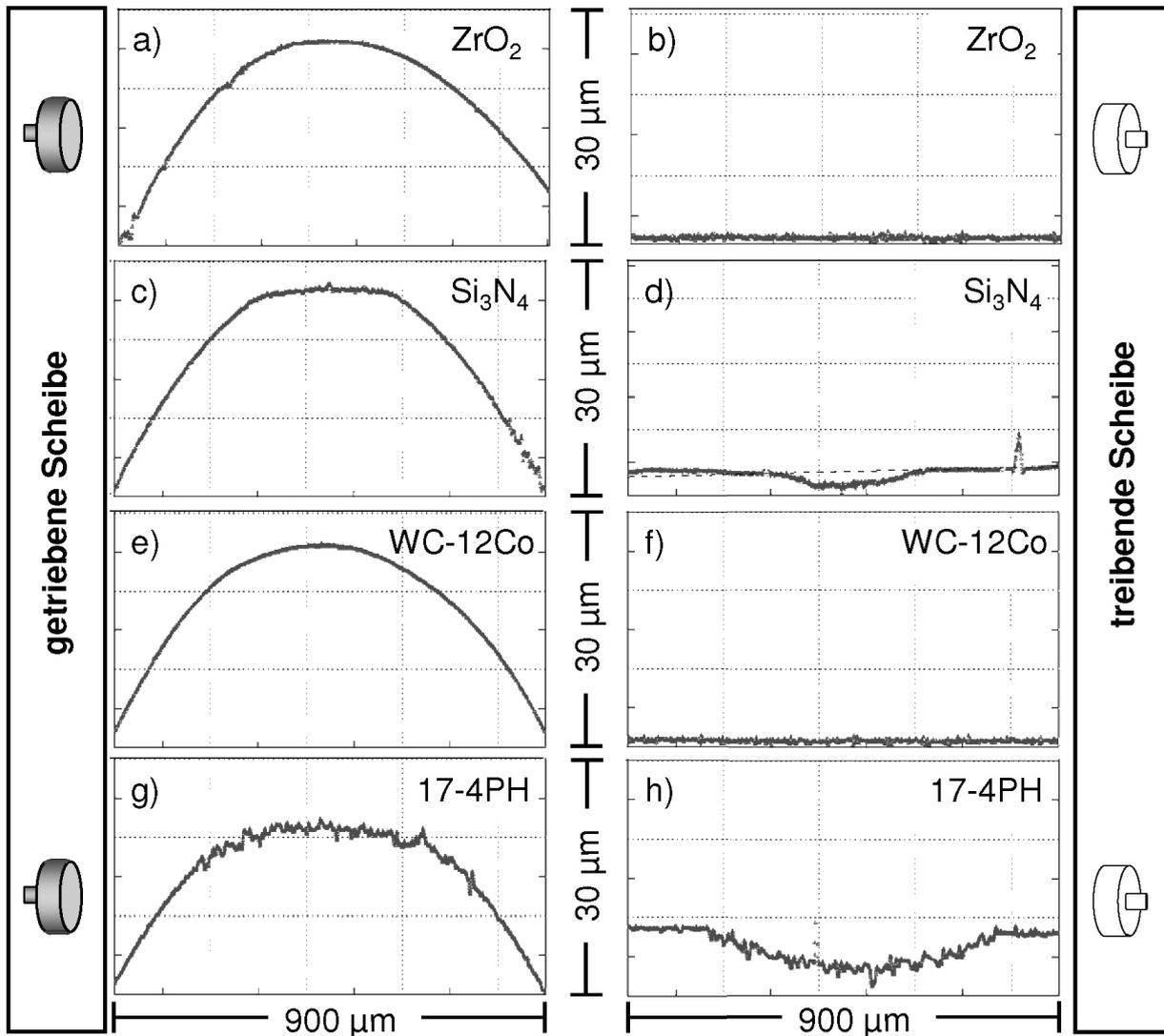


Bild 3.29: Profile der im Wälzkontakt in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c,e,g) balligen bzw. (b,d,f,h) ebenen Mantelflächen der Scheiben nach 10^6 Überrollungen der (a,b) ZrO_2 - (ZN101B), (c,d) Si_3N_4 -, (e,f) WC-12Co- und (g,h) 17-4PH-Eigenpaarung ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s, 10% Schlupf).

ergaben sich lineare Verschleißbeträge von $2,0 \mu\text{m}$ für die getriebene Scheibe und $0,8 \mu\text{m}$ für die treibende Scheibe nach Versuchsläufen mit 10% Schlupf. Nach Versuchsläufen mit 1% und 4% Schlupf ergaben sich deutlich niedrigere lineare Verschleißbeträge von $0,3 \mu\text{m}$ bzw. $0,9 \mu\text{m}$ für die treibende Scheibe, wobei die getriebene Scheibe wie auch nach den Versuchsläufen mit 10% Schlupf deutlich höhere Werte von $0,6 \mu\text{m}$ bzw. $1,3 \mu\text{m}$ zeigte. Darüber hinaus zeigte die getriebene Scheibe auch ein stärkeres Ansteigen des linearen Verschleißes mit zunehmendem Schlupf im Vergleich zur treibenden Scheibe (Bild 3.30a), wobei eine Polynomregression 1. Grades eine Steigung von $0,012 \mu\text{m}/\%$ Schlupf und

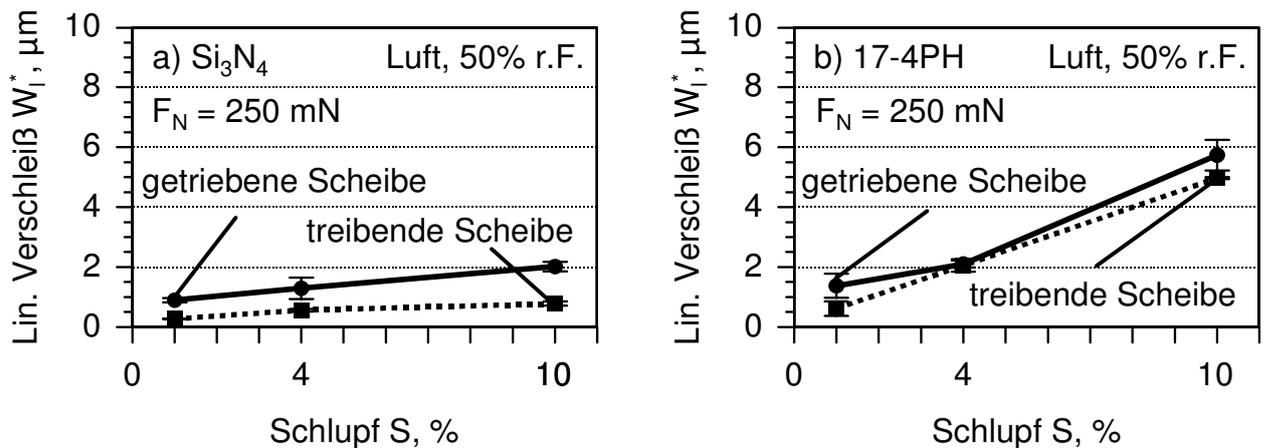


Bild 3.30: Lineare Verschleißbeträge W_l^* der balligen (getriebenen) bzw. ebenen (treibenden) Scheibe der untersuchten Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen in Luft mit 50% r.F. ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s).

0,005 $\mu\text{m}/\%$ Schlupf ergab. Bei der WC-12Co-Paarung ergaben die profilometrischen Aufnahmen (Bild 3.29e,f) wie bei der ZrO_2 -Paarung für die gewählten Schlupfwerte keine Veränderung der Probengeometrie, allerdings konnte hier eine geringfügige Aufrauung der balligen (getriebenen) Scheibe nach Versuchsläufen mit 10% Schlupf festgestellt werden. Der Stahl 17-4PH zeigte unter den gewählten Beanspruchungsbedingungen die größte Veränderung der Probengeometrie mit linearen Verschleißbeträgen von 5,7 μm (getriebene Scheibe) und 4,9 μm (treibende Scheibe) (Bild 3.30b) nach Versuchsläufen mit 10% Schlupf sowie eine erhöhte Rauheit im Bereich der tribologischen Kontaktstelle (Bild 3.29g,h). Eine niedrigere Beanspruchung mit 1% bzw. 4% Schlupf ergab, wie auch bei der ungeschmierten Siliziumnitridpaarung, deutlich niedrigere Verschleißbeträge von 1,4 μm bzw. 2,1 μm bei der getriebenen und 0,6 μm bzw. 2,1 μm bei der treibenden Scheibe. Während die unterschiedliche Beanspruchung von getriebener und treibender Scheibe bei der Si_3N_4 -Paarung zu deutlichen Unterschieden im Verschleißverhalten führte, zeigte sich bei der 17-4PH-Paarung kein signifikant unterschiedliches Verschleißverhalten der beiden Reibpartner bei Versuchsläufen mit 4% Schlupf.

Der aus der Differenz zwischen den Profilen vor und nach den Versuchsläufen über 10^6 Überrollungen durch numerische Integration bzw. im Falle von nicht messbaren linearen Verschleißbeträgen aus der Spurbreite und der Auflösungsgrenze des Weißlichtmikroskops (100 nm) abgeschätzte volumetrische Verschleißbetrag ist in Bild 3.31 dargestellt. Bei allen untersuchten Paarungen zeigte die treibende Scheibe, im Vergleich zur getriebenen, niedrigere Werte. Für die keramische ZrO_2 -Eigenpaarung ergaben sich Werte von $1,6 \cdot 10^{-4}$ mm^3 und $2,3 \cdot 10^{-4}$ mm^3 , so dass diese im Vergleich zur ungeschmierten Si_3N_4 -Paarung mit Werten von $3,2 \cdot 10^{-3}$ mm^3 und $8,0 \cdot 10^{-3}$ mm^3 um etwa eine Größenordnungen niedriger lagen. Für die Hartmetallpaarung wurden die niedrigsten volumetrischen Verschleißbeträge im ungeschmierten Wälzkontakt mit Werten von

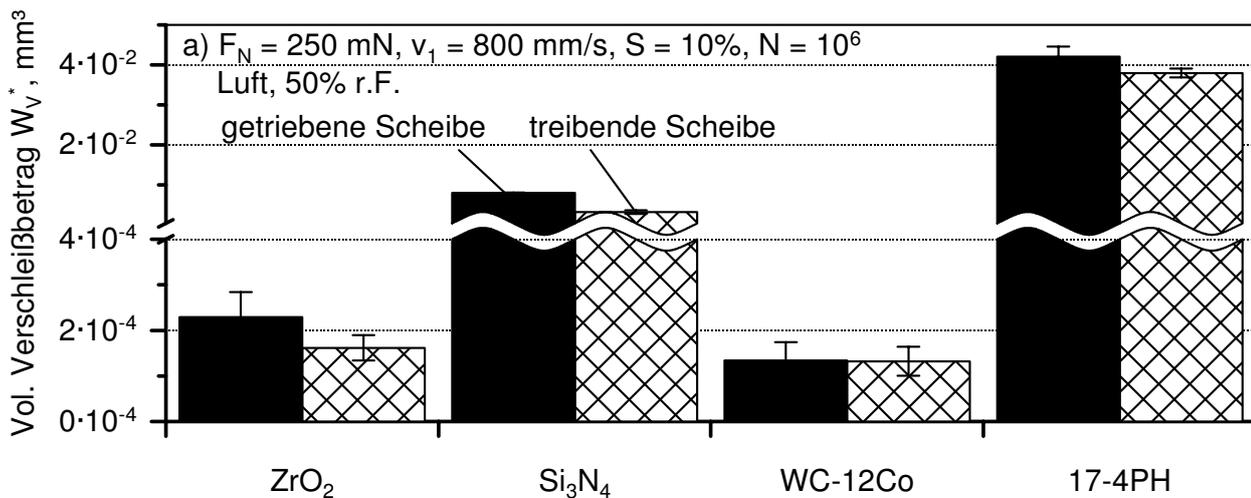


Bild 3.31: Volumetrischer Verschleißbetrag W_v^* der balligen (getriebenen) bzw. ebenen (treibenden) Scheibe der untersuchten Wälzpaarungen nach 10^6 Überrollungen in Luft ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s). (Bei der ZrO₂- und WC-12Co-Paarung wurden die Werte aus der Spurbreite und der Auflösungs-grenze des Profilometers abgeschätzt.)

$1,3 \cdot 10^{-4}$ mm³ und $1,3 \cdot 10^{-4}$ mm³ ermittelt. Damit zeigte diese Paarung einen um etwa 2 Größenordnungen kleineren volumetrischen Verschleiß als die 17-4PH-Paarung mit Beträgen von $3,8 \cdot 10^{-2}$ mm³ für die treibende und $4,2 \cdot 10^{-2}$ mm³ für die getriebene Scheibe.

3.3.2.2 Einfluss des Zwischenmediums

In Bild 3.32 ist der Einfluss des Zwischenmediums auf das Reibungsverhalten der (a) ZrO₂- (ZN101B), (b) Si₃N₄-, (c) WC-12Co- und (d) 17-4PH-Selbstpaarung im Wälzkontakt ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s, $S = 10\%$) zusammengefasst. Im Gegensatz zu den ungeschmierten Versuchsläufen zeigte die ZrO₂-Eigenpaarung (Bild 3.32a) bei Tropfschmierung mit destilliertem Wasser niedrigere Reibungszahlen mit Werten von 0,46 zu Versuchsbeginn. Im weiteren Verlauf fiel die Reibungszahl mit zunehmender Anzahl der Überrollungen degressiv auf quasi-stationäre Werte von 0,34. Ab etwa $3 \cdot 10^5$ Überrollungen zeigten sich in zunehmender Ausprägung kurzzeitige Reibungszahlüberhöhungen, während diese im ungeschmierten Kontakt bereits ab etwa $1,1 \cdot 10^5$ Überrollungen auftraten. Bei Tropfschmierung mit dem Öl FVA Nr. 1 lag die Reibungszahl der ZrO₂-Eigenpaarung mit Werten um 0,02 über den gesamten Versuchslauf auf einem günstigen Niveau. Die Si₃N₄-Paarung (Bild 3.32b) zeigte bei Tropfschmierung mit destilliertem Wasser ebenfalls ein sehr günstiges Einlaufverhalten. Die Reibungszahl betrug zu Versuchsbeginn 0,15 und fiel direkt auf quasi-stationäre Werte unterhalb 0,01 ab. Bei den mit Wasser geschmierten Versuchen lag die WC-12Co-Paarung (Bild 3.32c) mit einer Reibungszahl von 0,18 zu Versuchsbeginn auf einem vergleichbaren Niveau wie bei den ungeschmierten Ver-

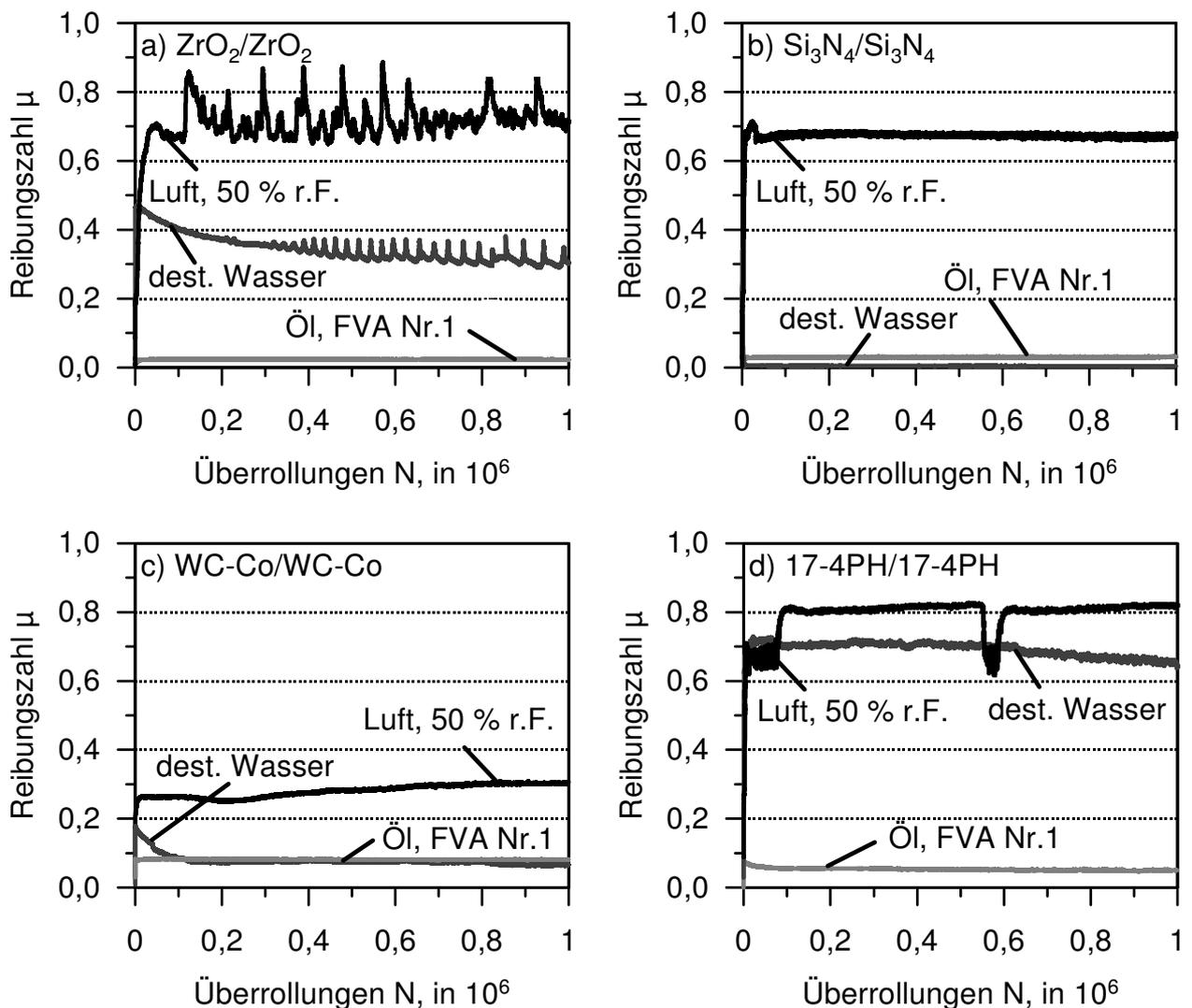


Bild 3.32: Reibungszahl der (a) ZrO_2 (ZN101B), (b) Si_3N_4 , (c) WC-12Co und (d) Stahl 17-4PH Wälzpaarung als Funktion der Überrollungen in Luft mit 50% r.F. bei unterschiedlicher Normalkraft ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).

suchsläufen, allerdings zeigte sich im weiteren Verlauf bis etwa $0,1 \cdot 10^5$ Überrollungen ein Abfallen auf quasi-stationäre Werte von 0,09. Unter Tropfschmierung mit Öl wurden vergleichbare quasi-stationäre Werte der Reibungszahl ermittelt. Mit dem Zwischenmedium Wasser geschmiert zeigte die Stahlpaarung 17-4PH (Bild 3.32d) zu Versuchsbeginn eine Reibungszahl von 0,58, stieg allerdings während den ersten $0,1 \cdot 10^5$ Überrollungen auf 0,71 an und lag damit auf einem vergleichbar ungünstigen Niveau wie der ungeschmierte Versuchslauf. Erst durch das darauf folgende Abfallen ergaben sich etwas günstigere quasi-stationäre Werte um 0,64. Tropfschmierung mit Öl führte bei der Stahlpaarung zu einer Reibungszahl von 0,08 zu Versuchsbeginn und im weiteren Verlauf zum Abfallen der Reibungszahl auf quasi-stationäre Werte von 0,05.

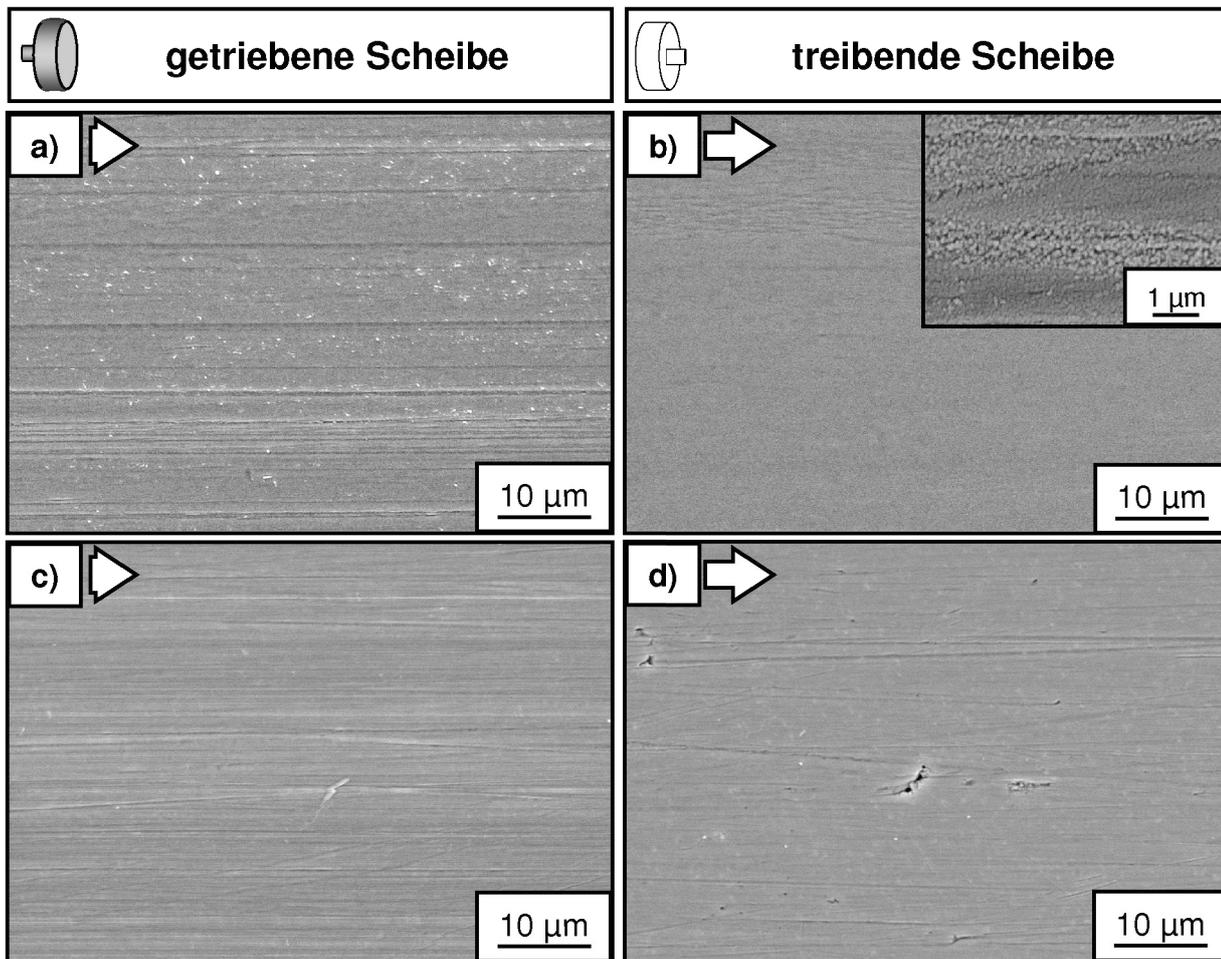


Bild 3.33: REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in destilliertem Wasser beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der (a,b) ZrO₂- (ZN101B) und (c,d) Si₃N₄-Wälzpaarungen nach 10⁶ Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $v_1 = 800$ mm/s, 10% Schlupf).

Bild 3.33 zeigt die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der in Wasser verschlissenen Laufflächen der keramischen Eigenpaarungen. Die entsprechenden Aufnahmen der Hartmetall- und der 17-4PH-Eigenpaarungen sind in Bild 3.34 dargestellt. Verglichen mit den polierten Ausgangsoberflächen zeigte sich bei allen Paarungen mit Ausnahme des Stahls 17-4PH eine Einglättung der tribologisch beanspruchten Bereiche. Während bei der wassergeschmierten Zirkonoxidpaarung nach Versuchsläufen mit 1% Schlupf noch feine Riefen auf den Reibpartnern vorhanden waren, führten Versuchsläufe mit 4% Schlupf zu einer deutlichen Einglättung der tragenden Oberflächenbereiche. Ein höherer Schlupf von 10% führte dagegen zu einer vollständigen Einglättung der Oberflächen und einer erneuten Furchung in Wälzrichtung (Bild 3.33a). Bei der geringer beanspruchten treibenden Scheibe zeigte sich nur im mittleren Bereich der Spur eine sehr gering ausgeprägte

Furchung. Bei hoher Vergrößerung zeigten sich insbesondere neben Furchen etwa $0,3 \mu\text{m}$ große Pusteln (Bild 3.33b). Bei der wassergeschmierten Siliziumnitridpaarung zeigte sich nach Versuchsläufen mit 1% Schlupf keine Veränderung der Oberflächentopografie, so dass die tribologische Kontaktstelle nur stellenweise anhand kleiner Röllchen, welche bevorzugt auf der getriebenen Scheibe auftraten, identifiziert werden konnte. Erst bei dem Schlupf von 10% konnte die Verschleißspur (Bild 3.33c,d) anhand des Fehlens höher liegender Materialaufwerfungen in der Umgebung feiner Riefen von der Ausgangsoberfläche unterschieden werden. Feine Röllchen waren nach Versuchsläufen bei dem Schlupf von 10% nicht mehr vorhanden.

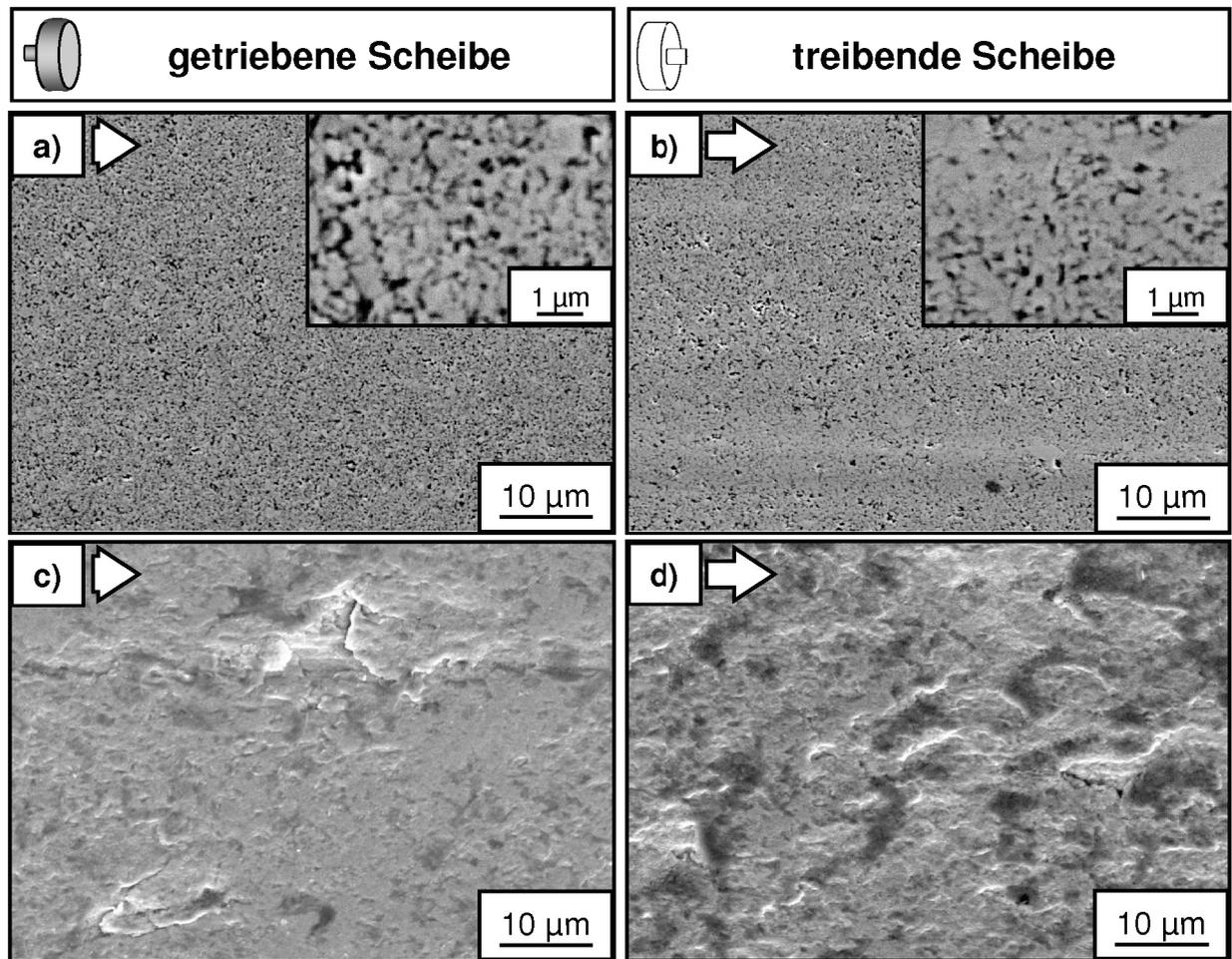


Bild 3.34: REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in destilliertem Wasser beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der (a,b) WC-12Co- und (c,d) 17-4PH-Wälzpaarungen nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250 \text{ mN}$, $v_1 = 800 \text{ mm/s}$, 10% Schlupf).

Bei der Hartmetallpaarung führten die wassergeschmierten Versuche erst bei dem Schlupf von 4% zu einer erkennbaren Einglättung der getriebenen Scheibe, während

die treibende Scheibe wie auch die beiden Scheiben nach Versuchsläufen mit 1% Schlupf eine mit der Ausgangsoberfläche vergleichbare Topografie zeigte. Die Oberfläche der bei 10% Schlupf beanspruchten treibenden Scheibe war durch ein Auswaschen der metallischen Cobalt-Bindephase gekennzeichnet. Dadurch wurde in diesen Bereichen das Gefüge deutlich erkennbar (Bild 3.34a). Bei der treibenden Scheibe trat die Mikrostruktur nur gering hervor und es gab lokale Bereiche, in denen die Mikrostruktur im Vergleich zur Ausgangsoberfläche schlechter erkennbar war (Bild 3.34b). Darüber hinaus kam es zu hell erscheinenden Aufladungen in Bereichen mit frei liegenden Wolframcarbidkristalliten. Die getriebene Scheibe der wassergeschmierten 17-4PH-Paarung (Bild 3.34c) war nach Versuchsläufen mit dem Schlupf von 10% stellenweise durch im Rasterelektronenmikroskop dunkel erscheinende Schichten bedeckt und zeigte zungenförmige, rissbehaftete Bereiche. Bei der treibenden Scheibe waren die Schichten stärker ausgeprägt und die beanspruchte Oberfläche im Vergleich zur getriebenen Scheibe zerklüftet (Bild 3.34d).

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der in FVA Öl Nr. 1 während 10^6 Überrollungen mit der Normalkraft von 250 mN bei dem Schlupf von 10% beanspruchten Laufflächen sind in Bild 3.35 für die keramischen und in Bild 3.36 für die metallischen Eigenpaarungen abgebildet. Auf der getriebenen Scheibe der ZrO_2 -Paarung (Bild 3.35a) wurden nur vereinzelt lose und teilweise kompaktierte, fest anhaftende Verschleißpartikel gefunden. Die treibende Scheibe (Bild 3.35b) zeigte deutlich mehr lose Verschleißpartikel. Bearbeitungsbedingte Mikroriefen und benachbarte Materialaufwerfungen wurden durch plastische Deformation stellenweise geringfügig eingeglättet. Bei der Si_3N_4 -Paarung war die beanspruchte Oberfläche der getriebenen bzw. der treibenden Scheibe (Bild 3.35c,d) nicht von der unbeanspruchten Ausgangsoberfläche zu unterscheiden.

Die WC-12Co-Paarung zeigte bei der getriebenen Scheibe (Bild 3.36a) eine gleichmäßige feine Furchung, wobei die Breite in etwa der Korngröße entsprach. Bei der gepaarten treibenden Hartmetallscheibe (Bild 3.36b) war die Ausgangsoberfläche verdichtet und die einzelnen WC-Kristallite weniger gut erkennbar. Nach den ölgeschmierten Versuchsläufen zeigte die tribologisch beanspruchte Stahloberfläche in den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der getriebenen Scheibe (Bild 3.36c) stellenweise dunkel erscheinende, etwa 0,2-0,5 μm große kreisförmige Ausbrüche und homogen verteilte etwa 2 bis 3 μm lange und etwa 1 bis 2 μm breite, plastisch in Wälzrichtung verformte, Vertiefungen. Bei der treibenden Scheibe (Bild 3.36d) waren die plastisch verformten Bereiche stellenweise bis zu etwa 4 μm breit. Auch hier waren dunkel erscheinende Ausbrüche zu erkennen, wobei auch lokal begrenzte Furchen auftraten.

Bild 3.37 zeigt den Einfluss des Schlupfs auf die Reibungszahl der jeweiligen Paarung nach 10^3 und 10^6 Überrollungen in den Zwischenmedien Luft, dest. Wasser und Öl FVA Nr. 1. Bei der Zirkonoxidpaarung zeigte sich im ungeschmierten Wälzkontakt zu Versuchsbeginn eine geringe Abhängigkeit des Reibungszahlniveaus vom eingestellten Schlupf mit Werten der Reibungszahl nach 10^3 Überrollungen von 0,14 bei Versuchsläufen mit 1% Schlupf und 0,29 bei 10% Schlupf (Bild 3.37a). Während bei 1% Schlupf kein Ansteigen der Reibungszahl mit der Anzahl der Überrollungen festzustellen war, führte ein zuneh-

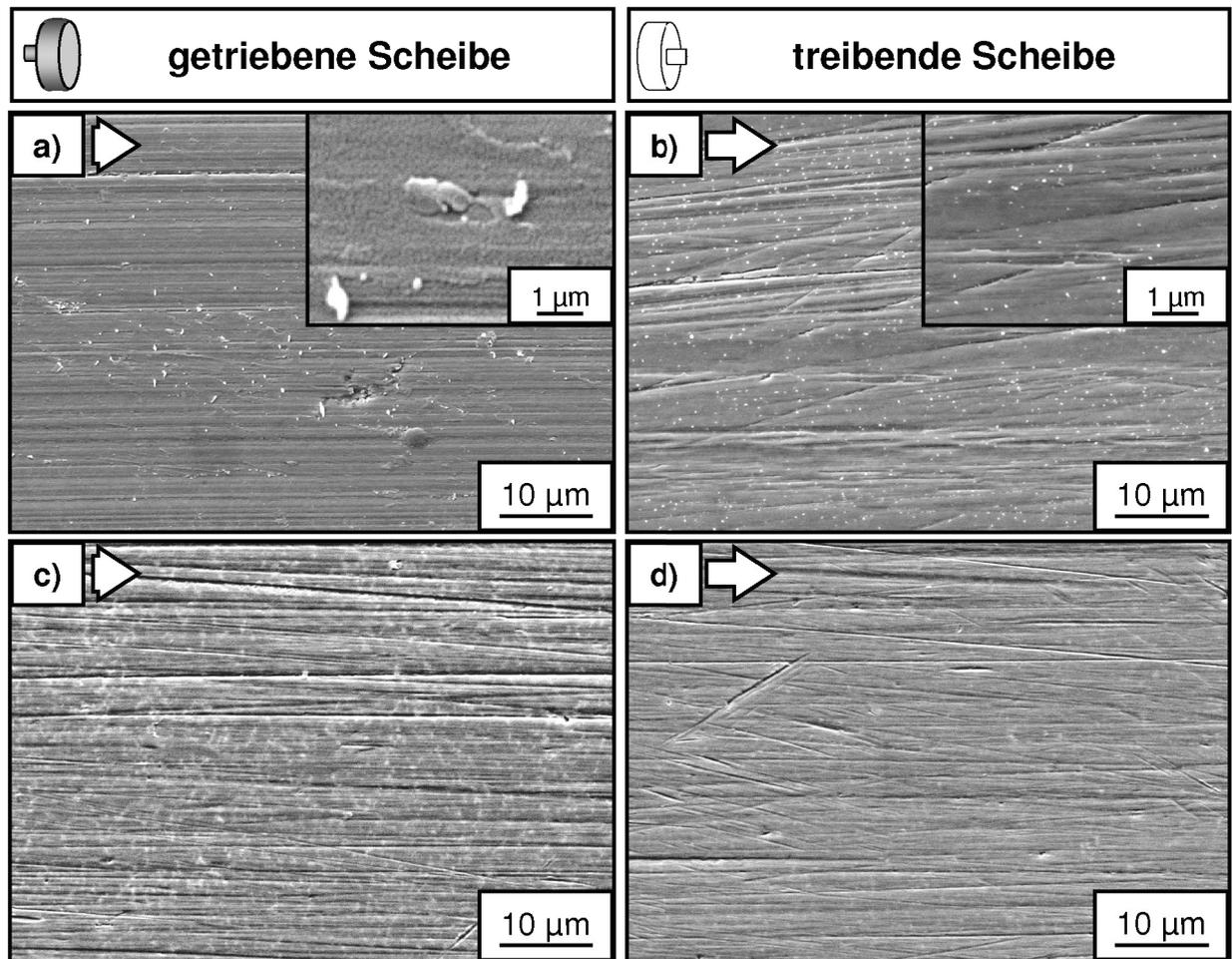


Bild 3.35: REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in Öl FVA Nr. 1 beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der (a,b) ZrO₂-Paarung und (c,d) Si₃N₄-Wälzpaarung nach 10⁶ Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).

mender Schlupf zu einem deutlichen Anstieg des quasi-stationären Reibungszahl-niveaus auf Maximalwerte von 0,73 bei Versuchsläufen mit 10% Schlupf (Bild 3.37b). Für die ungeschmierte Siliziumnitridpaarung zeigten sich bei Versuchen mit 1% Schlupf ebenfalls vergleichbare Werte der Reibungszahl nach 10³ bzw. 10⁶ Überrollungen von 0,45. Eine Erhöhung des Schlupfes führte nach 10³ Überrollungen zu einem Abfallen der Reibungszahl auf niedrigere Werte um 0,30 während nach 10⁶ Überrollungen etwa doppelt so hohe Werte um 0,60 gemessen wurden. Bei der Hartmetallpaarung zeigten die Versuchsläufe bei 1% und 4% Schlupf keinen ausgeprägten Unterschied im Wert der Reibungszahl nach 10³ bzw. 10⁶ Überrollungen. Allerdings zeigte sich bei Versuchen mit 10% Schlupf ein leichter Anstieg der Reibungszahl von 0,26 nach 10³ auf 0,31 nach 10⁶ Überrollungen. Für die ungeschmierte 17-4PH-Paarung lagen die Werte der Reibungszahl nach 10³ bzw. nach 10⁶ Überrollungen bei Versuchsläufen mit 1% um 0,20. Eine Erhöhung des Schlupfes führte

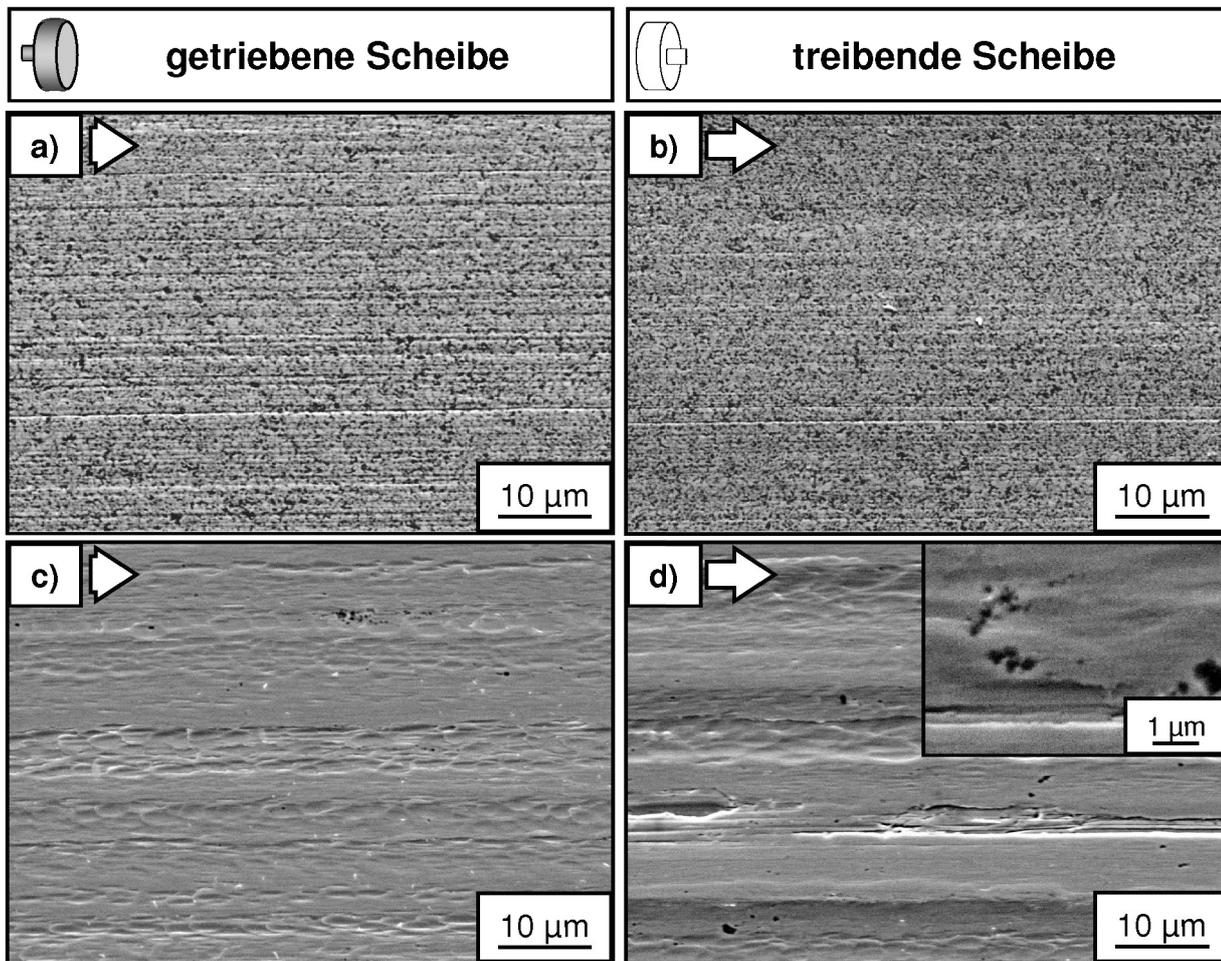


Bild 3.36: REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in Öl FVA Nr. 1 beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der (a,b) WC-12Co-Paarung und (c,d) 17-4PH-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($F_N = 250$ mN, $S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).

zu einem Ansteigen der Reibungszahl, wobei Versuchsläufe mit 10% Schlupf zu Werten von 0,72 nach 10^3 bzw. 0,82 nach 10^6 Überrollungen führten.

Im wassergeschmierten Wälzkontakt zeigten die beiden keramischen Paarungen ein Einlaufverhalten mit abnehmender Reibungszahl bei höherem Schlupf bzw. mit zunehmender Anzahl der Überrollungen (Bild 3.37c,d). Bei der ZrO_2 -Paarung lagen die Werte der Reibungszahl bei Versuchsläufen mit 1% Schlupf nach 10^3 und 10^6 Überrollungen in Wasser bei Werten von 0,46. Versuchsläufe mit 4% Schlupf führten zu einem gering ausgeprägten Absinken der Reibungszahl mit zunehmender Anzahl der Überrollungen von Werten von 0,47 nach 10^3 auf 0,45 nach 10^6 Überrollungen. Das Abfallen war bei Versuchsläufen mit 10% Schlupf deutlicher ausgeprägt. Die Reibungszahl fiel von Werten um 0,44 nach 10^3 auf Werte von 0,35 nach 10^6 Überrollungen ab. Bei der Si_3N_4 -Paarung führte

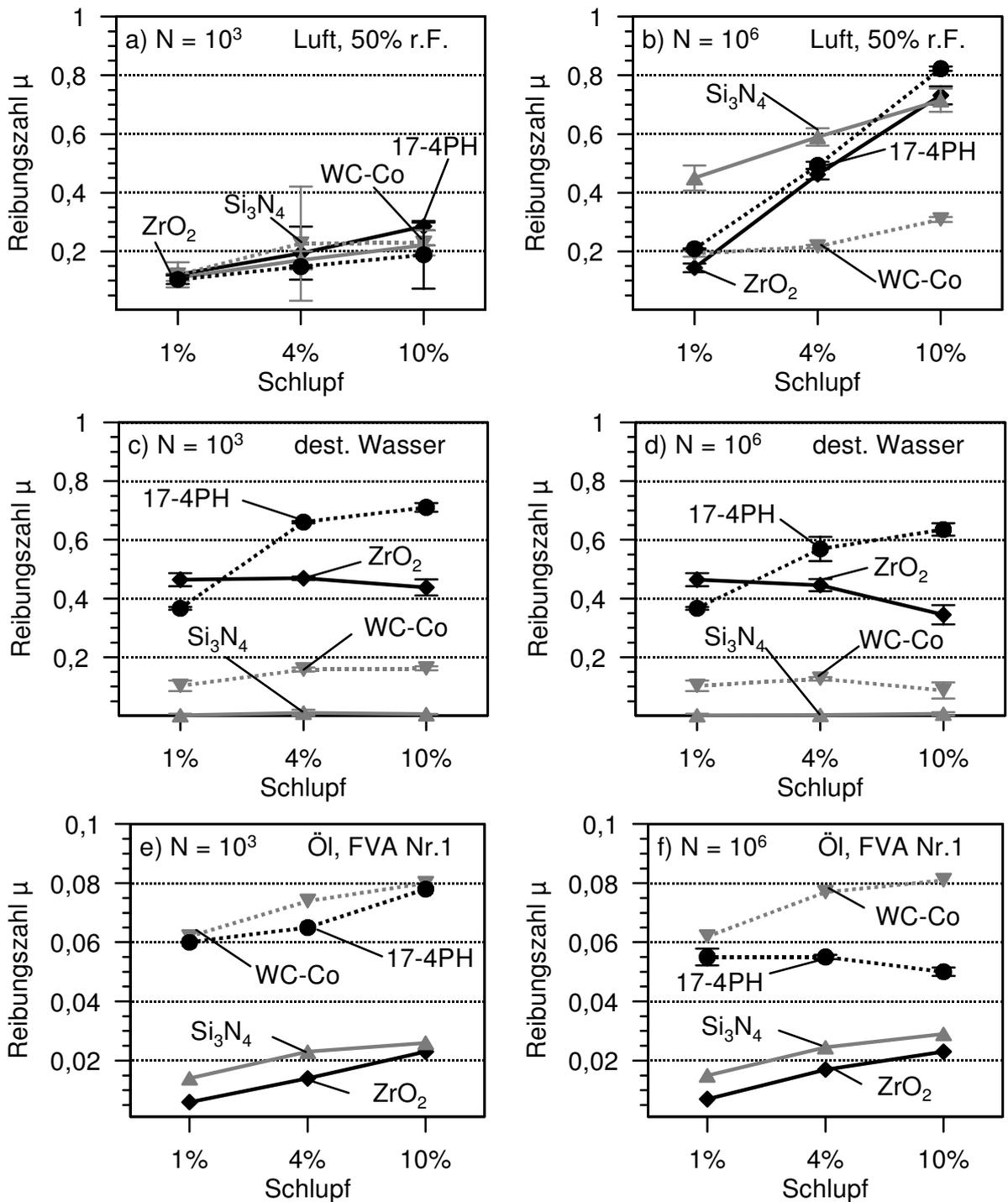


Bild 3.37: Reibungszahl der Wälzpaarungen nach (a,c,e) 10^3 und (b,d,f) 10^6 Überrollungen aufgetragen gegen den eingestellten Schlupf für die Wälzpaarungen in (a,b) Luft mit 50% r.F., (c,d) destilliertem Wasser und (e,f) dem FVA Öl Nr. 1 ($F_N = 250$ mN, $v = 800$ mm/s).

ein höherer Schlupf zu einer Verkürzung der Einlaufphase, allerdings war diese auch bei Versuchsläufen mit 1% Schlupf bereits nach 10^3 Überrollungen beendet. Dementsprechend ergaben sich unabhängig vom Schlupf und der Anzahl der Überrollungen niedrige Werte der Reibungszahl kleiner 0,01. Die WC-12Co-Paarung zeigte nach 10^3 Überrollungen eine mit dem eingestellten Schlupf zunehmende Reibungszahl mit Werten um 0,10 bei 1% Schlupf und 0,16 bei 10% Schlupf. Nach 10^6 Überrollungen wurden jeweils niedrigere Werte ermittelt. Die Reibungszahl nahm von 0,10 bei 1% Schlupf auf 0,09 bei 10% Schlupf ab. Bei der wassergeschmierten 17-4PH Wälzpaarung zeigte sich nach 10^3 Überrollungen ein ähnliches Verhalten, allerdings lag das Reibungszahlniveau mit Werten um 0,37 bei 1% Schlupf, 0,66 bei 4% und 0,71 bei 10% Schlupf im Vergleich zur WC-12Co-Paarung deutlich höher. Nach 10^6 Überrollungen reduzierten sich die Werte der Reibungszahl bei Versuchsläufen mit 4% Schlupf und 10% Schlupf geringfügig auf 0,57 bzw. 0,64.

In den mit dem Öl FVA Nr. 1 geschmierten Versuchsläufen war die Reibungszahl bei den keramischen Selbstpaarungen um etwa den Faktor 3 niedriger im Vergleich zu der WC-12Co bzw. 17-4PH-Paarung mit Maximalwerten der Reibungszahl um 0,08 (Bild 3.37e,f). Nach 10^3 Überrollungen zeigte sich für alle Paarungen eine mit dem eingestellten Schlupf ansteigende Reibungszahl. Lediglich bei der 17-4PH-Paarung veränderte sich das Reibungszahlniveau bei Versuchsläufen mit dem Schlupf von 4% und 10% mit der Anzahl der Überrollungen und führte zu niedrigeren Werten nach 10^6 Überrollungen, wobei ein Absinken der Werte bei höherem Schlupf festgestellt wurde.

3.3.2.3 Einfluss der Normalkraft

Der Einfluss der Normalkraft auf die Reibungszahl im ungeschmierten Wälzkontakt mit 10% Schlupf ist in Bild 3.38 dargestellt. Die ungeschmierte ZrO_2 -Wälzpaarung (Bild 3.38a) zeigte eine deutliche Abhängigkeit der Reibungszahl von der Normalkraft. Während bei einer Normalkraft von 250 mN kurzzeitige Überhöhungen um den mittleren Wert der Reibungszahl von etwa 0,70 auftraten, stieg die Reibungszahl bei der Normalkraft von 1000 mN über die gesamte Versuchsdauer an und erreichte zu Versuchsende Werte um 1,1. Eine weitere Erhöhung der Normalkraft auf 2000 mN führte zu einer quasi-stationären Reibungszahl von 0,76. Während sich für die Si_3N_4 -Paarung (Bild 3.38b) bei 250 mN ein quasi-stationärer Wert der Reibungszahl von 0,68 ergab, führte eine Normalkraft von 1000 mN respektive 2000 mN zu quasi-stationären Werten von 0,71 bzw. 0,75.

Bei der ungeschmierten WC-12Co-Paarung (Bild 3.38c) zeigten die Versuchsläufe bei 250 mN und 1000 mN Normalkraft sowohl einen vergleichbaren Verlauf als auch quasi-stationären Wert der Reibungszahl um 0,30. Eine Normalkraft von 2000 mN führte dagegen zu einem Anstieg der quasi-stationären Reibungszahl auf einen Wert von 0,33. Die Reibungszahl der Stahlselftpaarung (Bild 3.38d) lag mit Werten von 0,80 bei einer Normalkraft von 1000 mN auf einem vergleichbaren Niveau wie bei den Versuchsläufen mit 250 mN Normalkraft. Allerdings führte die erhöhte Normalkraft zu kurzzeitigem Abfallen der Reibungszahl auf Werte unterhalb von 0,70, wobei sich dieser Wert zunächst zwischen $0,3 \cdot 10^6$ und $0,5 \cdot 10^6$ Überrollungen stabilisierte, um danach weiter auf Werte um 0,5 abzu-

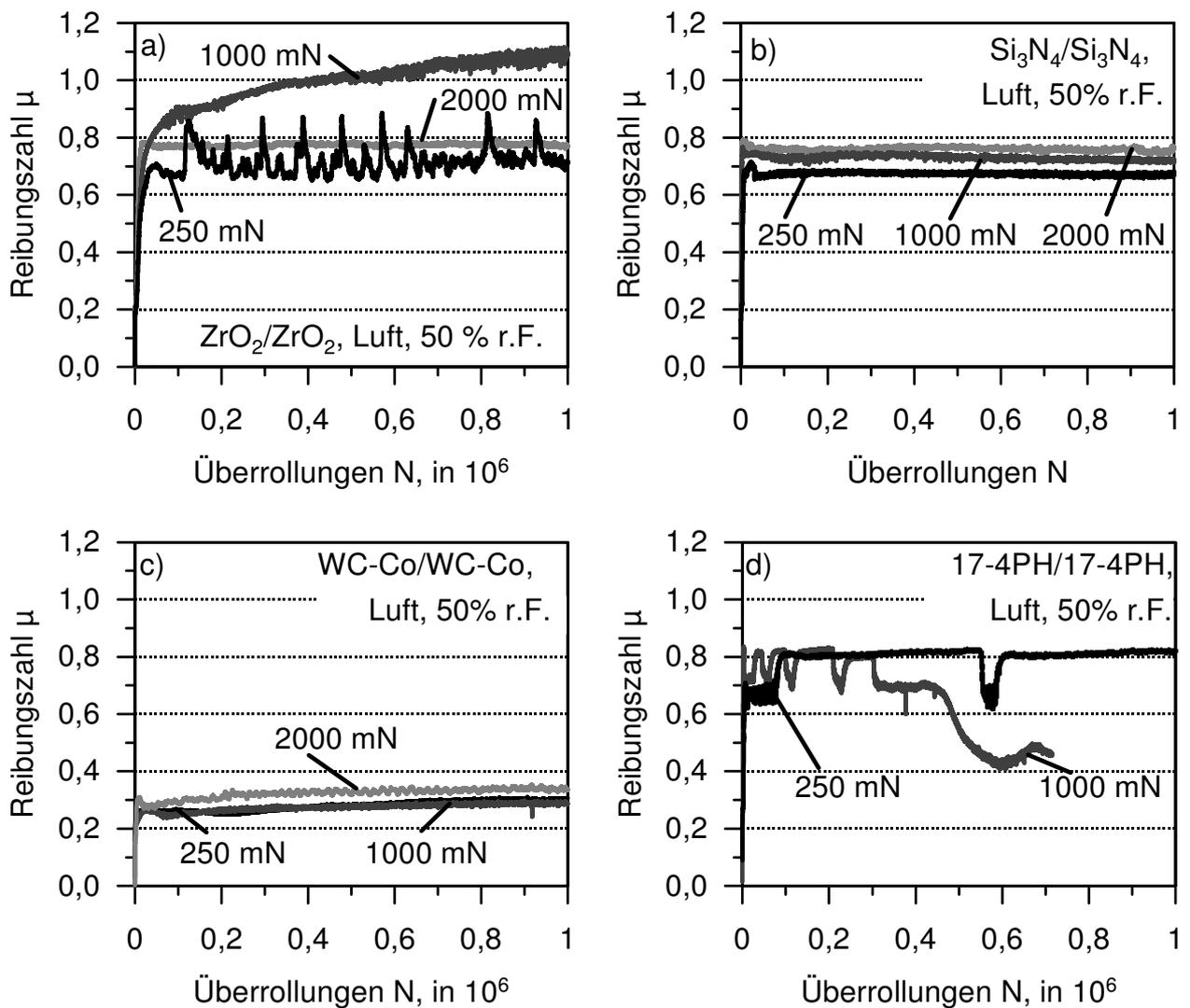


Bild 3.38: Reibungszahl der (a) ZrO₂- (ZN101B), (b) Si₃N₄-, (c) WC-12Co und (d) Stahl 17-4PH-Wälzpaarung als Funktion der Überrollungen in Luft mit 50% r.F. bei unterschiedlicher Normalkraft ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).

fallen. Da nach etwa $0,7 \cdot 10^6$ Überrollungen bereits ein linearer Verschleiß von annähernd $1000,0 \mu\text{m}$ gemessen wurde, musste der Versuchslauf abgebrochen werden. Aufgrund des katastrophalen Versagens der ungeschmierten 17-4PH Paarung bei der Normalkraft von 1000 mN wurde auf Testläufe bei 2000 mN Normalkraft verzichtet.

Im Anschluss an die Versuchsläufe bei Normalkräften zwischen 250 mN und 2000 mN wurden die tribologisch beanspruchten Oberflächen einer Nachuntersuchung im Rasterelektronenmikroskop unterzogen. Die ZrO₂-Selbstpaarung zeigte im Vergleich zu den bei der Normalkraft von 250 mN beanspruchten Oberflächen (Bild 3.25e,f) bei einer Normalkraft von 1000 mN eine nahezu vollständige Bedeckung der getriebenen (Bild 3.39a) als auch der treibenden Scheibe (Bild 3.39b) durch eine Deckschicht aus kompaktierten

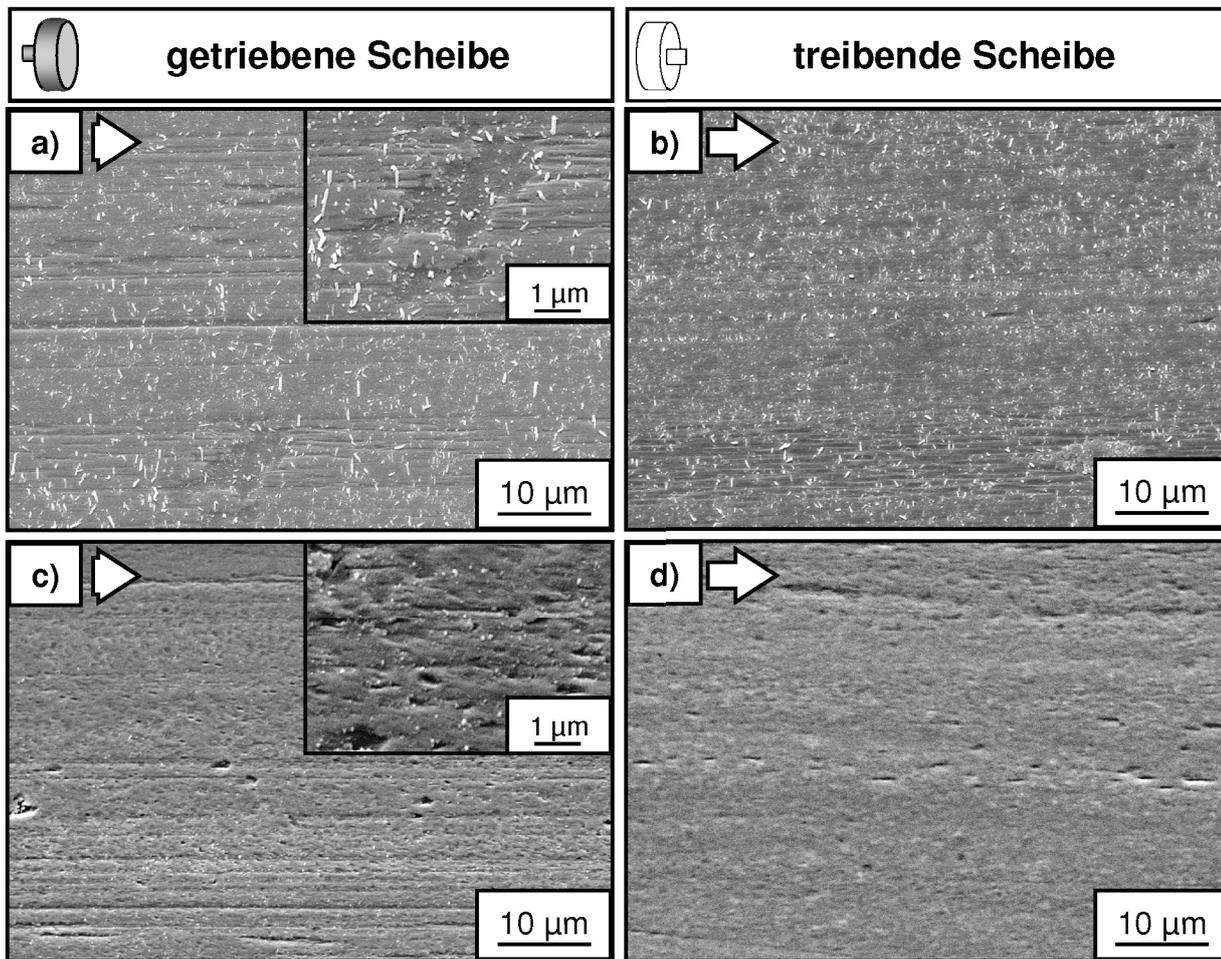


Bild 3.39: REM-Aufnahmen der mit der Normalkraft von (a,b) 1000 mN und (c,d) 2000 mN mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der ZrO_2 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).

Verschleißpartikel auf der sich zusätzlich viele kleine, lose aufliegende Verschleißpartikel zeigten. Die Topografie der Deckschicht war überwiegend im mittleren Bereich der Spur durch eine ausgeprägte Furchung in Wälzrichtung gekennzeichnet, wobei die getriebene Scheibe deutlich längere und teilweise umlaufende Furchen zeigte. Eine Erhöhung der Normalkraft auf 2000 mN führte bei den beanspruchten Oberflächen zu einer raueren, zerklüfteten Oberfläche, wobei die Anzahl an Ausbrüchen und kleinen Furchen bei der getriebenen Scheibe (Bild 3.39c) im Vergleich zur treibenden Scheibe (Bild 3.39d) stärker ausgeprägt war. Bei beiden Reibpartnern waren im Gegensatz zu den Versuchsläufen bei der Normalkraft von 1000 mN die losen Verschleißpartikel im Bereich der Spurmitte nicht mehr vorhanden und traten stattdessen vermehrt am Rand der Spur auf.

Bei der ungeschmierten Siliziumnitridpaarung führte eine Erhöhung der Normalkraft

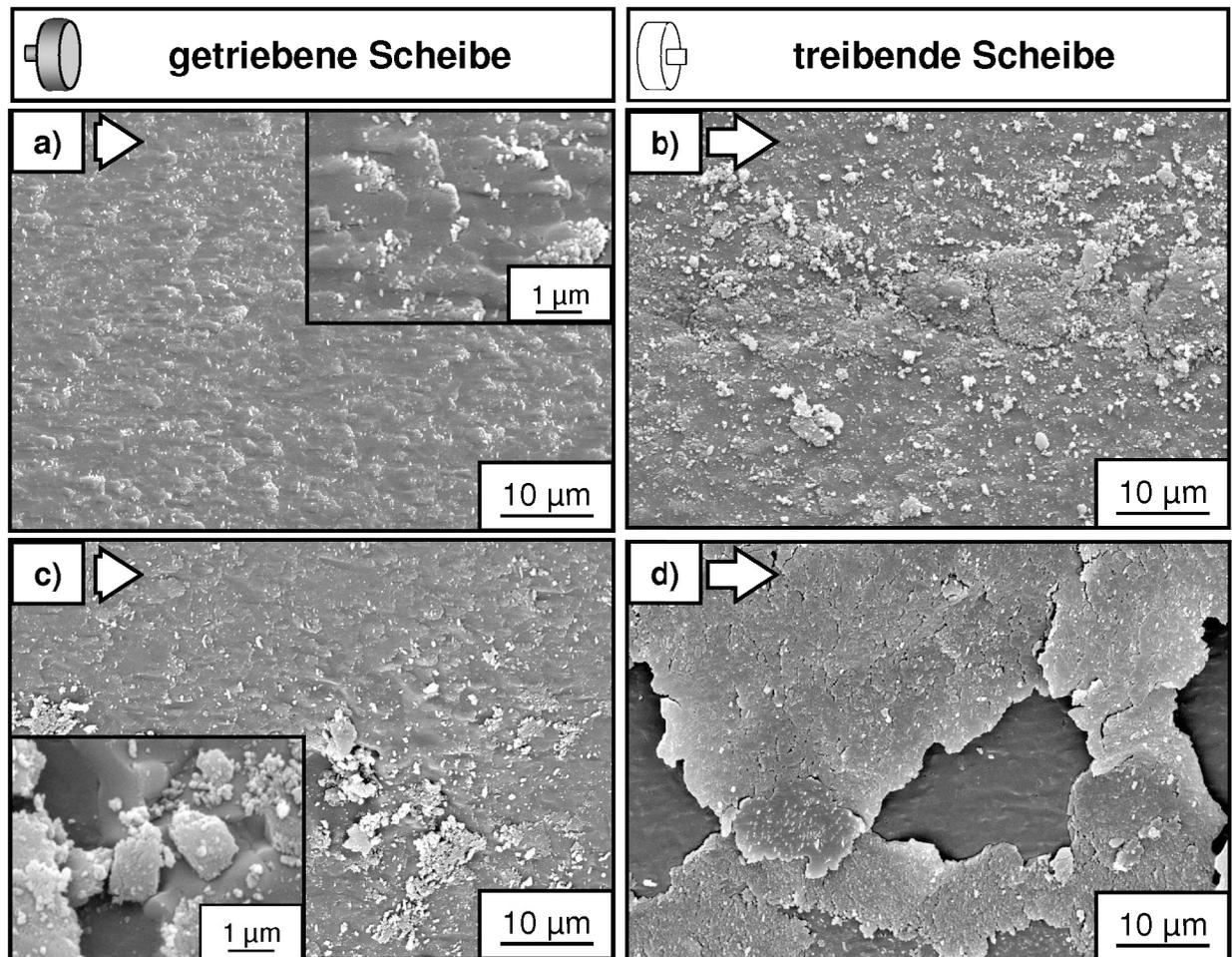


Bild 3.40: REM-Aufnahmen der bei der Normalkraft von (a,b) 1000 mN und (c,d) 2000 mN mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der Si_3N_4 -Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($S = 10\%$, $v_1 = 800 \text{ mm/s}$).

auf 1000 mN zu einer erhöhten Anzahl an Verschleißpartikeln. Während diese bei der getriebenen Scheibe (Bild 3.40a) überwiegend in loser Form innerhalb der Spur vorlagen, zeigten sich bei der treibenden Scheibe (Bild 3.40b) vermehrt Bereiche, die mit zwischen $1 \mu\text{m}$ und $5 \mu\text{m}$ großen Platten aus kompaktierten Verschleißpartikel bedeckt waren. Nach ungeschmierten Versuchsläufen bei der Normalkraft von 2000 mN zeigte auch die getriebene Scheibe (Bild 3.40c) zu kleinen Platten kompaktierte Verschleißpartikel und vereinzelt Kavitäten im mittleren Bereich der tribologisch beanspruchten Lauffläche. Auf der treibenden Scheibe (Bild 3.40d) war eine deutliche Zunahme der Plattengröße festzustellen, wobei die beanspruchte Oberfläche über große Bereiche vollständig durch diese, zum Teil nur lose aufliegenden Platten bedeckt war.

Die in Bild 3.41 dargestellten REM-Aufnahmen der mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F.

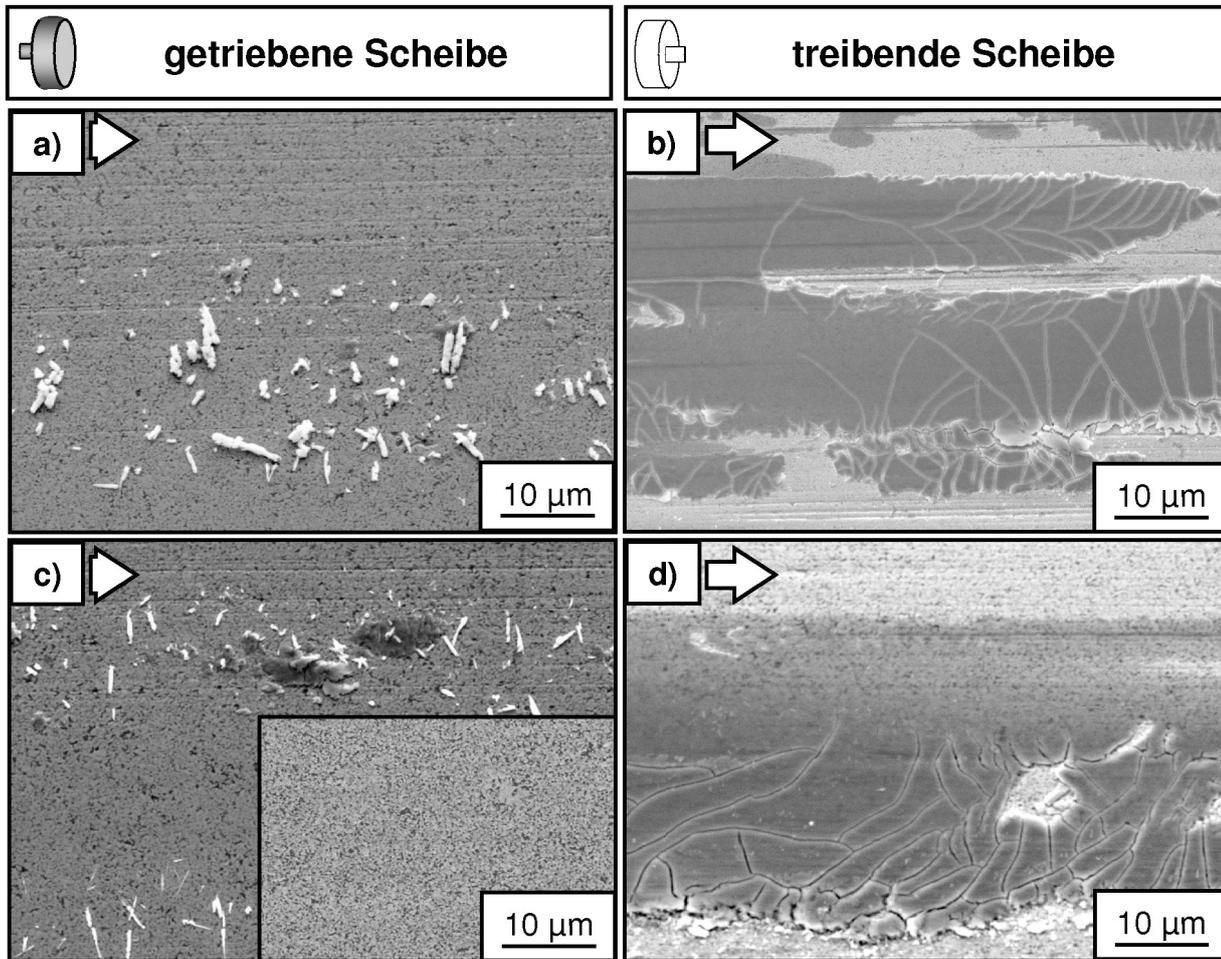


Bild 3.41: REM-Aufnahmen der bei einer Normalkraft von (a,b) 1000 mN und (c,d) 2000 mN mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheibe der WC-12Co-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).

beanspruchten WC-12Co-Wälzproben zeigten einen deutlichen Einfluss der eingestellten Normalkraft auf die beanspruchten Oberflächen. Im Vergleich zu den Oberflächen nach Versuchsläufen mit einer Normalkraft von 250 mN (Bild 3.27c,d) zeigte die getriebene Scheibe bei der höheren Beanspruchung durch die Normalkraft von 1000 mN zunehmend röllchenförmige und globulare Verschleißpartikel (Bild 3.41a). Die Lauffläche war stark eingeglättet und wurde insbesondere in der Spurmittle durch feine Riefen in Umlaufrichtung unterbrochen. Bei der treibenden Scheibe führte die Belastung zu einer fast vollständigen Bedeckung des mittleren Bereichs der Verschleißspur durch eine im Rasterelektronenmikroskop dunkel erscheinende Schicht (Bild 3.41b) mit einem deutlich stärker ausgeprägten Rissnetzwerk. Der darunter liegende Bereich zeigte noch Riefen der Hartbearbeitung. Eine weitere Erhöhung der Normalkraft auf 2000 mN resultierte bei der getriebenen Scheibe in

dem vereinzelt Anhaften von dunkel erscheinenden Ansammlungen aus kompaktierten Verschleißpartikeln (Bild 3.41c) und im Vergleich zu den Versuchsläufen bei 1000 mN etwas feineren Röllchen. Bei der treibenden Scheibe äußerte sich die erhöhte Beanspruchung in einer eingeglättet erscheinenden Oberfläche im Bereich der Spurmittle. Die Spur war von einer zum Spurrand hin dicker werdenden, kompakten Deckschicht belegt, welche unter einem Winkel von 30° bis 45° zur Wälzrichtung mit Rissen durchzogen war (Bild 3.41d).

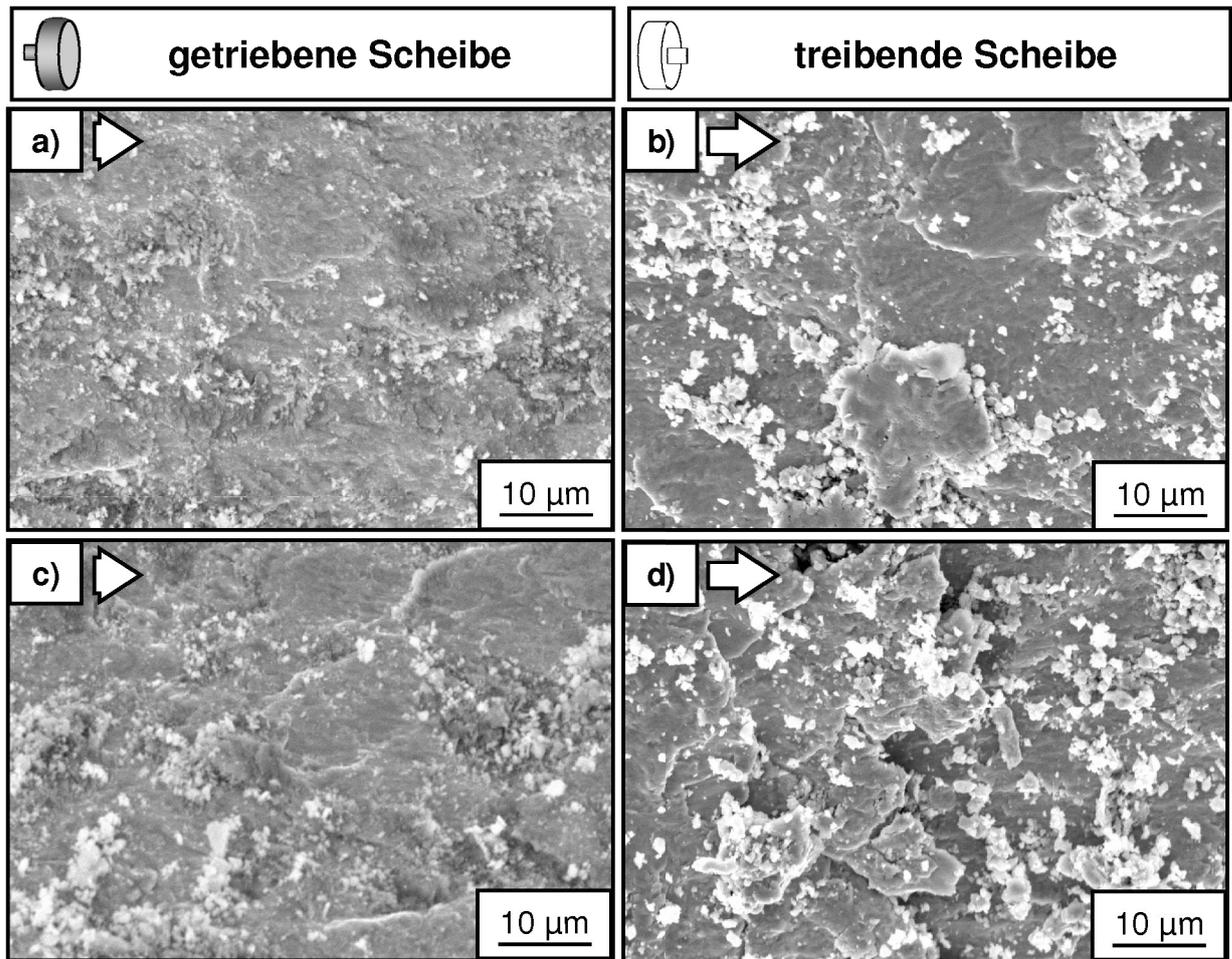


Bild 3.42: REM-Aufnahmen der mit der Normalkraft von (a,b) 250 mN und (c,d) 1000 mN mit 10% Schlupf in Luft mit 50% r.F. beanspruchten (a,c) getriebenen bzw. (b,d) treibenden Scheiben der 17-4PH-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen ($S = 10\%$, $v_1 = 800$ mm/s).

Bei der Stahlpaarung waren die Oberflächen nach Versuchsläufen mit der Normalkraft von 250 mN bei der getriebenen Scheibe zerklüftet und mit dunkel erscheinenden Schichten sowie einzelnen, losen Verschleißpartikeln belegt (Bild 3.42a). Dagegen zeigten sich auf der beanspruchten Lauffläche der treibenden Scheibe Bereiche mit zungenförmigen Deformationsspuren und ebenfalls losen Verschleißpartikeln. Allerdings waren diese lokal

zum Teil zu Deckschichten kompaktiert (Bild 3.42b). Nach Versuchsläufen mit der Normalkraft von 2000 mN zeigte die getriebene Scheibe ebenfalls zungenförmig deformierte Bereiche (Bild 3.42c). Auf der treibenden Scheibe befanden sich eine Vielzahl loser, hell erscheinender Verschleißpartikel, wobei die darunter liegende Deckschicht rissbehaftet war und sich lokal ablöste (Bild 3.42d).

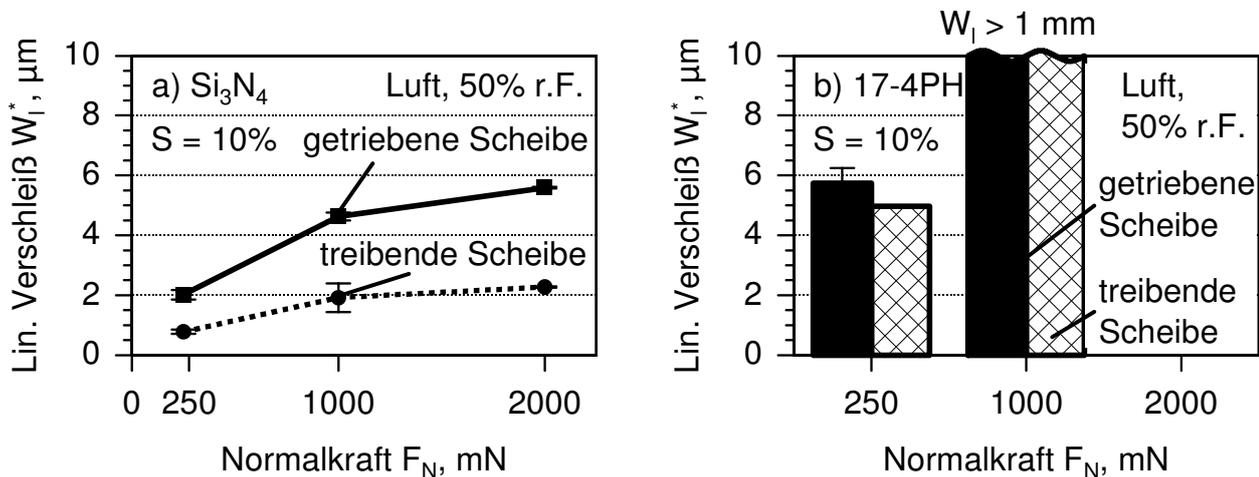


Bild 3.43: Lineare Verschleißbeträge W_1^* der balligen (getriebenen) bzw. ebenen (treibenden) Scheibe für die (a) Si_3N_4 - und (b) 17-4PH-Wälzpaarung nach 10^6 Überrollungen in Luft in Abhängigkeit von der Normalkraft ($S = 10\%$, $v_1 = 800 \text{ mm/s}$).

Die nach Versuchsende durch optische Profilometrie an treibender und getriebener Scheibe separat gemessenen linearen Verschleißbeträge für Versuchsläufe mit 10% Schlupf sind in Bild 3.43a,b dargestellt. Für die Zirkonoxidpaarung konnten auch bei der höchsten gewählten Normalkraft von 2000 mN keine messbaren Verschleißbeträge ermittelt werden, d. h. der lineare Verschleiß war kleiner als 100 nm. Für die ungeschmierte Siliziumnitridpaarung ergaben sich im Wälzkontakt lineare Verschleißbeträge der getriebenen Scheibe zwischen 2,0 μm bei der Normalkraft von 250 mN und 5,6 μm bei 2000 mN während die treibende Scheibe Verschleißbeträge zwischen 0,8 μm und 2,3 μm zeigte (Bild 3.43a). Bei der Paarung ergab sich ein Ansteigen des linearen Verschleißbetrages der beiden Reibpartner mit der Normalkraft, wobei der lineare Verschleißbetrag der höher beanspruchten getriebenen Scheibe bei allen untersuchten Normalkräften um einen Faktor von 2,4 bis 2,5 erhöht war. Für die Hartmetallpaarung konnte, wie auch für die ungeschmierte Zirkonoxidpaarung, bei keiner der untersuchten Normalkräfte messbarer Verschleiß festgestellt werden. Bei dem martensitischen Stahl 17-4PH ergaben sich bei der Normalkraft von 250 mN lineare Verschleißbeträge von 5,7 μm für die getriebene Scheibe und 4,9 μm für die treibende Scheibe (Bild 3.43b). Die unterschiedliche tribologische Beanspruchung von treibender und getriebener Scheibe führte im Vergleich zur keramischen Siliziumnitridpaarung zu deutlich geringeren Unterschieden im Verschleiß. Der Verschleißbetrag der getriebenen Stahlscheibe war lediglich um den Faktor 1,2 erhöht. Für Versuchsläufe bei der Normalkraft von 1000 mN wurde bereits nach etwa $0,7 \cdot 10^5$ Überrollungen ein linearer

Verschleißbetrag um 1000 μm gemessen, so dass der Versuch abgebrochen und auf die Versuchsläufe bei der Normalkraft 2000 mN verzichtet wurde.

3.3.3 Haftreibungsuntersuchungen

Zur Charakterisierung des Anlaufverhaltens von Mikrosystemen wurden Versuchsläufe mit einer sehr geringen Gleitgeschwindigkeit über eine Distanz von etwa 3 mm durchgeführt. Die Versuche wurden in einem Mikrolineartribometer bei der Normalkraft $F_N = 800 \text{ mN}$ und der Abzugsgeschwindigkeit $v_A = 8,3 \mu\text{m/s}$ bei Raumtemperatur in den Umgebungsmedien Luft (50% r.F.), destilliertem Wasser und dem FVA-Öl Nr. 1 durchgeführt. Aus dem Verlauf der Tangentialkraft F_T als Funktion der Versuchszeit t wurden die Haftreibungskräfte F_H , bei denen der Übergang vom Haften zum Gleiten erfolgte, für die jeweiligen Paarungen bestimmt.

3.3.3.1 Einfluss des Zwischenmediums

Bild 3.44 zeigt die Tangentialkraft der keramischen Eigenpaarungen in Abhängigkeit von der Versuchszeit ungeschmiert in Luft mit 50% r.F., unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser sowie dem Öl FVA Nr. 1. Bei der ZrO_2 -Eigenpaarung (ZN101B) (Bild 3.44a)

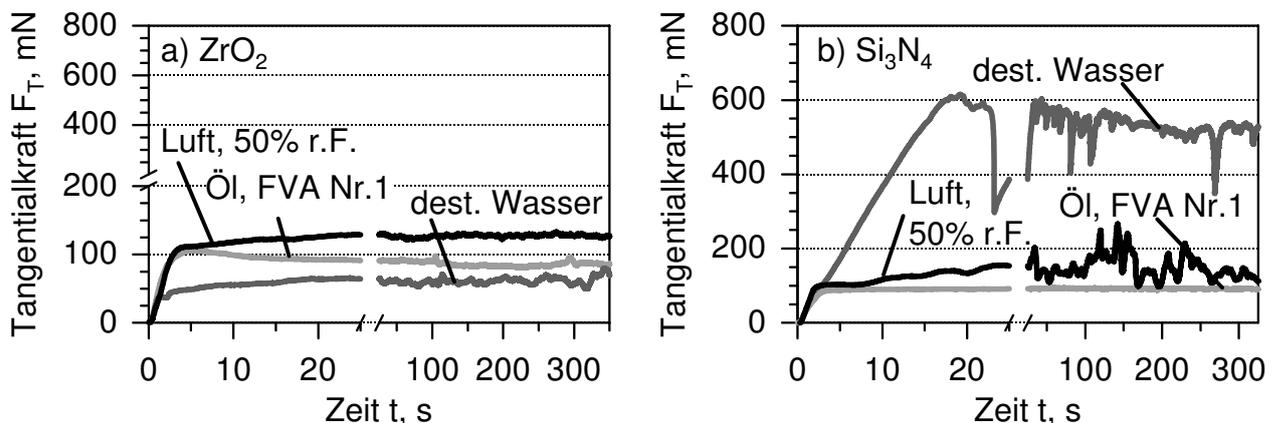


Bild 3.44: Verlauf der Tangentialkraft im Haftreibungsversuch als Funktion der Versuchszeit t für die (a) ZrO_2 - und (b) Si_3N_4 -Paarung in den Medien Luft mit 50% r.F., dest. Wasser und dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v_A = 8,3 \text{ mm/s}$).

zeigte die ungeschmierte Paarung die höchste Tangentialkraft $F_T = 122 \text{ mN}$ beim Übergang vom Haften zum Gleiten, während der Übergang bei den wasser- bzw. ölgeschmierten Versuchsläufen bei 78 bzw. 112 mN ermittelt wurde. Nach dem Übergang Haften/Gleiten zeigte sowohl die ungeschmierte als auch die wassergeschmierte Paarung während den ersten 20 bis 25 s einen leichten Anstieg auf Werte von 130 bzw. 92 mN, während bei der ölgeschmierten Paarung ein leichtes Abfallen auf Werte von 67 mN beobachtet wurde. Im weiteren Verlauf der Gleitphase zeigte sich für die ZrO_2 -Eigenpaarung keine nennenswerten Veränderungen in der Tangentialkraft F_T . Der Übergang vom Haften zum Gleiten

erfolgte bei der ungeschmierten Si_3N_4 -Paarung (Bild 3.44b) bei der Tangentialkraft von 92 mN, allerdings zeigte die Paarung während etwa 30 Sekunden einen Anstieg auf Werte von $F_T = 200$ mN und im weiteren Verlauf Überhöhungen der Tangentialkraft auf Maximalwerte von 250 mN. Tauchschmierung mit destilliertem Wasser führte bei dieser Paarung zu einem verzögerten Übergang Haften/Gleiten und dementsprechend hohen Werten der Tangentialkraft von 610 mN. Die darauf folgende Gleitphase war durch starke Schwankungen und einen Abfall von 615 mN auf etwa 500 mN gekennzeichnet. Bei den ölgeschmierten Versuchen erfolgte der Übergang in die Gleitphase bei $F_T = 80$ mN, wobei die darauf folgende Gleitphase durch einen annähernd konstanten Wert der Tangentialkraft um 95 mN gekennzeichnet war.

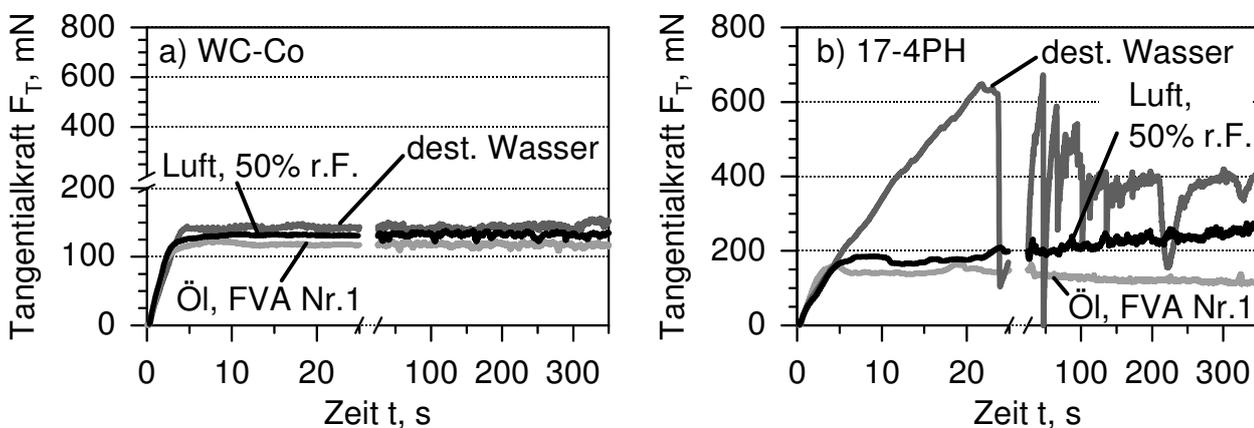


Bild 3.45: Verlauf der Tangentialkraft im Haftreibungversuch als Funktion der Versuchszeit t für die (a) WC-Co- und (b) 17-4PH-Paarung in den Medien Luft mit 50% r.F., dest. Wasser und dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v_A = 8,3$ mm/s).

Die Hartmetallpaarung (Bild 3.45a) zeigte sowohl beim Übergang vom Haften zum Gleiten als auch in der Gleitphase den geringsten Medieneinfluss. Der Übergang Haften/Gleiten erfolgte bei $F_T = 102$ mN und $F_T = 107$ mN für die ungeschmierten bzw. wassergeschmierten Versuchsläufe und $F_T = 97$ mN im Fall der Ölschmierung. Bei der Stahlpaarung 17-4PH (Bild 3.45b) erfolgte der Übergang vom Haften zum Gleiten im ungeschmierten Fall bei einer Tangentialkraft von 172 mN, allerdings stieg diese mit zunehmender Versuchszeit auf Werte von 250 mN an. Von allen untersuchten Paarungen ergab sich bei der wassergeschmierten 17-4PH-Paarung die höchste Tangentialkraft zum Losreißen mit Werten von 644 mN, wobei während den ersten 150 Sekunden Versuchszeit ein ausgeprägtes Stick-Slip-Verhalten mit starken Schwankungen der Tangentialkraft zwischen 160 und 670 mN um den Mittelwert von etwa 380 mN zu beobachten war. Für den Stahl erfolgte der Übergang Haften/Gleiten bei 140 mN bei den ölgeschmierten Versuchen, wobei die Tangentialkraft auf den ersten 25 s kurzzeitige Überhöhungen auf Werte um 160 mN und mit zunehmender Versuchszeit ein leichtes Abfallen zeigte.

Bild 3.46 fasst die bei der aufgebrachten Normalkraft $F_N = 800$ mN und der Abzugsgeschwindigkeit $v_A = 8,3$ $\mu\text{m/s}$ beim Übergang vom Haften zum Gleiten aus der gemessenen

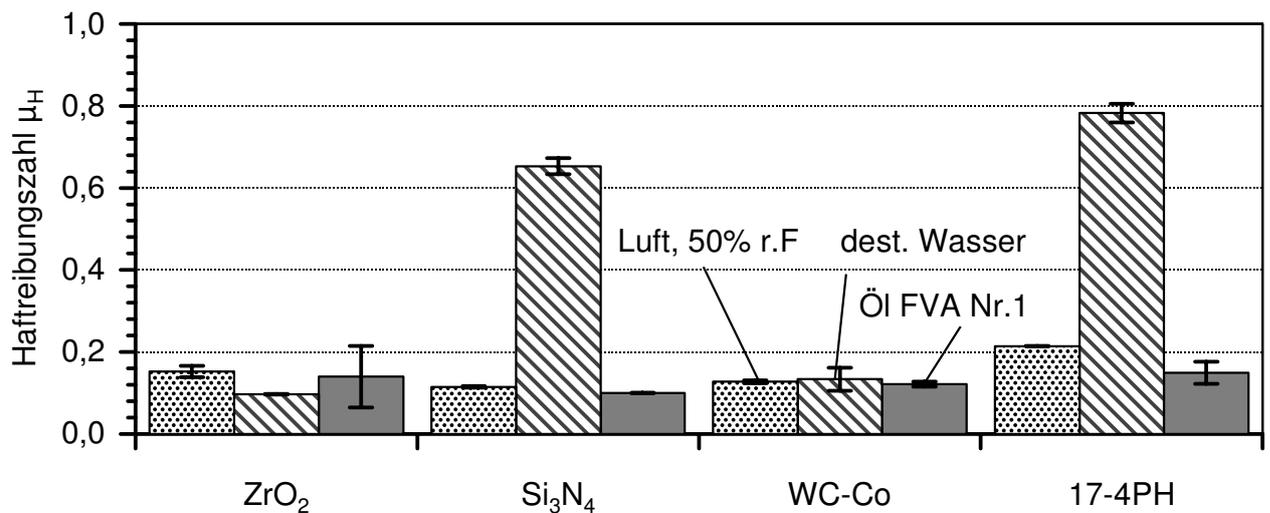


Bild 3.46: Darstellung der Haftreibungszahl beim Übergang Haften/Gleiten für die ZrO₂-, Si₃N₄-, WC-Co- und 17-4PH-Paarung in Luft mit 50% r.F., unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser oder dem Öl FVA Nr. 1 ($F_N = 800$ mN, $v_A = 8,3$ mm/s).

Haftreibungskraft F_H berechnete Haftreibungszahl μ_H für die untersuchten Paarungen in den Medien Luft (50% r.F.), dest. Wasser und dem Öl FVA Nr. 1 zusammen. Bei der ZrO₂-Paarung zeigte sich kein signifikanter Einfluss des Umgebungsmediums und der Übergang vom Haften zum Gleiten lag mit Haftreibungszahlen unterhalb 0,15 in allen Medien auf einem günstigen Niveau. Bei der Siliziumnitridpaarung zeigten sich sowohl im ungeschmierten als auch mit dem Öl FVA Nr. 1 geschmierten Versuchsläufen niedrige Haftreibungszahlen, allerdings ergaben sich bei Schmierung mit dest. Wasser ungünstig hohe Werte der Haftreibungszahl um 0,65. Bei der Hartmetallpaarung konnte wie auch bei der ZrO₂-Paarung nur ein geringer Einfluss des Zwischenmediums auf den Übergang vom Haften zum Gleiten festgestellt werden. Die 17-4PH-Paarung zeigte ungeschmiert bzw. unter Schmierung mit destilliertem Wasser mit Werten von 0,22 bzw. 0,78 die höchste Haftreibungszahl. Geschmiert mit dem Zwischenmedium Öl ergaben sich für den Stahl 17-4PH Werte der Haftreibungszahl von 0,16.

4 Diskussion

Für den Einsatz in mikro- und feinwerktechnischen tribologischen Systemen müssen Materialpaarungen verwendet werden, die unter den gegebenen Beanspruchungsbedingungen eine akzeptable Reibungszahl und einen hohen Verschleißwiderstand zeigen. Durch das ungünstige Oberflächen/Volumenverhältnis werden zudem Werkstoffe mit geringer Adhäsionsneigung vorausgesetzt. Keramiken und Hartmetalle erfüllen diese Voraussetzungen und gewährleisten in makroskopischen Anwendungsfeldern bereits einen zuverlässigen Betrieb bei langer Lebensdauer.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden grundlagenorientierte, mikrotribologische Modelluntersuchungen durchgeführt, um die prinzipielle Eignung der Werkstoffe zu prüfen und die kritischen Belastungsgrenzen zu identifizieren. Die Materialien wurden in Eigenpaarung im einsinnigen Gleitkontakt, unter Wälzbeanspruchung und beim Übergang vom Haften zum Gleiten in speziell angepassten Modellprüfständen unter anwendungsrelevanten Beanspruchungsbedingungen (Tabelle 1.2) wie sie sich aus der Systemanalyse einer Mikroturbine mit angeflanschem Planetengetriebe (Bild 1.5) ergaben, charakterisiert. Als Versuchsparameter wurden die Materialpaarung, das Zwischenmedium, die Normalkraft und der Schlupf variiert, wobei aus Gründen der Vergleichbarkeit jeweils polierte Oberflächen eingesetzt wurden. Für Zirkonoxid wurde zusätzlich die Mikrostruktur variiert und der Einfluss auf das tribologische Verhalten untersucht. Die Ergebnisse der tribologischen Untersuchungen und der Vor- bzw. Nachuntersuchungen werden im folgenden Abschnitt zusammengefasst und diskutiert.

4.1 Werkstoffeigenschaften

Die aus den Gefügebildern (Bild 3.1) nach Gleichung 2.1 ermittelten **Korngrößen** der Versuchsmaterialien sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst. Bei den urgeformten Zirkonoxidqualitäten wurde in Übereinstimmung mit [158, 257, 258] eine Zunahme der Korngröße mit der Sintertemperatur und -dauer festgestellt. Für die stift- bzw. scheibenförmigen Probekörper wurden im Rahmen der Messgenauigkeit vergleichbare mittlere Korngrößen ermittelt, so dass kein signifikanter Einfluss der Probenabmessung auf die Korngröße festgestellt wurde. Dies bestätigte auch die vergleichbare Korngröße am Probenrand und in der Probenmitte, wie sie anhand von Querschliffen ermittelt wurde. Die kommerziellen Materialien zeigten - mit Ausnahme der Zirkonoxidkeramiken - jeweils um den Faktor 3–4 unterschiedliche Korngrößen für die kugel- bzw. scheibenförmigen Prüfkörper einer Materialpaarung, lagen jedoch mit Werten unterhalb $1,5 \mu\text{m}$ auf einem niedrigen Niveau. Die **mittlere freie Weglänge** λ der Co-Bindephase zeigte durch die lineare Abhängigkeit von der Korngröße und dem Volumenanteil der Bindephase bei den

untersuchten Hartmetallqualitäten für die grobkörnigere Kugel mit 6% Co um den Faktor 5 niedrigere Werte im Vergleich zur Scheibe mit einem Cobaltgehalt von 12%. Bei dem Stahl 17-4PH lag die Korngröße im lösungsgeglühten und ausgelagerten Zustand um den Faktor 20 höher und zeigte damit für mikrotechnische Anwendungen ungünstig hohe Werte.

Anhand der in Bild 3.3 dargestellten Werte zeigt sich eine gute Übereinstimmung der gemessenen mit der theoretischen **Dichte**, so dass in guter Näherung von dichten Werkstoffgefügen ausgegangen werden kann. Bei den urgeformten Zirkonoxidqualitäten zeigte die Charge Z1450/1h die höchste Dichte, so dass im Vergleich zu früheren Untersuchungen [257, 259] eine Korrelation der Dichte mit der Sinter Temperatur nicht festgestellt werden konnte. Bei den Entbinderungs- und Sinterparameter konnte auf umfangreiche Untersuchungsergebnisse des Instituts für Materialforschung III zur Erzielung günstiger Gefüge- und Werkstoffkennwerte zurückgegriffen werden. Durch die Verwendung etablierter Prozessparameter lag die Dichte bei allen Chargen auf einem vergleichbar günstigen Niveau. Die Charge Z1300/5h mit auf 5 Stunden verkürzter Sinterdauer zeigte dementsprechend die stärkste Abweichung von der theoretischen Dichte von $6,08 \text{ g/cm}^3$ [76, 260] und hatte mit 3% die höchste Porosität unter den Probekörpern.

Die in Bild 3.4a,b dargestellten **Rauheitskennwerte** zeigten in erster Näherung vergleichbare Werte für die kugel- und scheibenförmigen Prüfkörper bzw. für die unterschiedlichen Werkstoffe. Lediglich die im gesinterten, nicht nachbearbeiteten Zustand eingesetzten Zirkonoxidstifte der Chargen Z1300/10h, Z1450/1h und Z1500/1h lagen mit R_a -Werten um $0,04 \mu\text{m}$ um den Faktor 2 über den Werten der anderen Prüfkörper und um den Faktor 40 oberhalb der Werte des Urmodells der Stifte (Tabelle 4.1). Dies konnte auf das Kornwachs-

Rauheitskennwerte, μm	R_a	R_q	R_z	R_k	R_{pk}	R_{vk}
Stahlmodell für Tribostift	0,009	0,011	0,070	0,033	0,021	0,033
ZrO ₂ -Stift der Charge Z1450/1h	0,039	0,050	0,242	0,125	0,055	0,111

Tabelle 4.1: Vergleich der an dem Stahlmodell des Tribostifts und dem bei $1450 \text{ }^\circ\text{C}$ gesinterten ZrO₂-Stift der Charge Z1450/1h ermittelten Rauheitskennwerte.

tum während des Sinterprozesses zurückgeführt werden. Die einzelnen urgeformten Chargen zeigten jedoch aufgrund des geringen Unterschieds in der Korngröße zwischen den einzelnen Chargen weder mit urgeformter noch mit überpolierter Oberfläche eine erkennbare Abhängigkeit der Oberflächenrauheit von der Korngröße. Die Proben für den Wälzkontakt zeigten ebenfalls sowohl für die balligen und ebenen scheibenförmigen Prüfkörper als auch für die unterschiedlichen Werkstoffe vergleichbare Rauheitskennwerte (Bild 3.5). Im Vergleich zu den Proben für den Gleitkontakt waren die gemessenen Rauheitskennwerte deutlich kleiner, was auf die unterschiedlichen Messbedingungen (Tabelle 2.5) zurückzuführen war, wobei insbesondere die bei kürzeren Taststrecken reduzierte Grenzwellenlänge λ_c die Kennwerte beeinflusst [261, 262]. Dadurch werden zum einen kurzwelligere Anteile im ungefilterten Primärprofil bereits der Welligkeit zugeord-

net. Zum anderen konnten Artefakte durch die Krümmung der Probenoberfläche aus dem Rauheitsprofil entfernt und eine bessere Statistik durch eine höhere Anzahl an Messwerten erreicht werden.

Die Werte der **Vickershärte** der unbeanspruchten tribologischen Funktionsflächen sind in Bild 3.6 zusammengefasst. Es zeigen sich tendenziell abnehmende Härtewerte mit zunehmender Prüfkraft, was aus der Literatur als Indentation Size Effekt (ISE) bekannt ist [263–265]. Die untersuchten ZrO_2 -Werkstoffe folgten einer Hall-Petch Beziehung und zeigten eine Zunahme der Härte mit abnehmender Korngröße (Tabelle 3.1). Der unerwartet hohe Härtewert der Zirkonoxidkugel kann z. B. durch die Qualität des Ausgangspulver hervorgerufen werden. So wurde in [176, 266] über höhere Härtewerte bei Verwendung von Y_2O_3 beschichteten TZP-Pulvern berichtet. Die hohen Härtewerte wurden auf die verbesserte Korngrenzenfestigkeit zurückgeführt. Bei der Siliziumnitridkeramik ist eine im Vergleich mit den anderen Werkstoffen starke Streuung der Härtewerte festzustellen, wobei die Streuung mit abnehmender Prüfkraft bzw. Fläche des Vickers-Pyramideneindrucks geringfügig zunimmt. Dadurch werden durch den Indenter teilweise nur einzelne Gefügephasen erfasst [267, 268]. Die lokal unterschiedlichen Härtewerte können daher sowohl durch den insbesondere bei dem Kugelmateriale ausgeprägten Anteil an Glasphase im Gefüge als auch durch die Anisotropie der mechanischen Eigenschaften als Folge des stengelförmigen Gefügebau verursacht werden.

Die Werte der **Bruchzähigkeit** der ZrO_2 -Keramiken sind in Bild 3.7 zusammengestellt. Unter den Zirkonoxidqualitäten wurde für die Kugel bei einer mittleren Korngröße von $0,28 \mu m$ mit Werten um $6,00 MPa \cdot m^{1/2}$ analog zur Vickershärte auch die höchste Bruchzähigkeit ermittelt, während die feinkörnigere Scheibe bei einer mittleren Korngröße von $0,30 \mu m$ etwa 20% niedrigere Werte zeigte. Die urgeformten Zirkonoxidproben lagen mit Werten um $5,00 MPa \cdot m^{1/2}$ im mittleren Bereich und zeigten tendenziell niedrigere Werte mit zunehmender Korngröße (Tabelle 3.1).

4.2 Tribologische Eigenschaften

4.2.1 Einsinniger Gleitkontakt

Einfluss der Materialpaarung

Eine zusammenfassende Darstellung des tribologischen Verhaltens im ungeschmierten, einsinnigen Gleitkontakt ist in Bild 4.1 durch Auftragung der quasi-stationären Reibungszahl über dem linearen Verschleißbetrag nach 1000 m Gleitweg dargestellt. Zusätzlich ist in Bild 4.2 die lineare Verschleißintensität $W_{1/s}(s)$ gegen die momentane, scheinbare Flächenpressung $p(s)$ (Gleichung 2.11) logarithmisch aufgetragen. Die Berechnung erfolgte nach Gleichung 2.8 aus der kontinuierlichen Verschleißmessung während der ungeschmierten Versuchsläufe. Sowohl die 17-4PH-Paarung als auch die Siliziumnitridpaarung waren bis zu einer Flächenpressung von 10 MPa durch eine hohe Verschleißintensität oberhalb $10^{-1} \mu m/m$ gekennzeichnet, wobei dies auch bei niedrigerer Flächenpressung nur geringfügig abfiel. Die ZrO_2 -Paarung und die WC-Co-Paarung zeigten mit einer linearen

Verschleißintensität kleiner 10^{-3} $\mu\text{m}/\text{m}$ bei einer Flächenpressung von 35 bzw. 125 MPa ein deutlich günstigeres Verschleißverhalten (Bild 4.2).

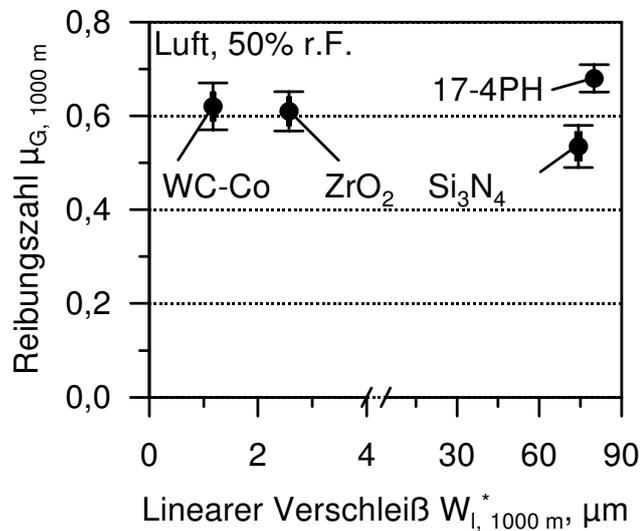


Bild 4.1: Reibungszahl aufgetragen über den linearen Verschleißbetrag nach dem Gleitweg von 1000 m für die Gleitpaarungen in Luft mit 50% r.F. ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s).

Die linearen Verschleißbeträge nach einem Gleitweg von 1000 m waren bei der Hartmetall- und Zirkonoxidpaarung um 1–2 Größenordnungen niedriger als bei der Stahl- und Siliziumnitridpaarung (Bild 4.1). Obwohl die lineare Verschleißintensität bei der Zirkonoxidpaarung (Bild 3.9b) auf den letzten 900 m Gleitweg niedriger lag als bei der Hartmetallpaarung (Bild 3.13b) wurde zum Ende des Versuchslaufs ein linearer Verschleißbetrag von $W_1^* = 2,38$ μm ermittelt, welcher um etwa den Faktor 2 höher lag als bei der Hartmetallpaarung mit $W_1^* = 1,17$ μm (Bild 4.1).

Die durch den Punktkontakt bedingte, hohe anfängliche Hertz'sche Flächenpressung von 1484 MPa führte bei der **ungeschmierten Zirkonoxidgleitpaarung in Luft (50% r.F.)** bis zum Erreichen einer Flächenpressung von etwa 40 MPa zu einer hohen Verschleißintensität zwischen 0,04 und 0,05 $\mu\text{m}/\text{m}$ (Bild 4.2) und dementsprechend hohem Verschleiß von etwa 2,0 μm auf den ersten 200 m Gleitweg (Bild 3.8a). Schwankungen im Signal der kapazitiven Wegmessung auf den ersten 200 m Gleitweg deuteten auf ein überwiegend bruchkontrolliertes Versagen durch Überlastung hin [150], wobei die entstandenen Verschleißpartikel abrasiven 3-Körper-Verschleiß bewirkten und zu Riefen auf den Oberflächen führten (Bild 3.10d). Damit einhergehend waren hohe Werte der Reibungszahl mit kurzzeitigen Schwankungen (Bild 3.9d). Die Verschleißpartikel konnten durch die als Folge der verschleißbedingten Abplattung der Kugel abnehmende Flächenpressung im Kontakt zu einer verschleißmindernden Deckschicht (Bild 3.10a,d) kompaktiert werden, so dass die Verschleißintensität $W_{1/s}(s)$ im weiteren Verlauf auf sehr niedrige Werte unterhalb 10^{-4} $\mu\text{m}/\text{m}$ abfiel. Feine Röllchen aus abgelösten Tribofilmen auf den Probekörpern zeig-

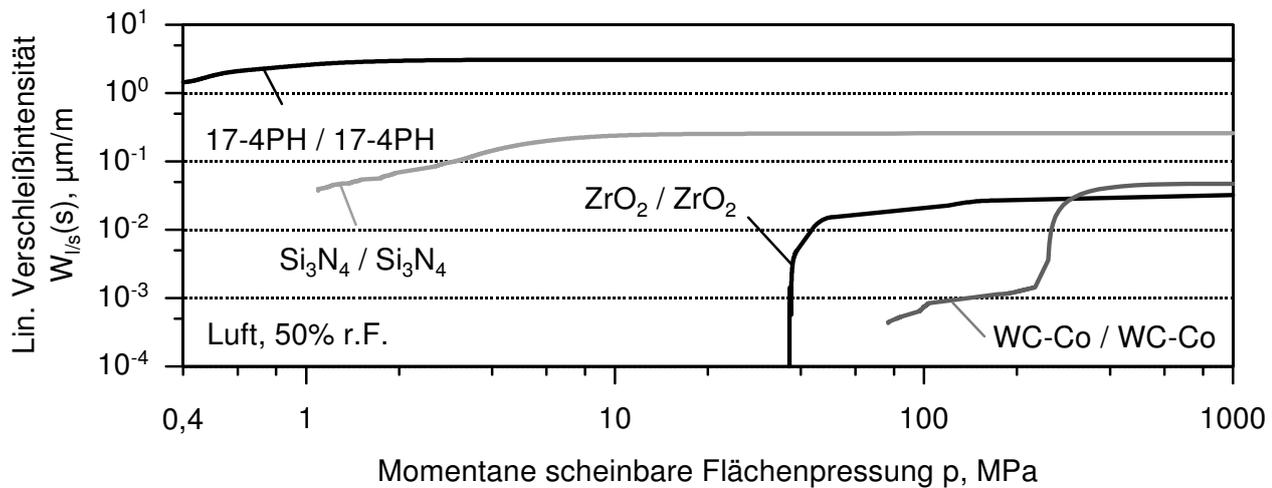


Bild 4.2: Lineare Verschleißintensität $W_{1/s}(s)$ in Abhängigkeit von der momentanen scheinbaren Flächenpressung $p(s)$ für die im einsinnigen Gleitkontakt in Luft mit 50% r.F. untersuchten Selbstpaarungen ($F_N = 800$ mN, $v = 400$ mm/s, $s = 1000$ m).

ten, dass die Scherbewegung überwiegend innerhalb von Tribofilmen auf der Deckschicht stattgefunden hat. Die Oberflächen verschlissen, indem diese dünnen Zirkonhydroxidfilme gebildet und anschließend abgelöst wurden. Die Bildung einer Deckschicht begleitet von sich ablösenden Hydroxidfilmen und die hohe Reibungszahl von 0,60 sind ein Zeichen dafür, dass die gewählten Versuchsbedingungen die Zirkonoxidkeramik oberhalb bzw. nahe der Belastungsgrenze beanspruchen [270], was sich auch in dem hohen Verschleiß zu Versuchsbeginn zeigte. Wird die Belastungsgrenze durch eine Erhöhung der Normalkraft überschritten, so erfolgt ein Übergang in die Verschleißhochlage wie es in Bild 3.20d dargestellt ist.

Zu Versuchsbeginn zeigte die **ungeschmierte WC-Co-Gleitpaarung** ein günstiges tribologisches Verhalten mit niedriger Reibungszahl um 0,25 (Bild 3.8c) und einer auf den ersten 10 m hohen Verschleißintensität von $W_{1/s}(s) = 0,043$ $\mu\text{m}/\text{m}$ (Bild 4.2) bis die momentane, scheinbare Flächenpressung $p(s)$ Werte unterhalb 300 MPa erreichte. Während die Verschleißintensität im weiteren Versuchslauf auf sehr niedrige Werte unterhalb 10^{-3} $\mu\text{m}/\text{m}$ abfiel, stieg die Reibungszahl, von starken Schwankungen begleitet, auf Werte von 0,60 an. Versuchsläufe über 4000 m bestätigten den quasi-stationären Endwert nach 1000 m. In Untersuchungen an Hartmetall-Eigenpaarungen [221, 222] wurden ebenfalls Werte der Reibungszahl zwischen 0,45 und 0,60 ermittelt. Die höhere Beanspruchung führte zu einer abnehmenden Bedeckung der beanspruchten Oberflächen mit dünnen, teilweise oxidischen Tribofilmen welche aus nanokristallinen WO_x und WC Partikeln in einer Cobaltmatrix aufgebaut waren und eine niedrige Scherfestigkeit besitzen. Dementsprechend ging der abnehmende Bedeckungsgrad durch oxidische Filme mit einem Anstieg der Reibungszahl einher und führte zusätzlich zu einem ungleichmäßigen Abtrag der darunter liegenden WC-Kristallite. In Untersuchungen mit dem Reibungskraftmikroskop zeigten

durch sputtern freigelegte WC-Partikel um den Faktor 4 höhere Reibungszahlen als eine polierte Oberfläche [229]. Auf der polierten Oberfläche wurde durch Augeranalyse und Mikrohärtemessung ein weicher Oberflächenfilm mit guten Schmierungseigenschaften, bestehend aus WC_2O und Kohlenwasserstoffen, nachgewiesen und eine Härte von etwa 1 GPa ermittelt. Die niedrige Reibungszahl zu Versuchsbeginn kann daher auf eine oxidische Oberfläche mit adsorbierten Kohlenwasserstoffen zurückgeführt werden. Mit zunehmendem Gleitweg stieg die Reibungszahl durch den Abtrag von Adsorbaten und oxidischen Filmen an. Die im Versuchslauf verschleißbedingt abnehmende Flächenpressung führte zu niedrigeren Kontakttemperaturen. Dadurch wurde die Umsetzung von metallischen Verschleißpartikeln zu Oxiden reduziert, was sich ebenfalls ungünstig auf die Reibungszahl auswirkt [221, 222]. In den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen in Bild 3.14a,d konnte in Übereinstimmung mit [221, 222] insbesondere bei dem grobkörnigeren Kugelmaterial ein ungleichmäßiger Abtrag festgestellt werden. Unterschiede in der Bedeckung durch Tribofilme konnten zwar nicht nachgewiesen werden, allerdings erscheinen dünne Oxidfilme unterhalb einer kritischen Dicke im Rasterelektronenmikroskop transparent.

Bei der **ungeschmierten Siliziumnitridselbstpaarung** ergaben sich wie auch in [187, 190–193] zu Versuchsbeginn Werte der Reibungszahl oberhalb 0,70 bei gleichzeitig sehr hoher Verschleißintensität von $0,27 \mu\text{m}/\text{m}$ (Bild 3.8b). Auf der verschlissenen Scheibenoberfläche bildete sich eine Deckschicht aus feinkörnig zerriebenen, kompaktierten Verschleißpartikeln aus, welche sich über große Bereiche ablöste (Bild 3.12d). Die Schwankungen der Reibungszahl mit ausgeprägten Überhöhungen um bis zu 0,1 konnten daher auf lose Verschleißpartikel im Kontakt zurückgeführt werden. Die verschlissene Stiftoberfläche (Bild 3.12a) war vereinzelt von feinen, losen Verschleißpartikeln belegt und zeigte lediglich lokal eine Bedeckung durch Schichten mit lateralen Abmessungen im Submikrometerbereich. Andere Untersuchungen an ungeschmierten Siliziumnitrid-Eigenpaarungen unter Gleitbeanspruchung zeigten, dass es bei niedriger Belastung und Kontakttemperatur zunächst zu transkristallinen Mikrobruchvorgängen kommt, wobei lose nitridische Verschleißpartikel im Kontakt oxidiert werden [193]. Höhere thermische oder mechanische Beanspruchungen führten zur Tribooxidation und zu einer Umsetzung des Siliziumnitrids zu SiO_x bzw. SiO_yN_z [187, 192, 198, 199]. Diese Oxidschichten wurden kontinuierlich abgetragen und aus der freigelegten nitridischen Oberfläche neu gebildet. Der vergleichsweise hohe lineare Verschleißbetrag des Stifts von $74,3 \mu\text{m}$ nach 1000 m Gleitweg ist daher auf einen kontinuierlichen, tribochemischen Materialabtrag zurückzuführen. Dadurch wurde die Flächenpressung reduziert und führte zu niedrigeren quasi-stationären Werten der Reibungszahl von 0,54 (Bild 4.1) und einer Abnahme der linearen Verschleißintensität von $0,27 \mu\text{m}/\text{m}$ zu Versuchsbeginn auf $0,04 \mu\text{m}/\text{m}$ zum Ende des Versuchslaufs (Bild 4.2). Bei der Scheibe konnte die verschleißmindernde Wirkung der SiO_x -Deckschicht den nicht messbaren Scheibenverschleiß begünstigen.

Für den **ungeschmierten Stahl 17-4PH** ergab sich unter den untersuchten Gleitpaarungen sowohl zu Versuchsbeginn die höchste Verschleißintensität mit Werten von $W_{1/s}(s) = 3 \mu\text{m}/\text{m}$ (Bild 4.2) als auch der höchste lineare Verschleiß von 1 mm nach dem

Gleitweg von 1000 m. Erst unterhalb einer kritischen Flächenpressung von 1 MPa erfolgte, wie auch in [26], ein Übergang von der Verschleißhoch- in die Verschleißtieflage mit geringfügig niedrigeren Werte der linearen Verschleißintensität von $1,5 \mu\text{m}/\text{m}$. Durch adhäsives Versagen zeigten die verschlissenen Oberflächen (Bild 3.16a,d), wie auch in [271, 272], Materialübertrag in Form von schuppenförmigen Aufschweißungen und plastisch verformte Bereiche mit zungenförmiger Gestalt. Das Auftrennen von Kaltverschweißungen und erneute Verschweißen führte zu einem unruhigen Verlauf der Reibungszahl als Funktion des Gleitwegs (Bild 3.8d) und hohen Werten der Reibungszahl um 0,70 durch adhäsive Beiträge zur Reibungskraft.

Einfluss des Zwischenmediums

Tauchschmierung mit destilliertem Wasser führte bei allen Gleitpaarungen zu einer deutlichen Reduzierung der Reibungszahl und darüber hinaus bei der Siliziumnitrid- bzw. Stahlpaarung zur Reduzierung der nach 1000 m Gleitweg ermittelten linearen Verschleißbeträge um eine Größenordnung (Bild 4.3). Bei der Zirkonoxid- (Bild 3.9) und Hartme-

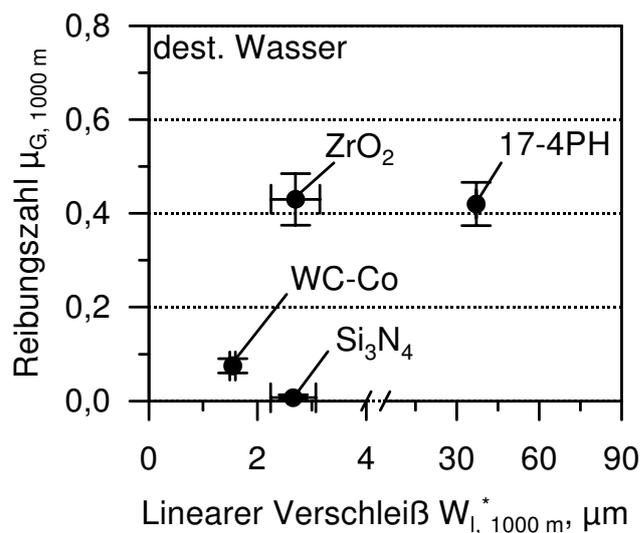


Bild 4.3: Reibungszahl aufgetragen über den linearen Verschleißbetrag nach dem Gleitweg von 1000 m für die Gleitpaarungen in destilliertem Wasser ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$).

tallpaarung (Bild 3.13) wurde die Reibungszahl ebenfalls reduziert, allerdings nahm der Verschleiß gegenüber den ungeschmierten Paarungen zu. Anhand der Auftragung der linearen Verschleißintensität über der momentanen scheinbaren Flächenpressung für die wassergeschmierten Versuchsläufe (Bild 4.4) ergibt sich für die 17-4PH-Paarung eine Reduzierung der Verschleißintensität um den Faktor 20 im Vergleich zum ungeschmierten Fall (Bild 4.2). Im Gegensatz zu den ungeschmierten Versuchsläufen zeigte die Siliziumnitridpaarung bei Wasserschmierung ein deutliches Absinken der Verschleißintensität bei unterschreiten einer Flächenpressung von 35 MPa. Bei der Hartmetall- und Zirkonoxid-

paarung war das Absinken bei unterschreiten einer Flächenpressung von 230 MPa bzw. 40 MPa im Vergleich zu den ungeschmierten Versuchsläufen weniger stark ausgeprägt, so dass die Verschleißintensität auf einem höheren Niveau verharrte.

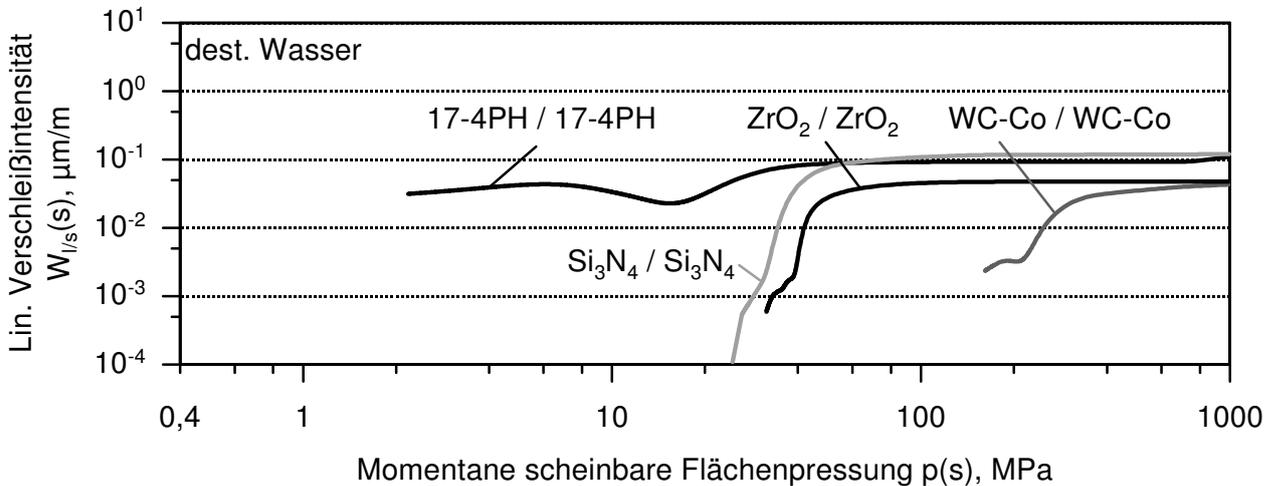


Bild 4.4: Lineare Verschleißintensität $W_{1/s}(s)$ in Abhängigkeit von der momentanen scheinbaren Flächenpressung $p(s)$ im einsinnigen Gleitkontakt für die in destilliertem Wasser untersuchten Selbstpaarungen ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$, $s = 1000 \text{ m}$).

Die **wassergeschmierte ZrO_2 -Gleitpaarung** zeigte durch ein bruchkontrolliertes Versagen zu Versuchsbeginn relativ hohe lineare Verschleißbeträge von $2,0 \mu\text{m}$ (Bild 3.9b) was mit hohen Werten der Reibungszahl von bis zu $0,8$ (Bild 3.9a) einherging. Die Verschleißintensität betrug $0,04 \mu\text{m}/\text{m}$ (Bild 4.4). Im weiteren Versuchslauf stellte sich im Vergleich zu den ungeschmierten Versuchsläufen bereits nach etwa 50% des Gleitwegs ein quasi-stationärer Wert der Reibungszahl von $0,40$ ein, wobei sich die Verschleißintensität um mehr als 2 Größenordnungen reduzierte. Wie auch in [157, 196, 273–275] kann in wässrigen Medien von der Bildung reibungsreduzierender $\text{Zr}(\text{OH})_4$ - und $\text{Y}(\text{OH})_3$ - Filme ausgegangen werden. Der überwiegend tribochemische Verschleiß führte zu feinen Röllchen und einer Einglättung der beanspruchten Oberflächen (Bild 3.10 b,e), wobei die Verschleißintensität im stationären Bereich bei Werten von $0,001 \mu\text{m}$ lag (Bild 4.4) und damit gegenüber dem ungeschmierten Fall um den Faktor 20 erhöht war.

Die **wassergeschmierte Siliziumnitrid-Gleitpaarung** zeigte nach einer Einlaufphase von 20–25 m ein sehr günstiges Reibungsverhalten mit $\mu \leq 0,02$ bei gleichzeitig relativ ungünstigem Verschleißverhalten mit linearen Verschleißbeträgen von $2,66 \mu\text{m}$ zu Versuchsende (Bild 3.11a,b). Aufgrund der ungünstigen Schmierspaltgeometrie in Kombination mit der hohen Hertz'schen Pressung durch den Kugel/Scheibe-Kontakt konnte auf den ersten Metern Gleitweg kein hydrodynamischer Betriebszustand mit vollständiger Trennung der beiden Oberflächen erreicht werden. Die Paarung befand sich im Bereich der Misch- oder Grenzreibung, was sich in einer im Vergleich zum stationären Wert sehr hohen Reibungszahl von $\mu = 0,30$ und einer linearen Verschleißintensität um $0,1 \mu\text{m}/\text{m}$

äußerte. Auf den ersten Metern Gleitweg kam es wie auch in [202, 210] zu einer Aufräumung der tribologischen Kontaktstelle der polierten Scheibe. Diese glättete sich im weiteren Versuchslauf wieder ein, so dass sich eine plateauartige Oberflächentopografie einstellte (Bild 3.12e). Gleichzeitig bildete sich an der Kugel eine Verschleißkalotte aus. Die sich im ständigen Eingriff befindliche Kugel zeigte in den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (Bild 3.12b) eine sehr glatte, kontrastarme Oberfläche und vereinzelte, lose aufliegende Verschleißpartikel, wobei diese bereits in der Einlaufphase entstanden sein konnten und sich aus dem Tauchbad nach dem Versuchslauf auch auf der tribologischen Kontaktstelle ablagerten. Die Einglättung der Kugel durch tribochemische Reaktionen wurde durch den im Vergleich zur Scheibe signifikant höheren Anteil an Glasphase (Bild 3.1a,d) und die geringere Korngröße begünstigt. Durch den im Vergleich zur Kugel größeren Gefügebau führte das Ausbrechen von Si_3N_4 -Kristalliten zu Versuchsbeginn zu deutlich größeren Kavitäten in der Oberfläche. Da bei der Scheibe nicht alle Bereiche

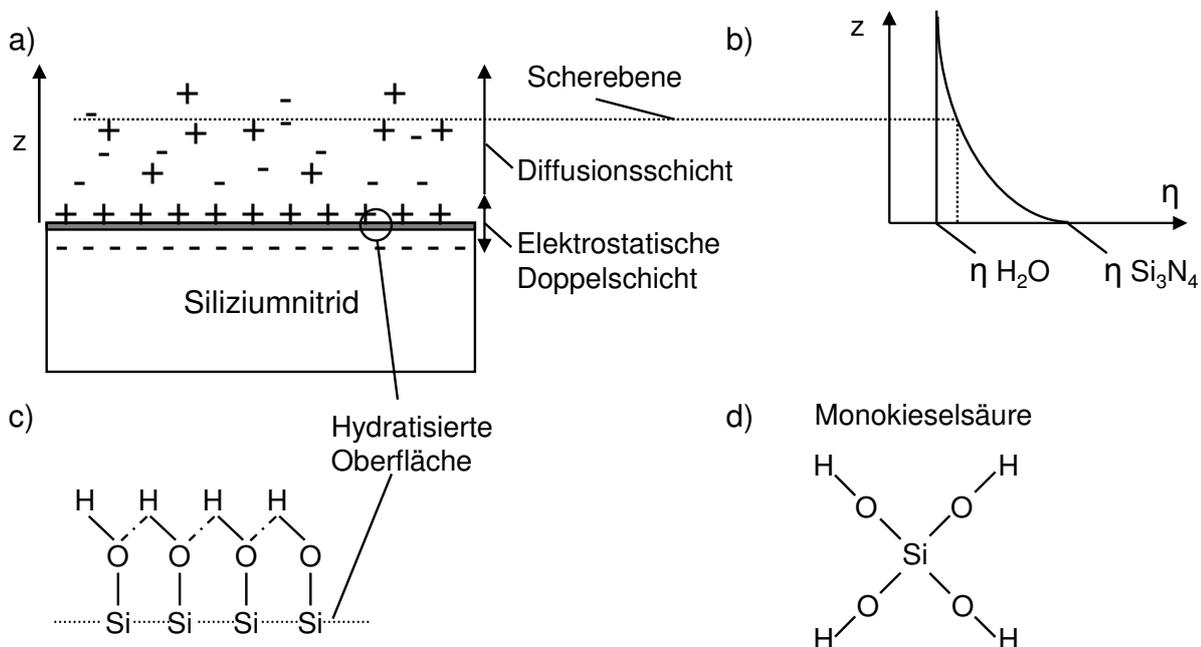


Bild 4.5: Schematische Darstellung der (a) elektrostatischen Doppelschicht einer Siliziumnitridoberfläche in Wasser, (b) der Viskosität als Funktion des Abstands z , (c) einer hydratisierten Siliziumnitridoberfläche und (d) der Monokieselsäure. [201, 206]

der Spur ständig im Eingriff waren, lag eine geringere Beanspruchung vor, so dass die aufgeraute Oberfläche lediglich auf den höheren Plateaus einglättet wurde und noch Reste von tiefen Kavitäten zeigte (Bild 3.12e). Die Einglättung der Oberflächen erfolgte durch tribochemischen Verschleiß [108, 201, 205, 210, 276, 277] und führte in Kombination mit der auf den ersten Metern Gleitweg gebildeten Kugelkalotte zu einer günstigeren Schmierspaltgeometrie und einer niedrigeren Flächenpressung unterhalb von 60 MPa.

Dies führte zum Absinken der Reibungszahl und ging mit einer niedrigen Verschleißintensität von $W_{1/s}(s) < 10^{-5} \mu\text{m}/\text{m}$ einher (Bild 4.4). Die tribologische Beanspruchung führte nach Gleichung 1.2 zur Umsetzung von Siliziumnitrid zu Siliziumoxid, wobei lose Verschleißpartikel zunächst in kolloidaler Form vorliegen können. Durch konstitutionelle Einbindung von Hydroxylgruppen des umgebenden Wassers setzt sich das Siliziumoxid über Polykieselsäuren zu Monokieselsäure um (Gleichung 1.3 und Bild 4.5d). Direkt auf der Oberfläche bildet sich eine elektrostatische Doppelschicht (Bild 4.5a). Davon ausgehend steigt die Menge an gebundenen Hydroxylgruppen mit zunehmendem Abstand von der Oberfläche an. Gelartige Eigenschaften von Kieselsäure führen in Kombination mit dem Gradienten des Wassergehaltes zu einer abnehmenden Viskosität mit zunehmendem Abstand von der Randschicht bis, als theoretischer Grenzwert, die Viskosität von Wasser erreicht wird. Aus der aufgetragenen Normalkraft F_N , der Gleitgeschwindigkeit v , dem Kalottendurchmesser der Kugel d_{KK} sowie der Viskosität von Wasser η (Tabelle 2.6) berechnet sich nach [210] über $h_0 = 0,3\sqrt{(\eta \cdot v \cdot d_{KK}^3)/F_N}$ eine theoretische Schmierfilmdicke von 76 nm zum Ende des Versuchslaufs. Durch den Viskositätsgradienten (Bild 4.5b) kann sich in Abhängigkeit von der Oberflächenrauheit, Flächenpressung und Gleitgeschwindigkeit [278] die Schmierfilmdicke h_0 geeignet einstellen, um einen in guter Näherung vollständig hydrodynamischen Schmierzustand zu erreichen. Einzelne, den Schmierfilm durchbrechende Rauheitsspitzen werden dabei, analog zum Lappen von Si-Wafern mit Kieselsäuresuspensionen, abgetragen [181]. Dadurch können sich sehr glatte Oberflächen ausbilden.

Aufgrund des, bezogen auf den linearen Gesamtverschleißbetrags nach Versuchsende,

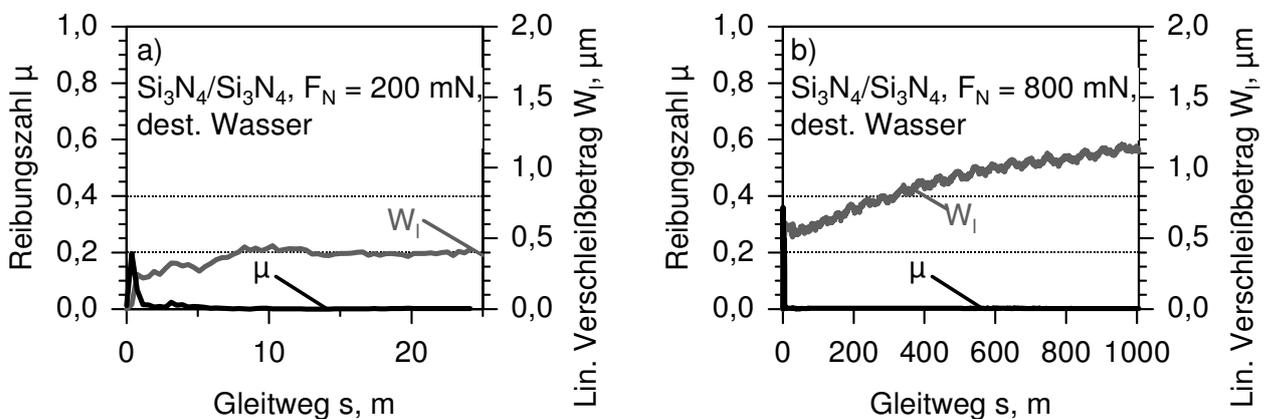
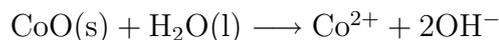


Bild 4.6: Reibungszahl und linearer Verschleißbetrag in Abhängigkeit vom Gleitweg für die Si_3N_4 -Gleitpaarung in destilliertem Wasser (a) während der Einlaufprozedur über den Gleitweg von 25 m bei der Normalkraft von 200 mN und (b) während dem anschließenden Versuchslauf bei der Normalkraft von 800 mN und dem Gleitweg von 1000 m ($v = 400 \text{ mm/s}$).

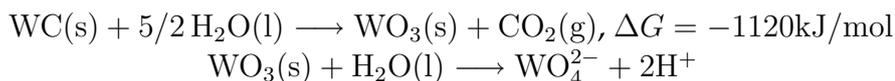
auf den ersten 20–25 m Gleitweg sehr hohen linearen Verschleißbetrags von $2 \mu\text{m}$ wurde bei der **wassergeschmierten Siliziumnitridpaarung** eine **gezielte Einlaufprozedur** bei

einer auf 200 mN reduzierten Normalkraft über einen Gleitweg von 24 m durchgeführt (Bild 4.6a). Dadurch konnte die ungünstige Einlaufphase mit hoher Reibungszahl und Verschleißintensität im darauf folgenden Versuchslauf (Bild 4.6b) von 20 m auf 5 m verkürzt werden. Der lineare Verschleißbetrag zu Versuchsende wurde von Werten um $2,7 \mu\text{m}$ nach 1000 m Gleitweg durch den vorgeschalteten Einlaufprozess von 30 s Dauer auf einen kumulativen Wert von $1,7 \mu\text{m}$ um 40% reduziert. Daher kann davon ausgegangen werden, dass der hohe Verschleiß zu Versuchsbeginn durch die ungünstige Kontaktgeometrie verursacht wurde.

Bei den wassergeschmierten Versuchsläufen zeichnete sich die Hartmetallpaarung neben der Siliziumnitridpaarung durch ein günstiges Einlaufverhalten mit niedriger Reibungszahl um 0,10 zu Versuchsbeginn und 0,07 nach einem Gleitweg von 1000 m aus (Bild 3.13). Mit linearen Verschleißbeträgen um $1,5 \mu\text{m}$ nach einem Gleitweg von 1000 m war das Verschleißverhalten im Vergleich zur Siliziumnitridpaarung ebenfalls günstiger, lag jedoch im Vergleich zur ungeschmierten WC-Co-Paarung (Bild 4.1) um etwa 50% höher (Bild 4.3). In [279–281] wurde die geringe Reibungszahl und Verschleißrate von WC-Co-Selbstpaarungen in pH-neutralen Medien mit der Bildung von dünnen Schichten aus WO_3 und der Bildung von CoWO_4 durch die Anreicherung von Co in der Kontaktzone begründet. Im Gegensatz zur ungeschmierten Paarung wird die Passivschicht kontinuierlich abgetragen und geht in Lösung, so dass die ungeschützte WC-Co Oberfläche einem kontinuierlichen korrosiven Angriff ausgesetzt wird. Dadurch ist der Verschleiß im Vergleich zur ungeschmierten Paarung tendenziell höher. Die feinen Mikroriefen auf den beanspruchten Oberflächen deuten auf vereinzelte Kornausbrüche hin, wobei auf der feinkörnigeren, cobaltreicheren Scheibe eine Vielzahl feiner Kavitäten zu erkennen waren (Bild 3.14b,e). Die heterogene Mikrostruktur und die galvanische Wechselwirkung zwischen den beiden Phasen Co und WC führen zu einem sehr komplexen Korrosionsverhalten von WC-Co [282, 283]. Der Kontakt zwischen den WC-Körnern und der Co-Bindephase ruft galvanische Kopplungseffekte hervor, welche zu einer anodisch verstärkten oxidativen Auflösung der Co-Phase führen [282].



Als Konsequenz der kathodischen Reduktion von Wasserstoff oder Sauerstoff, welche gezwungenermaßen auf der WC-Phase abläuft, wird der pH-Wert der Lösung lokal erhöht. Dies wiederum führt zu einer chemischen Destabilisierung der WC-Phase, welche somit nicht kathodisch geschützt werden kann [282, 283].



Da der Widerstand gegen tribochemischen Verschleiß hauptsächlich durch das Korrosionsverhalten der Bindephase bestimmt wird, kann das Verschleißverhalten durch korrosionsbeständigere Bindephasen wie Nickel [226, 280] oder Komplexbindersysteme mit geringen Anteilen an TiN oder TiC deutlich verbessert werden.

Die 17-4PH-Paarung zeigte in destilliertem Wasser starke Schwankungen der Reibungszahl um den mittleren Wert von 0,40 (Bild 3.15a) und im Vergleich zur ungeschmierten Paarung (Bild 4.1) um den Faktor 20 niedrigere lineare Verschleißbeträge mit Werten von $37 \mu\text{m}$ nach 1000 m Gleitweg (Bild 4.3). Unter den untersuchten wassergeschmierten Paarungen war bei der 17-4PH-Paarung sowohl der Gesamtverschleißbetrag als auch die lineare Verschleißintensität am höchsten. Die lineare Verschleißintensität $W_{1/s}(s)$ kann mit Werten zwischen $0,10 \mu\text{m}/\text{m}$ zu Versuchsbeginn und $0,05 \mu\text{m}/\text{m}$ gegen Ende des Versuchslaufs im Vergleich zu den anderen Paarungen als annähernd konstant betrachtet werden und war damit in erster Näherung unabhängig von der Flächenpressung (Bild 4.4). Bei der Scheibe wurden lokal im Rasterelektronenmikroskop dunkel erscheinende, teilweise rissige Oxidschichten und bis zu $5 \mu\text{m}$ breite Furchen auf der tribologisch beanspruchten Oberfläche festgestellt (Bild 3.16e). Die Kontaktstelle des Stiftes war im direkten Vergleich zur Scheibe glatter und zeigte lediglich Mikrofurchen, welche in Gleitrichtung orientiert waren (Bild 3.16b). Die Furchung der Grund- und Gegenkörper wurde durch die höhere Härte von kaltverfestigten Rauheitsspitzen und losen Verschleißpartikeln hervorgerufen. Bei der Scheibe bildeten sich durch die Beanspruchung im Vergleich zum Stift dickere und über größere Bereiche anhaftende Oxidschichten. Diese lösten sich teilweise ab und führten zu den beobachteten Schwankungen im Verlauf der Reibungszahl als Funktion des Gleitwegs. Da sich der Stift ständig im Eingriff befand, wurden sich bildende Oxidschichten zeitnah abgetragen und gefurchte Bereiche durch den im Vergleich zur Scheibe höheren Verschleiß stärker eingeglättet. Die ausgeprägtere Verfestigung des Stiftes durch den ständigen Eingriff führte zusätzlich zu einem höheren Widerstand gegen Furchung.

Im mit **Öl FVA Nr. 1 geschmierten Gleitkontakt** zeigten alle untersuchten Eigenpaarungen niedrige Werte der Reibungszahl um 0,10, wobei die Beanspruchung lediglich bei der Stahlpaarung zu messbaren linearen Verschleißbeträgen führte. Es ergab sich eine Reihung beginnend bei Zirkonoxid mit $\mu = 0,08$, über die Siliziumnitrid- und Hartmetallpaarung bis zur Stahlpaarung mit $\mu = 0,12$. Aufgrund der niedrigen bzw. nicht messbaren Verschleißbeträge lag bei den keramischen und der Hartmetallpaarung bis zum Versuche eine hohe Flächenpressung durch den Hertz'schen Kugel/Ebene-Kontakt vor. Dadurch war die Schmierspaltgeometrie ungünstig für hydrodynamische Betriebsbedingungen, so dass der Ausklinkpunkt der Stribeckkurve [109] nicht erreicht werden konnte. Als Folge des Mischreibungszustands und der für die Zirkonoxidkeramik hohen Beanspruchung zeigte die Kugeloberfläche im Bereich höchster Flächenpressung Ausbrüche und Mikrorisse (Bild 3.10c,f), wobei die Kontaktfläche zusätzlich von einer tribochemischen Reaktionsschicht dekoriert war. Bei der Siliziumnitridpaarung war der Stift durch feine, submikrometergroße lose Verschleißpartikel bedeckt, welche sich vereinzelt lokal zu maximal $1 \mu\text{m}^2$ großen Schichten kompaktierten (Bild 3.12c,f). Die Kontaktstelle der Hartmetallpaarung konnte lediglich nach einem Versuchslauf, bei dem zufällig ein Stück der Oberfläche der Scheibe heraus brach und den Stift furchte, identifiziert werden und zeigte darüber hinaus keine erkennbare Schädigung (Bild 3.14c,f). Einzig bei der Stahlpaarung bildete sich bei linearen Verschleißbeträgen um $0,15 \mu\text{m}$ ein flächiger Kontakt aus. Die

Scheibe war, wie auch bei den wassergeschmierten Versuchsläufen, im Vergleich zum Stift deutlich stärker in Gleitrichtung gefurcht. Zusätzlich zeigten sich bei den ölgeschmierten Versuchsläufen geringe Anzeichen einer Deckschichtbildung in Form von Ablagerungen (Bild 3.16c,f). Am Rand von durch Mikropflügen verursachten Furchen waren bei dem Stift Materialaufwerfungen zu erkennen. Dies deutet darauf hin, dass die für eine Furchung notwendigen Härteunterschiede auf Verfestigung zurückzuführen waren.

Zusammenfassend ergibt sich anhand der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen und einer Bewertung der vorliegenden Verschleißmechanismen qualitativ eine Zunahme des Verschleißwiderstandes beginnend mit der ölgeschmierten Stahlpaarung, über die keramischen Eigenpaarungen bis zur Hartmetall-Eigenpaarung WC-12Co, wobei der Verschleiß bei allen Paarungen im Vergleich zu den ungeschmierten bzw. wassergeschmierten Versuchen deutlich geringer war. Die Ölschmierung wirkte sich ebenfalls günstig auf das Reibungszahlniveau aus und führte zu Werten unterhalb 0,12. Bemerkenswert ist dabei, dass diese Werte von der wassergeschmierten WC-Co- und Si₃N₄-Eigenpaarungen aufgrund der Ausbildung von tribochemischen Reaktionsschichten deutlich unterschritten wurden.

Einfluss der Normalkraft

Sowohl die ungeschmierte Zirkonoxidpaarung als auch die wassergeschmierte WC-Co-Paarung zeigten im einsinnigen Gleitkontakt unter Standardbedingungen ein niedriges Reibungszahlniveau bei gleichzeitig niedrigen Verschleißbeträgen. Zur Ermittlung der Grenzbelastung, bei der ein Übergang von der Verschleißtieflage in die Verschleißhochlage erfolgt, wurde bei diesen Paarungen eine Variation der Normalkraft durchgeführt.

Zur Bestimmung des Einflusses des herstellungsbedingten Gefüges und Randschichtzustands bei der ungeschmierten ZrO₂-Paarung wurden über Spritzguss urgeformte Probekörper unter 4 verschiedenen Sinterbedingungen hergestellt und eine Normalkraftvariation zwischen $F_N = 200 \text{ mN}$ und $F_N = 1600 \text{ mN}$ durchgeführt (Bild 3.20). Die Stifte wurden dazu im gesinterten Zustand eingesetzt während die Scheiben poliert waren. Wie in Bild 3.18 exemplarisch für die Charge Z1300/10h dargestellt, zeigten die Paarungen oberhalb einer kritischen Normalkraft einen Übergang von der Verschleißtieflage in die Verschleißhochlage. Die kritische Normalkraft lag bei den Chargen Z1300/10h, Z1450/1h und Z1500/1h bei 400 mN während der Übergang bei der kommerziellen Paarung ZN101B erst bei 1200 mN erreicht wurde. Die Verschleißtieflage war durch Reibungszahlen oberhalb von 0,8 bei linearen Verschleißbeträgen unterhalb 4 μm gekennzeichnet. Dabei zeigten die beanspruchten Oberflächen eine ausgeprägte Neigung zur Bildung einer fest anhaftenden Deckschicht aus kompaktierten Verschleißpartikeln (Bild 3.19a,c). Die Oberflächen erschienen im Rasterelektronenmikroskop sehr glatt und führten zu einem hohen Traganteil mit entsprechend hoher wahrer Kontaktfläche. Der Stift zeigte bei hohen Vergrößerungen feine Furchen in Gleitrichtung. In [284] wurde über ein ähnliches Verhalten berichtet und die Erhöhung der Reibungszahl auf hohe Adhäsionsenergie, eine hohe Scherfestigkeit der Deckschicht und Phasenumwandlungsvorgänge zurückgeführt. Untersuchungen zeigten

eine ausgeprägte Mikroplastizität von 3Y-TZP, so dass die Oberflächen zum einen eine hohe Konformität erreichen können und zum anderen eine Vielzahl anelastischer Wechselwirkungsmechanismen für die Scherbewegung innerhalb der Oberflächen zur Verfügung stehen [162, 169, 170]. Höhere Belastungen führten zu einem Übergang in die Verschleißhochlage bei gleichzeitig niedrigerer Reibungszahl um 0,62 (Bild 3.20, 3.18). Die Nachuntersuchung zeigte ein großflächiges Ablösen der Deckschicht (Bild 3.19b,d) und darunter liegend eine zerklüftete Oberfläche beim Stift. Die Deckschicht der Scheibe war von einer Vielzahl teilweise schuppenförmiger Rissnetzwerke durchzogen und löste sich in kleineren Bereichen ab. Augenscheinlich wurde durch die geringere Anpassung der beiden Reibpartner aneinander die wahre Kontaktfläche und damit sowohl die Adhäsionsenergie als auch die tragenden Bereiche, welche gegeneinander abscheren, reduziert. Damit einhergehend wurde die Reibungszahl trotz einer erhöhten Anzahl an Verschleißpartikeln im Kontakt von Werten um 0,8 auf Werte um 0,6 reduziert. Der Übergang in die Verschleißhochlage erfolgte bei der kommerziellen ZrO_2 -Qualität bei einer Normalkraft zwischen 800 und 1200 mN, wobei nach einem Gleitweg von 1000 m lineare Verschleißbeträge von 2,6 bzw. 65,2 μm ermittelt wurden. Die spritzgegossenen Qualitäten befanden sich bereits bei Versuchsläufen mit Normalkräften von 400 mN im Bereich der Verschleißhochlage. Die nach dem Gleitweg von 1000 m gemessenen linearen Verschleißbeträge lagen zwischen 18,5 μm (Z1300/10h) und 25,0 μm (Z1500/1h) und zeigten eine Korrelation mit der Sinter Temperatur. Sowohl im Bereich der Verschleißtieflage als auch im Bereich der Verschleißhochlage zeigte die Charge Z1300 unter den urgeformten Chargen tendenziell die niedrigsten linearen Verschleißbeträge während in der Verschleißtieflage bei $F_N = 200$ mN die höchste Reibungszahl mit Werten oberhalb 1 gemessen wurden. Dies wurde auf die geringe Korngröße, hohe Härte und Bruchzähigkeit zurückgeführt. Eine Verkürzung der Sinterdauer von 10 h auf 5 h führte zu einer weiteren Reduzierung der Korngröße (Tabelle 3.1) bei gleichzeitig höherer Härte (Bild 3.6). Diese Charge Z1300/5h befand sich auch bei ungeschmierten Versuchsläufen mit einer Normalkraft von 400 mN (Bild 3.21b) noch im Bereich der Verschleißtieflage was, wie auch in [284], auf die im oberflächennahen Bereich erhöhte Porosität (Bild 3.22b,c) zurückgeführt werden konnte und in Kombination mit der geringen Korngröße für die Ausbildung einer gut anhaftenden Deckschicht zuträglich war (Bild 3.22b). Das Reibungszahlniveau mit Werten um 0,4 war ebenfalls das Günstigste unter den ungeschmierten Zirkonoxidqualitäten (Bild 3.21), wofür mehrere Wirkmechanismen in Frage kommen: Zum einen konnten sich lose Verschleißpartikel in den Poren ablagern und aus dem Kontakt entfernt werden, so dass die Entstehung weiterer loser Verschleißpartikel verhindert und Beiträge zur Reibungszahl durch Furchungsvorgänge reduziert wurden. Zum anderen konnte die wahre Kontaktfläche durch die Porosität ebenfalls reduziert werden und die Adhäsionsneigung zwischen den Oberflächen verringern. Die Scherfestigkeit ist durch die geringere Korngröße ebenfalls erhöht, so dass die Relativbewegung auf einen dünneren Bereich der Randschicht reduziert und die Reibungszahl um Beiträge durch plastische Verformung der Randschicht vermindert wird.

Die in Bild 3.23b dargestellte quasi-stationäre Reibungszahl für die **Hartmetallpaarung**

im wassergeschmierten Gleitkontakt zeigte ein geringfügiges Absinken der Reibungszahl mit zunehmender Normalkraft. Für die nach einem Gleitweg von 1000 m gemessenen linearen Verschleißbeträge zeigte sich ein in erster Näherung linearer Anstieg mit der Normalkraft bzw. zunehmender Flächenpressung (Bild 4.4). Damit ergab sich im untersuchten Parameterbereich zwischen $F_N = 400 \text{ mN}$ und $F_N = 1600 \text{ mN}$ für die Endwerte der linearen Verschleißbeträge ein ähnliches Verhalten, wie es aus den kontinuierlich während der Versuchsläufe aufgezeichneten linearen Verschleißbeträgen (Bild 3.13b) berechnet wurde. Da auch bei der höchsten untersuchten Normalkraft kein Übergang in die Verschleißhochlage stattfand und sich keine signifikanten Unterschiede in den REM-Aufnahmen der beanspruchten Oberflächen zeigten, ist die wassergeschmierte WC-Co-Paarung bei Inkaufnahme einer reduzierten Lebensdauer auch für höhere Beanspruchungen geeignet bzw. reagiert tolerant auf kurzzeitige Überlastung.

4.2.2 Wälzkontakt

Einfluss der Belastung

Im folgenden Abschnitt wird der Einfluss der Belastungsparameter Schlupf und Normalkraft auf das Reibungs- und Verschleißverhalten im ungeschmierten Wälzkontakt zusammenfassend diskutiert.

Bei der **ungeschmierten Zirkonoxid-Paarung** ZN101B wurde im Wälzkontakt bei der Normalkraft von 250 mN und 1% Schlupf die niedrigste Reibungszahl mit Maximalwerten von 0,14 bei nicht messbaren linearen Verschleißbeträgen ermittelt (Bild 3.24a, 3.29). Bei 1% Schlupf konnten die auf technischen Oberflächen durch Chemie- oder Physiosorption angelagerten Adsorbatschichten, z. B. Wasser aus der Umgebungsluft, die ZrO_2 -Oberflächen ganz oder teilweise voneinander trennen und zur Veränderung der mechanischen und physikalischen Eigenschaften der Oberflächen führen [285, 286]. Sofern die Adsorption schneller als die Desorption durch die tribologische Beanspruchung erfolgt, können sich Adsorbate günstig auf das Reibungsverhalten auswirken [284]. Bei der Normalkraft von 250 mN führte größerer Schlupf von 4% bzw. 10% zu einem ungünstigen tribologischen Verhalten der ungeschmierten Zirkonoxidwälzpaarung mit hohen Reibungszahlen bei gleichzeitig nicht messbarem Verschleiß (Bild 3.24a). Der Anstieg der Reibungszahl mit dem Schlupf war begleitet von kurzzeitigen Reibungszahlüberhöhungen, deren Ausprägung mit den Belastungsparametern Schlupf und Anzahl der Überrollungen zunahm. Nach Versuchsläufen bei einem Schlupf von 4% war auf den Oberflächen eine Deckschicht zu erkennen, die sich lokal ablöste (Bild 3.25a,b). Die getriebene Scheibe zeigte darüber hinaus vereinzelte Mikrofurchen, welche durch Kornausbrüche entstanden waren. Die Furchung und vereinzeltes Ausbrechen loser Körner in Kombination mit dem Ablösen der Deckschicht führten zu einer Aufrauung der Oberfläche. Lose Verschleißpartikel im Kontakt bewirkten 3-Körperverschleiß und einen Anstieg des Reibungszahl-niveaus bzw. im Falle der Kornausbrüche kurzzeitige Überhöhungen der Reibungszahl. Nach Versuchsläufen bei einer Normalkraft von 250 mN mit 10% Schlupf zeigte sich keine Veränderung der Verschleißmechanismen, die Verschleißerscheinungsformen waren je-

doch deutlicher ausgeprägt (Bild 3.25c,d). Auf den beanspruchten Oberflächen waren bis zu 2 μm breite, umlaufende Furchen und eine Vielzahl, nanoskaliger Verschleißpartikel zu erkennen (Bild 3.25e,f). Die höher beanspruchte getriebene Scheibe zeigte zusätzlich ca. 1 bis 5 μm lange Riefen welche in Wälzrichtung orientiert waren und ein Ablösen der Deckschicht. Das vermehrte Auftreten von losen Verschleißpartikeln im Kontakt korrelierte mit dem, im Vergleich zu den Versuchsläufen mit 4% Schlupf, höheren Reibungszahlniveau. Die stärker ausgeprägte Furchung durch Ausbrechen von einzelnen, losen Körnern bedingte ausgeprägtere Reibungszahlüberhöhungen. Normalkräfte von 1000 mN führten bei einem Schlupf von 10% zu einer nahezu vollständigen Bedeckung der tribologisch beanspruchten Oberflächen mit einer Deckschicht aus kompaktierten Verschleißpartikeln (Bild 3.39a,b) und kennzeichnete die Belastungsgrenze der Paarung [182, 197]. Dies ging mit Maximalwerten der Reibungszahl von 1,1 einher (Bild 3.38a). Die Deckschicht war zwischen stark gefurchten Bereichen glatt und zeigte lokal bis zu 10 μm große Bereiche mit Grübchenbildung, wie es auch in [287] berichtet wurde. In Bereichen in denen sich die Deckschicht ablöste, zeigten sich Eindrücke von Verschleißpartikeln (Bild 3.39a,b), so dass wie auch in [182, 288, 289] von einer Scherbewegung innerhalb der Deckschicht bzw. an der Grenzfläche zwischen Verschleißpartikelschicht und Probenoberfläche ausgegangen werden kann. Die hohen Werte der Reibungszahl können durch die gute Anpassung der beiden Oberflächen aneinander und dadurch bedingte hohe Adhäsionskräfte zwischen den Reibpartnern begründet werden. Zusätzlich befanden sich eine Vielzahl an losen Verschleißpartikeln im Kontakt, welche einen hohen Anteil der Normalkraft übertrugen. Die Scherbewegung führte zu Mikroabrasion und einem weiteren Beitrag zur Reibungskraft. Gleichzeitig schützte die Deckschicht die Paarung vor weiterem Verschleiß [290, 291]. Bei der Normalkraft von 2000 mN kam es zu einzelnen Ausbrüchen und es bildete sich, insbesondere bei der getriebenen Scheibe, eine zerklüftete Oberfläche aus (Bild 3.39c,d). Größere, lose Verschleißpartikel konnten schubspannungskontrolliert aus dem Kontakt entweichen während sich lediglich feinere Partikel in den Kavitäten der getriebenen Scheibe ablagern konnten (Bild 3.39c). Dadurch wurde das Entstehen einer kompakten Deckschicht verhindert und die wahre Kontaktfläche reduziert. Die Scherbewegung fand zwischen kontaktierenden Rauheitsspitzen der Oberflächen statt. Aufgrund der reduzierten Anzahl an losen Partikeln im Kontakt, welche sich zusätzlich in Kavitäten ablagern konnten, stellte sich eine niedrigere Reibungszahl mit Werten um 0,78 ein. Die Verschleißerscheinungsformen bei einem Schlupf von 10% unter Variation der Normalkraft sind in Bild 4.7 schematisch zusammengefasst.

Bei der **ungeschmierten Hartmetallpaarung** lagen die Werte der Reibungszahl bei der niedrigsten untersuchten Wälzbeanspruchung ($F_N = 250 \text{ mN}$, $S = 1\%$) nur geringfügig über den Werten der Zirkonoxidpaarung. Auch bei höherem Schlupf oder erhöhter Normalkraft zeigte die Paarung das günstigste tribologische Verhalten mit niedrigen Reibungszahlen und gleichzeitig nicht messbaren Verschleißbeträgen. Wie auch in [279] erfolgte bei der Paarung kein Übergang in die Verschleißhochlage. Bei logarithmischer Auftragung war sowohl ein kontinuierliches Ansteigen der Reibungszahl mit der Anzahl der Überrollungen

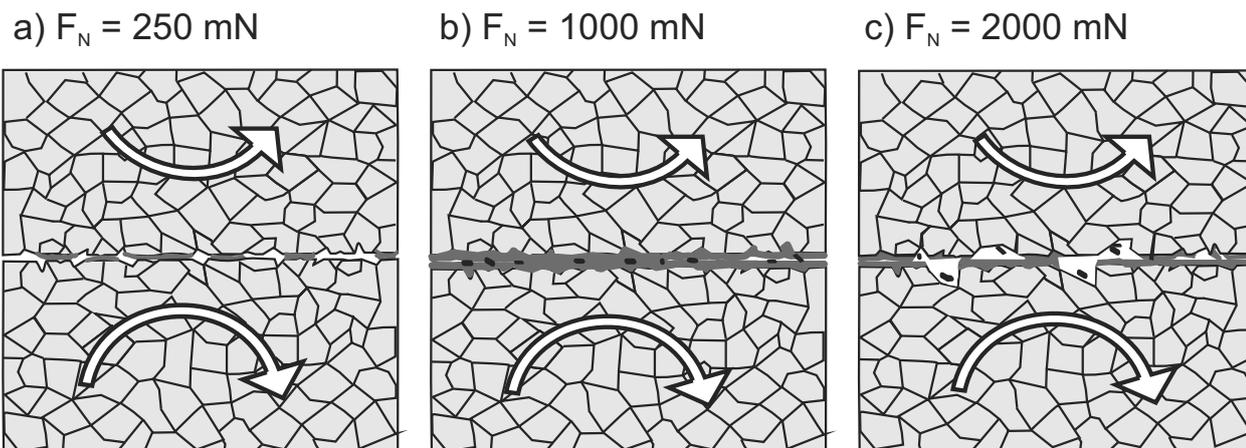


Bild 4.7: Schematische Darstellung der Schädigungsmechanismen für die ungeschmierte ZrO₂-Wälzpaarung (ZN101B) bei einer Normalkraft von (a) 250 mN, (b) 1000 mN und (c) 2000 mN nach 10⁶ Überrollungen ($v = 800 \text{ mm/s}$, $S = 10\%$).

(Bild 3.24d) bei konstantem Schlupf, als auch mit der Erhöhung des Schlupfs festzustellen. Die Zunahme der Reibungszahl war bei Versuchsläufen mit 4% auf 10% Schlupf im Vergleich zu Versuchsläufen mit 1% und 4% deutlich stärker ausgeprägt. Eine Erhöhung der Normalkraft von 1000 mN auf 2000 mN führte dagegen zu einer weiteren Erhöhung der Reibungszahl. Anhand der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen konnte das Reibungsverhalten der Hartmetallpaarung aufgeklärt und auf die in Bild 3.27 bzw. 3.41 erkennbare, zunehmende Belegung der Oberflächen mit Tribofilmen zurückgeführt werden. Ab einer Normalkraft von 250 mN waren nach Versuchsläufen mit 4% Schlupf bei der treibenden Scheibe im mittleren Bereich der Laufspur vereinzelt relative kleine Bereiche mit dunkel erscheinenden Filmen zu erkennen. Die Filme wurden bei einer Beschleunigungsspannung oberhalb von 15 kV im REM semitransparent und das darunter liegende Gefüge war zu erkennen. Der Schlupf von 10% führte zu deutlich größeren dunklen Bereichen innerhalb der Spur, wobei diese Deckschichten insbesondere bei von 250 mN auf 1000 mN erhöhter Normalkraft stärker von einem Rissnetzwerk durchzogen waren. Das darunter liegende Gefüge war dagegen nicht mehr zu erkennen. Nach Versuchsläufen mit der Normalkraft von 2000 mN waren diese Filme auf der treibenden Scheibe im mittleren Bereich der Verschleißspur nicht mehr vorhanden, während die Deckschicht an den Flanken der Verschleißspur eine zum Rand abnehmende Transparenz für Elektronenstrahlen zeigte und dort als dünner Film in Erscheinung trat. Dies deutet auf eine Abnahme der Schichtdicke zur höher beanspruchten Spurmitte hin. In [222] wurde ebenfalls über eine mit zunehmender Belastung dünner werdende Schicht bzw. Filme berichtet. Die getriebene Scheibe zeigte bei dieser Beanspruchung ($F_N = 2000 \text{ mN}$, $S = 10\%$, $N = 10^6$) zusätzlich zu den vereinzelt vorhandenen, losen Verschleißpartikeln ebenfalls dunkel erscheinende Schichten mit einem stark ausgeprägten Rissnetzwerk. Die in Bild 4.8c-f dargestellten **Elementverteilungsbilder** der Oberfläche der getriebenen Scheibe (Bild 4.8a)

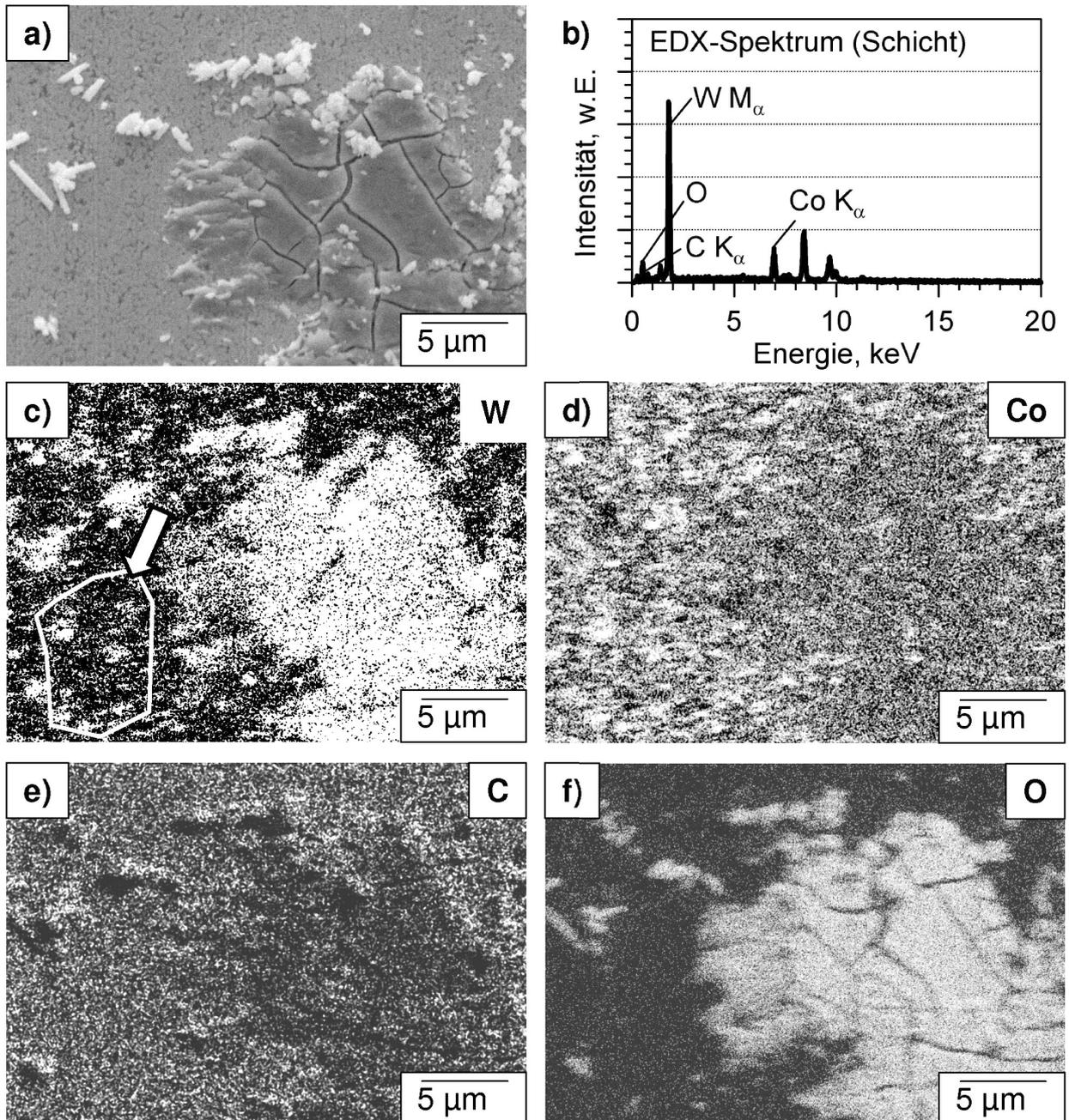


Bild 4.8: (a) REM-Aufnahme und (b) EDX-Spektrum der im ungeschmierten Wälzkontakt mit $F_N = 250$ mN bei 10% Schlupf nach 10^6 Überrollungen auf der getriebenen WC-12Co-Scheibe gebildeten Filme sowie die über EDX bestimmte Elementverteilung von (c) Wolfram, (d) Cobalt, (e) Kohlenstoff und (f) Sauerstoff ($F_N = 250$ mN, $v = 800$ mm/s, $S = 10\%$).

zeigten wie auch die quantitative Auswertung der EDX-Spektren (4.2) ($F_N = 250$ mN, $S = 10\%$, $N = 10^6$), dass die hervorstehenden, inselförmigen Filme auf der Spur sowie die röllchenförmigen Verschleißpartikel aus den oxidierten Metallen Wolfram und Cobalt bestanden. Der Kohlenstoffgehalt war gegenüber der unbeanspruchten Oberfläche reduziert

Elementhäufigkeit, at.%	Wolfram	Cobalt	Kohlenstoff	Sauerstoff
Ausgangsoberfläche	43,5	12,8	42,0	1,7
Oxidschicht	35,5	10,9	44,4	9,2

Tabelle 4.2: Vergleich der durch EDX bestimmten chemischen Zusammensetzung der WC-12Co Ausgangsoberfläche und der durch Wälzbeanspruchung in Luft entstandenen Oxidschicht entsprechend Bild 4.8 ($F_N = 250$ mN, $v = 800$ mm/s, $S = 10\%$, $N = 10^6$).

(Bild 4.8e) während gleichzeitig ein stark erhöhter Anteil an Wolfram (Bild 4.8f), Cobalt und Sauerstoff (Bild 4.8f) festgestellt wurde. Dies kann auf eine tribochemische Oxidation der WC-Partikel zurückgeführt werden. In [222] ergaben röntgenographische und transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen (TEM) eine Zusammensetzung der Deckschichten aus zum Teil amorphem WO_3 und $CoWO_4$ sowie geringen Anteilen an WC. Mit zunehmender Belastung nahm sowohl der kristalline Anteil als auch die Kristallgröße der WC-Phase von 100 nm auf 10 nm ab. Die Verteilung des Cobalts war im Bereich der Verschleißpartikelagglomerate deutlich homogener im Vergleich zur nicht belegten Oberfläche. Im Gegensatz zu [139, 228] konnte kein erhöhter Cobaltgehalt als Folge der Extrusion der Bindephase durch die tribologische Beanspruchung an der Oberfläche festgestellt werden. Neuere Untersuchungen von Gee [292] zeigten ebenfalls keine Anzeichen einer Binderextrusion, wobei dies auf ein relativ schnelles Abtragen von gegebenenfalls extrudiertem metallischem Cobalt zurückgeführt wurde. Ein erhöhter Cobaltgehalt konnte lediglich bei direktem Vergleich der REM-Bilder (Bild 4.8a) mit den Cobaltverteilungsbildern (Bild 4.8d) bei einzelnen tiefer liegenden Kavitäten festgestellt werden. In [232] wurden diese Verschleißmechanismen bei WC-12Co-Paarungen in der Verschleißtieflage beobachtet, wobei die Schädigung auf das Abbrechen einzelner Kornfragmente des WC durch die je nach kristallographischer Orientierung um Faktor 2 variierenden Härte der WC-Körner zurückgeführt wurde.

Das tribologische Verhalten der **ungeschmierten Siliziumnitridwälzpaarung** war insgesamt sehr ungünstig. Bei 1% Schlupf lag die Reibungszahl mit Werten von 0,20 zum Ende des Versuchslaufs (Bild 3.24b) im Vergleich zur ZrO_2 -Paarung um etwa 50% höher. Es wurden bei dieser vergleichsweise niedrigen Belastung bereits messbare lineare Verschleißbeträge ermittelt (Bild 3.30a). Die verschlissenen Oberflächen erschienen glatt und kontrastarm (Bild 3.26a,b). Die Paarung zeigte überwiegend tribochemischen Verschleiß einhergehend mit einer Einglättung von Rauheitsspitzen, wobei die Siliziumnitridoberflächen mit dem umgebenden Sauerstoff zu SiO_2 reagierten. Die Oxidfilme lösten sich anschließend ab und formten Röllchen unter Adsorption von Luftfeuchtigkeit bzw. wur-

den auf der niedriger beanspruchten treibenden Scheibe auch zu vereinzelt Platten aus kompaktierten Verschleißpartikeln verdichtet. Bei Erhöhung des Schlupfs auf 4% bzw. 10% konnte ein transientes Verhalten der Reibungszahl als Funktion der Überrollungen mit Übergang zu hohen Werten von 0,60 nach etwa 5000 bzw. 1000 Überrollungen festgestellt werden. Versuchsläufe mit 10% Schlupf bei einer Normalkraft von 1000 mN bzw. 2000 mN ergaben dagegen nur noch einen geringen Anstieg der Reibungszahl (Bild 3.38b). Der Übergang in die Reibungszahlhochlage war, wie es auch in anderen Untersuchungen berichtet wurde [150, 277, 293], von einer Änderung der Verschleißmechanismen von überwiegend tribochemischem Verschleiß zu einem bruchkontrollierten Versagen mit Mikropitting und Kornausbrüchen begleitet. Nach Versuchsläufen mit 4% Schlupf

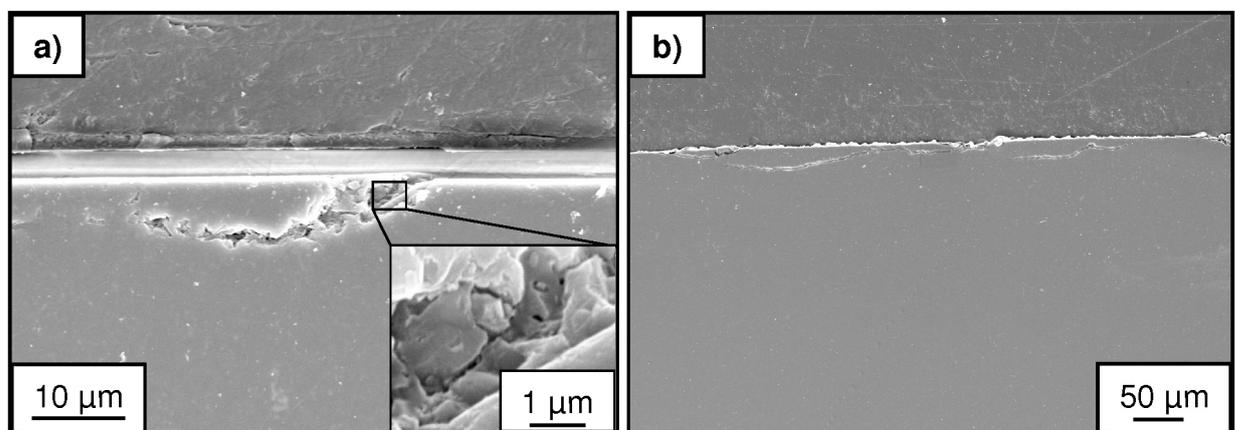


Bild 4.9: (a) Längsschliff im Bereich der Spurmittle an einer getriebenen Si_3N_4 -Scheibe ($F_N = 250 \text{ mN}$, $S = 4\%$) und (b) Querschliff ($F_N = 250 \text{ mN}$, $S = 10\%$) nach jeweils $N = 10^6$ Überrollungen in Luft mit 50% r.F.

waren die Oberflächen (Bild 3.26c,d) stark zerklüftet und stellenweise von feinen Verschleißpartikeln bzw. Agglomeraten belegt. Lose Verschleißpartikel wurden im Kontakt langsam zerkleinert und führten zu den beobachteten Schwankungen im Verlauf der Reibungszahl als Funktion der Überrollungen. In Übereinstimmung mit [182] kann davon ausgegangen werden, dass die durch den Schlupf von 4% erhöhten Schubspannungen im Kontakt zu einer Relativbewegung von losen, sich im Kontakt befindlichen Verschleißpartikeln führten und diese zu einem Abtrag der Oberflächen führten. Die im Vergleich zur treibenden Scheibe stärker ausgeprägte Vorzugsorientierung der sich einstellenden Mikrotopografie in Wälzrichtung bei der getriebenen Scheibe ist auf die höhere mechanische Beanspruchung zurückzuführen. Längsschliffe der Spur zeigten erste Anrisse entlang der Kristallite (Bild 4.9a) und deuteten auf einsetzende Oberflächenermüdung durch die zyklische Beanspruchung hin. Langzeitversuche bei 4% Schlupf (Bild 4.10a) zeigten eine überproportionale Zunahme der volumetrischen Verschleißbeträge mit der Anzahl der Überrollungen und bestätigten eine nach einer gewissen Inkubationszeit einsetzende Werkstoffermüdung mit Rissbildung und -ausbreitung, wie es auch in [211, 213, 294]

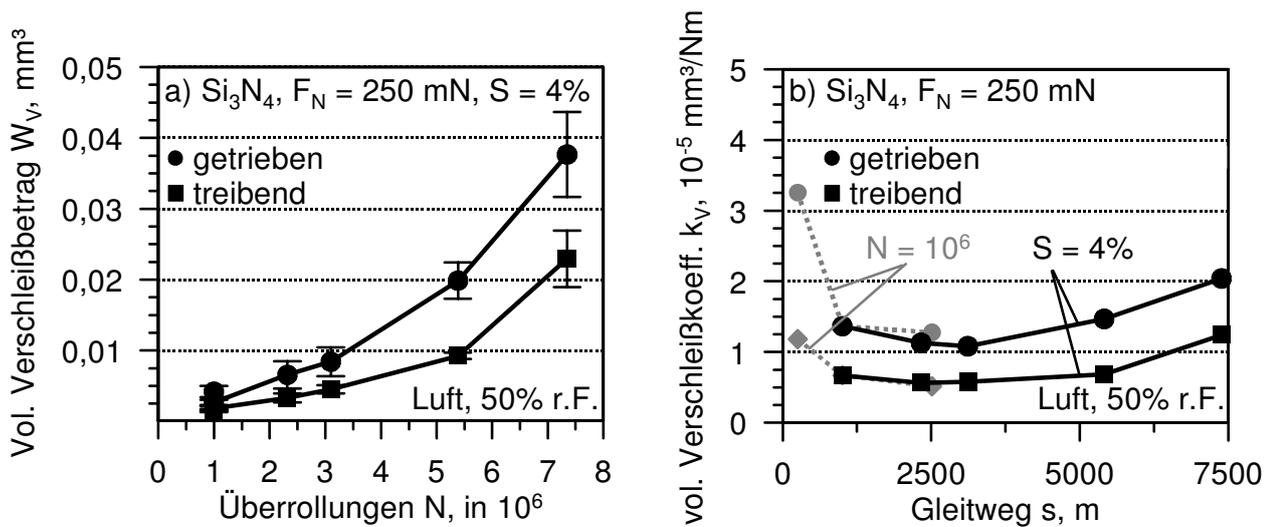


Bild 4.10: Volumetrische Verschleißbeträge der Si_3N_4 -Paarung (a) in Abhängigkeit von der Anzahl der Überrollungen in Luft und (b) volumetrischer Verschleißkoeffizient in Abhängigkeit vom relativen Gleitweg bei Variation des Schlupfs ($F_N = 250 \text{ mN}$, $N = 10^6$, $S = 1\%$, 4% , 10%) bzw. bei Variation der Überrollungen ($F_N = 250 \text{ mN}$, $S = 4\%$).

berichtet wurde. Eine Auftragung des volumetrischen Verschleißkoeffizienten k_V nach Versuchsläufen mit 4% Schlupf über den zurückgelegten Gleitweg bei Variation der Anzahl der Überrollungen zeigte Minimalwerte für einen Gleitweg von etwa 3100 m (Bild 4.10b). Bei kürzeren Gleitwegen führte Einlaufverschleiß zu höheren Werten während bei längeren Gleitwegen der Gesamtverschleiß durch Oberflächenzerrüttung erhöht wurde. Auf der höher beanspruchten getriebenen Scheibe zeigten sich nach Versuchen unter der Normalkraft von 250 mN mit 10% Schlupf erstmals senkrecht zur Beanspruchungsrichtung orientierte, klaffende Risse (Bild 3.26e), welche sich unterhalb der Oberfläche ausbreiteten (Bild 4.9b). Risse wurden auch in [219, 295] festgestellt. Der höhere Verschleiß, führte zu einem Anstieg der Verschleißpartikeldichte im Kontakt. Die Verschleißpartikel agglomerierten und bildeten inselförmige Deckschichten auf der treibenden Scheibe (Bild 3.26f), deren Abmessungen bei höheren Normalkräften anstiegen (Bild 3.40b,d). Die Deckschichten reduzierten den Verschleiß, indem die wahre Flächenpressung reduziert wurde und sie einen Teil der Scherbewegung aufnahmen [182, 270]. Dies führte bei der treibenden Scheibe zu einem, im Vergleich zur unbedeckten, getriebenen Scheibe degressiven Verlauf des linearen Verschleißbetrags (Bild 3.43a).

Die **ungeschmierte 17-4PH-Wälzpaarung** zeigte unter den untersuchten Paarungen das ungünstigste tribologische Verhalten und die höchsten Verschleißbeträge (Bild 3.31). Versuchsläufe mit 1% Schlupf unter der Normalkraft von 250 mN ergaben bereits Reibungszahlen oberhalb 0,40 während bei 10% Schlupf Werte oberhalb 0,80 ermittelt wurden (Bild 3.24d). Nach Versuchsläufen mit 1% Schlupf waren die Oberflächen mit dünnen oxi-

dischen Filmen belegt und zeigten Fresserscheinungen (Bild 3.28a,b). Höhere Belastung führte zu dicken oxidischen Deckschichten, welche teilweise von Rissen durchzogen (Bild 3.28c,d) und stark zerklüftet waren (Bild 3.29g,h). Bei der Normalkraftvariation zeigte die Paarung katastrophales Versagen, so dass die Versuche aufgrund des hohen Verschleißes abgebrochen wurden (Bild 3.38d).

Einfluss des Zwischenmediums

Tropfschmierung mit destilliertem Wasser führte im Wälzkontakt bei den keramischen Eigenpaarungen ZrO_2 und Si_3N_4 sowie der Hartmetallpaarung WC-12Co zu deutlich niedrigeren Werten der quasi-stationären Reibungszahl nach $N = 10^6$ Überrollungen im Vergleich zu den ungeschmierten Paarungen. Ein Vergleich der Reibungszahl zu Versuchsbeginn ($N = 10^3$) mit der quasi-stationären ($N = 10^6$) (Bild 3.37a–d) zeigte für die wassergeschmierten Paarungen darüber hinaus ein günstiges Einlaufverhalten, wobei eine zunehmende Beanspruchung (Schlupf, Versuchsdauer, Normalkraft) mit abnehmenden Werten der Reibungszahl einherging. Analog zu Ergebnissen anderer Untersuchungen ist die Abnahme der Reibungszahl auf tribochemische Reaktionsfilme zurückzuführen [107, 143, 150, 154, 162, 181, 193, 205, 206, 274, 277, 296]. Auf den beanspruchten Oberflächen kommt es zur Ausbildung dünner Hydroxidfilme mit niedriger Scherfestigkeit, welche die Reibungszahl deutlich reduzieren können. Zusätzlich wurden schmierfilmdurchbrechende Rauheitsspitzen durch tribochemischen Verschleiß abgetragen. Somit wird der Beitrag zur Reibungszahl durch Grenzreibungszustände aufgrund zeitlich fluktuierender, sich kontaktierender Rauheitsspitzen reduziert und der Schmierungsstatus durch einen trennenden Reaktionsfilm in Richtung Mischreibung verschoben.

Die **wassergeschmierte Siliziumnitridwälzpaarung** zeichnete sich durch niedrige quasi-stationäre Reibungszahlen bei nicht messbarem Verschleiß, gefolgt von der WC-12Co- und ZrO_2 -Paarung aus. Die quasi-stationäre Reibungszahl mit Werten unterhalb von 0,01 war bei der Siliziumnitridpaarung unabhängig von den Belastungsparametern Schlupf und Normalkraft, so dass sich die Paarung für wassergeschmierte, wälzbeanspruchte Systeme anbietet. Lediglich im Einlaufbereich zeigte sich bei der Normalkraft von 250 mN ein Einfluss des gewählten Schlupfes, wobei eine Zunahme des Schlupfes bzw. des Gleitanteils mit einer verkürzten Einlaufphase einherging. Zu Versuchsbeginn lagen in der Kontaktzone Mischreibungsbedingungen vor, d. h. gegenüberliegende Rauheitsspitzen berührten sich teilweise im Festkörper/Festkörper-Kontakt und ein weiterer Teil der Kontaktfläche wurde durch einen Wasserfilm getrennt. Schmierfilmdurchbrechende Rauheitsspitzen wurden überwiegend zu Versuchsbeginn tribochemisch und/oder durch Mikrobruchvorgänge abgetragen. Die Überhöhung in der Reibungszahl, welche insbesondere bei Versuchsläufen mit 1% Schlupf zwischen 2000 und 6000 Überrollungen gut zu erkennen ist (Bild 4.11a), kann analog zu Ergebnissen an SiC im wassergeschmierten Gleitkontakt [8] auf eine durch Mikrobrechen und abrasiven Verschleiß aufgeraute Oberfläche und die Entfernung von Adsorbaten zurückgeführt werden. Im weiteren Versuchslauf wurden die Oberflächen mit dem umgebenden Wasser tribochemisch zu

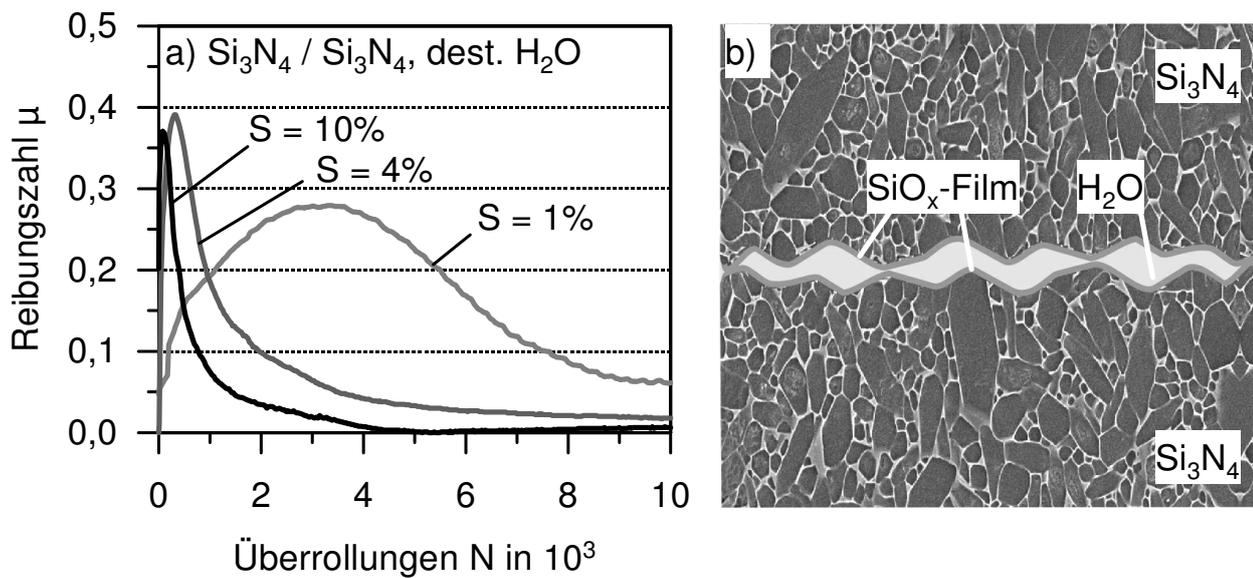


Bild 4.11: (a) Verlauf der Reibungszahl der wassergeschmierten Si_3N_4 -Paarung im Einlaufbereich bis 10^4 Überrollungen bei Variation des Schlupfs ($F_N = 250$ mN, $v = 800$ mm/s) und (b) schematische Modellbildung der tribologischen Wechselwirkungsmechanismen nach Beendigung der Einlaufphase.

Siliziumhydroxidfilmen mit gelartigen Eigenschaften und niedriger Scherfestigkeit umgesetzt. Die Viskosität des Hydroxidfilms sinkt mit zunehmendem Wassergehalt bzw. nimmt mit zunehmendem Abstand von der Probenoberfläche ab. Der dadurch bedingte Viskositätsgradient kann mehrere Größenordnungen umfassen, wobei theoretisch Werte zwischen etwa 10^{15} mPa · s (Viskosität eines Festkörpers) und 1 mPa · s (dest. Wasser bei 25 °C) erreicht werden können. Dadurch wurde die Ausbildung eines tragfähigen Schmierfilms (Bild 4.11b) mit optimaler Schmierfilmdicke auf den Oberflächen begünstigt und führte zu einem deutlich erhöhten Anteil an Flüssigkeitsreibung und einer entsprechend kleinen Reibungszahl. Damit einhergehend war eine Einglättung der Oberflächentopografie wie sie in [179, 297] berichtet wurde im weiteren Versuchslauf nicht festzustellen (Bild 3.33 c,d).

Zirkonoxid stellte sich für den **wassergeschmierten Wälzkontakt** als ungeeignet heraus. Obwohl die Paarung überwiegend tribochemisch verschliss und die beanspruchten Oberflächen eingeglättet wurden, waren die gemessenen Reibungszahlen deutlich höher als bei der Siliziumnitridpaarung und zeigten bei 1% Schlupf die höchsten Werte unter den untersuchten Paarungen (Bild 3.37d). Der in Wasser oder feuchter Atmosphäre gebildete Reaktionsfilm aus $\text{Zr}(\text{OH})_4$ und $\alpha\text{-Y}(\text{OH})_3$ [166] besitzt im Vergleich zu Siliziumhydroxiden eine höhere Scherfestigkeit und führte zu den im Vergleich höheren Werten der Reibungszahl. Der Misch- oder Grenzreibungszustand führte somit bei Versuchen mit 10% Schlupf und einer Normalkraft von 250 mN wie auch im ungeschmierten Fall zu kurzzeitigen Reibungszahlüberhöhungen (Bild 3.32a). Einzelne Kornausbrüche führten

zu einer abrasiven Beanspruchung und äußerten sich bei der höher beanspruchten getriebenen Scheibe in einzelnen Furchen in Umlaufrichtung (Bild 3.33a). Die treibende Scheibe erschien bei 2000-facher Vergrößerung poliert und zeigte erst bei höherer Vergrößerung eine pustelige Oberflächentopografie (Bild 3.33b) als Anzeichen einer Schädigung des Werkstoffs durch hydrothermale Korrosion. Darunter versteht man eine in feuchter Atmosphäre und insbesondere in der Gegenwart von flüssigem Wasser im Temperaturbereich zwischen 65 °C und 300 °C [298] von der Oberfläche ausgehende, unkontrollierte t-m Phasenumwandlung. Bei niedrigeren Temperaturen wird die Schädigung durch die reduzierte Diffusionsgeschwindigkeit verzögert während sich bei höheren Temperaturen die tetragonale Phase eher im thermodynamischen Gleichgewicht befindet. Die Schädigung erfolgt durch Adsorption von Wasser an der Oberfläche und führt zu Spannungsrisskorrosion. Zum einen werden die Zr-O-Zr-Bindungen unter Bildung von Zr-OH-Gruppen aufgebrochen, zum anderen geht das die tetragonale Phase stabilisierende Y_2O_3 in Lösung und erhöht dadurch die Umwandlungsneigung der metastabilen tetragonalen Phase [166]. Die Volumenzunahme bei der t-m Phasenumwandlung resultiert in Druckeigenstressungen und der Bildung von Mikrorissen an der Oberfläche. Dadurch kann eine weitere Schädigung und Rissfortschritt erfolgen, was letztlich zu einem Verlust der mechanischen Eigenschaften führen kann [105, 157, 163, 164, 166, 258, 274, 298–300].

Das Reibungszahlniveau der **wassergeschmierten Hartmetallwälzpaarung** lag im Vergleich zur ungeschmierten Paarung deutlich niedriger (Bild 3.32c). Unter den wassergeschmierten Paarungen lagen die Werte der Reibungszahl für die jeweiligen Werte des eingestellten Schlupfs im mittleren Bereich zwischen der Siliziumnitrid- und der Zirkonoxidpaarung (Bild 3.37d). Dies konnte auf eine Einglättung der Oberflächen (Bild 3.34a,b) und reibungsmindernde Reaktionsfilme, wie es auch in [279, 281, 301] berichtet wurde, zurückgeführt werden. Auf der Lauffläche der höher beanspruchten, getriebenen Scheibe war die metallische Co-Bindephase gegenüber der WC-Phase zurückgesetzt, so dass eine skelettierte Randschicht aus WC-Körner erhalten blieb (Bild 3.34a). Bei der treibenden Scheibe waren zusätzlich kontrastlose Bereiche mit einem einheitlichen Grauwert zu erkennen, wobei deren Abmessungen die Korngröße um mehr als Faktor 10 übertrafen (Bild 3.34b). Untersuchungen von in Wasser beanspruchten Hartmetallringsegmenten zeigten ebenfalls solche Bereiche. In FIB-Aufnahmen erschienen diese Bereiche hell, so dass von oxidischen Schichten ausgegangen werden konnte [302]. Es handelte sich dabei um stark deformierte Oberflächenbereiche mit fragmentierten Körnern und im Vergleich zur Ausgangsoberfläche erhöhtem Cobalt- und Sauerstoffgehalt. Durch XRD-Messungen wurden Co-Oxide und $CoWO_4$ auf den Oberflächen nachgewiesen. Reflexe an TEM-Präparaten der beanspruchten Oberflächenbereiche ergaben eine hdp oder krz Kristallstruktur der Cobaltbindephase. Zusätzlich zeigten die TEM-Präparate eine starke plastische Deformation der Bindephase und eine im Vergleich zum Ausgangsgefüge reduzierte Korngröße. Die in Untersuchungen [280] berichtete, ausgeprägte laterale Rissbildung durch hohe thermische Beanspruchung konnte in den hier durchgeführten Untersuchungen dagegen nicht festgestellt werden und ist auf die signifikant niedrigere Gleitgeschwindigkeit

zurückzuführen. Unter Berücksichtigung von Ergebnissen [282, 283] zum komplexen Korrosionsverhalten von WC- und Co-Pulvern in wässrigen Medien lassen sich die tribochemischen Schädigungsmechanismen modellieren. Unter korrosiver Beanspruchung wurden WO_3 -Filme auf den Oberflächen von WC-Pulver gebildet, welche in Lösung gehen. Als geschwindigkeitsbestimmender Schritt wurde das Ablösen ermittelt. Bei Zugabe von metallischem Cobaltpulver konnten sich durch Adsorption von $Co^{(2+)}$ -Ionen auf den WO_3 -Filmen der Hartstoffphase passivierende Cobalt-Wolframatkomplexe ausbilden. Diese schützten die Oberflächen der WC-Körner vor weiterer Korrosion. Durch die gute Löslichkeit von Cobaltoxiden wird die metallische Bindephase stärker angegriffen als die durch Co-Komplexe passivierten WC-Körner. Daher wird das Korrosionsverhalten von Hartmetallen im Wesentlichen durch die chemische Beständigkeit der metallischen Bindephase bestimmt. Eine edlere Bindephase wie z. B. Ni oder Komplexbindersysteme mit geringen Zusätzen anderer Carbide wie TiC, TaC oder NbC führten zu einer wesentlich verbesserten Korrosionsbeständigkeit [225, 226]. Im Tribokontakt führte die Scherbeanspruchung aufgrund der guten Löslichkeit in Wasser zu einem Abtragen des Cobalts, während die passivierenden Cobalt-Wolframatkomplexe die WC-Phase zu schützen vermochten. Die zyklische Beanspruchung im Wälzkontakt führte zusätzlich zu einem beanspruchungsbedingten Herausquetschen der weicheren, metallischen Bindephase [228]. Dadurch konnten passivierende Oxidschichten der metallischen Bindephase aufgebrochen und tiefer liegende Bereiche einem korrosiven Medium ausgesetzt werden. Eine Erosion der metallischen Bindephase wurde dadurch begünstigt.

Die Stahlpaarung erscheint für den wassergeschmierten Wälzkontakt nicht geeignet. Die Reibungszahl war bei der **wassergeschmierten 17-PH-Paarung** im Vergleich zu den anderen untersuchten Paarungen am höchsten. Nur bei hoher Beanspruchung (Schlupf, Normalkraft) konnte die Paarung im Vergleich zu den ungeschmierten Versuchsläufen von der Wasserschmierung profitieren (Bild 3.32, 3.37). Das Verschleißverhalten war bei der getriebenen, höher beanspruchten Scheibe durch Pittings und Bereiche mit im REM dunkel erscheinenden, oxidischen Deckschichten gekennzeichnet (Bild 3.34c). Bei der treibenden Scheibe führte die niedrigere Beanspruchung zu einer Lauffläche, welche vermehrt von zerklüfteten, oxidischen Deckschichten belegt war und zeigte nur vereinzelt Risse (Bild 3.34d).

Bei den **ölgeschmierten Wälzpaarungen** lagen die Werte der Reibungszahl auf einem günstigen Niveau unterhalb 0,12 und zeigten zu Versuchsbeginn mit dem Schlupf leicht ansteigenden Werte (Bild 3.32a–d, 3.37e,f). Damit war das Reibungsverhalten der Paarungen deutlich günstiger als bei den ungeschmierten Versuchsläufen. Bei der Zirkonoxid- und 17-4PH-Paarung wurden auch die Werte der wassergeschmierten Paarungen deutlich unterschritten (Bild 3.32a,d). Allerdings war dies bei der Stahlpaarung wie auch im ölgeschmierten Gleitkontakt teilweise auf die durch Verschleiß und plastische Verformung (Bild 3.36c,d) der Laufflächen reduzierte Flächenpressung und das dadurch bedingte Absinken der Reibungszahl zurückzuführen. Unter Berücksichtigung der während der Versuchsläufe sich geringfügig verändernden Oberflächentopografie kann daher von

Grenz- oder Mischreibungszuständen im Kontakt ausgegangen werden. Das günstigste tribologische Verhalten im ölgeschmierten Wälzkontakt mit Werten der Reibungszahl unterhalb 0,025 (Bild 3.32a) zeigte die Zirkonoxidpaarung und bietet sich daher für Wälzbeanspruchung an [179, 303]. Rauheitshügel z. B. am Rand von bearbeitungsbedingten Mikroriefen konnten durch die ausgeprägte Mikroplastizität von Zirkonoxid eingeglättet werden (Bild 3.35a,b). In Kombination mit dem für Keramik niedrigen E-Modul konnte dadurch die Flächenpressung reduziert werden und führte zu der im Vergleich zu den anderen ölgeschmierten Paarungen niedrigsten Reibungszahl. Zusätzlich verhinderte die hohe Bruchzähigkeit Körnausbrüche und wirkte sich positiv auf das Ermüdungsverhalten der Zirkonoxidpaarung aus. Bei der Siliziumnitridpaarung wurden im Vergleich zur Zirkonoxidwälzpaarung geringfügig höhere Werte der Reibungszahl ermittelt, was auf das höhere E-Modul und die geringere Mikroplastizität zurückgeführt werden kann. Die Oberflächen zeigten keine erkennbare Veränderung (Bild 3.35c,d). Einlaufverschleiß, wie er in [297] festgestellt wurde, konnte durch die feine Oberflächenbearbeitung vermieden werden. Im Gegensatz zu anderen Untersuchungen [214–217] zeigten sich keine Abplatzungen. Die WC-12Co-Wälzpaarung zeigte nach Beanspruchung in Öl eine leichte Aufrauung der beanspruchten Oberflächen (Bild 3.36a,b). Insbesondere bei der getriebenen Scheibe stellten sich feine, in Wälzrichtung orientierte Mikroriefen ein. Unter Gleitbeanspruchung wurde ein vergleichbares Schadensbild auf ein Ausbrechen von Kornfragmenten oder einzelner Körner mit anschließender Mikroabrasion durch harte Partikel im Kontakt zurückgeführt [232, 236]. Durch die feinen Riefen wurde ein höherer Anteil der Prüflast durch kontaktierende Mikrorauheiten übertragen. Infolgedessen war bei Versuchsläufen mit 4% und 10% Schlupf ein leichter Anstieg der quasi-stationären Reibungszahl gegenüber den zu Versuchsbeginn gemessenen Werten zu verzeichnen (Bild 3.37e,f). Ein ungünstiges Verhalten mit hoher Reibungszahl zu Versuchsbeginn, dem im direkten Vergleich zu den anderen ölgeschmierten Wälzpaarungen am stärksten ausgeprägten Einlaufverhalten mit abnehmender Reibungszahl während des Versuchslaufs (Bild 3.32d) und starke Schädigung der beanspruchten Oberflächen (Bild 3.36c,d) wurde bei der Stahlpaarung 17-4PH festgestellt. Plastische Verformung führte zunächst zu einer Verfestigung. Einsetzende Pittingbildung resultierte in feinen bis zu etwa 1 μm großen Kavitäten, wobei die niedriger beanspruchte treibende Scheibe durch ausgebrochene, verfestigte Partikel zusätzlich lokal gefurcht wurde.

4.2.3 Haftreibungsuntersuchungen

Die Ergebnisse der **Haftreibungsuntersuchungen** zur Charakterisierung des **Anfahrverhaltens** zeigten bei vergleichbaren Ausgangsrauheiten (Bild 3.4) einen deutlichen Einfluss der Zwischenmedien Luft und destilliertes Wasser. Das Verhalten der keramischen Selbstpaarungen zeigte in Luft und destilliertem Wasser einen starken Einfluss des Werkstoffs (Bild 3.44a,b). Bei den ölgeschmierten Versuchsläufen ergaben sich dagegen nur geringe Unterschiede zwischen den jeweiligen Paarungen.

Die Haftreibungszahl lag bei der **ZrO₂- und WC-Co-Paarung** in allen Medien auf einem

niedrigen Niveau unterhalb $\mu_H = 0,2$. Bei der ZrO_2 -Paarung nahm die Haftreibungszahl wie auch die Tangentialkraft in der darauf folgenden Gleitphase in der Reihung Luft, destilliertem Wasser und Öl FVA Nr. 1 ab. (Bild 3.46a). Die Haftreibungszahl war bei der WC-Co-Paarung dagegen unabhängig vom Umgebungsmedium.

Bei der **ungeschmierten Si_3N_4 -Paarung in Luft (50% r.F.)** (Bild 3.44b) erfolgte der Übergang vom Haften zum Gleiten bei mit der ZrO_2 -Paarung vergleichbaren Werten der Haftreibungszahl. Allerdings zeigte sich im weiteren Verlauf der Übergleitung ein im Vergleich zur Zirkonoxid- und Hartmetallpaarung ungünstiges Verhalten der Tangentialkraft mit einzelnen Überhöhungen auf Werte oberhalb von 250 mN ($\mu > 0,32$). Im Laufe der Übergleitung wurden Rauheitsspitzen eingeglättet und tribochemisch oxidiert. Das hydrophile Siliziumoxid adsorbierte Wassermoleküle aus der Umgebungsluft [210]. Kapillarmenissen zwischen Rauheitshügeln führten zur Erhöhung der wahren Kontaktfläche (Bild 4.12b). Zusätzlich besitzt die hydratisierte, gelartige Oberfläche eine hohe Scherfestigkeit. Dadurch konnten höhere **Kapillar- und Adhäsionskräfte** der Relativbewegung entgegenwirken und verursachten einen Anstieg der Reibungszahl sowie zeitliche Schwankungen der Tangentialkraft durch Haft- und Losreißprozesse [116]. Eine Erhöhung der Luftfeuchtigkeit von 50% auf 80% r.F. führte zu einer Vergrößerung der Wassermenissen (Bild 4.12c) und einem deutlichen Anstieg der Haftreibungszahl (Bild 4.12a). Bei einer relativen Feuchtigkeit von 80% stieg die Haftreibungszahl tendenziell mit der Anzahl der Übergleitungen an. Ein ähnliches Verhalten wurde auch in anderen Untersuchungen festgestellt [8, 110, 130, 304]. In [305] wurde über einen Anstieg der freien Energie einer SiO_2 -Oberfläche von 10 mJ/m^2 bei 50% r.F. auf 140 mJ/m^2 bei 80% r.F. berichtet. Bei 80% r.F. wurde der annähernd doppelte Wert der freien Energie im Vergleich zu destilliertem Wasser erreicht. Das **Anfahrverhalten der Siliziumnitridpaarung in destilliertem Wasser** war dementsprechend ungünstig. Der Übergang Haften/Gleiten fand erst bei $\mu_H = 0,65$ statt. (Bild 3.46). Der Verlauf der Tangentialkraft in der Gleitphase erreichte ebenfalls hohe Werte von $F_T > 600 \text{ mN}$ (Bild 3.44b), was einer Reibungszahl $\mu > 0,75$ entsprach. Die Haft- und Losreißprozesse waren durch die vollständige Benetzung der Oberflächen mit Wasser (Bild 4.12c) im Vergleich zur ungeschmierten Paarung ausgeprägter und führten zu Stick-Slip-Verhalten. Trotz der niedrigen Reibungszahlen der wassergeschmierten Si_3N_4 -Keramik im Gleit- und Wälzkontakt ist die Eignung dieser Materialpaarung für wassergeschmierte mikromechanische Systeme daher als fraglich zu bewerten. Aufgrund der hohen erforderlichen Tangentialkräfte sowohl beim Übergang Haften/Gleiten als auch in der anschließenden Gleitphase der ungeschmierten und wassergeschmierten Paarung ist sowohl ein zuverlässiges Anlaufen als auch Gleiten bei niedrigen Geschwindigkeiten nicht gewährleistet. Die Anlaufproblematik von MEMS auf Siliziumbasis in feuchter Atmosphäre ist hinreichend bekannt [9, 15, 22, 116, 126] und wurde bei niedrigen Luftfeuchten mit der hohen Oberflächenenergie durch fehlende Adsorbatschichten begründet, während bei hoher Luftfeuchte Kapillarkräfte den Scherwiderstand der Grenzflächen erhöhen. Hohe Reibungszahlen von wassergeschmiertem Siliziumnitrid bei Geschwindigkeiten unterhalb 2 mm/s [278] sind ebenfalls auf einen hohen Scherwiderstand durch

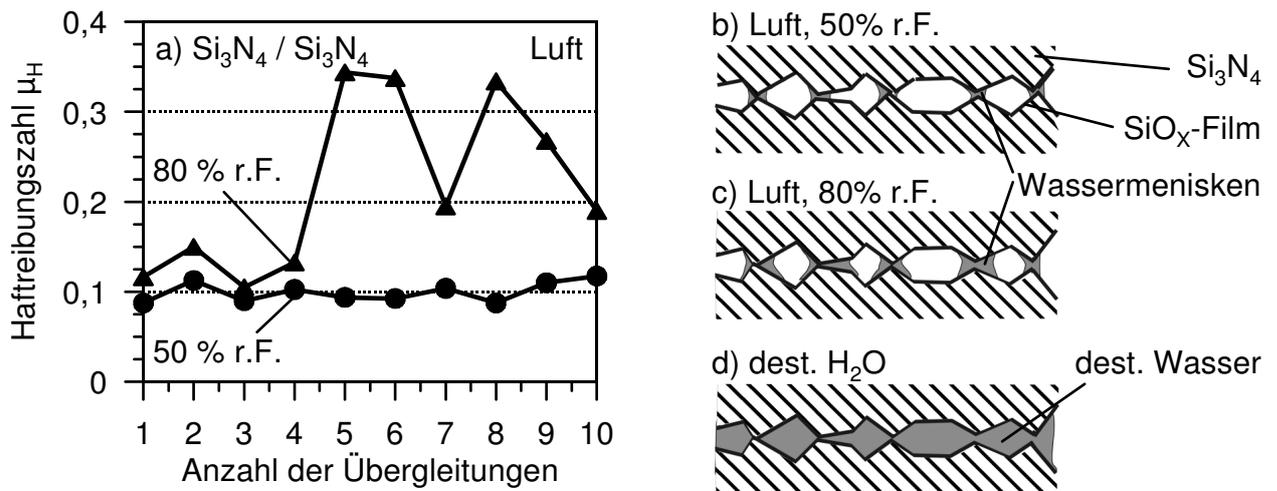


Bild 4.12: (a) Haftreibungszahl μ_H der Si_3N_4 -Paarung in Abhängigkeit von der Anzahl der Übergleitungen bei Variation der Luftfeuchte und schematische Darstellung der tribologischen Wechselwirkungsmechanismen in Luft von (b) 50% r.F, (c) 80% r.F sowie (d) in destilliertem Wasser.

Kapillarkräfte zurückzuführen.

Bei der **Stahlpaarung in Luft** erfolgte der Übergang vom Haften zum Gleiten im Vergleich zu den anderen ungeschmierten Werkstoffpaarungen bei der höchsten Haftreibungszahl um 0,21, wobei die Tangentialkraft im Verlauf der Übergleitung von etwa 200 auf 260 mN anstieg ($\mu = 0,25$ bis $\mu = 0,32$). Die beanspruchte Scheibenoberfläche zeigte zu Versuchsbeginn lediglich feine Riefen und mit zunehmendem Gleitweg breiter werdende Furchen (Bild 4.13a) als Folge einer stärkeren abrasiven Beanspruchung sowie lokal Materialübertrag durch Adhäsion. Dies kann durch eine ansteigende Härte des sich ständig im Eingriff befindlichen Stiftes durch Kaltverfestigung oder Oxidation begründet werden und den Anstieg der Tangentialkraft im Verlauf einer Übergleitung hervorrufen. In **destilliertem Wasser** war die Stahlpaarung mit $\mu_H = 0,78$ durch die höchste Haftreibungszahl unter den untersuchten Paarungen gekennzeichnet. Die hohe Haftreibungszahl der wassergeschmierten Stahlpaarung erschließt sich anhand der REM Aufnahmen der Scheibe (Bild 4.13b), auf denen sich bereits zu Versuchsbeginn durch Kaltverschweißung adhäsive Verschleißerscheinungsformen zeigten. Im Vergleich zur ungeschmierten Paarung war der Materialübertrag und die Furchung über den gesamten Gleitweg stärker ausgeprägt und führte zu der höheren Reibungszahl. Im weiteren Verlauf der Übergleitung führten niedrigere Flächenpressungen durch ein Abplatten des Stiftes bei einer Normalkraft von 800 mN zu niedrigeren Tangentialkräften um 380 mN ($\mu = 0,48$). Die beanspruchte Scheibenoberfläche zeigte eine feinere Furchung und Riefen als Folge einer abrasiven Beanspruchung durch eine aufgrund von Oxidation und/oder Kaltverfestigung erhöhte Härte des stiftförmigen Gegenkörpers. Für die Stahlpaarung in **Öl** wurde ein Abfall der Reibungszahl mit zunehmender Versuchsdauer festgestellt. Die rasterelektronenmikroskopischen

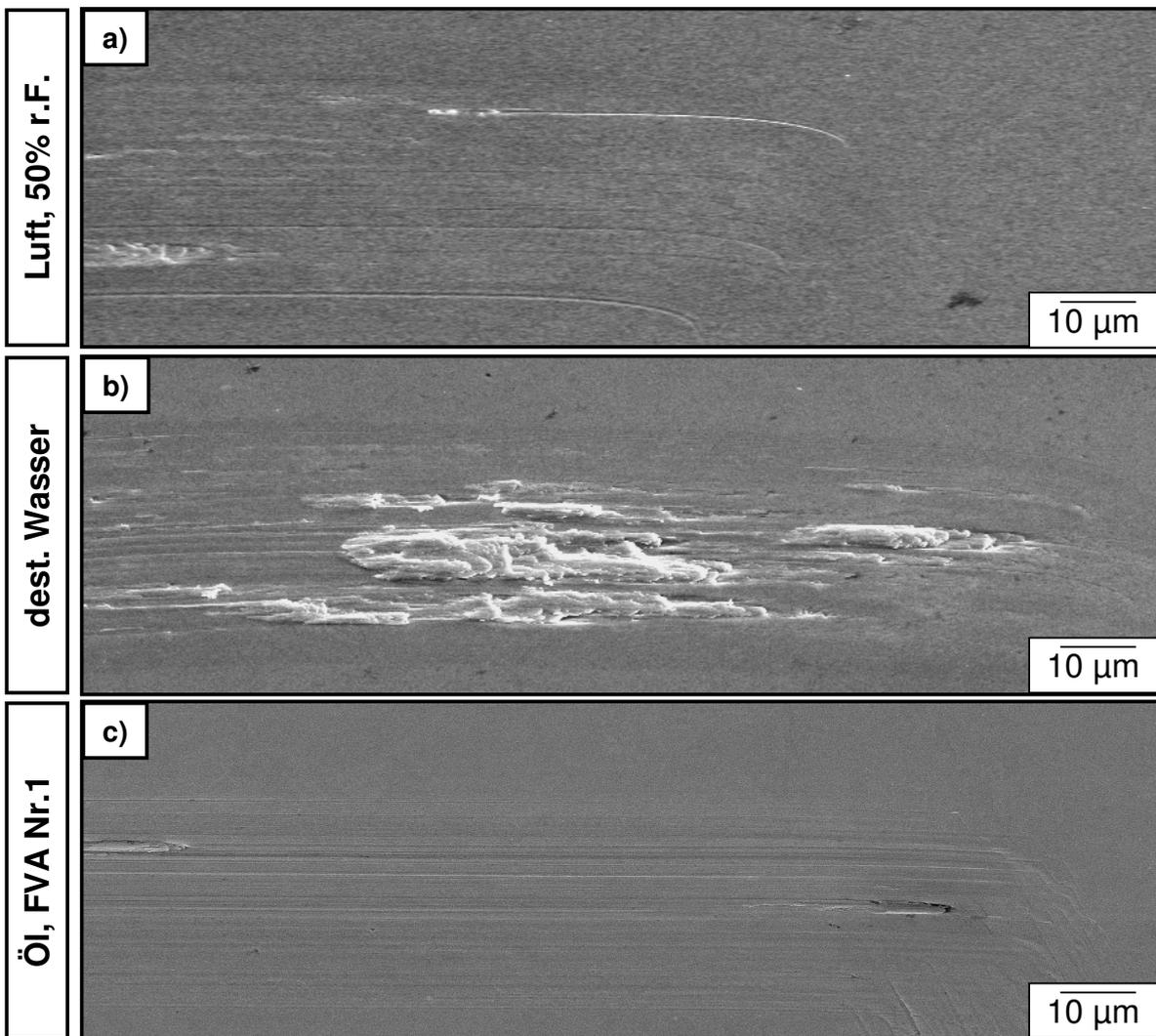


Bild 4.13: REM-Aufnahmen des Spuranfangs der in (a) Luft (50% r.F.), (b) dest. Wasser und (c) dem Öl FVA Nr.1 im Haftreibungsversuch beanspruchten 17-4PH-Scheibe ($F_N = 800 \text{ mm/s}$, $v_A = 8,3 \text{ µm/s}$).

Aufnahmen zeigten zu Beginn der Übergleitung noch eine erkennbare Furchung der Scheibe (Bild 4.13c), während diese zum Ende der Übergleitung hin geringfügig abnahm. In Übereinstimmung mit [306] kann sowohl von plastischer Verformung der Rauheitsspitzen zu Versuchsbeginn als auch einer erhöhten Konformität der kontaktierenden Oberflächen mit zunehmendem Gleitweg ausgegangen werden. Das Absinken der Reibungszahl mit zunehmendem Gleitweg kann daher sowohl durch abnehmende Beiträge zur Reibungszahl durch plastische Deformation als auch die reduzierte lokale Flächenpressung begründet werden.

4.3 Folgerungen für praktische Anwendungen und Ausblick

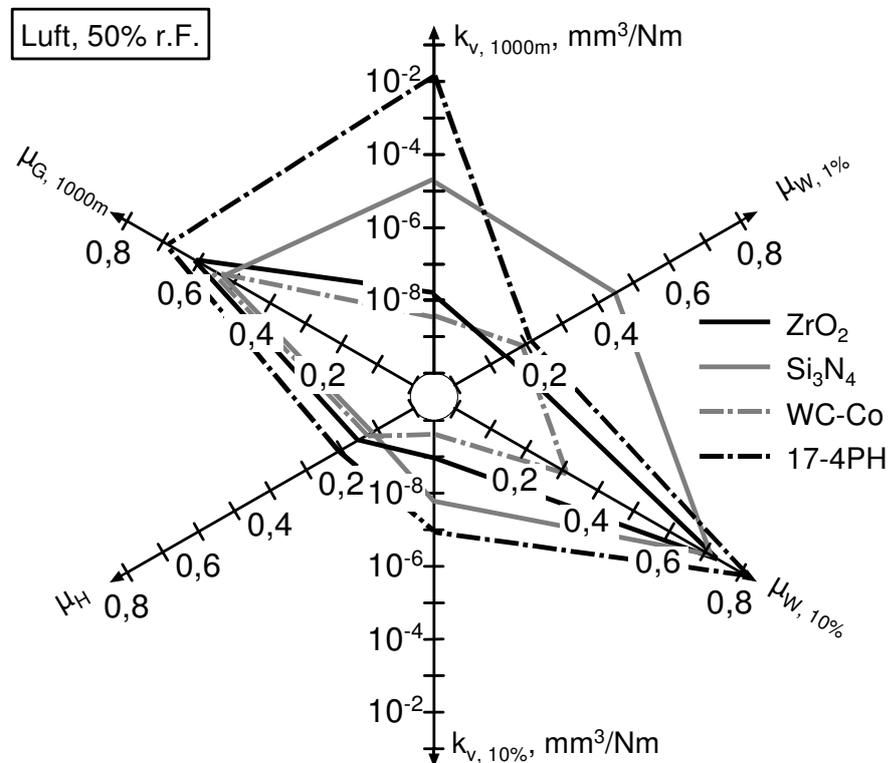


Bild 4.14: Volumetrische Verschleißkoeffizienten nach 1000 m Gleitweg ($k_{v, 1000m}$) bzw. 10^6 Überrollungen im Wälzkontakt mit 10% Schlupf ($k_{v, 10\%}$), quasi-stationäre Werte der Reibungszahl im Gleitkontakt ($\mu_G, 1000m$) und im Wälzkontakt mit 1% ($\mu_W, 1\%$) und 10% Schlupf ($\mu_W, 10\%$) sowie Haftreibungszahlen (μ_H) für die ungeschmierten ZrO_2 -, Si_3N_4 -, WC-Co- und 17-4PH-Paarungen unter Standardbedingungen.

Die Ergebnisse der mikrotribologischen Modelluntersuchungen zeigten deutlich die Herausforderungen für tribologisch hoch beanspruchte Mikrosysteme. Für ungeschmierte Mikrosysteme stellte sich lediglich die Hartmetallpaarung als geeignet heraus. Die Paarung zeigte mit Werten des volumetrischen Verschleißkoeffizienten zwischen $k_{v, 1000m} = 4,32 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und $k_{v, 10\%} = 2,73 \cdot 10^{-10} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ unter Gleit- und Wälzbeanspruchung einen hohen Verschleißwiderstand (Bild 4.14). Darüber hinaus war die WC-Co-Paarung durch günstige Reibungszahlen beim Übergang vom Haften zum Gleiten ($\mu_H = 0,13$) und unter Wälzbeanspruchung gekennzeichnet ($\mu_W, 1\% = 0,19$, $\mu_W, 10\% = 0,31$) (Bild 4.14). Für Anwendungsfelder, in denen niedrige Gleitgeschwindigkeiten oder Wälzbeanspruchung bei niedrigem Schlupf zu erwarten sind, bietet sich auch die ungeschmierte Zirkonoxidpaarung durch geringe Werte der Reibungszahl an. Die volumetrischen Verschleißkoeffizienten lagen mit Werten zwischen $k_{v, 1000m} = 1,64 \cdot 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$

für den Gleitkontakt und $k_{v,10\%} = 1,11 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ für den Wälzkontakt ebenfalls um 1 bzw. 2 Größenordnungen günstiger als es für makroskopische Systeme gefordert wird ($k_{v,1000m} \leq 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$). Zu hohe Werte der Normalkraft oder Gleitgeschwindigkeit führten bei der ZrO_2 -Paarung zur Überlastung. Dies ging mit der Ausbildung einer Deckschicht und ungünstigen Werten der Reibungszahl von 1,1 einher. Bei weiterer Laststeigerung wurden im Gleitkontakt um den Faktor 20 erhöhte lineare Verschleißbeiträge ermittelt. Durch optimierte Sinterbedingungen konnte eine Korngröße um $0,1 \mu\text{m}$ erreicht werden, was bei reduzierter Normalkraft (400 mN) zu einer Gleitreibungszahl um 0,4 bei gleichzeitig hohem Verschleißwiderstand ($k_{v,1000m} \leq 2 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$) führte. Die Siliziumnitrid- und 17-4PH-Paarungen waren für ungeschmierte tribologische Be-

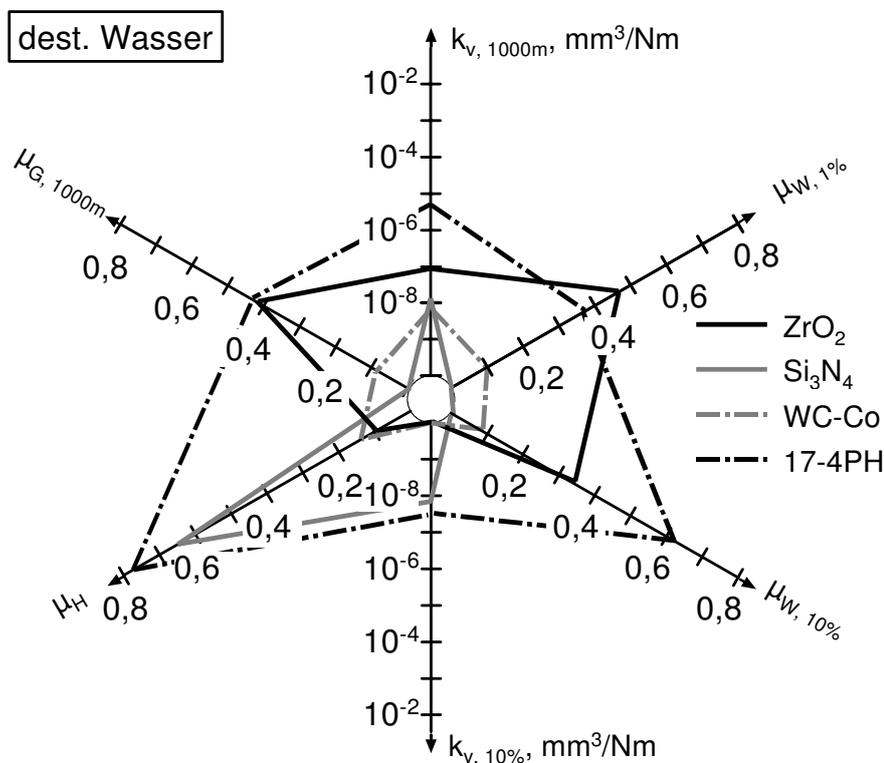


Bild 4.15: Volumetrische Verschleißkoeffizienten nach 1000 m Gleitweg ($k_{v,1000m}$) bzw. 10^6 Überrollungen im Wälzkontakt mit 10% Schlupf ($k_{v,10\%}$), quasi-stationäre Werte der Reibungszahl im Gleitkontakt ($\mu_{G,1000m}$) und im Wälzkontakt mit 1% ($\mu_{W,1\%}$) und 10% Schlupf ($\mu_{W,10\%}$) sowie Haftreibungszahlen (μ_H) für die wassergeschmierten ZrO_2 -, Si_3N_4 -, WC-Co- und 17-4PH-Paarungen unter Standardbedingungen.

anspruchung ungeeignet. Im Gleitkontakt wurden ungünstige Werte der Reibungszahl oberhalb 0,5 bei volumetrischen Verschleißkoeffizienten $k_{v,1000m} \geq 1 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ermittelt. Unter Wälzbeanspruchung stellten sich bei der Si_3N_4 -Paarung bereits bei 1% Schlupf ungünstig hohe Werte der Reibungszahl um 0,45 ein, während die 17-4PH-Paarung mit

dem im direkten Vergleich höchsten volumetrischen Verschleißkoeffizienten bei Werten von $k_{v,10\%} = 1,28 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ für die Anwendung ungeeignet ist. Im ungeschmierten Gleitkontakt war der Verschleiß für die Paarung 17-4PH mit volumetrischen Verschleißkoeffizienten um $10^{-2} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ebenfalls zu hoch.

In destilliertem Wasser überzeugte die Si_3N_4 -Paarung nach einer Einlaufphase durch sehr niedrige Reibungszahlen im Bereich der Auflösungsgrenze der Tribometer ($\mu \leq 0,01$) und einen hohen Verschleißwiderstand (Bild 4.15). Im Wälzkontakt war der Verschleiß nicht messbar und die beanspruchte Oberfläche unterschied sich nur geringfügig von der Ausgangsoberfläche. Der volumetrische Verschleißkoeffizient lag im Gleitkontakt bei $k_{v,1000\text{m}} = 2,17 \cdot 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Durch eine gezielte Einlaufprozedur konnte der Verschleiß der Si_3N_4 -Paarung auf $k_{v,1000\text{m}} = 9,54 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ reduziert werden und lag damit auf einem vergleichbaren Niveau mit der WC-Co-Paarung, welche einen volumetrischen Verschleißkoeffizienten von $k_{v,1000\text{m}} = 7,49 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ zeigte. Die mit Werten um 0,6 sehr hohe Haftreibungszahl in destilliertem Wasser lässt ein problematisches und nicht reproduzierbares Anlaufverhalten im Einsatz erwarten. Untersuchungen an siliziumbasierten Mikrosystemen zeigten, dass sich durch selbstorganisierende, hydrophobe Monoschichten (Self-Assembling-Monolayer, SAM) das Gleitverhalten bei niedrigen Geschwindigkeiten auch in feuchter Atmosphäre deutlich verbessern lässt [9, 14, 116, 124]. Für die wassergeschmierte Hartmetallpaarung wurden sowohl beim Anlaufverhalten als auch unter Gleit- und Wälzbeanspruchung sehr niedrige Werte der Reibungszahlen unterhalb 0,1 ermittelt, so dass diese Paarung für einen zuverlässigen Betrieb zu bevorzugen ist. Darüber hinaus war das Verschleißverhalten mit volumetrischen Verschleißkoeffizienten von $k_{v,1000\text{m}} < 7,49 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ im Gleitkontakt sehr günstig, während im Wälzkontakt auch unter den höchsten untersuchten Belastungsparametern ($F_N = 2000 \text{ mN}$, $S = 10\%$) kein messbarer Verschleiß festgestellt wurde. Der Stahl 17-4PH zeigte, wie auch die ZrO_2 -Paarung, Anzeichen korrosiver Schädigung begleitet von ungünstigen Werten der Reibungszahl, so dass diese Paarungen für die Anwendung in wassergeschmierten Mikrosystemen ungünstig sind.

Unter Schmierung mit dem Öl FVA Nr. 1 zeigten alle Paarungen niedrige Reibungszahlen. Aufgrund der höheren Härte sind die beiden Keramiken sowie das Hartmetall im Vergleich zu Stahl 17-4PH zu bevorzugen, wobei sich insbesondere die ZrO_2 -Paarung aufgrund der hohen Bruchzähigkeit anbietet.

5 Zusammenfassung

Ziel der vorliegenden Arbeit war die Charakterisierung unterschiedlicher Einflussfaktoren wie Materialpaarung, fertigungsbedingter Mikrostruktur, Belastungsbedingungen und umgebender Medien auf das Reibungs- und Verschleißverhalten von pulvertechnologisch herstellbaren Werkstoffen für die Anwendung in tribologisch hochbeanspruchten Mikrosystemen.

Die untersuchten Werkstoffe waren zwei monolithische Ingenieurkeramiken, ein teilstabilisiertes 3Y-TZP Zirkonoxid (ZN101B) und eine Si_3N_4 -Qualität (SL200BG) sowie eine Ultrafeinkorn-Hartmetallqualität WC-CO (TSF44). Als Referenz wurde der Stahl 17-4PH (X5CrNiCuNb 17-4) im lösungsgeglühten (4 h bei 1350 °C) und ausgelagerten (0,5 h bei 560 °C) Zustand verwendet. Um den Einfluss des Spritzgießens auf die Mikrostruktur und den Randschichtzustand tribologisch zu charakterisieren, wurden zusätzlich Probekörper aus 3Y-TZP-Zirkonoxid durch Niederdruckspritzgießen (LPIM) in der Abteilung KER des IMF III am Forschungszentrum Karlsruhe urgeformt und unter Variation der Sinterbedingungen gesintert. Die exemplarisch ausgewählten Werkstoffe wurden einer materialografischen und mechanischen Untersuchung unterzogen. Vor und nach der tribologischen Beanspruchung wurden die Oberflächen der Probekörper durch taktile und optische Profilometrie sowie Elektronenmikroskopie charakterisiert.

Zur Charakterisierung des Reibungs- und Verschleißverhaltens im einsinnigen Gleitkontakt, unter Wälzbeanspruchung und beim Übergang vom Haften ins Gleiten wurden systematische Untersuchungen im Mikrokontakt in drei speziell entwickelten Labortribometern durchgeführt. Die Versuche erfolgten für alle Materialpaarungen jeweils ungeschmiert bei Raumtemperatur an Luft mit einer relativen Luftfeuchte von 50%, unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser sowie dem FVA-Öl Nr. 1. Anwendungsbezogene Belastungsparameter wurden aus der Systemanalyse eines Mikroplanetengetriebes abgeleitet. Im einsinnigen Gleitkontakt wurde an Paarungen mit günstigem tribologischen Verhalten eine Normalkraftvariation durchgeführt. Unter Wälzbeanspruchung wurde zusätzlich zur Variation der Normalkraft auch der Einfluss des eingestellten Schlupfes untersucht. Anschließend wurden die Werte der Verschleißbeträge ermittelt und die beanspruchten Oberflächen einer rasterelektronenmikroskopischen Nachuntersuchung unterzogen.

Im **ungeschmierten einsinnigen Gleitkontakt** unter Standardbedingungen ($F_N = 800 \text{ mN}$, $v = 400 \text{ mm/s}$, $s = 1000 \text{ m}$) zeigten alle untersuchten Eigenpaarungen bei vergleichbarer Qualität der Ausgangsoberflächen hohe Werte der quasi-stationären Reibungszahl $\mu_{G, 1000 \text{ m}}$ zwischen 0,49 für die Siliziumnitridpaarung und 0,71 für den Stahl 17-4PH. Die volumetrischen Verschleißkoeffizienten lagen mit Werten größer $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ für gleitbeanspruchte Systeme bei beiden Paarungen zu hoch. Niedrige volumetrische Verschleißkoeffizienten wurden bei der Zirkonoxideigenpaarung ZN101B

mit $k_{v,1000m} \approx 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und bei der WC-Co-Gleitpaarung mit Werten von $k_{v,1000m} \approx 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ermittelt.

Für die Zirkonoxidpaarung ZN101B ergab sich unterhalb einer kritischen Flächenpressung von 38 MPa eine konstante Verschleißintensität mit niedrigen Werten unterhalb $10^{-4} \mu\text{m}/\text{m}$ und bei **Variation der Normalkraft** ein ausgeprägter Hoch-/Tieflage-Übergang des Verschleißverhaltens. Um den Einfluss der fertigungsbedingten Mikrostruktur bei Zirkonoxid näher zu untersuchen, wurden drei unter Variation der Sinterbedingungen **urgeformte Zirkonoxidqualitäten** bei unterschiedlichen Normalkräften tribologisch charakterisiert. Eine geringe Korngröße und hohe Bruchzähigkeit führten zu einem günstigeren Verschleißverhalten. Die Sinterdauer wurde, ausgehend von der Charge mit den günstigsten tribologischen Eigenschaften (Z1300/10h), halbiert (Z1300/5h) und ergab eine Reduzierung der Reibungszahl in Versuchsläufen mit einer Normalkraft von 400 mN von Werten um 0,60 auf Werte um 0,40 bei um den Faktor 20 niedrigeren linearen Verschleißbeträgen.

Unter **Tauchschmierung mit destilliertem Wasser** war das tribologische Verhalten im einsinnigen Gleitkontakt deutlich günstiger als bei den ungeschmierten Versuchsläufen. Sowohl bei den beiden keramischen Paarungen als auch bei der Hartmetallpaarung lag der volumetrische Verschleißkoeffizient unterhalb von $10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Zusätzlich zeichneten sich die Siliziumnitridpaarung und die Hartmetallpaarung durch sehr niedrige Werte der Reibungszahl $\mu_{G,1000m}$ unterhalb von 0,01 bzw. 0,10 aus. Eine **Normalkraftvariation** ergab bei der WC-Co-Hartmetallpaarung Werte der Reibungszahl von 0,08 bei der Normalkraft von 200 mN, welche auf Werte von 0,06 bei 1600 mN abnahmen. Der volumetrische Verschleißkoeffizient schwankte dabei um Werte von $k_{v,1000m} = 7,5 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Durch eine gezielte **Einlaufprozedur** über einen Gleitweg von 20 m bei einer auf 200 mN reduzierten Normalkraft konnte der volumetrische Verschleißkoeffizient $k_{v,1000m}$ unter Standardbedingungen ($F_N = 800 \text{ mN}$) bei der Siliziumnitridpaarung von Werten um $2,1 \cdot 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ auf Werte von $9,5 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ reduziert werden. Bei den **ölgeschmierten Versuchsläufen** zeigte sich im einsinnigen Gleitkontakt bei Werten der Reibungszahl $\mu_{G,1000m}$ um 0,10 kein signifikanter Einfluss des Werkstoffs. Messbare Verschleißbeträge ergaben sich nur bei der Stahlpaarung 17-4PH, wobei der volumetrische Verschleißkoeffizient $k_{v,1000m}$ mit Werten um $6 \cdot 10^{-9} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ sehr niedrig war.

Unter **ungeschmierter Wälzbeanspruchung** ergab sich eine deutliche **Schlupfabhängigkeit** des tribologischen Verhaltens, wobei sich der Schlupf insbesondere auf die Dauer der Einlaufphase auswirkte. Bei einem Schlupf von 1% zeigte die Zirkonoxidpaarung ZN101B mit quasi-stationären Werten von 0,15 die niedrigste Reibungszahl $\mu_{W,1\%}$. Ungünstig hohe quasi-stationäre Werte von 0,70 wurden dagegen bei einem Schlupf von 10% ermittelt. Durch einzelne Überhöhungen auf Werte oberhalb von 0,80 zeigte die Paarung damit das ungünstigste Reibungsverhalten. Für die Hartmetallpaarung WC-12Co wurden bei 1% Schlupf im direkten Vergleich mit der Zirkonoxidpaarung etwa 25% höhere quasi-stationäre Werte der Reibungszahl $\mu_{W,1\%}$ von 0,19 ermittelt. Die Paarung zeigte die geringste Schlupfabhängigkeit, so dass sich bei Versuchsläufen mit 10% Schlupf im Ver-

gleich zu den anderen untersuchten Paarungen die günstigsten quasi-stationären Werte der Reibungszahl $\mu_{W, 10\%}$ von 0,29 ergaben. Wie auch bei der Zirkonoxidpaarung wurde bei der WC-12Co-Paarung unter Standardbedingungen ($F_N = 250$ mN, $v = 800$ mm/s, $S = 10\%$, $N = 10^6$) kein messbarer Verschleiß ermittelt, d. h. der lineare Verschleißbetrag war kleiner als 100 nm. Dementsprechend lag der volumetrische Verschleißkoeffizient $k_{v, 10\%}$ für diese Paarungen bei 10^{-9} mm³/Nm beziehungsweise $2,7 \cdot 10^{-10}$ mm³/Nm. Für die Si₃N₄- und 17-4PH-Paarung wurden ungeschmiert deutlich höhere Werte von $1,8 \cdot 10^{-8}$ mm³/Nm und $1,3 \cdot 10^{-7}$ mm³/Nm festgestellt. Bei den geschmierten Wälzversuchen wurde ein deutlich günstigeres tribologisches Verhalten festgestellt. Die Stahlpaarung konnte nur geringfügig von der **Tropfschmierung mit destilliertem Wasser** profitieren und zeigte als einzige Paarung mit dem Schlupf zunehmende Werte der Reibungszahl. Unter Standardbedingungen wurden für die Stahlpaarung die höchsten Werte der quasi-stationären Reibungszahl von 0,64 bei volumetrischen Verschleißkoeffizienten von $4,0 \cdot 10^{-8}$ mm³/Nm gemessen. Die beanspruchten Oberflächen waren nach den Versuchsläufen stark korrodiert. Bei der wassergeschmierten ZrO₂-, Si₃N₄- und WC-12Co-Paarung lagen keine messbaren linearen Verschleißbeträge vor, so dass der volumetrische Verschleißkoeffizient mit Werten unterhalb von 10^{-10} mm³/Nm sehr niedrig lag. Wie auch im wassergeschmierten Gleitkontakt zeigte die Si₃N₄-Paarung die niedrigste Reibungszahl μ_W mit Werten kleiner 0,01 gefolgt von der WC-12Co-Paarung mit Werten von 0,09. Das günstige Reibungs- und Verschleißverhalten wurde bei der Siliziumnitridpaarung auf reibungsmindernde Hydroxidfilme auf den beanspruchten Oberflächen zurückgeführt, während sich bei der WC-12Co-Paarung Cobalt-Wolframatkomplexe mit niedriger Scherfestigkeit günstig auf die Reibungszahl auswirkten.

Bei den mit **Öl FVA Nr. 1 geschmierten Wälzversuchen** lag die quasi-stationäre Reibungszahl in Versuchsläufen mit 10% Schlupf bei allen Paarungen unterhalb 0,10, wobei sich die beiden keramischen Paarungen mit Werten der Reibungszahl unterhalb von 0,03 besonders für ölgeschmierte Systeme unter Wälzbeanspruchung anbieten. Mit Ausnahme der 17-4PH-Paarung zeigten alle Paarungen eine mit dem Schlupf zunehmende quasi-stationäre Reibungszahl. Die Stahlpaarung zeigte als einzige Paarung eine ausgeprägte Schädigung der beanspruchten Oberflächen. Die Reibungszahl war bei der ölgeschmierten WC-Co- und Si₃N₄-Paarung im Vergleich zu den wassergeschmierten Versuchen deutlich höher, was auf die in Wasser gebildeten Reaktionsfilme zurückzuführen war.

Eine **Erhöhung der Normalkraft** bei dem Schlupf von 10% führte bei allen ungeschmierten Wälzpaarungen in Luft zu einer Zunahme der Reibungszahl. Die WC-Co-Paarung zeichnete sich auch bei einer hohen Normalkraft von 2000 mN durch die niedrigste Reibungszahl von 0,33 bei nicht messbarem Verschleiß aus, während sich bei der Si₃N₄-Paarung ungünstig hohe Werte von 0,76 bei einem linearen Verschleißbetrag von 7,9 µm ergaben. Bei der Stahlpaarung führten Versuchsläufe bereits bei einer auf 1000 mN erhöhten Normalkraft zu linearen Verschleißbeträgen oberhalb 1 mm, so dass die Versuche vorzeitig abgebrochen wurden. Die Zirkonoxidpaarung ZN101B zeigte bei der Normalkraft von 1000 mN eine sehr hohe quasi-stationäre Reibungszahl von 1,1, welche auf eine kom-

pakte Deckschicht aus kompaktierten Verschleißpartikeln zurückgeführt wurde. Eine auf 2000 mN erhöhte Normalkraft führte zum Ablösen der Deckschicht und resultierte in einer Reibungszahl von 0,76.

Beim **Haftreibungsversuch** zur Charakterisierung des Anlaufverhaltens von Mikrosystemen zeigte sich die WC-Co und ZrO₂-Paarung mit Haftreibungszahlen μ_H unterhalb von 0,20 in allen untersuchten Medien als unkritisch. Das Anlaufverhalten war bei der Stahlpaarung 17-4PH ungeschmiert und unter Tauchschmierung mit destilliertem Wasser durch vergleichsweise hohe Haftreibungszahlen μ_H von 0,22 bzw. 0,78 gekennzeichnet. Bei der wassergeschmierten Si₃N₄-Paarung führten Siliziumhydroxidfilme, welche im Gleit- und Wälzkontakt die sehr niedrigen Reibungszahlen begünstigten, zu Haftreibungszahlen oberhalb von 0,65, so dass ebenfalls ein problematisches Anlaufverhalten zu erwarten ist.

Die Ergebnisse der durchgeführten Untersuchungen zeigten ein hohes Anwendungspotential von WC-Co-Hartmetall für ungeschmierte und mediengeschmierte mikromechanische Systeme. Zirkonoxid zeichnete sich für ölgeschmierte Systeme, für ungeschmierte wälzbeanspruchte Systeme mit niedrigem Schlupf sowie bei geringer Korngröße, hoher Zähigkeit und unter moderater Belastung auch für den ungeschmierten Gleitkontakt durch niedrige Reibungszahlen und einen hohen Verschleißwiderstand aus. Bei der wassergeschmierten Siliziumnitridpaarung wurden zwar sehr niedrige Reibungszahlen und ein hoher Verschleißwiderstand festgestellt, allerdings ist ein sicheres Anlaufen durch hohe Haftreibungszahlen als kritisch zu bewerten.

Literaturverzeichnis

- [1] FEYNMAN, R.P.: Da unten ist jede Menge Platz. In: ROBBINS, J. (Hrsg.): *Es ist so einfach: Vom Vergnügen, Dinge zu entdecken*. Piper, München, (2001).
- [2] GLEITER, H.: Materials with ultra-fine grain sizes. *Proceedings of the Second Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science*, Roskilde, (1981), 15–22.
- [3] GLEITER, H. ; MARQUARDT, P.: Nanokristalline Strukturen - ein Weg zu neuen Materialien? *Zeitschrift für Materialkunde* 75 (1984), 263–267.
- [4] BINNING, G. ; QUATE, C.F. ; GERBER, Ch.: Atomic Force Microscopy. *Phys. Rev. Lett.* 8 (1986), 930–933.
- [5] BMBF: Förderungsprogramm Mikrosystemtechnik 2004-2009, Bundesministerium für Bildung und Forschung, Bonn, (2004).
- [6] EU REPORT: Market Analysis for MEMS and Microsystems III. Nexus, Grenoble, France, (2005).
- [7] ZUM GAHR, K.-H.: Tribological aspects of microsystems. In: FUKUDA, T.; MENZ, W. (Hrsg.): *Handbook of Sensors and Actuators 6*, Elsevier, (1998), 83–113.
- [8] ZUM GAHR, K.-H. ; BLATTNER, R. ; HWANG, D.-H. ; PÖHLMANN, K.: Micro- and macro-tribological properties of SiC ceramics in sliding contact. *Wear* 250 (2001), 299–310.
- [9] KIM, S. ; ASAYA, D. ; DUGGER, M.: Nanotribology and MEMS. *nanotoday* 2 (2007), 22–29.
- [10] KATO, K.: Microtribology. *Tribotest* 12 No.3 (2006), 201–210.
- [11] SCHERGE, M.: Scale dependence of friction. *Proc. World Tribology Conference*, Wien, (2001), 489/1–489/7.
- [12] WANG, W. ; WANG, Y. ; BAO, H. ; XIONG, B. ; BAO, M.: Friction and wear properties in MEMS. *Sensors and Actuators A: Physical* 97–98 (2002), 486–491.
- [13] BHUSHAN, B. ; ISREALACHVILI, J. ; LANDMAN, U.: Nanotribology: friction, wear and lubrication on the atomic scale. *Nature* 374 (1995), 607–616.
- [14] MABOUDIAN, C. ; CARRARO, C.: Surface chemistry and tribology of MEMS. *Annual Review of Physical Chemistry* 55 (2004), 35–54.

- [15] PATTON, S.T. ; ZABINSKI, J.S.: Failure mechanisms of a MEMS actuator in very high vacuum. *Tribology International* 35 (2002), 373–379.
- [16] ALSEM, D. ; STACH, E. ; DUGGER, M. ; ENACHESCU, M. ; RITCHIE, R.: An electron microscopy study of wear in polysilicon microelectromechanical systems in ambient air. *Thin solid films* 515 (2007), 3259–3266.
- [17] ZSIDAI, L. ; DE BAETS, P. ; SAMYN, P. ; KALACSKA, G. ; VAN PETEGHEM, A.P. ; VAN PARYS, F.: The tribological behaviour of engineering plastics during sliding friction investigated with small-scale specimens. *Wear* 253 (2002), 673–688.
- [18] ROMIG, A.D. ; DUGGER, M.T. ; MCWORTHER, P.J.: Materials issues in microelectromechanical devices: science, engineering, manufacturability and reliability. *Acta Materialia* 51 (2003), 5837–5866.
- [19] VAN SPENGEN, W.M.: MEMS reliability from a failure mechanisms perspective. *Microelectronics Reliability* 43 (2003), 1049–1060.
- [20] JINESH, K.B. ; FRENKEN, J.W.M.: Capillary condensation in atomic scale friction: How water acts like a glue. *Physical Review Letters* 96 (2006), 166103/1–166103/4.
- [21] WILLIAMS, J.A. ; LE, H.R.: Tribology and MEMS. *Journal of Physics D: Applied Physics* 39 (2006), 201–214.
- [22] SPEARING, S.M.: Materials issues in microelectromechanical systems (MEMS). *Acta Materialia* 48 (2000), 179–196.
- [23] SPENGEN, W.M. ; FRENKEN, Joost W.M.: The Leiden MEMS tribometer: Real time dynamic friction loop measurements with an on-chip tribometer. *Tribology Letters* 28 (2007), 149–156.
- [24] GUO, Z. ; MENG, Y. ; SU, C. ; WU, H.: An on-chip micro-friction tester for tribology research of silicon based MEMS devices. *Microsystem Technologies* 14 (2008), 209–218.
- [25] ZAUNER, R. ; KORB, G.: Micro powder injection molding for microstructured components. *Proceedings of 16th International PLANSEE Seminar, Reutte, (2005)*.
- [26] KAMEO, K. ; NISHIYABU, K. ; FRIEDRICH, K. ; TANAKA, S. ; TANIMOTO, T.: Sliding wear behavior of stainless steel parts made by metal injection molding (MIM). *Wear* 260 (2006), 674–686.
- [27] HESSELBACH, J. ; RAATZ, A. ; WREGE, J. ; HERRMANN, H. ; WEULE, H. ; BUCHHOLZ, C. ; TRITSCHLER, H. ; KNOLL, M. ; ELSNER, J. ; KLOCKE, F. ; WECK, M. ; VON BODENHAUSEN, J. ; VON KLITZING, A.: mikroPRO - Untersuchungen zum internationalen Stand der Mikroproduktionstechnik. *wt Werkstattstechnik online* 3 (2003), 119–128.

- [28] LONG-SHEN, F. ; YU-CHONG, T. ; MULLER, R.S.: IC-processed electrostatic micromotors. *Sensors and Actuators* 20 (1989), 41–47.
- [29] YU-CHONG, T. ; MULLER, R.S.: IC-processed electrostatic synchronous micromotors. *Sensors and Actuators* 20 (1989), 49–55.
- [30] EHRFELD, W.: *Handbuch Mikrotechnik*. Carl Hanser Verlag, München, (2002).
- [31] SCHAUMBURG, H.: *Halbleiter*. Teubner-Verlag, Stuttgart, (1991).
- [32] ZIEBERT, C. ; ULRICH, S.: Hard multilayer coatings containing TiN and/or ZrN: A review and recent progress in their nanoscale characterization. *Journal of Vacuum science and Technology A* 24 (2006), 554–583.
- [33] MARTINHO, R.P. ; SILVA, F.J.G. ; BAPTISTA, A.P.: Wear behaviour of uncoated and diamond coated Si₃N₄ tools under severe turning conditions. *Wear* 263 (2007), 1417–1422.
- [34] LÖCHEL, B. ; BEDNARZIK, M. ; WABERSKI, C.: Anwendung des Direkt-LIGA-Verfahrens zur Herstellung von Mikrostrukturen mit hohem Aspektverhältnis. *Galvanotechnik* 11 (2007), 2816–2822.
- [35] BACHER: Mikrosystemtechnik - Erfolgsgeschichte LIGA-Technik. *Galvanotechnik* 7 (2008), 1790–1794.
- [36] WENGENMAYR, R.: Mikrobauteile - Höchste Präzision in Serie. *Handelsblatt* vom 13. August (2008).
- [37] BECKER, E.W. ; EHRFELD, W. ; MÜNCHMEYER, D. ; BETZ, H. ; HEUBERGER, A. ; PONGRATZ, S. ; GLASHAUSER, W. ; MICHEL, H.J. ; SIEMENS, R.: Production of separation-nozzle systems for uranium enrichment by a combination of X-ray lithography and galvanoplastics. *Naturwissenschaften* 69 (1982), 520–523.
- [38] BECKER, E.W. ; EHRFELD, W. ; HAGMANN, P. ; MANER, A. ; MÜNCHMEYER, D.: Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofforming, and plastic moulding (LIGA Process). *Microelectronic Engineering* 4 (1986), 35–56.
- [39] KIRSCH, U. ; DEGEN, R.: Wirtschaftliche Herstellung von Mikrozahlrädern durch galvanische Abformung. *Oberflächen* 2 (2008), 9–11.
- [40] KOUBA, J. ; ENGELKE, R. ; BEDNARZIK, M. ; AHRENS, G. ; SCHEUNEMANN, H.-U. ; GRUETZNER, G. ; LOECHEL, B. ; MILLER, H. ; HAASE, D.: SU-8: promising resist for advanced direct LIGA applications for high aspect ratio mechanical microparts. *Microsystem Technologies* 13 (2007), 311–317.

- [41] UHLMANN, E. ; PILTZ, S. ; SCHAUER, K.: Mikrozerspanung metallischer Verbundwerkstoffe. *wt Werkstattstechnik online* 11 (2002), 639–644.
- [42] SCHMIDT, J. ; TRITSCHLER, H.: Micro cutting of steel. *Microsystem Technologies* 10 (2004), 167–174.
- [43] DENKANA, B. ; HOFFMEISTER, H.-W. ; REICHSTEIN, M. ; ILLENSEER, S.: Process development in machining of micro guideways. *Microsystem Technologies* 10 (2004), 257–260.
- [44] UHLMANN, E. ; PILTZ, S. ; DOLL, U.: Funkenerosion in der Mikrotechnik. *wt Werkstattstechnik online* 12 (2001), 733–737.
- [45] MICHEL, F. ; KOCH, O. ; KUNZ, S. ; GRUBER, H.-P.: Mikrofunkenerodieren. *wt Werkstattstechnik online* 12 (2001), 738–742.
- [46] SCHMIDT, J. ; SIMON, M. ; TRITSCHLER, H. ; EBNER, R.: μ -Fräsen und μ -Erodieren für den Formenbau. *wt Werkstattstechnik online* 12 (2001), 743–746.
- [47] PFLEGING, W. ; BERNAUER, W. ; HANEMANN, T. ; TORGE, M.: Rapid fabrication of microcomponents - UV-laser assisted prototyping, laser micro-machining of mold inserts and replication via photomoldings. *Microsystem Technologies* 9 (2002), 67–74.
- [48] PFLEGING, W. ; SCHALLER, T.: Mikromaterialbearbeitung durch spanabhebende und lasergestützte Verfahren. *Forschungszentrum Karlsruhe - Nachrichten* 2-3 (2002), 210–220.
- [49] BAUMEISTER, G. ; MÜLLER, K. ; RUPRECHT, R. ; HAUSSELT, J.: Production of metallic high aspect ratio microstructures by microcasting. *Microsystem Technologies* 8 (2002), 105–108.
- [50] BAUMEISTER, G. ; RUPRECHT, R. ; HAUSSELT, J.: Microcasting of parts made of metal alloys. *Microsystem Technologies* 10 (2004), 261–264.
- [51] BAUMEISTER, G. ; OKOLO, B. ; RÖGNER, J.: Microcasting of Al bronze—Influence of casting parameters on the microstructure and the mechanical properties. *Microsystem Technologies* 14 (2008), 1647–1655.
- [52] RUPRECHT, R. ; GIETZELT, T. ; MÜLLER, K. ; PIOTTER, V. ; HAUSSELT, J.: Injection molding of microstructured components from plastics, metals and ceramics. *Microsystem Technologies* 8 (2002), 351–358.
- [53] ROTA, A. ; DUONG, T.V. ; HARWIG, T.: Micro powder metallurgy for the replicative production of metallic microstructures. *Microsystem Technologies* 8 (2002), 323–325.

- [54] CORT, H. ; ENDERS, M.: Large scale production of stainless steel gears by metal injection moulding. *Proceedings of the International Conference on Powder Metallurgy*, Paris, (1994).
- [55] TAY, B.Y. ; LIU, L. ; LOH, N.H. ; TOR, S.B. ; MURAKOSHI, Y. ; MAEDA, R.: Injection molding of 3D microstructures by micro-PIM. *Microsystem Technologies* 11 (2005), 210–213.
- [56] PFLEGING, W. ; HANEMANN, T. ; TORGE, M. ; BERNAUER, W.: Rapid fabrication and replication of metal, ceramic and plastic mould inserts for application in microsystem technologies. *Journal of Mechanical Engineering Science* 217 (2003), 53–63.
- [57] BAUER, W. ; KNITTER, R. ; MÜLLER, M. ; RITZHAUPT-KLEISSL, H.-J.: Prototypenfertigung keramischer Mikrobauerteile. *Fortschrittsberichte der DKG* 19 (2005), 113–121.
- [58] BAUER, W. ; GOMEZ, M. ; VALCARCEL, V. ; CERECEDO, C. ; GUITIAN, F. ; PELTSMAN, M. ; ZORZI, J.E.: Advancing components with low-pressure injection molding. *Ceramic Industry* 156 (2006), 22–26.
- [59] PIOTTER, V. ; BAUER, W. ; HANEMANN, T. ; HECKELE, M. ; MÜLLER, C.: Replication technologies for HARM devices: status and perspectives. *Microsystem Technologies* 14 (2008), 1599–1605.
- [60] NYBORG, L. ; CARLSTRÖM, E. ; WARREN, A. ; BERTILSSON, H.: Guide to injection moulding of cermics and hardmetals: special consideration of fine powders. *Powder Metallurgy* 41 (1998), 41–45.
- [61] HELDELE, R. ; RATH, S. ; MERZ, L. ; BUTZBACH, R. ; HAGELSTEIN, M. ; HAUSSELT, J.: X-ray tomography of powder injection moulded micro parts using synchrotron radiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 246 (2006), 211–216.
- [62] BAUER, W. ; HANEMANN, T. ; HELDELE, R. ; MÜLLER, M.: Erfahrungen zum Einsatz von niedrigviskosen Bindersystemen beim Spritzgießen von keramischen Mikrobauerteilen. *Tagungsband GMM-Workshop Technologien und Werkstoffe der Mikro- und Nanosystemtechnik*. VDE Verlag GmbH, Berlin, (2007), 89–95.
- [63] HANEMANN, T.: Influence of dispersants on the flow behaviour of unsaturated polyester-alumina-composites. *Composites A: Applied Science and Manufacturing* 37 (2006), 735–741.
- [64] HANEMANN, T.: Viscosity change of unsaturated polyester-alumina-composites using polyethylene glycol alkyl ether based dispersants. *Composites A: Applied Science and Manufacturing* 37 (2006), 2155–2163.

- [65] MERZ, L. ; RATH, S. ; PIOTTER, V. ; RUPRECHT, R. ; HAUSSELT, J.: Advanced materials for micro powder injection molding. *Materials Science Forums* 426-432 (2003), 4227–4232.
- [66] GARVIE, R.C. ; HANNIK, R.H. ; PASCOE, R.T.: Ceramic steel? *Nature* 258 (1975), 703–704.
- [67] SCOTT, H.G.: Phase relationship in zirconia-yttria systems. *Journal of Materials Science* 10 (1975), 1527–1537.
- [68] BUTLER, E.P.: Transformation-toughened zirconia ceramics. *Materials Science and Technology* 1 (1985), 417–432.
- [69] BOCANEGRA-BERNAL, M.H. ; DIAZ DE LA TORRE, S.: Phase transitions in zirconium dioxide and related materials for high performance engineering ceramics. *Journal of Materials Science* 37 (2002), 4947–4971.
- [70] BASU, B.: Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. *International Materials Reviews* 50 (2005), 239–256.
- [71] NETTLESHIP, I. ; STEVENS, R.: Tetragonal Zirconia Polycrystal (TZP) - a review. *Int. Journal of High Technology Ceramics* 3 (1987), 1–32.
- [72] BIELER, T.R. ; MISHRA, R.S. ; MUKHERJEE, A.K.: Superelasticity in hard-to-machine materials. *Annual Review of Materials Science* 26 (1996), 75–106.
- [73] ZERR, A. ; MIEHE, G. ; SERGHIOUM, G. ; SCHWARZ, M. ; KROKE, E. ; RIEDEL, R. ; FUESS, H. ; KROLL, P. ; BOEHLER, R.: Synthesis of cubic silicon nitride. *Nature* 400 (1999), 340–342.
- [74] NITTLER, L.R. ; HOPPE, P. ; ALEXANDER, C. ; AMARI, ; EBERHARDT, P. ; GAO, X. ; LEWIS, R. ; STREBEL, R. ; WALKER, R.M. ; ZINNER, E.: Silicon nitride from supernovae. *The Astrophysical Journal* 453 (1995), 25–27.
- [75] MELENDEZ-MARTINEZ, J.J. ; DOMINGUEZ-RODRIGUEZ, A.: Creep of silicon nitride. *Progress in Materials Science* 49 (2004), 19–107.
- [76] BREVIER: *Technische Keramik*. Verband der Keramischen Industrie e.V., Lauf a.d. Pegnitz, (1999).
- [77] KHADER, I. ; GUMBSCH, P. ; KAILER, A.: Damage mechanisms of silicon nitride rolls in hot rolling of copper wire. *Proc. Tribologie-Fachtagung, Gesellschaft für Tribologie e.V., Göttingen* (2007), 73/1–73/14.
- [78] RILEY, F.L.: Silicon nitride and related materials. *Journal of the American Ceramic Society* 83 (2000), 245–265.

- [79] HÖLTKEMEIER, K.-U.: Keramische Werkstoffe in Konstruktion und Entwicklung. *Konstruktionpraxis* vom 4. Oktober (2007).
- [80] OKADA, A.: Automotive and industrial applications of structural ceramics in Japan. *Journal of the European Ceramic Society* 28 (2008), 1097–1104.
- [81] TIETZ, H.D.: *Technische Keramik: Aufbau, Eigenschaften, Herstellung, Bearbeitung, Prüfung*. VDI Verlag, Düsseldorf, 1994.
- [82] GLEMSER, O. ; NAUMANN, E.: Über den thermischen Abbau von Siliciumdiimid $\text{Si}(\text{NH})_2$. *Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie* 298 (1959), 134–141.
- [83] FRANZ, G. ; SCHÖNFELDER, L. ; WINKEL, U.: Synthesis of fine grained Si_3N_4 -powders. *Proceedings of the 2nd International Symposium on Ceramic Materials and Components for Engines*, Travemünde, Deutsche Keramische Gesellschaft, (1986), 117–124.
- [84] LANGE, H. ; WÖTTING, G. ; WINTER, G.: Silicon nitride - from powder synthesis to ceramic materials. *Angewandte Chemie International Edition* 30 (1991), 1579–1597.
- [85] KINGERY, W.D.: Densification during sintering in the presence of a liquid phase. I. Theory. *J. Appl. Phys.* 30 (1959), 301–306.
- [86] KINGERY, W.D. ; NARASIMHAN, M.D.: Densification during sintering in the presence of a liquid phase. II. Experimental. *J. Appl. Phys.* 30 (1959), 307–310.
- [87] HERMANN, M.: *Siliziumnitridwerkstoffe*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1994, 395–432.
- [88] BECHER, P.F.: Microstructural design of toughened ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* 74 (1991), 255–269.
- [89] HORNBOGEN, E.: Precipitation from binary substitutional solid solutions of α -Fe. In: Speich, G.R. ; Clark, J.B. (Hrsg.): *Precipitation in Iron Base Alloys*, Gordon and Breach, New York, (1965), 1–67.
- [90] CZICHOS, H. ; HABIG, K.-H.: *Tribologie Handbuch: Reibung und Verschleiß; Systemanalyse, Prüftechnik, Werkstoffe und Konstruktionselemente*. Vieweg-Verlag, Braunschweig, (1992).
- [91] PIGORS, O.: *Werkstoffe in der Tribotechnik*. Deutscher Verlag für Grundstofftechnik, Leipzig, Stuttgart, (1993).
- [92] JOST, P.: *Lubrication (tribology) - A report on the present position and industry's needs*. HER MAJESTY'S STATIONARY OFFICE (Hrsg.), Department of education and science, London, (1966).

- [93] GFT ARBEITSBLATT 7: *Tribologie: Definitionen, Begriffe, Prüfung*. Gesellschaft für Tribologie, Moers (2002).
- [94] BHUSHAN, B.: *Introduction to Tribology*. Wiley, New York, (2002).
- [95] DIN 50323, Teil 1 (zurückgezogen): *Tribologie, Begriffe*. Beuth Verlag GmbH, Berlin (1988).
- [96] ZUM GAHR, K.-H.: Microstructure and wear of materials. *Wear* 126 (1988), 111–112.
- [97] DOWSON, D.: *History of Tribology*. Longman, London, (1979).
- [98] BARTZ, W.J.: History of tribology: the bridge between the classical antiquity and the 21st century. *Proc. 2nd World Tribology Congress (WTC)*, Wien, (2001).
- [99] BAUMGARTNER, W. ; SAXE, F. ; WETH, A. ; HAJAS, D. ; SIGUMONRONG, D. ; EM-MERLICH, J. ; SINGHEISER, M. ; BÖHME, W. ; SCHNEIDER, J.M.: The sandfish skin: Morphology, chemistry and reconstruction. *Journal of Bionic Engineering* 4 (2007), 1–9.
- [100] BOWDEN, F.P. ; TABOR, D.: *The Friction and Lubrication of Solids, 2nd Edition*. Clarendon Press, Oxford, (1954).
- [101] DIN 50 320 (zurückgezogen): *Verschleiß, Begriffe, Systemanalyse von Verschleißvorgängen, Gliederung des Verschleißgebietes*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, (1979).
- [102] VDI-GESELLSCHAFT WERKSTOFFTECHNIK: *VDI 3822 Blatt 5: Schadensanalyse - Schäden durch tribologische Beanspruchungen*. Beuth Verlag, Berlin, (1999).
- [103] ZUM GAHR, K.-H.: *Reibung und Verschleiß: Ursachen, Arten, Mechanismen*. DGM e.V., Oberursel, 1992.
- [104] KLAFFKE, D.: Tribologie keramischer Werkstoffe. In ZUM GAHR, K.-H.: *Reibung und Verschleiß*. DGM e.V., Oberursel, (1992), 53–63.
- [105] BUNDSCHUH, W. ; ZUM GAHR, K.-H.: Influence of porosity on friction and sliding wear of tetragonal zirconia polycrystal. *Wear* 151 (1991), 175–191.
- [106] PETER, E.: Lasermodifizieren von Al₂O₃-Keramik und tribologische Charakterisierung, *Berichte aus dem Institut für Werkstoffkunde II, No. 001, Dissertation Universität Karlsruhe (TH)*, (2005).
- [107] HEINCKE, G.: *Tribochemistry*. Carl Hanser Verlag, München, (1984).
- [108] FISCHER, T.E.: Tribochemistry. *Annual Review of Materials Science* 18 (1988), 303–323.
- [109] STRIBECK, R.: Die wesentlichen Eigenschaften der Gleit- und Rollenlager. *Zeitschrift des Vereines Deutscher Ingenieure* 46 (1902), 1432–1437.

- [110] ZIEBERT, C. ; ZUM GAHR, K.-H.: Microtribological properties of two-phase Al₂O₃ ceramic studied by AFM and FFM in air of different relative humidity. *Tribology Letters* 17 (2004), 901–909.
- [111] MCGUIGGAN, P. ; ZHANG, J. ; HSU, S.: Comparison of friction measurements using the atomic force microscope and the surface forces apparatus: the issue of scale. *Tribology Letters* 10 (2001), 217–223.
- [112] KRIM, J.: Friction at macroscopic and microscopic length scales. *Am. J. Phys.* (2002), 890–897.
- [113] ADAMS, J. ; HECTOR JR., L. ; SIEGEL, D. ; YU, H. ; ZHONG, J.: Adhesion, lubrication and wear on the atomic scale. *Surface and Interface Analysis* 31 (2001), 619–626.
- [114] KANEKO, R.: Some recent progress in microtribology in Japan. *Tribology Letters* 9 (2000), Nr. 1-2, 89–96.
- [115] RAVIV, U. ; PERKIN, S. ; LAURAT, P. ; KLEIN, J.: Fluidity of water confined down to subnanometer films. *Langmuir* 20 (2004), 5322–5332.
- [116] BHUSHAN, B. ; LIU, H. ; HSU, S.: Adhesion and friction studies of silicon and hydrophobic and low friction films and investigation of scale effects. *ASME Journal of Tribology* 126 (2004), 583–590.
- [117] YOON, E. ; SINGH, R. ; OH, H. ; KONG, H.: The effect of contact area on nano/micro-scale friction. *Wear* 259 (2005), 1424–1431.
- [118] ALSEM, D.H. ; DUGGER, M.T. ; STACH, E.A. ; RITCHIE, R.O.: Micron-scale friction and sliding wear of polycrystalline silicon thin structural films in ambient air. *Journal of Microelectromechanical Systems* 17 (2008), 1144–1154.
- [119] BHUSHAN, B. ; ISRAELACHVILI, J. ; LANDMAN, U.: Nanotribology: friction, wear and lubrication at the atomic scale. *Nature* 374 (2002), 607 – 616.
- [120] BHUSHAN, B.: Nanotribology and nanomechanics of MEMS/NEMS and BioMEMS/BioNEMS materials and devices. *Microelectronic Engineering* 84 (2007), 387–412.
- [121] BEERSCHWINGER, U. ; REUBEN, R. ; YAN, S.: Frictional study of micromotor bearings. *Sens. Actuators A* 63 (1997), 229–241.
- [122] DE BOER, M.P. ; LUCK, D.L. ; ASHURST, W.R. ; MABOUDIAN, R. ; CORWIN, A.D. ; WALRAVEN, J.A. ; REDMOND, J.M.: High-performance surface-micromachined inchworm actuator. *Journal of Microelectromechanical Systems* 13 (2004), 63–74.

- [123] NEEYAKORN, W. ; VARMA, M. ; JAYE, C. ; BURNETTE, J.E. ; LEE, S.M. ; NEMANICH, R.J. ; GRANT, C.S. ; KRIM, J.: Dynamics of vapor-phase organophosphates on silicon and OTS. *Tribology Letters* 27 (2007), 269–276.
- [124] PATTON, ; COWAN, W. ; EAPEN, K. ; ZABINSKI, J.: Effect of surface chemistry on the tribological performance of a MEMS electrostatic lateral output motor. *Tribology Letters* 9 (2000), 199–209.
- [125] LIN, T. ; MODAFE, A. ; SHAPIRO, B. ; GHODSSI, R.: Characterization of dynamic friction in MEMS-based microball bearings. *IEEE Transactions on instrumentation and measurement* 53 (2004), 839–846.
- [126] ASAY, D. ; DUGGER, M. ; KIM, S.: In-situ vapor-phase lubrication of MEMS. *Tribology Letters* 29 (2008), 67–74.
- [127] BARRIGA, J. ; FERNANDEZ-DIAZ, B. ; JUARROS, A. ; AHMED, S.I.-U. ; ARANA, J.L.: Microtribological analysis of gold and copper contacts. *Tribology International* 40 (2007), 1526–1530.
- [128] MAZERAN, P.E. ; BEYAOUI, M.: Initiation of sliding of an elastic contact at a nanometer scale under a scanning force microscope probe. *Tribology Letters* 30 (2008), 1–11.
- [129] TAMBE, N.S. ; BHUSHAN, B.: Nanowear mapping: A novel atomic force microscopy based approach for studying nanoscale wear at high sliding velocities. *Tribology Letters* 20 (2005), 83–90.
- [130] PÖHLMANN, K. ; ZUM GAHR, K.-H.: Mikrotribologische Modelluntersuchungen an einkristallinem SiC nach thermischer Oxidationsbehandlung. *Z. Metallkunde* 91 (2000), 544–551.
- [131] PÖHLMANN, K. ; BHUSHAN, B. ; ZUM GAHR, K.-H.: Effect of thermal oxidation indentation and scratching of single-crystal silicon carbide on microscale. *Wear* 237 (2000), 116–128.
- [132] MATE, C.M.: On the road to an atomistic- and molecular-level understanding of friction. *MRS Bulletin* 27:12 (2002), 967–971.
- [133] KRIM, J.: QCM tribology studies of thin adsorbed films. *nanotoday* 2 (2007), 38–43.
- [134] BOROVSKY, B. ; BOOTH, A. ; MANLOVE, E.: Observation of microslip dynamics at high-speed microcontacts. *Applied Physics Letters* 91 (2007), 114101/1–114101/3.
- [135] BERG, S. ; JOHANNSMANN, D.: High speed microtribology with quartz crystal resonators. *Physical Review Letters* 91 (2003), 45505/1–45505/4.

- [136] TABOR, D. ; WINTERTON, R.: Surface force: direct measurement of normal and retarded van der Waals forces. *Nature* 219 (1968), 1120–1121.
- [137] VARENBERG, M. ; PERESSADKO, A. ; GORB, S. ; ARZT, E. ; MROTZEK, S.: Advanced testing of adhesion and friction with a microtribometer. *Review of Scientific Instruments* 77 (2006), 066105.
- [138] FLATERA, E. ; CORWIN, A. ; DE BOER, M. ; CARPICK, R.: In situ wear studies of surface micromachined interfaces subject to controlled loading. *Wear* 260 (2006), 580–593.
- [139] GEE, M.G. ; GEE, A.D.: A cost effective test system for micro-tribology experiments. *Wear* 263 (2007), 1184–1491.
- [140] MOLLENHAUER, O. ; AHMED, S.I.-U. ; SPILLER, F. ; HAEFKE, H.: High-precision positioning and measurement systems for microtribotesting. *Tribotest* 12 (2006), 189–199.
- [141] KANEKO, R. ; UMEMURA, ; HIRANO, M. ; ANDOH, Y. ; MIYAMOTO, T. ; FUKUI, S.: Recent progress in microtribology. *Wear* 200 (1996), 296–304.
- [142] KOLBE, G.: Tribologische Eigenschaften einer superelastischen Formgedächtnislegierung NiTi sowie der reinen Metalle Ni und Ti bei ungeschmierter Gleitbeanspruchung im Mikrokontakt. *Wissenschaftliche Berichte, Forschungszentrum Karlsruhe FZKA 6094* (1998).
- [143] HERZ, J. ; SCHNEIDER, J. ; ZUM GAHR, K.-H.: Tribologisches Verhalten von ZrO₂-Keramik unter wassergeschmierter Gleit- und Wälzbeanspruchung für mikromechanische Systeme. *Proc. Tribologie Fachtagung, GfT, Gesellschaft für Tribologie e.V., Göttingen* (2002), 9/1–9/10.
- [144] HERZ, J. ; SCHNEIDER, J. ; ZUM GAHR, K.-H.: Tribologische Untersuchungen an Gleitparungen aus ZrO₂, POM und Stahl für den Einsatz als wassergeschmierte mikromechanische Bauteile. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 33 (2002), 415–424.
- [145] SCHNEIDER, J. ; ZUM GAHR, K.-H. ; HERZ, J.: Tribological characterization of mold inserts and micro components. *Advanced Micro and Nano Systems* 3 (2005), 579–604.
- [146] HERZ, J. ; SCHNEIDER, J. ; ZUM GAHR, K.-H.: Microtribological characterisation of ceramic materials under sliding and slip-rolling conditions. *Proc. MICRO.tec 2003, VDE Verlag GmbH, Berlin* (2003), 375–380.
- [147] HERZ, J. ; SCHNEIDER, J. ; ZUM GAHR, K.-H.: Tribologische Charakterisierung von Werkstoffen für mikrotechnische Anwendungen. *Proc. Tribologie Fachtagung 2004, GfT, Gesellschaft für Tribologie e.V., Göttingen* (2004), 1–10.

- [148] BECK, T. ; SCHNEIDER, J. ; SCHULZE, V.: Characterisation and testing of micro specimen. *Microsystem Technologies* 10 (2004), 227–232.
- [149] KOLBE, G. ; ZUM GAHR, K.-H.: Tribologische Untersuchungen an einer NiTi-Formgedächtnislegierung sowie an Ni und Ti unter Variation der Belastung. *Zeitschrift für Metallkunde* 89 (1998), 343–350.
- [150] KATO, K. ; ADACHI, K.: Wear of advanced ceramics. *Wear* 253 (2002), 1097–1104.
- [151] WOYDT, M. ; KLAFFKE, D. ; HABIG, K.-H. ; CZICHOS, H.: Tribological transition phenomena of ceramic materials. *Wear* 136 (1990), 373–380.
- [152] HUTCHINGS, I.M.: Ductile-brittle transitions and wear maps for the erosion and abrasion of brittle materials. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 25 (1992), 212–221.
- [153] PASARIBU, H.R. ; SLOETJES, J.W. ; SCHIPPER, D.J.: The transition of mild to severe wear of ceramics. *Wear* 256 (2004), 585–591.
- [154] JAHANMIR, S.: Wear transitions and tribochemical reactions in ceramics. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology* 216 (2002), 371–385.
- [155] XU, J.G. ; KATO, K. ; HIRAYAMA, T: The transition of wear mode during the running-in process of silicon nitride sliding in water. *Wear* 205 (1997), 55–63.
- [156] LORENZO-MARTIN, C. ; AJAYI, O.O. ; SINGH, D. ; ROUTBORT, J.L.: Evaluation of scuffing behavior of single-crystal zirconia ceramic materials. *Wear* 263 (2007), 872–877.
- [157] NOVAK, S. ; DRAZIC, G. ; KALIN, M.: Structural changes in ZrO₂ ceramics during sliding under various environments. *Wear* 259 (2005), 562–568.
- [158] BUNDSCHUH, W. ; ZUM GAHR, K.-H.: Einfluß der Korngröße auf Reibung und Gleitverschleiß von TZP-ZrO₂-Keramik bei Festkörper- und Mischreibung. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 24 (1993), 12–19.
- [159] AKIMOV, G.Y. ; MARININ, G.A. ; CHAIKA, E.V.: The role of porosity in the phase composition evolution and texture formation at the friction surface of partially stabilized tetragonal zirconia ceramics. *Technical Physics Letters* 32 (2006), 49–54.
- [160] WOYDT, M. ; KADOORI, J. ; HABIG, K.-H. ; HAUSNER, H.: Unlubricated sliding wear behaviour of various zirconia-based ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* 7 (1991), 135–145.
- [161] RAINFORTH, W.M. ; STEVENS, R.: Transmission electron microscopy of worn zirconia surfaces. *Journal of Materials Research* 13 (1998), 396–405.

- [162] RAINFORTH, W.M.: The wear behaviour of oxide ceramics - a review. *Journal of Materials Science* 39 (2004), 6705–6721.
- [163] LAWSON, S.: Environmental degradation of zirconia ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* 15 (1995), 485–502.
- [164] KIMEL, R.A. ; ADAIR, J.H.: Aqueous degradation and chemical passivation of yttria-tetragonally-stabilized zirconia at 25 °C. *Journal of the American Ceramic Society* 85 (2002), 1403–1408.
- [165] ZIMMERMANN, D.: Keramische Bauteile für hochbeanspruchte Kleinantriebe. *F&M Feinwerktechnik* 105 (1996), 217–220.
- [166] PICON, C. ; MACCAURO, G.: Review: Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 20 (1999), 1–25.
- [167] BECHER, P.F. ; SWAIN, M.V.: Grain-size-dependent transformation behavior in polycrystalline tetragonal zirconia. *Journal of the American Ceramic Society* 75 (1992), 493–502.
- [168] HANNINK, R.H.J. ; SWAIN, M.V.: Progress in transformation toughening of ceramics. *Annual Review of Materials Science* 24 (1994), 359–408.
- [169] MESSERSCHMIDT, U. ; BAITHER, D. ; BAUFELD, B. ; BARTSCH, M.: Plastic deformation of zirconia single crystals: A review. *Materials Science and Engineering A* 233 (1997), 61–74.
- [170] BAITHER, D. ; BARTSCH, M. ; BAUFELD, B. ; TIKHONOVSKY, A. ; FOITZIK, A. ; RÜHLE, M. ; MESSERSCHMIDT, U.: Ferroelastic and plastic deformation of t'-zirconia single crystals. *Journal of the American Ceramic Society* 84 (2001), 1755–1762.
- [171] CHIEN, F. ; UBIC, F. ; PRAKASH, V. ; HEUER, A.: Stress-induced martensitic transformation and ferroelastic deformation adjacent microhardness indents in tetragonal zirconia single crystals . *Acta Materialia* 46 (1998), 2151–2171.
- [172] FISCHER, T.E. ; ANDERSON, M.P. ; JAHANMIR, S.: Influence of fracture toughness on the wear reduction of yttria doped zirconium oxide. *Journal of the American Ceramic Society* 72 (1989), 252–257.
- [173] BIRKBY, I. ; HARRISON, P. ; STEVENS, R.: The effect of surface transformation on the wear behaviour of zirconia TZP ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* 5 (1989), 37–45.
- [174] RATNARAJAN, R. ; LAWSON, ; GILL, C.: Low amplitude oscillatory wear in yttria-stabilized zirconia. *Key Engineering Materials* 99-100 (1995), 291–300.

- [175] LI, J.F. ; ONO, M. ; WATANABE, R. ; WADA, S.: Hertzian contact fatigue test of Y-PSZ and Y-PSZ/ Al_2O_3 ceramics in hot water. *Journal of the Ceramic Society of Japan* 107 (1999), 913–917.
- [176] BASU, B. ; VLEUGELS, J. ; VAN DER BIEST, O.: Microstructure-toughness-wear relationship of tetragonal zirconia ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* 24 (2004), 2031–2040.
- [177] YANG, C. ; WEI, W.: Effects of material properties and testing parameters on wear properties of fine-grain zirconia (TZP). *Wear* 242 (2000), 97–104.
- [178] HE, Y.J. ; WINNUBST, L. ; BURGGRAAF, A.J. ; VERWEIJ, H. ; VAN DER VARST, P.G.T. ; DE WITH, B. : Grain-size dependence of sliding wear in tetragonal zirconia polycrystals. *Journal of the American Ceramic Society* 79 (1996), 3090–3096.
- [179] EFFNER, U. ; WOYDT, M.: Importance of machining on tribology of lubricated slip-rolling contacts of Si_3N_4 , SiC, Si_3N_4 -TiN and ZrO_2 . *Wear* 216 (1998), 123–130.
- [180] WANG, L. ; SNIDLE, R.W. ; GUA, L.: Rolling contact silicon nitride bearing technology: A review of recent research. *Wear* 246 (2000), 159–173.
- [181] MURATOV, V.A. ; FISCHER, T.E.: Tribochemical Polishing. *Annual Review of Materials Science* 30 (2000), 27–51.
- [182] FISCHER, T.E. ; ZHU, Z. ; KIM, H. ; SHIN, D.S.: Genesis and role of wear debris in sliding wear of ceramic. *Wear* 245 (2000), 53–60.
- [183] RANI, D. ; YOSHIKAWA, Y. ; HYUGA, H. ; HIRAO, K. ; YAMAUCHI, Y.: Tribological behavior of ceramic materials (Si_3N_4 and SiC and Al_2O_3) in aqueous medium. *Journal of the European Ceramic Society* 24 (2004), 3279–3284.
- [184] TOMIZAWA, H. ; FISCHER, T.E.: Friction and wear of Silicon nitride and silicon carbide in water: hydrodynamic lubrication at low sliding speed obtained by tribochemical wear. *ASLE Transactions/Tribology Transactions* 30 (1987), 41–46.
- [185] HENCH, L. ; VASCONCELOS, W.: Gel-silica science. *Annual Review of Materials Science* 20 (1990), 269–298.
- [186] WALSH, T. ; WILSON, M. ; SUTTON, A.: Hydrolysis of the amorphous silica surface. II. Calculation of activation barriers and mechanisms. *Journal of Chemical Physics* 113 (2000), 9191–9200.
- [187] TAKADOUM, J. ; HOUMID-BENNANI, H. ; MAIREY, D.: The wear characteristics of silicon nitride. *Journal of the European Ceramic Society* 18 (1998), 553–556.

- [188] BOLIS, V. ; FUBINI, B. ; COLUCCIA, S. ; MOSTACCI, E.: Surface hydration of crystalline and amorphous silicas. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 30 (1985), 1283–1292.
- [189] BOLIS, V. ; FUBINI, B. ; MARCHESE, L. ; MARTRA, G. ; COSTAT, D.: Hydrophilic and hydrophobic sites on dehydrated crystalline and amorphous silicas. *Journal of the Chemical Society Faraday Transactions* 87 (1991), 497–505.
- [190] HYUGA, H. ; HIRAO, K. ; JONES, M.I. ; YAMAUCHI, Y.: Processing and tribological properties of Si₃N₄/carbon short fiber composites. *Journal of the American Ceramic Society* 86 (2003), 1081–1087.
- [191] NAKAMURA, M. ; HIRAO, K. ; YAMAUCHI, Y. ; KANZAKI, S.: Tribological properties of unidirectionally aligned silicon nitride. *Journal of the American Ceramic Society* 84 (2001), 2579–2584.
- [192] CARRAPICHANO, J.M. ; GOMES, J.R. ; SILVA, R.F.: Tribological behaviour of Si₃N₄-BN ceramic materials for dry sliding applications. *Wear* 253 (2002), 1070–1076.
- [193] FISCHER, T.E. ; TOMIZAWA, H.: Interaction of tribochemistry and microfracture in the friction and wear of silicon nitride. *Wear* 105 (1985), 29–45.
- [194] DESA, O. ; BAHADUR, S.: Material removal and subsurface damage studies in dry and lubricated single-point scratch tests on alumina and silicon nitride. *Wear* 225 (1999), 1264–1275.
- [195] GOMES, J.R. ; OLIVEIRA, F.J. ; SILVA, R.F. ; OSENDI, M.I. ; MIRANZO, P.: Effect of β -Si₃N₄-phase ratio and microstructure on the tribological behaviour up to 700 °C. *Wear* 239 (2000), 59–68.
- [196] HSU, S.M. ; SHEN, M.C.: Ceramic wear maps. *Wear* 200 (1996), 154–175.
- [197] ANDERSSON, P. ; HOLMBERG, K.: Limitations on the use of ceramics in unlubricated sliding applications due to transfer layer formation. *Wear* 175 (1994), 1–8.
- [198] WOYDT, M. ; SKOPP, A. ; DÖRFEL, I. ; WITTKE, K.: Ceramic and ceramic composite materials with improved friction and wear properties. *Tribology Transactions* 38 (1995), 233–242.
- [199] SKOPP, A. ; WOYDT, M. ; HABIG, K.-H.: Tribological behavior of silicon nitride materials under unlubricated sliding between 22 °C and 1000 °C. *Wear* 181–183 (1995), 571–580.
- [200] HSU, S.M. ; SHEN, M.C.: Wear prediction of ceramics. *Wear* 256 (2004), 867–878.

- [201] CHEN, M. ; KATO, K ; ADACHI, K.: The comparisons of sliding speed and normal load effect on friction coefficients of self-mated Si₃N₄ and SiC under water lubrication. *Tribology International* 35 (2002), 129–135.
- [202] JAHANMIR, S. ; OZMEN, Y. ; IVES, L.K.: Water lubrication of silicon nitride in sliding. *Tribology Letters* 17 (2004), 409–417.
- [203] SAITO, T. ; HOSOE, T. ; HONDA, F.: Chemical wear of sintered Si₃N₄, hBN and Si₃N₄-hBN composites by water lubrication. *Wear* 247 (2001), 223–230.
- [204] HAH, S.R. ; FISCHER, T.E.: Tribochemical polishing of silicon nitride. *J. Electrochem. Soc.* 145 (1998), 1708–1714.
- [205] GATES, R.S. ; HSU, S.M.: Tribochemistry between water and Si₃N₄ and SiC: Induction time analysis. *Tribology Letters* 17 (2004), 399–407.
- [206] XU, J.G. ; KATO, K.: Formation of tribochemical layer of ceramics sliding in water and its role for low friction. *Wear* 245 (2000), 61–75.
- [207] ITO, K. ; ADACHI, K. ; KATO, K.: Friction of Si₃N₄ Ball/Si₃N₄ disk sliding in water with SiO₂ nano-particles. *Tribology Online* 1 (2006), 34–39.
- [208] HONDA, F. ; SAITO, T.: Tribochemical characterization of the lubrication film at the Si₃N₄/Si₃N₄ interface sliding in aqueous solutions. *Applied Surface Science* 92 (1996), 651–655.
- [209] ZHOU, F. ; WANG, X. ; ADACHI, K. ; KATO, K.: Influence of normal load and sliding speed on the tribological property of amorphous carbon nitride coatings sliding against Si₃N₄ balls in water. *Surface and Coatings Technology* 202 (2008), 3519–3528.
- [210] JORDI, L. ; ILIEV, C. ; FISCHER, T.E.: Lubrication of silicon nitride and silicon carbide by water: Running in, wear and operation of sliding bearings. *Tribology Letters* 17 (2004), 367–376.
- [211] KALIN, M. ; VIZINTIN, J.: Advantages of using the ball-on-flat device in rolling-contact testing of ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* 24 (2004), 11–15.
- [212] THOMA, K. ; ROHR, L. ; REHMANN, H. ; ROOS, S. ; MICHLER, J.: Materials failure mechanisms of hybrid ball bearings with silicon nitride balls. *Tribology International* 37 (2004), 463–471.
- [213] CHAO, L.Y. ; LAKSHMINARAYANAN, R. ; IYER, N. ; LIN, G.Y. ; SHETTY, D.K.: Transient wear of silicon nitride in lubricated rolling contact. *Wear* 223 (1998), 58–65.
- [214] ZHAO, P. ; HADFIELD, M. ; WANG, Y. ; VIEILLARD, C.: The influence of test lubricants on the rolling contact fatigue failure mechanisms of silicon nitride ceramic. *Wear* 257 (2004), 1047–1057.

- [215] HADFIELD, M. ; STOLARSKI, T.A.: The effect of the test machine on the failure mode in lubricated rolling contact of silicon nitride. *Tribology International* 26 (1995), 377–382.
- [216] HADFIELD, M. ; STOLARSKI, T.A.: Observations of rolling contact fatigue on silicon nitride rods. *Ceramics International* 21 (1995), 13–19.
- [217] STOLARSKI, T.A. ; TOBE, S.: Rolling contact induced failures of silicon nitride. *Tribology Letters* 3 (1997), 349–357.
- [218] WANG, Y. ; HADFIELD, M.: Ring crack propagation in silicon nitride under rolling contact. *Wear* 250 (2001), 282–292.
- [219] PFEIFFER, W.: *Handbook on Residual Stress, Second Edition, Vol.1*. Society of Experimental Mechanics, Fairmont Press Inc., (2005), 274–285.
- [220] ZUM GAHR, K.-H. ; FISCHER, A.: Einfluß des Gefüges von WC-Co Hartmetallen auf die Bruchzähigkeit und den Abrasivverschleiß. *Metall* 35 (1981).
- [221] BERGER, L.-M. ; WOYDT, M. ; SAARO, S.: Comparison of self-mated hardmetal coatings under dry sliding conditions up to 600 °C. *Wear* 266 (2009), 406–416.
- [222] ENGQVIST, H. ; HÖGBERG, H. ; BOTTON, G.A. ; EDERYD, S. ; AXEN, N.: Tribofilm formation on cemented carbides in dry sliding conformal contact. *Wear* 239 (2000), 219–228.
- [223] BONNY, K. ; DE BAETS, P. ; LAUWERS, B. ; VLEUGELS, J. ; VAN DER BIEST, O.: Influence of electro-discharge machining, microstructural and mechanical properties on wear behaviour of hardmetals. *Proceedings of the 16th International Plansee Seminar, Reutte* (2005), 863–877.
- [224] BHAGAT, R.B. ; CONWAY, J.C. ; AMATEAU, M.F. ; BREZLER, R.A.: Tribological performance evaluation of tungsten carbide-based cermets and development of a fracture mechanics wear model. *Wear* 201 (1996), 233–243.
- [225] PANTELEEV, I.B. ; LUKASHOVA, T.V. ; ORDANYAN, S.S.: Oxidation resistance and high-temperature strength of WC-Co-Ni-Re(Mn) hard alloys. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 45 (2006), 342–345.
- [226] VOITOVICH, V.B. ; SVERDEL, V.V. ; VOITOVICH, R.F. ; GOLOVKO, E.I.: Oxidation of WC-Co, WC-Ni and WC-Co-Ni hard metals in the temperature range 500–800 °C. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 14 (1996), 289–295.
- [227] EXNER, H.E.: Physical and chemical nature of cemented carbides. *Int. Met. Rev.* 4 (1979), 149–173.

- [228] LARSEN-BASSE, J.: Binder extrusion of sliding wear of WC–Co alloys. *Wear* 105 (1985), 247–256.
- [229] ZIEBERT, C. ; ZUM GAHR, K.-H.: Ortsaufgelöste Messung mikrotribologischer Eigenschaften mehrphasiger Oxidkeramiken mit der Rastersondenmikroskopie. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 35 (2004), 785–793.
- [230] WOYDT, M.: Triboaktive Werkstoffe für hohe Gleitgeschwindigkeiten bis 800 °C. *Tribologie und Schmierungstechnik* 52 (2005), 5–12.
- [231] NDLOVU, S.; DURST, K. ; GÖKEN, M.: Investigation of the sliding contact properties of WC-Co hard metals using nanoscratch testing. *Wear* 263 (2007), 1602–1609.
- [232] JIA, K. ; FISCHER, T.E.: Sliding wear of conventional and nanostructured cemented carbides. *Wear* 203-204 (1997), 310–318.
- [233] PIRSO, J. ; LETUNOVITS, S. ; VILJUS, M.: Friction and wear behaviour of cemented carbides. *Wear* 257 (2004), 257–265.
- [234] SHEIKH-AHAMAD, J.Y. ; BAILEY, J.A.: The wear characteristics of some cemented tungsten carbides in machining particleboard. *Wear* 225–229 (1999), 256–266.
- [235] SAITO, H. ; IWABUCHI, A. ; SHIMIZU, T.: Effects of Co content and WC grain size on wear of WC cemented carbide. *Wear* 261 (2006), 126–132.
- [236] JIA, K. ; FISCHER, T.E.: Abrasion resistance of nanostructured and conventional cemented carbides. *Wear* 200 (1996), 206–214.
- [237] PIRSO, J. ; VILJUS, M. ; LETUNOVITS, S.: Friction and dry sliding wear behaviour of cermets. *Wear* 260 (2006), 815–824.
- [238] AHMED, R. ; HADFIELD, M.: Rolling contact fatigue performance of detonation gun coated elements. *Tribology International* 30 (1997), 129–137.
- [239] STEWART, S. ; AHMED, R.: Rolling contact fatigue of surface coatings - a review. *Wear* 253 (2002), 1132–1144.
- [240] NIEMINEN, R. ; VOURISTO, P. ; NIEMI, K. ; MANTYLA, T. ; BARBEZAT, G.: Rolling contact fatigue failure mechanisms in plasma and HVOF sprayed WC-Co coatings. *Wear* 212 (1997), 66–77.
- [241] AHMED, R. ; HADFIELD, M.: Rolling contact fatigue behavior of thermally sprayed rolling elements. *Surf. Coatings Technol.* 82 (1996), 176–186.
- [242] AHMED, R. ; HADFIELD, M.: Fatigue failure modes of plasma sprayed coatings. *Wear* 230 (1999), 39–55.

- [243] ALBERS, A. ; MARZ, J.: Restrictions of production engineering on micro-specific product development. *Microsystem Technologies* 10 (2004), 205–210.
- [244] ATLAS STEEL GROUP: 630 (17-4PH) Stainless Steel Datasheet, Revised 1/11/2000. *Atlas Tech Note 3* (2006).
- [245] N.N.: Herstellerangaben Fa. Spheric-Trafalgar Ltd. (2006).
- [246] N.N.: Herstellerangaben Fa. Saphirwerk Industrieprodukte AG (SWIP). (2006).
- [247] N.N.: Werkstofftabelle der Fa. Ceramtec AG, Plochingen. (2006).
- [248] N.N.: Herstellerangaben Fa. Ceratizit S.A. (2006).
- [249] MACHU, W.: Kolloide und kapillaraktive Stoffe als Hemmungsmittel der Korrosion, insbesondere der Säurekorrosion von Metallen. *Kolloid-Zeitschrift, heute Colloid and Polymer Science* 82 (1938), 240–252.
- [250] PETZOW, G. (Hrsg.): *Metallographisches, Keramographisches, Plastographisches Ätzen*. Gebrüder Borntraeger, Stuttgart, (1994).
- [251] MUNZ, D. ; FETT, T.: Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe. In: ILSCHNER, B. (Hrsg.): *Werkstoff-Forschung und -Technik*, Bd. 8. Springer-Verlag, Berlin, (1989).
- [252] NIIHARA, K. ; MORENA, R. ; HASSELMAN, D.P.H.: Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. *Journal of Materials Science Letters* 1 (1982), 13–16.
- [253] NIIHARA, K.: A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics. *Journal of Materials Science Letters* 2 (1983), 221–223.
- [254] LIPSON, S.G. ; LIPSON, H. ; TANNHAUSER, D.S.: *Optik*. Springer, Berlin, (1997).
- [255] CORLE, T.R. ; KINO, G.S.: *Confocal Scanning Optical Microscopy and Related Imaging Systems*. Academic Press, San Diego, (1996).
- [256] SCHILLING, M. ; EGE, I.: Referenzöle - Datensammlung für Mineralöle. *FVA-Forschungsheft* 180 (1985).
- [257] KASANICKA, B. ; AUHORN, M. ; BAUER, W. ; BECK, T. ; RITZHAUPT-KLEISSEL, H.J. ; LÖHE, D.: Correlations between production process, states and mechanical properties of microspecimens made of zirconia. *Microsystem Technologies* 12 (2006), 1133–1141.
- [258] ZUM GAHR, K.H. ; BUNDSCHUH, W. ; ZIMMERLIN, B.: Effect of grain size on friction and sliding wear of oxide ceramics. *Wear* 162 (1993), 269–279.

- [259] RÖGNER, J. ; OKOLO, B. ; KURZENHÄUSER, S. ; MÜLLER M. ; BAUER, W. ; RITZHAUPT-KLEISSL, H.-J. ; KERSCHER, E. ; BECK, T. ; SCHULZE, V. ; LÖHE, D.: Relationship between process, microstructure and property of molded zirconia micro specimens. *Microsystem Technologies* 14 (2008), 1831–1837.
- [260] TSUKUMA, K. ; KUBOTA, Y. ; TSUKIDATE, T.: Thermal and mechanical properties of Y₂O₃-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. In: CLAUSSEN, N. ; RÜHLE, M. ; HEUER, A.H. (Hrsg.): *Science and Technology of Zirconia II. Advances in Ceramics*, Vol. 12, American Ceramic Society, Westerville, OH, (1984).
- [261] STOUT, K. ; BLUNT, L.: Metrology and properties of engineering surfaces. *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 35 (1995), 219–229.
- [262] BLUNT, L. ; JIANG, X.: *Advanced techniques for assessment surface topography*. Elsevier ISBN 1903996112, 9781903996119, (2003).
- [263] BULL, S. ; PAGE, T. ; YOFFE, E.: An explanation of the indentation size effect in ceramics. *Philosophical Magazine Letters* 59 (1989), 281–288.
- [264] QUINN, G.: Hardness Testing of Ceramics. *Advanced Materials and Processes* 154 (1998), 23–27.
- [265] NIX, W. ; GAO, H.: Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 46 (1998), 411–425.
- [266] ROEBBEN, G. ; VLEUGELS, J. ; BASU, B. ; VAN DER BIEST, O.: Transformation-induced damping behaviour of Y-TZP zirconia ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* 23 (2003), 481–489.
- [267] PRZEMECK, K.: Herstellung und tribologische Eigenschaften von Al₂O₃-Keramik mit laserdispergierten Wolfram- bzw. Niob-Zusätzen. *IKM Schriftenreihe, Dissertation Universität Karlsruhe (TH)* 20 (1997).
- [268] SCHAUPP, D.: Einfluss des Randschichtaufbaus auf die mechanischen Eigenschaften und das tribologische Verhalten lasermodifizierter Al₂O₃-Keramik. *IKM Schriftenreihe, Dissertation Universität Karlsruhe (TH)* 34 (2001).
- [269] SCHATT, W. ; WIETERS, K.-P. ; KIEBACK, B.: *Pulvermetallurgie: Technologien und Werkstoffe*. Springer, (2007).
- [270] RAVIKIRAN, A. ; JAHANMIR, S.: Effect of interfacial layers on wear behavior of a dental glass-ceramic. *J. Am. Ceram. Soc.* 83 (2000), 1831–1833.
- [271] BRESSAN, J.D. ; DAROS, D.P. ; SOKOLOWSKI, A. ; MESQUITA, R.A. ; BARBOSA, A.: Influence of hardness on the wear resistance of 17-4 PH stainless steel evaluated by the pin-on-disc testing. *Journal of Materials Processing Technology* 205 (2008), 353–359.

- [272] RIGNEY, D.A.: Sliding wear of metals. *Annual Review of Materials Science* 18 (1988), 141–163.
- [273] KLEEMAN, J. ; WOYDT, M.: Dry friction and wear rates as under liquid lubrication of Ceramic/Carbon couples up to 450 °C. *Industrial Lubrication and Tribology* 56 (2004), 38–51.
- [274] KALIN, M. ; DRAZIC, G. ; NOVAK, S. ; VIZINTIN, J.: Wear mechanisms associated with the lubrication of zirconia ceramics in various aqueous solutions. *Journal of the European Ceramic Society* 26 (2006), 223–232.
- [275] BASU, B. ; VITCHEV, R.G. ; VLEUGELS, J. ; CELIS, J.P. ; VAN DER BIEST, O. : Influence of humidity on the fretting wear of self-mated tetragonal zirconia ceramics. *Acta Mater.* 48 (2000), 2461–2471.
- [276] CHEN, M. ; KATO, K. ; ADACHI, K.: The difference in running-in period and friction coefficient between self-mated Si₃N₄ and SiC under water lubrication. *Tribology Letters* 11 (2001), 23–28.
- [277] KATO, K.: Water lubrication of ceramics. *Proceedings World Tribology Conference, Wien* (2001), 1–8.
- [278] MURATOV, V.A. ; LUANGVARANUNT, T. ; FISCHER, T.E.: The tribochemistry of silicon nitride: effects of friction, temperature and sliding velocity. *Tribology International* 31 (1998), 601–611.
- [279] ENGQVIST, H. ; AXEN, N. ; HOGMARK, S.: Tribological properties of a binderless carbide. *Wear* 232 (1999), 157–162.
- [280] ENGQVIST, H. ; BOTTON, G.A. ; EDERY, S. ; PHANEUF, M. ; FONDELIUS, J. ; AXEN, N.: Wear phenomena on WC-based face seal rings. *Intern. J. of Refractory Metals and Hard Materials* 18 (2000), 39–46.
- [281] ENGQVIST, H. ; BESTE, U. ; AXEN, N.: The influence of pH on sliding wear of WC-based materials. *Intern. J. of Refractory Metals and Hard Materials* 18 (2000), 103–109.
- [282] ANDERSSON, K.M. ; BERGSTRÖM, L.: Oxidation and dissolution of tungsten carbide powder in water. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 18 (2000), 121–129.
- [283] HOCHSTRASSER-KURZ, S. ; MUELLER, Y. ; LATKOCZY, C. ; VIRTANEN, S. ; SCHMUTZ, P.: Analytical characterization of the corrosion mechanisms of WC-Co by electrochemical methods and inductively coupled plasma mass spectroscopy. *Corrosion Science* 49 (2007), 2002–2020.

- [284] BUNDSCHUH, W.: Einfluss der Porosität und Korngrösse auf Reibung und Gleitverschleiss von ZrO₂-Keramik (3Y-TZP) bei Festkörper und Mischreibung. *Fortschrittsberichte VDI*, VDI Verlag, Reihe 5 Nr. 318, (1993).
- [285] HEINICKE, G. ; BEYER, K.: Der Rehbinderereffekt - Wesen und Anwendung. *Wissenschaft und Forschung* 12 (1977), 522–526.
- [286] OROWAN, E.: Die erhöhte Festigkeit dünner Fäden, der Joffee-Effekt und verwandte Erscheinungen vom Standpunkt der Griffithschen Bruchtheorie. *Zeitschrift für Physik* 86 (1933), 195–213.
- [287] XU, J. ; KATO, K.: The effect of water vapor on the agglomeration of wear particles of ceramics. *Wear* 202 (1997), 165–171.
- [288] GODET, M.: The Third-Body approach: A mechanical view of wear. *Wear* 100 (1984), 437–452.
- [289] BERTHIER, Y. ; GODET, M.: Velocity accomodation in friction. *Tribology Transactions* 32 (1989), 490–493.
- [290] BERTHIER, Y. ; COLOMBI, Ch. ; VINCENT, L. ; GODET, M.: Fretting wear mechanisms and their effects on fretting fatigue. *Journal of Tribology* 110 (1988), 517–524.
- [291] GUEROULT, K. ; CHERIFAND, B. ; RIGAUD, M.: Al₂O₃-ZrO₂ debris life cycle during wear: effects of the third body on wear and friction. *Wear* 208 (1997), 161–168.
- [292] GEE, M.G. ; GANT, A. ; ROEBUCK, B.: Wear mechanisms in abrasion and erosion of WC/Co and related hardmetals. *Wear* 263 (2007), 137–148.
- [293] SCHULZ, I. ; HERRMANN, M. ; REICH, T. ; SCHUBERT C.: Silicon nitride materials with low friction coefficient. *Proc. World Tribology Conference, Wien*, (2001).
- [294] ADACHI, K. ; HOKKIRIGAWA, K ; KATO, K.: The wear mechanism of silicon nitride in rolling-sliding contact. *Wear* 151 (1991), 291–300.
- [295] PFEIFFER, W.: Residual stress effects in machining and wear of ceramics. *Proc. of the Sixth Intern. Conf. on Resid. Stresses (ICRS6)*, Oxford, IOM Communications, (2000).
- [296] WONG, H.C. ; UMEHARA, N. ; KATO, K.: Frictional characteristics of ceramics under water-lubricated conditions. *Tribology Letters* 5 (1998), 303–308.
- [297] EFFNER, U. ; WOYDT, M.: Bearbeitung und Wälzreibung von Ingenieur-Keramiken in Wasser und Öl. *VDI Berichte* 1207 (1995), 222–223.
- [298] KOBAYASHI, K. ; KUWAJIMA, H. ; MASAKI., T.: Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing. *Solid State Ionics* 3–4 (1981), 489–493.

- [299] WANG, Y.S. ; LEACH, C.A.: Friction and wear characteristics of binary and ternary zirconia ceramics. *Journal of Materials Science* 27 (1992), 5441–5444.
- [300] FISCHER, T.E. ; ANDERSON, M.P. ; JAHANMIR, S.: Influence of fracture toughness on the wear resistance of yttria-doped zirconium oxide. *Journal of the American Ceramic Society* 72 (2005), 525–257.
- [301] WÄSCHE, R. ; HABIG, K.-H.: Physikalische-chemische Grundlagen der Feststoffschmierung - Literaturübersicht. FB 158, ISBN 3-88314-889-X. Forschungsbericht, Berlin, 1989.
- [302] PHANEUF, M.W.: Applications of focused ion beam microscopy to materials science specimen. *Micron* 30 (1999), 277–288.
- [303] WOYDT, M. ; EFFNER, U.: Zirkonoxid: ein neuer Wälzlagerwerkstoff? *Keramische Zeitschrift* 48 (1996), 389–393.
- [304] BHUSHAN, B. ; NOSONOVSKY, M.: Phase behavior of capillary bridges: towards nanoscale water phase diagram. *Physical Chemistry Chemical Physics* 10 (2008), 2137–2144.
- [305] LI, J. ; CUI, Z. ; BAKER, M.A.: A study of the surface chemistry, morphology and wear of silicon based MEMS. *Surface and Interface Analysis* 36 (2004), 1254–1258.
- [306] NOGUEIRA, I. ; DIAS, A.M. ; GRAS, R. ; PROGRI, R.: An experimental model for mixed friction during running-in. *Wear* 253 (2002), 541–549.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand zwischen Februar 2005 und Dezember 2009 während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde II der Universität Karlsruhe (TH).

Herrn Prof. Karl-Heinz Zum Gahr danke ich herzlich für die Betreuung der Arbeit und die hervorragende ingenieurwissenschaftliche Ausbildung, die mich persönlich sehr geprägt hat. Bei Herrn Prof. Oliver Kraft bedanke ich mich für sein Engagement innerhalb des SFB 499, die produktive und kollegiale Zusammenarbeit in selbigem und die Übernahme des Koreferats. Besonderer Dank gilt Dr. Johannes Schneider als ruhender Gegenpool, der mir durch seine optimistische Lebenseinstellung und ruhiges Gemüt vor allem in arbeitsintensiven Zeiten sowie in schwierigen Situationen half, wieder den richtigen Weg zu finden. Auch seiner Frau und seinen Kindern sei für den Verzicht auf viele gemeinsame Abendstunden gedankt.

Den Kollegen des Institut für Werkstoffkunde II und des Instituts für Materialforschung I des ehemaligen Forschungszentrums Karlsruhe danke ich für die freundschaftliche und angenehme Arbeitsatmosphäre, sowie die Unterstützung durch Rat und Tat, die mir insbesondere auch bei Rückschlägen zu Teil wurde. Zum Beispiel waren dies Hellmut Franz, der zahlreiche angerissene und abgescherte Miniaturschrauben mit sicherer Hand entfernte, Petra Severloh bei Fragen zur Metallografie und Katja Messerschmid für die Vielzahl an REM-Aufnahmen. Bei Hellmut Iwanek möchte ich mich für die schönen gemeinsamen Monate, in denen er mich in die empfindliche Messtechnik und das Institutsleben einführte und darüber hinaus für die angenehme und konstruktive Atmosphäre, die er in der morgendlichen Teerunde verbreitete, bedanken. Marcel Milich danke ich für die rat- und tatkräftige Unterstützung, die mir jederzeit im Büro zu Teil wurde. Jan Sevcik danke ich für seine engagierte Unterstützung als wissenschaftliche Hilfskraft und Studienarbeiter. Die Doktorandenkollegen Jörg Herz, Erik Peter, Frau Dulias, Ulrike Litzow, Katja Poser-Keppler, Mark Mathieu, Kai Wauthier, Rainer Wahl und Markus Wöppermann werden mir in bester Erinnerung bleiben. Ihnen danke ich für Ihr integeres und loyales Verhalten, die schöne gemeinsame Zeit und die zahlreichen fruchtbaren Diskussionen. Abschließend möchte ich mich für die finanzielle Förderung des Teilprojekts D3 im Rahmen des Sonderforschungsbereichs 499 durch die DFG und den bei den Kollegen aus dem SFB 499 für die angenehme Arbeitsatmosphäre und gute Zusammenarbeit bedanken.

Curriculum Vitae

Persönliche Daten

Sven Kurzenhäuser

Geburtsdatum: 16.08.1976

Geburtsort: Neunkirchen/Saar

Familienstand: ledig

Weilerbachstrasse 15

DE-66583 Spiesen-Elversberg

Telefon: +49 (0)163 / 7027813

Email: sven.kurzenhaeuser@web.de

Beruflicher Werdegang

- seit 2009 Mitarbeiter am Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren (IZFP) Arbeitsgebiete: Oberflächenprüfung und Qualitätssicherung im Bereich Automotive
- 2005–2008 wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde II der Universität Karlsruhe (TH)

Ausbildung

- 1996–2005 Hochschulstudium der Werkstoffwissenschaften an der Universität des Saarlandes
- 1986–1995 Abitur Gymnasium am Steinwald, Neunkirchen/Saar
- 1982–1986 Grundschule Spiesen-Elversberg

Sonstiges

- 1995–1996 Zivildienst, Arbeiterwohlfahrt St. Ingbert

Neunkirchen, 2. November 2010