

Einlaufverhalten von geschmierten Stahl-Stahl-Paarungen unter Berücksichtigung der Mikrostruktur

Zur Erlangung des akademischen Grades einer

DOKTOR-INGENIEURIN

von der Fakultät für

Maschinenbau

des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte

DISSERTATION

von

Dipl.-Ing. Angelika Brink

aus Würzburg

Tag der mündlichen Prüfung: 06.03.2015

Hauptreferent: Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Scherge

Koreferent: Prof. Dr.-Ing. habil. Volker Schulze



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung -
Weitergabe unter gleichen Bedingungen 3.0 Deutschland Lizenz.

(CC BY-SA 3.0 DE): <http://creativecommons.org/licenses/by-sa/3.0/de/>

Kurzfassung

Die initiale Kontaktzeit zweier geschmierter, unter Belastung stehender Körper in Relativbewegung ist entscheidend für das Erreichen von niedrigen Reibungskoeffizienten und ultrakleinen Verschleißraten. In diesem beschriebenen Zeitraum kommt es zu Veränderungen in der Topografie, chemischen Zusammensetzung und Mikrostruktur der Randzone, der sogenannte dritte Körper entsteht. Eine Vielzahl von Modellen zur Vorhersage von Reibung und Verschleiß beschreiben den trockenen Reibkontakt. Viele Untersuchungen erfolgen an Systemen mit hohen Verschleißraten, während die Einflüsse und Zusammenhänge der Parameter Geschwindigkeit, Last und Anfangsrauheit sowie Mikrostruktur im geschmierten Reibkontakt für Systeme mit ultrakleinen Verschleißraten und niedrigen Reibungskoeffizienten nicht gut verstanden sind.

In der vorliegenden Arbeit werden Untersuchungen zum Einlaufverhalten der beiden Stähle 56NiCrMoV7 und Ck45 gegen einen Stahlstift aus C86D in einem Stift-Scheibe-Tribometer bei Grundölschmierung und kleinen Verschleißraten durchgeführt. Die Stähle liegen im geläppten und polierten Ausgangszustand vor. Für die Systeme werden Geschwindigkeit und Normalkraft mit dem Ziel variiert, einen optimalen Einlaufpunkt zu finden und dabei Verschleißraten im Bereich von wenigen Nanometern pro Stunde zu erreichen. Der Fokus wird auf die mikrostrukturelle und chemische Ausbildung der Randzone sowie die topographischen Veränderungen gelegt. Es sollen Erkenntnisse zu den bestimmenden Einflüssen im Einlauf auf das spätere Systemverhalten erlangt werden. Materialanalysen zu verschiedenen Zeitpunkten des Einlaufs werden mit Hilfe von FIB, TEM, XPS und WLI durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass eine initiale, verfestigte Randzone (geläppt) eine deutliche Reduktion von Reibungs- und Verschleißwerten nach dem Einlauf zeigt, wenn der initiale Belastungszustand durch die Erhöhung der Normalkraft in Richtung des Grenzreibungszustandes verschoben ist. Im Gegenzug zeigt sich das polierte System mit anfänglichen Randzonenkorndurchmessern im Mikrometerbereich bei

schon geringen Normalkräften instabil und muss bei niedrigen Lasten vorkonditioniert werden. Die Randzone muss dabei schrittweise, ohne inhomogenes Verhalten zu initiieren, verfestigt werden. Systemübergreifend zeigt sich ein positiver Einfluss von verringerter Geschwindigkeit auf den Reibkoeffizienten. Aus diesen Ergebnissen und bereits veröffentlichter Literatur konnte allgemein gefolgert werden, dass inhomogenes Verhalten der Mikrostruktur durch unzureichende initiale Verfestigung erleichtert wird. Inhomogenitäten in der Randzone führen zu einem inhomogenen Schubspannungstiefenverlauf und damit zu erleichterter Rissinitiierung und erhöhtem Verschleiß. Ein homogenes Verhalten der initialen Mikrostruktur bei plastischer Deformation unter der aufgetragenen Belastung scheint entscheidend für ein stabiles Einlaufverhalten des Systems zu sein. Kann die plastische Deformation im Reibkontakt homogen ablaufen, kommt es dann unter der Scherbelastung zur Ausbildung einer nanokristallinen Randzone, welche vielleicht notwendig ist, sich aber nicht ausreichend zeigt, um aufgrund der kleinen Korngrößen und der damit veränderten Mechanismen unter plastischer Deformation, niedrige Reibkoeffizienten zu erreichen. Als entscheidender Einfluss zeigt sich die Konzentration von Kohlenwasserstoffketten aus dem Schmiermittel in der Randzone, welche dem Mechanismus der mechanischen Vermischung zuzuordnen ist und die Oxidation des oberflächennahen Bereichs.

Abstract

The initial contact period of a lubricated sliding contact is crucial to obtain low coefficients of friction and ultra-low wear rates and therefore increase the durability of technical systems and decrease the loss of energy. Changes in topography, chemical composition and microstructure of the subsurface layer occur in this time period. The so called third body is formed.

A lot of predictive models of wear and friction exist for the dry sliding contact and a lot of research was done on systems with high wear rates. However, the influences and correlations of parameters, like velocity, load, initial roughness and microstructure in lubricated sliding, showing ultra-low wear rates and low friction coefficients after running-in, are not well understood. Hence, in this study the aim was to investigate sliding systems revealing wear rates in the range of a few nanometers per hour. An Investigation of the running-in behavior of 56NiCrMoV7- and Ck45-steel sliding against a C86D-steel pin was performed. Tribological properties of surfaces both lapped and polished were studied by means of a pin-on-disc-tribometer, set-up in lubricated regime with a base oil. The aim was to adapt sliding velocity and load for sliding pairing in such a way, that after running-in low coefficient of friction and ultra-low wear rates were reached. These parameters are then correlated to the microstructure and chemical changes of the subsurface layer to obtain further findings on the crucial influences on an optimal initial contact period. Material analysis during different phases of contact were performed using FIB-, TEM-, WLI- and XPS-technique. The lapped system with grain-refined subsurface layer revealed a significant reduction of friction and wear for an increased load during the initial contact period. On the contrary the polished one, with an initial subsurface layer grain-size in the micrometer range, exhibits instability. It had to be slowly conditioned and hardened at small loads, to resist to a further increase of normal forces. No differences for the different initial microstructures could be seen in the positive influence of a decreased velocity

on the evolving of the systems towards low coefficients of friction. Combining this result with results from the literature, a homogeneous behavior of the subsurface microstructure under shearing load could be distinguished as decisive for the stable performance of a tribocouple. An inhomogeneous behavior of the subsurface microstructure under shearing is facilitated with an insufficient hardening of the initial subsurface microstructure. In general inhomogeneity in the subsurface layer leads to an inhomogeneous shear stress distribution and an eased initiation of cracks and in consequence to an increased wear rate. However, homogeneous behavior under plastic deformation and the formation of a nanocrystalline subsurface layer is not sufficient for low coefficients of friction. In fact, it is the concentration of hydrocarbon chains of the oil associated with the mechanical intermixing and the oxidation process of the subsurface layer which seems to be crucial.

Akronyme und Formelzeichen

Akronyme

BSE	Backscattered Electrons (dt: Rückstreuelektronen)
DF	Dunkelfeldabbildung
FIB	Focused Ion Beam (dt: fokussierter Ionenstrahl)
HF	Hellfeldabbildung
HRTEM	High Resolution Transmission Electron Microscopy (dt: hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie)
krz	kubischraumzentriert
PES	Primärelektronenstrahl
REM	Rasterelektronenmikroskopie
SAD	Selected Area Diffraction
SE	Sekundärelektronen
SST	Stift-Scheibe-Tribometer
TEM	Transmission Electron Microscopy (dt: Transmissionselektronenmikroskopie)
WLI	Weißlichtinterferometrie
XPS	Röntgenphotoelektronenspektroskopie

Formelzeichen

Symbol	Einheit	Erklärung
A_g	mm^2	geometrische Kontaktfläche
A_r	mm^2	reale Kontaktfläche
b	nm	Burgersvektor
c	Atom%	Konzentration
C_1, C_2	$\frac{1}{\mu\text{m}}$	empirische Konstante, abhängig vom Tribosystem
D_K	m	mittlerer Korndurchmesser
E	$\frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	Elastizitätsmodul
E_r	$\frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	reduziertes Elastizitätsmodul
\dot{E}	$\frac{\text{J}}{\text{sm}^2}$	Reibleistungsdichte: mechanisch in eine Oberfläche eingebrachte Leistung
$\dot{E} \cdot A$	W	insgesamt pro Zeiteinheit dissipierte Leistung
\dot{E}_q	W	in Wärme umgewandelte Leistung
\dot{E}_w	W	in Verschleißpartikel umgewandelte Leistung
\dot{E}_m	W	in Materialveränderungen dissipierte Leistung
G	$\frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	Schubmodul
H_ν	$\frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	Mikrohärte
H_{ν_0}	$\frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	Mikrohärte beim Übergang zwischen versetzungsbewegungsdominierter zu korngrenzgleitendominanter Deformation
F_N	N	Normalkraft
F_R	N	Reibkraft
h_s	μm	Schmierfilmdicke, entspricht mittlerem Abstand der Reibkörper
h'_{RMS}	-	Steigung der Asperiten
M_i	g	Masse des dritten Körpers
m_3	nm	$= 2\sqrt{6}\delta$ Parameter, abhängig von Korngrenzendicke
N	-	Anzahl der Asperiten

Q_s	$\frac{\text{kg}}{\text{m}^2}$	Massenfluss aus dem Grundmaterial in den dritten Körper
Q_w	$\frac{\text{kg}}{\text{m}^2}$	Massenfluss aus drittem Körper in die Umgebung
R	μm	Asperitenradius
R_a	μm	arithmetischer Mittenrauwert
R_m	$\frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	Zugfestigkeit
R_{pk}	μm	reduzierte Spitzenhöhe
R_{vk}	μm	reduzierte Riefentiefe
R_z	μm	Raueitsprofilhöhe
t_e	s	Zeit eines Tribosystems bis zum Erreichen einer konstanten Verschleißrate
v	$\frac{\text{m}}{\text{s}}$	relative Gleitgeschwindigkeit
w	mg	Gesamtverschleiß
\dot{w}	$\frac{\text{nm}}{\text{h}}$	Verschleißrate
x	μm	Koordinate parallel zur Oberfläche in Reibrichtung der Reibkörper.
dx	μm	Verschiebung der Körner aus ursprünglich senkrechter Ausgangslage, in Reibrichtung der Reibkörper.
z	μm	Tiefenkoordinate senkrecht zur Oberfläche der Reibkörper
z_0	μm	Tiefe der maximalen Verschiebung dx
Z	-	Ordnungszahl der Elemente
α	-	numerische Konstante zwischen 0,3 und 0,6
δ	nm	Korngrenzendicke
γ	-	Scherdehnung
γ_0	-	Scherdehnung an der Stelle z_0 bei maximaler Verschiebung
η	$\frac{\text{kg}}{\text{ms}}$	dynamische Viskosität des Schmierstoffs
κ_{HP}	-	Steigungsparameter der Zug-/Druckspannung bei Kornfeinung

μ	-	Reibkoeffizient/ Reibbeiwert
μ_H	-	Haftreibungskoeffizient
ρ_t	$\frac{1}{m^2}$	Versetzungsdichte
σ	$\frac{N}{mm^2}$	Zug-/Druckspannung
σ_0	$\frac{N}{mm^2}$	notwendige Spannung um freibewegliche Versetzung zu bewegen
τ	$\frac{N}{mm^2}$	Schubspannung
τ_m	$\frac{N}{mm^2}$	Scherfestigkeit = $\frac{1}{3}R_m$
τ_0	$\frac{N}{mm^2}$	Schubspannung bei z_0 , bei maximaler Scherung

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	iii
Abstract	v
Akronyme und Formelzeichen	vii
1 Einleitung	1
2 Tribologie geschmierter Systeme	5
2.1 Allgemeine Betrachtung	5
2.1.1 Reibung	6
2.1.2 Verschleiß	9
2.2 Oberfläche und Endbearbeitung	11
2.3 Dissipation von Energie	13
2.4 Einlauf und dritter Körper	15
2.4.1 Einlauf	15
2.4.2 Der Ansatz des dritten Körpers	16
2.5 Mikrostruktur	18
2.5.1 Verfestigung, Rekristallisation und Erholung	18
2.5.2 Plastische Deformation von nanokristallinen Metallen	20
3 Methoden	23
3.1 Materialien und Probenherstellung	23
3.1.1 Scheibenmaterial	23
3.1.2 Stiftmaterial	24
3.1.3 Schmiermittel	25
3.2 Abschätzung der realen Kontaktfläche	25
3.3 Reibungs- und Verschleißmessungen	27
3.3.1 Tribometer	27
3.3.2 Radionuklidtechnik	28

3.3.3	Einlaufverfahren und Stribeckkurven	29
3.3.4	Abbruchversuche	30
3.4	Analysemethoden	31
3.4.1	Weißlichtinterferometrie	31
3.4.2	Rasterelektronenmikroskopie	32
3.4.3	Fokussierter Ionenstrahl	33
3.4.4	Transmissionselektronenmikroskopie	36
3.5	Röntgenelektronenspektroskopie	38
4	Ergebnisse	41
4.1	Ausgangszustand	41
4.1.1	Scheiben	41
4.1.2	Stifte	43
4.2	Reibungs- und Verschleißmessungen	44
4.2.1	Einfluss der initialen Mikrostruktur auf das Einlaufverhalten	44
4.2.2	Verschleißmessungen	49
4.2.3	Einfluss der Geschwindigkeit auf das Einlaufverhalten	50
4.2.4	Einfluss von Normalkraft auf den Einlauf	56
4.3	Mikrostrukturanalysen	62
4.3.1	System 56NiCrMoV7	62
4.3.2	System Ck45	68
4.3.3	Charakterisierung der Mikrostruktur	71
5	Diskussion	79
5.1	Einfluss der initialen Randzonenmikrostruktur auf das Einlaufverhalten	79
5.1.1	56NiCrMoV7	79
5.1.2	Ck45	82
5.2	Einfluss der Geschwindigkeit auf das Einlaufverhalten	83
5.2.1	Geschwindigkeitsreduktion	83
5.2.2	Geschwindigkeitserhöhung	86
5.3	Einfluss der Normalkraft auf das Einlaufverhalten	88
5.3.1	Einfluss von niedrigen Normalkräften auf das geläppte System	88
5.4	Der Einfluss von Rauheit	91
5.5	Mechanismen der tribologisch induzierten chemischen Veränderung der Randzone	91
5.6	Kornfeinung - Notwendigkeit und Wirkung auf niedrige Scherkräfte	93

5.7	Verschleiß	95
5.7.1	Delamination	95
5.7.2	Nanokristalliner Bereich	98
5.8	Konsequenzen für die Anwendung	98
6	Zusammenfassung	101
A	Kapitel 4 - Experimentelle und analytische Methoden	115
B	Kapitel 5 – Einflussfaktoren Einlauf	117
B.1	Ausgangsmaterialien	117
B.2	Einfluss der initialen Mikrostruktur	121
B.3	Verschleißmessungen	123
B.4	Einfluss der Geschwindigkeit	125
B.4.1	Einlaufkurven zur polierten Variante 56NiCrMoV7	125
B.4.2	Einlaufkurven zur geläppten Variante 56NiCrMoV7	126
B.4.3	Einlaufkurven zur geläppten Variante Ck45	127
B.4.4	Topografie nach Einlauf der geläppten Variante	128
B.4.5	REM-Aufnahmen nach Einlauf	129
B.4.6	Chemische Tiefenprofile nach Einlauf	131
B.5	Einfluss der Normalkraft	134
B.5.1	Lastkennfeldeinlauf am geläppten System	134
B.5.2	Laststeigerung am polierten System	136
B.6	Oberflächenbilder nach Belastung	137
C	Kapitel 5 – Mikrostrukturanalysen	143
C.1	Abbruchversuche:Reibwerte	143
C.1.1	56NiCrMoV7 – $v = 0,05$ m/s	143
C.1.2	56NiCrMoV7 – $v = 0,1$ m/s	145
C.2	FIB-Schnitte und Dehnungen	147
C.2.1	56NiCrMoV7 – $v = 0,05$ m/s	147
C.2.2	56NiCrMoV7 – $v = 0,1$ m/s	150
C.2.3	56NiCrMoV7 – Stiftvergleich	153
C.2.4	Ck45 – $v = 0,2$ m/s	154
C.3	Scherung	157
C.3.1	56NiCrMoV7	157
C.3.2	Ck45-Abbruchversuche	161

C.4	XPS-Analysen	162
C.4.1	56NiCrMoV7-v = 0,05 m/s	162
C.4.2	56NiCrMoV7-v = 0,1 m/s	164
C.4.3	Ck45-v = 0,2 m/s	166
	Danksagung	169

Kapitel 1

Einleitung

Technische Systeme in Relativbewegung können unter unterschiedlichsten Bedingungen gleiche Reibungs- und Verschleißwerte aufweisen und sich unter scheinbar gleichen Bedingungen komplett unterschiedlich verhalten. Kleine geometrische Änderungen aufgrund von einzuhaltenden räumlichen Konstruktionsbedingungen können sich fatal auf bisher unproblematisches Bauteilverhalten auswirken. Tribologische Problemstellungen werden oft erst im Nachhinein, bei bereits versagtem Bauteil beachtet, Materialien aufgrund von Erfahrungen eingesetzt und Endbearbeitungsverfahren eher in Bezug auf die Passgenauigkeiten und Geometrie von Bauteilen abgestimmt. Oft kommt es dann danach zu teuren Beschichtungskonzepten, um den Bauteilausfall zu vermeiden. Dabei verringert die vergrößerte Reibung nicht nur den Wirkungsgrad eines Systems, sondern der wirkende Verschleiß führt durch den zunehmenden Materialverlust zu Bauteilschäden und Ausfall von Maschinen. Durch gezielte tribologische Fragestellungen, bereits in der Bauteilplanungsphase, könnten teure Reparaturlösungen und Ausfälle vermieden werden. Dabei stellt für die Berechnungsingenieure industrieller Unternehmen vor allem die Unberechenbarkeit und Komplexität aufgrund von mangelnder mechanismenbasierter Beschreibung tribologischer Prozesse unter Schmierung und die Vielfalt von wirkenden Mechanismen auf unterschiedlichen Größenskalen ein Problem dar.

Rabinowicz [93] beschrieb 1984 das Problem in der tribologischen Forschung in dem falschen Fokus auf hohe Verschleißraten und oft anwendungsferne Materialien wie folgt: „... ein Grund warum Systeme mit geringen Verschleißraten so wenig untersucht wer-

den, scheint die übermäßige, fast schon morbide Faszination, in Abweichung zur Realität, für Untersuchungen von Systemen ohne Schmierung und hohen Verschleißraten, wie dem Reibkontakt zwischen ungeschmiertem Kupfer gegen Kupfer, zu sein.“ Hieraus ergibt sich der resultierende Mangel an modellhaften Beschreibungen zu Systemen mit kleinen Verschleißraten.

Stahl gehört zu den am meisten verwendeten Werkstoffen der Welt, mit teilweise exzellenten tribologischen Eigenschaften. Stählen kommt aufgrund ihrer Vielfältigkeit und überragenden, einstellbaren Eigenschaften eine große Bedeutung zu. Austenitische Stähle zum Beispiel sind für ihre hohe Belastbarkeit, gute Duktilität und Formbarkeit sowie hohe Schlagfestigkeit und guten Korrosionseigenschaften bekannt, zeigen aber häufig hohe Verschleißraten. Die optimale tribologische Adaption von Stahloberflächen in Übereinstimmung mit den Bauteilanforderungen ist als Folge ein zentrales Thema [1].

In den letzten Jahren stieg der Aufwand für Forschung im Bereich der ultrakleinen Verschleißraten an, was auch auf die Entwicklung von neuartigen hochauflösenden Messmethoden und analytischen Methoden zurückzuführen ist. Vor allem im Motorenbau wurden neue Konzepte zur Reduzierung der inneren Reibung entwickelt. Neue Materialien und Beschichtungskonzepte werden hier gesucht, um den neuen Anforderungen, welche vor allem im Downsizing und der CO₂-Reduktion liegen, gerecht zu werden. Ein etwas größerer Fokus wurde wieder auf den eigentlich bekannten Einfluss der initialen Kontaktzeit, dem Einlauf von Bauteilen, gelegt und auf die Rückkehr zu eisenbasierten Reibkontakten. Die aus dem Volksmund bekannte Tatsache, dass ein neues Auto erst eingefahren werden muss, welche lange aufgrund des stabilen Materialverhaltens in den Hintergrund gerückt war, wird wieder beachtet. Ein großer Vorteil von eisenbasierten Kontakten besteht hier in der über Jahre hinweg angepassten Schmiermitteladditivierung für Eisenwerkstoffe [120].

Wie von Rabinowicz als Problem beschrieben, wurde viel Forschung auch mit dem hier im Fokus stehenden Werkstoff Stahl im ungeschmierten Kontakt durchgeführt, allerdings ohne Beachtung der initialen Kontaktperiode, welche aber entscheidend ist für späteren Hochverschleiß im $\mu\text{m}/\text{h}$ Bereich oder ultraniedrigem Verschleiß im Bereich von kleiner 10 nm/h. Verschleißmodelle sowie Modellierung werden meist ohne Schmiermittel aufgestellt bzw. durchgeführt. Dabei gilt als Grundlage für diese Arbeit die Beschreibung von Godet [38] und Berthier [128] zum dritten Körper im Reibkontakt, der umgeformten und unter tribologischer Belastung entstehenden Randzone. Einige Autoren [11, 115] haben gezeigt, dass ein gezielter Einfluss von Parametern langfristig zu stabilen Reib- und Verschleißwerten führt.

In dieser Arbeit soll der Fokus auf vermeintlich allgemeingültige Merkmale im Einlauf ge-

legt werden. Es soll anhand von drei ausgewählten Beispielstählen, welche in der Form der Wärmebehandlung nicht unbedingt in der Anwendung zu finden sind, aber eine homogene Ausgangsmikrostruktur aufweisen, eine Korrelation von Einlaufparametern und Endreib- sowie Verschleißwerten mit den Ergebnissen aus werkstoffanalytischen Untersuchungen hergestellt werden. Dabei liegt ein besonderes Augenmerk auf der vorhandenen Literatur und bereits aufgeklärten Mechanismen und Modellen von Scherung im Tribokontakt, auch von trocken geriebenen Systemen und anderen Materialien. Es soll gezielt durch Parametervariationen versucht werden, allgemeingültige Versagensmechanismen und/oder Kriterien für eine Einlaufoptimierung aufzudecken. Dabei liegt der Fokus im Besonderen auf der Mikrostruktur und ihrer Ausprägung. Fragestellungen, wie groß der Einfluss der initialen Mikrostruktur auf das spätere tribologische Verhalten ist und welche Geschwindigkeit und Normalkraft sich als vorteilhaft erweist, sollen geklärt werden und anhand der Literatur erklärt und in ihrer Wichtigkeit eingeordnet werden. Dabei soll, wie Kuhlmann-Wilsdorf [71] dies bereits beschrieb, nicht nach neuen Phänomenologien gesucht werden, um mangelnde Kenntnisse einzuordnen, sondern bekannte und vielfach beobachtete Mechanismen auf die veränderte Kontaktsituation angewandt werden, um eine bessere, bewußte Beeinflussbarkeit von Reibung und Verschleiß zu ermöglichen. Die Frage der Unumkehrbarkeit von Einflüssen im tribologischen Kontakt und deren Vermeidung mit der Beobachtung der Langzeitwirkung einer einmalig kurzen fehlerhaften Belastung soll geprüft werden.

Ziel ist es, die Materialvarianten zum Einlaufen im Sinne von verschiedenen Endreib- und Verschleißwerten zu bringen und zu verstehen, warum unter bestimmten Bedingungen das Erreichen eines niedrigen Reibwertes und Verschleißes möglich ist und unter anderen sich diese Werte erhöht zeigen, um eine etwas allgemeingültigere Aussage über dominante Einlauffaktoren von technischen Systemen treffen zu können und die nötige Anzahl an Experimenten, welche in anwendungsnahen tribologischen Studien immer noch notwendig sind, zu dezimieren.

Kapitel 2

Tribologie geschmierter Systeme

„Die Tribologie ist die Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung“ [37]. Zur Tribologie gehören die Gebiete der Reibung, des Verschleißes, der Schmierung und der Grenzflächenwechselwirkung. In der Tribologie wird immer von einem tribologischen System, kurz Tribosystem gesprochen, siehe Abbildung 2.1. Ein Tribosystem besteht aus den beiden Grundkörpern eins und zwei, aus einem Zwischenstoff und dem Umgebungsmedium. Die Eigenschaften eines Tribosystems sind immer Systemeigenschaften. Identische Materialpaarungen bei gleicher Schmierung, aber leicht unterschiedlichen Geometrien, werden unterschiedliche Werte von Reibung und Verschleiß aufweisen.

2.1 Allgemeine Betrachtung

Reibung und Verschleiß entstehen, wenn sich zwei in Kontakt stehende Oberflächen in Relativbewegung zueinander befinden (siehe Abbildung 2.1). Mechanische Energie wird dabei in ein System eingeleitet, umgewandelt und dissipiert [16, 23, 34, 98, 114]. Die Relativbewegung kann in verschiedene Grundformen und -arten, wie Gleiten, Rollen und Schwingen unterteilt werden, wobei diese Bewegungsformen in der Realität oft überlagert auftreten. Verschleiß als ein Anteil an dissipierter Energie tritt dabei prinzipiell als Folge von Reibung auf. Dennoch kann Reibung und Verschleiß nicht als ein einfaches Prinzip aus Wirkung und Folge gesehen werden [22, 33, 41].

Die Realität zeigt, dass viele Systeme, wie Motoren, Kugellager oder Getriebe unter geschmierten Bedingungen Verschleißraten kleiner einer Atomlage pro Überfahung aufweisen. Um diese kleinen Verschleißraten zu erreichen, ist vor allem der initiale Kontakt zweier Reibpartner entscheidend [108, 109]. Duktile Materialien weisen nach diesem initialen Kontakt unter Scherung eine stark veränderte Randzone mit Fremdelementen aus der Umgebung und stark reduzierten Korngrößen, bishin zur Nanokristallinität auf. Es findet ein Materialübertrag von einem Reibpartner zum anderen statt.

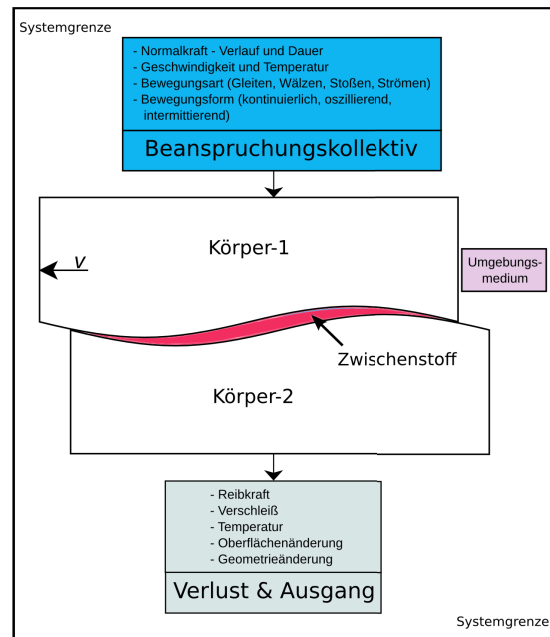


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung eines tribologischen Systems [23].

2.1.1 Reibung

Reibung entsteht aus der Wechselwirkung zwischen sich berührenden Bereichen von Körpern in Relativbewegung und wirkt der Bewegungsrichtung entgegen. Ist die Reibenergie größer als die Bewegungsenergie wird von statischer Reibung oder Haftreibung gesprochen. Im umgekehrten Fall spricht man von Gleitreibung. Die makroskopische Gleitreibung ist näherungsweise proportional zur aufgebrachten Normalkraft und wird im Reibgesetz von Amonton und Coulomb als,

$$\mu = \frac{F_R}{F_N} \quad (2.1)$$

mit dem dimensionslosen Reibkoeffizienten μ beschrieben. Es lassen sich vier Hauptmechanismen der Festkörperreibung beschreiben [22, 36, 119]:

- Adhäsion und Scheren: adhäsive Verbindungsbildung und Zerstörung an den Kontaktflächen der Reibpartner.
- Plastische Deformation: Deformationen der Rauheitshügel über aufgebrachte Normalkraft.
- Furchung: Eindringen des härteren Rauheitshügels in den weicheren Körper unter Relativbewegung.

Energiedissipation: Umwandlung der Bewegungsenergie in andere Energie.

Die oben genannten Mechanismen lassen sich nicht getrennt betrachten, sondern nur zusammen darstellen. In den meisten Tribosystemen kommt es zu einer komplexen Überlagerung. Zum Beispiel kommt es durch Adhäsion und Scherung unter Relativbewegung zur Furchung und mit steigender Deformation der Rauheitshügel zum Anstieg des Anteils der Furchung an der Reibung. Die Energiedissipation lässt sich wohl am wenigsten separat betrachten, ist sie doch die direkte Folge von Adhäsion, plastischer Deformation und Furchung [52]. Darüber hinaus sind die Skalenübergänge der Mechanismen von atomarer zu technischer Reibung fließend und zu beachten [50].

Das Verhalten eines geschmierten Systems kann über die sogenannte Stribeckkurve beschrieben werden. Die Stribeckkurve ist prinzipiell der Reibkoeffizient μ über der Geschwindigkeit v , bei gegebener Last und Schmiermittel, bzw. μ über der Herseyzahl, $\eta \cdot v / F_N$, mit η als dynamischer Viskosität des Schmiermittels [46, 116]. Die Stribeckkurve unterscheidet drei verschiedene Bereiche der Reibung, mit unterschiedlichen Deformations- und Schermechanismen (siehe Abbildung 2.2): I zeigt den Bereich der Grenzreibung in welchem der Abstand der Reibpartner annähernd null ist ($h_s \ll R_a$), II zeigt den Bereich der Mischreibung, in welchem der Schmierfilmspalt h_s ungefähr der arithmetischen Mittenrauheit R_a entspricht und III zeigt den Bereich der Hydrodynamik, in welchem $h_s > R_a$ gilt.

Bei genügend hoher Geschwindigkeit und/ oder niedrigen Normalkräften befindet sich ein Tribosystem im Bereich der Flüssigkeitsreibung oder Hydrodynamik. Die Reibpartner sind durch den wirkenden Flüssigkeitsdruck vollständig getrennt. Der Geschwindigkeitsunterschied der Reibpartner wird vollständig durch das Fluid aufgenommen und kompensiert. Der Reibkoeffizient wird durch die innere Reibung aufgrund von rheologischer Deformation und Scherung des Schmierstoffes bestimmt. Die Reibungsarbeit findet einzig im Schmierstoff statt. Reibkoeffizienten in diesem Bereich liegen zwischen 0,001 und 0,01 [23, 34]. Ein zusätzlicher vierter Bereich des geschmierten Reibkontakts ist die elastohydrodynamische (EHD) Schmierung. Unter dieser Beanspruchung führen die im Reibspalt in der Hydrodynamik generierten Schmierfilmdrücke zu Verformungen der Rauheiten der Reibpartneroberflächen. Reibwerte der EHD Schmierung liegen zwischen 0,01 und 0,1 [48]. Mit abnehmender Geschwindigkeit sinkt der Flüssigkeitsdruck zwischen den Reibpartnern und einzelne Asperiten kommen lokal in Kontakt. Diese Kontaktflächen nehmen einen Teil der anliegenden Scherung auf. Es wirken gleichzeitig Mechanismen der Flüssigkeits- und

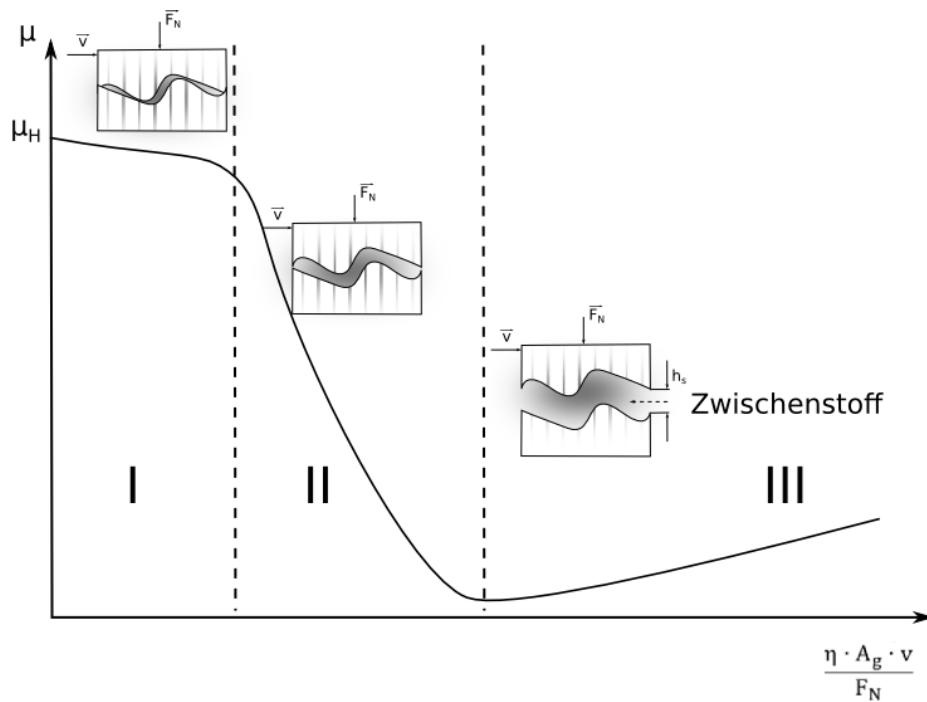


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung einer Stribeckkurve nach Stribeck [116] über der Herseyzahl [46].

Festkörperreibung, wie rheologische und plastische Deformation und Scherung. Mit abnehmender Geschwindigkeit bzw. ansteigender Normalkraft treten immer mehr Asperiten in Kontakt, was zu einem Ansteigen des Reibwertes führt. Die Scherung wird immer mehr von den Asperiten getragen. Reibwerte im Mischreibungsbereich liegen zwischen 0,01 und 0,1 [23, 34, 41].

Bei weiterer Reduktion der Geschwindigkeit bzw. ansteigender Normalkraft läuft das System in den Bereich der Grenzreibung. Der Bereich der Grenzreibung ist dadurch gekennzeichnet, dass der hydrodynamische Traganteil des Schmierfilmes, welcher in der Mischreibung noch vorhanden ist, gänzlich wegfällt und sich der Abstand der beiden Reibpartner Null nähert. Die Grenzreibung ist zu differenzieren von der Festkörperreibung im unge-schmierten System. In der Grenzreibung spielt trotz einer annähernden Schmier-spaltdicke von Null, der Schmierfilm eine Rolle. Es wird angenommen, dass sich immer einige Monolagen Schmierfilm im Reibkontakt befinden, welche mit den Reibpartnern interagieren. Es wirken Mechanismen der elastischen und plastischen Deformation und Scherung. Der Reibkoeffizient nimmt in diesem Bereich Werte zwischen 0,1 und 0,2 an [23, 41].

Die beim unmittelbaren Kontakt fester Körper im Stillstand oder bei minimaler Relativbewegung auftretende Reibung wird als Haftreibung mit μ_H beschrieben. Trennende Deformation und Scherung sind die wirkenden Hauptmechanismen, welche zur sofortigen Bildung von Verschleiß führen [23, 34].

Nach Schipper [111] führt eine ideale Belastung während des initialen Kontaktes eines Systems zu einer Linksverschiebung der Stribeckkurve, hin zu kleineren Stribeckparametern und zu einer Verringerung des Reibkoeffizienten.

2.1.2 Verschleiß

Verschleiß tritt als Folge der tribologischen Beanspruchung eines Systems auf und ist gleich dem fortschreitenden Materialverlust aus den Oberflächen der Reibkörper [37]. Die während eines Verschleißvorgangs infolge von energetischer und stofflicher Wechselwirkung ablaufenden physikalischen und chemischen Prozesse werden als Verschleißmechanismen bezeichnet. Die vier Wichtigsten dieser Mechanismen, welche ihre Grundlage in Hochverschleißvorgängen haben, sind in Abbildung 2.3 dargestellt. Verschleißmechanismen wirken selten von einander unabhängig, sondern in zeitlicher Abfolge oder überlagert.

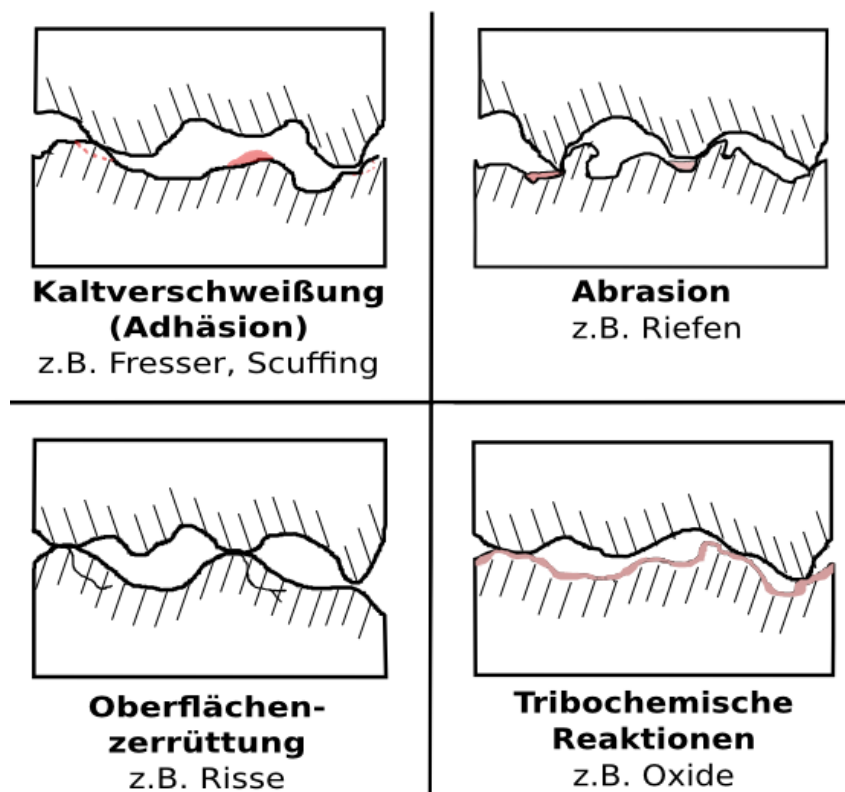


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der vier wesentlichen Verschleißmechanismen Adhäsion, Abrasion, Oberflächenzerrüttung und Tribochemische Reaktion [23, 36].

Die Randzone eines unter tribologischer Last stehenden Werkstoffes wurde bereits durch Schmaltz 1963, zwar für technische, endbearbeitete Oberflächen beschrieben, ist aber allgemein für veränderte Randzonen in der Tribologie anerkannt. Eine Darstellung ist in Abbildung 2.4 zu sehen.

Allgemein spricht man von Adhäsion, wenn Asperiten stark plastisch verformt werden und es zu Mikroverschweißungen kommt. Diese auf atomarer Ebene ablaufende Bindung kann nur im Zustand der Grenzreibung durch das Durchdringen der Adsorptions- und Reaktionsschicht entstehen. Es kommt zu einem Materialübertrag, der sich als Ausbruch beim einen Reibpartner und als Schuppe beim anderen Reibpartner zeigt. Durch das fortschreitende Gleiten kann es zum Abscheren der Aufschweißung kommen. Die Verschleißpartikelgröße entspricht dabei dem Materialübertrag. Ist der Materialübertrag kohäsiv und groß genug, kann er den Gegenkörper spanen und zu abrasivem Verschleiß führen [18, 36].

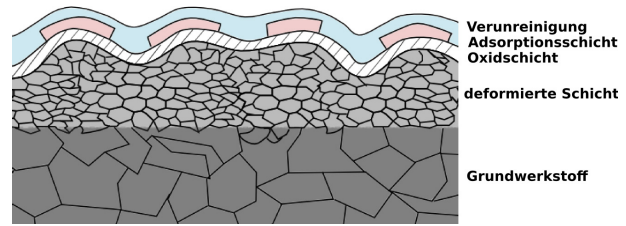


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung einer technischen Oberfläche nach Schmelz [112].

Bei dem Verschleißmechanismus der Abrasion, dringt ein Teil bzw. Partikel des einen Reibpartners in den anderen ein und es kommt unter der aufgebrachtten Scherung zum Furchen und Pflügen des weicheren Reibpartners. Zum Gahr [36] unterteilt die Abrasion in die Untermechanismen Mikropflügen, Mikroermüden, Mikrospanen und Mikrobrechen. Mikropflügen und Mikroermüdung tritt dann auf, wenn ein Werkstoff duktiler als der andere ist. Zum Mikrospanen kommt es, wenn ein harter Partikel in das Tribosystem gelangt und sich in einem Reibpartner einbettet. Dies können auch z.B. Siliziumkarbide aus der Endbearbeitung sein. Mikrobrechen tritt bei harten und spröden Materialien auf und ist bei dem in dieser Arbeit verwendeten Stahl nicht zu erwarten.

Durch die immer wiederkehrende elastische und plastische Deformation der Oberfläche kommt es zur Werkstoffermüdung (Oberflächenzerrüttung) in den oberflächennahen Bereichen, entsprechend der Belastung. Dabei kommt es meist parallel zur Oberfläche zur Entstehung von Mikrorissen, welche sich unter andauernder Scherung zu Rissnetzwerken ausweiten können. Durch die wechselnde Zug- und Druckbeanspruchung während der tribologischen Belastung wachsen Risse an, und als Konsequenz mit anderen Rissen zusammen. Die Rissbildung findet dabei unterhalb der Oberfläche im Bereich der größten Scherdehnung statt. Salesky et al. [105] teilen die Bereiche einer verformten Randzone leicht anders ein als Schmelz. Sie zeigen eine Zone oberhalb des stark deformierten Bereichs auf, in welcher es vermehrt zu Erholungsvorgängen in Form von Zellbildung innerhalb der Körner kommt. In dieser Grenzregion zwischen deformiertem und erholtem Bereich kommt es zur maximalen Scherspannung und zu einer abrupten Änderung der Formänderungsenergie und damit erleichtert zur Entstehung von Rissen. Die Untersuchungen hierzu wurden unter trockener Reibung durchgeführt. Diese Art der Verschleißentstehung ist durch Suh als Delamination bezeichnet [101, 117].

Als Tribochemische Reaktion ist die Entstehung eines Randzonenbereichs bezeichnet, welcher sich chemisch durch einen erhöhten Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt und im geschmierten System auch durch den Gehalt von Schmierstoffadditiven unterscheidet. Quinn beschrieb tribochemische Reaktionen in Form von Oxidbildung im geschmierten Stahl-Stahl-Kontakt und zeigte langsam anwachsende Oxidschichten in der Form von FeO , Fe_2O_3 und Fe_3O_4 [30, 89–91]. Diese Oxidationsschichten zeigen sich als hart und verschleißbeständig, mit der Neigung zum Ausbruch bei kritischer Schichtdicke, da die mechanischen Spannungen durch die tribologische Belastung nur unzureichend umgesetzt werden können. Dabei ist die Tiefe des Sauerstoffeintrags von der Diffusionskonstante abhängig. Natürliche Oxidationsschichten bei Raumtemperatur sind bis zu 10 nm dick, wachsen aber schon durch eine reine Temperaturerhöhung bis 300 °C auf bis zu 100 nm an [39]. Steigende Kontaktdrücke hingegen führen nach Begelinger et al. [10] zum Absinken der Diffusionskonstante. Des Weiteren kann es zur Anlagerung von Kohlenwasserstoffmolekülen aus dem Schmierstoff an der Metalloberfläche kommen. Ab einer Temperatur von 350 °C kann Sauerstoff aus der Luft oder im Schmierfilm gelöst, mit den Kohlenwasserstoffmolekülen reagieren. Diese Reaktionsprodukte lösen an der Metalloberfläche weitere Folgereaktionen aus [54, 55]. Die Reaktionsgeschwindigkeit ist dabei abhängig von der mechanischen Belastung. Gelöstes Wasser im Schmierfilm führt zur Bildung von Eisenhydroxiden, FeOOH , welche auch ohne tribologische Last entstehen können [39]. Die Verschleißpartikelgröße hängt dabei von der kritischen Schichtdicke ab. Kommt es zur Delamination einer Oxidationsschicht im μm -Bereich führt dies wahrscheinlich zu abrasivem Verschleißverhalten. Meyer et al. [82] zeigen für verschiedene Schmierstoffe, dass die Bildungsrate der Reaktionsschicht kleiner sein muss als die Schichtabtragsrate, sodass das Erreichen der kritischen Schichtdicke vermieden wird. Sullivan [118] beschreibt, dass oxidierte Verschleißpartikel teilweise auch erst nach ihrer Entstehung oxidieren und unter der tribologischen Last wieder kompaktiert werden können und sich in die Oberfläche einarbeiten. Rigney et al. [99] bezeichnen diesen Vorgang als mechanisch-chemisches Legieren, welches bei metallischen geschmierten Kontakten, einhergehend mit oberflächlicher Kornfeinung bis zu wenigen Nanometern, zu sehr geringen Verschleißraten führen kann. Der direkte metallische Kontakt und das Auftreten von Adhäsion und Abrasion wird verringert. Der Reibwert wird demzufolge hauptsächlich durch die Eigenschaften des entstandenen Zwischenstoffs beeinflusst.

2.2 Oberfläche und Endbearbeitung

Im tribologischen Kontakt wird über die Kontaktfläche mechanische Energie übertragen. Die wirkende Energiedichte, welche zu thermischen und mechanischen Werkstoffveränder-

ungen führt, ist dabei von Bedeutung und von der realen Kontaktfläche abhängig [33, 50]. Die unter Punkt 2.1.1 dargestellten Reibungsmechanismen sind alle von der realen Kontaktfläche und damit direkt von der Endbearbeitung abhängig, welche die reale Kontaktfläche einstellt und über die Veränderungen in der Randzone die plastische Deformation und Verschleißmechanismen beeinflusst [14, 71]. So wird die Adhäsion zum einen über die reale Kontaktfläche und zum anderen über die stattfindende chemische Änderung (z.B.: Oxidbildung) während der Endbearbeitung beeinflusst. Es ist allgemein anerkannt, dass die reale Kontaktfläche im Festkörperkontakt für größere Rauheiten bei ansonsten gleichen Parametern geringer ist als für geringere Rauheiten. In Kapitel 3.2 wird hierauf anhand des Modells von Persson [88] und auf Basis der in dieser Arbeit verwendeten Oberflächen noch detailliert eingegangen. Zur Beschreibung von tribologisch-technischen Oberflächen werden verschiedene Oberflächenrauheitswerte herangezogen. Geläufige Werte, welche aus der Abbott-Firestone-Kurve, siehe Abbildung 2.5 gewonnen werden, sind die nach DIN EN ISO 13565-2 zu ermittelnden Kernwerte. R_{pk} wird dabei als der Materialanteil angenommen, der unter tribologischer Last elastisch, wie plastisch verformt wird. R_k die Kernrautiefe, gibt den Traganteil an, welcher die Beanspruchung aufnimmt. R_{vk} gibt den Materialanteil der Riefen an und wird auch als Ölrückhaltevolumen bezeichnet.

Es wird die Annahme getroffen, dass das in den Riefen verbleibende Öl vor allem in reversierenden Kontakten eine bessere Schmierung am Umkehrpunkt bei wirkender Haftreibung gewährt [79]. Die Oberflächenrauheit nach tribologischer Belastung kann abhängig von der Beanspruchung und der Ausgangsrauheit einglätten oder aufrauen [65]. Berlet [11, 12] betrachtete in seiner Arbeit bei ähnlichen Rauheitswerten mechanisch und thermisch schonende Endbearbeitungen im Vergleich zu konventionellen und zeigte, dass sich ein letzter schonender Endbearbeitungsschritt positiv auf das spätere Verhalten des Systems unter tribologischer Beanspruchung auswirkt. Dabei hat vor allem das verringerte Einbringen von Druckeigenspannungen in die Oberfläche einen positiven Einfluss auf die späteren Reibungs- und Verschleißwerte. Er beschreibt eine durch die Endbearbeitung erzeugte Vorkonditionierung und Vorabinitiierung des dritten Körpers im letzten Bearbeitungsschritt.

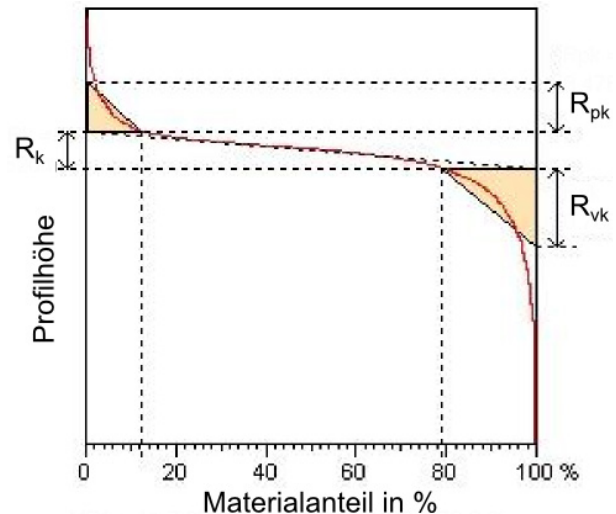


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung einer Abbott-Firestone Kurve.

2.3 Dissipation von Energie

Die eingebrachte mechanische Leistung in die Oberfläche wird allgemeingültig anerkannt durch die Formel [34, 92],

$$\dot{E} = \frac{\mu \cdot F \cdot v}{A} \quad (2.2)$$

beschrieben. A ist dabei die nominelle Berührfläche. Die eingebrachte Leistung wird in einen Anteil aus Wärme und aus Verformung im Volumen sowie Verschleiß umgesetzt, wobei die genauen Anteile nicht bekannt sind.

Die mittlere Temperatur einer Oberfläche setzt sich aus der Umgebungstemperatur und der in der nominellen Berührfläche wirkenden mittleren Reibwärme zusammen. Verschiedene Arbeiten haben gezeigt, dass sich diese Temperatur oberhalb von 200 °C bewegt und damit thermisch aktivierte Prozesse wie Diffusion zunehmen [67, 114]. Diffusionslose Prozesse, wie zum Beispiel das Aufschmelzen von einzelnen Kontaktpunkten oder Eisenkarbidbildung werden dagegen von der Blitztemperatur hervorgerufen, welche nur einen Sekundenbruchteil auf nur minimale Volumina wirkt [67, 69]. Diese Unterscheidung der Blitztemperatur und der mittleren Reibtemperatur ist aus analytischer Sicht wichtig und kann eine Zuordnung von analytischen Ergebnissen erleichtern [33].

Shakhvorostov et al. [114] stellten nach Versuchen, bei welchen die mittlere Temperatur sowie Verschleiß *in – situ* aufgezeichnet wurden, folgenden Zusammenhang von eingebrachter Leistung ins Tribosystem auf:

$$\dot{E} \cdot A = \mu \cdot F \cdot v = \dot{E}_q + \dot{E}_w + \dot{E}_m \quad (2.3)$$

Dabei ist \dot{E} die gesamte dissipierte Leistung und teilt sich in den thermisch umgesetzten Anteil \dot{E}_q , in den in Verschleiß umgesetzten Anteil \dot{E}_w und in den ins Material dissipierten Anteil \dot{E}_m auf. \dot{E}_q steigt linear mit \dot{E} und auch für \dot{E}_w lässt sich ein linearer Zusammenhang vermuten. \dot{E}_m zeigt hingegen ein Maximum. Aus dem oben dargestellten Zusammenhang bei einer dissipierten Gesamtleistung \dot{E} von 200 W ergibt sich ein Anteil von circa 90 % für die in Wärme dissipierte Leistung. Für das hier untersuchte System Chrom gegen Grauguss entspricht dieser Anteil der allgemeinen Annahme von umgesetzter Wärmeenergie in technischen Systemen [33].

Kong und Ashbey [67] zeigten 1991 einen linearen Zusammenhang zwischen mittlerer Reibwärme und der wirkenden Normalkraft, wohingegen die Blitztemperatur in erster Linie von der Relativgeschwindigkeit bestimmt wird [69, 70]. Bei den Berechnungen zu wirkenden Blitztemperaturen wird angenommen, dass sich bei rein plastischer Wechselwirkung in den Asperiten die Reibung vollständig in Wärme umsetzt und die Speicherung

der Energie durch Materialveränderung vernachlässigbar klein ist [56]. Dabei bleibt unberücksichtigt, dass Werkstoffeigenschaften nicht nur von der Temperatur, sondern auch von der Verformungsgeschwindigkeit abhängig sind [72]. Eine weitere Abhängigkeit von der Temperatur ergibt sich über die wirkenden Verschleißmechanismen [62].

Die Dissipation durch Materialveränderung kann durch plastische Verformung, Phasenumwandlung und chemische Reaktion erfolgen. Die Dissipation von Energie durch chemische Reaktion ist unter Punkt 2.1.2 unter dem Verschleißmechanismus der tribochemischen Reaktion beschrieben. Die plastische Verformung unterhalb der Oberfläche kann [85, 121] durch folgenden Zusammenhang beschrieben werden und folgt einer e-Funktion:

$$\gamma(z) = \gamma_0 \cdot e^{-C_2 z} \quad (2.4)$$

Die Scherdehnung an der Oberfläche ist dabei nach Heilmann et al. [44] durch

$$\gamma_0 = -\frac{1}{C_1} \ln\left(1 - \left(\frac{\tau_0}{\tau_m}\right)^2\right), \quad (2.5)$$

mit τ als Scherspannung, beschrieben.

Deformationsprozesse hängen unter anderem von der Stapelfehlerenergie, der Größe und Orientierung der gescherten Körner sowie von Ausscheidungen im Korn und an den Korngrenzen ab. Eine hohe Stapelfehlerenergie begünstigt Kletter- und Quergleitvorgänge und damit die Ausbildung von Subkorngrenzen (dynamische Rekristallisation) bei hoher Verformung unter zyklischer Belastung [29, 33]. Diese dynamische Rekristallisation führt zu eigenspannungsfreien oder -reduzierten Volumina und kann wie bereits unter Punkt 2.1.2 beschrieben und unter anderem von Salesky [105] dargestellt zu Rissausbreitungen parallel zur Oberfläche führen. Dabei kommt es in Bereichen zunehmender Versetzungsdichten aufgrund der zyklischen Belastungsfolge zu Zellwandbildungen in den oberflächennahen Bereichen. Dies führt zu einem Sprung in der Spannungsverteilung am Übergang von erholtem zu nicht erholtem Bereich und zu Rissbildung.

Dissipation durch Phasenumwandlung tritt bei Stählen zum Beispiel in der Bildung von reibungsinduziertem Martensit auf. Die Martensitbildung kann dabei temperaturinduziert aufgrund der wirkenden Blitztemperatur oder spannungsinduziert ablaufen. Thermisch induziertes Martensit wird dabei direkt an der Oberfläche gebildet, ist spröde und neigt zur Entstehung von Oberflächenrissen. Hornbogen et al. [51] beschreiben die spannungsinduzierte Martensitbildung, welche zu harten Oberflächen mit erhöhten Druckeigenspannungen führt und sich günstig auf die Verschleißigenschaften auswirkt. Die positive Auswirkung von Druckeigenspannungen, welche bereits durch die Endbearbeitung induziert wird, wird auch von Berlet [12] beschrieben. Dieser günstige Einfluss wird sich bei Stählen mit

hohen metastabilen, austenitischen Gefügen zu Nutze gemacht [33]. Eine weitere diffusionsgesteuerte Form der Phasenumwandlung ist die von Archard beschriebene Auflösung von Zementitlamellen in Stählen unter lokal hohen Temperaturen und Druck [4, 5].

2.4 Einlauf und dritter Körper

2.4.1 Einlauf

Die Einlaufphase eines tribologischen Kontaktes wird allgemein als Phase des initialen Kontakts beschrieben und als diejenige Phase im Leben einer Tribopaarung, welche zwischen dem Erstkontakt und dem Erreichen eines stabilen Reibwerts liegt. Erreicht ein Tribosystem unter gegebenen Bedingungen keinen stabilen Reibwert, so gilt die Paarung als nicht eingelaufen.

Scherge et al. [108] vermuten für geschmierte Kontakte, dass die optimale Belastung, welche individuell für jedes Tribosystem angepasst werden muss, nicht nur zu einem stabilen Reibwertverhalten führt, sondern immer auch zu niedrigen Reibungs- und Verschleißwerten, welche für μ im Bereich von kleiner 0,05 und für \dot{w} im Bereich von wenigen Nanometern pro Stunde liegen. Abbildung 2.6 zeigt schematisch die Entwicklung von Reib- und Verschleißwert während der Einlaufzeit. Dabei zeigten die

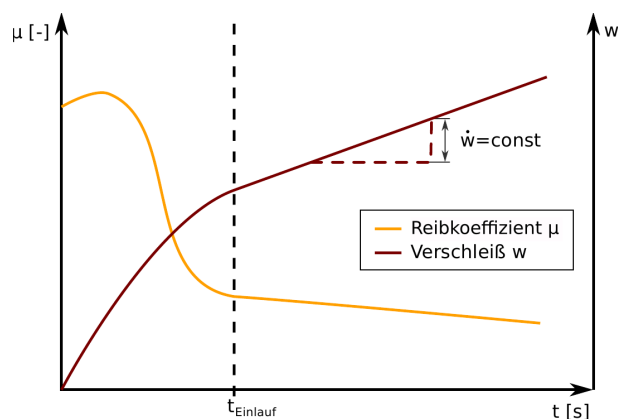


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der zeitlichen Entwicklung von Reibwert und Verschleiß.

Autoren für die Tribopaarung Grauguss gegen 100Cr6-Stahl eine deutliche Verringerung von Reibung und Verschleiß, welcher *in-situ* während des gesamten Versuchs aufgezeichnet wurde, mit der Erhöhung der Flächenpressung im initialen Kontakt. Mit der Erhöhung der Normalkraft erhöhte sich die im Einlauf im System dissipierte totale Reibleistung $\dot{E} \cdot A$, was als Folge nach dem Einlauf zu einer geringeren auftretenden Reibleistung führte. Die Versuche wurden bei einer Geschwindigkeit von 2,5 m/s durchgeführt. Versuche mit der doppelten Geschwindigkeit von 5,0 m/s führten dagegen zu hohen Verschleißraten. Hieraus folgert sich, dass sich die Geschwindigkeitserhöhung im Produkt der Reibleistung $\dot{E} \cdot A = \mu \cdot F_N \cdot v$ nicht äquivalent der Normalkrafterhöhung auf das Einlaufverhalten auswirkt. Unter Punkt 2.3 wurde bereits die unterschiedliche Auswirkung von Geschwindigkeit und Normalkraft auf die wirkende mittlere Reibtemperatur und Blitztemperatur beschrieben. Weiter wirken Normalkraft und Geschwindigkeit in Bezug auf die Herseyzahl

mit $H = \mu \cdot \eta \cdot v / P$ im geschmierten Kontakt konträr, d.h. eine Erhöhung der Normalkraft erhöht den Grenzreibungsanteil, während die Erhöhung der Geschwindigkeit eine Verringerung des Grenzreibungsanteils zur Folge hat [116]. Daraus ergibt sich ein verschieden großes umgeformtes Volumen.

2.4.2 Der Ansatz des dritten Körpers

Durch die im Einlauf stattfindende Wechselwirkung der Reibpartner unter Grenz- und Mischreibung entsteht, wie bereits durch Schmaltz [112] für technische Oberflächen beschrieben, eine Randzone mit unterschiedlichen Bereichen. Dieser Bereich weist eine zu den beiden Grundkörpern veränderte chemische und mechanische Zusammensetzung mit veränderten Eigenschaften gegenüber dem Grundmaterial auf. Es können beide Reibpartner, aber auch nur ein Reibpartner involviert sein. Dieser Bereich wird von Godet [38] 1984 erstmals dritter Körper genannt. Godet präsentiert damit einen Ansatz, welcher die Standpunkte der Materialwissenschaftler und Ingenieure in der Tribologie vereinen soll. Er definiert einen Zwischenkörper, als Film zwischen den beiden im Kontakt stehenden „ersten Körpern“, welcher im materialwissenschaftlichen Sinne als Zone veränderter Zusammensetzung zum Grundmaterial definiert werden kann und im kinematischen Sinne als Bereich, welcher die Geschwindigkeitsdifferenz zwischen den Körpern überwindet und Energie dissipiert. Dabei unterscheidet Godet nicht zwischen geschmiertem und ungeschmiertem System, sondern zählt das Schmiermittel zum dritten Körper. Der dritte Körper wird unter Belastung tangential und normal bewegt und ist über seine Dicke nicht homogen.

Abbildung 2.7 zeigt schematisch die infolge des tribologischen Kontakts veränderte Randzone eines geschmierten Systems. Unterhalb des dritten Körpers zeigt sich eine Zone rein plastischer Verformung. Oftmals zeigen sich ausgerichtete Körner in Belastungsrichtung. Berthier [13] beschreibt den dritten Körper als Zusammensetzung von Oxiden, Verunreinigungen und Verschleißpartikeln aus Grund- und Gegenkörpern sowie von Schmiermittelbestandteilen oder Additivreaktionsschichten. Die Voraussetzung dafür ist, dass Additive oder die Kohlenwasserstoffketten aus dem Schmiermittel mit der Materialoberfläche reagieren können. Es kommt zum Materialauftrag. Zusammenfas-

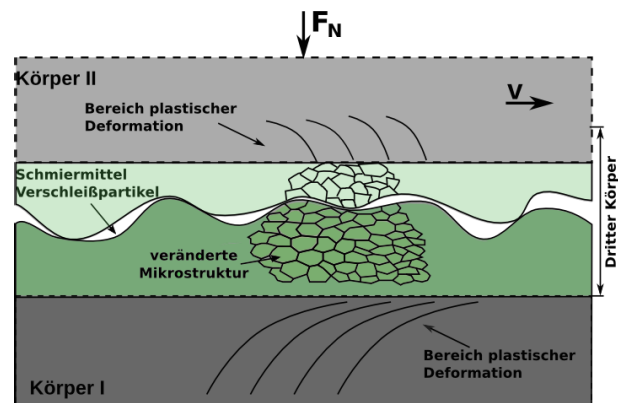


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung der Mikrostrukturveränderung in der Randzone während des Reibvorgangs im geschmierten System.

Es kommt zum Materialauftrag. Zusammenfas-

send lassen sich vier Hauptfunktionen des dritten Körpers beschreiben:

1. Übertragen von Normalkraft: Dabei kann der dritte Körper gleichzeitig als Festkörper betrachtet werden, welcher statisch direkt eine Kraft übertragen kann, oder als Flüssigkeit, welche zur Kraftübertragung, zum Beispiel über eine Relativbewegung, eines Drucks bedarf.
2. Trennung der beiden ersten Körper: Vermeidung von direkter Interaktion und Mitwirkung am Reibprozess zur Verringerung der Schädigung.
3. Aufnehmen der Geschwindigkeitsdifferenz der beiden ersten Körper.
4. Transformation und Dissipation kinetischer Energie in Wärme und Deformation [13].

Berthier et al. [32, 128] stellten 2006 ein Modell auf, das gängige Verschleißmodelle mit dem Konzept des dritten Körpers vereint und den dritten Körper auf analytischer Basis als Kreislauf von Massenflüssen beschreibt. Dabei gilt als Grundlage, der auch von Rigney [98, 99] gezeigte Mechanismus, dass Verschleißpartikel nicht, wie ursprünglich im Modell von Archard 1953 angenommen [3] direkt aus dem Kontakt entweichen, und nicht mehr dem System zugehörig sind, sondern am Reibprozess teilnehmen und es zum wiederholten Kompaktieren der Partikel und letztendlich zu deren Einschluss kommen kann. Dies wird auch von Lio et al. [76] beschrieben, welche abhängig von den Verschleißpartikelgrößen noch das unterschiedliche Verhalten der Partikel im Reibspalt erläutern.

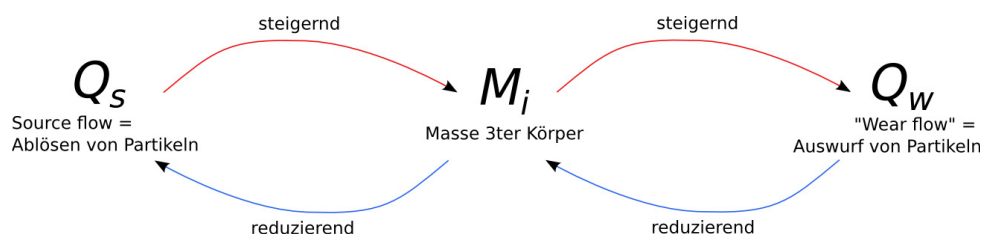


Abbildung 2.8: Relativer Einfluss der Massenflüsse des Grundmaterials, des dritten Körpers und der Umgebung nach Berthier [32].

Die Schematik der Massenflüsse ist in Abbildung 2.8 dargestellt. Das Lösen von Verschleißpartikeln ist dabei von zwei Massen möglich. Einmal als Ablösung von der Masse des Grundkörpers als „Source flow“ an den dritten Körper und das andere Mal als Auswurf vom dritten Körper als „Wear flow“, aus dem Kontakt heraus. Dabei ist ein Rückfluss möglich. Das analytische Modell sowie Experimente zur Validierung zeigten dabei, dass die totale Masse des dritten Körpers unter gegebenen Bedingungen gegen einen Grenzwert läuft und sich die Raten der abgelösten und ausgeworfenen Partikel entsprechen. Dabei

ist der Massenfluss als Gleichgewicht zu sehen, der sich von allen Seiten beeinflussen lässt.

Shakvorostov et al. [115] stellen die Bildung eines optimalen dritten Körpers von der Reibleistung abhängig dar, welche im Einlauf in das Tribosystem eingebracht wurde. Diese optimierte Ausbildung der Randzone geht einher mit schnell abfallenden Reibwerten und stabilen niedrigen Verschleißraten. Dabei muss der Energieeintrag in das Material hoch genug sein, um plastisches Fließen und mechanische Vermischung zu induzieren, wobei ein zu hoher Energiebetrag zu hohen Verschleißraten und zur Destabilisierung des Systems führen kann.

2.5 Mikrostruktur

Die Mikrostruktur stellt eine grundlegende Bedeutung im tribologischen System dar, wobei die initiale Mikrostruktur sowie die Belastungsbedingungen eine bestimmende Wirkung auf die späteren Reibungs- und Verschleißwerte haben [12, 115]. Prinzipiell stellt ein tribologischer Prozess eine Abfolge von Dissipationsprozessen dar, welche in ihrer Konsequenz alle von der Mikrostruktur abhängig sind. Zum Gahr stellte 1987 [35] umfassend dar, wie sich die Mikrostruktur auf den Verschleiß auswirkt. Dabei stellt er den Hauptzusammenhang zwischen Verschleiß und dem Verhalten bei plastischer Deformation dar. Fischer [33] stellt heraus, dass Verformungsvorgänge bei einer tribologischen Belastung nicht mehr nur durch die klassische Verformungslehre, welche Verformungen mit dem Aufstauen von Versetzungen oder Gleitbandbewegungen beschreibt, erklärt werden können. Es kommt zusätzlich zur Verfestigung auch zu Erholung und Rekristallisation, ähnlich dem Werkstoffverhalten bei der Halbwarm- und Warmumformung. Die wichtigsten Einflussfaktoren sind Kristallstruktur, Korngrenzen, Stapelfehler, Ausscheidungen und die Stabilität der Gitterstruktur. Dabei müssen die Gefügeparameter über mehrere Größenordnungen betrachtet werden, vom einfachen Gitterfehler bis hin zu Ausscheidungen mit Durchmesser im Mikrometerbereich.

2.5.1 Verfestigung, Rekristallisation und Erholung

In der klassischen Verformungslehre erfolgt plastische Deformation durch die Verschiebung von Gitterfehlern wie Versetzungen oder Leerstellen. Beim Versetzungsgleiten wird das Gitter dabei nur entlang der Versetzungslinie gestört. Die Bewegung von Versetzungen wird an Hindernissen wie Ausscheidungen erschwert [124]. Ausscheidungen können neben den diskreten Gleitebenen auch durch Quergleiten umgangen werden und verlieren dabei ihre Effektivität. Entsprechend ihres Ausscheidungsortes, ihrer Größe und Form

können Ausscheidungen bei der plastischen Verformung, vor allem bei großen Verformungen und Verformungsgeschwindigkeit, eine Schwachstelle im Gefüge darstellen. Sie sind ein möglicher Ort von Rissentstehung. Hartphasige Ausscheidungen können an ihren Grenzflächen aufreißen oder brechen und zu großem Verschleiß führen [29]. Die Stapelfehlerenergie nimmt für gewöhnlich mit zunehmender Fremdkörperkonzentration ab. Mit abnehmender Stapelfehlerenergie erhöht sich die Aufspaltungsweite der Teilversetzung und kann schwerer wieder zusammengeführt werden. Quergleiten von Versetzungen wird dadurch verhindert und die Bildung von Zellwänden erschwert [29, 33, 126].

Ein weiterer Verfestigungsmechanismus ist durch die Intersektion von Versetzungen gegeben. Allgemein gilt für die Umformfestigkeit der Zusammenhang,

$$\tau = \alpha \cdot b \cdot G \cdot \sqrt{\rho_t} \quad (2.6)$$

zwischen Scherspannung τ und Versetzungsdichte ρ_t , mit α , einer numerischen Konstante zwischen 0,3 und 0,6 und dem Burgersvektor b . Bei zyklischer Verformung kann es auch ohne Temperaturerhöhung zu Erholungsvorgängen kommen. Versetzungen ordnen sich in stabilen Zellwänden an, deren Durchmesser mit steigender Dehnung abnehmen, wobei die Missorientierung der entstehenden Zellen größer wird. Es kommt infolge der dynamischen Erholung zur Subkornbildung mit Kleinwinkelkorngrenzen. Die Verfestigung wird dabei ähnlich der Hall-Petch Beziehung mit dem Kehrwert der Wurzel des Zelldurchmessers beschrieben. In krz-Werkstoffen wie Ferrit oder Perlit, kommt es zur Bildung von stabilen Zellwänden, ohne dass vorher eine hohe Versetzungsdichte beobachtet worden ist [33].

Wie schon beschrieben stellt die Korngrenze ein Hindernis in der Bewegung von Versetzungen und in der Verformung dar. Es kommt somit zur Erhöhung der Fließgrenze. Dies ist mit der Hall-Petch Beziehung wie folgt beschrieben,

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{\kappa_{HP}}{\sqrt{D_K}}, \quad (2.7)$$

wobei σ_0 die Spannung angibt, welche freibewegliche Versetzungen in der Gleitebene zur Bewegung benötigen. κ_{HP} entspricht der Steigung und zeigt sich insensitiv gegenüber Temperatur, Zusammensetzung und Dehnrage.

Weiter stellen Korngrenzen Quellen wie Senken für Versetzungen dar und können als Rekristallisationskeime wirken. Im Reibprozess wird die Rekristallisation durch den Eintrag von Fremdatomen stark behindert [99]. Der Zusammenhang nach Hall-Petch kann nur so lange gelten, wie die Körner mindestens so groß wie ein Versetzungsring sind. Dieser kritische Radius eines Korns wird mit Werten im Bereich der zwei- bis zehnfachen Länge des materialspezifischen Burgersvektors angenommen [7].

Allgemein kann angenommen werden, dass mit Erhöhung der Defektdichte die Geschwindigkeit der plastischen Verformungsvorgänge erhöht ist.

2.5.2 Plastische Deformation von nanokristallinen Metallen

Je kleiner Korndurchmesser werden, desto größer wird der Einfluss des amorphen Bereiches der Korngrenze. Wie im vorherigen Abschnitt beschrieben, können Verformungen beim Unterschreiten einer Korngröße kleiner der Größe eines Versetzungsringes nicht mehr über die klassische Verformungslehre beschrieben werden. Verformungen werden wie in der Superplastizität über das Gleiten der Korngrenzen auf atomarer Ebene beschrieben, wobei gängige Modelle [86, 110] davon ausgehen, dass die Hindernisse in Form eines blockierenden Kornes durch Diffusionsprozesse oder Versetzungsbewegung überwunden werden. Eine andere Vorstellung ist, dass sich durch Korngrenzwanderung ebene Grenzflächen aus Korngrenzen bilden, in welchen die Scherung lokalisiert abläuft. Diese Betrachtungsweise ergibt folgende Vorteile:

- Korngrenzwanderung scheint für eine Verformung effektiver als Diffusion über Hindernisse hinweg.
- Diffusionsdistanzen liegen nur in der Größenordnung der Korngrenzdicke und nicht in der Größenordnung des Hindernisses.
- Verformung von Materialien ohne Versetzungsaktivitäten können damit erklärt werden.
- Mit sinkendem Korndurchmesser sinkt die Hindernisgröße. Als Folge verringert sich das Volumen des Materials, bzw. die Anzahl der Atome, welche bewegt werden müssen, um eine mesoskopisch-ebene Gleitfläche zu bilden. Dies spricht für ein deutlich besseres Verhalten unter Verformung von nanokristallinen Materialien als von polykristallinen [42, 110].

Für metallische Systeme kann die Abweichung von der Hall-Petch Beziehung bei weiterer Kornfeinung damit der Konkurrenz zwischen den Verformungsprozessen des Korngrenzgleitens und denen, welche versetzungsdominant ablaufen, zugeschrieben werden. Diese beiden Prozesse sind dabei voneinander unabhängig und derjenige, welcher eine unter den gegebenen Bedingungen geringere Energie benötigt, wird dominieren. Eine Verringerung des Korndurchmessers wird im Falle einer Dominanz des Korngrenzgleitens zu einer weiteren Reduktion der Fließgrenze führen, während bei einer Dominanz von kristallographischer Verformung die Fließspannung weiter ansteigt [42, 126]. Die Reduktion der Mikrohärtigkeit H_ν im Regime des Korngrenzgleitens kann mit H_{ν_0} als Übergangsmikrohärtigkeit,

bei welcher es zum Übergang von versetzungsbewegungsdominierter zu korngrenzgleiten-dominanter Deformation kommt, wie folgt ausgedrückt werden

$$H_\nu = H\nu_0 - \frac{m_2}{D_K}(D_K - m_3)^{1/2} \quad (2.8)$$

und wurde für verschiedene Materialien bestätigt [19–21, 59]. Der Parameter m_3 ist über die Korngrenzdicke mit $2\sqrt{6} \cdot \delta$ definiert, während m_2 ein Materialparameter darstellt.

Kapitel 3

Methoden

3.1 Materialien und Probenherstellung

Für die im Folgenden durchgeführten Versuche wurden drei verschiedene Beispielstähle verwendet, ein 56NiCrMoV7, ein Ck45 und ein C86D. Die Grundgeometrie der Tribopaarung war ein Stift-Scheibe Kontakt. Die Stähle und deren Wärmebehandlung wurden unter dem Gesichtspunkt der vereinfachten Darstellung von möglichen ablaufenden Mechanismen gewählt und nicht einer tribologischen Problemstellung entnommen. Auswahlkriterien waren geringer Restaustenitgehalt und eine nicht zu große Härte, sodass signifikante plastische Deformationen einer tribologischen Belastung eindeutig zuzuordnen sind. Die Tribopaarungen wurden im polierten und geläppten Ausgangszustand verwendet.

3.1.1 Scheibenmaterial

Die verwendeten Scheiben wurden aus einem gezogenen Stangenprofil gefertigt. Es wurde ein 56NiCrMOV7 mit der Werkstoffnummer 1.2714 und ein Ck45 mit der Werkstoffnummer 1.1191 verwendet. Die Scheiben hatten einen Durchmesser von $70,0 \pm 0,2$ mm und eine Solldicke nach der Endbearbeitung von $4,0 \pm 0,2$ mm.

56NiCrMoV7:

Die Scheiben wurden nach dem Trennen bei 850 °C unter Schutzgasatmosphäre für eine Stunde austenitisiert und nach dem Abschrecken für eine Stunde bei 630 °C angelassen. Nach dem Vergütungsprozess weist der Grundwerkstoff ein ausscheidungsarmes, martensitisches Gefüge auf (siehe Abbildung A.1a im Anhang A). Der Restaustenitgehalt liegt

unter 2 %. Die Endbearbeitung zur Fertigung der funktionsrelevanten Oberflächen erfolgte durch Feinschleifen und anschließendes Läppen bzw. Läppen und Polieren. Die Härte über dem Querschnitt liegt bei 400 ± 20 HV1.

Die chemische Zusammensetzung des Werkstoffes findet sich in Tabelle 3.1.

Element	C	Si	Mn	P	S
Ma-%	0,50 - 0,60	0,10 - 0,40	0,65 - 0,95	$\leq 0,030$	$\leq 0,030$
	Cr	Ni	Mo	V	
Ma-%	0,10 - 1,20	1,50 - 1,80	0,45 - 0,55	0,07 - 0,12	

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung des Stahls 56NiCrMoV7 [66].

Ck45:

Die Scheiben wurden nach dem Trennen bei 880 °C unter Schutzgasatmosphäre für eine Stunde austenitisiert und nach dem Abschrecken für eine Stunde bei 530 °C angelassen.

Element	C	Si	Mn	S	Cr+Ni+Mo
Ma-%	0,42 - 0,50	$\leq 0,40$	$\leq 0,5$	$\leq 0,035$	$\leq 0,63$

Tabelle 3.2: Chemische Zusammensetzung des Stahls Ck45 [66].

Nach dem Vergütungsprozess weist der Grundwerkstoff ein ferritisch-perlitisches Gefüge auf, siehe Abbildung A.1b im Anhang A. Der Restaustenitgehalt liegt unter 2 %. Die Endbearbeitung erfolgte wie für den Scheibenstahl 56NiCrMoV7. Die Härte über dem Querschnitt liegt bei 270 ± 20 HV1. Die chemische Zusammensetzung des Werkstoffes findet sich in Tabelle 3.2.

3.1.2 Stiftmaterial

Der Gegenkörper wurde aus einem unlegierten, patentiert-gezogenen Federstahldraht der Firma Becker GmbH nach Gütenorm DIN EN 10270-1 unter dem Werkstoffkurznamen SH hergestellt. Der Werkstoff entspricht in seiner Zusammensetzung dem DIN-Stahl C86D (1.0616). Ausgehend vom Federstahldraht wurden Stifte mit einem Durchmesser von $5_{-0,03}^{+0}$ mm gefertigt. Das Material zeigt im Anlieferungszustand bereits ein homogenes perlitisches Gefüge (siehe Abbildung A.1c im Anhang A). Die Härte über den Stiftquerschnitt liegt bei 450 ± 20 HV1.

Die chemische Zusammensetzung des Werkstoffes findet sich in Tabelle 3.3

Element	C	Si	Mn	P	S	Cu
Ma-%	0,35 - 1,00	0,10 - 0,30	0,50 - 1,20	$\leq 0,035$	$\leq 0,035$	$\leq 0,20$

Tabelle 3.3: Chemische Zusammensetzung des Stiftwerkstoffs, Werkstoff-Kurzname SH [9].

Da alle Versuche mit dem gleichen Stiftmaterial durchgeführt wurden, wird in der Ergebnisdarstellung hauptsächlich auf das Scheibenmaterial und nur vereinzelt auf die Stiftanalytik eingegangen.

3.1.3 Schmiermittel

Für die tribologischen Untersuchungen wurde ein nichtadditiviertes Polyalphaolephin (PAO8) mit dem in Abbildung 3.1 dargestellten dynamischen Viskositätsverlauf verwendet.

Hierbei stand wieder die Vereinfachung des Systems und die daraus folgende Möglichkeit, Aussagen über grundlegende Reibungsmechanismen, unbeeinflusst von möglichen Additivreaktionen, treffen zu können im Vordergrund. Die Versuche wurden alle bei einer Schmiermitteltemperatur am Ölausgang von 50 °C durchgeführt. Bei dieser Temperatur besitzt das Öl eine dynamische Viskosität von 25,7 mPas.

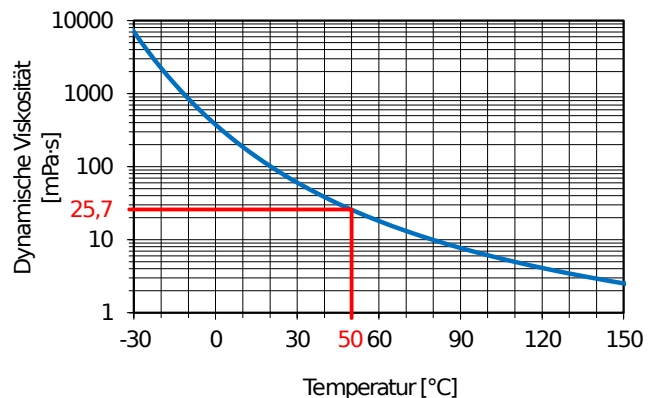


Abbildung 3.1: Viskositätsverlauf des verwendeten PAO8.

3.2 Abschätzung der realen Kontaktfläche

Es soll im Folgenden eine ungefähre Abschätzung der unterschiedliche Kontaktentstehung und -ausprägung des geläppten und des polierten Ausgangszustandes der Oberflächen getroffen werden. Abbildung 3.2 zeigt beispielhaft Topografieaufnahmen des polierten und geläppten Zustandes des 56NiCrMoV7-Stahls. Beide Endbearbeitungsverfahren sind richtungsunabhängig und zeigen somit keine Oberflächenmerkmale mit Vorzugsrichtung. Die Bestimmung der realen Kontaktfläche ist nach Kalin et al. [60] stark von der verwendeten Skala in x - und y -Richtung abhängig und beeinflusst Zahl, Radien und Höhe der Asperiten. Gängige Modelle zur Bestimmung der Kontaktfläche nutzen verschiedene

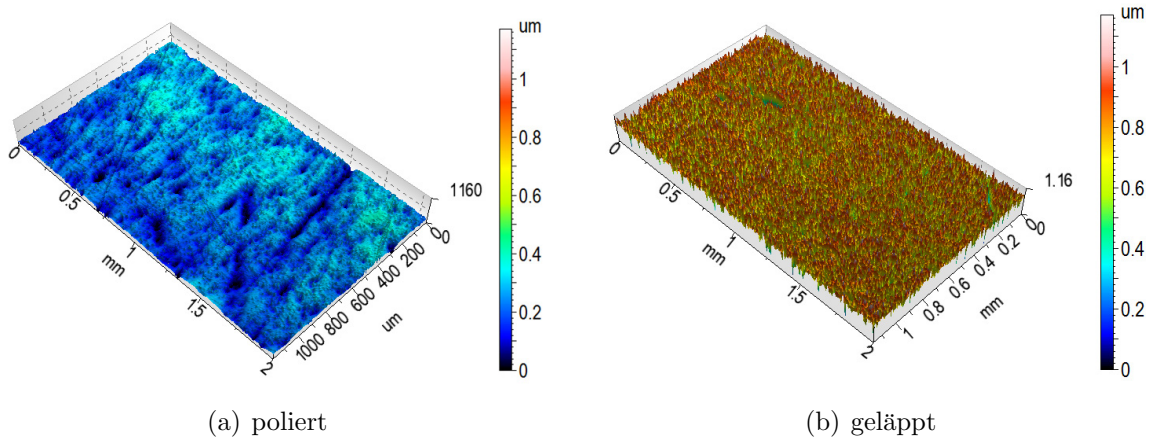


Abbildung 3.2: Topografiebild einer unbeanspruchten Oberfläche im geläpten und polierten Zustand am Beispiel von 56NiCrMoV7 .

Kriterien und sind nur unter großen Einschränkungen gültig.

Betrachtet man das 3-D-Bild der beiden Topografieaufnahmen des geläpten und polierten Grundzustands in Abbildung 3.2 bei gleicher Skalierung, so lassen sich folgende Rückschlüsse ziehen:

1. Anzahl der Asperiten $N \rightarrow N_{\text{poliert}} < N_{\text{geläppt}}$
2. Radien der Asperiten $R \rightarrow R_{\text{poliert}} < R_{\text{geläppt}}$
3. Steigung der Asperiten $h'_{\text{RMS}} \rightarrow h'_{\text{RMS-poliert}} < h'_{\text{RMS-geläppt}}$

Die Steigung der Asperiten h'_{RMS} wurde hier aus dem Kontaktmodell von Persson [88] abgeschätzt und berücksichtigt nur einen reinen Normalkontakt ohne Tangentialbewegungen:

$$h'_{\text{RMS}} = \sqrt{|\nabla h|^2} = \sqrt{1/A \iint_A \left(\frac{\partial z}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial z}{\partial y} \right)^2 dx dy} \quad (3.1)$$

Nach dem Kontaktmodell von Persson [88] ergibt sich die wahre Kontaktfläche aus dem reduzierten E-Modul und dem mittleren Gradienten der Oberfläche h'_{RMS} , sowie der Normalkraft F_N wie folgt:

$$\frac{A_r}{A_g} = \kappa \frac{F_N}{h'_{\text{RMS}} E_r A_g} \quad (3.2)$$

Das Modell ist gilt für hohen Druck bei Multiasperitenkontakt. Es legt die Grenze bei einem Verhältnis von $A_r/A_g \approx 10\%$ fest. Aus diesem Modell ließe sich schlussfolgern,

dass die reale Kontaktfläche aufgrund der größeren Steigung der Asperiten im geläppten Zustand kleiner ist als die des polierten.

Es wird somit als Annahme getroffen, dass durch die geringere Kontaktfläche des geläppten Systems auch das interagierende Materialvolumen kleiner ist als im polierten Fall, was bei gleicher wirkender Energie zu einer höheren Energiedichte führen würde.

3.3 Reibungs- und Verschleißmessungen

3.3.1 Tribometer

Für die tribologischen Untersuchungen wurde ein Stift-Scheibe-Tribometer mit angeschlossener RNT-Anlage verwendet. Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Gerät war ein Gerät der Firma Tetra Ilmenau GmbH des Typs Basalt SST mit einem Arbeitsbereich der Normalkraft von 0-1000 N und der Reibkraft von 0-200 N, bei maximaler Umdrehung von 1500 U/min. Die Schematik des Geräts ist in Abbildung 3.3 dargestellt. Das Funktionsprinzip beruht auf der direkten Messung der Stiftauslenkung oberhalb des Kontaktes mit einem System aus Dehnmessstreifen. Die Normalkraft wird aktiv über einen Schrittmotor aufgebracht und über ein Dehnmessstreifensystem kontrolliert sowie im Versuchsverlauf geregelt.

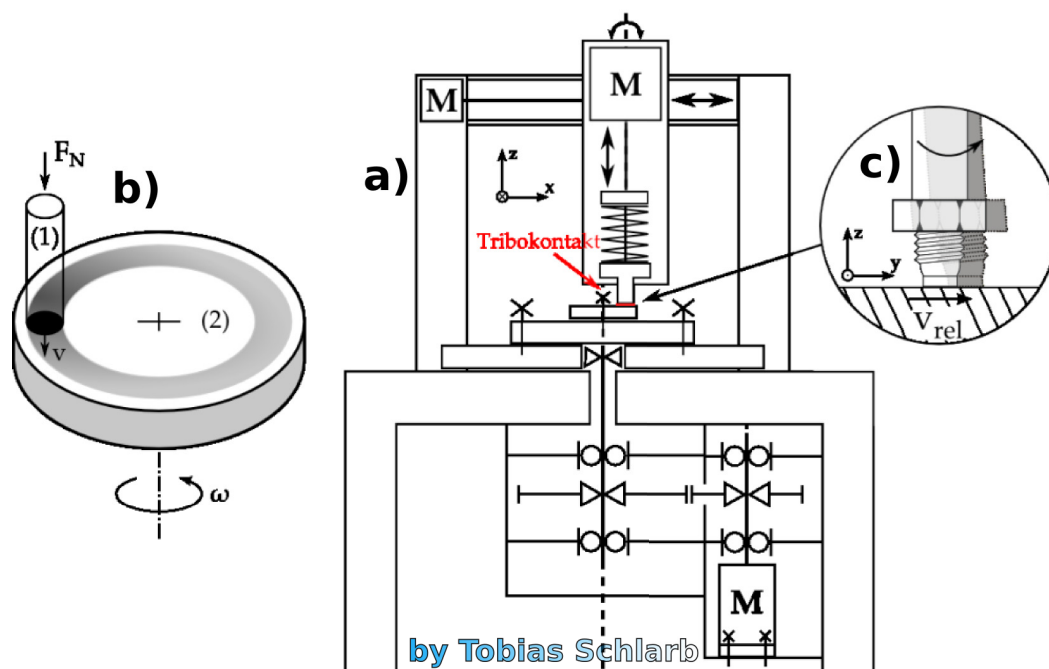


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung des Funktionsprinzips des verwendeten Tribometerprüfstands.

Die Scheibe wird mit einem maximalen Höhenschlag von $5\ \mu\text{m}$ am Aussenradius ausgerich-

tet. Der Stift hat wie in Abbildung 3.3c) dargestellt die Möglichkeit sich minimal um die x -Achse anzupassen und sich an der Oberfläche auszurichten. Der Stift wird vor Versuchsbeginn auf die im Versuch wirkende Normalkraft gesetzt und dabei ausgerichtet. Damit wird eine optimale Kontaktherstellung über den Stiftdurchmesser gewährleistet und Kantenläufer werden vermieden. Ein offener Ölkreislauf führt durch ein Umwälzthermostat konstant temperiertes Öl zu. Es wurden drei Versuchsradien auf der Tribometerscheibe festgelegt, 19 mm, 24,5 mm und 30 mm.

3.3.2 Radionuklidtechnik

Ziel dieser Arbeit ist eine Parameterfindung, um Verschleißraten im Bereich deutlich kleiner 50 nm/h für das tribologische System zu erreichen. Diese geringen Verschleißraten bedürfen einer Technik mit hoher Auflöserate. Das Messverfahren der Radionuklidtechnik ist eine Online-Verschleißmessmethode, welche berührungslos und kontinuierlich den Verschleiß als Funktion der Zeit bestimmt. Dabei kann *in-situ* der Verschleiß mit verschiedenen Belastungsbedingungen korreliert werden und Rückschlüsse auf den Zustand und auf Stabilität oder Empfindlichkeit des tribologischen Systems gezogen werden [109]. Die Messmethode beruht darauf, dass ein oder beide Reibpartner radioaktiv markiert werden, indem die Proben mittels Neutronenstrahlung im Reaktor oder per Dünnschichtaktivierung mit schweren geladenen Teilchen (Protonen, Deuteronen, α -Teilchen) im Zyklotron beschossen werden und instabile Isotope bilden. Es gibt zwei Hauptmethoden der Verschleißmessung. Zum einen wird im Dünnschichtdifferenzverfahren kontinuierlich die Restaktivität der Reibkörper während des kontinuierlichen Verschleißprozesses bestimmt oder im Konzentrationsmessverfahren mit Hilfe eines Ölkreislaufs die Aktivität der Verschleißteilchen selbst im Öl gemessen.

Das in dieser Arbeit verwendete Verfahren ist das Konzentrationsmessverfahren (KMV) [12]. Die Aktivierung erfolgte ausschließlich unter Neutronenbeschuss und es wurde das Messnuklid ^{59}Fe und ^{51}Cr verwendet. Die Voraussetzung, um eine kontinuierlich fehlerminimierte Verschleißmessung im Konzentrationsmessverfahren durchzuführen, ist eine genügend hohe Probenaktivität und der sedimentationsfreie Transport der Verschleißteilchen weg von der Probe hin zum Messkopf. Im abgeschirmten Messkopf (NaJ-Detektor) werden die von den Verschleißpartikeln ausgesendeten γ -Quanten dann als Impulse detektiert. Aufgrund der statistischen Schwankung des radioaktiven Zerfalls, müssen Messzeiten von größer 2 Minuten für einen mittleren Verschleißwert eingehalten werden. Die verwendete Messvorrichtung war ein Verschleißmesssystem der Firma Zyklotron AG, welches aus einer Konzentrationsmessanlage mit Referenzmessanlage besteht. Über zweitens wird das Gesamtsystem mit bekannter Masse kontrolliert und eine exakte Halbwertszeitkorrektur

gewährleistet. Die Auflösung liegt bei geeigneter Aktivierung, welche vom Verschleißvolumen und der Messkammergröße abhängig ist, bei circa $0,1 \mu\text{g}$ Verschleiß. Über die einfache Beziehung von Masse und Volumen kann auf die mittlere Abtragtiefe der im Reibkontakt befindlichen Geometrie geschlossen werden.

3.3.3 Einlaufprotokolle und Stribeckkurven

Die Einlaufprotokolle für die verschiedenen Systeme wurde im Folgenden immer derart adaptiert, dass am Ende niedrige Reibwerte bei Verschleißgeschwindigkeiten im Bereich von 50 nm/h erreicht werden konnten. Daher unterscheiden sich die einzelnen Einlaufprotokolle deutlich. Es unterscheiden sich prinzipiell zwei Grundtypen von Versuchen

1. Einläufe mit direkter Belastung.
2. Einläufe mit Lastkennfeld (LKF), wobei die Normalkraft von 25 N an gesteigert wurde.

In Tabelle 3.4 ist ein Überblick über die Versuchsparameter gegeben.

56NiCrMoV7 ↔ C86D	v [m/s]	F_N [N]
geläppt	0,05/ 0,1/ 0,2/ 1,5	400 N LKF bis 400 N
poliert	0,05/ 0,1/ 0,2/ 0,3	LKF bis 400 N LKF bis 800 N
Ck45 ↔ C86D		
geläppt	0,1/ 0,2	400 N
poliert	0,1/ 0,2	LKF bis 250 N

Tabelle 3.4: Übersicht über verwendete Versuchsparameter.

Die Gesamtumdrehungsanzahl einer Standardeinlaufprotokolle bei konstanten Umdrehungszahlen wurde mit 123.000 Umdrehungen festgelegt und hatte für einen Lastkennfeldeinlauf die in Tabelle 3.5 dargestellte Aufteilung der Gesamtzyklen auf die einzelnen Laststufen. Da sich bei Geschwindigkeitserniedrigung bei konstanten Umdrehungen automatisch die Laufzeit erhöht und auch der Radius einen Einfluss auf die Versuchslaufzeit hat, wurden zur Differenzierung der Ergebnisse Lastkennfeldversuche bei konstanten Versuchszeiten und variierenden Umdrehungszahlen durchgeführt. Die Versuchslaufzeiten sind auch in Tabelle 3.5 in Spalte 3 dargestellt.

Laststufe $F_N[N]$	Umdrehungen konst.	Zeiten konst.	Summe Umdrehungen (Zeiten)
25*	3.000	1 h	
50	3.000	1 h	<u>6.000</u> (2 h)
100	4.200	1,4 h	<u>10.200</u> (3,4 h)
150*	4.200	1,4 h	<u>14.400</u> (4,8 h)
200	4.200	1,4 h	<u>18.600</u> (6,2 h)
250	4.200	1,4 h	<u>22.800</u> (7,6 h)
300*	4.200	1,4 h	<u>27.000</u> (9 h)
350	6.000	2 h	<u>33.000</u> (11 h)
400*	90.000	30 h	<u>123.000</u> (41 h)

Tabelle 3.5: Parameter der Lastkennfeldeinlaufversuche bei konstanten Umdrehungen und Zeiten. *) Laststufen für Abbruchversuche.

Einzelne Versuche, vor allem für das System Ck45-polier, wurden mit abweichenden Parametern durchgeführt und sind einzeln angezeigt.

Im Anschluss an jede Einlaufroutine wurden direkt 5 Stribeckkurven gefahren, welche eine Vergleichbarkeit der Einlaufwirkung trotz unterschiedlicher Parameter ermöglichen. Vergleiche hierzu Punkt 2.1.1 auf Seite 6. Die Stribeckkurven wurden bei einer konstanten Normalkraft von 350 N gefahren. Eine Ausnahme stellte die polierte Variante Ck45 dar, bei welcher die Normalkraft für die Stribeckcharakterisierung bei 150 N lag. Das durchgeführte Geschwindigkeitsfeld lag zwischen 1,5 und 0,05 m/s und wurde schrittweise durchfahren.

3.3.4 Abbruchversuche

Zur Untersuchung des Einflusses der einzelnen Laststufen und Laufzeiten auf die Mikrostrukturausbildung der polierten Varianten wurden Versuche zu festgelegten Zeitpunkten unterbrochen und die Randzone im Anschluss analysiert. Die Laststufen der Abbruchversuche sind in Tabelle 3.5 mit einem *) gekennzeichnet. Es wurden jeweils die Laststufen am Ende abgebrochen und direkt nach erfolgter Laststeigerung. Es soll hier der Einfluss der Laufzeit bei der jeweiligen Last auf die Mikrostruktur differenziert werden. Die Abbruchversuche erfolgten für das System 56NiCrMoV7 bei einer Geschwindigkeit von $v = 0,1$ m/s und zusätzlich teilweise bei $v = 0,05$ m/s. Für das System Ck45 lag die Geschwindigkeit bei $v = 0,2$ m/s.

3.4 Analysemethoden

3.4.1 Weißlichtinterferometrie

Die Weißlichtinterferometrie (WLI) ist eine berührungslose Messmethode zur optischen Bestimmung von dreidimensionalen Oberflächenstrukturen. Das Funktionsprinzip beruht auf dem Michelson-Interferometer, welches mit einem mehrwelligen Lichtspektrum arbeitet.

Die Kohärenzlänge liegt im Mikrometerbereich [49]. Im Vergleich zu anderen Interferometrieverfahren nutzt diese Technik eine breitbandige polychromatische Lichtquelle (Weißlicht). Das Prinzip des Michelson-Interferometers ist in Abbildung 3.4 dargestellt. Der einfallende Lichtstrahl wird von einem Strahlteiler in Mess- und Referenzstrahl geteilt. Der Referenzstrahl trifft auf den ideal ebenen und glatten Referenzspiegel mit definiertem Abstand zum Strahlteiler. Der Messstrahl wird an der zu vermessenden Oberfläche reflektiert. Beide Rückstrahlungen überlagern sich wieder am Strahlteiler und das entstehende Interferenzmuster wird von einer CCD-Kamera aufgenommen.

Bei gleicher Wellenlänge von Mess- und Referenzstrahl kommt es zu konstruktiver Interferenz, welche am Detektor als Hell-Dunkel-Muster aufgenommen wird. Durch die kontrollierte vertikale Verschiebung des Messkopfs mit definierter Schrittweite dz und der gleichzeitigen Aufnahme der Interferenzmuster kann die Oberflächentopografie erfasst werden [80]. Aus der Topografieaufnahme lassen sich Rauheitsprofile erstellen und Oberflächenkennwerte berechnen.

Die Topografiemessungen in dieser Arbeit wurden mit dem Weißlichtinterferometer PL μ 2300 des Herstellers Sensofar-Tech S.L. durchgeführt. Laut Herstellerangaben liegt die maximale Auflösung in vertikaler Richtung bei 10 nm und in lateraler Richtung bei 0,8 μ m. Die durchgeführten WLI-Messungen zur Rauheitskennwertbestimmung in dieser Arbeit wurden bei 10-facher Vergrößerung durchgeführt und mit Hilfe der kommerziellen Soft-

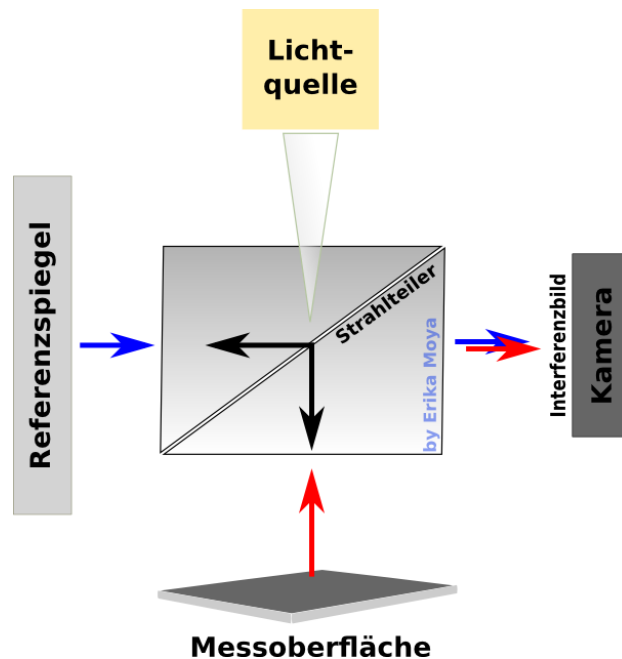


Abbildung 3.4: Schematischer Aufbau eines Weißlichtinterferometers nach dem Funktionsprinzip des Michelson-Interferometers.

ware SensoMap Standard 6.2 ausgewertet. Die Proben wurden vor jeder Messung je 15 Minuten im Ultraschallbad in Cyclohexan und anschließend in Isopropanol gereinigt um Ölrückstände und Verschmutzungen von der Oberfläche zu entfernen.

3.4.2 Rasterelektronenmikroskopie

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) ermöglicht eine hochaufgelöste Untersuchung von Oberflächen bei gleichzeitig guter Tiefenschärfe. Es lassen sich topografische Untersuchungen der tribologisch belasteten Oberflächen zur Bestimmung von Verschleißerscheinungsformen durchführen. Bei der REM wird die Probenoberfläche im Hochvakuum mit einem gebündelten Elektronenstrahl (0,5 bis 10 nm Durchmesser) abgerastert. Der Durchmesser des Elektronenstrahls ist neben weiteren anderen Einflussfaktoren ein Maß für die Auflösung des Mikroskops. Der Elektronenstrahl wird durch Feldemission oder thermische Emission, bzw. als Kombination beider Verfahren erzeugt. Der auf die Oberfläche treffende Elektronenstrahl setzt aus der Probenoberfläche Sekundärelektronen (SE) Rückstreuelektronen (BSE – backscatter electrons), Augerelektronen sowie Röntgenstrahlung frei. Eine REM-Aufnahme zeigt im wesentlichen die Elektronenemission als Helligkeitsmodulation. Probenstellen mit geringer Emission erscheinen dunkel, während Stellen hoher Emission hell erscheinen. Verschiedene Detektoren ermöglichen die Darstellung des Topografiekontrasts durch die SE sowie des Materialkontrastes durch die BSE. Die SE sind mit 10-50 eV niederenergetisch und entstehen durch inelastische Streuprozesse. Sie werden oberflächennah im Bereich von kleiner 50 nm unter sehr kleinem Winkel zum einfallenden Elektronenstrahl emittiert und ermöglichen daher eine hohe laterale Auflösung. Je nach Position des Detektors, seitlich oder ringförmig oberhalb der Probe oder im Inneren der Säule (In-Lense Detektor), wird ein räumliches Topografiebild oder ein Bild mit überlagertem Materialkontrast durch die BSE erzeugt. Die BSE entstehen bei elastischer Streuung der Primärelektronen (PE) mit den Atomkernen bis zu einer Tiefe von 1 μm und ermöglichen den sogenannten Z-Kontrast, da schwerere Elemente mit hoher Ordnungszahl Z stärker reflektiert werden und damit heller erscheinen. Dadurch lassen sich unterschiedliche Phasen in der Mikrostruktur sowie dünne anhaftende Adhäsionen oder Reaktionsschichten aus der tribologischen Belastung detektieren. Die BSE streuen meist mehrfach und können daher die Probe an einer lateral entfernten Stelle vom Primärelektronenstrahl (PES) verlassen. Die laterale Auflösung ist dadurch verringert. Um eine Oberflächenabbildung mit geringer Tiefeninformation zu erhalten, sollte die Beschleunigungsspannung des PES unter Beachtung der damit sinkenden Auflösung so gering wie möglich gehalten werden. Die erwähnte charakteristische Röntgenstrahlung entsteht bis mehrere Mikrometer tief. Es kommt dabei zum Übergang eines Elektrons

einer äußeren Schale auf eine frei gewordene Stelle einer inneren Schale. Die Energiedifferenz wird dabei als Röntgenstrahlung emittiert und ist elementspezifisch [53, 94]. In der vorliegenden Arbeit kam die REM an den tribologisch belasteten Oberflächen sowie an Querschnitten aus der Präparation mit dem fokussierten Ionenstrahl zum Einsatz, siehe auch nächster Punkt 3.4.3. Es wurden das Dual Beam Gerät Zeiss DSM 940 der Firma Carl Zeiss AG und das Dual Beam Gerät Helios NanoLab der Firma FEI eingesetzt.

3.4.3 Fokussierter Ionenstrahl

Fokussierter Ionenstrahl Mikroskopie

Mit der Focused-Ion-Beam-Technologie (FIB) lassen sich Materialoberflächen im Nanometerbereich analysieren und bearbeiten. Dazu wird ein hochenergetischer Ionenstrahl verwendet. Da Ionen im Vergleich zu Elektronen schwer sind, können sie mit größerer Energiedichte auf die Oberfläche beschleunigt werden, wobei die Interaktion mit der Oberfläche destruktiv ist.

Dies kann gezielt zum Materialabtrag genutzt werden, um verborgene Strukturen unterhalb der Oberfläche zu untersuchen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden wie bereits erwähnt ein Helios NanoLab der Firma FEI und ein DSM 940 der Firma Zeiss verwendet. Beide Mikroskope sind Dual Beam Geräte und haben eine Ionen- und REM Säule, siehe schematische Darstellung in Abbildung 3.5. Die Ionensäule ist dabei im Winkel θ zur Elektronensäule angebracht. Die Elektronenstrahlsäule dient einerseits zur Abbildung, aber auch zur elektronenstrahlunterstützten Abscheidung von Material. Mit Hilfe der FIB-Säule kann lokal Material abgetragen, ionenstrahlunterstützt abgeschieden oder ionenmikroskopische Abbildungen erstellt werden [68].

Gewöhnlich werden Galliumionen verwendet. In den hier verwendeten Geräten wird eine Flüssigmetall-Ionen-Quelle (Liquid Metal Ion Source – LMIS) verwendet. Um Ga^+ -Ionen zu emittieren, wird Gallium, welches auf einer Wolframnadel sitzt, bis zum Schmelzpunkt erhitzt, so dass unter Wirkung des starken elektrischen Feldes (Extraktionsspannung zwischen 4 und 7 kV) Ga^+ -Ionen emittiert werden. Über eine Be-

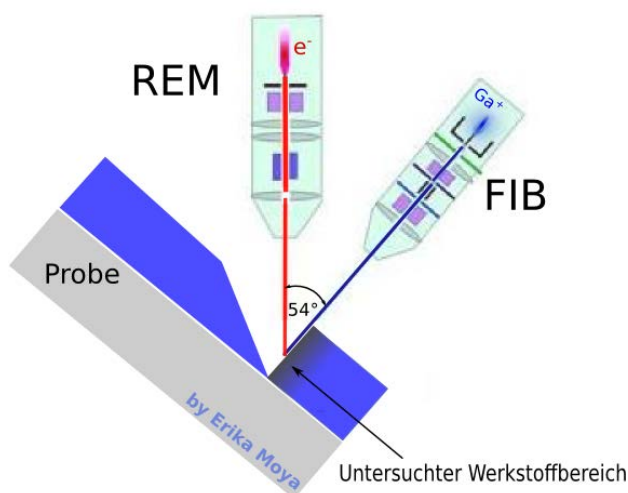


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung eines kombinierten FIB-REM-Systems. Die Ionensäule ist unter dem Winkel $\theta = 54^\circ$ zur Elektronensäule angebracht [68].

beschleunigungsspannung von maximal 100 kV werden die Ga^+ -Ionen zur Probenoberfläche hin beschleunigt und über ein elektrostatisches Linsensystem auf der Probe fokussiert [6, 123].

Die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Proben nach tribologischem Kontakt, wurden vor Ionenabtrag mit einer gesputterten Schutzschicht aus Platin überzogen, welche direkt auf die Oberfläche mit dem Elektronenstrahl und erst im Verlauf durch den Ionenstrahl abgeschieden wurde. Hierdurch werden Schädigungen des Materials durch gestreute Ga^+ -Ionen, wie etwa Grübchenbildung oder Verrundung der Profilkanten, verhindert.

Die verwendeten Beschleunigungsspannungen bei beiden Geräten betrug 30 kV. Die Stromstärke beim Abtrag variierte zwischen 5 pA und 50 nA. Hohe Stromstärken führen zu hohem groben Materialabtrag mit kurzen Schnittzeiten, aber auch zu starker Schädigung des Materials in Form von Amorphisierung, weshalb nach einem Grobschnitt mehrere Polierschritte mit niedrigen Strömen und wenig Materialabtrag notwendig sind, um spätere Artefakte in der Abbildung zu vermeiden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Bildgebung nur mit Hilfe der REM-Säule durchgeführt. Es wurden je Quer- und Längsschnitte zur Laufrichtung der tribologisch belasteten Proben angefertigt. Bei der Betrachtung der REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte muss generell beachtet werden, dass durch die Verkipfung der Schnittfläche zum Elektronenstrahl (siehe Abbildung 3.5) das Bild in Höhenrichtung um den Faktor $\frac{1}{\sin(\theta)}$ gestaucht ist.

Bestimmung von Dehnungsverläufen aus FIB-Schnitten

Wie unter Punkt 2.3 beschrieben, haben bereits verschiedene Autoren über die Scherverformung und einen Zusammenhang von Scherdehnung und geleisteter Arbeit berichtet. In dieser Arbeit soll anhand der REM-Bilder der FIB-Schnitte die Scherdehnung ermittelt werden. Ein Zusammenhang zwischen dieser und der Ausbildung der oberflächennahen nanokristallinen Zone sowie der Reibwerte soll hergestellt werden und desweiteren zu experimentellen Parametern und zu den chemischen Änderungen in der Randzone korreliert werden. Die Scherdehnungen wurden nur für das polierte System bestimmt. Es wurden Proben aus Abbruchversuchen sowie aus beendeten Einlaufprozeduren unter Parametervariation untersucht.

Aus den FIB-Querschnitten der Randzone parallel zur Belastungsrichtung wird, wie in Abbildung 3.6 dargestellt, ein Kurvenverlauf anhand der Kornverformungen ermittelt. Die Kurvenpunkte werden mit Hilfe des Grafikprogramms Inkscape ermittelt und mit Hilfe der Originsoftware als Kurvenfit ausgegeben. Die obere Grenze bildet der Bereich in welchem eine deutliche Kornfeinung auftritt und sich eine zur Oberfläche parallele Ausrichtung der Körner zeigt. Dieser Bereich wird im Folgenden als Bereich I bezeichnet. Bereich II stellt

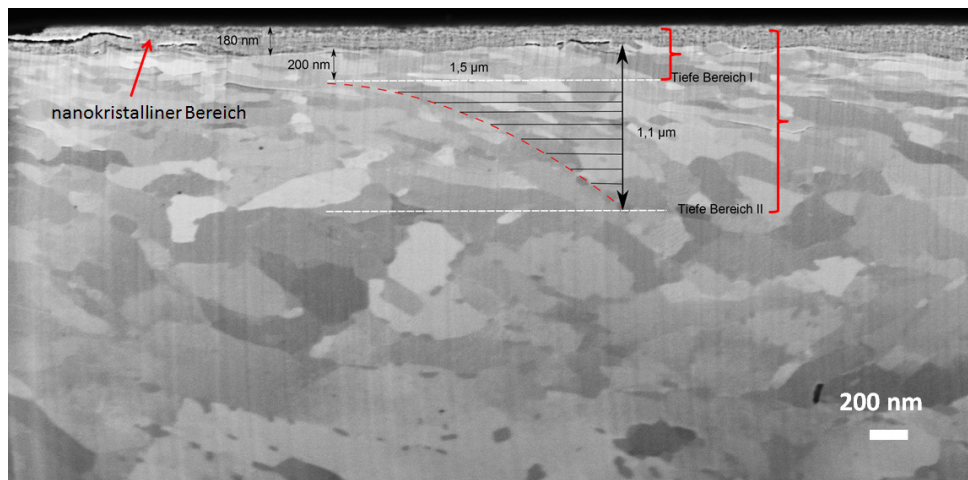


Abbildung 3.6: Schematische Darstellung der unterteilten Bereiche und Dehnungsermittlung der veränderten Randzone nach tribologischem Kontakt.

die komplette Tiefe der Verformung und die Grenze zum Grundgefüge dar.

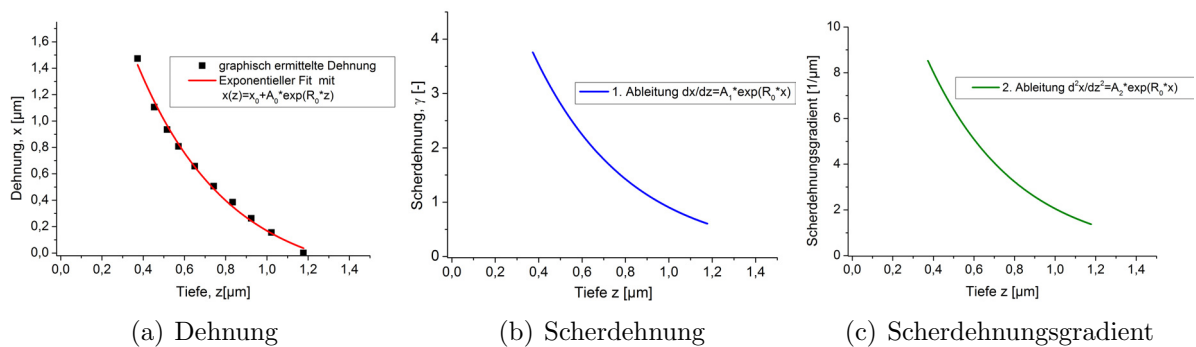


Abbildung 3.7: Darstellung der aus den FIB-Schnitten ermittelten Punkte zur Bestimmung der Verschiebung, Scherdehnung $\gamma = dx/dz$ und des Scherdehnungsgradienten $\gamma' = d^2x/dz^2$.

Abbildung 3.7a) zeigt exemplarisch den grafisch aus einer FIB-Aufnahme ermittelten Dehnungsverlauf im plastisch verformten Bereich und den Fit einer e-Funktion. Die Scherspannung γ in b) ergibt sich aus der ersten Ableitung d/dz . Die zweite Ableitung liefert den Scherdehnungsgradienten γ' , dargestellt in c).

3.4.4 Transmissionselektronenmikroskopie

REM-Untersuchungen reichen oft zur Sichtbarmachung von nanoskopischen Strukturen, welche durch die tribologisch induzierte plastische Deformation unmittelbar unterhalb der Oberfläche entstehen, nicht aus. Einen wesentlichen Beitrag sollen hier die Untersuchungen mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) liefern. Diese Mikroskopietechnik ermöglicht die Abbildung von Mikrodefekten kristalliner Proben und Mikrostrukturen im unteren Nanometerbereich bei millionenfacher Vergrößerung. Die Probenherstellung ist dabei sehr aufwendig und artefaktenanfällig. Die

Probendicke sollte kleiner als 200 nm sein. Je dünner eine TEM-Probe ist, desto größer ist die zu erreichende Auflösung [6]. In Abbildung 3.8 ist schematisch der Strahlengang eines Transmissionselektronenmikroskops aufgezeigt. Der grundsätzliche Aufbau ähnelt dabei einem herkömmlichen Lichtmikroskop, nur dass die Elektronen über ein System aus magnetischen Linsen gelenkt und fokussiert werden. Die Elektronenquelle ist üblicherweise eine Wolframkathode. Die im Vakuum beschleunigten Elektronen werden durch den Kondensator zu einem Strahl fokussiert und auf einen mikroskopischen Bereich der Probe gelenkt. Über das Linsensystem aus Objektiv-, Zwischen- und Projektivlinse wird die Zwischenbildebene auf dem Leuchtschirm abgebildet. Die Brennweite der Linse beeinflusst den Abbildungsmodus [122]. Das Grundprinzip beruht auf der Beugung der Elektronen an den Kristallebenen der Probe.

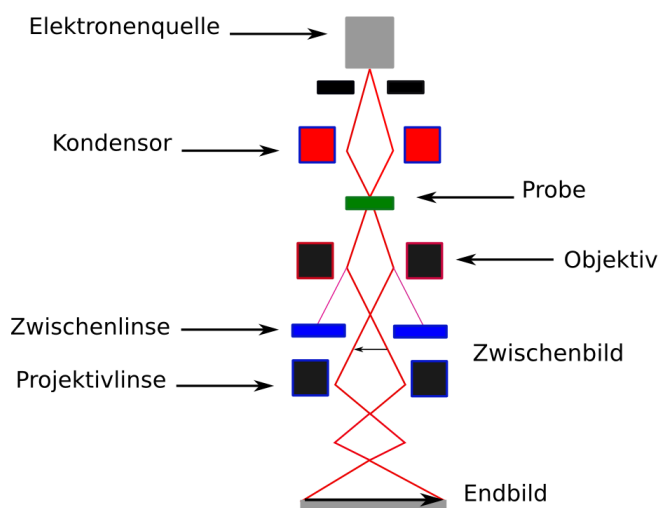


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung des Elektronenstrahlengangs im Transmissionselektronenmikroskop [122].

Abbildungsmodi

Prinzipiell lassen sich zwei Abbildungsmodi unterscheiden. Das Beugungsbild (diffraction mode) und das Transmissionsbild (magnification mode). Auf die weiterführenden Grundlagen der Bildentstehung soll hier im Folgenden nicht eingegangen werden. Für interessierte Leser sind die Literaturquellen [94, 127] empfohlen. Das Beugungsbild entsteht dabei durch elastische Streuung der Elektronen am Kristallgitter. Trifft der einfallende Elektronenstrahl einen Einkristall, so entsteht als Beugungsmuster ein Punktdiagramm,

in welchem jeder Punkt, der Ablenkung des Elektronenstrahls an einer bestimmten Gitterebene entspricht. Mit der Feldblende in der Bildebene der Zwischenlinse, kann durch entsprechende Positionierung und Wahl der Größe ein bestimmter Bereich für das Beugungsbild ausgewählt werden (SAD – Selected Area Diffraction). Bei einem vielkristallinen bzw. ultrafeinkristallinen (ufk) Bereich mit statistischer Verteilung der Orientierung zeigt das Beugungsmuster konzentrische Ringe. Bei vorliegender Textur oder Nanokristallinität (nk) ist die Intensität der Beugungsreflexe auf den Ringen ungleichmäßig verteilt. Amorphe Werkstoffe zeigen nur noch wenige diffuse Ringe [94, 127].

Beim Transmissionsbild wird zwischen Hell- und Dunkelfeldabbildung unterschieden. Bei der Hellfeldabbildung (HF) wird eine Blende in den Strahlengang eingebracht und die von der Probe gestreuten Beugungsanteile mit mittleren und großen Streuwinkeln ausgefiltert. Es entsteht eine Abbildung aus den Elektronen, welche mit kleinen Beugungswinkeln die Probe verlassen. Kontraststarke Materialstrukturen, wie Versetzungen, Stapelfehler, Zwillinge, Klein- und Großwinkelkorngrenzen lassen sich so abbilden [31]. Bei der Dunkelfeldabbildung (DF) hingegen wird ein ausgesuchter Anteil des gebeugten Elektronenstrahls zur Abbildung genutzt. Dabei ist der zentrale Strahl immer verdeckt. Nur Kristallite oder Defekte, welche diesem Beugungswinkel entsprechen, werden hell abgebildet. Es werden vor allem Phasengemische, oder Ausscheidungen im DF-Modus analysiert. Um Gitternetzebenen und Atomreihen sichtbar zu machen (hochauflösender Modus – HR) ist es nötig, die Phaseninformation der Elektronenwelle zu bestimmen. Dies geschieht über die aktive und bekannte Phasenbeeinflussung des gebeugten Strahls durch die Linsenapparatur, bis dieser mit dem ungebeugten Strahl mit bekannter Phase interferiert.

Die TEM-Untersuchungen in dieser Arbeit wurden am CM 200 FEG/ ST der Firma Philips mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV durchgeführt.

Probenpräparation

Da die TEM hauptsächlich eingesetzt wurde, um nanokristalline Bereiche zu analysieren und deren Entstehung innerhalb des Einlaufs zu verfolgen, war es von entscheidender Bedeutung, dass eine Beeinflussung der Proben hinsichtlich möglicher Rekristallisation oder Kornfeinungen sowie Amorphisierungen vermieden wird. Mögliche Artefakte bei der Probenherstellung sollen im Vorfeld charakterisiert und minimiert werden.

Daher wurden TEM-Lamellen für gleiche Versuchsproben mit Hilfe der klassischen mechanischen Präparation sowie FIB-Präparation mittels der sogenannten „lift-out“ Methode durchgeführt und die Abbildungen verglichen. Diese Untersuchungen wurden im

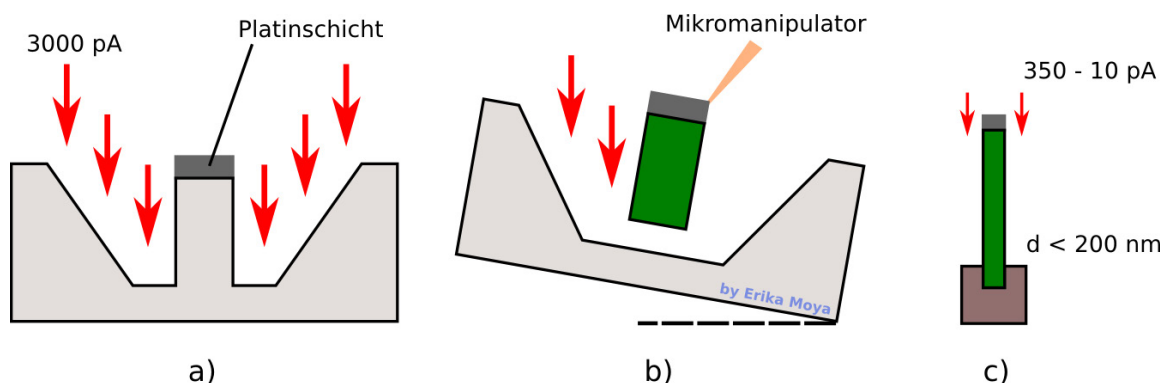


Abbildung 3.9: 2D-Darstellung der „lift-out“ Methode. Rote Pfeile geben die Beschleunigungsrichtungen der Ionenstrahlen an a) Mit hohen Ionenströmen wird eine circa $2\ \mu\text{m}$ dicke TEM-Lamelle vorgeschritten. b) Um die Lamelle freizuschneiden, wird die Probe gekippt. Die Lamelle wird mit Platin an einer Glasfasernadel fixiert. c) Die Lamelle wird auf dem Probenhalter mit Platin fixiert und dann schrittweise mit immer geringeren Ionenströmen elektronentransparent gedünnt.

Vorfeld durchgeführt. Beide Verfahren zeigten gleiche Ergebnisse für entsprechend sensitive Vorgehensweisen. Im folgenden werden nur die bei der FIB-Präparation verwendete Methode und die dort verwendeten Stromstärken dargestellt, welche auch für die Lamellenpräparation der im Ergebnisteil dargestellten Bilder zum Einsatz kam.

Kombinierte REM-FIB-Anlagen erlauben eine sehr präzise Zielpräparation. In Abbildung 3.9 ist das genutzte „lift-out“ Verfahren illustriert. Die roten Pfeile geben dabei die Richtung des einfallenden Ionenstrahls an. Beim Dünnen der Probe wird schrittweise der genutzte Strom verringert, siehe Stromstärken in der Darstellung, und somit die Amorphisierung minimiert.

3.5 Röntgenelektronenspektroskopie

Die Methode der Röntgenphotoelektronenspektroskopie oder „X-ray photoelectron spectroscopy“ (XPS) ist eine oberflächensensitive Methode zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung fester Materialoberflächen und beruht auf dem photoelektrischen Effekt. Ein Feststoff wird hierzu mit Röntgenstrahlung beschossen und die dabei aus dem Material emittierten Elektronen werden hinsichtlich ihrer kinetischen Energie und Anzahl (counts) analysiert. Aus der kinetischen Energie E_{kin} der Photoelektronen kann nach Gleichung 3.3 die für Elemente charakteristische Bindungsenergie E_{B} ermittelt werden.

$$E_{\text{kin}} = h \cdot f - E_{\text{B}} - \phi_{\text{S}} \quad (3.3)$$

Dabei gibt das Produkt aus dem Planckschen Wirkungsquantum h und der Frequenz f der Röntgenstrahlung die Photonenenergie an sowie ϕ_s die minimal benötigte Energie eines individuellen Elektrons, um aus der Oberfläche auszutreten. Höhe und Fläche der Peaks liefern eine Aussage über die Art und Konzentration der Elemente sowie teilweise deren Bindungszustände. Ab einer Atomkonzentration von einem Prozent können bis auf Wasserstoff und Helium alle Elemente und teilweise deren Verbindungen nachgewiesen werden [83].

In dieser Arbeit wurde ein PHI 5000 Versa Probe des Herstellers ULVAC-PHI Inc. verwendet. Die Auflösung des Gerätes liegt nach Herstellerangaben bei 0,1 eV. Mit einem Argonionen wurde Material in Schrittweiten zwischen 2 nm bis 11 nm abgetragen und chemische Tiefenprofile erstellt. Dabei entspricht die Tiefenauflösung der Elemente nicht den verwendeten Schrittweiten beim Abtrag, sondern muss durch den Einfluss der Rauheit differenziert betrachtet werden. Der verwendete Messbereich des Röntgenstrahlmittelpunkts erstreckte sich über eine Fläche von $200\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$.

Kapitel 4

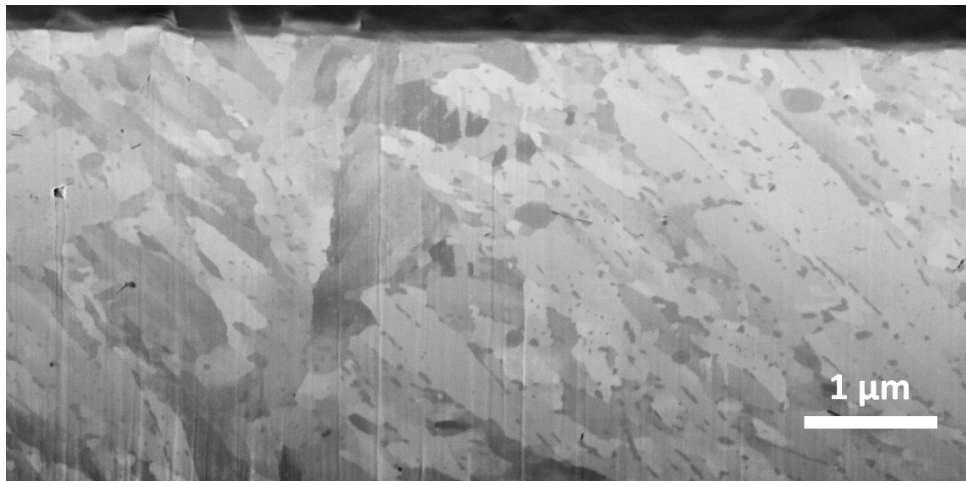
Ergebnisse

4.1 Ausgangszustand

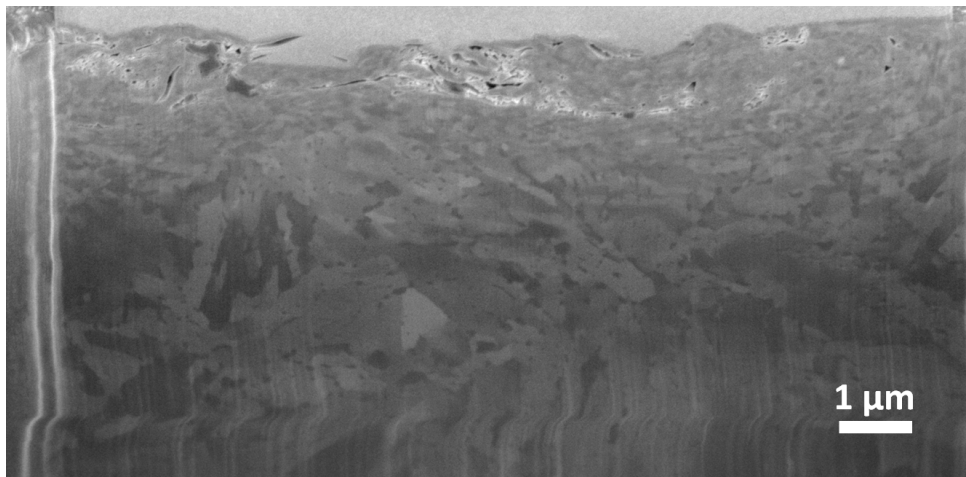
4.1.1 Scheiben

Die initiale Mikrostruktur wurde mit Hilfe von FIB-Schnitten charakterisiert und die oberflächennahe chemische Zusammensetzung mit XPS bestimmt. Die Ausgangstopografie wurde mittels Weißlichtinterferometrie aufgenommen und Rauheitswerte bestimmt. Abbildung 4.1 zeigt die oberflächliche Mikrostruktur der Scheiben aus 56NiCrMoV7 im geläppten und polierten Zustand. Durch die Politur, siehe Bild a), konnte im Gegensatz zum Läppprozess, siehe b), eine Beeinflussung der Randzonenmikrostruktur minimiert werden. Das Gefüge weist bis zur Oberfläche eine gleichmäßige Korngrößenverteilung auf. Die Randzone der geläppten Proben ist dagegen stark beeinflusst und weist eine deutliche Kornfeinung auf sowie teilweise eingedrückte Siliziumkarbidkörner aus dem Läppmittel. Dies führt zu einem Unterschied in der Randzonenhärte (siehe Abbildung 4.3) und damit zu unterschiedlichem Verhalten unter plastischer Deformation im Tribokontakt. 56NiCrMoV7 (Ck45) zeigt einen um circa 1400 MPa (700 MPa) gesteigerten Randzonenhärtewert für die geläppte Variante, der ab circa 1 bis 1,5 μm Tiefe dem des Grundmaterials und der polierten Probe entspricht. Auch die polierten Proben zeigen einen Abfall der Härte mit der Tiefe, der im Vergleich aber deutlich geringer ausfällt. REM-Abbildungen der polierten und geläppten Ausgangsoberflächen sind im Anhang B in der Abbildung B.1 zu finden. Abbildung 4.2 zeigt die chemische Analyse der Randzone bis 100 nm Tiefe, reduziert auf den Vergleich von Kohlenstoffadsorbaten und Sauerstoff. Sauerstoff liegt an Eisen gebunden in Form von Fe_2O_3 vor.

Die Politur weist nur die natürliche Oxidschicht eines Eisenwerkstoffes von circa 10 nm



(a) poliert



(b) geläppt

Abbildung 4.1: REM-Aufnahme eines FIB-Querschnitts der oberflächennahen, durch den Endbearbeitungsprozess definierten, initialen Randzone.

und eine Kontamination der Oberfläche mit Kohlenstoffadsorbaten auf. Im geläpften Zustand ist ein Kohlenstoffeintrag bis circa 50 nm Tiefe zu sehen und die Konzentration von Sauerstoff liegt in einer Tiefe von 100 nm immer noch erhöht bei größer 5%. Die Rauheit hat einen entscheidenden Einfluss auf das Ergebnis des Tiefenprofils. Es kann davon ausgegangen werden, dass die erhöhte Rauheit der geläpften Proben ($R_a = 0,12 \mu\text{m}$) schon alleine zu einer Tiefenverschiebung der Konzentrationen führt. Die Proben können in der Randzone als chemisch gleich angenommen werden. Die Tiefenprofile aller Elemente der Ausgangszustände sind in Abbildung B.4 im Anhang B zu finden.

Mikrostruktur und chemische Analysen zum Grundzustand des Stahles Ck45 sind im Anhang B, in Abbildung B.2 und B.4 zu finden und entsprechen in ihrem Trend denen des Stahles 56NiCrMoV7. Die geläpften Scheiben des Ck45 weisen im Gegensatz zu den

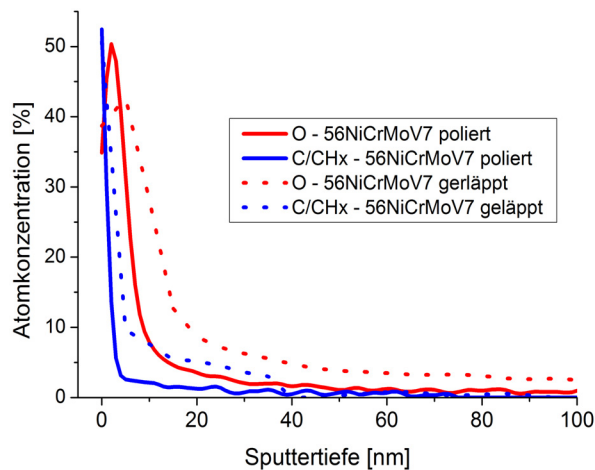


Abbildung 4.2: XPS-Analysen der Randzone der geläppten und polierten Scheiben aus 56NiCrMoV7 reduziert auf die Darstellung von O und C/CHx.

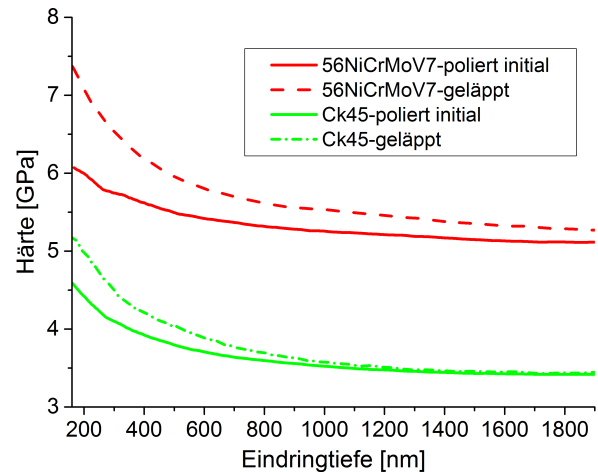


Abbildung 4.3: Härtetiefenverlauf der Ausgangszustände geläppt und poliert der Stähle Ck45 und 56NiCrMoV7, gemessen mit Hilfe der Nanoindentation.

Scheiben aus 56NiCrMoV7 einen deutlichen Eintrag des Läppmittels aus Siliziumkarbid auf. Der Tabelle 4.1 sind die Rauheitswerte der polierten und geläppten Scheiben zu entnehmen. Die geläppten Scheiben weisen eine signifikant höhere Rauheit auf als die polierten.

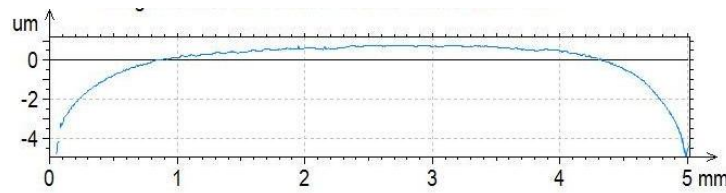
Oberflächenrauheiten	R_a	R_{pk}	R_k	R_{vk}	R_z
Ck45 - p [nm]	10 ± 5	7 ± 3	20 ± 10	40 ± 10	65 ± 30
Ck45 - l [μm]	$0,2 \pm 0,05$	$0,12 \pm 0,04$	$0,16 \pm 0,05$	$0,26 \pm 0,04$	$2,5 \pm 0,1$
56NiCrMoV7 - p [nm]	12 ± 5	8 ± 5	36 ± 10	16 ± 5	74 ± 30
56NiCrMoV7 - l [μm]	$0,15 \pm 0,05$	$0,09 \pm 0,03$	$0,21 \pm 0,05$	$0,2 \pm 0,05$	$1,0 \pm 0,2$

Tabelle 4.1: Rauheitswerte der Scheibenoberflächen.

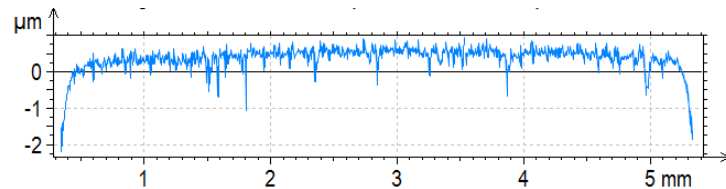
4.1.2 Stifte

Die Stifte wurden im letzten Endbearbeitungsschritt wie die Scheiben metallografisch poliert und geläppt. Die bei dieser Form der Politur entstehende Balligkeit der Stifte ist für die Kontaktentstehung und Reproduzierbarkeit der Versuche entscheidend und wurde auf $2\mu\text{m}$ festgelegt. In Abbildung 4.4 ist die unterschiedliche Geometrie von geläppten und polierten Stift zu sehen.

Die Tabelle 4.2 zeigt die Rauheitskennwerte der polierten und geläppten Stifte. In Abbildung B.3 im Anhang B ist die oberflächennahe Randzone der polierten und geläppten



(a) poliert



(b) geläppt

Abbildung 4.4: Oberflächenprofilschnitt zur Veranschaulichung der Stiftgeometrie.

Stifte dargestellt. Die initiale Mikrostruktur der Stifte zeigt eine Kornausrichtung in ursprünglicher Ziehrichtung des Stangenmaterials. Die Ausprägungen der zwei Endbearbeitungen Polieren und Läppen auf die Topografie, die Randzonenmikrostruktur sowie die chemischen Änderungen zeigen sich vergleichbar zu den Scheiben. Die chemischen Analysen der beiden Grundzustände sind im Anhang B in Abbildung B.4 e) und f) zu finden.

Oberflächenrauheiten	R_a	R_{pk}	R_k	R_{vk}	R_z
poliert [nm]	10 ± 8	10 ± 5	20 ± 10	20 ± 10	60 ± 30
geläppt [μm]	$0,16 \pm 0,04$	$0,12 \pm 0,04$	$0,25 \pm 0,05$	$0,21 \pm 0,05$	$1,9 \pm 0,3$

Tabelle 4.2: Rauheitswerte der Stiftoberflächen.

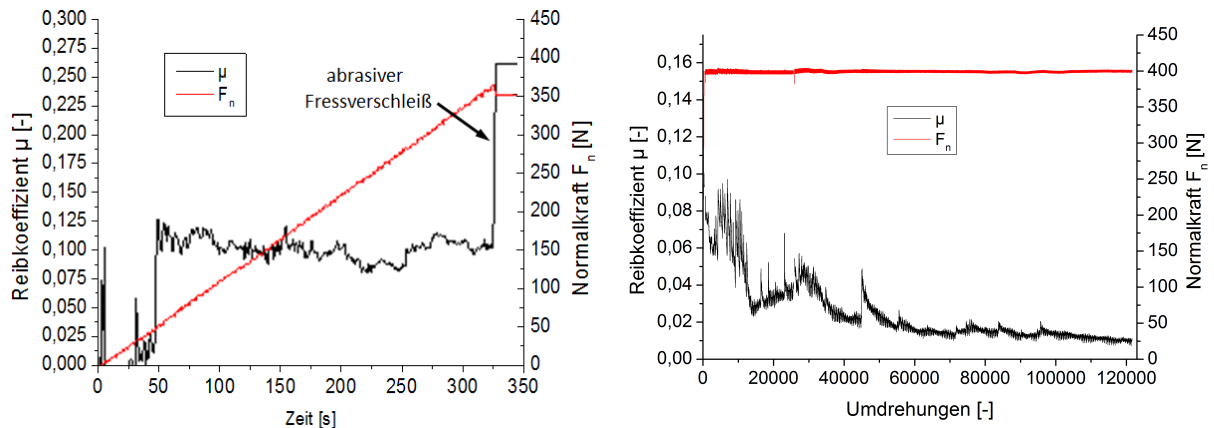
4.2 Reibungs- und Verschleißmessungen

Nach ersten Vorversuchen am polierten und geläppten System im Geschwindigkeitsbereich von $v = 0,05 - 1,5$ m/s für beide Stähle in Form von Lastkennfeldern, wurde die Reaktion der Systeme auf die Laststeigerungen beurteilt und die Normalkraft von $F_N = 400$ N für die Standardeinlaufroutine festgelegt. Versuche wurden bei guter Wiederholbarkeit mindestens dreimal durchgeführt.

4.2.1 Einfluss der initialen Mikrostruktur auf das Einlaufverhalten

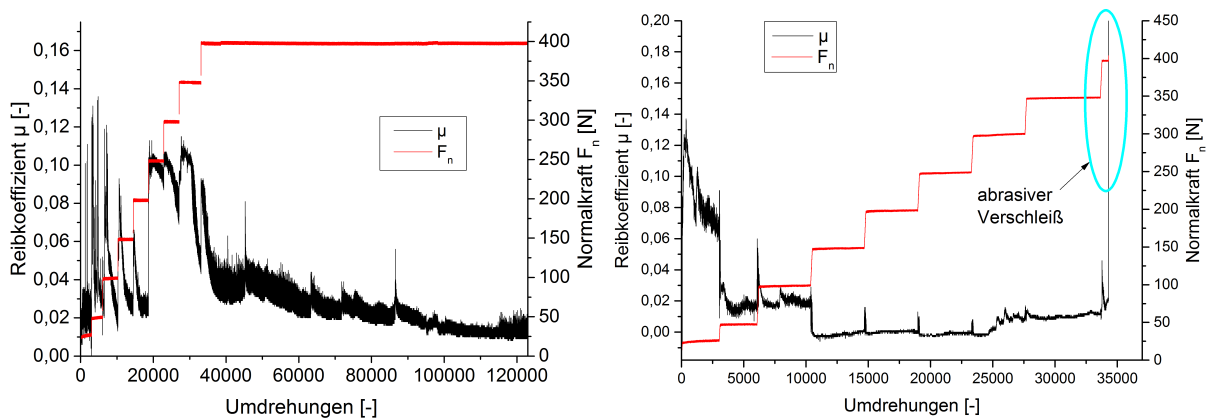
Die Versuche zur Differenzierung des tribologischen Verhaltens bei unterschiedlicher initialer Randzone wurden bei einer Geschwindigkeit von 0,1 m/s durchgeführt. Dabei konnte

für das polierte System die Normalkraft von 400 N bei linearer Laststeigerung nicht erreicht werden und musste über Laststufen erfolgen. Die maximale Normalkraft der ersten Laststufe, welche beim polierten System ohne das Versagen des Systems aufgebracht werden konnte, betrug für beide Stähle zwischen 30-50 N. In Abbildung B.7 im Anhang B ist beispielhaft eine lichtmikroskopische Aufnahme einer solchen Reibspur der polierten Variante nach Versagen bei zu großer initialer Normalkraft zu sehen.



(a) poliert - direkte Steigerung der Normalkraft, $v = 0,1$ m/s

(b) geläpft - direkte Steigerung der Normalkraft, $v = 0,1$ m/s



(c) poliert - Lastkennfeldeinlauf, $v = 0,1$ m/s

(d) poliert - Lastkennfeldeinlauf, $v = 0,5$ m/s

Abbildung 4.5: Einlaufverhalten von poliertem und geläpftem 56NiCrMoV7 bei direkter Steigerung der Normalkraft auf 400 N und Lastkennfeldeinlauf.

Das geläppte System konnte für beide Stähle direkt mit einer Normalkraft von 400 N belastet werden. In Abbildung 4.5 b) ist dies beispielhaft für 56NiCrMoV7 dargestellt. Das Lastkennfeld für die polierte Variante wurde in der Art angepasst, dass die unteren Laststufen bis zum Erreichen der 400 N gerade so lange andauerten, dass ein Versagen des Systems bei Laststeigerung vermieden wurde. Die nötige Dauer der Laststufen war für die Stähle Ck45 und 56NiCrMoV7 sehr unterschiedlich, vergleiche Abbildung 4.5 c) und

4.6. Weiterhin wurden Stribeckkurven nach dem Einlauf für Ck45 aufgrund der verringerten Grenzlast bei 150 N und nicht wie für 56NiCrMoV7 bei 350 N gefahren. Abrasives Verschleißverhalten wurde beim polierten System auch bei zu hohen Geschwindigkeiten für $v > 0,3$ m/s im Lastkennfeldeinlauf beobachtet. Die geringen Rauheiten führten dazu, dass sich das Tribosystem bei den niederen Laststufen im hydrodynamischen Zustand befand. Erst bei höheren Normalkräften kam es zum Abreißen des Ölfilms und zum Kontakt der beiden Flächen, was als Konsequenz der hohen Normalkraft zu abrasivem Verschleiß führte. Das geläppte System befindet sich im gesamten Geschwindigkeitsbereich im Mischreibungszustand.

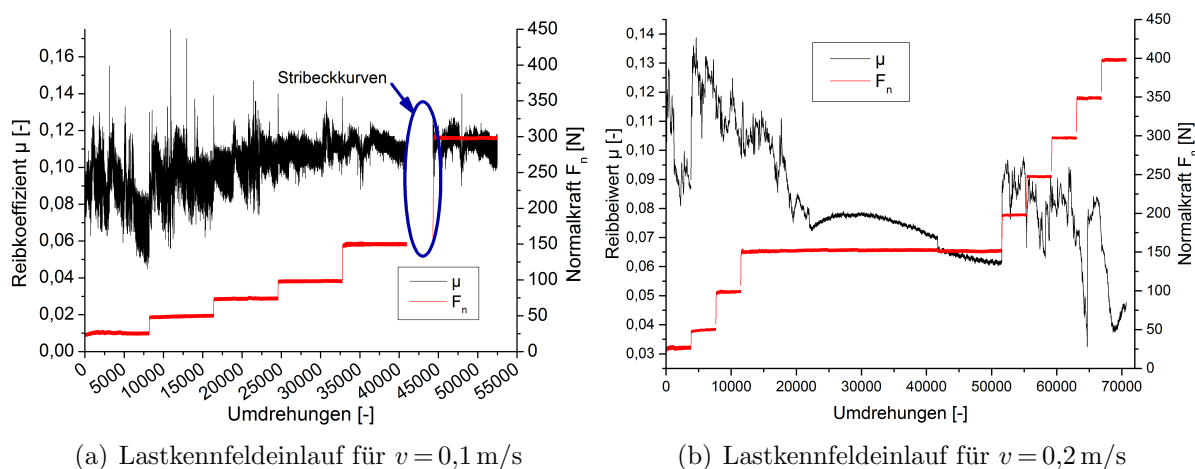


Abbildung 4.6: Einlaufverhalten von poliertem Ck45 im Lastkennfeld.

Für Ck45-polirt konnte bei der für 56NiCrMoV7 optimalen Einlaufgeschwindigkeit von $v = 0,1$ m/s kein Einlauf erzielt werden. Es zeigte sich Hochverschleiß, bei einem instabilen Reibwert (siehe Abbildung 4.6). Eine Verbesserung des Einlaufs konnte hier für $v = 0,2$ m/s bei gleichzeitiger Verlängerung der Laststufe von 150 N gefunden werden. Dennoch zeigte sich das System Ck45-polirt als instabil. Für die geläppte Variante war wieder eine stabile Versuchsführung bei direktem Aufbringen der Endlast von 400 N möglich.

In Abbildung 4.7 a) sind die Stribeckkurven zur Einlaufcharakterisierung nach Einlauf der verschiedenen Paarungen zu sehen. Die Einlaufkurven zu der Variante Ck45-geläpft sind im Anhang B in Abbildung B.22 dargestellt. Mit Hilfe der Weißlichtinterferometrie wurde die Verschleißtiefe der Scheiben als Muldenfläche bestimmt und mit den Rauheitswerten der gezeigten Versuche korreliert. Dargestellt ist hier der R_k -Parameter, da dieser Parameter ein stabiles Verhalten aufweist und sich von einer einzeln auftretenden Rauheitsüberhöhung unbeeinflusst zeigt. Die Werte sind im Vergleich zu den initialen Werten für Stift und Scheibe in Abbildung 4.7 b) zu finden.

Ck45 zeigte für die geläppte, wie für die polierte Variante erhöhten Gesamtverschleiß im

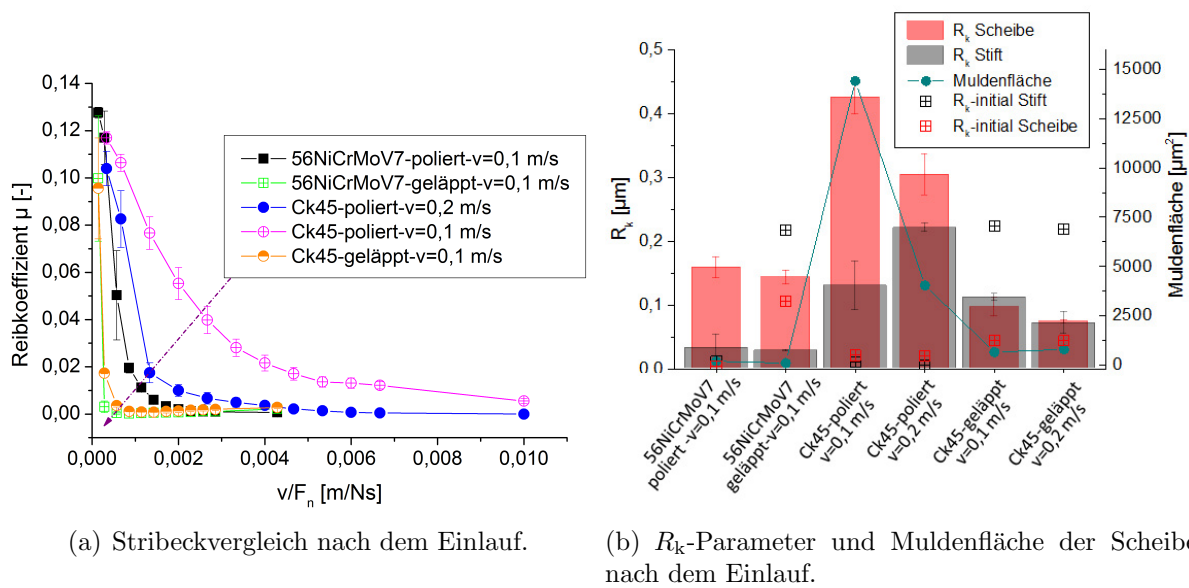
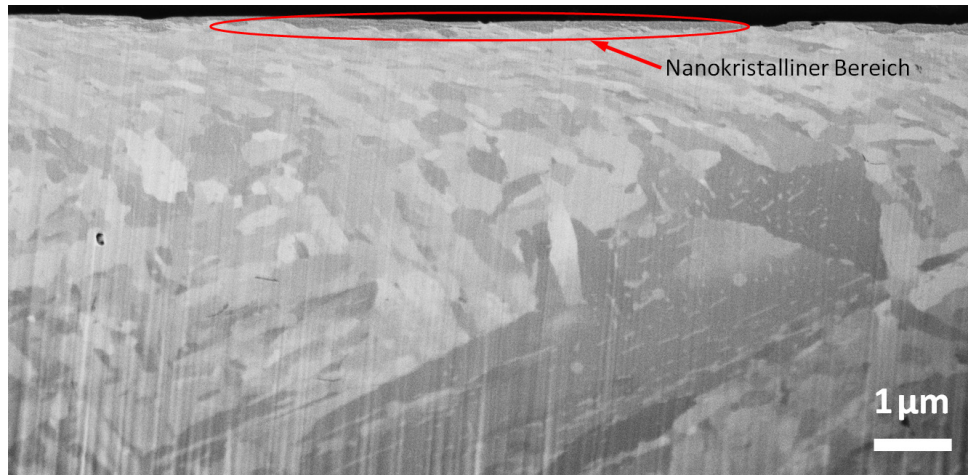


Abbildung 4.7: Bewertung des Einlaufes der Varianten mittels Stribeckkurven und Rauheitkennwertvergleich.

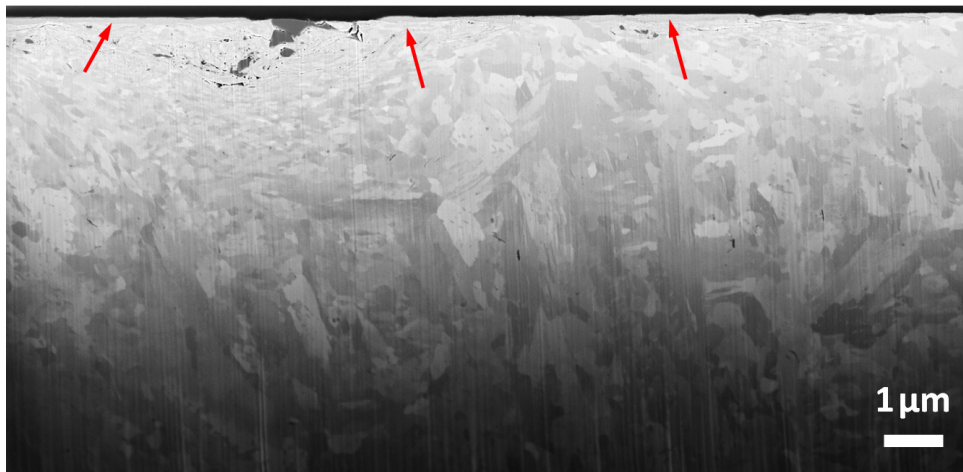
Vergleich zu 56NiCrMoV7. Bei der Geschwindigkeit von $v = 0,1$ m/s, welche für die Variante 56NiCrMoV7-polirt optimale Einlaufergebnisse erzielte, zeigte sich für Ck45-polirt bereits bei 150 N Hochverschleiß. Änderungen in der Einlaufroutine hin zu längeren Laufzeiten bei niederen Laststufen zeigten sich als nicht erfolgreich. Eine Erhöhung der Geschwindigkeit auf $v = 0,2$ m/s führte in Kombination mit längerer Laufzeit bei 150 N zu verringerten Verschleiß- und Reibwerten. Des Weiteren lässt sich erkennen, dass es bei den polierten Materialien zu einer deutlichen Rauheitserhöhung nach dem Einlauf kommt. Für die Versuche mit den geläppten Varianten zeigt sich für die Stifte eine Verringerung des R_k -Parameters nach dem Versuch, während sich für die Scheiben eine Erhöhung ergibt. Für beide Stähle zeigt die geläppte Variante nach dem Einlauf einen niedrigeren Reibwert und geringeren Verschleiß als die polierte.

REM-Aufnahmen von FIB-Querschnitten nach dem Einlauf zeigen den deutlichen Einfluss der initialen Mikrostruktur auf die unter tribologischer Belastung veränderte Randzone, siehe Abbildung 4.8. Die polierte wie die geläppte Probe des Systems 56NiCrMoV7 zeigt nach dem Einlauf in den ersten 20-50 nm teilweise nanokristalline Bereiche, welche für beide Proben nicht gleichförmig ausgebildet sind, sondern dickere und dünnere Bereiche aufweisen. Die Charakterisierung dieses nanokristallinen Bereichs erfolgt unter Punkt 4.3.3. Die polierten Proben zeigen nach tribologischer Belastung eine signifikante Kornfeinung im Vergleich zum Ausgangsgefüge sowie eine Verschiebung der Körner in Belastungsrichtung. Die Analysen zur Verschiebung der Körner unter Scherung erfolgen

unter Punkt 4.3.1. Die geläppte Probe hingegen zeigt nach tribologischer Belastung keine signifikante Änderung in Korngröße oder sichtbare Scherung der Körner in Belastungsrichtung unterhalb des nanokristallinen Bereichs.



(a) 56NiCrMoV7-poliiert, LKF-Einlauf, $v = 0,1$ m/s.



(b) 56NiCrMoV7-geläpft nach Einlauf bei 400 N, $v = 0,1$ m/s.

Abbildung 4.8: Vergleich der Mikrostruktur nach dem Einlauf, siehe Abbildung 4.5 von poliertem und geläpftem Ausgangszustand. Schnittrichtung parallel zur Belastungsrichtung. Belastungsrichtung von rechts nach links.

Nach den Versuchen wurde die Randzone mit XPS analysiert. Betrachtet man die chemische Änderung der gelaufenen Varianten, siehe Abbildung 4.9 so zeigt sich für die polierten Varianten eine signifikant höhere Sauerstoffkonzentration in den ersten 400 nm als für die geläpften. Für die höhere Einlaufgeschwindigkeit von $v = 0,2$ m/s für Ck45 liegt die Sauerstoffkonzentration deutlich unterhalb derer von $v = 0,1$ m/s. Die Tiefenprofile aller Elemente sind im Anhang B in den Abbildung B.5 und B.6 dargestellt.

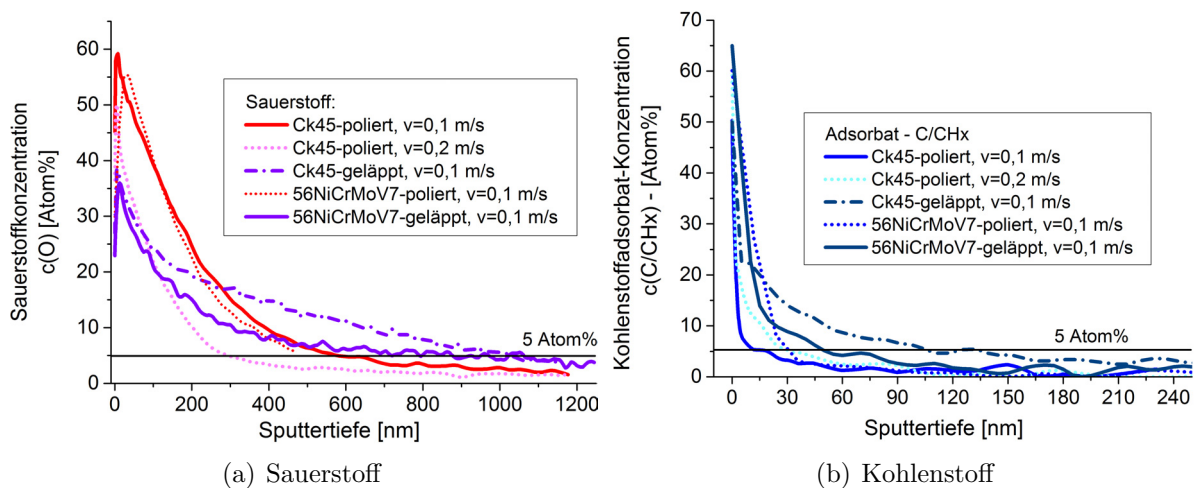


Abbildung 4.9: Vergleich von oberflächennahen Änderungen bezogen auf Sauerstoff, gebunden als Fe_2O_3 und Kohlenstoff, oberflächlich vorliegend als Adsorbat C/CH_x .

4.2.2 Verschleißmessungen

Um eine Verschleißaussage treffen zu können, und den Unterschied zwischen Einläufen mit Endverschleißraten im Bereich von kleiner 30 nm/h und erhöhten Verschleißraten von größer 50 nm/h treffen zu können, wurden für die polierte Variante des 56NiCrMoV7 und des Ck45 Verschleißmessungen mit aktivem Stift unter verschiedenen Belastungen durchgeführt. Dabei ergab sich für die Variante 56NiCrMoV7 bis 400 N reproduzierbar eine Verschleißrate im Bereich von 3 nm/h, siehe Abbildung 4.10 a). Weiter ist zu sehen, dass sich die Verschleißrate bei Versuchsfortführung mit Normalkräften größer als 400 N noch weiter reduziert und kleiner als 1 nm/h ist. Weitere Verschleißmessungen, auch mit Geschwindigkeitsvariationen ergaben für den Stift keine höheren Verschleißwerte als 10 nm/h, siehe Anhang B, Abbildung B.8.

Im Vergleich dazu, ergab sich für das Material Ck45 ein deutlich höherer Stiftverschleiß, der sich unter verschiedenen Belastungen verschieden ausgeprägt hat, siehe hierzu Abbildung 4.10 b) und c). Die Versuche wurden aufgrund der großen Verschleißraten bei bereits niedrigen Normalkräften abgebrochen, um eine Schädigung der Messtechnik zu vermeiden. Weiterhin wurde die Kombination geläppte Ck45-Scheibe gegen polierten aktivierten Stift gefahren, siehe 4.10 d). Der Stift zeigt eine nicht auflösbare Verschleißrate, welche im Bereich von < 2 nm/h liegt. Der polierte Stift war für alle Messungen mit Radionuklidtechnik gleich. Es wurde nur das Scheibenmaterial geändert.

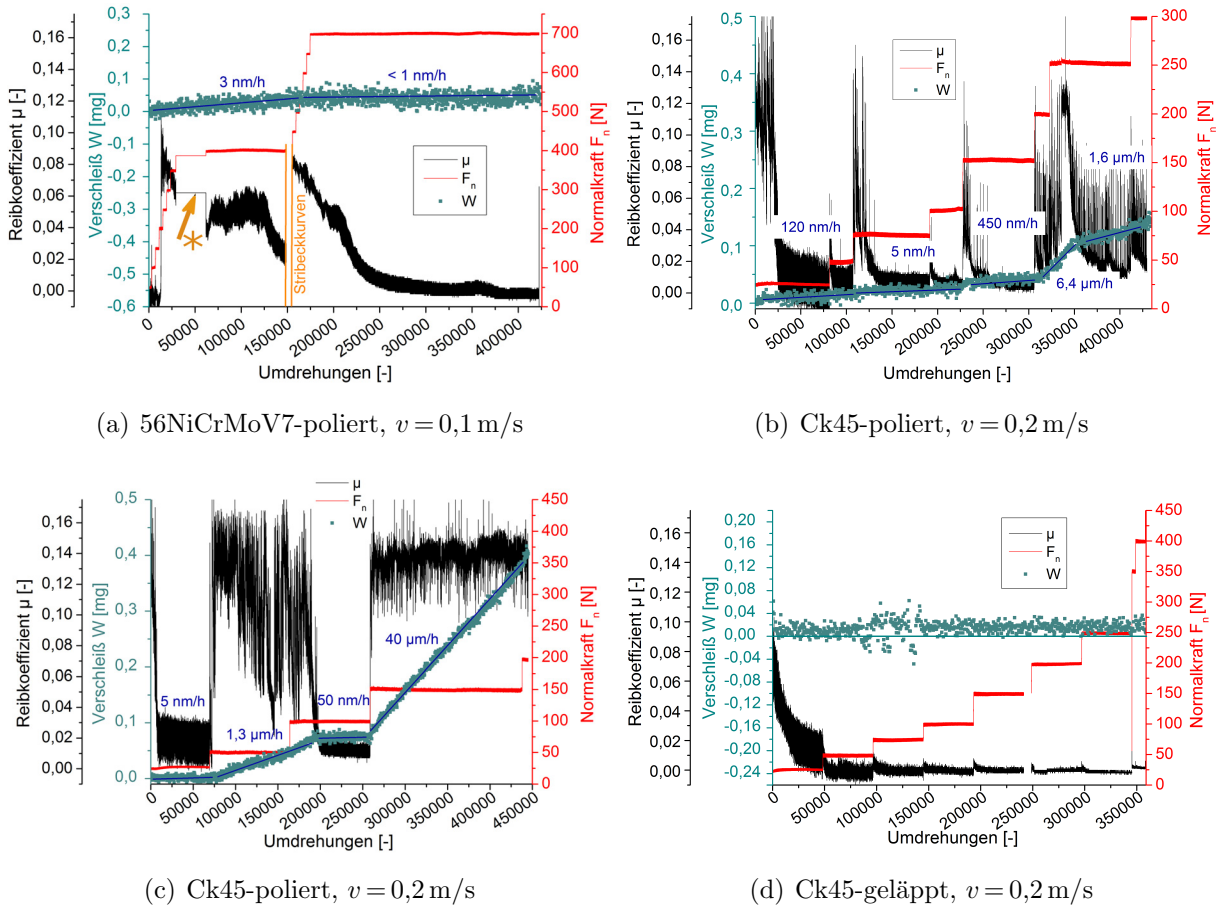


Abbildung 4.10: Verschleißmessung mittels Radionuklidtechnik für dargestellte Belastungen, Stiftmaterial für alle Versuche poliert. * in (a), Softwarefehler ohne Einfluss auf den weiteren Messverlauf.

4.2.3 Einfluss der Geschwindigkeit auf das Einlaufverhalten

Im Folgenden werden die Ergebnisse, die in dieser Arbeit untersuchten Auswirkung der im Einlauf gewählten Geschwindigkeit auf die Endreibwerte dargestellt. Da die Geschwindigkeitserhöhung, bzw. -verringern zu einer Änderung der Versuchslaufzeit führt und dies direkt auf die Gesamtkontaktzeit des Stiftes wirkt, wurden die Versuche je einmal bei gleicher Umdrehungsanzahl und einmal bei gleicher Zeit durchgeführt. Eine beispielhafte Einlaufroutine zu jeder Versuchsvariante ist im Anhang B im Teil B.4.1 und B.4.2 zu finden.

Für die geläppte initiale Mikrostruktur ergibt sich für gleiche Umdrehungsanzahl wie für gleiche Laufzeit, eine Verschiebung der Stribeckkurve nach links für verringerte Geschwindigkeiten (siehe 4.11 c) und d). Die Versuche zeigten für alle Geschwindigkeiten eine gute Reproduzierbarkeit. Auch für den polierten Fall zeigt sich, dass sich bei Verringerung der Geschwindigkeit, bei gleicher Umdrehungsanzahl, die Stribeckkurve nach

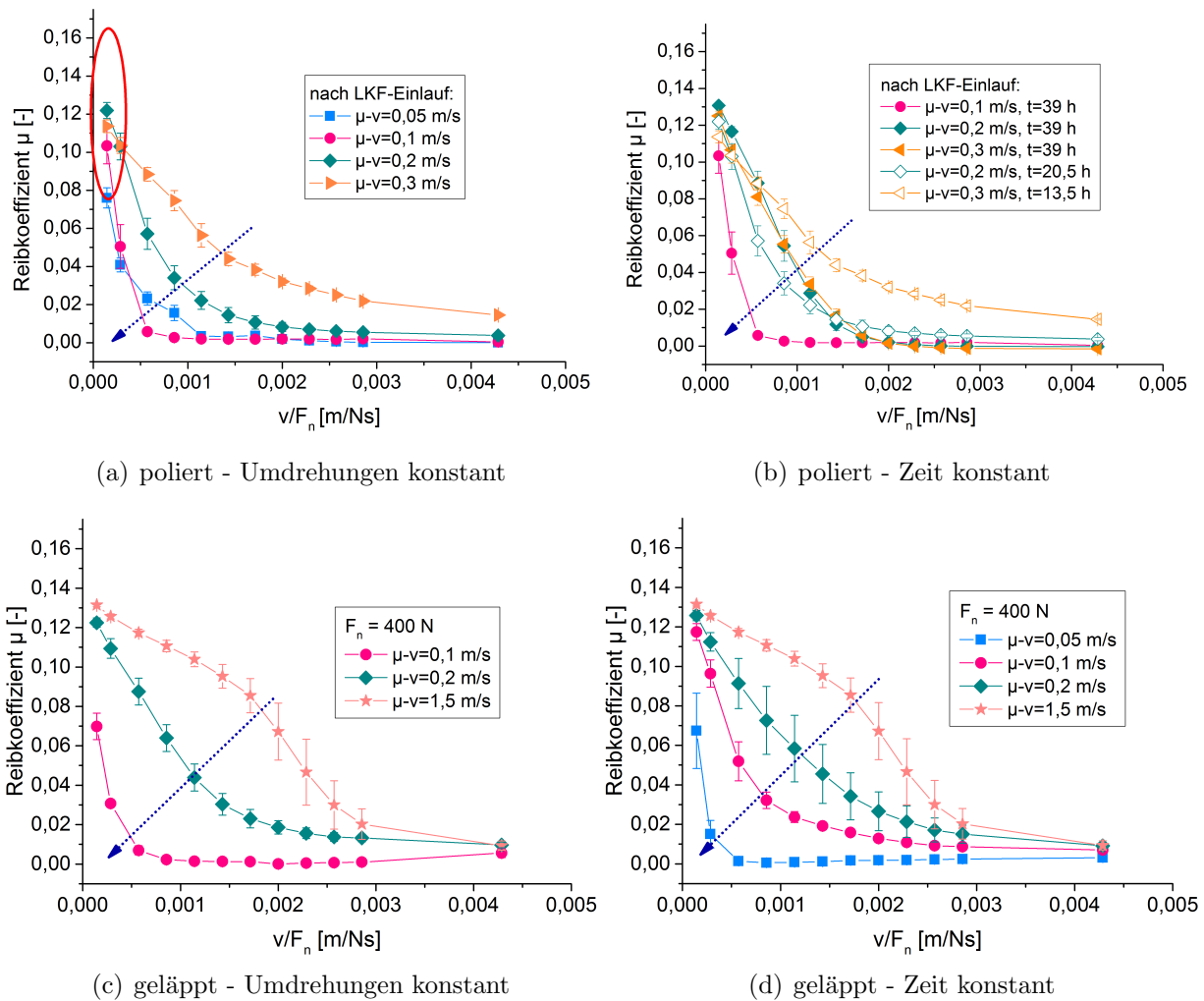


Abbildung 4.11: Stribeckkurven nach Einlauf mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten von 56Ni-CrMoV7 im polierten und geläppten Zustand.

links verschiebt. Der Einfluss der Zeit ist in Abbildung 4.11 b) zu sehen und zeigt, dass auch bei gleichen Laufzeiten, der Einlauf mit $v = 0,1$ m/s zu dem besten Reibwertverlauf führt. Die Einlaufgeschwindigkeit $v = 0,05$ m/s zeigt nur im Grenzwert (siehe rote Markierung in 4.11 a) eine weitere Verringerung des Reibwertes mit verringerter Geschwindigkeit. Für das polierte System konnte die Geschwindigkeit von $v = 0,05$ m/s als untere Grenzggeschwindigkeit festgestellt werden. Die Wiederholbarkeit der Versuche bei dieser Geschwindigkeit war schlecht und es zeigte sich teilweise ein instabiles Verhalten mit erhöhtem Reibwert sowie ein angestiegener Scheibengesamtverschleiß. Bei einer Laufzeitverlängerung für die Geschwindigkeit von $v = 0,3$ m/s verschiebt sich die Stribeckkurve nach links. Für die Geschwindigkeit $v = 0,2$ m/s zeigt sich kein signifikanter Unterschied bei Laufzeitverlängerung (siehe 4.11 b). Ein Laufzeiteinfluss auf den Reibwertverlauf ist deutlich zu erkennen, die Einlaufgeschwindigkeit bleibt aber dominant.

Für die Variante Ck45 wurde aufgrund des instabilen Verhaltens für die polierte Variante keine Geschwindigkeitsvariation durchgeführt. Am geläpften System Ck45 zeigt sich für konstante Umdrehungszahlen (Anhang B, Abbildung B.22) der gleiche Trend wie für die Variante 56NiCrMoV7. Eine Verringerung der Geschwindigkeit führt zu besseren Endreibwertverläufen. Für das geläppte System zeigt sich zusätzlich noch eine signifikante Einlaufzeitverkürzung. So zeigt der Einlauf mit 56NiCrMoV7 bei $v = 0,05$ m/s bereits nach 4,5 h einen ähnlichen Reibwertverlauf wie bei $v = 0,1$ m/s nach 39 h. Für das polierte System 56NiCrMoV7 zeigt sich, dass es bei konstanter Normalkraft eine untere wie obere Einlaufgeschwindigkeit gibt.

Die Topografie nach den Einläufen ergab für den geläpften Zustand keine signifikante Änderung. Es zeigten sich teilweise einzelne Riefen, allerdings keine im WLI auflösbaren Änderungen der Rauheit über die gesamte Spurbreite hinweg. Aufgrund dieser mangelnden topografischen Veränderung waren teilweise die Reibspuren im WLI nicht zu erkennen. Siehe hierzu die beispielhafte Darstellung im Anhang B, Abbildung B.23. Aufgrund der topografischen Änderungen unterhalb der Auflösungsgrenze und einer Ergebnisverzerrung durch einzelne Riefen, wurde auf eine Bestimmung und Korrelation der Rauheitswerte des geläpften Systems verzichtet. Es wird im Folgenden nur das polierte System betrachtet. In Abbildung 4.12 sind die R_k -Werte des polierten Systems nach dem Einlauf mit verschiedenen Geschwindigkeiten sowie die Muldenfläche der Reibspur der Scheibe dargestellt. Trotz der guten Endreibwerte nach dem Einlauf für die Geschwindigkeit $v = 0,05$ m/s zeigt sich eine größere Muldentiefe als z.B. für die Geschwindigkeit von $v = 0,2$ m/s. Dies korreliert mit der bereits erwähnten Beobachtung des instabilen Einlaufverhaltens bei $v = 0,05$ m/s. Ein deutlicher Zusammenhang ist zwischen kurzen und langen Laufzeiten für die Geschwindigkeiten von $v = 0,2$ m/s und $v = 0,3$ m/s zu erkennen. Bei erhöhter Versuchsdauer zeigten sich Gesamtverschleiß und Rauheitswerte deutlich niedriger. Dies zeigt die Notwendigkeit ausreichend langer niedriger Laststufen des LKF-Einlaufs. Alle Versuche führten zu einer deutlichen Rauheitserhöhung nach Einlauf.

Um den Einfluss der Geschwindigkeiten auf die Mikrostruktur und auf die chemische Veränderung in der Randzone zu sehen, wurden die Proben nach der Einlaufroutine mit Hilfe der FIB und der XPS analysiert. Die Scherrichtung in den im Folgenden dargestellten Bildern ist von rechts nach links.

Abbildung 4.13 zeigt für die Geschwindigkeiten $v = 0,05$ m/s und $v = 0,2$ m/s die REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte nach dem Einlauf für die polierte Variante. Für die polierte initiale Mikrostruktur zeigt sich nach einem Einlauf mit $v = 0,05$ m/s, (Abbildung 4.13 a), eine im Vergleich zu $v = 0,2$ m/s (Abbildung 4.13 b) signifikant tiefere Volumenverformung.

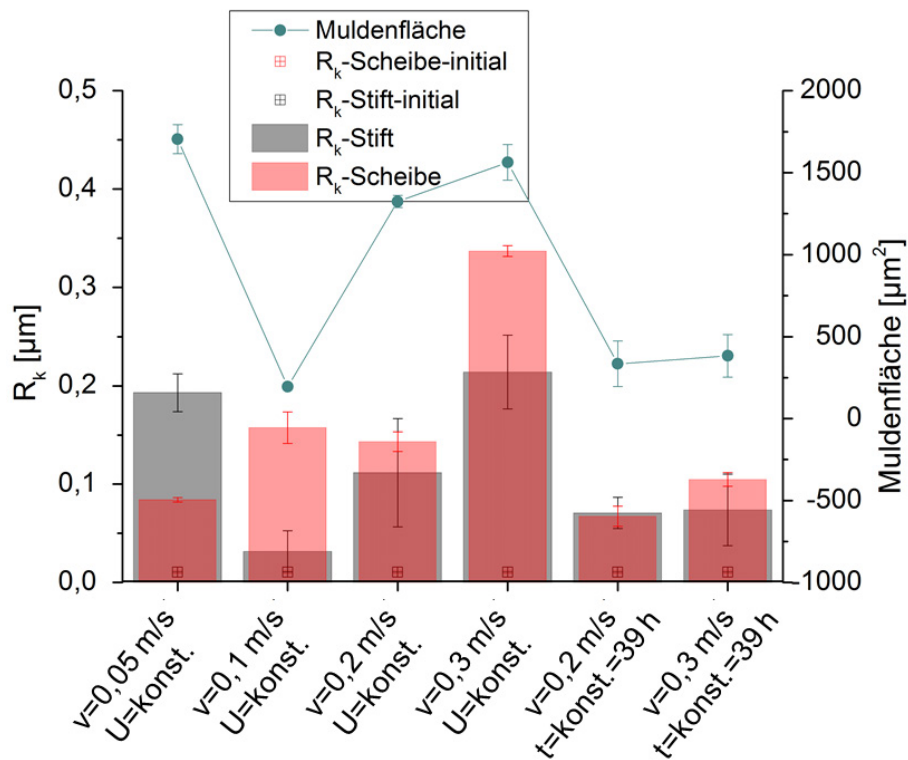


Abbildung 4.12: R_k -Wert nach Einlauf von Stift und Scheibe für verschiedene Geschwindigkeiten des polierten Systems sowie Muldenfläche der Reibspur.

Das unverformte Grundmaterial ist im FIB-Schnitt mit $15\text{ }\mu\text{m}$ Tiefe noch nicht erreicht. Risse verlaufen parallel oder unter kleinen Winkeln schräg zur Oberfläche, siehe blaue Pfeile. Entlang der Risse zeigt sich teilweise eine weitere Kornfeinung, bishin zur Nanokristallinität mit Korngrößen kleiner 30 nm . Oberflächlich zeigt sich ein undurchgängiger nanokristalliner Bereich, welcher in seiner Dicke entlang des FIB-Schnitts von 50 nm bis 200 nm variiert. Unterhalb ist der Bereich stark verfestigt und Körner sind parallel zur Oberfläche ausgerichtet. Die parallele Rissausbreitung unterhalb der Oberfläche ist eine mögliche Erklärung für die erhöhte Muldenfläche, siehe Abbildung 4.12. Durch das Delaminieren eines dieser Bereiche kann es zur Entstehung von Verschleißpartikeln mit Größen im Mikrometerbereich kommen und zur Instabilität des Systems. Für die Einlaufgeschwindigkeit von $v=0,2\text{ m/s}$ zeigt sich nur eine Volumenverformung von $3\text{ }\mu\text{m}$ Tiefe. Oberflächlich ist auch hier ein 100 bis 200 nm tiefer nanokristalliner Bereich zu erkennen, welcher im Vergleich zur Geschwindigkeit von $v=0,05\text{ m/s}$ auf der Länge des FIB-Schnitts gleichförmiger ist. Der FIB-Schnitt der Einlaufgeschwindigkeit von $v=0,1\text{ m/s}$ ist in Abbildung 4.5 c) auf Seite 45 zu finden. Die Verformungen lassen sich aufgrund der unbeeinflussten Mikrostruktur eindeutig der tribologischen Belastung zuordnen.

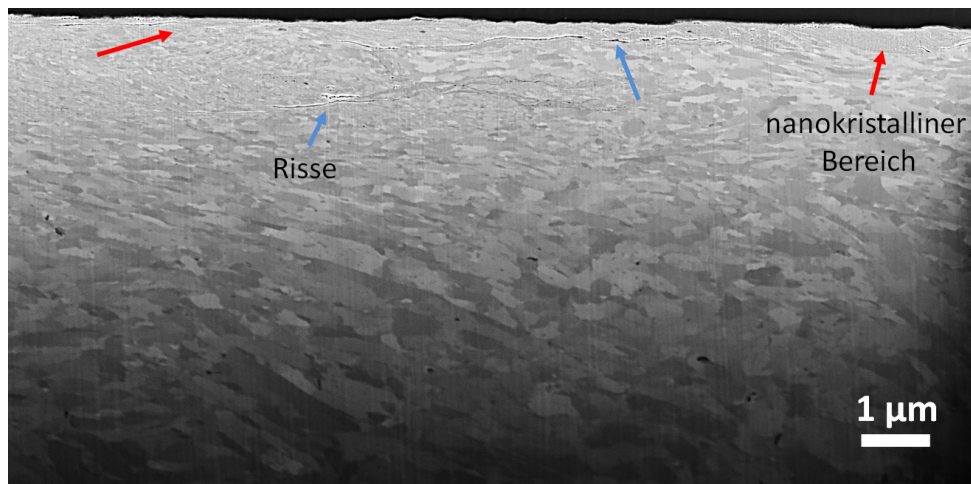
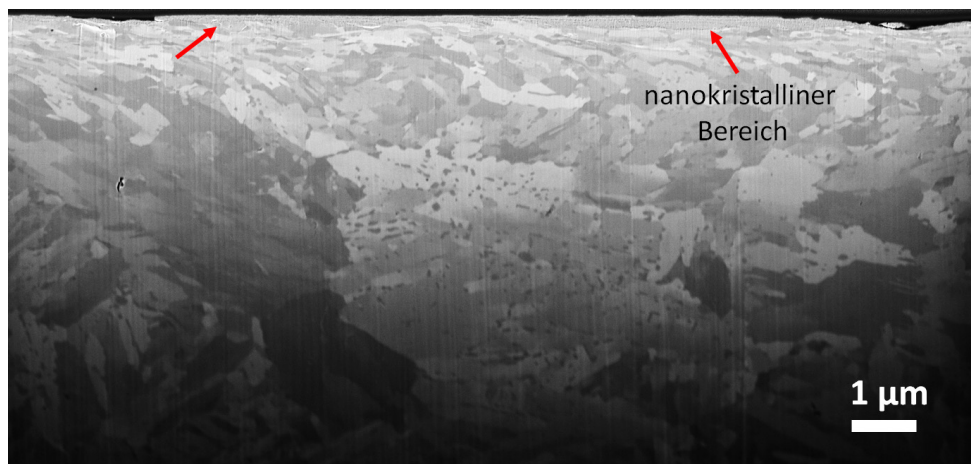
(a) poliert, $v = 0,05$ m/s(b) poliert, $v = 0,2$ m/s

Abbildung 4.13: REM Aufnahmen von FIB-Schnitten nach Einlauf mit $v = 0,05$ m/s und $v = 0,2$ m/s mit konstanter Drehzahl für den polierten Ausgangszustand. Schnittrichtung in Belastungsrichtung. Scherung von rechts nach links.

Für die geläppte initiale Mikrostruktur, Abbildung 4.14, zeigt sich für die Einlaufgeschwindigkeit von $v = 0,05$ m/s keine signifikante Tiefenänderung des verformten Volumens zum Ausgangszustand, vergleiche geläppter Ausgangszustand 4.1 auf Seite 42. Eine Kornverschiebung in Belastungsrichtung ist nicht zu erkennen. Es lässt sich oberflächlich, durch die Pfeile gekennzeichnet, ein Bereich kleiner 50 nm erkennen, welcher aufgrund des fehlenden Kontrastes als stark umgeformt und nanokristallin bzw. ultrafeinkristallin angenommen werden kann. Der Bereich unterhalb zeigt langsam ansteigende Korngrößen von 50 nm an. Für die Einlaufgeschwindigkeit von $v = 0,2$ m/s zeigen sich teilweise oberflächlich auch nanokristalline bzw. ultrafeinkristalline Bereiche. Die gekennzeichnete nanokristalline/

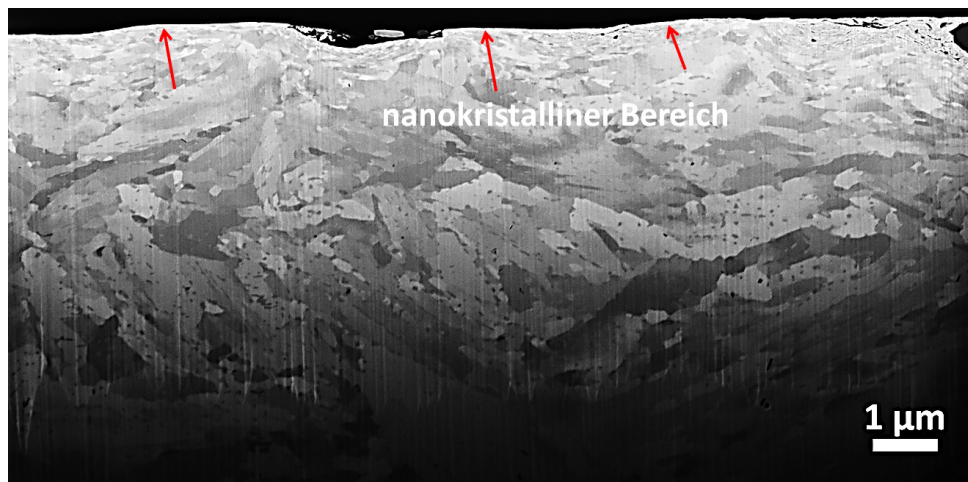
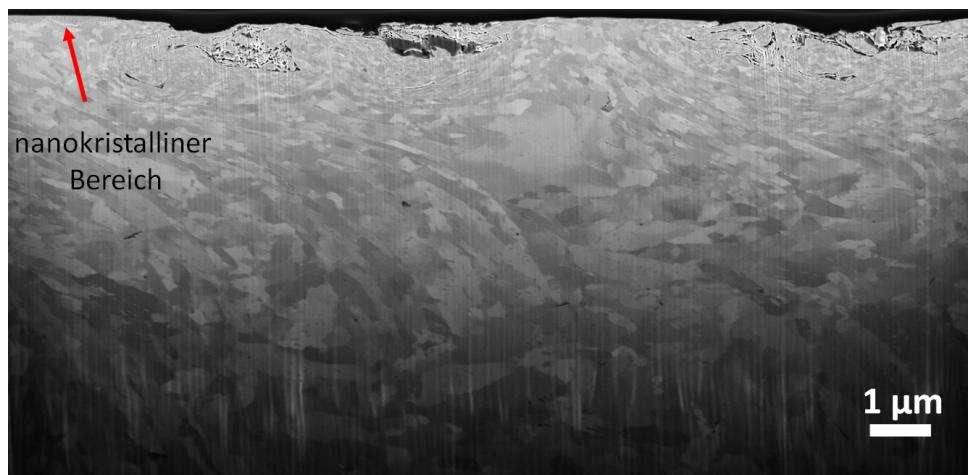
(a) geläppt, $v = 0,05 \text{ m/s}$ (b) geläppt, $v = 0,2 \text{ m/s}$

Abbildung 4.14: REM Aufnahmen von FIB-Schnitten nach Einlauf mit $v = 0,05 \text{ m/s}$ und $v = 0,2 \text{ m/s}$ mit konstanter Zeit von $t = 4,5 \text{ h}$ für den geläppten Ausgangszustands. Schnittrichtung in Belastungsrichtung. Scherung von rechts nach links.

ultrafeinkristalline Randzone kann als durch die tribologische Belastung initiiert gelten. Aus den plastisch deformierten und teilweise auch nanokristallinen Bereichen unterhalb, können aufgrund der Inhomogenität des Läppprozesses keine eindeutigen Rückschlüsse auf den tribologischen Einfluss gezogen werden. Die FIB-Schnitte zum System Ck45-geläppt sind im Anhang B in Abbildung B.24 auf Seite 129 dargestellt. Auch hier zeigt sich ein nanokristalliner/ ultrafeinkristalliner Bereich und eine Scherung der Körner in Beanspruchungsrichtung. Die Tiefe der Volumenverformung nach Belastung ist auch hier für die unterschiedlichen Geschwindigkeiten nicht signifikant.

Die Randzone der Proben mit den in Abbildung 4.11 dargestellten Reibwertverläufen

wurde mit der XPS analysiert. Die Konzentration von Sauerstoff und Kohlenstoffadsorbat ist in Abbildung 4.15 für die Geschwindigkeiten $v = 0,05 \text{ m/s}$, $v = 0,1 \text{ m/s}$ und $v = 0,2 \text{ m/s}$ dargestellt. Die Tiefenprofile aller Elemente sind im Anhang B.4.6 in den Abbildungen B.6 und B.26 bis B.32 zu finden.

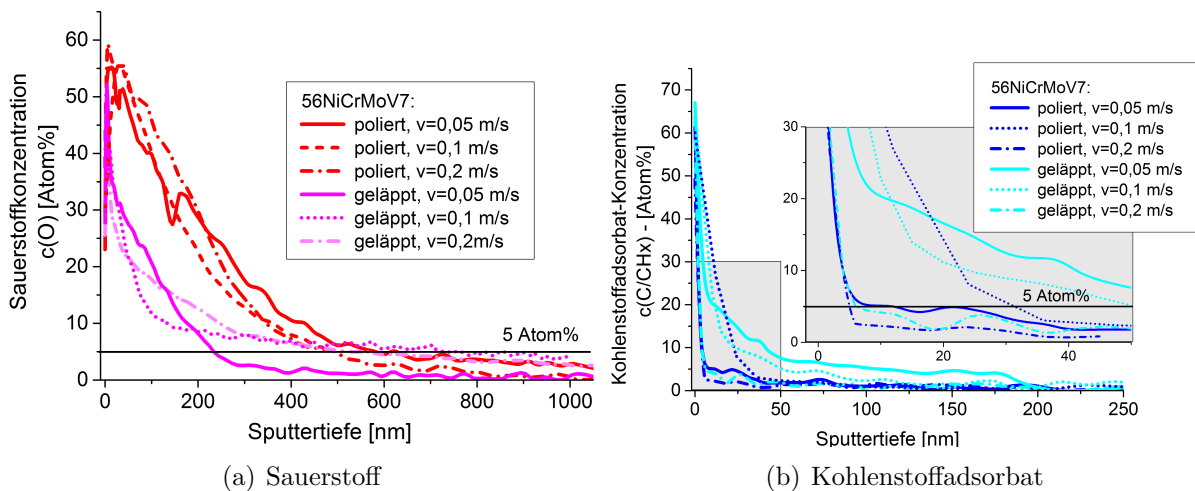


Abbildung 4.15: XPS-Analysen des geläppten und polierten Systems 56NiCrMoV7 nach Einlauf mit $v = 0,05 \text{ m/s}$, $v = 0,1 \text{ m/s}$ und $v = 0,2 \text{ m/s}$.

Die Konzentration des Sauerstoffs in der Randzone ist für alle Proben nach dem Einlauf erhöht und zeigt für die Einlaufgeschwindigkeiten von $v = 0,05 \text{ m/s}$ und $v = 0,2 \text{ m/s}$ keinen Unterschied. Deutlich unterschiedlich ist jedoch die Sauerstoffkonzentration für die beiden Endbearbeitungen. Die polierten Proben weisen nach Einlauf für alle Geschwindigkeiten eine signifikant höhere Sauerstoffkonzentration in der Randzone auf als die geläppten. In der Randzone unterscheidet sich die Konzentration von Kohlenstoffadsorbaten aus dem Öl nur nach dem Einlauf mit $v = 0,05 \text{ m/s}$ des geläppten Zustandes signifikant zum Ausgangszustand, siehe 4.15 b), vergleiche 4.2 auf Seite 43.

4.2.4 Einfluss von Normalkraft auf den Einlauf

In diesem Abschnitt sind die Ergebnisse zum Einlaufverhalten von veränderten Lastvariationen im Einlauf dargestellt. Diese Versuche wurden nur am System 56NiCrMoV7 durchgeführt.

Lastkennfeldeinlauf am geläppten System

Um den Einfluss von niedrigen Normalkräften auf das Einlaufverhalten zu sehen, wurden für das geläppten System anstelle des Einlaufs bei $F_N = 400 \text{ N}$ ein Lastkennfeldeinlauf unter den gleichen Bedingungen wie bei den polierten Proben durchgeführt.

Die Diagramme zum Einlauf sind im Anhang B in Abbildungen B.35 dargestellt. Die Umdrehungszahlen wurden konstant gelassen. Die Stribeckkurven nach Einlauf sind in Abbildung 4.16 dargestellt. Es zeigt sich bei langsamer Laststeigerung eine deutliche Verschlechterung des Einlaufs im Vergleich zur direkten Belastung mit 400 N und eine deutliche Verschiebung der Stribeckkurven nach rechts.

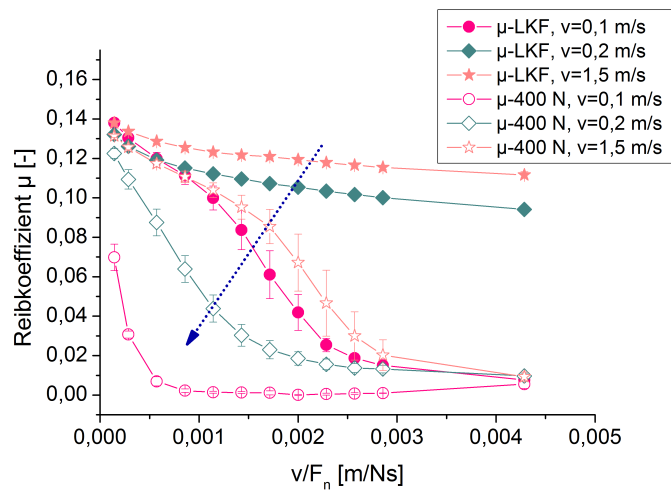


Abbildung 4.16: Stribeckkurven nach LKF-Einlauf für verschiedene Geschwindigkeiten im Vergleich zu direkter Normalkraftsteigerung auf 400 N am geläpften System.

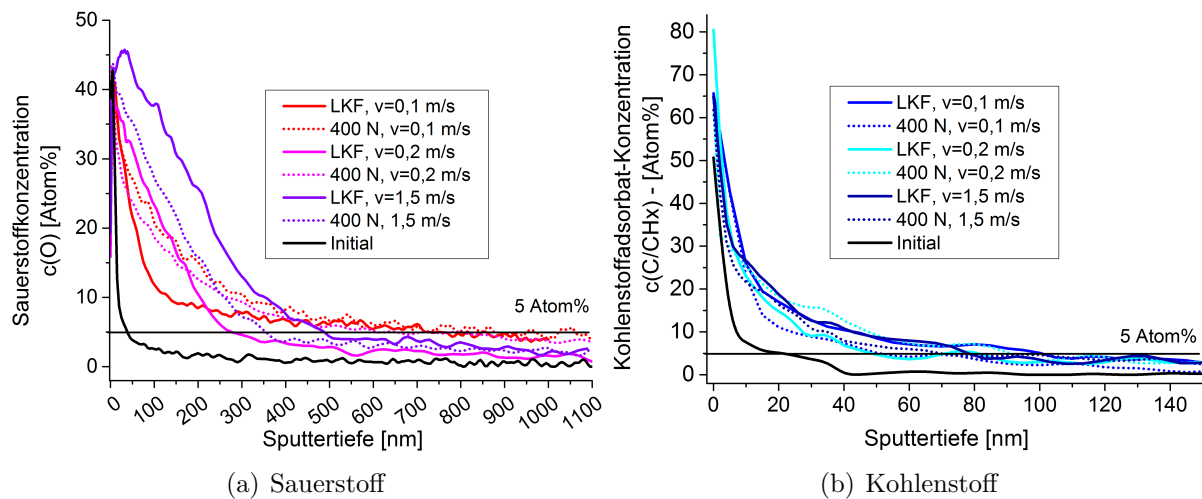
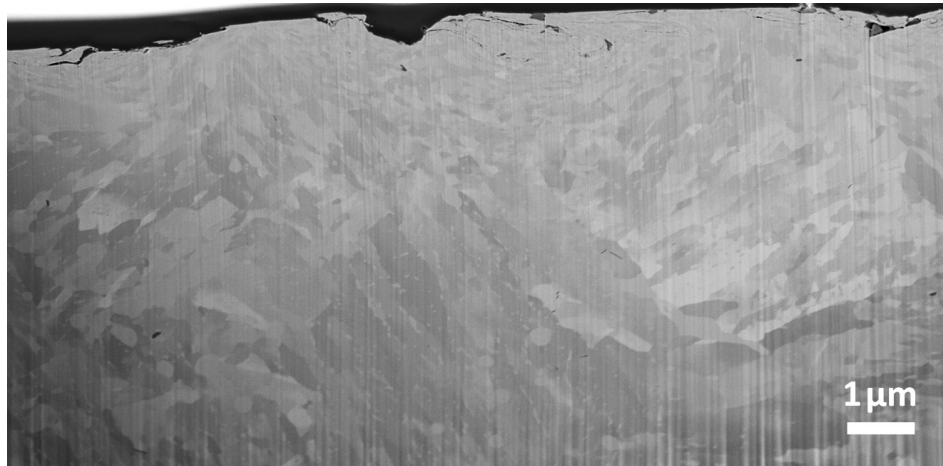


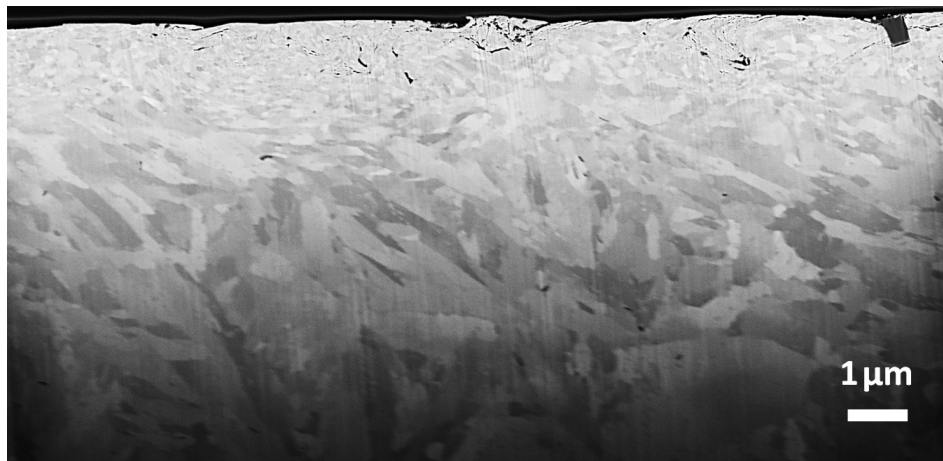
Abbildung 4.17: Atomkonzentration in % für Sauerstoff und Kohlenstoffadsorbat der geläpften Proben nach LKF-Einlauf und direkter Normalkraftsteigerung für die Geschwindigkeiten $v = 0,1$ m/s, $v = 0,2$ m/s und $v = 1,5$ m/s.

Vergleichende REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte bei einer Einlaufgeschwindigkeit von $v = 0,2$ m/s nach LKF-Einlauf und nach Einlauf mit konstanter Normalkraft von 400 N sind in Abbildung 4.18 dargestellt. Die FIB-Schnitte der Geschwindigkeit $v = 0,1$ m/s sind im Anhang B in Abbildung B.36 und auf Seite 45 in Abbildung 4.5 b) zu finden. Es zeigt sich für die direkte Normalkraftsteigerung oberflächlich ein nanokristalliner Bereich, der sich bei den Proben, welche im Lastkennfeld gefahren wurden, nicht sehen lässt.

Die vergleichenden XPS-Tiefenprofile für Sauerstoff und Kohlenstoffadsorbat sind in Ab-



(a) $v = 0,2 \text{ m/s}$ im Lastkennfeld.



(b) $v = 0,2 \text{ m/s}$ bei direkter Normalkraftsteigerung.

Abbildung 4.18: REM-Aufnahmen von FIB-Schnitten in Laufrichtung bei $v = 0,2 \text{ m/s}$ nach Lastkennfeldeinlauf und direkter Normalkraftsteigerung des geläppten Systems. Belastungsrichtung von rechts nach links.

bildung 4.17 zu sehen. Die Tiefenprofile aller Elemente der LKF-Einläufe des geläppten Systems sind im Anhang B in Abbildung 4.17 zu finden. Im Vergleich zum Grundzustand ist die Konzentration von Sauerstoff und Kohlenstoffadsorbat bei allen Proben signifikant angestiegen. Es zeigt sich keine einheitliche Tendenz in der chemischen Randzonenänderung für die unterschiedlichen Belastungsbedingungen.

Normalkraftvariationen am polierten System

Für das polierte System wurde die Normalkraft nach der Standardeinlaufroutine bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ bis auf 800 N erhöht, um den Einfluss von erhöhter Normalkraft auf den Einlauf und die Mikrostruktur darzustellen.

Ein ähnlicher Versuch mit Hilfe der Radionuklidtechnik wurde bereits unter Punkt 4.2.2

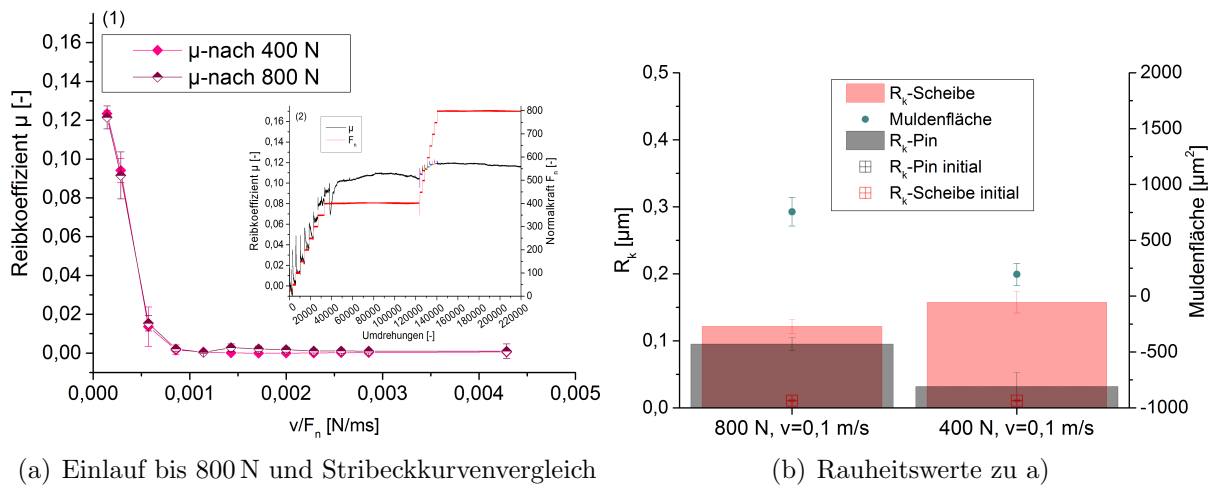


Abbildung 4.19: Einlaufvergleich bei 400 N mit Standardlastkennfeld bei $v = 0,1$ m/s und nach Erhöhung auf 800 N.

diskutiert und ist im Anhang B in Abbildung B.8 dargestellt. In Abbildung 4.19 a) sind Stribeckkurven nach 400 N und 800 N Normalkraft sowie die Einlaufroutine dargestellt. Die Einlaufroutine findet sich noch einmal vergrößert im Anhang B auf Seite 136 a). Trotz teilweise hoher Reibwerte mit $\mu > 0,1$ beim Anstieg der Normalkraft auf größer 400 N, ist kein Unterschied zwischen den Reibwertverläufen nach 400 N und 800 N Normalkraft zu erkennen.

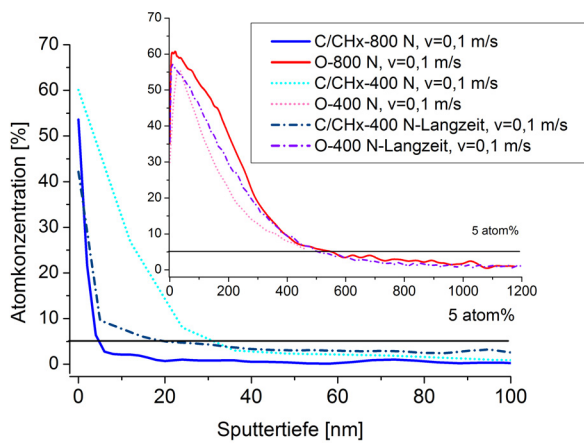


Abbildung 4.20: Sauerstoff- und Kohlenstoffadsorbatkonzentration nach Belastung mit 800 N und 400 N und nach Langzeitversuch mit $v = 0,1$ m/s. Tiefenprofile aller Elemente im Anhang B, Abbildung B.39.

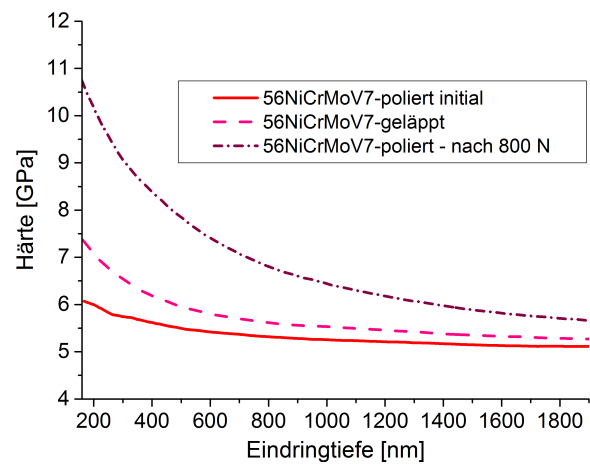
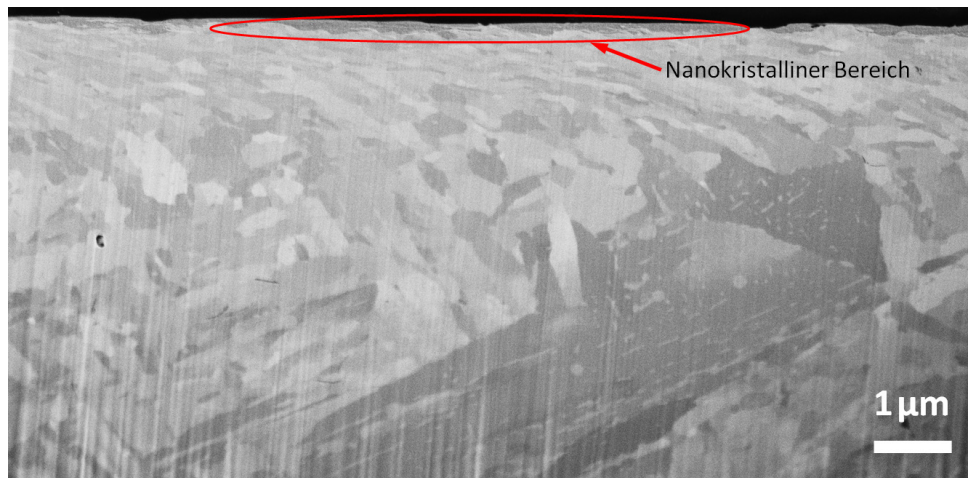
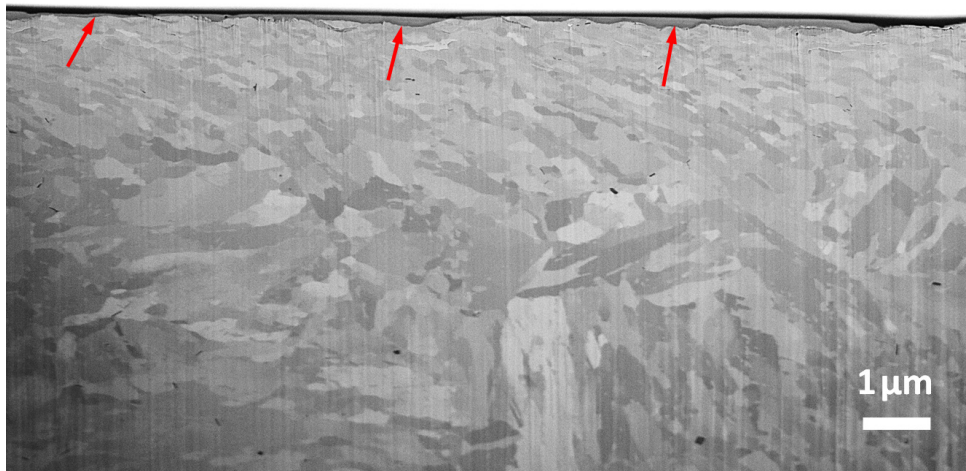


Abbildung 4.21: Härtebestimmung mittels Nanoindentation des Randbereichs, dargestellt ab 200 nm Tiefe nach 800 N im Vergleich zum Ausgangszustand von 56NiCrMoV7.

Die Topografieauswertung, Abbildung 4.19 b) zeigt für die längere Einlaufroutine bis 800 N Normalkraft einen dreifach höheren Totalverschleiß. Rauheitswerte von Scheibe und Stift haben sich im Gegensatz zu 400 N Normalkraft angeglichen.



(a) nach 400 N



(b) nach 800 N

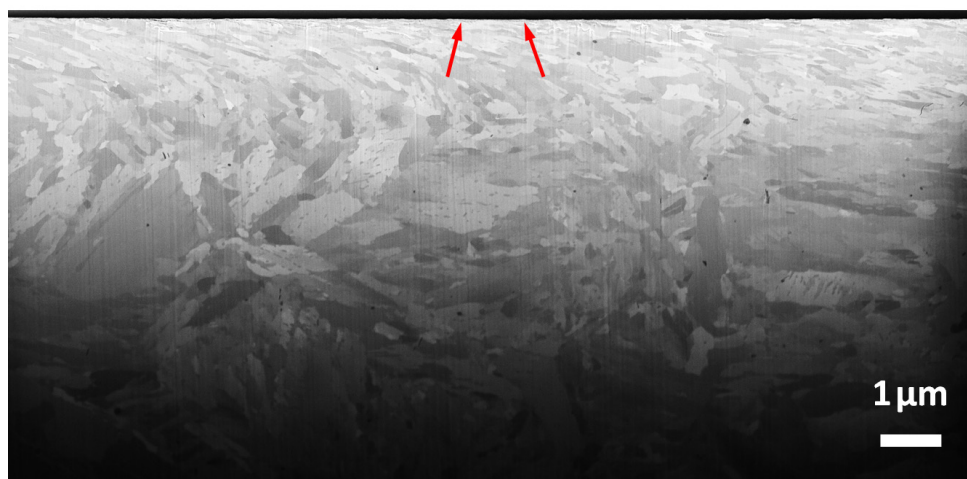
Abbildung 4.22: REM-Aufnahmen von FIB-Schnitten in Laufrichtung bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ nach 400 N und 800 N. Belastungsrichtung von rechts nach links.

Vergleichende REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte am Ende der 400 N und 800 N Laststufe, sind in Abbildung 4.22 dargestellt. Abbildung 4.23 zeigt außerdem einen Langzeitversuch, bei welchem die Endlaststufe von 400 N dreifach verlängert wurde, siehe hierzu LKF-Einlauf in Abbildung B.38 im Anhang. In den FIB-Schnitten ist zu erkennen, dass das Volumen mit induzierter Kornfeinung bei der Belastung bis 800 N angestiegen ist und bis in eine Tiefe von circa $4 \mu\text{m}$ reicht. Es ist deutlich ein nanokristalliner Bereich zu erkennen, welcher im Vergleich zur Belastung bis 400 N nicht dicker erscheint. In Abbildung 4.21 ist der Härtewert der Randzone über der Tiefe für die Belastung bis 800 N aufgezeigt.

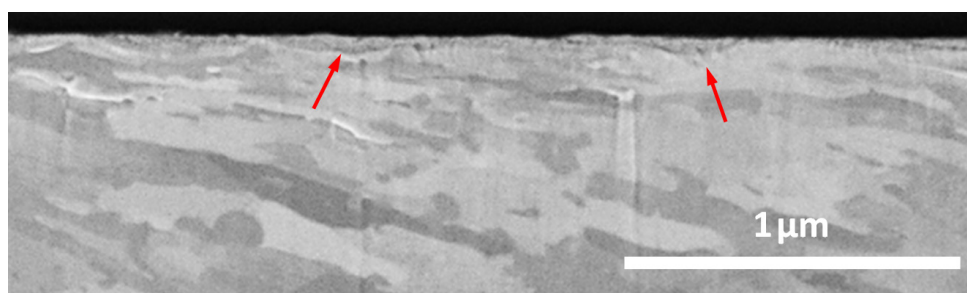
Die Härte ist bis $2 \mu\text{m}$ tief signifikant zum Ausgangszustand erhöht und ist größer als die des geläpften Ausgangszustands. Für die verlängerte Laufzeit bei 400 N zeigt sich keine

signifikante Veränderung des plastisch umgeformten Bereichs. Der nanokristalline Bereich wird in Kapitel 4.3.3 weiter betrachtet.

Die XPS-Tiefenprofile für den Langzeitversuch und den Versuch bis 800 N zeigen keine Unterschiede in der Sauerstoffkonzentration. Die Kohlenstoffadsorbate sind in Konzentration und Tiefe für den Langzeitversuch im Vergleich zum initialen Zustand erhöht. Der Versuch bis 800 N zeigt keine Erhöhung zum Grundzustand. Für alle drei Belastungszustände ist Sauerstoff bis in eine Tiefe von 600 nm erhöht. Der Eintrag von Kohlenstoffadsorbaten geht, für die Standardroutine bis 400 N und den Langzeitversuch, bis in eine Tiefe von circa 40 nm. Vor allem die Tiefe des Sauerstoffeintrags unterscheidet sich signifikant zum Ausgangszustand und scheint mit Laufzeitverlängerung und Normalkraft leicht in der Konzentration, nicht aber der Tiefenwirkung anzusteigen.



(a) nach 400 N - Langzeit



(b) Vergrößerung a)

Abbildung 4.23: REM-Aufnahmen von FIB-Schnitten in Laufrichtung bei $v = 0,1$ m/s nach 400 N Langzeitbelastung. Belastungsrichtung von rechts nach links.

4.3 Mikrostrukturanalysen

Da für das polierte System die Veränderung der Mikrostruktur eindeutig der tribologischen Belastung zuzuordnen ist, wurde die Mikrostruktur für die polierte Variante zu bestimmten Zeitpunkten des Lastkennfeldeinlaufes und am Einlaufende charakterisiert. Eine Beschreibung dieser Abbruchversuche ist im Kapitel 3.3.4 zu finden. Eine Grundvoraussetzung für die Abbruchversuche war ihre Reproduzierbarkeit bei ähnlichen Reibwerten. Für die Geschwindigkeit $v = 0,05 \text{ m/s}$ des Systems 56NiCrMoV7 und für das System Ck45 im Allgemeinen, zeigte sich jedoch ein sehr instabiles und schlecht reproduzierbares Einlaufverhalten, daher wird im Folgenden der Unterschied zwischen μ_{hoch} und μ_{niedrig} des Reibverlaufes gemacht. Die Reibverläufe sind im Anhang in den Abbildungen C.1 bis C.13 und für Ck45 in C.29 bis C.34 dargestellt.

4.3.1 System 56NiCrMoV7

Verformungen

In Abbildung 4.24 sind die Maximalwerte der Verschiebung in x -Richtung sowie Scherdehnungsgradienten als deren 2. Ableitung nach z und die Tiefe der Bereiche I und II dargestellt sowie der Reibwert bei Versuchsende. Die dargestellten Versuche sind Abbruchversuche. Der gesamte Dehnungs-, Scherdehnungs-, und Scherdehnungsgradientenverlauf über der Tiefe und die zu Grunde liegenden REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte der im Folgenden dargestellten Proben, ist im Anhang C ab Seite 147 zu finden.

Für die Geschwindigkeit $v = 0,1 \text{ m/s}$ hebt sich die Probe 25-E-0,1 mit einem tiefen Bereich II und einer größeren Verschiebung sowie eines noch nicht ausgebildeten Bereichs I von den Proben der anderen Laststufen ab. Für diese liegt bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ die maximale Verschiebung unterhalb derer der ersten Laststufe, bei gleichzeitig sinkendem Reibwert und zunehmender Tiefe von Bereich I und II. Eine größere Verschiebung geht für beide Geschwindigkeiten mit einer zunehmenden Tiefe des Bereichs II einher. Das heißt, je größer die sichtbare Verschiebung, desto größer das verformte Volumen, was teilweise, vor allem bei $v = 0,05 \text{ m/s}$ zu den sehr niedrigen Scherdehnungsgradienten führt. Es zeigt sich für die Geschwindigkeit $v = 0,1 \text{ m/s}$ kein Anstieg der Dehnung bzw. des Scherdehnungsgradienten mit der Normalkraft. Die Tiefe des Bereiches I nimmt mit steigender Normalkraft zu. Die Geschwindigkeit $v = 0,05 \text{ m/s}$ führt zu größeren Verschiebungen und Verformungstiefen als die Geschwindigkeit $v = 0,1 \text{ m/s}$. Die Tiefe des Bereichs I und II ist für die Geschwindigkeit $v = 0,05 \text{ m/s}$ größer als für $v = 0,1 \text{ m/s}$, wobei die Verformungstiefe (Bereich II) sich überproportional vergrößert und damit zu geringeren Scherdehnungsgradienten für $v = 0,05 \text{ m/s}$ führt. Der Reibwert korreliert für beide Geschwindigkeiten nicht direkt mit

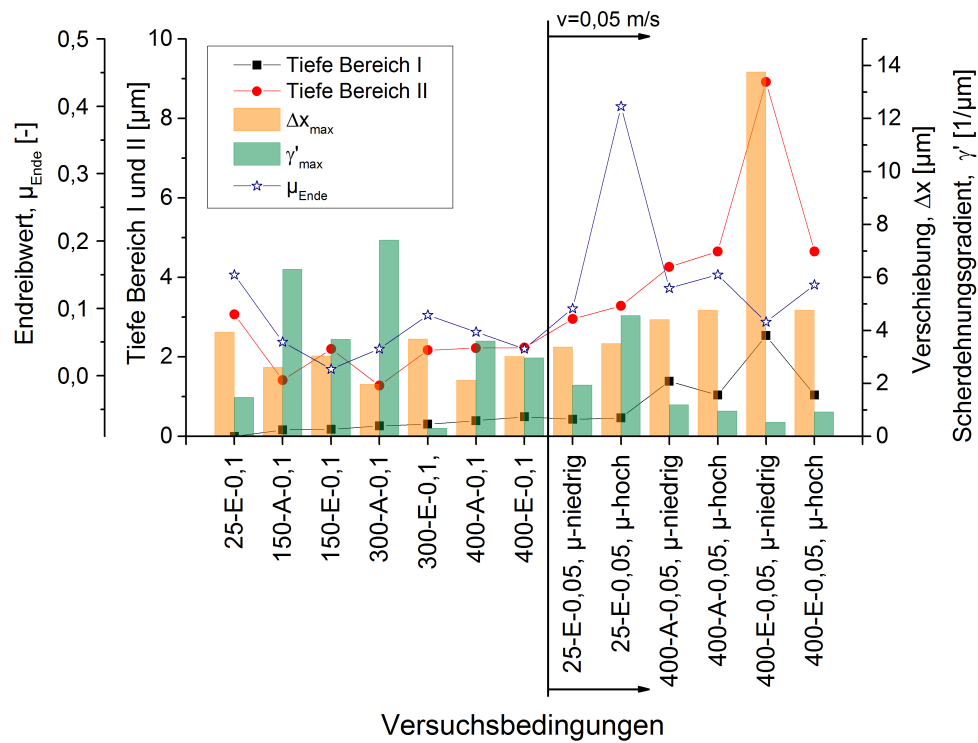


Abbildung 4.24: Tiefe Bereich I und II sowie maximale Verschiebung und maximaler Scherdehnungsgradient unter verschiedenen Belastungsbedingungen der Abbruchversuche mit 56NiCrMoV7-poliert. Darstellung Versuchsbedingung: Normalkraftstufe bei Abbruch-Anfang oder Ende der Laststufe-Geschwindigkeit.

der Verformungstiefe des Volumens, sondern mit dem Verhältnis der Bereiche I und II, siehe Abbildung 4.25. Hier ist zu sehen, dass ein steigendes Verhältnis für beide Geschwindigkeiten tendenziell zu niedrigeren Endreibwerten führt. Das heißt, kommt es zur Vergrößerung des deformierten Volumens, erhöht sich der Reibwert. Kommt es aber gleichzeitig zur Bildung einer geänderten Randzone mit ausgeprägter Kornfeinung, sinkt der Reibwert wieder.

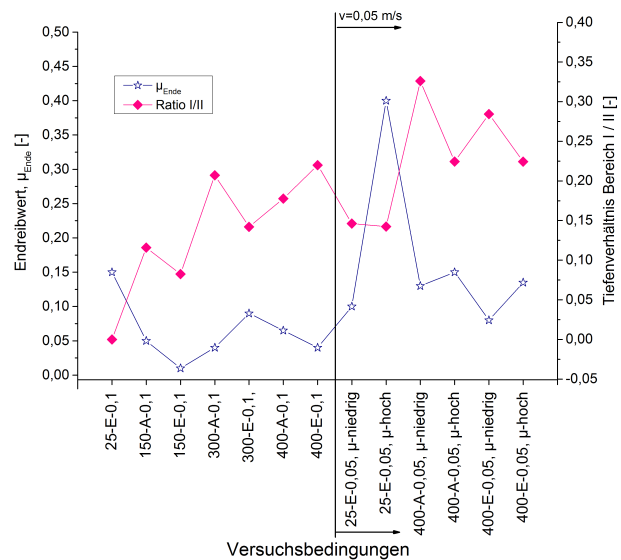


Abbildung 4.25: Tiefenverhältnis Bereich I/ Bereich II mit Endreibwert der verschiedenen Belastungsbedingungen der Abbruchversuche mit 56NiCrMoV7-poliert. Darstellung Versuchsbedingung: Normalkraftstufe bei Abbruch-Anfang oder Ende der Laststufe-Geschwindigkeit.

Abbildung 4.26 zeigt die Versuche, welche unter verschiedenen Bedingungen die gesamte Einlaufroutine des Lastkennfeldes

bis zum Ende des Einlaufs durchlaufen haben. Es sind wieder die Maximalwerte der Verschiebungen sowie Scherdehnungsgradienten und die Tiefe der Bereiche I und II nach abgeschlossenem Einlauf gezeigt. Der Reibwert entspricht hier dem Reibwert der Stribeckkurve bei der Geschwindigkeit $v = 0,2 \text{ m/s}$. Stribeckkurven und weitere Ergebnisse zu diesen Versuchen wurden bereits unter 4.2.3 und 4.2.4 dargestellt.

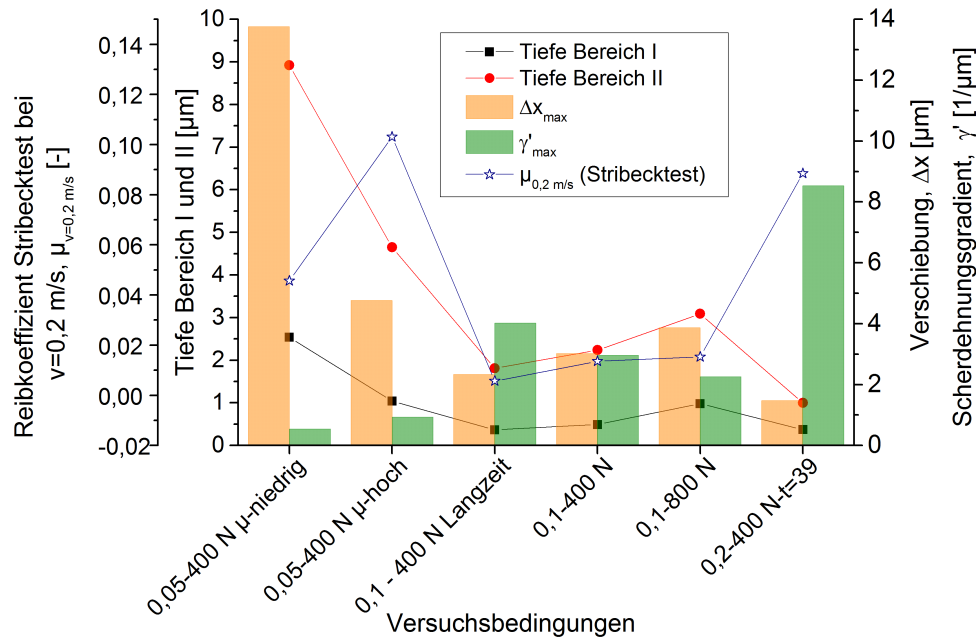


Abbildung 4.26: Tiefe Bereich I und II sowie maximale Verschiebung und maximaler Scherdehnungsgradient am Versuchsende nach verschiedenen Belastungsbedingungen mit 56NiCrMoV7-polier. Darstellung Versuchsbedingung: Geschwindigkeit-Normalkraft am Versuchsende-Besonderheiten.

Am Einlaufende zeigt sich eine eindeutige Korrelation von Reibwert, Bereich I und II sowie Verschiebung und Scherdehnungsgradient. Die Verschiebung steigt mit zunehmender Tiefe des Bereichs II. Bereich I steigt und fällt mit Bereich II. Steigt Bereich I überproportional zu Bereich II, zeigt sich eine Reibwertsreduktion, wie schon bei den Abbruchversuchen beschrieben. Für die Versuchsbedingung 0,2-400 N-t=39 zeigt sich die Umkehrung. Sinkt der Bereich II überproportional zum Bereich I, zeigt sich eine Reibwertserhöhung. Eindeutig sinkt die Verschiebung mit zunehmender Geschwindigkeit, der Scherdehnungsgradient dagegen steigt mit der Geschwindigkeit.

Um einen Vergleich der Scherung von Stift und Scheibe zu ermöglichen, wurde die Verschiebung für die Versuchsbedingungen von 400 N bei den beiden Geschwindigkeiten von $v = 0,1 \text{ m/s}$ und $0,05 \text{ m/s}$ charakterisiert und ist in Abbildung 4.27 im Vergleich zur Scheibe dargestellt. Die Verschiebung für die Stifte ist für beide Geschwindigkeiten deutlich niedriger als die der Scheibe, der Scherdehnungsgradient deutlich größer. Es zeigt sich für den Stift die gleiche Geschwindigkeitsabhängigkeit wie für die Scheibe, d.h. die Verschie-

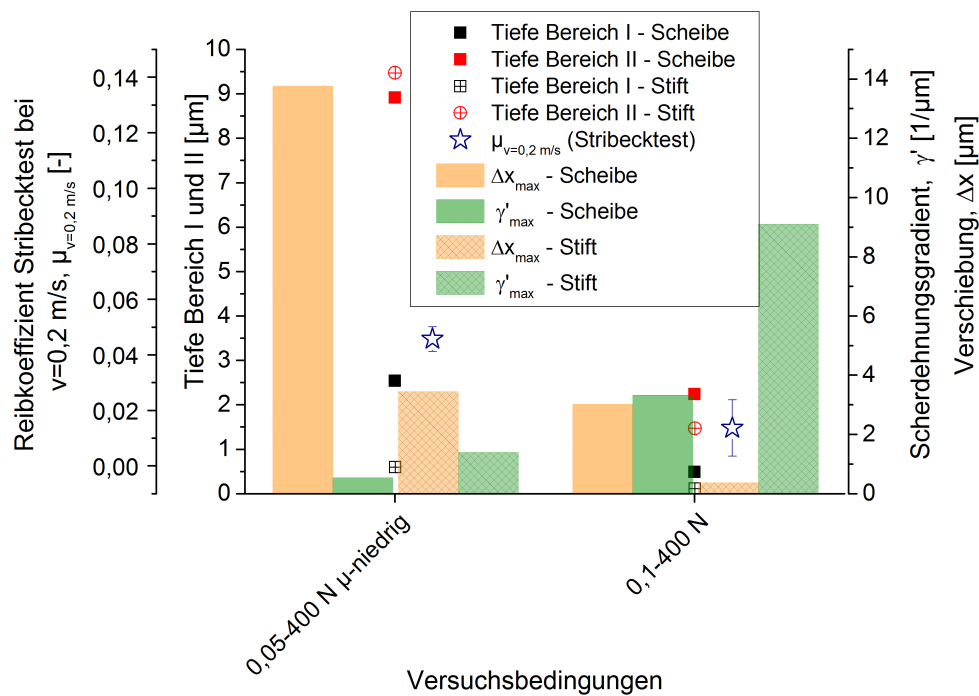


Abbildung 4.27: Tiefe Bereich I und II sowie maximale Verschiebung und maximaler Scherdehnungsgradient bei 400 N-Ende für $v = 0,1 \text{ m/s}$ und $v = 0,05 \text{ m/s}$ für Stift und Scheibe.

bungen sind für die niedrigere Geschwindigkeit größer als für die höhere. Das Verhalten der Scherdehnungsgradienten ist umgekehrt und zeigt damit das größere umgeformte Volumen für die niedrigere Geschwindigkeit. Die Tiefe der Bereiche I und II liegt auch für den Stift für $v = 0,5 \text{ m/s}$ deutlich über der für $v = 0,1 \text{ m/s}$. Die geringere Deformation des Stifts im Vergleich zur Scheibe kann durch die parallel zueinander und senkrecht zur Oberfläche ausgerichteten Körner erklärt werden.

Chemische Änderung im Volumen

Um Veränderungen der chemischen Zusammensetzung der Probenrandzonen in Relation zu den variablen Eingangsgrößen des Tribosystems zu beobachten, wurden XPS-Analysen der Reibspuren auf den Tribometerscheiben durchgeführt. Im Folgenden werden die Konzentrationsveränderungen der Elemente Sauerstoff und Kohlenstoff in Form von C/CH_x betrachtet, da diese infolge des tribologischen Prozesses in signifikanter Konzentration in das Material eingebracht wurden. Die Tiefenprofile aller Elemente der Abbruchversuche sind im Anhang in den Abbildungen C.50 bis C.62 zu finden. Die Atomkonzentration von Sauerstoff und Kohlenstoff in Form von C/CH_x wurde in 30 nm Tiefe bestimmt. Weiter wurde die Tiefe, bei welcher die Atomkonzentration von Sauerstoff auf kleiner 5 %, abfällt bestimmt. Für die Konzentration von Kohlenstoffadsorbat liegt die Atomkonzentration oftmals bereits bei 30 nm unter 5 %, daher wird im Folgenden auf diese Darstellung für

C/CH_x verzichtet. Sauerstoff liegt gebunden in Form von Fe₂O₃ vor. In Abbildung 4.28 sind die Ergebnisse der chemischen Volumenänderung für die gleichen Abbruchversuche der in Abbildung 4.24 dargestellten Verschiebung zu sehen.

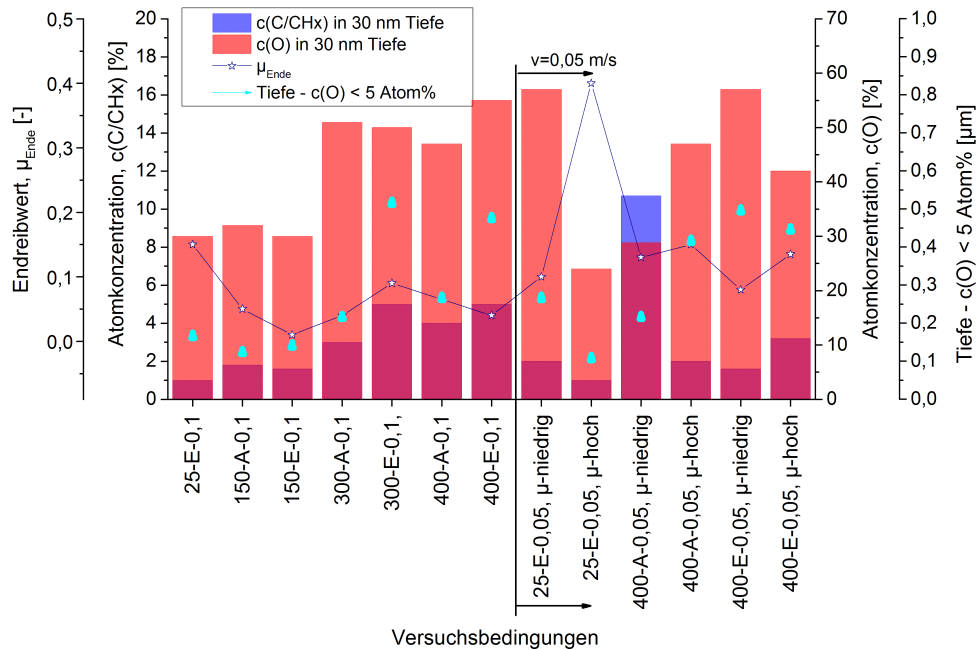


Abbildung 4.28: Sauerstoff- und Kohlenstoffadsorbatkonzentration in 30 nm Tiefe sowie Grenztiefe mit Atomkonzentration von Sauerstoff der Abbruchversuche mit 56NiCrMoV7-poliert. Darstellung Versuchsbedingung: Normalkraftstufe bei Abbruch-Anfang oder Ende der Laststufengeschwindigkeit.

Für alle gelaufenen Proben der Abbruchversuche zeigte sich ein deutlicher Konzentrationsanstieg im Vergleich zum Ausgangszustand und eine deutlich unterschiedliche Tiefenwirkung von Kohlenstoffadsorbat und Sauerstoff. C/CH_x liegt bis in Tiefen von maximal 150 nm vor, Sauerstoff bis teilweise 1,5 μm . In den Abbruchversuche bei der Geschwindigkeit 0,1 m/s steigt die Konzentration von Sauerstoff wie von Kohlenstoffadsorbat bei 30 nm Tiefe mit den Laststufen tendenziell an. Auch die Tiefe des Sauerstoffeintrags steigt tendenziell mit der Normalkraftstufe. Für die Geschwindigkeit von $v = 0,05$ m/s zeigt sich, bis auf die Ausnahme von 25-E-0,05- μ_{niedrig} die gleiche Tendenz. Auch zeigt sich für μ_{niedrig} immer eine höhere Konzentration an Sauerstoff wie Kohlenstoffadsorbat als für μ_{hoch} . Bei ansteigender oberflächlicher Sauerstoffkonzentration steigt auch die Tiefe des Sauerstoffeintrags. Die Tiefe des Sauerstoffeintrags korreliert für beide Geschwindigkeiten nicht mit der steigenden Normalkraft der Abbruchversuche. Je tiefer der Eintrag von Sauerstoff und Kohlenstoffadsorbat, bzw. je höher deren Konzentration umso geringer ist der erreichte Reibwert. Es scheint, dass für das Erreichen eines niedrigen Reibwertes eine Koexistenz der Sauerstoffkonzentration und C/CH_x-Konzentration nötig ist. Sinkt eine Konzentrati-

on ohne den Anstieg der anderen, steigt der Reibwert.

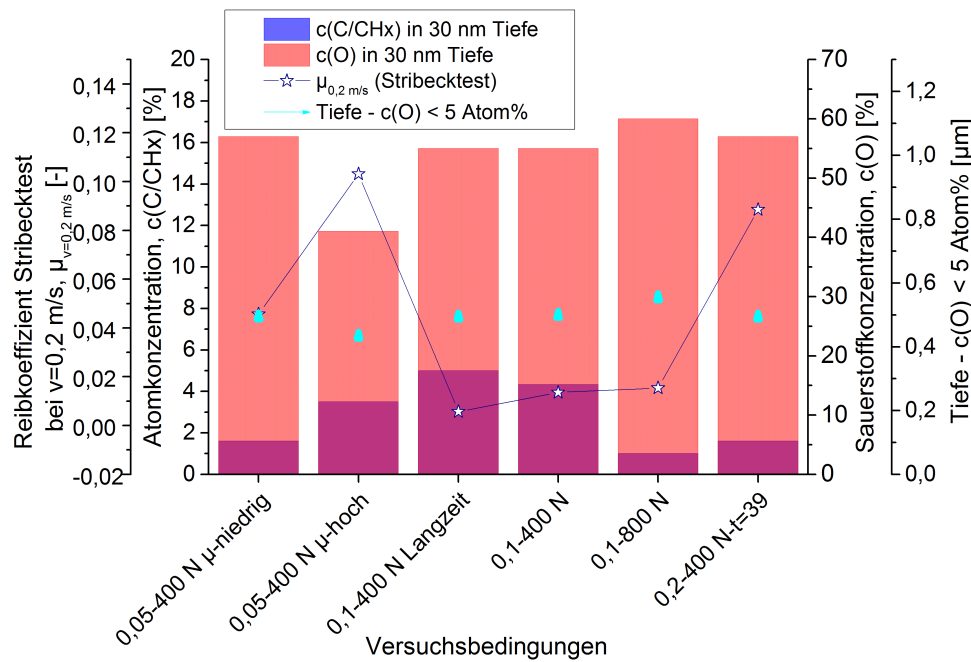


Abbildung 4.29: Sauerstoff- und Kohlenstoffadsorbatkonzentration in 30 nm-Tiefe sowie Grenztiefe mit Atomkonzentration von Sauerstoff am Versuchsende bei verschiedenen Belastungsbedingungen mit 56NiCrMoV7-poliert. Darstellung Versuchsbedingung: Geschwindigkeit-Normalkraft am Versuchsende-Beschreibung.

Abbildung 4.29 zeigt die Versuche, welche unter verschiedenen Bedingungen die gesamte Einlaufroutine des Lastkennfeldes bis zum Ende des Einlaufs durchlaufen haben. Es sind wieder die Atomkonzentrationen von Sauerstoff und Kohlenstoff in Form von C/CH_x in 30 nm Tiefe und die Tiefe, bei welcher die Atomkonzentration von Sauerstoff auf kleiner 5% abfällt, dargestellt und mit dem Reibwert korreliert. Der Reibwert entspricht dem Reibwert bei $v = 0,2 \text{ m/s}$ der zum Versuchsende durchlaufenen Stribeckkurve. Für alle Versuche zeigt sich ein ähnlicher Tiefeneintrag von Sauerstoff im Bereich von 550 nm für eine Konzentration von kleiner 5%. Die Sauerstoffkonzentration bei 30 nm liegt für die Geschwindigkeit von $v = 0,05 \text{ m/s}$ mit μ_{hoch} deutlich unterhalb derjenigen mit μ_{niedrig} . Tendenziell scheint auch hier ein Absinken der oberflächlichen Konzentrationen von Sauerstoff und Kohlenstoffadsorbat zu einem steigenden Reibwert zu führen.

Topografie

Im Folgenden sind die Werte der Kernrautiefen R_k , der in diesem Kapitel 4.3.1 dargestellten und bereits chemisch und mikroskopisch charakterisierten Proben dargestellt. Die Rauheiten der Abbruchversuche in Abbildung 4.30 zeigen für $v = 0,1 \text{ m/s}$ einen Anstieg der

Rauheit mit der Normalkraft, mit der Tendenz zur Sättigung. Die Muldentiefe steigt nicht mit der Normalkraft und mit der damit verbundenen längeren Laufzeit, sondern zeigt eine konstante Fläche. Aufgrund der fehlenden Zwischennormalkraftstufen für $v = 0,05 \text{ m/s}$ lässt sich hier nur sagen, dass die Rauheit für 400 N größer ist als für 25 N und, dass sie für hohe Reibwerte signifikant größer ist als für niedrige.

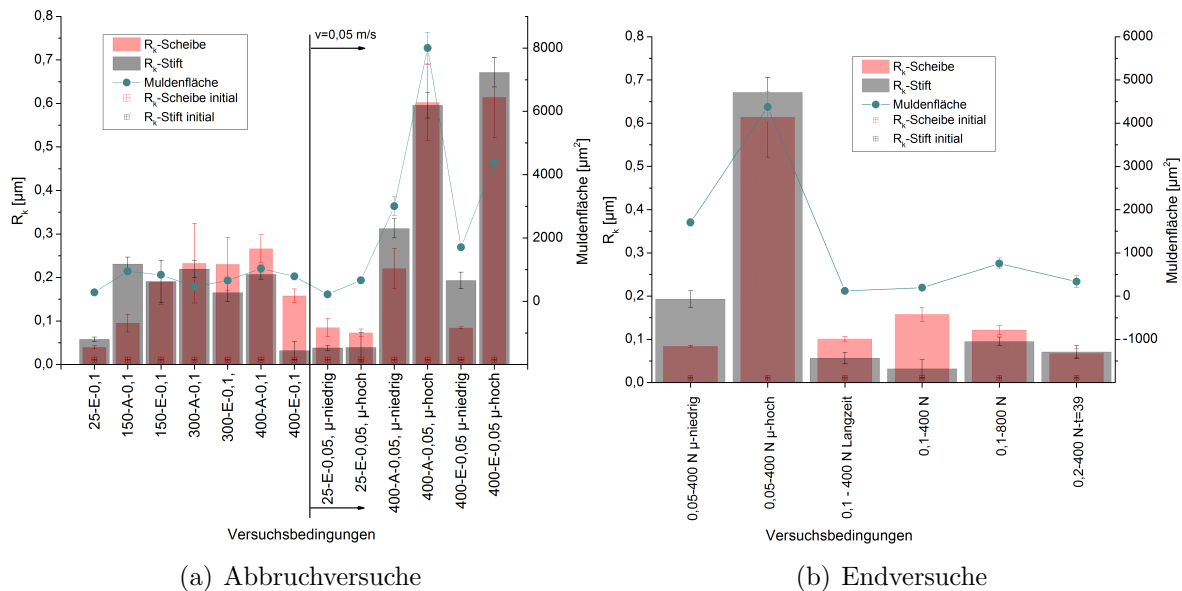


Abbildung 4.30: Darstellung der Kernrautiefe mit 56NiCrMoV7-poliiert. Versuchsbedingungen wie unter Punkt 4.3.1 beschrieben.

Die Muldenfläche zeigt für hohe Reibwerte einen großen Verschleiß an. Tendenziell ist die Rauheit für die niedrigere Geschwindigkeit für die Versuche bei μ_{niedrig} nicht größer als für die höhere bei gleicher Laststufe. Die Kernrauheiten am Versuchsende, Abbildung 4.30 b), sind außer bei initialem und hohem Endreibwert für $v = 0,05 \text{ m/s}$ nicht signifikant unterschiedlich. Tendenziell lässt sich sagen, dass die Rauheitswerte zum Endreibwert korrelieren und damit nur sekundär zu den Versuchsparametern.

4.3.2 System Ck45

Verformung

Für das System mit Ck45-poliiert als Scheibenmaterial wurden alle Abbruchversuche mit der Geschwindigkeit $v = 0,2 \text{ m/s}$ durchgeführt. Die Versuche wurden nur bis zu einer Normalkraft von 250 N durchgeführt. Es wird wieder zwischen Reibwertverläufen mit μ_{hoch} und μ_{niedrig} bei gleichen Belastungsparametern unterschieden. In Abbildung 4.31 sind die Maximalwerte der Verschiebung in x -Richtung, die Scherdehnungsgradienten als deren

2. Ableitung nach z und die Tiefe der Bereiche I und II dargestellt sowie der Endreibwert bei Versuchsabbruch aufgezeichnet.

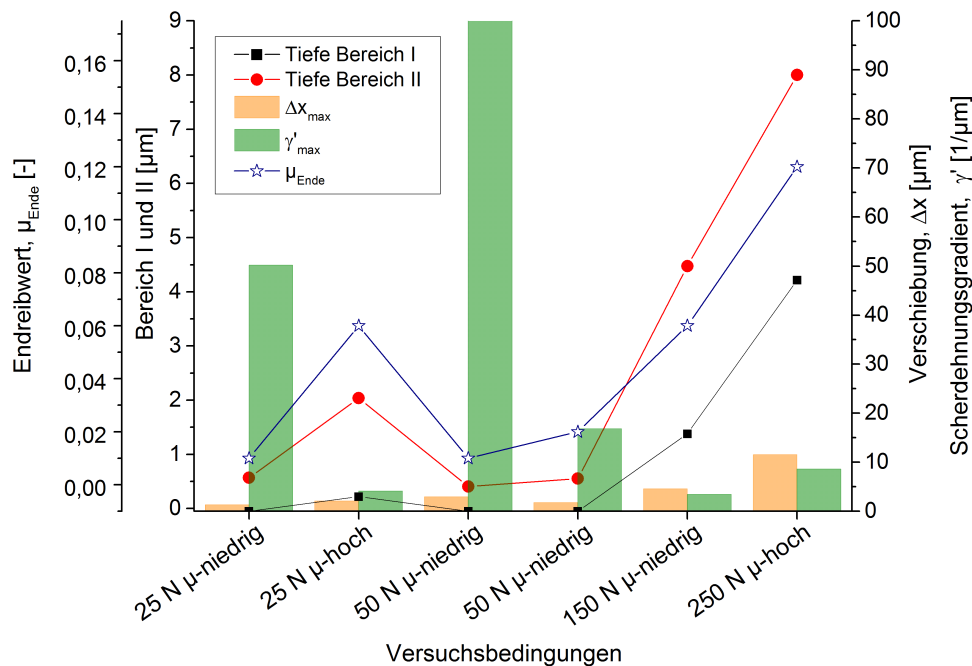


Abbildung 4.31: Tiefe Bereich I und II sowie maximale Verschiebung und maximaler Scherdehnungsgradient unter verschiedenen Belastungsbedingungen der Abbruchversuche mit Ck45-polier. Darstellung Versuchsbedingung: Normalkraftstufe bei Abbruch-Anfang oder Ende der Laststufe-Geschwindigkeit.

Der gesamte Verlauf von Verschiebung, Scherdehnung und Scherdehnungsgradienten über der Tiefe, der im Folgenden dargestellten Proben, ist im Anhang in den Abbildungen C.47 bis C.49 zu finden. Es zeigt sich, dass die Verschiebung mit der Normalkraft bei Versuchsabbruch steigt. Der Scherdehnungsgradient ist für sehr niedrige Reibwerte sehr hoch. Das umgeformte Volumen, gemessen anhand der Tiefe von Bereich I und II, steigt und sinkt mit steigendem und sinkendem Reibwert. Für die Versuche 25 N - μ_{niedrig} und 50 N - μ_{niedrig} -V1 ist der Bereich I mit einer deutlichen Kornfeinung und parallel zur Oberfläche laufenden Körnern noch nicht gebildet. Hier war die wirkende Scherspannung für eine signifikante Kornfeinung noch nicht ausreichend. Der oberflächliche Scherdehnungsgradient zur Ausbildung des dritten Körpers muss demnach größer sein.

Chemische Änderung im Volumen

Im Folgenden werden die Konzentrationsveränderungen der Elemente Sauerstoff und Kohlenstoff in Form von C/CH_x für das System Ck45-polier betrachtet. Die Tiefenprofile aller Elemente der Abbruchversuche sind im Anhang in den Abbildungen C.63 bis C.68 zu finden.

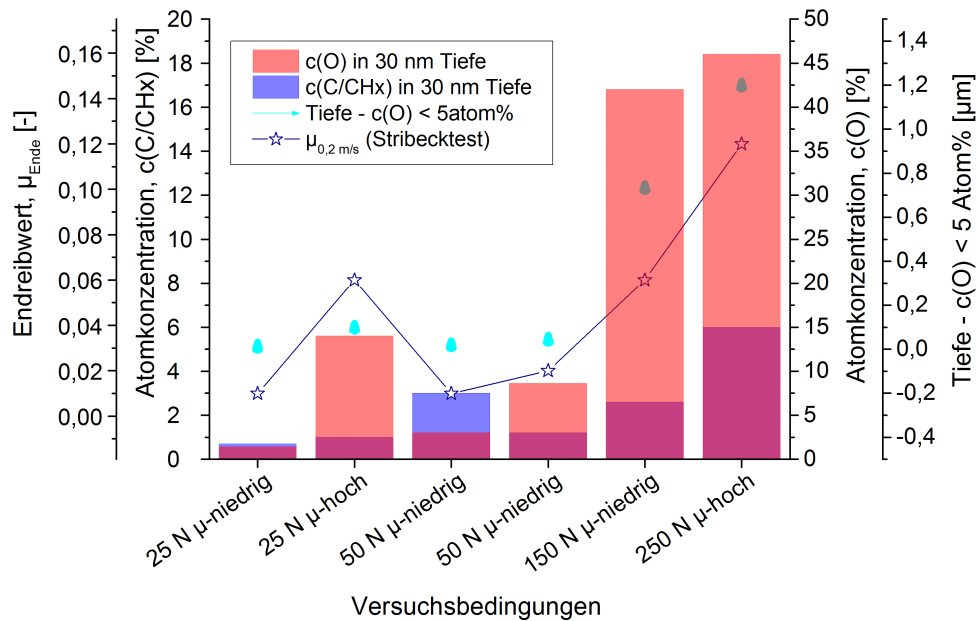


Abbildung 4.32: Sauerstoff- und Kohlenstoffadsorbatkonzentration in 30 nm Tiefe sowie Grenztiefe mit Atomkonzentration von Sauerstoff der Abbruchversuche mit Ck45-poliert bei $v = 0,2\text{ m/s}$.

Die Atomkonzentration von Sauerstoff und Kohlenstoff in Form von C/CHx wurde wieder in 30 nm Tiefe bestimmt. Weiter wurde die Tiefe, bei welcher die Atomkonzentration von Sauerstoff auf kleiner 5 % abfällt, bestimmt. Sauerstoff liegt in Form von Fe_2O_3 vor. In Abbildung 4.32 sind die Ergebnisse der chemischen Randzonenänderung für die gleichen Abbruchversuche der in Abbildung 4.31 dargestellten Verformung zu sehen. Die Proben zeigen für erhöhte Reibwerte bei Versuchsabbruch eine erhöhte Konzentration von Sauerstoff bei 30 nm Tiefe. Auch der Tiefeneintrag von Sauerstoff korreliert mit dem Reibwert. Die oberflächliche Sauerstoffkonzentration ist im Vergleich zu den Versuchen mit 56NiCr-MoV7 deutlich niedriger. Die oberflächennahe Konzentration von Kohlenstoffadsorbaten steigt tendenziell mit der Normalkraftstufe bei Versuchsabbruch.

Topografie

Im Folgenden sind die Werte der Kernrautiefen R_k , der in diesem Kapitel 4.3.2 dargestellten und bereits chemisch und mikroskopisch charakterisierten Proben dargestellt.

Die Rauheiten der Abbruchversuche in Abbildung 4.33 zeigen einen Anstieg der Scheiben- und Stiftrauheiten. Die Rauheit der Stifte liegt dabei deutlich unterhalb derer der Scheiben. Es kann hier davon ausgegangen werden, dass der unterschiedliche Härtewert und die Scherfestigkeit durch die Kornausrichtung des Stiftes eine entscheidende Rolle einnehmen, d.h. die Scherung wird hauptsächlich in die Deformation und den Verschleiß der Scheibe umgesetzt. Die Rauheit der Scheibe korreliert mit der Muldentiefe sowie dem Reibwert

(Abbildung 4.32). Die Rauheitswerte sind, im Vergleich zu den Versuchen mit dem Material 56NiCrMoV7, größer. Wie beim System 56NiCrMoV7 beobachtet, ist das Verhalten von Rauheit und Verschleiß nicht eindeutig zur Normalkraft zu korrelieren. Es kann aufgrund der hohen Verschleißraten, vor allem für höhere Normalkraftstufen, angenommen werden, dass hier eine Vorkonditionierung im Sinne eines Erreichens von niedrigen Reibungs- und Verschleißwerten für höhere Normalkräfte nicht stattgefunden hat.

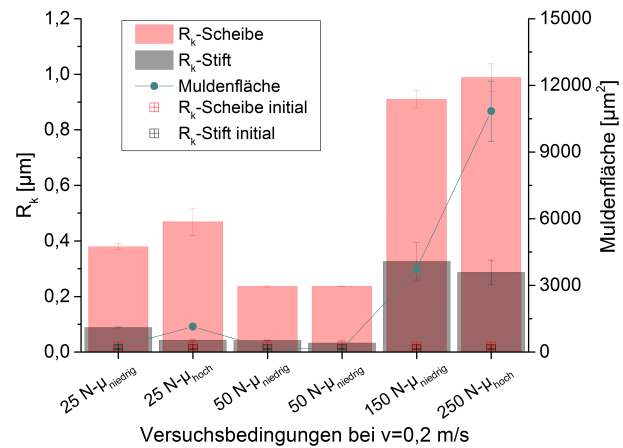


Abbildung 4.33: Darstellung der Kernrautiefe mit Ck45-poliert. Versuchsbedingungen wie unter Punkt 4.3.2 beschrieben.

4.3.3 Charakterisierung der Mikrostruktur

Es wurde in den vorherigen Kapiteln immer wieder ein nanokristalliner Bereich mit Korngrößen deutlich kleiner als 50 nm und einer Tiefenausprägung von 50 - 200 nm beobachtet, aber auch Proben ohne diesen deutlich sichtbaren nanokristallinen Bereich. Prinzipiell werden die tribologischen Beanspruchungen als Auslöser für die stattfindende Kornfeinungen verstanden, welche dann als Folge eine Reduktion des Reib- und Verschleißwertes hat. Eine Kornfeinung wird aber auch bei hohen Reibwerten beobachtet und soll hier im Folgenden mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) genauer differenziert werden. Es soll genau auf die entstehenden Randbereiche, welche theoretisch zur Verringerung des Reibwerts führen anhand von ausgewählten Abbruchversuchen eingegangen werden. Die gezeigten TEM-Bilder sind ausschließlich per FIB-Präparation entstanden, siehe Kapitel 3.4.4.

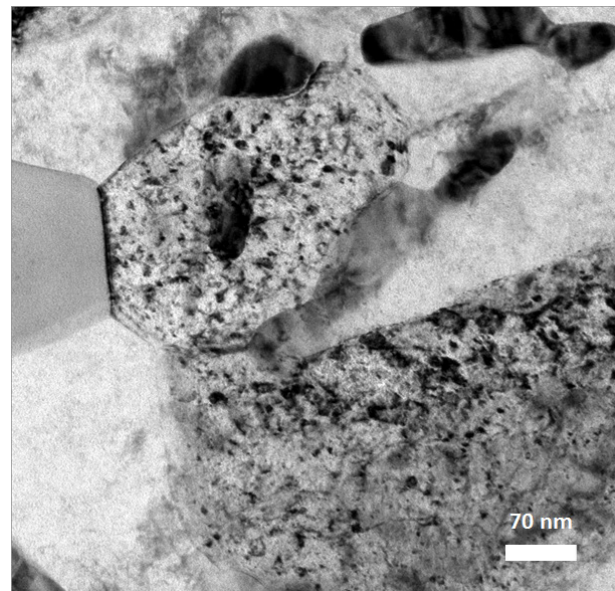


Abbildung 4.34: TEM-Aufnahme Grundgefüge.

Initialer Zustand

Im verwendeten Grundzustand, siehe Abbildung 4.35, weist der Stahl 56NiCrMoV7 Korngrößen von circa, 0,5-1 μm auf. Es zeigen sich Karbidausscheidungen an den Korngrenzen und im Korn (Abbildung 4.34) in Größen von 10-50 nm. Die Karbide wurden nicht näher charakterisiert, vorzugsweise handelt es sich aber um Cr_{23}C , V_2C und Mo_2C [27]. Abbildung 4.35 zeigt eine TEM-Aufnahme direkt unterhalb der später auch belasteten Oberfläche. Die Körner haben die gleiche Größe wie im Grundzustand. Beugungsbilder direkt unterhalb der polierten Oberfläche zeigen ein krz-Gefüge (Abbildung 4.35c). Der randzonennahe Werkstoff, weist eine polykristalline Struktur mit Korngrößen von deutlich größer als 300 nm auf.

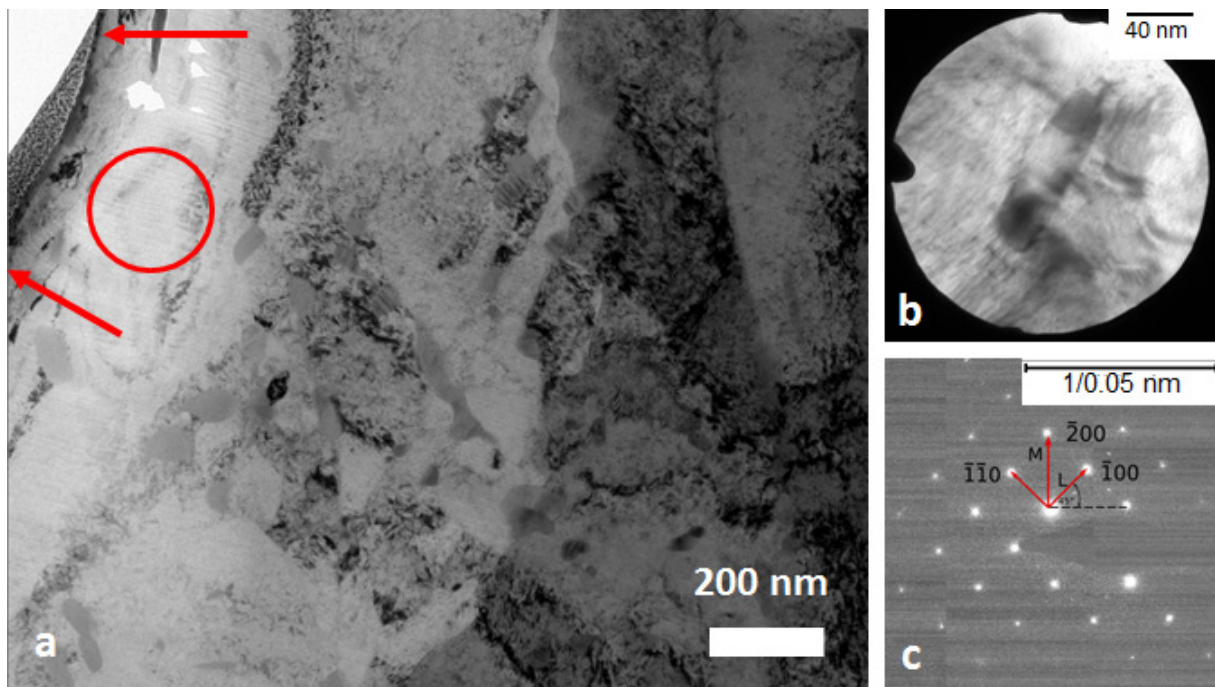


Abbildung 4.35: a) TEM-Aufnahme des initialen Gefügestandes der Randzone des polierten Systems 56NiCrMoV7 der Tribometerscheibe. b) Blendenanschnitt, 200 nm des Beugungsbildes. c) Beugungsbild eines krz-Eisenkristalls mit Zonenachse [001].

Zustand nach tribologischer Last

Die hier verwendeten Proben der Abbruchversuche sind gleich den Proben welche im Kapitel 4.3.1 für die Analysen von Verschiebung und Scherdehnungsgradient verwendet wurden.

Nach 150 N, bei $v = 0,1 \text{ m/s}$:

Nach 150 N zeigen sich in der Übersichtsaufnahme der Randzone in Abbildung 4.37 a) deutliche in Laufrichtung gezogene und in Tiefenrichtung gefeinte Körner mit Substrukturen. Die Korngröße hat sich dabei dominant in eine Richtung geändert. Die Länge liegt bei circa 200 nm. Die Breite der Körner dagegen liegt mit circa 50 nm deutlich unterhalb der Länge. Diese Beobachtung stimmt mit den REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte überein (Abbildungen C.20 bis C.62 im Anhang). Die Beugungslinien in 4.37 b) zeigen direkt unterhalb der Oberfläche bogenförmige Reflexe, welche einem polykristallinen und texturierten Zustand entsprechen. Korngröße und Geometrie hat sich zum Grundzustand deutlich geändert. Eine Vergrößerung der ersten 100 nm, siehe Abbildung 4.36, zeigt beispielhaft einen Bereich direkt an der Oberfläche mit einer Tiefe von 10-20 nm und einer Länge von bis zu 200 nm, welcher öfter auf der TEM-Lamelle zu sehen war und nanokristallin scheint, siehe rote Pfeile. Die Größe dieses Bereichs lag weit unterhalb des kleinsten Blendendurchmessers des verwendeten Mikroskops, daher ist eine eindeutige Aussage zur Nanokristallinität nicht möglich.

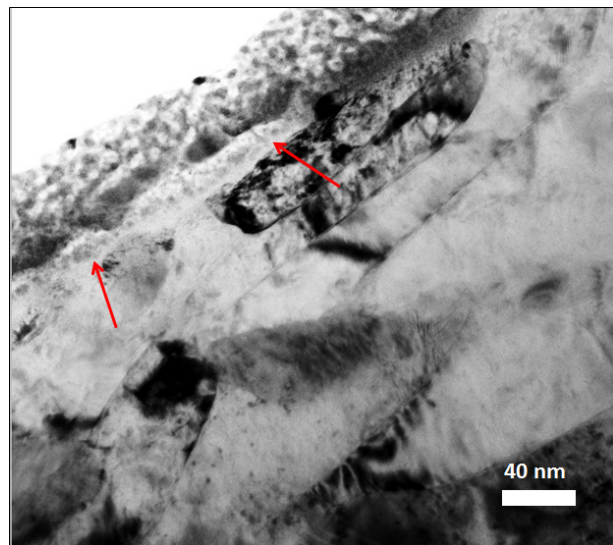


Abbildung 4.36: TEM-Aufnahme der Randzone nach Belastung bis 150 N, vergrößert mit nanokristallin scheinendem Bereich.

Nach 400 N, bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ und $v = 0,05 \text{ m/s}$:

Nach 400 N bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ sind in der Randzone in einer Tiefe ab 200 nm wie nach der Laststufe 150 N in Laufrichtung gezogene und in Tiefenrichtung gefeinte Körner mit entstandenen Subkörnern zu erkennen, siehe Abbildung 4.38 a). In den ersten 200 nm Tiefe sind die Körner im Vergleich zur Laststufe 150 N auch in Längsrichtung gefeint und haben eine Größe von circa 100 nm.

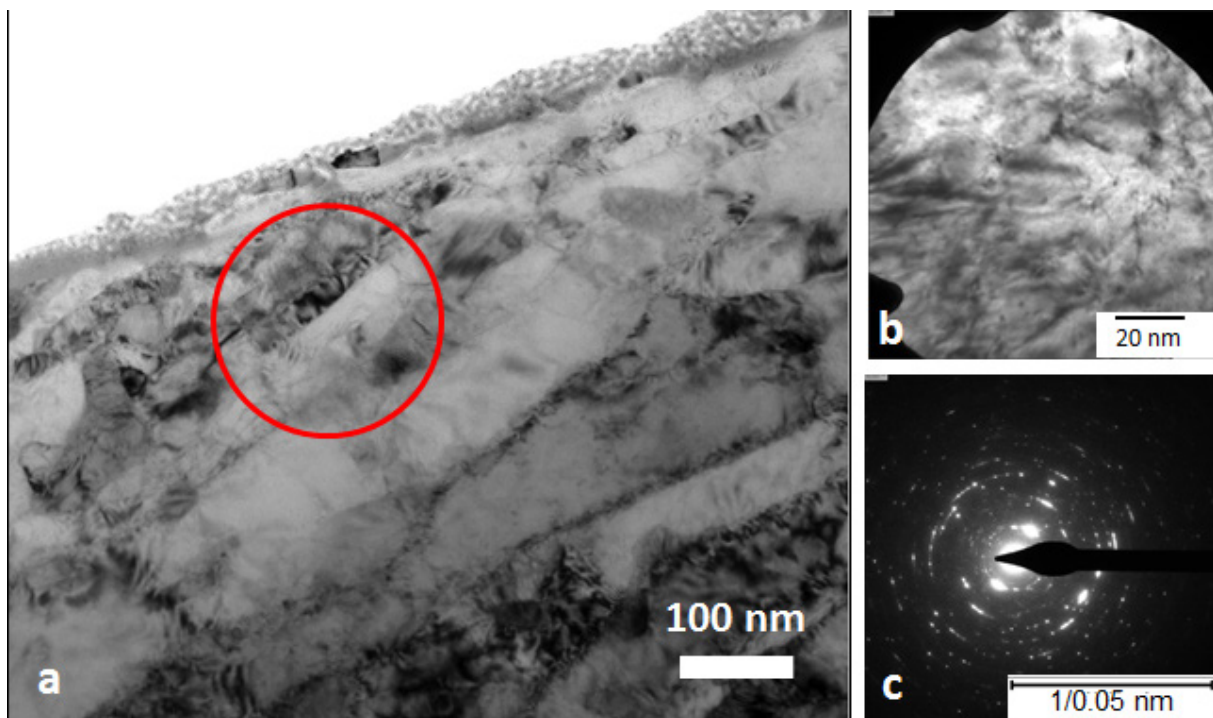


Abbildung 4.37: a) TEM-Aufnahme der Randzone nach Belastung bis 150 N des polierten Systems 56NiCrMoV7. b) Blendenausschnitt, 200 nm des Beugungsbildes. c) Beugungsbild des Ausschnittes in b) zeigt einen Polykristall mit Korngrößen kleiner 200 nm.

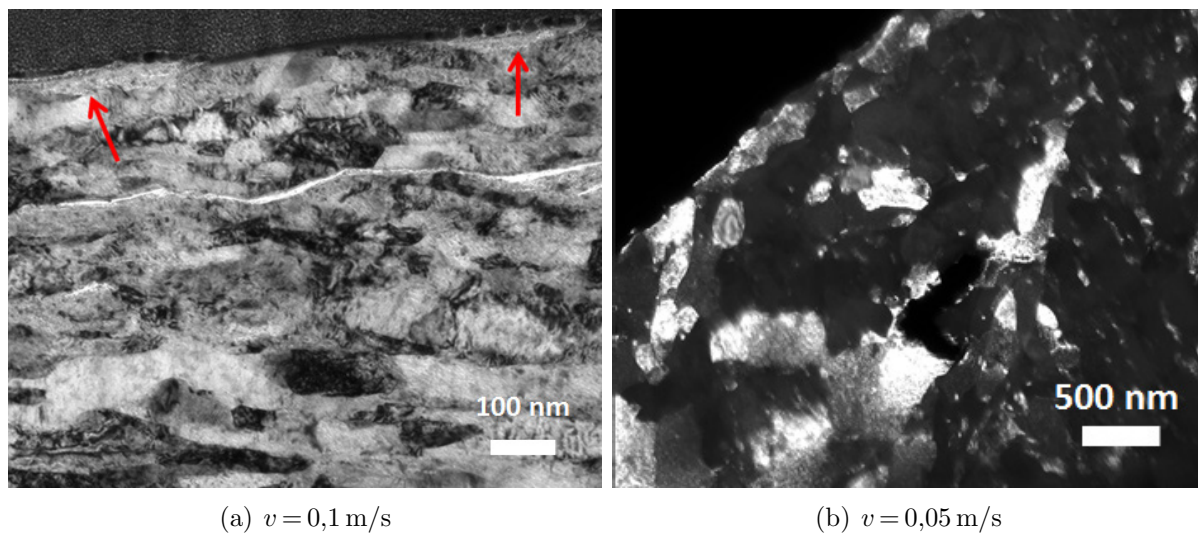


Abbildung 4.38: TEM-Aufnahme der Randzone nach Belastung bis 400 N mit $v = 0,1 \text{ m/s}$ und $v = 0,05 \text{ m/s}$.

Für die Geschwindigkeit $v = 0,05 \text{ m/s}$, Abbildung 4.38 b), zeigt sich in der Dunkelfeldaufnahme auf den ersten 1000 nm auch eine Kornfeinung in zwei Richtungen und globular geformte Körner mit Korngrößen von circa 200 nm sind zu erkennen. Es sind wie schon bei 150 N oberflächliche Bereiche mit einer Tiefenausdehnung von circa 50 nm zu sehen,

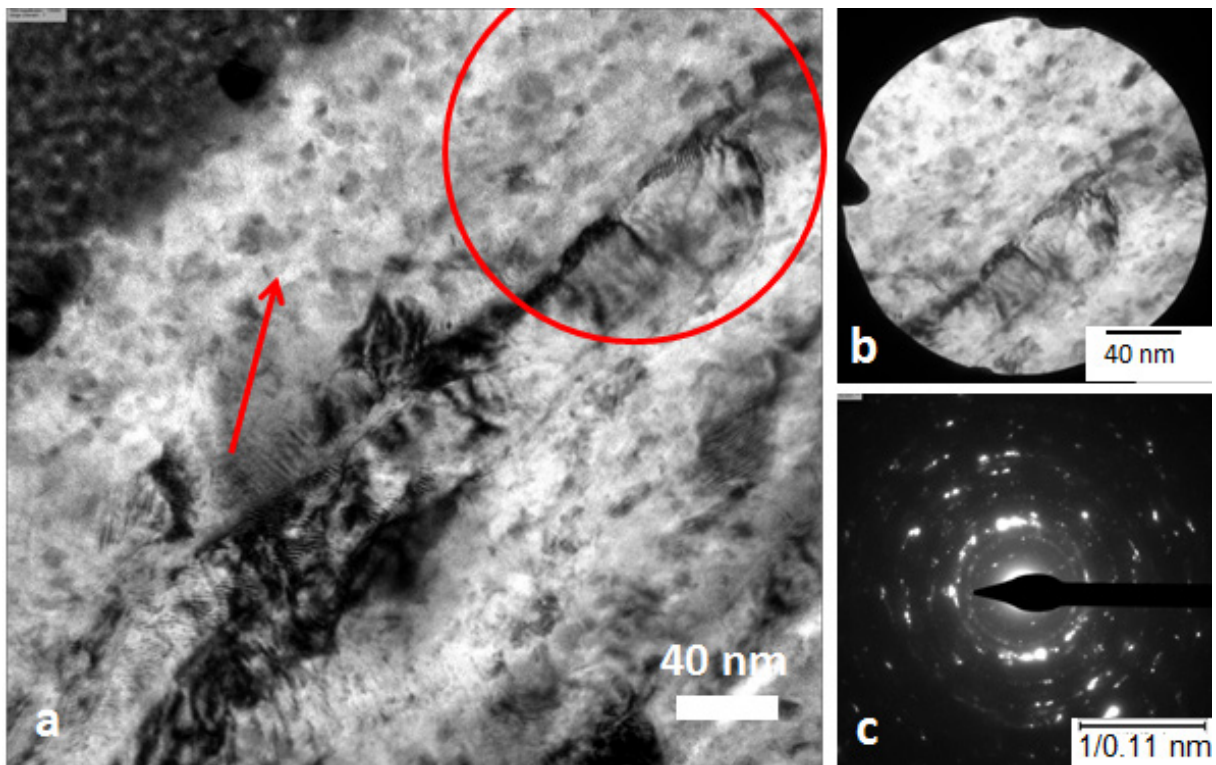


Abbildung 4.39: a) TEM-Aufnahme der Randzone nach Belastung bis 400 N des polierten Systems 56NiCrMoV7 mit 0,1 m/s. b) Blendenausschnitt, 200 nm des Beugungsbildes. c) Beugungsbild des Ausschnitts in b) zeigt einen Polykristall mit Korngrößen kleiner 200 nm.

welche nanokristallin scheinen, siehe rote Pfeile in 4.38 a). Dieser Bereich ist beispielhaft vergrößert in Abbildung 4.39 dargestellt. Das Beugungsbild zeigt mit kleinstem möglichem Blendendurchmesser, 4.39 b) und c) keine Nanokristallinität.

Die Größe des Bereichs liegt deutlich unterhalb des Blendendurchmessers. Nach einem Langzeitversuch bis zur Laststufe 400 N mit 4-facher Belastungszeit zeigt sich (Abbildung 4.40) eine ähnliche ausgeprägte Randzone wie für die oben beschriebene Standardlaufzeitbedingung. Der nanokristallin scheinende Bereich zeigt sich im Vergleich allerdings fast durchgehend und bis in eine Tiefe von teilweise 200 nm. In Abbildung 4.40 ist eine Übersichtsaufnahme zu sehen. Die roten Pfeile markieren den nanokristallinen Bereich. In Abbildung 4.41

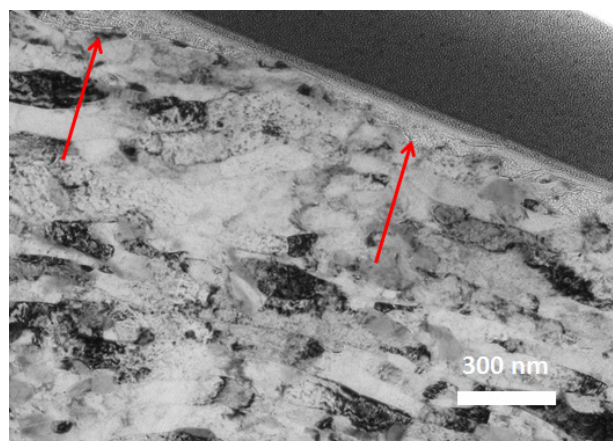


Abbildung 4.40: TEM-Übersichtsaufnahme der Randzone nach Langzeitbelastung bis 400 N bei $v = 0,1$ m/s.

ist eine Vergrößerung dieses Bereichs dargestellt. Das Beugungsbild bestätigt ein ultra-

feinkristallines Gefüge. Der Bereich im Transmissionsbild zeigt sich gleich den Bereichen wie schon in Abbildung 4.37 und 4.39 nach den Abbruchversuchen bei der Laststufe 150 N und 400 N. Die Korngrößen in diesem Bereich liegen bei 10 nm und kleiner. Die Bereiche mit nanokristallinen Korngrößen entstehen somit bereits zu Beginn im tribologischen Kontakt und vergrößern sich mit Laufzeit und Normalkraft. Der nanokristalline Bereich ist ohne Übergang klar vom rein deformierten Bereich getrennt.

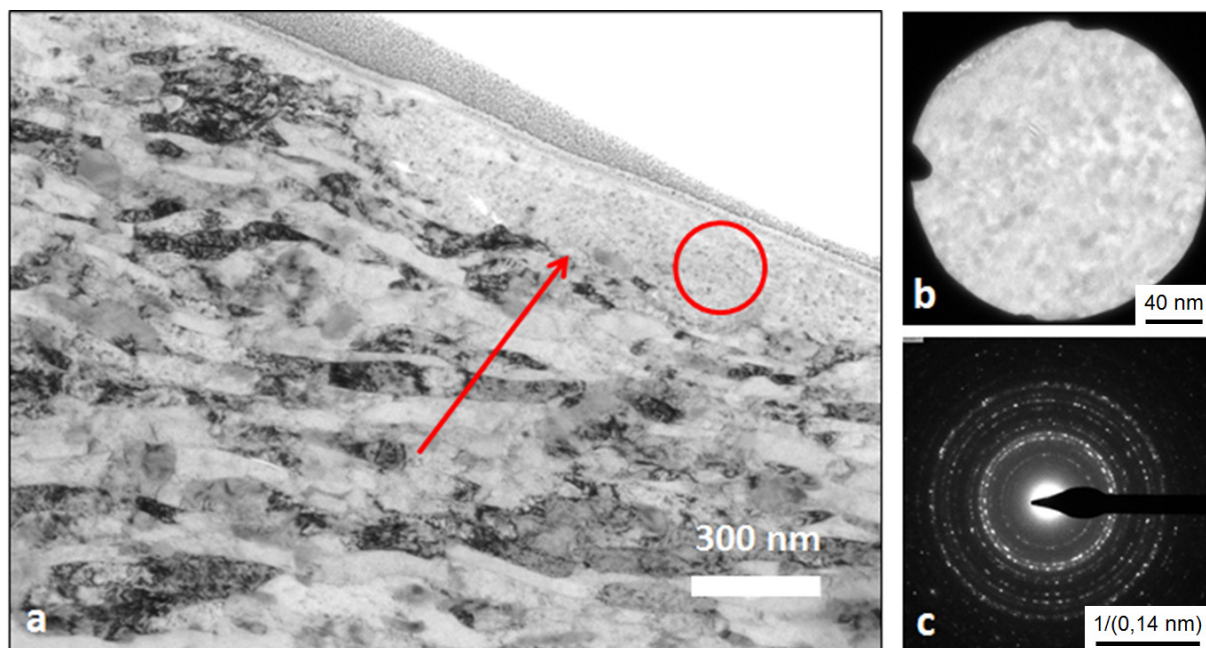


Abbildung 4.41: a) TEM-Aufnahme der Randzone nach Langzeitbelastung bis 400 N mit $v = 0,1$ m/s des polierten Systems 56NiCrMoV7. b) Blendenausschnitt, 200 nm des Beugungsbildes. c) Beugungsbild des Ausschnitts in b) zeigt nanokristallines Gefüge.

Nach 800 N, bei $v = 0,1$ m/s:

Nach einer Belastung mit 800 N zeigt sich auch nach verkürzter Zeit, wie schon im Langzeitversuch bis zur Laststufe 400 N, ein durchgehender nanokristalliner Bereich mit variierender Dicke zwischen 100 und 300 nm (siehe Abbildung 4.42). Die Körner im darunterliegenden Bereich der geänderten Randzone sind parallel zur Laufrichtung ausgerichtet und hauptsächlich in Tiefenrichtung gefeint. In Abbildung 4.43 b) ist eine vergrößerte Aufnahme mit Korngrößen von 10 nm und kleiner zu sehen. Abbildung 4.43 a) zeigt eine Stelle, an der die nanokristalline Randzone dünner 100 nm ist und nicht durchgängig die Oberfläche bedeckt. Es ist ein klarer Übergang zur darunter- und nebenliegenden Kornstruktur zu sehen sowie ein Bereich direkt an der Oberfläche, an dem der nanokristalline Bereich abgelöst scheint. Allgemein lässt sich ein scharfer Übergang zwischen nanokristallinem Bereich und korngefeintem Bereich erkennen. Es gibt keinen Übergangsbereich

in welchem die Korngrößen mit der Tiefe langsam ansteigen.

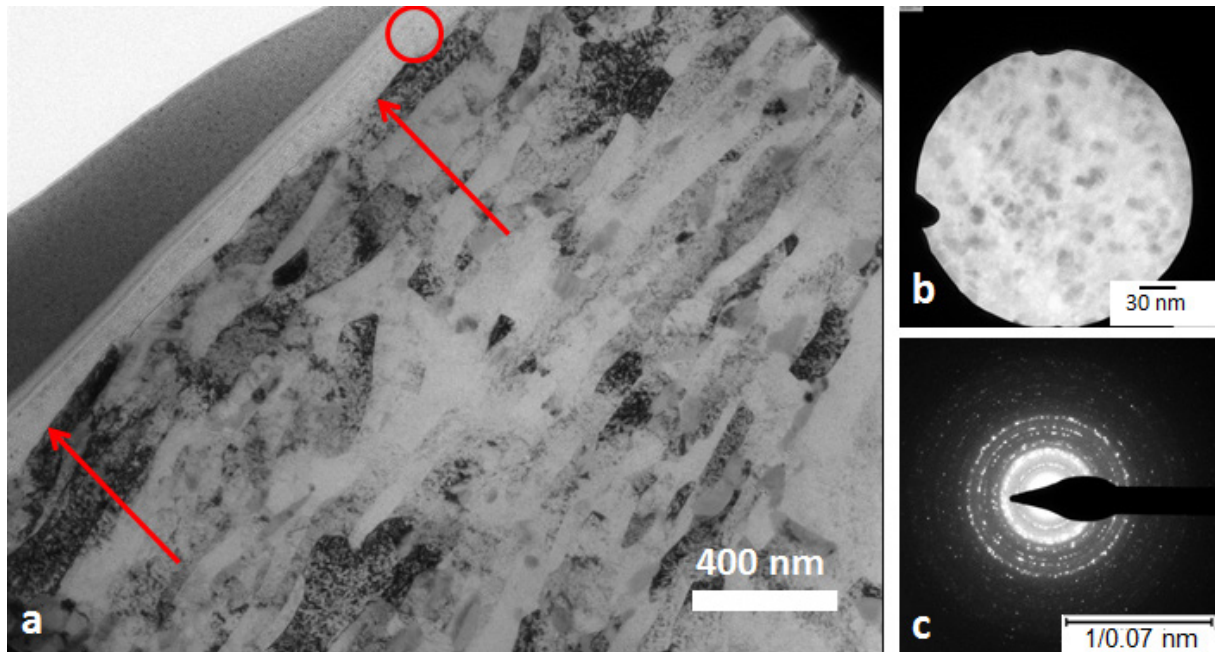
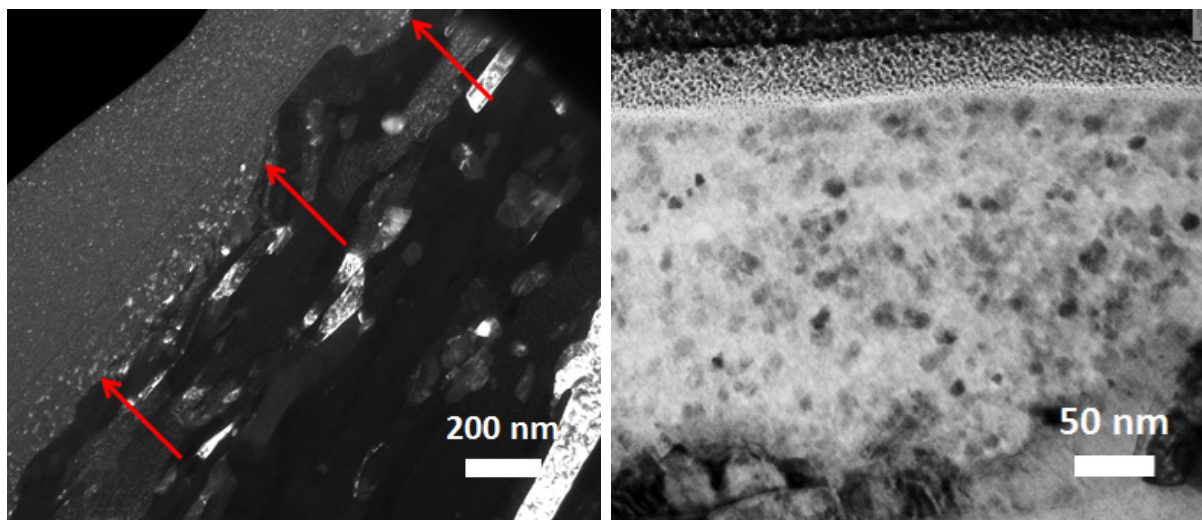


Abbildung 4.42: a) TEM-Aufnahme der Randzone nach Belastung bis 800 N mit $v = 0,1$ m/s des polierten Systems 56NiCrMoV7. b) Blendenausschnitt, 200 nm des Beugungsbildes. c) Beugungsbild des Ausschnitts in b) zeigt nanokristallines Gefüge.



(a) Dunkelfeldaufnahme eines oberflächlichen Übergangsbereichs (b) Vergrößerung des nanokristallinen Bereichs

Abbildung 4.43: TEM-Aufnahme der Randzone nach Belastung bis 800 N mit $v = 0,1$ m/s.

Kapitel 5

Diskussion

5.1 Einfluss der initialen Randzonenmikrostruktur auf das Einlaufverhalten

5.1.1 56NiCrMoV7

Der Versagensmechanismus des „scuffing“ wird von Dyson [26] als „eine grobe Schädigung charakterisiert, welche mit der Bildung von lokalen Verschweißungen zwischen den gleitenden Oberflächen einhergeht“. In der Literatur finden sich viele weitere Definitionen dieses gleichen Versagensmechanismus, wobei die Phänomenologie sehr unterschiedlich beschrieben wird. Ludema [78] beschreibt nur ein Aufrauen der Oberflächen durch das Fließen von Material mit oder ohne Materialverlust bzw. -transfer. Ajayi et al. [2] geben ein umfassendes Bild, welches viele vorherigen Definitionen beinhaltet. Sie beschreiben ein plötzliches Totalversagen durch den überraschenden Anstieg von Reibwert, Kontakttemperatur, Vibrationen und daraus resultierend einen Anstieg der Oberflächenrauheit durch ausgeprägtes plastisches Fließen und den Verlust der Oberflächenintegrität der beiden Reibpartner. Wie unter Punkt 4.2.1 dargestellt, kam es beim Kontakt der polierten Oberflächen oberhalb einer Normalkraft von 50 N zum plötzlichen Anstieg des Reibwertes und der Rauigkeit und zum Versagen der Tribopaarung sowie zu blank erscheinenden Aufschweißungen und Ausrissen in der Reibspur. Eine Vorkonditionierung im Lastkennfeld bei niedrigen Normalkräften war nötig, um hohe Normalkräfte zu erreichen. Es kann angenommen werden, dass es sich um den oben genannten Versagensmechanismus des „scuffing“ handelt. Das Systemversagen involviert das Versagen des Schmierfilms und eines eventuellen tribochemischen Films und erst im Anschluss des oberflächennahen Ma-

terials.

Ajayi et al. [2] schlagen aufgrund der Beobachtung, dass es kurz vor dem „scuffing“ zu einer Entfestigung mit Restaustenitbildung kommt, einen „scuffing“-Mechanismus vor, welcher auf einer adiabatisch-plastischen Scherinstabilität in der Randzone beruht. Roger [102] beschreibt dieses Verhalten zusammengefasst wie folgt: Wird ein Metall einer Belastung oberhalb seiner Fließfestigkeit ausgesetzt, kommt es gewöhnlich zuerst zu einer homogenen plastischen Deformation. Die Versetzungsdichte steigt an, das Material wird verfestigt. Dabei kommt es durch die bei der plastischen Arbeit entstehende Temperatur zur thermischen Entfestigung. Übersteigt die Entfestigung die Verfestigung, wird der Prozess der plastischen Deformation instabil und die Homogenität weicht lokalisierter Hochverformung. Da diese Instabilität sehr schnell abläuft und dabei eine große plastische Arbeit verrichtet wird, ist sie in ihrer Ausprägung adiabatisch, führt aber in der Folge zu einer hohen Wärmeentwicklung.

In dieser Arbeit hatte die Randzone der polierten Oberflächen eine verringerte Härte im Vergleich zur geläppten, siehe Abbildung 4.3 Seite 43. Die Scherung kann aufgrund der ungenügenden Verfestigung nicht schnell genug in homogene plastische Deformation umgesetzt werden und es kommt zur oben beschriebenen Instabilität. Der Prozess ist von Beginn an aufgrund des wenig verfestigten Randzonengefüges und der im Reibkontakt wirkenden, hohen Scherungen instabil. Bei einer gläppten Oberfläche kann die plastische Deformation aufgrund der schon vorhandenen Verfestigung schneller und homogener auch bei direkt höherer Normalkraft ablaufen [33]. Die FIB-Aufnahmen nach dem Einlauf zeigen für den geläppten Ausgangszustand keine signifikante Änderung in Form von Verschiebungen des Gefüges in Beanspruchungsrichtung.

Der unterschiedliche Verfestigungszustand der initialen Mikrostruktur der polierten und geläppten Ausgangsvarianten geht einher mit einer sehr unterschiedlichen Rauheit der beiden Endbearbeitungszustände. Die überzeichnete schematische Kontaktsituation einer geläppten und einer polierten Oberfläche im Vergleich ist in Abbildung 5.1 dargestellt und wird im Folgenden zur Illustration der Diskussion herangezogen. Die Rauheit ist ein Maß für die reale Kontaktfläche des Tribosystems und stellt dabei die Fläche zur Energieeinleitung dar. Czichos [22] beschreibt eine durch Krafteinleitung an den einzelnen Asperiten entstehende lokale Spannungsüberhöhung mit einer lokal hohen Energiedichte, die plastisches Fließen initiiert. Durch die oberflächennahe erhöhte Versetzungs- und Korngrenzsdichte der geläppten Variante nach der Endbearbeitung, kommt es als Folge der Asperiteninteraktion zu schneller ablaufenden plastischen Deformationsprozessen und damit schneller zu lokal hohen Temperaturen in den Mikrokontakten. Diese hohen

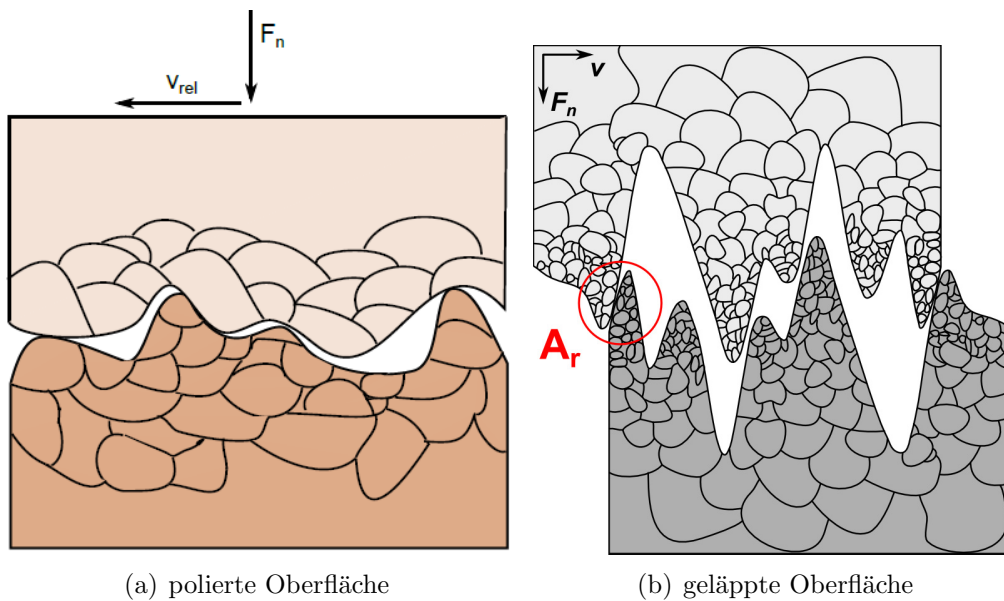


Abbildung 5.1: Schematische und überzeichnete Darstellung der Kontaktsituation von geläppter wie polierter Oberfläche

Blitztemperaturen erleichtern das Ablösen einzelner Atomlagen der Asperiten unter Scherung. Je geringer dabei die reale Kontaktfläche, desto größer die Energiedichte am Asperit und damit die Temperaturen. Rigney [96] beschreibt eine für metallische Oberflächen stattfindende Adhäsion und adhäsiven Verschleiß als Grundlage für die Entstehung eines nanokristallinen Bereiches. Gleichzeitig beurteilt er diesen Vorgang in seiner Bedeutung aber als klein gegenüber maßgeblichen Deformationsvorgängen bei der Formierung der nanokristallinen Randzone.

Eine abnehmende Oberflächenrauheit führt zum Anstieg der Schmierfilmdicke [25]. Bei den in dieser Arbeit verwendeten polierten Oberflächen ($R_a < 10 \text{ nm}$), liegt bei Normalkräften unter 50 N hauptsächlich Hydrodynamik vor und es kommt nur vereinzelt zum Asperitenkontakt, welcher sich langsam ausbaut. Wird die Normalkraft zu schnell gesteigert, kommt es aufgrund des Schmierfilms nur zum ungenügenden Kontakt der Reibpartner bei niedrigen Normalkräften und zu dessen plötzlichem Abreißen bei hohen Normalkräften. Durch mangelnde Umsetzung der Scherung in plastische Deformation kommt es zur nichtgenügenden Temperaturerhöhung und Ablösung unter Scherung und zu der oben beschriebenen Inhomogenität und schließlich zum Versagen. Die hohen Kräfte aufgrund der äußeren Beanspruchung können nicht schnell genug durch plastisches Fließen, und Adhäsionen nicht durch Temperaturerhöhung überwunden werden. Die starken adhäsiven Bindungen zwischen den Reibkörperflächen führen zum mikrometergroßen Übertrag von einem Reibkörper zum anderen, welcher infolgedessen furchend wirken kann.

Der hier beschriebene Versagensmechanismus deutet auf den entscheidenden Einfluss der

Randzonenmikrostruktur auf die Stabilität des Einlaufs hin. Für polierte Oberflächen, mit geringen Rauheiten und kaum verfestigter Randzone, muss der Reibkontakt eines geschmierten Systems bei geringen Geschwindigkeiten und kleinen Normalkräften aufgebaut werden, um keine Inhomogenität in der plastischen Deformation zu erzeugen.

5.1.2 Ck45

Für Ck45 konnte das gleiche Versagensverhalten bei polierten Oberflächen unter Belastung mit einer Normalkraft größer 40 N durch „scuffing“ beobachtet werden. Die beschriebene Vorkonditionierung führte trotz verlängerter Laststufen nicht zu niedrigen Reib- und Verschleißwerten nach dem Einlauf. Das System zeigte ein ausgeprägtes instabiles Verhalten, meist mit Hochverschleiß.

Die Härte von tribologischen Oberflächen hat bei ungeschmierten Kontakten einen entscheidenden Einfluss auf die Form und Größe des auftretenden Verschleißes. Bei Reibpartnern gleicher Härte kommt es im allgemeinen zum milderen Verschleiß, bei Härteunterschieden zum dominanten Verschleiß des duktileren Reibpartners [75]. Verschleiß tritt aber auch an der härteren Oberfläche auf [63, 64]. Plastisch deformierte Asperiten eines Stahls, gegen Kupfer reibend, wurden von Samamoko [104] beobachtet. Kayaba sowie Sakamoto et al. beschreiben theoretisch wie experimentell einen Zusammenhang des Asperitenwinkels auf den Verschleiß bei unterschiedlicher Härte. Der Verschleiß bei unterschiedlicher Härte steigt immer dann an, wenn die Asperitenwinkel des härteren Partners einen Grenzwert überschritten haben. Ist das interagierende Volumen des härteren Partners klein genug, verformt sich auch dieser plastisch und der Verschleiß bleibt gering. Für die polierte Variante ist der Asperitenwinkel eher groß anzunehmen, dass heißt der beobachtete Stifverschleiß, siehe 4.10 b) und c), findet nicht aus dem direkten Kontakt der beiden Reibkörper heraus statt. Die Scheibe (Ck45) weist zum Stift (C86D) einen Unterschied von fast 200 HV auf. Es kann aufgrund des härteren Stifts direkt zum Furchen und zur Oberflächenzerrüttung der Scheibe (Ck45) sowie zum adhäsiven Übertrag auf den Stift (C86D) kommen [23, 35]. Die FIB-Aufnahmen der Abbruchversuche im Anhang C in den Abbildungen C.29 bis C.34 zeigen ausgeprägt Rissnetzwerke unterhalb der Randzone, was eine deutliche Oberflächenzerrüttung und Delamination anzeigt. Entstandene Verschleißpartikel, welche als stark verfestigt angenommen werden können und im oxidierten Zustand vorliegen, können abrasiv auf den härteren Gegenkörper wirken und auch an ihm hohen Verschleiß hervorrufen.

Die geläppte Scheibe aus Ck45 hat eine zur polierten Scheibe gesteigerte Randzonenhärte und einen, nach dem Kontaktmodell von Persson [88], siehe Seite 25, verringerten Asperi-

tenwinkel. Die Härtesteigerung der Randzone zum Grundmaterial beträgt circa 12 %, siehe Abbildung 4.3 Seite 43. Um einen vergleichbaren Härtewert zum weiterhin verwendeten polierten Stift aus C86D zu erreichen, wäre eine Härtesteigerung um circa 65 % nötig gewesen. Die Härteverhältnisse haben sich als Folge des Läppprozesses also nicht signifikant geändert und können keine Erklärung des verringerten Stift- sowie Scheibenverschleißes sein (dargestellt in Abbildung 4.10 d).

Die Asperitenwinkel sind durch den Läppprozess signifikant verkleinert worden, siehe WLI-Abbildungen zur polierten und geläppten Oberfläche auf Seite 26 und es kommt somit zur deutlich geänderten Kontaktsituation. Sakamoto [104] und Kayab et al. [63, 64] beschreiben den umgekehrten Fall, das heißt, dass es auch zum Verschleiß der härteren Oberfläche kommt, wenn deren Asperitenwinkel unterhalb eines Grenzwertes liegen und sich als Folge plastisch verformen. Es lässt sich aber aus dem beschriebenen Ansatz auch folgern, dass ein kleinerer Asperitenwinkel auch zu einer allgemein kleineren realen Kontaktfläche führt, siehe Modell zur realen Kontaktfläche auf Seite 25. Dabei kann es als weniger entscheidend angenommen werden, ob die Asperitenwinkel des härteren oder des duktileren Reibpartners geändert wurden.

Bleibt der Energieeintrag bei verringerter Kontaktfläche gleich, steigt die Energiedichte. Damit kommt es wie unter Punkt 5.1.1 der Diskussion beschrieben zur erleichterten Temperaturerhöhung und plastischen Deformation beider Reibpartner sowie zur erleichterten Ablösung von Atomlagen. Das Entstehen von großen Verschleißpartikeln und stattfindender Oberflächenzerrüttung bleibt aus. Der Verschleiß bleibt für beide Reibpartner gering. Diese Überlegung hat nur Gültigkeit, wenn die Härtewerte nicht zu unterschiedlich werden. Generell ist die Geschwindigkeit der ablaufenden plastischen Deformationsprozesse für die geläppte Variante aufgrund der korngefeinten Randzone zusätzlich als größer anzunehmen als für die polierte, was in der Folge zu einer schnelleren Temperaturerhöhung führt.

5.2 Einfluss der Geschwindigkeit auf das Einlaufverhalten

5.2.1 Geschwindigkeitsreduktion

Allgemein kommt es mit der Reduktion der Geschwindigkeit in einem geschmierten System zur Erhöhung des Grenzreibungsanteils und der realen Kontaktfläche, schematisch dargestellt in Abbildung 5.2.

In den in dieser Arbeit aufgezeigten Ergebnissen hatte die gewählte Geschwindigkeit einen entscheidenden Einfluss auf den Reibwertverlauf der Tribopaarung. Mit der Verringerung der Einlaufgeschwindigkeit kam es zur Absenkung des Reibwertverlaufs. Eine Grenzge-

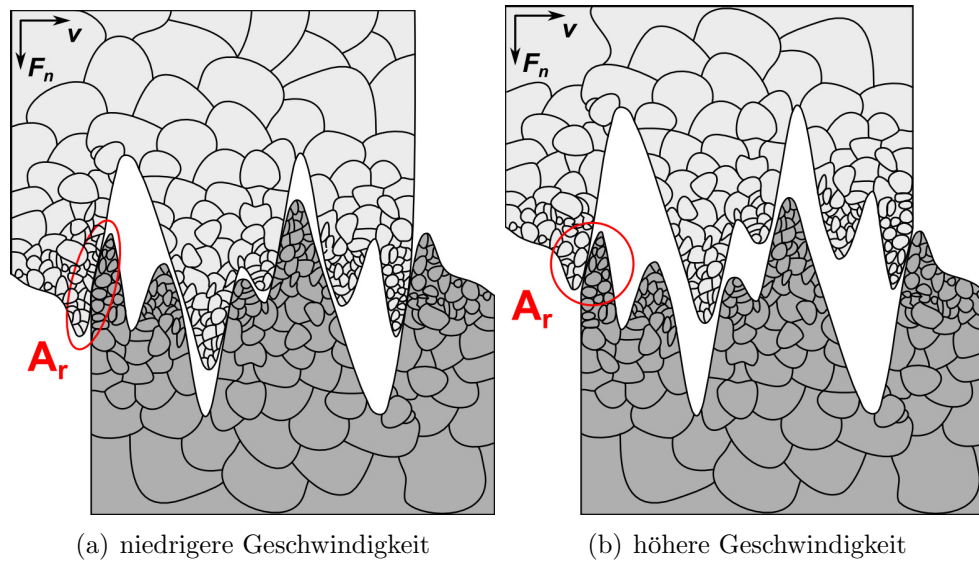


Abbildung 5.2: Schematische und überzeichnete Darstellung der Kontaktsituation bei erniedrigter bzw. erhöhter Geschwindigkeit eines geschmierten Kontakts.

schwindigkeit nach unten wurde für das polierte System 56NiCrMoV7 gefunden, ab welcher es zu instabilem Verhalten und teilweise zur Erhöhung des Endreibwertes kam, siehe Seite 51. Im Folgenden soll die Wirkung der Geschwindigkeitsverringern im polierten Fall für den Stahl 56NiCrMoV7 diskutiert und erst im Anschluss auf das geläppte System übertragen werden.

Die Verformungsgeschwindigkeit hat bei Reduktion der Verformung auf Mikropflügen und Mikrospanen [33, 36] drei Komponenten. In x -Richtung findet die Bewegung und Furchung des Volumens des unter z -Richtung belasteten Körpers statt. Dabei wird Volumen seitlich in y -Richtung verdrängt und in z -Richtung vor oder neben dem Körper aufgeworfen bzw. abgetragen. Sinkt die Geschwindigkeit steigt, das verformte Materialvolumen. Dies konnte bei den Versuchen an der polierten Variante des Stahls 56NiCrMoV7 in der deutlich größeren Verformungstiefe bei Geschwindigkeitsreduktion gesehen werden, siehe Seite 54. Gleichzeitig kam es zum Anstieg der Verschiebung. Wird ein größeres Volumen um die gleiche oder größere Distanz ausgelenkt, ist die wirkende Scherkraft größer. Nach Heilmann und Rigney [44, 45] ist die maximale Schubspannung τ_0 unter einem plastischen Kontakt durch

$$\tau_0 = \tau_m \sqrt{1 - e^{-\gamma_0 C_1}} \quad (5.1)$$

gegeben. Dadurch ergibt sich für die geringere Scherdehnung γ_0 bei verringerter Geschwindigkeiten, siehe Seite 63 und 64, eine niedrigere Schubspannung. Eine niedrigere Spannungsüberhöhung wiederum führt zur Verlangsamung plastischer Deformationsprozesse.

Verschiedene Autoren haben über einen Zusammenhang zwischen Temperaturentwicklung durch Reibung und der Geschwindigkeit berichtet [28, 61, 69, 70, 72, 92]. Kuhlmann-Wilsdorf [69, 70, 72] stellt in ihrer Theory zur Blitztemperatur einen Zusammenhang zwischen Geschwindigkeit und Blitztemperatur her. Somit steigt die Blitztemperatur bei Gleitreibung mit plastischer Wechselwirkung mit dem Anstieg der Geschwindigkeit, der Oberflächenhärte und dem Reibwert. Dabei entsteht die Wärme im plastisch verformten Bereich unterhalb der Oberfläche als Folge der plastischen Deformation und der wirkenden Schubspannung. Ein Sinken der Temperatur mit sinkender Geschwindigkeit ist aufgrund der weiteren Abhängigkeit der Temperatur vom wirkenden Reibkoeffizienten nicht automatisch eindeutig, kann aber für die hier untersuchte polierte Variante aufgrund der eindeutig aus den FIB-Schnitten ersichtlichen reduzierten Scherdehnung, welche eine reduzierte Schubspannung anzeigt, angenommen werden. Allgemein kann angenommen werden, dass bei geringen Relativgeschwindigkeiten die Verformungsgeschwindigkeit sinkt. Greift man den auf Seite 80 dargestellten Ansatz der erleichterten Ablösung von Atomlagen unter Scherung bei hohen Blitztemperaturen am Asperit auf, welche maßgeblich von der Energiedichte und damit auch von der realen Kontaktfläche abhängt, kommt es möglicherweise ab einer bestimmten unteren Grenzgeschwindigkeit zur stark verhinderten Ablösung der Atomlagen unter Scherung. Dadurch erhöht sich der Reibwert und es kommt zur erhöhten Beanspruchung des Volumens. Die Umformung und Verformung des oberflächennahen Bereichs im Einlauf im Sinne des Materialflusses zur Bildung des dritten Körpers, siehe Seite 17, ist somit erschwert. Größere Verschiebungen und eine Veränderung des Verschleißverhaltens wären die Konsequenzen. Dies zeigte sich bei den Versuchen mit dem polierten System 56NiCrMoV7. Die REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte zeigen ausgeprägte Risse unterhalb der Oberfläche. Die Verschiebung für die niedrigere Geschwindigkeit ist deutlich größer, bei gleichzeitig sinkender Scherdehnung und damit sinkender Schubspannung. Dies führt in Folge zu geringerer Volumentemperatur und zu tiefen Verfestigungen aufgrund der mangelnden Kompensation der Scherung durch den dritten Körper. Es kommt zur beobachteten Oberflächenzerrüttung und großen Verschleißpartikeln. Dies ist gleichzeitig die Erklärung für die Instabilität der Versuchsführung bei $v = 0,05 \text{ m/s}$.

Die geläppte Variante weist im Vergleich zur polierten eine geringere Kontaktfläche auf. Es kann angenommen werden, dass aus diesem Grund die Energiedichte bei $v = 0,05 \text{ m/s}$ noch im optimalen Bereich liegt und die erleichterte Scherung durch Ablösung von Atomlagen unter Temperaturerhöhung weiter möglich ist. Zum stabilen Systemverhalten trägt auch die bereits verfestigte Randzone und die dadurch schneller ablaufenden plastischen Deformationsprozesse bei.

5.2.2 Geschwindigkeitserhöhung

Allgemein kommt es mit der Erhöhung der Geschwindigkeit in einem geschmierten System zur Verringerung des Grenzreibungsanteils und der realen Kontaktfläche, schematisch dargestellt in Abbildung 5.2.

Im Folgenden soll die Geschwindigkeitserhöhung wieder am System 56NiCrMoV7-poliiert diskutiert werden und im Anschluss auf die geläppte Variante übertragen werden. Shakhvorostov et al. [115] beschreiben bei einer Verdopplung der Geschwindigkeit eine deutliche Verschleißerhöhung. Die Auswertung der FIB-Schnitte ergab für höhere Geschwindigkeiten eine Verkleinerung der Verschiebung und ein weniger tief verformtes Volumen, siehe Abbildung 4.26. Als Folge ist die Scherdehnung für größere Geschwindigkeiten erhöht. Der oberflächliche nanokristalline Bereich ist mit fast 300 nm für $v = 0,2$ m/s deutlich dicker als bei $v = 0,1$ m/s, vergleiche Abbildung 4.13 b) und 4.8 a) auf Seite 54 und 48. Aus dem Ansatz nach Heilmann und Rigney [44, 45] kann bei erhöhter maximaler Scherdehnung γ_0 eine erhöhte Schubspannung τ_0 gefolgert werden. Hieraus und aus dem Zusammenhang für die Blitztemperatur nach Kuhlmann-Wilsdorf kann gefolgert werden, dass die vorherrschende Temperatur durch die wirkende plastische Deformation höher ist als für niedrige Geschwindigkeiten. Möglicherweise kommt es als Folge dieser höheren Blitztemperatur nicht nur zur Ablösung von einzelnen Atomlagen, sondern von größeren, durch die Temperatur viskosen Bereichen, welche als adhäsiver Übertrag am Gegenkörper verbleiben oder direkt als Verschleißteilchen den Kontakt verlassen. Es ist möglich, dass sich hierdurch der nanokristalline Bereich dicker ausbildet und die Rauheit erhöht ist. Kommt es zur Kompensation der Scherung durch das Ablösen von größeren Bereichen ist anzunehmen, dass der Bereich darunter weniger stark verformt und damit verfestigt wird. Dies ist in Abbildung 4.13 b) für die Geschwindigkeit $v = 0,2$ m/s zu sehen. Die Korngrößen unter der nanokristallinen Zone liegen im Bereich von 200 nm und damit deutlich über den Korngrößen bei 0,1 und 0,05 m/s. Emge et al. [28] beobachten, dass es für hohe Geschwindigkeiten vermehrt zu Rekristallisation kommt. Allerdings findet dieses Kornwachstum direkt an der Oberfläche im nanokristallinen Bereich statt. Hier können die vergrößerten Körner vor allem unterhalb der nanokristallinen Zone gesehen werden. Es kann aber angenommen werden, dass unter Normalkraft auch der deformierte Bereich unter dem nanokristallinen Bereich von 200 nm mit an der Scherung beteiligt ist und ein Einfluss auf den Reibwertverlauf gegeben ist. Größere Körner wirken sich hier erhöhend auf die Fließspannung aus. Die Rauheiten und der Muldenverschleiß sind für hohe Geschwindigkeiten erhöht, siehe Abbildung 4.12. Die chemische Zusammensetzung ergibt keine eindeutige Korrelation zwischen den Geschwindigkeiten. Allerdings haben die Proben poliiert, mit Einlauf bei 0,1 m/s und geläpft mit Einlauf bei 0,05 m/s einen im Vergleich deutlich tieferen Eintrag von Kohlenstoffadsorbat

C/CHx. Diese Proben zeigten nach Einlauf die niedrigsten Reibwertverläufe. Das Aufspalten der Kohlenwasserstoffketten des Öls ist temperatur-, wie scherkraftabhängig. Der nanokristalline Bereich für die Geschwindigkeit $v = 0,2 \text{ m/s}$ (Abbildung 4.13 b), Seite 54) wurde nicht im TEM untersucht. Trotzdem lassen die REM-Aufnahmen der Querschnitte eine geringere Homogenität und größere Körner vermuten. Weiter sind beginnende Delaminationen innerhalb und am Interface zum plastisch deformierten Bereich zu erkennen was als Konsequenz bedeuten könnte, dass dieser Bereich wieder leichter verschleißt. Eine erhöhte Konzentration von Kohlenstoffadsorbaten im Vergleich zum Ausgangszustand ist nicht zu erkennen. Es ist zu vermuten, dass die Entstehung der Nanokristallinität nicht automatisch mit Intermixing-Vorgängen einhergeht und für einen niedrigen Reibwert nicht genügt. Dies ist auch an der polierten Probe mit Einlauf bei $v = 0,05 \text{ m/s}$, Abbildung 4.13 zu sehen, welche deutliche nanokristalline Bereiche aufweist, allerdings keinen Anstieg der Kohlenstoffadsorbatkonzentration. Weitere Proben mit nanokristallinen Bereichen und dabei im Vergleich erhöhten Endreibwertverläufen sind die geläppte bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ und die geläppte bei $v = 0,2 \text{ m/s}$ des Systems 56NiCrMoV7, Abbildung 4.8 und 4.13 a). Alle Proben lassen keinen Eintrag von C/CHx und damit mechanische Vermischung erkennen.

Für die geläppte Variante erscheint der Zusammenhang aufgrund der Inhomogenität des Ausgangszustandes und der teilweise sehr kurzen Laufzeiten von nur 4,5 h nicht ersichtlich. Der FIB-Schnitt nach Einlauf mit $v = 0,05 \text{ m/s}$ mit dem niedrigsten Reibwertverlauf zeigt einen nanokristallinen Bereich in der Größenordnung von 50 - 100 nm. Für die Geschwindigkeiten 0,1 und 0,2 m/s ist ein undurchgängiger nanokristalliner Bereich von circa 100 nm zu sehen.

Allgemein kann aus den Ergebnissen zum Geschwindigkeitseinfluss auf den Einlauf gefolgert werden, dass kleinere Reibungs- und Verschleißwerte bei Reduktion der Geschwindigkeiten im Einlauf erreicht werden. Die Grenzgeschwindigkeit nach unten hängt dabei von der initialen Randzone mit den gegebenen plastischen Verformungseigenschaften ab. Dabei scheint ein Einfluss des umgeformten Volumens und der realen Kontaktfläche, welche als Folge zu unterschiedlichen Temperaturen am Asperit führen, auf den Endreibwert eine mögliche Erklärung. Als Folge zeigt sich für geringe Reibwertverläufe ein deutliches Intermixing und der Eintrag von Kohlenstoffadsorbat aus dem Schmiermittel. Ein nanokristalliner Bereich an der Oberfläche ist bei fehlendem Adsorbateintrag nicht ausreichend für niedrige Reibwerte. Es ist anzunehmen, dass auch das verwendete Schmiermittel und dessen Verhalten unter Temperatur und Scherung eine entscheidende Rolle spielt.

5.3 Einfluss der Normalkraft auf das Einlaufverhalten

5.3.1 Einfluss von niedrigen Normalkräften auf das geläppte System

Für das geläppte System wurde wie für das polierte ein LKF-Einlauf durchgeführt. Dabei zeigte sich, dass der positive Einfluss des langsamen Lastanstiegs für den polierten Fall, sich für das geläppte System zum Negativen kehrt. Shakhvorostov et al. [114] hatten für das System Grauguss gegen 100Cr6 einen positiven Effekt von hoher Normalkraft im Einlauf gesehen, um niedrige Endreib- und Verschleißwerte zu erreichen. Niedrige Normalkräfte wurden als ungenügend für die nötige Umformung des oberflächennahen Bereichs, zur optimalen Ausbildung des dritten Körpers, herausgestellt. Dabei stellen die Autoren dar, dass ein Einlauf mit der Ausbildung eines optimalen dritten Körpers nur dann möglich ist, wenn die dissipierte Energie während des Einlaufs groß genug ist. Im oberen Teil, in welchem der Einfluss der Geschwindigkeit diskutiert wird, wird vermutet, dass nicht die Energie, sondern die Energiedichte das entscheidende Kriterium für den Einlauf darstellt und sich damit wie beobachtet nicht nur eine Normalkrafterhöhung, sondern auch eine Geschwindigkeitsverringerng positiv auf den Endreibwert nach Einlauf auswirkt.

Prinzipiell verhält sich die Kontaktsituation in einem geschmierten System bei Normalkraftreduzierung genauso wie bei Geschwindigkeitserhöhung. Die Schmierfilmdicke wird größer und die reale Kontaktfläche kleiner, die Reibung verschiebt sich in Richtung der Hydrodynamik.

Dadurch, dass bei den Versuchen in dieser Arbeit nach den niedrigen Normalkräften die gleiche Endnormalkraftstufe von 400 N, wie bei den Versuchen mit direkter Normalkraft angefahren wurde, kann nicht nur gefolgert werden, dass es zu einem ungenügenden Einlaufen unter niedrigen Normalkräften kommt, sondern dass diese das System langfristig schädigen und einen späteren Einlauf bei höheren Normalkräften verzögern oder gar verhindern. Während des Einlaufs, dargestellt im Anhang B in den Abbildungen B.35, zeigt das geläppte System für alle Geschwindigkeiten bereits bei Normalkraftstufen unter 200 N hohe Reibwerte von größer 0,1. Berlet et al. [11] zeigen, dass durch einen Einlauf bei gleicher Parameterwahl für Proben, welche mit geringeren Kräften endbearbeitet wurden und als Folge weniger tief verfestigt sind, niedrigere Reibungs- und Verschleißwert nach dem Einlauf erreicht werden. Auch berichtet Berlet zwischen einem möglichen Zusammenhang zwischen Druckeigenstressungen in der Oberfläche durch die Endbearbeitung und gutem Einlaufverhalten. Mit der Normalkraft wird Druckspannung auf ein normalkraftspezifisches Volumen aufgebracht. Bei bereits vorhandener Druckeigenstressung sinkt die aufzubringende Normalkraft, welche zum plastischen Fließen im Volumen führt.

Bis 150 N kann es bei den geringen Reibkräften aufgrund der geringen plastischen De-

formation unter Scherung vermehrt direkt an der Kontaktfläche zu Erholungsvorgängen gekommen sein, ohne dass es zum Fließen von Asperiten und zum adhäsiven Übergang von Atomlagen kam. Dadurch werden plastische Deformationsprozesse langsamer und es kann zu lokal inhomogenem Verhalten mit resultierendem hohem Scherwiderstand kommen. Eine Verschiebung der Reibwertverläufe hin zu höheren Reibwerten wäre die Folge. Somit könnte es immer dann zur Entfestigung kommen, wenn die ins System eingebrachte Energie nicht hoch genug ist, um eine weitere Kornfeinung hin zu Nanokristallinität und verminderten Scherkräften zu ermöglichen.

Unter Beachtung der mangelnden Verfestigung und Einlauffähigkeit der polierten Variante und der von Berlet beobachteten Verbesserung des Einlaufs für Endbearbeitungen mit niedrigen Kräften kann angenommen werden, dass es ein Optimum für die Verfestigung und Tiefe der Randzonenmikrostruktur gibt. Deformationsprozesse unter Scherung können infolgedessen homogenen ablaufen.

Nach den LKF-Einläufen im geläpften System konnte keine mechanische Vermischung über einen Kohlenstoffadsorbateintrag gesehen werden. Nanokristalline Bereiche sind nicht zu erkennen. Dies entspricht dem vermuteten mangelhaften Übergang durch Adhäsion. Die Rauheit änderte sich nicht signifikant zum Ausgangszustand, eine Verschleißspur ist nicht zu erkennen. Daher kann vermutet werden, dass bei längerer Laufzeit, bzw. einer Erhöhung der Normalkraft auf größer 400 N ein Einlauf hin zu niedrigen Endreibwerten stattfindet kann.

Einfluss von steigender Normalkraft und Laufzeit auf das polierte System

Eine weitere, aufgrund der Untersuchungen von Shakhvorostov et al. [114] vermutete, Verbesserung des Einlaufs des polierten Systems durch weitere Laststeigerung bis 800 N konnte nicht gesehen werden. Es zeigte sich für 800 N die doppelte Verformungstiefe des Volumens im Vergleich zur Belastung mit 400 N bei gleicher Geschwindigkeit und ein Anstieg der Dicke des nanokristallinen Bereichs. Die Korngrößen des deformierten Bereichs unterscheiden sich nicht signifikant von denen bei Versuchsende für 400 N. Die Nanoindentation zeigt eine verfestigte Randzone bis über 2 μm hinaus, was der REM-Aufnahme entspricht. Trotz hoher Reibwerte während des Einlaufs, unterscheidet sich der Reibwertverlauf nach 800 N nicht von dem bei 400 N bzw. von Reibwertverläufen mit abfallendem Reibwert während des Einlaufs siehe Abbildung 4.11. Der hohe Reibwert im Einlauf kann durch die hohe Grenzreibung bei der gewählten niedrigen Geschwindigkeit und der hohen Normalkraft erklärt werden und zeigt keinen schlechten Einfluss. Es ist anzunehmen, dass der Einlauf mit Ausbildung eines stabilen dritten Körpers bereits bei der Standardeinlauf-routine bis 400 N stattfindet und es dem System ermöglicht, höhere Normalkräfte ohne

Ausfall zu ertragen.

Berthier [32, 128] et al. beschreiben den dritten Körper als tribologischen Kreislauf. Dabei kommt es zum Zu- und Abstrom aus dem dritten Körper in Form eines Bilanzsystems. Die nötigen Energien für einen Zu- und Abstrom müssen dabei als Betrag gesetzt werden und nicht nach dem Vorzeichen des wirkenden Massenstroms. Daraus ergibt sich einerseits, dass ein geringer Reibwert mit geringem Energieeintrag immer dann entsteht, wenn der dritte Körper stabil ist und der Zustrom aus dem Grundmaterial, der Rückstrom aus der Umgebung und der Abstrom in die Umgebung minimal sind. Andererseits gilt für den initialen Kontakt, dass die eingebrachte Energie hoch genug sein muss, um eine genügende Interaktion für Zu- und Abflüsse zum dritten Körper zu ermöglichen. Dabei kann folgende Gleichgewichtsreaktion angenommen werden. Kommt es aufgrund genügend großer Interaktion zur Bildung von wahrscheinlich nur wenigen Nanometern eines dritten Körpers, sinkt der Reibwert und der Energieeintrag. Dadurch reduziert sich der Zu- und Abfluss aus dem Grundmaterial, aber auch der Rückstrom aus der Umgebung. Dies verlangsamt die dritte Körperbildung bei sinkendem Reibwert, bis sich ein Gleichgewichtszustand eingestellt hat. Eine Konsequenz wäre daraus, dass die Dicke des dritten Körpers für eine konstante Belastungsbedingung mit fallendem Reibwert gegen einen Grenzwert läuft. Es ist anzunehmen, dass bei lokaler Ablösung des dritten Körpers als Verschleiß auf kleinem Volumen dieses Gleichgewicht zwischendurch immer wieder gestört wird und lokal geänderte Zustände vorherrschen.

Dies zeigt sich bei dem Langzeitversuch-polier bei 400 N. Das System ist nach der Standardeinlaufroutine derart im Gleichgewicht, dass eine Verdreifachung der Laufzeit keine signifikante Änderung der Mikrostruktur, am Gesamtverschleiß und am Reibwertverlauf bringt. Anders hingegen zeigt sich die Ausprägung bei Laststeigerung nach dem optimierten Einlauf auf 800 N. Hier zeigt sich einerseits eine Verdickung des nanokristallinen Bereichs, andererseits keine Vertiefung des Sauerstoffeintrags bzw. der mechanischen Vermischung. Aus dem Ansatz nach Berthier ist Folgendes anzunehmen. Aufgrund der Normalkraftsteigerung kommt es zur kurzen Auslenkung der Balance. Der Abfluss sowie der Zufluss des dritten Körpers vergrößern sich, die Dicke steigt wie beobachtet an und eine Adaption von Energieeintrag und Scherungsminderung führt wieder zum Absinken der Bildungsrate des dritten Körpers. Hier kann es zur Instabilität des Systems kommen. Es ist hier vorstellbar, dass ein zu hoher Energieeintrag zu teilweise so großem Abstrom des dritten Körpers führt, dass das System wieder vermehrt im Grundzustand interagiert und als Folge aufgrund der großen Verschleißpartikel versagen wird. Ein weiterer Versagensmechanismus in Form erhöhter Reibwerte kann stattfinden, wenn der Energieeintrag noch eine Balance zwischen Zu- und Abstrom des dritten Körpers zulässt, diese Massenflüsse

aber stark angestiegen sind. Die Folge wäre ein hoher Reibwert, erhöhter Verschleiß und eine Instabilität des Systems gegen weitere Lastvariationen.

5.4 Der Einfluss von Rauheit

Die Rauheit stellt bei der bereits im Teil 5.1.1 diskutierten, wirkenden Energiedichte einen großen Einfluss dar. Hier soll der reine Einfluss der Rauheit auf den Endreibwert, losgelöst von der Rauheitsentstehung durch Einlauf und dritte Körperbildung, diskutiert werden. Die Oberflächenrauheit beeinflusst die Schmierfilmentstehung in der Grenzschmierung und der Hydrodynamik und damit den Reibwert [15, 79]. Betrachtet man die Ergebnisse zum Einfluss der initialen Mikrostruktur, Seite 44 und Einfluss der Geschwindigkeit, Seite 50, korreliert der Endreibwert des polierten Systems nur in der Art, dass besonders hohe Rauheitswerte mit R_k größer $0,2\ \mu\text{m}$ auch mit hohen Reibwerten einhergehen, siehe Einlauf von Ck45-polier und 56NiCrMoV7-polier bei $v = 0,3\ \text{m/s}$. Für $R_k < 0,2\ \mu\text{m}$ korreliert der Endreibwertverlauf nicht. Dennoch ist bei den Proben mit hoher Rauheit der Einfluss der Mikrostruktur nicht auszuschließen, welche sich signifikant unterschiedlich zu den Einlaufproben mit niedrigem Endreibwert darstellt.

Für die Versuche mit den geläpften Scheiben ergab sich kein auflösbarer Unterschied in der Rauheit, aber deutlich unterschiedliche Endreibwertverläufe.

Für alle Versuchsvarianten des polierten Systems zeigte sich eine Korrelation der Gesamtverschleißtiefe mit der Rauheit. Dies lässt den Rückschluss zu, dass der wirkende Verschleißmechanismus entscheidend die Rauheit beeinflusst. Der Einfluss der Schmierfilmbildung, abhängig vom Rauheitswert der hier gelaufenen Scheiben, kann aufgrund der mangelnden Korrelation von R_k -Wert und Reibwertverlauf bis zu einem R_k -Wert von $0,2\ \mu\text{m}$ als nicht dominant für den Reibwert gefolgert werden. Entscheidender scheinen plastische Deformationsmechanismen der Randzone, chemische Veränderung und Verschleißmechanismen. Ab einem R_k -Wert von $0,2\ \mu\text{m}$ und größer korrelieren Rauheit und Reibwert. Dieser Rauheitsbereich kann damit gleichzeitig ein Maß für den Zielwert einer Endbearbeitung darstellen.

5.5 Mechanismen der tribologisch induzierten chemischen Veränderung der Randzone

Viele Autoren [57, 95, 97, 99] berichten über die Bildung von ultrafeinen oder nanokristallinen Strukturen in der tribologisch belasteten Oberfläche. Solch eine Randzone ist hauptsächlich dem Wirken von großen Scherspannungen im Reibkontakt zuzuschreiben.

Dabei wird vermutet, dass Punkt- und Liniendefekte wie auch Korngrenzdicke dieser Randzone die Diffusionsgeschwindigkeit erhöht. Zusätzlich erhöht die Reibung die Systemtemperatur der reibenden Oberflächen [125]. Quinn und Sullivan [89, 90, 118] beschreiben die Bildung einer Oxidationsschicht aus Fe_2O_3 , welche verschleiß- und reibungsmindernd wirkt und bei einer kritischen Dicke delaminiert. Dabei ist der Hauptmechanismus die Diffusion, welche unter Scherung und Temperatur stark erhöht ist. Die tribologisch belasteten Proben in dieser Arbeit wiesen alle eine Oxidschicht des Eisenoxids Fe_2O_3 auf. Es wurde ein signifikanter Unterschied zwischen der Tiefe des eingetragenen Sauerstoffs, gebunden als Fe_2O_3 , und des nur teilweise vorhandenen Eintrags an Kohlenstoffadsorbat C/CHx für alle Versuche gefunden. Dabei ist auffällig, dass zwei Proben eine im Vergleich größere Eintragstiefe von C/CHx bei gleichzeitig niedrigem Reibwertverlauf aufweisen. Dies war für die Versuche mit 56NiCrMoV7 bei $v = 0,05 \text{ m/s}$ der geläpften Variante und bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ für die polierte Variante zu sehen. Die Kohlenwasserstoffketten des Öls können einerseits durch Temperatur, andererseits durch Scherung gespalten werden. Dies ist die Voraussetzung für eine erleichterte mechanische Vermischung von Ölbestandteilen in die Randzone hinein. Es ist zu vermuten, dass ein erhöhter Grenzreibungsanteil im Einlauf, bei gleichzeitig stabilem Verschleißmechanismus sich einerseits positiv auf den mechanischen Vermischungsprozess am Asperit auswirkt, andererseits ein Aufspalten der Kohlenwasserstoffketten erleichtert.

Für den Sauerstoff auf der anderen Seite konnte bereits bei 25 N für 56NiCrMoV7 eine oberflächliche Erhöhung der Fe_2O_3 -Konzentration auf bis zu 30 % der Gesamtmaterialkonzentration gesehen werden. Weiteres Steigern der Normalkraft bis 300 N führte zu einem Anstieg der Oxidationstiefe bis 500 nm und oberflächlicher Sauerstoffkonzentration von bis zu 60 %. Für höhere Normalkräfte zeigt sich keine weitere signifikante Veränderung der Oxidationstiefe oder des Materialanteils. Eine sehr geringe oberflächliche Oxidation lässt sich mit einem erhöhten Reibwert korrelieren. Die Reaktionsgeschwindigkeit zur Bildung von Fe_2O_3 ist abhängig von der Arrheniuskonstante. Dies bedeutet, dass eine Temperaturerhöhung zu erhöhter Oxidation führt. In dieser Arbeit konnte gesehen werden, dass die Abbruchversuche für 56NiCrMoV7 bereits bei den unteren Normalkräften einen Anstieg der Sauerstoffkonzentration bis 200 nm aufweisen. Bei höheren Lasten steigt die Dicke bis auf maximal 500 nm an. Für Ck45-polier zeigt sich nach Belastung bei hohem Reibwert eine teilweise Oxidation bis zu $1,2 \mu\text{m}$. Der Bereich I, definiert durch parallele Kornausrichtung und deutliche Kornfeinung (siehe Seite 34), entspricht für alle Proben nicht der Oxidationstiefe.

Die Diffusion von Sauerstoff im Festkörper ist grundlegend durch das Fick'sche Gesetz beschrieben und folgt dem Konzentrationsgradienten, wird aber maßgeblich durch die

Temperatur beeinflusst. Die Diffusion findet dabei über Leerstellen und interstitielle Diffusionsmechanismen statt. Durch die stattfindende Scherbelastung und plastische Deformation kann der Diffusionsvorgang maßgeblich beeinflusst werden. In den Endversuchen, hat sich weder für die verschiedenen Geschwindigkeiten, noch für die erhöhte Normalkraft von 800 N bzw. die Lastkennfeldbedingungen im geläppten Zustand ein deutlicher Unterschied in der Tiefe und Konzentration von Fe_2O_3 gezeigt. Allerdings zeigt sich zwischen den beiden Endbearbeitungen, geläppt und poliert, ein signifikanter Unterschied in der Tiefe von Fe_2O_3 . Der Konzentrationsverlauf von Fe_2O_3 über der Tiefe ist deutlich nach links verschoben, siehe Abbildung 4.9 und 4.15 auf Seite 49 und 56. Auch die oberflächliche Konzentration von Fe_2O_3 ist für die geläppte Ausgangssituation niedriger als für die polierte. Der Sauerstoffverlauf für die unterschiedlichen Materialien im identischen Endbearbeitungszustand unterscheidet sich nicht signifikant. Dies zeigt einen dominanten Einfluss der Endbearbeitung auf die Oxidation der Randzone unter tribologischer Belastung.

Dies scheint dem Einfluss von Leerstellen auf die Diffusionsgeschwindigkeit zu widersprechen. Allerdings können auch eine verminderte Temperatur, und/oder verminderte bzw. beschleunigte Scherung die geringere Oxidationstiefe erklären. Plastische Deformationsprozesse laufen in der geläppten Variante aufgrund der verfestigten Mikrostruktur schneller ab.

5.6 Kornfeinung - Notwendigkeit und Wirkung auf niedrige Scherkräfte

Für nanokristalline Werkstoffe mit Korngrößen kleiner 100 nm ist die Abnahme des Fließwiderstands beobachtet worden. Aufgrund der geringen Gleitebenenabstände der kleineren Körner, siehe Punkt 2.5.2 auf Seite 20 findet die plastische Deformation dominant in der Korngrenze statt und nicht mehr als Versetzungsbewegung im Korn. Beim Unterschreiten der kritischen Korngrenze kommt es zusätzlich noch zu Mechanismen wie Kornrotation und Kriechen [7, 40, 47, 74, 103]. Dabei wird die kritische Korngröße von Ferrit nach Latapie et al. [73] durch Simulation mit kleiner 20 nm bestimmt. Unter tribologischer Belastung entsteht unter Scherung eine solche nanokristalline Randzone mit Korngrößen kleiner 100 nm. Auch ultrafeinkristalline (ufk) Bereiche, mit Korngrößen im Bereich von 10 nm konnten im TEM gesehen werden.

In dieser Arbeit wurden nanokristalline (nk) sowie ultrafeinkristalline Bereiche für hohe wie niedrige Reibwerte beobachtet. Allerdings zeigen sich diese Bereiche bei Proben mit hohen Endreibwertverläufen oft undurchgängig und inhomogen. Nk und ufk Berei-

che konnten auch entlang von Rissen bei der Geschwindigkeit von $v = 0,05$ m/s gesehen werden, Abbildung C.16. Dies zeigt, dass diese Korngrößen rein durch die wirkende Scherung unter der gegebenen tribologischen Last bei entsprechendem Verformungswiderstand entstehen können, ohne dass es zu Interaktion und Materialtransfer mit der Umgebung kommen muss. Scherge und Rigney [100, 107] beschreiben einen Zusammenhang von Korngrößen im verformten Bereich mit der Relativgeschwindigkeit, der Bewegungsform und Flächenpressung. Rigney beschreibt dabei das Material im Kontakt als hochviskoses Medium einer turbulenten Grenzschicht mit Geschwindigkeitsgradienten vertikal zur Oberfläche, in welcher der Austausch und die Vermischung des Materials stattfindet und Körner auf der Nanoskala rotieren. Weiter führt er die Entstehung dieser nanokristallinen Randzone auf nanoskaligen adhäsiven Verschleiß zurück (beschrieben unter Punkt 5.1.1). Scherge und Rigney geben dabei weiter die Dissipation von Energie sowie die Kontakthäufigkeit als ausschlaggebend für die Verformung der Einzelkontakte und damit für das mechanisch-chemische Legieren an. Die nanokristalline Randzone ist somit in ihrer Ausprägung und Dicke von der wirkenden Energiedichte abhängig und demnach nicht gleichmäßig über die Oberfläche ausgeprägt sondern maßgeblich von den Versuchsparametern abhängig. Dies konnte auch bei den Versuchen in dieser Arbeit beobachtet werden. Für die Proben der Abbruchversuche bei 150 N für $v = 0,1$ m/s lässt sich im TEM bereits ein undurchgängiger nanokristalliner Bereich von circa 20 nm Dicke sehen. Ab 400 N zeigt sich im TEM immer noch ein undurchgängiger, bis 100 nm dicker, nanokristalliner Bereich, wohingegen nach Langzeitbelastung unter gleichen Bedingungen dieser Bereich teilweise bis auf 200 nm anwächst, eindeutig ufk ist und sich auf der TEM-Lamelle fast durchgängig mit variierender Dicke zeigt.

Nach einer Belastung bis 800 N zeigt sich bereits nach kürzerer Zeit ein in seiner Dicke sehr konstant scheinender ultrafeinkristalliner Bereich. Bei den hier beschriebenen Versuchen war die Geschwindigkeit mit $v = 0,1$ m/s gleich. Es bestätigt somit die Annahme von Scherge und Rigney, dass die wirkende Energiedichte, aber auch die Kontakthäufigkeit und damit die Laufzeit für die Bildung des nanokristallinen/ ultrafeinkristallinen Bereichs ausschlaggebend ist.

Wie im Diskussionspunkt 5.2 zum Geschwindigkeitseinfluss bereits beschrieben, geht die Entstehung eines nanokristallinen Bereiches nicht automatisch mit niedrigen Reibungsverläufen einher. Für das System 56NiCrMoV7 lässt sich nach Einlauf bei der Geschwindigkeit $v = 0,05$ m/s im geläpften Ausgangszustand im REM-Bild des FIB-Schnittes ein nanokristalliner Bereich in der Größenordnung von maximal 50-100 nm annehmen, siehe Abbildung 4.14 a). Der Eintrag von Kohlenstoffadsorbat zeigt sich erhöht und der Reibwert deutlich nach unten verschoben. Im Gegenzug zeigt die Probe nach Belastung mit der Geschwindigkeit $v = 0,2$ m/s, für polierten und geläpften initialen Zustand einen deut-

lichen nanokristallinen Bereich von teilweise bis zu 400 nm, bei vergleichbar schlechtem Reibwert. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Dicke der nanokristallinen Bereiche, welche variabel war und sich korrelierbar mit den Versuchsbedingungen zeigte, nicht mit dem Endreibwert korreliert. Bei allen Proben mit niedrigen Endreibwertverläufen zeigte sich zusätzlich zum nanokristallinen Bereich ein deutlicher Eintrag von Kohlenwasserstoffketten aus dem Öl. Der nanokristalline Bereich scheint demnach durch die im Kontakt wirkende Scherung und durch adhäsive Materialübergänge gebildet zu werden und zur Veränderung der wirkenden Mechanismen der plastischen Deformation zu führen, welche wiederum Prozesse wie Diffusion und mechanische Vermischung erleichtern. Er kann aber nicht als ausreichend für einen niedrigen Reibwert gesehen werden. Hier sind vielmehr die chemische Veränderung durch Diffusion und mechanische Vermischung als entscheidend anzunehmen. Berthier [128] vermutet, dass der entscheidende Bereich für die Reibungsreduzierung nur wenige Nanometer dick sein muss, um die wirkende Scherung zu vermindern [43].

5.7 Verschleiß

5.7.1 Delamination

Rissbildung und Delamination wurden überwiegend oberflächennah bei Proben mit niedriger Geschwindigkeit von $v = 0,05 \text{ m/s}$ für 56NiCrMoV7 und allgemein bei dem System Ck45 für polierte Proben gesehen. REM-Aufnahmen hierzu finden sich im Anhang in Abbildung B.9 und 4.13 a). Es zeigte sich bei allen Proben mit Rissentstehung, dass die Risse im deformierten Bereich entstehen, wo die Körner durch die wirkende Scherung parallel zur Oberfläche ausgerichtet sind. Weiter waren neben der Delamination von Partikeln, siehe rote Pfeile in Abbildung B.47 und B.43 im Anhang, auch aufgerollte Delaminationen gegen die Laufrichtung oder quer zur Laufrichtung zu sehen, siehe Abbildung B.9 und B.41. Dies kann nur unter großen oberflächlichen Zugspannungen geschehen.

Quinn [89] wie Salesky [105] beschreiben eine werkstoffseitige Ursache für diese Rissbildung unterhalb der Oberfläche, während Suh [117] die Delamination rein mechanisch annimmt.

Suh beschreibt die Rissentstehung nach wiederkehrender Deformation der Randzone. Die Risse entstehen als Folge von Ermüdung unterhalb der Oberfläche. Rissentstehung nahe der Oberfläche ist dabei wegen des dreiachsigen Spannungszustandes von hohen Druckspannungen unterhalb der Randzone nicht favorisiert. Dabei entstehen Risse an schwachen Stellen im Material z.B. an Ausscheidungen und Korngrenzen.

Quinn beschreibt die Ausbildung einer schützenden verschleißmindernden Oxidschicht,

welche bei einer kritischen Dicke spröde bricht, bzw. delaminiert und als Verschleißpartikel das System verläßt oder unter weiterer Deformation in den Grundkörper eingedrückt wird. Salesky legt zugrunde, dass die Formierung eines Verschleißpartikels immer als Folge eines irgendwann unter der Oberfläche entstandenen Risses geschieht. Mechanismen hierfür sind hauptsächlich von der Mikrostruktur und deren Verhalten unter Hochverformungszuständen, welche dem Verschleiß zugrunde liegen, abhängig. Hier soll nur auf den ausscheidungsunabhängigen Mechanismus eingegangen werden. Dabei muss beachtet werden, dass Salesky diesen Prozess für den ungeschmierten Fall beschreibt. Er beschreibt die resultierende Randzonendeformation als dominanten Faktor für Verschleiß. Unter Scheerung kommt es zur Kaltverfestigung der Oberfläche und zur Deformation unterhalb der Oberfläche, welche abhängig ist von der Normalkraft und Fließspannung des Materials. Salesky nimmt an, dass im Wesentlichen ebene Dehnungsverhältnisse gegeben sind und die Oberfläche hauptsächlich unter Druckspannungen zyklisch geschert wird. Dabei formt sich eine zunehmend blattartige Zellstruktur aus. Er beobachtet eine reduzierte Versetzungsdichte und größere Zellen sehr nahe der Oberfläche und folgert dynamische Erholungsprozesse direkt unterhalb der Oberfläche. Am Übergang dieser Bereiche, illustriert in Abbildung 5.3, kommt es aufgrund von Spannungsinhomogenitäten an den Tripelpunkten zur Rissinitiierung.

Shakhvorostov [43, 113] beobachtet bei überhöhter Last und überhöhter Kontakttemperatur Rekristallisationsvorgänge in der Randzone. Auch Ball [8] und Dautzenberg [24] beschreiben stattfindende Rekristallisationsvorgänge im tribologischen Kontakt. Allerdings stellen sie das Vermögen eines Werkstoffes zur dynamischen Erholung neben der Kaltverfestigung als

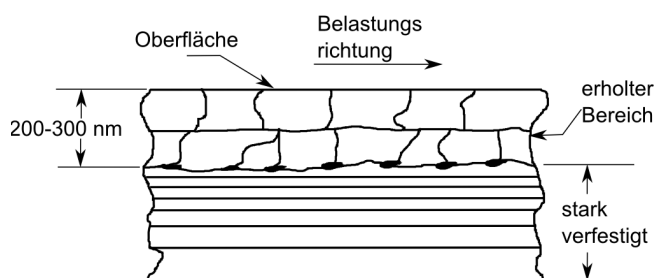


Abbildung 5.3: Darstellung der Rissinitiierung nach Salesky an den Tripelpunkten am Interface zwischen verfestigtem und erholttem Bereich.

Grundlage dar, um spröde Rissbildung zu vermeiden. Es konnten in dieser Arbeit keine oberflächennahen Bereiche mit der von Salesky beschriebenen rekristallisierten Zellstruktur gesehen werden. Es zeigte sich aber eine bevorzugte Delamination oberhalb des deformierten Bereichs entlang der parallel zur Oberfläche ausgerichteten Körner, ähnlich der von Salesky beschriebenen blattartigen Zellstruktur. Dies ist unter anderem in den REM-Aufnahmen in den Abbildungen C.16, C.18 oder auch B.9 im Anhang zu sehen.

Auch Sullivan und Quinn nehmen an, dass die Rissinitiierung unterhalb der Oxidschicht aufgrund der Spannungsinhomogenität zwischen Oxid und Grundmaterial erfolgt. Fe_2O_3

ist einerseits verschleißbeständiger, verhält sich im Vergleich zu metallischem Eisen aber spröde. In dieser Arbeit konnte kein Unterschied in der Dicke der Oxidationsschicht für 56NiCrMoV7 für die Geschwindigkeit $v = 0,05$ m/s, bei welcher es vermehrt zu Delaminationen kam im Vergleich zu anderen Einlaufgeschwindigkeiten festgestellt werden. Dennoch entspricht die Delaminationsdicke der gemessenen Oxidationstiefe von circa 500 nm Fe_2O_3 , vergleiche Oxidation Seite 66ff und REM-Aufnahmen Seite 148ff.

Weiter zeigte sich auffallend, dass es für die Probe des Abbruchversuchs bis 400 N-Anfangs- μ_{niedrig} für $v = 0,05$ m/s zu Rissen auf verschiedenen Ebenen und vertikal zur Oberfläche kommt, siehe Abbildung C.16. Der oberflächliche Anteil von Fe_2O_3 sowie die Oxidationstiefe waren auffallend niedrig, der Kohlenstoffadsorbateintrag hingegen auffällig hoch. Die Dicke der Oxidationsschicht für das System Ck45 konnte deutlich mit der Normalkraft und dem Verschleiß korreliert werden. Für 150 N entspricht die Delaminationstiefe der Oxiddicke. Nach 250 N (vergleiche Seite 156 und 70) liegt die Delaminationsdicke in der REM-Aufnahme weit tiefer als die Oxiddicke, allerdings auch im Bereich der parallel ausgerichteten Körner. Diese parallel zur Oberfläche ausgerichteten Körner stellen aufgrund der Korngrenzendichte auf einer Ebene eine Scherinhomogenität dar, welche als Rissinitiierung gelten kann. Die Rissentstehung konnte zwar einerseits bei überhöhten Normalkräften für das System Ck45 gesehen werden, für das System 56NiCrMoV7 allerdings nur für die Geschwindigkeit $v = 0,05$ m/s. Dies spricht für eine Rissinitiierung bei erhöhtem Grenzreibungsanteil durch das vermehrte Kaltverfestigen des Materials.

Ist ein Riss initiiert, überhöht sich der Spannungsverlauf auf Risshöhe [35]. Die Risse wachsen und werden an einem verfestigten Punkt im Material an die Oberfläche geleitet. Dieser delaminierte Bereich kann sich als Verschleißpartikel ablösen. Wie bereits oben beschrieben, zeigte sich in dieser Arbeit neben der quasi-ebenen Ablösung von Delaminationen auch ein Aufrollen von delaminiertem Material gegen die Laufrichtung. Prinzipiell läuft vor dem Tribokontakt ein in Geschwindigkeitsrichtung wirkendes Druckspannungsfeld und hinter dem Kontakt ein Zugspannungsfeld. Weiter kommt es durch die im Tribokontakt entstehende Temperatur zu einem Temperaturspannungsfeld, welches sich um den Kontakt als Zugspannungsfeld auswirkt [33]. Diese beiden Mechanismen können in der Folge eine Zugspannung initiieren, welche nach oder während des Tribokontakts zum Ablösen der Delamination in Reibgegenrichtung führt. Eine in die Oberfläche eingebrachte Druckeigenstressung würde sich somit positiv auf den Verschleiß durch Delamination auswirken. Als Folge der hier beobachteten Delamination kann es zur Abrasion kommen. Löst sich eine hier beobachtete mikrometergroße Delamination als Verschleißpartikel ab und verbleibt im Kontakt, kommt es zur Furchung des Tribopartners.

5.7.2 Nanokristalliner Bereich

Ergebnisse verschiedener Autoren [76, 95, 96] haben bereits gezeigt, dass Tribosysteme mit Verschleißraten im Nanometerbereich Verschleißpartikel bevorzugt aus dem nanokristallinen, mechanisch vermischten dritten Körper generieren und nicht aus der darunterliegenden deformierten Zone. Dabei entspricht die Zusammensetzung des Partikels der, des im Kontakt entstandenen dritten Körpers.

Bei den in dieser Arbeit durchgeführten Versuchen zeigt sich der nanokristalline bzw. ultrafeinkristalline Bereich mehr oder weniger ausgeprägt in Dicke und Durchgängigkeit, aber immer ohne Übergangsbereich zum plastisch deformierten Bereich. Für sehr niedrige Reibwertverläufe wie $v = 0,05$ m/s geläppt, zeigte sich im Vergleich zu höheren Reibwertverläufen wie z.B. für $v = 0,1$ m/s geläppt, ein weniger dick ausgeprägter nanokristalliner Bereich. Dieser scheint aber im Gegensatz zu hohen Reibwertverläufen durchgängiger und homogener. In Abbildung 4.43 ist ein Bereich zu sehen, in welchem die nanokristalline Zone in einer Ebene mit einem nur verfestigten, nicht nanokristallinen Bereich liegt. Auch für die Geschwindigkeit $v = 0,2$ m/s-polier (Abbildung 4.13 b) zeigen sich ebene Ablösungen innerhalb des nanokristallinen Bereichs. Überträgt man die bevorzugte Rissentstehung an Inhomogenitäten im Spannungsverlauf, welche durch viele Autoren beschrieben wurde und hier bereits diskutiert wurde, auf die beschriebenen Beobachtungen, besteht am Interface zwischen deformiertem Bereich und nanokristalliner Randzone ein bevorzugter Punkt zur Ablösung. Verschleißpartikelgrößen entsprächen dann der Dicke des nanokristallinen Bereichs und hätten eine maximale Größe von 200 nm. Diese Verschleißpartikelgröße kann innerhalb des Kontaktes verbleiben und durch Rollen im Kontakt zur Oberflächenermüdung führen [76], sowie einen Teil der Flächenpressung aufnehmen. Weiter kann es als Folge zum erleichterten Rückfluss zum dritten Körper kommen [128].

Es gibt in dieser Arbeit keine Anzeichen dafür, dass bei nanokristalliner Randzone Verschleißpartikel auch aus dem darunterliegenden Bereich generiert werden.

5.8 Konsequenzen für die Anwendung

Auf Basis der Untersuchungen von Shakhvorostov [114] zum Einfluss der Normalkraft während des Einlaufs auf Endreibwerte und Verschleiß, konnte in dieser Arbeit der positive Effekt von niedrigen Geschwindigkeiten aufgezeigt werden. Dieses Ergebnis zeigt den positiven Effekt eines erhöhten Grenzreibungsanteils auf das Einlaufverhalten der hier verwendeten Stähle und Endbearbeitungen. Für eine polierte und kaum verfestigte Oberflächenrandzone, welche tribologisch belastet wird, muss beachtet werden, dass dieser Grenzreibungsanteil bei bereits verhältnismäßig geringen Normalkräften erreicht

sein kann und hier die von Shakhvorostov propagierten hohen Flächenpressungen nicht erreicht werden können, ohne dass das System instabil wird. Ein solches System läuft mit einer Konditionierung bei geringen Normalkräften trotzdem zu niedrigen Reibungs- und Verschleißwerten bei hohen Normalkräften ein. Für Ck45 war keine Konditionierung mit niedrigen Endreibwerten bei kleinem Verschleiß möglich. Im Unterschied zum System 56NiCrMoV7 kam der Härteunterschied zwischen den Reibpartnern hinzu.

Für eine optimal vorbereitete Oberfläche gilt die Beobachtung von Shakhvorostov von Hochlasteinläufen [114]. Dabei haben die Ergebnisse dieser Arbeit gezeigt, dass die reale Kontaktfläche eine wichtige Rolle spielt, um eine genügend hohe Energiedichte, welche zum Fließen des Materials führt zu erreichen.

Weiter hat sich die Geschwindigkeit in welcher Deformationsprozesse im oberflächennahen Material ablaufen können als einflussreich auf die Stabilität des Tribosystems gezeigt. Dies bedeutet, dass versetzungsreiche und korngefeinte Randzonen von Vorteil sind. Mughrabi et al. [84] zeigen für Materialien mit unterschiedlichen Korngrößen unterschiedliches Verhalten unter zyklischer Verformung und Ermüdung. Nanokristalline und Ultrafeinkristalline Materialien lagen in ihrer Zeitfestigkeit deutlich unterhalb der mikrokristallinen Materialien. Für die Dauerfestigkeit zeigte sich das Verhalten umgekehrt. Bei den ufk und nk Materialien kam es zur dynamisch und thermisch aktivierten Entfestigung sowie zur Bildung von Scherbändern. Für die tribologische Belastung zeigen sich umgekehrt nk und ufk Materialien als vorteilhaft. Darauß lässt sich eine optimale Endbearbeitung ableiten, wie sie auch nach dem Läppprozess zu sehen ist. Die Randzone sollte nicht zu tief nanokristallin gefeint sein und damit die Scherung erleichtern, welche ihrerseits wieder die Bildung von nanokristallinen Körnern fördert. Der darunterliegende Bereich ab $1\ \mu\text{m}$ sollte mikrokristallin sein, um die Belastungen und Verformungen, welcher ein Bauteil durch wirkende Kräfte (hier Normalkräfte) zumeist ausgesetzt ist, bestmöglich zu ertragen. Beachtet man die hier bereits diskutierte bevorzugte Verschleißentstehung an Inhomogenitäten und auch die in dieser Arbeit beobachtete Verschleißentstehung, so führt eine Endbearbeitung, welche vor allem ein homogenes Gefüge mit bereits nanokristallinen Körnern in der Randzone einstellt, wahrscheinlich zu gutem Einlaufverhalten. Dabei sollte eine zu tiefe Verfestigung aus den oben genannten Gründen der Bauteilbelastung und eventuelle Versprödung vermieden werden. Die Verfestigungsrate sollte die Entfestigungsrate durch Rekristallisation übersteigen können. Dabei ist anzunehmen, dass es während der gesamten tribologischen Belastung zu ständigen Verfestigungs- und Rekristallisationsvorgängen kommt und durch die Belastung lediglich die Dominanz der jeweiligen Prozesse initiiert wird.

Auch wenn sich Kontaktbedingungen von Geschwindigkeit und Normalkraft umgekehrt verhalten und die Ergebnisse im Einfluss auf den Einlauf und auf das umgeformte Volumen ähnlich sind, sind die Mechanismen aufgrund der unterschiedlichen Wirkungsrichtungen doch zu unterscheiden. Es sei hier vor allem der Unterschied ihrer Wirkung auf die Temperatur zu beachten.

Es konnte gezeigt werden, dass es durch Zugspannungen zur erleichterten Ablösung von Verschleißpartikeln kommt. Dies und die Annahme, dass eine durch die Endbearbeitung erzeugte Druckeigenspannung die im Kontakt nötige Flächenpressung reduziert, bevor es zum Fließen des Materials kommt und die Untersuchungen zur Endbearbeitung von Berlet [12], lassen folgern, dass eine Endbearbeitung mit induzierten Druckeigenspannungen einen positiven Einfluss auf den Einlauf haben kann.

Von einem hohen Reibwert konnte in dieser Arbeit nicht automatisch auch auf hohen Verschleiß gefolgert werden. Es zeigten sich aber für alle Versuche mit niedrigem Gesamtmuldenverschleiß auch nanokristalline Bereiche. Die Entstehung des dritten Körpers wurde bereits durch viele Autoren [13, 16, 38, 45, 81, 115] als entscheidend für niedrige Reibungs- und Verschleißwerte beschrieben. Hier konnten Nanokristallinität und chemische Veränderung als Folge von Intermixing in ihrem Einfluss auf den Reibwert getrennt werden. Niedrigste Reibwerte zeigten sich für Proben mit deutlichem Kohlenstoffadsorbateintrag, welcher durch die Grenzreibung bei niedriger Geschwindigkeit gefördert scheint. Die Wechselwirkung des Umgebungsmediums mit dem Werkstoff war entscheidend für den Reibwert und den auftretenden Verschleiß.

Die in dieser Arbeit gemachte Beobachtung von positivem Einfluss der Grenzreibung bei niedrigen Geschwindigkeiten kann nicht automatisch auf additiviertes Öl übertragen werden. Hier ist die Wirkweise oft die Ausbildung von Reaktionsschutzschichten durch Additivreaktionen, welche oft temperaturiniiziert ablaufen. Dies würde bedeuten, dass hier eine erhöhte Geschwindigkeit mit höheren Temperaturen eine verbesserte Wirkung zeigt und Intermixing durch erhöhte Grenzreibungsanteile nicht gewünscht ist. Die Auswirkung von geänderten Schmiermittelbedingungen auf die Einlauffähigkeit der Systeme müsste hier explizit noch geprüft werden.

Kapitel 6

Zusammenfassung

Die tribologischen Eigenschaften unter Berücksichtigung der Mikrostruktur und chemischen Randzonenänderung von den Beispielstählen 56NiCrMoV7 und Ck45 gegen einen Gegenkörper aus C86D, bildeten die Grundlage für die Beurteilung des Einlaufverhaltens von Stahl/Stahl Paarungen unter Berücksichtigung von mikrostrukturellen Veränderungen. Der Parametereinfluss von Geschwindigkeit, Normalkraft und initialer Mikrostruktur während des Einlaufs wurde in einem Stift-Scheibe Tribometer mit verwendetem PAO8 als Schmiermittel getestet. Es stand im Fokus, einlaufbeeinflussende Faktoren mit der Mikrostrukturentwicklung unter tribologischer Last zu korrelieren und, Rückschlüsse über den Einfluss der Mikrostruktur auf niedrige Endreibwerte und Verschleißgrößen zu ziehen, bzw. langfristig allgemeine Informationen zu gewinnen, die eine bessere Vorhersehbarkeit und Steuerung tribologischer Eigenschaften ermöglichen.

Die initiale Randzonenmikrostruktur ist ein entscheidender Parameter, um einen stabilen Einlauf auch bei gesteigerten Normalkräften zu gewährleisten. Es hat sich gezeigt, dass eine zu gering verfestigte Randzone im polierten Zustand zu Inhomogenitäten in der Mikrostrukturausbildung und zum Versagen durch den Mechanismus des „Scuffings“ führt. Für die polierte Variante des Stahls 56NiCrMoV7 zeigte sich eine Konditionierung im Lastkennfeldeinlauf als ausreichend, um ein stabiles Systemverhalten unter hohen Normalkräften zu erreichen. Der polierte Ck45 konnte auch im Lastkennfeld nicht so konditioniert werden, dass er stabil höhere Normalkräfte erreicht ohne Hochverschleiß bei hohen Reibwerten zu zeigen. Es wurde eine modellhafte Erklärung zur Notwendigkeit von Temperaturerhöhungen im Reibkontakt zur erleichterten Ablösung von Atomlagen unter Scherung aufgestellt. Für die geläppte Variante beider Stähle zeigte sich ein ausgeprägt stabiles Einlaufverhalten, welches auf die im verfestigten Zustand schneller ablaufenden

plastischen Verformungsvorgänge sowie die erhöhte Energiedichte am Asperit und die damit verbundene erleichterte Ablösung von Atomlagen zurückzuführen ist.

Für alle Materialpaarungen konnte ein vorerst positiver Einfluss von niedrigen Geschwindigkeiten auf den Reibwertverlauf und ein schnelleres Einlaufverhalten gezeigt werden. Für die polierte Variante konnte eine untere Grenzgeschwindigkeit gefunden werden, ab welcher es zu beginnenden Instabilitäten und veränderten Verschleißmechanismen kommt. Es konnte hier über den Scherdehnungsgradienten ein Zusammenhang zur verringerten, wirkenden Schubspannung gesehen werden. Deformationsprozesse im Volumen laufen hierdurch erschwert ab und es kann weiter angenommen werden, dass die Kontakttemperatur aufgrund der verringerten Geschwindigkeit und damit gleichzeitig erhöhten realen Kontaktfläche sinkt, was in der Folge zum Anstieg der Belastung des Volumens führt, da die Ablösung von Atomlagen unter Scherung erschwert wird. Als Folge erhöht sich der Reibwert. Mechanische Vermischung ist aufgrund der mangelnden Temperaturerhöhung und des großen gescherten Volumens erschwert. Es kommt zur Rissinitiierung an Inhomogenitäten. Für eine zu hohe Geschwindigkeit kann das Gegenteil gesehen werden. Erleichterte Ablösung bei erhöhten Temperaturen führt zur ungenügender Deformation und mechanischen Vermischung des Volumens.

Niedrige Reibwerte konnten mit erhöhter mechanischer Vermischung korreliert werden. Nanokristalline und ultrafeinkristalline Bereiche ohne mechanische Vermischung zeigten zwar geringe Verschleißwerte, aber in der gegebenen Einlaufzeit keine verringerten Reibwerte im Bereich von 0,03 und kleiner.

Für die Topografie konnte ein Grenzwert gesehen werden, ab welchem der Einfluss der Topografie auf den Reibwert den Einfluss von Mikrostruktur und chemischer Änderung im geschmierten System dominiert. Unterhalb dieses Grenzwertes ist keine Korrelation des Reibwertes mit den Rauheitswerten möglich.

Allgemein konnte anhand der Literatur und der hier vorliegenden Ergebnisse der positive Einfluss von Druckeigenspannungen auf den Verschleiß und die Mikrostrukturanpassung unter Scherung herausgestellt werden. Weiter zeigten sich Inhomogenitäten in der Mikrostruktur, welche zum inhomogenen Verhalten des Schubspannungsverlaufs in die Tiefe führen, als Schwachpunkte für mögliche Rissinitiierung. Inhomogenes Verhalten unter Scherung kann durch eine Endbearbeitung, welche ein homogenes, bereits nanokristallines und nicht zu tief gefeintes Gefüge mit induzierten Druckeigenspannungen aufweist, voreingestellt werden. Einläufe unter erhöhter Grenzreibung bei niedriger Geschwindigkeit oder erhöhter Normalkraft führen dann in der Folge zu niedrigeren Endreibwerten

und Verschleiß und zeigen sich schneller abgeschlossen. Diese Ergebnisse müssten unter geänderten Kontakt- und Bewegungsformen sowie für einen deutlich unterschiedlichen Stahl, z.B. einem hochlegierten Stahl mit Ausscheidungen, validiert werden.

Literaturverzeichnis

- [1] ASM Metals Handbook, Band 10th edition. Materials Park, OH: ASM International, 1995.
- [2] Ajayi, O.O., J.G. Hersberger, J. Zhang, H.Yoon und G.R. Fenske: Microstructural evolution during scuffing of hardened 4340 steel - implication for scuffing mechanism. Tribology International, 38, 2005.
- [3] Archard, J.F.: Contact and Rubbing of flat surfaces. J. Appl. Phys, 24, 1953.
- [4] Archard, J.F.: The temperature of rubbing surfaces. Wear, 2(6), 1959.
- [5] Archard, J.F. und R.A. Rowntree: Metallurgical Phase Transformations in the Rubbing of Steels. Proceedings of the Royal Society of London Series A, Mathematical and Physical Sciences, 418(1855), 1988.
- [6] Armbruster, Tim: FIB – Focused Ion Beam, Vortrag zum Seminarkurs 2005. http://www.ti.uni-mannheim.de/lehrstuhl/lehrveranstaltungen/seminar/ss2005/dateien/FIB_-_Focused_Ion_Beam.pdf, 2005. Zuletzt besucht am 27.12.2013.
- [7] Arzt, E.: Size Effects In Materials Due To Microstructural And Dimensional Constraints: A Comparative Review. Acta mater., 46(6), 1998.
- [8] Ball, A.: On the importance of work hardening in the design of wear-resistant materials. Wear, 91, 1983.
- [9] Becker, Stahl: Datenblatt Federdraht, patentiert gezogen. <http://stahlbecker.de/sites/default/files/datasheets/Datenblatt20Federdraht20patentiert20gezogen.pdf>, 2013. Zuletzt besucht am 22.12.2013.
- [10] Begelinger, A. und A.W.J. De Gee: Boundary lubrication of sliding concentrated steel contacts. Wear, 22, 1972.

-
- [11] Berlet, P., M. Dienwiebel und M. Scherge: The effect of sample finishing on the tribology of metal/metal lubricated contacts, 2010.
- [12] Berlet, Peter: Einfluss spanender Endbearbeitung mit geometrisch unbestimmten Schneiden auf tribologische Funktionsflächen im Motorenbau sowie auf Reibung und Verschleiß. Dissertation, Universität Karlsruhe, 2009.
- [13] Berthier, Yves: *Wear: Materials, Mechanisms and Practice*. Wiley-Blackwell, 2005.
- [14] Bhushan, Bharat: Contact mechanics of rough surfaces in tribology: Single asperity contact. *Appl. Mech. Rev.* 29 (8), 1996.
- [15] Bhushan, Bharat: *PRINCIPLES and APPLICATIONS of TRIBOLOGY*. John Wiley & Sons, 1999.
- [16] Blau, Peter J.: Running-in: Art or Engineering? *J. Materials Engineering* 13 (1), 1991.
- [17] Blok, H.: Theoretical study of temperature rise at surfaces of actual contact under oiliness lubricating conditions. *Proc. Gen. Discuss. Lubr.*, 2, 1937.
- [18] Bowden, Frank Philip und David Tabor: *The Friction and Lubrication of Solids*. Oxford University Press, 1950.
- [19] Carltona, Christopher und P. J. Ferreira: What is Behind the Inverse Hall-Petch Behavior in Nanocrystalline Materials? *MRS Proceedings*, 976, 2006.
- [20] Chang, H., C.J. Altstetter und R.S. Averback: Characteristics of nanophase TiAl produced by inert gas condensation. *Advanced Mat. and Process.* eds. K.S. Shin, J.K. Yoon, S.J. Kim, 1995.
- [21] Chokshi, A.H., A. Rosen, J. Karch und H. Gleiter: On the validity of the Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials. *Scripta Metall. et Mater.*, 23, 1989.
- [22] Czichos, Horst: *Tribology: a system approach to the science and technology of friction, lubrication and wear*. Elsevier Science, 1978.
- [23] Czichos, Horst und Karl-Heinz Habig: *Tribologie-Handbuch*. Vieweg+Teubner Verlag, 2010.
- [24] Dautzenberg, J.H.: The role of dynamic recrystallization in dry sliding wear. *Wear*, 60, 1980.

-
- [25] Dowson, Duncan: Elastohydrodynamic and micro-elastohydrodynamic lubrication. *Wear*, 190, 1995.
- [26] Dyson, A.: Scuffing - a review. *Tribology International*, 8, 1975.
- [27] Edington, Jeffrey William: *Practical Electron Microscopy in Materials Science*. Van Nostrand Reinhold Co., 1976.
- [28] Emge, A., S. Karthikeyan und D. A. Rigney: The effects of sliding velocity and sliding time on nanocrystalline tribolayer development and properties in copper. *Wear*, 267, 2009.
- [29] FD. Stouffer, L. T. Dames: *Inelastic Deformation of Metals*. John Wiley Sons, Inc., 1996.
- [30] Fein, R.S. und K.L.Kreuz: Chemistry of boundary lubrication of steel by hydrocarbons. *ASLE Transaction*, 8, 1965.
- [31] Fidler, J.: *Grundlagen der Elektronenmikroskopie, Vorlesungsskriptum*. Institut für Festkörperphysik, TU Wien, 2004.
- [32] Fillot, N., I. Irodanoff und Yves Berthier: Simulation of wear through mass balance in a dry contact. *ASME J. Tribol.*, 127 (1), 2005.
- [33] Fischer, A.: *Einfluß der Temperatur auf das tribologische Verhalten metallischer Werkstoffe*. Habilitationsschrift, Ruhr Universität Bochum, 1994.
- [34] Fleischer, G.: Zur Energetik der Reibung. *Wissenschaftliche Zeitschrift der Technischen Universität „Otto von Guericke“, Magdeburg* 34, Heft 8, S.55-66, 1990.
- [35] Gahr, K.-H. Zum: *Microstructure and Wear of Materials*. Tribology Series, 10, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, Netherlands, 1987.
- [36] Gahr, Karl-Heinz Zum: *Microstructure and wear of materials*. Elsevier Verlag, 1987.
- [37] Gesellschaft für Tribologie e.V.: *GfT Arbeitsblatt 7: Tribologie–Verschleiß, Reibung, Definitionen, Begriffe, Prüfung*, 2002.
- [38] Godet, Maurice: *The Third-Body Approach: A Mechanical View of Wear*. *Wear* 100, 1984.
- [39] Godfrey, Douglas: Iron oxides and Rust (Hydrated Iron Oxides) in Tribology. *Journal of the Society of Tribologists and Lubrication Engineers*, 55, 1999.

-
- [40] Gutkin, M.Y. und I.A. Ovid'do: Plastic Deformation in Nanocrystalline Materials. In: R. Hull, R.M. Osgood, J. Parisi, H. Warlimont (Hrsg.), Berlin: Springer, 2004.
- [41] Habig, Karl-Heinz: Verschleiß und Härte von Werkstoffen. Carl Hanser Verlag, München Wien, 1980.
- [42] Hahn, H., P. Mondal und K.A. Padmanabhan: Plastic Deformation of Nanocrystalline Material. *Nanostructured Materials*, 9, 1997.
- [43] Hahn, Mareike Susanne: Mikrostrukturelle Veränderungen in der Zylinderlaufbahn von PKW Dieselmotoren aus Grauguss und mittels thermischer Spritzverfahren hergestellter Stahlschichten. Dissertation, Universität Duisburg-Essen, 2012.
- [44] Heilmann, P. und D.A. Rigney: An Energy Based Model of Friction and its Application to Coated Systems. D. Dowson et al. (Eds.) *The Running-In Process in Tribology*, Butterworth, Guilford, 1982.
- [45] Heilmann, P. und D.A. Rigney: Running-in Process affecting Friction and Wear. D. Dowson et al. (Eds.) *The Running-In Process in Tribology*, Butterworth, Guilford, 1982.
- [46] Hersey, M.D.: The laws of lubrication of horizontal journal bearings. *J. Wash. Acad. Sci.* 4, 1994.
- [47] Hirth, J.P. und D.A. Rigney: A Crystal plasticity and the delamination theory of wear. *Wear*, 33, 1976.
- [48] Holmberg, K. und A. Matthews: *Coating Tribology*. Tribology Series 28, D. Dowson, Elsevier Science B.V., 1994.
- [49] Holzapfel, Christoph: *Methoden und Maschinenteknik für die Qualitätssicherung von Mikroteilen*. Grin Verlag, 2013.
- [50] Homola, A. M., J. N. Israelachvili, P. M. McGuiggan und M.L. Gee: Fundamental experimental studies in tribology: The transition from „interfacial“ friction of undamaged molecularly smooth surfaces to „normal“ friction with wear. *Wear*, 136, 1990.
- [51] Hornbogen, E.: On the Martensite Start Temperature. *Ms. Z. Metallkunde* 75 (10), 1982.

-
- [52] Hornbogen, E.: Trockene Reibung, in K.H. Zum Gahr (Ed.) Reibung und Verschleiß bei metallischen und nichtmetallischen Werkstoffen. DGM-Informationsgesellschaft m.b.H., Adenauerallee 21, 6370 Oberursel, 1990.
- [53] Hornbogen, E. und B. Skrotzki: Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe. Berlin, Springer, 2009.
- [54] Hsu, S.M. und E.E. Klaus: Some chemical effects in boundary lubrication Part I: Base oil-metall interaction. Trans. ASLE, 22, 1979.
- [55] Hsu, Stephen M.: Molecular basis of lubrication. Tribology International, 37, 2004.
- [56] Hutchings, I. M.: A Model for the Erosion of Metals by Spherical Particles at Normal Incidence. Wear, 70, 1981.
- [57] Jacobson, S. und S. Hogmark: Surface modifications in tribological contacts. Wear, 266, 2009.
- [58] Jr., J. L. Young, D. Kuhlmann-Wilsdorf und R. Hull: The generation of mechanically mixed layers (MMLs) during sliding contact and the effects of lubricant thereon? Wear, 246, 2000.
- [59] K. Okazaki, K. Kim und: Nano-crystalline consolidation by MA powders by EDC. Mater. Sci. Forum, 553, 1992.
- [60] Kalin, M. und A. Pogačnik: Criteria and properties of the asperity peaks on 3D engineering surfaces. Wear, 308, 2013.
- [61] Kalin, Mitjan: Influence of flash temperatures on the tribological behavior in low-speed sliding: a review. Materials Science and Engineering, A 374, 2004.
- [62] Kawamoto, M. und K. Okabayashi: Study of Dry Sliding Wear of Cast Iron as a Function of Surface Temperature. Wear, 58, 1980.
- [63] Kayaba, T., K. Kato und K. Hokkirigawa: Experimental analysis of the yield criterion for a hard asperity sliding on a soft flat surface. Wear, 96 (2).
- [64] Kayaba, T., K. Kato und K. Hokkirigawa: Theoretical analysis of the plastic yielding of a hard asperity sliding on a soft flat surface. Wear, 87 (2), 1983.
- [65] Kehrwald, B.: Untersuchung der Vorgänge in tribologischen Systemen während des Einlaufs. IAVF-Bericht, Insitut für angewandte Verschleißforschung GmbH, 1998.

- [66] Key to Metals AG. <http://www.keytometals.com>.
- [67] Kong, H.S. und M.F. Ashby: Friction Heating Maps and Their Application. MRS Bull, 16 (10), 1991.
- [68] Kranz, Dr. Christine und Prof. Boris Mizaikoff: Mikroskopie mit fokussierten Ionenstrahlen. <http://www.git-labor.de/forschung/materialien/mikroskopie-mit-fokussierten-ionenstrahlen>, 05 2013. Zuletzt besucht am 26.12.2013.
- [69] Kuhlmann-Wilsdorf, D.: Demystifying Flash Temperatures I. Analytical Expressions Based on a Simple Model. Mater. Sci. Eng., 93, 1987.
- [70] Kuhlmann-Wilsdorf, D.: Demystifying Flash Temperatures II. First Order Approximation for Plastic Contact Spots. Mater. Sci. Eng., 93, 1987.
- [71] Kuhlmann-Wilsdorf, D.: What role of contact spots and dislocations in friction and wear? Wear, 200, 1996.
- [72] Kuhlmann-Wilsdorf, D., D.D. Makel und N.A. Sondergaard: Refinement of Flash Temperature Calculations (Proc. Conf.) F.A. Schmidt, P.J. Blau (Eds.). Engineered Materials for Advanced Friction and Wear Applications, 1988.
- [73] Latapie, A. und D. Farkas. Scripta Materialia, 48 (5).
- [74] Legros, M., D.S. Gianola und K.J. Hemker: In situ TEM observations of fast grain-boundary motion in stressed nanocrystalline aluminum films. Acta Materialia, 56, 2008.
- [75] Leśniewski, T. und S. Krawiec: The effect of ball hardness on four-ball wear test results. Wear, 267 (7-8), 2008.
- [76] Liao, Y., E. Hoffman, M. Wimmer, A. Fischer, J. Jacobs und L. Marks: CoCrMo metal-on-metal hip replacements. Phys. Chem. Chem. Phys., 15 (3), 2013.
- [77] Lichtenberg, Klaudia: Einlaufverhalten von poliertem Stahl 56NiCrMoV7 unter Berücksichtigung der Mikrostruktur. Diplomarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, April 2013.
- [78] Ludema, K.C.: A review of scuffing and running-in of lubricated surfaces with asperities and oxides in perspective. Wear, 100, 1984.

-
- [79] M. Sedlaček, L.M.S. Vilhena, B. Podgornik J. Vižintin: Surface topography modelling for reduced friction. *Journal of mechanical Engineering*, 57, 2011.
- [80] Machleidt, T., D. Kollhoff, O. Dathe, D. Kapusi, R. Nestler und K.-H. Franke: Nutzung von Farbkameras für die 3D-Oberflächenmessung mittels Weißlichtinterferometrie. 16. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme, 2012.
- [81] M.D. Sexton, T.E. Fischer: The mild wear of 52100 Steel. *Wear*, 96 (1), 1984.
- [82] Meyer, K. und H. Kloss: Übertragbarkeit von Freßverschleißergebnissen aus Modellaperaturen auf praxisnahe Bedingungen, Teil I: Grundlagen und Kriterien zur Bewertung des ep-Verhaltens von Schmierstoffen. *Schmierungstechnik*, 1990.
- [83] Moulder, John F., William F. Stickle und Peter E. Sobol: *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*. Physical Electronics, 1993.
- [84] Mughrabi, H. und H.-W. Höppel: Cyclic deformation and fatigue properties of very fine-grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue*, 2010.
- [85] P. Heilmann, D.A. Rigney: An Energy Based Model of Friction and its Application to Coated Systems. *Wear*, 72, 1981.
- [86] Padmanabhan, K.A., R. Nitsche und H. Hahn: On the deformation of nanocrystalline metals and ceramics. *Proceed. of EUROMAT-95*, 1995.
- [87] Panin, V., A. Kolubaev, S. Tarasov und V. Popov: Subsurface layer formation during sliding friction. *Wear*, 249, 2002.
- [88] Pastewka, L., Robbins M. Persson B.N.J.: On the Validity of the Method of Recuction of Dimensionality: Area of Contact, Average Interfacial Separation and Contact Stiffness. *Tribol. Lett.*, 52, 2013.
- [89] Quinn, T.F.J.: The role of oxidation in the mild wear of steel. *Brith. J. Appl. Phys.*, 1962.
- [90] Quinn, T.F.J.: Oxidational wear. *Wear*, 18 (5), 1971.
- [91] Quinn, T.F.J., D.M. Rowson und J.L. Sullivan: Application of the oxidational theory of mild wear to the sliding wear of low alloy steel. *Wear*, 65, 1980.
- [92] Rabinowicz, E.: The Temperature Rise at Sliding Electrical Contacts. *Wear*, 78, 1982.

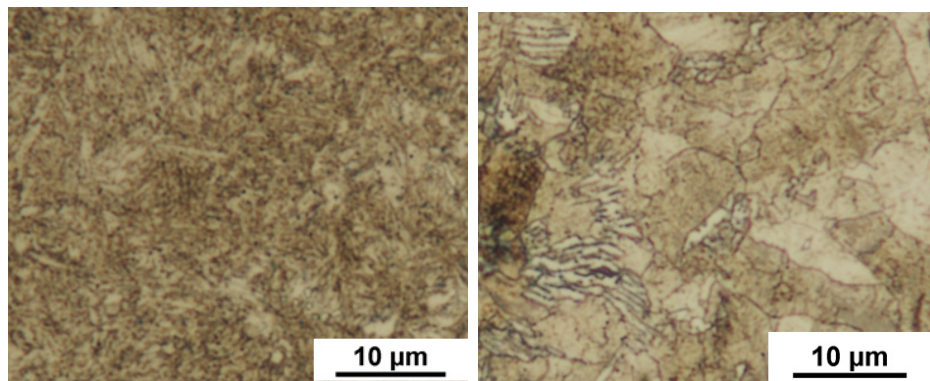
-
- [93] Rabinowicz, E.: The least wear. *Wear* 100, 1-3, 1984.
- [94] Reimer, L.: *Scanning Electron Microscopy - Physics of Image formation and Microanalysis*. Berlin, Heidelberg, New York: Springer Verlag, 1998.
- [95] Rigney, D.A., X.Y. Fu, J.E. Hammerberg, B.L. Holian und M.L. Falk: Examples of structural evolution during sliding and shear of ductile materials. *Scripta Materialia*, 49, 2003.
- [96] Rigney, D.A. und W.A. Glaeser: The significance of near surface microstructure in the wear process. *Wear* 46 (1).
- [97] Rigney, D.A., M.G.S. Naylor, R. Divakar und L.K. Ives: Low energy dislocations structures caused by sliding and by particle. *Materials Science and Engineering*, 81, 1986.
- [98] Rigney, David: Comments on the sliding wear of metals. *Wear of Metals*, 30 (5), 1997.
- [99] Rigney, David: Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials. *Wear*, 245, 2000.
- [100] Rigney, David A.: Large strain associated with sliding contact of metals. *Mater. Res. Innov.* 1(4), 1998.
- [101] Ritchie, R.O.: On the Relationship between delamination wear and the initiation and growth of fatigue cracks in ultrahigh strength steel. *Fundamentals of Tribology*, 1980.
- [102] Rogers, H.C.: Adiabatic plastic deformation. *Ann. Rev. Mater. Sci.*, 9, 1979.
- [103] Saada, G.: Hall-Petch revisited. *Materials Science and Engineering*, 400-401, 2005.
- [104] Sakamoto, T. und T. Tsukizoe: Deformation and wear behaviour of the junction in quasi-scratch friction. *Wear*, 48, 1978.
- [105] Salesky, W.J., R.M. Fischer, R.O. Ritchie und G. Thomas: *The nature and origin of sliding wear debris from steels*. Berkley, University of California, 1984.
- [106] Samerski, Ingo: *Verschleiß von kraftstoffgeschmierten Stahl-Stahl-Paarungen unter multidirektionaler reversierender Gleitbewegung*. Dissertation, Universität Duisburg-Essen, 2009.

-
- [107] Scherge, M. und K. Poehlmann: Verschleißmechanismen bei moderater und extremer Grenzreibung. *Matwiss. u. Werkstofftech.*, 35 (10-11), 2004.
- [108] Scherge, M., K. Poehlmann und A Gervé: Wear measurement using radionuclide-technique (RNT). *Wear*, 254, 2003.
- [109] Scherge, M., D. Shakhvorostov und K. Poehlmann: Fundamental wear mechanism of metals. *Wear*, 255, 2003.
- [110] Schiøtz, Jakob, Francesco d. Di Tolla und Karsten W. Jacobsen: Softening of nanocrystalline metals at very small grain size. *Nature*, 391, 1998.
- [111] Schipper, D.J.: Transition in the Lubrication of Concentrated Contacts. Dissertation, Universität Twente, Enschede, Niederlande, 1998.
- [112] Schmaltz, G.: Technische Oberflächenkunde: Feingestalt und Eigenschaften von Grenzflächen technischer Körper. Springer, 1936.
- [113] Shakhvorostov, D., H. Pinto, A. Pyzalla, S. Enders, K. Pöhlmann und M. Scherge: Struktur-, Härte- und Spannungsmessungen von lgeschmeierten Metall-Metall Tribokontakten. *Matwiss. u. Werkstofftech.*, 35 (10-11), 2004.
- [114] Shakhvorostov, Dmitry, Klaus Pöhlmann und Matthias Scherge: An energetic approach to friction, wear and temperature. *Wear*, 257, 2004.
- [115] Shakhvorostov, Dmitry, Klaus Pöhlmann und Matthias Scherge: Structure and mechanical properties of tribologically induced nanolayers. *Wear*, 260, 2006.
- [116] Stribeck, R.: Die wesentlichen Eigenschaften der Gleit- und Rollenlager. *Zeitschrift des Vereins Deutscher Ingenieure*, 46 (36, 38), 1902.
- [117] Suh, N.P.: An Overview of the Delamination Theory of Wear. *Wear*, 44, 1977.
- [118] Sullivan, J.L.: Boundary lubrication and oxidational wear. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 19(10), 1986.
- [119] Tabor, D.: Junction growth in metallic friction: the role of combined stresses and surface contamination. Communicated by F.P. Bowden, F.R.S., 1959.
- [120] Taylor, A.: Science review of internal combustion engines. *Energy Policy*, 36 (12), 2008.

- [121] Umemoto, M., Y. Todaka, J. G. Li und K. Tsuchiya: Nanocrystalline Structure in Steels Produced by Various Severe Plastic Deformation Processes. *Materials Science Forum*, 503-504, 2006.
- [122] Vieweg, Benito Fernando: Entwicklung und Anwendung neuartiger Präparationsverfahren für die Transmissionselektronenmikroskopie von dünnen Schichten, Nanopartikeln und Kristalldefekten. Dissertation, Technische Fakultät der Universität Erlangen-Nürnberg, 2012.
- [123] Volkert, C.A. und A.M. Minor: Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining. *MRS Bulletin*, 2007.
- [124] Vollertsen, Frank und Sigmund Vogler: Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur. Hauser Verlag, 1989.
- [125] Wanga, X., D. Maoa, X. Weia, J. Lib, H. Mengc und W. Wanga: The sliding friction induced atom diffusion in the deformation layer of 0.45 % C steel rubbed against Tin alloy. *Tribology International*, 64, 2013.
- [126] Weertmann, J.R.: Hall-Petch strengthening in nanocrystalline metals. *Mater. Scie. Eng. A*, 166, 1993.
- [127] Williams, David B. und C. Barry Carter: *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. Springer New York, 2009.
- [128] Yves Berthier, Nicolas Fillot und Ivan Jordanoff: Wear modeling and the third body concept. *Wear*, 262, 2006.

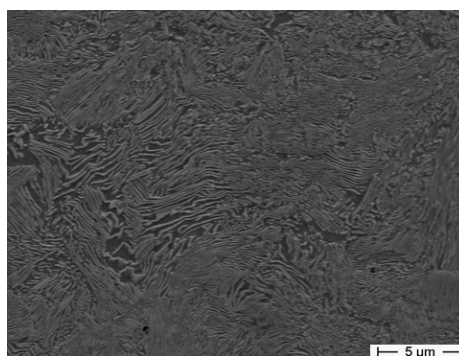
Anhang A

Kapitel 4 - Experimentelle und analytische Methoden



(a) 56NiCrMoV7-Scheibe

(b) Ck45-Scheibe



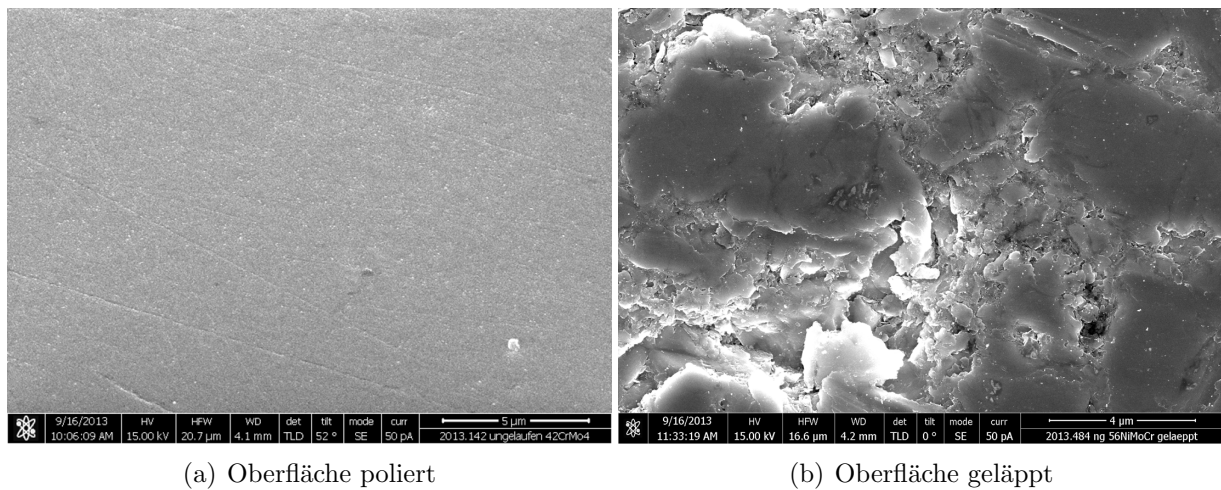
(c) C86D-Stift

Abbildung A.1: Lichtmikroskopaufnahmen von Querschliffen der wärmebehandelten Endzustände der Tribometerscheiben und des Stiftes

Anhang B

Kapitel 5 – Einflussfaktoren Einlauf

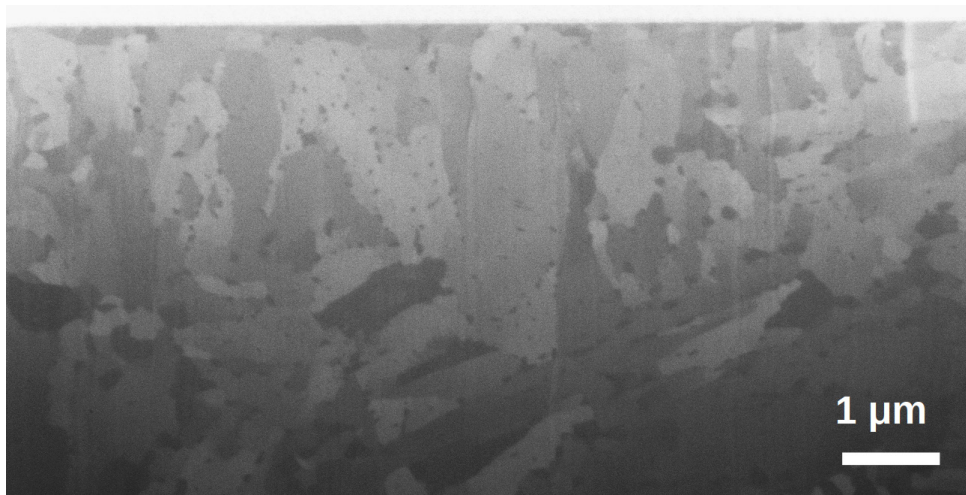
B.1 Ausgangsmaterialien



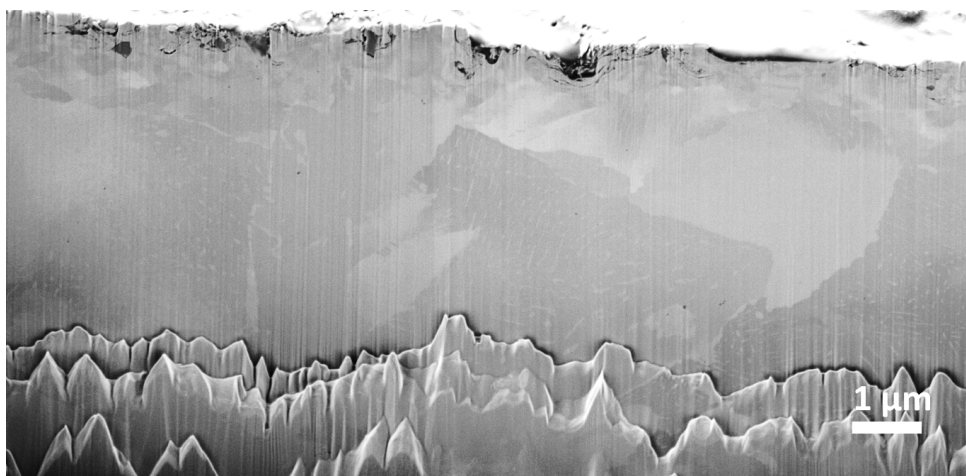
(a) Oberfläche poliert

(b) Oberfläche geläppt

Abbildung B.1: REM-Aufnahmen der initialen Oberflächen im geläppten und polierten Zustand des Stahls 56NiCrMoV7 .

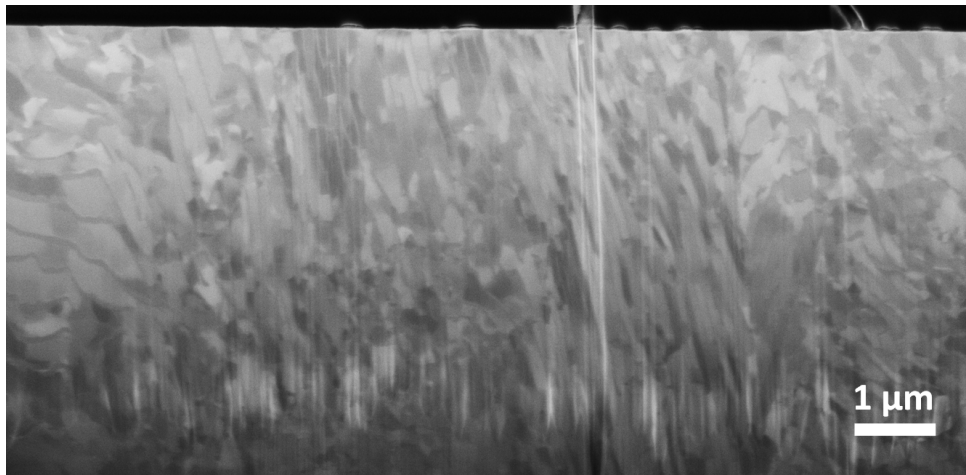


(a) Ck45-poliert



(b) Ck45-geläppt

Abbildung B.2: REM-Aufnahmen von FIB-Schnitten der Ausgangsrandzone im geläppten und polierten Zustand .



(a) C86D-polirt



(b) C86D-geläppt

Abbildung B.3: REM-Aufnahme eines FIB-Querschnitts der Ausgangsrandzone im geläppten und polierten Zustand .

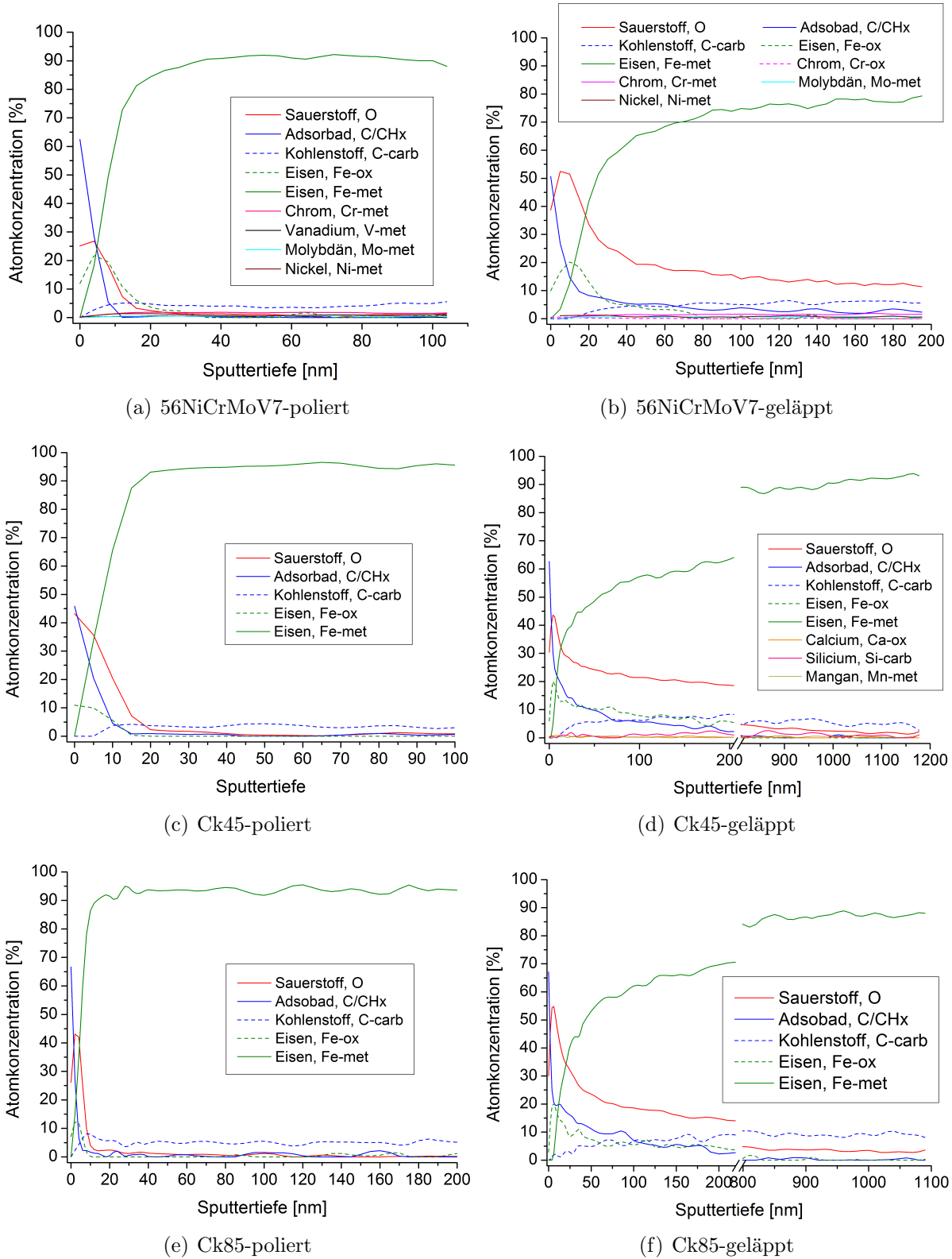


Abbildung B.4: Tiefenprofile der Ausgangsmaterialien im geläppten und polierten Zustand.

B.2 Einfluss der initialen Mikrostruktur

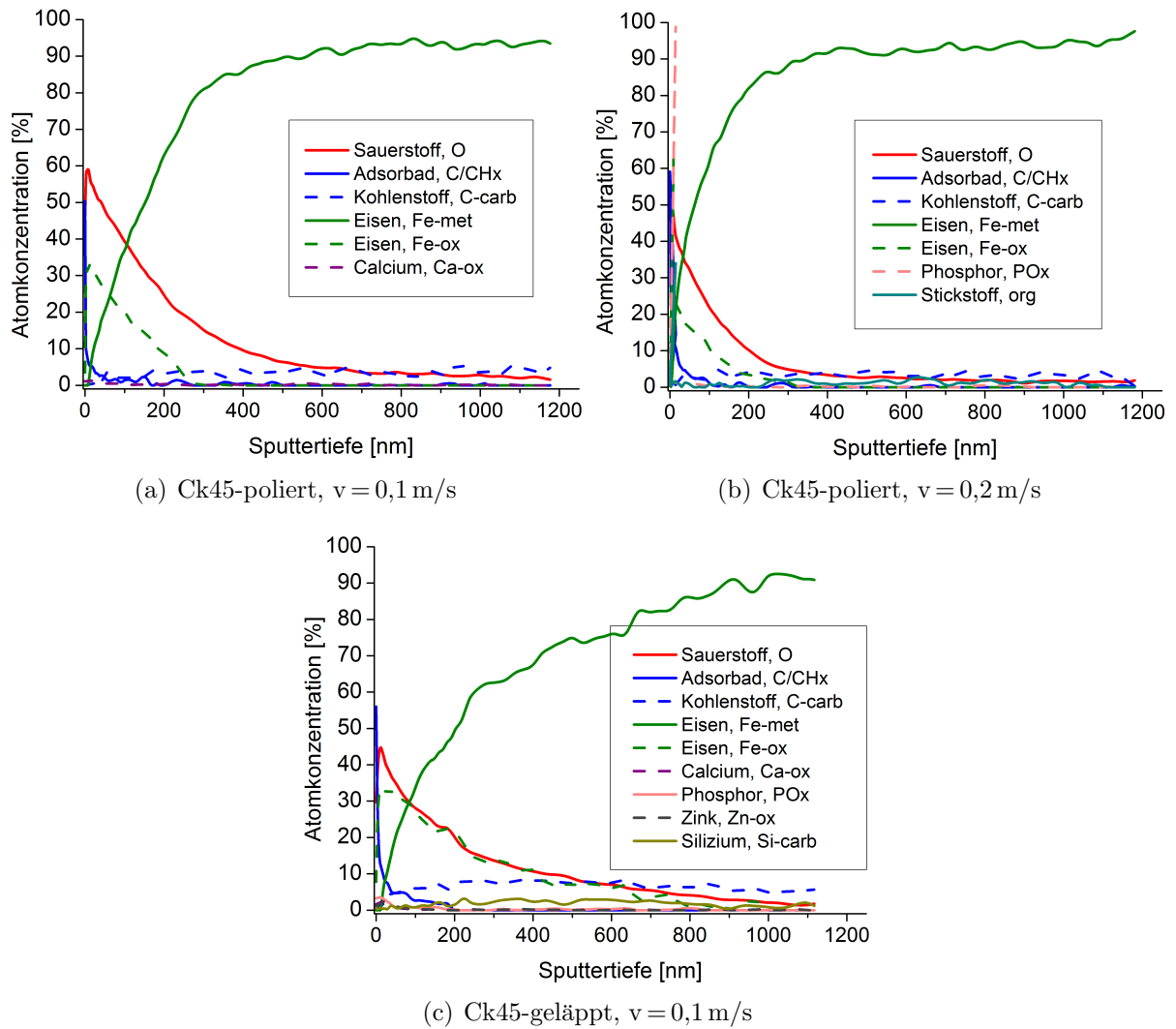


Abbildung B.5: Tiefenprofile des Stahls Ck45 im geläpften und polierten Ausgangszustand nach angegebener Belastung.

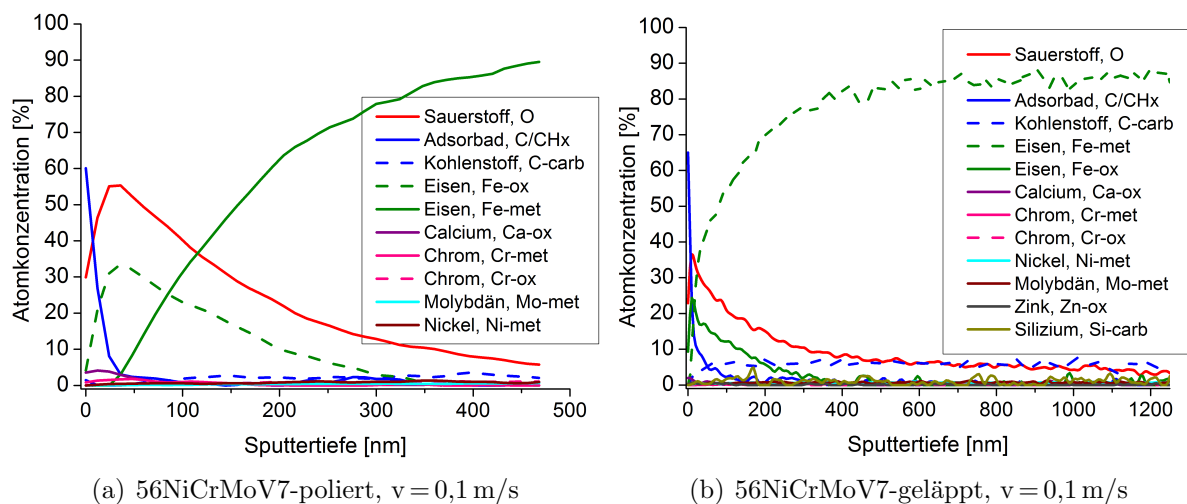


Abbildung B.6: Tiefenprofile des Stahls 56NiCrMoV7 im geläppten und polierten Ausgangszustand nach angegebener Belastung.

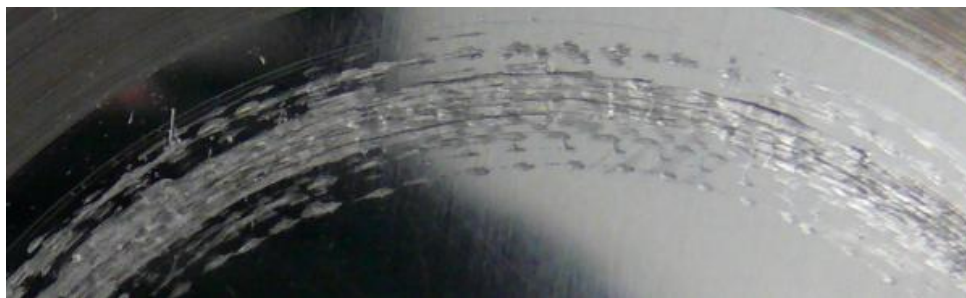


Abbildung B.7: Lichtmikroskopische Aufnahme einer Reibspur der polierten Variante nach Versagen bei direkter Beanspruchung mit einer Normalkraft von größer 100 N.

B.3 Verschleißmessungen

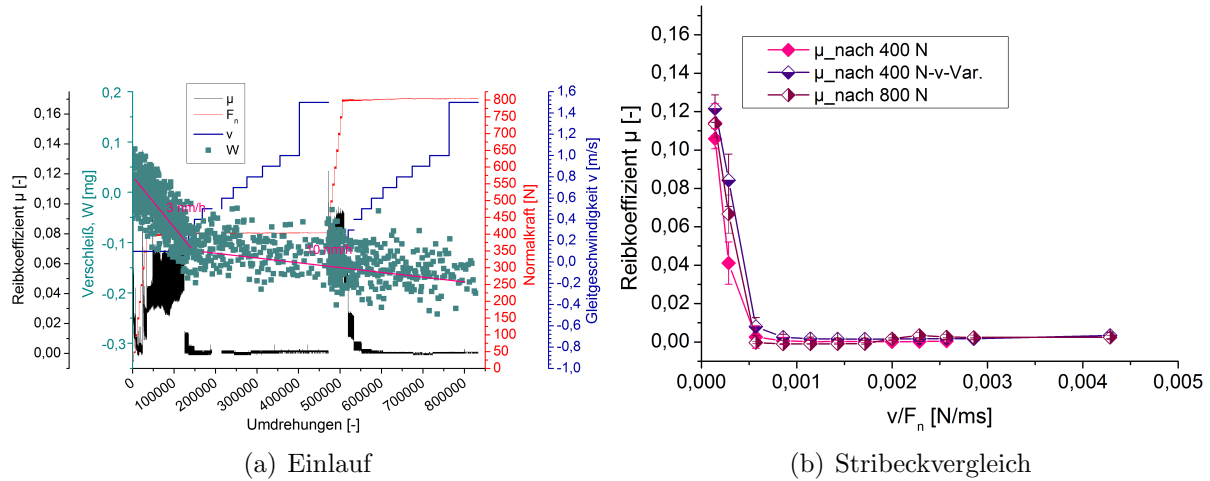
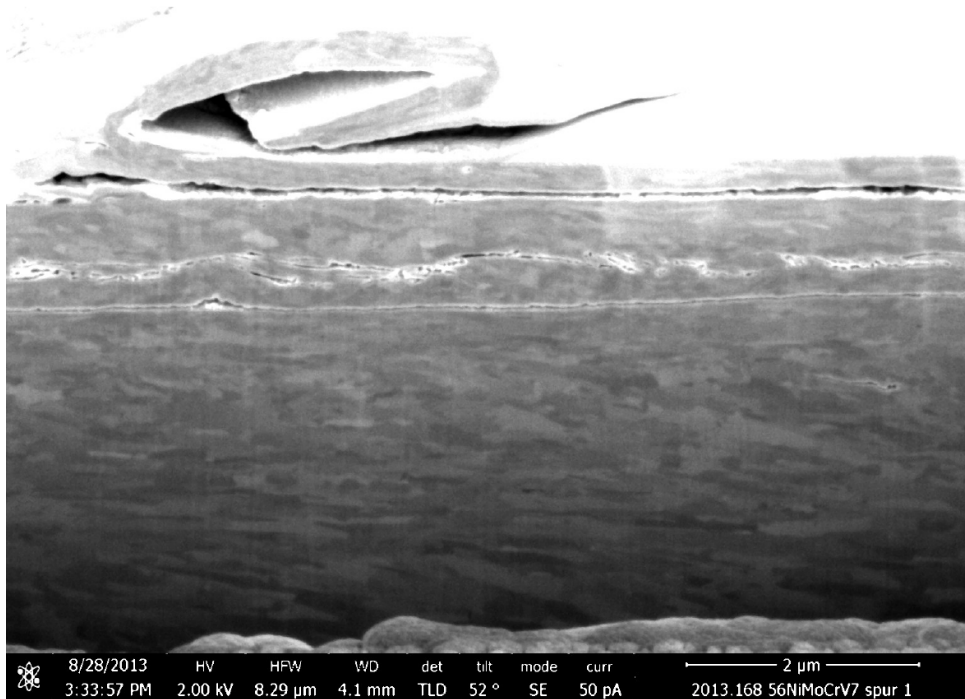
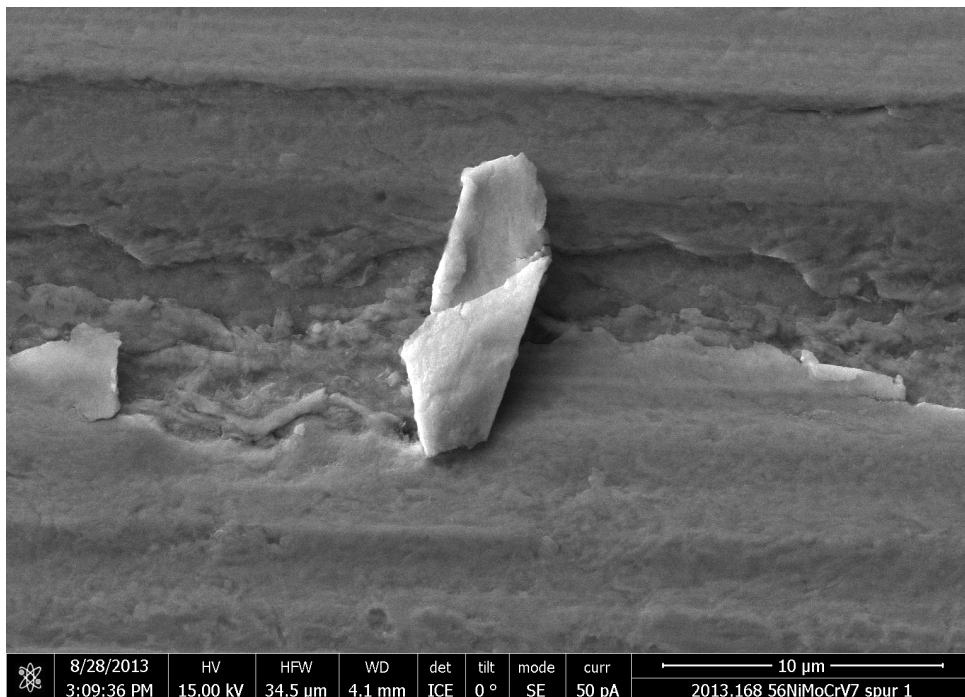


Abbildung B.8: a) Verschleißmessungen mit Radionuklidtechnik des Systems $^{56}\text{NiCrMoV7}$ -poliert im Lastkennfeldeinlauf mit zusätzlicher Geschwindigkeitsvariation. Negativer Verschleiß, aufgrund von Restaktivität in Messanlage bei Versuchsstart. Negativer Verschleiß entspricht der Aktivitätsabnahme der Restaktivität. Nach einer Aktivitätskorrektur ergibt sich eine Verschleißrate von circa 3 nm/h in der Standardeinlaufroutine und von circa 10 nm/h nach Steigerung der Geschwindigkeit. b) Stribeckvergleich nach 400N, nach Geschwindigkeitsvariation und nach 800N, zeigt leichte Verschlechterung des Reibwertes nach Geschwindigkeitserhöhung.



(a) FIB-Schnitt



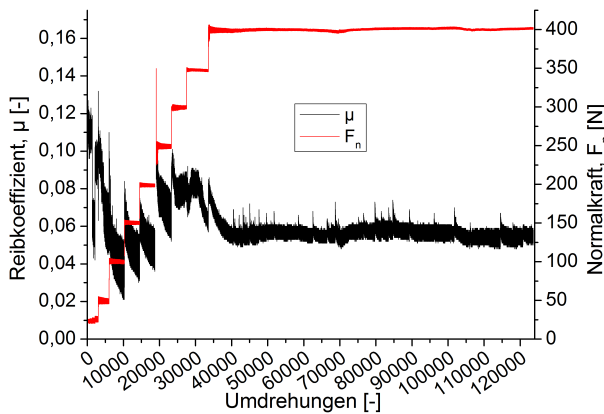
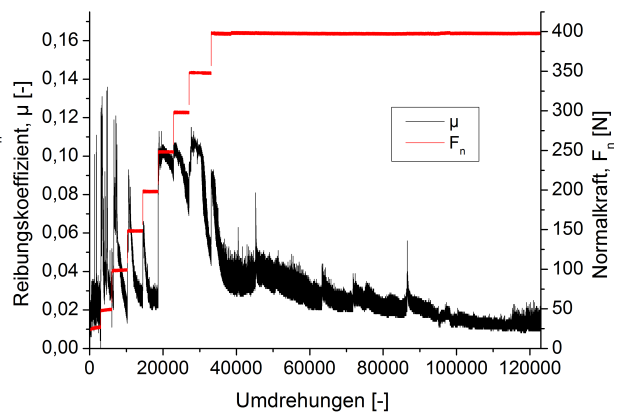
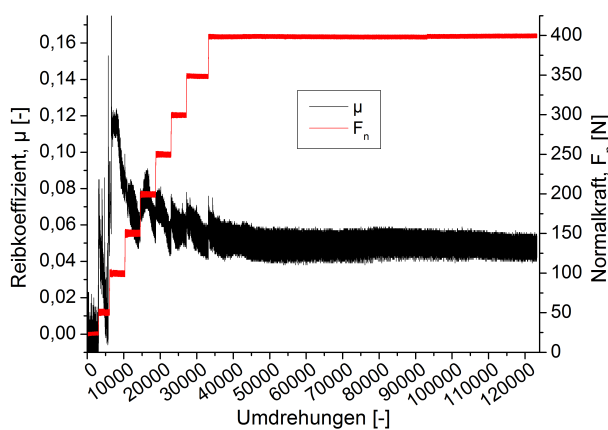
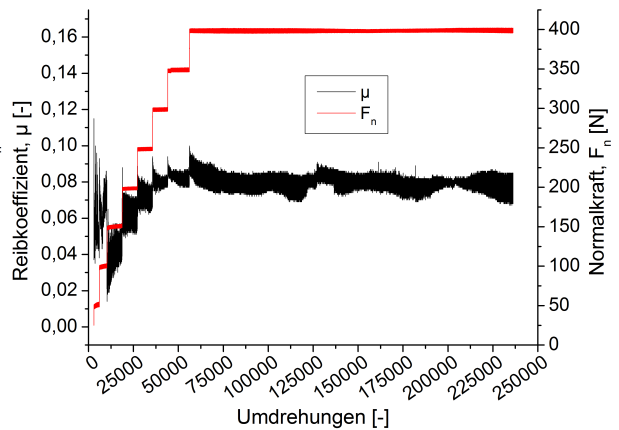
(b) Oberfläche

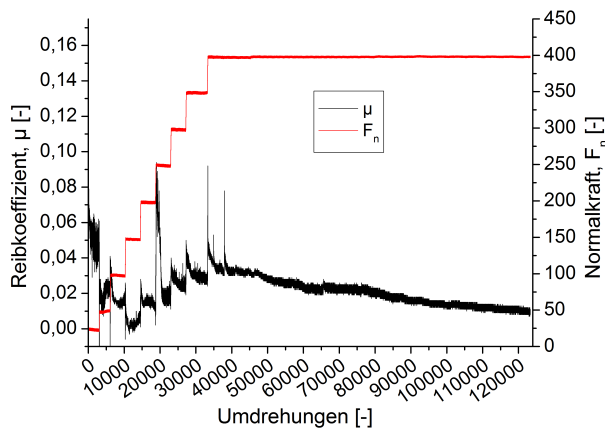
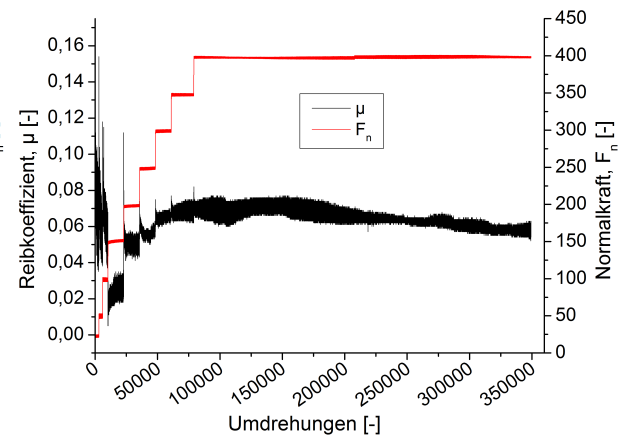
Abbildung B.9: REM-Aufnahmen von aufgerolltem Span gegen die Reibrichtung bei sichtbarer Delamination im Abbruchversuch. Einlaufgeschwindigkeit $v = 0,05$ m/s, Normalkraftabbruch $F_n = 400$ N-Anfang. Belastungsrichtung von rechts nach links.

B.4 Einfluss der Geschwindigkeit

B.4.1 Einlaufkurven zur polierten Variante 56NiCrMoV7

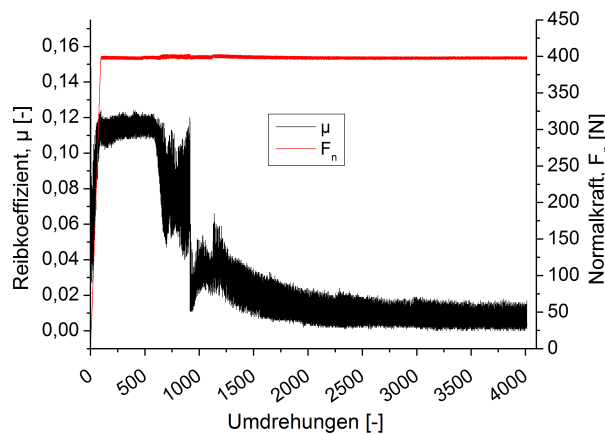
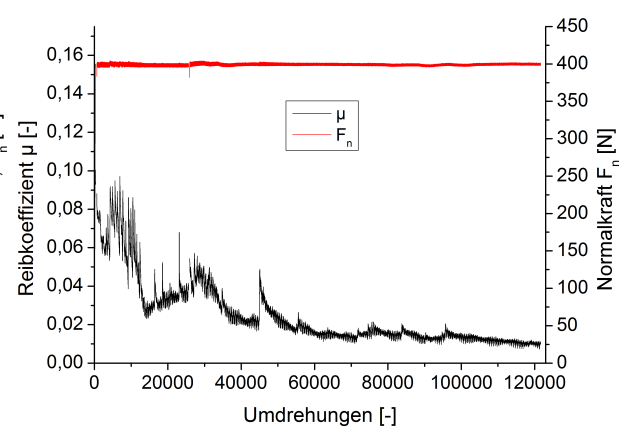
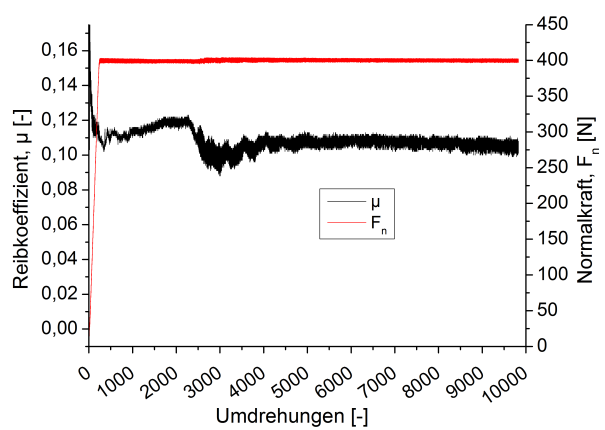
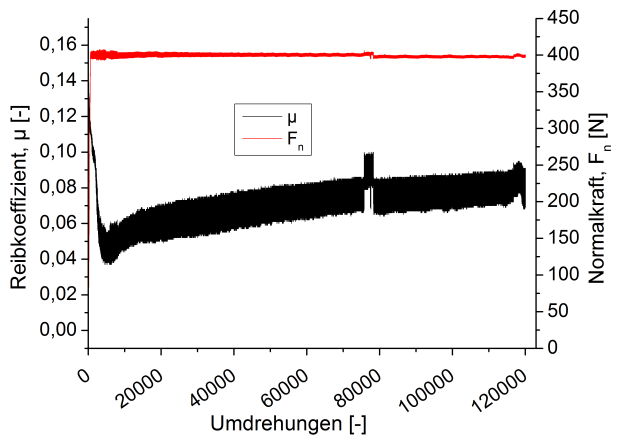
Einlaufkurven zu Stribeckvergleich der polierten Variante des Systems 56NiCrMoV7 in Abbildung 4.11 a) und b) auf Seite 51.

Abbildung B.10: $v = 0,05 \text{ m/s}$, $t = 80 \text{ h}$ Abbildung B.11: $v = 0,1 \text{ m/s}$, $t = 39 \text{ h}$ Abbildung B.12: $v = 0,2 \text{ m/s}$, $t = 20 \text{ h}$ Abbildung B.13: $v = 0,2 \text{ m/s}$, $t = 39 \text{ h}$

Abbildung B.14: $v = 0,3 \text{ m/s}$, $t = 13,5 \text{ h}$ Abbildung B.15: $v = 0,3 \text{ m/s}$, $t = 39 \text{ h}$

B.4.2 Einlaufkurven zur geläppten Variante 56NiCrMoV7

Einlaufkurven zu Stribeckvergleich der geläppten Variante des Systems 56NiCrMoV7 in Abbildung 4.11 c) und d) auf Seite 51

Abbildung B.16: $v = 0,05 \text{ m/s}$, $t = 4,5 \text{ h}$ Abbildung B.17: $v = 0,1 \text{ m/s}$, $t = 39 \text{ h}$ Abbildung B.18: $v = 0,1 \text{ m/s}$, $t = 4,5 \text{ h}$ Abbildung B.19: $v = 0,2 \text{ m/s}$, $t = 20 \text{ h}$

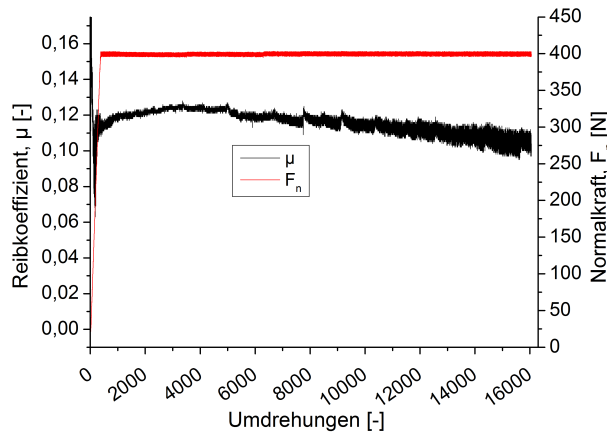


Abbildung B.20: $v = 0,2 \text{ m/s}$, $t = 4,5 \text{ h}$

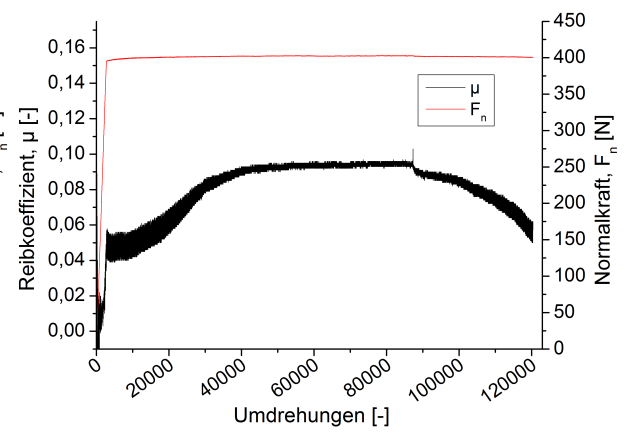
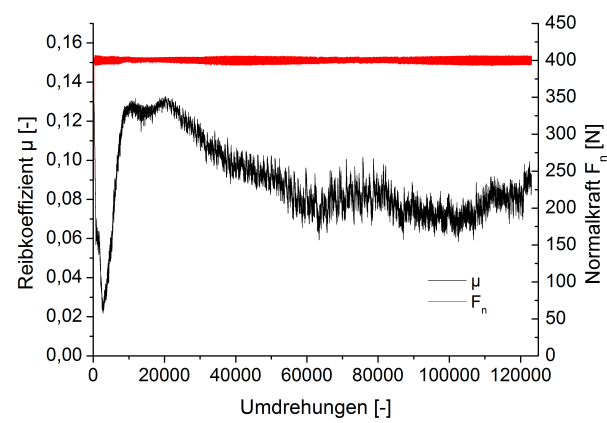
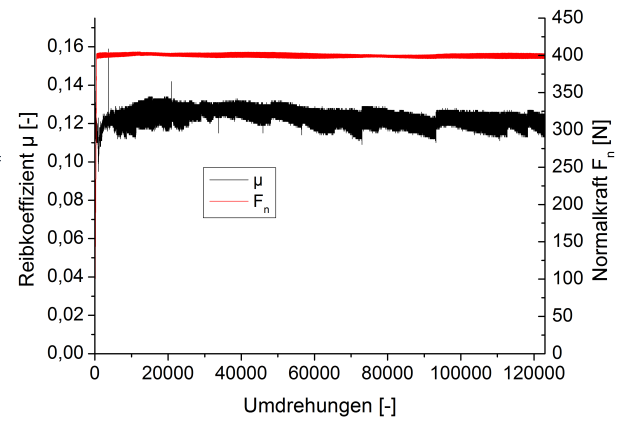


Abbildung B.21: $v = 1,5 \text{ m/s}$, $t = 4,5 \text{ h}$

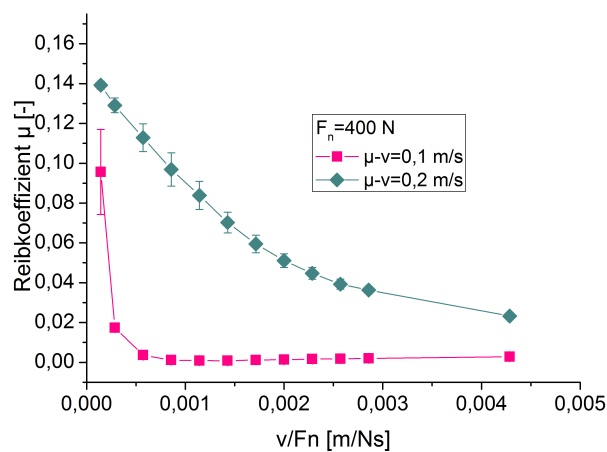
B.4.3 Einlaufkurven zur geläpten Variante Ck45



(a) $v = 0,1 \text{ m/s}$



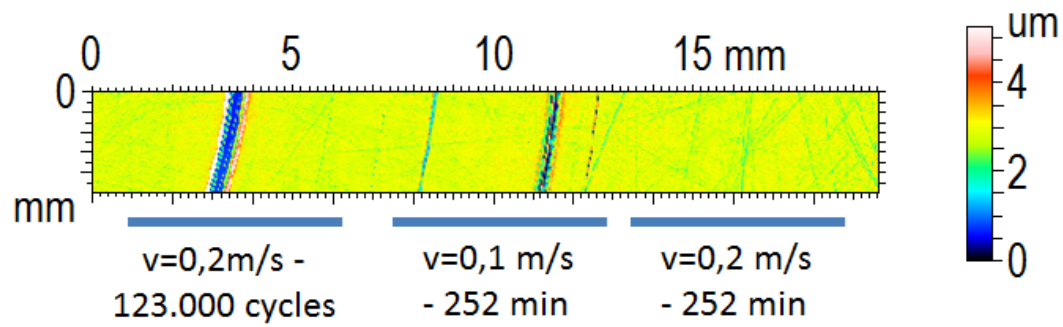
(b) $v = 0,2 \text{ m/s}$



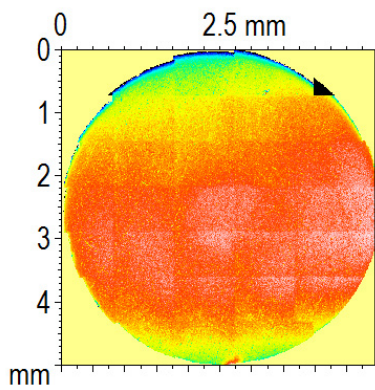
(c) Stribeckvergleich

Abbildung B.22: Einlaufvergleich an Ck45 geläpt für verschiedene Geschwindigkeiten.

B.4.4 Topografie nach Einlauf der geläpften Variante



(a) 56NiCrMoV7



(b) Stift initial

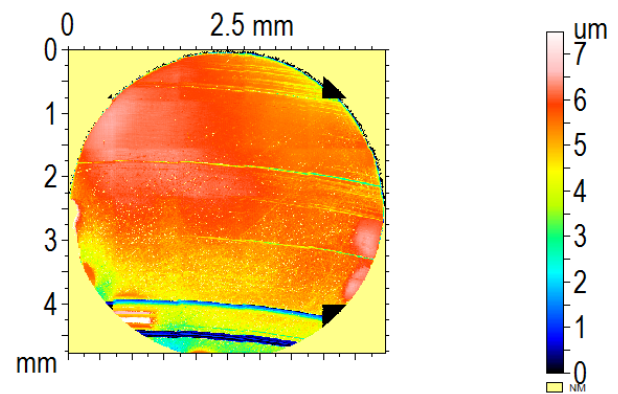
(c) Stift nach Einlauf mit $v=0,1\text{ m/s}$

Abbildung B.23: Topografieaufnahmen von geläpftem Ausgangsmaterial vor und nach Belastung.

B.4.5 REM-Aufnahmen nach Einlauf

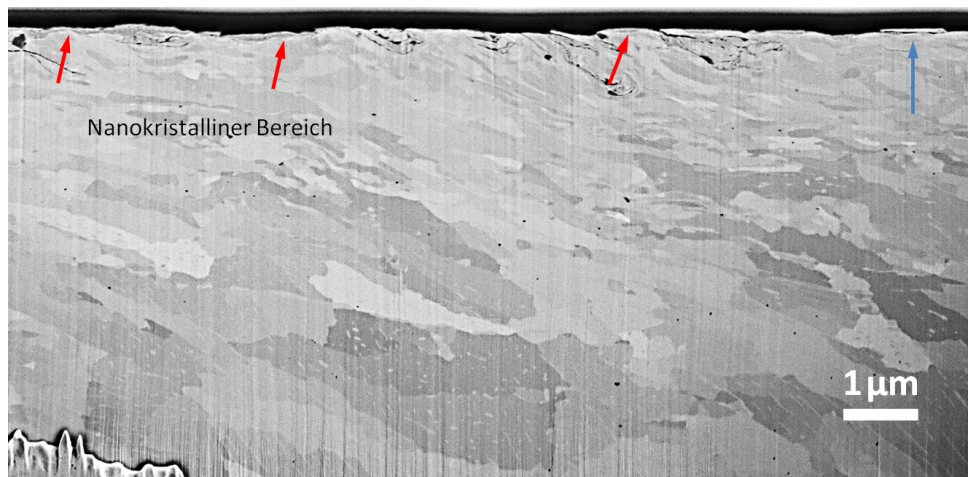
(a) $v = 0,1 \text{ m/s}$ (b) $v = 0,2 \text{ m/s}$

Abbildung B.24: REM-Aufnahmen des Systems Ck45-geläppt nach Einlauf mit $v = 0,1 \text{ m/s}$ und $v = 0,2 \text{ m/s}$.

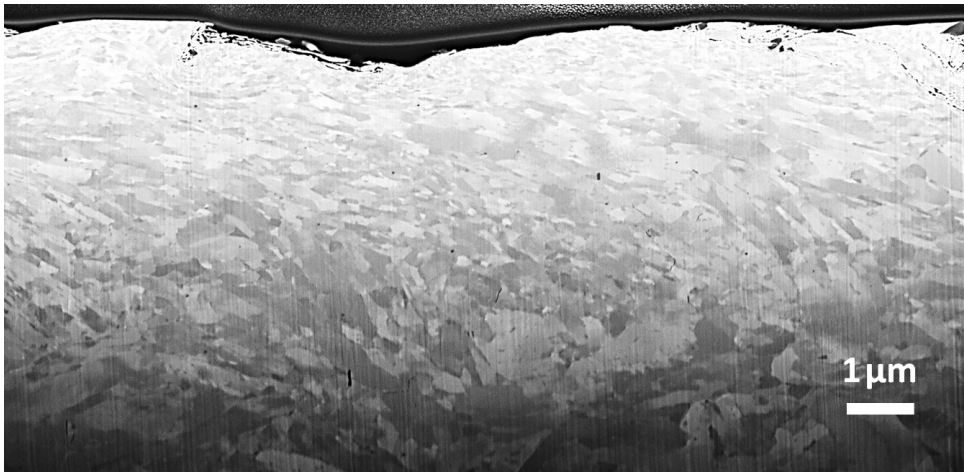


Abbildung B.25: REM-Aufnahme des Systems 56NiCrMoV7-geläppt nach Einlauf mit $v = 0,1 \text{ m/s}$ für 4,5 h. Scherrichtung von rechts nach links.

B.4.6 Chemische Tiefenprofile nach Einlauf

System 56NiCrMoV7

Tiefenprofile aller Elemente des Systems 56NiCrMoV7 poliert und geläppt nach Einlauf mit variierten Geschwindigkeiten. Die Tiefenprofile für die Geschwindigkeitsvariation $v = 0,1 \text{ m/s}$ und 123.000 Umdrehungen für den geläppten wie polierten Ausgangszustand ist in Abbildung B.4 dargestellt.

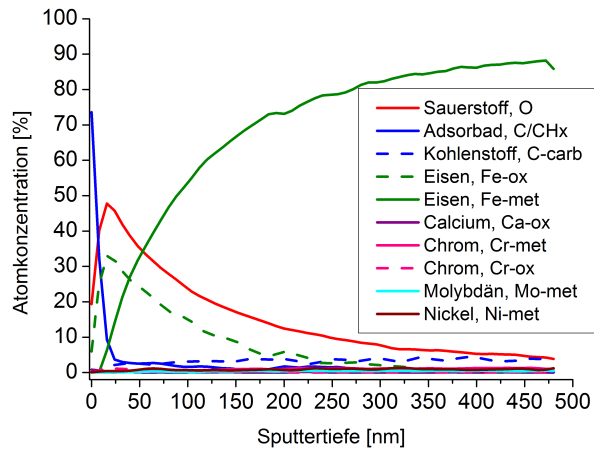


Abbildung B.26: poliert, $v = 0,05 \text{ m/s}$, $U = 123.000$

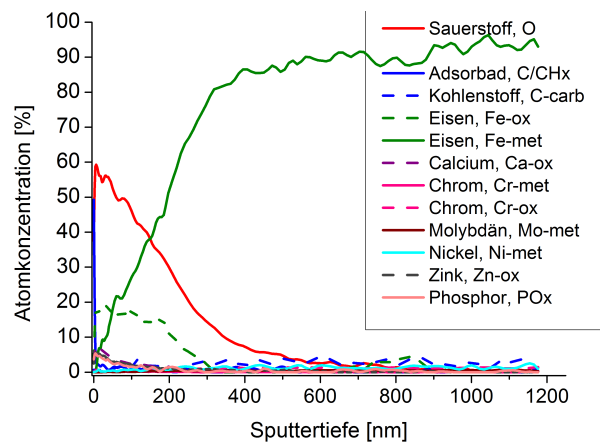


Abbildung B.27: poliert, $v = 0,2 \text{ m/s}$, $t = \text{const}$

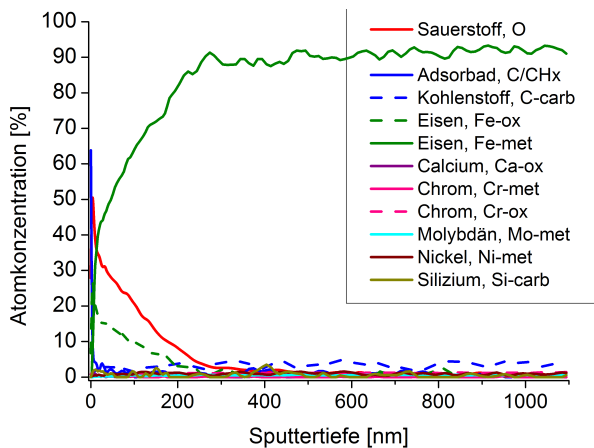


Abbildung B.28: geläppt, $v = 0,05 \text{ m/s}$, $t = 252 \text{ min}$

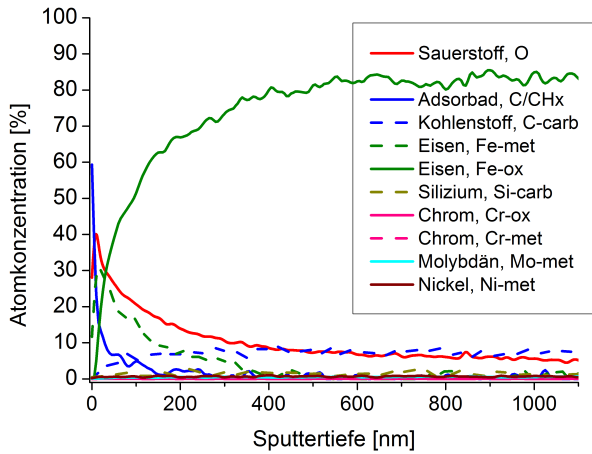


Abbildung B.29: geläpft, $v = 0,1 \text{ m/s}$,
 $t = 252 \text{ min}$

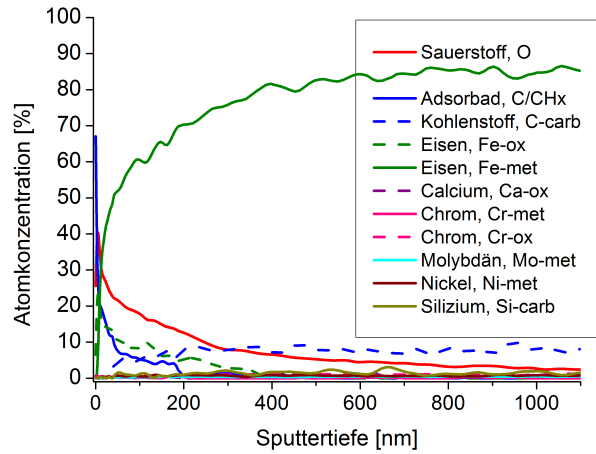


Abbildung B.30: geläpft, $v = 0,2 \text{ m/s}$,
 $t = 252 \text{ min}$

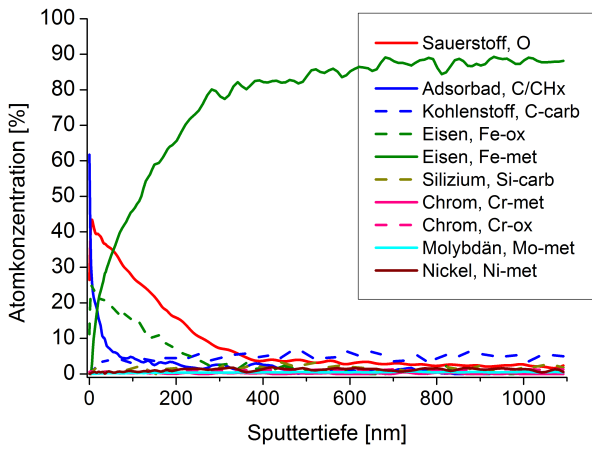


Abbildung B.31: geläpft, $v = 1,5 \text{ m/s}$,
 $t = 252 \text{ min}$

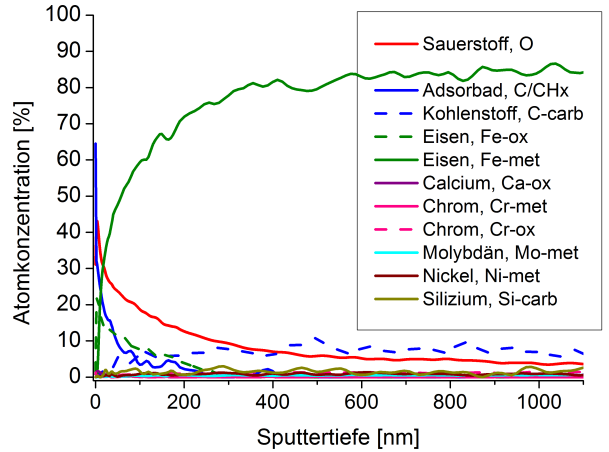


Abbildung B.32: geläpft, $v = 0,1 \text{ m/s}$,
 $U = 123.000$

System Ck45

Tiefenprofile aller Elemente des Systems Ck45-geläppt nach Einlauf mit $v=0,1$ und $0,2$ m/s.

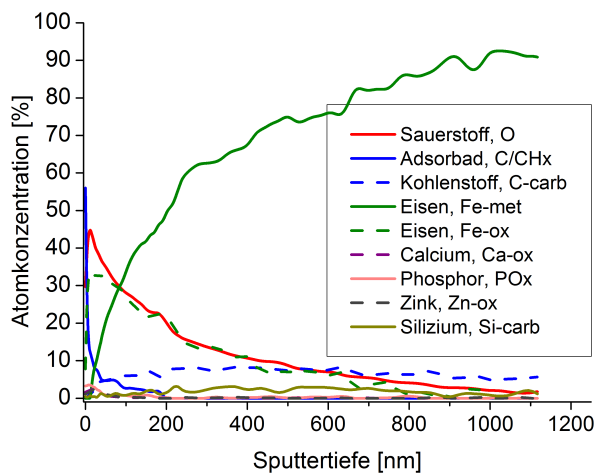


Abbildung B.33: $v = 0,1$ m/s, $U = 123.000$

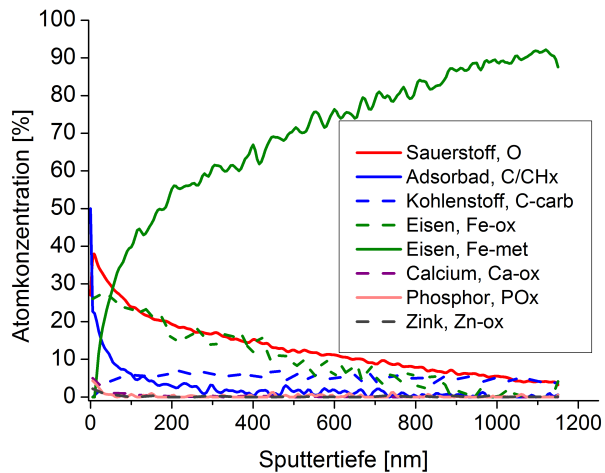


Abbildung B.34: $v = 0,2$ m/s, $U = 123.000$

B.5 Einfluss der Normalkraft

B.5.1 Lastkennfeldeinlauf am geläpften System

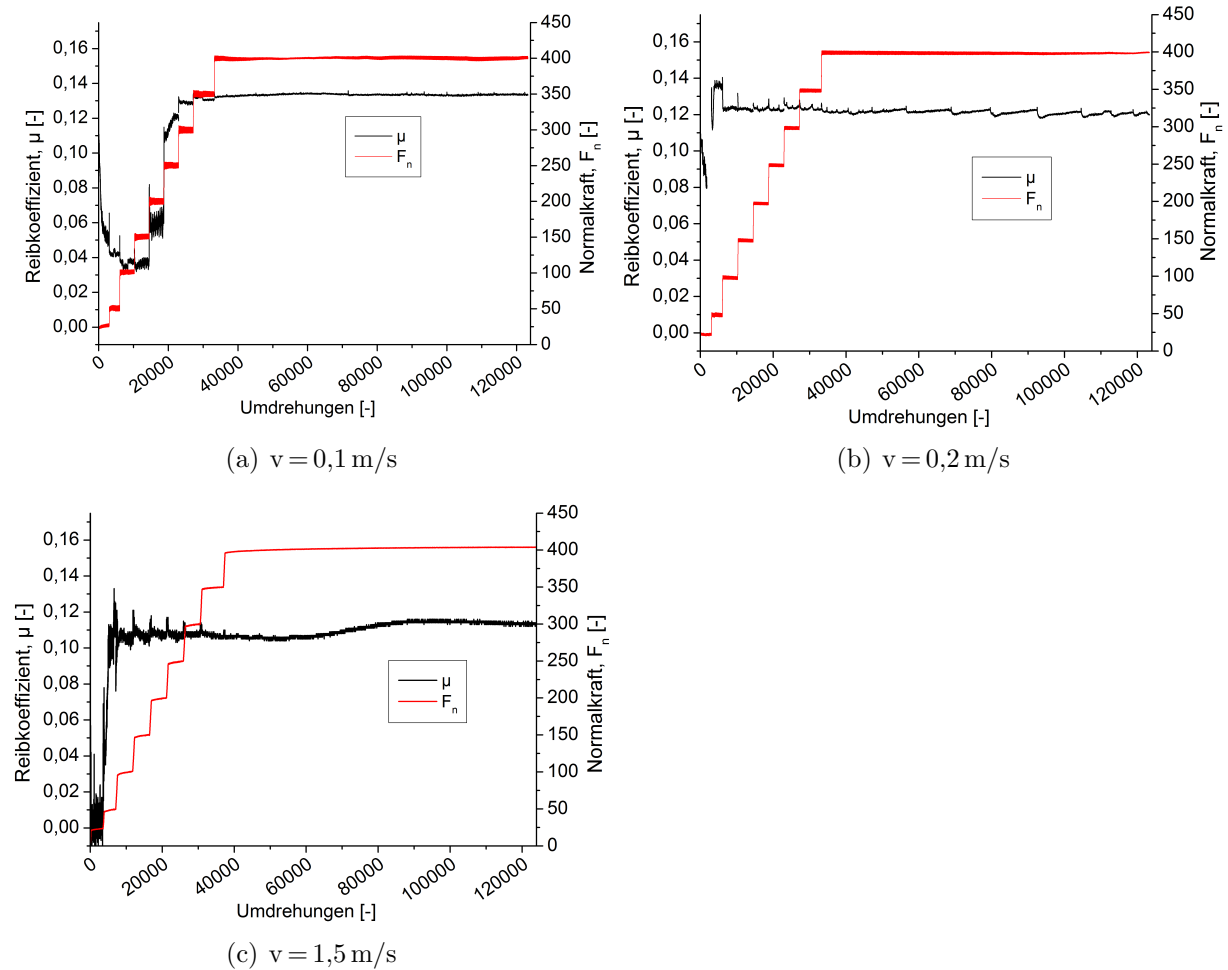


Abbildung B.35: Einlaufkurven zu den auf Seite 56 dargestellten Ergebnissen am System 56NiCrMoV7-geläpft im Lastkennfeldeinlauf.

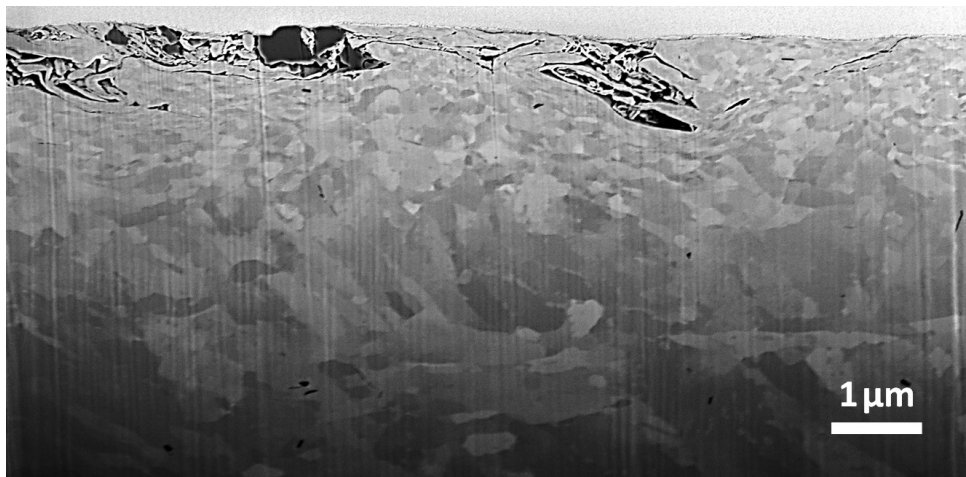


Abbildung B.36: REM-Aufnahmen eines FIB-Schnitts am System 56NiCrMoV7-geläppt nach Lastkennfeldeinlauf mit $v = 0,1 \text{ m/s}$. Scherrichtung von rechts nach links.

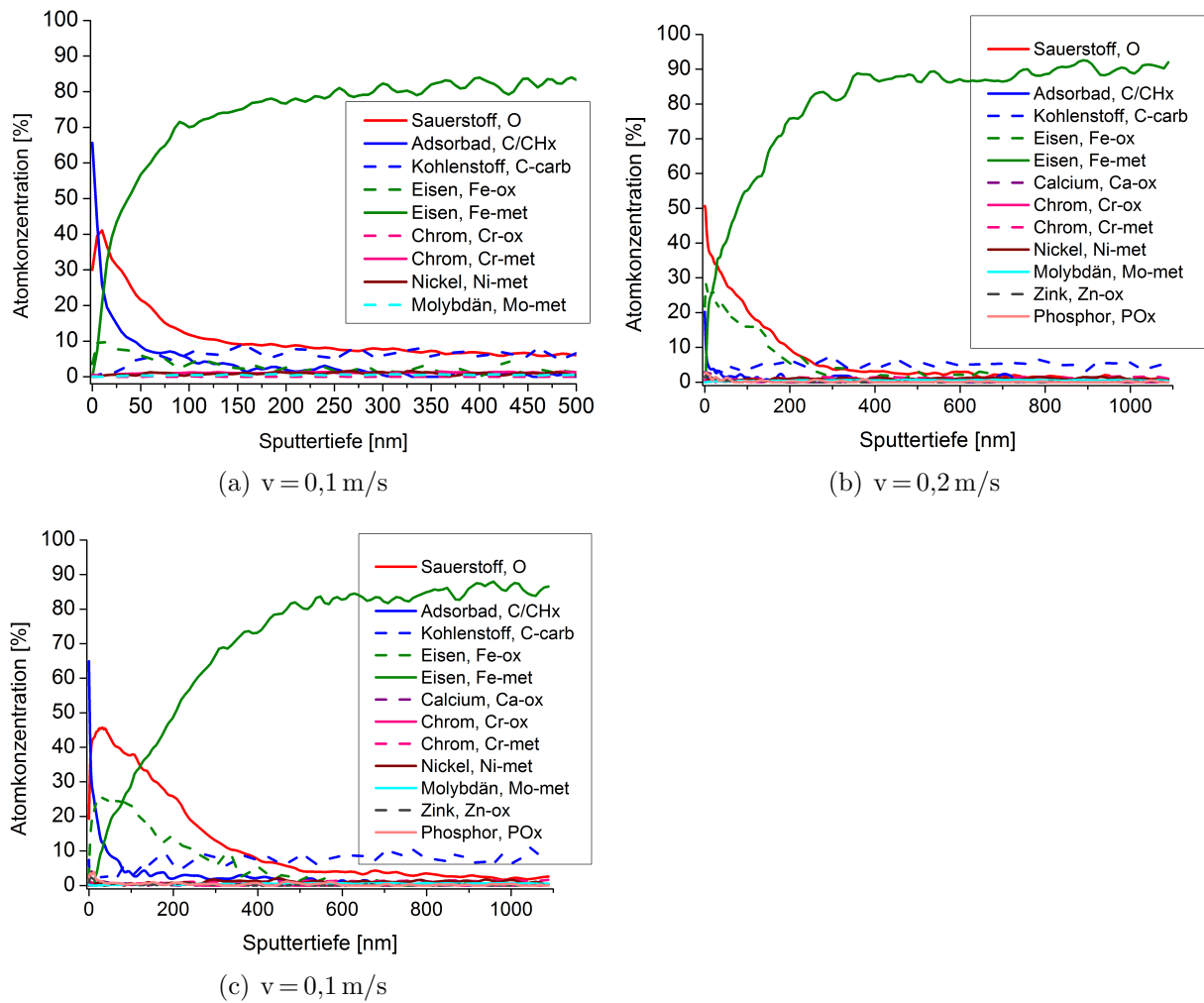


Abbildung B.37: Tiefenprofile aller Elemente des Systems 56NiCrMoV7-geläppt nach Lastkennfeldeinlauf mit varierten Geschwindigkeiten.

B.5.2 Laststeigerung am polierten System

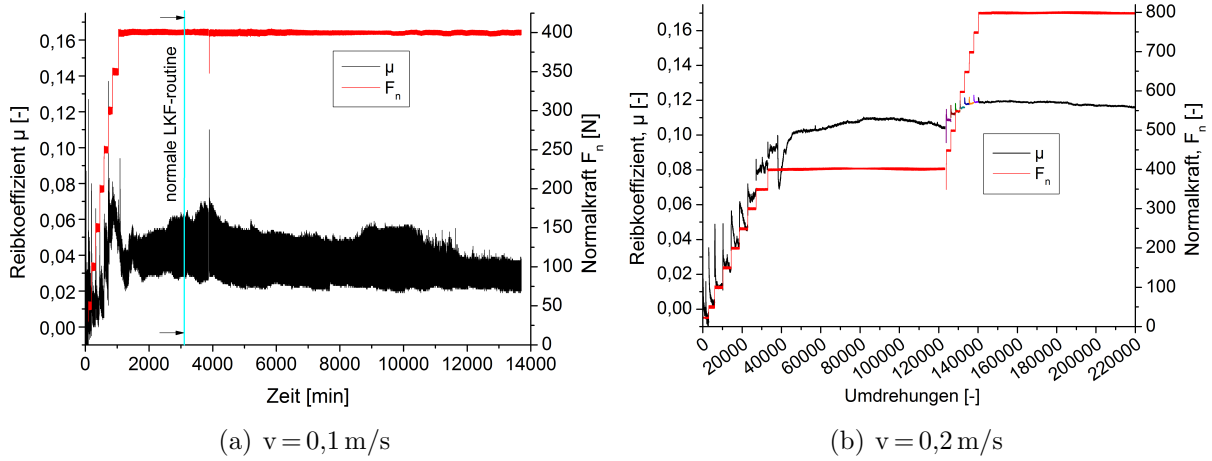


Abbildung B.38: Einlaufkurven zu den Ergebnissen der Normalkraft- und Zeitvariation am polierten System 56NiCrMoV7 bei $v = 0,1 \text{ m/s}$, gezeigt unter Punkt 4.2.4.

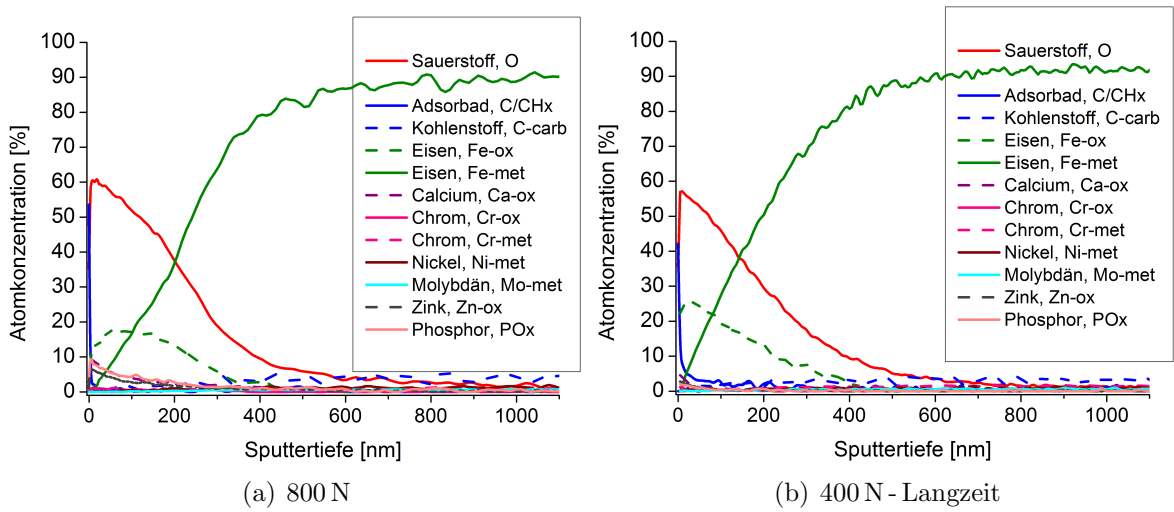


Abbildung B.39: Tiefenprofile aller Elemente des Systems 56NiCrMoV7-polier, Zeit- und Normalkraftvariationen.

B.6 Oberflächenbilder nach Belastung

REM-Oberflächenbilder nach angegebener Belastung zur Differenzierung der verschiedenen Verschleißmechanismen. Rote Pfeile markieren Verschleißmechanismen wie Furchung und Rissbildung mit Delamination. Blaue Pfeile markieren Materialübergang in Form von adhäsivem Verschleiß des Gegenkörpers.

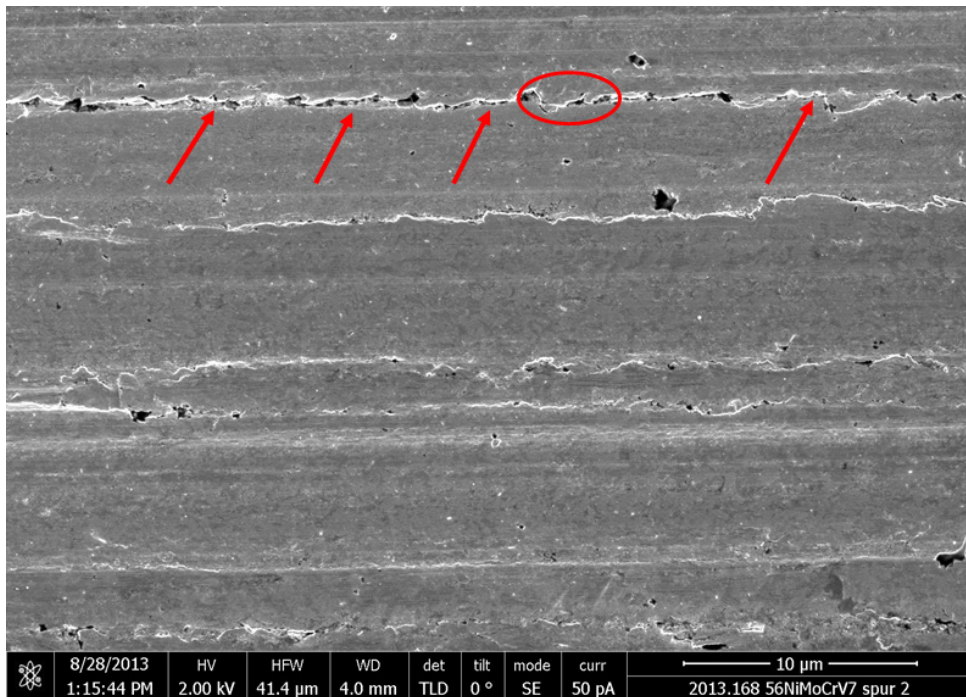


Abbildung B.40: Oberflächenbild nach Abbruchversuch bis 25 N bei $v = 0,05 \text{ m/s}$ mit hohem Reibwert.

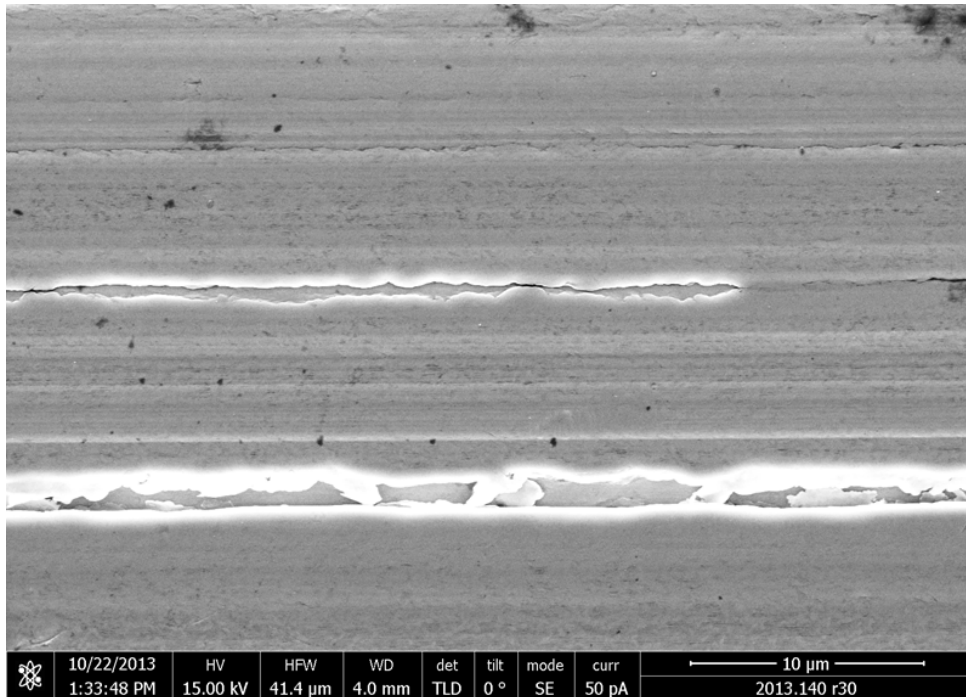


Abbildung B.41: Oberflächenbild nach Abbruchversuch bis 25 N bei $v = 0,05$ m/s mit niedrigem Reibwert.

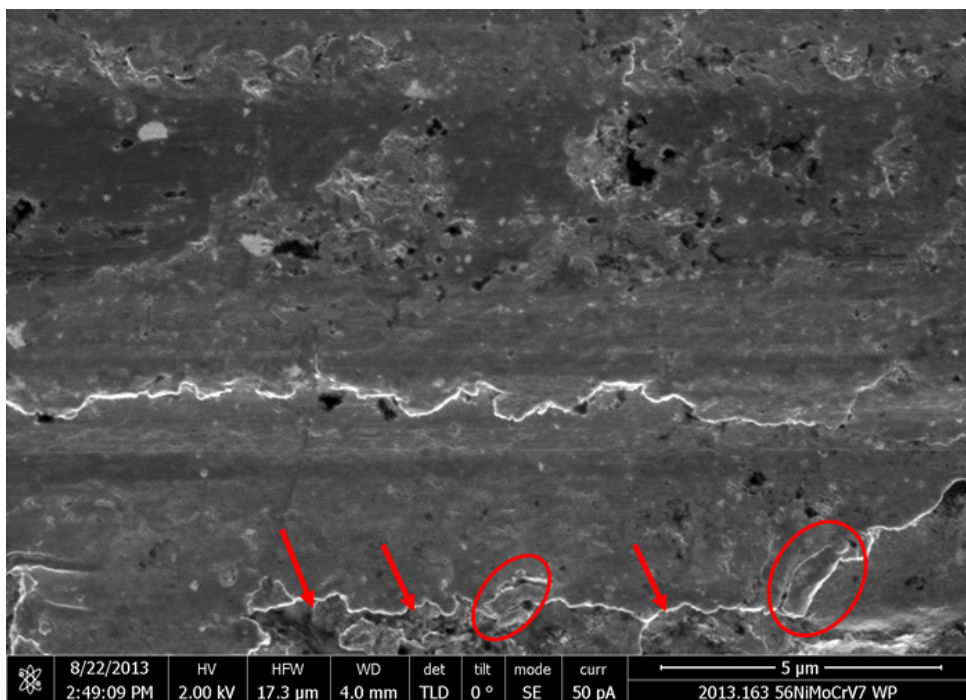


Abbildung B.42: Oberflächenbild nach Standardeinlaufoutine bis 400 N bei $v = 0,05$ m/s mit hohem Reibwert.

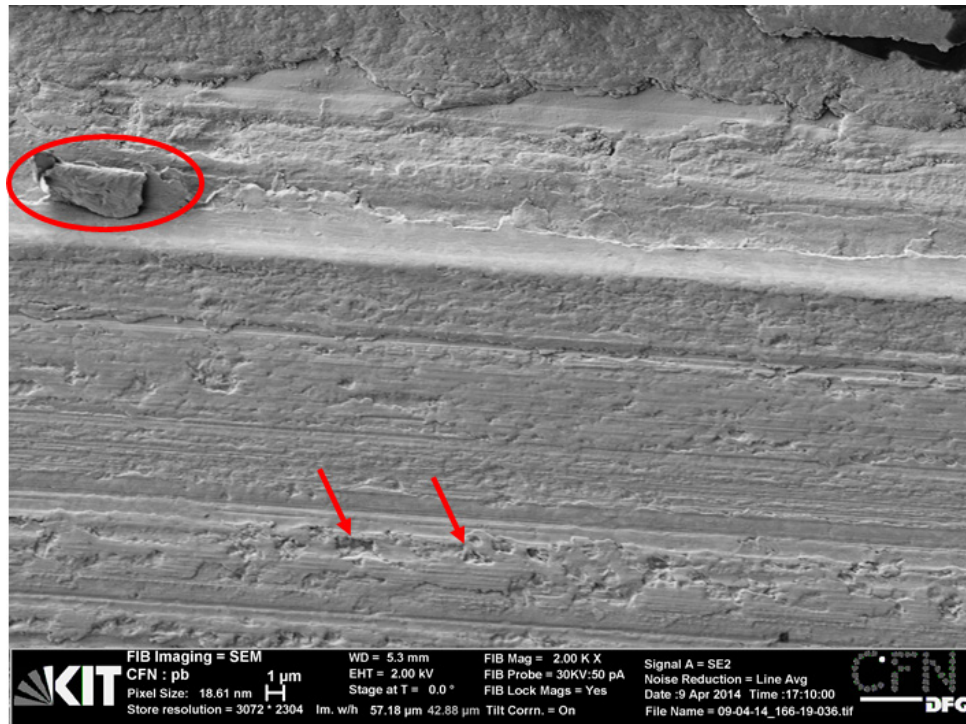


Abbildung B.43: Oberflächenbild nach Standardeinlaufoutine bis 400 N bei $v = 0,05$ m/s mit niedrigem Reibwert.

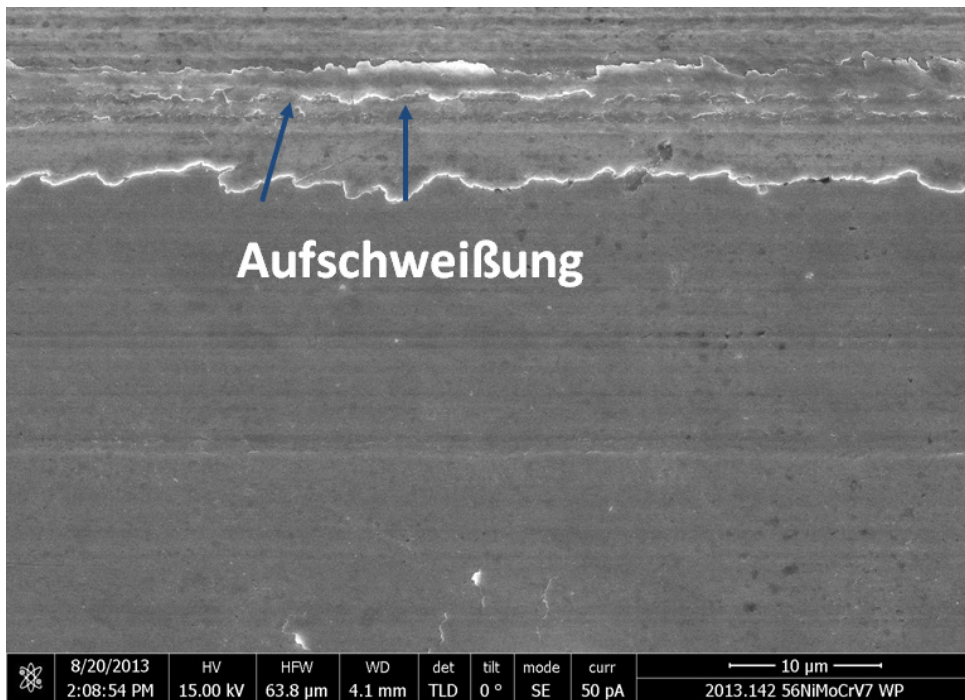


Abbildung B.44: Oberflächenbild nach Abbruchversuch bis 25 N bei $v = 0,1$ m/s.

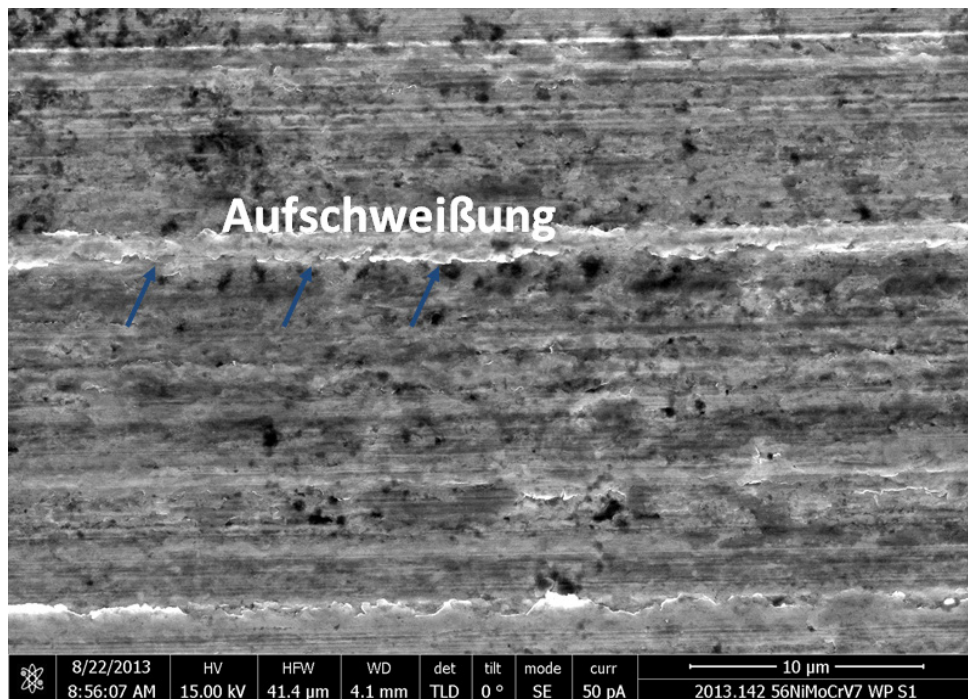


Abbildung B.45: Oberflächenbild nach Standardeinlaufroutine bis 400 N bei $v = 0,1$ m/s.

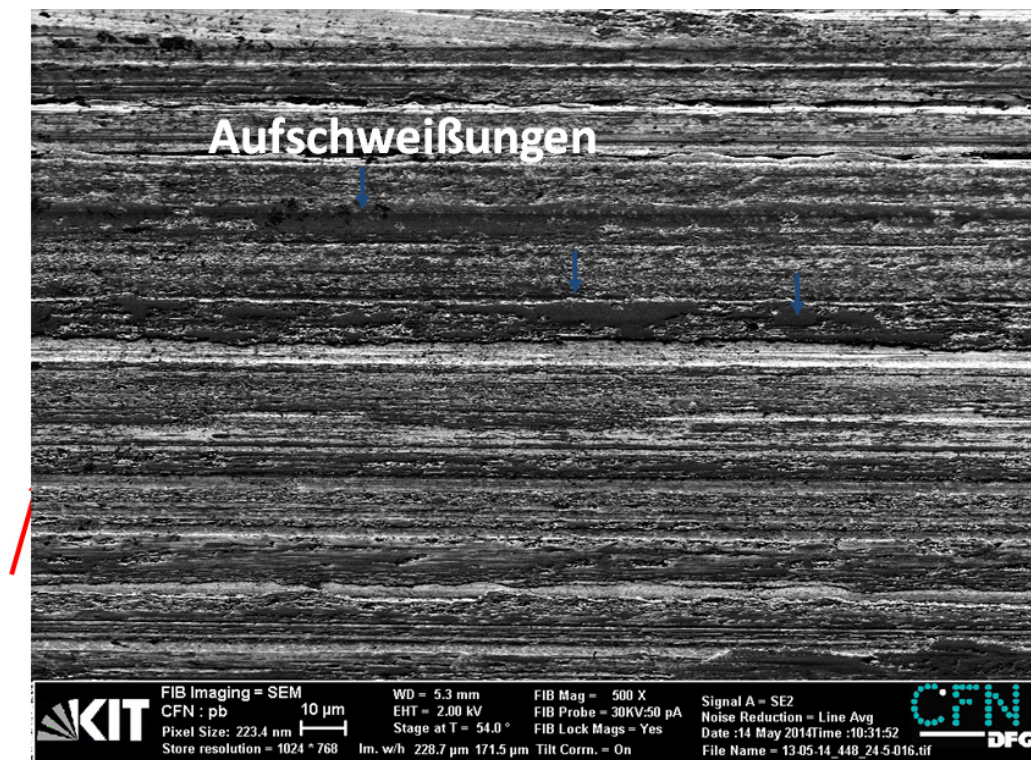


Abbildung B.46: Oberflächenbild nach Einlauf bis 800 N bei $v = 0,1$ m/s, siehe Abbildung 4.19.

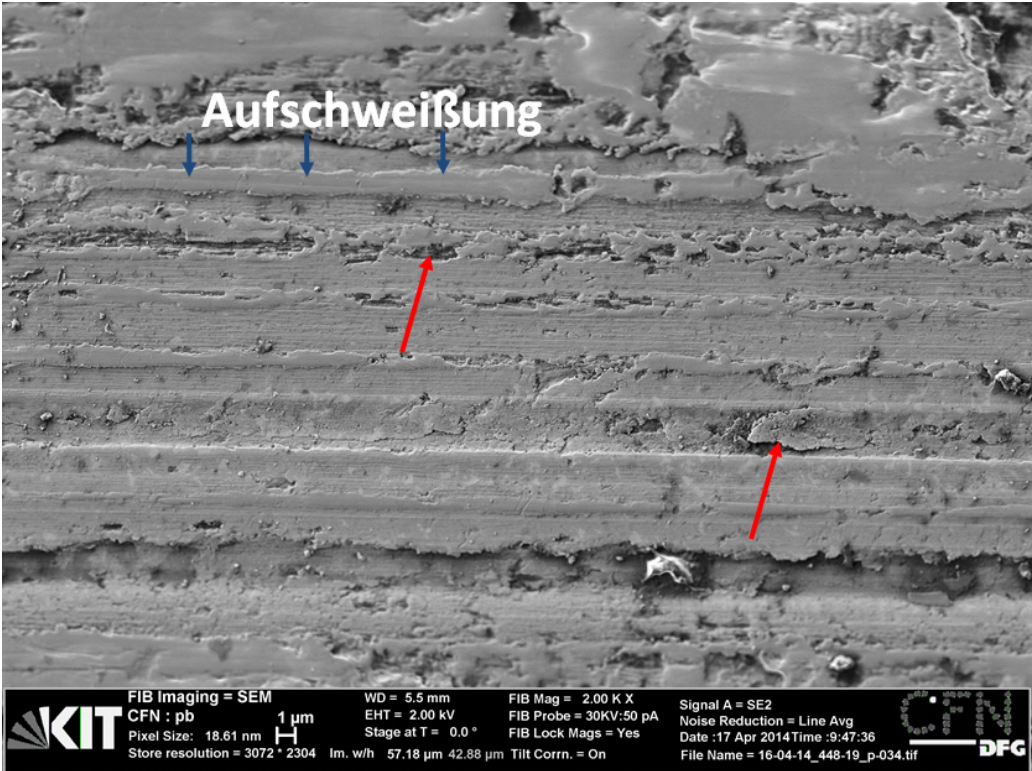


Abbildung B.47: Oberflächenbild nach Standardeinlaufoutine bis 400 N bei $v = 0,2 \text{ m/s}$.

Anhang C

Kapitel 5 – Mikrostrukturanalysen

C.1 Abbruchversuche: Reibwerte

C.1.1 56NiCrMoV7 – $v = 0,05$ m/s

Einlaufkurven der Abbruchversuche zur Mikrostrukturanalyse am System 56NiCrMoV7 bei $v = 0,05$ m/s, zum Anfang und zum Ende von definierten Laststufen.

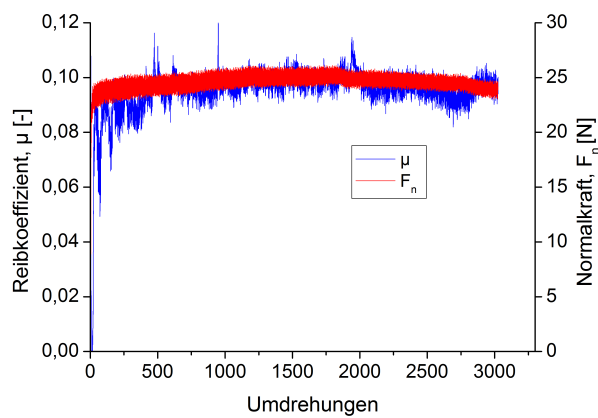


Abbildung C.1: 25 N-Ende, μ -niedrig

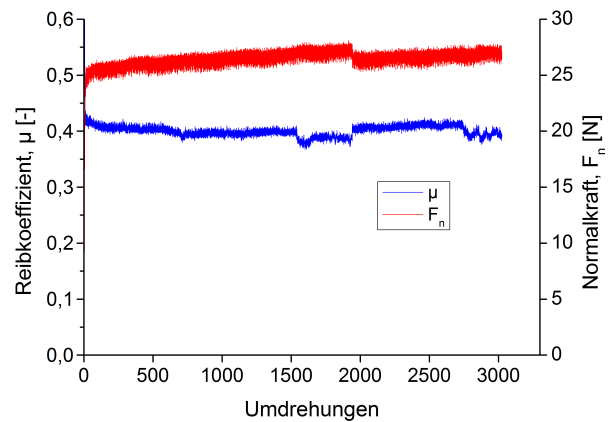
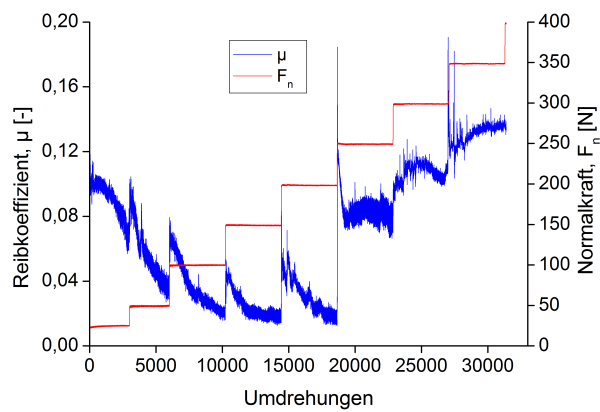
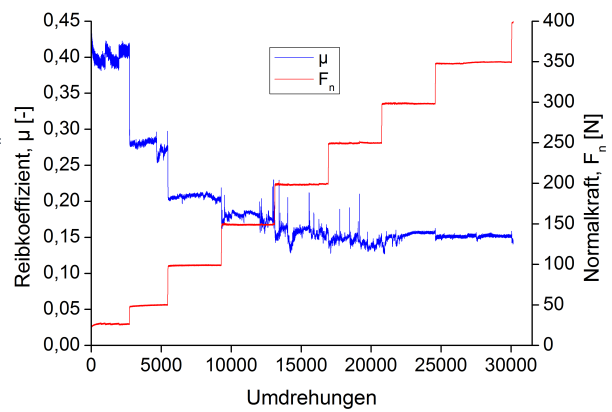
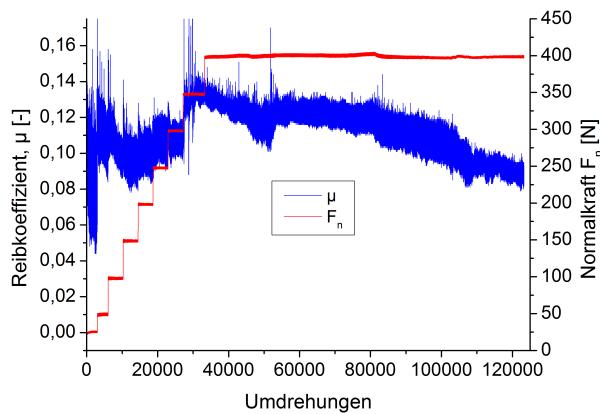
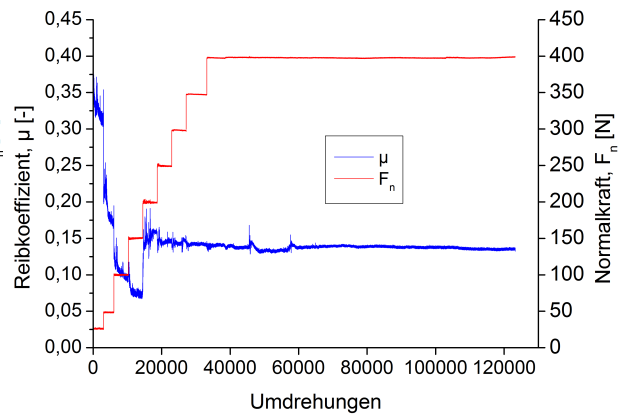


Abbildung C.2: 25 N-Ende, μ -hoch

Abbildung C.3: 400 N-Anfang, μ -niedrigAbbildung C.4: 400 N-Anfang, μ -hochAbbildung C.5: 400 N-Ende, μ -niedrigAbbildung C.6: 400 N-Ende, μ -hoch

C.1.2 56NiCrMoV7 – $v = 0,1 \text{ m/s}$

Einlaufkurven der Abbruchversuche zur Mikrostrukturanalyse am Systems 56NiCrMoV7 bei $v = 0,1 \text{ m/s}$, zum Anfang und zum Ende von Laststufen.

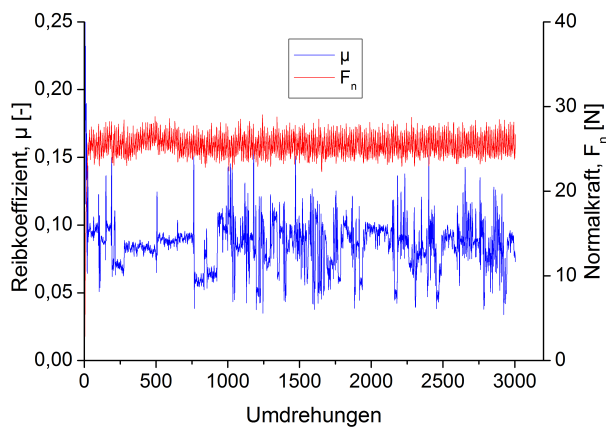


Abbildung C.7: 25 N-Ende

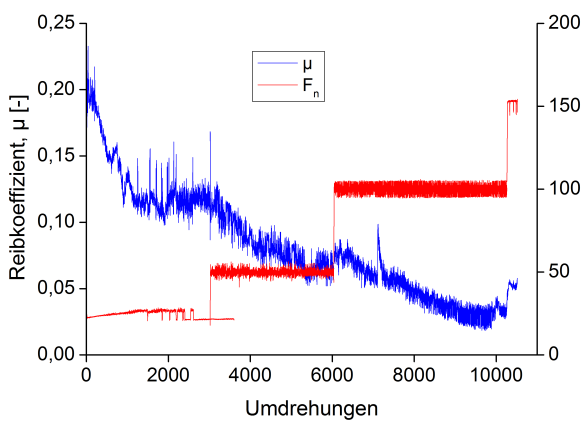


Abbildung C.8: 150 N-Anfang

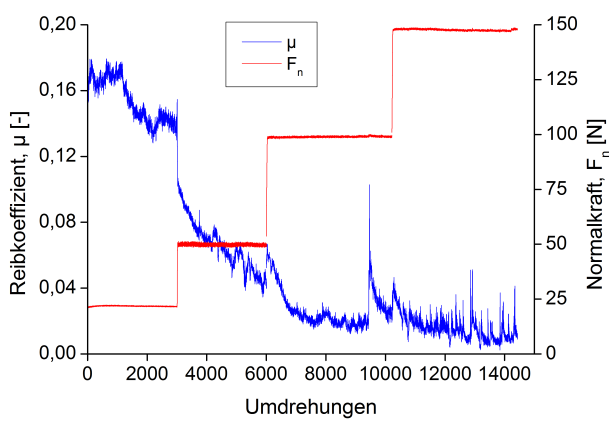


Abbildung C.9: 150 N-Ende

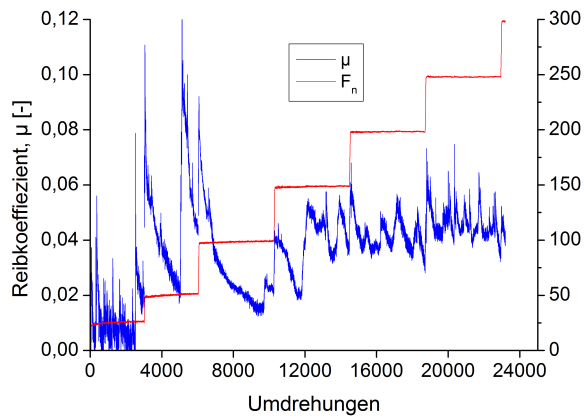


Abbildung C.10: 300 N-Anfang

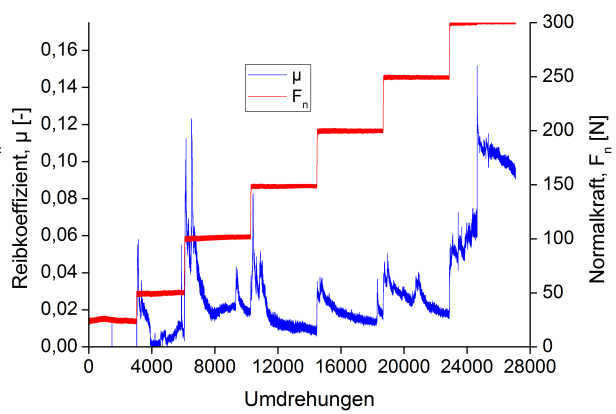


Abbildung C.11: 300 N-Ende

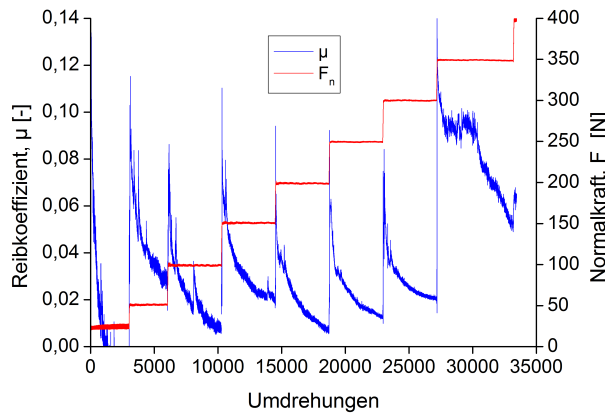


Abbildung C.12: 400 N-Anfang

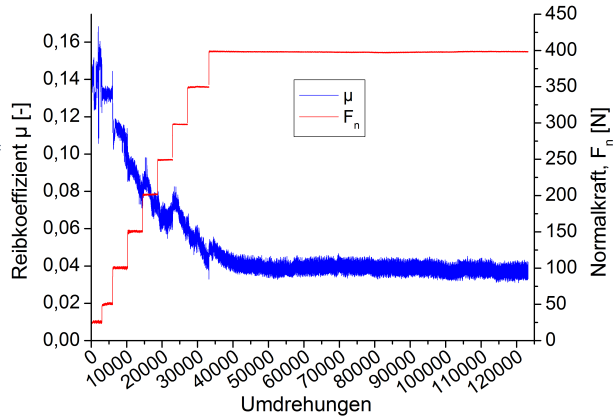


Abbildung C.13: 400 N-Ende

C.2 FIB-Schnitte und Dehnungen

C.2.1 $^{56}\text{NiCrMoV7} - v = 0,05 \text{ m/s}$

REM-Aufnahmen von FIB-Schnitten nach definierten Laststufen des Systems $^{56}\text{NiCrMoV7}$ bei $v = 0,05 \text{ m/s}$ der Scheibe, zum Anfang und zum Ende von Laststufen, mit dargestellten Kurven zur grafischen Verschiebungsermittlung.

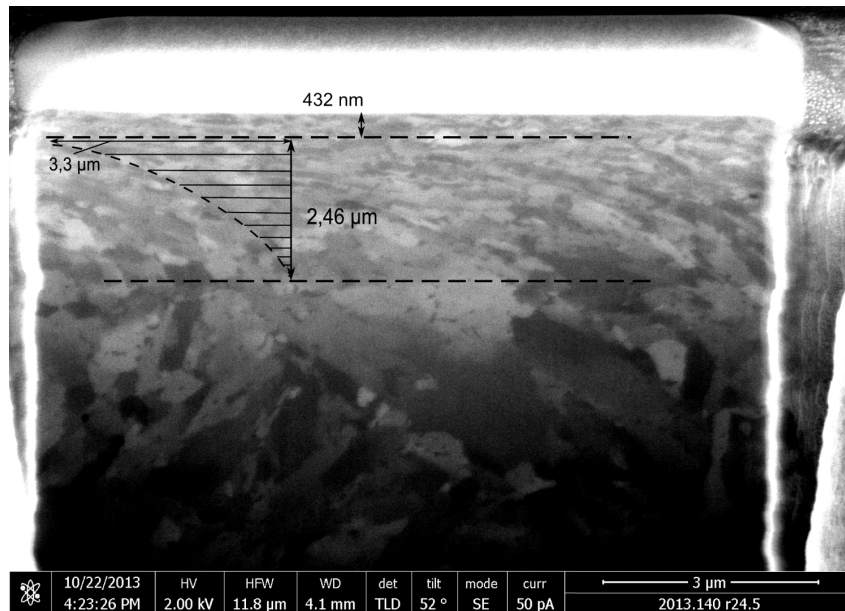


Abbildung C.14: 25 N-Ende, μ -niedrig

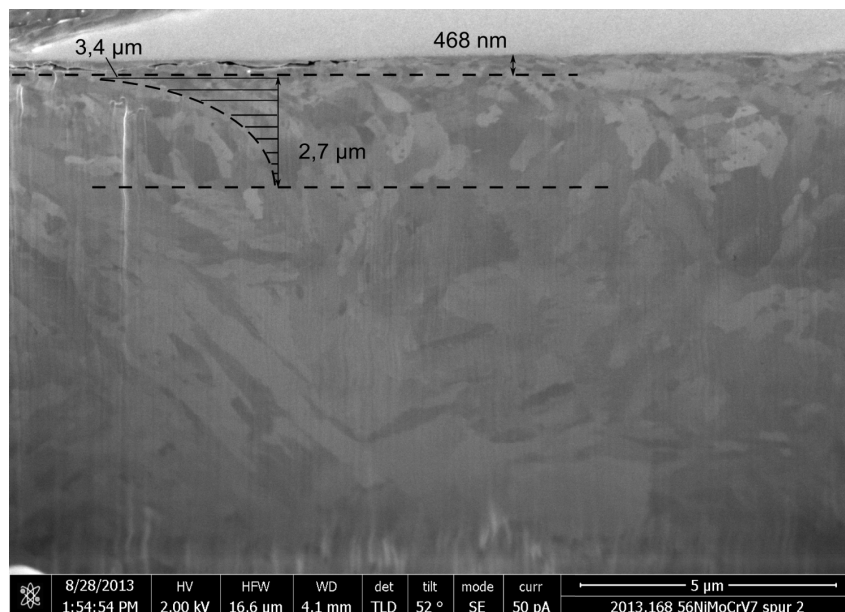
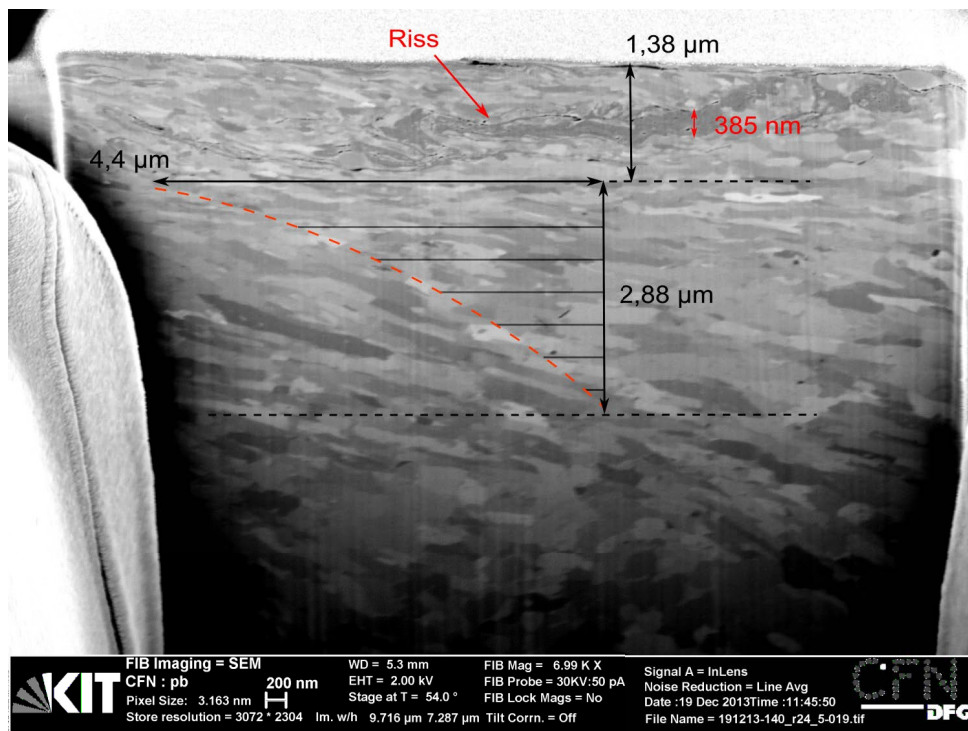
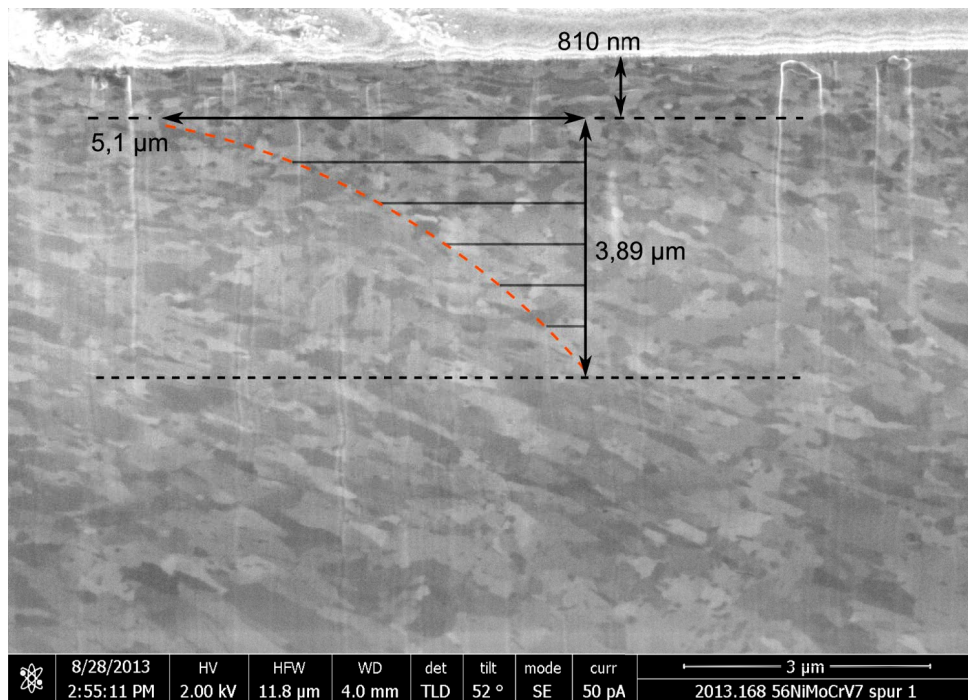


Abbildung C.15: 25 N-Ende, μ -hoch

Abbildung C.16: 400 N-Anfang, μ -niedrigAbbildung C.17: 400 N-Anfang, μ -hoch

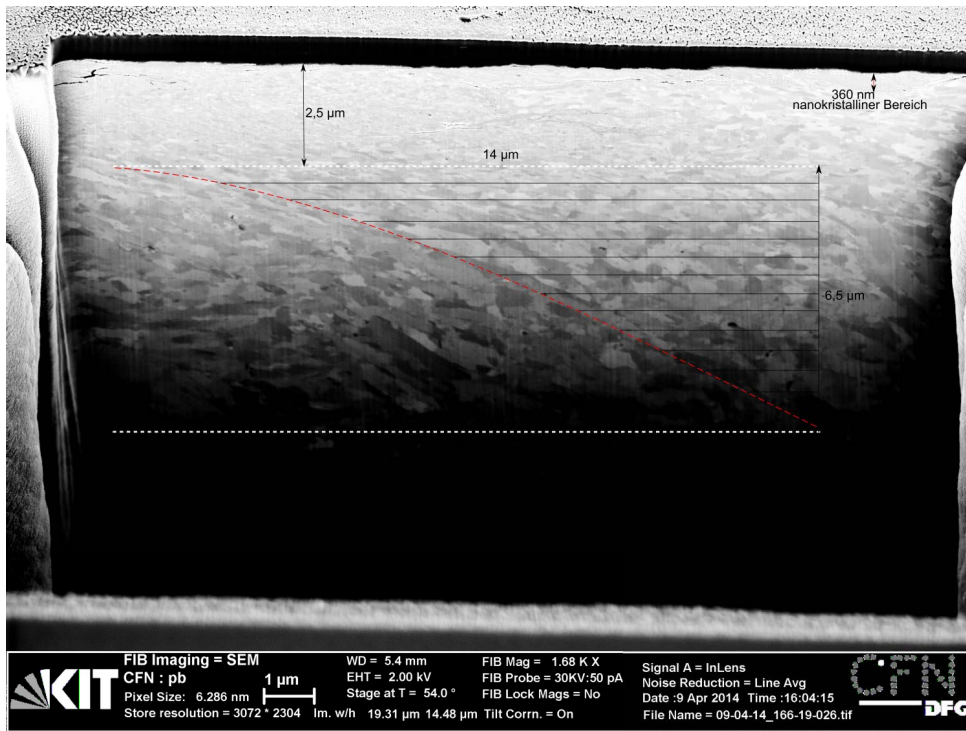


Abbildung C.18: 400 N-Ende, μ -niedrig

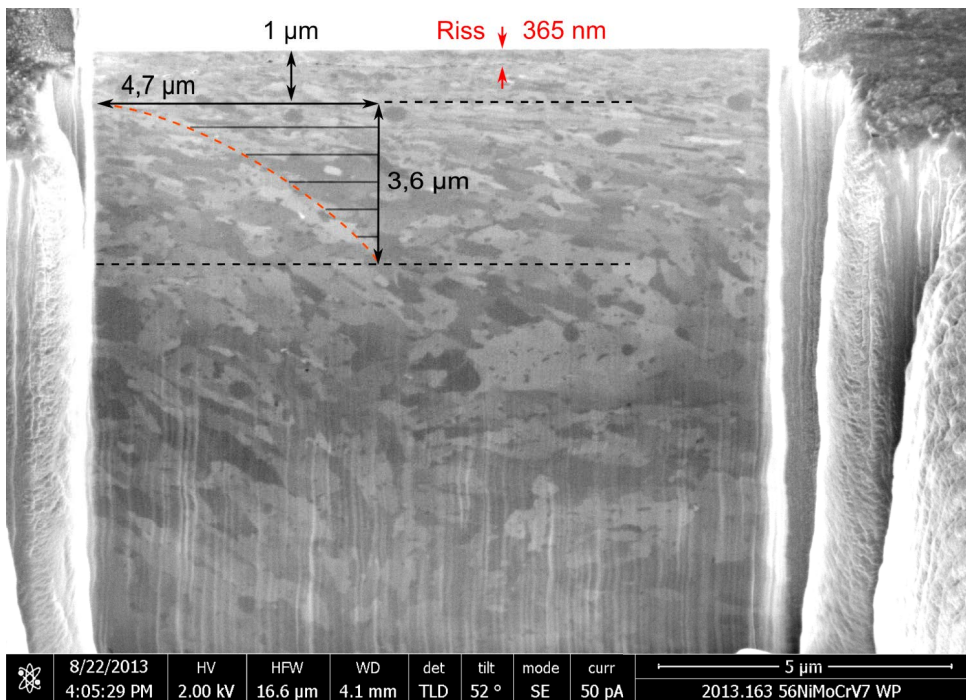


Abbildung C.19: 400 N-Ende, μ -hoch

C.2.2 56NiCrMoV7 – $v = 0,1 \text{ m/s}$

REM-Aufnahmen von FIB-Schnitten nach definierten Laststufen des Systems 56NiCrMoV7 bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ der Scheibe, zum Anfang und zum Ende von Laststufen, mit dargestellten Kurven zur graphischen Verschiebungsermittlung.

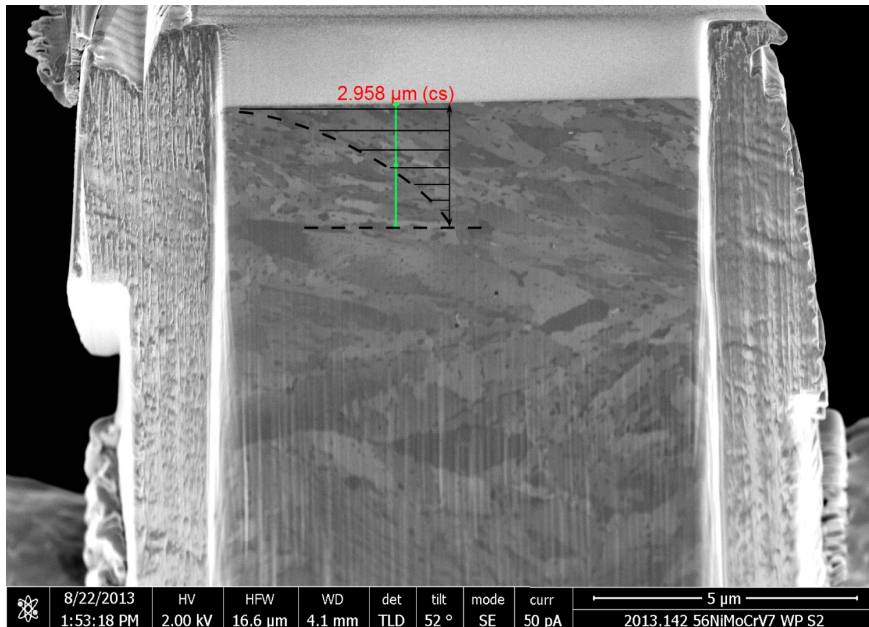


Abbildung C.20: 25 N-Ende

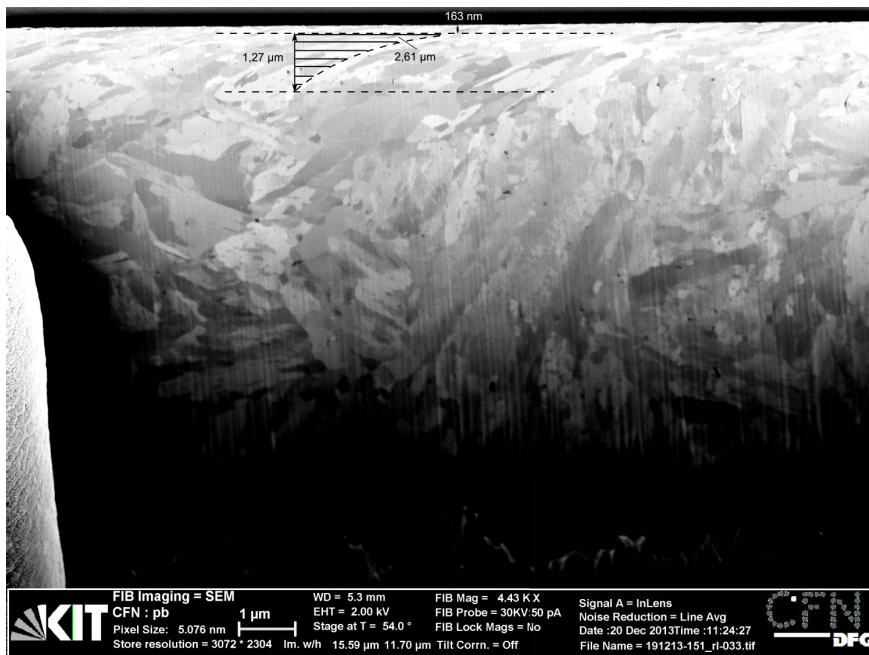


Abbildung C.21: 150 N-Anfang

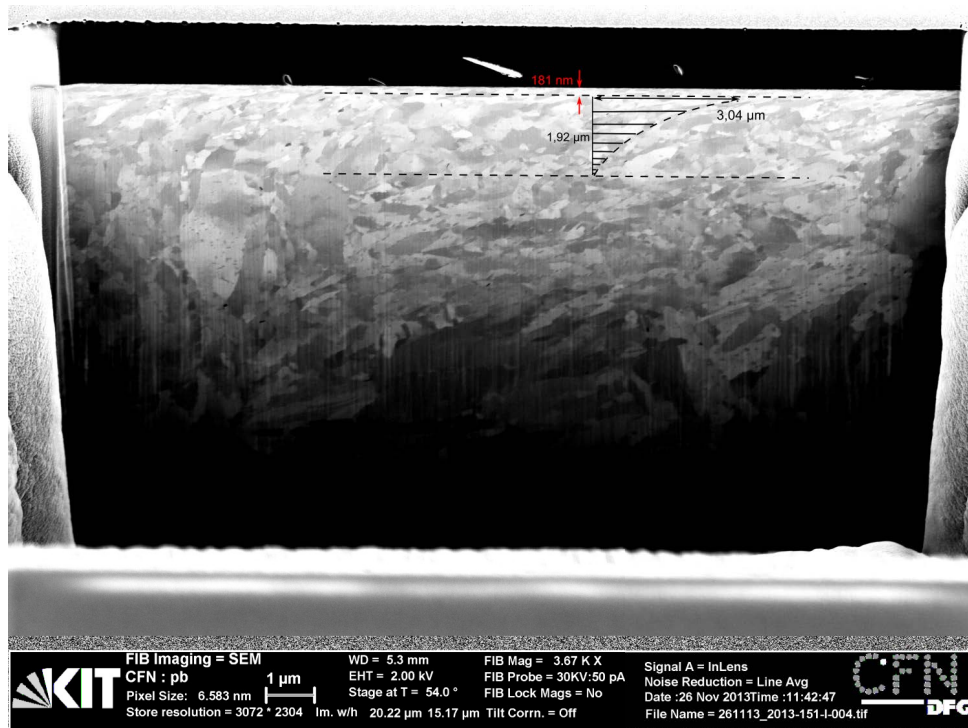


Abbildung C.22: 150 N-Ende

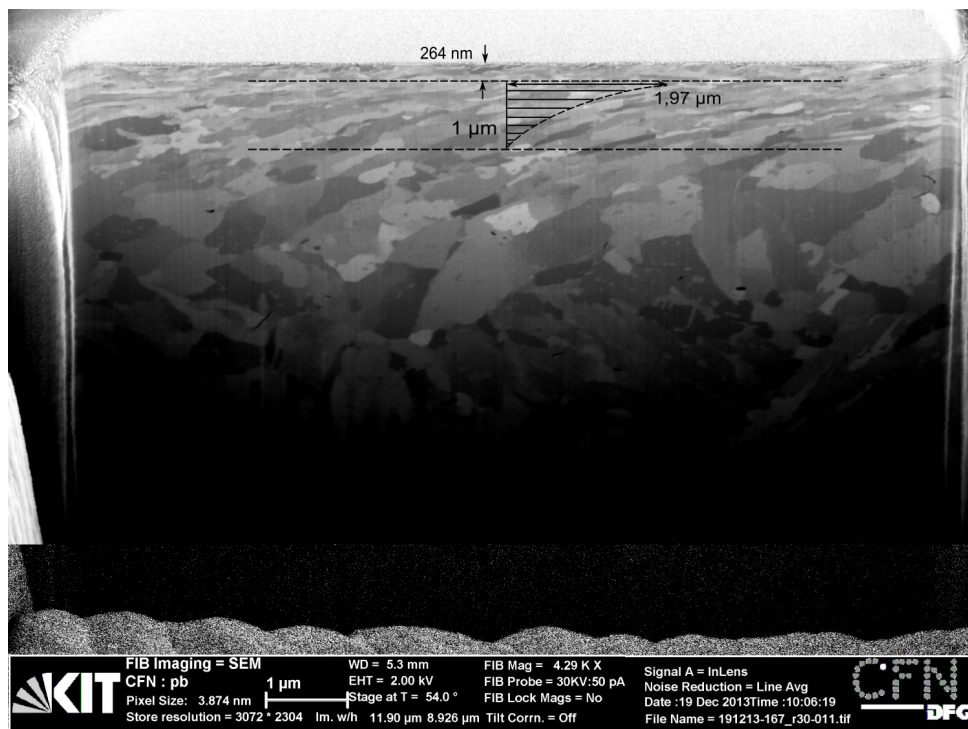


Abbildung C.23: 300 N-Anfang

!

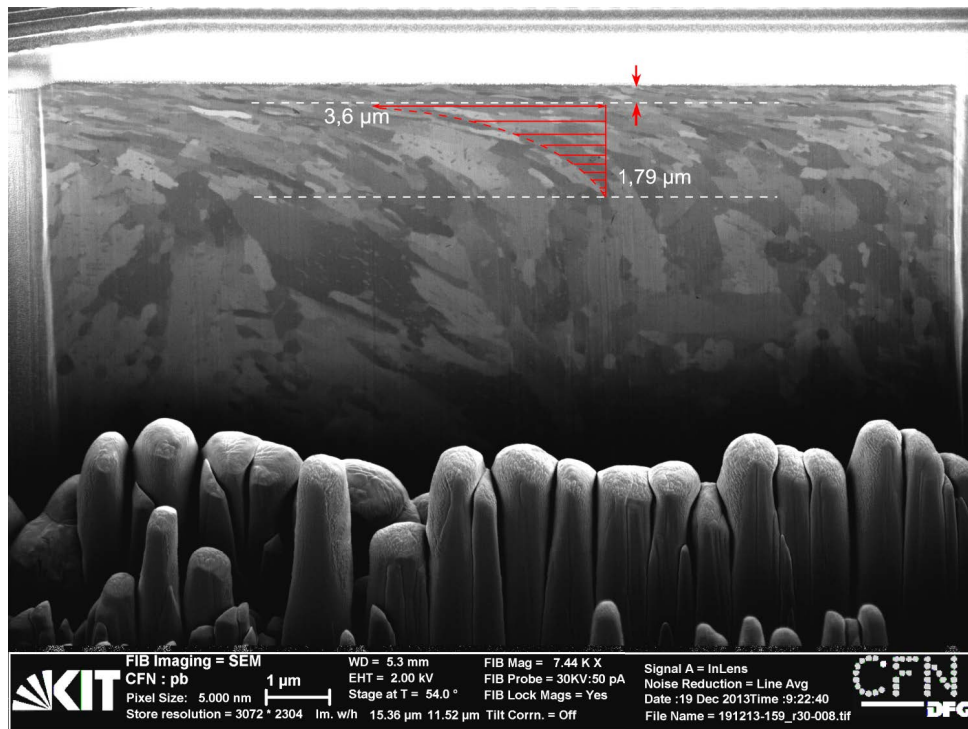


Abbildung C.24: 300 N-Ende

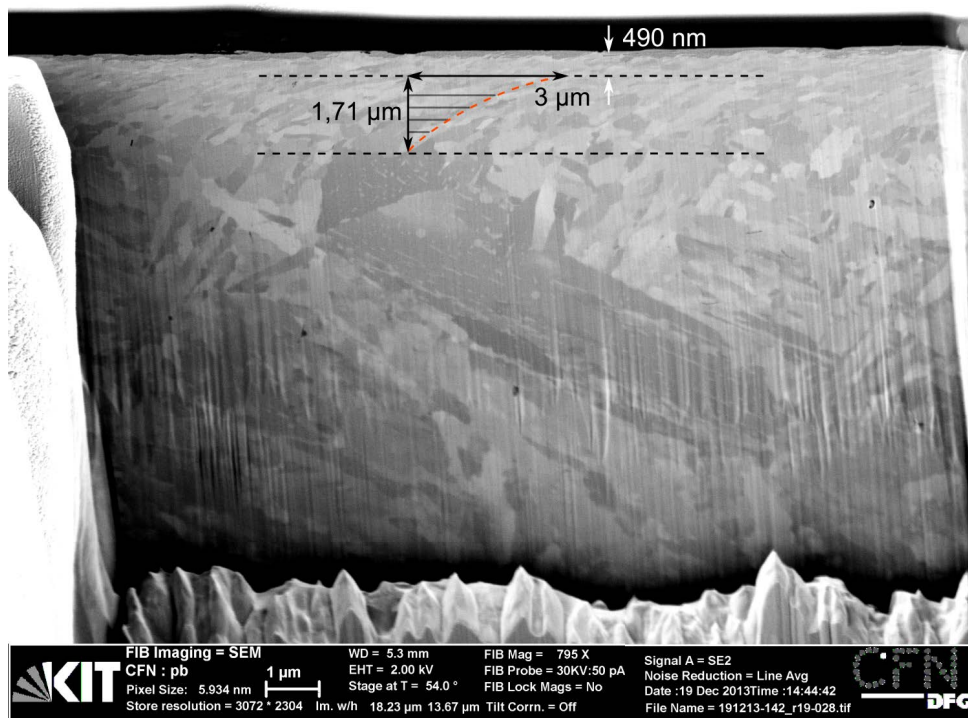
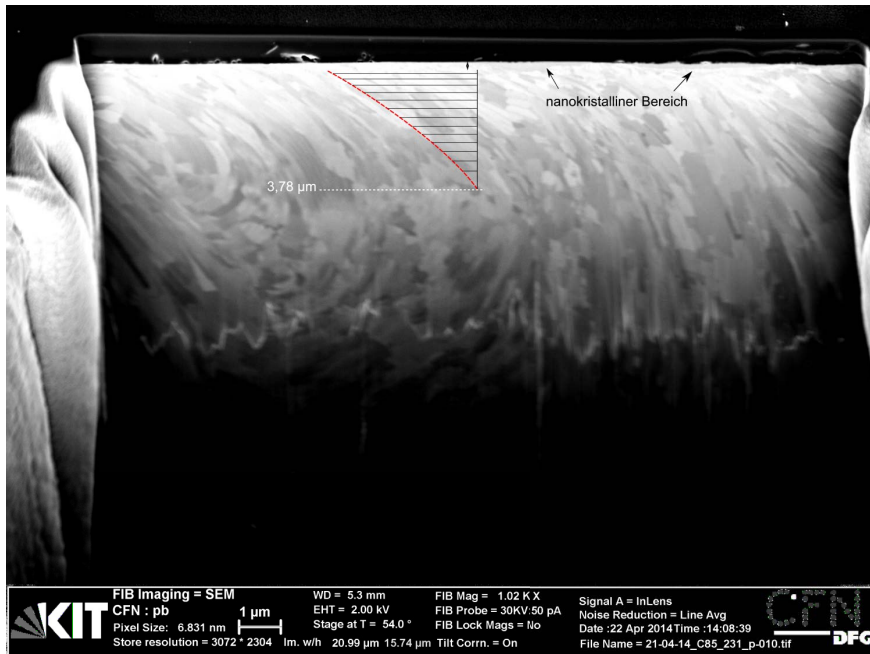
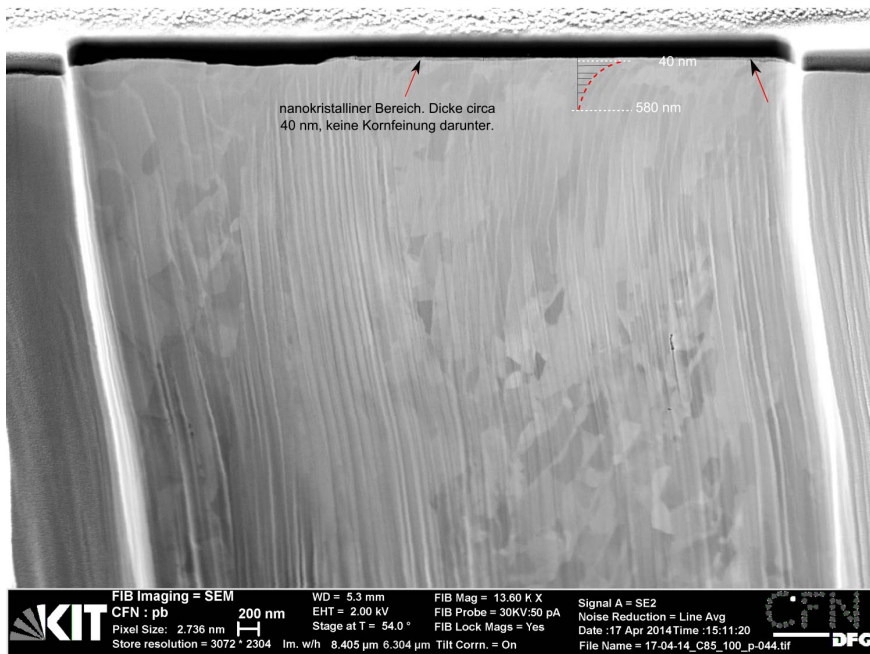


Abbildung C.26: 400 N-Ende

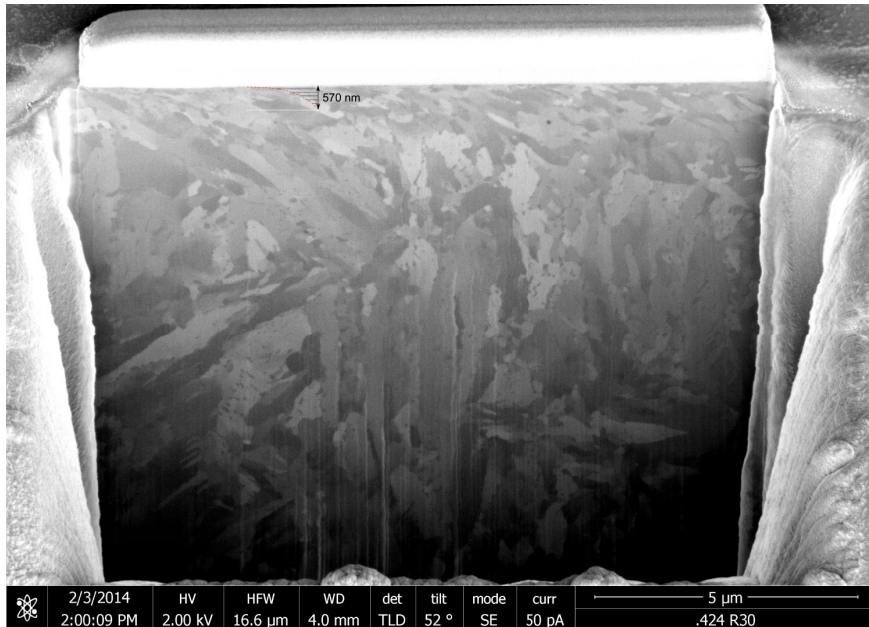
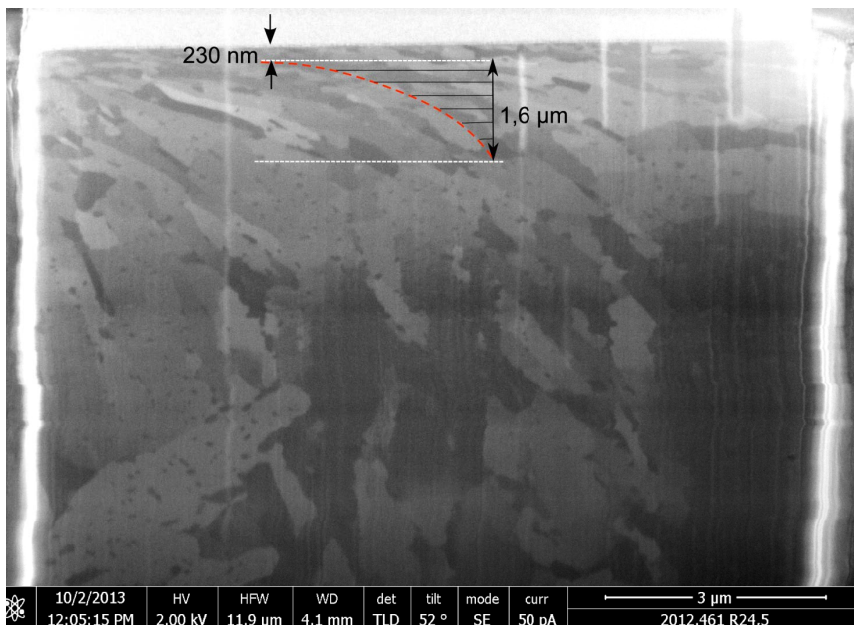
C.2.3 56NiCrMoV7 – Stiftvergleich

REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte der zugehörigen Stifte von Abbruchversuchen des Systems 56NiCrMoV7 nach 400 N zum Ende der Laststufe bei $v = 0,05 \text{ m/s}$ und $v = 0,1 \text{ m/s}$.

Abbildung C.27: $v = 0,05 \text{ m/s}$, 400 NAbbildung C.28: $v = 0,1 \text{ m/s}$, 400 N

C.2.4 Ck45 – $v = 0,2 \text{ m/s}$

REM-Aufnahmen von FIB-Schnitten der Abbruchversuche des Systems Ck45 der Scheibe bei $v = 0,2 \text{ m/s}$, zum Ende von Laststufen, mit dargestellten Kurven zur grafischen Verschiebungsermittlung.

Abbildung C.29: 25 N-Ende, μ -niedrigAbbildung C.30: 25 N-Ende, μ -hoch

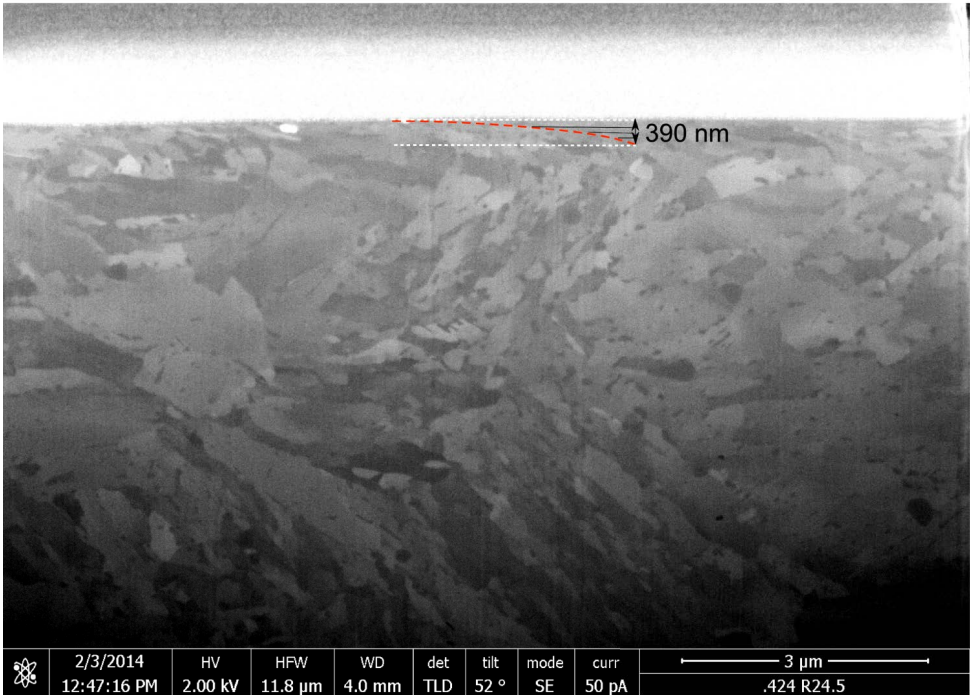


Abbildung C.31: 50 N-Ende, Versuch 1

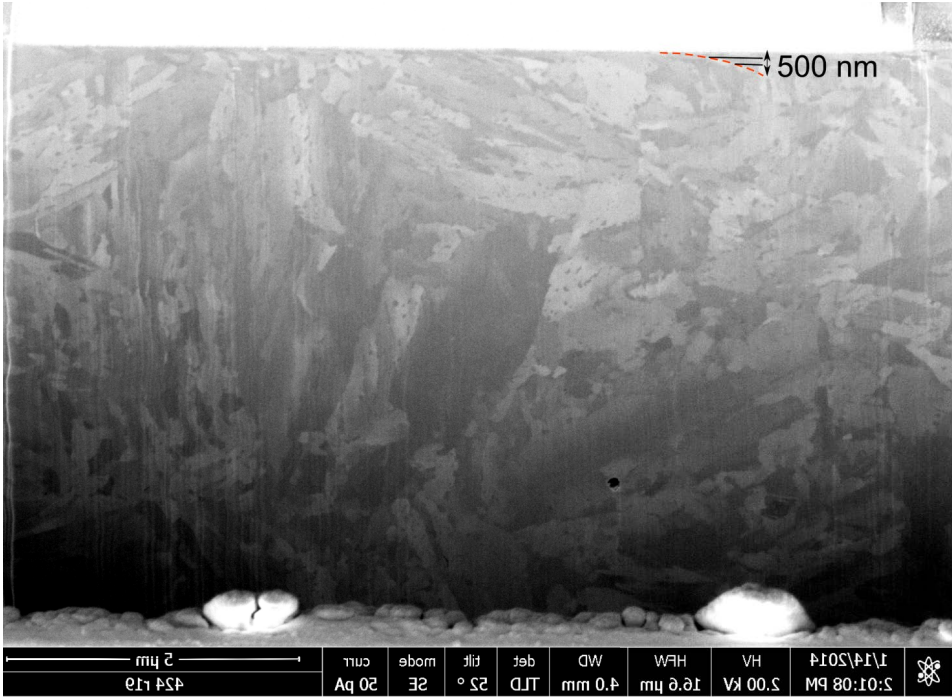


Abbildung C.32: 50 N-Ende, Versuch 2

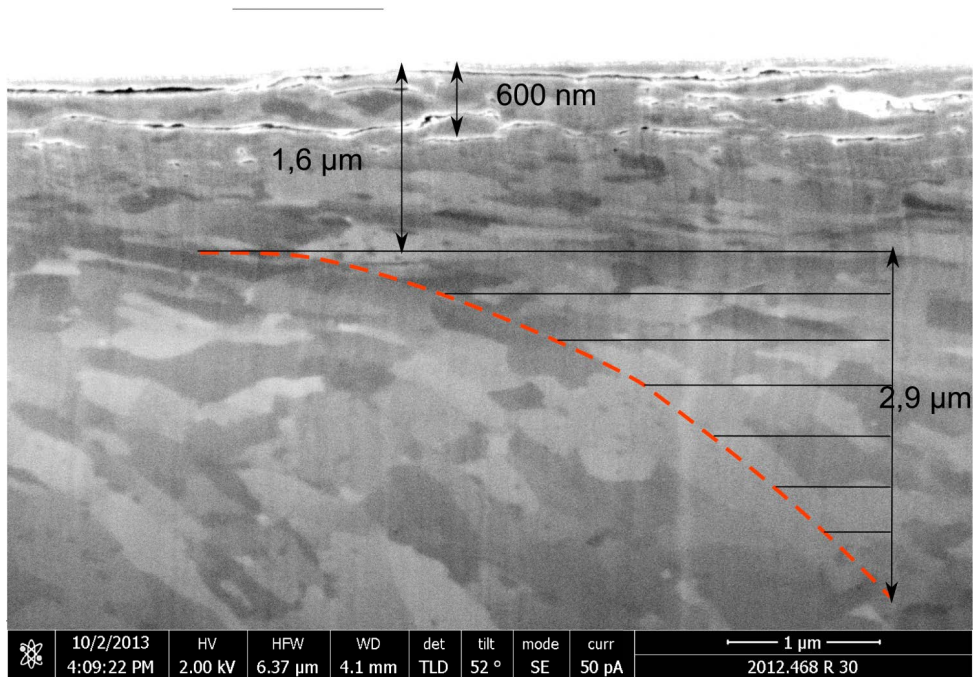


Abbildung C.33: 150 N-Ende, μ -hoch

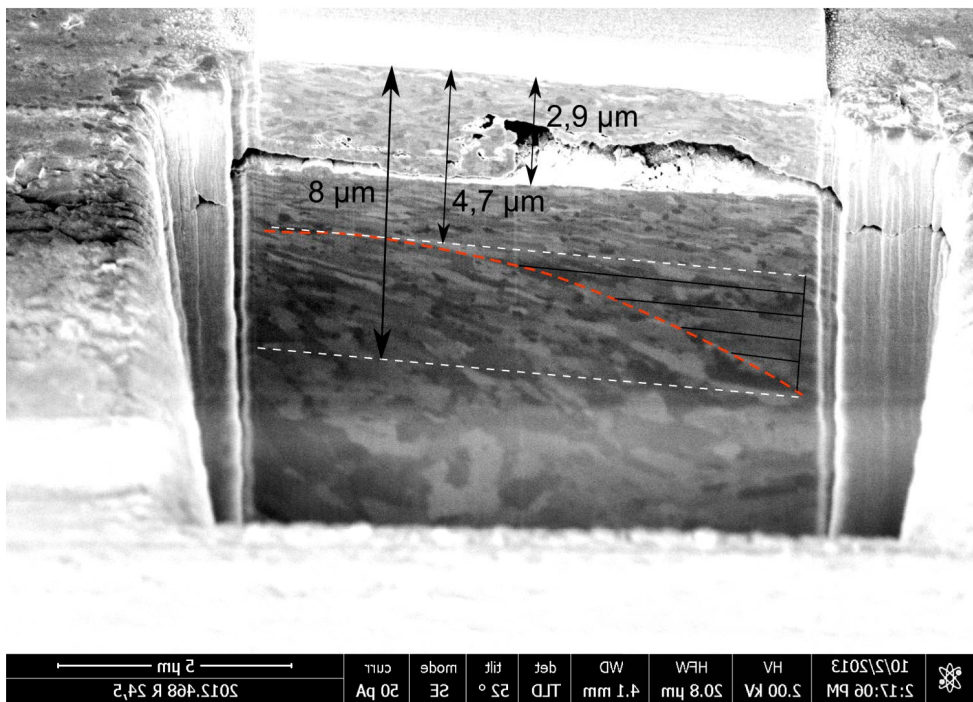


Abbildung C.34: 250 N-Ende, μ -hoch

C.3 Scherung

C.3.1 $^{56}\text{NiCrMoV7}$

Abbruchversuche mit $v = 0,05 \text{ m/s}$

Tiefenverlauf von Verschiebung, Scherdehnung und Scherdehnungsgradienten der Abbruchversuche der Scheiben des Systems $^{56}\text{NiCrMoV7}$ bei $v = 0,05 \text{ m/s}$, ermittelt aus denen im Punkt C.2.1 auf Seite 147 dargestellten FIB-Schnitten.

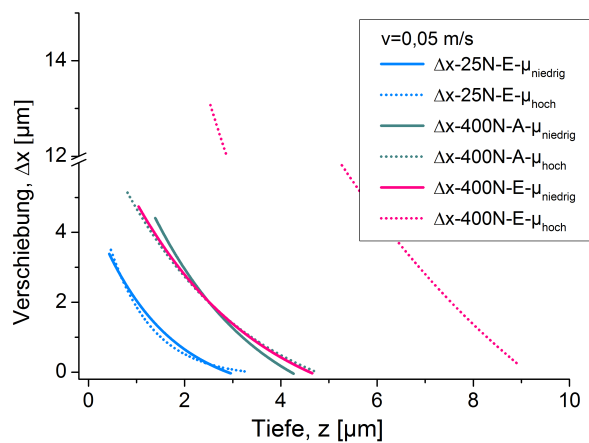


Abbildung C.35: Verschiebungen $^{56}\text{NiCrMoV7}$ mit $v = 0,05 \text{ m/s}$.

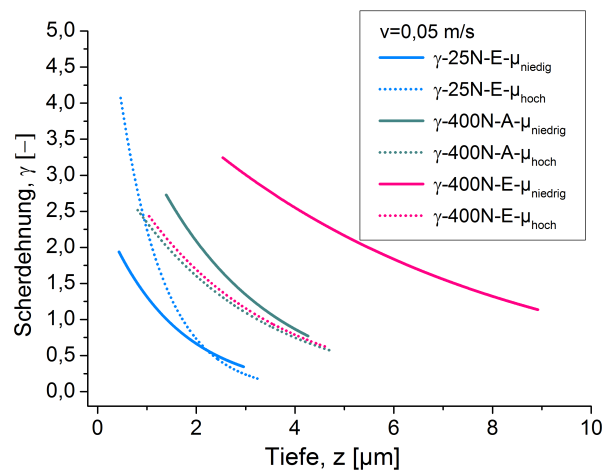


Abbildung C.36: Scherdehnung $^{56}\text{NiCrMoV7}$ mit $v = 0,05 \text{ m/s}$.

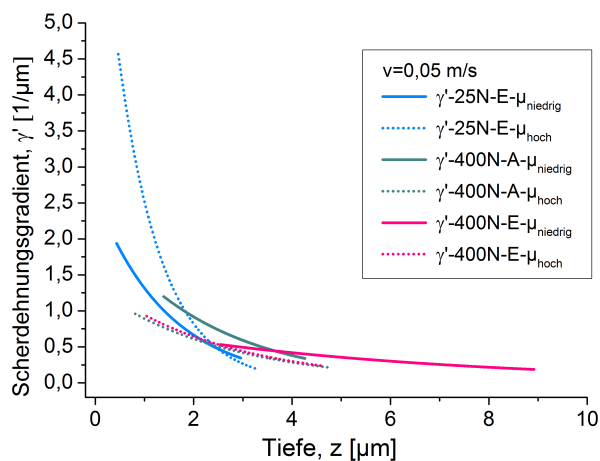


Abbildung C.37: Scherdehnungsgradient $^{56}\text{NiCrMoV7}$ mit $v = 0,05 \text{ m/s}$.

Abbruchversuche mit $v = 0,1 \text{ m/s}$

Tiefenverlauf von Verschiebung, Scherdehnung und Scherdehnungsgradienten der Abbruchversuche der Scheiben des Systems 56NiCrMoV7 bei $v = 0,1 \text{ m/s}$, ermittelt aus denen im Punkt C.2.2 auf Seite 150 dargestellten FIB-Schnitten.

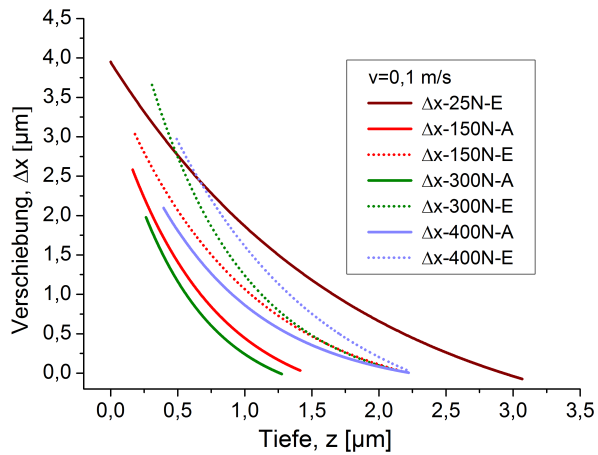


Abbildung C.38: Verschiebungen 56NiCrMoV7 mit $v = 0,1 \text{ m/s}$.

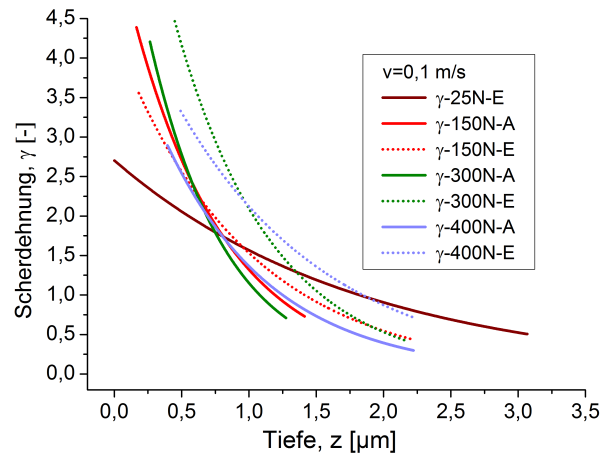


Abbildung C.39: Scherdehnung 56NiCrMoV7 mit $v = 0,1 \text{ m/s}$.

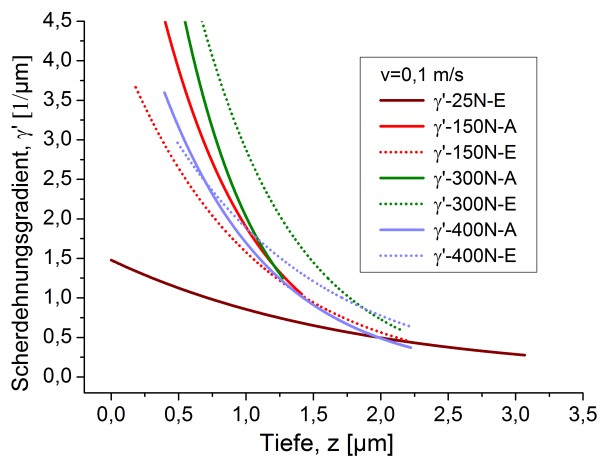


Abbildung C.40: Scherdehnungsgradient 56NiCrMoV7 mit $v = 0,1 \text{ m/s}$.

Endversuche

Tiefenverlauf von Verschiebung, Scherdehnung und Scherdehnungsgradienten der Abbruchversuche der Scheiben des Systems 56NiCrMoV7 unter dargestellten Bedingungen.

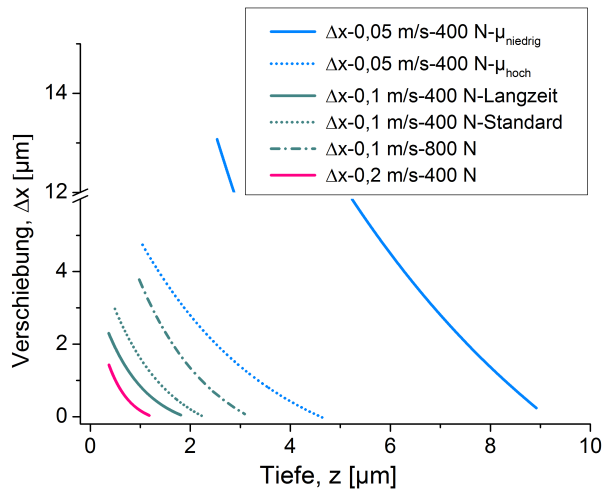


Abbildung C.41: Verschiebungen 56NiCrMoV7 zum Versuchsende.

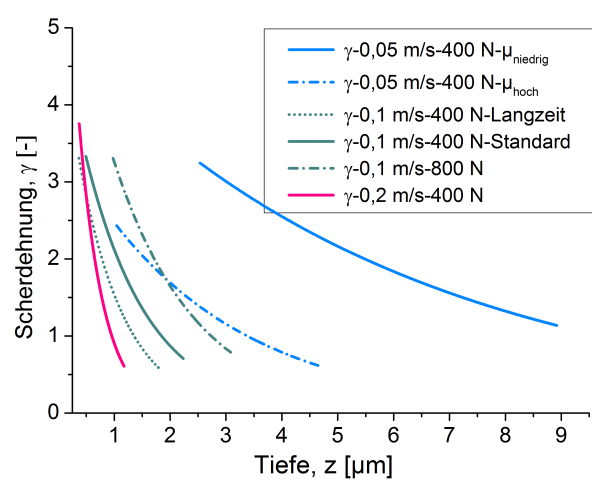


Abbildung C.42: Scherdehnung 56NiCrMoV7 zum Versuchsende.

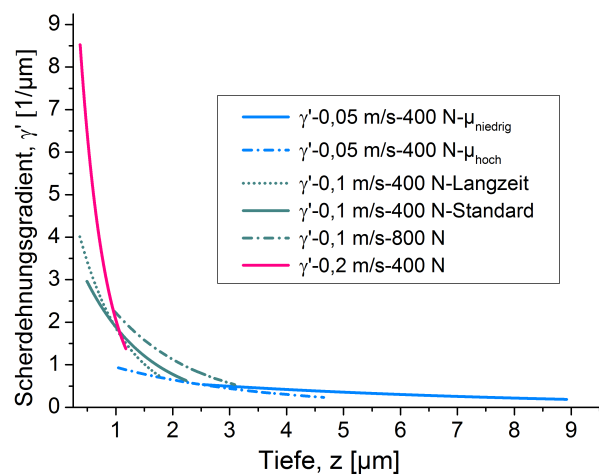


Abbildung C.43: Scherdehnungsgradient 56NiCrMoV7 zum Versuchsende.

C86D-Stifte

Tiefenverlauf von Verschiebung, Scherdehnung und Scherdehnungsgradienten der Abbruchversuche der Stifte des Systems 56NiCrMoV7 unter angegebenen Bedingungen. Ermittelt aus im Punkt C.2.3 auf Seite 153 dargestellten FIB-Schnitten.

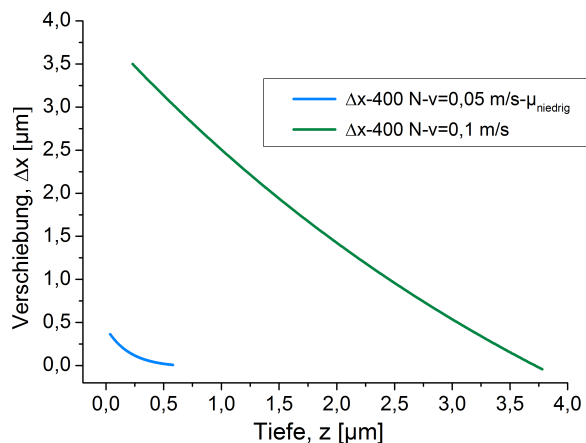


Abbildung C.44: Verschiebungen Stift.

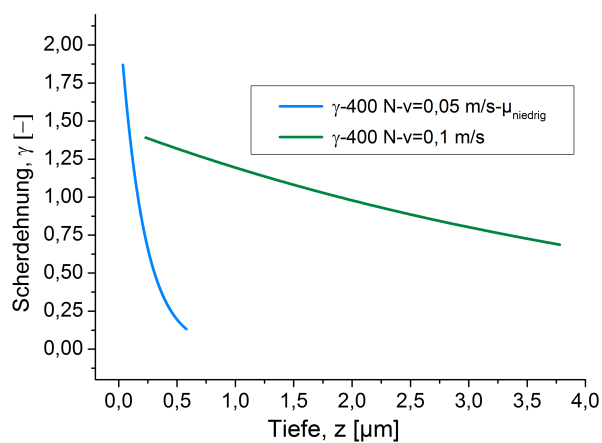


Abbildung C.45: Scherdehnung Stift.

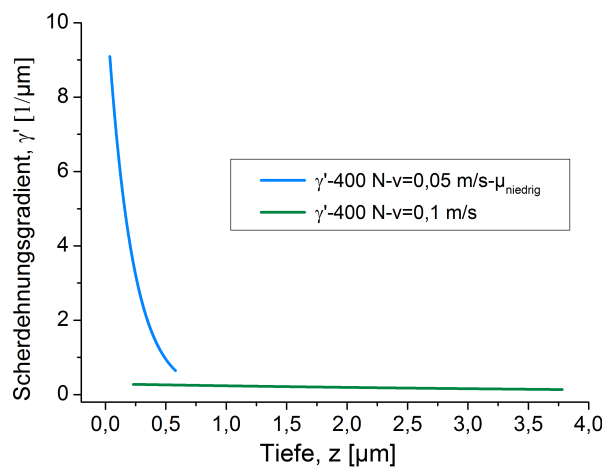


Abbildung C.46: Scherdehnungsgradient Stift.

C.3.2 Ck45-Abbruchversuche

Ermittelter Tiefenverlauf von Verschiebung, Scherdehnung und Scherdehnungsgradienten der Abbruchversuche des Systems Ck45 zum Ende der Laststufen, aus den im Punkt C.2.4 auf Seite 154 dargestellten FIB-Schnitten.

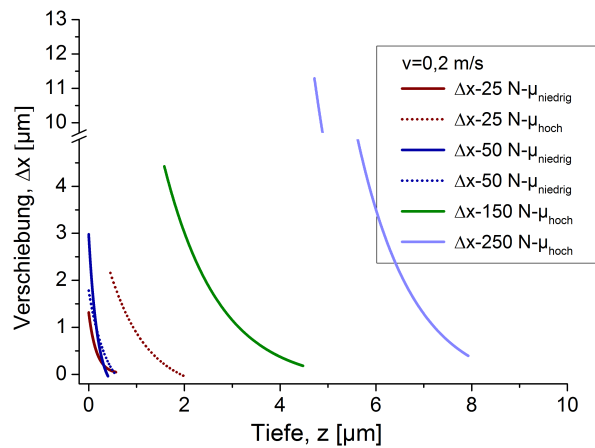


Abbildung C.47: Verschiebungen-Ck45 mit $v = 0,2$ m/s.

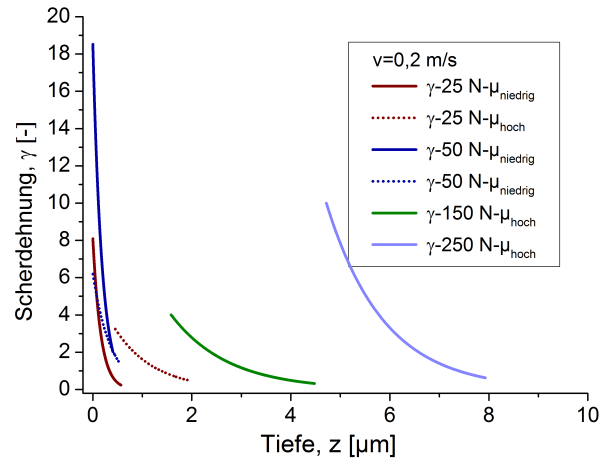


Abbildung C.48: Scherdehnung-Ck45 mit $v = 0,2$ m/s.

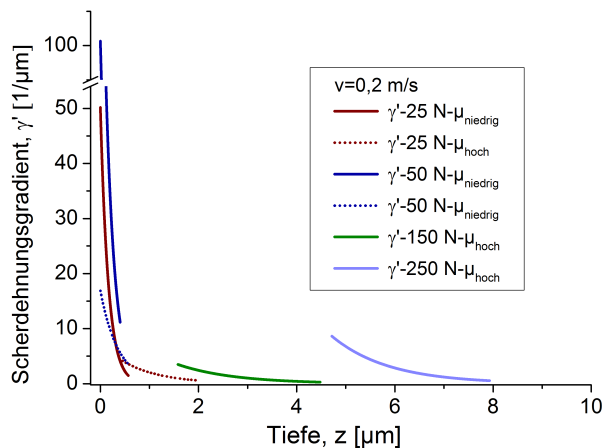


Abbildung C.49: Scherdehnungsgradient-Ck45 mit $v = 0,2$ m/s.

C.4 XPS-Analysen

C.4.1 $^{56}\text{NiCrMoV7} - v = 0,05 \text{ m/s}$

Chemische Tiefenprofile nach Laststufen des Systems $^{56}\text{NiCrMoV7}$ bei $v = 0,05 \text{ m/s}$ der Scheibe, zum Anfang und zum Ende von Laststufen.

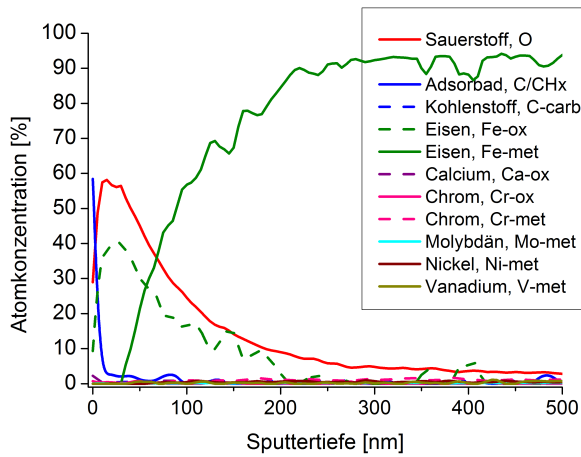


Abbildung C.50: 25 N-Ende, μ -niedrig

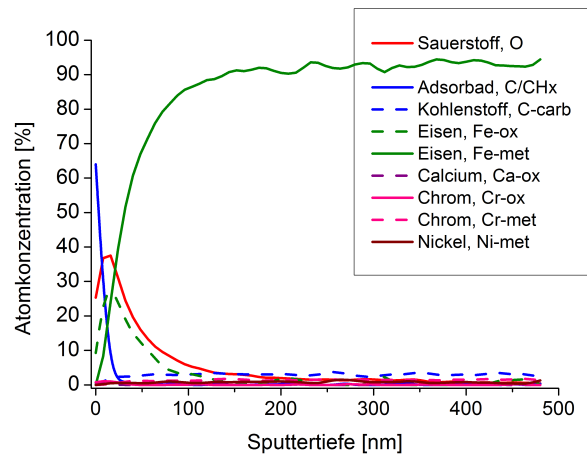


Abbildung C.51: 25 N-Ende, μ -hoch

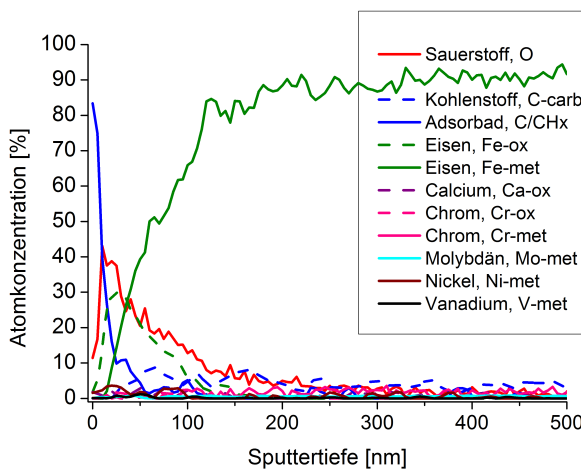


Abbildung C.52: 400 N-Anfang, μ -niedrig

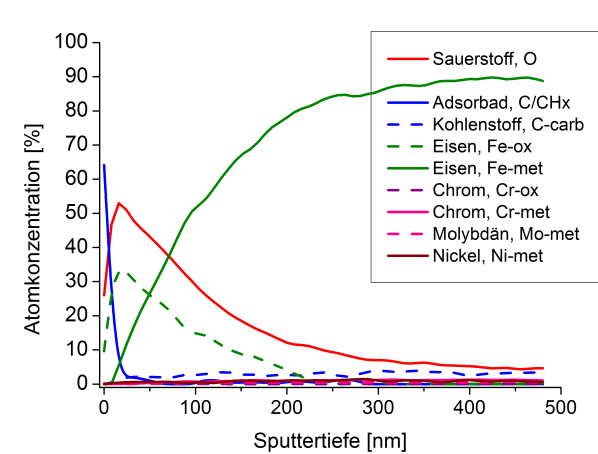
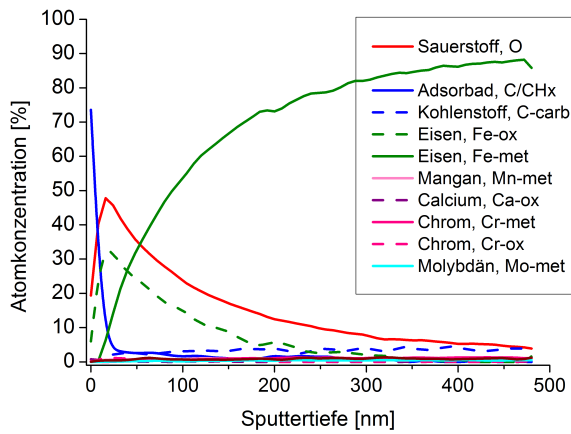
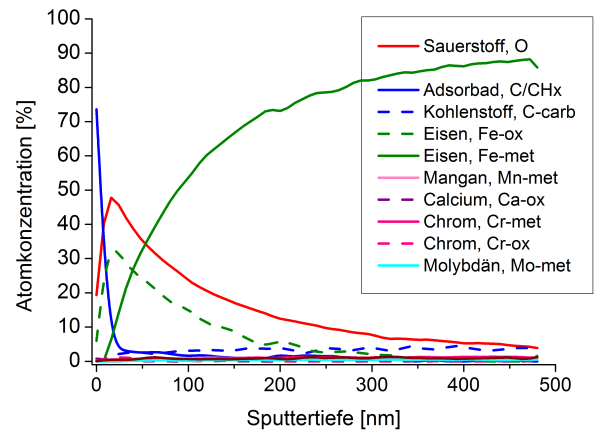


Abbildung C.53: 400 N-Anfang, μ -hoch

Abbildung C.54: 400 N-Ende, μ -niedrigAbbildung C.55: 400 N-Ende, μ -hoch

C.4.2 $^{56}\text{NiCrMoV7} - v = 0,1 \text{ m/s}$

Chemische Tiefenprofile nach Laststufen des Systems $^{56}\text{NiCrMoV7}$ bei $v = 0,1 \text{ m/s}$ der Scheibe, zum Anfang und zum Ende von Laststufen.

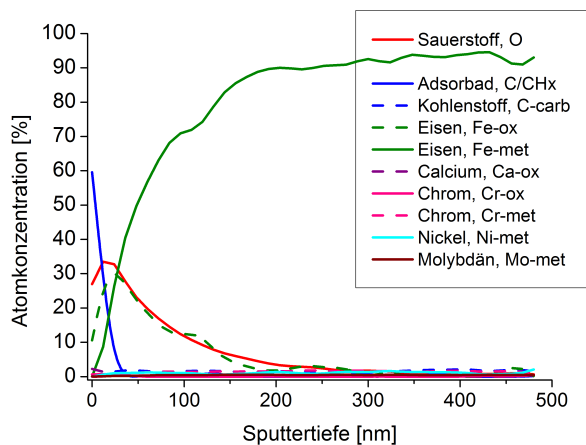


Abbildung C.56: 25 N-Ende

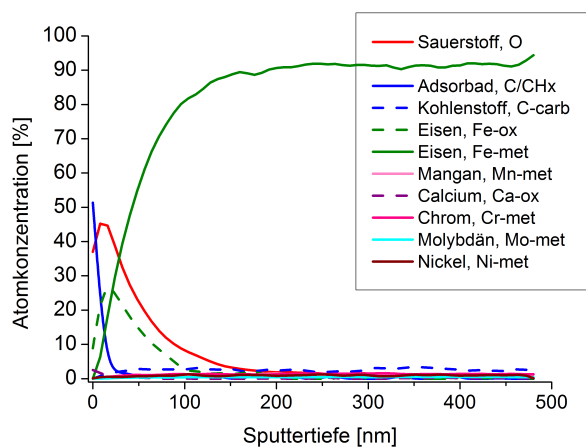


Abbildung C.57: 150 N-Anfang

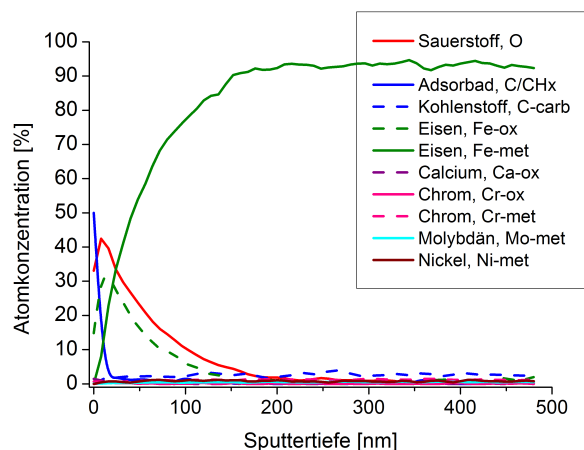


Abbildung C.58: 150 N-Ende

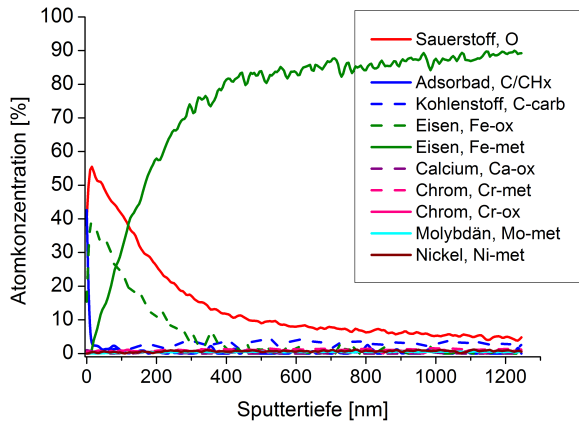


Abbildung C.59: 300 N-Anfang

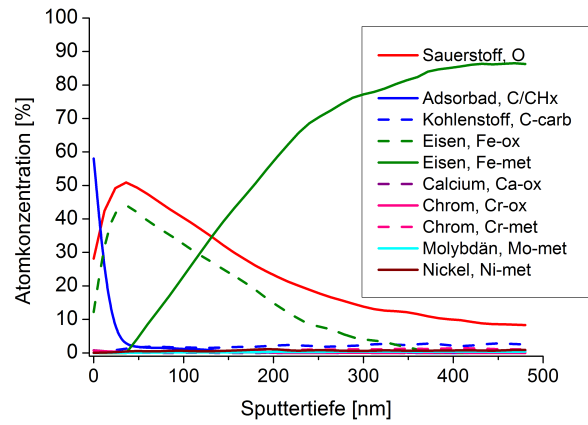


Abbildung C.60: 300 N-Ende

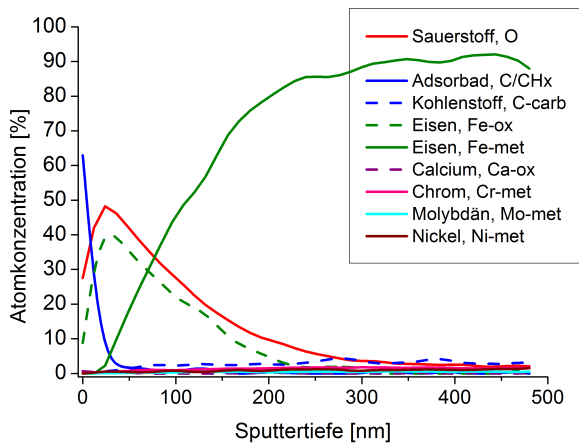


Abbildung C.61: 400 N-Anfang

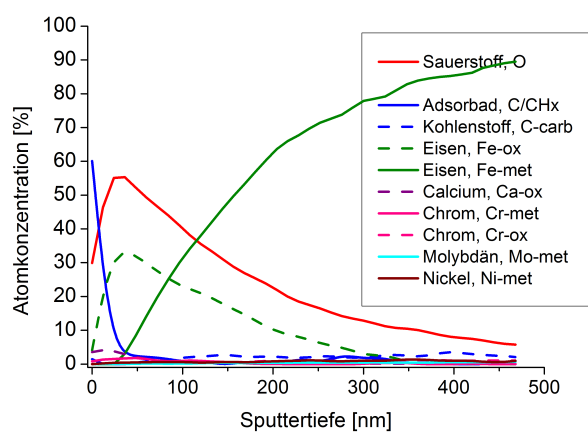


Abbildung C.62: 400 N-Ende

C.4.3 Ck45 – $v = 0,2 \text{ m/s}$

Chemische Tiefenprofile der Abbruchversuche des Systems Ck45 der Scheibe bei $v = 0,2 \text{ m/s}$, zum Ende von Laststufen.

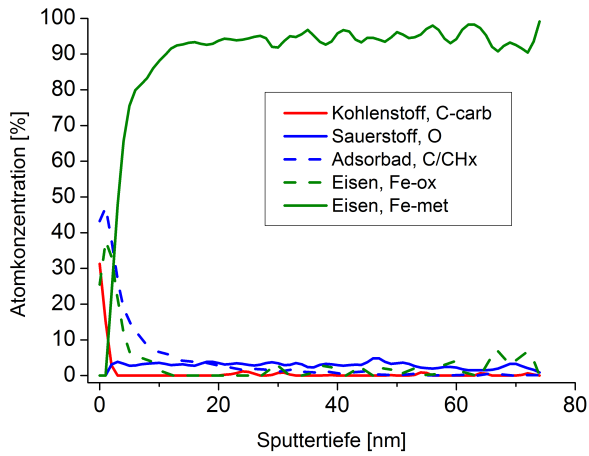
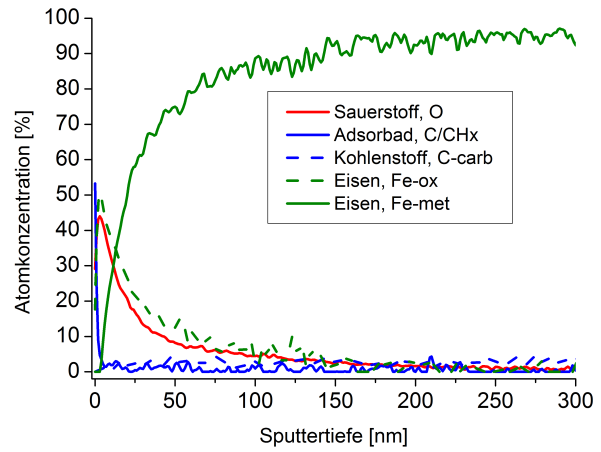
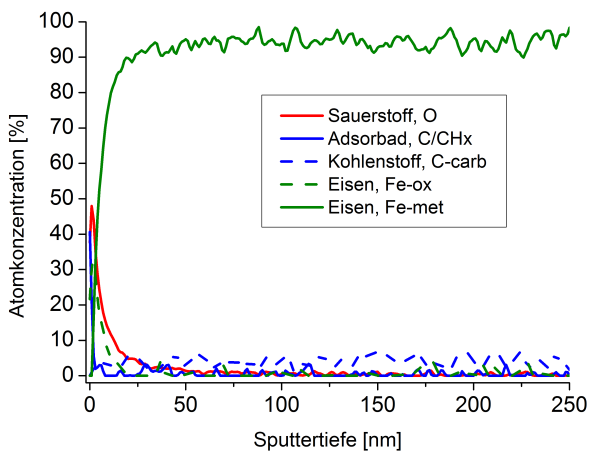
Abbildung C.63: 25 N-Ende, μ -niedrigAbbildung C.64: 25 N-Ende, μ -hoch

Abbildung C.65: 50 N-Ende, Versuch 1

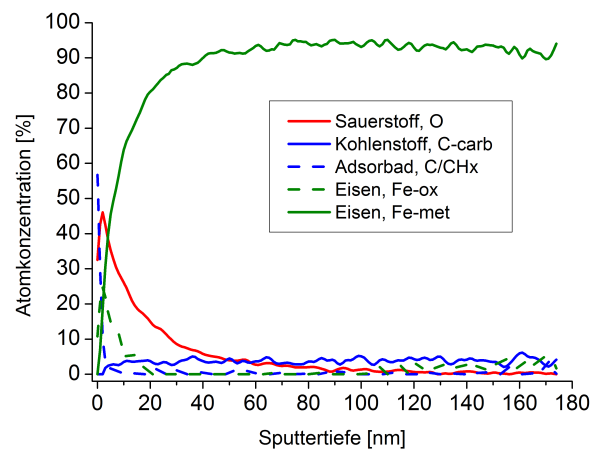
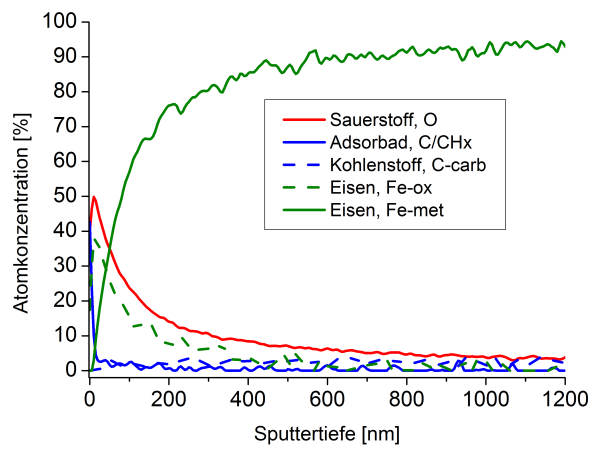
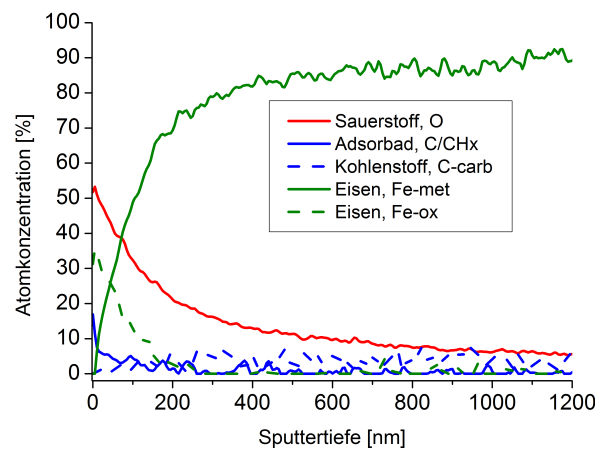


Abbildung C.66: 50 N-Ende, Versuch 2

Abbildung C.67: 150 N-Ende, μ -hochAbbildung C.68: 250 N-Ende, μ -hoch

Danksagung

Diese Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit im Mikrotribologie Centrum des Fraunhofer-Instituts für Werkstoffmechanik in Pfinztal. Die Arbeit wurde finanziell von der Bosch GmbH und der Daimler AG unterstützt.

- Danke an meinen Betreuer Professor Matthias Scherge, welcher mich zum Verfassen dieser Dissertation erst ermutigt hat.
- Danke an all die anderen Mitarbeiter des Mikrotribologie Centrums, im Besonderen an meinen Bürokollegen Dominic Linsler, der mit mir Leid und Freude sowie viele Diskussionen und Süßigkeiten geteilt hat und für mich so einige FIB-Bilder gemacht hat.
- Danke an Bach-Hue Quan und Christian Zwifka aus dem Nachbarbüro für die große Unterstützung bei meinen alltäglichen Arbeiten.
- Danke an André Blockhaus.
- Danke an Pantcho Stoyanov, Diego Marchetto und Tim Feser für die Vielzahl an Unterstützungen, Korrekturen, Motivationen ... und „schlechten Witzen“.
- Danke an „meine“ Studenten, Onur Temiz, Klaudia Lichtenberg, Erika Moya-Lopez und Christian Bruns.
- Danke an Professor Alfons Fischer für die entscheidenden Hilfestellungen in Bezug auf Materialwahl und Literatur.
- Danke an Eberhard Nold für die vielen chemischen Lehrstunden bei gleichzeitig leiblichem Wohl.
- Danke an Patrice Brenner vom LEM ohne den die vielen Untersuchungen an der FIB nicht annähernd hätten durchgeführt werden können.
- Danke an Heike Störmer für die oft späten Stunden am TEM.

- Danke an die vielen anderen Mitarbeiter in Pfinztal am ICT, am IWM in Freiburg und am KIT-Nord für viele kleine und größere Hilfestellungen in den letzten Jahren.
- Danke an Anne!