

# **Einlaufverhalten einer untereutektischen AlSi-Legierung unter Berücksichtigung des Randzonengefüges**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
Doktor-Ingenieurs  
von der Fakultät für Maschinenbau des

Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte  
Dissertation  
von Dominic Linsler  
aus Stuttgart

Tag der mündlichen Prüfung: 24. Februar 2016

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

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



## **Erklärung**

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe, dass alle Stellen der Arbeit, die wörtlich oder sinngemäß aus anderen Quellen übernommen wurden, als solche kenntlich gemacht sind und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegt wurde.

Karlsruhe, den 24.11.2015



# Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit am Mikrotribologie Centrum  $\mu$ TC in Karlsruhe. Meinen Dank möchte ich Herrn Prof. Scherge für die Betreuung der Arbeit und die Einführung in die Welt der niedrigsten Verschleißraten und viele Diskussionen aussprechen. Danke für die Anleitung, alles zu hinterfragen. Danke an Herrn Prof. Schulze für die Übernahme des Koreferats.

Unterstützung für die Arbeit habe ich von unterschiedlichsten Seiten erfahren. Ein Dank daher an alle Kollegen der Gruppe in Pfinztal, insbesondere an Angelika (mit der alles hinterfragt wurde), Diego, Pantcho und Christian für viele Diskussionen, Unterstützung und Spaß bei der Arbeit. Danke an Eberhard für Kekse, XPS-Messungen und Chemieunterricht. Danke an Andre und Bach Hue für ständige Unterstützung bei den kleinen Problemen des Alltags. Danke an die Studenten Tobias, Felix, Samuel und Sebastian für die Unterstützung bei der Laborarbeit. Danke auch an Christian Greiner und Ruth Schwaiger für die Unterstützung an FIB und Nanoindenter. Den Kollegen Thorsten Schmidt (IWU), Michael Heuser und Marco Haesche (IFAM) und Andreas Janssen (IPT) sei gedankt für die produktive Zusammenarbeit im Triboman-Projekt. Martin Dienwiebel und Prof. Gumbsch möchte ich für hilfreiche Diskussionen danken. Und nicht zuletzt: Danke an Anne.

Beteiligung an folgenden Veröffentlichungen im Rahmen meiner Tätigkeit am  $\mu$ TC:

D. LINSLER, T. SCHLARB, T. WEINGÄRTNER UND M. SCHERGE: „Influence of subsurface microstructure on the running-in of an AlSi alloy“;

*Wear* 2015, Vol. 332-333, pp. 926-931; DOI: 10.1016/j.wear.2015.02.044

20. Konferenz „Wear of Materials“ 2015

D. LINSLER, F. SCHRÖCKERT UND M. SCHERGE: „Influence of subsurface plastic deformation on the running-in behavior of an AlSi alloy“; Artikel eingereicht bei *Tribology International*, Vortrag am „42. Leeds-Lyon Symposium on Tribology“

P. STOYANOV, D. LINSLER, T. SCHLARB, M. SCHERGE UND R. SCHWAIGER: „Dependence of tribofilm characteristics on the running-in behavior of aluminum-silicon alloys“;

*Journal of Materials Science* 2015, Vol. 50, pp. 5524-5532; DOI 10.1007/s10853-015-9099-5

M. SCHERGE, D. LINSLER UND T. SCHLARB: „The running-in corridor of lubricated metal-metal contacts“;

*Wear* 2015, Vol. 342-343, pp. 60-64; DOI: 10.1016/j.wear.2015.08.014

N. BECKMANN, P.A. ROMERO, D. LINSLER, M. DIENWIEBEL, U. STOLZ, M. MOSELER UND P. GUMBSCH: „Origins of Folding Instabilities on Polycrystalline Metal Surfaces“; *Pys. Rev. Applied* 2014, Vol. 2, 064004;

DOI: 10.1103/PhysRevApplied.2.064004

*Nicht im direkten Zusammenhang mit der Dissertation*

# Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit dem tribologischen Verhalten einer un-  
tereutektischen Aluminium-Silicium-Legierung unter Berücksichtigung von Einlauf-  
phänomenen. Tribologische Belastung und die Änderung von Reibung und Verschleiß  
über die Versuchszeit hängen mit der Veränderung des Randzonengefüges und der  
Ausbildung eines dritten Körpers zusammen. Hier wurde untersucht, inwiefern ver-  
schiedene Randzonengefüge das tribologische Verhalten im Bereich niedrigster Ver-  
schleißraten beeinflussen. Dafür wurden am Stift-Scheibe-Tribometer im geschmier-  
ten Mischreibungszustand verschiedene Scheiben vergleichbarer Topographien über  
ein Kennfeld aus Lasten und Geschwindigkeiten getestet. Unterschiedliche Rand-  
zonenzustände wurden durch die Modifikation der Siliciumphase und durch ver-  
schiedene Spanwerkzeuge erreicht. Marker stellten die Scherung der Randzone im  
initialen Kontakt der ersten 1 000 m Gleitweg dar. Die Messung der Stiftverschleiß-  
raten mit Radionuklid-Technik zeigte deutliche Unterschiede im Verschleißverhalten  
und der Empfindlichkeit der verschiedenen Tribosysteme. Mit den Ergebnissen der  
Markerversuche konnten diese Unterschiede auf die Ausbildung eines Schergradi-  
enten und verschiedener dritter Körper zurückgeführt werden. Die Markerversuche  
ermöglichten außerdem die Quantifizierung relevanter Volumina und Gleitwege für  
Reibung und Verschleiß. Durch eine gezielte Einstellung der Randzonen über die  
Endbearbeitung kann das tribologische Verhalten optimiert werden. Niedrige Rei-  
bung wird über einen ausgeprägten dritten Körper erreicht. Niedriger Verschleiß ist  
mit der Konzentration der Scherung in eine möglichst geringe Tiefe verknüpft.





# Abstract

Subject of the thesis is the tribological behavior of a hypoeutectic Aluminum-Silicon alloy under consideration of running-in phenomena. The tribological contact and also the changes of friction and wear over time are closely related to changes in the subsurface microstructure and the formation of a third body. To study the influence of subsurface microstructures on the tribological behavior in the ultra-low wear regime, different disks with comparable topographies were tested in mixed lubrication on a pin-on-disk tribometer. The variation of microstructures was achieved on the one hand with modification of the silicon microstructure by heat treatment and melt refinement and on the other hand by the variation of the cutting tools. Markers indicated the subsurface shear in the initial contact after 1 000 m of sliding distance. On-line wear measurement of the pin with radionuclide-technique revealed significant differences of the wear rates and the sensitivities of the different tribosystems. These differences could be correlated to the setup of a shear gradient in the subsurface by the results of the marker experiments. Moreover, marker analysis provided insight into the relevant volumes and sliding distances for friction and wear. Specific adjustment of subsurface deformation by final machining can optimize the tribological behavior. Low friction is achieved with the setup of a pronounced third body. Low wear rates are connected to the confinement of subsurface shear to lowest possible depth.



# Inhaltsverzeichnis

<b>Danksagung</b>	<b>v</b>
<b>Kurzfassung</b>	<b>vii</b>
<b>Abstract</b>	<b>ix</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Literaturübersicht und Stand der Technik</b>	<b>3</b>
2.1 Verschleißratenbereiche . . . . .	4
2.2 Einlaufverhalten . . . . .	4
2.3 Randzonenveränderung durch tribologische Belastung . . . . .	6
2.3.1 Einfluss der Endbearbeitung auf das tribologische Verhalten . . . . .	9
2.3.2 Der dritte Körper . . . . .	10
2.3.3 Der tribologische Kreislauf . . . . .	12
2.3.4 Marker zur Darstellung tribologischer Vorgänge . . . . .	13
2.4 Aluminium-Silicium . . . . .	14
<b>3 Materialien und Methoden</b>	<b>17</b>
3.1 Methoden . . . . .	17
3.1.1 Tribologische Versuche . . . . .	17
3.1.2 Radionuklid-Technik . . . . .	21
3.1.3 Probencharakterisierung . . . . .	22
3.2 Markerexperimente . . . . .	27
3.2.1 Galliummarker . . . . .	27
3.2.2 Platinmarker . . . . .	28
3.2.3 Mikrobohrungen . . . . .	28
3.3 Materialien . . . . .	29
3.3.1 Aluminium-Silicium . . . . .	29
3.3.2 100Cr6 . . . . .	37
3.3.3 Schmierstoff . . . . .	37
<b>4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß</b>	<b>39</b>
4.1 Ergebnisse . . . . .	39
4.1.1 Charakterisierung der Proben nach Endbearbeitung . . . . .	39
4.1.2 Charakterisierung des Einlaufverhaltens . . . . .	40
4.1.3 XPS-Analysen der tribologisch belasteten Systeme . . . . .	43
4.1.4 Markerexperimente . . . . .	45
4.2 Diskussion . . . . .	50
4.2.1 Reibungsverhalten . . . . .	50
4.2.2 Verschleißverhalten . . . . .	50
4.2.3 Der Einlaufkorridor . . . . .	54

4.2.4	Zuverlässigkeit der Platinmarker . . . . .	58
4.3	Zusammenfassung . . . . .	58
<b>5</b>	<b>Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß</b>	<b>61</b>
5.1	Ergebnisse . . . . .	61
5.1.1	Randzonengefüge nach Endbearbeitung . . . . .	61
5.1.2	Charakterisierung des tribologischen Verhaltens . . . . .	62
5.1.3	Ergebnisse der Randzonenanalytik . . . . .	67
5.2	Diskussion . . . . .	71
5.2.1	Einfluss der Legierungsveredelung . . . . .	72
5.2.2	Einfluss der Wärmebehandlung . . . . .	74
5.2.3	Zusammenhang Härte und Verschleißverhalten . . . . .	78
5.2.4	Verschleißmodell . . . . .	78
5.3	Zusammenfassung . . . . .	79
<b>6</b>	<b>Vorgänge im Reibkontakt</b>	<b>81</b>
6.1	Ergebnisse . . . . .	82
6.1.1	Kennfeldversuche . . . . .	82
6.1.2	Markerexperimente . . . . .	83
6.2	Diskussion . . . . .	93
6.2.1	Vergleich der Marker in Stift und Scheibe . . . . .	93
6.2.2	Zuverlässigkeit der Marker . . . . .	94
6.2.3	Ausbildung eines Schergradienten im Stift . . . . .	95
6.2.4	Die Entstehung des dritten Körpers: Faltung vs. Wiederanlagerung . . . . .	96
6.3	Zusammenfassung . . . . .	99
<b>7</b>	<b>Kapitelübergreifende Diskussion</b>	<b>101</b>
7.1	Relevante Gleitwege und Volumina für Reibung und Verschleiß . . . . .	101
7.1.1	Für den Einlaufvorgang relevante Volumina . . . . .	101
7.1.2	Für den Einlaufvorgang relevante Gleitwege . . . . .	102
7.2	Vergleich der Wirkungen von Wärmebehandlung und Endbearbeitung	102
7.3	Generalisierbarkeit der Ergebnisse . . . . .	103
7.4	Anforderungen an die Endbearbeitung . . . . .	103
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>105</b>
<b>9</b>	<b>Ausblick</b>	<b>107</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>109</b>
	<b>Anhang</b>	<b>121</b>
1	Materialien . . . . .	121
2	Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß . . . . .	121
3	Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß . . . . .	127
4	Vorgänge im Reibkontakt . . . . .	133

# 1 Einleitung

Wettbewerb und Klimawandel erfordern eine zunehmend ressourcen-, energie- und damit kosteneffizientere Produktion. Daneben bestehen Anforderungen an leichte und kompakte Bauteile in Fahrzeugen. Mit den Ergebnissen von Berlets Forschungen zum Energieeintrag während der Endbearbeitung [3] und dessen Auswirkungen auf die tribologischen Eigenschaften der Oberfläche wurde im Rahmen des Fraunhofer-internen Projekts TRIBOMAN versucht, die beschriebenen Anforderungen an Produktion und Bauteile am Demonstrator eines Zylinderkurbelgehäuses umzusetzen. Basierend auf den Erkenntnissen zur Randzonenentwicklung der Lauffläche in übereutektischen Aluminium-Silicium-Zylinderkurbelgehäusen [27] wurde von Scherge und Dienwiebel die Hypothese aufgestellt, dass bei entsprechender Vorkonditionierung durch die Endbearbeitung auch eine Legierung aus untereutektischem Aluminium-Silicium (AlSi) als Laufflächenmaterial geeignet ist. Die Endbearbeitung erfolgte im TRIBOMAN-Projekt über Zerspanung bei definierter Passivkraft und hätte gegenüber dem Honen prozesstechnische Vorteile. Die Legierung hätte in der Fertigung gegenüber den 2010 als Stand der Technik verwendeten übereutektischen AlSi-Legierungen die Vorzüge der günstigeren Beschaffung, der besseren Gießbarkeit und der aufgrund der geringeren Anzahl primärer Si-Phase einfacheren Bearbeitbarkeit.

An einem Einzylinder-Versuchsmotor wurde im Rahmen des TRIBOMAN-Projekts gezeigt, dass die untereutektische Legierung als Laufflächenmaterial mit einer spannenden Endbearbeitung und einer Topographie aus einem Drehprozess ohne Honriefen prinzipiell lauffähig ist. Vergleichbare Forschungsarbeiten bei General Motors und der University of Windsor, Ontario, in Bezug auf die mögliche Verwendung der untereutektischen Legierung wurden 2010 veröffentlicht [95].

In der vorliegenden Arbeit werden Versuche mit der untereutektischen Legierung AlSi9Cu3 am Stift-Scheibe-Tribometer vorgestellt. Ziel dieser Versuche war es, den Einfluss der Endbearbeitung (Kapitel 4) und den Einfluss der Legierungsveredelung (Kapitel 5) auf das tribologische Verhalten der Paarung Stahl-AlSi zu charakterisieren und die zugrunde liegenden tribologisch induzierten Vorgänge zu verstehen.



## 2 Literaturübersicht und Stand der Technik

Ein Vergleich der Ergebnisse verschiedener Studien im Bereich der Tribologie gestaltet sich schwierig, da eine Vielzahl von Parametern auf allen Größenskalen das tribologische Verhalten von Proben beeinflussen. Auf der Nanometer-Skala sind das chemische Effekte wie Probenreinigung [37], Schmierstoffe [66], Oxidfilme und deren Bildung [44] sowie die chemische Zusammensetzung der Reibpartner an sich und deren Kristallographie [108]. Die Eigenschaften im Bereich der Mesoskala mit Veretzungen, Eigenspannungen und bestimmten Verfestigungsmechanismen sind durch das verwendete Material und durch die Endbearbeitung gegeben, die das tribologische Verhalten mitbestimmt [4]. Die Endbearbeitung beeinflusst mit Korngrößen, Rauheiten und Welligkeiten der Oberfläche auch die Eigenschaften der Proben auf der Mikroskala. Ergebnisse tribologischer Versuche werden auf der Makroskala über die Maschinendynamik der verwendeten Tribometer [42], mögliche Inhomogenitäten über die Reibspur [38] und unterschiedliche Probengeometrien (Kugel-Scheibe gegenüber Stift-Scheibe) mit beeinflusst. Diese Aufzählung kann um viele Aspekte erweitert werden.

Zusätzlich wird ein Vergleich verschiedener Forschungsarbeiten damit erschwert, dass sich die Aspekte, unter denen die Versuchsprogramme gefahren und die Ergebnisse analysiert werden, stark unterscheiden. So können unterschiedliche Versuchsparameter (z. B. in Last und Geschwindigkeit) zu Bereichen unterschiedlicher Verschleißraten mit den entsprechenden Unterschieden in den Mechanismen führen. Auch die Wahl des Erklärungsansatzes kann zu unterschiedlichen Methoden der Probenanalyse führen. Da die dissipierte Reibkraft die Probeneigenschaften auf vielen Skalen ändert, liefern alle Methoden Unterschiede zum Zustand vor der tribologischen Belastung und den entsprechenden Interpretationsspielraum. So konzentrieren sich z. B. Cavatorta u. Cusano [16] auf die Ausbildung eines Tribofilms, während sich Sedlaček u. a. [84] auf die Einflüsse der Rauheit konzentrieren.

**Relevante Literatur** Aufgrund des hier verwendeten Interpretationsansatzes - der Berücksichtigung von Einlaufphänomenen unter Ausbildung eines dritten Körpers - und des daraus resultierenden Prüfprogramms erscheinen neben der Literatur zu Einfluss und Veränderung der Randschicht unter tribologischer Belastung Veröffentlichungen zum Einlaufverhalten und dem dritten Körper als relevant. Da im Rahmen der Arbeit verschiedene Markerexperimente durchgeführt wurden, wird auch auf Veröffentlichungen zur Darstellung der Randzonenverformung in tribologischen Versuchen eingegangen. Um die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit in die Literatur einordnen zu können, werden zunächst die verschiedenen Verschleißratenbereiche vorgestellt.

## 2.1 Verschleißratenbereiche

Verschleiß und Verschleißraten werden in der Literatur in verschiedensten Einheiten angegeben [11]. Häufig ist der Volumenverlust über den Gleitweg (oft in  $\text{mm}^3/\text{m}$ ) oder auch - nach Archard [1; 43] - der Verschleißkoeffizient angegeben, der den Volumenverlust auf den Verschleißweg und die Normalkraft bezieht (gewöhnlich in  $\text{mm}^3/(\text{N m})$ ). Weniger häufig ist auch die Angabe der Verschleißtiefe über die Zeit, dann gewöhnlich in  $\text{nm}/\text{h}$ , zu finden (z. B. bei Perrin u. a. [66]).

Verschleißraten werden in die Bereiche hohen („severe wear“) und niedrigen Verschleißes („mild wear“) eingeteilt. Der Bereich niedrigen Verschleißes ist dadurch gekennzeichnet, dass die entstehenden Verschleißteilchen oxidiert und mit bis zu etwa einem Mikrometer Größe deutlich kleiner sind als Verschleißteilchen im Bereich des Hochverschleißes, die metallisch und in Größen über  $20 \mu\text{m}$  vorliegen [55]. Eine Erweiterung dieser Definition auf niedrigste Verschleißraten würde die in diesem Bereich vorherrschende Verschleißteilchengröße im Submikrometer- und Nanometerbereich mit einbeziehen (vgl. Scherge u. a. [78] und Abb. 26, S. 137 im Anhang).

Alpas u. a. [19; 111] definieren verschiedene Verschleißratenbereiche mit hohen (über  $10^{-2} \text{mm}^3/\text{m}$ ), niedrigen ( $10^{-3} \text{mm}^3/\text{m}$  bis  $10^{-4} \text{mm}^3/\text{m}$ ) und niedrigsten Verschleißraten (kleiner  $10^{-4} \text{mm}^3/\text{m}$ ). Dabei ist anzumerken, dass auch Verschleißraten im niedrigen Verschleißratenregime zu hoch für die allermeisten Anwendungen im Maschinenbau sind [43, S. 88].

Damit die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Angaben der Verschleißraten in  $\text{nm}/\text{h}$  mit anderen in der Literatur verwendeten Einheiten verglichen werden können, ist in Tabelle 2.1 die Größenordnung der Verschleißrate der verwendeten Stifte in verschiedenen Einheiten angegeben.

Tabelle 2.1: Größenordnung der Stiftverschleißrate in verschiedenen, üblichen Einheiten.

Einheit	$\text{nm}/\text{h}$	$\text{mm}^3/\text{m}$	$\text{mm}^3/(\text{N m})$
Wert	10	$10^{-8}$	$2 \cdot 10^{-11}$

## 2.2 Einlaufverhalten

Blau [10] definiert den Einlauf als die Änderung von Reibung, Temperatur und Verschleißrate kurz nach dem Beginn des Gleitkontakts zwischen zwei zuvor unbelasteten, endbearbeiteten Oberflächen. Nach Scherge [80; 90] ist der Einlauf abgeschlossen, wenn eine konstante Verschleißrate erreicht ist. Ein geeigneter Einlauf führt nach Berlet u. a. [4] zu Reibwerten unter 0,05 und Verschleißraten unter  $10 \text{nm}/\text{h}$ .

Wie die Messungen von Shakhvorostov u. a. [89] und auch die im Ergebnisteil dargestellten Messungen zeigen, unterscheiden sich die Zeiten bis zum Erreichen einer konstanten Verschleißrate und einem konstanten Reibwert. Außerdem hängt die Einlaufzeit auch von der Materialpaarung und der Belastung ab (am Tribometer: AlSi ca. 10 bis 20 h (Kapitel 5), [101]; Grauguss bis 60 h [89]). Auf die Verschleißrate bezogene Einlaufzeiten betragen in Verbrennungsmotoren abhängig vom gewählten Betriebspunkt etwas weniger als eine Stunde [47; 66; 82].

Cavatorta u. Cusano [17] und Ludema [54] definieren einen Einlauf für Maschinen als Belastung vor der eigentlichem Inbetriebnahme, vergleichbar mit dem Einlaufprogramm für manche Verbrennungsmotoren auf einem Motorenprüfstand [104]. Ein



Einlauf nach der Definition der Änderung der Verschleißrate über die Zeit findet jedoch in jedem Verbrennungsmotor im Betrieb statt [47, S. 32]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit soll von einem ausgeprägten Einlauf gesprochen werden, wenn deutliche Reibwertänderungen über die Zeit und / oder deutliche Änderungen der Verschleißrate über die Zeit beobachtet werden.

Einlauf in der Form von Verschleißratenänderung ist in der Literatur häufig für Systeme mit niedrigsten Verschleißraten zu finden [47; 66; 82; 89; 104], da die Radionuklid-Technik (RNT, vgl. 3.1.2) neben der hohen Auflösung den Vorteil der Echtzeitverschleißmessung bietet. Einlaufphänomene sind jedoch nicht auf niedrigste Verschleißraten beschränkt. Ergebnisse anderer Messungen in höheren Verschleißratenregimes [50; 93; 94; 101] zeigen ein Einlaufverhalten nach der Definition über den Reibwert. Eine Echtzeitverschleißmessung wurde hier nur von Lancaster [50, vgl. Abb. 2.1] durchgeführt.

**Interpretation von Einlaufphänomenen** Blau [10] gibt als mögliche Erklärung für die Beobachtung eines Einlaufverhaltens auch die makroskopische Missorientierung der tribologischen Reibpartner an. Durch die veränderte Geometrie wird kurz nach dem Versuchsstart ein hoher Reibwert erreicht. Versuche mit einem nicht flächig tragenden Stift wurden in der vorliegenden Arbeit jedoch als Fehlversuche gewertet und nicht in die Ergebnisse mit aufgenommen.

Ludema [54] erwähnt als Maßnahme gegen Fressen<sup>1</sup> einen Einlauf des Tribosystems unter Betriebsbedingungen geringer Belastungen (mittlere Geschwindigkeiten und Kräfte). Er interpretiert den Einlaufvorgang als Ausheilen von Mikroressern, die aufgrund der Belastungen im Einlauf nicht zu einem globalen Versagen des Tribosystems führen.

Kang u. Ludema [44] beschreiben in einer Forschungsarbeit zum Einlauf geschmierter Stahl-Stahl-Kontakte die Konkurrenz der Oxidation der Oberfläche mit der Bildung metallischer Verschleißteilchen. Die Ausprägung des Einlaufverhaltens wird vom vorherrschenden Mechanismus bestimmt.

Stribeck [100] findet einen Einlauf an Gleitlagern nach unterschiedlichen Belastungen und interpretiert diesen genauso wie Firestone u. Abbott [30, nach Blau [10]] als eine Einglättung der Reibpartner.

Die Mehrzahl der Autoren, die beobachtetes Einlaufverhalten explizit diskutieren, bezieht den Bereich unter der Oberfläche mit ein. Auf eine Auswahl wird im ersten Teil des nächsten Abschnitts eingegangen.

**Eigenschaften von Tribosystemen** Neben Reibung und Verschleiß definiert Scherge [79] die Begriffe Stabilität und Empfindlichkeit eines tribologischen Systems. Die Stabilität eines Systems beschreibt das Erreichen einer konstanten Verschleißrate, die nicht notwendigerweise niedrig sein muss.

Die Empfindlichkeit eines Tribosystems beschreibt dessen Reaktion auf die Änderung äußerer Rahmenbedingungen wie Betriebspunkte, Beölung, Temperaturwechsel, Vibrationen usw. Ist die Empfindlichkeit gering, so ändert sich die Verschleißrate bei Änderung der äußeren Bedingungen nicht.

---

<sup>1</sup>Scuffing beschreibt das plötzliche, schlagartige Versagen eines gewöhnlich funktionierenden Tribosystems. In diesem Sinne wurde „scuffing“ vom Autor mit „Fressen“ übersetzt.

## 2.3 Randzonenveränderung durch tribologische Belastung

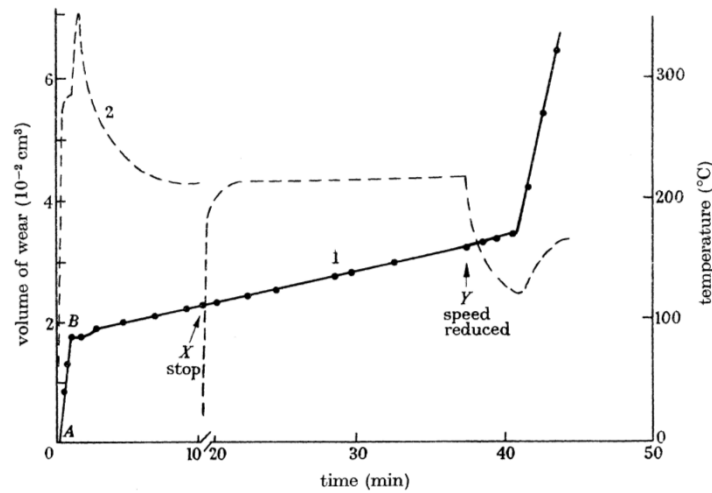
**Randzonenveränderung unter Berücksichtigung des Einlaufs** Shakhvorostov u. a. [87] finden ein Einlaufverhalten der Paarung Diamant/Kupfer am Mikrotribometer sowohl für die Reibung als auch für die Verschleißrate. Das Einlaufverhalten wird für den Kontakt im Mikrotribometer auf die Änderung der Kontaktgeometrie und sich verändernde Anteile von plastischer Verformung und Grenzreibung zurückgeführt. Die Autoren fanden eine Änderung der Korngröße vom ersten Zyklus an und charakterisierten über Augerelektronenspektroskopie (AES) auch die Änderung der chemischen Zusammensetzung der Randschicht bis in eine Tiefe von 5 nm. Die Konzentration von Fremdatomen aus der Umgebung ist vom ersten Zyklus an darstellbar und nimmt mit der Zyklenzahl auch über die Tiefe zu. Die Autoren heben die Bedeutung des Einlaufs auch für makroskopische Systeme (Systeme mit vielen Asperiten im Kontakt) hervor, in denen an den einzelnen Asperiten die gleichen Vorgänge von Kornfeinung und chemischer Veränderung stattfinden, wie sie im Mikrotribometerkontakt vorgestellt wurden. Dabei wird die Überlegung vorgestellt, dass eine chemische Veränderung der Oberfläche nur dann gefunden wird, wenn die Verschleißraten so niedrig sind, dass die Rate der chemischen Tiefenveränderung größer ist, da andernfalls die chemisch veränderten Bereiche verschliffen werden.

Diese Relevanz der anfänglichen Kontaktbedingungen wird auch von Scherge u. a. [80] dargestellt. Unterschiedliche nominelle Flächenpressungen von 30 bzw. 80 MPa in den ersten sechs Stunden zweier Stift-Scheibe-Versuche mit Cr-beschichteten Stiften gegen Grauguss führen bei anschließend gleichen Bedingungen zu deutlich unterschiedlicher, aber konstanter Verschleißrate. Die Messung von chemischen Tiefenprofilen ergibt eine zunehmende Ausprägung der Tiefenprofile mit höherer Normalkraft. Mit dieser nimmt auch die spektrale Leistungsdichte der Fourier-Transformation von Rasterkraftmikroskopiebildern der gelaufenen Oberfläche zu. Aus den gefundenen Ergebnissen schließen die Autoren auf mechanische Vermischungsprozesse und eine Gefügeänderung hin zu nanokristallinem Gefüge oder amorpher Randzone. Die mechanischen Eigenschaften dieser Randzone ermöglichen dann die Ausbildung der gefundenen Topographien. Die Ausbildung eines Films als Alternative zur mechanischen Vermischung schließen die Autoren aus, da die Verschleißrate, gemessen über die Steigung des RNT-Signals, immer größer null bleibt.

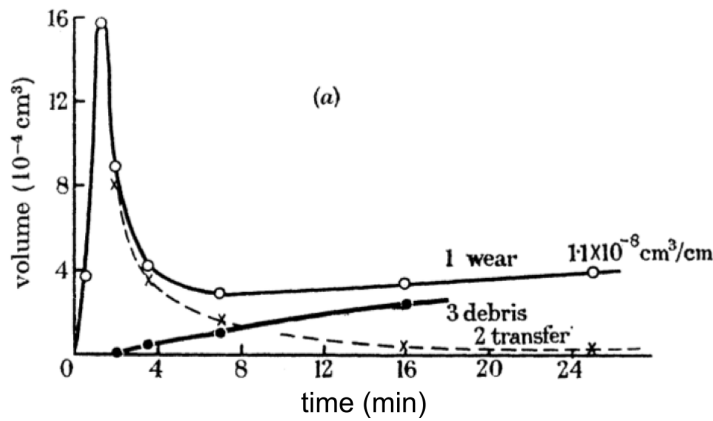
Shakhvorostov u. a. [92, verkürzt in [91]] charakterisieren die Randzonen von Proben nach einem Einlauf auf niedrige Reibwerte und Verschleißraten und nach Versuchsabbruch wegen zu hoher Verschleißraten und vergleichen die Randzonen mit dem Ausgangsgefüge. Die Charakterisierung der Proben erfolgt über Nanoindentation, röntgenographische Eigenspannungsmessung, AES und Ionenfeinstrahltechnik. Aus den Ergebnissen identifizieren die Autoren tribologisch bzw. durch die Endbearbeitung veränderte Randzonen. Die Randzone der Probe mit dem ausgeprägten Einlaufverhalten zeichnet sich durch eine wenige Mikrometer dicke, nanokristalline Schicht [86] aus, in der auch Ölelemente zu finden sind. Die Schicht mit im Vergleich zum ungelaufenen Zustand geringerer Nanohärte wird unterstützt von „einer mechanisch verspannten und in der Laufrichtung texturierten Unterlage [92]“ (Übersetzung D. L.).

Lancaster [50, siehe auch Hutchings [43]] untersuchte 1963 das tribologische Verhalten von Messing gegen vergüteten Stahl im ungeschmierten Kontakt über einen weiten Last-, Gleitgeschwindigkeits- und Temperaturbereich (0,05 - 200 kg;  $1 \cdot 10^{-4}$  - 30 m/s; 20 - 500°C). In diesem großen Kennfeld fand Lancaster auch Versuchsbe-

### 2.3 Randzonenveränderung durch tribologische Belastung



(a) Einlaufverhalten im niedrigen Verschleißratenregime und Übergang zum Hochverschleiß.



(b) Volumenveränderung am Messingreibpartner („Wear“, gravimetrisch bestimmt), Materialübertrag auf den Stahl („transfer“, über Aktivitätsmessung bestimmt) und die Differenz der beiden Messpunkte („debris“, die aus dem System als Verschleißteilchen entfernt wird).

Abbildung 2.1: Einlaufverhalten und damit zusammenhängender Materialübertrag im System Messing - Stahl, aus Lancaster [50]. Nachdruck mit Genehmigung von „The Royal Society“.

dingungen im niedrigen Verschleißratenregime, unter denen die Versuche ein deutliches Einlaufverhalten zeigten. Lancaster konnte das Einlaufverhalten damit erklären, dass zunächst während der anfänglich hohen Verschleißentwicklung Messing auf den Stahlgegenkörper übertragen wird und das oxidierte Messing dann wieder an dem Messing-Reibpartner anhaftet. Im eingelaufenen Zustand gleitet damit eine oxidierte Stahloberfläche gegen eine oxidierte, stark plastisch verformte Messingoberfläche, die mechanisch vermischt ist mit vom Stift zurück übertragenem Messingoxid. Das von Lancaster gefundene Einlaufverhalten im niedrigen Verschleißratenregime und der Messingübertrag, der mit Hilfe von radioaktiven Markern bestimmt wurde, sind in Abbildung 2.1 dargestellt. Es soll hervorgehoben werden, dass der Verschleiß des Messing („wear“) im System verbleibt und nur ein Teil („debris“) aus dem Sys-

tem entfernt wird. Lancaster fand mit Mikrohärtemessungen und einem Schliff im Messing auch eine Verformung der Randzone bis in eine Tiefe von 70  $\mu\text{m}$ . Diese Verformung nimmt exponentiell zur Oberfläche hin zu.

Rigney u. Hirth [74] interpretieren den Einlauf „als die Zeit, die nötig ist, um eine (im statistischen Sinne) konstante Oberflächentopographie und ein konstantes Randzonengefüge einzustellen“ (Übersetzung D. L.). Die Autoren finden wie Lancaster eine Dehnung, die mit dem Abstand zur Oberfläche exponentiell abnimmt und stellen zusätzlich dazu eine stark plastisch verformte Zone direkt unter der Oberfläche fest (vgl. Abbildung 2.2(a)). Die Entwicklung dieser Zonen während des Einlaufs erklären sich die Autoren über eine Analogie zu Spannungs-Dehnungs-Kurven an Einkristallen. Bereich A in Abbildung 2.2(b) wird dem „easy slip“-Bereich zugeordnet, in dem ein Gleitsystem aktiv ist. Ab einer bestimmten Dehnung findet Kaltverfestigung statt (Bereich B). Im Bereich C liegt nach den Autoren ein Gleichgewicht zwischen dynamischer Erholung und Kaltverfestigung vor, so dass sich Versetzungsstrukturen ausbilden können. Im eingelaufenen Zustand findet nach Rigney nur in Bereich C plastische Verformung durch die Reibkraft statt. Niedrige Kaltverfestigungsraten führen zu konstanten, niedrigen Reibungs- und Verschleißraten im eingelaufenen Zustand. Nach den Autoren hat das ideale Material für niedrige Reibung eine niedrige Kaltverfestigungsrate unter der Oberfläche, unterstützt von einem Bereich höherer Kaltverfestigungsrate. Damit würde die Verformung auf den Bereich unter der Oberfläche beschränkt und folglich die Reibung minimiert, Ausbrüche reduziert und die Größe von Verschleißteilchen minimiert [73].

Dienwiebel u. Pöhlmann [26] untersuchten die Entwicklung der Randzone in Abhängigkeit der Versuchsdauer am System Grauguss (Scheibe) gegen Cr-beschichteten Stahl (Stift) für Versuchszeiten von 8, 16, 150 und 270 Minuten. Dabei fanden die Autoren im anfänglichen Kontakt bis 16 Minuten die Ausbildung eines Films aus Verschleißschutzadditiven und Detergenten, die mit zunehmendem Versuchsverlauf durch mechanisches Vermischen in die Probe eingearbeitet werden. Das Einlaufverhalten wird sowohl durch Filmaufbau als auch von mechanischem Vermischen bestimmt.

**Unabhängig von Einlaufbeobachtungen** ist eine Randzonenveränderung im tribologischen Experiment in zahlreichen Forschungsarbeiten dargestellt. So finden auch

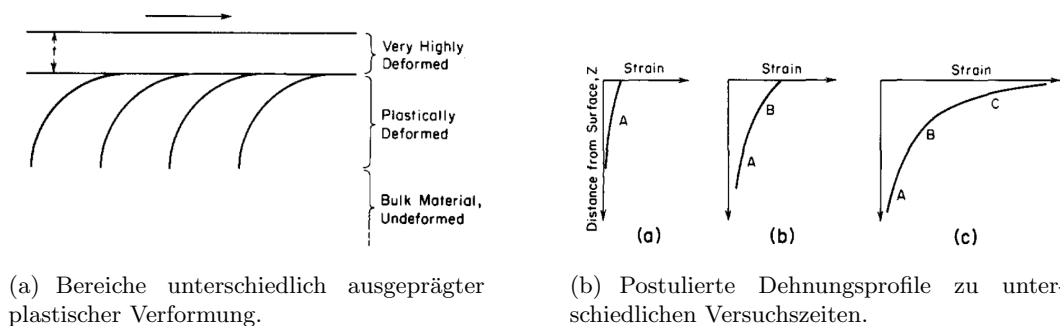


Abbildung 2.2: Unterschiedliche Zonen plastischer Verformung unter tribologisch beanspruchten Oberflächen und deren Entwicklung über den Versuchsverlauf. Aus Rigney u. Hirth [74], Nachdruck mit Genehmigung von Elsevier.

Rice u. a. [70] die von Rigney und Hirth beschriebenen Zonen unterschiedlich ausgeprägter plastischer Verformung in Stift-Scheibe-Proben (Stahl gegen Ti-16Al). Die Änderung der Tiefe über den Gleitweg ist abhängig von der Normalkraft. Die Ergebnisse sind jedoch weder einem Verschleißwert noch einer Reibkraftentwicklung zugeordnet.

Furlong u. a. [33] konnten mechanische Vermischung im Tiefenbereich weniger Nanometer darstellen, indem sie in einem UHV-Tribometer Methylthiolat auf eine gereinigte Cu-Probe aufbrachten und diese im Anschluss mit einer Wolframcarbid-Kugel bei 4 mm/s und 0,44 N tribologisch belasteten. Nach 50 Zyklen wurde mit AES in der Tribospur auf der Oberfläche kein Methylthiolat mehr gefunden. Das Methylthiolat neben der Reibspur wurde durch Sputtern mit Argon-Ionen entfernt und die Probe im Anschluss bei 780 K für 10 s ausgelagert. Darauf hin konnte in der Reibspur mit AES wieder Schwefel gefunden werden. Molekulardynamiksimulationen ergeben, dass Schwefel durch mechanische Vermischung in die Randzone gelangt.

Auf einer größeren Skala von wenigen hundert Nanometern bis zu mehreren Mikrometern finden Young u. a. [110] mechanische Vermischung und die Ausbildung einer lamellaren Struktur nach stark plastischer Verformung verschiedener Lagen von Silber und Kupfer über „high pressure torsion“. Die Autoren interpretieren die gefundenen Lamellen als Ergebnis mechanischer Verhakung von Oberflächenasperitäten. Der Einsatz von Laurylsäure als Schmierstoff zwischen den Silber- und Kupferlagen verstärkte die beobachtete mechanische Vermischung.

### 2.3.1 Einfluss der Endbearbeitung auf das tribologische Verhalten

Trotz der vielfältigen Literatur zur Veränderung der Randzone durch tribologische Belastung beschäftigen sich nur verhältnismäßig wenige Studien mit dem Einfluss der Endbearbeitung auf das tribologische Verhalten unter Berücksichtigung des initialen Randzonengefüges. Zwar wurden unterschiedliche Randzonen durch verschiedene Endbearbeitungen charakterisiert, der Unterschied im tribologischen Verhalten jedoch dennoch auf die Topographie zurückgeführt (vgl. z. B. Bonny u. a. [12]). Dies kann auch damit zusammenhängen, dass nur durch eine gezielte Auswahl und Anpassung der Endbearbeitungen vergleichbare Rauheiten bei unterschiedlichen Randzonengefügen zur Verfügung stehen und eine Trennung der Einflüsse daher schwierig ist. Brink [14] kommt trotz unterschiedlicher Rauheiten zu dem Schluss, dass eine Vorkonditionierung des Randzonengefüges die Belastungsfähigkeit der untersuchten Tribopaarungen steigert.

Das Einbringen von Druckeigenstressungen und die Steigerung der Härte durch die Einstellung eines nanokristallinen Gefüges verzögern nach Prakash u. a. [68] und Wang u. a. [108] die Rissentstehung und -ausbreitung und verbessern so das Verschleißverhalten bei abrasivem Verschleiß. Andererseits findet Mach [57] eine Korrelation zwischen höheren Reibwerten und höherem Verschleiß bei zunehmenden Druckeigenstressungen. Ein möglicher Grund für den Widerspruch könnten die unterschiedlichen Verschleißratenbereiche sein, in denen die Autoren die Messungen durchführten. Während Mach mit RNT im niedrigsten Verschleißratenbereich auflöste, waren die Versuche der von Prakash u. a. [68] und Wang u. a. [108] im niedrigen Verschleißratenbereich. Werden Versuche mit zu hohen Verschleißraten gefahren, besteht möglicherweise kein Einfluss der Endbearbeitung auf das tribologische Verhalten, da dann die durch die Endbearbeitung beeinflussten Randzonen verschliffen

sind.

Im Bereich niedrigster Verschleißraten findet Berlet [3] mit dem Ansatz des Energieeintrags durch die Endbearbeitung mit geometrisch unbestimmter Schneide, dass eine Endbearbeitung mit geringen Kräften tribologisch vorteilhaft ist. Ein Vergleich der aus den unterschiedlichen Endbearbeitungen resultierenden Randzonengefüge erfolgte nicht.

Mach [57] untersuchte im niedrigsten Verschleißratenbereich den Einfluss von Additiven im Kühlschmierstoff auf das tribologische Verhalten und zeigte, dass die chemische Veränderung der Oberfläche durch unterschiedliche Additivchemie mit 10 nm Tiefe weniger stark ausgeprägt ist als die mechanischen Veränderungen, die über Eigenspannungsmessungen untersucht wurden. Hier gibt Mach keine explizite Tiefe an.

Welzel [109] untersucht den Einfluss der Prozesskräfte beim Honen auf das tribologische Verhalten von Zylinderlaufflächen mit dem Ziel einer Vorkonditionierung für ein besseres Einlaufverhalten. Unter anderem wurden von Welzel die Eigenspannungszustände nach verschiedenen Endbearbeitungen und tribologischer Belastung untersucht. Bei einer Informationstiefe von 5,6  $\mu\text{m}$  von konnte „keine eindeutige Korrelation zwischen geringen Prozesskräften und geringen Deformationen der Grenzschicht“ [57, S. 99] gefunden werden. Der Autor der vorliegenden Arbeit führt dies auf die zu große Informationstiefe zurück. Auch Welzel [109] findet wie Berlet [3] ein besseres Reibverhalten bei geringen Kräften im Honprozess.

### 2.3.2 Der dritte Körper

Die Bezeichnung „dritter Körper“ beschrieb zunächst Teilchen für Systeme, in denen die abrasiven Teilchen, die nicht zu einem der beiden Reibpartner gehören, Letztere verschleifen. Der Begriff wurde zur Abgrenzung gegenüber der „Zwei-Körper-Abrasion“ geprägt, bei der Verschleiß der jeweiligen Reibpartner durch den Kontakt mit dem anderen Reibpartner entsteht [55]. Godet stellt in verschiedenen Forschungsarbeiten das Konzept des dritten Körpers vor [35–37]: Festkörper werden durch Oberflächenschichten voneinander getrennt, und diese Schichten (die dritten Körper) können nach wiederholtem Gleitkontakt zweier Reibpartner (der beiden ersten Körper) auf der Kontaktfläche gefunden werden. Dritte Körper können nach Godet aus dem Kontakt selbst kommen, z. B. durch Verschleiß oder chemische Reaktionen, oder sie können künstlich von außen zugeführt werden, z. B. als Fest- oder Flüssigschmierstoffe. Öl in Poren wird von Berthier [7] als künstlicher dritter Körper bezeichnet, reagiert es jedoch mit dem ersten Körper oder mit Ausbrüchen aus demselben, wird es wiederum als natürlicher dritter Körper bezeichnet. Da alle (technischen) Oberflächen eine natürliche Oxidschicht und eine Belegung mit Stoffen aus der Umgebung aufweisen, existiert nach Berthier und Godet praktisch kein tribologischer Kontakt ohne dritten Körper.

Der Kontakt besteht also aus den beiden ersten Körpern (Maschinenelemente) und dem dritten Körper. Dieser kann über zwei Arten definiert werden (vgl. Abbildung 2.3):

1. Über die chemische Zusammensetzung, da der dritte Körper als Öl oder Oxid von Verschleißteilchen gewöhnlich eine gegenüber den ersten Körpern veränderte Zusammensetzung hat.

### 2.3 Randzonenveränderung durch tribologische Belastung

2. Im kinematischen Sinne als der Bereich, der den Geschwindigkeitsunterschied der ersten Körper aufnimmt.

Nach Berthier [7] hat der dritte Körper vier Funktionen:

1. die Trennung der ersten Körper
2. die Aufnahme der Geschwindigkeitsunterschiede zwischen den ersten Körpern
3. die Umwandlung der kinetischen Energie in Wärme über Scherung
4. und die Übertragung der Normalkraft.

Die Entstehung des dritten Körpers beschreibt Godet [37] nach Frettingversuchen anhand von vier Phasen, die sich auch im Reibsignal widerspiegeln. Zunächst kommt es zur Entfernung der Adsorbatschichten. In Folge wechselwirken die ersten Körper direkt miteinander und es kommt zu strukturellen Änderungen wie z.B. plastischer Verformung. Dadurch entsteht Verschleiß und der graduelle Übergang vom Zweikörper- zum Dreikörperkontakt findet statt. Wenn sich ein Gleichgewichtszustand einstellt, ist der Fluss an Verschleißteilchen, die den Kontakt verlassen, kleiner oder gleich der Bildungsrate des dritten Körpers durch die Ablösung von Teilchen von den ersten Körpern.

Diese Beschreibung gleicht den von Lancaster [50] gefundenen Mechanismen im Kontakt (S. 7). Aus beiden Veröffentlichungen wird klar, dass das Loslösen eines Teilchens von einem ersten Körper nicht mit der Bildung eines Verschleißteilchens gleichzusetzen ist. Der hier dargestellte Mechanismus widerspricht den oben dargestellten Schlussfolgerungen von Shakhvorostov u. a. [87] (S. 6), die nur dann eine chemische Änderung der Randzone erwarten, wenn die Verschleißrate geringer als die Rate der mechanischen Vermischung ist. Mechanische Vermischung und chemische Reaktionen finden auch mit den aus den ersten Körpern losgelösten Teilchen statt, die dann an anderer Stelle wieder angelagert werden. Obwohl an manchen Oberflächenbereichen ein Tribofilm aufgebaut wird, ist dennoch ein Verschleißsignal mit RNT messbar, da dieser Tribofilm ein natürlicher dritter Körper ist und somit auch aktive Teilchen des ersten Körpers beinhaltet, die als Verschleiß in den Ölkreislauf gelangen.

Die verschiedenen Materialflüsse werden von Berthier [7] mit dem „tribological circuit“ genauer definiert. Zuvor soll jedoch noch auf die unterschiedlichen Bereiche

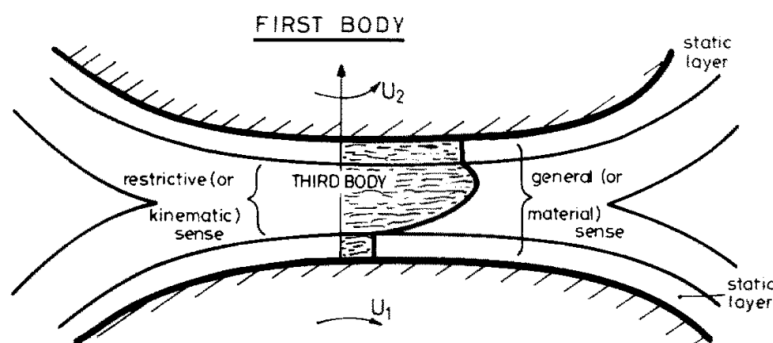


Abbildung 2.3: Definitionen des dritten Körpers über die chemische Zusammensetzung und die Geschwindigkeitsaufnahme, aus Godet [35]. Nachdruck mit Genehmigung von Elsevier.

eingegangen werden, in denen die Geschwindigkeit der ersten Körper aufgenommen werden kann, um verschiedene Begrifflichkeiten zu klären.

Godet, Berthier u. a. definieren in verschiedenen Veröffentlichungen [8; 9; 37; 103] die Aufnahme der Geschwindigkeitsunterschiede der beiden ersten Körper über die Modi der elastischen Dehnung, des Bruchs, der Scherung und des Rollens. Diese Modi können in fünf unterschiedlichen Bereichen, nämlich den beiden ersten Körpern, dem dritten Körper und den sog. „screens“ Verschiebungen aufnehmen. Die „screens“ beschreiben dünne, physisorbierte oder chemisorbierte Schichten weniger Nanometer Dicke auf den beiden ersten Körpern [7, S. 299].

Diese Definition der Geschwindigkeitsaufnahme in den ersten Körpern steht im Widerspruch zur Definition des dritten Körpers im kinematischen Sinn, denn letztere beruht ja auf der Geschwindigkeitsaufnahme, die aber in den oben genannten Veröffentlichungen explizit auch für die ersten Körper definiert ist. Aufgrund dieses Widerspruchs wird im Rahmen der vorliegenden Arbeit wie auch bei Berthier u. a. [8] die Definition des dritten Körpers über die chemische Zusammensetzung verwendet.

Durch die Spannungsfelder in den ersten Körpern unter dem tribologischen Kontakt kommt es zu hohen Spannungen unter hydrostatischem Druck und hohen Schergradienten, die zu plastischer Verformung und Reißinitiierung führen. Diese Veränderungen in der Randzone werden von Berthier [7] als „superficial tribological transitions (STT)“ bezeichnet. Von anderen Autoren wurde der Begriff „tribologically transformed structures (TTS)“ geprägt [23; 76; 112]. In Abgrenzung zum dritten Körper sind die TTS nicht chemisch verändert. Ihre Entstehung wird als der erste Schritt zur Herauslösung von Teilchen und damit zur Bildung des dritten Körpers verstanden [28; 76].

### 2.3.3 Der tribologische Kreislauf

Aus der Analyse des tribologischen Kontakts nach tribologischen Versuchen wird nicht klar, ob der gefundene dritte Körper ein statischer, über Adhäsion gebundener Film ist oder ob es sich um eine Momentaufnahme einer beweglichen Schicht handelt, die die Geschwindigkeitsunterschiede der ersten Körper aufnimmt [7]. Versuche mit *in-situ*-Tribometern zeigen, dass der dritte Körper im Kontakt fließt [5; 22]. Berthier [7, S. 301] führt aus, dass sich Festkörper unter den hohen Drücken und Schergradienten im Kontakt ähnlich wie Flüssigkeiten verhalten. Auf Basis dieser Beobachtungen stellt Berthier [6; 7; 29] das Modell des tribologischen Kreislaufs („tribological circuit“) vor, der verschiedene Materialbewegungen im tribologischen Kontakt beschreibt. Die in Abbildung 2.4 dargestellten Materialströme  $Q$  beschreiben die verschiedenen Bewegungsmöglichkeiten der von den ersten Körpern z. B. durch die Bildung von TTS, Mikroermüdung und -adhäsion usw. losgelösten Teilchen. Die Entstehung der Teilchen aus den ersten Körpern beschreibt der Materialfluss interner Herkunft („internal source flow“)  $Q_S^i$ . Diese Teilchen bilden dann - möglicherweise unter Reaktion mit einem Schmierstoff - den natürlichen dritten Körper aus. Die Zufuhr des Schmierstoffs in den Reibkontakt wird über den Materialfluss externer Herkunft („external source flow“)  $Q_S^e$  beschrieben. Der Schmierstoff selbst im Reibkontakt wird von Godet und Berthier als künstlicher dritter Körper beschrieben. Die Bewegung des dritten Körpers im Reibkontakt beschreibt der interne Materialfluß  $Q_I$ , wohingegen der Teil des dritten Körpers, der den Reibkontakt verlässt, über den Austrittsfluss („external flow“)  $Q_E$  beschrieben wird.  $Q_E$  wird von



### 2.3 Randzonenveränderung durch tribologische Belastung

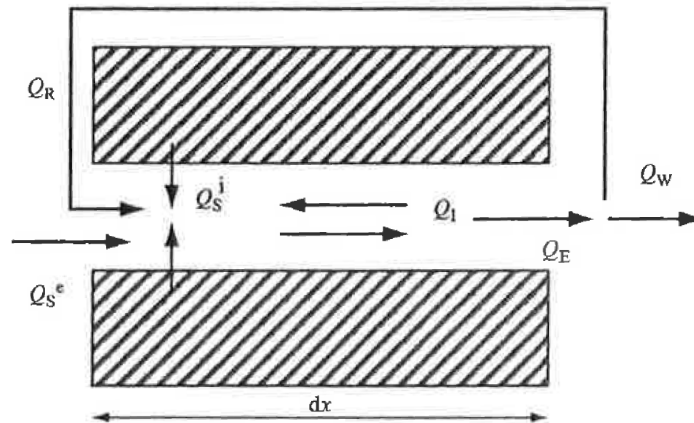


Abbildung 2.4: Tribologischer Kreislauf für einen zweidimensionalen Kontakt, nach Berthier [7].  
Nachdruck mit Genehmigung von Wiley.

Berthier aufgeteilt in den Teil, der wieder in den Reibkontakt eintritt (beschrieben durch den Rückstrom („recirculation flow“)  $Q_R$ ), und den durch den Verschleißfluss („wear flow“)  $Q_W$  beschriebenen Teil. Die von  $Q_W$  beschriebenen Teilchen finden nicht wieder in den Kontakt zurück und tragen weder zur Aufnahme der Geschwindigkeitsunterschiede noch zur Lastübertragung bei.

Für die Untersuchung des Verschleißverhaltens an tribologischen Systemen schlägt Berthier [7] die Analyse des tribologischen Kreislaufs vor. Hoher Verschleiß kann in Systemen aufgrund von hohem Materialfluss interner Herkunft entstehen oder auf einen hohen Austrittsfluss zurückzuführen sein. In letzterem Fall kann der dritte Körper die ersten Körper nicht mehr trennen und es wird immer neuer Materialfluss interner Herkunft aktiviert. Die Ansätze zur Verschleißverringerung sind entsprechend unterschiedlich.

Aus den Modellen des dritten Körpers und des tribologischen Kreislaufs zieht Berthier [7] die Schlussfolgerung, dass die Rheologie des dritten Körpers die Reibungseigenschaften eines tribologischen Systems bestimmt, wohingegen das Verschleißverhalten des Systems von der Ausprägung der Materialflüsse abhängt.

#### 2.3.4 Marker zur Darstellung tribologischer Vorgänge

Dautzenberg u. Zaat [21] finden die von Rigney (Abb. 2.2, S. 8) beschriebenen Zonen plastischer Verformung an Schliften und stellen die Scherung der Randzone quantitativ bis zu einer Tiefe von 100  $\mu\text{m}$  dar. Auch Rigney u. a. [72; 75] messen die Scherung in der Randzone über die Verformung von Korngrenzen. In einer aus der Reibspur präparierten TEM-Lamelle [72] ist die Verformung der Randzone nur in Tiefen über 4  $\mu\text{m}$  anhand der Verformung der Korngrenze zu erkennen. Die Autoren messen daher die Rotation von Subkörnern über rasternde Transmissionselektronenmikroskopie nach einem und einhundert Zyklen und finden in beiden Fällen eine exponentielle Abnahme des Rotationswinkels mit der Tiefe. Werte in der Randzone der ersten zwei Mikrometer Tiefe wurden jedoch nicht erhalten.

Moore u. Douthwaite [61] stellen die Scherung in der Randzone direkt über Marker dar, indem sie 50  $\mu\text{m}$  dicke Kupferplatten mit Silberlot versehen und stapeln. Über diese Methode werden 5  $\mu\text{m}$  dicke Silberschichten erhalten, die entlang ihrer Norma-

len tribologisch belastet werden. Über diese Methode können die Autoren plastische Verformung von etwa 2 bis in 150  $\mu\text{m}$  Tiefe darstellen.

Persson [67] setzt einen Platinmarker in die Oberfläche ein, um die plastische Verformung durch tribologische Belastung darzustellen. Mit einem Ionenfeinstrahlmikroskop werden gesputterte Gräben mit einer platinhaltigen Masse gefüllt. Persson gelingt es damit, die plastische Verformung nach einem Zyklus in der Randzone bis zur Oberfläche darzustellen. Weitere Untersuchungen an den Markern werden von ihm nicht gezeigt.

Shakhvorostov [88] setzt Goldmarker für eine hochaufgelöste Verschleißmessung *ex situ* ein und findet dabei auch eine Rotation von Gefügebestandteilen in der Randzone.

### 2.4 Aluminium-Silicium

Aluminium-Silicium-Legierungen (AlSi) finden wegen ihres Leichtbaupotentials häufig Anwendung im Mobilitätsbereich. Stand der Technik in Großserien im PKW-Bereich sind monolithische Zylinderkurbelgehäuse aus einer übereutektischen AlSi-Legierung oder auch Kurbelgehäuse aus untereutektischen AlSi-Legierungen, die dann mit Buchsen oder Spritzschichten versehen werden, in denen der Kolben läuft. Reibpaarungen mit einer untereutektischen AlSi-Legierung sind beispielsweise gegen Wellen denkbar, die ohne eigene Lagerschale in den Motorblock eingesetzt werden. In monolithischen Zylinderkurbelgehäusen können die primären Si-Kristalle in der Laufbahnoberfläche entweder durch Honen oder chemisch freigelegt sein [25; 95; 96]. Die Vorstellung, dass die freigelegten Si-Kristalle die Kolbenringe tragen [vgl. z. B. Hahn 41], wurde von Dienwiebel u. a. [27] widerlegt. Letztere Autoren zeigten, dass die freigelegten Si-Kristalle nach kurzem Einlauf eingeebnet werden und sich eine mechanisch vermischte Randzone ausbildet. Diese Vorgänge von Einsinken oder Verschleiß der freigelegten Si-Körner und die Ausbildung eines dritten Körpers und einer darunterliegenden tribologisch veränderten Randzone ist auch in verschiedenen Veröffentlichungen der Gruppe von Alpas dargestellt, die die Versuche gezielt im niedrigsten Verschleißratenregime ansiedelten [19; 24; 25]. Dey u. a. [25] finden einen Übergang vom niedrigsten zum niedrigen Verschleißratenregime, wenn die freigelegten Si-Körner eingesunken sind. Die sich stabilisierende Verschleißrate führen die Autoren auf den gefundenen dritten Körper („oil residual layer“) zurück. Mahato u. a. [58] untersuchen das Einsinken freigelegter Si-Körner in die Matrix und kommen zu dem Schluss, dass ein großer Bereich an Si-Korngrößen toleriert werden kann, solange die Streckgrenze der Al-Matrix nicht überschritten wird.

Slattery u. a. [95; 96] stellen Analysen an einer Lauffläche aus untereutektischem AlSi vor, die nach Freilegungshonung in einem Motor auf einem Motorenprüfstand über 300 h belastet wurde. Die eingelaufene Oberfläche zeigt um wenige hundert Nanometer überstehende Si-Körner und einen inhomogenen dritten Körper mit Ölbestandteilen. Die Autoren führen die Verschleißbeständigkeit der Oberfläche auf die bestehende Si-Freilegung, Ölablagerungen und die plastisch verformte Aluminiummatrix zurück.

Slattery u. a. [95] zeigen auch eine transmissionselektronenmikroskopische Aufnahme des Querschnitts einer gehonten Oberfläche. Die Honung bewirkt eine Kornfeinung im ersten Mikrometer unter der Oberfläche sowie unter oberflächennahen Si-Körnern.

Walker u. a. [106; 107] untersuchten den Einfluss der Verstärkung von Aluminiumwerkstoffen durch intermetallische Phasen und Siliciumcarbid (SiC). Die Autoren fanden aus geschmierten Versuchen im niedrigsten Verschleißratenregime, dass die Verstärkung der Matrix das Verschleißverhalten verbessert. Die harten SiC-Körner verursachen jedoch im Gegensatz zu den weniger harten intermetallischen Phasen abrasiven Verschleiß. Randzonencharakterisierung über Ionenfeinstrahl- und Transmissionselektronenmikroskopie zeigte, dass bei verstärkten Proben im Gegensatz zu den Proben ohne harte Phase nur eine wenige Mikrometer dicke tribologisch veränderte Randzone besteht. Die härtere Phase überträgt, wie auch schon von Slattery gefunden, die Last effektiv. Die wirksamste Verstärkung wurde für die MoSi<sub>2</sub>-Phase gefunden, die zwar im tribologischen Kontakt zerbricht und damit nicht abrasiv auf den Gegenkörper wirkt, aber die Verformung an die Oberfläche konzentrieren kann und die Ausbildung eines dritten Körpers zulässt.



## 3 Materialien und Methoden

In diesem Kapitel werden die für die Versuche der vorliegenden Arbeit verwendeten Materialien, die Endbearbeitungen und deren Auswirkungen auf das Randschichtgefüge vorgestellt. Zuvor werden die tribologischen Versuche am Stift-Scheibe-Tribometer (SST) beschrieben und es wird in der gebotenen Kürze auf die analytischen Methoden eingegangen, die im Rahmen der Arbeit verwendet wurden.

### 3.1 Methoden

#### 3.1.1 Tribologische Versuche

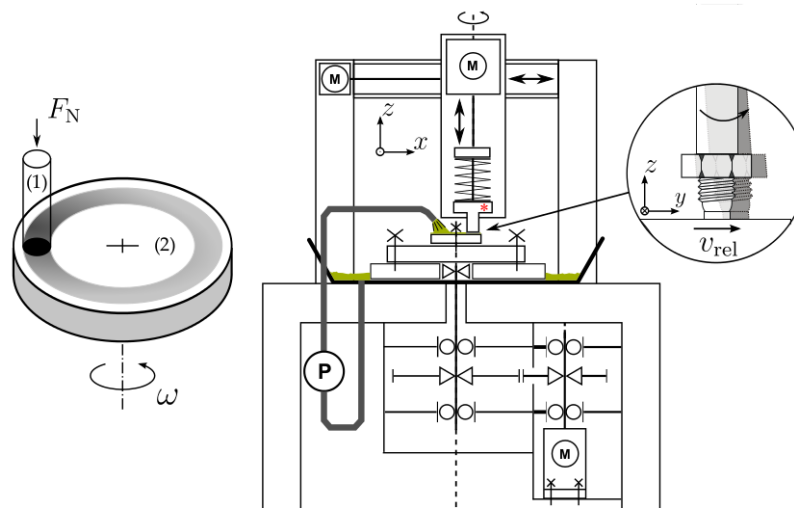


Abbildung 3.1: Stift-Scheibe-Tribometer. Links: Kontaktprinzip, rechts: Aufbau und Messprinzip, aus Schlarb [81].

Alle im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Reibungsversuche wurden an Stift-Scheibe-Tribometern der Tetra GmbH durchgeführt. Der tribologische Kontakt bestand aus der sich drehenden Scheibe und dem exzentrisch von oben auf die Scheibe angepressten Stift (Abbildung 3.1, links). Das Messprinzip ist in Abbildung 3.1 rechts dargestellt. Der Motor im Tribometer drehte über einen Riemen die Scheibe. Der Stift wurde über Schrittmotoren in x- und z-Richtung positioniert. Die Normalkraft wurde durch eine Feder aufgebracht. Normal- und Reibkraft wurden über eine Kraftmessdose mit Dehnmessstreifen gemessen. Die Steuerung der Tribometers erfolgte über LabVIEW. Während der Versuche waren – mit Ausnahme weniger Versuche mit Markern – Normalkraft und Geschwindigkeit der Versuche vorgegeben.

Die Kalibrierung der Normalkraft erfolgte über eine (wiederum beim Hersteller halbjährlich kalibrierte) Kraftmessdose mit einer Genauigkeit von 1 N. Die Kalibrierung der Reibkraft wurde über das Anhängen von Gewichten am Stift über eine

### 3 Materialien und Methoden

Umlenkrolle durchgeführt. Durch eine leichte Schrägstellung des Stifts am Tribometer kommt es während der Aufbringung der Normalkraft zu einer Auslenkung des Stifts und damit zu einer Verfälschung des Reibkraftsignals. Dieser Fehler wurde mit einem unter den Stift gelegten Schlitten bestimmt und die Messwerte um den entsprechenden Wert korrigiert. Die Genauigkeit der Reibkraftmessung beträgt 1,5 N. Für die Einstellung eines flächigen Kontakts von Stift und Scheibe wurde die Selbstausrichtung einer Kugelspannschraube unter Normalkraft genutzt. Die Verdrehsicherung erfolgte mit einer Madenschraube. Dabei wurde auf die saubere Abrundung der Madenschraube am Kontaktpunkt mit der abgeflachten Kugel geachtet, um ein Verkanten von Kugel und Madenschraube bei hohen Normalkräften zu verhindern. Die abgeflachte Kugel ist derart ausgeführt, dass der Stahlstift in sie eingeklebt werden kann (Abbildung 3.2).

Der Ölkreislauf des Tribometers ist für die Nutzung mit Radionuklid-Technik (RNT) ausgelegt. Das Öl wird auf die Scheibe aufgebracht und läuft in eine Wanne unter der Scheibe, von der es wieder abgepumpt wird. Bei RNT-Messungen wurde die Pumpe der Konzentrationsmessanlage (vgl. Abschnitt 3.1.2) zur Ölumwälzung verwendet. Bei Versuchen ohne aktive Bauteile wurde ein Julabo-Umwälzthermostat für Öltemperierung und Umwälzung genutzt.

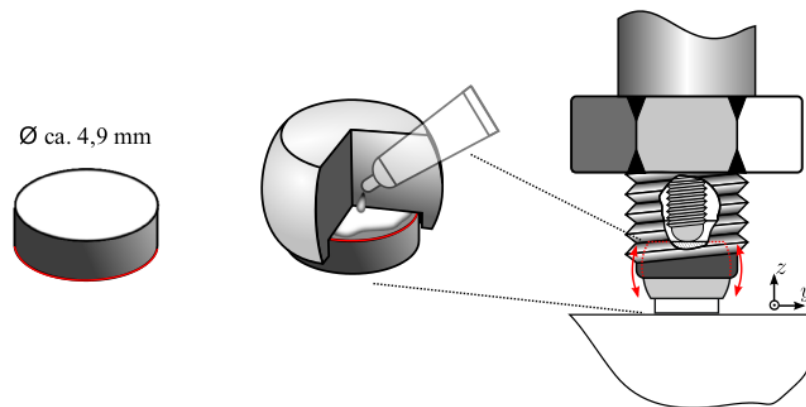


Abbildung 3.2: Kugelspannschraube mit abgeflachter Kugel und Einbringung des 100Cr6-Stifts, aus Schlarb [81].

**Prüfprogramm** Das am SST gefahrene Prüfprogramm besteht aus einem sog. Einlaufpunkt und einem sich daran anschließenden Lastkennfeld. Im Einlaufpunkt mit einer Dauer von 18 Stunden bleiben Normalkraft und Geschwindigkeit konstant, Normalkraft und Geschwindigkeit unterscheiden sich jedoch von Probe zu Probe. Last- und Geschwindigkeitsangaben im Folgenden beziehen sich auf den Einlaufpunkt. Im Gegensatz zum Einlaufpunkt ist das getestete Lastkennfeld für alle Proben gleich, um die Auswirkungen des Einlaufs im Einlaufpunkt vergleichbar darzustellen. Im Lastkennfeld ändern sich Last und Geschwindigkeit wie in Tabelle 3.1 aufgeführt. Das Lastkennfeld besteht aus Stribeck-Kurven, die sowohl last- als auch geschwindigkeitsabhängig gefahren werden können. Die geschwindigkeitsabhängigen Stribeckkurven wurden über elf Geschwindigkeitsstufen (0,1; 0,2; ... 1; 2 m/s) angenähert, die je eine Minute gefahren wurden.

Das Prüfprogramm der RNT-Versuche unterscheidet sich vom Prüfprogramm an nicht-aktivierten Proben in der Dauer des Einlaufpunkts (32 statt 18 h) und in

sog. RNT-Kontrollpunkten, die vor und nach den lastabhängigen Stribeckkurven gefahren werden. Die längere Versuchsdauer und die Kontrollpunkte wurden eingeführt, da die untersuchten Tribosysteme mehrere Stunden benötigen, bis wieder ein konstante Verschleißrate eingestellt ist. Darüber hinaus kann eine konstante Verschleißrate über die längere Einlaufpunktdauer genauer bestimmt werden. Die beiden Prüfprogramme sind graphisch in den Abbildungen 3.3(a) und 3.3(b) dargestellt. Für alle Versuche betrug der Radius der Spur auf der Scheibe 21 mm.

**Diskussion der gefahrenen Prüfprogramme** Das Prüfprogramm teilt sich in einen Einlaufbetriebspunkt und ein sich daran anschließendes Kennfeld mit verschiedenen Stribeckkurven auf. Die Einlaufbetriebspunkte sind in Last und Geschwindigkeit konstant, aber für jede Probe verschieden, wohingegen das Kennfeld für alle Proben gleich ist, jedoch verschiedene Geschwindigkeiten und Lasten abdeckt.

Um das tribologische Verhalten der verschiedenen dargestellten Endbearbeitungen ausführlich charakterisieren zu können, ist es nicht ausreichend, dies an einem Betriebspunkt zu tun, da sich das tribologische Verhalten eines Systems mit der Belastung ändern kann (vgl. Kapitel 4). Daher wurden Versuche bei verschiedenen Kombinationen aus Last und Geschwindigkeit getestet. Abhängig von der Gestaltung des Einlaufprogramms (Start-Stopp-Versuche oder variable Lasten und Geschwindigkeiten gegenüber konstanten Versuchsbedingungen) kann sich auch die Dauer bzw. der Gleitweg bis zum Erreichen eines konstanten Reibkoeffizienten [11] oder die sich anschließende konstante Verschleißrate [104; 105] ändern. Um die Zahl der Einflussgrößen übersichtlich zu halten, wurden Einlaufpunkte mit konstanter Last und Geschwindigkeit gewählt.

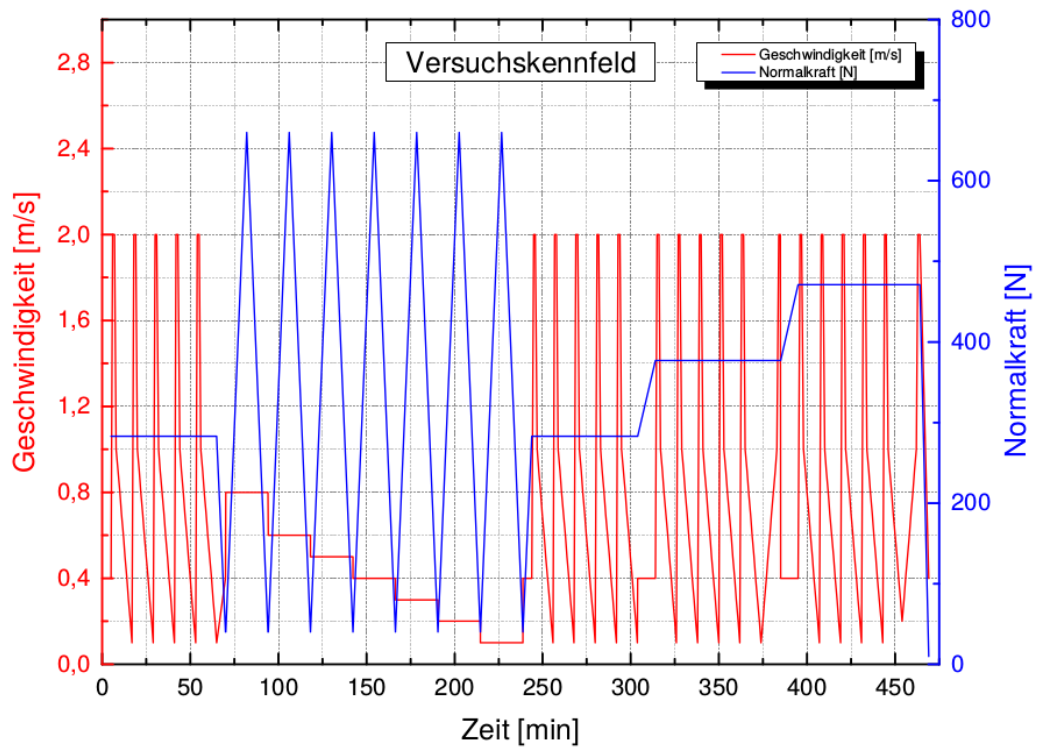
Darüber hinaus sind die Auswirkungen der Parameter im Einlaufpunkt auf das tribologische Verhalten nicht zwingend an den Reibungs- und Verschleißwerten im Einlaufpunkt selbst zu erkennen [14; 52]. Im Anschluss an den Einlaufpunkt wurde daher das Kennfeld mit gleichen Bedingungen für alle Versuche getestet, um die Vergleichbarkeit der Auswirkungen der einzelnen Einlaufpunkte sicher zu stellen. Die beschriebene Anzahl von fünf Stribeckkurven wurde gewählt, da sich an manchen Systemen noch ein Einlauf während des Abfahrens der Stribeckkurven zeigt, die erste gefahrene Stribeckkurve sich also von den darauf folgenden unterscheidet. Nach fünf Durchläufen ist in vielen Fällen ein konstantes Verhalten zu beobachten [13; 62], daher wurde diese Zahl im Prüfprogramm gewählt.

Um die getesteten Systeme näher an die Grenzreibung zu bringen und so deren Belastung zu erhöhen, wurde im Kennfeld auch die kontinuierliche Steigerung der Last bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten durchgeführt.

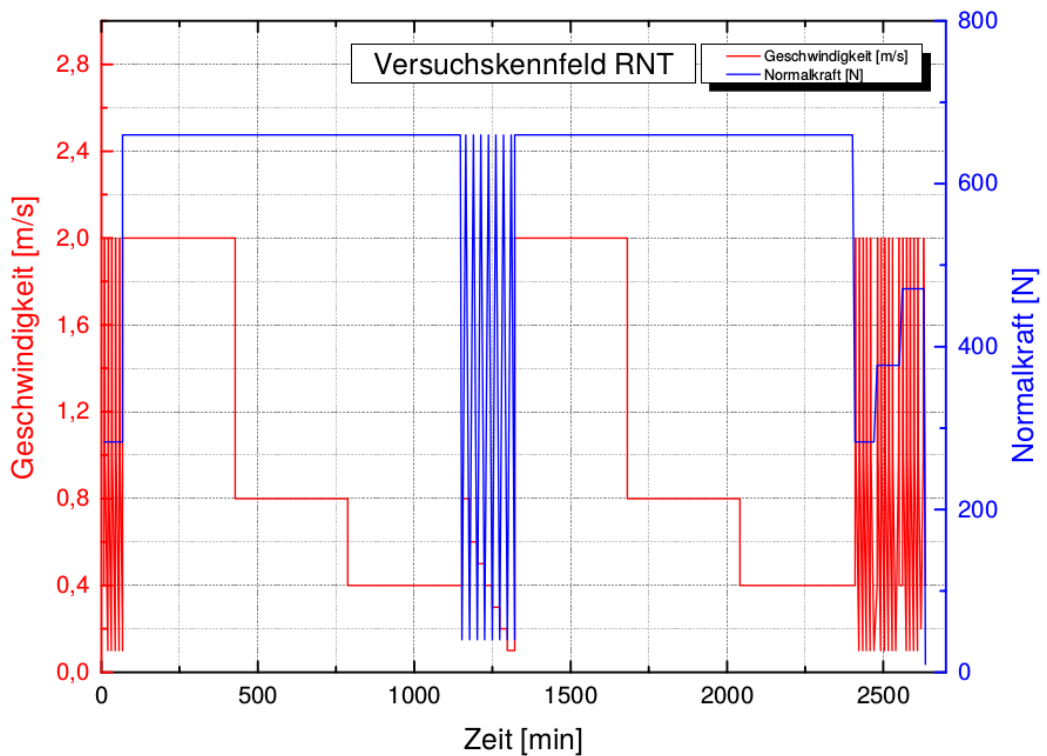
Während die Stabilität (vgl. S. 5) der Systeme im Einlaufpunkt bestimmt wird, dient das Prüfen des Lastkennfelds der Darstellung der Empfindlichkeit der Systeme.

Da bei den Messungen mit RNT das Verschleißsignal über fünf Minuten gemittelt wird und diese Werte auch dann noch einer von der Probenaktivität abhängigen Streuung unterliegen, ist das beschriebene Kennfeld zu kurz, um einen Trend im RNT-Signal ablesen zu können. Im Kennfeld von Versuchen mit RNT wurden daher sechs je sechs Stunden lange zusätzliche Betriebspunkte eingeführt, um das Verschleißverhalten deutlicher abbilden zu können. Auch die Dauer des Einlaufbetriebspunktes wurde von 16 auf 32 Stunden erhöht.

### 3 Materialien und Methoden



(a) Graphische Darstellung von Normalkraft- und Geschwindigkeitsverlauf im Lastkennfeld über die Zeit



(b) Graphische Darstellung des Lastkennfelds bei Versuchen mit RNT.

Abbildung 3.3: Graphische Darstellung der Prüfprogramme. Aus Schlarb [81].



### 3.1 Methoden

Tabelle 3.1: Messpunkte für Stribeck-Kurve, Lastkennfeld und Einlaufkennfeld RNT. Vgl. auch Schlarb [81].

	$F_N$ in N	$v$ in m/s	$P_{\text{nominell}}$ in MPa	$t$ in min
Einlauf normal:	471/565/660/754/849	0,4/0,8/2	25/30/35/40/45	1080 (18 h)
Einlauf RNT:	471/660/849	0,8/2	25/35/45	1920 (32 h)
Stribeck:	283/377/471	2	15/20/25	1
	283/377/471	1	15/20/25	1
	283/377/471	0,9	15/20/25	1
	283/377/471	0,8	15/20/25	1
	283/377/471	0,7	15/20/25	1
	283/377/471	0,6	15/20/25	1
	283/377/471	0,5	15/20/25	1
	283/377/471	0,4	15/20/25	1
	283/377/471	0,3	15/20/25	1
	283/377/471	0,2	15/20/25	1
	283/377/471	0,1	15/20/25	1
Lastkennfeld:	660	0,8	35	12
	40	0,8	2	12
	660	0,6	35	12
	40	0,6	2	12
	660	0,5	35	12
	40	0,5	2	12
	660	0,4	35	12
	40	0,4	2	12
	660	0,3	35	12
	40	0,3	2	12
	660	0,2	35	12
	40	0,2	2	12
	660	0,1	35	12
	40	0,1	2	12
Einlaufkennfeld RNT:	660	2	35	360 (6 h)
	660	0,8	35	360
	660	0,4	35	360

#### 3.1.2 Radionuklid-Technik

Reibung und Verschleiß tribologischer Systeme sind in vielen Fällen nicht stationär und von vielen Faktoren abhängig (vgl. Kapitel 2). Während die Reibungskräfte während des Versuchs zumindest an Tribometern einfach zugänglich sind, ist die

### 3 Materialien und Methoden

Messung des Verschleißes über den Versuchsverlauf technisch schwieriger umzusetzen, vor allem, wenn es sich um tribologische Systeme im niedrigsten Verschleißratenregime handelt.

Die Radionuklid-Technik (RNT) ist eine technische Lösung, um niedrigste Verschleißraten auch über den Versuchsverlauf aufzulösen. Verschleißmessung über RNT ist ausführlich von Scherge u. a. [79] beschrieben. Da für die Messungen im Rahmen der Arbeit das Konzentrationsmessverfahren angewandt wurde, wird dieses im Folgenden kurz beschrieben.

Beim Konzentrationsmessverfahren wird die Konzentration der Verschleißteilchen anhand der im Öl gemessenen Aktivität bestimmt. Die hier gezeigten Ergebnisse wurden mit einem RTM-Messsystem der Firma Zyklotron AG ermittelt. Das RTM-Messsystem wurde mit einer Konzentrationsmessanlage (KMA) für die Messung der Aktivität der Verschleißteilchen im Öl und einer Referenzmessanlage (RMA) betrieben. Mit der RMA erfolgte die Messung einer auf ein Mikrogramm genau ausgewogenen Kalibrierprobe zur Korrektur der Halbwertszeit. Über die Kalibrierprobe wird der im Öl gemessenen Aktivität auch die Masse an Verschleißteilchen zugeordnet, die sich zum Messzeitpunkt im Öl befindet. Über diese kann wiederum eine Verschleißtiefe des Stifts angegeben werden.

Die verwendete Ölmenge lag bei den Versuchen bei 2,5 Litern. Nach Versuchsende am Tribometer wurde die Messung der Aktivität im Öl noch über einen Zeitraum mehrerer Stunden fortgesetzt, um eine mögliche Sedimentation der Verschleißteilchen im Ölkreislauf zu erkennen. Im Fall einer Sedimentation wurden die Messwerte um die gefundene Sedimentationsrate korrigiert.

Bei den gezeigten Versuchen mit RNT wurde der Stift aktiviert. Das Messnuklid war Cr-51 mit einer Halbwertszeit von 29,9 Tagen. Die verschiedenen großen Fehlerbalken in den Messpunkten des KMA-Signals in den gezeigten RNT-Ergebnissen sind auf die verschiedenen Messzeitpunkte bezogen auf den Zeitpunkt der Aktivierung zurückzuführen. Der Fehler nimmt mit zunehmendem Abstand zum Aktivierungszeitpunkt zu, da die Gesamtaktivität der Probe und damit (bei vergleichbarer Verschleißrate) auch die Aktivität im Öl abnimmt. Der Fehler lag für die Messungen mit Scheiben der Endbearbeitung Wiper A<sup>1</sup> bei etwa 2-5 nm/h und für die Messungen mit Scheiben der Endbearbeitung Wiper D bei 7 bis 10 nm/h. Der Umrechnungsfaktor von der Verschleißmasse auf die Stiftverschleißtiefe beträgt 6,9 µg/nm.

Grundsätzlich wäre für die Versuche auch eine Aktivierung der Scheiben in Frage gekommen. Die Dünnschichtaktivierung im Zyklotron konnte jedoch aus Kostengründen nicht durchgeführt werden. Für die Al-Si-Scheiben wäre auch eine Aktivierung im Reaktor in Frage gekommen, da das im Reaktor entstehende Nuklid Al-28 aus dem Hauptlegierungsbestandteil Al eine sehr geringe Halbwertszeit von zwei Minuten besitzt und somit die Gesamtaktivität der Probe handhabbar gewesen wäre. Allerdings sind die Scheiben zu groß für die Bestückung der Probenbehälter im Reaktor, so dass dieser Weg auch nicht besritten werden konnte.

#### 3.1.3 Probencharakterisierung

Vor und nach den tribologischen Versuchen wurden Oberfläche und Randzone der Proben mit verschiedenen analytischen Methoden charakterisiert, die im Folgenden kurz dargestellt werden.

---

<sup>1</sup>Die Beschreibung der Schneidwerkzeuge Wiper A und Wiper D erfolgt in Abschnitt 3.3.1

#### **Weißlichtinterferometrie**

Die Topographie der Proben wurde im Weißlichtinterferometer Plü 2300 der Firma Sensofar mit einem Objektiv 10-facher Vergrößerung bestimmt. Die laterale Auflösung des Geräts beträgt für dieses Objektiv etwa 300 nm. Die vertikale Auflösung liegt im Bereich weniger Nanometer. Für die Angabe der Rauheitswerte wurden die Profile nach der Norm DIN 11652 bestimmt.

Das Messprinzip des WLI selbst beruht auf der Interferenz des Lichtstrahls von Referenz- und Objekt- bzw. Probenebene. Die maximale Intensität des Signals wird für die Pixel der Kamera im WLI erhalten, wenn die Weglänge des Lichts für Referenz- und Objektstrahl gleich ist. Um die Topographie einer Oberfläche zu charakterisieren, wird daher der Messkopf des WLI um bestimmte vertikale Wege verfahren.

#### **Nanoindentation**

Um die Härtewerte und E-moduln der verschiedenen Randzonen nach Endbearbeitung und im gelaufenen Zustand zu bestimmen, wurden Nanoindentationsmessungen an einem Nanoindenter (G-200, Agilent Technologies, Santa Clara, USA) durchgeführt. Das Messprinzip beruht auf einer Spule, die einen Indenter (hier: Berkovich-Indenter) in die Probe indentiert. Die Kraft wird über den Spulenstrom gemessen und der Weg des Indenters über Kondensatorplatten. Die Indentationsmessungen wurden mit einer kontinuierlichen Messung der Steifigkeit durchgeführt, die durch eine leicht schwingende Spitze ermöglicht wird. Der Kontakt des Indenters mit der Probe wurde über die Änderung der Phasenverschiebung bestimmt. Die Auswertung der Messdaten erfolgte über die Festlegung einer Flächenfunktion, die durch die Auswertung von Eindrücken auf Quarzglas gefunden wurde.

Da sowohl Stifte als auch Scheiben aufgrund ihres Gefüges mit Chromkarbiden bzw. Si-Phase sehr inhomogen sind, wurden für jede Probe 75 Indents gesetzt und aus diesen ein Mittelwert gebildet. Da wegen der Rauheit der Probenoberfläche die Bedingungen des initialen Kontakts der Spitze mit der Oberfläche undefiniert sind, wurde das Messsignal erst ab einer Tiefe von 200 nm zur Auswertung herangezogen.

#### **Augerelektronenspektroskopie**

Die oberflächenanalytische Methode Augerelektronenspektroskopie (AES) nutzt den Auger-Effekt und die Analyse der Energie der herausgelösten Auger-Elektronen zur Identifizierung der in der Probe vorliegenden Elemente. In manchen Fällen können über AES auch Bindungsarten unterschieden werden, wenn es für bestimmte Verbindungen (wie im vorliegenden Fall Aluminium / Aluminiumoxid) zur Anregung von Plasmonen im Energiebereich der Augerelektronen kommt.

Die Spektren wurden in einem PHI 680 Xi Auger Nanoprobe bei 10 keV mit einem Strom von 20 nA aus einer Feldemissionsquelle angeregt. Tiefenprofile können nur in Kombination mit dem Absputtern von Material erhalten werden. Da die AES eine oberflächensensitive Methode mit einer Informationstiefe von wenigen Atomlagen ist, ist der Fehler der Tiefenwerte im Tiefenprofil abhängig vom Abtragsverhalten des untersuchten Materials. Für die vorliegenden Messungen wurde mit Argonionen Material abgetragen. Die Sputtertiefe ist für Siliciumoxid angegeben. Topographiemessungen mit dem WLI an einer ungelauten, UP-zerspannten AlSi-Scheibe ergaben für eine Sputtertiefe von 500 nm mit einem Fehler von 10 % eine gute

### 3 Materialien und Methoden

Übereinstimmung für AlSi.

Über die Feldemissionsquelle können mit einem Elektronendetektor auch Sekundärelektronenbilder der zu analysierenden Probe erhalten werden. Damit können lokale Bereiche der Probe gezielt analysiert werden. Die örtliche Auflösung ist durch den Durchmesser des Elektronenstrahls beschränkt und damit mindestens so gut wie die Auflösung des Sekundärelektronenbildes.

#### **Röntgenphotoelektronenspektroskopie**

Die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) beruht auf dem photoelektrischen Effekt, bei dem ein Photoelektron durch - im Falle von XPS - Röntgenstrahlung aus der zu untersuchenden Probe herausgelöst wird. Die kinetische Energie der Photoelektronen wird mit einem Analysator gemessen und daraus die Bindungsenergie des Elektrons bestimmt, die dann eine Elementzuordnung zulässt.

Im Gegensatz zur AES zeichnet sich die XPS durch chemische Empfindlichkeit aus. Diese entsteht durch die Änderung der Austrittsarbeit in Abhängigkeit von der Elektronegativität der Bindungspartner. Für eine Beurteilung der Bindungen ist daher die Energieauflösung des verwendeten Analysators ausschlaggebend. Die Messungen für die vorliegende Arbeit wurden an einem PHI 5000 Versaprobe System mit 15 keV monochromatischer Al-K $\alpha$ -Röntgenstrahlung und einer Energieauflösung von 0,2 eV durchgeführt.

Wie für die AES gilt auch für die XPS, dass die Methode aufgrund der freien Weglänge der Photoelektronen von wenigen Atomlagen sehr oberflächensensitiv ist und daher Tiefenprofile durch Absputtern (wie bei AES durch Argonionen) ermittelt werden können. Bei den XPS-Messungen für die vorliegende Arbeit wurde eine Fläche von  $2 \cdot 2 \text{ mm}^2$  mit Argon-Ionen besputtert und die Messung auf  $200 \cdot 200 \text{ }\mu\text{m}^2$  durchgeführt.

Wiederholungsmessungen an zwei Proben zeigten dabei eine gute Reproduzierbarkeit der Messungen mit Abweichungen von maximal 5 at-% in der selben Reibspur.

#### **Elektronenmikroskopie**

Alle in der vorliegenden Arbeit gezeigten elektronenmikroskopischen Aufnahmen wurden vom Autor an einem FEI Helios NanoLab 650 aufgenommen. Da dieses Zweistrahlgerät sowohl über eine Elektronen- als auch eine Ionensäule verfügt und die Technik verwendet wurde, Proben zu dünnen und zu durchstrahlen, soll auf die verschiedenen Abbildungs- und Präparationsmöglichkeiten kurz eingegangen werden.

**Rasterelektronenmikroskopie** Das Messprinzip eines Rasterelektronenmikroskops (REM) ist das Rastern eines Elektronenstrahls über die abzubildende Probe. Durch die Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit der Probe werden Sekundärelektronen mit einer Energie bis zu 50 eV (SE1) und Rückstreuielektronen (BSE) mit einer Energie über 50 eV emittiert. Die BSE können wiederum die Emission von Sekundärelektronen anregen. Diese können aus der Probe angeregt werden (SE2) oder nach dem Austritt der BSE der Probe auch von anderen Komponenten aus der Kammer des Mikroskops wie Kammerwänden, Säulenteilen usw. (SE3) emittiert werden [40]. Abhängig von Detektor und Detektoreinstellungen werden die emittierten Elektronen eingefangen und das Signal zur Abbildung verwendet. Helle Bereiche im Bild

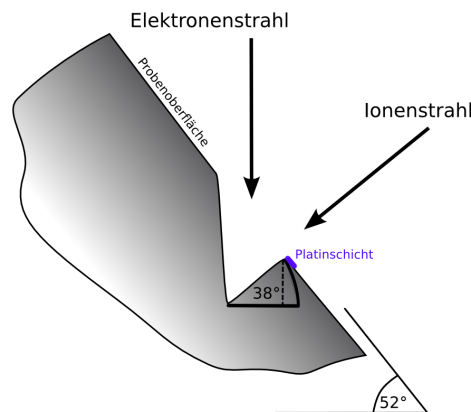


Abbildung 3.4: Prinzipskizze der Abbildung von Querschnitten in die Randschicht mit einem Zweistrahlgerät. Die Probenoberfläche ist um  $52^\circ$  gegenüber der Horizontalen verkippt.

entsprechen Probenbereichen mit hoher Elektronenemission.

Für die rasterelektronenmikroskopische Abbildung wurden zwei Detektoren verwendet. Der „Through-Lens-Detector“ (TLD) sitzt in der Elektronensäule und zeigt höhere Empfindlichkeit für Verunreinigungen oder aber dünnste Schichten, Ölrückstände oder chemische Veränderungen auf der Oberfläche, da er mehr SE1 und mehr Elektronen mit niedrigerer Energie einfängt als der „In-Chamber-Electron-Detector“ (ICE), der mit einem Everhard-Thornley-Detektor vergleichbar ist und seitlich der Elektronensäule sitzt [40].

**Energiedispersive Röntgenspektroskopie** Das beschriebene Zweistrahlgerät ist mit einem Röntgenspektroskop ausgestattet. Die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) ermöglicht über die Auswertung der charakteristischen Röntgenstrahlung die Zuordnung von Elementen in dem vom Elektronenstrahl abgerasterten Bereich. Da im verwendeten Gerät die untersuchten Elemente nicht mit Standardproben verglichen wurden, sind die Konzentrationsangaben fehlerhaft. Qualitative Aussagen über Zusammensetzungen können getroffen werden.

**Ionenfeinstrahlmikroskopie** Ein Ionenstrahl aus Gallium-Ionen rastert wie der Elektronenstrahl die Probe zeilenweise ab. Durch die Wechselwirkung der Ionen mit der Probe verlieren diese kinetische Energie und verbleiben in der Probe, wenn sie nicht rückgestreut werden [34], es werden u. a. Sekundärelektronen emittiert, die zur Bildgebung genutzt werden können und Material wird abgesputtert.

Ionen- und Elektronensäule stehen beim verwendeten Zweistrahlgerät im Winkel von  $52^\circ$  zueinander. Soll ein Querschnitt senkrecht in die Oberfläche angefertigt werden, muss daher die Probe um  $52^\circ$  zum Elektronenstrahl verkippt werden (vgl. Abbildung 3.4). Dadurch werden die Längen senkrecht zur Oberfläche der Probe um den Faktor 0,78 verkürzt dargestellt. Die gezeigten Bilder sind nicht um diese Stauchung korrigiert, es sei denn, es ist in der Bildunterschrift angegeben. Durch die Einleitung eines Präkursorgases, das sich unter der Einwirkung der Ionen oder Elektronen zersetzt, kann mit dem Ionen- oder Elektronenstrahl auch gezielt Material abgeschieden werden [97]. Im vorliegenden Fall wurde das platinhaltige Präkursorgas Methylcyclopentadienyl-Platin-trimethyl  $(\text{CH}_3)_3(\text{CH}_3\text{C}_5\text{H}_4)\text{Pt}$  zur Abscheidung einer platinhaltigen Schicht verwendet. Die Schicht enthält neben 45 gew-% Platin

### 3 Materialien und Methoden

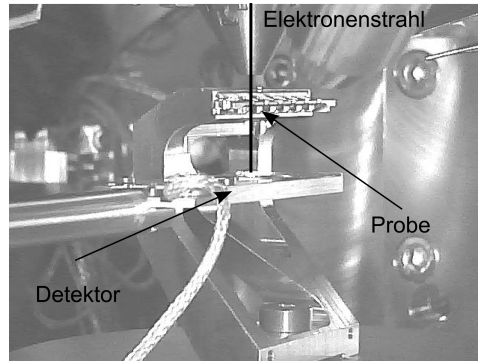


Abbildung 3.5: Probenkammer des FEI Helios 650 Nanolab mit eingefahrenem STEM-Detektor unter der Probe.

Kohlenstoff, Gallium und Sauerstoff [97] und wird im Folgenden für einen besseren Lesefluss Platinschicht oder Platin genannt. Die Platinschicht wurde abgeschieden, um Materialoberflächen an Querschnitten vor Schädigung durch den Ionenstrahl zu schützen. Darüber hinaus wird durch die Abscheidung der Schicht eine glattere Schnittkante und damit eine verbesserte Abbildung des Querschnitts erreicht.

**Transmissionselektronenmikroskopie** Bei einer bis zur Elektronentransparenz gedünnten Probe können über Durchstrahlung noch bessere Auflösungen erzielt werden als über die Abbildung mit Sekundärelektronen. Die Probe kann mit einem aufgeweiteten Elektronenstrahl durchstrahlt werden (Transmissionselektronenmikroskopie, TEM) oder aber mit einem gebündelten Strahl gerastert werden (rasternde Transmissionselektronenmikroskopie, STEM). Die Präparation der Proben wurde mit der von Overwijk u. a. [63] beschriebenen Methode durchgeführt, bei der Lamellen mit dem Ionenstrahl präpariert und nach dem Aufsetzen auf einen Probenhalter auf Elektronentransparenz gedünnt werden. Die gedünnte Probe kann im verwendeten Zweistrahlgerät so positioniert werden, dass sie vom Elektronenstrahl durchstrahlt wird (STEM). Die durch die Probe tretenden Elektronen werden von einem Detektor unter der Probe detektiert. Der Kontrast entsteht durch Beugung und Streuung der Elektronen in der Probe, daher ist die Aufnahme von Hell- und Dunkelfeldbildern der Probe möglich. Abbildung 3.5 verdeutlicht das Messprinzip an einer Aufnahme der Probenkammer während STEM.

**Probenreinigung** Nach einer Reinigung der gelaufenen Proben mit Aceton und Isopropanol (Ultraschallbad, je 30 min, anschließendes Abreiben und trocknen mit warmer Luft) ist eine deutliche Oberflächenkontamination im REM zu sehen, die die Erstellung von REM-Bildern an FIB-Querschnitten erschwert. Die Reinigung der AlSi-Proben mit Tickopur-TR7-Reiniger (1-% wässrige Lösung; 2 Minuten im Ultraschallbad) führt zu einer Probenabbildung ohne Kontaminationsartefakte. Die Reinigung der Stahlproben erfolgte mit Tickopur-R33-Reiniger (1-% wässrige Lösung, 2 Minuten im Ultraschallbad). Sowohl Stahl- als auch AlSi-Proben wurden nach der Tickopur-Reinigung in voll entsalztem Wasser und in Isopropanol für je 10 Minuten im Ultraschallbad gereinigt. XPS-Tiefenprofile zeigten bei einer Vergleichsmessung bis auf den C-Gehalt keine signifikanten Unterschiede zwischen beiden Reinigungsverfahren. Dritte Körper werden also durch die Reinigung mit Tickopur nicht entfernt.

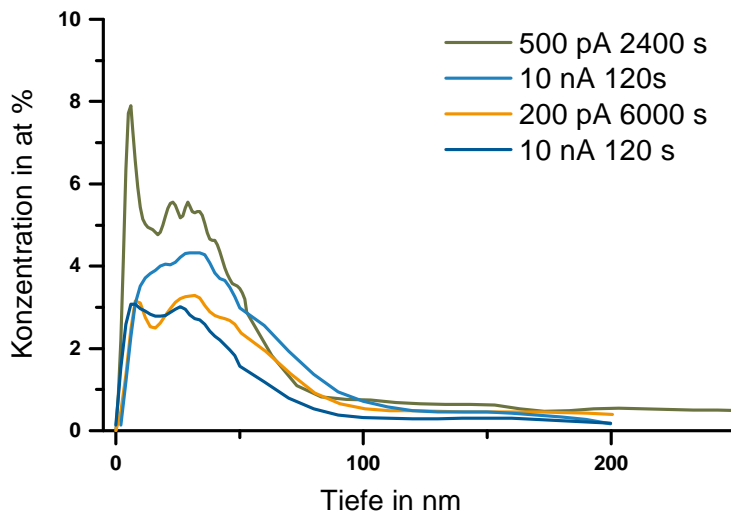


Abbildung 3.6: Tiefenverlauf der Gallium-Konzentration bei unterschiedlichen Implantationsbedingungen.

## 3.2 Markerexperimente

Wie in Kapitel 2 dargestellt, wurde in verschiedenen Veröffentlichungen eine Verformung der oberflächennahen Randzone durch die tribologische Belastung der Proben gezeigt. Verschiedene Marker in Stiften und Scheiben wurden in einen kleinen Teil der verwendeten Proben eingesetzt, um die Scherung in der Randzone darzustellen. Wie von Rice u. a. [70] für einen größeren Maßstab beschrieben, wurden auch an ultrapräzisionszerspannten Scheiben zwei Bereiche plastischer Verformung nach tribologischer Belastung gefunden: Unter einer stark plastisch verformten Schicht mit mehreren hundert Nanometern Dicke folgt eine etwa einen Mikrometer dicke Schicht, die deutlich geschert wurde.

Auf Basis dieser Beobachtung wurden zum einen Marker aus Gallium bis in eine Tiefe von 50 nm und zum anderen Platin-Marker bis in eine Tiefe von 6-8  $\mu\text{m}$  eingebracht. Zur Darstellung von Scherung in noch größerer Tiefe wurden Mikrobohrungen in die Scheiben eingebracht. Die einzelnen Marker werden im Folgenden dargestellt.

### 3.2.1 Galliummarker

Die auf die Probe auftreffenden Ionen verlieren durch inelastische Streuung im Festkörper Energie und verbleiben in der Probe, wenn sie nicht rückgestreut werden [34]. Für die Erstellung des Galliummarkers sollen Galliumionen aus dem Ionenstrahl möglichst tief in die Probe implantiert werden bei gleichzeitig möglichst geringer Schädigung der Oberfläche durch abgeputterte Teilchen.

Galliummarker wurden nur auf Scheiben eingebracht. Für die Erstellung der Marker sind Variationen von Strom, Spannung und Dosis möglich. Untersuchungen von Kiener u. a. [48] zeigen eine mit der Ionenenergie zunehmende Implantationstiefe von bis zu 50 nm in Kupfer bei 30 kV. Um die zu variierenden Parameter für die Optimierung des Galliummarkers gering zu halten, wurde daher die Beschleunigungsspannung mit 30 kV gewählt und konstant gehalten. Der gewählte Dosiswert orientierte sich mit einer Größenordnung von  $10^{16} \text{ cm}^{-2}$  an den Versuchen von Kiener u. a. [48] und wurde

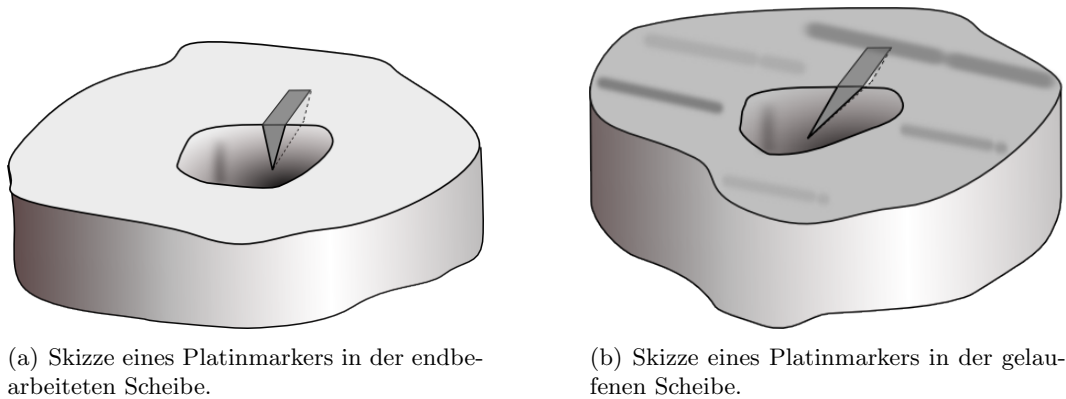


Abbildung 3.7: Prinzipskizze der Platinmarker.

ebenfalls konstant gehalten. Für die Galliumimplantation wurde eine Abrasterung der Oberfläche im „Deposition Mode“ gewählt. Diese Strahlführungsart wird im FIB gewöhnlich für ioneninduzierte Materialabscheidung verwendet und ist nicht auf Materialabtrag ausgelegt. Da das Abtragverhalten abhängig von der Strahlstromstärke ist, wurden Felder ( $100 \cdot 100 \mu\text{m}^2$ ) mit 10 nA (120 s Sputterzeit), 500 pA (2400 s), 200 pA (6000 s) und 100 pA (12 000 s) erstellt und mit dem Rasterkraftmikroskop (AFM) vermessen. Lediglich beim Strom von 10 nA war ein Materialabtrag von wenigen Nanometern messbar. Ein Anstieg von  $R_a$  mit zunehmendem Strahlstrom wurde beobachtet. Zur Beurteilung des Galliumgehalts der Marker in Abhängigkeit des Strahlstroms wurden XPS-Tiefenprofile an relevanten Implantationsfeldern gemessen (Abbildung 3.6). Auf Basis der im AFM ermittelten Rauheitsänderungen für die verschiedenen Strahlströme und der mit XPS ermittelten Galliumkonzentrationen wurde der Strahlstrom von 200 pA bei einer Abscheidezeit von 6000 s für die Erstellung der Galliummarker ausgewählt.

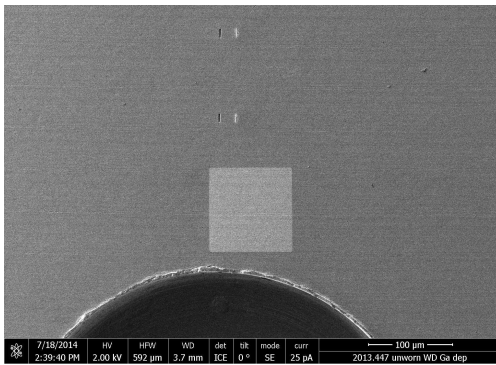
#### 3.2.2 Platinmarker

Platinmarker wurden sowohl an Stiften als auch an Scheiben erstellt. Die Marker wurden eingebracht, indem mit dem FIB zunächst ein Graben von  $2 \cdot 10 \mu\text{m}^2$  und einer bestimmten Tiefe eingebracht wurde. Die Gräben wurden dann mit Platin (Abschnitt 3.1.3) gefüllt (Abbildung 3.7). Die Markertiefe betrug für die Scheiben  $6 \mu\text{m}$ , in die Stifte wurden je drei Marker mit 1, 3 und  $6 \mu\text{m}$  in einem Winkel von  $60^\circ$  zueinander eingebracht (Abbildung 3.8). Zur Validierung der Marker wurden in einem Teil der Stifte und Scheiben auch ungefüllte Gräben eingebracht. Die runden Markierungen im Stift dienen der Lokalisierung der Marker nach dem Reibversuch. Über eine Korrelation der REM-Bilder der Marker vor und nach dem Reibversuch anhand der runden Markierungen können die Markerverschiebungen ermittelt werden.

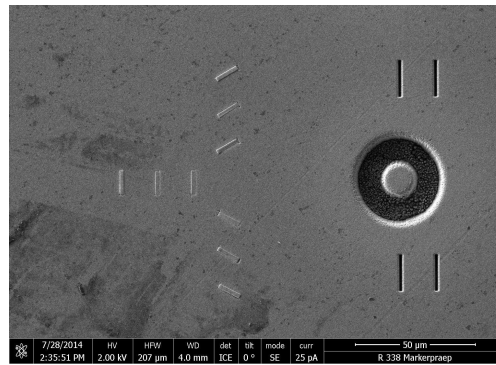
#### 3.2.3 Mikrobohrungen

Die Mikrobohrungen dienen der Darstellung von Scherungen, indem das in Reibrichtung in die Mikrobohrung eingeschobene Material vermessen wird. Dabei können auch Verschiebungen in Tiefen, die von den Markern nicht mehr abgebildet werden, sichtbar gemacht werden. Darüber hinaus dienen die Mikrobohrungen der Lokalisie-





(a) AlSi-Scheibe mit Markern. Im untersten Bildviertel ist die Mikrobohrung deutlich zu erkennen. Darüber ist ein  $100 \cdot 100 \mu\text{m}^2$  großes Feld mit implantiertem Gallium zu erkennen. Im obersten Bild Drittel sind zwei Platinmarker (hell) jeweils neben ungefüllten Gräben zu erkennen.



(b) 100Cr6-Stift mit Markern. In der rechten Bildhälfte sind die ungefüllten Gräben zu erkennen.

Abbildung 3.8: REM-Bilder der Marker auf Stift und Scheibe vor der tribologischen Belastung. Galliumfeld und Mikrobohrung sind auf der Scheibe deutlich zu erkennen. Im Stift wurden nur Platinmarker eingebracht.

ring der Platinmarker in der Spur der Scheibe.

In die bei den Markerexperimenten verwendeten Scheiben wurden je drei Mikrobohrungen in die Spur eingesetzt. Zwischen die Mikrobohrungen wurden die Platinmarker und Galliummarker gesetzt. Durchmesser der Bohrungen sind  $500 \mu\text{m}$ , die Tiefe beträgt  $300 \mu\text{m}$ . Da die Mikrobohrungen Aufwürfe aufweisen, die die Analyse der Materialverschiebung in die Bohrung verfälschen würden, sind Randbereiche der Bohrungen mit dem FIB nachbearbeitet (Abbildung 3.9). Die rote Ebene in Abbildung 3.9 deutet die Bildebene des FIB-Schnitts zur Analyse der Verschiebung in die Bohrung an der gelaufenen Probe an.

### 3.3 Materialien

Für die Darstellung der Auswirkungen der tribologischen Belastung auf die Randschicht der Proben und das Verständnis der gefundenen Unterschiede im tribologischen Verhalten ist die Charakterisierung und sorgfältige Beschreibung der Proben im Zustand nach Endbearbeitung unerlässlich. Die folgenden Abschnitte beschreiben die Werkstoffe und die Endbearbeitungen von Stift und Scheibe, wie sie im Tribometer getestet wurden und stellen damit die Ausgangszustände von Stiften und Scheiben dar.

Endbearbeitungen und Si-Morphologie der AlSi-Scheiben wurden verändert. Endbearbeitung und Material des Stifts wurden über alle Versuche gleich gehalten, damit die gefundenen Unterschiede auf die Veränderungen in der Scheibe zurückzuführen sind.

#### 3.3.1 Aluminium-Silicium

Aluminium-Silicium-Legierungen (AlSi) zeichnen sich durch ihre gute Gießbarkeit aus, die auf der niedrigen Viskosität der Schmelze und der geringen Schrump-

### 3 Materialien und Methoden

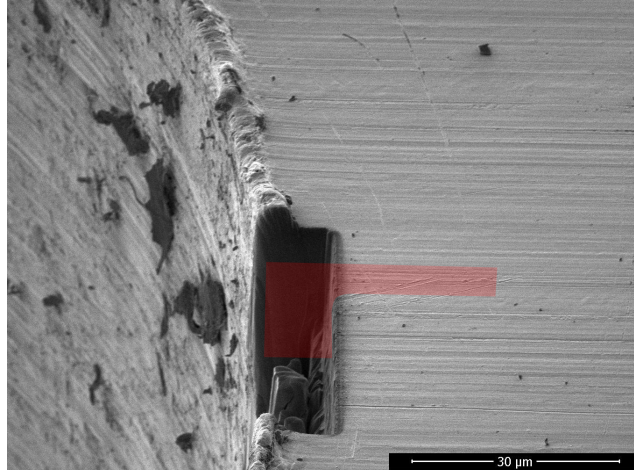


Abbildung 3.9: Um den Aufwurf bereinigter Bereich der Mikrobohrung. Die rote Ebene deutet die Bildebene des FIB-Schnitts im gelaufenen Zustand an.

Tabelle 3.2: Zusammensetzung der verwendeten AlSi-Legierung

Element	Si	Cu	Fe	Zn	Mg	Mn, Pb, Ti	Sr	Al
Konz. in gew-%	10,6	2,5	0,9	0,8	0,2	<0,2	200 ppm	Rest

fung bei der Erstarrung beruht. Darüber hinaus weisen AlSi-Legierungen eine gute Korrosionsbeständigkeit und eine hohe spezifische Festigkeit auf [56; 60, S. 759]. Daher werden AlSi-Legierungen auch für den Guss von Motorblöcken verwendet. Soll das Motorblockmaterial selbst gleichzeitig das Lauflächenmaterial im Tribosystem Kolbenring-Liner darstellen, ist der Stand der Technik die Verwendung einer übereutektischen AlSi-Legierung (Kapitel 2, S. 14). Begründet durch die in Kapitel 1 dargestellte Fragestellung wurde in der vorliegenden Arbeit eine untereutektische AlSi-Legierung verwendet. Darüber hinaus befindet sich die Paarung Stahl-AlSi9 beispielsweise in Nockenwellenlagerungen in Verbrennungsmotoren. Die Varianten in Veredelung und Wärmebehandlung sowie die verschiedenen Endbearbeitungen der Legierung werden im Folgenden dargestellt.

#### Verwendete Werkstoffzustände

Die Rohlinge der Scheiben wurden im Druckgussverfahren am Fraunhofer IFAM abgegossen. Ein Schlibbild der Scheibe ist im Anhang, S. 121 gezeigt. Ein Teil der Schmelze wurde mit 200 ppm Strontium (Sr) versehen, das die Morphologie der eutektischen Si-Phase von einem groben plattenförmigen Netzwerk zu einem feineren, faserförmigen Netzwerk wandelt [51; 102]. Im durch die Endbearbeitung verformten Randschichtgefüge ist die Wirkung der Sr-Veredelung an den mittleren Korngrößen der Si-Phase sichtbar (Tabelle 3.3). Da es sich um eine Sekundärlegierung mit der in Tabelle 3.2 gelisteten Zusammensetzung handelt, liegt eine Vielzahl von Phasen vor. Neben Aluminium und primärem und eutektischem Silicium sind diese nach den in Mondolfo [60] dargestellten Phasendiagrammen wegen des Eisen- und Mangangehalts vermutlich  $\text{Al}_5\text{FeSi}$ ,  $(\text{FeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$  und  $\text{Al}_8\text{Si}_6\text{Mg}_3\text{Fe}$ . Die Verfestigung durch die Wärmebehandlung ist auf die Phasen  $\text{Al}_2\text{Cu}$  und  $\text{Mg}_2\text{Si}$  zurückzuführen. Möglich sind auch Phasen wie  $\text{Al}_5\text{Si}_6\text{Mg}_8\text{Cu}_2$ , die nicht im thermodynamischen Gleichgewicht

sind. Die genaue Identifikation der Phasen ist für die Interpretation der Ergebnisse nicht weiter wichtig und wurde daher nicht durchgeführt.

Tabelle 3.3: Si-Korngrößen im Randzonengefüge von Scheiben der Endbearbeitung Wiper A. Vgl. Scharb [81].

Gefüge	mittl. Korngröße in $\mu\text{m}^2$
nicht veredelt	$0,44 \pm 0,26$
Sr-veredelt	$0,16 \pm 0,09$
T6	$1,58 \pm 1,01$

Neben der Modifikation der Si-Phase durch Sr wurde an einem Teil der Sr-veredelten Scheiben eine Wärmebehandlung (T6) mit Lösungsglühen ( $480^\circ\text{C}$ , 5 h) und Warmauslagerung ( $180^\circ\text{C}$ , 4 h) durchgeführt (vgl. Tabelle 3.4).

Die Warmauslagerung hat verschiedene Effekte auf das Gefüge der Legierung. Zum einen werden die Ausscheidungen, die sich während des Abkühlens der Schmelze auf Raumtemperatur bilden, wieder in der Al-Matrix gelöst. Zum anderen verändert sich die Si-Morphologie im Gefüge von der eutektischen platten- oder faserförmigen Geometrie zu Vielfächern mit geringerer Grenzfläche [69]. Die Triebkraft zur Veränderung der Morphologie ist die Grenzflächenenergie der Grenzfläche Al-Si und das durchschnittliche Teilchenvolumen ist direkt proportional zur Auslagerungszeit [69]. Die Sphäroidisierung der Teilchen steigert über die Beeinflussung der Rissausbreitung die Zugfestigkeit. Die Sphäroidisierung und Vergrößerung der Si-Phase ist auch im Gefüge der wärmebehandelten Scheiben deutlich zu erkennen (vgl. Abbildung 3.14). Durch das an das Lösungsglühen angeschlossene Abschrecken entsteht ein übersättigter Mischkristall. Die Warmauslagerung bewirkt durch die diffusionsgesteuerte Ausscheidung von Phasen eine Härtesteigerung. Für die verwendete Legierung sind diese Ausscheidungen hauptsächlich  $\text{Mg}_2\text{Si}$  und  $\text{Al}_2\text{Cu}$ . Da die Härtesteigerung aufgrund der unterschiedlichen möglichen Wechselwirkungen der Versetzungen mit den Ausscheidungen (schneiden, umgehen) von der Ausscheidungsgröße abhängt, ist die Temperatur und Dauer der Auslagerung entscheidend für die sich einstellende Härte (vgl. z.B. Gottstein [39, S.264]). So untersuchten Ma u. a. [56] den Einfluss verschiedener Sr-Konzentrationen und Wärmebehandlungen auf eine  $\text{AlSi11Cu2,5Mg}$ -Legierung und fanden das Härtemaximum bei einer Auslagerungstemperatur von  $180^\circ\text{C}$  bei vier Stunden. Diese Wärmebehandlung wurde auch auf die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Scheiben angewandt. Härtemessungen nach höheren Auslagerungstemperaturen zeigten ab  $220^\circ\text{C}$  nach einem Härteanstieg für Auslagerungszeiten von 4-10 Stunden eine Entfestigung bei längeren Auslagerungszeiten aufgrund des Anstiegs des mittleren Ausscheidungsabstands (vgl. Abbildung 3.10).

### Endbearbeitung

Die Endbearbeitung der Scheiben mit geometrisch bestimmten Schneiden durch spanende Endbearbeitung erfolgte zum größten Teil am Fraunhofer IWU mit der Zielstellung, unterschiedliche Randzonengefüge bei vergleichbarer und geringer Rauheit einzustellen. In der vorliegenden Arbeit wird auf die Ergebnisse eingegangen, die an Scheiben mit den Endbearbeitungen der Werkzeuge „Wiper D“ (WD) und „Wiper A“ (WA) gemessen wurden. Beide Wiper-Geometrien besitzen eine Glättfase nicht nur

### 3 Materialien und Methoden

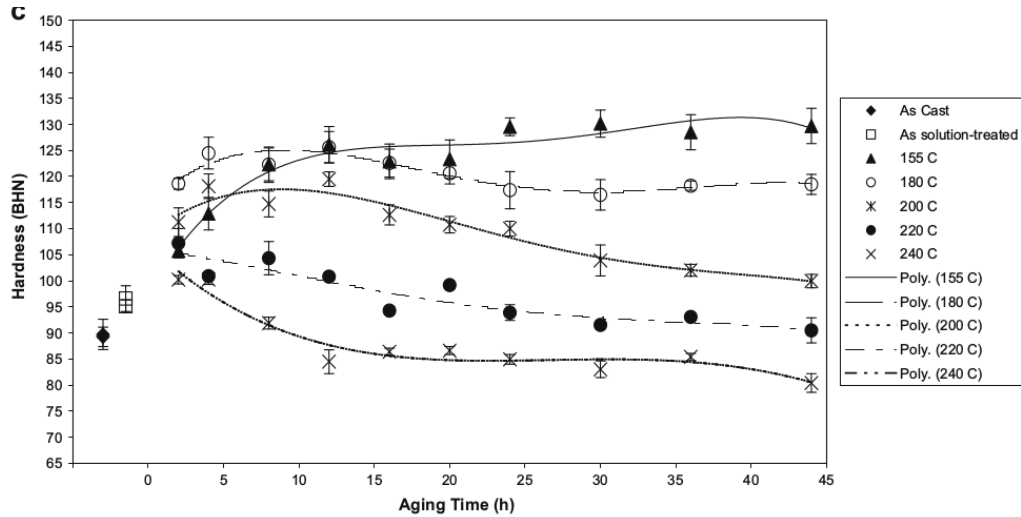


Abbildung 3.10: Härte einer AlSi11Cu2,5Mg-Legierung über Auslagerungszeit, aus Ma u. a. [56]

in Schnitt- sondern auch in Vorschubrichtung. Dabei ist die Fase in Schnitttrichtung für die Modifikation WA flach und für die Modifikation WD steil. In Abbildung 3.12 sind die bei der Endbearbeitung gemessenen Passivkräfte für die Wendeschneidplatten Wiper A und Wiper D aufgetragen. Die Endbearbeitung mit Wiper A erfolgt mit einer Passivkraft von 43-47 N bei einem Vorschub von 75  $\mu\text{m}$ , die Endbearbeitung Wiper D bewirkt eine Passivkraft von 29 N bei einem Vorschub von 50  $\mu\text{m}$ . Die Schnitttiefe von 50  $\mu\text{m}$  und die Schnittgeschwindigkeit von 565 m/min waren für beide Endbearbeitungen gleich. Simulationen des Schneidprozesses vom Fraunhofer IWU ergeben für die verwendeten Werkzeug- und Prozessparameter ohne Kühlschmierstoff Temperaturen von über 850  $^{\circ}\text{C}$  in einer Tiefe von 2  $\mu\text{m}$ . Darüber hinaus wurden am Fraunhofer IPT Scheiben mit „Ultrapräzisions-Zerspanung“ (UP) mit monokristallinen Diamantwerkzeugen gefertigt [32]. Diese Endbearbeitung hat den Vorteil einer sehr geringen Randzonenveränderung von weniger als einem Mikrometer (vgl. Abb. 3.16). Tabelle 3.4 gibt einen Überblick über die verschiedenen Kombinationen aus Endbearbeitungen und Veredelung bzw. Wärmebehandlung, die im Rahmen der Arbeit untersucht wurden. Die folgenden Abschnitte gehen auf verschiedene Gesichtspunkte der Charakterisierung des Ausgangszustandes ein.

Tabelle 3.4: Übersicht über die verwendeten Varianten von Endbearbeitungen und Legierungen

Legierungsmodifikation	Endbearbeitung	Abkürzung im Text
nicht veredelt	Wiper A	WA nv
	Wiper D	WD nv
	Ultrapräzisionsfinish	UP
Sr-veredelt	Wiper A	WA Sr
	Wiper D	WD Sr
Wärmebehandlung	Wiper A	WA T6

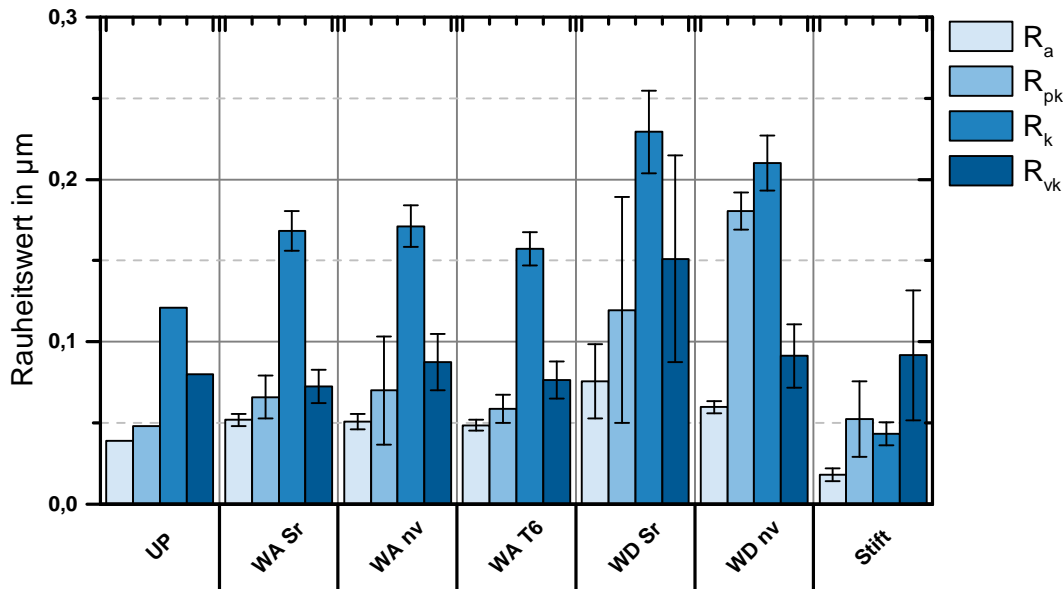


Abbildung 3.11: Rauheitswerte der verwendeten Proben nach Endbearbeitung

**Rauheit** Abbildung 3.11 zeigt die Rauheiten der Stifte und der Scheiben unterschiedlicher Endbearbeitungen im Zustand nach Endbearbeitung. Aufgetragen sind der arithmetische Mittenrauwert  $R_a$  sowie die reduzierte Spitzenhöhe  $R_{pk}$ , die Kernrautiefe  $R_k$  und die reduzierte Riefentiefe  $R_{vk}$ .

**Randzonengefüge** Die durch die Endbearbeitung eingestellten Randzonengefüge wurden mit FIB-Schnitten dargestellt. Zwar unterscheiden sich die Gefüge der veredelten und nicht veredelten Scheiben quantitativ (vgl. Tabelle 3.3). Da die Gefügebilder von veredelten und nicht veredelten Proben jedoch bis auf die Si-Korngröße keine qualitativen Unterschiede zeigen, sind im Folgenden nur die Bilder der FIB-Schnitte der ungelauten Proben WA nv (Abb. 3.13), WA T6 (Abb. 3.14), WD sr (Abb. 3.15) und UP (Abb. 3.16) dargestellt und nicht die Auswirkungen der Veredelung. Die Tiefenwirkungen der einzelnen Endbearbeitungen sind deutlich zu erkennen. Abbildung 3.13 zeigt deutlich die Kornfeinung der Al-Matrix bis in neun Mikrometer Tiefe durch die Endbearbeitung WA. Auch das Zerbrechen der Si-Körner in der Randzone durch die plastische Verformung während der Endbearbeitung ist durch die Aneinanderreihung und Formähnlichkeit der einzelnen Si-Körner deutlich zu erkennen.

Die Kornfeinung der Al-Matrix der T6-wärmebehandelten Probe wurde bis in eine Tiefe von neun Mikrometern gefunden (vgl. Abbildung 3.14). Die durch die Wärmebehandlung vergrößerte Si-Phase zeigt kein Zerbrechen durch die plastische Verformung während der Endbearbeitung, sondern ein Umfließen der Al-Phase (vgl. Abb. 5.4(a), S. 63).

Für die Endbearbeitung mit Wiper D wurde eine fünf Mikrometer dicke plastisch verformte Randzone gefunden (Abbildung 3.15). Ein Zerbrechen der Si-Körner ist auch für diese Endbearbeitung in den FIB-Schnitten zu erkennen.

Die mit einem Mikrometer geringe Tiefenwirkung der UP-Zerspannung ist an den FIB-Schnitten deutlich zu erkennen (Abbildung 3.16). Die Si-Phase liegt in der

### 3 Materialien und Methoden

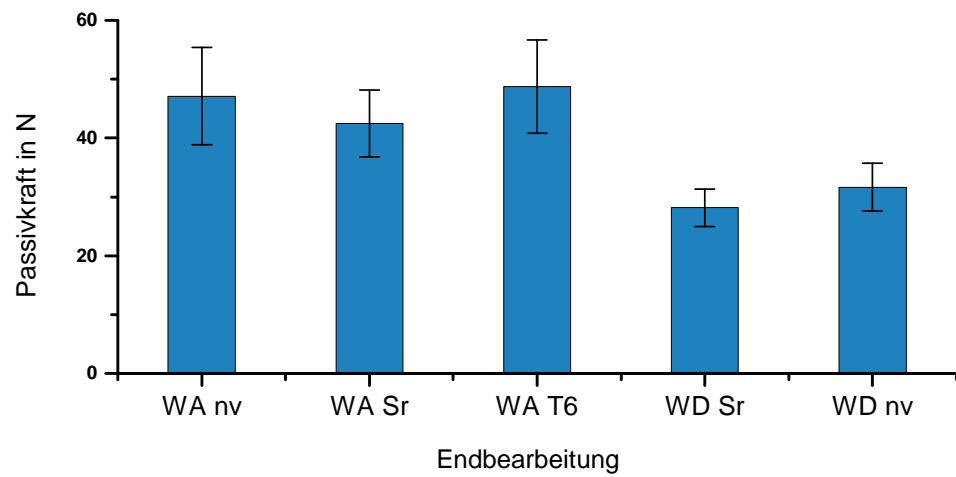


Abbildung 3.12: Passivkräfte während der Endbearbeitung veredelter und nicht veredelter Scheiben.

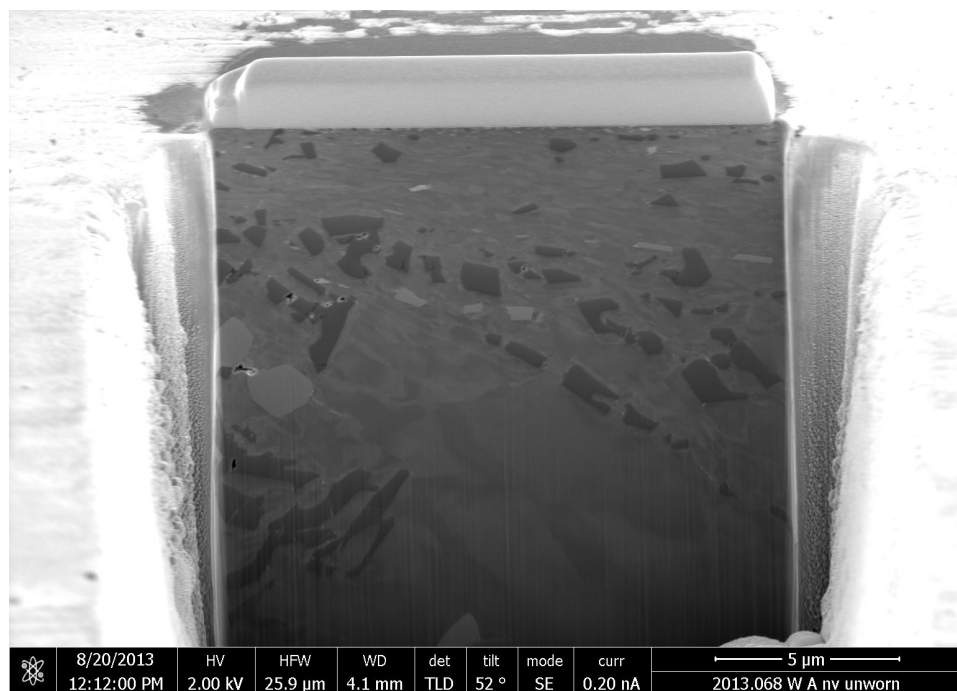


Abbildung 3.13: Randzone einer nicht veredelten Scheibe. Endbearbeitung Wiper A. Die zerbrochenen und aufgereihten Si-Körner (dunkle Phase) sind deutlich zu erkennen.

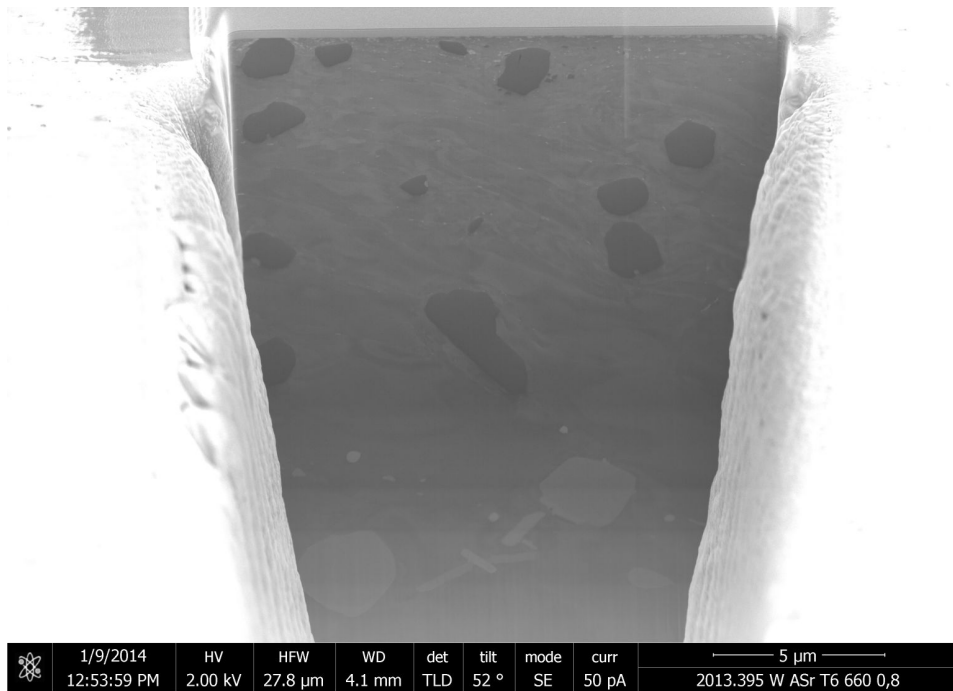


Abbildung 3.14: Randzone der T6-wärmebehandelten Scheibe. Endbearbeitung Wiper A.

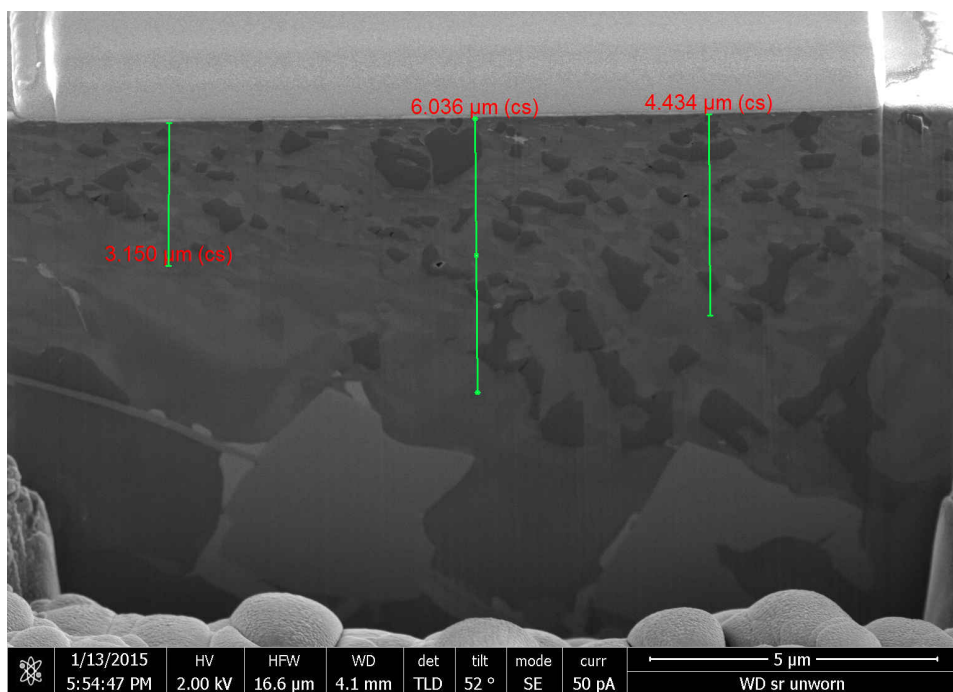


Abbildung 3.15: Randzone einer veredelten Scheibe. Endbearbeitung Wiper D.

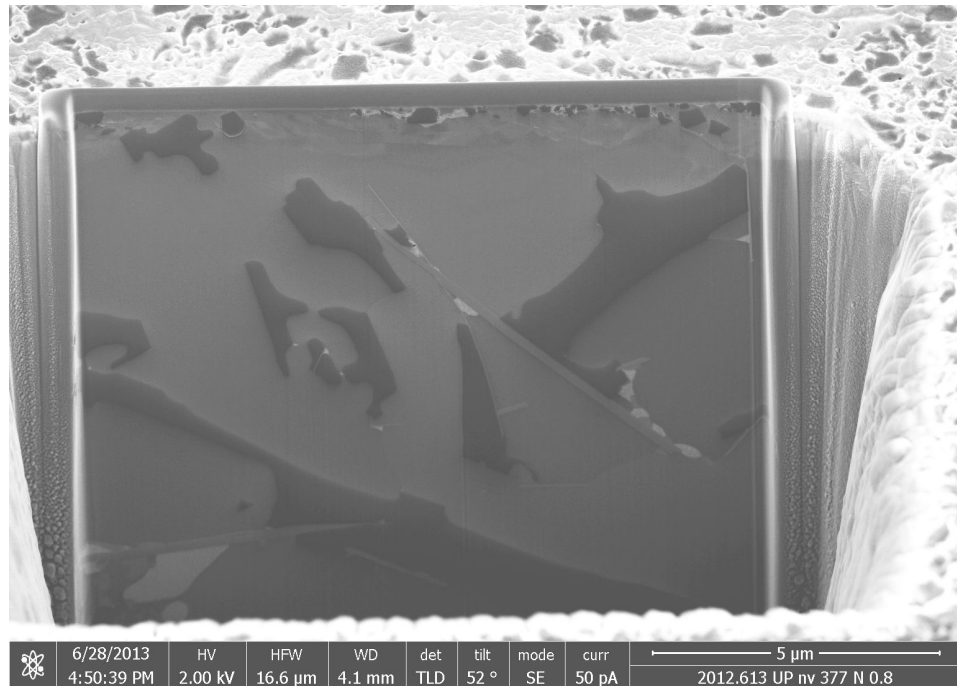


Abbildung 3.16: Randzone einer nicht veredelten Scheibe. Endbearbeitung UP.

veränderten Randzone in kleinen Korngrößen von weniger als einem Mikrometer vor.

**Chemische Zusammensetzung** Die Charakterisierung der quantitativen Zusammensetzung der endbearbeiteten Scheiben erfolgte über XPS. Alle gemessenen endbearbeiteten Scheiben zeigen einen Sauerstoffeintrag bis maximal 200 nm Tiefe und Verunreinigungen durch Kohlenstoff lediglich an der Oberfläche (wenige 10 nm Tiefe). Rückstände von Kühlschmierstoffen lagen an keiner mit XPS gemessenen Scheibe vor.

Der deutlichste Unterschied zwischen den verschiedenen Endbearbeitungen in Bezug auf die Zusammensetzung wurde in der Si-Konzentration gefunden. Während an veredelten und nicht veredelten Scheiben mit den Endbearbeitungen Wiper A und Wiper D die Si-Konzentration des Grundmaterials ab einer Tiefe von 200 nm gefunden wurde, wird diese für die T6-wärmebehandelten Scheiben erst ab einer Tiefe von 300 nm erreicht. Für die UP-Zerspanung wurde eine Si-Anreicherung auf bis zu 30 at-% Si bis in eine Tiefe von 600 nm gefunden (Abbildung 4.1(a)).

**Eigenstressungen** Über die  $\sin^2\Psi$ -Methode wurden an Motorlinersegmenten, die mit den Werkzeugen Wiper A und Wiper D endbearbeitet wurden, die Eigenstressungen erster Art gemessen. Die Endbearbeitung mit Wiper A an T6-wärmebehandelten Proben führt nach diesen Messergebnissen zu vier mal höheren Druckeigenstressungen als dieselbe Endbearbeitung an veredelten Proben. Die Endbearbeitung mit Wiper D bewirkt Druckeigenstressungen, die in ihrer Höhe zwischen denen der Endbearbeitung mit Wiper A an den unterschiedlichen Proben liegen (vgl. Abbildung 3.17).



### 3.3.2 100Cr6

Die Endbearbeitung und die verwendete Stahlcharge für die Stahlstifte aus 100Cr6 wurde für alle Versuche konstant gehalten. Die Stahlstifte wurden aus einer Scheibe ausgefräst, die zuvor mit einem Supfina-Bandfinish poliert wurde. Die Rauheitswerte sind in Abbildung 3.11 aufgetragen. Die Stifte wurden wegen möglicher bestehender Grate vom Fräsprozess alle leicht angefast, so dass der effektive Stiftdurchmesser im Kontakt mit der Scheibe 4,9 mm betrug. Alle Stifte wurden nach dem Entgraten mit dem WLI vermessen, um Stifte mit noch bestehenden Graten oder einer Welligkeit von über einem Mikrometer über die gesamte Kontaktfläche auszusortieren. Mit der Selbstausrichtung über die Kugelspannschraube wurde so für alle Versuche ein flächig tragender Kontakt erreicht.

Die Scheibe wurde von einem Stangenmaterial mit 120 mm Durchmesser abgenommen. Die Stifte wurden aus der endbearbeiteten Scheibe auf einem Scheibenradius von 40 mm ausgefräst. Die Stifte kommen also aus etwa 20 mm Tiefe des Stangenhalbbezugs und weisen daher ein ferritisches Gefüge ohne Martensit auf.

Durch das Bandfinish wurde eine Kornfeinung in der Randschicht bis in eine Tiefe von 3  $\mu\text{m}$  eingebracht. Ein FIB-Schnitt in die endbearbeitete Oberfläche ist in Abbildung 3.18 zu sehen. XPS-Analysen der endbearbeiteten Stifte zeigten eine Chromcarbid-Anreicherung durch die Endbearbeitung von der Sollkonzentration von 1,5 at-% auf 6 at-%.

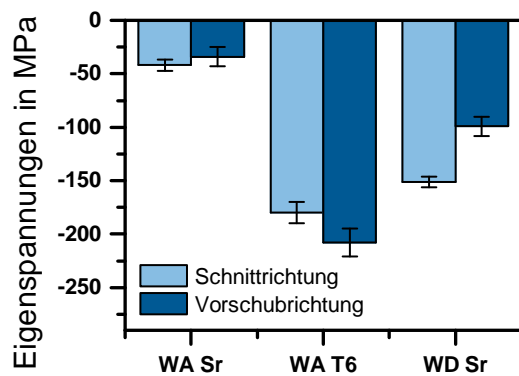


Abbildung 3.17: Eigenspannungen in der Randzone nach Endbearbeitung mit Wiper A bzw. Wiper D.

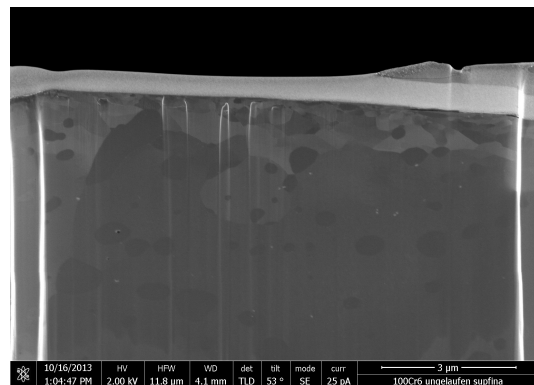


Abbildung 3.18: Randschichtgefüge des endbearbeiteten Stifts.

### 3.3.3 Schmierstoff

Das für alle Versuche verwendete Öl war ein voll additiviertes, voll synthetisches Motorenöl der Sorte Castrol Edge FST 5W30 bei einer Öltemperatur von 70 °C.



## 4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß

Veränderungen der Randzone unter tribologischer Belastung werden in vielen verschiedenen Veröffentlichungen dargestellt (siehe 2.3, S. 6). Für Proben aus Versuchen im Bereich niedrigster Verschleißraten wurde eine Randzonenveränderung in Form eines submikro- bzw. nanokristallinen Gefüges bis in eine Tiefe von  $< 10 \mu\text{m}$  gefunden [26; 86; 95]. Auf Grundlage dieser Ergebnisse wurde von Scherge<sup>1</sup> die Hypothese aufgestellt, dass durch ein möglichst feines Gefüge in der Randzone, das bereits durch die Endbearbeitung eingestellt ist, das Einlaufverhalten positiv beeinflusst werden kann. Dabei ist unter einer positiven Beeinflussung ein gegenüber einem nicht vorkonditionierten System verkürzter Einlauf mit geringerer Empfindlichkeit und niedrigerer Verschleißrate des Systems zu verstehen.

**Hypothese H1** Durch ein möglichst feines, durch die Endbearbeitung eingestelltes Gefüge in der Randzone wird das Einlaufverhalten verbessert.

### 4.1 Ergebnisse

#### 4.1.1 Charakterisierung der Proben nach Endbearbeitung

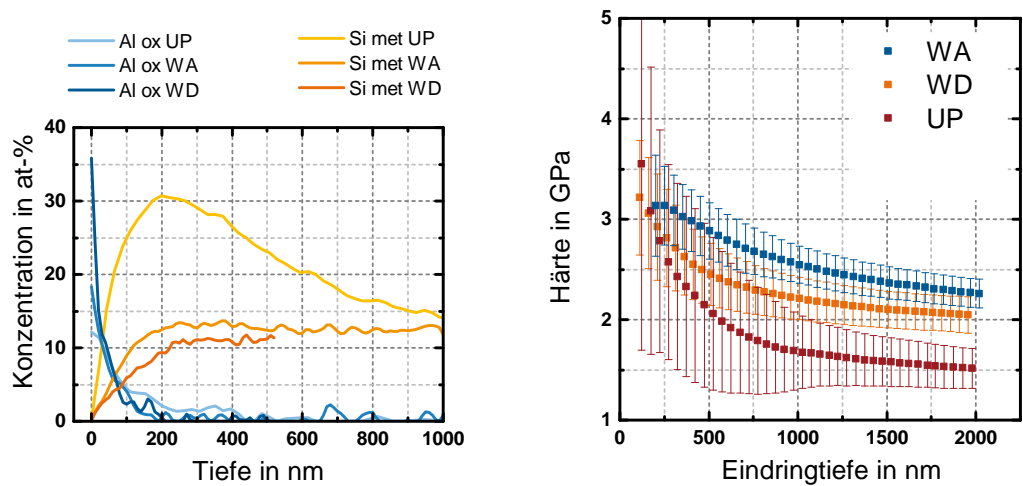
Zur Überprüfung der oben genannten Hypothese H1 wurden Scheiben aus  $\text{AlSi9Cu3}$  mit drei Endbearbeitungen unterschiedlicher Randschichtgefügeveränderung gefertigt und das Einlaufverhalten für verschiedene Last- und Geschwindigkeitskombinationen mit dem vorgestellten Prüfprogramm charakterisiert. Die Proben im Zustand nach Endbearbeitung wurden bereits in Abschnitt 3.3.1, S. 31 dargestellt: Eine Gefügeveränderung findet durch die UP-Endbearbeitung bis in etwa einen Mikrometer Tiefe statt. Die Scheiben mit den Endbearbeitungen Wiper A und Wiper D sind bis in neun bzw. sechs Mikrometer Tiefe verändert. Die Rauheitswerte der Scheiben sind für alle Endbearbeitungen sehr gering und auf einem vergleichbaren Niveau (Abb. 3.11).

Ergebnisse von Nanohärtemessungen an ungelauften Scheiben sind in Abbildung 4.1(b) dargestellt. Die unterschiedlich stark ausgeprägte Randzonenveränderung spiegelt sich auch in den Härtewerten wieder. So nimmt die Härte mit zunehmender Eindringtiefe am deutlichsten bei der UP-Scheibe ab, gefolgt von der mit WD endbearbeiteten Scheibe. Bis in eine Eindringtiefe des Indenters von etwa 250 nm zeigen alle drei Endbearbeitungen eine vergleichbare Nanohärte von etwa 3 GPa.

Die chemische Zusammensetzung der Matrix der Scheiben ist in Tabelle 3.2 dargestellt und für alle Scheiben im Rahmen der Streuung zwischen einzelnen Gusschargen gleich. Bemerkenswerte Unterschiede ergeben sich für die chemischen Tiefenprofile der Si-Konzentrationen (Abbildung 4.8(a)). In der Randzone der UP-bearbeiteten Scheiben ist eine Si-Anreicherung bis 30 at-% und 1  $\mu\text{m}$  Tiefe zu finden, wohingegen

<sup>1</sup>im Rahmen des Projekts „Triboman“ der Fraunhofer-Gesellschaft, 2010

#### 4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß



(a) Si- und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Konzentrationen in den Randzonen der Scheiben UP nv, WD Sr und WA Sr.

(b) Härtetiefenverläufe der endbearbeiteten Scheiben.

Abbildung 4.1: Chemische Tiefenprofile und Härtetiefenprofile der ungelauften Scheiben.

die Si-Konzentration bei den anderen Scheiben bei 400 nm Tiefe den Matrixwert erreicht, ohne ein Maximum zu durchlaufen. Bis in eine Tiefe von etwa 200 nm wurde für alle Endbearbeitungen Aluminiumoxid gefunden.

#### 4.1.2 Charakterisierung des Einlaufverhaltens

Für eine vollständige Charakterisierung des tribologischen Verhaltens müssen die tribologischen Systeme in mehreren Betriebspunkten getestet werden. Für die Systeme mit den Endbearbeitungen WA und WD erfolgte die Charakterisierung in den aus Abb. 4.2 ersichtlichen Lasten bei 0,4; 0,8 und 2 m/s. Versuche an Systemen mit der Endbearbeitung UP wurden wegen einer zu geringen Scheibenzahl lediglich bei 0,8 m/s durchgeführt.

Die Ergebnisse aus diesen Versuchen zeigen deutlich, dass die Systeme mit den Endbearbeitungen WA und WD für Gleitgeschwindigkeiten von 0,4 m/s tendenziell höhere Reibungs- und Verschleißwerte und damit ein schlechteres Einlaufverhalten zeigen als bei Gleitgeschwindigkeiten von 0,8 und 2 m/s. Für Systeme mit den Endbearbeitungen UP und WD besteht bei 0,8 m/s keine Abhängigkeit des Reibungs- und Verschleißverhaltens von der aufgebrachten Last (Abb. 4.2 und 4.3). Am System mit der Endbearbeitung WA konnte eine Abhängigkeit des Verschleißverhaltens - die Zunahme der Verschleißgeschwindigkeit mit steigender Last - jedoch deutlich gezeigt werden (Abb. 4.4). Die Reibungswerte am Ende des Einlaufs sind für alle drei Systeme vergleichbar (Abb. 4.3). Das gilt auch für die Reibwerte der im Anschluss an den Einlauf gefahrenen Stribeckkurven. Diese sind im Anhang in Abbildung 12(c), S. 129 und Abbildung 20(a), S. 132 dargestellt.

In Abbildung 4.5 sind für den Einlaufpunkt 35 MPa und 0,8 m/s Reibungs- und RNT-Verschleißsignal für alle drei Endbearbeitungen dargestellt. Aus den Messungen wird deutlich, dass sich nicht nur das Verschleißverhalten im Einlauf von Systemen der Endbearbeitungen UP und WD (8 und 15 nm/h) deutlich von dem des Systems WA (50 nm/h) unterscheidet. Auch die Änderung der Verschleißrate mit



#### 4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß

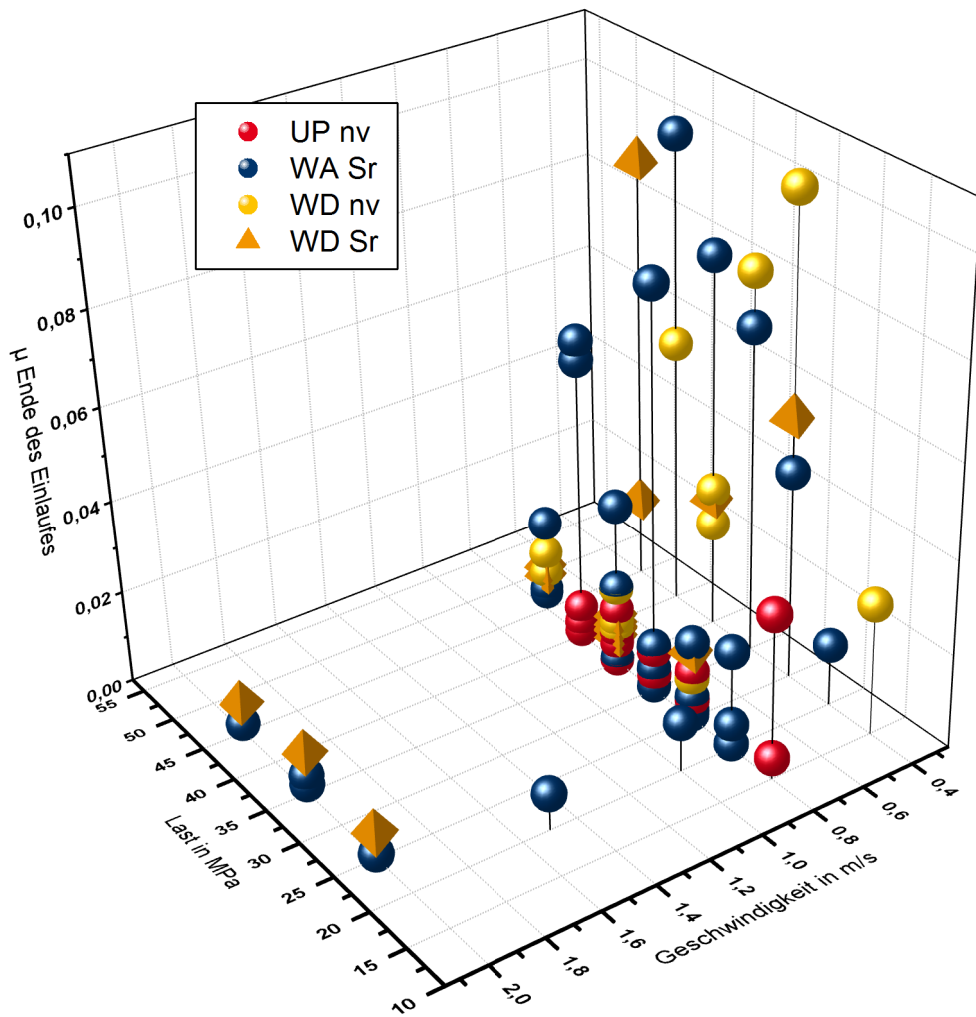


Abbildung 4.3: Reibwerte am Ende des Einlaufes nach 18 h in Abhängigkeit von Last und Geschwindigkeit im Einlauf.

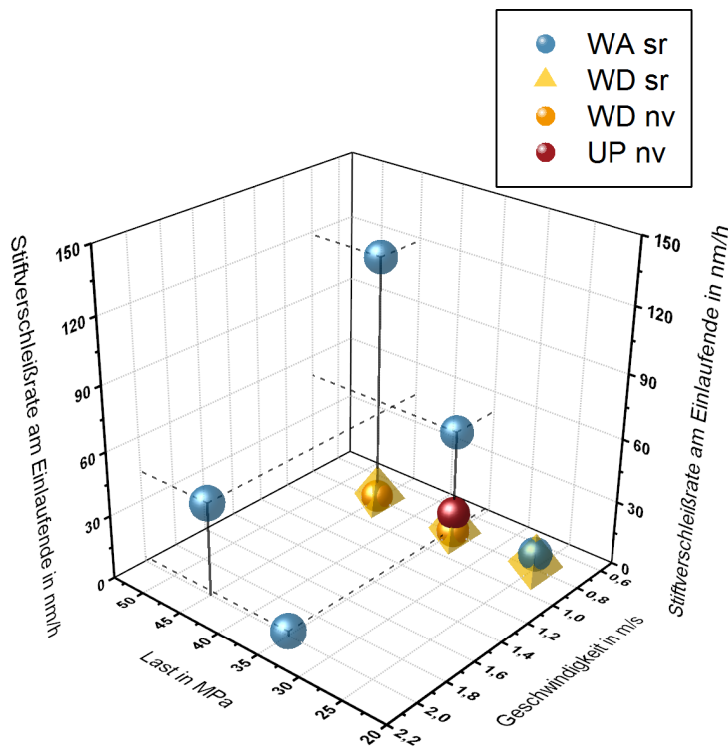


Abbildung 4.4: Aus RNT-Versuchen bestimmte Stiftverschleißraten am Einlaufende.

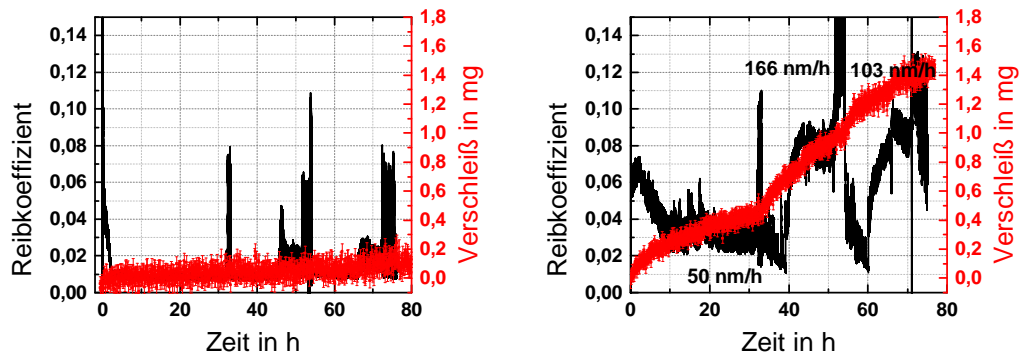
Änderungen von Lasten und Geschwindigkeiten ist am System WA deutlich höher ausgeprägt als bei den beiden anderen Systemen (für UP: Abb. 4.2).

Die dargestellten Ergebnisse zeigen eine deutliche Abhängigkeit des tribologischen Verhaltens von der Endbearbeitung. Da die Topographien nach Endbearbeitung vergleichbar sind, müssen die Unterschiede auf Vorgänge in der Randzone oder auf unterschiedliche dritte Körper zurückzuführen sein (siehe 2.3.2, S. 10 [7]). Die Analyse des dritten Körpers erfolgte über XPS und ist im nächsten Abschnitt (4.1.3) beschrieben. Scherungen in der Randzone wurden durch Marker sichtbar gemacht. Die Versuchsergebnisse sind in Abschnitt 4.1.4 dargestellt.

### 4.1.3 XPS-Analysen der tribologisch belasteten Systeme

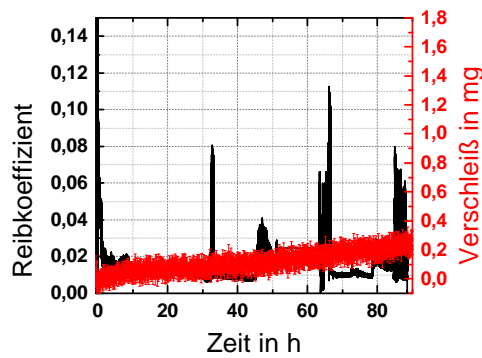
Aus XPS-Tiefenprofilen kann die Dicke des chemisch veränderten Teils des dritten Körpers und damit die Ausprägung mechanischer Vermischungsprozesse bestimmt werden. Als charakteristische Elemente für die Scheiben sind die Tiefenverläufe von oxidiertem Aluminium, Sauerstoff und Calcium in Abbildung 4.6 aufgetragen. Die maximalen Konzentrationen liegen für Sauerstoff für alle Reibspuren bei 40 bis 50 at-%, für Aluminiumoxid bei 24 bis 34 at-% und für Calcium bei 5 bis 10 at-%. Calcium liegt in Tiefen bis 300 nm vor, Sauerstoff und Aluminiumoxid sind bis in 600 bis 700 nm zu finden.

#### 4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß



(a) Reibung und Verschleiß UP; 35 MPa, 0,8 m/s.

(b) Reibung und Verschleiß WA Sr; 35 MPa, 0,8 m/s.



(c) Reibung und Verschleiß WD Sr; 35 MPa, 0,8 m/s.

Abbildung 4.5: Reibung (schwarz) und Stiftverschleiß (rot) für Versuche bei 35 MPa und 0,8 m/s im Einlaufbetriebspunkt.

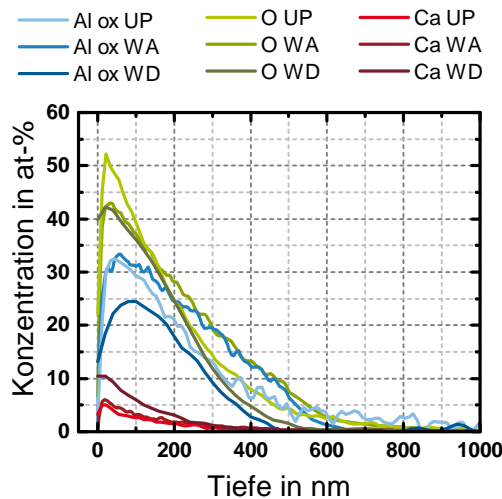
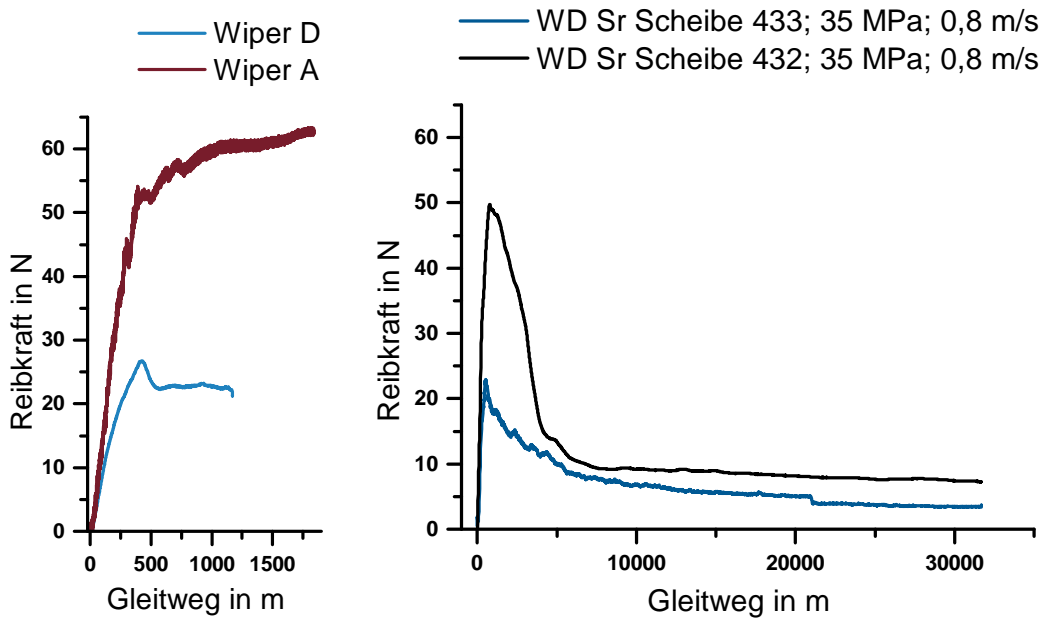


Abbildung 4.6: Tiefenprofile von Aluminiumoxid (Al ox), Sauerstoff (O) und Calcium (Ca) an gelaufenen Scheiben der Endbearbeitungen UP, WD und WA. Alle Proben wurden im Einlaufpunkt 35 MPa und 0,8 m/s getestet.





(a) Reibkräfte der Markerversuche an mit WD und WA endbearbeiteten Scheiben. WA: 30 MPa, 0,8 m/s; WD: 35 MPa, 0,8 m/s.

(b) Reibkräfte der Markerversuche an mit WD endbearbeiteten Scheiben. Beide Versuche wurden bei 35 MPa und 0,8 m/s gefahren.

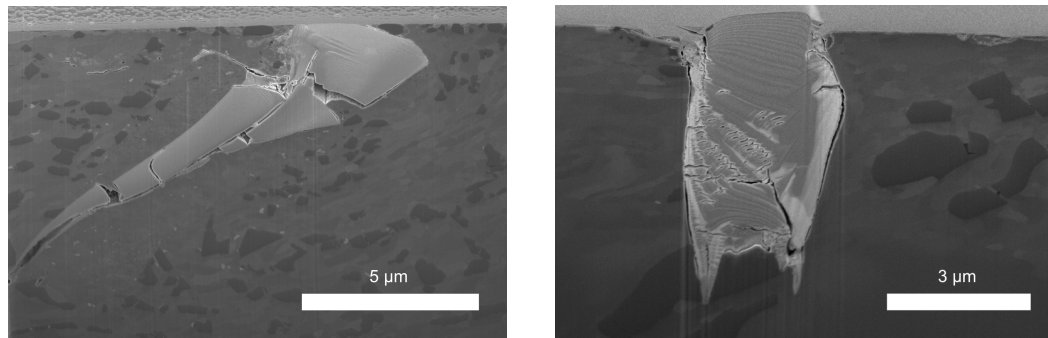
Abbildung 4.7: Verlauf der Reibkräfte für verschiedene Markerversuche. FIB-Schnitte an den Markern der Versuche in (a) sind in Abbildung 4.8 gezeigt. Die zu (b) gehörenden Marker zeigt Abbildung 4.10.

#### 4.1.4 Markerversuche

Um Unterschiede in der Scherung der Randzonen feststellen zu können, ist die Darstellung des Gefüges mit FIB-Querschnitten allein nicht ausreichend, da die Randzone durch die Endbearbeitung mit den Wiper-Werkzeugen schon so stark verformt ist, dass eine weitere Scherung durch die tribologische Belastung nicht zu erkennen ist (vgl. S. 35). Um die Scherung in der Randzone sichtbar zu machen, wurden die in Abschnitt 3.2.2 (S. 28) beschriebenen Platinmarker in die Scheiben mit den Endbearbeitungen WA und WD eingebracht. Da die mit UP gefertigten Scheiben eine vergleichsweise geringe Randzonentiefe aufweisen und die Randzonenverformung durch bestehende Gefügebestandteile erkannt werden kann, wurde auf das Einbringen von Markern in diesen Proben verzichtet.

Aus dem Messprinzip des Versuchs Stift gegen Scheibe ist klar, dass jeder Punkt auf der Spur und damit auch die Marker in den Scheiben nur einen Bruchteil des auf den Stift bezogenen Gleitwegs erfährt. Die Marker sind in der Mitte der Spur positioniert und sind während des Versuchs einem geringeren Gleitweg ausgesetzt als Marker im Stift. Das Verhältnis der Gleitwege in Stift und Scheibe beträgt 1:27. In Abbildung 4.7 sind die Reibkräfte der Versuche an mit Markern versehenen Scheiben über den Gleitweg des Stifts dargestellt. Abbildung 4.7(a) zeigt die Reibkräfte von Versuchen mit Markern an den Systemen WA (1800 m, 30 MPa, 0,8 m/s) und WD (1200 m, 35 MPa, 0,8 m/s). Der Einlauf ist nach diesen Gleitwegen nicht abgeschlossen und die Marker stellen die Verschiebungen in diesem Anfangsstadium dar.

#### 4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß



(a) Querschnitt durch einen Marker nach tribologischer Belastung einer mit WA endbearbeiteten Scheibe. Versuch bei 30 MPa; 0,8 m/s; 1800 m Gleitweg.

(b) Querschnitt durch einen Marker nach tribologischer Belastung einer mit WD endbearbeiteten Scheibe. Versuch bei 35 MPa; 0,8 m/s; 1200 m Gleitweg.

Abbildung 4.8: FIB-Schnitte durch Marker nach tribologischer Belastung. Die Versuche wurden nach 1800 m (a) bzw. 1200 m (b) abgebrochen (Vgl. Abb. 4.7(a), S. 45). Bewegungsrichtung des Stifts von links nach rechts.

Beide Versuche zeigen einen anfänglichen Anstieg der Reibkraft, der mit dem Anstieg der Normalkraft korreliert. Ist die Zielnormalkraft erreicht, bleibt die Reibkraft bei beiden Versuchen auf einem jeweils konstanten, aber unterschiedlichen Niveau von 20 N im System WD bzw. 60 N im System WA.

Abbildung 4.8 zeigt FIB-Schnitte an den Markern dieser Versuche. In Teilabbildung 4.8(a) ist eine deutliche Verschiebung des Markers in der Scheibe der Endbearbeitung WA über die gesamte Tiefe von acht Mikrometern zu erkennen. Bruchstellen in etwa einem und in fünf Mikrometern Tiefe sind sichtbar. Abbildung 4.8(b) zeigt einen FIB-Schnitt in den Marker der Scheibe mit Endbearbeitung WD. Hier ist keine Verschiebung des gesamten Markers zu erkennen. Der Marker ist von Rissen im unteren und linken Bereich durchzogen und scheint leicht nach links in Bewegungsrichtung des Stifts geneigt.

Zwei weitere Markerversuche am System WD mit einer längeren Versuchsdauer von 11 Stunden decken den gesamten Einlauf ab. Das Reibkraftsignal in Abbildung 4.7(b) deutet mit den konstanten, niedrigen Reibkräften auf einen abgeschlossenen Einlauf hin. Die Reibkräfte der beiden Versuche am gleichen Tribosystem unter gleichen Bedingungen von 35 MPa Flächenpressung und 0,8 m/s Gleitgeschwindigkeit unterscheiden sich hauptsächlich in den ersten beiden Stunden der Versuchsdauer, in denen eine Scheibe maximale Reibkräfte von 50 N erreicht, wohingegen die maximale Reibkraft des zweiten Versuchs bei 24 N liegt.

Die Vermessung der Reibspuren mit dem WLI ergibt für die Scheibe des Systems mit hoher Reibkraft eine mittlere Verschleißtiefe von etwa einem Mikrometer. Die Verschleißtiefe des unter den gleichen Bedingungen gefahrenen Systems niedrigerer Reibkraft ist mit dem WLI aufgrund der geringen Tiefe der Spur von etwa 300 nm nur mit einem großen relativen Fehler zu bestimmen. (vgl. Abbildung 4.9). Die zu diesen Verschleißspuren zugehörigen Platinmarker in der Scheibe sind in Abbildung 4.10 dargestellt. Die FIB-Schnitte an den Markern der Scheibe mit hohen Reibwerten (Abbildung 4.10(a)) zeigen, dass eine Scherung in der Randzone bis in neun Mikrometer Tiefe stattgefunden hat. Wieder zeigen Bruchstellen am Marker Schergradienten auf. Der Linke der beiden im FIB-Schnitt sichtbaren Marker ist wegen

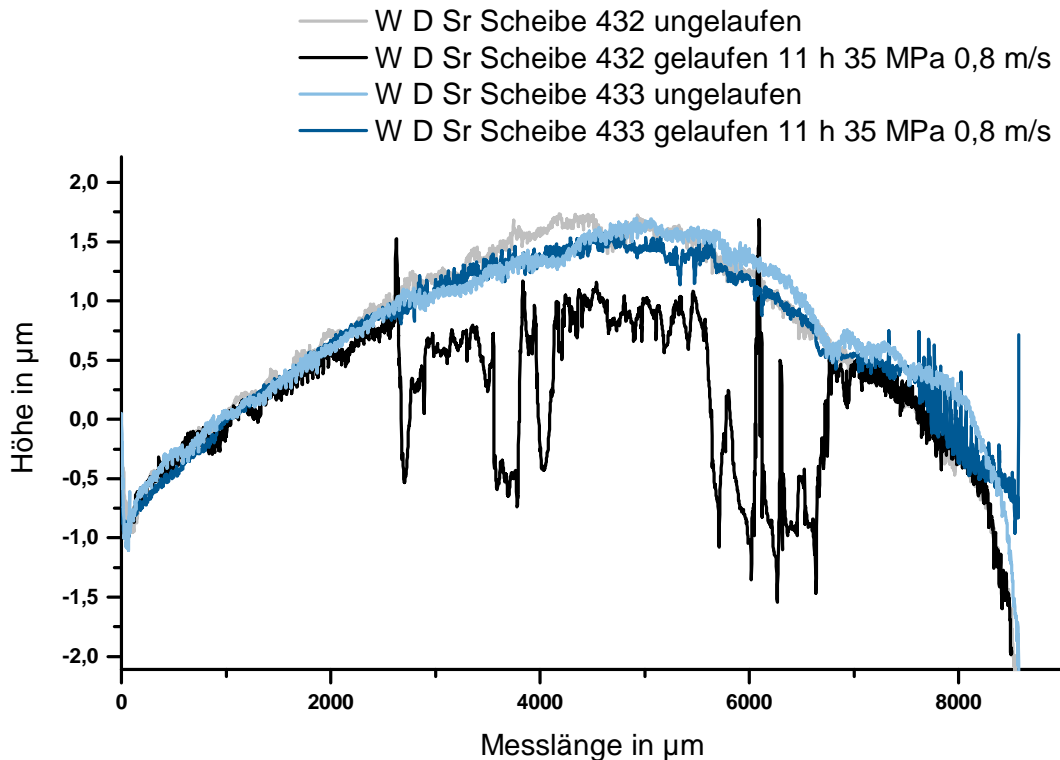
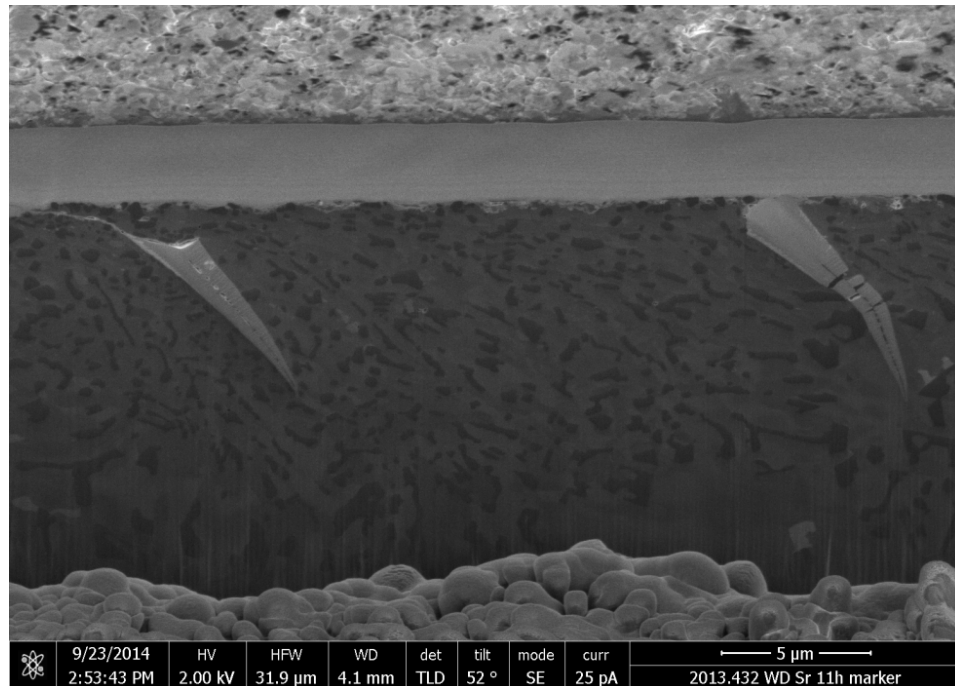


Abbildung 4.9: Profile aus WLI-Aufnahmen quer über die Spur vor und nach den Versuchen. Die schwarzen Profile sind der Scheibe des Systems mit hoher Reibkraft zuzuordnen, die blauen Profile der Scheibe des Systems mit niedriger Reibkraft (Abb. 4.7(b)).

eines Fehlers bei der Markereinbringung zum Teil gefüllt. Der ungefüllte Teil des Markers wurde durch die Scherung der Randzone auf eine dünne, sich an den Marker anschließende Linie reduziert. Die Markeranalyse mit dem FIB liefert für die Scheibe im System mit den niedrigeren Reibwerten (Abbildung 4.7(b)) ein anderes Bild. In Abbildung 4.10(b) ist links ein ungefüllter Graben und rechts ein Platinmarker zu erkennen. Der Platinmarker ist unverformt und zeigt keine Scherung in der Randzone an. Ein Materialeintrag in den ungefüllten Graben ist jedoch deutlich bis in eine Tiefe von einem Mikrometer zu sehen.

In Abbildung 4.11 sind die Ergebnisse zu einem Reibexperiment bei 35 MPa und 0,8 m/s an einer UP-endbearbeiteten Scheibe dargestellt. Abbildung 4.11(a) zeigt den Verlauf der Reibkraft über die Versuchsdauer mit einer initialen Reibkraft von 53 N, die aber im Verlauf des Versuchs nach 2 h oder 3000 m Gleitweg auf einen Wert von 3-4 N abfällt. Abbildung 4.11(b) zeigt den FIB-Schnitt in die zum Versuch gehörende Reibspur. An den unverformten dünnen, langgezogenen Gefügebestandteilen im rechten oberen Bildbereich ist deutlich zu erkennen, dass eine Verformung der Randzone lediglich in den ersten 500 nm Tiefe stattfand. Abbildung 4.12 stellt die Spurtiefe der Scheiben über die im Versuch gemessene Reibarbeit dar. Dabei ist die Reibarbeit als das Produkt aus integraler Reibkraft und Weg definiert. Der Scheibenverschleiß wird über die Tiefe der Reibspur angegeben, wie sie an Profilschnitten aus WLI-Aufnahmen bestimmt wurde. Die Auftragung zeigt Verschleißtiefen von maximal 2 µm Tiefe für Scheiben der Endbearbeitungen UP und WD. Die maximale Spurtiefe von mit WA endbearbeiteten Scheiben liegt bei 6,5 µm.

#### 4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß

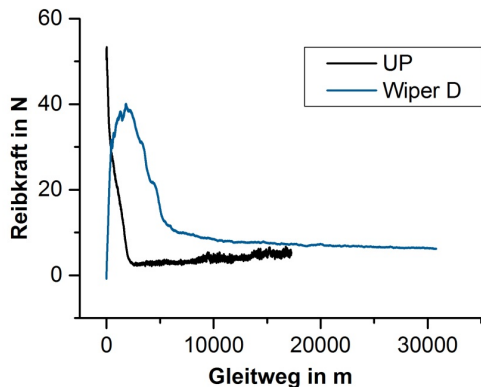


(a) Querschnitt durch einen Marker nach tribologischer Belastung einer mit WD endbearbeiteten Scheibe. Der rechte Graben ist vollständig und der linke Graben zur Hälfte mit Platin gefüllt. Versuch bei 35 MPa; 0,8 m/s; 32 000 m Gleitweg. Bewegungsrichtung des Stifts von rechts nach links.

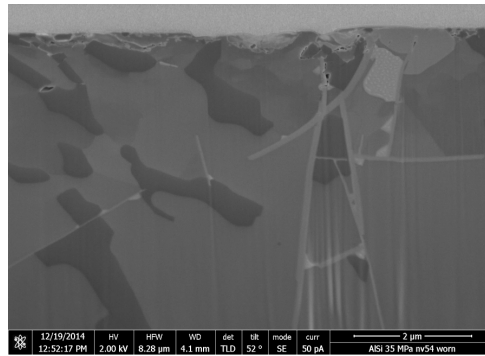


(b) Querschnitt durch einen Marker nach tribologischer Belastung einer mit WD endbearbeiteten Scheibe. Der rechte Graben ist mit Platin gefüllt, der linke Graben blieb ungefüllt. Versuch bei 35 MPa; 0,8 m/s; 32 000 m Gleitweg. Bewegungsrichtung des Stifts von rechts nach links.

Abbildung 4.10: Querschnitte durch Marker nach tribologischer Belastung zweier mit WD endbearbeiteten Scheiben. Die Scheibe oben ist dem Versuch mit der niedrigeren Reibkraft in Abb. 4.7(b) zugeordnet.



(a) Reibkraft über Weg eines Versuchs an einer UP-Scheibe bei 35 MPa Last und 0,4 m/s.



(b) Querschnitt an der Reibspur einer UP-Scheibe nach Belastung im Einlaufpunkt 35 MPa, 0,4 m/s.

Abbildung 4.11: Reibsignal eines Versuchs an einer mit UP endbearbeiteten Scheibe und der FIB-Schnitt in die Reibspur.

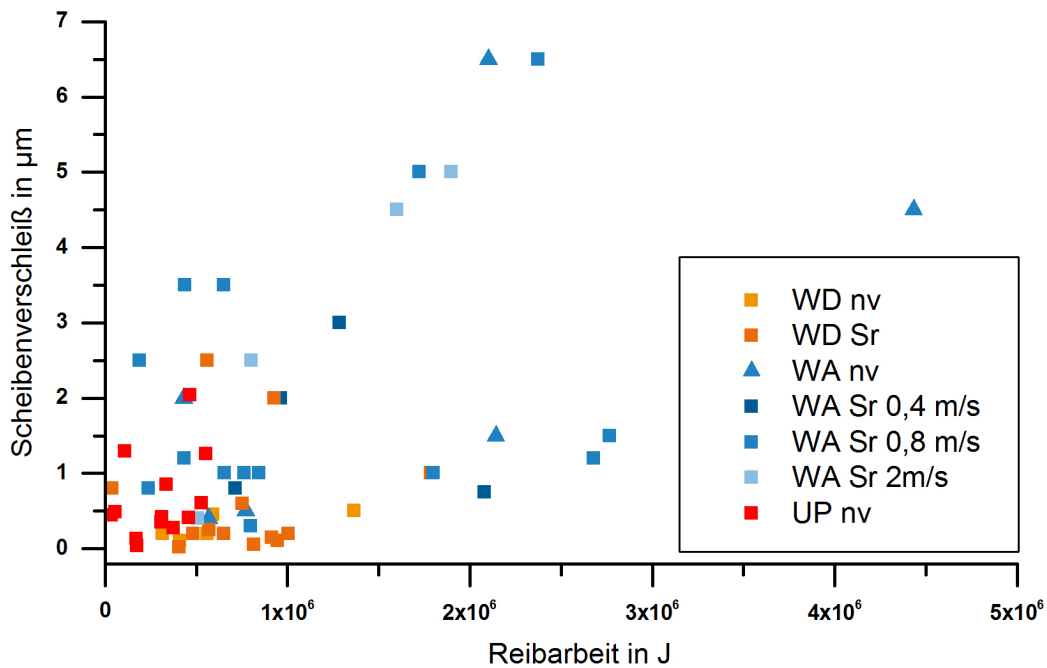


Abbildung 4.12: Auftragung der Spurtiefe der Scheiben über die gemessene Reibarbeit.

## 4.2 Diskussion

### 4.2.1 Reibungsverhalten

Das Reibungsverhalten der Systeme WA, WD und UP (hier nur für 0,8 m/s) unterscheidet sich in Bezug auf die Reibwerte am Ende des Einlaufs nicht. Bei einer Einlaufgeschwindigkeit von 0,4 m/s liegen die Reibwerte für beide Systeme tendenziell höher als für die höheren Geschwindigkeiten. Am System WD decken sich Reibungs- und Verschleißverhalten insofern, als dass bei einer Gleitgeschwindigkeit von 0,4 m/s sowohl die Reibwerte am Ende des Einlaufs als auch der Verschleiß der Scheiben nach Versuchsende höher sind als bei 0,8 bzw. 2 m/s. Im Gegensatz dazu spiegeln sich die höheren Verschleißraten am System WA (Abb. 4.2) nicht in den Reibwerten, Reibung und Verschleiß sind für dieses System voneinander unabhängig.

### 4.2.2 Verschleißverhalten

Der Vergleich der Stiftverschleißraten am Ende des Einlaufbetriebspunktes (Abb. 4.4) macht deutlich, dass für das System mit der Endbearbeitung WA eine ausgeprägte Abhängigkeit der Verschleißraten vom Betriebspunkt gegeben ist. Die Verschleißrate steigt mit abnehmender Geschwindigkeit und zunehmender Last. Im Gegensatz dazu zeigen die Systeme mit der Endbearbeitung WD keine Abhängigkeit in der Verschleißrate von der Normalkraft (Abb. 4.4). Wie aus dem Vergleich der Tiefen der Verschleißspur nach Versuchsende (Abb. 4.2) hervorgeht, ist für Geschwindigkeiten von 0,8 bis 2 m/s auch keine Abhängigkeit der Verschleißrate von der Geschwindigkeit gegeben, da die Spurtiefen immer eine mittlere Verschleißgeschwindigkeit von weniger als 20 nm/h anzeigen. Für Systeme der Endbearbeitung WD wurde aus den Spurtiefen ein Anstieg der mittleren Verschleißrate für die Geschwindigkeit 0,4 m/s gefunden. Beide Systeme zeigen also eine steigende Verschleißrate mit abnehmender Geschwindigkeit. Diese Tendenz ist jedoch für die Endbearbeitung WA deutlich stärker ausgeprägt. Da Scheiben mit der Endbearbeitung UP lediglich bei 0,8 m/s getestet wurden, kann über die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Verschleißrate im Rahmen dieser Arbeit keine Aussage getroffen werden. Dies schränkt die Kernaussagen des Kapitels jedoch auch nicht weiter ein. Aus dem Vergleich der Spurtiefen (Abb. 4.2) geht hervor, dass die UP-Systeme genauso wie die WD-Systeme keine Abhängigkeit der Verschleißrate von der Last zeigen. Auch sind die Spurtiefen dieser beiden Systeme und damit die mittleren Verschleißraten im Rahmen der Streuung vergleichbar.

Ein Vergleich des Verlaufs der Verschleißrate, wie er mit RNT gemessen wurde (Abb. 4.5), zeigt einen weiteren deutlichen Unterschied zwischen den Systemen der Endbearbeitungen WD und UP auf der einen gegenüber WA auf der anderen Seite. Während die Änderung von Last und Geschwindigkeit nach dem Einlaufbetriebspunkt bei 32 h für alle durchgeführten RNT-Versuche einen Anstieg der Verschleißrate für nicht wärmebehandelte Systeme der Endbearbeitung WA verursacht, ist die Verschleißgeschwindigkeit für die Systeme UP und WD keinen oder nur sehr geringen Änderungen unterworfen. Mit dem gewählten Prüfprogramm konnte also die Systemeigenschaft der Empfindlichkeit (Abschnitt 2.2, S. 5) dargestellt werden. Die Ergebnisse zeigen, dass durch die tiefgreifende Endbearbeitung WA tribologische Systeme deutlich höherer Empfindlichkeit erhalten werden als über die Endbearbeitungen

UP und WD. Letztere bewirken auch eine geringere Tiefe der Gefügeveränderung.

Über XPS wurden Tiefenprofile charakteristischer Elemente wie Calcium (aus Detergenten des Öls) und Aluminiumoxid als Maß für die Ausprägung des chemisch veränderten dritten Körpers aufgenommen (vgl. Abschnitt 2.3.2, S. 10). Für alle Proben ist das chemische Tiefenprofil gegenüber dem Zustand nach Endbearbeitung wie erwartet ausgeprägter und zurückzuführen auf mechanische Vermischungsprozesse sowie den Anstieg der Rauheit. Der Vergleich der Tiefenprofile von Calcium und Aluminiumoxid zeigt trotz der stark unterschiedlichen Verschleißraten zwischen den Endbearbeitungen keine signifikanten Unterschiede (Abb. 4.6, S. 44). Es ist daher davon auszugehen, dass die in diesem Kapitel beschriebenen Unterschiede zwischen den tribologischen Systemen verschiedener Endbearbeitungen nicht in erster Linie auf Effekte des chemisch veränderten dritten Körpers zurückzuführen sind. Mechanische Vermischungsprozesse und chemische Reaktionen im Reibkontakt sind auf Basis der XPS-Ergebnisse für alle drei Systeme vergleichbar.

Aus den dargestellten Ergebnissen ergeben sich verschiedene Arbeitshypothesen zum Verschleißverhalten und den dargestellten Reibkräften und Endbearbeitungen:

#### **Arbeitshypothese 1**

Höherer Verschleiß des Systems WA aufgrund höherer Reibarbeit im Vergleich zum System WD.

#### **Arbeitshypothese 2**

Hoher Verschleiß eines Systems aufgrund hoher initialer Reibkraft.

#### **Arbeitshypothese 3**

Hoher Verschleiß aufgrund tiefgreifender plastischer Verformung der Randzone.

Diese sollen im Folgenden diskutiert werden.

**Arbeitshypothese 1: Hoher Verschleiß bei hoher Reibarbeit** An den Markerversuchen mit kurzer Versuchsdauer am System WA (Abb. 4.7(a) und Abb. 5.8, S. 66) wurden deutlich höhere Reibkräfte von 50 bis 60 N gemessen als an den Markerversuchen am System WD mit 30 N. Daher soll die Fragestellung diskutiert werden, ob die am System WA verrichtete höhere Reibarbeit die Ursache für das beobachtete ausgeprägtere Verschleißverhalten sein kann. Aus der Auftragung der Reibarbeit der Versuche über die Verschleißtiefe der Reibspur in Abbildung 4.12 wird klar, dass die Systeme mit der Endbearbeitung WA verglichen mit den Systemen WD und UP höheren Verschleiß zeigen und auch die zehn Versuche mit der höchsten Reibarbeit dem System der Endbearbeitung WA zugeordnet werden können. Allerdings ist aus der Auftragung auch klar ersichtlich, dass keine Proportionalität zwischen der Reibarbeit, die während eines Versuchs verrichtet wurde, und der Spurtiefe als Maß für den Verschleiß des Systems besteht. In der Auftragung in Abbildung 4.12 sind die Versuche am System WA Sr in die Geschwindigkeiten 0,4; 0,8 und 2 m/s getrennt. Die Streuung der Punkte zeigt an, dass für das System WA Sr kein Zusammenhang zwischen Geschwindigkeit, Gleitweg, Reibarbeit und Verschleiß und damit auch kein Zusammenhang zwischen der dissipierten Reibleistung und dem Verschleiß besteht. *Arbeitshypothese 1* ist damit widerlegt.

**Arbeitshypothese 2: Hoher Verschleiß bei hoher initialer Reibkraft** Sowohl der Vergleich der Versuche an Systemen WA und WD als auch die Markerversuche am System WD über 11 h (Abb. 4.7) deuten auf einen kausalen Einfluss der initialen Reibkraft hin: Hohe initiale Reibkräfte scheinen mit einem höheren Verschleiß verknüpft. So zeigen Systeme mit der Endbearbeitung WA in der Anfangsphase der Versuche eine doppelt bis dreimal so hohe Reibkraft wie Systeme mit der Endbearbeitung WD (Abb. 4.7(a)). Auch weisen Scheiben der Endbearbeitung WD bei Versuchen mit hoher initialer Reibkraft von über 50 N eine bis zu 10 mal größere Spurtiefe auf als Scheiben aus Versuchen, bei denen niedrigere initiale Reibkräfte von ca. 20 N gemessen wurden (vgl. Abb. 4.9, S. 47 und Abb. 2 im Anhang, S. 122). Andererseits zeigen Versuche an UP- und WD-Scheiben teilweise Reibkräfte von 50 N ohne ausgeprägte Tiefenwirkung und geringe Verschleißspurtiefen von ca. 300 nm oder einer mittleren Verschleißrate von ca. 15 nm/h (Abb. 4.11(a)). Im Allgemeinen ist damit eine hohe initiale Reibkraft nicht allein ausschlaggebend für einen hohen Systemverschleiß (vgl. auch Abb. 6 im Anhang, S. 124). Für das System WD scheint auf Basis der durchgeführten Versuche eine hohe initiale Reibkraft ein notwendiges, wenn auch nicht hinreichendes Kriterium für ein erhöhtes Verschleißverhalten zu sein.

*Arbeitshypothese 2* ist widerlegt. Sie ist als notwendiges Kriterium möglicherweise zu berücksichtigen.

#### **Arbeitshypothese 3: Hoher Verschleiß bei tiefgreifender plastischer Verformung der Randzone**

Aus Markerversuchen und aus den Versuchen an Scheiben mit UP-Finish zeigt sich ohne Ausnahme bei insgesamt 4 Markerversuchen, dass eine Verschleißtiefe, die mit dem WLI messbar ist (Verschleißtiefen über ca. 100 bis 200 nm) immer mit einer Verschiebung der Platinmarker in der Scheibe einher geht. Scheiben der Endbearbeitung WD zeigen bei nicht messbarer Spurtiefe auch keine Verschiebung der Marker. Bei diesen Scheiben ist lediglich an den ungefüllten Gräben und an den Mikrobohrungen eine Materialverschiebung bis in eine Tiefe von ca. 1  $\mu\text{m}$  zu beobachten<sup>2</sup>. Auf Basis der gezeigten Markerversuche ist die Ursache für einen hohen Scheibenverschleiß in der Tiefe der plastischen Verformung unter der Oberfläche zu finden. Damit scheint auch die für das System WD gefundene notwendige Voraussetzung der hohen initialen Reibkraft und hohem Scheibenverschleiß erklärbar: Die doppelt so hohe initiale Reibkraft, die bei den Versuchen mit Spurtiefen über 1  $\mu\text{m}$  gemessen wurde, bewirkt die plastische Verformung in Tiefen über 1  $\mu\text{m}$ , mit der wiederum der beobachtete Verschleiß korreliert. Es bleibt jedoch unklar, warum die hohen initialen Reibkräfte nur bei einem Teil der Versuche auftraten und warum nur bei einem Teil dieser Systeme mit hohen initialen Reibkräften so deutliche Verschleißspuren zu finden waren.

Bemerkenswert ist, dass im Versuch mit dem System UP die gemessene initiale Reibkraft von 50 N nicht zu einer ausgeprägten Tiefe der plastischen Verformung geführt hat. Eine mögliche Erklärung ist in der Auswertung der Härte-Tiefenverläufe zu finden, wie sie in Abbildung 4.1(b) dargestellt sind. Die Scheiben der Endbearbeitung UP zeichnen sich durch den größten Gradienten der Härte über die Eindringtiefe aus. Es ist denkbar, dass aufgrund des vorliegenden Härtegradienten die Verformungsprozesse in der Phase des initialen Kontakts (wenige Minuten nach Erreichen der Sollnormalkraft) so ablaufen, dass die Verformung an die Oberfläche konzentriert

<sup>2</sup>Die Diskussion der Zuverlässigkeit der Platinmarker erfolgt im nächsten Abschnitt.



wird. Der Härtegradient ist in diesem Fall nur ein Maß für den Gradienten der Verfestigung (und damit der plastischen Verformung), die durch die Endbearbeitung in die Oberfläche eingebracht wurde. Konzentriert sich diese Verfestigung auf den oberflächennahen Bereich mit einem ausgeprägten Gradienten, kann die Verformung im tribologischen Kontakt daran anknüpfen. Für den weniger deutlich ausgeprägten Gradienten der Endbearbeitung WD funktioniert diese Verformungskonzentration an die Oberfläche noch - wie beobachtet - für initiale Reibkräfte im Bereich von 25 N, wohingegen bei Reibkräften von 50 N an manchen Proben ein Schwellwert überschritten ist und sich die Verformung bis in 6  $\mu\text{m}$  Tiefe und darüber hinaus erstreckt.

Zur Untersuchung des mechanischen Verhaltens der Randzone wurden Kompressionsversuche an Mikrosäulen durchgeführt, die aus Reibspuren von Scheiben eines eingelaufenen und eines nicht eingelaufenen Systems UP präpariert wurden (Stoyanov, Linsler u.a. [98]). Auch wenn die genauen mikromechanischen Verformungsmechanismen weiter unklar bleiben, zeigen diese Versuche für die Mikrosäulen aus der eingelaufenen Reibspur eine geringere Fließgrenze und ein deutlich ausgeprägteres Verfestigungsverhalten als die Mikrosäulen aus der Reibspur mit dem schlechteren Einlauf (vgl. Abb. 8, S. 126 im Anhang). Eine Absenkung der Streckgrenze durch den Reibkontakt eines Wolfram/Wolframcarbid Tribosystems wurde auch von Stoyanov u. a. [99] gefunden.

Diese mechanischen Eigenschaften sprechen deutlich für das Modell der Konzentration der Verformung an die Oberfläche durch das Randzonengefüge. Dabei könnte der beschriebene Gradient eine entscheidende Rolle spielen. Liegt ein ausgeprägter Gradient in der Verformung durch die Endbearbeitung vor, so ist das Gefüge, das durch den Reibkontakt geschert wird, noch nicht oder nur etwas kaltverfestigt. Es wird sich bei der Verformung durch die tribologische Belastung verfestigen und dadurch die Verformung an die Oberfläche konzentrieren. Im Gegensatz dazu ist bei einem schwach ausgeprägten Verformungsgradienten bzw. einer tiefgreifenden Endbearbeitung das Gefüge in dem für die tribologische Belastung relevanten Bereich bereits durch die Endbearbeitung verfestigt. Es kann durch die tribologische Belastung nicht weiter verformt werden. Daher entstehen im Vergleich zu dem Material mit ausgeprägtem Gradienten schneller größere Verschleißteilchen.

Bezogen auf diese Ergebnisse ist die Ausgangshypothese H1 (S. 39) zur Bedeutung des submikrokristallinen Gefüges in der Randzone für ein gutes Einlaufverhalten nur insofern richtig, als dass dieses Gefüge mit dem entsprechend ausgeprägten Gradienten verknüpft sein muss (wie im Fall des UP-Systems). Ein tiefer reichendes submikrokristallines Gefüge mit geringerem Gradienten wie es beim System WA vorliegt, wirkt sich negativ auf das Einlaufverhalten aus. Brink [14] zeigte in ihrer Arbeit, dass ein Ausgangszustand ohne jegliche Randzonenveränderung auch kein leicht einlaufendes System ist. Eine Randzonenveränderung durch eine schonende Endbearbeitung mit niedrigen Kräften auf das Werkstück ist also unter tribologischen Gesichtspunkten am günstigsten. Dies wurde bereits von Berlet mit der Endbearbeitung durch geometrisch unbestimmte Schneiden gezeigt [3; 4]. Zwar hat Berlet das Randzonengefüge nach der Endbearbeitung nicht charakterisiert, aber eine geringere Tiefenwirkung durch die schonendere Endbearbeitung ist zu erwarten. Auch gehonte Randzonen, wie sie in Zylinderlaufflächen im Motorenbau verwendet werden, zeichnen sich durch eine geringe Tiefe der veränderten Randzone mit gleichzeitig hohen Eigenspannungen, d. h. einem ausgeprägten Gradienten der plastischen Verformung, aus (vgl. Abb. 10 und 11, S. 127 im Anhang).

#### 4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß

*Hypothese H1* ist also nur eingeschränkt richtig. Eine submikrokristalline Randzone verbessert nur in Kombination mit einem Gradienten in der Verfestigung das Einlaufverhalten.

Die gefundenen Ergebnisse können auch im Rahmen des Modells des tribologischen Kreislaufs von Berthier [7] diskutiert werden. In den gezeigten Systemen ist der Verschleiß direkt durch den Materialfluss interner Herkunft („internal source flow“)  $Q_S^i$  bestimmt. Dieser ist hoch, wenn die plastische Verformung unter der Oberfläche ausgeprägt ist und damit ein ausgeprägter dritter Körper vorliegt. Wie die Tiefenprofile aus XPS-Messungen zeigten, ist nicht die Ausprägung und Tiefe des chemisch veränderten Teils des dritten Körpers das entscheidende Kriterium für das Verschleißverhalten, d. h. der interne Materialfluß  $Q_I$  ist immer klein und  $Q_S^i$  geht direkt in den Verschleiß  $Q_W$  über. Technologische Konsequenzen aus den dargestellten Versuchen im Modell des dritten Körpers und des tribologischen Kreislaufs sind also,

1. Dass die ersten und dritten Körper den Übergang zwischen den Volumen- und Oberflächenspannungsfeldern ohne Versagen abbilden können müssen. Für die dargestellten Versuche wird das durch den Gradienten der Härte über die Tiefe bzw. die Tiefenwirkung der plastischen Verformung während der Endbearbeitung erreicht (UP, WD) oder auch nicht (WA).
2. Dass dünne dritte Körper eine Voraussetzung für niedrigen Verschleiß des tribologischen Systems sein können. Es besteht auch bei tief reichenden dritten Körpern die Möglichkeit, ein stabiles, unempfindliches System mit niedrigsten Verschleißraten zu erhalten. Ein solches System wird in Kapitel 5 beschrieben.

#### 4.2.3 Der Einlaufkorridor

Auch wenn kein Zusammenhang zwischen der über den gesamten Versuch dissipierten Reibleistung  $W$

$$W = \mu \cdot F_N \cdot v = F_r \cdot v$$

und dem Scheibenverschleiß gezeigt werden konnte, ist es dennoch möglich, dass die initiale Reibleistung  $W_{\text{init}}$ , d. h. das Produkt aus Reibkraft  $F_r$  und Geschwindigkeit  $v$ , die im Zeitraum weniger Minuten nach Erreichen der Zielnormalkraft  $F_N$  gemessen wurde, einen Einfluss hat. Es ist bereits bekannt, dass initiale Prozesse das Einlaufverhalten eindeutig beeinflussen (Abschnitt 2.3, S. 6). Damit stellt sich also die Frage, ob die initiale Reibleistung  $W_{\text{init}}$  mit dem Einlaufverhalten korreliert, so wie dies von Scherge [77] formuliert wurde:

**Arbeitshypothese 4** Das tribologische Verhalten nach abgeschlossenem Einlauf wird von der initialen Reibleistung beeinflusst. Bei zu hoher Reibleistung versagt das System wegen Überbelastung, bei zu geringen Reibleistungen kann sich kein dritter Körper ausbilden, der zu niedrigsten Reibungs- und Verschleißwerten führt.

Die in Kapitel 6 beschriebenen Markerversuche zeigen, dass die relevanten Gleitwege für initiale Prozesse an den untersuchten Systemen bei maximal 1200 m oder Versuchszeiten von 20 bis 30 min liegen. Aufgrund dieser Ergebnisse wurde die initiale

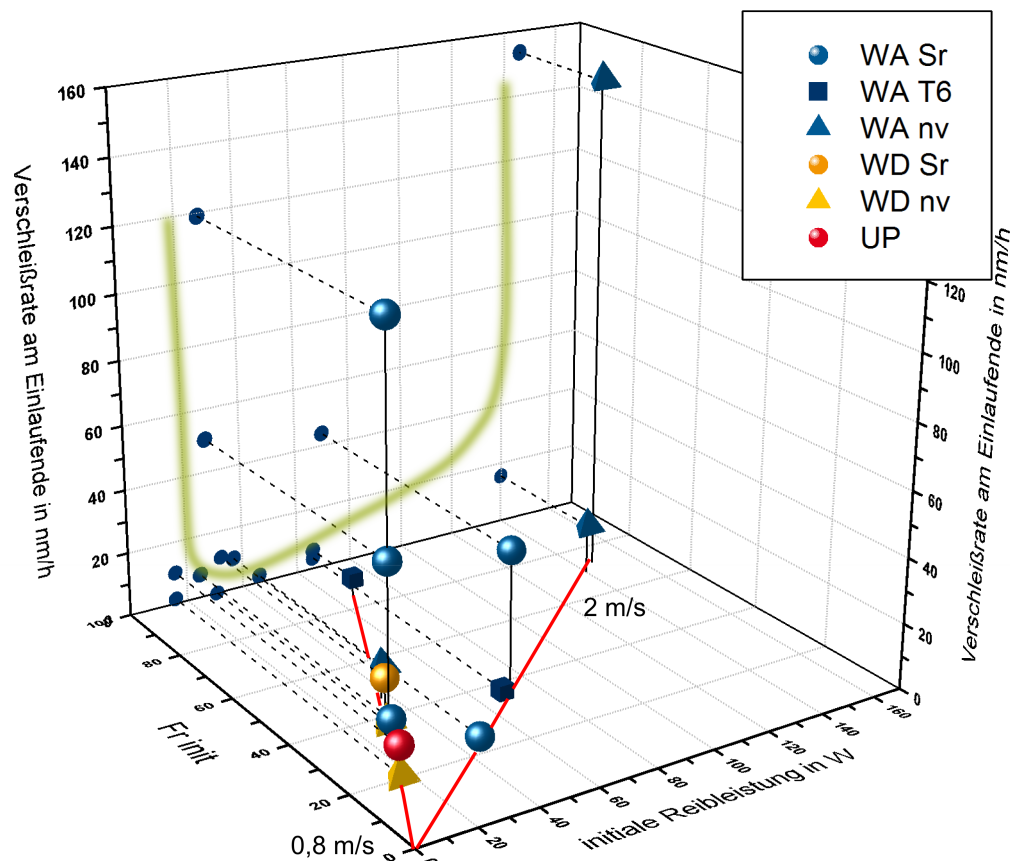


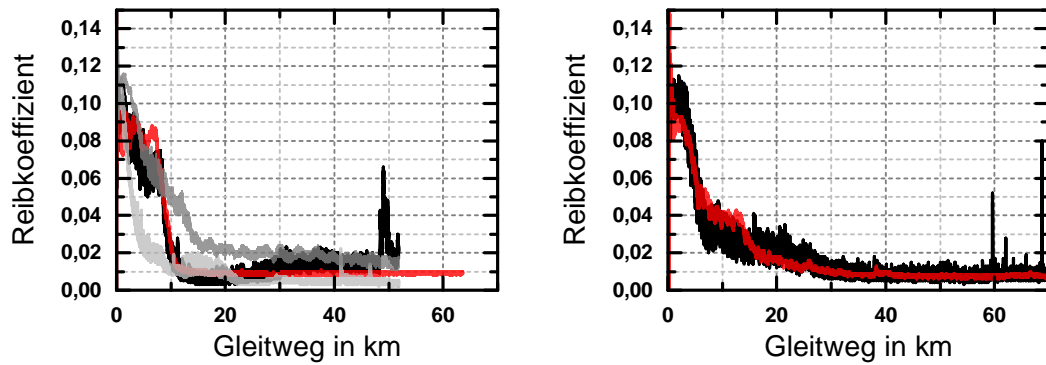
Abbildung 4.13: Auftragung der über RNT gemessenen Verschleißrate am Einlaufende über die initiale Reibleistung und die initiale Reibkraft im Einlauf. Der Einlaufkorridor ist in der Projektion der Reibleistungssachse auf die Verschleißratenachse in grün angedeutet.

Reibkraft  $F_{r,init}$  mit der Reibkraft bei einer Versuchszeit von 30 min nach Versuchsstart gewählt.

Eine Steigerung der Reibleistung kann über eine steigende Normalkraft und - unter der Voraussetzung, dass der Reibwert nur unterproportional fällt - eine steigende Geschwindigkeit erreicht werden. Die Korridorbetrachtung, d.h. die Untersuchung des Zusammenhangs zwischen initialer Reibleistung und tribologischem Verhalten kann über Reibung und Verschleiß erfolgen.

**Korridorbetrachtung des Verschleißverhaltens** Die Auftragung der initialen Reibleistung  $W_{init}$  über den Scheibenverschleiß bzw. die Spurtiefe (Abb. 7, S. 125 im Anhang) ergibt ein ähnliches Bild wie die Auftragung der integralen Reibleistung über die Spurtiefe in Abbildung 4.12. Es wird kein Zusammenhang zwischen  $W_{init}$  und dem Scheibenverschleiß nach Versuchsende gefunden. Allerdings kann diese Verschleißbetrachtung auch irreführend sein, da sich die Verschleißraten am Einlaufende durchaus unterscheiden können, auch wenn sich ein vergleichbares Bild durch die Spurtiefe ergibt [80]. In Abbildung 4.13 ist die über RNT bestimmte Stiftverschleiß-

#### 4 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß



(a) Reibkoeffizienten bei 25 MPa Last und 0,8 (schwarz) bzw. 2 m/s (rot).

(b) Wie (a), aber bei 35 MPa Last.

Abbildung 4.14: Auftragung der Reibkraft über den Gleitweg für Systeme mit der Endbearbeitung WA mit ausgeprägtem Einlauf bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten und Lasten. Der Weg bis zum Erreichen einer konstanten, niedrigen Reibkraft hängt nicht von der Geschwindigkeit der Scheibe ab. Aus Schlarb [81].

rate am Einlaufende über  $W_{\text{init}}$  und  $F_{r,\text{init}}$  aufgetragen. Dabei liegen die Werte in der x-y-Ebene des Diagramms, die von  $W_{\text{init}}$  und  $F_{r,\text{init}}$  aufgespannt wird, auf zwei Geraden, die den beiden Geschwindigkeiten 0,8 und 2 m/s zuzuordnen sind (eingezeichnet in rot).

Die Betrachtung der Verschleißraten am Einlaufende (Abb. 4.13) zeigt in der Projektion der Achse der initialen Reibleistung auf die Z-Achse der Verschleißrate einen Korridor an. Bei niedrigen initialen Reibleistungen  $< 30$  W ist die Streuung der Verschleißrate am Einlaufende groß. Bei einer Überlastung des Systems mit hohen Reibleistungen steigt die Verschleißrate ebenfalls an. Aus der Auftragung wird deutlich, dass die Datenpunkte, die dem unteren Bereich und dem rechten, aufsteigenden Teil des Korridors zuzuordnen sind (alle Datenpunkte  $> 40$  W) zu einer Geschwindigkeit von 2 m/s gehören. Derselbe Sachverhalt ist für die Korridorbetrachtung des Reibverhaltens festzustellen und wird im Folgenden diskutiert.

**Korridorbetrachtung des Reibungsverhaltens** In Abbildung 4.14 sind ausgewählte Einlaufkurven des Systems WA dargestellt. Es wurden Versuche mit ausgeprägtem Einlaufverhalten ausgewählt. Für beide Lasten von 25 und 35 MPa wird ein von der Gleitgeschwindigkeit unabhängiges Einlaufverhalten gefunden, bei dem nach 30 km Gleitweg eine konstante, niedrige Reibkraft erreicht wird. Da die initialen Reibkräfte für die unterschiedlichen Geschwindigkeiten vergleichbar sind, greift der Ansatz der initialen Reibleistung als Einlauf beeinflussende Größe für das vorliegende System nur insofern, als dass ein bestimmter Wertebereich der Reibleistung ein zuverlässiges Einlaufen der Systeme zulässt. Dieser Wertebereich beschreibt den mittleren Teil des postulierten Einlaufkorridors. Wird das System Werten ober- und unterhalb dieser Korridorwerte ausgesetzt, verschlechtert sich das Einlaufverhalten des Systems. Die Gültigkeit des Konzepts des Einflusses der initialen Reibleistungsdichte auf das Einlaufverhalten muss sowohl über den Einfluss der Normalkraft als auch über den Einfluss der Geschwindigkeit überprüft werden. Zum Einfluss der Normalkraft bei konstanter Geschwindigkeit liegen Literaturdaten vor [89], die das Korridorverhalten sowohl für Reibungs- als auch für Verschleißwerte deutlich zeigen. Auch die Ver-

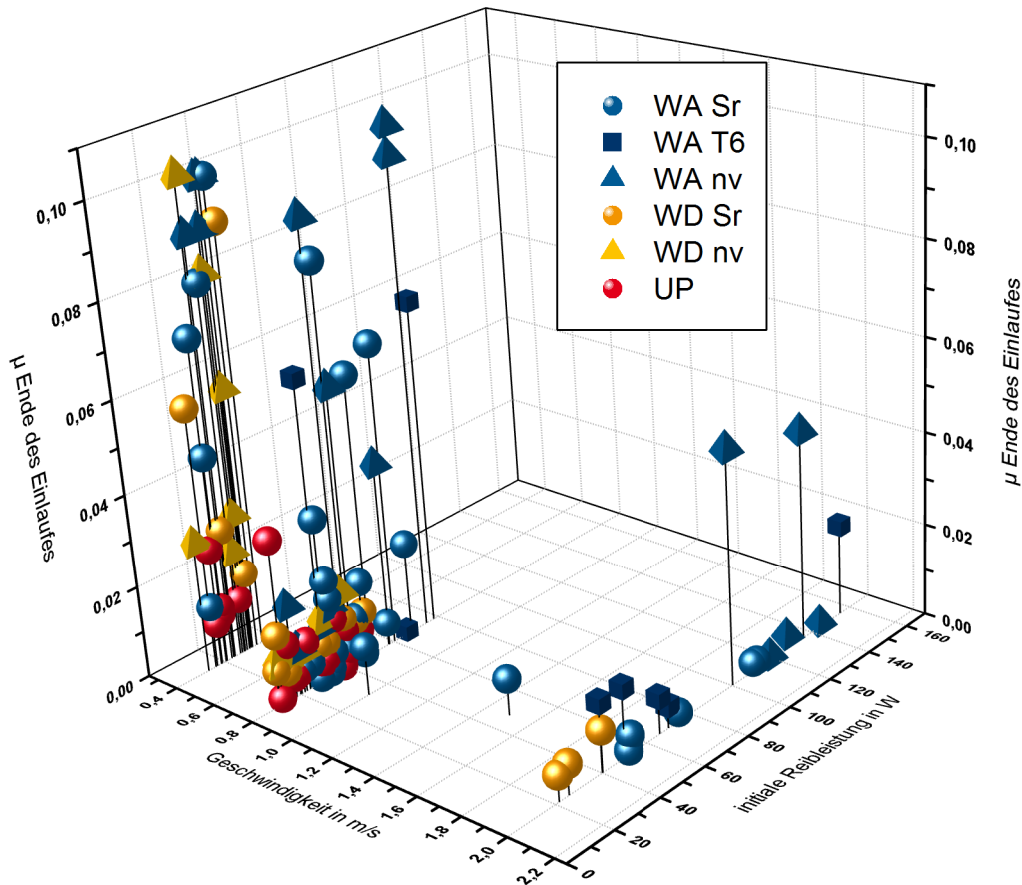


Abbildung 4.15: Auftragung des Reibkoeffizienten am Einlaufende über die initiale Reibleistung und die Geschwindigkeit im Einlauf.

suchsdaten der vorliegenden Arbeit zeigen für das System WA einen Anstieg der Verschleißrate mit steigender Normalkraft bei konstanter Geschwindigkeit (Abb. 4.4). Die Auftragung des Reibwerts am Ende des Einlaufs  $\mu_f$  über die initiale Reibleistung  $W_{\text{init}}$  und die Geschwindigkeit in Abbildung 4.15 zeigt, dass die Versuche, die ein niedriges  $\mu_f < 0,01$  bei  $W_{\text{init}} > 100$  W zeigen, ausschließlich einer Geschwindigkeit von 2 m/s zuzuordnen sind. Für niedrigere Geschwindigkeiten unter 2 m/s bzw. niedrigere  $W_{\text{init}} < 90$  W ergibt sich kein Zusammenhang zwischen der initialen Reibleistung und dem Reibwert am Ende des Einlaufs, die Streuung wird hier groß (vgl. auch [77]). Die Projektion der Achse der initialen Reibleistung auf die Z-Achse „ $\mu$  am Ende des Einlaufs“ in Abbildung 4.15 zeigt die linke Hälfte des Einlaufkorridors mit niedrigen Reibwerten am Ende des Einlaufs bei hohen initialen Reibleistungen. Aus den gezeigten Auftragungen (Abb. 4.15 und 6 im Anhang, S. 124) wird deutlich, dass für Gleitgeschwindigkeiten von 0,4 m/s und hohe initiale Reibkräfte  $F_{r, \text{init}} > 40$  N trotz einer niedrigen initialen Reibleistung von  $< 40$  W die Tendenz zu einem hohen Reibwert am Ende des Einlaufs von  $\mu_f > 0,4$  besteht. Diese Tendenz verschiebt sich mit steigender Geschwindigkeit zu höheren Reibkräften von  $F_{r, \text{init}} > 80$  N bei 0,8 m/s und ist für 2 m/s so nicht mehr zu erkennen (Abb. 6 im Anhang, S. 124).

*Arbeitshypothese 4* wird also bestätigt. Die linke Hälfte des Einlaufkorridors in Bezug auf die Reibwerte am Einlaufende ist über die Betrachtung von 90 aufgetragenen

Versuchen erkennbar. Der Verschleißkorridor wurde bis zur Obergrenze hin abgebildet.

#### 4.2.4 Zuverlässigkeit der Platinmarker

Für eine Aussage zur Zuverlässigkeit der Platinmarker soll hier der Vergleich von gefüllten und ungefüllten Gräben genügen. Eine darüber hinausgehende Diskussion findet sich in Kapitel 6.

Aus dem Querschnitt durch sowohl einen gefüllten als auch einen nicht gefüllten Graben (Abb. 4.10(b)) ist bis in eine Tiefe von 1  $\mu\text{m}$  ein deutlicher Unterschied zu erkennen. Während Material in den ungefüllten Gräben eingeschoben wird, ist am Platinmarker keine Veränderung zu erkennen. Das Platin-Kohlenstoff-Gemisch scheint der Verschiebung einen Widerstand entgegenzusetzen. Dieses Ergebnis zeigt, dass die Verschiebungen bis 1  $\mu\text{m}$  Tiefe von den Platinmarkern nicht zuverlässig abgebildet werden.

FIB-Schnitte durch nebeneinander liegende gefüllte und ungefüllte Gräben, wie sie im Anhang (Abbildung 3, S. 122) zu sehen sind, zeigen, dass die Scherung in Tiefen  $> 1 \mu\text{m}$  von den Platinmarkern und den ungefüllten Gräben gleichermaßen abgebildet werden. Für Scherungen in diesem Tiefenbereich sind die Ergebnisse der Platinmarker als gültig anzusehen. Neben der Zuverlässigkeit der Marker ist für die quantitative Betrachtung der Scherungen die örtliche Streuung der Verschiebungen zu betrachten. Um die Streuung der Marker aufgrund unterschiedlicher Positionen abschätzen zu können, wurden in den Scheiben an zwei Bereichen im Abstand von 100  $\mu\text{m}$  Marker gesetzt. Der Vergleich der aus den FIB-Schnitten ermittelten Verschiebungen bis in 3  $\mu\text{m}$  Tiefe ergibt einen Unterschied von über 100 % (vgl. Abb. 3 und 5 im Anhang). Die Streuung wird auf Inhomogenitäten im Kontakt zurückgeführt.

Aus den gezeigten Ergebnissen wird klar, dass für eine quantitative Diskussion von Unterschieden in der Verschiebung eine größere Zahl von Markern ausgewertet werden muss. Dennoch sind die in diesem Kapitel getroffenen Aussagen gültig, da diese auf der Tatsache beruhen, dass überhaupt Verschiebungen in Tiefen  $> 1 \mu\text{m}$  gefunden wurden oder diese eben nicht vorliegen. Unterschiedlich ausgeprägte Verschiebungen spielen in der vorgestellten Betrachtung keine Rolle.

### 4.3 Zusammenfassung

Die tribologischen Kenngrößen Reibung, Verschleiß, Empfindlichkeit und Stabilität wurden im niedrigsten Verschleißratenregime an Systemen mit Scheiben unterschiedlicher Endbearbeitungen (UP, WD und WA in aufsteigender Tiefenwirkung) ermittelt. Alle Systeme erreichten ein stabiles Verschleißverhalten. Die Verschleißraten am Ende der untersuchten Einlaufpunkte (0,8 und 2 m/s) wurden für die Systeme UP und WD in der Größenordnung von 10 nm/h gefunden. Eine Lastabhängigkeit des Verschleißverhaltens im angegebenen Geschwindigkeitsbereich konnte für die Systeme WD und UP nicht festgestellt werden, wohl aber für das System WA. Verschleißraten am Einlaufende lagen abhängig vom Betriebspunkt zwischen 10 und 120 nm/h.

Die Systeme mit den Endbearbeitungen UP und WD zeigten eine vergleichbar niedrige Empfindlichkeit gegenüber Last- und Geschwindigkeitswechseln. Im Gegensatz

dazu stiegen Reibung und Verschleißgeschwindigkeit bei Last- und Geschwindigkeitswechseln an Systemen der Endbearbeitung WA an.

Die beschriebenen Unterschiede im Verschleißverhalten konnten mit Hilfe von Markerexperimenten auf die Unterschiede in der Tiefe der plastischen Verformung der Randzone zurückgeführt werden. Eine Scherung der Randzone in Tiefen  $> 1 \mu\text{m}$  ist ohne Ausnahme mit Spurtiefen von 200 nm und mehr verknüpft (gemittelte Verschleißrate in der Größenordnung von 100 bis 500 nm/h). Im Gegensatz dazu wurden an Versuchen, bei denen sich die Scherung auf den Tiefenbereich von einem Mikrometer unter der Oberfläche beschränkte, mittlere Verschleißraten von 10 bis 30 nm/h gefunden.

Zusammen mit den tribologischen Ergebnissen und der Analytik der Marker ergab sich aus der Charakterisierung der Proben nach der Endbearbeitung mit FIB und Nanoindentation, dass niedrige Verschleißraten und eine geringe Empfindlichkeit zu erreichen sind, wenn bereits bei der Endbearbeitung ein deutlicher Gradient der plastischen Verformung der Oberfläche ausgebildet wird. Dabei kann das System bei stärkerem Gradienten der plastischen Verformung (UP gegenüber WD) höhere Reibkräfte aufnehmen, ohne dass erhöhter Verschleiß auftritt.

Die *Ausgangshypothese H1* der Vorkonditionierung durch Endbearbeitung war also insofern richtig, als dass das durch die Endbearbeitung eingestellte Randzonengefüge Reibung und Verschleiß deutlich beeinflusst. Allerdings kommt es dabei weniger auf die Submikro- oder Nanokristallinität der Randzone an, sondern auf die Konzentration der Verformung an die Oberfläche. Dafür scheinen die oben beschriebenen Gradienten der plastischen Verformung der Randzone durch die Endbearbeitung nützlich.





# 5 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß

Wie von Dienwiebel u. a. [27] gezeigt, findet während des Einlaufs übereutektischer AlSi-Laufflächen im Verbrennungsmotor eine Zerkleinerung der Siliciumphase durch Bruchvorgänge aufgrund der Scherung der Randzone statt. Von Scherge und Dienwiebel wurde im Rahmen des Projekts Triboman die Hypothese aufgestellt, dass eine feinere Siliciumphase die mechanischen Vermischungsprozesse vereinfacht und damit zu einem schnelleren und zuverlässigeren Einlaufverhalten führt, als dies bei einer gröberen Siliciumphase der Fall wäre.

Zur Überprüfung der Hypothese wurde das Einlaufverhalten an Scheiben vergleichbarer Topographie und gleicher Endbearbeitung, aber unterschiedlicher Si-Morphologie charakterisiert und verglichen. Die Ergebnisse werden im folgenden Kapitel dargestellt und diskutiert.

**Hypothese H2** Eine feine Siliciumphase führt zu einem besseren Einlaufverhalten.

## 5.1 Ergebnisse

### 5.1.1 Randzonengefüge nach Endbearbeitung

Wie in Abschnitt 3.3, S. 29, dargestellt, wurden unterschiedliche Si-Morphologien über eine unveredelte, eine veredelte und eine wärmebehandelte AlSi-Legierung erhalten (vgl. Abb. 5.1). Um den Einfluss der Si-Morphologie auf das Einlaufverhalten darzustellen, wurde die Endbearbeitung WA gewählt und konstant gehalten. Damit wurden für die Scheiben aller drei Si-Modifikationen vergleichbare Topographien (Abb. 3.11, S. 33), vergleichbare Passivkräfte von ca. 45 N und damit vergleichbare Tiefen der Scherung durch die Endbearbeitung von ca. 9  $\mu\text{m}$  sicher gestellt. Dennoch zeigte die Messung der Mikroeigenstressungen eine um den Faktor vier höhere Druckeigenstressung in der Randzone der wärmebehandelten Scheibe im Vergleich zur veredelten, nicht wärmebehandelten Scheibe (Abb. 3.17, S. 37). Die Matrixkonzentration an Si wird bei den wärmebehandelten Scheiben in 1  $\mu\text{m}$  Tiefe erreicht, bei den veredelten bzw. nicht veredelten Scheiben in 200 nm Tiefe (Abb. 5.2). Die Messung der Nanohärte ergibt nur eine geringe Erhöhung durch die Wärmebehandlung (Abb. 5.3). Abbildung 5.4 stellt FIB-Schnitte durch die Randzone einer wärmebehandelten und einer veredelten Scheibe nach Endbearbeitung dar. Das durch die Endbearbeitung bewirkte Umfließen der Si-Phase durch die Al-Matrix ist an der wärmebehandelten Scheibe deutlich zu erkennen (siehe auch die STEM-Aufnahme 5.13(d), S. 70). Der Schnitt durch die Randzone der Sr-veredelten Scheibe zeigt das Zerbrechen der Si-Phase durch die Krafteinwirkung der Endbearbeitung. Die Si-Bruchstücke werden zusammen mit der Al-Matrix geschert.

An Zugversuchen ist im Gegensatz zur Nanohärte die Wirkung der Wärmebehandlung in Form von Steigerung der Festigkeit und Streckgrenze messbar (Abb. 9 im Anhang, S. 127). Die um etwa 30 % höheren Werte der wärmebehandelten Probe

## 5 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß

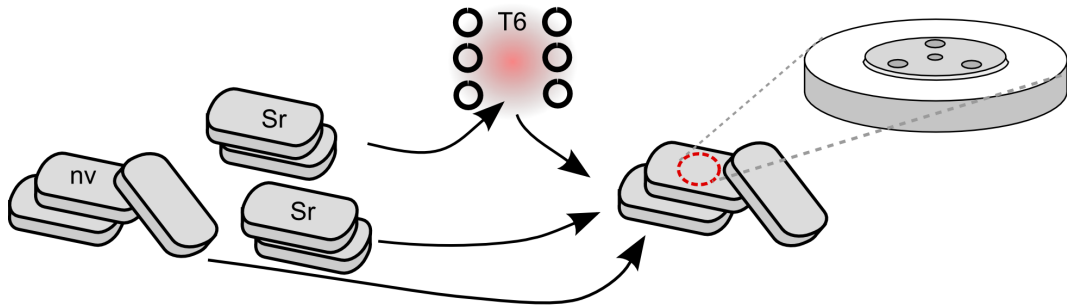


Abbildung 5.1: Schemazeichnung der verschiedenen Scheibenmodifikationen. Abgegossen wurden veredelte und nicht veredelte Modifikationen. Ein Teil der veredelten Rohlinge wurde vor der Endbearbeitung T6 wärmebehandelt. Zeichnung D. L. mit Elementen aus Schlarb [81].

stimmen mit der von Ma u. a. [56] gemessenen Steigerung der Brinellhärte um etwa 30 % überein.

### 5.1.2 Charakterisierung des tribologischen Verhaltens

Um den Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß darzustellen, musste zum einen das tribologische Verhalten der verschiedenen Systeme charakterisiert werden. Zum anderen wurde mit Markerexperimenten die Scherung in der Randzone abgebildet, wie sie sich im Anfangsstadium des Einlaufpunktes, d. h. in den ersten 30 Minuten des Einlaufs, ausbildet.

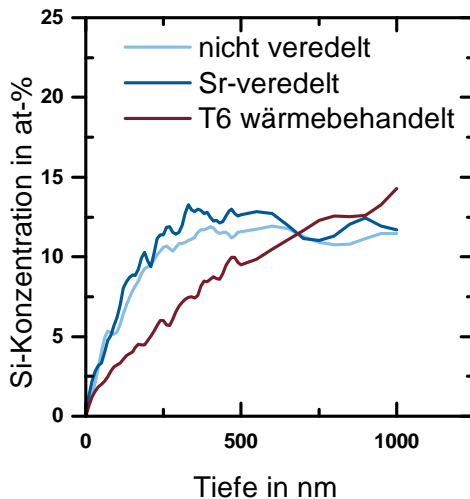


Abbildung 5.2: XPS-Tiefenprofile der Si-Konzentration zeigen das Erreichen der Matrix-Konzentration für die nv- und Sr-Modifikationen bzw. 1  $\mu\text{m}$  Tiefe für die wärmebehandelte Legierung.

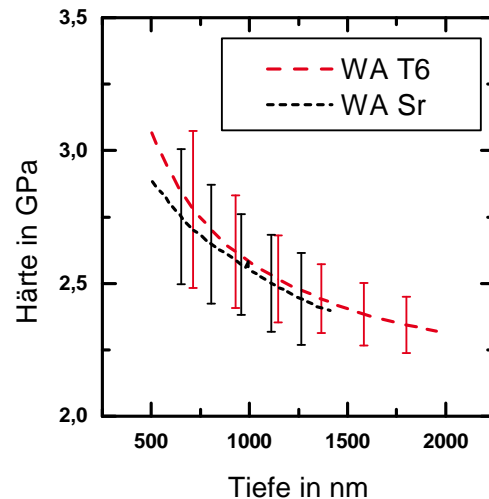
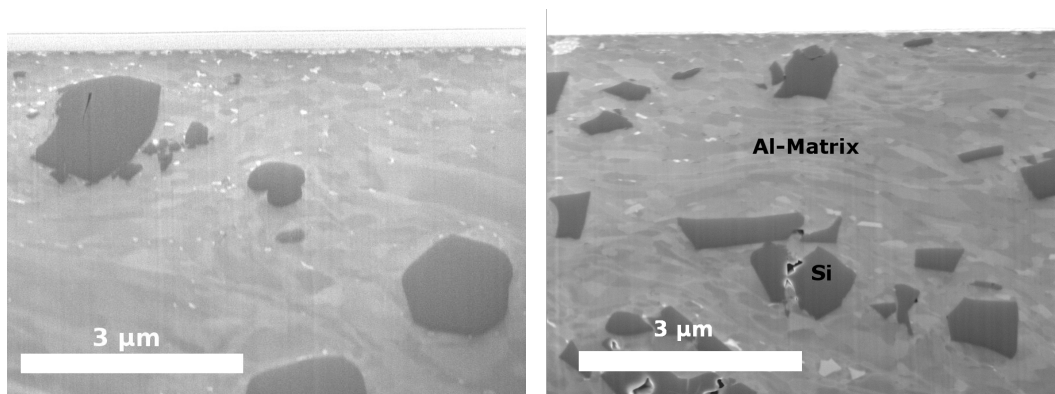


Abbildung 5.3: Nanohärte der wärmebehandelten und veredelten Scheiben nach Endbearbeitung.



(a) Randzone der wärmebehandelten Scheibe. Die globulare Si-Phase ist deutlich zu erkennen. (b) Randzone der Sr-veredelten Scheibe. Die feine Si-Phase wird durch die Endbearbeitung zerbrochen.

Abbildung 5.4: FIB-Schnitte durch die Randzonen nach Endbearbeitung mit WA [53].

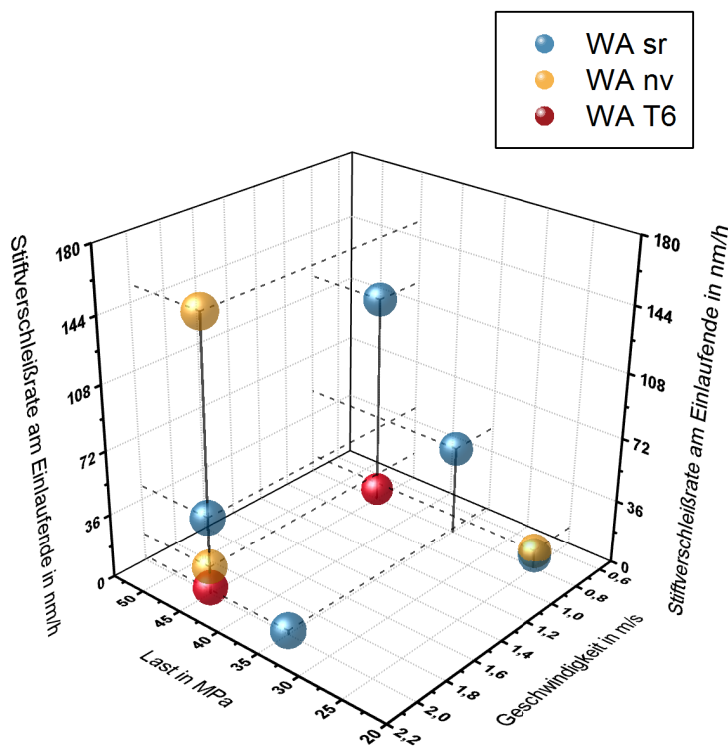


Abbildung 5.5: Verschleißraten des Stifts am Ende des Einlaufs. Alle Versuche erreichten ein stabiles Verschleißverhalten.

### Einlaufverhalten

Das Einlaufverhalten der verschiedenen Systeme wurde über ein Kennfeld verschiedener Lasten und Geschwindigkeiten charakterisiert. Rückschlüsse auf das Verschleißverhalten lassen sich zum einen aus der Stiftverschleißrate am Einlaufende (Abb. 5.5) und zum anderen aus den Spurtiefen der Scheibe nach Versuchsende ziehen (Abb. 5.6). Beide Auftragungen zeigen deutlich, dass der Verschleiß der Systeme WA Sr und

## 5 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß

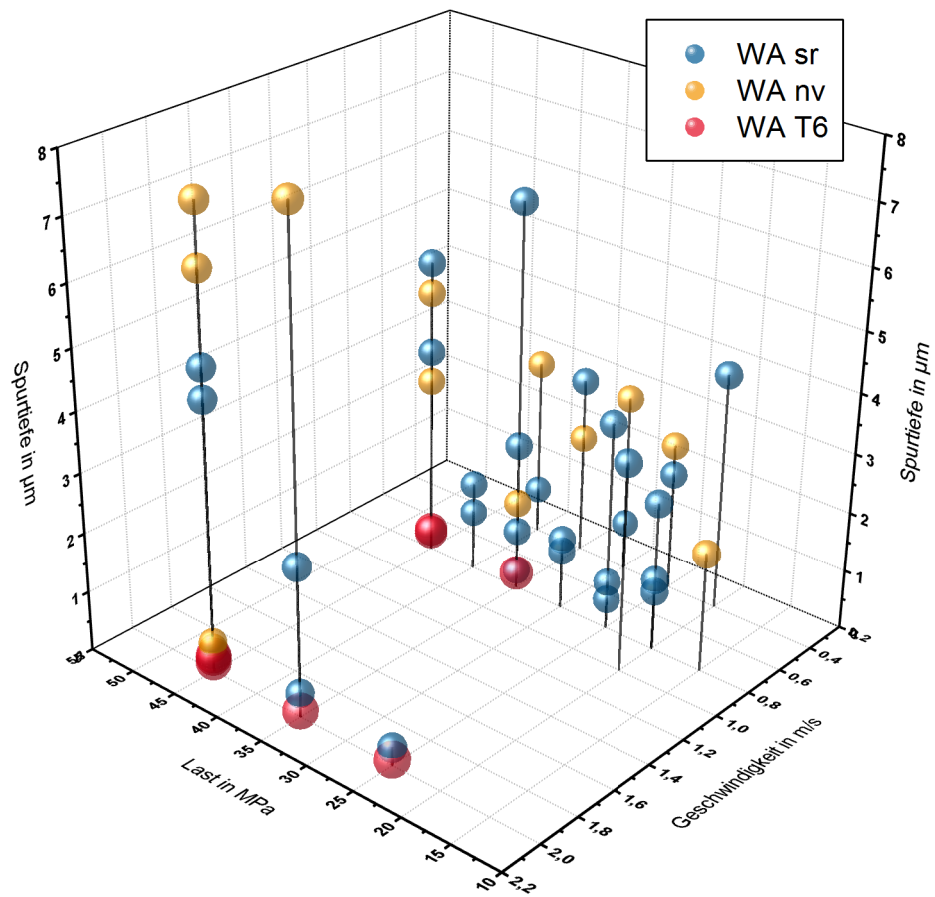


Abbildung 5.6: Spurtiefen der Scheiben nach Versuchsende. Die Spurtiefen wurden aus Profilschnitten aus WLI-Aufnahmen ermittelt.

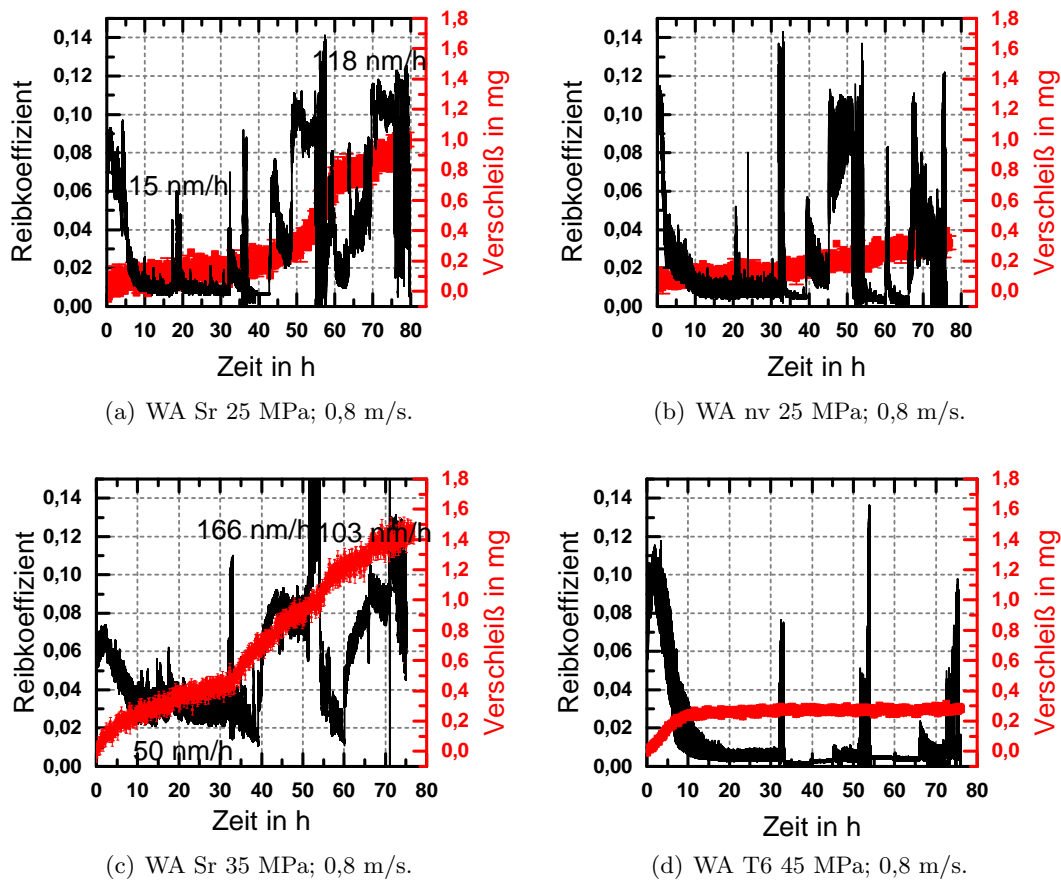


Abbildung 5.7: Reibungskoeffizienten (schwarz) und RNT-Verschleißsignal (rot) an verschiedenen Scheibenmodifikationen. Die Endbearbeitung ist für alle Scheiben gleich. Vgl. auch Scharb [81].

WA nv mit steigender Last und sinkender Geschwindigkeit zunimmt. Dieses Verhalten konnte für das System WA T6 nicht beobachtet werden. Für dieses System ist das Verschleißverhalten unabhängig vom gewählten Einlaufbetriebspunkt.

Mit der Echtzeitmessung der Verschleißrate über RNT konnte das Verschleißverhalten der verschiedenen Systeme unter konstanten und wechselnden Lasten und Geschwindigkeiten bestimmt werden (Abb. 5.7). Unter konstanten Bedingungen wurde für alle Systeme nach 10 bis 15 h Versuchszeit eine konstante Verschleißrate  $\leq 50$  nm/h gefunden. Die variablen Belastungen führten am System WA Sr zu Stiftverschleißraten über 100 nm/h. Am System WA nv wurde nur ein geringerer Anstieg von 10 auf 30 nm/h beobachtet. Die Stiftverschleißrate des Systems WA T6 blieb von Last- und Geschwindigkeitswechseln unbeeinflusst und auf einem niedrigen Niveau von unter 10 nm/h.

Die Verläufe der Reibkoeffizienten in Abbildung 5.7 zeigen, dass neben der Verschleißrate auch die Reibwerte des Systems WA Sr beim Versagen des Systems ansteigen. Die Reibwerte aus den Stribeckkurven direkt nach dem Einlaufbetriebspunkt und nach den Lastrampen sind im Anhang aufgetragen (Abb. 12, S. 12). Die am System WA T6 gemessenen Stribeckkurven zeigten mit einem Reibwert von 0,025 bei 0,2 m/s die niedrigsten Reibwerte der im Rahmen der Arbeit gemessenen Tribosysteme. Die Stribeckkurven ändern sich auch nach den Lastrampen im Prüfprogramm

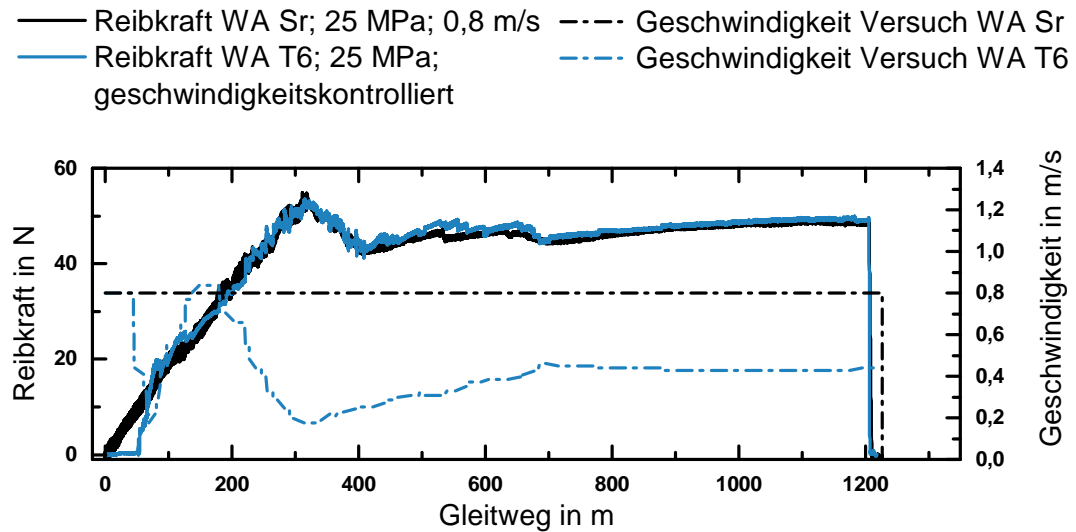


Abbildung 5.8: Reibkräfte und Geschwindigkeiten der beiden Markerversuche WA Sr und WA T6. Die Geschwindigkeit des Versuchs am System WA T6 ist auf die Reibkraft des Versuchs am System WA Sr geregelt.

nicht. Im Gegensatz dazu ist am Vergleich der Stribeckkurven der Systeme WA Sr vor und nach den Lastrampen das Versagen des Systems zu erkennen. Nach dem Einlauf liegen die Reibwerte mit einem Reibwert von 0,07 bei 0,2 m/s deutlich höher als die des Systems WA T6, nach dem Durchlaufen der Lastrampen beträgt auch bei 2 m/s der Reibwert 0,1.

### Markerexperimente

Unterschiede im Verschleißverhalten können nach Berthier [7] auf die Materialflüsse aus den ersten Körpern in den Reibkontakt oder auf die Ausbildung des dritten Körpers zurückgeführt werden. Zur Abbildung der Verschiebungen und der Ausprägung der Tiefe der TTS wurden Markerexperimente (Abschnitt 3.2, S. 27) an Systemen der Modifikationen WA T6 und WA Sr durchgeführt. Sie verdeutlichen die Scherung der Randzone nach einem Gleitweg von 1200 m bzw. einer Versuchszeit von 30 min (WA Sr). Um die Vergleichbarkeit der Marker zu gewährleisten, müssen Marker aus Versuchen an tribologischen Systemen verglichen werden, an denen vergleichbare Reibarbeiten verrichtet wurden. Die Umsetzung erfolgte über die Versuchsführung durch die Regelung der Gleitgeschwindigkeit am System WA T6, so dass der Verlauf der Reibkraft über den Weg dem des Versuchs am System WA Sr folgt. Die Versuchsführung ist möglich, da sich beide Systeme in der Mischreibung befinden. Abbildung 5.8 zeigt den Reibkraft- und Geschwindigkeitsverlauf über den Gleitweg. Die Angleichung der Reibkraft des Systems WA T6 wurde durch die Verringerung der Gleitgeschwindigkeit erreicht. Die Normalkraft erreichte bei einem Gleitweg von 320 m ihren Sollwert von 471 N ( $\hat{=}$  25 MPa). Aus dem Geschwindigkeitsverlauf ist zu erkennen, dass der Regelungsbedarf in der Anfahrphase bis 300 m am ausgeprägtesten war (Geschwindigkeit zwischen 0,2 und 0,8 m/s). Ab einem Gleitweg von 700 m konnte die Gleitgeschwindigkeit am System WA T6 mit 0,4 m/s mit geringem Regelaufwand etwa halb so groß gehalten werden wie die Gleitgeschwindigkeit am System WA Sr, um eine vergleichbare Reibkraft zu erhalten.

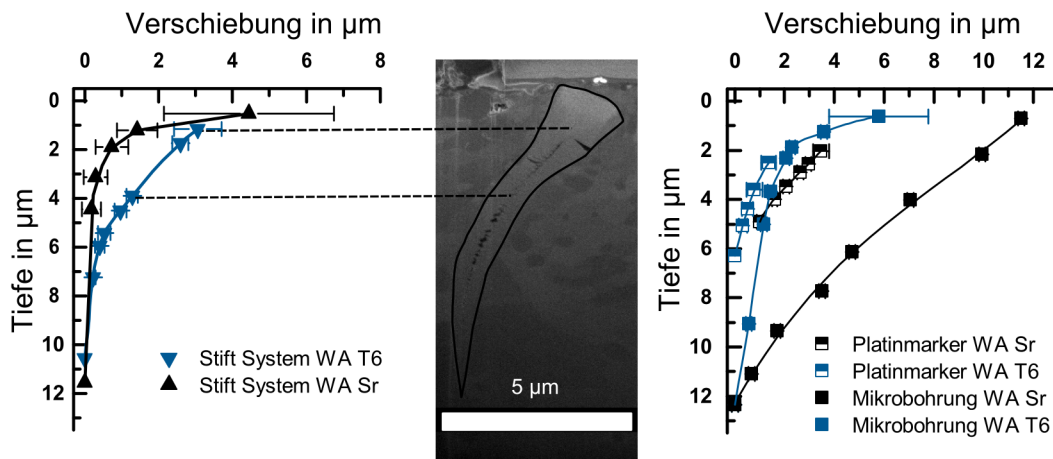


Abbildung 5.9: Verschiebungen in Stift und Scheiben der Systeme WA Sr und WA T6 aus Versuchen vergleichbarer Reibarbeit, wie sie aus den Platinmarkern und den FIB-Schnitten an den Rändern der Mikrobohrungen (Abb. 5.10) ermittelt wurden.

### 5.1.3 Ergebnisse der Randzonenanalytik

#### REM und FIB

**Markerergebnisse** Abbildung 5.9 zeigt die an den in Stiften und Scheiben gemessene Verschiebung der Platinmarker nach 1200 m Stiftgleitweg und der gemessenen Reibkraft, wie sie in Abbildung 5.8 dargestellt ist. Beispielhaft ist der Platinmarker des Stifts des Systems WA T6 dargestellt. Die Auswertung der Verschiebung im Stift des Systems WA Sr konnte nur an einem ungefüllten Graben erfolgen (vgl. Kapitel 6). Die Verschiebungen in den Stiften beider Systeme wurden in 1 µm Tiefe mit 3 bis 4 µm gefunden. An Markern in den Scheiben konnten Verschiebungen von 1,5 µm (WA T6) bzw. 3,5 µm (WA Sr) in einer Tiefe von 2 µm gemessen werden. Die Verschiebung von Material in die Mikrobohrungen (vgl. Abschnitt 3.2.3) ist aus den FIB-Schnitten in Abbildung 5.10 zu erkennen. Sie beträgt 11,5 µm (WA Sr) bzw. 6 µm (WA T6) in 1 µm Tiefe. Die Scherung  $\frac{\partial x}{t}$ , wobei  $x$  die Verschiebung und  $t$  die betrachtete Tiefe ist, beträgt für die Scheibe WA Sr etwa 1 und für die Scheibe WA T6 etwa 0,5 für eine Tiefe von 12 µm.

**Topographie und Randzone der Stifte** Auf den Stiften des Systems WA T6 sind aus REM-Aufnahmen sowohl von der Oberfläche (Abb. 5.11(a)) als auch vom FIB-Schnitt (Abb. 5.11(b)) ausgeprägte Inseln aus nanokristallinem oder amorphem Material zu erkennen. An den FIB-Schnitten in Abbildung 5.11 ist dieses Material vereinzelt auch bis in eine Tiefe von 1 µm zu finden. Die Topographieaufnahme des Stifts des Systems WA Sr zeigt ebenfalls einen, wenn auch weniger ausgeprägten, Schichtaufbau. Aus den Gefügebildern der FIB-Schnitte kann keine Aussage über die Tiefe, in der noch Scherung durch den tribologischen Kontakt stattfand, getroffen werden.

Ein weiteres Beispiel für die Ausprägung des dritten Körpers auf dem Stift des Systems WA T6 ist im Anhang dargestellt. Die Abbildung des Bereichs der Stiftoberfläche mit den Markern mit einer Beschleunigungsspannung von 2 kV (Abb. 14, S. 130) zeigt für die Marker keinen Kontrast. Die Marker werden jedoch bei einer höheren Beschleunigungsspannung von 25 kV sichtbar (Abb. 15 im Anhang).

## 5 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß

**EDX** EDX-Messungen an einem Stift des Systems T6 zeigen abhängig vom gewählten Messpunkt Oberflächenzusammensetzungen aus Eisen und Chrom oder aber eine Belegung der Oberfläche mit Elementen aus Öladditiven und der Scheibe (Abb. 5.12).

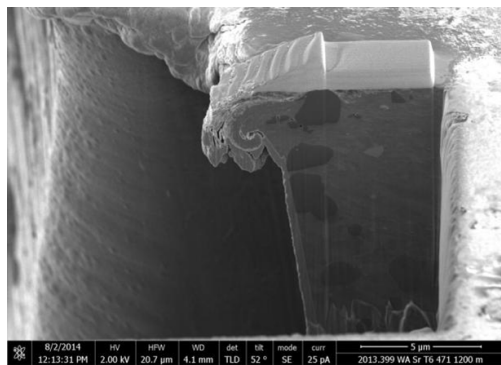
### STEM

TEM-Lamellen wurden vom Autor entlang der Schnittrichtung des Werkzeugs an einer mit WA endbearbeiteten Scheibe und entlang der Gleitrichtung in der Spur einer über 18 h im Einlaufpunkt 45 MPa und 0,8 m/s gelaufenen Scheibe präpariert. In der TEM-Lamelle aus der endbearbeiteten Randzone sind ab einer Tiefe von 4 bis 5  $\mu\text{m}$  submikro- und nanokristalline Ausscheidungen zu erkennen (Abb. 5.13(c)). Beugungsbilder am TEM zeigen, dass die Ausscheidungen inkohärent sind. Die Randzone bis in 4  $\mu\text{m}$  Tiefe ist frei von Ausscheidungen, wie Abbildung 5.13(b) zeigt. In der Randzone der Spur sind mit STEM (Abb. 5.13(d)) die Ausscheidungen auch direkt unter der Oberfläche zu finden.

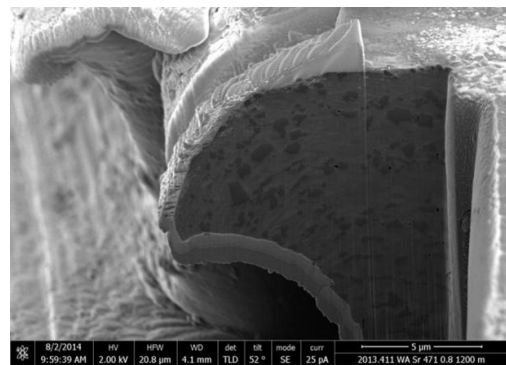
### XPS

Abbildung 5.14 zeigt die chemischen Tiefenprofile ausgewählter Elemente aus XPS-Messungen. Bei beiden Messungen fällt der Sauerstoffgehalt und auch die Konzentration der Elemente Ca, P und Zn aus Öladditiven nach dem Durchlaufen eines Maximums bei ca. 50 nm Tiefe kontinuierlich ab. Die Sauerstoffkonzentration fällt am Stift des Systems WA T6 auf die Konzentration von 10 % in einer Tiefe von 940 nm, am Stift des Systems WA Sr wird diese Konzentration in einer Tiefe von 400 nm erreicht. Chrom- und Aluminiumoxidkonzentrationen überschreiten am Stift des Systems WA T6 die Marke von 5 % nicht. Auf dem Stift des Systems WA Sr wurde eine Aluminiumoxidkonzentration von bis zu 12 at-% gefunden.

Das Verhältnis der Aluminiumoxidkonzentrationen der Systeme WA Sr und WA T6 spiegelt sich auch in den chemischen Tiefenprofilen der Scheiben wieder (Anhang, Abb. 16 und 17, S. 131). In der Reibspur der Sr-veredelten Scheibe fällt die Aluminiumoxidkonzentration bei einer Tiefe von 300 nm unter 5 at-%. Dieser Wert wird



(a) FIB-Schnitt in Spur der Scheibe WA T6. Bildbreite 20,7  $\mu\text{m}$ .

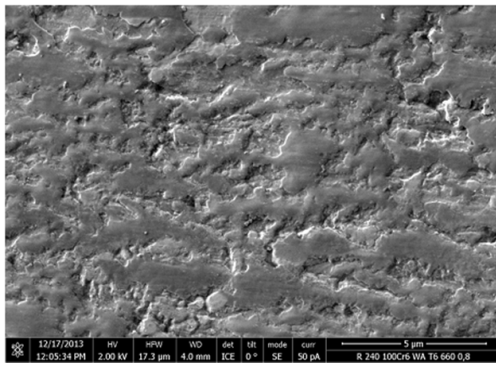


(b) FIB-Schnitt in Spur der Scheibe WA Sr. Bildbreite 20,8  $\mu\text{m}$ .

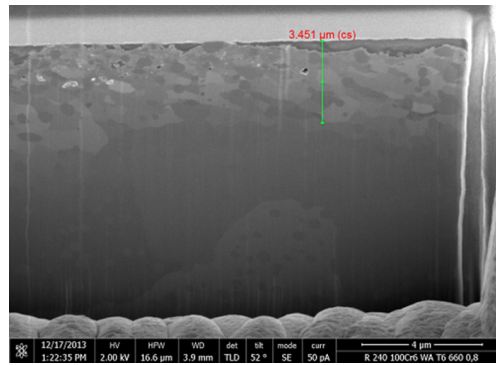
Abbildung 5.10: FIB-Schnitte durch die präparierten Ränder der Mikrobohrungen in der Spur der Scheiben WA T6 und WA Sr. Die Bildebene ist in Abbildung 3.9, S. 30 als rot eingefärbte Ebene dargestellt. Die Bewegungsrichtung des Stifts ist in beiden Fällen von rechts nach links.



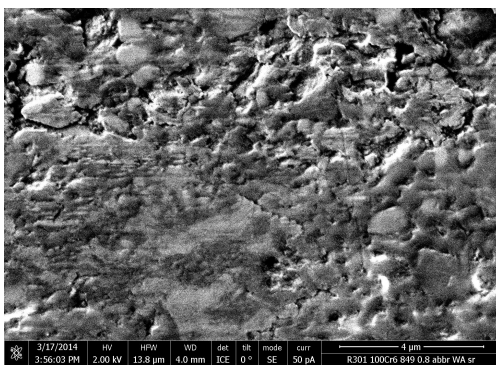
## 5.1 Ergebnisse



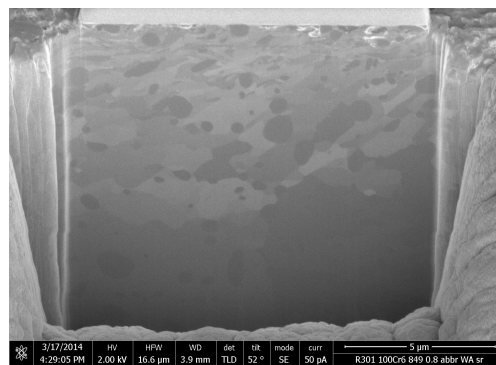
(a) Topographieaufnahme der 18 h bei 35 MPa und 0,8 m/s gelaufenen Stiftoberfläche des Systems WA T6. Bildbreite 17,3 µm.



(b) FIB-Schnitt am Stift des Systems WA T6 aus (a). Bildbreite 16,6 µm.

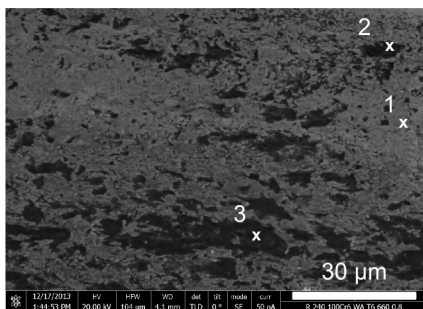


(c) Topographieaufnahme der 18 h bei 35 MPa und 0,8 m/s gelaufenen Stiftoberfläche des Systems WA Sr. Bildbreite 13,8 µm.

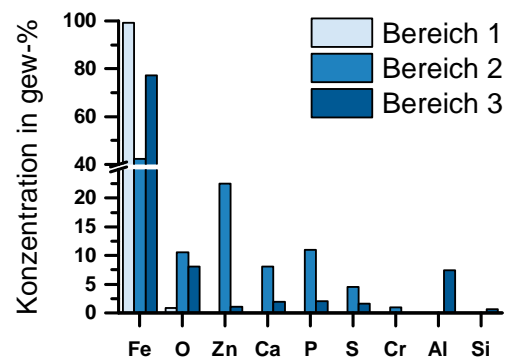


(d) FIB-Schnitt am Stift des Systems WA Sr aus (c). Bildbreite 16,6 µm.

Abbildung 5.11: FIB-Schnitte und Topographieabbildungen von Stiften der Systeme WA Sr und WA T6.



(a) Topographieaufnahme des Stifts mit den Bereichen der EDX-Messungen.

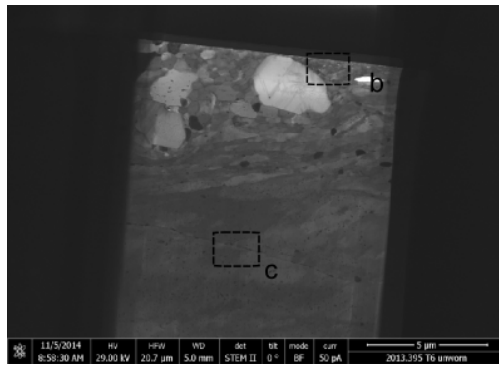


(b) Mit EDX bestimmte Elementverteilung der Bereiche aus (a).

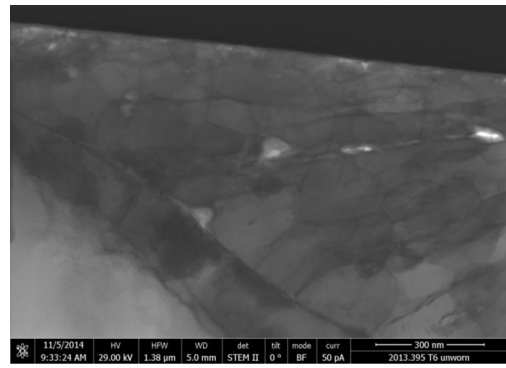
Abbildung 5.12: EDX-Messungen an einem Stift des Systems WA T6 nach 18 h bei 35 MPa und 0,8 m/s.

in der Spur der wärmebehandelten Scheibe nur in einer Tiefe bis 100 nm um 2 at-% überschritten. An beiden Scheiben durchläuft die Si-Konzentration ein Maximum,

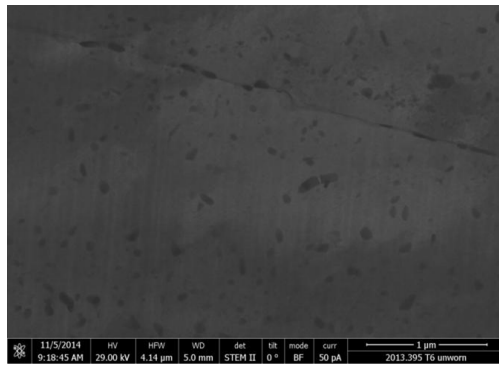
## 5 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß



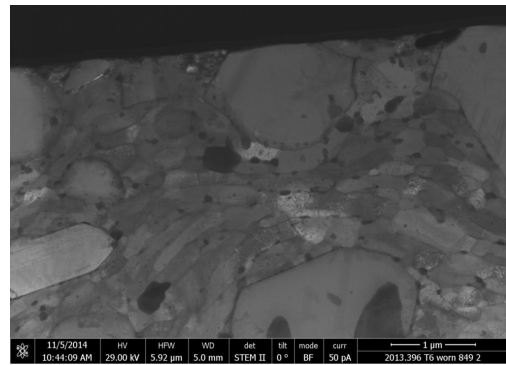
(a) STEM-Übersichtsbild der TEM-Lamelle aus einer mit WA endbearbeiteten, wärmebehandelten Scheibe nach Endbearbeitung. Die mit b und c gekennzeichneten Bereiche sind in Teilabbildungen (b) und (c) dargestellt. Bildbreite 20,7 µm.



(b) STEM-Abbildung des Bereichs b aus (a). Bildbreite 1,38 µm.



(c) STEM-Abbildung des Bereichs c aus (a). Bildbreite 4,14 µm.



(d) STEM-Abbildung einer Lamelle entlang der Laufrichtung aus der Reibspur der Scheibe des Systems WA T6 nach 18 h tribologischer Belastung im Einlaufpunkt 45 MPa; 0,8 m/s. Bildbreite 5,92 µm.

Abbildung 5.13: STEM-Abbildungen von TEM-Lamellen aus Scheiben der Endbearbeitung WA. (a) bis (c): Randzone nach Endbearbeitung; (d) Randzone nach tribologischer Belastung.

das für die wärmebehandelte Scheibe bei 22 at-% und für die veredelte Scheibe bei 40 at-% liegt. Die Sauerstoff-Tiefenprofile fallen an beiden Scheiben von einer Konzentration von 30 bis 40 at-% unter der Oberfläche auf unter 5 at-% in einer Tiefe von 300 bis 400 nm ab.

### Nanoindentation

Abbildung 5.15(a) zeigt die Verteilung der Härtewerte von je 98 Härteeindrücken an den Stiften der Markerversuche (Abb. 5.8). Der Stift des Systems WA T6 zeigt für die Eindringtiefe von 20 bis 25 nm ein mit 30 Eindrücken deutlich ausgeprägtes Maximum bei einer Nanohärte von 3 GPa. Die Verteilung der Härtewerte der Eindrücke am Stift des Systems WA Sr zeigt bei 3 GPa ein Maximum mit 14 Eindrücken und mehr Eindrücke (29 gegenüber 9 für WA T6) mit Härtewerten von 7 GPa oder mehr. Die Verteilungen der Härte beider Stifte gleichen sich für eine Eindringtiefe

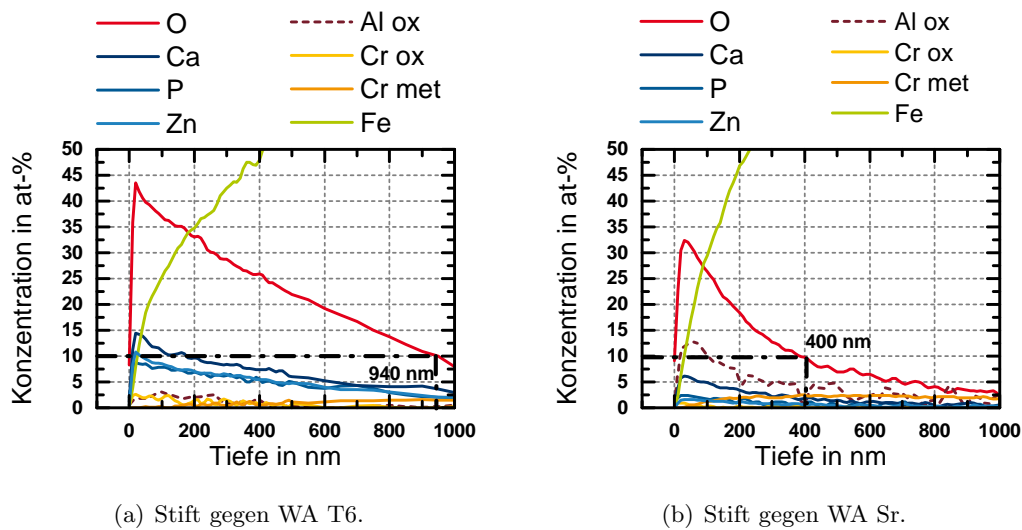


Abbildung 5.14: Tiefenprofile ausgewählter Elemente aus XPS-Messungen an gelaufenen Stiften aus den Systemen WA Sr und WA T6. Beide Systeme wurden 18 h im Betriebspunkt 45 MPa; 2 m/s getestet.

von 200 nm an (vgl. Abb. 19 im Anhang, S. 131). Das Maximum dieser Verteilung liegt bei 5 GPa.

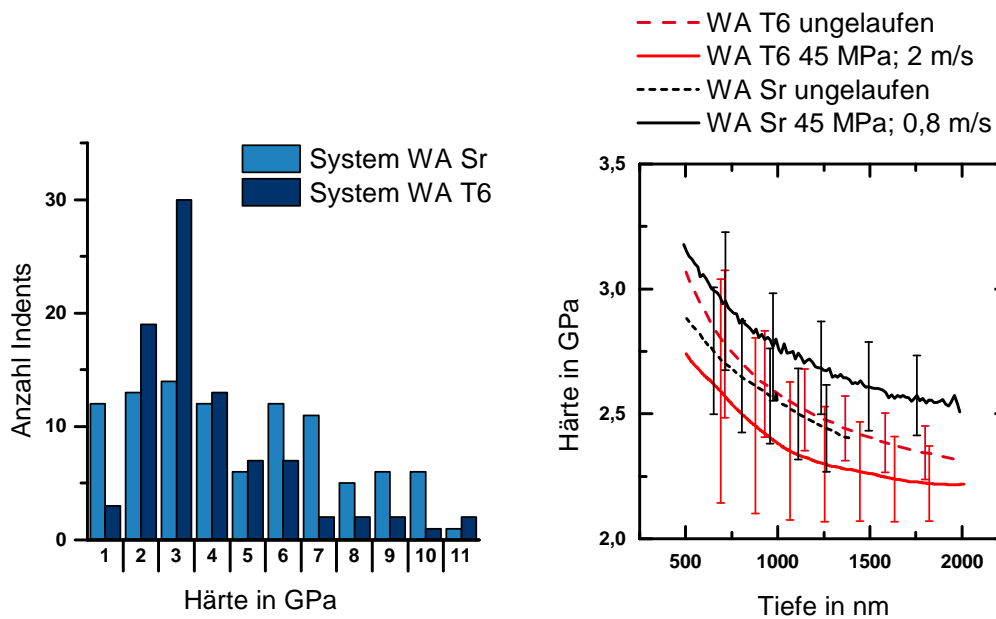
Die Mittelwerte der Härte-Tiefenverläufe von jeweils ca. 70 Nanohärteeindrücken sind in Abbildung 5.15(b) aufgetragen. Gegenüber dem Zustand nach Endbearbeitung steigt die Härte der Randzone der Spur der veredelten Scheibe WA Sr um ca. 500 MPa. Die Randzone der wärmebehandelten Scheibe entfestigt durch die tribologische Belastung um einen Wert vergleichbarer Größenordnung.

### Eigenspannungsmessungen

An Proben unterschiedlicher Endbearbeitungen wurden Eigenspannungsmessungen über Röntgenbeugung durchgeführt. Das Volumen, das unter den Messbedingungen zum Signal beigetragen hat, reichte bis in 16  $\mu\text{m}$  Tiefe. Beide Endbearbeitungen WA und WD erzeugen Druckeigenspannungen im Werkstoff. Bemerkenswert sind die um Faktor vier bis fünf höheren Druckeigenspannungen an der wärmebehandelten Legierung im Vergleich zur veredelten Modifikation (Abb. 10 im Anhang, S. 10).

## 5.2 Diskussion

Für die Untersuchung des Einflusses der Si-Morphologie auf das Reibungs- und Verschleißverhalten wurden drei verschiedene Si-Modifikationen nv, Sr und T6 hergestellt. Die Charakterisierung der endbearbeiteten Scheiben ergab sowohl für den Vergleich der Si-Tiefenprofile als auch für den Vergleich der Randzonengefüge keinen ausgeprägten Unterschied zwischen den Modifikationen Sr und nv. Die Modifikation T6 unterscheidet sich jedoch deutlich von den beiden anderen. Zunächst soll daher der Einfluss der Legierungsveredelung und im Anschluss daran der Einfluss der Wärmebehandlung auf das tribologische Verhalten diskutiert werden.



(a) Häufigkeitsverteilung der Härte in 20 bis 25 nm Eindringtiefe an den beiden Stiften der Markerversuche.

(b) Härtetiefenverlauf zweier über 18 h gelaufenen Stifte aus den Systemen WA Sr und WA T6.

Abbildung 5.15: Nanoindentationsergebnisse an Stiften und Scheiben verschiedener Versuche aus den Systemen WA Sr und WA T6.

### 5.2.1 Einfluss der Legierungsveredelung

Die Charakterisierung der Randzone nach der Endbearbeitung mit FIB und XPS zeigt neben der in Abschnitt 3.3.1, S. 30 beschriebenen unterschiedlichen Korngröße der Si-Phase keine Unterschiede in den Randzonengefügen und in der chemischen Zusammensetzung. Auch die Streckgrenze und Zugfestigkeit der Gusslegierungen sind für beide Modifikationen sehr gut vergleichbar (Abb. 9 im Anhang, S. 127).

Die Unterschiede im Einlaufverhalten der beiden tribologischen Systeme sind ebenfalls nur gering ausgeprägt. Beide Systeme Sr und nv zeigen ein stabiles Einlaufverhalten. Die Verschleißraten am Einlaufende und die Spurtiefe als Maß für den Gesamtverschleiß der Systeme steigen tendenziell mit steigender Normalkraft und abnehmender Geschwindigkeit.

Ein Unterschied ergibt sich aus dem Vergleich der Stiftverschleißsignale (Abb. 5.7). Die Verläufe der Systeme WA Sr und WA nv unterscheiden sich insofern, als dass die Stiftverschleißraten eine deutlich höhere Empfindlichkeit für das veredelte als für das unveredelte System anzeigen. So steigt die Verschleißrate des Systems WA Sr (WA nv) von 15 nm/h (10 nm/h) im Einlaufpunkt auf 118 nm/h (32 nm/h). Die Auftragung der Spurtiefe am Versuchsende der RNT-Versuche über den mit RNT bestimmten Gesamtverschleiß der Stifte (Abb. 5.16) zeigt mit dem Wert 1,3 eine deutlich höhere Steigung der Ausgleichsgerade durch die Punkte des Systems WA nv als für die Gerade durch die Punkte des Systems WA Sr ( $m=0,7$ ). Die Unterschiede in den Steigungen zeigen, dass im veredelten System WA Sr die Scheibe bei gleichem Stiftverschleiß weniger stark verschleißt als dies für das System WA nv der Fall ist. Die Veredelung der Scheibe ist damit eine Maßnahme, um Verschleiß zu verringern. Die veredelten und unveredelten Systeme mit der Endbearbeitung WD unterschei-

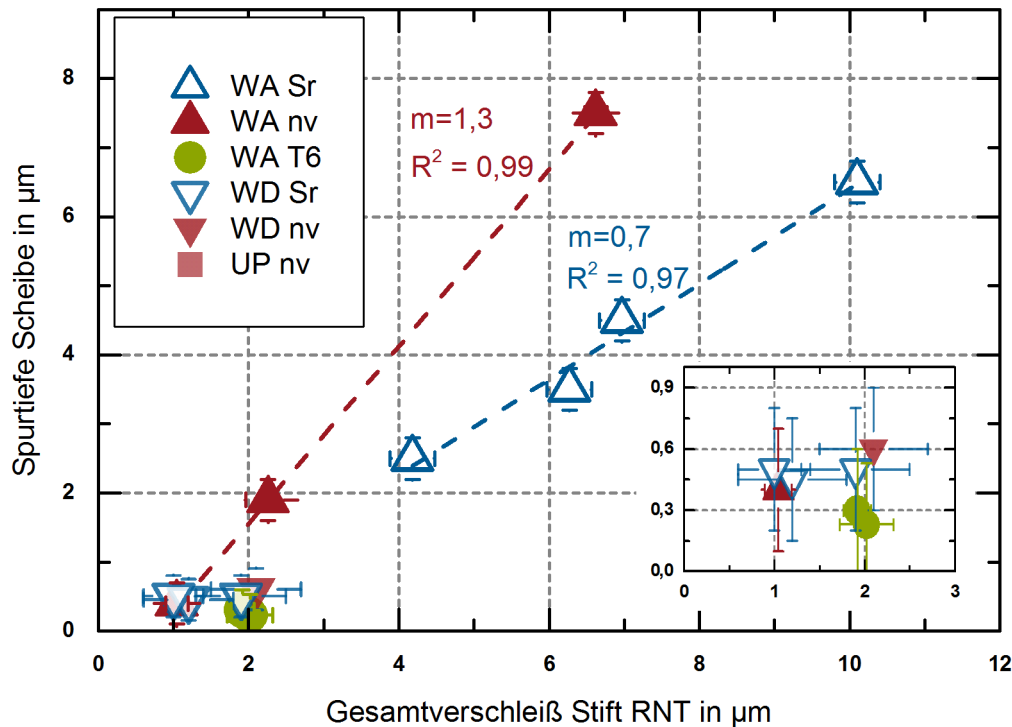


Abbildung 5.16: Auftragung der Spurtiefe nach Versuchsende der RNT-Versuche über den Gesamtverschleiß der Stifte, wie er über RNT bestimmt wurde. Die eingesetzte Auftragung zeigt den linken unteren Bereich vergrößert. Die Versuchsdauer der RNT-Versuche betrug 78 h. Vgl. auch Schlarb [81].

den sich jedoch nicht in ihrem tribologischen Verhalten (Abb. 5.16 und Kapitel 4). Die Maßnahme der Veredelung wirkt also nur bei tribologischen Systemen mit ausgeprägter Scherung in Tiefen der Randzone  $> 1 \mu\text{m}$ . Da die Scherung in den Scheiben der Endbearbeitung WD gewöhnlich auf den ersten Mikrometer Tiefe beschränkt ist und die Si-Korngrößen sowohl der veredelten als auch der unveredelten Matrix größer als ein Mikrometer sind, bleibt die Veredelung wirkungslos.

Aus dem Vergleich der Spurtiefen und des Stiftverschleißes der verschiedenen Endbearbeitungen in Abbildung 5.16 wird deutlich, dass die Systeme WA Sr und WA nv die einzigen unter den in der vorliegenden Arbeit gemessenen Systemen sind, die mittlere Verschleißraten in der Größenordnung von  $100 \text{ nm/h}$  zeigen. Auch wenn diese Verschleißraten um Faktor 10 über denen der anderen untersuchten Systeme liegen, sind sie nach den von Alpas genannten Grenzen (Abschnitt 2.1, S. 4) mit einem Verschleiß von  $10^{-9} \text{ mm}^3/(\text{N m})$  noch deutlich im niedrigsten Verschleißratenregime. Zudem liegt bei diesen Systemen mit  $100 \text{ nm/h}$  Verschleißrate die Verschleißteilchengröße noch im Nanometerbereich (vgl. Kapitel 6).

Das gute Bestimmtheitsmaß  $R^2$  von 0,99 bzw. 0,97 der Ausgleichsgeraden in Abbildung 5.16 deutet darauf hin, dass nicht nur die Gesamtverschleißwerte von Stift und Scheibe sondern auch die Verschleißraten während der Versuche für die untersuchten Systeme proportional zueinander sind. Dies wurde am Beispiel von Verbrennungsmotoren durch RNT-Messungen mit zwei aktiven Komponenten bereits von Volz [104, S. 71] gezeigt.

## 5.2.2 Einfluss der Wärmebehandlung

### Randzonen nach Endbearbeitung

Im Gegensatz zur Ähnlichkeit der tribologischen und werkstoffanalytischen Ergebnisse der Systeme WA Sr und WA nv unterscheiden sich sowohl die Werkstoffeigenschaften als auch das tribologische Verhalten der Systeme WA Sr und WA T6 deutlich von einander.

Eigenspannungsmessungen zeigen gegenüber WA Sr um Faktor vier höhere Druckeigenspannungen an wärmebehandelten Proben (vgl. Abb. 3.17, S. 37). Die Interpretation dieser deutlich höheren Druckeigenspannungen ist, dass aufgrund der vergrößerten, globularen Si-Phase die Verformung der Aluminiumphase während der Endbearbeitung bei der wärmebehandelten Scheibe deutlich stärker ausgeprägt ist als bei der veredelten Scheibe. Weitere Untersuchungen müssten zeigen, in wie fern die Ausscheidungen die Eigenspannungen beeinflussen. Da im TEM jedoch lediglich inkohärente Ausscheidungen gefunden wurden, wird vermutet, dass deren Einfluss auf die Eigenspannungen gering ist. Darüber hinaus wurden an gehonten Linern Druckeigenspannungen gemessen, die nochmals 30 % über den Werten der T6-Modifikation liegen (Abb. 10 im Anhang, S. 10). Die hohen Eigenspannungen werden also auf die Endbearbeitung zurückgeführt.

Da die Si-Phase durch die Wärmebehandlung kein Netzwerk mehr ausbildet und verundet und vergrößert ist, umfließt die Al-Matrix die Si-Körner der wärmebehandelten Proben, wie in FIB-Aufnahmen (Abb. 5.4(a)) zu erkennen. Während der Endbearbeitung scheint es zu einer Erwärmung der Randzone in der Größenordnung über 500 °C<sup>1</sup> zu kommen, die die Auflösung der Ausscheidungen bis in vier Mikrometer Tiefe bewirkt (vgl. Abb. 5.13). Verformungs- und Verschiebungsprozesse der bei diesen Temperaturen im Vergleich zur Si-Phase deutlich weicheren Al-Matrix führen zu der gemessenen Abreicherung von Si im ersten Mikrometer. Die globulare Si-Phase wird tiefer in die Matrix gedrückt und die weiche Matrix über die Si-Körner geschoben.

Im Gegensatz dazu wird während der Endbearbeitung der veredelten Scheiben das Si-Netzwerk zerstört. Wegen der feineren und verzweigten Si-Morphologie wird die Si-Phase zusammen mit der Al-Matrix verformt und es kommt zur beobachteten Aufreihung der Si-Bruchstücke (vgl. Abb. 3.13).

Die beobachteten Unterschiede in den endbearbeiteten Scheiben sind also trotz vergleichbarer Tiefe der Verformung auf unterschiedliche Verformungsvorgänge der Al-Matrix wegen der verschiedenen Si-Morphologien zurückzuführen.

Die unterschiedlichen Ausgangszustände nach Endbearbeitung spiegeln sich auch im tribologischen Verhalten wider. Wie in den Abbildungen 5.7 und 5.5 dargestellt, ist die Verschleißrate zum Ende des Einlaufpunkts zwar bei beiden Systemen stabil, das System WA T6 zeigt jedoch keine Änderung des Verschleißverhaltens mit steigender Last oder niedrigerer Geschwindigkeit im Einlaufpunkt. Auch ist die Empfindlichkeit des Systems WA T6 sehr gering, da sich die Verschleißrate trotz häufiger Last- und Geschwindigkeitswechsel nicht verändert. Die gemessene Reibkraft bleibt im Gegensatz zum System WA Sr beim Durchlaufen der Stribeckkurven konstant auf niedrigem Niveau (Abb. 12, S. 129).

---

<sup>1</sup>Unter Berücksichtigung der Simulationsergebnisse des Fraunhofer IWU mit Temperaturen von über 850 °C in 2 µm Tiefe (Abschnitt 3.3.1) ist diese Größenordnung realistisch.

### Randzonenscherung und Ausbildung des dritten Körpers

Die Unterschiede im tribologischen Verhalten können auf den dritten Körper zurückgeführt werden. Die Ergebnisse von XPS und REM zur Untersuchung des chemisch veränderten Teils des dritten Körpers zeigen für die Scheiben ein vergleichbares Bild. Unterschiede in der Silicium- und Aluminiumoxidkonzentration werden im Abschnitt 5.2.4 diskutiert. Deutliche Unterschiede zwischen den Systemen WA T6 und WA Sr werden im Vergleich der Tiefenprofile der Stifte deutlich. REM-Aufnahmen der Topographien der Stifte lassen einen deutlich dickeren chemisch veränderten dritten Körper aus mechanischen Vermischungsprozessen auf dem Stift des Systems WA T6 vermuten als auf dem des Systems WA Sr (Abb. 5.11(a) und (c)). Am FIB-Schnitt des Stifts des Systems WA T6 ist dieser chemisch veränderte dritte Körper deutlich zu erkennen. Das hellere Aussehen in der Mitte der grauen, homogenen Bereiche ist auf Aufladungseffekte zurückzuführen. Dieser mit scharfer Grenze erkennbare Bereich des chemisch veränderten dritten Körpers besteht nach den gezeigten EDX-Ergebnissen (Abb. 5.12) aus einer Mischung von vermutlich nanokristallinen Teilchen und Ölbestandteilen und stellt somit einen klassischen intrinsischen dritten Körper nach der Beschreibung von Godet dar. Teilchen werden aus den ersten Körpern herausgelöst, reagieren mit Ölbestandteilen, werden mechanisch vermischt und zerkleinert und lagern sich am ersten Körper wieder an. Die ausgeprägten Inseln aus chemisch verändertem dritten Körper nach 18 h Versuchsdauer wurden nur am Stift des WA T6 Systems gefunden. FIB-Schnitte an Stiften beider Systeme zeigen jedoch Material des dritten Körpers (erkennbar an leichter Aufladung und einheitlichem Aussehen), das sich in Tiefen bis 1  $\mu\text{m}$  unter der Oberfläche befindet und durch mechanische Vermischungsprozesse (Faltung und laterale Einschiebung) in die Randzone eingebracht wurde (Abb. 5.11(b) und (d)).

Auch REM-Aufnahmen der gelaufenen Marker zeigen die Unterschiede zwischen den Stiften der Systeme WA Sr und WA T6 deutlich. Die Marker sind am gelaufenen Stift des Systems WA T6 nur mit einer hohen Beschleunigungsspannung von 25 kV zu erkennen (Abb. 15 im Anhang). Es muss sich also beim beobachteten dritten Körper auf dem Stift des Systems WA T6 um einen aufwachsenden Film handeln, der in diesem Fall sogar als Schicht von wenigen 10 nm Dicke ausgeprägt scheint. So ist zu erklären, dass die darunter liegenden Marker nur für höhere Beschleunigungsspannungen zur Bildgebung über Z-Kontrast beitragen. Das Aufwachsen eines Tribofilms wird auch durch AES-Messungen (Kapitel 6) gezeigt. Auch Chinas-Castillo u. Spikes [20] beschreiben die Ausbildung eines Films aufgrund der Reaktion überbasischer Detergentien im Öl. Dabei ist jedoch zu berücksichtigen, dass die Markerversuche nur über eine Versuchszeit von ca. 30 min gelaufen sind. In diesem Anfangsstadium, in dem der Einlauf noch nicht abgeschlossen ist, wurden auch von Dienwiebel u. Pöhlmann [26] Additivfilme gefunden, deren Bildung auf die hohen Kräfte zu Beginn des Einlaufs zurückgeführt wird. Dennoch sind Unterschiede zwischen WA T6 und WA Sr erkennbar. Die AES-Analysen des dritten Körpers im Anfangsstadium des Einlaufs (Kapitel 6) zeigen, dass der Tribofilm nicht nur aus Additivelementen besteht, sondern auch Aluminium enthält. Eine Reaktion oder Vermischung der Reibpartner mit den Ölbestandteilen wird also auch in diesem Anfangsstadium der Bildung des dritten Körpers von den unterschiedlichen Randzonen beeinflusst.

Die XPS-Ergebnisse ermöglichen neben der quantitativen chemischen Charakterisierung auch die quantitative Messung der Dicke des dritten Körpers über einen repräsentativen Bereich von  $200 \cdot 200 \mu\text{m}^2$ . Wird die Marke eines Sauerstoffgehalts

## 5 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß

von 10 at-% als Maß für die Dicke des dritten Körpers angenommen, ist dieser auf dem Stift WA T6 mit 1  $\mu\text{m}$  mehr als doppelt so dick wie der dritte Körper auf dem Stift WA Sr. Die quantitativen Unterschiede der chemischen Zusammensetzung werden in Abschnitt 5.2.4 diskutiert.

Wegen eines möglichen Zusammenhangs der Scherung in der Randzone und dem beobachteten unterschiedlichen tribologischen Verhalten wurden in je ein System WA Sr bzw. WA T6 Platinmarker in Stift und Scheibe sowie Mikrobohrungen in die Scheibe eingebracht, die die Scherung in der Randzone abbilden. Da bei einer Versuchsdauer von 10 h und mehr die Marker zumindest im Stift wegen zu starker plastischer Verformung nicht wieder zu finden sind (vgl. Kap. 6), kann mit den Markern am System WA nur die Scherung im Anfangsstadium abgebildet werden. Nach dem gewählten Gleitweg von 1200 m hat sich zwar ein erster stationärer Zustand der Reibkraft eingestellt. Die Reibkraft ist gegenüber dem eingelaufenen Zustand jedoch noch auf einem vergleichsweise hohen Niveau von ca. 50 N ( $\mu = 0,1$ ). Auch die RNT-Versuche zeigen, dass die Stiftverschleißrate in der ersten Stunde der Versuche bei beiden Systemen nicht konstant ist und bei Werten über 500 nm/h liegt. Auf Basis dieser Verschleißähnlichkeit der beiden Systeme im Anfangsstadium ist zu erwarten, dass die Scherungen der beiden Marker in den Stiften (Abb. 5.9) vergleichbar sind. Die von den Markern gezeigten unterschiedlichen Schergradienten in den beiden Stiften sind vermutlich auf die Tatsache zurückzuführen, dass die Verschiebungen im Stift WA Sr an einem ungefüllten Graben ermittelt wurden, da kein Platinmarker zur Verfügung stand, wohingegen die Scherung am Stift WA T6 an einem Platinmarker ermittelt wurde. Die Schergradienten in den Stiften werden daher nicht weiter diskutiert.

Mit den Markerversuchen in Kapitel 4 konnte gezeigt werden, dass in den untersuchten AlSi-Systemen ein verhältnismäßig hoher Verschleiß, wie er am System WA vorliegt, mit einer Verschiebung der Marker in der Scheibe verknüpft ist. So ist auch am System WA T6 mit seinen niedrigsten Verschleißraten am Einlaufende eine Verschiebung der Randzone bis in 12  $\mu\text{m}$  Tiefe zu finden, da auch das System WA T6 einen initial hohen Verschleiß zeigt (vgl. RNT-Versuche). Der Platinmarker in der Scheibe und die Verschiebung in die Mikrobohrung verdeutlichen den um Faktor 2-3 größeren Schergradienten in den ersten beiden Mikrometern Tiefe der wärmebehandelten Scheibe. Der sich ausbildende Schergradient scheint im weiteren Versuchsverlauf zu den beobachteten niedrigen Verschleißraten zu führen.

Die Ergebnisse der beiden Markerversuche sind vergleichbar, da auf alle gezeigten Marker der gleiche Gleitweg von 1200 m (Stift) bzw. die gleiche Anzahl von  $9160 \pm 50$  Überfahrten (Scheibe) bei einer vergleichbaren Reibarbeit ( $50 \pm 0,5$  kJ) und auch ein ähnlicher Reibkraftverlauf von Abweichungen unter 5 N wirkte.

Mit REM- und FIB-Untersuchungen, XPS-Messungen und Markeranalysen wurde gezeigt, dass sich das System WA T6 durch einen um Faktor 2-3 höheren Schergradienten in der Scheibe und einen doppelt so dicken chemisch veränderten dritten Körper auszeichnet. Aus der Verschiebung der Marker um wenige Mikrometer bei einem Gleitweg von 1200 m wird deutlich, dass der weitaus größte Anteil der Geschwindigkeitsunterschiede zwischen den beiden ersten Körpern vom chemisch veränderten Teil des dritten Körpers und vom Öl im Reibkontakt aufgenommen werden muss. Die am System WA T6 gefundenen niedrigen Reibwerte während der Stribeckkurven sind damit auf den ausgeprägten chemischen dritten Körper auf dem Stift zurückzuführen. Mit diesem dritten Körper ist auch die niedrige Empfindlichkeit des Systems WA T6 in Bezug auf die Reibwerte im Lastkennfeld zu erklären.



Weitere Untersuchungen müssten zeigen, in wie weit die starke Ausprägung des dritten Körpers mit der gezeigten Entfestigung zusammenhängt. Es ist denkbar, dass die ausgeprägte chemische Veränderung des dritten Körpers durch die Entfestigung der Scheibe und die damit verbundene geringere Scherfestigkeit begünstigt oder erst ermöglicht wird.

Das deutlich bessere Verschleißverhalten ist auf das durch die Si-Morphologie veränderten Verformungsverhalten der Randzone zurückzuführen. Durch die im Vergleich zu WA Sr gröbere und globulare Si-Phase bildet sich der mit den Mikrobohrungen eindeutig dargestellte Gradient der Scherung über die Tiefe aus, der die Verformung an die Oberfläche konzentriert und damit den Verschleiß der Scheibe verringert. Im Gegensatz dazu kann am System WA Sr durch die feine, bei der Endbearbeitung zerbrochene Si-Phase die Verformung nicht auf die ersten beiden Mikrometer unter der Oberfläche beschränkt werden. Die Scherung ist auch in Tiefen über 2  $\mu\text{m}$  noch ausgeprägt und führt zu einem höheren Verschleiß der Scheibe (vgl. auch die Diskussion in Kapitel 4).

Die Diskussion der dargestellten Ergebnisse im Rahmen des Modells von Berthier [7] führt den geringen Verschleiß des Systems WA T6 auch auf den ausgeprägten dritten Körper zurück. In beiden Systemen WA Sr und WA T6 ist initial der Materialfluss interner Herkunft („internal source flow“)  $Q_S^i$  hoch (vgl. RNT-Ergebnisse). Im System WA T6 führt  $Q_S^i$  über die Ausbildung des chemisch veränderten dritten Körpers zu einem ausgeprägten internen Materialfluß  $Q_I$ . Der dritte Körper nimmt im weiteren Verlauf gemeinsam mit dem Öl den Geschwindigkeitsunterschied zwischen den ersten Körpern auf, reduziert die Belastung auf den ersten Körper und verringert damit  $Q_S^i$ . Der Verschleißfluss („wear flow“)  $Q_W$  ist zunächst während des Aufbaus des dritten Körpers bei hohem  $Q_I$  hoch und sinkt bei entwickeltem drittem Körper aufgrund des geringen  $Q_S^i$ . Da sich am System WA Sr kein ausgeprägter dritter Körper aufbaut, bleibt  $Q_S^i$  und damit auch  $Q_W$  hoch. Die anfänglich hohe Verschleißrate wird nicht reduziert.

### Nanoindentation

Auch aus Nanoindentationsergebnissen ist ein deutlich homogenerer dritter Körper auf dem Stift des Systems WA T6 zu erkennen, denn die Verteilung der Härtewerte auf dem Stift des Systems WA Sr ist breiter (Abb. 5.15(a)). Da sich die Verteilungen der Werte für eine Eindringtiefe von 200 nm angleichen (Abb. 19 im Anhang), ist der Unterschied in der Verteilung nicht auf das Stiftmaterial selbst, sondern auf den chemisch veränderten dritten Körper mit einer Tiefe von 200 nm bis max. 1,5  $\mu\text{m}$  zurückzuführen. Verglichen mit dem Maximum der Matrixhärte von 5 GPa ist der chemisch veränderte dritte Körper auf beiden Stiften mit 3 GPa nur etwa halb so hart.

Nanoindentation an der Spur der Scheibe misst für das wärmebehandelte System eine Entfestigung im Vergleich zur Ausgangshärte. In der Reibspur der veredelten Scheibe steigt die Härte hingegen an. Stift und Scheibe des Systems WA T6 mit im Vergleich zum System WA Sr besseren tribologischen Eigenschaften Empfindlichkeit, Reibung und Verschleiß besitzen also auch eine geringere Randzonenhärte. Weichere Asperitäten können leichter geschert werden, die Reibung sinkt daher. Eine mögliche Erklärung für die Entfestigung der wärmebehandelten Scheibe könnte auf Basis der STEM-Ergebnisse (Abb. 5.13) sein, dass durch die hohen Temperaturen bei der Endbearbeitung (850 °C - Simulation ohne Kühlschmierstoff; Fraunhofer

IWU) eine Lösungsglühung der Randzone bis 4  $\mu\text{m}$  stattfindet und die Ausscheidungen, die mit STEM noch in Tiefen über 4  $\mu\text{m}$  zu finden sind, in Lösung gehen. Durch die schnelle Abkühlung nach Abgleiten des Werkzeugs bleibt unter der Oberfläche ein übersättigter Mischkristall ohne Ausscheidungen zurück (Abb. 5.13(b)). Daher gibt es im Gegensatz zu den Volumen Kennwerten Brinellhärte, Zugfestigkeit und Streckgrenze bei den Nanohärten auch keinen Unterschied zwischen wärmebehandelter und veredelter Scheibe nach Endbearbeitung (vgl. Abb. 5.3). Die Versetzungsverfestigung durch die plastische Verformung ist der Mischkristallhärtung überlagert. Wie Härtemessungen von Ma u. a. [56, vgl. Abb. 3.10, S. 32] zeigen, bewirkt dann eine Auslagerungstemperatur von 240  $^{\circ}\text{C}$  bereits nach 7 h eine Entfestigung durch Überalterung. Da in der aus der Reibspur präparierten TEM-Lamelle Ausscheidungen direkt unter der Oberfläche zu finden sind, können diese Vorgänge auch am untersuchten System stattfinden, falls die Temperaturen im Reibkontakt in der Größenordnung von 250  $^{\circ}\text{C}$  liegen. Diese Temperatur scheint verglichen mit von Shakhvorostov [85] gemessenen Temperaturen unter 200  $^{\circ}\text{C}$  am System Grauguss-Chrom eher hoch, zumal Aluminium gegenüber Eisen eine bessere Wärmeleitfähigkeit und auch eine höhere Wärmekapazität besitzt [64]. Es ist aber nicht auszuschließen, dass durch das wegen plastischer Verformung gestörte Gefüge Diffusionsprozesse auch bei niedrigeren Temperaturen in einem solchen Ausmaß ablaufen können, dass sie zu einer Entfestigung führen.

### 5.2.3 Zusammenhang Härte und Verschleißverhalten

Auch wenn für manche tribologische Systeme der Ansatz der Härtesteigerung zur Verschleißverringerung greift, da eine höhere Härte weniger plastische Verformung nach sich zieht, ist auf Basis der vorgestellten Ergebnisse die höhere Matrixhärte der wärmebehandelten Legierung keine Erklärung für das bessere Reibungs- und Verschleißverhalten. Mit den Markerversuchen wurde gezeigt, dass das relevante Volumen, in dem sich Verformungsprozesse durch den Reibkontakt abspielen, auf eine Tiefe bis maximal 15  $\mu\text{m}$  beschränkt ist. Dieses Volumen wurde mit den Härtemessungen bis zu einer Eindringtiefe von 2  $\mu\text{m}$  unter Abschätzung der 10-%-Regel (die Eindringtiefe beträgt ca. 10 % des Volumens, aus dem die Information zur Härte kommt) untersucht [31]. Ergebnisse dieser Härtemessungen sind für die wärmebehandelte und die Sr-veredelte Legierung nach Endbearbeitung sehr gut vergleichbar. Daher kommen für die Erklärung der tribologischen Unterschiede eher die oben genannten Ansätze wie Entfestigung, Ausbildung eines Schergradienten und des dritten Körpers in Betracht. Weitere Untersuchungen sind nötig, um die Rolle der Festigkeit des Volumenmaterials genauer zu definieren. Auf Basis der gezeigten Ergebnisse scheint diese in der verwendeten Messgeometrie Stift-Scheibe jedoch eher nachrangig.

### 5.2.4 Verschleißmodell

Neben den quantitativen Unterschieden im Sauerstoffgehalt (und proportional dazu den beiden Additivelementen Ca und P, die als Calciumcarbonat oder -aluminat [20] bzw. Phosphat vorliegen) zeigt der Vergleich der XPS-Tiefenprofile in Abbildung 5.14 einen um 2 bis 3 at-% höheren Chromoxidgehalt am Stift WA T6 und einen um bis zu 10 at-% höheren Aluminiumoxidgehalt am Stift WA Sr. Auch in der Spur der Scheibe des Systems WA Sr wurde eine höhere Aluminiumoxidkonzen-

tration von 30 at% gegenüber 5 at-% in der Spur der wärmebehandelten Scheibe gemessen. Die Si-Tiefenprofile in den Spuren der Scheiben WA Sr und WA T6 zeigen beide eine Si-Anreicherung, die im Diagramm der veredelten Scheibe WA Sr als steilere Kurve mit einer maximalen Konzentration von 40 at-% stärker ausgeprägt ist als an der wärmebehandelten Scheibe mit 23 at-%.

Aufgrund der höheren Aluminiumoxid- und Si-Konzentrationen in den stärker verschlissenen Systemen wird das Verschleißmodell aufgestellt, dass die Aluminiummatrix stärker verschleißt als die Si-Phase, die zum Teil in die weichere Al-Matrix eingepresst wird und nur unterproportional zum Aluminium aus dem ersten Körper entfernt wird. Dadurch kommt es während des Versuchs zur gemessenen Si-Anreicherung in der Randzone. Diese Si-Anreicherung ist für Systeme mit höherem Verschleiß ausgeprägter (vgl. z. B. Abb. 23(c) mit Abb. 16 im Anhang).

Mahato u. a. [59] untersuchten das Einsinkverhalten von Si-Körnern in einer Al-Matrix und fanden keine relevante Abhängigkeit des Einsinkverhaltens der Si-Phase von ihrer Korngröße. Ausschlaggebend ist lediglich das Überschreiten der Fließgrenze der Matrix, die in beiden Systemen durch die tribologische Belastung überschritten wird, wie die Markerversuche zeigen. Die Si-Anreicherung durch Einsinken in die Matrix ist damit sowohl für die globulare, größere wärmebehandelte Si-Phase als auch für die feiner verteilte, veredelte Phase möglich. Auch Shakhvorostov u. a. [88] fanden über die STEM-Analyse einer mit Gold implantierten Probe den selektiven Verschleiß von Aluminium und die Rotation von Si-Körnern.

Die Frage, ob es zuerst zu einer Oxidation des Aluminiums kommt und im Anschluss daran zu einer Entfernung aus dem ersten Körper oder ob die Aluminium-Bruchstücke aus dem ersten Körper erst als dritte Körper oxidiert werden, kann nicht beantwortet werden.

## 5.3 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurde die Fragestellung des Einflusses der Si-Morphologie auf das tribologische Verhalten untersucht. Dafür wurde das Einlaufverhalten veredelter, nicht veredelter und wärmebehandelter Scheiben gleicher Endbearbeitung anhand der Kriterien Reibung, Verschleiß und Empfindlichkeit in verschiedenen Last- und Geschwindigkeitskombinationen untersucht. Die Randzonengefüge wurden nach der Endbearbeitung und nach der tribologischen Belastung untersucht und verglichen. Die *Hypothese H2*, dass sich eine gefeinte Si-Phase günstig auf das Reibungs- und Verschleißverhalten auswirkt, konnte bestätigt werden, da der Scheibenverschleiß an nicht veredelten Systemen bei gleichem Stiftverschleiß höher liegt (Abb. 5.16). Der Effekt der gefeinten Si-Phase kann jedoch nur wirken, wenn die Randzone der Scheibe bis in eine Tiefe von mehreren Mikrometern geschert wird. Da dies – im Falle der Belastung Stift/Scheibe und AlSi gegen 100Cr6 – nur bei Systemen mit mittleren Verschleißraten von ca. 100 nm/h gefunden wurde, ist bei Systemen mit gleicher Materialpaarung und niedrigeren Verschleißraten (Systeme der Endbearbeitung WD) kein Effekt der Veredelung feststellbar (Abb. 5.16 und Kapitel 4).

Sowohl die tribologische als auch die Gefügecharakterisierung ergeben deutliche Unterschiede zwischen den Systemen WA Sr und WA nv auf der einen und WA T6 auf der anderen Seite. Das System WA T6 zeichnet sich im Gegensatz zu den anderen beiden durch niedrigste Verschleißraten unter 10 nm/h und niedrige Reibwerte im Lastkennfeld aus. Diese Unterschiede beruhen zum einen auf der großen, globularen

## 5 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß

Si-Morphologie, die während der Endbearbeitung und der tribologischen Belastung die Verformung an die Oberfläche konzentriert. Zum anderen werden die tribologischen Eigenschaften des Systems WA T6 auf den auf dem Stift ausgebildeten dritten Körper zurückgeführt. Durch die veränderte Si-Morphologie und die dadurch veränderten Dissipationsmechanismen der Schnittkräfte während der Endbearbeitung wurden die Voraussetzungen zur Ausbildung eines stabilen dritten Körpers geschaffen, der zusammen mit dem ausgeprägten Verformungsgradienten in der Randzone zu einem System niedrigster Empfindlichkeit und niedrigsten Verschleißraten führt. Damit scheint eine grobe Si-Phase, wie sie auch bei übereutektischen AlSi-Legierungen als primäres Silicium auftritt, für tribologische Anwendungen die bevorzugte Si-Morphologie zu sein. Der absolute Si-Gehalt an sich ist dabei nicht ausschlaggebend. Weitere Untersuchungen müssten zeigen, wie der Si-Gehalt der Legierung bei gleich bleibender Morphologie das tribologische Verhalten beeinflusst.

## 6 Vorgänge im Reibkontakt

Bei den bereits vorgestellten Markerversuchen waren Platinmarker nicht nur in den Scheiben, sondern auch in den Stiften eingesetzt. Die Ergebnisse der Markeranalytik an den Stiften werden in diesem Kapitel vorgestellt und diskutiert. Darüber hinaus werden auch die Ergebnisse der bereits in Abschnitt 3.2 beschriebenen Galliummarker vorgestellt.

In Kapitel 4 wurde bereits der Einfluss der Reibarbeit und der initialen Reibkraft auf das Verschleißverhalten diskutiert. In diesem Kapitel werden Versuche vorgestellt, die den Einfluss der Geschwindigkeit mit geregelten Markerversuchen analysieren. Da die Markerversuche einen mit 1200 m gegenüber den Einlaufversuchen (mit Kennfeld bis zu 360 000 m) vergleichsweise kurzen Gleitweg gefahren wurden, geben sie einen Einblick in die Vorgänge zu Beginn der Versuche, bevor der Reibwert beginnt, zu fallen.

Die Markerversuche geben darüber hinaus Antworten auf die Fragestellung nach räumlichen und zeitlichen Größenordnungen im initialen Reibkontakt. Die Verschiebung wird sowohl in ihrem lateralen Ausmaß als auch im Volumen, das verschoben wird, nachvollziehbar. Versuche mit geregelten Geschwindigkeiten lassen Rückschlüsse auf die relevanten Zeiten bzw. Gleitwege zu.

**Einfluss der Geschwindigkeit und Normalkraft** Wie von Stribeck [100] an Gleitlagern gezeigt, hängt der Reibungskoeffizient neben der Ölviskosität sowohl von der Normalkraft als auch von der Geschwindigkeit insofern ab, als dass er mit sinkender Geschwindigkeit und steigender Normalkraft zunimmt, solange sich das Lager in der Mischreibung befindet. Dieses Verhalten wurde auch am Stift-Scheibe-Tribometer für die verwendeten Systeme beobachtet.

Die in Kapitel 4 vorgestellten Ergebnisse zeigen deutlich, dass das tribologische Verhalten vom Randzonenzustand abhängt. Die Vorgänge in der Randzone, die schließlich Reibung und Verschleiß bestimmen, hängen sowohl von den Geschwindigkeitsunterschieden, die die Randzonen aufnehmen müssen, als auch von der Reibkraft ab [70]. Die zum Teil deutlichen Unterschiede im tribologischen Verhalten sind wegen der vergleichbaren Topographien auf Eigenschaften der Randzonen zurückzuführen. Zur Überprüfung eines Zusammenhangs zwischen der Scherung der Randzone und den tribologischen Eigenschaften wurde für die vorliegenden Systeme die Scherung in der Randzone untersucht. Dafür wurden die in Kapitel 3 (S. 27) beschriebenen Marker eingesetzt, da eine Scherung durch den tribologischen Kontakt in einem durch die Endbearbeitung verformten Gefüge nicht erkennbar ist. Ein Vergleich der Marker unterschiedlicher Proben bedingt jedoch, dass alle Marker vergleichbare integrale Reibleistungen, d. h. vergleichbare Reibarbeiten, bis zum Versuchsende erfahren. Dabei ist die Reibarbeit das Produkt aus Reibkraft und Gleitweg.

Bei der Untersuchung des Einflusses der Normalkraft und der Geschwindigkeit stößt man auf ein „tribologisches Dilemma“: bei der Erhöhung der Normalkraft erhöht sich auch die Reibkraft, die alleinige Änderung der Normalkraft bei vergleichbaren Reibkräften ist nur mit einer Anpassung der Geschwindigkeit möglich. Gleiches gilt ent-

sprechend für die Untersuchung des Einflusses der Geschwindigkeit, deren Änderung immer auch eine Änderung der Reibkraft nach sich zieht, die wiederum durch Normalkraftänderungen kompensiert werden müsste. Normalkraft und Geschwindigkeit lassen sich also am zur Verfügung stehenden System (Stift-Scheibe-Tribometer mit vielen Asperitäten im Kontakt) nicht getrennt untersuchen.

Unter der Annahme, dass sich alle Asperitäten im Kontakt zum einen unabhängig von einander verformen und zum anderen plastisch und nicht nur elastisch verformen [43; 65], gilt, dass die totale reale Kontaktfläche proportional zur Last ist und der mittlere Druck auf einer Asperität konstant bleibt. Die Erhöhung der Normalkraft lässt sich also als eine Erhöhung der Anzahl der Asperitäten im Kontakt interpretieren. Die Versuchsführung der Anpassung der Geschwindigkeit zur Regelung der Reibkraft bei unterschiedlichen Normalkräften lässt damit eine Aussage auf den Einfluss der Geschwindigkeit im tribologischen Kontakt zu.

Voraussetzung für die Durchführung der beschriebenen Markerversuche ist die Beantwortung der folgenden Fragestellungen:

1. Um welchen Betriebspunkt werden die Lasten variiert?
2. Welcher Gleitweg zeigt eine signifikante Verschiebung der Marker?

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Versuche zu diesen Fragestellungen, den Versuchen mit über die Geschwindigkeit geregelter Reibkraft und andere Ergebnisse, die zur Aufklärung der Vorgänge im Reibkontakt beitragen, vorgestellt.

## 6.1 Ergebnisse

### 6.1.1 Kennfeldversuche

Für die Markerversuche wurde, wie oben angedeutet, die Herangehensweise der Nachregelung der Reibkraft mit der Geschwindigkeit der Scheibe bei unterschiedlichen Normalkräften gewählt. Die Reibkraft des Referenzversuchs sollte an zwei Versuchen mit Regelung der Geschwindigkeit bei höherer und niedrigerer Normalkraft nachgefahren werden. Dafür musste am System WD für die Auswahl des Betriebspunkts des Referenzversuchs zunächst ein Kennfeld über Lasten und Geschwindigkeiten geprüft werden, um den Betriebspunkt des Referenzversuchs zu identifizieren. Abbildung 6.1 stellt für verschiedene Versuche den Verlauf des Reibkoeffizienten über den Gleitweg dar. Mit der Modifikation WD Sr wurde ein Kennfeld an Einlaufpunkten mit unterschiedlichen Lasten von 25; 35 und 45 MPa abgefahren bei Geschwindigkeiten von jeweils 0,4; 0,8 und 2 m/s. Die Versuche bei 0,4 m/s zeigten dabei ein Abfallen der Reibwerte auf ein  $\mu > 0,02$ . Bei Geschwindigkeiten von 0,8 m/s liefen die Versuche im Rahmen des Kennfelds auf Reibwerte zwischen 0,01 und 0,02 ein. Ab einem Gleitweg von 5000 m oder einer Versuchszeit von ca. 100 min lagen die Reibwerte konstant unter 0,02. Für Versuche bei 2 m/s wurde dieser Reibwert von 0,02 unabhängig von der Normalkraft bei einem geringeren Gleitweg von ca. 2500 m oder einer Versuchsdauer von 20 min erreicht. Die im Anschluss an den Einlaufpunkt gefahrenen Stribeckkurven sind im Anhang in Abbildung 20 dargestellt.

Die Abschätzung des Verschleißverhaltens der beschriebenen Kennfeldversuche erfolgte über die Ausmessung der Spurtiefen der Scheiben (vgl. Abb. 6.2). Dabei zeigte sich, dass die Scheiben der Endbearbeitung WD für Geschwindigkeiten von 0,8 und 2 m/s unabhängig von der Last mit einer mittleren Rate von 15 bis 20 nm/h

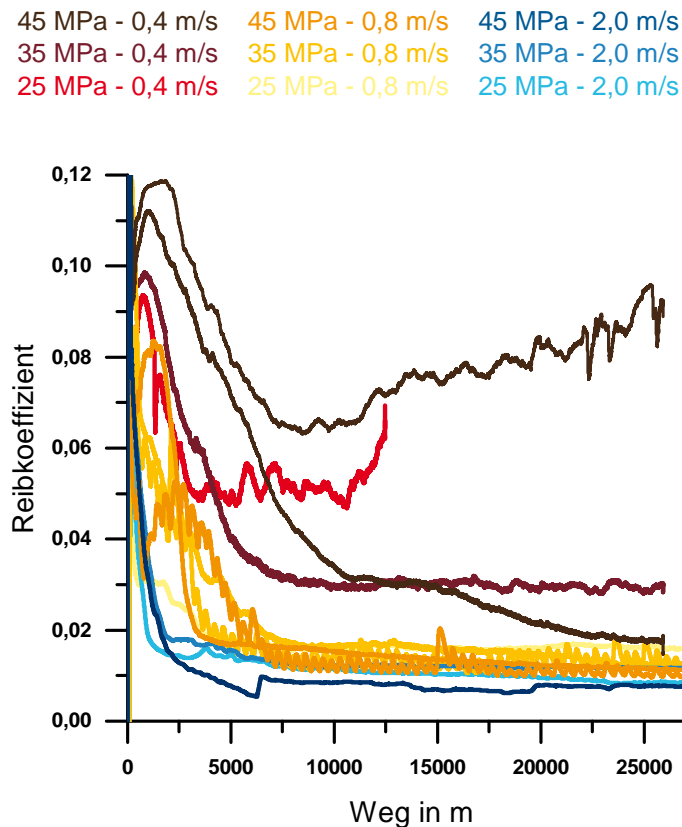


Abbildung 6.1: Entwicklung des Reibkoeffizienten über den Gleitweg bei unterschiedlichen Lasten und Geschwindigkeiten am System WD Sr. Vgl. auch Schröckert [83].

verschleifen. Bei einer Gleitgeschwindigkeit von 0,4 m/s lag zumindest für eine Flächenpressung des Stifts von 45 MPa eine deutlich höhere Spurtiefe von 2,5  $\mu\text{m}$  und damit auch eine höhere mittlere Verschleißrate von knapp 100 nm/h vor.

### 6.1.2 Markerexperimente

**Platinmarker** Auf Basis dieser Ergebnisse wurde der Betriebspunkt bei 0,8 m/s und 35 MPa Flächenpressung für den Referenzversuch ausgewählt. Zur Ermittlung der relevanten Verschiebungen in Abhängigkeit des Gleitwegs wurden in diesem Betriebspunkt Versuche über verschiedene Gleitwege von 457 m (dies entspricht dem Gleitweg bis zum Erreichen der Sollnormalkraft), 1 200 m, 10 000 m und 32 000 m gefahren und die Verschiebung der Marker analysiert. Der Gleitweg des Stifts von 32 000 m entspricht einem Gleitweg von 1 200 m für die Marker in der Scheibe.

Abbildung 6.3 stellt die Reibkräfte dieser Versuche über den Gleitweg dar. Die prozentuale Abweichung der Reibarbeit gegenüber dem Versuch mit 32 000 m Gleitweg beträgt - immer bezogen auf die kürzeren Gleitwege - 28 % (457 m) bzw. 20 % und 9 % (1 200 und 10 000 m), siehe auch Abbildung 21 im Anhang.

In Abbildung 6.5 sind die Querschnittprofile der 6  $\mu\text{m}$  tiefen Marker aus den Stiften nach der tribologischen Belastung dargestellt. Dabei ist anzumerken, dass für den Markerversuch bei 35 MPa und 0,8 m/s lediglich ein ungefüllter Graben als Marker zur Verfügung stand und kein Platinmarker mit 6  $\mu\text{m}$  Tiefe ausgewertet

## 6 Vorgänge im Reibkontakt

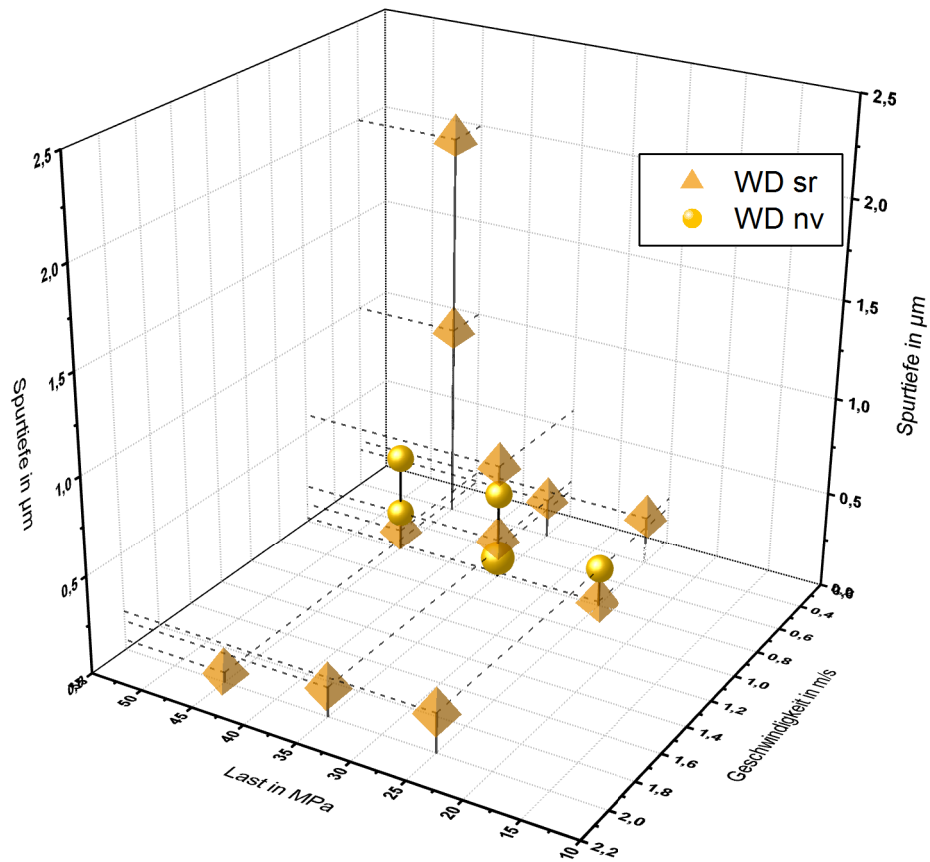


Abbildung 6.2: Spurtiefen der Scheiben nach insgesamt 26 h Versuchsdauer. Vgl. auch Schröckert [83].

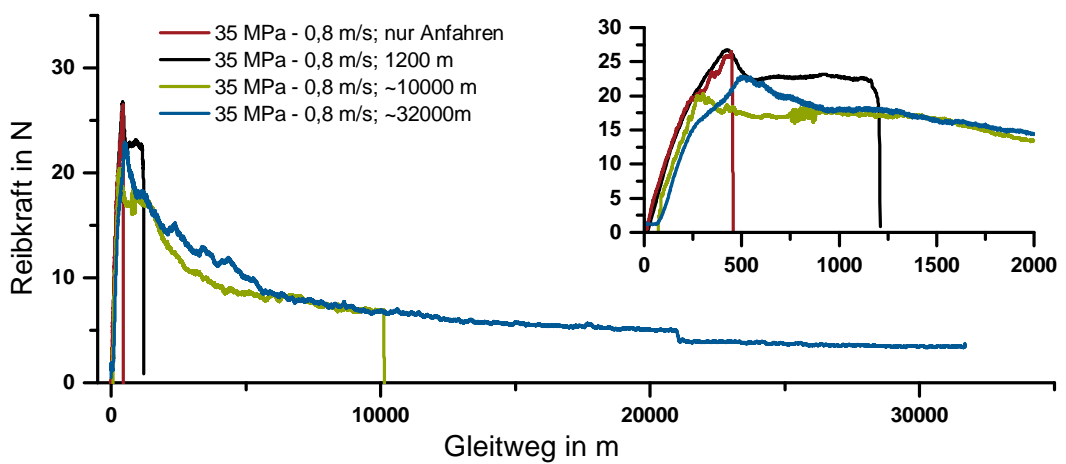


Abbildung 6.3: Reibkräfte der Markerversuche über unterschiedliche Gleitwege bei 35 MPa und 0,8 m/s; System WD. Vgl. auch Schröckert [83].



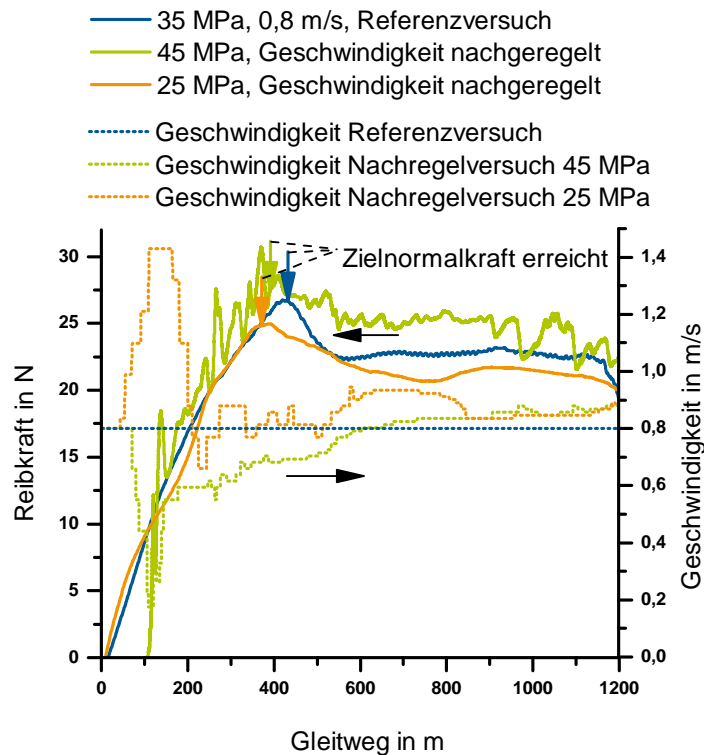


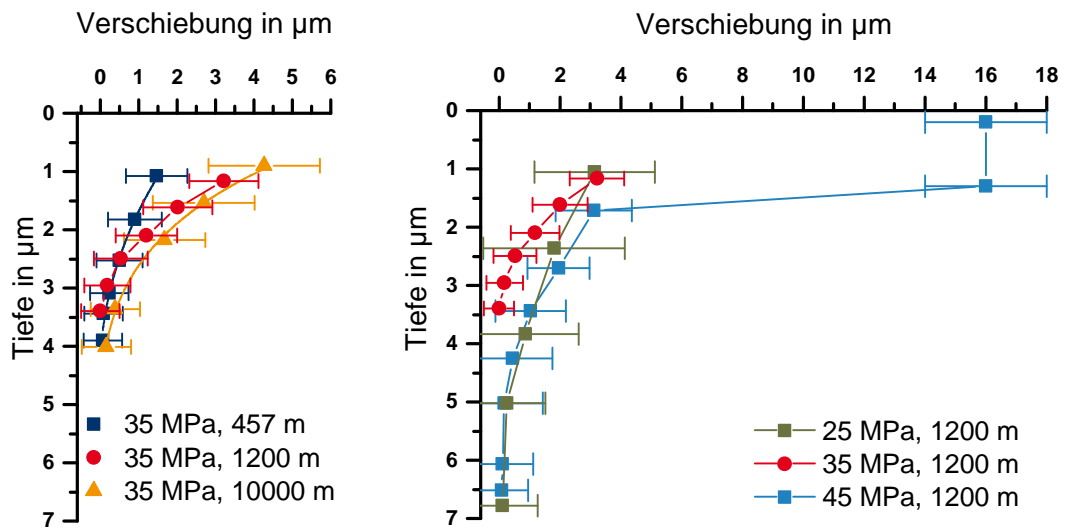
Abbildung 6.4: Reibkräfte und Geschwindigkeiten der Markerversuche bei unterschiedlichen Flächenpressungen. Vgl. auch Schröckert [83].

werden konnte. Nach dem Anfahren der Normalkraft konnte mit  $1,5\ \mu\text{m}$  eine geringere Verschiebung des Markers gefunden werden, als dies für die Gleitwege von 1200 bzw. 10000 m mit 3 bis  $4,5\ \mu\text{m}$  der Fall war. Zwischen diesen beiden Gleitwegen konnte im Rahmen der Streuung der Methode kein signifikanter Unterschied in der Markerverschiebung gefunden werden. Die Marker im Stift nach einem Gleitweg von 32000 m konnten im REM trotz hoher Beschleunigungsspannungen von 30 kV und Strahlströmen von bis zu 3,2 nA, die im Rückstreuelektronenbild aufgrund des Z-Kontrasts einen deutlichen Kontrast des Platins liefern, nicht gefunden werden. Auch nach dem Absputtern von 500 nm bzw.  $1,5\ \mu\text{m}$  Stiftmaterial von der Oberfläche waren die Platinmarker im REM nicht mehr auffindbar. Die mit dem FIB gesetzte runde Markierung (vgl. Abb. 13 im Anhang) war ebenfalls nicht mehr zu erkennen.

Die Platinmarker in den Scheiben der Versuche mit unterschiedlichen Gleitwegen zeigten bei keinem der Gleitwege<sup>1</sup> eine Verschiebung an. An den ungefüllten Gräben konnte jedoch eine Materialverschiebung im ersten Mikrometer Tiefe um mehrere Mikrometer gezeigt werden (vgl. Abb. 4.10(b), S. 48).

Die Verläufe von Reibkraft und Geschwindigkeit über den Gleitweg von 1200 m sind in Abbildung 6.4 sowohl für den Referenzversuch bei 35 MPa und 0,8 m/s als auch für die Versuche mit veränderlicher Geschwindigkeit aufgetragen. Über die Veränderung der Geschwindigkeit konnte die Reibkraft mit einer Genauigkeit von ca. 5 N angepasst werden. Die Sollnormalkraft wurde für alle drei Versuche bei Gleitwegen

<sup>1</sup>mit Ausnahme des Versuchs mit hohem Verschleiß, vgl. Abschnitt 4.1.4, S. 48.



(a) Markerverschiebungen aus Stiften nach unterschiedlichen Gleitwegen.

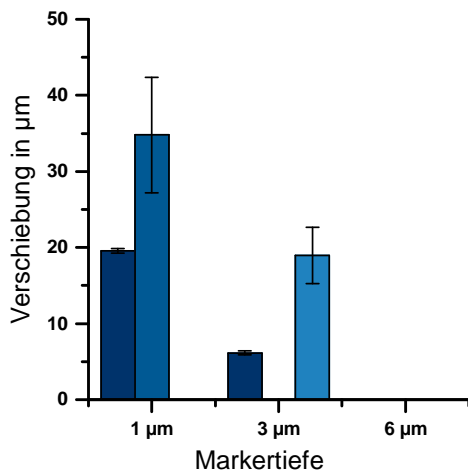
(b) Markerverschiebungen aus Stiften nach 1200 m Gleitweg bei unterschiedlichen Normalkräften. Die Geschwindigkeiten der Versuche bei 25 und 45 MPa wurden auf eine vergleichbare Reibarbeit geregelt (vgl. Abb. 6.4).

Abbildung 6.5: Aus FIB-schnitten an Markern ermittelte Verschiebungsprofile (vgl. auch Schröckert [83]).

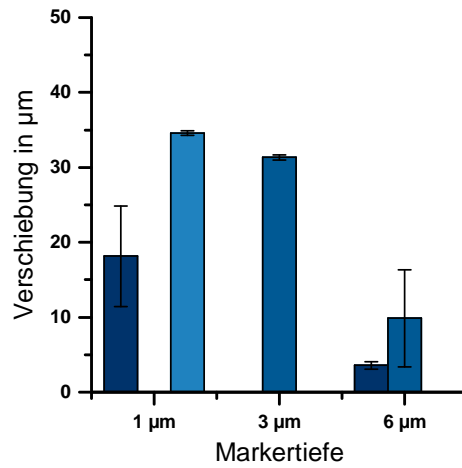
zwischen 400 und 450 m erreicht. Während des Anfahrens auf die Sollnormalkräfte bis zu einem Gleitweg von 250 m war der Bedarf der Nachregelung am größten. Ab einem Gleitweg von 700 m (45 MPa) bzw. 800 m (25 MPa) war die Änderung der Geschwindigkeit mit weniger als 0,03 m/s auf 100 m Gleitweg vergleichsweise gering. Bemerkenswert ist, dass der Versuch bei 25 MPa Flächenpressung für das Erreichen der Reibkraft des Referenzversuchs höhere Geschwindigkeiten benötigte als der Versuch bei 45 MPa Reibkraft.

Abbildung 6.5(b) zeigt die Verschiebung der Marker über die Tiefe für die geregelten Versuche und den Referenzversuch über 1200 m Gleitweg. Alle drei Marker wurden um 3  $\mu\text{m}$  verschoben. Die Marker der Versuche mit 25 und 45 MPa Flächenpressung stimmen auch im Verlauf über die Tiefe, d. h. in ihrer Scherung überein, wohingegen der ungefüllte Graben aus dem Versuch mit 35 MPa über 1200 m nur eine Verformung der Randzone bis in 3,5  $\mu\text{m}$  Tiefe anzeigt. Abbildung 6.6 zeigt die Auswertung der Markerverschiebungen aus den Topographieaufnahmen der Stifte der vorgestellten Versuche. Wie in Abschnitt 3.2.2, S. 28, gezeigt, wurden jeweils drei Markerreihen mit je drei unterschiedlichen Markertiefen von einem, drei und sechs Mikrometern präpariert. Jede Säule in Abbildung 6.6 zeigt die Verschiebung eines Platinmarkers an, nicht gezeigte Säulen bedeuten, dass die entsprechenden Marker nicht mehr gefunden wurden. Dieser Fall trat mit Ausnahme des Versuchs über 1200 m bei 25 MPa (Abb. 6.6(c)) bei allen hier gezeigten Markerversuchen ein. Die Marker des Versuchs bei 45 MPa über 1200 m (Abb. 6.6(d)) sind im Rahmen der Streuung gleichmäßig verschoben. Für die Stifte aller anderen Markerversuche gilt, dass der am weitesten verschobene Marker die Tiefe 1  $\mu\text{m}$  besitzt.

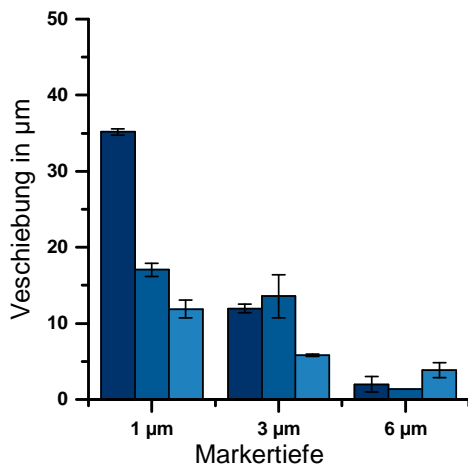
Der FIB-Schnitt an einem 6  $\mu\text{m}$  tiefen Marker aus dem geregelten Versuch bei 45 MPa Flächenpressung und 1200 m Gleitweg (vgl. Abb. 6.4) ist in Abbildung 6.8 zu sehen. Der Marker ist zur besseren Kenntlichkeit schwarz umrandet und konnte



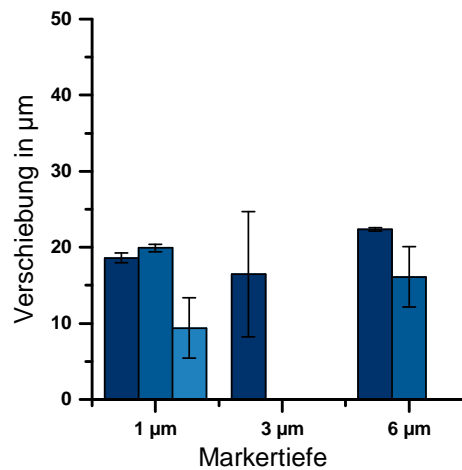
(a) Gleitweg 1200 m; 35 MPa; 0,8 m/s.



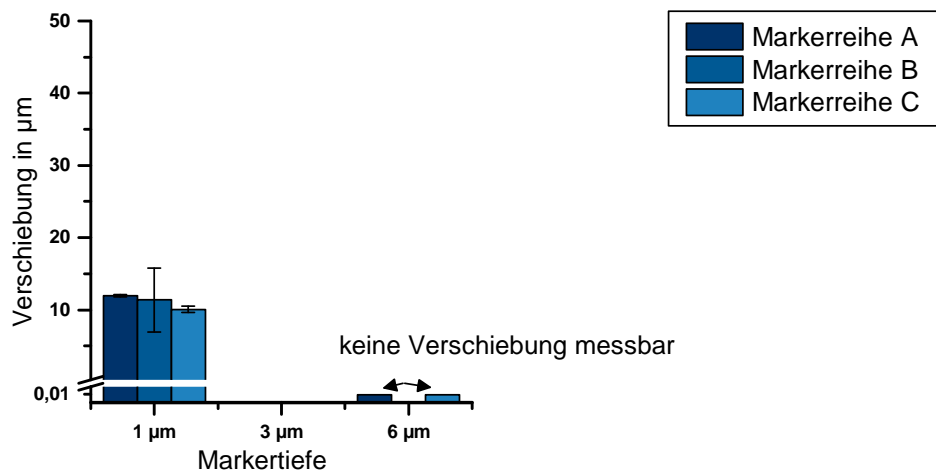
(b) Gleitweg 10000 m; 35 MPa; 0,8 m/s.



(c) Gleitweg 1200 m; 25 MPa; v geregelt.



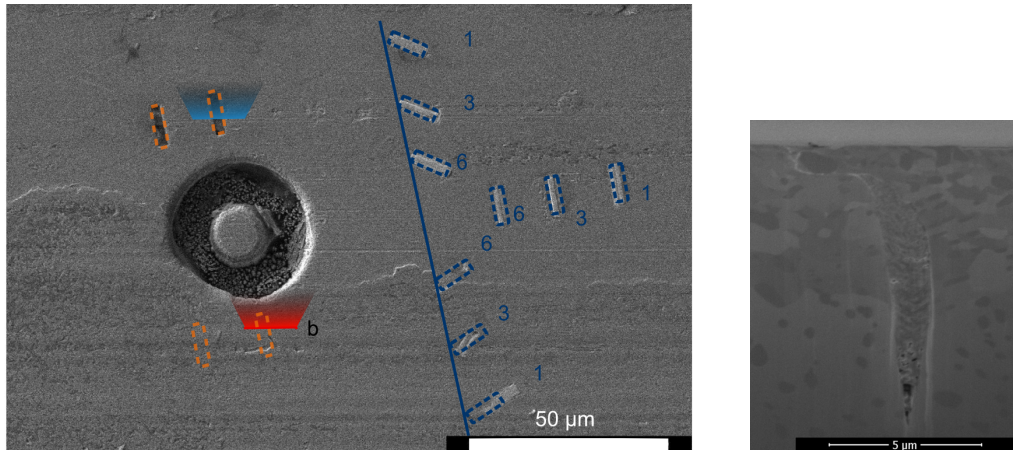
(d) Gleitweg 1200 m; 45 MPa; v geregelt.



(e) Gleitweg 457 m; Anfahren auf 35 MPa bei 0,8 m/s.

Abbildung 6.6: Aus Topographieaufnahmen der Bereiche mit Markern ermittelte Verschiebungen der Marker in den Stiften. Die Geschwindigkeit wurde angepasst, um eine mit dem Versuch bei 35 MPa und 0,8 m/s vergleichbare Reibkraft zu erhalten. Fehlen Säulen bei bestimmten Tiefen, waren die Marker im REM nicht mehr zu finden. Vgl. auch Schröckert [83].

## 6 Vorgänge im Reibkontakt



(a) REM-Aufnahme der Marker im Stift nach tribologischer Belastung. Die ursprünglichen Positionen der gefüllten bzw. ungefüllten Gräben sind in blau bzw. orange dargestellt. Die Position des FIB-Schnitts in (b) ist rot markiert.

(b) Schnitt durch den nicht mit Platin gefüllten Graben, Schnittlage in (a) dargestellt.

Abbildung 6.7: Analytik der Marker im Stift des Systems WA Sr.

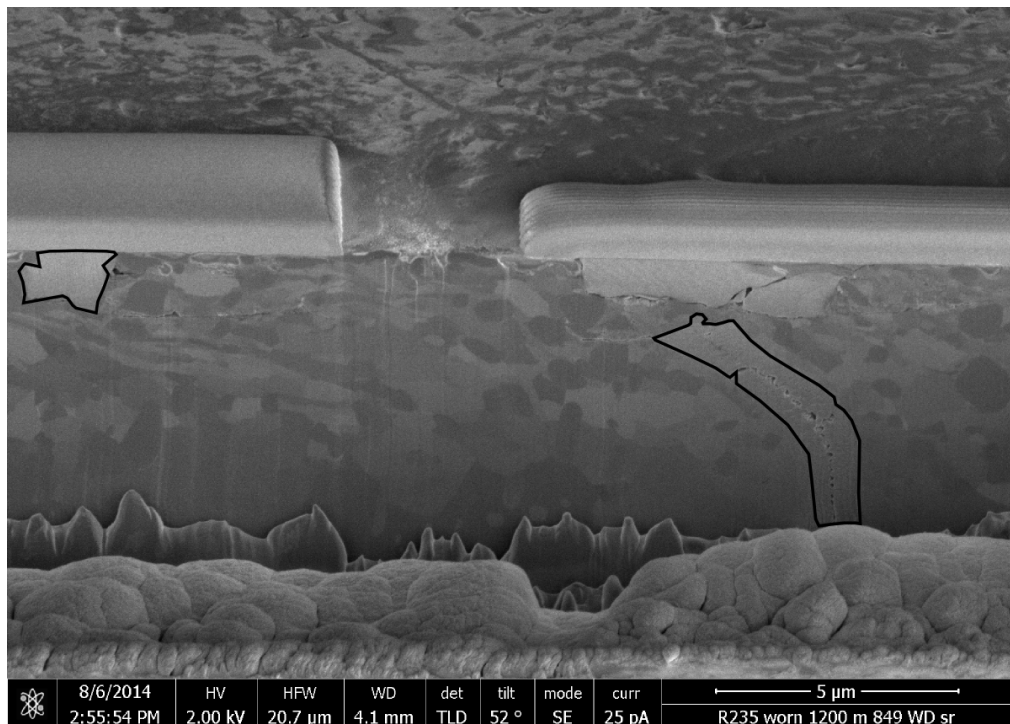


Abbildung 6.8: FIB-Schnitt an einem 6 µm tiefen Marker aus dem Versuch mit geregelter Geschwindigkeit bei 45 MPa (vgl. Abb. 6.5(b) und 6.6(d)).

über die Korrelation der Topographieaufnahmen eindeutig identifiziert werden. Aus dem FIB-Schnitt ist deutlich zu erkennen, dass der Marker bis in eine Tiefe von ca. 5  $\mu\text{m}$  geschert wurde und in ca. 1,5  $\mu\text{m}$  Tiefe zerbrochen ist. Der oberste Teil des Markers wurde um 16  $\mu\text{m}$  verschoben, der untere Teil um bis zu 4  $\mu\text{m}$ . Auch die weiße Phase über dem um 4  $\mu\text{m}$  verschobenen Markerteil ist aus Platin, sie ist einem anderen Marker zuzuordnen, der über den betrachteten Marker geschoben wurde. Abbildung 6.7(a) zeigt die Topographieaufnahme eines über 1 200 m gelaufenen Stifts des Systems Wiper A (alle oben gezeigten Markerergebnisse sind am System Wiper D entstanden). Die blauen Linien zeigen die mit Bildkorrelation ermittelten ursprünglichen Positionen der Platinmarker an, die blauen Ziffern markieren deren Tiefe. Die orangefarbenen gestrichelten Linien zeigen die ursprüngliche Position der ungefüllten Gräben im Stift. Aus der Abbildung ist zu erkennen, dass die untere Bildhälfte von einem dritten Körper bedeckt ist, wohingegen dies für die obere Hälfte nicht der Fall zu sein scheint. Der unterste, 1  $\mu\text{m}$  tiefe Marker ist um mehrere Mikrometer verschoben, der Marker darüber mit einer Tiefe von 3  $\mu\text{m}$  ist leicht rotiert. Alle anderen Marker befinden sich auf ihrer ursprünglichen Position. Die ungefüllten Gräben sind in der unteren Bildhälfte im Gegensatz zu denen der oberen Bildhälfte nicht mehr zu erkennen. An beiden ungefüllten Gräben wurden FIB-Schnitte angefertigt. Die Position und Lage der Schnitte ist mit den blauen bzw. roten Trapezen angegeben. Abbildung 6.7(b) zeigt den Querschnitt des ungefüllten Grabens, der in Teilabbildung 6.7(a) rot markiert ist. Der nach der Präparation ungefüllte Graben ist eindeutig mit feinsten, nanometergroßen Verschleißteilchen gefüllt und durch plastische Verformung in einem Mikrometer Tiefe verschlossen. Abbildung 26 im Anhang (S. 137) zeigt den in Abbildung 6.7(a) blau markierten FIB-Schnitt am ungefüllten Graben. Auch hier sind einzelne Verschleißteilchen nicht mehr auflösbar und damit im Bereich mehrerer 10 bis 100 nm Größe. Die unterschiedlichen Grautöne der Füllung im Graben deuten einen Schichtaufbau an.

**Analyse der Galliummarker** Neben den Platinmarkern in Stift und Scheibe kamen in den Scheiben auch Galliummarker zum Einsatz (vgl. 3.2.1). Diese Marker wurden in der Mitte der Spur zwischen Mikrobohrungen präpariert. Die angegebenen Gleitwege beziehen sich immer auf den Stift. Die Marker in der Scheibe erfuhren bei 1 200 m Stiftgleitweg ca. 9 200 Überfahrten oder 45 m an Gleitweg. Die Ergebnisse der Gallium-Marker liegen sowohl für das System WA T6 als auch für das System WD vor. An beiden Systemen wurden die Marker mit AES-Linientiefenprofilen analysiert, d. h. es wurde mit AES ein Linienprofil aufgenommen und im Anschluss 3 nm mit Argonionen abgesputtert. Die Wiederholung dieser Schritte ermöglicht die Erstellung eines zweidimensionalen Elementmappings entlang einer Linie auf der Oberfläche über die Tiefe. Die Tiefe von 3 nm pro Sputterschritt bezieht sich auf eine Si-Referenz. Sputterversuche an AlSi im XPS zeigten jedoch für 500 nm Sputtertiefe eine gute Übereinstimmung mit einem Fehler von 10 bis 15 %.

Abbildung 6.9 zeigt das Linien-Tiefenprofil der Galliumkonzentration in der gelaufenen Scheibe des Systems WA T6 über die Tiefe. Die Daten zum Reibexperiment über 1 200 m bei 25 MPa sind in Abbildung 5.8, S. 66 gezeigt. Die Position der Linie auf der Oberfläche ist im Anhang (Abb. 22, S. 133) dargestellt. Aus diesem Topographiebild konnte auch die Grenze des Galliummarkers identifiziert werden. An einem ungelassenen Galliummarker wurde die Unschärfe des Markers mit ca. 5  $\mu\text{m}$  gefunden. Die Auflösungsgrenze der AES für Gallium beträgt ein Atomprozent. Bezogen auf das Linientiefenprofil in Abbildung 6.9 ist also kein Gallium auf

6 Vorgänge im Reibkontakt

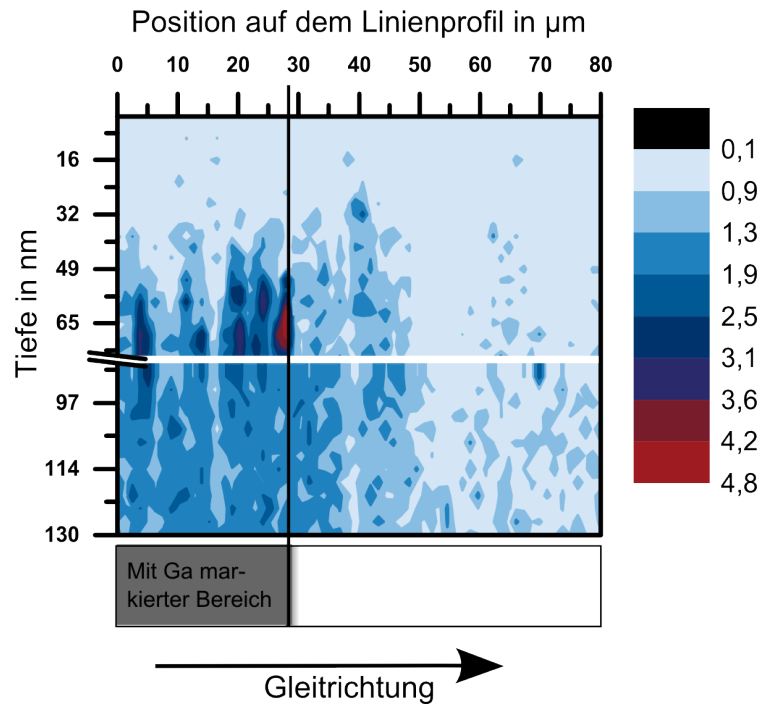
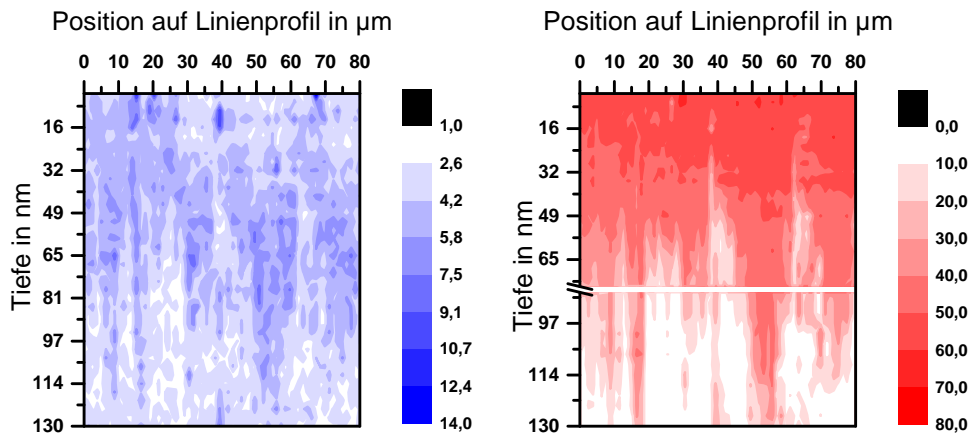


Abbildung 6.9: Ga-Linienprofil des in Abb. 22 dargestellten Bereichs über die Tiefe.



(a) AES-Linienprofil von C über die Tiefe. (b) AES-Linienprofil von O über die Tiefe. Achsenunterbrechung wegen fehlerhafter Messdaten.

Abbildung 6.10: AES-Linienprofile über die Tiefe an der Scheibe des Systems WA T6. In Abb. 22 ist der Aufnahmebereich dem Topographiebild zugeordnet.

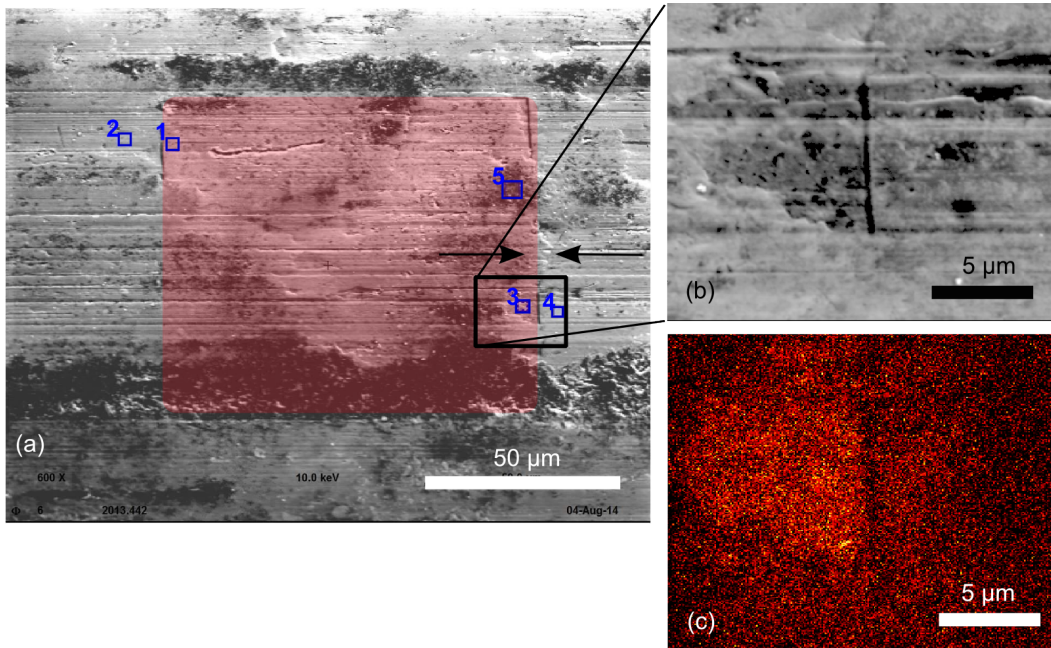


Abbildung 6.11: (a) REM-Aufnahme des Gallium-Markers im System WD nach der tribologischen Belastung. Der rote Bereich markiert die Fläche des ursprünglichen Gallium-Markers. Die schwarzen Pfeile markieren die Endpunkte des AES-Linienprofils. (b) REM-Aufnahme des Bereichs, an dem ein AES-Mapping durchgeführt wurde. Die schwarze Linie zeigt die Grenze des Ga-Markers an (Kohlenstoff). (c) Ga-Elementverteilung aus AES-Mapping.

der Linienprofilposition von 50 bis 80 µm zu finden und auch in den ersten 30 bis 40 nm Tiefe liegt kein Gallium vor. Ab dieser Tiefe entspricht der Galliumkonzentrationsverlauf dem im XPS gefundenen Verlauf des präparierten Markers mit einer verhältnismäßig konstanten Galliumkonzentration zwischen 3 und 4 at-% in einer Tiefe von 40 bis 90 nm und anschließend abnehmender Konzentration in zunehmender Tiefe. Die fehlenden Daten zwischen 70 und 78 nm Tiefe sind auf einen Artefakt in der Messung zurückzuführen.

Die aus dem Linientiefenprofil gemessenen Konzentrationsverteilungen von Kohlenstoff und Sauerstoff sind in Abbildung 6.10 gezeigt. Kohlenstoff liegt bis in eine Tiefe von 80 bis 90 nm in Konzentrationen zwischen 6 und 10 at-% vor und sinkt mit zunehmender Tiefe auf unter 4 at-% in 130 nm Tiefe. Sauerstoffkonzentrationen zwischen 70 und 80 at-% sind bis in 30 bis 40 nm Tiefe vorhanden. Die Sauerstoffkonzentration sinkt mit zunehmender Tiefe. Die Auswertung der Auger-Spektren von Aluminium zeigte, dass bis in 30 nm Tiefe lediglich Aluminiumoxid vorliegt und der Anteil an metallischem Aluminium über die Tiefe kontinuierlich zunimmt. Weitere Linientiefenprofile von Aluminium, Calcium, Silicium und Schwefel sind im Anhang, Abb. 24, S. 135, dargestellt.

Abbildung 6.11 zeigt SE-Bilder des tribologisch belasteten Galliummarkers aus dem Markerversuch am System WD mit 1 200 m Gleitweg bei 35 MPa und 0,8 m/s (vgl. Abb. 6.4 für Reibkräfte). Die blauen, mit 1 bis 5 nummerierten Quadrate zeigen die Messpunkte von Punktspektren an. Spektren 1 bis 4 stimmen bis auf 5 at-% Abweichung überein (Anhang, Abb. 27, S. 137), lediglich für Punktspektrum 5 liegt eine um Faktor 4 bis 5 erhöhte Ca- und S-Konzentration vor (Anhang, Abb. 28, S. 137). Das rote Rechteck im Topographiebild zeigt die ursprüngliche Position des

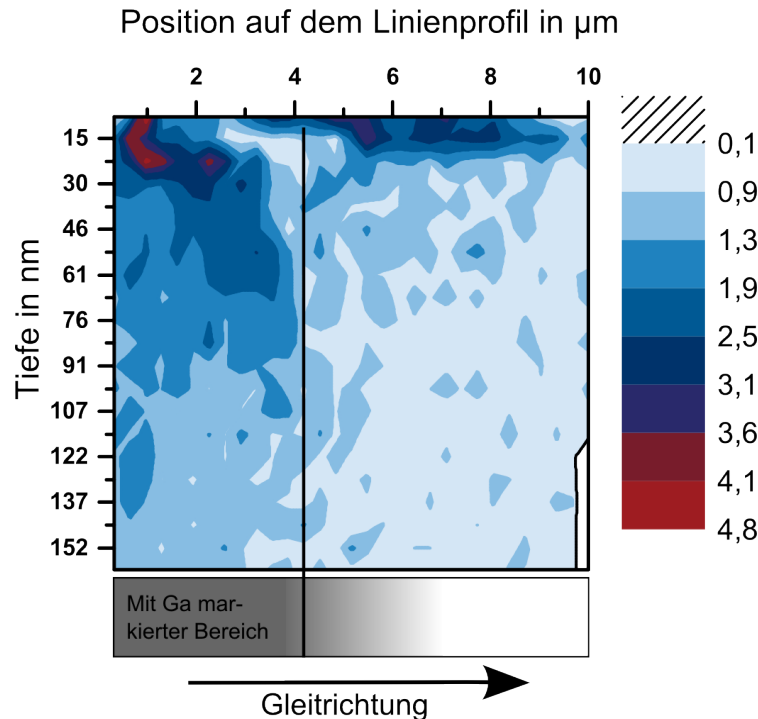


Abbildung 6.12: Ga-Linienprofil des in Abb. 6.11 mit den Pfeilen eingegrenzten Bereichs über die Tiefe. Vgl. auch Schröckert [83].

Ga-Markers. Diese ist auch an den schwarzen Linien in der linken und rechten oberen Ecke und auch im vergrößerten Ausschnitt in Teilabbildung (b) zu erkennen. Bei diesen Linien handelt es sich um Kohlenstoffverunreinigungen, die während des Abrasterns mit dem Ionenstrahl am Rand des Markerfeldes abgeschieden wurden. Abbildung 6.11 (c) zeigt die Elementverteilung von Gallium in 5 nm Tiefe des in Teilabbildung (b) dargestellten Bereichs. Die Elementverteilung zeigt eine deutliche Konzentration von Gallium in der Mitte der linken Bildhälfte, in den linken Ecken ist, wie in der rechten Bildhälfte, kein Gallium zu finden. Die Elementkonzentrationen von Aluminium, Calcium und Kohlenstoff in diesem Bereich sind in Abbildung 29 im Anhang, S. 137, gezeigt. Aluminium ist weitgehend homogen verteilt, Kohlenstoff beschränkt sich auf die dunkle Linie aufgrund der Gallium-Abscheidung, und die den Gallium-Bereich begrenzende Linie und Calcium ist hauptsächlich im linken, oberen Bereich des gerasterten Feldes zu sehen.

Die beiden Pfeile in Teilabbildung 6.11 (a) zeigen die Endpunkte des Linientiefenprofils an, das an dieser Probe aufgenommen wurde und in Abbildung 6.12 dargestellt ist.

Mit Hilfe der in Abbildung 6.11 erkennbaren Kohlenstofflinien ist der Rand des Galliumfeldes deutlich einzugrenzen und der Position von 4  $\mu\text{m}$  auf dem Linienprofil zuzuordnen. Das ursprüngliche Tiefenprofil der Gallium-Konzentration ist im Bereich des Markers von 0 bis 4  $\mu\text{m}$  auf dem Linienprofil noch teilweise erkennbar, da die Konzentration von ca. 3 at-% bis in 30 nm Tiefe vorliegt und dann mit zunehmender Tiefe geringer wird. Bis in eine Tiefe von 20 nm wurde auf der Linienprofillänge von vier bis neun Mikrometern eine signifikante Galliumanreicherung gemessen. Abbildung 6.13 zeigt die Linientiefenprofile von Kohlenstoff und Sauerstoff aus dem in Abbildung 6.11 markierten Bereich. Das Tiefenprofil der Kohlenstoffkonzentration



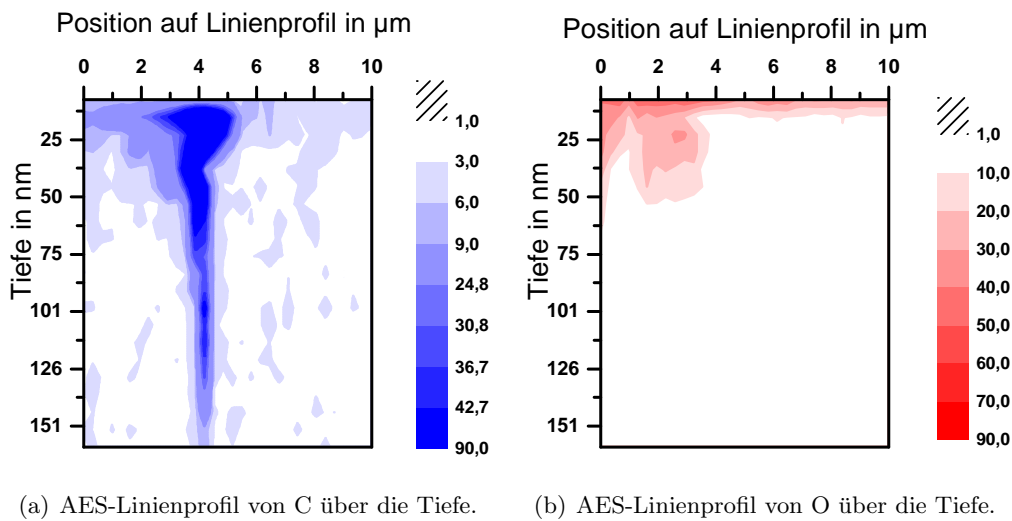


Abbildung 6.13: AES-Linienprofile über die Tiefe an der Scheibe des Systems WD. In Abb. 6.11 ist der Aufnahmebereich dem Topographiebild zugeordnet. Vgl. auch Schröckert [83].

zeigt eine Konzentration von bis zu 90 at-% an der Grenze des Galliummarkerfeldes. Bemerkenswert ist die Tatsache, dass das erste mit AES aufgenommene Linienprofil in 5 nm Tiefe keine erhöhte Kohlenstoffkonzentration zeigt. Signifikante Sauerstoffkonzentrationen beschränken sich im Bereich des Linientiefenprofils auf eine Tiefe von 50 nm bis zu einer Linienposition von 4  $\mu\text{m}$  bzw. auf eine Tiefe von 12 nm für die Linienposition von 4 bis 10  $\mu\text{m}$ . Weitere Linientiefenprofile der Elemente Calcium, Schwefel, Silicium und Aluminium sind im Anhang in Abbildung 25, S. 136 dargestellt.

## 6.2 Diskussion

**Vorbemerkung zu AES Linientiefenprofilen** In den gezeigten Linientiefenprofilen ist keine topographische Information enthalten. Rauheitseinflüsse werden in den Tiefenprofilen nicht dargestellt. Abhängig von der Rauheit und der Position der Sputterquelle bleibt das Rauheitsprofil während des Sputterprozesses erhalten oder es kommt zu Abschattungseffekten, die die erhaltenen Tiefenprofile verfälschen. Darüber hinaus sind die Tiefenprofile aufgrund der im Verhältnis zur Länge des Profils geringen Sputtertiefen stark überhöht, beispielhaft sichtbar am Si-Korn in Abb. 25(b).

### 6.2.1 Vergleich der Marker in Stift und Scheibe

Der Gleitweg von 32 000 m für den Stift im Längsten der Markerversuche, die mit konstanten Bedingungen von 0,8 m/s und 35 MPa gefahren wurden, entspricht 244 000 Überfahrten der Marker auf der Scheibe oder einem Gleitweg von ca. 1200 m für die Scheibenmarker. Damit sind die Verschiebungen der Marker im Stift der Versuche bis 1 200 m Gleitweg unter dem Aspekt des Gleitwegs mit den Markern in der Scheibe vergleichbar. Zwar haben beide Marker keine vergleichbaren Reibarbeiten erfahren, da Einlaufeffekte die Reibkraft im Verlauf des Versuchs über 11 h

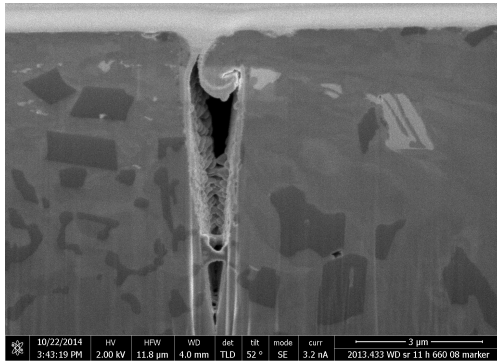


Abbildung 6.14: FIB-Schnitt an einem ungefüllten Graben eines Markerversuchs nach 11 h bei 35 MPa und 0,8 m/s. Eine geringere Vergrößerung des Bereichs ist in Abb. 4.10(b), S. 48 gezeigt.

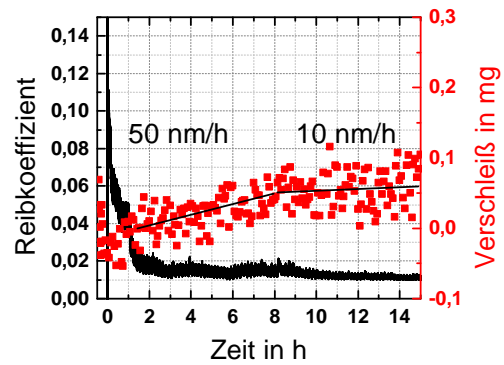


Abbildung 6.15: Reibungs- und Verschleißsignal bis 15 h Versuchsdauer eines RNT-Versuchs am System WD Sr bei 35 MPa und 0,8 m/s (vollständiger Versuchsverlauf in Abb. 4.5(c), S. 44.

reduzierten, aber in Kapitel 5 wurde ja bereits gezeigt, dass die Reibarbeit nicht die entscheidende Größe für die Markerverschiebung ist. An den ungefüllten Gräben in der Scheibe ist nach 1200 m Gleitweg für die Scheibenmarker eine deutliche Verschiebung in der Randzone zu erkennen (Abb. 6.14). Die geringere Tiefenwirkung der plastischen Verformung in den Scheiben des Systems WD im Vergleich zu den Stiften scheint daher auf die durch die Endbearbeitung eingestellte Randzone zurückzuführen zu sein (vgl. Diskussion in Kapitel 4).

## 6.2.2 Zuverlässigkeit der Marker

Wie bereits in Abschnitt 4.2.4 auf Basis der Markeranalyse in den Scheiben ausgeführt, zeigen die Platinmarker zuverlässige Ergebnisse für Verschiebungen, die tiefer als einen Mikrometer in die Randzone reichen. Die Zuverlässigkeit der Marker in diesem Tiefenbereich wird auch durch die gute Übereinstimmung der Verschiebungsanalyse durch die Topographieaufnahmen (Abb. 6.6) mit der Analyse der Verschiebung der Marker, wie sie an den Markerquerschnitten zu erkennen ist, bestätigt (vgl. Abb. 6.16). Die Platinmarker sind jedoch keine geeignete Methode zur Darstellung der Scherung in Tiefenbereichen, die einem ausgeprägten Schergradienten unterliegen, da nur in drei Fällen ein Zerbrechen der Marker wie in Abb. 6.8 bei gleichzeitigem Erhalt der Bruchstücke beobachtet wurde. Bei der häufiger auftretenden Verbiegung der Marker kann die Verschiebung des über die Marker fließenden Materials nicht quantifiziert werden (vgl. Abb. 3 im Anhang, S. 122). Mit diesem Vorgang ist auch die Tatsache zu erklären, dass die 1 µm tiefen Platinmarker im Schnitt größere Verschiebungen zeigen als die in größere Tiefen reichenden Marker (Abb. 6.6).

Die Streuung der Verschiebungen der Marker von bis zu 100 % (vgl. Abschnitt 4.2.4 und Markerquerschnitte im Anhang, Abb. 3 bis 5, S. 122) wird auf Inhomogenitäten im Reibkontakt zurückgeführt. Diese Inhomogenität wird auch deutlich an Topographieaufnahmen der Galliummarker sichtbar (Abb. 6.11). Teilweise ist die durch das Abrastern des Ionenstrahls entstandene Kohlenstoffablagerung am Markerrand noch sichtbar, teilweise scheint sie überschmiert oder auch verschlissen. Es ist da-

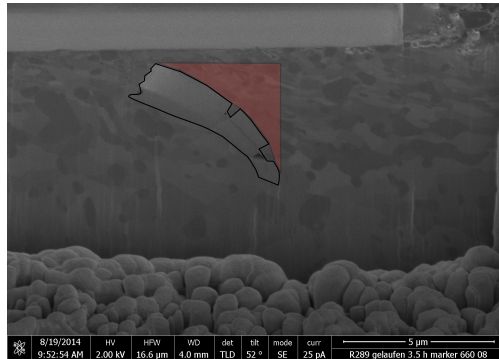
mit auch zu erwarten, dass Ergebnisse der Galliummarkerverschiebung, wie sie über die AES-Linientiefenprofile ermittelt wurden, stark lokal streuen. Beispiele für die Inhomogenität der Oberfläche und damit des dritten Körpers im Anfangsstadium des Reibkontakts sind die beschriebenen Unterschiede der Punktspektren (Anhang, Abb. 27 und 28) an verschiedenen Punkten der Oberfläche (Abb. 6.11) und die Inhomogenität der Oberfläche, wie sie durch das Abrastern mit AES dargestellt wurde (Abb. 29). Dennoch geben die Ergebnisse der Galliummarker Aufschluss über Vorgänge im Reibkontakt. Die Empfindlichkeit auf lokale Effekte muss jedoch berücksichtigt werden.

### 6.2.3 Ausbildung eines Schergradienten im Stift

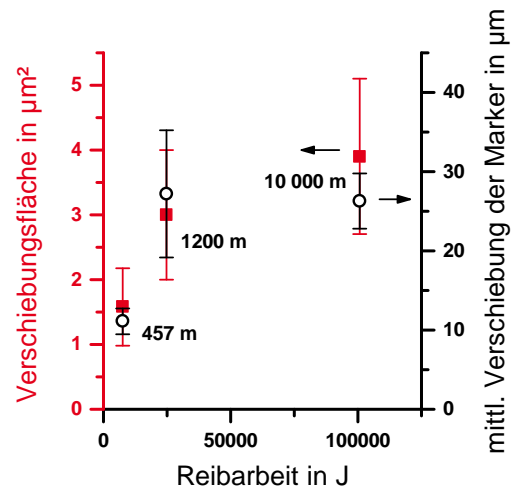
Der Gleitweg von 1 200 m und damit der Großteil der plastischen Verformung der Randzone ist bei den gegebenen Gleitgeschwindigkeiten nach 30 min erreicht. Das zeigt die Analyse der Marker nach verschiedenen Laufwegen, wie sie in Abb. 6.16(b) sowohl für die Verschiebung aus den Oberflächenaufnahmen der Marker (Abb. 6.5(a)) als auch aus den von den Markern im Querschnitt überstrichenen Flächen ermittelt wurde (Abb. 6.16(a)).

Verschleißentstehung sowohl durch Oberflächenzerrüttung („Ratchetting“) [45; 46; 49], Ermüdung im Bereich der Kurzzeitfestigkeit [18] oder das Herausbrechen von nanometergroßen Verschleißteilchen [15; 71] ist immer mit plastischer Verformung der Randzone verbunden (vgl. auch Kapitel 4). Aufgrund der Markerergebnisse ist also eine deutliche Änderung in der Verschleißrate bereits nach 30 min zu erwarten. RNT-Versuche zeigen jedoch erst nach 8 bis 10 Stunden eine messbare Änderung der Verschleißrate (vgl. Abb. 6.15). Der Unterschied wird durch die Ausbildung eines Schergradienten im Anfangsstadium der Versuche erklärt. Die Fehlerbetrachtung der Platinmarker hat gezeigt, dass diese die Scherung in der Randzone nur für Tiefen von einem Mikrometer und tiefer zuverlässig darstellen. Die Markerergebnisse deuten darauf hin, dass am untersuchten System WD im Stift-Scheibe-Tribometer die Scherung in diesem Tiefenbereich nach dem betrachteten Gleitweg von 1200 m abgeschlossen ist und sich ein Schergradient ausbildet, d. h. die Scherung auf die Tiefe bis zu einem Mikrometer unter der Oberfläche beschränkt wird. Zwar wurde der Markerversuch mit dem Gleitweg von 10 000 m nicht wiederholt und auch die Stiftmarker nach dem Gleitweg von 32 000 m bzw. 11 h konnten nicht gefunden werden. Der Wert von 1 200 m ist also nicht durch reproduzierte Ergebnisse abgesichert. Für diese Erklärung spricht jedoch die Tatsache, dass die Ausbildung des beschriebenen Schergradienten sich bereits in der Markeranalyse der Versuche bis 1 200 m Gleitweg andeutet. So zeigt der Marker in Abbildung 6.8 deutlich die um Faktor 5 größere Verschiebung des Materials in 1  $\mu\text{m}$  Tiefe verglichen mit der Verschiebung in 2  $\mu\text{m}$  Tiefe. Auch die größere Verschiebung der 1  $\mu\text{m}$  tiefen Marker zeigt die Ausbildung des Gradienten bei 1 200 m Gleitweg (Abbildung 6.6).

Aus den vorliegenden Ergebnissen wird damit die Modellvorstellung aufgebaut, dass die Scherung im initialen Reibkontakt bis ca. 1 200 m Gleitweg bis in Tiefen von 3 bis 5  $\mu\text{m}$  stattfindet. Gleichzeitig beginnt sich ein Schergradient auszubilden, der dazu führt, dass der Großteil der Verschiebungen ab einem Gleitweg von 1200 m auf die Randzone bis zu einem Mikrometer Tiefe beschränkt wird. Die Vorgänge in diesem Tiefenbereich scheinen das weitere Einlaufverhalten zu beeinflussen und werden dafür verantwortlich gemacht, dass sich die Verschleißrate nach einer Versuchsdauer von 8 bis 10 h verringert. In diesem Tiefenbereich werden mit XPS auch relevante



(a) Prinzipskizze zur Bestimmung der Verschiebungsfläche.



(b) Auftragung der mittleren Verschiebungen, wie sie aus den Oberflächenaufnahmen gefunden wurden (Abb. 6.6, rote Kreise) und der Fläche, die die 6 µm tiefen Marker im FIB-Schnitt verschoben wurden, über die Reibarbeit im Versuch. Zu jedem Versuch ist der Stiftgleitweg in Metern angegeben.

Abbildung 6.16: Aus FIB-schnitten an Markern ermittelte Verschiebungsprofile.

chemische Veränderungen gefunden. FIB-Analytik zeigt Hinweise auf mechanische Vermischung in diesem Tiefenbereich (Abb. 5.11(d), S. 69).

Die in Kapitel 5 vorgestellten Nanoindenterergebnisse, die für die Stifte der Systeme WA Sr und WA T6 nach 1200 m Gleitweg vorliegen, zeigen für diese beiden unterschiedlich einlaufenden Systeme für eine Eindringtiefe von 20 nm deutliche Unterschiede, nicht mehr jedoch für Eindringtiefen von 200 nm. Unter Berücksichtigung der Abschätzung, dass das für die Härtewerte relevante Volumen um Faktor 10 größer als die Eindringtiefe ist [31], zeigen auch diese Ergebnisse, dass das relevante Volumen für Reibung und Verschleiß auf eine Tiefe zwischen 200 nm und weniger als 2 µm beschränkt ist (Anhang, Abb. 19, S. 131).

### 6.2.4 Die Entstehung des dritten Körpers: Faltung vs. Wiederanlagerung

In diesem Abschnitt sollen auf Basis der vorgestellten Ergebnisse die Vorgänge diskutiert werden, die zu der Entstehung des dritten Körpers und damit schließlich zum Einlauf des tribologischen Systems führen. Dabei wird die Definition des dritten Körpers über die chemische Zusammensetzung verwendet (Abschnitt 2.3.2).

Veränderungen der chemischen Zusammensetzung der Randzone sind über mechanische Vermischung aufgrund plastischer Verformung denkbar, wie sie z. B. von Beckmann u. a. [2] über ein Auffalten von Material aufgrund unterschiedlicher Kornorientierungen oder auf einer größeren Skala von Young u. a. [110] aufgrund der hohen Scherungen im Kontakt gezeigt wurden (vgl. Abschnitt 2.3).

Bei diesen Vorgängen wird Randzonenmaterial nur umgeformt, verliert aber nicht den Kontakt mit dem ersten Körper. Dem gegenüber steht Godets Konzept des „natürlichen dritten Körpers“ (Abschnitt 2.3.2), bei dem Teilchen von den ersten

Körpern getrennt werden, im Reibkontakt plastisch verformt werden und mit Ölbestandteilen reagieren und dann auf der Oberfläche einen dritten Körper ausbilden. Beide Wege der Ausbildung des dritten Körpers können als mechanische Vermischung bezeichnet werden. Die vorgestellten Ergebnisse werden im Folgenden unter der Fragestellung diskutiert, welche Vorgänge im Reibkontakt zum gefundenen dritten Körper führen.

Die folgenden Punkte sprechen für die Ausbildung des dritten Körpers über ein Loslösen von Teilchen aus den ersten Körpern und eine Wiederanlagerung:

- REM-Aufnahmen deuten stark darauf hin; EDX-Messungen (Abschnitt 5.1.3) und FIB-Aufnahmen (Abb. 5.11) zeigen eindeutig, dass ein dritter Körper hauptsächlich aus Additivelementen und Aluminiumoxid auf dem Stift des Systems WA T6 aufwächst. Über den Eisenanteil kann keine Aussage getroffen werden. Die im FIB-Schnitt eindeutig erkennbare Grenzfläche zeigt das Inselwachstum des dritten Körpers von Bereichen mehrerer 100 nm Dicke an.
- Die in Abbildung 6.7 gezeigten Oberflächenbilder und FIB-Querschnitte am Stift des Systems WA (siehe auch Anhang, Abb. 26, S. 137) lassen verschiedene Schlüsse zu:
  - Die nach der Präparation ungefüllten Gräben zeigen in den Querschnitten eine Füllung, die als Verschleißteilchen interpretiert wird. Der Querschnitt am mit drittem Körper bedeckten, ursprünglich ungefüllten Graben zeigt eindeutig, dass der Graben zugeschoben wurde. Da er mit Verschleißteilchen gefüllt ist, muss diese Füllung vor der Verschiebung des Randzonenmaterials über den Marker passiert sein. Der im Bereich der Marker zeitlich erste Schritt im Kontakt war also vermutlich die Füllung des Kontakts mit Teilchen aus den ersten Körpern, die an anderer Stelle des Stifts oder der Scheibe entstanden sind.
  - Marker (sowohl der gezeigte ungefüllte Graben als auch die Platinmarker in der unteren Bildhälfte von Abbildung 6.7(a)) zeigen nur dann eine Verschiebung an, wenn sie vom dritten Körper bedeckt sind. Dies führt zusammen mit dem oben genannten Punkt zu der Modellvorstellung, dass, nachdem an anderer Stelle generierte Teilchen im Kontakt verteilt wurden, sich ein dritter Körper auf den ersten Körpern ausbildet. Ausschlaggebend dafür kann eine Druckerhöhung durch Änderungen in der Mikrogeometrie sein. Dieser dritte Körper nimmt dann Geschwindigkeitsunterschiede zwischen den ersten Körpern auf, überträgt Lasten und Reibkräfte und führt damit zu einer Verformung der Randzone im ersten Mikrometer Tiefe. Godets Modellvorstellung der Entstehung von Verschleißteilchen nach und aus der Bildung von TTS [28] bleibt dennoch gültig. So müssen sich in den über das gesamte System betrachteten ersten Kontakten der Asperitäten zunächst TTS ausbilden, bevor sich der oben beschriebene dritte Körper im Schmierspalt verteilt.
  - Für einen dritten Körper, der aus Materialverschiebung, möglicherweise verknüpft mit Faltung, entstanden ist, scheint sein Aussehen in Abbildung 6.7(a) zu homogen.
- Auch der im Anhang an den Markern des Stifts WA T6 dargestellte dritte Körper scheint zu homogen für eine Entstehung über Materialverschiebung.

Die Kontrastentstehung in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung zeigt die Existenz eines, wenn auch in manchen Bereichen nur wenige 10 nm dicken, homogenen dritten Körpers an (Abb. 14).

- Der Galliumkonzentrationsverlauf über die Tiefe aus dem Linientiefenprofil in Abbildung 6.9 zeigt in der linken Bildhälfte (Bereich des präparierten Markers) eine gute Übereinstimmung mit dem über XPS gemessenen Tiefenprofil der Galliumkonzentration im tribologisch unbelasteten Marker (Abb. 3.6), allerdings mit einem Offset von 30 bis 40 nm in der Tiefe. Da das Tiefenprofil vollständig erhalten ist, scheint der Galliummarker im Messbereich nicht verschlissen. Vielmehr deuten die über AES ermittelten Profile anderer Elemente auf einen dritten Körper aus Calciumaluminat hin. Die REM-Aufnahme des Bereichs, aus dem das Tiefenprofil ermittelt wurde, deutet ebenfalls nicht auf eine Ausbildung des dritten Körpers über Materialverschiebung hin, da dafür eine zungenähnliche Morphologie zu erwarten wäre. Darüber hinaus war die Gleitrichtung des Stifts über den Marker in Abbildung 6.9 von links nach rechts. Da der Tiefenbereich der ersten 30 nm kein Gallium enthält, kann dieses Material nicht oder nur zu einem geringen Teil aus dem Bereich von 100  $\mu\text{m}$  links der Markergrenze kommen, da andernfalls auch Gallium enthalten sein müsste.

Vor allem die Ergebnisse, die am System WD Sr erhalten wurden, lassen jedoch auch andere Interpretationen als die der Entstehung des dritten Körpers durch ein Loslösen und Wiederanlagern von Teilchen zu.

- REM-Aufnahmen von der Oberfläche der Stifte des Systems WD deuten auf einen im Vergleich zum System WA T6 dünneren und inhomogenen Tribofilm hin. Mit FIB-Querschnitten konnte kein ausgeprägtes Inselwachstum nachgewiesen werden. Der Vergleich der XPS-Tiefenprofile der Stifte zeigt mit einer doppelt so hohen Konzentration der Elemente Calcium und Phosphor aus Öladditiven und einem doppelt so tiefen Eintrag von Sauerstoff am Stift des Systems T6 die entsprechenden Unterschiede (Abb. 23 (a) und (b), S. 134 im Anhang). Auf Grundlage dieser Ergebnisse ist am System WD auch die Ausbildung eines dritten Körpers über Faltung oder andere mechanische Vermischungsprozesse ohne ein Loslösen von Teilchen vom ersten Körper denkbar.
- Die chemischen Tiefenprofile der Scheiben zweier repräsentativer, eingelaufener Versuche an den Systemen WA und WD sind sowohl im Bezug auf den Sauerstoffeintrag und den Gehalt an Aluminiumoxid als auch hinsichtlich der Konzentrationen der Additivelemente sehr gut vergleichbar (Abb. 23 (c) und (d), S. 134 im Anhang). Die über die AES-Linientiefenprofile gefundenen Unterschiede zwischen den Markern der Systeme WA und WD müssen also keineswegs zwingend auf Unterschiede in den Systemen selbst zurückzuführen sein, sondern können auch auf Inhomogenitäten in der Reibspur beruhen, wie sie ebenfalls mit AES über Punktspektren nachgewiesen wurden (Abb. 6.11 und Abb. 27 und 28 im Anhang, S. 137). Dennoch sind die Ergebnisse beider Galliummarker gültig und wurden an für die jeweiligen Proben repräsentativen Probenbereichen ermittelt, soweit deren Bestimmung über die Topographie dies zulässt.

- Das Linientiefenprofil des Galliummarkers am System WD zeigt eindeutig eine Materialverschiebung an, die nicht durch reine Scherung zustande gekommen sein kann, da der Kohlenstoff, der am Rand des Galliummarkers während der Markerpräparation abgeschieden wurde, zwar nicht mehr an der Oberfläche, jedoch ab einer Tiefe von 15 nm zu finden war (Abb. 6.13(a)). Dies geht auch aus der Übersichtsabbildung 6.11 des Galliummarkers hervor, in der die Position des Linienprofils eindeutig einem Bereich ohne Kohlenstofflinie entspricht. Bei einer reinen Scherung wäre der Kohlenstoff im Reibexperiment mit verschoben oder verschlissen worden. Die Linientiefenprofile zeigen jedoch eindeutig, dass Material über und auf den Kohlenstoff am Rand des Markers gebracht wurde, ohne diesen zu verschieben. In der linken Bildhälfte von Abb. 6.9, d. h. im präparierten Bereich des Markers, ist aus dem Vergleich des Galliumtiefenprofils mit dem ungelauenen Profil zu erkennen, dass der Marker um 20 bis 30 nm verschlissen scheint. Für den Materialtransport über den Kohlenstoff hinweg sind damit sowohl das Loslösen von Teilchen und deren Wiederanlagerung als auch eine Faltung von Material denkbar. Gegen die Möglichkeit der Wiederanlagerung spricht die geringe Konzentration von Sauerstoff und Kohlenstoff im verschobenen Teil des Markers, da erwartet wird, dass ein aus dem ersten Körper herausgelöstes Teilchen unmittelbar mit den Umgebungselementen reagiert und sich, wie im Fall des Galliummarkers am System WA, Calciumaluminat oder andere Phasen mit Öladditiven ausbilden.
- Im Falle eines flächig ausgebildeten dritten Körpers im Reibkontakt müssten sich die Oberflächen von Stift und Scheibe zumindest im Bereich der ersten Nanometer in ihrer chemischen Zusammensetzung ähnlich sein. Die Hauptlegierungsbestandteile Fe bzw. Al nehmen jedoch in 50 nm Tiefe bereits einen Anteil von 30 at-% ein. Im Falle der Wiederanlagerung muss es also immer zur Ausbildung von Inseln des dritten Körpers auf den Oberflächen kommen. Auf den Scheiben wurde mit XPS kein Eisenoxid gefunden. Die EDX-Messungen (Abb. 5.12, S. 69) zeigen, dass das mit XPS gefundene Aluminiumoxid auf den Stiften in den Inseln des dritten Körpers gemeinsam mit Elementen aus dem Öl sitzt.

Auf Basis dieser Gegenüberstellung sprechen vor allem für den Stift des Systems WA T6 die Ergebnisse für die Entstehung eines dritten Körpers durch Wiederanlagerung von Teilchen zusammen mit Ölbestandteilen. Am System WD ist der dritte Körper nur schwach ausgeprägt, daher kann hier keiner der vorgestellten Mechanismen ausgeschlossen werden.

### 6.3 Zusammenfassung

Die über das Kennfeld von Einlaufpunkten gefahrenen Versuche (Abb. 6.2) zeigten die Abhängigkeit des Einlaufverhaltens des Systems WD Sr von der Geschwindigkeit. Eine Abhängigkeit von der Last wurde nicht gefunden. Auf Basis der Ergebnisse dieser Kennfeldversuche wurde der Betriebspunkt von 35 MPa und 0,8 m/s für weitere Markerversuche ausgewählt. Die Markerversuche über unterschiedliche Gleitwege deuten darauf hin, dass der Großteil der Verschiebungen in Tiefen über einem Mikrometer unter der Oberfläche nach 1 200 m Gleitweg abgeschlossen ist. Aus dem Vergleich mit RNT-Versuchen scheint eine weitere plastische Verformung

## 6 Vorgänge im Reibkontakt

der Randzone im ersten Mikrometer Tiefe noch mehrere Stunden oder über 25 km Gleitweg abzulaufen, bevor sich die Verschleißrate und damit ein Mechanismus in der Randzonenverformung ändert.

Auf Basis der Ergebnisse der Galliummarker scheint sich am System WA und WA T6 der dritte Körper über das Loslösen und die Wiederanlagerung von Teilchen aufzubauen. Dafür sprechen auch die Ergebnisse an den ungefüllten Gräben. Im Gegensatz dazu kann am System WD lediglich eine bloße Verschiebung des Randzonenmaterials ausgeschlossen werden. Aus den zur Verfügung stehenden Ergebnissen wird nicht klar, ob es sich bei der Ausbildung des gefundenen dritten Körpers um Prozesse mit Loslösung vom ersten Körper oder um Faltungsprozesse handelt. Beides scheint für das System WD möglich.



# 7 Kapitelübergreifende Diskussion

In diesem Kapitel werden verschiedene Ergebnisse der drei vorangestellten Kapitel verknüpft und diskutiert. Dabei geht es um für Reibung und Verschleiß relevante Volumina und Gleitwege, einen Vergleich der unterschiedlich endbearbeiteten und wärmebehandelten Modifikationen und um die Frage, welche Schlussfolgerungen verallgemeinert werden können und welche speziell für die betrachteten Systeme gültig sind.

## 7.1 Relevante Gleitwege und Volumina für Reibung und Verschleiß

### 7.1.1 Für den Einlaufvorgang relevante Volumina

Einlaufvorgänge können sowohl für das Reibungs- als auch für das Verschleißverhalten betrachtet werden. Verschiedene RNT-Messungen zeigen deutlich, dass die Änderungen im Reibungs- und Verschleißverhalten entkoppelt sind. So kann der Reibwert wie in der Messung am System WD Sr (Abb. 6.15) nach einer Versuchszeit von zwei Stunden einen konstant niedrigen Reibwert unter 0,02 erreichen, wohingegen die Verschleißrate erst nach acht Stunden absinkt. Es können zum einen Systeme mit vergleichsweise hohen Verschleißraten aber dennoch niedrigen Reibwerten vorliegen (z. B. am System WA Sr, Abb. 5.7(c)) oder aber Systeme mit Reibkoeffizienten von 0,1 und Verschleißraten von unter 10 nm/h [52].

In der Diskussion in Kapitel 4 wurde bereits deutlich gemacht, dass das Verschleißverhalten der Scheiben von der Tiefe der gescherten Randzone und der Ausbildung eines Schergradienten abhängt. Die Diskussion in Kapitel 6 hat gezeigt, dass sich auch in den Stiften ein Schergradient ausbildet und das Verschleißverhalten im vorliegenden niedrigsten Verschleißratenregime vermutlich vom plastischen Verformungsverhalten der Randzone bis zu einem Mikrometer Tiefe abhängt. Dieses Volumen ist für die Verschleißentstehung im niedrigsten Verschleißratenregime relevant.

Die maximale Verschiebung, die an den 1  $\mu\text{m}$  tiefen Platinmarkern der Stifte gefunden wurde, liegt bei 35  $\mu\text{m}$  (Abb. 6.5(a)–(c)). An den untersuchten Scheiben zeigte der Galliummarker im System WA eine Verschiebung von etwa 20  $\mu\text{m}$  an. Im Verhältnis zum Gleitweg von 45 m (Scheibe) bzw. 1200 m (Stift) sind diese Verschiebungen verschwindend gering ( $3 \cdot 10^{-6} \%$ ). Das bedeutet, dass ein Großteil der Verschiebung von Stift und Scheibe gegeneinander vom dritten Körper und vom Öl aufgenommen werden muss. Diese beiden Volumina sind damit auch die relevanten Volumina für die Reibung. Ihre Anteile können mit den verwendeten Markertechniken nicht getrennt werden. Diese Ergebnisse bestätigen damit die Modellvorstellung von Berthier (vgl. Abschnitt 2.3.3, S.12).

Die Markertechniken ermöglichten die Quantifizierung der Verschiebungen in der Randzone in Tiefen von einem Mikrometer bzw. 100 Nanometern. Mit ihrer Hilfe konnte klar gezeigt werden, dass die Verschiebungen auch in der äußersten Randzone im Verhältnis zum Reibweg verschwindend gering sind. Die gezeigten Markerergeb-

nisse deuten stark darauf hin, dass Verschleißentstehung auf den ersten Mikrometer der Randschicht beschränkt ist. Durch die Trennung der relevanten Volumina für Reibung und Verschleiß ist der fehlende Zusammenhang zwischen der Änderung des Reibungs- und Verschleißsignals während des Einlaufs nachvollziehbar.

### 7.1.2 Für den Einlaufvorgang relevante Gleitwege

Auch wenn das Verhältnis der Geschwindigkeiten bei den geregelten Markerversuchen nicht den Erwartungen aufgrund der Kennfeldversuche entsprach, kann aus den Versuchen mit vergleichbaren Reibkraftverläufen dennoch der Verlauf des Geschwindigkeitssignals ausgewertet werden. Der ausgeprägte Regelungsbedarf der Geschwindigkeit zur Anpassung der Reibkräfte bis zu einem Gleitweg von 250 m ist auf den topographischen Einlauf, d.h. die Anpassung der Welligkeiten im Kontakt zurückzuführen. Bei 250 m Gleitweg sind Reibkräfte von 20 N erreicht und es ist von einem flächigen Kontakt von Stift und Scheibe ohne den Einfluss von Welligkeiten auszugehen. Ab einem Gleitweg von 600 bzw. 800 m besteht nur noch ein geringer Regelungsbedarf der Geschwindigkeit. Dieses Verhalten wurde auch für den Regelungsversuch am System WA T6 gefunden (vgl. Abb. 5.8) und wird als Anzeichen für die Ausbildung eines ersten stabilen Randzonenzustands interpretiert, auch wenn der Einlauf bei weitem noch nicht abgeschlossen ist. Unter die Ausbildung des Randzonenzustands fällt im System WD Sr die Ausbildung des beobachteten Schergradienten und im System WA T6 der gefundene, deutlich ausgeprägte dritte Körper (vgl. Abb. 15 im Anhang).

Die Betrachtung der Gleitwege oder Versuchszeiten, nach denen der Einlauf abgeschlossen ist, führt für die Systeme WA und WD zu unterschiedlichen Ergebnissen. Am System Wiper A fallen die Reibwerte unabhängig von der Geschwindigkeit nach Gleitwegen von ca. 10 000 m auf einen Wert von  $\mu < 0,02$ , wohingegen für das System WD Sr das Abfallen des Reibwerts deutlich von der Geschwindigkeit abhängt. Bei hohen Geschwindigkeiten werden niedrige Reibwerte von  $\mu < 0,02$  nach geringeren Gleitwegen von 2 500 m (2 m/s) bzw. 5 000 m (0,8 m/s) erreicht. Dieses deutlich unterschiedliche Einlaufverhalten lässt auf unterschiedliche Vorgänge beim Einlauf zwischen den Systemen WA und WD schließen, wie sie in Kapitel 6 diskutiert wurden.

## 7.2 Vergleich der Wirkungen von Wärmebehandlung und Endbearbeitung

In Kapitel 4 konnte gezeigt werden, dass das Verschleißverhalten mit zunehmender Passivkraft und damit zunehmender Tiefe der Gefügeveränderung durch die Endbearbeitung zunimmt. Unter dem Aspekt der Tiefenwirkung der Endbearbeitung stehen diese Ergebnisse im Widerspruch zum tribologischen Verhalten des wärmebehandelten Systems WA T6, das nach anfänglich vergleichsweise hohen Verschleißraten eine sehr geringe Empfindlichkeit und niedrigste Verschleißraten bei abgeschlossenem Einlauf zeigt. Dieser Widerspruch konnte mit Hilfe der Markerversuche aufgelöst werden, da die Wärmebehandlung und die dadurch unterschiedliche Dissipation der Kräfte während der Endbearbeitung im Vergleich zum System WA Sr zur Ausbildung eines deutlichen Schergradienten führt (Abb. 5.10, S. 68). Auf diesen Schergradienten, d. h. die Konzentration der plastischen Verformung an den ober-

flächennahen Bereich von einem Mikrometer, wird auf Basis dieser Ergebnisse das gute Verschleißverhalten der Systeme WA T6, UP und WD zurückgeführt. An dieser Stelle soll betont werden, dass es nicht die geringe Scherung oder plastische Verformung der Randzone an sich ist, die ein geringes Verschleißverhalten bewirkt, sondern die Konzentration dieser Verformung an die Oberfläche. Gewisse Randbedingungen wie z. B. die Fähigkeit des Systems, diese Gradienten ohne Schichtablösung aufzunehmen, müssen natürlich erfüllt werden.

## 7.3 Generalisierbarkeit der Ergebnisse

Die gezeigten Versuchsergebnisse an gedrehten AlSi9Cu3-Scheiben gegen 100Cr6-Stifte zeigen, dass nicht nur die Wahl der Werkzeuggeometrie und damit der Passivkraft oder die Si-Morphologie das tribologische Verhalten deutlich beeinflusst. Auch die Wahl der Betriebspunkte und das gewählte Prüfprogramm beeinflussen die Ergebnisse zur Beurteilung der Güte des tribologischen Systems sehr stark. Selbst bei der Beibehaltung möglichst vieler Randbedingungen müsste also die Übertragbarkeit der Ergebnisse beispielsweise auf einen reversierenden Gleitversuch experimentell überprüft werden. So ist das deutlich bessere Reibungs- und Verschleißverhalten des Systems WA T6 gegenüber WA Sr auf die Wärmebehandlung und die damit zusammenhängende Siliciumkorngrößenänderung, aber auch auf die Entfestigung der Randschicht und den sich ausbildenden dritten Körper zurück zu führen. Es ist bei diesem System unklar, welche Auswirkungen eine Änderung des Schmierstoffs oder der Parameter der Wärmebehandlung hätte. Größenordnungen von Verschleißraten, Tiefenwirkungen oder Verschiebungen sind daher nicht zu verallgemeinern.

Generalisierbar sind jedoch Ergebnisse und Tendenzen, die über die zwar von den Randbedingungen immer noch ähnlichen, aber dennoch tribologisch unterschiedlichen Systemen gefunden wurden. So ist die bereits von Berlet gezeigte Herangehensweise eines schonenden letzten Endbearbeitungsschritts für ein gutes Einlaufverhalten auch für die Endbearbeitung mit geometrisch bestimmten Schneiden effektiv.

Dennoch kann auch mit hoher Passivkraft ein gutes Einlaufverhalten erzielt werden (WA T6). Für viele verschiedene tribologische Systeme gültig scheint daher das Modell, dass die Scherung für niedrigste Verschleißraten an die Randzone konzentriert werden muss (vgl. auch Rigney [74], S. 8). Für metallische tribologische Systeme in einem vergleichbaren Belastungsbereich liegt die Tiefe dieser Randzone in der Größenordnung von einem Mikrometer.

Auf Basis der Markerergebnisse an den Systemen WA T6 und WD Sr scheinen auch die Größenordnungen der Verschiebungen in der Randzone von weniger als  $10^{-3}$  % des Gleitwegs und damit auch die Volumen, die zum Reibungsverhalten beitragen, auf andere metallische Tribosysteme bei vergleichbaren Rauheiten anwendbar. Die für die Systeme WA T6 und WD Sr gefundenen relevanten Gleitwege bis zur Ausbildung des Schergradienten scheinen wiederum systemspezifisch zu sein.

## 7.4 Anforderungen an die Endbearbeitung

Aus der Diskussion oben lässt sich damit für die Endbearbeitung die Anforderung ableiten, für eine gut einlaufende Oberfläche einen Gradienten in der plastischen Verformung einzustellen oder die Voraussetzungen dafür zu schaffen, dass sich dieser im initialen tribologischen Kontakt einstellen kann. Die Wege zur Erfüllung dieser

## 7 Kapitelübergreifende Diskussion

Anforderung sind stark systemabhängig. Lösungsansätze können jedoch unter Verwendung der passenden analytischen Methoden und mit einer strukturierten Herangehensweise beispielsweise über die Analyse des tribologischen Kreislaufs erarbeitet werden.

Für den von Kehrwald, Berlet und Scherge [3; 47; 80] begründeten Ansatz der energetischen Betrachtung der Kräfte während der Endbearbeitung und unter tribologischer Belastung bedeutet dies, dass sich die Untersuchung der dissipierten Reibleistung nicht auf Flächen, sondern auf die relevanten Volumina beziehen muss. Diese müssen für jedes System neu bestimmt werden.

## 8 Zusammenfassung

Auf Basis der Hypothese, dass ein submikrokristallines Gefüge in der Randzone das Einlaufverhalten positiv beeinflusst, wurden in der vorliegenden Arbeit verschiedene Randzonengefüge bei vergleichbaren Rauheitswerten am Stift-Scheibe-Tribometer untersucht. Die Messungen fanden am Materialsystem AlSi9Cu3 (Scheibe) gegen 100Cr6 (Stift) statt. Alle Versuche wurden mit Schmierung in der Mischreibung im Bereich niedrigster Verschleißraten gefahren. An einem Teil der Versuche wurde die Stiftverschleißrate mit Radionuklid-Technik gemessen. Die Analytik an ausgewählten Proben erfolgte mit Weißlichtinterferometrie, Rasterelektronenmikroskopie, rasternder Transmissionselektronenmikroskopie, Auger- und Röntgenphotoelektronenspektroskopie, röntgenographischer Eigenspannungsmessung und Nanoindentation.

Die Scherung in der Randzone der Reibpartner wurde mit verschiedenen Marker-techniken untersucht. Zum Einsatz kamen Gallium- und Platinmarker sowie Mikrobohrungen.

Die Randzonengefüge wurden durch unterschiedliche Schneidwerkzeuge bei spanender Endbearbeitung erhalten. Die Randzonen unterscheiden sich hauptsächlich durch die Tiefe des veränderten Bereichs von einem, fünf und neun Mikrometern. Darüber hinaus wurde für eine Endbearbeitung die Morphologie der Siliciumphase durch die Veredelung der Schmelze mit Strontium und durch eine Wärmebehandlung verändert.

Die Charakterisierung des tribologischen Verhaltens erfolgte über ein Prüfprogramm an unterschiedlichen Einlaufpunkten. Die Wichtigkeit der Überprüfung der Empfindlichkeit als Eigenschaft eines tribologischen Systems wurde gezeigt. Außerdem wurde durch das Abfahren des Kennfelds an Einlaufpunkten die Abhängigkeit des Einlaufverhaltens von der Geschwindigkeit für zwei Systeme mit den Tiefen der veränderten Randzone von fünf und neun Mikrometern ermittelt. An letzterem System wurde darüber hinaus eine Abhängigkeit des Verschleißverhaltens von der Last gefunden. An Systemen mit vergleichbarer Silicium-Morphologie nahmen Verschleiß und Empfindlichkeit mit geringerer Tiefe der veränderten Randzone ab. Niedrigster Verschleiß und geringste Empfindlichkeit wurden jedoch auch am wärmebehandelten System mit der am tiefsten veränderten Randzone von neun Mikrometern gefunden.

Durch den Einsatz der Marker konnten diese Zusammenhänge aufgeklärt werden. So zeigen die Ergebnisse, dass ein ausgeprägter Schergradient der plastischen Verformung im Reibkontakt zu niedrigen Verschleißraten führt. Die Ausbildung dieses Gradienten scheint durch die Einstellung eines Verformungsgradienten während der Endbearbeitung begünstigt zu werden.

Verschiedene Versuchsergebnissen zeigen, dass die Marker die Scherung in der Randzone von über einem Mikrometer Tiefe unter der Oberfläche reproduzierbar abbilden. Zur Darstellung der Scherung in Tiefen von weniger als einem Mikrometer unter der Oberfläche wurden Galliummarker eingesetzt und mit Augerelektronenspektroskopie analysiert. Die Auswertung der Galliummarker und leerer, mit dem Ionenfeinstrahl geschnittener Gräben zeigt, dass die Entstehung des dritten Körpers am System WA

## 8 Zusammenfassung

über das Loslösen und Wiederanlagern von Teilchen des ersten Körpers gemeinsam mit Ölbestandteilen abläuft. Am System WD ist neben der Wiederanlagerung auch ein Verformungsmechanismus über Faltung möglich. Eine reine Verschiebung des Randzonenmaterials kann mit den Ergebnissen ausgeschlossen werden.

Aus den Markerversuchen wurden Rückschlüsse auf die relevanten Volumina für Reibung und Verschleiß gezogen. Da die Verschiebung der Galliummarker in den ersten 100 nm der Randzone gegenüber dem Gleitweg verschwindend gering ist, werden die Geschwindigkeitsunterschiede zwischen den ersten Körpern vom dritten Körper und vom Öl aufgenommen. Diese stellen also das relevante Volumen für die Reibung dar. Im Bereich niedrigster Verschleißraten ist an den untersuchten Systemen das für die Verschleißentstehung relevante Volumen auf einen Mikrometer unter der Oberfläche beschränkt.

## 9 Ausblick

Aus der geführten Diskussion ergeben sich weitere Fragestellungen sowohl in Richtung Reibung als auch in Richtung Verschleiß, die verfolgt werden könnten.

Die bemerkenswert niedrigen Reibwerte, die am System WA T6 gefunden wurden, konnten auf den ausgeprägten dritten Körper zurückgeführt werden, der auf dem Stift dieses Systems vorhanden war. Da das verwendete Öl und auch die chemische Zusammensetzung der Reibpartner für die Systeme WA Sr und WA T6 konstant war, der deutliche dritte Körper jedoch auf dem Stift des Systems WA Sr nicht zu finden war, stellt sich die Frage, welchen Einfluss die mechanischen Eigenschaften der Randzone auf die Ausbildung des dritten Körpers haben. Weitere Untersuchungen müssten zeigen, ob die am System WA T6 beobachtete Entfestigung zur Ausprägung des dritten Körpers beiträgt. Alternativ könnten auch Eigenschaften der Bestandteile des dritten Körpers, die aus den ersten Körpern stammen, die Ausbildung des ersteren beeinflussen. Auch die Rolle von Schmierstoffadditiven könnte in diesem Zusammenhang beleuchtet werden.

Damit ist auch die Fragestellung verknüpft, welche Auswirkungen ein Hochlasteinlauf auf die Ausbildung des dritten Körpers auf der einen und den Gradienten in der Randzone auf der anderen Seite hat. Die positiven Wirkungen eines Hochlasteinlaufs wurden von Kehrwald [47]; Shakhvorostov u. a. [89] und Scherge u. a. [80] gezeigt. Hier spielen die oben genannten Zusammenhänge von Randzoneneigenschaften und der Ausbildung des dritten Körpers genauso eine Rolle wie die mikromechanischen Eigenschaften der Randzone bei den verschiedenen Belastungen.

Auch wenn die gezeigten Ergebnisse auf die positive Wirkung eines durch die Endbearbeitung eingestellten Gradienten der plastischen Verformung hindeuten, muss durch weitere Versuche geklärt werden, welche Eigenschaften genau sich positiv auswirken. Denkbar sind neben Eigenspannungs- und Härtegradienten Verformungsmechanismen des submikrokristallinen Gefüges. Ein Ansatz wäre die Erzeugung und systematische Eigenschaftsänderung von Gradientenmaterialien, sog. „Functionally Graded Materials“. Versuche an diesen Materialien wären auch unter dem Gesichtspunkt der Verschiebung der Belastungsgrenze der Tribopaarung interessant.

Auf einer kleineren Skala könnte die Untersuchung der mikromechanischen Eigenschaften der entstehenden dritten Körper und der Randzone im ersten Mikrometer Tiefe und die Aufklärung der Verformungsmechanismen das Verständnis von Einlaufvorgängen erweitern und damit den ersten Schritt zu einer weiteren Verbesserung von Reibungs- und Verschleißigenschaften an tribologischen Systemen darstellen.





# Literaturverzeichnis

- [1] ARCHARD, J. F.: Contact and Rubbing of Flat Surfaces. In: *Journal of Applied Physics* 24 (1953), Nr. 8, S. 981 – 988. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1721448>. – DOI 10.1063/1.1721448
- [2] BECKMANN, N. ; ROMERO, P. A. ; LINSLER, D. ; DIENWIEBEL, M. ; STOLZ, U. ; MOSELER, M. ; GUMBSCH, P.: Origins of Folding Instabilities on Polycrystalline Metal Surfaces. In: *Phys. Rev. Applied* 2 (2014), 12, S. 064004. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevApplied.2.064004>. – DOI 10.1103/PhysRevApplied.2.064004
- [3] BERLET, P.: *Einfluss spanender Endbearbeitungen mit geometrisch unbestimmten Schneiden auf tribologische Funktionsflächen im Motorenbau sowie auf Reibung und Verschleiß*. Karlsruhe, Universität Karlsruhe, Diss., 12 2008
- [4] BERLET, P. ; DIENWIEBEL, M. ; SCHERGE, M.: The effect of sample finishing on the tribology of metal/metal lubricated contacts. In: *Wear* 268 (2010), Nr. 11–12, 1518 - 1523. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2010.02.030>. – DOI 10.1016/j.wear.2010.02.030. – ISSN 0043–1648
- [5] BERTHIER, Y.: Experimental evidence for friction and wear modelling. In: *Wear* 139 (1990), Nr. 1, S. 77 – 92. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(90\)90210-2](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(90)90210-2). – DOI 10.1016/0043–1648(90)90210–2. – ISSN 0043–1648
- [6] BERTHIER, Y.: Background on Friction and Wear. In: LEMAITRE, J. (Hrsg.): *Handbook of Materials Behavior Models*. San Diego : Academic Press, 2001, S. 676 – 698
- [7] BERTHIER, Y.: Third-Body Reality – Consequences and Use of the Third-Body Concept to Solve Friction and Wear Problems. In: STACHOWIAK, G. (Hrsg.): *Wear – Materials, Mechanisms and Practice*. New York : John Wiley and Sons, 2005, S. 291–316
- [8] BERTHIER, Y. ; GODET, M. ; BRENDLE, M.: Velocity Accommodation in Friction. In: *Tribology Transactions* 32 (1989), Nr. 4, S. 490–496. <http://dx.doi.org/10.1080/10402008908981917>. – DOI 10.1080/10402008908981917
- [9] BERTHIER, Y. ; VINCENT, L. ; GODET, M.: Velocity accommodation in fretting. In: *Wear* 125 (1988), Nr. 1–2, S. 25 – 38. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(88\)90191-3](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(88)90191-3). – DOI 10.1016/0043–1648(88)90191–3. – ISSN 0043–1648
- [10] BLAU, Peter J.: On the nature of running-in. In: *Tribology International* 38 (2006), Nr. 11–12, S. 1007 – 1012. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2005.07.020>. – DOI 10.1016/j.triboint.2005.07.020. – ISSN 0301–679X. – Tribology International A Celebration Issue

- [11] BLAU, Peter J.: How common is the steady-state? The implications of wear transitions for materials selection and design. In: *Wear* (2014), Nr. 0, S. –. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2014.11.018>. – DOI 10.1016/j.wear.2014.11.018. – ISSN 0043–1648. – im Druck, veröffentlicht on line
- [12] BONNY, K. ; BAETS, P. D. ; QUINTELIER, J. ; VLEUGELS, J. ; JIANG, D. ; BIEST, O. V. ; LAUWERS, B. ; LIU, W.: Surface finishing: Impact on tribological characteristics of WC–Co hardmetals. In: *Tribology International* 43 (2010), Nr. 1–2, S. 40 – 54. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2009.04.029>. – DOI 10.1016/j.triboint.2009.04.029. – ISSN 0301–679X
- [13] BRAUN, D. ; GREINER, C. ; SCHNEIDER, J. ; GUMBSCH, P.: Efficiency of laser surface texturing in the reduction of friction under mixed lubrication. In: *Tribology International* 77 (2014), Nr. 0, S. 142 – 147. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2014.04.012>. – DOI 10.1016/j.triboint.2014.04.012. – ISSN 0301–679X
- [14] BRINK, A.: *Einlaufverhalten von geschmierten Stahl-Stahl-Paarungen unter Berücksichtigung der Mikrostruktur*. Karlsruhe, Karlsruher Institut für Technologie, Diss., 4 2015
- [15] BÜSCHER, R. ; TÄGER, G. ; DUDZINSKI, W. ; GLEISING, B. ; WIMMER, M. A. ; FISCHER, A.: Subsurface Microstructure of Metal-on-Metal Hip Joints and Its Relationship to Wear Particle Generation. In: *J. Biomed. Mater. Res. Part B: Appl. Biomater.* 72B (2005), S. 206 – 214. <http://dx.doi.org/10.1002/jbm.b.30132>. – DOI 10.1002/jbm.b.30132
- [16] CAVATORTA, M. P. ; CUSANO, C.: Running-in of aluminum/steel contacts under starved lubrication: Part II. Effects on scuffing. In: *Wear* 242 (2000), Nr. 1–2, S. 133 – 139. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(00\)00412-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00412-9). – DOI 10.1016/S0043–1648(00)00412–9. – ISSN 0043–1648
- [17] CAVATORTA, Maria P. ; CUSANO, Cris: Running-in of aluminum/steel contacts under starved lubrication: Part I: surface modifications. In: *Wear* 242 (2000), Nr. 1–2, S. 123 – 132. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(00\)00411-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00411-7). – DOI 10.1016/S0043–1648(00)00411–7. – ISSN 0043–1648
- [18] CHALLEN, J.M. ; OXLEY, P.L.B. ; HOCKENHULL, B.S.: Prediction of Archard’s wear coefficient for metallic sliding friction assuming a low cycle fatigue wear mechanism. In: *Wear* 111 (1986), Nr. 3, S. 275 – 288. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(86\)90188-2](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(86)90188-2). – DOI 10.1016/0043–1648(86)90188–2. – ISSN 0043–1648
- [19] CHEN, M. ; ALPAS, A.T.: Ultra-mild wear of a hypereutectic Al–18.5 wt. In: *Wear* 265 (2008), Nr. 1–2, S. 186 – 195. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2007.10.002>. – DOI 10.1016/j.wear.2007.10.002. – ISSN 0043–1648
- [20] CHINAS-CASTILLO, F. ; SPIKES, H.: Film Formation by Colloidal Overbased Detergents in Lubricated contacts. In: *Tribology Transactions* 43 (2000), Nr. 3, S. 357 – 366. <http://dx.doi.org/10.1080/10402000008982351>. – DOI 10.1080/10402000008982351

- [21] DAUTZENBERG, J.H. ; ZAAT, J.H.: Quantitative determination of deformation by sliding wear. In: *Wear* 23 (1973), Nr. 1, S. 9 – 19. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(73\)90036-7](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(73)90036-7). – DOI 10.1016/0043-1648(73)90036-7. – ISSN 0043-1648
- [22] DESCARTES, S ; BERTHIER, Y: Rheology and flows of solid third bodies: background and application to an MoS<sub>1.6</sub> coating. In: *Wear* 252 (2002), Nr. 7–8, S. 546 – 556. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(02\)00008-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(02)00008-X). – DOI 10.1016/S0043-1648(02)00008-X. – ISSN 0043-1648
- [23] DESCARTES, S. ; BUSQUET, M. ; BERTHIER, Y.: An attempt to produce ex situ TTS to understand their mechanical formation conditions – The case of an ultra high purity iron. In: *Wear* 271 (2011), Nr. 9–10, S. 1833 – 1841. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2011.01.089>. – DOI 10.1016/j.wear.2011.01.089. – ISSN 0043-1648. – 18th International Conference on Wear of Materials
- [24] DEY, S.K. ; LUKITSCH, M.J. ; BALOGH, M.P. ; MENG-BURANY, X. ; ALPAS, A.T.: Ultra-mild wear mechanisms of Al-12.6 wt.% Si alloys at elevated temperature. In: *Wear* 271 (2011), Nr. 9–10, S. 1842–1853. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2011.01.091>. – DOI 10.1016/j.wear.2011.01.091. – ISSN 0043-1648. – 18th International Conference on Wear of Materials
- [25] DEY, S.K. ; PERRY, T.A. ; ALPAS, A.T.: Micromechanisms of low load wear in an Al-18.5 % Si alloy . In: *Wear* 267 (2009), Nr. 1–4, S. 515 – 524. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2008.11.011>. – DOI 10.1016/j.wear.2008.11.011. – ISSN 0043-1648. – 17th International Conference on Wear of Materials
- [26] DIENWIEBEL, M. ; PÖHLMANN, K.: Nanoscale Evolution of Sliding Metal Surfaces During Running-in. In: *Tribology Letters* 27 (2007), S. 255 – 260. <http://dx.doi.org/10.1007/s11249-007-9216-y>. – DOI 10.1007/s11249-007-9216-y
- [27] DIENWIEBEL, Martin ; PÖHLMANN, Klaus ; SCHERGE, Matthias: Origins of the wear resistance of AlSi cylinder bore surfaces studies by surface analytical tools. In: *Tribology International* 40 (2007), Nr. 10–12, S. 1597 – 1602. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2007.01.015>. – DOI 10.1016/j.triboint.2007.01.015. – ISSN 0301-679X. – Tribology at the Interface: Proceedings of the 33rd Leeds-Lyon Symposium on Tribology (Leeds, 2006)
- [28] FAYEULLE, S. ; VANNES, A.B. ; VINCENT, L.: First Body Behaviour Before Debris Formation. In: DOWSON, D. (Hrsg.) ; TAYLOR, C. M. (Hrsg.) ; CHILDS, T.H.C. (Hrsg.) ; GODET, M. (Hrsg.) ; DALMAZ, G. (Hrsg.): *Wear Particles: From the Cradle to the Grave*. Amsterdam : Elsevier, 1992, S. 229 – 235. – Tribology Series 21
- [29] FILLOT, N. ; IORDANOFF, I. ; BERTHIER, Y.: Wear modeling and the third body concept. In: *Wear* 262 (2007), Nr. 7–8, S. 949 – 957. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2006.10.011>. – DOI 10.1016/j.wear.2006.10.011. – ISSN 0043-1648

- [30] FIRESTONE, E. J. ; ABBOTT, F. A.: Specifying surface quality: a method based on accurate measurement and comparison. In: *Journal of Mechanical Engineering* 55 (1933), S. 569 – 572
- [31] FISCHER-CRIPPS, A. C.: Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data. In: *Surface and Coatings Technology* 200 (2006), S. 4153 – 4165. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.03.018>. – DOI 10.1016/j.surfcoat.2005.03.018
- [32] FRAUNHOFER IPT: Ultrapräzise Zerspanung mit monokristallinen Diamantwerkzeugen. In: *Informationsflyer des Fraunhofer IPT* Abgerufen am 14. 8. 2014 (2014). [http://www.ipt.fraunhofer.de/content/dam/ipt/de/documents/Produktbl%C3%A4tter/418\\_bll\\_10.pdf](http://www.ipt.fraunhofer.de/content/dam/ipt/de/documents/Produktbl%C3%A4tter/418_bll_10.pdf)
- [33] FURLONG, O. J. ; MILLER, B. P. ; TYSOE, W. T.: Shear-Induced Surface-to-Bulk Transport at Room Temperature in a Sliding Metal-Metal Interface. In: *Tribol. Lett.* 41 (2011), S. 257 – 261. <http://dx.doi.org/10.1007/s11249-010-9711-4>. – DOI 10.1007/s11249-010-9711-4
- [34] GIANUZZI, L. A. ; PRENITZER, B. I. ; KEMPSHALL, B. W.: Ion-solid interactions. In: GIANUZZI, L. A. (Hrsg.) ; STEVIE, F. A. (Hrsg.): *Introduction to focussed ion beams*. New York : Springer, 2005, Kapitel 2
- [35] GODET, M.: Extrapolation in tribology. In: *Wear* 77 (1982), Nr. 1, S. 29 – 44. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(82\)90042-4](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(82)90042-4). – DOI 10.1016/0043-1648(82)90042-4. – ISSN 0043-1648
- [36] GODET, M.: The third-body approach: A mechanical view of wear. In: *Wear* 100 (1984), Nr. 1-3, S. 437 – 452. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(84\)90025-5](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(84)90025-5). – DOI 10.1016/0043-1648(84)90025-5. – ISSN 0043-1648
- [37] GODET, M.: Third-bodies in tribology. In: *Wear* 136 (1990), Nr. 1, S. 29 – 45. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(90\)90070-Q](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(90)90070-Q). – DOI 10.1016/0043-1648(90)90070-Q. – ISSN 0043-1648
- [38] GODFREY, D.: Friction oscillations with a pin-on-disc tribometer. In: *Tribology International* 28 (1995), Nr. 2, S. 119 – 126
- [39] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Metallkunde*. Heidelberg : Springer, 2001
- [40] GRIFFIN, B. J.: A comparison of conventional Everhart-Thornley style and in-lens secondary electron detectors—a further variable in scanning electron microscopy. In: *Scanning* 33 (2011), Nr. 3, S. 162–173. <http://dx.doi.org/10.1002/sca.20255>. – DOI 10.1002/sca.20255. – ISSN 1932-8745
- [41] HAHN, M.: *Mikrostrukturelle Veränderungen in der Zylinderlaufbahn von PKW Dieselmotoren aus grauguss mittels thermischer Spritzverfahren hergestellter Strahlschichten*. Duisburg, Universität Duisburg-Essen, Diss., 12 2013
- [42] HANKE, St. ; SAMERSKI, I. ; SCHÖFER, J. ; FISCHER, A.: The role of wear particles under multidirectional sliding wear. In: *Wear* 267 (2009), Nr. 5-8,

- S. 1319 – 1324. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2008.12.073>. – DOI 10.1016/j.wear.2008.12.073. – ISSN 0043–1648. – 17th International Conference on Wear of Materials
- [43] HUTCHINGS, I. M.: *Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials*. Oxford : Butterworth-Heinemann, 1992. – ISBN 9780340561843
- [44] KANG, S.C. ; LUDEMA, K.C.: The “breaking-in” of lubricated surfaces. In: *Wear* 108 (1986), Nr. 4, S. 375 – 384. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(86\)90014-1](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(86)90014-1). – DOI 10.1016/0043–1648(86)90014–1
- [45] KAPOOR, A.: Wear by plastic ratchetting. In: *Wear* 212 (1997), Nr. 1, S. 119 – 130. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(97\)00083-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(97)00083-5). – DOI 10.1016/S0043–1648(97)00083–5. – ISSN 0043–1648
- [46] KAPOOR, A. ; FRANKLIN, F.J.: Tribological layers and the wear of ductile materials. In: *Wear* 245 (2000), Nr. 1–2, S. 204 – 215. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(00\)00480-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00480-4). – DOI 10.1016/S0043–1648(00)00480–4. – ISSN 0043–1648
- [47] KEHRWALD, B.: *Untersuchungen der Vorgänge in tribologischen Systemen während des Einlaufs*. Karlsruhe, Universität Karlsruhe, Diss., 7 1998
- [48] KIENER, D. ; MOTZ, C. ; RESTER, M. ; JENKO, M. ; DEHM, G.: FIB damage of Cu and possible consequences for miniaturized mechanical tests. In: *Materials Science and Engineering: A* 459 (2007), Nr. 1–2, S. 262 – 272. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2007.01.046>. – DOI 10.1016/j.msea.2007.01.046. – ISSN 0921–5093
- [49] KUO, S.M. ; RIGNEY, D.A.: Sliding behavior of aluminum. In: *Materials Science and Engineering: A* 157 (1992), Nr. 2, S. 131 – 143. [http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093\(92\)90020-2](http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093(92)90020-2). – DOI 10.1016/0921–5093(92)90020–2. – ISSN 0921–5093
- [50] LANCASTER, J. K.: The Formation of Surface Films at the Transition between Mild and Severe Metallic Wear. In: *Proc. Roy. Soc. London* 273A (1963), Nr. 1355, 466 - 483. <http://www.jstor.org/stable/2414588>
- [51] LASAGNI, F. ; LASAGNI, A. ; MARKS, E. ; HOLZAPFEL, C. ; MÜCKLICH, F. ; DEGISCHER, H.P.: Three-dimensional characterization of ‘as-cast’ and solution-treated AlSi12(Sr) alloys by high-resolution FIB tomography . In: *Acta Materialia* 55 (2007), Nr. 11, 3875 - 3882. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2007.03.004>. – DOI 10.1016/j.actamat.2007.03.004. – ISSN 1359–6454
- [52] LICHTENBERG, K.: *Einlauf an geschmierten Stahl-Stahl Paarungen*. Karlsruher Institut für Technologie, Institut für Angewandte Materialien IAM, Diplomarbeit, 6 2013. – Betreuung A. Brink
- [53] LINSLER, D. ; SCHLARB, T. ; SCHERGE, M.: Influence of subsurface microstructure on the running-in of an AlSi alloy. In: *Wear* 332-333 (2015), S. 926 – 931. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2015.02.044>. – DOI 10.1016/j.wear.2015.02.044. – Proceedings of WoM 2015

- [54] LUDEMA, K. C.: A review of scuffing and running-in of lubricated surfaces, with asperities and oxides in perspective. In: *Wear* 100 (1984), Nr. 1–3, S. 315 – 331. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(84\)90019-X](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(84)90019-X). – DOI 10.1016/0043-1648(84)90019-X. – ISSN 0043-1648
- [55] LUDEMA, K. C.: Third Bodies in Wear Models. In: DOWSON, D. (Hrsg.) ; TAYLOR, C. M. (Hrsg.) ; CHILDS, T.H.C. (Hrsg.) ; GODET, M. (Hrsg.) ; DALMAZ, G. (Hrsg.): *Wear Particles: From the Cradle to the Grave*. Amsterdam : Elsevier, 1992, S. 155 – 160. – Tribology Series 21
- [56] MA, Z. ; MOHAMED, A.M.A. ; SAMUEL, A.M. ; SAMUEL, F.H. ; DOTY, H.: Influence of aging treatments and alloying additives on the hardness of Al-11Si-2.5Cu-Mg alloys. In: *Materials and Design* 31 (2010), S. 3791–3803
- [57] MACH, W.: *Tribomutation bei der Endbearbeitung und ihre Auswirkung auf das tribologische Verhalten während des Betriebes*. Karlsruhe, Universität Karlsruhe, Diss., 12 2003
- [58] MAHATO, Anirban ; XIA, Shuman ; PERRY, Tom ; SACHDEV, Anil ; BISWAS, S.K.: Role of silicon in resisting subsurface plastic deformation in tribology of aluminium–silicon alloys. In: *Tribology International* 43 (2010), Nr. 1–2, S. 381 – 387. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2009.06.020>. – DOI 10.1016/j.triboint.2009.06.020. – ISSN 0301-679X
- [59] MAHATO, Anirban ; XIA, Shuman ; PERRY, Tom ; SACHDEV, Anil ; BISWAS, S.K.: Role of silicon in resisting subsurface plastic deformation in tribology of aluminium–silicon alloys. In: *Tribology International* 43 (2010), Nr. 1–2, S. 381 – 387. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2009.06.020>. – DOI 10.1016/j.triboint.2009.06.020. – ISSN 0301-679X
- [60] MONDOLFO, L.F.: *Aluminum Alloys: Structure and Properties*. London : Butterworths, 1976
- [61] MOORE, M. A. ; DOUTHWAITE, R. M.: Plastic Deformation Below Worn Surfaces. In: *Metall. Trans. A* 7A (1976), S. 1833 – 1839
- [62] OLOFINJANA, B. ; LORENZO-MARIN, C. ; AJAYI, O.: Effect of laser surface texturing (LST) on tribochemical films dynamics and friction and wear performance. In: *eingereicht bei Wear - (2015)*, Nr. -, S. -. – Wear of Materials Conference 2015
- [63] OVERWIJK, M. ; VAN DEN HEUVEL, F. ; BULLE-LIEUWMA, C.: Novel scheme for the preparation of transmission electron microscopy specimens with a focused ion beam. In: *J. Vac. Sci. Technol. B* 11 (1993), S. 2021–2024
- [64] PARKER, W. J. ; JENKINS, R. J. ; BUTLER, C. P. ; ABBOTT, G. L.: Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity. In: *Journal of Applied Physics* 32 (1960), 9, S. 1679 – 1684
- [65] PASTEWKA, L. ; ROBBINS, M.: Contact between rough surfaces and a criterion for macroscopic adhesion. In: *PNAS* 111 (2014), 3, S. 3298 – 3303. <http://dx.doi.org/doi/10.1073/pnas.1320846111>. – DOI doi/10.1073/pnas.1320846111

- [66] PERRIN, K. ; PANDOSH, J. ; SEARLE, A. ; SHAUB, H. ; SPRAGUE, S.: Radioactive Tracer Study of Start-Up Wear Versus Steady-State Wear in a 2.3 Liter Engine. In: *SAE Technical Paper* 01 (1995), S. 10. <http://dx.doi.org/10.4271/952474>. – DOI 10.4271/952474. – SAE 952474
- [67] PERSSON, D. H.: *On the Mechanisms behind the Tribological Performance of Stellite*. Uppsala, Uppsala Universitet, Diss., 7 2005. <http://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:uu:diva-6201>
- [68] PRAKASH, N. ; GNANAMOORTHY, R. ; KAMARAJ, M.: Friction and wear behavior of surface nanocrystallized aluminium alloy under dry sliding condition. In: *Mat. Sci. Eng. B* 168 (2010), S. 176 – 181. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mseb.2009.11.011>. – DOI 10.1016/j.mseb.2009.11.011
- [69] RHINES, F. N. ; ABALLE, F.: Growth of Silicon Particles in an Aluminum Matrix . In: *Metallurgical Transactions A* 17A (1986), S. 2139–2152
- [70] RICE, S. L. ; NOWOTNY, H. ; WAYNE, S. F.: Characteristics of metallic subsurface zones in sliding and impact wear. In: *Wear* 74 (1981), Nr. 1, 131 - 142. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(81\)90199-X](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(81)90199-X). – DOI 10.1016/0043-1648(81)90199-X. – ISSN 0043-1648
- [71] RIGNEY, D.A: Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials. In: *Wear* 245 (2000), Nr. 1–2, S. 1 – 9. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(00\)00460-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00460-9). – DOI 10.1016/S0043-1648(00)00460-9. – ISSN 0043-1648
- [72] RIGNEY, D.A ; DIVAKAR, R ; KUO, S.M: Deformation substructures associated with very large plastic strains. In: *Scripta Metallurgica et Materialia* 27 (1992), Nr. 8, S. 975 – 980. [http://dx.doi.org/10.1016/0956-716X\(92\)90459-R](http://dx.doi.org/10.1016/0956-716X(92)90459-R). – DOI 10.1016/0956-716X(92)90459-R. – ISSN 0956-716X
- [73] RIGNEY, D.A. ; GLAESER, W.A.: The significance of near surface microstructure in the wear process. In: *Wear* 46 (1978), Nr. 1, S. 241 – 250. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(78\)90125-4](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(78)90125-4). – DOI 10.1016/0043-1648(78)90125-4. – ISSN 0043-1648
- [74] RIGNEY, D.A. ; HIRTH, J.P.: Plastic deformation and sliding friction of metals. In: *Wear* 53 (1979), Nr. 2, S. 345 – 370. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(79\)90087-5](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(79)90087-5). – DOI 10.1016/0043-1648(79)90087-5. – ISSN 0043-1648
- [75] RIGNEY, D.A. ; NAYLOR, M.G.S. ; DIVAKAR, R. ; IVES, L.K.: Low energy dislocation structures caused by sliding and by particle impact. In: *Materials Science and Engineering* 81 (1986), Nr. 0, S. 409 – 425. [http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416\(86\)90279-X](http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416(86)90279-X). – DOI 10.1016/0025-5416(86)90279-X. – ISSN 0025-5416. – Proceedings of the International Conference on Low Energy Dislocation Structures
- [76] SAUGER, E. ; FOUVRY, S. ; PONSONNET, L. ; KAPSA, P. ; MARTIN, J.M. ; VINCENT, L.: Tribologically transformed structure in fretting. In: *Wear* 245 (2000), Nr. 1–2, S. 39 – 52. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(00\)00464-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00464-6). – DOI 10.1016/S0043-1648(00)00464-6. – ISSN 0043-1648

- [77] SCHERGE, M. ; LINSLER, D. ; SCHLARB, T.: The running-in corridor of lubricated metal-metal contacts. In: *N.N.* (2015), S. NN. – Eingereicht bei WEAR, Mai 2015
- [78] SCHERGE, M. ; MARTIN, J.M. ; PÖHLMANN, K.: Characterization of wear debris of systems operated under low wear-rate conditions. In: *Wear* 260 (2006), Nr. 4–5, 458 - 461. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2005.03.025>. – DOI 10.1016/j.wear.2005.03.025. – ISSN 0043–1648
- [79] SCHERGE, M. ; PÖHLMANN, K. ; GERVÉ, A.: Wear measurement using radionuclide-technique (RNT). In: *Wear* 254 (2003), Nr. 9, 801 - 817. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(03\)00230-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(03)00230-8). – DOI 10.1016/S0043-1648(03)00230-8. – ISSN 0043–1648. – Paper presented at the 280th W.E.-Heraeus Seminar Integrating Friction and Wear Research
- [80] SCHERGE, M. ; SHAKHVOROSTOV, D. ; PÖHLMANN, K.: Fundamental wear mechanism of metals. In: *Wear* 255 (2003), Nr. 1–6, 395 - 400. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(03\)00273-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(03)00273-4). – DOI 10.1016/S0043-1648(03)00273-4. – ISSN 0043–1648. – 14th International Conference on Wear of Materials
- [81] SCHLARB, T.: *Einlaufverhalten einer untereutektischen Aluminium-Silicium-Legierung unter Berücksichtigung des Ausgangsgefüges*. Karlsruher Institut für Technologie, Institut für Angewandte Materialien IAM, Diplomarbeit, 6 2014. – Betreuung D. Linsler
- [82] SCHNEIDER, E. W. ; BLOSSFELD, D. H.: Effect of Break-In and Operating Conditions on Piston Ring and Cylinder Bore Wear in Spark-Ignition Engines. In: *SAE Technical Paper* 01 (2004), S. 2917. <http://dx.doi.org/10.4271/2004-01-2917>. – DOI 10.4271/2004-01-2917. – 2004-01-2917
- [83] SCHRÖCKERT, F.: *Scherung und Tiefenwirkung während des Einlaufs*. Karlsruher Institut für Technologie, Institut für Angewandte Materialien IAM, Diplomarbeit, 10 2014. – Betreuung D. Linsler
- [84] SEDLAČEK, M. ; PODGORNİK, B. ; VIŽINTIN, J.: Influence of surface preparation on roughness parameters, friction and wear. In: *Wear* 266 (2009), Nr. 3–4, 482 - 487. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2008.04.017>. – DOI 10.1016/j.wear.2008.04.017. – ISSN 0043–1648. – Tribology of Engineered Surfaces
- [85] SHAKHVOROSTOV, D.: *Untersuchung der Dissipationsmechanismen der Metall/Metall-Reibpaarung mit Hilfe der Radionuklidtechnik und faseroptischen IR-Temperaturmessung*. TU Berlin, Fakultät V, Diss., 8 2005
- [86] SHAKHVOROSTOV, D. ; GLEISING, B. ; BÜSCHER, R. ; DUDZINSKI, W. ; FISCHER, A. ; SCHERGE, M.: Microstructure of tribologically induced nanolayers produced at ultra-low wear rates. In: *Wear* 263 (2007), Nr. 7–12, S. 1259 - 1265. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2007.01.127>. – DOI 10.1016/j.wear.2007.01.127. – ISSN 0043–1648. – 16th International Conference on Wear of Materials



- [87] SHAKHVOROSTOV, D. ; JIAN, L. ; NOLD, E. ; BEUCHLE, G. ; SCHERGE, M.: Influence of Cu grain size on running-in related phenomena. In: *Tribology Letters* 28 (2007), S. 307 – 318. <http://dx.doi.org/10.1007/s11249-007-9274-1>. – DOI 10.1007/s11249-007-9274-1
- [88] SHAKHVOROSTOV, D. ; NORTON, P. ; MÜSER, M.: A Gold Marker Technique Revealing Phase-Specific Wear and Sub-Surface Deformation with Nanometer Resolution. In: *Adv. Mater* 22 (2010), Nr. 1, S. 2814–2817. <http://dx.doi.org/10.1002/adma.201000609>. – DOI 10.1002/adma.201000609
- [89] SHAKHVOROSTOV, D. ; PÖHLMANN, K. ; SCHERGE, M.: *Zum Einlaufverhalten geschmierter metallischer Kontakte*. Göttingen : GfT Jahrestagung, 7 2003
- [90] SHAKHVOROSTOV, D. ; PÖHLMANN, K. ; SCHERGE, M.: An energetic approach to friction, wear and temperature. In: *Wear* 257 (2004), Nr. 1–2, 124 - 130. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2003.10.010>. – DOI 10.1016/j.wear.2003.10.010. – ISSN 0043–1648
- [91] SHAKHVOROSTOV, D. ; PÖHLMANN, K. ; SCHERGE, M.: Structure and mechanical properties of tribologically induced nanolayers. In: *Wear* 260 (2006), Nr. 4–5, S. 433 – 437. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2005.02.086>. – DOI 10.1016/j.wear.2005.02.086. – ISSN 0043–1648
- [92] SHAKHVOROSTOV, D. ; PINTO, H. ; PYZALLA, A. ; ENDERS, S. ; PÖHLMANN, K. ; SCHERGE, M.: Struktur-, Härte- und Spannungsmessung von ölgeschmierten Metall-Metall Tribokontakten. In: *Mat.-wiss u. Werkstofftech* 35 (2004), Nr. 10-11, S. 614 – 619. <http://dx.doi.org/10.1002/mawe.200400826>. – DOI 10.1002/mawe.200400826
- [93] SHOCKLEY, J.M. ; STRAUSS, H.W. ; CHROMIK, R.R. ; BRODUSCH, N. ; GAUVIN, R. ; IRISSOU, E. ; LEGOUX, J.-G.: In situ tribometry of cold-sprayed Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings. In: *Surface and Coatings Technology* 215 (2013), Nr. 0, S. 350 – 356. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.04.099>. – DOI 10.1016/j.surfcoat.2012.04.099. – ISSN 0257–8972. – Proceedings of the 39th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF)
- [94] SHOCKLEY, M. ; DESCARTES, S. ; IRISSOU, E. ; LEGOUX, J.-G. ; CHROMIK, R. R.: Third Body Behavior during Dry Sliding of Cold Sprayed Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites: In Situ Tribometry and Microanalysis. In: *Tribology Letters* 54 (2008), S. 191 – 206. <http://dx.doi.org/10.1007/s11249-014-0326-z>. – DOI 10.1007/s11249-014-0326-z
- [95] SLATTERY, B.E. ; EDRISY, A. ; PERRY, T.: Investigation of wear induced surface and subsurface deformation in a linerless Al–Si engine. In: *Wear* 269 (2010), Nr. 3–4, S. 298 – 309. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2010.04.012>. – DOI 10.1016/j.wear.2010.04.012. – ISSN 0043–1648
- [96] SLATTERY, B.E. ; PERRY, T. ; EDRISY, A.: Microstructural evolution of a eutectic Al–Si engine subjected to severe running conditions. In: *Materials Science and Engineering: A* 512 (2009), Nr. 1–2, S. 76 – 81. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2009.01.025>. – DOI 10.1016/j.msea.2009.01.025. – ISSN 0921–5093

- [97] STEVIE, F. A. ; GRIFFIS, D. P. ; RUSSELL, P. E.: FIB gases for deposition and enhanced etch. In: GIANUZZI, L. A. (Hrsg.) ; STEVIE, F. A. (Hrsg.): *Introduction to focussed ion beams*. New York : Springer, 2005, Kapitel 3
- [98] STOYANOV, P. ; LINSLER, D. ; SCHLARB, T. ; SCHERGE, M. ; SCHWAIGER, R.: Dependence of tribofilm characteristics on the running-in behavior of aluminum–silicon alloys. In: *Journal of Materials Science* 50 (2015), S. 5524–5532. <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-015-9099-5>. – DOI 10.1007/s10853-015-9099-5. – ISSN 0022-2461
- [99] STOYANOV, P. ; MERZ, R. ; ROMERO, P. ; WÄHLISCH, F. ; ABAD, C. ; GRALLA, R. ; STEMMER, P. ; KOPNARSKI, M. ; MOSELER, M. ; BENNEWITZ, R. ; DIENWIEBEL, M.: Surface Softening in Metal–Ceramic Sliding Contacts: An Experimental and Numerical Investigation. In: *ACS Nano* 9 (2015), S. 1478–1491. <http://dx.doi.org/10.1021/nn505968m>. – DOI 10.1021/nn505968m
- [100] STRIBECK, R.: Die wesentlichen Eigenschaften der Gleit- und Rollenlager. In: *Zeitschrift des Vereins Deutscher Ingenieure* 46 (1902), Nr. 36, S. 1341 – 1348. – Teil I
- [101] TIMMERMANS, G. ; FROYEN, L.: Tribological performance of hypereutectic P/M Al-Si during sliding in oil. In: *Wear* 231 (1999), S. 77–88
- [102] TIMPEL, M. ; WANDERKA, N. ; SCHLESIGER, R. ; YAMAMOTO, T. ; ISHEIM, D. ; SCHMITZ, G. ; MATSUMURA, S. ; BANHART, J.: Sr–Al–Si co-segregated regions in eutectic Si phase of Sr-modified Al–10Si alloy. In: *Ultramicroscopy* 132 (2013), 216 - 221. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.10.006>. – DOI 10.1016/j.ultramic.2012.10.006. – ISSN 0304-3991. – IFES 2012
- [103] VINCENT, L. ; BERTHIER, Y. ; DUBOURG, M.C. ; GODET, M.: Mechanics and materials in fretting. In: *Wear* 153 (1992), Nr. 1, S. 135 – 148. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(92\)90266-B](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(92)90266-B). – DOI 10.1016/0043-1648(92)90266-B. – ISSN 0043-1648
- [104] VOLZ, J.: *Erstellung optimierter Einlaufprogramme von Dieselmotoren*. Karlsruhe, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Diss., 3 1977. – KFK 2432
- [105] WALKER, J.C. ; KAMPS, T.J. ; WOOD, R.J.K.: The influence of start–stop transient velocity on the friction and wear behaviour of a hyper-eutectic Al–Si automotive alloy. In: *Wear* 306 (2013), Nr. 1–2, S. 209 – 218. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2012.11.007>. – DOI 10.1016/j.wear.2012.11.007. – ISSN 0043-1648. – 4th UK-China Tribology
- [106] WALKER, J.C. ; RAINFORTH, W.M. ; JONES, H.: Lubricated sliding wear behaviour of aluminium alloy composites. In: *Wear* 259 (2005), Nr. 1–6, S. 577 – 589. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2005.01.001>. – DOI 10.1016/j.wear.2005.01.001. – ISSN 0043-1648. – 15th International Conference on Wear of Materials
- [107] WALKER, J.C. ; ROSS, I.M. ; RAINFORTH, W.M. ; LIEBLICH, M.: TEM characterisation of near surface deformation resulting from lubricated sliding wear of aluminium alloy and composites. In: *Wear* 263 (2007), Nr. –6, S. 707 – 718

- [108] WANG, Liping ; GAO, Yan ; XUE, Qunji ; LIU, Huiwen ; XU, Tao: Microstructure and tribological properties of electrodeposited Ni–Co alloy deposits. In: *Applied Surface Science* 242 (2005), Nr. 3–4, S. 326 – 332. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2004.08.033>. – DOI 10.1016/j.apsusc.2004.08.033. – ISSN 0169–4332
- [109] WELZEL, F.: *Tribologische Optimierung von Zylinderlaufflächen in Verbrennungsmotoren aus fertigungstechnischer Sicht*. Magdeburg, Universität Magdeburg, Diss., 6 2014
- [110] YOUNG, John L. ; KUHLMANN-WILSDORF, Doris ; HULL, R.: The generation of mechanically mixed layers (MMLs) during sliding contact and the effects of lubricant thereon. In: *Wear* 246 (2000), Nr. 1–2, S. 74 – 90. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(00\)00456-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(00)00456-7). – DOI 10.1016/S0043-1648(00)00456-7. – ISSN 0043–1648
- [111] ZHANG, J. ; ALPAS, A.T.: Transition between mild and severe wear in aluminium alloys. In: *Acta Materialia* 45 (1997), Nr. 2, S. 513 – 528. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00191-7](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00191-7). – DOI 10.1016/S1359-6454(96)00191-7. – ISSN 1359–6454
- [112] ZHOU, Z.R. ; SAUGER, E. ; LIU, J.J. ; VINCENT, L.: Nucleation and early growth of tribologically transformed structure (TTS) induced by fretting. In: *Wear* 212 (1997), Nr. 1, S. 50 – 58. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(97\)00141-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(97)00141-5). – DOI 10.1016/S0043-1648(97)00141-5. – ISSN 0043–1648



# Anhang

## 1 Materialien

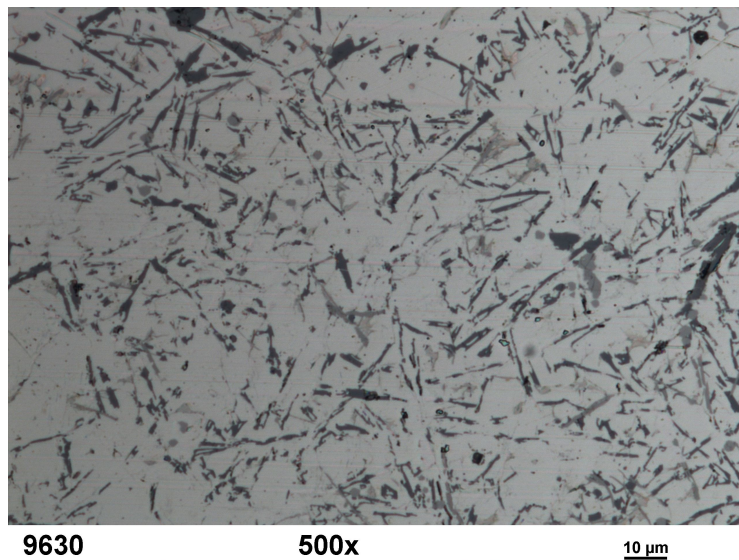
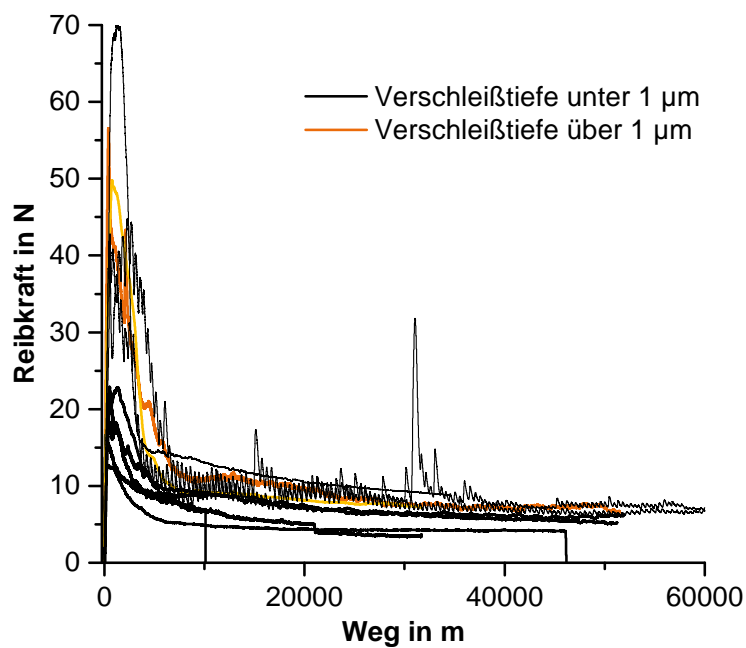


Abbildung 1: Lichtmikroskopische Aufnahme eines Schiffs an einer unveredelten Al-Si-Scheibe.

## 2 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß



## Anhang

Abbildung 2: Reibkraft über Gleitweg für Versuche an Scheiben der Endbearbeitung WD im Betriebspunkt 35 MPa; 0,8 m/s. Versuche mit hoher initialer Reibkraft zeigen eine deutlich größere Spurtiefe als Versuche mit niedrigerer initialer Reibkraft.

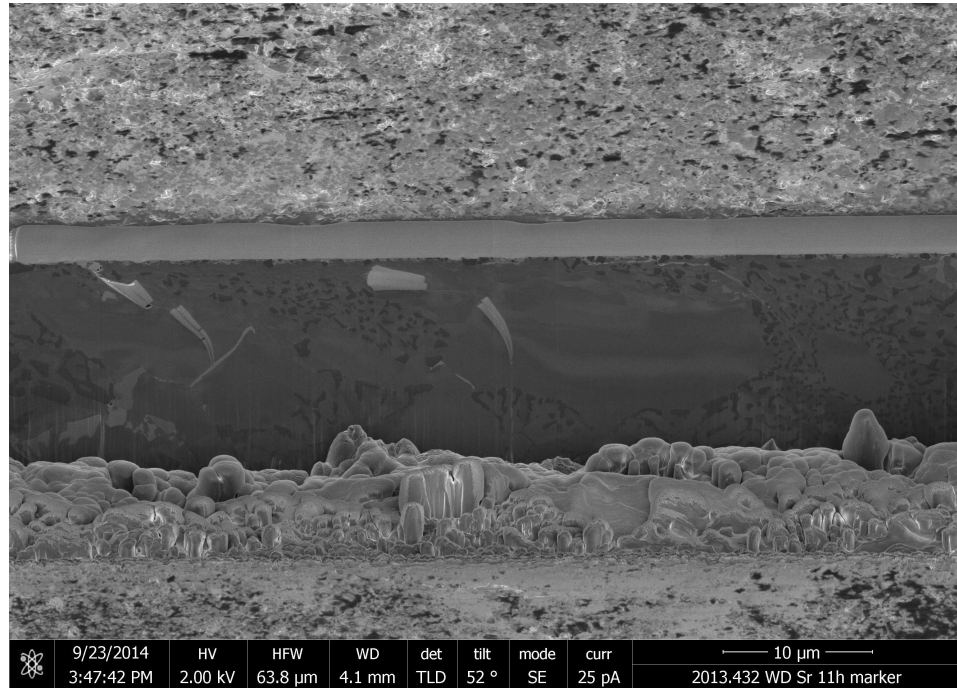


Abbildung 3: FIB-Schnitt durch teilweise (links), vollständig (Mitte) und ungefüllten Gräben in einer mit WD endbearbeiteten Scheibe nach 11 h bei 35 MPa und 0,8 m/s. Die weiteren Versuchsergebnisse sind in Kapitel 4 dargestellt.

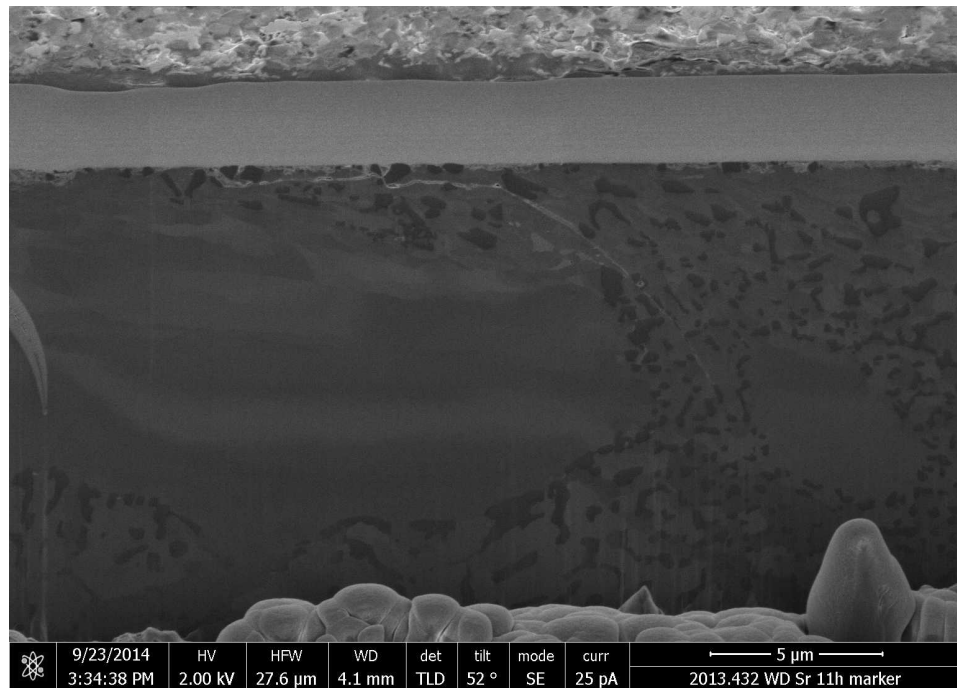


Abbildung 4: FIB-Schnitt durch einen ungefüllten Graben, Vergrößerung aus Abbildung 3.

## 2 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß

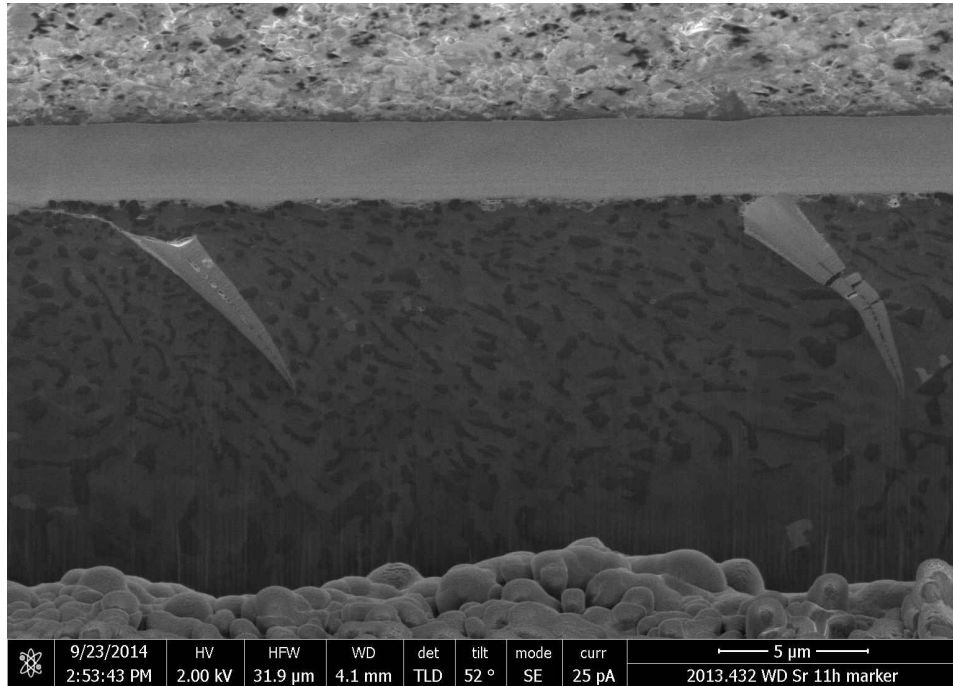


Abbildung 5: FIB-Schnitt durch einen teilweise (links) bzw. vollständig gefüllten Graben (rechts) in einer mit WD endbearbeiteten Scheibe nach 11 h bei 35 MPa und 0,8 m/s. Die Marker finden sich auf der selben Scheibe wie diejenigen in Abbildung 3; Abstand 100 μm radial.

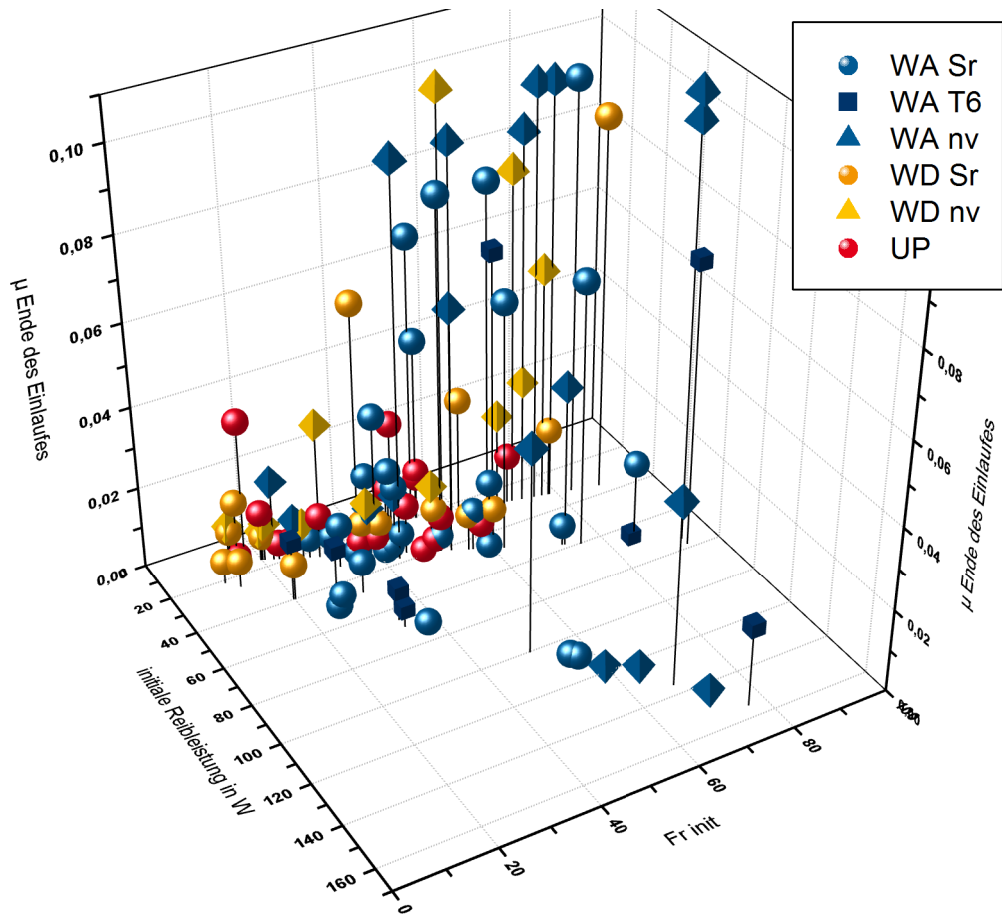


Abbildung 6: Auftragung des Reibwerts am Ende des Einlaufes über die initiale Reibleistungsdichte und die initiale Reibkraft.



2 Einfluss der Endbearbeitung auf Reibung und Verschleiß

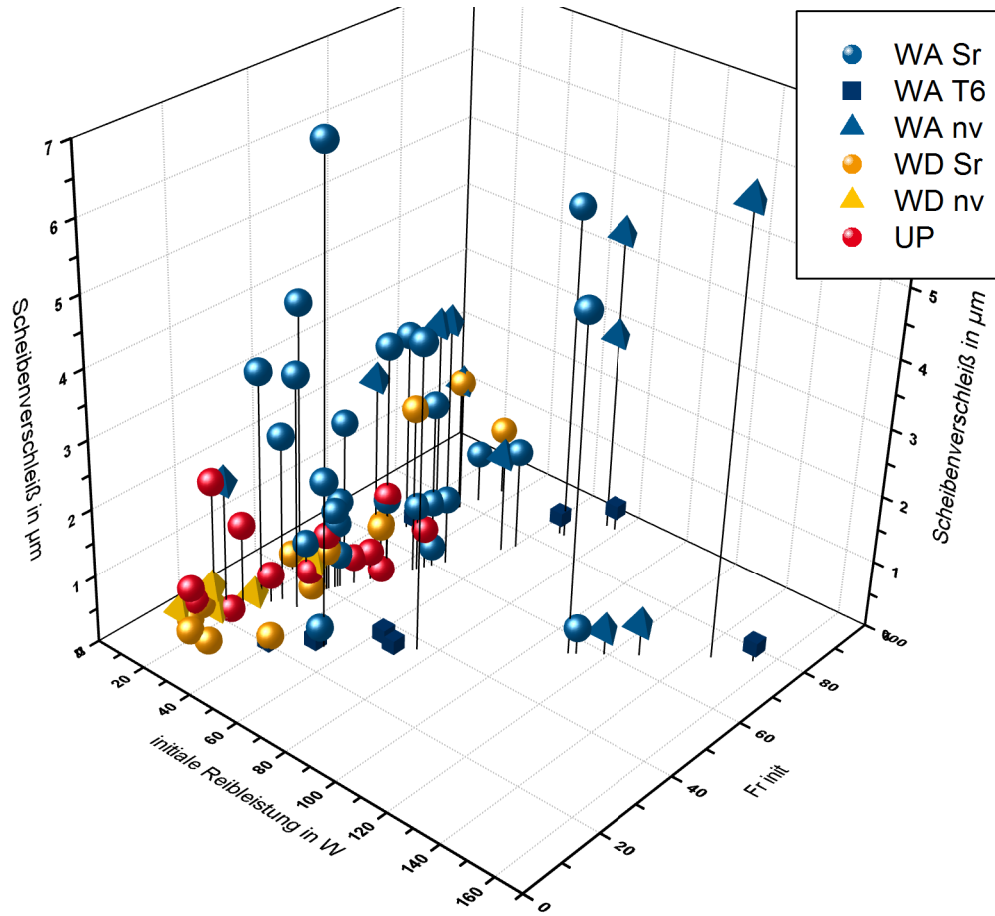


Abbildung 7: Auftragung des Reibwerts am Ende des Einlaufs über die initiale Reibleistungsdichte und die initiale Reibkraft.

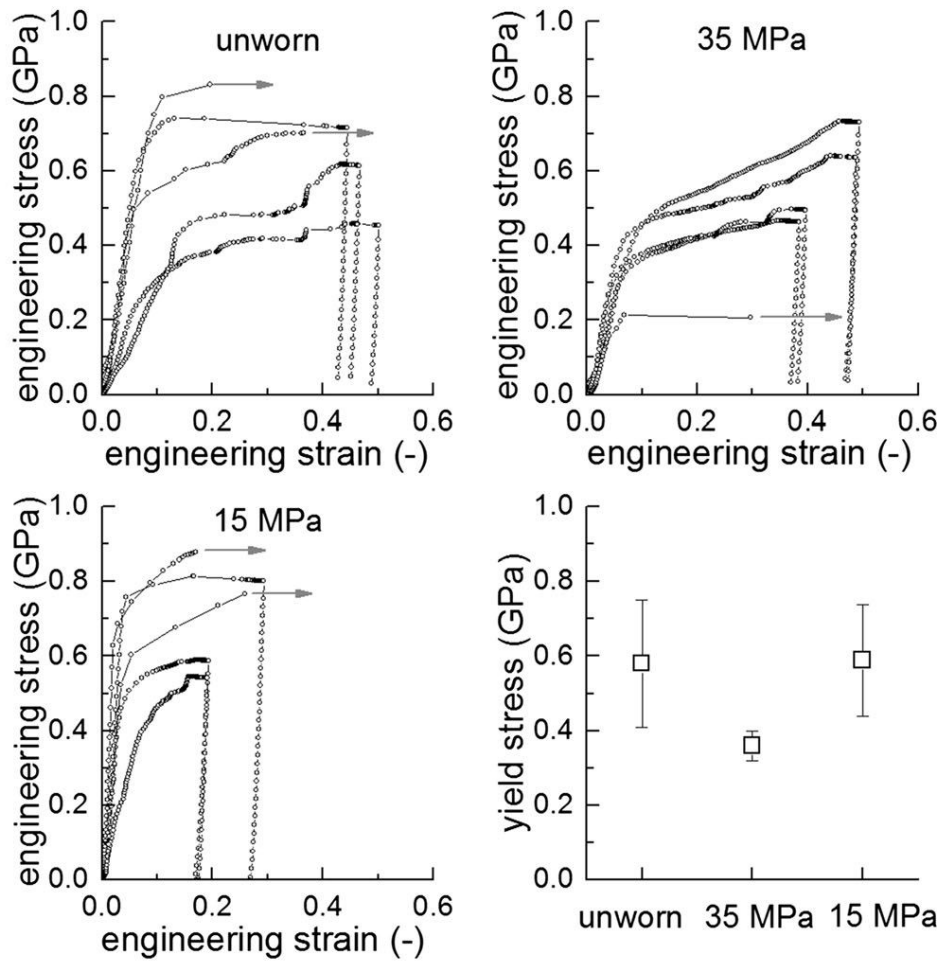


Abbildung 8: Ergebnisse der Druckversuche an Mikrosäulen unterschiedlich eingelaufener Reibspuren am System UP. Aus einer gemeinsamen Veröffentlichung mit Stoyanov u. a. [98].

### 3 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß

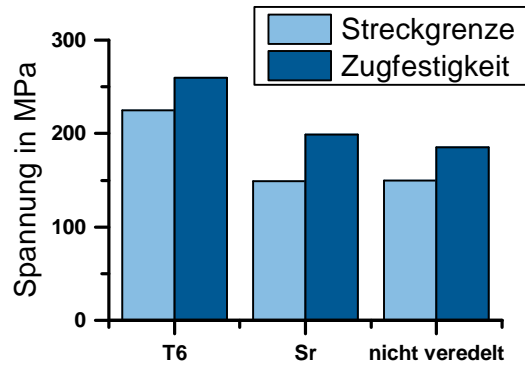


Abbildung 9: Streckgrenze und Zugfestigkeit der veredelten, unveredelten und wärmebehandelten Proben, aus Zugversuchen ermittelt.

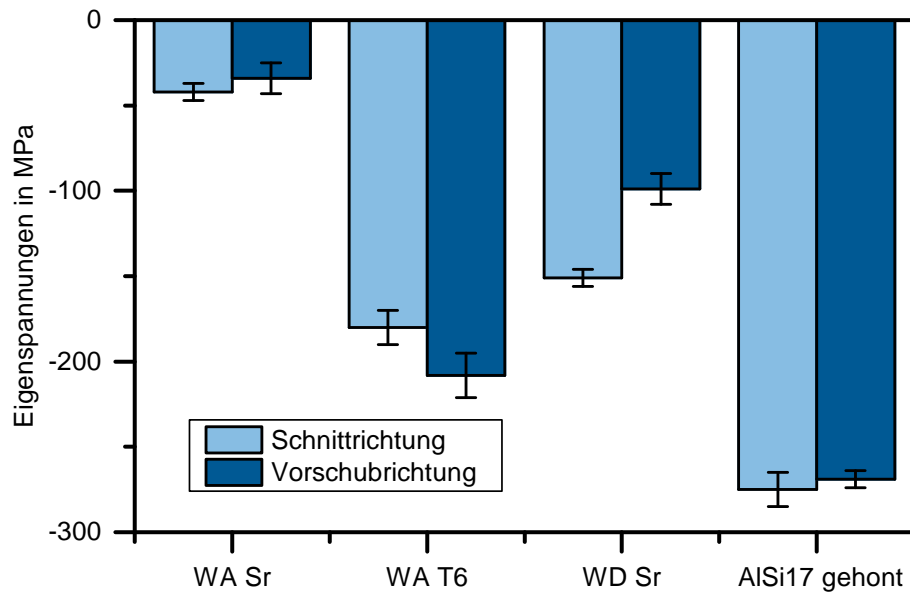


Abbildung 10: Über Röntgenbeugung bestimmte Druckeigenspannungen an unterschiedlich endbearbeiteten Aluminiumproben.

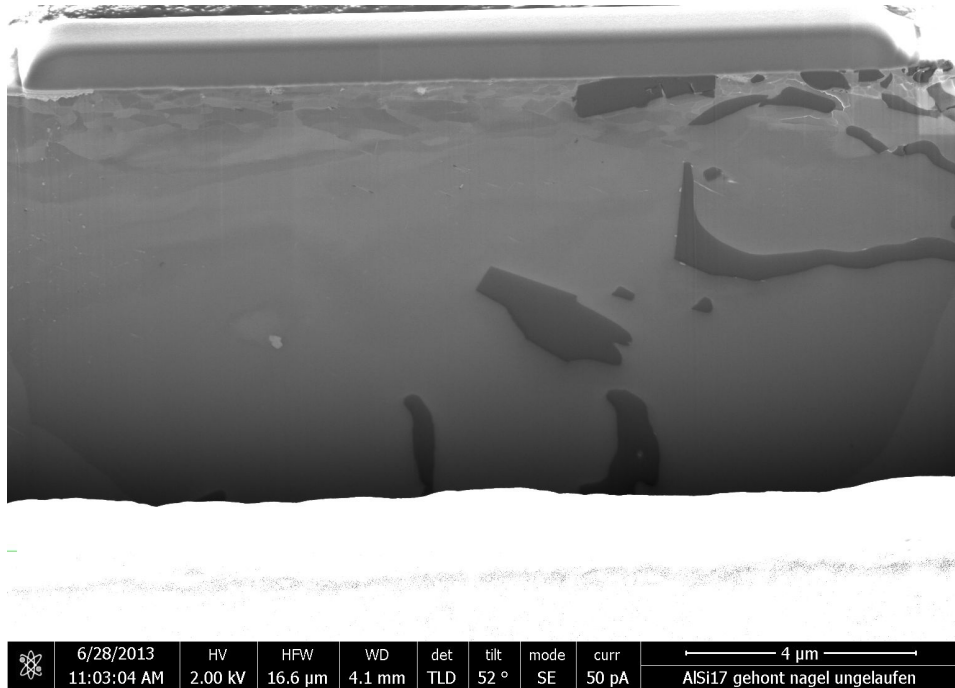


Abbildung 11: FIB-Schnitt an einer gehonten AlSi17-Legierung.

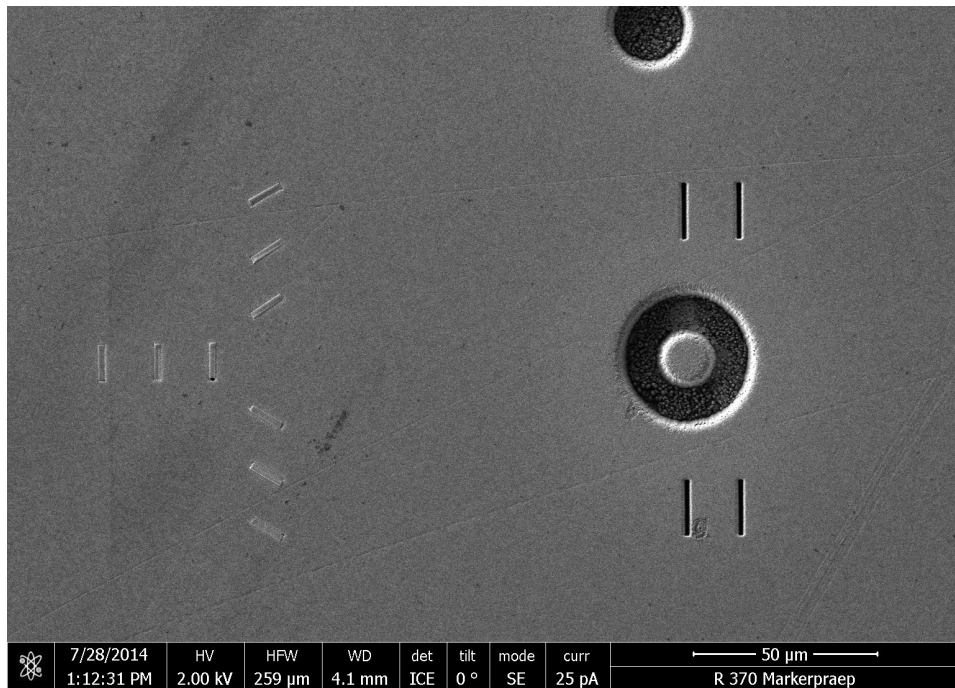
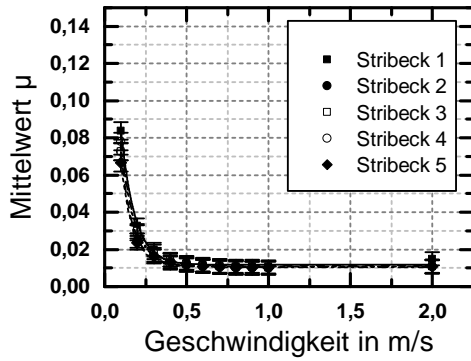
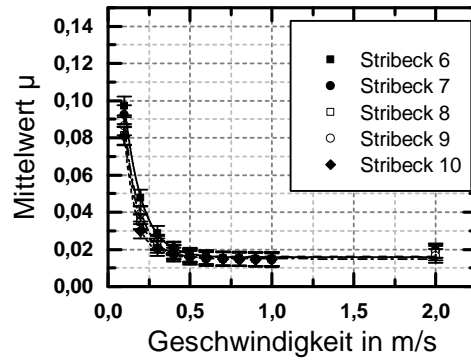


Abbildung 13: Im Stift eingebrachte Marker im ungelauten Zustand. In der rechten Bildhälfte sind zwei mit dem FIB gesetzte Markierungen zu erkennen, um die REM-Aufnahmen vor und nach dem Versuch korrelieren zu können und so die Markerverschiebung ermitteln zu können.

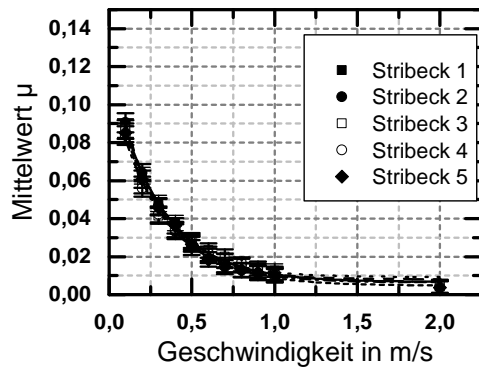
### 3 Einfluss der Si-Morphologie auf Reibung und Verschleiß



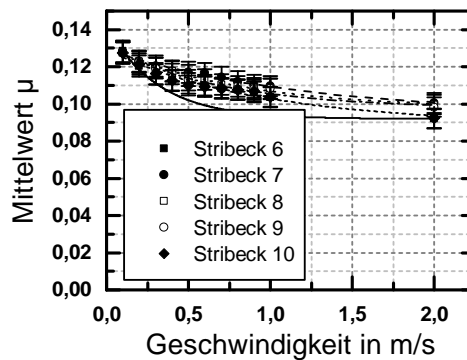
(a) Stribeckkurven 1 bis 5, die direkt nach dem Einlaufbetriebspunkt von 35 MPa bei 0,8 m/s am System WA T6 gemessen wurden.



(b) Stribeckkurven 6 bis 10 nach dem Lastkennfeld am Versuch aus (a).



(c) Stribeckkurven 1 bis 5, die direkt nach dem Einlaufbetriebspunkt von 35 MPa bei 0,8 m/s am System WA Sr gemessen wurden.



(d) Stribeckkurven 6 bis 10 nach dem Lastkennfeld am Versuch aus (c).

Abbildung 12: Stribeckkurven bei 15 MPa nach Einlaufbetriebspunkt und Lastkennfeld für die Systeme WA Sr und WA T6.

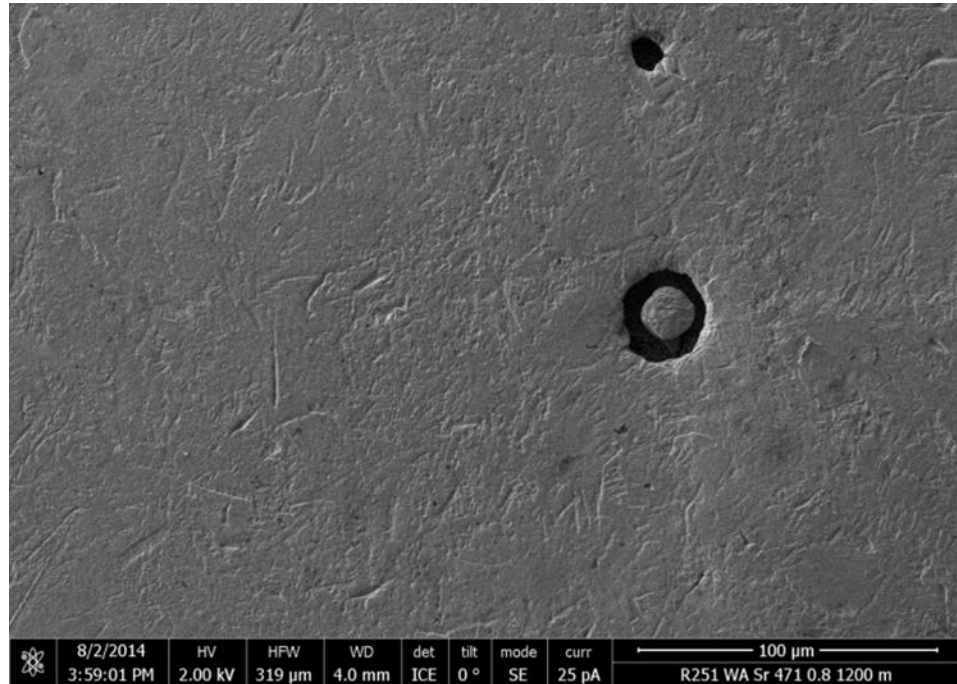


Abbildung 14: Topographieaufnahme des Bereichs der Stiftoberfläche mit Markern nach dem Reibversuch mit einem Gleitweg von 1200 m. Die Reibkraft ist in Abb. 5.8 dargestellt. In der gezeigten Aufnahme mit einer Beschleunigungsspannung von 2 kV sind die Pt-Marker nicht zu erkennen.

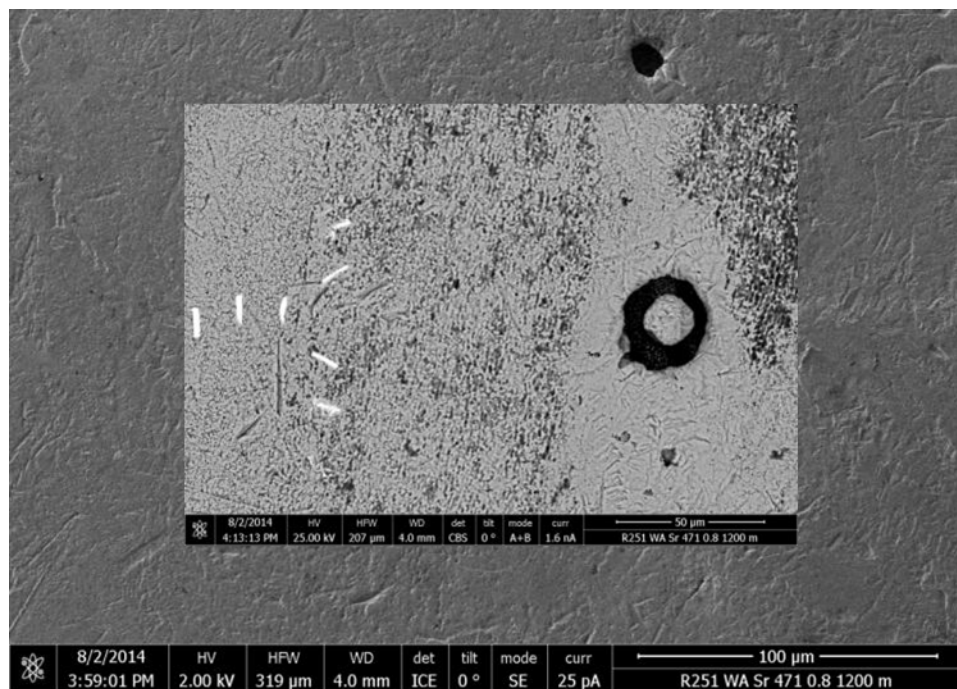


Abbildung 15: Wie Abbildung 14, jedoch mit der eingefügten Abbildung der Marker mit 25 kV Beschleunigungsspannung. Für einen besseren Kontrast wurde außerdem der Strahlstrom von 25 pA auf 1,6 nA erhöht.

#### 4 Vorgänge im Reibkontakt

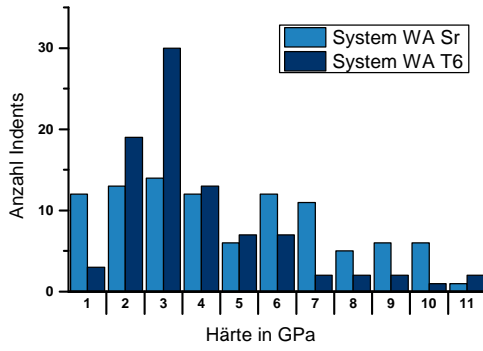


Abbildung 18: Häufigkeitsverteilung der Härte in einer Eindringtiefe von 20 nm an Stiften der Systeme WA Sr und WA T6 nach 1200 m Gleitweg. Messungen: U. Hangen, Hysitron.

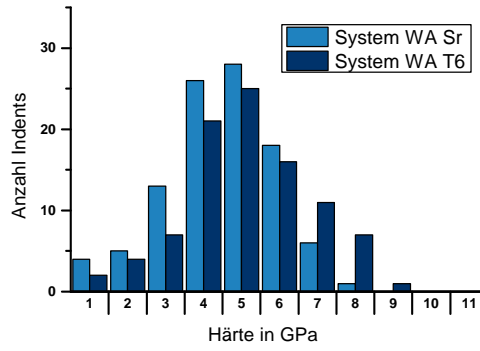


Abbildung 19: Wie Abb. 18, nur für 200 nm Eindringtiefe.

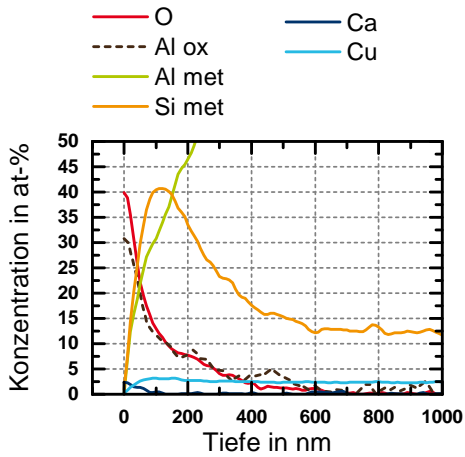


Abbildung 16: XPS-Tiefenprofil ausgewählter Elemente der Scheibe des Systems WA Sr.

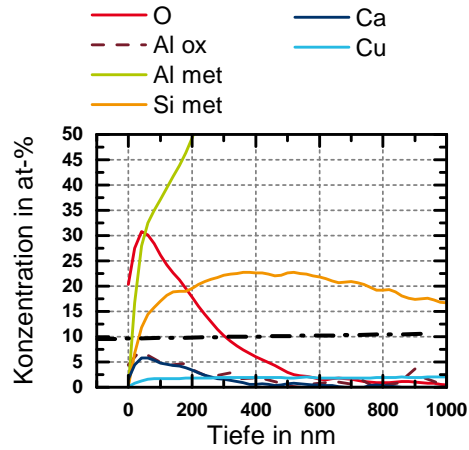


Abbildung 17: XPS-Tiefenprofil ausgewählter Elemente der Scheibe des Systems WA T6.

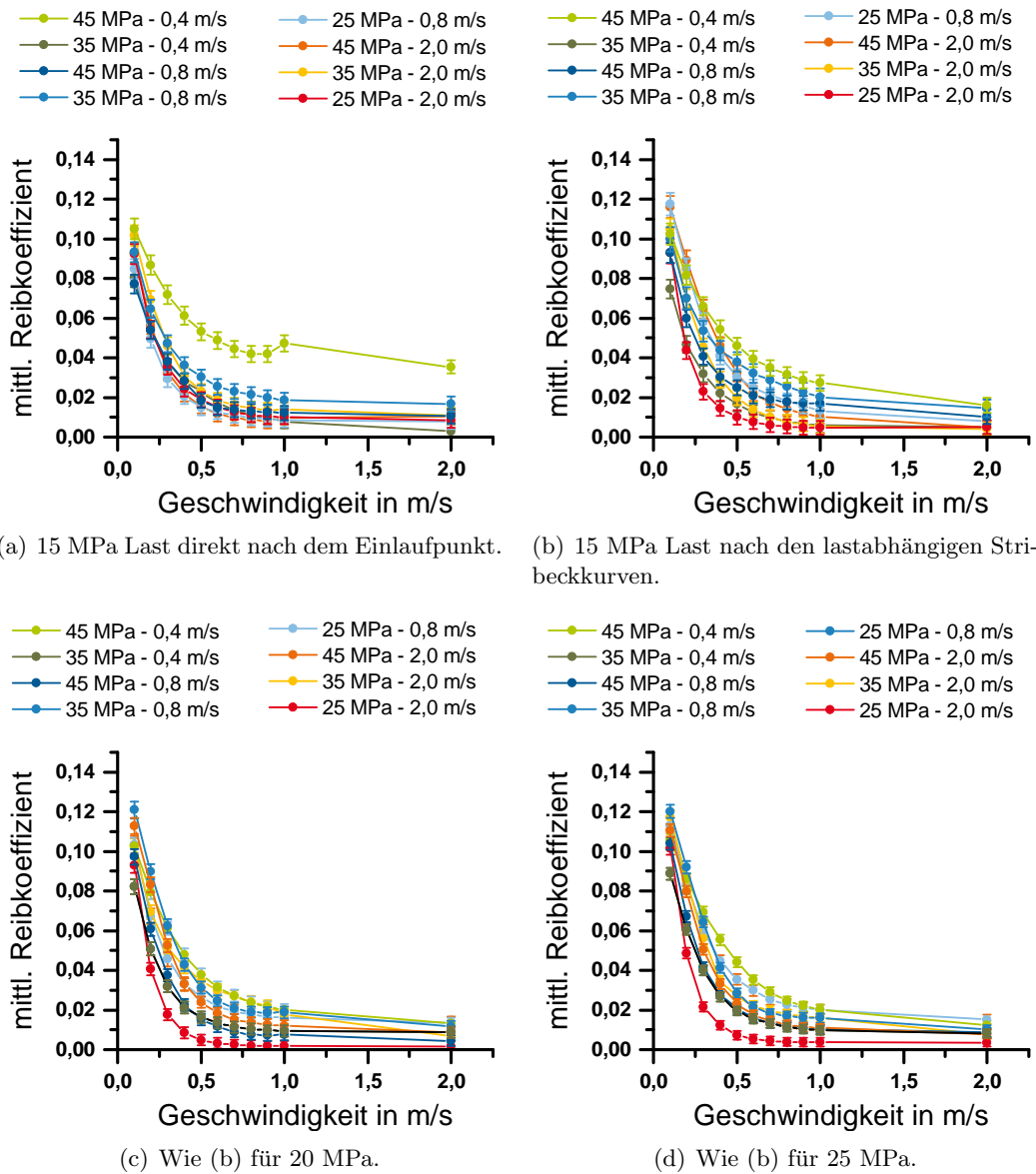


Abbildung 20: Stri-  
beckkurven bei unterschiedlichen Lasten. Jeder Graph zeigt die jeweils erste Stri-  
beckkurven von einem Block im Kennfeld nach dem Einlaufpunkt für die in der  
Legende angegebenen Einlaufpunkte. Aus Schröckert [83]



## 4 Vorgänge im Reibkontakt

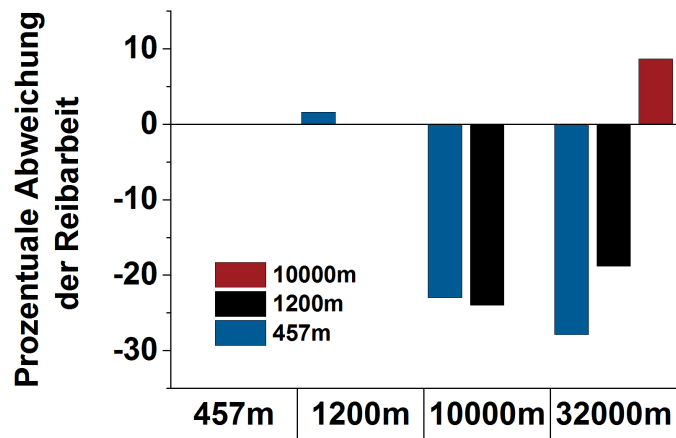


Abbildung 21: Prozentuale Abweichung der Reibarbeiten der Markerversuche über verschiedene Gleitwege.

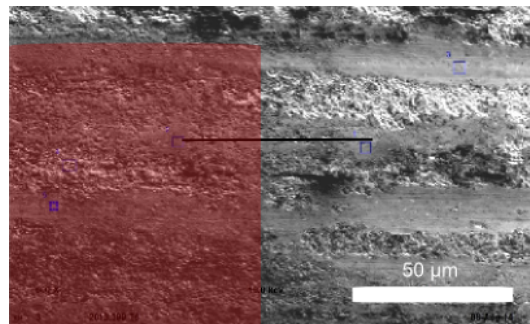
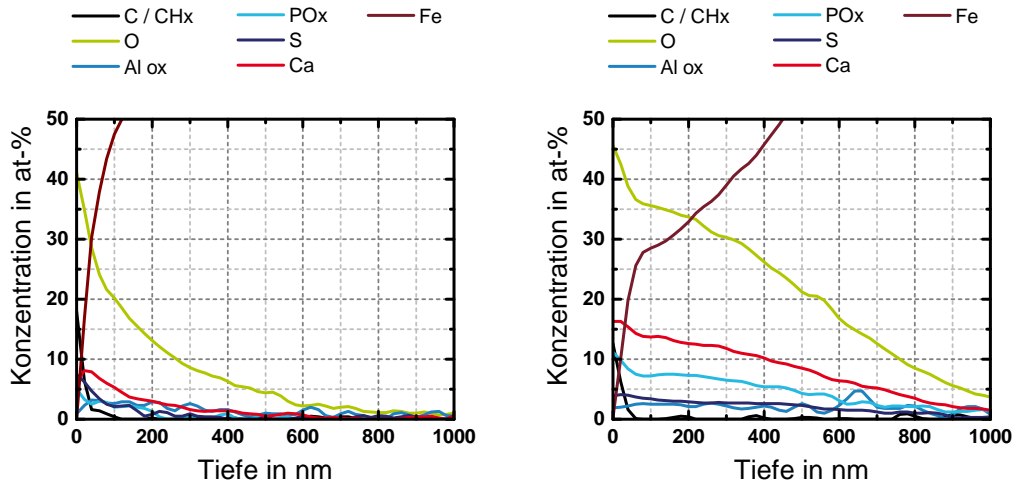
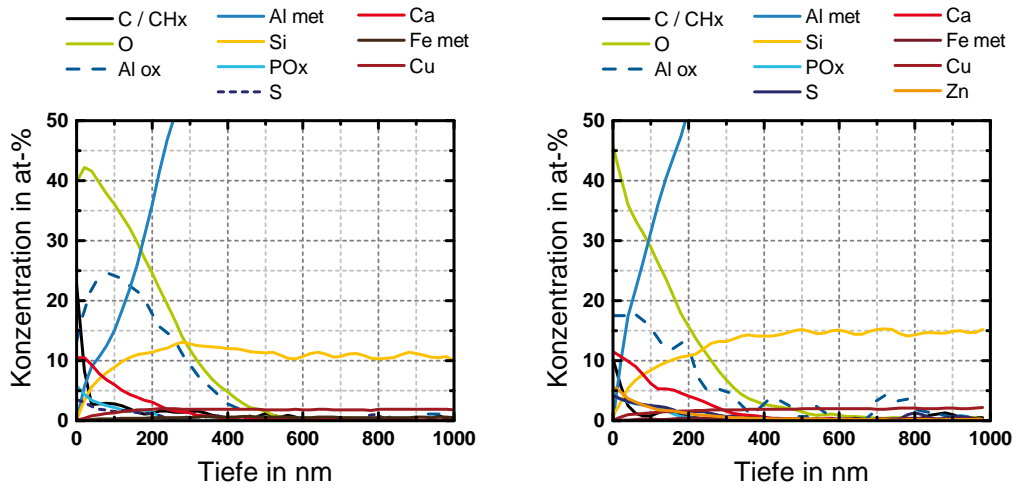


Abbildung 22: REM-Aufnahme des Gallium-Markers im System WA nach der tribologischen Belastung. Der rote Bereich markiert die Fläche des ursprünglichen Gallium-Markers. Die schwarze Linie zeigt die Position des AES-Linienprofils an.



(a) XPS-Tiefenprofil des über 11 h bei 35 MPa und 0,8 m/s belasteten Stifts des Systems WD Sr.

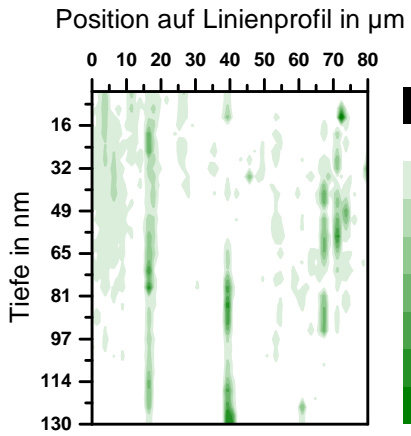
(b) XPS-Tiefenprofil des über 18 h bei 35 MPa und 0,8 m/s belasteten Stifts des Systems WA T6.



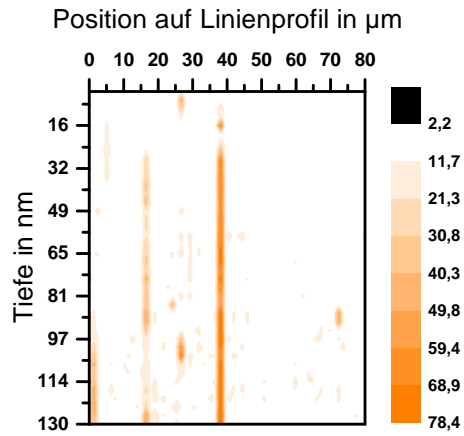
(c) Scheibe des Systems zu (a).

(d) Scheibe des Systems zu (b).

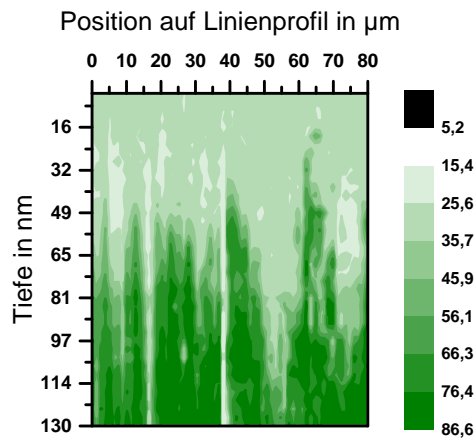
Abbildung 23: XPS-Tiefenprofile von Stift und Scheibe der Systeme WA T6 und WD.



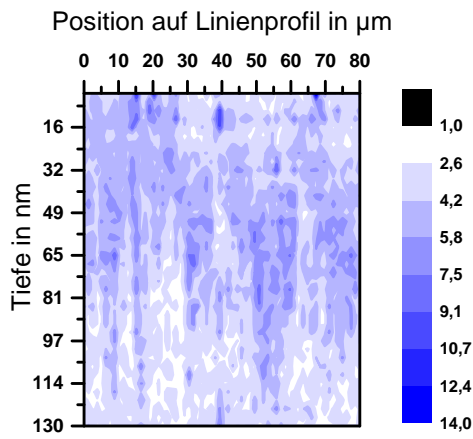
(a) AES-Linienprofil von S über die Tiefe.



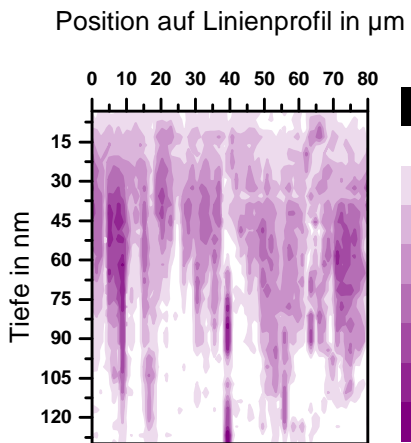
(b) AES-Linienprofil von Si über die Tiefe.



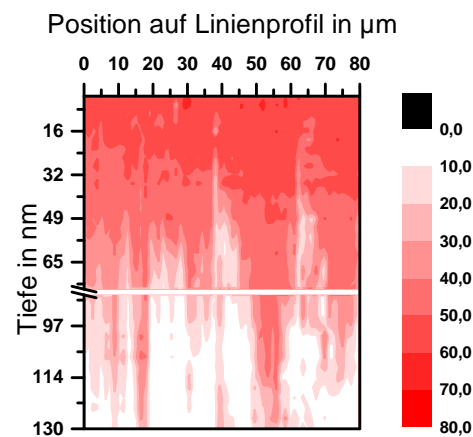
(c) AES-Linienprofil von Al über die Tiefe.



(d) AES-Linienprofil von C über die Tiefe.

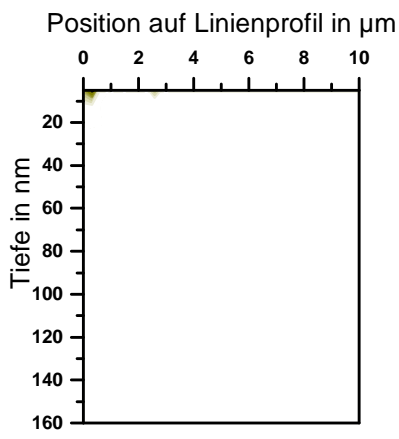


(e) AES-Linienprofil von Ca über die Tiefe.

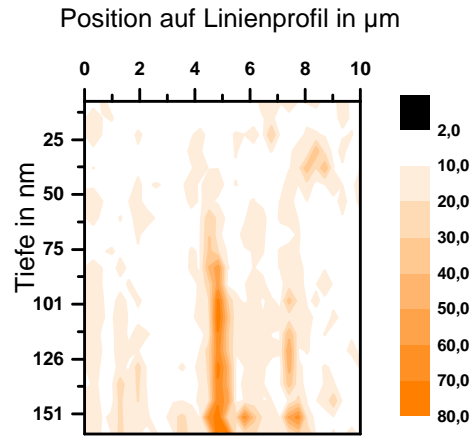


(f) AES-Linienprofil von O über die Tiefe. Achsenunterbrechung wegen fehlerhafter Messdaten.

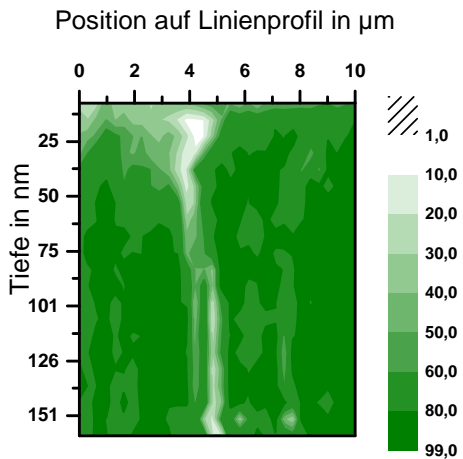
Abbildung 24: AES-Linienprofile über die Tiefe an der Scheibe des Systems WA T6. In Abb. 22 ist der Aufnahmebereich dem Topographiebild zugeordnet.



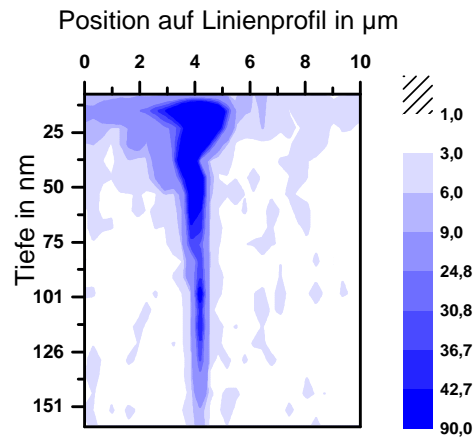
(a) AES-Linienprofil von S über die Tiefe.



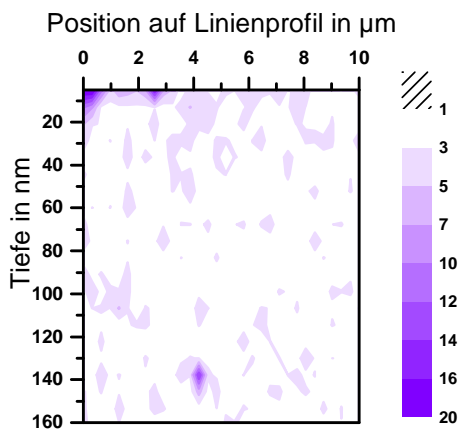
(b) AES-Linienprofil von Si über die Tiefe.



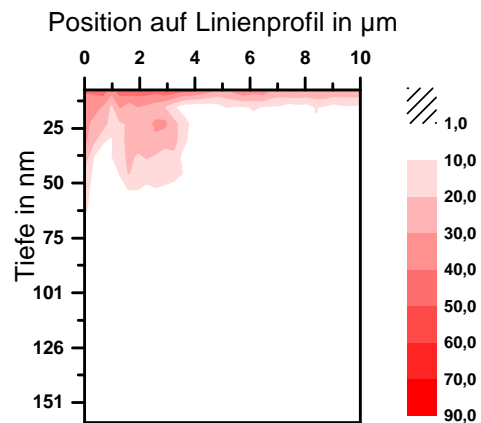
(c) AES-Linienprofil von Al über die Tiefe.



(d) AES-Linienprofil von C über die Tiefe.



(e) AES-Linienprofil von Ca über die Tiefe.



(f) AES-Linienprofil von O über die Tiefe.

Abbildung 25: AES-Linienprofile über die Tiefe an der Scheibe des Systems WD. In Abb. 6.11 ist der Aufnahmebereich dem Topographiebild zugeordnet.

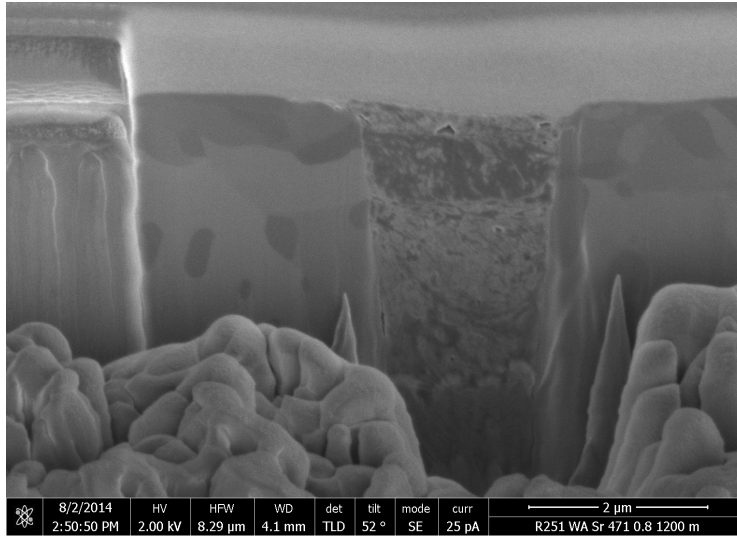


Abbildung 26: FIB-Schnitt an einem ungefüllten Graben ohne Bedeckung mit drittem Körper. Die Position des Schnitts ist in Abbildung 6.7(a) als blaues Trapez gekennzeichnet.

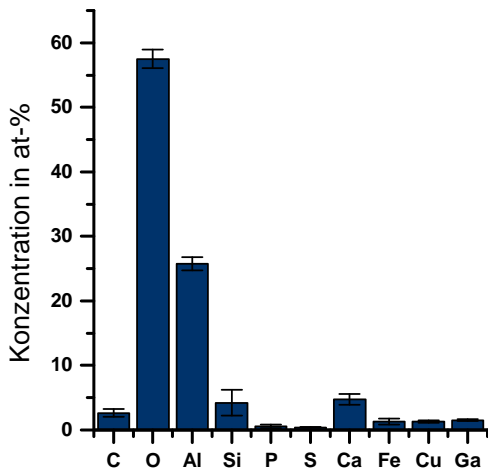


Abbildung 27: Mittelwerte der chemischen Zusammensetzung an den Punkten 1 bis 4 in Abbildung 6.11. Die Messung erfolgte mittels AES.

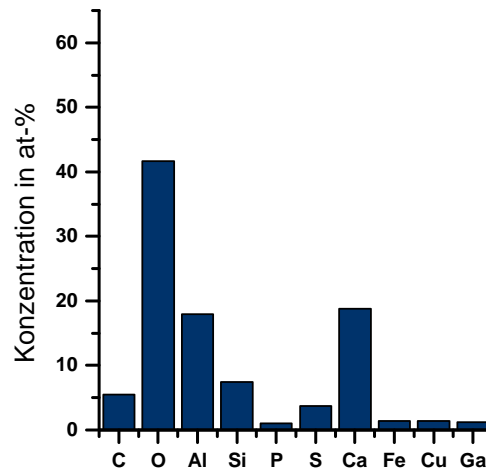


Abbildung 28: Mit AES bestimmte chemische Zusammensetzung der Oberfläche in Punkt 5 in Abbildung 6.11.

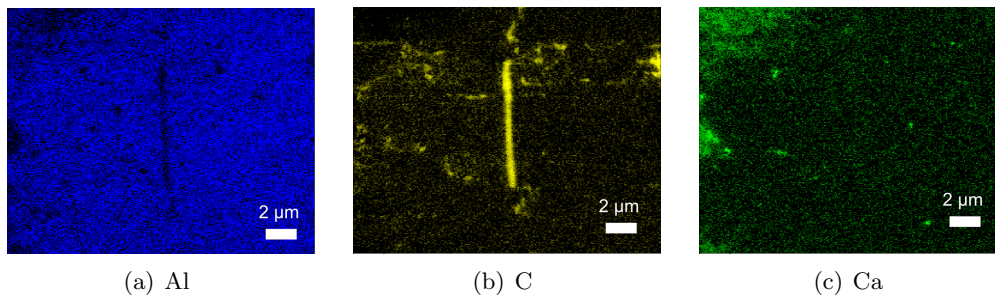


Abbildung 29: Mit AES ermittelte Flächenverteilungen der Elemente Al (a), C (b) und Ca (c). Das SE-Bild des gerasterten Bereichs ist in Abb. 6.11 gezeigt.