
Mikrostrukturentwicklung unter reversierender
Reibbelastung bei variierender elastischer und
plastischer Dehnung

Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

von der KIT-Fakultät für Maschinenbau
des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte

Dissertation

von

M. Sc. Sarah Becker
aus Düsseldorf

Tag der mündlichen Prüfung:	26.02.2019
Hauptreferent:	Prof. Dr. rer. nat. Peter Gumbsch
Korreferent:	Prof. Dr.-Ing. habil. Volker Schulze

Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist während meiner Zeit als akademischer Mitarbeiter am Institut für Angewandte Materialien - Computational Materials Science IAM-CMS des Karlsruher Instituts für Technologie entstanden.

Bei Herrn Professor Peter Gumbsch bedanke ich mich für das entgegengebrachte Vertrauen, diese Arbeit anfertigen zu dürfen und für seine Unterstützung während der gesamten Zeit. Außerdem danke ich ihm für die Übernahme des Hauptreferates.

Herrn Professor Volker Schulze danke ich sehr für das Interesse an meiner Arbeit und die Übernahme des Korreferats.

Bei Dr. Christian Greiner möchte ich mich für seine Betreuung mit wertvollen fachlichen Diskussionen sowie für seine Unterstützung bedanken.

Für die gute Zusammenarbeit und seine Hilfsbereitschaft sowie seine fachlichen Ratschläge spreche ich Dr. Johannes Schneider meinen Dank aus.

Ebenso möchte ich Dipl. - Ing. Heinz Lambert und Denis Scherhaufen für die Fertigung meiner Proben danken.

Dr.-Ing. Katrin Schulz und Dr.-Ing. Michael Mahler spreche ich meinen Dank aus, die mich mit ihren Kenntnissen aus ihrem Fachbereich unterstützt haben.

Des Weiteren möchte ich Kollegen, Abschlussarbeitern und studentischen Hilfskräften danken. Sie haben nicht nur fachlich zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen, auch habe ich sie privat sehr zu schätzen gelernt. Mein Dank geht insbesondere an Daniel Braun und Johanna Gagel sowie Zhilong Liu, die mir mit Rat und Tat sowie ihrem freundlichen Wesen zur Seite gestanden haben. Meinen Kollegen Katja Hahn, Christian Haug, Judith Jung, Friedbert Keller, Daniel Kümmel, Julia Lehmann, Marcel Milich, Thaís Padovani, Uwe Popp, Leandro Salgado, Paul Schreiber, Friederike Stolz, Luis Strassberger und Karsten Wolff danke ich für viele Diskussionen und Ratschläge.

Nicht zuletzt gilt mein herzlichster Dank meinen Eltern, meinem Freund sowie meiner Tante. Ohne ihre Unterstützung, Geduld und ihren großen Rückhalt wäre meine Arbeit in dieser Form nicht möglich gewesen. Insbesondere möchte ich mich bei meinem Vater bedanken, der mir mit seinem Rat und Einsatz schon immer ganz besonders zur Seite stand.

Kurzfassung

Tribologie ist die Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung zueinander. Sie umfasst das Gebiet von Reibung und Verschleiß, einschließlich Schmierung. Die tribologische Performance ist abhängig von verschiedenen Einflüssen wie den gegebenen Umgebungsbedingungen, den miteinander gepaarten Materialien, den gewählten Parametern (z.B. Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit und Gleitweg) sowie den Modellkontaktarten (z.B. Kugel-Scheibe, Scheibe-Scheibe). Zudem verändert die tribologische Belastung die Mikrostruktur von Reibkontakten und die Mikrostruktur beeinflusst wiederum die Reibung im Kontakt.

Bisher wurden verschiedene Einflussgrößen wie Geschwindigkeit, Kraft, daraus resultierende Kontaktspannungen oder Dehnungsgradienten für unterschiedliche Materialien meist im Kontakt Kugel-Scheibe untersucht. Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung des Einflusses der elastischen und plastischen Dehnung auf sauerstofffreies, hochreines Kupfer unter trockener tribologischer, reversierender Belastung in einem einfachen und übertragbaren System. Um ein solches System zu erhalten, wurde die Probenoberfläche mit einer geometrisch definierten Membranstruktur versehen. Die Erzeugung der Membranstruktur erfolgte durch Mikrofräsen. Dabei blieben zwei über die gesamte Probenoberfläche parallel verlaufende rechteckige Stege erhalten. Diese werden Membranen genannt. Durch eine konstante Membranbreite und variierende Membranhöhen konnten definierte elastische und plastische Dehnungszustände erzeugt werden. Es wurden die Oberflächen der Membranen als Grundkörper und transparente Saphirscheiben als Gegenkörper verwendet. Auf Grund ihrer hohen Härte kann eine Vermischung der Materialien vermieden werden, ihre Transparenz lässt im Experiment die Beobachtung des Kontaktverhaltens mittels High-Speed-Kamera zu.

Während des reversierenden Reibkontaktes veränderte sich die Mikrostruktur der Membranen wenige Mikrometer unterhalb der Kontaktfläche. Die durch tribologische Belastung im reversierenden trockenen Gleitkontakt entstandenen Mikrostrukturänderungen wurden mittels einer Kontaktspannung von 2,8 MPa unter 50 % relativer Luftfeuchtigkeit bei Raumtemperatur erzeugt. Die Durchführung der Versuche erfolgte mit einer Geschwindigkeit $v = 500 \mu\text{m/s}$ und einem Gleitweg von $s = 500 \mu\text{m}$ sowie der Gleitrichtung quer zu den Membranen. Die Belastungsdauer betrug 500 Zyklen. Die Untersuchungen der Oberflächenänderungen in Abhängigkeit der einzelnen Beanspruchungsparameter erfolgten lichtmikroskopisch. Mittels der verschiedenen Methoden der Elektronenmikroskopie konnte die Mikrostrukturentwicklung analysiert werden. Zusätzlich wurden Misorientierungen der Körner bestimmt und daraus

Versetzungsdichten der geometrisch notwendigen Versetzungen (GND), deren Bewegung durch den Kristall als Hauptmechanismus plastischer Verformung verstanden wird, berechnet. Es zeigte sich, dass unterhalb der Kontaktfläche die Versetzungsdichte gegenüber dem Ausgangszustand anstieg.

Um Spannungs- und Dehnungszustand während des Versuchsablaufes definieren zu können, wurden Finite-Elemente Simulationen (FEM) verwendet.

Ausgehend von den experimentellen und simulativen Untersuchungen verdeutlicht die vorliegende Arbeit eine signifikante Abhängigkeit der Mikrostrukturentwicklung von der Steifigkeit der Membranstrukturen und den mit der Membranstruktur verbundenen elastischen und plastischen Dehnungsverteilungen. Geringere Steifigkeiten der Membranen zeigten einen signifikanten Einfluss auf das Kontaktverhalten. Dieses beeinflusste wiederum die Spannungs- und Dehnungsverteilung im Kontakt und veränderte somit die Mikrostruktur. Simulativ (Finite-Elemente Analysen) konnten bei geringeren Steifigkeiten der Membranen höhere maximale Absolutwerte der elastischen Dehnungen an den Kanten beobachtet werden. Diese nahmen über die Membranoberfläche rapide ab. Neben einer größeren Nachgiebigkeit und einer damit verbundenen Kontaktänderung der Membranoberfläche, die eine Veränderung des Belastungskollektives zur Folge hatte, trat eine Änderung der Oberflächenbeschaffenheit auf. Im tribologischen Versuch wurde ein geringerer Reibkoeffizient ermittelt. Es kam zu geringeren Mikrostrukturänderungen, die sich in lokalen Kornfeinungen sowie geringen Misorientierungen zeigten. Membranen mit geringeren Steifigkeiten wiesen neben großen Dehnungsgradienten entlang der Oberfläche, geringere Kornfeinung und kleinere Versetzungsdichten auf. Sowohl Kornrotationen als auch Kornausrichtung blieben aus.

Die Ausnahme der Versuche bildeten die Membranen mit der höchsten Steifigkeit.

Die Auswertungen der Finite-Elemente Simulationen ergaben eine gleichmäßige Spannungsverteilung über die gesamte Oberfläche. Da nur geringfügig elastisches Verhalten auftrat, konnte die Belastungsart mit reinem Reibverhalten verglichen werden, das zusätzlich zu einer Ausrichtung der Körner parallel zur Gleitrichtung und Kornrotation führte. In Übereinstimmung mit der Literatur wurde ein Zusammenhang zwischen der Dehnung und der Kornausrichtung festgestellt. Durch die Bestimmung des Einflusses der elastischen und plastischen Dehnung auf die Mikrostruktur konnten erste Erkenntnisse über den signifikanten Einflussfaktor Dehnung und die daraus resultierende Entwicklung der Mikrostruktur geschaffen werden. Die gewonnenen Erkenntnisse bilden die Basis für spätere praktische, tribologische Anwendungen.

Abstract

Tribology is defined as the science of interacting surfaces in relative motion. It includes the fields of friction, wear and lubrication. The tribological performance depends on several factors such as the environment conditions, the materials in contact (e.g. pin on disc, disc on disc), the selected parameters of the tribological test setup (e.g. normal load, sliding speed, stroke length) and the types of contact. Since the microstructure of the material under the contact strongly influences tribological performance, the ability to control this microstructure has a key role. For sliding interfaces, there is a significant lack of knowledge about the effect of the influencing parameters and the resulting mechanism of the microstructure evolution. Several parameters such as sliding speed or normal load were investigated for different materials, usually in contact sphere on disc. As a result, the aim of this work is to investigate the influence of elastic and plastic strain on the material in a simple tribological system. An ideal method to correlate this microstructure evolution with the plastic deformation focused on different elastic and plastic strains is to use samples with a morphological surface texture. We concentrate on model materials like oxygen-free high-purity copper. A copper plate is structured by micro-milling. Two rectangles parallel over the entire sample length are remain. The rectangle structure is called membrane-like structure. By keeping the width of the membranes constant and only varying their height, we are able to produce results in elastic and plastic strains. The surfaces of both membranes are in contact with a sapphire disc. Sapphire was chosen for its high hardness and optical transparency condition. The optical transparency is necessary for an *in-situ* observation of the contact behavior using a high-speed-camera. The tribological properties are characterized in reciprocating motion under dry conditions. Experiments be performed with 50 % relative humidity and 25 °C. For the tribological experiments a sliding velocity of $v = 500 \mu\text{m/s}$, a stroke length of $s = 500 \mu\text{m}$, 500 cycles and a contact pressure of 2.8 MPa are chosen. The evolution of the surface topography due to the tribological experiments is investigated by light microscopy. The change of the microstructure is observed by Focus Ion Beam (FIB) cross-sections. The grain size, grain orientation and rotation are indicated by Electron Backscatter Diffraction (EBSD) and Scanning Transmission Electron Microscopy analysis (STEM). In addition, misorientations of the grains were determined and from this, dislocation densities of the geometrically necessary dislocations (GND), which are considered to plastic deformation, were calculated. It was found that beneath the contact surface the dislocation density increased compared to the initial state. Furthermore, a finite-element simulation (FEM) is performed to calculate the elastic and plastic stress and strain distributions

in the membranes during the experiment. Based on the experimental investigations compared to simulations the different strain distributions depending on the various stiffnesses of the membranes shows a significant effect on the microstructure evolution. We found two different load configuration and as a consequence a change of the strain distributions in the contact material as an effect of the different aspect ratios. Also in the finite-element simulation membranes with less stiffness have higher maximum strains at the edges, which decrease rapidly across the membranes surfaces. To a lower stiffness a change in the contact behavior occurred. The surface topography of the membranes changed and a lower coefficient of friction were determined in the tribological experiments. Less evolution in microstructure occurred. Membranes with lower stiffness had higher strain gradient along the surface, less grain refinement and smaller GND densities occurred.

The exception is the membranes with smallest stiffness. The load configuration is dominated by the friction load. The maximum load and as a consequence the maximum strains are generated at the edges, but the distribution is more homogeneous. The measured coefficient of friction is comparable to the literature. The microstructure shows a layer, which includes grain refinement and different grain orientations. The grains are bend parallel to the last sliding direction. The membranes have the highest densities of geometric necessary dislocations. The density of geometric necessary dislocations is homogeneous distributed beneath the surface. A networks of geometrically necessary dislocations (GNDs) are formed beneath the layer.

In summary, these results strongly suggest that the stress and strain distribution is a key elementary parameter for the microstructure evolution under a tribological load. The distinct stress and strain distribution and the different contact mechanisms here are essential for future microstructure modeling. Together these results are parts of the basis for a subsequent application.

Inhaltsverzeichnis

1	Motivation	1
1.1	Aufgabenstellung und Motivation.....	1
2	Stand der Technik	3
2.1	Tribologie	3
2.2	Tribologische Systeme.....	5
2.3	Materialverhalten unter tribologischer Belastung	9
2.3.1	Einfluss der tribologischen Belastung auf die Mikrostruktur.....	12
2.3.2	Auswirkungen der tribologischen Belastung auf die Versetzungsstruktur.....	15
2.3.3	Einfluss der tribologischen Belastung auf die Mikrostruktur mit Fokus auf die Orientierungen der Körner	19
2.3.4	Die Bestimmung und Auswirkung von Spannungen und Dehnungen im Material.....	20
3	Versuchsmaterialien und experimentelle Methoden	25
3.1	Probenmaterial	25
3.1.1	Probenvorbereitung und metallographische Präparation.....	25
3.2	Tribologische Charakterisierung	30
3.2.1	Aufbau des Prüfstandes.....	30
3.2.2	Versuchsdurchführung	33
3.3	Mikrostrukturuntersuchung	35
3.3.1	Mikroskopische Untersuchungsabfolge	35
3.3.2	Lichtmikroskopische Untersuchungen	35
3.3.3	Elektronenmikroskopische Untersuchungen	35
3.4	Simulationsmethodik.....	38
3.4.1	Aufbau des Finite-Elemente Simulationsmodells	38
4	Ergebnisse	43
4.1	Tribologisches Verhalten	43
4.1.1	Einfluss des Aspektverhältnisses auf die Reibkraftverläufe.....	43
4.1.2	Analyse des Kontaktverhaltens der Membranen mittels High-Speed-Kameraauswertung	51
4.2	Mikrostrukturcharakterisierung	54
4.2.1	Oberflächencharakterisierung	54
4.2.2	Untersuchung der Mikrostrukturänderung	57
4.2.3	Rastertransmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen	59

4.2.4	Untersuchung der Kornorientierung mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD)	61
4.3	Finite-Elemente Simulationen	66
4.3.1	Einfluss des Aspektverhältnisses auf das elastische Verhalten	67
4.3.2	Einfluss der Reibkoeffizienten auf das elastische Verhalten.....	70
4.3.3	Einfluss der experimentellen Gegebenheiten auf das elastische und plastische Verhalten der Probekörper.....	73
5	Diskussion.....	77
5.1	Dehnungsverteilung in der Kontaktfläche der Membranen während des tribologischen Experimentes.....	77
5.2	Einfluss der Dehnungsverteilung auf das Reibverhalten im tribologischen Experiment ..	81
5.3	Einfluss der Dehnung auf die Veränderung der Membranoberfläche im tribologischen Experiment.....	83
5.4	Einfluss der Dehnung auf die Mikrostrukturentwicklung im tribologischen Experiment	85
6	Zusammenfassung.....	89
	Literaturverzeichnis	93
	Abbildungsverzeichnis.....	101
	Anhang	106

Abkürzungen und Symbole

Abkürzung	Bedeutung
Ag	Silber
b	Burgersvektor
C	Kohlenstoff
Cl	Chlor
Cu	Kupfer
DDD	Discrete Dislocation Dynamics Diskrete Versetzungsdynamik
DDW	Dense Dislocation Walls Versetzungszellen und -ansammlungen
EBSD	Electron Backscatter Diffraction Elektronenrückstreubeugung
EDX	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy Energiedispersive Röntgenspektroskopie
ES	Equiaxed Subgrains gleichachsige Körner
FIB	Focus Ion Beam Zweistrahlionenmikroskop
FE	Finite-Elemente
FEM	Finite-Elemente Methode
GND	Geometrically Necessary Dislocations Geometrisch Notwendige Versetzungen
IPF	Inverse Polfigur
LBs	Lamellar Boundaries Lamellare Korngrenzen
MB	Microbands Scherbänder
MD	Molecular Dynamics Molekulardynamik
ND	Normalrichtung
O	Sauerstoff
OFHC-Kupfer	Oxygen Free High Conductivity Sauerstofffreies, hochreines Kupfer
Pt	Platin
RD	Rollrichtung
REM	Scanning Electron Microscopy Rasterelektronenmikroskopie
SSD	Statistically Stored Dislocations Statistisch Gespeicherte Versetzungen
STEM	Scanning Transmission Electron Microscopy Rastertransmissionselektronenmikroskopie
TEM	Transmission Electron Microscopy Transmissionselektronenmikroskopie
TD	Transversalrichtung

lateinische Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
A	μm^2	Flächenanteil der Reibkurven
A_f	$\frac{\mu\text{J}}{\text{cm}^2}$	Genormte Rechteckfläche
A_r	-	Aspektverhältnis
A_{real}	mm^2	Reale Kontaktfläche
b_m	μm	Membranbreite
D	μm	Korngröße
d_f	mm	Diamantfräskopfdurchmesser
d_p	mm	Probendicke
\dot{E}_m	J	Dissipierte Leistung durch Materialänderung
\dot{E}_q	J	Dissipierte Leistung durch Wärmefluss
\dot{E}_w	J	Dissipierte Leistung durch Verschleiß
\dot{E}_{tot}	J	Gesamte dissipierte Leistung
F	N	Kraft
F_N	N	Normalkraft
F_R	N	Reibkraft
F_t	N	Tangential wirkende Kraft
h_m	μm	Membranhöhe
$h(u_i)$	-	Funktion der Verschiebungsfreiheitsgrade
I	A	Stromstärke
P	MPa	Fließspannung
P_m	MPa	Kontaktpressung
R_a	μm	Arithmetischer Mittenrauwert
RH	%	Relative Luftfeuchtigkeit
s	μm	Gleitweg
S	MPa	Scherfestigkeit
S_t	Nm	Schrittweite
t	s	Zeit
T	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur
t_m	Nm	Tiefe der Mikrostrukturänderung
u	-	Kantenlänge
U	V	Spannung
U_x	μm	Verschiebung in x-Richtung
v	$\frac{\mu\text{m}}{\text{s}}$	Geschwindigkeit

griechische Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
ε_{12}	-	Tangentiale Dehnung
ε_{22}	-	Dehnung in Normalrichtung
μ	-	Reibkoeffizient
μ_{eff}	-	Effektiver Reibkoeffizient
σ_{12}	MPa	Scherspannung
σ_{22}	MPa	Normalspannung
ϑ_M	°	Misorientierungswinkel
ν	-	Poissonzahl
ρ_{GND}	$\frac{1}{\text{m}^2}$	Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen

1 Motivation

1.1 Aufgabenstellung und Motivation

Tribologie ist die Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung zueinander. Sie umfasst das Gebiet von Reibung und Verschleiß, einschließlich Schmierung. Tribologie schließt entsprechende Grenzflächenwechselwirkungen sowohl zwischen Festkörpern als auch zwischen Festkörpern und Flüssigkeiten oder Gasen ein [1].

Im Anfangsstadium einer tribologischen Belastung, wenn die beiden Reibpartner noch ihre Ausgangsstruktur aufweisen, erfolgt für jedes tribologische System ein Einlauf. Während des Einlaufens wird der Kontakt zwischen den Reibpartnern vollständig ausgebildet und die Kontaktgeometrien passen sich an die Bedingungen an. Als Folge dessen treten mechanische, chemische und physikalische Eigenschaftsänderungen auf und es erfolgt eine Konditionierung der Mikrostruktur wenige Mikrometer unterhalb der Oberfläche [2]. In Abhängigkeit der Ausgangskorngröße entsteht oftmals eine nanokristalline oder ultrafeinkristalline Schicht [3]. Zwischen dieser Schicht und dem Grundmaterial liegt häufig eine scharfe Abgrenzung vor [3, 4]. Neben der auftretenden Kornfeinung der Mikrostruktur wurden ebenfalls Phasenumwandlungen beobachtet.

Als Erklärung für die scharfe Abgrenzung zwischen der entstandenen Schicht und dem Basismaterial wird oftmals mechanische Vermischung herangezogen [5]. Die entstandene Schicht ist hochdeformiert und weist eine hohe Versetzungsaktivität auf. Transmissionselektronenmikroskopische Analysen (TEM) zeigen die Bildung von Versetzungszellstrukturen [6].

Bisher wurde der Einfluss verschiedener Größen wie Geschwindigkeit, Normalkraft bzw. Kontaktspannung oder der Dehnungsgradient für unterschiedliche Materialien meist im Kontakt Kugel-Scheibe untersucht. Der Effekt der Gleitgeschwindigkeit auf die Mikrostrukturentwicklung wurde in verschiedenen Molekulardynamik Simulationen (MD) analysiert [7]. Es konnte vor allem ein Effekt der Gleitgeschwindigkeit auf die Kornorientierung gezeigt werden. Dies wurde nicht nur in Simulationen [7, 8], sondern auch in experimentellen Studien [3] nachgewiesen. MD Simulationen wurden ebenfalls zur Bestimmung des Einflusses der Kontaktspannung auf den Mechanismus der Kornänderung benutzt [9]. Des Weiteren konnte in Diskreten Versetzungsdynamik Simulationen (DDD) das

Verhalten von Versetzungen, die als Träger der Plastizität gelten, unterhalb verschiedener Kontaktspannungen ermittelt werden [10].

Der Einfluss der Dehnung auf die Mikrostruktur wurde u.a. von Wolff et al. in einem einsinnigen Stift-Scheibe Versuchsaufbau untersucht. Der während des tribologischen Experimentes wirkende Dehnungsgradient bestimmte den Mechanismus der Kornausrichtung. An den Stellen der maximalen Dehnung traten maximale Biegewinkel auf [11, 12].

Trotz der Vielzahl von Arbeiten in diesem Gebiet können die Ergebnisse und Erkenntnisse auf Grund komplexer Tribosysteme nicht auf andere übertragen werden. Auf Grund dessen ist das Ziel dieser Arbeit die Untersuchung des Einflusses der elastischen und plastischen Dehnung auf sauerstofffreies, hochreines Kupfer unter trockener, reversierender Belastung in einem einfachen tribologischen Modell mit flächigem Kontakt. Es steht die Frage nach den Dehnungsverteilungen im Vordergrund. Um eine definierte, elastische und plastische Dehnung erzeugen zu können und gleichzeitig das System so einfach wie möglich zu halten, wird aus sauerstofffreiem, hochreinem Kupfer eine nachfolgend beschriebene Membranstruktur hergestellt. Die Erzeugung der Membranstruktur erfolgt durch Mikrofräsen. Dabei bleiben zwei über die gesamte Probenlänge parallel verlaufende rechteckige Stege erhalten, nachfolgend Membranen genannt. Durch ihre geometrische Form ist ein flächiger Kontakt möglich und es kann eine definierte elastische und plastische Dehnung erzielt werden. Bei Veränderung der Höhe der Membranen und des damit verbundenen Aspektverhältnisses $A_r \left(\frac{\text{Höhe}}{\text{Breite}} \right)$ werden unterschiedliche Dehnungszustände im Material erzielt.

Begründet durch die oben beschriebene Geometrieform wird zuerst der Einfluss der Geometriesteifigkeit auf die Art des Kontaktes und somit das Belastungskollektiv untersucht. Welche Belastungsprofile bilden sich aus und wie ist die resultierende Dehnungsverteilung im Kontakt während des tribologischen Experimentes? Sind die Reibwerte auf Grund der Geometriesteifigkeiten vergleichbar? Wie entwickelt sich die Mikrostruktur in Abhängigkeit der verschiedenen Dehnungsverteilungen? Hat die zyklische Belastung einen Einfluss auf die Mikrostrukturentwicklung und kann eine plastische Auswirkung in der Mikrostruktur beobachtet werden, obwohl ein hoher elastischer Formungsanteil vorliegt?

Diesen und weiteren Fragen soll sich im Rahmen dieser Arbeit genähert werden.

2 Stand der Technik

2.1 Tribologie

Tribologie als interdisziplinäre Wissenschaft beinhaltet die Bereiche der Kontaktmechanik, Materialwissenschaft, Physik, Chemie und der Strömungslehre. Die Vielseitigkeit der Tribologie zeigt sich nicht nur in den enthaltenen Fachdisziplinen, sondern auch in den Anwendungsgebieten. Diese erstrecken sich von Hüftgelenken in der Medizintechnik [13] [14], Erdbebenforschung in der Geologie [15], Bionik [16], mikroelektromechanischen Systemen [17] bis hin zur Automobilindustrie [18].

Die ersten Untersuchungen im Forschungsgebiet Tribologie gehen auf die Ägypter zurück [19, 20]. Da Vinci formulierte 1452 die ersten Gesetze zur Reibung. Er beobachtete die Proportionalität der Reibkraft zur Normalbelastung. Zudem postulierte er, dass Reibung und Kontaktfläche voneinander unabhängig sind [21] [22].

Amontons bestätigte 1699 die bereits gemachten Beobachtungen erneut. Auf Grund dessen ist die Proportionalität der Reibkraft zur Normalkraft als „Amontons’ Gesetz“ bekannt.

Auch Coulomb stimmte dem Gesetz von Amontons zu. Zudem war er der erste Wissenschaftler, der zwischen Haft- und Gleitreibung unterschied. Haftreibung definierte er als Reibung, die eine Bewegung eines Körpers gegen einen zweiten Körper verhindert. Die Gleitreibung wirkt nach Überwindung der Haftreibung. Nach weiteren quantitativen Untersuchungen stellte er eine Abweichung von seinem postulierten Reibgesetz fest, dass von da an um den Adhäsionsbeitrag ergänzt wurde [23].

Euler konnte im Jahr 1750 eine mathematische Beschreibung für die Unterscheidung zwischen der statischen und der kinetischen Reibkraft aufzeigen und führte die Bezeichnung μ für den Reibkoeffizienten ein. Er definierte die Gleitreibung für den trockenen Zustand wie folgt:

$$F_R = \mu \cdot F_N \qquad \text{Gleichung 2.1}$$

mit F_R = Reibkraft, F_N = Normalkraft und μ = Proportionalitätskonstante bzw. Reibkoeffizient. Wie in der Mechanik noch heute oftmals angewandt, verstand er die Reibung als Verzahnung

von kleinen dreieckigen Unebenheiten der sich kontaktierenden Oberflächen, wobei der Reibkoeffizient der Steigung dieser Unebenheiten entspricht [20].

Einen weiteren Schritt sowohl auf dem Gebiet der Kontaktmechanik als auch im Bereich der trockenen Reibung machten 1949 Bowden und Tabor. Sie brachten Körper und Gegenkörper metallischer Paarungen in Kontakt und definierten zwei Bereiche. Im ersten Bereich nähern sich die Körper so weit an, dass ihre Atome in Kontakt treten. Im zweiten Bereich sind die Körper so weit von einander entfernt, dass kein Kontakt mehr möglich ist. Die Kontaktflächen werden dabei als Schweißbrücken bezeichnet. Versteht man die Reibung als Scherung dieser Schweißbrücken, so bildet die Summe der Brücken die reale Kontaktfläche A_{real} ab [23, 24].

Bowden und Tabor postulierten, dass die reale Kontaktfläche A_{real} signifikant kleiner als die geometrische Kontaktfläche ist und die Reibkraft entscheidend von der realen Kontaktfläche abhängt. Die Arbeiten von Bowden und Tabor haben eine Reihe von Theorien zur Kontaktmechanik rauer Oberflächen ausgelöst [23, 24].

Green und Tabor erweiterten die Adhäsionstheorie durch die Untersuchung dynamischer Abläufe. Sie gingen davon aus, dass tribologische Vorgänge auf der Mikroskala nicht im Gleichgewicht ablaufen. Durch die Belastung wachsen nicht nur bereits gebildete adhäsive Kaltverschweißungen, sondern es kommt auch zu einer Neubildung adhäsiver Kontakte. Der Reibkoeffizient kann als eine physikalische Größe aufgefasst werden, die zum Trennen dieser Kontakte benötigt wird [25].

Greenwood und Williamson ergänzten 1966 die Theorie von Bowden und Tabor durch die Berücksichtigung der Oberflächenrauheit. Sie nahmen eine statische Höhenverteilung der Rauheitsspitzen an und zeigten auf, dass die Anzahl dieser und somit die Kontaktfläche bei steigender Belastung zunimmt, sodass ihre Deformation als unabhängig betrachtet werden kann. Bei diesem Modell zeigte sich die lineare Abhängigkeit von Kontaktfläche und Normalkraft. Die Proportionalitätskonstante (Reibkoeffizient) ist stark von der Geometrie der Rauheiten abhängig [23].

2.2 Tribologische Systeme

Um die Gesamtheit aller Einflussgrößen, die für die Reibungs- und Verschleißbestimmung wichtig sind, darzustellen, kann die reale Situation vereinfacht durch ein Modell des Tribosystems abgebildet werden.

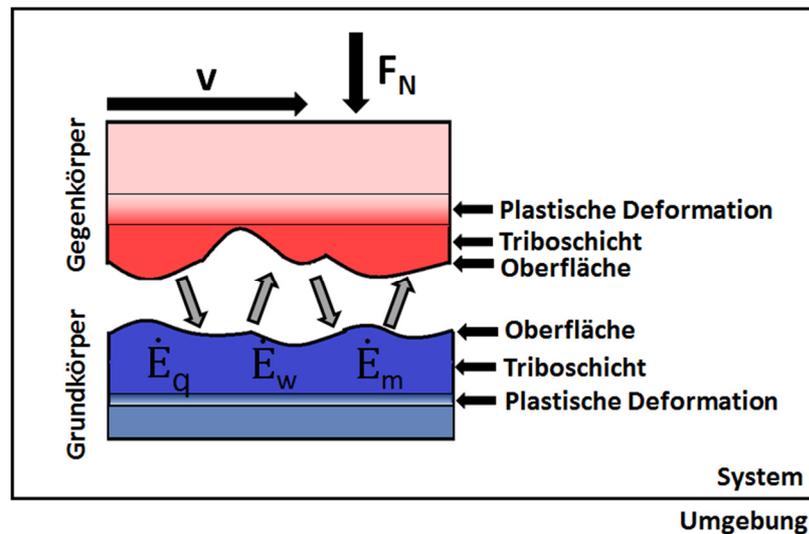


Abbildung 2.1: Ein abgeschlossenes tribologisches System mit Kontaktgeometrien (flacher Grund- und Gegenkörper) unter Normalkraft F_N und Reibgeschwindigkeit v sowie den dadurch bewirkten Änderungen in den Reibkörpern (Energieflüsse (\dot{E}_q , \dot{E}_w , \dot{E}_m), Triboschicht und plastische Deformation).

In Abbildung 2.1 ist ein vereinfachtes Modell eines abgeschlossenen, tribologischen Systems dargestellt. Es besteht aus Grund- und Gegenkörper, die miteinander über die Wirkfläche (reale Kontaktfläche) in Kontakt treten. In diesem Fall wird auf den Gegenkörper eine Normalkraft F_N aufgebracht. Zusätzlich bewegt sich dieser mit einer definierten Geschwindigkeit v . Beide Körper werden in Abbildung 2.1 durch eine Systemgrenze von der Umgebung abgegrenzt. In der Literatur wird als Umgebungsmedium hauptsächlich eine kontrollierte Umgebungsluft bei 50 % relativer Feuchtigkeit [26, 27] verwendet. Seltener wird Stickstoff [9] als Atmosphäre gewählt. Innerhalb des Systems kann zusätzlich zum Luftfeuchtigkeitsgehalt die Temperatur geregelt werden. Viele Untersuchungen werden bei Raumtemperatur durchgeführt. Oftmals wird aber auch der Einfluss hoher Temperaturen untersucht [18]. Treten zwei Körper in Kontakt, kommt es zur Energieeinleitung. Während der Energieeinleitung berühren sich die Oberflächen der Reibpartner und es bildet sich die wahre Kontaktfläche A_{real} aus. Dabei ist die

mechanische Interaktion von Gegen- und Grundkörper oftmals auf wenige Nanometer begrenzt.

Anschließend kommt es zur Energieumsetzung. Die Energieumsetzung erfolgt durch Reibmechanismen wie z.B. Deformationsprozesse, die sowohl mikroskopisch bzw. atomar als auch makroskopisch ablaufen können. Die Reibmechanismen beschreiben die bewegungshemmenden Grundmechanismen der Energiedissipation und werden in Adhäsion, plastische Deformation, Furchung und elastische Hysterese bzw. Dämpfung unterteilt. Die Komponente Adhäsion beruht auf Bildung und Zerstörung von adhäsiven Bindungen in der Kontaktfläche. Da es keine atomare glatte Oberfläche gibt, sondern jede experimentelle Oberfläche Rauheitsspitzen besitzt, kann es im Verlauf eines tribologischen Prozesses zum wiederkehrenden Kontakt neuer Rauheitsspitzen kommen. Der erneute Kontakt metallischer Oberflächen, auf dessen Kontaktfläche lokal ein erhöhter Druck wirkt, führt zu Mikroverschweißungen. Da die Relativbewegung aufrechterhalten werden soll, können die Bindungen durch Scherung erneut zerstört werden. Die Zerstörung erfolgt, wenn die aufgebauten Adhäsionsbindungen stärker als die Festigkeit des weicheren Materials sind. Diese Prozesse stellen somit einen bewegungshemmenden und Energie dissipierenden Vorgang dar [24, 28].

Plastische Deformation tritt sehr häufig beim Kontakt der Reibpartner und der gleichzeitigen tangentialen Relativbewegung zueinander auf. Auf Grund kleiner Unterschiede in der Oberflächenrauheit der beteiligten Reibpartner liegen im tribologischen Kontakt oftmals lokal sehr hohe Kontaktdrücke vor. Wenn durch die Kontaktdrücke die Streckgrenze des Materials der Reibpartner überschritten wird, kommt es zur plastischen Deformation [29]. Mikroskopisch werden bei der plastischen Verformung von kristallinen Festkörpern aus energetischen Gründen Defekte wie z.B. Versetzungen und Stapelfehler eingebracht [30].

Wenn die Rauheitshügel des härteren Werkstoffes in das weichere Grundmaterial eindringen, wird von Furchen gesprochen. Furchen kann Material abtragen bzw. Partikel bilden. Falls Partikel im Kontakt der Reibpartner verbleiben, kann dies zu einer Erhöhung der Furchungs- und Deformationskomponente führen [21].

Beim elastischen Kontakt der Rauheitshügel bilden sich schwingungsfähige, gedämpfte Systeme aus. Während des Kontaktes lenken die beteiligten Atome um einen Betrag aus. Löst sich der Kontakt der Reibpartner, kehren die beteiligten Atome schwingend in den ursprünglichen Zustand zurück. Die Kohäsionskräfte stellen die Dämpfungskomponenten des Systems dar. Die Schwingungsvorgänge können zu einer Temperaturerhöhung führen [23].

Die hervorgerufene Energiedissipation pro Zeiteinheit kann wiederum eine Änderung im Material hervorrufen. Die dissipierte Leistung wird wie folgt beschrieben:

$$\dot{E}_{\text{tot}} = \mu \cdot F_N \cdot v = \dot{E}_q + \dot{E}_w + \dot{E}_m \quad \text{Gleichung 2.2}$$

\dot{E}_{tot}	=	gesamte dissipierte Leistung
\dot{E}_q	=	dissipierte Leistung durch Wärmefluss
\dot{E}_w	=	dissipierte Leistung durch Verschleißprozesse
\dot{E}_m	=	dissipierte Leistung durch Materialänderung
μ	=	Reibkoeffizient
v	=	Gleitgeschwindigkeit
F_N	=	Normalkraft

Die gesamte dissipierte Leistung wird durch die Normalkraft F_N , die Gleitgeschwindigkeit v sowie dem Reibkoeffizienten μ bestimmt. Bei den ersten beiden Größen handelt es sich um Parameter des Experimentes, der Reibkoeffizient hingegen gibt die Antwort des Systems wieder.

Der rechte Teil der Gleichung 2.2 zeigt, dass sich die gesamte Leistung aus den dissipierten Anteilen zusammensetzt. Diese werden durch Temperaturfluss, Reibverschleiß und Materialänderung verursacht.

Der Wärmefluss des Systems \dot{E}_q wird experimentell aus der Temperatur der Reibpartner bestimmt. Treten die Reibpartner unter Belastung in Kontakt, kann es zu einem steilen Anstieg der Kontakttemperatur kommen. Diese Temperatur wird als "Flashtemperatur" bezeichnet. Rauheitshügel kommen in Kontakt, reagieren miteinander und generieren einen Temperaturanstieg. Da der Kontakt geschlossen ist, kann der lokale Temperaturanstieg nur schwerlich experimentell gemessen werden. Indirekt ist es möglich, die Temperatur aus Materialänderungen oder Phasenumwandlungen zu bestimmen. Untersuchungen haben ergeben, dass kleinere Kontaktflächen höhere Temperaturen aufweisen und es zu einem Temperaturgradienten im Material kommt [31, 32].

Ebenfalls schwer bestimmbar sind die dissipierten Leistungen, die durch Verschleiß und Materialänderungen verursacht werden. Die durch Verschleiß verursachte Leistungsänderung hängt u. a. von der Größe der generierten Partikel ab [32].

2.3 Materialverhalten unter tribologischer Belastung

Bei der Betrachtung des tribologischen Systems kommt es in der Anfangsphase eines Kontaktes, durch das sogenannte Einlaufen, zu Änderungen in der Mikrostruktur [33].

Die Einlaufphase eines Systems beinhaltet ein zeit- und skalenabhängiges Reibverhalten. Dieses hängt, wie bereits beschrieben, von der Aufteilung der erzeugten Energien ab. Der Einlauf wird beeinflusst von verschiedenen Parametern wie Rauheit, Material, Temperatur und Kontaktspannung [33] [34] [35].

Die Änderung der Mikrostruktur ist nicht nur von den dissipierten Energien und deren Temperaturänderung abhängig, sondern auch von der Kontaktmechanik und dem Material selbst. Die ersten Untersuchungen hinsichtlich der Auswirkungen von Belastungen auf das Material im Reibkontakt wurden von Bowden und Tabor 1949 getätigt. Wenn in einem flachen Reibkontakt einer der zwei Reibpartner eine deutlich höhere Härte besitzt und der Effekt des Pflügens vernachlässigt wird, dringen die Rauheitsspitzen des härteren Materials in die weichere Oberfläche ein. Somit bestimmt das weichere Material das tribologische Verhalten der Kontaktpartner. Es gilt:

$$F_R = A_{real} \cdot S \quad \text{Gleichung 2.3}$$

mit A_{real} = reale Kontaktfläche und S = Scherfestigkeit des weicheren Materials [24].

Bei Metallen wird die aufgebrachte Kraft F_N als Produkt des Fließdruckes p des weicheren Materials und der realen Kontaktfläche beschrieben ($F_N = p \cdot A_{real}$). Da der Reibkoeffizient μ in einem Tribosystem das Verhältnis von Scherfestigkeit (S) zu Fließdruck (p) beschreibt, folgt [24]:

$$\mu = \frac{F}{F_N} = \frac{S}{p} \quad \text{Gleichung 2.4}$$

Gleichzeitig haben auch die äußeren Parameter wie Belastung, Geschwindigkeit, Beanspruchungsdauer, Temperatur und Umgebungsmedium sowie die dissipierten Energien

Einfluss auf die Änderung der Mikrostruktur. Der Zusammenhang aller Einflussfaktoren wird in einem sogenannten “Feedbackloop“ in Abbildung 2.2 beschrieben [9].

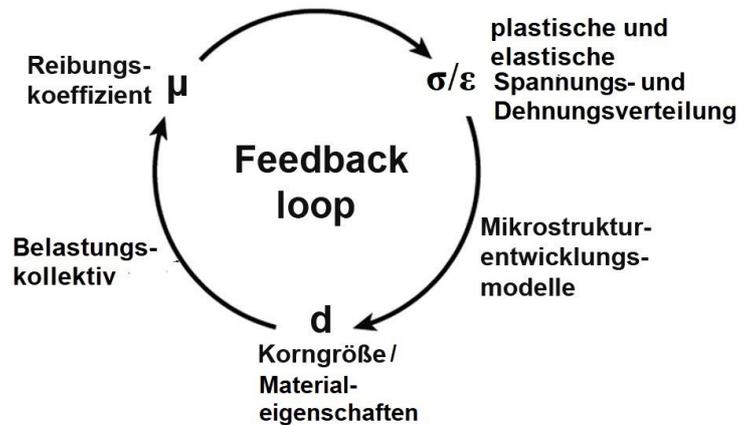


Abbildung 2.2: Übersicht über den Zusammenhang von Spannung, Korngröße und Reibkoeffizient adaptiert nach Argibay et al. [9].

Der “Feedbackloop“ in Abbildung 2.2 zeigt den Zusammenhang zwischen Korngröße, Reibkoeffizient und Spannung. Es gibt drei Möglichkeiten die Ausgangskorngröße einzuteilen:

- Einkristall
- Nanokristallines Korn
- Grobkristallines Korn

Wenn ein Einkristall tribologisch belastet wird, kommt es zur Ausbildung einer nanokristallinen Schicht unterhalb der Oberfläche. In der nanokristallinen Schicht sind Gitterrotationen festzustellen. Das an die nanokristalline Schicht angrenzende Material weist eine Scherung entlang der Gitterebenen auf [36]. Die Bildung der Verschleißpartikel wird durch die Scherung der dichtest gepackten Ebene parallel zur Gleitebene bestimmt [37].

Wird ein Material bzw. eine dünne Schicht mit nanokristallinem Ausgangsgefüge an der Oberfläche tribologisch belastet, kommt es oftmals zur Kornvergrößerung und zum Korngrenzgleiten (siehe Abbildung 2.3). Die Versetzungs- und Korngrenzenenergien unterstützen dabei die thermisch aktivierte Rekristallisation, die somit zu einer Vergrößerung der Korngröße führt [38-44].

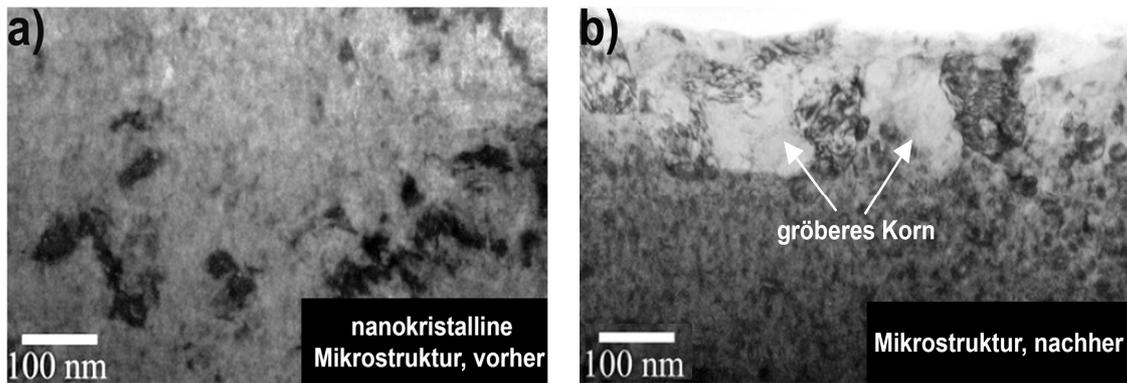


Abbildung 2.3: Transmissionselektronenmikroskopische Hellfeldaufnahme einer a) unbelasteten b) mit $F_N = 100$ mN und 1000 Zyklen belasteten nanokristallinen Ni-W-Probe. Als Gegenkörper im reversierenden tribologischen Versuch diente eine Saphirkugel adaptiert nach Argibay et al. [44].

Wenn ein grobkristallines Material einer tribologischen Belastung ausgesetzt wird, führt dies häufig zu (ultra-) feinem Korn in einem definierten Bereich unterhalb der Oberfläche (siehe Abbildung 2.4) [3, 11, 45-47]. Es kann ein Gradient der Korngröße von der Oberfläche ins Material verlaufend beobachtet werden. Die Korngröße nimmt von der Oberfläche ins Materialinnere zu [48].

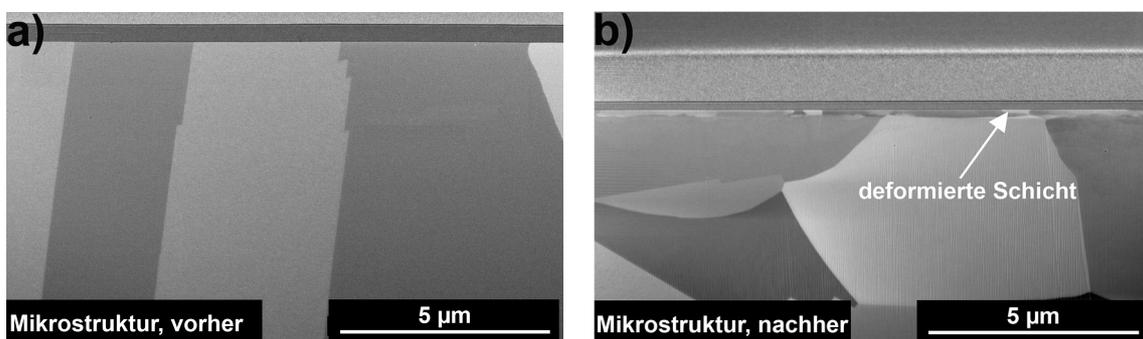


Abbildung 2.4: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme (REM) von OFHC-Kupfer a) vor der tribologischen Belastung b) nach der tribologischen Belastung von $F_N = 2$ N und 10 Zyklen im reversierenden Versuch, adaptiert nach Greiner et al. [26].

Untersuchungen zur Entwicklung der Korngröße haben gezeigt, dass alle Ausgangskorngrößen bei gleichartiger tribologischer Belastung eine Gleichgewichtskorngröße anstreben [9].

Ebenso konnte eine Anisotropie der Korngröße festgestellt werden [49, 50]. Shang et al. untersuchten das tribologische Verhalten sowie die Ausrichtung polykristallinen Kupfers im Stift-Scheibe Versuch bei Raumtemperatur und Umgebungsatmosphäre. Als Gegenkörper wurde ein ASI 1045 Stahl gewählt. In ihren Versuchen wurden Körner longitudinal, d. h. mit senkrecht zur Belastung ausgerichteten Korngrenzen und horizontal, d. h. mit parallel zur

Gleitrichtung ausgerichteten Korngrenzen getestet. Im Falle der senkrecht ausgerichteten Korngrenzen konnten Shang et al. Unregelmäßigkeiten und Gitterverzerrungen beobachten. Auf Grund der Defekte benötigt das System mehr Scherenergie, um Gleitebenen zu aktivieren. Der Großteil der Reibung geht damit in Scherdeformation und Wärme über. Im Gegensatz dazu wird bei horizontaler Ausrichtung der Körner weniger Scherenergie benötigt, um ein Gleitsystem zu aktivieren und somit Verschleiß zu erzeugen [49].

2.3.1 Einfluss der tribologischen Belastung auf die Mikrostruktur

In einem Tribosystem kommt es zur Interaktion der Reibpartner und Wechselwirkungen mit der Umwelt. Diese wirken sich in Form von elastischen und plastischen Spannungen und Dehnungen sowie mechanischer Vermischung aus [51-53].

In Metallen oder metallischen Legierungen bildet sich an der Kontaktfläche eine Zone intensiver plastischer Deformation aus (siehe Abbildung 2.1) [54-56]. Die Scherspannung hat dabei an der Oberfläche ihr Maximum und nimmt rapide mit steigender Entfernung zur Oberfläche ab [56].

Ändert sich während der Belastung der Reibkoeffizient, beispielsweise durch Debrisbildung oder Materialtransfer, so ändert sich die Position der maximalen Scherspannung. Die Scherspannung nimmt zur Oberfläche hin zu [57]. Als Folge dessen, wie Abbildung 2.5 zeigt, kommt es zu einer Änderung der Mikrostruktur und gleichzeitig zur Erzeugung der sogenannten Triboschicht. Diese tribologisch induzierte Schicht kann sich sowohl strukturell als auch chemisch vom Festkörper unterscheiden. Es kann zur Vermischung oder Materialtransfer zwischen den Reibpartnern kommen [4, 52].

Auf Grund der verschiedenen Reibsysteme, Materialien und Kontaktarten wird die Mikrostrukturentwicklung mit verschiedenen Bezeichnungen benannt. Die Änderung des Materials unter tribologischer Belastung wird je nach Einflussgrößen und Ausbildung als „Tribolayer“, „transfer layer“, „fragmented layer“, „highly deformed layer“, „nanocrystal layer“ oder „third body“ bezeichnet [3, 52].

Kommt es zur Mikrostrukturänderung, unterscheiden sich die entstandenen Korngrößen je nach System und es lässt sich zwischen den verschiedenen Schichten eine scharfe Trennung feststellen [3, 4, 38, 58].

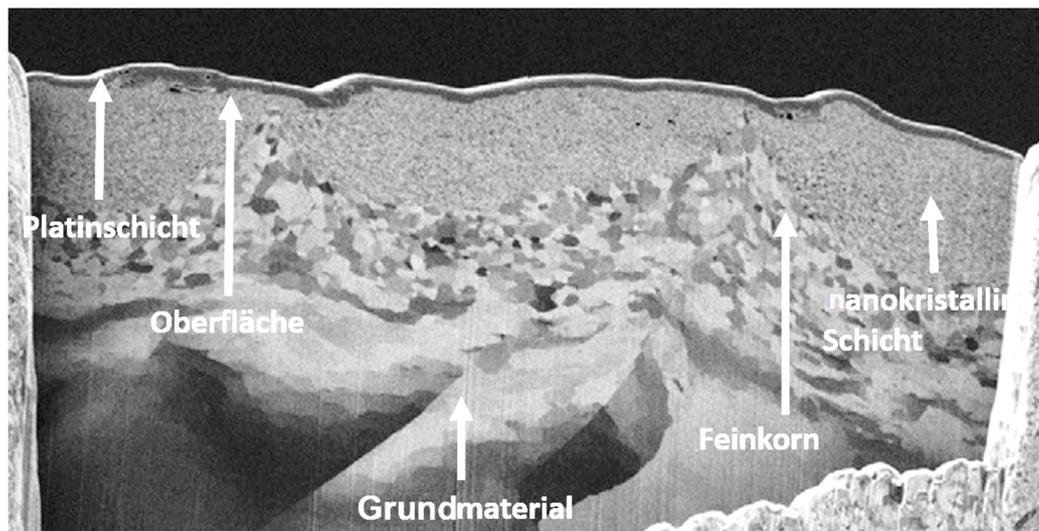


Abbildung 2.5: FIB Querschnitt einer OFHC-Kupferscheibe. Als Reibpartner wurde im tribologischen Versuch ein 440C-Stahlpin eingesetzt. Die Gleitgeschwindigkeit betrug $v = 0,05 \frac{m}{s}$. Das Bild wurde adaptiert nach Emge et al. [3].

Oftmals werden die Entwicklungen der Verformungsstrukturen bei grobkristallinem Korn in verschiedene Schichten unterteilt (siehe Abbildung 2.6).

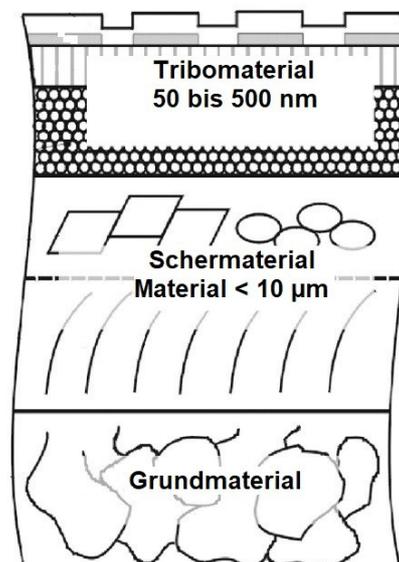


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der Mikrostrukturänderung unter tribologischer Belastung basierend auf dem Originalbild von Schmaltz aus dem Jahr 1936 und erweitert von Büscher in seiner Dissertation im Jahr 2005 [13].

Bei Umgebungstemperatur und trockenem Gleitverschleiß von Metallen wird das tribologische Verhalten stark von der sich ändernden Mikrostruktur beeinflusst, die in der Literatur in drei Zonen unterteilt wird (siehe Abbildung 2.6) [59] [56, 60] [61] [62] [13].

Nahe der Kontaktfläche tritt nanokristallines Korn mit einer Korngröße von 50 - 500 nm auf. Die Schichtdicke beträgt wenige Mikrometer. Die nanokristalline Schicht kann Einflüsse der Umgebung wie z.B. Oxidation aufweisen [53, 59]. Auch kann eine mechanische Vermischung des Grund- und Gegenkörpers erfolgen, die eine Änderung der chemischen Zusammensetzung verursachen kann [63, 64]. An das nanokristalline Korn schließt sich direkt eine hochdeformierte Rekristallisationsschicht an. Sie besteht aus Körnern, die oftmals in Gleitrichtung ausgerichtet sind. Die hochdeformierte Rekristallisationsschicht reicht drei bis zehn Mikrometer ins Material und weist vor allem hohe Misorientierungen und ausgerichtete Subkörner auf. Die tiefer gelegene, angrenzende Schicht repräsentiert durch plastische Deformation eine gleichachsige Zellen- und Versetzungsstruktur. An die Veränderungen grenzt eine scharfe Trennung zur Ausgangsstruktur des Materials [65]. Die chemische Zusammensetzung dieser Schichten ist in der Regel nicht abweichend vom Grundmaterial.

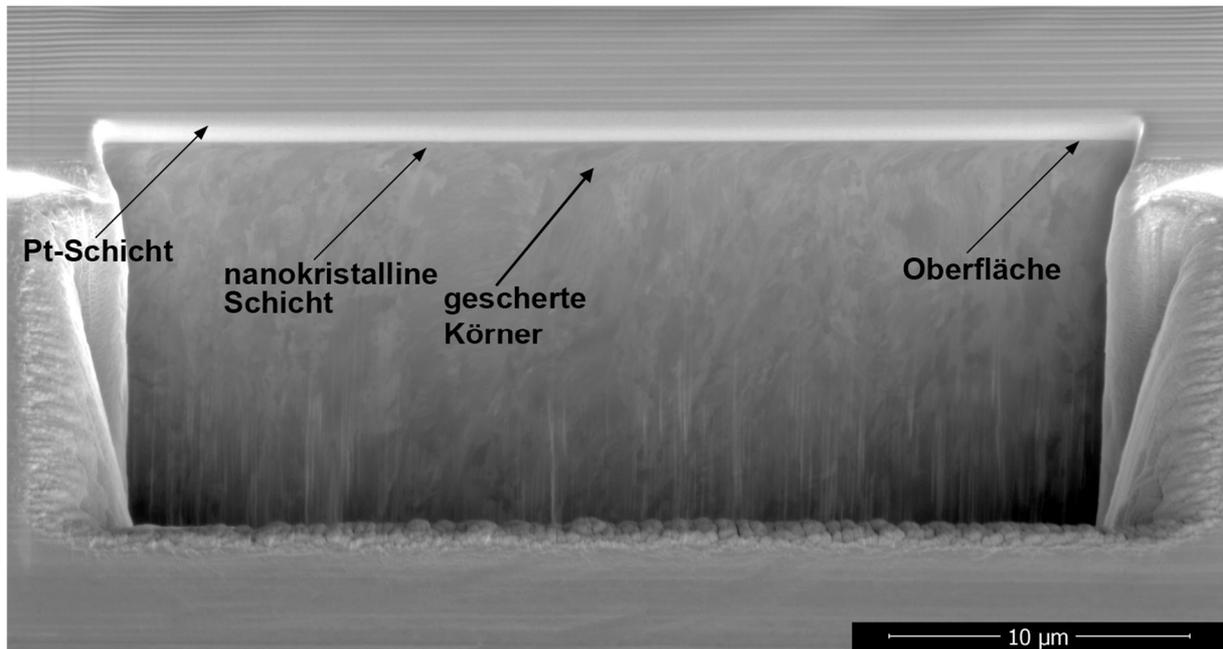


Abbildung 2.7: FIB cross-section eines perlitischen Stahls C85 nach tribologischer Belastung im geschmierten Zustand adaptiert nach Jungk et al. [66].

Zusätzlich zur Mikrostrukturänderung kann es zu einer Ausrichtung der Körner entlang der Scherrichtung kommen [12, 29, 56, 66, 67].

Wolff et al. haben die Ausrichtung der Körner im perlitischen Stahl C85 untersucht. Ein Stift aus C85 wurde dabei einsinnig gegen eine 100Cr6-Scheibe bewegt. Bei der Untersuchung der Mikrostruktur zeigte sich, dass neben einer Kornfeinung auch eine Ausrichtung der Körner entlang der Gleitrichtung stattfand (Abbildung 2.7). Wolff et al. konnten einen maximalen Biegewinkel der Körner von 38 Grad bestimmen. Nach Erreichen des Winkels setzte die Bildung einer zweiten, neuen Schicht ein. Der während des tribologischen Experimentes wirkende Dehnungsgradient bestimmte den Mechanismus der Kornausrichtung. An den Stellen der maximalen Dehnung traten die größten Biegewinkel auf [11, 12].

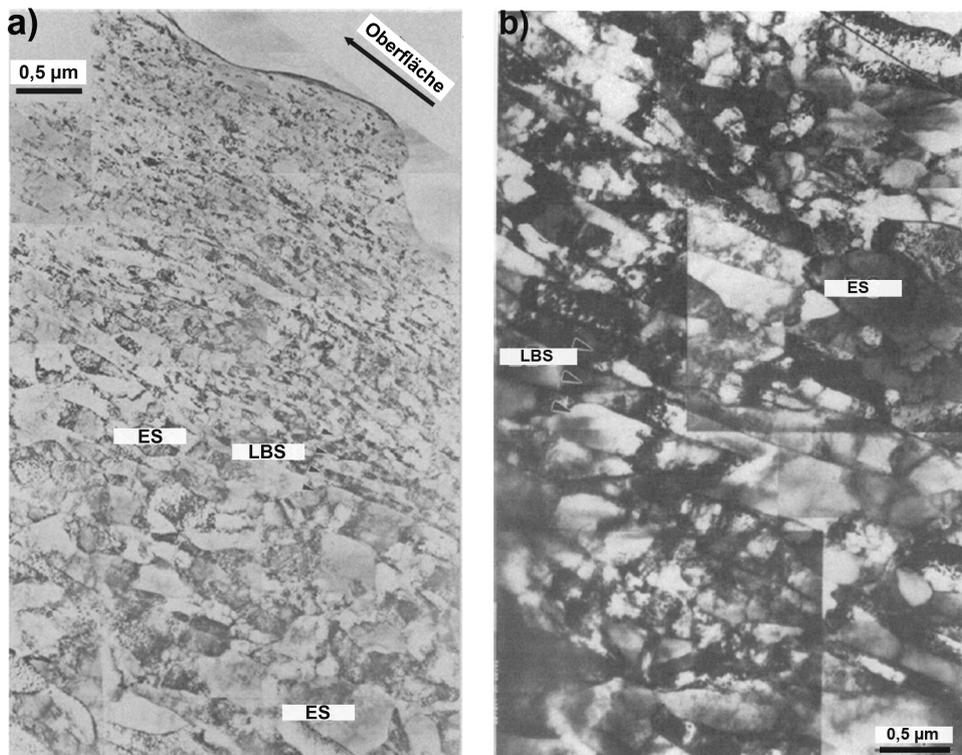
Beim Vergleich der FIB cross-section in Abbildung 2.7 mit der schematischen Darstellung der Mikrostrukturänderung von Büscher et al. in Abbildung 2.6, fällt ein großer Unterschied in der Mikrostrukturentwicklung auf. In der FIB cross-section, dargestellt in Abbildung 2.7, ist eine Feinkornbildung unterhalb der Oberfläche zu erkennen. Zusätzlich kann, wie bereits erwähnt, eine Ausrichtung der Körner in Scherrichtung beobachtet werden. Die FIB cross-section zeigt somit nur zwei Zonen der Veränderung. Im Modell von Büscher et al. werden jedoch vier Zonen beschrieben. Dies verdeutlicht, dass die Tribologie durch ihre zahlreichen Einflussfaktoren so komplex ist, dass nicht nur ein Modell zur Beschreibung aller Systeme genutzt werden kann.

2.3.2 Auswirkungen der tribologischen Belastung auf die Versetzungsstruktur

Bei der Betrachtung des Materials auf einer feineren Skala kann die Erhöhung der Versetzungsdichte in der Region unterhalb der Oberfläche, verursacht durch plastische Deformation, beobachtet werden [29, 45, 68]. Im Fall von Kupfer kann davon ausgegangen werden, dass eine definierte Dehnungserhöhung zu einem Anstieg der Versetzungsdichte führt. Die Versetzungen ordnen sich in einer Zellstruktur an und es kommt zur Bildung von Subkörnern [65].

Die verschiedenen Bereiche unterhalb der Oberfläche sind in Abbildung 2.8 dargestellt. Je näher die betrachtete Region an der Oberfläche liegt, umso höher ist die Versetzungsdichte. Bei Betrachtung des Bereiches ca. 100 μm von der Oberfläche entfernt, entstehen Versetzungszellen und -ansammlungen (Dense Dislocation Walls, DDW). In den Versetzungszellen befinden sich bei einer hohen Dehnbelastung Mikroscherbänder (Microbands, MB) (siehe Abbildung 2.8 c)). Innerhalb von 20 μm unter der Oberfläche richten

sich die Versetzungszellen parallel zur Scherrichtung aus. Zusätzlich verformen sich die Zellen lamellar (Lamellar Boundaries, LBS) und es kommt zur Bildung gleichgerichteter Körner (Equiaxed Subgrains, ES) (siehe Abbildung 2.8 b)). Bei einem Abstand von einem bis fünf Mikrometer zur Oberfläche sind meistens keine scharfen Grenzen der Versetzungsstrukturen mehr erkennbar, da hohe Versetzungsdichten vorliegen (siehe Abbildung 2.8 a)) [6, 65, 69]. Je größer der Abstand zur Oberfläche wird, umso größer werden auch die Durchmesser der Versetzungszellen [70] und die klare Struktur dieser ist nicht mehr gegeben [6].



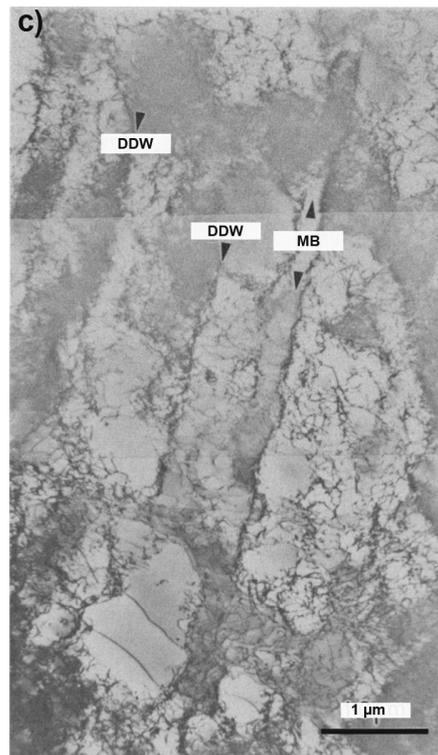


Abbildung 2.8: Entwicklung der Versetzungsbildung in Abhängigkeit der Tiefe. a) Kontaktpressung von $P_m = 12$ MPa, Tiefe = 0 - 6 μm . Es zeigt sich eine lamellare Struktur der Körner (LB) sowie Körner, die gleichgerichtet sind (ES), b) Kontaktpressung $P_m = 12$ MPa. In einer Tiefe bis 20 μm befinden sich lamellar ausgerichtete Körner parallel zur Gleitrichtung. c) Kontaktpressung $P_m = 17$ MPa. Der Bereich unterhalb der Oberfläche beträgt 100 μm und weist eine dichte Versetzungsansammlung (DDW) sowie Mikroscherbänder (MB) auf [65].

Greiner et al. haben die einzelnen Entwicklungsstufen der Mikrostruktur untersucht. Im Kugel-Scheibe Kontakt haben sie bei reversierender tribologischer Belastung die Mikrostruktur in Abhängigkeit verschiedener Belastungszyklenzahlen analysiert. In den ersten zehn Belastungszyklen organisieren sich Versetzungen, sammeln sich und bilden in ca. 150 nm Tiefe einen Versetzungstreifen, die sogenannte „Trace-line“. Oberhalb des Versetzungstreifens ist die Versetzungsdichte geringer. Unterhalb dieser Ansammlung von Versetzungen konnte eine höhere Versetzungsdichte bestimmt werden. Nach 100 Zyklen entwickelt sich die „Trace-line“ zu einer Kleinwinkelkorngrenze, 400 Zyklen später haben sich Subkörner unterhalb der Oberfläche gebildet [26].

Im Vergleich zu den Untersuchungen von Greiner et al. beobachteten Wang et al. eine ähnliche Abfolge der Mikrostrukturentwicklung, jedoch konnte keine Bildung eines Versetzungstreifens beobachtet werden. Wang et al. untersuchten zusätzlich zur Mikrostruktur den Einfluss der Dehnrates auf diese. Bei plastischer Deformation mit geringer Dehnrates tritt eine versetzungsgesteuerte Deformation auf. Es kommt zur Bildung von Subkörnern und Versetzungen sowie deren Anordnung in Zellen. Bei hohen Dehnrates hingegen ist die plastische Deformation des Materials von Verformungszwillingen gesteuert. Die Kornfeinung beinhaltet die Bildung von Zwillingen und Versetzungswänden [65, 71]. Zur Erklärung des Mechanismus, der durch plastische Deformation ausgelöst wird, werden in der Literatur Ermüdungsversuche und Kaltwalzen zum Vergleich herangezogen [65, 72-74]. Eine Erklärung für die beschriebene Entwicklung liefert das Konzept der geometrisch notwendigen Versetzungen. Bei der Verformung eines polykristallinen Werkstoffes ist eine Verformung des ganzen Werkstoffes sichtbar. Das heißt, dass jedes Korn an der Verformung teilnimmt und von den umliegenden Körnern beeinflusst wird. Da die Nachbarkörner unterschiedliche Orientierungen aufweisen, kommt es bei einer äußeren Spannung zuerst zum Korngrenzgleiten. Dies führt zu einer lokalen elastischen Spannung, wodurch auch die kritische Schubspannung in den Nachbarkörnern erreicht wird. Erst wenn alle Körner sich plastisch verformt haben, wird die Streckgrenze des Werkstoffes erreicht. Damit der Kristall während der Verformung nicht in mehrere Teile aufspaltet, gibt es sogenannte geometrisch notwendige Versetzungen (Geometrically Necessary Dislocations, GND) hauptsächlich an den Korngrenzen. Diese werden von statistisch gespeicherten Versetzungen (Statistically Stored Dislocations, SSD) unterschieden. Die statistischen Versetzungen, die sich als Dipole oder Multidipole bewegen und gleiten, helfen beim Abbau von Spannungen und liegen bereits vorher im Material vor [75, 76]. Die Dichte an notwendigen Versetzungen kann mikrostrukturelle Veränderungen, wie den Beginn der Plastizität, eingebracht durch eine makroskopische tribologische Belastung, aufzeigen. In einem makroskopischen Kontakt beginnt die Plastizität an lokalen Stellen in der Mikrostruktur. Deshalb ist das Verständnis über die Prozesse der Mikrostrukturentwicklung voraussetzend, um auch die makroskopischen Abläufe zu verstehen. Die geometrisch notwendigen Versetzungsdichten können anhand von Analyse mit Elektronenrückstreubeugung (EBSD) bestimmt werden. Bei der EBSD Analyse werden lokale Orientierungsänderungen benachbarter Körner gemessen und mit Hilfe dessen GND Dichten berechnet. Die GND Dichte ist proportional zur Dehnung und abhängig vom Korndurchmesser, der Fläche und dem Burgersvektor.

2.3.3 Einfluss der tribologischen Belastung auf die Mikrostruktur mit Fokus auf die Orientierungen der Körner

Plastische Deformation, ausgelöst durch tribologische Belastung, kann neben der Bildung von Versetzungen zu einer Kornfeinung führen (siehe Abbildung 2.5). Dabei bilden sich Großwinkelkorn Grenzen in der Nähe der Oberfläche, während Kleinwinkelkorn Grenzen in einem gewissen Abstand zur Oberfläche generiert werden. Die gebildeten Subkörner haben im Vergleich zu den Körnern des Ausgangsgefüges eine andere Orientierung (siehe Abbildung 2.9). Es kommt zu einer Rotation um die transversale Achse und zur Bildung einer kristallographischen Textur [4, 11, 55, 57, 77].

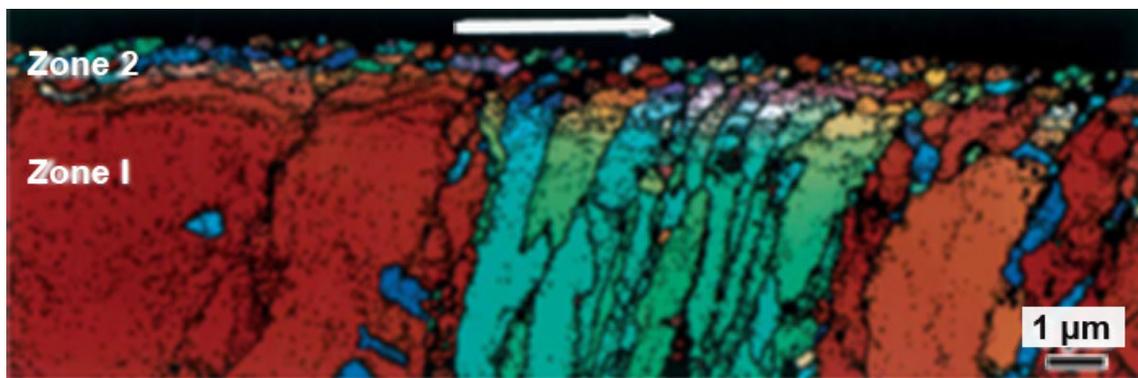


Abbildung 2.9: Detektierte Kornorientierungen einer FIB cross-section, aufgenommen in der Verschleißspur von galvanisch abgeschiedenem Nickel. Der Kugel-Scheibe Kontakt wurde durch eine einsinnige tribologische Belastung von $F_N = 10$ mN und einer Zyklenzahl von 100 Zyklen beschrieben. Die Kugel war aus Si_3N_4 . [55].

In einer einkristallinen Kupferprobe konnten nach tribologischer Belastung vier Zonen entdeckt werden: „Nanostruktur, Fragmentierung, Zone mit Misorientierungen und plastisch deformierte Zone ohne Misorientierungen“ [55]. Sowohl Größe als auch Anordnung jeder dieser Schichten sind von der Kristallorientierung beeinflusst. Beim Vergleich der [110] Kristalle mit den [111] Kristallen, können für [110] Kristalle größere Schichtdicken bestimmt werden [36]. Liegt die Oberfläche von Kupfer parallel zur dichtest gepackten (111) Ebene, so wird dies mit der Entstehung von Verschleißpartikeln in Verbindung gebracht [36, 78, 79]. Farhat et al. untersuchten mittels Röntgenbeugung das Verhalten der Texturen von kubisch flächenzentrierten Materialien (Aluminium) und Materialien mit einem hexagonalen Kristallgitter (Titan). In einem flächigen Kontakt wurden diese gegen einen Gegenkörper aus dem Stahl AISI 52100 getestet. Sie beobachteten, dass die Entwicklung des Reibkoeffizienten

mit einem Anstieg und nach kurzer Zeit einem erneuten Abfall verläuft. Dieser Abfall in der Kurve der Reibkoeffizienten kann mit kristallographischen Texturen im Material in Zusammenhang gebracht werden. Im Aluminium entsteht begleitend zum Verschleiß bei zunehmendem Reibweg eine (111) Textur, die den Reibkoeffizienten beeinflusst [80].

2.3.4 Die Bestimmung und Auswirkung von Spannungen und Dehnungen im Material

Spannung und Dehnung haben in einem Material, das einer tribologischen Belastung ausgesetzt ist, einen großen Einfluss auf die Änderung der Mikrostruktur. Den größten Einfluss im Kontakt zeigt die Scherspannung. Heilmann et al. [45] untersuchten den Einfluss der Spannung und Dehnung auf die Mikrostrukturänderung in Kupfer, gelaufen gegen ASI 440 Stahl in der Konfiguration Block-Ring.

Ist im Kontakt eine große plastische Dehnung wirksam, so kommt es zur Erhöhung der Versetzungsdichte vor allem im Bereich unterhalb der Kontaktoberfläche [45]. Die Ergebnisse zeigen, dass die Größe der plastischen Verformung und somit die Tiefe der hochdeformierten Zone mit dem Reibkoeffizienten korreliert. Die hochdeformierte Zone ist wiederum von der Kornorientierung abhängig [81]. Bei tribologischen Belastungen kann das Spannungs- und Dehnungsfeld unterhalb der Kontaktoberfläche noch nicht vollständig ermittelt werden, da in vielen Fällen kompliziert zu beschreibende Kontaktarten, verschiedene Einflussfaktoren sowie Materialbesonderheiten auftreten. In der Literatur gibt es verschiedene Ansätze, die Spannungs- und Dehnungsfelder zu bestimmen.

Hughes et al. haben früh einen Ansatz zur Bestimmung von Spannungen und Dehnungen im Reibkontakt gefunden. Sie machten sich die Abstandsmessungen der Versetzungen zunutze. Gerade in TEM Aufnahmen von Metallen wie z.B. Kupfer, die Versetzungszellen und Subkörner unter tribologischer Belastung ausbilden, ist es möglich, die Distanz zwischen den Versetzungszellen zu bestimmen und daraus Spannung und Dehnung zu berechnen. Neben der Abschätzung von Spannungen und Dehnungen mittels Versetzungsstrukturen konnten sie auf dem makroskopischen Weg mittels einer Apparatur, in der die Belastung auf Scherung vereinfacht werden kann, Spannungs- und Dehnungsbedingungen bestimmen [70, 82]. Einen Nachteil dieser Methoden stellt die aufwendige Probenpräparation dar. Neben der langen

Präparationsdauer können durch die Probenpräparation auch unerwünschte Veränderungen, wie zusätzliche Versetzungen, ins Material eingebracht werden.

Zusätzlich zur Messung des Abstandes der Versetzungsgrenzen geben sowohl Versetzungsdichte als auch Korngrenzen Auskunft über die lokale Spannungs- und Dehnungsverteilung. Korngrenzen können als Markierung vor und nach dem Versuch genutzt werden. So haben Cai et al. [83] Spannung und Dehnung aus der Verschiebung von Korngrenzen bestimmt. Die Vergleichsspannung nach von Mises wird dabei aus dem Gradienten der Verschiebung zur Tiefe berechnet. In den Untersuchungen werden die Spannungs- und Dehnungswerte aus der Verschiebung von normalen, geraden Korngrenzen mit der Verschiebung von Zwillingen verglichen. Es lässt sich kein Unterschied feststellen [35, 83]. Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung von Spannungen und Dehnungen bietet die Messung an Texturänderungen im Gefüge mittels Röntgenstrahlung [84].

Linsler et al. [35] haben ihre Proben quantitativ auf Scherung untersucht und einen Platinmarker mittels Dual-Ionenstrahlmikroskop in eine anschließend tribologisch belastete Oberfläche eingebracht. Die Geometrieänderung sowie die Verschiebung des Platinmarkers werden im Anschluss an die tribologische Belastung zur Bestimmung der Dehnung benutzt [67].

Da Spannungen als auch Dehnungen oftmals nicht während eines Experimentes und auch nur schwer nach den experimentellen Versuchen ermittelt werden können, dienen verschiedene Simulationsmethoden der Definition des Spannungs- und Dehnungszustandes im Kontakt zweier Reibpartner. Die Finite-Elemente Simulationen werden beispielsweise verwendet, um den Zusammenhang zwischen Materialfluss und Spannungen bzw. Dehnungen im Reibkontakt zu visualisieren [85, 86] oder die Rissinitiierung in Abhängigkeit des Spannungsfeldes [87] zu verstehen. Des Weiteren werden MD Simulationen verwendet, um den Einfluss des Spannungsfeldes auf den Mechanismus des Kornwachstums [9] oder der Vermischung [88] zu bestimmen. Auch kann das Verhalten der Versetzungsbewegung im Kontakt mittels Diskreter Versetzungsdynamik Simulationen (DDD) untersucht werden [10, 89].

Jungk et al. [66] untersuchten den Zusammenhang zwischen dem Dehnungszustand und den Reibkoeffizienten bei der Indentierung eines Pins in einem mit Diamant beschichteten Werkstoff. Es traten bei reiner elastischer Dehnung Reibkoeffizienten von $\mu < 0,2$ auf [66]. Neben einer Reihe von Indentierungen [90] und Stift-Scheibe Simulationen werden auch andere Kontaktformen simuliert. Sun et al. [10] haben mittels Diskreter Versetzungsdynamik Simulationen den Zusammenhang des Spannungs- und Dehnungsfeldes auf die

Mikrostrukturänderung eines Einkristalls untersucht. In der Simulation sind im Rauheitshügel und dem Grundmaterial des Einkristalls drei aktive Gleitsysteme eingebracht. Diese sind 60° zueinander angeordnet. Als Modell wurde der Reibkontakt von Metallrauheiten und einer steifen Platte untersucht. Es sollte der Zusammenhang von Kontaktverlust und Plastizität verstanden werden. In der Simulation wurde erst die Normalkraft F_N durch Verschiebung der Platte nach unten (v_2) und dann ein einmaliges Gleiten der Platte nach rechts (v_1) ermöglicht (siehe Abbildung 2.10 a)). Abbildung 2.10 b) zeigt als Ergebnis das Spannungsfeld inklusive Versetzungsausbildung im Rauheitshügel. An der Oberfläche sind Versetzungen generiert worden. Die Dichte der Versetzungen ist abhängig von der Höhe des Reibkoeffizienten. Zusätzlich läuft die maximale Scherspannung diagonal durch den Rauheitshügel ins Materialinnere [10].

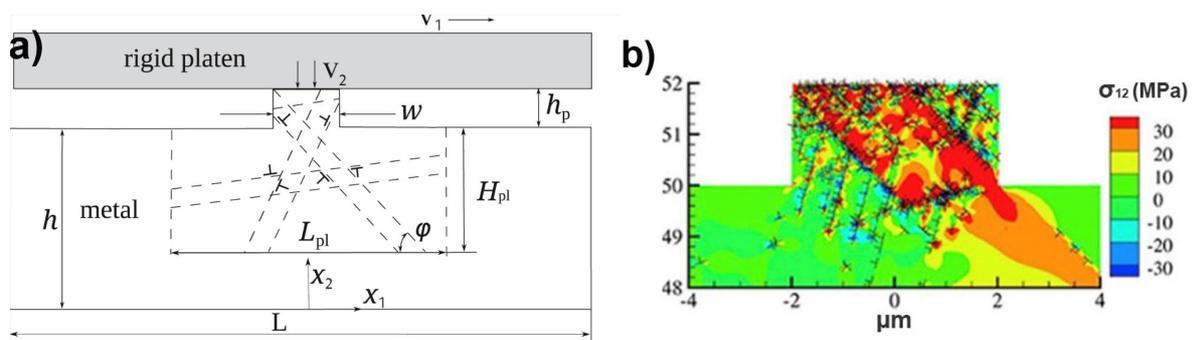


Abbildung 2.10: a) Zweidimensionales Modell eines rechteckigen Rauheitshügels in einem Aluminiumkristall, gesichert durch eine starre Platte mit den geometrischen Abmessungen: h = Höhe der Probe, h_p = Höhe des Rauheitshügels, w = Breite, L = Länge und dem Belastungsweg v_2 = Druckbelastung sowie v_1 = Scherbelastung. Zusätzlich sind noch 3 Gleitsysteme in einem Winkel von 60° im Gebiet mit dem Abstand H_{pl} zur Oberfläche und einer Breite von L_{pl} zueinander angeordnet. b) Das Ergebnis der Simulation mit der Methode der Diskreten Versetzungsdynamik zeigt die Scherspannungsverteilung inklusive der Versetzungsverteilung im Rauheitshügel und dem Grundmaterial [10].

Zusammenfassend verdeutlicht die Literatur die Komplexität tribologisch induzierter Werkstoffveränderung. Abhängig von verschiedenen Einflüssen wie den Umgebungsbedingungen, den verwendeten Materialien, den gewählten Parametern des tribologischen Versuchsaufbaus sowie den Kontaktarten, bilden sich verschiedene mikrostrukturelle Veränderungen im Material aus. Da die tribologische Leistungsfähigkeit eines Systems stark von der Mikrostrukturentwicklung des Materials abhängt, hat das gezielte Einstellen der Mikrostruktur große Bedeutung erlangt. Zurzeit besteht jedoch eine Lücke in der Literatur über die elementaren Einflussfaktoren und die daraus resultierenden Mechanismen auf die Entwicklung der Mikrostruktur unter tribologischer Belastung.

Es wurden verschiedene Einflussgrößen wie Geschwindigkeit, Kraft, daraus resultierend Kontaktspannungen oder Dehnungsgradienten für unterschiedliche Materialien meist im Kontakt Kugel-Scheibe untersucht. Um eine grundlegende Aussage über den Einfluss der elastischen und plastischen Dehnung auf die Mikrostrukturänderung treffen zu können, wird in der vorliegenden Arbeit ein flächiger Kontakt erzeugt, sodass die Auswirkung des Dehnungszustandes einfacher auf andere Systeme übertragen werden kann. Es wird eine Membranstruktur aus hochreinem Kupfer hergestellt. Durch Änderung der Membranhöhen und Beibehaltung konstanter Membranbreiten kann systematisch ein definierter Dehnungszustand erzeugt werden. Um den Dehnungszustand im Kontakt während des tribologischen Versuchs zu charakterisieren, wurde eine Finite-Elemente Simulation als Hilfsmittel herangezogen. Die mikrostrukturelle Untersuchung erfolgte mittels rasterelektronenmikroskopischen Analysemethoden.

3 Versuchsmaterialien und experimentelle Methoden

3.1 Probenmaterial

3.1.1 Probenvorbereitung und metallographische Präparation

Als Probenmaterial wurde sauerstofffreies, hochreines Kupfer (Goodfellow, Friedberg, Deutschland) mit einer Reinheit von 99,95 % verwendet.

In den tribologischen Versuchen wurde Kupfer als Grund- und eine Saphirscheibe als Gegenkörper gewählt. Die Saphirscheibe besitzt eine wesentlich höhere Härte als Kupfer, sodass ein Einfluss des Scheibenwerkstoffes auf die Mikrostruktur während des tribologischen Kontaktes vermieden und mechanische Vermischung ausgeschlossen werden kann. Wie bereits der Literaturüberblick zeigt, gibt es eine Vielzahl möglicher Untersuchungsmethoden zur Charakterisierung der mikrostrukturellen Entwicklung, die in der Literatur ausreichend beschrieben sind [75, 76, 91] und zum Vergleich herangezogen werden können.

Bei der Probenvorbereitung erfolgte zuerst die Erzeugung der Probengeometrie von 8 x 8 mm. Diese wurden aus den Kupferplatten mittels Sägen hergestellt, um anschließend die Proben in einem Vakuumrohrföfen (Gero, Neuhausen, Deutschland) bei einem Druck von $\leq 1,5 \times 10^{-6}$ mbar und einer Temperatur von 500 °C zu glühen. Nach einer Haltezeit von 2 Stunden erfolgte eine Ofenabkühlung auf Raumtemperatur. Dabei betrug die mittlere Abkühlrate 80 K/h. Durch die Wärmebehandlung wurden Spannungen im Material abgebaut sowie das Ausheilen von Defekten und die Bildung eines gröberen Kornes erreicht.

Im Anschluss konnten die Proben mittels Mikrofräsen in ihre Endgeometrie gebracht werden. Unter Verwendung eines Fräasers mit Diamantfräskopfdurchmesser von $d_f = 2$ mm konnten die Probenoberflächen plan gefräst werden. Anschließend wurden die nicht benötigten Flächen entfernt, sodass zwei über die Probenlänge parallele rechteckige Stege erhalten blieben (siehe Abbildung 3.1).

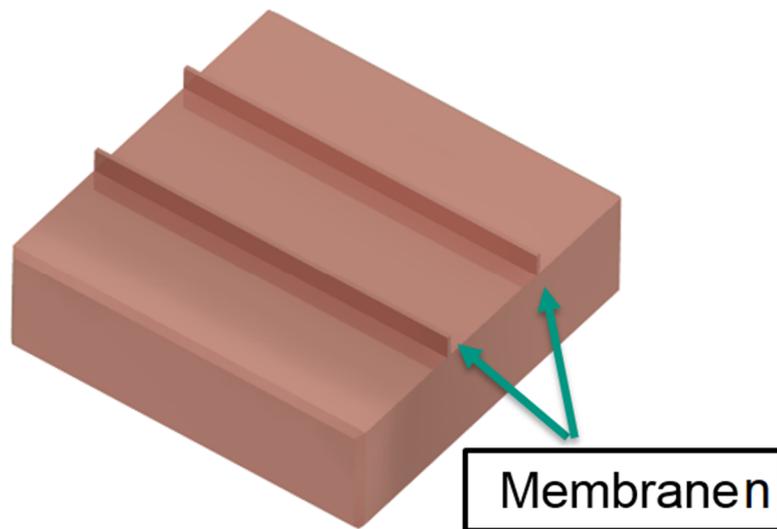


Abbildung 3.1: Skizze der Probe mit zwei über die Fläche laufenden Membranen.

Die im Weiteren als Membranen bezeichneten rechteckigen Stege wurden mit unterschiedlichen Aspektverhältnissen gefertigt.

Auf Grund der Restriktionen des Fräskopfes bei der Fertigung der Membranen konnte eine maximal herstellbare Membranhöhe $h_m = 80 \mu\text{m}$ erzielt werden. Es wurden Membranhöhen im Bereich von $20 - 80 \mu\text{m}$ wie folgt

- $h_m = 20 \pm 0,85 \mu\text{m}$,
- $h_m = 30 \pm 4,10 \mu\text{m}$,
- $h_m = 50 \pm 1,77 \mu\text{m}$,
- $h_m = 80 \pm 4,70 \mu\text{m}$

angefertigt.

Für die Erzeugung einer definierten elastischen und plastischen Dehnung wurden die Membranbreiten konstant gehalten. Membranbreiten von $b_m = 45 \pm 3,0 \mu\text{m}$ wurden gewählt, um auch bei einer maximalen Membranhöhe $h_m = 80 \mu\text{m}$ genügend Stabilität zu erreichen.

Es entstanden die Aspektverhältnisse:

- $A_r = 0,4 \pm 0,02$
- $A_r = 0,7 \pm 0,03$
- $A_r = 1,1 \pm 0,15$
- $A_r = 1,8 \pm 0,08$.

Eine topographische Falschfarbenaufnahme in dreidimensionaler Sicht und das dazugehörige Profil der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ sind exemplarisch in Abbildung 3.2 dargestellt. Dazu wurde das optische 3D Profilometer des Typs Sensofar PL μ neox (Sensofar Group, Barcelona, Spanien) im Konfokalmodus bei einer Vergrößerung von 20:1 verwendet.

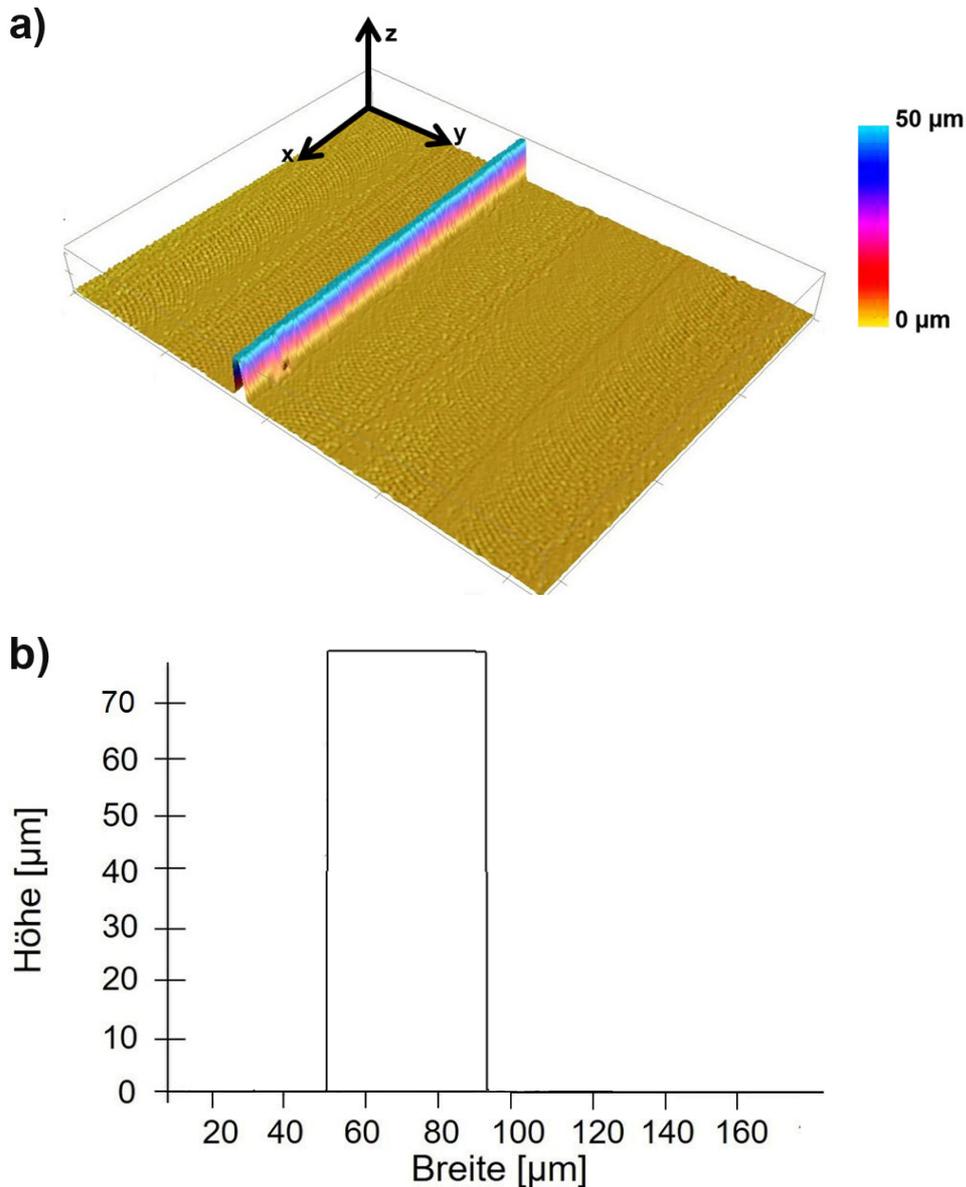


Abbildung 3.2: a) Topographische Falschfarbenaufnahme und b) dazugehöriges Profil einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ nach der Herstellung mittels Mikrofräsen. In a) sind die Mikrofräsriefen am Probengrund zu erkennen. b) verdeutlicht die Präzision des gewählten Herstellungsverfahrens. Es konnte ein rechteckiger Membranquerschnitt hergestellt werden.

Um für jeden Versuch den gleichen Ausgangszustand der Mikrostruktur zu gewährleisten und durch die mechanische Bearbeitung eingebrachte Eigenspannungen zu beseitigen, erfolgte erneut eine Wärmebehandlung mit denselben, wie bereits in Kapitel 3.1.1 beschriebenen Parametern. Die Abbildungen 3.3 a) und b) zeigen als Beispiel die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme (REM) der FIB Querschnitte einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ vor und nach der zweiten Wärmebehandlung. Es ist eine Vergrößerung des Kornes zu erkennen.

Die Abbildungen 3.3 c) und d) zeigen rastertransmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen (STEM) des mittleren Bereichs der Membran. Durch die Wärmebehandlung konnte ein Ausheilen von Defekten erreicht werden.

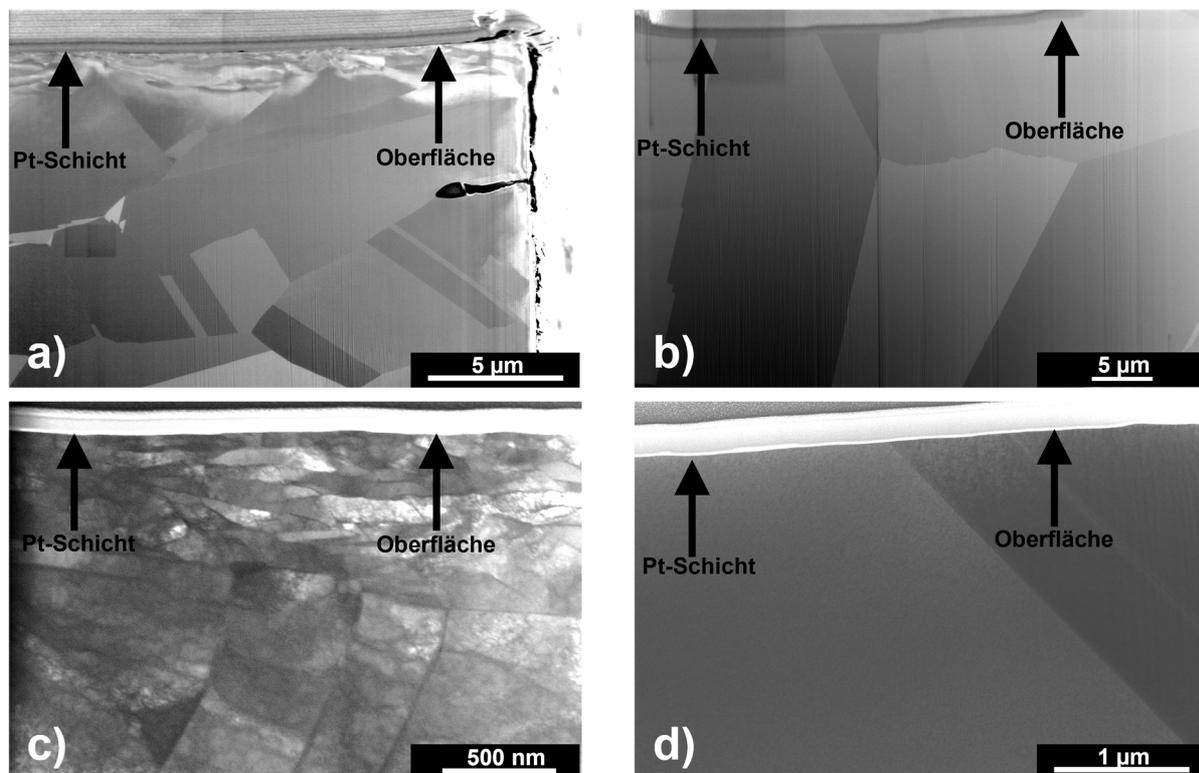


Abbildung 3.3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der FIB cross-sections des Querschnittes einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ a) vor und b) nach sowie STEM Bilder c) vor und d) nach der Wärmebehandlung bei $T = 500 \text{ }^\circ\text{C}$, $t = 2 \text{ h}$ im Vakuum. Die cross-sections sind senkrecht aus dem Querschnitt der Membranen entnommen.

Zusätzlich zur Betrachtung der Mikrostruktur wurde die Ausgangskorngröße nach dem Ätzen mit 60%iger Salpetersäure mit dem Auswertungsverfahren „Linienschnittverfahren“ bestimmt. Die mittlere Korngröße betrug $D = 40 \text{ } \mu\text{m}$ (siehe Anhang A 1). Die Ermittlung der Härte erfolgte mittels eines Fischerscope H100C Testers (Helmut Fischer GmbH,

Sindelfingen-Maichingen, Deutschland). Anhand von zehn Eindrücken in einem Abstand von $s = 500 \mu\text{m}$ konnte der mittlere Härtewert von 42 HV 0,1 bestimmt werden.

Nach jedem Schritt sowie nach der Endbearbeitung erfolgte eine Reinigung der Proben mit Isopropanol im Ultraschallbad für 15 Minuten, um eine hohe Sauberkeit zu gewährleisten.

Als Gegenkörper kamen monokristalline Saphirscheiben der Firma GWI Sapphire (Lauf, Deutschland) mit einem Durchmesser von 50 mm und einer Dicke von 5 mm zur Anwendung. Die Rauheit der Scheibenoberflächen wurde mittels Rasterkraftmikroskop vom Typ XE7 der Firma Park System (Suwon, Korea) vermessen. Sie betrug $R_a = 0,53 \text{ nm}$.

Der Vorteil der Verwendung von Saphirscheiben besteht in ihrer hohen Härte. Dadurch kann Vermischung des Materials vermieden werden. Des Weiteren sind die Saphirscheiben optisch transparent, sodass im tribologischen Experiment das Kontaktverhalten mittels High-Speed-Kamera beobachtet werden kann.

Vor jedem Experiment mussten die Scheiben einem sorgfältigen Reinigungsprozess unterzogen werden. Sie wurden mittels eines Einfadentuchs (Plano GmbH, Wetzlar, Deutschland) unter Verwendung eines Gemisches bestehend aus Ethanol, Spülmittel und destilliertem Wasser in einem Verhältnis von 8:1:1 gereinigt. Anschließend erfolgte ein 30-minütiges Ultraschallbad in Aceton und abschließend in Isopropanol, um eine gezielte Reinheit einzustellen.

Um für jeden Versuch eine saubere Fläche der Saphirscheibe verwenden zu können, wurde jede Scheibe in sechs gleich große Bereiche eingeteilt und für jeden Versuch ein neuer Bereich verwendet.

3.2 Tribologische Charakterisierung

3.2.1 Aufbau des Prüfstandes

Ein linear reversierendes *In-situ* Tribometer wurde für die tribologischen Versuche verwendet [92]. Das *In-situ* Tribometer sowie die für die *In-situ* Betrachtung benutzte High-Speed-Kamera VW-9000 (Keyence, Osaka, Japan) sind als Gesamtüberblick in Abbildung 3.4 a) dargestellt. Die Versuche erfolgten reversierend bei 50 % relativer Luftfeuchtigkeit und Raumtemperatur. Um Einflüsse von Schmiermitteln ausschließen zu können, erfolgten die Versuche im ungeschmierten Zustand.

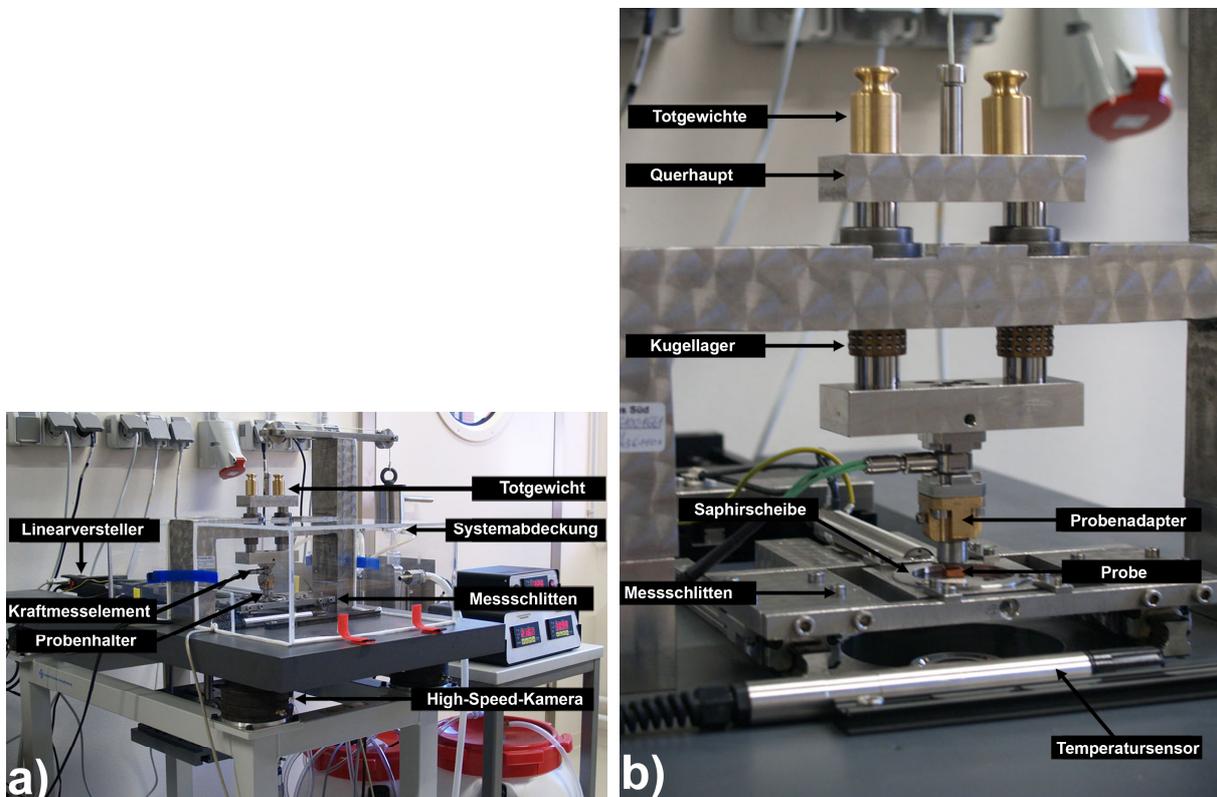


Abbildung 3.4: a) Gesamtaufbau des Tribometers mit High-Speed-Kamera und Umgebungskontrolle
b) Ausschnitt der Messeinheit mit Temperatur- und Feuchtigkeitssensor.

Abbildung 3.4 b) zeigt die Messeinheit des Tribometers. Es besteht aus einem mittels Präzisions-Linear-Versteller M 414-2.PD von Physik Instrumente (Karlsruhe, Deutschland) angetriebenen Schlitten. In dem Schlitten kann mit Hilfe einer Halterung die Saphirscheibe befestigt werden. Die mit zwei Membranen versehene Probe wurde mit den

Membranoberflächen auf die Saphirscheibe gelegt. Die z-Achse der Membranen ist die Probennormale. Die y-Achse stellt die Gleitrichtung dar (Abbildung 3.5).

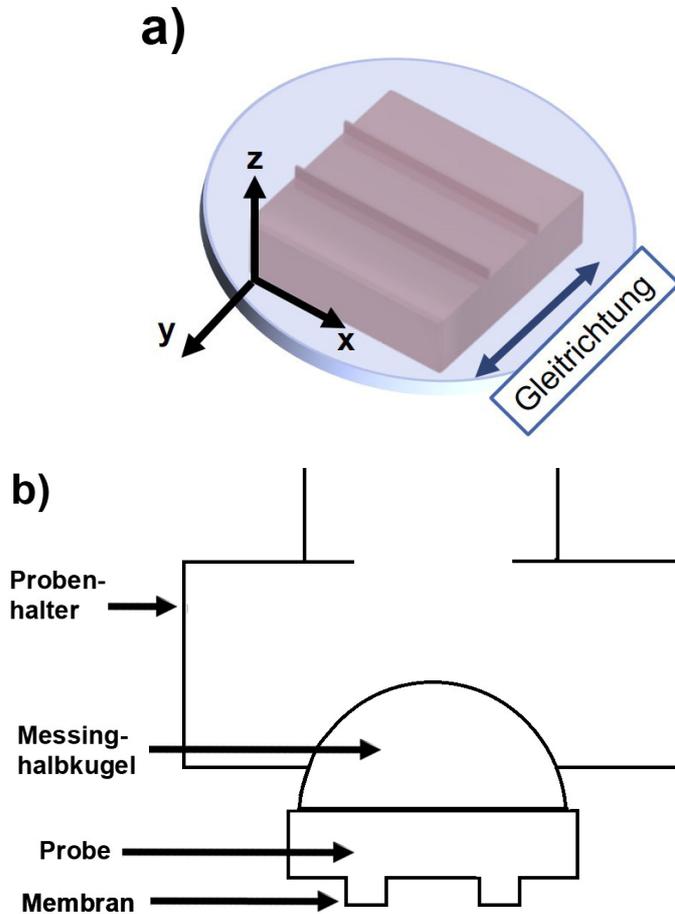


Abbildung 3.5: a) Schematische Skizze des Versuchsablaufs. Die Saphirscheibe wird senkrecht (y-Richtung) zu den Membranen bewegt. Die Normalkraft F_N wird in z-Richtung aufgebracht. Die hier dargestellte Skizze ist zur besseren Übersicht um einen Winkel von 180° um die x-Achse rotiert. b) Schematische Skizze des Aufbaus der Probenhalterung.

Um den Einbau gemäß Abbildung 3.5 realisieren zu können, dient eine Messinghalbkugel als Probenträger. Nach Einspannen der Saphirscheibe in den Messschlitten und Ausrichten der Membranen auf der Saphirscheibe, wird auf die Probenrückseite eine Messinghalbkugel mit 2-Komponentenkleber Endfest 3000 von Uhu (Bühl, Deutschland) geklebt. Durch Aufkleben der Messinghalbkugel auf die Probenrückseite konnte ein flächiger Kontakt durch Selbstausrichtung gewährleistet werden. Anschließend wurde die Probe mit der Messinghalbkugel in den bereits eingespannten Probenhalter eingeklebt (siehe Abbildung 3.5 b)). Der Probenhalter war bereits in einem Adapter mit Hilfe einer Madenschraube fixiert, das Eigengewicht kompensiert und die Normalkraft F_N wurde über Totgewichte auf das Querhaupt aufgebracht (siehe Abbildung 3.4 b)).

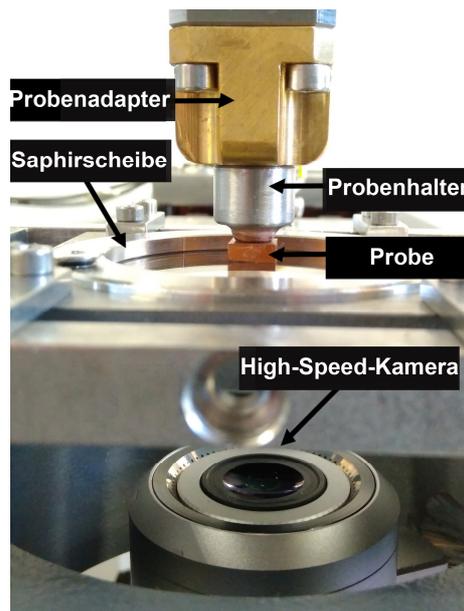


Abbildung 3.6: Tribometer mit Probenaufnahme und Probenadapter, der den Probenhalter führt, Grund- und Gegenkörper sowie High-Speed-Kamera.

Über ein der Probe nachgelagertes 3-Komponenten-Kraftmesselement der Firma Kistler Instrumente (Winterthur, Schweiz) werden Normal- und Reibkraft mittels Piezoelement gemessen. Ein Piezoelement gibt eine, zu den wirkenden Kräften proportionale elektrische Ladung ab, die von dem Ladungsmeter 5015A (Firma Kistler) verstärkt und über ein Messprogramm verarbeitet wird.

Wie in Abbildung 3.6 dargestellt, kann die unter dem Schlittentisch angebrachte High-Speed-Kamera VW-9000 von Keyence (Osaka, Japan) durch die Saphirscheibe den Kontakt während des Versuches bildlich erfassen. Die High-Speed-Kamera kann bis zu 230000 Bilder/Sekunde mit einer Auflösung von 160 x 320 Pixel aufnehmen. Des Weiteren besitzt sie eine maximale Auflösung von 640 x 480 Pixel bei einer Bildrate von maximal 4000 Bilder/Sekunde und einer maximalen Vergrößerung von 2500 : 1. Durch Triggern des Signals können auch einzelne Bilder zu vorgegebenen Zeitpunkten aufgenommen werden. Um sowohl die Veränderung der Oberfläche als auch das Kontaktverhalten der Membranen während des Versuches zu verfolgen, erfolgte die Aufnahme einzelner Bilder am Umkehrpunkt mittels Trigger des Signals. Da als Ziele der Bildaufnahmen die Gewinnung eines Überblicks über die gesamte Veränderung der Probenoberfläche sowie Änderungen im Verhalten der Membranen definiert wurden, betrug der eingesetzte Vergrößerungsfaktor der High-Speed-Kamera 500 : 1.

Die Bilder, die an jedem Umkehrpunkt bis zum 450. Zyklus aufgenommen wurden, konnten zu einer Sequenz mittels der Software Movie Maker von Microsoft (Redmond, USA) zusammengefasst werden. Die Aufnahme der Bilder erfolgte bis zum 450. Zyklus. Ab diesem Zyklus wurde die Möglichkeit der Videoaufnahme genutzt.

Die Videos wurden mit einer Auflösung von 640 x 480 Pixel und einer Bildwiederholrate von 999,6 Bilder/Sekunde und der Vergrößerung von 500 : 1 aufgezeichnet. Mittels der VW-9000 Motion Analysesoftware von Keyence konnte das Verhalten der Membranen in Zeit und Ort nachverfolgt werden.

Um reproduzierbare Umgebungsbedingungen zu garantieren, wurde der Prüfraum des Tribometers mit Hilfe eines Plexiglasgehäuses von der Umgebung abgeschirmt. Durch eine Luftfeuchtigkeitsregelung konnte die Luftfeuchtigkeit konstant auf $RH = 50 \pm 3,5 \%$ bei einer Temperatur von $T = 21 \pm 1,2 \text{ }^\circ\text{C}$ im Prüfgehäuse geregelt werden.

3.2.2 Versuchsdurchführung

Die Durchführung der Versuche erfolgte mit einer Reibgeschwindigkeit von $v = 500 \text{ } \mu\text{m/s}$. Durch die Wahl dieser geringen Reibgeschwindigkeit konnte ein Temperatureinfluss durch Wärmeerzeugung ausgeschlossen werden [31, 93]. Zur Vermeidung unerwünscht hoher Deformation, bedingt durch die Anzahl der Zyklen, wurde eine Grenzzyklenzahl von 500 festgelegt.

Der Versteller gab ein dreieckförmiges Bewegungsprofil vor. Zum Startpunkt waren die Membranen in Nulllage. Der Versuch begann mit Anfahren des Schlittens und dessen Beschleunigung auf die Geschwindigkeit $v = 500 \text{ } \mu\text{m/s}$. Kurz vor Erreichen des Umkehrpunktes wurde der Schlitten abgebremst und kam zum Stillstand. Anschließend kehrte sich die Bewegungsrichtung um. Somit wurden die Membranen während der tribologischen Versuche nur in eine Richtung aus der Nulllage ausgelenkt.

Der Gleitweg, geregelt durch den Linearversteller, betrug $s = 500 \text{ } \mu\text{m}$. Dadurch wurde ein flächiger Kontakt über die gesamten Membranoberflächen gewährleistet. Bei einem größeren Gleitweg konnte im Versuchsaufbau forminstabiles Verhalten der Membranen nicht ausgeschlossen werden.

Vorversuche dienten der Festlegung der Normalkraft. Die Membranen wurden mit den Normalkräften $F_N = 1 \text{ N}$, 2 N , 5 N und 10 N belastet. Als Resultat der Vorversuche zeigten sich bei einer Normalkraft von $F_N = 2 \text{ N}$ zwar sichtbare Änderungen in der Mikrostruktur, jedoch

keine zu großen Deformationen der Membrangeometrien. Auf Grund dessen wurde als Normalkraft $F_N = 2 \text{ N}$ gewählt. Dies entspricht einer Flächenpressung von $P_m = 2,8 \text{ MPa}$ je Membran. Die detaillierten Ergebnisse der Vorversuche sind im Anhang A 2 zu finden.

Tabelle 3-1: Übersicht über die gewählten Parameter des tribologischen Versuches.

Zyklenzahl	500
Normalkraft	2 N
Gleitgeschwindigkeit	500 $\mu\text{m/s}$
Gleitweg	500 μm
Bewegungsprofil des Schlittens	Rampen
Temperatur	Raumtemperatur
Relative Luftfeuchtigkeit	50 %

3.3 Mikrostrukturuntersuchung

3.3.1 Mikroskopische Untersuchungsabfolge

3.3.2 Lichtmikroskopische Untersuchungen

Die Auswirkungen der Versuche auf die Deformation sowie die topologischen Veränderungen der Membranoberflächen wurden durch das Digital Mikroskop VHX-600 von Keyence (Osaka, Japan) ermittelt. Um die Änderungen der Membranoberflächen vor und nach dem Versuch vergleichen zu können, wurden Bilder sowohl vorher als auch nachher aufgenommen.

Zur Reproduzierbarkeit dienten jeweils gleiche, fest definierte Stellen der Membranoberflächen. Um diese Stellen bei allen Proben wiederzufinden, wurden jeweils Anfang, Mitte und Ende der Membranen gewählt. Die Analyse erfolgte mit 200- und 500-facher Vergrößerung. Auch die Saphirscheibenoberfläche wurde mittels Digital Mikroskop auf Veränderungen untersucht.

3.3.3 Elektronenmikroskopische Untersuchungen

Die Untersuchung der Mikrostruktur erfolgte mit Hilfe eines Zweistrahlionenmikroskop (FIB) (Helios NanoLab™ DualBeam™ 650, FEI, Hillsboro, Oregon, USA). Die chemische Zusammensetzung konnte mit Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) in definierten Bereichen auf den Membranoberflächen bestimmt werden.

Die Mikrostrukturänderung in den Membranen wurde parallel zur Gleitrichtung untersucht (x-z Ebene). Es wurden stets Proben aus der Mitte der Membranen gewählt, um die Vergleichbarkeit sicherzustellen.

Bevor ein FIB Querschnitt geschnitten und analysiert werden konnte, wurden am Mikroskop Übersichtsbilder erstellt und anschließend die Mitte der Membranen mittels Elektronenstrahl abgebildet. Der erste Schritt beim Schneiden von FIB cross-sections ist das Aufbringen zweier Platinschutzschichten. Dabei wurde die erste Schicht mittels Elektronenstrahl und die zweite Schicht mittels Ionenstrahl von einer Platinquelle abgeschieden und auf die Oberflächen aufgetragen. Die Platinschichten schützen die Probenoberflächen vor Schädigung durch den Ionenstrahl, der zum Schneiden der Querschnitte dient [94, 95].

Ziel der FIB Querschnitte war sowohl die Analyse der Mikrostrukturentwicklung als auch die Bestimmung der Oberflächenänderungen der Membranen. Die FIB Querschnitte wurden im Elektronenstrahlbild mit einer Beschleunigungsspannung von $U = 2 \text{ kV}$ und einer Stromstärke von $I = 0,8 \text{ nA}$ abgebildet.

Um den Bereich der mikrostrukturellen Änderung hochauflösend zu untersuchen, wurden Lamellen zur Analyse im Rastertransmissionselektronenmikroskop [95] aus den Probenmitten in x-y Ebene geschnitten. Dies ist schematisch in Abbildung 3.7 dargestellt. Durch den Rastertransmissionselektronenmikroskop-Detektor bestand die Möglichkeit, auch durch das Material transmittierte Elektronen zu detektieren und somit Versetzungen und Materialdefekte sichtbar zu machen. Zur Betrachtung der Lamellen wurden Beschleunigungsspannungen von $U = 30 \text{ kV}$ und Strahlströme $I = 50 \text{ pA}$ und $I = 100 \text{ pA}$ verwendet.

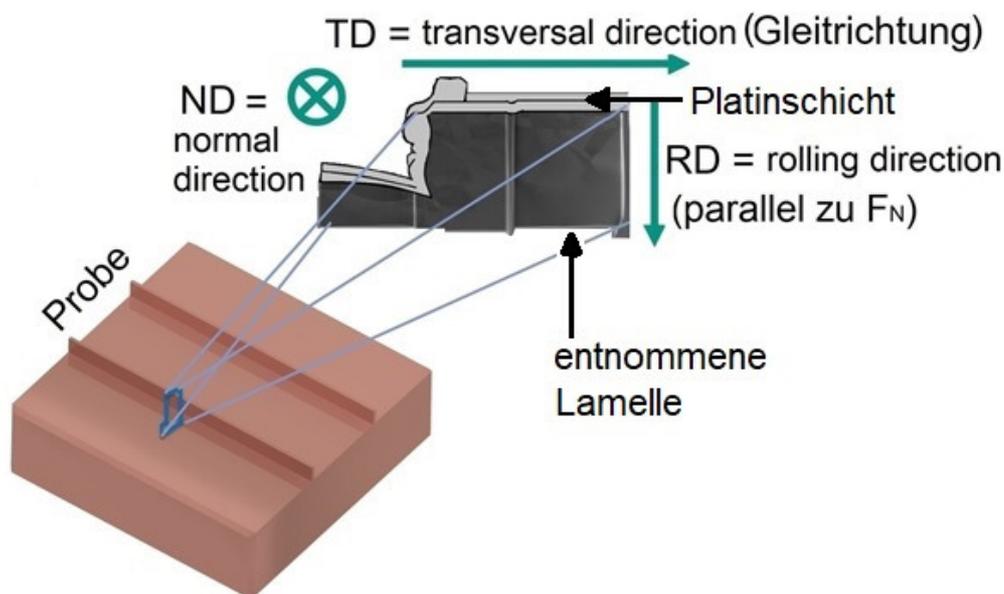


Abbildung 3.7: Schematische Darstellung der Lamellenentnahme aus einer Membran mittels Zweistrahligenmikroskop. Den Achsen des verwendeten, kristallographischen Koordinatensystems bei der EBSD Messung (ND, TD, RD) sind den Einflussgrößen des tribologischen Systems zugeordnet. Die Bezeichnungen im kristallographischen Koordinatensystem sind der Fachliteratur entsprechend nicht in die deutsche Sprache übersetzt worden.

Die gleiche Technik, die zur Herstellung von Lamellen für die Untersuchung mittels Rastertransmissionselektronenmikroskop benutzt wurde, konnte auch zum Herausheben von EBSD Lamellen angewandt werden. Bei beiden Verfahren unterscheidet sich die Dicke der herausgehobenen Lamellen. Die Lamellendicke beträgt einen Mikrometer bei der Betrachtung der Mikrostruktur mittels Rastertransmissionselektronenmikroskop. Für die EBSD Messung werden Lamellen einer Dicke von zwei bis drei Mikrometer gefertigt.

Bei der Analyse mittels EBSD wurden Lamellen bei kleinen Aspektverhältnissen ($A_r = 0,4$ und $A_r = 0,7$) aus den ganzen Querschnitten, bei großen Aspektverhältnissen ($A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$) aus den halben Querschnitten der Membranen hergestellt, um so zusätzliche Informationen über die Tiefe als auch über die Breite der Membranen zu erhalten (siehe Abbildung 3.7). Die erzeugten Lamellen mussten anschließend in einem Winkel von 70° zum Elektronenstrahl gekippt werden. Die Abbildung der Struktur erfolgte mit einer Spannung von $U = 30$ kV, einer Stromstärke von $I = 6,4$ nA und einer Schrittweite von $s_t = 500$ nm. Das Signal wurde mittels des EBSD-Detektors NordlysMax2 (Oxford Instruments, Oxfordshire, UK) detektiert und die Kikuchi Pattern anschließend mit der von Oxford Instruments gestellten AZtecHKL Software indiziert.

Anschließend konnten mittels Matlab und des Zusatzprogramms MTEX lokale Orientierungsunterschiede von benachbarten Körnern berechnet und daraus die geometrisch notwendige Versetzungsdichte bestimmt werden [96-98].

Nach der Theorie von Gao et al. wird davon ausgegangen, dass die Einheitszelle im Kristallgitter die Kantenlänge u besitzt und jede eingebrachte Versetzung diese Länge um den Burgersvektor b verändert. Die Verzerrung korreliert mit der Dichte an geometrisch notwendigen Versetzungen. Die Versetzungsdichte wird berechnet durch:

$$\rho_{GND} = \frac{2\vartheta_M}{ub} \quad \text{Gleichung 3.1}$$

mit ϑ_M = Winkel der Misorientierung, u = Kantenlänge und b = Länge des Burgersvektors einer $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ Versetzung, die für Kupfer $b = 0,255$ nm besitzt und in Gleichung 3.1 verwendet werden kann [75, 76, 91].

Die zuvor beschriebene Theorie zur Berechnung der GND Dichten hat den Vorteil, dass diese für alle Gleitsysteme gültig [99] und zum anderen trotz einfacher Berechnungsmethoden eine große Genauigkeit im Vergleich zu anderen Theorien aufweist [75]. Die Winkelauflösung des in dieser Arbeit benutzten Zweistrahlionenmikroskop beträgt $0,08^\circ$ [100].

3.4 Simulationsmethodik

3.4.1 Aufbau des Finite-Elemente Simulationsmodells

Da aus den experimentellen Untersuchungen Spannungen als auch Dehnungen während des Versuches nicht ermittelt werden konnten, diente eine Finite-Elemente Simulation zur Visualisierung des Spannungs- und Dehnungszustandes im Kontakt der Reibpartner.

Für die Simulation kam das Finite-Elemente Programm Abaqus zur Anwendung. Dabei wurde die Probe so weit vereinfacht, dass die Probendicke auf $d_p = 1,5 \text{ mm}$ gesetzt und nur eine Membran modelliert wurde. In Abbildung 3.8 ist exemplarisch das Modell für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ abgebildet.

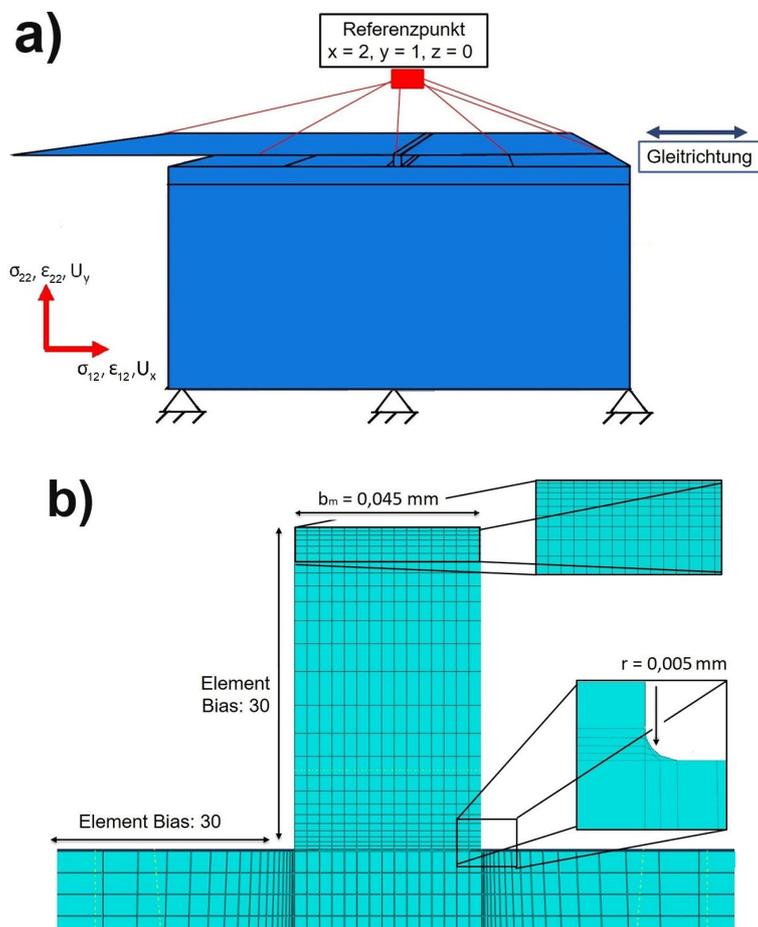


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung des Simulationsmodells. a) Grenzbedingungen (Befestigung, Referenzpunkt) und Gleitrichtung zum Anfangszeitpunkt und b) Netzeinteilung mit Ausschnitt der Positionen des verfeinerten Netzes. Die Kanten wurden mit einem Radius von $r = 0,005 \text{ mm}$ versehen. Die Elemente der Membranwand als auch der Probenoberfläche haben einen Element Bias von 30.

Die Abbildung 3.8 a) zeigt die Geometrie der vereinfachten Probe sowie die Scheibe in Anfangsposition mit den entsprechenden Randbedingungen. Als Randbedingung wurde der Probenboden als nicht bewegbar angenommen. Die Membran kann nur in x-Richtung bewegt werden. Die Scheibe wurde als starrer Körper konstruiert, der eine unendliche Steifigkeit besitzt. Beide Flächen sind anfangs nicht in Kontakt. Erst mit Beginn der Rechnung tritt ein Kontakt mit einem vorgegebenen Reibkoeffizienten auf. Als Kontakt ist ein sogenannter „harter Kontakt“ gewählt. Diese Kontaktbedingung ist definiert als nichtlineare Funktion $h(u_i)$ der Verschiebungsfreiheitsgrade. Die Funktion $h(u_i)$ ist größer als Null, wenn mindestens für einen Freiheitsgrad ein Kontakt vorliegt. Die Scheibe ist zu dem Zeitpunkt nur in x-Richtung frei um den Weg $s = 500 \mu\text{m}$ verschiebbar. Oberhalb der Probe wurde ein Referenzpunkt festgelegt, der sowohl die Kraft als auch den Weg aufbringt und kontrolliert.

Abbildung 3.8 b) zeigt das verwendete Finite-Elemente Netz. In den Bereichen, in denen große Verformungen bzw. Spannungen zu erwarten sind, ist das Netz durch Partitionierung verfeinert. Es wurde ein Gradient der Netzknoten (Bias = 30) hin zu den Bereichen großer Spannungen gesetzt. Kanteneffekte werden durch Abrunden von Kanten mit einem Radius von $r = 0,005 \text{ mm}$ vermindert.

Das gezeigte Netz besitzt ca. 30500 Elemente, wovon ca. 22640 linear hexahedral mit acht Knotenpunkten sind und dem Typ C3D8 entsprechen. 7840 Elemente entsprechen dem Element Typ C3D8R. Es ist ebenfalls ein lineares Element, besitzt jedoch eine reduzierte Integration (ein Integrationspunkt). Die Formfunktionen sind gleich denen des C3D8 Element. Ausgewählt wurde das Element C3D8R für Bereiche, an denen geringere Einflüsse zu erwarten waren (z.B. Probenboden).

Für die Simulation wurde die elastische Analyse gewählt. Das elastische Materialverhalten wird durch den E-Modul von $G = 130 \text{ GPa}$ und die Poissonzahl von $\nu = 0,3$ definiert. Die Belastung wird in zwei Schritten aufgebracht. Zuerst wird die Membran mit einer Normalkraft von $F_N = 2 \text{ N}$ belastet. Die Kraftaufbringung erfolgt linear über den Referenzpunkt. Nach Erreichen der Kraft $F_N = 2 \text{ N}$, setzt die Verschiebung von $s = 500 \mu\text{m}$ ein. Die Richtung der Verschiebung wird mittels Amplitude vorgegeben. Dabei fokussiert sich die Betrachtung auf einen halben Zyklus, der einer Verschiebung nach rechts (Richtung U_x) entspricht.

Die gemessene mittlere Kraft an der Membranoberfläche ist in Abbildung 3.9 für das Aspektverhältnis $A_f = 1,8$ mit einem Reibkoeffizienten von $\mu = 0,3$ für einen halben Zyklus dargestellt. Die Abbildung 3.9 zeigt, dass in der Kontaktfläche in der ersten Sekunde eine vertikale Kraft gemessen wird. Dies entspricht der Normalkraft $F_N = 2 \text{ N}$. Nach Erreichen der

vertikal aufgebracht, wird die Membran mit einer tangentialen Kraft von $F_t = 0,6 \text{ N}$ belastet. Die tangentiale Kraft resultiert aus der Belastung der Normalkraft und dem Einsetzen der Verschiebung.

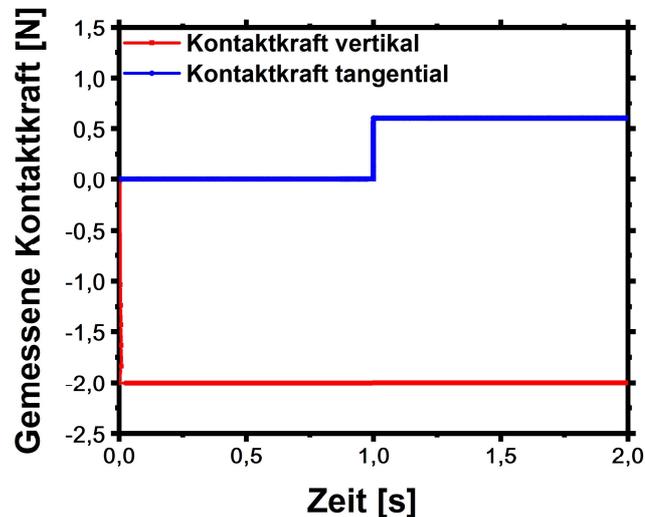


Abbildung 3.9: Diagramm zur Kontrolle der Kraftaufbringung ab dem Zeitpunkt der Verschiebung.

Die Simulation wird in drei Simulationen nach folgendem Schema (Abbildung 3.10 a)) aufgeteilt. In der ersten FE Simulationsreihe soll der Einfluss des Aspektverhältnisses auf die Spannungs- und Dehnungsverteilung in Normal- als auch in Tangentialrichtung zur Membran analysiert werden. Des Weiteren wird die tangentiale Auslenkung der Membran U_x untersucht. Als Modellgeometrien werden alle vier Aspektverhältnisse ($A_r = 0,4$, $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$, $A_r = 1,8$) mit einem konstanten Reibkoeffizienten von $\mu = 0,3$ genutzt. In der zweiten Simulationsreihe wurde der Einfluss der Reibkoeffizienten untersucht. Dabei wird die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ zur Simulation verwendet. Für die Untersuchung sind die Spannungs- und Dehnungsverteilungen in Normal- als auch in Tangentialrichtung sowie die tangentiale Auslenkung der Membran von Interesse. Die dritte Simulationsreihe resultiert aus den experimentellen Ergebnissen. Membranen mit vier Aspektverhältnissen und deren im Versuch gemessenen mittleren Reibkoeffizienten bilden die Berechnungsgrundlage (Abbildung 3.10 a)). Sinn der Simulationsreihe ist es, zuerst Verständnis über den Einfluss der Aspektverhältnisse sowie der Reibkoeffizienten zu erlangen, um im Anschluss die Simulation, aufgebaut mit den experimentellen Ergebnissen, untersuchen zu können. Das Schema der Auswertung wird in Abbildung 3.10 b) dargestellt.

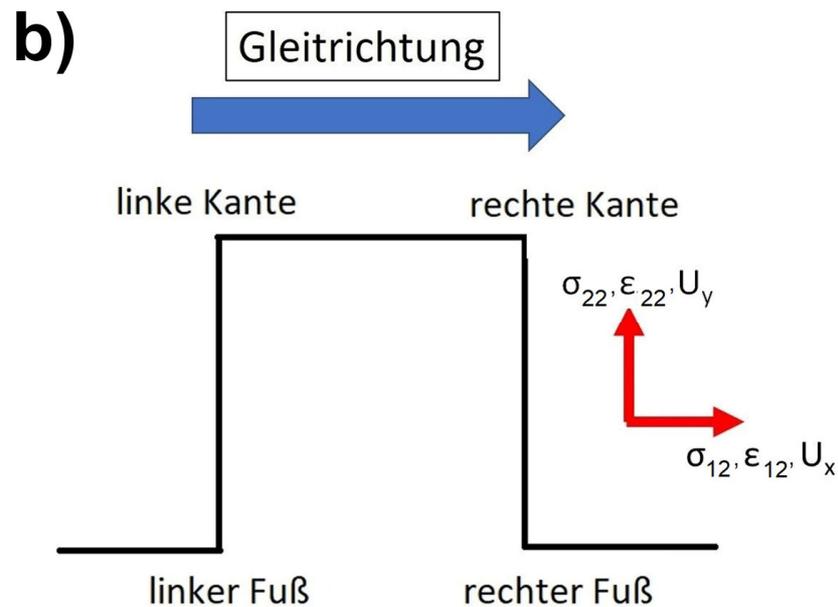
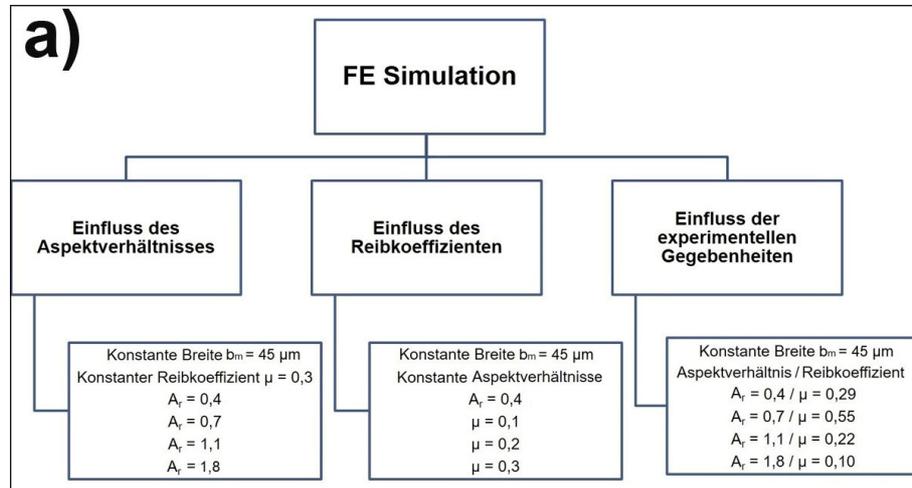


Abbildung 3.10: Übersicht a) der benutzten Parameter in den Simulationsreihen, Vorstellung der Ziele und b) Orientierungen und Bezeichnungen in der Membrangeometrie, die zur Auswertung verwendet werden.

4 Ergebnisse

4.1 Tribologisches Verhalten

4.1.1 Einfluss des Aspektverhältnisses auf die Reibkraftverläufe

Für die in Kapitel 3.2 beschriebenen Experimente werden nachfolgend die Ergebnisse vorgestellt. In Abbildung 4.1 ist der Mittelwert der Reibkraft über die Zyklenzahl für die Aspektverhältnisse $A_r = 0,4$, $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ aufgetragen. Je Probe wurden die Mittelwerte der Reibkräfte für jeden einzelnen Zyklus bestimmt. Da der Einfluss des Umkehrpunktes ausgeschlossen werden sollte, wurden 10 % vor und nach dem Umkehrpunkt bei der Berechnung nicht berücksichtigt. Der Mittelwert der Reibkraft wurde anschließend aus fünf Proben je Aspektverhältnis bestimmt.

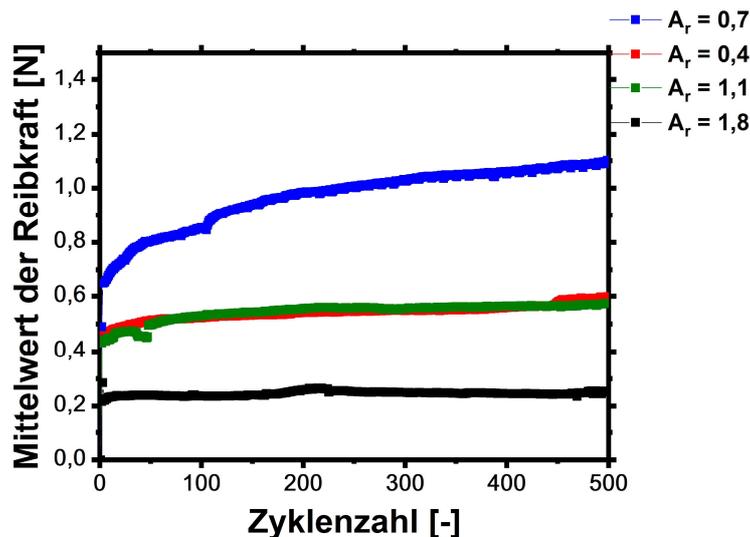


Abbildung 4.1: Mittlerer Reibkraftverlauf in Abhängigkeit der Zyklenzahl für die Aspektverhältnisse $A_r = 0,4$, $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$, $A_r = 1,8$. Die hier dargestellten Mittelwerte ergeben sich aus fünf einzelnen Proben je Aspektverhältnis.

Bei Betrachtung der mittleren Reibkraft kann unabhängig vom Aspektverhältnis für die ersten zehn Zyklen ein Anstieg der Reibkraftverläufe beobachtet werden. Erst nach ca. zehn Zyklen verläuft die Reibkraft für die Aspektverhältnisse $A_r = 0,4$, $A_r = 1,1$, $A_r = 1,8$ annähernd konstant. Ausnahme bildet die mittlere Reibkraftkurve der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$. Die Kurve steigt auch nach zehn Zyklen bis zum Versuchsende weiter an.

Der Vergleich der Reibkraftverläufe für die Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$, $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ zeigt, dass die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ den niedrigsten Reibkraftverlauf aufweisen. Die mittleren Reibkraftverläufe der Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$ und $A_r = 1,1$ verlaufen nahezu identisch. Diese weisen zuerst einen Kraftanstieg auf und verlaufen dann annähernd konstant bei einer mittleren Reibkraft von ca. $F_r = 0,55$ N. Bei den Membranen des Aspektverhältnisses $A_r = 0,7$ wird von Beginn ein großer Kraftanstieg auf ca. $F_r = 1,1$ N gemessen (siehe Abbildung 4.1).

Passend zu den mittleren Reibkraftverläufen können die Mittelwerte der Reibkraftkurven über den Gleitweg und für die gesamte Zyklenanzahl betrachtet werden.

Abbildung 4.2 zeigt die Mittelwerte der Reibkraftkurven über den Gleitweg von $s = 500 \mu\text{m}$ in Abhängigkeit der 500 Zyklen für alle vier Aspektverhältnisse in zweidimensionaler Darstellung.

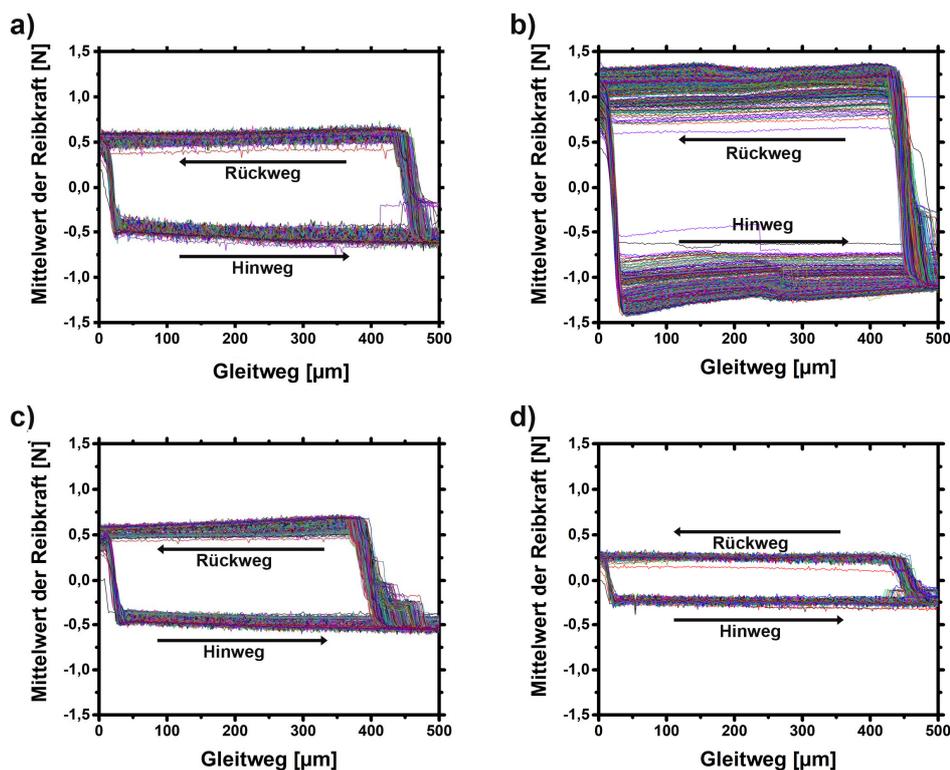


Abbildung 4.2: Zweidimensionale Darstellung der mittleren Reibkraftkurven für 500 Zyklen in Abhängigkeit des Gleitweges für die Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$.

Beim Vergleich der Reibkraftkurven der verschiedenen Aspektverhältnisse fallen besonders die Reibkraftkurven der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ (Abbildung 4.2 b)) auf. Im Vergleich zu den anderen Aspektverhältnissen weisen die Kurven der Membranen mit dem

Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ das breiteste Streuband für Hin- und Rückweg auf und schließen die größte Fläche ein. Den kleinsten Flächeninhalt umschließen die Kurven des Hin- und Rückweges der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$. Der eingeschlossene Flächenanteil ist gleichzusetzen mit der dissipierten Energie [32] und wurde im Folgenden für den 450. Zyklus berechnet (Tabelle 4-1).

Tabelle 4-1: Übersicht der berechneten dissipierten Energien für den 450. Zyklus für die unterschiedlichen Aspektverhältnisse.

Aspektverhältnis, A_r [-]	Dissipierte Energie/Flächeninhalt, A [μ J/Zyklus]
0,4	558
0,7	1.206
1,1	530
1,8	223

Um den Verlauf der Reibkraftkurven zu verdeutlichen, zeigt Abbildung 4.3 die dreidimensionale Darstellung der Reibkraftkurven.

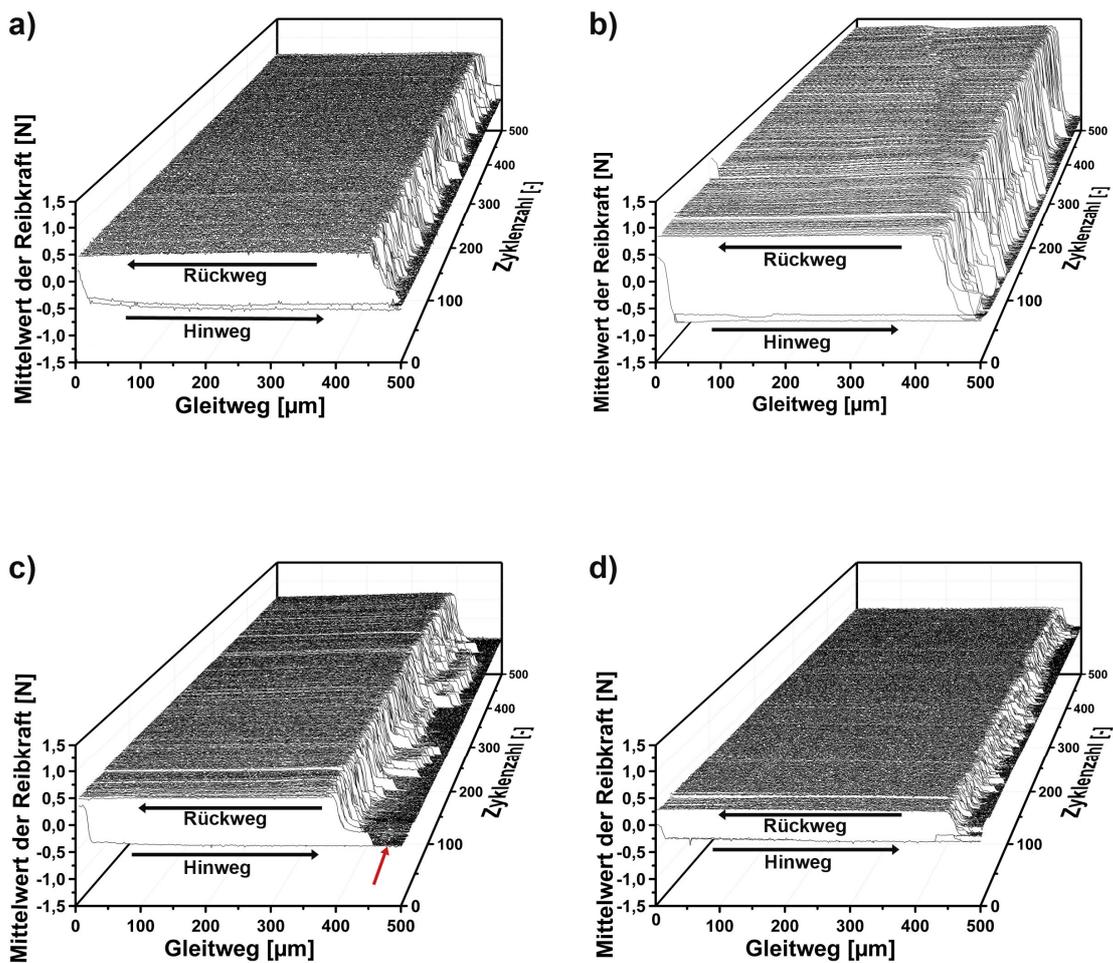


Abbildung 4.3: Dreidimensionale Darstellung der mittleren Reibkraft über 500 Zyklen in Abhängigkeit des Gleitweges für die Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$.

Bei Betrachtung der Reibkraftverläufe in Abbildung 4.3 ist der Unterschied des Kontaktverhaltens der Membranen mit verschiedenen Aspektverhältnissen zu erkennen. Die Membranen mit hohen Aspektverhältnissen $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ (Abbildung 4.3 c) und d)) zeigen beim Anfahren des Rückweges ein vergleichbares Verhalten. Im Vergleich zum Verhalten der Membranen mit kleineren Aspektverhältnissen sind jedoch Unterschiede zu erkennen. Die Kurven der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ (Abbildung 4.3 c)) verlaufen bis zu einem Gleitweg von $450 \mu\text{m}$ konstant bei einer Kraft von ca. $F_r = -0,5 \text{ N}$. Der Reibkraftverlauf des Rückweges startet ebenfalls bei ca. $F_r = -0,5 \text{ N}$. An der Position $s = 450 \mu\text{m}$ ($50 \mu\text{m}$ nach dem Umkehrpunkt) (Abbildung 4.3 c)), mit einem roten Pfeil gekennzeichnet, steigt die Kurve an und läuft ca. $50 \mu\text{m}$ konstant bei einer Reibkraft von ca. $F_r = -0,25 \text{ N}$ weiter, um dann auf $F_r = 0,5 \text{ N}$ anzusteigen und für $s = 400 \mu\text{m}$ konstant zu verlaufen. Anschließend beginnt der nächste Zyklus. Einen ähnlichen

Kurvenverlauf weisen die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ auf (Abbildung 4.3 d)).

Ein anderer Verlauf wird bei den Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$ und $A_r = 0,7$ (Abbildung 4.3 a) und b)) beobachtet. Bei den Membranen beider Aspektverhältnisse kommt es am Umkehrpunkt zu einem direkten Anstieg im Kurvenverlauf.

Um das Verhalten der Membranen, welches aus den Videos der High-Speed-Kamera analysiert werden kann, mit den Verläufen der Reibkraft zu vergleichen, werden im Folgenden die Mittelwerte der Reibkraftverläufe für den 450. Zyklus in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse analysiert. Zudem wird der durch Hin- und Rückweg eingeschlossene Flächeninhalt als dissipierte Energie berechnet [23, 99]. Abbildung 4.4 zeigt die Reibschleife des 450. Zyklus für die Membranen mit verschiedenen Aspektverhältnissen.

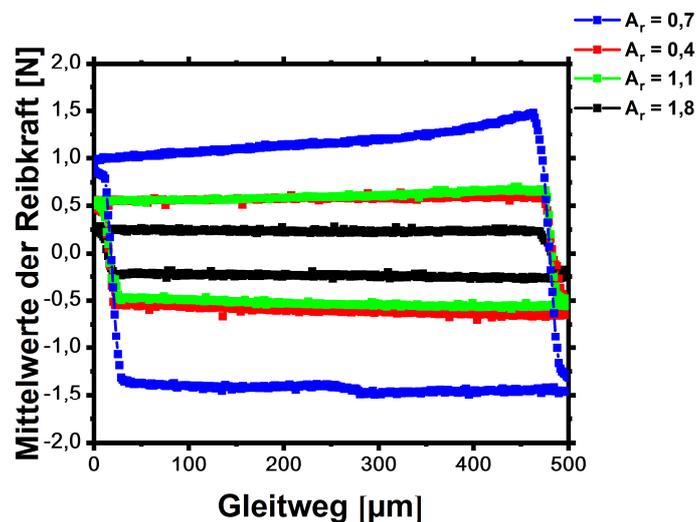


Abbildung 4.4: Reibkraftverläufe für den 450. Zyklus in Abhängigkeit des Gleitweges für die verschiedenen Aspektverhältnisse.

Aus den Reibkraftverläufen der verschiedenen Aspektverhältnisse ist zu erkennen, dass das Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ die größte Fläche ($A_{0,7} = 1206 \frac{\mu\text{J}}{\text{Zyklus}}$) einschließt.

Beim Vergleich der Flächeninhalte der Reibkraftverläufe zeigt sich, dass die Aspektverhältnisse $A_r = 0,4$ und $A_r = 1,1$ nahezu gleich große Flächen bzw. gleich große Mengen an dissipierter Energie aufweisen ($A_{0,4} = 558 \frac{\mu\text{J}}{\text{Zyklus}}$, $A_{1,1} = 530 \frac{\mu\text{J}}{\text{Zyklus}}$). Der geringste Flächeninhalt wurde bei den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ ($A_{1,8} = 223 \frac{\mu\text{J}}{\text{Zyklus}}$)

berechnet. Die berechneten Flächeninhalte bzw. dissipierten Energien für den 450. Zyklus sind in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse in Tabelle 4-1 dargestellt.

Nachfolgend werden die verschiedenen Verhaltensweisen der Membranen am Umkehrpunkt untersucht. Dabei wird der 450. Zyklus betrachtet, da eine Korrelation zu den Kameradaten hergestellt werden kann. Die Abbildung 4.5 beinhaltet die Mittelwerte der Reibkraftverläufe (aus jeweils fünf Experimenten) am Umkehrpunkt des 450. Zyklus (50 μm vor und nach dem Umkehrpunkt) für die Membranen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$.

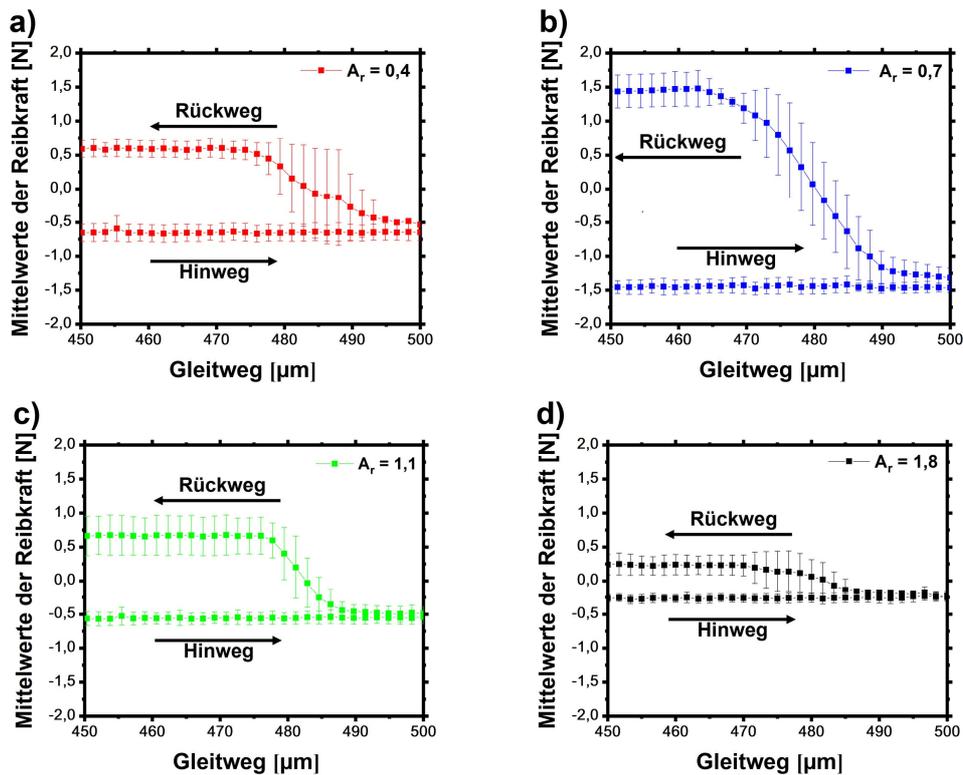


Abbildung 4.5: Mittelwerte der Reibkraftverläufe am Umkehrpunkt des 450. Zyklus für die Membranen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ d) $A_r = 1,8$. Aufgetragen ist der Mittelwert der Reibkraft F_R über den Gleitweg von $s = 50 \mu\text{m}$ vor und nach dem Umkehrpunkt.

Bei Betrachtung der gemessenen Verläufe der mittleren Reibkraft der Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$ und $A_r = 0,7$ um den Umkehrpunkt, zeigt sich, dass die Kurven des Hinweges sehr konstant bei $F_R = -0,6 \text{ N}$ bzw. $F_R = -1,5 \text{ N}$ verlaufen. Direkt nach dem Umkehrpunkt erfolgt ein kleiner Sprung in der Reibkraft um $\Delta F_R = 0,1 \text{ N}$. Anschließend laufen die Kurven einen Weg von $s = 8 \mu\text{m}$ bzw. $s = 10 \mu\text{m}$ konstant, bevor ein linearer Anstieg auf $F_R = 0,5 \text{ N}$ bzw. $F_R = 1,5 \text{ N}$ erfolgt (Abbildung 4.5 a), b)).

Die Reibkurven der größeren Aspektverhältnisse $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ weisen für den Gleitweg nach dem Umkehrpunkt ebenfalls eine konstante Reibkraft $F_R = -0,5$ N bzw. $F_R = -0,3$ N auf, bevor die Kurven der Reibkräfte nach $s = 13$ μm bzw. $s = 15$ μm linear auf die Werte $F_R = 0,5$ N bzw. $F_R = 0,3$ N ansteigen (Abbildung 4.5 c, d)).

Um einen Zusammenhang zwischen tribologischen Eigenschaften und Materialverhalten in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse herstellen zu können und in Kapitel 5 diskutieren zu können, ist in Abbildung 4.6 der Mittelwert des Reibkoeffizienten über die verschiedenen Aspektverhältnisse dargestellt. Der Mittelwert wurde aus den Reibkraftverläufen der 500 Zyklen ermittelt. Um den Einfluss des Umkehrpunktes ausschließen zu können, wurden 10 % der Werte vor und nach diesem von der Messung nicht berücksichtigt.

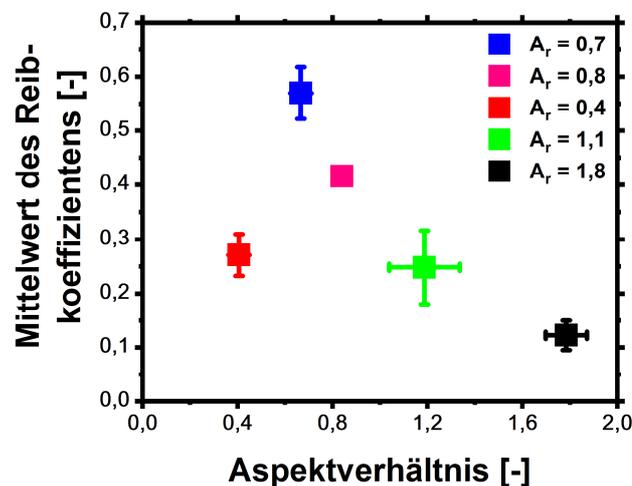


Abbildung 4.6: Mittelwerte und Standardabweichungen der Reibkoeffizienten in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse über 500 Zyklen. Für die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,8$ liegen auf Grund der Versuchsanzahl keine Standardabweichungen vor.

Abbildung 4.6 zeigt, dass der Reibkoeffizient für das Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ bei $\mu (A_r = 0,4) = 0,27$ liegt. Für die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ konnte ein Reibkoeffizient von $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$ bestimmt werden. Der Reibkoeffizient $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$ stellt in der Versuchsreihe den Maximalwert dar. Die Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ weisen niedrigere mittlere Reibkoeffizienten $\mu (A_r = 1,1) = 0,27$ und $\mu (A_r = 1,8) = 0,12$ auf. Um die sinkenden Werte der mittleren Reibkoeffizienten ab den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ zu den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ zu bestätigen, wurde eine Probe mit den Membranen des Aspektverhältnisses $A_r = 0,8$ zusätzlich untersucht. Es zeigt sich, dass die Probe mit dem

Aspektverhältnis $A_r = 0,8$ den Trend bestätigt. Der mittlere Reibkoeffizient beträgt $\mu (A_r = 0,8) = 0,42$. Es wurde der Versuch mit der Probe, deren Membranen das Aspektverhältnis $A_r = 0,8$ aufweisen, nicht wiederholt, da dieses Experiment als Kontrollversuch diene.

Die Standardabweichungen der mittleren Reibkoeffizienten mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,7$ und $A_r = 1,1$ sind größer im Vergleich zu den Membranen anderer Aspektverhältnisse. Die Standardabweichungen der Proben mit den Aspektverhältnissen $A_r = 1,1$ und $A_r = 0,7$ betragen $\pm 0,04$ bzw. $\pm 0,06$. Für alle anderen Aspektverhältnisse liegt die Standardabweichung des mittleren Reibkoeffizienten bei $< \pm 0,03$.

4.1.2 Analyse des Kontaktverhaltens der Membranen mittels High-Speed-Kameraauswertung

Zusätzlich zur Messung der Reibkraft wurden Bilder der Membranen im Kontakt mit der Saphirscheibe aufgenommen. Die Aufnahme der Bilder erfolgte an den Umkehrpunkten mittels Trigger des Signals der High-Speed-Kamera. Anschließend konnten die Aufnahmen als Sequenzen zusammengefügt und betrachtet werden. Abbildung 4.7 zeigt jeweils die Membranen zum Startpunkt als auch zum letzten Umkehrpunkt (450. Zyklus) der Versuche in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse. Membranoberflächen, Fräsriefen und Gitternetzlinien als Orientierungshilfe sind beispielhaft in Abbildung 4.7 a) durch Pfeile gekennzeichnet. Die Abbildungen auf der linken Seite zeigen die Membranen vor dem Versuch. Um Start- und Umkehrpunkt vergleichen zu können, sind auf der rechten Seite die Bilder der Membranen am letzten Umkehrpunkt (450. Zyklus) dargestellt.

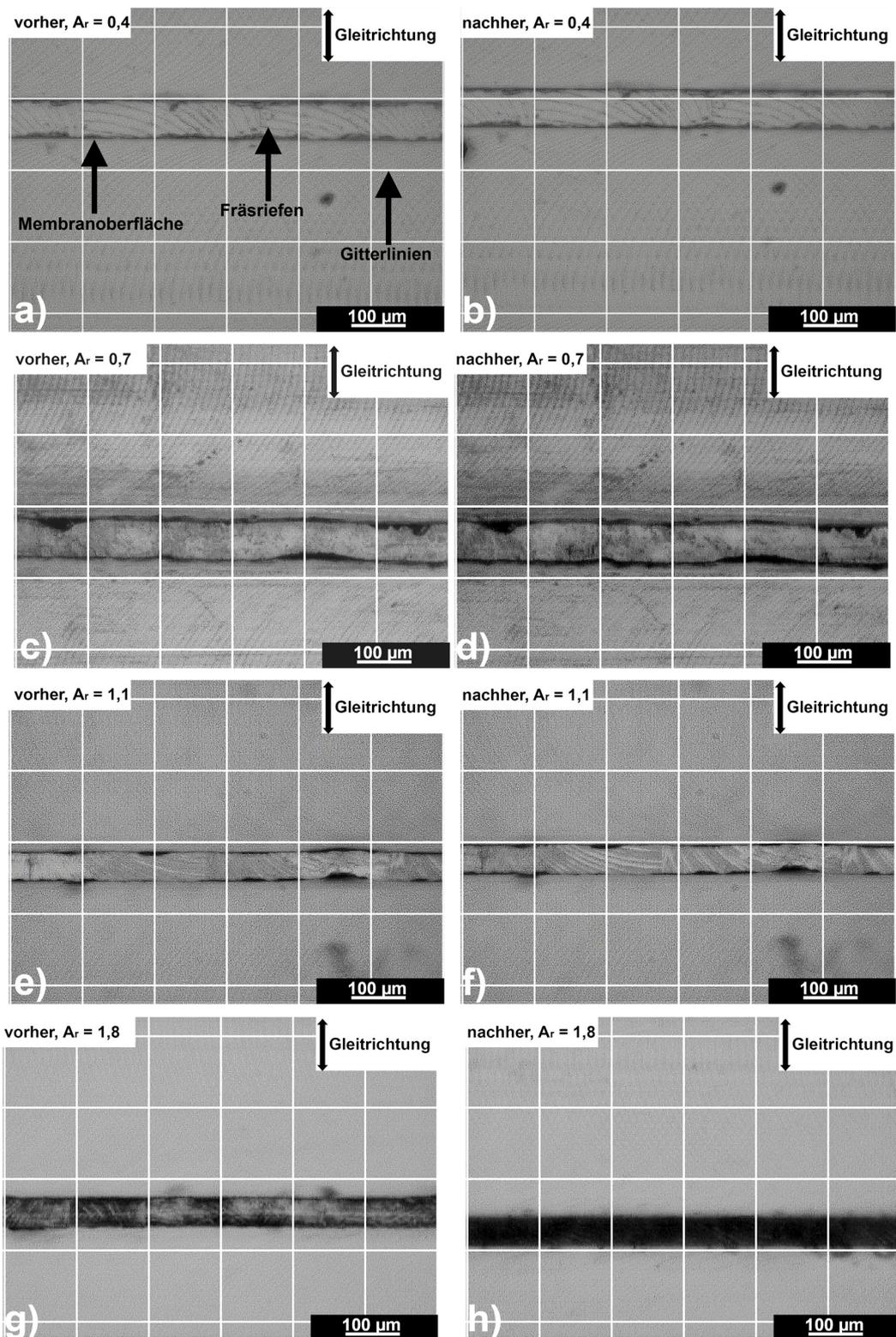


Abbildung 4.7: Kameraaufzeichnungen der Membranen zum Start- (a, c, e, g) und Endzeitpunkt (b, d, f, h) der Versuche in Abhängigkeit der Aspectverhältnisse a) und b) $A_r = 0,4$ c) und d) $A_r = 0,7$ e) und f) $A_r = 1,1$ sowie g) und h) $A_r = 1,8$. Zur Orientierung enthält a) beispielhaft die wichtigsten Bezeichnungen (Fräsriefen, Membranoberfläche und Gitterlinien).

Bei der in Abbildung 4.7 a) und b) als Beispiel dargestellten Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ sind Mikrofräsriefen vorher und nachher gut zu erkennen. Zusätzlich ist in der Abbildung 4.7 b) am linken Rand ein schwarzer Schatten sichtbar. Dieser kann in Abbildung 4.7 a) nicht gesehen werden. Beim Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ wurden kaum Veränderungen beobachtet. Bei der exemplarisch gezeigten Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ sind erste Veränderungen der Oberfläche vor und nach dem Versuch sichtbar (Abbildung 4.7 e) und f)). Beim Vergleich der Membranoberflächen vorher mit nachher ist eine Änderung der Schattierung auf der Membranoberfläche zu erkennen.

Deutliche Veränderungen zeigen die Abbildungen der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$. Auf Grund eines manuellen Positionswechsels der Kamera während des tribologischen Versuches ist die Membran in der Abbildung 4.7 g) und h) vor und nach dem Experiment verschoben dargestellt. Die Verschiebung der Membran darf nicht als Resultat des Versuches interpretiert werden. Beim Vergleich von Start- und Endzeitpunkt (Abbildung 4.7 g) und h)) fällt eine deutliche Dunkelfärbung zum Endzeitpunkt auf. Es sind zu Beginn Mikrofräsriefen vorhanden. Diese sind am Ende nicht mehr sichtbar.

Beim Vergleich der Aspektverhältnisse ist zu erkennen, dass mit steigendem Aspektverhältnis eine deutlichere Änderung der Membrantopographie im Zustand vor und nach dem Experiment auftritt. Die Dunkelfärbung und Änderung der Oberfläche nimmt mit steigendem Aspektverhältnis zu.

4.2 Mikrostrukturcharakterisierung

4.2.1 Oberflächencharakterisierung

Der mikroskopische Vergleich der Membranoberfläche vor und nach dem Versuch erfolgte mit dem Digital Mikroskop VHX-600 von Keyence (Osaka, Japan) und ist für die Membranen der Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$ in Abbildung 4.8 dargestellt.

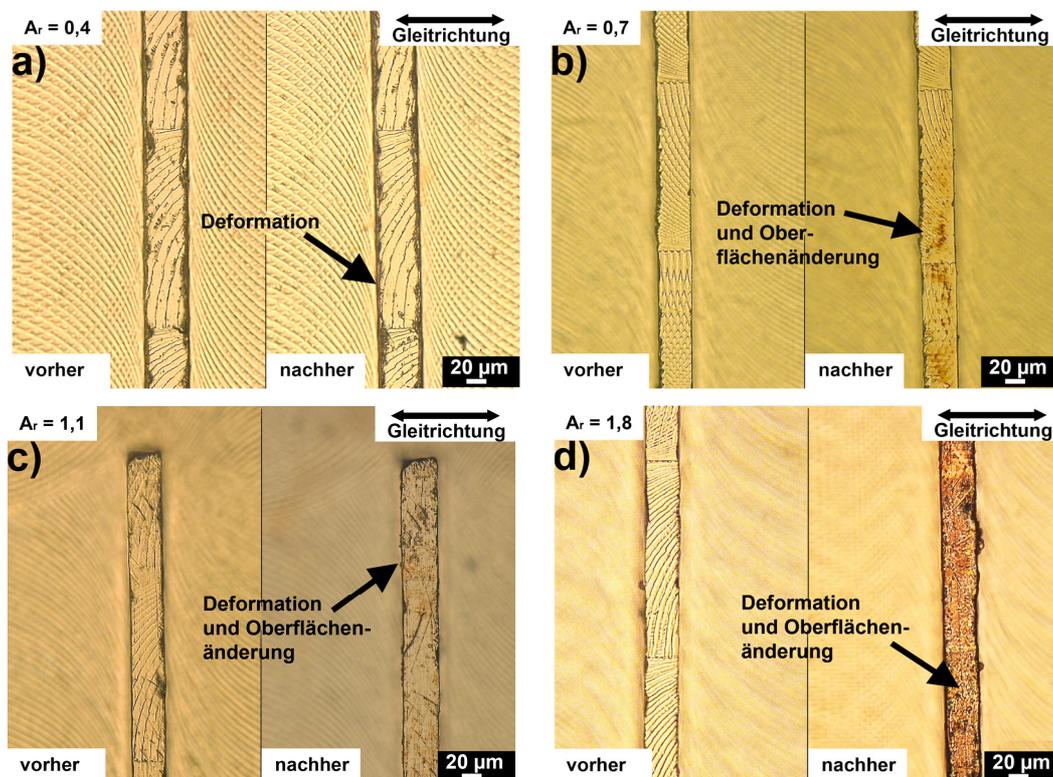


Abbildung 4.8: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Membranoberflächen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$ vor und nach dem tribologischen Versuch. In den Aufnahmen sind auf der linken Seite die Membranen vor dem Versuch, auf der rechten Seite nach 500 Zyklen dargestellt.

Anhand der Fräsriefen konnten bei der mikroskopischen Betrachtung der Membranen dieselben Positionen vor und nach dem Versuch wiedergefunden werden. Die Ausnahme bilden die Membranen des Aspektverhältnisses $A_r = 1,8$. Im direkten Vergleich der mikroskopischen Bilder vor und nach dem Versuch ist bei den Membranen des Aspektverhältnisses $A_r = 1,8$ nach dem Versuch eine vermehrte Braunfärbung der Membranoberfläche zu erkennen und auf Grund dessen sind die zum Vergleich der Position verwendeten Fräsriefen nicht mehr erkennbar (Abbildung 4.8 d)). Der Vergleich der Oberflächen zeigt, dass nach 500 Zyklen mit steigenden

Aspektverhältnissen der Membranen auch die Braunfärbung zunimmt. Diese ist beim Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ so ausgeprägt, dass keine Fräsriefen mehr erkennbar sind. Diese Ergebnisse sind vergleichbar mit den Ergebnissen aus Kapitel 4.1.2.

Die Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,7$ bis $A_r = 1,1$ weisen geringere Verfärbungen der Membranoberflächen auf (Abbildung 4.8 b) - c)) auf, jedoch kann vermehrt plastische Deformation an den Oberflächen erkannt werden. Bei den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ ist keine Verfärbung der Oberfläche ersichtlich, es können jedoch plastische Deformationen festgestellt werden (Abbildung 4.8 a)).

Um die Oberflächenveränderung detaillierter charakterisieren zu können, wurden die Proben mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) abgebildet. In der Abbildung 4.9 sind exemplarisch REM Bilder der Oberfläche der Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$ und $A_r = 1,8$ dargestellt.

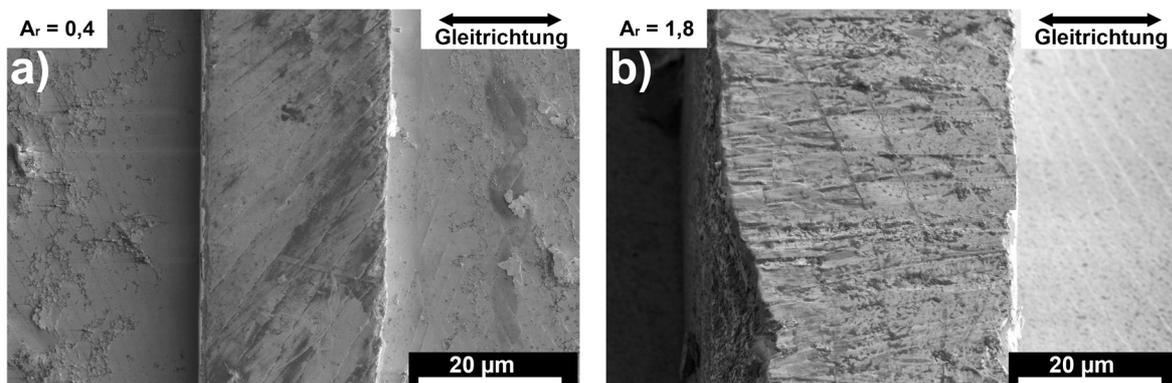


Abbildung 4.9: Rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen der Oberfläche nach dem Versuch a) der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ und b) der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$. Die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ ist um einen Winkel von 7° verkippt.

Die Abbildung 4.9 a) zeigt exemplarisch die Oberfläche einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$. Auf der Membranoberfläche sind die Fräsriefen nicht mehr ersichtlich. Des Weiteren ist auf der linken Seite der Membran plastische Deformation an der Kante zu beobachten. In der Abbildung 4.9 b) ist exemplarisch die Oberfläche einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ dargestellt. Hier zeigt sich eine raue Oberfläche. Es sind lokal Ausbrüche und zusätzliche Riefen, die auf Grund der Verlaufsrichtung nicht vom Fräsen verursacht wurden, ersichtlich. Bei Betrachtung des exemplarisch dargestellten FIB Querschnittes der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ können abgescherte Rauheitsspitzen auf der Oberfläche erkannt werden (siehe Abbildung 4.10).

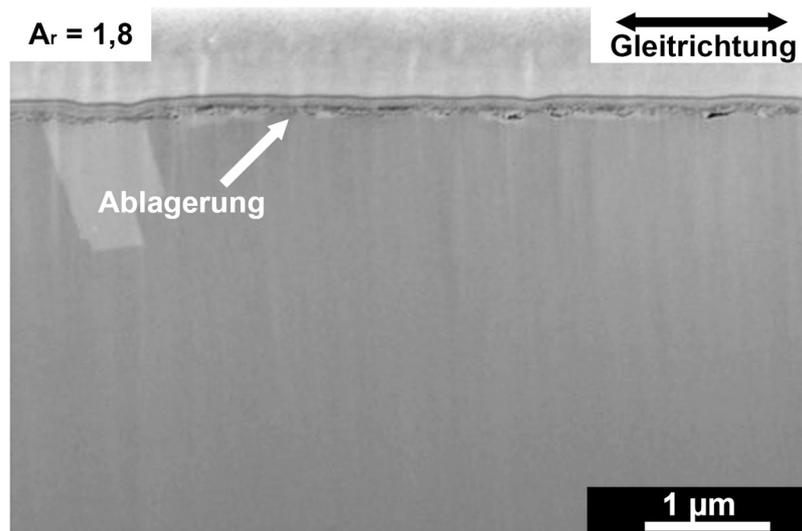


Abbildung 4.10: FIB (FIB = Focus Ion Beam) cross-section der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ nach dem Versuch.

Um die Braunfärbung (siehe Abbildung 4.8) genauer zu analysieren, wurde mittels Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) die chemische Zusammensetzung der Membranoberfläche bestimmt. Die Analyse erfolgte auf der Mitte der Membranoberfläche. Abbildung 4.11 zeigt die analysierte rasterelektronenmikroskopische Aufnahme mit den detektierten Elementen a) vor und b) nach dem tribologischen Versuch.

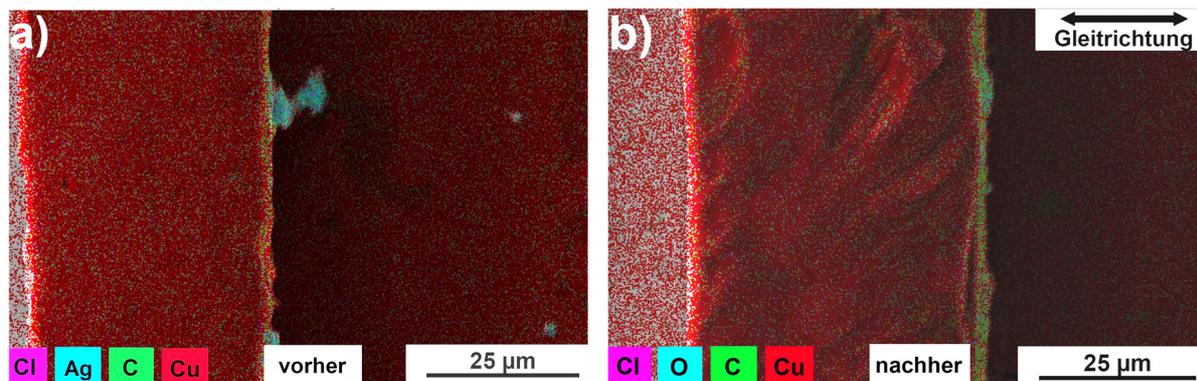


Abbildung 4.11: Das Analyseergebnis der Energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX), aufgenommen auf der Oberfläche einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ a) als Referenz vor dem Versuch und b) nach 500 Zyklen.

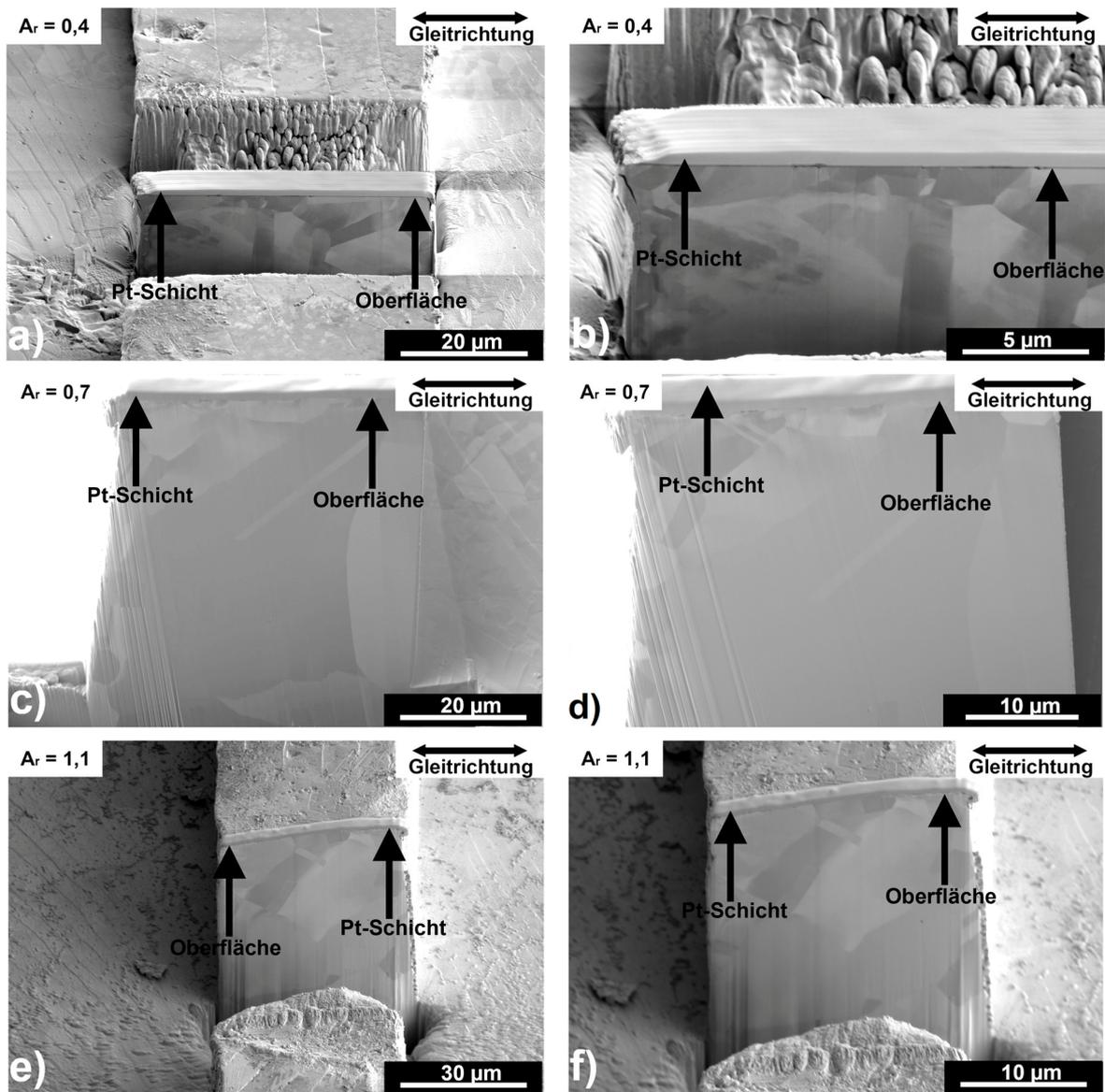
Abbildung 4.11 a) zeigt das Ergebnis der EDX Messung vor dem Versuch. Das überlagerte „Mapping“ der Analyse zeigt eine Zusammensetzung von 98,7 Gew. % Kupfer und 0,7 % Silber auf der Membranoberfläche an. Im Vergleich zur Referenzprobe wurde auf der Membranoberfläche nach dem tribologischen Versuch mit 500 Zyklen kein Silber bestimmt

(siehe Abbildung 4.11 b)). Dieses kann auf das zum Kleben verwendete Leitsilber (Plano GmbH, Wetzlar, Deutschland) zurückgeführt werden. Das überlagerte „Mapping“ der Analyse zeigt eine Zusammensetzung von 95,8 Gew. % Kupfer, 1,1 Gew. % Sauerstoff auf der Membranoberfläche an. Der Sauerstoffanteil ist im Vergleich zur Referenzprobe erhöht. Um nicht zu tief unterhalb der Oberfläche des Materials zu messen, wurde die chemische Zusammensetzung der Membranoberfläche nach dem Versuch mit Augerelektronenspektroskopie quantitativ bestimmt. Es wurden keine signifikanten Unterschiede zum Ergebnis der EDX Messung festgestellt.

4.2.2 Untersuchung der Mikrostrukturänderung

Um die Materialänderung weiterführend zu charakterisieren, wurden FIB cross-sections parallel zur Gleitrichtung erstellt (x-z Ebene). Dabei wurden die Mitten der Membranen ausgewählt, um die Analyse an einer vergleichbaren Stelle gewährleisten zu können. Die FIB Querschnitte wurden aus dem ganzen Querschnitt der Membranen geschnitten. Die Abbildungen weisen unterschiedliche Vergrößerungen auf, um den ganzen Querschnitt der verschiedenen Aspektverhältnisse betrachten zu können. Die Abbildung 4.12 a) und b) zeigen exemplarisch die FIB cross-sections für die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$. Die linke Kante der Membran weist plastische Verformung auf. Das Material erscheint nach links geschert. Da die letzte Bewegungsrichtung der sich mit den Membranen in Kontakt befindenen Scheibe von rechts nach links war, korreliert die Materialverformung mit der letzten Bewegungsrichtung. Unterhalb der Membranoberfläche ist eine Veränderung der Mikrostruktur sichtbar. Ebenso sind Kontraständerungen über den gesamten Querschnitt der Membranen zu sehen. Auch die FIB Querschnitte der Membranen des Aspektverhältnisses $A_r = 0,7$ weisen nach dem tribologischen Versuch Änderung der Mikrostruktur unterhalb der Oberfläche auf. In dem direkt an die Oberfläche angrenzenden Bereich lassen sich ebenfalls Kontrastunterschiede erkennen. Die exemplarisch dargestellte Membran scheint nach rechts gekippt (siehe Abbildung 4.12 c) und d)). Da die letzte Belastungsrichtung der Saphirscheibe von links nach rechts war, kann ein Einfluss der Bewegungsrichtung nicht ausgeschlossen werden. Im Gegensatz dazu lässt sich bei der Probe mit den Membranen des Aspektverhältnisses $A_r = 1,1$ ein Verkappen der Membran zur linken Seite wahrnehmen, obwohl die letzte Bewegung des Gegenkörpers von links nach rechts (Abbildung 4.12 e) und f)) war. Bei Betrachtung der Ecken der Membranen ist leichte Deformation an der rechten Seite

sichtbar. Es lassen sich geringe Kontraständerungen erkennen. In Abbildung 4.12 g) und h) sind die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ dargestellt. Es ist wenig Änderung der Mikrostruktur sichtbar. Im Vergleich mit den Membranen anderer Aspektverhältnisse lässt sich kaum ein Kontrastunterschied erkennen.



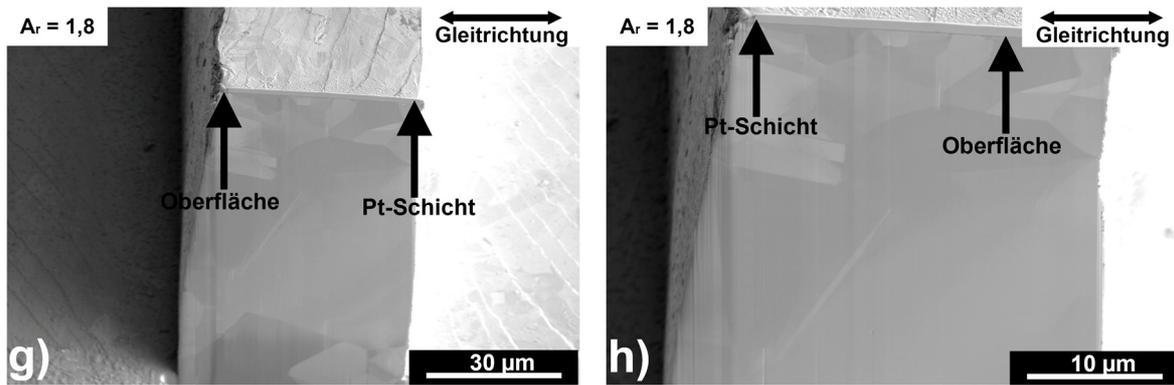
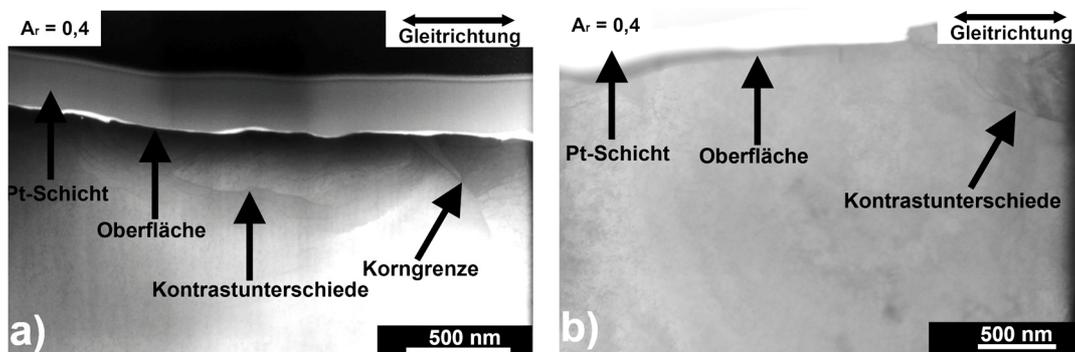


Abbildung 4.12: FIB (Focus Ion Beam) cross-sections der Membranen nach dem Versuch mit den Aspektverhältnissen a) und b) $A_r = 0,4$ c) und d) $A_r = 0,7$ e) und f) $A_r = 1,1$ sowie g) und h) $A_r = 1,8$.

4.2.3 Rastertransmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen

Um die Änderung der Mikrostruktur unterhalb der Oberfläche hochauflösend zu untersuchen, wurden Lamellen für die Rastertransmissionselektronenmikroskopie parallel aus der Probenmitte geschnitten. Diese sind in Abbildung 4.13 dargestellt.



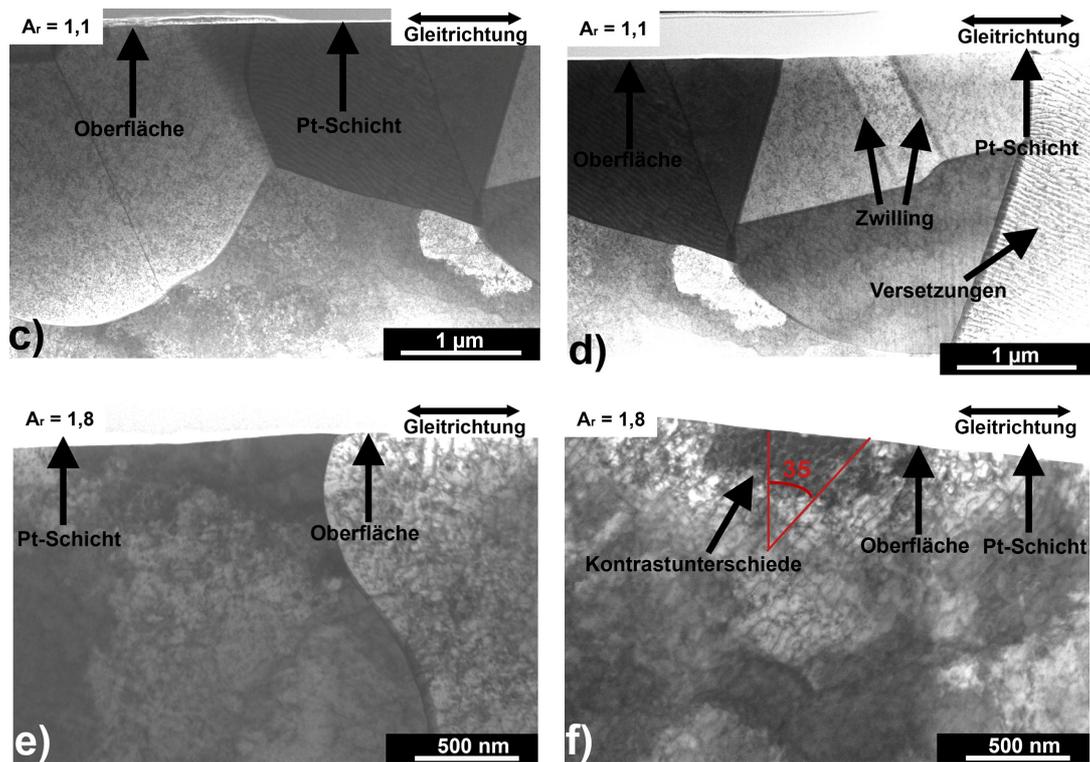
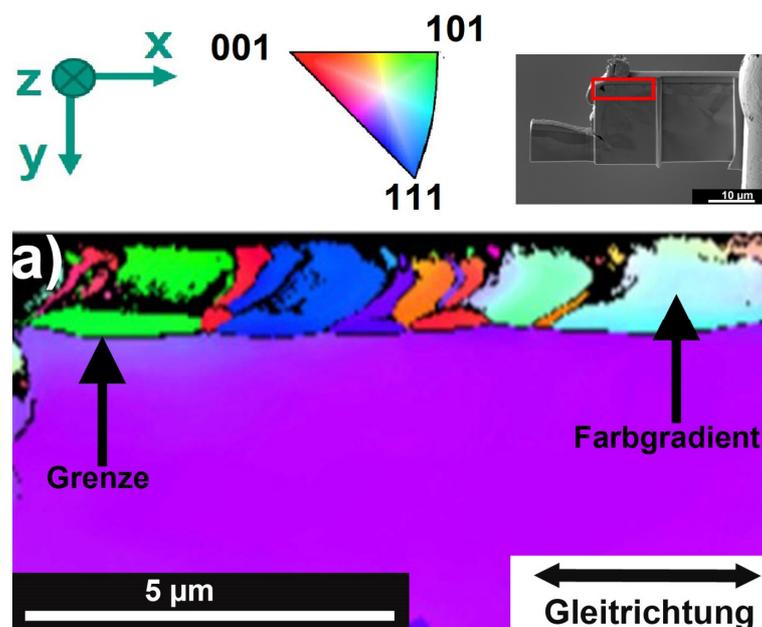


Abbildung 4.13: Rastertransmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen der Bereiche direkt unterhalb der Membranoberflächen nach den Versuchen mit den Aspektverhältnissen a) und b) $A_r = 0,4$ c) und d) $A_r = 1,1$ e) und f) $A_r = 1,8$. Die rastertransmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ sind in verkleinerten Maßstäben dargestellt, um bei diesen einen guten Überblick über die Mikrostruktur unterhalb der Oberfläche geben zu können.

Die Abbildungen 4.13 a) und b) stellen exemplarisch die rastertransmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen nach den tribologischen Versuchen für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ dar. Neben der in der Abbildung 4.13 a) durch die Pfeile gekennzeichneten Oberfläche und Platinschicht, deutet ein weiterer Pfeil auf einen Kontrastunterschied in Form einer horizontalen Linie. Abbildung 4.13 b) verdeutlicht ebenfalls einen durch einen Pfeil gekennzeichneten Bereich auf der rechten Seite des Bildes. Es sind unterhalb der Kontaktfläche Kontrastunterschiede sichtbar. Mit Zunahme des Aspektverhältnisses nehmen die Veränderungen der Mikrostruktur über die Fläche ab. Es sind große Körner und Zwillinge zu erkennen (Abbildung 4.13 c) und d)). In Abbildung 4.13 d) ist am linken Rand des Bildes ein Korn sichtbar, das so orientiert ist, dass die Versetzungen innerhalb dessen abgebildet werden können. Für das Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ (siehe Abbildung 4.13 e) und f)) ist nur eine Korngrenze zu sehen. Zudem zeigt sich ein Netzwerk aus Versetzungen, die in einem 35° Winkel zur Oberfläche orientiert verlaufen. In Abbildung 4.13 f) ist ein dunkler runder Kontrast direkt unterhalb der Oberfläche sichtbar. Dies ist durch einen Pfeil gekennzeichnet.

4.2.4 Untersuchung der Kornorientierung mittels Elektronenrückstreuung (EBSD)

Um zu bestimmen, ob die Änderungen der Mikrostruktur unterhalb der Oberfläche mit kristallographischen Orientierungsänderungen zusammenhängen, wurden bei hohen Aspektverhältnissen ($A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$) Lamellen aus den halben Querschnitten, bei kleinen Aspektverhältnissen ($A_r = 0,4$ und $A_r = 0,7$) Lamellen aus den ganzen Querschnitten (Kapitel 3.3.3) geschnitten und die Kornorientierungen analysiert. Die Richtung, in der die Normalkraft aufgebracht wird, entspricht der „rolling direction“. Die Gleitrichtung entspricht der „transverse direction“. Abbildung 4.14 zeigt exemplarisch die Kornorientierungen mit Bezug zur z-Richtung für die Membranen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ d) $A_r = 1,8$. Oberhalb der Bilder mit indizierter Kornorientierung sind das Koordinatensystem, das Orientierungsdreieck und der Lamellenausschnitt dargestellt. Das Koordinatensystem dient der Einordnung der Lamellen im Raum, das Dreieck gibt mittels Farbcode die Orientierungen der Körner an. Der rote Rahmen, der in Teilbereichen der Lamelle eingezeichnet ist, kennzeichnet den Bereich, in dem die Kornorientierung indiziert wurde. Unabhängig der Aspektverhältnisse wurde für alle Membranen die linke Membranseite zur Analyse gewählt. In einigen Fällen konnten Bereiche auf Grund zu hoher plastischer Deformation oder Unterschiede in der Rauheit nicht indiziert werden. Es ist ebenfalls nicht möglich, die Platinschicht zu indizieren.



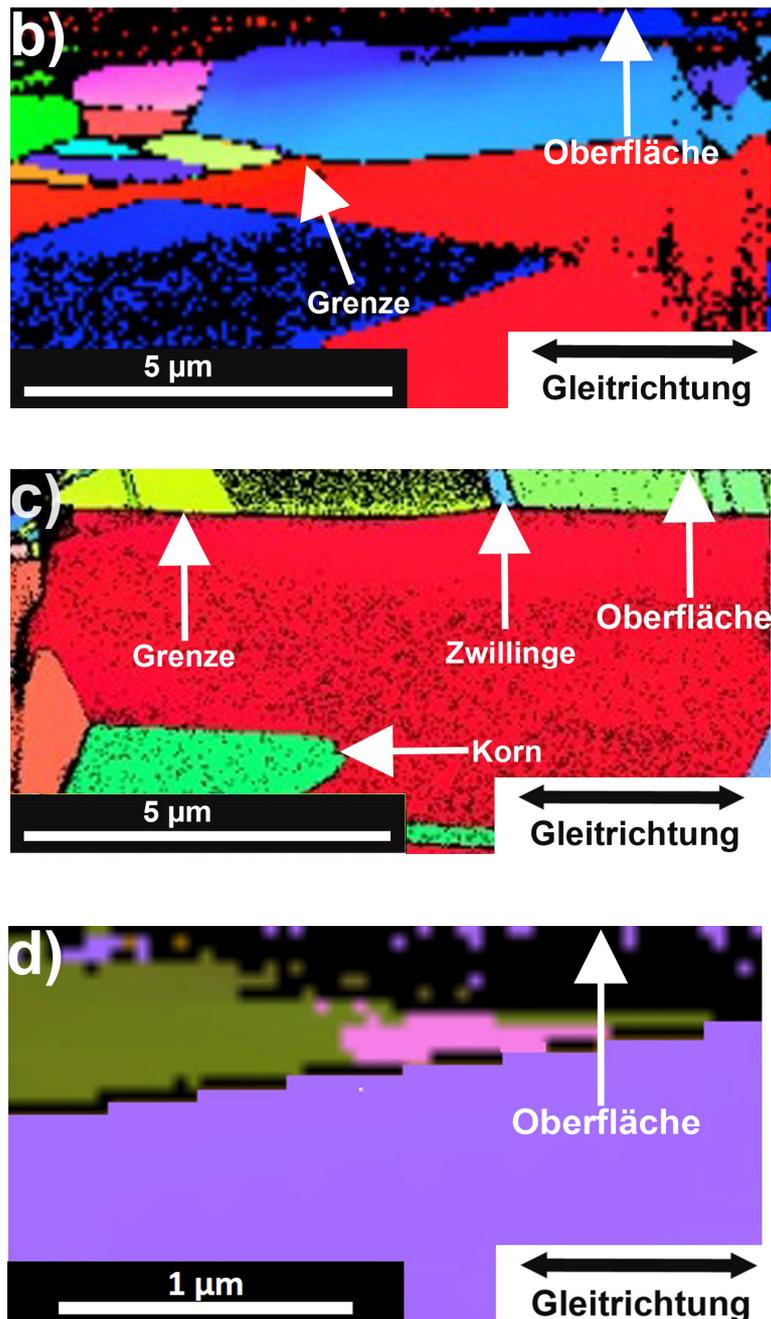


Abbildung 4.14: Indizierte Kornorientierungen im Bereich direkt unterhalb der Membranoberflächen. Es wurde relativ zur z-Richtung indiziert. Die Lamellen wurden nach den tribologischen Versuchen entnommen. Es sind die Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$ abgebildet. Abbildung a) zeigt zusätzlich das Koordinatensystem, Kristallsystem sowie den indizierten Bereich der Lamelle.

Abbildung 4.14 a) zeigt exemplarisch die indizierte Kornorientierung des linken Bereichs der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$. Direkt unterhalb der Oberfläche ist eine Vielzahl kleinerer Körner zu erkennen. Sie sind in einer Schicht parallel zur Oberfläche angeordnet. Diese Schicht ist vom Rest der Lamelle klar abgegrenzt. In der Abbildung sind die Flächen der

Körner in unterschiedlichen Farben dargestellt und weisen somit verschiedene Orientierungen auf. Auf Grund der Farbcodierungen können die (001), (111) und (110) Orientierung gefunden werden. Des Weiteren wird auf der rechten Seite der Schicht ein Farbgradient im Korn sichtbar. Die Körner sind nach rechts gebogen. Die Ausrichtung entspricht der letzten Bewegungsrichtung des Gegenkörpers.

Im Vergleich dazu zeigt die Abbildung 4.14 b) für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ in der oberflächennahen Schicht hauptsächlich auf der linken Seite kleine Körner. Auch hier liegen im Bild verschiedene Farben bzw. Orientierungen vor. Es sind weder ein Farbgradient noch eine bevorzugte Ausrichtung der Körner zu erkennen. Die oberflächennahe Schicht liegt wiederum vom Restmaterial abgegrenzt.

In Abbildung 4.14 c) ist exemplarisch die indizierte Kornorientierung des linken Bereichs der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ dargestellt. Vergleichbar zu den Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$ und $A_r = 0,7$ tritt beim Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ in Oberflächennähe eine scharfe Abgrenzung zwischen der oberflächennahen Schicht und dem Restmaterial auf. Im Vergleich zu den anderen Aspektverhältnissen weisen in dieser Abbildung die Körner nahe der Oberfläche jedoch weniger verschiedene Orientierungen bzw. Farben auf. Es sind Zwillinge zu erkennen. Die Korngröße ist größer und auch im Werkstoffinneren sind Korngrenzen sichtbar. Die Kornorientierung der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ (Abbildung 4.14 d)) wurde mit einer höheren Vergrößerung aufgenommen. Der Bereich unterhalb der Fläche ist nicht indiziert. Zwei Körner mit unterschiedlichen Orientierungen sind sichtbar.

Zu den gewonnenen Informationen wie der Kornorientierung, der Korngröße und der Ausrichtung der Körner kann mittels des Berechnungsprogrammes Matlab und des dazugehörigen Tools MTEX die Dichte an geometrisch notwendigen Versetzungen nach dem in Kapitel 3.3.3 beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

Zu den Daten in Abbildung 4.14, die exemplarisch die Kornorientierungen mit Bezug zur z-Richtung (Normalrichtung) für die Membranen der verschiedenen Aspektverhältnisse zeigt, wurden mittels MTEX die Dichten an geometrisch notwendigen Versetzungen berechnet. Die Abbildung 4.15 zeigt die Verteilung und die Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen für die Membranen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ d) $A_r = 1,8$.

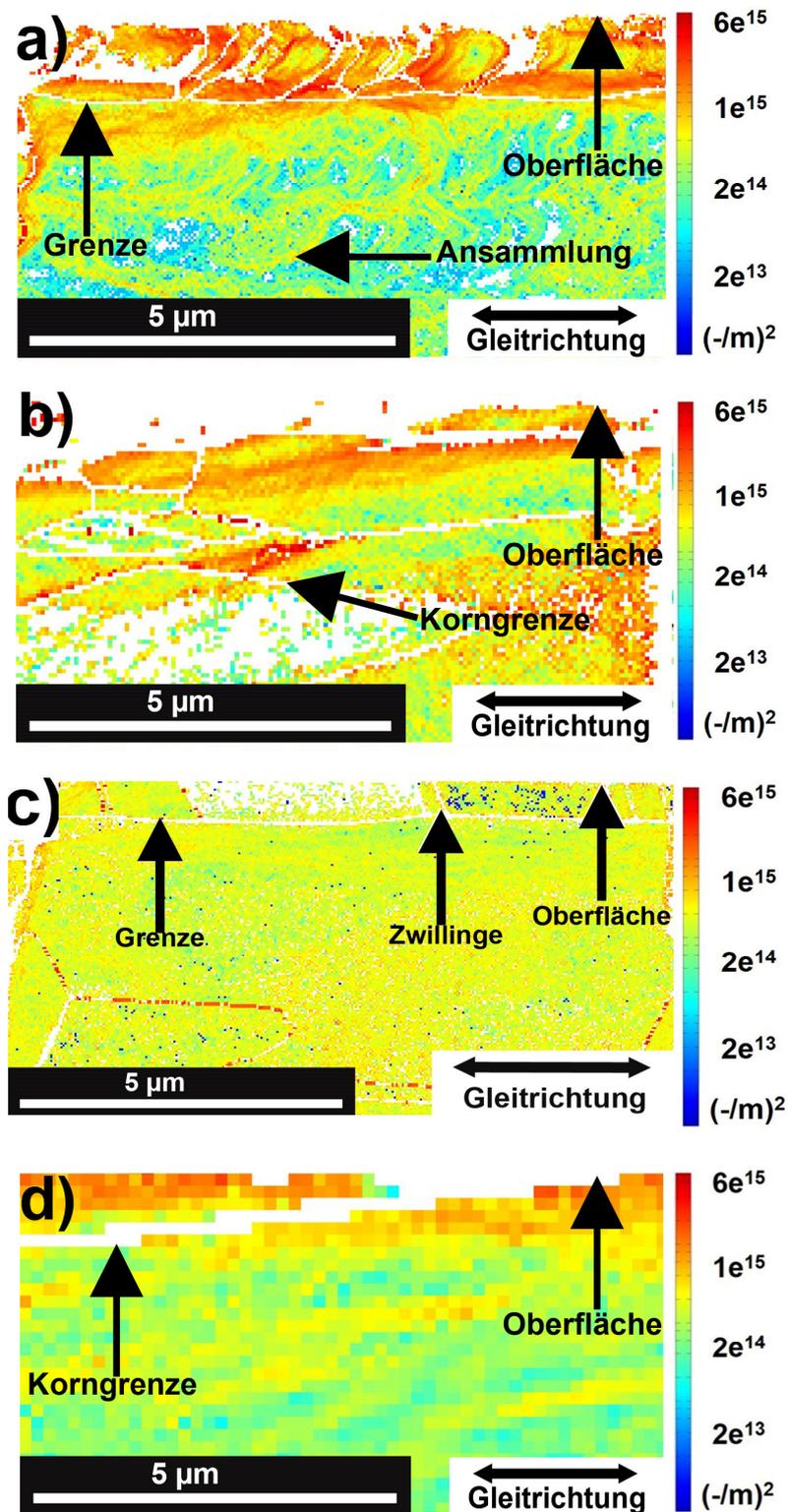


Abbildung 4.15: Mit dem Programm MTEX berechnete Dichten an geometrisch notwendigen Versetzungen (GND) im Bereich direkt unterhalb der Membranoberflächen. Die Lamellen wurden nach den Versuchen entnommen und zeigen die Ergebnisse für die Membranen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ d) $A_r = 1,8$.

In der Abbildung 4.15 a) ist exemplarisch die Versetzungsdichte für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ dargestellt. Es zeigt sich in der Schicht nahe der Oberfläche eine hohe Versetzungsdichte von $\rho_{GND} = 6 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$, die mit einer scharfen horizontalen Linie (in Abbildung 4.15 a) als Grenze bezeichnet) endet. Ab dieser Grenze nimmt die Versetzungsdichte in Richtung Werkstoffinneres ab. Im Werkstoffinneren sind lokale Ansammlungen höherer GND Dichten zu beobachten. Die GND Dichte der Ansammlung ist ca. $\rho_{GND} = 1 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Die restlichen Bereiche außerhalb der Ansammlungen betragen ca. $\rho_{GND} = 2 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$. Im Vergleich dazu zeigt Abbildung 4.15 b) die berechnete Versetzungsdichte für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$. Auch hier lässt sich im oberflächennahen Bereich eine hohe Versetzungsdichte von $\rho_{GND} = 6 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ bestimmen, allerdings eher lokal zu beobachten. Im Vergleich zum Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ ist eine weniger scharfe Abgrenzung der Bereiche sichtbar. Im Werkstoffinneren können GND Versetzungsdichten von $\rho_{GND} = 1 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ berechnet werden. Der berechnete Wert bezieht sich vor allem auf den rechten Bereich der Lamelle. Des Weiteren sind vermehrt Korngrenzen auf der linken Seite der Lamelle sichtbar. In Abbildung 4.15 c) ist die Versetzungsdichte für die Lamelle der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ dargestellt. Im oberflächennahen Bereich ist eine horizontale Linie (als Grenze in Abb. 4.15 c) gekennzeichnet) zu erkennen. Oberhalb der horizontalen Grenze beträgt die GND Versetzungsdichte zwischen $\rho_{GND} = 1 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ und $\rho_{GND} = 2 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Gleiche Werte konnten für den Bereich unterhalb der Grenze ermittelt werden. Der linke Rand der Membran weist eine erhöhte Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen ($\rho_{GND} = 2 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$) auf.

Die GND Dichte der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ wurde in einer höheren Vergrößerung dargestellt. Der angrenzende Bereich unterhalb der Kontaktfläche ist nicht indiziert. Die Probe hat eine höhere GND Dichte ($\rho_{GND} = 2 \times 5 \text{ m}^{-2}$) in der Nähe der Kontaktfläche als die Membran mit einem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$.

4.3 Finite-Elemente Simulationen

Um das Verhalten der Membranen im Kontakt während der tribologischen Belastung zu verstehen und die Rolle der unterschiedlichen Aspektverhältnisse sowie den Einfluss der Reibung zu analysieren, wurde zusätzlich ein simulativer Ansatz mit der Finite-Elemente Software Abaqus gewählt. Die Simulation erfolgte unter Annahme eines rein elastischen Verhaltens. Durch die Auswertung der maximalen Spannungen und Dehnungen in der Simulation sind Rückschlüsse auf lokale Veränderungen sowie auf den Kontaktmechanismus der verschiedenen Aspektverhältnisse möglich. Es wurde der halbe Zyklus auf Basis einer Berechnung im elastischen Bereich betrachtet, d. h. der Festkörper bewegte sich lateral um $s = 500 \mu\text{m}$ entlang der positiven x-Achse. Um den Kontaktmechanismus näher zu analysieren, wurden die obersten Elemente (Abbildung 4.16), die in Kontakt mit dem Festkörper treten, betrachtet. Zuerst wurde der Fokus auf die verschiedenen Höhen der Membranen gelegt.

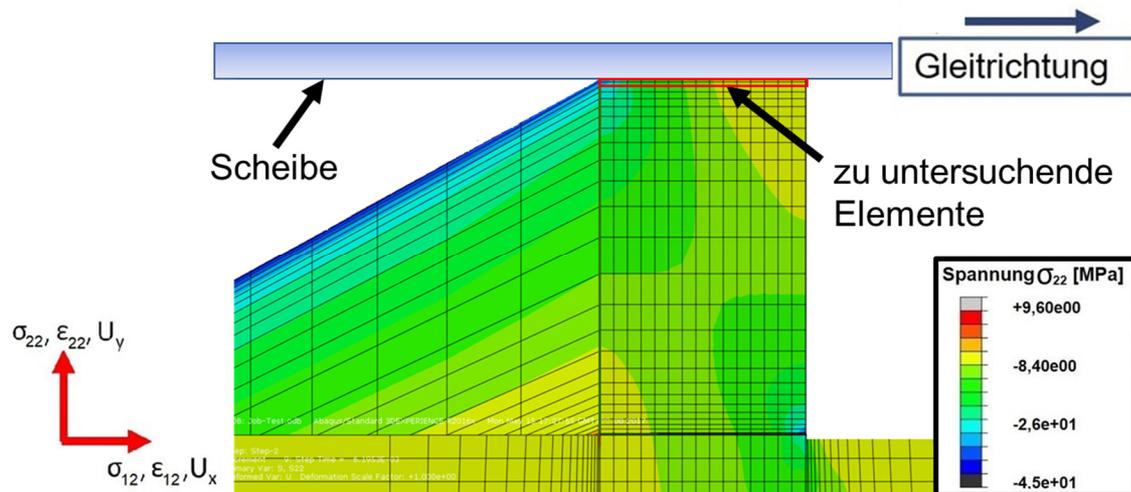


Abbildung 4.16: Aufbau des Simulationsmodells. Dargestellt ist der Kontakt von Scheibe und Membran sowie das zur Auswertung benutzte Koordinatensystem. Die Farbverläufe zeigen hier exemplarisch den Spannungsverlauf σ_{22} . Rot markiert sind die zur Auswertung herangezogenen Bereiche.

4.3.1 Einfluss des Aspektverhältnisses auf das elastische Verhalten

In Abbildung 4.17 ist die mittlere Verschiebung U_x der Oberfläche parallel zur Gleitrichtung über die Aspektverhältnisse dargestellt. Die Mittelwerte wurden aus der lokalen Verschiebung der einzelnen Elemente entlang der Kontaktfläche bestimmt. Beim Vergleich der Aspektverhältnisse wird deutlich, dass größere Aspektverhältnisse eine größere Verschiebung parallel zur Gleitrichtung erfahren. Bei der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ wurde die Verschiebung $U_x = 9,1$ nm bestimmt. Die Verschiebung für das Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ betrug hingegen $U_x = 2,1$ nm.

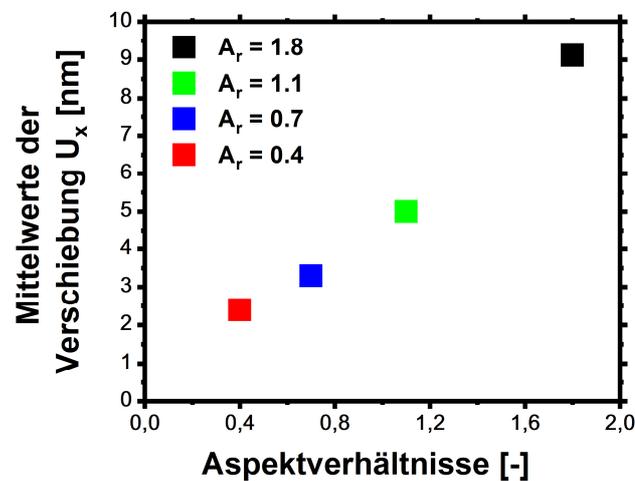


Abbildung 4.17: Verschiebung U_x parallel zur Gleitrichtung als Mittelwerte in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Der Reibkoeffizient betrug $\mu = 0,3$. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus ($s = 500 \mu\text{m}$) nach rechts.

Um das Kontaktverhalten zu verstehen, wurden die elastischen Spannungen und Dehnungen in Normalrichtung ε_{22} als auch in Scherrichtung ε_{12} betrachtet (Abbildung 4.18 a) + b)).

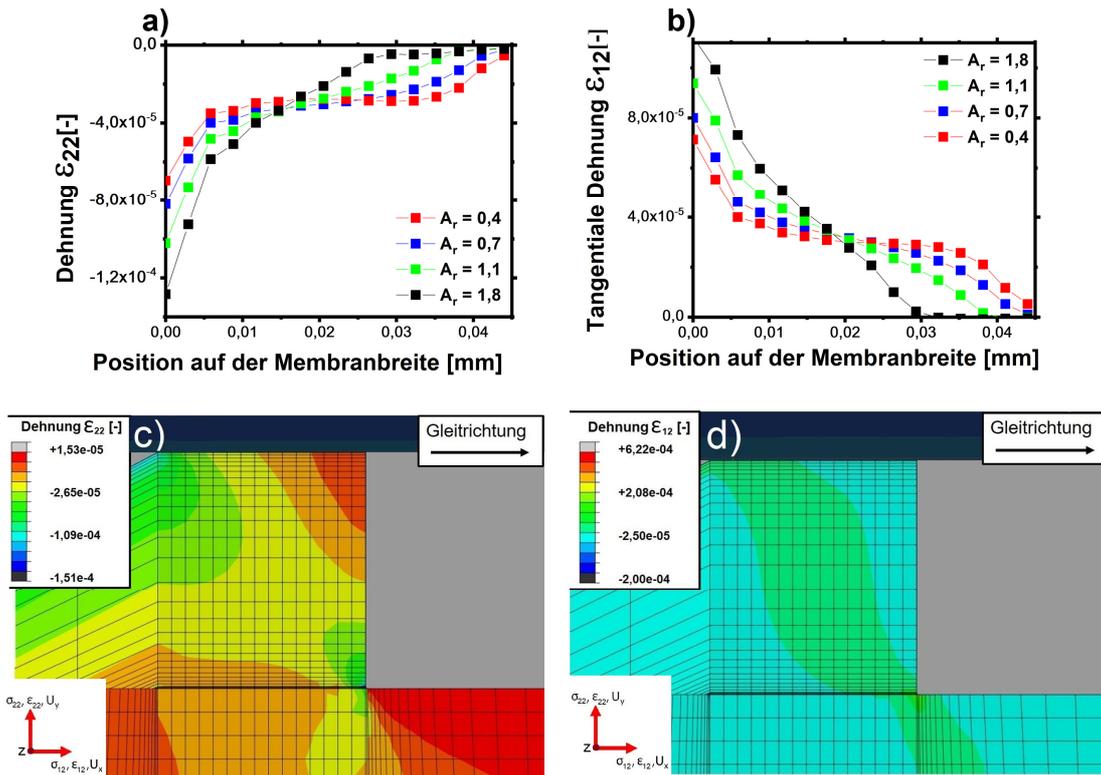


Abbildung 4.18: Dehnungsverteilungen a) in Normalrichtung ϵ_{22} b) in tangentialer Richtung ϵ_{12} betrachtet entlang der Membrankanten mit verschiedenen Aspectverhältnissen sowie die Verteilung der Dehnung c) in Normalrichtung ϵ_{22} und d) in tangentialer Richtung ϵ_{12} im Querschnitt der Membran mit dem Aspectverhältnis $A_r = 1,1$. Der Reibkoeffizient betrug $\mu = 0,3$. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus ($s = 500 \mu\text{m}$) nach rechts.

In Abbildung 4.18 a) ist die Dehnungsverteilung in Normalrichtung ϵ_{22} über die Kontaktfläche für verschiedene Aspectverhältnisse dargestellt. Die Dehnung in Normalrichtung weist für alle Aspectverhältnisse ein negatives Vorzeichen auf. Der maximale Dehnungswert wird an der linken Seite der Membrankanten ($b_m = 0 \text{ mm}$) erreicht. Bei Betrachtung des Dehnungsverlaufes entlang der Membranbreite nimmt die Dehnung nach rechts hin ab und läuft gegen den Wert 0. Beim Vergleich der Membranen mit den verschiedenen Aspectverhältnissen erreicht die Dehnung ϵ_{22} des Aspectverhältnisses $A_r = 1,8$ bei einer Membranbreite von $b_m = 0,03 \text{ mm}$ als Erstes den Wert Null. Ein vergleichbarer Verlauf ist in Abbildung 4.18 b) für die tangentiale Dehnung ϵ_{12} zu erkennen. Abbildungen c) und d) zeigen bildlich die Dehnung in normaler sowie in tangentialer Richtung im gesamten Membranquerschnitt. Es wurde exemplarisch die Membran mit dem Aspectverhältnis $A_r = 1,1$ ausgewählt, da sie geometrisch keinen Extremfall darstellt.

Bei Betrachtung des Verlaufes der tangentialen Dehnung ϵ_{12} in Abbildung 4.18 d) sind zwei Bereiche zu erkennen. Der grün gefärbte Bereich zeigt relativ betrachtet hohe Dehnungswerte

($\varepsilon_{12} = 2,08 \cdot 10^{-4}$). Dieser Bereich verläuft wie ein Band von der linken Kontaktecke der Membranoberfläche bis zum unteren rechten Membranfuß. Die restlichen Bereiche der Membran weisen eine geringere Dehnung ($\varepsilon_{12} = 2,5 \cdot 10^{-5}$) auf (türkis dargestellt). Anhand des Vorzeichenwechsels liegt eine Zugbelastung vor.

Um einen maximalen Spannungswert in Abhängigkeit vom Aspektverhältnis und der Position auf der Membranbreite zu definieren, wurden sowohl die Normalspannung $-\sigma_{22}$ als auch die Scherspannung σ_{12} betrachtet (Abbildung 4.19 a) und b)). Abbildung 4.19 c) und d) zeigen exemplarisch die dazugehörigen bildlichen Spannungsverteilungen im Querschnitt der belasteten Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$.

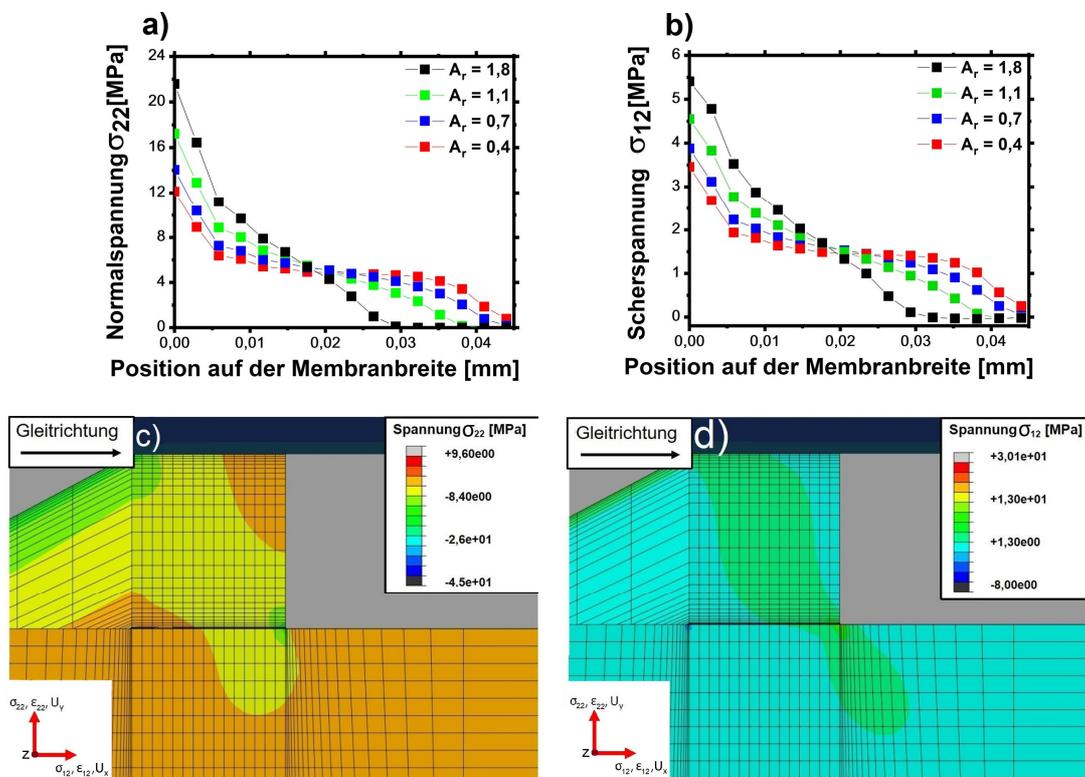


Abbildung 4.19: Spannungsverteilungen a) in Normalrichtung $-\sigma_{22}$ b) in tangentialer Richtung σ_{12} betrachtet entlang der Membrankanten mit verschiedenen Aspektverhältnissen sowie die Verteilung der Spannung c) in Normalrichtung $-\sigma_{22}$ und d) in tangentialer Richtung σ_{12} über den Querschnitt der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$. Der Reibkoeffizient betrug $\mu = 0,3$. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts.

Bei Betrachtung der Normalspannungen $-\sigma_{22}$ zeigt sich, dass diese an der linken Kante der Membranoberflächen einen positiven Wert aufweisen. Die Membranen stehen unter Druckspannung. An der rechten Kante der Membranoberflächen betragen die Normalspannungen Null. Beim Vergleich der Normalspannungen an der linken Kante in

Abhängigkeit der verschiedenen Aspektverhältnisse tritt die größte Normalspannung beim Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ mit $-\sigma_{22} = 22$ MPa auf. Mit abnehmendem Aspektverhältnis sinken die Normalspannungen am linken Rand der Membranen. In den Oberflächenmitten ($b = 0,0225$ mm) der Membranen weisen alle Aspektverhältnisse die gleiche Normalspannung von $-\sigma_{22} = 5,8$ MPa auf.

Beim Vergleich der Membranen mit verschiedenen Aspektverhältnissen erreicht die Spannung $-\sigma_{22}$ des Aspektverhältnisses $A_r = 1,8$ bei einer Membranbreite von $b = 0,03$ mm als erstes den Wert Null. Bei den anderen Aspektverhältnissen dreht sich der Verlauf ab dem Schnittpunkt bei einer Membranbreite von $b = 0,018$ mm. Das heißt, dass die Membran mit dem kleinsten Aspektverhältnis, also $A_r = 0,4$, die größte Spannung am rechten Rand aufweist. Die Normalspannungen der anderen Aspektverhältnisse laufen vorher gegen den Wert Null.

Bei Betrachtung des Verlaufes der Scherspannungen σ_{12} über die Membranoberfläche, die in Abbildung 4.19 b) dargestellt sind, lässt sich ein ähnlicher Verlauf erkennen. Die höchste Scherspannung weist die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ auf. Die Scherspannung beträgt $\sigma_{12} = 5,7$ MPa am linken Rand der Membranoberfläche. Die geringste Scherspannung ($\sigma_{12} = 3,7$ MPa) konnte für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ bestimmt werden. In den Abbildung 4.19 c) + d) sind exemplarisch die Spannungsverteilungen im Querschnitt der belasteten Membran $A_r = 1,1$ dargestellt. Bei Betrachtung der Scherspannungen zeigt sich ein Band hoher Scherspannungswerte, das von der linken Kante der Membranoberfläche quer durch die Membran bis zum rechten Fuß der Membran verläuft.

4.3.2 Einfluss der Reibkoeffizienten auf das elastische Verhalten

Um den Einfluss der Reibkoeffizienten auf das Verhalten der Membranen zu untersuchen und die Materialkennwerte der Membranen zu verstehen, wurden Simulationen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ und den Reibkoeffizienten $\mu = 0,1$, $\mu = 0,2$ und $\mu = 0,3$ unter Annahme eines elastischen Verhaltens durchgeführt. Abbildung 4.20 zeigt die Mittelwerte der Verschiebung U_x in Abhängigkeit der Reibkoeffizienten für das Aspektverhältnis $A_r = 0,4$.

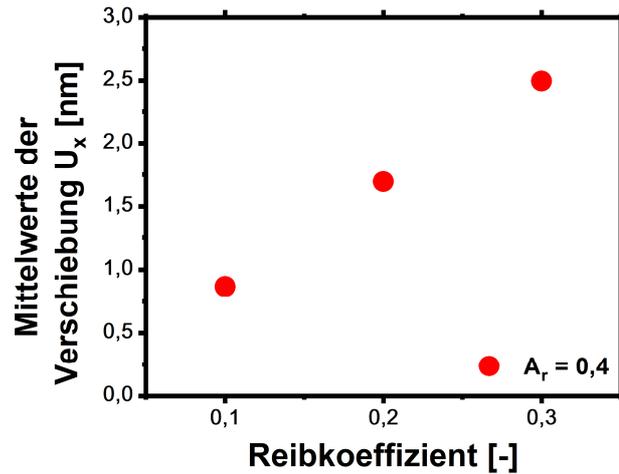
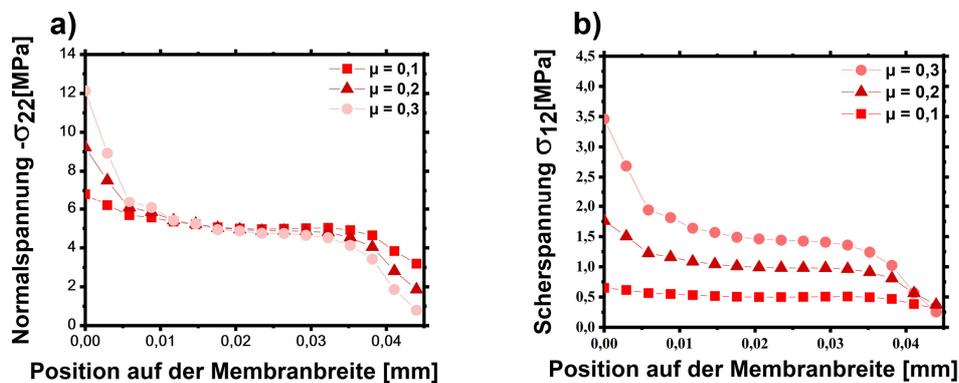


Abbildung 4.20: Verschiebung U_x parallel zur Gleitrichtung in Abhängigkeit der Reibkoeffizienten $\mu = 0,1$ bis $\mu = 0,3$. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Es wurde das Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ gewählt. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts.

Bei der Untersuchung des Einflusses auf die Auslenkung der Membranen zeigt sich ein lineares Verhalten (Abbildung 4.20). Mit zunehmendem Reibkoeffizienten steigt die Auslenkung U_x parallel zur Gleitrichtung.

Einen Überblick über die Verteilung der Normal- als auch Scherspannungen entlang der Breite der Membran für die Reibkoeffizienten $\mu = 0,1$, $\mu = 0,2$, $\mu = 0,3$ gibt Abbildung 4.21.



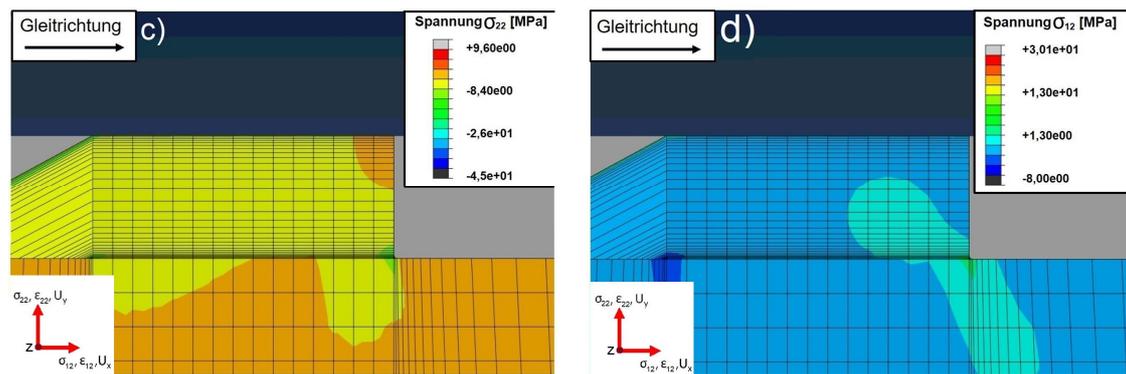


Abbildung 4.21: Spannungverteilungen entlang der Membrankante a) in Normalrichtung $-\sigma_{22}$ b) in tangentialer Richtung σ_{12} für die Reibkoeffizienten $\mu = 0,1$, $\mu = 0,2$, $\mu = 0,3$ sowie die Verteilung der Spannung c) in Normalrichtung $-\sigma_{22}$ und d) in tangentialer Richtung σ_{12} über den Querschnitt der Membran für das Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ und den Reibkoeffizienten $\mu = 0,2$. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts.

In Abbildung 4.21 a) ist die Verteilung der Normalspannung $-\sigma_{22}$ für das Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ in Abhängigkeit der Reibkoeffizienten $\mu = 0,1$, $\mu = 0,2$ und $\mu = 0,3$ dargestellt.

Die Spannungsverläufe im Bereich der Membranmitte ($b = 0,008$ bis $b = 0,035$) verlaufen ähnlich. Es ist kein Einfluss des Reibkoeffizienten feststellbar. An den Membrankanten weichen die Verläufe der Normalspannungen in Abhängigkeit vom Reibkoeffizienten voneinander ab.

Es lässt sich erkennen, dass die Membranen unter Druckspannung (positiver Wert) stehen. Bei der Verteilung der Scherspannung σ_{12} über die Breite der Membrankontaktfläche zeigt sich an der linken Seite die maximale Scherspannung. Sie weist für den Reibkoeffizienten $\mu = 0,3$ einen maximalen Wert von $\sigma_{12} = 3,5$ MPa auf. Mit abnehmendem Reibkoeffizienten sinkt auch die Scherspannung σ_{12} an der linken Seite der Membranoberfläche. Für den Reibkoeffizienten $\mu = 0,2$ konnte eine Scherspannung von $\sigma_{12} = 1,7$ MPa bestimmt werden, für den Reibkoeffizienten $\mu = 0,1$ betrug die Scherspannung $\sigma_{12} = 0,6$ MPa.

Ausgehend von der linken Kante der Membranoberfläche laufen die Spannungen bei der Breite $b_m = 0,04$ mm zusammen und weisen dort den Spannungswert Null auf.

In der Abbildung 4.21 c) ist die Normalspannung $-\sigma_{22}$ im Querschnitt des Aspektverhältnisses $A_r = 0,4$ für den Reibkoeffizienten $\mu = 0,2$ exemplarisch abgebildet. Die Normalspannung ist homogen über den Querschnitt verteilt.

Das Diagramm in Abbildung 4.21 d) zeigt die Verteilung der Scherspannung σ_{12} im Membranquerschnitt. Dargestellt ist eine Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ und einem Reibkoeffizienten $\mu = 0,2$. Im Fußbereich der Membran zeigt die Spannung auf der

linken Seite das Minimum mit Werten von $\sigma_{12} = 0,5$ MPa. Im Gegensatz dazu treten am rechten Fuß der Membran maximale Scherspannungen $\sigma_{12} = 4$ MPa auf.

4.3.3 Einfluss der experimentellen Gegebenheiten auf das elastische und plastische Verhalten der Probekörper

Um ein Verständnis über die Spannungs- und Dehnungsverteilung in den Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$, $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ unter den experimentellen Gegebenheiten zu erhalten, wurden diese mit den realen mittleren Reibkoeffizienten nach dem Schema Abbildung 3.10 aus Kapitel 3.4.1 simuliert. Sowohl der Verlauf der Normalspannung $-\sigma_{22}$ als auch der Scherspannung σ_{12} ist für alle Aspektverhältnisse und deren dazugehörigen mittleren Reibkoeffizienten in Abbildung 4.22 dargestellt.

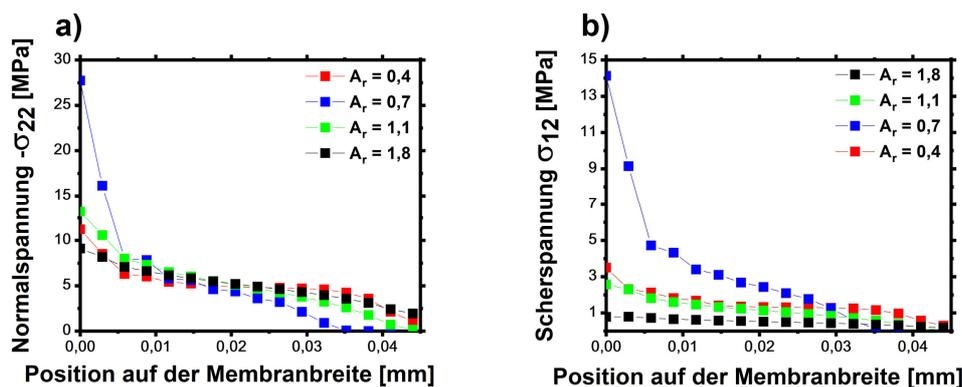


Abbildung 4.22: a) Normalspannungs- und b) Scherspannungsverteilung in den Membranen mit verschiedenen Aspektverhältnissen simuliert mit den gemessenen experimentellen Parametern, d.h. $\mu (A_r = 0,4) = 0,27$, $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$, $\mu (A_r = 1,1) = 0,27$, $\mu (A_r = 1,8) = 0,12$. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts.

Abbildung 4.22 a) zeigt, dass die höchste Normalspannung von $-\sigma_{22} = 27$ MPa am linken Rand der Membranoberfläche für das Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ auftritt.

Beim Vergleich der Normalspannungsverteilungen aller Aspektverhältnisse kann beobachtet werden, dass die Normalspannung an der linken Kante der Membranoberflächen in der Reihenfolge $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$, $A_r = 0,4$ und $A_r = 1,8$ abfällt. Die Normalspannungen der Aspektverhältnisse $A_r = 0,4$ und $A_r = 1,1$ betragen an der linken Kante der Membranoberfläche ca. $-\sigma_{22} = 14,5$ MPa. Die Normalspannung für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$

ergibt ca. $-\sigma_{22} = 8,7$ MPa. An der rechten Membranseite tendieren die Normalspannungswerte für $A_r = 1,8$, $A_r = 1,1$ und $A_r = 0,7$ gegen den Wert von $-\sigma_{22} = 1$ MPa.

Bei Betrachtung der Scherspannung σ_{12} auf der linken Seite der Membran zeigt sich ein anderes Verhalten. Die größte Scherspannung ($\sigma_{12} = 14$ MPa) tritt in der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ auf. Mit zunehmendem Aspektverhältnis sinkt der Wert der Scherspannung auf $\sigma_{12} = 0,9$ MPa für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$. Die Scherspannung der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ hat an der linken Kante der Membranoberfläche einen Wert von $\sigma_{12} = 4,25$ MPa und liegt somit zwischen den Scherspannungen von $A_r = 0,7$ mit $\sigma_{12} = 14,13$ MPa und $A_r = 1,1$ mit $\sigma_{12} = 2,5$ MPa.

Um einen Überblick über das Kontaktverhalten zu gewinnen, wurden die Dehnungen in Normalrichtung ε_{22} als auch in Scherrichtung ε_{12} sowohl für alle Aspektverhältnisse als auch für die dazugehörigen mittleren Reibkoeffizienten in Abbildung 4.23 dargestellt.

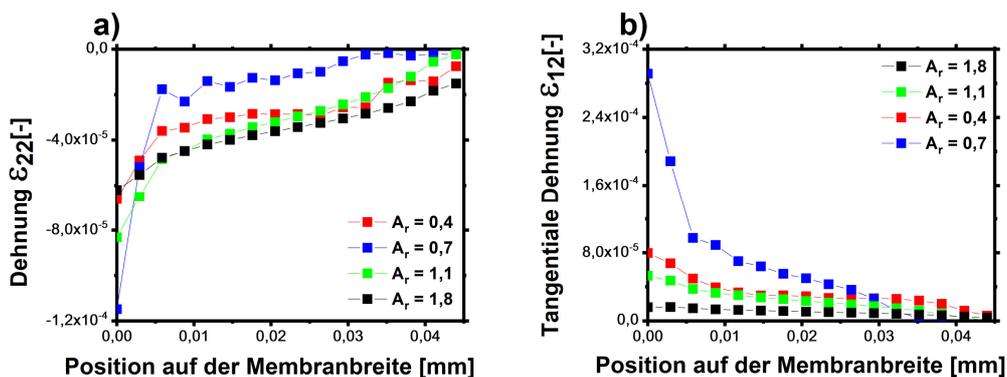


Abbildung 4.23: a) Dehnungen in Normalrichtung und b) tangentielle Dehnungen in den Membranen mit verschiedenen Aspektverhältnissen simuliert mit den gemessenen experimentellen Parametern, d.h. $\mu (A_r = 0,4) = 0,27$, $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$, $\mu (A_r = 1,1) = 0,27$, $\mu (A_r = 1,8) = 0,12$. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts.

Um neben der Verteilung der Dehnung auch maximal Werte der Dehnung zu erhalten, wurden die Simulationsergebnisse betrachtet. Die Dehnungen in Bezug auf die Normalrichtung ε_{22} über die Breite der Membrankontaktfläche (siehe Abbildung 4.23 a)) verteilt, zeigen an der linken Seite maximale Dehnungswerte. Sie weisen ein negatives Vorzeichen auf. Beim Vergleich der Dehnungswerte in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse wird für die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ der größte Dehnungswert in Normalrichtung ($\varepsilon_{22} = -0,000118$) bestimmt. Die kleinste Dehnung in Normalrichtung zeigt die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ ($\varepsilon_{22} = -0,00006$). Bei Betrachtung der rechten Seite der Membran wird der Wert der Dehnung in Normalrichtung für alle Aspektverhältnisse Null.

Ein vergleichbarer Verlauf ist in Abbildung 4.23 b) für die tangentialen Dehnungen ε_{12} zu erkennen. Der größte Wert tangentialer Dehnung ($\varepsilon_{12} = 0,00025$) wird bei der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ gemessen, die kleinste tangentielle Dehnung ($\varepsilon_{12} = 0,000024$) wird der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ zugewiesen. Zur Validierung der Simulationsergebnisse wurde der mittlere effektive Reibkoeffizient als Verhältnis von simulativ bestimmter Scherspannung zur simulativ bestimmten Normalspannung berechnet (siehe Abbildung 4.24) und gegen die gemessenen mittleren Reibkoeffizienten aufgetragen. Es zeigt sich eine hohe Vergleichbarkeit der bestimmten Werte.

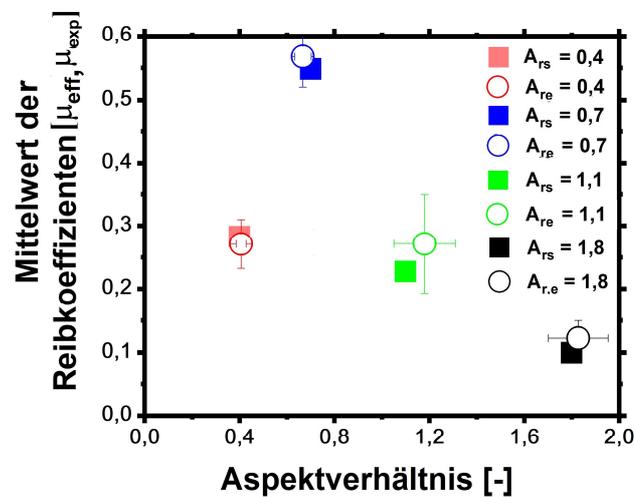


Abbildung 4.24: Mittelwerte der effektiven Reibkoeffizienten $[\mu_{eff}]$ im Vergleich mit den Mittelwerten der experimentell bestimmten Reibkoeffizienten $[\mu_{exp}]$. Zur Simulation wurden für die verschiedenen Aspektverhältnisse mit den gemessenen experimentellen Parametern, d.h. $\mu (A_r = 0,4) = 0,27$, $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$, $\mu (A_r = 1,1) = 0,27$, $\mu (A_r = 1,8) = 0,12$ simuliert.

5 Diskussion

Um die Frage nach dem Einfluss der elastischen und plastischen Dehnung auf die Mikrostrukturentwicklung der Membranen unter reversierender Reibbelastung zu beantworten, wird zuerst die Dehnungsverteilung in Abhängigkeit der verschiedenen Aspektverhältnisse charakterisiert. Anschließend wird die Frage des Einflusses der Dehnungsverteilung auf das Reibverhalten als auch die Änderung der Oberflächentopographie betrachtet. Abschließend werden die Wechselwirkungen von Dehnungsverteilung auf die Mikrostrukturänderung im Zusammenhang mit dem Reibverhalten und der Oberflächenänderung diskutiert. In Abbildung 5.1 ist eine Zusammenfassung der Einflussfaktoren dargestellt.

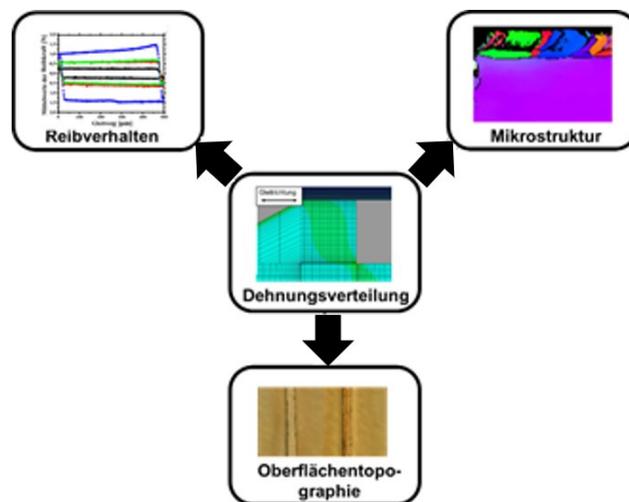


Abbildung 5.1: Auswirkung der Dehnung auf das Reibverhalten und die davon abhängige Änderung der Mikrostruktur und Oberflächentopographie.

5.1 Dehnungsverteilung in der Kontaktfläche der Membranen während des tribologischen Experimentes

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung des Einflusses der elastischen und plastischen Dehnung auf die Mikrostrukturentwicklung in sauerstofffreiem, hochreinem Kupfer unter reversierender tribologischer Belastung.

Die Kupferproben wurden mittels Mikrofräsen so strukturiert, dass zwei über die gesamte Probenoberfläche parallel verlaufende rechteckige Stege erhalten blieben. Die so erstellten

Prüfkörper werden als Membranen bezeichnet. Unter Beibehaltung einer konstanten Membranbreite von $b_m = 45 \mu\text{m}$ und der Variation der Membranhöhen h_m ($h_m = 20 \mu\text{m}, 30 \mu\text{m}, 50 \mu\text{m}, 80 \mu\text{m}$) konnten die Aspektverhältnisse A_r ($\frac{\text{Höhe}}{\text{Breite}}$) $A_r = 0,4, A_r = 0,7, A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ erzeugt werden. Durch Verwendung verschiedener Membranhöhen im tribologischen Versuch wurden verschiedene Spannungs- und Dehnungszustände erzielt. Um das System so einfach wie möglich zu gestalten, dienten die Membranoberflächen als Grundkörper und eine Saphirscheibe als Gegenkörper, sodass im tribologischen Experiment ein flächiger Kontakt vorlag. Die tribologischen Eigenschaften wurden im reversierenden trockenen Gleitkontakt mit einer Kontaktspannung von $P_m = 2,8 \text{ MPa}$ bei Raumtemperatur und 50 % relativer Luftfeuchtigkeit charakterisiert. Die Durchführung der Versuche erfolgte mit einer Geschwindigkeit von $v = 500 \frac{\mu\text{m}}{\text{s}}$, dem Gleitweg $s = 500 \mu\text{m}$ und der Zyklenzahl von 500.

Um den Dehnungszustand in der Membranoberfläche, welche mit der Saphirscheibe in Kontakt tritt, zu analysieren, können die Ergebnisse der FEM Simulation (Kapitel 4.3.1, Abbildung 4.18) herangezogen werden. Bei der Analyse der Simulationsergebnisse ist zu beachten, dass die Zyklenanzahl auf einen halben Zyklus im elastischen Bereich begrenzt wurde. Die Abbildung 4.18 zeigt, dass sich ein Gradient der tangentialen Dehnung entlang der Kontaktflächen ausbildet. Es zeigt sich eine Abhängigkeit der Dehnungsverteilung von der Bewegungsrichtung des Gegenkörpers. Wenn die Saphirscheibe von links nach rechts bewegt wird, entsteht der maximale absolute Wert der tangentialen Dehnung an der linken oberen Kante der Membranen vice versa. Es ist zu erkennen, dass der Gradient der tangentialen Dehnung mit ansteigendem Aspektverhältnis der Membranen zunimmt. Zusätzlich wirkt die tangentialen Dehnung mit steigendem Aspektverhältnis auf eine geringere Oberfläche. Das heißt, dass die Membranen mit dem größten Aspektverhältnis ($A_r = 1,8$) auf der linken Seite der Kontaktfläche die maximale Dehnung aufweisen. Im Vergleich zu den kleineren Aspektverhältnissen sinkt die Dehnung mit einem größeren Gradienten. Es wirkt eine größere absolute Dehnung auf eine kleinere Fläche.

Da die simulativen als auch experimentellen Randbedingungen konstant gehalten werden, sich nur die Höhen der Membranen ändern, kann die Höhenänderung als Ursache der Dehnungsänderung deklariert werden. Aus den Erkenntnissen kann gefolgert werden, dass mit steigendem Aspektverhältnis, eine geringere Steifigkeit der Membrangeometrie vorliegt. Diese Vermutung soll mit Hilfe der im Anhang aufgeführten Berechnung des Biege widerstandsmomentes (Abbildung A 7) belegt werden. Der Einfluss der Steifigkeit ist vor

allein an den Umkehrpunkten des tribologischen Experimentes zu erkennen (siehe Kapitel 4.1.1, Abbildung 4.5). Aus den geometrischen Änderungen lässt sich vermuten, dass sich ebenfalls das Kontaktverhalten für verschiedene Aspektverhältnisse der Membranen ändert. Die Korrelation der Ergebnisse der FEM Simulation (Kapitel 4.3.1, Abbildung 4.18) und die Berechnung des Biegesteifigkeitsmomentes werden als Grundlage für die Hypothese des Kontaktverhaltens verwendet. In der Hypothese treten Saphirscheibe und Membranen zu Beginn des tribologischen Experimentes in Kontakt. Zusätzlich wird eine Normalkraft von $F_N = 2 \text{ N}$ auf die Reibpaarung aufgebracht. Anschließend wird die Saphirscheibe lateral nach rechts bewegt. Da die Membranen durch die auf die Scheibe wirkende Normalkraft eingeklemmt werden, diese jedoch bestreben zu kippen, ändert sich die Lastverteilung. Es entsteht an den linken Kanten der Membranen eine Kraft und daraus resultierend eine maximale tangentielle Dehnung (Abbildung 5.2)

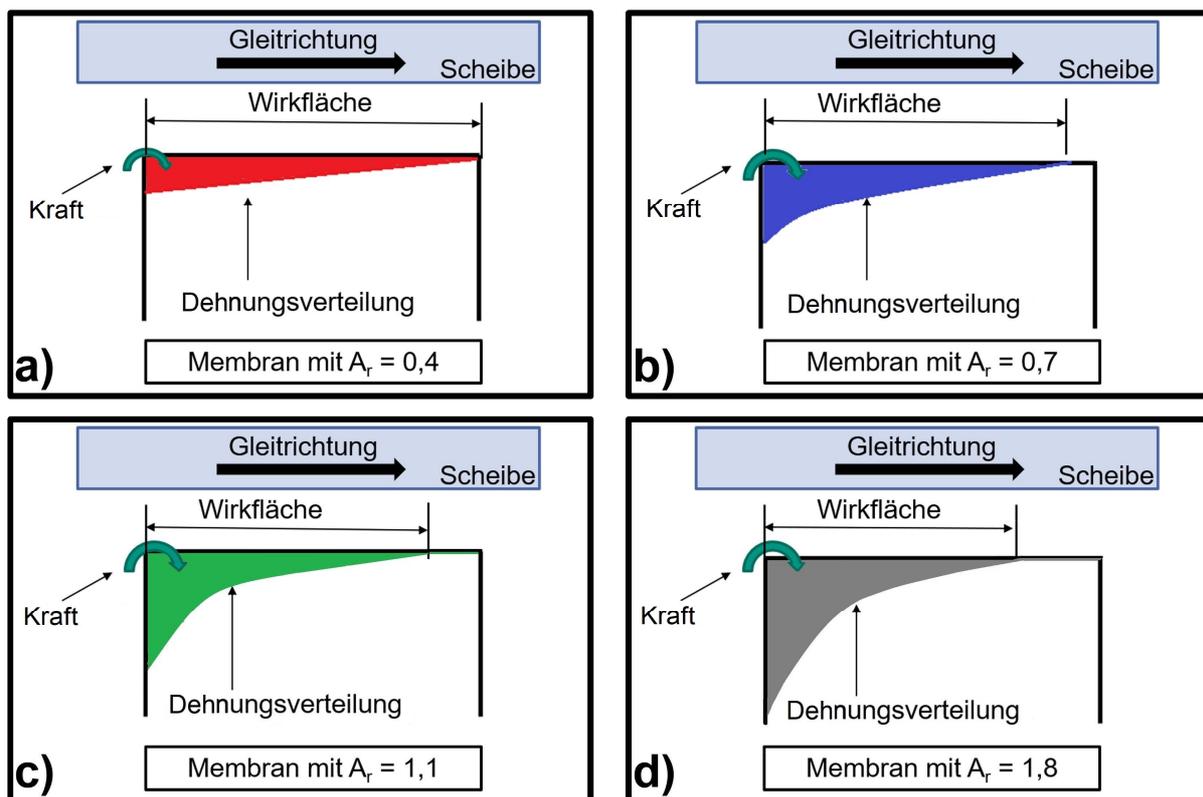


Abbildung 5.2: Schematische Darstellung des Kontaktverhaltens der Membranoberflächen. Enthalten sind die Dehnungsverteilungen unterhalb der Membranoberflächen, die Wirkflächen und die angreifenden Kräfte. Dargestellt sind die Membranoberflächen der Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$.

Die in Kapitel 4.3.1 beschriebenen Ergebnisse der FEM Simulation zeigen eine Änderung der Lastverteilung mit steigendem Aspektverhältnis. Es folgt mit steigendem Aspektverhältnis und somit abnehmender Geometriesteifigkeit eine größere Auslenkung (Kapitel 4.3.1, Abbildung 4.17). Auf Grund dessen entsteht an den Membrankanten eine mit steigendem Aspektverhältnis zunehmende Belastung als auch die maximalen tangentialen Dehnungen steigen an. Die Belastungsverteilung nimmt vom Rand zur Mitte hin ab. Diese Belastung kann nicht als reine Reibung, sondern als eine Kombination aus Reibbelastung und elastischer Biegung interpretiert werden (Abbildung 5.3).

Hingegen entstehen beim Kontakt der Scheibe mit den Membranen kleinerer Aspektverhältnisse ($A_r = 0,4$) geringere angreifende Kräfte und somit geringere maximale tangentialen Dehnungen bzw. Belastungen. Die geringere Belastung verteilt sich auf eine größere Fläche (Abbildung 5.3). Auf Grund der großen Geometriesteifigkeit bildet sich im Vergleich zu den Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ eine gleichmäßige Flächenlast aus, welche dem Belastungsfall der reinen Reibbelastung gleicht.

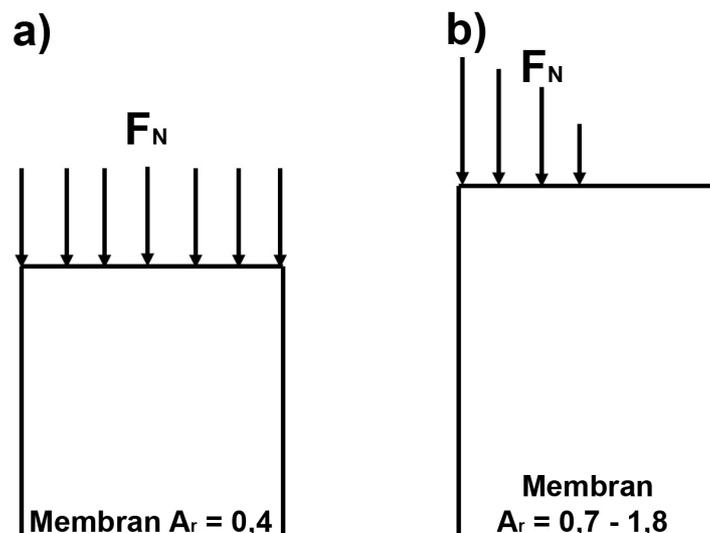


Abbildung 5.3: Schematische Darstellung des Belastungskollektives für a) kleine Aspektverhältnisse (hier untersucht für Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ und b) größere Aspektverhältnisse (hier untersucht für Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,7$ bis $A_r = 1,8$).

5.2 Einfluss der Dehnungsverteilung auf das Reibverhalten im tribologischen Experiment

In Kapitel 5.1 wurden bereits zwei unterschiedliche Belastungsfälle abhängig von den Aspektverhältnissen der Membranen beschrieben. Da die Hypothese besteht, dass das Belastungskollektiv das Reibverhalten beeinflusst, werden die Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$ getrennt von den Membranen größerer Aspektverhältnisse ($A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$, $A_r = 1,8$) betrachtet. Der mittlere Reibkoeffizient der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ stellte mit dem Wert $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$ in der Versuchsreihe den Maximalwert dar. Ab dem maximalen mittleren Reibkoeffizienten der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ nehmen mit steigenden Aspektverhältnissen die mittleren Reibkoeffizienten ab ($\mu (A_r = 1,1) = 0,27$ und $\mu (A_r = 1,8) = 0,12$). Der in Kapitel 4.1.1, Abbildung 4.6 aufgezeigte Trend der Reibkoeffizienten wird durch die Simulationsergebnisse in Kapitel 4.3.3, Abbildung 4.24 nachgewiesen und kann mit Hilfe der verschiedenen Geometriesteifigkeiten interpretiert werden.

Die Ergebnisse der Berechnung des Biege widerstandsmomentes (Anhang, Abbildung A 7) zeigen, dass mit steigenden Aspektverhältnissen die Steifigkeit bedingt durch die Geometrien abnimmt. Im Kontakt erfolgt eine größere Auslenkung der Membranen. Dies hat zur Folge, dass die Membrangeometrie ein verändertes Belastungsprofil, bestehend aus Reibung und elastischer Biegung, aufweist. Je höher das Aspektverhältnis der Membranen ist, umso kleiner ist der durch die Geometrie gegebene Widerstand. Mit steigenden Aspektverhältnissen nimmt die elastische Biegung zu. Beim Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ liegt ein signifikantes Verhältnis von Reibung und elastischer Biegung vor. Es wird elastische Biegung durch die Höhe der Membranen verursacht. Gleichzeitig ist durch die noch nicht maximale Höhe ein signifikanter Widerstand der Membranen gegeben, sodass ein Grenzfall vorliegt. Es lässt vermuten, dass zwischen den Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$ und $A_r = 0,7$ ein Umkehrpunkt des Reibkoeffizienten liegt bzw. der mittlere Reibkoeffizient des Aspektverhältnisses $A_r = 0,7$ einen Grenzfall darstellt.

Die gemittelten Reibkoeffizienten des Aspektverhältnisses $A_r = 0,4$ werden gesondert betrachtet, da aus der Simulation ein verändertes Kontaktverhalten und daraus ein flächenartiges Belastungskollektiv interpretiert werden kann. Auf Grund der hohen Steifigkeit

der Geometrie ist das Verhalten der Membranen im tribologischen Versuch mit einem reinen Reibverhalten vergleichbar.

Die große Steifigkeit der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ verursacht eine gleichmäßigere Belastung, weshalb ein geringerer Dehnungsgradient in der Kontaktfläche der Membranen entsteht. Der mittlere gemessene Reibkoeffizient zeigt einen mit der Literatur vergleichbaren Reibkoeffizient [26].

5.3 Einfluss der Dehnung auf die Veränderung der Membranoberfläche im tribologischen Experiment

Die verschiedenen Belastungskollektive im tribologischen Versuch, verursacht durch die unterschiedlichen Geometriesteifigkeiten der Membranen, haben auf die Dehnungsverteilung, und daraus folgend auf die Oberflächenbeschaffenheit der Membranen Einfluss.

Bei Betrachtung der Oberflächenbeschaffenheit in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse vor und nach dem Versuch zeigt sich, dass mit steigendem Aspektverhältnis der Membranen eine verstärkte Veränderung der Oberflächentopographie vorliegt (Kapitel 4.2.1). Bei den Membranen des Aspektverhältnisses $A_r = 1,8$ konnte nach dem Versuch eine vermehrte Partikelbildung auf der Oberfläche festgestellt werden. Die von der Herstellung vorhandenen Fräsriefen sind nach den tribologischen Versuchen nicht mehr zu erkennen.

Um diese Tendenz zu erklären und Verunreinigungen durch äußere Fehlerquellen auszuschließen, wurde die Zusammensetzung der Oberflächen der Membranen vor und nach 500 Zyklen mittels Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) bestimmt (Kapitel 4.2.1, Abbildung 4.11). Durch die Analyse kann Materialtransfer durch äußere Einflüsse (wie z.B. von der Saphirscheibe) ausgeschlossen werden, da sich die Zusammensetzung der Membranen vor und nach dem Versuch im Wesentlichen durch Sauerstoffanreicherung unterschied.

Es wird die Hypothese aufgestellt, dass die ungleichmäßigere Belastung (höhere maximale absolute Last auf geringere Fläche) bei den Membranen mit höheren Aspektverhältnissen $A_r = 1,8$ zu einer Partikelbildung führt und die Partikel sich im Laufe des Versuches auf die ganze Fläche verteilen, sodass die Topographiestruktur, durch den Bearbeitungsprozess des Mikrofräsens eingebracht, abreibt (Kapitel 4.2.1, Abbildung 4.8 d)). Die Entstehung des Abriebs auf der Membranoberfläche konnte durch die FIB cross-sections (Kapitel 4.2.1, Abbildung 4.10) nachgewiesen werden. Es sind keine Fräsriefen mehr zu erkennen und die abgelagerte Struktur ist nicht deckend.

Im Gegensatz dazu weisen die Membranen mit Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ keine farblich veränderte Membranoberfläche oder Partikel auf. Die Fräsriefen sind noch vorhanden (Kapitel 4.2.1 Abbildung 4.8 a)). Es kann vor allem in den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (REM) der Membranoberflächen (Kapitel 4.2.1 Abbildung 4.9) Deformation auf den Oberflächen erkannt werden.

Der Einfluss der reversierenden Belastung und die Richtungsabhängigkeit wurden in den FIB-Querschnitten der Membranen (Kapitel 4.2.2, Abbildung 4.12) durch verzerrte Kanten auf einer Seite der Membranen deutlich. Da die Membranen aus der Nulllage zu jeweils einer Seite ausgelenkt wurden, wurde das Material zu dieser Seite verschoben. Des Weiteren kann ein Kippen der Membranen festgestellt werden. Dabei stellt sich die Kipprichtung als willkürlich heraus. Die Richtungsabhängigkeit der Dehnung lässt sich somit nicht nur in der FEM Simulation aufzeigen, sondern kann auch in den experimentellen Ergebnissen durch Geometrieänderung der Membranen festgestellt werden.

5.4 Einfluss der Dehnung auf die Mikrostrukturentwicklung im tribologischen Experiment

Die Untersuchung der Mikrostrukturentwicklung in den Membranen nach den reversierenden Reibversuchen im flächigen Kontakt zeigte im Vergleich zum Ausgangsgefüge eine Kornfeinung im Bereich von ein bis zehn Mikrometer unterhalb der Oberfläche (siehe Kapitel 4.2.2, Abbildung 4.12). Anhand der FIB cross-sections (Kapitel 4.2.2, Abbildung 4.12) konnte eine Abhängigkeit der Aspektverhältnisse der Membranen zur Mikrostrukturentwicklung festgestellt werden. Die Änderung des Gefüges in den Membranen war umso deutlicher sichtbar, je kleiner die Aspektverhältnisse der Membranen waren.

Es konnten Kontrastunterschiede im Querschnitt beobachtet werden, die mit plastischer Verformung in den Regionen unter der Oberfläche korreliert werden können. Die Kontrastunterschiede deuten zum einen auf Korngrenzen und zum anderen auf verschiedene Versetzungsdichten hin [101].

Bei den Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ ist der Kontrastunterschied nicht im ganzen Membranquerschnitt sichtbar. Es konnten lokale Änderungen der Mikrostruktur festgestellt werden. Dabei ließ sich die Tendenz erkennen, dass mit abnehmenden Aspektverhältnissen bzw. Dehnungsgradienten, eine vermehrte Mikrostrukturentwicklung lokal sichtbar wurde, hervorgerufen durch lokale Spannungsüberhöhungen.

In weiterführenden Untersuchungen der vorliegenden Arbeit wurde der Zusammenhang zwischen der Mikrostrukturentwicklung und den kristallographischen Orientierungen herausgearbeitet. Es wurden Lamellen aus den Membranquerschnitten geschnitten (Beschreibungen des Verfahrens in Kapitel 3.3.3) und die Kornorientierung mit Bezug zur z-Richtung aufgezeichnet (Kapitel 4.2.4, Abbildung 4.14). Bei Betrachtung der Kornorientierung der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ konnte eine Kornfeinung nahe der Oberfläche festgestellt werden. Dabei war es nicht möglich, den Bereich wenige Mikrometer unterhalb der Kontaktoberfläche zu indizieren (Kapitel 4.2.4, Abbildung 4.14 b)). Es konnten bevorzugt lokale Änderungen beobachtet werden.

Bei den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ konnte keine Kornausrichtung festgestellt werden (Kapitel 4.2.4, Abbildung 4.14 c)). Je höher das Aspektverhältnis der Membranen war, umso weniger unterschieden sich die Körner in ihrer Orientierung zueinander.

Bei den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ änderte sich die Korngröße nicht wesentlich gegenüber dem Ausgangszustand. Jedoch konnten ab dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ Zwillinge in der oberflächennahen Schicht gefunden werden (Kapitel 4.2.4, Abbildung 4.14 c)). Für kubischflächenzentrierte Metalle wie dem Kupfer ist die Bildung von Glühzwillingen ein Anzeichen rekristallisierter und grobkorngeglühter Gefüge [102]. Ihre Entstehung ist dabei nicht nur auf Rekristallisation beschränkt. Glühzwillinge können sich auch während der Kristallerholung oder während des Kornwachstums bilden [103].

Bei niedriger Stapelfehlerenergie neigen kubischflächenzentrierte Metalle zur Bildung von Zwillingen bei mechanischer Beanspruchung. Diese sind im Gefüge wesentlich feiner ausgebildet als die zuvor beschriebenen Glühzwillinge und weisen oftmals eine ungleichmäßigere Form auf [104].

In der Literatur wird bei reinem Kupfer bei Raumtemperatur und bei moderater Umformgeschwindigkeit keine mechanische Zwillingsbildung beobachtet. Erfolgt eine Absenkung der Temperatur deutlich unter Raumtemperatur, z.B. durch Stickstoffkühlung, kann es unter bestimmten Umständen zur Zwillingsbildung kommen [104]. Auf Grund dessen ist davon auszugehen, dass es sich bei der Zwillingsbildung in den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ eher um die Bildung von Glühzwillingen handelt.

Wenig Änderung zum Ausgangszustand zeigte die Mikrostruktur der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$. Hier konnte nur lokale, sehr geringe Änderungen der Mikrostruktur in Form von Subkörnern bestätigt werden.

Zu den in Kapitel 4.2.4, Abbildung 4.14 exemplarisch bestimmten Kornorientierungen mit Bezug zur z-Richtung wurden mittels des Matlab Programmes MTEX die Dichten an geometrisch notwendigen Versetzungen aus den Misorientierungen der Körner berechnet [96, 98]. Die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ zeigten eine eher homogene Verteilung der geometrisch notwendigen Versetzungen auf. Diese lag bei $\rho_{GND} = 2 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Trotz der scharfen Grenzen zwischen dem oberflächennahen Bereich und dem Restmaterial zeigte sich bei den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ kein wesentlicher Unterschied in der Versetzungsdichte (siehe Kapitel 4.2.4, Abbildung 4.15 c)).

Für die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ konnten keine Zwillinge festgestellt werden. Die Höhe der Misorientierungen ist vergleichbar dem Ergebnis für die Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 1,1$. Bei Korrelation der Ergebnisse der Mikrostrukturuntersuchung mit dem Reibverhalten konnte für die Membranen der Aspektverhältnisse $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$, $A_r = 1,8$ folgende Hypothese aufgestellt werden.

Mit steigenden Aspektverhältnissen der Membranen sinkt deren Steifigkeit. Auf Grund dessen kommt es im tribologischen Versuch zu einer größeren Elastizität der Membranstruktur und somit zu einem veränderten Belastungsprofil. Je größer das Aspektverhältnis der Membranen ist, umso größer wird die Belastung auf eine kleiner wirkende Fläche. Zusätzlich kommt es zur Partikelbildung. Dies hat zur Folge, dass weniger Energie zur Mikrostrukturänderung zur Verfügung steht und die Mikrostruktur auf Grund der gering belasteten Fläche eher partiell erfolgt. Ebenfalls zeigt sich, dass die Dehnung der Membranen und das damit veränderte Belastungskollektiv einen Einfluss auf die berechnete GND Dichte hat. Bei höher erzielten Dehnungsgradienten, die durch geringere Steifigkeiten der Membranen erzeugt werden, werden weniger GND Versetzungen generiert. Das heißt, dass die Membranen weniger plastische Deformation erfahren.

Die Tendenz der aufgezeigten Mikrostrukturentwicklung korreliert mit den in Kapitel 4.1.1 vorgestellten Ergebnissen der mittleren Reibkoeffizienten. Mit steigendem Aspektverhältnis erhöht sich der Dehnungsgradient. Der mittlere gemessene Reibkoeffizient und die Mikrostrukturänderungen nehmen hingegen ab, da weniger Widerstand dem System entgegengesetzt wird.

Bei den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ konnte eine Kornfeinung nahe der Oberfläche, die scharf abgegrenzt vom Rest des Materials vorlag, mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD) Analysen festgestellt werden. Zudem traten vereinzelt Rotationen der Körner auf, welche in den EBSD Ergebnissen durch Farbgradienten im Korn dargestellt werden. Auch eine Vorzugsrichtung der Kornausrichtung konnte beobachtet werden (Kapitel 4.2.4, Abbildung 4.14 a)). Die entstandenen Körner wiesen eine Ausrichtung auf, welche identisch zur letzten Gleitrichtung im tribologischen Versuch war. Die Ergebnisse sind mit den Resultaten von Wolff et al. vergleichbar [12]. Die Ausrichtung der Körner ist abhängig vom wirkenden Dehnungsgradienten [12, 58] [38].

Bei Betrachtung der Dichte an geometrisch notwendigen Versetzungen zeigte sich, dass bei kleinen Aspektverhältnissen $A_r = 0,4$ höhere Dichten im Bereich von $\rho_{GND} = 6 \times 10^{15} \text{m}^{-2}$ vorlagen. Vor allem in der oberflächennahen Schicht war eine hohe Versetzungsdichte vorhanden (Kapitel 4.2.4, Abbildung 4.15). Die hohe berechnete GND Dichte bedeutet eine erhöhte plastische Belastung für die Membranen. Des Weiteren zeigten die Proben Ansammlungen von Versetzungen. Auch Greiner et al. [26] beobachteten mit zunehmender Zyklenzahl die Bildung von GND Netzwerken in der deformierten Schicht. Diese entwickeln sich in Kleinkorn Grenzen und formen eventuell Subkörner.

Greiner et. al untersuchten die verschiedenen Prozesse der Mikrostrukturänderung beim reversierenden tribologischen Versuchsaufbau Saphirkugel laufend gegen OFHC-Kupferplatte. Durch den Kontakt einer Saphirkugel mit Kupfer kommt es zur Generierung von Versetzungen im Material. Bei einer signifikanten Anzahl an Versetzungen bildet sich eine deformierte Schicht aus. Je höher die Zyklenzahl ist umso dichter wird die deformierte Schicht.

Bei den Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$, $A_r = 1,8$ kommt es durch die geringe Steifigkeit der Membranen nur zu lokal hohen Spannungen. Auf Grund dessen weisen diese geringere Versetzungsdichten auf und es kommt nur zu lokalen Mikrostrukturänderungen. Auch in der Literatur konnten bei kleinen Normalkräften plastische Deformationen aufgezeigt werden [105].

Ebenso bei den Untersuchungen von Greiner et. al [26] wird bedingt durch den tribologischen Aufbau eine Hertzsche Pressung von 530 MPa generiert und es bildet sich ein Streifen an Versetzungen, die sogenannte „Trace-line“. Diese konnte in den hier beschriebenen Ergebnissen nicht beobachtet werden. Jedoch muss angemerkt werden, dass die Mikrostruktur nicht nach den verschiedenen Zyklenzahlen untersucht wurde. Es ist auch davon auszugehen, dass die maximale Normalspannung von 30 MPa zu gering ist. Nach 100 Zyklen konnten Greiner et. al eine Umwandlung der „trace-line“ in eine Kleinwinkelkorngrenze detektieren. Mit zunehmender Zyklenzahl begannen sich GND Netzwerke in der deformierten Schicht zu bilden. Diese entwickeln sich in Kleinkorngrenzen und formten eventuell Subkörner [26].

6 Zusammenfassung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war die Untersuchung des Einflusses der elastischen und plastischen Dehnung auf die Mikrostrukturentwicklung in sauerstofffreiem, hochreinem Kupfer unter reversierender tribologischer Belastung.

Die Kupferproben wurden mittels Mikrofräsen so strukturiert, dass zwei über die gesamte Probenoberfläche parallel verlaufende rechteckige Stege, Membranen genannt, erhalten blieben. Durch das Beibehalten einer konstanten Membranbreite von $b_m = 45 \mu\text{m}$ und der Variation der Membranhöhen h_m konnten die Aspektverhältnisse $A_r = \frac{\text{Höhe}}{\text{Breite}} = 0,4$, $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$ und $A_r = 1,8$ erzeugt werden. Durch die Änderung der Membranhöhen wurden verschiedene Spannungs- und Dehnungszustände erzielt.

Um das System so einfach wie möglich zu halten, wurden die Membranoberflächen als Grundkörper und eine Saphirscheibe als Gegenkörper verwendet. Die tribologischen Eigenschaften wurden im reversierenden flächigen Gleitkontakt mit einer Kontaktspannung von $P_m = 2,8 \text{ MPa}$ bei Raumtemperatur und 50 % relativer Luftfeuchtigkeit charakterisiert. Die Durchführung der Versuche erfolgte mit einer Geschwindigkeit von $v = 500 \mu\text{m/s}$, dem Gleitweg $s = 500 \mu\text{m}$ und 500 Zyklen.

Um die Frage nach dem Einfluss der elastischen und plastischen Dehnung auf die Mikrostrukturentwicklung in den Membranen unter reversierender Reibbelastung zu beantworten, mussten das Reibverhalten, das Kontaktverhalten als auch die Materialkennwerte analysiert und korreliert werden.

Die Änderung der Mikrostruktur wurde mit Hilfe von FIB cross-sections, Rastertransmissionselektronenmikroskop (STEM) und Elektronenrückstreuung (EBSD) Analysen bestimmt.

Ausgehend von den experimentellen und simulativen Untersuchungen verdeutlicht die vorliegende Arbeit eine signifikante Abhängigkeit der Mikrostrukturentwicklung von der Steifigkeit der Membranstrukturen und der mit der Membrangeometrie verbundenen elastischen und plastischen Dehnungsverteilung. In der Finite-Elemente Simulation zeigten höhere Steifigkeiten der Membranen einen signifikanten Einfluss auf das Kontaktverhalten, das eine Änderung der Lastverteilung hervorrief. Die Belastungsart zeigte sowohl Anteile einer Scherung als auch einer Reibbelastung. Bedingt durch die Geometriesteifigkeiten der Membranen, nahm mit sinkender Steifigkeit die Scherbelastung zu. Auf Grund dessen bildete

sich die maximale Dehnung an den Ecken der Membranen in Abhängigkeit der Gleitrichtung aus. Durch gezielte Verringerung der Steifigkeiten der Membranen konnten größere maximale Dehnungen, jedoch auf geringeren Flächen wirkend, erzeugt werden. Es wurde ein größerer Dehnungsgradient entlang der Membranoberflächen erzielt.

Bei vergleichbaren Belastungskollektiven (ausgenommen Membranen mit Aspektverhältnis $A_r = 0,4$) konnte auf Grund der abnehmenden Steifigkeit ein sinkender mittlerer Reibkoeffizient ermittelt werden. Zudem wurden geringere Mikrostrukturänderungen, die sich in lokalen Kornfeinungen sowie geringen Misorientierungen zeigten, festgestellt.

Die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,7$ zeigten verschiedene Kornorientierungen und Feinkornbildung an lokalen Stellen unterhalb der Oberfläche.

Bei steigenden Aspektverhältnissen ($A_r = 1,1$) trat eine geringere Mikrostrukturänderung auf. Sowohl Kornrotation als auch Kornausrichtung blieben aus, jedoch konnten Zwillinge, die als Glühzwillinge identifiziert wurden, beobachtet werden.

Wenig Änderung zum Ausgangszustand zeigte die Mikrostruktur der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$. Hier konnte nur lokale, sehr geringe Änderungen der Mikrostruktur in Form von Subkörnern bestätigt werden. Besonders fiel hier die Bildung von Partikeln auf der Oberfläche auf. Es wurde die Hypothese aufgestellt, dass die ungleichmäßigere Belastung (höhere maximale absolute Last auf geringerer Fläche) zu einer Partikelbildung führte, die sich im Laufe des Versuches auf die ganze Fläche verteilte und die Topographiestruktur abrieb.

Des Weiteren wurden Misorientierungen der Körner bestimmt und daraus die Dichten der geometrisch notwendigen Versetzungen (GND) berechnet. Es zeigte sich, dass unterhalb der Kontaktfläche die Versetzungsdichte gegenüber dem Ausgangszustand zunahm. Die Membranen mit den größeren Aspektverhältnissen ($A_r = 1,1$, $A_r = 1,8$) wiesen hierbei eine geringere Versetzungsdichte von $\rho_{GND} = 2 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ auf. Die Dichte an geometrisch notwendigen Versetzungen bei den kleinen Aspektverhältnissen ($A_r = 0,7$) betrug $\rho_{GND} = 5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$.

Die Ausnahme der Versuche bildeten die Membranen mit den geringsten Steifigkeiten ($A_r = 0,4$). Es konnten gleichmäßigere Spannungs- und Dehnungsverteilungen über die gesamten Membranoberflächen festgestellt werden. Da nur geringfügig elastisches Verhalten bedingt durch die Membrangeometrie auftrat, konnte die Belastungsart mit reinem Reibverhalten verglichen werden. Dies führte zu einer Ausrichtung der Körner parallel zur Gleitrichtung und zur Kornrotation. Die Mikrostrukturentwicklungen bei den Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ konnten in Kornfeinung, Kornrotationen sowie verschiedenen

Kornorientierungen beobachtet werden. Die zuvor beschriebenen Mikrostrukturentwicklungen erfolgten direkt ein bis zehn Mikrometer unterhalb der Kontaktoberfläche, wobei zwischen Mikrostrukturänderung und Grundgefüge eine scharfe Abgrenzung vorlag. Zudem kam es zu einer Ausrichtung der Körner parallel zur Gleitrichtung. In Übereinstimmung mit der Literatur konnte ein Zusammenhang zwischen der Dehnung und der Kornausrichtung festgestellt werden. Die berechnete GND Versetzungsdichte betrug $\rho_{GND} = 6 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, das auf einen hohen plastischen Verformungsanteil hinwies.

Durch die Bestimmung des Einflusses der elastischen und plastischen Dehnung auf die Mikrostruktur konnten erste Erkenntnisse über den signifikanten Einflussfaktor Dehnung und die daraus resultierende Entwicklung der Mikrostruktur geschaffen werden. Deutlich wurde ebenfalls eine signifikante Abhängigkeit der Gleitrichtung.

Die gewonnenen Erkenntnisse bilden die Basis für spätere praktische, tribologische Anwendungen und können auf kompliziertere tribologische Reibsysteme übertragen werden.

Literaturverzeichnis

- [1] L. Deters, A. Fischer, E. Santner, U. Stolz, Tribologie, GFT Arbeitsblatt 7 (2002) 1-51.
- [2] P.J. Blau, Running-in: Art or engineering?, Journal of Materials Engineering 13(1) (1991) 47-53.
- [3] A. Emge, S. Karthikeyan, H.J. Kim, D.A. Rigney, The effect of sliding velocity on the tribological behavior of copper, Wear 263(1) (2007) 614-618.
- [4] A. Emge, S. Karthikeyan, D.A. Rigney, The effects of sliding velocity and sliding time on nanocrystalline tribolayer development and properties in copper, Wear 267(1) (2009) 562-567.
- [5] K.L. Hsu, T.M. Ahn, D.A. Rigney, Friction, wear and microstructure of unlubricated austenitic stainless steels, Wear 60(1) (1980) 13-37.
- [6] D.A. Rigney, W.A. Glaeser, The significance of near surface microstructure in the wear process, Wear 46(1) (1978) 241-250.
- [7] S. Karthikeyan, A. Agrawal, D.A. Rigney, Molecular dynamics simulations of sliding in an Fe–Cu tribopair system, Wear 267(5) (2009) 1166-1176.
- [8] L. Pastewka, S. Moser, P. Gumbsch, M. Moseler, Anisotropic mechanical amorphization drives wear in diamond, Nature Materials 10(1) (2011) 34-38.
- [9] N. Argibay, M. Chandross, S. Cheng, J. Michael, Linking microstructural evolution and macro-scale friction behavior in metals, J. Mater. Sci. 52(5) (2016) 2780-2799.
- [10] F. Sun, E. van der Giessen, L. Nicola, Dry frictional contact of metal asperities: A dislocation dynamics analysis, Acta Materialia 109 (2016) 162-169.
- [11] D.A. Hughes, N. Hansen, Graded Nanostructures Produced by Sliding and Exhibiting Universal Behavior, Phys. Rev. Lett. 87(13) (2001) 1355031-1355034.
- [12] K. Wolff, Z. Liu, D. Braun, J. Schneider, C. Greiner, Chronology of the microstructure evolution for pearlitic steel under unidirectional tribological loading, Tribology international 102 (2016) 540-545.
- [13] R. Büscher, A. Fischer, The pathways of dynamic recrystallization in all-metal hip joints, Wear 259(7) (2005) 887-897.
- [14] A. Fischer, S. Weiß, M.A. Wimmer, The tribological difference between biomedical steels and CoCrMo-alloys, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials 9 (2012) 50-62.

- [15] O. Ben-David, G. Cohen, J. Fineberg, The Dynamics of the Onset of Frictional Slip, *Science* 330(6001) (2010) 211.
- [16] C. Greiner, M. Schäfer, Bio-inspired scale-like surface textures and their tribological properties, *Bioinspiration & Biomimetics* 10(4) (2015).
- [17] M.P. De Boer, T.M. Mayer, Tribology of MEMS, *MRS Bulletin* 26(4) (2001) 302-304.
- [18] C. Rynio, H. Hattendorf, J. Klöwer, G. Eggeler, The evolution of tribolayers during high temperature sliding wear, *Wear* 315(1) (2014) 1-10.
- [19] A. Fall, B. Weber, M. Pakpour, N. Lenoir, N. Shahidzadeh, J. Fiscina, C. Wagner, D. Bonn, Sliding Friction on Wet and Dry Sand, *Phys. Rev. Lett.* 112(17) (2014) 4.
- [20] B. Bhushan, *Introduction to Tribology*, John Wiley & Sons, Ltd., New York, 2013
- [21] H. Czichos, K.-H. Habig, *Tribologie-Handbuch: Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik*, Springer Vieweg, Wiesbaden, 2015.
- [22] I.M. Hutchings, Leonardo da Vinci's studies of friction, *Wear* 360-361 (2016) 51-66.
- [23] V.L. Popov, *Kontaktmechanik und Reibung: Ein Lehr- und Anwendungsbuch von der Nanotribologie bis zur numerischen Simulation*, Springer-Verlag, Berlin, 2009.
- [24] F.P. Bowden, D. Tabor, Mechanism of metallic friction, *Nature* 150(3798) (1942) 197-199.
- [25] A.P. Green, Friction between unlubricated metals: a theoretical analysis of the junction model, *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 228(1173) (1955) 191-204.
- [26] C. Greiner, Z. Liu, L. Strassberger, P. Gumbsch, Sequence of Stages in the Microstructure Evolution in Copper under Mild Reciprocating Tribological Loading, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 8(24) (2016) 15809-15819.
- [27] C. Greiner, Z. Liu, R. Schneider, L. Pastewka, P. Gumbsch, The origin of surface microstructure evolution in sliding friction, *Scr. Mater.* 153 (2018) 63-67.
- [28] N.P. Suh, H.C. Sin, The genesis of friction, *Wear* 69(1) (1981) 91-114.
- [29] D.A. Rigney, Large strains associated with sliding contact of metals, *Material Research Innovations* 1(4) (1998) 231-234.
- [30] J.J. Wert, W.M. Cook, The influence of stacking fault energy and adhesion on the wear of copper and aluminum bronze, *Wear* 123(2) (1988) 171-192.
- [31] M. Kalin, Influence of flash temperatures on the tribological behaviour in low-speed sliding: a review, *Materials Science and Engineering: A-Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing* 374(1) (2004) 390-397.

- [32] D. Shakhvorostov, K. Pöhlmann, M. Scherge, An energetic approach to friction, wear and temperature, *Wear* 257(1) (2004) 124-130.
- [33] P.J. Blau, On the nature of running-in, *Tribology International* 38(11) (2005) 1007-1012.
- [34] M. Scherge, D. Linsler, T. Schlarb, The running-in corridor of lubricated metal-metal contacts, *Wear* 342-343 (2015) 60-64.
- [35] D. Linsler, T. Schlarb, T. Weingärtner, M. Scherge, Influence of subsurface microstructure on the running-in of an AlSi alloy, *Wear* 332-333 (2015) 926-931.
- [36] A.V. Chumaevsky, D.V. Lychagin, S. Tarasov, A.G. Melnikov, Fragmentation, Texturing and Plastic Flow in the Subsurface of Friction-Processed Copper Single Crystal, *Advanced Materials Research* 872 (2014) 30-35.
- [37] S.Y. Tarasov, D.V. Lychagin, A.V. Chumaevskii, Orientation dependence of subsurface deformation in dry sliding wear of Cu single crystals, *Appl. Surf. Sci.* 274 (2013) 22-26.
- [38] T.J. Rupert, C.A. Schuh, Sliding wear of nanocrystalline Ni-W: Structural evolution and the apparent breakdown of Archard scaling, *Acta Materialia* 58(12) (2010) 4137-4148.
- [39] D.A. Hughes, N. Hansen, Exploring the Limit of Dislocation Based Plasticity in Nanostructured Metals, *Phys. Rev. Lett.* 112 (2014) 1355041-1355044.
- [40] Z.-P. Luo, G.-P. Zhang, R. Schwaiger, Microstructural vortex formation during cyclic sliding of Cu/Au multilayers, *Scr. Mater.* 107 (2015) 67-70.
- [41] X. Chen, Z. Han, X. Li, K. Lu, Lowering coefficient of friction in Cu alloys with stable gradient nanostructures, *Science Advances* 2(12) (2016) 1-8.
- [42] Z.N. Farhat, Y. Ding, D.O. Northwood, A.T. Alpas, Effect of grain size on friction and wear of nanocrystalline aluminum, *Materials Science and Engineering: A-Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing* 206(2) (1996) 302-313.
- [43] H.A. Padilla, B.L. Boyce, C.C. Battaile, S.V. Prasad, Frictional performance and near-surface evolution of nanocrystalline Ni-Fe as governed by contact stress and sliding velocity, *Wear* 297(1) (2013) 860-871.
- [44] N. Argibay, T.A. Furnish, B.L. Boyce, B.G. Clark, M. Chandross, Stress-dependent grain size evolution of nanocrystalline Ni-W and its impact on friction behavior, *Scr. Mater.* 123 (2016) 26-29.
- [45] P. Heilmann, W.A.T. Clark, D.A. Rigney, Orientation determination of subsurface cells generated by sliding, *Acta Metallurgica* 31(8) (1983) 1293-1305.
- [46] X. Chen, Z. Han, K. Lu, Wear mechanism transition dominated by subsurface recrystallization structure in Cu-Al alloys, *Wear* 320 (2014) 41-50.

- [47] V. Panin, A. Kolubaev, S. Tarasov, V. Popov, Subsurface layer formation during sliding friction, *Wear* 249(10) (2001) 860-867.
- [48] S.Q. Deng, A. Godfrey, W. Liu, N. Hansen, A gradient nanostructure generated in pure copper by platen friction sliding deformation, *Scr. Mater.* 117 (2016) 41-45.
- [49] J. Shang, W. Ma, J. Lu, Comparison of the tribological behavior of columnar-grained polycrystalline copper with vertical/horizontal orientation sliding against AISI 1045 steel, *Wear* 297(1) (2013) 818-823.
- [50] Y. Tsuya, The anisotropy of the coefficient of friction and plastic deformation in copper single crystals, *Wear* 14(5) (1969) 309-322.
- [51] B. Yao, Z. Han, Y.S. Li, N.R. Tao, K. Lu, Dry sliding tribological properties of nanostructured copper subjected to dynamic plastic deformation, *Wear* 271(9) (2011) 1609-1616.
- [52] D.A. Rigney, S. Karthikeyan, The Evolution of Tribomaterial During Sliding: A Brief Introduction, *Tribol. Lett.* 39(1) (2010) 3-7.
- [53] Z. Liu, C. Patzig, S. Selle, T. Höche, P. Gumbsch, C. Greiner, Stages in the tribologically-induced oxidation of high-purity copper, *Scr. Mater.* 153 (2018) 114-117.
- [54] D.A. Rigney, L.H. Chen, M.G.S. Naylor, A.R. Rosenfield, Wear processes in sliding systems, *Wear* 100(1) (1984) 195-219.
- [55] S.V. Prasad, J.R. Michael, T.R. Christenson, EBSD studies on wear-induced subsurface regions in LIGA nickel, *Scr. Mater.* 48(3) (2003) 255-260.
- [56] D.A. Rigney, Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials, *Wear* 245(1) (2000) 1-9.
- [57] D.A. Rigney, M.G.S. Naylor, R. Divakar, L.K. Ives, Low energy dislocation structures caused by sliding and by particle impact, *Materials Science and Engineering* 81 (1986) 409-425.
- [58] S. Korres, T. Feser, M. Dienwiebel, In situ observation of wear particle formation on lubricated sliding surfaces, *Acta Materialia* 60(1) (2012) 420-429.
- [59] B. Yao, Z. Han, K. Lu, Correlation between wear resistance and subsurface recrystallization structure in copper, *Wear* 294-295 (2012) 438-445.
- [60] S.L. Rice, H. Nowotny, S.F. Wayne, Characteristics of metallic subsurface zones in sliding and impact wear, *Wear* 74(1) (1981) 131-142.
- [61] W.M. Rainforth, R. Stevens, J. Nutting, Deformation structures induced by sliding contact, *Philosophical Magazine A* 66(4) (1992) 621-641.

-
- [62] J.S. Sheasby, G.R. Mount, The wear of copper in single-pass sliding, *Wear* 105(3) (1985) 235-246.
- [63] W.M. Rainforth, A.J. Leonard, C. Perrin, A. Bedolla-Jacuinde, H. Wang, H. Jones, Q. Luo, High resolution observations of friction-induced oxide and its interaction with the worn surface *Tribology International* 35 (2002) 731-748.
- [64] L.H. Chen, D.A. Rigney, Transfer during unlubricated sliding wear of selected metal systems, *Wear* 105(1) (1985) 47-61.
- [65] D.A. Hughes, D.B. Dawson, J.S. Korellis, L.I. Weingarten, Near Surface Microstructures Developing under Large Sliding Loads, *Journal of Materials Engineering and Performance* 3(4) (1994) 459-475.
- [66] J.M. Jungk, J.R. Michael, S.V. Prasad, The role of substrate plasticity on the tribological behavior of diamond-like nanocomposite coatings, *Acta Materialia* 56(9) (2008) 1956-1966.
- [67] D. Linsler, F. Schröckert, M. Scherge, Influence of subsurface plastic deformation on the running-in behavior of a hypoeutectic AlSi alloy, *Tribology International* 100 (2015) 224-230.
- [68] D. Kuhlmann-Wilsdorf, What role for contact spots and dislocations in friction and wear?, *Wear* 200(1) (1996) 8-29.
- [69] R.C. Bill, D. Wisander, Recrystallization as a controlling process in the wear of some F.C.C. metals, *Wear* 41(2) (1977) 351-363.
- [70] D.A. Hughes, D.B. Dawson, J.S. Korellis, L.I. Weingarten, A microstructurally based method for stress estimates, *Wear* 181-183 (1995) 458-468.
- [71] K. Wang, N.R. Tao, G. Liu, J. Lu, K. Lu, Plastic strain-induced grain refinement at the nanometer scale in copper, *Acta Materialia* 54(19) (2006) 5281-5291.
- [72] H. Mughrabi, The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals, *Materials Science and Engineering* 33(2) (1978) 207-223.
- [73] F. Dupont, I. Finnie, The simulation of sliding wear by cyclic deformation: Microstructural aspects, *Wear* 140(1) (1990) 93-106.
- [74] Z. Wang, Cyclic deformation response of planar-slip materials and a new criterion for the wavy-to-planar-slip transition, *Philosophical Magazine* 84(3-5) (2004) 351-379.
- [75] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, D. Raabe, Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD, *Materials Science and Engineering: A-Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing* 527(10) (2010) 2738-2746.

- [76] H. Gao, Y. Huang, Geometrically necessary dislocation and size-dependent plasticity, *Scr. Mater.* 48(2) (2003) 113-118.
- [77] D.A. Hughes, N. Hansen, Microstructural evolution in nickel during rolling from intermediate to large strains, *Metallurgical Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science* 24(9) (1993) 2022-2037.
- [78] W. Cai, J. Mabon, P. Bellon, Crystallographic textures and texture transitions induced by sliding wear in bronze and nickel, *Wear* 267(1) (2009) 485-494.
- [79] M. Long, H.J. Rack, Subsurface deformation and microcrack formation in Ti-35Nb-8Zr-5Ta-O(x) during reciprocating sliding wear, *Materials Science and Engineering: C- Materials for Biological Applications* 25(3) (2005) 382-388.
- [80] Z.N. Farhat, Contribution of crystallographic texturing to the sliding friction behaviour of fcc and hcp metals, *Wear* 250(1) (2001) 401-408.
- [81] P.L. Menezes, Kishore, S.V. Kailas, Role of surface texture of harder surface on subsurface deformation, *Wear* 266(1) (2009) 103-109.
- [82] D.A. Hughes, N. Hansen, Deformation structures developing on fine scales, *Philosophical Magazine* 83(31-34) (2003) 3871-3893.
- [83] W. Cai, P. Bellon, Microstructural self-organization triggered by twin boundaries during dry sliding wear, *Acta Materialia* 60(19) (2012) 6673-6684.
- [84] S.O. Hyatt, T.R. Bieler, The effect of a superimposed strain field on frictional texture measurements, *Wear* 184(2) (1995) 245-247.
- [85] N.K. Sundaram, Y. Guo, S. Chandrasekar, Mesoscale Folding, Instability, and Disruption of Laminar Flow in Metal Surfaces, *Phys. Rev. Lett.* 109(10) (2012) 106001.
- [86] Y.F. Liao, E. Hoffman, L.D. Marks, Nanoscale Abrasive Wear of CoCrMo in In Situ TEM Sliding, *Tribol. Lett.* 57(3) (2015) 1-6.
- [87] S.S. Akarca, W.J. Altenhof, A.T. Alpas, Subsurface deformation and damage accumulation in aluminum-silicon alloys subjected to sliding contact, *Tribology International* 40(5) (2007) 735-747.
- [88] P. Stoyanov, P.A. Romero, R. Merz, M. Kopnarski, M. Stricker, P. Stemmer, M. Dienwiebel, M. Moseler, Nanoscale sliding friction phenomena at the interface of diamond-like carbon and tungsten, *Acta Materialia* 67 (2014) 395-408.
- [89] J. Gagel, D. Weygand, P. Gumbsch, Formation of extended prismatic dislocation structures under indentation, *Acta Materialia* 111 (2016) 399-406.

- [90] E. Demir, D. Raabe, N. Zaafarani, S. Zaefferer, Investigation of the indentation size effect through the measurement of the geometrically necessary dislocations beneath small indents of different depths using EBSD tomography, *Acta Materialia* 57(2) (2009) 559-569.
- [91] H. Gao, Y. Huang, W.D. Nix, J.W. Hutchinson, Mechanism-based strain gradient plasticity— I. Theory, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 47(6) (1999) 1239-1263.
- [92] S. Becker, U. Popp, C. Greiner, A reciprocating optical in situ tribometer with high-speed data acquisition, *Rev. Sci. Instrum.* 87(8) (2016) 1-7.
- [93] D. Shakhvorostov, K. Pöhlmann, M. Scherge, Structure and mechanical properties of tribologically induced nanolayers, *Wear* 260(4) (2006) 433-437.
- [94] C.A. Volkert, A.M. Minor, Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining, *MRS Bulletin* 32(5) (2007) 389-399.
- [95] J. Mayer, L.A. Giannuzzi, T. Kamino, J. Michael, TEM Sample Preparation and FIB-Induced Damage, *MRS Bulletin* 32(5) (2007) 400-407.
- [96] F. Bachmann, R. Hielscher, H. Schaeben, Grain detection from 2d and 3d EBSD data- Specification of the MTEX algorithm, *Ultramicroscopy* 111(12) (2011) 1720-1733.
- [97] L.P. Kubin, A. Mortensen, Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues, *Scr. Mater.* 48(2) (2003) 119-125.
- [98] R. Hielscher, H. Schaeben, A novel pole figure inversion method: specification of the MTEX algorithm., *Applied Crystallography* 41 (2008) 1024-1037.
- [99] S. Schreijäg, D. Kaufmann, M. Wenk, O. Kraft, R. Mönig, Size and microstructural effects in the mechanical response of α -Fe and low alloyed steel, *Acta Materialia* 97 (2015) 94-104.
- [100] A. Wimmer, W. Heinz, T. Detzel, W. Robl, M. Nellesen, C. Kirchlechner, G. Dehm, Cyclic bending experiments on free-standing Cu micron lines observed by electron backscatter diffraction, *Acta Materialia* 83 (2015) 460-469.
- [101] J. Li, M. Elmadagli, V.Y. Gertsman, J. Lo, A.T. Alpas, FIB and TEM characterization of subsurfaces of an Al–Si alloy (A390) subjected to sliding wear, *Materials Science and Engineering: A-Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing* 421(1) (2006) 317-327.
- [102] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer, Berlin, 2001.
- [103] G. Gottstein, A. Rollett, G.S. Rohrer, J. Humphreys, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, United Kingdom, 2004.

- [104] M. Niewczas, Dislocations and Twinning in Face Centred Cubic Crystals, Elsevier, United Kingdom, 2007.
- [105] P. Stoyanov, R.R. Chromik, Scaling Effects on Materials Tribology: From Macro to Micro Scale, Materials (Basel, Switzerland) 10(5) (2017) 550.
- [106] L. Issler, H. Ruos, H. P., Festigkeitslehre - Grundlagen, Springer, Heidelberg, 2005.
- [107] A. Rosenkranz, L. Reinert, C. Gachot, F. Mücklich, Alignment and wear debris effects between laser-patterned steel surfaces under dry sliding conditions, Wear 318(1) (2014) 49-61.

Abbildungsverzeichnis

- Abbildung 2.1:** Ein abgeschlossenes tribologisches System mit Kontaktgeometrien (flacher Grund- und Gegenkörper) unter Normalkraft F_N und Reibgeschwindigkeit v sowie den dadurch bewirkten Änderungen in den Reibkörpern (Energieflüsse (E_q , E_w , E_m), Triboschicht und plastische Deformation). 5
- Abbildung 2.2:** Übersicht über den Zusammenhang von Spannung, Korngröße und Reibkoeffizient adaptiert nach Argibay et al. [9]. 10
- Abbildung 2.3:** Transmissionselektronenmikroskopische Hellfeldaufnahme einer a) unbelasteten b) mit $F_N = 100$ mN und 1000 Zyklen belasteten nanokristallinen Ni-W-Probe. Als Gegenkörper im reversierenden tribologischen Versuch diente eine Saphirkugel adaptiert nach Argibay et al. [44]. 11
- Abbildung 2.4:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme (REM) von OFHC-Kupfer a) vor der tribologischen Belastung b) nach der tribologischen Belastung von $F_N = 2$ N und 10 Zyklen im reversierenden Versuch, adaptiert nach Greiner et al. [26]. 11
- Abbildung 2.5:** FIB Querschnitt einer OFHC-Kupferscheibe. Als Reibpartner wurde im tribologischen Versuch ein 440C-Stahlpin eingesetzt. Die Gleitgeschwindigkeit betrug $v = 0,05 \frac{m}{s}$. Das Bild wurde adaptiert nach Emge et al. [3]. 13
- Abbildung 2.6:** Schematische Darstellung der Mikrostrukturänderung unter tribologischer Belastung basierend auf dem Originalbild von Schmalz aus dem Jahr 1936 und erweitert von Büscher in seiner Dissertation im Jahr 2005 [13]. 13
- Abbildung 2.7:** FIB cross-section eines perlitischen Stahls C85 nach tribologischer Belastung im geschmierten Zustand adaptiert nach Jungk et al. [66]. 14
- Abbildung 2.8:** Entwicklung der Versetzungsbildung in Abhängigkeit der Tiefe. a) Kontakt-
 pression von $P_m = 12$ MPa, Tiefe = 0 - 6 μm . Es zeigt sich eine lamellare Struktur der Körner (LB) sowie Körner, die gleichgerichtet sind (ES), b) Kontaktpressung $P_m = 12$ MPa. In einer Tiefe bis 20 μm befinden sich lamellar ausgerichtete Körner parallel zur Gleitrichtung. c) Kontakt-
 pression $P_m = 17$ MPa. Der Bereich unterhalb der Oberfläche beträgt 100 μm und weist eine dichte Versetzungsansammlung (DDW) sowie Mikroscherbänder (MB) auf [65]. 17
- Abbildung 2.9:** Detektierte Kornorientierungen einer FIB cross-section, aufgenommen in der Verschleißspur von galvanisch abgeschiedenem Nickel. Der Kugel-Scheibe Kontakt wurde durch eine einsinnige tribologische Belastung von $F_N = 10$ mN und einer Zyklenzahl von 100 Zyklen beschrieben. Die Kugel war aus Si_3N_4 . [55]. 19

Abbildung 2.10: a) Zweidimensionales Modell eines rechteckigen Rauheitshügels in einem Aluminiumkristall, gesichert durch eine starre Platte mit den geometrischen Abmessungen: h = Höhe der Probe, h_p = Höhe des Rauheitshügels, w = Breite, L = Länge und dem Belastungsweg v_2 = Druckbelastung sowie v_1 = Scherbelastung. Zusätzlich sind noch 3 Gleitsysteme in einem Winkel von 60° im Gebiet mit dem Abstand H_{PL} zur Oberfläche und einer Breite von L_{PL} zueinander angeordnet. b) Das Ergebnis der Simulation mit der Methode der Diskreten Versetzungsdynamik zeigt die Scherspannungsverteilung inklusive der Versetzungsverteilung im Rauheitshügel und dem Grundmaterial [10].....	22
Abbildung 3.1: Skizze der Probe mit zwei über die Fläche laufenden Membranen.....	26
Abbildung 3.2: a) Topographische Falschfarbenaufnahme und b) dazugehöriges Profil einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ nach der Herstellung mittels Mikrofräsen. In a) sind die Mikrofräsriefen am Probengrund zu erkennen. b) verdeutlicht die Präzision des gewählten Herstellungsverfahrens. Es konnte ein rechteckiger Membranquerschnitt hergestellt werden.	27
Abbildung 3.3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der FIB cross-sections des Querschnittes einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ a) vor und b) nach sowie STEM Bilder c) vor und d) nach der Wärmebehandlung bei $T = 500^\circ\text{C}$, $t = 2\text{ h}$ im Vakuum. Die cross-sections sind senkrecht aus dem Querschnitt der Membranen entnommen.....	28
Abbildung 3.4: a) Gesamtaufbau des Tribometers mit High-Speed-Kamera und Umgebungskontrolle b) Ausschnitt der Messeinheit mit Temperatur- und Feuchtigkeitssensor.	30
Abbildung 3.5: a) Schematische Skizze des Versuchsablaufs. Die Saphirscheibe wird senkrecht (y -Richtung) zu den Membranen bewegt. Die Normalkraft F_N wird in z -Richtung aufgebracht. Die hier dargestellte Skizze ist zur besseren Übersicht um einen Winkel von 180° um die x -Achse rotiert. b) Schematische Skizze des Aufbaus der Probenhalterung.....	31
Abbildung 3.6: Tribometer mit Probenaufnahme und Probenadapter, der den Probenhalter führt, Grund- und Gegenkörper sowie High-Speed-Kamera.	32
Abbildung 3.7: Schematische Darstellung der Lamellenentnahme aus einer Membran mittels Zweistrahlionenmikroskop. Den Achsen des verwendeten, kristallographischen Koordinatensystems bei der EBSD Messung (ND, TD, RD) sind den Einflussgrößen des tribologischen Systems zugeordnet. Die Bezeichnungen im kristallographischen Koordinatensystem sind der Fachliteratur entsprechend nicht in die deutsche Sprache übersetzt worden.....	36
Abbildung 3.8: Schematische Darstellung des Simulationsmodells. a) Grenzbedingungen (Befestigung, Referenzpunkt) und Gleitrichtung zum Anfangszeitpunkt und b) Netzeinteilung mit Ausschnitt der Positionen des verfeinerten Netzes. Die Kanten wurden mit einem Radius von $r = 0,005\text{ mm}$ versehen. Die Elemente der Membranwand als auch der Probenoberfläche haben einen Element Bias von 30.	38
Abbildung 3.9: Diagramm zur Kontrolle der Kraftaufbringung ab dem Zeitpunkt der Verschiebung.....	40

- Abbildung 3.10:** Übersicht a) der benutzten Parameter in den Simulationsreihen, Vorstellung der Ziele und b) Orientierungen und Bezeichnungen in der Membrangeometrie, die zur Auswertung verwendet werden. 41
- Abbildung 4.1:** Mittlerer Reibkraftverlauf in Abhängigkeit der Zyklenzahl für die Aspektverhältnisse $A_r = 0,4$, $A_r = 0,7$, $A_r = 1,1$, $A_r = 1,8$. Die hier dargestellten Mittelwerte ergeben sich aus fünf einzelnen Proben je Aspektverhältnis. 43
- Abbildung 4.2:** Zweidimensionale Darstellung der mittleren Reibkraftkurven für 500 Zyklen in Abhängigkeit des Gleitweges für die Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$ 44
- Abbildung 4.3:** Dreidimensionale Darstellung der mittleren Reibkraft über 500 Zyklen in Abhängigkeit des Gleitweges für die Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$ 46
- Abbildung 4.4:** Reibkraftverläufe für den 450. Zyklus in Abhängigkeit des Gleitweges für die verschiedenen Aspektverhältnisse. 47
- Abbildung 4.5:** Mittelwerte der Reibkraftverläufe am Umkehrpunkt des 450. Zyklus für die Membranen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ d) $A_r = 1,8$. Aufgetragen ist der Mittelwert der Reibkraft F_R über den Gleitweg von $s = 50 \mu\text{m}$ vor und nach dem Umkehrpunkt. 48
- Abbildung 4.6:** Mittelwerte und Standardabweichungen der Reibkoeffizienten in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse über 500 Zyklen. Für die Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,8$ liegen auf Grund der Versuchsanzahl keine Standardabweichungen vor. 49
- Abbildung 4.7:** Kameraaufzeichnungen der Membranen zum Start- (a, c, e, g) und Endzeitpunkt (b, d, f, h) der Versuche in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse a) und b) $A_r = 0,4$ c) und d) $A_r = 0,7$ e) und f) $A_r = 1,1$ sowie g) und h) $A_r = 1,8$. Zur Orientierung enthält a) beispielhaft die wichtigsten Bezeichnungen (Fräsriefen, Membranoberfläche und Gitterlinien). 52
- Abbildung 4.8:** Lichtmikroskopische Aufnahmen der Membranoberflächen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$ vor und nach dem tribologischen Versuch. In den Aufnahmen sind auf der linken Seite die Membranen vor dem Versuch, auf der rechten Seite nach 500 Zyklen dargestellt. 54
- Abbildung 4.9:** Rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen der Oberfläche nach dem Versuch a) der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ und b) der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$. Die Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ ist um einen Winkel von 7° verkippt. 55
- Abbildung 4.10:** FIB (FIB = Focus Ion Beam) cross-section der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ nach dem Versuch. 56
- Abbildung 4.11:** Das Analyseergebnis der Energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX), aufgenommen auf der Oberfläche einer Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,8$ a) als Referenz vor dem Versuch und b) nach 500 Zyklen. 56

- Abbildung 4.12:** FIB (Focus Ion Beam) cross-sections der Membranen nach dem Versuch mit den Aspektverhältnissen a) und b) $A_r = 0,4$ c) und d) $A_r = 0,7$ e) und f) $A_r = 1,1$ sowie g) und h) $A_r = 1,8$ 59
- Abbildung 4.13:** Rastertransmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen der Bereiche direkt unterhalb der Membranoberflächen nach den Versuchen mit den Aspektverhältnissen a) und b) $A_r = 0,4$ c) und d) $A_r = 1,1$ e) und f) $A_r = 1,8$. Die rastertransmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen der Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$ sind in verkleinerten Maßstäben dargestellt, um bei diesen einen guten Überblick über die Mikrostruktur unterhalb der Oberfläche geben zu können. 60
- Abbildung 4.14:** Indizierte Kornorientierungen im Bereich direkt unterhalb der Membranoberflächen. Es wurde relativ zur z-Richtung indiziert. Die Lamellen wurden nach den tribologischen Versuchen entnommen. Es sind die Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$ abgebildet. Abbildung a) zeigt zusätzlich das Koordinatensystem, Kristallsystem sowie den indizierten Bereich der Lamelle. 62
- Abbildung 4.15:** Mit dem Programm MTEX berechnete Dichten an geometrisch notwendigen Versetzungen (GND) im Bereich direkt unterhalb der Membranoberflächen. Die Lamellen wurden nach den Versuchen entnommen und zeigen die Ergebnisse für die Membranen mit den Aspektverhältnissen a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ d) $A_r = 1,8$ 64
- Abbildung 4.16:** Aufbau des Simulationsmodells. Dargestellt ist der Kontakt von Scheibe und Membran sowie das zur Auswertung benutzte Koordinatensystem. Die Farbverläufe zeigen hier exemplarisch den Spannungsverlauf σ_{22} . Rot markiert sind die zur Auswertung herangezogenen Bereiche. 66
- Abbildung 4.17:** Verschiebung U_x parallel zur Gleitrichtung als Mittelwerte in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Der Reibkoeffizient betrug $\mu = 0,3$. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus ($s = 500 \mu\text{m}$) nach rechts. 67
- Abbildung 4.18:** Dehnungsverteilungen a) in Normalrichtung ε_{22} b) in tangentialer Richtung ε_{12} betrachtet entlang der Membrankanten mit verschiedenen Aspektverhältnissen sowie die Verteilung der Dehnung c) in Normalrichtung ε_{22} und d) in tangentialer Richtung ε_{12} im Querschnitt der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$. Der Reibkoeffizient betrug $\mu = 0,3$. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus ($s = 500 \mu\text{m}$) nach rechts. 68
- Abbildung 4.19:** Spannungsverteilungen a) in Normalrichtung $-\sigma_{22}$ b) in tangentialer Richtung σ_{12} betrachtet entlang der Membrankanten mit verschiedenen Aspektverhältnissen sowie die Verteilung der Spannung c) in Normalrichtung $-\sigma_{22}$ und d) in tangentialer Richtung σ_{12} über den Querschnitt der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 1,1$. Der Reibkoeffizient betrug $\mu = 0,3$. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts. 69

- Abbildung 4.20:** Verschiebung U_x parallel zur Gleitrichtung in Abhängigkeit der Reibkoeffizienten $\mu = 0,1$ bis $\mu = 0,3$. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Es wurde das Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ gewählt. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts. 71
- Abbildung 4.21:** Spannungsverteilungen entlang der Membrankante a) in Normalrichtung $-\sigma_{22}$ b) in tangentialer Richtung σ_{12} für die Reibkoeffizienten $\mu = 0,1$, $\mu = 0,2$, $\mu = 0,3$ sowie die Verteilung der Spannung c) in Normalrichtung $-\sigma_{22}$ und d) in tangentialer Richtung σ_{12} über den Querschnitt der Membran für das Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ und den Reibkoeffizienten $\mu = 0,2$. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts..... 72
- Abbildung 4.22:** a) Normalspannungs- und b) Scherspannungsverteilung in den Membranen mit verschiedenen Aspektverhältnissen simuliert mit den gemessenen experimentellen Parametern, d.h. $\mu (A_r = 0,4) = 0,27$, $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$, $\mu (A_r = 1,1) = 0,27$, $\mu (A_r = 1,8) = 0,12$. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts..... 73
- Abbildung 4.23:** a) Dehnungen in Normalrichtung und b) tangentiale Dehnungen in den Membranen mit verschiedenen Aspektverhältnissen simuliert mit den gemessenen experimentellen Parametern, d.h. $\mu (A_r = 0,4) = 0,27$, $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$, $\mu (A_r = 1,1) = 0,27$, $\mu (A_r = 1,8) = 0,12$. Die Simulation erfolgte im elastischen Bereich. Die Scheibe ist im Kontakt mit der Membran und bewegt sich einen halben Zyklus nach rechts..... 74
- Abbildung 4.24:** Mittelwerte der effektiven Reibkoeffizienten $[\mu_{\text{eff}}]$ im Vergleich mit den Mittelwerten der experimentell bestimmten Reibkoeffizienten $[\mu_{\text{exp}}]$. Zur Simulation wurden für die verschiedenen Aspektverhältnisse mit den gemessenen experimentellen Parametern, d.h. $\mu (A_r = 0,4) = 0,27$, $\mu (A_r = 0,7) = 0,56$, $\mu (A_r = 1,1) = 0,27$, $\mu (A_r = 1,8) = 0,12$ simuliert..... 75
- Abbildung 5.1:** Auswirkung der Dehnung auf das Reibverhalten und die davon abhängige Änderung der Mikrostruktur und Oberflächentopographie. 77
- Abbildung 5.2:** Schematische Darstellung des Kontaktverhaltens der Membranoberflächen. Enthalten sind die Dehnungsverteilungen unterhalb der Membranoberflächen, die Wirkflächen und die und die angreifenden Kräfte. Dargestellt sind die Membranoberflächen der Aspektverhältnisse a) $A_r = 0,4$ b) $A_r = 0,7$ c) $A_r = 1,1$ und d) $A_r = 1,8$ 79
- Abbildung 5.3:** Schematische Darstellung des Belastungskollektives für a) kleine Aspektverhältnisse (hier untersucht für Membranen mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,4$ und b) größere Aspektverhältnisse (hier untersucht für Membranen mit den Aspektverhältnissen $A_r = 0,7$ bis $A_r = 1,8$). 80

Anhang

Abbildung A 1 zeigt das mit 60%iger Salpetersäure geätzte Gefüge des sauerstofffreien, hochreinen Kupfers nach der Wärmebehandlung. Das Bild diente der Korngrößenbestimmung. Auf Grund der Wahl des Linienschnittverfahrens sind fünf weiße Geraden im Gefügebild eingezeichnet.



Abbildung A 1: Gefügebild von sauerstofffreiem, hochreinem Kupfer nach den Wärmebehandlungen. Ziel ist die Bestimmung der Korngröße mittels Linienschnittverfahren.

Die Bestimmung der Korngröße erfolgte mittels der Gleichung A 1:

$$d_k = \frac{L \cdot z \cdot 10^3}{V \cdot (n_K - z)}$$

Gleichung A 1

mit

L = Länge der Geraden

z = Anzahl der Geraden

V = Vergrößerung

n_K = Schnittpunkte der Geraden und Korngrenzen

Die Ergebnisse der Vorversuche zur Bestimmung der Normalkraft sind als FIB cross-sections in Abbildung A 2 dargestellt.

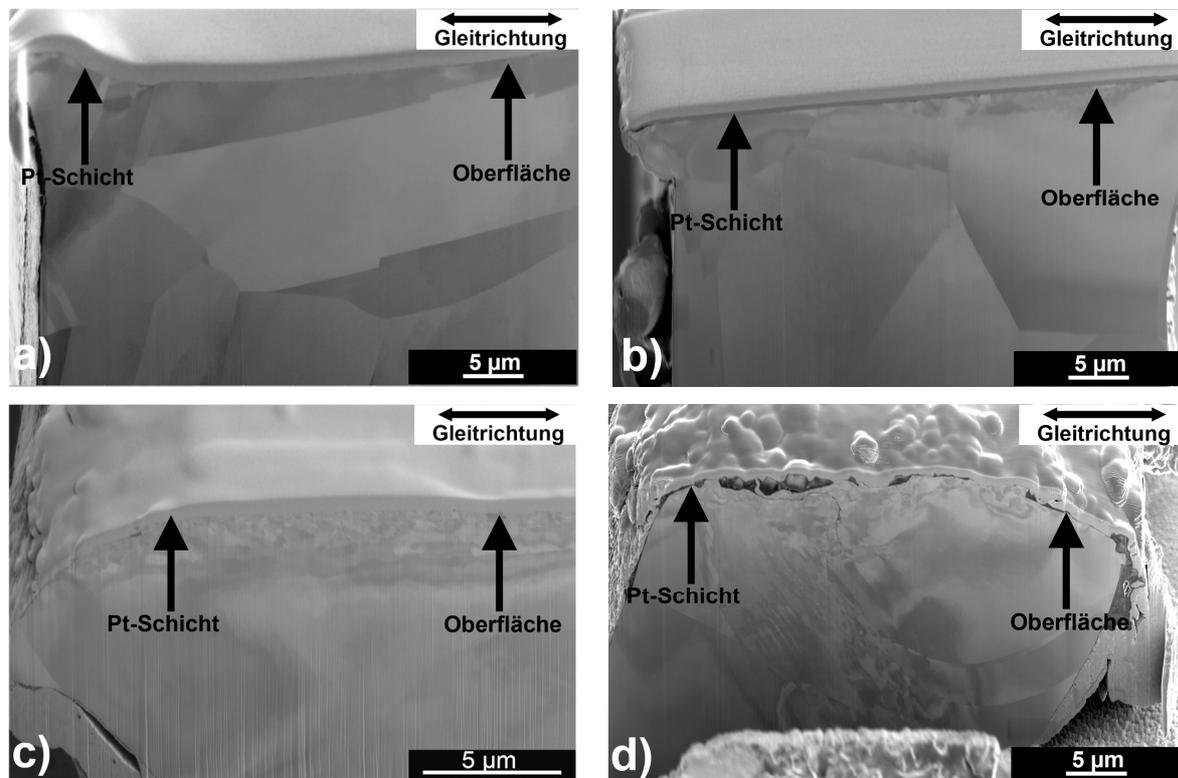


Abbildung A 2: FIB cross-sections der Membranen nach einer Belastung von a) $F_N = 1 \text{ N}$ b) $F_N = 2 \text{ N}$ c) $F_N = 5 \text{ N}$ und d) $F_N = 10 \text{ N}$.

Die jeweilige Änderung der Mikrostruktur wurde betrachtet. Bei einer Belastung von $F_N = 1 \text{ N}$ konnte kaum eine Auswirkung auf die Mikrostruktur festgestellt werden. Hingegen zeigten die FIB Querschnitte der mit $F_N = 5 \text{ N}$ und $F_N = 10 \text{ N}$ belasteten Membranen deutliche Auswirkungen. Bei der Belastung mit $F_N = 5 \text{ N}$ konnte eine Änderung unterhalb der Oberfläche von $t_m = 5,2 \mu\text{m}$ gemessen werden. Die mit $F_N = 10 \text{ N}$ belastete Membran zeigte ebenfalls eine deutliche Mikrostrukturänderung als auch Risse, die ins Material laufen. Zusätzlich zeigte sich sowohl bei $F_N = 5 \text{ N}$ als auch bei $F_N = 10 \text{ N}$ eine deutliche plastische Deformation an den Ecken als auch an der Membrangeometrie. Auf Grund dieser Ergebnisse wurde die Normalkraft von $F_N = 2 \text{ N}$ gewählt, da eine Änderung der Mikrostruktur unterhalb der Oberfläche von $t_m = 1,4 \mu\text{m}$ gemessen werden konnte, aber keine komplette Zerstörung der Membrangeometrie auftrat.

Die Abbildung A 3 zeigt den Reibkoeffizienten der Probe mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,3$, der Höhe $h_m = 79 \mu\text{m}$ und der geänderten Breite $b_m = 25,5 \mu\text{m}$.

Die dazugehörigen FIB (FIB = Focus Ion Beam) cross-sections der Querschnitte der Membranen sind in Abbildung A 4 dargestellt.

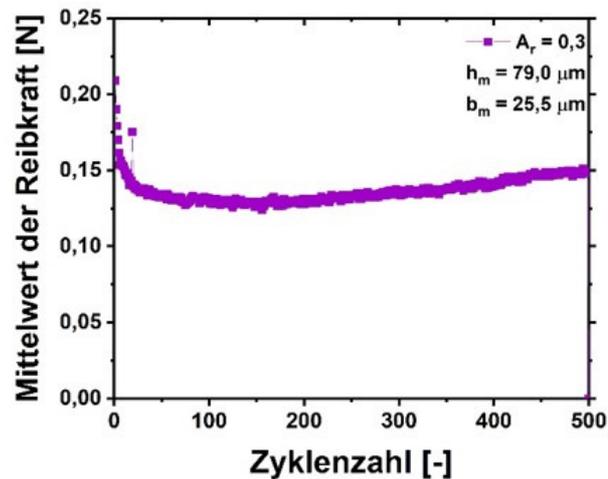


Abbildung A 3: Reibkoeffizient über die Zyklenzahl der Membran mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,3$, der Höhe $h_m = 79 \mu\text{m}$ und der Breite $b_m = 25,5 \mu\text{m}$.

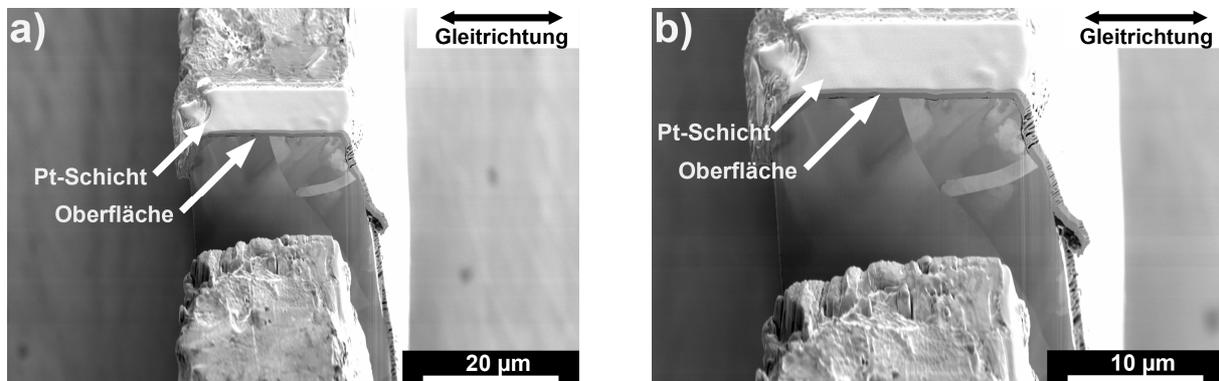


Abbildung A 4: FIB (FIB = Focus Ion Beam) cross-sections der Querschnitte der Membran nach dem Versuch mit dem Aspektverhältnis $A_r = 0,3$, der Höhe $h_m = 79 \mu\text{m}$ und der Breite $b_m = 25,5 \mu\text{m}$.

Die Abbildung A 5 zeigt die FIB (Focus Ion Beam) cross-sections der Querschnitte der Membranen nach dem Versuch mit den Aspektverhältnissen a) und b) $A_r = 0,4$ c) und d) $A_r = 0,7$ e) und f) $A_r = 1,1$ sowie g) und h) $A_r = 1,8$.

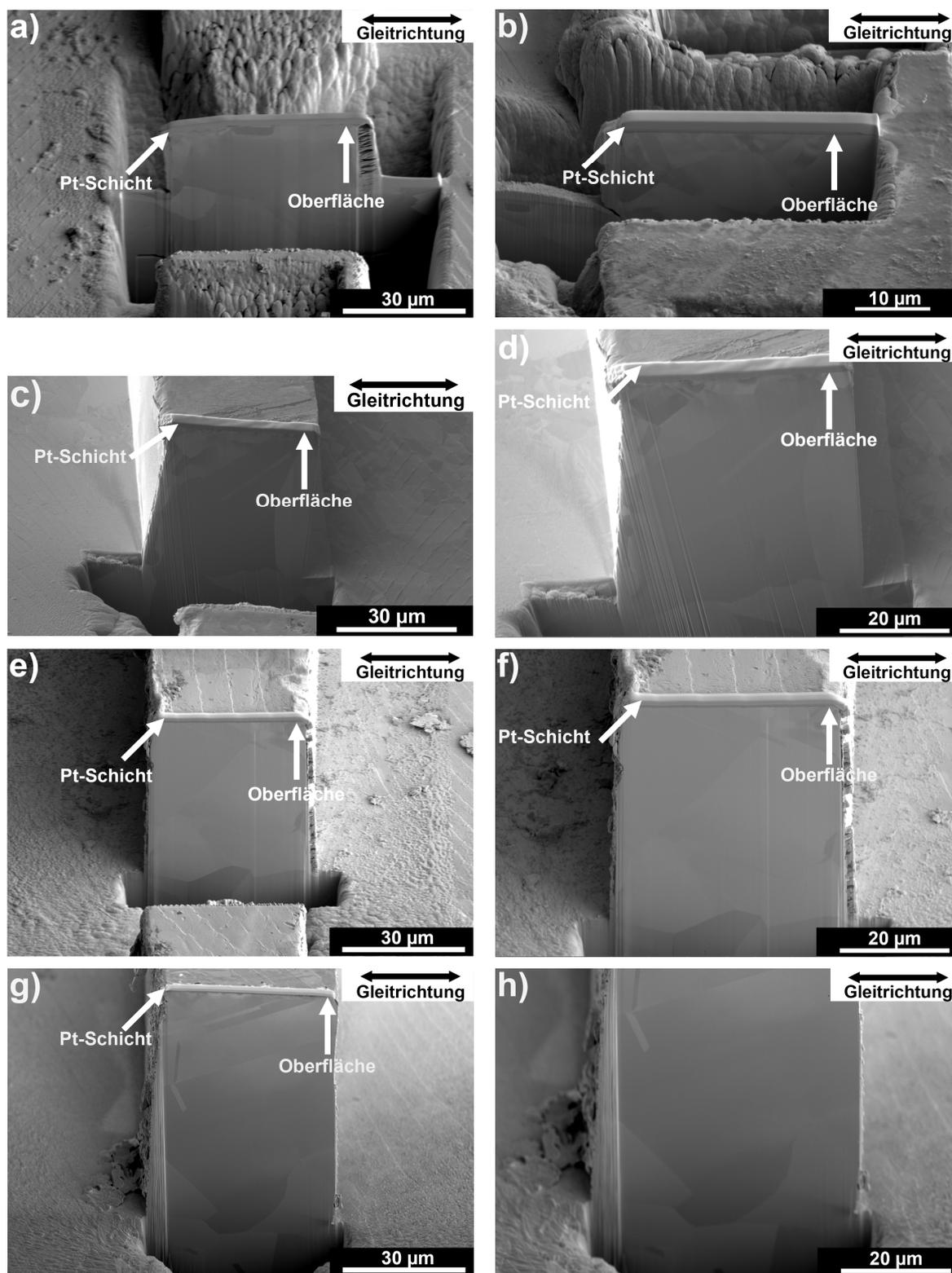


Abbildung A 5: FIB (FIB = Focus Ion Beam) cross-sections der Querschnitte der Membranen nach dem Versuch mit den Aspektverhältnissen a) und b) $A_r = 0,4$ c) und d) $A_r = 0,7$ e) und f) $A_r = 1,1$ sowie g) und h) $A_r = 1,8$.

In Abbildung A 6 ist der Gegenkörper, die Saphirscheibe, nach dem Versuch als lichtmikroskopische Aufnahme dargestellt. Es sind die Verschleißspuren der Membranen auf der Scheibe zu erkennen.

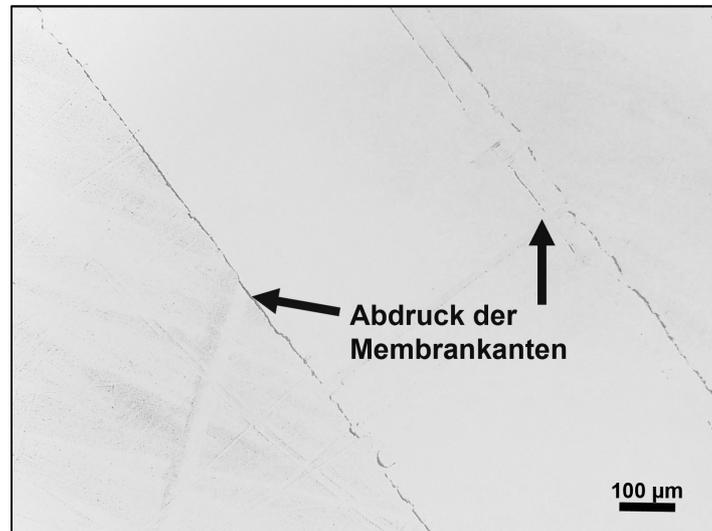


Abbildung A 6: Lichtmikroskopische Aufnahme der Saphirscheibe nach dem Versuch. Auf der Scheibe lassen sich die Verschleißspuren erkennen.

In Abbildung A 7 ist das Biegestandsmoment in Abhängigkeit der Aspektverhältnisse dargestellt. Bedingt durch die Membrangeometrie im tribologischen Aufbau ergibt sich für das Biegestandsmoment:

$$W_z = \frac{h \cdot b^2}{6}$$

Gleichung A2

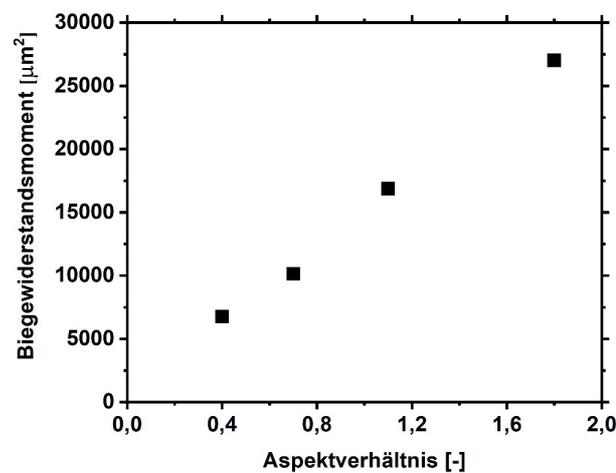


Abbildung A 7: Biegestandsmoment in Abhängigkeit der verschiedenen Aspektverhältnisse der Membranen.