

# **Reibermüdungsverhalten ingenieurkeramischer Werkstoffe**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Doktors der Ingenieurwissenschaften**

an der Fakultät für Maschinenbau  
des Karlsruher Instituts für Technologie

genehmigte

**Dissertation**

von

**Dipl.-Ing. Thomas Schalk**

aus

Karlsruhe-Durlach

Tag der mündlichen Prüfung:  
Hauptreferent:  
Korreferent:

29.10.2010  
Prof. Dr.-Ing. Detlef Löhe  
Prof. Dr. rer. nat. Michael J. Hoffmann



## **Vorwort**

Diese Arbeit entstand während meiner Beschäftigung als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde I des Karlsruher Instituts für Technologie in der Zeit von September 2004 bis Dezember 2008.

An dieser Stelle möchte ich in erster Linie Herrn Prof. Dr.-Ing. Detlef Löhe für die Übernahme des Hauptreferats sowie Herrn Prof. Dr. rer. nat. Michael J. Hoffmann für die Übernahme des Korreferats und seine hilfreichen Anmerkungen danken.

Des Weiteren danke ich meinem Abteilungsleiter Herrn Dr.-Ing. Karl-Heinz Lang für die Betreuung und Durchsicht meiner Arbeit sowie sein mir entgegengebrachtes Vertrauen und die allzeit angenehme Arbeitsatmosphäre in der Abteilung für Schwingfestigkeit. Vielen Dank dafür, dass Sie jederzeit ein offenes Ohr für meine Fragen und Anliegen hatten.

Mein Dank gilt auch den Mitgliedern des DFG-Sonderforschungsbereiches 483 sowie den Mitarbeitern des Instituts für Keramik im Maschinenbau für zahlreiche anregende und offene Diskussionen. Besonders hervorheben möchte ich hierbei Dipl.-Ing. Thomas Schwind, Dr.-Ing. Martin Härtelt, Dr.-Ing. Stefan Fünfschilling, Dr.-Ing. Oberacker, Dr.-Ing. Theo Fett und Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck.

Darüber hinaus gilt mein Dank allen Mitarbeitern des Instituts, welche zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Besonders möchte ich hierbei die Herren Peter Kretzler, Marc Brecht und Arndt Hermeneit hervorheben, welche mir manch unmögliche Konstruktion und Schaltung möglich gemacht haben. Große und tatkräftige Unterstützung erfuhr ich durch die studentischen Hilfskräfte, Studien- und Diplomarbeiter Nils Neef, Alberto Ponce, Hasan Geckin, Mahmoud Bekri, Jens Steiger, Adem Bulut, Sascha Fliegener, Tobias Mayer, Manfred Grigo, Patrik Lepiarz und ganz besonders Claudius Wörner. Vielen Dank auch an die Mitarbeiter der mechanischen Werkstatt, welche meine Konstruktionen in kürzester Zeit umgesetzt haben und mir stets mit Rat und Tat zur Seite standen. Besonderen Dank möchte ich auch Prof. Dr. mont. Hermann Müller für seine Unterstützung aussprechen. Danken möchte ich auch den Mitarbeitern der Metallographie sowie des Laboratoriums für Elektronenmikroskopie Patrice Brenner, Volker Zibat, Dr. Erich Müller und Dr. Benjamin Butz.

Ganz besonders großen Dank möchte ich meinen Eltern, meiner Frau Eva und unserem Sohn Moritz für ihre Unterstützung und die Liebe, mit denen sie mich begleitet haben, aussprechen.



## Inhalt

<b>1</b>	<b>Einleitung und Motivation</b>	<b>7</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen und Kenntnisstand</b>	<b>9</b>
2.1	Grundlagen Ermüdung	9
2.2	4-Punkt-Biegung an ingenieurkeramischen Werkstoffen	10
2.3	Grundlagen Reibermüdung	11
2.3.1	Tribologie	11
2.3.2	Kontaktmechanik	19
2.3.3	Bruch	25
2.3.4	Reibermüdung	33
2.4	Methoden zur Erforschung der Reibermüdung	36
2.4.1	Reibermüdung metallischer Werkstoffe	43
2.4.2	Reibermüdung ingenieurkeramischer Werkstoffe	46
<b>3</b>	<b>Werkstoffe</b>	<b>49</b>
3.1	Aluminiumoxid	50
3.2	Siliziumnitrid	51
<b>4</b>	<b>Analysemethoden und Versuchsdurchführung</b>	<b>53</b>
4.1	Prüfstands Aufbau für Laborluftatmosphäre	53
4.2	Prüfstands Aufbau für den Einfluss von Umgebungsmedien	55
4.3	Versuchsführung	57
4.3.1	Restfestigkeitsversuche	57
4.3.2	Zyklische Versuche	58
4.3.3	Statische Versuche	58
4.4	Vergleich der mechanischen Kennwerte von Reibermüdungs- mit 4-Punkt-Biegeversuchen	59
4.5	Versuchsproben	60
4.5.1	Biegeproben	60
4.5.2	Reibkörper	61
4.6	Mikroskopische Untersuchungsmethoden	62
4.6.1	Konfokales Weißlichtmikroskop	62
4.6.2	Rasterelektronenmikroskopie und Focused Ion Beam	62

<b>5</b>	<b>Versuchsergebnisse</b>	<b>64</b>
5.1	Restfestigkeitsbestimmung nach Reibbeanspruchung	64
5.1.1	Restfestigkeitsbestimmung an $\text{Al}_2\text{O}_3$	64
5.1.2	Restfestigkeitsbestimmung an $\text{Si}_3\text{N}_4$	69
5.2	Zyklische 4-Punkt-Biegung mit überlagerter Reibbeanspruchung	73
5.2.1	Zyklische Reibermüdung an $\text{Al}_2\text{O}_3$	74
5.2.2	Zyklische Reibermüdung an $\text{Si}_3\text{N}_4$	77
5.3	Statische Versuche	81
5.4	Verlauf der Tangentialkraft	81
5.5	Mikroskopische Charakterisierung der Schädigungsentwicklung	84
5.5.1	Rasterelektronenmikroskopie	84
5.5.2	Konfokales Weißlichtmikroskop	91
5.5.3	Rasterelektronenmikroskopie und Focused Ion Beam	100
<b>6</b>	<b>Ergebnisdiskussion</b>	<b>112</b>
6.1	Restfestigkeitsversuche	112
6.1.1	$\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramiken	112
6.1.2	$\text{Si}_3\text{N}_4$ -Keramiken	115
6.2	Statische Versuche	116
6.3	Zyklische Versuche	117
6.3.1	Reibermüdungsversuche an $\text{Al}_2\text{O}_3$	117
6.3.2	Reibermüdungsversuche an $\text{Si}_3\text{N}_4$	119
6.4	Schädigungshypothese	121
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>125</b>
<b>8</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>128</b>

## 1 Einleitung und Motivation

In vielen Anwendungen werden zunehmend höhere thermische Wirkungsgrade, bessere Korrosionsbeständigkeit und höhere Verschleißwiderstände bei gleichzeitiger Reduktion des Gewichtes gefordert. Oftmals können diese Anforderungen nur durch den Einsatz ingenieurkeramischer Werkstoffe erfüllt werden, weshalb zunehmend keramische Komponenten zum Einsatz kommen. Den hervorragenden Eigenschaften von Keramiken stehen allerdings auch Nachteile wie z.B. deren sprödes Materialverhalten gegenüber. Die Sprödigkeit der Hochleistungskeramiken resultiert aus ihrer mangelnden Fähigkeit Spitzenspannungen durch plastische Verformung abzubauen. So können Spannungsspitzen an herstellungsbedingten Rissen, Poren und sonstigen Einschlüssen bereits zum Versagen der Bauteile führen.

Der Sonderforschungsbereich 483 „Hochbeanspruchte Gleit- und Friktionssysteme auf Basis ingenieurkeramischer Werkstoffe“, in dessen Rahmen diese Arbeit entstanden ist, hat es sich zur Aufgabe gemacht, die Grundlagen für einen wirtschaftlichen und sicheren Einsatz keramischer Werkstoffe bereit zu stellen. Dies soll durch die wissenschaftliche Durchdringung des gesamten Produktentstehungsprozesses von der Bereitstellung der notwendigen Auslegungswerkzeuge über bauteilspezifische Werkstoffe, Prüftechniken und Qualitätssicherung bis zur Realisierung prototypischer Bauteile geschehen. So sind Demonstratorprojekte entstanden, wie z.B. eine Hochdruckpumpe für Ottokraftstoff mit keramischen Komponenten, welche Förderdrücke bis zu 500 bar ermöglichen oder keramische Walzensysteme welche hinsichtlich Handling und Standzeiten ein großes Potenzial besitzen.

Um keramische Bauteilkomponenten sicher und zuverlässig gestalten zu können, müssen die Mechanismen bekannt sein, durch die das betreffende Bauteil unter der einsatzspezifischen Belastung geschädigt wird bis es schließlich versagt, wodurch es zum Ausfall des Gesamtsystems kommen kann. Nur so kann eine Dimensionierung im Konstruktionsprozess erfolgreich vorgenommen und die Zuverlässigkeit des Systems maximiert werden.

Als eine mögliche Schadensursache wurde das Phänomen der Reibermüdung identifiziert, die zu Ausbrüchen und Rissen führen kann. Reibermüdung tritt auf, wenn in

## 1 Einleitung und Motivation

der Kontaktzone zwischen zwei zyklisch beanspruchten Bauteilen oder Komponenten eine reversierende Bewegung relativ zueinander stattfindet und dies auch, wenn diese Relativbewegungen nur mit sehr kleinen Wegamplituden im Mikrometerbereich erfolgen. Die Gleitreibung in der Kontaktzone kann unterschiedliche Ursachen haben. Sie kann beispielsweise durch die Bewegung eines der Kontaktkörper relativ zum Gegenkörper verursacht werden. Reibermüdung kann aber auch auftreten, wenn die beiden Kontaktkörper unterschiedliche elastische Eigenschaften besitzen.

Während zu metallischen Werkstoffen zahlreiche Forschungsberichte zur Reibermüdung existieren und es zu diesem Thema eine breite Datenbasis gibt, wurde die Reibermüdung an ingenieurkeramischen Werkstoffen bisher kaum erforscht. Daher ist der aktuelle Kenntnisstand zum Reibermüdungsverhalten von ingenieurkeramischen Werkstoffen als unzureichend zu bezeichnen.

Ziel der durchgeführten Untersuchungen war, die Schädigungs- und Versagensmechanismen ingenieurkeramischer Werkstoffe am Beispiel von Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) und Siliziumnitrid ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) unter Reibermüdungsbeanspruchung zu ermitteln und damit die Voraussetzungen für eine verbesserte Zuverlässigkeits- bzw. Lebensdauervorhersage zu schaffen. Ein verbessertes Verständnis der Vorgänge, welche zu reibermüdungsinduzierter Schädigung führen, ermöglicht neben einer höherer Ausfallsicherheit durch präzisere Lebensdauervorhersagen auch die Nutzung des Entwicklungspotentials ingenieurkeramischer Werkstoffe in der Zukunft.

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

### 2.1 Grundlagen Ermüdung

Der Vorgang, bei dem sich ein Werkstoff bei zyklischer Beanspruchung strukturell verändert wird ganz allgemein als Ermüdung definiert. Der zyklisch beanspruchte Werkstoff durchläuft die Rissbildungs- und Rissausbreitungsphase und versagt letztendlich durch Bruch [22]. Ermüdungsbrüche treten in vielen unterschiedlichen Formen in Erscheinung. Zyklische Belastung in Form von Spannungen oder Dehnungen haben *mechanische Ermüdung* zur Folge. Zyklische Belastungen in Kombination mit hohen Temperaturen verursachen *Kriechermüdung*; wenn auch der Temperaturverlauf zyklisch ist, spricht man von *thermo-mechanischer Ermüdung*. Periodische Belastung in einer chemisch aggressiven oder versprödenden Atmosphäre verursacht *Korrosionsermüdung*. Die zyklische Belastung durch äußere Kräfte in Kombination mit gleitendem oder rollendem Kontakt wird *Gleitkontakt-* bzw. *Rollkontaktermüdung* genannt. Reibermüdung ist nach [93] die Kombination von zyklischer Belastung in Kombination mit Relativbewegung und Gleitreibung zwischen Oberflächen.

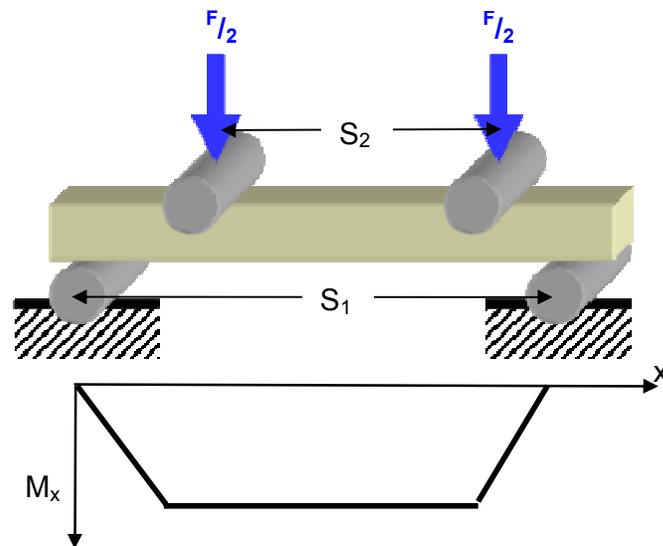
Die ersten systematischen Ermüdungsversuche wurden im Zeitraum von 1852-1869 von August Wöhler (\*1819 bis †1914), Obermaschinenmeister a. d. königl. Niederschlesisch-Märkischen Eisenbahn, an Radsatzwellen von Eisenbahnen durchgeführt. Seine Untersuchungen umfassten Biegung, Torsion und axiale Belastung an diesen Bauteilen. Auf seiner Arbeit beruhen die nach ihm benannten Wöhlerdiagramme zur Ermittlung des Lebensdauerverhaltens bei unterschiedlichen Beanspruchungsamplituden und der Wechselfestigkeit.

Da fast alle technischen Bauteile schwingend beansprucht werden, hat die Erforschung der Schwingfestigkeit eine große sicherheitsrelevante und wirtschaftliche Bedeutung. Präzise Lebensdauervorhersagen zyklisch beanspruchter Bauteile sind die Grundvoraussetzung für eine wirtschaftliche Dimensionierung und erhöhen die Ausfallsicherheit.

## 2.2 4-Punkt-Biegung an ingenieurkeramischen Werkstoffen

Zur Bestimmung der mechanischen Festigkeitskennwerte von Keramiken hat sich der genormte Vier-Punkt-Biegetest [1], [88] etabliert. Die Ergebnisse aus dem Vier-Punkt-Biegetest sind Grundlage zur Bestimmung des Einflusses der Reibermüdung auf die Lebensdauer zyklisch beanspruchter keramischer Bauteile [4].

Aufgrund der günstigen Probenherstellung und der relativ einfachen Versuchsführung ist der 4-Punkt-Biegeversuch die am weitesten verbreitete Prüfmethode, um mechanische Festigkeitskennwerte an keramischen Proben zu ermitteln. Hierbei wird eine balkenförmige Biegeprobe (meistens  $3 \times 4 \times 45 \text{ mm}^3$ ) entweder dynamisch oder zyklisch belastet. Mittels Vier-Punkt-Biegung wird ein konstantes Biegemoment über einen relativ großen Bereich der Probe erreicht. Es hat sich gezeigt, dass schwingend beanspruchte Keramiken mit Glasphasen auf den Korngrenzen zu zyklischer Ermüdung neigen [3]. Dem 4-Punkt-Biegeversuch (*Abbildung 2-1*) wird oft wegen des größeren Messbereichs mit konstantem Biegemoment gegenüber dem 3-Punkt-Biegeversuch der Vorzug gegeben, auch wenn aufgrund statistischer Einflüsse die Festigkeitswerte niedriger liegen [1].



*Abbildung 2-1: Schematische Darstellung des 4-Punkt-Biegeversuchs mit Momentenverlauf*

Nach [88]

$$\sigma_{R,\max} = \frac{3(S_1 - S_2)}{2h^2b} F \quad (2-1)$$

berechnet sich die maximale Randspannung der Biegeprobe aus dem Abstand der Belastungsrollen  $S_1$ - $S_2$ , der Probenhöhe  $h$ , der Probenbreite  $b$  und der Belastungskraft  $F$ . Der 4-Punkt-Biegeversuch dürfte im Hinblick auf die Messfehlerbeurteilung der am umfassendsten untersuchte Festigkeitstest sein [1], [2]. Eine ausführliche Fehlerbetrachtung wird z.B. in [3] gegeben.

### **2.3 Grundlagen Reibermüdung**

#### **2.3.1 Tribologie**

Reibermüdung ist ganz allgemein den Fachgebieten Tribologie und Schwingfestigkeit zuzuordnen. Nach [95] versteht man unter Tribologie die Wissenschaft und Technik von aufeinander wirkenden Oberflächen in Relativbewegung. Sie umfasst das Gesamtgebiet von Reibung und Verschleiß, einschließlich Schmierung und schließt entsprechende Grenzflächenwechselwirkungen sowohl zwischen Festkörpern als auch zwischen den Festkörpern und Flüssigkeiten ein [90]. Bauteile, die in dieser Art und Weise in Verbindung stehen, werden als tribologisches System bezeichnet. Zu den Aufgaben tribologischer Systeme gehört u.a. die Übertragung von Bewegung, Arbeit, Masse oder Information [92].

Sowohl Reibung als auch Verschleiß sind keine auf einen bestimmten Werkstoff bezogenen Kenngrößen. Betrachtet werden muss immer die Gesamtheit des tribologischen Systems. Dieses systemabhängige Verhalten erfordert also die Analyse und Betrachtung des Zusammenwirkens aller beteiligten Bauteile und Zwischenstoffe sowie von Bewegungs- und Belastungszuständen. Um ein tribologisches System exakt beschreiben zu können, ist es wichtig die Ausgangsbedingungen, den Ablauf und den Endzustand des Systems zu kennen. Als Ausgangsbedingungen werden die Oberflächenbeschaffenheit, die Kontaktgeometrie und die mechanischen Werkstoffeigenschaften der Tribopartner, sowie die auf das System einwirkenden mechanischen Belastungen verstanden [94].

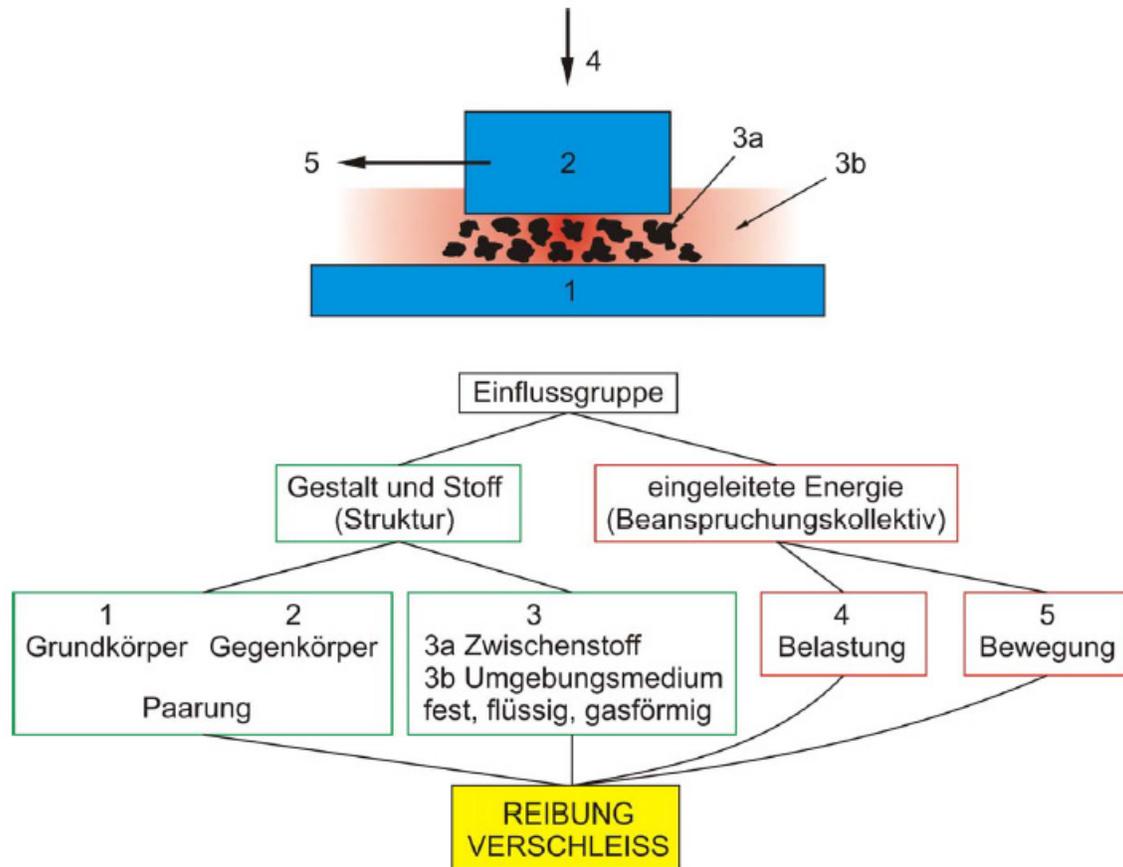


Abbildung 2-2: Tribologisches System [91]

Der Ablauf wird im Wesentlichen durch Reaktionsgrößen, wie z.B. die Reibungszahl, die Temperatur, die Oberflächenveränderung und die Beanspruchungsdauer sowie der Kinematik und dem zeitlichen Bewegungsablauf bestimmt. Die Kinematik kann nach [95] in Gleiten, Rollen, Wälzen, Stoßen, Prallen und Strömen unterteilt werden. Der zeitliche Bewegungsablauf wird nach kontinuierlicher, oszillierender und intermittierender Bewegung unterteilt. Der Endzustand des Tribosystems wird beschrieben durch die Veränderungen von geometrischen und stofflichen Veränderungen. Die Energieumsetzung und der Werkstoffabtrag erfolgen nach den sog. Verschleißmechanismen, die die Reaktion des Werkstoffs auf das aufgeprägte Beanspruchungskollektiv zum Ausdruck bringen [91]. Alle Prozesse können überlagert auftreten und von chemischen Reaktionen, welche zu Reaktionsschichtbildungen führen können, mit dem Umgebungsmedium in der Grenzfläche begleitet sein. Die maßgeblichen Verschleißmechanismen sind in *Abbildung 2-3* dargestellt.

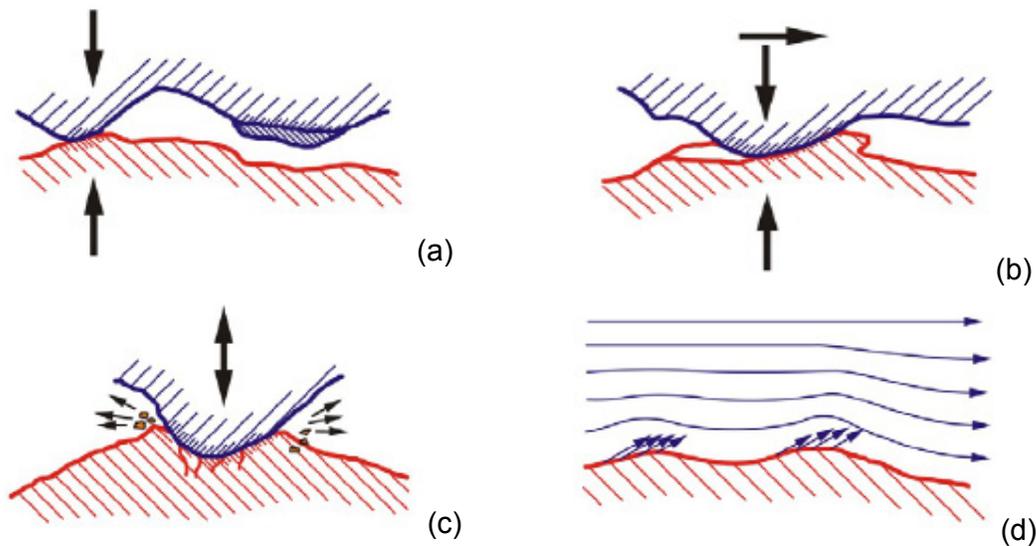


Abbildung 2-3: (a) Adhäsion, (b) Abrasion, (c) Oberflächenzerrüttung, (d) tribochemische Reaktion / Ablation [91]

Nach [95] wird unter Adhäsion die Ausbildung und Trennung von Grenzflächen-Haftverbindungen in Form von z.B. Kaltverschweißen oder Fressen verstanden. Abrasion ist der Materialabtrag durch ritzende Beanspruchung verursacht durch Mikrospanen, Mikropflügen oder Mikrobrechen. Die Oberflächenzerrüttung wird definiert als Ermüdung und Rissbildung in Oberflächenbereichen durch tribologische Wechselbeanspruchung, die zu Materialabtrennungen in Form so genannter Grübchen führen. Tribochemische Reaktion ist die Entstehung von Reaktionsprodukten durch die Wirkung von tribologischer Beanspruchung bei chemischer Reaktion von Grundkörper, Gegenkörper und umgebendem Medium. Ablation wird hervorgerufen durch hohe Energiedichte an der Oberfläche durch Kavitation.

Eine Grundvoraussetzung für Relativbewegung zwischen zwei Körpern ist, dass die Haftreibung überwunden werden muss. Der Reibkoeffizient  $\mu$  wird nach Amontons (1699) - Coulomb (1785) gemäß der Gleichung

$$\mu = \frac{F_R}{F_N} \quad (2-2)$$

aus der Normalkraft  $F_N$  und der Reibkraft  $F_R$  berechnet. Hierbei wird die Annahme getroffen, dass die Reibungskraft unabhängig von der geometrischen Kontaktfläche ist. Die Haftreibung nimmt proportional mit der Anzahl der Bindungen zwischen

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

Grund- und Gegenkörper zu und ist häufig größer als die Gleitreibung (Abbildung 2-4 a).

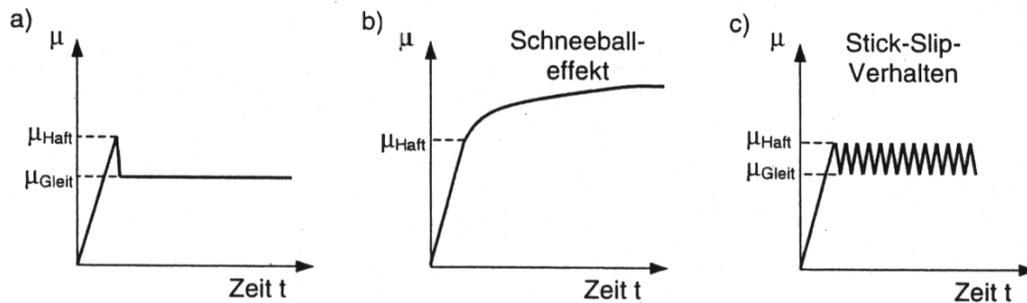


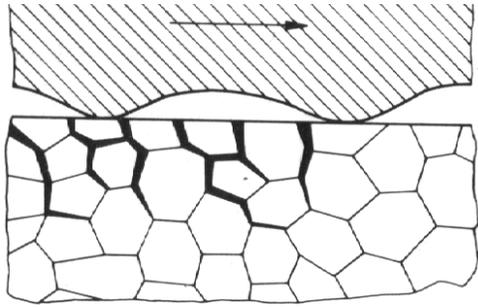
Abbildung 2-4: Schematische Darstellung (a) eines Haft-Gleitreibungsvorganges (b) mit Schneeballeffekt und (c) mit Stick-Slip-Verhalten [124]

Dies ist der Fall, wenn im Kontakt starke adhäsive Kräfte und verformungsfähige Materialien mit relativ geringer Härte vorliegen [124]. Czichos und Habig geben in [102] einen umfassenden Überblick über den Adhäsionseinfluss bei Reibprozessen. Einen weiteren wesentlichen Einfluss auf die Haftreibung hat die Oberflächenrauheit. Besitzen beide Kontaktpartner hohe Oberflächengüte, tritt aufgrund erhöhter Adhäsion eine hohe Haftreibung auf. Bei Metall/Metall Kontakten hängt die Adhäsionsneigung mit der Elektronendichte im Kontaktbereich zusammen. Metalle mit hoher Dichte beweglicher Elektronen, wie Edelmetalle, neigen eher zur metallischen Adhäsion, als Metalle mit geringer Dichte freier Elektronen, wie z.B. Chrom [102]. In Metall/Keramik-Gleitreibungsversuchen wurde festgestellt, dass ein zunehmender Anteil an d-Valenzelektronen bei den Metallen den Reibungskoeffizienten verringerte. Dies wurde darauf zurückgeführt, dass mit zunehmendem d-Bindungsanteil die chemische Oberflächenaktivität der Übergangsmetalle abnimmt [125]. Bei hinreichend hoher Flächenpressung findet Materialübertrag, bevorzugt vom weicheren auf den härteren Kontaktpartner, statt.

Besitzen beide Körper eine relativ raue Oberfläche, ist die erforderliche Verformung oder Abscherung von Profilsitzen die Ursache für hohe Haftreibungszahlen. Reibungsbedingte Tangentialkräfte bewirken in duktilen Werkstoffen mehr oder minder ausgeprägte plastische Verformungen. Nach wiederholtem Reibkontakt wird die Verformungsfähigkeit überschritten, was zur Bildung von Rissen führt [102]. Keramiken besitzen aufgrund ihrer hohen Festigkeit und Härte eine äußerst geringe Verfor-

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

mungsfähigkeit. Daher können lokal bereits unter dem Einfluss von geringen Normal- bzw. Tangentialkräften Oberflächenrisse entstehen (*Abbildung 2-5*).



*Abbildung 2-5: Oberflächenschädigung beim Gleitverschleiß in spröden Werkstoffen durch Aufreißen von Korn und Phasengrenzen [125]*

Bei der Paarung eines rauhen Körpers mit einem glatten Gegenkörper tritt aufgrund der relativ geringen Adhäsion und geringen aufzuwendenden Verformungsenergie ein Minimum der Haftreibung auf [124].

Nach Überwindung der Haftreibung kann es auch zu einem Anstieg der Gleitreibung kommen (*Abbildung 2-4b*). Dieses Phänomen wird nach Rabinowicz [126] als Schneeballeffekt bezeichnet. Hierbei werden durch lokale Verschweißungen die beiden Oberflächen der Kontaktpartner deformiert, was mit zunehmendem Gleitweg zu einer zunehmenden Kontaktfläche führt und somit auch höhere adhäsive Kräfte wirken können.

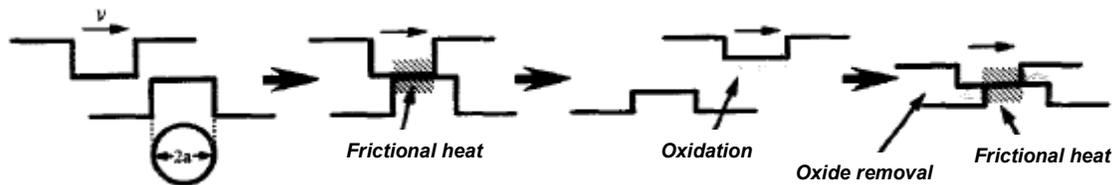
Durch periodisches Haften und Gleiten kann ein so genanntes Stick-Slip-Verhalten auftreten. Die Stick-Slip-Effekte hängen sehr stark von der Gleitgeschwindigkeit sowie von der Steifigkeit des Systems ab. In [127] wird eine Grenzgeschwindigkeit definiert, ab welcher keine Stick-Slip-Effekte mehr zu erwarten sind, glatte Oberflächen mit stark adhäsiver Wechselwirkung hingegen begünstigen periodisches Stick-Slip-Verhalten [124].

Einen weiteren Einfluss auf Reibung und Verschleiß hat der Einsatz von Schmierstoffen bzw. das Umgebungsmedium. Hierbei wird der unmittelbare Kontakt von Grund- und Gegenkörper unterbrochen. In [102], [130] und [131] wird ausführlich auf die Schmierung mit flüssigen Schmierstoffen sowie mit Feststoffen und Fetten eingegangen. Zum Gahr zeigt in [125] im Stift-Scheibe-Versuch an Siliziumnitrid, dass bereits 50 % relativer Luftfeuchte ausreichen, um den Reibkoeffizienten sowie den relativen

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

Verschleißbetrag, im Vergleich zu Versuchen in trockener Umgebung, erheblich zu reduzieren. Habig und Klaffke zeigen in [128] und [129], dass der Einfluss der Luftfeuchte auf den Reibkoeffizient bei einer Reibpaarung 100Cr6 gegen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bzw.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  sehr gering ist. Der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf den linearen Verschleißbetrag bei der Paarung 100Cr6/ $\text{Si}_3\text{N}_4$  ist allerdings erheblich. Bei trockener Luft (5 % r.h.) ist der Verschleiß am geringsten, während bei normaler (50 % r.h.) und feuchter (95 % r.h.) Luft der Verschleiß deutlich größer ist. Hierbei wird auch bemerkt, dass der Verschleiß an der Keramik größer ist als am Stahlkörper. Bei der Paarung  $\text{Al}_2\text{O}_3$  gegen 100Cr6 jedoch ist der Verschleißkoeffizient bei trockener Luft am größten und nimmt mit zunehmender relativer Luftfeuchtigkeit um bis zu einer Größenordnung ab. Bei dieser Werkstoffpaarung tritt bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nahezu kein Verschleiß auf. Für das unterschiedliche tribologische Verhalten keramischer Werkstoffe wird die Bildung von Triboreaktionsschichten verantwortlich gemacht [128].

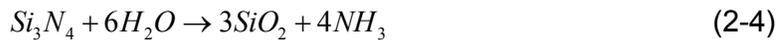
Tribochemische Schichten entstehen durch die Reaktion eines Mediums, z.B. Schmierstoff oder Luftfeuchtigkeit mit der mechanisch beanspruchten Oberfläche des keramischen Grund- bzw. Gegenkörpers. Das Umgebungsmedium greift den Werkstoff korrosiv an. Dies kann durch Reibung und die dadurch entstehende Wärme (*Abbildung 2-6*) im Kontakt begünstigt bzw. beschleunigt werden [132], [135].



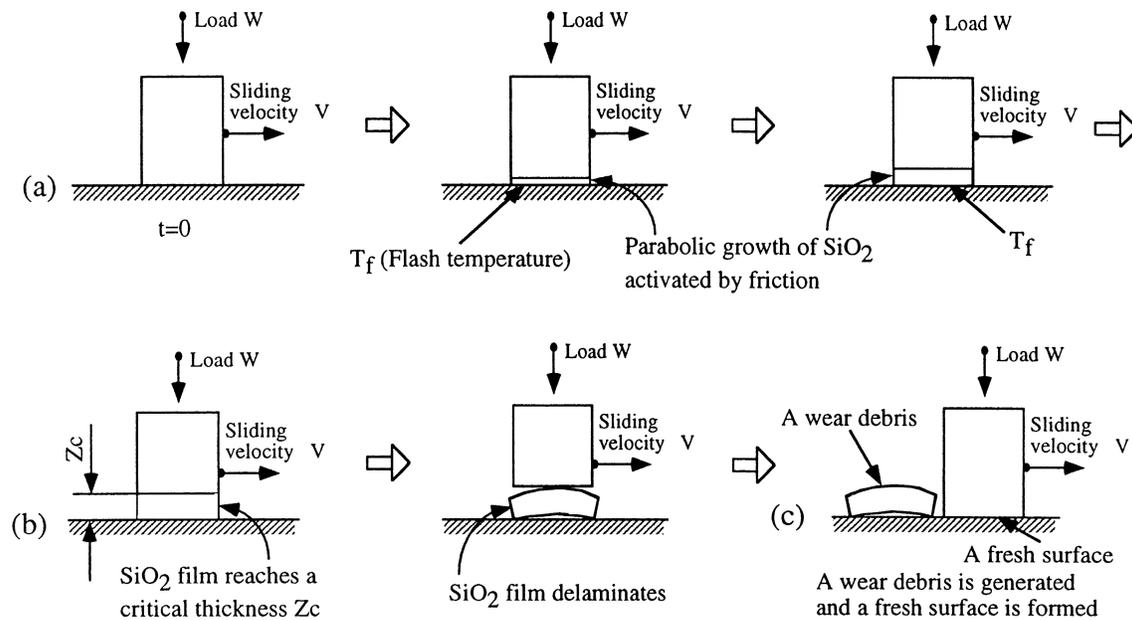
*Abbildung 2-6: Tribochemische Reaktion im Reibkontakt [135]*

Bei Siliziumnitrid wird in oberflächennahen Bereichen unter Einwirkung von Luftfeuchtigkeit und Reibung die tribochemische Oxidation des Werkstoffs zu Siliziumdioxid begünstigt. In flüssiger Umgebung kann die tribochemische Oxidation von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gar zur Auflösung der Oxide im Medium führen. Kitaoka et al. [136] haben gezeigt, dass sich eine  $\text{SiO}_2$ -Triboschicht schon bei niedrigen Temperaturen bis  $120\text{ }^\circ\text{C}$  bildet:

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand



In *Abbildung 2-7* wird am Beispiel der durch die tribochemische Reaktion gebildeten  $\text{SiO}_2$ -Schicht der tribochemische Verschleißprozess schematisch veranschaulicht.



*Abbildung 2-7 Tribochemisches Verschleißmodell [134]*

Die tribochemische Wechselwirkung zwischen Aluminiumoxid und Wasser ist schwächer ausgeprägt. Hier sind zwei tribochemische Reaktionen zu beobachten. Zum einen werden stabile Hydroxide gebildet, die als Festschmierstoff agieren, zum anderen ist eine Zunahme der Verschleißrate durch Versprödung aufgrund von Chemisorption zu verzeichnen [132]. Sato et al. haben in [133] gezeigt, dass  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in wässriger Lösung mit  $\text{NaOH}$ , bei Temperaturen von  $150 - 200\text{ }^\circ\text{C}$ , folgende Korrosionsreaktion zeigt:



## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

Durch Reibung und Verschleiß entstehen den jeweiligen Volkswirtschaften der Industrieländer jährliche Verluste in Höhe von etwa 5% des Bruttonationalproduktes, das bedeutet für Deutschland ca. 35 Milliarden Euro/Jahr [90]. Somit besteht durch Berücksichtigung tribologischer Kenntnisse sowie Verbesserung technischer Prozesse ein erhebliches Einsparpotenzial.

### 2.3.2 Kontaktmechanik

Maßgeblich für Reibermüdung sind sich überlagernde Spannungsfelder. Zum einen wird der Spannungszustand von der 4-Punkt-Biege Grundbelastung bestimmt, zum anderen vom Spannungsfeld welches durch das Anpressen und das Bewegen des Reibkörpers in der Kontaktfläche entsteht. Hinsichtlich der Versuchsführung soll im Folgenden auf die Kontaktmechanik für den Belastungsfall Kugel gegen Ebene eingegangen werden. Zunächst wird die Kontaktfläche beurteilt. In [96] wird der Belastung durch eine Kugel der Begriff *incomplete contact* zugeordnet. Dies bedeutet, dass die Kontaktfläche von der Größe der aufgebrachten Normalkraft abhängt. Im Gegensatz dazu steht der so genannte *complete contact* durch z.B. einen Stempel. Hier ist die Kontaktfläche nicht von der Größe der Normalkraft abhängig. Die beiden Belastungsarten sind schematisch in Abb. 2.8 dargestellt.

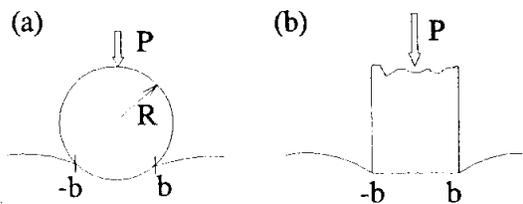


Abbildung 2-8: (a) *incomplete contact*, (b) *complete contact* [96]

Die Grundlagen für die aus der Berührung zweier fester Körper entstehenden Spannungen hat 1881 Heinrich Rudolf Hertz [98], [99] geschaffen. Voraussetzung für die Anwendung der Hertzischen Formeln ist die vereinfachende Annahme, dass sich die Körper in reibungsfreiem Kontakt befinden. Dies beinhaltet die Randbedingung, dass beide Körper aus dem identischen Werkstoff bestehen. Dieser reibungsfreie Fall soll zunächst betrachtet werden. Der Radius  $a$  der Kontaktfläche bei einem Kugel-Ebene-Kontakt ergibt sich nach [97] zu:

$$a = \sqrt[3]{\frac{3F(1-\nu^2)d}{4E}} \quad (2-7)$$

$F$  = Normalkraft [N];  $\nu$  = Querkontraktionszahl;  $E$  = E-Modul [MPa];  $d$  = Durchmesser der Kugel [mm]

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

Somit errechnet sich die durchschnittliche Kontaktpressung zu:

$$p_0 = \frac{F_N}{\pi a^2} \quad (2-8)$$

Die maximale Hertz'sche Pressung im Kontakt errechnet sich gemäß [97] nach folgender Formel:

$$p_{\max} = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_N}{\pi \cdot a^2} = \sqrt[3]{\frac{6F \cdot E^2}{\pi^3 (1-\nu^2)^2 \cdot d^2}} \quad (2-9)$$

Keramische Werkstoffe versagen unter Kontaktbelastung aufgrund zweier Mechanismen. Stabiles und/oder unterkritisches Risswachstum bis zum Materialversagen durch instabile Rissausbreitung finden unter der Wirkung makroskopischer Zugspannung statt. Bildung und Wachstum von Mikrorissen kann aber auch bei makroskopischen Druckspannungen stattfinden [105]. Nach [105] ist eine mögliche Ursache für Rissbildung unter Druckbelastung, dass lokal begrenzt hinreichend große Zugspannungen auftreten, welche auf Korngrenzen wirken und somit lokale Schädigungen im Probevolumen hervorrufen können. Diese lokalen Schädigungen erreichen jedoch zunächst aufgrund des hydrostatischen Spannungszustands keine kritische Größe.

Aus den Darstellungen in *Abbildung 2-9* und *Abbildung 2-10* ist zu erkennen, dass sich im Kontaktbereich steile Spannungsgradienten ausbilden. Die Ergebnisse in *Abbildung 2-9* sind auf Grundlage von [21] mit den Randbedingungen Kugelradius 7.5mm, Anpresskraft 10 N und Reibwert 0,8 berechnet. In *Abbildung 2-10* ist dargestellt, dass sich zwischen den Druckspannungen im Zentrum und den Zugspannungen des Kontaktes an der Kontaktgrenzfläche steile Spannungsgradienten ausbilden. Die maximalen Schubspannungen (*Abbildung 2-10 (c)*) befinden sich  $\approx 0,5a$  unterhalb der Oberfläche, während die maximalen Hauptzugspannungen an der Oberfläche wirken [13].

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

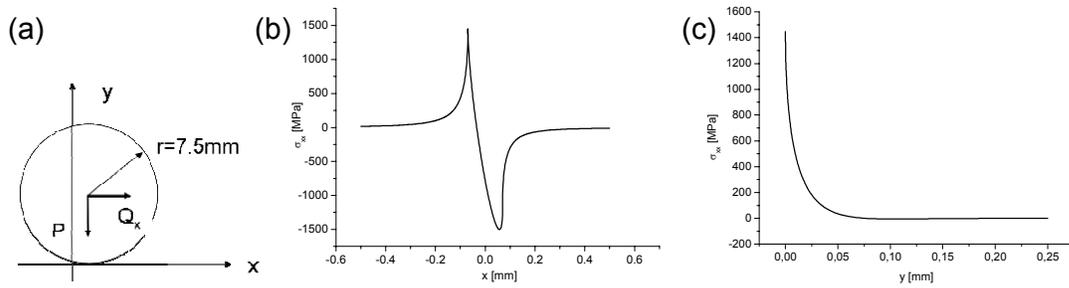


Abbildung 2-9: (a) Kontaktbedingung, (b) Zugspannungsverlauf  $\sigma_{xx}$ , (c) Tiefenverlauf bei max.  $\sigma_{xx}$

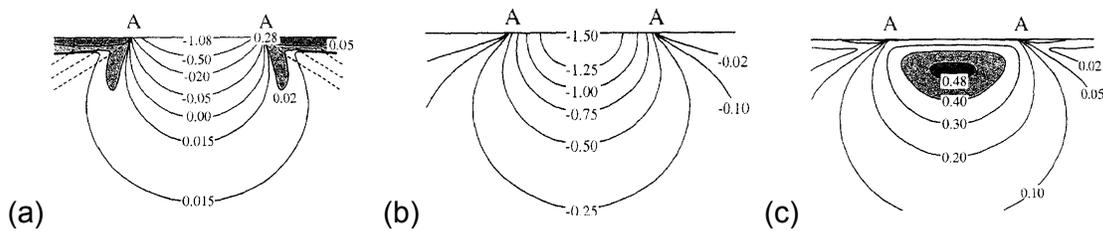


Abbildung 2-10: Hauptnormalspannungen (a)  $\sigma_1$  und (b)  $\sigma_3$ , (c) Hauptschubspannungen  $\tau_{13}$  für  $\nu=0,22$  in Abhängigkeit von  $p_{max}$ , A-A= Kontaktdurchmesser  $2a$  [106]

In [104] und [106] sind die Grundlagen zur Berechnung der Hertz'schen Spannungsfelder detailliert beschrieben. Als Schädigungsbild der Kontaktermüdung treten so genannte „cone cracks“ auf (Abbildung 2-11).

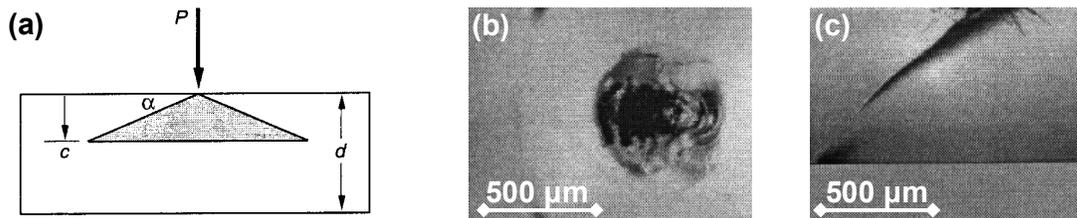


Abbildung 2-11: (a) Schematische cone crack Darstellung, (b) Top und (c) Seitenansicht eines cone cracks in einer Glas/Polycarbonatdoppelschicht [124]

Kontaktermüdung an spröden Werkstoffen, wie z.B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wurde in der Vergangenheit umfassend untersucht. In [107] werden eine Reihe von Prüfaufbauten und Prozeduren zur Erforschung zyklischer Kontaktermüdung vorgestellt. Einen sehr guten Überblick zu den Forschungsarbeiten zu diesem Thema wird in den Arbeiten von Fett et al. [107]-[117] und Lawn et al. [106] gegeben.

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

Wirkt nun eine Tangentialkraft  $Q$ , welche ausreichend groß ist, um eine mikro- bzw. makroskopische Relativbewegung zwischen den beiden Körpern zu verursachen, treten daraus Tangentialspannungen  $q$  auf. Hierbei kommt es je nach Größe der Tangentialkraft und der daraus resultierenden Relativbewegung zwischen den Reibpartnern zur Ausbildung von Haft- und Gleitzonen. Nach [102] werden drei Zustände unterschieden:

- Stick regime  $< 2 \mu\text{m}$  (Haften mit elastischer Verformung der Mikrokontakte ohne Gleitung)
- Mixed stick-slip (Teilgleitung, meist am Rand der Mikrokontaktfäche)
- Gross slip regime  $> 10 \mu\text{m}$  (Volles Abgleiten der Mikrokontakte)

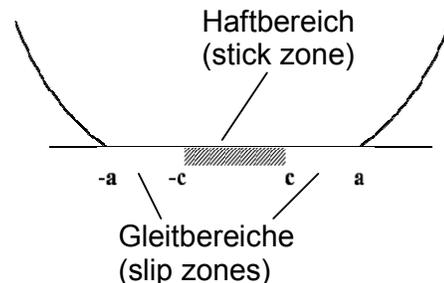
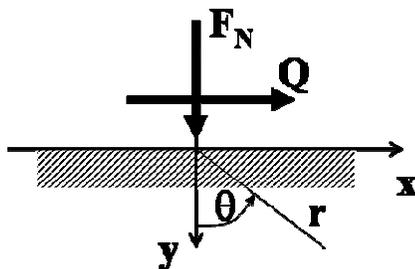
Auch bei infinitesimal kleinen Relativbewegungen zwischen Grund- und Gegenkörper treten nach [96] und [101] in der Kontaktzone eine Haftzone (stick-zone) und eine Gleitzone (slip-zone) auf. Hierbei werden die beiden Fälle für partielle Gleitung (partial slip)

$$q(r) < \mu_H \cdot p_{\max} \sqrt{1 - \frac{r^2}{a^2}} \quad (2-10)$$

und für vollständiges Gleiten (full slip)

$$q(r) = \mu_H \cdot p_{\max} \sqrt{1 - \frac{r^2}{a^2}} \quad (2-11)$$

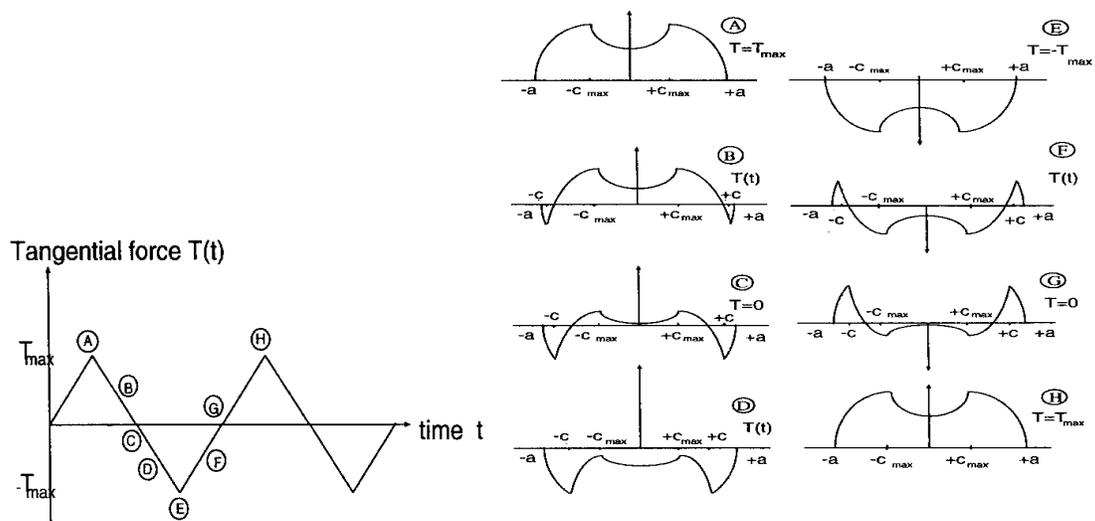
unterschieden. *Abbildung 2-12* zeigt ein Schema der auftretenden Kräfte mit dazugehörigem Koordinatensystem. In *Abbildung 2-13* sind die Gleit- und Haftbereiche schematisch dargestellt.



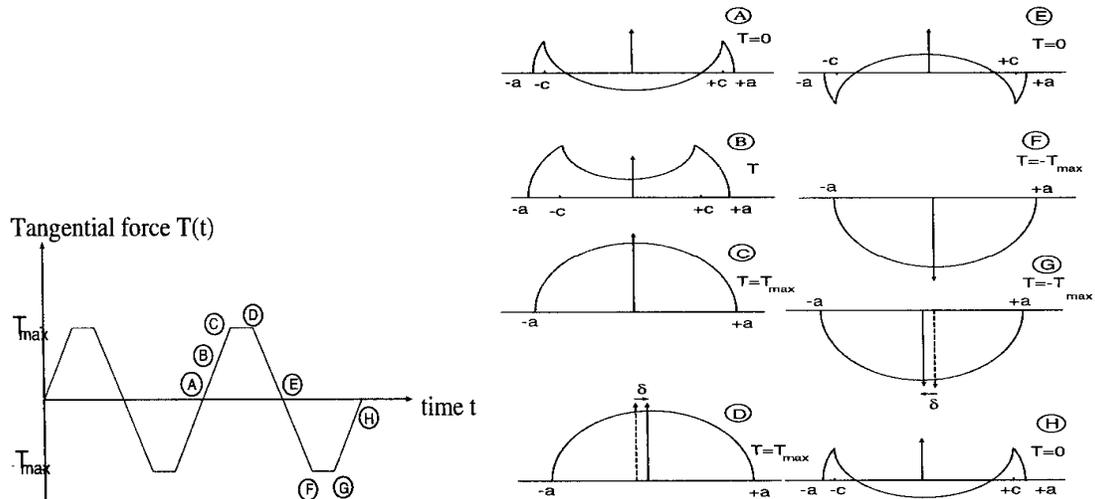
*Abbildung 2-12: Halbebene zur Darstellung von Normal- und Tangentialkräften nach [96]* *Abbildung 2-13: Gleit- und Haftzonen für Kugel-Ebene-Lastfall nach [96]*

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

Hieraus ergeben sich bei zyklischer Beanspruchung die in *Abbildung 2-14* und *Abbildung 2-15* schematisch dargestellten Tangentialkraftverteilungen  $T(t) = Q(t)$  in Abhängigkeit der Zeit für einen Reibzyklus unter partieller Gleitung (partial slip) bzw. vollständiger Gleitung (full slip).



*Abbildung 2-14: Tangentialkraftverteilung in einem Belastungszyklus ohne vollständige Gleitbewegung (partial slip) nach [101]*

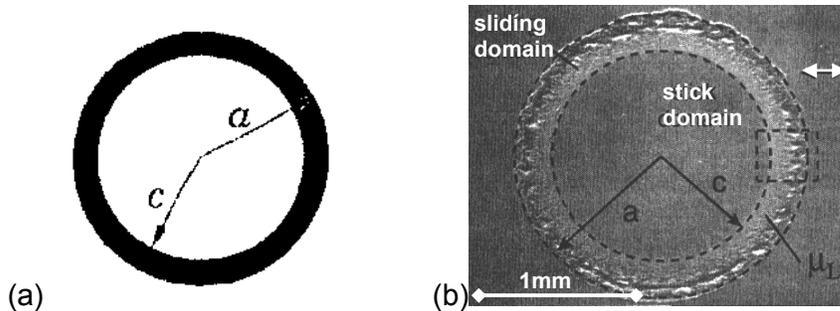


*Abbildung 2-15: Tangentialkraftverteilung in einem Belastungszyklus mit vollständiger Gleitbewegung (full slip) nach [101]*

In *Abbildung 2-16 b* ist der Reibermüdungsbereich einer 30NiCrMo Probe zu erkennen, welche mit einer Kugel aus einem 52100-Chrom-Stahl mit  $\varnothing = 100$  mm,  $F_N = 1250$  N und einer Wegamplitude von  $5 \mu\text{m}$  belastet wurde. Deutlich zu erkennen sind

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

die Haft- (stick domain) und Gleitbereiche (sliding domain). Der Pfeil am rechten Bildrand zeigt die Bewegungsrichtung des Reibkörpers an. Untersuchungen von Mindlin [118] haben gezeigt, dass sich im Falle von partieller Gleitung eine kreisförmige Zone konzentrisch zur Kontaktfläche ausbildet, in welcher Haftbedingungen herrschen. Finite Element Berechnungen aus [13] in *Abbildung 2-16 (a)* stimmen sehr gut mit dem Versuch in *Abbildung 2-16 (b)* überein.



*Abbildung 2-16: (a) Ergebnis einer FEM Simulation für Gleit- (sliding) und Haftbereiche (stick domain) [13], (b) REM-Aufnahme des Reibermüdungsbereichs von 30NiCrMo [75]*

Eine differenzierte Betrachtung für Kontaktpartner aus unterschiedlichen Werkstoffen und damit elastisch ungleichen Eigenschaften (*elastically dissimilar bodies*) wird ausführlich in [96], [103] und [104] durchgeführt und beschrieben. Bestehen Grund- und Gegenkörper aus unterschiedlichen Werkstoffen errechnet sich der Koeffizient

$\frac{1-\nu^2}{E}$  zu:

$$\frac{1-\nu^2}{E} = \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right) \quad (2-12)$$

Der so genannte *elastic material mismatch* [93] führt im Kontaktbereich unter der Normalkraft  $F_N$  zu Relativbewegungen und damit zur Ausbildung von Haft- und Gleitbereichen. Somit kann allein durch das Aufbringen einer hinreichend hohen zyklischen Normalkraft Schädigung durch Reibermüdung auftreten. Dieser Fall wird ausführlich von Hills und Nowell in [96] beschrieben. In *Abbildung 2-17* ist schematisch die Ausbildung der Haft- ( $-c < x < c$ ) und Gleitbereiche ( $-a < x < c$  und  $c < x < a$ ) für drei unterschiedliche Kontakt- bzw. Lastbedingungen von Zylindern mit unterschiedlichen elastischen Eigenschaften dargestellt.

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

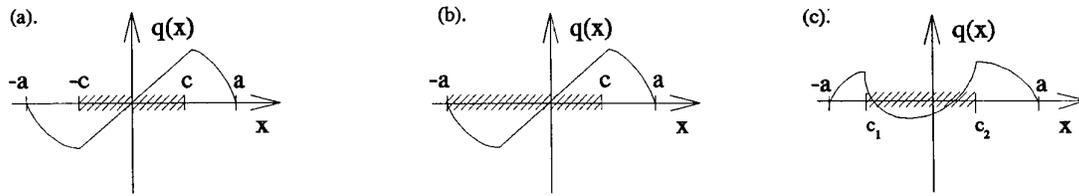


Abbildung 2-17: Übersicht über Haft- und Gleitbereiche für den Kontakt von Zylindern mit unterschiedlichen elastischen Eigenschaften unter Wirkung von (a) reiner Normalkraft, (b) infinitesimal kleiner Querkraft, (c) begrenzten Querkraft [96]

### 2.3.3 Bruch

Bruch ist definiert als die Trennung eines ursprünglich ganzen Körpers in zwei oder auch mehrere Teile. Es existiert eine Vielzahl von Brucherscheinungsformen. Dies liegt daran, dass die Phänomene entscheidend von den mikrostrukturellen Eigenschaften des Werkstoffes bestimmt werden, welche wiederum von Material zu Material stark variieren [137]. Die beim Bruchvorgang ablaufenden physikalischen Vorgänge lassen sich im Wesentlichen in zwei Teilvorgänge aufspalten: die Entstehung und die Ausbreitung eines Risses [138]. Für keramische Bauteile wird eine statistische Bewertung der Bruchfestigkeiten mittels der Weibull-Statistik vorgenommen, welche auf dem Prinzip des schwächsten Kettenglieds beruht.

#### Weibullverteilung

Geringer Widerstand gegen Rissausbreitung ist die Ursache für das spröde Verhalten keramischer Werkstoffe. Je nach Festigkeit der Korngrenzen wird trans- oder interkristalline Rissausbreitung beobachtet [142]. Der Rissursprung ist auf Fehler im keramischen Bauteil zurückzuführen. Die große Streuung der mechanischen Eigenschaften ist auf die Streuung der Fehlergröße zurückzuführen [1]. Dies bedeutet, dass die Statistik der Fehlergröße und –häufigkeit das Versagensverhalten spröder Werkstoffe bestimmt. In der Literatur herrscht weitgehende Übereinstimmung, dass das von Weibull [140] vorgestellte Modell des schwächsten Kettengliedes eine geeignete Methode zur Berechnung solcher Ausfallwahrscheinlichkeiten darstellt [139]. Das Versagensverhalten von spröden Bauteilen wird mit zwei Parametern, dem Weibullmodul  $m$  und der charakteristischen Festigkeit  $\sigma_0$ , beschreiben. Die sich aus der Weibull-Verteilung ergebenden Parameter  $\sigma_0$  und  $m$  sind vom Werkstoff selbst sowie seinen herstellungs- bzw. bearbeitungsbedingten Fehlern abhängig. Die charakteris-

tische Festigkeit  $\sigma_0$  wird außerdem vom beanspruchten Volumen bestimmt [141]. Sind diese Parameter bestimmt ist im Prinzip die Vorhersage der Verteilung der Versagensspannung beliebig großer Bauteile mit beliebigem Spannungsverlauf möglich.

### Linear-elastische Bruchmechanik

Die Bewertung von fehlerbehafteten keramischen Bauteilen mittels der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) setzt das Vorhandensein eines scharfen Anrisses voraus. In der Regel erfüllen die in der Keramik vorhandenen Fehler, z.B. Poren, Einschlüsse diese Voraussetzung nicht unmittelbar. Nach Munz und Fett ([1], [6]) kann trotzdem auf Grundlage der LEBM versucht werden diese Fehler bruchmechanisch zu beschreiben, da zum Einen ein scharfer Riss gefährlicher ist als eine Pore bzw. ein Einschluss, aufgrund der abgerundeten Begrenzungen. Daher wird eine bruchmechanische Betrachtungsweise stets zu einer konservativen Fehlerbewertung führen. Zum Anderen bilden sich von den Fehlern ausgehend scharfe Anrisse aus. Somit gestattet die LEBM eine Beschreibung der von Rissen bzw. rissähnlichen Kerben oder Fehlstellen ausgehenden Bruchvorgänge unter der Voraussetzung, dass die Rissausbreitung in einem elastisch verformten Körper erfolgt und somit die Gesetze der linearen Elastizitätstheorie Anwendung finden können [143].

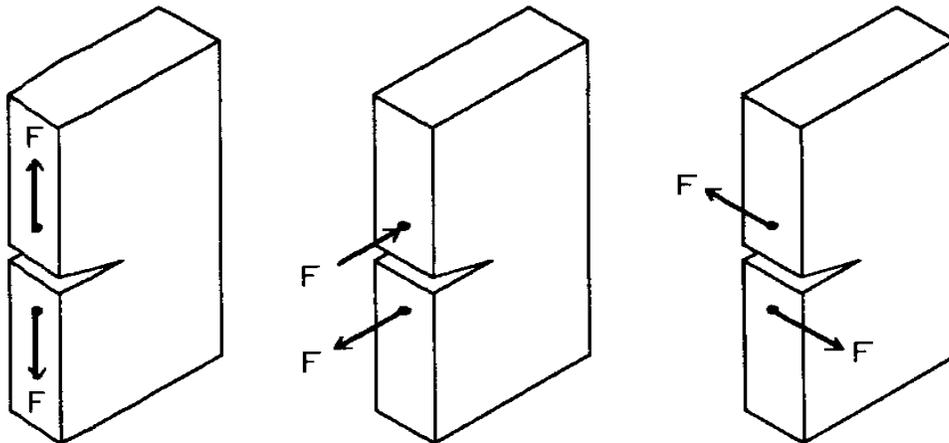
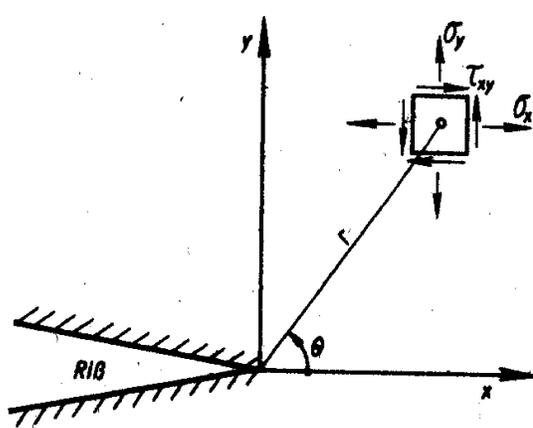


Abbildung 2-18: Grundbelastungsarten eines Risses (a) Zugbeanspruchung senkrecht zur Rissspitze – Mode I, (b) Schubbeanspruchung in Rissrichtung – Mode II, (c) Schubbeanspruchung in Querrichtung – Mode III [145]

Bei der Entwicklung der Grundgleichungen der LEBM kann entweder von der Energiebilanz bei der instabilen Rissausbreitung oder von einer Betrachtung der Spannungsverhältnisse an der Rissspitze ausgegangen werden. In *Abbildung 2-18* sind die drei grundlegenden Beanspruchungsarten der Bruchmechanik dargestellt.

**K-Konzept**

Die Intensität des Spannungsfeldes an der Rissspitze wird durch die Spannungsintensitätsfaktoren K beschrieben. Die Verwendung von Spannungsintensitätsfaktoren K in einem Bruchkriterium geht auf G.R. Irwin (1951) zurück [137]. Sneddon hat in [147] den Verlauf der Spannungen in der Nähe der Rissspitze angegeben:



$$\sigma_x = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right)$$

$$\sigma_y = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right)$$

$$\sigma_z = 0 \quad \text{für ESZ}$$

$$\sigma_z = \nu(\sigma_x + \sigma_y) \quad \text{für EDZ}$$

$$\tau_{xy} = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}$$

*Abbildung 2-19: Zur Beschreibung des Spannungsfeldes an der Rissspitze [143]*

Für spröde Materialien stellt Modus I die kritischste Belastungsart dar [142], daher beschränken sich die folgenden Betrachtungen in erster Linie auf diese Belastungsart. Die Spannungskomponenten und somit auch der Spannungsintensitätsfaktor an der Rissspitze sind eine Funktion der Risslänge und –lage sowie der Probengeometrie. Zur Bestimmung der Spannungsintensität nach [1]:

$$K_I = \sigma \sqrt{a} \cdot f \left( \frac{a}{W} \right) \quad (2-20)$$

muss neben der an der Probe anliegenden äußeren Spannung  $\sigma$  und der Risslänge  $a$  der Geometriefaktor  $f$  bestimmt werden. Dazu stehen verschiedene analytische, numerische und experimentelle Methoden zur Verfügung, z.B. [148], [149] und [150], auf welche an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden soll. Instabile Rissausbreitung tritt ein wenn die Spannung die Bruchfestigkeit  $\sigma_c$  erreicht. Dann setzt insta-

bile Rissverlängerung (Bruch) ein. Der zugehörige Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  erreicht dann eine materialspezifische kritische Größe  $K_{IC}$ . Diese kann durch geeignete Versuche, z.B. [152], auch experimentell ermittelt werden. Mode-I-Risse wachsen maximal mit der Rayleigh-Geschwindigkeit und zwar unabhängig davon, wie hoch die äußere mechanische Spannung ist. Würde der Riss schneller wachsen, dann müsste er elastische Energie an die Umgebung abgeben, anstatt eine Senke für elastische Energie zu sein. Das wäre aber physikalisch unmöglich, weil das Aufbrechen der atomaren Bindungen an der Risspitze Energie verbraucht und nicht freisetzt [151].

### Griffithsches Bruchkriterium

Griffith [144] hat bereits 1921 eine Energiebilanz zur Rissausbreitung aufgestellt. Für die Ausbreitung eines Risses in einem Körper, welcher durch äußere Kräfte beansprucht wird, muss die freiwerdende elastische Verzerrungsenergie gleich oder größer sein als die zur Bildung der Bruchflächen benötigte Oberflächenenergie. Zur Rissausbreitung wird eine Energie  $G_I$  benötigt, welche sich aus der elastisch im Bauteil gespeicherten Energie  $W_{el,0}$  und der Arbeit der äußeren Kräfte  $\Delta W_{el}$  zusammensetzt. Die potentielle Energie einer unendlich ausgedehnten Scheibe mit einem Riss der Länge  $2a$  unter Zugbeanspruchung senkrecht zum Riss (*Abbildung 2-21(b)*) nach [153] ist:

$$W = W_{el,0} - \Delta W_{el} + \Delta W_{\gamma} \quad (2-13)$$

Im Falle des ebenen Dehnungszustandes ist die Änderung der elastischen Energie  $\Delta W_{el}$  durch Einbringen des Risses gleich dem Betrag der Arbeit, welche zum Schließen des Risses aufgebracht werden muss:

$$\Delta W_{el} = \frac{\pi(1-\nu^2)\sigma^2 a^2}{E} \quad (2-14)$$

Es entstehen zwei Rissoberflächen. Die dazu benötigte Energie beträgt:

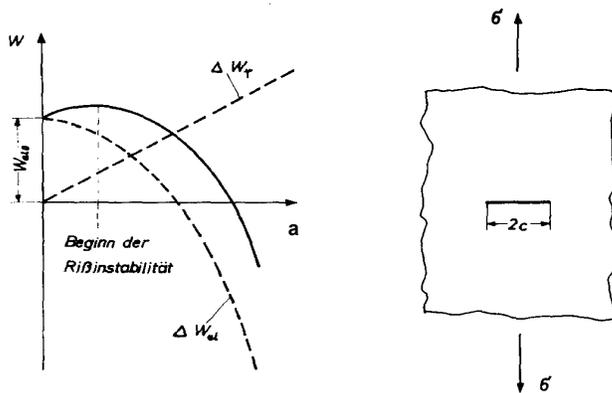
$$\Delta W_{\gamma} = 2a \cdot 2\gamma = G_{Ic} \quad (2-15)$$

wobei  $\gamma$  die spezifische Oberflächenenergie ist, welche nötig ist um die Oberfläche um eine Flächeneinheit zu vergrößern. Ändert sich die Risslänge um  $da$ , so ändert sich auch die Energie der Scheibe um  $\frac{dW}{da}$ .

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

Aus *Abbildung 2-21(a)* ist ersichtlich, dass instabile Rissausbreitung beginnt, wenn ein Maximum der Funktion erreicht bzw. überschritten wird:

$$\frac{dW}{da} = 4\gamma - \frac{2\pi(1-\nu^2)\sigma^2 a}{E} = 0 \quad (2-16)$$



*Abbildung 2-21: Energiebildung nach Griffith (a) Energie als Funktion der Risslänge, (b) Rissgeometrie und Beanspruchungsfall [153]*

Somit ergibt sich im Falle des ebenen Dehnungszustandes die Spannung  $\sigma_c$ , welche für instabile Rissausbreitung nötig ist, zu:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2\gamma E}{\pi a(1-\nu^2)}} \quad (2-17)$$

Im Falle des ebenen Spannungszustandes beträgt  $\sigma_c$ :

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2\gamma E}{\pi a}} \quad (2-18)$$

Instabile Rissausbreitung erfolgt, wenn  $G_I = G_{IC}$  ist.

Irwin hat gezeigt, dass zwischen  $G_I$  und  $K_I$  eine Beziehung besteht:

$$K_I^2 = G_I E^* \quad (2-19)$$

$$\text{wobei } E^* = \begin{cases} E & \text{für ESZ} \\ \frac{E}{1-\nu^2} & \text{für EDZ} \end{cases} \quad (2-20)$$

Nach Gleichung (2-10) muss z.B. für den EDZ auch gelten:

$$K_{IC}^2 = \frac{G_{IC} E}{1-\nu^2} = \frac{4a\gamma E}{1-\nu^2}$$

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

In der LEBM entsprechen sich das K-Konzept und das energetische Kriterium vollständig. In der praktischen Anwendung wird allerdings meist dem K-Konzept der Vorzug gegeben. Ein wesentlicher Grund hierfür ist die einfachere Handhabbarkeit [137].

Die instabile Rissausbreitung führt nicht zwangsweise zum Bruch eines Bauteils. Nach [153] kann unter geeigneten Bedingungen ein instabil laufender Riss aufgefangen werden, wenn:

- der Risswiderstand während der Rissausbreitung stärker zunimmt als die Energiefreisetzungsrate oder
- die Last mit zunehmender Länge des instabil laufenden Risses so stark abnimmt, dass die Energiefreisetzungsrate trotz Rissverlängerung abnimmt.

Der erste Fall des Rissauffangens kann bei einem Werkstoff mit R-Kurvenverhalten auftreten.

### R-Kurvenverhalten

Viele Keramiken zeigen den Effekt eines steigenden Risswiderstands mit steigender Risslänge [157]. Nimmt der Werkstoffwiderstand mit zunehmender Rissverlängerung zu, wird dies als R-Kurvenverhalten oder ansteigende Risswiderstandskurve bezeichnet.

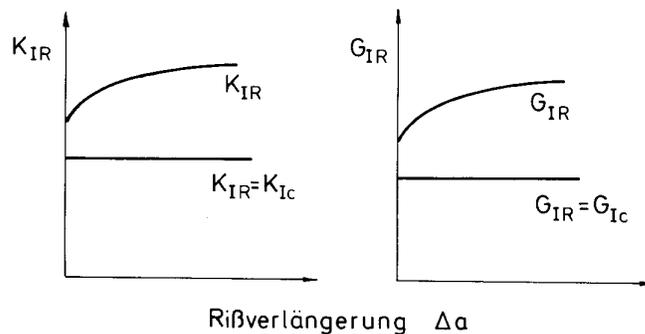
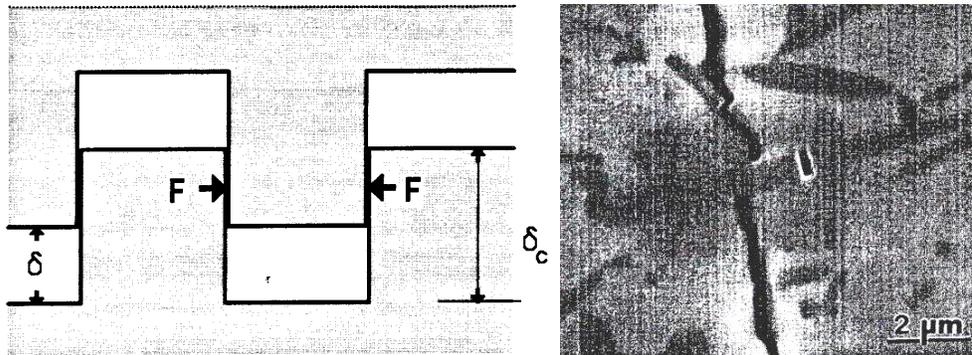


Abbildung 2-22: Flache und ansteigende Risswiderstandskurve [1]

Das Rissausbreitungsverhalten wird dann nicht mehr durch einen Wert  $K_{IC}$  bzw.  $G_{IC}$ , sondern durch den Verlauf der  $K_{IR}$ -a bzw. der  $G_{IR}$ -a Kurve (Abbildung 2-22) charakterisiert [1]. R-Kurvenverhalten kann auf mehrere Ursachen zurückzuführen sein. Zum einen können sich die Rissufer berühren und damit Kräfte (bridging stress) übertra-

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

gen (*Abbildung 2-23*). Dies führt zu einer Entlastung der Rissspitze und damit zu einer Verringerung des effektiv wirkenden Spannungsintensitätsfaktors.

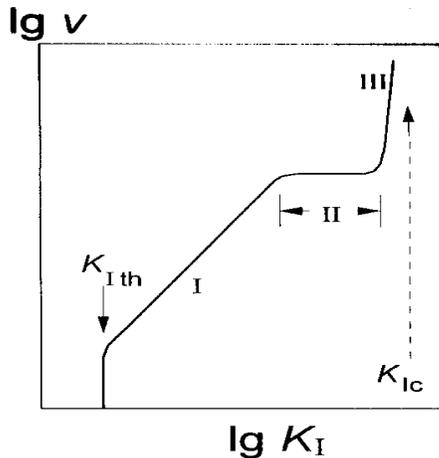


*Abbildung 2-23: Reibung zwischen den Rissflanken (a) schematisch [155], (b) in Whiskerverstärktem  $Al_2O_3$  [154]*

Zum anderen kann Rissverzweigung an der Rissspitze stattfinden. Durch die Vergrößerung der energieverzehrenden Prozesszone kommt es ebenfalls zu einer ansteigenden Risswiderstandskurve. Des Weiteren können, z.B. in Zirkoniumdioxid, spannungsinduzierte Phasenumwandlungen von der tetragonalen zur monoklinen Phase im Spannungsfeld vor der Rissspitze stattfinden. Dadurch entstehen Druckspannungen, welche in dieser Transformationszone zu einer Erhöhung des Risswiderstands führen. Das R-Kurvenverhalten von Keramiken wird ausführlich von Fett in [155] diskutiert.

### **Stabiles Risswachstum**

Die meisten keramischen Werkstoffe zeigen den Effekt des stabilen Risswachstums, d.h. auch bei einer Beanspruchung, die nicht sofort zu katastrophaler Rissverlängerung führt, wächst ein Riss [156]. Der Riss verlängert sich von einer Ausgangslänge  $a_0$  bis zu einer letztlich von der Höhe der Belastung abhängigen kritischen Länge  $a_c$ , bei welcher instabile Rissausbreitung einsetzt. In *Abbildung 2-24* ist der typische Verlauf einer  $v$ - $K$ -Kurve, also die Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit  $v$  vom Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  dargestellt.

Abbildung 2-24: Typische  $v$ - $K_I$ -Kurve [1]

Links bzw. unterhalb des Schwellenwertes  $K_{th}$  findet keine messbare Rissausbreitung statt. Oberhalb dieses Wertes beginnt das Risswachstum eines Risses mit der Ausgangslänge  $a_0$  zunächst mit schnell ansteigender Geschwindigkeit. Im Bereich I besteht ein linearer Zusammenhang zwischen dem Spannungsintensitätsfaktor und der Risswachstumsgeschwindigkeit, welcher sich mit einem Potenzgesetz der Form

$$v = \frac{da}{dt} = A(K)^n \quad (2-21)$$

beschreiben lässt. Die Faktoren  $A$  und  $n$  sind materialabhängige Konstanten, deren Ermittlung ausführlich von Munz und Fett in [1] und [6] beschrieben wird. Stabile Rissausbreitung kann durch unterschiedliche Mechanismen erfolgen. Eine mögliche Form ist das unterkritische Risswachstum, das nach Fett [158] durch die Wechselwirkung von Wasser mit risspitzenahen Werkstoffbereichen ausgelöst wird. Befindet sich an der Spitze eines Oberflächenrisses ein Medium wie z.B. Wasser, so wird dort die zur Bildung neuer Oberflächen benötigte Energie deutlich verringert. Wiederhorn hat in [159] und [160] nachgewiesen, dass unterschiedliche Luftfeuchtigkeitsgehalte das unterkritische Risswachstum in Kalknatrongläsern erheblich beeinflussen und der Schädigungsmechanismus auf Saphir bzw.  $Al_2O_3$  übertragbar ist. Michalske und Bunker haben in [161] gezeigt, dass in Quarzglas beschleunigtes unterkritisches Risswachstum unter dem Einfluss von Wasser auftritt. Kruzic, Cannon und Ritchie haben in [162] an  $Al_2O_3$  gezeigt, dass  $K_{th}$  in feuchter Umgebung um bis zu 30 % gegenüber trockener Umgebung reduziert wird. Schädigungsrelevant ist die Reduzierung der Korngrenzenfestigkeit durch Wassereinfluss [162]. Im Bereich II findet der

Übergang zur instabilen Rissausbreitung statt. Da sich hier der Riss mit sehr hoher Geschwindigkeit ausbreitet und daher nur sehr kurze Zeit benötigt um diesen Bereich zu durchlaufen, ist Bereich II für die Lebensdauerberechnung von untergeordneter Bedeutung. Im Bereich III findet schließlich katastrophales Versagen durch instabile Rissausbreitung statt.

### 2.3.4 Reibermüdung

Reibermüdung (*fretting fatigue*) ist die Kombination aus einer zyklischen mechanischen Grundbeanspruchung und einer überlagerten zyklischen Reibbeanspruchung, hervorgerufen durch eine Relativbewegung zweier kraftübertragender Verbindungen in Form eines Grund- und eines Gegenkörpers. Dabei wird der Grundkörper als derjenige Verschleißpartner definiert, bei dem der Verschleiß für den technischen oder wissenschaftlichen Anwendungsfall wichtiger erscheint; dessen Verschleißpartner wird als Gegenkörper bezeichnet [39]. Im Folgenden wird der Grundkörper als Probe und der Gegenkörper als Reibkörper bezeichnet. Der Zwischenstoff wird auch Abrasiva bzw. Lubrikativa genannt. Bei Reibermüdungsbelastung besteht der Zwischenstoff im Wesentlichen aus Abrieb aus den beiden Verschleißpartnern und gegebenenfalls aus einem flüssigen Zwischenmedium.

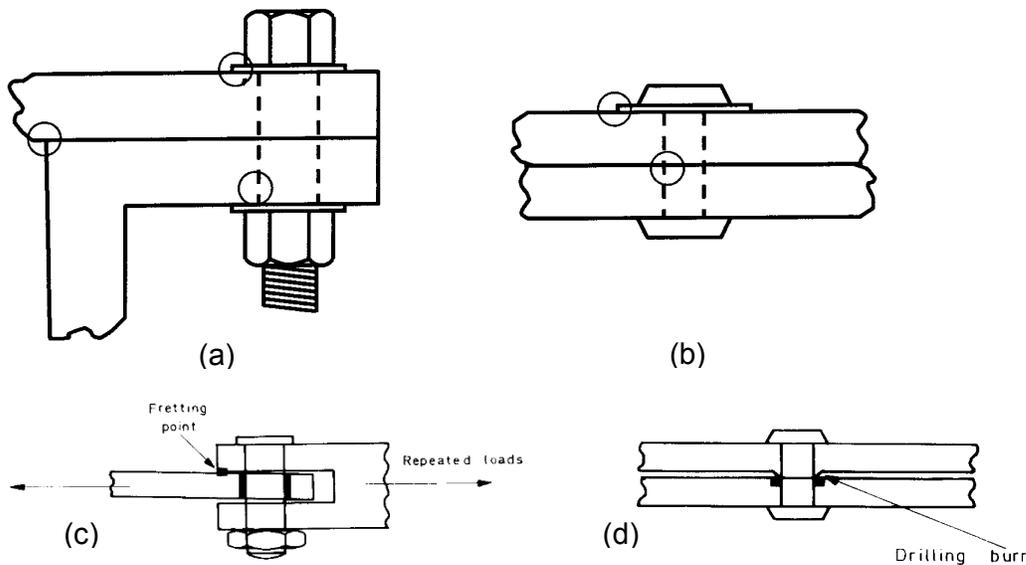
In der Praxis findet sich an vielen keramischen Bauteilen und formschlüssigen Bauteilverbindungen eine Kombination zwischen Ermüdung und Reibverschleiß wieder. Dieser Schadensfall wird als Reibermüdung bezeichnet. Reibermüdung kann in den unterschiedlichsten Konstruktionsteilen in allen Bereichen der Technik auftreten, z.B. an zyklisch beanspruchten Klemmverbindungen, wo zwei Bauteile reibschlüssig miteinander verbunden sind. Hier können aufgrund äußerer Beanspruchungen neben lokal hohen Hertz'schen Pressungen minimale reversierende Relativbewegungen auftreten.

Neben dem Begriff der Reibermüdung finden sich in der Literatur auch die Begriffe des Schwingungverschleißes und der Reibkorrosion. Diese Begriffe beschreiben nicht selten ein und dasselbe Phänomen, werden aber je nach der Sichtweise des Autors, Versuchsaufbau und nach der jeweiligen Vorstellung des Schädigungsmechanismus verwendet [39]. Suresh [93] unterscheidet drei „Reibschädigungsarten“. Unter **Reibverschleiß** wird die Reibermüdungsschädigung unter Bildung von oxidischem Abrieb (bei Metallen) verstanden. **Reibkorrosion** entsteht unter Einwirken eines aggressiven korrosionsfördernden Umgebungsmediums. Verursacht die zykli-

sche Relativbewegung eine Verringerung der Dauerfestigkeit, so wird dies als **Reibermüdung** definiert. Alle drei Erscheinungsformen haben gemeinsam, dass nach Neuner [39] folgende Grundvoraussetzungen für das Auftreten von Reibermüdung gemeinsam auftreten müssen:

- Kontakt zwischen den Reibermüdungskörpern
- Relativbewegung zwischen Grund- und Gegenkörper
- zyklische Spannungsamplitude, die Ermüdung hervorrufen kann

In *Abbildung 2-25* sind einige kritische Bauteilverbindungen, bzw. Lastfälle im Hinblick auf Reibermüdung dargestellt.



*Abbildung 2-25: Kritische Stellen für reibermüdungsinitiierte Brüche in (a) verschraubtem Flansch und (b) vernieteten Platten [37], (c) Fluchtungsfehler und (d) Bohrungsgrate [100]*

Innerhalb der Kontaktzone bilden sich je nach Größe der Schubspannung unterschiedliche Bereiche, in denen Haften bzw. Gleiten zwischen den Kontaktpartnern auftritt. Bei zyklischer äußerer Belastung sind die Relativbewegungen außerhalb der Haftgebiete reversierend und können wachstumsfähige Reibermüdungsrisse initiieren, welche die Lebensdauer des betreffenden Bauteils erheblich herabsetzen können. *Abbildung 2-26* zeigt typische Schadensbilder an reibschlüssigen Verbindungsstellen, welche auf Reibermüdung beansprucht wurden.

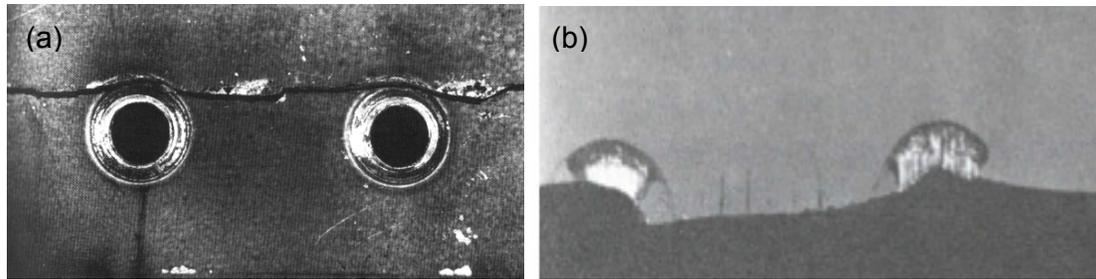


Abbildung 2-26: Reibermüdungsschadensbild an (a) Schraubverbindungsstelle [100] und (b) genieteter Platte [37]

Auch bei instationären Prozessen, wie z.B. beim Walzen von Bändern oder Drähten treten in den Kontaktzonen zwischen formenden Walzen und Walzgut reversierende Relativbewegungen auf; diese werden z.B. in [7] beschrieben. In *Abbildung 2-27* wird schematisch ein Walzvorgang gezeigt. Betrachtet wird für die folgenden Überlegungen ein Punkt auf der Walze. Dieser wird zyklisch durch die Rotation der Walzen und das Umformen des Walzgutes belastet. Die in diesem Punkt herrschenden Kontaktbeanspruchungen sind somit eine Kombination aus Reibung und Hertz'scher Pressung überlagert mit der mechanischen Walzenbeanspruchung.

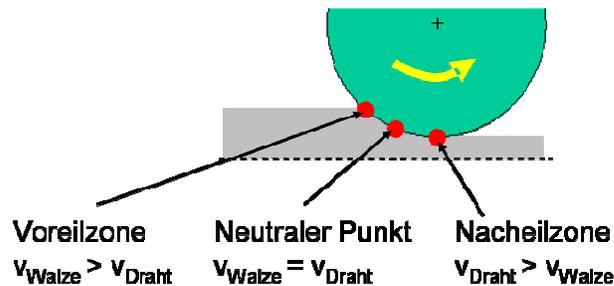


Abbildung 2-27: Kontaktzone beim Walzen von Bändern

In der Kontaktzone unterscheidet man eine Voreilzone und eine Nacheilzone, die sich vor bzw. nach dem neutralen Punkt (friction hill = „Fließscheide“) ausbilden. In diesen Zonen existieren aufgrund der unterschiedlichen Dicke des Walzgutes und der sich daraus ergebenden Relativgeschwindigkeiten zwischen Walzgut und Walzenoberflächen Reibkräfte und Relativgeschwindigkeiten, die entgegengesetzt zur bzw. in Walzrichtung gerichtet sind. Hieraus und durch die unterschiedlichen elastischen Eigenschaften und die Gleitung des Walzgutes durch das „Fließpressen“ ergibt sich im Kontaktbereich zwischen den Walzen und dem Walzgut eine Reibermüdungsbeanspruchung der Walzen, die wachstumsfähige Reibermüdungsrisse initiieren und schließlich zum Versagen der Walzen führen können.

## 2.4 Methoden zur Erforschung der Reibermüdung

In der Literatur finden sich unterschiedliche Methoden zur Erforschung der Schädigung durch Reibermüdung. In der folgenden *Tabelle 2-1* sind die unterschiedlichen Methoden verzeichnet. Bei den hier vorgestellten Prüfmethoden handelt es sich bis auf die letzten beiden ausnahmslos um Reibermüdungsprüfungen an metallischen Werkstoffen.

Nr.	Lastfall / Einspannung	Beanspruchung Probekörper	Reibkörperbe- wegung horizontal (h), vertikal (v)	Literatur
1	Zug-Druck	zyklisch	h: zyklisch v: statisch	[17], [20], [23], [25], [27], [33], [36], [37], [40], [41], [54], [59], [69], [71], [77], [82]
2	Zug-Druck	zyklisch	h: statisch v: statisch	[38], [39], [43], [44], [49], [52], [57], [58], [60] - [63], [64], [66], [67], [68], [70], [72] - [74], [76], [78], [79], [80], [84], [86], [87], [89]
3	Zug-Druck	Zyklisch	Einspannung = Reibkörper	[81], [87]
4	Platte	statisch lastfrei	h: zyklisch v: statisch	[42], [46], [47], [51], [53], [75], [85]
5	Platte	statisch lastfrei	h: statisch v: zyklisch	[48], [50], [55], [65]
6	Umlaufbiegung	Zyklisch	statisch	[83]
7	Welle-Nabe	Zyklisch	statisch	[56]
8	Dovetail fixture	Zyklisch	h: statisch v: statisch	[45], [87], [89]
9	4-Punkt-Biegung	zyklisch	h: zyklisch v: statisch	[9]
10	4-Punkt-Biegung	statisch	h: zyklisch v: statisch	[9]

*Tabelle 2-1: Einteilung der Prüfmethoden*

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

Bei den beiden meist verwendeten Prüfmethode – was nicht zuletzt auch durch die Anzahl an zitierten Literaturstellen unterstrichen wird – handelt es sich um zyklische Zug-Druck-Versuche mit überlagerter Reibbeanspruchung. Der Unterschied zwischen Methode Nr. 1 und Methode Nr. 2 besteht darin, dass im ersten Fall die Reibkörper zusätzlich zur Anpresskraft zu einer zyklischen Wegamplitude angeregt werden. Dadurch können Relativbewegungen in einem größeren Bereich angeregt werden. Bei der zweiten Methode ergibt sich die Relativbewegung im Versuch nur aus der durch den Zug-Druck-Versuch hervorgerufenen Axialdehnung des Probenkörpers, die Reibkörper werden nur mit einer konstanten Kraft gegen die Zug-Druck Probe gepresst. In *Abbildung 2-28* und *Abbildung 2-29* werden beispielhaft zwei Prüfstandskonfigurationen stellvertretend für die jeweilige Versuchsführung gezeigt.

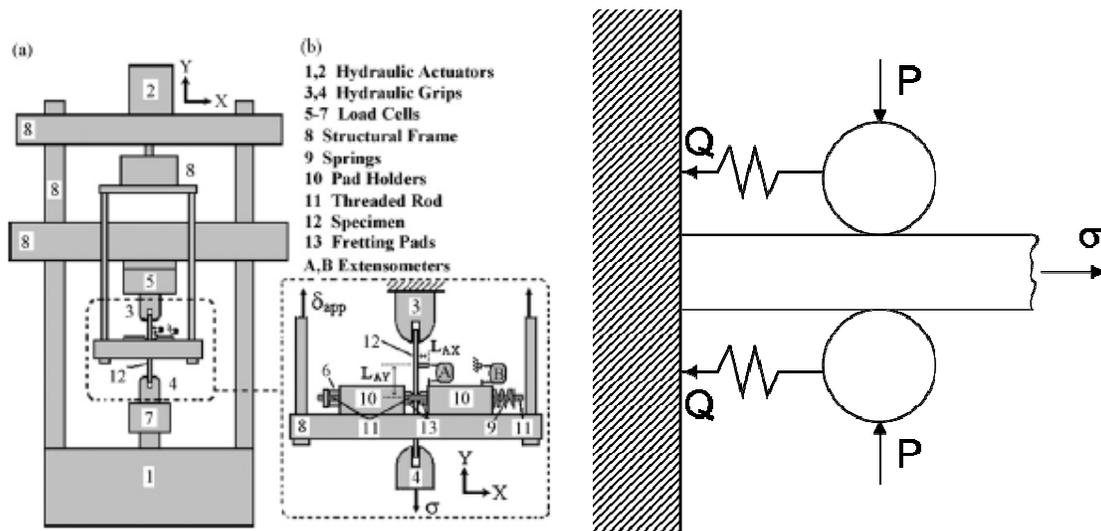


Abbildung 2-28: Schema einer dualen servo-hydraulischen Prüfmaschine mit zyklischer Zug-Druck-Belastung sowie zyklischer Wegamplitude der Reibkörper [36]

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

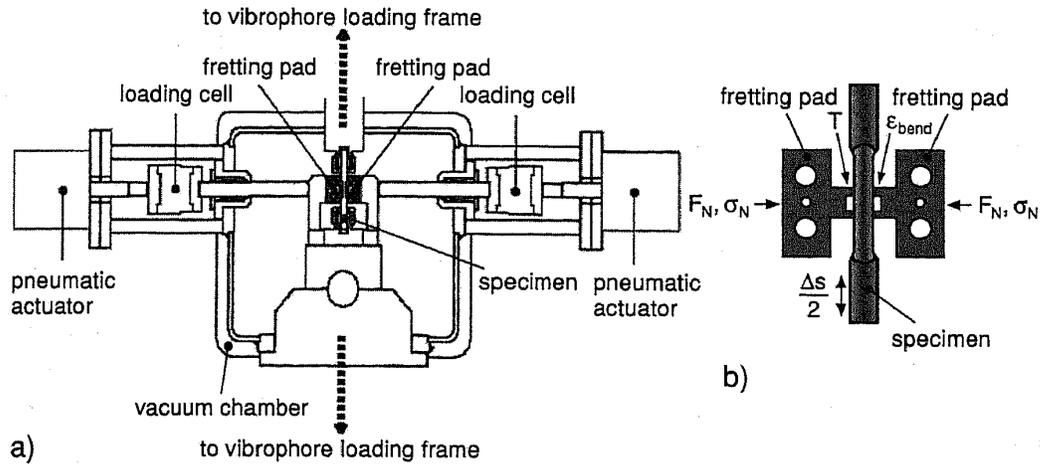


Abbildung 2-29: Schema eines Resonanzpulsers mit zyklischer Zug-Druck-Belastung sowie axial unbewegliche Reibkörper [49]

Prüfmethode Nr. 3 verwendet die Einspannung der Zug-Druck-Probe gleichzeitig als Reibermüdungskontakt. Hier ist die Relativbewegung im Versuch wiederum nur von der Axialdehnung der Probe abhängig. In *Abbildung 2-30* wird schematisch ein solcher Versuchsaufbau dargestellt.

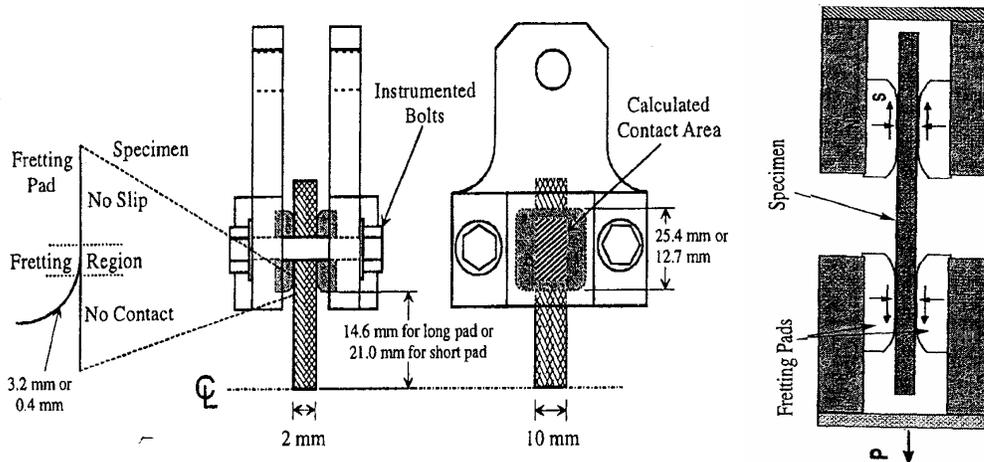


Abbildung 2-30: Schema einer Zug-Druck-Prüfmaschine mit Reibkörpern als Einspannung [30]

Eine weitere Prüfstandskonfiguration stellt Methode Nr. 4 in *Abbildung 2-31* und *Abbildung 2-32* dar. Hier wird ein Reibkörper gegen die Oberfläche einer Probe in Form einer fest eingespannten Platte gepresst. Der Reibkörper wird zusätzlich zyk-

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

lich auf der Oberfläche horizontal bewegt. Der Probekörper selbst wird keiner überlagerten zyklischen Belastung, wie z.B. Zug- Druck oder Biegung ausgesetzt.

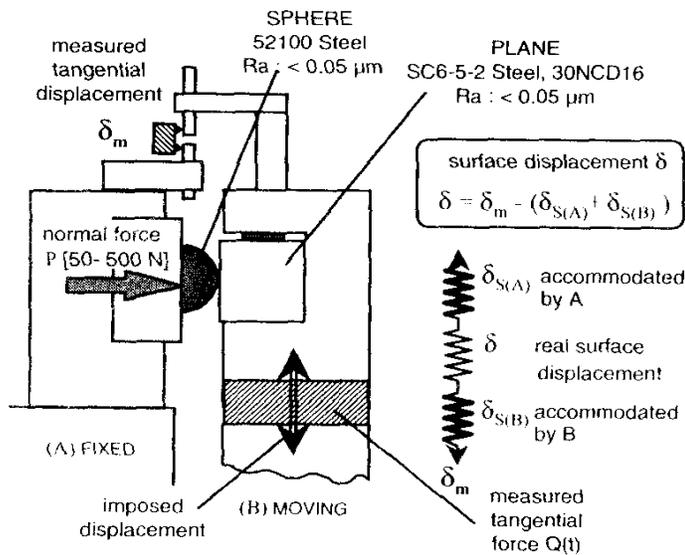


Abbildung 2-31: Fest eingespannte Probe und relativ bewegter Reibkörper [65]

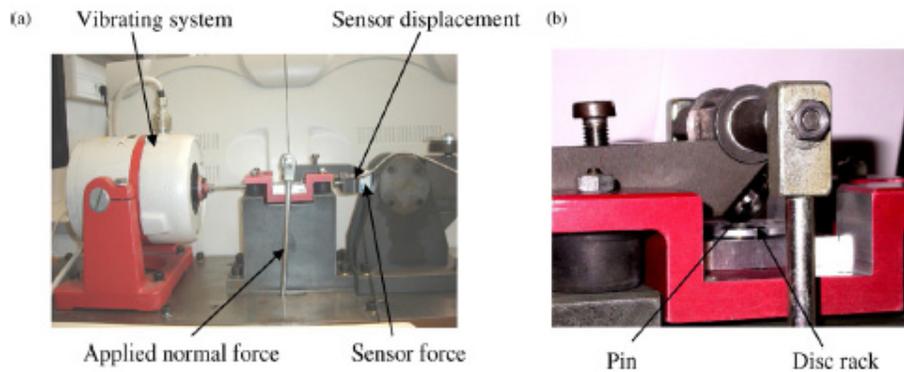
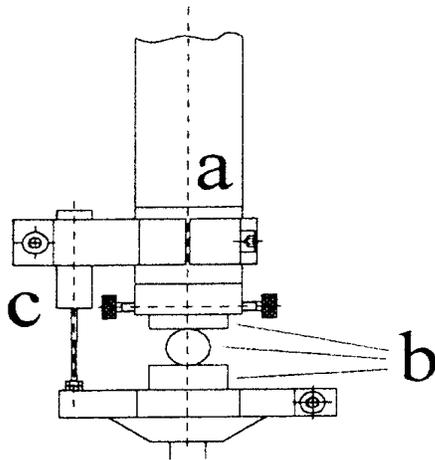


Fig. 1. Fretting device using free displacement: (a) global view and (b) contact view.

Abbildung 2-32: Reibermüdungsprüfstand nach Methode Nr. 4 [47]

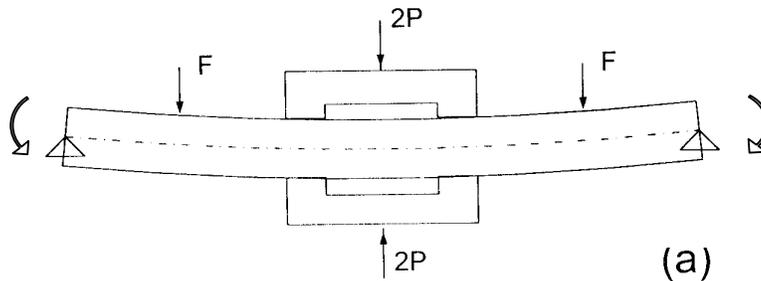
Die in *Abbildung 2-33* dargestellte Versuchsmethode Nr. 5 sieht auf den ersten Blick wie Methode Nr. 4 aus unterscheidet sich aber darin, dass der Reibkörper nicht zyklisch horizontal sondern zyklisch vertikal mit wechselnden Anpresskräften bewegt wird. Durch zyklische Anpresskräfte entstehen Relativbewegungen in der Kontaktfläche. Diese können noch verstärkt werden wenn Reibkörper und Platte aus unterschiedlichen Werkstoffen mit unterschiedlichen E-Moduln und Querkontraktionszahlen bestehen.



**Abb. 1.** Gesamtansicht des Druckexperimentes zur Bestimmung der Kraft-Verschiebungskurve eines Kugel-Platte-Kontaktes mit Druckstempel (a), Probenplatten und Kugel (b) und induktivem Wegaufnehmer (c)

*Abbildung 2-33: Reibermüdungsprüfstand mit vertikaler Reibkörperbewegung [55]*

Versuchsmethode Nr. 6 wird in *Abbildung 2-34* schematisch dargestellt. Hier wird die Probe mittels Umlaufbiegung beansprucht. Der Reibkörper wird zusätzlich zur Reibbelastung für die Biegung der Probe eingesetzt.



*Abbildung 2-34: Reibermüdung mittels Umlaufbiegung [83]*

Eine bauteilnahe Reibermüdungsbeanspruchung wird in Versuchsmethode Nr. 7 gezeigt. Hierbei wird die Probe in Form einer Welle in einer Nabe eingespannt und zyklisch auf Biegung belastet. Dadurch entsteht zwischen der Nabe und der Welle eine Relativbewegung. Diese wird mit einer speziellen Messvorrichtung gemessen. Das Funktionsprinzip des Versuches und der Messvorrichtung wird in *Abbildung 2-35* schematisch dargestellt.

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

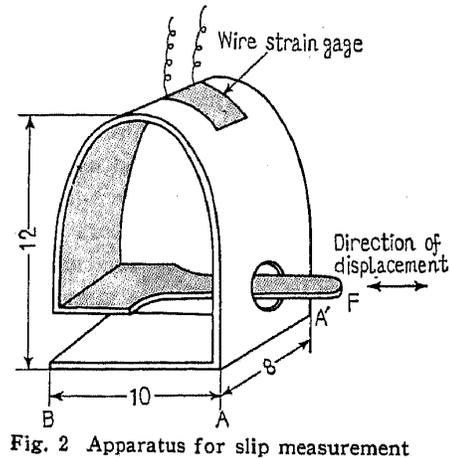
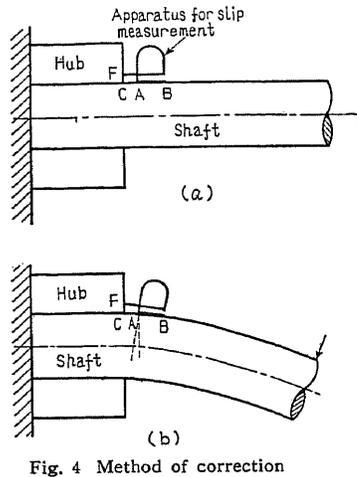
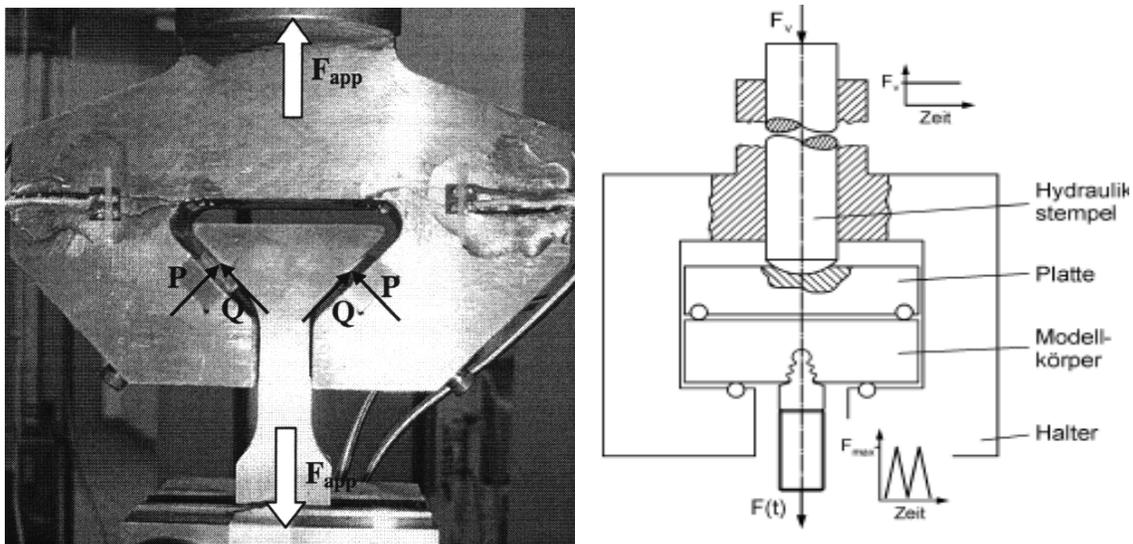


Abbildung 2-35: Reibermüdungsversuch an einer Welle-Nabe-Verbindung [56]

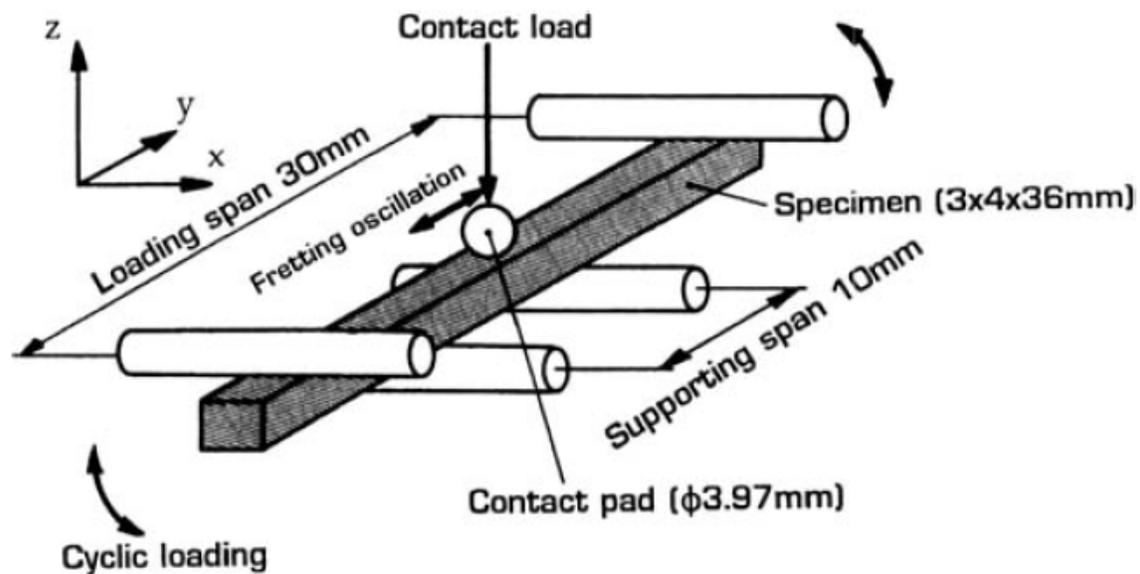
Eine weitere bauteilnahe Beanspruchungsmethode wird in Versuchsmethode Nr. 8, dargestellt. Hier werden Reibermüdungsversuche an Schwalbenschwanz- bzw. Tannenbaumverbindungen, wie sie an Turbinenschaufel / -scheibeverbindungen üblich sind, durchgeführt. Hier entsteht die Relativbewegung durch die Axialdehnung der Probe (Turbinenschaufel) und der Auseinanderbiegung der Befestigung (Turbinenscheibe).



Weitere Versuchsmethoden wurden von [9] für keramische Werkstoffe entwickelt. Hierbei werden einfach und kostengünstig herzustellende Stäbe in Form einer Bie-

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

geprobe in eine 4-Punkt-Biege Belastungseinheit eingespannt. Der schematische Versuchsaufbau ist in *Abbildung 2-37* zu sehen. Auf die Zugseite der Probe wird ein Reibkörper mit einer konstanten Kraft gepresst. Die Relativbewegung kommt dadurch zustande, dass der Reibkörper zu einer zyklischen Bewegung angeregt wird. Zwei unterschiedliche Versuchsmethoden kommen hier zum Einsatz. Bei Versuchsmethode Nr. 9 wird die Probe zyklisch mittels 4-Punkt-Biegung belastet während der Reibkörper zyklisch auf der Zugseite der Probenoberfläche oszilliert. Bei Versuchsmethode Nr. 10 hingegen wird die Probe statisch mittels 4-Punkt-Biegung belastet während der Reibkörper zyklisch in auf der Zugseite der Probenoberfläche oszilliert. Die 4-Punkt-Biegebelastung muss bei beiden Versuchsmethoden jedoch so gewählt werden, dass die minimale 4-Punkt-Biegekraft größer ist, als die maximale Reibkraft zwischen Biegeprobe und Reibkörper, da sich sonst die Biegeprobe selbst in der Einspannung horizontal bewegen würde. Das Funktionsprinzip der reibbeanspruchungsüberlagerten 4-Punkt-Biegung ist die Grundlage für die in dieser Arbeit durchgeführten Reibermüdungsversuche an Aluminiumoxid und Siliziumnitrid.



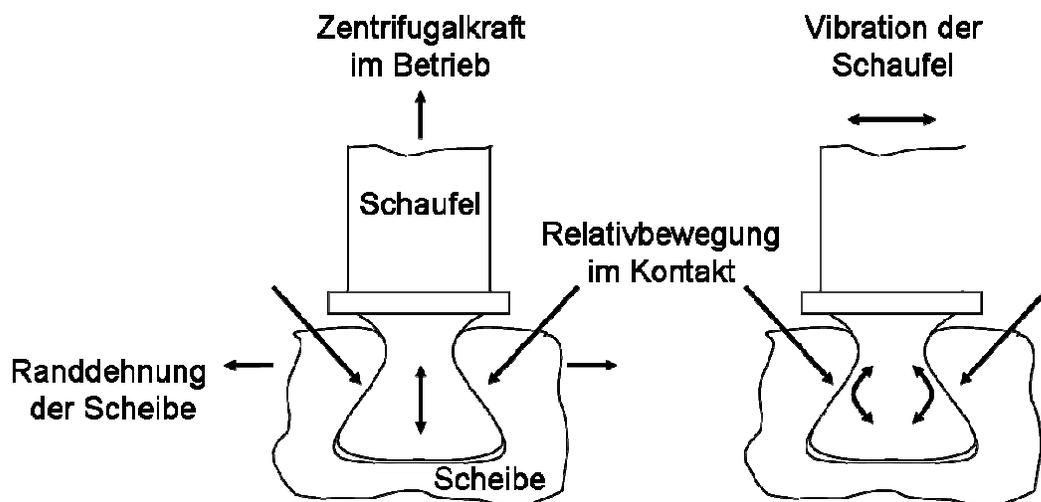
*Abbildung 2-37: 4-Punkt-Biegung Reibermüdungsprüfstand [9]*

### 2.4.1 Reibermüdung metallischer Werkstoffe

Zu metallischen Werkstoffen existieren zahlreiche Forschungsberichte zum Thema Reibermüdung. Daher gibt es zu diesem Thema eine breite Datenbasis an Forschungsberichten.

Grundlegende Arbeiten, insbesondere zum Vorgehen bei der Erforschung der Reibermüdung, hat R. B. Waterhouse zusammengestellt [8], [10], [11]. Darüber hinaus finden sich eine ganze Reihe von Publikationen, die sich mit dem Phänomen der Reibermüdung allgemein beschäftigen (z.B. [12]-[16]). Hier werden verschiedene Methoden und Modelle zur Untersuchung der Reibermüdung beschrieben, woraus sich auch ein guter Überblick über den heutigen Stand der Forschung zu diesem Thema ergibt.

Schadensfälle durch Reibermüdung sind vor allem aus der Luftfahrtindustrie bekannt, wo der Fokus der Betrachtungen in erster Linie auf den Schwalbenschwanzauflagen von Turbinenschaufeln (*Abbildung 2-38*) liegt. Es existieren zahlreiche Untersuchungen, welche sich mit diesem speziellen Kontaktproblem beschäftigen [12]-[20] und in diesem Zusammenhang speziell mit dem Reibermüdungsverhalten der Legierung Ti-6Al-4V [23]-[36], [40].



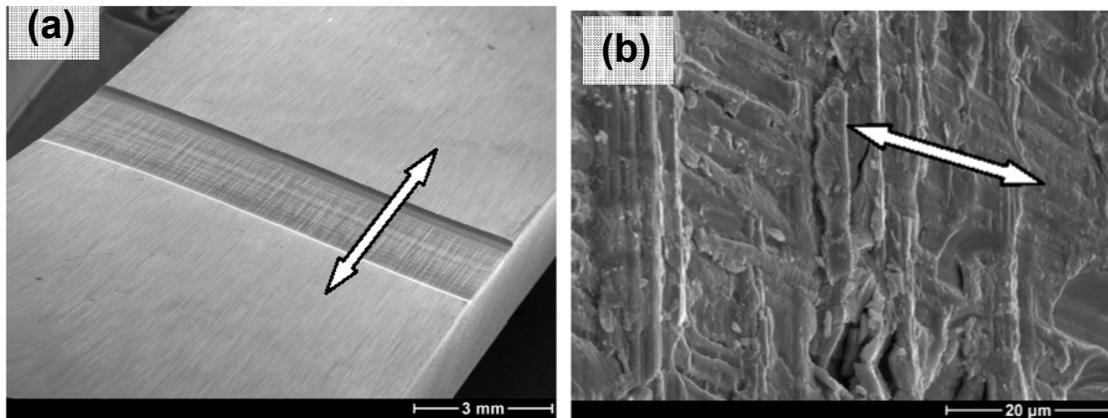
*Abbildung 2-38: Reibermüdungsbeanspruchung im Kontakt von Turbinenschaufel und -scheibe*

Für die experimentelle Untersuchung des Phänomens Reibermüdung werden mehrere Prüfmethode und Möglichkeiten zum Aufbau eines Versuchsstandes beschrieben. Eine dieser Prüfaufbauten benutzt die u.a. von [43] beschriebene Methode Nr.2

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

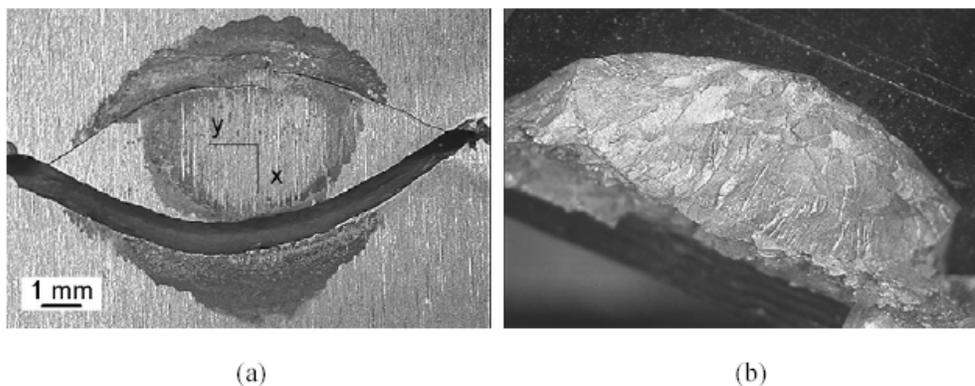
bei der eine Probe uniaxial auf Zug- und Druck und dabei zusätzlich von zwei „unbewegten“ Reibkörpern belastet wird.

In *Abbildung 2-39* ist dargestellt, dass neben (a) makroskopischem Fretting-Verschleiß auch (b) die Mikrotopographie an einem Stahl mit 12 Masse-% Chromanteil verändert wird, die Pfeile zeigen die Richtung der reversierenden Relativbewegung zwischen Probe und Reibkörper an.



*Abbildung 2-39: (a) makroskopischer Fretting-Verschleiß, (b) Veränderung der Mikrotopographie [43]*

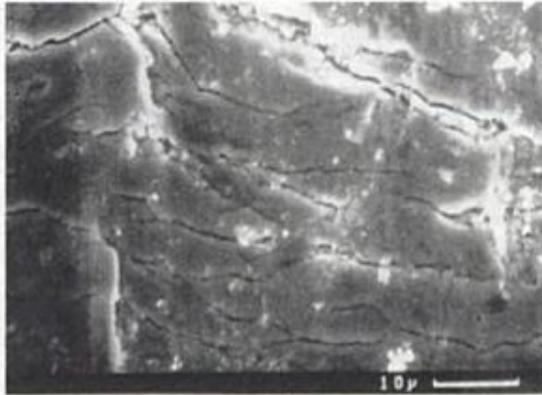
In *Abbildung 2-40* wird ein Reibermüdungsbruch aus [37] gezeigt. Hierbei handelt es sich um eine Probe aus Ti-17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr) welche zyklisch auf Zug-Druck beansprucht worden ist, der kugelförmige Reibkörper besteht aus TiAl6V4 und wird zyklisch angeregt. Der Versuchsaufbau entspricht im wesentlichen Methode Nr. 1 (*Abbildung 2-28*).



*Abbildung 2-40: Durch Reibermüdung gebrochene Probe (a) Übersicht über Rissverlauf (b) typischer Muschelförmiger Bruch bei punktförmiger Reibbelastung [37]*

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

In *Abbildung 2-41* wird eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer reibermüdungsbeanspruchten Oberfläche von 21CrMoV 5-11 gezeigt. Deutlich auf der Aufnahme zu erkennen ist ein feines Rissnetzwerk, welches durch die Beanspruchung entstanden ist.



*Abbildung 2-41: Reibermüdungsbeanspruchte Oberfläche von 21CrMoV 5-11 mit feinem Rissnetzwerk [183]*

Wie in Kapitel 5 dieser Arbeit gezeigt wird, sind sowohl der trichterförmige Ausbruch an der Bruchkante als auch das feine Rissnetzwerk an der Oberfläche typische Schadensbilder für diese Art der punktförmigen Reibermüdungsbeanspruchung, unabhängig von der Werkstoffgruppe Metall/Keramik.

Nach [102] können die typischerweise auftretenden Schwingungverschleißerscheinungsformen an schwingenden Stahl-Stahl-Tribokontakten folgendermaßen charakterisiert werden:

- Metallisch extrem glatte Partien im Kontaktbereich
- Abrasion durch harte, kaltverformte Verschleißpartikel
- Materialabtrag vom Gegenkörper durch Adhäsion
- Ermüdungsschuppen, die durch Adhäsion herausgerissen werden
- Ermüdungszungen, die im Laufe des Schwingungverschleißes ausgewalzt werden und zu harten Partikeln führen
- Oxidierte Risse in der plastifizierten Schicht
- Ermüdungsrisse, die im Grundmaterial weiterwandern können

In den Versuchen zur Reibermüdung metallischer Werkstoffe konnte gezeigt werden, dass durch eine Schädigung des Werkstoffs in der Grenzfläche und einem fortschrei-

tenden Verschleiß Bedingungen vorliegen, die dazu führen, dass von einer Dauerfestigkeit im eigentlichen Sinne nicht mehr gesprochen werden kann [43].

### 2.4.2 Reibermüdung ingenieurkeramischer Werkstoffe

Die Arbeiten von Huq und Celis [48] und [50] beschäftigen sich mit der Reibermüdung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Ein weiterer keramischer Werkstoff, der im Hinblick auf Reibermüdung untersucht wurde, ist Siliziumnitrid ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). Für diesen Werkstoff existieren aufschlussreiche Arbeiten die zum großen Teil von Y. Mutoh et al. und M. Okane et al. [9], [119]-[123] durchgeführt wurden.

Es werden für beide Werkstoffe verschiedene Prüfmethoden und Möglichkeiten zum Aufbau eines Versuchsstandes beschrieben. Der Aufbau des Prüfstandes von Huq und Celis [48], [50] entspricht Reibermüdungsmethode Nr. 5. Hierbei werden Kugeln  $\varnothing = 5\text{mm}$  aus Aluminiumoxid mit einem Reinheitsgrad von 99,7 % und einer durchschnittlichen Korngröße von  $8\ \mu\text{m}$  zyklisch gegen eine Platte aus Schnellarbeitsstahl ASP 23 gepresst. Hierbei wird eine Normalkraft von bis zu 200 N aufgebracht. Durch den bereits beschriebenen *elastic material mismatch* wird die Reibermüdungsbeanspruchung verursacht.

Okane und Mutoh verwenden zur Erforschung von Reibermüdung an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  einen Aufbau welcher Prüfmethode Nr. 9 bzw. 10 entspricht. Hierbei wird der Einfluss einer zusätzlichen tribologischen Beanspruchungskomponente eines Reibkörpers in Kugelform mit  $\varnothing = 4\ \text{mm}$  ebenfalls aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , welcher mit einer konstanten Anpresskraft von  $F_N = 29,4\ \text{N}$  gegen eine 4-Punkt-Biegeprobe aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gepresst und horizontal mit einer Wegamplitude von  $s_a = 9\ \mu\text{m}$  oszilliert wird, analysiert. REM-Aufnahmen der durch Reibermüdung geschädigten Oberflächen sind in *Abbildung 2-42* dargestellt.

## 2 Grundlagen und Kenntnisstand

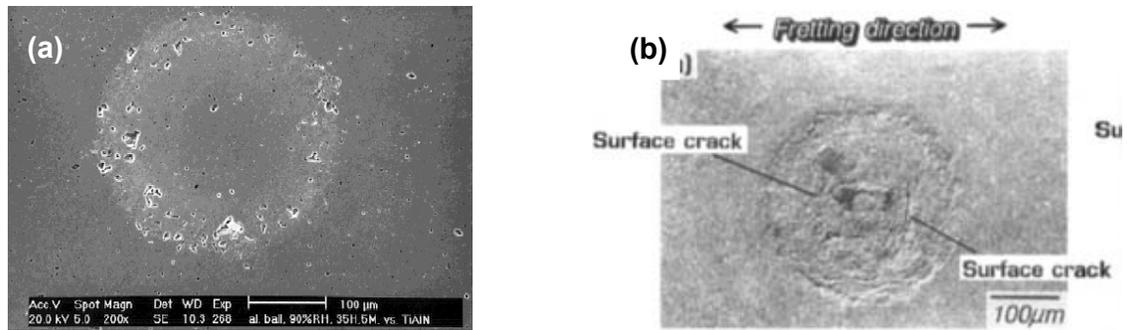


Abbildung 2-42: Reibermüdungsfläche bei (a) Aluminiumoxid [48], (b) Siliziumnitrid [9]

Sowohl bei der Versuchsreihe mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als auch bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  reduziert die zusätzliche Reibkomponente die Lebensdauer deutlich. Dies ist auf die Ausbildung von Oberflächenschädigungen in der Kontaktzone zwischen dem Reibkörper und der Probe zurückzuführen. In diesen Kontaktzonen entstehen reibermüdungsbedingt Kornausbrüche (Abbildung 2-43) und ausbreitungsfähige Risse, welche letztendlich zum Versagen der Probe durch Reibermüdung führen. Die Schädigungen werden in letzter Konsequenz in beiden Untersuchungsreihen auf eine Schwächung bzw. Degradation der Korngrenzen durch die zyklische Beanspruchung in der Kontaktfläche zurückgeführt. Beide Forschungsgruppen beschränken sich in Ihren Untersuchungen und Aussagen jedoch auf die Analyse und Charakterisierung von Veränderungen der Oberfläche durch Ausbrüche und Risse. Zum Tiefenverlauf der Risse werden keinerlei Aussagen getroffen.

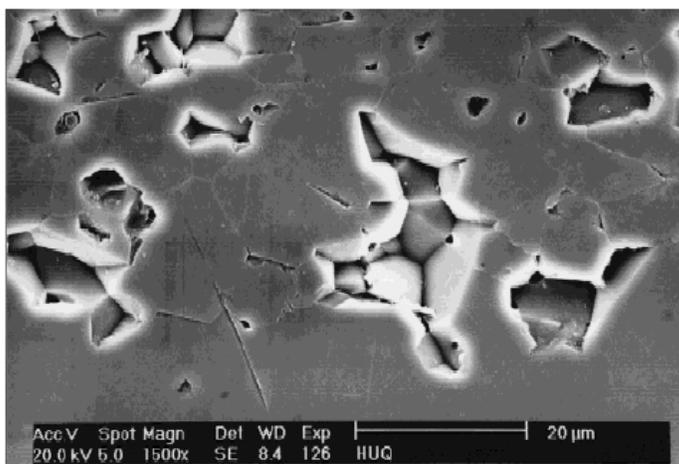


Abbildung 2-43: Kornausbrüche bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  durch Reibermüdungsbeanspruchung [48]

Während Huq et al. in [50] in erster Linie die Entstehung von Schädigungen in Form von Rissen und Abplatzungen an der Oberfläche charakterisieren, führen Okane et al. in [9] 4-Punkt-Biegereibermüdungsversuche an  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Proben durch, um die tatsächliche Reduktion der Lebensdauer gegenüber reiner 4-Punkt-Biegegrundbelastung zu charakterisieren.

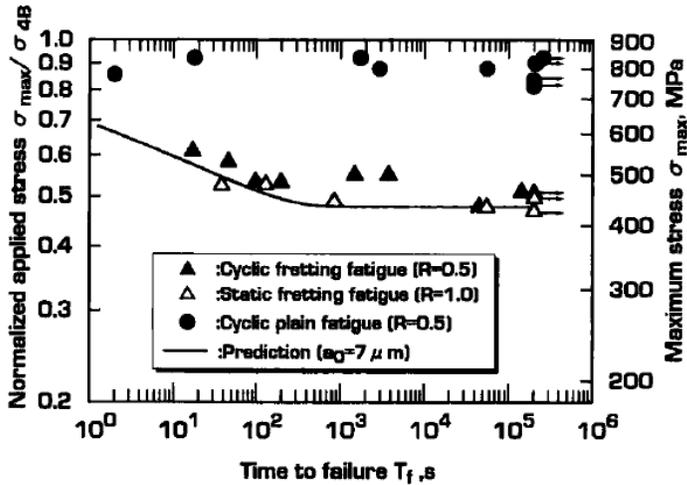


Abbildung 2-44: Statische und zyklische Reibermüdung, verglichen mit 4-Punkt-Biegegrundbelastung [9]

In *Abbildung 2-44* werden zwei verschiedene Arten der Reibermüdungsbelastung mit reiner 4-Punkt-Biegegrundbelastung verglichen. Bei der statischen Belastung wird die 4-Punkt-Biegeprobe mittels einer konstanten Kraft vorgespannt. Der Reibkörper oszilliert zyklisch auf der Probenoberfläche, während er mit einer konstanten Kraft gegen die Probe gepresst wird. Im zyklischen Reibermüdungsbelastungsfall wird die 4-Punkt-Biegeprobe zusätzlich zyklisch bei einem Spannungsverhältnis von  $R=0,5$  belastet.

So kommen die bisherigen Untersuchungen zum Ergebnis, dass Reibermüdung an Ingenieurkeramiken eine nicht zu vernachlässigende Schädigung darstellt, welche bei der Auslegung von zyklisch beanspruchten ingenieurkeramischen Bauteilen unbedingt berücksichtigt werden muss. Nach [9] entstehen reibermüdungsinduzierte Risse in einem sehr frühen Stadium der Ermüdungsbeanspruchung. Das Ermüdungsverhalten der untersuchten Werkstoffe wird daher stark von der stabilen Ausbreitung der durch die Reibermüdung erzeugten Risse dominiert.

### 3 Werkstoffe

Als Grunddefinition für keramische Werkstoffe gilt, sie sind anorganisch und nichtmetallisch, werden aus einer Rohmasse geformt und erhalten schließlich ihre typischen Werkstoffeigenschaften durch einen Sintervorgang bei hohen Temperaturen [163]. Der Begriff Keramik stammt vom griechischen Wort „Keramos“ ab und bedeutet Ton, Töpfererde, Ziegel oder „der durch das Feuer gegangene“ [164]. Im Allgemeinen differenziert man zwischen Oxid- und Nichtoxidkeramiken. In dieser Arbeit werden  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  als Beispiel der beiden Hauptgruppen untersucht. Überwiegend ionische Bindungsanteile sind bei oxidkeramischen Werkstoffen zu finden. Der Anteil ionischer Bindungen kann nach [165] über die Elektonegativitätsdifferenz  $\Delta x$  bestimmt werden:

$$\text{Ionischer Bindungsanteil} = 1 - \exp\left(-\frac{1}{4}\Delta x^2\right) \quad (3-1)$$

Je größer  $\Delta x$ , desto größer ist auch der ionische Charakter einer Verbindung.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  besitzt einen Anteil von etwa 60%,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  einen Anteil von etwa 30% ionischer Bindungen. Oxidkeramische Werkstoffe besitzen mit steigender Temperatur eine zunehmende Ionenbeweglichkeit und besitzen daher bessere Sintereigenschaften aber auch stärkere Festigkeitsabnahmen bei hohen Temperaturen [165]. In Tabelle 3-1 sind nachfolgend die wichtigsten physikalischen Eigenschaften der untersuchten Probenwerkstoffe aufgeführt. Der Vollständigkeit wegen ist als dritter Werkstoff 100Cr6, welcher teilweise als Reibkörper in den Reibermüdungsversuchen verwendet wird, ebenfalls in Tabelle 3-1 aufgeführt.

	$\text{Si}_3\text{N}_4$ (SL 200 BG)	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (F 99,7)	100Cr6, 1.3505 (AISI E 52100)
E-Modul [GPa]	310	380	210
Querkontraktionszahl	0,27	0,22	0,30
Inertfestigkeit, 4PB [MPa]	869±15	350 <sup>1</sup> / 380 <sup>2</sup>	800 (R <sub>m</sub> )
Druckfestigkeit [MPa]	2500	3000	880
Härte [HV 10]	1700	1850	810
K <sub>IC</sub> , SEVNB [MPam <sup>3/2</sup> ]	4,9±0,1	3,6±0,47	> 20
Dichte [kg/m <sup>3</sup> ]	3190±9	3925±25	7810

### 3 Werkstoffe

Wärmeleitfähigkeit [W/mK]	21 (20-100 °C)	30 (100 °C)	46,6
Ausdehnungskoeffizient [ $10^{-6}/K$ ]	3,2 (20-400 °C)	4,6 (20 °C)	12,3(20-100 °C)
Spez. Wärme [kJ/kgK]	0,7 (20-100 °C)	0,9 (20 °C)	0,475
Weibull-Modul	14±2	~10	-

<sup>1</sup>Herstellerangabe, <sup>2</sup>gemessen in SFB 483

*Tabelle 3-1: Physikalische Daten und mechanische Kenngrößen (Werkstoffparameter)*

#### **3.1 Aluminiumoxid**

Aluminiumoxid ist der technisch wichtigste oxidkeramische Werkstoff mit der derzeit breitesten Anwendung [163]. Der Anwendungsbereich weist ein großes Spektrum vom Isolierwerkstoff in der Elektrotechnik über Dichtelemente in der Sanitärindustrie, als Implantat in der Humanmedizin, als Brennerdüse in der Hochtemperaturanwendung bis hin zum Verschleißschutz im Maschinen- und Anlagenbau. Somit hat sich  $Al_2O_3$  aufgrund des vergleichsweise günstigen Preises, guter Verfügbarkeit und relativ einfacher Herstellung und Bearbeitbarkeit als Ingenieurkeramik etabliert.

Am häufigsten wird  $Al_2O_3$  in seiner  $\alpha$ -Modifikation, auch Korund genannt, verwendet [164]. Bei dem untersuchten Probenmaterial handelt es sich um Aluminiumoxid der Firma Friatec der Qualität F99,7. Hierbei handelt es sich um eine Ingenieurkeramik, die einen relativ geringen Anteil an Sinterhilfsmitteln und Verunreinigungen von unter 0,3 Ma.-% aufweist. In *Abbildung 3-1* ist das Gefüge von F99,7 zu erkennen. Die durchschnittliche Korngröße beträgt 10  $\mu m$ . Durch die hohe Reinheit der Ausgangsstoffe ist der Anteil an amorpher Korngrenzphase im Vergleich mit  $Si_3N_4$  sehr gering. Untersuchungen zur Dauerfestigkeit haben gezeigt, dass diese Keramik, trotz des geringen Glasphasenanteils auf den Korngrenzen, zyklische Ermüdung zeigt. Dieser Werkstoff wurde im Rahmen mehrerer Forschungsarbeiten, u.a. auch im Sonderforschungsbereich 483 „Hochbeanspruchte Gleit- und Friktionssysteme auf Basis ingenieurkeramischer Werkstoffe“, umfassend untersucht und charakterisiert, d.h. es ist eine große Datenbasis vorhanden auf der die Versuche zur Erforschung des Reibermüdungseinflusses aufbauen können [142], [166]-[168].

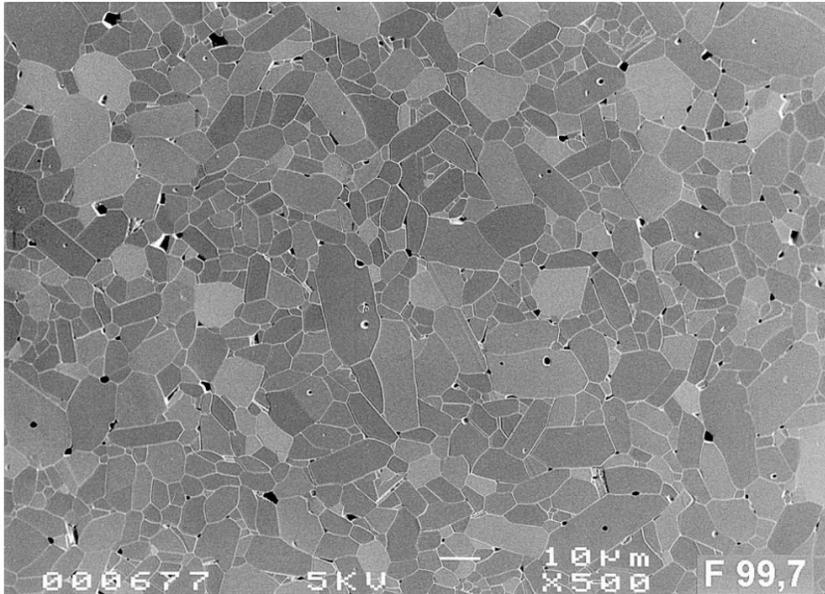


Abbildung 3-1: Gefüge einer Keramik aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Friatec, Typ F 99,7)

### 3.2 Siliziumnitrid

Siliziumnitrid verfügt über eine bislang von anderen Keramiken nicht erreichte Kombination von hervorragenden Werkstoffeigenschaften, die hohe Zähigkeit, hohe Festigkeit, auch bei hohen Temperaturen, ausgezeichnete Temperaturwechselbeständigkeit, hervorragende Verschleißbeständigkeit, niedrige Wärmedehnung, mittlere Wärmeleitfähigkeit und gute chemische Beständigkeit umfasst [163]. Die mechanischen Eigenschaften von Siliziumnitridkeramiken sind eng mit der Mikrostruktur verknüpft. Die Festigkeit und Zähigkeit bei Raumtemperatur wird von der Korngröße und –morphologie sowie der Korngrenzenphase bestimmt. Die Hochtemperatureigenschaften werden hauptsächlich von der Zusammensetzung und der Eigenschaften der Korngrenzenphasen bestimmt [175]. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kommt in zwei kristallographischen Formen, dem  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> und dem  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> vor. Bei der Herstellung von Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Pulver entsteht vor allem  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, das beim Sintern ab 1410 °C in die  $\beta$ -Modifikation umwandelt [179]. Beide Modifikationen kristallisieren hexagonal, wobei die Dimensionen der Elementarzelle in der a-Richtung ähnlich, in der c-Richtung bei der  $\beta$ -Form ungefähr die Hälfte der  $\alpha$ -Abmessungen betragen [178]. Das metastabile  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> und das stabile  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> unterscheiden sich in der Stapelfolge. Durch die ABAB Anordnung der  $\beta$ -Modifikation bilden sich parallel zur c-Achse zwei Kanäle, bei der  $\alpha$ -Modifikation,

### 3 Werkstoffe

die eine ABCD Stapelfolge aufweist, werden diese Kanäle unterbrochen und es bilden sich zwei große Hohlräume. Ab Temperaturen von 1410 °C wandelt die metastabile  $\alpha$ -Modifikation in die thermodynamisch stabilere  $\beta$ -Modifikation um [179].

Im Rahmen dieser Arbeit wurde  $\text{Si}_3\text{N}_4$  der Firma CeramTec mit dem Handelsnamen SL 200 BG untersucht. SL 200 BG ist eine gasdruckgesinterte Siliziumnitridkeramik, die sich besonders für mechanisch belastete Bauteile und motorspezifische Anwendungen auch bei höheren Temperaturen eignet. Hierbei handelt es sich um eine Keramik mit Zusätzen von 3 Ma.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und 3 Ma.-%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  als Sinterhilfsmittel.

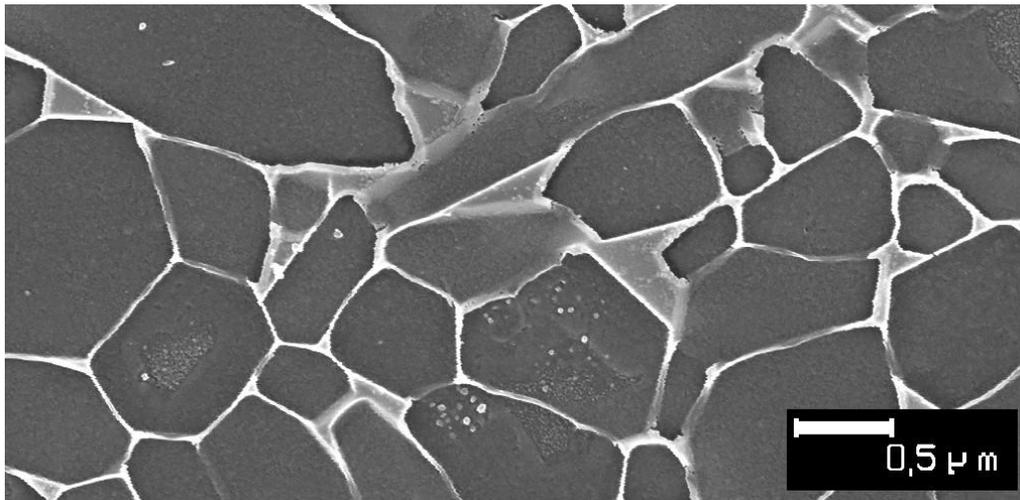


Abbildung 3-2: Gefüge einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Keramik, (CeramTec, Typ SL 200 BG)

Diese Keramik zeichnet sich durch hohe Festigkeit und Risszähigkeit sowie Thermochockbeständigkeit aus. Die Grundcharakterisierung zur Ermittlung mechanischer Materialeigenschaften wurde an der Variante SL 200 BG im Rahmen eines ESIS-Projektes (European Survey of Information Society) vorgenommen [169]-[174]. Des Weiteren wurden zyklische Ermüdungsversuche an SL 200 BG unter 4-Punkt-Biegung im Rahmen des SFB 483, Teilprojekt C7 durchgeführt [176], [177]. Somit ist auch für diesen Werkstoff eine ausreichend große Datenbasis vorhanden, um die Ergebnisse aus den Reibermüdungsversuchen vergleichen und interpretieren zu können.

## 4 Analysemethoden und Versuchsdurchführung

Zur Bestimmung der mechanischen Festigkeitskennwerte von Keramiken hat sich der genormte Vier-Punkt-Biegetest [88] etabliert. Daher gibt es für keramische Werkstoffe eine große Datenbasis, hinsichtlich der mechanischen Festigkeitswerte, welche mit dieser Prüfmethode in der Vergangenheit ermittelt wurden. Diese Daten dienen als Grundlage, um das Schädigungspotenzial durch Reibermüdungsbeanspruchung hinsichtlich der Lebensdauer- und Ermüdungsfestigkeitsreduktion bewerten zu können.

### 4.1 Prüfstandsaufbau für Laborluftatmosphäre

Zur Durchführung der Reibermüdungsversuche wurde ein 4-Punkt-Biegeprüfstand, welcher im wesentlichen DIN 483-1 [88] entspricht, modifiziert. Dies hat u.a. den Vorteil, dass die Ergebnisse der Reibermüdungsversuche direkt mit den Ergebnissen der zyklischen 4-Punkt-Biegeversuche [166]-[168], [176], [177], welche Stand der Technik sind und ohne Reibermüdungseinfluss bereits durchgeführt wurden, verglichen werden können. Die Grundbelastung wird mittels eines servoelektrischen, wassergekühlten Linearmotors der Firma OSWALD erzeugt, wobei der durch den Linearmotor angetriebene Kolben die Kraft auf die Belastungsrollen auf der Druck- bzw. Oberseite der Biegeproben überträgt. Die Belastungsrollen haben einen Abstand von 20 mm und einen Durchmesser von 5 mm. Die Prüfmaschine hat eine maximale Prüfkraft von 12 kN. Die auf die Probe wirkende Kraft bzw. Grundbelastung in Form von 4-Punkt-Biegung wird mit Hilfe einer Kraftmessdose (Nr. 1 in *Abbildung 4-1*) vom Typ Instron dynacell mit einer Nennkraft von 10 kN gemessen. In *Abbildung 4-1* ist der Aufbau des Prüfsystems schematisch dargestellt. In *Abbildung 4-2* sind der Prüfstand sowie Detailaufnahmen zu erkennen.

Die Mittelpunkte der unteren Auflagezylinder, ebenfalls mit einem Durchmesser von 5 mm, haben einem Abstand von 40 mm. Sowohl Belastungs- als auch Auflagezylinder sind nicht frei beweglich. Dies ist notwendig um eine horizontale Bewegung der Biegeprobe während der Reibbeanspruchung zu vermeiden. Eine Betrachtung der Einflüsse auf das Versuchsergebnis, die aus dieser Versuchsrandbedingung resultieren erfolgt in Kapitel 4.3 in dieser Arbeit.

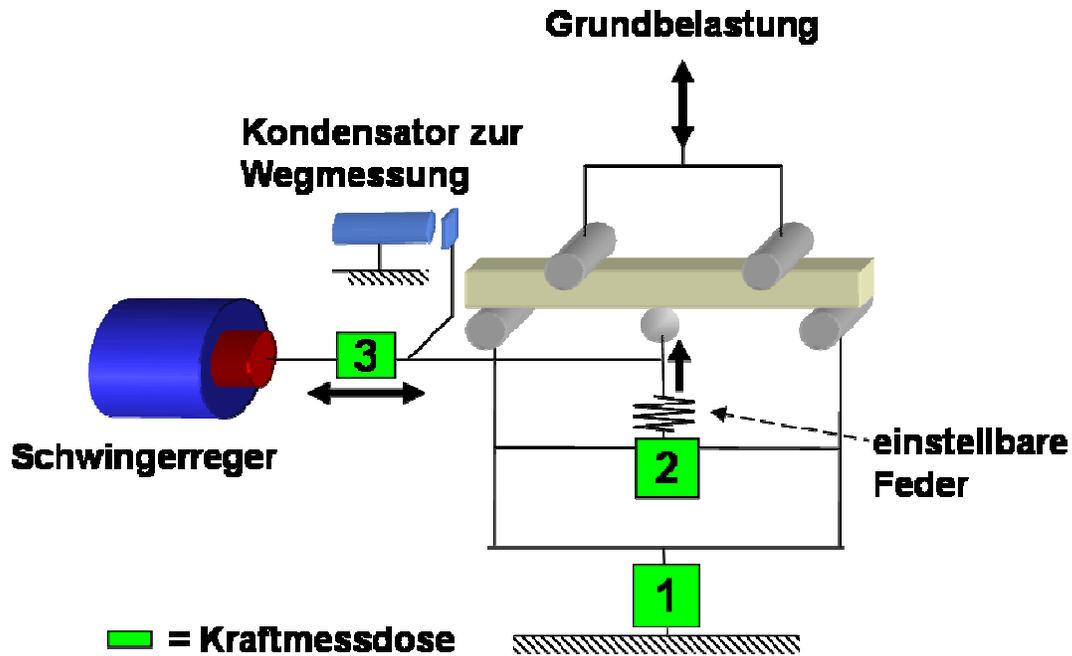


Abbildung 4-1: Schematischer Prüfsandaufbau

Zwischen den Auflagezylindern wird ein Reibkörper in Form einer Kugel auf der versagenskritischen zugbelasteten Seite der Biegeprobe mit einer konstanten Kraft angedrückt und kann mit einer definierten Wegamplitude oszillierend parallel zur Probenlängsrichtung bewegt werden (Abbildung 4-2). Die Anpresskraft wird voreinstellbar mit Hilfe einer Stahlfeder realisiert und mittels einer weiteren Kraftmessdose (Nr. 2 in Abbildung 4-1) vom Typ FGP FN3050, mit einer Nennkraft von 1000 N erfasst.

Die Reibbewegung wird mittels eines permanentmagneterregten Schwingererregers, der Bauart TIRA S540, mit einer Nennkraft von max. 440 N generiert und über ein Hebelsystem auf den Reibkörper übertragen. Die Reibkraft wird mit einer dritten Kraftmessdose (Nr. 3 in Abbildung 4-1) des Typs HBM, U9B/50N, mit einer Nennkraft von 50 N, welche direkt in die Leit-Stützstruktur zwischen Schwingererregter und Reibkörper eingebaut ist, erfasst. Der Weg des Reibkörpers wird mit einem kapazitiven Sensor erfasst. Die Kraftmessdosen sind so platziert, dass keine Lagerreibung das Messergebnis beeinflussen kann.

Die Sollwerte und Reaktionsgrößen der Kräfte bzw. des Reibwegs werden mit Hilfe eines Rechners an die Mess- und Regelelektronik der Maschine weitergegeben bzw. an den Rechner zurückgeführt und von diesem verarbeitet und gespeichert.

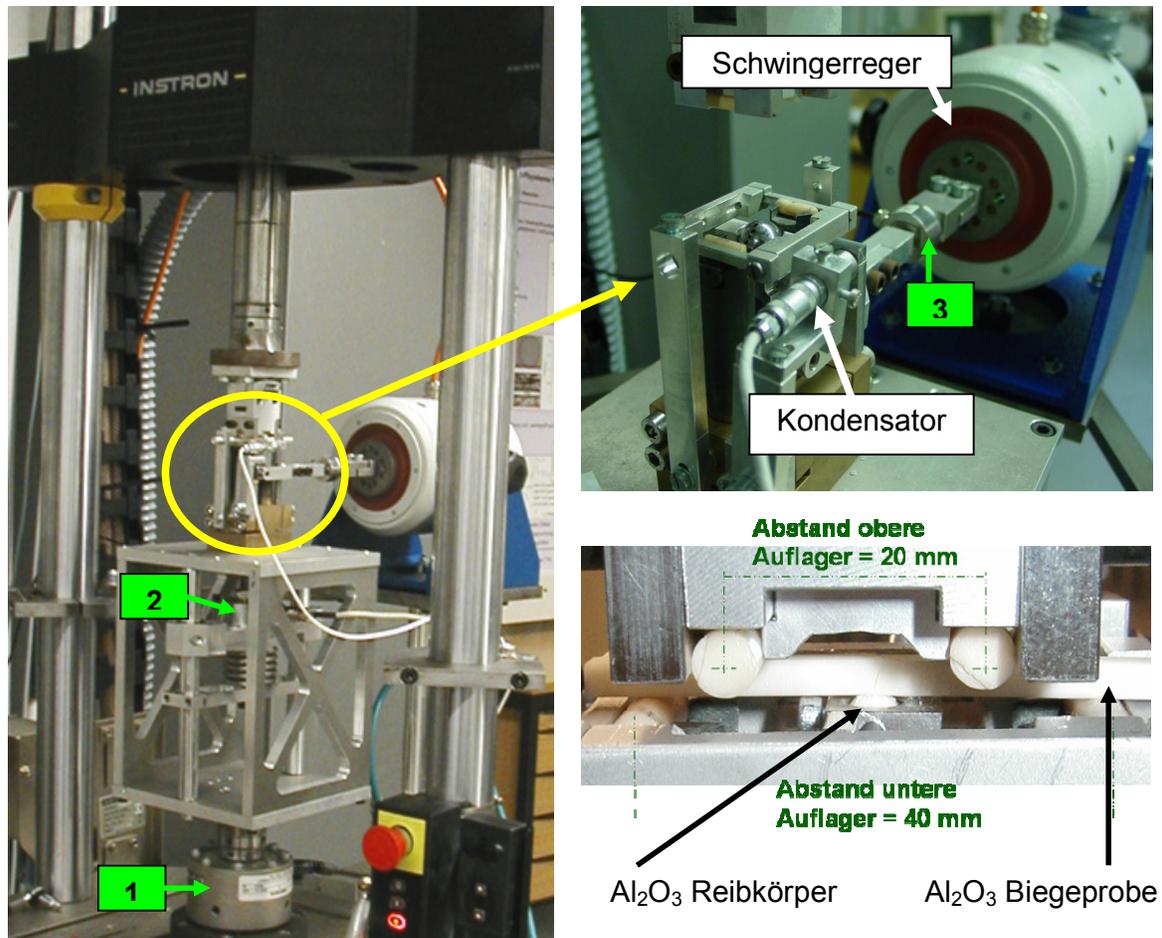


Abbildung 4-2: Prüfstands Aufbau

### 4.2 Prüfstands Aufbau für den Einfluss von Umgebungsmedien

Bei Versuchen zur Bestimmung der Risszähigkeit und der Lebensdauerermittlung zyklisch beanspruchter Keramiken haben sich unter dem Einfluss verschiedener Umgebungsmedien unterschiedliche Inertfestigkeiten und R-Kurvenverhalten ergeben [6]. Die Variation des Umgebungsmediums hat des Weiteren einen Einfluss auf das tribologische Verhalten des Systems. Somit ist davon auszugehen, dass eine Variation des Umgebungsmediums einen Einfluss auf die Ergebnisse hinsichtlich der Ermüdungsfestigkeiten haben wird. Im Rahmen dieser Arbeit wird neben einem gasförmigen Umgebungsmedium (Laborluft), deionisiertes Wasser als flüssiges Umgebungsmedium verwendet.

Die mechanischen Belastungskomponenten des Medienprüfstands entsprechen dem bereits in Kapitel 4.1 beschriebenen Versuchsaufbau. Für die Reibermüdungsversu-

#### 4 Analysemethoden und Versuchsdurchführung

che unter Einfluss flüssiger Medien wurde der Prüfstand mit einer Umwälzpumpe sowie einem Auffangbehälter, einem Zwischenbehälter und einer Überwachungseinrichtung zur Detektion von Leckagen, einem so genannten Wasserwächter, ergänzt. Der Auffangbehälter hat keinen Kontakt mit anderen Komponenten der Prüfeinrichtung, so dass die Messungen nicht verfälscht werden. Die Öffnung des Förderschlauches ist direkt auf die Reibstelle der Biegeprobe gerichtet, wo die Biegeprobe kontinuierlich mit dem flüssigen Umgebungsmedium umspült wird.

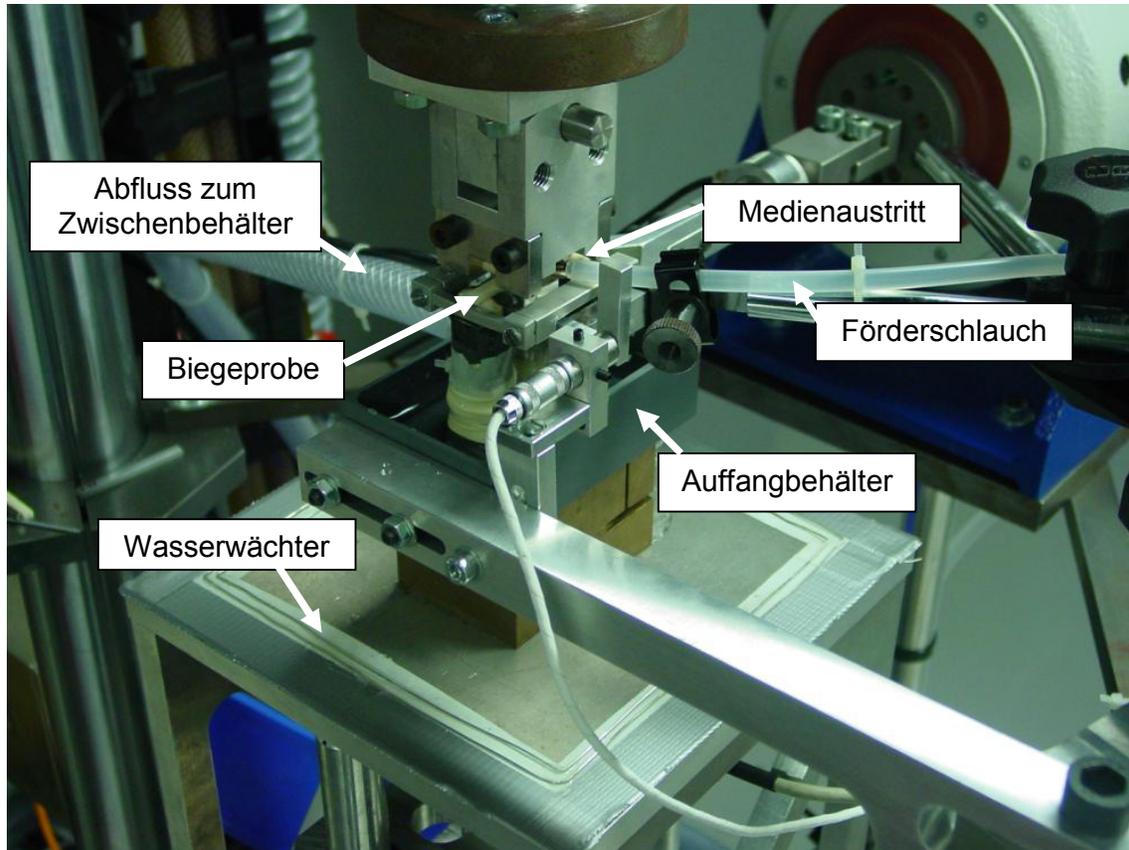


Abbildung 4-3: Detail des Medienprüfstands

Das flüssige Medium fließt am Ende des Förderschlauchs auf die Reibstelle und umspült diese kontinuierlich. Das Medium gelangt in den Auffangbehälter und fließt von dort in einen Zwischen- bzw. Speicherbehälter. Dieser dient gleichzeitig als Läu-er-becken, da sich hier Abrieb am Boden sammelt und nicht wieder in den Medienkreislauf gelangt. Am Zwischenbecken ist eine Umwälzpumpe angeschlossen, welche das Medium wieder durch den Förderschlauch zur reibbelasteten Biegeprobe fördert. Der Wasserwächter schützt das System im Falle einer Undichtigkeit durch Abschalten der Förderpumpe.

### **4.3 Versuchsführung**

Bei Reibermüdungsbeanspruchung findet in der Kontaktzone eine Relativbewegung zwischen den Kontaktflächen unter der gleichzeitigen Einwirkung von Normal- und Schubspannungen, bzw. von Hertz'scher Pressung und Gleitung durch Schub statt. Innerhalb der Kontaktzone bilden sich je nach Größe der Schubspannung unterschiedliche Bereiche, in denen Haften bzw. Gleiten zwischen den Kontaktpartnern auftritt. Bei zyklischer äußerer Belastung sind die Relativbewegungen außerhalb der Haftgebiete reversierend und können wachstumsfähige Reibermüdungsrisse initiieren, welche die Lebensdauer des betreffenden Bauteils erheblich herabsetzen können. Um ein besseres Verständnis für den Schädigungsmechanismus bei Reibermüdungsbeanspruchung zu bekommen, wurden unterschiedliche Prüfmethode angewandt:

#### **4.3.1 Restfestigkeitsversuche**

Durch die Bewegung des Reibkörpers kann einerseits Material von der Probenoberfläche abgetragen werden, wodurch zusätzliche Kerben entstehen können. Andererseits kann durch die Bewegung des Reibkörpers die Probenoberfläche in diesem Bereich geglättet bis sogar poliert werden. Um den Einfluss der entstandenen Oberflächenveränderungen auf die Festigkeitskennwerte der Proben zu untersuchen, wurden Messungen zur Restfestigkeit durchgeführt. Diese Messungen werden mit Inertfestigkeitsmessungen an nicht-reibbelasteten 4-Punkt-Biegeproben aus Arbeiten von Nejma [168] und Schwind et al. [176], [177] verglichen.

Die Restfestigkeitsversuche werden in mehreren Schritten durchgeführt. Die Probe wird in der 4-Punkt-Biegevorrichtung mit einer konstanten Kraft belastet, damit die Probe bei den anschließenden Reibversuchen nicht rutschen kann. Nach Aufbringen einer geringen Vorkraft von 150 N wird der Reibpad mit einer konstanten Kraft gegen die Oberfläche der Probenzugseite gedrückt. Die Restfestigkeitsversuche wurden in so genannter Selbstpaarung, d.h. Biegeprobe und Reibkörper bestehen aus demselben Werkstoff, sowie in Mischpaarung, d.h. die Biegeprobe besteht aus keramischem Werkstoff der Reibkörper jedoch aus dem Wälzlagerstahl 100Cr6 durchgeführt. Die Versuche in Selbst- als auch in Mischpaarung wurden an Laborluft und mit umspülter Reibstelle (deionisiertes Wasser) durchgeführt. Die oszillierende Reibbewegung des Reibkörpers findet mit einer Frequenz von  $f = 40$  Hz und einer Wegamplitude

## 4 Analysemethoden und Versuchsdurchführung

$s_a = 100 \mu\text{m}$  statt. Nach einer definierten Anzahl von Reibzyklen wird der Reibkörper entfernt, und die Probe wird mit einer Lastanstiegsgeschwindigkeit von  $1.000 \text{ MPa/s}$  über die 4-Punkt-Biegeeinheit bis zum Bruch belastet, um stabiles Risswachstum zu unterdrücken. Aus der ermittelten Bruchkraft wird durch Umrechnung mit Formel (2-1) die Restfestigkeit bzw. Inertfestigkeit der Probe bestimmt.

### 4.3.2 Zyklische Versuche

Hierbei wird die Biegeprobe zyklisch mittels 4-Punkt-Biegebeanspruchung belastet und der Reibkörper führt gleichzeitig eine oszillierende Bewegung auf der zugbelasteten Seite der Biegeprobe unter einer konstanten Anpresskraft aus. Diese Messungen werden analog zu den Versuchen zur Inertfestigkeitsbestimmung an rein zyklisch belasteten 4-Punkt-Biegeproben ohne Reibbelastung aus Arbeiten von Nejma [168] und Schwind et al. [176], [177] verglichen. Die Frequenz der 4-Punkt-Biegebelastung als auch des Reibschwingers beträgt 40 Hz. Die Wegamplitude der Reibkugel beträgt analog zu den Versuchen zur Restfestigkeitsbestimmung  $100 \mu\text{m}$ . Als Grenzlastspielzahl sind  $10^7$  Zyklen festgelegt. Alle Proben welche diese Lastspielzahl erreichen werden als Durchläufer bezeichnet. Die Versuche werden in Selbst- als auch in Mischpaarung an Laborluft und mit umspülter Reibstelle (deionisiertes Wasser) durchgeführt.

### 4.3.3 Statische Versuche

Der Reibkörper wird mit einer konstanten Anpresskraft auf der zugbelasteten Seite der Biegeprobe angepresst. Die Biegeprobe wird zyklisch mittels 4-Punkt-Biegung belastet bis zu einer bestimmten Lastspielzahl belastet, ohne dass der Reibkörper selbst eine oszillierende Bewegung auf der Probenoberfläche ausführt. Durch diese Versuchsführung soll gezeigt werden, ob eine Schädigung durch reine Kontaktbelastung ohne den Anteil der durch die Reibbewegung induzierten Spannungen für die Versuchsauswertung relevant ist.

#### **4.4 Vergleich der mechanischen Kennwerte von Reibermüdungs- mit 4-Punkt-Biegeversuchen**

Für den 4-Punkt-Biegeversuch wird angenommen, dass die Belastungskräfte reibungsfrei auf die Probe übertragen werden. Dies wird dadurch erreicht, dass frei bewegliche Rollen die Belastung auf die Probe übertragen. Im Reibermüdungsversuch muss die freie Beweglichkeit der Rollen unterbunden werden, da sich sonst auch die Probe unter dem Einfluss des sich bewegenden Reibkörpers oszillierend horizontal bewegt. Durch die Blockade der Belastungsrollen treten an jedem Belastungspunkt Reibungskräfte auf, welche eine Verlängerung der Probe in der Zugzone, bzw. eine Verkürzung in der Druckzone behindern. Dadurch werden Momente verursacht, die dem Belastungsmoment entgegenwirken [1], [3]. Dadurch erscheint die Biegefestigkeit um einen Anteil  $\Delta\sigma_c$  zu hoch. Nach

$$\frac{\Delta\sigma_c}{\sigma_c} = \frac{2h\mu}{S_1 - S_2 - 2h\mu} \quad (4-1)$$

ergibt sich, z.B. für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit einem Reibkoeffizienten von  $\mu = 0,3$  und einer Probenhöhe von  $h = 3$  mm ein Fehler von 9,89%.

Nach [6] werden aufgrund des Hertz'schen Linienkontaktes zwischen Belastungsrollen und Biegeprobe kleinflächige Druckspannungen übertragen, welche sich auf der gegenüberliegenden Seite der inneren Belastungsrollen als Zugspannungen mit den Biegespannungen überlagern. Die Spannungsüberhöhungen der nach Formel (2-1) berechneten maximalen Randspannung betragen das 1,01-fache. Nach [6] ist dies der Grund warum viele Proben unter reiner 4-Punkt-Biegung unter den inneren Belastungsrollen brechen.

Der Verlauf des Biegemoments bei der 4-Punkt-Biegung entspricht nicht dem Verlauf bei der Reibermüdung. Bei der Reibermüdungsbeanspruchung handelt es sich um eine 5-Punkt-Biegung. Der höchstbelastete Bereich zwischen den inneren Auflagern wird bei rein statischer Belastung, d.h. bei stehendem Reibkörper, entlastet (*Abbildung 4-4*). Trotzdem brechen auf Grund der Belastung durch Reibermüdung alle an Laborluftatmosphäre zyklisch belasteten Proben im Reibbereich.

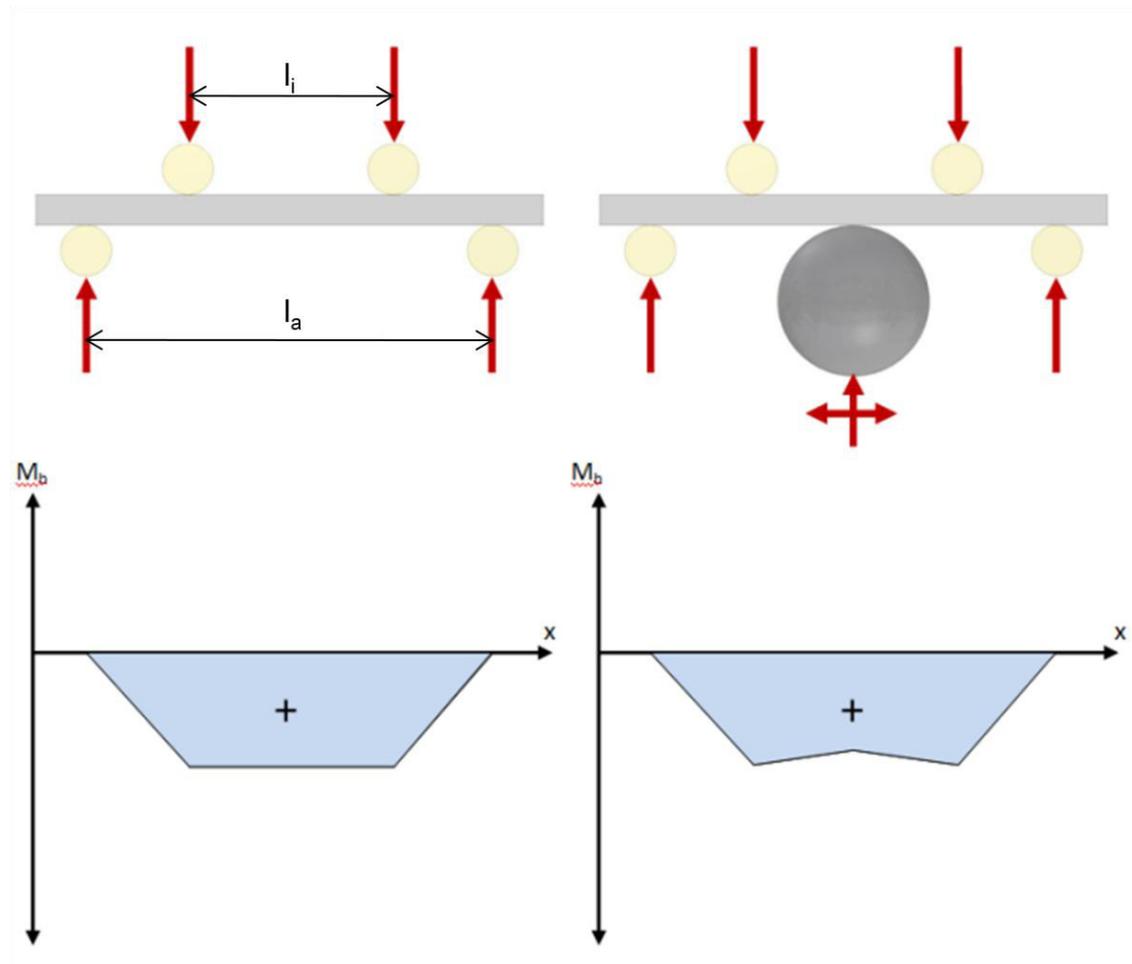


Abbildung 4-4: Vergleich der qualitativen Biegemomentverläufe zwischen 4-Punkt-Biegung (links) und Reibermüdung (rechts) ohne Reibkörperbewegung

## 4.5 Versuchsproben

### 4.5.1 Biegeproben

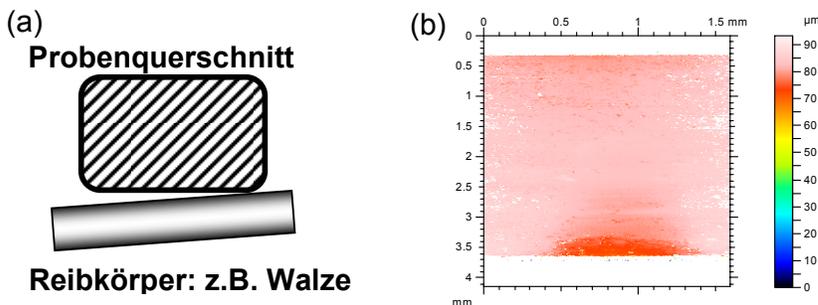
Zur Durchführung der Reibermüdungsversuche wurden Biegeproben verwendet, welche hinsichtlich der Herstellungsweise, also den Sinterbedingungen und -methoden, der Bearbeitungsweise und der Geometrie identisch zu den 4-Punkt-Biegeversuchen waren. Die Biegeproben wurden nach dem Sintern gemäß der Norm [88] in Längsrichtung mit einer diamantbeschichteten Schleifscheibe mit einer Körnung von D25 feingeschliffen. Hieraus ergibt sich für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ein Ra-Wert von  $0,45 \pm 0,07 \mu\text{m}$  und für  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ein Ra-Wert  $0,11 \pm 0,02 \mu\text{m}$ . Die geometrischen Abmaße der balkenförmigen Proben betragen  $3 \times 4 \times 50 \text{ mm}^3$ . Um Kanteneffekte zu ver-

## 4 Analysemethoden und Versuchsdurchführung

meiden wurden alle Proben sowohl auf der Zug- als auch auf der Druckseite gemäß der Norm [88] unter 45° angefasst. Alle Biegeroben wurden vor dem Versuch auf Abweichung zu Toleranzangaben in [88] hinsichtlich der Planparallelität und Abmaße überprüft.

### 4.5.2 Reibkörper

Um eine hohe Flächenpressung bei kleiner Anpresskraft zu erhalten eignen sich Reibkörper (engl. Fretting pad) in Kugelform. Ein weiterer Vorteil des punktförmigen Kontakts bei kugelförmigen Reibkörpern gegenüber Linien- oder Flächenkontakt von z.B. walzenförmigen Reibkörpern ist die Vermeidung einer Verkantung von Reibkörper und Biegeprobe, wie in *Abbildung 4-5* schematisch dargestellt.



*Abbildung 4-5: (a) Verkantung zwischen Biegeprobe und walzenförmigem Reibkörper (b) Oberflächenprofil  $Al_2O_3$  nach 10.000 Zyklen mit verkantetem walzenförmigen  $Al_2O_3$ -Reibkörper,  $\varnothing = 5$  mm, Anpresskraft  $F_N = 10$  N*

Dies führt zu einer inhomogenen Verteilung der Reibfläche (*Abbildung 4-5 b*) und somit zu einer inhomogenen Verteilung der Kontaktspannungen. Drei unterschiedliche Reibkörperwerkstoffe ( $Al_2O_3$ ,  $Si_3N_4$ , 100Cr6) mit zwei unterschiedlichen Durchmessern (5 und 15 mm) werden in den Reibermüdungsversuchsreihen verwendet. Alle keramischen Kugeln sind mit der Genauigkeitsklasse G10, die Kugeln aus 100Cr6 mit G28 hergestellt. Die Oberfläche bei allen Kugeln ist poliert. In Tabelle 4-1 sind die Maßtoleranzen und Rauheitswerte nach DIN 5401:2002-08 [181] dargestellt.

Genauigkeitsklasse	Nennmaße [mm]	Grenzabmaße [ $\mu m$ ]	Ra <sub>max</sub> [ $\mu m$ ]
G10	bis 25,5	$\pm 9,75$	0,02
G28	bis 50,8	$\pm 13,7$	0,05

*Tabelle 4-1: Maßgenauigkeit und Rauheit nach DIN 5401:2002-08 [181]*

## **4.6 Mikroskopische Untersuchungsmethoden**

### **4.6.1 Konfokales Weißlichtmikroskop**

Um die Reib- und Bruchflächen zu charakterisieren wird ein konfokales Weißlichtmikroskop der Firma Nanofocus verwendet, mit dessen Hilfe 2D- und 3D-Oberflächenprofile erstellt werden können. Der Vorteil des konfokalen Weißlichtmikroskops gegenüber einem herkömmlichen Lichtmikroskop liegt darin, dass die reibermüdungsinduzierte Veränderung der Oberflächenkontur sowie der Bruchflächen besser dargestellt werden können. Der Vorteil gegenüber dem REM ist die schnellere Probenpräparation, da die keramischen Proben nicht leitfähig gemacht werden müssen. Für höhere optische Auflösungen kann allerdings nicht auf das REM verzichtet werden.

Die Auswertung der Daten wird mit der Software Mountains-Map 3.1 Universal der Firma Digital Surf vorgenommen. Mit dieser Analysemethode lassen sich Veränderungen der Oberflächenrauigkeit, das Verschleißvolumen sowie die Verschleißtiefe bestimmen. Darüber hinaus können die Rissverläufe auf den Bruchflächen der Biegeproben analysiert werden.

### **4.6.2 Rasterelektronenmikroskopie und Focused Ion Beam**

Als weitere Untersuchungsmethode eignet sich das Rasterelektronenmikroskop (REM). Hiermit werden eine höhere Auflösung sowie eine bessere Tiefenschärfe erreicht. Mikrostrukturelle Veränderungen und Schädigungen durch die Reibermüdungsbeanspruchung können mit dem REM besser erkannt und analysiert werden. Als wichtiges Werkzeug zur Charakterisierung reibermüdungsinduzierter struktureller Schädigungen hat sich das REM in Kombination mit dem Focused Ion Beam (FIB) Verfahren erwiesen. Zunächst wird mit dem REM die Oberfläche der Proben untersucht, um zielgenaue Präparationen mit dem FIB durchführen zu können. Die Probenpräparation mittels FIB wurde mit einem Zeiss 1540 ESB Crossbeam durchgeführt. Hierbei werden oberflächennahe Bereiche mittels eines Argon-Ionenstrahls gezielt bis in eine Tiefe von 15 µm schichtweise abgetragen. Durch die Crossbeam Technologie ist es möglich den Schnittverlauf in-situ mittels REM zu beobachten. *Abbildung 4-6* zeigt eine Detailaufnahme des verwendeten Gerätes.

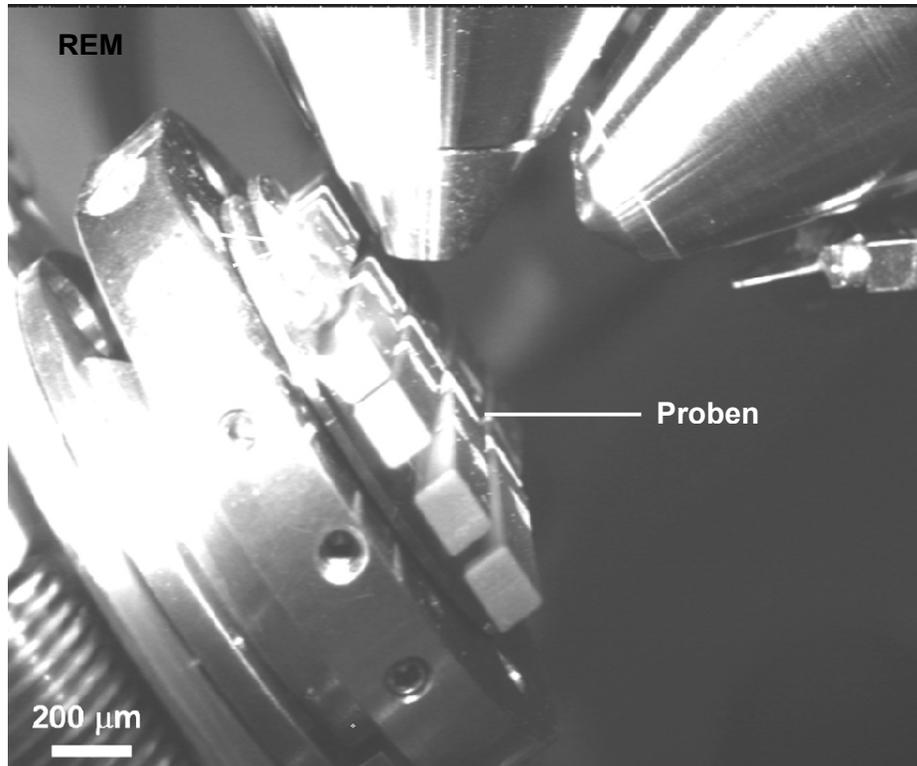


Abbildung 4-6: Innenraum FIB, Detailaufnahme

Das Präparationsverfahren mittels FIB eignet sich deshalb besonders, weil durch die Abtragung durch Ionenbeschuss präparationsinduzierte Risse, welche z.B. durch Sägen oder Schleifen entstehen können, vermieden werden. Hierdurch wird es möglich, den Verlauf von auf der Oberfläche sichtbaren Rissen ins Innere der Probe hinein ohne Einflüsse durch die Präparation zu verfolgen. Für die Probenpräparation wurde zuerst ein sogenannter Schrupp-Schritt zum Abtragen eines größeren Volumens mit Strömen von bis zu 10 nA durchgeführt. Um aussagekräftige Aufnahmen zu erzielen ist es nach dem Schrupp-Schritt notwendig die Oberfläche durch weitere Polierschritte zu glätten. Die Polier-Schritte werden mehrfach mit kleiner werdenden Strömen ausgeführt. Der feinste Schritt erfolgt mit einem Strom von 50 pA. Der einzige Nachteil dieser Präparationsmethode ist der relativ große Zeitaufwand.

## 5 Versuchsergebnisse

### 5.1 Restfestigkeitsbestimmung nach Reibbeanspruchung

#### 5.1.1 Restfestigkeitsbestimmung an $\text{Al}_2\text{O}_3$

In *Abbildung 5-1* wird die Inertfestigkeit von Aluminiumoxidproben aus F 99,7 der Restfestigkeit reibbeanspruchter Biegeproben gegenübergestellt. Zur Inertfestigkeitsbestimmung wurden 15 Biegeproben verwendet. Zur Restfestigkeitsbestimmung wurden 5 Versuchsreihen in Selbstpaarung mit jeweils 5 Proben nach  $10^3$ ,  $5 \cdot 10^3$ ,  $10^4$ ,  $10^5$  und  $10^6$  Reibzyklen durchgeführt. Mit zunehmender Versuchsdauer nehmen die Kontaktflächen wegen Verschleiß zu. Dadurch bleibt die Hertzsche Pressung nicht konstant. Im Folgenden wird die zu Beginn der Versuche vorherrschende Hertzsche Pressung, errechnet aus Formel (2-9), verwendet. Der Reibkörper hat einen Durchmesser von 5 mm und wird mit einer Kraft von 20 N gegen die Proben gepresst. Dies entspricht einer maximalen Hertzschen Pressung von  $p_{\text{max}} = 2912 \text{ MPa}$ . Die Reibamplitude betrug  $100 \text{ }\mu\text{m}$  mit einer Frequenz von 40 Hz.

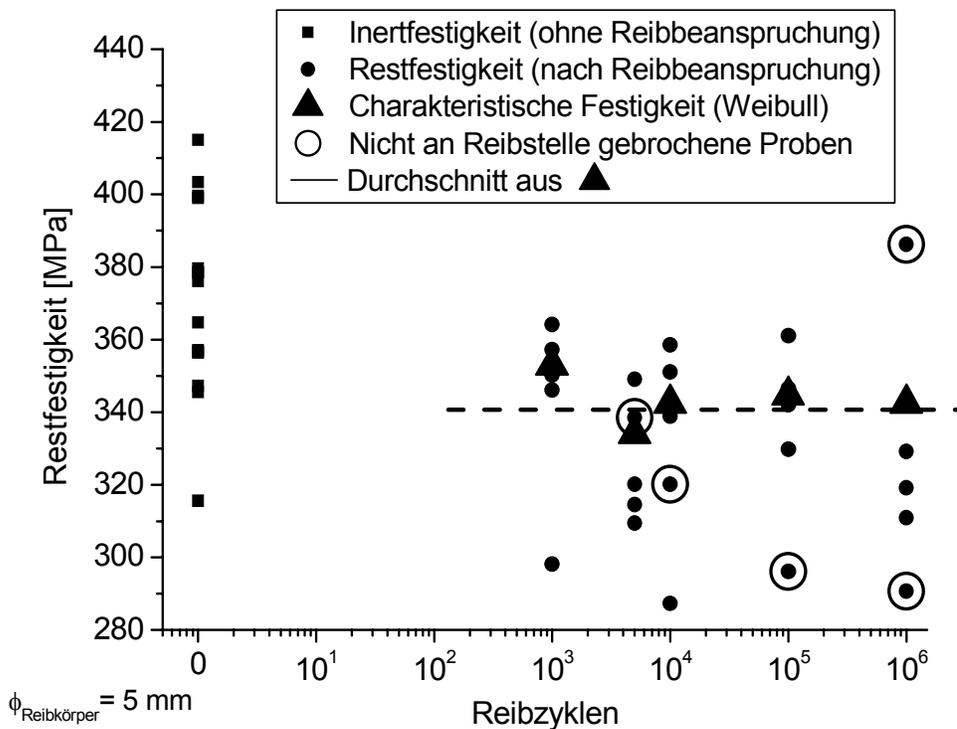


Abbildung 5-1: Inert- und Restfestigkeit von  $\text{Al}_2\text{O}_3$

## 5 Versuchsergebnisse

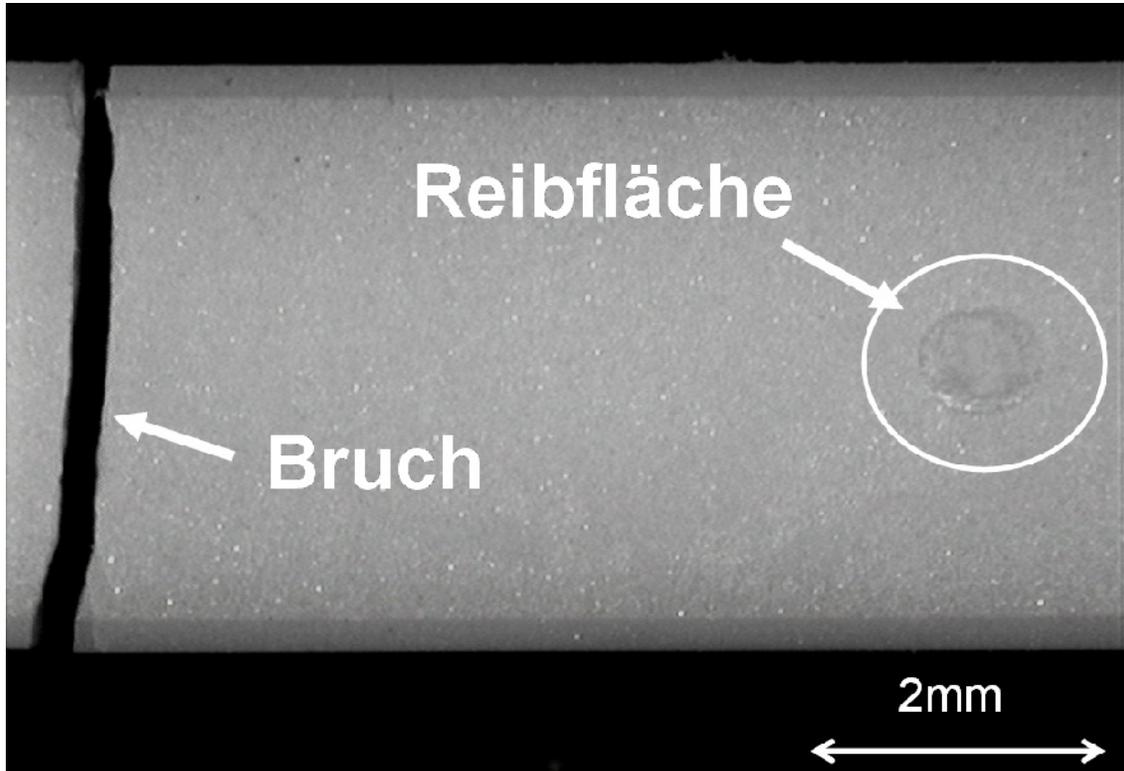
Die charakteristischen Festigkeitswerte wurden unter der Annahme einer Weibullverteilung aller getesteten Proben nach der Maximum-Likelihood-Methode ermittelt. Es konnte zwar nur eine relativ kleine Anzahl von Versuchen bei den jeweiligen Parameterkombinationen durchgeführt werden, trotzdem sind deutliche Unterschiede zwischen der Inertfestigkeit und den mittleren Restfestigkeitskennwerten der unterschiedlich reibbeanspruchten Proben zu erkennen. Die Restfestigkeitswerte der zuvor reibermüdungsbeanspruchten Biegeproben liegen im unteren Streubereich der Inertfestigkeitskennwerte von nicht-reibbeanspruchten 4-Punkt-Biegeproben bzw. knapp unterhalb des Streubandes. Die charakteristischen Restfestigkeiten liegen im Mittel bei etwa  $\sigma_0 = 350$  MPa und damit unterhalb der charakteristischen Inertfestigkeit der nicht-reibbeanspruchten Proben, welche bei 380 MPa liegt. Bemerkenswert ist, dass die ermittelten charakteristischen Restfestigkeiten unabhängig von der Reibzyklenanzahl alle auf einem Festigkeitsniveau liegen. Werden die einzelnen Versuchsreihen getrennt voneinander betrachtet, so liegen bei allen reibbeanspruchten Versuchsreihen die 90%-Konfidenzintervalle unterhalb derjenigen der Inertfestigkeitsversuche. Einzige Ausnahme stellt die Versuchsreihe mit  $10^6$  Reibzyklen dar. Hier wird das Konfidenzintervall durch einen „Ausreißer“ in Kombination mit der relativ niedrigen Probenanzahl erheblich aufgeweitet. Die 90%-Konfidenzintervalle für die reibermüdungsbeanspruchten Proben liegen kumuliert unterhalb des 90%-Konfidenzintervalls der unbeanspruchten Proben (*Tabelle 5-1*).

	Konfidenzintervall für $\sigma_0$	
	Min.	Max.
Inertfestigkeitsversuche	371,878	395,220
Reibermüdungsversuche kumuliert	335,518	353,095
Reibermüdungsversuche nach $10^3$ Zyklen	336,353	371,878
Reibermüdungsversuche nach $5 \times 10^3$ Zyklen	318,008	352,458
Reibermüdungsversuche nach $10^4$ Zyklen	321,237	367,596
Reibermüdungsversuche nach $10^5$ Zyklen	326,412	366,529
Reibermüdungsversuche nach $10^6$ Zyklen	306,107	389,066

*Tabelle 5-1: 90%-Konfidenzintervalle für die charakteristischen Festigkeiten  $\sigma_0$  der einzelnen Versuchsreihen ( $p_{max} = 2912$  MPa)*

## 5 Versuchsergebnisse

In *Abbildung 5-1* sind einige Resultate mit einem Kreis markiert. Diese kennzeichnen Proben, die wie diejenige in *Abbildung 5-2* nicht an der Reibstelle gebrochen sind. Bei diesen Proben muss davon ausgegangen werden, dass der bruchauslösende Fehler nicht durch eine reibermüdungsinduzierte Schädigung erzeugt wurde, sondern beim Sintern oder der Hartbearbeitung entstanden ist. Dieser Fehler muss gemäß der weakest-link Theorie größer sein, als die durch Reibermüdung verursachte Schädigung der Biegeprobe.



*Abbildung 5-2: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Probe nach Restfestigkeitsversuch, nicht an Reibstelle gebrochen*

Um den Einfluss der Anpresskraft bzw. der Flächenpressung zu erfassen, wurden zwei weitere Versuchsreihen mit  $10^3$  bzw.  $10^6$  Reibzyklen mit einer auf 10 N reduzierten Anpresskraft, was einer maximalen Hertzschen Pressung von 2311 MPa entspricht, durchgeführt. In *Abbildung 5-3* sind die Versuchsergebnisse im Vergleich mit den Inertfestigkeits- und Restfestigkeitskennwerten, der mit einer Anpresskraft von 20 N belasteten Proben, gegenübergestellt.

## 5 Versuchsergebnisse

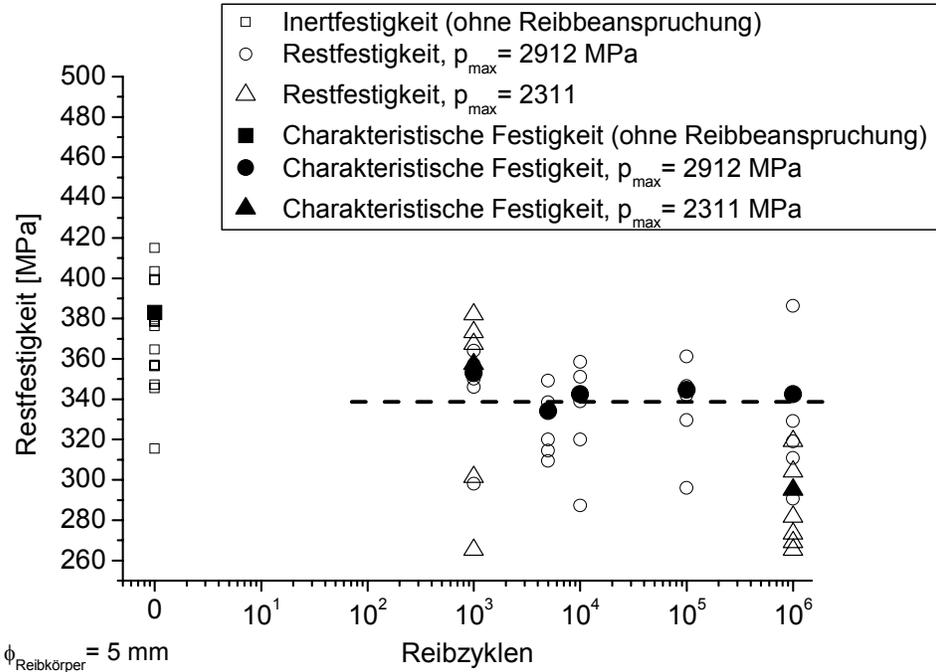


Abbildung 5-3: Inert- und Restfestigkeit von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in Laborluftatmosphäre, mit unterschiedlichen Flächenpressungen

Die Versuche mit geringerer Anpresskraft zeigen bei einer weiterhin relativ hohen maximalen Hertzschen Pressung von 2311 MPa, dass sich die Ergebnisse der Restfestigkeitsmessungen nach  $10^3$  Reibzyklen zunächst im Streuband der Inertfestigkeitsversuche befinden. Nach  $10^6$  Reibzyklen ist eine leichte Verringerung der Restfestigkeit festzustellen. Die Konfidenzintervalle überschneiden sich nur bei  $10^3$  Reibzyklen. Nach  $10^6$  Reibzyklen ist keine gemeinsame Schnittmenge mit dem Konfidenzintervall der Inertfestigkeitsversuche mehr festzustellen.

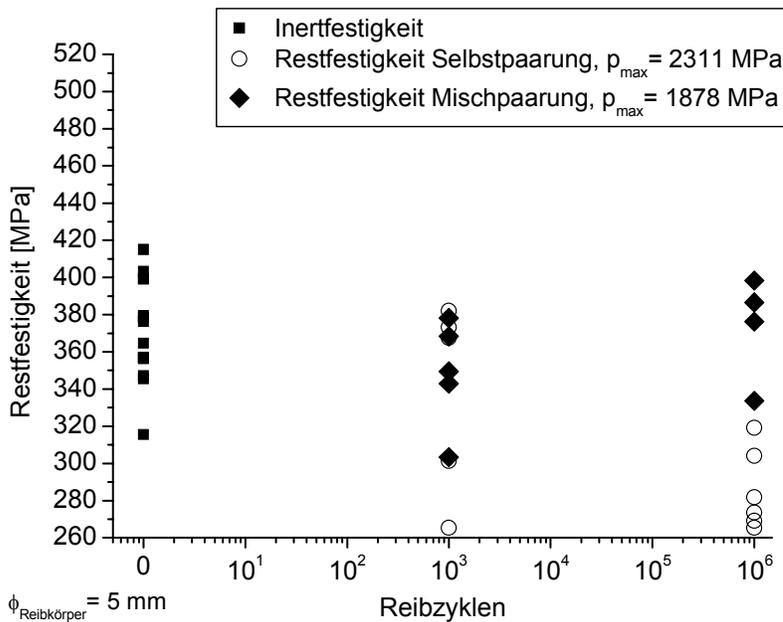
	Konfidenzintervall für $\sigma_0$	
	Min.	Max.
Inertfestigkeitsversuche	371,878	395,220
Reibermüdungsversuche kumuliert	303,223	357,448
Reibermüdungsversuche nach $10^3$ Zyklen	319,095	406,105
Reibermüdungsversuche nach $10^6$ Zyklen	276,741	316,229

Tabelle 5-2: 90%-Konfidenzintervalle für die charakteristischen Festigkeiten  $\sigma_0$  der einzelnen Versuchsreihen bei reduzierter Anpresskraft ( $p_{\text{max}} = 2311 \text{ MPa}$ )

## 5 Versuchsergebnisse

Des Weiteren wurden 2 weitere Versuchsreihen in Mischpaarung, d.h. mit einer 100Cr6-Kugel als Reibkörper, mit jeweils 5 Proben mit  $10^3$  und  $10^6$  Reibzyklen durchgeführt. Die Anpresskraft des 5mm Reibkörpers betrug wiederum 10 N, was einer maximalen Hertzschen Pressung von 1878 MPa entspricht. Alle anderen Parameter wurden nicht variiert.

Die Ergebnisse dieser Restfestigkeitsversuche sind in *Abbildung 5-4* dargestellt. Bei diesen Versuchsreihen befinden sich die Ergebnisse der Restfestigkeitsmessungen, unabhängig von der Anzahl der aufgetragenen Reibzyklen im Bereich des Streubandes der Inertfestigkeitsversuche. Bemerkenswert bei diesen Versuchsreihen ist, dass bis auf eine mit  $10^3$  Reibzyklen beaufschlagte Probe, alle Proben nicht an der Reibstelle gebrochen sind.



*Abbildung 5-4: Inert- und Restfestigkeit von  $Al_2O_3$  in Selbst- und Mischpaarung*

Weitere Versuche unter Medieneinfluss, durch Umspülen der Reibstelle mit deionisiertem Wasser, wurden sowohl in Selbst- als auch in Mischpaarung mit einer Anpresskraft von 10 N durchgeführt. Diese sind in *Abbildung 5-5* dargestellt. Bei beiden Versuchsreihen liegen die Restfestigkeitswerte im Bereich der Inertfestigkeitsergebnisse. Auch bei den Versuchsreihen zur Restfestigkeitsbestimmung sind alle Proben, bis auf eine Ausnahme bei  $10^6$  Zyklen, nicht an der Reibstelle gebrochen. Das Zwischenmedium Wasser hat also positiven Einfluss auf die Restfestigkeiten reibbeanspruchter 4-Punkt-Biegeproben. Werden die Konfidenzintervalle der Restfestigkeits-

## 5 Versuchsergebnisse

versuche (Tabelle 5-3) mit denen der Inertfestigkeitsversuche verglichen, so ist festzustellen, dass sich die Messungen im gleichen Bereich befinden.

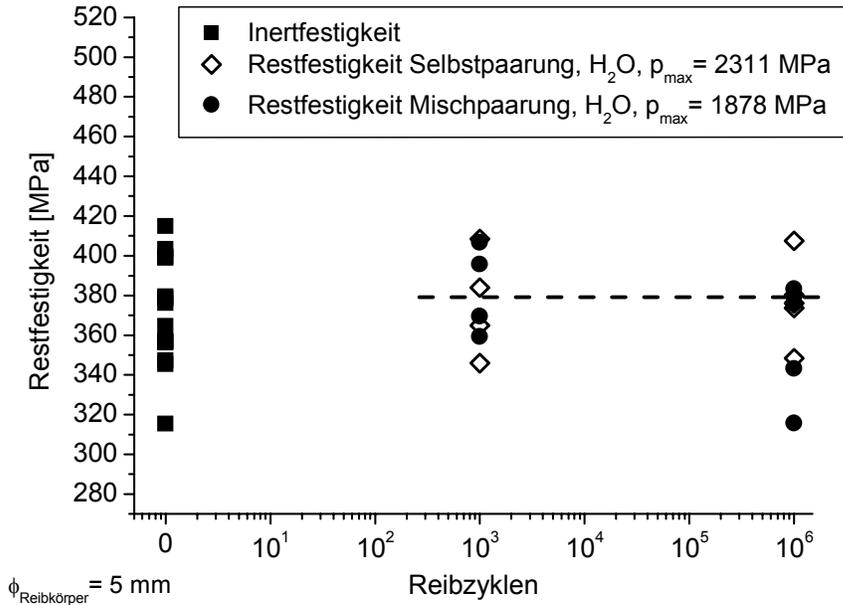


Abbildung 5-5: Inert- und Restfestigkeit von  $Al_2O_3$  in Selbst- und Mischpaarung, Reibstelle umspült mit deionisiertem Wasser

	Konfidenzintervall für $\sigma_0$	
	Min.	Max.
Inertfestigkeitsversuche	371,878	395,220
Reibermüdungsversuche, Selbstpaarung, $H_2O$ , kumuliert	373,117	401,040
Reibermüdungsversuche, Mischpaarung, $H_2O$ , kumuliert	366,948	396,976

Tabelle 5-3: 90%-Konfidenzintervalle für die charakteristischen Festigkeiten  $\sigma_0$  der einzelnen Versuchsreihen unter Medieneinfluss in Selbst- und in Mischpaarung

### 5.1.2 Restfestigkeitsbestimmung an $Si_3N_4$

In Abbildung 5-6 wird die Inertfestigkeit von Siliziumnitridproben aus SL 200 BG der Restfestigkeit reibbeanspruchter Biegeproben gegenübergestellt. Die Inertfestigkeit und die Restfestigkeiten wurden analog zur Vorgehensweise bei  $Al_2O_3$  bestimmt, mit dem Unterschied dass bei den folgenden Versuchsreihen zur Variation der maximalen Hertzschen Pressung der Durchmesser des Reibkörpers statt der Anpresskraft variiert wurde. Damit Untersuchungen bei unterschiedlichen Flächenpressungen

## 5 Versuchsergebnisse

möglich sind, wurde diese Versuchsführung bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gewählt, da versuchsaufbaubedingt keine Anpresskraft unterhalb 10 N möglich war und Anpresskräfte größer oder gleich 20 N zum sofortigen Probenbruch bei der zyklischen Versuchsführung geführt haben. Bei einer Anpresskraft von 10 N, bei einem  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Reibkugeldurchmesser von 5 mm entspricht die maximale Hertzsche Pressung 2053 MPa bei einem Durchmesser von 15 mm entspricht  $p_{\max} = 987$  MPa.

Für  $\text{Si}_3\text{N}_4$  liegen im Gegensatz zu den Ergebnissen mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  die ermittelten Restfestigkeitskennwerte unabhängig von der Flächenpressung deutlich unterhalb der Festigkeitswerte der Inertfestigkeitsversuche.

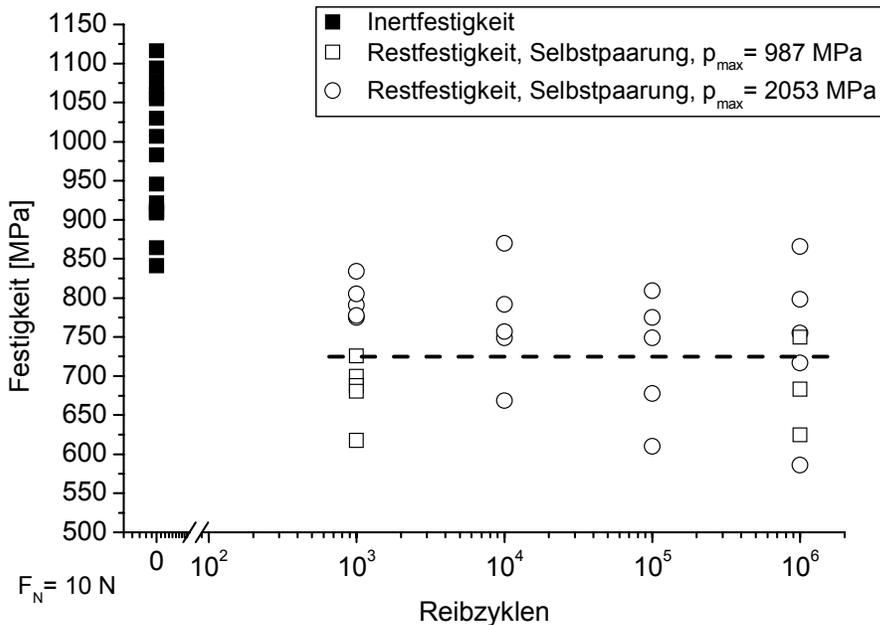


Abbildung 5-6: Inert- und Restfestigkeit von  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Selbstpaarung an Laborluft

Allerdings liegen, analog zu den Resultaten der Versuchsreihen mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  an Laborluftatmosphäre, die charakteristischen Restfestigkeitskennwerte von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  alle auf einem Festigkeitsniveau, unabhängig von der Anzahl der aufgeprägten Reibzyklen, wie in *Abbildung 5-6* beispielhaft an der Versuchsreihe mit einer Reibkugel mit dem Durchmesser von 5 mm gezeigt wird.

Um den Einfluss einer mit deionisiertem Wasser umspülten Reibstelle bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  zu erfassen, wurde eine weitere Versuchsreihe mit einer Reibkugel mit 15 mm Durchmesser durchgeführt. Die Ergebnisse werden in *Abbildung 5-7* im Vergleich mit den Inertfestigkeitsversuchen und den Versuchen an Laborluft verglichen.

## 5 Versuchsergebnisse

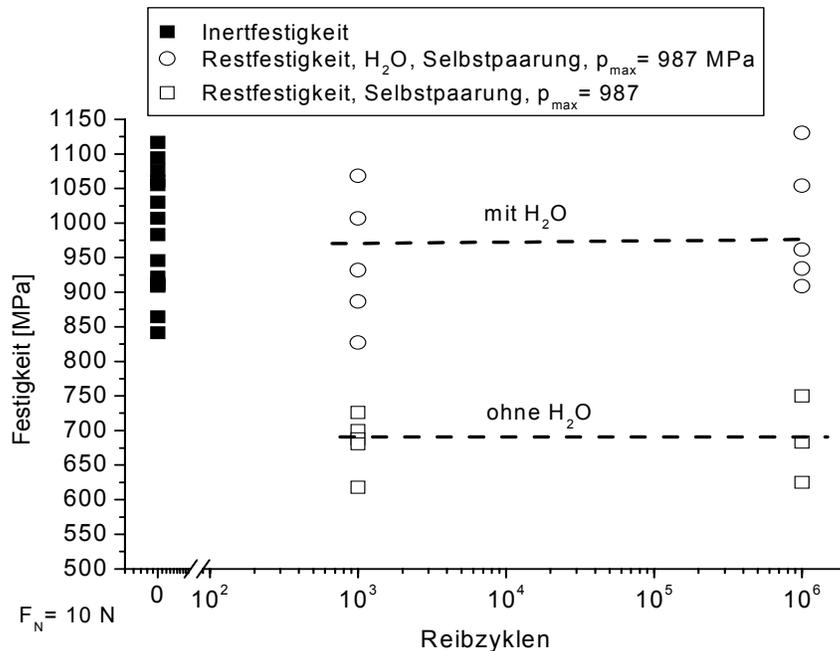


Abbildung 5-7: Inert- und Restfestigkeit von  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Selbstpaarung mit und ohne Wassereinfluss

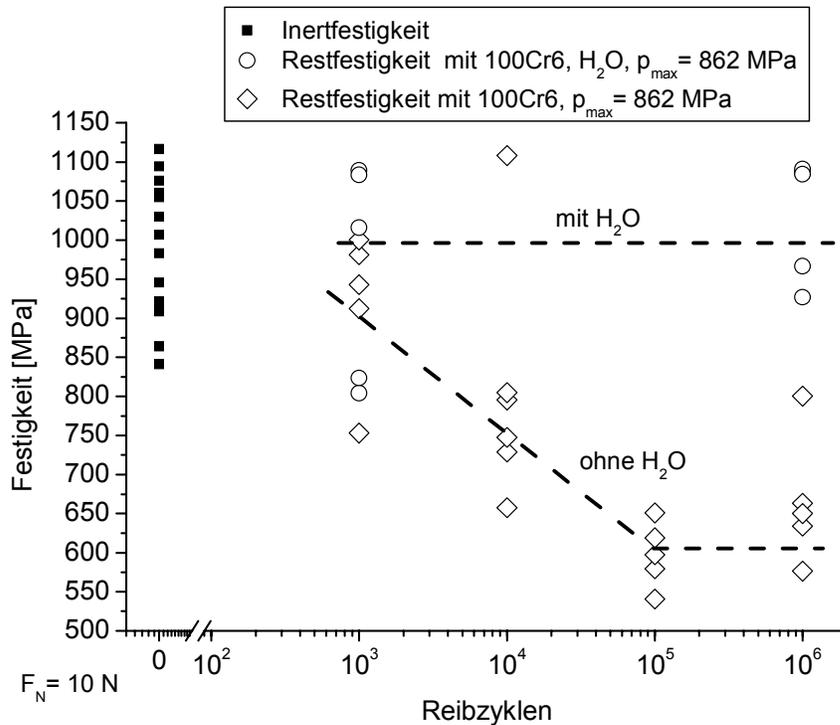
Deutlich erkennbar ist der Einfluss von deionisiertem Wasser. Die Ergebnisse aus den Restfestigkeitsversuchen unter Wassereinfluss liegen allesamt oberhalb den Ergebnissen der Versuchsreihen an Laborluft. Auch hier ist eine Unabhängigkeit der Reibzyklenzahl auf die Restfestigkeit festzustellen. Da die Restfestigkeiten unter Wassereinfluss allesamt im Streubereich der Inertfestigkeiten liegen, werden auch hier die Konfidenzintervalle verglichen (Tabelle 5-4). Die Konfidenzintervalle der Reibermüdungsversuche überschneiden sich weitestgehend mit dem Konfidenzintervall der Inertfestigkeitsversuche.

	Konfidenzintervall für $\sigma_0$	
	Min.	Max.
Inertfestigkeitsversuche	982,735	1060,854
Reibermüdungsversuche, kumuliert	957,703	1070,933
Reibermüdungsversuche, nach $10^3$ Reibzyklen	898,804	1088,439
Reibermüdungsversuche, nach $10^6$ Reibzyklen	949,296	1145,807

Tabelle 5-4: 90%-Konfidenzintervalle für die charakteristischen Festigkeiten  $\sigma_0$  der Versuchsreihe in Selbstpaarung unter Medieneinfluss

## 5 Versuchsergebnisse

Des Weiteren wurden Restfestigkeitsversuche an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in Mischpaarung mit einem 100Cr6 Reibkörper durchgeführt. Der kugelförmige Reibkörper hat einem Durchmesser von 15 mm und wurde mit einer Anpresskraft von 10 N, was einer maximalen Hertzchen Pressung von 862 MPa entspricht, gegen die  $\text{Si}_3\text{N}_4$  –Probenoberfläche gedrückt. Die Versuche in Mischpaarung wurden ebenfalls unter Laborluft- und unter Wassenumgebung durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in *Abbildung 5-8* dargestellt.



*Abbildung 5-8: Inert- und Restfestigkeit von  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Mischpaarung mit und ohne Wassereinfluss*

Der Einfluss von 100Cr6 als Reibkörper in Wassenumgebung ist nur gering. Die Restfestigkeiten befinden sich unabhängig von der Anzahl der aufgeprägten Reibzyklen im Streuband der Inertfestigkeitsversuche. Eine Betrachtung der Konfidenzintervalle zeigt analog zur Versuchsführung in Selbstpaarung unter Medieneinfluss wiederum weitestgehend Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen der Inert- und der Restfestigkeitsversuche.

## 5 Versuchsergebnisse

	Konfidenzintervall für $\sigma_0$	
	Min.	Max.
Inertfestigkeitsversuche	982,735	1060,854
Reibermüdungsversuche, kumuliert	991,574	1097,019
Reibermüdungsversuche, nach $10^3$ Reibzyklen	908,082	1156,345
Reibermüdungsversuche, nach $10^6$ Reibzyklen	1004,987	1130,149

*Tabelle 5-5: 90%-Konfidenzintervalle für die charakteristischen Festigkeiten  $\sigma_0$  der Versuchsreihe  $Si_3N_4$  in Mischpaarung unter Medieneinfluss*

An Laborluftumgebung ist festzustellen, dass mit zunehmender Reibzyklenanzahl auch die Restfestigkeitskennwerte abnehmen. Ab einer Reibzyklenanzahl von  $10^5$  nehmen die Restfestigkeiten nicht weiter ab und bleiben auf einem Festigkeitsniveau unterhalb des Streubandes der Inertfestigkeitsversuche.

### **5.2 Zyklische 4-Punkt-Biegung mit überlagerter Reibbeanspruchung**

Die Versuche wurden an Laborumgebungsatmosphäre sowie an Proben mit deionisiertem Wasser umspülter Reibstelle durchgeführt. Als Vergleichswert dienten für  $Al_2O_3$  die in [168], für  $Si_3N_4$  die in [4] und [176]-[177] vorgestellten Versuchsergebnisse zur zyklischen Vier-Punkt-Biegebeanspruchung. Es wurden Wöhlerkurven mit einem Spannungsverhältnis von  $R = 0,5$  erstellt. Die Versuchsfrequenz sowohl für die zyklische 4-Punkt-Biegung (Grundbelastung) als auch für die oszillatorische Bewegung des Reibkörpers betrug 40 Hz. Die oszillierende Reibbewegung des Reibkörpers hat, wie bei den Versuchen zur Ermittlung der Restfestigkeit, eine Wegamplitude von  $s_a = 100 \mu m$ . Zur Erstellung der Wöhlerdiagramme und besseren Vergleichbarkeit mit 4-Punkt-Biegeversuchen ohne Reibbeanspruchung wird die maximale Randfaserspannung, welche sich nach Formel (2-1) berechnet, auf der Ordinate aufgetragen. In den folgenden Abbildungen sind für die jeweiligen Versuchswerkstoffe jeweils sowohl die Bruchzyklen der einzelnen Versuche als auch die charakteristische Bruchlastspielzahlen aus der Weibull-Auswertung dargestellt. Die Versuchsproben der Reibermüdungsversuche sind in Herstellungs- und Bearbeitungsweise iden-

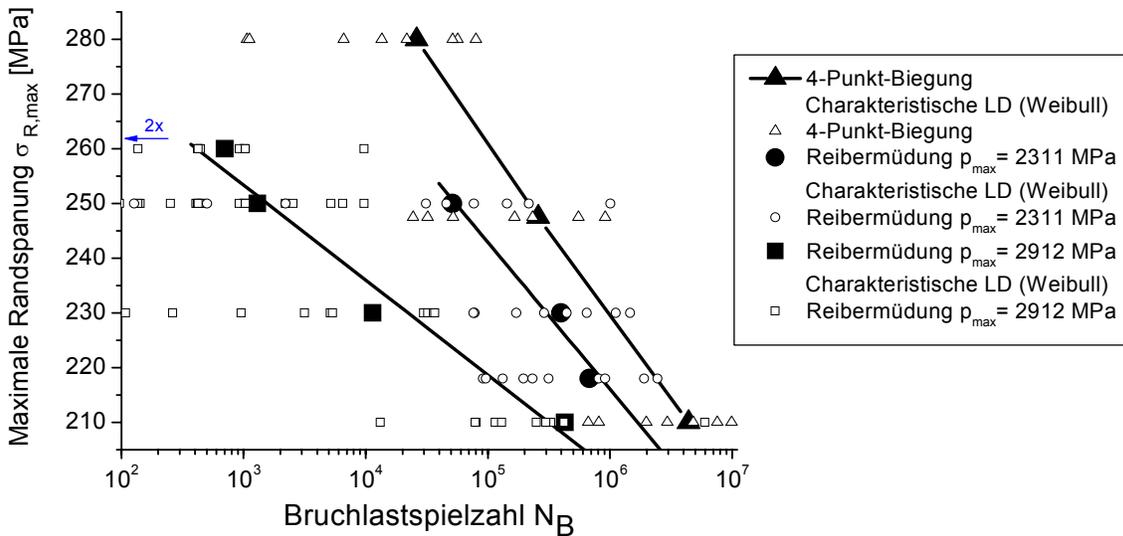
## 5 Versuchsergebnisse

tisch mit den 4-Punkt-Biegeproben aus den bereits erwähnten Untersuchungen unter zyklischer 4-Punkt-Biegung.

### 5.2.1 Zyklische Reibermüdung an $\text{Al}_2\text{O}_3$

#### Selbstpaarung

Zunächst wurden zwei Reibermüdungsversuchsreihen in Selbstpaarung an Laborluft durchgeführt. Die Versuche wurden mit einem kugelförmigen Reibkörper aus Aluminiumoxid mit einem Durchmesser von 5 mm durchgeführt. Der Reibkörper wurde mit einer konstanten Normalkraft von 10 N bzw. 20 N auf die Zugseite der Probenoberfläche gepresst. Für die anfänglich vorliegenden Kontaktgeometrien ergibt sich damit eine maximale Hertz'sche Pressung von 2311 MPa bzw. 2912 MPa. Die beiden Versuchsreihen werden in *Abbildung 5-9* dargestellt und mit 4-Punkt-Biegeversuchen verglichen.



*Abbildung 5-9: Wöhlerdiagramm  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Selbstpaarung, an Laborluft*

Die Reduktion der Lebensdauer steigt mit zunehmender Anpresskraft des Reibkörpers. Die Lebensdauerreduktion beträgt je nach Höhe der maximalen Randfaserbelastungen bis zu 2 Größenordnungen. Alle reibbeanspruchten  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Proben sind innerhalb des Reibbereiches gebrochen, wie in *Abbildung 5-10* dargestellt.

## 5 Versuchsergebnisse

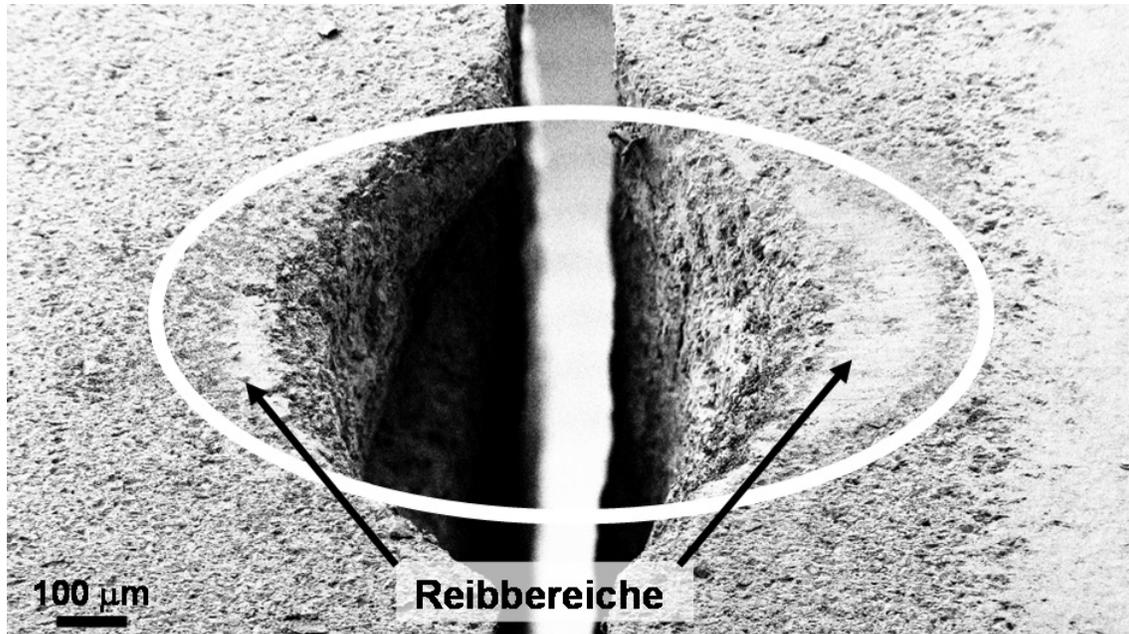


Abbildung 5-10: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Probe 164, gebrochen nach 421.614 Zyklen,  $\sigma_{R,max} = 210 \text{ Mpa}$ ,  $F_N = 20 \text{ N}$

Links und rechts der Bruchstelle sind deutlich die Ränder der Reibflächen zu erkennen. Der Bruchverlauf geht direkt durch die reibbeanspruchte Zone hindurch. Charakteristisch für alle Proben, welche als Bruchursache Reibermüdung aufweisen, ist der beidseitige trichterförmige Bruchverlauf.

### Mischpaarung

Des Weiteren wurden Reibermüdungsversuche in Mischpaarung mit unterschiedlichen Anpresskräften durchgeführt. Als Reibkörper wurde in den beiden durchgeführten Versuchsreihen jeweils eine Kugel aus 100Cr6 mit einem Durchmesser von 5 mm verwendet. Die Anpresskräfte wurden zu 10 N und 20 N, analog zu den Versuchsreihen in Selbstpaarung, gewählt. Daraus ergeben sich maximale Hertzsche Pressungen von 1878 MPa bzw. 2366 MPa. Die Versuchsergebnisse der beiden Versuchsreihen werden in *Abbildung 5-11* mit den Versuchsreihen in Selbstpaarung und der reinen 4-Punkt-Biegung verglichen.

## 5 Versuchsergebnisse

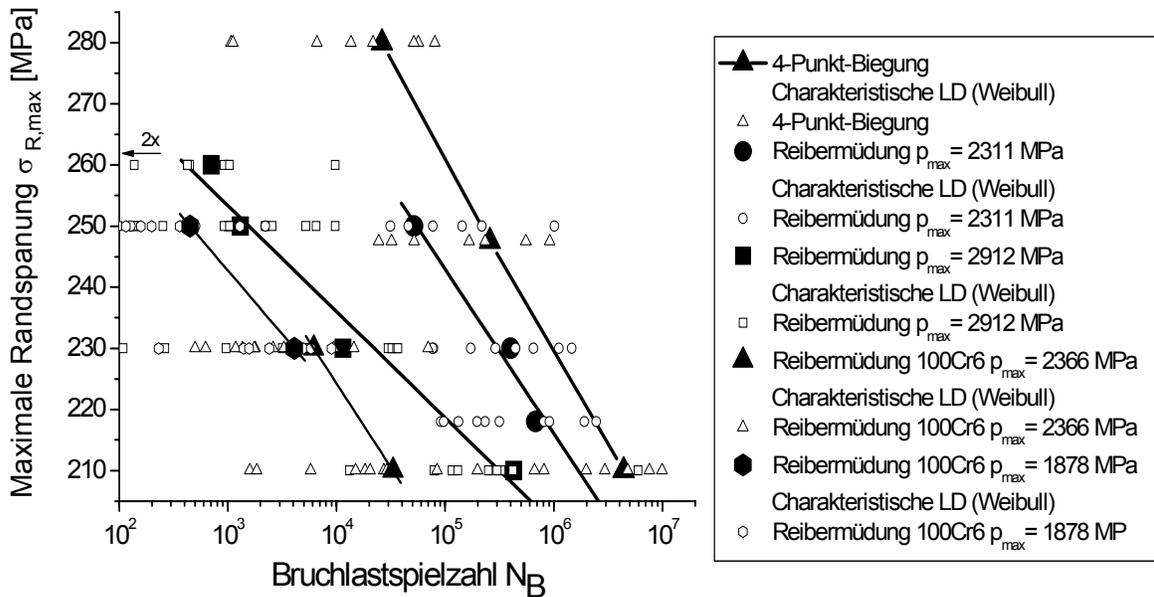


Abbildung 5-11:  $Al_2O_3$  in Selbstpaarung und gegen 100 Cr 6 Reibkörper

Die charakteristischen Lebensdauern der durch Mischpaarungsbeanspruchung ermüdeten Proben sind im Vergleich mit den Reibermüdungsversuchen in Selbstpaarung weiter gesunken. Die charakteristischen Lebensdauern der beiden Reibermüdungsversuchsreihen in Mischpaarung liegen unabhängig von der Höhe der maximalen Hertzschen Pressung auf einer Geraden. Obwohl bei einer Anpresskraft von 10 N bei der Versuchsreihe in Mischpaarung die niedrigste Flächenpressung vorliegt, werden in dieser Versuchsreihe die niedrigsten Lebensdauern erreicht.

### Medieneinfluss

Die Versuchsreihen in deionisiertem Wasser wurden in Selbst- und in Mischpaarung durchgeführt. Bei beiden Versuchsreihen wurde der Reibkörper mit einem Durchmesser von 5 mm mit einer Anpresskraft von 10 N gegen die zugbelastete Seite der Biegeprobe gepresst. Die sich daraus ergebenden Flächenpressungen für Selbst- und Mischpaarung entsprechen den bereits erwähnten Versuchsreihen. Die Versuchsergebnisse werden in *Abbildung 5-12* mit den Ergebnissen aus reiner 4-Punkt-Biegung verglichen.

## 5 Versuchsergebnisse

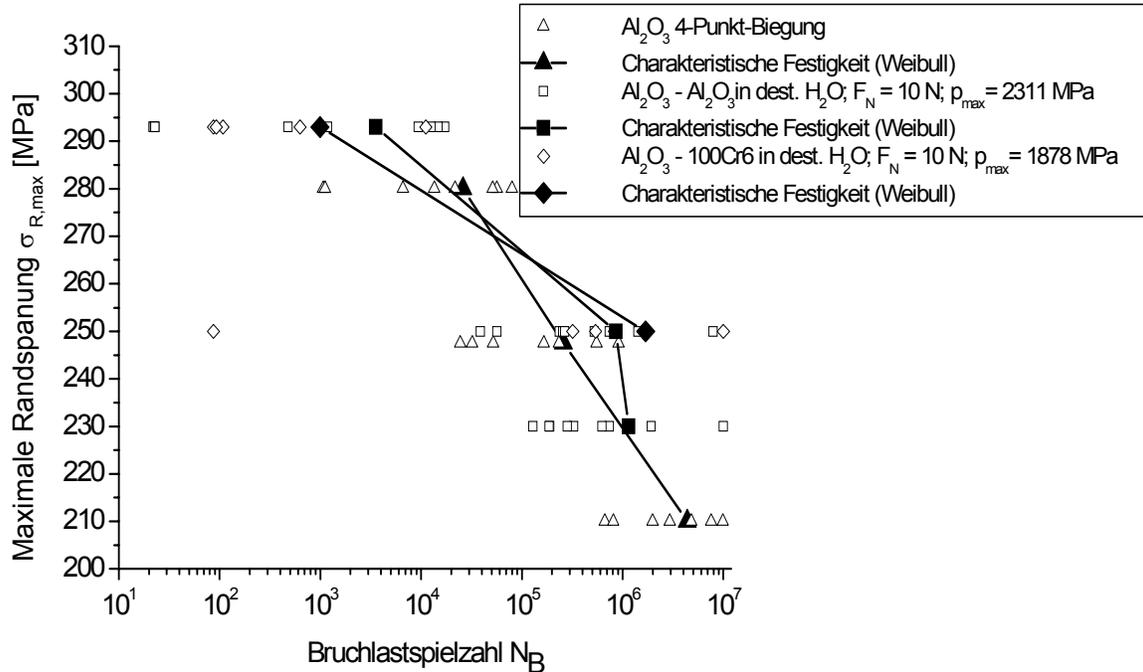


Abbildung 5-12: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Selbst- und Mischpaarung in destilliertem Wasser im Vergleich zu reiner 4-Punkt-Biegung an Laborluft

Die charakteristischen Lebensdauern der mit deionisiertem Wasser umspülten Reibermüdungsversuche liegen im Bereich der zyklischen 4-Punkt-Biegeversuche. Bei einer maximalen Randfaserspannung von 250 MPa liegen sie leicht darüber, bei sehr hohen maximalen Randfaserspannungen liegen sie leicht darunter. Die Reibermüdungsproben dieser Versuchsreihe sind unterhalb der inneren Belastungsrollen und damit nicht innerhalb des reibermüdungsbeanspruchten Bereiches gebrochen. Nach [6] liegt unterhalb der Belastungsrollen jeweils lokal eine Spannungsüberhöhung vor, die offensichtlich versagensrelevant ist.

### 5.2.2 Zyklische Reibermüdung an Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

#### Selbstpaarung

Zwei weitere Reibermüdungsversuchsreihen in Selbstpaarung an Laborluft wurden an Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Biegeproben durchgeführt. Die Versuche wurden mit zwei kugelförmigen Reibkörpern aus Siliziumnitrid, mit einem Durchmesser von 5 mm bzw. 15 mm durchgeführt. Der Reibkörper wurde in beiden Versuchsreihen mit einer konstanten Normalkraft von 10 N auf die Zugseite der Probenoberfläche gepresst. Für die anfänglich vorliegenden Kontaktgeometrien ergeben sich damit maximale Hertzsche

## 5 Versuchsergebnisse

Pressungen von 987 MPa bzw. 2053 MPa. Als Wegamplitude des Reibkörpers wurde wiederum  $s_a = 100 \mu\text{m}$  gewählt, der Reibkörper wurde mit einer Frequenz von 40 Hz bewegt.

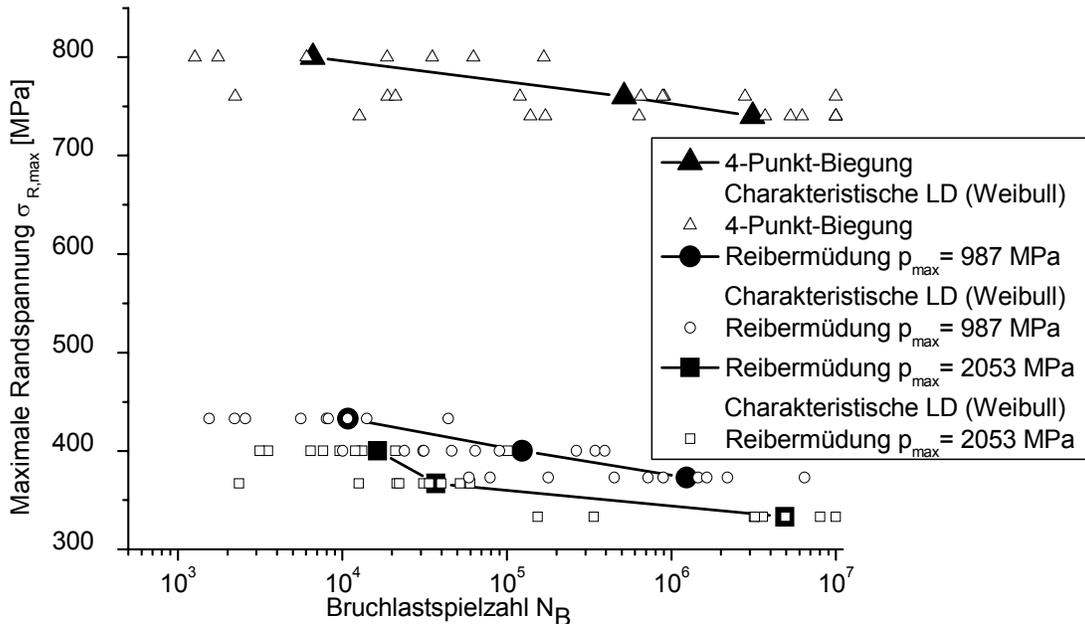


Abbildung 5-13 Wöhlerdiagramm  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Selbstpaarung, an Laborluft

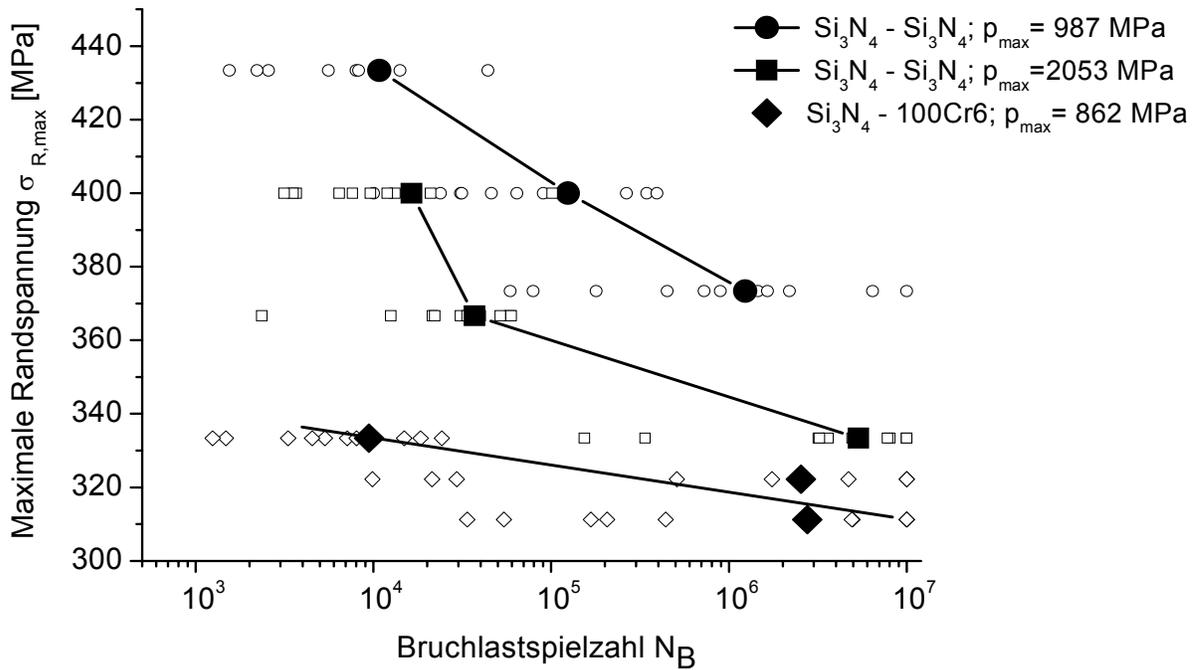
Abbildung 5-13 zeigt, dass durch die Erhöhung der maximalen Hertzschen Pressung um mehr als das doppelte zwar eine weitere Reduktion der Ermüdungsfestigkeit festgestellt werden kann, im Vergleich mit reiner 4-Punkt-Biegung diese allerdings weitaus weniger deutlich ausfällt. Die Resultate zeigen, dass die Reibermüdungsbeanspruchung zu einem deutlichen Rückgang der Probenlebensdauer führt. Je höher die maximale Pressung ist, desto deutlicher fällt dieser Abfall der Lebensdauer aus. Im Vergleich mit rein zyklischer 4-Punkt-Biegung bewirkt die Reibermüdungsbeanspruchung bei Siliziumnitrid eine beträchtliche Festigkeitsreduzierung.

### Mischpaarung

Da bereits an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Biegeproben gezeigt werden konnte, dass die Ermüdungsfestigkeit durch Reibermüdungsversuche mit Reibkörpern aus 100 Cr 6 verringert wurde, wurden auch an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  -Biegeproben eine Reibermüdungsversuchsreihe in Mischpaarung durchgeführt.

## 5 Versuchsergebnisse

Der Durchmesser der Reibkugel aus 100Cr6 betrug 15 mm. Die Anpresskraft betrug 10 N. Daraus ergibt sich eine maximale Hertzsche Pressung von 862 MPa. Die Versuchsergebnisse dieser Versuchsreihe werden in *Abbildung 5-14* mit den beiden Versuchen in Selbstpaarung, welche die größere Hertzschen Pressung besitzen verglichen.



*Abbildung 5-14: Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> in Selbstpaarung und gegen 100 Cr 6 Reibkörper*

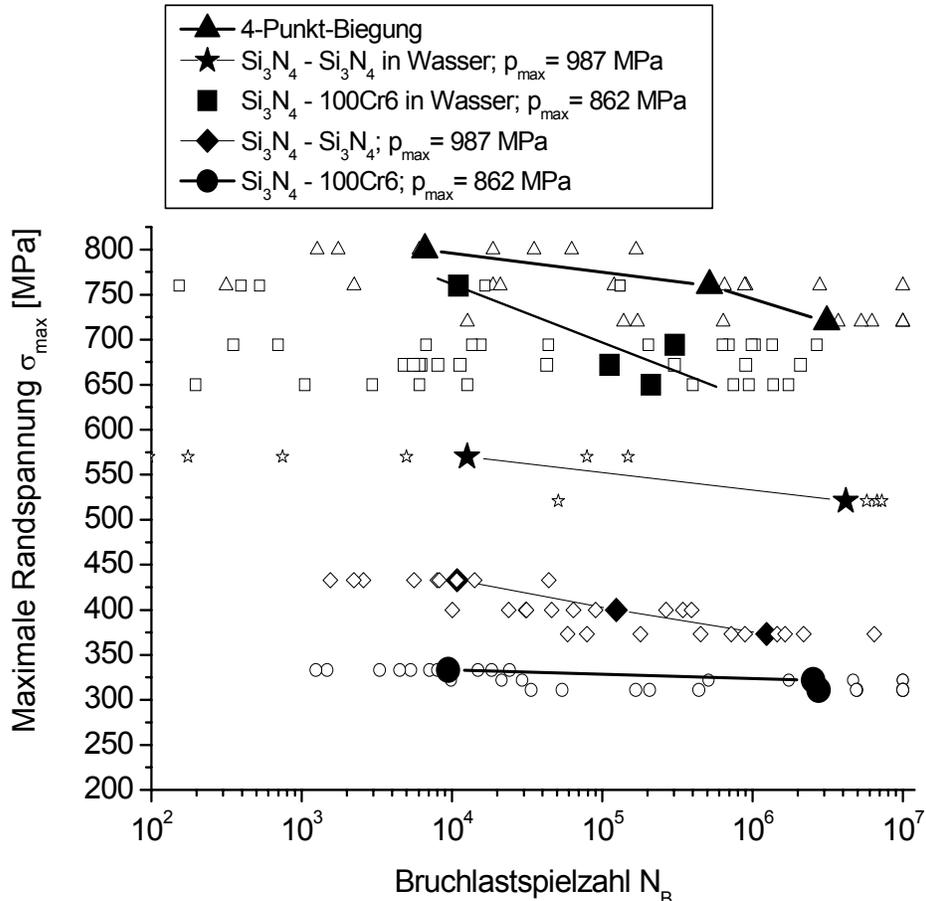
Die Versuchsergebnisse in *Abbildung 5-14* zeigen, dass die Lebensdauer durch den Einsatz eines 100Cr6 Reibkörpers im Vergleich zur Selbstpaarung nochmals signifikant verringert wird, obwohl die Hertzsche Pressung bei der Mischpaarung im Kontaktbereich geringer ist als bei den Versuchsreihen mit Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> als Reibkörper.

### Medieneinfluss

Die Reibermüdungsversuchsreihen in deionisiertem Wasser wurden in Selbst- und in Mischpaarung durchgeführt. Bei beiden Versuchsreihen wurde der Reibkörper mit dem Durchmesser von 15 mm mit einer Anpresskraft von 10 N gegen die zugbelastete Seite der Biegeprobe gepresst. Die sich daraus ergebenden Flächenpressungen für Selbst- und Mischpaarung sind analog zu den bereits erwähnten Versuchsreihen.

## 5 Versuchsergebnisse

Die Versuchsergebnisse werden in *Abbildung 5-15* mit den Ergebnissen aus reiner 4-Punkt-Biegung und den Reibermüdungsversuchen ohne Medieneinfluss verglichen.



*Abbildung 5-15: Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Selbst- und Mischpaarung in destilliertem Wasser*

Bei Siliziumnitrid wird die Ermüdungsfestigkeit reibermüdungsbeanspruchter Biegeproben im untersuchten Lastbereich durch den Einsatz von destilliertem Wasser als Umgebungsmedium erheblich verbessert. Die Ermüdungsfestigkeit bleibt aber sowohl bei Selbst- als auch bei Mischpaarung unterhalb der Ermüdungsfestigkeit der rein zyklisch auf 4-Punkt-Biegung beanspruchten Proben. Die Ermüdungsfestigkeit der Versuche in Selbstpaarung unter Wassereinfluss ist geringer als bei Mischpaarung unter Wassereinfluss. Eine gleiche Lebensdauer bzw. eine Verlängerung der Lebensdauer im Vergleich mit zyklischer 4-Punkt-Biegung durch die „Wasserschmierung“, wie im Falle der entsprechenden Versuchsreihen mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Biegeproben, konnte nicht beobachtet werden. Die Ermüdungsfestigkeiten beider Versuchsreihen

## 5 Versuchsergebnisse

unter Medieneinfluss liegen jedoch deutlich oberhalb der entsprechenden Versuchsreihen an Laborluft.

### **5.3 Statische Versuche**

Es wurden sowohl an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als auch an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  statische Versuche durchgeführt. Hierbei wurde nur die 4-Punkt-Biegebelastung zyklisch aufgebracht. Der Reibkörper selbst wurde mit einer konstanten Last gegen die Zugseite der Proben ohne oszillierende Bewegung gepresst. Es wurde jeweils eine Versuchsreihe in Selbstpaarung untersucht. Für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wurde eine maximale Hertzsche Pressung von 2912 MPa bei einer maximalen Randfaserspannung von 230 MPa, für  $\text{Si}_3\text{N}_4$  wurde eine maximale Hertzsche Pressung von 980 MPa bei einer maximalen Randspannung von 430 MPa gewählt. Beide Versuchsreihen wurden mit jeweils 5 Versuchen durchgeführt. Alle Versuchsreihen wurden bei einer Lastspielzahl von  $10^6$  beendet. Bei dieser Zyklanzahl waren im Vergleich bei den zyklischen Versuchen bei gleicher 4-Punkt-Biegebelastung und gleicher maximaler Hertzscher Pressung, jedoch mit oszillierendem Reibkörper, 100% der Proben gebrochen. Weder bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  noch bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  konnten Brüche oder Schädigungen an der Oberfläche der statisch beanspruchten Biegeprobe beobachtet werden.

Es wurde bei diesen Versuchen auf eine Mischpaarung verzichtet, weil hier ausschliesslich der Einfluss von Schädigung durch reine Kontaktbelastung ohne Anteile von Relativbewegung getestet werden sollte. Der Einsatz einer Mischpaarung hätte jedoch unterschiedliche E-Moduli und damit einen minimalen Anteil von Relativbewegung zur Folge gehabt.

### **5.4 Verlauf der Tangentialkraft**

Da der Verlauf der Reibkraft eine Systemeigenschaft darstellt, kann diese für die Reibermüdungsversuche nicht mit einem klassischen Tribometerversuch im Stift-Scheibekontakt gemessen werden, sondern muss direkt im Reibermüdungsversuch gemessen werden. Zu diesem Zweck ist eine Kraftmessdose direkt in den Kraftübertragungsstrang vom Schwingerreger zum Reibkörper integriert, um Störgrößen durch z.B. Lagerreibung auszuschließen. Im Folgenden werden jedoch nicht die bei der oszillierenden Reibkörperbewegung entstehenden Reibkräfte sondern die gemessenen Tangentialkräfte dargestellt, denn in diesem Versuchsaufbau wird im Gegensatz zum klassischen Stift-Scheibe-Tribometerversuch der Reibkörper nur innerhalb eines

## 5 Versuchsergebnisse

kleinen Bereichs oszillierend bewegt, wodurch Materialabtrag und somit eine muldenförmige Vertiefung entsteht. Der Reibkörper bewegt sich folglich nicht auf einer ebenen Fläche sondern je nach Position innerhalb der Mulde auf einer relativ zur Bewegungsrichtung steigenden oder fallenden schiefen Ebene. Die Anpresskraft, welche über eine Feder aufgebracht wird, wirkt aber senkrecht zur Probenoberfläche. Dadurch werden „Aufwärtsbewegungen“ behindert und „Abwärtsbewegungen“ beschleunigt. Folglich muss je nach Bewegungsrichtung eine größere oder eine kleinere Kraft aufgewendet werden als dies auf einer Ebene der Fall wäre. Diese zusätzlichen Kräfte können von der eigentlichen Reibkraft nicht separiert werden, weshalb im weiteren Verlauf dieser Arbeit der Begriff Tangentialkraft statt Reibkraft verwendet wird.

Der Verlauf der Tangentialkraft über die zunehmende Reibzyklenanzahl wurde sowohl bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als auch bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  im Laufe der Restfestigkeitsversuche ermittelt. In den folgenden Schaubildern ist jeweils der Mittelwert aus mindestens 5 Versuchen dargestellt.

Die Ergebnisse für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  werden in *Abbildung 5-16* dargestellt. In der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - Selbstpaarung zeigt sich, dass unter Einfluss von Wasser wesentlich höhere Tangentialkräfte erreicht werden, als ohne Zwischenmedium. Die Mischpaarung hingegen zeigt, dass der Verlauf der Reibkraft unter Wassereinfluss erwartungsgemäß geringer ist als ohne Zwischenmedium.

## 5 Versuchsergebnisse

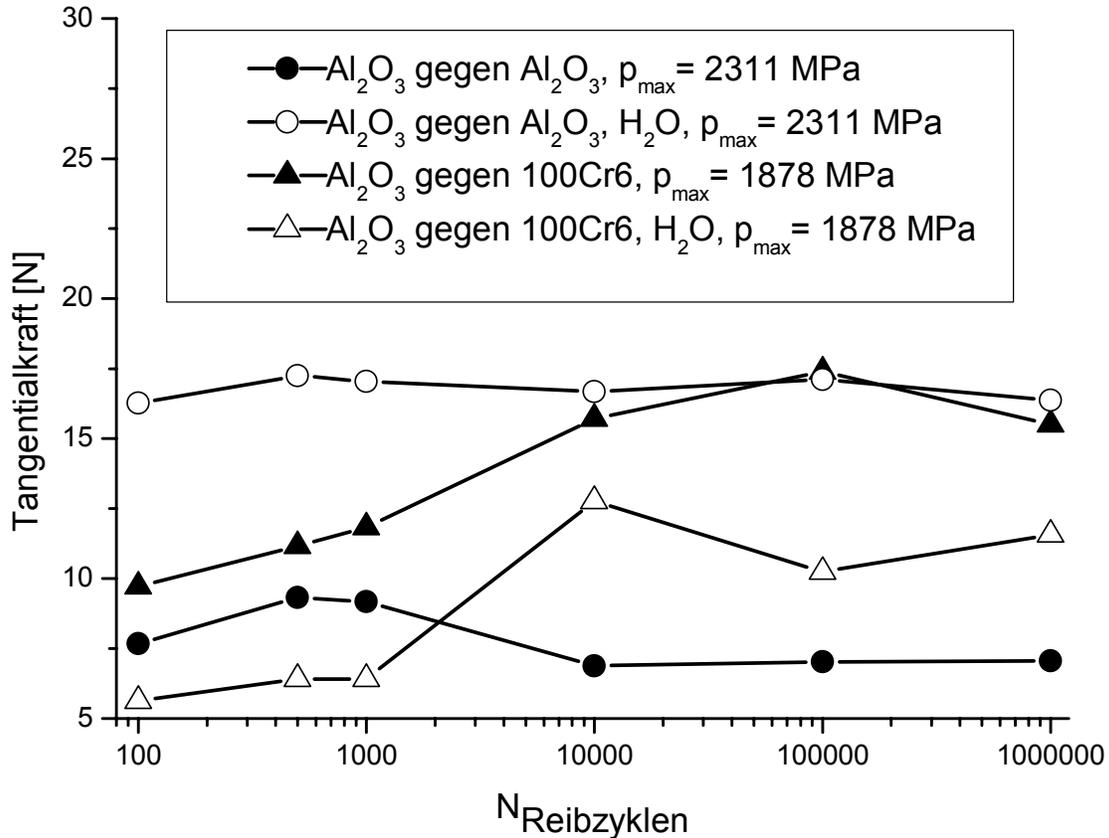


Abbildung 5-16: Tangentialkraftverlauf bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$

In *Abbildung 5-17* werden die Ergebnisse von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  dargestellt. Hier zeigt sich sowohl in der Selbstpaarung als auch in der Mischpaarung der erwartete Kraftverlauf. In beiden Fällen sind die Kräfte unter Einfluss des Wassers geringer als ohne Zwischenmedium. Bei der Mischpaarung fällt dieser Unterschied größer aus als bei der Selbstpaarung, wo die Kräfte im Bereich zwischen  $10^4$  und  $10^5$  Reibzyklen beinahe identisch verlaufen.

## 5 Versuchsergebnisse

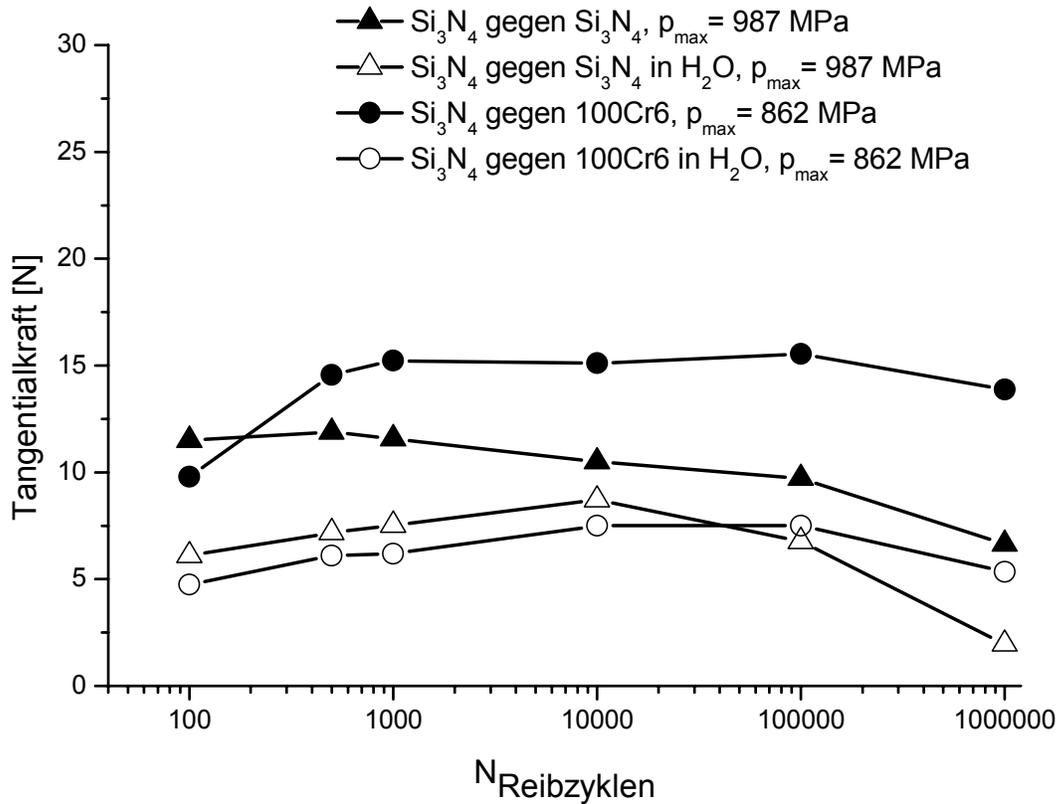


Abbildung 5-17: Tangentialkraftverlauf bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$

### 5.5 Mikroskopische Charakterisierung der Schädigungsentwicklung

#### 5.5.1 Rasterelektronenmikroskopie

Versuchsbegleitend zu den Restfestigkeitsversuchen wurden rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der reibbeanspruchten Oberflächen angefertigt. Diese Aufnahmen dokumentieren die Veränderung der Probenoberfläche mit zunehmender Versuchsdauer.

In *Abbildung 5-18* bis *Abbildung 5-20* ist die Oberflächenveränderung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in Selbstpaarung mit einer maximalen Hertzschen Pressung von 2912 MPa dokumentiert. Die weißen Pfeile zeigen die Reibrichtung an. Nach  $10^3$  Zyklen ist eine raue Oberfläche zu erkennen. Bei höherer Vergrößerung sind Risse senkrecht zur Reibrichtung zu erkennen. Nach  $10^4$  Zyklen bildet sich ein zusammenhängendes Riss-

## 5 Versuchsergebnisse

netzwerk aus. In den Randzonen der Reibfläche, wo die Hertzsche Pressung geringer ist, sind polierte Bereiche zu erkennen. Nach  $10^5$  ist gegenüber  $10^4$  Zyklen keine signifikante Änderung der Oberfläche zu erkennen. Die Kontaktfläche zwischen Reibkörper und Biegeprobe hat aufgrund des Verschleißes zugenommen, wodurch die tatsächliche Flächenpressung abgenommen hat. Die geringere Flächenpressung hat zur Folge, dass die Beanspruchung durch Scherkräfte geringer wird und somit keine weitere Schädigung der Oberfläche stattfindet.

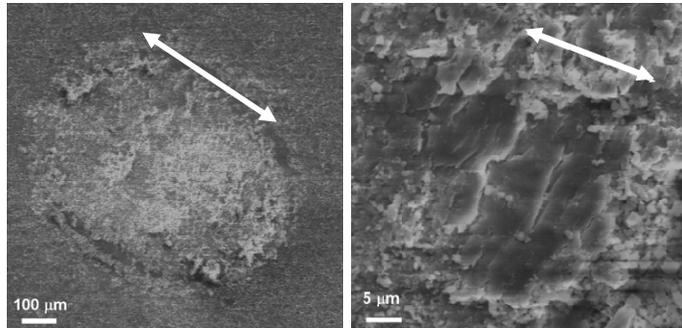


Abbildung 5-18: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Selbstpaarung nach 10<sup>3</sup> Reibzyklen

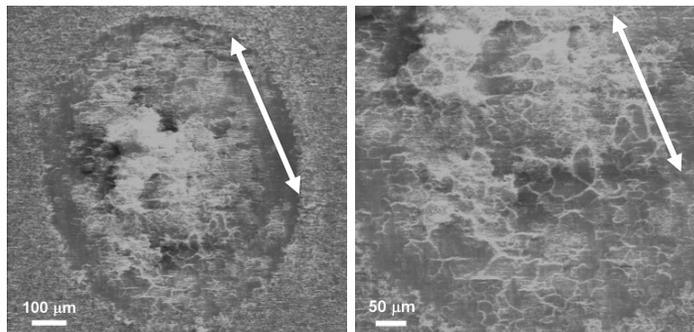


Abbildung 5-19: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Selbstpaarung nach 10<sup>4</sup> Reibzyklen

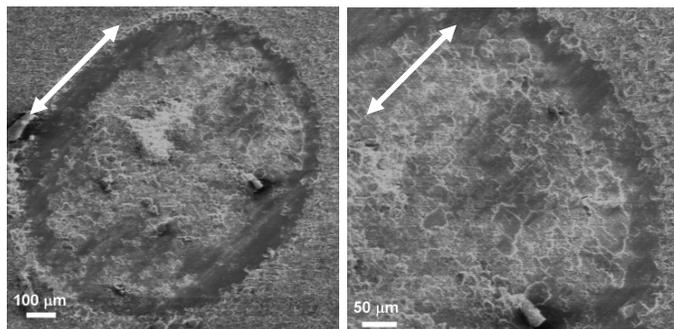
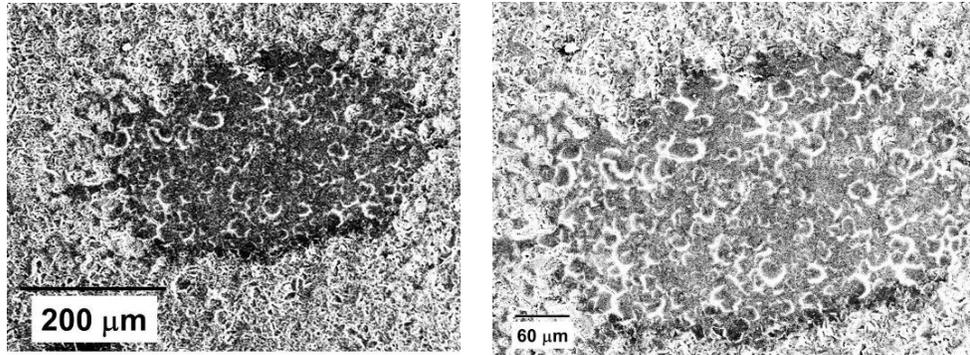


Abbildung 5-20: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Selbstpaarung nach 10<sup>5</sup> Reibzyklen

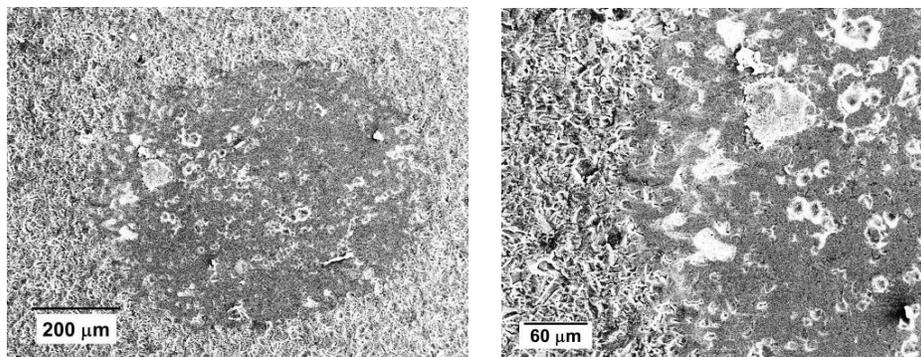
Analog zu diesen Oberflächenaufnahmen von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sehen die Oberflächen der restlichen Versuchsreihen in Selbst- und in Mischpaarung sowie an Laborluft und unter

## 5 Versuchsergebnisse

Wassereinfluss aus. Es bilden sich verzweigte Rissnetzwerke innerhalb der reibbeanspruchten Zonen aus. Allerdings sind unter Wassereinfluss deutlich weniger stark zerrüttete Oberflächen festzustellen (*Abbildung 5-21* und *Abbildung 5-22*).



*Abbildung 5-21: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Selbstpaarung nach 10<sup>3</sup> Reibzyklen unter Wassereinfluss*



*Abbildung 5-22: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Selbstpaarung nach 10<sup>6</sup> Reibzyklen unter Wassereinfluss*

Bei Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> in Selbstpaarung, im Beispiel *Abbildung 5-23* mit einer maximalen Hertzischen Pressung von 2053 MPa, zeigt sich ein anderes Schadensbild der Oberfläche. Hier lösen sich bereits nach 10<sup>3</sup> Zyklen plattenförmige Bereiche im reibbeanspruchten Bereich ab.

## 5 Versuchsergebnisse

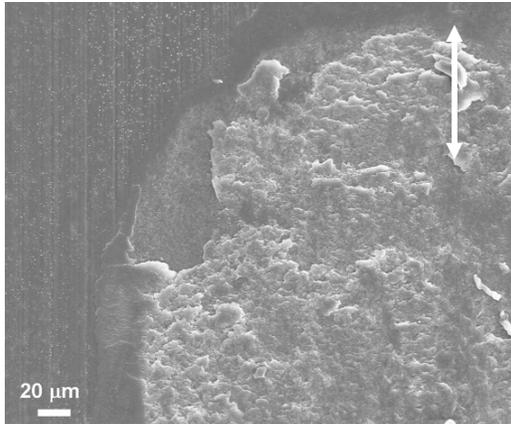


Abbildung 5-23: Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nach 10<sup>3</sup> Reibzyklen

Noch deutlicher tritt dieses Schadensbild nach 10<sup>5</sup> Reibzyklen auf. In *Abbildung 5-24* sind deutlich die plattenförmigen Ausbrüche an der Probenoberfläche zu erkennen. Die Risse sind parallel zur Probenoberfläche gewachsen und haben schließlich zur Ablösung dieser oberflächennahen Bereiche geführt. An anderen Stellen sind Risse quer zur Reibrichtung entstanden.

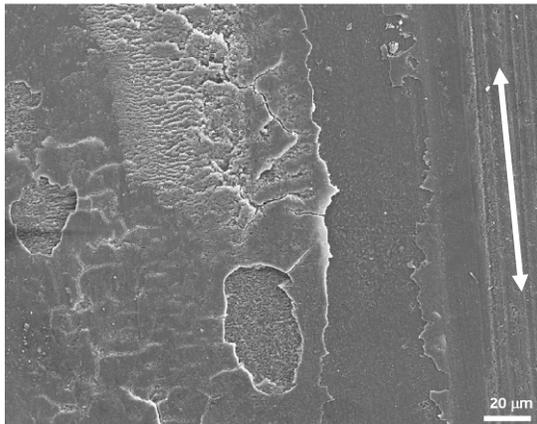


Abbildung 5-24: Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nach 10<sup>5</sup> Reibzyklen

Bei stärkerer Vergrößerung der plattenförmigen Abbruchbereiche in *Abbildung 5-25* sind intakte Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Körner zu erkennen. Dies lässt den Schluss zu, dass die parallel zur Oberfläche verlaufenden Risse unterhalb des abgelösten Volumens interkristallin entlang der Glasphase in den Korngrenzen verlaufen, bis sich schließlich diese Bereiche von der Oberfläche ablösen, wie in *Abbildung 5-26* zu erkennen ist.

## 5 Versuchsergebnisse

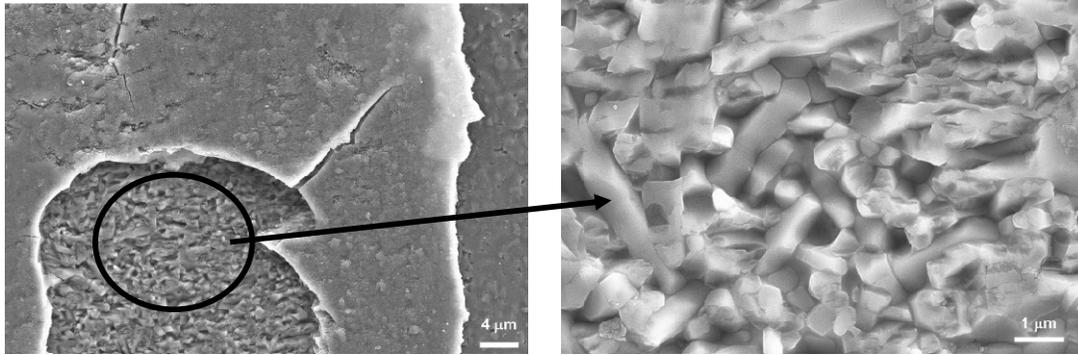


Abbildung 5-25: Detail von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  nach  $10^5$  Reibzyklen

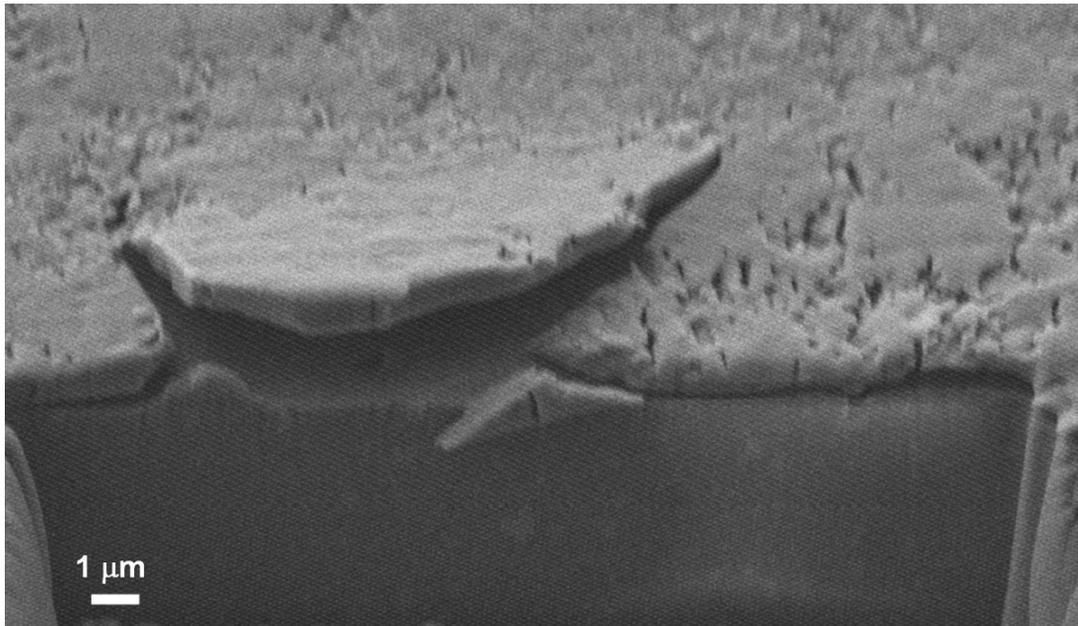


Abbildung 5-26: Plattenablösung an zyklisch beanspruchter  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Probe 16-3 nach 31.000 Zyklen

Sowohl die Proben aus den Restfestigkeitsversuchen als auch die Proben aus den zyklischen Reibermüdungsversuchen weisen alle makroskopisch ähnliche Bruchbilder auf. *Abbildung 5-27* zeigt ein typisches Beispiel. Der trichterförmige Bruchverlauf ist charakteristisch für Proben nach Reibermüdungsbeanspruchung. Das fehlende Volumen aus der Mitte der Reibfläche bricht nicht als ein ganzes Stück aus der Oberfläche, sondern zerfällt in viele mikroskopisch kleine Bruchstücke.

## 5 Versuchsergebnisse



Abbildung 5-27: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Probe 176, gebrochen nach 5.967.758 Zyklen,  $\sigma_{R,max} = 210$  Mpa,  $F_N = 20$  N,  $\varnothing = 5$  mm

Sowohl die Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- als auch die Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>- Proben zeigen auf der Bruchfläche charakteristische Rissverläufe. Die in den *Abbildung 5-28* bis *Abbildung 5-30* dargestellten Rissverläufe stellen den charakteristischen Rissverlauf, welcher einem halb elliptischen Oberflächenanriss entspricht, in der Literatur auch häufig Penny-Shaped genannt, dar.

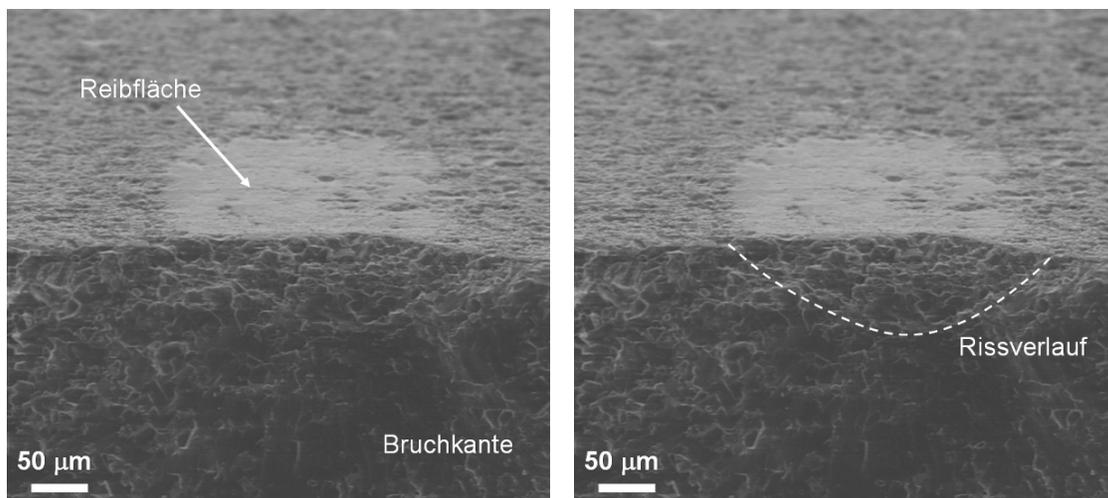


Abbildung 5-28: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Selbstpaarung in H<sub>2</sub>O,  $\sigma_{R,max} = 293,3$  MPa,  $N_B = 481$

## 5 Versuchsergebnisse

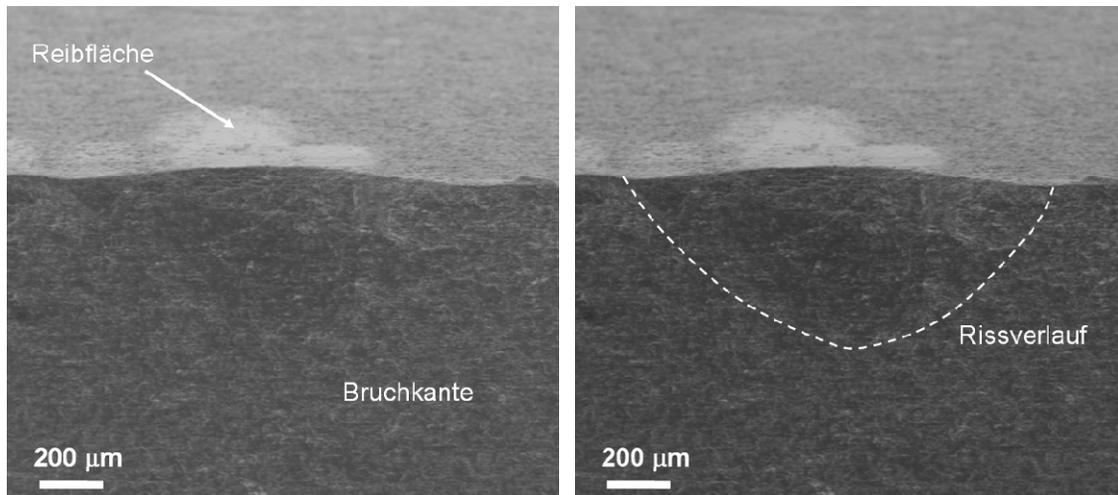


Abbildung 5-29:  $Al_2O_3$  Selbstpaarung in  $H_2O$ ,  $\sigma_{R,max} = 250,0$  MPa,  $N_B = 267.452$

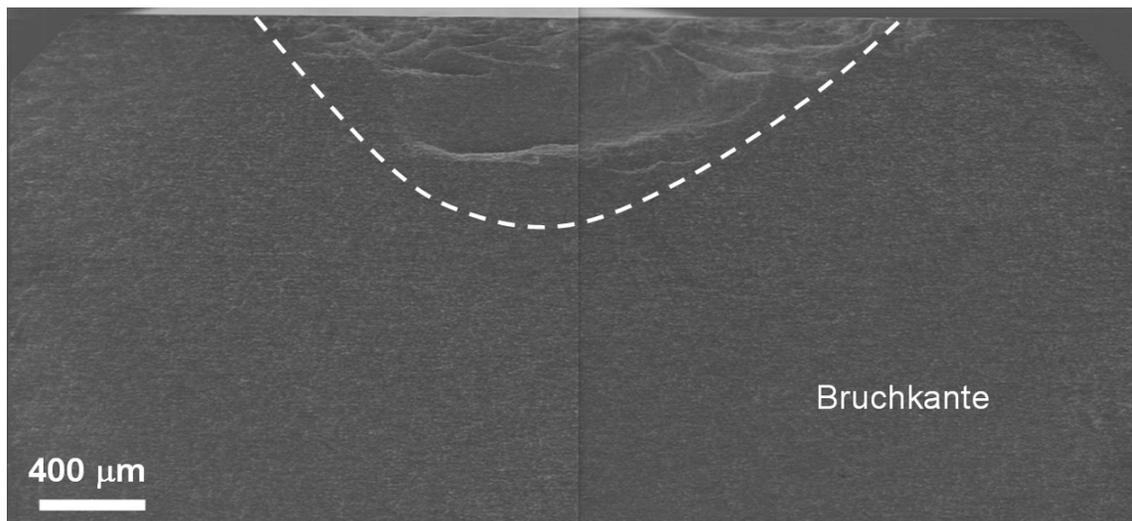
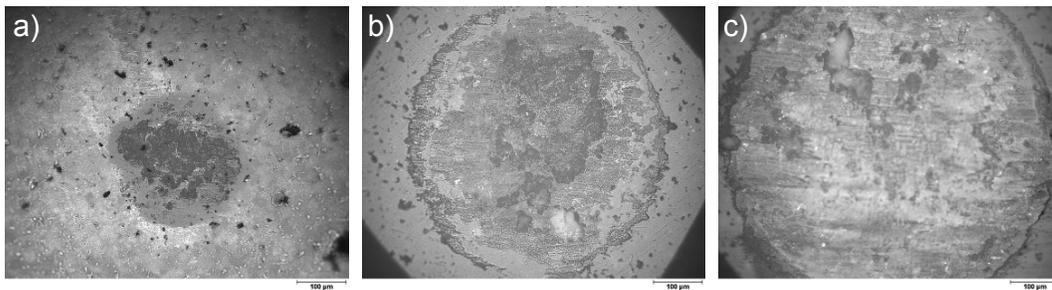


Abbildung 5-30:  $Si_3N_4 - 100Cr6$ ,  $\sigma_{R,max} = 333,3$  MPa,  $N_B = 24.248$

Die Bilder geben Informationen darüber, wie tief der Riss in die Probe gewachsen ist bis eine überkritische Rissausbreitung einsetzt. Sie geben aber keinen Aufschluss, warum der keilförmige Oberflächenausbruch „pulverisiert“. Um die Rissverläufe und Risstiefen quantifizieren und den Rissverlauf charakterisieren zu können sind weitere Untersuchungsmethoden nötig, welche im Folgenden beschrieben werden.

### 5.5.2 Konfokales Weißlichtmikroskop

Mit dem konfokalen Weißlichtmikroskop wurden sowohl die reibbeanspruchten Oberflächen als auch die Bruchflächen der ermüdeten Proben vermessen. Da der Reibkörper mit zunehmender Versuchsdauer seine Geometrie verändert und von der Probenoberfläche zunehmend Werkstoff abgetragen wird, wurden die reibbeanspruchten Oberflächen hinsichtlich der Verschleißtiefe und -breite vermessen. In *Abbildung 5-31* wird am Beispiel eines Versuches mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Selbstpaarung gezeigt, wie sich die Oberfläche des Reibkörpers mit zunehmender Versuchsdauer durch fortschreitenden Verschleiß verändert.



*Abbildung 5-31: Verschleißfläche an der Kugel mit zunehmender Versuchsdauer nach a) 1.000 Zyklen, b) 100.000 Zyklen, c) 1.000.000 Zyklen*

Es wurde die Breite der Reibkontaktfläche auf der Biegeprobe in Abhängigkeit der Reibzyklenzahl vermessen (*Abbildung 5-33*). Die Verschleißbreite korreliert direkt mit dem Kontaktdurchmesser zwischen Probenoberfläche und dem kugelförmigen Reibkörper. Die Reibversuche unter Wassereinfluss haben bei niedrigen Reibzyklenzahlen keine mit dem konfokalen Weißlichtmikroskop messbaren Spuren auf den Biegeproben hinterlassen, wie im Beispiel an einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$  - Mischpaarung in *Abbildung 5-32* anhand von REM-Aufnahmen nach  $10^3$  Reibzyklen gezeigt wird. *Abbildung 5-32 a)* zeigt die Oberfläche einer ungeschädigten  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Probe vor dem Versuch. In *Abbildung 5-32 c)*, welche nach  $10^3$  Reibzyklen unter Wassereinfluss aufgenommen wurde, sind keinerlei Reibspuren oder Beschädigungen der Oberfläche zu erkennen, während in *Abbildung 5-32 b)* nach der gleichen Zyklenzahl ohne Wassereinfluss deutliche Spuren der Reibbeanspruchung zu erkennen sind.

## 5 Versuchsergebnisse

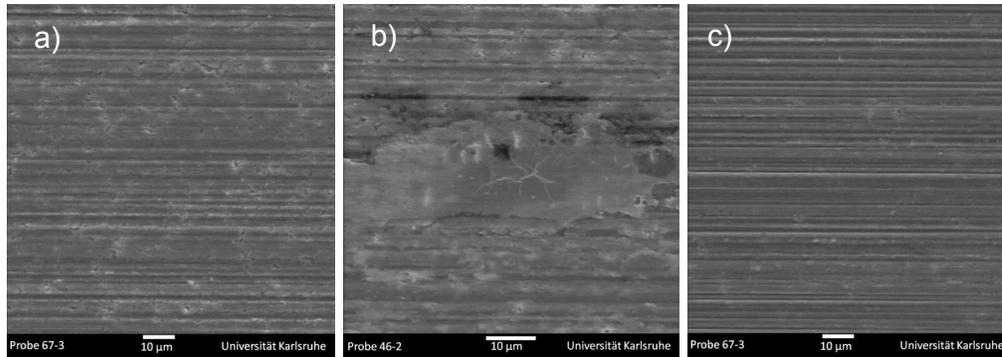


Abbildung 5-32: a) ungeschädigte  $\text{Si}_3\text{N}_4$  – Probe, b) trocken nach  $10^3$  Reibzyklen, c) mit  $\text{H}_2\text{O}$  nach  $10^3$  Reibzyklen

Um trotzdem eine qualitative Aussage über den Verschleißprozess treffen zu können, wurde bei den Versuchen mit Wasser als Zwischenmedium die Kontaktfläche mittels Kontaktpapier erfasst. Hierbei wird zu definierten Zeitpunkten Kontaktpapier zwischen den Reibkörper und die Biegeprobe geklemmt. Auf dem Kontaktpapier bildet sich die Kontaktfläche durch eine Einfärbung ab. Unter dem Lichtmikroskop und über eine entsprechende Software können die Abdrücke dann ausgewertet werden. Allerdings sind diese Abdrücke nicht randscharf, so dass die ermittelten Werte nicht direkt mit den Messungen im konfokalen Weißlichtmikroskop vergleichbar sind. Sie können jedoch zu Vergleichszwecken verwendet werden.

In *Abbildung 5-33* ist deutlich die mit dem konfokalen Weisslichtmikroskop aufgenommene Reibstelle in der Falschfarbendarstellung zu erkennen. Der Reibbereich grenzt sich scharf von der ungeschädigten Probenoberfläche ab. Dies macht eine exakte Vermessung des Reibbereichs möglich.

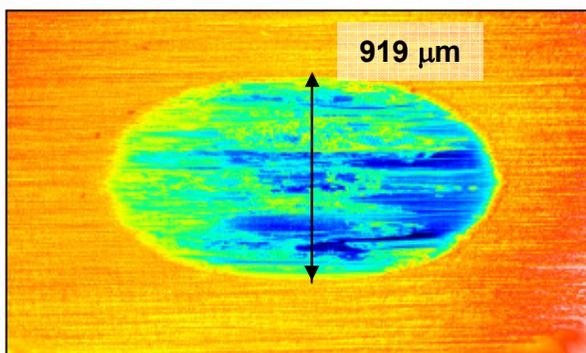


Abbildung 5-33: Vermessung der Kontaktfläche am konfokalen Weißlichtmikroskop am Beispiel  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Mischpaarung,  $p_{\max} = 862 \text{ MPa}$  nach  $10^5$  Reibzyklen

## 5 Versuchsergebnisse

In *Abbildung 5-34* sind die Resultate der Messungen an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dargestellt. Sowohl bei trockener Versuchsführung an Laborluft als auch unter Einfluss von destilliertem Wasser werden die größten Durchmesser und damit der größte Materialverschleiß bei der Mischpaarung erreicht. Obwohl die Versuchsreihe in Selbstpaarung im trockenen Zustand mit  $p_{\max} = 2912$  MPa die höchste Flächenpressung besitzt, ist der Reibdurchmesser der Mischpaarung im trockenen Zustand, mit einer im Vergleich niedrigeren Flächenpressung von  $p_{\max} = 1878$  MPa, bei einer Reibzyklenzahl von  $10^6$  mehr als doppelt so groß. Die Verschleißtiefe hingegen ist bei der Mischpaarung um den Faktor 3 geringer. Dies lässt den Rückschluss zu, dass bei der Mischpaarung der Verschleiß primär am Reibkörper stattfindet. Für die Selbstpaarung unter Wassereinfluss konnten Verschleißwerte nur bei hoher Zyklenzahl ermittelt werden. Hier sind die Reibdurchmesserwerte am geringsten, während die Werte für die Verschleißtiefe höher sind als die der Mischpaarung im trockenen Reibzustand. Dies liegt daran, dass bei der Mischpaarung die metallische Reibkugel eine geringere Härte als die Keramik besitzt und sich daher im Laufe der Versuche nicht so stark in die Probenoberfläche hineinarbeiten kann. Des Weiteren sinkt infolge zunehmender Kontaktfläche mit steigender Reibzyklenzahl die Flächenpressung bei der Mischpaarung stärker ab als bei der Selbstpaarung. Für Reibermüdungsversuche unter Mischpaarung und Wassereinfluss sind in *Abbildung 5-35* die Kontaktpapier-Messungen dargestellt.

## 5 Versuchsergebnisse

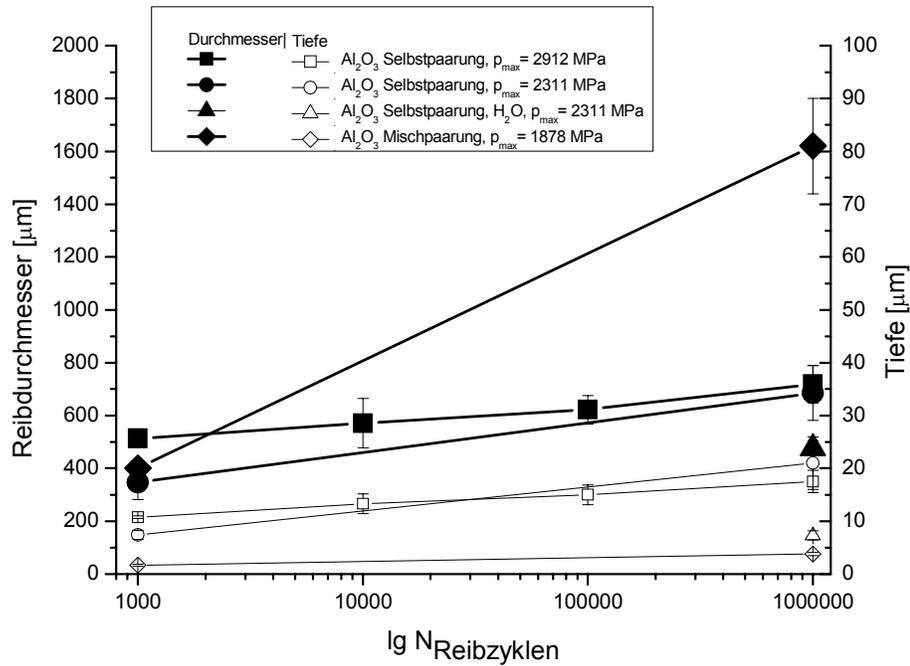


Abbildung 5-34: Durchmesser der Reibfläche und Tiefe des durch Reibbeanspruchung entstandenen Oberflächenabtrags in Abhängigkeit der Reibzyklen bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , gemessen mit dem konfokalen Weisslichtmikroskop

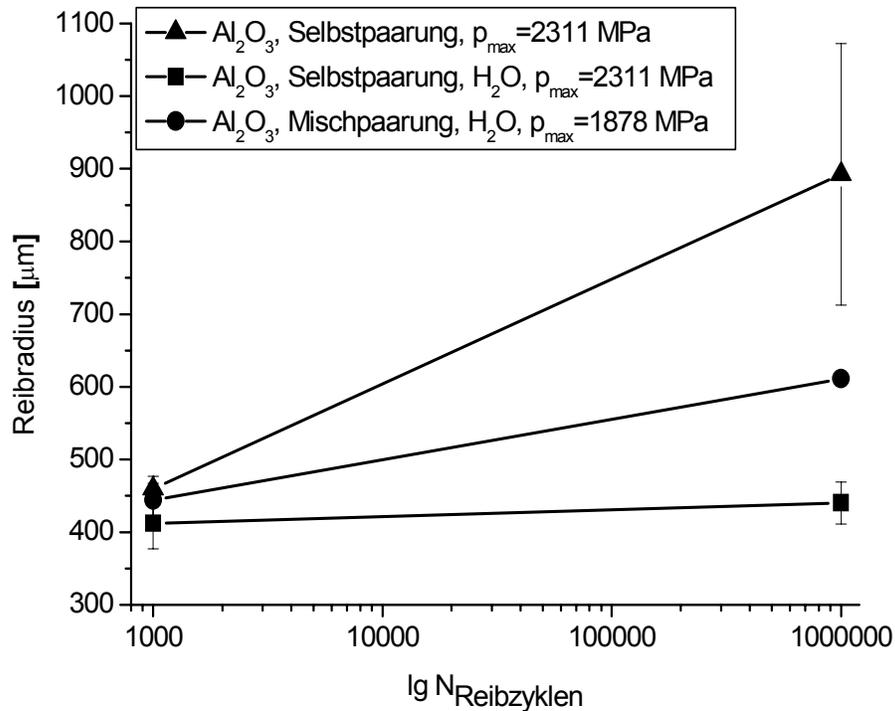


Abbildung 5-35: Reibradien in Abhängigkeit der Reibzyklenanzahl bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , gemessen mit Kontaktpapier

## 5 Versuchsergebnisse

Die Messungen zeigen deutlich, dass unter Wassereinfluss die Kontaktfläche im Laufe der Versuche weniger stark zunimmt als ohne Wasser als Zwischenmedium, wobei die Selbstpaarung unter Wassereinfluss die geringste Flächenzunahme besitzt. Die Differenz der Reibflächenwerte zwischen *Abbildung 5-34* und *Abbildung 5-35* liegt an den beiden unterschiedlichen Messmethoden. Mit dem konfokalen Weißlichtmikroskop wird der Reibdurchmesser nur auf der Probe erfasst, mit dem Abdruckpapier wird auch die Kontur der Kugel im angepressten Zustand erfasst. Dadurch und durch den unscharfen, schwer vermessbaren Abdruck lässt sich die größere Reibfläche erklären. Daher ist die Messmethode mit dem konfokalen Weißlichtmikroskop die wesentlich genauere Methode zur Bestimmung der geometrischen Werte.

In *Abbildung 5-36* und *Abbildung 5-37* sind die Resultate der Messungen an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  dargestellt. Auf den ersten Blick erscheint es nicht schlüssig, dass die Reibpaarung mit der höchsten Flächenpressung nicht den größten Reibdurchmesser besitzt. Jedoch hat diese Paarung die Kugel mit dem kleinsten Durchmesser und kann daher nicht direkt mit den anderen Ergebnissen verglichen werden. Die Versuchsreihe in Mischpaarung besitzt im trockenen Zustand die größte Reibflächenzunahme, die Versuchsreihe mit Wasser als Zwischenmedium die geringste. Die Flächenzunahme ist so gering, dass auch der Test mit dem Abdruckpapier erst bei großen Reibzyklen Zahlenwerte zeigt, die oberhalb der Vergleichsmessung bei 0 Zyklen liegen. Die Flächenzunahme in der Selbstpaarung ist erwartungsgemäß so, dass die Versuche ohne Wasser als Zwischenmedium über denen mit Wasser als Zwischenmedium liegen.

## 5 Versuchsergebnisse

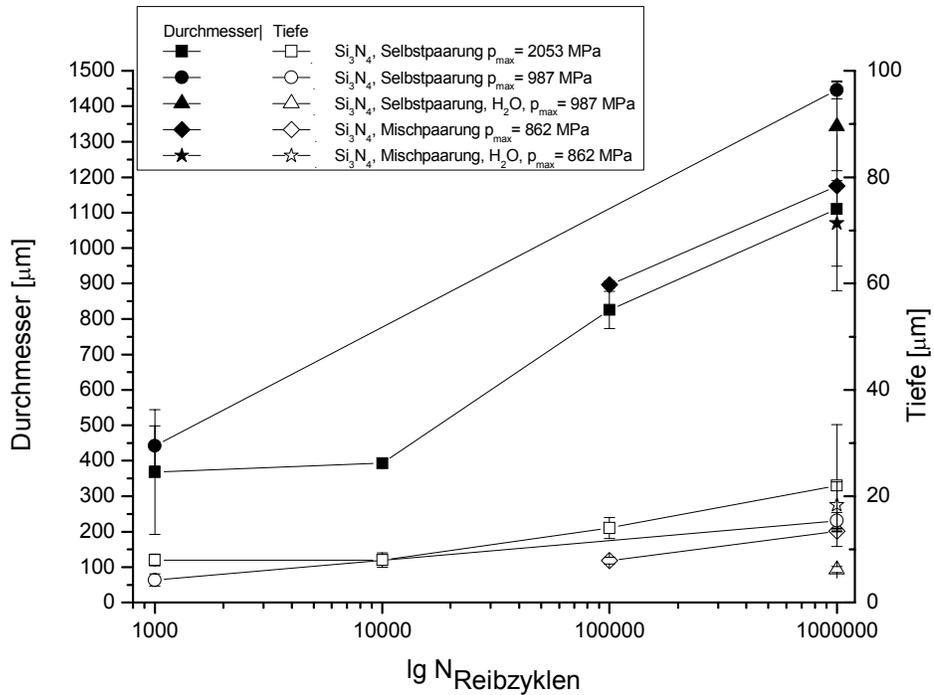


Abbildung 5-36: Durchmesser der Reibfläche und Tiefe des durch Reibbeanspruchung entstandenen Oberflächenabtrags in Abhängigkeit der Reibzyklen bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , gemessen mit dem konfokalen Weisslichtmikroskop

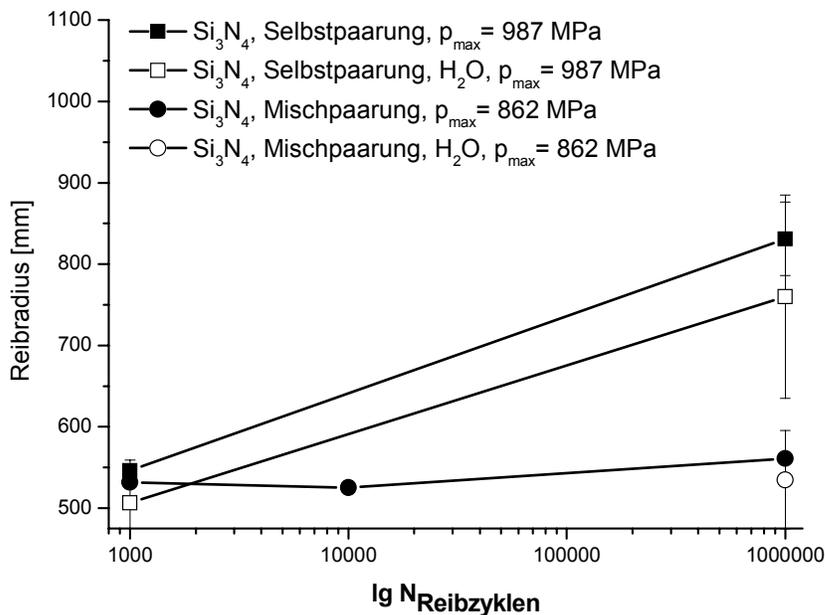
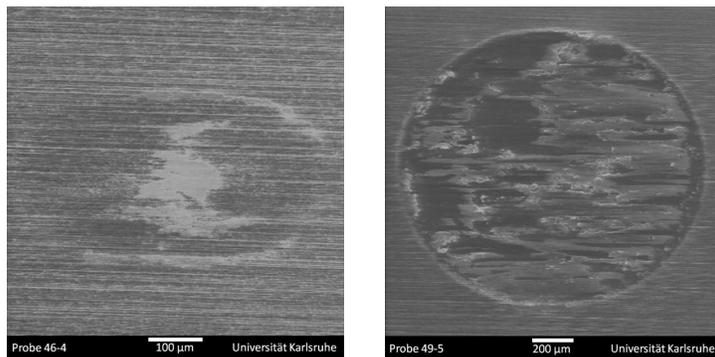


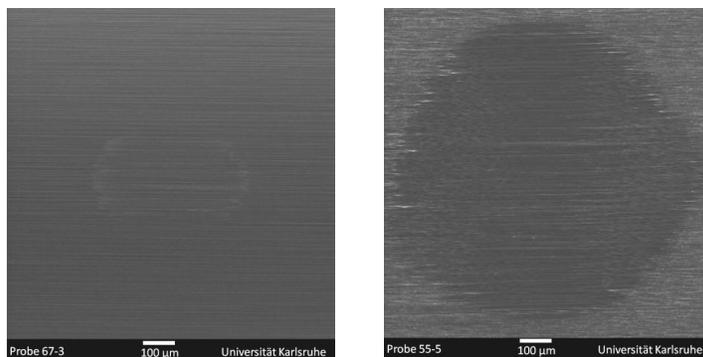
Abbildung 5-37: Reibradien in Abhängigkeit der Reibzyklenanzahl bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , gemessen mit Kontaktpapier

## 5 Versuchsergebnisse

Bei den Verschleißtiefen ergibt sich ein anderes Bild. Hier liegen die Versuchsreihen mit geringerem Flächenzuwachs über denen mit hoher Verschleißfläche bei hohen Zyklenzahlen. Die Auswertungen der Versuche sowohl mit dem konfokalen Weißlichtmikroskop als auch mit dem Abdruckpapier haben gezeigt, dass die Versuchsreihen in Selbstpaarung höhere Verschleißflächenzunahmen besitzen als die Versuchsreihen in Mischpaarung. Auf der Probenoberfläche bildet sich bei Mischpaarung im trockenen Reibzustand eine metallische Schicht aus. Diese Schicht bildet sich nicht unter Wassereinfluss, wie im Vergleich zwischen *Abbildung 5-38* und *Abbildung 5-39* zu erkennen ist. Des Weiteren ist in der Aufnahme in *Abbildung 5-39* zwar ein Umriss der Reibstelle zu erkennen, aber es hat kein effektiv mittels konfokalen Weißlichtmikroskops messbarer Oberflächenabtrag stattgefunden.



*Abbildung 5-38: Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – Mischpaarung nach 10<sup>3</sup> und 10<sup>6</sup> Reibzyklen*

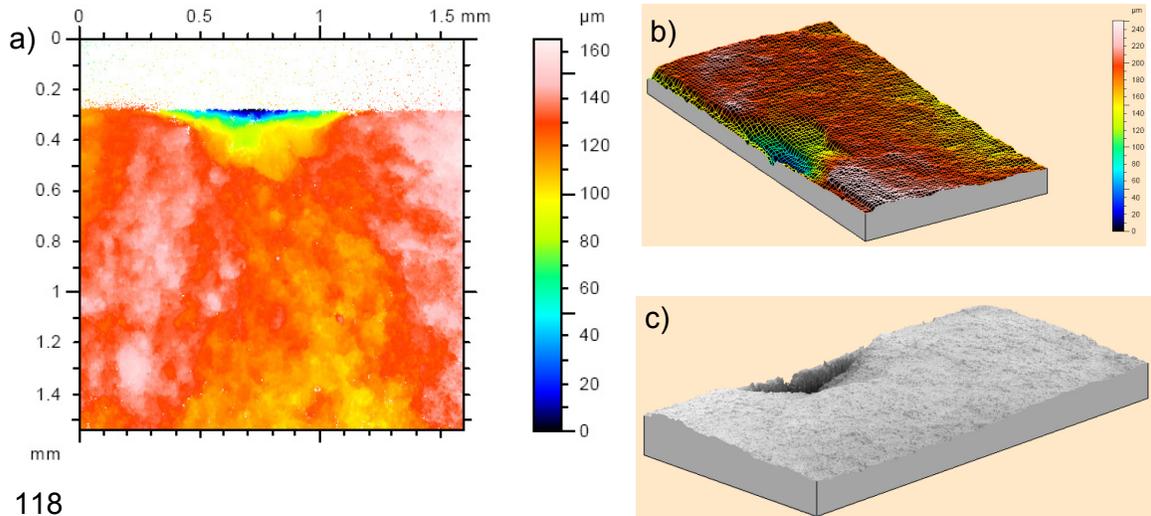


*Abbildung 5-39: Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – Mischpaarung mit H<sub>2</sub>O nach 10<sup>3</sup> und 10<sup>6</sup> Reibzyklen*

Der Rissverlauf und die Risstiefe auf der Bruchoberfläche wurden exemplarisch an je einer Versuchsreihe mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Proben und Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Proben im konfokalen Weißlichtmikroskop vermessen. Beide Keramiken weisen charakteristische Bruchbilder unabhängig vom Belastungskörper und dem Umgebungsmedium aus. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zeigt in

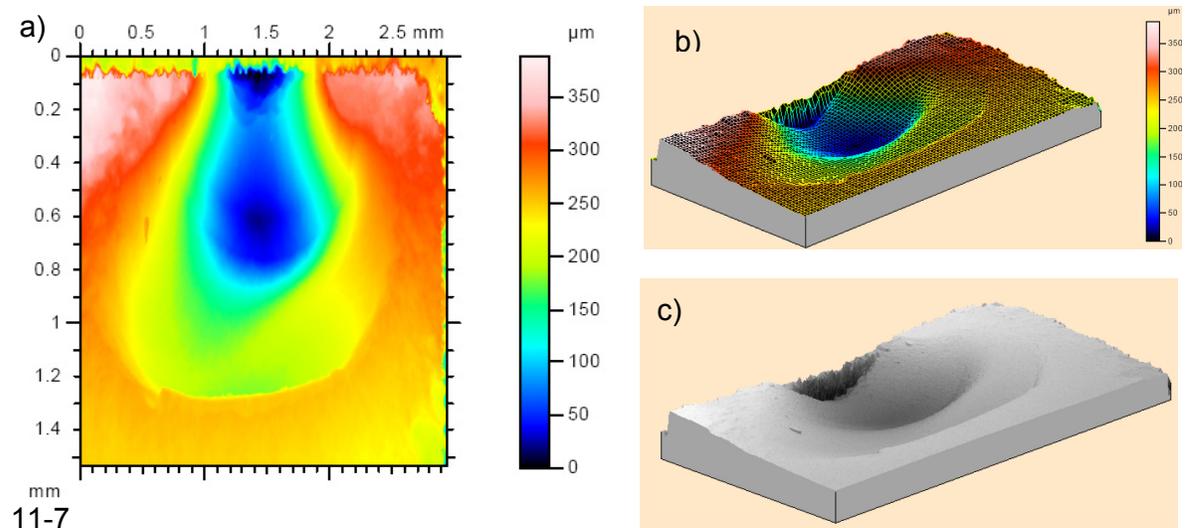
## 5 Versuchsergebnisse

Abbildung 5-40 einen so genannten penny-shaped Oberflächenanriss. Diese Probe wurde in Selbstpaarung mit einer Anpresskraft von  $F_N = 20$  N bei  $\sigma_{R,max} = 210$  MPa bis zum Bruch bei einer Zyklenzahl von 327.920 in Laborluftatmosphäre belastet.



118

Abbildung 5-40: a) Bruchflächenprofil von  $Al_2O_3$ , schematisch, b) Relief der Bruchfläche, skaliert, c) 3D-Darstellung der Bruchfläche in Graustufen



11-7

Abbildung 5-41: a) Bruchflächenprofil von  $Si_3N_4$ , schematisch, b) Relief der Bruchfläche, skaliert, c) 3D-Darstellung der Bruchfläche in Graustufen

## 5 Versuchsergebnisse

$\text{Si}_3\text{N}_4$  hingegen zeigt in *Abbildung 5-41* einen „birnenförmigen“ Oberflächenanriss. Diese Probe wurde in Selbstpaarung mit einer Anpresskraft von  $F_N = 10 \text{ N}$  bei  $\sigma_{R,\max} = 400 \text{ MPa}$  bis zum Bruch nach 13.220 Zyklen in Laborluftatmosphäre belastet. Mittels der Software MountainsMap® der Firma Digital Surf wurden die auf den Bruchflächen gelegenen Risse zur Ermittlung der kritischen Spannungsintensität  $K_C$  vermessen. Die relevanten Messgrößen zur Bestimmung des K-Faktors sind neben der äußeren Belastungsgröße Spannung  $\sigma_{R,\max}$  die Risstiefe  $a$  und die Rissbreite  $2c$ . Bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wird der K-Faktor mit Geometriefaktoren für penny-shaped Risse berechnet:

$$K_I = 1,025 \cdot \frac{2}{\pi} \sigma \sqrt{\pi a} \quad (5-1)$$

bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  wird vorausgesetzt, dass der Riss einem durch einen Knoop-Indenter erzeugten Riss entspricht. Daher wird der K-Faktor mit Geometriefaktoren für Knoop-Indenter-Risse berechnet:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \frac{1,13 - 0,09 \frac{a}{c} + \left[ -0,54 + \frac{0,89}{0,2 + a/c} \right] \alpha^2 + \left[ 0,5 - \frac{1}{0,65 + a/c} + 14 \left(1 - \frac{a}{c}\right)^{24} \right] \alpha^4}{\left[ 1 + 1,464 (a/c)^{1,65} \right]^{1/2}} H \quad (5-2)$$

$$H = \left( 1 - \left[ 0,34 + 0,11 \left( \frac{a}{c} \right) \right] \right) \alpha \quad (5-3)$$

$$\alpha = \frac{a}{\text{Pr obenhöhe}} \quad (5-4)$$

Diese Messungen sind notwendig, um das Schädigungsmodell zu verifizieren. Der  $K_{IC}$ -Faktor für 4-Punkt-Biegeproben ohne Reibbeanspruchung wurde mittels Single Edge V-Notched Beam - Methode (SEVNB) nach DIN CEN/TS 14425-5 in verschiedenen Arbeiten ermittelt [146], [168]. Die Werte sind für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in Selbstpaarung an Laborluft mit einer maximalen Hertzschen Pressung von 2311 MPa und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in Selbstpaarung an Laborluft mit einer maximalen Hertzschen Pressung von 2053 MPa gemittelt in Tabelle 5-6 zu entnehmen.

## 5 Versuchsergebnisse

	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
K <sub>IC</sub> ,SEVNB [MPam <sup>1/2</sup> ]	3,6	5,5
K <sub>C</sub> ,Penny-Shaped [MPam <sup>1/2</sup> ]	3,97	-
K <sub>C</sub> ,Knoop [MPam <sup>1/2</sup> ]	-	5,81

Tabelle 5-6: Spannungsintensitätsfaktoren

Bemerkenswert ist der geringe Unterschied zwischen dem mit der standardisierten SEVNB-Methode gemessenen K<sub>IC</sub>-Faktor und dem K<sub>C</sub>-Faktor für beide Keramiken, welcher durch Vermessung der Bruchbilder errechnet wurde.

### 5.5.3 Rasterelektronenmikroskopie und Focused Ion Beam

Um den Schädigungsverlauf analysieren und charakterisieren zu können, werden sowohl die Bruchflächen als auch das geschädigte Gefüge intakter und gebrochener Proben unter Verwendung einer Kombination aus Focused Ion Beam (FIB) und Rasterelektronenmikroskop betrachtet. Probenpräparation mittels FIB macht es möglich, den Verlauf von auf der Oberfläche sichtbaren Rissen ins Innere der Probe hinein bis zu einer Tiefe von 15 µm zu verfolgen. Das Präparationsverfahren mittels FIB eignet sich deshalb besonders, weil durch die Abtragung durch Ionenbeschuss präparationsinduzierte Risse, wie sie z.B. durch Sägen oder Schleifen entstehen, vermieden werden. Präparationsmethoden, wie z.B. schneiden mit einer Diamantdrahtsäge im Reibbereich und anschließender Politur haben sich als nicht geeignet erwiesen, da mit diesen Methoden keine reibermüdungsinduzierten Risse nachgewiesen werden konnten. Die FIB-Methode konnte zusätzlich zu den rasterelektronischen Untersuchungen der Probenoberfläche erfolgreich eingesetzt werden. Durch dieses Verfahren sind zielgenaue Präparationen möglich, wodurch unter anderem untersucht werden kann, ob ein Riss interkristallin oder transkristallin und unter welchem Winkel der Riss in der Probe verläuft.

In *Abbildung 5-42* wird die Oberfläche einer Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Probe gezeigt, welche nach 92.519 Zyklen gebrochen ist. Diese Probe wurde mit  $\sigma_{R,max} = 218,3$  MPa beansprucht. Der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Reibkörper mit einem Durchmesser von 5 mm wurde mit einer Anpresskraft von 10 N gegen die Probe gedrückt. Der dunkelgraue Bereich ist die reibermüdungsbeanspruchte Fläche, der Doppelpfeil zeigt die Bewegungsrichtung des Reibkörpers an. Links im Bild ist die Bruchkante zu sehen.

## 5 Versuchsergebnisse

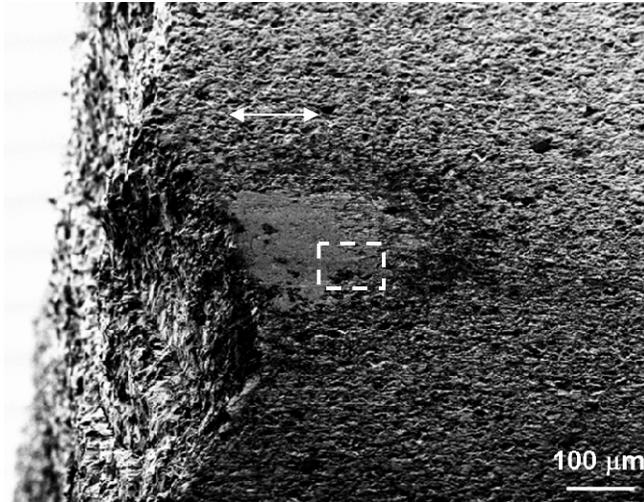


Abbildung 5-42:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Probe nach 92.519 Zyklen,  $\sigma_{R,max} = 218 \text{ MPa}$ ,  $p_{max} = 2311 \text{ MPa}$

Innerhalb des umrandeten Bereiches wurde mit dem FIB ein Materialschnitt mit einer Länge von etwa  $70 \mu\text{m}$  und einer Tiefe von  $10 \mu\text{m}$  durchgeführt. Die herauspräparierte Vertiefung zeigt *Abbildung 5-43a*. *Abbildung 5-43b* zeigt die Draufsicht auf die Schnittfläche.

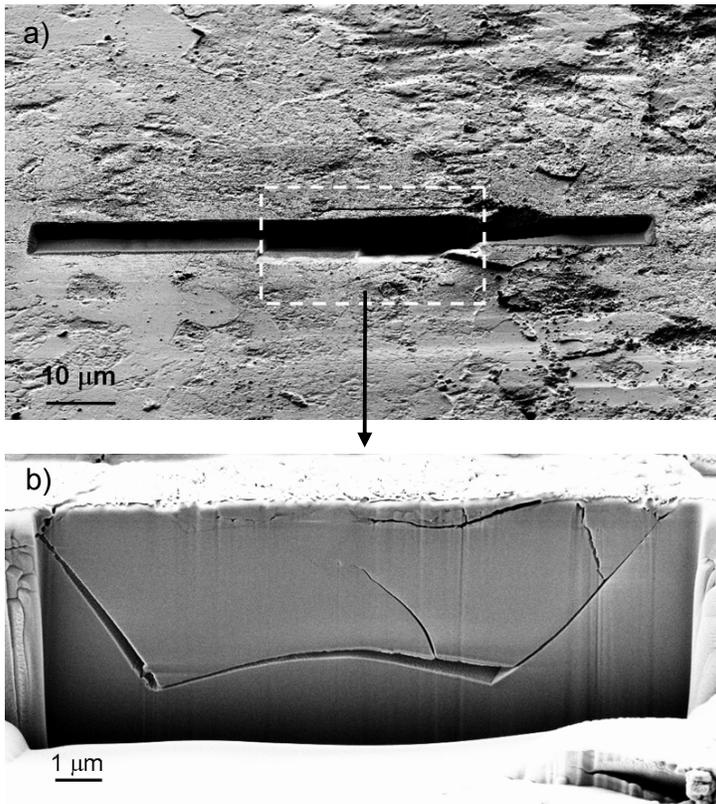


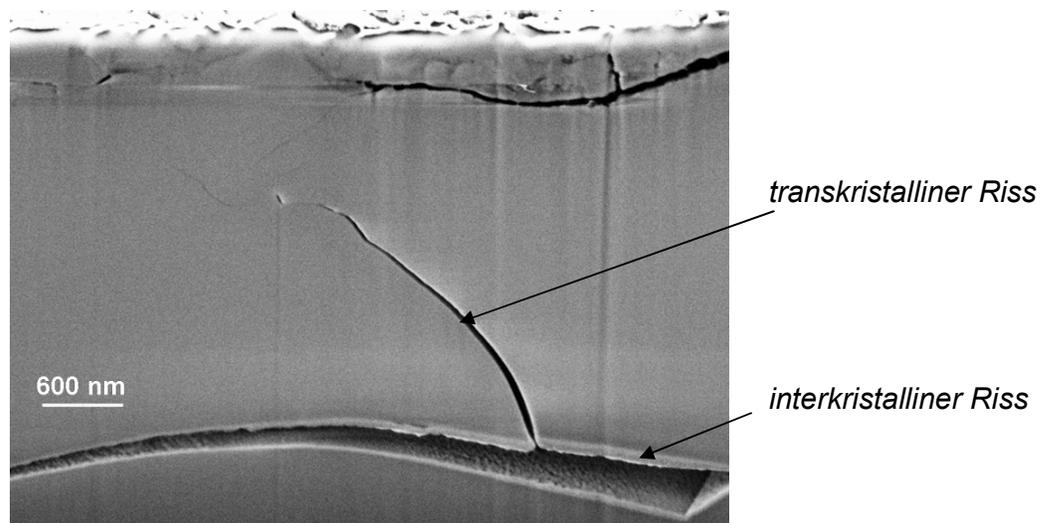
Abbildung 5-43: Vertiefung auf der Reibfläche und FIB-Schnitt

## 5 Versuchsergebnisse

Die Reibermüdungsbeanspruchung hat zu einer starken Schädigung des Werkstoffes nahe der Oberfläche geführt. Überwiegend durch interkristalline Risse wurden einzelne Körner aus dem Werkstoff herausgelöst *Abbildung 5-44* und – wie *Abbildung 5-45* belegt – auch vereinzelt durch transkristalline Risse geschädigt. Diese Aufnahmen sind typisch für die Schädigung der Mikrostruktur von Proben aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  innerhalb der Reibfläche. Von einer derartigen Schädigung geht auch das eigentliche Versagen der Proben aus.



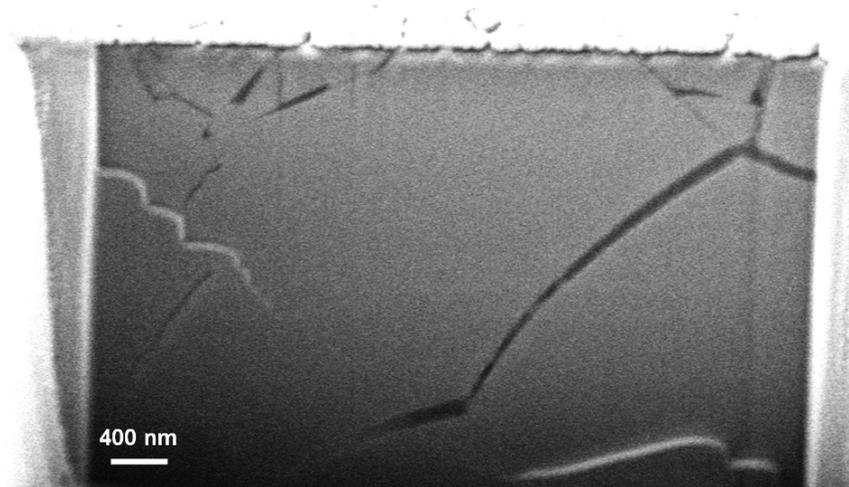
*Abbildung 5-44: Oberfläche mit Ausbrüchen von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in Selbstpaarung nach  $10^6$  Zyklen bei  $p_{\text{max}} = 2311\ \text{MPa}$*



*Abbildung 5-45: Vertiefung auf der Reibfläche und FIB-Schnitt*

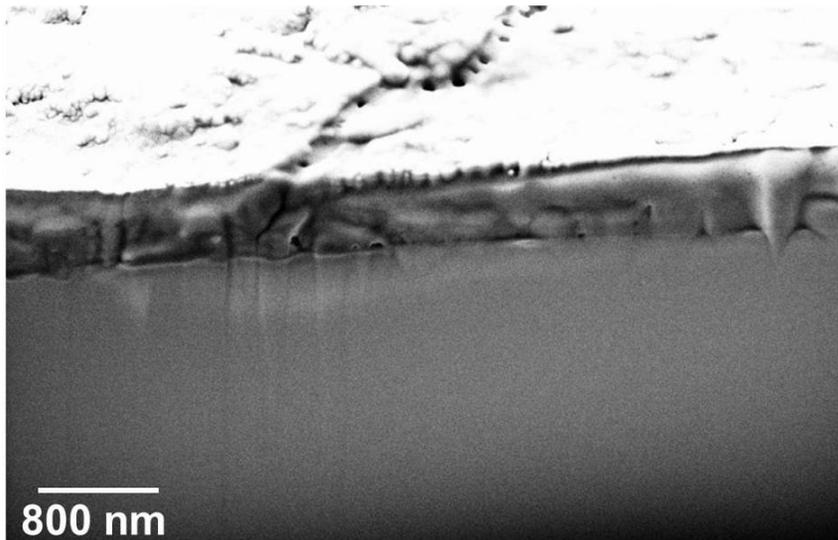
## 5 Versuchsergebnisse

Mit zunehmenden Zyklenzahlen steigt die Rissdichte an. *Abbildung 5-46* belegt dies am Beispiel einer Probe, die nach etwa  $6 \cdot 10^6$  Reibzyklen untersucht wurde. Es treten vermehrt transkristalline Risse auf.



*Abbildung 5-46: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Probe, nach 5.967.758 Zyklen,  $\sigma_{R,max} = 210$  MPa,  $F_N = 20$  N, Reibkugel  $\varnothing = 5$  mm*

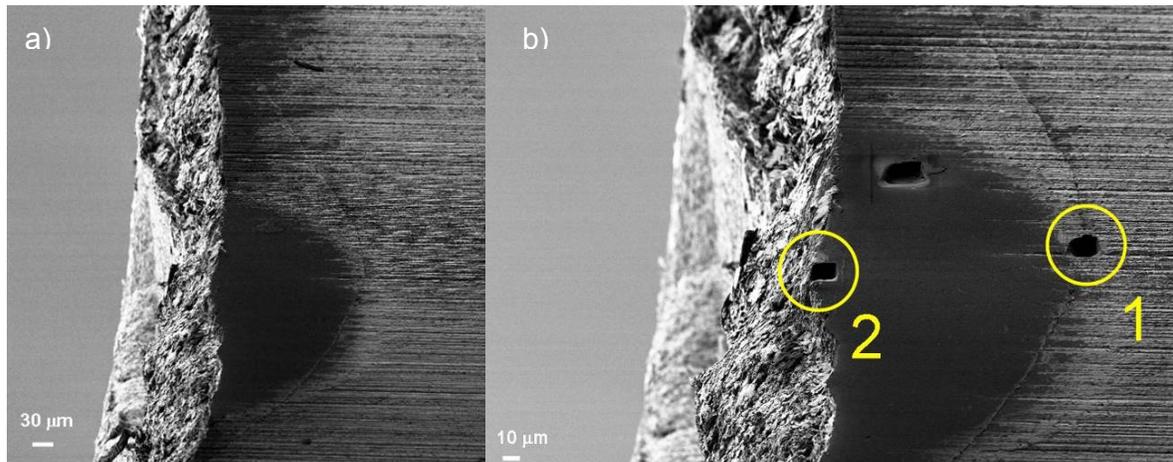
In *Abbildung 5-47* ist im REM an der Oberfläche einer Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Probe eine Reaktionsschicht zu erkennen, welche wenige Nanometer dick ist.



*Abbildung 5-47: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in Selbstpaarung mit  $p_{max} = 2311$  MPa nach 91.215 Zyklen mit Reaktionsschicht*

## 5 Versuchsergebnisse

In *Abbildung 5-48* wird die Oberfläche einer Siliziumnitridprobe gezeigt, welche nach 24.248 Zyklen gebrochen ist. Der dunkelgraue Bereich ist die reibermüdungsbeanspruchte Fläche. *Abbildung 5-48 a)* zeigt die Probe vor, *Abbildung 5-48 b)* die Probe nach der FIB-Bearbeitung. Die Vertiefungen haben eine Größe von etwa  $15 \times 15 \times 15 \mu\text{m}^3$ .



*Abbildung 5-48: Bild 15:  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Probe nach 24.248 Zyklen,  $\sigma_{R,max} = 333,3 \text{ MPa}$ ,  $F_N = 10 \text{ N}$ , Reibkugel  $\varnothing = 15 \text{ mm}$*

Die erste Vertiefung wurde an der Grenze zwischen der Reibfläche und der geschliffenen Probenoberfläche eingebracht. Hier ist ein tangential zur Reibfläche verlaufender Riss zu erkennen. Simulationen der durch die Reibermüdung induzierten Spannungen haben gezeigt, dass in diesem Bereich hohe Spannungsgradienten vorhanden sind. *Abbildung 5-49* zeigt die betrachtete Stelle vor der FIB-Bearbeitung in einer Ausschnittvergrößerung.

## 5 Versuchsergebnisse

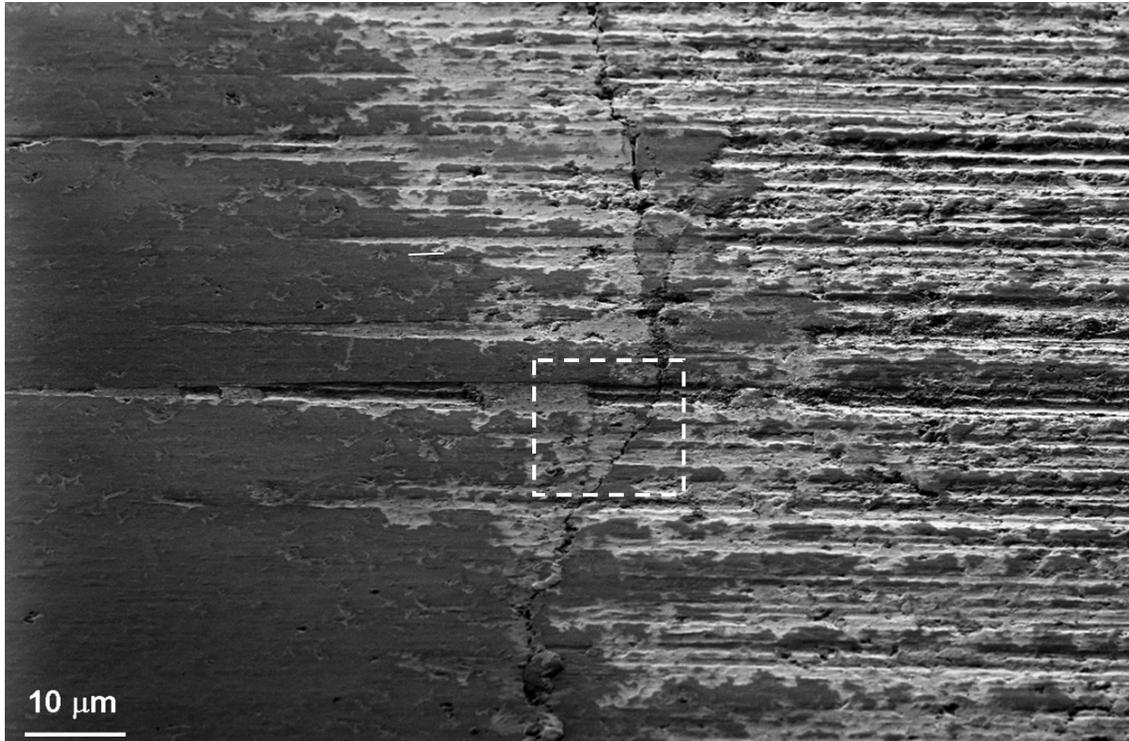
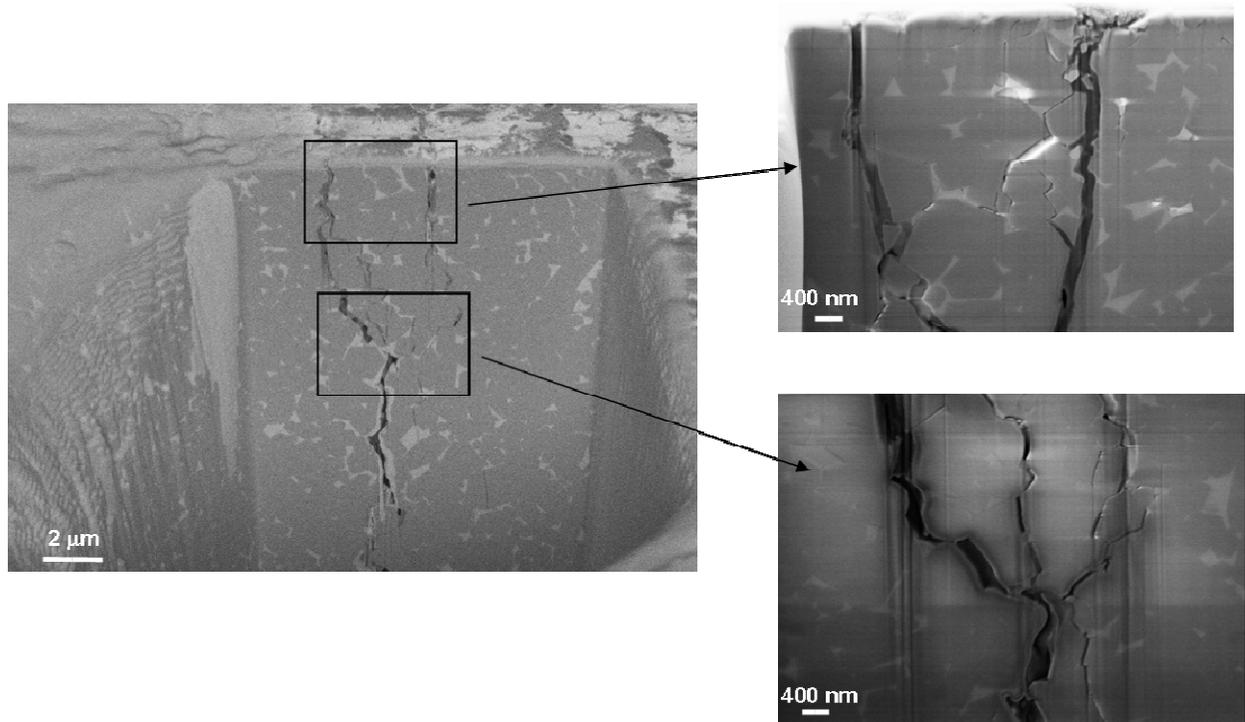


Abbildung 5-49: Schnitt Nr. 1 vor FIB-Bearbeitung

Abbildung 5-50 zeigt den Verlauf der Risse in Schnitt 1. Die Fläche wurde mit einem Strom von 100 pA poliert. Der Rissverlauf ins Probeninnere ist senkrecht zur Oberfläche orientiert. Ungefähr 5  $\mu\text{m}$  unterhalb der Probenoberfläche vereinigen sich zwei Risse miteinander. Die helleren Bereiche der Aufnahme sind Glasphasen zwischen den  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Körnern. Die Risse verlaufen zum Großteil entlang der Korngrenzen. Außerdem sind viele kleine Sekundärrisse zu beobachten. Im Bereich der Vereinigung der beiden größeren Risse ist eine hohe Dichte kürzerer Risse zu erkennen, die alle entlang von Korngrenzen verlaufen.

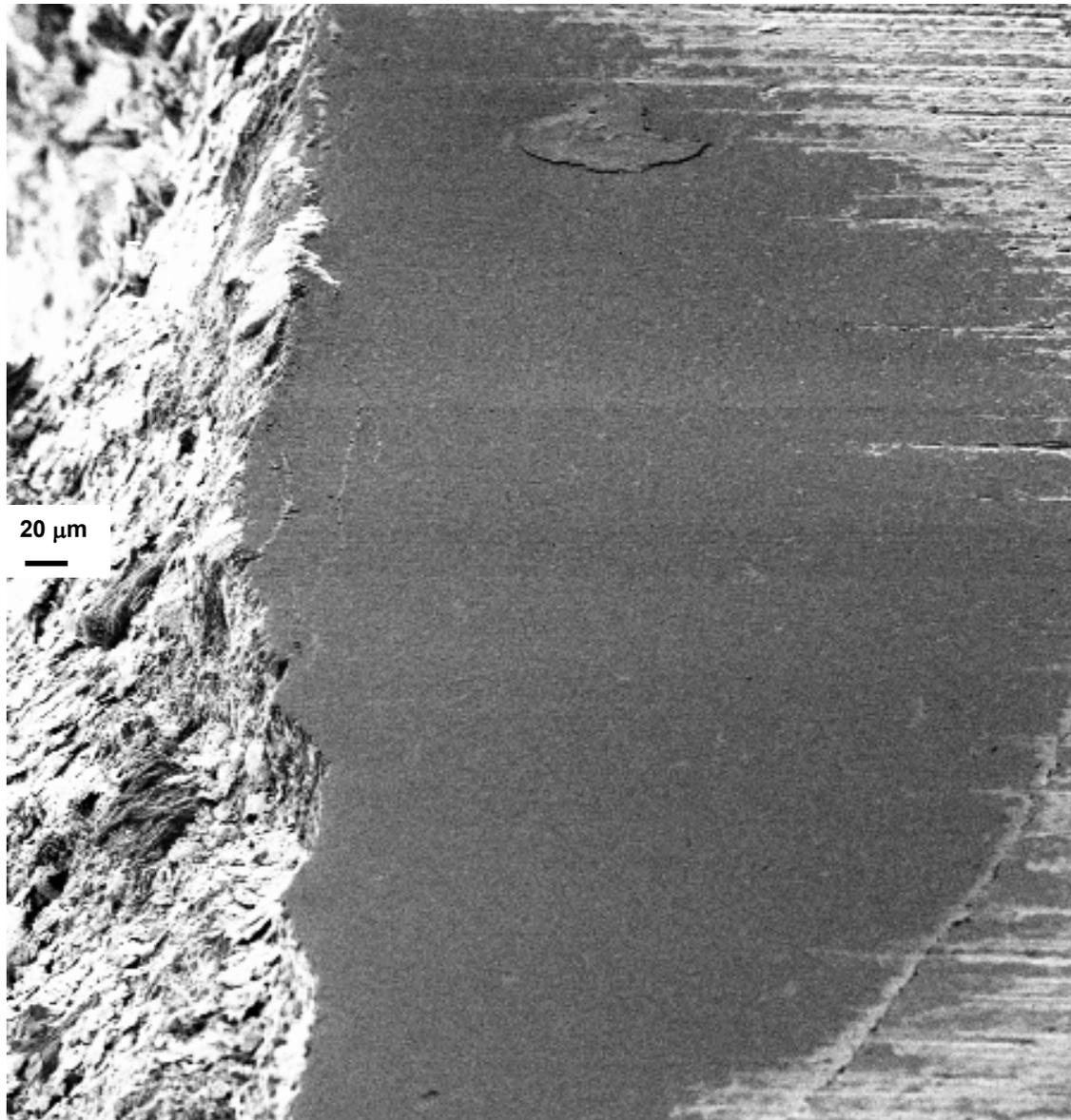
## 5 Versuchsergebnisse



*Abbildung 5-50: Vertiefung Nr. 1*

Die zweite Vertiefung wurde in der Nähe der Bruchkante eingebracht. Diese Stelle liegt im Zentrum des Reibbereichs. In diesem Bereich treten hohe reibinduzierte Schubspannungen auf, die Rissinitiierung und –fortschritt stark beeinflussen könnten. Hier wird daher sowohl ein anderer Rissverlauf als auch eine andere Rissdichte vermutet. In *Abbildung 5-51* ist die zu bearbeitende Fläche vor der FIB-Bearbeitung markiert.

## 5 Versuchsergebnisse



*Abbildung 5-51: Schnitt Nr. 2 vor der FIB-Bearbeitung*

*Abbildung 5-52* zeigt die mit 100 pA polierte Seitenfläche des zweiten Schnittes. Hier sind zwei Risse zu sehen, welche mit einem Winkel von etwa  $45^\circ$  von der Probenoberfläche ins Probeninnere verlaufen. In *Abbildung 5-52 a)* ist erkennbar, dass Abrieb von der Stahlreibkugel in den Riss hineingedrückt wurde. Der Abrieb dringt bis in eine Tiefe von etwa  $0,5 \mu\text{m}$  vor. In *Abbildung 5-52 b)* ist zu erkennen, dass der Riss in einer Tiefe von etwa  $5 \mu\text{m}$  die Richtung ändert. Der Riss wird hier an einer Korngrenze abgelenkt.

## 5 Versuchsergebnisse

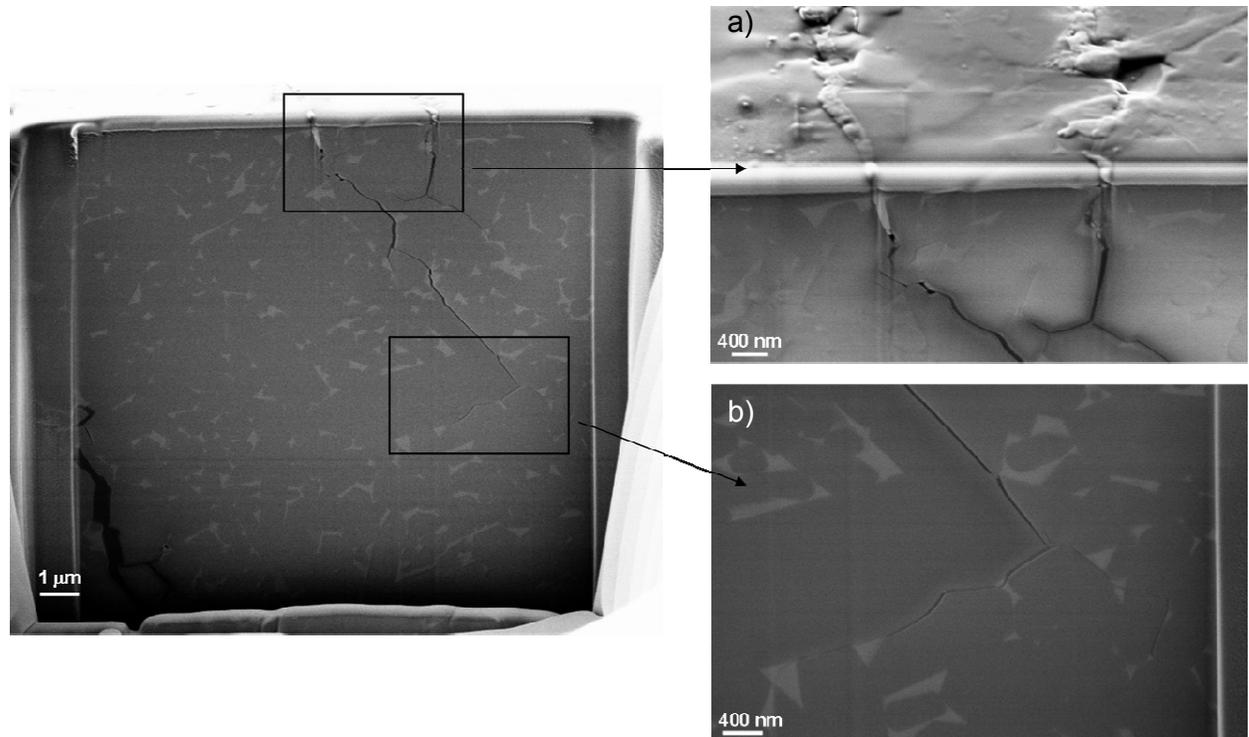


Abbildung 5-52: Vertiefung Nr. 2 nach der FIB-Bearbeitung

Die in Kapitel 2.3.1 beschriebenen Reaktionsschichten an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  bilden sich bei Reibermüdungsversuchen in Selbstpaarung durch eine tribochemische Reaktion schon nach 44100 Zyklen bereits bei niedrigen Anpresskräften von 10 N, was bei einem Reibkörperdurchmesser von 15 mm einer maximalen Hertzschen Pressung von 987 MPa entspricht. Deutlich zu erkennen ist eine solche Reaktionsschicht in *Abbildung 5-53*. Dargestellt ist die Ansicht auf eine rissbehaftete Schnittfläche.

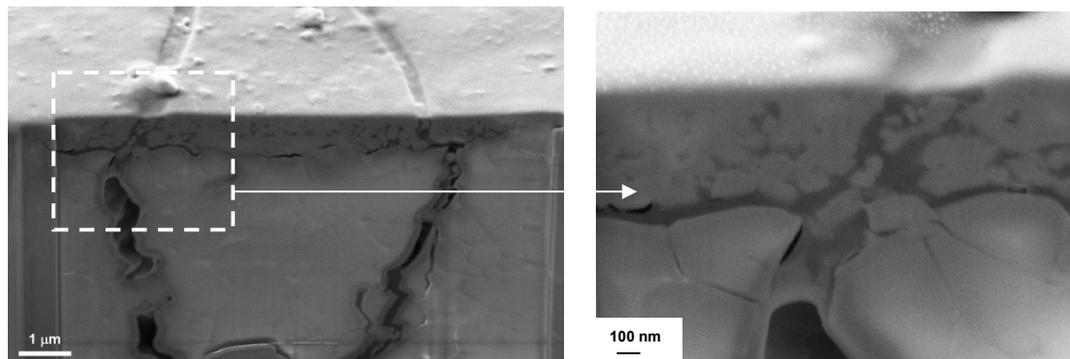
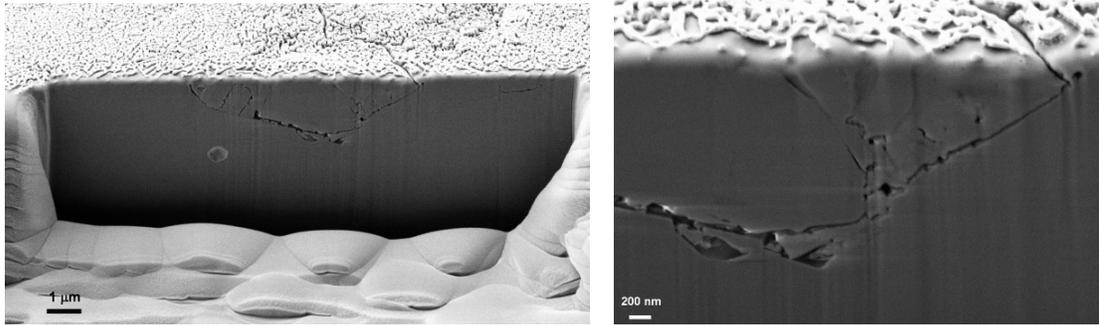


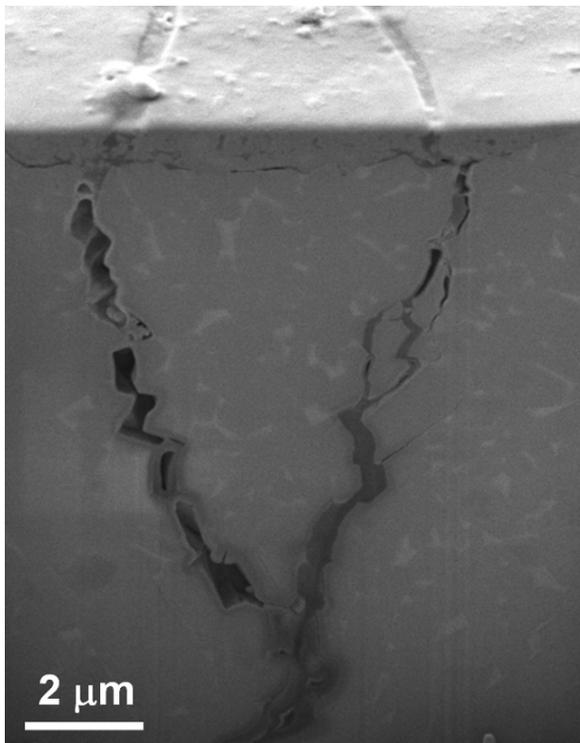
Abbildung 5-53:  $\text{Si}_3\text{N}_4$  –Probe in Selbstpaarung mit Reaktionsschicht nach 44.100 Zyklen

## 5 Versuchsergebnisse

An der Oberfläche ist eine wenige 100 nm dicke Schicht entstanden, welche sich von der darunterliegenden Schicht durch die Größe der Körner unterscheidet. Hierbei handelt es sich um feinen Abrieb, welcher durch die zyklische Reibbewegung unter Einwirkung der Flächenpressung entstanden ist. In *Abbildung 5-54* und *Abbildung 5-55* sind deutlich die zerrütteten Mikrostrukturen von reibermüdungsbeanspruchten  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Keramiken zu erkennen.



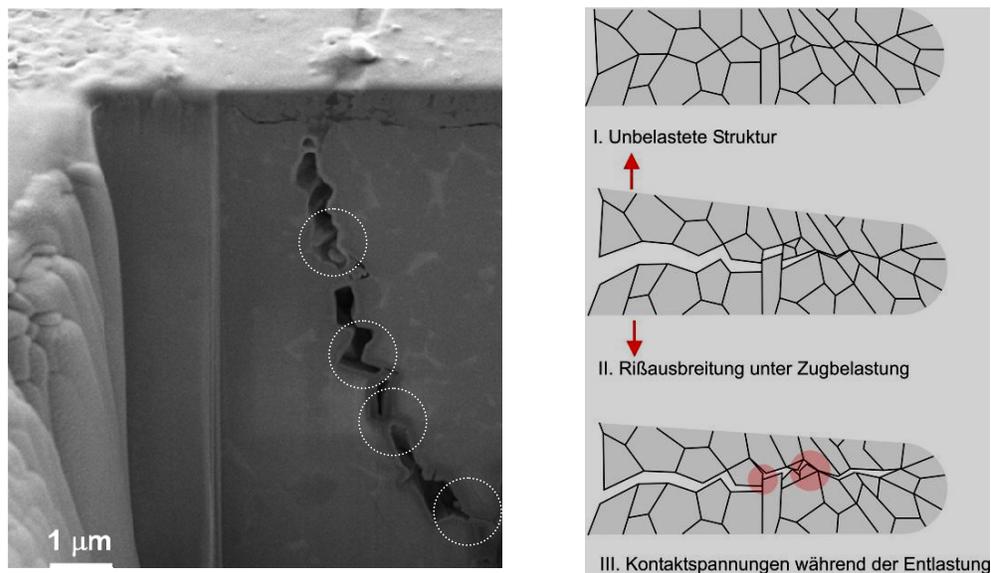
*Abbildung 5-54:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Selbstpaarung,  $\sigma_{R,max} = 250 \text{ MPa}$ ,  $p_{max} = 2311 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1.011.720$  Zyklen*



*Abbildung 5-55:  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Selbstpaarung,  $\sigma_{R,max} = 433,3 \text{ MPa}$ ,  $p_{max} = 987 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 44.099$  Zyklen*

## 5 Versuchsergebnisse

Neben dem Abbau der Verstärkungsmechanismen kann des Weiteren beschleunigtes Risswachstum wegen so genanntem Formversatz (geometric mismatch) auftreten. Hierbei verschieben sich die Rissflanken parallel zueinander und Abrieb gelangt zwischen die Rissflanken, so dass bei äußerer Entlastung Kontaktspannungen an Berührungspunkten und durch Hebelwirkung Zugspannungen an der Rissspitze induziert werden können (*Abbildung 5-56*). Durch Reibung der Rissflanken aneinander werden zusätzlich Verstärkungsmechanismen in Form von Verhakungen zwischen den Flanken und Reibung zwischen den Körnern – vor allem bei den stängelförmigen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Körnern – abgebaut.



*Abbildung 5-56: links Formversatz in  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , rechts: Funktionsschema [167]*

Im Folgenden wurden Proben vor Versuchsbeginn, sowie Proben welche mit reiner 4-Punkt-Biegung beansprucht wurden untersucht. *Abbildung 5-57* zeigt einen FIB-Schnitt in eine unbeanspruchte, nach DIN 843-1 hartbearbeitete Probe. Es sind weder Schleifrisse direkt an, noch unterhalb der Oberfläche zu erkennen.

## 5 Versuchsergebnisse

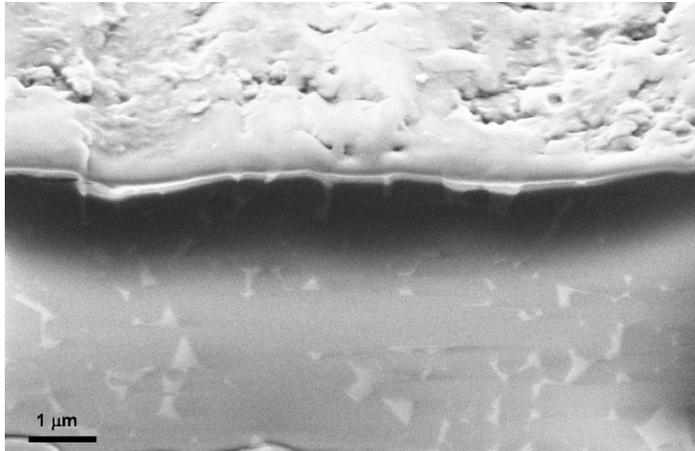


Abbildung 5-57: Hartbearbeitete Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Probe ohne Beanspruchung

In *Abbildung 5-58* werden zu Vergleichszwecken FIB Schnitte in einer 4-Punkt-Biegeprobe aus Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> gezeigt. Dieser Versuch wurde mit einer Mittelspannung von 510 MPa mit einem Spannungsverhältnis von  $R= 0,5$  analog zu den Reiberermüdungsversuchen beansprucht. Bei dieser Probe handelt es sich um einen Versuch, der nach  $10^7$  Zyklen abgebrochen wurde. Nachdem auf der Oberfläche der Probe keine Risse zu erkennen waren, wurden mehrere FIB-Schnitte gesetzt und untersucht. Ein solcher Schnitt ist exemplarisch in *Abbildung 5-58* rechts dargestellt. Es sind bei keinem der Schnitte Risse in der Struktur der Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Keramik erkennbar.

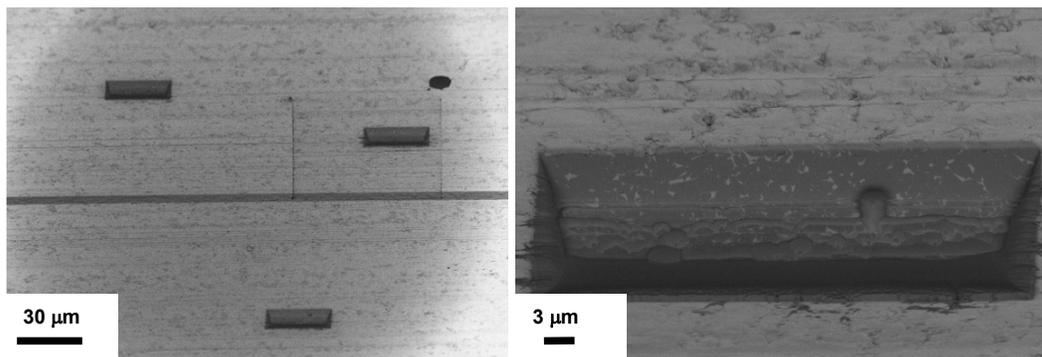


Abbildung 5-58: Probe 31-7, reine 4-Punkt-Biegung nach  $10^7$  Zyklen,  $R= 0,5$ ,  $\sigma_m= 510$  MPa, links: Übersicht, rechts: Detail

## 6 Ergebnisdiskussion

### 6.1 Restfestigkeitsversuche

Die Versuchsreihen haben gezeigt, dass Beanspruchung durch Reibermüdung die Lebensdauer von Ingenieurkeramiken signifikant reduzieren kann. Es wurden zwei grundsätzlich unterschiedliche Versuchsführungen an den beiden untersuchten Keramiken  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gewählt - die Restfestigkeitsbestimmung ohne zyklische 4-Punkt-Biegung und die zyklische Reibermüdung.

Ziel der Restfestigkeitsbestimmung war es den Einfluss der „reinen“ Reibkomponente zu zeigen. Einflüsse aus reiner 4-Punkt-Biegung sind aus bereits durchgeführten Untersuchungen in den Arbeiten von Nejma et al. [166]-[168] und Schwind et al. [4], [176], [177] bekannt und bewertet.

#### 6.1.1 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramiken

Die Restfestigkeitsuntersuchungen an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  an Laborluft (*Abbildung 5-1*) haben gezeigt, dass die Bruchspannungen von reibbeanspruchten Biegeproben in Selbstpaarung an Laborluft im Vergleich zu den Inertfestigkeitswerten von nicht-reibbeanspruchten Biegeproben geringer geworden sind. Die charakteristischen Restfestigkeiten liegen im Mittel 30 MPa unterhalb der Inertfestigkeitswerte. Die Festigkeitsreduzierung ist jedoch weitestgehend unabhängig von den aufgetragenen Reibzyklenanzahlen (*Abbildung 5-1* und *Tabelle 5-1*). Aus diesen Ergebnissen lässt sich zunächst schließen, dass durch die zyklische Reibbelastung Schädigungen induziert werden, welche die Festigkeit der reibbeanspruchten Proben messbar reduziert. Bei einer Reduktion der Anpresskraft von 20 N auf 10 N (*Abbildung 5-3*) ist festzustellen, dass nach einer vergleichsweise geringen Anzahl von  $10^3$  Reibzyklen nur eine geringe Reduktion der Restfestigkeit verglichen mit der Inertfestigkeit stattgefunden hat. Mit zunehmender Anzahl der Reibzyklen auf  $10^6$  ist allerdings eine deutliche Reduktion der Restfestigkeit sowohl in *Abbildung 5-3* als auch bei der Betrachtung der 90%-Konfidenzintervalle in *Tabelle 5-2* festzustellen. Eine Betrachtung der Reibstelle zeigt, dass neben den mit zunehmender Reibzyklenanzahl tieferen und vom Durchmesser her größeren Kerben, auch Risse in der Reibfläche zu erkennen sind. Die durch die Reibbewegung entstandene Kerbe selbst ist nicht immer versagensrelevant. Nicht alle Proben sind an der Reibstelle gebrochen, woraus abgelei-

tet werden kann, dass bei diesem Teil der Proben die durch Sintern und Hartbearbeitung entstandenen Bauteilfehler größer und damit versagensrelevanter waren, als die reibermüdungsinduzierten Fehlstellen bzw. Risse in der Kerbe. Sowohl bei hoher als auch bei niedriger Anpresskraft des Reibkörpers sind etliche Proben bei niedrigen und bei hohen Reibzyklenzahlen nicht an der Reibstelle gebrochen. Bei zyklischen Reibermüdungsversuchen (*Kapitel 5.2.1*) an Laborluft sind hingegen alle Proben an der Reibstelle gebrochen. Daher kann bereits an dieser Stelle der Schluss gezogen werden, dass Reibbelastung überlagert mit zyklischer 4-Punkt-Biegung ein höheres Schädigungspotential besitzt als ohne zyklische Biegekomponente.

Die Erkenntnis, dass mit zunehmender Reibzyklenanzahl die Festigkeit nahezu konstant bleibt, obwohl die an der Oberfläche festzustellenden reibinduzierten Kerben mit zunehmender Zyklenzahl größer werden und auch bei hohen Reibzyklenanzahlen vereinzelt Proben außerhalb des Reibbereiches brechen, legt die Vermutung nahe, dass Reibbeanspruchung allein zwar Schädigung der Proben hervorruft, diese aber nicht ausreicht, um die so entstandenen Fehler bzw. Risse so groß werden zu lassen, dass diese signifikant die Festigkeit der Proben reduzieren. Im Falle der nicht an der Reibstelle gebrochenen Proben sind offensichtlich die Fehler bzw. Risse, welche durch den Herstell- bzw. Bearbeitungsprozess der Biegeproben in den Proben vorhanden sind, größer als die durch den Reibvorgang induzierten Schädigungen. Bei den Versuchsreihen zur Untersuchung der Restfestigkeit in Mischpaarung an Laborluft (*Abbildung 5-4*) sowie den Versuchsreihen mit Wasser als Zwischenmedium (*Abbildung 5-5*) konnte keine signifikante Reduzierung der Restbruchfestigkeiten im Vergleich zu den Inertfestigkeiten festgestellt werden. Die Werte der Restfestigkeiten liegen allesamt im Streubereich der Inertfestigkeiten. Somit ist festzustellen, dass trotz der höheren Tangentialkräfte in der Mischpaarung an Laborluft (*Abbildung 5-16*) die Schädigungswirkung des 100Cr6 Reibkörpers zu klein ist, um die Festigkeit der Reibproben im Vergleich zu Inertfestigkeitsbiegeproben zu reduzieren. Des Weiteren sind bis auf eine Probe alle unter Mischpaarung beanspruchten Proben nicht an der Reibstelle gebrochen. Somit ist festzustellen, dass bei den Versuchen zur Bestimmung der Restfestigkeit die Reibkomponente keinen bzw. nur einen infinitesimal geringen Einfluss auf die Restfestigkeitsergebnisse hat. Da unter Einfluss des Zwischenmediums Wasser ebenfalls kein Abfall der Restfestigkeit, verglichen mit der Inertfestigkeit, festgestellt werden konnte, kann daraus geschlossen werden, dass

Wasser als Zwischenmedium eine Schädigung der Proben im Reibbereich verhindert. Darüber hinaus erfolgte im untersuchten Versuchszeitraum keine Schädigung durch chemische Wechselwirkung mit der Keramik auf Grund von Wassereinfluss, welche sich in Form reduzierter Festigkeit, analog zu den Untersuchungen von Michalske und Bunker in [161] und Kruzic, Cannon, Ritchie in [162], hätte bemerkbar machen müssen. Die Reibermüdungsproben der Versuchsreihen mit umspülter Reibstelle sind unterhalb der inneren Belastungsrollen, an denen lokal eine Spannungsüberhöhung (*Kapitel 4.4*) herrscht, gebrochen. Somit ist bei diesen Proben die lokalisierte höchste Zugspannung in Kombination mit lokalen Fehlern und nicht die Schädigung durch Reibermüdung versagensrelevant. Des Weiteren kann festgestellt werden, dass sich die Reduzierung der Restfestigkeiten umgekehrt zu den auftretenden Tangentialkräften verhalten. Würden nur die auftretenden Tangentialkräfte als Maß für die reibinduzierte Schädigung betrachtet, so müsste  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in Selbstpaarung unter Wassereinfluss die höchste Festigkeitsreduzierung auf Grund der am höchsten auftretenden Scherspannungen resultierend aus den entsprechenden Reibkräften erfahren (*Abbildung 5-16*).

Woydt bemerkt in [184], dass bereits unter Luftfeuchtigkeitseinfluss in den Gleitreibkontakten die polaren  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberflächen  $\text{H}_2\text{O}$ -Moleküle adsorbieren oder dissoziieren. Es bilden sich Hydroxide des  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Böhmit  $\text{Al}(\text{OH})$ , Gibbsit und Bayerit  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ), die im Reibkontakt stabil bleiben können und somit eine schützende tribochemische Schicht bilden. Diese Schicht wird in den REM-Aufnahmen der FIB-Schnitte erkannt (*Abbildung 5-47*). Die genaue chemische Zusammensetzung dieser wenigen 100 nm dicken Schichten kann aber, mangels geeigneter Analysemethoden, nicht mit Sicherheit bestimmt werden.

Des Weiteren verändert sich der Kontaktbereich durch unterschiedliche Abnutzung in Selbst- bzw. Mischpaarung unterschiedlich. Das konstante Tangentialkraftniveau unter  $\text{H}_2\text{O}$ -Einfluss in Selbstpaarung lässt sich in erster Linie dadurch erklären, dass die Abnutzung des Reibkörpers sowie die Zunahme der Kontaktfläche sehr gering ist (*Abbildung 5-34*). Dadurch bleibt die Flächenpressung über den gesamten Versuchszeitraum auf Anfangsniveau, wodurch sich die daraus resultierenden, vergleichsweise hohen Tangentialkräfte erklären lassen. Obwohl die Tangentialkraftverläufe der Versuchsreihen in Mischpaarung erwartungsgemäß an Laborluft höher als unter Wassereinfluss (*Abbildung 5-16*) sind, kann keine signifikante Verringerung der Restfestigkeiten im Vergleich mit den Inertfestigkeiten (*Abbildung 5-4* und *Abbildung*

5-5) festgestellt werden. Der Verschleiß der Mischpaarung an Laborluft, als Maß dient die im Vergleich mit den anderen Versuchsreihen gemessene hohe Zunahme des Reibdurchmessers (*Abbildung 5-34*), führt letzten Endes zu einer mit zunehmender Versuchsdauer abnehmenden maximalen Flächenpressung und reduziert somit das Schädigungspotential bei diesen Versuchsreihen. Der Anstieg der Tangentialkraft in der Mischpaarung an Laborluft trotz Abnahme der Flächenpressung in Folge steigender Kontaktflächenzunahme lässt sich dadurch erklären, dass mit zunehmender Versuchsdauer der Übertrag an metallischem Material auf den keramischen Probekörper zunimmt und in dessen Folge die Reibungszahl adhäsionsbedingt ansteigt.

### 6.1.2 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Keramiken

Bei den Versuchsreihen mit Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> –Proben sinkt die Restfestigkeit in Selbstpaarung nach einer vorangegangenen Reibbeanspruchung an Laborluft stark ab (*Abbildung 5-6*). Die Festigkeitsreduktion, verglichen mit den Inertfestigkeitsversuchen beträgt rund ein Viertel, unabhängig von der maximalen Hertzschen Pressung und unabhängig von der Anzahl der aufgebrachten Reibzyklen. Bei Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in Selbstpaarung ist die Reduzierung der Restfestigkeit weniger stark ausgefallen. Genau wie bei Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zeigt Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> bei den Restfestigkeitsversuchen unter Wassereinfluss keine Festigkeitsreduktion gegenüber den Inertfestigkeitsversuchen, weder in Selbst- noch in Mischpaarung (*Abbildung 5-7* und *Abbildung 5-8*). In der Mischpaarung wird an Laborluft die Restfestigkeit zunehmend bis zu einer Zyklenzahl von 10<sup>5</sup> reduziert und bleibt dann bis 10<sup>6</sup> Reibzyklen auf dem gleichem Festigkeitsniveau (*Abbildung 5-8*). Trotz Abplattung des Reibkörpers und der damit verbundenen Reduzierung der Flächenpressung (*Abbildung 5-36* und *Abbildung 5-37*), reduziert sich die Festigkeit im Gegensatz zu den Versuchsreihen in der Mischpaarung an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Die Versuchsreihen in Selbstpaarung besitzen höhere Verschleißflächenzunahmen als die Versuchsreihen in Mischpaarung (*Abbildung 5-36* und *Abbildung 5-37*). Dies ist vor allem darauf zurückzuführen, dass bei den Versuchen mit metallischem Reibkörper eine niedrigere Flächenpressung bei gleicher Anpresskraft vorherrscht. Die Messungen der Verschleißtiefen an Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> haben gezeigt, dass diese bei Versuchen mit geringem Flächenzuwachs über denen mit großer Verschleißfläche bei großen Reibzyklenanzahlen liegen. Dies liegt daran, dass bei geringer Zunahme der Verschleißfläche eine höhere Flächenpressung über einen längeren Zeitraum aufrechterhalten werden kann und sich in Folge dessen die Reibkörper tiefer in die Probenoberfläche hineinarbeiten können

(Abbildung 5-36 und Abbildung 5-37). Der Einfluss von Wasser als Zwischenmedium in der Mischpaarung ist analog zu den Ergebnissen der Versuchsreihen an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Durch Wasser als Zwischenmedium werden die  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Proben vor Schädigungseinflüssen durch den Reibkörper geschützt. Dies äußert sich darin, dass die Restfestigkeiten von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  auch bei hohen Zyklenzahlen von  $10^6$  auf dem gleichen Festigkeitsniveau liegen wie bei den entsprechenden Inertfestigkeitsversuchen. Die mikroskopischen Aufnahmen zeigen bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  eine andere Art der Oberflächenschädigung als an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Während bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sich Rissnetzwerke im Reibbereich bilden (Abbildung 5-18 bis Abbildung 5-20) und keine Ausbruchsbereiche an der Oberfläche zu beobachten sind, sind hingegen bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  schon nach kurzer Versuchsdauer ganze Plattenförmige Bereiche aus der Oberfläche herausgebrochen (Abbildung 5-23 bis Abbildung 5-26). Keine Restfestigkeitsreduktion gegenüber den Inertfestigkeitsversuchen wurde jedoch nur bei den Versuchen unter Wassereinfluss festgestellt (Abbildung 5-7 und Abbildung 5-8). Die höchsten Tangentialkräfte (Abbildung 5-17) treten in der Mischpaarung an Laborluft auf, hier ist auch die höchste Reduktion der Restfestigkeit (Abbildung 5-8) trotz niedrigster Flächenpressung im Test festzustellen. Nach Woydt [184] erniedrigt Feuchtigkeit die Reibungszahl auch bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Werkstoffen durch die tribochemische Bildung einer Reaktionsschicht von  $\text{SiO}_2$ , Silanolen ( $\text{Si-OH}$ ) und  $\text{SiO}_x\text{N}_y$ . Solche Schichten sind gut in den FIB-Präparierten Schnitten im REM (Abbildung 5-53) zu erkennen. Unter Einfluss von  $\text{H}_2\text{O}$  wird sowohl in der Selbst- als auch in der Mischpaarung niedrigere Tangentialspannungen übertragen (Abbildung 5-17). Dadurch ist zu erklären, warum unter Einfluss von  $\text{H}_2\text{O}$  mit zunehmender Versuchsdauer, nach Überschreiten eines Maximums bei 10.000 Zyklen, der Tangentialkraftverlauf abnimmt.

### **6.2 Statische Versuche**

Die statischen Versuche haben gezeigt, dass durch die Kontaktbelastung allein keine Schädigungen der keramischen Proben entstanden sind. In den bereits existierenden Arbeiten zu diesem Thema u.a. von Rombach et al. [55], werden durch wesentlich höhere Kontaktkräfte und den daraus resultierenden Flächenpressungen Risse erzeugt. So benötigen Rombach et al. an einer  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Probe für eine 50 prozentige Auftretenswahrscheinlichkeit eines Risses durch eine Belastungskugel mit 5 mm Durchmesser eine Anpresskraft von über 2500 N. Für einen Kugeldurchmesser von 12 mm werden über 6000 N Anpresskraft benötigt. Dies beträgt ein Vielfaches der in

der vorliegenden Arbeit aufgebrachten Anpresskräfte. Um eine 50 prozentige Anrisswahrscheinlichkeit an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Proben zu erreichen wird in der Arbeit von Licht et al. [114] eine Diamantkugel mit dem Durchmesser von 1 mm mit 55 N gegen eine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Platte gepresst. In diesen Versuchen beträgt die Belastung der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Probe wiederum ein Vielfaches der Belastungen, wie sie in dieser Arbeit auf die keramischen Probekörper aufgebracht werden. Die 4-Punkt-Biegeproben werden durch die zusätzliche Auflagefläche in Form des Reibkörpers abgestützt, da die gewählten Anpresskräfte nicht ausreichen, um Risse bei diesem Belastungsverlauf zu induzieren. Durch dieses „Auflager“ reduziert sich das Biegemoment zwischen den beiden inneren 4-Punkt-Biege-Belastungsrollen (*Abbildung 4-4*). Keine der statisch beanspruchten Proben ist gebrochen und es konnten auch keine Verschleißspuren in der Kontaktstelle beobachtet werden. Fett et al. berichten in [110] von einer quasi-duktilen Zone, welche aus einem Netzwerk von Mikrorissen besteht. Ein solches Netzwerk konnte in den Versuchen dieser Arbeit nur in Versuchen mit bewegtem Reibkörper nachgewiesen werden [*Kapitel 5.5.3*]. Daraus kann geschlossen werden, dass bei den in dieser Arbeit verwendeten Kräften in Kombination mit den gewählten Reibkörperdurchmessern die Wahrscheinlichkeit einer Anrisszeugung - nur durch anpressen der Belastungskörper - sehr gering ist. Damit trifft die Aussage zu, dass die durch die Bewegung des Reibkörpers hervorgerufenen Scherspannungen, überlagert mit zyklischen 4-Punkt-Biegespannungen und nicht allein die Kontaktspannungen, überlagert mit zyklischen 4-Punkt-Biegespannungen entscheidend für den Schädigungsprozess durch Reibermüdung sind.

### **6.3 Zyklische Versuche**

#### **6.3.1 Reibermüdungsversuche an $\text{Al}_2\text{O}_3$**

Die Resultate der zyklischen Versuchsreihen zur Reibermüdung an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in Selbstpaarung (*Abbildung 5-9*) zeigen, dass mit zunehmender maximaler Randspannung sowie zunehmender Anpresskraft und der daraus resultierenden höheren Flächenpressung die Schädigung durch Reibermüdung zunimmt. Dies äußert sich in den mit steigender Last immer geringer werdenden Bruchzyklenzahlen. Im Gegensatz zu  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ist es noch möglich an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Proben Versuche mit maximaler Randspannung, analog zur Randspannung von reinen 4-Punkt-Biegeversuchen ohne Reibbeanspruchung, bei allerdings reduzierter Lebensdauer verglichen mit reiner 4-Punkt-Biegung,

## 6 Ergebnisdiskussion

durchzuführen. Erstaunlicherweise wird die Ermüdungsfestigkeit der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Proben durch den Einsatz von 100Cr6 als Reibkörper, trotz geringerer Flächenpressung, in noch größerem Ausmaß reduziert als bei den Selbstpaarungsversuchen (*Abbildung 5-11*). Die noch geringeren Ermüdungsfestigkeiten sind auf eine größere Schädigung des Probenwerkstoffes zurückzuführen. Diese basiert auf einer höheren Scherbeanspruchung zwischen metallischem Reibkörper und keramischer Probenoberfläche, resultierend aus einer höheren Reibzahl dieser Werkstoffpaarung. Verglichen mit reinen 4-Punkt-Biegeversuchen kann bei Reibermüdungsproben durch den Einsatz von Wasser als Zwischenmedium keine Reduktion der Ermüdungsfestigkeit festgestellt werden. Diese Versuchsergebnisse lassen sich vor allem dadurch erklären, dass im „geschmierten“ Fall durch den Einsatz der Reibkugel die keramische Probe gestützt und damit entlastet statt geschädigt wird. Dieses Phänomen kann sowohl bei der Selbst- als auch bei der Mischpaarung beobachtet werden. Auffallend ist hier, dass sowohl in der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – Selbstpaarung unter Wassereinfluss als auch in der Mischpaarung an Laborluft hohe Tangentialkräfte auch bei hohen Zyklenzahlen auftreten. Die Versuche in Selbstpaarung haben unter Wassereinfluss (*Abbildung 5-12*) wesentlich höhere Lebensdauern zur Folge als die Versuche in Mischpaarung an Laborluft (*Abbildung 5-11*), obwohl dem Tangentialkraftverlauf (*Abbildung 5-16*) zur Folge gleiche Scherspannungen übertragen werden und daher die Lebensdauern identisch sein müssten. Die Ursache für diesen scheinbaren Widerspruch liegt daran, dass in Folge unterschiedlicher Reibkörperabnutzung und unterschiedlich großem Probenverschleiß (*Abbildung 5-34* und *Abbildung 5-35*) zwar die gleichen Tangentialkräfte gemessen werden, aber die übertragenen Scherkräfte nicht identisch sind. Bei der Selbstpaarung unter Wassereinfluss findet nur eine geringe Reibflächenzunahme statt, der Reibkörper arbeitet sich im Versuchsverlauf aber tiefer in den Probenkörper hinein. Das bedeutet, dass zur Reibkraft mit jedem Zyklus die zur Überwindung der senkrecht zur Probenoberfläche wirkende Anpresskraft des Reibkörpers stärker gewichtet wird, um die „Aufwärtsbewegungen“ des Reibkörpers aus der selbstgeschaffenen Mulde heraus zu überwinden. Diese Kräfte überlagern sich mit den tatsächlich auftretenden Scherkräften zur gemessenen und in *Abbildung 5-16* dargestellten Tangentialkraft. In der Mischpaarung arbeitet sich der Reibkörper weniger tief in die Probe ein, dafür ist die Zunahme der Kontaktfläche größer. Obwohl dadurch mit zunehmender Versuchsdauer die maximale Hertzsche Pressung sinkt, werden in dieser Versuchsvariante offensichtlich höhere Spannungen im Kontakt in-

duziert, welche letzten Endes zu einer kürzeren Lebensdauer der Proben führen. Des Weiteren scheint die Verwendung von Wasser als Zwischenmedium wirkungsvoll die Übertragung schadensrelevanter Spannungen zu behindern, was sich deutlich in der höheren Lebensdauer dieser Versuchsreihen gegenüber den Versuchsreihen an Laborluft äußert. Als Ursachen kommen in Frage, dass durch die Reibbewegung entstandenen Abrasivpartikel durch das strömende Wasser weggeschwemmt werden. Dadurch werden die Oberflächen weniger geschädigt, was in den mikroskopischen Aufnahmen ersichtlich wird (*Abbildung 5-21* *Abbildung 5-22*). Des Weiteren kann sich in der Bewegung ein hydrodynamischer Schmierfilm ausbilden, welcher in den Umkehrpunkten allerdings zusammenbricht. Dies deckt sich mit den Beobachtungen, dass die Brüche zumeist an einem der beiden Ränder der Reibfläche ihren Ausgang haben.

### **6.3.2 Reibermüdungsversuche an $\text{Si}_3\text{N}_4$**

Bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ist die Reduzierung der Ermüdungsfestigkeit, verglichen mit den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Versuchsreihen, erheblich (*Abbildung 5-13*). Die Versuche konnten nicht, analog zu den Versuchen mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , auf gleichem maximalem Randspannungsniveau, wie bei der 4-Punkt-Biegung, durchgeführt werden, sondern um zyklische Versuche durchführen zu können und damit Reibermüdungswöhlerkurven zu erhalten, musste die maximale Randspannung erheblich reduziert werden. Hier zeigt sich sehr deutlich, dass der lebensdauerreduzierende Einfluss der Reibermüdung an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  wesentlich größer ist als bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Aus der Reduzierung der Flächenpressung zwischen Biegeprobe und Reibkörper durch den Einsatz eines Reibkörpers mit 3-fachem Durchmesser aber gleicher Anpresskraft bei den Versuchsreihen in Laborluft in Selbstpaarung, resultiert letztlich durch die geringere maximale Hertzsche Pressung zwar eine höhere Ermüdungsfestigkeit, jedoch bleiben die Lebensdauern der Reibermüdungsproben insgesamt auf einem - verglichen mit reiner 4-Punkt-Biegung - niedrigen Lastniveau. Der Einsatz des metallischen Reibkörpers hat, analog zu den Versuchsreihen an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , trotz geringerer maximaler Hertzscher Pressung eine weitere Reduzierung der Ermüdungsfestigkeit zur Folge.

Bei den Versuchen an Laborluftatmosphäre korrelieren die Lebensdauerergebnisse (*Abbildung 5-14*) gut mit den Tangentialkraftverläufen (*Abbildung 5-17*). In der Mischpaarung werden die höheren Tangentialkraftwerte bei gleichzeitig niedrigerer Lebensdauer erreicht. Bei Wasser als Zwischenmedium haben die beiden Versuchs-

## 6 Ergebnisdiskussion

reihen in Selbst- und in Mischpaarung einen sehr ähnlichen Verlauf der Tangentialkraft. Trotzdem wird die Ermüdungsfestigkeit der Selbstpaarung signifikant stärker reduziert als die der Mischpaarung (*Abbildung 5-15*). Beide Versuchsreihen unter Wassereinfluss besitzen ähnliche Tangentialkraftverläufe (*Abbildung 5-17*), jedoch ist die Zunahme der Reibkontaktfläche in der Selbstpaarung höher als bei der Mischpaarung (*Abbildung 5-36* und *Abbildung 5-37*). Die Tiefe des Oberflächenabtrags beträgt bei der Mischpaarung etwa den doppelten Wert der Selbstpaarung. Analog zur Betrachtung an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  müsste also die gemessene Tangentialkraft, also der Wert aus tatsächlicher Reibkraft in Kombination mit der Kraft, die aufgewendet werden muss, um den Reibkörper aus der entstandenen Mulde heraus zu bewegen, in der Mischpaarung signifikant größer sein als in der Selbstpaarung. Da aber beide gemessenen Tangentialkraftverläufe der gleichen Größenordnung zuzuordnen sind, muss also davon ausgegangen werden, dass der tatsächliche Reibkraftverlauf bei der Mischpaarung, ohne den „Muldenanteil“, kleiner und damit die übertragenen Scherkräfte ebenfalls kleiner sein müssen, als es in der Selbstpaarung der Fall ist. Als weitere Ursache der geringeren Lebensdauer in der Selbstpaarung kann die um 125 MPa höhere anfängliche Hertzsche Pressung betrachtet werden.

Bei den Versuchsreihen an Laborluftatmosphäre verhält sich die Reduktion der Ermüdungsfestigkeit genau umgekehrt. Hier wird die Ermüdungsfestigkeit durch den Einsatz des 100Cr6 – Reibkörpers gegenüber der Selbstpaarung signifikant reduziert, wobei die Flächenpressung geringer ist. In der Mischpaarung ohne Zwischenmedium werden aber höhere Scherspannungen übertragen, was sich im höheren Tangentialkraftverlauf äußert (*Abbildung 5-17*), als unter Kontaktbedingungen mit dem Zwischenmedium Wasser. Hier kann der Effekt der Muldenbildung vernachlässigt werden, da die gemessene Verschleißtiefe bei Mischpaarung und Selbstpaarung praktisch identisch ist.

Allgemein kann jedoch auf Grundlage der vorliegenden Ergebnisse die Aussage getroffen werden, dass Wasser als Zwischenmedium eine erhebliche Erhöhung der Ermüdungsfestigkeit im Vergleich zu den Versuchen an Laborluft verursacht.

### **6.4 Schädigungshypothese**

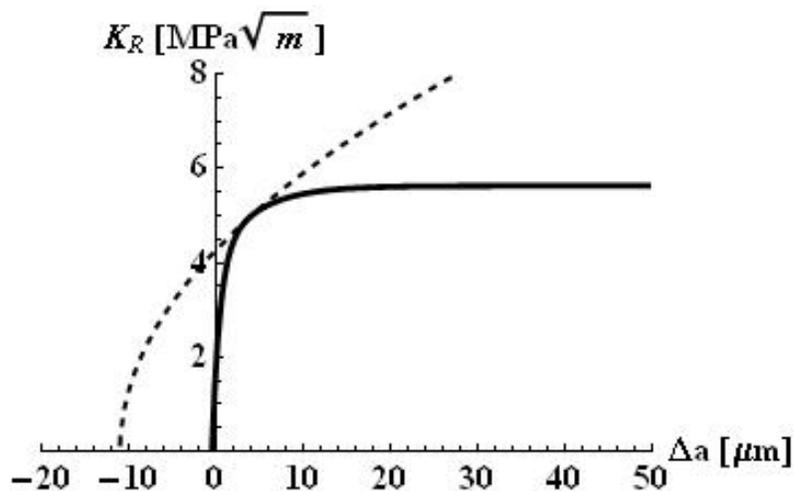
Zyklische 4-Punkt-Biegung kombiniert mit zyklischer Bewegung eines Reibkörpers bei entsprechender Flächenpressung reduziert die Lebensdauer der keramischen Proben erheblich. Mikroskopische Untersuchungen unterstützen die These, dass die Reibkomponente wesentlich zur Schädigung und damit zur Reduzierung der Lebensdauer bzw. Ermüdungsfestigkeit der betrachteten Werkstoffe beiträgt. Sowohl bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (*Abbildung 5-18 bis Abbildung 5-20*) als auch bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (*Abbildung 5-23 bis Abbildung 5-25*) können Risse und Rissstrukturen auf der Kontaktfläche beobachtet werden, wie sie auch in *Abbildung 2-41* von Bürgel in [183] gezeigt werden. Zahlreiche Studien gehen davon aus, dass reibermüdungsinduzierte Risse in einem frühen Stadium der Lebensdauer erreicht werden, z.B. [9], [52], [56], [79], [122], [183]. Cadario geht in [37] davon aus, dass dies in den ersten 5-10% der Gesamtlebensdauer erreicht wird. Die Annahme, dass die Risse in einem sehr frühen Stadium der Versuche erzeugt werden wird von den Ergebnissen zur Restfestigkeitsuntersuchung gestützt. Wenn ein Abfall der Restfestigkeit im Vergleich zur Inertfestigkeit festgestellt wird, dann ist nach den ersten  $10^3$  Lastwechseln die größte Festigkeitsreduktion zu verzeichnen. Die Restfestigkeiten bleiben dann bis zu den höchsten durchgeführten Zyklenzahlen weitgehend in derselben Größenordnung. Die reibermüdungsinduzierten Risse wachsen bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zunächst senkrecht zur Reibrichtung, mit zunehmender Reibzyklenzahl zu einem verzweigten Rissnetzwerk zusammen. Bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  zeigt sich ebenfalls die oberflächennahe Schädigung durch Ausbildung von Rissnetzwerken aber auch von plattenförmigen Ausbrüchen ganzer Oberflächenbereiche. Aus den Untersuchungen von M. Okane et al. [9] zur Reibermüdung an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  geht hervor, dass sich Risse in erster Linie an der Grenze zwischen Haften und Gleiten des Reibkörpers bilden, da hier die höchsten Tangential-/Scherspannungen auftreten, welche sich mit dem Spannungsfeld des Hertzschen Kontakts sowie der 4-Punkt-Biegung überlagern. Aus den Arbeiten von Cadario und Alfredsson [26] an Titanlegierungen lässt sich ein ähnliches Bruchverhalten feststellen (*Abbildung 2-40*). Alle Proben aus den Versuchsreihen zur zyklischen Reibermüdung zeigen einen trichterförmigen Ausbruchbereich (*Abbildung 5-10*) welcher im Reibbereich liegt und zumindest an einer Seite den Umkehrpunkt, also die Stelle mit der höchsten Scher-/Tangentialspannung tangiert. Im Laufe der Reibermüdungsversuche breiten sich die Risse sowohl bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als auch bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  interkristallin in das Probeninnere hinein

aus, wobei sich bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  unterschiedliche und - wie die Untersuchungen am konfokalen Weißlichtmikroskop belegen - charakteristische Bruchbilder entwickeln (*Abbildung 5-40* und *Abbildung 5-41*). Die Ursache hierfür ist in der unterschiedlichen Mikrostruktur der Gefüge zu finden.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hat relativ gesehen zu  $\text{Si}_3\text{N}_4$  große Korndurchmesser und einen sehr geringen Anteil an Glasphase in den Korngrenzen. Der Rissfortschritt, welcher zum größten Teil interkristallin stattfindet, kann also nicht immer der günstigsten Orientierung folgen. Durch das mehrachsige Spannungsfeld findet der Riss aber leichter eine mögliche Wachstumsbedingung entlang einer Korngrenze.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  besitzt aufgrund geringerer Korngröße und einem wesentlich größeren Anteil an Glasphase in den Korngrenzen wesentlich günstigere Risswachstumsbedingungen unter Reibermüdungseinfluss als  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Daher auch die stärkere Reduzierung der Ermüdungsfestigkeit bei Reibermüdung. Untersuchungen der Risstiefenverläufe an FIB-präparierten Biegeproben zeigen deutlich, dass sich bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  die Risse oberflächennah, hauptsächlich interkristallin mit geringen transkristallinen Anteilen ausbreiten. Bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  hingegen zeigt sich ein verzweigtes Risswachstum in das Probenvolumen hinein, welche sich interkristallin ausbreiten. In FIB-präparierten Schnitten an  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Proben kann der Rissverlauf beobachtet werden. Durch die Verschiebungen der Rissufer entstehen bei zyklischer Belastung Kontaktspannungen, welche zu einem weiteren stabilen Risswachstum führen können (*Abbildung 5-56*), wie es auch in [167] beschrieben wird. Aufgrund der alternierenden Gleitbewegungen, zwischen den Rissufern werden Reibungs- und Ligamentbrücken degradiert und zerstört, was zu einer Verringerung der Verstärkungsmechanismen wie Rissspitzenabschirmung (crack tip shielding) führt. Untersuchungen an rein zyklisch beanspruchten Proben haben keine Risse bzw. Rissnetzwerkstrukturen weder an der Probenoberfläche noch im Probeninneren gezeigt. Wobei hier die Schädigungsmechanismen entsprechend sind und Lebensdauerreduzierung durch den Abbau von Brückenspannungen stattfindet [185].

Aufnahmen der Bruchflächen mittels konfokalem Weißlichtmikroskop und REM zeigen deutlich, dass sowohl bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als auch bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  charakteristisches Risswachstum in Form von halbelliptischen Bruchflächen bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bzw. birnenförmigen Bruchflächen bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  stattfindet (*Abbildung 5-40* *Abbildung 5-41*). Rechnungen, die beispielhaft für jeweils eine Versuchsreihe an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  durchgeführt wurden, zeigen dass die vermessenen Risstiefen mit der kritischen Spannungsintensität aus Messungen mit der SEVNB-Methode korrelieren (*Tabelle 5-6*). Die reibermüdungs-

## 6 Ergebnisdiskussion

duzierten Risse wachsen also stabil unter Einfluss des mehrachsigen Spannungsfeldes bis die kritische Spannungsintensität erreicht wird. Der Rissverlauf hinterlässt die jeweils charakteristischen Bruchbilder. Somit findet also Rissinitiation und stabiles Risswachstum unter Einfluss des durch den bewegten Reibkörper überlagert mit zyklischer 4-Punkt-Biegung hervorgerufenen mehrachsigen Spannungsfeldes statt. Zu dem gleichen Ergebnis kommen die Arbeiten von Nishioka et al. [56]. Mit zunehmender Tiefe nehmen die Stärke und damit der Einfluss des mehrachsigen Spannungsfeldes ab. Die beiden untersuchten Ingenieurkeramiken  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  besitzen unterschiedliche Inertfestigkeiten und unterschiedlich hohe Bruchzähigkeiten. Beim Erreichen der jeweiligen kritischen Risslänge versagen die Proben somit primär durch den Einfluss der 4-Punkt-Biegespannung. Okane et al. kommen in Ihrer Arbeit zur Reibermüdung an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [9] analog zu der Aussage, dass die Ermüdungsrisswachstumsgeschwindigkeit deutlich durch die überlagerte 4-Punkt-Biegung beschleunigt wird. Unter Berücksichtigung des R-Kurvenverhaltens ergibt sich nach Fett et al. [186] und den Rechnungen von Fünfschilling [187] für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  eine Anfangsrisslänge von  $25,4 \mu\text{m}$  und für  $\text{Si}_3\text{N}_4$  von  $11 \mu\text{m}$  (Abbildungen *Abbildung 6-1* *Abbildung 6-2*).



*Abbildung 6-1: R-Kurve an  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Anfangsrisslänge  $a_0 = 11 \mu\text{m}$ ,  $K_{IC}$  (Tangentenpunkt) =  $5,0 \text{ MPam}^{1/2}$  [187]*

## 6 Ergebnisdiskussion

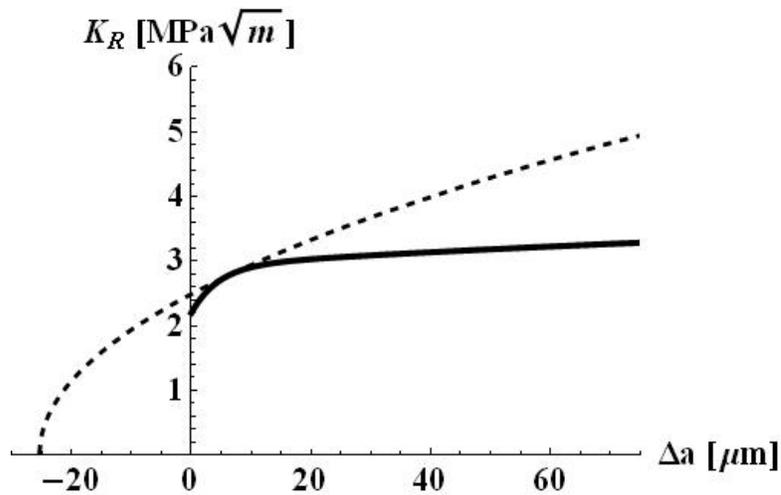


Abbildung 6-2: R-Kurve an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Anfangsriszlänge  $a_0 = 25,4 \mu\text{m}$ ,  $K_{IC}$  (Tangentenpunkt) =  $2,8 \text{ MPam}^{1/2}$  [187]

Die Geometrie des Anfangsrisses wird in beiden Werkstoffen als halbkreisförmiger Oberflächenriss angenommen. Der Riss verlängert sich bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  um  $3,9 \mu\text{m}$  stabil, bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  hingegen um  $6,5 \mu\text{m}$ .

Insgesamt ergibt sich somit eine kürzere kritische Riszlänge für  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , die sich in einer sensibleren Reaktion von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  auf die Reibermüdungsbeanspruchung auswirkt.

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

Die durchgeführten Untersuchungen haben deutlich gezeigt, dass Reibermüdungsbeanspruchung die Ermüdungsfestigkeit der keramischen Proben erheblich reduzieren kann und deshalb eine vorliegende Reibermüdungsbeanspruchung bei Ingenieurkeramiken im Auslegungsprozess nicht vernachlässigt werden darf.

In Versuchen mit einer zyklischen Vier-Punkt-Biegebeanspruchung als Grundbeanspruchung und einer zusätzlichen Reibbeanspruchung durch ein im zugbelasteten Probenbereich aufgesetzten Reibkörper wurde nachgewiesen, dass Reibermüdungsbeanspruchung die Ermüdungsfestigkeit von keramischen Proben aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  signifikant reduziert. Aus den Versuchsergebnissen wird ersichtlich, dass Siliziumnitrid wesentlich sensibler auf Reibermüdung reagiert als Aluminiumoxid. Reibermüdung tritt nicht nur im Kontakt mit Werkstoffen gleicher Härte und Festigkeit auf. Der lebensdauerverkürzende Effekt kann beim Einsatz "weicherer" Materialien, wie z.B. 100Cr6-Stahl als Reibpartner sogar ausgeprägter sein. Es konnte gezeigt werden, dass der Einsatz von destilliertem Wasser den Einfluss des Reibkörpers auf die Ermüdungsfestigkeit stark vermindern kann. Es sind allerdings noch weiterführende Experimente nötig, um Auslegungsrichtlinien zu erarbeiten und verlässliche Lebensdauervorhersagen für reibermüdungsbeanspruchte Bauteile zu ermöglichen. Um das Versagensverhalten bei Reibermüdung zu charakterisieren, wurde die FIB-Methode eingesetzt. Sie zeichnet sich dadurch aus, dass zielgenaue Probenpräparationen möglich sind. Es wurde damit aufgezeigt, dass die FIB-Methode eine hervorragende Ergänzung zu rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen der Probenoberfläche für die Analyse der bei Reibermüdungsbeanspruchung entstehenden Werkstoffschädigung darstellen.

Wird nun  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit  $\text{Si}_3\text{N}_4$  verglichen, so fällt auf, dass  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in Vergleich zu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  die deutlich höhere Reduktion der Ermüdungsfestigkeit aufweist.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  besitzt allerdings trotz dieser erheblichen Reduktion nach wie vor deutlich höhere Festigkeiten. Zum einen liegt das daran, dass hier unterschiedliche Werkstoffe betrachtet werden, welche schon bei alleiniger Betrachtung des atomaren Bindungstyps unterschiedliche Eigenschaften aufweisen.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Si}_3\text{N}_4$  besitzen unterschiedliche kritische Bruchzähigkeiten. Der durch SEVNB-Proben ermittelte  $K_{IC}$ -Wert von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ist um das 1,36-fache grösser als der von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , die Inertfestigkeit ist um 2.29-fache Grösser. Die Einbringung von Schädigung bzw. Fehlern durch Reibermüdung reduziert aber die

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

Restfestigkeit in Relation zur Inertfestigkeit bei  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in hohem Maße. Wird nun davon ausgegangen, dass  $\text{Si}_3\text{N}_4$  auch auf Grund der feineren, nadeligen Gefügestruktur und der kleineren Körner, die hohe Festigkeit nicht zuletzt wegen kleinerer Fehler im unbeanspruchten Zustand besitzt, so erklärt es sich, dass sich die Schädigung der Gefügestruktur durch das Einbringen von Fehlern im Reibermüdungsversuch an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  stärker auswirkt, als an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . An  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sind in Gefügebildern (*Abbildung 3-1*) deutliche Fehler in Form von Poren zu erkennen, im Gegensatz dazu konnte in den untersuchten  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Proben keine Fehler in der gleichen Größenordnung beobachtet werden. Somit hat  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit den größeren Körnern zwar die niedrigere Festigkeit und den kleineren  $K_{IC}$ -Wert, besitzt aber auf Grund der bereits vorhandenen größeren Fehler im Gefüge, von Anfang an eine höhere Toleranz gegenüber Reibermüdung als das höherfeste  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , da sich die durch Reibermüdung eingebrachten Fehler weniger stark auswirken können. Außerdem kann an  $\text{Si}_3\text{N}_4$  neben Formversatz auch der Abbau von Verstärkungsmechanismen, wie z.B. Reibbrücken beobachtet werden (*Abbildung 5-55*). Aufgrund der Mikrostruktur von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  wirkt sich die Änderung der Verstärkungsmechanismen unter zyklischer Reibermüdungsbeanspruchung stärker aus als bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Konkrete Vorhersagen zu Lebensdauern keramischer Bauteile unter dem Einfluss der Reibermüdung können letztendlich nach wie vor nicht getroffen werden. Diesbezüglich sind weitere Untersuchungen notwendig, die das Risswachstumsverhalten vor allem im frühen Stadium der Rissinitiation und der weiteren Ausbreitung beschreiben. Dazu sind Untersuchungen zur Reibermüdung ingenieurkeramischer Werkstoffe im Zuge des Sonderforschungsbereiches 483 „Hochbeanspruchte Gleit- und Friktionssysteme auf Basis ingenieurkeramischer Werkstoffe“ in Vorbereitung. Es soll der Einfluss der Wegamplitude und der Geschwindigkeit des Reibkörpers auf das Ermüdungsverhalten ingenieurkeramischer Werkstoffe erforscht werden, z.B. Auswirkungen einer niederfrequenten 4-Punkt-Biegebeanspruchung überlagert mit einer höherfrequenten Reibbeanspruchung auf das Lebensdauerverhalten von Ingenieurkeramiken. Solche Beanspruchungen können im Betrieb durch z.B. Maschinenvibration auftreten. Es soll geklärt werden, wie stark die Anzahl an Reibzyklen pro Vier-Punkt-Biege-Grundbeanspruchungszyklus die Lebensdauer reibermüdungsbeanspruchter Ingenieurkeramik beeinflusst. Um die Streuung der Versuchsergebnisse zu reduzieren sollen auch Versuche mit gezielter Variation der Phasenver-

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

schiebungen zwischen zyklischer Vier-Punkt-Biegung und der zyklischen Bewegung des Reibkörpers durchgeführt werden. Des Weiteren soll das Hochtemperaturverhalten ingenieurkeramischer Werkstoffe bei hohen Temperaturen bis 1000 °C untersucht werden. Weitere Projekte befassen sich mit der Simulation der reibermüdungsinduziert auftretenden Spannungsfelder und der sich daraus ergebenden Risswachstumskinetik. Auf der Grundlage dieser Berechnungen sollen dann, unter Einbeziehung der Ergebnisse der bereits durchgeführten Versuche zur Reibermüdung, präzise Lebensdauervorhersagen für reibermüdungsbeanspruchte keramische Bauteile getroffen werden.

## 8 Literaturverzeichnis

- [1] D.Munz, T. Fett: Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe: Versagensablauf, Werkstoffauswahl, Dimensionierung. Springer-Verlag, 4.1.2: Der Biegeversuch, p.71-73, 1989
- [2] H.R. Maier et al.: Leitfaden Technische Keramik. Fotodruck Mainz GmbH, 6.2.2.2: Der 4-Punkt-Biegeversuch, p.153-154, 1993
- [3] F.I. Baratta: Requirements for flexure testing of brittle materials, erschienen in: Methods for Assessing the Structural Reliability of Brittle Materials. herausgegeben von S.W. Freiman, ASTM STP844-EB, p.194-222, 1984
- [4] T. Schwind, T. Schalk, E. Kerscher, T. Beck, K.-H. Lang, D. Löhle: Thermal, Mechanical and Fretting Fatigue of Silicon Nitride. Int. J. Mat. Res. Special Issue Zum Gahr, Vol.99, No.10, p.1090-1097, 2008
- [5] T. Schalk, K.-H. Lang, D. Löhle: Reibermüdungsverhalten von Hochleistungskeramiken. Technische keramische Werkstoffe, herausgegeben von Prof. Dr. Kriegesmann und der DKG, HVB- Verlag, Kapitel 5.2.8.7, p.1-28, 2008
- [6] D. Munz, T. Fett, Ceramics – Mechanical Properties, Failure Behavior, Materials Selection. Springer Verlag Berlin, ISBN 3-540-65376-7, (1999).
- [7] B. Avitzur: Friction during Metal Forming. In: P.J. Blau Ed.: Friction, Lubrication and Wear Technology. ASM Handbook Vol 18, ASM International (1992).
- [8] R.B. Waterhouse, M. Helmi: Standardization of Fretting Failure Test Methods and Equipment. ASTM STP 1159, (1992).
- [9] M. Okane, Y. Mutoh, Y. Kishi, S. Suzuki: Static and cyclic Fretting Fatigue behavior of silicon nitride. Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. Vol.19, No. 12, p.1493-1504, (1996).
- [10] R.B. Waterhouse: Fretting Fatigue. Applied Science Publishers Ltd. London, (1981).
- [11] R.B. Waterhouse: Fretting Fatigue. Int. Mater. Rev. 37(2), p.77-97, (1992).
- [12] P.R. Birch: A Study of Fretting Fatigue in Aircraft Components. M.S. Thesis, Dept. of Materials Science and Engineering, MIT, (1998).
- [13] A.E. Giannakopoulous, S. Suresh: A Three-Dimensional Analysis of Fret-

- ting Fatigue. *Acta Materialia*, vol. 46(1), p.177-192, (1997).
- [14] A.E. Giannakopoulous, T. C. Lindley, S. Suresh: Application of Fracture Mechanics in Fretting Fatigue Life Assessment. ASTM STP 1367, (1999).
- [15] T. A. Venkatesh, A.E. Giannakopoulous, T. C. Lindley, S. Suresh: Modeling and Experimental studies on Fretting Fatigue. in: *Small Fatigue Cracks: Mechanics, Mechanisms and Applications* by K. S. Ravichandran, R. O. Ritchie, Y. Murakami. Elsevier, Oxford, U.K., (1999).
- [16] R. C. Bill: Fretting wear and fretting fatigue: How are they related. NASA Center for AeroSpace Information, New Orleans, USA, (1981).
- [17] B. Alfredsson, A. Cadario: A study on fretting friction evolution and fretting fatigue crack initiation for a spherical contact. *Int. Journal of Fatigue*, 26, p. 1037-1052, (2004)
- [18] O.P. Datsyshyn, V.M. Kadyra: A fracture mechanics approach to prediction of pitting under fretting fatigue conditions. *Int. Journal of Fatigue*, 28, p. 375-385, (2006)
- [19] N.K. Arakere, G. Swanson: Fretting stresses in single crystal superalloy turbine blade attachments. *Journal of Tribology*, 123, p. 413-423, (2001)
- [20] D. Dini, D. Nowell: Flat and rounded fretting contact problems incorporating elastic layers. *Int. J. of Mech. Sc.*, 46, p.1635-1657, (2004)
- [21] E. Tyulyukovskiy, N. Huber, O. Kraft: Failure assessment of alumina in unlubricated unidirectional sliding contact. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 36, No. 3/4, (2005)
- [22] K.-H. Lang: Manuskript zur Vorlesung Schwingfestigkeit metallischer Werkstoffe. Universität Karlsruhe (TH), (2007)
- [23] O. Jin, S. Mall: Effects of independent pad displacement on fretting fatigue behavior of Ti-6Al-4V. *Wear*, 253, p. 585-596, (2002)
- [24] O. Jin, S. Mall: Effects of slip on fretting behavior: experiments and analyses. *Wear*, 256, p. 671-684, (2004)
- [25] C.D. Lynkins, S. Mall, V.K. Jain: Combined experimental-numerical investigation of fretting fatigue crack initiation. *Int. Journal of Fatigue*, 23, p. 703-711, (2001)
- [26] B. Alfredsson, A. Cadario: Fretting fatigue crack growth for a spherical indenter with constant and cyclic bulk load. *Eng. Fract. Mech.*, 72, p.

- 1664-1690, (2005)
- [27] H. Lee, S. Mall: Fretting behavior of shot peened Ti-6Al-4V under slip controlled mode. *Wear*, 260, p.642-651, (2006)
- [28] A.L. Hutson, D. Stubbs: A fretting fatigue crack detection feasibility study using shear wave non-destructive inspection. *Soc. For Exp. Mech.*, Vol. 45, No.2, p.160-166, (2005)
- [29] C.L. Neslen, S. Mall, S. Satish: Nondestructive Characterization of fretting fatigue damage. *Journal of Nondestructive Evaluation*, Vol. 23, No.4, p.153-162, (2004)
- [30] A.L. Hutson, T. Nicholas, R. Goodman: Fretting fatigue of Ti-6Al-4V under flat-on-flat contact. *Int. Journal of Fatigue*, 21, p.663-669, (1999)
- [31] A.L. Hutson, T. Nicholas, S.E. Olson, N.E. Ashbaugh: Effect on sample thickness on local contact behavior in a flat-on-flat fretting fatigue apparatus. *Int. Journal of Fatigue*, 23, p.445-453, (2001)
- [32] A.L. Hutson, M Niinomi, T. Nicholas, D. Eylon: Effect of various surface conditions on fretting fatigue behavior of Ti-6Al-4V. *Int. Journal of Fatigue*, 24, p.1223-1234, (2002)
- [33] T. Nicholas, A. Hutson, R. John, S. Olson: A fracture mechanics methodology assessment for fretting fatigue. *Int. Journal of Fatigue*, 25, p.1069-1077, (2003)
- [34] A. Hutson, T. Nicholas, R. John: Fretting fatigue crack analysis in Ti-6Al-4V. *Int. Journal of Fatigue*, 27, p.1582-1589, (2005)
- [35] C. Paulin, S. Fouvry, C. Meunier : Finite element modelling of fretting wear surface evolution : Application to a Ti-6Al4V contact. *Wear*, 264, p.26-36, (2008)
- [36] R.S. Magaziner, V.K. Jain, S. Mall: Wear characterization of Ti-6Al-4V under fretting-reciprocating sliding conditions. *Wear*, 264, p. 1002-1014, (2008)
- [37] A. Cadario: Life prediction and mechanisms for the initiation and growth of short cracks under fretting fatigue loading. *Dissertation KTH Stockholm*, (2006)
- [38] A. Shanyavskiy, M. Artamonov: Fatigue cracking in high-cycle and very-high-cycle-fatigue areas of peened and unpeened Al-based alloys be-

- cause of fretting damages. Eng. Frat. Mech., 75, p.682-693, (2008)
- [39] F.C. Neuner: Untersuchung von mikrostrukturellen Einflussgrößen auf das Reibermüdungsverhalten und auf die Schädigungsmechanismen von Eisenbasislegierungen. Dissertation Universität Erlangen-Nürnberg, (2005)
- [40] C.D. Lykins, S. Mall, V. Jain: An evaluation of parameters for predicting fretting fatigue crack initiation. Int. J. Of Fatigue, 22, p.703-716, (2000)
- [41] J.F. Matlik, T.N. Farris, F.K. Haake, G.R. Swanson, G.C. Duke: High-frequency, high- temperature fretting-fatigue experiments. Wear, 261, p.1367-1382, (2006)
- [42] W. Huang, B. Hou, Y. Pang, Z. Zhou: Fretting wear behavior of AZ91D and AM60B magnesium alloys. Wear, 260, p.1173-1178, (2006)
- [43] J. Föhl, K. Hippelein, M. Rauch: Hohes Bruchpotenzial in kraft- und formschlüssigen Verbindungen durch überlagerte Mikrogleitbewegungen. Berichte aus der Forschung der MPA Stuttgart, p.25-29, (2002)
- [44] C. Navarro, J. Dominguez: Initiation criteria in fretting fatigue with spherical contact. Int. J. of Fatigue, Vol.26, No.12, p.1253-1262, (2004)
- [45] B.P. Conner, T. Nicholas: Using a Dovetail Fixture to Study Fretting Fatigue and Fretting Palliatives. J. of Eng. Mat. and Tec., 128, p.133-141, (2006)
- [46] R. Rybiak, S. Fouvry, T. Liskiewicz, B. Wendler: Fretting Wear of a TiN PVD coating under variable relative humidity conditions – development of a ‘composite’ wear law. Surface & Coatings Technology, 202, p. 1573-1763, (2008)
- [47] G.R. Yantio Njankeu Sabeya, J.-Y. Paris, J. Denape: Fretting wear of coated titanium alloy under free displacement. Wear, 264, p. 166-176, (2008)
- [48] M.Z. Huq, C. Butaye, J.-P. Celis: An innovative system for fretting wear testing under oscillating normal force. J. Mater. Res., Vol. 15, No. 7, p.1591-1599, (2000)
- [49] F.C. Neuner, R. Nützel, H.-W. Höppel: Fretting fatigue of carbon steels in the high cycle fatigue regime. MP Materialprüfung, Jahrg. 46, 7-8, p.379-383, (2004)
- [50] M.Z. Huq, J.-P. Celis: Fretting Fatigue in Alumina Tested under Oscillating

- Normal Load. J. Am. Ceram. Soc., 82 [4], p.986-988, (2002)
- [51] S. Fouvry, P. Duó, Ph. Perruchaut: A quantitative approach of Ti-6Al-4V fretting damage: friction, wear and crack nucleation. Wear, 257, p.916-929, (2004)
- [52] K. Endo, H. Goto: Initiation and propagation of fretting fatigue cracks. Wear, 38, p.311-324, (1976)
- [53] D. Klaffke: Fretting wear of ceramic-steel: the importance of wear ranking criteria. Wear, 104, p.337-343, (1985)
- [54] M.P. Szolwinski, T.N. Farris: Mechanics of fretting fatigue crack formation. Wear, 198, p.93-107, (1996)
- [55] M.Rombach, T. Hollstein: Untersuchungen zum mechanischen Verhalten von Siliciumnitrid in einem Kugel-Platte-Kontakt. Mat.-wiss. u. Werkstofftech., 26, p.276-282, (1985)
- [56] K. Nishioka, S. Nishimura, K. Hirakawa: Fundamental Investigations of Fretting Fatigue. Bulletin of JSME, Vol. 11, No. 45, p.437-445, (1968)
- [57] R.B. Waterhouse: The problems of fretting fatigue testing, aus Standardization of Fretting Failure Test Methods and Equipment. ASTM STP 1159, p.13-19, (1992)
- [58] Y. Mutoh, T. Satoh, E. Tsunoda: Improving fretting Fatigue Strength at Elevated Temperatures by Shot Peening in Steam Turbine Steel. aus Standardization of Fretting Failure Test Methods and Equipment, ASTM STP 1159, p.199-209,(1992)
- [59] <c. Ruiz, Z.P. Wang, P.H. Webb: Techniques for the Characterization of Fretting Fatigue Damage, aus Standardization of Fretting Failure Test Methods and Equipment. ASTM STP 1159, p.170-177, (1992)
- [60] K. Sato: Determination and Control of Contact Pressure Distribution in Fretting Fatigue. aus Standardization of Fretting Failure Test Methods and Equipment, ASTM STP 1159, p.85-100, (1992)
- [61] K. Nakazawa, M. Sumita, N. Maruyama: Effect of Contact Pressure on Fretting Fatigue of High Strength Steel and Titanium Alloy. aus Standardization of Fretting Failure Test Methods and Equipment, ASTM STP 1159, p.115-127, (1992)
- [62] D.B. Rayaprolu, R. Cook: A Critical Review of Fretting Fatigue investiga-

- tions at the Royal Aerospace Establishment. aus Standardization of Fretting Failure Test Methods and Equipment, ASTM STP 1159, p.129-152, (1992)
- [63] P.R. Edwards: The Application of Fracture Mechanics to Predicting Fretting fatigue. aus R.B. Waterhouse: Fretting Fatigue, Applied Science Publishers LTD, London, p.67-97, (1981)
- [64] R. B. Waterhouse: Fretting Fatigue in Aqueous Electrolytes. aus R.B. Waterhouse: Fretting Fatigue, Applied Science Publishers LTD, London, p.159-175, (1981)
- [65] S. Fouvry, P. Kapsa, L. Vincent: A Global Methodology to Quantify Fretting Damages. aus fretting fatigue: Advances in the Basic Understanding and Applications edited by Y. Mutoh, S.E. Kinyon, D.W. Hoepfner, ASTM STP 1425, p.17-32, (2003)
- [66] T. Nishida, K. Kondoh, J.-Q. Xu, Y. Mutoh: Observations and Analysis of Relative Slip in Fretting Fatigue. aus fretting fatigue: Advances in the Basic Understanding and Applications edited by Y. Mutoh, S.E. Kinyon, D.W. Hoepfner, ASTM STP 1425, p.33-43, (2003)
- [67] T. Nakazawa, N. Maruyama, T. Hanawa, Effect of Contact Pressure on Fretting Fatigue in Type 316L Stainless Steel. aus fretting fatigue: Advances in the Basic Understanding and Applications edited by Y. Mutoh, S.E. Kinyon, D.W. Hoepfner, ASTM STP 1425, p.169-182, (2003)
- [68] Y. Ochi, Y. Kido, T. Akiyama, T. Matsumura: Effect of Contact Pad Geometry on Fretting Fatigue Behavior of High Strength Steel. aus fretting fatigue: Advances in the Basic Understanding and Applications edited by Y. Mutoh, S.E. Kinyon, D.W. Hoepfner, ASTM STP 1425, p.220-232, (2003)
- [69] J.F. Mattik, T.N. Farris: High Frequency Fretting Fatigue Experiments. aus fretting fatigue: Advances in the Basic Understanding and Applications edited by Y. Mutoh, S.E. Kinyon, D.W. Hoepfner, ASTM STP 1425, p.251-272, (2003)
- [70] H. Murthy, P.T. Rajeev, M. Okane, T.N. Farris: Development of Test Methods for High Temperature Fretting of Turbine Materials Subjected to Engine-Type Loading. aus fretting fatigue: Advances in the Basic Under-

- standing and Applications edited by Y. Mutoh, S.E. Kinyon, D.W. Hoep-  
pner, ASTM STP 1425, p.273-288, (2003)
- [71] S. Mall, V.K. Jain, S.A. Namjoshi, C.D. Lynkins: Fretting Fatigue Crack  
Initiation Behavior of Ti-6Al-4V. aus fretting fatigue: Advances in the Basic  
Understanding and Applications edited by Y. Mutoh, S.E. Kinyon, D.W.  
Hoepfner, ASTM STP 1425, p.338-351, (2003)
- [72] S. Fouvry, P. Kapsa, L. Vincent: Fretting-Wear and Fretting Fatigue: Rela-  
tion Through a Mapping Concept. aus Fretting Fatigue: Current Technol-  
ogy and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elli-  
ott III, ASTM STP 1367, p. 49-64, (2000)
- [73] T. Hansson, M. Kamaraj, Y. Mutoh, B. Pettersson: High Temperature Fret-  
ting Fatigue Behavior in an XD™  $\gamma$ -base TiAl. aus Fretting Fatigue: Cur-  
rent Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner,  
V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 65-79, (2000)
- [74] W. Switek: An Investigation of Friction Force in Fretting Fatigue. aus Fret-  
ting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner,  
V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367,  
p. 154-166, (2000)
- [75] S. Fouvry, P. Kapsa, L. Vincent: A Multiaxial Fatigue Analysis of Fretting  
Contact Taking Into Account the Size Effect. aus Fretting Fatigue: Current  
Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran,  
C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 167-182, (2000)
- [76] R. Cortez, S. Mall, J.R. Calcaterra: Interaction of High-Cycle and Low-  
Cycle Fatigue on Fretting Behavior of Ti-6-4. aus Fretting Fatigue: Current  
Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran,  
C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 183-198, (2000)
- [77] B.U. Wittkowsky, P.R. Birch, J. Domínguez, S. Suresh: An Experimental  
Investigation of Fretting Fatigue with Spherical Contact in 7075-T6 Alu-  
minium Alloy. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice ed-  
ited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP  
1367, p. 213-227, (2000)
- [78] M. H. Attia: Fretting Fatigue of Some Nickel-Based Alloys in Steam Envi-  
ronment at 265 °C. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice

- edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 231-246, (2000)
- [79] K. Kondoh, Y. Mutoh: Crack Behavior in the Early Stage of Fretting Fatigue Fracture. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 282-291, (2000)
- [80] T. Satoh: Influence of Microstructure on Fretting Fatigue Behavior of a Near-alpha Titanium Alloy. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 295-307, (2000)
- [81] A.L. Hutson, T. Nicholas: Fretting Fatigue Behavior of Ti-6Al-4V against Ti-6Al-4V under Flat-on-Flat Contact with Blending Radii. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 308-321, (2000)
- [82] L.H. Favrow, D. Werner, D.P. Pearson, K.W. Brown, M.J. Lutian, B.S. Annigeri, Donald L. Anton: Fretting Fatigue Testing Methodology Incorporating Independent Slip and Fatigue Stress Control. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 391-403, (2000)
- [83] M. Ciavarella, G. Demelio, D.A. Hills: An Analysis of Rotating Bending Fretting Fatigue Tests Using Bridge Specimens. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 404-422, (2000)
- [84] G. Harish, M.P. Szolwinski, T.N. Farris, T. Sakagami: Evaluation of Fretting Stresses Through Full-Field Temperature Measurements. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 423-435, (2000)
- [85] M.P. Blinn, M. Lipkin: Development of a High-Temperature-Steam Fretting Wear Test Apparatus. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 451-461, (2000)
- [86] J. Föhl, K. Hippelein: Reiberöffnung: Vorhaben Nr.630; Untersuchung von Fretting Fatigue-Prozessen von metallischen Paarver-

- bindungen. Forschungsvereinigung Verbrennungskraftmaschinen, Frankfurt, M., (2001)
- [87] P.J. Golden, A.L. Hudson, B.B. Bartha, T. Nicholas: Fatigue Loading and Life Prediction in Three Fretting Fatigue Fixtures. *Experimental Mechanics*, 48, p.253-263, (2008)
- [88] DIN EN 843-1: Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit; Deutsche Fassung EN 843-1:2006, Ausgabe 2008-08
- [89] E. Roos, J. Föhl, M. Rauch: Moderne Materialprüfung. aus Jahrbuch aus Lehre und Forschung der Universität Stuttgart, p.103-111, (2003)
- [90] Internetrecherche: <http://www.gft-ev.de/tribologie.htm> . Gesellschaft für Tribologie e.V. – Aachen (09/2007)
- [91] Internetrecherche: [http://www.imwf.uni-stuttgart.de/lehre/vd/wk\\_2/Folien/08\\_WK2\\_K14.pdf](http://www.imwf.uni-stuttgart.de/lehre/vd/wk_2/Folien/08_WK2_K14.pdf) . Institut für Materialprüfung, Werkstoffkunde und Festigkeitslehre (10/2008)
- [92] I. Lenke: Tribologie, Reibung und Verschleiß (Grundlagen). <http://www.keramverband.de/keramik/pdf/00/2000kap5.pdf>, Seminarordner 2000, Beitrag 3.1, Informationszentrum Technische Keramik, Selb, (2006)
- [93] S. Suresh: *Fatigue of Materials*. 2nd Edition, Cambridge University Press, (1998)
- [94] Peter Rehbein: Tribologische Untersuchungen von hochfrequent schwingenden Gleitkontakten für den Einsatz in reibkraftschlüssigen Antrieben. Dissertation Uni-GH Paderborn: HNI-Verlagsschriftenreihe, (1998)
- [95] H. Czichos: *Werkstoffe, aus Hütte – Die Grundlagen der Ingenieurwissenschaften*. Hrsg. H. Czichos, Springer-Verlag, (1996)
- [96] D.A. Hills, D. Nowell: *Mechanics of Fretting Fatigue*. Kluwer Academic Publishers, (1994)
- [97] E.-G. Paland: *Technisches Taschenbuch*. 5. Auflage, Schaeffler KG, (2002)
- [98] H.R. Hertz: Über die Berührung fester elastischer Körper. *Journal für die reine und angewandte Mathematik* 92, p.156-171, (1881)
- [99] H.R. Hertz: Die Prinzipien der Mechanik, In Neuem Zusammenhange

- Dargestellt. Wissenschaftliche Buchgesellschaft, Darmstadt, (1963)
- [100] P.J.E. Forsyth: Occurrence of Fretting Failures in Practice. aus R.B. Waterhouse: Fretting Fatigue. Applied Science Publishers Ltd. London, p.99-125, (1981)
- [101] K. Dang Van, M. Habibou Maitournam: On a New Methodology for Quantitative Modeling of Fretting Fatigue. aus Fretting Fatigue: Current Technology and Practice edited by D.W. Hoepfner, V. Chandrasekaran, C.B. Elliott III, ASTM STP 1367, p. 538-552, (2000)
- [102] H. Czichos, K.-H. Habig: Tribologie-Handbuch, Reibung und Verschleiß. 2. Auflage, Vieweg-Verlag, (2003)
- [103] I.G. Goryacheva: Contact Mechanics in Tribology. Kluwer Academic Publishers, (1998)
- [104] A.C. Fisher-Cripps: Introduction to Contact Mechanics. Second Edition, Springer, (2007)
- [105] V. Licht, E. Ernst, N. Huber: Simulation of the Hertzian contact damage in ceramics. Institute of Physics Publishing, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, 11, p.477-486, (2003)
- [106] B.R. Lawn: Indentation of Ceramics with Spheres: A century after Hertz. Journal of the American Ceramic Society, 81 [8], p. 1977-1994, (1998)
- [107] T. Fett, D. Munz, G. Thun: Strength and Toughness Test Devices with opposite Roller Loading. Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6378, (2000)
- [108] T. Fett, D. Munz, G. Thun: Test Devices for Strength Measurements of Bars Under Contact Loading. Journal of Testing and Evaluation, Vol.29, No.1, p. 1-10, (2001)
- [109] T. Fett, D. Munz: Influence of stress gradients on failure in contact strength tests with cylinder loading. Engineering Fracture Mechanics, 69, p.1353-1361, (2002)
- [110] T. Fett, R. Keller, D. Munz, E. Ernst, G. Thun: Fatigue of alumina under contact loading. Engineering Fracture Mechanics, 70, p.1143-1152, (2003)
- [111] T. Fett, E. Ernst, D. Munz: Contact strength measurements of bars under opposite sphere loading. Journal of Material Science Letters, 21, p.1955-

- 1957, (2002)
- [112] T. Fett, D. Creek, D. Badenheim, R. Oberacker: Crack growth data from dynamic tests under contact loading?. Journal of the European Ceramic Society, Vol.24, Issue 7, p. 2049-2054, (2003)
- [113] T. Fett, E. Ernst, D. Munz, D. Badenheim, R. Oberacker: Weibull analysis of ceramics under high stress gradients. Journal of the European Ceramic Society, 23, p. 2031-2037, (2003)
- [114] V. Licht, P. Hülsmeyer, T. Fett: Probability of cone crack initiation due to spherical contact loading. Journal of the European Ceramic Society, 24, p.2907-2915, (2004)
- [115] T. Fett, E. Ernst, G. Rizzi: Failure of an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic under cyclic sphere contact loading. Journal of Material Science, 39, p. 6817-6819, (2004)
- [116] T. Fett: Interpretation of failure under cyclic contact loading. Journal of Materials Science, 39, p.1795-1797, (2004)
- [117] T. Fett, E. Ernst, G. Rizzi, D. Munz, D. Badenheim, R. Oberacker: Sphere contact fatigue of a coarse-grained Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic. Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 29, p.876-886, (2006)
- [118] R.D. Mindlin: Compliance of Elastic Bodies in Contact. Journal of Applied Mechanics, 16, p.259-268, (1949)
- [119] M. Okane, T. Satoh: Y. Mutoh, S. Suzuki: Fretting Fatigue behaviour of silicon nitride. Fretting Fatigue, Mechanical Publications, London , ESIS 18, p.393-371, (1994)
- [120] M. Okane, T. Satoh: Y. Mutoh, S. Suzuki: Effect of relative slip amplitude on fretting fatigue behaviour of silicon nitride. Trans. JSME Vol. 59(566A), p.2220-2227, (1969)
- [121] Y. Mutoh, M. Takahashi, T. Oikawa, H. Okamoto: Fatigue crack growth of long and short cracks in silicon nitride. Fatigue of Advanced Materials, Materials and Components Engineering Publications, p.221-225, (1991)
- [122] Y. Mutoh: Mechanisms of fretting fatigue. Review in JSME International Journal Vol. 38, No. 4, p.405-415, (1981)
- [123] Y. Mutoh, M. Takahashi, A. Kanagawa: Fatigue Crack behavior of surface crack in silicon nitride. ASTM STP 1184, p.19-31, (1993)
- [124] O. Vogt: Haftreibung und reversierender Gleitverschleiß von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-und

- $\text{Si}_3\text{N}_4$ - Keramik in Paarung mit Stahl und Gusseisen. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), Schriftenreihe des Instituts für Keramik im Maschinenbau, IKM 033, (2001)
- [125] K.-H. Zum Gahr: Metallische und keramische Werkstoffe. aus Reibung und Verschleiß bei metallischen und nichtmetallischen Werkstoffe, herausg. Von K.-H. Zum Gahr, DGM Informationsgesellschaft Verlag, p.39-63, (1986)
- [126] E. Rabinowicz: The Nature of the Static and Kinetic Coefficients of Friction. Journal of Applied Physics, Vol. 22, No. 11, p.1373-1379, (1951)
- [127] G. Niemann, K. Ehrenspiel: Anlaufreibung und Stick-Slip bei Gleitpaarungen. VDI-Zeitschrift, Bd. 105, Nr. 6, p.221-284, (1963)
- [128] K.-H. Habig: Systemtechnisch Grundlagen des Reibungs- und Verschleißverhaltens keramischer Werkstoffe. aus K.-H. Habig: Tribologisches Verhalten keramischer Werkstoffe, expert Verlag, p.1-25, (1993)
- [129] D. Klaffke: Schwingungverschleiß keramischer Werkstoffe. aus K.-H. Habig: Tribologisches Verhalten keramischer Werkstoffe, expert Verlag, p.26-45, (1993)
- [130] R. Wäsche: Feststoffschmierung keramischer Werkstoffe. aus K.-H. Habig: Tribologisches Verhalten keramischer Werkstoffe, expert Verlag, p.46-65, (1993)
- [131] P. Studt: Schmierung ingenieurkeramischer Werkstoffe durch Flüssigkeiten. aus K.-H. Habig: Tribologisches Verhalten keramischer Werkstoffe, expert Verlag, p.66-86, (1993)
- [132] T.E. Fischer, W.M. Mullins: Relation Between Surface Chemistry and Tribology of Ceramics. aus Friction and Wear of Ceramics, edited by Said Jahanmir, Routledge, p.51-60(1993)
- [133] T. Sato, S. Sato, A. Okuwaki, S.-I. Tanaka: Corrosion Behavior of Alumina Ceramics in Caustic Alkaline Solutions at High Temperatures. J. Am. Ceram. Soc., Vol. 74, No. 12, p.3081-3084, (1991)
- [134] J. Xua, K. Kato: Formation of tribochemical layer of ceramics sliding in water and its role for low friction. WEAR, 245, p.61-75, (2000)
- [135] S. Kitaoka, T. Tsuji, Y. Yamaguchi, K. Kashiwagi: Tribochemical wear theory of non-oxide ceramics in high-temperature and high-pressure wa-

- ter. WEAR, 205, p.40-46, (1997)
- [136] S. Kitaoka, T. Tsuji, T. Katoh, Y. Yamaguchi, K. Sato: Tribological Characteristics of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramic in High-Temperature and High-Pressure Water. Journal of the American Ceramic Society, Vol.77, No.2, p.580-588, (1994)
- [137] D. Gross, T. Seelig: Bruchmechanik. 4. Auflage, Springer-Verlag, (2007)
- [138] H.-A. Richard: Bruchvorhersagen bei überlagerter Normal- und Schubbeanspruchung von Rissen. VDI Forschungsheft 631/85, VDI-Verlag, (1985)
- [139] T. Thiemeier: Lebensdauervorhersage für keramische Bauteile unter mehrachsiger Beanspruchung. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), (1989)
- [140] W. Weibull: A Statistical Theory of the Strength of Materials. Ingeniörsvetenskapsakademiens, Generalstabens Litografiska Anstalts Förlag, Stockholm, Nr. 151, (1939)
- [141] M.U. Auhorn: Mechanische Eigenschaften urgeformter Mikroproben aus Au<sub>58</sub>Ag<sub>23</sub>Cu<sub>12</sub>Pd<sub>5</sub> und ZrO<sub>2</sub>. Dissertation Universität Karlsruhe (TH), Shaker Verlag Aachen, (2006)
- [142] T. Erbacher: Eigenspannungen, Festigkeiten und Schädigungsverhalten von Aluminiumoxid unter thermischer und friktiver Randschichtbeanspruchung. Dissertation Universität Karlsruhe (TH), Shaker Verlag Aachen, (2006)
- [143] H. Blumenauer: Bruchmechanik: Grundlagen, Prüfmethode, Anwendungsgebiete. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1973)
- [144] A.A. Griffith: The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character, Vol. 221, p.163-198, (1921)
- [145] R. Schmitt: Untersuchungen zum Wachstum mikroskopischer und makroskopischer Risse unter zyklischer Belastung in Zirkonoxid. Dissertation >Universität Karlsruhe (TH), (1994)
- [146] DIN CEN/TS 14425-5: Hochleistungskeramik - Prüfverfahren zur Bestimmung der Bruchzähigkeit von monolithischer Keramik - Teil 5: Verfahren für Biegeproben mit V-Kerb (SEVNB-Verfahren); Deutsche Fassung CEN/TS 14425-5:2004, (2004)
- [147] I. N. Sneddon: The Distribution of Stress in the Neighbourhood of a Crack

in an Elastic Solid. Vol. 187, No. 1009, p.229-260, (1946)

- [148] H. Tada, P.C. Paris, G.R. Irwin: The stress analysis of cracks handbook. - 3. ed. New York : ASME Press; London : Professional Engineering Publ., (2000)
- [149] T. Fett: An analysis of stresses and stress intensity factors in 3- and 4-point bending bars. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, FZKA 6169, (1998)
- [150] T. Fett: Stress Intensity Factors and Weight Functions for Cracks in Front of Notches. Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, KfK 5254, (1998)
- [151] M.J. Bühler, H. Gao: Biegen und Brechen im Supercomputer. Physik unserer Zeit, Vol. 35, No. 1, p.30-37, (2004)
- [152] ISO 23146: Hochleistungskeramik - Prüfverfahren zur Bestimmung der Bruchzähigkeit von monolithischer Keramik - Verfahren für Biegeproben mit V-Kerb (SEVNB-Verfahren). Beuth-Verlag, (2008)
- [153] D. Aurich: Bruchvorgänge in metallischen Werkstoffen. herausgeg. Von E. Macherauch, V. Gerold, Werkstofftechnische Verlagsgesellschaft m.b.H. Karlsruhe, (1978)
- [154] J. Rödel: Crack Closure Forces in Ceramics: Characterization and Formation. Journal of the European Ceramic Society, Vol. 9, No. 4, p.323-334, (1992)
- [155] T. Fett: Contributions to the R-Curve Behaviour of Ceramic Materials. Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, KfK 5291, (1994)
- [156] T. Thiemeier: Lebensdauervorhersage für Keramiken unter mehrachsiger Beanspruchung. Dissertation Universität Karlsruhe (TH), (1989)
- [157] T. Fett, S. Fünfschilling, M.J. Hoffmann, R. Oberacker, H. Jelitto, G.A. Schneider: R-Curve Determination for the Initial Stage of Crack Extension in  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Journal of the American Ceramic Society, (accepted 2008)
- [158] T. Fett: Zur Deutung des unterkritischen Risswachstums keramischer Werkstoffe. DFVLR Forschungsbericht, DFVLR-FB 82-07, (1982)
- [159] S.M. Wiederhorn: Moisture Assisted Crack Growth In Ceramics. The International Journal of Fracture Mechanics, Vol.4, No.2, p.171-177, (1968)
- [160] S.M. Wiederhorn: Influence of Water Vapor on Crack Propagation in

- Soda-Lime Glass. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.50, No.8, p.407-414, (1967)
- [161] T.A. Michalske, B.C. Bunker: Slow fracture model based on strained silicate structures. *Journal of Applied Physics*, Vol.56, No.10, p.2686-2693, (1984)
- [162] J.J. Kruzic, R.M. Cannon, R.O. Ritchie: Effects of Moisture on Grain-Boundary Strength, Fracture, and Fatigue Properties of Alumina. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.88, No.8, p.2236-2245 (2005)
- [163] Verband der keramischen Industrie e.V.: *Brevier technische Keramik*. Fahner Druck GmbH, (2003)
- [164] J. Helbig, U. Schönholzer: *Grundzüge der Keramik, Skript zur Vorlesung Ingenieurkeramik I*, ETH Zürich, (2001)
- [165] H.R. Maier: *Leitfaden technische Keramik, Werkstoffkunde II*. 3. Auflage, Fotodruck Mainz GmbH, (1993)
- [166] R. Nejma, K.-H. Lang, D. Löhe: Influence of the temperature on the strength and the subcritical crack growth rate of alumina. *Materials Science and Engineering A*, 13<sup>th</sup> International Conference on the Strength of Materials, Volumes 387-389, Pages 832-836, (2004)
- [167] R. Nejma, K.-H. Lang, D. Löhe: Isothermal and Thermal-Mechanical Fatigue of Alumina, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. Vol.36, No.3-4, p.136 – 139, (2005)
- [168] R. Nejma: *Verformungs- und Versagensverhalten von Aluminiumoxidkeramik unter isothermer und thermisch-mechanischer Ermüdungsbeanspruchung*. Dissertation Universität Karlsruhe (TH), Shaker-Verlag, (2007)
- [169] T. Lube, R. Danzer, M. Steen: A Testing Program For A Silicon Nitride Reference Material. *Ceramic Transactions 133*, The American Ceramic Society, p.259-268, (2002)
- [170] T. Lube, R. Danzer: The ESIS Silicon Nitride Reference Material Testing Program. *Ceramic Engineering and Science Proceeding*, Vol.24, No.4, p.337-342, (2003)
- [171] T. Lube, R. Danzer: ESIS Reference Material Testing Program. *Ceramic Engineering and Science Proceedings 24* [4], p.337-342, (2003)
- [172] T. Lube, R. Danzer, J. Dusza, J. Kübler, J.-P. Erauw, H. Klemm, V.M.

- Sglyvo: ESIS Reference Material Testing Program – Strength and Fracture Toughness. Proceedings of the Conference FRACTOGRAPHY, p.86-93, (2003)
- [173] G. Roebben, C. Sarbu, T. Lube, O. Van der Briest: Quantitative determination of the volume fraction of intergranular amorphous phase in sintered silicon nitride. Materials Science Engineering A 370, p.453-458, (2004)
- [174] T. Lube, J. Alcala, J. Dusza, H. Klemm: A Silicon Nitride Reference Material For Ceramic Design. Proc. of 11th Int. Conf. on FractureTurin, Italy, , p.3079-3084, (2005)
- [175] M.J. Hoffman: Relationship between microstructure and mechanical properties of silicon nitride ceramics. Pure & Appl. Chem., Vol.67, No.6, p.939-946, (1995)
- [176] T. Schwind, T. Schalk, E. Kerscher, T. Beck, K.-H. Lang, D. Löhe: Thermal, mechanical and fretting fatigue of silicon nitride. Int. J. Mat. Res., Vol. 99, No.10, p.1090-1097, (2008)
- [177] T. Schwind, T. Schalk, E. Kerscher, T. Beck, K.-H. Lang, D. Löhe: Thermische, mechanische und Reiber-müdung ingenieurkeramischer Werkstoffe. Sonderforschungsbereich 483,Tagungsband zum 3. Statuskolloquium am 18. Oktober 2007, Rufdruck GmbH Karlsruhe, p.113-128, (2007)
- [178] H. Salmang, H. Scholze: Keramik, Teil 2: Keramische Werkstoffe. 6. Auflage, Springer-Verlag, (1983)
- [179] R. Satet: Einfluss der Grenzflächeneigenschaften auf die Gefügeausbildung und das mechanische Verhalten von Siliciumnitrid-Keramiken. Dissertation Universität Karlsruhe (TH), Schriftenreihe des Instituts für Keramik im Maschinenbau, IKM 038, (2003)
- [180] K.-H. Zum Gahr u. J. Schneider (Hrsg.): Hochbeanspruchte Gleit- und Friktionssysteme auf Basis ingenieurkeramischer Werkstoffe. Statuskolloquium SFB 483, am 27.01.2004, Karlsruhe, (2004)
- [181] DIN 5401:2002-08, Wälzlager - Kugeln für Wälzlager und allgemeinen Industriebedarf. Beuth-Verlag, (2008)
- [182] R. Bürgel: Festigkeitslehre und Werkstoffmechanik, Band 2, Vieweg Verlag, (2005)
- [183] P.I. Hurricks: The Mechanism of Fretting – A Review, Wear 15, p.389-409,

## 8 Literaturverzeichnis

(1970)

- [184] W. Kollenberg: Technische Keramik, Vulkan-Verlag GmbH, (2004)
- [185] Michael J. Hoffmann: Persönliche Mitteilung vom 26.04.2010
- [186] T. Fett, S. Fünfschilling, M.J. Hoffmann, R. Oberacker, H. Jelitto, G. Schneider: R- Curve Determination for the Initial Stage of Crack Extension in Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, J. Am. Ceram. Soc., 91, p.3638-3642, (2008)
- [187] S. Fünfschilling: Persönliche Mitteilung vom 08.09.2010