

**Herstellung und tribologische Charakterisierung
randschichtmodifizierter Oxidkeramiken im
ungeschmierten Gleitkontakt mit metallischen
Gegenkörpern**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau der
Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing.
Katja Poser
aus Heidelberg

Tag der mündlichen Prüfung: 19.12.2005

Hauptreferent: o. Prof. Dr.-Ing. K.-H. Zum Gahr

Koreferent: o. Prof. Dr.-Ing. Dr. h. c. A. Albers

Berichte aus dem Institut für Werkstoffkunde II

Band 2/2006

Katja Poser

**Herstellung und tribologische Charakterisierung
randschichtmodifizierter Oxidkeramiken
im ungeschmierten Gleitkontakt mit
metallischen Gegenkörpern**

Shaker Verlag
Aachen 2006

Bibliografische Information der Deutschen Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Zugl.: Karlsruhe, Univ., Diss., 2005

Copyright Shaker Verlag 2006

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 3-8322-4933-8

ISSN 1861-826X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • eMail: info@shaker.de

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand in der Zeit von April 2002 bis Oktober 2005 während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Werkstoffkunde II der Universität Karlsruhe (TH).

Ich bedanke mich sehr herzlich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. K.-H. Zum Gahr für die Betreuung dieser Dissertation und die vielen kritischen und hilfreichen Hinweise, die die Grundlage des Gelingens darstellten. Herrn Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. A. Albers danke ich für die Übernahme des Korreferates und das Interesse an der Arbeit sowie Herrn Prof. Dr. rer. nat. O. Kraft für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes. Ebenso gilt mein besonderer Dank dem akademischen Oberrat des Instituts für Werkstoffkunde II, Herrn Dr.-Ing. J. Schneider für sein stetiges Interesse und die zahlreichen Anregungen und Hilfestellungen sowie die immer wieder bereitwillig für Diskussionen geopfert Zeit.

Ein weiteres großes Dankeschön möchte ich den technischen Mitarbeitern sowie dem Sekretariat des Instituts für Werkstoffkunde II für die Unterstützung und Hilfe aussprechen, die ein Vorankommen der Arbeit stets sicherstellten. Namentlich gilt dies A. Breuer, W. Dörfler, H. Franz, A. Gottschalk, H. Iwanek, F. Keller, J. Lang, K. Messerschmid und I. Zengerle. Insbesondere werde ich mich immer gerne an die Zusammenarbeit mit meiner Zimmerkollegin U. Litzow erinnern. Ihre großartige Unterstützung und Diskussionsbereitschaft waren nicht nur in fachlicher Hinsicht stets eine wichtige Bereicherung, die ich nicht missen möchte. Weiterhin möchte ich mich für die hervorragende Zusammenarbeit bei meinen wissenschaftlichen Kollegen Dr.-Ing. D.-H. Hwang, Dr.-Ing. E. Peter, Dipl.-Ing. J. Herz, Dipl.-Ing. M. Mathieu und Dipl.-Ing. S. Kurzenhäuser bedanken, die immer ein offenes Ohr und wertvolle Hinweise hatten. Des Weiteren gilt mein Dank den Mitarbeitern des Instituts für Materialforschung I des Forschungszentrums Karlsruhe für ihre stetigen Bemühungen und Hilfestellungen. Stellvertretend möchte ich mich an dieser Stelle bei Dr.-Ing. O. Baldus, H. Besser, U. Gerhards, J. Howell, Dr.-Ing. S. Schreck, P. Severloh und Dr.-Ing. M. Rohde bedanken. Viel Freude bereitete mir die Zusammenarbeit mit meinen studentischen Hilfskräften sowie Studien- und Diplomarbeitern. Erwähnen möchte ich an dieser Stelle D. Dimitrova, T. Czumanski, N. Mathur, T. Nester und P. Ryhakov, die immer eine große Einsatzbereitschaft und hohe Zuverlässigkeit zeigten.

Mein größter Dank gilt an dieser Stelle meinen Eltern, die es mir ermöglicht haben, meinen Weg zu gehen und mich immer in meinem Vorhaben bekräftigten, sowie meinem Lebensgefährten Jochen, der mir immer den größtmöglichen Rückhalt und Beistand gab, den ich mir nur wünschen konnte.

Karlsruhe, im Februar 2006

Katja Poser

Kurzfassung

Ingenieurkeramiken werden zunehmend für verschleiß- und hochtemperaturbeanspruchte Bauteile u.a. im Maschinen-, Anlagen- und Kraftfahrzeugbau eingesetzt. Ergebnisse aus Forschungsarbeiten zu Bremsen bzw. Kupplungen weisen auf ein Einsatzpotenzial von SiC und Al_2O_3 in ungeschmierten Friktionssystemen auf Basis von Keramik/Metall-Paarungen hin, da die heute üblicherweise eingesetzten organischen Reibbeläge in Paarung mit Grauguss bei hohen Belastungen mit Pressungen über 0,4 MPa und Temperaturen größer 250°C an ihre Grenzen stoßen. In Hinblick auf die Anwendung als Friktionswerkstoff kann die niedrige Thermoschockbeständigkeit monolithischer Al_2O_3 -Keramik durch eine Zähigkeitssteigerung mittels Einbringen zweiter Phasen durch lasergestützte Randschichtmodifizierung erreicht werden.

In der vorliegenden Arbeit wurden in einem ersten Schritt in Einzelphasenuntersuchungen Zusatzstoffe identifiziert, die in eine organische Matrix eingebunden mit 100Cr6 als Reibpartner eine hohe und von der Gleitgeschwindigkeit nahezu unabhängige Reibungszahl gewährleisteten. Die dabei ausgewählten Hartstoffe TiN und WC wurden anschließend über eine lasergestützte Randschichtmodifizierung in die Oberfläche einer handelsüblichen Al_2O_3 - bzw. einer Al_2O_3 -ZrO₂-Mischkeramik (ZTA) eingebracht. Die 210 bis 525 µm dicken Randschichten wurden bezüglich ihrer thermischen und mechanischen Eigenschaften charakterisiert. Die eindispersierten Hartstoffpartikel bewirkten im Vergleich zur monolithischen Al_2O_3 -Keramik eine höhere Härte und Wärmeleitfähigkeit.

In den tribologischen Untersuchungen wurden als Referenzkeramiken je eine handelsübliche Al_2O_3 - und SiC-Keramik eingesetzt. Die Haftreibungsuntersuchungen zur Analyse des Übergangs Haften/Gleiten im System Pellet/Platte zeigten einen geringen Einfluss der Materialpaarung und Abzugsgeschwindigkeit, allerdings einen signifikanten Einfluss der Temperatur auf die Haftreibungszahl aufgrund von oxidativen Veränderungen der Stahloberfläche. Unter ungeschmierter, einsinniger Gleitbeanspruchung in einem Pellet/Scheibe-Prüfstand zeigten die Paarungen unabhängig vom eingesetzten metallischen Reibpartner (GJL-250, 100Cr6 und X40CrMoV5-1) eine Abhängigkeit der Reibungszahl von der Gleitgeschwindigkeit, der Temperatur, dem Energieeintrag sowie bei Gleitgeschwindigkeiten kleiner 4 m/s der relativen Luftfeuchte. Die Paarungen mit den randschichtmodifizierten Oxidkeramiken wiesen insgesamt eine bessere Reibungszahlkonstanz auf als die mit der monolithischen Al_2O_3 -Keramik und erzeugten am metallischen Gegenkörper einen bis um den Faktor zwei kleineren linearen Verschleißbetrag. Die Paarungen der monolithischen SiC-Keramik zeigten eine hohe Reibungszahl mit einer geringen Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit, erzeugten aber am metallischen Reibpartner einen hohen linearen Verschleiß. Das Reibungs- und Verschleißverhalten wurde neben den Materialeigenschaften der eingesetzten Werkstoffe durch die Überlagerung von mechanischen Wirkmechanismen, insbesondere abrasiven Prozessen, und tribochemischen Reaktionen bestimmt.

Abstract

Development and tribological characterization of multiphase oxide ceramics in dry sliding contact with metallic counterbodies

Advanced ceramics are being used increasingly for tribological and high temperature applications. Scientific investigations dealing with friction systems, such as brakes and clutches showed a promising future for the use of alumina and silicon carbide in metal/ceramic sliding pairs. This is because, the presently being used organic based materials mated with grey cast iron get overloaded due to temperatures greater than 250°C and pressures greater than 0.4 MPa.

In the present study, suitable friction modifiers offering high stability for frictional performance independent on sliding speed were identified. TiN and WC were chosen as ingredients and were embedded in a slightly porous, commercially available alumina and ZTA ceramic by laser processing. Mechanical and thermal properties of the multiphase microstructures achieved in the surface layer were measured to be about 210 up to 510 μm in thickness. The surface modified ceramics showed a higher hardness and an improved thermal conductivity. Tribological tests were carried out on the modified ceramics and for reference, on a commercial highly dense alumina and also on a silicon carbide ceramic. Coefficient of static friction and transition from static to kinetic friction were determined by using a specially designed pellet-on-plate tribometer and showed no significant variations under the influence of the mated materials and the velocity. A higher value of static friction coefficients was noted because of a raise in temperature which caused oxidation on the steel surface.

In unlubricated sliding tests, using a pin-on-disc-tribometer, sliding speed, temperature, energy input and humidity at sliding speeds up to 4 m/s influenced the frictional performance of the ceramics mated to metals GJL-250, 100Cr6 and X40CrMoV5-1 significantly. All tested pairs showed a tendency of decreasing friction coefficient with increasing sliding speed, however the pairs with the multiphase structure of the modified oxide-ceramics displayed a better independence of the friction coefficient than the pairs that used the commercial Al_2O_3 ceramic. The values of the linear wear of the pairs with the laser modified multiphase ceramics were smaller than those of the reference pairs with SSiC and Al_2O_3 , respectively. The friction and wear behaviour were determined by mechanical interactions, mainly abrasive processes, combined with tribochemical reactions.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Hochleistungskeramiken	2
1.1.1	Aluminiumoxid	2
1.1.1.1	Monolithisches Aluminiumoxid	2
1.1.1.2	Mehrphasiges Aluminiumoxid.....	4
1.1.2	Siliziumcarbid	6
1.2	Oberflächenmodifikation von Oxidkeramik mit Laserstrahlung	7
1.3	Metallische Werkstoffe	10
1.4	Tribologische Eigenschaften	11
1.4.1	Grundlagen der Tribologie.....	11
1.4.2	Tribologisches Verhalten von trockenlaufenden Friktionssystemen	15
1.4.3	Tribologisches Verhalten von Keramik/Metall-Paarungen	17
1.5	Zielsetzung	19
2	Versuchsmaterialien und -methoden	22
2.1	Versuchsmaterialien	22
2.1.1	Keramische Werkstoffe	22
2.1.2	Pulver und Legierungszusätze	23
2.1.3	Metallische Werkstoffe	24
2.2	Lasergestützte Randschichtmodifizierung	25
2.3	Gefüge und Oberflächencharakterisierung	29
2.4	Bestimmung von Materialkennwerten	30
2.5	Tribologische Untersuchungen	35
2.5.1	Probengeometrie und Probenvorbereitung	35
2.5.2	Haftreibungsprüfung.....	36
2.5.3	Gleitreibungsuntersuchung.....	38

3	Versuchsergebnisse	42
3.1	Einzelphasenuntersuchungen	42
3.2	Gefüge	47
3.2.1	Lasernodifizierte Keramiken	47
3.2.1.1	Mehrphasige Randschichten der Al ₂ O ₃ -Keramik	48
3.2.1.2	Mehrphasige Randschichten der SiC-Keramik	53
3.2.1.3	Modifikation der Pelletgeometrie mit breiten Spuren.....	55
3.2.2	Referenzmaterialien	57
3.3	Mechanische und thermische Eigenschaften	59
3.4	Tribologische Eigenschaften	62
3.4.1	Oberflächenqualität der Proben	62
3.4.2	Haftreibung	64
3.4.2.1	Variation der Materialpaarung	64
3.4.2.2	Variation der Abzugsgeschwindigkeit.....	66
3.4.2.3	Variation der Temperatur.....	67
3.4.3	Einsinnige Gleitreibung.....	69
3.4.3.1	Variation der Materialpaarung	74
3.4.3.2	Variation des Energieeintrags	87
3.4.3.3	Variation der relativen Luftfeuchte.....	91
3.4.3.4	Variation der Temperatur.....	94
4	Diskussion	100
4.1	Herstellungstechnologie, Gefüge und Eigenschaften.....	100
4.2	Tribologie	112
4.3	Bewertung der Ergebnisse in Hinblick auf einen Einsatz in technischen Anwendungen.....	134
5	Zusammenfassung.....	137
6	Literatur	140