

Forschungsbericht 197

**Tribologisches Verhalten von Siliziumnitridwerkstoffen
bei Festkörpergleitreibung zwischen 22 °C und 1000 °C**

Dr.-Ing. André Skopp

Berlin 1993

Herausgegeben von der

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Unter den Eichen 87, 12205 Berlin
☒ 12200 Berlin
Telefon (0 30) 81 04-0
Telefax (0 30) 8 11 20 29

Copyright © 1993 by Wirtschaftsverlag NW
Verlag für neue Wissenschaft GmbH, Bremerhaven

Herstellung:
Wirtschaftsverlag NW
Verlag für neue Wissenschaft GmbH
Am Alten Hafen 113–115, 27568 Bremerhaven
☒ Postfach 10 11 10, 27511 Bremerhaven
Telefon (04 71) 4 60 93–95
Telefax (04 71) 4 27 65

ISSN 0938-5533
ISBN 3-89429-400-0

251 Seiten, 138 Abbildungen, 55 Tabellen

Vorwort:

Die vorliegende Arbeit entstand unter der Leitung von Herrn Prof. Dr.-Ing. K.-H. Habig während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Angestellter in der Fachgruppe 5.2 "Rheologie, Tribologie, Verschleißschutz" der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) in Berlin.

Für die Übernahme des Korreferates und sein Interesse an der Thematik der Arbeit danke ich Herrn Prof. Dr. rer. nat. H. Hausner.

Herrn Dr.-Ing. M. Woydt bin ich zu besonderem Dank verpflichtet. Sein persönliches Engagement und seine vielfältigen Anregungen trugen wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit bei.

Die Dissertation mit dem Thema "Tribologisches Verhalten von Siliziumnitridwerkstoffen bei Festkörpergleitreibung zwischen 22°C und 1000°C" wurde vom Fachbereich 17 Werkstoffwissenschaften der Technischen Universität Berlin genehmigt.

Mein herzlicher Dank gilt all den Mitarbeitern, die durch ihr großes persönliches Engagement sowie das entgegengebrachte Interesse wesentlich zur Entstehung und Fertigstellung dieser Arbeit beitrugen (s. Danksagung im Anhang). Sie lieferten damit Ihren Beitrag, um die Bedeutung sowie die Möglichkeiten interdisziplinären Arbeitens in der BAM aufzuzeigen.

Die Probekörper wurden von der Elektroschmelzwerk Kempten GmbH, der Feldmühle AG, der Hoechst CeramTec AG, der HTM AG, Schweiz, der NGK Insulators Ltd., Japan, und der Toshiba Corporation, Japan, zur Verfügung gestellt. Die Beschichtung von Si_3N_4 (ND200)-Probekörpern mit amorphem CVD- Si_3N_4 erfolgte durch Herrn Dr. A. P. M. Adriaansen, Centre for Technical Ceramics, Eindhoven.

Für die finanzielle Unterstützung im Rahmen verschiedener Vorhaben sei der DFG und dem BMFT gedankt.

In dem Bericht wird der Dezimalpunkt anstelle des Dezimalkommas verwendet.

Oktober 1993

Zusammenfassung

Skopp, André

TRIBOLOGISCHES VERHALTEN VON SILIZIUMNITRIDWERKSTOFFEN BEI FESTKÖRPERGLEITREIBUNG ZWISCHEN 22°C UND 1000°C

Das tribologische Verhalten von acht verschiedenen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffen, einer CVD- Si_3N_4 -Beschichtung, einem Si_3N_4 -TiN- und drei Si_3N_4 -BN-Materialien wurde untersucht. Die Beanspruchung erfolgte mit werkstoffgleichen Paarungen im Stift/Scheibe-System unter Festkörpergleitreibungsbedingungen in Luft zwischen 22°C und 1000°C und bei Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0.03 m/s und 3 m/s. Der Gleitweg betrug bei konstanten Beanspruchungsbedingungen mindestens 1000 m und die Normalkraft 10 N sowie für einige Probekörper zusätzlich 1 N.

Die Untersuchungen zeigen, daß $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen bei den gewählten hohen tribologischen Beanspruchungen "p·v" Reibungszahlen über 0.5 und volumetrische Verschleißkoeffizienten über $1 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ aufweisen. Für die meisten Anwendungen werden im Trockenlauf eine hohe Verschleißbeständigkeit mit volumetrischen Verschleißkoeffizienten unter $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und gleichzeitig ein niedriger Energieverbrauch durch Reibungszahlen unter 0.2 gefordert. Diese Werte wurden mit den monolithischen, kommerziell erhältlichen Si_3N_4 -Werkstoffen nicht erreicht, wohl aber mit den neuartigen, in dieser Arbeit untersuchten Verbundwerkstoffen mit Si_3N_4 -Matrix teilweise sogar unterschritten.

Mittels verschiedenster oberflächenanalytischer Verfahren wurden die Ausgangsmaterialien sowie die Verschleißflächen und -produkte untersucht und auf dieser Grundlage die Verschleißmechanismen charakterisiert. Zusätzlich wurden die mechanischen und die thermischen Beanspruchungen abgeschätzt und Verschleißmodelle entwickelt. Abhängigkeiten zwischen den Struktur- und Werkstoffeigenschaften sowie dem tribologischen Verhalten werden diskutiert.

Ursache des ungünstigen Gleitverschleißverhaltens der untersuchten monolithischen Si_3N_4 -Werkstoffe war die Zerrüttung der Grenzfläche zwischen $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Kristall und Glasphase. Stabile reibungs- oder verschleißmindernde Reaktionsschichten bildeten sich nicht. Durch Zugabe von TiN oder BN ergaben sich glasphasenfreie Verbundwerkstoffe. Bei diesen oder Si_3N_4 -Werkstoffen mit modifizierter zäherer Glasphase wird eine Grenzflächenzerrüttung unterdrückt, so daß dann niedrigere Verschleißraten gemessen werden und Tribooxidation in der Verschleißtieflage als Mechanismus bestimmend wird. Die Sekundärphasen in den Si_3N_4 -Verbundwerkstoffen sollten daher während der tribologischen Beanspruchung beständige, reibungs- und verschleißmindernde Reaktions- bzw. Tribooxidationsschichten bilden.

Mit den erarbeiteten Modellen und Untersuchungstechniken läßt sich das Potential zukünftiger Si_3N_4 -Werkstoffe für tribologische Anwendungen ermitteln. Sie geben Hinweise und Richtungen für Weiterentwicklungen an.

Summary

Skopp, André

TRIBOLOGICAL BEHAVIOR OF SILICON NITRIDE MATERIALS UNDER UNLUBRICATED SLIDING FRICTION BETWEEN 22°C AND 1000°C

The tribological behavior of eight different polycrystalline Si_3N_4 -materials, one CVD- Si_3N_4 -coating, one Si_3N_4 -TiN and three Si_3N_4 -BN-materials was investigated. Self-mated pairs were stressed in a pin-on-disc system under unlubricated friction in air between 22°C and 1000°C at sliding velocities between 0.03 m/s and 3 m/s. At constant test conditions the sliding distance was at least 1000 m and the normal force was 10 N and for some samples additionally 1 N.

The investigations show that at the elevated high tribological stresses " $p \cdot v$ " $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ sliding pairs exhibit friction coefficients above 0.5 and volumetric wear coefficients above $1 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. For most applications under unlubricated conditions both high wear resistance with volumetric wear coefficients below $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ and low energy losses through friction coefficients below 0.2 is required. These values have not been reached with monolithic, commercially available Si_3N_4 -materials, but with the Si_3N_4 -composites investigated in this work friction and wear coefficients were partially lower than the postulated boundary values.

With various surface analytic methods the unstressed materials, the wear surfaces and the wear debris were investigated. On this basis the wear mechanisms were characterized. Additionally, the mechanical and thermal stresses were estimated and wear models were developed. Correlations between the structure and material properties and the tribological behavior are discussed.

The high wear rates of the investigated monolithic Si_3N_4 -materials were caused by fatigue at the interface between β - Si_3N_4 -crystal and the glassy grain-boundary phase. Stable friction- and wear-reducing reaction-layers were not formed. The addition of TiN or BN led to composites without glass phases. For these composites as well as for Si_3N_4 -materials with a modified, tougher secondary glass phase the grain-boundary fatigue is suppressed, so that lower wear rates are measured and tribooxidation becomes the dominating wear mechanism in this low wear region. Therefore, secondary phases added to Si_3N_4 -composites should be able to form stable friction- and wear-reducing tribooxidation-films during the tribological operation.

With the worked out models and the testing methods it is possible to determine the potential of future Si_3N_4 -materials for tribological applications. They give indications and directions for further material developments.

INHALTSVERZEICHNIS

1	EINLEITUNG	7
2	AUFGABENSTELLUNG	8
3	LITERATURÜBERSICHT	9
4	WERKSTOFFCHARAKTERISIERUNG	22
4.1	Chemische Zusammensetzung.....	24
4.2	Physikalische und mechanische Eigenschaften.....	25
4.3	Gefüge.....	27
4.4	Härte; Rißbildung bei Punktbelastung.....	34
4.5	Oxidationsverhalten.....	36
4.6	Bearbeitungszustand: Rauheit; Eigenspannungen.....	41
5	TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGSMETHODEN	44
5.1	Versuchsaufbau.....	44
5.2	Probekörpergeometrie.....	48
5.3	Verschleißmessung und -berechnung.....	48
5.4	Schwingungsmessungen am Hochtemperaturtribometer.....	49
6	ERGEBNISSE DER TRIBOLOGISCHEN UNTERSUCHUNGEN	53
6.1	Kommerzielle Si ₃ N ₄ -Werkstoffe.....	55
6.1.1	Reibungszahlen.....	55
6.1.2	Verschleißbeträge.....	58
6.2	CVD-Si ₃ N ₄ -beschichtetes Si ₃ N ₄	71
6.2.1	Reibungszahlen.....	71
6.2.2	Verschleißbeträge.....	72
6.3	Si ₃ N ₄ -TiN-Composite.....	74
6.3.1	Reibungszahlen.....	74
6.3.2	Verschleißbeträge.....	76
6.4	Si ₃ N ₄ -BN-Composites.....	82
6.4.1	Reibungszahlen.....	82
6.4.2	Verschleißbeträge.....	84
6.5	Zusammenfassung der tribologischen Ergebnisse.....	89
7	ERGEBNISSE DER OBERFLÄCHENANALYTISCHEN UNTERSUCHUNGEN	92
7.1	Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	92
7.2	Röntgenbeugung (XRD).....	105
7.3	Mikrobereichs-Röntgenbeugung (Small Spot XRD).....	109
7.4	IR-Spektroskopie (IR).....	110
7.5	Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES).....	113
7.6	Elektronen-Spektroskopie zur chemischen Analyse (ESCA).....	117
7.7	Elektronenstrahl-Mikroanalyse (ESMA).....	124
7.8	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).....	126
7.9	Kernmagnetische Resonanzspektroskopie (Nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR)).....	131

8	THEORETISCHE ABSCHÄTZUNG DER MECHANISCHEN UND THERMISCHEN BEANSPRUCHUNG SOWIE DER VERSCHLEIßVOLUMINA BEI GLEITREIBUNG.....	132
8.1	Mechanische Beanspruchung.....	132
8.2	Thermische Beanspruchung.....	137
8.2.1	Rechnerische Abschätzung der reibbedingten Temperaturerhöhungen.....	137
8.2.2	Vergleich mit Messungen der Oberflächen- und der Hot-Spot-Temperaturen.....	145
8.2.3	Thermisch bedingte Spannungen.....	148
8.2.4	Abschätzung und Simulation der kritischen, reibbedingten thermischen Beanspruchung.....	151
8.3	Abschätzung der anteiligen Beiträge zum Verschleißvolumen durch die verschiedenen Verschleißmechanismen.....	155
9	DISKUSSION.....	162
9.1	Verschleißmechanismen und Modellvorstellungen.....	163
9.1.1	Zerrüttung der Si ₃ N ₄ -Werkstoffe unterhalb der Oberfläche.....	167
9.1.2	Tribochemische Reaktionsschichten und Oberflächenfilme	171
9.1.3	Verschleißpartikeladhäsion.....	177
9.2	Werkstoffeinfluß.....	180
10	ZUSAMMENFASSUNG.....	189
11	AUSBLICK.....	194
12	VARIABLENVERZEICHNIS.....	197
13	LITERATURVERZEICHNIS.....	201
14	ANHANG	
14.1	Tabellenanhang.....	A 1
14.2	Bilderanhang.....	A21
14.3	Danksagung.....	A25
14.4	Lebenslauf.....	A27

1 EINLEITUNG

Einsatzgebiete oder Entwicklungsprojekte von Siliziumnitrid (Si_3N_4) sind heute insbesondere tribologisch hochbeanspruchte Systeme wie Wendeschneidplatten, Motorenbauteile - Ventile, Ventilschaft und -führung, Zylinderlaufbahnen, Kolbenbolzen und Kolben - sowie Hauptkühlmittelpumpen /1-4/. Schnellaufende Wälzlager (Hybrid- und Vollkeramiklager), Turboladerrotoren und Kipphebelbeläge werden bereits in Serie produziert.

Si_3N_4 eignet sich aufgrund seiner im Vergleich zu metallischen Werkstoffen hohen Formbeständigkeit, Warmfestigkeit, Härte und Warmhärte, des kleinen Ausdehnungskoeffizienten, des geringen spezifischen Gewichts sowie der großen chemischen und korrosiven Beständigkeit für diese anspruchsvollen Anwendungen. Si_3N_4 erlangt im allgemeinen Maschinenbau wegen seiner hohen Temperaturwechselbeständigkeit, seiner großen Biegebruchfestigkeit und/oder seiner niedrigen Dichte im Vergleich zu anderen Keramikwerkstoffen zunehmende Bedeutung. Obwohl Si_3N_4 -Werkstoffe primär als mechanisch und tribologisch stark beanspruchte Bauteile, insbesondere bei hohen Temperaturen, eingesetzt werden, sind das Reibungs- und Verschleißverhalten oft nicht hinreichend bekannt und verstanden.

Bei kleinen Gleitgeschwindigkeiten, Anfahrvorgängen, dem Ausfall der Schmierstoffzufuhr, der Zersetzung eines Schmierstoffs bei hohen Temperaturen und unter extremen Bedingungen, bei denen nicht geschmiert werden kann, liegen Misch- oder Festkörpergleitreibungsbedingungen vor. In Deutschland entstehen 1993 allein für ungeschmierte Gleitsysteme tribologisch bedingte Kosten zwischen 20 und 50 Mrd. DM /5,10/. Zur Reduzierung dieser hohen volkswirtschaftlichen Verluste ist eine genaue Untersuchung des tribologischen Verhaltens bei Festkörpergleitreibung und die gezielte Anwendung der daraus gewonnenen Erkenntnisse notwendig.

Für hochbeanspruchte Gleitpaarungen - höhere Umgebungstemperaturen, Festkörperreibung und eine hohe tribologische Beanspruchung mit "p·v"-Werten (p: Flächenpressung; v: Gleitgeschwindigkeit) bzw. "Reibleistungsdichten" über 5 W/mm^2 - müssen geeignete Werkstoffe gefunden werden /6/. Für die meisten zukünftigen Anwendungen wird im Trockenlauf eine hohe Verschleißbeständigkeit mit Ver-

schleißkoeffizienten unter $1 \cdot 10^{-6}$ mm³/Nm bei gleichzeitig niedrigen Reibungszahlen unter 0.2 gefordert. Bisherige Untersuchungen zum Festkörpergleitreibungsverhalten von Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen bei hoher tribologischer Beanspruchung im Temperaturbereich zwischen 22°C und 1000°C ergaben jedoch hohe Verschleißkoeffizienten über $1 \cdot 10^{-5}$ mm³/Nm und Reibungszahlen über 0.5 /7/. Die Ursachen für diese hohen Reibungszahlen und Verschleißkoeffizienten sowie Unterschiede in Forschungs- und Entwicklungsergebnissen sind noch nicht ganz geklärt /10/.

2 AUFGABENSTELLUNG

Die Aufgabe dieser Arbeit ist es, das tribologische Verhalten von verschiedenen Si₃N₄-Werkstoffen bei Festkörpergleitreibung gegen sich selbst in einem großen Beanspruchungsfeld zu charakterisieren. Es sollen, aufbauend auf den Ergebnissen der tribologischen Untersuchungen und der oberflächenanalytischen Charakterisierung der Verschleißflächen von acht modernen, kommerziell erhältlichen Si₃N₄-Werkstoffen, die sich hinsichtlich chemischer Zusammensetzung, Herstellungsverfahren und Eigenschaften unterscheiden, für geschlossene Tribosysteme diejenigen Werkstoffe ausgewählt werden, die unter Festkörpergleitreibungsbedingungen ein günstiges Reibungs- und Verschleißverhalten aufweisen. Zusätzlich werden die Composites Si₃N₄-TiN und Si₃N₄-BN sowie eine auf S-Si₃N₄ abgeschiedene amorphe CVD-Si₃N₄-Schicht bei Festkörpergleitreibung untersucht, um mögliche Wege zur Verbesserung des tribologischen Verhaltens von Werkstoffen auf Si₃N₄-Basis aufzuzeigen.

Vor der tribologischen Beanspruchung sind die Zusammensetzung, das Gefüge, der Oberflächenzustand sowie die physikalischen und mechanischen Eigenschaften der Werkstoffe zu bestimmen bzw. zu untersuchen, um Zusammenhänge zwischen den Eigenschaften des Ausgangsmaterials und seinem tribologischen Verhalten zu erkennen.

Bei den tribologischen Untersuchungen unter Festkörperreibung sollen in einem Stift/Scheibe-System die Gleitgeschwindigkeit zwischen 0.03 und 5 m/s und die Temperatur zwischen 22 und 1000°C variiert werden. Die Versuche sollen bei 1 und 10 N Last in Luft bis zu einem Gleitweg von 1000 m durchgeführt werden. Die Beanspruchungsbedingungen sind während der Versuche konstant zu halten.

Ziel dieser Arbeit ist es, durch den Einsatz verschiedener oberflächenanalytischer Verfahren die Verschleißerscheinungsformen bzw. -mechanismen zu charakterisieren, tribochemisch gebildete Reaktionsschichten zu analysieren sowie, daraus abgeleitet, Verschleißmodelle zu entwickeln. Ebenfalls sollen in diesem Zusammenhang die mechanischen Spannungen und die Oberflächentemperaturen abgeschätzt werden.

3 LITERATURÜBERSICHT

Reibung tritt bei der Relativbewegung sich berührender Stoffbereiche von Körpern auf und wirkt dieser in Form einer Kraft entgegen /223/. Die dimensionslose Reibungszahl f ergibt sich dabei als Quotient der Reibkraft F_R und der Normalkraft F_N :

$$f = F_R/F_N \quad (3-1)$$

Verschleiß ist nach DIN 50320 /8/ definiert als der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers, hervorgerufen durch mechanische Ursachen, d. h. Kontakt und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers. Größe und Erscheinungsform von Reibung und Verschleiß hängen vom Tribosystem ab /8,9/.

Ein Verschleißmaß ist der volumetrische Verschleißkoeffizient k_v , der definiert ist als das Verschleißvolumen W_v , dividiert durch die Normalkraft F_N und den Gleitweg s :

$$k_v = W_v/(F_N \cdot s) \quad (3-2)$$

Man unterscheidet grundsätzlich vier Verschleißmechanismen /8/, die auch an Si_3N_4/Si_3N_4 -Gleitpaarungen nachgewiesen wurden /7/:

- Abrasion: Mikropflügen, Mikrofurchen
- Oberflächenzerrüttung: Mikrobrechen, Delamination
- Tribooxidation
- Adhäsion

Spröde keramische Werkstoffe neigen grundsätzlich zur Ribbildung. Risse bilden sich bei den Verschleißmechanismen der Abrasion und

der Oberflächenzerrüttung:

- bei Abrasion durch einmaligen Gleitvorgang
- bei Oberflächenzerrüttung durch wiederholtes Übergleiten.

Eine Zusammenstellung der Wechselwirkungen zwischen einer Druckbeanspruchung und der Reaktion der Keramikoberfläche findet sich bei Woydt und Habig /6/. Keramische Oberflächen werden bei der Druckbeanspruchung durch einen harten Gegenkörper elastisch und plastisch verformt. Bei höheren Lasten bilden sich verschiedene Rißtypen. In der Literaturübersicht von Woydt und Habig /6/ werden diese Rißtypen beschrieben sowie verschiedene Modellvorstellungen und -rechnungen diskutiert, aus denen die kritischen Spannungen für Rißbildungen und -wachstum abgeleitet wurden.

Die Spannungsverteilung an der Oberfläche von Si_3N_4 nach Richerson et al. /117/ sowie Hamilton und Goodman /118/ für eine Kugel/Scheibe-Anordnung bei Relativbewegung zeigt Bild 3-1.

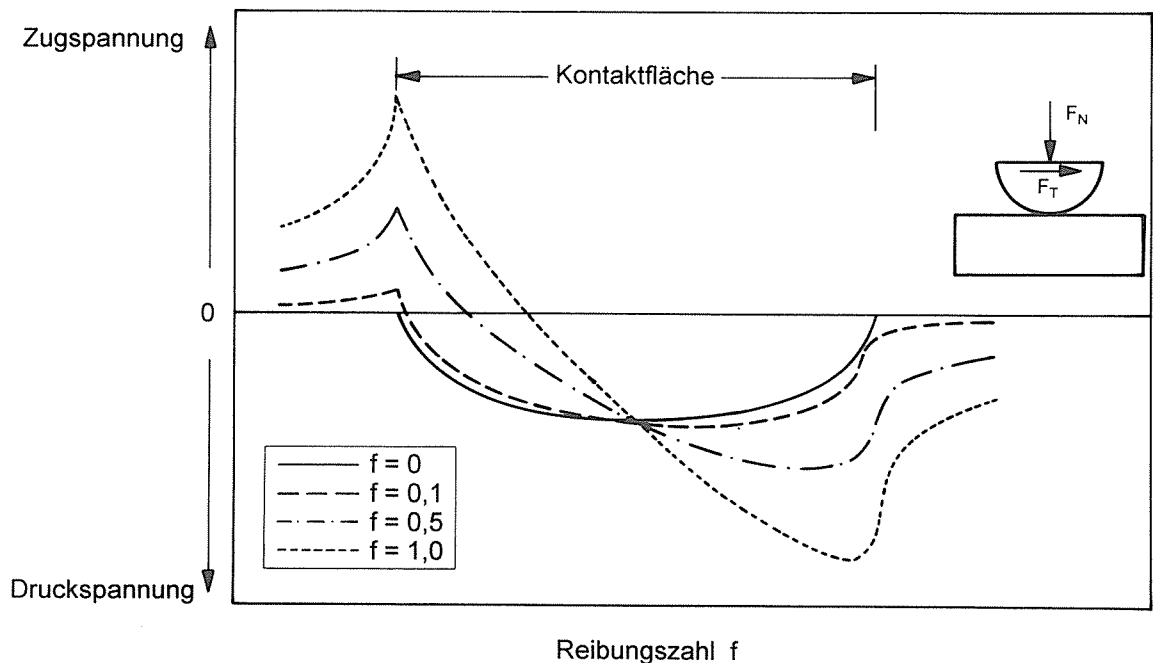


Bild 3-1: Schematische Darstellung der Spannungsverteilung an der Oberfläche von Si_3N_4 für eine Kugel/Scheibe-Anordnung mit Relativbewegung bei verschiedenen Reibungszahlen f /117,118/

Si_3N_4 neigt als spröder Werkstoff dazu, Spannungen im Material durch Risse abzubauen. Die Bilder 3-2 und 3-3 zeigen schematisch

neben plastisch verformten Oberflächenbereichen die sich bei statischer Punktbelastung und gleitender Beanspruchung bildenden radialen sowie die sich unterhalb der plastisch verformten Zone bei Entlastung bildenden lateralen Risse /12,37,137,239/. Die kritische Pressung, bei der sich laterale Risse bilden, ist nach Evans /154/ abhängig von der Bruchzähigkeit und der Härte des Werkstoffs. Verlängern sich die lateralen Risse bis zur Oberfläche oder erreichen sie eine kritische Länge, können große Bruchstücke abplatzen.

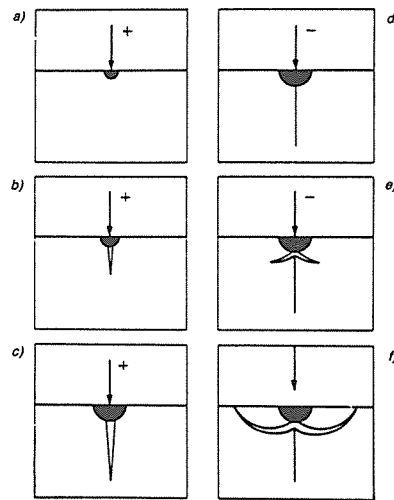


Bild 3-2: Plastische Zone, radiale und laterale Risse unter statischer punktförmiger Last /138/:
a-c) Belastung, d-f) Entlastung

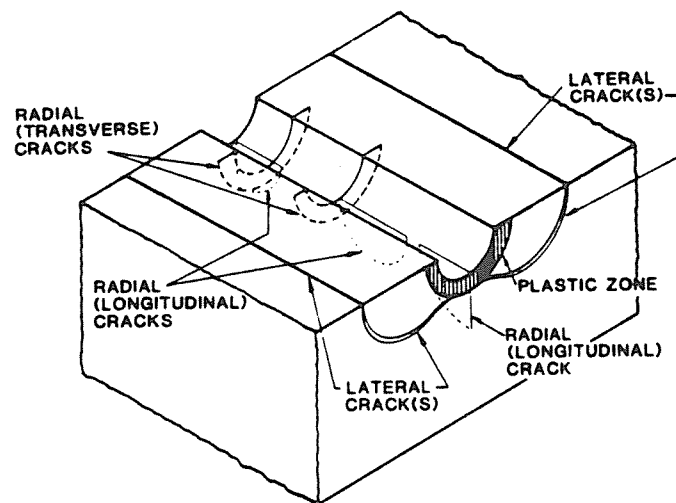


Bild 3-3: Oberfläche nach gleitender, dynamischer Beanspruchung mit plastisch verformten Bereichen, radialen und lateralen Rissen /137/

Die vektorielle Addition von Normal- und Tangentialkräften sowie die Spannungen im Bereich eines lateralen Risses unterhalb der

Oberfläche in Abhängigkeit von der Lage der Tribokontaktfläche relativ zum Riß sind schematisch in Bild 3-4 dargestellt /193/.

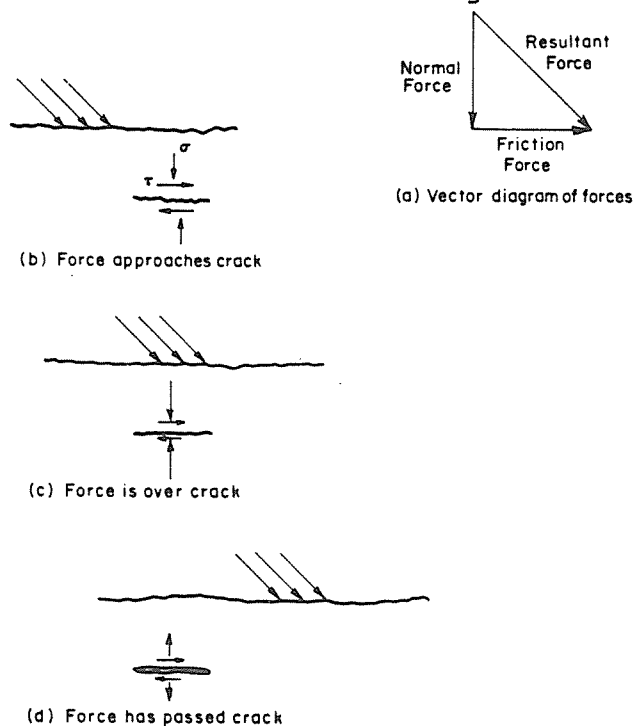


Bild 3-4: Wechselwirkung zwischen den Kräften bei tribologischer Beanspruchung und dem Spannungsfeld um einen lateralen Riß in Abhängigkeit von der Lage der Tribokontaktfläche relativ zum Riß /193/

Des weiteren ist aus der Literatur bekannt, daß eine wiederholte Beanspruchung bereits bei - im Vergleich zur einmaligen Beanspruchung - niedrigeren Lasten durch Zerrüttung und Verlängerung lateraler Risse entlang der Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Korn und Glasphase zur Ablösung großer Oberflächenbereiche und/oder zum Versagen der Probe führen kann /12,106,137,209,211,242/.

Die mechanischen Verschleißursachen und die Verschleißmechanismen bei Gleit- und Wälzbeanspruchung wurden für kommerzielle keramische Werkstoffe von Braza et al. /143/ sowie in der Literaturübersicht von Habig und Woydt /6,40/ beschrieben.

Gleitreibung und -verschleiß von Si_3N_4 -Werkstoffen

Nachfolgend werden die aus der Literatur bekannten Ergebnisse über das tribologische Verhalten von Si_3N_4 und neuen Composites mit Si_3N_4 -Matrix bei Festkörpergleitreibung zusammengefaßt. Die meisten Versuchsergebnisse wurden mit einem Stift/Scheibe-System er-

zielt, bei dem ein stationärer Probekörper (Stift) gegen eine rotierende Scheibe gedrückt wird. Die Reibfläche des stationären Probekörpers wird also ständig beansprucht und hat daher ein Eingriffsverhältnis von 1. Dieses ist definiert als Verhältnis von nomineller Berührungsfläche zu gesamter Lauf- bzw. Reibfläche /223/. Die Oberflächenbereiche in der Reibfläche der rotierenden Scheibe werden pro Umdrehung einmal belastet und einmal entlastet. Das Eingriffsverhältnis der rotierenden Scheibe lag generell unter 0.02.

Si₃N₄:

Für drei kommerzielle Si₃N₄-Werkstoffe wurden in Luft bei früheren eigenen Messungen im Temperaturbereich zwischen 22°C und 1000°C, für Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0.03 und 3 m/s sowie für Flächenpressungen über 1 MPa Festkörperreibungszahlen über 0.5 und integrale Verschleißkoeffizienten über $1 \cdot 10^{-5}$ mm³/Nm bestimmt /7, 11/. Reibungszahlen zwischen 0.3 und 1.1 sowie integrale Verschleißkoeffizienten über $1 \cdot 10^{-6}$ mm³/Nm sind für Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen auch aus anderen Arbeiten bekannt /12-17, 22-25, 249-251/.

Bei kleinen Gleitwegen, niedrigen Gleitgeschwindigkeiten und geringen Flächenpressungen sowie in feuchter Umgebung wurden von Tomizawa und Fischer /18/ Reibungszahlen unter 0.2 bestimmt. Nach Fischer et al. /19/ führt die tribochemische Bildung von SiO₂- oder SiOH-Schichten zur Senkung der Reibungszahlen bis auf 0.1.

- Einfluß der Gleitgeschwindigkeit

Bei Untersuchungen von Ishigaki et al. /14/ sowie Iwasa und Toibana /15/ an Si₃N₄/Si₃N₄ führte die Erhöhung der Gleitgeschwindigkeit in Luft bei 10 N und Raumtemperatur zu einem Anstieg der Reibungszahl von 0.55 bei 0.04 m/s auf 0.8 bei 1 m/s. Bei Untersuchungen von Sikra et al. /20/ stieg die Reibungszahl mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 0.15 auf 0.67. Bei 5 N und 22°C beobachteten Denape und Lamon /21, 233/ für Keramik/Keramik-Paarungen oberhalb von 0.5 m/s einen Abfall der Reibungszahl.

Bei 22°C, 3 N/mm² und Gleitgeschwindigkeiten über 0.2 m/s nahm nach Ishigaki et al. /14/ der Verschleißkoeffizient von Si₃N₄/

Si_3N_4 von $1 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ auf $6 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ zu, wobei dieser Anstieg durch das Auftreten von Mikrobrechen erklärt wurde.

Bei Messungen von Iwasa et al. /22/ an einem Block/Scheibe-System lag bei Raumtemperatur und 60 N Last zwischen 0.2 m/s und 2 m/s ein Verschleißmaximum, das, abhängig von der Zusammensetzung der Si_3N_4 -Werkstoffe, unterschiedlich stark ausgeprägt war.

- Einfluß der Umgebungstemperatur

Untersuchungen bei Flächenpressungen über 1 MPa und/oder Gleitgeschwindigkeiten über 0.1 m/s in Umgebungsatmosphäre /7,23,249/, in trockenem Stickstoff /24/ und im Vakuum /25/ ergaben unabhängig von der Umgebungstemperatur stationäre Reibungszahlen über 0.5. Für Flächenpressungen deutlich unter 1 MPa und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.02 m/s wurden in Luft mit einem Wasserdampfdruck von 700 Pa von Fischer und Tomizawa /13/ im Temperaturbereich von 150°C bis 600°C Reibungszahlen zwischen 0.15 und 0.3, bei über 30 % relativer Luftfeuchte bis 800°C 0.2 bis 0.4 /145/ gemessen.

Für $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ wurden bei einer Flächenpressung von 0.025 MPa und einer Gleitgeschwindigkeit von 0.2 m/s in Luft bis zu 600°C Reibungszahlen zwischen 0.2 und 0.4 und Verschleißkoeffizienten um $1 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ gemessen /25/. Die Reibungszahl stieg oberhalb von 600°C mit zunehmender Temperatur an und erreichte bei 800°C Werte über 0.7. Der Verschleißkoeffizient nahm zwischen 600°C und 900°C um fünf Größenordnungen auf über $1 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ zu /25/. Messungen von Mizutani et al. /26/ ergaben bei 0.2 m/s und 0.1 MPa Verschleißkoeffizienten von $1 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ bei 22°C und $5 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ bei 1000°C. Childs /249/ erhielt bei 0.1 m/s und 10 N Werte von $1 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ für 22°C und $1 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ für 600°C.

- Einfluß der Flächenpressung

Nur bei Flächenpressungen unter 1 MPa wurden in feuchter Umgebung z. T. kleine Reibungszahlen um 0.2 und Verschleißkoeffizienten in der Größenordnung von $1 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ gemessen /13,14,27/. Godfrey und Taylor /28/ bestimmten bei einer Flächenpressung von 0.01 N/mm² und einer Gleitgeschwindigkeit von 0.04 m/s im Temperaturbereich zwischen 22°C und 400°C für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ sogar Reibungs-

zahlen unter 0.1. Bei den Untersuchungen von Gee /27/ an $\text{RBSi}_3\text{N}_4/\text{RBSi}_3\text{N}_4$ in Luft stiegen die Reibungszahlen oberhalb einer kritischen Flächenpressung von 0.4 MPa von 0.2 auf über 0.7 und die Verschleißkoeffizienten von $1 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ auf $1 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Bei Reibleistungen ($P_R = f \cdot F_N \cdot v$) über 100 W lagen die Reibungszahlen nach Messungen von Fischer et al. /19/ über 0.5.

Die Literaturangaben zeigen, daß für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen in Luft nur unterhalb einer kritischen "Reibleistungsdichte" N_{RD} ($N_{RD} = f \cdot p \cdot v$), d. h. bei kleinen Reibungszahlen f , kleinen Flächenpressungen p und niedrigen Gleitgeschwindigkeiten v , niedrige Verschleißkoeffizienten unter $5 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ gemessen wurden. Reibungszahlen unter 0.5 bis 0.1 wurden nur für niedrige "p·v"-Werte gefunden. Bei tribologischer Beanspruchung oberhalb dieser Grenzwerte stiegen die Verschleißraten und/oder die Reibungszahlen durch die Zerstörung von adhäsiven oder tribochemisch gebildeten Reaktionsschichten an /13,14,27,249/. Dann war Verschleißpartikelbildung durch Mikrobrechen mit Verschleißkoeffizienten über $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ verschleißbestimmend. Ober- und unterhalb dieser "p·v"-Grenzwerte ist ein stärkerer Einfluß der Normalkraft bzw. der Flächenpressung auf das tribologische Verhalten von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen aus der Literatur nicht bekannt.

- Einfluß der Umgebungsatmosphäre

In trockener Stickstoffatmosphäre, trockener Argonatmosphäre sowie im Vakuum wurden allgemein Reibungszahlen über 0.5 gemessen /30/. Bei 22°C sank die Reibungszahl nach Fischer und Tomizawa /13/ sowie Sasaki /29/ unter Festkörpergleitreibungsbedingungen nur wenig von 0.8 in trockener Luft auf 0.6 bei einer relativen Luftfeuchte von 100 %. Nur bei Flächenpressungen unter 1 MPa wurden in wasserdampfhaltiger Umgebungsatmosphäre bis zu einer Temperatur von maximal 800°C niedrigere Reibungszahlen zwischen 0.1 und 0.4 beobachtet /13,14,28,30,31,145/, wobei gleichzeitig niedrige Verschleißraten gemessen wurden. Auch nach der Auslagerung in wasserdampfhaltiger Atmosphäre wurden bei niedrigen Flächenpressungen bis zu einer Temperatur von 650°C Reibungszahlen von 0.15 gemessen /13,25/. In Wasser und in aggressiven wäßrigen Medien sanken die Reibungszahlen für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen unter Mischreibung von 0.8 zu Versuchsbeginn auf Werte unter 0.05 /29,153,247/.

Bisherige Untersuchungen bei Festkörperreibung /13,24,25,32,33,145,202/ ergaben, daß der Verschleißbetrag sowohl im Vakuum als auch bei niedriger relativer Feuchte des Umgebungsmediums vorherrschend auf mechanisch bestimmte Verschleißmechanismen zurückzuführen ist. In trockener Umgebung war der Verschleißkoeffizient um bis zu zwei Größenordnungen höher als bei großer relativer Feuchte, wo tribochemischer Verschleiß dominierte /13,32,145,242/. Vor allem das Verschleißvolumen des rotierenden Probekörpers stieg in Luft bei abnehmender Feuchte stark an, während das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers nur wenig zunahm /14/.

Das Verschleißverhalten bei Raumtemperatur wurde in trockener Laborluft, in trockener Argon- und Stickstoffatmosphäre sowie im Vakuum durch Delamination und Mikrobrechen, in wasserdampfhaltiger Umgebungsatmosphäre bei kleinen Flächenpressungen bzw. niedrigen Reibleistungen durch die Bildung von reibungs- und verschleißmindernden Reaktionsschichten bestimmt /13,14,33,113/. Durch SIMS wurden in der Verschleißspur von Si_3N_4 im Vergleich mit den unbeanspruchten Bereichen erhöhte Si-, O- und H-Ionenkonzentrationen nachgewiesen /83/. Durch FT-IR-Spektroskopie, AES, ESCA und Röntgenbeugung an Verschleißpulvern und in der Verschleißfläche wiesen Enomoto et al. /94/, Fischer und Tomizawa /13/ sowie Akagawa et al. /116/ nach milder tribologischer Beanspruchung, d. h. für niedrige "p·v"-Werte, hohe Si- und O-Konzentrationen bzw. Si-O-Bindungen und in feuchter Umgebung zusätzlich O-H-Bindungen nach, die auf die Bildung von Silanol ($\text{Si}(\text{OH})$) oder ($\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) zurückgeführt wurden. Da bei diesen Bedingungen in den Si_3N_4 -Verschleißflächen Stickstoff meist nicht nachgewiesen wurde, ist dies ein eindeutiger Hinweis auf tribochemische Schichtbildung.

Bei den Untersuchungen von Kimura et al. /167/ bei 294 N, einer Flächenpressung von 3.5 N/mm^2 und $0.83 \cdot 10^{-3} \text{ m/s}$ in einem drei Stift/Scheibe-System nahm das Verschleißvolumen in Umgebungs-, Stickstoff- und Argonatmosphäre sowohl bei einer relativen Feuchte von 3 %, bei der der tribochemische Verschleiß eine untergeordnete Rolle spielt, als auch bei 85 % relativer Feuchte, bei der tribochemischer Verschleiß bestimmend ist, linear mit dem Gleitweg zu. Der Verschleißbetrag nach einem Gleitweg von 120 m war jedoch bei einer relativen Feuchte von 3 % zwei- bis zehnmal größer als bei 85 % /167/.

- Einfluß durch Voroxidation

Yamamoto et al. /30/ untersuchten den Einfluß einer Voroxidation auf das tribologische Verhalten von Si_3N_4 . Dazu wurden die Si_3N_4 -Proben vor den Versuchen durch eine einstündige Auslagerung bei 1000°C voroxidiert, so daß sich dünne Oxidschichten bildeten. Die Versuche wurden anschließend bei Raumtemperatur in Luft mit einer relativen Feuchte um 60 % sowie in Argon-Atmosphäre bei "p-v"-Werten unter 0.25 W/mm^2 durchgeführt /30/ und ergaben Reibungszahlen um 0.1, während ohne Voroxidation Werte über 0.5 gemessen wurden. Nach der Voroxidation wurden auch niedrigere Verschleißraten gefunden. Durch die Auslagerung bei Raumtemperatur in feuchter Umgebung bildeten sich ebenfalls Reaktionsschichten auf Si_3N_4 , die bei Untersuchungen von Fischer et al. /19/ bei kleinen "p-v"-Werten reibungs- und verschleißmindernd wirkten. Untersuchungen von Habig und Woydt /132/ zeigten z. B. für SiC/SiC eine Abhängigkeit zwischen der Oxidschichtdicke und dem tribologischen Verhalten.

- Einfluß des Gleitwegs

Zu Versuchsbeginn wurden für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen Reibungszahlen zwischen 0.2 und 0.4 gemessen /85/. Reibungszahlen über 0.5 wurden bei Flächenpressungen über 1 MPa bereits nach Gleitwegen zwischen 0.1 m und 10 m erreicht /16,18,35-37/. Nach einer Voroxidation stiegen die Reibungszahlen bei Reibungsenergien, d. h. dem Produkt aus Normalkraft und Gleitweg, oberhalb von 20 Nm von 0.2 auf über 0.7 an /19/. Die niedrigen Reibungszahlen wurden auf adsorbierte und/oder tribochemisch gebildete SiO_2 -, $(\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O})$ - oder $\text{Si}(\text{OH})_x$ -Schichten zurückgeführt /13,94,116,242/.

Bei den Untersuchungen von Skopp et al. /7/, Kimura et al. /33, 167/, Ajayi und Ludema /36/, Derby et al. /39/, Childs /249/ sowie Woydt und Habig /40/ nahm das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen bei Festkörperreibung nahezu linear mit dem Gleitweg zu und war oberhalb von 1 N/mm^2 in weiten Bereichen unabhängig von der Flächenpressung.

- Einfluß von Gefüge, Härte und Bruchzähigkeit

Über den Einfluß der Gefügebildung auf den Verschleißwiderstand

von Si_3N_4 sind aus der Literatur keine eindeutigen Aussagen bekannt, über den der mechanischen Eigenschaften gibt es unterschiedliche Angaben. So fanden z. B. Dworak et al. /41/ sowie Kim et al. /155/ für keramische Werkstoffe keine Korrelation zwischen Verschleißwiderstand und Gefüge bzw. mechanischen Eigenschaften. Bei vorherrschendem Abrasivverschleiß wird erwartet, daß der Verschleißwiderstand mit zunehmender Härte und Bruchzähigkeit zunimmt /6/. Untersuchungen von Ishigaki et al. /14/ zeigten, daß bei einer Gleitpaarung Diamant-Stift/ Si_3N_4 -Scheibe Reibungszahl und Verschleißkoeffizient mit zunehmender Bruchzähigkeit sinken, während der Einfluß der Härte nur gering ist. Si_3N_4 -Werkstoffe, die mit La_2O_3 dotiert wurden und eine vergleichsweise hohe Bruchzähigkeit aufwiesen, hatten bei Raumtemperatur und Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0.2 und 2 m/s einen im Vergleich zu anderen Si_3N_4 -Werkstoffen erhöhten Verschleißwiderstand /22/.

- Einfluß der Kontaktgeometrie

Der Einfluß des Eingriffsverhältnisses auf das Verschleißverhalten ist für den Konstrukteur als technologische Größe von Bedeutung. Für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ war in trockener Stickstoff-, Argon- und Sauerstoffatmosphäre der Verschleißbetrag des rotierenden Probekörpers mit einem Eingriffsverhältnis unter 0.02 um über eine Größenordnung höher als der des stationären Probekörpers mit einem Eingriffsverhältnis von 1 /13,14,24,25,45/. Bei Untersuchungen an Si_3N_4 bei Festkörpergleitreibung in Luft mit 20 % bis 40 % relativer Feuchte war der Verschleißbetrag am rotierenden Probekörper ebenfalls größer als am stationären /7/. In Luft mit über 90 % relativer Feuchte waren die Verschleißbeträge etwa gleich groß /13,14/. Tribochemisch gebildete Reaktionsschichten senkten insbesondere den hohen Verschleiß des rotierenden Probekörpers.

- Einfluß der Verschleißpartikel

Durch Oberflächenzerrüttung und Mikrobrechen sowie durch das Abplatzen von tribochemisch gebildeten Reaktionsschichten entstanden Verschleißpartikel, die das tribologische Verhalten von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen zusätzlich beeinflussten /7,13,16,40,85/. Die plastische Verformung und Abscherung von Verschleißpartikeln zwischen den Kontaktflächen führte dabei durch die Dissipation von

Reibarbeit zu hohen Reibungszahlen über 0.5 /7/. Bei Raumtemperatur sank die Reibungszahl durch das Entfernen von Verschleißpartikeln aus der Kontaktfläche von 0.8 auf Werte um 0.3 /30,44/.

Verschleißpartikel können, abhängig von den Beanspruchungsbedingungen, der Umgebungsatmosphäre und der Kontaktgeometrie, die Reibungszahl und die Verschleißrate von Keramik/Keramik-Paarungen sowohl erhöhen als auch senken /30,46,47,233,237/. Durch die Oxidation und die Adhäsion der Verschleißpartikel bildeten sich Verschleißpartikelagglomerate bzw. -schichten, deren Einfluß auf das tribologische Verhalten von den Beanspruchungsbedingungen, der Kontaktgeometrie, der relativen Feuchte sowie dem Umgebungsmedium abhängen kann /7,13,24,233,250/.

Nach theoretischen Überlegungen sowie experimentellen Untersuchungen von Berthier /237/ akkommodiert sich die Scherung in den Verschleißpartikeln und Oberflächenschichten zwischen den Kontaktflächen an die relative Gleitgeschwindigkeit. Dabei sind zwanzig Mechanismen ("Velocity-Accommodation-Mechanisms" (VAM's)) bekannt.

Die mechanischen Eigenschaften, die Größe und die Form der Verschleißpartikel sowie die Adhäsionskräfte zwischen den Partikeln hängen von der Umgebungsfeuchte bzw. dem Umgebungsmedium ab /13,14,45,46,47/. Die plastische Verformbarkeit der Partikel sowie oberflächennaher Bereiche kann sich durch chemisorbierte Moleküle ändern /136,151/. In wasserdampfhaltiger Atmosphäre bildeten sich an der Oberfläche der Verschleißpartikel tribochemische Reaktionsprodukte mit polaren Bindungen, die die Adhäsionsneigung bzw. die Bindungskräfte zwischen den Verschleißpartikeln erhöhten /13/. Bei Raumtemperatur wurden in trockener Umgebung keine tribochemischen Schichten auf den Verschleißpartikeln nachgewiesen /33,113/, wobei die Adhäsionsneigung zwischen den Verschleißpartikeln sehr gering war und keine Agglomeratbildung beobachtet wurde.

- Einfluß der Versuchseinrichtung

Bei vorgegebenen Versuchsbedingungen (22°C, 10 N, 0.1 m/s) wurden in verschiedenen Laboratorien mit unterschiedlichen Versuchseinrichtungen in Stift/Scheibe-Anordnung für Si₃N₄/Si₃N₄ Festkörperreibungszahlen von $f = 0.70 \pm 0.21$ und nach einem Gleitweg von

1000 m für den stationären Probekörper Verschleißvolumen W_v von $(0.10 \pm 0.05) \text{ mm}^3$ bzw. integrale Verschleißkoeffizienten $k_{v,0-s}$ von $(1 \pm 0.5) \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ gemessen /37/. Ähnliche Versuchsbedingungen führten also zu gut reproduzierbaren Ergebnissen.

- Einfluß von Schwingungen

Wechselwirkungen zwischen Antrieb und Tribokontakt rufen immer Schwingungen hervor, die das tribologische Verhalten sowie die Reibkraftmessung beeinflussen können /42,43/. Veränderungen an der Versuchsanordnung, z. B. die Erhöhung der Steifigkeit des Lastarmes, beeinflussten durch ein verändertes Schwingungsverhalten der Versuchsanordnung das tribologische Verhalten von Gleitpaarungen /43,170/. Eine eindeutige Korrelation wurde bei diesen und anderen Untersuchungen jedoch nicht nachgewiesen.

CVD-Si₃N₄:

Bei Untersuchungen von Miyoshi et al. /59/ stieg im Vakuum die Reibungszahl von reinem CVD-Si₃N₄ auf einem Silizium-Substrat gegen Si₃N₄ bei 0.05 mm/s und einer Normalkraft bis maximal 1.7 N oberhalb von 400°C von 0.3 bis auf 0.9. Weitere Ergebnisse sind für CVD-Si₃N₄-Beschichtungen bei Gleitreibung nicht bekannt.

Gleitreibung und -verschleiß von Composites mit Si₃N₄-Matrix:

Die untersuchten Si₃N₄-Composites enthalten TiN oder BN als zusätzliche kristalline Phase, deren tribologisches Verhalten das des Verbundwerkstoffs mitbestimmen kann. Nach Literaturangaben ist zu erwarten, daß das tribologische Verhalten von Si₃N₄ bei Festkörperreibung durch die Zugabe von Titannitrid /48-53,169/, das bei tribologischer Beanspruchung selbstschmierende Oxidschichten bilden kann, oder durch die Zugabe von Bornitrid (BN) als Festschmierstoff /54-58/, das an der Oberfläche einen tribologisch günstigen Film bilden kann, verbessert wird.

Si₃N₄-TiN:

Die Festigkeit und die Bruchzähigkeit von Si₃N₄ wurden durch die Einlagerung von Titannitrid (TiN) verbessert /38,71/. Mit zuneh-

mender Bruchzähigkeit wird im Trockenlauf bei Gleit- und Wälzbeanspruchung ein Anstieg der Verschleißbeständigkeit erwartet /6, 155/. Neue Untersuchungen von Imada et al. /169/ ergaben bei Raumtemperatur sowie 5 bis 20 N Last für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ bei oszillierender Beanspruchung niedrigere Verschleißkoeffizienten als für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$, die mit zunehmender Luftfeuchte weiter abnahmen, mit zunehmender Last jedoch anstiegen. Die Bildung und die Zusammensetzung der Reaktionsschicht auf $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ waren dabei von der Luftfeuchte und der Umgebungsatmosphäre abhängig /169/. Das Verhalten bei Festkörpergleitreibung ist bisher nicht bekannt.

An TiN/TiN -Gleitpaarungen wurden bei Raumtemperatur in Luft, abhängig von den Beanspruchungsbedingungen, Reibungszahlen zwischen 0.1 und 0.4 gemessen, während die Reibungszahlen im Vakuum allgemein über 0.5 lagen /48,49,50/. Bei Untersuchungen an $\text{TiO}_2/\text{TiO}_2$ -Paarungen wurden im Vakuum ebenfalls Reibungszahlen über 0.5 gemessen /48,49/. Die niedrigen Reibungszahlen sind daher vermutlich auf die Adsorption von H_2O und nicht allein auf die Bildung von TiO_2 zurückzuführen.

Nach den theoretischen Betrachtungen von Gardos et al. /51,52/ sowie den Ergebnissen von Heshmat und Shapiro /53/ sind niedrige Scherspannungen und niedrige Reibungszahlen zu erwarten, wenn sich eine unterstöchiometrische $\text{TiO}_{1.93-1.98}$ -Phase bildet. Ursache sind planare Anion-Leerstellen (Magneli-Zustandsphasen) im Kristall, wodurch die Reibungszahl in Luft von über 0.5 bis auf 0.15 und die kritischen Scherspannungen in der (001)-Ebene dieser unterstöchiometrischen Phase bis auf 8 MPa sanken, während für TiO_2 und für $\text{TiO}_{1.8}$ 80 MPa angegeben wurden /52/.

$\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$:

Bei der Verwendung von Bornitrid (BN) als Festschmierstoff in pulvriger Form wurden für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitlager bei kleinen Flächenpressungen, hohen Gleitgeschwindigkeiten und 22°C Reibungszahlen um 0.2 bestimmt /54/. Für BN/BN -Reibpaarungen wurden bei Raumtemperatur in wasserdampfhaltiger Atmosphäre Reibungszahlen zwischen 0.1 und 0.2 angegeben, während in trockener Sauerstoffatmosphäre und im Vakuum Werte zwischen 0.3 und 0.7 gemessen wurden /55,166,111,216,252/. Ob in hexagonalem BN bei Anwesenheit von

Wasserdampf die Zwischengitterkräfte kleiner werden /84/, die Einlagerung von kondensierendem flüssigen Wasser in Kristalldefekten zu einer Abnahme der Oberflächenspannung und der kritischen Scherspannung oder ob eine Reaktionsschichtbildung zu einer Senkung der Scher- bzw. Reibkräfte führt /156,216,252/, ist nicht geklärt.

Nach Kowbel und Sathe /140/ führen kleine, in einer Si_3N_4 -Matrix dispers verteilte Bornitrid-Partikel zu einer Senkung der Reibungszahlen und Verschleißraten. Für Si_3N_4 -BN/ Si_3N_4 -BN-Gleitpaarungen wurden bei Raumtemperatur Reibungszahlen zwischen 0.04 und 0.23 gemessen /56,57,139/. Untersuchungen von Iwasa und Kakiuchi /58/ bei 10 N Last und Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0.01 und 0.08 m/s ergaben, daß der integrale Verschleißkoeffizient von Si_3N_4 bei Raumtemperatur durch die Zugabe von 20 Gew.-% BN um eine Größenordnung auf $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ gesenkt wird.

Die Scherfestigkeit von heißgepreßtem, hexagonalem BN ist mit 12 bis 25 MPa viel kleiner als die von heißgepreßtem Si_3N_4 mit 480 bis 960 MPa /195/. Für Si_3N_4 -Werkstoffe mit dem intrinsischen Festschmierstoff BN sind niedrigere Scherwiderstände und niedrigere Reibungszahlen als für Si_3N_4 zu erwarten, wenn BN bei tribologischer Beanspruchung an der Oberfläche verteilt wird. Da der Elastizitätsmodul von heißgepreßtem BN mit 20 bis 100 GPa und die Härte mit 280 HK wesentlich kleiner sind als für Si_3N_4 /196/, ergeben sich bei Beanspruchung größere Kontaktflächen mit niedrigeren Flächenpressungen sowie, bedingt durch die niedrigen Reibungszahlen, kleinere Hot-Spot-Temperaturen. Damit ist bei Gleitbeanspruchung durch die Zugabe von BN bei Filmbildung eine Erhöhung des Verschleißwiderstands von Si_3N_4 zu erwarten.

4 WERKSTOFFCHARAKTERISIERUNG

Die kommerziellen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe bestehen aus feinen, ca. 1 μm großen Körnern (α - Si_3N_4 / β - Si_3N_4), die von einer meist amorphen Sekundärphase umgeben sind. β - Si_3N_4 hat eine hexagonale Kristallstruktur mit der Raumgruppe $P6_3$ /201/. Die Bindung der Atome im Kristall ist zu 70 % kovalent und zu 30 % ionisch. Abhängig von der Art und Menge der verwendeten Sinterhilfsmittel und Additive sowie vom Herstellungsverfahren enthält polykristallines Si_3N_4 zwischen 2 und 25 Gew.-% Glasphase. Den Si_3N_4 -Werk-

stoffen werden dabei als Sinterhilfsmittel Y_2O_3 , Al_2O_3 , MgO und SiO_2 sowie in meist geringerer Konzentration Yb_2O_3 , La_2O_3 , ZrO_2 oder CeO_2 zugegeben. Auf SSi_3N_4 (ND200)-Substraten wurde im CVD-Prozeß /232/ bei $800^\circ C$ und 1 mbar eine 5 μm dicke Si_3N_4 -Schicht abgeschieden. Die Wachstumsrate betrug 1 μm pro Stunde. Die Si_3N_4 -Composites enthalten, anders als die herkömmlichen Si_3N_4 -Werkstoffe mit Glasphase, eine zusätzliche kristalline Phase, die bei der Beurteilung des tribologischen Verhaltens zu berücksichtigen ist.

In der Gesamtheit der Literatur wurde bisher über die tribologische Beanspruchung von Si_3N_4 -Werkstoffen aus den verschiedensten Herstellungsprozessen und mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung berichtet. Da die Versuchs- und Beanspruchungsbedingungen sowie die Prüfgeräte sehr unterschiedlich waren, wurden hier verschiedenste Si_3N_4 -Materialien erstmals unter jeweils gleichen Versuchsbedingungen tribologisch charakterisiert.

Die Herstellung der in dieser Arbeit untersuchten, dichten Si_3N_4 -Werkstoffe erfolgte sowohl durch Sintern (S) als auch durch Gasdrucksinterverfahren (GPS, GPSRB) und verschiedene Heißpreßverfahren (HP, HIP, HIPRB), wobei der Anteil der Sinteradditive bei höheren Drücken gesenkt werden kann. Einen Überblick über die verschiedenen Herstellungs- und Formgebungsverfahren von Si_3N_4 geben Quackenbush /135/ sowie Lange, Wötting und Winter /203/.

Um die Reaktion des Werkstoffgefüges auf die tribologische Beanspruchung besser verstehen zu können, wurden umfassende Untersuchungen zur Charakterisierung des Gefüges und der Eigenschaften durchgeführt sowie die Werkstoffdaten zusammengetragen. Die chemische Zusammensetzung (Tabelle 4.1-1), die physikalischen und mechanischen Eigenschaften (Tabellen 4.2-1 und 4.2-2), die Härte (Tabelle 4.4-1), die Mittelwerte der Rauheiten vor der Beanspruchung sowie der Bearbeitungszustand (Tabelle 4.6-1) und die Eigenspannungen (Tabelle 4.6-2) sind für acht unterschiedlich hergestellte und zusammengesetzte, kommerziell erhältliche Si_3N_4 -Materialien angegeben. Zusätzlich enthalten die Tabellen Werte für die Composites Si_3N_4 -TiN (EDM(erodierbares)- Si_3N_4) und Si_3N_4 -BN sowie für eine amorphe CVD- Si_3N_4 -Schicht.

4.1 Chemische Zusammensetzung

Eine schnelle Methode zur qualitativen Bestimmung der im Material enthaltenen Elemente mit Ordnungszahlen über acht ist die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA). Die mit dem RF-Sequenzspektrometer Siemens SRS-303 nachgewiesenen Elemente sind in Tabelle 4.1-1 angegeben. Die Elementkonzentrationen wurden nach einem naßchemischen Probenaufschluß mit dem ICP(Induced Coupled Plasma)-Verfahren spektroskopisch bestimmt und sind in Gew.-% angegeben. Die Additivgehalte der gasdruckgesinterten sowie der heißgepreßten Si_3N_4 -Werkstoffe sind deutlich niedriger als der Additivgehalt des konventionell gesinterten SSi_3N_4 (ND200) (Tabelle 4.1-1). Die Sauerstoff- und Stickstoff-Konzentrationen wurden mittels GDOS (Leco-Tester) gemessen. Die Summe der Elementkonzentrationen ergab für Si_3N_4 -TiN nur 90 Gew.-%. Bei EDX- und ESMA-Analysen wurde in diesem Fall ein um 8 bis 10 Gew.-% höherer Si-Gehalt als bei der chemischen Analyse gemessen. Nach Herstellerangaben enthält dieser Werkstoff zwischen 30 und 35 Gew.-% TiN. Der BN-Gehalt der drei untersuchten Si_3N_4 -BN-Composites beträgt 5, 10 und 20 Gew.-%.

Material	Elementkonzentration (Gew.-%)															RFA:		
	Si	N	O	Ti	Y	Al	Mg	Fe	Ca	La	Ce	Zr	Sr	C	Σ	Hauptbestandteile	Nebenbestandteile	Spuren
SSi_3N_4 (ND 200)	51,40	33,60	6,84	< 0,01	6,85	1,78	0,005	0,05	0,2	0,04	—	—	—	0,18	100,92	Si,Y	Al	Cr,Ca,S,Fe,Na
GPS- Si_3N_4 (ESK)	58,34	35,98	2,86	< 0,01	< 0,01	0,97	< 0,01	0,27	0,1	—	—	—	—	0,34	98,89	n.b.	n.b.	n.b.
GPS- Si_3N_4 (SN 73)	55,91	33,17	4,30	0,02	0,04	0,03	1,08	0,02	—	—	0,6-0,7	1,4	0,5	—	97,1	Si,Zr	Sr,Fe,Y,Ce,Ca	Cu,Zn,Ni,Ti,Cl,K
GPS-RBS Si_3N_4 (ESK)	55,80	36,77	2,20	3,44	< 0,01	0,61	< 0,01	0,56	—	2,14	—	—	—	—	101,5	Si	La,Ti,Al,Fe	Cl,K,Ca,S,P,Na
HP- Si_3N_4 (ESK)	57,23	33,53	2,82	0,02	< 0,01	0,12	1,07	0,44	0,2	—	—	—	—	0,3	95,7	Si	Ca	Fe,Zr,Y,Cu,Zn,Ni,Mn,V,Ti,S,Cl,K
HIP- Si_3N_4 (FX-950)	50,94	34,15	4,72	< 0,01	6,32	2,79	0,12	0,13	0,21	0,05	—	—	—	0,49	99,92	n.b.	n.b.	n.b.
HIP- Si_3N_4 (ESK)	57,20	33,57	2,95	0,03	0,02	0,09	0,95	0,50	0,27	—	—	—	—	0,3	96,1	Si	Ca	Fe,Zr,Y,Cu,Zn,Ni,Mn,V,Ti,S,Cl,K
HIP-RBS Si_3N_4 (411)	57,03	36,77	3,19	0,07	2,62	1,06	<0,005	0,21	—	0,03	—	—	—	0,23	101,23	n.b.	n.b.	n.b.
Si_3N_4 -TiN (ESK)	28,75	27,52	2,39	28,8	< 0,01	0,09	0,76	1,98	0,1	—	—	—	—	0,2	90,5	n.b.	n.b.	n.b.

n.b.: nicht bestimmt

Angaben: TU Berlin; NPL Teddington, GB; ESK GmbH Kempten; BAM-1.44

Tabelle 4.1-1: Elementkonzentrationen der Si_3N_4 -Werkstoffe in Gew.-%

- Röntgenbeugungsuntersuchungen am unbeanspruchten Material

Die Röntgenbeugungsdiagramme der kommerziellen Si_3N_4 -Ausgangsmaterialien enthalten allgemein gut ausgeprägte β - Si_3N_4 -Reflexe /7/. Daneben wurden nur einzelne, schwach ausgeprägte Peaks gemessen, die α - Si_3N_4 , SiO_2 , Yttrium-Silikaten oder Y-N-Apatit zugeordnet werden konnten. Für GPS-RBS Si_3N_4 mit 4 Gew.-% TiN sowie für Si_3N_4 mit 32 Gew.-% TiN treten ausgeprägte β - Si_3N_4 - und TiN-Peaks auf.

4.2 Physikalische und mechanische Eigenschaften

In Tabelle 4.2-1 sind die physikalischen und mechanischen Eigenschaften der tribologisch untersuchten kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe, in Tabelle 4.2-2 diese Eigenschaften im Vergleich mit denen der neuen Composites mit Si_3N_4 -Matrix zusammengestellt.

Material	E [GPa]	m	$\delta_{4,2}$ RT/900°C [MPa]	$\delta_{3,2}$ 1100°C [MPa]	K_{Ic} [MPa·m ^{1/2}]	α (RT-1000°C) [10 ⁻⁶ /K]	λ RT [W/(m·K)]	c_p [J/(g·K)]	HV 0,2**	ρ [g/cm ³]	R [Ω /cm]
SS Si_3N_4 (ND 200)	280	15	750(637*)/n.b.	n.b.	6	3,4	30	0,8	1387 ± 76	3,25	10 ¹⁴
GPS- Si_3N_4 (ESK)	308	12	712/611	311	7,2	3,5	30	n.b.	1624 ± 116	3,27	10 ¹²
GPS- Si_3N_4 (SN 73; NGK)	320	20,4*	1050*/650	750(1200°C)	7	3,1 (RT-800°C)	24	n.b.	1649 ± 78	3,24	n.b.
GPS-RBS Si_3N_4 (ESK)	305	12	698/522	419	6,8	3,7	30	n.b.	1593 ± 37	3,33	n.b.
HP- Si_3N_4 (ESK)	320	15	778/422	328	6,7	3,5	40	n.b.	1658 ± 33	3,19	10 ¹³
HIP- Si_3N_4 (FX-950)	300	9	950(835*)/n.b.	n.b.	7	3,6	20	n.b.	1672 ± 86	3,32	10 ¹⁴
HIP- Si_3N_4 (ESK)	320	15	850/n.b.	n.b.	6,5	3,6	40	n.b.	1834 ± 114	3,18	10 ¹³
HIP-RBS Si_3N_4 (411)	290 - 315	10	850(426*)/n.b.	n.b.	5,6	3,9 (RT-1200°C)	46	0,7	1474 ± 100	3,26	n.b.

n.b. : nicht bestimmt

E : Elastizitätsmodul

m : Weibull - Modul

$\delta_{4,2}$: Vierpunkt - Biegebruchfestigkeit

$\delta_{3,2}$: Dreipunkt - Biegebruchfestigkeit

K_{Ic} : Bruchzähigkeit

α : Linearer Ausdehnungskoeffizient

λ : Wärmeleitfähigkeit

c_p : Wärmekapazität

HV : Vickers - Härte (DIN 50133)

ρ : Dichte

R : Spezifischer elektrischer Widerstand

*: Anwenderangaben; **: BAM-Messung; sonstige: Herstellerangaben

Tabelle 4.2-1: Mechanische und physikalische Eigenschaften der Si_3N_4 -Werkstoffe bei 22°C

Vor der tribologischen Beanspruchung wurden einzelne Si_3N_4 -Probekörper mittels Ultraschallmikroskopie bei einer Auflösung von etwa 50 μm untersucht. Die Werkstoffe waren porenfrei und ohne große Fehler. Der mittels Ultraschall bestimmte Elastizitätsmodul weicht maximal um 10 % von den in Tabelle 4.2-1 angegebenen Werten ab, die aus Prospekt- und Firmenangaben entnommen wurden.

Die Bruchzähigkeit und der Ausdehnungskoeffizient der untersuchten kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe variieren, unabhängig von der Zusammensetzung und dem Herstellungsprozeß, nur wenig (Tabellen 4.2-1 und 4.4-1). Die höchsten Bruchzähigkeiten wurden dabei jedoch für das gasdruckgesinterte Si_3N_4 (SN73) gemessen, das durch den geringen Gehalt und die Verwendung neuartiger Additive auch eine große Biegebruchfestigkeit und eine hohe Oxidationsbeständigkeit aufweist /238/. Der Weibull-Modul dieses Materials ist deutlich höher als der der drucklos gesinterten Si_3N_4 -Materialien (Tabelle 4.2-1) /238/.

Die Wärmeleitfähigkeit von amorphen CVD- Si_3N_4 -Schichten ist mit 4.18 W/(m·K) gering /67/ (Tabelle 4.2-2), während sie für teilkristalline CVD- Si_3N_4 -Schichten 58.5 W/(m·K) beträgt /120/.

Bruchzähigkeit und Ausdehnungskoeffizient von Si_3N_4 erhöhen sich durch die Zugabe von TiN (Tabellen 4.2-1 u. 4.2-2). Nach Bellosi et al. /71/ führt die Zugabe von 35 Gew.-% TiN zu einer Verdoppelung der Bruchzähigkeit von Si_3N_4 . Durch die plastische Verformbarkeit der TiN-Körner können Spannungen im Gefüge abgebaut werden.

Material	E [GPa]	m	δ_{4B} [MPa]	K_{Ic} [MPa·m ^{1/2}]	α [10 ⁻⁶ /K]	HV 0,2*	λ [W/(m·K)]
Si_3N_4 (8 Mat.)	280-320	9-20	700-1050	5.6-7.2	3.1-3.9	1387-2050	20-46
Si_3N_4 -TiN (ESK)	295	> 12	735	8.2/9.2 ³	5.7	1860	45
Si_3N_4 -BN (HIM)	—	—	—	5-6.5 ⁵	—	220	—
CVD- Si_3N_4 (TNO)	—	—	—	—	2.95 ¹	1547*	4.18

1: /66/; 2: /67/; 5: /58/; 3: /69/

*: HK 0,2; *: Labormessungen

Tabelle 4.2-2: Mechanische und physikalische Eigenschaften von CVD- Si_3N_4 und Si_3N_4 -Composites im Vergleich zu kommerziellen Si_3N_4 -Materialien bei 22°C

Die heißisostatisch gepreßten Si_3N_4 -BN-Composites enthalten als intrinsischen Festschmierstoff hexagonales Bornitrid. Untersuchungen von Iwasa und Kakiuchi /58/ ergaben, daß der Elastizitätsmodul von 300 GPa für polykristallines Si_3N_4 mit zunehmendem BN-Gehalt auf 34.1 GPa für Si_3N_4 mit 30 Gew.-% BN sinkt.

Die Eigenschaften von TiN, TiO_2 , hexagonalem BN und B_2O_3 sind in Tabelle A4.2-1 (Kap. 14.1) angegeben /50,72/. Die Scherfestigkeit, der Elastizitätsmodul, die Biegefestigkeit und die Härte von TiO_2 , BN und B_2O_3 sind im Vergleich zu Si_3N_4 klein. Die Bruchzähigkeit von heißisostatisch gepreßtem kubischem TiN beträgt $5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, die Wärmeleitfähigkeit $30 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ und die Vickers-Härte 1800 HV, während für TiO_2 ein Härtewert von 980 HV angegeben wurde /76/. Die Ausdehnungskoeffizienten und die Wärmeleitfähigkeiten der Sekundärphasen in den Si_3N_4 -Werkstoffen sind in den Tabellen A4.2-2 und A4.2-3 in Abhängigkeit von der Temperatur zusammengestellt.

Wichtige mechanische und physikalische Eigenschaften von SiO_2 -, $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ -, MgSiAlON- und YSiAlON-Glasphasen bei Raumtemperatur sind in Tabelle A4.2-4 im Vergleich mit den α - und β - Si_3N_4 -Einkristallen zusammengestellt. Die Härte der Glasphasen in Si_3N_4 liegt zwischen 800 HV 0.5 und 1200 HV 0.5. Oberhalb der Transformationstemperatur von YSiAlON-Glasphasen bei etwa 950°C können Spannungen im Bereich der Korngrenzphasen durch viskoses Fließen abgebaut werden /198/. Über 1000°C zeigt polykristallines Si_3N_4 ein duktileres Verhalten mit Korngrenzengleiten sowie einen Anstieg der Bruchzähigkeit /199/. Die Wärmeleitfähigkeit von SiO_2 beträgt nur $1.2 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, die Biegefestigkeit 50 bis 120 MPa, der Elastizitätsmodul 75 GPa und die Härte 600 HV 0.5 bis 800 HV 0.5 /152/.

In Tabelle A4.2-5 sind die Schmelzpunkte verschiedener Phasen angegeben. Bei 1900°C und einem Stickstoffpartialdruck von 1 bar zersetzt sich Si_3N_4 . Durch die Entstehung der gasförmigen Reaktionsprodukte SiO und NO_x können sich Poren bilden /70/.

4.3 Gefüge

Lichtmikroskopische Aufnahmen des HP- Si_3N_4 -Gefüges, exemplarisch für die kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe, sowie der Gefüge der Composites Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN sind in Bild 4.3-1 zusammenge-

stellt. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen der ungeätzten Oberflächen von kommerziellen Si_3N_4 -Materialien zeigten ein homogenes Gefüge und nur wenige, sehr kleine Poren, die in Bild 4.3-1a als dunkle Punkte erkennbar sind. Nur das gesinterte $\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ -Gefüge enthält größere Poren mit Durchmessern um $10\ \mu\text{m}$. Die Dichte der Si_3N_4 -Werkstoffe sowie von Si_3N_4 -TiN liegt über 97 % der theoretischen Dichte. Die hellen Bereiche im Gefüge von Si_3N_4 -TiN sind TiN-Partikel (Bild 4.3-1b). Die vielen dunklen Bereiche auf der lichtmikroskopischen Aufnahme des inhomogenen Gefüges von Si_3N_4 -BN sind Poren (Bild 4.3-1c). Die große, stark variierende Porosität der Si_3N_4 -BN-Composites ist auf die schlechte Verdichtbarkeit des Ausgangspulvers während des Herstellungsprozesses zurückzuführen. Durch das Herauslösen von BN-Körnern während des Polierens wurde die Porosität noch weiter erhöht. Daher wurden feingeschliffene Oberflächen verwendet.

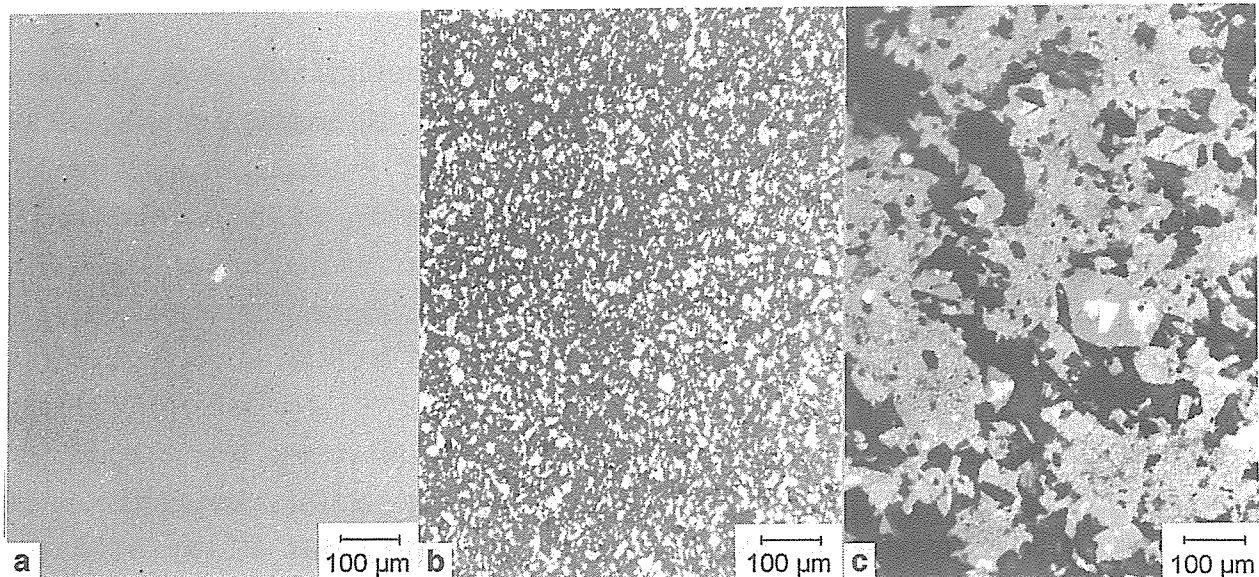


Bild 4.3-1: Lichtmikroskopische Aufnahmen polierter Oberflächen von: a) $\text{HP-Si}_3\text{N}_4$, b) Si_3N_4 -TiN und c) Si_3N_4 -BN

Das Gefüge und die Bruchflächen der feinkristallinen Si_3N_4 -Materialien wurden im Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht. Die polierten Oberflächen wurden dazu geätzt. Das Gefüge der verschiedenen kommerziellen Si_3N_4 -Materialien ist durch stenglige, miteinander verzahnte Körner, zwischen denen sich eine ätzbare Glasphase befindet, gekennzeichnet, wie die REM-Aufnahme von $\text{HIP-RBSi}_3\text{N}_4$ nach der Ätzung in Bild 4.3-2 stellvertretend für die kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe zeigt. Die Korngrößen der längli-

chen β - Si_3N_4 -Kristalle liegen zwischen $0.1 \mu\text{m}$ und $10 \mu\text{m}$. Einzelne Körner brachen bei der Präparation aus. Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Bruchflächen der untersuchten Si_3N_4 -Werkstoffe zeigten trans- und interkristalline Brüche [7].

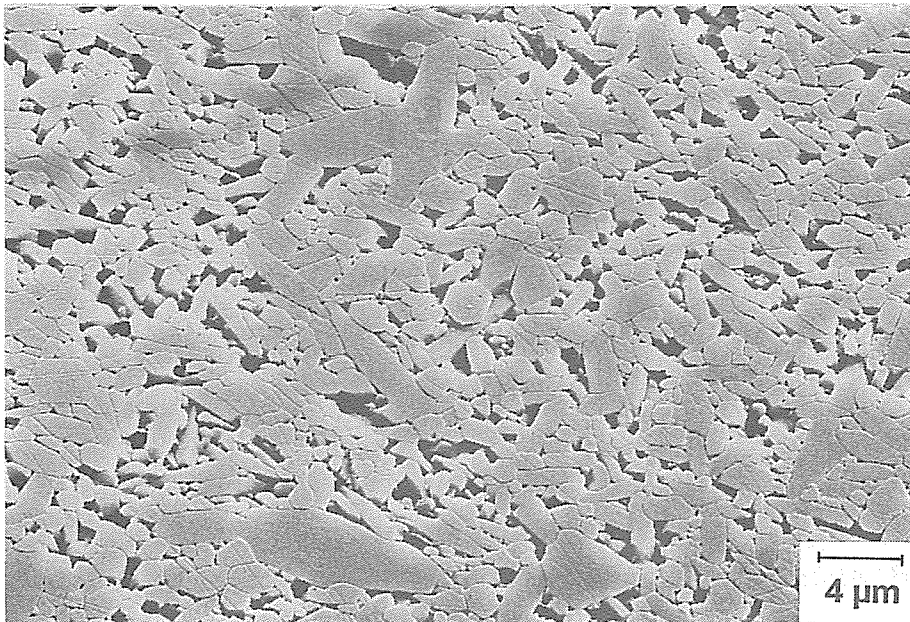


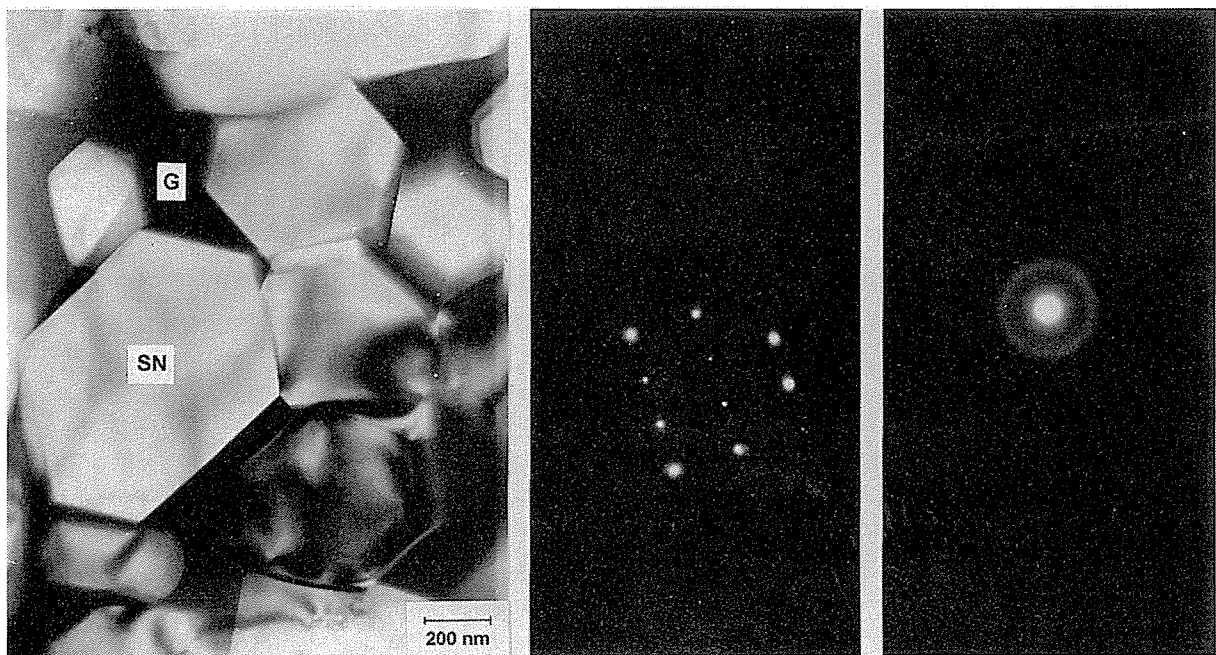
Bild 4.3-2: REM-Aufnahme des geätzten HIP-RBSi₃N₄(411)-Gefüges (Ätzung: Ca. 20 Sekunden in NaOH-Schmelze bei 400°C)

Zusätzlich wurden für Gefügeuntersuchungen Dünnschliffe mit einer Dicke von ca. $25 \mu\text{m}$ angefertigt, die jedoch wegen der geringen β - Si_3N_4 -Korngrößen im Lichtmikroskop nicht durchstrahlbar waren.

Durch Dimpeln und anschließende Dünnung durch Ionenätzen wurden die Dünnschliffproben für Untersuchungen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) (Geräte-Typ: Jeol 4000 FX mit 400 kV Beschleunigungsspannung und EDX-Zusatz zur energiedispersiven Röntgenspektroskopie) präpariert. Durch die Anwendung der hochauflösenden und analytischen Transmissionselektronenmikroskopie auf Si_3N_4 wurde die Kornverteilung, die Struktur der Kristallite und der interkristallinen Phasen sowie durch EDX-Analyse die Zusammensetzung im Bereich der Kristallite und der Korngrenzen bestimmt. Die Bilder 4.3-3 bis 4.3-6 zeigen die TEM-Hellfeld-Aufnahmen der Gefüge des gesinterten Si_3N_4 (ND200) mit hohem Glasphasengehalt, eines gasdruckgesinterten Si_3N_4 (SN73) mit geringem Glasphasengehalt sowie der Composites Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN ohne Glasphase.

Die TEM-Gefügebilder der verschiedenen Si_3N_4 -Materialien zeigten

jeweils längliche, miteinander verzahnte Körner, die von einer Sekundärphase umgeben waren (Bild 4.3-3 und 4.3-4). Der Streckungsgrad, d. h. das Verhältnis von Länge zu Durchmesser, der Körner betrug 2 : 1 bis 10 : 1. Durch Auswertung der Elektronenbeugungsaufnahmen im TEM wurde nachgewiesen, daß die Körner allgemein durch β - Si_3N_4 -Kristalle gebildet werden und die Sekundärphasen dazwischen amorph sind (Bild 4.3-3 b und c). Die Glasphase zwischen den β - Si_3N_4 -Körnern ist nur wenige Nanometer dick. Der Großteil der Glasphase befindet sich im Bereich der Tripelpunkte zwischen den Si_3N_4 -Körnern. Mit zunehmendem Additiv- bzw. Sinterhilfsmittelgehalt steigt der Anteil der Glasphase im polykristallinen Si_3N_4 -Gefüge. Dabei verändern sich hauptsächlich nur die Glasphasenvolumen an den Tripelpunkten (Bilder 4.3-3 und 4.3-4). Nach EDX-Analysen ist dort der Großteil der Additive und der Verunreinigungselemente gelöst. An den Korngrenzen und Tripelpunkten der kommerziellen Si_3N_4 -Keramiken wurden neben Si, O und N die Elemente Y, Al und Mg sowie als Verunreinigungen Na, Ca, Fe und Cl nachgewiesen. In HIP-RB Si_3N_4 wurden Eisen-Verunreinigungen bis zu einer Größe von 50 μm gefunden. Im Materialinneren war das Gefüge rißfrei und enthielt nahezu keine Versetzungen.



a) b) c)
Bild 4.3-3: TEM-Aufnahme des $\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND}200)$ -Gefüges (a) sowie Beugungsbilder im Bereich eines β - Si_3N_4 -Korns (b) und der amorphen Korngrenzenphase (c)
(SN = β - Si_3N_4 ; G = Glasphase)

Die TEM-Aufnahme des Gefüges von GPS-Si₃N₄(SN73) zeigt Bild 4.3-4. Der Anteil der amorphen Glasphasen ist wesentlich geringer als im Gefüge von SSi₃N₄(ND200) (Bild 4.3-3). An den Korngrenzen von GPS-Si₃N₄(SN73) sind ungleichmäßig verteilte, ca. 100 nm große, dunkle Partikel (ZrO₂) zu erkennen, in deren Bereich durch EDX-Analysen Zirkon nachgewiesen wurde. An den Tripelpunkten wurden Cer, Magnesium, Sauerstoff und Silizium gefunden.

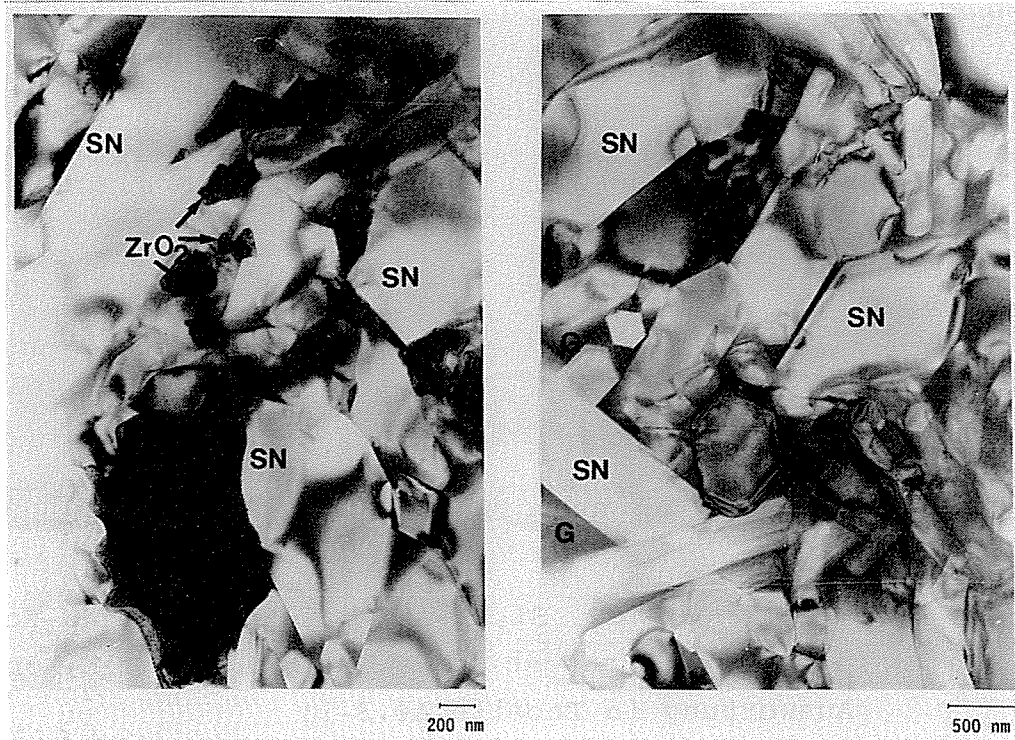


Bild 4.3-4: TEM-Aufnahmen des GPS-Si₃N₄(SN73)-Gefüges
(SN = β -Si₃N₄; G = Glasphase)

Das Si₃N₄-TiN-Gefüge enthält β -Si₃N₄- und ungleichmäßig verteilte TiN-Körner sowie vereinzelt 10 bis 100 μ m große Verunreinigungen (Bild 4.3-5a), in deren Bereich durch EDX-Analyse ein hoher Eisen-gehalt nachgewiesen wurde. Innerhalb der TiN-Körner waren Versetzungen zu erkennen (Bild 4.3-5b). Das Elektronenbeugungsbild im Bereich eines TiN-Korns ist in Bild 4.3-5c dargestellt. Die Auswertung ergab eine Ti₂N-Phase (Tabelle A4.3-1). Amorphe Bestandteile oder glashaltige Grenzflächen wurden nicht nachgewiesen.

Für Si₃N₄-BN wurden sehr unterschiedliche Gefügemorphologien beobachtet (Bild 4.3-6a). Neben dichten Bereichen mit β -Si₃N₄-Körnern, die jedoch - anders als in einfachen polykristallinem Si₃N₄ - nicht in länglicher Form vorliegen (Bild 4.3-6b), zeigen andere

Aufnahmen ein sehr feinkörniges Gefüge mit stäbchenförmigen, ca. $0.3 \mu\text{m}$ langen Körnern (Bild 4.3-6c), in deren Bereich durch Beugungsaufnahmen neben $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ hexagonales BN nachgewiesen wurde (Bild 4.3-6d und Tabelle A4.3-2). Das inhomogene Gefüge der Si_3N_4 -BN-Materialien war zusätzlich porös. Die weißen Bereiche in Bild 4.3-6 sind Poren. Amorphe Sekundärphasen wurden nicht gefunden.

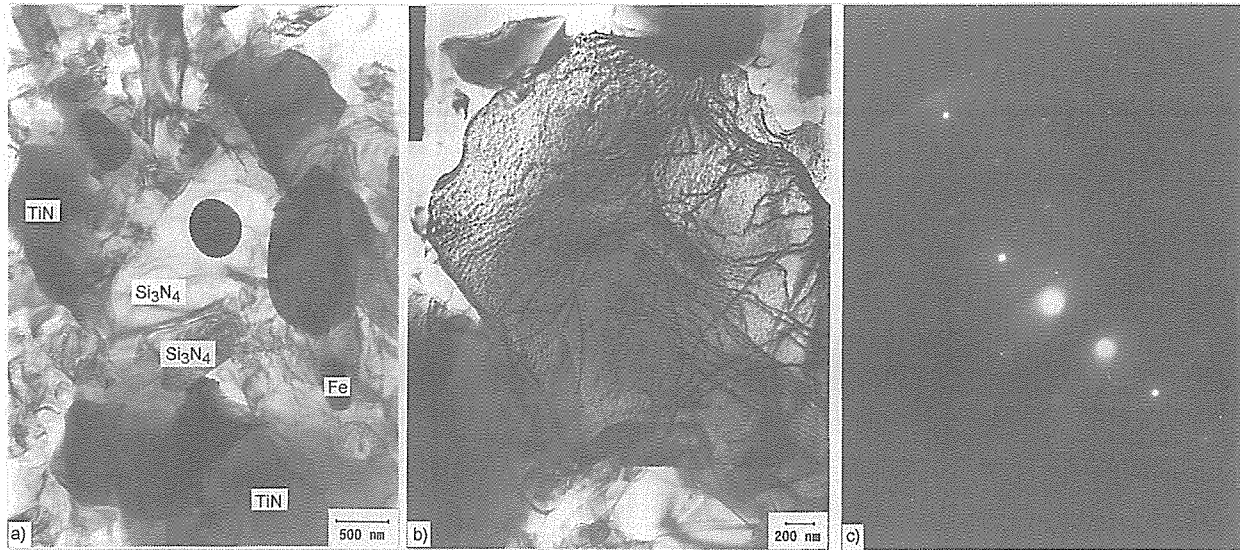


Bild 4.3-5: TEM-Aufnahmen: a) Si_3N_4 -TiN-Gefüge, b) TiN-Korn und c) Elektronenbeugungsbild im Bereich des TiN-Korns (b) (Auswertung in Tabelle A4.3-1)

Im Gefüge von Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN wurden im Vergleich zu den kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffen nur wenig oder gar keine Glasphasen nachgewiesen. In $\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ wurde ein hoher Anteil an amorphen Phasen, in den heißgepreßten oder gasdruckgesinterten Siliziumnitriden ein niedriger bis mittlerer Anteil gefunden.

Bild 4.3-7 zeigt nach einer aufwendigen Zielpräparation eine strukturlose, rißfreie CVD- Si_3N_4 -Schicht an der Oberfläche des polykristallinen $\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ -Substrats /66/. Die Elektronenbeugung in der CVD- Si_3N_4 -Schicht ergab ein Beugungsbild (Bild 4.3-7b), das charakteristisch ist für eine amorphe Phase. Durch EDX-Analysen wurden ausschließlich Si und N bestimmt. Risse, die als helle Linien abgebildet wurden, und Versetzungen an der Oberfläche des $\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ -Substrats sind auf Bearbeitungsvorgänge vor der Beschichtung zurückzuführen. Zwischen der CVD- Si_3N_4 -Schicht und dem SSi_3N_4 -Substrat besteht eine gute Haftung.

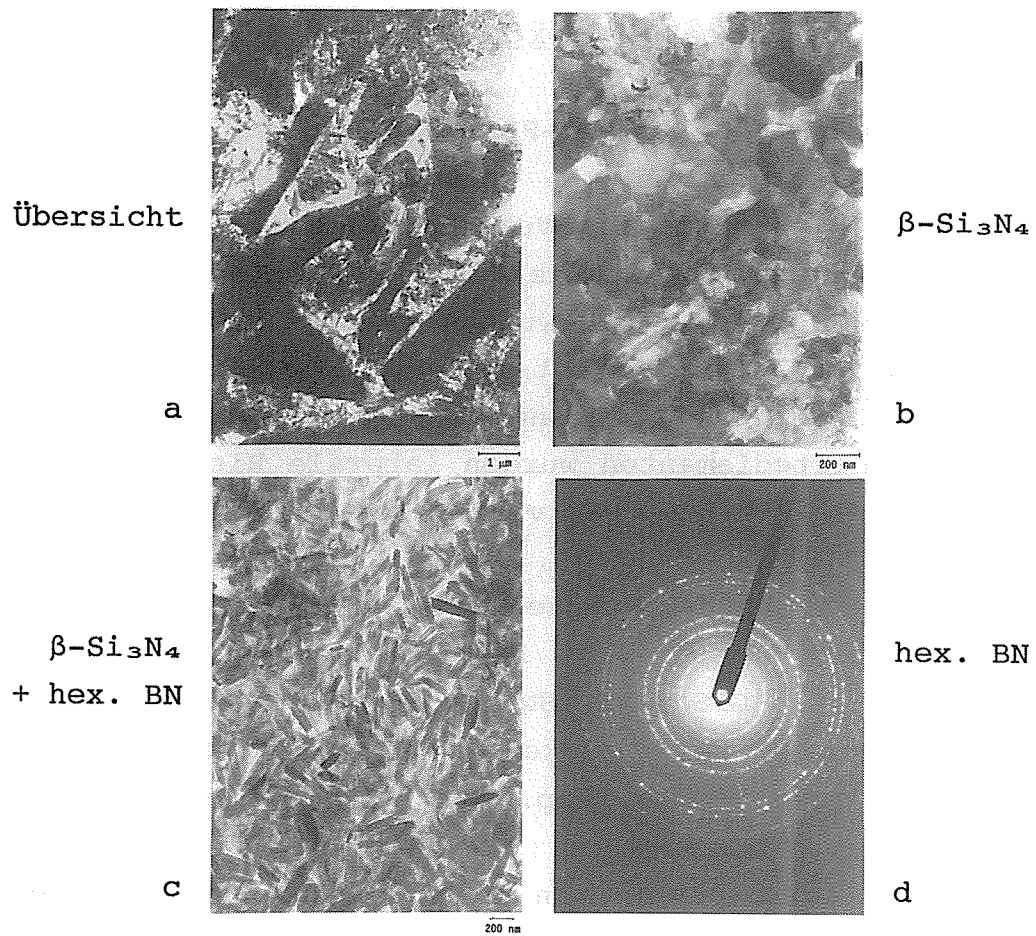


Bild 4.3-6: a-c) TEM-Aufnahmen des Si₃N₄-10BN-Gefüges
 d) Beugungsbild im feinnadeligen Bereich von (c)
 (Auswertung der Elektronenbeugungsaufnahme in Ta-
 belle A4.3-2)

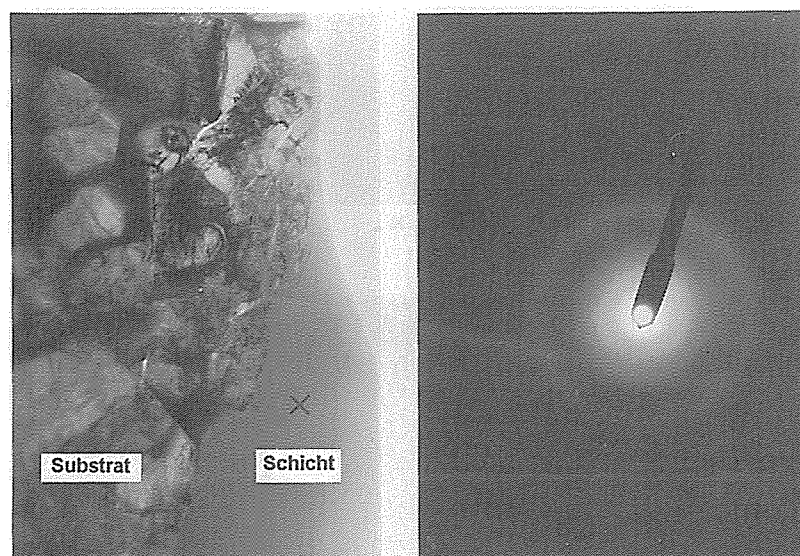


Bild 4.3-7: a) TEM-Aufnahme der CVD-Si₃N₄-Schicht auf einem
 SSi₃N₄(ND200)-Substrat; b) Beugungsaufnahme im Bereich
 der amorphen CVD-Si₃N₄-Schicht (a)

4.4 Härte; Rißbildung bei Punktbelastung

Ein HV5-Härteeindruck in HIP-RBSi₃N₄ ist in Bild 4.4-1a abgebildet und charakteristisch für die verschiedenen kommerziellen polykristallinen Si₃N₄-Werkstoffe. Von den Eckpunkten der Härteeindrücke gingen radiale Risse aus. Die Risse verliefen überwiegend entlang den Korngrenzen. Zusätzlich wurden schollenartige Abplatzungen /7/ und laterale Risse beobachtet /12,137,217/ (Kap. 3). Als Reaktion der Keramikoberfläche auf eine mehrmalige Beanspruchung durch einen Vickers-Härteediamanten wurden laterale Risse sowie das Abplatzen von pulverisierten und verdichteten Oberflächenbereichen beobachtet /217,219/ (Kap. 3). Wurde der statischen Beanspruchung durch einen Vickers-Diamanten eine Relativbewegung überlagert, traten Mikrobrüche auf /86/. Die Bilder 4.4-1 b-d zeigen die HV5-Härteeindrücke in GPS-Si₃N₄(SN73), Si₃N₄-TiN und Si₃N₄-BN. Von den Eckpunkten der Härteeindrücke in GPS-Si₃N₄(SN73), das nur wenig Glasphase enthielt (vgl. Kap. 4.1), und Si₃N₄-TiN gehen im Vergleich zu den kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffen nur kurze radiale Risse aus (Tabelle 4.4-1). An den Eckpunkten der Härteeindrücke in Si₃N₄-BN waren keine Risse zu erkennen.

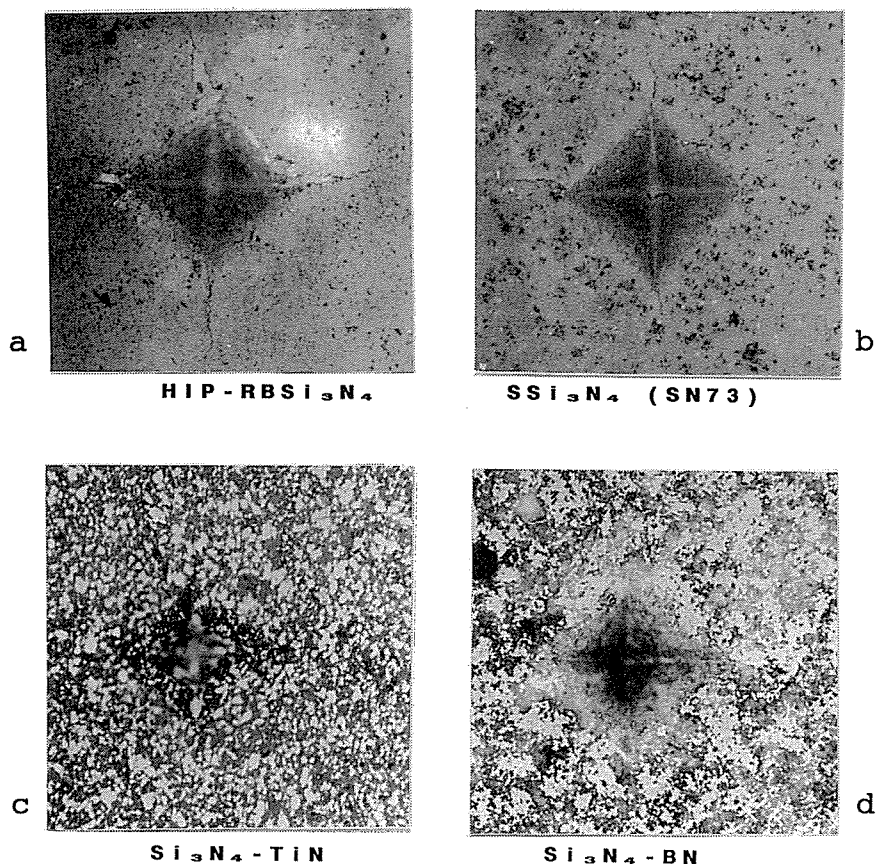


Bild 4.4-1: HV5-Härteeindrücke in Si₃N₄-Materialien

Die Ergebnisse der Vickers-Härtemessungen nach DIN 50133 /75/ mit Prüfkräften von 2 N (HV 0.2), 4.91 N (HV 0.5) und 49.1 N (HV 5) sind für die verschiedenen Si₃N₄-Materialien in Tabelle 4.4-1 enthalten. Für monolithisches Si₃N₄ wurden Härtewerte zwischen 1300 und 1900 HV gemessen, wobei die Härte in erster Näherung mit zunehmendem Glasphasengehalt abnahm. Beim Composite Si₃N₄-TiN wurde mit TiN bzw. Ti₂N eine harte Phase in eine weichere Matrix eingelagert, beim Composite Si₃N₄-BN mit hexagonalem BN eine weiche Phase in eine harte Matrix (Tabelle A4.2-1). Die Härtewerte von Si₃N₄-TiN lagen zwischen 1600 und 2000 HV, die der Si₃N₄-BN-Werkstoffe deutlich niedriger mit Werten zwischen 200 und 400 HV.

Werkstoff	HV 0,2 ± s	HV 0,5 ± s	HV 5 ± s	Rißlänge \bar{c} [µm]	K _c [MPa·m ^{1/2}]
SSi ₃ N ₄ (ND 200)	1387 ± 76	1426 ± 56	1312 ± 33	27,7	6,2
GPS-Si ₃ N ₄ (ESK)	1624 ± 116	1539 ± 53	1665 ± 19	25,7	6,0
GPS-Si ₃ N ₄ (SN73; NGK)	1649 ± 78	1549 ± 25	1491 ± 21	21,4	7,6
GPS-RBSi ₃ N ₄ (ESK)	1593 ± 37	1504 ± 55	1510 ± 42	37,5	5,3
HP-Si ₃ N ₄ (ESK)	1658 ± 33	1498 ± 50	1489 ± 7	30,9	6,2
HIP-Si ₃ N ₄ (FX-950)	1672 ± 86	1658 ± 83	1551 ± 60	33,0	5,6
HIP-Si ₃ N ₄ (ESK)	1834 ± 114	1773 ± 177	1610 ± 41	25,5	5,6
HIP-RBSi ₃ N ₄ (HIP-RBSN 411)	1474 ± 100	1425 ± 69	1426 ± 24	24,6	6,9
Si ₃ N ₄ -TiN (ESK)	1861 ± 87	1624 ± 62	1868 ± 176	18,3	7,9
Si ₃ N ₄ -20%BN (HIM)	220 ± 32	200 ± 38	395 ± 41	n.m.	n.m.

$$K_c = 0,016 \cdot \left(\frac{E}{H} \right)^{0,5} \left(\frac{F_N}{D^{3/2}} \right) \text{ nach /105/; n.m.: nicht meßbar}$$

E = Elastizitätsmodul
H = Vickers-Härte
F_N = Normalkraft

$$D = \frac{d}{2} + c \quad \text{mit } d = \text{Diagonale des Härteeindruckes} \\ c = \text{Rißlänge (HV 5)}$$

Tabelle 4.4-1: Vickers-Härte der Si₃N₄-Werkstoffe für verschiedene Prüfkräfte bei 22°C, mittlere Rißlänge c an den Eckpunkten der HV5-Härteeindrücke und die daraus berechnete Bruchzähigkeit K_c

Die Oberflächen der kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe verformen sich durch die Einwirkung der Vickers-Diamantspitze plastisch. Bei statischer Belastung mit Prüfkräften $\geq 5 \text{ N}$ bildeten sich zusätzlich, von den Eckpunkten ausgehend, radiale Risse, die sich nach der Entlastung entlang den Korngrenzen weiter verlängern /36,150/ (Kap. 3). Die Rißlänge nahm mit steigender Belastung zu. Nach der Belastung mit 4.9 N lag die mittlere Rißlänge an den Eckpunkten der Härteeindrücke in Si_3N_4 bei $6 \mu\text{m}$, bei 49.1 N betrug die Rißlänge etwa $30 \mu\text{m}$. Aus der Länge c der radialen Risse wurden die Bruchzähigkeiten K_{IC} berechnet (Tabelle 4.4-1). Diese Werte stimmen gut mit den Herstellerangaben in Tabelle 4.2-1 überein.

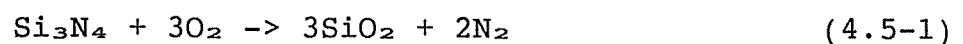
- Warmhärte

Die Vickers-Härte HV 0.2 von polykristallinem Si_3N_4 ohne Additive sowie von $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Einkristallen nahm mit zunehmender Temperatur von $2300 \text{ HV } 0.2$ bei Raumtemperatur auf $1400 \text{ HV } 0.2$ bei 1200°C ab /60,61,64/. Die Vickers-Härte von polykristallinem Si_3N_4 mit geringem Additivgehalt sank von $1600 \text{ HV } 5$ bei 22°C auf $1200 \text{ HV } 5$ bei 1200°C ab, während der Elastizitätsmodul gleichzeitig etwa konstant blieb /210/. Die Zugabe von Sinteradditiven zu Si_3N_4 führte bei einer Erweichung der Glasphase teilweise zu einer stärker ausgeprägten Härteabnahme oberhalb von 700°C . Die Härte von Si_3N_4 mit MgO sank oberhalb von 750°C , die von Si_3N_4 mit Y_2O_3 oberhalb von 900°C deutlich ab /60,61/. Die Erweichung der Glasphase in polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffen kann zusätzlich eine ausgeprägte Rißausbreitung verhindern und eine Art Rißstoppeffekt nach sich ziehen, wobei eine erhöhte Bruchzähigkeit bei etwa 1000°C gemessen wurde. Ohne Erweichung von Glasphasen war die Bruchzähigkeit von Si_3N_4 bis 1200°C nahezu unabhängig von der Temperatur /210/.

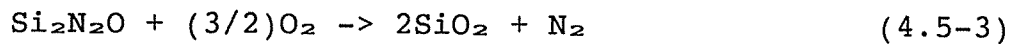
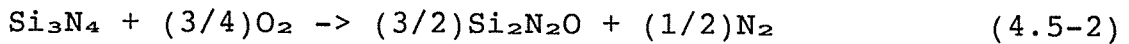
4.5 Oxidationsverhalten

Si_3N_4 :

Für die Oxidation von Si_3N_4 gilt nach den meist verbreiteten Auffassungen folgende Gleichung, wobei SiO_2 mit Y_2O_3 zu $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ weiterreagieren kann /222,234/:



Nach den thermodynamischen Voraussagen und den oberflächenanalytischen Untersuchungen von Wada et al. /130/, Morgan et al. /131/ sowie Braue und Dudek /96/ entsteht bei der Oxidation von Si_3N_4 zu SiO_2 als Zwischenprodukt eine SiO_xN_y -Phase, so daß im Profilschnitt SiO_2 an der Oberfläche und SiO_xN_y als Zwischenschicht auf dem Si_3N_4 -Grundwerkstoff zu erwarten sind. Die Oxidation von Si_3N_4 über das Zwischenprodukt $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ zu SiO_2 erfolgt nach folgenden Reaktionen /149/:



Bei der Oxidation von Si_3N_4 kann demnach neben SiO_2 mit $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ eine weitere Phase entstehen /163,204/. Eine im Vergleich zu SiO_2 dichte, amorphe $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ -Phase bildete sich bei Temperaturen über 1200°C nach parabolischem Zeitgesetz und hemmte die weitere Oxidation /101,149,177/. In Bild 4.5-1 ist das Gleichgewichtsdiagramm für verschiedene Phasen im Si-O-N-System dargestellt.

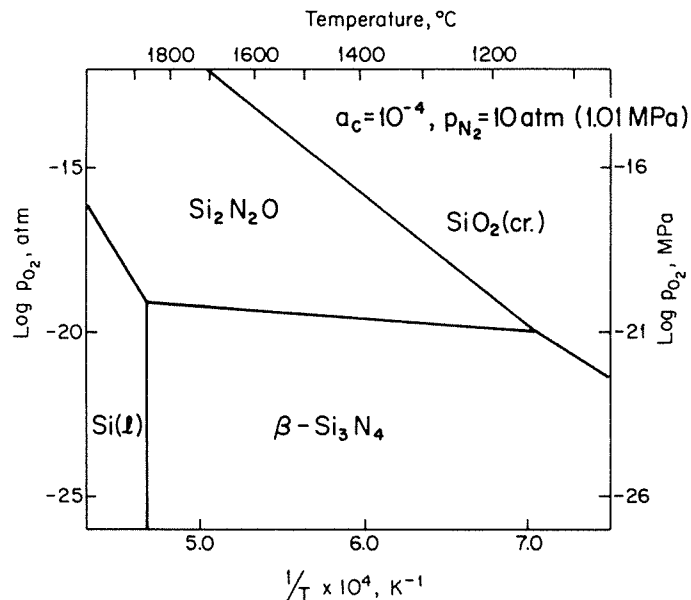


Bild 4.5-1: $\text{Log } p_{\text{O}_2} - T$ - Gleichgewichtsdiagramm für Si-Verbindungen /163/

Carduner et al. /177/ fanden durch Analysen mittels NMR Y-Si-O-N-Phasen mit sehr unterschiedlichen Stöchiometrien, die durch Röntgenbeugung nicht nachzuweisen waren.

Eine nennenswerte Oxidationsgeschwindigkeit von Si_3N_4 in Luft trat bei statischer Oxidation erst oberhalb von 750°C auf /70/. Da die

Si-N-Bindung neben dem kovalenten einen ionischen bzw. polaren Anteil aufweist, können sich jedoch bei niedrigeren Temperaturen über Dipolkräfte polare Moleküle wie z. B. H₂O an der Oberfläche anlagern. Untersuchungen von Singhal /34/ sowie Raider et al. /101/ zeigten, daß sich die Oxidationsrate von Si₃N₄ bei Raumtemperatur durch die Anwesenheit von Wassermolekülen um drei Größenordnungen erhöhen kann, da die Diffusionsgeschwindigkeit von H₂O durch die amorphe SiO₂-Schicht höher ist als die von Sauerstoff /222/. In wasserdampfhaltiger Luft können sich an der Oberfläche von Si₃N₄ durch Hydrolyse Si(OH)₄-, Si₂N₂O- oder SiO₂·H₂O-Schichten bilden /13,31,34,83,101,147,168/. Zusätzlich wurde bei Anwesenheit von Wasserdampf zwischen 200°C und 800°C die hydrothermische Bildung von amorphem SiO₂ nachgewiesen /116,222/:

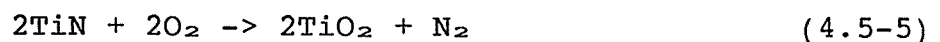


Die Aktivierungsenergie für die Bildung von SiO₂ ist in feuchter Luft etwa halb so groß wie in trockener Umgebung, die Oxidationsrate höher /222/. SiO₂ kann mit Wasser zu Silanol weiterreagieren.

Während des Sinterprozesses können sich, abhängig von der Art und Menge der Additive, kristalline Y-Si-O-N- und Ce-Si-O-N-Phasen bilden, die oberhalb von 700°C oxidieren. Da damit eine starke Volumenänderung von bis zu 35 % verbunden ist, treten im Werkstoff hohe Spannungen auf, die zum Versagen führen /135/.

Si₃N₄-TiN:

Für das Oxidations- und Triboverhalten der untersuchten Si₃N₄-Composites können die Sekundärphasen eine Rolle spielen, so daß deren Oxidationsverhalten berücksichtigt werden muß. Für die Reaktion von TiN mit Sauerstoff gilt:



Die Aktivierungsenergie für die Oxidation von TiN beträgt bei Raumtemperatur 59 kcal·mol⁻¹ /217/. Die freie Enthalpie für die Oxidation von TiN beträgt bei Standardbedingungen - 582 kJ/Mol /50/, so daß in oxidierender Umgebung die Bildung des thermodynamisch stabileren TiO₂ zu erwarten ist. Die Oxidation von TiN an

Luft erfolgte bei 22°C nach einem logarithmischen Zeitgesetz, wobei die Reaktionsumsätze sehr gering waren und sich eine sehr dünne, passivierende TiO₂-Schicht bildete /181,217/. Bei statischer Oxidation von TiN bildete sich TiO₂ erst oberhalb von 550°C mit einer nennenswerten Reaktionsgeschwindigkeit. Nach einer Stunde bei 600°C in O₂-Atmosphäre wurde auf TiN eine TiO₂-Schichtdicke von 0.23 µm gemessen /217/. Niedrigere Aktivierungsenergien sowie höhere Reaktionsumsätze als bei statischer Oxidation wurden bei tribologischer Beanspruchung sowie für Oberflächen mit hoher Fehlerdichte bestimmt /217/. Bei tribologischen Untersuchungen an Si₃N₄-TiN sowie bei Untersuchungen zum Oxidationsverhalten zeigte sich, daß die Oxidationsgeschwindigkeit von TiN bzw. die Bildung von TiO₂ zusätzlich vom Wasserdampfgehalt bzw. der relativen Luftfeuchte abhängt /169,231/. Bei Anwesenheit von Wasserdampf nimmt die Aktivierungsenergie für die Oxidation ab und die Reaktionsgeschwindigkeit zu /231/. Für die Reaktion von TiN mit Wasser bzw. Wasserdampf gilt:



Im Ti-TiO₂-System wurden zahlreiche Phasen nachgewiesen /74/ (Bild 4.5-2). Bei hohen Sauerstoffgehalten können sich neben TiO₂ auch Ti₂O₃ oder Ti₃O₅ als stabile Phasen bilden.

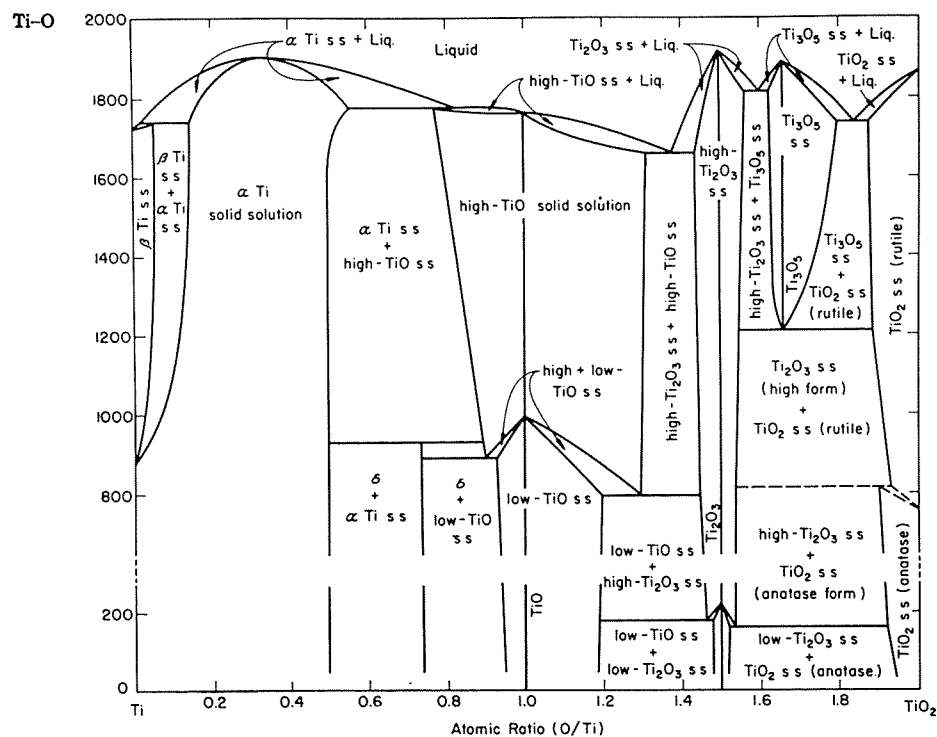
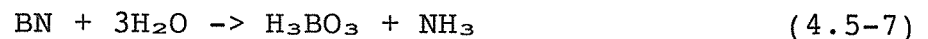


Bild 4.5-2: Phasen im Ti-TiO₂-System /74/

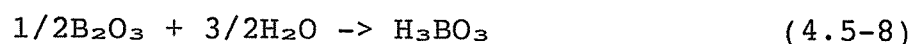
Bellosi et al. /71/ untersuchten das Oxidationsverhalten eines Si_3N_4 -Verbundwerkstoffs mit 30 Gew.-% TiN. Mittels ESCA wurden von Imada et al. /169/ nach der Schwingverschleißbeanspruchung eines Si_3N_4 -Werkstoffs mit 23 Gew.-% TiN bei 900°C an der Verschleißoberfläche Bindungsenergien von 102.4 eV für Si2p, 400.8 eV für N1s, 459.1 eV für Ti2p und 531.8 eV für O1s bestimmt, die den Oxidationsphasen SiO_2 oder TiO_2 nicht eindeutig zuzuordnen waren. Nach der Oxidation bei Temperaturen zwischen 22°C und 100°C wurden von Ernsberger et al. /148/ an der Oberfläche von TiN TiO_xN_y -Phasen nachgewiesen. Morgan et al. /131/ bestimmten mittels TEM und Elektronenbeugung sowie ESCA $\text{TiSi}_x\text{N}_{1-x}$ - und $\text{TiN}_x\text{O}_{1-x}$ -Schichten.

Si_3N_4 -BN:

Das dem Si_3N_4 zugegebene Bornitrid hat eine hexagonale, graphit-ähnliche Struktur (Kap. 4.3) /216/. In Luft oxidiert BN oberhalb von 300°C . In feuchter, wasserdampfhaltiger Umgebung könnte BN mit Wasser nach folgender Reaktion zu Borsäure reagieren:

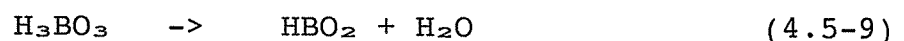


Durch tribologische Beanspruchung, Sauerstoff-Verunreinigungen im Ausgangspulver sowie durch die Reaktion von BN mit SiO_2 kann B_2O_3 entstehen /73/. Bei Raumtemperatur kann dann auch B_2O_3 mit Wassermolekülen aus der Umgebung reagieren /73/. Nach einer Hypothese von Erdemir et al. /156/ bildet sich dabei Borsäure.



Die Gitterstruktur von H_3BO_3 zeigt Bild 4.5-3. Die van der Waals-Kräfte zwischen den leicht scherbaren Gitterebenen sind schwach.

Borsäure ist bis 153°C stabil /156/. Sie zerfällt nach Coblenz und Lewis III /205/ oberhalb von 169°C bzw. nach Rabinowicz und Imai /166/ oberhalb von 185°C . Dabei gilt folgende Reaktion:



Das entstehende HBO_2 schmilzt bei 263°C . Bei 300°C kann sich daraus B_2O_3 bilden /205/, dessen Schmelzpunkt bei 450°C liegt.

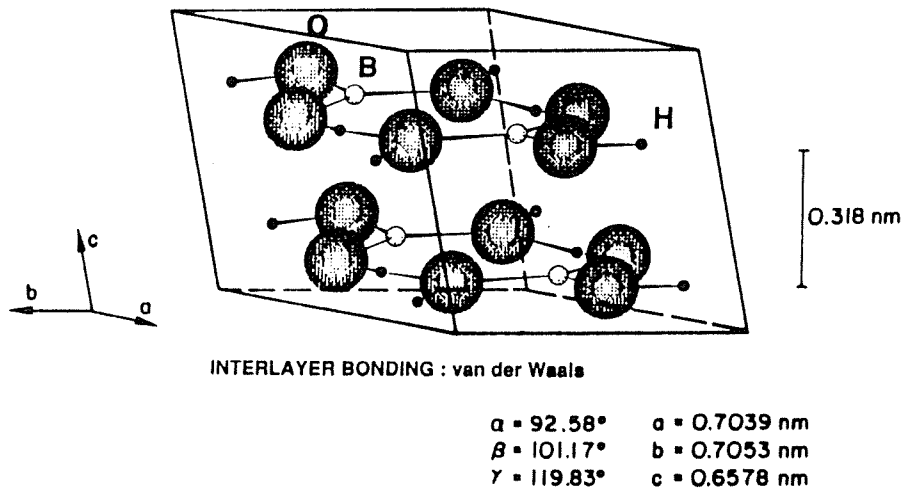


Bild 4.5-3: Triklone Gitterstruktur von H_3BO_3 /156/

Die tribologisch bedingte thermische und mechanische Beanspruchung sowie die Wechselwirkung mit der Umgebungsatmosphäre führten zur Aktivierung der Oberflächen und/oder der Beschleunigung von chemischen Reaktionen sowie zur Bildung von Reaktionsschichten /13,82, 114/. Die Oxidationsgeschwindigkeit erhöhte sich bei tribologischer Beanspruchung in feuchter Laborluft sogar bei Gleitgeschwindigkeiten unter 0.1 m/s und Raumtemperatur auf Werte, die bei statischer Oxidation erst bei 900°C gemessen wurden /114/. Die Reaktion von Si_3N_4 -Oberflächen und Verschleißpartikeln mit Wasserdampf oder Sauerstoff führte zur Bildung von festhaftenden Oberflächenschichten sowie von Verschleißpartikelagglomeraten /13/. Bei hohen Temperaturen könnte eine viskose SiO_2 -Schicht mit dem Si_3N_4 -Substrat unter Gasentwicklung (SiO und N_2) reagieren /246/.

Eine tribologisch bedingte Zunahme der Sauerstoffkonzentration und gleichzeitig eine Abnahme der Stickstoffkonzentration an der Oberfläche von Si_3N_4 wiesen Horton et al. /129/ sowie mittels Elektronenstrahlmikroanalyse (ESMA) Kapsa und Enomoto /83/ nach. Cranmer /17/ fand nach der tribologischen Beanspruchung bei Raumtemperatur einen mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 3 Gew.-% auf 15 Gew.-% steigenden Sauerstoffgehalt sowie eine SiO_xN_y -Phase.

4.6 Bearbeitungszustand: Rauheit, Eigenspannungen

Die Rauheitskennwerte R_a , R_z , R_{PK} und R_{VK} wurden vor jedem Versuch an der Stirnfläche des rotierenden Probekörpers bzw. im Bereich der Mantelfläche des stationären Probekörpers mit einem Hommelte-

ster vom Typ T20-S nach DIN 4768 /171/ und DIN 4776 /172/ bestimmt. Der Krümmungsradius der Diamantspitze betrug 5 µm. Der Bearbeitungszustand sowie die gemittelten Rauheitskennwerte vor der tribologischen Beanspruchung sind in Tabelle 4.6-1 zusammengestellt. Die hohen Rauheitswerte für die Mantelfläche des stationären Probekörpers, die auch noch nach dem Polieren senkrecht zur Bearbeitungs- und Gleitrichtung gemessen wurden, sind darauf zurückzuführen, daß die tiefen Bearbeitungsriefen durch den Poliervorgang nicht vollständig eingeebnet wurden.

Material	Rotierender Probekörper					Stationärer Probekörper				
	R _a [µm]	R _z [µm]	Bearbeitungs- zustand	R _{PK} [µm]	R _{VK} [µm]	R _a [µm]	R _z [µm]	Bearbeitungs- zustand	R _{PK} [µm]	R _{VK} [µm]
Si ₃ N ₄ (ND 200)	0,036 ±0,012	0,335 ±0,177	poliert	0,013 ±0,003	0,127 ±0,034	0,360 ±0,062	2,038 ±0,329	geschliffen	0,019 ±0,003	0,169 ±0,059
GPS-Si ₃ N ₄ (ESK)	0,035 ±0,004	0,285 ±0,047	poliert	0,035 ±0,005	0,083 ±0,004	0,542 ±0,049	2,714 ±0,191	geschliffen	0,611 ±0,150	0,745 ±0,061
GPS-Si ₃ N ₄ (SN73; NGK)	0,091 ±0,029	0,757 ±0,263	geläppt	0,091 ±0,032	0,113 ±0,014	1,637 ±0,300	7,173 ±1,500	geschliffen	0,806 ±0,182	1,579 ±0,188
GPS-RBSi ₃ N ₄ (ESK)	0,032 ±0,003	0,259 ±0,019	poliert	0,032 ±0,005	0,103 ±0,015	0,588 ±0,134	2,952 ±0,432	geschliffen	1,060 ±0,255	0,723 ±0,027
HP-Si ₃ N ₄ (ESK)	0,025 ±0,005	0,204 ±0,038	poliert	0,032 ±0,009	0,080 ±0,009	0,530 ±0,054	2,875 ±0,243	geschliffen	0,586 ±0,110	0,896 ±0,126
HIP-Si ₃ N ₄ (FX-950)	0,028 ±0,004	0,210 ±0,041	poliert	0,026 ±0,004	0,045 ±0,005	0,007 ±0,069	0,065 ±0,007	poliert	0,005 ±0,001	0,017 ±0,004
HIP-Si ₃ N ₄ (ESK)	0,017 ±0,02	0,146 ±0,028	poliert	0,011 ±0,003	0,019 ±0,001	0,295 ±0,022	1,950 ±0,269	geschliffen	0,213 ±0,062	0,620 ±0,085
HIP-RBSi ₃ N ₄ (411)	0,085 ±0,017	0,785 ±0,165	geläppt	0,034 ±0,016	0,141 ±0,016	0,385 ±0,074	2,205 ±0,541	geschliffen	1,000 ±0,082	1,255 ±0,130
Si ₃ N ₄ -TIN (ESK)	0,038 ±0,006	0,301 ±0,039	poliert	0,033 ±0,008	0,093 ±0,014	0,683 ±0,044	3,183 ±0,206	geschliffen	0,775 ±0,236	1,020 ±0,266
Si ₃ N ₄ -5 BN (HTM)	0,405 ±0,083	3,406 ±0,790	geläppt	0,476 ±0,221	0,896 ±0,152	4,313 ±0,356	19,850 ±1,300	geschliffen	3,438 ±2,108	5,150 ±0,999
Si ₃ N ₄ -10 BN (HTM)	0,484 ±0,137	4,490 ±1,705	geläppt	0,356 ±0,217	1,307 ±0,470	3,650 ±0,162	19,200 ±1,470	geschliffen	4,075 ±2,136	5,700 ±2,537
Si ₃ N ₄ -20 BN (HTM)	0,277 ±0,178	2,069 ±1,158	geläppt	0,388 ±0,418	0,614 ±0,215	4,938 ±0,198	23,980 ±4,002	geschliffen	3,288 ±0,869	7,738 ±2,728
CVD-Si ₃ N ₄ (TNO)	0,154 ±0,049	1,903 ±0,574	ohne	0,568 ±0,400	0,233 ±0,131	0,250 ±0,050	1,275 ±0,121	ohne	0,275 ±0,100	1,067 ±0,450

Tabelle 4.6-1: Mittelwerte von Rauheitswerten nach DIN 4768 /171/ und DIN 4776 /172/ an der Oberfläche sowie Bearbeitungszustand der Si₃N₄-Probekörper vor der tribologischen Beanspruchung

Da bei den Si_3N_4 -BN-Probekörpern durch Polieren die BN-Partikel teilweise aus der Oberfläche herausgelöst wurden, wurden in diesem Fall geläppte und feingeschliffene Oberflächen verwendet. Die Probekörper wurden vor der tribologischen Beanspruchung 10 Minuten lang im Ultraschallbad mit Aceton und Ethanol gereinigt und anschließend im 60°C warmen Luftstrom getrocknet.

- Eigenspannungen

Die Bearbeitung der Keramik-Probekörper führte in einer dünnen Oberflächenschicht zu plastischen Verformungen, hohen Eigenspannungen sowie zu Rißbildungen /87,106,236/ (Bild 4.3-7). Diese mit Eigenspannungen behaftete Schicht war meistens nur wenige Mikrometer dick. Die von Eigenspannungen und reflektierender Gitterebene abhängige Eindringtiefe der Cu- K_α -Strahlung beträgt in Si_3N_4 zwischen $11\ \mu\text{m}$ und maximal $37\ \mu\text{m}$ /162,236/, so daß nur gewichtete Mittelwerte der wirklich vorliegenden Eigenspannungsverteilungen an der Oberfläche der Si_3N_4 -Werkstoffe gemessen werden konnten. Die Eigenspannungen wurden exemplarisch durch Röntgenbeugung an polierten und geschliffenen GPS-RBSi $_3$ N $_4$ - und Si_3N_4 -TiN-Oberflächen bestimmt, wobei die Messungen im Bereich der TiN-Phase durch Vermessung des (420)-Peaks bei $2\cdot\theta = 108.55^\circ$ erfolgten. Durch den hohen Eigenspannungsgradienten in der beanspruchten Randzone von Keramik /236/ können die Spannungen an der Oberfläche noch höher sein als die in Tabelle 4.6-2 angegebenen. Dabei wurden für geschliffene Proben höhere Druckeigenspannungen als für polierte gemessen. Abhängig von der gewählten Schleifbearbeitung wurden plastische Verformungen und Gefügeveränderungen sowie erhöhte Eigenspannungen bis in Tiefen zwischen 4 und $30\ \mu\text{m}$ nachgewiesen /106, 236,248/. Deshalb wurden überwiegend polierte Oberflächen verwendet, die jedoch teilweise noch Risse und Gefügeveränderungen aufwiesen (Kap. 7.8), die meist auf die vorangegangene Schleifbearbeitung und einen zu kurzen Poliervorgang zurückzuführen sind.

Oberflächenzustand	Eigenspannungen σ_E [MPa]	
	GPS-RBSi $_3$ N $_4$	Si $_3$ N $_4$ -TiN
geschliffen	- 175 \pm 16	- 302 \pm 9
poliert	- 34 \pm 4	- 100 \pm 9

Tabelle 4.6-2: Eigenspannungen σ_E in der Randzone von Si_3N_4

5 TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGSMETHODEN

In diesem Kapitel werden der Versuchsaufbau des für die Festkörpergleitreibungsuntersuchungen verwendeten Hochtemperaturtribometers /88/, die Probekörpergeometrien, die Versuchsdurchführung und -auswertung sowie das Schwingungsverhalten beschrieben.

5.1 Versuchsaufbau

Das Hochtemperaturtribometer (HTT1) (Bilder 5.1-1 und 5.1-2) wurde in einer Stift/Scheibe-Anordnung betrieben. Der widerstandsbeheizte Naber-Industrieofen hat eine Heizleistung von 3 kW und besteht aus zwei auseinanderfahrbaren Ofenteilen, so daß die Probekörper leicht einzubauen sind.

Die Probekörper wurden auf wasserumlaufgekühlte Hohlwellen montiert. Die Hohlwelle, auf der die rotierende Scheibe befestigt war, wurde von einem BBC-Scheibenläufermotor mit 1.6 kW Leistung angetrieben. Der Verschleißspurdurchmesser auf der rotierenden Scheibe betrug 32 mm, der Verschleißspurumfang ca. 100 mm. Mit dieser Anordnung und der gewählten Übersetzung sind Versuche bei Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0.03 m/s und 5 m/s durchführbar. Die maximale Prüftemperatur beträgt 1000°C.

Die Ofengastemperatur T_o wurde kontinuierlich mitgeschrieben. Die maximale Temperaturschwankung des Ofengases lag mit der verwendeten Temperaturregelung (Naber Program Controller C8) bei 24°C. Die mit einem NiCr-Ni-Thermoelement am stationären Probekörper gemessene Temperaturschwankung betrug maximal $\pm 3^\circ\text{C}$ /88/.

Die Reibungskraft F_R wurde mit einem HBM-Kraftaufnehmer (Typ: Z6H2) und der lineare Verschleißbetrag W_L mit zwei zur Erhöhung der Meßempfindlichkeit als Halbbrücke geschalteten berührungslosen induktiven HBM-Wegaufnehmern (Typ: TR8) kontinuierlich gemessen und auf einem 4-Kanal-Schreiber aufgezeichnet. Es können lineare Verschleißbeträge bis zu 5 mm bei einer Auflösung von $\pm 1 \mu\text{m}$ gemessen werden.

Die Mantelfläche des ballig angeschliffenen stationären Probekörpers (Kap. 5.2), der an einem kardanisch gelagerten Lastarm befe-

stigt war, wurde unter einem Winkel von 90° mit einer Kraft von 1 N bzw. 10 N gegen die plane Stirnfläche der rotierenden Scheibe gepreßt (Bild 5.1-3).

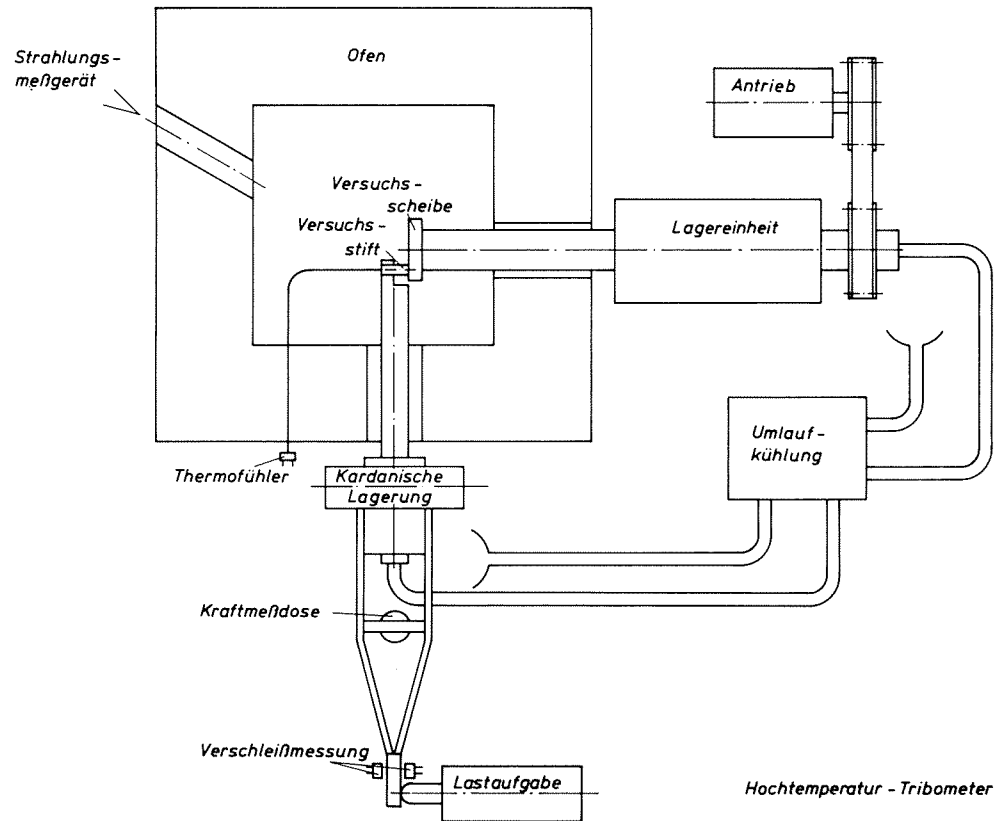


Bild 5.1-1: Schemazeichnung des Hochtemperaturtribometers

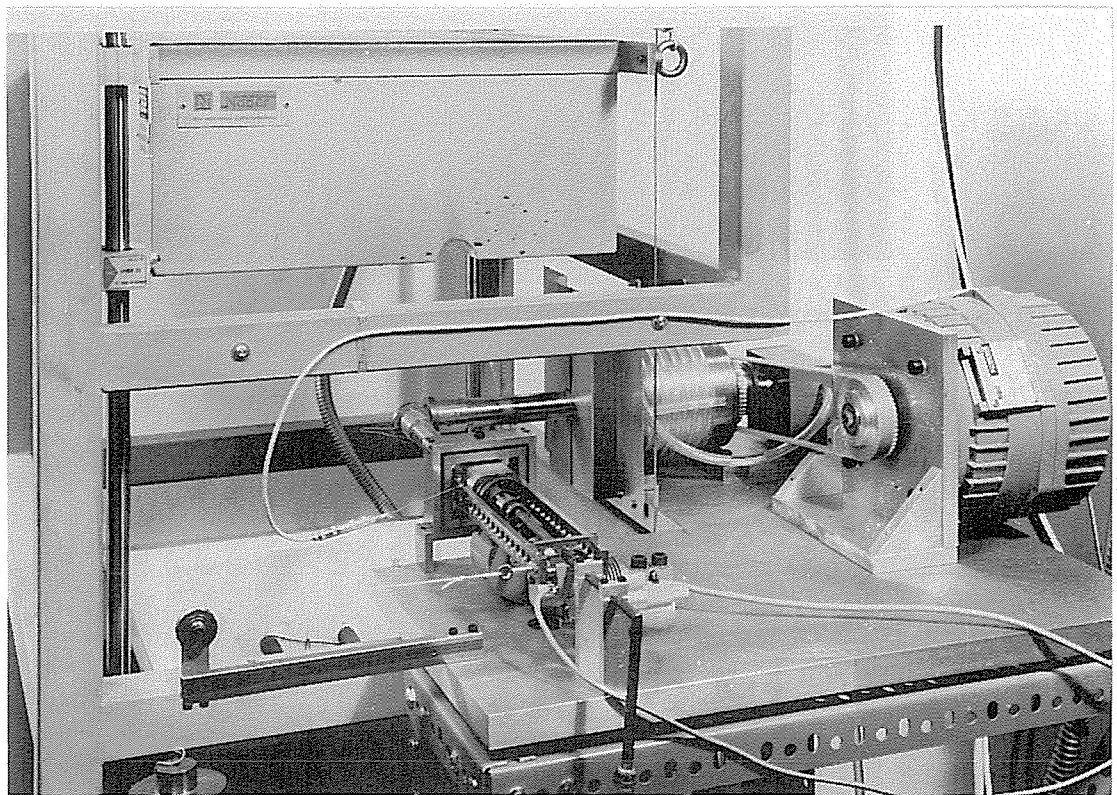


Bild 5.1-2: Gesamtansicht des Hochtemperaturtribometers

Zu Versuchsbeginn lag bei Raumtemperatur und einer Last von 10 N für die $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen elastischer Punktkontakt mit einer Fläche von etwa 0.013 mm^2 vor. Die Hertzsche Flächenpressung betrug dabei zu Versuchsbeginn 0.8 GPa bis 1 GPa und sank während der tribologischen Beanspruchung, da sich die Verschleißfläche vergrößerte. Die Flächenpressung nach 1000 m Gleitweg lag bei allen Versuchen über 1 MPa.

Das Eingriffsverhältnis lag für den rotierenden Probekörper bis zum Versuchsende nach 1000 m deutlich unter 0.02. Der stationäre Probekörper (Stift) hat ein Eingriffsverhältnis von 1. Gleitgeschwindigkeit, Normalkraft und Umgebungstemperatur waren während der Versuche konstant.

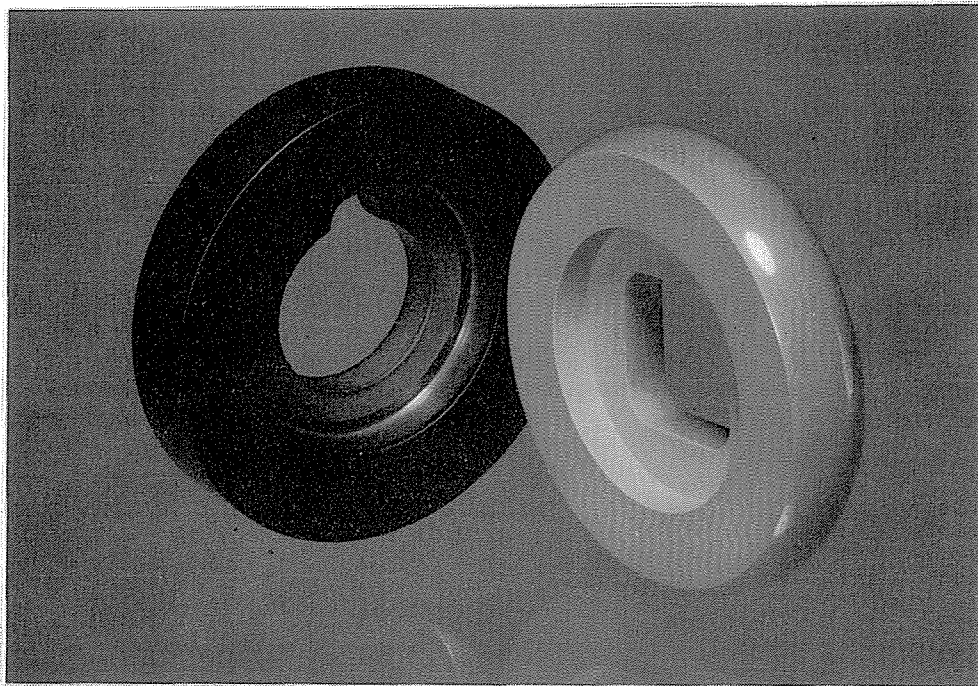


Bild 5.1-3: Anordnung der Probekörper im Hochtemperaturtribometer

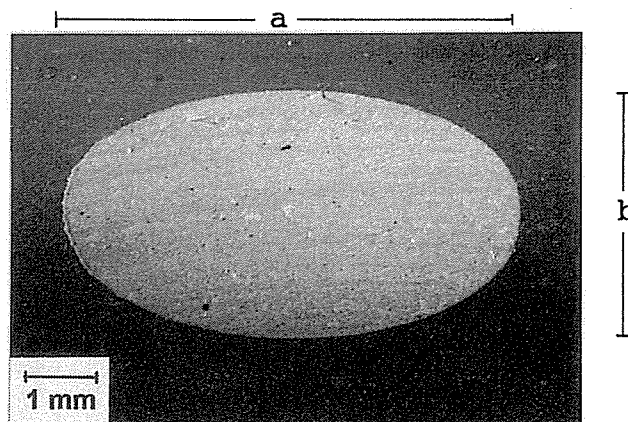


Bild 5.1-4: Verschleißfläche des stationären Probekörpers

Das Tribosystem /9/ ist wie folgt charakterisiert:

I Beanspruchungskollektiv

- Bewegungsart: gleiten
- Bewegungsablauf: kontinuierlich
- Normalkraft F_N : 1 N und 10 N; statisch
- Gleitgeschwindigkeit v : 0.03 m/s - 5 m/s
- Drehzahl: ca. 18 min^{-1} - 1800 min^{-1}
- Umgebungstemperatur T : 22°C - 1000°C
- Gleitweg s : ≥ 1000 m
- Prüfdauer t : 6 - 480 Minuten

II Struktur des Prüfsystems

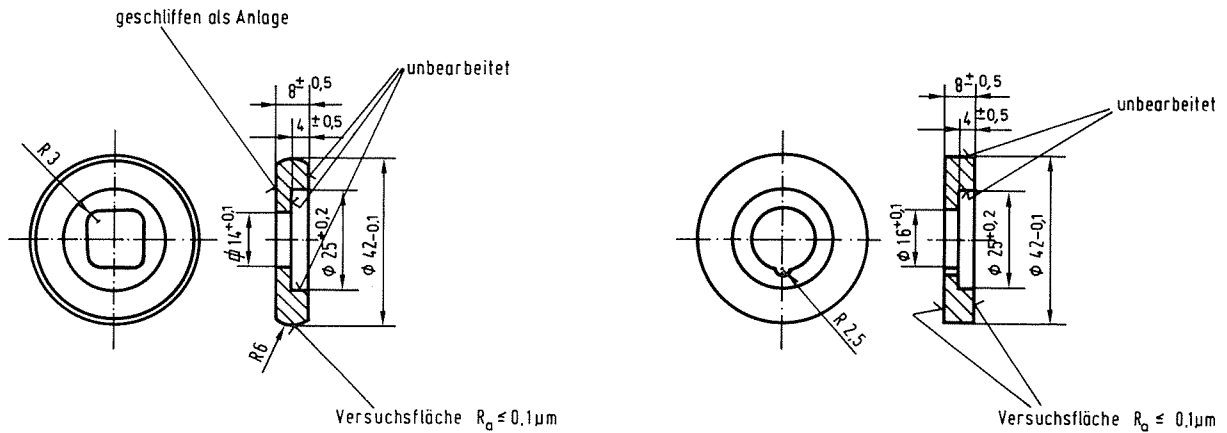
- Grundkörper: stationärer Probekörper (Stift)
 - Eingriffsverhältnis: 1
 - Werkstoff: Si_3N_4 , Si_3N_4 -Composites
- Gegenkörper: rotierender Probekörper (Scheibe)
 - Eingriffsverhältnis: unter 0.02
 - Werkstoff: Si_3N_4 , Si_3N_4 -Composites
- Umgebungsmedium: Laborluft mit 18 bis 40 % rel. Luftfeuchte bei 22°C
- Zwischenstoff: ohne (ungeschmiert)
- Reibungszustand: Festkörpergleitreibung

III Tribologische Kenngrößen beim Gleitverschleiß

- Reibungszahl f nach Gleitweg s
- linearer Verschleißbetrag W_1 -> Verschleißvolumen W_v
- Verschleißvolumen-Gleitweg-Kurven
- Verschleißrate dW_v/ds
- Integraler Verschleißkoeffizient $k_{v,0-s} = W_v/(F_N \cdot s)$
- Differentieller Verschleißkoeffizient $k_{v,s=1000m}$
- Kritische Flächenpressung p_{krit}
- Kritische "Reibleistungsdichte" $N_{RD,krit} = f \cdot v \cdot p_{krit}$
- Eingriffsverhältnis $\epsilon = \frac{\text{nominelle Berührungsfläche}}{\text{Gesamtlauf- bzw. Reibfläche}}$

5.2 Probekörpergeometrie

Die Geometrien des stationären und des rotierenden Probekörpers zeigt Bild 5.2-1.



Stationärer Probekörper

rotierender Probekörper

Bild 5.2-1: Probekörpergeometrien

Der stationäre Probekörper wurde durch Formschleifen der Mantelfläche aus einer Scheibe hergestellt. Die Radien der Mantelfläche betragen in Gleitrichtung (r_a) 21 mm und senkrecht zur Gleitrichtung (r_b) 6 mm. Durch die gekrümmte Oberfläche lagen zu Versuchsbeginn definierte Einlaufbedingungen mit Punktkontakt vor.

5.3 Verschleißmessung und -berechnung

Die Verschleißflächen wurden lichtmikroskopisch und durch Tastschnittmessungen vermessen. Daraus berechneten sich die Verschleißbeträge /7,88/.

- Stationärer Probekörper

Für den linearen Verschleißbetrag W_1 bzw. h des stationären Probekörpers gilt:

$$h_a = \frac{d_a}{2} - \left[\left(\frac{d_a}{2} \right)^2 - \left(\frac{a}{2} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}; \quad h_b = \frac{d_b}{2} - \left[\left(\frac{d_b}{2} \right)^2 - \left(\frac{b}{2} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}; \quad \bar{h} = \frac{h_a + h_b}{2} \quad (5.3-1)$$

a ist der Kalottendurchmesser in Gleitrichtung und b der Kalottendurchmesser senkrecht dazu (Bild 5.1-4). Die Krümmungsdurchmesser der Mantelflächen d_a und d_b betragen 42 mm und 12 mm.

Aus der Kalottenhöhe h ergibt sich das Verschleißvolumen W_V des stationären Probekörpers:

$$W_V = \left(\frac{\pi}{6}\right) \cdot h^2 \left[3 \cdot (2a' + 2r - h)^{\frac{1}{2}} \cdot (2r - h)^{\frac{1}{2}} + h \right] \quad (5.3-2)$$

mit $a' = (r_a - r_b) = 15 \text{ mm}$ ($r_a = 21 \text{ mm}$, $r_b = 6 \text{ mm}$).

- Rotierender Probekörper

Durch Tastschnittmessungen über die Verschleißspur des rotierenden Probekörpers wurden der planimetrische Verschleißbetrag, die Spurtiefe und die Auftragsdicke bestimmt. Die Bilder A6-1 und A6-2 im Anhang zeigen charakteristische Tastschnittmessungen über die Verschleißflächen des stationären und des rotierenden Probekörpers.

Das Verschleißvolumen für den rotierenden Probekörper erhält man durch Multiplikation des planimetrischen Verschleißbetrages W_G mit dem Verschleißspurumfang $U = \pi \cdot d_s$:

$$W_V = \pi \cdot d_s \cdot W_G \quad (5.3-3)$$

5.4 Schwingungsmessungen am Hochtemperaturtribometer

Schwingungen eines Tribometers können die Reibungs- und Verschleißmessungen beeinflussen /37/. Schwingungsmessungen wurden durchgeführt, um auszuschließen, daß die für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit auftretenden Verschleißhochlage/-tieflage-Übergänge /202/ durch Eigenschwingungen des Hochtemperaturtribometers (HTT1) verursacht wurden.

Durch die Aufnahme der Reibkräfte mit hoher zeitlicher Auflösung wurde zusätzlich die Aussagekraft der Registrierung von Reibkräften mit einem trägen Schreiber überprüft. Die Mittelwerte der bei Raumtemperatur für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen mit einer hohen Taktfrequenz von 40 kHz an der Kraftmeßdose aufgenommenen Reibkraftsignale und die daraus abgeleiteten Reibungszahlen f_B /43/ stimmten sehr gut mit den Reibungszahlen f_S überein, die aus dem Diagramm des trägen Schreibers bei kontinuierlicher Reibkraftmessung abgelesen wurden (Tabelle A5.4-1 und Kap. 6.1). Die zusätzliche Aufnahme der Reibkräfte mit hoher Taktfrequenz ermöglichte

darüber hinaus weitergehende Aussagen.

Drehzahlabhängige Eigenschwingungen traten am HTT1 im Leerlauf zwischen 150 und 500 Hz sowie zwischen 800 und 1100 Hz auf /42, 43/. Verstärkt wurden diese systembedingten Schwingungen teilweise bei Gleitgeschwindigkeiten um 1 m/s. Die Schwankungsbreite der Reibkräfte betrug dabei für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen bei 10 N Last bis zu ± 3 N, während sie sonst deutlich geringer war.

Schwingungsmessungen im Hochfrequenzbereich oberhalb der Eigenschwingungsfrequenzen des HTT1 zeigten, daß die Anregung des Systems von den Beanspruchungsbedingungen, der Werkstoffpaarung, den Verschleißpartikeln, der Reibungszahl und dem Umgebungsmedium abhängt. Die auftretenden Schwankungen der Reibkräfte um einen Mittelwert waren charakteristisch für den Zustand des tribologischen Systems, d. h. den Reibungs- und Oberflächenzustand, da im Hochfrequenzbereich die vom Tribometer stammenden Störeinflüsse gering waren /43/ und die Schwankungen der Reibkräfte um einen Mittelwert direkt auf eine stochastische Kraftanregung des Systems durch die Wechselwirkung der Oberflächen bei Reibbeanspruchung zurückgeführt werden können.

Werkstoffpaarungen mit niedrigen Reibungszahlen, die Bildung von reibungs- und verschleißmindernden Reaktionsschichten, eine Einmalschmierung mit Wassertropfen sowie die Entfernung von Verschleißpartikeln aus der Kontaktfläche führten zu einer Reduzierung der Reibkraftschwankungen und -schwingungen sowie einem ruhigen Verlauf der Reibkraft als Funktion der Zeit /42,43/. Rauhe Oberflächen und hohe Reibkräfte führten dagegen sowohl am HTT1 als auch in Industrieanlagen (z. B. Wälzlagerungen) zur Anregung von Schwingungen bzw. zu Schwankungen der Reibkraft /43/.

Bei der Analyse von Reibungs- und Verschleißzuständen durch die Aufnahme von Beschleunigungsmeßsignalen konnte Lulf /43/ sowohl bei den Labormessungen am HTT1 als auch bei Betriebsanwendungen eine sehr gute Übereinstimmung zwischen dem durch rechnergestützte Analyseverfahren aus dem Schwingungsspektrum erhaltenen Kennwert KW_1 (Spektralanalysewert) und der Reibungszahl herstellen (Bild 5.4-1). Durch die rechnergestützte Auswertung der Reibkraftsignale bzw. die Analyse der Schwingungsspektren mit Hilfe rechenintensi-

ver Algorithmen ist damit eine Beurteilung des tribologisch bedingten Werkstoff- bzw. Anlagenzustandes möglich.

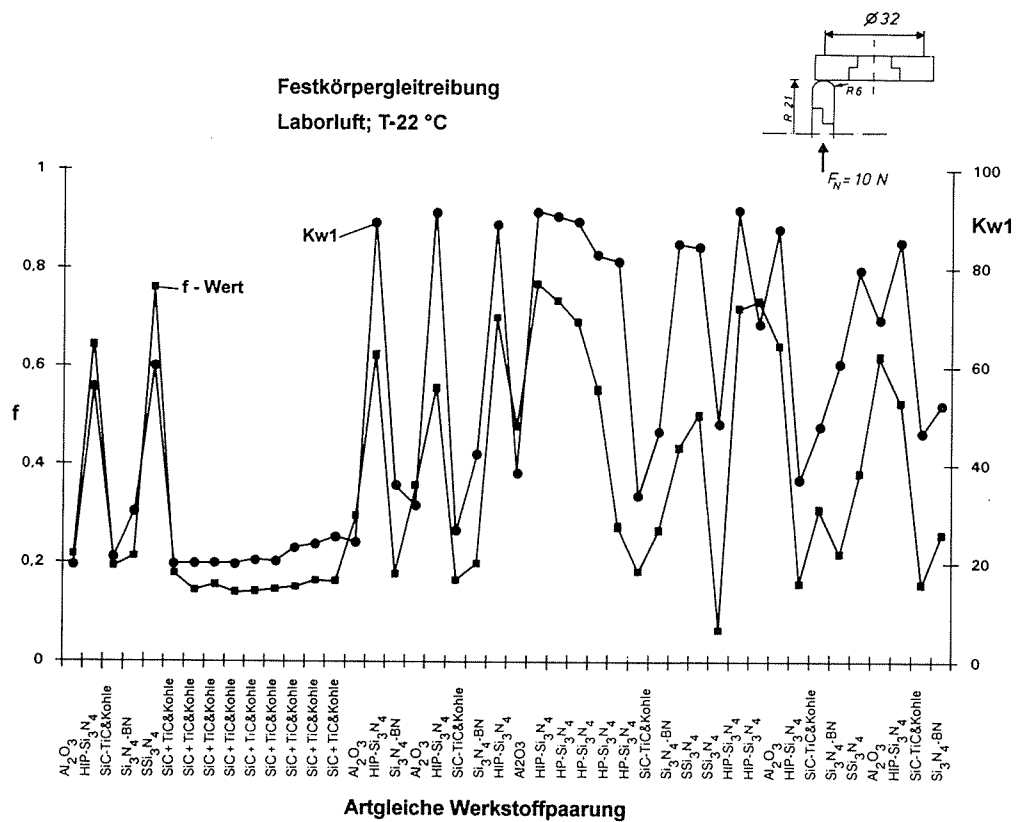


Bild 5.4-1: Vergleich von Reibungszahl f und Kennwert (KW1) nach Korrelationsrechnungen /43/ für Keramik/Keramik-Paarungen bei unterschiedlichen Gleitgeschwindigkeiten

Für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen traten bei Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s , Raumtemperatur und 10 N nach einem Gleitweg von etwa 50 m teilweise starke Schwankungen der Reibungszahlen zwischen 0.3 und 0.9 (Kap. 6.1.1) sowie Schwingungen auf. Durch die digitale Aufnahme der Meßwerte mit hoher zeitlicher Auflösung, die für 40 kHz bei $25 \mu\text{s}$ liegt und damit bei 0.3 bzw. 3 m/s eine örtliche Auflösung von 7.5 bzw. $75 \mu\text{m}$ erlaubt, konnten diese Reibungszustände analysiert werden /42/. In Bild 5.4-2 sind die Reibkraft und der lineare Verschleißbetrag als Funktion der Zeit für eine $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarung vor und nach dem Entfernen von Verschleißpartikeln aufgetragen. Der sinusförmige Verlauf des Verschleißsignals wurde durch den axialen Schlag der Stirnfläche des rotierenden Probekörpers verursacht. Die periodisch auftretenden Schwingungen des Reibkraft- und des Verschleißsignals waren mit diesem Scheibenschlag korreliert. Die Reibungskräfte schwankten periodisch mit

jeder Umdrehung des rotierenden Probekörpers. Sie lagen in der Hochlage bei 8 N und in der Tieflage bei 3.5 N. Ursache der starken Schwankungen der Reibkraft waren Verschleißpartikel. Nach dem mechanischen Entfernen von Verschleißpartikeln aus der Kontaktfläche waren die Kurvenverläufe des Reibkraftsignals und des linearen Verschleißbetrages geglättet. Die Reibungszahl sank durch das Entfernen der Verschleißpartikel bei Raumtemperatur und kleinen Gleitgeschwindigkeiten um 0.3 bis 0.5. Die Verschleißpartikelschicht war ca. 1 μm dick. Die Schwingungsmessungen zeigten, daß Hochlage/Tieflage-Übergänge von Reibungszahlen und Verschleißkoeffizienten nicht durch Eigenschwingungen des HTT1 verursacht wurden.

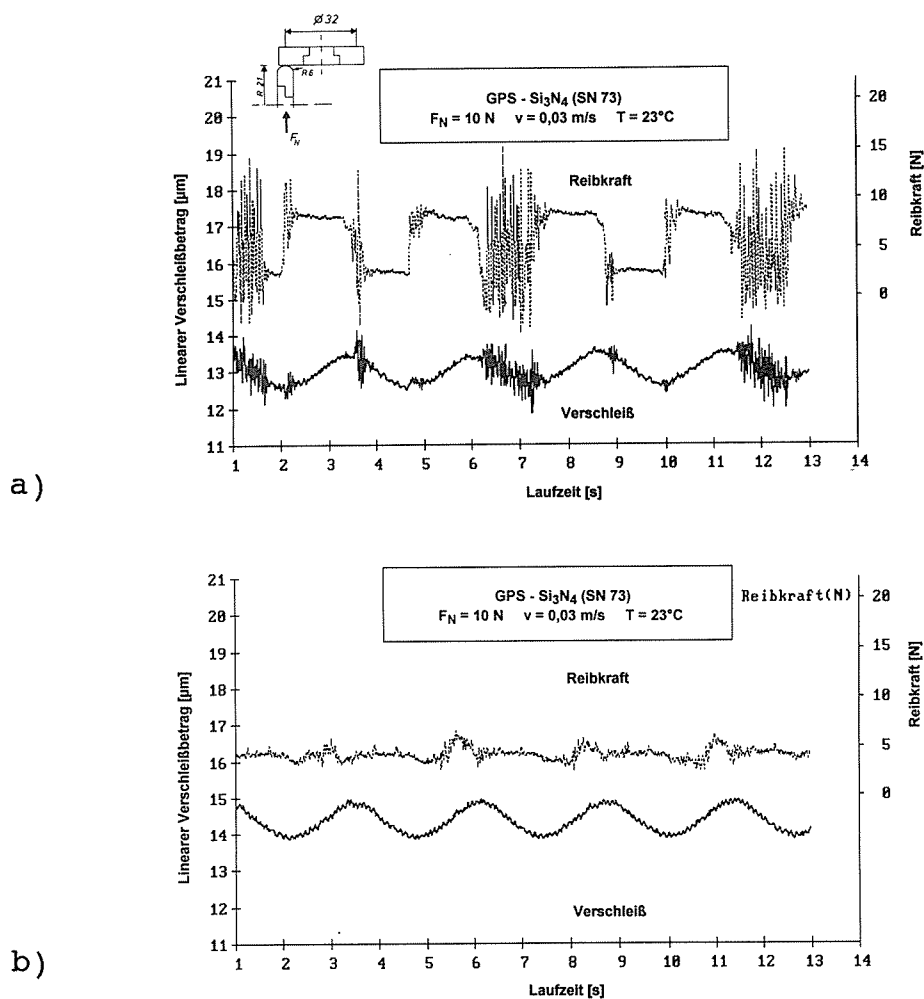


Bild 5.4-2: Reibkraft und linearer Verschleißbetrag als Funktion der Zeit für eine GPS-Si₃N₄/GPS-Si₃N₄-Gleitpaarung im Hochtemperaturtribometer bei tribologischer Beanspruchung in Luft /42/:

- a) Mit Verschleißpartikeln;
- b) nach der Entfernung von Verschleißpartikeln

6 ERGEBNISSE DER TRIBOLOGISCHEN UNTERSUCHUNGEN

Tribologische Untersuchungen an $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen bei Festkörperreibung wurden in vielen Fällen nur bei Raumtemperatur, niedrigen Flächenpressungen, niedrigen Gleitgeschwindigkeiten sowie bis zu kleinen Gleitwegen durchgeführt (Kap. 3). Die wenigen Ergebnisse mit verschiedenen Si_3N_4 -Werkstoffen bei höheren Gleitgeschwindigkeiten und hohen Flächenpressungen wurden meist nur bei Raumtemperatur gewonnen. Sie waren zudem durch unterschiedliche Versuchsaapparaturen und -geometrien oder unvollständige Angaben über die Versuchsbedingungen und Werkstoffe nicht vergleichbar. In der vorliegenden Arbeit wurde daher das tribologische Verhalten sehr unterschiedlicher Si_3N_4 -Werkstoffe gegen sich selbst für große Beanspruchungsbereiche in einer Versuchsaapparatur vergleichend untersucht (Kap. 2 und 5). Die Versuchsergebnisse für acht Si_3N_4 -Materialien, für CVD- Si_3N_4 , für Si_3N_4 -TiN und für drei Si_3N_4 -BN-Werkstoffe sind in den Tabellen A6.1-1 bis A6.1-9, A6.2-1, A6.3-1 und A6.4-1 zusammengestellt. Die relative Luftfeuchte bei Raumtemperatur betrug 18 bis 40 %. Einzelne, bei höheren relativen Luftfeuchten bis zu 70 % durchgeführte Versuche ergaben ähnliche Ergebnissen, so daß bei den gewählten Versuchsbedingungen kein stärkerer Einfluß der relativen Luftfeuchte zwischen 18 und 70 % nachweisbar war.

Während der Versuche wurden die Reibkraft und der lineare Verschleißbetrag kontinuierlich mitgeschrieben. Die Bilder 6-1 und 6-2 zeigen, exemplarisch für kommerzielle Si_3N_4 -Werkstoffe sowie Si_3N_4 -Composites mit BN bzw. TiN, die schematisierten Kurvenverläufe für die Reibkraft und den linearen Verschleißbetrag als Funktion der Zeit bzw. des Gleitwegs.

Charakteristische Tastschnittmessungen über die Verschleißspuren der Si_3N_4 -Werkstoffe, des CVD- Si_3N_4 -beschichteten $\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ sowie der Composites Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN sind in den Bildern A6-2 bis A6-7 (Kap. 14.2) dargestellt. Die Tastschnittmessungen an der Oberfläche des rotierenden Si_3N_4 -Probekörpers zeigen meist tiefe, gut ausgeprägte Verschleißspuren mit rauher Oberfläche und Riefen sowie vereinzelt Aufträge. Die Verschleißspuren der Composites mit Si_3N_4 -Matrix waren dagegen im Vergleich zu den unbeanspruchten Bereichen teilweise geglättet und wenig ausgeprägt.

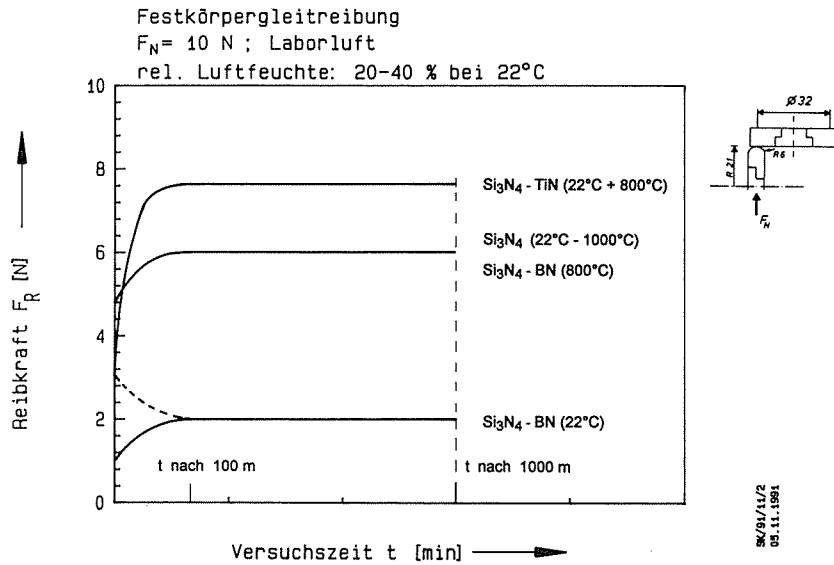


Bild 6-1: Reibkraft F_R als Funktion der Versuchszeit t bzw. des Gleitwegs für artgleiche Si_3N_4 -Gleitpaarungen (Schematische Darstellung)

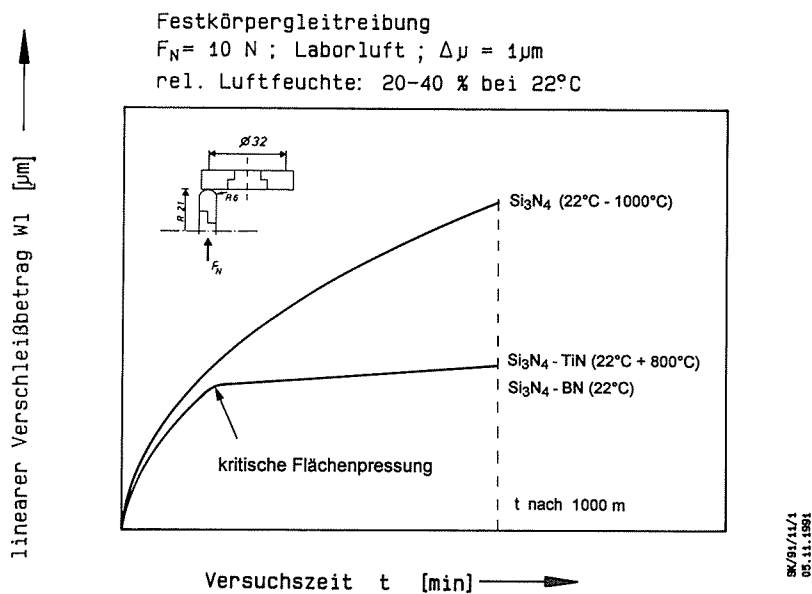


Bild 6-2: Linearer Verschleißbetrag W_1 als Funktion der Versuchszeit t bzw. des Gleitwegs s für artgleiche Si_3N_4 -Gleitpaarungen (Schematische Darstellung)

6.1 Kommerzielle Si₃N₄-Werkstoffe

Zunächst werden die Ergebnisse der tribologischen Untersuchungen an acht kommerziellen Si₃N₄-Materialien mit verschiedener Zusammensetzung und unterschiedlichem Herstellungsprozeß bei Festkörpergleitreibung dargestellt (Tabellen A6.1-1 bis A6.1-9).

6.1.1 Reibungszahlen

Zu Beginn der Versuche nahm die Reibkraft für Si₃N₄/Si₃N₄-Gleitpaarungen schnell zu (Bild 6-1). Bereits nach Gleitwegen unter 50 m lagen die stationären Reibungszahlen allgemein über 0.4. Nur bei 1 m/s und 22°C sank die Reibungszahl mit zunehmendem Gleitweg von 0.8 auf Werte um 0.5. Bei Raumtemperatur und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s schwankten die Reibungszahlen während der Versuche stark (Kap. 5.4) /7,156/. Die Bilder 6.1.1-1 und 6.1.1-2 zeigen die Reibungszahl nach 1000 m Gleitweg bei 10 N Last sowie 22°C und 800°C in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit für Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen. Die stationären Festkörperreibungszahlen lagen für die kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffe mit Ausnahme von GPS-Si₃N₄(SN73) zwischen 0.4 und 0.7 bei Raumtemperatur (Bild 6.1.1-1) sowie zwischen 0.5 und 1 bei 800°C (Bild 6.1.1-2).

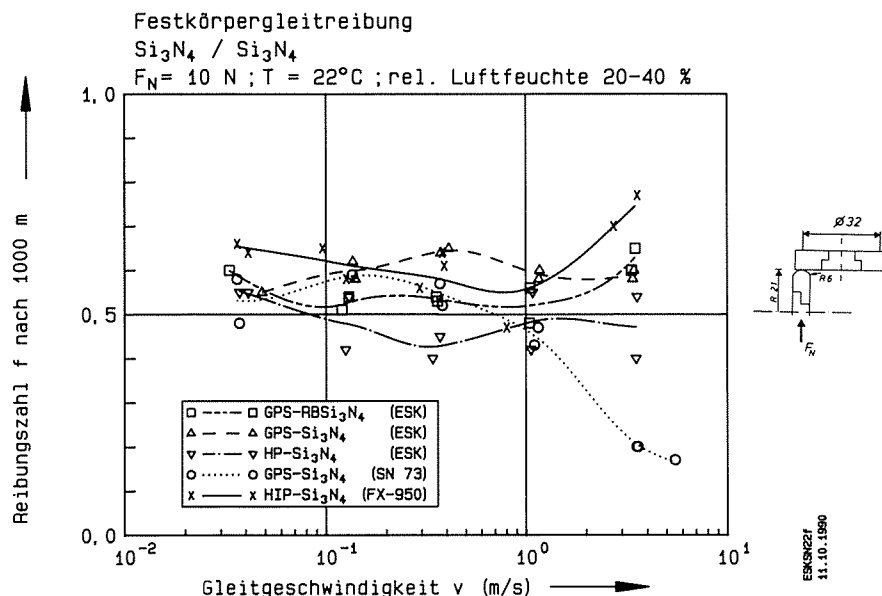


Bild 6.1.1-1: Festkörperreibungszahlen von Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen nach 1000 m als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 22°C

Für Si_3N_4 mit geringem Additivgehalt wurden bei 22°C unabhängig von der Gleitgeschwindigkeit nach 1000 m Reibungszahlen zwischen 0.4 und 0.65 gemessen (Bild 6.1.1-1). Etwas höhere Reibungszahlen um 0.7 wurden für Si_3N_4 mit hohem Y_2O_3 - bzw. hohem Glasphasengehalt gemessen (Tabellen 4.1-1 und A6-1 bis A6-4), wobei ein Minimum mit Werten um 0.5 bei 1 m/s liegt (Bilder 6.1.1-3 u. 6.1.1-4). Für GPS- Si_3N_4 /GPS- Si_3N_4 (SN73)-Paarungen sank die Reibungszahl nach 1000 m bei Raumtemperatur mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit (Bild 6.1.1-1). Als Funktion des Gleitwegs nahm die Reibungszahl von GPS- Si_3N_4 (SN73) dabei für Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s nach dem Durchlaufen eines Maximums mit Reibungszahlen um 0.8 ab und erreichte bereits nach 50 m konstant niedrige Werte um 0.2. Für HIP- Si_3N_4 /HIP- Si_3N_4 (ESK: EKA-SIN2000) sank die Reibungszahl während einzelner Versuche bei 22°C und 1 m/s periodisch von 0.6 auf zeitweise unter 0.3.

Bei 800°C lagen die Reibungszahlen der kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe über 0.5 und auf einem höheren Niveau als bei 22°C (Bilder 6.1.1-1 und 6.1.1-2). Ein unterschiedlich stark ausgeprägtes Minimum der Reibungszahlen trat bei 800°C zwischen 0.5 und 1 m/s auf.

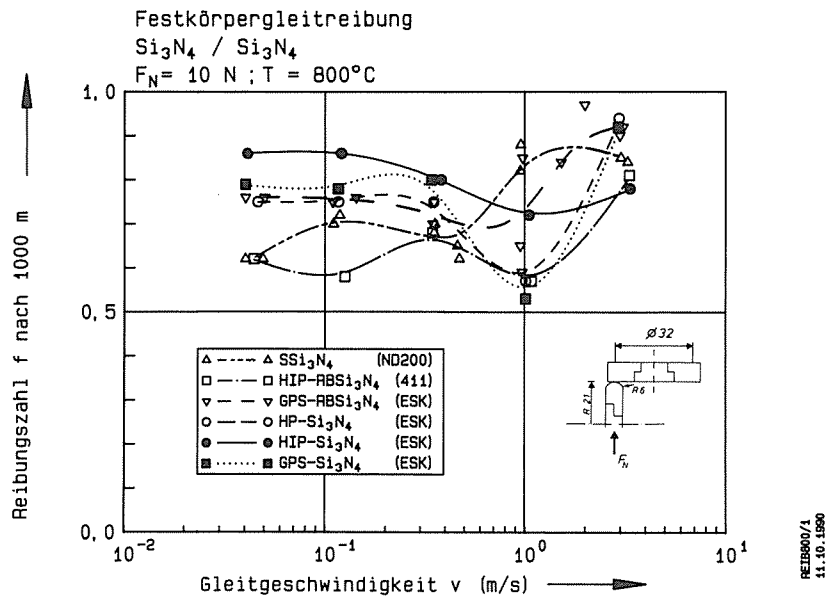


Bild 6.1.1-2: Festkörperreibrungszahlen von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen nach 1000 m als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 800°C

Bild 6.1.1-3 zeigt die Reibungszahl von SSi_3N_4 (ND200) als Funktion der Gleitgeschwindigkeit für verschiedene Umgebungstemperatu-

ren. Das Minimum sowie das bei höheren Gleitgeschwindigkeiten folgende Maximum der Reibungszahlen verschieben sich mit steigender Temperatur zu kleineren Gleitgeschwindigkeiten. Bei 1000°C ist das Reibungsmaximum am deutlichsten ausgeprägt, wobei in der Verschleißspur durch Tastschnittmessungen dicke Auftragsschichten nachgewiesen wurden.

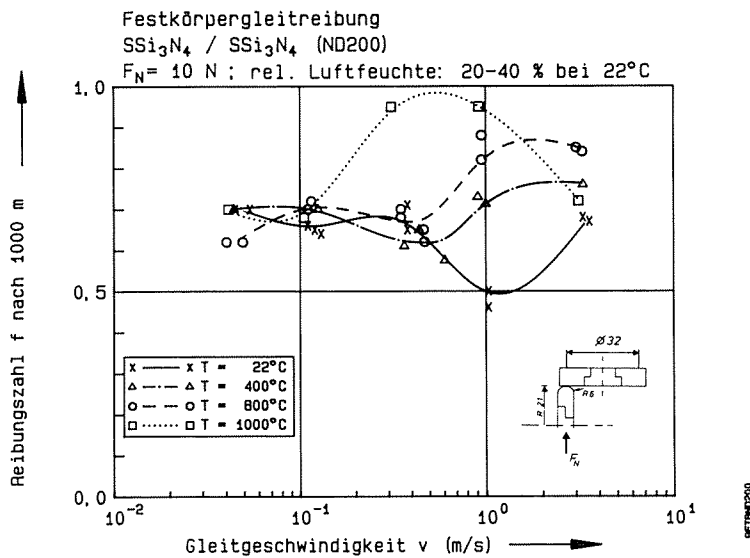


Bild 6.1.1-3: Festkörperreibrungszahlen von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200)-Paarungen nach 1000 m als Funktion der Gleitgeschwindigkeit für Umgebungstemperaturen zwischen 22°C und 1000°C

Für SSi_3N_4 (ND200) wurden in Bild 6.1.1-4 die Reibungszahlen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit für 1 N und für 10 N Last bei Temperaturen von 22°C und 800°C aufgetragen, um einen möglichen Einfluß durch Triboxidation bei niedrigeren Lasten zu untersuchen. Die Reibungszahlen lagen dabei zwischen 0.4 und 1, wobei die höheren Werte bei 800°C gemessen wurden. Bei Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s waren die Unterschiede gering mit Reibungszahlen bei 0.7. Bei 1 N und 22°C nahm die Reibungszahl oberhalb von 0.3 m/s ab und erreichte bei 3 m/s einen Wert von 0.4. Mit zunehmender tribologischer Beanspruchung, d. h. mit zunehmender Last und steigender Temperatur, verschiebt sich das Minimum zu einer kleineren Gleitgeschwindigkeit, und zwar von 3 m/s bei 1 N und 22°C zu 0.5 m/s bei 10 N und 800°C. Dabei nehmen die Reibungszahlen im Minimum zu. Nur bei 10 N Last und 800°C wird bei höheren Gleitgeschwindigkeiten eine Hochlage oder ein Reibungsmaximum erreicht (Bild 6.1.1-4).

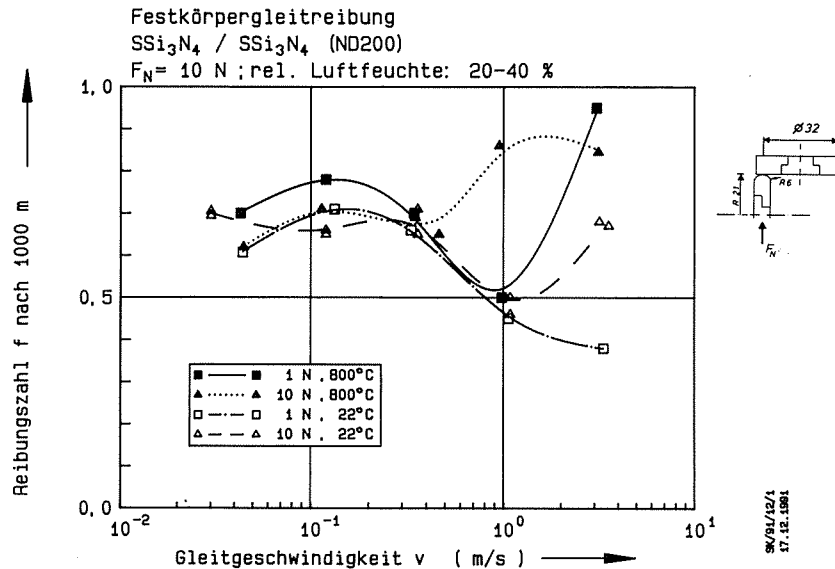


Bild 6.1.1-4: Festkörperreibungszahlen von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200)-Paarungen nach 1000 m als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 1 N und 10 N für 22°C und 800°C

Die Reibungszahlen der verschiedenen untersuchten kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe lagen über 0.4 und sind damit für viele Anwendungen zu hoch. Die Einflüsse von Gleitgeschwindigkeit, Werkstoff und Umgebungstemperatur waren gering.

6.1.2 Verschleißbeträge

In den Bildern 6.1.2-1 bis 6.1.2-4 ist das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers (Stift) einzelner Paarungen exemplarisch für die verschiedenen kommerziellen $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen über dem Gleitweg für unterschiedliche Gleitgeschwindigkeiten bei 22°C, 400°C, 800°C und 1000°C aufgetragen. Das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers nimmt dabei annähernd linear mit dem Gleitweg zu. Da die nominelle bzw. geometrische Kontaktfläche mit zunehmendem Verschleißvolumen größer wird, nimmt bei konstanter Normalkraft mit zunehmendem Gleitweg die Flächenpressung ab. Da die Abnahme der Flächenpressung keinen Einfluß auf die Verschleißrate dW_v/ds hatte, sind die Verschleißrate sowie der Verschleißkoeffizient unabhängig von der Flächenpressung und dem Gleitweg. Der integrale Verschleißkoeffizient $k_{v,0-s}$ bis zum Gleitweg s ist damit für kommerzielle $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen ebenso groß wie der differentielle Verschleißkoeffizient, der am Versuchsende

durch Ableitung des Verschleißvolumens nach dem Gleitweg und Division durch die Normalkraft berechnet wurde.

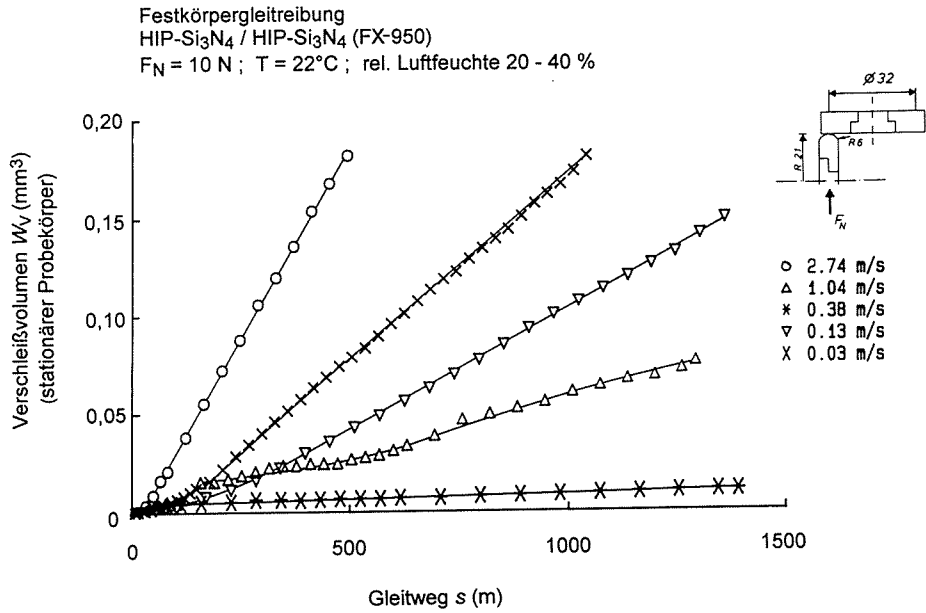


Bild 6.1.2-1: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von HIP-Si₃N₄/HIP-Si₃N₄(FX-950) als Funktion des Gleitweges für verschiedene Geschwindigkeiten bei 10 N und 22°C

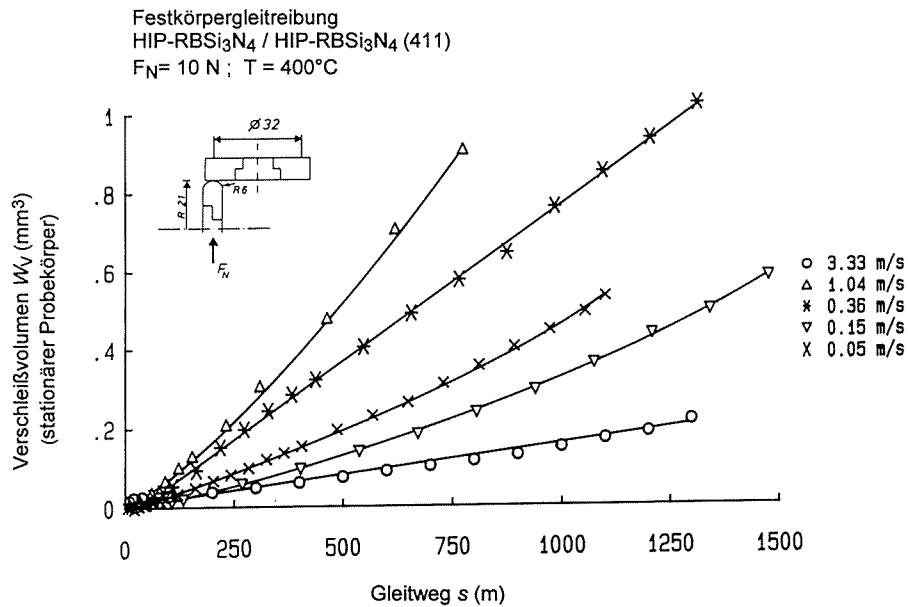


Bild 6.1.2-2: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von HIP-RBSi₃N₄/HIP-RBSi₃N₄(411) als Funktion des Gleitweges für verschiedene Geschwindigkeiten bei 10 N und 400°C

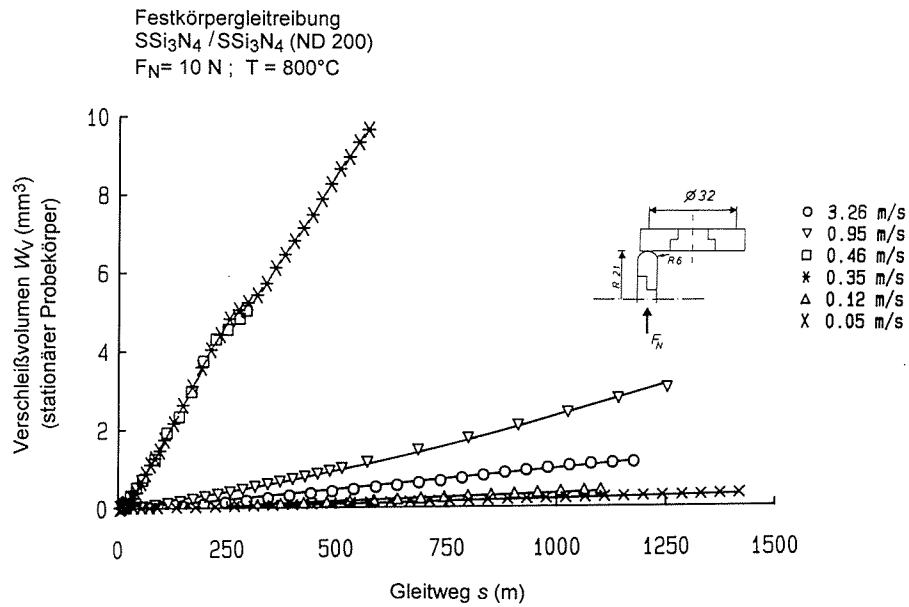


Bild 6.1.2-3: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von $\text{SSi}_3\text{N}_4 / \text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) als Funktion des Gleitwegs für verschiedene Geschwindigkeiten bei 10 N und 800°C

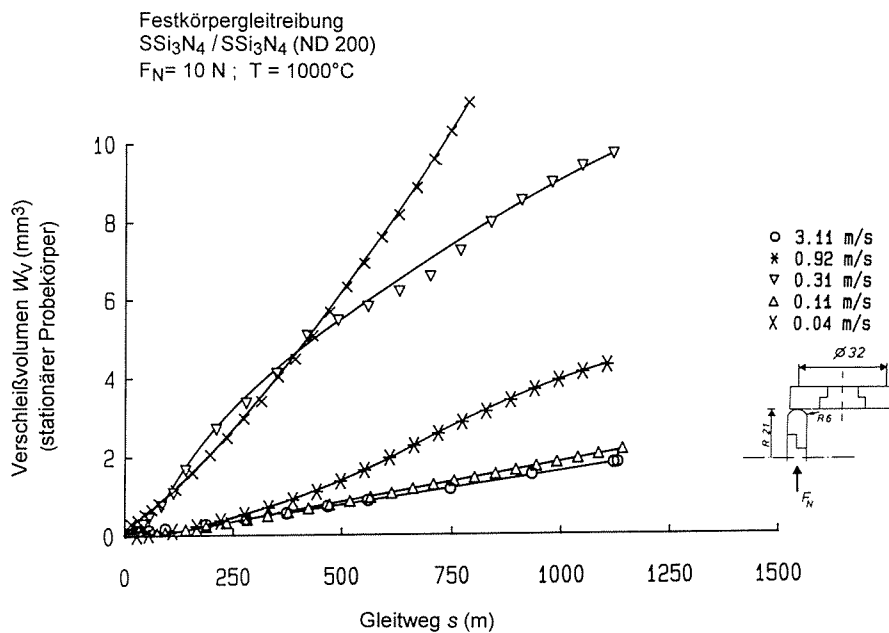


Bild 6.1.2-4: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von $\text{SSi}_3\text{N}_4 / \text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) als Funktion des Gleitwegs für verschiedene Geschwindigkeiten bei 10 N und 1000°C

Das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers nahm für $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ -Paarungen mit hohem Glasphasengehalt bei 10 N, Raumtemperatur und Gleitgeschwindigkeiten über 0.3 m/s linear mit dem Gleitweg zu (Bild 6.1.2-5). Bei Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s stieg die Verschleißrate jedoch nach einem Gleitweg von 100 m bis 500 m an.

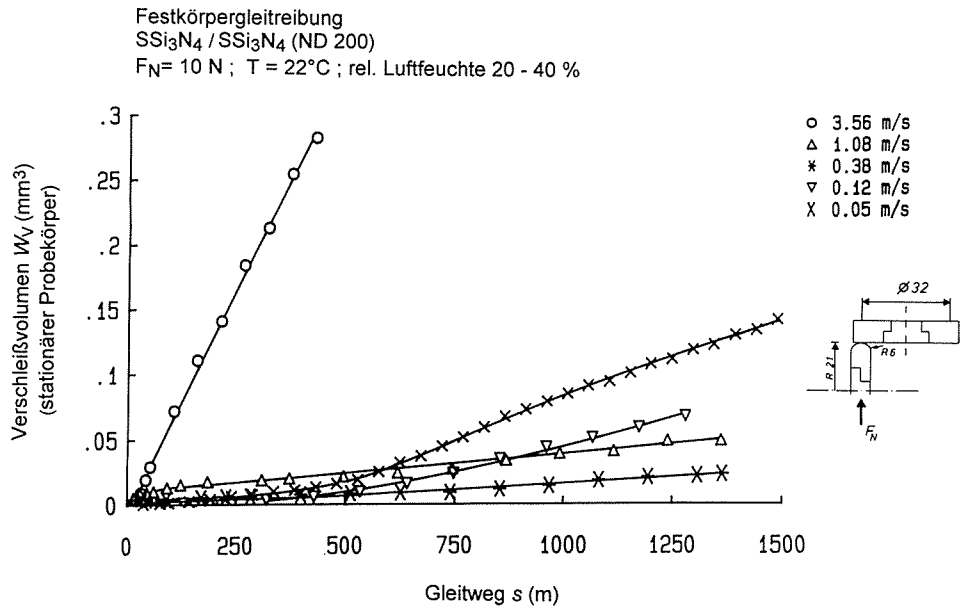


Bild 6.1.2-5: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ als Funktion des Gleitwegs für verschiedene Geschwindigkeiten bei 10 N und 22°C

Die $\text{GPS-Si}_3\text{N}_4/\text{GPS-Si}_3\text{N}_4(\text{SN73})$ -Paarungen zeigten bei Raumtemperatur vor allem bei Gleitgeschwindigkeiten oberhalb von 1 m/s ein leichtes Einlaufverhalten (Bild 6.1.2-6), d. h. eine Abnahme der Verschleißrate mit dem Gleitweg. Mit anderen kommerziellen Si_3N_4 -Materialien wurde nur für einzelne Versuche bei 1 m/s, 10 N und 22°C ein Einlaufverhalten mit differentiellen Verschleißkoeffizienten um $1 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ zu Versuchsbeginn und Werten um $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ nach Gleitwegen über etwa 500 m beobachtet.

Bei 1 N Last und 22°C (Bild 6.1.2-7) bzw. 800°C (Bild 6.1.2-8) nahm das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ -Gleitpaarungen linear mit dem Gleitweg zu. Bei 800°C und Gleitgeschwindigkeiten von 1 m/s und 3 m/s stieg das Verschleißvolumen mit zunehmendem Gleitweg proportional, aber nicht linear an.

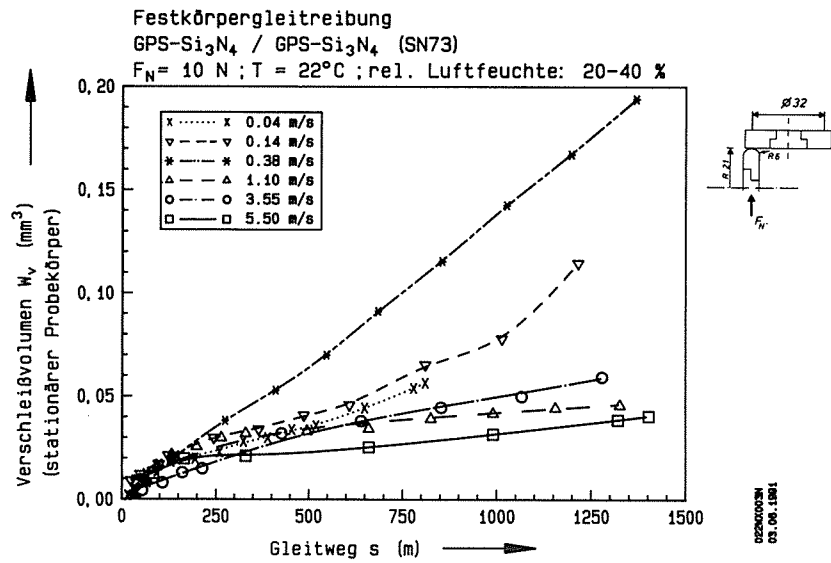


Bild 6.1.2-6: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von GPS-Si₃N₄/GPS-Si₃N₄(SN73) als Funktion des Gleitwegs für verschiedene Geschwindigkeiten bei 10 N und 22°C

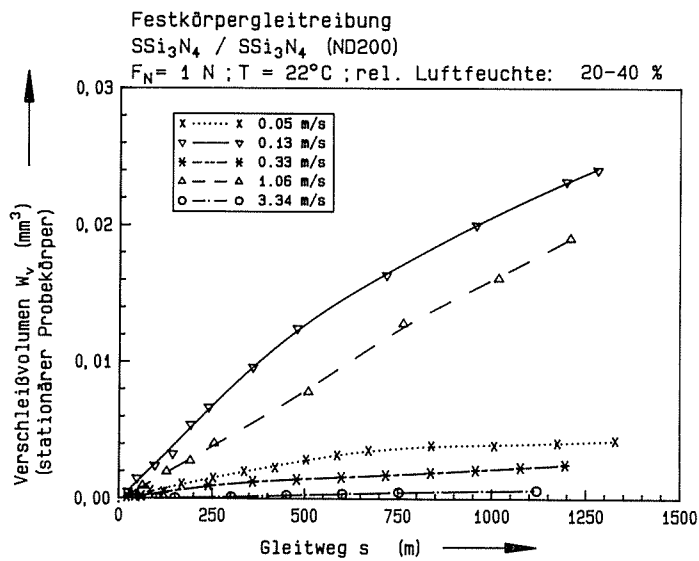


Bild 6.1.2-7: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von SSi₃N₄/SSi₃N₄(ND200) als Funktion des Gleitwegs für verschiedene Geschwindigkeiten bei 1 N und 22°C

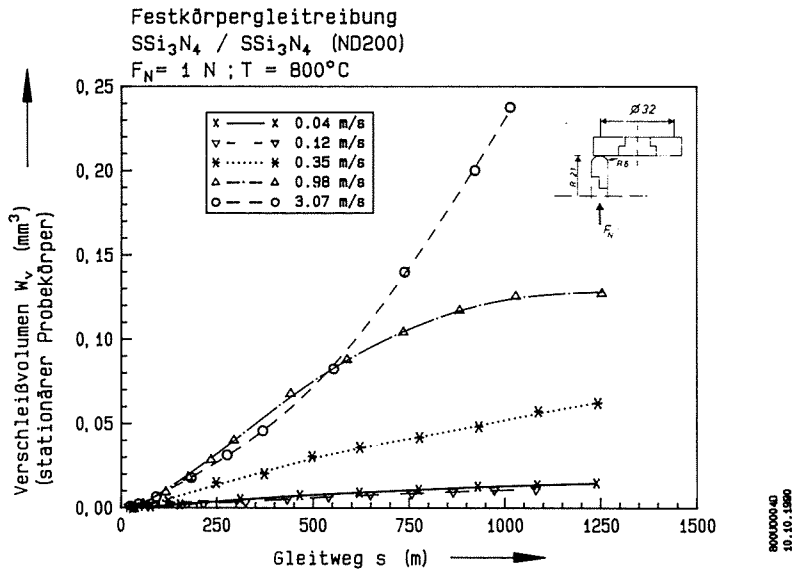


Bild 6.1.2-8: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) als Funktion des Gleitwegs für verschiedene Geschwindigkeiten bei 1 N und 800°C

In Bild 6.1.2-9 sind die Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers nach 1000 m für jeweils eine $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarung bei Raumtemperatur sowie, charakteristisch für höhere Temperaturen, bei 400°C für verschiedene Gleitgeschwindigkeiten zum Vergleich getrennt aufgetragen. Das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers mit einem Eingriffsverhältnis von 1 ist bei Raumtemperatur und, noch stärker ausgeprägt, bei höheren Temperaturen deutlich kleiner als das des rotierenden Probekörpers mit einem Eingriffsverhältnis unter 0.02 (Bild 6.1.2-9).

Die Bilder 6.1.2-10 und 6.1.2-11 zeigen die Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers für verschiedene Si_3N_4 -Werkstoffe bei 22°C und 800°C als Funktion der Gleitgeschwindigkeit. Sie machen Einflüsse des Eingriffsverhältnisses sowie des Werkstoffs deutlich. Das Verschleißvolumen des rotierenden Probekörpers war bei 22°C und vor allem bei 800°C größer als das des stationären Probekörpers.

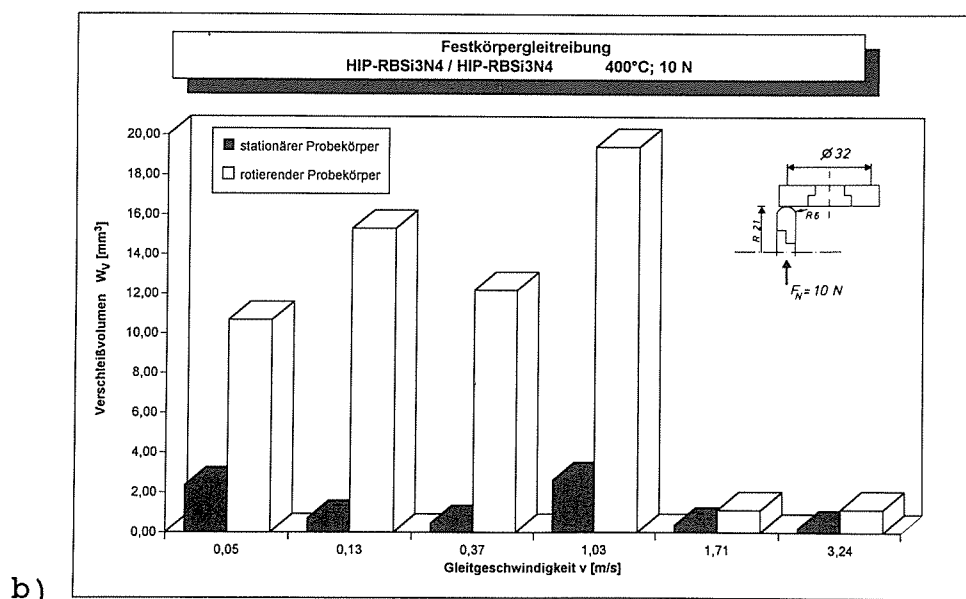
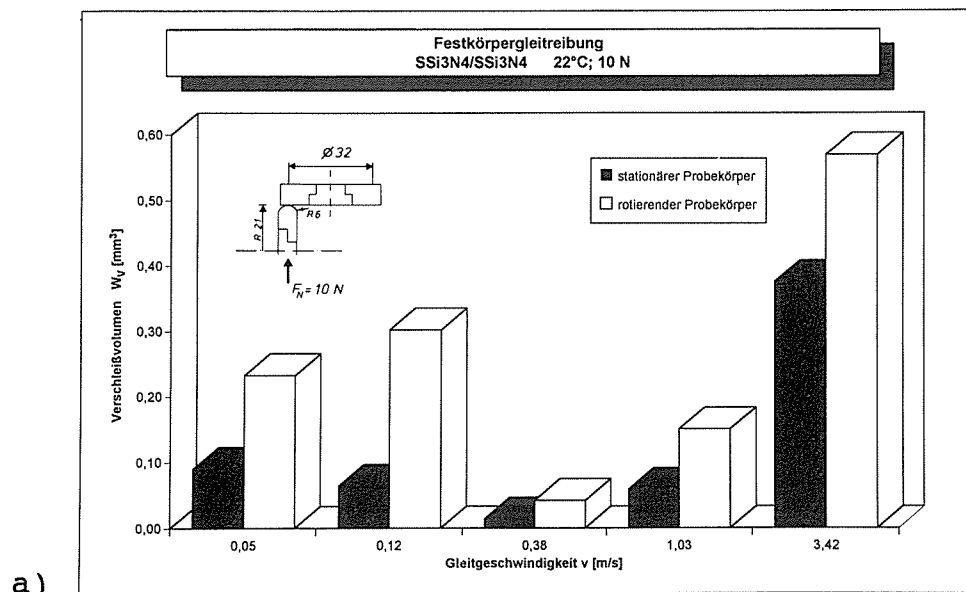


Bild 6.1.2-9: Vergleich der Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Si_3N_4 -Probekörpers für verschiedene Gleitgeschwindigkeiten bei 10 N und a) 22°C sowie b) 400°C

Bei 22°C und Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0,3 und 1 m/s wurden die niedrigsten Verschleißvolumen sowohl für den stationären als auch für den rotierenden Probekörper gemessen, wenn die Si_3N_4 -Werkstoffe Yttriumoxid (Y_2O_3) enthielten (Bild 6.1.2-10). Mit zunehmendem Yttrium-Gehalt (Tabelle 4.1-1) ist das Minimum stärker ausgeprägt. Die Si_3N_4 -Werkstoffe ohne Yttriumoxid hatten kein ausgeprägtes Verschleißminimum im untersuchten Bereich. Die Verschleißvolumen sowohl des stationären als auch des rotierenden Probekörpers nahmen bei 22°C oberhalb von 0,3 bis 1 m/s zu. Ein

anderes Verhalten zeigten nur die GPS-Si₃N₄/GPS-Si₃N₄(SN73)-Gleitpaarungen, für die bei Raumtemperatur das höchste Verschleißvolumen sowohl für den stationären als auch für den rotierenden Probekörper bei etwa 0.5 m/s gemessen wurde (Bild 6.1.2-10). Die Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers nahmen oberhalb von 0.5 m/s mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit ab und waren bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s kleiner als für die anderen Si₃N₄-Werkstoffe. Die Verschleißrate des stationären GPS-Si₃N₄(SN73)-Probekörpers nahm dann mit zunehmendem Gleitweg ab (Bild 6.1.2-6).

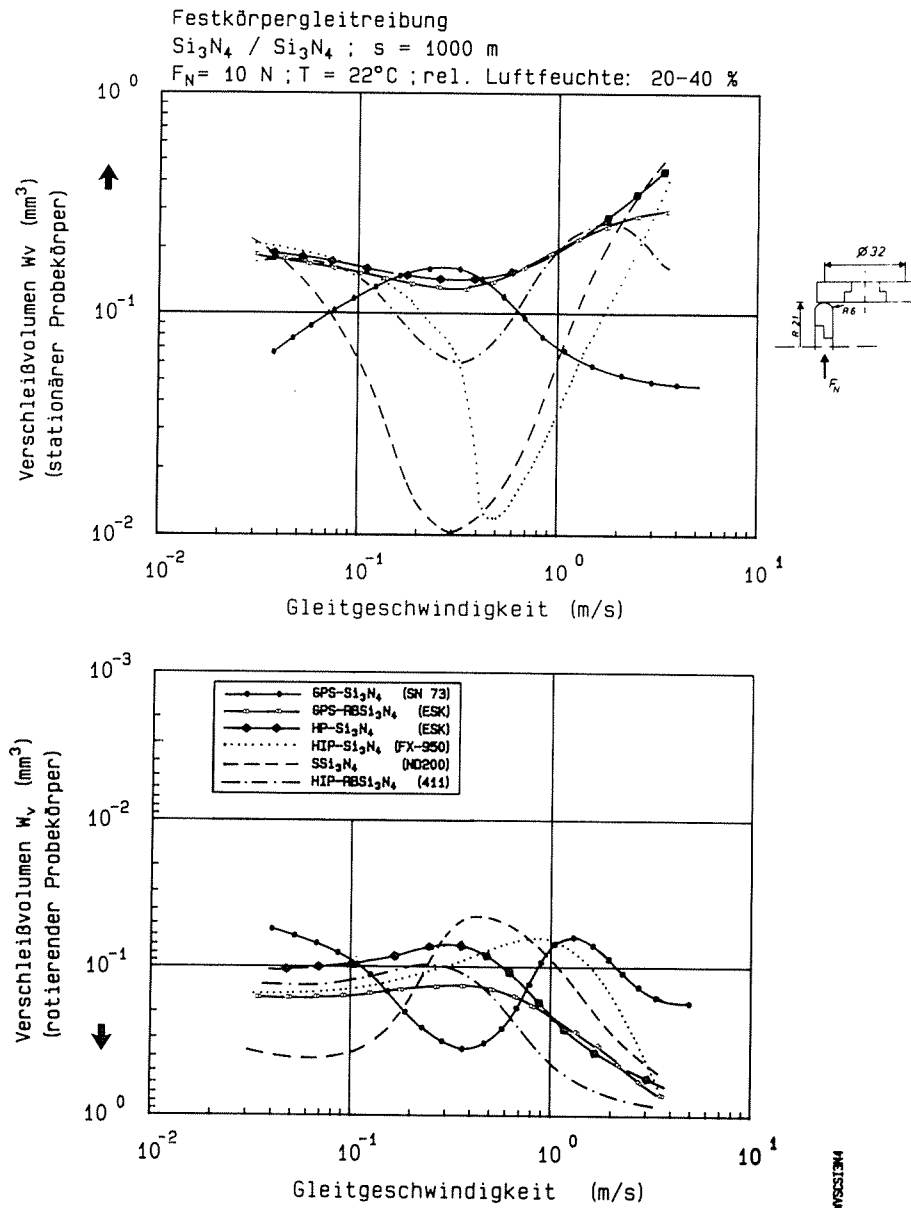


Bild 6.1.2-10: Vergleich der Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers für Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 10 N und 22°C

Für den stationären Probekörper lag bei 800°C und 1 m/s ein Verschleißmaximum, das abhängig vom Werkstoff unterschiedlich stark ausgeprägt war, während das Verschleißvolumen des rotierenden Probekörpers mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit einen Hochlage/Tieflage-Übergang aufwies (Bild 6.1.2-11).

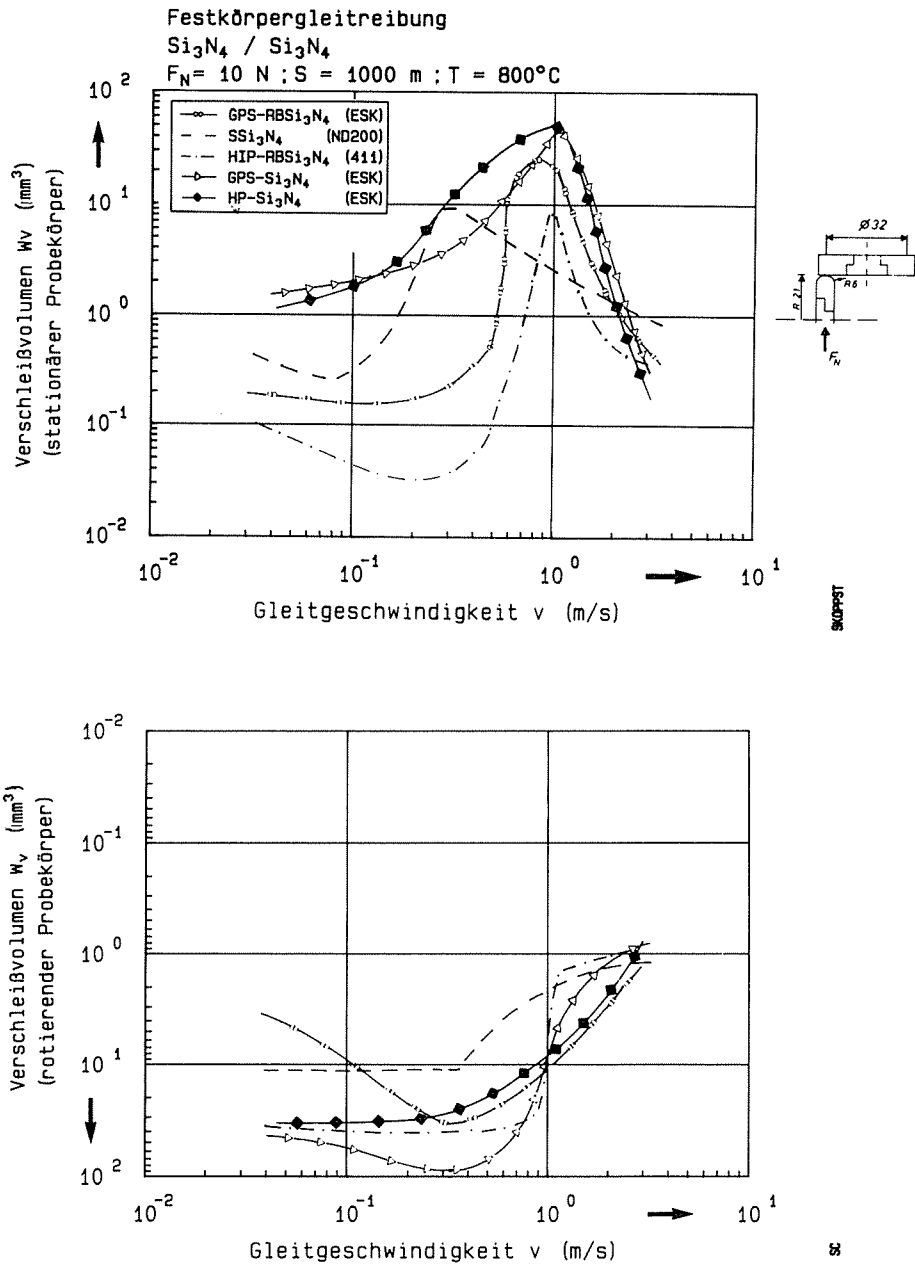


Bild 6.1.2-11: Vergleich der Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 10 N und 800°C

Die niedrigsten Verschleißbeträge wurden für den stationären Probekörper bei 800°C und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s gemessen, wenn die reaktionsgebundenen und nachverdichteten Werkstoffe

HIP-RBSi₃N₄(411) und GPS-RBSi₃N₄(ESK) eingesetzt wurden (Bild 6.1.2-11). Da sich dabei auf den stationären Probekörpern dicke festhaftende Verschleißpartikelschichten bildeten, konnte das Verschleißvolumen trotz Vermessung der Kalottenfläche sowie Tastschnittmessungen nur näherungsweise bestimmt werden. Die integralen Verschleißkoeffizienten lagen in diesem Fall zwischen $1 \cdot 10^{-5}$ und $1 \cdot 10^{-4}$ mm³/Nm. Sonst waren die Verschleißbeträge des stationären und des rotierenden Probekörpers bis zu Gleitgeschwindigkeiten von 1 m/s mit Werten über $1 \cdot 10^{-4}$ mm³/Nm sehr groß. Sie sanken mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit um ein bis zwei Größenordnungen.

Die in den Bildern 6.1.2-12 und 6.1.2-13 als Funktion der Gleitgeschwindigkeit aufgetragenen summierten Verschleißkoeffizienten sind die Summe der integralen Verschleißkoeffizienten zwischen 0 und 1000 m des stationären und des rotierenden Probekörpers und ein Maß dafür, mit welchem Abriebvolumen in einem geschlossenen Tribosystem nach einem bestimmten Gleitweg bei gewählter Last zu rechnen ist.

Die summierten integralen Verschleißkoeffizienten $k_{v,0-1000m}$ von Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit zeigt Bild 6.1.2-12 für 10 N Last bei 22°C und 800°C. Sie lagen bei Raumtemperatur in der Größenordnung von $1 \cdot 10^{-5}$ mm³/Nm und stiegen oberhalb von 1 m/s deutlich an. Nur für GPS-Si₃N₄/GPS-Si₃N₄ (SN73) nahmen die summierten integralen Verschleißkoeffizienten bei Raumtemperatur oberhalb von 1 m/s ab und lagen dann niedriger als die der anderen monolithischen Si₃N₄-Werkstoffe.

Bei 800°C lagen die summierten Verschleißkoeffizienten von Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen bei Gleitgeschwindigkeiten unter 1 m/s in der Größenordnung von $1 \cdot 10^{-3}$ mm³/Nm und fielen bei höheren Gleitgeschwindigkeiten um mehr als eine Größenordnung ab (Bild 6.1.2-12).

Bild 6.1.2-13 zeigt die summierten Verschleißkoeffizienten von HIP-RBSi₃N₄(411), stellvertretend für andere Si₃N₄-Materialien, bei 22°C, 400°C, 800°C und 1000°C als Funktion der Gleitgeschwindigkeit. Der Abfall der summierten Verschleißkoeffizienten von einer Hochlage in eine Tieflage verschiebt sich mit zunehmender Umgebungstemperatur zu kleineren Gleitgeschwindigkeiten. Die sum-

mierten Verschleißkoeffizienten nahmen für die Si_3N_4 -Materialien bei Gleitgeschwindigkeiten unter 1 m/s mit zunehmender Umgebungstemperatur um ein bis drei Größenordnungen zu.

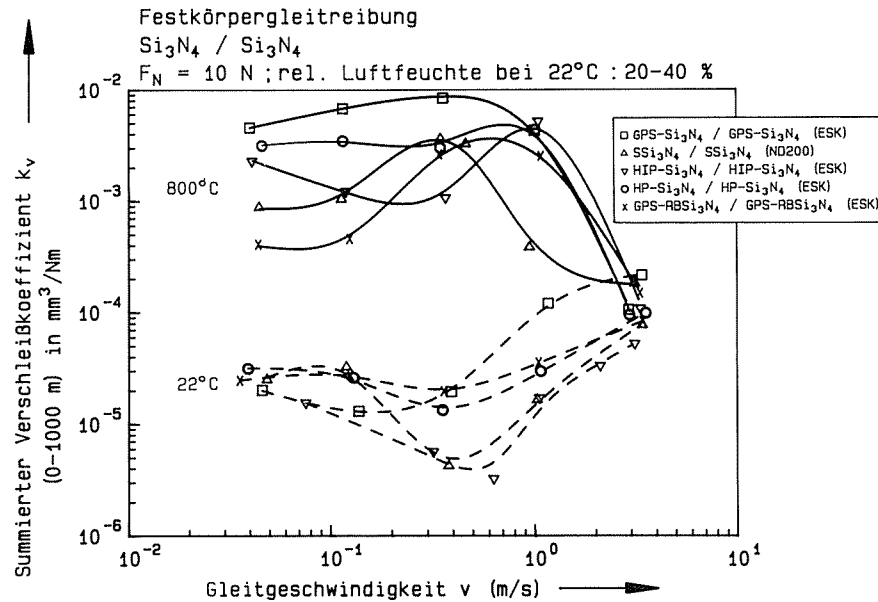


Bild 6.1.2-12: Summierte Verschleißkoeffizienten für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 10 N und 22°C sowie 800°C

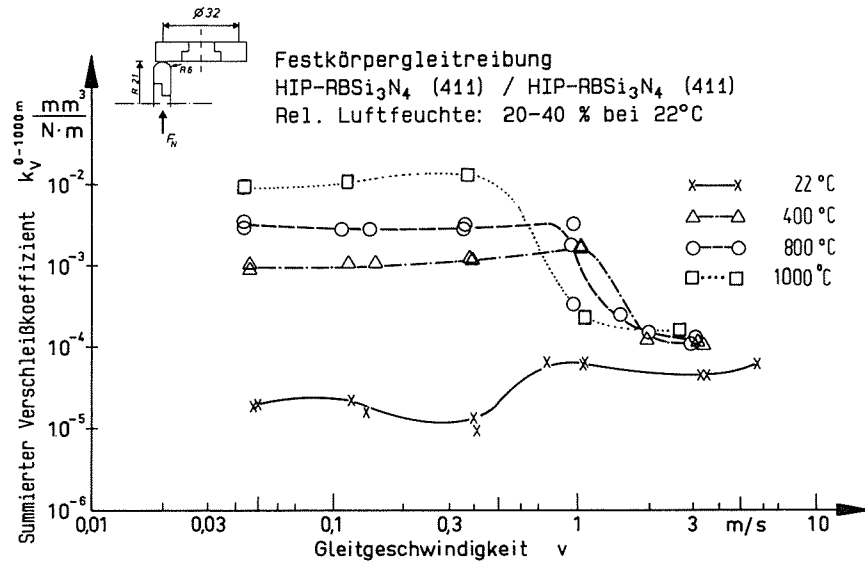


Bild 6.1.2-13: Summierte Verschleißkoeffizienten von HIP-RBSi $_3$ N $_4$ /HIP-RBSi $_3$ N $_4$ (411) als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 10 N und 22°C , 400°C , 800°C sowie 1000°C

In Bild 6.1.2-14 sind die Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit für 1 N und 10 N jeweils bei 22°C und 800°C aufgetragen. Das Verschleißvolumen des rotierenden Probekörpers war bei 800°C durchweg um ein bis drei Größenordnungen größer als bei 22°C und sank oberhalb von 0.3 m/s deutlich (Bild 6.1.2-14). Ein Einfluß der Normalkraft ist nicht zu erkennen.

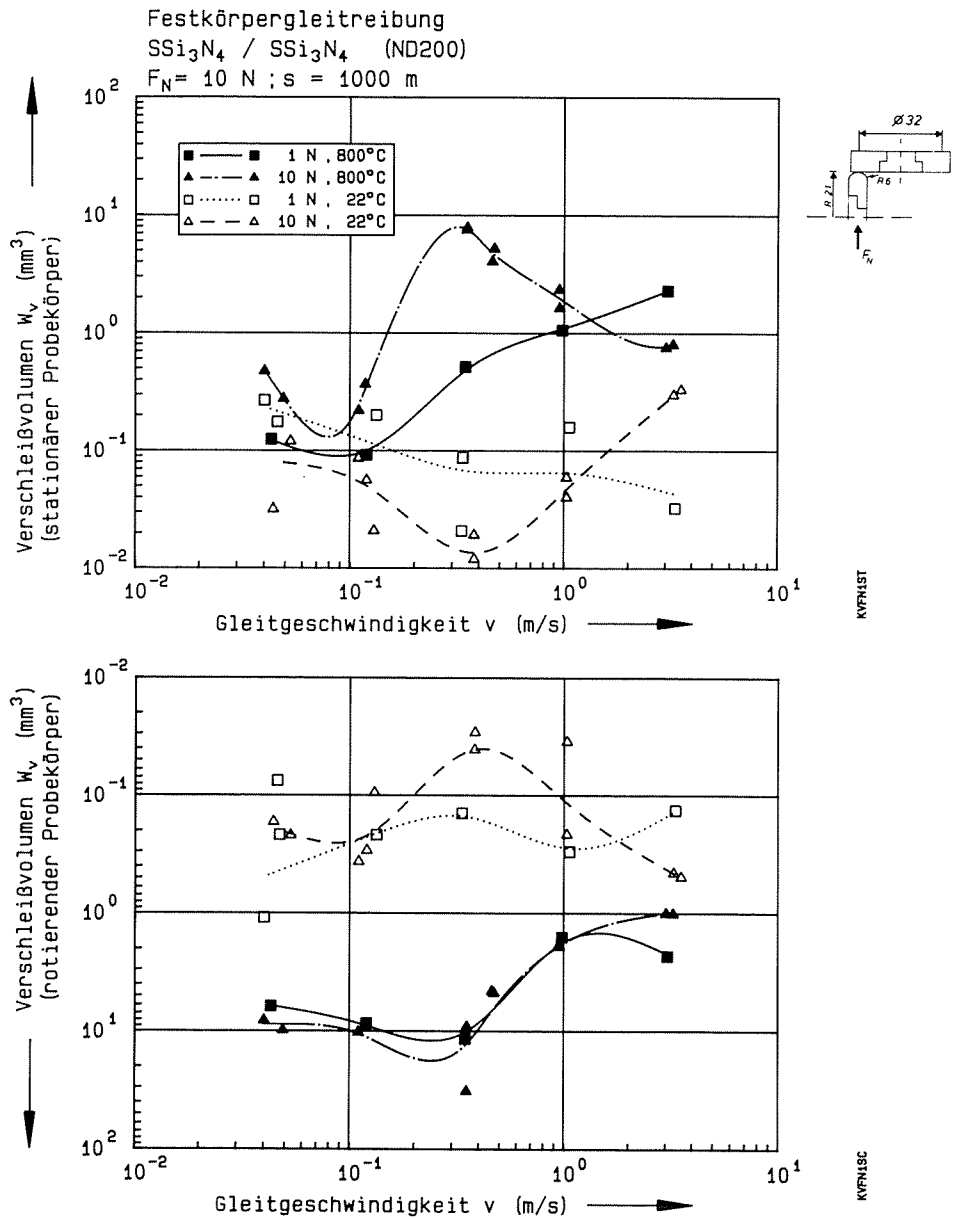


Bild 6.1.2-14: Verschleißvolumen des stationären (oben) und des rotierenden Probekörpers (unten) von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) als Funktion der Gleitgeschwindigkeit für 1 N und 10 N bei 22°C und 800°C

Für den stationären Probekörper ist der Einfluß der Normalkraft auf das Verschleißverhalten nicht eindeutig, da hier Normalkraft, Temperatur und Gleitgeschwindigkeit einen Einfluß haben (Bild 6.1.4-14). Mit zunehmender Last und zunehmender Temperatur verschieben sich die Kurvenverläufe und somit das Minimum und der Anstieg des Verschleißvolumens zu kleineren Gleitgeschwindigkeiten. Das Verschleißvolumen nimmt dabei tendenziell zu. Bei 22°C und der kleineren Normalkraft von 1 N wurde das Minimum bzw. Maximum in dem untersuchten Gleitgeschwindigkeitsbereich nicht erreicht. Das Verschleißvolumen nimmt dabei mit steigender Gleitgeschwindigkeit ab, während es bei 800°C und 1 N ansteigt.

Die summierten Verschleißkoeffizienten von stationärem und rotierendem SSi_3N_4 (ND200)-Probekörper zeigt Bild 6.1.2-15 für Umgebungstemperaturen von 22°C und 800°C bei 1 N und 10 N als Funktion der Gleitgeschwindigkeit.

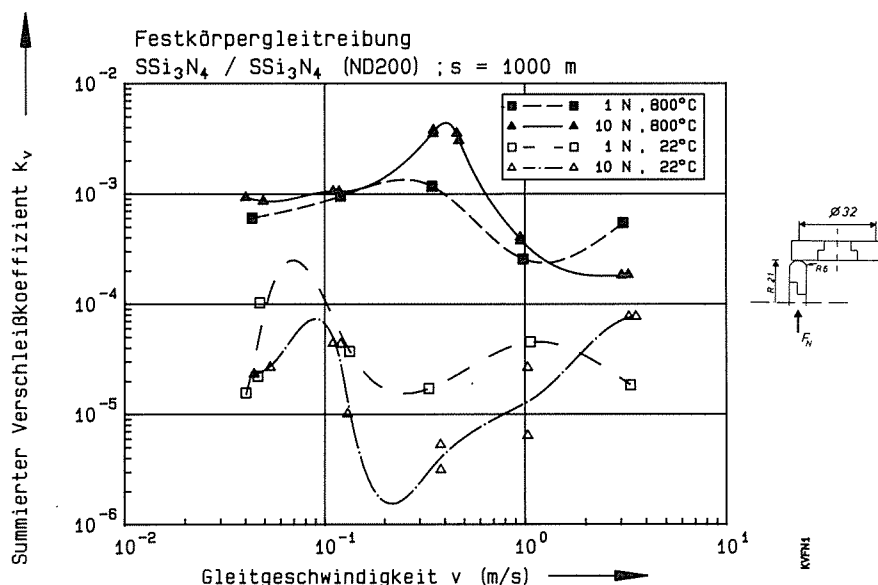


Bild 6.1.2-15: Summierte Verschleißkoeffizienten des stationären und rotierenden Probekörpers von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) als Funktion der Gleitgeschwindigkeit für 1 N und 10 N bei 22°C und 800°C

Bei 800°C hat die Normalkraft nur einen geringen Einfluß auf die summierten Verschleißkoeffizienten (Bild 6.1.2-15). Bei Raumtemperatur lagen die summierten Verschleißkoeffizienten bei einer Normalkraft von 10 N bis zu einer Gleitgeschwindigkeit von 1 m/s niedriger als bei 1 N. Sie waren bei 800°C viel größer als bei 22°C.

Bei Raumtemperatur lag ein Verschleißminimum bei 0.3 m/s, während bei 800°C ein Verschleißmaximum um 0.3 m/s auftrat. Bei 800°C sanken die summierten Verschleißkoeffizienten oberhalb von 0.3 m/s um eine Größenordnung, bleiben jedoch mit Werten über $1 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ sowohl bei 1 N als auch bei 10 N sehr hoch.

Da der Einfluß der Normalkraft gering war, wurden die anderen Si_3N_4 -Werkstoffe nur bei 10 N tribologisch untersucht.

6.2 CVD- Si_3N_4 -beschichtetes Si_3N_4

Eine glasphasenfreie, amorphe CVD- Si_3N_4 -Schicht (Kap. 4) wurde auf Probekörper aus SSi_3N_4 (ND200) aufgebracht, um den Einfluß von Korngrenzenphasen auszuschließen. Die Ergebnisse der tribologischen Untersuchungen sind in Tabelle A6.2-1 enthalten.

6.2.1 Reibungszahlen

Die Reibungszahl für die mit CVD- Si_3N_4 beschichteten SSi_3N_4 (ND200)-Probekörper nahm mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 0.7 auf 0.5 ab, ohne daß Maxima oder Minima wie beim unbeschichteten SSi_3N_4 (ND200) auftraten (Bild 6.2.1-1).

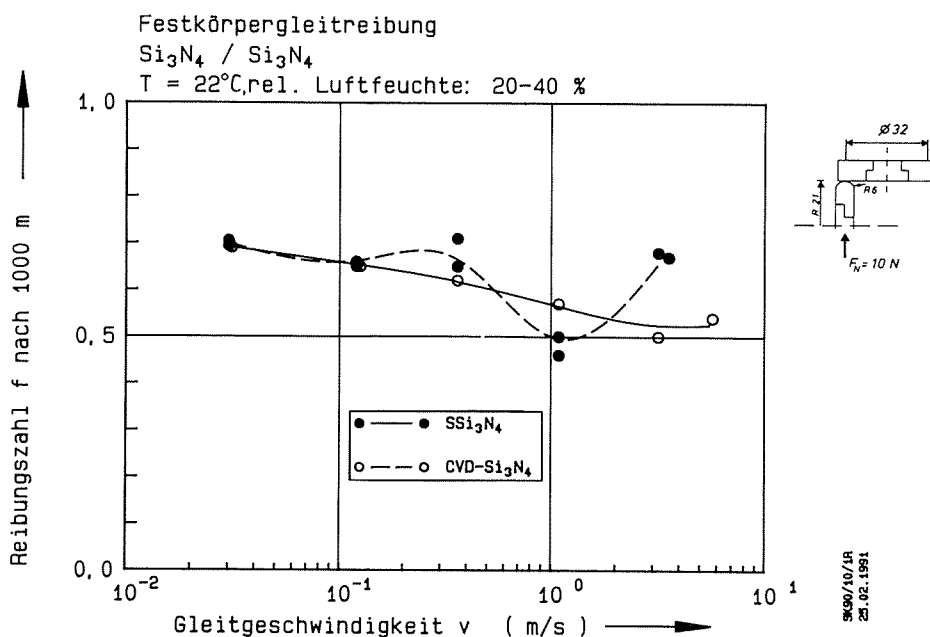


Bild 6.2.1-1: Festkörperreibrungszahlen von CVD- Si_3N_4 /CVD- Si_3N_4 -Paarungen nach 1000 m als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 10 N und 22°C

6.2.2 Verschleißbeträge

Das Verschleißvolumen des stationären SSi_3N_4 -Probekörpers mit CVD- Si_3N_4 -Beschichtung als Funktion des Gleitwegs für verschiedene Geschwindigkeiten zeigt Bild 6.2.2-1. Die CVD- Si_3N_4 -Schichten auf dem stationären Probekörper platzten bereits zu Beginn der Versuche ab, so daß ein Einfluß durch die Beschichtung nicht nachweisbar war. Nur bei einer Gleitgeschwindigkeit von 1 m/s ist ein deutliches, vom Substratmaterial bestimmtes Einlaufverhalten zu erkennen, während sonst das Verschleißvolumen wie für die unbeschichteten Si_3N_4 -Werkstoffe nahezu linear mit dem Gleitweg zunimmt. Einflüsse auf das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers durch die 5 μm dicke CVD- Si_3N_4 -Schicht sind auch deshalb gering, weil der Verschleißvorrat bzw. das Verschleißvolumen dieser Schicht bis zum vollständigen Abtrag nur 0.001 mm^3 beträgt.

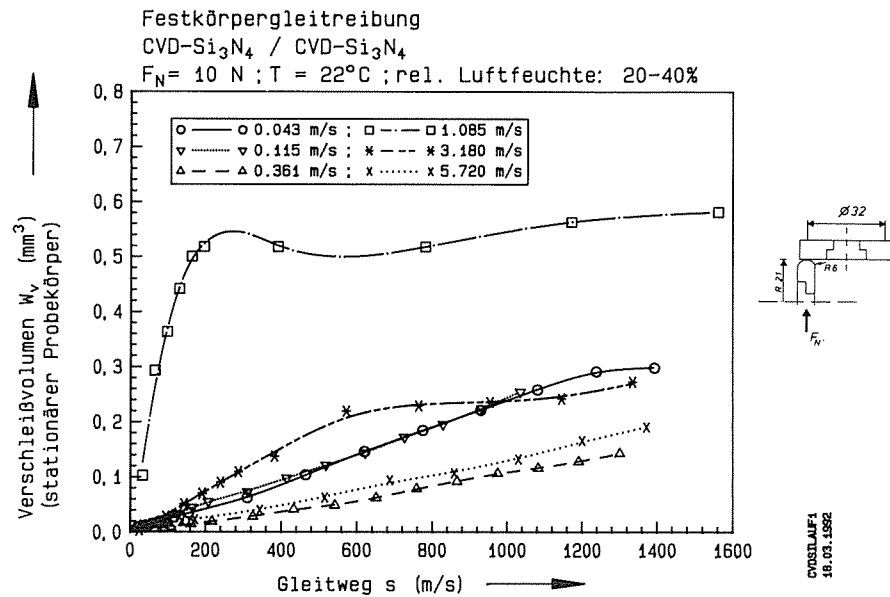


Bild 6.2.2-1: Verschleißvolumen des stationären SSi_3N_4 (ND200)-Probekörpers mit CVD- Si_3N_4 -Beschichtung als Funktion des Gleitwegs bei 22°C

In Bild 6.2.2-2 wurden die Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers von SSi_3N_4 (ND200) mit CVD- Si_3N_4 -Schicht im Vergleich mit dem unbeschichteten SSi_3N_4 (ND200)-Substratwerkstoff als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei Raumtemperatur und 10 N aufgetragen. Bei Gleitgeschwindigkeiten bis zu 0.3 m/s war das Verschleißvolumen des rotierenden SSi_3N_4 -Probekörpers mit CVD- Si_3N_4 -Beschichtung nach 1000 m um einen Faktor fünf

kleiner als ohne Beschichtung (Bild 6.2.2-2). Die CVD-Si₃N₄-Schicht war dabei auch zum Versuchsende nach 1000 m Gleitweg noch vollständig erhalten, wie Tastschnittmessungen (Bild A6-7) und Querschliffe im Bereich der Verschleißspur zeigten. In den anderen Fällen wirkte sich die CVD-Si₃N₄-Schicht nicht günstig auf das Verschleißverhalten aus. Der Verschleißbetrag erhöhte sich sogar leicht und die CVD-Si₃N₄-Schicht auf dem stationären und dem rotierenden Probekörper war nach den Versuchen immer verschlissen oder abgeplatzt.

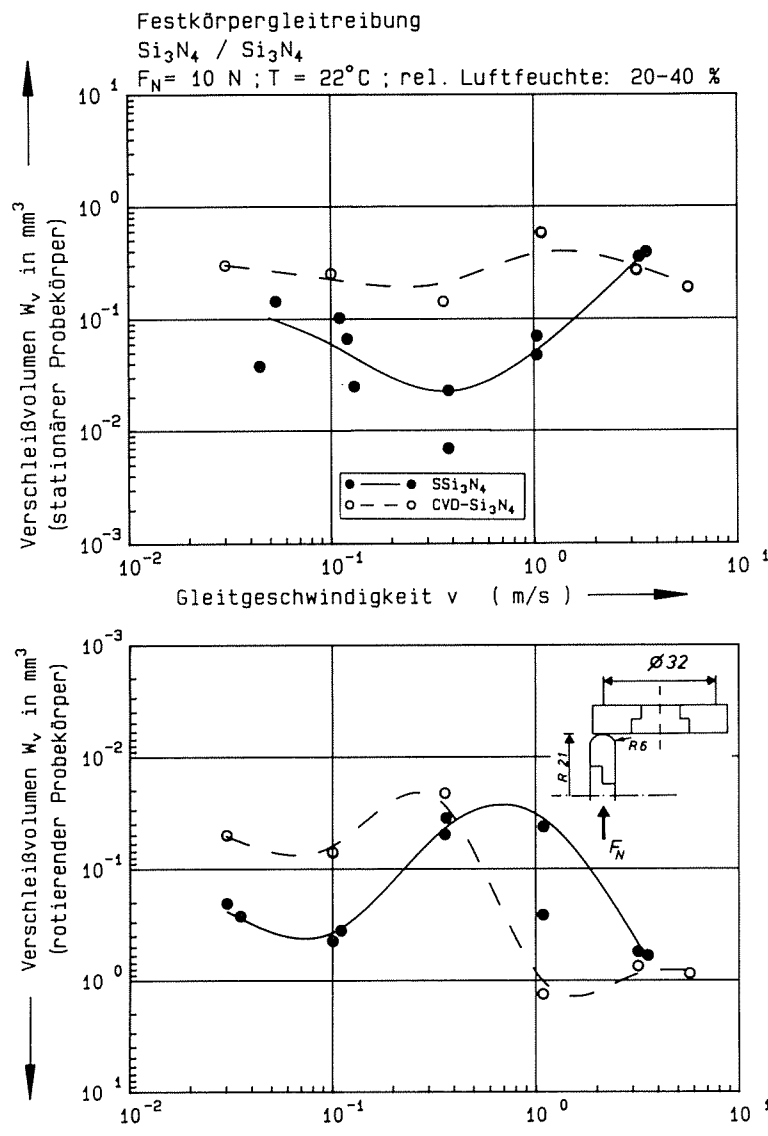


Bild 6.2.2-2: Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers als Funktion der Gleitgeschwindigkeit nach 1000 m bei 22°C für SSi₃N₄/SSi₃N₄(ND200) im Vergleich zu Si₃N₄+CVD-Si₃N₄/Si₃N₄+CVD-Si₃N₄

Da durch neue Herstellungsverfahren und modifizierte Zusammensetzungen sowie durch Aufbringen einer amorphen CVD-Si₃N₄-Schicht die tribologischen Eigenschaften von Si₃N₄-Werkstoffen nur wenig verbessert wurden, mußten neue Werkstoffe mit Si₃N₄-Matrix gesucht werden, die sich bei tribologischer Beanspruchung günstig verhalten.

Aus der Literatur ist bekannt (Kap. 3), daß sich an der Oberfläche von BN und TiN während der tribologischen Beanspruchung reibungs- und/oder verschleißmindernde Reaktionsschichten bzw. -filme bilden können, wodurch die tribologische Werkstoffbeanspruchung vom Materialvolumen an die Oberfläche verlagert wird. Es wurden daher moderne Si₃N₄-Composites mit TiN- bzw. BN-Einlagerungen bei 22°C und 800°C unter Festkörpergleitreibung untersucht und mit herkömmlichen polykristallinen Si₃N₄-Materialien verglichen.

6.3 Si₃N₄-TiN-Composite

Die Reibungszahlen und die Verschleißbeträge von Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN-Paarungen bei 22°C und 800°C sowie 10 N Last sind in Tabelle A6.3-1 für verschiedene Gleitgeschwindigkeiten angegeben.

6.3.1 Reibungszahlen

Die Bilder 6.3.1-1 und 6.3.1-2 zeigen die Reibungszahlen für Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN nach 1000 m bei 22°C sowie bei 800°C als Funktion der Gleitgeschwindigkeit im Vergleich mit den kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffen. Für Si₃N₄-TiN nahm die Reibungszahl nach 1000 m bei 22°C mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 0.8 bei 0.03 m/s auf 0.38 bei 3 m/s ab (Bild 6.3.1-1). Sie war bis 1 m/s höher als die Reibungszahlen der kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffe.

In Abhängigkeit vom Gleitweg durchliefen die Reibkräfte für Si₃N₄-TiN bei 800°C teilweise ein Maximum. Dabei wurden bei 0.3 m/s nach einem Gleitweg von 50 m Reibungszahlen bis zu 1.8 gemessen. Nach 1000 m Gleitweg wurden bei 800°C für Si₃N₄-TiN die höchsten Reibungszahlen mit Werten bis zu 1.2 im Bereich eines Reibungsmaximums zwischen 0.3 und 1 m/s gemessen (Bild 6.3.1-2). Oberhalb von etwa 0.5 m/s sank die Reibungszahl bis auf 0.5 bei 3 m/s.

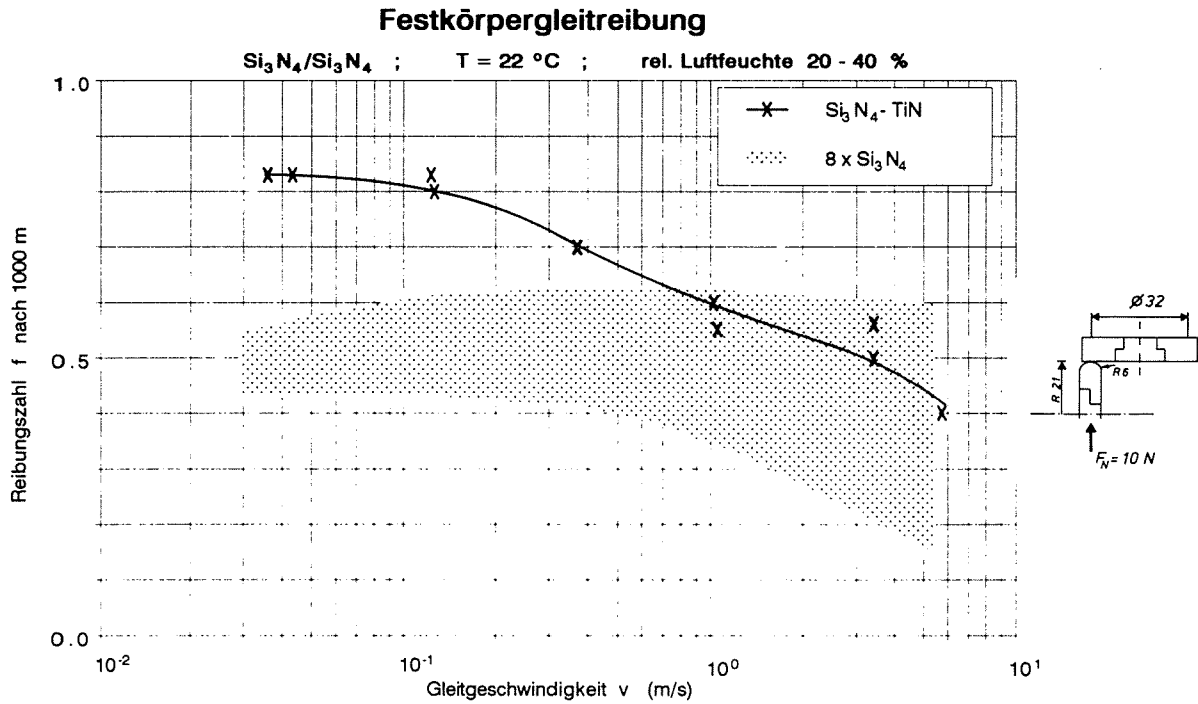


Bild 6.3.1-1: Vergleich der Reibungszahlen von Si_3N_4 -TiN/ Si_3N_4 -TiN und kommerziellen $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen nach 1000 m bei 10 N und 22°C als Funktion der Gleitgeschwindigkeit

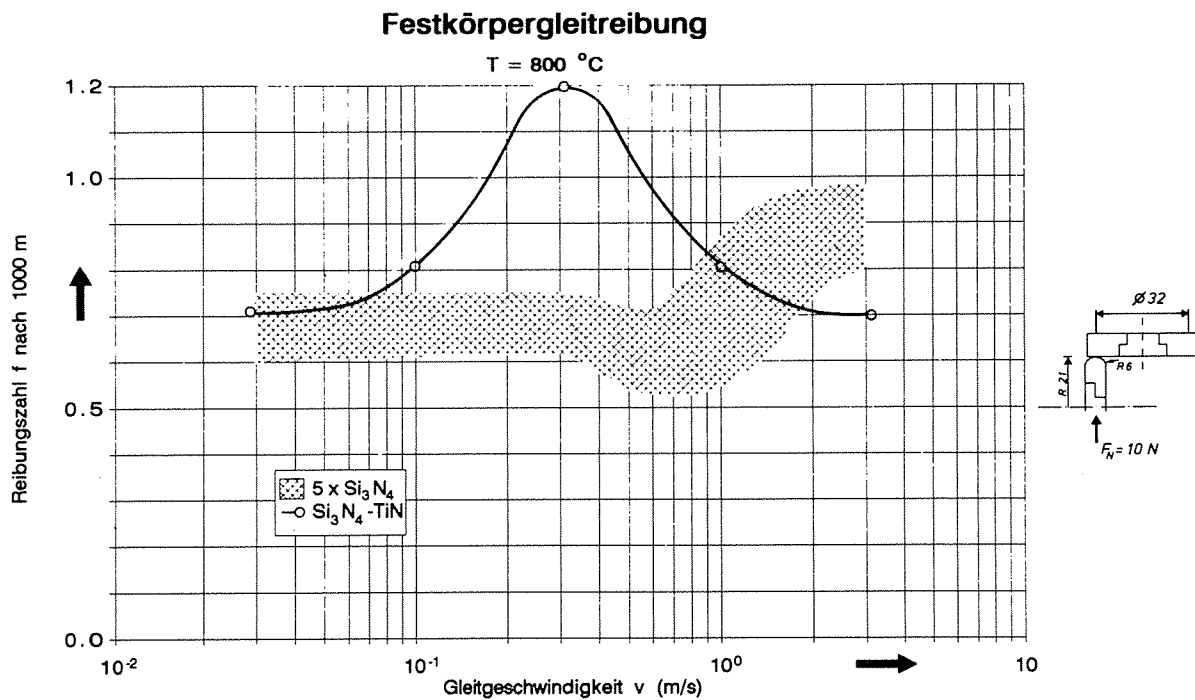


Bild 6.3.1-2: Vergleich der Reibungszahlen von Si_3N_4 -TiN/ Si_3N_4 -TiN und kommerziellen $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen nach 1000 m bei 10 N und 800°C als Funktion der Gleitgeschwindigkeit

6.3.2 Verschleißbeträge

Die Verschleißvolumen-Gleitweg-Kurven zeigen für den stationären Probekörper von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ -Paarungen bei 22°C und bei 800°C ein Einlaufverhalten (Bilder 6.3.2-1 und 6.3.2-2).

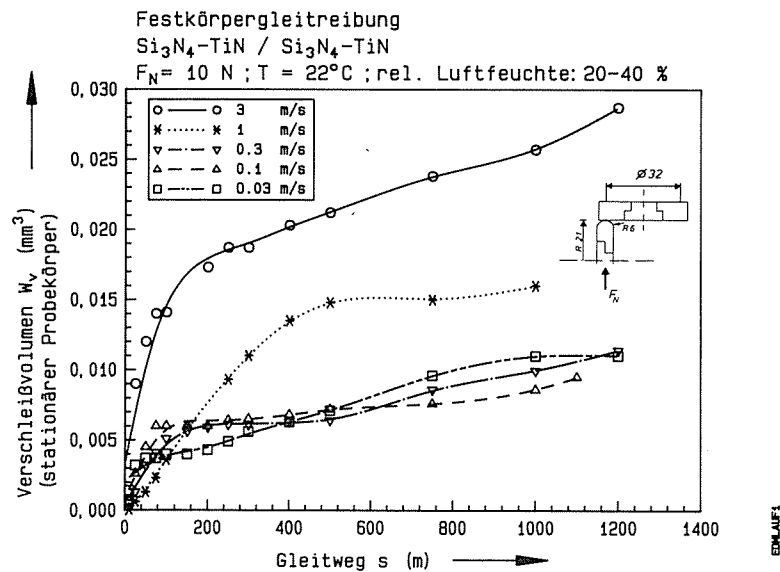


Bild 6.3.2-1: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ als Funktion des Gleitwegs bei 22°C

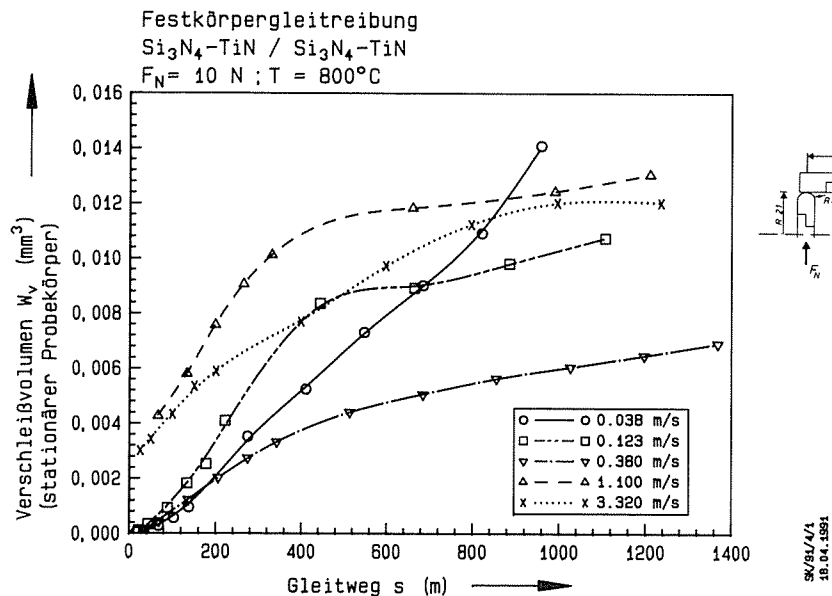


Bild 6.3.2-2: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ als Funktion des Gleitwegs bei 800°C

Die Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ und kommerziellen $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen sind in Bild 6.3.2-3 nach 1000 m Gleitweg bei Raumtemperatur in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit aufgetragen. Das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers aus $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ ist um eine Größenordnung kleiner als das des rotierenden. Im Vergleich zu den kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffen wird durch die Zugabe von TiN bei Raumtemperatur insbesondere der Verschleißbeitrag bzw. die Verschleißrate des stationären Probekörpers gesenkt.

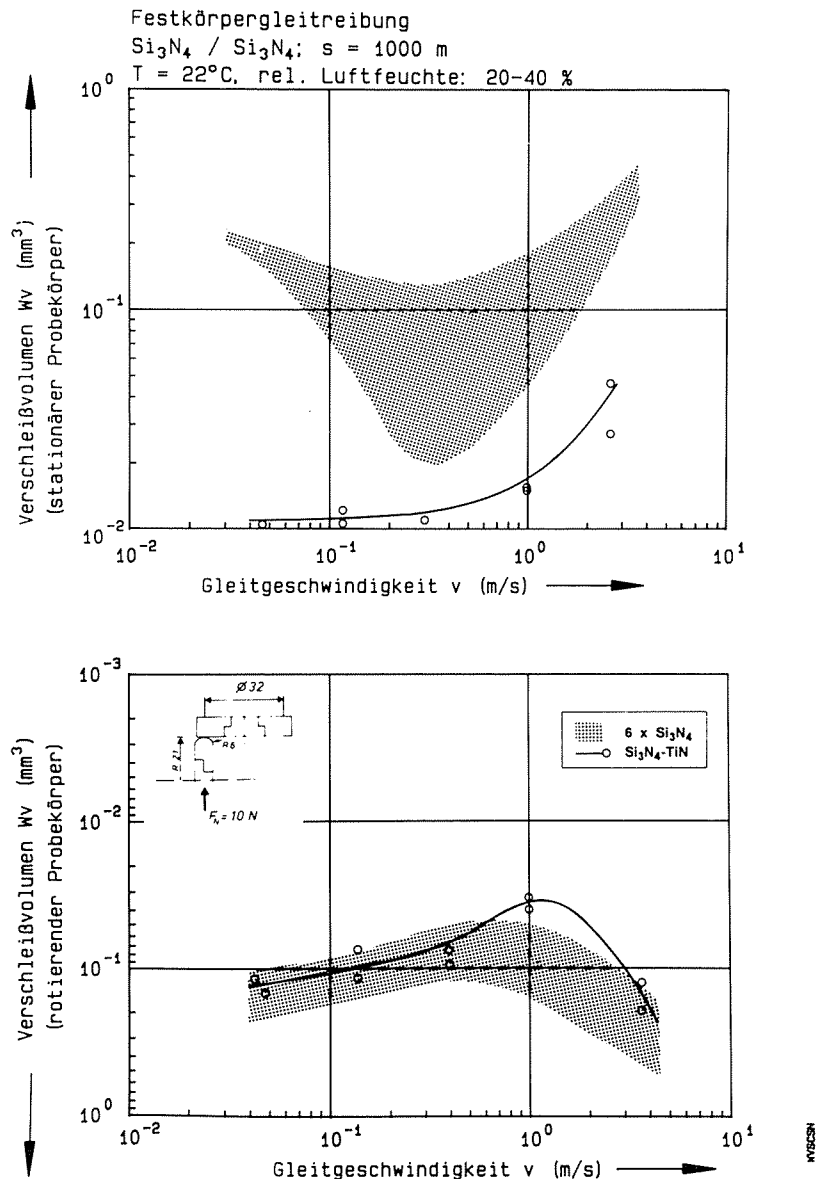


Bild 6.3.2-3: Vergleich der Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ und kommerziellen $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 22°C

Bei 800°C sanken die Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers durch die Zugabe von TiN im Vergleich zu kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffen erheblich, wie Bild 6.3.2-4 zeigt. Das Verschleißvolumen der Si₃N₄-TiN-Probekörper war nahezu unabhängig von der Umgebungstemperatur und der Gleitgeschwindigkeit. Bei 800°C war, wie bei 22°C, das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers niedriger als das des rotierenden.

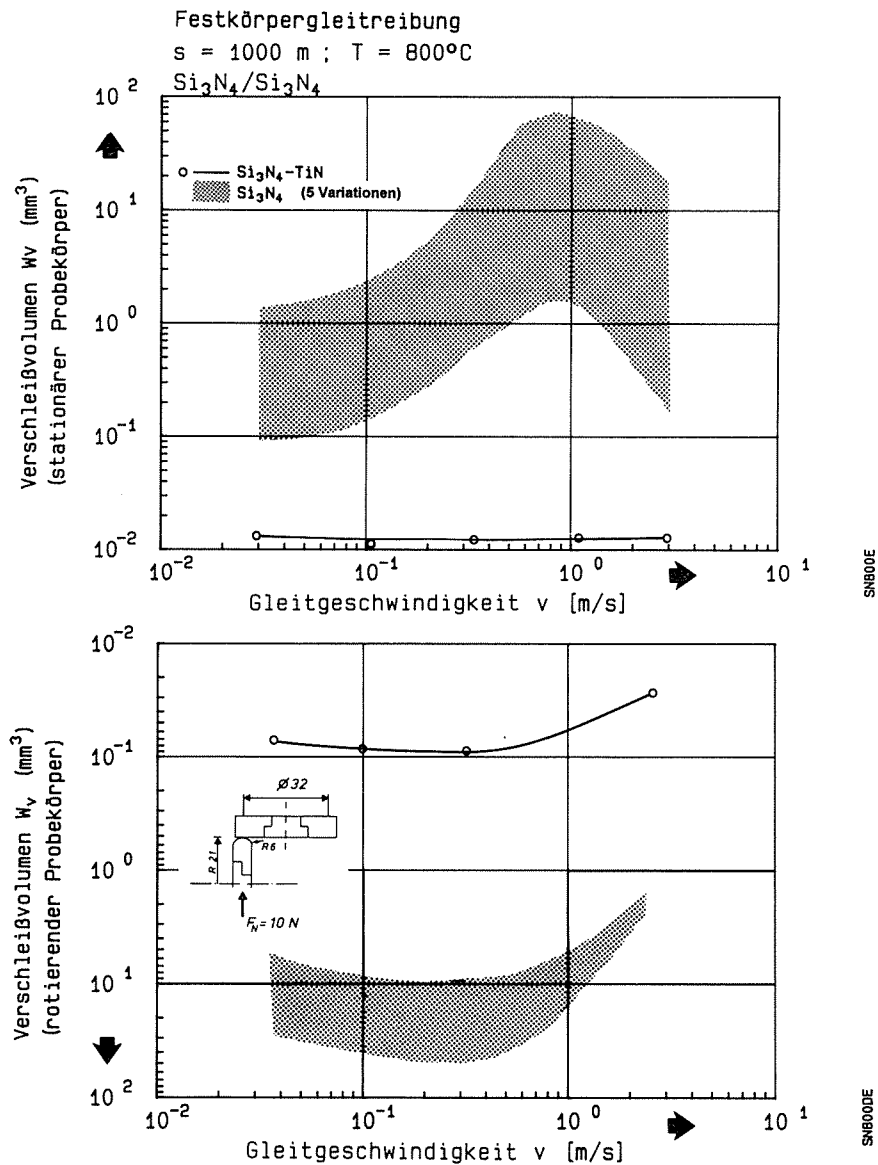


Bild 6.3.2-4: Vergleich der Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers von Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN und kommerziellen Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 800°C

Die summierten integralen Verschleißkoeffizienten zwischen 0 und 1000 m einschließlich Einlaufverschleiß sind in Bild 6.3.2-5 bei 22°C und 800°C vergleichend für Si₃N₄-TiN und Si₃N₄-Werkstoffe über der Gleitgeschwindigkeit aufgetragen. Bei Raumtemperatur wurden die summierten Verschleißkoeffizienten durch die Zugabe von TiN zu Si₃N₄ nur leicht gesenkt. Die summierten Verschleißkoeffizienten von Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN waren bei 800°C dagegen um ein bis drei Größenordnungen kleiner als für die Gleitpaarungen mit den anderen Si₃N₄-Werkstoffen und sogar etwas niedriger als bei 22°C.

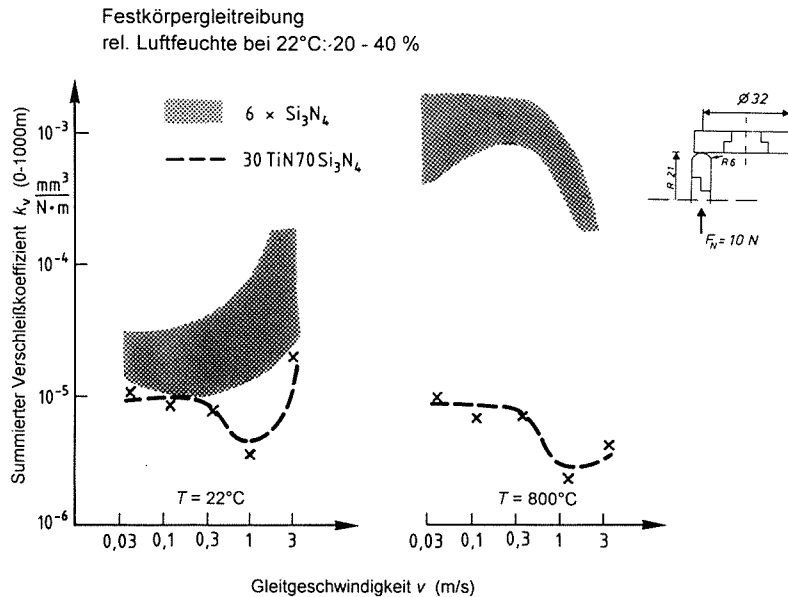


Bild 6.3.2-5: Summierte Verschleißkoeffizienten als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 10 N und 22°C bzw. 800°C für Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN und Si₃N₄/Si₃N₄-Paarungen

Die Verschleißrate von Si₃N₄-TiN nahm mit zunehmendem Gleitweg ab. Der differentielle Verschleißkoeffizient des stationären Probekörpers von Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN nach 1000 m Gleitweg liegt bei 22°C und 800°C unter $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, wie die Bilder 6.3.2-6 und 6.3.2-7 zeigen. Diese Werte sind bei Raumtemperatur um eine, bei 800°C um mehr als drei Größenordnungen kleiner als für kommerzielle Si₃N₄-Materialien.

Ein Einlaufverhalten ist häufig auf die tribochemische Bildung verschleißmindernder Reaktionsschichten zurückzuführen, die unterhalb einer kritischen Flächenpressung beständig sind. Die kritische Flächenpressung für den Übergang vom schweren in den milden Verschleiß bei 22°C als Funktion der Gleitgeschwindigkeit zeigt

Bild 6.3.2-8. Sie nimmt für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 14 auf 3 MPa ab. Die kritischen Flächenpressungen bei 800°C liegen mit 6 bis 15 MPa im gleichen Bereich.

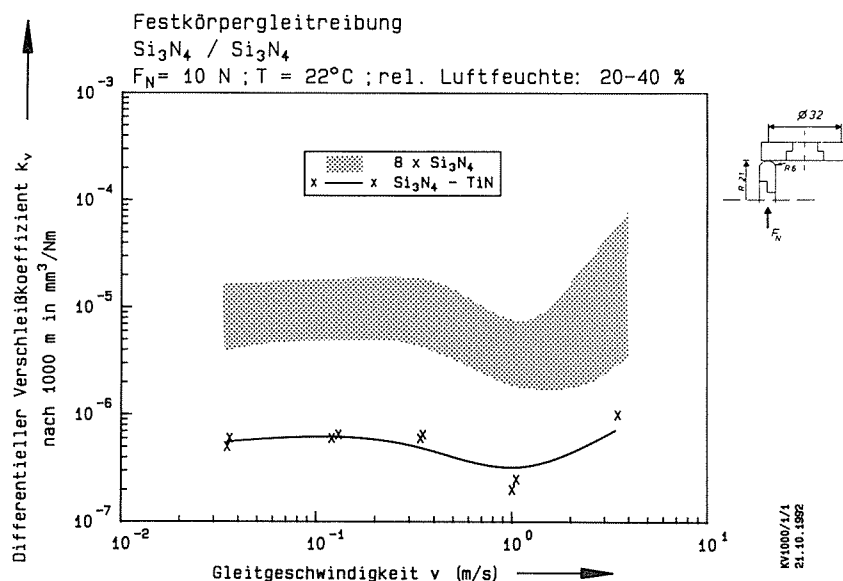


Bild 6.3.2-6: Differentielle Verschleißkoeffizienten des stationären Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ und $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit nach 1000 m bei 22°C

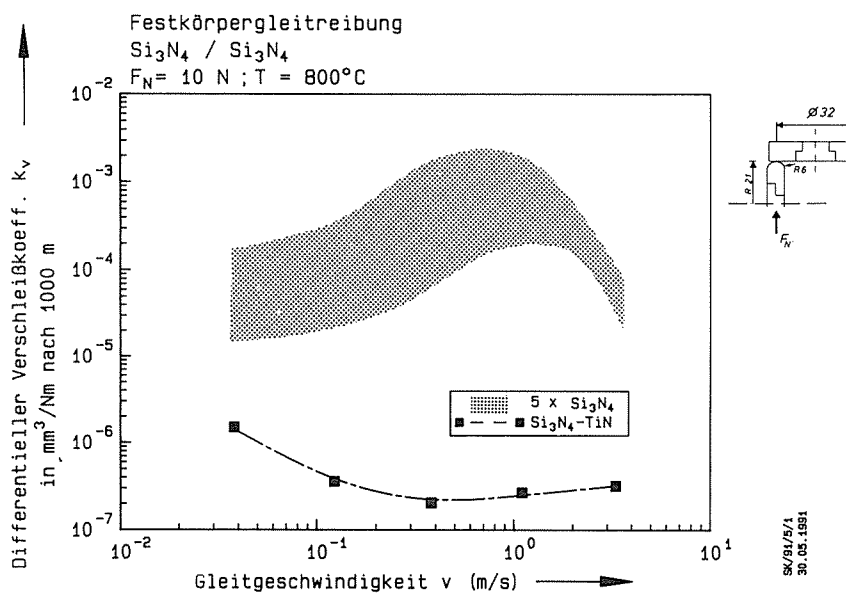


Bild 6.3.2-7: Differentielle Verschleißkoeffizienten des stationären Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ und $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit nach 1000 m bei 800°C

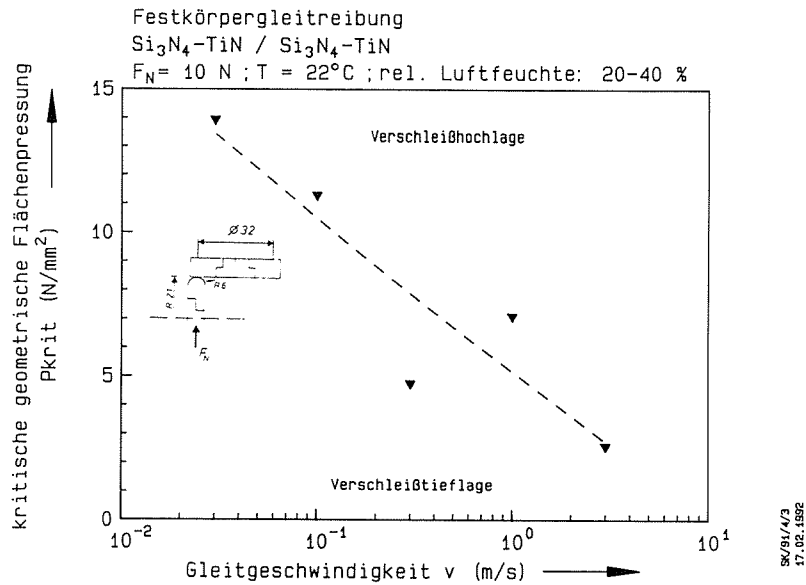


Bild 6.3.2-8: Kritische Flächenpressung für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 22°C

Durch Multiplikation der kritischen Flächenpressung p_{krit} mit der Reibungszahl f und der Gleitgeschwindigkeit v erhält man die kritische flächenbezogene Reibleistung $N_{\text{RD}} = f \cdot v \cdot p_{\text{krit}}$. Diese "Reibleistungsdichte" ist bei 22°C in Bild 6.3.2-9 als Funktion der Gleitgeschwindigkeit für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ aufgetragen.

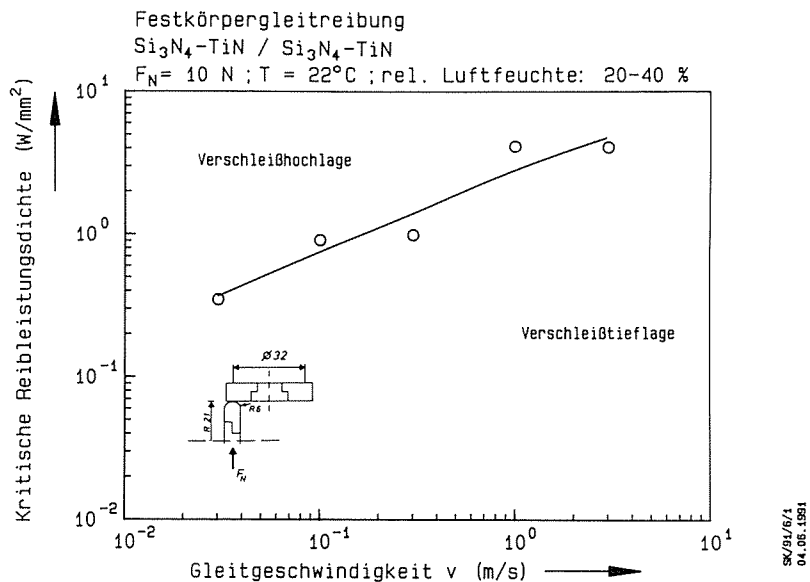


Bild 6.3.2-9: Kritische "Reibleistungsdichte" für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 22°C

Die kritische "Reibleistungsdichte", unterhalb derer sich beständige reibungs- und verschleißmindernde Schichten bilden, stieg für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN/Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 0.35 W/mm^2 bei 0.03 m/s auf 8 W/mm^2 bei 3 m/s (Bild 6.3.2-9).

Die Zugabe von TiN zu Si_3N_4 führte zu einer deutlichen Erhöhung der Verschleißbeständigkeit. Da die Reibungszahlen von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ jedoch sehr hoch lagen, wurde ein Werkstoff mit Si_3N_4 -Matrix gesucht, der zusätzlich reibungsarm ist.

6.4 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN-Composites}$

Zur Reibungs- und Verschleißminderung wurden Si_3N_4 5, 10 und 20 Gew.-% hexagonales Bornitrid als Festschmierstoff zugegeben (Kap. 3 und 4.5). Die Ergebnisse der tribologischen Untersuchungen an $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN/Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ -Gleitpaarungen sind in Tabelle A6.4-1 zusammengestellt.

6.4.1 Reibungszahlen

Die Reibungszahlen von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN/Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ nach einem Gleitweg von 1000 m bei 22°C sind in Bild 6.4.1-1 über der Gleitgeschwindigkeit aufgetragen. Die Reibungszahl von Si_3N_4 sinkt durch die Zugabe von BN bei Raumtemperatur von Werten zwischen 0.4 und 0.8 für kommerzielle Si_3N_4 -Werkstoffe (Kap. 6.1.1) auf Werte zwischen 0.1 und 0.35 (Bild 6.4.1-1). Die Reibungszahlen steigen mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von Werten zwischen 0.1 und 0.2 bei 0.03 m/s auf Werte zwischen 0.2 und 0.35 bei 3 m/s . Mit zunehmendem BN-Gehalt nehmen die Reibungszahlen ab (Bild 6.4.1-1). So niedrige Reibungszahlen wurden sonst nur für GPS- Si_3N_4 (SN73) bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s gemessen (Tabelle A6.1-4 und Bild 6.5-1).

Die Reibungszahlen sind für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-20BN/Si}_3\text{N}_4\text{-20BN}$ in Bild 6.4.1-2 als Funktion der Temperatur für eine Gleitgeschwindigkeit von 0.3 m/s aufgetragen. Mit zunehmender Temperatur steigen die Reibungszahlen von 0.2 bei 22°C auf 0.7 bei 800°C . Wie für die anderen $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ -Materialien erfolgt der Übergang von einer Reibungstiefelage in eine -hochlage zwischen 150°C und 200°C .

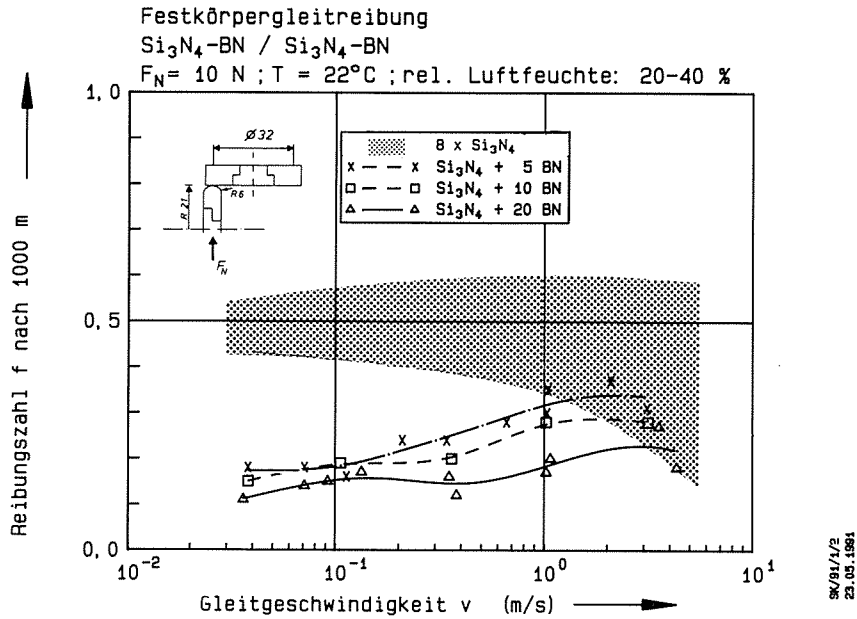


Bild 6.4.1-1: Festkörperreibungszahlen für Si_3N_4 mit 5, 10 und 20 Gew.-% BN bei artgleicher Paarung als Funktion der Gleitgeschwindigkeit nach 1000 m bei 10 N und 22°C

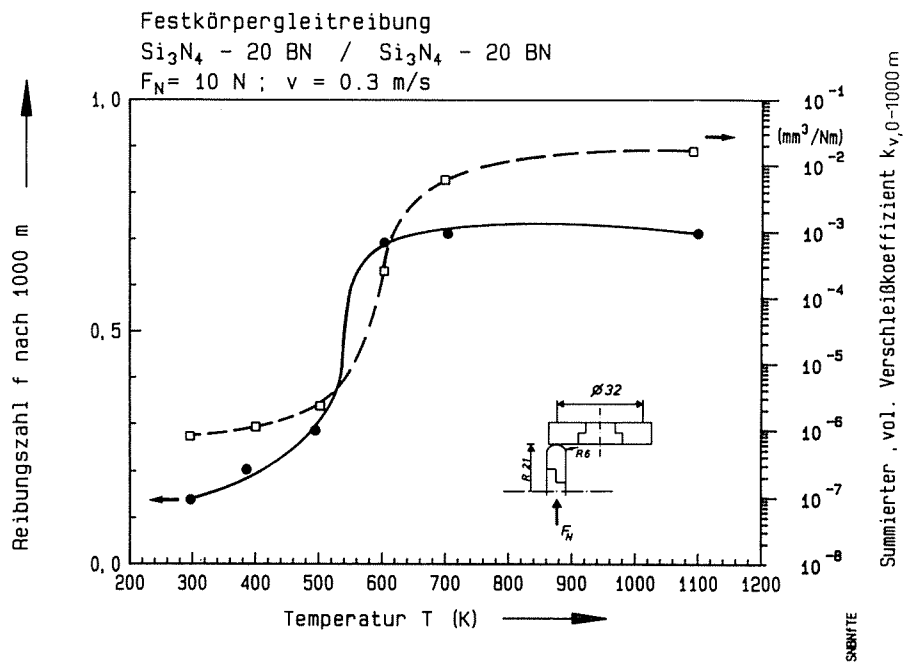


Bild 6.4.1-2: Festkörperreibungszahlen nach 1000 m und summierte Verschleißkoeffizienten von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ -Gleitpaarungen als Funktion der Temperatur

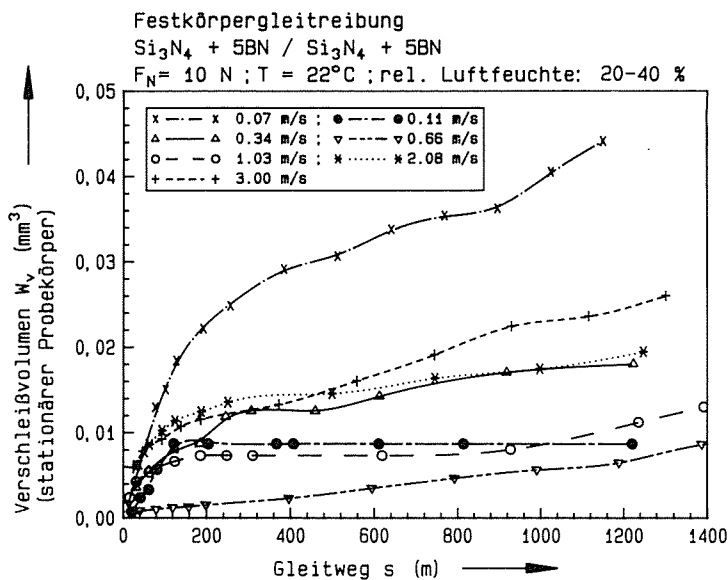
6.4.2 Verschleißbeträge

Das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers nahm bei Raumtemperatur für Si_3N_4 mit 5, 10 und 20 Gew.-% BN degressiv mit dem Gleitweg zu (Bild 6.4.2-1), d. h. die Verschleißrate sank mit zunehmendem Gleitweg bzw. abnehmender Flächenpressung.

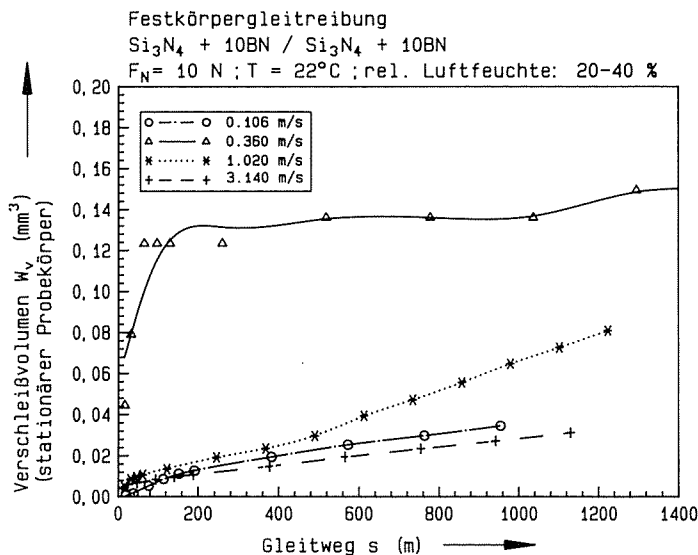
Die Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers bei Raumtemperatur sind in Bild 6.4.2-2 als Funktion der Gleitgeschwindigkeit dargestellt. Bereits eine Zugabe von 5 Gew.-% BN zu Si_3N_4 erhöhte die Verschleißbeständigkeit des rotierenden und des stationären Probekörpers (Kap. 6.1.2 und Tabelle A6.4-1). Die Verschleißbeträge des stationären und des rotierenden Probekörpers sind etwa gleich groß und zwischen 5 und 20 Gew.-% nahezu unabhängig vom BN-Gehalt. Am rotierenden Si_3N_4 -20BN-Probekörper war bei Temperaturen unter 200°C und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s kein Verschleißbetrag meßbar (Tabelle A6.4-1). Die Verschleißflächen von Si_3N_4 -BN sind nach der tribologischen Beanspruchung bei 22°C glatt poliert (Bilder A6-3 und A6-4). Die starken Schwankungen der Verschleißbeträge sind auf das noch nicht optimierte Gefüge von Si_3N_4 -BN zurückzuführen.

Die summierten Verschleißkoeffizienten von Si_3N_4 -BN/ Si_3N_4 -BN wurden in Bild 6.4.1-2 als Funktion der Temperatur für eine Gleitgeschwindigkeit von 0.3 m/s aufgetragen. Mit zunehmender Temperatur stiegen die summierten Verschleißkoeffizienten von $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ bei 22°C auf $1 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ bei 800°C . Der Übergang von der Verschleißtieflage in die -hochlage erfolgte bei Temperaturen um 200°C . Bei hohen Temperaturen war, wie für die Si_3N_4 -Materialien ohne BN, der Verschleißbetrag des rotierenden Si_3N_4 -BN-Probekörpers mit kleinem Eingriffsverhältnis größer als der des stationären Probekörpers.

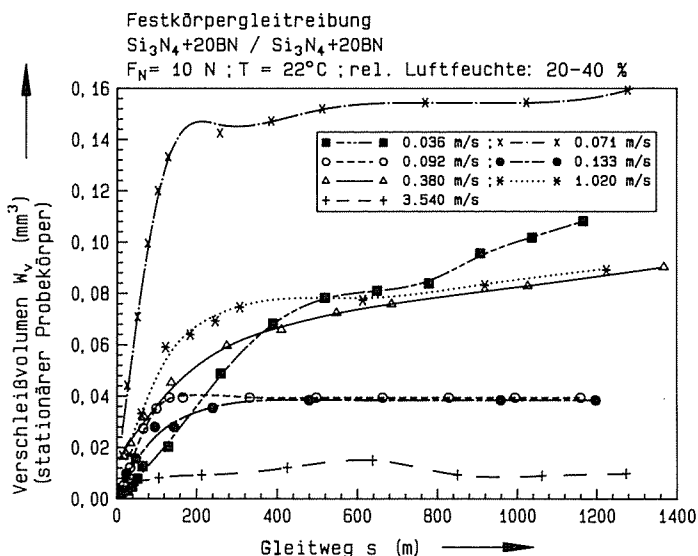
Die differentiellen Verschleißkoeffizienten der stationären Si_3N_4 -BN-Probekörper liegen bei Raumtemperatur um etwa eine Größenordnung niedriger als für Si_3N_4 -Materialien ohne BN, wie Bild 6.4.2-3 zeigt. Dabei erhöhen bereits 5 Gew.-% BN die Verschleißbeständigkeit von Si_3N_4 deutlich, während der Unterschied für die integralen Verschleißkoeffizienten bis 1000 m Gleitweg gering war.



a)



b)



c)

Bild 6.4.2-1: Verschleißvolumen des stationären Probekörpers als Funktion des Gleitwegs bei Raumtemperatur für Si_3N_4 -BN/ Si_3N_4 -BN-Paarungen mit a) 5 Gew.-% BN, b) 10 Gew.-% BN und c) 20 Gew.-% BN

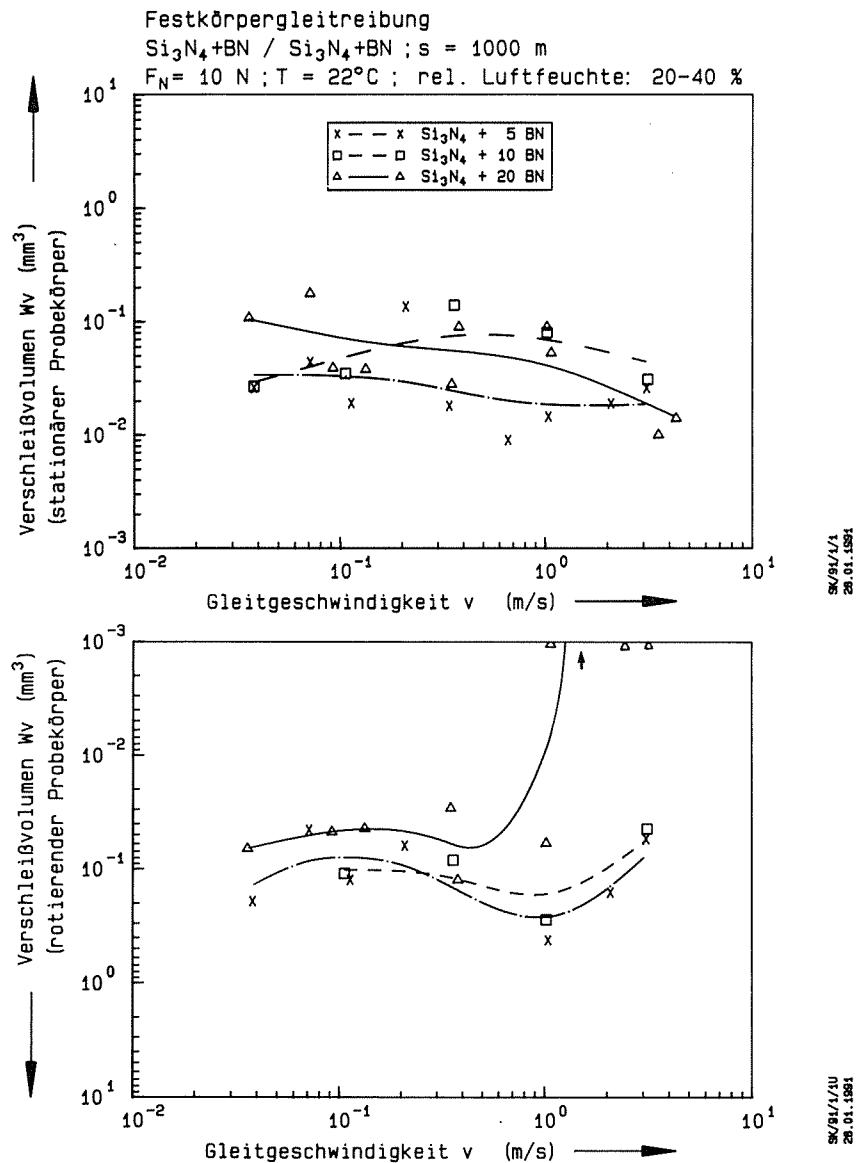


Bild 6.4.2-2: Vergleich der Verschleißvolumen des stationären und des rotierenden Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ mit 5, 10 und 20 Gew.-% BN als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei Raumtemperatur

Bei 800°C wurden sowohl die differentiellen als auch die integralen Verschleißkoeffizienten von Si_3N_4 durch die Zugabe von BN nicht gesenkt. Sie waren mit Werten zwischen $1 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und $1 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ sogar noch höher als für Si_3N_4 ohne BN (Bild 6.4.2-4), wobei ein günstiges Einlaufverhalten bei 800°C bis zum Gleitweg von 1000 m nicht auftrat.

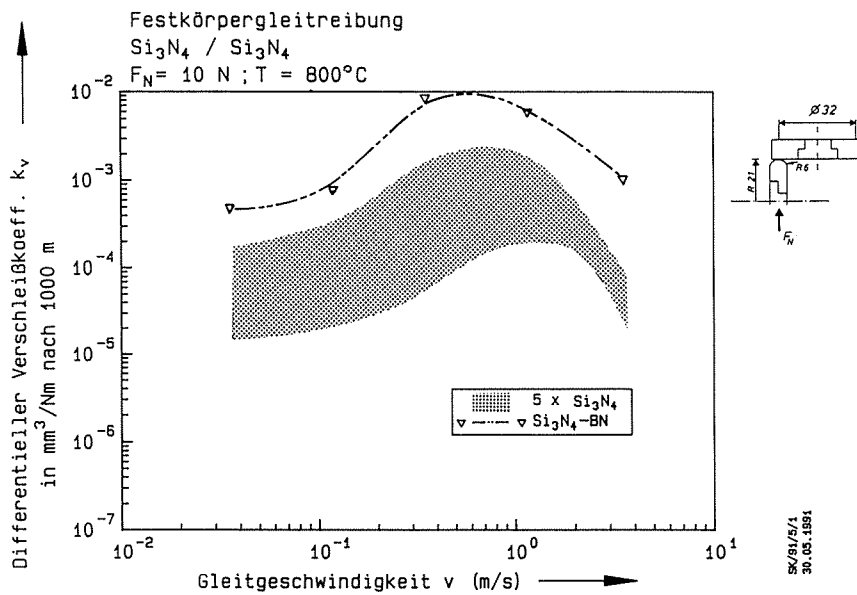


Bild 6.4.2-3: Differentielle Verschleißkoeffizienten von Si_3N_4 -BN- im Vergleich zu Si_3N_4 -Materialien als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 22°C

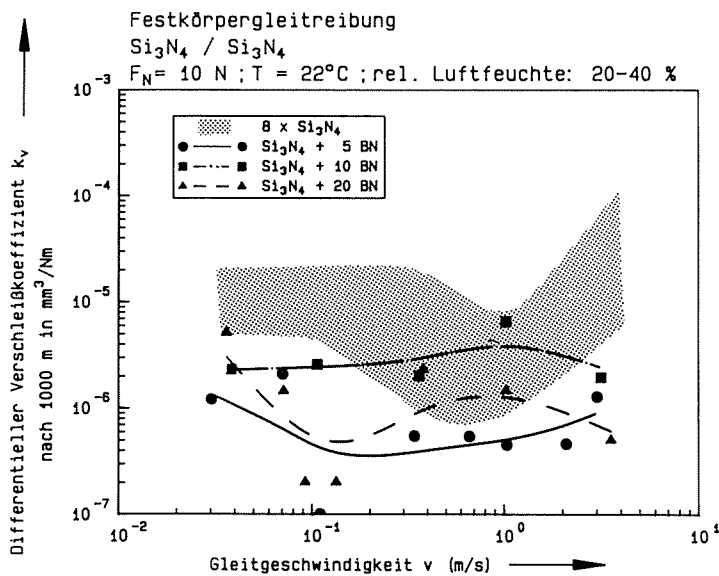


Bild 6.4.2-4: Differentielle Verschleißkoeffizienten von Si_3N_4 -BN- im Vergleich zu Si_3N_4 -Materialien als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 800°C

In Bild 6.4.2-5 sind die kritischen Flächenpressungen als Funktion der Gleitgeschwindigkeit für Si_3N_4 -BN-Materialien mit 5, 10 und 20 Gew.-% BN aufgetragen. Sie liegen bei 22°C zwischen 3 und 12 MPa und damit in der Größenordnung der für Si_3N_4 -TiN bestimmten kritischen Flächenpressungen (vgl. Bild 6.3.2-8). Während die kritischen Flächenpressungen für Si_3N_4 -BN mit steigender Gleitgeschwindigkeit zunehmen, sinken sie für Si_3N_4 -TiN. Unter 0.3 m/s sind die auf Si_3N_4 -TiN vermutlich gebildeten Reaktionsschichten, bei höheren Gleitgeschwindigkeiten die auf Si_3N_4 -BN bis zu höheren Flächenpressungen beständig (Bild 6.4.2-5).

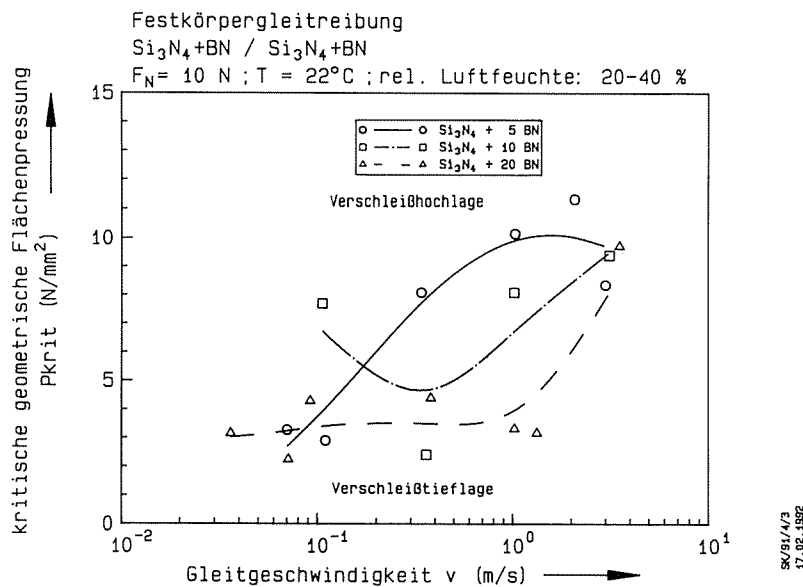


Bild 6.4.2-5: Kritische Flächenpressung von Si_3N_4 -BN/ Si_3N_4 -BN-Paarungen mit 5, 10 sowie 20 Gew.-% BN als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei Raumtemperatur

Die kritische "Reibleistungsdichte" bei Raumtemperatur ist für Si_3N_4 -BN/ Si_3N_4 -BN-Paarungen in Bild 6.4.2-6 als Funktion der Gleitgeschwindigkeit aufgetragen. Sie stieg von 0.015 W/mm² bei 0.03 m/s um fast drei Größenordnungen auf 8 W/mm² bei 3 m/s. Unterhalb dieser Flächenpressungen trat milder Verschleiß mit differentiellen Verschleißkoeffizienten kleiner als $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, darüber starker Verschleiß mit differentiellen Verschleißkoeffizienten größer als $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ auf.

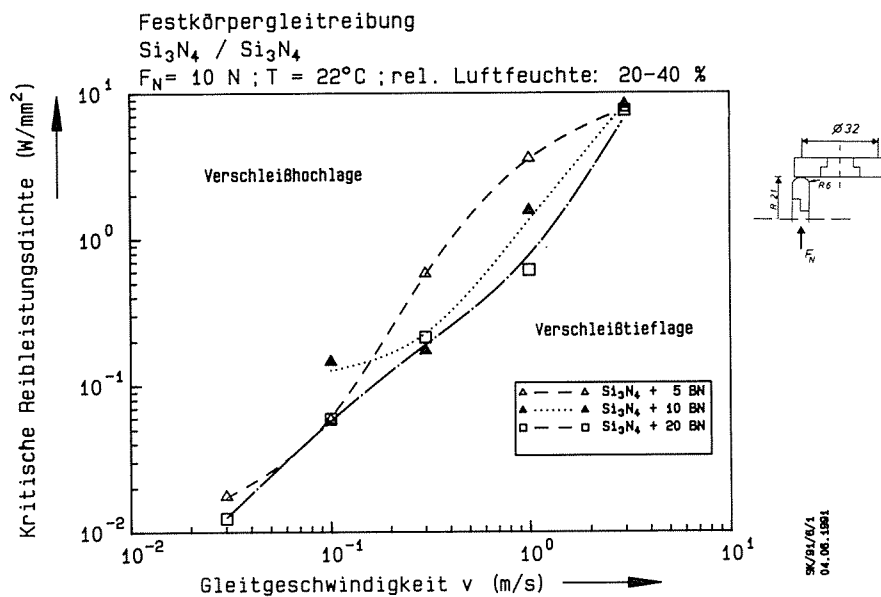


Bild 6.4.2-6: Kritische "Reibleistungsdichte" in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit bei Raumtemperatur für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ -Paarungen

6.5 Zusammenfassung der tribologischen Ergebnisse

- Reibung

Zusammenfassend sind in Bild 6.5-1 die Reibungszahlen für die verschiedenen $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen nach 1000 m bei 22°C dargestellt. Die Reibungszahlen der kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe lagen über 0.4. Nur die Reibungszahlen von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ und GPS- Si_3N_4 (SN73) (Bild 6.1.1-1) sanken bei 22°C mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 0.8 bzw. 0.7 bei 0.03 m/s auf Werte um 0.4 bzw. 0.2 bei 3 m/s. Für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ nahmen die Reibungszahlen mit der Gleitgeschwindigkeit auf niedrigem Niveau von 0.1 auf 0.3 zu. Bei 800°C wurden für alle untersuchten Si_3N_4 -Werkstoffe Reibungszahlen über 0.5 gemessen.

- Verschleiß

Die Verschleißbeständigkeit von Si_3N_4 wurde bei Raumtemperatur durch die Zugabe von BN oder TiN verbessert. Dabei wurde ein Einlaufverhalten beobachtet. Die differentiellen Verschleißkoeffizienten der neuen Si_3N_4 -Composites lagen nach 1000 m zwischen $1 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und damit erheblich unter den Wer-

ten für kommerzielle Si_3N_4 -Werkstoffe (Bild 6.5-2), für die der Verschleißbetrag linear mit dem Gleitweg zunahm.

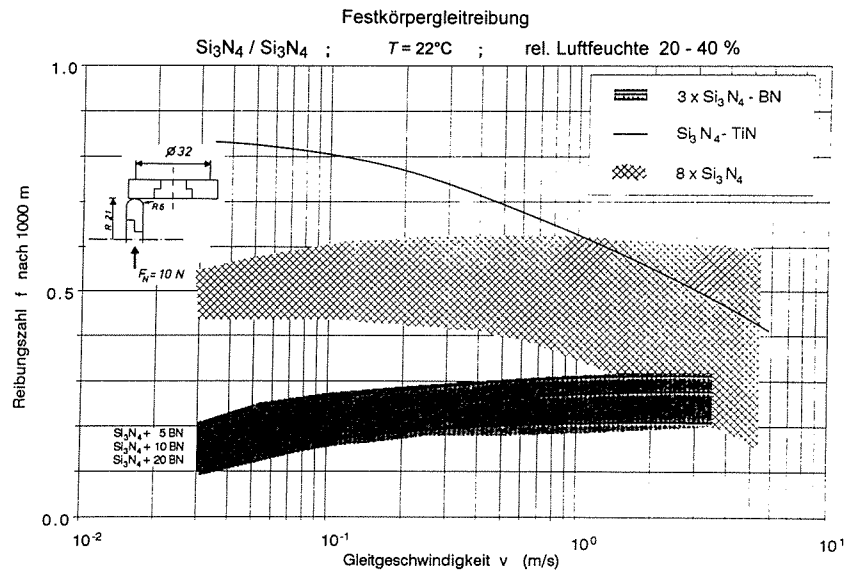


Bild 6.5-1: Festkörpererreibungs Zahlen von Si_3N_4 , Si_3N_4 -BN und Si_3N_4 -TiN als Funktion der Gleitgeschwindigkeit nach 1000 m bei 22°C

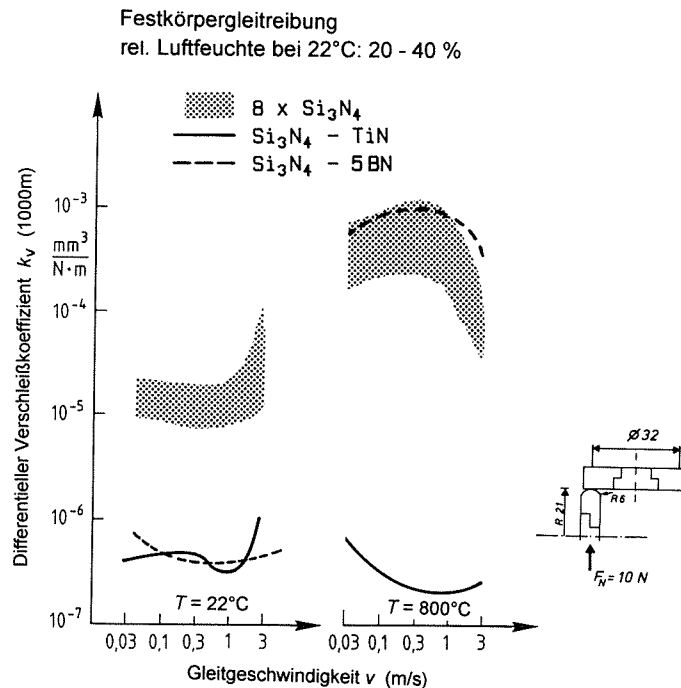


Bild 6.5-2: Differentielle Verschleißkoeffizienten von Si_3N_4 , Si_3N_4 -BN und Si_3N_4 -TiN als Funktion der Gleitgeschwindigkeit nach 1000 m bei 22°C bzw. 800°C

Bei 800°C war nach 1000 m der differentielle Verschleißkoeffizient von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ um mehrere Größenordnungen niedriger als der von Si_3N_4 und $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$, für die Werte von teilweise über $10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ bestimmt wurden (Bild 6.5-2).

Sanken die "Reibleistungsdichte" oder die Flächenpressung während der Versuche unter einen kritischen Wert (Bilder 6.3.2-9 und 6.4.2-6), wurden für die $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Composites}$ niedrige differentielle Verschleißkoeffizienten zwischen $1 \cdot 10^{-7}$ und $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ bestimmt (Bild 6.5-2).

Die tribologische Modellverschleißprüfung an verschiedenen $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Gleitpaarungen}$ ergab, abhängig von den Beanspruchungsbedingungen und dem Material, Festkörperreibungszahlen zwischen 0.1 und 1.2 (Bild 6.5-1) und differentielle Verschleißkoeffizienten zwischen $10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und $10^{-2} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ (Bild 6.5-2). Um die Ursachen für diese großen Unterschiede herauszufinden, wurden die Oberflächentopographie und -morphologie, die Zusammensetzung und die Struktur von Oberflächenrand- und Reaktionsschichten in und neben der Verschleißfläche sowie im Bereich der Verschleißpartikel oberflächenanalytisch untersucht.

7 ERGEBNISSE DER OBERFLÄCHENANALYTISCHEN UNTERSUCHUNGEN

Durch den Einsatz verschiedener oberflächenanalytischer Verfahren wurde versucht, ein möglichst vollständiges Bild über die ablaufenden, das tribologische Verhalten bestimmenden Mechanismen zu erhalten, um aus den Ergebnissen Verschleißmodelle abzuleiten.

7.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Nachfolgend werden nur ausgewählte, charakteristische Verschleißerscheinungsformen in den Verschleißflächen von Si_3N_4 , CVD- Si_3N_4 , Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN nach einem Gleitweg von mindestens 1000 m rasterelektronenmikroskopisch dokumentiert.

Si_3N_4 (10 N Last):

Bild 7.1-1 zeigt die Verschleißfläche eines rotierenden GPS- Si_3N_4 (ESK)-Probekörpers nach der Beanspruchung bei einer Gleitgeschwindigkeit unter 0.3 m/s, Raumtemperatur und 10 N. Auf den REM-Aufnahmen sind raue neben glatten Bereichen (Bild 7.1-1a-c) und das Abplatzen bzw. die Delamination von Oberflächenbereichen (Bild 7.1-1d) zu erkennen. Die Bruchstücke sind zwischen 10 und 500 μm groß (Bild 7.1-1d und e). Die Oberfläche unterhalb der abgeplatzten Bereiche ist rau und zeigt Mikrobrüche (Bild 7.1-1c).

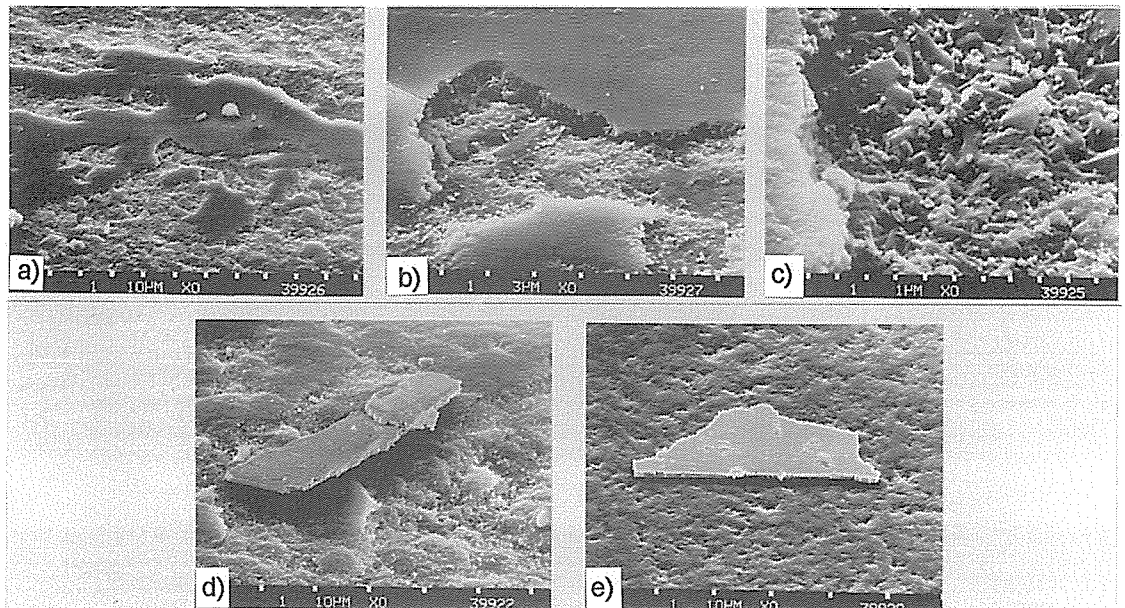


Bild 7.1-1: Verschleißfläche eines rotierenden GPS- Si_3N_4 (ESK)-Probekörpers nach der Beanspruchung bei 22°C, 10 N und 0.04 m/s

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigten nach der tribologischen Beanspruchung bei Raumtemperatur und Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0.3 und 1 m/s in der Verschleißfläche der Y_2O_3 -haltigen Si_3N_4 -Probekörper (Bild 7.1-2) vor allem auf dem stationären Probekörper plastisch verformte Verschleißpartikel sowie Oberflächenschichten. Durch Tastschnittmessungen wurden Aufträge nachgewiesen (Bild A6-2).

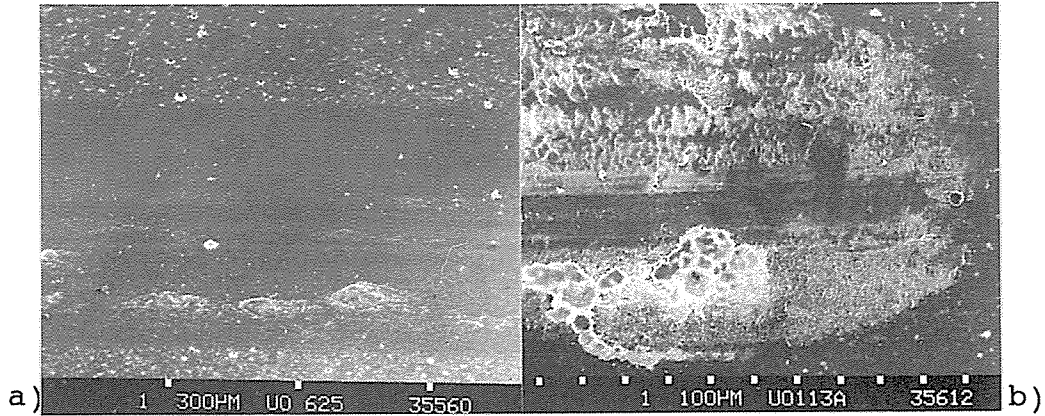


Bild 7.1-2: Verschleißflächen von Si_3N_4 (ND200) nach Beanspruchung in der Verschleißtieflage bei 22°C, 10 N und 0.3 m/s: a) rotierender und b) stationärer Probekörper

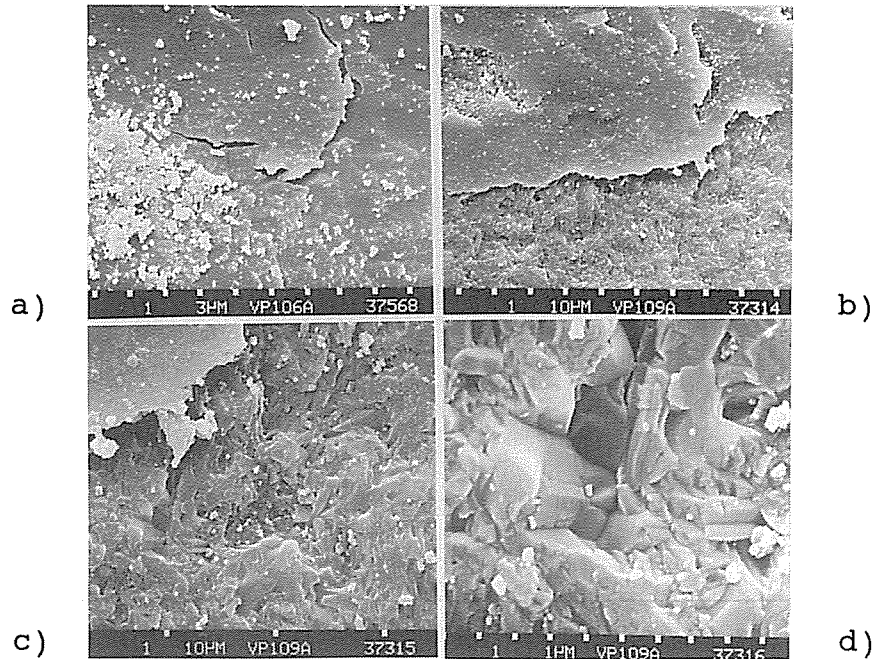


Bild 7.1-3: Verschleißfläche des stationären Si_3N_4 -Probekörpers nach Beanspruchung bei 22°C, 10 N und $v \geq 1$ m/s:
a) Risse in der Oberfläche/Oberflächenschicht
b) u. c) Abplatzen der Oberflächenschicht
d) Mikrobrüche (s. Markierung) und Risse unterhalb der abgeplatzten Bereiche

Nach der tribologischen Beanspruchung bei Raumtemperatur, 10 N und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s waren in den Verschleißflächen Risse, das Abplatzen von Oberflächenschichten bzw. -bereichen sowie, vor allem unterhalb der abgeplatzten Bereiche, Mikrobrüche zu erkennen (Bild 7.1-3).

Bild 7.1-4 zeigt Verschleißflächen von Si_3N_4 nach der Beanspruchung bei 800°C . In der Verschleißhochlage bei Gleitgeschwindigkeiten unter 1 m/s wies die Verschleißfläche Riefen sowie große Ausbrüche auf. Neben diesen zerrütteten Bereichen waren plastisch verformte und akkumulierte Verschleißpartikel zu erkennen. Nach der Beanspruchung bei 800°C in der Verschleißtieflage weist die Verschleißfläche deutlich mehr plastisch stark verformte, vermutlich aus Verschleißpartikeln gebildete Bereiche, jedoch keine Riefen auf.

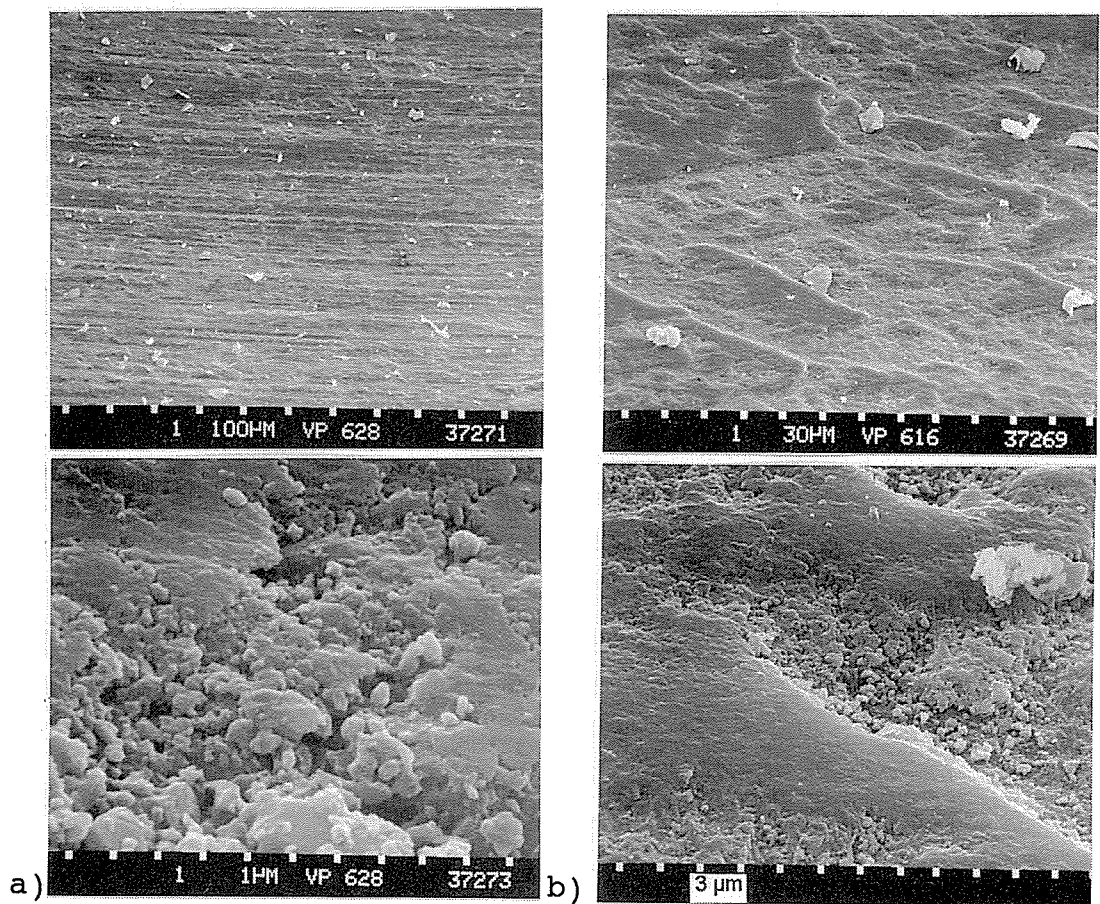


Bild 7.1-4: Verschleißfläche des rotierenden Si_3N_4 -Probekörpers nach Beanspruchung bei 800°C und 10 N:

a) Verschleißhochlage ($v < 1 \text{ m/s}$)

b) Verschleißtieflage ($v \geq 1 \text{ m/s}$)

Da die Si_3N_4 -Verschleißflächen meist von Verschleißpartikeln bzw. -schichten bedeckt waren, konnten die Ursachen für hohe Verschleißraten bzw. der Schädigungsmechanismus durch die Betrachtung der unbehandelten Oberfläche vielfach nicht aufgeklärt werden. Erst nach der Ablösung von losen Verschleißpartikeln und/oder Verschleißpartikelschichten im Ultraschall-Bad war es möglich, die verschleißbildenden Mechanismen rasterelektronenmikroskopisch zu charakterisieren.

Bei Umgebungstemperaturen über 400°C und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s bildeten sich auf dem stationären Si_3N_4 -Probekörper dicke mehrlagige, plastisch verformte Verschleißpartikelschichten, wie lichtmikroskopische Aufnahmen zeigen (Bild 7.1-5a). Diese schützten den stationären Probekörper wahrscheinlich vor Verschleiß. Im Vergleich dazu zeigt Bild 7.1-5b die Oberfläche nach der Entfernung von losen Verschleißpartikeln im Ultraschall-Bad.

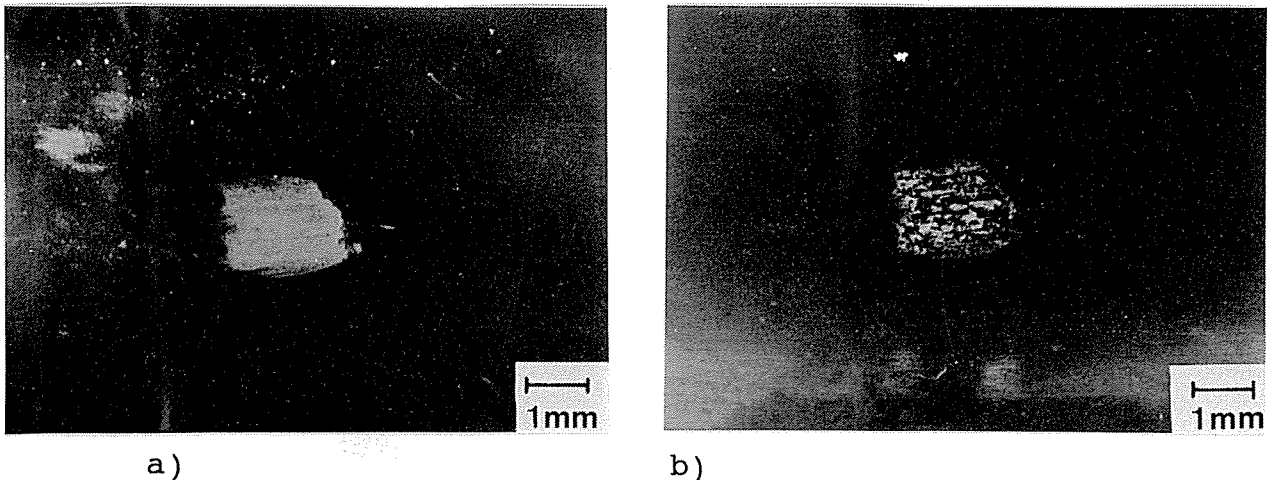
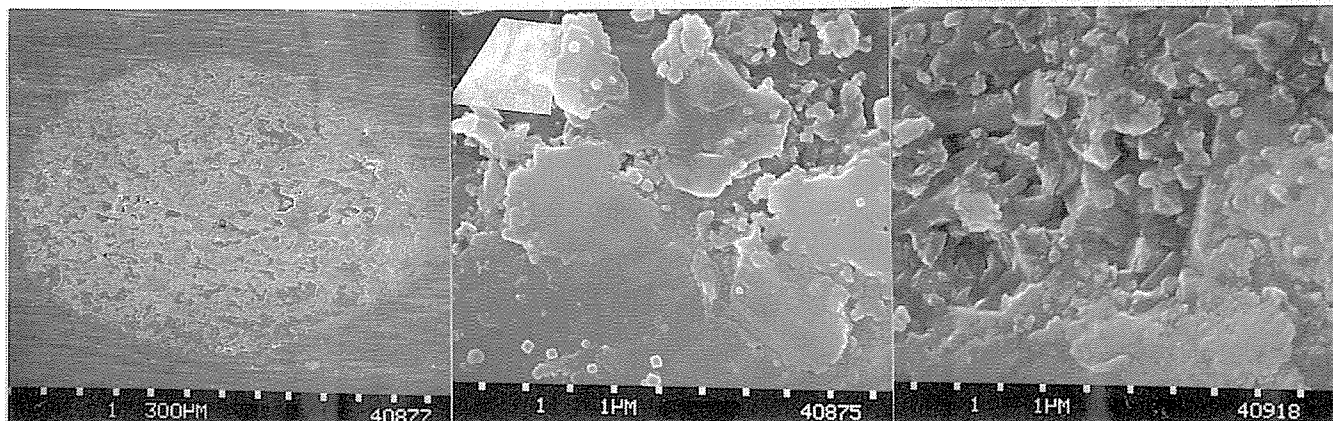


Bild 7.1-5: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Verschleißfläche des stationären Si_3N_4 -Probekörpers nach Beanspruchung bei Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s , 10 N und Temperaturen $\geq 400^\circ\text{C}$:

a) vor und b) nach der US-Reinigung

Nach dem Entfernen der Verschleißpartikel waren mit dem Rasterelektronenmikroskop in der Verschleißfläche des stationären Si_3N_4 -Probekörpers neben festhaftenden Verschleißpartikelinseln bzw. plastisch verformten Bereichen allgemein Mikrobrüche (Bild 7.1-6) sowie Risse und zerrüttete Oberflächenbereiche zu erkennen. Aus der Morphologie kann man auf das Wirken der Oberflächenzerrüttung schließen.



a)

b)

c)

Bild 7.1-6: Verschleißfläche des stationären Si_3N_4 -Probekörpers ($v \leq 0.3 \text{ m/s}$, $F_N = 10 \text{ N}$, $T \geq 400^\circ\text{C}$) nach der Entfernung loser Verschleißpartikel im Ultraschall-Bad:

- a) festhaftende Verschleißpartikelinseln,
- b) plastisch verformte Oberflächenbereiche und/oder Verschleißpartikel sowie
- c) Mikrobrüche

Die Risse gehen z. T. bis tief ins Materialinnere (Bild 7.1-7).

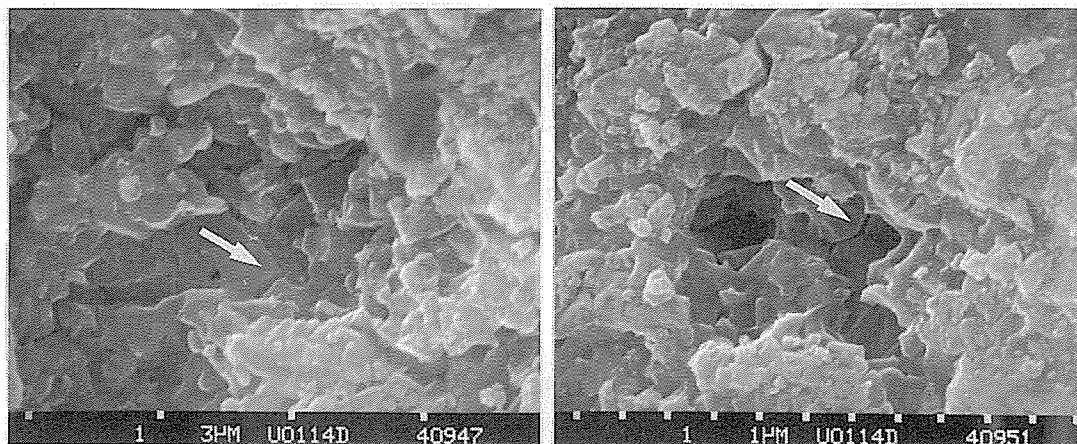


Bild 7.1-7: Risse und Mikrobrüche in der Verschleißfläche von Si_3N_4 nach Beanspruchung bei 1000°C und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s (Verschleißhochlage)

Bei Temperaturen oberhalb von 400°C und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s sind die Verschleißpartikel- oder Oxidschichten sowohl an der Oberfläche des stationären als auch des rotierenden Probekörpers plastisch stark verformt (Bild 7.1-4) /7,176/. Nach der Entfernung der Verschleißpartikel im US-Bad waren dabei in den Verschleißflächen des stationären und des rotierenden Probekörpers nur vereinzelt Mikrobrüche oder Risse zu erkennen.

Si₃N₄ (1 N Last):

Die Morphologie der Si₃N₄-Oberflächen nach der tribologischen Beanspruchung bei einer Last von 1 N ähnelt derjenigen bei 10 N. In der Verschleißfläche des rotierenden Probekörpers waren bei Raumtemperatur und 800°C unabhängig von der Gleitgeschwindigkeit neben glatten Oberflächenbereichen Riefen zu erkennen (Bild 7.1-8). Diese verlaufen parallel zur Gleitrichtung und sind vermutlich auf Abrasion durch plastisch verformte und verfestigte Verschleißpartikel zurückzuführen.

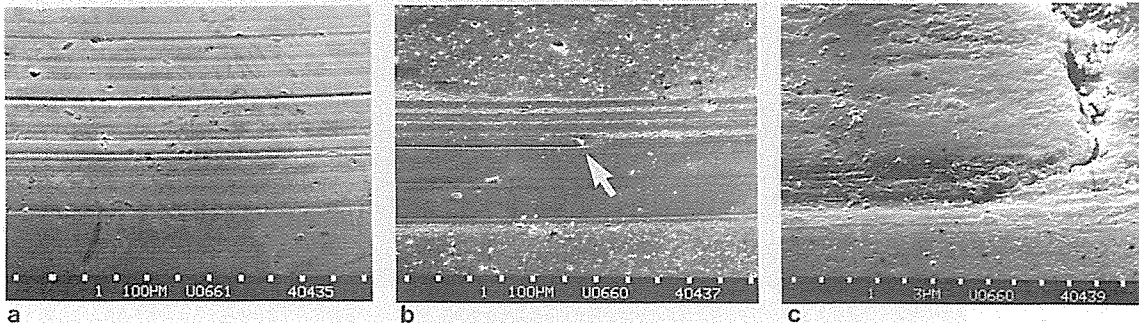


Bild 7.1-8: Verschleißfläche des rotierenden SSi₃N₄(ND200)-Probekörpers mit Riefen nach Beanspruchung bei 22°C und 1 N

Riefen mit Mikrobrüchen und Rissen wies auch die Verschleißfläche des stationären Probekörpers auf (Bild 7.1-9).

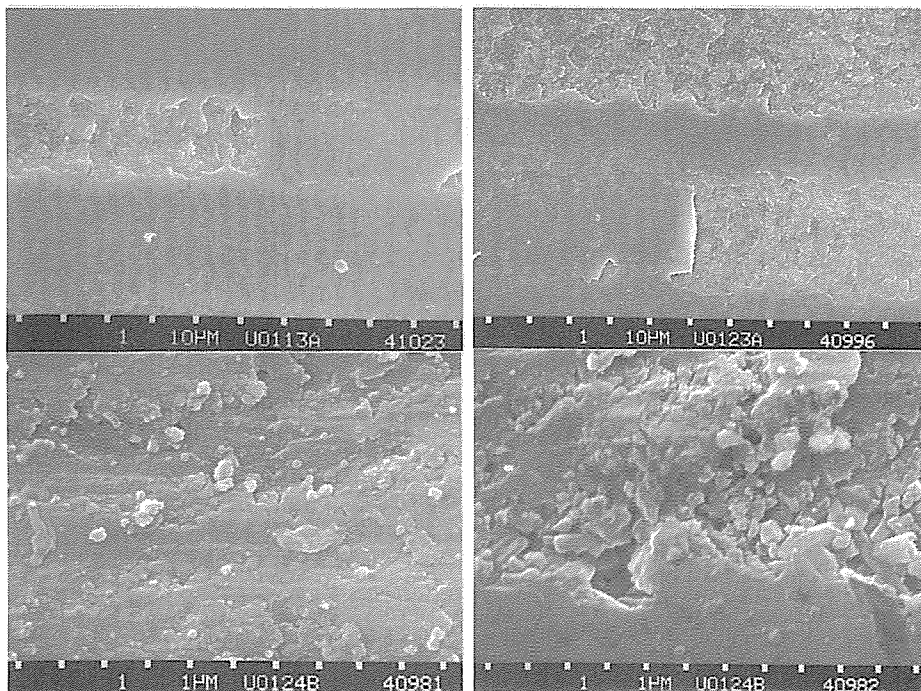


Bild 7.1-9: Verschleißfläche des stationären SSi₃N₄(ND200)-Probekörpers nach Beanspruchung bei 1 N und 0.04 m/s sowie 22°C (oben) bzw. 800°C (unten)

Die Verschleißflächen des rotierenden und des stationären Si_3N_4 -Probekörpers sind im Bereich der Riefen nach der Beanspruchung mit 1 N Last sowohl bei 22°C als auch bei 800°C durch Kornausbrüche und Mikrobrüche mit interkristallinem Bruchbild gekennzeichnet (Bild 7.1-10). Vielfach sind dabei unterhalb der Materialausbrüche neben Rissen gut ausgeprägt die stengeligen β - Si_3N_4 -Körner zu erkennen.

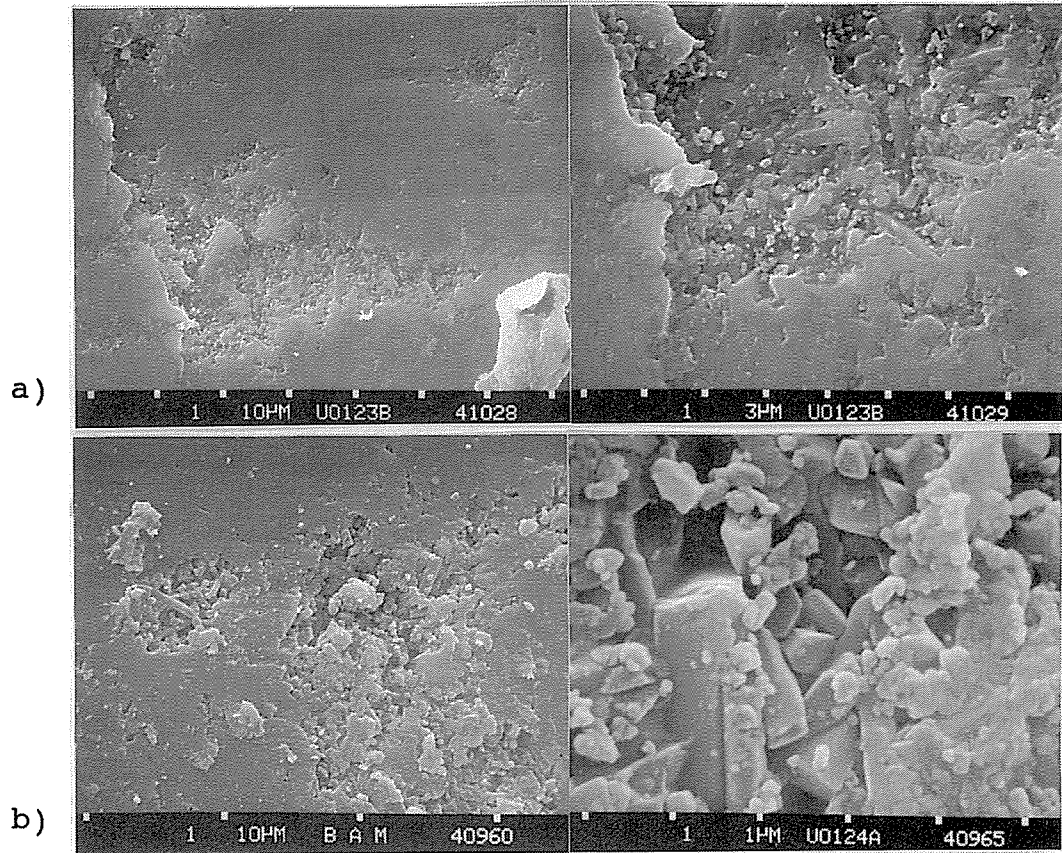


Bild 7.1-10: Verschleißfläche des rotierenden Si_3N_4 (ND200)-Probekörpers nach Beanspruchung bei 1 N und 3 m/s:
a) 22°C und b) 800°C

Die topographischen Untersuchungen mit dem REM zeigten innerhalb der Verschleißflächen für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen sowohl nach der tribologischen Beanspruchung mit 10 N als auch mit 1 N bei 22°C und 800°C Risse, das Abplatzen bzw. die Delamination von Oberflächenbereichen und -schichten sowie darunter Mikrobrüche (Bild 7.1-11), die auf eine Zerrüttung unterhalb der Oberfläche bzw. unterhalb der teilweise dichten, plastisch verformten Oberflächenschichten hinweisen (Kap. 7.8 und Kap. 9). Nach der Entfernung loser Verschleißpartikel und -schichten mittels US-Reinigung waren ebenfalls Mikrobrüche zu erkennen.

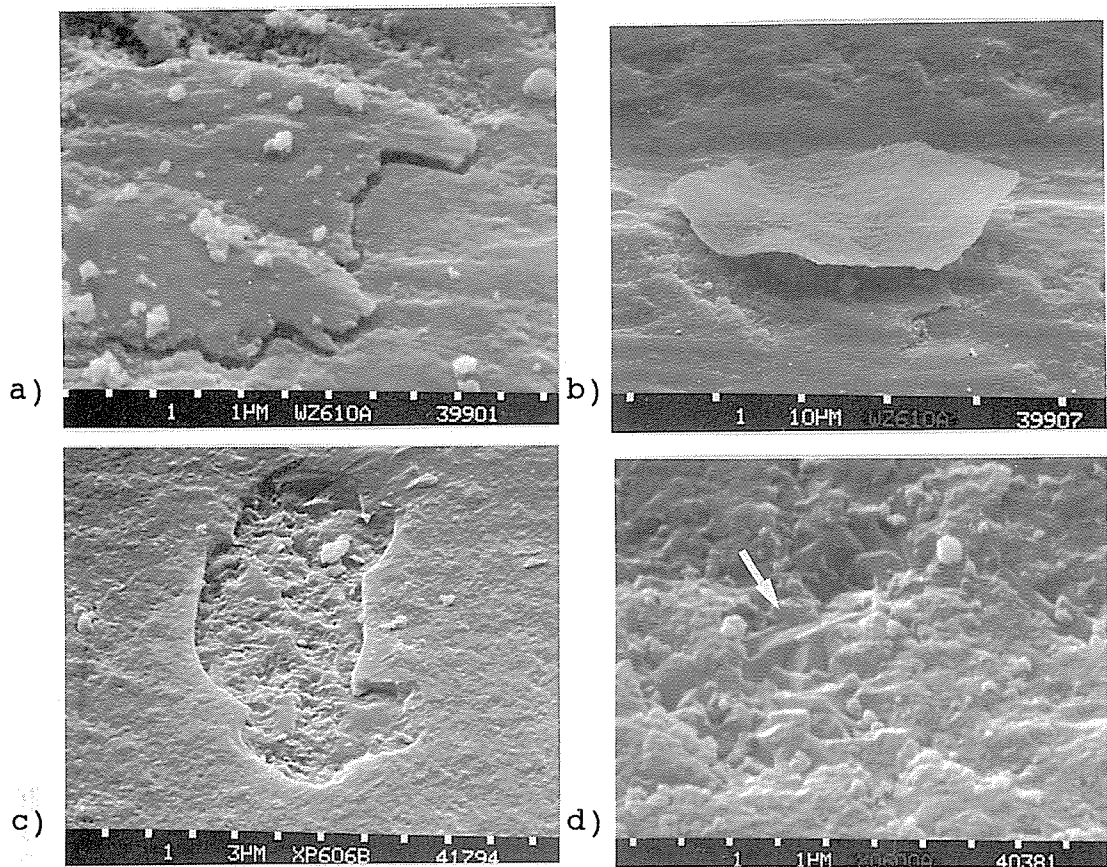


Bild 7.1-11: Verschleißflächen von Si₃N₄/Si₃N₄:

- a) Umschließung eines Oberflächenbereiches durch einen Riß; b) Delamination; c) und d) Verschleißfläche unterhalb des delaminierten Oberflächenbereiches mit Mikrobrüchen

Die durch die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen innerhalb der Verschleißflächen gefundenen Mikrobrüche, Materialausbrüche und Riefen sind Hinweise darauf, daß für polykristalline Si₃N₄-Werkstoffe Oberflächenzerrüttung mit Delamination von Oberflächenbereichen und Abrasion bzw. Mikrobrechen die dominierenden verschleißbildenden Mechanismen bzw. Prozesse sind. Nach dem Erscheinungsbild der Verschleißflächen sind die Materialausbrüche überwiegend auf eine Zerrüttung der Grenzfläche zwischen Glasphase und β -Si₃N₄-Kristall zurückzuführen. Zusätzlich beobachtete, plastisch stark verformte Oberflächenbereiche und/oder Verschleißpartikelschichten sowie kleine, vermutlich oxidierte Verschleißpartikel können jedoch das tribologische Verhalten zusätzlich beeinflussen. Bevorzugt der stationäre Si₃N₄-Probekörper war teilweise von dicken Verschleißpartikelschichten bedeckt.

CVD-Si₃N₄:

Den Querschliff durch eine CVD-Si₃N₄-Schicht auf einem SSi₃N₄ (ND200)-Substrat zeigt Bild 7.1-12 für den rotierenden Probekörper vor und nach tribologischer Beanspruchung bei 22°C, 10 N und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s. Die CVD-Si₃N₄-Schicht im Bereich der Verschleißfläche war bei diesen Bedingungen nach einem Gleitweg von 1000 m überwiegend erhalten (Bild 7.1-12 a u. b) und nahezu rißfrei (Kap. 7.8). Bei Gleitgeschwindigkeiten über 0.3 m/s war die CVD-Si₃N₄-Schicht auf dem rotierenden Probekörper zerstört bzw. abgeplatzt. Die unbeanspruchte CVD-Si₃N₄-Schicht war rißfrei und wies eine gute Bindung zum Substrat auf (Bild 7.1-12c). Die CVD-Si₃N₄-Schicht auf dem stationären Probekörper platzte bereits zu Versuchsbeginn ab.

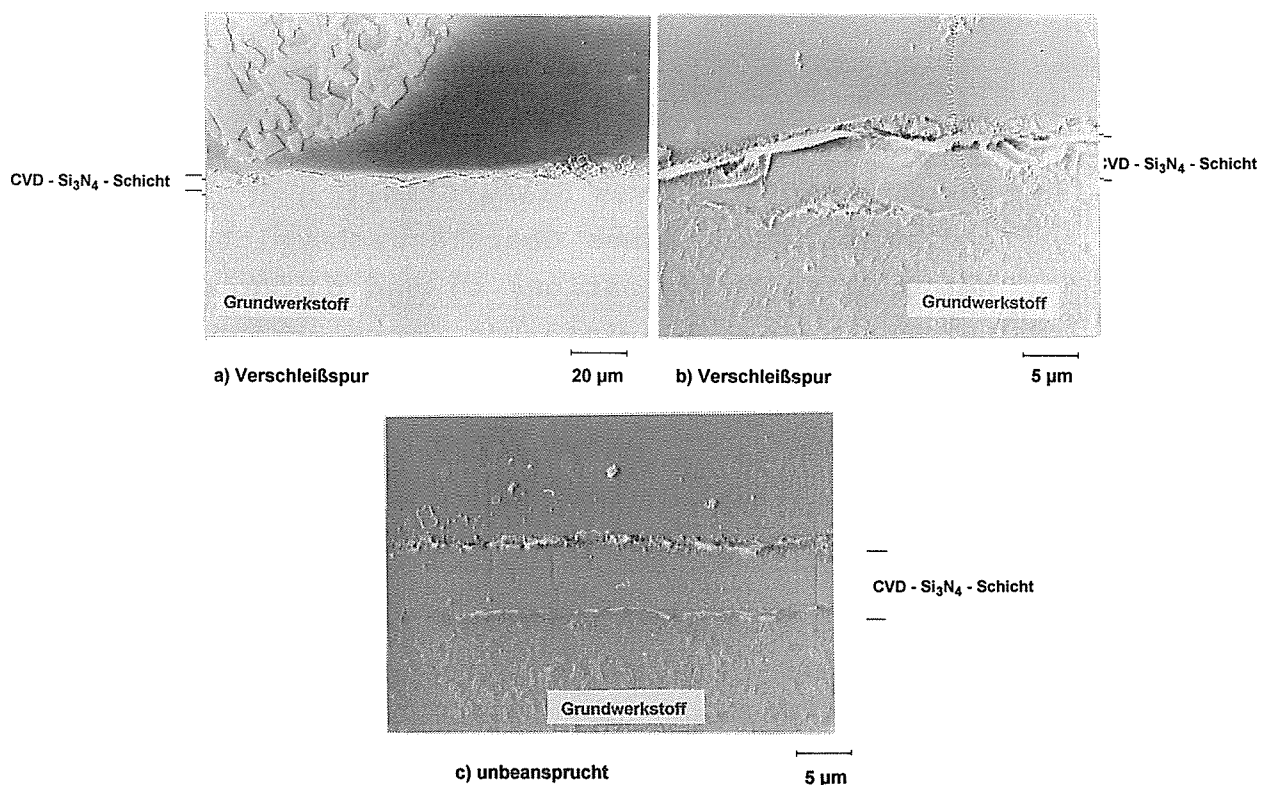


Bild 7.1-12: Querschliffe durch CVD-Si₃N₄-Schicht und SSi₃N₄-Substrat: a) und b) senkrecht zur Verschleißfläche (T = 22°C, F_N = 10 N, s = 1000 m, v ≤ 0.3 m/s); c) unbeanspruchter Bereich

Si₃N₄-TiN:

Die Verschleißflächen von Si₃N₄-TiN waren nach der Beanspruchung bei 10 N, 22°C und Gleitgeschwindigkeiten bis zu 1 m/s überwiegend von einer glatten, auf der Oberfläche verteilten Schicht oder von fleckenförmigen Inseln bedeckt (Bild 7.1-13a). Nur bei 22°C und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s waren neben glatten Bereichen auch vermehrt Mikrobrüche zu erkennen (Bild 7.1-13b). Die Reibungszahlen schwankten bei diesen Bedingungen bis zum Versuchsende periodisch. Dieses Verhalten ist ein Indiz dafür, daß tribochemisch sich bildende Schichten bei Raumtemperatur und hohen Gleitgeschwindigkeiten durch hohe mechanische und/oder thermische Spannungen abplatzen, wenn eine kritische Schichtdicke oder eine kritische Beanspruchung erreicht ist.

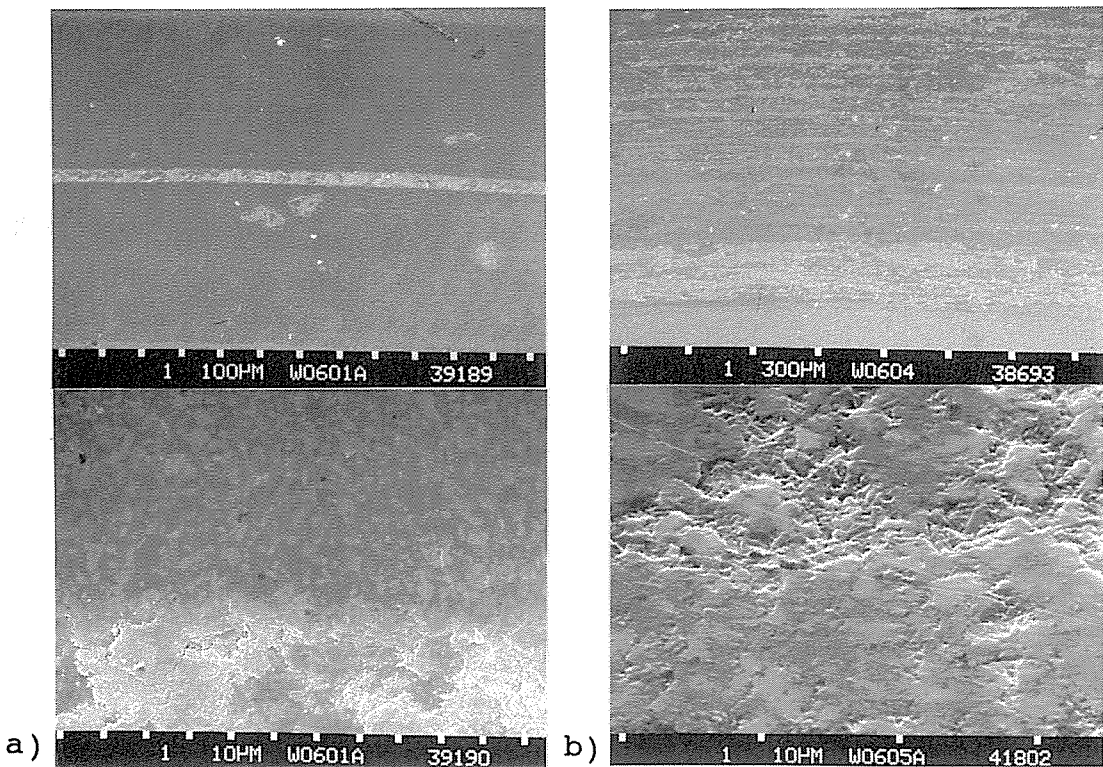


Bild 7.1-13: Verschleißflächen des rotierenden Probekörpers von Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN nach der Beanspruchung bei 22°C, 10 N und a) $v \leq 1$ m/s bzw. b) $v > 1$ m/s

Bei 800°C waren am Rand der Verschleißflächen flache, fleckenförmige Inseln zu erkennen. Die Verschleißflächen von stationärem und rotierendem Probekörper bedeckt eine recht glatte Schicht (Bilder 7.1-14 und 7.1-15), was auch Tastschnittmessungen zeigten (Bilder A6-3 und A6-5). Diese Schicht war festhaftend und wurde, anders als die Schichten auf Si₃N₄, auch nicht durch eine Reinigung im

Ultraschall-Bad zerstört.

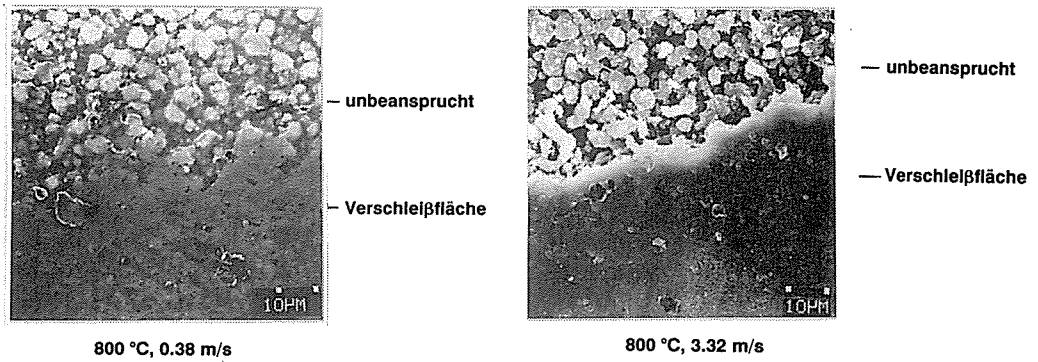
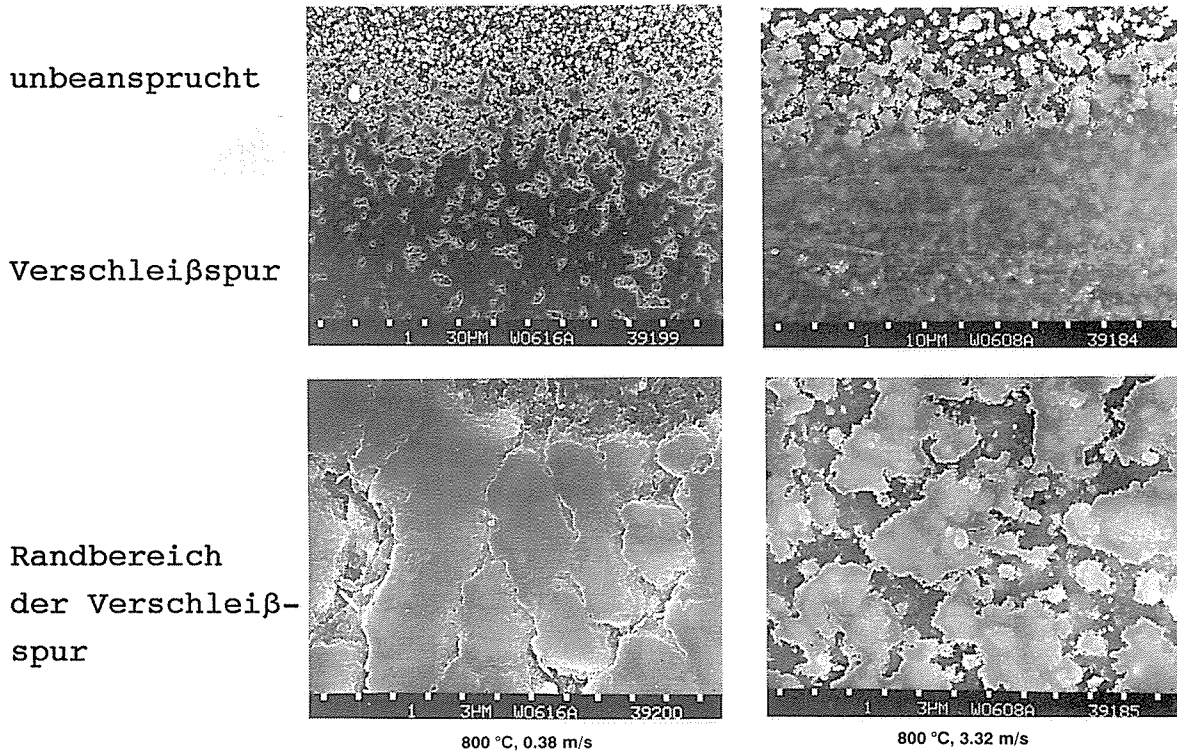


Bild 7.1-14: Verschleißflächen des stationären Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN/Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ nach Beanspruchung bei 800°C , 10 N und 0.38 m/s bzw. 3.3 m/s



Rotierender $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ Probekörper

Bild 7.1-15: Verschleißflächen des rotierenden Probekörpers von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN/Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ nach Beanspruchung bei 800°C , 10 N und 0.38 m/s bzw. 3.3 m/s

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen in der Verschleißfläche von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ deuten auf Tribooxidation als verschleißbestimmenden Mechanismus hin. Bei tribologischer Beanspruchung wurden weiche, vermutlich oxidierte Oberflächenbereiche durch plastische Verformung auf der Oberfläche verteilt (Kap. 9).

Si₃N₄-BN:

Während das tribologisch unbeanspruchte Gefüge von Si₃N₄-BN inhomogen und porös ist (Kap. 4.3), zeigten die REM-Aufnahmen nach der tribologischen Beanspruchung bei Raumtemperatur eine Oberflächenmorphologie (Bild 7.1-16), die auf Filmbildung und eine Glättung der Oberfläche im Vergleich zu den unbeanspruchten Bereichen hinweist. Diese Glättung wurde durch Tastschnittmessungen auch nachgewiesen (Bild A6-3).

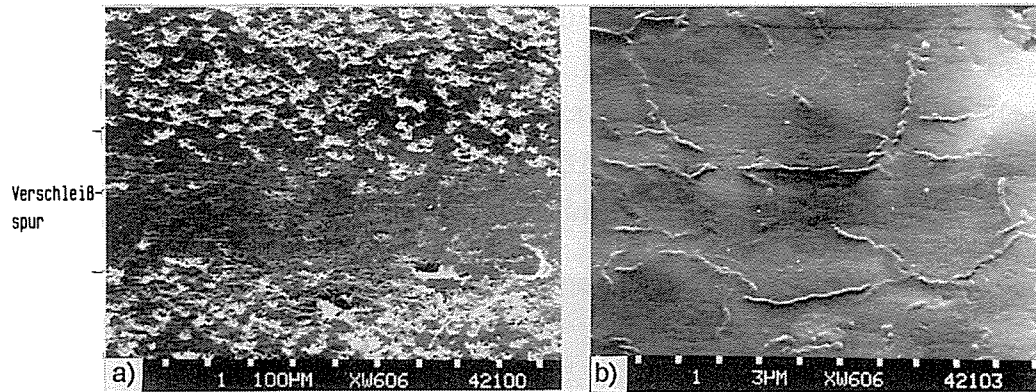


Bild 7.1-16: Verschleißfläche des rotierenden Si₃N₄-BN-Probekörpers nach Beanspruchung bei 22°C, 0.3 m/s und 10 N:
a) Übersicht und b) in der Verschleißspur

Die bei Raumtemperatur beobachtete Filmbildung (Bild 7.1-17a) trat bei höheren Temperaturen nicht auf. Nach der tribologischen Beanspruchung bei 200°C waren in den Verschleißflächen plastisch verformte Bereiche mit Rissen neben aufgerauhten, zerrütteten Bereichen zu erkennen (Bild 7.1-17b). Die Verschleißflächen nach der Beanspruchung bei Temperaturen über 200°C waren zerrüttet und zusätzlich von Oxidpartikeln bedeckt (Bild 7.1-17c).

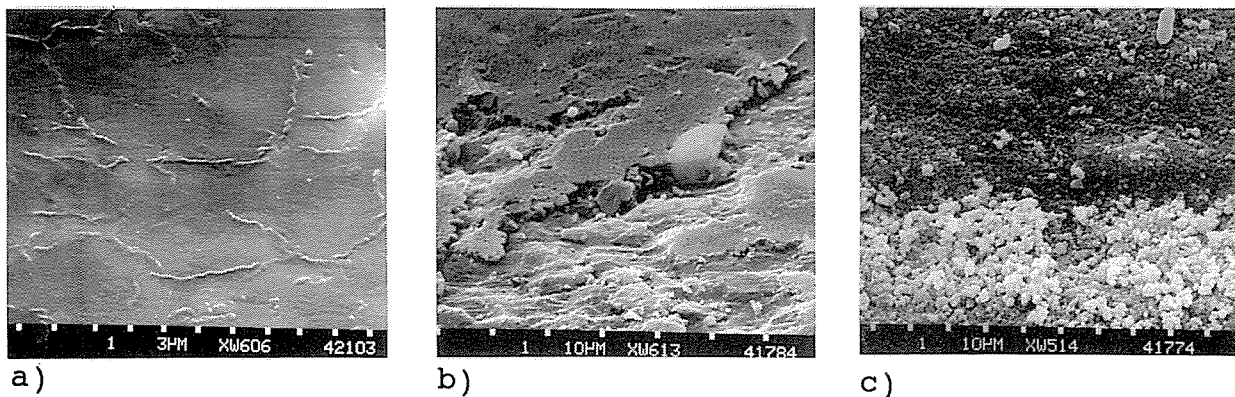


Bild 7.1-17: Verschleißflächen des rotierenden Probekörpers von Si₃N₄-BN/Si₃N₄-BN nach Beanspruchung bei 0.3 m/s und 10 N: a) 22°C, b) 200°C und c) 800°C

Verschleißpartikel von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$:

Typische Morphologien der Verschleißpartikel von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen sind in Bild 7.1-18 dargestellt. Die REM-Aufnahmen zeigten schollenförmige Bruchstücke mit einer Größe von 10 μm bis zu 500 μm (Bild 7.1-18a), die an der Oberseite von 0.1 bis 5 μm großen, adhäsiv zusammenhaftenden und wahrscheinlich oxidierten Verschleißpartikeln bedeckt sind (Bild 7.1-18b). Am Rand und an der Unterseite der großen Bruchstücke waren Mikrobrüche sowie zusätzlich für Ermüdungsbrüche typische Rastlinien zu erkennen (Bild 7.1-18c u. d). Die Verschleißerscheinungsformen an den Verschleißteilchen von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ deuten, wie auch die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen in den Verschleißflächen, auf Oberflächenzerrüttung sowie Mikrobrechen und Delamination hin.

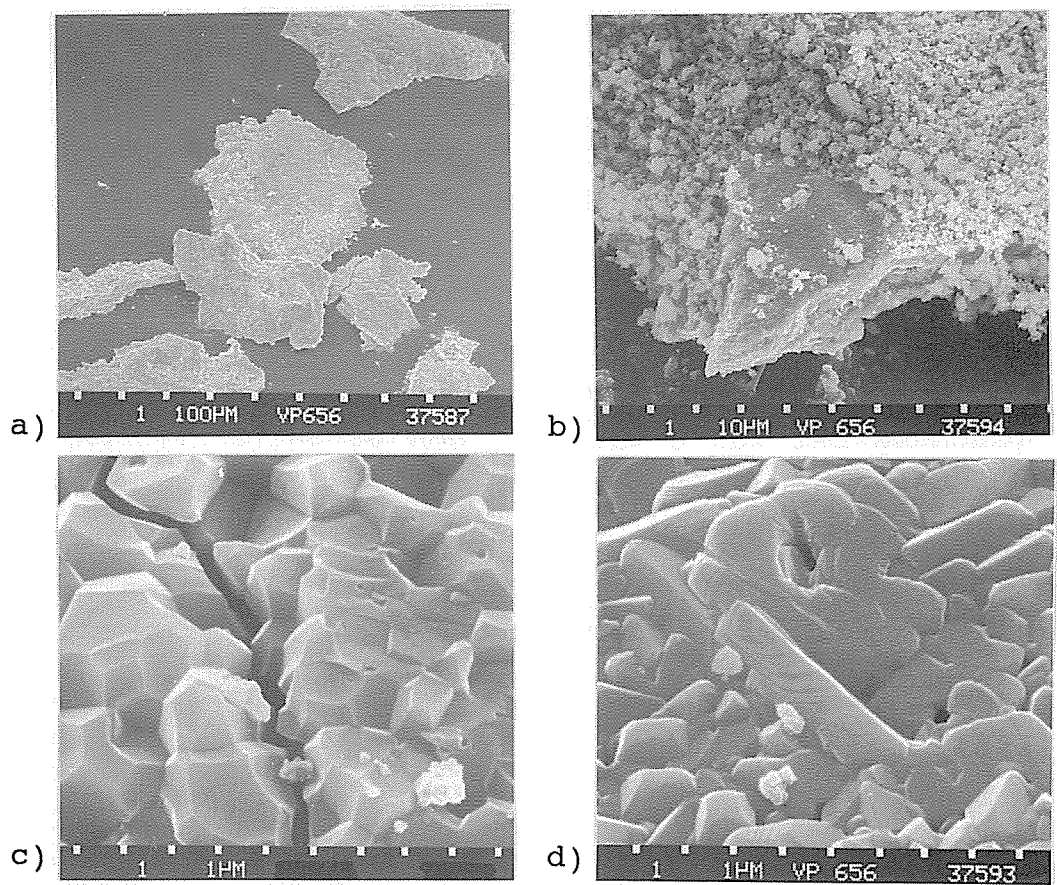
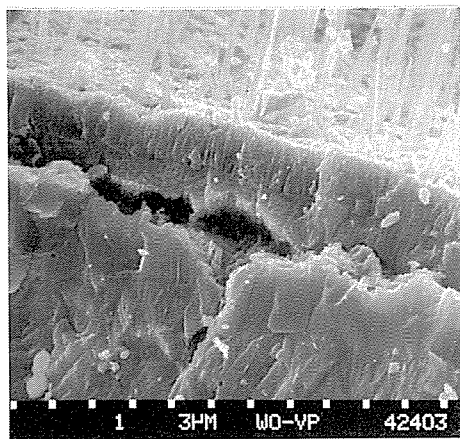


Bild 7.1-18: Morphologie der Verschleißpartikel von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$:

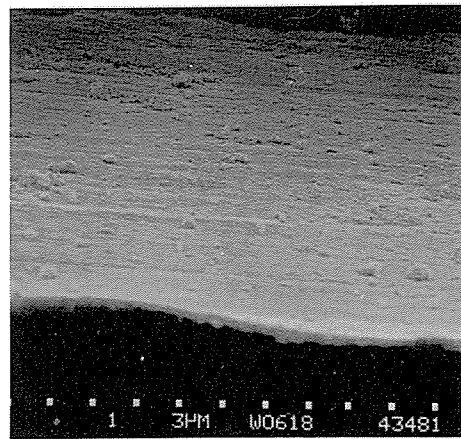
- a) Übersicht: Große abgeplatzte Oberflächenbereiche
- b) oxidierte Verschleißpartikel an der Oberfläche dieser großen Kornfragmente
- c) Mikrobrüche und Riß sowie
- d) Ermüdungsbrüche (Rastlinien) an der Unterseite

Verschleißpartikel von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN/Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$:

Bild 7.1-19 zeigt charakteristische Morphologien der Verschleißprodukte von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN/Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$. Nur bei Raumtemperatur und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s entstanden über 10 μm große Bruchstücke, die am Rand und an der Unterseite Risse und Mikrobrüche aufwiesen (Bild 7.1-19a). An der Oberseite dieser Verschleißpartikel war eine Schicht zu erkennen. Die wenigen während der tribologischen Beanspruchung bei 800°C entstehenden Verschleißprodukte waren plättchenförmig und unter 1 μm dick (Bild 7.1-19b). Mikrobrüche waren dabei nicht zu erkennen. Zusätzlich wurden vereinzelt kleine Verschleißpartikel unter 1 μm beobachtet.



a)



b)

Bild 7.1-19: Morphologie der Verschleißpartikel von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ nach tribologischer Beanspruchung: a) abplatzende Oberflächenschicht und Bruchflächen im Randbereich (22°C, 10 N, $v > 1$ m/s); b) dünnes, plättchenförmiges Verschleißprodukt (800°C, 10 N, 0.04 m/s)

7.2 Röntgenbeugung (XRD)

Röntgenbeugungsspektren wurden für unbeanspruchte (Kap. 4.1) und tribologisch beanspruchte Oberflächen sowie für Verschleißpartikel aufgenommen. Die Untersuchungen wurden an verschiedenen Diffraktometern mit $\text{Cu-K}\alpha$ -Strahlung, 50 kV Anodenspannung und 20 mA Anodenstrom durchgeführt. Für verschiedene Silizium-Phasen sind die charakteristischen bzw. die intensivitätsstärksten Röntgenbeugungsreflexe in Tabelle A7.2-1 zusammengestellt.

Röntgenbeugung in der Verschleißspur:

Si₃N₄-Werkstoffe mit Y₂O₃ als Sinterhilfsmittel hatten bei Raumtemperatur und Gleitgeschwindigkeiten um 0.5 m/s ein Verschleißminimum (Kap. 6.1-2). Durch Röntgenbeugung an Verschleißprodukten, die aus der von dicken Oberflächenschichten bedeckten Verschleißspur stammten (Bild 7.1-2), wurden Si₃N₄·Y₂O₃ (ASTM 30-1460) bzw. YSiO₂N (ASTM 28-1457), aber kein β-Si₃N₄ nachgewiesen (Bild 7.2-2). In allen anderen Fällen wurden in den Verschleißflächen der kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffe, wie auch für das Ausgangsmaterial, neben β-Si₃N₄ röntgenographisch nur ganz vereinzelt sehr schwach ausgeprägte SiON₂- und SiO₂-Reflexe gemessen. Sich möglicherweise tribochemisch bildende Oxidschichten unter 1 μm konnten röntgenographisch mit der Cu-K_α-Strahlung auch deshalb nicht nachgewiesen werden, weil deren Eindringtiefe, z. B. bis zu 37 μm in Si₃N₄, viel größer ist als die Schichtdicke und daher der Beitrag dieser Schichten zu den Reflexintensitäten nur gering wäre /14, 236/.

Die Röntgenbeugungsdiagramme in und neben der Verschleißspur von Si₃N₄-TiN, das 32 Gew.-% TiN enthielt, wiesen in allen Fällen TiN (ASTM 6-642) und β-Si₃N₄-Peaks auf. Während vor und nach der tribologischen Beanspruchung bei Raumtemperatur röntgenographisch kein TiO₂ gemessen wurde (Bild 7.2-1a), konnte an der Oberfläche der bei 800°C tribologisch beanspruchten Proben in und neben der Verschleißspur zusätzlich Rutil (TiO₂) (ASTM 21-1276) bestimmt werden (Bild 7.2-1b). An der Oberfläche von GPS-RBSi₃N₄(ESK), das nur 4 Gew.-% TiN enthält, wurden sowohl in als auch neben der Verschleißspur nach Beanspruchung bei 800°C TiN und β-Si₃N₄, aber kein TiO₂ nachgewiesen. Die starken Platin-Reflexe sind auf die Abdeckung der unbeanspruchten Bereiche durch eine Platinfolie zurückzuführen.

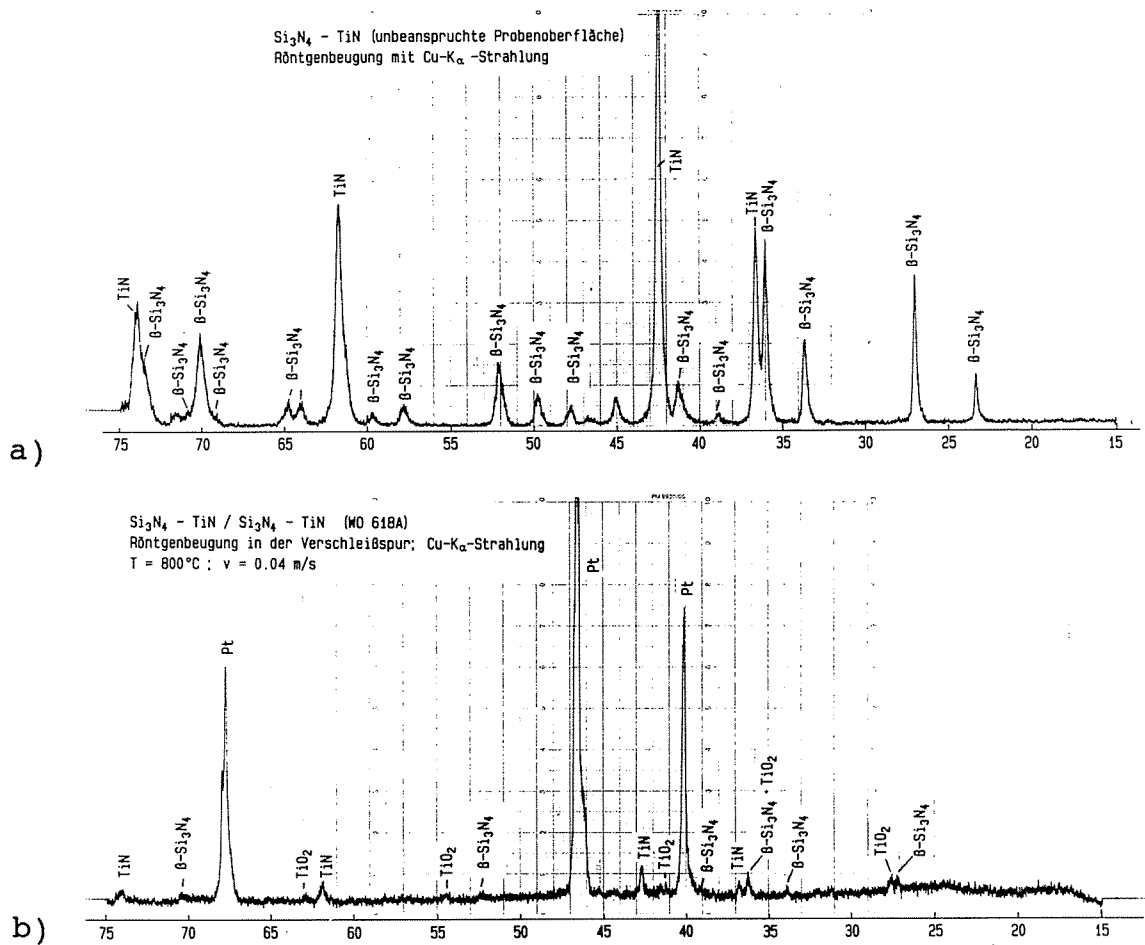


Bild 7.2-1: Röntgenbeugung (Cu-K_α-Strahlung) an der Oberfläche von Si₃N₄-TiN:

- a) unbeansprucht (22°C)
- b) in der Verschleißspur (800°C, 10 N und 0.04 m/s)
(Pt-Peaks stammen von einer Platin-Abdeckung)

Röntgenbeugung an Verschleißpartikeln:

Die Röntgenbeugungsdiagramme der Verschleißpartikel von Si₃N₄/Si₃N₄-Gleitpaarungen wiesen allgemein einen amorphen Berg bei kleinen Beugungswinkeln auf (Bild 7.2-2), der z. T. vom Trägermaterial verursacht wurde. Für die bei 22°C, 10 N und 1 m/s gesammelten Verschleißpartikel sowie für Verschleißprodukte von Si₃N₄ mit Y₂O₃, die aus der Verschleißfläche nach Beanspruchung bei 22°C in der Verschleißtieflage entfernt wurden, wurde nur ein ausgeprägter Peak gemessen (Bild 7.2-2a), dem die Phasen Si₃N₄·Y₂O₃ oder YSiO₂N zugeordnet werden konnten. Die weiteren Peaks dieser Phasen waren nicht meßbar bzw. nicht eindeutig zuzuordnen, da sie im Vergleich zum intensivitätsstärksten Peak nur sehr schwach ausgeprägt sind. Die geringen, nach tribologischer Beanspruchung bei 22°C gesammelten Verschleißpartikelmengen ergaben sonst keine auswertbaren Reflexintensitäten.

Für Verschleißpartikel aus der Verschleißhochlage bei Temperaturen $\geq 400^\circ\text{C}$ und Gleitgeschwindigkeiten unter 1 m/s enthielten die Röntgenbeugungsdiagramme für die Gleitpaarungen mit kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffen deutlich ausgeprägte $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Peaks (Bild 7.2-2b), während für die Verschleißpartikel aus der Verschleißtieflage bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s das Beugungsbild amorph war und keine überlagerten $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Peaks aufwies (Bild 7.2-2c). Erst in Verbindung mit den Ergebnissen weiterer oberflächenanalytischer Verfahren (Kap. 7.4, 7.6 und 7.8) kann auf die Bildung von amorphem SiO_2 , dessen amorpher Halo etwa zwischen 18° und 27° liegt /222/, geschlossen werden. Bei 800°C sowie 1000°C und hohen Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s wurden für die Verschleißpartikel von SSi_3N_4 (ND200) und $\text{HIP-RBSi}_3\text{N}_4$ (411) zusätzlich einzelne Peaks gefunden, denen die Phasen $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$, SiON_2 sowie $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ und/oder $\text{Na}_3\text{YSi}_2\text{O}_7$ (ASTM 19-1232) zugeordnet werden konnten. Eine tribologisch bedingte $\alpha/\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Phasenumwandlung war nicht nachzuweisen, da die Ausgangsmaterialien nahezu ausschließlich $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ enthielten (Kap. 4.1).

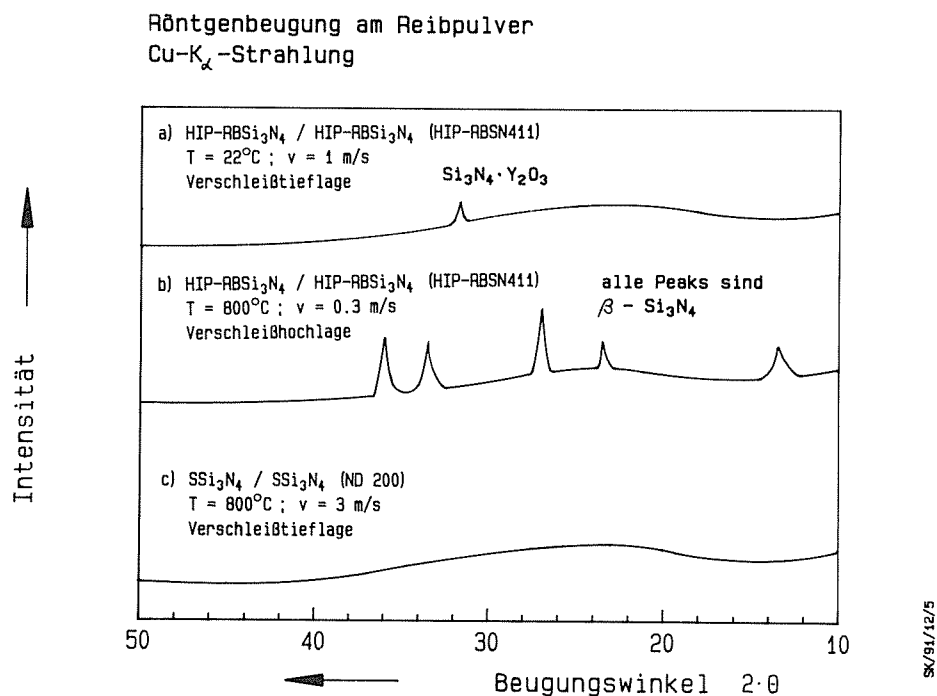


Bild 7.2-2: Röntgenbeugungsaufnahmen mit Cu- K_α -Strahlung an Verschleißpartikeln von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen nach Beanspruchung in der

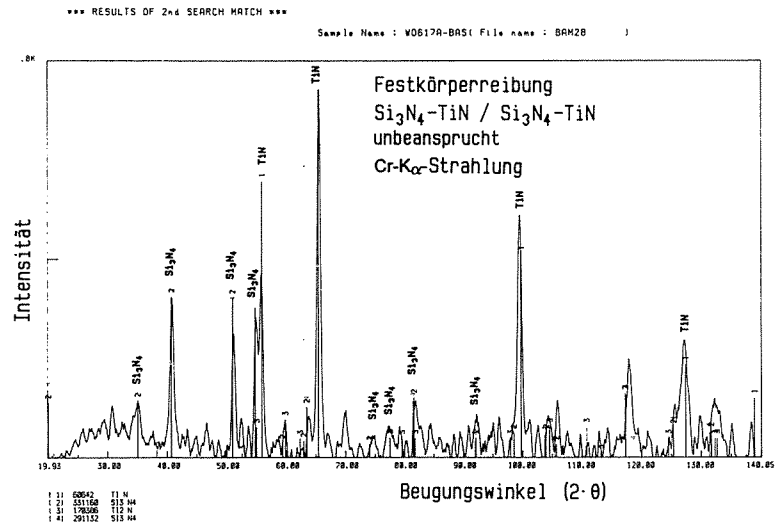
- a) Verschleißtieflage bei 22°C
- b) Verschleißhochlage ($T \geq 400^\circ\text{C}$ und $v < 1 \text{ m/s}$)
- c) Verschleißtieflage ($T \geq 400^\circ\text{C}$ und $v \geq 1 \text{ m/s}$)

Die Verschleißpartikelmengen, die sich bei 22°C für die Gleitpaarungen $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ / $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ und $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ / $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ ergaben, waren zu gering, so daß keine auswertbaren Röntgenbeugungsdiagramme aufgenommen werden konnten.

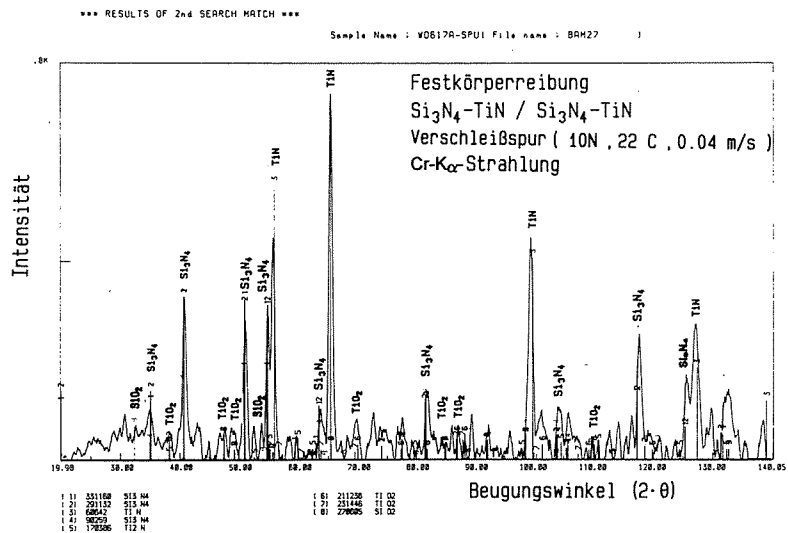
7.3 Mikrobereichs-Röntgenbeugung (Small Spot XRD)

In der Verschleißspur von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ wurden nach Beanspruchung bei 22°C röntgenographisch nur TiN- und $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Peaks gemessen. Zur Feststellung der genauen Phasenzusammensetzung an der Oberfläche bzw. zum Nachweis möglicher dünner Reaktionsschichten wurden Mikrobereichs-Röntgenbeugungsanalysen (Small Spot XRD) durchgeführt, die eine höhere Nachweisempfindlichkeit für die oberflächennahen Bereiche besitzen. Zur Verminderung der Eindringtiefe wurden die Oberflächen mit streifender Cr- K_{α} -Strahlung untersucht /90,236/. Bei einem Einfallswinkel von 70° zur Flächennormalen, 50 kV und 200 mA lag die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung nur noch bei etwa 1 μm /90/. Der Strahldurchmesser betrug ca. 30 μm , so daß die Röntgenbeugungsuntersuchungen auch im Bereich der teilweise schmalen Verschleißspuren von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ (Kap. 7.1) durchgeführt werden konnten.

In und neben der Verschleißfläche von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ nach der Beanspruchung bei 22°C wurden aus den Röntgenbeugungsdiagrammen nach rechnerischer Glättung sowie Subtraktion des Untergrundrauschens vorherrschend die Phasen TiN und $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ sowie ein geringer Anteil an Ti_2N bestimmt (Bild 7.3-1). Bei 0.04 m/s und 3 m/s wurden in der Verschleißspur zusätzlich einzelne, nur sehr schwach ausgeprägte, für TiO_2 (ASTM 33-1381 u. 23-1446), orthorhombisches Ti_3O_5 (ASTM 9-0309) und SiO_2 (ASTM 16-0331) charakteristische Peaks gefunden (Bild 7.3-1b). Diese Oxid- bzw. Reaktionsschichten sind wahrscheinlich deutlich unter 1 μm dick und/oder bedecken die Oberfläche nur zu einem Bruchteil, da trotz der geringen Eindring- bzw. Informationstiefe von etwa 1 μm bei der Mikrobereichs-Röntgenbeugung gut ausgeprägte TiN- und $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Reflexe, die vom Untergrundmaterial stammen, beobachtet wurden. $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Peaks traten nicht auf. Die eindeutige Zuordnung weiterer, meist schwach ausgeprägter Beugungsreflexe, die auf verschiedene TiO_x -Phasen hindeuteten, war auch wegen der Koinzidenz von Linien nicht möglich.



a)



b)

Bild 7.3-1: Mikrobereichs-Röntgenbeugungsdiagramme für Si₃N₄-TiN-Oberflächen mit streifender Cr-K α -Strahlung /90/:
a) unbeanspruchter Bereich
b) in der Verschleißspur (10 N, 22°C und 0.04 m/s)

7.4 IR-Spektroskopie (IR)

Zur Bestimmung von röntgenamorphen Phasen sowie zur Bestimmung der Bindungszustände in sehr feinen, röntgenographisch nicht zu analysierenden Verschleißpartikeln wurden Untersuchungen mit einem Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (FT-IR) durchgeführt. Dabei wurden die IR-Spektren für Wellenzahlen von 400 cm⁻¹ bis zu 4000 cm⁻¹ aufgenommen. Eine Zusammenstellung charakteristischer IR-Absorptionsbanden für verschiedene Phasen bzw. Bindungen enthält Tabelle A7.4-1.

Si₃N₄-Ausgangsmaterial:

Die IR-Spektren der untersuchten einfachen polykristallinen Si₃N₄-Materialien enthielten vor der tribologischen Beanspruchung ausschließlich die charakteristischen Absorptionsbanden von β -Si₃N₄ (Bild 7.4-1), aber keine für α -Si₃N₄ /7/.

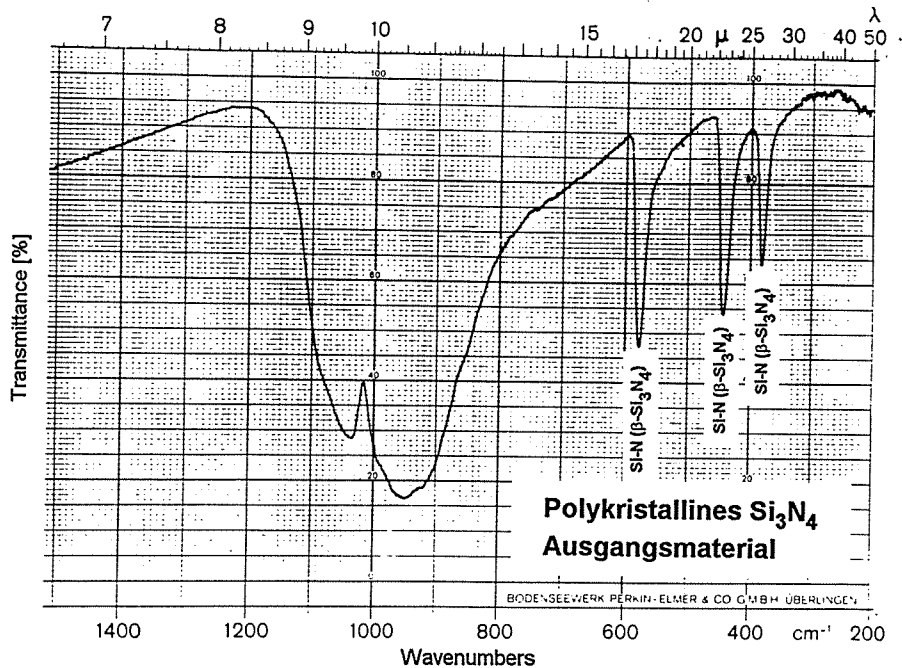


Bild 7.4-1: Charakteristisches IR-Spektrum für die kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffe mit β -Si₃N₄-Schwingungsbanden

Verschleißpartikel von Si₃N₄/Si₃N₄:

Die Verschleißpulvermengen, die bei Raumtemperatur gesammelt wurden, reichten für IR-spektroskopische Untersuchungen nicht aus. Die IR-Spektren von den bei Umgebungstemperaturen zwischen 400°C und 1000°C sowie Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s entstandenen Verschleißpartikeln enthalten Si-N- und schwache Si-O-Absorptionsbanden, die β -Si₃N₄ und SiO₂ bzw. SiO_xN_y zuzuordnen sind. Die IR-Spektren für die Verschleißpartikel von Si₃N₄/Si₃N₄ aus der Verschleißhochlage bei Temperaturen zwischen 400°C und 1000°C zeigten, wie für das unbeanspruchte Material, ausschließlich Absorptionsbanden von Si-N und β -Si₃N₄ /7/ (Bild 7.4-2a). Für Verschleißpartikel aus der Verschleißtieflage bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s enthielten sie zusätzlich Absorptionsbanden, die charakteristisch für amorphes SiO₂ sind (Bild 7.4-2b). Die ebenfalls gemessenen Absorptionsbanden bei 1600 cm⁻¹ sowie zwischen

3300 und 3500 cm^{-1} könnten neben amorphem SiO_2 sowie H_2O auch verschiedenen Phasen wie Si-NH_2 , $\text{Si}_2\text{-NH}$, SiO_2N_2 und (NH_2) -Gruppen zugeordnet werden (Tabelle A7.4-1).

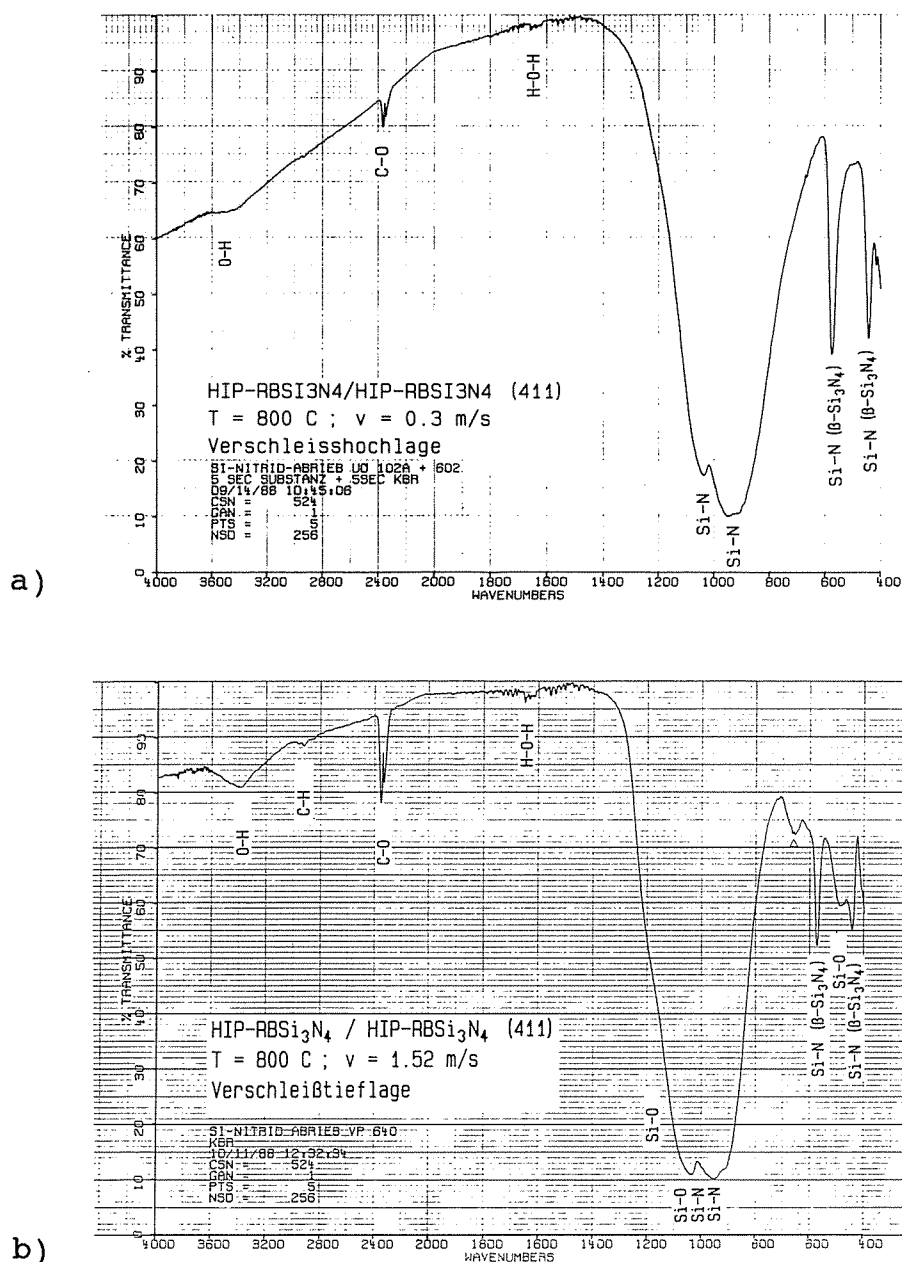


Bild 7.4-2: IR-Spektren von Si_3N_4 -Verschleißpartikeln:

- a) Verschleißhochlage bei $T \geq 400^\circ\text{C}$ und $v < 1 \text{ m/s}$
- b) Verschleißtieflage bei $T \geq 400^\circ\text{C}$ und $v > 1 \text{ m/s}$

Die IR-Spektren von Verschleißpartikeln, die in der Verschleißtieflage der $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen bei Umgebungstemperaturen oberhalb von 800°C und Gleitgeschwindigkeiten über 0.5 m/s entstanden, wiesen neben Absorptionsbanden für $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ und SiO_2 zusätzlich Absorptionsbanden auf (Bild 7.4-3), die amorphen Oxinitridphasen wie $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ bzw. SiO_xN_y zugeordnet werden können /91-93/.

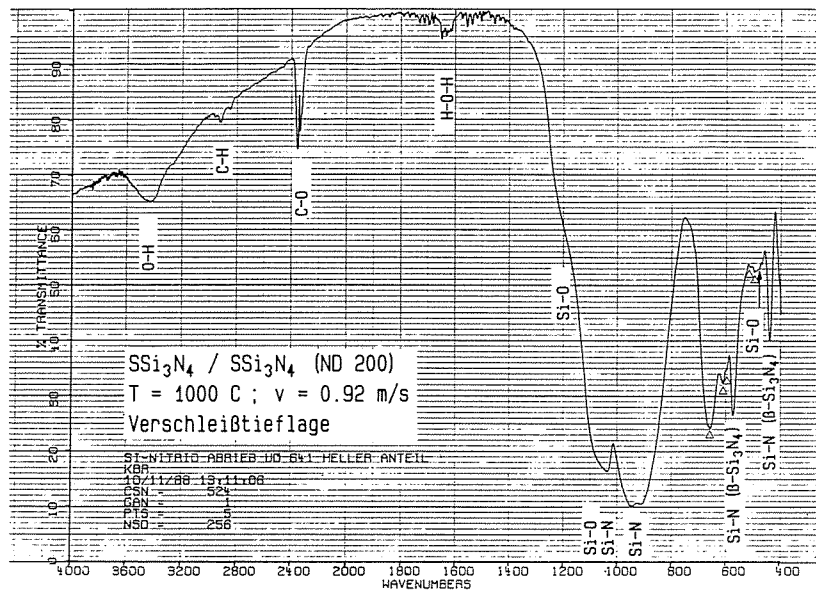


Bild 7.4-3: IR-Spektrum von Si_3N_4 -Verschleißpartikeln:
Verschleißtieflage bei 1000°C und 1 m/s

Verschleißpartikel von Si_3N_4 -TiN/ Si_3N_4 -TiN:

Die Wellenzahlen der charakteristischen IR-Absorptionsbanden von Ti-O-Verbindungen sind in Tabelle A7.4-2 zusammengestellt. Durch IR-Messungen an den bei Raumtemperatur und 0.03 sowie 5.6 m/s entstandenen Verschleißpartikeln von Si_3N_4 -TiN wurden Absorptionsbanden zwischen 550 und 690 cm^{-1} gefunden, die unter Berücksichtigung der anderen oberflächenanalytischen Untersuchungen (Kap. 7.3, 7.5 und 7.6) TiO_2 oder Ti_2O_3 zugeordnet werden können.

7.5 Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)

Untersuchungen mittels AES an den schlecht leitenden Si_3N_4 -Probenkörpern waren durch starke Aufladungen ungenau und damit ohne die notwendige Aussagekraft. Nachfolgend sind daher nur die Ergebnisse für das elektrisch leitfähige Si_3N_4 -TiN zusammengestellt. Dabei wurden die Elementzusammensetzung und -verteilung an der Oberfläche sowie aus den Konzentrationstiefenprofilen die Schichtdicken bestimmt. Bei Flächenanalysen wurden Bereiche von $(200 \times 200)\ \mu\text{m}^2$, bei Punktanalysen Bereiche von $(1 \times 1)\ \mu\text{m}^2$ analysiert.

Die kinetische Energie des intensivsten $\text{Si}2\text{p}$ -Peaks liegt für SiO_2 bei 78 eV , für Si_3N_4 bei 87 eV mit einer Schulterbildung bei 82 eV und für Si bei 91 eV / 95 - 100 /. Der charakteristische $\text{N}1\text{s}$ -Peak für Si_3N_4 tritt bei 379 eV auf. Ein $\text{Ti}2\text{p}$ -Peak von TiO_2

wurde ebenfalls bei 379 eV detektiert /179/. Die Ti2p- und N1s-Peaks von TiN überlagern sich bei 385 eV /49,95-100/. Ein weiterer Ti2p-Peak liegt für TiO₂ bei 410 eV, für Ti bei 412 eV und für TiO bei 413 eV /179,225/. Die kinetische Energie des O1s-Peaks von TiO₂ bzw. von SiO₂ beträgt nach Literaturangaben /49,95-97/ zwischen 512 und 520 eV bzw. zwischen 506 und 511 eV.

Das differenzierte AES-Übersichtsspektrum der Si₃N₄-TiN-Oberfläche zeigte vor der tribologischen Beanspruchung ausgeprägte Ti-, Si- und N-Peaks, deren Lage, Ausbildung und Intensitäten für Si₃N₄ und TiN charakteristisch waren. Der O-Peak war nur sehr schwach ausgeprägt.

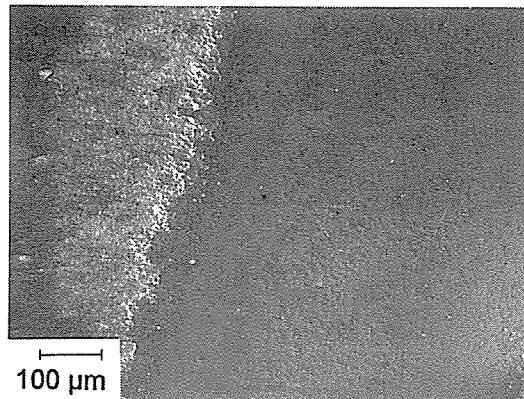
Bei einer Gleitgeschwindigkeit von 0.038 m/s und 800°C wurden in der Verschleißspur erhöhte Ti- und O-Konzentrationen bis zu einer Tiefe von 1.5 µm sowie zusätzlich SiO₂ bis zu einer Tiefe von ca. 50 nm bestimmt. Die kinetischen Energien der Ti2p- und O1s-Peaks können an der Oberfläche TiO₂ und in 1.7 µm Tiefe TiN zugeordnet werden.

Die Übersichtsaufnahme einer bei 0.38 m/s, 800°C und 10 N tribologisch beanspruchten Si₃N₄-TiN-Probe zeigt eine makroskopisch glatte Verschleißspur (Bild 7.5-1a). Die zugehörigen Elementverteilungsbilder für Ti und O sind in den Bildern 7.5-1b und c wiedergegeben. Im Bereich der Verschleißspur sind die Sauerstoff- sowie die Titan-Konzentrationen stark erhöht.

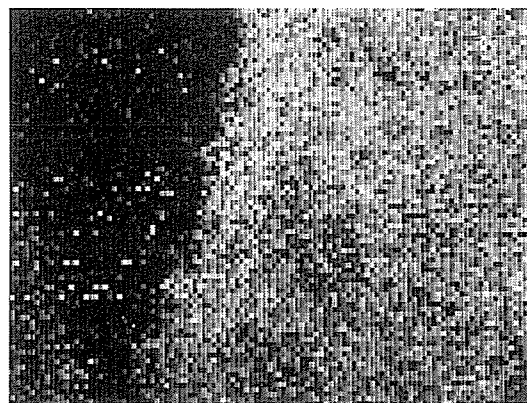
Bei höherer Vergrößerung waren im Randbereich innerhalb der Verschleißspuren von Si₃N₄-TiN plastisch verformte, geglättete Plateaus zu erkennen (Kap. 7.1), in deren Bereich deutlich höhere Titan- und Sauerstoff-Konzentrationen gemessen wurden als dazwischen (Bild 7.5-2). Die bisherigen Ergebnisse deuten darauf hin, daß diese inselförmigen Plateaus durch die zyklische tribologische Beanspruchung an der Oberfläche verteilt werden, wobei in der Verschleißspur Ti-O-haltige Reaktionsschichten niedriger Rauheit entstehen (Bilder 7.5-1 und A6-5 sowie Kap. 7.1). Da in diesen Bereichen mittels AES kaum Silizium oder Stickstoff nachgewiesen wurden, bedecken diese Schichten das Si₃N₄-TiN-Substrat, wie auch Messungen mittels ESCA bestätigen (Kap. 7.6).

unbeanspruchte
Bereiche

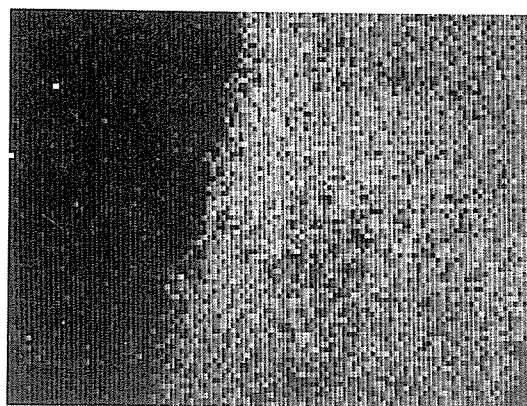
Verschleißspur



REM-
Aufnahme



Titan-
verteilung

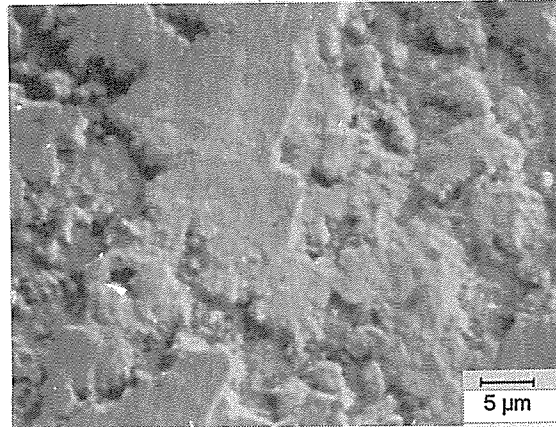


Sauerstoff-
verteilung

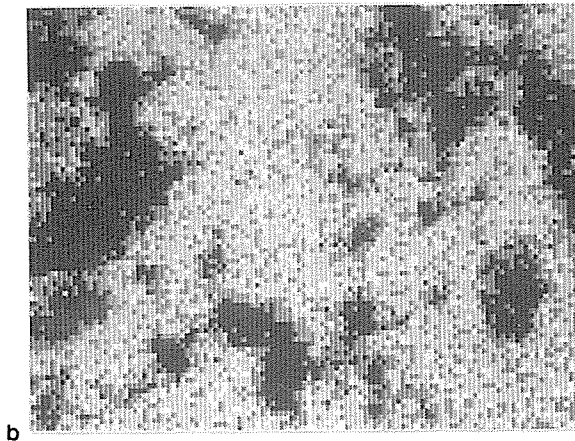
Rotierender Probekörper

$T = 800^{\circ}\text{C}$; $v = 0.38 \text{ m/s}$; $F_N = 10 \text{ N}$; $s = 1200 \text{ m}$

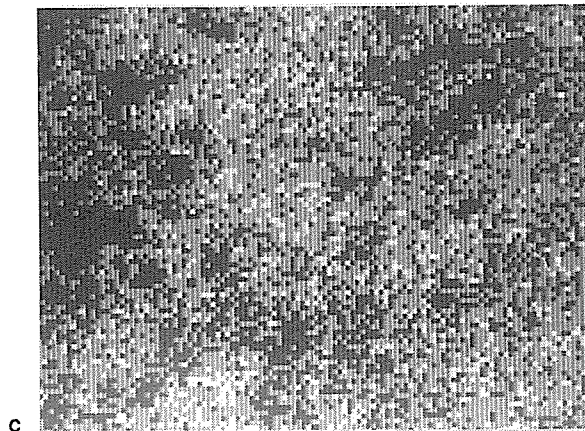
Bild 7.5-1: Oberfläche von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ nach tribologischer Beanspruchung bei 800°C , 0.38 m/s und 10 N :
a) Übersichtsaufnahme
b) Titan-Elementverteilungsbild
c) Sauerstoff-Elementverteilungsbild



Übersicht



O-Verteilung



Ti-Verteilung

c
 Rotierender Probekörper
 $T = 800^{\circ}\text{C}$; $v = 0.38 \text{ m/s}$; $F_N = 10 \text{ N}$; $s = 1200 \text{ m}$

Bild 7.5-2: AES vom Randbereich in der Verschleißspur von Si_3N_4 -
 TiN nach Beanspruchung bei 800°C , 0.38 m/s und 10 N :
 a) Übersichtsaufnahme
 b) Sauerstoff-Elementverteilungsbild
 c) Titan-Elementverteilungsbild

Das AES-Spektrum im Bereich der inselförmigen Plateaus von Bild 7.5-2 entsprach dem Spektrum einer TiO_2 -Referenzprobe. Si- oder N-Peaks wurden nicht gemessen. Das AES-Spektrum im Bereich zwischen den Plateaus enthielt nur einen schwach ausgeprägten Ti-Peak bei 415 eV, wies aber intensive Si-, N- und O-Peaks auf. Die kinetische Energie des $\text{Si}2p$ -Peaks betrug 78 eV, so daß an der Oberfläche zwischen den Plateaus vermutlich SiO_2 - und/oder SiO_xN_y -Phasen gebildet wurden (Kap. 7.6). Die Schichtdicke mit erhöhten O- und Ti-Konzentrationen betrug im Plateaubereich ca. 0.9 μm . Unterhalb dieser Oxidschichten wurde ein $\text{Si}2p$ -Peak bei einer kinetischen Energie von 87 eV gemessen, die Si_3N_4 zuzuordnen ist.

Konzentrationstiefenprofile einer bei 800°C, 10 N und 3.32 m/s tribologisch beanspruchten Si_3N_4 -TiN-Probe ergaben erhöhte Ti- und O-Konzentrationen bis zu einer Tiefe von 0.3 μm . Das entsprechende AES-Spektrum in 50 nm Tiefe war charakteristisch für TiO_2 .

Im Bereich der erhöhten Plateaus, in denen die tribologische Beanspruchung angreift, wurde allein TiO_{2-x} nachgewiesen, so daß das tribologische Verhalten durch diese Ti-O-Phase an der Oberfläche bestimmt wurde. Die TiO_{2-x} -Schichtdicke in der Verschleißfläche von Si_3N_4 -TiN nahm bei 800°C mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 1.5 μm bei 0.04 m/s auf 0.3 μm bei 3 m/s ab. Zwischen den Plateaus wurden nach der Beanspruchung bei 800°C an der Oberfläche Si-, O- und N-Peaks bestimmt, deren Lage und Intensität auf SiO_2 und SiO_xN_y hindeuten. Diese Si-O-Schichten waren dabei wie die neben der Verschleißfläche nur etwa 50 nm dick. Zur genaueren Charakterisierung der chemischen Bindung an der Oberfläche von Si_3N_4 -TiN sowie an nichtleitenden Si_3N_4 -Werkstoffen wurden Untersuchungen mit Small Spot ESCA durchgeführt.

7.6 Elektronen-Spektroskopie zur chemischen Analyse (ESCA)

Durch Einsatz der Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie (XPS; ESCA) (Typ: Surface Science SSX-100) wurden die chemischen Bindungszustände analysiert. Die Meßparameter sind in den Diagrammen enthalten (Bild 7.6-1). Die Informationstiefe lag mit der verwendeten Mg- K_{α} -Strahlung zwischen 5 und 10 nm, der Durchmesser der analysierten Fläche bei 200 μm . Der Cls-Peak von kontaminiertem Kohlenstoff, der bei einer Bindungsenergie E_B von 284.6 eV liegt,

diente als Referenz. Abweichungen bzw. Verschiebungen dieses Peaks wurden durch Aufladungen an der Oberfläche verursacht, deren Betrag für die Korrektur der übrigen Bindungsenergien herangezogen wurde. Die Bindungsenergien wurden mit einer Genauigkeit von etwa ± 0.1 eV gemessen. Die Messungen wurden im Hochvakuum ($p = 10^{-7}$ Pa) durchgeführt. Zur Ladungsneutralisation wurden die Elektronendusche und Argon verwendet.

Die Tabellen A7.6-1, A7.6-2 und A7.6-3 enthalten die Bindungsenergien für verschiedene Si-, Ti- und B-Phasen, die durch Literaturauswertung und Eichmessungen mit Standards ermittelt wurden.

Die Bindungsenergien der O1s-, N1s- und Si2p-Linienspektren von Si-O-N-Verbindungen verschieben sich mit zunehmendem Sauerstoffgehalt signifikant zu höheren Werten (Tabelle A7.6-1) /100-102, 133,149,168,173/. Die Si2p- und die N1s-Bindungsenergien von polykristallinem Si_3N_4 sind um 0.3 bis 0.8 eV höher als für eine amorphe CVD- Si_3N_4 -Schicht (Tabelle A7.6-1), da die polykristallinen Werkstoffe herstellungsbedingt Sauerstoff an den Korngrenzen enthalten. Neben den in Tabelle A7.6-1 angegebenen Werten wurde für SiO_2 ein schwach ausgeprägter O1s-Peak bei 529.2 eV bestimmt.

Die Bindungsenergien und Energiedifferenzen von $\text{Ti}2p_{1/2}$ und $\text{Ti}2p_{3/2}$ sowie von O1s sind in Tabelle A7.6-2 für verschiedene Titan-Verbindungen zusammengestellt. Mit zunehmendem Sauerstoffgehalt verschieben sich die Ti-Peaks zu höheren Bindungsenergien.

Die B1s-Peaks verschieben sich ebenfalls mit zunehmendem Sauerstoffgehalt zu höheren Bindungsenergien (Tabelle A7.6-3).

Die eindeutige Zuordnung der O1s-Bindungsenergien zu verschiedenen Phasen ist durch Überlagerungen der Peaks erschwert. Zur Phasenanalyse mit Small Spot ESCA sind in den Tabellen A7.6-4 bis A7.6-9 bei Aufspaltung der XPS-Linien neben den Bindungsenergien die Energiedifferenzen sowie die relativen Intensitäten angegeben. Die nachfolgenden Ergebnisse wurden durch Messungen in und neben der Verschleißspur gewonnen. Dabei waren die Ergebnisse für SSi_3N_4 (ND200) charakteristisch für andere Si_3N_4 -Materialien.

- Ergebnisse

GPS-Si₃N₄(SN73):

Der Abfall der Reibungszahl für GPS-Si₃N₄/GPS-Si₃N₄(SN73) bei Raumtemperatur von 0.6 auf 0.2 mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit kann nach den Ergebnissen mit Small Spot ESCA nicht auf eine unterschiedliche Phasenzusammensetzung an der Oberfläche zurückgeführt werden (Tabelle A7.6-4). Bei kleinen und großen Gleitgeschwindigkeiten wurden jeweils Si₃N₄, SiO₂ und SiO_xN_y nachgewiesen, ohne daß eine signifikante Verschiebung der Spektren oder eine Änderung der Intensitäten feststellbar war. Nach der Beanspruchung bei 5.5 m/s wurde für die Verschleißspur ein zusätzlicher N1s-Peak bei 396.3 eV detektiert, der keiner Phase zugeordnet werden konnte.

SSi₃N₄(ND200):

Durch Small Spot ESCA wurden für SSi₃N₄/SSi₃N₄(ND200)-Gleitpaarungen sowohl in der Verschleißtieflage als auch in der Verschleißhochlage nach Beanspruchung bei Umgebungstemperaturen über 400°C SiO₂- und SiO_xN_y-Phasen in und neben der Verschleißspur nachgewiesen (Tabelle A7.6-5). Nach der tribologischen Beanspruchung bei Temperaturen über 400°C wurden durch Konzentrationstiefenprofile erhöhte Sauerstoffgehalte in der Verschleißhochlage bei kleinen Gleitgeschwindigkeiten bis zu einer Tiefe von ca. 50 nm, in der Verschleißtieflage bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s bis über 1 µm gemessen. An der unbeanspruchten Oberfläche der Si₃N₄-Probekörper wurden allgemein erhöhte Sauerstoffgehalte bis in Tiefen zwischen 10 und 50 nm gefunden. Die in und neben den Verschleißspuren gemessenen höheren N1s-Bindungsenergien bei 399 und 401 eV gehören zu einer unidentifizierten Phase. N1s-Bindungsenergien in diesem Bereich werden für Verbindungen mit (NH₂)- und (+NH₃)-Gruppen angegeben /102/. (NH₂) und (+NH₃) bzw. Si-NH₂ und Si₂-NH könnten sich bei der Reaktion von Si₃N₄ bzw. Si₂N₂O mit H₂O bilden (Kap. 4.5).

HIP-Si₃N₄(ESK):

Bei 22°C und 1 m/s wurden für HIP-Si₃N₄(ESK) sowohl hohe als auch

niedrige Reibungszahlen und Verschleißkoeffizienten bestimmt. Die Analysen der Verschleißflächen mittels Small Spot ESCA ergaben jeweils Si_3N_4 , SiO_2 und SiN_xO_y (Tabelle A7.6-6). Die Intensitäten der XPS-Peaks für Si_3N_4 nahmen durch die tribologische Beanspruchung ab, die für SiO_2 sowie SiN_xO_y zu. Rasterelektronenmikroskopisch waren bei hohen Reibungszahlen und hohen Verschleißraten an der Oberfläche vermehrt Delamination und Riefen zu erkennen, während sie bei tribologisch günstigem Verhalten glatt erschien. Tiefenprofilanalysen mittels ESCA ergaben bei niedrigen Reibungszahlen und kleinen Verschleißbeträgen an der Oberfläche eine ca. $0.15 \mu\text{m}$ dicke SiO_2 -Schicht, während in der Verschleißhochlage - wie an der tribologisch unbeanspruchten Oberfläche und wie für die meisten anderen Si_3N_4 -Werkstoffe - keine oder nur eine ca. 10 nm dicke SiO_2 -Schicht nachgewiesen werden konnte. Dies zeigt, daß auch bei 22°C z. T. Tribooxidation wirksam ist (Kap. 7.7).

Nach statischer Oxidation von Si_3N_4 bei 1070°C in Luft wurde durch Tiefenprofilanalysen mittels ESCA nur eine Oxidschichtdicke von 20 nm nach vier Stunden und von 30 nm nach sieben Stunden bestimmt /101/, während nach der tribologischen Beanspruchung der verschiedenen Si_3N_4 -Materialien bei Temperaturen $\geq 400^\circ\text{C}$ und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s die Oxidschichtdicke mit bis zu $1.5 \mu\text{m}$ wesentlich größer war und auf Tribooxidation hinweist.

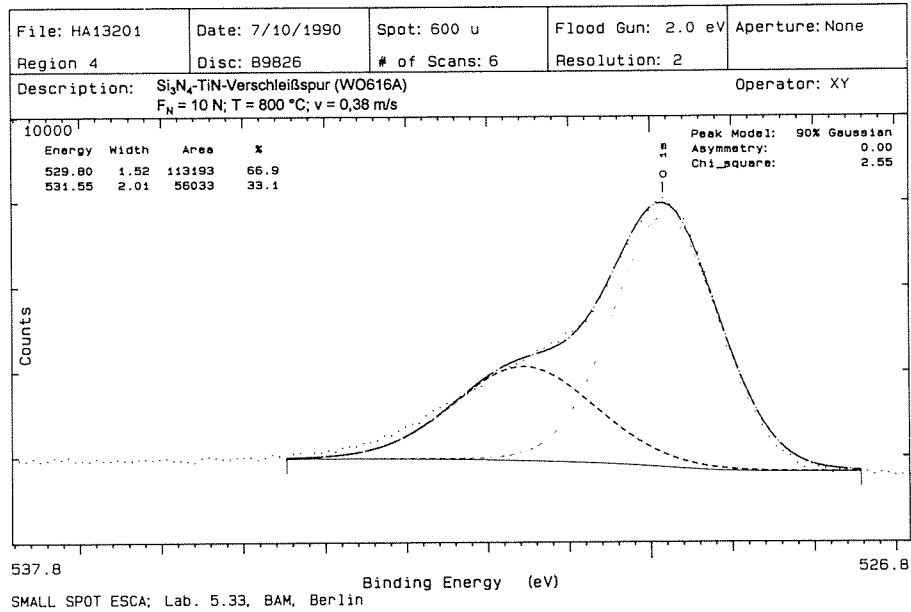
CVD- Si_3N_4 :

Vor und nach der tribologischen Beanspruchung bei Raumtemperatur wurden an der Oberfläche von CVD- Si_3N_4 -Schichten mittels Small Spot ESCA Si_3N_4 und SiO_xN_y nachgewiesen. Nach der tribologischen Beanspruchung wurde zusätzlich SiO_2 gefunden (Tabelle A7.6-7).

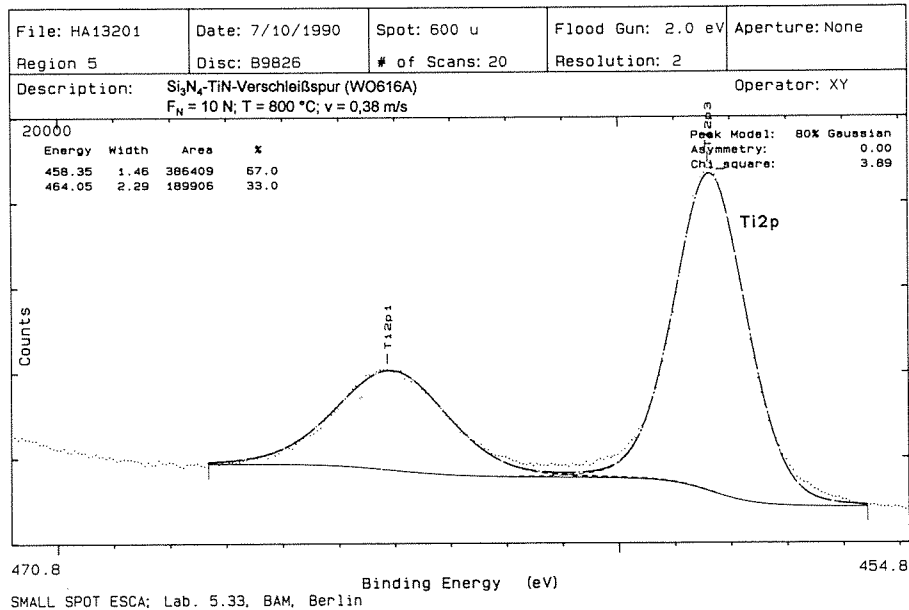
Si_3N_4 -TiN:

Für eine tribologisch beanspruchte Oberfläche von Si_3N_4 -TiN wurden in Bild 7.6-1 exemplarisch die verschiedenen XPS-Linien als Funktion der Bindungsenergie aufgetragen, wobei die aufladungsbedingte Verschiebung der Spektren bereits durch rechnerische Korrektur berücksichtigt ist. In der Verschleißspur von Si_3N_4 -TiN waren die Bindungsenergien der Ti2p- und O1s-Peaks im Vergleich mit den unbeanspruchten Bereichen bei 22°C und 800°C zu höheren Werten hin

verschoben (Tabelle A7.6-8). Dies deutet auf einen in der Verschleißfläche höheren Oxidationsgrad von Ti als in den unbeanspruchten Bereichen hin. Die Bindungsenergien sind charakteristisch für TiO_2 . Weitere XPS-Peaks können SiO_xN_y sowie SiO_2 zugeordnet werden. TiN oder TiO_xN_y wurden nicht gefunden. Die hohen N1s-Bindungsenergien zwischen 399 und 400 eV könnten auf die Bildung von (NH_2) - bzw. $(+NH_3)$ -Gruppen hinweisen, die bei der Reaktion von Si_3N_4 oder TiN mit Wasserdampf entstehen können (Kap. 4.5).

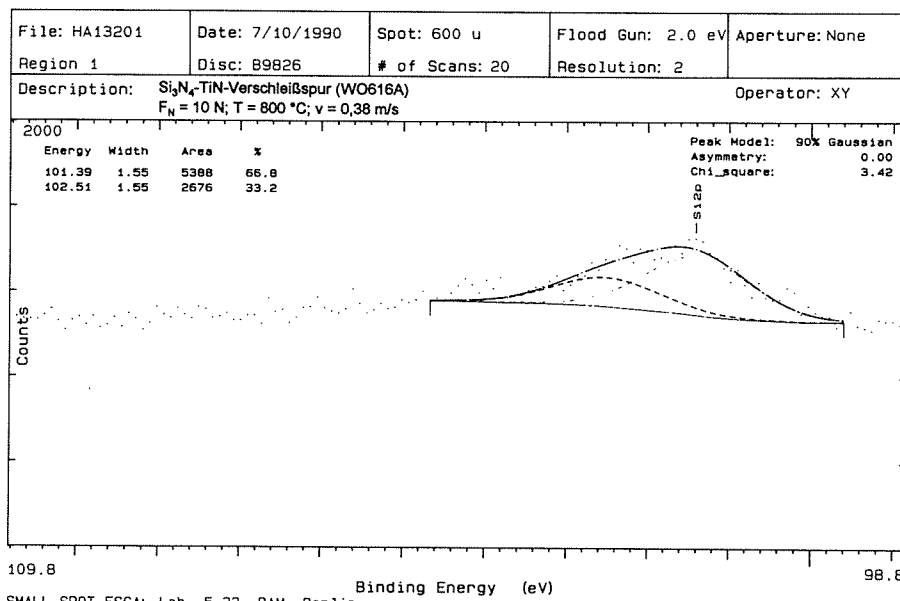


a)

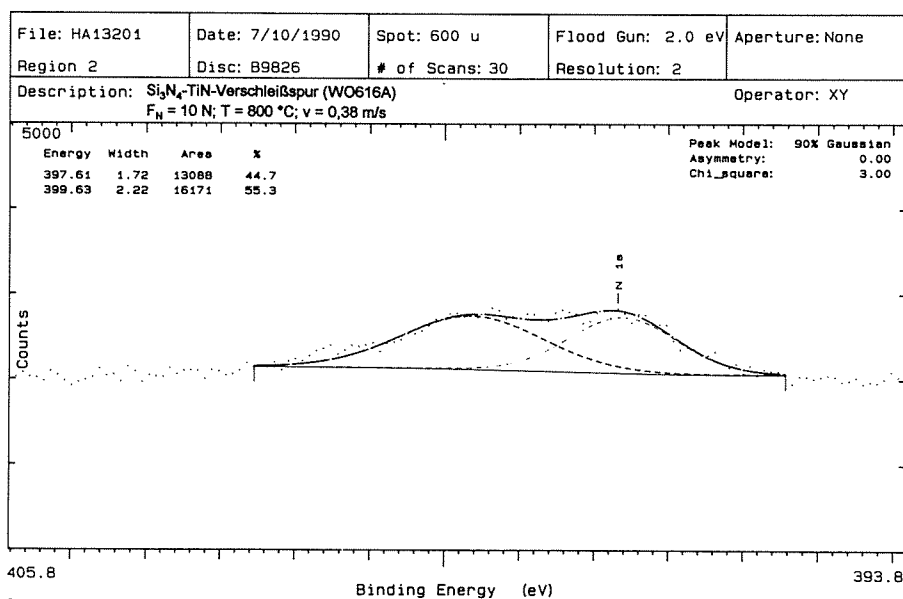


b)

Bild 7.6-1: XPS-Bindungsenergien in der Si_3N_4 -TiN-Verschleißspur nach Beanspruchung bei $800\text{ }^\circ\text{C}$, $0,38\text{ m/s}$ und 10 N für a) O1s und b) Ti2p



c)



d)

Bild 7.6-1: XPS-Bindungsenergien in der Si₃N₄-TiN-Verschleißspur nach Beanspruchung bei 800 °C, 0.38 m/s und 10 N für c) Si2p und d) N1s

An der Oberfläche der Si_3N_4 -TiN-Probekörper wurde durch ESCA-Tiefenprofile vor der tribologischen Beanspruchung jeweils eine ca. 10 bis 50 nm dicke Schicht mit erhöhten Sauerstoffgehalten bestimmt, während in der Verschleißfläche teilweise deutlich dickere Oxidschichten gemessen wurden (Kap. 7.5).

Si_3N_4 -BN:

Durch Small Spot ESCA wurden an der Oberfläche von Si_3N_4 -BN vor und nach der tribologischen Beanspruchung bei 22°C und 800°C neben Si_3N_4 und BN die Phasen SiO_2 und H_3BO_3 nachgewiesen (Tabelle A7.6-9) /174/. Dieses H_3BO_3 und/oder hexagonales BN, in das Wassermoleküle eingelagert sein können, bilden vermutlich die nach tribologischer Beanspruchung bei 22°C mittels REM beobachteten Reaktionsschichten oder Filme (Kap. 7.1), die reibungs- und verschleißmindernd wirkten (Kap. 6.4). Daß zusätzlich Si_3N_4 vom Substratmaterial nachgewiesen wurde, könnte seine Ursache in der rauen, porösen Oberfläche und einer nicht vollständigen Filmbildung sowie, bedingt durch die kleinen Verschleißflächen, in Reflexen aus dem unbeanspruchten Randbereich haben. Da die für H_3BO_3 charakteristischen Bindungsenergien nach der Beanspruchung bei 800°C sowohl neben als auch in der Verschleißspur gemessen wurden, ist zu vermuten, daß sich H_3BO_3 in wasserdampfhaltiger Luft auch ohne tribologische Beanspruchung durch statische Oxidation bildet. Oberhalb 200°C ist H_3BO_3 nicht beständig (Kap. 3) und kann somit auch nicht reibungs- oder verschleißmindernd wirken. ESCA-Messungen bei so hohen Temperaturen waren nicht möglich.

- Glow Discharge Optical Spectroscopy (GDOS)

Der Stickstoff- und Sauerstoffgehalt im Si_3N_4 -Ausgangsmaterial sowie im Verschleißpulver wurden durch GDOS (Leco-Tester) bestimmt (Tabellen 4.1-1 und A7.6-10) /107/. Bei Raumtemperatur sowie bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s reichten die Verschleißpartikelmengen für eine Analyse nicht aus. Für Verschleißpartikel von kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffen, die bei Gleitgeschwindigkeiten unter 0.1 m/s und Umgebungstemperaturen von 400°C, 800°C und 1000°C entstanden, war die Stickstoffkonzentration niedriger und die Sauerstoffkonzentration höher als im Ausgangsmaterial. Das zeigt, daß die Tribooxidation ein wirkender Mechanismus und die

tribochemische Bildung von SiO_xN_y bzw. SiO_2 wahrscheinlich sind. Die O-Gehalte der Verschleißpartikel aus der Hochlage zwischen 0.3 und 1 m/s waren im Vergleich zum Ausgangsmaterial nur leicht erhöht und die N-Gehalte nur wenig niedriger.

7.7 Elektronenstrahl-Mikroanalyse (ESMA)

Die Informationstiefe lag mit ESMA (Gerätetyp: JEOL 733) bei der gewählten Beschleunigungsspannung des Elektronenstrahls von 12 kV für Si_3N_4 bei 0.1 μm und für Si_3N_4 -TiN bei 1 μm . Die elektrisch nichtleitenden Si_3N_4 -Probekörper wurden mit Kohlenstoff bedampft.

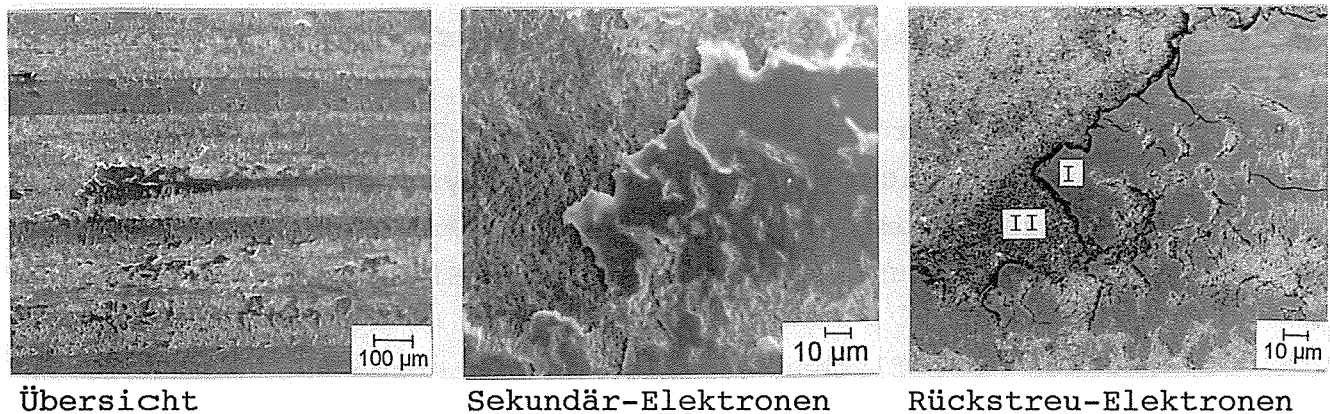
Si_3N_4 :

Auf den Übersichtsaufnahmen sowie den Vergrößerungen der von Sekundär- und Rückstreuelektronen erzeugten Bilder waren in den Verschleißspuren von GPS- Si_3N_4 (ESK), HIP- Si_3N_4 (ESK) und GPS- Si_3N_4 (SN73) nach der Beanspruchung bei 22°C plastisch verformte Plateaus neben tiefer liegenden rauhen Bereichen zu erkennen (Bild 7.7-1) (Kap. 7.1). Die Mittelwerte der quantitativen Elementbestimmung im Plateaubereich (I) sowie in den rauhen Bereichen dazwischen (II) sind zusätzlich angegeben und wurden durch Messungen an weiteren Proben bestätigt. Der Sauerstoffgehalt war im Plateaubereich (I) mit ca. 55 Gew.-% höher als der in den rauhen Bereichen (II) mit 10 Gew.-%. An der unbeanspruchten Oberfläche der kommerziellen Si_3N_4 -Materialien wurden mittels ESMA 3.5 bis 5.5 Gew.-% Sauerstoff (Bild 7.7-1 und Tabelle A7.7-1) und für das Matrixmaterial naßchemisch ca. 3 Gew.-% gemessen (Tabelle 4.1-1). Während im Bereich der Plateaus nahezu ausschließlich Si und O gefunden wurden, die Hinweis auf die Bildung einer SiO_x -Phase sind, wurden in den Tälern der Verschleißspur neben Si und O hohe N-Konzentrationen bestimmt, die Si_3N_4 oder Si_3N_5 /117/ und SiO_xN_y zugeordnet werden konnten. In den Verschleißspuren anderer Werkstoffe, wie z. B. HP- Si_3N_4 (ESK), wiesen die Elementkonzentrationen wie im unbeanspruchten Bereich nur auf Si_3N_4 sowie wenig SiN_2O_2 hin (Tabelle A7.7-1). Tribooxidation oder SiO_2 -Schichten waren dabei nicht nachweisbar.

Nach tribologischer Beanspruchung bei 800°C in der Verschleißtieflage lagen die O-Konzentrationen in den plastisch verformten

Bereichen (Kap. 7.1) zwischen 10 und 20 Gew.-%. Dies weist in Verbindung mit den Ergebnissen der GDOS-Analysen, die für die Verschleißpartikel ebenfalls höhere O-Konzentrationen ergaben (Tabelle 7.6-10), darauf hin, daß vor allem in der Tieflage Tribooxidation auftritt, die Schichten mit erhöhtem Sauerstoffgehalt jedoch nicht beständig sind und bei Beanspruchung abplatzen können.

Für die Verschleißhochlage lagen die Sauerstoffkonzentrationen in der Reibspur meist unter 6 Gew.-% (Tabelle A7.7-1) und auch im Reibpulver mit 8 bis 10 Gew.-% nur unwesentlich höher (Tabelle A7.6-10). Der gleichzeitig hohe Stickstoffgehalt in der Reibspur und den Verschleißpartikeln (Kap. 7.2, 7.4 und 7.6) spricht dafür, daß in der Verschleißhochlage vor allem Bruchstücke aus Si_3N_4 entstehen, wobei die Bruchflächen unterhalb der Oberflächen im Grundmaterial verlaufen. Tribooxidation ist dabei nicht oder nur wenig wirksam.



Ort	Si		N		O		Phase
	Gew.-%	At.-%	Gew.-%	At.-%	Gew.-%	At.-%	
unbeansprucht	57.2	40.9	37.6	53.7	3.5	4.4	Si_3N_4 SiN_2O_2
Plateau (I)	43.9	30.4	0.9	1.3	54.8	66.4	SiO_2
raucher Bereich (II)	50.4	34.1	40.2	54.7	9.5	11.1	Si_3N_4 SiO_xN_y

Bild 7.7-1: Oberflächenmorphologie in der Verschleißspur von GPS- Si_3N_4 (ESK) nach Beanspruchung bei 0.04 m/s, 10 N und 22°C sowie quantitative Elementanalyse mit Phasenzuordnung mittels ESMA im Plateaubereich (I) und im rauhen Bereich (II) im Vergleich zur unbeanspruchten Oberfläche

- Si₃N₄-Composites

Übersichtsaufnahmen, Punktanalysen sowie Elementverteilungen, die in den bzw. senkrecht zur Gleitrichtung über die Verschleißspuren von Si₃N₄-TiN und Si₃N₄-BN mittels ESMA aufgenommen wurden, bestätigten die Ergebnisse der Untersuchungen mittels AES und Small Spot ESCA (Kap. 7.5 und 7.6). Nach der Beanspruchung bei 22°C wurden in der Reibspur von Si₃N₄-TiN Bereiche mit Si, O und N, wobei die Zuordnung Si₃N₄ und SiO₂ ergab, Bereiche mit Ti, O und N (TiO_x bzw. TiO_xN_y) sowie solche, die ausschließlich Ti und N (TiN und Ti₂N) enthalten, nachgewiesen (Tabellen A7.7-1 und 9-1).

Nach Beanspruchung bei 22°C zeigten die Untersuchungen mittels ESMA, daß die B-Konzentration in der Verschleißspur der Si₃N₄-BN-Probekörper im Vergleich zu den unbeanspruchten Randbereichen leicht erhöht war. Gleichzeitig wurden höhere O-, aber niedrigere Si- und N-Konzentrationen als neben der Verschleißspur gemessen. Vermutlich führt die tribologisch bedingte plastische Verformung bzw. das rasterelektronenmikroskopisch bei 22°C beobachtete Vorhandensein dünner, nach ESMA- und ESCA-Analysen B- und O-haltiger Schichten an der Oberfläche des Si₃N₄-BN-Substrats zur Abschwächung der vom Untergrundmaterial stammenden Si- und N-Reflexe.

Die bisherigen oberflächenanalytischen Untersuchungen lieferten Informationen über die Oberflächenmorphologie, die chemische Zusammensetzung, die chemischen Verbindungen und die Elementverteilung an der Oberfläche sowie Hinweise auf die Zusammensetzung und Morphologie der Verschleißpartikel. Dabei war die Oberflächenanalytik bei Si₃N₄-TiN für die Ursachenklärung ergiebiger als bei Si₃N₄-BN.

Das tribologische Verhalten wird bestimmt durch die Auswirkung der tribologischen Beanspruchung auf die Reaktions- bzw. Oberflächenschichten sowie die oberflächennahen Bereiche (Kap. 3), die dadurch verändert werden können. Im folgenden werden daher die Vorgänge bzw. die tribologisch verursachten strukturellen und chemischen Veränderungen in den Randzonen an und direkt unterhalb der Oberfläche untersucht.

7.8 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

TEM-Untersuchungen in Bereichen an und direkt unter der Oberfläche sowie im Bereich einzelner Verschleißpartikel ergaben Hinweise über die auftretenden Mechanismen, d. h. Verformungs- und Bruchmechanismen, die Schädigungstiefe und die Mikrostruktur. Dabei standen Transmissionselektronenmikroskope vom Typ Jeol 4000 FX und Philips CM20 mit Beschleunigungsspannungen von 400 kV bzw. 200 kV, gekoppelt mit energiedispersiver Röntgen-Mikroanalyse (EDS; EDX) sowie Elektronenbeugung, zur Verfügung. Die Gitterauflösung dieser Mikroskope liegt bei 0.14 nm. Die laterale Auflösung bei EDX-Analysen beträgt 10 nm. Die untersuchten Querschnittspräparate wurden durch eine aufwendige, spezielle "Zielpräparation" hergestellt /106/.

TEM vor der tribologischen Beanspruchung:

An Querschnittspräparaten wurden im TEM zum Vergleich zunächst die Morphologie bzw. die Schädigung der dünnen Oberflächenrandzonen nach der Bearbeitung untersucht. Dabei zeigte sich, daß die Rauheitswerte und die Schädigung der Randzonen, d. h. Rißbildungen und plastische Verformungen, sowie die Schädigungstiefe deutlich abnahmen, wenn die Oberflächen nicht geschliffen oder geläpft, sondern poliert waren (Kap. 4.6). Dies wird auch durch Literaturangaben bestätigt /106/ (Kap. 3). Für die tribologischen Untersuchungen wurden daher polierte Si_3N_4 -Oberflächen mit einer Rauheit $R_a \leq 0.1 \mu\text{m}$ eingesetzt. Die Oberflächenrandschicht zeigt Bild 7.8-1a.

Die im oberflächennahen Bereich auch noch nach dem Polieren einzeln beobachteten Risse sind nach den bisherigen Erfahrungen auf einen zu kurzen Poliervorgang nach der Schleifbearbeitung, für die Oberflächenschädigungen und Rißbildungen bis in größere Tiefen nachgewiesen wurden /106,248/, zurückzuführen. Im Innern verschiedener Si_3N_4 -Materialien zeigten TEM-Aufnahmen grundsätzlich ein riß- und versetzungsfreies Gefüge (Kap. 4.3).

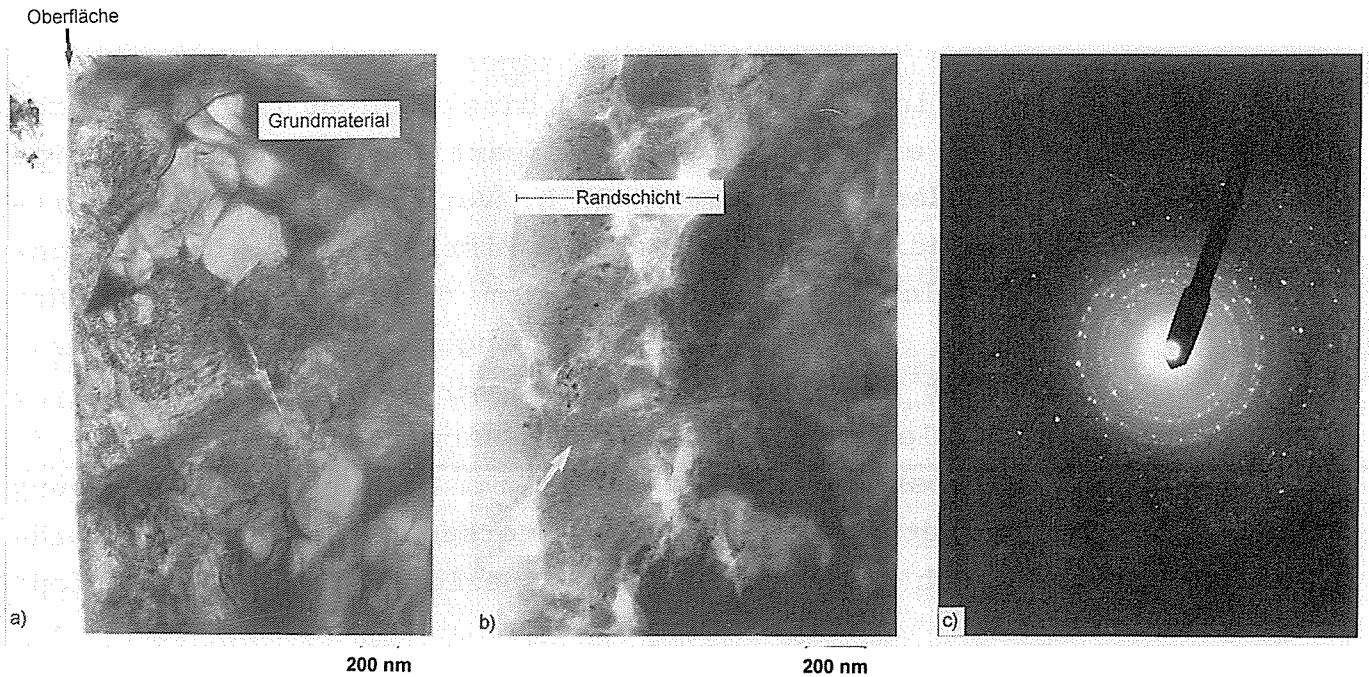


Bild 7.8-1: TEM-Aufnahmen der Si_3N_4 -Oberfläche im Querschnitt:

- a) Randschicht im polierten Ausgangszustand
- b) Randschicht im Bereich der Verschleißspur
- c) Beugungsbild der Randschicht (Markierung in (b))

TEM unterhalb der Verschleißspur:

Nach der tribologischen Beanspruchung (Bilder 7.8-1b und 7.8-2) waren die Oberflächen rauher als im polierten Ausgangszustand. Die TEM-Bilder der Randschichten innerhalb der Verschleißspuren wurden, bedingt durch starken Verschleiß, teilweise in so großem Abstand von der ursprünglichen Oberfläche aufgenommen, daß Einflüsse durch eine Vorschädigung bei der Bearbeitung ausgeschlossen werden können. Die unterhalb der Verschleißspuren beobachteten Risse sind daher direkt auf die tribologische Beanspruchung zurückzuführen.

Bei der tribologischen Beanspruchung von Si_3N_4 traten in einer wenige Mikrometer dicken Oberflächenschicht Gefügeveränderungen und Werkstoffschädigungen auf (Bilder 7.8-1b und 7.8-2). Die Schädigungstiefe betrug nach der tribologischen Beanspruchung in der Verschleißhochlage bei 10 N, 0.3 m/s und 800°C ca. 3 bis 5 μm und lag sonst meist zwischen 0.5 und 1 μm . Die ursprüngliche Gefügemorphologie und die Körner in der Randzone direkt unterhalb der Verschleißspur sind aufgrund der wiederholten Beanspruchung sehr stark gestört bzw. zerkleinert und plastisch verformt. Dieser Be-

reich war zwischen 50 und 400 nm dick. Darunter waren auf den TEM-Bildern laterale, meist interkristallin verlaufende Risse sowie z. T. Versetzungsstrukturen, zahlreiche Extinktionslinien infolge innerer Spannungen und mikroplastische Verformungen zu erkennen (Bild 7.8-2).

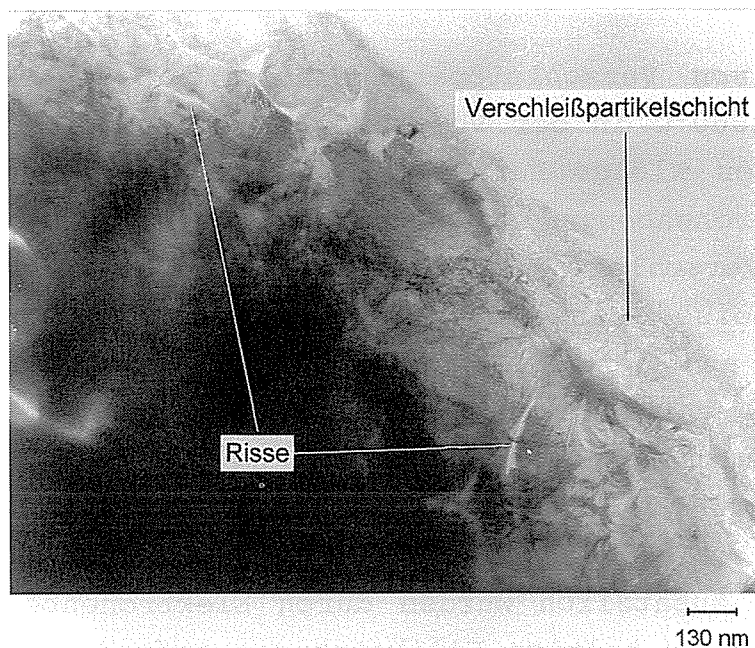


Bild 7.8-2: Rißbildungen in der Randschicht tribologisch beanspruchter Si_3N_4 -Materialien

An der Oberfläche von tribologisch beanspruchtem Si_3N_4 war, vor allem nach Beanspruchung in der Verschleißtieflage, mit dem TEM eine vielfach durchbrochene und inhomogene Tribooxidationsschicht mit einer Dicke von 0.1 - 1 μm zu erkennen, die in einer amorphen Matrix nanokristalline Einschlüsse enthielt (Bild 7.8-1b). Diese Schicht war zuvor weder nach dem Polieren noch nach dem Schleifen zu beobachten. Beugungsaufnahmen in diesem Bereich zeigten, bedingt durch die geringe Teilchengröße, ein für vielkristallines Material typisches Beugungsbild (Bild 7.8-1c). Durch EDX-Analysen wurden Si, O und N sowie zusätzlich Sinterzusätze wie z. B. Y, Mg und Al nachgewiesen, die im Bereich der Tribooxidationsschicht homogen verteilt vorlagen, während sie im Grundmaterial an den Korngrenzen und Tripelpunkten konzentriert waren.

Nach Beanspruchung in der Verschleißhochlage bei Temperaturen über 400°C wurden keine Tribooxidationsschichten beobachtet und interkristalline Rißbildung unterhalb der Verschleißspur war vorherr-

schend. Vermutlich führten Ermüdungs- und Mikrobruchvorgänge zur Schädigung durch Ribildung und der nachfolgende Materialabtrag zum Verschleiß (Kap. 9), wie die beobachteten Kornausbrüche und Risse im Bereich der Verschleißspuren von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ zeigten.

TEM an Verschleißpartikeln:

TEM-Aufnahmen von Verschleißpartikeln, die bei Temperaturen von 400, 800 und 1000°C in der Verschleißtieflage bzw. -hochlage entstanden, zeigten kleine Partikel um 50 nm sowie größere um etwa 0.5 µm. Elektronenbeugungsaufnahmen im Bereich der nur 10 bis 80 nm großen Verschleißpartikel aus der Tieflage waren meist für amorphe, teilweise aber auch für teilkristalline Phasen typisch. Die größeren, aus der Tief- sowie der Hochlage stammenden Verschleißpartikel enthielten dagegen allgemein nanokristalline Einschlüsse mit Durchmessern zwischen 10 und 100 nm. Der bei hochauflösender Abbildung im Phasenkontrast gemessene Netzebenenabstand betrug 0.66 nm und könnte sowohl SiO_2 , Si_2ON_2 als auch Si_3N_4 zugeordnet werden. Zusätzlich wurden durch Elektronenbeugung Y_2O_3 sowie Al-, Y- und Na-haltige Silikatphasen gefunden. Verschleißpartikel, die bei 800°C und hohen Gleitgeschwindigkeiten in der Tieflage entstanden, enthielten teilweise zusätzlich nadelförmige Teilchen mit ca. 25 nm Durchmesser. Deren Elektronenbeugungsbildern konnten Quarz oder Oxinitride zugeordnet werden. Größere, mittels REM gefundene Verschleißpartikel (Kap. 7.1), die einen Durchmesser über 1 µm hatten und deshalb nicht durchstrahlbar waren, wurden im TEM bisher noch nicht untersucht. Röntgenbeugung und IR-Spektroskopie ergaben $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ (Kap. 7.2 u. 7.4).

Die TEM-Aufnahmen der Oberflächenrandzone unter der Verschleißspur von polykristallinem Siliziumnitrid zeigten laterale, überwiegend interkristallin verlaufende Risse. Die Ergebnisse dieser TEM-Untersuchungen unterstützen damit Literaturangaben und gängige Modellvorstellungen (Kap. 3) /128,243/, nach denen sich während der tribologischen Beanspruchung im Materialvolumen Risse bilden und, wie bei zyklischen Ermüdungsversuchen an Si_3N_4 beobachtet, entlang den Korngrenzen ausbreiten /106,219/. Verlängern sich diese Risse bis zur Oberfläche bzw. umschließen sie ganze Oberflächenbereiche, kommt es zu Materialausbrüchen und Verschleiß (Kap. 9). Da im unbeanspruchten Materialinnern nach der Probenpräparation im Gegen-

satz zu den tribologisch beanspruchten Proben keine Risse beobachtet wurden, kann eine mögliche präparationsbedingte Ribildung z. B. durch Ionentzung ausgeschlossen werden. Ursache der tribologisch bedingten Ribildungen unterhalb der Verschleiflchen sind mechanische und thermische Spannungen, die in Kap. 8 abgeschtzt werden.

Die TEM-Untersuchungen an Si_3N_4 -TiN sind noch nicht abgeschlossen, sollen nach ihrer Absicherung aber demnchst verffentlicht werden /253/. Die bisherigen Untersuchungen ergaben festhaftende, glatte Schichten, wobei in einer amorphen Matrix ca. 50 nm groe TiO_2 -Partikel gefunden wurden.

7.9 Kernmagnetische Resonanzspektroskopie ("Nuclear magnetic resonance spectroscopy" (NMR))

Zur Phasentrennung von rntgenographisch sowie durch Elektronenbeugung im TEM schwer zu unterscheidenden Y-Si-O-N-Phasen mit hnlichen Gitterstrukturen bzw. -abstnden, zur Analyse amorpher Phasen und zur Untersuchung der integralen Phasenzusammensetzung der Verschleipartikel wurden ^{29}Si -NMR-Spektren aufgenommen. Die nachfolgend angegebenen Verschiebungen ergaben sich im Vergleich zu einer Referenzprobe aus Tetramethylsilan. Fr die Verschleipartikel aus der Verschleihochlage ergab sich ein ^{29}Si -NMR-Spektrum mit einem dominierenden Signal bei - 48.3 ppm, das dem Basismaterial β - Si_3N_4 entspricht /108-110/; nur bei einer Messung deutete sich zustzlich SiO_2 durch ein schwaches Signal bei - 110 ppm an. Andere Phasen im System Y-Si-O-N wurden nicht beobachtet. Die Verschleipulvermengen aus der Verschleitieflage reichten aufgrund der bisher zu geringen Meempfindlichkeit fr aussagekrftige NMR-Messungen bei weitem nicht aus.

Die Ergebnisse der tribologischen und oberflchenanalytischen Untersuchungen und die nachgewiesenen Verschleierscheinungsformen und -mechanismen werden in Kap. 9 in Abhngigkeit von den Beanspruchungsbedingungen und den Eigenschaften der Werkstoffe sowie im Hinblick auf Angaben in der Literatur diskutiert. Die zu erwartenden Verschleimechanismen werden modellhaft beschrieben.

8 THEORETISCHE ABSCHÄTZUNG DER MECHANISCHEN UND THERMISCHEN BEANSPRUCHUNG SOWIE DER VERSCHLEIßVOLUMINA BEI GLEITREIBUNG

Verschleiß ist von der Reaktion der Werkstoffoberfläche auf Belastung und Relativbewegung im Bereich der Tribokontakte abhängig. Verschleiß entsteht durch das Lösen von chemischen Bindungen und das Abtrennen von Oberflächenmaterial. Ein Verschleißpartikel ist entstanden, wenn ein Oberflächenelement von Rissen umschlossen ist.

Risse entstehen bei statischer und dynamischer Überbeanspruchung und verlängern sich unter Beanspruchung in den Oberflächenbereichen. Bei der Relativbewegung treten mechanische Spannungen auf (Kap. 3), die sich aus der Wirkung von Normal- und Tangentialkräften ergeben. Zusätzlich überlagern sich diese mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit aufgrund hoher Kontaktflächentemperaturen mit thermischen Spannungen. Nachfolgend werden die mechanische und die thermische Beanspruchung der Si_3N_4 -Oberfläche bei Festkörpergleitreibung abgeschätzt.

8.1 Mechanische Beanspruchung

Unter der Voraussetzung idealer Hertzscher Kontaktbedingungen bestimmten Broszeit et al. /146/ die tribologische Werkstoffanforderung für einen statisch beanspruchten Punktkontakt durch theoretische Berechnungen. Für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ -Gleitpaarungen ergeben sich bei statischer Belastung mit 1 N bzw. 10 N für die gewählte Prüfkörperanordnung und -geometrie zu Versuchsbeginn maximale Hertzsche Flächenpressungen von 358 bzw. 772 MPa (Kap. 5). Die Hertzsche Flächenpressung nimmt durch Verschleiß sehr schnell ab und wird zur geometrischen bzw. nominellen Flächenpressung. Andererseits bleibt die reale Kontaktfläche in erster Näherung während der Versuche konstant.

Das Zugspannungsmaximum liegt bei gleitender Beanspruchung nach theoretischen Betrachtungen von Richerson et al. /117/ sowie Hamilton und Goodman /118/ im Bereich des in Gleitrichtung hinteren Tribokontaktrandes. Die Spannung steigt mit zunehmender Reibungszahl und Normalkraft bzw. Flächenpressung an /117,118,146/. Bei zunehmender Reibung wandert dabei die maximale Werkstoffan-

gung an die Oberfläche, während bei zunehmender Normalkraft der Abstand des Spannungsmaximums von der Oberfläche zunimmt /37,146/.

Die maximale Zugspannung σ_t für die Kugel/Scheibe-Geometrie bei Festkörpergleitreibung erhält man durch folgende Beziehung /143/:

$$\sigma_{t,max} = \pi \cdot (4 + \nu) \cdot f \cdot \frac{p_H}{8} + (1 - 2 \cdot \nu) \cdot \frac{p_H}{3} \quad (8.1-1)$$

ν ist die Poissonzahl und p_H die Hertzsche Flächenpressung zu Versuchsbeginn. Die maximale Zugspannung $\sigma_{t,max}$ für SSi_3N_4/SSi_3N_4 (ND200) mit $\nu = 0.28$ und $p_H = 772$ MPa beträgt danach bei Raumtemperatur 1738 MPa für $f = 0.8$ und 1086 MPa für $f = 0.5$. Diese Werte liegen deutlich über der 4-Punkt-Biegefestigkeit von SSi_3N_4 (ND200) (Tabelle 4.1-1), so daß mit Rißbildung, Rißverlängerung und mit der Entstehung von Verschleißpartikeln zu rechnen ist. Diese Abschätzungen zeigen, daß die Verschleißbeständigkeit von Si_3N_4 bei mechanisch bestimmten Verschleißmechanismen und Reibungszahlen über 0.5 nur durch eine deutliche Verbesserung der mechanischen Eigenschaften mit Biegefestigkeiten über 1100 MPa stärker erhöht werden könnte, wobei zu beachten ist, daß die Beanspruchung im Bereich der Mikrokontakte noch deutlich höher ist als in der Hertzschen Kontaktfläche. Diese hohen Festigkeiten werden von den untersuchten Si_3N_4 -Werkstoffen nicht erreicht. Um eine hohe Verschleißbeständigkeit zu erreichen bzw. Zerrüttung und Mikrobrechen zu vermeiden, müssen andere Mechanismen genutzt bzw. dominierend werden. Eine Reduzierung der mechanischen Beanspruchung des Werkstoffvolumens ist z. B. bei der Bildung von weichen Oberflächen- oder Reaktionsschichten zu erwarten.

Da sich die statischen und dynamischen Kräfte vektoriell addieren, sinkt die zur Erzeugung eines Risses benötigte Normalspannung bzw. die kritische Normalkraft, die bei einer Gleitbeanspruchung zur Rißbildung in sprödem Si_3N_4 führt, mit zunehmender Reibungszahl. Die kritische Last zur Erzeugung von konischen Rissen sank bei Reibung nach Literaturangaben bis auf ein Drittel /6,49/. Bei den experimentellen Untersuchungen von Barnes und Powell /117,183/ sank die kritische Last für Rißbildung bei Festkörperreibung durch die Überlagerung von Tangential- und Normalspannungen bei Relativbewegung im Vergleich zur kritischen Last bei statischer Beanspruchung sogar teilweise um über zwei Größenordnungen. Für das Verhältnis von kritischer Last für Rißbildung bei statischer Bean-

spruchung $F_{N,stat}$ zu kritischer Last bei Gleitbeanspruchung $F_{N,gleit}$ ergibt sich nach Hamilton und Goodman /118/ sowie Gilroy und Hirst /244/:

$$\frac{F_{N,stat}}{F_{N,gleit}} = \left(1 + \frac{(4 + \nu) \cdot \pi}{8 \cdot (1 - 2 \cdot \nu)} \cdot f \right)^3 \quad (8.1-2)$$

Mit ν gleich 0.28 ergibt sich ein Verhältnis $F_{N,stat}/F_{N,gleit}$ von 25 für $f = 0.5$ und von 67 für $f = 0.8$.

Reale, raue Oberflächen berühren sich nur in Mikrokontaktflächen A_{MK} , deren Summe der realen Kontaktfläche entspricht. Die mechanische und die thermische Beanspruchung ist in diesen Bereichen wesentlich höher als in der nominellen Kontaktfläche. Während die Flächenpressungen im Bereich der nominellen Kontaktfläche bei den tribologischen Untersuchungen dieser Arbeit weit unterhalb der plastischen Fließgrenze von Si_3N_4 lagen, ist im Bereich der Mikrokontakte mit plastischen Verformungen zu rechnen. Bei plastischen Bedingungen gilt für die reale Kontaktfläche A_r bzw. A_p /6,184, 185/:

$$A_r = A_p = \frac{F_N}{HV} = N_{MK} \cdot \pi \cdot r_{p,MK}^2 = N_{MK} \cdot A_{MK} \quad (8.1-3)$$

N_{MK} ist die Anzahl der Mikrokontakte. Bei plastischer Verformung errechnet sich bei 10 N Last und 22°C für Si_3N_4 (ND200) mit einer Vickers-Härte von 13.8 GPa eine reale Fläche von 721 μm^2 . Für den mittleren Mikrokontaktradius erhält man bei plastischer Verformung /197/:

$$r_{p,MK} = \left(\frac{F_N}{\pi \cdot N_{MK} \cdot HV} \right)^{1/2} \quad (8.1-4)$$

Für N_{MK} gilt dann:

$$N_{MK} = \frac{F_N}{\pi \cdot r_{p,MK}^2 \cdot HV} \quad (8.1-5)$$

Zur Abschätzung der mechanischen und thermischen Beanspruchung im Bereich der Mikrokontakte müssen Anzahl und Größe der Mikrokontakte bekannt sein. Nach IR-Temperaturmessungen von Griffioen et al. /115/ sind bei Raumtemperatur, 1.5 m/s und 10 N im Mittel vier bis zehn Mikrokontakte innerhalb der nominellen Berührungsfläche von Si_3N_4/Si_3N_4 -Paarungen zu erwarten (Kap. 8.2.2). Als mittleren Radius eines runden Mikrokontakts erhält man für plastische Bedin-

gungen nach Gleichung 8.1-4 für SSi_3N_4 (ND200) mit einer Härte von 14 GPa bei vier Mikrokontakten einen Wert von 8 μm und bei zehn Mikrokontakten einen Wert von 5 μm . Bei nur einem Mikrokontakt betrüge der Mikrokontaktradius 15 μm , bei vierzehn Mikrokontakten 4 μm .

Da die Härte von Si_3N_4 mit zunehmender Temperatur sinkt (Kap. 4.4), nehmen bei plastischen Bedingungen die summierte Mikrokontakfläche bzw. der Mikrokontaktradius und die Mikrokontaktzahl zu, wenn die Umgebungstemperatur bzw. die reibbedingte Oberflächentemperatur ansteigt. Für Si_3N_4 mit einer Härte von etwa 10 GPa bei 1000°C beträgt dann für vier Mikrokontakte der mittlere Radius 9 μm bzw. für zehn Mikrokontakte 6 μm .

Bei ideal-elastischen Hertzschen Kontaktbedingungen gilt für den mittleren Mikrokontaktradius:

$$r_e = \left(\frac{3 \cdot F_N \cdot R_{\text{MK}}}{4 \cdot N_{\text{MK}}} \cdot \left[\frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \right] \right)^{1/3} \quad (8.1-6)$$

Dabei ist R_{MK} der Krümmungsradius der Mikrokontakte /213/. Für Kontaktpartner gleichen Materials folgt:

$$r_e = \left(\frac{1.5 \cdot F_N \cdot R_{\text{MK}}}{N_{\text{MK}}} \cdot \frac{1 - \nu^2}{E} \right)^{1/3} \quad (8.1-7)$$

Für $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) errechnen sich bei elastischen Bedingungen für die Mikrokontaktradien r_e in Abhängigkeit von der Mikrokontaktzahl N_{MK} die in Tabelle 8.1-1 angegebenen Werte, wobei $R_{\text{MK}} = 100 \mu\text{m}$, $F_N = 10 \text{ N}$, $\nu = 0.28$ und $E = 280 \cdot 10^3 \text{ N/mm}^2$ sind.

N_{MK}	1	4	10	14
r_e [μm]	17	11	8	7

Tabelle 8.1-1: Mikrokontaktradius r_e bei elastischen Bedingungen in Abhängigkeit von der Mikrokontaktzahl

Grundsätzlich treten in der realen Oberfläche im Bereich der Mikrokontakte elastische und plastische Verformungsanteile auf. Für $r_p > r_e$ ist plastisches, für $r_p < r_e$ ist elastisches Verhalten vorherrschend. Die Anzahl der Mikrokontakte N_t für den Übergang vom überwiegend elastischen zum überwiegend plastischen Bereich ergibt sich durch Gleichsetzen der Radien r_e und r_p für ideal-ela-

stische (Glg. 8.1-7) und plastische Bedingungen (Glg. 8.1-4) /213, 214/. Sind beide Gleitpartner aus gleichem Material, erhält man:

$$N_0 = \frac{4}{9 \cdot \pi^3} \cdot \frac{E^2 \cdot F_N}{(1 - \nu^2)^2 \cdot H^3 \cdot R_{MK}^2} \quad (8.1-8)$$

Für die Si_3N_4 -Werkstoffe gilt dann mit $\nu = 0.28$, $R_{MK} = 100 \mu\text{m}$, $E = 290 \text{ GPa}$ und $F_N = 10 \text{ N}$ näherungsweise:

$$N_0 = \frac{1.4 \cdot 10^{12}}{H^3} \quad [], \quad \text{wobei } [H] = \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} \quad (8.1-9)$$

Die Anzahl der Mikrokontakte N_0 , bei der der Übergang vom plastischen zum elastischen Bereich zu erwarten ist, hängt stark von der Härte ab. Für $\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ mit einer Vickers-Härte $H_V 0.5$ von 13.6 GPa und für $\text{HIP-Si}_3\text{N}_4(\text{ESK})$ mit einer Härte von 18.6 GPa ergeben sich für N_0 Werte unter eins, so daß bei Raumtemperatur bereits für nur einen Mikrokontakt elastisches Verhalten vorherrschend ist. Nimmt man einen kleineren Krümmungsradius der Mikrokontakte R_{MK} von $30 \mu\text{m}$ an, ergeben sich nach Gleichung 8.1-8 bei 10 N Last und 22°C als Übergangszahl zwei Mikrokontakte für $\text{HIP-Si}_3\text{N}_4(\text{ESK})$ und sechs für $\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$. Da die Härte durch zunehmende Umgebungstemperatur oder reibbedingte Temperaturerhöhung sinkt, erhöht sich N_0 , so daß dann bei Mikrokontaktzahlen $N_{MK} < N_0$ plastische Bedingungen vorherrschen.

Im Vergleich zu den Pressungen im Bereich der plastisch verformten Mikrokontakte bzw. in der realen Kontaktfläche sind die Hertzschen Flächenpressungen für elastische Kontaktbedingungen und eine Fläche von 0.013 mm^2 bei 10 N Last mit 772 MPa zwanzigmal niedriger.

Bei starker Temperaturerhöhung im Bereich der Mikrokontakte vergrößern sich die Kontaktflächen infolge abnehmender Härte, so daß die Flächenpressung sowie die "Reibleistungsdichte" sinken und im Vergleich zu Berechnungen mit temperaturunabhängigen Materialeigenschaften niedrigere Blitztemperaturen zu erwarten sind.

Als weitere rißauslösende Ursachen müssen bei höheren Gleitgeschwindigkeiten bzw. bei hoher Reibleistung thermische Spannungen, die sich den Normal- und Tangentialspannungen überlagern, sowie thermomechanisch erzeugte Spannungen diskutiert werden, die vorzugsweise an den Grenzflächen zwischen der Korngrenzenphase und den Si_3N_4 -Körnern wirken.

8.2 Thermische Beanspruchung

Die in den tribologisch beanspruchten Kontaktflächen erzeugte Reibarbeit wird überwiegend in Wärme umgewandelt und führt zu einer Temperaturerhöhung. Die Reibarbeit W_R ist proportional der Reibungszahl f , der Normalkraft F_N und dem Gleitweg s ($W_R = f \cdot F_N \cdot s$) und entspricht dem Produkt aus Reibleistung ($N_R = f \cdot F_N \cdot v$) und Beanspruchungsdauer t (Kap. 8.2.3). Für reale, rauhe Oberflächen ist zwischen der mittleren, volumenbezogenen Temperaturerhöhung und den Blitztemperaturen in den zeitlich und örtlich statistisch verteilten Mikrokontakten zu unterscheiden. Vor allem im Bereich der Mikrokontakte realer keramischer Oberflächen können, örtlich konzentriert, hohe Wärme- bzw. "Reibleistungsdichten" auftreten, die zu hohen Oberflächentemperaturen, thermischer Schädigung durch Ribbildung, thermischer Erweichung und Zersetzung /127/, Phasenumwandlung und zu einer Beschleunigung von tribochemischen Reaktionen führen. Da zu erwarten ist, daß diese Vorgänge das tribologische Verhalten beeinflussen, wird in den folgenden Kapiteln die thermische Beanspruchung der Oberfläche von Si_3N_4 ausführlich untersucht. Abhängig von den Oberflächentemperaturen und der Temperaturverteilung innerhalb der nominellen Kontaktfläche (Kap. 8.2.1 und 8.2.2) entstehen im Werkstoffvolumen thermische Spannungen, die in Kap. 8.2.3 abgeschätzt werden. Die thermische Beanspruchung der Si_3N_4 -Reibflächen wird mit dem Grenzwert der thermischen Beanspruchung verglichen, bei dem eine Schädigung von Si_3N_4 durch Laserpulse auftritt (Kap. 8.2.4).

8.2.1 Rechnerische Abschätzung der reibbedingten Temperaturerhöhungen

Zur Deutung und/oder zur Voraussage von Verschleißmechanismen bzw. -erscheinungen sind die reibbedingten Temperaturerhöhungen an der Oberfläche abzuschätzen.

Nach Angaben aus der Literatur /115,126,213,214/ wurden hohe Hot-Spot-Temperaturen im Kontaktbereich von Keramik/Keramik-Gleitpaarungen gemessen bzw. berechnet. Das stochastische Auftreten von "Hot Spots", die Oberflächentopographie realer Oberflächen, temperaturabhängige Eigenschaften, Oberflächenschichten, Verschleißpartikel sowie Schwankungen der Reibkräfte und damit die stochasti-

sche Energiedissipation gestalten die Berechnung reibbedingter Temperaturerhöhungen außerordentlich schwierig, so daß im folgenden vereinfachende Modelle angewendet werden. Diese vernachlässigen Oberflächenschichten und Verschleißpartikel sowie teilweise die Temperaturabhängigkeit relevanter Materialeigenschaften. Energieverluste, z. B. durch Wärmestrahlung, bleiben bei den Abschätzungen der Oberflächentemperaturen ebenfalls unberücksichtigt.

Es gelten folgende Annahmen:

- Die Mikrokontaktflächen werden in einem Mikrokontakt zusammengefaßt, der als mathematisch ebene Wärmequelle wirkt*.
- Die Reibungsenergie wird vollständig in Wärme umgewandelt.
- Die verwendeten Stoffdaten entsprechen denen bei Raumtemperatur*.
- Die Oberflächen sind frei von Oberflächen- bzw. Reaktionsschichten sowie Verschleißpartikeln.
- Die Wärme wird durch beide Reibpartner abgeleitet, wobei ihre Temperaturen in der Kontaktfläche gleich und die Werkstoffe homogen sind.
- Einmalige Reibbeanspruchung.

* : Ausnahme ist hier das Modell von Kuhlmann-Wilsdorf /213/

Zur Berechnung der reibbedingten Temperaturerhöhungen an der Oberfläche sowie im Mikrokontaktbereich von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen dienten als Grundlagen das Modell von Archard /124/, das sowohl für die Hertzsche Kontaktfläche bei elastischen Bedingungen als auch die reale Kontaktflächen bei plastischen Bedingungen gilt, ein daraus abgeleitetes und erweitertes rechnergestütztes Programm von Ashby /125,142/ sowie die Theorie von Kuhlmann-Wilsdorf /126, 213,214/, mit der die Oberflächentemperatur im Bereich der Mikrokontakte in Abhängigkeit von der Mikrokontaktzahl berechnet werden kann. Dabei wurde auch die Temperaturabhängigkeit der Stoffdaten berücksichtigt. Die verwendeten Modelle beruhen auf früheren Arbeiten von Blok /207/ und Jaeger /123,212/, die den Wärmefluß analysieren, wenn ausgedehnte Oberflächen in einem kleinen Bereich aneinander reiben und die Reibarbeit vollständig in Wärme umgewandelt wird. Die den Temperaturberechnungen zugrunde liegenden Gleichungen sind im Anhang in den Tabellen A8.2.1-1 und A8.2.1-2 zusammengestellt. Die Temperaturerhöhung hängt dabei stark von der Gleitgeschwindigkeit ab, wobei diese in der Praxis häufig konstruktiv vorgegeben ist. Die mit den Modellen von Archard und

Kuhlmann-Wilsdorf abgeschätzten reibbedingten Temperaturerhöhungen sind in Tabelle 8.2.1-1 für $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ bei verschiedenen Gleitgeschwindigkeiten angegeben.

v [m/s]	Archard (Hertz) HV=const (elast.) r = 77 μm ΔT [K]	Archard (real) HV=const N = 1(pl) r = 15 μm ΔT [K]	Archard (real) HV=f(T) N = 1(el) r = 15 μm ΔT [K]	Archard (real) Eig.=f(T) N = 1(el) r = 15 μm ΔT [K]
0.03	7	41	40	41
0.1	22	138	131	145
0.3	58	357	327	414
1.0	156	1042	817	1110
1.5	224	1477	1003	1325
3	348	2634 ^o	1365	2076 ^o

a)

v [m/s]	Kuhlmann.* (real) HV=const N = 1 el./pl. ΔT [K]	Kuhlmann.* (real) HV=f(T) N = 1 ΔT [K]	Kuhlmann.* (real) Eig=f(T) N = 1 ΔT [K]
0.03	35/41	36	37
0.1	119/135	119	131
0.3	342/387	342	453
1.0	982/1128	852	1114
1.5	1392/1553	1031	1302
3	2305/2680 ^o	1320	n.b.+

b)

Stift/Scheibe-System, $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4(\text{ND200})$ -Gleitpaarung (phys. Eigenschaften bei 22°C aus Tabelle 4.2-1));

N = Anzahl der Mikrokontakte; *: $R_{\text{MK}} = 100 \mu\text{m}$; $f = 0.5$; $F_N = 10 \text{ N}$; real: Reale Mikrokontaktfläche; elast.: Ideal-elastische Kontaktfläche zu Versuchsbeginn ($p_H = 772 \text{ MPa}$);

Eig.: Eigenschaften; HV: Vickers-Härte

+: Fehlende Stoffdaten; ^o: $T >$ Zersetzungstemperatur von Si_3N_4 ;

Programmentwicklung zur Temperaturberechnung:

Dr. Bartelt (BAM-5.23) /230,247/: Modell von Kuhlmann-Wilsdorf;

Dr. Kloß (BAM-5.24): Modelle von Archard u. Kuhlmann-Wilsdorf

Tabelle 8.2.1-1: Theoretisch bestimmte, reibbedingte Temperaturerhöhungen für $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) bei Raumtemperatur nach den Modellen von a) Archard /124/ und b) Kuhlmann-Wilsdorf /213,214/

In der zweiten Spalte von Tabelle 8.2.1-1a sind die zu Versuchsbeginn für Punktkontakt und Hertzsche Bedingungen berechneten Temperaturerhöhungen der geometrischen Kontaktfläche angegeben. Da sich die Kontaktfläche durch Verschleiß jedoch schnell vergrößert, sind dies obere Grenzwerte. Die mittleren Temperaturerhöhungen im Bereich der geometrischen Kontaktfläche liegen während der Versuche deutlich niedriger und erreichen nur bei 3 m/s teilweise noch Werte über 100°C. Ihr Einfluß auf das tribologische Verhalten von Si_3N_4 ist daher sehr gering.

Die nach den verschiedenen Modellen berechneten Temperaturerhöhungen in der realen Kontaktfläche sind erheblich größer als die für die geometrische Kontaktfläche. Unabhängig vom verwendeten Modell ergeben sich bei gleichen Randbedingungen ähnliche Werte für die Aufheizung der Mikrokontakte. Die maximale Abweichung lag unter 20 %, so daß in der Tendenz die gleichen Aussagen gelten. Die Temperaturerhöhungen, die sich nach dem Modell von Archard für konstante und temperaturabhängige Eigenschaften, die durch iteratives Vorgehen berücksichtigt werden können, ergeben, sind in Bild 8.2.1-1 für $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit aufgetragen. Zusätzlich sind die Oxidations- sowie die Zersetzungstemperatur von Si_3N_4 eingetragen, die oberhalb von 0.5 m/s bzw. bei 3 m/s erreicht werden.

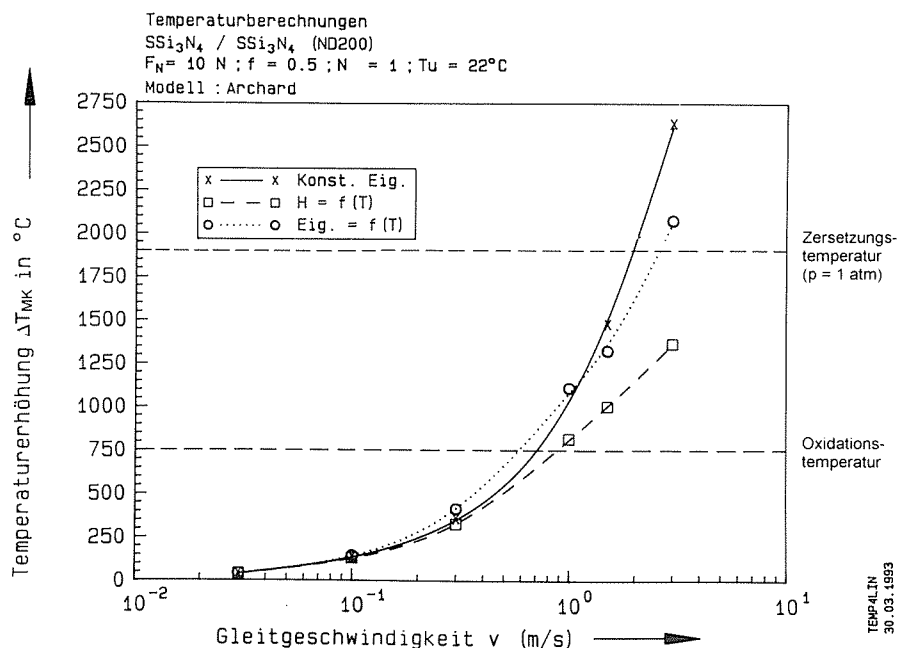


Bild 8.2.1-1: Berechnete Temperaturerhöhungen im Mikrokontaktbereich von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) bei 22°C und 10 N als Funktion der Gleitgeschwindigkeit

Mit konstanten Eigenschaften berechnen sich größere Temperaturerhöhungen als unter Berücksichtigung der mit zunehmender Temperatur sinkenden Härte (Bild 8.2.1-1). Wird bei der Berechnung die Temperaturabhängigkeit aller eingehenden Eigenschaften berücksichtigt, ergeben sich höhere Werte, als wenn nur mit temperaturabhängiger Härte gerechnet wird, da insbesondere die Wärmeleitfähigkeit und die thermische Diffusivität von Si_3N_4 mit zunehmender Temperatur deutlich sinken. Das dargestellte Verhalten ist typisch für die verschiedenen Si_3N_4 -Werkstoffe. Bei höheren Umgebungstemperaturen errechnen sich nach den Modellen etwas größere Temperaturerhöhungen. Bei 800°C und einem Mikrokontakt wird die Zersetzungstemperatur bereits bei etwa 1 m/s erreicht. Bei 0.3 m/s ergibt sich für einen Mikrokontakt eine Temperatur von über 1200°C .

Nach dem Modell von Kuhlmann-Wilsdorf /213,214/ sowie den daraus abgeleiteten Gleichungen in Tabelle A8.2.1-2 hängt die Temperaturerhöhung stärker von der Wärmeleitfähigkeit und der Reibungszahl als von Poissonzahl, Krümmungsradius der Mikrokontakte und Elastizitätsmodul ab.

In Tabelle A8.2.1-3 sind die nach Kuhlmann-Wilsdorf für konstante, und - wenn vorhanden - für temperaturabhängige Stoffdaten iterativ berechneten Temperaturerhöhungen im Bereich der Mikrokontakte für verschiedene Si_3N_4 -Werkstoffe zusammengestellt. Für Gleitpaarungen mit HIP- Si_3N_4 (FX-950) ergaben sich, bedingt durch die niedrigste Wärmeleitfähigkeit unter den Si_3N_4 -Werkstoffen und die relativ große Härte, die größten Temperaturerhöhungen. Die niedrigsten reibbedingten Temperaturerhöhungen der untersuchten polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffen errechnen sich für HIP-RBSi₃N₄(411). Mittlere Temperaturerhöhungen werden für SSi₃N₄(ND200) bestimmt.

Für nur einen Mikrokontakt errechnet sich für HIP- Si_3N_4 (FX-950) bei 0.3 m/s , 10 N , 22°C und einer Reibungszahl von 0.5 eine Temperaturerhöhung von 600°C , während sich für HIP-RBSi₃N₄(411) mit hoher Wärmeleitfähigkeit und niedrigerer Härte ein Wert von 237°C ergibt. Reibkraftspitzen mit einer Reibungszahl von 0.8 können bereits bei 0.3 m/s für HIP- Si_3N_4 (FX-950) zu einer Temperaturerhöhung von bis zu 960°C führen, während sich für HIP-RBSi₃N₄(411) nur ein Wert von maximal 379°C errechnet.

Die für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ berechneten Temperaturerhöhungen entsprechen denen für $\text{HIP-RBSi}_3\text{N}_4/\text{HIP-RBSi}_3\text{N}_4$. Die zum Vergleich angegebene Temperaturerhöhung für $\text{TiO}_2/\text{TiO}_2$ lag dagegen höher als für die verschiedenen Si_3N_4 -Werkstoffe. Wie weit diese Temperaturberechnungen die Verhältnisse für die tribochemisch gebildeten, etwa $1\ \mu\text{m}$ dünnen TiO_2 -Schichten, die zusätzlich H_2O -Moleküle anlagern können, wiedergeben, wurde hier nicht untersucht.

Zur Berechnung der Temperaturerhöhungen für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ fehlen die vollständigen Stoffdaten. Die niedrige Härte sowie die bei einer Umgebungstemperatur von 22°C gemessenen niedrigen Reibungszahlen lassen jedoch erwarten, daß die reibbedingten Temperaturerhöhungen in der Kontaktfläche von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}/\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ deutlich niedriger sind als für die anderen untersuchten Si_3N_4 -Werkstoffe. Reibbedingte Temperaturerhöhungen von 200°C und mehr sind für Gleitgeschwindigkeiten bis $3\ \text{m/s}$ nicht zu erwarten.

Einen großen Einfluß auf die Temperaturerhöhung im Bereich der Mikrokontakte hat die Mikrokontaktzahl. Ob die reibbedingte Temperaturerhöhung nach dem Modell von Kuhlmann-Wilsdorf /213,214/ für elastische oder plastische Bedingungen zu berechnen ist, hängt von der Anzahl der Mikrokontakte im Vergleich zur Übergangszahl $N_{\text{Ü}}$, d. h. vom Verhältnis r_e zu r_p ab (Kap. 8.1). Die Übergangszahl für die Grenzbedingung zwischen vorherrschend plastischem und vorherrschend elastischem Bereich nimmt nach Gleichung 8.1-8 umgekehrt proportional zum Quadrat des Krümmungsradius der Mikrokontakte R_{MK} ab. Als mittlerer Krümmungsradius der Mikrokontakte wurde ein Wert von $100\ \mu\text{m}$ gewählt, da dieser mit den Voraussetzungen des zugrundeliegenden Modells von Kuhlmann-Wilsdorf /213/ verträglich ist. Bei $10\ \text{N}$ und 22°C ergibt sich für die $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen für $N_{\text{Ü}}$ ein Wert unter 1, so daß bei 22°C in jedem Fall elastisches Verhalten überwiegt. $N_{\text{Ü}}$ nimmt jedoch mit abnehmendem Krümmungsradius R_{MK} , vor allem aber mit abnehmender Härte, zu (Kap. 8.1), so daß insbesondere bei höheren Umgebungstemperaturen bzw. bei Gleitgeschwindigkeiten mit hohen Blitztemperaturen und nur wenigen Mikrokontakten z. T. für plastische Bedingungen gerechnet werden muß.

In Tabelle 8.2.1-2 sind für 22°C die nach dem Modell von Kuhlmann-Wilsdorf /213,214/ berechneten reibbedingten Temperaturerhöhungen im Mikrokontakt für verschiedene Mikrokontaktzahlen angegeben.

N_{MK}	0.03 [m/s]	0.1 [m/s]	0.3 [m/s]	1.0 [m/s]	3.0 [m/s]
1	41	135	387	1128x	2680*
3	22	73	213	653	1645x
7	13	42	123	382	967x
15	10	25	74	304	783x
30	7	14	47	209	665

*: $T_F >$ Zersetzungstemperatur von Si_3N_4 (1900°C)
x: $T_F >$ Oxidationstemperatur von Si_3N_4 (750°C)

Tabelle 8.2.1-2: Reibbedingte Temperaturerhöhungen in der realen Kontaktfläche von $SSi_3N_4/SSi_3N_4(ND200)$ für verschiedene Gleitgeschwindigkeiten v und verschiedene Mikrokontaktzahlen N_{MK}
Zugrundeliegendes Modell: Kuhlmann-Wilsdorf /213/
 $HV = \text{const.}; R_{MK} = 100 \mu\text{m}; f = 0.5$

Aufgrund der reibbedingten Temperaturerhöhungen (Tabellen 8.2.1-1, 8.2.1-2 und A8.2.1-3) nehmen bei Gleitgeschwindigkeiten oberhalb von etwa 0.3 m/s die thermischen Spannungen stark zu (Kap. 8.2.3). Bei noch höheren Gleitgeschwindigkeiten können reibbedingt Kontaktflächentemperaturen auftreten, die oberhalb der Oxidations- sowie der Zersetzungstemperatur von Si_3N_4 liegen.

Die mit dem Programm von Ashby /125,142/ berechneten Isothermen der mittleren Temperaturerhöhung sowie die der Hot-Spot-Temperatur sind in Bild 8.2.1-2 als Funktion der Flächenpressung und der Gleitgeschwindigkeit beispielhaft für $SSi_3N_4/SSi_3N_4(ND200)$ aufgetragen. Zusätzlich sind zum Vergleich nach dem Modell von Kuhlmann-Wilsdorf berechnete Hot-Spot-Temperaturen sowie mit Hilfe der Infrarot-Thermographie in der Nähe des Kontaktbereichs gemessene mittlere Oberflächentemperaturen eingetragen. Die Übereinstimmung zwischen der berechneten und der IR-thermographisch gemessenen mittleren Oberflächentemperatur ist gut.

Bis zu einer Gleitgeschwindigkeit von 0.3 m/s stimmen die sich nach Kuhlmann-Wilsdorf bzw. Ashby ergebenden Hot-Spot-Temperaturen ebenfalls gut überein. Über 0.3 m/s berechnen sich nach dem Modell von Kuhlmann-Wilsdorf höhere Temperaturen als nach Ashby. Die im T-Map-Programm verwendeten Näherungen sowie empirisch gewonnene, experimentell angepasste Parameter führten dabei nicht zu diesen

Diskrepanzen, wie Rechnungen mit variierten Parametern ergaben. In dem Modell von Ashby fehlt jedoch die aus experimentellen Ergebnissen abgeleitete funktionale Temperaturabhängigkeit einiger relevanter Materialeigenschaften, während diese bei der Berechnung nach Kuhlmann-Wilsdorf berücksichtigt wurde. Eine gute Übereinstimmung zwischen beiden Modellen, auch bei höheren Gleitgeschwindigkeiten und den daraus resultierenden höheren Hot-Spot-Temperaturen, wird erzielt, wenn bei der Berechnung nach Kuhlmann-Wilsdorf allein die Temperaturabhängigkeit der Härte berücksichtigt wird.

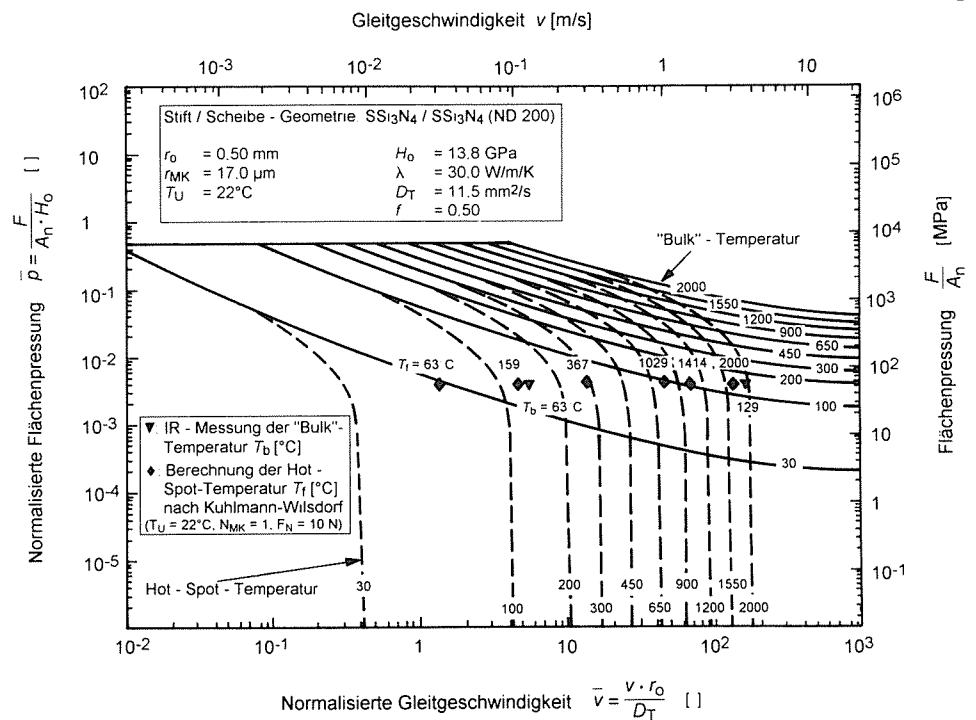


Bild 8.2.1-2: Temperaturerhöhungen - berechnet nach dem Programm "T-Map 4.0" von Ashby /125,142/ (Tabelle A8.2.1-1) - für SSi₃N₄/SSi₃N₄(ND200) in Stift/Scheibe-Anordnung und zum Vergleich experimentell gemessene sowie nach Kuhlmann-Wilsdorf /213/ berechnete Werte

Die Blitztemperatur T_f im Bereich der Mikrokontakte ergibt sich näherungsweise durch die Addition von Umgebungstemperatur T_U und der durch Modellrechnungen bestimmten Temperaturerhöhung ΔT_f :

$$T_f = T_U + \Delta T_f \quad (8.2.1-1)$$

Die maximale Temperaturerhöhung im Bereich der Kontaktflächen erhält man, wenn zusätzlich die mittlere Erwärmung der geometrischen Fläche ($\Delta T_b =$ "Bulk"-Temperatur) berücksichtigt wird:

$$T_{\max} = T_U + \Delta T_b + \Delta T_f \quad (8.2.1-2)$$

Der Beitrag durch die mittlere Temperaturerhöhung der geometrischen Fläche ist dabei, wie gezeigt wurde, nur gering. Nur zu Versuchsbeginn und bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s wurden mit 10 N Last ($p_H = 772 \text{ MPa}$) für die geometrische Fläche der $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen Temperaturerhöhungen über 100°C berechnet. Für 3 m/s betrug sie 350°C . Die reibbedingte, mittlere Temperaturerhöhung sinkt jedoch durch die verschleißbedingte Vergrößerung der Kontaktfläche während der Versuche. Bei einer Flächenpressung von 100 MPa, 22°C und 3 m/s errechnet sich eine Temperaturerhöhung von 95°C bzw. eine mittlere Oberflächentemperatur von 117°C . Bei 50 MPa liegt die rechnerische Temperaturerhöhung bei 58°C .

8.2.2 Vergleich mit Messungen der Oberflächen- und der Hot-Spot-Temperaturen

Von Griffioen, Bair und Winer /115/ wurden mit einer Infrarotkamera Messungen bei experimentellen Untersuchungen an einer Gleitpaarung durchgeführt, die aus einer infrarotdurchlässigen, rotierenden Saphir-Scheibe und einem stationären Si_3N_4 -Probekörper bestand (Bild 8.2.2-1). Die Untersuchungen bei Raumtemperatur, 1.53 m/s und 8.9 N ergaben, daß innerhalb der nominellen Kontaktflächen, zeitlich und örtlich wechselnd, hohe Hot-Spot- bzw. Blitztemperaturen auftreten. Der Durchmesser dieser "Hot Spots" lag dabei zwischen 8 und $14 \mu\text{m}$, die Beanspruchungsdauer bei 0.1 ms. Diese Messungen ergaben ebenso wie die theoretischen Berechnungen (Kap. 8.2.1) für Keramik/Keramik-Gleitpaarungen im Bereich der Mikrokontakte bei einer Umgebungstemperatur von 22°C teilweise Hot-Spot-Temperaturen von deutlich über 1500°C (Tabelle A8.2.2-1).

Die Schwankungsbreite der im Bereich der Mikrokontakte gemessenen Temperaturen war groß (Tabelle A8.2.2-1 und Bild 8.2.2-1). Wie die Temperaturberechnungen in Kap. 8.2.1 bereits zeigten, hängen die Hot-Spot-Temperaturen stark von der Mikrokontaktgröße und -anzahl ab. Dies erklärt die innerhalb der nominellen Kontaktfläche gemessene große Schwankungsbreite dieser Temperaturen, da sich die Größe und die Anzahl der Mikrokontakte und damit die Verteilung der Normalkraft und Pressung bzw. der Reibleistung an der Oberfläche zeitabhängig ändern. In Tabelle A8.2.2-1 sind die im Mikrokontakt gemessenen Temperaturen den nach Kuhlmann-Wilsdorf für nur einen Mikrokontakt und temperaturunabhängige Eigenschaften berechneten,

meist höheren maximalen Temperaturen, vergleichend gegenübergestellt. Die Mittelwerte der gemessenen Hot-Spot-Temperaturen entsprechen den berechneten Temperaturen, die sich ergeben, wenn die Mikrokontaktzahl zwischen eins und sieben liegt (Tabelle A8.2.2-1). Für HP-Si₃N₄/HP-Si₃N₄ und HP-Si₃N₄/Al₂O₃ erhält man rechnerisch nahezu die gleichen reibbedingten Temperaturerhöhungen, so daß die Temperaturmessungen von Griffioen /115/ an Si₃N₄/Al₂O₃ gut auf Si₃N₄/Si₃N₄-Gleitpaarungen übertragbar sind. Somit werden durch die Berechnungen und die Messungen die in Kap. 8.1 gemachten Annahmen zur mittleren Mikrokontaktzahl sowie die in Kap. 8.2.1 berechneten hohen Hot-Spot-Temperaturen bestätigt.

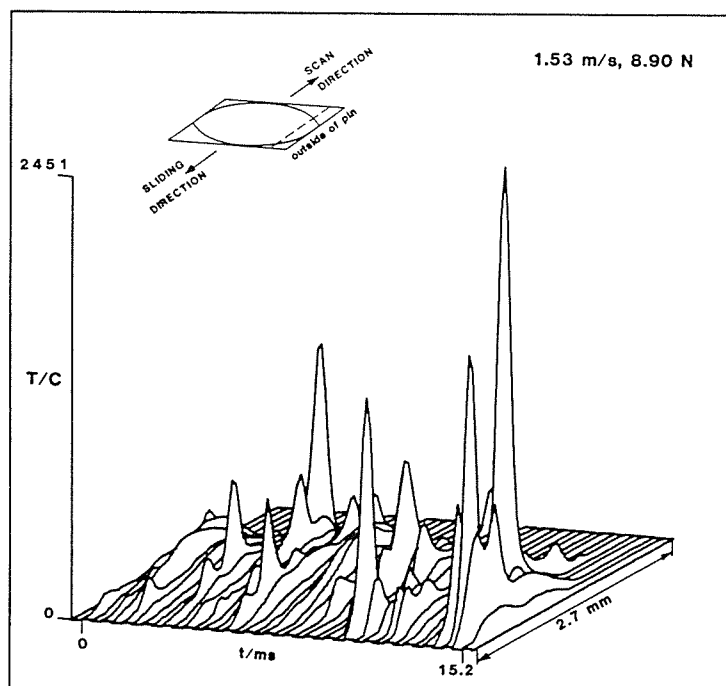


Bild 8.2.2-1: Temperaturverteilung im Kontaktbereich von HP-Si₃N₄ (stationärer Probekörper) gegen Saphir (rotierender Probekörper) in einem Stift/Scheibe-System bei 8.9 N, 25°C und 1.53 m/s /115/

Bei den experimentellen Untersuchungen von Ishigaki et al. /14/ an Si₃N₄/Si₃N₄-Gleitpaarungen wurde bei Raumtemperatur und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s eine Phasenumwandlung von α -Si₃N₄ zu β -Si₃N₄ nachgewiesen, die erst bei Temperaturen oberhalb von 1550°C auftritt und somit ebenfalls auf hohe Temperaturen hinweist. Gleichzeitig stieg die Verschleißrate wie bei den Untersuchungen dieser Arbeit oberhalb etwa 1 m/s an.

Eigene Messungen mit einer IR-Kamera /48,202/ sowie Untersuchungen

von Spur und Ullmann /235/, die den spektralen Emissionskoeffizienten ϵ_s berücksichtigen, ergaben für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen bei 10 N Last, 22°C und 0.1 m/s eine mittlere Oberflächentemperatur von 63°C, bei 3 m/s eine solche von 129°C, die in Tabelle A8.2.2-1 den durch IR-Messungen an einer Si_3N_4 /Saphir-Gleitpaarung bestimmten Blitztemperaturen gegenübergestellt sind /115/. Diese Messungen an $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ wurden möglichst nahe am geometrischen Kontaktbereich sowie an der Oberfläche des rotierenden Probekörpers direkt nach dem Verlassen des Tribokontaktes durchgeführt.

Die Modellrechnungen und die experimentellen Messungen zeigten, daß auch bei Raumtemperatur mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit die Oxidationstemperatur von Si_3N_4 im Mikrokontakt überschritten wird. Es wurde jedoch kein tribologisch günstiger Effekt durch die Bildung eines Oxidfilms beobachtet (Kap. 6.1). Die "heiße Zeit" zur Oxidfilmbildung nach der Beanspruchung ist aufgrund der hohen Abkühlgeschwindigkeit (Kap. 8.2.4) sehr kurz, während Si_3N_4 bei Umgebungstemperaturen von 800°C und 1000°C auch zwischen den Beanspruchungen außerhalb des Kontaktbereichs durch Wechselwirkung mit der Umgebungsatmosphäre oxidieren bzw. Reaktionsschichten bilden kann. Durch oberflächenanalytische Untersuchungen wurden jedoch keine zusammenhängenden SiO_2 -Schichten nachgewiesen (Kap. 7.6 und 7.7). Da das Erscheinungsbild der Verschleißflächen gleichzeitig durch das Abplatzen bzw. die Delamination von Oberflächenbereichen sowie durch Risse in der Verschleißfläche und im Werkstoffinnern gekennzeichnet war (Kap. 7.1, 7.7 und 7.8), sind die zusätzlich zu den mechanischen auftretenden thermischen Spannungen wahrscheinlich von größerer Bedeutung als die Tribooxidation.

Die bei Festkörperreibung zwischen Keramik/Keramik-Paarungen entstehende Reibungswärme ist für reale Oberflächen an kleinen Mikrokontakten konzentriert und, bedingt durch eine niedrige Wärmeleitfähigkeit und die insbesondere bei höheren Gleitgeschwindigkeiten kurzen Kontaktzeiten, auf dünne Oberflächenschichten begrenzt, so daß hohe Blitztemperaturen und steile Temperaturgradienten sowohl horizontal, vertikal als auch zeitlich auftreten /115/. Durch Zugspannungen unterhalb der erwärmten Mikrokontaktflächen können sich laterale Risse bilden. Die Temperaturdifferenz zwischen den heißen "Hot Spots" und der kühleren Umgebung führt zu thermischen Spannungen, die nachfolgend abgeschätzt werden.

8.2.3 Thermisch bedingte Spannungen

Da die hohen Temperaturen (Kap. 8.2.1 und 8.2.2) auf eine, vor allem bei den höheren Gleitgeschwindigkeiten sehr dünne Schicht im Bereich der Mikrokontakte beschränkt sind, stellen sich steile Temperaturgradienten ein. Bei 3 m/s werden von der Kontaktfläche ins Werkstoffinnere Temperaturgradienten von bis zu 200 K/ μm erreicht. In der Oberfläche von Si_3N_4 sind, gefördert durch einen bis zu hohen Temperaturen großen Elastizitätsmodul sowie die relativ hohe Härte, kleine Mikrokontaktflächen und hohe thermische Spannungen zu erwarten. Im Bereich der aufgeheizten Mikrokontakte entstehen Druckspannungen, in den darunter angrenzenden kühleren Bereichen kommt es zu Zugspannungen, so daß im Werkstoffvolumen Scherspannungen parallel zur Oberfläche auftreten (Kap. 3).

Die hohen Hot-Spot-Temperaturen und die steilen Temperaturgradienten verursachen hohe thermische Spannungen σ_{th} , die linear mit der reibbedingten Temperaturerhöhung ansteigen:

$$\sigma_{\text{th}} = E \cdot \varepsilon = E \cdot \frac{d_{\text{MK}} \cdot \alpha \cdot \Delta T}{d} \quad (8.2.3-1)$$

E ist der Elastizitätsmodul, ε die Dehnung, α der Ausdehnungskoeffizient, d_{MK} der Mikrokontaktdurchmesser, ΔT die Temperaturerhöhung an der Oberfläche und d die erwärmte Schichtdicke, für die nach den geltenden Gesetzen der Wärmeleitung näherungsweise gilt:

$$d = (4 \cdot D_T \cdot t_{\text{MK}})^{1/2} \quad (8.2.3-2)$$

Für die thermische Diffusivität D_T gilt:

$$D_T = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \quad (8.2.3-3)$$

Für Si_3N_4 (ND200) ergibt sich mit $\lambda = 30 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, $\rho = 3.25 \text{ g}/\text{cm}^3$ und $c_p = 0.8 \text{ J}/(\text{g}\cdot\text{K})$ eine thermische Diffusivität von $0.115 \text{ cm}^2/\text{s}$. Die Beanspruchungszeit der Mikrokontakte t_{MK} ist durch den Quotienten aus Mikrokontaktdurchmesser d_{MK} und Gleitgeschwindigkeit v gegeben (Tabelle A8.2.4-1). Berücksichtigt man die mit steigender Temperatur abnehmende thermische Diffusivität von Si_3N_4 , errechnen sich nach Gleichung 8.2.3-1 höhere thermische Spannungen im oberflächennahen Bereich, da die Dicke der "heißen" Schicht sinkt.

Die 4-Punkt-Biegefestigkeit von polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffen nimmt mit zunehmender Temperatur von Werten zwischen 700 und 1000 MPa bei 22°C auf Werte zwischen 300 und 400 MPa bei 1100°C ab (Tabelle 4.2-1). In Bild 8.2.3-1 sind die thermischen Spannungen, die sich für die berechneten Temperaturerhöhungen im Bereich der Mikrokontakte ergeben (Tabelle 8.2.3-1), als Funktion der Gleitgeschwindigkeit aufgetragen und mit der 4-Punkt-Biegefestigkeit von Si_3N_4 bei verschiedenen Umgebungstemperaturen verglichen. Diese einfache Abschätzung zeigt, daß, abhängig vom Si_3N_4 -Werkstoff, zwischen 0.3 und 1 m/s thermische Spannungen entstehen, die höher sind als die Festigkeit der polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe. Somit ist oberhalb dieser Gleitgeschwindigkeiten mit Ribildung und -verlängerung infolge thermischer Spannungen zu rechnen.

v [m/s]	0.03	0.1	0.3	1.0	1.5	3
ΔT [°C] ⁺	41	135	387	1128	1553	2680*
σ_{th} [N/mm ²]	3	20	100	527	925	2163

+ : Nach dem Modell von Kuhlmann-Wilsdorf für $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) und $N_{MK} = 1$ berechnete Temperaturerhöhung, wobei:

$$A_F = F_N/HV = 785 \mu\text{m}^2 \rightarrow \text{Für } N_{MK} = 1: l_{MK} = d_{MK} = 30 \mu\text{m};$$

$$E = 320 \cdot 10^3 \text{ N/mm}^2; \alpha = 3.4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

*: Oberhalb der Zersetzungstemperatur von Si_3N_4

Tabelle 8.2.3-1: Thermische Spannungen im Bereich der Mikrokontakte von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) bei 22°C für verschiedene Gleitgeschwindigkeiten

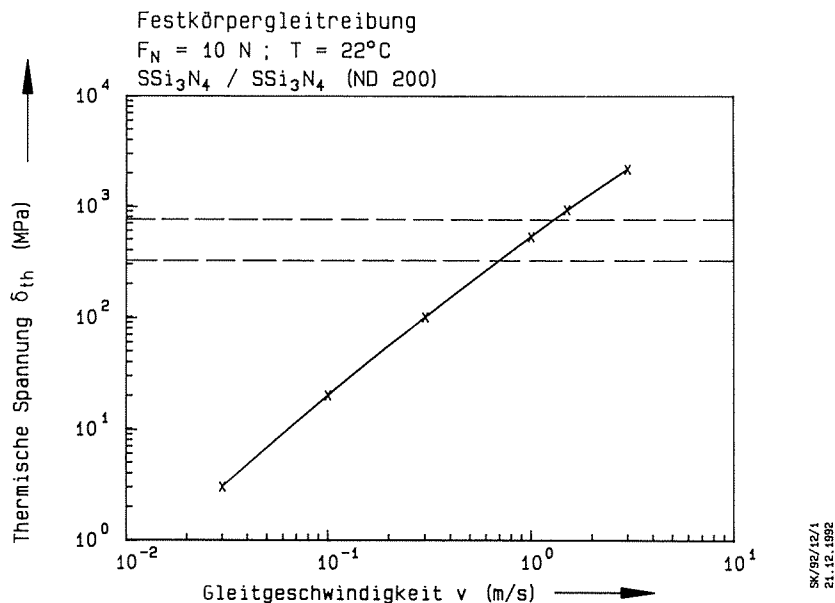


Bild 8.2.3-1: Thermische Spannungen im Bereich der Mikrokontakte von $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) bei 22°C für verschiedene Gleitgeschwindigkeiten

Im polykristallinen Si_3N_4 -Gefüge führen zusätzlich die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten, Wärmeleitfähigkeiten und Elastizitätsmoduli von Korngrenzenphase und β - Si_3N_4 -Körnern zu thermomechanischen Spannungen. Evans /224/ berechnete die thermisch induzierten inneren Spannungen im vielkristallinen Werkstoff. Für die oxinitridischen Glasphasen an den Korngrenzen können danach Zugspannungen in der Größenordnung von etwa 500 MPa entstehen, wenn, wie berechnet, oberhalb von 1 m/s Temperaturschwankungen von 1500°C auftreten. Damit sind Rißbildungen zu erwarten. Die thermisch bedingten Spannungen steigen nach Evans /224/ mit zunehmendem Streckgrad der β - Si_3N_4 -Körner. Die höchsten Spannungen treten im Bereich der Tripelpunkte auf, so daß dort die Wahrscheinlichkeit für Mikrorißbildung am größten ist.

- Zyklische thermische Beanspruchung

In der Oberfläche des stationären Probekörpers liegt durch örtlich und zeitlich wechselnde Mikrokontaktbereiche eine stochastische thermische Beanspruchung vor, die schwer abzuschätzen ist.

Der rotierende Probekörper wird dagegen zyklisch thermisch beansprucht. Seine kontaktfreie Zeit variierte bei den tribologischen Untersuchungen zwischen 33 ms bei 3 m/s und 3300 ms bei 0.03 m/s. Temperaturmessungen von Tönshoff und Bartsch /122/ an Si_3N_4 -Oberflächen, die durch Laserpulse thermisch beansprucht wurden, zeigten, daß sich die Oberfläche in Laborluft innerhalb von weniger als 20 ms von über 900°C auf unter 200°C abkühlt. Da die Zeit zwischen zwei Beanspruchungen der Oberfläche des rotierenden Probekörpers für die gewählte Kontaktgeometrie (Kap. 5) bei den experimentellen Untersuchungen auch bei einer hohen Gleitgeschwindigkeit von 5 m/s über 25 ms lag, treten bei stärkerer reibbedingter Temperaturerhöhung in den Mikrokontakten an der Oberfläche des rotierenden Probekörpers bei jedem Beanspruchungszyklus große Temperaturschwankungen und damit sich zeitlich rasch ändernde thermische Spannungen auf. Bei zwei oder mehr Beanspruchungen des Mikrokontaktes innerhalb kurzer Zeit - bei Beanspruchung durch mehrere Mikrokontakte innerhalb der nominellen Fläche des Gegenkörpers - können durch Überlagerung noch höhere Temperaturen auftreten. Diese schnellen Temperaturänderungen sind mit IR-Kamera nicht meßbar.

Eine Simulation der reibbedingten thermischen Wechselbeanspruchung, d. h. des "kalt-heiß-kalt-Zyklus", kann durch Laserpulse erfolgen.

8.2.4 Abschätzung und Simulation der kritischen, reibbedingten thermischen Beanspruchung

Zur Simulation der Reibbelastung durch Laserpulse müssen die Beanspruchungszeiten und die Reibleistungen pro Fläche berechnet werden. Die Kontaktzeit, während der der Gegenkörper tribologisch beansprucht wird, liegt z. B. für einen mittleren Mikrokontaktdurchmesser von 10 μm zwischen 3.33 μs bei 3 m/s und 330 μs bei 0.03 m/s (Tabelle A8.2.4-1). Bei einer Reibungszahl von 0.8 und einer Last von 10 N wird in der Kontaktfläche bei 0.03 m/s eine Reibleistung von 0.24 W bzw. bei 3 m/s von 24 W erzeugt. Für eine Kontaktfläche von 1 mm^2 beträgt die Reibleistung pro Fläche dann bei 3 m/s 24 W/mm^2 . Für ideale Hertzsche Bedingungen betrug die Kontaktfläche für $\text{SSi}_3\text{N}_4/\text{SSi}_3\text{N}_4$ (ND200) bei 10 N Last zu Versuchsbeginn 0.013 mm^2 . Für die "Reibleistungsdichte" ergibt sich daher bei 0.03 m/s ein Wert von 18 W/mm^2 und bei 3 m/s von 1.8 kW/mm^2 . Für eine reale Kontaktfläche von 625 μm^2 und nur einen Mikrokontakt beträgt die "Reibleistungsdichte" bei 10 N Last, einer Reibungszahl von 0.8 und 0.03 m/s 0.38 kW/mm^2 bzw. bei 3 m/s 38.4 kW/mm^2 . Bei Benz et al. /127/ lag zum Vergleich die Leistungsdichte der Laserpulse zwischen 0.25 und 40 kW/mm^2 , die Pulsdauer zwischen 5 und 100 μs .

Wurde Si_3N_4 durch einen Laserpuls mit einer "Leistungsdichte" von 100 W/mm^2 7 Millisekunden lang beansprucht /122/, wurden Temperaturerhöhungen von mehreren hundert Grad Celsius gemessen, die Beanspruchung mit 300 W/mm^2 führte zu Ribbildungen und thermischer Zersetzung, wie eigene oberflächenanalytische Untersuchungen zeigten. Eine "Reibleistungsdichte" N_{RD} von 100 W/mm^2 entsteht in der Kontaktfläche der $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen zu Versuchsbeginn bei Hertzschen Bedingungen ($A_{\text{H}} = 0.013 \text{ mm}^2$), einer Reibungszahl von 0.5 und 10 N Last, wenn die Gleitgeschwindigkeit 0.25 m/s beträgt. Die in der Mikrokontaktfläche entstehende Wärme wird in erster Näherung zu je 50 % von den Gleitpartnern absorbiert, wenn gleiche Werkstoffe verwendet werden. Bei vollständiger Umwandlung in Wärme und unter Annahme der Absorption zu gleichen Teilen durch den

Grund- und Gegenkörper liegt die "Reibleistungsdichte" dann je Gleitpartner bei 100 W/mm^2 , wenn die Gleitgeschwindigkeit 0.5 m/s beträgt. Modellrechnungen und IR-Messungen ergaben für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ bei 0.5 m/s ebenfalls Temperaturerhöhungen von mehreren hundert Grad Celsius (Kap. 8.2.1 und 8.2.2). Bei noch höheren Gleitgeschwindigkeiten ist daher wie beim Laserpulslen mit thermischer Schädigung zu rechnen.

Für den reibbedingten Energieumsatz bzw. die Reibarbeit W_R gelten folgende Gleichungen /150/:

$$W_R = F_N \cdot f \cdot s = F_R \cdot s = F_R \cdot v \cdot t_R = N_R \cdot t_R \quad (8.2.4-1)$$

F_R ist die Reibkraft und W_R die Reibarbeit, die bei vollständiger Umwandlung in Wärme der Wärmemenge entspricht. Sowohl der reibbedingte Leistungsumsatz N_R als auch die Laserleistung N_L werden während der Reibungs- oder Beanspruchungszeit t_R bzw. der Laserpulszeit t_P im Oberflächenvolumen absorbiert und erzeugen Wärme.

Die Umwandlung der Reibarbeit in Wärme führt zu einer Temperaturerhöhung im Volumen in der Nähe der Kontaktflächen. Das Volumen ($V = A_x \cdot d$) ist nach Gleichung 8.2.3-2 näherungsweise durch das Produkt aus realer Kontaktfläche A_x und Wärmediffusionsschichtdicke d gegeben. Die Temperaturerhöhung ist proportional zur Reibungsenergie-dichte, die der auf das Volumen bezogenen Reibarbeit W_R entspricht. Im Mikrokontakt gilt daher:

$$\frac{N_R \cdot t_{MK}}{V} = \frac{N_R \cdot t_{MK}}{A_r \cdot (4 \cdot D_T \cdot t_{MK})^{1/2}} = \rho \cdot c_v \cdot \Delta T \quad (8.2.4-2)$$

Durch Umstellen der Gleichung 8.2.4-2 nach ΔT erhält man die tribologisch bedingte Temperaturerhöhung im Mikrokontakt bzw. die durch eine Laserpulsleistung N_L bedingte Temperaturerhöhung für eine Oberflächenschicht mit der Dicke d . Die Temperaturerhöhung nimmt linear mit dem Produkt aus der Laserpulsleistung N_L bzw. der Reibleistung N_R und der Wurzel aus der Laserpulszeit t_P bzw. der Beanspruchungszeit im Mikrokontakt t_{MK} zu:

$$\Delta T = \frac{N_R \cdot t_{MK}^{1/2}}{2 \cdot A_r \cdot \rho \cdot c_v \cdot D_T^{1/2}} \quad (8.2.4-3)$$

Mit $D_T = \lambda / \rho \cdot c_v$ ergibt sich dann:

$$\Delta T = \frac{N_R \cdot t_{MK}^{1/2}}{2 \cdot A_r \cdot (\rho \cdot c_v \cdot \lambda)^{1/2}} \quad (8.2.4-4)$$

Die Temperaturerhöhung sinkt mit zunehmender Wärmeleitfähigkeit, steigender Dichte und zunehmender Wärmekapazität. Nimmt die reale Kontaktfläche A_r zu, z. B. durch die mit zunehmender Temperatur abnehmende Härte, verringert sich ebenfalls die tribologisch bedingte Temperaturerhöhung. Durch Variation der Laserleistung N_r und der Pulszeit t_p kann die Temperaturerhöhung bzw. die thermische Beanspruchung der Werkstoffoberfläche bei tribologischer Beanspruchung simuliert werden /127/.

Dabei wurden für keramische Werkstoffe Grenzwerte der auf die beanspruchte Fläche bezogenen Laserleistung bestimmt /127/, die während der Laserpulsdauer t_p von einer Oberflächenschicht mit der Dicke d absorbiert werden können, ohne zu einer thermischen Schädigung im "kalt-heiß-kalt-Zyklus" zu führen. Die zum Vergleich in Tabelle A8.2.4-1 angegebenen Grenzwerte aus dem Produkt der absorbierten "Leistungsdichte" und der Wurzel aus der Pulsdauer für die thermische Schädigung von Si_3N_4 lagen zwischen 0.8 und 2 $(kJ/cm^2) \cdot s^{1/2}$ /127/. Schon allein eine thermische Beanspruchung oberhalb dieser Grenzwerte führte in der Oberfläche von Si_3N_4 zur Bildung thermischer Risse, zum Abplatzen von Oberflächenschichten und zu thermochemischer Zersetzung /127/. Die thermische Schädigung von Si_3N_4 durch Laserpulse war dabei im Vergleich zu anderen Keramikwerkstoffen hoch.

Die thermische Beanspruchung während der tribologischen Untersuchungen wird in Tabelle A8.2.4-1 mit den Grenzwerten für eine thermische Schädigung durch Laserpulse verglichen. Dabei sind die Reibleistungen für 10 N Last und eine Reibungszahl von 0.8 bei unterschiedlichen Gleitgeschwindigkeiten unter der Bedingung angegeben, daß die Wärmemenge gleichmäßig auf die beiden Probekörper verteilt wird. Die Reibleistungen wurden auf die nominelle und die reale Kontaktfläche bezogen und mit der Wurzel aus der Kontaktzeit multipliziert (Tabelle A8.2.4-1 und Gleichung 8.2.4-3). Thermische Beanspruchungen von über 0.8 $(kJ/cm^2) \cdot s^{1/2}$, die durch Laserpulse zu einer thermisch bedingten Schädigung führten, werden für Si_3N_4/Si_3N_4 -Gleitpaarungen im Mikrokontakt bei 10 N Last und Raumtemperatur oberhalb von 0.3 m/s erreicht, so daß bei höheren Gleitgeschwindigkeiten zusätzlich zur mechanisch bedingten Rißbildung (Kap. 8.1) eine thermisch bedingte zu erwarten ist.

Setzt man in Gleichung 8.2.4-3 als kritische Laserpulsleistung für den Beginn der thermischen Schädigung $0.8 \text{ (kJ/cm}^2\text{)} \cdot \text{s}^{1/2}$ sowie die physikalischen Eigenschaften von SSi_3N_4 (ND200) aus Tabelle 4.2-1 ein, erhält man die kritische Temperaturerhöhung für eine thermische Schädigung. Bei raschen Temperaturerhöhungen von über 450°C ist demnach mit thermischer Schädigung in SSi_3N_4 zu rechnen. Temperaturerhöhungen von über 450°C treten nach den Temperaturberechnungen in Kap. 8.2.1 bei nur einem Mikrokontakt oberhalb von 0.3 m/s , bei sieben Mikrokontakten oberhalb von 1 m/s auf (Tabelle 8.2.1-2).

Die verschleißbildenden, thermisch bedingten lateralen Risse bilden sich bevorzugt im Volumen unterhalb der Mikrokontaktflächen, da im Bereich der aufgeheizten Mikrokontakte Druckspannungen und in den darunter angrenzenden kühleren Bereichen Zugspannungen und damit Scherspannungen parallel zur Oberfläche entstehen (Kap. 3). Die lateralen Risse können sich unterhalb der mechanisch und thermisch beanspruchten, etwa $10 \text{ }\mu\text{m}$ großen Mikrokontaktfläche durch wiederholte Beanspruchung verlängern, so daß mit dem Abplatzen von Bruchstücken über $10 \text{ }\mu\text{m}$ gerechnet werden muß. Solche großen Bruchstücke wurden auch vielfach beobachtet (Kap. 7.1).

Wie sich diese thermischen Spannungen (Kap. 8.2) mit den Normalspannungen und bei Relativbewegung mit den mechanisch bedingten Tangentialspannungen (Kap. 3 und 8.1) überlagern, ist bisher nicht ausreichend untersucht worden.

Sowohl die Simulation der triboinduzierten thermischen Beanspruchung durch Laserpulse als auch die Berechnung der Hot-Spot-Temperaturen nach verschiedenen Modellen und die Abschätzung der thermischen Spannungen führten übereinstimmend zu dem Ergebnis, daß je nach Werkstoffdaten von Si_3N_4 oberhalb einer kritischen Gleitgeschwindigkeit von ca. 0.5 m/s neben der mechanisch bedingten mit thermisch bedingter Rißbildung im Werkstoffvolumen nahe der Oberfläche von Si_3N_4 zu rechnen ist. Der bei Raumtemperatur für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen gemessene Anstieg der Verschleißrate oberhalb von etwa 0.5 m/s wurde daher wahrscheinlich durch eine thermisch bedingte Rißbildung verursacht, die von der Menge, der Verteilung und der Zusammensetzung der Glasphase abhängt.

Für niedrige Hot-Spot-Temperaturen müssen Härte und Elastizitätsmodul möglichst klein, die Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität bzw. die thermische Diffusivität möglichst groß sein. Um Rißbildungen infolge der entstehenden thermischen Spannungen zu vermeiden, sind bis zu hohen Temperaturen eine hohe Festigkeit und ein niedriger Ausdehnungskoeffizient sowie ein optimiertes Gefüge ohne Glasphase oder mit einer zähen Korngrenzenphase, die die Rißbildung und -ausbreitung hemmt, anzustreben.

Die Schlußfolgerungen der theoretischen Betrachtungen sind, daß

- mechanisch bedingte Spannungen und
- thermisch bedingte Spannungen

während der tribologischen Beanspruchung zu Rißbildungen führen.

Durch die unterschiedlichen mechanischen und physikalischen Eigenschaften von β - Si_3N_4 -Korn und Glasphase entstehen zusätzlich Spannungen im Werkstoffvolumen an der Grenzfläche der beiden Phasen.

8.3 Abschätzung der anteiligen Beiträge zum Verschleißvolumen durch die verschiedenen Verschleißmechanismen

Das Verschleißvolumen W_V von Si_3N_4 -Werkstoffen wird nach den bisherigen Ergebnissen vorwiegend durch mechanische und/oder tribochemische Ursachen bestimmt (Kap. 9), so daß gilt:

$$W_V = W_V(\text{mechanisch}) + W_V(\text{tribochemisch}) \quad (8.3-1)$$

Das mechanisch bedingte Verschleißvolumen von Si_3N_4 kann durch Oberflächenzerrüttung (OZ) und durch Abrasion (Abr) hervorgerufen werden:

$$W_{V,\text{mech}} = W_{V,\text{OZ}} + W_{V,\text{Abr}} \quad (8.3-2)$$

Abrasiver Verschleiß entsteht durch Mikrobrechen (Mb) und Mikrospanen (Ms). Werden Verschleißpartikel durch Mikrobrechen bzw. die Ausbreitung lateraler Risse im linear-elastischen Bereich infolge punktueller Belastung gebildet, gilt nach Evans et al. /227/ für das Verschleißvolumen folgende Beziehung:

$$W_{V, Mb} = \frac{2 \cdot F_N^{5/4} \cdot s \cdot (\sin \Theta)^{5/4}}{K_{IC}^{3/4} \cdot H^{1/2}} \quad (8.3-3)$$

Θ ist der Öffnungswinkel des härteren Eindringkörpers. Gleichung 8.3-3 ist eine obere Abschätzung des Verschleißvolumens durch die dem Modell zugrundeliegende Bedingung, daß sich laterale Risse bereits bei einmaliger abrasiver Beanspruchung durch einen Vickers-Diamanten bis zur Oberfläche ausbreiten und zu Verschleiß führen /154,227/. Für den Verschleißwiderstand ($1/W_V$) gilt entsprechend:

$$\frac{1}{W_V} = A \cdot K_{IC}^{3/4} \cdot H^{1/2} \quad (8.3-4)$$

In A gehen die Normalkraft F_N , der Öffnungswinkel Θ und der Gleitweg s ein (Glg. 8.3-3). Setzt man in Gleichung 8.3-4 die K_{IC} - und HV-Werte aus den Tabellen 4.2-1 und 4.2-2 ein, zeigt sich, daß die Verschleißbeständigkeit gegen Mikrobrechen von Si_3N_4 -TiN über SSi_3N_4 (ND200) zu Si_3N_4 -BN im Verhältnis von 7 : 5 : 1.5 abnimmt. Nach dieser Abschätzung ist zu erwarten, daß der Verbundwerkstoff Si_3N_4 -TiN durch seine hohe Bruchzähigkeit auch bei dominierendem Mikrobrechen bzw. beim Durchbrechen von Oberflächenschichten die höchste Verschleißbeständigkeit aufweist. Da jedoch die differentiellen Verschleißkoeffizienten von Si_3N_4 -BN ebenso wie die von Si_3N_4 -TiN nach einem Einlauf teilweise um über eine Größenordnung niedriger waren als für die "einfachen" kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe (Kap. 6), ist auf die tribochemische Bildung stabiler, verschleißmindernder Schichten zu schließen.

Materialabtrag durch Mikrospanen erfolgt im elastisch-plastischen Bereich. Für einen Öffnungswinkel von 120° erhält man nach Moore und King /182/ das Verschleißvolumen durch Mikrospanen im plastischen Bereich mit folgender Beziehung:

$$W_{V, Ms} = \frac{0.2 \cdot F_N \cdot s}{H} \quad (8.3-5)$$

Wenn der Verschleißbetrag vorherrschend durch Mikrospanen verursacht wird, nimmt das Verschleißvolumen wie beim Mikrobrechen linear mit dem Gleitweg s zu /6,154,227/. Da das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers für Si_3N_4/Si_3N_4 linear mit dem Gleitweg zunahm (Kap. 6.1.2), ist dies nach den Gleichungen 8.3-3 und 8.3-5 ein Hinweis auf Mikrobrechen bzw. Mikrospanen.

Für das Verhältnis der Verschleißvolumen, die durch Mikrobrechen im linear-elastischen Bereich und durch Mikrospanen im plastischen Bereich entstehen /6/, ergibt sich:

$$\frac{W_{V,Mb}}{W_{V,Ms}} = 8.35 \cdot \frac{H^{1/2} \cdot F_N^{1/4}}{K_{IC}^{3/4}} \quad (8.3-6)$$

Durch Einsetzen der mechanischen Eigenschaften (Kap. 4.2-1) erhält man die in Tabelle 8.3-1 angegebenen Abschätzungen für die Verschleißvolumen und deren Verhältnisse. Der Verschleißbetrag durch Mikrobrechen ist für SSi_3N_4 (ND200) bei ideal-elastischem Verhalten im Vergleich zum Verschleißvolumen durch Mikrospanen 34 mal größer (Tabelle 8.3-1). Für Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN ist das theoretisch abgeschätzte Verhältnis der durch Mikrobrechen und Mikrospanen hervorgerufenen Verschleißvolumen ebenfalls mit angegeben. Nach dieser Abschätzung treten für die Si_3N_4 -Werkstoffe die größten mechanisch bedingten Verschleißbeträge auf, wenn Mikrobrechen überwiegt.

Werkstoff	$W_{V,Mikrobrechen}$ [mm ³]	$W_{V,Mikrospanen}$ [mm ³]	$\frac{W_{V,Mb}}{W_{V,Ms}}$
SSi_3N_4 (ND200)	4930	144	34 : 1
Si_3N_4 -TiN	3365	107	31 : 1
Si_3N_4 -20BN	14220	909	15 : 1

Tabelle 8.3-1: Abschätzung der Verschleißvolumen, die bei 22°C und 10 N Last bei Abrasion durch Mikrobrechen (Mb) und Mikrospanen (Ms) bis zu einem Gleitweg von 1000 m verursacht werden

Die sich bei vorherrschendem Mikrobrechen ergebenden Verschleißkoeffizienten liegen mit Werten zwischen $3.4 \cdot 10^{-1} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und $1.4 \text{ mm}^3/\text{Nm}$ um mehrere Größenordnungen über den experimentell gemessenen Verschleißkoeffizienten. Das spricht dafür, daß sich unter Annahme eines durch mechanische Ursachen bestimmten Verschleißes die entstehenden Risse während der Gleitbeanspruchung erst nach mehreren Beanspruchungszyklen zur Oberfläche hin ausbreiten und zum Ablösen von Verschleißteilchen führen. Die Zahl der Beanspruchungszyklen, die zur Entstehung von Verschleißpartikeln führt, hängt dann von der Rißausbreitungsgeschwindigkeit, der Beanspruchungsdauer bzw. der Gleitgeschwindigkeit, der Reiblei-

stungsdichte sowie von der Gleitpaarung und der Temperatur ab.

Da die Modelle zur Abschätzung des Verschleißvolumens durch Mikrobrechen nur mit Diamant als Gleitpartner, der andere mechanische und thermische Eigenschaften aufweist als Si_3N_4 , für eine Übergleitung sowie einen einzigen Kontakt gelten und damit Wechselwirkungen entstandener Risse sowie die Wirkung von Verschleißpartikeln bzw. Verschleißpartikel- oder Oberflächenschichten unberücksichtigt bleiben, sind die Modelle außerdem nicht einfach auf reale $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen übertragbar.

Da die für Mikrobrechen bzw. Mikrospanen theoretisch abgeschätzten Verschleißbeträge (Tabelle 8.3-2) jedoch so deutlich über den experimentell gemessenen Verschleißbeträgen liegen, müssen bei den gegebenen Beanspruchungsbedingungen andere Verschleißmechanismen, z. B. Oberflächenzerrüttung oder Tribooxidation, verschleißbestimmend sein.

Der lineare Anstieg des Verschleißvolumens des stationären Probekörpers mit zunehmendem Gleitweg, die oberflächenanalytischen Untersuchungen und die theoretischen Abschätzungen in Kap. 8.1 sowie 8.2 sprechen dafür, daß das Verschleißverhalten der monolithischen Si_3N_4 -Werkstoffe auf einen mechanisch bzw. thermomechanisch bestimmten Verschleißmechanismus zurückzuführen ist.

Nach dem Modell von Halling /241/ nimmt das Verschleißvolumen bei vorherrschender Oberflächenzerrüttung linear mit der Normalkraft und dem Gleitweg zu:

$$W_{V,OZ} = C \cdot F_N \cdot s \quad (8.3-7)$$

Der Faktor C beinhaltet geometrische, physikalische und mechanische Einflußgrößen, wobei das Verschleißvolumen bei zunehmender Härte und Versagensdehnung sinkt /10,241/.

Die Oberflächenzerrüttung bzw. -ermüdung hängt stark von der Rißausbreitungsgeschwindigkeit ab. Aufbauend auf den nachfolgend erwähnten, dem Verständnis dienenden Vorstellungen zur Rißausbreitung gibt es keine brauchbaren Gleichungen zur Abschätzung des Verschleißbetrages.

Nach Fleischer /150/ besteht ein Zusammenhang zwischen der kritischen Bruchenergiedichte auf der einen Seite und der Reibleistungsdichte, der Zahl der Kontaktierungen und der Energiespeicheranteile je Kontaktzyklus auf der anderen Seite. Durch Energie- bzw. Schädigungsakkumulation wird dann bei mehrfacher Beanspruchung die kritische Bruchenergie erreicht, so daß Verschleiß auftritt.

Nach Dawihl und Altmeyer /226/ sinkt der Widerstand gegen die Reißausbreitung und damit auch die Verschleißbeständigkeit mit zunehmender Temperatur, da die Oberflächenenergie und die Festigkeit abnehmen. Der beobachtete Anstieg der Verschleißkoeffizienten von Si_3N_4 mit der Temperatur könnte daher durch erleichterte Reißbildung und zunehmende Reißausbreitungsgeschwindigkeiten verursacht werden.

Die Ausbildung der Mikrorisse im Gebiet des Beginns makroplastischer Verformungen und die Mitwirkung tribophysikalisch gebildeter amorpher plasmaartiger Schichten führen nach Dawihl und Altmeyer /226/ zu einer Hemmung der Reißbildung. Die durch die Einwirkung der Reibungsenergie eintretende tribophysikalische Veränderung der Oberflächenschichten und die Bildung amorpher Schichten führen demnach zu abnehmenden Verschleißraten. Diese Verschleißabnahme wurde auf die sinkende Reißfortpflanzungsgeschwindigkeit je Lastwechsel zurückgeführt. Diese sinkt nämlich, wenn "Plasmabildung" unter Auflösung der Gitterstruktur auftritt.

In der vorliegenden Arbeit wurden in der tribologisch beanspruchten Oberflächenrandzone - vor allem in der Verschleißtieflage - teils amorphe, "plasmaartige" Schichten nachgewiesen (Kap. 7.1 und 7.8). Ein direkter Zusammenhang mit dem tribologischen Verhalten konnte jedoch bisher nicht hergestellt werden. Trotz der Bildung dieser überwiegend amorphen Schichten wurden für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ noch hohe Reibungszahlen und hohe Verschleißkoeffizienten gemessen, so daß andere Mechanismen, wie die plastische Verformung von Oberflächenschichten, vor allem aber Reißbildungen, die auch unterhalb der stark gestörten, "amorphisierten" Oberflächenrandschicht beobachtet wurden, verschleißbestimmend sind.

Der Verschleiß wurde - darauf weisen die durch die oberflächenana-

lytischen Untersuchungen gestützten theoretischen Überlegungen hin - bei ideal-elastischem Verhalten sowie bei Bedingungen, bei denen sich keine reibungs- und verschleißmindernden Reaktionsschichten bildeten, vor allem durch die Zerrüttung der Oberfläche mit Ermüdung der Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Korn und Glasphase hervorgerufen. Dabei führen hohe Kontakttemperaturen sowie thermische Spannungen zu einem Anstieg der Verschleißrate.

Bei hohen Gleitgeschwindigkeiten und hohen Kontaktflächentemperaturen mit plastischem Verhalten sowohl der Glasphase als auch der Si_3N_4 -Körner sowie bei der Bildung von Reaktionsschichten gelten die Abschätzungen für ideal-elastisches Verhalten nicht. Nach der thermomechanischen Verschleißtheorie von Winer et al. /200,208/, die sowohl thermische als auch isothermische mechanische Spannungen berücksichtigt, existiert eine kritische Hot-Spot-Temperatur, bei der ein Übergang vom spröden elastischen Mikrobrechen zum duktilen plastischen Verschleiß /6/ zu erwarten ist. Für die Si_3N_4 -Werkstoffe liegt diese Temperatur zwischen 1400 und 1600°C. So hohe Temperaturen ergeben sich nach den Modellen von Archard bzw. Kuhlmann-Wilsdorf (Kap. 8.2.1) in der Mikrokontaktfläche bei einer Umgebungstemperatur von 400°C oberhalb von etwa 1 m/s und bei 1000°C bereits bei 0.3 m/s. Neben einer Reaktionsschichtbildung kann demnach die für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen bei Umgebungstemperaturen zwischen 400°C und 1000°C und Gleitgeschwindigkeiten über 0.3 m/s (Kap. 6.1) gemessene Abnahme der Verschleißrate durch die Erweichung der Glasphase sowie den Übergang zu plastischem Fließen bzw. zu "plastischem" Verschleiß bedingt sein /200/.

Das für die Composites mit Si_3N_4 -Matrix beobachtete Einlaufverhalten und die Bildung von Reaktionsschichten (Kap. 6 und 7) spricht für tribochemisch bestimmten Verschleiß, so daß die oben diskutierten Abschätzungen des Verschleißvolumens für Mikrobrechen bzw. Mikrospanen sowie die Vorstellungen zur Oberflächenzerrüttung nicht gelten. Unterhalb kritischer Flächenpressungen erfolgte der Anstieg des Verschleißvolumens in etwa linear mit dem Gleitweg.

Nach den Modellvorstellungen von Hong, Hochman und Quinn /240/, die von einem linearen Wachstum der Reaktionsschicht und einer mit wachsender Reaktionsschichtdicke zunehmenden Sprödigkeit ausgehen, setzt Verschleiß bei Erreichen einer kritischen Schichtdicke ein.

Dabei gilt für das Verschleißvolumen:

$$W_V = C \cdot \frac{F_N}{H} \cdot \frac{s}{v} \quad (8.3-8)$$

Der Faktor C beinhaltet die auf die tribochemische Reaktionsschicht bezogenen Kenngrößen, die teilweise von den Beanspruchungsbedingungen und der Umgebungstemperatur abhängen /10/.

Die Wirkungsbereiche verschiedener Verschleißmechanismen sowie der Einfluß von Reaktionsschichten und Verschleißpartikeln werden in Kapitel 9 diskutiert und Verschleißmodelle angegeben. Zusätzlich wird versucht, Korrelationen zwischen den Werkstoffeigenschaften und dem tribologischen Verhalten aufzuzeigen.

9 DISKUSSION

Die integralen Verschleißkoeffizienten der kommerziellen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe waren zwischen 0 und 1000 m im untersuchten Beanspruchungsbereich größer als $1 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Diese hohen Werte stimmen mit Literaturangaben für hohe tribologische Beanspruchungen überein (Kap. 3). Niedrige integrale Verschleißkoeffizienten um $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ wurden unabhängig von der Gleitgeschwindigkeit mit den neuen Composites Si_3N_4 -TiN bei 22°C und 800°C sowie mit Si_3N_4 -BN bei 22°C erreicht. Der differentielle Verschleißkoeffizient der Composites nach dem Einlauf war mit Werten bis $1 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ noch eine Größenordnung niedriger.

Die Reibungszahlen von kommerziellen $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen lagen bei den gewählten Beanspruchungsbedingungen mit Werten zwischen 0.4 und 1 relativ hoch. Nur die von Si_3N_4 -TiN und GPS- Si_3N_4 (SN73) sanken bei 22°C mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von über 0.5 auf 0.38 bzw. 0.2. Die Reibungszahlen von Si_3N_4 wurden bei Raumtemperatur in Umgebungsatmosphäre durch die Zugabe von 5, 10 oder 20 Gew.-% BN deutlich gesenkt und nahmen auf niedrigem Niveau mit steigender Gleitgeschwindigkeit von 0.1 auf 0.3 zu. Bei Temperaturen über 200°C wurden für die untersuchten Si_3N_4 -Werkstoffe ausschließlich Reibungszahlen über 0.5 gemessen (Kap. 6). So hohe Werte werden auch in der Literatur für höhere tribologische Beanspruchungen angegeben (Kap. 3). Vor allem Verschleißpartikel, die in der Kontaktfläche verbleiben, die plastische Verformung der Oberflächen bzw. -schichten (Kap. 7.1) sowie die Verhakung der sich berührenden rauhen Oberflächenbereiche führten zu den hohen Reibungszahlen (Kap. 5.4 und 6). Durch die Entfernung von Verschleißpartikeln oder durch die Bildung leicht scherbarer, dünner Oberflächenfilme sanken die Reibungszahlen.

Basierend auf den vorangegangenen Untersuchungsergebnissen und theoretischen Überlegungen wird zusammenfassend vorgestellt, in welcher Weise mechanisch, thermisch und tribochemisch bedingte Verschleißmechanismen sowie Verschleißpartikel das Festkörperreibung- und -verschleißverhalten von $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Gleitpaarungen bestimmen.

9.1 VERSCHLEISSMECHANISMEN UND MODELLVORSTELLUNGEN

Insgesamt wurden die folgenden Verschleißmechanismen nachgewiesen und analytisch belegt:

I OBERFLÄCHENZERRÜTTUNG

- Mikrobrechen
- Delamination

II TRIBOOXIDATION

Die primär wirkenden Verschleißmechanismen waren die Oberflächenzerrüttung und die Tribooxidation. Mikrobrechen und Delamination waren bei wiederholter tribologischer Beanspruchung eine Folge der Oberflächenzerrüttung. Sekundär wurde das tribologische Verhalten durch die entstehenden Verschleißpartikel beeinflusst. Durch Adhäsion und plastische Verformung der Verschleißpartikel bildeten sich Verschleißpartikelagglomerate und -schutzschichten.

Der Verschleiß von Si_3N_4 wird nach Literaturangaben (Kap. 3) vielfach durch mechanische und tribochemische Ursachen bestimmt. Unter "mechanischem Verschleiß" ist ein vorwiegend durch Risse und Mikrobrüche infolge mechanischer und thermomechanischer Spannungen im Tribokontakt verursachter Materialabtrag zu verstehen. "Tribochemischer Verschleiß" wird durch die Bildung und das tribologische Verhalten von Reaktionsschichten bzw. Oberflächenfilmen bestimmt.

Welche Verschleißerscheinungsformen bzw. -mechanismen das tribologische Verhalten der verschiedenen Si_3N_4 -Materialien bestimmten, hing stark von den Beanspruchungsparametern Gleitgeschwindigkeit und Temperatur ab (Bilder 9-1 bis 9-3).

In Bild 9-1 sind die vorherrschenden Verschleißmechanismen für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen bei Festkörperreibung und 10 N Last in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit für Raumtemperatur sowie, exemplarisch für höhere Temperaturen zwischen 400°C und 1000°C, bei 800°C dargestellt. Allgemein bestimmten mechanisch bedingte Verschleißmechanismen das tribologische Verhalten der polykristallinen, glasphasenhaltigen Si_3N_4 -Werkstoffe. Bei Raumtemperatur wirkte Tribooxidation bzw. die Bildung von Reaktionsschichten nur für die Si_3N_4 -Materialien stärker verschleißmindernd, die Y_2O_3 als

Sinterhilfsmittel enthielten. Dabei wurden bei Gleitgeschwindigkeiten um 0.3 m/s Verschleißkoeffizienten in der Größenordnung von $5 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ gemessen. Bei 400°C, 800°C und 1000°C war zwar auch die Tribooxidation ein wirkender Mechanismus, die Verschleißerscheinungsformen und die analytischen Untersuchungen sprechen jedoch für vorwiegend mechanisch bedingten Verschleiß. Die Verschleißkoeffizienten lagen dann über $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$.

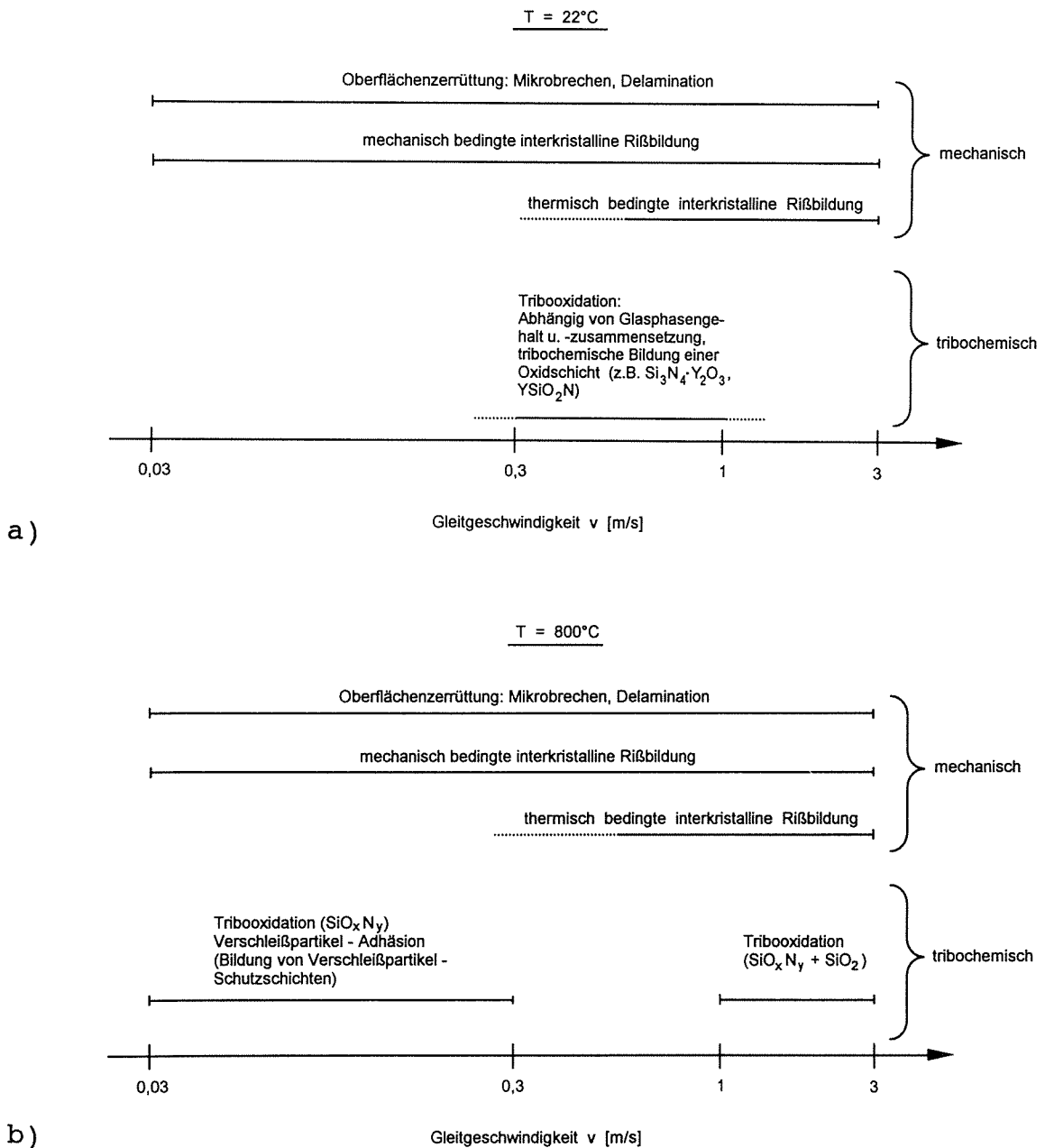


Bild 9-1: Wirkungsbereiche der vorherrschenden Verschleißmechanismen und deren Ursachen für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen bei Festkörperreibung als Funktion der Gleitgeschwindigkeit: a) $T_U = 22^\circ\text{C}$ bzw. b) $T_U = 800^\circ\text{C}$

In den Bildern 9-2 und 9-3 sind die vorherrschenden Verschleißmechanismen für Paarungen mit Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN bei Festkörperreibung, 22°C bzw. 800°C und 10 N Last in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit dargestellt, wobei vor allem Tribooxidation und/oder Filmbildung auftraten. Bei Temperaturen oberhalb etwa 200°C wurde für die Si_3N_4 -BN-Werkstoffe keine tribologisch günstige Filmbildung beobachtet, so daß dann, wie für Si_3N_4 , mechanische Ursachen zu den hohen Verschleißbeträgen führen.

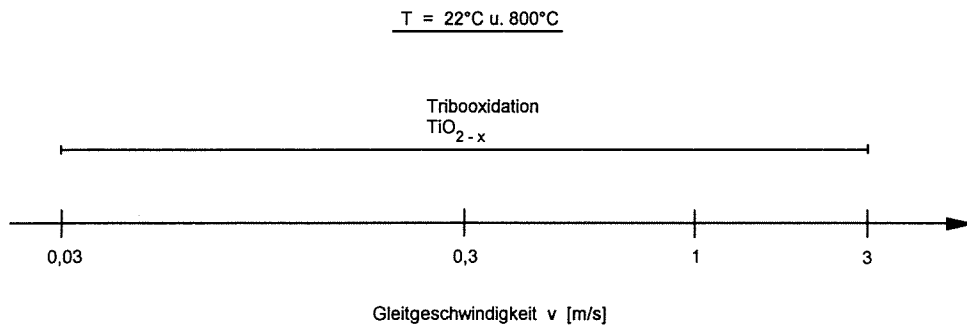


Bild 9-2: Wirkungsbereiche der vorherrschenden Verschleißmechanismen und deren Ursachen für Si_3N_4 -TiN/ Si_3N_4 -TiN-Paarungen bei Festkörperreibung als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 22°C und 800°C

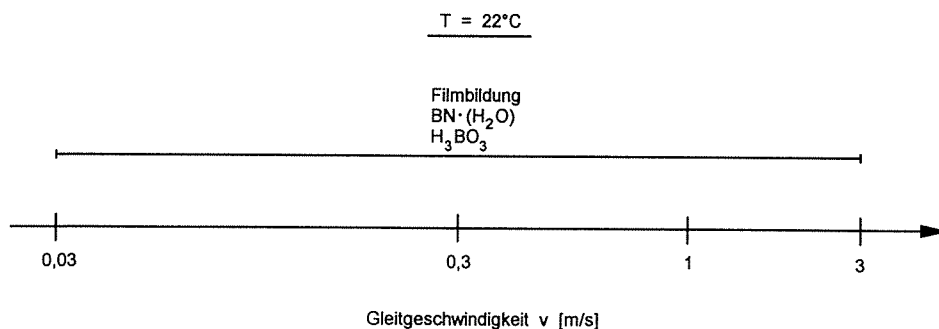


Bild 9-3: Wirkungsbereiche der vorherrschenden Verschleißmechanismen und deren Ursachen für Si_3N_4 -BN/ Si_3N_4 -BN-Paarungen bei Festkörperreibung als Funktion der Gleitgeschwindigkeit bei 22°C

Die Wirkungsbereiche der vorherrschenden Verschleißmechanismen sowie die zugehörigen Reibungszahlen und Verschleißkoeffizienten sind in Bild 9-4 für Si_3N_4 , Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN als Funktion der Gleitgeschwindigkeit und der Temperatur eingetragen. Die Wirkungsweise und die modellhafte Beschreibung dieser Mechanismen wird anschließend für die unterschiedlichen Si_3N_4 -Werkstoffe dargestellt bzw. diskutiert.

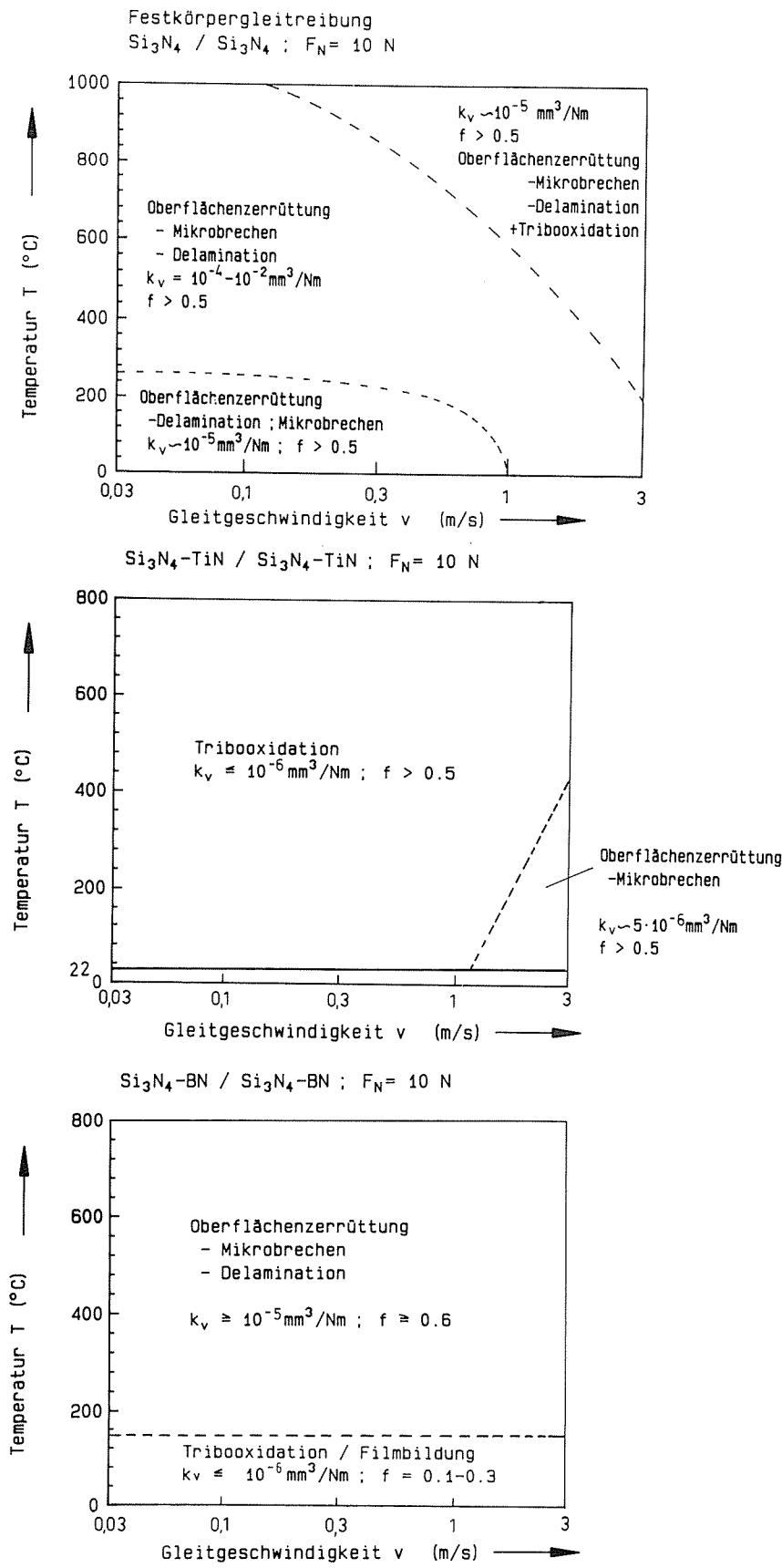


Bild 9-4: Vorherrschende Verschleißmechanismen sowie differentielle Verschleißkoeffizienten und Reibungszahlen für Si_3N_4 , $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ und $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit und der Umgebungstemperatur bei artgleicher Paarung

9.1.1 Zerrüttung der Si₃N₄-Werkstoffe unterhalb der Oberfläche

Das Verschleißverhalten von kommerziellen, polykristallinen Si₃N₄-Werkstoffen wurde durch Oberflächenzerrüttung mit Mikrobrechen und Delamination bestimmt. Der verschleißbestimmende Prozeß war die Rißbildung und -ausbreitung entlang der Grenzfläche β -Si₃N₄-Korn/Glasphase (Kap. 7.1, 7.8, 8.1 und 8.2). An Verschleißprodukten und vereinzelt innerhalb der Verschleißflächen der zyklisch beanspruchten Probekörper wurden Verschleißerscheinungsformen beobachtet (Bild 7.1-18c), wie sie von volumenbezogenen Ermüdungsschäden bei Dauerwechselbeanspruchung in Form von "Rastlinien" bekannt sind und abschnittsweise vordringende Rißfronten kennzeichnen. Ursache sind ständig wechselnde mehrachsige Zug- und Druckspannungen in den sich berührenden Oberflächenrandzonen und darunter.

Nach den Ergebnissen der Untersuchungen mittels TEM (Kap. 7.8), den theoretischen Betrachtungen in Kap. 8 sowie Beobachtungen und Modellvorstellungen zur Rißentstehung und -ausbreitung aus der Literatur (Kap. 3 und 8.3) ist der Verschleiß von polykristallinem Si₃N₄ bzw. die Bildung von Verschleißpartikeln bei den tribologischen Untersuchungen dieser Arbeit primär auf die Ausbreitung lateraler Risse unterhalb der Oberfläche zurückzuführen.

Untersuchungen von Weddigen und Grathwohl /219/ zur zyklischen Ermüdung von Si₃N₄-Werkstoffen ergaben, daß zyklische Ermüdungsrisse fast ausschließlich durch mechanische Zerrüttung initiiert werden und interkristallin verlaufen. Nach Kato /12/ führen bei tribologischer Beanspruchung mechanische Ursachen zur Rißbildung und zur Delamination von Oberflächenbereichen.

Modelle zur Abschätzung der Verschleißvolumen durch unterschiedliche Verschleißmechanismen wurden in Kap. 8.3 diskutiert. Da nach diesen Modellen sowie unter Berücksichtigung der oberflächenanalytischen Untersuchungen Oberflächenzerrüttung zu erwarten ist, sollte die Rißausbreitungsgeschwindigkeit ein wichtiger Parameter für die Verschleißrate bzw. den zu erwartenden Verschleißbetrag sein.

Nach Literaturangaben /6,10,154/ (Kap. 8.3) nimmt das Verschleißvolumen nach einer Inkubationsphase linear mit dem Gleitweg zu,

wenn mechanisch bedingte Oberflächenzerrüttung dominierend ist. Bearbeitungsbedingte Vorschädigungen könnten dazu führen, daß diese Inkubationsphase wenig ausgeprägt ist. Während für die polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe bei eigenen Untersuchungen (Kap. 6.1) das Verschleißvolumen linear mit dem Gleitweg zunahm, wurde für die Si_3N_4 -Composites ein degressiver Verlauf beobachtet (Kap. 6.3 und 6.4), der auf tribochemische Verschleißursachen und die Bildung beständiger, verschleißmindernder Reaktionsschichten unterhalb einer kritischen Beanspruchung hinweist.

Bei Punktbelastung und Relativbewegung bildeten sich oberhalb kritischer Flächenpressungen im polykristallinen Si_3N_4 radiale und laterale Risse (Kap. 3 und 4.4). Die Ursache für Rißbildung und -ausbreitung bei tribologischer Beanspruchung ist eine mechanische und thermomechanische Überbeanspruchung (Kap. 8.1 und 8.2). Mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit und Reibungszahl nehmen die Tangentialspannungen sowie durch gleichzeitig hohe Hot-Spot-Temperaturen auch die thermisch bedingten mechanischen Spannungen zu und überlagern sich der normalen statischen Spannung (Kap. 8). Hohe Spannungen treten bei Beanspruchung des polykristallinen Gefüges der kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe bevorzugt an der Grenzfläche β - Si_3N_4 -Korn/Glasphase auf. Sie sind durch unterschiedliche Elastizitätsmoduli, Wärmeleitfähigkeiten und Ausdehnungskoeffizienten der β - Si_3N_4 -Kristalle und der Glasphasen an den Korngrenzen bedingt (Kap. 4.2 und 8). Daher waren die Korngrenzenphasen die Schwachstellen im Si_3N_4 , denn die Festigkeit und Bruchzähigkeit der Glasphasen im Bereich der Korngrenzen sind kleiner als die der β - Si_3N_4 -Kristalle (Kap. 4). So wurden Risse, wie zu erwarten, vor allem in der Nähe der Grenzflächen innerhalb der Korngrenzenphase beobachtet (Kap. 7.8). Rißbildung und -verlängerung entlang den Korngrenzen wurden in polykristallinem Si_3N_4 auch bei statischen und dynamischen Ermüdungsversuchen nachgewiesen /243/.

Bei 10 N und 22°C sowie Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s, bei denen vorwiegend mechanische Spannungen durch die Zerrüttung der Grenzfläche β - Si_3N_4 -Korn/Glasphase zu Verschleiß führen (Kap. 7.1, 7.8 und 8.1) /7,33/, wurde die Verschleißrate des rotierenden Probekörpers mit einem Eingriffsverhältnis von unter 0.02 durch das Aufbringen einer korngrenzenphasenfreien, 5 μm dicken CVD- Si_3N_4 -Schicht gesenkt (Kap. 6.2.2). Neue Untersuchungen von Childs /249/

zeigen, daß bei Verwendung eines sehr glasphasenarmen Siliziumnitrids (Typ: NBD100) die Verschleißrate am rotierenden Gegenkörper im Vergleich zu Si_3N_4 -Materialien mit höheren Si_3N_4 -Gehalten sinkt und der Einfluß des Eingriffsverhältnisses abnimmt.

Den durch die Belastung bereits vorhandenen mechanischen Spannungen überlagert sich mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit infolge der Reibleistung bzw. der auftretenden hohen Hot-Spot-Temperaturen (Kap. 8.2.1 und 8.2.2) eine thermisch bedingte Spannung (Kap. 8.2.3). Diese kann, abhängig von den Eigenschaften des verwendeten Si_3N_4 -Werkstoffs, oberhalb von 0.3 bis 1 m/s zu Rißbildung führen. Der Vergleich der "kritischen Reibleistungsdichte" mit der "kritischen Leistungsdichte", bei der die Si_3N_4 -Oberfläche durch Laserpulse thermisch geschädigt wurde (Kap. 8.2.4), ergab, daß bei 10 N und Gleitgeschwindigkeiten über 0.3 m/s schon allein die tribologisch bedingte thermische Beanspruchung der Mikrokontakte zu einer Oberflächenschädigung mit Rißbildung und Abplatzungen führen kann. Bei den tribologischen Untersuchungen stieg der Verschleißkoeffizient von Si_3N_4 bei 22°C oberhalb eines Bereiches von 0.3 bis 0.5 m/s deutlich an (Kap. 6.1). Dieser Anstieg ist demnach auf reibbedingte Temperaturerhöhungen und thermische Spannungen mit Rißbildungen zurückzuführen. Nur GPS- Si_3N_4 (SN73) mit einer Festigkeit von 1050 MPa hielt diese hohe Beanspruchung aus, wobei der Verschleißkoeffizient oberhalb von 1 m/s sogar abnahm.

Bei ungeschmierter Wälzreibung und höheren Relativgeschwindigkeiten wurden Rißbildungen ebenfalls auf thermische Spannungen zurückgeführt /160,206/.

Modell:

Die Morphologie der Verschleißflächen der kommerziellen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe war durch Mikrobrüche und die Delamination von plättchenförmigen Oberflächenbereichen gekennzeichnet (Kap. 7.1). Ermüdungsbruchflächen mit "Rastlinien" (Bild 7.1-18d) und unterhalb der beanspruchten Oberfläche nachgewiesene, interkristallin verlaufende Risse (Kap. 7.1 und 7.8) deuten darauf hin, daß bevorzugt die Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Korn und Glasphase zerrüttet wird (Kap. 3 und 7.8). Diese Zerrüttung der Grenzfläche und die Rißausbreitung entlang der Korngrenzen führt zu einem ver-

formungsarmen Ausbrechen von β - Si_3N_4 -Körnern. Der zugrundeliegende Mechanismus ist in Bild 9.1.1-1 schematisch dargestellt.

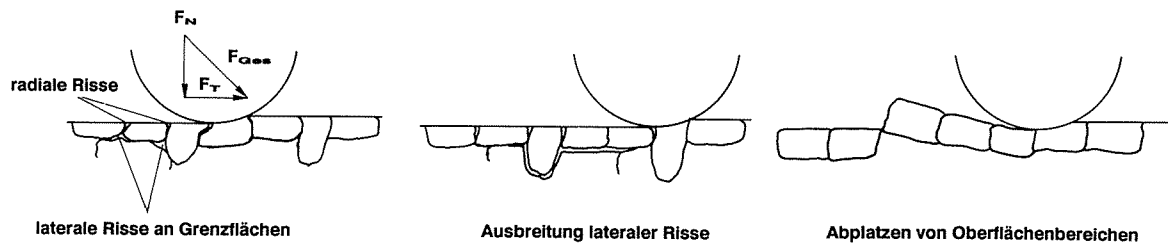


Bild 9.1.1-1: Zerrüttung von Si_3N_4 -Werkstoffen unterhalb der Oberfläche bei tribologischer Beanspruchung:
 Rißbildung, Rißausbreitung mit Mikrobrechen an der Grenzfläche β - Si_3N_4 -Korn/Glasphase und Delamination/Abplatzen von Oberflächenbereichen

Die bei höheren Temperaturen an der Oberfläche der kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe nachgewiesenen SiO_2 - und SiO_xN_y -Schichten bewirkten bei höheren Gleitgeschwindigkeiten eine Senkung der Verschleißrate. Neben der Bildung dieser bei höheren Temperaturen weichen Schichten, könnte zusätzlich die Abnahme der Verschleißrate auch durch die Erweichung der Glasphase sowie den Übergang zu plastischem Fließen mit duktilem plastischem Verschleiß bedingt sein. Der differentielle Verschleißkoeffizient bleibt jedoch trotz der Bildung dieser Schichten auch bei Temperaturen über 400°C und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s mit Werten um $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ hoch, wobei das weiterhin hohe Verschleißniveau durch eine thermomechanisch verursachte Zerrüttung unterhalb der Oberfläche der Si_3N_4 -Werkstoffe mit Rißbildung entlang der Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Korn und Glasphase verursacht wird (Kap. 7.1). Die niedrigen Verschleißkoeffizienten der Si_3N_4 -Composites sind auf einen anderen, nachfolgend phänomenologisch und modellhaft beschriebenen Verschleißmechanismus zurückzuführen.

9.1.2 Tribochemische Reaktionsschichten und Oberflächenfilme

Tribooxidationsschichten bzw. Oberflächenfilme entstehen durch

- a) tribologisch beschleunigte Oxidation bzw. Reaktionsschichtbildung oder
- b) Einlagerung von Festschmierstoffen in die Werkstoffmatrix, die bei tribologischer Beanspruchung auf der Oberfläche verteilt werden.

Durch die tribochemische Bildung weicher Reaktionsschichten auf harten Substraten verlagert sich die tribologische Scherbeanspruchung vom Grundwerkstoff verstärkt in die oberflächennahen Bereiche. Dadurch nimmt die Beanspruchung z. B. der polykristallinen Si_3N_4 -Matrix ab, so daß der Verschleiß sinken kann. Bilden sich leicht scherbare Schichten, nimmt auch die Reibung ab.

Die Zusammensetzung der Verschleißpartikel und von Si_3N_4 , Si_3N_4 -BN und Si_3N_4 -TiN in und neben der Verschleißfläche, die Reaktionsschichtdicke sowie die Verteilung der Reaktionsschichten an der Oberfläche wurden durch Anwendung verschiedener oberflächenanalytischer Verfahren untersucht (Kap. 7). Zur Absicherung der Ergebnisse wurden teilweise mehrere Verfahren parallel eingesetzt. Die Untersuchungsziele und die mit unterschiedlichen oberflächenanalytischen Verfahren nachgewiesenen Phasen sind in Tabelle 9.1.2-1 zusammengestellt. Neben den für die Ausgangsmaterialien vorherrschenden Phasen β - Si_3N_4 für polykristallines Si_3N_4 , β - Si_3N_4 und TiN für Si_3N_4 -TiN sowie β - Si_3N_4 und BN für Si_3N_4 -BN wurden an der tribologisch beanspruchten Oberfläche und für Verschleißpartikel erhöhte Sauerstoffgehalte sowie verschiedene Reaktionsschichten nachgewiesen. Durch Untersuchungen mittels TEM (Kap. 7.8) wurden Verschleißpartikel und -schichten, die teils nanokristallin und teils amorph waren, sowie dünne, durch die tribologische Beanspruchung stark geschädigte "amorphisierte" Oberflächenbereiche und darunter interkristallin verlaufende Risse gefunden. Die durch die Kombination verschiedener oberflächenanalytischer Verfahren gewonnenen Ergebnisse ergänzen sich und fügen sich zu einem schlüssigen Bild zusammen. Sie zeigen die große Vielfalt und Bedeutung der Oberflächenanalytik bei der Klärung tribologischer Phänomene.

Verfahren	Untersuchungsziele	Werkstoff		
		Si ₃ N ₄	Si ₃ N ₄ -TiN	Si ₃ N ₄ -BN
REM (+EDX)	Oberflächenmorphologie/Verschleißerscheinungsformen Morphologie der Verschleißpartikel; Bestimmung der Elementzusammensetzung (OZ > 5)	Oberfläche; Elemente: Si, O, N	Oberfläche; Elemente: Si, Ti, O, N	Oberfläche; Elemente: Si, O, N
XRD	Phasenzusammensetzung kristalliner Bereiche des Ausgangsmaterials, dicker Oberflächenschichten und der Verschleißpartikel; Eigenspannungen	β-Si ₃ N ₄ Si ₃ N ₄ ·Y ₂ O ₃ Si ₂ N ₂ O	β-Si ₃ N ₄ TiN TiO ₂	β-Si ₃ N ₄ BN (hex.)
Small Spot XRD	Phasenzusammensetzung dünner kristalliner Oberflächen- bzw. Triboreaktionsschichten in der Verschleißfläche	n. u.	β-Si ₃ N ₄ TiO ₂ Ti ₃ O ₅ SiO ₂ TiN/Ti ₂ N	n. u.
IR	Phasenzusammensetzung des Ausgangsmaterials und der Verschleißpartikel; Nachweis von kristallinen und amorphen Verbindungen (z.B. O-H; H-O-H; Si-O-H; NH ₂) anhand von Schwingungsbanden	β-Si ₃ N ₄ SiO ₂ SiO _x N _y SiNH ₂ /Si ₂ NH(NH ₂)	β-Si ₃ N ₄ TiO ₂ /Ti ₂ O ₃ SiNH ₂ /Si ₂ NH(NH ₂)	n. b.
AES	Elementverteilung an der Oberfläche mit hoher örtlicher Auflösung; Elementzusammensetzung auch in sehr dünnen Reaktionsschichten; Phasenanalyse; Schichtdickenbestimmung/Konzentrationstiefenprofile	Si, O, N	Si, Ti, O, N (TiO ₂ , SiO ₂ , Si ₃ N ₄ , TiN)	n. b.
Small Spot ESCA (XPS)	Analyse der Phasenzusammensetzung an der unbeanspruchten und der tribologisch beanspruchten Oberfläche sowie von sehr dünnen Reaktionsschichten; Schichtdickenbestimmung/Konzentrationstiefenprofile	Si ₃ N ₄ SiO ₂ SiO _x N _y SiNH ₂ /(NH ₂)	Si ₃ N ₄ TiO ₂ -x SiO _x N _y SiO ₂ SiNH ₂ /(NH ₂)	Si ₃ N ₄ SiO ₂ BN(hex) H ₃ BO ₃ SiNH ₂ /(NH ₂)
GDOS (Leco-Tester)	Quantitative chemische Elementanalyse des Ausgangsmaterials und der Verschleißpartikel	O, N	n. u.	n. u.
ESMA, EPMA	Elementanalysen und -verteilungen in tribologisch beanspruchten und unbeanspruchten Bereichen sowie halbquantitative Zusammensetzung mit Phasenzuordnung	Si, O, N (Si ₃ N ₄ , SiO ₂ , SiN ₂ O ₂ , Si ₂ N ₂ O)	Si, O, N, Ti (Si ₃ N ₄ , SiO ₂ , SiO _x N _y , TiN/Ti ₂ N, TiO _x)	Si, O, B, N
TEM (+EDX, Elektronenbeugung)	Strukturuntersuchungen am Gefüge, an Oberflächenrandzonen in und neben der Verschleißspur und an Verschleißpartikeln; Gitterabstände (Hochauflösung) Untersuchung der Schädigung der Oberflächenbereiche nach Bearbeitung und nach tribologischer Beanspruchung: Versetzungsstrukturen/Mikrorisse/Korngröße/Schädigungstiefe/Schichthaftung Elementbestimmung mit EDX-Zusatz; Elektronenbeugung im Bereich von Gefügebestandteilen, Grenzflächen und Verschleißpartikeln sowie Phasenanalyse, wenn diese kristallin sind	β-Si ₃ N ₄ SiO ₂ SiO _x N _y Y ₂ O ₃	β-Si ₃ N ₄ TiN/Ti ₂ N TiO ₂ -x	n. u.
NMR	Phasenanalyse amorpher und kristalliner Pulver; Strukturaufklärung	β-Si ₃ N ₄ SiO ₂	n. u.	n. u.

n. u.: Nicht untersucht; n. b.: Nicht bestimmbar; *: /156/

Tabelle 9.1.2-1: Oberflächenanalytische Verfahren, Untersuchungsziele und nachgewiesene Phasen im Bereich der Verschleißflächen und/oder für Verschleißpartikel von Si₃N₄/Si₃N₄, von Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN und von Si₃N₄-BN/Si₃N₄-BN

Si₃N₄:

Die oberflächenanalytisch innerhalb der Si₃N₄-Verschleißflächen bei 22°C z. T. nachgewiesene Bildung von SiO₂- und SiO_xN_y-Schichten (Kap. 7 und Tabelle 9.1.2-1) führte zu keiner technisch bedeutsamen Senkung der Reibungszahlen und Verschleißkoeffizienten (Kap. 6.1). Dabei wurden in und unterhalb dieser Schichten Risse

sowie das Abplatzen bzw. die Delamination von plastisch stark verformten Oberflächenbereichen beobachtet (Kap. 7.1, 7.7 und 7.8).

Amorphe SiO_x - und SiO_xN_y -Schichten waren bei Temperaturen $\geq 400^\circ\text{C}$ und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s zwar verschleißmindernd, das dennoch hohe Verschleißniveau wurde jedoch überwiegend durch thermomechanische Verschleißursachen bestimmt. Die oberflächenanalytisch im Reibpulver nachgewiesenen hohen Sauerstoffgehalte sowie SiO_2 und SiO_xN_y -Phasen sprechen für ein Abplatzen dieser Schichten. TEM-Aufnahmen zeigten Risse im Werkstoffvolumen darunter.

Dies stimmt auch mit Literaturangaben überein (Kap. 3), nach denen für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ nur bei niedrigeren Pressungen und Gleitgeschwindigkeiten, als sie bei den experimentellen Untersuchungen dieser Arbeit auftraten, ein günstiges tribologisches Verhalten durch Reaktionsschichten, sonst aber Mikrobrechen zu erwarten ist. Dabei wurden in der Literatur z. T. niedrige Festkörperreibungszahlen zwischen 0.1 und 0.3 sowie Verschleißkoeffizienten unter $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ angegeben (Kap. 3), die oft zu der falschen Schlussfolgerung führten, diese Gleitpaarungen wären grundsätzlich reibungsarm und verschleißbeständig. Solche günstigen tribologischen Eigenschaften werden jedoch für Si_3N_4 unter Festkörpergleitreibung nur in wasserdampfhaltiger Atmosphäre oder nach einer Voroxidation bei kleinen Normalkräften, kleinen Flächenpressungen, niedrigen Temperaturen, kurzen Gleitwegen sowie kleinen Gleitgeschwindigkeiten nachgewiesen, da die adhäsiven oder die tribochemisch gebildeten Oberflächenschichten bei stärkerer Beanspruchung - bei hoher Reibleistungsdichte und hoher Temperatur - zerstört und Mikrobrechen oder Oberflächenzerrüttung verschleißbestimmend werden.

Bei höherer tribologischer Beanspruchung, wie sie in den meisten Anwendungsfällen gegeben ist, sowie in trockener Umgebung werden für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen, wie in dieser Arbeit, ausschließlich Reibungszahlen über 0.4 und volumetrische Verschleißkoeffizienten über $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ bestimmt (Kap. 3).

Da die kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe bei den gewählten Beanspruchungsbedingungen keine Oberflächenschichten mit einem für praktische Anwendungen ausreichend günstigen tribologischen Verhalten bildeten bzw. grundsätzlich Zerrüttung unterhalb der Verschleiß-

fläche an der Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Korn und Glasphase vorherrschend war, wurden zum Vergleich Composites mit Si_3N_4 -Matrix untersucht, die durch ihre Zusätze die Bildung tribologisch günstig wirkender Oberflächenschichten erwarten lassen (Kap. 3). Da diese Composites keinen oder nur einen geringen Glasphasengehalt aufwiesen, wird die beim polykristallinen Si_3N_4 durch die Zerrüttung der Grenzfläche zwischen den β - Si_3N_4 -Kristallen und den Glasphasen verursachte hohe Verschleißrate grundsätzlich gesenkt.

Si_3N_4 -Composites:

Anders als an der Oberfläche der kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe wurden an der Oberfläche der neuartigen Composites Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN während der tribologischen Beanspruchung in Luft stabile, tribologisch günstige Oberflächenschichten bzw. -filme gebildet, wobei Reibungszahlen unter 0.3 und differentielle Verschleißkoeffizienten um 10^{-7} mm^3/Nm gemessen wurden. So niedrige Verschleißkoeffizienten wie z. B. für Si_3N_4 -TiN bei 800°C wurden sonst nur für feststoffgeschmierte Gleitpaarungen gefunden /186/.

Vermutlich führen eine bessere Haftung, günstige Eigenschaften und/oder eine niedrigere zur Scherung notwendige Kraft der tribologisch auf den Composites gebildeten Reaktionsschichten aus TiO_2 - x /50/ bzw. $\text{BN}\cdot(\text{H}_2\text{O})$ oder H_3BO_3 im Vergleich zu den auf Si_3N_4 gebildeten SiO_2 - und SiO_xN_y -Schichten zu einem verbesserten tribologischen Verhalten auch bei höheren Flächenpressungen bzw. "Reibleistungsdichten". Die gute Haftung bzw. Adhäsion von TiO_2 auf TiN ist dabei vermutlich auf einen ähnlichen Bindungstyp sowie ähnliche Gitterparameter und Ausdehnungskoeffizienten zurückzuführen (Tabelle A4.2-1).

Durch Tribooxidation bildete sich an der Oberfläche der Si_3N_4 -Composites eine Oberflächenschicht, die wie ein Festschmierstoff wirkt. Ein Festschmierstoff kann leicht zwischen zwei Gleitpartnern abgeschert werden. Wenn sich eine dünne Schicht niedriger Scherfestigkeit auf einem harten Substrat bildet, erfolgt die Scherbeanspruchung bevorzugt in dieser Schicht. Die Bildung einer verschleißbeständigen Oberflächenschicht, die eine gute Haftung zum Untergrundmaterial aufweist, kann die Verschleißrate senken.

Von Imada et al. /169/ wurden für $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN/Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ bei oszillierender Beanspruchung mit zunehmender Luftfeuchte abnehmende Verschleißkoeffizienten gemessen. Bei höherer Luftfeuchte bildeten sich in der Verschleißfläche beständige TiO_2 - und SiO_2 -Schichten sowie gleichzeitig (NH_2) , das durch Nessler's Reagenz nachgewiesen wurde und dessen Nls-Bindungsenergie bei 400.8 eV lag. In trockener Umgebungsluft wurden höhere Verschleißraten und im Abriebpulver ein höherer Anteil an SiO_2 bestimmt. Dies spricht für ein Versagen bzw. Abplatzen von tribochemisch gebildeten SiO_2 -Schichten. Durch eigene Untersuchungen mittels IR, Small Spot ESCA und ESMA wurden in der Verschleißfläche von $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ neben TiO_2 und SiO_2 auch Absorptionsbanden bzw. Bindungsenergien nachgewiesen, die ebenfalls auf die Bildung von (NH_2) - bzw. $(^+\text{NH}_3)$ -Gruppen sowie von SiNH_2 bzw. Si_2NH und damit auf eine durch die Anwesenheit von Wasserdampf aktivierte Oxidation hindeuten (Kap. 4.5).

Die Wärmeleitfähigkeiten von kristallinem SiO_2 und von TiO_2 liegen bei nur etwa $5 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, während für Si_3N_4 und TiN Werte über $20 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ gemessen wurden. Damit können trotz der im Vergleich zu Si_3N_4 und TiN niedrigeren Härte und dem kleineren Elastizitätsmodul sogar noch höhere Hot-Spot-Temperaturen im Bereich dieser Schichten auftreten, als für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen berechnet (Kap. 8.2.1). Der Ausdehnungskoeffizient von SiO_2 ist kleiner als der von Si_3N_4 . Dadurch können bei reibbedingter thermischer Beanspruchung in den SiO_2 -Schichten sowie, bei der Abkühlung von hohen Blitztemperaturen, zwischen $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Substrat und SiO_2 -Schicht Spannungen und Risse entstehen, so daß diese Schichten bei erneuter Beanspruchung leicht abplatzen. $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ -Schichten besitzen ähnliche Eigenschaften wie das Si_3N_4 -Substratmaterial und lassen eine höhere Beständigkeit erwarten. Tribochemisch aktiviert kann sich wiederum SiO_2 bilden, das bei hoher Beanspruchung abplatzt. Die thermischen Spannungen zwischen der TiO_2 -Schicht und dem TiN -Substrat sind dagegen durch ähnliche Ausdehnungskoeffizienten geringer, so daß deren im Vergleich zu SiO_2 höhere Verschleißbeständigkeit auch dadurch erklärbar wird.

Modell:

Das Verhältnis der molaren Volumen von TiO_x zu TiN beträgt 1.54 /217/. Außerdem oxidiert TiN bereits bei niedrigeren Umgebungs-

temperaturen als Si_3N_4 . An der Oberfläche von Si_3N_4 -TiN könnten sich daher bei der Oxidation vorstehende TiO_x -Inseln bilden. Oberflächenanalytische Untersuchungen zeigten auch (Kap. 7.1, 7.5 und 7.7), daß bei 800°C durch Oxidation der in Si_3N_4 eingelagerten TiN-Körner inselförmige TiO_{2-x} -Plateaus entstehen (Kap. 7.5), von denen die tribologische Beanspruchung getragen wird. Diese Inseln können plastisch verformt und auf der Oberfläche verteilt werden (Bilder 7.5-2 und 9.1.2-1). Obwohl die Oxidation von Si_3N_4 zu SiO_2 ebenfalls zu einer molaren Volumenexpansion von 75 % führt, wurden, wahrscheinlich bedingt durch eine im Vergleich zu TiN geringere Oxidationsrate, nur TiO_x -Plateaus auf Si_3N_4 -TiN beobachtet.

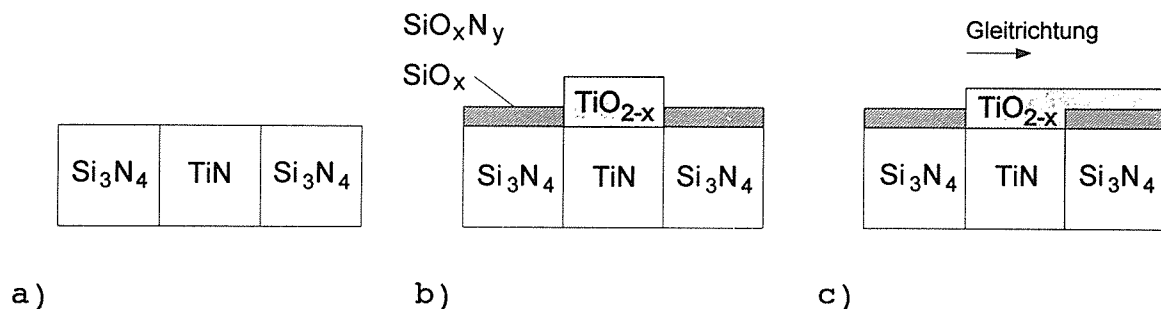


Bild 9.1.2-1: Modellvorstellung für die tribochemische Bildung von Reaktionsschichten:

- a) Si_3N_4 -TiN-Gefüge; b) Oxidation mit Bildung von TiO_{2-x} -Inseln; c) plastische Verformung der TiO_{2-x} -Inseln bei tribologisch bedingter Scherbeanspruchung und Bildung einer glatten, verschmierten TiO_{2-x} -Schicht auf Si_3N_4 -TiN

An der Oberfläche von Si_3N_4 -BN wurden reibungs- und verschleißmindernde H_3BO_3 - bzw. $\text{BN}\cdot(\text{H}_2\text{O})$ -Filme nachgewiesen. Die Phasenumwandlungen von Borsäure, insbesondere die Zersetzung von H_3BO_3 oberhalb von 169°C , sind nach Literaturangaben reversibel /156/. Bei Abkühlung von höheren Umgebungstemperaturen kann sich daher das auch nach der Beanspruchung bei 800°C nachgewiesene H_3BO_3 bilden (Kap. 7.6). Für B_2O_3 sind keine so niedrigen Reibungszahlen wie die in dieser Arbeit bestimmten bekannt (Kap. 3), während für H_3BO_3 sowie für BN bereits Reibungszahlen unter 0.2 gemessen wurden /55,156/.

Die tribologische Wirkung der BN-Zugabe zu Si_3N_4 ist vermutlich abhängig von der Umgebungsatmosphäre, wie dies Untersuchungen von Rowe /55/ an BN/BN zeigten. Dabei sanken die Reibungszahlen unter 0.2, wenn das Umgebungsgas größere Moleküle wie H_2O oder unterschiedlichste organische Verbindungen enthielt, während in N_2 - oder O_2 -Atmosphäre, in trockener Luft und im Vakuum grundsätzlich hohe Reibungszahlen gemessen wurden (Kap. 3). Möglicherweise erleichtern die H_2O -Moleküle das Abscheren der hexagonalen BN-Ebenen, wenn sie interkalar eingelagert werden und somit den Abstand der Gitterebenen vergrößern, so daß die Scherkraft sinkt.

Durch den Mechanismus der "in situ"-Bildung von Reaktionsschichten bzw. Oberflächenfilmen werden die bei Relativbewegung erzeugten thermischen und mechanischen Spannungen (Kap. 8.1 und 8.2), die im Bereich der Kontaktflächen unterhalb der Oberfläche von polykristallinem Si_3N_4 zur Reiß- und Verschleißpartikelbildung führen, in der Kontaktfläche der Composites Si_3N_4 -BN und Si_3N_4 -TiN gesenkt /18,36/. Da diese Composites zusätzlich nahezu glasphasenfrei sind, ist auch bei Versagen der Tribooxidationsschicht eine Abnahme der bei herkömmlichen polykristallinen, glasphasenhaltigen Si_3N_4 -Werkstoffen durch Grenzflächenzerrüttung bedingten hohen Verschleißraten zu rechnen. Dadurch wird Tribooxidation als Mechanismus dominanter.

Durch die höhere Beständigkeit der auf den Composites tribochemisch gebildeten Schichten wird der Anwendungsbereich im Vergleich zu den kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffen zu wesentlich höheren tribologischen Beanspruchungen erweitert. Zugleich besitzen diese Materialien als Strukturwerkstoffe im Vergleich zu dünnen Oberflächenschichten einen hohen Verschleißvorrat.

9.1.3 Verschleißpartikeladhäsion

Neben Tribooxidationsschichten bzw. Oberflächenfilmen beeinflussen Verschleißpartikel, die durch Oberflächenzerrüttung mit Mikrobrechen und Delamination entstehen, das tribologische Verhalten von Si_3N_4 / Si_3N_4 -Gleitpaarungen, da sie im Trockenlauf nicht durch flüssige Schmierstoffe aus der Kontaktfläche entfernt werden.

Verschleißpartikel bedeckten häufig die tribologisch beanspruchte Si_3N_4 -Oberfläche (Kap. 7.1). Diese Partikel wurden durch die hohen Flächenpressungen und die hohen Temperaturen in der Kontaktfläche (Kap. 8.1 und 8.2) plastisch verformt oder weiter zerkleinert und bildeten eine überwiegend röntgenamorphe Schicht mit nanokristallinen Einschlüssen bzw. größere Agglomerate, die wiederum plastisch verformt wurden und mit dem Si_3N_4 -Substrat verschweißten (Kap. 7.1 und 7.8).

Modell:

Bild 9.1.3-1 zeigt modellhaft Delamination und Übertrag, plastische Verformung sowie nachfolgende Delamination von großen, plastisch verformten Oberflächenbereichen durch Zerrüttung unterhalb der Oberfläche bzw. unterhalb der plastisch verformten Verschleißpartikelschichten. Am Rand und an der Unterseite der großen Kornfragmente waren Mikrobrüche, Risse und für Ermüdungsvorgänge charakteristische Rastlinien zu erkennen (Kap. 7.1).

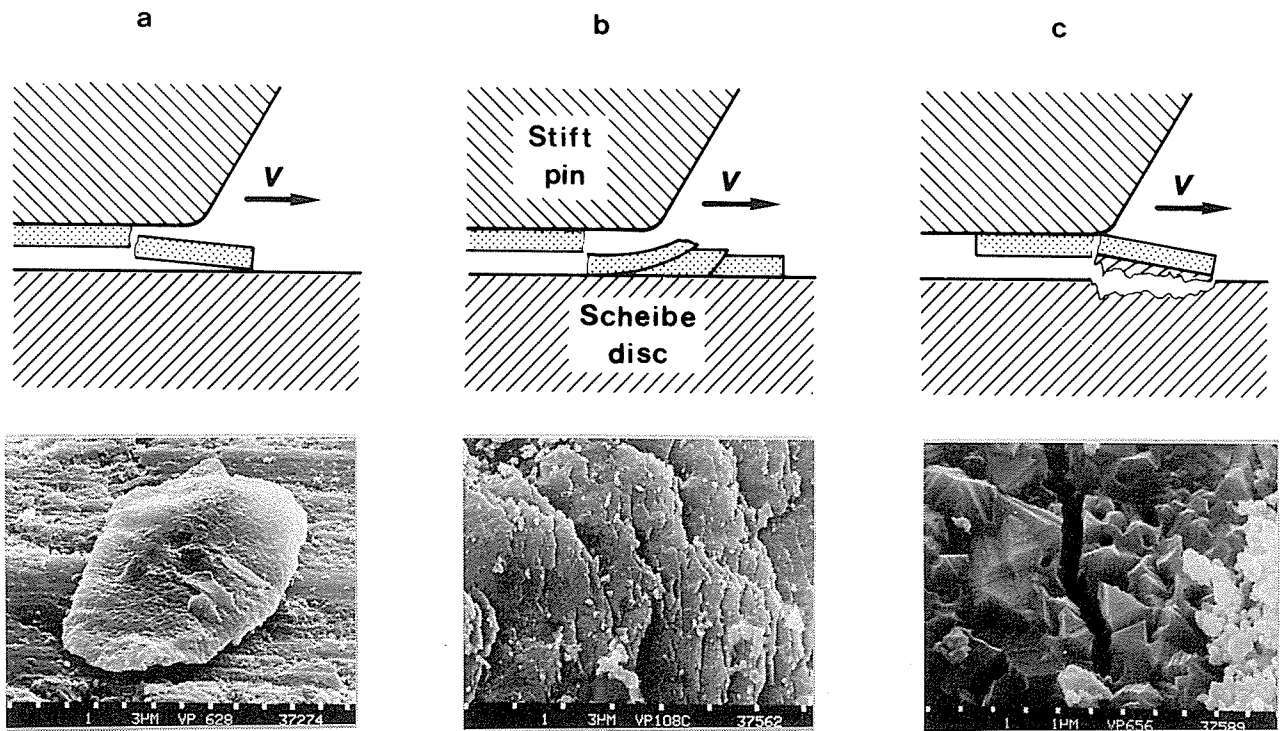


Bild 9.1.3-1: a) Abplatzen/Delamination von Oberflächenbereichen ($d = 10 - 15 \mu\text{m}$) und Überträge; b) plastische Verformung und weitere Überträge; c) Zerrüttung unterhalb der Oberfläche an der Grenzfläche $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Korn/Glasphase und Abplatzen großer Oberflächenbereiche ($d > 100 \mu\text{m}$)

Dicke, oft mehrlagige Verschleißpartikelschichten bzw. -agglomerate schützten vor allem den stationären Probekörper bei Temperaturen von 400°C bis 1000°C und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s gegen Verschleiß.

Die bei der tribologischen Beanspruchung von Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN entstehenden Verschleißpartikel aus TiO_2 bzw. BN und H_3BO_3 sind weicher sowie leichter scherbar als das Si_3N_4 -Substratmaterial, so daß diese das Verschleißverhalten auch bei Verbleiben in der Kontaktfläche günstig beeinflussen können, während dies für die kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe bei der Bildung von härteren SiO_2 -Partikeln nicht zu beobachten war.

Das tribologische Verhalten von Si_3N_4 und Composites mit Si_3N_4 -Matrix wird primär bestimmt durch

- I mikrostrukturelle Veränderungen und Rißbildung bzw. Rißwachstum, bedingt durch mechanische und thermomechanische Überbeanspruchung mit Zerrüttung unterhalb der Oberfläche sowie Mikrobrechen bzw. Delamination und/oder
- II tribochemische Reaktionsschichtbildung bzw. Filmbildung auf der Oberfläche.

Das tribologische Verhalten der polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe wurde zwischen 22°C und 1000°C durch Oberflächenzerrüttung mit Mikrobrechen und Delamination bestimmt (Mechanismus I), wobei die Verschleißbeträge hoch waren.

Für Si_3N_4 -TiN bei 22°C und 800°C sowie für Si_3N_4 -BN bei 22°C waren Tribooxidation und/oder Filmbildung, die zur Bildung von Reaktionsschichten bzw. Oberflächenfilmen mit niedrigen Verschleißraten führten, dominierend (Mechanismus II).

9.2 Werkstoffeinfluß

Um einen möglichen Werkstoffeinfluß nachzuweisen, wurden Si_3N_4 -Werkstoffe tribologisch charakterisiert, die sich außer im Herstellungsverfahren auch in der Art und Menge der Sinterhilfsmittel sowie im Gefüge unterschieden (Tabelle 4.1-1). Nachfolgend wird der Einfluß der Herstellungstechnologie, der mechanischen und physikalischen Werkstoffeigenschaften, des Gefüges und der Zusammensetzung auf das tribologische Verhalten der verschiedenen Si_3N_4 -Werkstoffe diskutiert.

- Herstellungstechnologie

Es wurden je ein gesintertes, gesintertes reaktionsgebundenes, heißgepreßtes bzw. heißisostatisch gepreßtes reaktionsgebundenes Si_3N_4 sowie je zwei gasdruckgesinterte bzw. heißisostatisch gepreßte Si_3N_4 -Werkstoffe untersucht. Die differentiellen Verschleißkoeffizienten der monolithischen Si_3N_4 -Werkstoffe lagen unabhängig vom Herstellungsprozeß über $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und sind im Vergleich zu den Werten von Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN in Tabelle 9.2-1 für unterschiedliche Beanspruchungsbedingungen angegeben.

Bei Raumtemperatur war der differentielle Verschleißkoeffizient des stationären Probekörpers für die polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe mit Ausnahme von GPS- Si_3N_4 (SN73), unabhängig vom Herstellungsprozeß und von den Sinteradditiven, bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s höher als bei niedrigeren Gleitgeschwindigkeiten. Die Verschleißrate des rotierenden Probekörpers nahm für die untersuchten einfachen Si_3N_4 -Werkstoffe unabhängig vom Herstellungsprozeß oberhalb von etwa 0.5 m/s zu (Kap. 6).

Das Verschleißverhalten der einfachen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe wurde bei Temperaturen zwischen 400°C und 1000°C und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s durch die Bildung dicker Verschleißpartikelschutzschichten auf dem stationären Probekörper bestimmt. Da auch bei den anderen untersuchten Beanspruchungsbedingungen Reaktionsschichten und adhäsiv aneinander haftende Verschleißpartikel nachgewiesen wurden (Kap. 7), sind Einflüsse durch den Werkstoff bzw. das Gefüge oder die Zusammensetzung sowie den Herstellungsprozeß nur schwer nachweisbar.

Werkstoff	$T_U = 22^\circ\text{C}$		$T_U = 800^\circ\text{C}$	
	$v \text{ [m/s]}$			
	0.03	3	0.03	3
	f $k_{v,diff} \text{ [mm}^3\text{/Nm]}$		f $k_{v,diff} \text{ [mm}^3\text{/Nm]}$	
SSi ₃ N ₄ (ND200)	0.70 7.2·10 ⁻⁶	0.68 3.1·10 ⁻⁵	0.62 *3.5·10 ⁻⁵	0.85 9.0·10 ⁻⁵
GPS-Si ₃ N ₄ (ESK)	0.52 1.2·10 ⁻⁵	0.59 8.2·10 ⁻⁵	0.79 *1.5·10 ⁻⁴	0.92 2.5·10 ⁻⁵
GPS-Si ₃ N ₄ (SN73)	0.53 5.0·10 ⁻⁶	0.20 4.7·10 ⁻⁶	- -	+0.80 +6.8·10 ⁻⁵
GPS-RBSi ₃ N ₄ (ESK)	0.56 1.4·10 ⁻⁵	0.63 2.1·10 ⁻⁵	0.62 *1.5·10 ⁻⁵	0.81 3.0·10 ⁻⁵
HP-Si ₃ N ₄ (ESK)	0.55 2.1·10 ⁻⁵	0.51 4.6·10 ⁻⁵	0.75 *1.0·10 ⁻⁴	0.94 2.0·10 ⁻⁵
HIP-Si ₃ N ₄ (FX-950)	0.65 1.7·10 ⁻⁵	0.74 3.8·10 ⁻⁵	- -	- -
HIP-Si ₃ N ₄ (ESK)	0.61 1.5·10 ⁻⁵	0.64 1.8·10 ⁻⁵	0.86 *7.0·10 ⁻⁴	0.78 5.5·10 ⁻⁵
HIP-RBSi ₃ N ₄ (411)	0.59 1.0·10 ⁻⁵	0.53 1.7·10 ⁻⁵	0.76 *9.4·10 ⁻⁶	0.91 4.0·10 ⁻⁵
CVD-Si ₃ N ₄ auf SSi ₃ N ₄ (ND200)	0.69 2.3·10 ⁻⁵	0.50 2.0·10 ⁻⁵	+0.70 +1.1·10 ⁻⁴	- -
Si ₃ N ₄ +32TiN (ESK)	0.83 5.5·10 ⁻⁷	0.53 1.1·10 ⁻⁶	0.72 1.5·10 ⁻⁶	0.59 3.5·10 ⁻⁷
Si ₃ N ₄ +5BN (HTM)	0.18 1.2·10 ⁻⁶	0.31 9.0·10 ⁻⁷	0.75 9.0·10 ⁻⁴	0.78 2.0·10 ⁻⁴
Si ₃ N ₄ +10BN (HTM)	0.15 2.2·10 ⁻⁶	0.28 1.8·10 ⁻⁶	0.72 1.5·10 ⁻³	0.75 4.1·10 ⁻⁴
Si ₃ N ₄ +20BN (HTM)	0.11 3.0·10 ⁻⁶	0.27 3.0·10 ⁻⁷	0.70 2.5·10 ⁻³	0.72 3.0·10 ⁻⁴

*: Verschleißpartikelschutzschichten/Aufträge

+: $T_U = 400^\circ\text{C}$

Tabelle 9.2-1: Vergleich der Festkörpergleitreibungszahlen f und der differentiellen Verschleißkoeffizienten $k_{v,diff}$ des stationären Probekörpers nach 1000 m Gleitweg für verschiedene Si₃N₄-Werkstoffe ($F_N = 10 \text{ N}$)

Die stationären Probekörper aus reaktionsgebundenem Siliziumnitrid (GPS-RBSi₃N₄, HIP-RBSi₃N₄) hatten bei diesen Bedingungen die höchste Verschleißbeständigkeit der Si₃N₄-Werkstoffe außer Si₃N₄-TiN (Tabelle 9.2-1). Sonst lagen die Verschleißkoeffizienten der einfachen Si₃N₄-Werkstoffe sowie von Si₃N₄-BN für Temperaturen zwischen 400°C und 1000°C unabhängig vom Herstellungsprozeß und von der Zusammensetzung bei Werten um $1 \cdot 10^{-3}$ mm³/Nm und sanken mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit unter $1 \cdot 10^{-4}$ mm³/Nm.

Eine eindeutige Korrelation zwischen dem Herstellungsprozeß und dem tribologischen Verhalten von Si₃N₄ konnte nicht abgeleitet werden, da sich gleichzeitig mit dem Herstellungsprozeß auch die Zusammensetzung bzw. die Art und Menge der Additive sowie das Gefüge der untersuchten kommerziellen Werkstoffe zu stark änderten.

- Zusammensetzung

Obwohl der Glasphasengehalt bzw. die Menge und Art der zugegebenen Additive für die untersuchten Si₃N₄-Werkstoffe stark differierten, wurde keine eindeutige Korrelation mit dem tribologischen Verhalten gefunden.

Nur in eng begrenzten Beanspruchungsbereichen wurden Unterschiede des tribologischen Verhaltens in Abhängigkeit vom verwendeten Si₃N₄-Werkstoff bzw. von der Zusammensetzung deutlich. So hatten die Werkstoffe SSi₃N₄(ND200), HIP-Si₃N₄(FX-950) und HIP-RBSi₃N₄(411) mit Yttriumoxid-Gehalten von über 2.5 Gew.-% bei 22°C ein ausgeprägtes Verschleißminimum zwischen 0.3 und 1 m/s, wobei in der Verschleißfläche durch Röntgenbeugung eine aus Si₃N₄·Y₂O₃ bestehende Schicht, jedoch kein β-Si₃N₄ nachgewiesen wurde (Kap. 7.2). Das Verschleißminimum war für SSi₃N₄(ND200) mit dem höchsten Glasphasen- und Yttriumgehalt am deutlichsten ausgeprägt.

Bei der Oxidation von Y-Si-O-N-Phasen bildeten sich unter starker Volumenänderung Oxidphasen /62,135/, die teilweise eine dramatische Abnahme der Festigkeit für polykristallines Si₃N₄ bewirkten. Ein negativer Einfluß auf das tribologische Verhalten von kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffen durch die Bildung von yttriumoxidhaltigen Phasen wurde im Vergleich zu den anderen Si₃N₄-Werkstoffen nicht beobachtet. Der Ersatz von Y₂O₃ durch MgO als Sinterhilfs-

mittel führte zu keiner Verbesserung des tribologischen Verhaltens im Temperaturbereich zwischen 400°C und 1000°C.

Bei hohen Gleitgeschwindigkeiten und/oder hohen Umgebungstemperaturen nimmt die Viskosität und damit die Sprödigkeit von Glasphasen ab. Y-Si-Al-O-N-Gläser sind oberhalb von etwa 900°C viskos /78,79/, so daß Spannungen abgebaut werden können. Neben der Bildung weicher, plastisch verformbarer SiO₂- und Oxinitridphasen könnte daher auch die Erweichung der Glasphasen zusätzlich verschleißmindernd wirken. Unterschiedliche Sinteradditive bzw. Glasphasen mit verschiedenen Transformationstemperaturen in den polykristallinen Si₃N₄-Werkstoffen führten jedoch auch bei Temperaturen über 400°C und höheren Gleitgeschwindigkeiten nicht zu unterschiedlichen Verschleißraten.

Die Zugabe von CeO₂, La₂O₃, SrO und ZrO₂ zu GPS-Si₃N₄(SN73) führt zu einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften (Kap. 4.1). Durch TEM wurden zwischen den β-Si₃N₄-Körnern ungleichmäßig verteilte ZrO₂-Partikel nachgewiesen, die durch eine Phasenumwandlung bei Wechselwirkung mit dem Spannungsfeld eines Risses Energie dissipieren und damit eine Erhöhung der Bruchzähigkeit sowie des Verschleißwiderstands gegen mechanischen Verschleiß bewirken. La₂O₃ und CeO₂ bilden Glasphasen, die bis zu hohen Temperaturen eine hohe Viskosität aufweisen. Bei 1100°C wurde für GPS-Si₃N₄ noch eine hohe 3-Punkt-Biegefestigkeit von 750 MPa bestimmt (Tabelle 4.2-1). Bei Raumtemperatur und hohen Reibleistungen bzw. Gleitgeschwindigkeiten zwischen 1 m/s und 6 m/s wurden für GPS-Si₃N₄/GPS-Si₃N₄(SN73)-Paarungen niedrige Reibungszahlen um 0.2 gemessen. Dabei waren die Verschleißraten niedriger als für die anderen Si₃N₄-Werkstoffe.

Während die Zugabe von ca. 4 Gew.-% TiN das tribologische Verhalten von Si₃N₄ nicht ausreichend verbesserte, wurde die Verschleißbeständigkeit im gesamten untersuchten Bereich durch die Zugabe von 32 Gew.-% TiN wesentlich erhöht. Nur bei 800°C und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s wurden für den stationären Probekörper aus GPS-RBSi₃N₄, das 4 Gew.-% TiN enthält, niedrigere Verschleißraten als für die Materialien ohne TiN gemessen.

Durch die Zugabe von BN zu Si₃N₄ wurden die Reibungszahlen bei

Raumtemperatur deutlich gesenkt, wobei sie mit Erhöhung des BN-Gehalts von 5 auf 20 Gew.-% weiter abnahmen.

- Gefüge

Das tribologische Verhalten von Si_3N_4 kann durch den volumetrischen Anteil und die Verteilung der Glasphase sowie die Homogenität und Struktur des Gefüges beeinflusst werden.

Die Verzahnung des Gefüges des verwendeten HIP-RBSi₃N₄ war ungünstig und neben Eisenverunreinigungen Ursache einer verhältnismäßig geringen Biegefestigkeit (Tabelle 4.2-1), die jedoch nicht zu höheren Verschleißraten oder höheren Reibungszahlen im Vergleich zu den anderen Si₃N₄-Werkstoffen führte. Die Verschleißkoeffizienten der kommerziellen polykristallinen Si₃N₄-Werkstoffe mit Glasphasengehalten zwischen 4 und 20 Gew.-% waren unabhängig vom Gefüge der Ausgangsmaterialien. Die summierten integralen Verschleißkoeffizienten zwischen 0 und 1000 m lagen in der Größenordnung von 10⁻⁵ mm³/Nm bei 22°C, stiegen mit zunehmender Temperatur an und sind für die meisten technischen Anwendungen zu groß.

Für SSi₃N₄(ND200) mit dem höchsten Glasphasengehalt (ca. 21 Gew.-%) der untersuchten Werkstoffe nahm das Verschleißvolumen des stationären Probekörpers bei Raumtemperatur und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.4 m/s nach einem Gleitweg von 100 m bis 500 m stärker zu. Dieser Anstieg wird vermutlich durch eine verstärkte Zerrüttung der Glasphase bzw. der Grenzfläche zwischen Glasphase und β-Si₃N₄-Kristall nach einer Inkubationszeit verursacht.

Nur für das gasdruckgesinterte Si₃N₄(SN73), das im Gegensatz zu den übrigen kommerziellen Si₃N₄-Werkstoffen mit CeO₂, La₂O₃, SrO und ZrO₂ andere Sinteradditive enthält, eine andere Zusammensetzung im Bereich der Korngrenzen und ein anderes Gefüge mit ZrO₂-Ausscheidungen an der Korngrenze aufwies (Kap. 4.1 und 4.3), wurden bei Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s, Raumtemperatur und 10 N niedrigere Reibungszahlen bis unter 0.2 bestimmt. Möglicherweise führt neben einer guten Verzahnung des Gefüges auch eine hohe Festigkeit und Zähigkeit der Korngrenzenphasen bis zu hohen Temperaturen zu der beobachteten erhöhten Verschleißbeständigkeit bei hohen Gleitgeschwindigkeiten.

Durch das Aufbringen strukturloser, amorpher CVD-Si₃N₄-Schichten ohne Korngrenzen wurde die Verschleißrate des rotierenden Si₃N₄-Probekörpers bei 22°C und Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s auf ein Fünftel gesenkt. Offenbar erhöht sich die Verschleißbeständigkeit, wenn keine Grenzfläche β-Si₃N₄-Korn/Glasphase vorhanden ist bzw. das Gefüge keine oder nur wenig Glasphase enthält.

Die Verschleißbeständigkeit der glasphasenfreien bzw. -armen Probekörper aus Si₃N₄-BN und Si₃N₄-TiN war bei Raumtemperatur höher als die der polykristallinen Si₃N₄-Werkstoffe mit Glasphase. TiN kann sich plastisch verformen, so daß zusätzlich Spannungen im Si₃N₄-TiN-Gefüge durch Verformung abgebaut werden können. Durch die Zugabe von TiN mit teilweise metallischem Bindungscharakter war zusätzlich eine Verdichtung des Composites ohne eine nennenswerte Zugabe von Sinteradditiven möglich.

In Veröffentlichungen (Kap. 3) zum tribologischen Verhalten von Si₃N₄ bei Gleit- und Wälzbeanspruchung wurde über einen ungünstigen Einfluß der Glasphasen berichtet, der sich bei den experimentellen Untersuchungen dieser Arbeit bestätigte. Auch bei der Verwendung von polykristallinen Si₃N₄-Werkstoffen als Schneidwerkzeuge wurden erhöhte Verschleißraten auf größere Glasphasenanteile zurückgeführt /220/.

- Oberflächenzustand/Bearbeitung der Oberfläche

Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Oberflächenbearbeitung sowie der Rauheit und dem tribologischen Verhalten von Si₃N₄ wurde nicht untersucht, da für den rotierenden Probekörper überwiegend nur polierte Oberflächen, für den stationären Probekörper überwiegend nur feingeschliffene Oberflächen verwendet wurden. Einzelne Versuche an Proben unterschiedlicher Rauheit zeigten jedoch, daß dieser Einfluß, wahrscheinlich auch bedingt durch die hohen Verschleißraten, für Si₃N₄ nur gering war.

Die geschliffene und geläppte Si₃N₄-Oberfläche war bis zu einer Tiefe von maximal 10 µm, die polierte Si₃N₄-Oberfläche dagegen nur bis zu maximal 3 µm durch Risse, plastische Verformungen bzw. Versetzungsstrukturen geschädigt /106/ (Kap. 7.8). Die plastischen Verformungen und die Versetzungsstrukturen wurden nach Zielpräpa-

ration mittels TEM abgebildet (Kap. 7.8) und sind eine Ursache für die gemessenen Eigenspannungen (Kap. 4.6).

- Härte und Bruchzähigkeit

Die Härte der polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe lag zwischen 1300 HV 5 und 1900 HV 5. Die niedrigeren Härtewerte wurden bei höherem Glasphasengehalt gemessen. Eine eindeutige Korrelation zwischen Härte und tribologischem Verhalten konnte nicht abgeleitet werden (Kap. 3 und 6) /6/.

Bei den Untersuchungen von Ishigaki et al. /14/ nahmen Reibungszahl und Verschleißrate von verschiedenen Keramiken gegen Diamant mit zunehmender Bruchzähigkeit ab. Da die Bruchzähigkeit der untersuchten Si_3N_4 -Werkstoffe im engbegrenzten Bereich zwischen $5.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und $7.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ lag, konnte keine Abhängigkeit zwischen Verschleißrate bzw. Reibungszahl und Bruchzähigkeit nachgewiesen werden. Die Bruchzähigkeit von Si_3N_4 -TiN war mit über $8.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ höher als für die einfachen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe. Die Verschleißbeständigkeit des bruchzäheren Si_3N_4 -TiN war ebenfalls höher als die der anderen Si_3N_4 -Materialien, ist jedoch zuerst auf die Bildung tribochemischer Schichten zurückzuführen. Das durch Mikrobrechen verursachte Verschleißvolumen ist nach einer theoretischen Abschätzung (Tabelle 8.3-2) für Si_3N_4 nur um 50 % höher als für Si_3N_4 -TiN, während der Verschleißbetrag nach 1000 m Gleitweg für Si_3N_4 teilweise mehr als eine Größenordnung höher als für Si_3N_4 -TiN war.

Neben den fast glasphasenfreien Composite-Werkstoffen Si_3N_4 -TiN und Si_3N_4 -BN wies auch GPS- Si_3N_4 (SN73), das an den Korngrenzen dünne, zähe Glasphasen, die die Rißbildung und -ausbreitung erschweren, bilden kann /215/, eine hohe Verschleißbeständigkeit auf, wobei dann vorrangig Filmbildung oder Tribooxidation von Bedeutung sind.

Obwohl die mechanischen Eigenschaften wie Bruchzähigkeit und Härte der untersuchten, porösen Si_3N_4 -BN-Probekörper schlechter waren als die der einfachen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe, wurde das tribologische Verhalten von Si_3N_4 bei Temperaturen zwischen 22°C und 200°C in Umgebungsatmosphäre durch die Zugabe von BN verbes-

sert, da sich Schichten bildeten, die das tribologische Verhalten offensichtlich positiv beeinflussen.

- Wärmeleitfähigkeit

Nach Kapitel 8 hängt die thermomechanische Beanspruchung auch von der Wärmeleitfähigkeit ab. Die im Vergleich zu polykristallinem Si_3N_4 geringe Wärmeleitfähigkeit der amorphen CVD- Si_3N_4 -Schichten von 4.18 W/(m·K) (Tabelle 4.2-2) führt bei tribologischer Beanspruchung und höheren Gleitgeschwindigkeiten zu hohen, thermisch bedingten Spannungen, einem raschen Versagen der Schicht und damit sogar im Vergleich mit den unbeschichteten, polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffen zu höheren Verschleißkoeffizienten. Bei hohen Gleitgeschwindigkeiten bzw. großer Reibleistung könnte daher möglicherweise eine homogene, teilkristallin abgeschiedene CVD- Si_3N_4 -Schicht, für die eine Wärmeleitfähigkeit von 58.5 W/(m·K) gemessen wurde [120], zu einer Verbesserung der Verschleißbeständigkeit auch bei Gleitgeschwindigkeiten oberhalb von 0.3 m/s führen, da niedrigere Hot-Spot-Temperaturen, niedrigere Temperaturgradienten und damit kleinere thermische Spannungen zu erwarten sind.

- Eingriffsverhältnis

Für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen wurden für den rotierenden Probekörper mit einem Eingriffsverhältnis von unter 0.02 deutlich höhere Verschleißbeträge als für den stationären Probekörper mit einem Eingriffsverhältnis von 1 gemessen, die auf eine stärkere zyklische thermomechanische Beanspruchung der Oberfläche dieses Probekörpers (Kap. 8) und die Zerrüttung der Grenzfläche β - Si_3N_4 -Korn/Glasphase zurückgeführt werden kann. Da die Wechselwirkung des Probekörpers mit kleinem Eingriffsverhältnis mit der Umgebung größer ist, ist nicht auszuschließen, daß auch eine tribologisch ungünstige Oxidation oder eine tribochemische Reaktion mit bei tribologischer Beanspruchung abplatzenden Schichten zu einem höheren Verschleiß des rotierenden Probekörpers beitragen.

- Kontaktgeometrie

Aufgrund der Kontaktgeometrie wurden Verschleißpartikel bevorzugt auf den stationären Probekörper aufgerieben. Dabei bildeten sich

teilweise dicke, plastisch verformte, vor Verschleiß schützende Verschleißpartikelschichten, während die Verschleißpartikel aus der Verschleißspur des rotierenden Probekörpers teilweise herausfallen.

- Verschleißpartikel

Die Bildung von Verschleißpartikeln und deren plastische Verformung zwischen den Kontaktflächen verbraucht Reibungsenergie und verursacht zu Versuchsbeginn steigende Reibungszahlen, bis ein Gleichgewicht zwischen Verschleißpartikelbildung und Entfernung aus der Kontaktfläche mit stationären Reibungszahlen erreicht ist.

Die mit hoher zeitlicher Auflösung gemessenen Schwankungen der Reibungskräfte (Kap. 5.4) sind zumindest teilweise auf die Bildung von Verschleißpartikeln bzw. Verschleißpartikelagglomeraten zurückzuführen. Verbleiben die Verschleißpartikel in der Kontaktfläche, erhöht sich die Reibung, bei anschließendem Abplatzen und Herausfallen aus der Verschleißfläche sinkt sie. Durch das mechanische Entfernen der Verschleißpartikel aus der Kontaktfläche sank die Reibungszahl für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Paarungen bei Raumtemperatur von über 0.5 teilweise auf Werte um 0.2 (Kap. 5.4), die nach Literaturangaben (Kap. 3) sonst nur bei niedriger tribologischer Beanspruchung auftraten.

10 ZUSAMMENFASSUNG

In der vorliegenden Arbeit wird das tribologische Verhalten von acht verschiedenen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffen, einer CVD- Si_3N_4 -Beschichtung, einem Si_3N_4 -TiN und drei Si_3N_4 -BN-Materialien untersucht. Die Beanspruchung erfolgte mit werkstoffgleichen Paarungen im Stift/Scheibe-System unter Festkörpergleitreibungsbedingungen in Luft zwischen 22°C und 1000°C und bei Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0.03 m/s und 3 m/s . Der Gleitweg betrug bei konstanten Beanspruchungsbedingungen mindestens 1000 m und die Normalkraft 10 N sowie für einige Probekörper zusätzlich 1 N . Die Reibungszahlen und Verschleißkoeffizienten sowie deren Abhängigkeit von Gleitgeschwindigkeit, Temperatur, Flächenpressung und Eingriffsverhältnis sind für die untersuchten Si_3N_4 -Materialien in Tabelle A9-1 zusammenfassend angegeben.

- Kommerzielle Si_3N_4 -Werkstoffe

Bei den polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffen waren die Reibungszahlen im untersuchten Beanspruchungsbereich durchweg größer als 0.4 und die Verschleißkoeffizienten über $1 \cdot 10^{-5}\text{ mm}^3/\text{Nm}$ (Tabelle A9-1). Diese Werte sind für die meisten praktischen Anwendungen in geschlossenen Tribosystemen mit reiner Gleitbeanspruchung und Trockenlauf zu hoch. Die großen Verschleißraten sind auf eine durch hohe mechanische und/oder thermomechanische Beanspruchung hervorgerufene Zerrüttung mit Rißausbreitung entlang der Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Korn und Glasphase zurückzuführen. Stark zerrüttete "amorphisierte", teilweise plastisch verformte und adhäsiv aneinander haftende Oberflächenbereiche bzw. Verschleißpartikel sowie oxidierte Oberflächenschichten, die zusätzlich gefunden wurden (Kap. 7), führten zu keiner für technische Anwendungen ausreichenden Senkung der Verschleißrate oder der Reibungszahl. Diese Schichten platzten zudem leicht ab. Darunter waren auch im Werkstoffvolumen interkristallin verlaufende Risse zu erkennen. Die Beanspruchung einzelner Mikrokontakte im μm -Bereich bewirkt Anteile an plastischer Verformung (Kap. 7 und 8). Daher lassen sich die Verschleißvorgänge nicht mit den Gesetzen der linear-elastischen Bruchmechanik beschreiben.

Nur auf den Si_3N_4 -Werkstoffen mit Yttriumoxid als Sinterhilfsmittel-

tel bildeten sich während der tribologischen Beanspruchung bei 22°C und Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0.3 und 1 m/s offenbar verschleißmindernde $\text{Si}_3\text{N}_4 \cdot \text{Y}_2\text{O}_3$ - oder YSiO_2N -Oberflächenschichten, wobei niedrige integrale Verschleißkoeffizienten zwischen $1 \cdot 10^{-6}$ und $5 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, aber Reibungszahlen über 0.5 gemessen wurden.

Bei Temperaturen über 400°C und Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s erhöhte sich die Verschleißbeständigkeit durch die Bildung weicher, röntgenamorpher SiO_{2-x} - und SiO_xN_y -Schichten. Diese bzw. die tribologisch beanspruchte Si_3N_4 -Oberfläche waren teilweise stark plastisch verformt. Dies ist ein Hinweis auf duktilen plastischen Verschleiß bzw. thermisches Fließen (Kap. 8.3). Trotz der dadurch um ein bis zwei Größenordnungen sinkenden Verschleißkoeffizienten wurden auch dann noch hohe Werte über $1 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und hohe Reibungszahlen über 0.5 bestimmt.

Festhaftende Verschleißpartikelschichten schützten nur den stationären Probekörper bei 400°C und 800°C sowie Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s vor hohem Verschleiß. Gleichzeitig wurden durch die Bildung von Verschleißpartikeln und deren plastische Verformung hohe Reibungszahlen gemessen. Die Entfernung von Verschleißpartikeln aus der Kontaktfläche führte zu sinkenden Reibungszahlen.

Die periodische mechanische und thermische Beanspruchung der Oberfläche des rotierenden Probekörpers mit einem Eingriffsverhältnis unter 0.02 führte verstärkt zur Zerrüttung im Werkstoffvolumen an der Grenzfläche zwischen $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Korn und Glasphase und zu im Vergleich mit dem stationären Probekörper (Eingriffsverhältnis von 1) hohen Verschleißkoeffizienten.

Neben dem Eingriffsverhältnis waren die Verschleißbeträge auch abhängig von Umgebungstemperatur und Gleitgeschwindigkeit. Oberhalb etwa 0.5 m/s führten bei 22°C thermische Spannungen zu einem Anstieg der Verschleißrate für einfache polykristalline Si_3N_4 -Materialien. Die mit zunehmender Umgebungstemperatur ansteigende Verschleißrate ist wahrscheinlich auf eine zunehmende Rißausbreitungsgeschwindigkeit zurückzuführen (Kap. 8.3). Nehmen Umgebungstemperatur und Gleitgeschwindigkeit weiter zu, können die Erweichung der Glasphase und duktiler plastischer Verschleiß bzw. thermisches Fließen das Verschleißverhalten günstig beeinflussen

/200/. So wird durch die Erweichung der Glasphase ein Reißstopeffekt angenommen (Kap. 4.4).

Für sieben der acht untersuchten einfachen, kommerziell erhältlichen Si_3N_4 -Werkstoffe war der Einfluß des Herstellungsprozesses, der Phasenzusammensetzung, des Gefüges und der Härte auf das tribologische Verhalten bei Festkörpergleitreibung gering. Allein GPS- Si_3N_4 (SN73) zeigte ein signifikant anderes Verhalten.

Da sich die Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 und Glasphase als Schwachstelle und deren Zerrüttung als Ursache der hohen Verschleißbeträge und Reibungszahlen erwies, wurden neuartige Werkstoffe mit Si_3N_4 -Matrix untersucht, die diese Grenzflächen nicht aufwiesen oder Glasphasen mit verbesserten Eigenschaften enthielten.

- Neue Si_3N_4 -Werkstoffe

Die Entwicklung neuer Werkstoffe mit Si_3N_4 -Matrix führte im Vergleich zu den einfachen monolithischen Si_3N_4 -Werkstoffen zu einer Reduzierung der Reibungszahlen und/oder der Verschleißraten bei Festkörpergleitreibung, die abhängig von den Beanspruchungsparametern war. Die Ergebnisse mit neuen Si_3N_4 -Werkstoffen sind:

I Ein gasdruckgesintertes Si_3N_4 (SN73) mit einem niedrigen Glasphasengehalt wurde unter Verwendung der neuartigen Sinteradditive CeO_2 , La_2O_3 , SrO und ZrO_2 verdichtet.

Effekt: Reibungszahlen unter 0.2 und Verschleißkoeffizienten nahe $1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ bei 10 N und Raumtemperatur für Gleitgeschwindigkeiten über 1 m/s. Durch die dünne zähe Glasphase wird bis zu hohen Temperaturen bei verhältnismäßig hohen Festigkeiten die Zerrüttung gehemmt. Tribooxidation wird dann dominanter.

II Abscheidung von reinen, strukturlosen CVD- Si_3N_4 -Schichten auf Si_3N_4

Effekt: Erhöhter Verschleißwiderstand des Reibpartners mit einem Eingriffsverhältnis unter 0.02 bei Raumtemperatur und

Gleitgeschwindigkeiten unter 0.3 m/s gegen mechanisch bedingte Zerrüttung. Ursache hierfür ist die Vermeidung der Glasphase bzw. das Fehlen der Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Korn und Glasphase in der CVD- Si_3N_4 -Schicht. Die geringe Wärmeleitfähigkeit der amorphen CVD- Si_3N_4 -Schicht führt bei hohen Gleitgeschwindigkeiten zu hohen thermischen Spannungen und zum Abplatzen/Versagen der Schicht.

III Zugabe von TiN zur Si_3N_4 -Matrix

Effekt: Tribooxidation und Bildung weicher, verschleißmindernder TiO_{2-x} -Schichten sowohl bei Raumtemperatur als auch bei höheren Temperaturen. Niedrige differentielle Verschleißkoeffizienten $k_{v,1000m}$ zwischen $1 \cdot 10^{-7}$ und $1 \cdot 10^{-6}$ mm^3/Nm wurden unabhängig von der Gleitgeschwindigkeit, der Umgebungstemperatur und dem Eingriffsverhältnis gemessen. Die bei hohen Temperaturen hohen Reibungszahlen sind auf die plastische Verformung dicker TiO_{2-x} -Schichten zurückzuführen. Die Erhöhung der Bruchzähigkeit und der Spannungsabbau durch eine plastische Verformbarkeit der TiN-Körner begünstigen bei Raumtemperatur niedrige Verschleißkoeffizienten, da die Neigung zur Oberflächenzerrüttung bzw. zum Mikrobrechen abnimmt. Die Reibungszahlen waren dabei aber hoch. Da der Werkstoff Si_3N_4 -TiN kaum Glasphase enthielt, kann keine Zerrüttung an der Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Kristall und Glasphase auftreten, so daß Tribooxidation (TiO_{2-x}) als Verschleißmechanismus dominanter wird.

IV Zugabe von BN zur Si_3N_4 -Matrix

Effekt: Senkung der Reibungszahlen auf 0.1 bis 0.3 und Senkung des differentiellen Verschleißkoeffizienten auf Werte unter $1 \cdot 10^{-6}$ bis $1 \cdot 10^{-7}$ mm^3/Nm für Temperaturen zwischen 22°C und ca. 200°C . Die Verschleißraten sind nahezu unabhängig von der Gleitgeschwindigkeit sowie vom Eingriffsverhältnis. Ursache des günstigen tribologischen Verhaltens ist die Bildung reibungs- und verschleißmindernder H_3BO_3 -Filme, die bis etwa 150°C beständig sind, bzw. von hexagonalen BN-Filmen, die mit eingelagerten Wassermolekülen interkalare Verbindungen bilden.

Fazit:

Die umfangreichen oberflächenanalytischen Untersuchungen gaben ein umfassendes Bild der in den Verschleißflächen ablaufenden thermisch und mechanisch verursachten Vorgänge. Diese konnten ebenso wie die Ergebnisse der tribologischen Untersuchungen mit Abschätzungen zur thermischen und mechanischen Beanspruchung korreliert sowie Modellvorstellungen zugeordnet werden.

Das tribologische Verhalten von einfachen polykristallinen, kommerziell erhältlichen Si_3N_4 -Werkstoffen wird primär durch eine mechanisch bedingte Zerrüttung im Werkstoffvolumen unterhalb der Verschleißspuren an der Grenzfläche zwischen β - Si_3N_4 -Kristall und Glasphase verursacht. Bei den untersuchten Composites Si_3N_4 -BN und Si_3N_4 -TiN mit Si_3N_4 -Matrix war dagegen primär tribochemische Reaktionsschichtbildung (Tribooxidation) für den Verschleiß bestimmend, da sich durch die Zugabe von TiN und BN glasphasenfreie Materialien ergaben. Damit verminderte sich der durch Grenzflächenzerrüttung bedingte Verschleiß und Tribooxidation wurde dominant. Dabei erwies sich die Bildung beständiger TiO_{2-x} - bzw. H_3BO_3 -Schichten als tribologisch günstig.

11 AUSBLICK

Der Einsatz von Si_3N_4 -Werkstoffen in Tribosystemen führte bei keramik- und tribologiegerechter Konstruktion zu teilweise deutlichen Verbesserungen im praktischen Betrieb. Erfolgreiche Anwendungen sind Gleit- und Wälzlagerungen und diverse bewegte, tribologisch beanspruchte Motorenbauteile /1-4,6,187-191,245/. Da das Reibungs- und Verschleißverhalten der eingesetzten kommerziellen Si_3N_4 -Werkstoffe bei Trockenreibung noch Wünsche offen läßt, sind durch den Einsatz von Si_3N_4 -Composites, deren Weiterentwicklung und deren geeignete Kombination in Gleitpaarungen weitere Verbesserungen des tribologischen Verhaltens und eine Erweiterung des Anwendungsbereichs zu noch höheren Reibleistungen zu erwarten.

Ziel weiterer Werkstoffentwicklungen für tribologisch hochbeanspruchte Reibsysteme, für die aus verschiedenen Gründen der schmierstofffreie Betrieb gefordert oder anzustreben ist, ist die Herstellung von gleichzeitig selbstschmierenden, hochfesten und zähen Werkstoffen. Diese müssen unabhängig von der Gleitgeschwindigkeit und der Umgebungstemperatur niedrige Festkörperreibungszahlen von ca. 0.1 und differentielle Verschleißkoeffizienten von $5 \cdot 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ und darunter aufweisen.

Die möglichen Wege zur Verbesserung des tribologischen Verhaltens von Si_3N_4 durch die Einlagerung von keramischen Sekundärphasen, an deren Oberfläche sich bei tribologischer Beanspruchung reibungs- und verschleißmindernde Reaktionsschichten bilden, und/oder die Einlagerung von Festschmierstoffen mit Filmbildung lassen nach den in dieser Arbeit vorgestellten Untersuchungen eher eine deutliche Reduzierung der Verschleißkoeffizienten und der Reibungszahlen erwarten als die weitere Steigerung der mechanischen Eigenschaften der Si_3N_4 -Werkstoffe. So wurden bei ungeschmierten tribologischen Untersuchungen für Si_3N_4 -Composites bis zu hohen Temperaturen, hohen Gleitgeschwindigkeiten und hohen Pressungen bzw. hohen Reibleistungen niedrigere Verschleißkoeffizienten und/oder Reibungszahlen als für die einfachen polykristallinen Si_3N_4 -Werkstoffe gemessen. Die tribologische Beanspruchung wird im günstigen Fall nach dem Einlaufvorgang in die tribochemisch gebildete Reaktionsschicht hinein verlagert. Ein hoher Einlaufverschleißbetrag bis zur Bildung stabiler, reibungs- und verschleißmindernder Ober-

flächenschichten ist allerdings nur dann tolerierbar, wenn dadurch eine schnelle Angleichung der Oberflächengeometrien der Kontaktpartner und die Übernahme der tribologischen Funktion, wie z. B. im Tribosystem Kolbenring/Zylinder, durch diese Schichten gewährleistet wird.

Als Substratwerkstoff für dünne Schichten, die zwar den Einlaufverschleiß senken können, jedoch keinen Verschleißvorrat besitzen, bieten sich dem Konstrukteur auf Grund der hohen Festigkeit, der relativ hohen Bruchzähigkeit bis über $10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ /178/ sowie des günstigen tribologischen Verhaltens für den Fall des Schichtversagens oder -verschleißes Si_3N_4 -Composites an, die unterhalb kritischer Reibleistungen selbst beständige, tribologisch günstige Schichten bilden. Durch das Beschichten mit dicken reibungs- und verschleißmindernden Schichten, die einen ausreichenden Verschleißvorrat besitzen, sind neue tribologische Lösungen denkbar.

Tribologieorientierte Werkstoffentwicklungen müssen dabei Strukturwerkstoffe oder Schichtsysteme mit neuen komplexen Phasen aus den Systemen Si-O-N, Si-O-C, Si-C-N, Si-Al-O-N, Ti-O-C, Ti-O-N, Ti-B-C, Ti-C-N, Ti-Si-O-C, Ti-B-O-N, Ti-B-C-N, B-O-H, Si-B-N, Si-C-B-N und Si-B-O-C einbeziehen, die z. T. nach der tribologischen Beanspruchung in der Verschleißfläche nachgewiesen wurden und tribologisch günstig wirkten. Diese können durch neue Verfahren sowohl als Strukturwerkstoffe als auch als Beschichtungen hergestellt werden.

Erhöhte Werkstoffkosten rechnen sich, wenn durch den Einsatz moderner Werkstoffe Leistungsfähigkeit und Lebensdauer eines Systems erhöht, Wartungsintervalle verlängert, Betriebskosten gesenkt und ökologisch vorteilhafte Lösungen erreicht werden. Maßgebend dafür ist auch die neue Umweltschutzgesetzgebung, die ressourcenschonende und umweltfreundliche Systeme verlangt, z. B. den schmierstofffreien Betrieb.

Aufbauend auf der nachgewiesenen deutlichen Verbesserung des tribologischen Verhaltens durch den Einsatz von Verbundwerkstoffen anstelle einfacher polykristalliner Si_3N_4 -Materialien ist zu erwarten, daß durch eine kontinuierliche Weiterentwicklung dieser Werkstoffe die für den ungeschmierten Betrieb erforderlichen

Reibungszahlen und Verschleißkoeffizienten erreicht werden können. Die gezielte Entwicklung von Keramik-Verbundwerkstoffen sowie von keramischen Beschichtungen mit entsprechenden Herstellungs- und Beschichtungsverfahren, neue Festschmierstoffe sowie die Anwendung neuer Festschmierstoffkonzepte und Bearbeitungsverfahren werden nach dem bisherigen Erfahrungsstand in Verbindung mit der spezifischen Auswahl geeigneter Gleitpaarungen auch bei den extremen Beanspruchungen im Trockenlauf, bei hohen Temperaturen, Gleitgeschwindigkeiten bzw. Reibleistungen sowie im Vakuum zu bisher nicht erreichten, von der Temperatur und von der Gleitgeschwindigkeit unabhängigen Reibungszahlen unter 0.1 und Verschleißkoeffizienten unter $5 \cdot 10^{-8} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ führen. Das Anwendungspotential keramischer Komponenten würde dadurch erheblich erweitert und eine Vielzahl technischer und gesetzgeberischer Anforderungen erfüllt bzw. Probleme lösbar.

12 VARIABLENVERZEICHNIS

Symbol	Bedeutung [Einheit]
a, b	Kalottendurchmesser der Verschleißfläche des stationären Probekörpers [m]
A_f, A_R	Reibungsfläche (gesamter Oberflächenbereich eines Festkörpers, der dauernd oder zeitweilig tribologisch beansprucht wird) [m ²]
A_g, A_{nom}	Geometrische bzw. nominelle Kontaktfläche (Bereich der Reibungsfläche, in dem die Reibpartner jeweils momentan im Eingriff sind) [m ²]
A_{MK}	Mikrokontaktfläche, mikroskopischer Kontaktbereich [m ²]
A_p	Reale Kontaktfläche bei plastischer Verformung [m ²]
A_r	Reale Kontaktfläche (Summe der statistisch verteilten Mikrokontaktflächen innerhalb der nominellen Kontaktfläche: $A_r = \sum A_{i, MK}$) [m ²]
c	Rißlänge [m]
c_i	Konzentration der Komponente i [Gew.-%], [At.-%]
c_p, c_v	Spezifische Wärmekapazität [J/(kg·K)]
d	Schichtdicke; Tiefe der Wärmediffusion [m]
d_a, d_b	Krümmungsdurchmesser der Mantelfläche des stationären Probekörpers parallel u. senkrecht zur Gleitrichtung [m]
d_G	Gitterabstand [m]
d_{MK}	Mikrokontaktdurchmesser bzw. -größe [m]
d_s	Reibspurdurchmesser auf dem rotierenden Probekörper [m]
d_{VP}	Größe der Verschleißpartikel [m]
D_T	Thermische Diffusivität [m ² /s]
E	Elastizitätsmodul [N/m ²]
E_B	Bindungsenergie [eV]
E_{kin}	Kinetische Energie [eV]
e^*	Scheinbare Reibungsenergiedichte $e^* = W_R/W_V = f/k_v$ [Nm/m ³]
f	Reibungszahl (Festkörpergleitreibungszahl) []
f_{1000m}	Reibungszahl nach 1000 m Gleitweg []
F_N	Normalkraft [N]
F_R, F_f	Reibkraft [N]
h	Linearer Verschleißbetrag; Kalottenhöhe [m]
H, HV	Vickers-Härte (dimensionslos nach DIN 50133); in SI-Einheiten: [N/m ²]

Symbol	Bedeutung [Einheit]
k	Wärmeleitfähigkeit [$\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$]
K_{IC}	Bruchzähigkeit [$\text{N}/\text{m}^{3/2}$]
k_v	Volumetrischer Verschleißkoeffizient [$\text{m}^3/(\text{Nm})$]
$k_{v,0-s}$	Integraler bzw. mittlerer volumetrischer Verschleißkoeffizient bis zum Gleitweg s [$\text{m}^3/(\text{Nm})$]
$k_{v,1000m}$	Differentieller volumetrischer Verschleißkoeffizient (Ableitung des Verschleißvolumens nach dem Weg, normiert auf die Normalkraft) nach einem Gleitweg von 1000 m [$\text{m}^3/(\text{Nm})$]
l_{1b}, l_{2b}	Aufgeheizte Oberflächenschichtdicke bzw. Tiefe der Wärmediffusion im Bereich der nominellen Kontaktfläche [m]
l_{1f}, l_{2f}	Aufgeheizte Oberflächenschichtdicke bzw. Tiefe der Wärmediffusion im Bereich der Mikrokontakte [m]
l_{MK}, l_f	Mikrokontaktlänge [m]
N, N_{MK}	Anzahl der Mikrokontakte innerhalb der nominellen Kontaktfläche []
N_L	Laserleistung [Nm/s] bzw. [J/s]
N_R, P_R	Reibleistung ($N_R = f \cdot F_N \cdot v$) oder je Zeiteinheit geleistete Reibungsarbeit ($F_R \cdot s/t_f$) [Nm/s] bzw. [J/s]
N_{RD}	"Reibleistungsdichte" (auf Kontaktfläche bezogene Reibleistung) [W/m^2]
p_g	Geometrische Pressung ($p_g = F_N/A_{\text{nom}}$) [N/m^2]
p_H	Hertzsche Pressung [N/m^2]
p_{krit}	Kritische geometrische Flächenpressung [N/m^2]
p_{MK}	Pressung im Mikrokontakt [N/m^2]
Q	Wärmemenge [J]
q	Wärmestrom: Wärmemenge je Zeiteinheit, bezogen auf die summierte Mikrokontaktfläche, d. h. $q = Q/(t \cdot \Sigma A_{i, \text{MK}})$ [$\text{J}/(\text{s} \cdot \text{m}^2)$] bzw. [W/m^2]
R	Spezifischer elektrischer Widerstand [$\Omega \cdot \text{cm}$]
R_{MK}	Krümmungsradius der Mikrokontakte [m]
$R. H.$	Relative Luftfeuchte [%]
r_a, r_b	Krümmungsradius an der Mantelfläche des stationären Probekörpers parallel bzw. senkrecht zur Gleitrichtung [m]
r_e	Radius der Mikrokontakte bei elastischer Verformung [m]
r_{MK}	Mikrokontaktradius [m]
r_o	Radius der geometrischen/nominellen Kontaktfläche [m]
r_p	Radius der Mikrokontakte bei plastischer Verformung [m]

Symbol	Bedeutung [Einheit]
R_a	Mittenrauhwert [m]
R_{max}	Maximale Rauhtiefe [m]
R_{MK}	Krümmungsradius der Mikrokontakte [m]
R_{PK}	Reduzierte Spitzenhöhe [m]
R_{VK}	Reduzierte Riefentiefe [m]
R_z	Gemittelte Rauhtiefe [m]
s	Gleitweg [m]
t	Prüfdauer [s]
t_g	Dauer der Reibbeanspruchung der geometrischen bzw. nominellen Kontaktfläche des rotierenden Probekörpers [s]
t_{MK}	Dauer der Reibbeanspruchung der Mikrokontaktflächen [s]
t_R, t_{\neq}	Dauer der Reibbeanspruchung [s]
T	Absolute Temperatur [K], Umgebungstemperatur [°C]
T_b	Mittlere Temperatur an der Oberfläche der nominellen Kontaktfläche ("bulk temperature") [°C]
T_{\neq}	Hot-Spot-Temperatur (Blitztemperatur = "flash temperature") im Bereich der Mikrokontakte [°C]
T_{max}	Maximale Oberflächentemperatur ($T_{max} = T_U + dT_b + dT_{\neq}$) [°C]
T_o	Ofengastemperatur [°C]
t_p	Laserpulsdauer [s]
T_p	Temperatur am Prüfkörper [°C]
T_s, T_m	Schmelztemperatur [°C]
T_U	Umgebungstemperatur [°C]
v	Gleitgeschwindigkeit [m/s]
V	Volumen [m ³]
VB	Verschleißwiderstand $VB = 1/W_v$ [1/m ³]
W_l	Linearer Verschleißbetrag [m]
W_q	Planimetrischer Verschleißbetrag [m ²]
W_R	Reibarbeit [Nm] bzw. [J]
W_v	Verschleißvolumen [m ³]
z	Größe des geometrischen Kontaktes [m]
A, C, S	Konstanten []
S_o	Formfaktor für elliptische Mikrokontakte in Ruhe []
$S(v_x)$	Formfaktor für elliptische Mikrokontakte in Bewegung []
$Z(v_x)$	Funktion zur Berücksichtigung der Geschwindigkeitsabhängigkeit der Temperaturerhöhung nach Kuhlmann-Wilsdorf []

Symbol	Bedeutung [Einheit]
α	Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient [1/K]
Γ	Oberflächenenergie [J/m ²]
ϵ	Eingriffsverhältnis ($\epsilon = A_{nom}/A_f$) []; Dehnung []
ϵ_s	Spektraler Emissionskoeffizient
θ	Beugungswinkel [°]
λ	Thermische Wärmeleitfähigkeit [W/(m·K)]
$\lambda_{Cu-K\alpha}$	Wellenlänge der Röntgen-Strahlung (hier für Kupfer) [m]
μ	Reibungszahl []
ν	Poisson-Zahl []
ρ	Dichte [kg/m ³]
σ	Spannung [N/m ²]
σ_{4B}	4-Punkt-Biegebruchfestigkeit [N/m ²]
σ_B	Biegebruchfestigkeit [N/m ²]
σ_D	Druckfestigkeit [N/m ²]
σ_E	Eigenspannung [N/m ²]
σ_{mech}	Mechanische Spannung [N/m ²]
σ_t	Zugspannung [N/m ²]
σ_{th}	Thermische Spannung [N/m ²]
τ	Schubspannung [N/m ²]
τ_f	Reibungsschubspannung (auf die nominelle Kontaktfläche bezogene Reibungskraft $\tau_f = F_f/A$) [N/m ²]
$\tau_{f, MK}$	Reibungsschubspannung (flächenbezogene Reibungskraft im Mikrokontakt; $\tau_f = F_f/A_x$) [N/m ²]

Anmerkung: In dem Bericht wird der Dezimalpunkt anstelle des Dezimalkommata verwendet.

13 LITERATURVERZEICHNIS

- /1/ **M. Woydt, D. Steinmann**
Keramische Werkstoffe für umweltgerecht gestaltete Tribosysteme
Metall 44 [9] (1990) 843 - 848
- /2/ **B. Bhushan, L. B. Sibley**
Silicon nitride rolling bearings for extreme operating conditions
ASLE Transactions 25 [4] (1982) 417 - 428
- /3/ **M. Kano**
Applications examples - Rocker Arms
Journal of the Japanese Society of Tribology 34 [2] (1989) 131 - 135
- /4/ **H. Aramaki, Y. Shoda, Y. Morishita, T. Sawamoto**
The performance of ball bearings with silicon nitride balls: High speed spindles for machine tools
Journal of Tribology 110 (1988) 693 - 698
- /5/ **H. P. Jost**
Tribology - origin and future
Wear 136 (1990) 1 - 17
- /6/ **M. Woydt, K.-H. Habig**
Technisch-physikalische Grundlagen zum tribologischen Verhalten keramischer Werkstoffe
Forschungsbericht Nr. 133, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung/BAM, Berlin (²1988), 92 p.
- /7/ **A. Skopp, M. Woydt, K.-H. Habig**
Unlubricated sliding friction and wear of various Si₃N₄-pairs between 22°C and 1000°C
Tribology International 23 [3] (1990) 189 - 199
- /8/ **DIN 50320**
Verschleiß; Begriffe; Systemanalyse von Verschleißvorgängen; Gliederung des Verschleißgebietes
Beuth-Verlag GmbH, Berlin (1979), 8 p.
- /9/ **H. Czichos**
The principles of systems analysis and their application to tribology
ASLE Transactions 17 (1974) 300 - 306
- /10/ **H. Czichos, K.-H. Habig**
Tribologie-Handbuch, Reibung und Verschleiß
Vieweg-Verlag, Braunschweig-Wiesbaden (1992), 560 p.
- /11/ **M. Woydt, K.-H. Habig**
Stand der Tribologie keramischer Werkstoffe in geschlossenen Systemen
cfi/Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft 66 [5/6] (1989) 198 - 207

- /12/ **K. Kato**
Tribology of ceramics
Wear 136 (1990) 117 - 133
- /13/ **T. E. Fischer, H. Tomizawa**
Interaction of tribochemistry and microfracture in the friction and wear of silicon nitride
Wear 105 (1985) 29 - 45
- /14/ **H. Ishigaki, I. Kawaguchi, M. Iwasa, Y. Toibana**
Friction and wear of hot-pressed silicon nitride and other ceramics
p. 13 - 21 in: K. C. Ludema (Ed.), Wear of Materials 1985 (Int. Conf. Vancouver B. C./Canada), ASME, New York (1985)
- /15/ **M. Iwasa, Y. Toibana**
Friction and wear of ceramics measured by a pin-on-disk tester
Journal of the Ceramic Society Japan 94 [3] (1986) 336 - 343
- /16/ **K. Holmberg, J. Valli, P. Anderson**
Three-body interaction in metal-ceramic and ceramic-ceramic contacts
p. 1 - 9 in: D. Dowson, C. M. Taylor, M. Godet, D. Berthé (Eds.), Interface dynamics (14th Leeds-Lyon Symposium 1987), Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo (1988)
- /17/ **D. C. Cranmer**
Friction and wear properties of monolithic silicon-based ceramics
Journal of Materials Science 20 (1985) 2029 - 2037
- /18/ **H. Tomizawa, T. E. Fischer**
Friction and wear of silicon nitride at 150°C to 800°C
ASLE Transactions 29 [4] (1986) 481 - 487
- /19/ **T. E. Fischer, H. Liang, W. M. Mullins**
Tribochemical lubrication oxides on Si₃N₄
p. 339 - 344 in: L. E. Pope, L. L. Fehrenbacher, W. O. Winer (Eds.), New Materials Approach to Tribology: Theory and Applications, Materials Research Society, Pittsburgh/Pa. (1989) (= MRS Symp. Proc. Vol. 140)
- /20/ **J. C. Sikra, J. E. Kriasiak, P. R. Edlund, R. Ruh**
Friction and wear characteristics of selected ceramics
American Ceramic Society Bulletin 53 [8] (1974) 581 - 582
- /21/ **J. Denape et J. Lamon**
Le comportement en frottement sec de céramique á hautes performances
p. 1 - 6 in: Société Française de Tribologie (Eds.), Eurotrib '85. Vol. 3 (4th Int. Trib. Congr., Ecully 1985), Elsevier, Amsterdam - New York (1985)
- /22/ **M. Iwasa, Y. Toibana, S. Yoshimura, E. Kobayashi**
Wear of Si₃N₄ ceramics measured with various testers
Journal of the Ceramic Society Japan 93 [2] (1985) 73 - 80

- /23/ **P. Sutor**
Tribology of silicon nitride and silicon nitride steel sliding pairs
Ceramic Engineering and Science Proceedings 5 (1984)
460 - 467
- /24/ **C. S. Yust, F. J. Carignan**
Observations on the sliding wear of ceramics
ASLE Transactions 28 [2] (1985) 245 - 252
- /25/ **M. G. Gee, C. S. Matharu, E. A. Almond, T. S. Eyre**
The measurement of sliding friction and wear of ceramics at high temperature
Wear 138 (1990) 169 - 187
- /26/ **Y. Mizutani, Y. Shimura, Y. Yahagi, S. Hotta**
Friction and wear of ceramics in various environments
p. 1461 - 1466 in: Proceedings of the Japanese International Tribology Conference. Vol. 3 (Nagoya 1990), Japanese Society of Tribologists, Tokyo (1990)
- /27/ **M. G. Gee**
Mechanisms of sliding wear for ceramics
p. 156 - 165 in: K. Holmberg, I. Nieminen (Eds.), Eurotrib '89. Vol. 5 (5th Int. Congr. Tribology, Espoo/Helsinki 1989), Finnish Society for Tribology, Espoo (1989)
- /28/ **D. J. Godfrey, P. G. Taylor**
Inorganic non-metallic bearings, with special reference to the use of Si_3N_4
Special Ceramics 4 (1969) 265 - 273
- /29/ **S. Sasaki**
The effects of surrounding atmosphere on the friction and wear of alumina, zirconia, silicon carbide and silicon nitride
p. 409 - 417 in: K. C. Ludema (Ed.), Wear of Materials 1989. Vol. 1 (Int. Conf. Denver/Colorado), ASME, New York (1989)
- /30/ **Y. Yamamoto, K. Okamoto, A. Ura**
Influence of wear particles on wear and friction of silicon carbide in dry air and argon atmospheres
p. 138 - 143 in: K. Holmberg, I. Nieminen (Eds.), Eurotrib '89. Vol. 3 (5th Int. Congr. Tribology, Espoo/Helsinki 1989), Finnish Society for Tribology, Espoo (1989)
- /31/ **T. Sugita, K. Ueda, Y. Kanemura**
Material removal mechanism of silicon nitride during rubbing in water
Wear 97 (1984) 1 - 8
- /32/ **S. Sasaki**
The effects of water on friction and wear of ceramics
Journal of the Japanese Society of Lubrication Engineers 10 (1989) 21 - 26

- /33/ **Y. Kimura, K. Okada, Y. Enomoto**
Sliding damage of silicon nitride in plane contact
1. Wear 133 (1989) 147 - 161
2. p. 361 - 368 in: K. C. Ludema (Ed.), Wear of Materials 1989. Vol. 1 (Int. Conf. Denver/Colorado), ASME, New York (1989)
- /34/ **S. C. Singhal**
Effect of water vapor on the oxidation of hot-pressed silicon-nitride and silicon-carbide
Journal of the American Ceramic Society 59 (1976) 81 - 82
- /35/ **A. Ura, A. Nakashima, H. Moritaka**
The effect of the atmosphere on wear and friction of engineering ceramics
p. 1377 - 1382 in: Proceedings of the Japanese International Tribology Conference. Vol. 3 (Nagoya 1990), Japanese Society of Tribologists, Tokyo (1990)
- /36/ **O. O. Ajayi, K. C. Ludema**
Mechanism of transfer film formation during repeat pass sliding of ceramic materials
Wear 140 (1990) 191 - 206
- /37/ **H. Czichos, S. Becker, L. Lexow**
International multilaboratory sliding wear tests with ceramics and steel
Wear 135 (1989) 171 - 191
- /38/ **I. L. Singer**
Surface chemistry and mechanical behavior of silicon nitride implanted with titanium to high fluences and high temperatures
Surface and Coatings Technology 33 (1987) 487 - 499
- /39/ **J. Derby, S. G. Seshadri, M. Srinivasan**
Non lubricated sliding wear of Al₂O₃, PSZ and SiC
Fracture Mechanics of Ceramics (1986) 113 - 125
- /40/ **M. Woydt, K.-H. Habig**
High temperature tribology of ceramics
Tribology International 22 [2] (1989) 75 - 88
- /41/ **U. Dworak, H. Olapinski, W. Stannek**
Verschleißverhalten keramischer Werkstoffe
cfi/Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft 54 (1977) 416 - 418
- /42/ **E. Santner, M. Woydt, R. Wäsche**
Tribologische Screening Tests zur Vorauswahl von Werkstoffen
p. 343 - 364 in: Deutscher Verband für Materialforschung und -prüfung (Ed.), Bauteil '90, DVM-Tagung, Berlin (1990)
- /43/ **G. Lülff**
Erfassung und Bewertung von Reibvorgängen mit Hilfe der Beschleunigungsmeßtechnik
Schriftliche und persönliche Mitteilungen vom 19.6.1991, 6.11.91 und vom 13.11.91
Thyssen Stahl AG, Kaiser-Wilhelm-Str. 100, 4100 Duisburg 11

- /44/ **K.-H. Zum Gahr**
Sliding wear of ceramic-ceramic, ceramic-steel and steel-steel pairs in lubricated and unlubricated contact
Wear 133 (1989) 1 - 22
- /45/ **T. Sasada**
Future direction of research in wear resistant materials - status of understanding
p. 197 - 218 in: Tribology in the 80's. Vol. 1 (Int. Conf. Cleveland, Ohio 1983), NASA, Washington/D.C. (1984) (= NASA-CP-2300)
- /46/ **P. Boch, F. Platon, G. Kapelski**
Effect of temperature and environment on wear and friction of Al_2O_3 and SiC ceramics
p. 114 - 119 in: K. Holmberg, I. Nieminen (Eds.), Eurotrib '89. Vol. 3 (5th Int. Congr. Tribology, Espoo/Helsinki 1989), Finnish Society for Tribology, Espoo (1989)
- /47/ **Y. Berthier, M. Godet, M. Brendle**
Velocity accommodation in friction
Tribology Transactions 32 [4] (1989) 490 - 496
- /48/ **M. Woydt, K.-H. Habig, J. Kadoori, H. Hausner**
Werkstoffentwicklung von Ingenieurkeramik nach tribologischen Gesichtspunkten
cfi/Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft 67 [4] (1990) 123 - 130
- /49/ **R. A. Page, C. R. Blanchard-Ardid, W. Wei**
Effect of particulate additions on the contact damage resistance of hot-pressed Si_3N_4
Journal of Materials Science 23 (1988) 946 - 957
- /50/ **K.-H. Habig**
Friction and wear of sliding couples coated with TiC, TiN or TiB_2
Surface and Coatings Technology 42 (1990) 133 - 147
- /51/ **M. N. Gardos**
The effect of anion vacancies on the tribological properties of rutile
Tribology Transactions 32 [4] (1988) 427 - 436
- /52/ **M. N. Gardos, H.-S. Hong, W. O. Winer**
The effect of anion vacancies on the tribological properties of rutile (TiO_{2-x}). Part II: Experimental evidence
Tribology Transactions 22 [2] (1990) 209 - 220
- /53/ **H. Heshmat, H. Shapiro**
High-temperature, unbalanced, dry contact face seal, interfacial phenomenon and design considerations
Lubrication Engineering 45 [4] (1989) 235 - 243
- /54/ **N. L. Parr, E. R. W. May**
The technology and engineering application of reaction-bonded Si_3N_4
Proceedings of the British Ceramic Society 16 (1967) 81 - 96

- /55/ **G. W. Rowe**
Some observations on the frictional behaviour of boron nitride and of graphite
Wear 3 (1960) 274 - 285
- /56/ **R. L. Johnson, H. E. Sliney**
Ceramic surface films for lubrication at temperatures to 2000°F
American Ceramic Society Bulletin 41 (1962) 504 - 508
- /57/ **A. Erdemir, G. R. Fenske, F. A. Nichols, R. A. Erck, D. E. Busch**
Self-lubricating boric acid films for tribological applications
p. 1797 - 1802 in: Proceedings of the Japanese International Tribology Conference. Vol. 3 (Nagoya 1990), Japanese Society of Tribologists, Tokyo (1990)
- /58/ **M. Iwasa, S. Kakiuchi**
Mechanical and tribological properties of Si₃N₄-BN composite ceramics
Journal of the Japanese Ceramic Society 93 [10] (1985) 661 - 665
- /59/ **K. Miyoshi, J. J. Pouch, S. A. Alterovitz, D. M. Pantic, A. Johnson**
Adhesion, friction and wear of plasma-deposited thin silicon nitride films at temperatures to 700°C
Wear 133 (1989) 107 - 123
- /60/ **T. Yamada, A. Tanaka, M. Shimada, M. Koizumi**
High temperature hardness of Si₃N₄ ceramics fabricated under high pressure
Journal of the Ceramic Society Japan 90 [4] (1982) 202 - 208
- /61/ **K. Tsukuma, M. Shimada, M. Koizumi**
Thermal conductivity and microhardness of Si₃N₄ with and without additives
American Ceramic Society Bulletin 60 [9] (1981) 910 - 912
- /62/ **R. K. Govila**
Fracture and intermediate temperature instability in yttria-doped hot-pressed silicon nitrides
American Ceramic Society Bulletin 65 [9] (1986) 287 - 1292
- /63/ **K. Niihara, T. Hirai**
Hot hardness of CVD-Si₃N₄ to 1500°C
Powder Metallurgy International 16 [5] (1984) 223 - 226
- /64/ **B. M. Kramer, P. K. Judd**
Computational design of wear coatings
Journal of Vacuum Science and Technology A3 [6] (1985) 2439 - 2444
- /65/ **M. Berti, M. Meliga, G. Rovai, S. Stano, S. Tamagno**
Physico-chemical properties of Photo-CVD Silicon Nitride thin films
Thin Solid Films 165 (1988) 279 - 290

- /66/ **K. Niihara, T. Hirai**
Thermal expansion of chemically vapor deposited Si_3N_4
Journal of the Ceramic Society Japan 94 [1] (1986) 156 - 158
- /67/ **T. Hirai, S. Hayashi, K. Niihara**
Thermal diffusivity, specific heat and thermal conductivity of chemically vapor-deposited Si_3N_4
American Ceramic Society Bulletin 57 [12] (1978) 1126 - 1130
- /69/ **A. Bellosi, A. Fiegna, G. N. Babini**
Electroconductive Si_3N_4 -based composites
p. 3.389 - 3.393 in: G. de With, R. A. Terpstra, R. Metseelaar (Eds.), Euro-Ceramics. Vol. 3 (Conf. Maastricht 1989), Elsevier Applied Science, Barking/Essex (1989)
- /70/ **A. J. Kiehle, L. K. Heung, P. J. Gielesse, T. J. Rockett**
Oxidation behavior of hot-pressed Si_3N_4
Journal of the American Ceramic Society 58 (1975) 17 - 20
- /71/ **A. Bellosi, A. Tampieri, Yu-Zhen Liu**
Oxidation behavior of electroconductive Si_3N_4 -TiN composites
Materials Science and Engineering A127 (1990) 115 - 122
- /72/ **H. Holleck**
Material selection for hard coatings
Journal of Vacuum Science and Technology A4 [6] (1986) 2661 - 2669
- /73/ **R. Morrell**
Handbook of Properties of Technical & Engineering Ceramics. Part I
Her Majesty's Stationery Office, London (1988)
- /74/ **Autorengruppe**
Phase diagrams for ceramists. Part I - VI
American Ceramic Society, Columbus/Ohio (1956)
- /75/ **DIN 50133**
Härteprüfung nach Vickers
Bereich HV 0,2 bis HV 100. Teil 1 und 2
Beuth-Verlag GmbH, Berlin (1985), 14 p.
- /76/ **M. Desmaison, L. Themelin, F. Valin, M. Boncoeur**
Mechanical properties of hot-isostatic-pressed titanium nitride
p. 3.258 - 3.262 in: G. de With, R. A. Terpstra, R. Metseelaar (Eds.), Euro-Ceramics. Vol. 3 (Conf. Maastricht 1989), Elsevier Applied Science, Barking/Essex (1989)
- /77/ **A. Petzold**
Anorganisch-nichtmetallische Werkstoffe
VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1986)
- /78/ **R. E. Loehman**
Preparation and properties of Y-Si-Al-O-N glasses
Journal of the American Ceramic Society 62 [9] (1979) 491 - 494

- /79/ **J. Homeny, G. G. Nelson, S. W. Paulik, S. H. Risbud**
 Comparison of the properties of oxycarbide and oxinitride glasses
 Journal of the American Ceramic Society 70 [5] (1987)
 C 114 - C 116
- /80/ **C. R. Helms**
 Physical structure and chemical nature of the Si-SiO₂ interfacial region
 p. 77 ff. in: P. Balk (Ed.), The Si-SiO₂ system, Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo (1988) (= Materials Science Monographs Vol. 32)
- /81/ **I. Colquhoun, S. Wild, P. Grieveson, K. H. Jack**
 Thermodynamics of the silicon-nitrogen-oxygen system
 Proceedings of the British Ceramic Society 22 (1973)
 207 - 227
- /82/ **T. E. Fischer, M. D. Sexton, H. Tomizawa**
 Summary abstract: Tribochemistry in metals and ceramics
 Journal of Vacuum Science and Technology A4 [6] (1986)
 3027 - 3029
- /83/ **P. Kapsa, Y. Enomoto**
 Sliding damage on hot-pressed and sintered silicon nitride caused by a diamond tip under controlled humidity
 Wear 127 (1988) 65 - 83
- /84/ **R. Wäsche, K.-H. Habig**
 Physikalisch-chemische Grundlagen der Feststoffschmierung - Literaturübersicht
 Forschungsbericht Nr. 158, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung/BAM, Berlin (1989), 112 p.
- /85/ **O. O. Adewoye, T. F. Page**
 Frictional deformation and fracture in polycrystalline SiC and Si₃N₄
 Wear 70 (1981) 37 - 51
- /86/ **O. O. Ajayi, K. C. Ludema**
 Surface damage of structural ceramics: Implications for wear modelling
 p. 349 - 360 in: K. C. Ludema (Ed.), Wear of Materials 1987. Vol. 1 (Int. Conf. Houston/Texas 1987), ASME, New York (1987)
- /87/ **H.-G. Wobker**
 Schleifen keramischer Werkstoffe. Teil I und Teil II
 Magazin Neue Werkstoffe 1 (1990) 8 - 10
 Magazin Neue Werkstoffe 3 (1990) 11 - 16
 und
 Schleifen keramischer Werkstoffe
 Dissertation, Institut für Fertigungstechnik und Werkzeugmaschinen, Universität Hannover, Fortschritt-Berichte VDI Nr. 237, (1991), 168 p.
- /88/ **M. Gienau, M. Woydt, K.-H. Habig**
 Hochtemperaturtribometer für Reibungs- und Verschleißuntersuchungen bis 1000°C
 Materialprüfung 29 [7/8] (1987) 197 - 199

- /89/ **M. Woydt, A. Skopp, K.-H. Habig**
 Dry friction and wear of self-mated sliding couples of
 SiC-TiC and Si₃N₄-TiN
 1. Wear 148 (1991) 377 - 394
 2. p. 393 - 404 in: K. C. Ludema (Ed.), Wear of Materials
 1991. Vol. 1 (Int. Conf. Orlando/Fla.), ASME, New York
 (1991)
- /90/ **H. Tigges**
 Schriftliche Mitteilung am 17.08.90
 Rigaku Europe GmbH, Monschauer Str. 7, 4000 Düsseldorf-
 Heerdt
- /91/ **K. S. Mazdidasni, C. M. Cooke**
 Synthesis, characterization and consolidation of Si₃N₄ ob-
 tained from ammonolysis of SiCl₄
 Journal of the American Ceramic Society 56 (1973) 628 -
 633
- /92/ **M. I. Baraton, J. C. Labbe, P. Quintard**
 L'oxinitrure de silicium: Si₂N₂O; I. Attribution des absorp-
 tions du spectre infrarouge aux vibrations fondamentales
 Materials Research Bulletin 20 (1985) 1239 - 1250
- /93/ **E. Pretsch, T. Clerc, J. Seibl, W. Simon**
 Tables of spectral data for structure determination of orga-
 nic compounds
 Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York (¹1983) und
 (²1989)
- /94/ **Y. Enomoto, Y. Kimura, K. Okada**
 Wearing behavior of silicon nitride in plane contact
 p. 173 - 178 in: Tribology - Friction, Lubrication and Wear:
 Fifty years on. Vol. I (Int. Conf. London 1987), Institution
 of Mechanical Engineers, London (1987) (= Proc. Inst. Mech.
 Eng. 1987-5)
- /95/ **R. Hezel, N. Lieske**
 Si (LVV) Auger spectra of amorphous Si-oxide, Si-nitride and
 Si-oxinitride
 Journal of Applied Physics 51 [5] (1980) 2566 - 2568
- /96/ **W. Braue, H. J. Dudek, G. Ziegler**
 XPS study of glassy grain boundary layers in dense, high-
 strength silicon nitride
 Journal of Non-Crystalline Solids 56 (1983) 185 - 190
- /97/ **L. E. Davis, N. C. MacDonald, P. W. Palmberg, G. E. Riach,
 R. E. Weber**
 Handbook of Auger electron spectroscopy
 Physical Electronics Inc., Eden Prairie/Minn. (1976)
- /98/ **T. Goto, F. Itoh, K. Suzuki, T. Hirai**
 ESCA study of amorphous CVD-Si₃N₄-C composites
 Journal of Materials Science Letters 2 (1983) 805 - 807

- /99/ C. D. Wagner, D. E. Passoja, H. F. Hillery, T. G. Kinisky, H. A. Six, W. T. Jansen, J. A. Taylor
Auger and photoelectron line energy relationships in Al-O and Si-O compounds
Journal of Vacuum Science and Technology 21 [4] (1982) 933 - 944
- /100/ T. N. Wittberg, J. R. Hoenigman, W. E. Moddeman, C. R. Cothorn, M. R. Gullet
AES and XPS of silicon nitride films of varying refractive indices
Journal of Vacuum Science and Technology 15 (1978) 348 - 352
- /101/ S. I. Raider, R. Flitsch, J. A. Aboaf, W. A. Pliskin
Surface oxidation of silicon nitride films
Journal of the Electrochemical Society 123 (1976) 560 - 565
- /102/ C. D. Wagner, W. M. Riggs, L. E. Davis, J. F. Moulder, G. E. Muilenberg
Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy
Perkin Elmer Corporation, Eden Prairie/Minn. (1979)
- /103/ S. O. Saied, J. L. Sullivan, T. Choudhury, C. G. Pearse
A comparison of ion and fast atom beam reduction in TiO₂
Vacuum 38 (1988) 917 - 922
- /104/ S. Hofmann
Characterization of nitride coatings by Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy
Journal of Vacuum Science and Technology A4 [6] (1986) 2789 - 2796
- /105/ D. Chakraborty, J. Mukerji
Indentation-induced cracks in hot-pressed Si₃N₄
Indian Journal of Technology 20 (1982) 361 - 361
- /106/ H. Frei
Charakterisierung und Lastverhalten herstellungsbedingter, bearbeitungsbedingter und künstlich eingebrachter Gefügefehler in Konstruktionskeramik
Dissertation, Institut für Keramik im Maschinenbau, Universität Karlsruhe, IKM-Schriftenreihe 001, (1991), 148 p.
- /107/ H. Knoch, K. Hunold, D. Henn
Schriftliche Mitteilung am 17.11.89
ESK GmbH, Postfach 1526, D-8960 Kempten 2, Deutschland
- /108/ G. L. Turner, R. J. Kirkpatrick, S. H. Risbud, E. Oldfield
Multinuclear magic-angle sample-spinning nuclear magnetic resonance spectroscopic studies of crystalline and amorphous ceramic materials
American Ceramic Society Bulletin 66 [4] (1987) 656 - 663

- /109/ **R. Dupree, M. H. Lewis, M. E. Smith**
 High resolution silicon-29 nuclear resonance in the Y-Si-O-N system
 Journal of the American Chemical Society 110 (1988) 1083 - 1087
- /110/ **M. J. Leach, R. K. Harris, D. P. Thompson**
 High resolution solid state NMR studies of some new nitride and oxinitride ceramics
 p. 2.140 - 2.144 in: G. de With, R. A. Terpstra, R. Metseelaar (Eds.), Euro-Ceramics. Vol. 2 (Conf. Maastricht 1989), Elsevier Applied Science, Barking/Essex (1989)
- /111/ **K. Miyoshi, D. H. Buckley, T. Spalvins**
 Tribological properties of boron nitride synthesized by ion beam deposition
 Journal of Vacuum Science and Technology A3 [6] (1985) 2340 - 2344
- /112/ **K. Hokkirigawa, K. Kato, H. Kitsunai, M. Mizumoto**
 Microscopic wear mechanism of alumina and silicon nitride observed in the FE-SEM-Tribosystem
 p. 1413 - 1418 in: Proceedings of the Japanese International Tribology Conference. Vol. 3 (Nagoya 1990), Japanese Society of Tribologists, Tokyo (1990)
- /113/ **T. E. Fischer**
 Tribochemistry
 Annual Review of Materials Science 18 (1988) 303 - 323
- /114/ **T. E. Fischer**
 Modelling tribochemistry
 p. 67 - 72 in: F. F. Ling, C. H. Pan (Eds.), Approaches to modelling of friction and wear (Workshop New York 1986), Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York (1988)
- /115/ **J. A. Griffioen, S. Bair, W. O. Winer**
 Infrared surface temperature measurements in a sliding ceramic-ceramic contact
 p. 238 - 251 in: D. Dowson, C. M. Taylor, M. Godet, D. Berthé (Eds.), Mechanisms and Surface Distress (12th Leeds-Lyon Symposium 1985), Butterworths, Guildford (1985)
- /116/ **M. Yoshimura, J. Kase, S. Somiya**
 Hydrothermal oxidation of Si₃N₄ powder
 Journal of the Ceramic Society Japan 94 [1] (1986) 129 - 134
- /117/ **D. W. Richerson, L. J. Lindberg, W. D. Carruthers, J. Dahn**
 Contact stress effects on Si₃N₄ and SiC interfaces
 Ceramic Engineering and Science Proceedings 2 (1981) 578 - 588
- /118/ **G. M. Hamilton, L. E. Goodman**
 The stress field created by a circular sliding contact
 Journal of Applied Mechanics (Trans. ASME Ser. E) 33 (1966) 371 - 376

- /119/ **K. F. Dufrane**
Sliding performance of ceramics for advanced heat engines
p. 1052 - 1059 in: D. R. Messier (Ed.), Proceedings of the
10th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic
Materials (Cocoa Beach/Fla. 1986), American Ceramic Society,
Columbia/Ohio (1986)
- /120/ **M. Shimada**
Structural nonoxide ceramics by hot pressing
American Ceramic Society Bulletin 65 [8] (1986) 1153 -
1155
- /121/ **K.-A. Schwetz, A. Lipp**
Hexagonales Bornitrid
cfi/Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft 56 [1]
(1979) 1 - 4
- /122/ **K.-H. Tönshoff, S. Bartsch**
Thermal load simulation by laser-beaming
Ceramic Science and Engineering Proceedings 9 - 10 [9]
(1988) 1453 - 1462
- /123/ **J. C. Jaeger**
Moving sources of heat and the temperature at sliding con-
tacts
Journal and Proceedings of the Royal Society of New South
Wales 76 (1942) 203 - 224
- /124/ **J. F. Archard**
The temperature of rubbing surfaces
Wear 2 (1958/59) 438 - 455
- /125/ **S. C. Lim, M. F. Ashby**
Wear-mechanism maps
Acta Metallurgica 35 [1] (1987) 1 - 24
- /126/ **D. Kuhlmann-Wilsdorf**
Computations of flash temperature
Schriftliche Mitteilung am 27.4.1989
Office: 304 Physics Building, University of Virginia, Char-
lottesville, Virginia, U.S.A.
- /127/ **R. Benz, A. Naoumidis, H. Nickel**
Thermal shock testing of ceramics with pulsed laser irradia-
tion
Journal of Nuclear Materials 150 (1987) 128 - 139
- /128/ **M. Akazawa, K. Kato, K. Umeya**
Wear properties of silicon nitride in rolling contact
p. 191 - 196 in: Y. Tamai (Ed.), Proceedings of the JSLE In-
ternational Tribology Conference. Vol. I (Tokyo 1985), Else-
vier, Amsterdam (1985)
- /129/ **S. A. Horton, D. Dowson, F. L. Riley, N. C. Wallbridge**
The sliding behavior of non-oxide ceramics
p. 759 - 769 in: W. Bunk, H. Hausner (Eds.), Proceedings of
the Second International Symposium on Ceramic Materials and
Components for Engines (Lübeck-Travemünde 1986), Deutsche
Keramische Gesellschaft, Bad Honnef (1986)

- /130/ **H. Wada, M.-J. Wang, T.-Y. Tien**
 Stability of phases in the Si-C-N-O-system
 Journal of the American Ceramic Society 71 [10] (1988)
 837 - 840
- /131/ **A. E. Morgan, E. K. Broadbent, K. N. Ritz, D. K. Sadana, B. J. Burrow**
 Interactions of thin Ti films with Si, SiO₂, Si₃N₄ and SiO_xN_y under rapid thermal annealing
 Journal of Applied Physics 64 (1988) 344 - 353
- /132/ **K.-H. Habig, M. Woydt**
 Tribologisches Hochtemperaturverhalten keramischer Werkstoffe unter Festkörperreibungsbedingungen
 VDI-Berichte 670 (1988) 683 - 697
- /133/ **D. C. Cranmer**
 Wear surface analysis of silicon nitride
 Lubrication Engineering 44 [12] (1988) 975 - 980
- /134/ **H. Scholze, H. Salmang**
 Keramische Werkstoffe. 2. Teil
 Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York-Tokio (1983)
- /135/ **C. L. Quackenbush, J. T. Smith, J. T. Neil, K. W. French**
 Sintering, properties and fabrication of Si₃N₄ + Y₂O₃ based ceramics
 p. 669 - 682 in: F. L. Riley (Ed.), Progress in Nitrogen Ceramics, Martinus Nijhoff, Den Haag (1983)
- /136/ **P. A. Rehbinder, E. D. Shchukin**
 Surface phenomena in solids during deformation and fracture processes
 Progress of Surface Science 3 (1972) 97 - 188
- /137/ **R. W. Rice**
 Micromechanics of microstructural aspects of ceramic wear
 p. 940 - 956 in: D. R. Messier (Ed.), Proceedings of the 9th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials (Cocoa Beach/Fla. 1985), American Ceramic Society, Columbia/Ohio (1986)
- /138/ **B. R. Lawn, R. Wilshaw**
 Review indentation fracture: principles and applications
 Journal of Materials Science 10 (1975) 1049 - 1081
- /139/ **S. Gray**
 Friction and wear of ceramic pairs under high temperature conditions representative of advanced engine parts
 Ceramic Engineering and Science Proceedings 6 (1985) 940 - 975
- /140/ **W. Kowbel, A. Sathe**
 Effect of boron ion implantation on tribological properties of CVD-Si₃N₄
 Lubrication Engineering 46 [10] (1990) 645 - 650

- /141/ **B. Gecim**
 Transient hot spot temperatures at a sliding ceramic contact including surface coating effects
 Wear 123 (1988) 59 - 76
- /142/ **M. F. Ashby, H.-S. Kong, J. Abulawi**
 1. "T-MAPS. (Version 4): User Manual + Background Reading"
 - On surface temperatures at dry sliding surfaces -
 Report No. CUED/C-ATS/TR 160 (1990)
 Engineering Dept. of Cambridge University, Trumpington Street, Cambridge CB2 1PZ, U.K., (¹1991) und (²1992)
 2. Temperature maps for frictional heating in dry sliding
 Tribology Transactions 34 [4] (1991) 577 - 587
- /143/ **J. F. Braza, H. S. Cheng, M. E. Fine, A. K. Gangopadhyay, L. M. Keer, R. E. Worden**
 Mechanical failure mechanisms in ceramic sliding and rolling contacts
 Tribology Transactions 32 [1] (1989) 1 - 8
- /144/ **V. J. Tennery**
 Ceramic Materials and Components for Engines
 Journal of the American Ceramic Society 72 (1989) 968 - 976
- /145/ **D. S. Park, S. Danyluk, M. McNallan**
 Influence of tribochemical reaction products on friction and wear of silicon nitride at elevated temperatures in reactive environments
 Journal of the American Ceramic Society 75 [11] (1992) 3033 - 3039
- /146/ **E. Broszeit, T. Preussler, M. Wagner, O. Zwirlein**
 Stress hypotheses and material stresses in hertzian contacts
 Zeitschrift für Werkstofftechnik 17 (1986) 238 - 246
- /147/ **T. Sato, K. Haryu, T. Endo, M. Shimada**
 Oxidation of non-oxide ceramics by water vapor at high temperatures
 Zairyo, Journal of the Society of Materials Science 37 [1] (1988) 77 - 82
- /148/ **C. Ernsberger, J. Nickerson, T. Smith, A. E. Miller, D. Banks**
 Low temperature oxidation of reactively sputtered TiN by X-ray photoelectron spectroscopy and contact resistance measurements
 Journal of Vacuum Science and Technology A4 [6] (1986) 2784 - 2788
- /149/ **H. Du, R. E. Tressler, K. E. Spear, C. G. Pantano**
 Oxidation studies of crystalline CVD silicon nitride
 Journal of the Electrochemical Society 136 [5] (1989) 1527 - 1536
- /150/ **G. Fleischer**
 Zur Energetik der Reibung
 Wissenschaftliche Zeitschrift der Technischen Universität "Otto von Guericke" Magdeburg 34 [8] (1990) 55 - 66

- /151/ **N. H. Macmillan, R. D. Huntington, A. R. C. Westwood**
Chemomechanical control of sliding friction behavior in non-metals
Journal of Materials Science 9 [5] (1974) 697 - 706
- /152/ **S. Chandrasekar, B. Bhushan**
Friction and wear of ceramics for magnetic recording applications - Part I: A Review
Journal of Tribology 112 [1] (1990) 1 - 16
- /153/ **B. Löffelbein, M. Woydt, K.-H. Habig**
Medienschmierung ingenieurkeramischer Gleitpaarungen
Tribologie und Schmierungstechnik 39 [1] (1992) 3 - 9
- /154/ **A. G. Evans, D. B. Marshall**
Wear mechanism in ceramics
p. 439 - 452 in: D. A. Rigney (Ed.), Fundamentals of Friction and Wear of Materials (ASM Seminar Pittsburgh/Pa. 1980), ASM, Metals Park/Ohio (1981)
- /155/ **S. S. Kim, K. Kato, K. Hokkirigawa, H. Abe**
Wear mechanism of ceramic materials in dry rolling friction
Journal of Tribology 108 (1986) 522 - 526
- /156/ **A. Erdemir, G. R. Fenske, R. A. Erck, F. A. Nichols, D. E. Busch**
Tribological properties of boric acid and boric-acid-forming surfaces.
Part I: Crystal chemistry and mechanism of self-lubrication of boric acid
Lubrication Engineering 47 [3] (1991) 168 - 173
Part II: Mechanisms of formation and self-lubrication of boric acid films on boron- and boric oxide-containing surfaces
Lubrication Engineering 47 [3] (1991) 179 - 184
- /157/ **R. A. Nyquist, R. O. Kagel**
Infrared spectra of inorganic compounds
Academic Press, New York - London (1971)
- /158/ **T. Uchino, T. Sakka, M. Iwase**
Interpretation of hydrated states of sodium silicate glasses by infrared and raman analysis
Journal of the American Ceramic Society 74 [2] (1991) 306 - 313
- /159/ **A. Skopp, M. Woydt**
Ceramic-ceramic composite materials with improved friction and wear properties
Tribology International 25 [1] (1992) 61 - 70
- /160/ **K. Adachi, K. Hokkirigawa, K. Kato**
The wear mechanism of silicon nitride in rolling-sliding contact
Wear 151 (1991) 291 - 300

- /161/ **K. Watari, K. Ishizaki**
 Thermal coefficients of HIP sintered silicon nitride
 p. 2.77 - 2.81 in: G. de With, R. A. Terpstra, R. Metselaar
 (Eds.), Euro-Ceramics. Vol. 2 (Conf. Maastricht 1989), Else-
 vier Applied Science, Barking/Essex (1989)
- /162/ **H. G. Wobker**
 Schriftliche Mitteilung am 14.06.91
 TU Hannover, Institut für Fertigungstechnik und Spanende
 Werkzeugmaschinen, Schloßwender Str. 5, 3000 Hannover 1
- /163/ **A. H. Heuer, V. L. K. Lou**
 Volatility diagrams for silica, silicon nitride and silicon
 carbide and their application to high-temperature decomposi-
 tion and oxidation
 Journal of the American Ceramic Society 73 [10] (1990)
 2785 - 2803
- /164/ **Q. Xue, W. Liu, X. Zhang**
 The effect of molecular structure of organic borates on
 their friction and wear properties
 p. 7.10-1 - 7.10-4 in: W. J. Bartz (Ed.), Tribologie 2000.
 Bd. 1 (8. Int. Kolloq. Esslingen 1992), Technische Akademie
 Esslingen, Ostfildern
- /165/ **H.-S. Hong, W. O. Winer**
 In-situ engineered oxide coatings
 p. 1 - 9 in: D. Dowson, C. M. Taylor, M. Godet (Eds.), Me-
 chanics of Coatings (16th Leeds-Lyon Symposium 1989), Else-
 vier, Amsterdam - New York (1990)
- /166/ **E. Rabinowicz, M. Imai**
 Friction and wear at elevated temperatures
 Tech. Doc. Report No. WADC-TR-59-603, Part III, Institute of
 Technology, Cambridge/Mass. (1962), 40 p.
- /167/ **Y. Kimura, K. Okada, Y. Enomoto**
 Sliding damage of silicon nitride (3rd report)
 p. 161 - 164 in: Preprints of the Autumn Meeting of the JSLE
 (1987)
- /168/ **P. Balk**
 The Si-SiO₂ system
 Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo (1988), 356 p.
 (= Materials Science Monographs. Vol. 32)
- /169/ **Y. Imada, K. Kamamura, F. Honda, K. Nakajima**
 The tribological reaction accompanying friction and wear of
 silicon nitride containing titanium nitride
 Journal of Tribology 114 (1992) 230 - 235
- /170/ **M. G. Gee**
 Effect of test machine dynamics on the sliding wear of alu-
 mina
 Presented on IRG Tribology Group Meeting, Cambridge 1991,
 available at: National Physical Laboratory, Building 13,
 Division of Materials Applications, Teddington, Middlesex
 TW11 0LW

- /171/ **DIN 4768**
Ermittlung der Rauheitsmeßgrößen R_a , R_z , R_{max} mit elektrischen Tastschnittgeräten
Beuth-Verlag GmbH, Berlin (1974), 7 p.
- /172/ **DIN 4776**
Kenngrößen R_K , R_{PK} , R_{VK} , M_{r1} , M_{r2} zur Beschreibung des Materialanteils im Rauheitsprofil
Beuth-Verlag GmbH, Berlin (1990), 13 p.
- /173/ **E. Papparazzo**
XPS analysis of oxides
Surface and Interface Analysis 12 (1988) 115 - 118
- /174/ **A. R. Badzian**
Superhard material comparable in hardness to diamond
Applied Physics Letters 53 [25] (1988) 2495 - 2497
- /175/ **P. Boch, J. C. Glandus**
Elastic properties of silicon oxinitride
Journal of Materials Science 14 (1979) 379 - 385
- /176/ **M. Woydt, A. Skopp, K.-H. Habig**
Einfluß von Temperatur und Gleitgeschwindigkeit auf Festkörperreibung und -verschleiß von Si_3N_4 bis $1000^\circ C$
cfi/Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft 66 [10] (1989) 426 - 432
- /177/ **G. R. Hatfield, K. R. Carduner**
Review - Solid state NMR: Applications in high performance ceramics
Journal of Materials Science 24 (1989) 4209 - 4219
- /178/ **H.-J. Kleebe, M. Rühle**
TEM-Untersuchungen an SiC- und Si_3N_4 -Keramiken mit erhöhter Bruchzähigkeit
Vortrag, Tagung "Verstärkung keramischer Werkstoffe" (DGM/DKG-Gemeinschaftstagung, TU Hamburg/Harburg Okt. 1991)
- /179/ **J. S. Solomon, W. L. Braun**
Molecular orbital effects on the Ti LMV Auger spectra of TiO and TiO_2
Surface Science 51 (1975) 228 - 236
- /180/ **M. S. Donley, D. R. Baer, T. G. Stoebe**
Nitrogen 1s charge referencing for Si_3N_4 and related compounds
Surface and Interface Analysis 11 (1988) 335 - 340
- /181/ **H. Mattsson, I. Olefjord**
Analysis of oxide formed on Ti during exposure in bentonite clay - I. The oxide growth
Werkstoffe und Korrosion 41 (1990) 383 - 390
- /182/ **M. A. Moore, F. S. King**
Abrasive wear of brittle solids
Wear 60 (1980) 123 - 140

- /183/ **D. J. Barnes, B. D. Powell**
 The friction and fragmentation of some refractory solids:
 The role of protective surface films
 Wear 32 (1975) 195 - 202
- /184/ **H. Hertz**
 Über die Berührung fester elastischer Körper
 Journal für die Reine und Angewandte Mathematik 92 (1882)
 156 - 171
- /185/ **F. Auerbach**
 Absolute Härtemessung
 Annalen der Physik und Chemie 43 (1891) 61 - 100
- /186/ **C. Della Corte**
 Experimental evaluation of chromium-carbide-based solid lu-
 bricant coatings for use to 750°C
 Report No. NASA-CR-180808, NASA, Washington/D.C. (1987)
- /187/ **D. Lange, H. Knoch**
 Stand der Entwicklung von Wälz- und Gleitlagern aus den ke-
 ramischen Werkstoffen Siliciumnitrid und Siliciumcarbid
 Vortrag, Tagung "Möglichkeiten und Grenzen technischer Kera-
 mik im Verbrennungsmotor" (Haus der Technik, Essen 11./12.
 November 1991), Veranstd.-Nr.: T-30-911-056-1
- /188/ **A. Huck**
 Zylinder-Kolbenringverschleißverhalten keramischer Werkstof-
 fe am Beispiel eines aufgeladenen 6-Zylinder Wirbelkammer-
 Dieselmotors
 Vortrag, Tagung "Möglichkeiten und Grenzen technischer Kera-
 mik im Verbrennungsmotor" (Haus der Technik, Essen 11./12.
 November 1991), Veranstd.-Nr.: T-30-911-056-1
- /189/ **C. Bartsch**
 Keramik im Kurbelschlaufen-Zweitakter - Preisgekröntes Mo-
 torsystem
 Magazin Neue Werkstoffe Heft 3 (1988) 5 - 6
- /190/ **R. Buchheim**
 Neue Werkstoffe im Automobilbau
 Ingenieur-Werkstoffe 2 [5] (1990) 84 - 89
- /191/ **H. Gasthuber, R. Krebser**
 Massenreduzierung im Ventiltrieb durch keramische Bauteile
 Vortrag, Tagung "Möglichkeiten und Grenzen technischer Kera-
 mik im Verbrennungsmotor" (Haus der Technik, Essen 11./12.
 November 1991), Veranstd.-Nr.: T-30-911-056-1
- /192/ **T. A. Dow, R. D. Stockwell**
 Experimental verification of thermoelastic instabilities in
 sliding contact
 Journal of Lubrication Technology (Trans. ASME Ser. F) 99
 [3] (1977) 359 - 364
- /193/ **G. C. Sih**
 Strain-energy-density factor applied to mixed mode crack
 problems
 International Journal of Fracture 10 (1974) 305 - 321

- /194/ **S. Jahanmir**
 On mechanics and mechanisms of laminar wear particle formation
 p. 261 - 332 in: R. M. Latanision, T. E. Fischer (Eds.), Advances in the mechanics and physics of surfaces. Vol. 3, Harwood Academic Publishers, New York (1986)
- /195/ **T. F. J. Quinn, W. O. Winer**
 Development of a theory of wear of ceramics
 ORNL Subcontract 19-B-07802, U.S. Department of Energy and Argonne National Laboratory (1985)
- /196/ **N. N.**
 Metalle und Materialien für Forschung und Industrie.
 Goodfellow-Katalog von 1991/92
 Goodfellow GmbH, Kurstraße 13-15, 6350 Bad Nauheim
- /197/ **S. Chandrasekar, T. N. Farris, B. Bhushan**
 Grinding temperatures for magnetic ceramics and steel
 Journal of Tribology 112 (1990) 535 - 541
- /198/ **D. R. Messier**
 Preparation and properties of Y-Si-Al-O-N glasses
 International Journal of High Technology Ceramics 3 (1987) 33 - 41
- /199/ **R. Kossowsky, D. G. Miller, E. S. Diaz**
 Tensile and creep strength of hot-pressed Si_3N_4
 Journal of Materials Science 10 (1975) 983 - 997
- /200/ **J. Yang, W. O. Winer**
 A comparison between the thermomechanical wear model and some experimental observations
 Journal of Tribology 113 (1991) 262 - 269
- /201/ **R. Grün**
 The structure of $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$; structural and stability considerations between α - and $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$
 Acta Crystallographica 35 (1979) 800 - 804
- /202/ **A. Skopp**
 Einfluß von Temperatur und Gleitgeschwindigkeit auf Festkörpergleitreibung und -verschleiß von Siliziumnitridpaarungen
 Diplomarbeit, Technische Universität Berlin, Institut für Nichtmetallisch-Anorganische Werkstoffe (FB 17), (1989)
- /203/ **H. Lange, G. Wötting, G. Winter**
 Siliciumnitrid - vom Pulver zum keramischen Werkstoff
 Angewandte Chemie 103 (1991) 1606 - 1625
- /204/ **M. Singh, H. Wiedemeier**
 High temperature thermal and environmental stabilities of boron nitride, aluminium nitride and silicon nitride ceramics
 Materials at High Temperatures 9 [3] (1991) 139 - 144

- /205/ **W. S. Coblenz, D. Lewis**
 In situ reaction of B_2O_3 with AlN and/or Si_3N_4 to form BN-toughened composites
 Journal of the American Ceramic Society 71 [12] (1988)
 1080 - 1085
- /206/ **K. Hokkirigawa**
 Wear mode map of ceramics
 Wear 151 (1991) 219 - 228
- /207/ **H. Blok**
 Theoretical study of temperature rise at surfaces of actual contact under oiliness lubricating conditions
 p. 222 - 237 in: General Discussion on Lubrication and Lubricants. Vol. 2, Institution of Mechanical Engineers, London (1937)
- /208/ **B.-Y. Ting, W. O. Winer**
 Friction-induced thermal influences in elastic contact between spherical asperities
 Journal of Tribology 111 (1989) 315 - 322
- /209/ **T. Kawakubo, K. Komeya**
 Cyclic fatigue of SSi_3N_4 at room temperature
 Zairyo, Journal of the Society of Materials Science 34 [387] (1985) 1460 - 1465
- /210/ **S. Sakaguchi, N. Murayama, Y. Kodama, F. Wakai**
 Fracture toughness measurement by High Temperature Vickers Hardness Tester
 in: International Symposium on Pre-standards Research for Advanced Materials (Tokyo 16th - 18th Dec. 1991). Abstracts
- /211/ **M. Masuda, T. Soma, M. Matsui, I. Oda**
 Cyclic fatigue of SSi_3N_4
 Ceramic Engineering and Science Proceedings 9 [9-10] (1988)
 1371 - 1382
- /212/ **H. S. Carslaw, J. C. Jaeger**
 The Conduction of heat in solids
 2nd Edition, Oxford University Press, London (1959)
- /213/ **D. Kuhlmann-Wilsdorf**
 Flash temperatures due to friction and Joule heat at asperity contacts
 Wear 105 (1985) 187 - 198
- /214/ **D. Kuhlmann-Wilsdorf**
 Demystifying flash temperatures
 I. Analytical expressions based on a simple model
 II. First-order approximations for plastic contact spots
 Materials Science and Engineering 93 (1987) 107 - 133
- /215/ **R. K. Govila**
 Fracture phenomenology of a sintered silicon nitride containing oxide additives
 Journal of Materials Science 23 (1988) 1141 - 1150

- /216/ **J. M. Martin, Th. Le Mogne, C. Chassagnette, M. N. Gardos**
Friction of hexagonal boron nitride in various environments
Tribology Transactions 35 [3] (1992) 462 - 472
- /217/ **M. N. Gardos**
The tribooxidative behavior of rutile-forming substrates
p. 325 - 338 in: L. E. Pope, L. L. Fehrenbacher, W. O. Winer
(Eds.), New Materials Approach to Tribology: Theory and
Applications, Materials Research Society, Pittsburgh/Pa.
(1989) (= MRS Symp. Proc. Vol. 140)
- /218/ **J. R. Alcock, O. T. Sørensen**
Analysis of abrasive wear mechanisms in ceramics by inden-
tation techniques
Tribologia - Finnish Journal of Tribology 11 [2] (1992)
57 - 65
(NORDTRIB '92, 5th Nordic Symposium on Tribology, Helsinki
1992)
- /219/ **A. Weddigen, G. Grathwohl**
Zyklische und statische Ermüdung von Si_3N_4 -Werkstoffen
p. 38 - 42 in: Jahresbericht 1991, Universität Karlsruhe,
Institut für Keramik im Maschinenbau
- /220/ **H. K. Tönshoff, B. Denkena**
Wear of ceramic tools in milling
Lubrication Engineering 47 [9] (1991) 772 - 778
- /221/ **R. De Coninck, M. Snykers**
The resistance against thermal shock of some potential li-
miter and first wall materials for fusion devices
Journal of Nuclear Materials 76 & 77 (1978) 629 - 633
- /222/ **A. Yoshimura, J. Kase, S. Somiya**
Oxidation of Si_3N_4 and SiC by high temperature - high pres-
sure water vapor
p. 529 - 533 in: W. Bunk, H. Hausner (Eds.), Proceedings of
the Second International Symposium on Ceramic Materials and
Components for Engines (Lübeck-Travemünde, April 14 - 17,
1986), Verlag Deutsche Keramische Gesellschaft, Bad Honnef
(1986)
- /223/ **DIN 50323 (Teil 3; Entwurf)**
Tribologie; Reibung; Begriffe, Arten, Zustände, Kenngrößen
Beuth-Verlag GmbH, Berlin (November 1992), 6 p.
- /224/ **A. G. Evans**
Microfracture from thermal expansion anisotropy - I. single
phase systems
Acta Metallurgica 26 (1978) 1845 - 1853
- /225/ **G. D. Davis, M. Natan, K. A. Anderson**
Study of titanium oxides using Auger line shapes
Applications of Surface Science 15 (1983) 321 - 333
- /226/ **W. Dawihl, G. Altmeyer**
Grundlagen des Verschleisses hochharter Werkstoffe
Wear 32 (1975) 291 - 308

- /227/ **A. G. Evans, T. R. Wilshaw**
 Quasi-static solid particle damage in brittle solids -
 I. Observations, analysis and implications
 Acta Metallurgica 24 (1976) 939 - 956
- /228/ **H. P. Kirchner, R. M. Gruver, D. M. Richard**
 Fragmentation and damage penetration during abrasive machi-
 ning of ceramics
 p. 23 - 42 in: B. J. Hockey and R. W. Rice (Eds.), The
 Science of Ceramic Machining and Surface Finishing II,
 National Bureau of Standards Special Publication 562, U.S.
 Government Printing Office, Washington/D.C. (1979)
- /229/ **H. Blok**
 The flash temperature concept
 Wear 6 (1963) 483 - 494
- /230/ **G. Bartelt**
 Persönliche und schriftliche Mitteilung vom 03.09.92 und
 10.11.1992
 Bundesanstalt für Mateialforschung und -prüfung, Unter den
 Eichen 87, 1000 Berlin 45
- /231/ **I. Suni, D. Sigurd, K. T. Ho, M.-A. Nicolet, M. Luomajärvi**
 Thermal oxidation of of reactively sputtered titanium ni-
 tride and hafnium nitride films
 Journal of Electrochemical Society 130 [5] (1983) 1210 -
 1214
- /232/ **A. P. M. Adriaansen, H. Gooijer**
 A comparative study of the oxidation of RBSN and RBSN coated
 with CVD-Si₃N₄
 p. 3.569 - 3.574 in: G. de With, R. A. Terpstra, R. Metse-
 laar (Eds.), Euro-Ceramics. Vol. 3 (Conf. Maastricht 1989),
 Elsevier Applied Science, Barking/Essex (1989)
- /233/ **J. Denape, J. Lamon**
 Sliding friction of ceramics: mechanical action of the wear
 debris
 Journal of Materials Science 25 (1990) 3592 - 3604
- /234/ **L. Wang, C. He, J. Wu**
 Oxidation of sintered silicon nitride: I. Phase composition
 and microstructure
 Materials Science and Engineering A157 (1992) 125 - 130
- /235/ **G. Spur, F. Ullmann**
 Untersuchung der Temperaturverteilung an keramischen Reib-
 paarungen im Hochtemperaturtribometer
 Gutachten (1989), TU Berlin, Institut für Werkzeugmaschinen
 und Fertigungstechnik, 1000 Berlin 10, Pascalstr. 8/9
- /236/ **B. Eigenmann**
 Röntgenographische Analyse inhomogener Spannungszustände in
 Keramiken, Keramik-Metall-Fügeverbindungen und dünnen Schich-
 ten
 Dissertation, Institut für Keramik im Maschinenbau, Univer-
 sität Karlsruhe, IKM-Schriftenreihe, Nr. 5, Mai 1992, 287 p.

- /237/ **Y. Berthier**
Experimental evidence for friction and wear modelling
Wear 139 (1990) 77 - 92
- /238/ **R. D. Fischer**
Engineering Ceramics
Firmenschrift: NGK Spark Plug Co., Ltd., Research and Development Department, (1989)
- /239/ **S. Wada**
Micro-fracture of ceramics
Japanese Journal of Tribology 35 [8] (1990) 859 - 866
- /240/ **H. Hong, R. F. Hochman, T. F. J. Quinn**
A new approach to the oxidational theory of mild wear
Tribology Transactions 31 (1988) 71 - 75
- /241/ **J. Halling**
A contribution of the theory of mechanical wear
Wear 34 (1975) 239 - 249
- /242/ **J. K. Lancaster, A.-H. Marshal, A. G. Atkins**
The role of water in the wear of ceramics
Journal of Physics D: Applied Physics 25 (1992) A205 - A211
- /243/ **M. H. Rawlins, T. A. Nolan, L. F. Allard, V. J. Tennery**
Dynamic and static fatigue behavior of sintered silicon nitrides: II, Microstructure and failure analysis
Journal of the American Ceramic Society 72 [8] (1989) 1338 - 1342
- /244/ **D. G. Gilroy, W. Hirst**
Brittle fracture of glass under normal and sliding loads
Journal of Physics D: Applied Physics 2 [2] (1969) 1784 - 1787
- /245/ **R. Hamminger, J. Heinrich**
Keramische Ventile für Automobilmotoren
Spektrum der Wissenschaft, Januar (1993), 114 - 116
- /246/ **W. Genthe, H. Hausner**
Korrosionsbeständigkeit
Technische Keramische Werkstoffe (J. Kriegesmann (Hrsg.)),
Deutscher Wirtschaftsdienst, D-5000 Köln, (1992), 17 Seiten
- /247/ **G. Bartelt, P. Studt**
The effect of selected oil additives on sliding friction and wear of ceramic/ceramic couples lubricated with hexadecane
Tribologia 11 (1992) 39 - 48
- /248/ **T. H. Tio**
Pendelplanschleifen nichtoxidischer Keramiken
Dissertation, Technische Universität Berlin, 1990
- /249/ **T. H. C. Childs, A. Mimaroglu**
Sliding friction and wear up to 600°C of high speed steel and silicon nitrides for gas turbine bearings
D. Dowson (Ed.), Wear of Materials 1993 (Int. Conf. San Francisco/California), ASME, New York (1993), PREPRINT-21 p.

- /250/ P. Boch, F. Platon, G. Kapelski, M. Godet, Y. Berthier, R. Trabelski, J. Briggs, H. Arbabi, O. Azema
Tribology and velocity accommodation mechanisms of ceramics (SiC and Si₃N₄) as a function of temperature and environment
p. 1395 - 1400 in: Proceedings of the Japanese International Tribology Conference. Vol. 3 (Nagoya 1990), Japanese Society of Tribologists, Tokyo (1990)
- /251/ X. Dong and S. Jahanmir
Wear transition diagram for silicon nitride
Wear 165 (1993) 169 - 180
- /252/ J. M. Martin, Th. Le Mogne, M. N. Gardos
Friction of h-BN and Si₃N₄ in high vacuum
p. 382 - 387 in: Proceedings of the 6th International Congress on Tribology. Vol. 3 (Budapest 1993), M. Kozma (ed.), Budapest (1993)
- /253/ I. Dörfel, W. Gesetzke, W. Österle, A. Skopp
Tribological induced microstructural changes in subsurface layers of Si₃N₄-based materials
Key Engineering Materials 89-91 (1994) 763 - 767
1994 Trans Tech Publications, Switzerland

14 ANHANG

14.1 Tabellenanhang

Material	Eigenschaften					
	HV#	T _m [°C]	α [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	E [GPa]	Rho [g/cm ³]	k [W/(m·K)]
TiN(kub)	2000-2800	2930	8.3-9.4	590	4.9	19-30
TiO ₂ (tetr)	1100	1867	8-9	205	4.1	3-4*
HP-BN(hex)	32/1Mohs"	3000 [^]	1-6#	20-100	2.1	13-27
B ₂ O ₃ ^o (Glas)	200	450	15*	18	1.8	0.9

[^]: Zersetzungstemperatur

HP: Heißgepreßt (Eigenschaften parallel zur Heißpreßrichtung)

kub: Kubisch; tetr: Tetragonal; hex: Hexagonal

Ausdehnungskoeffizient α zwischen 22°C und 1000°C (*: 22-100°C)

Quellen: *: /73/; +: /74/; #: /75/; ": /121/; o: /134/

Tabelle A4.2-1: Mechanische und physikalische Eigenschaften von TiN und BN sowie von deren Oxidationsprodukten bei 22°C

Material	Mittlerer Ausdehnungskoeffizient α [10 ⁻⁶ K ⁻¹] zwischen 25°C und 100°C			
	25°C	500°C	1000°C	1500°C
Si ₃ N ₄	1.5	2.7	3.3	3.6
TiO ₂	5-7	7-8	8-9	-
TiN	-	-	8.3-9.4	-
BN(hex):				
parallel HP	0-2	0-3	2-6	3-7
senkrecht HP	0-1	0-1	1-2	1-2

Tabelle A4.2-2: Ausdehnungskoeffizienten keramischer Werkstoffe /73/

Material	Wärmeleitfähigkeit k [W/(m·K)] bei T =				
	25°C	100°C	500°C	1000°C	1500°C
HP-Si ₃ N ₄ (+1% MgO)	30	28	21	15	13
HP-Si ₃ N ₄ (+5% MgO)	40	30	28	18	15
TiN(kub)	19	-	-	-	-
TiO ₂ (tetr)	4	-	-	3	-
BN(hex):					
parallel HP	20	17	14	13	-
senkrecht HP	33	31	30	27	12

Tabelle A4.2-3: Wärmeleitfähigkeiten keramischer Werkstoffe /73, 196/

	SiO ₂	Y-Si-Al-O-N ¹	Mg-Si-Al-O-N ³	Si ₂ N ₂ O ⁴
Oberflächenenergie Γ [mJ/m ²]	320	—	—	—
Härte HV	800 ²	660-1050 ⁶	600-850*	—
Ausdehnungskoeffizient α [10 ⁻⁶ /K]	0.5	4-7*	—	3.55 (22-800°C)
Elastizitätsmodul E [GPa]	50-75 ²	141-186*	85-125*	222
Biegefestigkeit δ _{4B} [MPa]	50 ²	400	—	—
Bruchzähigkeit K _{IC} [MPa*m ^{1/2}]	0.7 ² -2	0.6-1.4	1.1-1.8*	4.4
Druckfestigkeit δ _D [GPa]	2.0 ²	0.4	—	—
Dichte ρ [g/cm ³]	2.18-2.65 ⁵	3.8-4	2.57-2.75*	2.83
Wärmeleitfähigkeit λ [W/(m*K)]	3-5	< 2	—	—

* abhängig vom Stickstoff-Gehalt

1: /78/; 2: /30/; 3: /79/; 4: /175/; 5: /80/; 6: /176/

Ausdehnungskoeffizient α zwischen 22°C und 1000°C

Tabelle A4.2-4: Physikalische und mechanische Eigenschaften von Korngrenzenphasen in Si₃N₄ bei 22°C (α_{22-1000°C})

Material	Schmelzpunkt [°C]
Si ₃ N ₄	1900*
Si ₂ N ₂ O	2739
SiO ₂	1710
72SiO ₂ -28Y ₂ O ₃	1660
Y ₂ Si ₂ O ₇	1770
TiN	2930
TiO ₂	1830
SiO ₂ +10TiO ₂	1550
BN	3000
B ₂ O ₃	450
SiO ₂ +95B ₂ O ₃	430

*: Sublimationstemperatur bei 1 atm Außendruck

Tabelle A4.2-5: Schmelzpunkte verschiedener Phasen in Si₃N₄-Werkstoffen

Nr.	Abstand/2=R der Reflexe [mm]	Gitterabstand $d_G = 2.0\text{nm}\cdot\text{mm}/R$ [nm]	Gitterabstand d_G für Ti_2N nach ASTM 23-1455 [nm]
1	9.7	0.2062	0.2069
2	13.7	0.1460	0.1464

Tabelle A4.3-1: Elektronenbeugung mittels TEM im Bereich eines in Si_3N_4 eingelagerten TiN -Korns (s. Bild 4.3-5b u. c)

Nr.	Abstand/2=R der Reflexe [mm]	Gitterabstand $d_G = 2.0\text{nm}\cdot\text{mm}/R$ [nm]	Gitterabstände d_G für hex. BN nach ASTM 9-12 [nm]
1	6.1	0.3265	0.3330
2	9.2	0.2174	0.2170
3	9.6	0.2078	0.2060
4	13.2	0.1552	0.1552

Tabelle A4.3-2: Elektronenbeugung mittels TEM im feinnadeligen Bereich von Si_3N_4 -BN mit Phasenzuordnung zu hex. BN (vgl. Bild 4.3-6)

Material	v [m/s]	f_s	f_B	s	
HIP- Si_3N_4 (ESK)	0.03	0.61	0.65	0.09	
HIP- Si_3N_4 (ESK)	0.1	0.51	0.62	0.19	
HIP- Si_3N_4 (ESK)	0.3	0.51	0.56	0.16	
HIP- Si_3N_4 (ESK)	0.5	0.68	0.70	0.15	
HIP- Si_3N_4 (ESK)	1	0.60	0.77	0.20	
HIP- Si_3N_4 (ESK)	2	0.67	0.72	0.29	
HIP- Si_3N_4 (ESK)	3	0.64	0.64	0.08	
HIP- Si_3N_4 (ESK)	5	0.55	0.53	0.11	
SSi_3N_4 (SN73)	0.03	0.63	0.76	0.10	
SSi_3N_4 (SN73)	1	0.45	0.47	0.26	
SSi_3N_4 (SN73)	3	0.20	0.22	0.08	
SSi_3N_4 -10BN (HTM)	0.03	0.15	0.21	0.01	
SSi_3N_4 -10BN (HTM)	0.1	0.19	0.18	0.01	
SSi_3N_4 -10BN (HTM)	0.3	0.20	0.20	0.02	
SSi_3N_4 -10BN (HTM)	1	0.28	0.27	0.08	
SSi_3N_4 -10BN (HTM)	3	0.28	0.31	0.09	
SSi_3N_4 -10BN (HTM)	5	0.27	0.26	0.06	
Hochlage: Tieflage:	HP- Si_3N_4 (ESK)	1	0.64	0.66	0.17
	HP- Si_3N_4 (ESK)	1	0.42	0.27	0.09

Tabelle A5.4-1: Mittels Beschleunigungsmeßtechnik (40 kHz) gemessene Reibungszahl f_B und aus dem Schreiberdiagramm abgelesene Reibungszahl f_s für $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ bei 22°C und 10 N im HTT1; s: Standardabweichung von f_B /43/

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN SSi₃N₄/SSi₃N₄ (ND 200) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegen- körper Ra [µm]	Tem- pera- tur T [°C]	Gleitge- schwin- digkeit v [m/s]	Lauf- weg s [m]	Reibungs- zahl nach 1000 m f	Verschleiß- volumen Grundk. Wv [mm ³]	Verschleiß- volumen Gegenk. Wv [mm ³]	Summierter Verschleiß- koeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
UO 116a	UO 634	0.025	22	0.04400	1035	0.700	0.038000	0.202000	23218
UO 112a	UO 623	0.047	22	0.05300	1521	0.700	0.144000	0.263000	26709
UO 114a	UO 628	0.044	22	0.11000	1226	0.660	0.103000	0.439000	44179
UO 122a	UO 656	0.024	22	0.12000	1281	0.650	0.067000	0.353000	43232
UO 111a	UO 620	0.027	22	0.13000	1387	0.640	0.025000	0.114000	10045
UO 113a	UO 625	0.027	22	0.38000	1364	0.650	0.007000	0.035000	3130
UO 110a	UO 617	0.023	22	0.38000	1368	0.710	0.023000	0.049000	5288
UO 103a	UO 604	0.060	22	1.03000	1400	0.460	0.048000	0.042000	6375
UO 115a	UO 631	0.025	22	1.03000	1241	0.500	0.071000	0.258000	26504
UO 117a	UO 637	0.031	22	3.28000	1183	0.680	0.358000	0.548000	76653
UO 104a	UO 606	0.038	22	3.56000	1283	0.670	0.395000	0.592000	76861
UO 116b	UO 635	0.040	400	0.03600	1057	0.700	0.089000	5.237000	503915
UO 112b	UO 624	0.040	400	0.05200	1434	0.700	0.123000	7.675000	529316
UO 114b	UO 629	0.045	400	0.12000	1105	0.710	0.106000	6.512000	598907
UO 111b	UO 621	0.047	400	0.12000	1345	0.710	0.124000	8.484000	639948
UO 110b	UO 618	0.025	400	0.36000	1309	0.620	0.190000	9.724000	757318
UO 113b	UO 626	0.035	400	0.37000	1329	0.600	0.169000	10.169000	777831
UO 121b	UO 650	0.030	400	0.45000	964	0.650	0.000000	8.260000	854812
UO 119a	UO 653	0.028	400	0.60000	1155	0.570	0.584000	13.620000	1229960
UO 121a	UO 654	0.027	400	0.61000	1206	0.580	1.055000	13.550000	1211236
UO 122b	UO 652	0.028	400	0.72000	1303	0.620	5.336000	9.088000	1107010
UO 119b	UO 655	0.029	400	0.91000	1140	0.730	0.291000	0.910000	105341
UO 119c	UO 648	0.059	400	1.00000	1198	0.750	0.410000	0.779000	99207
UO 115b	UO 632	0.058	400	1.00000	1203	0.680	0.410000	0.635000	86846
UO 103b	UO 603	0.068	400	1.01000	1341	0.750	0.485000	0.707000	88853
UO 117b	UO 638	0.025	400	3.12000	1122	0.670	0.548000	0.828000	122643
UO 104b	UO 615	0.025	400	3.46000	1453	0.850	0.485000	1.194000	115548
UO 116c	UO 636	0.025	800	0.04000	1114	0.620	0.567000	9.770000	927719
UO 112c	UO 627	0.053	800	0.04900	1418	0.620	0.331000	11.830000	857555
UO 114c	UO 630	0.033	800	0.11000	1186	0.700	0.262000	12.270000	1056669
UO 111c	UO 622	0.050	800	0.11800	1102	0.720	0.441000	11.140000	1051305
UO 110c	UO 619	0.020	800	0.35000	1256	0.680	9.020000	38.650000	3796086
UO 102a	UO 602	0.031	800	0.35000	576	0.700	9.400000	10.910000	3524873
UO 118a	UO 646	0.024	800	0.46000	291	0.650	4.835000	5.480000	3546290
UO 118b	UO 647	0.028	800	0.47000	315	0.620	6.206000	5.670000	3039048
UO 115c	UO 633	0.028	800	0.95000	1142	0.820	1.954000	2.300000	372576
UO 103c	UO 605	0.048	800	0.95000	1253	0.880	2.800000	2.220000	401125
UO 117c	UO 639	0.038	800	3.02000	1155	0.850	0.897000	1.200000	181823
UO 104c	UO 616	0.030	800	3.26000	1175	0.840	0.954000	1.210000	183778
UO 121c	UO 651	0.031	1000	0.04400	944	0.700	0.000000	30.330000	3213327
UO 111d	UO 644	0.033	1000	0.10500	1142	0.680	2.112000	89.070000	7983873
UO 113d	UO 642	0.031	1000	0.30600	240	0.700	5.122000	23.660000	11993332
UO 114d	UO 643	0.033	1000	0.31100	1118	0.950	9.307000	21.630000	276727
UO 115d	UO 641	0.029	1000	0.92000	1105	0.950	4.201000	0.000000	380337
UO 117d	UO 640	0.031	1000	3.11000	1120	0.720	1.809000	1.670000	309642

Tabelle A6.1-1: Ergebnisse von SSi₃N₄/SSi₃N₄(ND200)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung (F_N = 10 N)

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN SSi₃N₄/SSi₃N₄ (ND 200) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 1 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegen- körper Ra [µm]	Tem- pera- tur T [°C]	Gleitge- schwin- digkeit v [m/s]	Lauf- weg s [m]	Reibungs- zahl nach 1000 m f	Verschleiß- volumen Grundk. Wv [mm ³]	Verschleiß- volumen Gegenk. Wv [mm ³]	Summierter Verschleiß- koeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
UO 123d	UO 661	0.044	22	0.04000	10390	0.660	0.032000	0.131000	15680
UO 127a	UO 758	0.035	22	0.04600	1382	0.510	0.021000	0.009600	22160
UO 123a	UO 658	0.055	22	0.04700	1329	0.650	0.110000	0.026000	102800
UO 126b	UO 756	0.024	22	0.13300	1328	0.710	0.024000	0.026000	37180
UO 123c	UO 660	0.025	22	0.33200	1136	0.660	0.002500	0.017000	17130
UO 126a	UO 754	0.035	22	1.06000	1212	0.450	0.019000	0.036000	45250
UO 123b	UO 659	0.034	22	3.34000	1119	0.380	0.003900	0.016000	18350
UO 124b	UO 663	0.030	800	0.04300	1245	0.700	0.015000	0.737000	604000
UO 126c	UO 757	0.045	800	0.12000	1093	0.780	0.011000	1.030000	955500
UO 125a	UO 752	0.043	800	0.34500	1240	0.700	0.062000	1.391000	1170370
UO 125b	UO 753	0.040	800	0.97900	1253	0.500	0.127000	0.191000	254000
UO 124a	UO 662	0.055	800	3.07000	1013	0.950	0.275000	0.277000	545500

Tabelle A6.1-2: Ergebnisse von SSi₃N₄/SSi₃N₄(ND200)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung (F_N = 1 N)

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN SSi3N4/SSi3N4 (ESK) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper \bar{R}_a [μm]	Tem-peratur T [$^{\circ}\text{C}$]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. Wv [mm^3]	Verschleißvolumen Gegenk. Wv [mm^3]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm^3/Nm]*E-9
XO 102 b	XO 610 A	0.035	22	0.04400	1142	0.480	0.088000	0.102000	16620
XO 101 d	XO 607 A	0.035	22	0.04800	994	0.550	0.173000	0.063000	23700
XO 102 a	XO 608 A	0.035	22	0.13600	1225	0.620	0.146000	0.053000	16230
XO 100 a	XO 600 A	0.035	22	0.14000	1280	0.580	0.104000	0.020000	9760
XO 101 c	XO 606 A	0.035	22	0.37400	1346	0.640	0.093000	0.252000	25600
XO 100 b	XO 601 A	0.035	22	0.41000	1362	0.650	0.085000	0.097000	13350
XO 101 b	XO 605 A	0.035	22	1.16000	1481	0.580	0.758000	1.520000	154200
XO 100 c	XO 602 A	0.035	22	1.17000	1400	0.600	0.468000	0.734000	85900
XO 101 a	XO 604 A	0.035	22	3.40000	1020	0.600	0.753000	1.510000	221800
XO 100 d	XO 603 A	0.035	22	3.40000	1089	0.580	0.971000	1.270000	205600
XO 102 c	XO 612 A	0.035	800	0.04000	1019	0.790	1.480000	45.740000	4635000
XO 103 c	XO 609 A	0.035	800	0.11600	911	0.780	2.200000	59.280000	6856000
XO 103 b	XO 614 A	0.035	800	0.36000	1238	0.800	5.580000	99.770000	8510000
XO 103 a	XO 613 A	0.035	800	1.01000	1094	0.530	40.610000	6.810000	4333000
XO 102 d	XO 611 A	0.035	800	2.93000	1053	0.920	0.296000	0.827000	106700

Tabelle A6.1-3: Ergebnisse von GPS-Si₃N₄/GPS-Si₃N₄ (ESK)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN GPS-Si3N4/GPS-Si3N4 (SN 73) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper \bar{R}_a [μm]	Tem-peratur T [$^{\circ}\text{C}$]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. Wv [mm^3]	Verschleißvolumen Gegenk. Wv [mm^3]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm^3/Nm]*E-9
WX 100 b	WX 604 B	0.091	22	0.03600	810	0.580	0.055000	0.045000	12350
WX 102 a	WX 600 A	0.091	22	0.03700	1066	0.480	0.038000	0.073000	10400
WX 101 e	WX 601 A	0.091	22	0.12500	1139	0.560	0.047000	0.018000	5730
WX 101 d	WX 602 B	0.091	22	0.13500	1234	0.590	0.114000	0.095000	16950
WX 101 c	WX 602 A	0.091	22	0.37000	1337	0.570	0.162000	0.239000	29960
WX 100 e	WX 606 A	0.091	22	0.38000	1352	0.520	0.195000	0.645000	62100
WX 101 a	WX 603 A	0.091	22	1.10000	1320	0.430	0.077000	0.046000	9310
WX 100 a	WX 604 A	0.091	22	1.10000	1330	0.470	0.046000	0.080000	9670
WX 100 c	WX 605 A	0.091	22	3.55000	1278	0.200	0.059000	0.179000	18600
WX 101 b	WX 603 B	0.091	22	3.60000	1294	0.200	0.063000	0.214000	21360
WX 100 d	WX 605 B	0.091	22	5.50000	1402	0.170	0.040000	0.138000	12750

Tabelle A6.1-4: Ergebnisse von GPS-Si₃N₄/GPS-Si₃N₄ (SN73)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN GPS-RBSi3N4/GPS-RBSi3N4 (ESK) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper \bar{R}_a [μm]	Tem-peratur T [$^{\circ}\text{C}$]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. Wv [mm^3]	Verschleißvolumen Gegenk. Wv [mm^3]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm^3/Nm]*E-9
WY 103 h	WY 608 A	0.032	22	0.03300	1032	0.600	0.173000	0.112000	27660
WY 103 k	WY 612 A	0.032	22	0.03800	1204	0.520	0.144000	0.108000	21400
WY 103 d	WY 604 A	0.032	22	0.12000	1096	0.510	0.153000	0.222000	34160
WY 103 i	WY 609 A	0.032	22	0.13000	1121	0.540	0.077000	0.157000	20870
WY 103 c	WY 603 A	0.032	22	0.36000	1309	0.530	0.116000	0.072000	14450
WY 103 g	WY 607 A	0.032	22	0.36000	1371	0.540	0.150000	0.192000	24900
WY 103 f	WY 606 A	0.032	22	1.04000	1249	0.480	0.133000	0.246000	30380
WY 103 a	WY 601 A	0.032	22	1.05000	1318	0.560	0.216000	0.318000	40540
WY 103 e	WY 605 A	0.032	22	3.36000	1211	0.600	0.222000	0.584000	66530
WY 103 b	WY 602 B	0.032	22	3.50000	1260	0.650	0.300000	0.958000	99000
WY 105 b	WY 615 A	0.032	800	0.04400	998	0.620	0.141000	4.130000	414000
WY 106 a	WY 616 A	0.032	800	0.12500	1418	0.580	0.141000	6.440000	464000
WY 101 a	WY 611 A	0.032	800	0.34400	1269	0.680	0.188000	33.500000	2645000
WY 105 a	WY 614 A	0.032	800	1.08000	1301	0.570	23.390000	9.730000	2546000
WY 100 a	WY 610 A	0.032	800	3.33000	1198	0.810	0.413000	1.380000	149400

Tabelle A6.1-5: Ergebnisse von GPS-RBSi₃N₄/GPS-RBSi₃N₄ (ESK)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN HP-Si₃N₄/HP-Si₃N₄ (ESK) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper R _a [μm]	Tem-peratur T [°C]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. W _v [mm ³]	Verschleißvolumen Gegenk. W _v [mm ³]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
WZ 103 b	WZ 610 A	0.025	22	0.03700	1067	0.550	0.240000	0.128000	34400
WZ 101 a	WZ 601 A	0.025	22	0.04100	892	0.550	0.175000	0.077000	28230
WZ 103 a	WZ 609 A	0.025	22	0.13000	1221	0.420	0.150000	0.150000	24600
WZ 102 a	WZ 605 A	0.025	22	0.13000	1443	0.540	0.205000	0.134000	27400
WZ 101 d	WZ 604 A	0.025	22	0.34000	1383	0.400	0.138000	0.056000	14100
WZ 102 d	WZ 608 A	0.025	22	0.37000	1403	0.450	0.175000	0.000000	12500
WZ 102 c	WZ 607 A	0.025	22	1.06000	1399	0.420	0.078000	0.161000	17100
WZ 101 c	WZ 603 A	0.025	22	1.08000	1298	0.640	0.148000	0.405000	42200
WZ 102 b	WZ 606 A	0.025	22	3.53000	1273	0.400	0.924000	0.927000	145400
WZ 101 b	WZ 602 A	0.025	22	3.57000	1286	0.620	0.260000	0.399000	51200
WZ 103 d	WZ 616 A	0.025	800	0.04600	1183	0.750	1.260000	36.650000	3196000
WZ 102 c	WZ 614 A	0.025	800	0.11600	1048	0.750	2.020000	34.830000	3516000
WZ 101 e	WZ 613 A	0.025	800	0.34900	1131	0.750	20.000000	14.440000	3042000
WZ 108 a	WZ 617 A	0.025	800	1.01000	1230	0.570	45.000000	8.759000	4372000
WZ 103 c	WZ 615 A	0.025	800	2.95000	1017	0.940	0.191000	0.777000	95180

Tabelle A6.1-6: Ergebnisse von HP-Si₃N₄/HP-Si₃N₄(ESK)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN HIP-Si₃N₄/HIP-Si₃N₄ (FX-950) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper R _a [μm]	Tem-peratur T [°C]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. W _v [mm ³]	Verschleißvolumen Gegenk. W _v [mm ³]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
2CB202E	2CD406I	0.024	22	0.03600	1102	0.660	0.176000	0.133000	28760
2CB201E	2CD406	0.024	22	0.04100	1066	0.640	0.181000	0.102000	26616
2CB202C	2CD404I	0.025	22	0.09600	1069	0.650	0.154000	0.170000	30343
2CB201D	2CD405	0.027	22	0.12600	1368	0.580	0.149000	0.147000	21660
2CB202A	2CD402I	0.033	22	0.29300	1313	0.560	0.111000	0.067000	13512
2CB201C	2CD404	0.025	22	0.38000	1427	0.640	0.011000	0.093000	7243
2CB202F	2CD407I	0.025	22	0.38900	1168	0.610	0.026000	0.166000	16464
2CB202B	2CD401I	0.025	22	0.80100	1250	0.470	0.034000	0.067000	8069
2CB201A	2CD401	0.025	22	1.04000	1316	0.500	0.076000	0.096000	12643
2CB202D	2CD405I	0.027	22	2.74000	987	0.700	0.366000	0.493000	87059
2CB201B	2CD402	0.033	22	3.58000	1503	0.770	0.590000	1.090000	112037

Tabelle A6.1-7: Ergebnisse von HIP-Si₃N₄/HIP-Si₃N₄(FX-950)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN HIP-Si₃N₄/HIP-Si₃N₄ (ESK) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper R _a [μm]	Tem-peratur T [°C]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. W _v [mm ³]	Verschleißvolumen Gegenk. W _v [mm ³]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
XP 107 a	XP 605/2	0.017	22	0.04100	1103	0.610	0.233000	0.013000	22110
XP 106 b	XP 602/2	0.017	22	0.11000	982	0.510	0.077000	0.011000	8970
XP 106 d	XP 601/2	0.017	22	0.32000	1157	0.510	0.059000	0.008000	5650
XP 107 c	XP 607/2	0.017	22	0.63200	1442	0.410	0.047000	0.000000	3240
XP 106 c	XP 603/2	0.017	22	1.05000	1261	0.600	0.170000	0.174000	27300
XP 107 b	XP 606/2	0.017	22	1.06000	1268	0.280	0.055000	0.032000	6910
XP 107 d	XP 608/2	0.017	22	2.11000	1397	0.670	0.158000	0.306000	33180
XP 106 d	XP 604/2	0.017	22	3.13000	1063	0.640	0.195000	0.300000	52240
XP 109 c	XP 601/1	0.017	800	0.04100	1133	0.860	7.583000	18.760000	2325000
XP 109 b	XP 606/1	0.017	800	0.12000	1251	0.860	3.883000	11.600000	1237000
XP 108 b	XP 610 A	0.017	800	0.37000	1673	0.800	9.024000	9.020000	1078400
XP 108 c	XP 611 A	0.017	800	1.05000	947	0.720	49.810000	0.000000	5260000
XP 109 d	XP 612 A	0.017	800	3.35000	1106	0.780	0.514000	0.699000	109700

Tabelle A6.1-8: Ergebnisse von HIP-Si₃N₄/HIP-Si₃N₄(ESK)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN HIP-RBSi₃N₄/HIP-RBSi₃N₄ (HCT 411) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-köRp.	BAM-Code GEG-köRp.	Rauheit Gegen- körper Ra [µm]	Tem- pera- tur T [°C]	Gleitge- schwin- digkeit v [m/s]	Lauf- weg s [m]	Reibungs- zahl nach 1000 m f	Verschleiß- volumen Grundk. Wv [mm ³]	Verschleiß- volumen Gegenk. Wv [mm ³]	Summierter Verschleiß- koeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
VP 104a	VP 610	0.071	22	0.04700	1183	0.570	0.129000	0.097000	19094
VP 110a	VP 632	0.103	22	0.04900	1151	0.600	0.098000	0.138000	20590
VP 101b	VP 605	0.111	22	0.11900	1296	0.640	0.180000	0.123000	23343
VP 107b	VP 617	0.089	22	0.13700	1443	0.660	0.133000	0.104000	16420
VP 106a	VP 620	0.088	22	0.38000	1373	0.600	0.058000	0.132000	13829
VP 101a	VP 601	0.070	22	0.39000	1401	0.600	0.050000	0.083000	9525
VP 111b	VP 637	0.086	22	0.75000	1354	0.600	0.278000	0.626000	66756
VP 108a	VP 623	0.063	22	1.06000	1267	0.520	0.061000	0.722000	61736
VP 102a	VP 604	0.076	22	1.08000	1336	0.500	0.320000	0.556000	65545
VP 109a	VP 629	0.105	22	3.25000	1189	0.560	0.140000	0.411000	46317
VP 103a	VP 611	0.070	22	3.43000	1236	0.500	0.180000	0.392000	46276
VP 113a	VP 642	0.092	22	5.58000	1674	0.600	0.200000	0.881000	64453
VP 110b	VP 633	0.081	400	0.04500	1128	0.700	4.240000	10.326000	953109
VP 104b	VP 612	0.099	400	0.04500	1108	0.750	0.527000	11.005000	1040827
VP 101c	VP 607	0.096	400	0.11500	1241	0.750	0.758000	13.022000	1110376
VP 107b	VP 618	0.061	400	0.14900	1664	0.740	0.683000	17.574000	1097150
VP 102b	VP 602	0.106	400	0.36000	1311	0.750	1.012000	3.518000	345565
VP 111a	VP 635	0.068	400	0.36400	1309	0.700	0.409000	16.764000	1311946
VP 106b	VP 621	0.089	400	0.37100	1312	0.730	0.000000	16.236000	1237536
VP 105a	VP 615	0.074	400	1.03000	1346	0.600	3.768000	18.074000	1730617
VP 108b	VP 627	0.081	400	1.03000	1231	0.590	1.500000	20.754000	1807846
VP 113b	VP 641	0.055	400	1.49000	1300	0.680	0.373000	1.021000	107232
VP 112a	VP 638	0.050	400	1.93000	1275	0.710	0.406000	1.196000	125653
VP 109b	VP 630	0.106	400	3.15000	1133	0.770	0.231000	1.100000	117488
VP 103b	VP 609	0.071	400	3.33000	1300	0.770	0.214000	1.198000	108607
VP 104c	VP 613	0.086	800	0.04300	1044	0.760	0.000000	32.080000	3072835
VP 110c	VP 634	0.123	800	0.04300	1083	0.760	0.000000	37.740000	3481798
VP 101d	VP 608	0.051	800	0.10900	1177	0.750	0.000000	34.970000	2971465
VP 107c	VP 619	0.098	800	0.14200	1614	0.760	0.000000	47.720000	2956629
VP 102c	VP 603	0.078	800	0.34500	1258	0.700	0.000000	36.830000	2927958
VP 106c	VP 622	0.086	800	0.35000	1267	0.750	0.000000	41.190000	3251376
VP 111c	VP 636	0.105	800	0.95000	1200	0.650	8.747000	13.700000	1870584
VP 108c	VP 628	0.075	800	0.97000	1163	0.590	3.972000	35.160000	3364875
VP 105c	VP 616	0.101	800	0.97000	3091	0.850	3.402000	7.294000	346038
VP 112c	VP 640	0.108	800	1.52000	1187	0.840	1.7331000	1.706000	255809
VP 112b	VP 639	0.100	800	1.99000	1436	0.970	0.584000	1.636000	154592
VP 109c	VP 631	0.091	800	2.98000	1073	0.900	0.301000	0.910000	112857
VP 103c	VP 614	0.089	800	3.10000	1115	0.920	0.481000	0.992000	132084
VP 119a	VP 659	0.040	1000	0.04700	1141	0.740	0.000000	11.000000	9903593
VP 113c	VP 658	0.035	1000	0.11700	1116	0.740	0.000000	13.000000	11827956
VP 121a	VP 655	0.070	1000	0.35500	915	0.750	0.000000	13.000000	14644808
VP 121b	VP 656	0.041	1000	1.02000	1234	0.840	0.182000	2.500000	3502000
VP 122a	VP 657	0.050	1000	3.06000	1101	0.760	0.717000	1.800000	814488

Tabelle A6.1-9: Ergebnisse von HIP-RBSi₃N₄/HIP-RBSi₃N₄ (HCT411) - Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN CVD-Si₃N₄/CVD-Si₃N₄ (d = 5 µm) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-köRp.	BAM-Code GEG-köRp.	Rauheit Gegen- körper Ra [µm]	Tem- pera- tur T [°C]	Gleitge- schwin- digkeit v [m/s]	Lauf- weg s [m]	Reibungs- zahl nach 1000 m f	Verschleiß- volumen Grundk. Wv [mm ³]	Verschleiß- volumen Gegenk. Wv [mm ³]	Summierter Verschleiß- koeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
YD 101 a	YD 601	0.125	22	0.04300	1304	0.690	0.299000	0.050000	26810
YD 101 b	YD 605	0.140	22	0.11500	1008	0.650	0.252000	0.071000	32090
YD 102 a	YD 606	0.125	22	0.36100	1301	0.620	0.142000	0.021000	12510
YD 102 b	YD 602	0.270	22	1.08500	1736	0.570	0.582000	1.326000	106900
YD 102 c	YD 603	0.158	22	3.18000	1335	0.500	0.271000	0.740000	75720
YD 102 d	YD 604	0.145	22	5.72000	1374	0.540	0.190000	0.862000	76580

Tabelle A6.2-1: Ergebnisse von SSi₃N₄+CVD-Si₃N₄/SSi₃N₄+CVD-Si₃N₄ - Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN (87 EDM) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper Ra [µm]	Temperatur T [°C]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. Wv [mm ³]	Verschleißvolumen Gegenk. Wv [mm ³]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
WO 103 a	WO 601 A	0.038	22	0.03600	1074	0.830	0.007600	0.116000	11510
WO 104 b	WO 617 A	0.038	22	0.04200	1252	0.830	0.010500	0.158000	13440
WO 101 b	WO 602 A	0.038	22	0.12300	1129	0.830	0.010600	0.112000	10840
WO 101 c	WO 613 A	0.038	22	0.12600	1184	0.800	0.013300	0.077000	7620
WO 102 c	WO 606 A	0.038	22	0.36400	1332	0.700	0.008600	0.081000	6750
WO 104 a	WO 614 A	0.038	22	0.36700	1387	0.700	0.011300	0.099000	7920
WO 102 b	WO 603 A	0.038	22	1.02400	1045	0.600	0.014500	0.034000	4690
WO 102 a	WO 605 A	0.038	22	1.04100	1562	0.550	0.013950	0.029000	2790
WO 103 c	WO 615 A	0.038	22	3.39000	1271	0.560	0.029800	0.158000	14740
WO 103 b	WO 604 A	0.038	22	3.39000	1322	0.500	0.083200	0.377000	34800
WO 103 e	WO 618 A	0.038	800	0.03800	953	0.720	0.014000	0.051000	6880
WO 106 a	WO 620 A	0.038	800	0.10000	1126	0.800	0.011000	0.058000	6100
WO 104 d	WO 616 A	0.038	800	0.38000	1368	1.200	0.013000	0.073000	6320
WO 105 a	WO 619 A	0.038	800	1.10000	1210	0.860	0.013000	0.000000	1050
WO 103 d	WO 608 A	0.038	800	3.32000	1235	0.590	0.012000	0.017000	2366

Tabelle A6.3-1: Ergebnisse von Si₃N₄-TiN/Si₃N₄-TiN(ESK)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN Si₃N₄+5BN/Si₃N₄+5BN (HTM-Schweiz) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper Ra [µm]	Temperatur T [°C]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. Wv [mm ³]	Verschleißvolumen Gegenk. Wv [mm ³]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
a) XW 302 b	XW 708	0.750	22	0.03800	1153	0.180	0.026000	0.191000	18790
XW 302 a	XW 707	0.625	22	0.07100	1173	0.180	0.044000	0.045000	7620
XW 301 d	XW 715	0.727	22	0.11300	1015	0.160	0.019000	0.124000	12220
XW 302 d	XW 711	0.513	22	0.20800	1138	0.240	0.136000	0.062000	17370
XW 301 a	XW 710	0.727	22	0.34000	1232	0.240	0.018000	0.000000	1460
XW 300 b	XW 718	0.727	22	0.66000	1437	0.280	0.009000	0.000000	6520
XW 300 a	XW 702	0.727	22	1.03000	1334	0.300	0.013000	0.000000	1000
XW 301 b	XW 716	0.727	22	1.04000	1245	0.350	0.016000	0.420000	34880
XW 302 c	XW 706	1.118	22	2.08000	1123	0.370	0.019000	0.159000	15890
XW 301 c	XW 709	0.631	22	3.10000	1318	0.310	0.026000	0.054000	6060

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN Si₃N₄+10BN/Si₃N₄+10BN (HTM-Schweiz) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper Ra [µm]	Temperatur T [°C]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. Wv [mm ³]	Verschleißvolumen Gegenk. Wv [mm ³]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
b) XW 101 a	XW 505 A	1.375	22	0.03800	1108	0.150	0.027000	0.000000	2540
XW 100 c	XW 503	0.625	22	0.10600	957	0.190	0.035000	0.109000	15070
XW 100 a	XW 507	0.644	22	0.36000	1927	0.200	0.140000	0.083000	11680
XW 100 b	XW 511	3.025	22	1.02000	1224	0.280	0.080000	0.277000	29180
XW 100 d	XW 501/2	1.417	22	3.14000	1160	0.280	0.031000	0.044000	6490
XW 103 a	XW 502	1.417	100	0.34000	1293	0.320	0.021000	0.000000	1610
XW 102 a	XW 501/2	1.417	200	0.33000	1644	0.300	0.024000	0.000000	1480
XW 102 b	XW 504	1.417	300	0.34000	730	0.750	6.380000	19.270000	3514000
XW 101 b	XW 514 A	1.417	400	0.37000	1331	0.680	12.730000	17.100000	13781000

TRIBOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN
AN Si₃N₄+20BN/Si₃N₄+20BN (HTM-Schweiz) - GLEITPAARUNGEN
NORMALKRAFT = 10 N, FESTKÖRPERREIBUNG

BAM-Code GRU-körp.	BAM-Code GEG-körp.	Rauheit Gegenkörper Ra [µm]	Temperatur T [°C]	Gleitgeschwindigkeit v [m/s]	Laufweg s [m]	Reibungszahl nach 1000 m f	Verschleißvolumen Grundk. Wv [mm ³]	Verschleißvolumen Gegenk. Wv [mm ³]	Summierter Verschleißkoeffizient kv [mm ³ /Nm]*E-9
c) XW 202 b	XW 604 A	0.283	22	0.03600	1183	0.110	0.108000	0.066000	15210
XW 203 a	XW 605 A	1.131	22	0.07100	1541	0.140	0.177000	0.000000	11490
XW 202 c	XW 606 A	0.283	22	0.09200	1388	0.150	0.039000	0.047000	6130
XW 204 a	XW 618 A	0.238	22	0.13300	1123	0.170	0.038000	0.044000	7320
XW 207 c	XW 612 A	0.053	22	0.35000	1259	0.160	0.028000	0.029000	4490
XW 204 b	XW 609 B	0.283	22	0.38000	1616	0.120	0.090000	0.124000	13150
XW 207 b	XW 619 A	0.208	22	1.02000	1376	0.170	0.090000	0.059000	10820
XW 202 a	XW 601 A	0.634	22	1.07000	1538	0.200	0.053000	0.000000	3400
XW 207 a	XW 607 A	0.850	22	3.54000	1381	0.270	0.010000	0.000000	720
XW 204 c	XW 605 A	1.131	22	4.31000	1031	0.180	0.014000	0.000000	1360
XW 203 b	XW 613	1.417	200	0.33000	1237	0.360	0.043000	0.111000	12410
XW 202 d	XW 615 A	0.283	800	0.30000	658	0.720	108.000000	175.000000	43009118
XW 201 a	XW 616	0.283	800	3.36000	1058	0.720	5.640000	0.420000	573100

Tabelle A6.4-1: Ergebnisse von Si₃N₄-BN/Si₃N₄-BN(HTM)-Gleitpaarungen bei Festkörperreibung: a) 5 Gew.-% BN, b) 10 Gew.-% BN und c) 20 Gew.-% BN

Phase	ASTM-Nr.	d_G [nm]	$2 \cdot \theta$ [°]
Si ₂ ON ₂	17-0545	0.443	20.04
SiO ₂ (Tridym.)	14-0260	0.427	20.82
SiO ₂ (α -Crist.)	11-0695	0.405	21.95
Na ₂ Si ₃ O ₇	19-1232	0.346	25.70
Si	5-0565	0.314	28.42
Y ₂ SiO ₇	20-1416	0.309	28.89
Y ₅ N(SiO ₄) ₃	30-1459	0.308	28.98
Si ₃ N ₄ · 3Y ₂ O ₃	/92/	0.306	29.18
Y ₂ SiO ₅	21-1456	0.302	29.57
Y ₂ SiO ₅	21-1458	0.291	30.76
Y ₂ Si ₂ O ₇	21-1460	0.287	31.19
Y ₂ SiO ₅	21-1461	0.282	31.68
Si ₃ N ₄ · Y ₂ O ₃	30-1460	0.279	32.03
YSiO ₂ N	31-1462	0.279	32.09
α -Si ₃ N ₄	9-0250	0.255	35.23
β -Si ₃ N ₄	9-0259	0.267	33.59

Tabelle A7.2-1: Gitterabstände d_G und Beugungswinkel $2 \cdot \theta$ des intensitätsstärksten XRD-Reflexes für Si-Phasen nach ASTM (Cu-K α -Strahlung)

Bindung/Phase	IR-Absorptionsbanden [cm ⁻¹]
Si-N(β -Si ₃ N ₄) SiO ₂	375, 440, 575, 914, 950, 1035-1085 450-470(s), 620(w), 795(m), 860- 1175(s), 1620(w), 3450(m)
Si ₂ N ₂ O Si-N-Si	375, 440, 490, 540, 680, 900-1100 830-950(s)
Si-NH ₂ , Si ₂ -NH N-H(NH ₂ , +NH ₃)	1540(w), 3150-3570(s) 1628(m), 3300-3450(s)
Si-O Si-O-Si	400, 1085(s), 1180-1200(s) 450-470, 770-780, 1030-1080, 1140
Si-O-H (SiO ₂) _n · xH ₂ O	400, 800-900, 1030-1100, 3200-3700 470(s), 1000-1250(s), 2800-3700(s)
B-N(hex.) B-O B ₂ O ₃	813(s), 1330-1550(s) 1200, 1310-1450(s) 450-470, 500-505, 520-545, 825, 900-950, 1000-1050, 1100-1150, 1340-1480(s)
H ₃ BO ₃	50-75, 83, 114, 138, 215, 550(s), 650, 680, 720, 830, 875, 1075, 1200, 1470(s), 2260, 3200-3300(s)
H-O-H C-H C-O	630, 1595-1670, 1760, 2200, 2350, 2800, 3200-3700 2950 2370

Tabelle A7.4-1: Charakteristische IR-Absorptionsbanden für verschiedene mögliche Verbindungen in bzw. an der Oberfläche von Si₃N₄-Materialien /10,91,94,157, 158/ (s = stark; m = mittel; w = schwach)

Phase	IR-Absorptionsbanden [cm ⁻¹]
TiO	450-800(s)
Ti ₂ O ₃	310-450, 500-700(s)
TiO ₂	335(s), 670-690(s)

Tabelle A7.4-2: IR-Absorptionsbanden von Ti-O-Verbindungen /157/

Material	Bindungsenergien [eV]			Quelle
	Si2p	O1s	N1s	
Silicon	98.9-99.7	-	-	BAM, 38
Si ₃ N ₄	101.3-.8	-	398.5	101
CVD-Si ₃ N ₄	102.1	-	397.9	98
Si ₂ N ₂ O	102.2	532.2	397.7	96
SiO _x N _y	102.7	530.7	398.7	BAM
Silica Glas	103.5	531.1	-	96
α-SiO ₂	103.1-.7	532.4-4.4	-	BAM
SiO ₂ (Quarz)	103.5-.8	534.1-4.4	-	96, 99
SiO ₂ ·xH ₂ O	107.0	n. b.	-	168

Tabelle A7.6-1: XPS-Bindungsenergien für Si-Verbindungen

Material	Ti2p _{3/2} [eV]	Ti2p _{1/2} [eV]	Differenz [eV]	O1s [eV]	Quelle
Ti (Ti ⁰)	453.4-454.1	459.6-460.2	6.2	-	104, BAM
TiN	454.6-455.6	460.4-461.5	5.9	-	102, 104, BAM
TiO (Ti ²⁺)	454.7-455.7	461.0	6.3	531.7	102, 104, BAM
Ti ₂ O ₃ (Ti ³⁺)	456.8-457.1	462.8	5.7	531.7	103, BAM
TiO ₂ (Ti ⁴⁺) (99.5 Gew.-%)	457.8-459.4	463.5-464.6	5.7	529.2 530.8 532.2	102-104, BAM

Tabelle A7.6-2: XPS-Bindungsenergien und Energiedifferenzen für Ti-Verbindungen

Material	Bindungsenergien [eV]			Quelle
	B1s	O1s	N1s	
BN(hex)	189.8-190.3	-	398-399	102, BAM
H ₃ BO ₃	192.4-192.8	-	-	164
B ₂ O ₃	193.4-196.9	531.6	-	102, 111

Tabelle A7.6-3: XPS-Bindungsenergien für B-Verbindungen

Material	Reference	Binding energy [eV]	Binding energies of the specimens tested [eV]				
			22 °C				
			v = 0.04 m/s; f = 0.58		v = 5.5 m/s; f = 0.17		
		outside the track	on the track	outside the track	on the track		
<u>Si₃N₄</u> (CVD) Si2p	96 - 98	101.4 - 101.9	101.7 (68%)	101.3 (74%)	102.1 (68%)	101.6 (68%)	
		N1s	397.2 - 397.9	397.3 (71%)	397.0 (86%)	398.0 (46%)	397.6 (75%)
SiO ₂ Si2p	99, BAM	103.1 - 103.8	102.9 (32%)	102.8 (26%)	103.3 (32%)	102.5 (32%)	
		O1s	532.4 - 534.4	532.5 (44%)	532.3 (53%)	532.8 (47%)	532.9 (47%)
<u>SiNxOy</u> Si2p	96	102.0 - 102.8	102.9 (32%)	102.8 (26%)	102.1 (68%)	102.5 (32%)	
		O1s	531.1 532.2	531.3 (56%) 532.5 (44%)	531.2 (47%) 532.3 (53%)	531.5 (53%) 532.8 (47%)	531.5 (53%) 532.9 (47%)
		N1s	397.7 - 398.3	397.3 (71%) 399.7 (29%)	397.0 (86%) 399.3 (14%)	398.0 (46%) 400.0 (54%)	396.3 (18%) 397.6 (75%) 399.5 (7%)

Tabelle A7.6-4: Ergebnisse der Messungen mit Small Spot ESCA an der Oberfläche von GPS-Si₃N₄(SN73)

Material	Reference	Binding energy [eV]	Binding energies of the specimens tested [eV]				
			800 °C				
			v = 0.35 m/s (high wear)		v = 0.95 m/s (low wear)		
		outside the track	on the track	outside the track	on the track		
<u>Si₃N₄</u> (CVD) Si2p	96 - 98	101.4 - 101.9	101.8 (23%)	101.5 (63%)	102.3 (36%)	101.7 (49%)	
		N1s	397.2 - 397.9	397.0 (31%)	397.0 (61%)	398.0 (37%)	397.3 (72%)
SiO ₂ Si2p	99, BAM	103.1 - 103.8	102.8 (77%)	102.8 (37%)	103.5 (64%)	102.9 (51%)	
		O1s	532.4 - 534.4	532.1 (78%)	532.5 (68%)	532.8 (38%)	532.3 (68%)
<u>SiNxOy</u> Si2p	96	102.0 - 102.8	102.8 (77%)	102.8 (37%)	102.3 (36%)	101.7 (49%) 102.9 (51%)	
		O1s	531.1 532.2	530.8 (22%) 532.1 (78%)	530.9 (32%) 532.5 (68%)	531.4 (62%) 532.8 (38%)	530.9 (32%) 532.3 (68%)
		N1s	397.7 - 398.3	397.0 (31%) 399.5 (51%) 401.4 (18%)	397.0 (61%) 399.6 (39%)	398.0 (37%) 400.3 (63%)	397.3 (72%) 399.2 (28%)

Tabelle A7.6-5: Ergebnisse der Messungen mit Small Spot ESCA an der Oberfläche von SSi₃N₄(ND200)

Material	Reference	Binding energy [eV]	Binding energies of the specimens tested [eV]			
			22 °C; v = 1 m/s			
			f = 0.60		f = 0.28	
			outside the track	on the track	outside the track	on the track
<u>Si₃N₄</u> (CVD) Si2p	96 - 98	101.4 - 101.9	101.6 (55%)	101.7 (37%)	101.8 (42%)	101.5 (20%)
N1s		397.2 - 397.9	397.2 (70%)	397.3 (45%)	397.6 (60%)	397.4 (36%)
<u>SiO₂</u> Si2p	99, BAM	103.1 - 103.8	—	103.0 (63%)	103.2 (58%)	103.2 (80%)
O1s		532.4 - 534.4	—	532.2 (100%)	532.4 (67%) 533.7 (9%)	532.5 (67%) 533.6 (11%)
<u>Si_xN_yO_z</u> Si2p	96	102.0 - 102.8	102.7 (45%)	103.0 (63%)	103.2 (58%)	103.2 (80%)
O1s		531.1 532.2	531.9 (100%)	532.2 (100%)	531.5 (24%) 532.4 (67%)	531.4 (23%) 532.5 (67%)
N1s		397.7 - 398.3	397.2 (70%) 399.7 (30%)	397.3 (45%) 399.9 (55%)	397.6 (60%) 399.8 (40%)	397.4 (36%) 399.7 (64%)

Tabelle A7.6-6: Ergebnisse der Messungen mit Small Spot ESCA an der Oberfläche von HIP-Si₃N₄(ESK)

Material	Referenz	Bindungs- energie [eV]	Gemessene Bindungsenergien [eV]	
			22 °C v = 0.04 m/s	
			neben der Spur	in der Spur
<u>Si₃N₄</u> (CVD) Si2p	96 - 98, BAM	101.4 - 101.9	101.9 (100%)	101.8 (82%)
N1s		397.2 - 397.7	397.2 (67%)	397.2 (74%)
<u>SiO₂</u> Si2p	99, BAM	103.1 - 103.8	—	103.1 (18%)
O1s		532.4 - 534.4	533.6 (8%)	533.3 (8%)
<u>SiO_xN_y</u> (CVD) Si2p	96, BAM	102.0 - 102.8	101.9 (100%)	101.8 (82%)
O1s		531.1 532.2	530.9 (17%) 532.0 (76%)	531.2 (28%) 532.2 (65%)
N1s		397.7 - 398.8	399.6 (33%)	399.7 (22%) 401.6 (4%)

Tabelle A7.6-7: Ergebnisse der Messungen mit Small Spot ESCA an der Oberfläche von SSi₃N₄(ND200) mit CVD-Si₃N₄-Beschichtung

Material	Reference	Binding energy [eV]	Binding energies of the specimens tested [eV]							
			22 °C				800 °C			
			v = 0.03 m/s on the track	v = 3.4 m/s outside the track		v = 0.038 m/s on the track		v = 0.38 m/s on the track		v = 3.4 m/s outside the track
<u>Si₃N₄</u> (CVD) Si2p	96 - 98; BAM	101.4 - 101.9	102.1 (76%)	101.3 (47%)	101.4 (27%)			101.4 (66%)		
N1s		397.2 - 397.9	397.4 (13%)	397.5 (38%)	397.6 (36%)			397.6 (43%)		
<u>SiO₂</u> Si2p	99, BAM	103.1 - 103.8	103.3 (24%)						103.4 (68%)	102.6 (70%)
O1s		532.4 - 534.4	533.0 (20%)						532.7 (46%)	532.7 (15%)
<u>SiO_xN_y</u> (CVD) Si2p	96	102.0 - 102.8	102.1 (76%)	102.5 (53%)	102.5 (73%)	102.1 (100%)	102.5 (100%)	102.5 (34%)	102.1 (32%)	101.6 (30%)
O1s		531.1	531.7 (63%)	531.2 (54%)	531.5 (62%)	531.3 (46%)	531.8 (75%)	531.5 (32%)	531.4 (27%)	531.6 (50%)
N1s		532.2	533.0 (20%)	532.5 (22%)	532.8 (23%)	532.8 (19%)		531.5 (32%)	532.7 (46%)	532.7 (15%)
		397.7 - 398.3	397.4 (13%)	399.5 (62%)	399.1 (64%)	399.3 (100%)	399.5 (100%)	399.6 (57%)	399.8 (100%)	399.3 (100%)
		398.3	399.8 (87%)							
<u>TiN</u> Ti2p	38, 104, BAM	454.6 (66%) 460.6 (34%)								
N1s		396.7 - 397.1								
<u>TiO₂</u> Ti2p	102 - 104, BAM	458.5 (67%) 464.2 (33%)	458.5 (69%) 464.3 (31%)	457.3 (68%) 463.7 (33%)	458.2 (65%) 463.8 (35%)	457.8 (70%) 463.5 (30%)	458.1 (67%) 463.8 (33%)	458.3 (67%) 464.0 (33%)	458.1 (68%) 463.8 (32%)	458.0 (68%) 463.7 (32%)
O1s		529.2 (50%) 531 (37%) 532.2 (13%)	530.1 (17%) 531.7 (63%) 533.0 (20%)	529.7 (24%) 531.2 (54%) 532.5 (22%)	530.0 (15%) 531.5 (62%) 532.8 (23%)	529.4 (35%) 531.3 (45%) 532.8 (19%)	529.7 (25%) 531.8 (75%) 531.5 (32%)	529.8 (68%) 531.5 (32%) 532.7 (46%)	529.7 (27%) 531.4 (28%) 532.7 (46%)	529.9 (35%) 531.6 (50%) 532.7 (15%)

Tabelle A7.6-8: Ergebnisse der Messungen mit Small Spot ESCA an der Oberfläche von Si₃N₄-TiN(ESK)

Material	Reference	Binding energy [eV]	Binding energies of the specimens tested [eV]			
			22 °C v = 0.13 m/s		800 °C v = 3.4 m/s	
			outside the track	on the track	outside the track	on the track
<u>Si₃N₄</u> (CVD) Si2p	96 - 98, BAM	101.4 - 101.9	101.8 (71%)	101.6 (90%)	101.2 (59%)	101.8 (54%)
N1s		397.2 - 397.9	397.5 (34%)	397.2 (44%)	397.1 (80%)	397.5 (78%)
<u>SiO₂</u> Si2p	99, BAM	103.1 - 103.8	103.2 (29%)	103.3 (10%)	102.5 (41%)	103.2 (46%)
O1s		532.4 - 534.4	532.5 (46%)	532.5 (37%)	533.0 (11%)	533.8 (8%)
<u>SiO_xN_y</u> (CVD) Si2p	96	102.0 - 102.8				
O1s		531.1				
N1s		532.2				
		397.7 - 398.3	401.9 (8%)	401.7 (6%)	400.0 (7%)	400.6 (7%)*
<u>BN</u> B1s	102, BAM	189.8 - 190.3	190.5 (66%)	190.4 (79%)	189.6 (76%)	190.2 (70%)
N1s		397.9 - 399	399.9 (59%)	399.8 (50%)	398.4 (13%)	399.1 (15%)
<u>B₂O₃</u> B1s	102, BAM	196.9				
O1s		531.6				
<u>H₃BO₃</u> B1s	BAM	192.6	192.3 (34%)	192.4 (22%)	191.2 (24%)	192.2 (30%)
O1s		532.2	531.2 (54%) 532.5 (46%)	531.2 (63%) 532.5 (37%)	531.7 (54%)	(532.5 (49%))

*: Die N1s-Bindungsenergien zwischen 400 und 402 eV sind charakteristisch für NH-Bindungen (NH₂, NH₃)

Tabelle A7.6-9: Ergebnisse der Messungen mit Small Spot ESCA an der Oberfläche von Si₃N₄-BN(HTM)

Material	T [°C]	v [m/s]	Sauerstoff [Gew.-%]	Stickstoff [Gew.-%]
SSi ₃ N ₄ (ND200)	unbeansprucht		6.6	33.0
	400	0.05	18.2	21.8
	400	0.6	8.6	29.8
	400	0.7	9.8	29.4
	800	0.04	14.2	25.7
	800	0.1	14.3	25.0
	1000	0.1	14.3	25.7
HIP-RBSi ₃ N ₄ (411)	unbeansprucht		3.2	36.3
	400	0.05	19.3	23.9
	800	0.3	8.8	30.9
	1000	0.1	15.1	24.7

Tabelle A7.6-10: Mittels GDOS (Leco-Tester) gemessener Sauerstoff- und Stickstoffgehalt im Ausgangsmaterial sowie im Bereich der Verschleißpartikel von Si₃N₄/Si₃N₄

Zusammensetzung Werkstoff	Si [At.-%]	O [At.-%]	N [At.-%]	Zugeordnete Phasen	Oberflächenzustand
HP-Si ₃ N ₄ (ESK)	41.5 (57.2 Gew.-%)	3.6 (2.8 Gew.-%)	51.7 (33.5 Gew.-%)	Si ₃ N ₄ ; SiN ₂ O ₂	unbeansprucht (Chemische Analyse)
	40.0 (56.2 Gew.-%)	4.4 (3.5 Gew.-%)	55.0 (37.6 Gew.-%)	Si ₃ N ₄ ; SiN ₂ O ₂	unbeansprucht (Chemische Analyse)
HP-Si ₃ N ₄ (ESK)	38.7 (53.4 Gew.-%)	5.7 (4.5 Gew.-%)	53.7 (37.1 Gew.-%)	Si ₃ N ₄ ; SiN ₂ O ₂	22°C, 10 N, v ≤ 0,3 m/s (Chemische Analyse)
GPS-Si ₃ N ₄ (SN73 + ESK)	30.3 34.1	66.4 11.1	1.3 54.7	Plateau: SiO ₂ Tieferliegende Bereiche: Si ₃ N ₄ ; SiN ₂ O ₂	22°C, 10 N, v ≤ 0,3 m/s
HIP-RBSi ₃ N ₄ (HCT 411)	40.9	25.3	32.3	Si ₃ N ₄ ; SiO _{1.5} ; SiO _x N _y	800°C, 10 N, 3 m/s (Tiefelage)
	40.5	6.0	52.4	Si ₃ N ₄ ; SiN ₂ O ₂	800°C, 10 N, v < 0,3 m/s (Hochlage)

Tabelle A7.7-1: Mittels ESMA in und neben der Verschleißspur gemessene Element-Konzentrationen im Vergleich zur chemischen Analyse im Materialinnern sowie zugeordnete Phasen
(Korrektur nach Philibert-Textier)

TABLE A1—SURFACE TEMPERATURE EQUATIONS	
BULK	$T_b - T_o = \frac{\mu F v}{A_n} \left[\frac{1}{\frac{k_1}{l_{1b}} + \frac{k_2}{l_{2b}}} \right]$
with	$l_{1b} = l_1 + \frac{A_n k_1}{A_{c1} h_{c1}} = B_1 r_o$ $l_{2b} = \frac{r_o}{\pi^{1/2}} \tan^{-1} \left[\frac{2\pi a_2}{r_o v} \right]^{1/2} = B_2 r_o$
FLASH	$T_f - T_b = \frac{\mu F v}{A_r} \left[\frac{1}{\frac{k_1}{l_{1f}} + \frac{k_2}{l_{2f}}} \right]$
with	$\frac{A_r}{A_n} = \frac{F}{F_s}$ $l_{1f} = \frac{r_f}{\pi^{1/2}} \tan^{-1} \left[\frac{n 2\pi a_1}{r_f v} \right]^{1/2} \left(\approx \frac{\pi^{1/2}}{2} r_f \text{ when } v \text{ small} \right)$ $l_{2f} = \frac{r_f}{\pi^{1/2}} \tan^{-1} \left[\frac{n 2\pi a_2}{r_f v} \right]^{1/2} \left(\approx \frac{\pi^{1/2}}{2} r_f \text{ when } v \text{ small} \right)$ $r_f = r_o \left\{ \left[1 - \frac{F}{F_s} \right] \left[\frac{r_o}{r_a} \right]^2 + 1 \right\}^{-1/2}$ $F_s = \frac{A_n H_o}{(1 + 12\mu^2)^{1/2}}$ $H_o = \text{Least of } (H_1, H_2)$

NOMENCLATURE

- A_n = Nominal (apparent) contact area (m^2)
- A_r = Real (total asperity) contact area (m^2)
- A_{c1}, A_{c2} = Contact areas at heat sinks 1 and 2 (m^2)
- a_1, a_2 = Thermal diffusivities of surfaces 1 and 2 (m^2/s)
- a_{eff} = Mean diffusivity, $1/2 (a_1 + a_2)$
- F = Normal load acting on sliding surfaces (N)
- \bar{F} = Normalized load, $\frac{F}{H_o A_n} = \frac{A_r}{A_n}$
- F_s = Seizure load (the value of the normal load F at which $A_r = A_n$): $F_s = H_o A_n / (1 + 12\mu^2)^{1/2}$ (N)
- H_o = Hardness (diamond-pyramid indentation-load/predicted area of indent normal to load direction) (N/m^2)
- h_{c1}, h_{c2} = Heat-transfer coefficients at heat sinks 1 and 2 (W/m^2K)
- k_1, k_2 = Thermal conductivities of surfaces 1 and 2 (W/mK)
- k_{eff} = Mean conductivity $1/2 (k_1 + k_2)$
- l_1, l_2 = Linear distances from surface to heat sinks 1 and 2 (m)
- l_{1b}, l_{2b} = Equivalent linear heat-diffusion distances for surfaces 1 and 2, bulk heating (m)

- l_{1f}, l_{2f} = Equivalent linear heat-diffusion distances for surfaces 1 and 2, flash heating (m)
- N_f = Number of contacting asperities on the sliding surface
- n = A measure of the lifetime of a contacting asperity; it survives a sliding distance, $\frac{\pi}{2} n r_a$
- r_a = Radius of a single isolated asperity junction (m)
- r_f = Radius of a contact-junction, which can be made up of many unit asperities ($r_a < r_f < r_o$) (m)
- r_o = Radius of nominal contact area ($r_o = (A_n/\pi)^{1/2}$) (m)
- T_b = Bulk temperature (K)
- T_b' = Effective sink temperature for flash temperature calculation (K)
- T_f = Flash temperature (K)
- T_m = Melting temperature (K)
- T_o = Heat-sink (ambient) temperature (K)
- T^* = Normalized temperature $\frac{a_{eff} H_o}{k_{eff}}$
- t = Transit time of slider across pin (s)
- v = Sliding velocity (m/s)
- \bar{v} = Normalized sliding velocity, $\frac{v r_o}{a_{eff}}$
- μ = Coefficient of friction (-)

Tabelle A8.2.1-1: Formeln zur Berechnung der reibbedingten Temperaturerhöhungen mit dem Programm "T-Maps" und Nomenklatur nach Ashby /142/

$$r_e = \left\{ \frac{3F_N R_{MK}}{4N} \cdot \left(\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right) \right\}^{1/3} \quad r_p = \left(\frac{F_N}{\pi N H} \right)^{1/2}$$

$$Z(v_r < 2) = \frac{1}{\frac{v_r}{3} + 1} \quad \text{und} \quad Z(v_r \geq 2) = \frac{\frac{2}{3}}{\sqrt{v_r + \frac{1}{\sqrt{8}}}} \quad \text{mit} \quad v_r = \frac{\rho_1 c_1}{\lambda_1} v r$$

$$\Delta T = \left(\frac{1}{Z(v_r) \cdot S(v_r)} + \frac{\lambda_2}{\lambda_1 \cdot S_0} \right)^{-1} \cdot \frac{\mu F_N v}{4\lambda_1 N r} = \left(\frac{1}{Z(v_r) \cdot S(v_r)} + \frac{\lambda_2}{\lambda_1 \cdot S_0} \right)^{-1} \cdot \frac{\pi q r}{4\lambda_1}$$

Für elastische Verformung:

$$\Delta T = \left(\frac{1}{Z(v_r)} + \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right)^{-1} \cdot \frac{\mu v}{4\lambda_1} \cdot \left(\frac{4F_N^2 \cdot E_1 \cdot E_2}{3N^2 R_{MK} \cdot (E_2(1-\nu_1^2) + E_1 \cdot (1-\nu_2^2))} \right)^{1/3}$$

Für plastische Verformung:

$$\Delta T = \left(\frac{1}{Z(v_r)} + \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right)^{-1} \cdot \frac{\mu v}{4\lambda_1} \cdot \left(\frac{\pi H F_N}{N} \right)^{1/2}$$

$$T_{Bl} = T_U + \Delta T$$

Symbol Bedeutung [Einheit]

c	Spezifische Wärmekapazität [J/(kg·K)]
E ₁	Elastizitätsmodul des Probekörpers 1 [N/m ²]
E ₂	Elastizitätsmodul des Probekörpers 2 [N/m ²]
F _N	Normalkraft [N]
H _x	Vickers-Härte des weicheren Gleitpartners [N/m ²]
N, N _{MK}	Anzahl der Mikrokontakte []
q	Wärmemenge pro Zeit und Mikrokontaktfläche [J/(s·m ²)]
r _e	Radius der Mikrokontakte bei elastischer Verformung [m]
R _{MK}	Krümmungsradius der Mikrokontakte [m]
r _p	Radius der Mikrokontakte bei plastischer Verformung [m]
T	Reibbedingte Temperaturerhöhung [K]
T _{Bl} , T _f	Hot-Spot-Temperatur (Blitztemperatur, "flash temperature") im Bereich der Mikrokontakte [K]
T _U	Umgebungstemperatur [K]
v	Gleitgeschwindigkeit [m/s]
λ	Thermische Wärmeleitfähigkeit [W/(m·K)]
μ	Reibungszahl []
ν	Poisson-Zahl []
ρ	Dichte [kg/m ³]
Z (v _r)	Funktion zur Berücksichtigung der Geschwindigkeitsabhängigkeit der Temperaturerhöhung []

Index 1: Probekörper mit kleinerem Eingriffsverhältnis;
z. B. der rotierende Probekörper im Stift/Scheibe-System

Index 2: Probekörper größerem Eingriffsverhältnis;
z. B. der stationäre Probekörper im Stift/Scheibe-System

Tabelle A8.2.1-2: Formeln und Nomenklatur zur Berechnung der reibbedingten Temperaturerhöhungen für kreisrunde Mikrokontakte nach Kuhlmann-Wilsdorf /126,213, 214,230/

v [m/s]	SSi ₃ N ₄ /SSi ₃ N ₄ (ND 200)			HIP-RBSi ₃ N ₄ /HIP-RBSi ₃ N ₄ (HCT 411)			HIP-Si ₃ N ₄ /HIP-Si ₃ N ₄ (FX-950)			Si ₃ N ₄ -TiN/Si ₃ N ₄ -TiN (ESK)			TiO ₂ /TiO ₂		
	ΔT ₁ [°C]	ΔT ₂ [°C]	ΔT ₃ [°C]	ΔT ₁ [°C]	ΔT ₂ [°C]	ΔT ₃ [°C]	ΔT ₁ [°C]	ΔT ₂ [°C]	ΔT ₃ [°C]	ΔT ₁ [°C]	ΔT ₂ [°C] ⁺	ΔT ₃ [°C] ⁺	ΔT ₁ [°C]	ΔT ₂ [°C] ⁺	ΔT ₃ [°C] ⁺
0,03	41	36	37	25	30	32	56	56	59	25	-	-	209	-	-
0,1	137	119	131	82	85	90	182	176	211	81	-	-	620	-	-
0,3	345	342	453	237	252	318	600	522	732	237	-	-	1499	-	-
1,0	1007	852	1114	722	630	928	1420	967	1055	713	-	-	3431*	-	-
1,5	1392	1030	1303	1022	810	1080	1992*	1350	1480	998	-	-	-	-	-
3,0	2396*	1320	2590*	1818	1030	2054*	3261*	1764	1945*	1750	-	-	6828*	-	-

Temperaturberechnungen: ΔT₁: Konstante Eigenschaften

ΔT₂: Temperaturabhängige Härte

ΔT₃: Temperaturabhängige Eigenschaften

+ : Fehlende temperaturabhängige Stoffdaten

f = 0,5; N_{MK} = 1; T_U = 22°C

Modell: Kuhlmann - Wilsdorf /213, 214/

*: Theoretische Werte (oberhalb der Zersetzungs- bzw. Schmelztemperatur)

Tabelle A8.2.1-3: Reibbedingte Temperaturerhöhungen im Mikrokontaktbereich verschiedener Si₃N₄/Si₃N₄-Gleitpaarungen, berechnet für konstante, temperaturunabhängige sowie für temperaturabhängige Eigenschaften

		HP-Si ₃ N ₄ /Al ₂ O ₃				HP-Si ₃ N ₄ /HP-Si ₃ N ₄	
Temperaturen Bedingungen	Gemessene Oberflächentemperaturen /115/				Berechnete maximale Temperaturen für einen Mikrokontakt *		
	T _b [°C]	\bar{T}_{max} [°C]	min. T _{max} [°C]	max. T _{max} [°C]	T _{max} [°C]	T _{max} [°C]	
0,3 m/s; 4,5 N; f = 0,74	30	105 ± 3 (N _{MK} = 5)	94 (N _{MK} = 6)	148 (N _{MK} = 3)	434	430	
0,3 m/s; 8,9 N; f = 0,71	36	117 ± 6 (N _{MK} = 7)	98 (N _{MK} = 10)	200 (N _{MK} = 4)	629	617	
1,53 m/s; 4,5 N; f = 0,66	56	396 ± 87 (N _{MK} = 7)	102 (N _{MK} = 50)	2353 (N _{MK} < 1)	1599	1419	
1,53 m/s; 8,9 N; f = 0,57	77	1080 ± 180 (N _{MK} = 1 - 2)	116 (N _{MK} ~ 50)	2703 (N _{MK} < 1)	2053	1814	

* Temperaturberechnung nach Kuhlmann - Wilsdorf /213, 214/; Eigenschaften für HP-Si₃N₄ und Al₂O₃ aus /115/; R_{MK} = 100 µm; Festkörpergleitreibung

$$T_{max} = T_U + \Delta T_b + \Delta T_f$$

T_U : Umgebungstemperatur (T_U = 22°C)

ΔT_b : Reibbedingte Temperaturerhöhung der geometrischen Kontaktfläche

ΔT_f : Reibbedingte Temperaturerhöhung der Mikrokontaktfläche

Anmerkung: Die in Klammern zusätzlich angegebene Mikrokontaktzahl ergibt bei der Temperaturberechnung mittels Kuhlmann - Wilsdorf (für temperaturunabhängige Eigenschaften) die gemessenen Temperaturen

Tabelle A8.2.2-1: Experimentell gemessene Oberflächen- (T_b) und Hot-Spot-Temperaturen (T_{max}) /115/ sowie nach Kuhlmann-Wilsdorf für konstante, temperaturunabhängige Eigenschaften berechnete, maximale Hot-Spot-Temperaturen (T_{max}*)

v	N_R	t_g	t_H	t_{HK}	$\frac{N_R * t_g^{1/2}}{A_g * 2}$	$\frac{N_R * t_H^{1/2}}{A_H * 2}$	$\frac{N_R * t_{MK}^{1/2}}{N_{MK} * A_{MK} * 2}$	Grenzwert für thermische Schädigung beim Laserpulsen /127/
$\left[\frac{m}{s} \right]$	$\left[\frac{Nm}{s} \right]$	$[ms]$	$[ms]$	$[ms]$	$\left[\frac{kJ * s^{1/2}}{cm^2} \right]$	$\left[\frac{kJ * s^{1/2}}{cm^2} \right]$	$\left[\frac{kJ * s^{1/2}}{cm^2} \right]$	$\left[\frac{kJ * s^{1/2}}{cm^2} \right]$
0.03	0.24	37.6	4.27	0.33	0.002	0.06	0.28	0.8 - 2
0.3	2.4	3.76	0.427	0.03	0.007	0.19	0.84	
3.0	24	0.38	0.043	0.003	0.023	0.61	2.65	

Reibleistung $N_R = f * F_N * v$ mit $f = 0.8$ und $F_N = 10$ N

d = Durchmesser; v = Gleitgeschwindigkeit

Zahl der Mikrokontakte $N = 10 \Rightarrow$ Mikrokontaktfläche $A_{MK} = 78.54 \mu m^2$ mit $d_{MK} = 10 \mu m$

Kontaktzeit der Mikrokontakte $t_{HK} = d_{MK}/v$

Geometrische Fläche $A_g = 1 \text{ mm}^2 \Rightarrow d_g = 1.128 \text{ mm}$

Kontaktzeit der geometrischen Fläche $t_g = d_g/v$

Hertzische Fläche $A_H = 0.013 \text{ mm}^2 \Rightarrow d_H = 0.128 \text{ mm}$

Kontaktzeit der Hertzischen Fläche $t_H = d_H/v$

Tabelle A8.2.4-1: Vergleich der thermischen Beanspruchung während der tribologischen Versuche mit der kritischen Leistung, die beim Laserpulsen zur thermischen Schädigung von Si_3N_4 führt

Werkstoff	f			
	f ^{1000m}	f (v)	f (T)	f (p)
8 x Si ₃ N ₄ *	0.4 - 1	o	+	o
Si ₃ N ₄ -TiN	0.4 - 1.2	+	+	+
3 x Si ₃ N ₄ -BN	0.1 - 0.7	+	++	o
CVD-Si ₃ N ₄	0.5 - 0.8	o	n.b.	n.b.

Werkstoff	k _v ^{0-1000m}					P _{krit} [$\frac{N}{mm^2}$]	k _v ^{1000m} [$\frac{mm^3}{(N * m)}$]
	k _v [$\frac{mm^3}{(N * m)}$]	f (v)	f (T)	f (p)	f (ε)		
8 x Si ₃ N ₄ *	≥ 10 ⁻⁵	++	++	o	+	< 0.5	< 10 ⁻⁵
Si ₃ N ₄ -TiN	≈ 10 ⁻⁶	o	o	++	+	≈ 10	< 10 ⁻⁶
3 x Si ₃ N ₄ -BN	≥ 10 ⁻⁶	o	++	++	o	≈ 5	< 10 ⁻⁶ *
CVD-Si ₃ N ₄	≥ 10 ⁻⁵	+	n.b.	o	+	n.b.	≥ 10 ⁻⁵

Abhängigkeit: ++: stark; +: vorhanden; o: geringe/keine Korrelation;
n.b.: nicht bestimmt

*: Ausnahme: Reibungszahl von GPS-Si₃N₄ (SN73) sinkt mit zunehmender Gleitgeschwindigkeit von 0,8 auf 0,2

*: T = 22°C

Gleitgeschwindigkeiten: 0.03 m/s - 5 m/s

Umgebungstemperaturen: 22°C - 1000°C

rel. Luftfeuchte bei 22°C: 20 - 40 %

Eingriffsverhältnisse: ε < 0.02 (rot. PK); ε = 1 (stat. PK)

Pressung im Bereich der geometrischen Fläche: 1 MPa - 1 GPa

Tabelle A9-1: Festkörpergleitreibungszahlen f und volumetrische Verschleißkoeffizienten k_v verschiedener kommerzieller Si₃N₄-Werkstoffe im Vergleich zu neuen Composites mit Si₃N₄-Matrix und Einfluß der Beanspruchungsparameter Gleitgeschwindigkeit v, Umgebungstemperatur T, Eingriffsverhältnis ε und Flächenpressung p in Luft

14.2 Bilderanhang

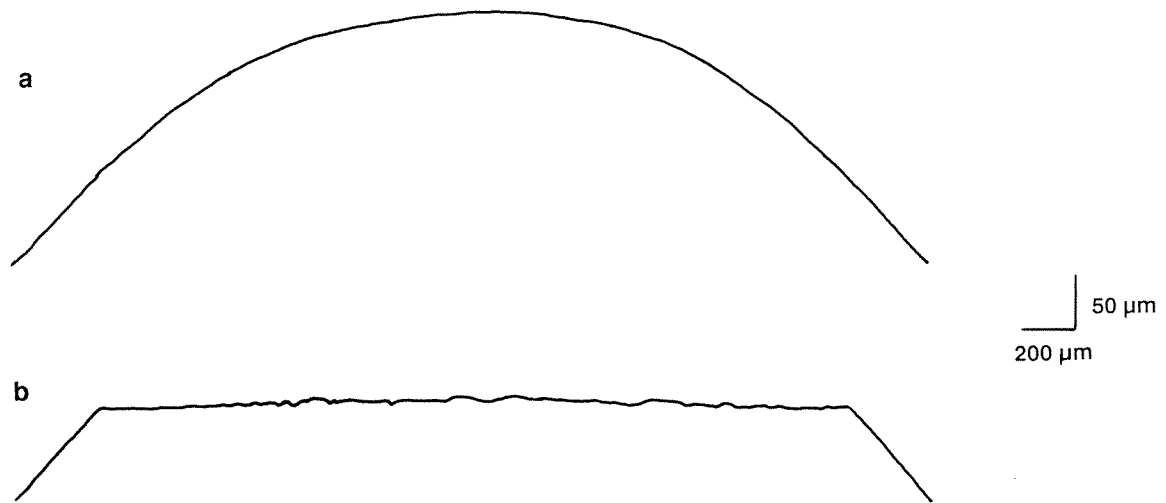


Bild A6-1: Tastschnittmessungen über die Mantelfläche des stationären Probekörpers:

- a) vor der tribologischen Beanspruchung
- b) nach der tribologischen Beanspruchung

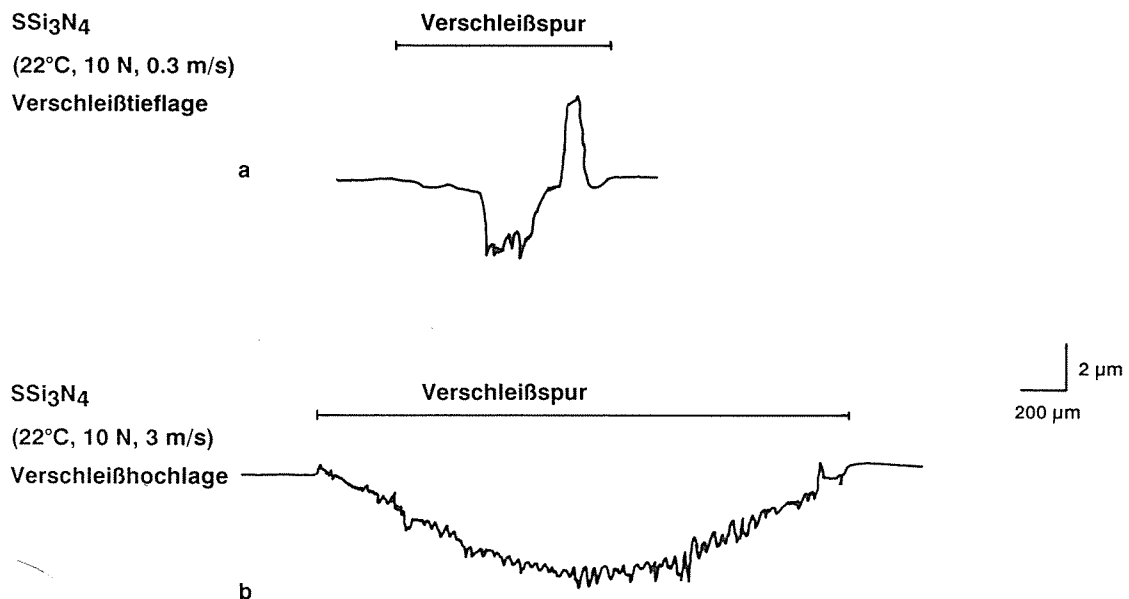


Bild A6-2: Tastschnittmessungen über die Verschleißspuren von SSi_3N_4 (ND200) nach Beanspruchung bei 10 N und 22°C:

- a) mit Auftrag in der Verschleißtieflage
- b) ohne Auftrag in der Verschleißhochlage

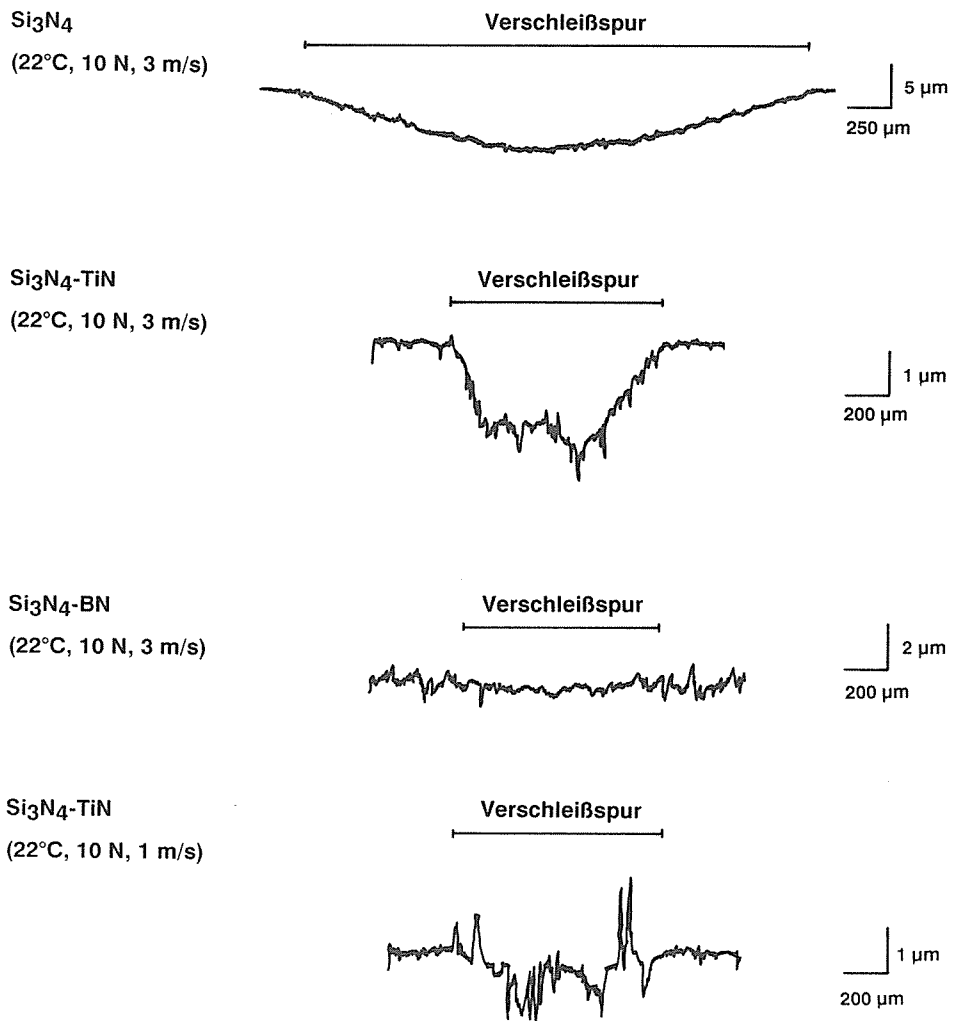


Bild A6-3: Tastschnittmessungen über die Verschleißspuren von Si₃N₄, Si₃N₄-TiN und Si₃N₄-BN nach Beanspruchung bei 22°C, 10 N und 3 m/s sowie für Si₃N₄-TiN nach Beanspruchung bei 22°C, 10 N und 1 m/s

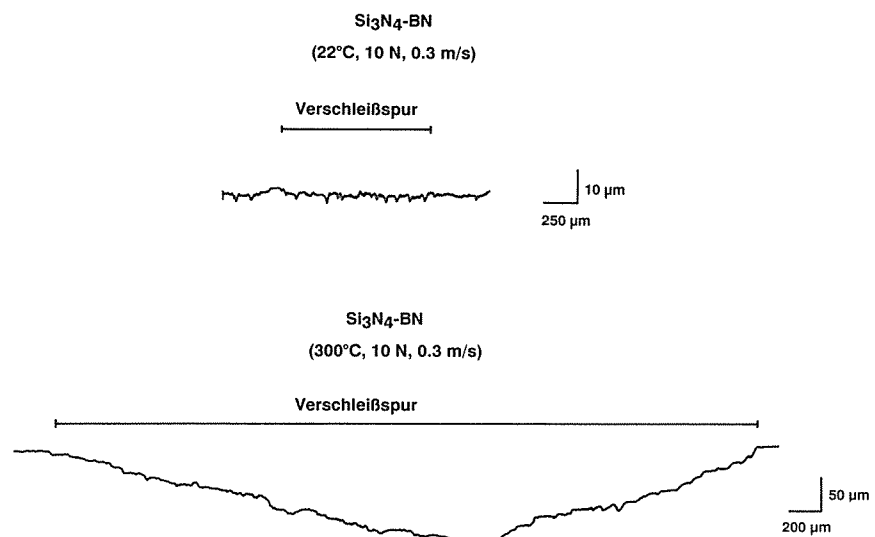


Bild A6-4: Tastschnittmessungen über die Verschleißspuren von Si₃N₄-BN nach der Beanspruchung bei T < 200°C (hier: 22°C) sowie bei T > 200°C (hier: 300°C)

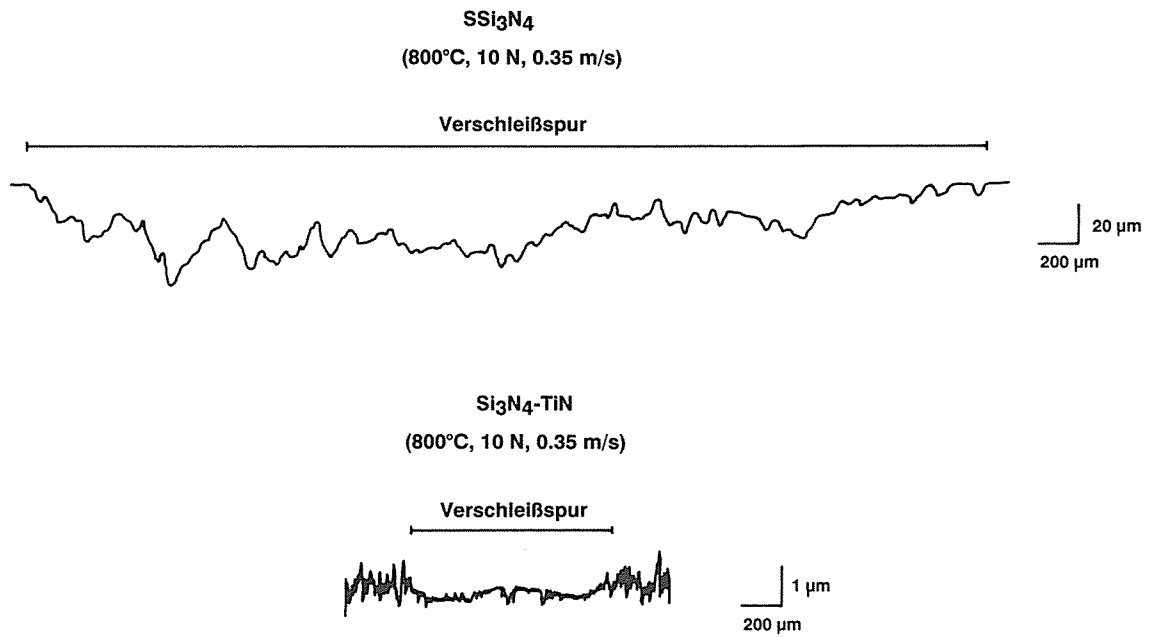


Bild A6-5: Tastschnittmessungen über die Verschleißspuren von SSi₃N₄(ND200) und Si₃N₄-TiN, jeweils bei 800°C, 10 N und 0.35 m/s nach artgleicher Beanspruchung

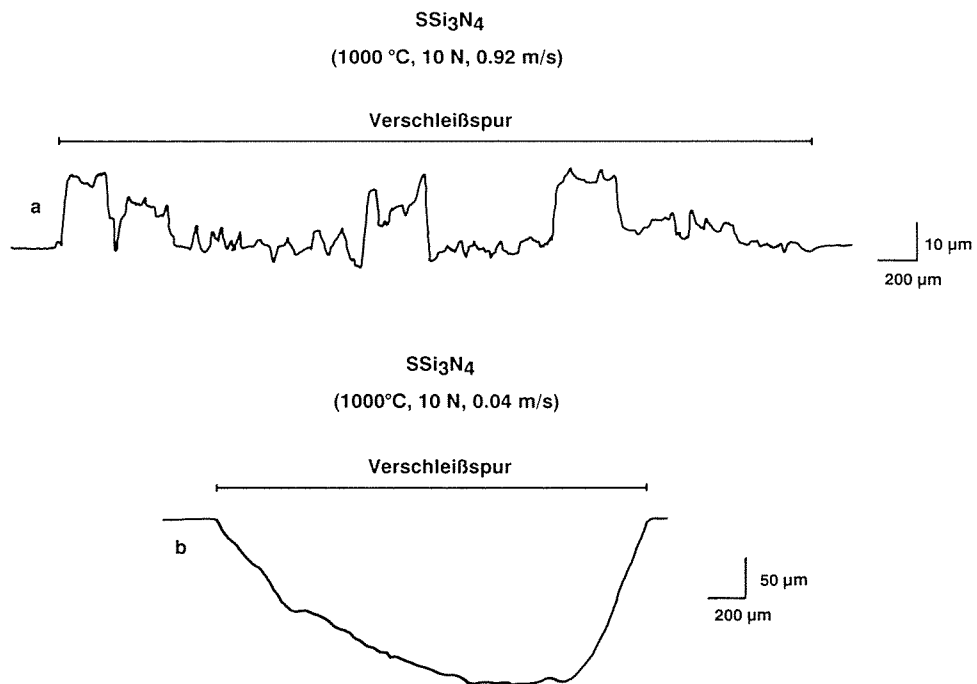
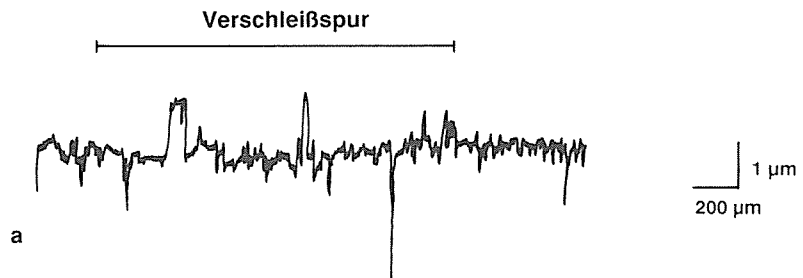


Bild A6-6: Tastschnittmessungen über die Verschleißspuren von SSi₃N₄(ND200) nach Beanspruchung bei 10 N und 1000°C:
a) Verschleißtieflage mit Auftrag
b) Verschleißhochlage ohne Auftrag

CVD-Si₃N₄
(22°C, 10 N, ≤ 0.3 m/s)



CVD-Si₃N₄
(22°C, 10 N, > 0.3 m/s)

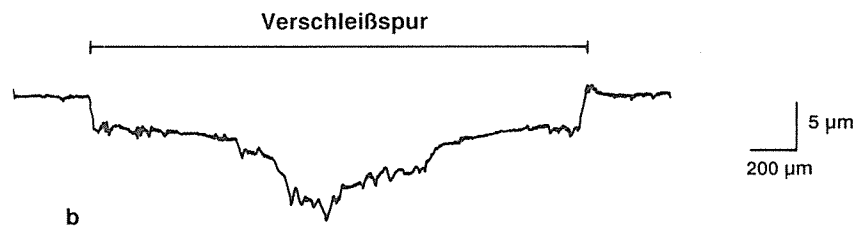


Bild A6-7: Tastschnittmessungen über die Verschleißspuren der mit CVD-Si₃N₄ (d = 5 µm) beschichteten SSi₃N₄(ND200)-Probekörper nach der Beanspruchung bei 10 N und 22°C:

- a) intakte Schicht mit Auftrag
(v ≤ 0.3 m/s in der Verschleißtieflage)
- b) zerstörte Schicht ohne Auftrag
(v > 0.3 m/s in der Verschleißhochlage)

14.3 Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand unter der Leitung von Herrn Prof. Dr.-Ing. K.-H. Habig während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Angestellter in der Fachgruppe 5.2 "Rheologie, Tribologie, Verschleißschutz" der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) in Berlin.

Ich danke

Herrn Prof. Dr.-Ing. K.-H. Habig (BAM-MP) für die interessante Aufgabenstellung, die wissenschaftliche Betreuung, die wertvollen Anregungen und die stete Unterstützung sowie für die Durchsicht des Manuskripts,

Herrn Prof. Dr. rer. nat. H. Hausner (TU Berlin - Institut für nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe) für das dieser Arbeit entgegengebrachte Interesse und die wissenschaftliche Betreuung,

Herrn Dr.-Ing. M. Woydt (BAM-5.25) für die gute Zusammenarbeit, den intensiven Gedankenaustausch und die zahlreichen interessanten Anregungen, die diese Arbeit sehr gefördert haben,

Herrn Dr. E. Santner (BAM-5.2) für weitere hilfreiche Anregungen, die Durchsicht der Arbeit und die konstruktive Kritik,

Herrn Dr. H. Kloß (BAM-5.24) sowie Herrn Dr. G. Bartelt (BAM-5.23) für die interessanten Diskussionen über Verschleiß- und Temperaturmodelle sowie die Programmentwicklung für Temperaturberechnungen,

Frau S. Binkowski und Frau R. Pahl (BAM-5.24) für die umfangreichen keramo- und photographischen Arbeiten sowie für die Tabellen und graphischen Darstellungen,

Herrn Ing. M. Gienau, Herrn Ing. N. Kelling und Herrn Dipl.-Ing. Löffelbein (alle BAM-5.24) für Ihre stete Hilfe und Unterstützung bei technischen und konstruktiven Problemstellungen sowie bei der Ergebnisdarstellung,

Herrn Dipl.-Ing. R. Erlebach und Herrn Dipl.-Ing. N. Köhler (BAM-5.24) für die Unterstützung bei Fragen zur Datenverarbeitung bzw. -aufbereitung,

Herrn Dipl.-Ing. J. Schwenzien (BAM-5.24) für die Durchführung der zahlreichen Tastschnittmessungen sowie das Korrekturlesen,

Herrn Dr. H. Hantsche, Herrn Ing. D. Schmidt, Frau B. Strauß, Herrn D. Treu und Herrn Prof. X. Yu (alle BAM-5.33) für die Durchführung der bzw. die Hilfestellung bei den oberflächenanalytischen Untersuchungen (Rasterelektronenmikroskopie, Elektronenspektroskopie zur chemischen Analyse und Auger-Elektronen-Spektroskopie),

Frau Dr. Dörffel, Herrn Ing. W. Gesatzke und Herrn Dr. W. Österle (alle BAM-1.13) für die aufwendigen Untersuchungen mit dem hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskop,

Herrn Ing. D. Meyer (BAM-1.14) für die Durchführung der Elektronenstrahl-Mikroanalysen,

Frau Dr. L. Vogel (BAM-3.42) für die Aufnahme von IR-Spektren,

Herrn Dr. H. Jancke (BAM-10.11) für die Aufnahme der ^{29}Si -NMR-Spektren,

Herrn Dr.-Ing. U. Roger (TU Berlin/FB17), Frau Dr. G. Steinborn (BAM-5.11) und Herrn Ing. H. Walter (BAM-1.14) für die Aufnahme der vielen Röntgenbeugungsspektren,

Herrn Dr.-Ing. G. Lülff, Thyssen Stahl AG, Duisburg, für die Schwingungsanalysen am Hochtemperaturtribometer sowie die anregenden Diskussionen,

Herrn Dipl.-Ing. H. Tigges, Rigaku Europe GmbH, Düsseldorf-Heerdt, für die Durchführung der Mikrobereichsbeugungsanalysen,

Herrn Dr.-Ing. H.-G. Wobker, Institut für Fertigungstechnik und spanende Werkzeugmaschinen, Universität Hannover, für die Messung der Eigenspannungen,

Herrn Dipl.-Phys. H. Tischer (BAM-5.201) für Literaturrecherchen und die Durchsicht des Literaturverzeichnisses

sowie den vielen hier nicht namentlich erwähnten Kollegen und nicht zuletzt den Damen vom Sekretariat, Frau E. Kühnast-Güll und Frau M. Peyer, die durch ihre Unterstützung und Hilfsbereitschaft ihren Anteil an der Entstehung dieser Arbeit haben.

Besonderer Dank gilt dabei all den Mitarbeitern, die durch ihr großes persönliches Engagement sowie das entgegengebrachte Interesse wesentlich zur Entstehung und Fertigstellung dieser Arbeit beitrugen.

Die Probekörper wurden von der Elektroschmelzwerk Kempten GmbH, der Feldmühle AG, der Hoechst CeramTec AG, der HTM AG, Schweiz, der NGK Insulators Ltd., Japan, und der Toshiba Corporation, Japan, zur Verfügung gestellt. Die Beschichtung von SSi_3N_4 (ND200)-Probekörpern mit amorphem CVD- Si_3N_4 erfolgte durch Herrn Dr. A. P. M. Adriaansen, Centre for Technical Ceramics, Eindhoven.

Mein persönlicher Dank gilt an dieser Stelle meiner Lebensgefährtin, meinen Familienangehörigen und meinen Freunden für Ihre Unterstützung, Ihre Geduld und Ihre Nachsicht.

Berlin, im Oktober 1993

André Skopp

- Meiner Mutter gewidmet -

14.4

Lebenslauf

Name André (Michael) Skopp

21.07.1960 geboren in Berlin als Sohn der Eheleute Hans-Joachim Skopp und Frau Edith, geb. Henke

1967 - 1973 Besuch der Münchhausen-Grundschule in Berlin

1973 - 1979 Besuch des Gabriele-von-Bülow-Gymnasiums in Berlin
Abschluß: Allgemeine Hochschulreife

1980 - 1989 Studium der Werkstoffwissenschaften an der TU Berlin
Vertiefungsgebiete: Nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe, Metallphysik, Werkstoffprüfung
Abschluß: Diplom-Ingenieur

01.02.1988-30.04.1989 Technischer Angestellter der BAM

seit dem 17.07.1989 Wissenschaftlicher Angestellter der BAM

Veröffentlichungen: 16

Familienstand: ledig

Berlin, den 15.10.93

Bisher erschienene Forschungsberichte der BAM

Nr. 1/1968

Forschung und Entwicklung in der Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM)
Rechenschaftsbericht für den Bundesminister für Bildung und Wissenschaft

Nr. 2/1970 (vergriffen)

G. Andreas
Zum Problem des Feuchtigkeitschutzes von Dehnungsmeßstreifen und Halbleitergeräten

Nr. 3/1970

J. Ziebs
Über das mechanische Verhalten von Aluminium-Stahl-Freileitungsseilen als Beispiel für Verbundbauteile

Nr. 4/1970 (vergriffen)

A. Burmester
Formbeständigkeit von Holz gegenüber Feuchtigkeit - Grundlagen und Vergütungsverfahren

Nr. 5/1971

N. Steiner
Die Bedeutung der Netzstellenart und der Netzwerkkettendichte für die Beschreibung der elastischen Eigenschaften und des Abbaus von elastomeren Netzwerken

Nr. 6/1971

P. Schneider
Zur Problematik der Prüfung und Beurteilung des Luftschallschutzes von Bauelementen bei unterschiedlichen Einbaubedingungen

Nr. 7/1971

H.-J. Petrowitz
Chromatographie und chemische Konstitution - Untersuchungen über den Einfluß der Struktur organischer Verbindungen auf das Verhalten bei der Dünnschicht-Chromatographie

Nr. 8/1971

H. Veith
Zum Spannungs-Drehungs-Verhalten von Baustählen bei Wechselbeanspruchung

Nr. 9/1971

K.-H. Möller
Untersuchung über die sichernde Wirkung poröser Massen in Acetylenflaschen

Nr. 10/1972

D. Aurich, E. Martin
Untersuchungen über die Korngrößenbestimmung mit Ultraschall zur Entwicklung einer für die Praxis geeigneten zerstörungsfreien Meßmethode

Nr. 11/1972

H.-J. Krause
Beitrag zur Kenntnis der Schnittriefenbildung und Schnittgütwerte beim Brennschneiden

Nr. 12/1972

H. Feuerberg
Über Veränderungen von Nylon-6-Fasern beim Texturieren

Nr. 13/1972

K.-H. Habig, K. Kirschke, W.-W. Maennig, H. Tischer
Festkörpergleitreibung und Verschleiß von Eisen, Kobalt, Kupfer, Silber, Magnesium und Aluminium in einem Sauerstoff-Stickstoff-Gemisch zwischen 760 und $2 \cdot 10^{-7}$ Torr

Nr. 14/1972

E. Fischer
Untersuchungen zur Amplitudenabhängigkeit der Ultraschalldämpfung in Metallen bei 20 kHz

Nr. 15/1972

H. Pohl
Studie und Probleme der chemischen Edelmetall-Analyse

Nr. 16/1972

E. Knublauch
Über Ausführung und Aussagefähigkeit des Normbrandversuches nach DIN 4102, Blatt 2, im Hinblick auf die Nachbildung natürlicher Schadenfeuer

Nr. 17/1972

P. Reimers
Aktivierungsanalyse mit schnellen Neutronen, Photonen und geladenen Teilchen

Nr. 18/1973

W. Struck
Das Sprödbruchverhalten des Baustahles R St 37-2 N in geschweißten Konstruktionen, dargestellt mit Hilfe der Methode des Temperaturvergleiches

Nr. 19/1973

K. Kaffanke, H. Czichos
Die Bestimmung von Grenzflächentemperaturen bei tribologischen Vorgängen

Nr. 20/1973

R. Rudolphi
Brandrisiko elektrischer Leitungen und Installationen in Wänden

Nr. 21/1973

D. Klaffke, W. Maennig
Die kontinuumsmechanische Erfassung des zeitlichen Ablaufs der elastisch-plastischen Dehnungen bei der Zerrüttung

Nr. 22/1973

R. Rudolphi, E. Knublauch
Untersuchungen für ein Prüfverfahren zur Bemessung der Brandschutzbekleidung von Stahlstützen

Nr. 23/1973

W. Ruske
Reichs- und preußische Landesanstalten in Berlin. Ihre Entstehung und Entwicklung als außeruniversitäre Forschungsanstalten und Beratungsorgane der politischen Instanzen

Nr. 24/1973

J. Stanke, E. Klement, R. Rudolphi
Das Brandverhalten von Holzstützen unter Druckbeanspruchung

Nr. 25/1973

E. Knublauch
Über das Brandgeschehen vor der Fassade eines brennenden Gebäudes unter besonderer Berücksichtigung der Feuerbeanspruchung von Außenstützen

Nr. 26/1974

P. Jost, P. Reimers, P. Weise
Der Elektronen-Linearbeschleuniger der BAM - Eigenschaften und erste Anwendungen

Nr. 27/1974

H. Wüstenberg
Untersuchungen zum Schallfeld von Winkelprüfköpfen für die Materialprüfung mit Ultraschall

Nr. 28/1974

H. Heinrich
Zum Ablauf von Gasexplosionen in mit Rohrleitungen verbundenen Behältern

Nr. 29/1974

P. Schneider
Theorie der dissipativen Luftschalldämmung bei einem Idealisotropen porösen Material mit starrem Skelet für senkrechten, schrägen und allseitigen Schalleinfall

Nr. 30/1974 (vergriffen)

H. Czichos, G. Salomon
The Application of Systems Thinking and Systems Analysis to Tribology

Nr. 31/1975

G. Fuhrmann
Untersuchungen zur Klärung des Verhaltens thermoplastischer Kunststoffe bei Wechseldehnungsbeanspruchung

Nr. 32/1975

R. Rudolphi, B. Böttcher
Ein thermo-elektrisches Netzwerkverfahren zur Berechnung stationärer Temperatur- und Wärmestromverteilungen mit Anwendungsbeispielen

Nr. 33/1975

A. Wagner, G. Kieper, R. Rudolphi
Die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit von Baustoffen mit Hilfe eines nichtstationären Meßverfahrens

Nr. 34/1976 (vergriffen)

H.-J. Deppe
Untersuchungen zur Vergütung von Holzwerkstoff

Nr. 35/1976

E. Limberger
Der Widerstand von Platten, die als Beplankungsmaterial leichter Wände verwendet werden, gegenüber dem Aufprall harter Körper - Vorschlag für ein Prüfverfahren -

Nr. 36/1976 (vergriffen)

J. Hundt
Wärme- und Feuchtigkeitsleitung in Beton unter Einwirkung eines Temperaturgefälles

Nr. 37/1976

W. Struck
Die stoßartige Beanspruchung leichter, nichttragender Bauteile durch einen mit der Schulter gegenprallenden Menschen - Vorschlag für ein Prüfverfahren -

Nr. 38/1976

K.-H. Habig
Verschleißuntersuchungen an gas-, bad- und ionitriertem Stahl 42 CrMo 4

Nr. 39/1976

K. Kirschke, G. Kempf
Untersuchung der viskoelastischen Eigenschaften von Flüssigkeiten (mit Nicht-Newton'schem Fließverhalten) insbesondere bei höherer Schwerbeanspruchung

Nr. 40/1976

H. Hantsche
Zum Untergrundabzug bei energiedispersiven Spektren nach verschiedenen Verfahren

Nr. 41/1976

B. Böttcher
Optische Eigenschaften cholesterinischer Flüssigkeiten

Nr. 42/1976

S. Dietlen
Ermittlung der Mindestzündenergie brennbarer Gase in Mischung mit Luft

Nr. 43/1976

W. Struck
Das Sprödbruchverhalten geschweißter Bauteile aus Stahl mit zäh-sprödem Übergang im Bruchverhalten, dargestellt mit Hilfe der Methode des Temperaturvergleiches

Nr. 44/1976

W. Matthees
Berechnung von räumlichen, linear elastischen Systemen, die aus finiten Stab- und Balkenelementen zusammengesetzt sind, unter Verwendung des Programms "Stab-Werk"

- Nr. 45/1976
W. Paatsch
Untersuchung des Elektrodenverhaltens im Vakuum aufgedampfter Metallschichten
- Nr. 46/1977 (vergriffen)
G. Schickert, H. Winkler
Versuchsergebnisse zur Festigkeit und Verformung von Beton bei mehraxialer Druckbeanspruchung
Results of Test Concerning Strength and Strain of Concrete Subjected to Multiaxial Compressive Stresses
- Nr. 47/1977
A. Plank
Bautechnische Einflüsse auf die Tragfähigkeit von Kunststoffdübeln für Fassadenbekleidungen
- Nr. 48/1977
U. Holzlöhner
Setzung von Fundamenten infolge dynamischer Last, angewendet auf die Fundamente einer geplanten Schnellbahn
- Nr. 49/1977
G. Wittig
Untersuchungen zur Anwendung von Mikrowellen in der zerstörungsfreien Prüfung
- Nr. 50/1978 (vergriffen)
N. Czaika, N. Mayer, C. Amberg, G. Magiers, G. Andraea, W. Markowski
Zur Meßtechnik für die Sicherheitsbeurteilung und Überwachung von Spannbeton-Reaktordruckbehältern
- Nr. 51/1978
J. Sickfeld
Auswirkung von chemischen und physikalisch-technologischen Einflußfaktoren auf das Beständigkeitsverhalten von Oberflächenbeschichtungen auf der Basis von Reaktionsbeschichtungsstoffen
- Nr. 52/1978
A. Tomov
Zum Einfluß der Gleitgeschwindigkeit auf das tribologische Verhalten von Werkstoffen hoher Härte bei reiner Festkörperreibung
- Nr. 53/1978
R.-G. Rohrmann, R. Rudolphi
Bemessung und Optimierung beheizbarer Straßen- und Brückenbeläge
- Nr. 54/1978
H. Sander
Magnetisches Verhalten dünner Eisenschichten bei mechanischer Wechselbeanspruchung
- Nr. 55/1978
D. Klaffke
Beobachtung und Orientierungsbestimmung der Oberflächenkristalle polykristalliner 99,999 %-A1-Proben bei Biegewechselbeanspruchung
- Nr. 56/1979
W. Brünner, C. Langlie
Stabilität von Sandwichbauteilen
- Nr. 57/1979
M. Stadthaus
Untersuchungen an Prüfmitteln für die Magnetpulverprüfung
Investigations on Inspection-Media for Magnetic Particle-Testing
- Nr. 58/1979
W. Struck
Ermittlung des Bauteilwiderstandes aus Versuchsergebnissen bei vereinbartem Sicherheitsniveau
- Nr. 59/1979
G. Plauk
Ermittlung der Verformungen biegebeanspruchter Stahlbetonbalken mit der
- Methode der Finiten Elemente unter besonderer Berücksichtigung des Verbundes zwischen Beton und Stahl**
- Nr. 60/1979
H. Spreckelmeyer, R. Helms, J. Ziebs
Untersuchungen zur Erfassung der Kaltformbarkeit von Feinblechen beim Strecken
- Nr. 61/1979
K. Richter
Beschreibung von Problemen der höheren Farbmetrik mit Hilfe des Gegenfarbensystems
- Nr. 62/1979
W. Gerisch, G. Becker
Geomagnetobiologisch bedingter Zusammenhang zwischen der Fraßaktivität von Termiten und der Zahl der Sterbefälle
- Nr. 63/1979
E. Behrend, J. Ludwig
Untersuchungen an Stopfbuchsen von Ventilen und Schiebern für Gase
- Nr. 64/1980
W. Rucker
Ermittlung der Schwingungserregung beim Betrieb schienengebundener Fahrzeuge in Tunneln sowie Untersuchung des Einflusses einzelner Parameter auf die Ausbreitung von Erschütterungen im Tunnel und dessen Umgebung
- Nr. 65/1980
P. Schmidt, D. Aurich, R. Helms, H. Veith, J. Ziebs
Untersuchungen über den Einfluß des Spannungszustandes auf bruchmechanische Kennwerte
- Nr. 66/1980
M. Hattwig
Auswirkung von Druckentlastungsvorgängen auf die Umgebung
- Nr. 67/1980
W. Matthees
Beitrag zur dynamischen Analyse von vorgespannten und vorbelasteten Feder-Masse-Systemen mit veränderlicher Gliederung unter stoßartiger Beanspruchung
- Nr. 68/1980
D. Petersohn
Oberflächenmeßverfahren unter besonderer Berücksichtigung der Stereomeßtechnik. Entwicklung eines volleuzentrischen Präzisions-Goniometers
- Nr. 69/1980
F. Buchhardt, P. Brandl
Untersuchungen zur Integrität den Liners von Reaktorsicherheitshüllen (Containments) in Stahlbeton- und Spannbetonbauweise
- Nr. 70/1980 (vergriffen)
G. Schickert
Schwellenwerte beim Betondruckversuch
- Nr. 71/1980
W. Matthees, G. Magiera
Untersuchungen über durch den Boden gekoppelte dynamische Wechselwirkungen benachbarter Kernkraftwerksbauten großer Masse unter seismischen Einwirkungen
- Nr. 72/1980
R. Rudolphi
Übertragbarkeit der Ergebnisse von Brandprüfungen am Beispiel von Stahl- und Holzstützen
- Nr. 73/1980
P. Wegener
Vergleichende Untersuchungen zum Tragverhalten von Klemmkupplungen für Stahlrohrgerüste nach bestehenden deutschen Prüfvorschriften und geplanten europäischen bzw. internationalen Prüfnormen
- Nr. 74/1980
R. Rudolphi, R. Müller
ALGOL-Computerprogramm zur Berechnung zweidimensionaler instationärer Temperaturverteilungen mit Anwendungen aus dem Brand- und Wärmeschutz
- Nr. 75/1980
H.-J. Heinrich
Beitrag zur Kenntnis des zeitlichen und örtlichen Druckverlaufs bei der plötzlichen Entlastung unter Druck stehender Behälter und Behälterkombinationen
- Nr. 76/1980
D. Klaffke, W.-W. Maennig
Deformationsverhalten von Rein- und Reinstaluminium sowie Cu 99,9 und St 37 bei Biegewechselbeanspruchung im Rasterelektronenmikroskop
- Nr. 77/1981
M. Gierloff, M. Mautzsch
Untersuchung des Verhaltens von Lagerzementen
- Nr. 78/1981
W. Rucker
Dynamische Wechselwirkung eines Schienen-Schwellensystems mit dem Untergrund
- Nr. 79/1981
V. Neumann
Ein Beitrag zur Untersuchung der wasserstoffbeeinflussten Kalttrifneigung höherfester niedriglegierter Feinkornbaustähle mit dem Implantversuch
- Nr. 80/1981
A. Plank, W. Struck, M. Tzschätzsch
Ursachen des Teileinsturzes der Kongreßhalle in Berlin-Tiergarten
- Nr. 81/1981
J. Schmidt
Graphisch-rechnerisches Verfahren zum Erfassen der Zündhäufigkeit zündbarer Stoffe; Anwendung auf Datenmaterial aus dem Bereich der Statistik
- Nr. 82/1982
R. Helms, H.-J. Kühn, S. Ledworuski
Zur werkstoffmechanischen Beurteilung des Kerbschlagbiegeversuchs
Assement of the mechanical behaviour of materials in the notched bar impact test
- Nr. 83/1982
H. Czichos, P. Feinle
Tribologisches Verhalten von thermoplastischen Kunststoffen
- Kontaktdeformation, Reibung und Verschleiß, Oberflächenuntersuchungen -
- Nr. 84/1982
R. Müller, R. Rudolphi
Übertragbarkeit der Ergebnisse von Brandprüfungen im Kleinprüfstan (Vergleichsversuche)
- Nr. 85/ISBN 3-88314-231-X/1982
H. Czichos
Technische Materialforschung und -prüfung - Entwicklungstendenzen und Rahmenvorschläge für ein EG-Programm "Basic Technological Research" Materials Research and Testing - Development Trends and Outline Proposals for a Community Programme "Basic Technological Research" -
- Nr. 86/ISBN 3-88314-232-8/1982
K. Niesel, P. Schimmelwitz
Zur quantitativen Kennzeichnung des Verwitterungsverhaltens von Naturwerksteinen anhand ihrer Gefügemerkmale
- Nr. 87/ISBN 3-88314-240-9/1982
B. Isecke, W. Stichel
Einfluß baupraktischer Umgebungsbedingungen auf das Korrosionsverhalten von Spannstählen vor dem Injizieren

- Nr. 88/ISBN 3-88314-254-9/1983
A. Erhard
Untersuchungen zur Ausbreitung von Longitudinalwellen an Oberflächen bei der Materialprüfung mit Ultraschall
- Nr. 89/ISBN 3-88314-263-8/1983
D. Conrad, S. Dietlen
Untersuchungen zur Zerfallsfähigkeit von Distickstoffoxid
- Nr. 90/ISBN 3-88314-264-6/1983
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
- Nr. 91/ISBN 3-88314-265-4/1983
M. Weber
Dreidimensionale Analyse von unbewehrtem Beton mit nichtlinear-elastischem Materialgesetz
- Nr. 92/ISBN 3-88314-266-2/1983
L. Auersch
Ausbreitung von Erschütterungen durch den Boden
- Nr. 93/ISBN 3-88314-283-2/1983
P. Studt
Unterdrückung stick-slip-induzierter Kurvengeräusche schienengebundener Fahrzeuge durch eine physikalisch-chemische Oberflächenbehandlung der Schienen
- Nr. 94/ISBN 3-88314-284-0/1983
Xian-Quan Dong
Untersuchungen der Störschwingungen beim Kerbschlagbiegeversuch und deren Abschwächungen
- Nr. 95/ISBN 3-88314-289-1/1983
M. Römer
Über die Fokussierung des Schallfeldes von Ultraschall-Prüfköpfen mit Fresnelschen Zonenplatten
- Nr. 96/ISBN 3-88314-296-4/1983
H. Eifler
Verbundverhalten zwischen Beton und geripptem Betonstahl sowie sein Einfluß auf inelastische Verformungen biegebeanspruchter Stahlbetonbalken
- Nr. 97/ISBN 3-88314-297-2/1983
G. Fuhrmann, W. Schwarz
Typische Bruchflächenausbildung thermoplastischer Kunststoffe nach wechselnder mechanischer Beanspruchung
- Nr. 98/ISBN 3-88314-312-X/1983
E. Schnabel
Bestimmung des elastischen Verhaltens von Maschenwaren
- Stretch- und Erholungsvermögen -
- Nr. 99/ISBN 3-88314-317-0/1983
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
- Nr. 100/ISBN 3-88314-298-0/1984
G. Klamrowski, P. Neustupny
Untersuchungen zur Prüfung von Beton auf Frostwiderstand
- Nr. 101/ISBN 3-88314-327-8/1984
P. Reimers, J. Goebbels, H. Heidt, P. Weise, K. Wilding
Röntgen- und Gammastrahlen-Computer-Tomographie
- Nr. 102/ISBN 3-88314-335-9/1984
G. Magiers
Weiterentwicklung des hydraulischen Kompensationsverfahrens auf Druckspannungsmessung in Beton
- Nr. 103/ISBN 3-88314-328-6/1984
D. Schnitger
Radiographie mit Elektronen aus Metallverstärkerfolien
- Nr. 104/ISBN 3-88314-339-1/1984
M. Gierloff
Beeinflussung von Betoneigenschaften durch Zusatz von Kunststoffdispersionen
- Nr. 105/ISBN 3-88314-345-6/1984
B. Schulz-Forberg
Beitrag zum Bremsverhalten energieumwandelnder Aufsetzpuffer in Aufzugsanlagen
- Nr. 106/ISBN 3-88314-360-X/1984
J. Lehnert
Setzung von Fundamenten infolge dynamischer Last
- Nr. 107/ISBN 3-88314-361-8/1984
W. Stichel, J. Ehreke
Korrosion von Stahlradiatoren
- Nr. 108/ISBN 3-88314-363-4/1984
L. Auersch
Durch Bodenerschütterungen angeregte Gebäudeschwingungen - Ergebnisse von Modellrechnungen
- Nr. 109/ISBN 3-88314-381-2/1985
M. Omar
Zur Wirkung der Schrumpfbehinderung auf den Schweißelastenspannungszustand und das Spröbruchverhalten von unterpulvergeschweißten Blechen aus St E 460 N
- Nr. 110/ISBN 3-88314-382-0/1985
H. Walde, B. Kropp
Wasserstoff als Energieträger
- Nr. 111/ISBN 3-88314-383-9/1985
K. Ziegler
Über den Einfluß der Initilierung auf die detonative Umsetzung von Andex-Sprengstoffen unter Berücksichtigung sicherheitstechnischer Gesichtspunkte
- Nr. 112/ISBN 3-88314-409-6/1985
W. Lützwow
Zeitstandverhalten und strukturelle Veränderungen von vielfach wiederverarbeiteten Polyethylenen
- Nr. 113/ISBN 3-88314-410-X/1985
R. Helms, H. Henke, G. Oelrich, T. Saito
Untersuchungen zum Frequenzeinfluß auf die Schwingungskorrosion von Offshore-Konstruktionen
- Nr. 114/ISBN 3-88314-419-3/1985
P. Rose, P. Raabe, W. Daum, A. Szameit
Neue Verfahren für die Prüfung von Reaktorkomponenten mittels Röntgen- und Gammastrahlen
- Nr. 115/ISBN 3-88314-420-7/1985
K. Richter
Farbempfindungsmerkmal Elementarblau und Buntheitsabstände als Funktion von Farbart und Leuchtdichte von In- und Umfeld
- Nr. 116/ISBN 3-88314-460-6/1985
F.-J. Kasper, R. Müller, R. Rudolphi, A. Wagner
Theoretische Ermittlung des Wärmedurchgangskoeffizienten von Fensterkonstruktionen unter besonderer Berücksichtigung der Rahmenproblematik
- Nr. 117/ISBN 3-88314-468-1/1985
H. Czichos, G. Sievers
Materials Technologies and Techno-Economic Development
A Study for the German Foundation for International Development (Deutsche Stiftung für Internationale Entwicklung)
- Nr. 118/ISBN 3-88314-469-X/1985
H. Treumann, H. Andre, E. Blossfeld, N. Pfeil, M.-M. Zindler
Brand- und Explosionsgefahren explosionsgefährlicher Stoffe bei Herstellung und Lagerung - Modellversuche mit pyrotechnischen Sätzen und Gegenständen
- Nr. 119/ISBN 3-88314-472-X/1985
J. Herter, K. Brandes, E. Limberger
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Versuche an Stahlbetonplatten, Teil 1
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
Tests on Reinforced Concrete Slabs, Part 1
- Nr. 120/ISBN 3-88314-514-9/1986
A. Hecht
Zerstörungsfreie Korngrößenbestimmung an austenitischen Feinblechen mit Hilfe der Ultraschallrückstreuung
- Nr. 121/ISBN 3-88314-530-0/1986
P. Feinle, K.-H. Habig
Versagenskriterien von Stahlgleitpaarungen unter Mischreibungsbedingungen; Einflüsse von Stahlzusammensetzung und Wärmebehandlung
- Nr. 122/ISBN 3-88314-521-1/1986
J. Mischke
Entsorgung kerntechnischer Anlagen
Sonderkolloquium der Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM) am 10. 12. 1985 mit Beiträgen von B. Schulz-Forberg, K. E. Wieser und B. Droste
- Nr. 123/ISBN 3-88314-531-9/1986
D. Rennoch
Physikalisch-chemische Analyse sowie toxische Beurteilung der beim thermischen Zerfall organisch-chemischer Baustoffe entstehenden Brandgase
- Nr. 124/ISBN 3-88314-538-6/1986
H.-M. Thomas
Zur Anwendung des Impuls-Wirbelstromverfahrens in der zerstörungsfreien Materialprüfung
- Nr. 125/ISBN 3-88314-540-8/1986 (vergriffen)
B. Droste, U. Probst
Untersuchungen zur Wirksamkeit der Brandschutzisolation von Flüssiggas-Lagertanks
- Nr. 126/ISBN 3-88314-547-5/1986
W. Stichel
Korrosion und Korrosionsschutz von Metallen in Schwimmhallen
- Nr. 127/ISBN 3-88314-564-5/1986 (vergriffen)
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
Versuche an Stahlbetonbalken, Teil 1
Tests on Reinforced Concrete Beams, Part 1
- Nr. 128/ISBN 3-88314-568-8/1986 (vergriffen)
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
Versuche an Stahlbetonbalken, Teil 11
Tests on Reinforced Concrete Beams, Part 11
- Nr. 129/ISBN 3-88314-569-6/1986 (vergriffen)
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Reinforced Concrete Members under Impact Load
Zugversuche an Betonstahl mit erhöhter Dehngeschwindigkeit
Reinforcing Steel Tension Tests with high strain rates

- Nr. 130/ISBN 3-88314-570-X/1986
W. Struck
Einfache Abschätzung der Durchbiegung und der Energieaufnahme von Trägern aus duktilem Material
- Nr. 131/ISBN 3-88314-585-8/1986
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Reinforced Concrete Members under Impact Load
Versuche an Stahlbetonplatten, Teil 11
Tests on Reinforced Concrete Slabs, Part 11
- Nr. 132/ISBN 3-88314-595-5/1987
Chr. Herold, F.-U. Vogdt
Ermittlung der Ursachen von Schäden an bituminösen Dachabdichtungen unter besonderer Berücksichtigung klimatischer Beanspruchungen
- Nr. 133/ISBN 3-88314-609-9/1987 (vergriffen)
M. Woydt, K.-H. Habig
Technisch-physikalische Grundlagen zum tribologischen Verhalten keramischer Werkstoffe
- Nr. 134/ISBN 3-88314-615-3/1987
G. Andreas, G. Niessen
Über den Kernstrahlungseinfluß auf Dehnungsmeßstreifen
- Nr. 135/ISBN 3-88314-618-8/1987
J. Ludwig, W.-D. Mischke, A. Ulrich
Untersuchungen über das Verhalten von Tankcontainern für unter Druck verflüssigte Gase bei Fallbeanspruchungen
- Nr. 136/ISBN 3-88314-636-6/1987
H.-J. Deppe, K. Schmidt
Untersuchung zur Beurteilung von Brett-schichtverleimungen für den Holzbau
- Nr. 137/ISBN 3-88314-637-4/1987
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte auf der Grundlage von Forschungsergebnissen auf dem Gebiete der Komponentensicherheit
- Nr. 138/ISBN 3-88314-635-8/1987
M. Dogurike, F. Buchhardt
Zur geowissenschaftlichen Einordnung des Gebietes der Bundesrepublik Deutschland und einer sicheren Auslegung technischer Systeme gegen den Lastfall Erdbeben
- Nr. 139/ISBN 3-88314-658-7/1987
J. Olschewski, S.-P. Scholz
Numerische Untersuchung zum Verhalten des Hochtemperaturwerkstoffes Nimonic PE 16 unter monotoner und zyklischer Belastung bei Verwendung verschiedener plastischer und viskoplastischer Materialmodelle
- Nr. 140/ISBN 3-88314-643-9/1987
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
- Nr. 141/ISBN 3-88314-694-3/1987
F. Buchhardt, W. Matthees, G. Magiera, F. Mathiak
Zum Einfluß des Sicherheits- und Auslegungserdbebens auf die Bemessung von Kernkraftwerken
- Nr. 142/ISBN 3-88314-695-1/1987
H. Treumann, G. Krüger, N. Pfeil, S. von Zahn-Ullmann
Sicherheitstechnische Kenndaten und Gefahrezahlen binärer Mischungen aus oxidierenden und verbrennlichen Substanzen
- Nr. 143/ISBN 3-88314-701-X/1987
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively
- Loaded Reinforced Concrete Members**
Experimentelle und numerische Untersuchungen zum Trag- und Verformungsverhalten von Stahlbetonbauteilen bei Stoßbelastung
Experimental and Numerical Investigations concerning Load Bearing Behaviour of Reinforced Concrete Members under Impact Load
- Nr. 144/ISBN 3-88314-702-8/1987
F. Buchhardt, G. Magiera, W. Matthees, M. Weber, J. Altes
Nichtlineare dynamische Berechnungen zum Penetrationsverhalten des AVR-Reaktorgebäudes
- Nr. 145/ISBN 3-88314-711-7/1987
U. Holzjöhner
Untersuchung selbstähnlicher Systeme zur Bestimmung von Materialeigenschaften von Reibungsböden
- Nr. 146/ISBN 3-88314 714-1/1987
W. Schon, M. Mallon
Untersuchungen zur Wirksamkeit von Wasserberieselungseinrichtungen als Brandschutzmaßnahme für Flüssiggas-Lagertanks
- Nr. 147/ISBN 3-88314-720-6/1987
H.-D. Kleinschrodt
Lösung dynamischer Biege- und Torsionsprobleme von Stabsystemen aus dünnwandigen elastischen Stäben mit offenem Querschnitt mittels frequenzabhängiger Ansatzfunktionen
- Nr. 148/ISBN 3-88314-774-5/1988
W. Müller
Theoretische Untersuchung von Variationsprinzipien für elastoplastisches Materialverhalten sowie Entwicklung und numerische Erprobung von Finite-Element-Verfahren für den ebenen Spannungszustand
- Nr. 149/ISBN 3-88314-775-3/1988
U. Holzjöhner
Bestimmung baugrunderdynamischer Kenngrößen aus der Untersuchung von Bodenproben
- Nr. 150/ISBN 3-88314-776-1/1988
M. Weber
VG3D Zeichenprogramm für vektorgraphische Darstellung dreidimensionaler Strukturen
- Nr. 151/ISBN 3-88314-785-0/1988
L. Auersch-Saworski
Wechselwirkung starrer und flexibler Strukturen mit dem Baugrund insbesondere bei Anregung durch Bodenerschütterungen
- Nr. 152/ISBN 3-88314-796-6/1988
G. Plauk, G. Kretschmarin, R.-G. Rohrmann
Untersuchung des baulichen Zustandes und der Tragfähigkeit vorgespannter Riegel von Verkehrszeichenbrücken der Berliner Stadtautobahn
- Nr. 153/ISBN 3-88314-797-4/1988
H. Sander, W.-W. Maennig
Magnetisches Verhalten von Eisenproben bei mechanischer Wechselbeanspruchung
- Nr. 154/ISBN 3-88314-822-9/1988
K. Breitkreutz, P.-J. Uttech, K. Haedecke
Druckgesinterte Stähle als zertifiziertes Referenzmaterial für die Spektrometrie
- Nr. 155/ISBN 3-88314-825-3/1988
L. Auersch
Zur Entstehung und Ausbreitung von Schienenverkehrserschütterungen: Theoretische Untersuchungen und Messungen am Hochgeschwindigkeitszug Intercity Experimental
- Nr. 156/ISBN 3-88314-887-3/1989
G. Klamrowski, P. Neustupny, H.-J. Deppe, K. Schmidt, J. Hundt
Untersuchungen zur Dauerhaftigkeit von Faserzementen
- Nr. 157/ISBN 3-88314-888-1/1989
E. Limberger, K. Brandes
Versuche zum Verhalten von Stahlbetonbalken mit Übergreifungsstößen der Zugbewehrung unter stoßartiger Belastung
- Nr. 158/ISBN 3-88314-889-X/1989
R. Wäsche, K.-H. Habig
Physikalisch-chemische Grundlagen der Feststoffschmierung - Literaturübersicht
- Nr. 159/ISBN 3-88314-890-3/1989
R. Müller, R. Rudolphi
Berechnung des Wärmedurchlaßwiderstandes und der Temperaturverteilung im Querschnitt von Hausschornsteinen nach DIN 18160, Teil 6
- Nr. 160/ISBN 3-88314-917-9/1989
W. Matthees
Entwicklung eines Makroelementes durch Kondensation am Beispiel der Lastfälle Flugzeugabsturz und Erdbeben bei Boden-Bauwerk-Wechselwirkung mit biegeweichen Fundamenten
- Nr. 161/ISBN 3-88314-920-9/1989
G. Meilmann, M. Maultzsch
Untersuchung zur Ermittlung der Biegefestigkeit von Flachglas für bauliche Anlagen
- Nr. 162/ISBN 3-88314-921-7/1989
W. Brünner
Untersuchungen zur Tragfähigkeit großer Glasscheiben
- Nr. 163/ISBN 3-88314-922-5/1989
W. Brünner, G. Meilmann, W. Struck
Biegefestigkeit und Tragfähigkeit von Scheiben aus Flachglas für bauliche Anlagen
- Nr. 164/ISBN 3-88314-934-9/1989
R. Helms, B. Jaenicke, H. Wolter, C.-P. Bork
Zur Schwingfestigkeit großer geschweißter Stahlträger
- Nr. 165/ISBN 3-88314-935-7/1989
P. Gobel, L. Meckel, W. Schiller
Untersuchung zur Erarbeitung von Kennwerten bei Einrichtungsmaterialien (Holzwerkstoffen, Möbeln und Textilien) hinsichtlich der Formaldehyd-Emission - Teil B: Textilien
- Nr. 166/ISBN 3-88314-936-5/1989
K. Breitkreutz
Modelle für Stereologische Analysen
- Nr. 167/ISBN 3-88314-937-3/1989
A. Mitakidis, W. Rücker
Erschütterungsausbreitung im elastischen Halbraum bei transienten Belastungsvorgängen
- Nr. 168/ISBN 3-88314-958-6/1990
F.-J. Kasper, R. Müller, R. Rudolphi
Numerische Untersuchung geometriebedingter Wärmebrücken (Winkel und Ecken) unter Einsatz hochauflösender Farbgraphik bei Berücksichtigung der Tauwasserproblematik und des Mindestluftwechsels
- Nr. 169/ISBN 3-88314-959-4/1990
Chr. Kohl, W. Rucker
Integration der Untergrunddynamik in das Programmsystem MEDYNA, dargestellt am Beispiel des Intercity Experimental (ICE)
- Nr. 170/ISBN 3-88314-960-8/1990
P. Städt, W. Kerner, Tin Win
Untersuchung der mikrobiologischen Schädigung wassergemischter Kühlschmierstoffe mit dem Ziel der Verbesserung der Arbeitshygiene, der Minderung der Geruchsbelastung und der Menge zu entsorgender Emulsionen
- Nr. 171/ISBN 3-88314-997-7/1990
F. Buchhardt
Ein Operator zur Koppelung beliebig benachbarter dynamischer Systeme am Beispiel der Boden-Bauwerk-Wechselwirkung

- Nr. 172/ISBN 3-88314-998-5/1990
J. Vielhaber, G. Plauk
Grenztragfähigkeit großer Verbundprofilstützen
- Nr. 173/ISBN 3-88314-999-3/1990
B. Droste, J. Ludwig, B. Schulz-Forberg
Höherwertige Transporttechnik und ihre Konsequenzen für die Beförderung gefährlicher Güter
- Nr. 174/ISBN 3-88429-021-8/1990
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte
- Nr. 175/ISBN 3-88429-022-6/1990
W. Brocks, D. Klingbeil, J. Olschewski
Lösung der HRR-Feld-Gleichungen der elastisch-plastischen Bruchmechanik
- Nr. 176/ISBN 3-88429-035-6/1990
W. Matthees, G. Magiera
Iterative Dekonvolution der seismischen Basiserregung für den Zeitraum
- Nr. 177/ISBN 3-89429-090-0/1991
G. Schickert, M. Krause, H. Wiggenhauser
Studie zur Anwendung zerstörungsfreier Prüfverfahren bei Ingenieurbauwerken
- Nr. 178/ISBN 3-89429-429-9/1991
G. Andrae, J. Knapp, G. Niessen
Entwicklung und Untersuchung eines kapazitiven Hochtemperatur-Dehnungsaufnehmers für Einsatztemperaturen bis ca. 1000 °C
- Nr. 179 / ISBN 3-89429-100-1/1991
H. Eifler
Die Drehfähigkeit plastischer Gelenke in Stahlbeton-Plattenbalken, bewehrt mit naturhartem Betonstahl BSt 500 S im Bereich negativer Biegemomente
- Nr. 180/ISBN 3-89429-101-X/1991
E. Klement, G. Wieser
Zur numerischen Übertragbarkeit von Prüfungsergebnissen an Hausschornsteinen auf Schornsteine mit anderen lichten Querschnitten
- Nr. 181/ISBN 3-89429-105-2/1991
H. Czichos, R. Helms, J. Lexow
Industrial and Materials Technologies Research and Development Trends and Needs
- Nr. 182/ISBN 3-89429-145-1/1992
M. Weber
Bestimmung von Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich geometriebedingter Wärmebrücken
- Nr. 183/ISBN 3-89429-163-X/1992
F. Buchhardt
Zur Dekonvolution im Zeitbereich
- Nr. 184/ISBN 3-89429-164-8/1992
M. Maultzsch, W. Stichel, E.-M. Vater
Feldversuche zur Einwirkung von Auftaumitteln auf Verkehrsbauwerke (im Rahmen des Großversuchs "Umweltfreundlicheres Streusalz")
- Nr. 185/ISBN 3-89429-165-6/1992
Renate Müller
Ein numerisches Verfahren zur simultanen Bestimmung thermischer Stoffeigenschaften oder Größen aus Versuchen Anwendung auf das Heißdraht-Parallelverfahren und auf Versuche an Hausschornsteinen
- Nr. 186/ISBN 3-89429-211-3/1992
B. Löffelbein, M. Woydt, K.-H. Habig
Reibungs- und Verschleißuntersuchungen an Gleitpaarungen aus Ingenieurkeramischen Werkstoffen in wässrigen Lösungen
- Nr. 187/ISBN 3-89429-216-4/1992
Th. Schneider, E. Santner
Mikrotribologie: Stand der Forschung und Anwendungsmöglichkeiten. Literaturübersicht
- Nr. 188/ISBN 3-89429-243-1/1992
K. Mallwitz
Verfahren zur Vorausermittlung der Setzung von Fundamenten auf geständerten Strecken infolge zyklischer Beanspruchung
- Nr. 189/ISBN 3-89429-244-X/1992
W. Matthees, G. Magiera
Impedanzeigenschaften von Finiten Elemente Modellen bei Integration im Zeitraum
- Nr. 190/ISBN 3-89429-245-8/1992
G. Zachariev
Untersuchung des Versagens thermoplastischer Kunststoffe im Kurzzeit-Zugversuch und Retardations-Zugversuch
- Nr. 191/ISBN 3-89429-246-6/1992
H.-M. Bock, S. Erbay, J. With
Kritische Stahltemperatur als charakteristischer Kennwert für die Feuerwiderstandsdauer von Bauwerkssystemen aus Stahl
- Nr. 192/ISBN 3-89429-329-2/1993
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte; Lokales Rißwachstum, Ermittlung des Rißwiderstandsverhaltens aus der Kerbschlagarbeit
- Nr. 193/3-89429-291-1/1993
W. Gerisch, Th. Fritz, S. Steinborn
Statistical Consulting in the Frame of VAMAS. The Role of the Technical Working Arfae/ Advisory Group. Statistical Techniques for Interlaboratory Studies and Related Projects (VAMAS Report No. 13)
- Nr. 194/ISBN 3-89429-330-6/1993
U. Krause
Ein Beitrag zur mathematischen Modellierung des Ablaufs von Explosionen
- Nr. 195/ISBN 3-89429-331-4/1993
U. Schmidtchen, G. Würsig
Lagerung und Seetransport großer Mengen flüssigen Wasserstoffs am Beispiel des "Euro-Québec Hydro-Hydrogen Pilot Projekts. Überblick über die in Deutschland anzuwendenden Gesetze, Verordnungen und technischen Regeln
- Nr. 196/ISBN 3-89429-362-4/1993
D. Lietze
Untersuchungen über das Anlaufen von Detonationen im Innern geschlossener Systeme
- Nr. 197/ISBN 3-89429-400-0/1993
A. Skopp
Tribologisches Verhalten von Siliziumnitridwerkstoffen bei Festkörperreibung zwischen 22 °C und 1000 °C