

Katharina Diehl

Betrachtung der individuellen tribologischen Phänomene im Rahmen der Partikelerosion

Schriftenreihe der Arbeitsgruppe
des Lehrstuhls für Oberflächen- und Werkstofftechnologie
im Institut für Werkstofftechnik

Herausgeber: Prof. Dr. rer. nat. habil. Xin Jiang

Band 16

Katharina Diehl

Betrachtung der individuellen tribologischen Phänomene im Rahmen
der Partikelerosion

Schriftenreihe der Arbeitsgruppe des Lehrstuhls für Oberflächen- und
Werkstofftechnologie im Institut für Werkstofftechnik

Impressum

Prof. Dr. rer. nat. habil. Xin Jiang

Lehrstuhl für Oberflächen- und Werkstofftechnologie

Institut für Werkstofftechnik

Universität Siegen

57076 Siegen

ISSN: 2194-0096

Zugl.: Siegen, Univ., Diss., 2020

Betrachtung der individuellen tribologischen Phänomene im Rahmen der Partikelerosion

Von der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität Siegen

zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Ingenieurwissenschaften
genehmigte

DISSERTATION

von: Katharina Diehl, M.Sc.
aus: Wuppertal, Deutschland
eingereicht am: 13. Januar 2020
mündliche Prüfung am: 08. Mai 2020
Referent: Prof. Dr. rer. nat. habil. Xin Jiang
Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Sergiy Antonyuk

Für meine Eltern

„Verteidige dein Recht zu denken.

Denken und sich zu irren ist besser, als nicht zu denken.“

(Hypatia von Alexandria)

Abstract

The erosion of surfaces caused due to particle impact, for example through sand in deserts, leads to failure of technical equipment components up to the failure of whole technical facilities. This knowledge is an important argument to use scientific methods and experimental research to achieve a deeper insight into the mechanisms which cause these failures. Hence, a substantial aim is to gain an understanding of how such failures can be avoided in future.

This work demonstrates a basis by describing and characterizing the main interactions between particles and surfaces. For that purpose, surfaces of different materials are investigated after the impact of a particle collective to identify the individual wear mechanisms. The experimental tests on various surfaces (stainless steel, DLC-coating, copper) are conducted with different conditions of impact, whereby the velocity, the angle and the test duration are varied. Subsequently, methods are introduced which allow examining the interaction of single particles with the surfaces.

Various current works analyse the change in adhesion by the surface roughness, whereby the influence of the particle wear is not considered. In the present work, that topic was caught up on and the change of the particle surface due to wear is included in the investigations. The analysis of the results shows that only the consideration of the whole system of the worn surface in combination with the worn particle leads to a change in adhesion. Primarily, this context is based on the fact that every single contact situation differs from position to position and therefore, the particle wear can be neglected.

To describe the wear mechanism abrasion, the friction coefficient is determined by a scratch test conducted with the nanoindenter. These tests are implemented on surfaces which are impacted by erosion through particles and on not worn surfaces. Thereby the scratch tests are performed with a commercially available indenter as well as a self-built indenter on which an arbitrary particle can be glued on. The results show that the friction coefficient changes through particle impact and that the self-built indenter is suitable for the measurements.

As a further wear mechanism, the fatigue based on surface spalling is examined, which in the past was only possible with great effort. In this work the reference method of the nanoindenter is used which allows the indenter to oscillate with a frequency of 220 Hz and to fatigue the surface. As the obtained results are in good agreement with the

“classic” fatigue research, the reference method opens up a new opportunity to investigate fatigue of material’s surfaces.

With the current work, a new basis and experimental methods to describe the single mechanisms of erosive wear are developed. On this basis, opportunities are offered to understand cause-effect relationships fundamentally between impacting particles and a surface, which help to make the right decision regarding the material selection for erosive applications.

Zusammenfassung

Die insbesondere durch Partikeleinfall, z.B. durch Sand in der Wüste, verursachte Erosion von Oberflächen führt immer wieder zu Ausfällen von Bauteilen an technischen Geräten bis hin zu dem Ausfall kompletter technischer Anlagen. Dieses Wissen ist ein wichtiger Grund, mittels wissenschaftlicher Methoden und dem Einsatz experimenteller Untersuchungen ein besseres Verständnis über die Mechanismen zu erlangen, die zu diesen Ausfällen führen. Deshalb besteht ein wesentliches Ziel darin, Erkenntnisse zu gewinnen, wie solche Ausfälle zukünftig vermieden werden können.

Mit dieser Arbeit werden hierfür Grundlagen dargelegt, indem die wesentlichen Wechselwirkungen von Partikeln mit einer Oberfläche beschrieben und charakterisiert werden. Zu diesem Zweck wird zunächst die Oberfläche verschiedener Werkstoffe nach dem Einfall eines Partikelkollektivs untersucht, um die einzelnen Verschleißmechanismen identifizieren zu können. Die experimentellen Untersuchungen der unterschiedlichen Oberflächen (Edelstahl, Kupfer, DLC-Schicht) werden mit unterschiedlichen Einfallsbedingungen durchgeführt, wobei die Geschwindigkeit, der Winkel und die Einfallsdauer variiert werden. Anschließend werden Methoden vorgestellt, mit denen Mechanismen anhand der Wechselwirkung von einzelnen Partikeln mit den Oberflächen untersucht werden können.

In vielen aktuell vorliegenden Arbeiten wurde die Änderung der Adhäsion eines Partikels durch die Oberflächenrauheit untersucht, wobei aber der Einfluss des Partikelverschleißes außer Acht gelassen wurde. Dieses wird in der vorliegenden Arbeit nachgeholt und die Änderung der Partikeloberfläche durch Abrieb wird in die Untersuchungen miteinbezogen. Die hierauf basierenden Auswertungen belegen, dass nur die gesamthafte Betrachtung der abgeriebenen Oberfläche in Kombination mit dem verschlissenen Partikel zu einer nachvollziehbaren Änderung führen. Im Wesentlichen begründet sich dieser Sachverhalt daraus, dass einzelne Kontaktsituationen sich auf diesen Skalen von Position zu Position sehr stark ändern können, so dass der Einfluss des Partikelabriebes zu vernachlässigen ist.

Für die Beschreibung des Verschleißmechanismus Abrasion wird der Reibungskoeffizient durch einen Kratztest mit dem Nanoindenter auf Oberflächen bestimmt, die zum einen durch den Einfall von Sandpartikeln Erosion erfahren haben und zum anderen auf unverschlissenen Oberflächen. Dabei erfolgen die Kratztests sowohl mit einem kommerziell erworbenen Indenter, als auch mit einem selbstgebaute Indenter, auf den ein beliebiger Partikel aufgeklebt werden kann. Die

Ergebnisse zeigen, dass sich der Reibungskoeffizient durch den Einfall der Partikel ändert und dass der selbstgebaute Indenter für diese Art der Messungen geeignet ist.

Als weiterer Verschleißmechanismus wurde die auf Ermüdung basierende Oberflächenzerrüttung beobachtet, die in der Vergangenheit bisher nur mit großem Aufwand untersucht werden konnte. In dieser Arbeit wird hierfür die „reference method“ des Nanoindenters genutzt, die es erlaubt den Indenter bei einer Frequenz von 220 Hz schwingen zu lassen und dadurch die Oberfläche zu ermüden. Da die mit dieser Methode erzielten Untersuchungsergebnisse sehr gut mit denen der klassischen Ermüdungsforschung übereinstimmen eröffnet die „reference method“ ebenfalls eine weitere Möglichkeit die Ermüdung von Werkstoffoberflächen zu untersuchen.

Durch diese Arbeit werden Grundlagen und Messmethoden für experimentelle Untersuchungen entwickelt, die die Einzelmechanismen des erosiven Verschleißes beschreiben. Auf dieser Basis werden Möglichkeiten eröffnet Wirkungszusammenhänge zwischen einfallenden Partikeln und einer Oberfläche grundlegend zu verstehen, um Entscheidungen für die Auswahl von Werkstoffen in erosiven Anwendungen besser treffen zu können.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Motivation	1
2	Theoretischer Hintergrund	4
2.1	Theoretischer Hintergrund Erosion	4
2.1.1.1	Oberflächenbeschaffenheit und Materialeigenschaften	8
2.1.1.2	Partikelabhängigkeit	11
2.1.1.3	Winkelabhängigkeit	12
2.1.1.4	Geschwindigkeit	14
2.1.1.5	Theorie Experimenteller Aufbau	14
2.2	Theoretischer Hintergrund Adhäsion	16
2.2.1	Adhäsion	16
2.2.2	Weitere Einflüsse auf die Adhäsion	21
2.2.3	Reibung und Verschleiß	25
2.3	Theoretischer Hintergrund Abrasion	28
2.3.1	Verschleißmechanismus Abrasion	28
2.4	Theoretischer Hintergrund Ermüdung	32
2.4.1	Entwicklung der Ermüdungsforschung	33
2.4.2	Konventionelle Messmethoden für Ermüdung	35
2.4.3	Messmethoden für die Ermüdung kleiner Strukturen	36
2.4.4	Bestimmung der elastisch-plastischen Materialverhaltens	41
3	Genutzte Partikel und Oberflächen	43
3.1	Partikelauswahl	43
3.1.1	Glassphären	43
3.1.2	Ausgewählte Sande	43
3.2	Werkstoffauswahl der genutzten Oberflächen	44
3.2.1	Edelstahloberflächen	44
3.2.2	Kupferoberflächen	46
3.2.3	DLC-Oberflächen	47

3.3	Herstellung der Oberflächen	49
3.3.1	Oberflächenpräparation Metallproben	49
3.3.2	DLC-Oberflächen	50
3.3.2.1	Herstellung der DLC-Oberflächen.....	50
3.3.2.2	Reaktives Ionenätzen DLC-Oberflächen.....	50
4	Versuchsablauf und Ergebnisse	52
4.1	Charakterisierungsmethoden.....	52
4.1.1	Untersuchungsverfahren	52
4.1.1.1	Messung von Rauheit.....	52
4.1.1.2	Härtemessung Nanoindenter	54
4.1.1.3	Messung des Indenterradius	55
4.1.1.4	Untersuchungsmethoden Sand	56
4.1.1.5	Reverse-imaging	57
4.1.2	Auswertung der Untersuchungsmethoden	58
4.1.2.1	Versuchsergebnisse Sand.....	58
4.1.2.2	Eigenschaften von DLC-Oberflächen.....	61
4.1.2.3	Rauheit der Metalloberflächen	62
4.2	Erosionsversuche	62
4.2.1	Experimentelle Details	62
4.2.2	Versuchsergebnisse Erosion.....	65
4.3	Adhäsion	82
4.3.1	Experimentelle Details	82
4.3.1.1	Kolloide Probentechnik.....	82
4.3.1.2	Bestimmung der Federkonstante	86
4.3.2	Versuchsablauf	88
4.3.2.1	Durchführung der Adhäsionsversuche.....	88
4.3.3	Versuchsergebnisse.....	91
4.3.3.1	Verschleißmessung	91
4.3.3.2	Adhäsionsmessung	96
4.4	Abrasion	107

4.4.1	Versuchsablauf Abrasion	107
4.4.2	Versuchsergebnisse.....	112
4.4.2.1	Kommerzieller Indenter.....	112
4.4.2.2	Selbstgebauter Indenter	116
4.5	Ermüdung.....	119
4.5.1	Versuchsablauf	119
4.5.1.1	Indentierungsermüdungsversuche.....	119
4.5.1.2	PHYBAL _{CHT} Methode.....	124
4.5.2	Ergebnisse.....	125
4.5.2.1	Indentierungsermüdungsversuche.....	125
4.5.2.2	PHYBAL _{CHT} Methode.....	135
5	Fazit/Zusammenfassung.....	138
5.1	Fazit	138
5.2	Ausblick	140
6	Danksagung	143
7	Publikationsliste und Konferenzbeiträge	148
8	Literaturverzeichnis.....	149

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1: Sandgebilde in der ägyptischen Sahara (Eisenbichler 2017).....	1
Abbildung 2.1: Aufbau eines Tribosystems (Norm DIN 50320:1979-12).....	5
Abbildung 2.2: Winkelabhängigkeit Erosion für duktile und spröde Werkstoffe (vgl. (Finnie 1995))	9
Abbildung 2.3: Einfluss des Einfallswinkels auf die Verschleißanteile (vgl. Liu).....	13
Abbildung 2.4: Hertz'sches Kontaktmodell	17
Abbildung 2.5: Kontaktmodell nach Johnson, Kendall und Roberts.....	18
Abbildung 2.6: Charakteristisches Diagramm von Normalkraft gegenüber Verschiebung mit Kontaktabflachung (vgl. Tomas 2007a)	20
Abbildung 2.7: Schematische Darstellung des Rumpf-Modells (vgl. Rabinovich et al. 2000)	23
Abbildung 2.8: Modifiziertes Modell nach Rabinovich et al. (vgl. Rabinovich et al. 2000).....	24
Abbildung 2.9: Geometrie der Verschleißfurche	29
Abbildung 2.10: Angriffswinkel α	29
Abbildung 2.11: Verschleiß Hoch- und Tieflage	31
Abbildung 3.1: Korngrößenverteilung GEBA-Sand.....	44
Abbildung 4.1: Polierte Sandkörner vor der Härtemessung.....	57
Abbildung 4.2: Größenverteilung Spielsand	59
Abbildung 4.3: REM-Aufnahme des Geba Sands nach 30 h	60
Abbildung 4.4: Auswertung der REM Aufnahme aus Abbildung 5.3 mit ImageJ.....	60
Abbildung 4.5: Rauheiten nach dem reaktiven Ionenätzen mit Stickstoff.....	61
Abbildung 4.6: Erosionstester	63
Abbildung 4.7: Probenmarkierung.....	64
Abbildung 4.8: Stahloberfläche nach 30 h bei 90° an a) oberer Probenposition, b) mittlerer Probenposition, c) unterer Probenposition	66

Abbildung 4.9: Stahloberfläche nach 30 h an unterer Probenposition bei a) 0°, b) 45°, c) 90°	67
Abbildung 4.10: a) Abrasionsmarke b) Oberflächenzerrüttung	67
Abbildung 4.11: 0°-Stahloberfläche nach a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer	69
Abbildung 4.12: °-Stahloberfläche nach a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer 0 Grad 1, 3, 10, 30 h	70
Abbildung 4.13: 90°-Stahloberfläche nach a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer	71
Abbildung 4.14: Einfluss der Geschwindigkeit auf den Erosionsverschleiß bei Kupfer a) oben b) mitte c) unten bei 5000-facher Vergrößerung.....	74
Abbildung 4.15: Einfluss des Winkels auf den Erosionsverschleiß bei Kupfer a) 0° b) 45° c) 90° bei 5000-facher Vergrößerung	75
Abbildung 4.16: Oberflächenzerrüttung auf Kupferoberfläche	76
Abbildung 4.17 0°-Kupferoberfläche nach a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer	77
Abbildung 4.18: 45°-Kupferprobe mit a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer 1 bis 30 h.....	78
Abbildung 4.19: 90°-Kupferprobe mit a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer 1 bis 30 h.....	79
Abbildung 4.20: Auf Cantilever aufgeklebte Sphäre	84
Abbildung 4.21: Kraft-Weg Kurve Adhäsionsmessung.....	85
Abbildung 4.22: Versuchsablauf der Adhäsionsversuche.....	89
Abbildung 4.23: Versuchsanordnung Adhäsionsversuche	90
Abbildung 4.24: Markierter Versuchsbereich auf DLC-Oberfläche	91
Abbildung 4.25: Abrieb auf einer Sphäre durch Kratzen auf einer DLC-Oberfläche	91
Abbildung 4.26: Veränderung der Sphäre durch Abrieb mit 300 nN Normallast aufgenommen mit "reverse imaging" (Bildgröße 3 x 3 µm²)	92

Abbildung 4.27: Veränderung der Sphäre durch Abrieb mit 600 nN Normallast aufgenommen mit "reverse imaging" (Bildgröße 3 x 3 μm^2)	92
Abbildung 4.28: Verschleißvolumen bei 300 nN Normallast	93
Abbildung 4.29; Verschleißvolumen bei 600 nN Normallast	94
Abbildung 4.30: Glatter Bereich der Abriebsfläche auf der DLC-Oberfläche	96
Abbildung 4.31: Fall 1 Messungen mit verschiedenen Sphären und innerhalb der abgeriebenen Fläche	98
Abbildung 4.32: Fall 2 Messungen mit verschiedenen Sphären und außerhalb der abgeriebenen Fläche	100
Abbildung 4.33: Fall 3 Messungen mit einer Sphäre und außerhalb der abgeriebenen Fläche	102
Abbildung 4.34: Rauheitseinfluss auf die Adhäsion	103
Abbildung 4.35: Adhäsion bei 5,5 nm Rauheit	105
Abbildung 4.36: Adhäsion bei 6,5 nm Rauheit	105
Abbildung 4.37: Adhäsion bei 9 nm Rauheit	106
Abbildung 4.38: Adhäsion bei 13 nm Rauheit	106
Abbildung 4.39: Zeitlicher Verlauf von lateralem Weg und der Normalkraft	109
Abbildung 4.40: Selbstgebauter Indenter für Abriebversuche	110
Abbildung 4.41: Verlauf der Lateralkraft über den Kratzweg	111
Abbildung 4.42: Kontaktfläche Stahl nach 30 Stunden mit 100 μN Normallast a) und 500 μN Normallast b)	115
Abbildung 4.43: Prozessschritte für das Anbringen einer Sphäre an den selbstgebauten Indenter	117
Abbildung 4.44: Eindruck mit selbstgebauten Indenter	118
Abbildung 4.45: Zeitlicher Verlauf der Normalkraft	121
Abbildung 4.46: Anordnung der Messpositionen	122
Abbildung 4.47: AFM Abbildung Indenter	125

Abbildung 4.48: Verlauf der Verschiebungsamplitude auf einer Quarzglasprobe bei 80 μN Kraftamplitude	126
Abbildung 4.49: Verlauf einer beispielhaften Verschiebungsamplitude auf Kupfer bei 70 μN Amplitude	127
Abbildung 4.50: Indent bei einer Versuchsdauer von einer Stunde und einer Amplitude von 80 μN	128
Abbildung 4.51: Erstes Ermüdungsevent gemessen in Zyklen	128
Abbildung 4.52: Typische Wöhlerkurve für Kupferwerkstoffe (vgl. Kunz und Collini 2012)	129
Abbildung 4.53: Abstand zwischen den einzelnen Events gemessen in Zyklen	130
Abbildung 4.54: Anzahl der Ermüdungsevents in Abhängigkeit der Lastamplitude ...	131
Abbildung 4.55: Anzahl der Events bei 80 μN Amplitude	134
Abbildung 4.56: Beispielhafte Kraft-Weg-Kurve des X2-9 Stahls zur Bestimmung des Verfestigungsverhaltens	136
Abbildung 4.57: Ergebnisse des konventionellen PHYBAL _{CHT} Tests a) und mit dem Nanoindenter durchgeführten PHYBAL _{CHT} Tests b)	137

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1: Wirksame Mechanismen bei tribologischer Beanspruchung (vgl. (Czichos 2015)).....	6
Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung Edelstahl 1.4301 in Massen-%.....	45
Tabelle 4.2: Legierung der Versuchsstähle X2-9 und X2-12	46
Tabelle 4.3: Prozessparameter DLC-Beschichtung.....	50
Tabelle 5.1: Auswertung der Größenverteilung von Geba-Sand	60
Tabelle 5.2: Resultierende Rauheit aus Prozessdrücken	61
Tabelle 5.3: Rauheit nach Politur	62
Tabelle 5.4: Geschwindigkeitsverlauf auf Erosionstesterproben	64
Tabelle 5.5: Rauheit der Stahlproben nach Erosionstesterversuchen	72
Tabelle 5.6: Rauheit der Kupferproben nach Erosionstesterversuchen	80
Tabelle 5.7: Gewichtsänderung durch Erosionstesterversuche	80
Tabelle 5.8: Einfluss der Erosion auf Werkstoffhärte.....	82
Tabelle 5.9: Daten des Cantilevers für Adhäsionsversuche	87
Tabelle 5.10: Verschleiß der Sphäre bei 300 nN Normallast.....	93
Tabelle 5.11: Verschleiß der Sphäre bei 600 nN Normallast.....	94
Tabelle 5.12: Sphärenradien für die Adhäsionsmessung Fall 4.....	103
Tabelle 5.13: Adhäsion nach einem Zyklus normiert mit der Adhäsion nach 300 Zyklen.....	104
Tabelle 5.14: Reibkoeffizienten vor und nach Versuchen im Erosionstester	113
Tabelle 5.15: Reibkoeffizient nach verschiedenen Zeitpunkten im Erosionstester gemessen mit 100 μ N Normalkraft auf Stahl.....	113
Tabelle 5.16: Berechnete Kontaktfläche und -tiefe mit Hertz'scher Kontakttheorie....	114
Tabelle 5.17: Verformungsanteile bei Scratch Test Kupfer.....	116
Tabelle 5.18: Verformungsanteile bei Scratch Test Stahl.....	116

Tabelle 5.19: Reibkoeffizienten gemessen auf Kupfer mit dem selbstgebauten Indenter	118
Tabelle 5.20: Durchschnittliche Anzahl der Events in 3600 s	132

Symbolverzeichnis

Lateinische Buchstaben

A	Kontaktfläche	m^2
$A_{1/2}$	Geometrie des plastischen Aufwurfs	m^2
A_c	Kontaktfläche	m^2
A_H	Hamaker Konstante	-
A_R	Wahre Kontaktfläche	m^2
A_V	Geometrie der abrasiven Verschleißfurche	m^2
D	Materialkonstante	m^2/N
E	Elastizitätsmodul	N/m^2
E_{kin}	Kinetische Energie	J
E_i	Elastizitätsmodul des Indenters	N/m^2
E_r	Reduzierter Elastizitätsmodul	N/m^2
F	Aufgebrachte Kraft	N
F_0	Abzugskraft (pull-off force)	N
F_{ad}	Adhäsionskraft	N
F_{fr}	Reibkraft	N
F_{max}	Maximale Kraft	N
F_N	Statische Normalkraft	N
f_d	Anteil Reibkoeffizient durch plastische Deformation	-
f_t	Anteil Reibkoeffizient durch Furchung und Mikrobrechen	-
H	Härte	N/m^2
H_0	Kleinster Abstand zwischen Oberflächen	m
H_t	Substrathärte	N/m^2
H_p	Härte des erodierenden Partikels	N/m^2
h	Gesamte Eindringtiefer des Indenters	m
h_c	Eindringtiefe	m
h_{el}	Elastische Rückfederung	m
h_{max}	Maximale Eindringtiefe	m

h_s	Höhe der Sphäre (reverse imaging)	m
K	Reduzierter Elastizitätsmodul	N/m ²
K_{IC}	Bruchzähigkeit	MPa · √m
k_1	Konstante = 1,817	-
k_b	Boltzmann-Konstante	J/K
k_c	Federkonstante Cantilever	N/m
m	Partikelmasse	kg
N	Normalkraft	N
N_z	Anzahl der Punkte auf einer Fläche	-
n	Empirische Konstante	-
P	Aufgebrachte Last	N
p_m	Fließdruck des weicheren Materials	Pa
p_{mk}	Kontaktdruck	Pa
$\langle q^2 \rangle$	Quadratwurzel der Amplitude	-
R	Reduzierter Radius der Rauheitsberge	m
r	Radius der Oberflächenunebenheit	m
R_a	Mittlere Rauheit	m
R_{ad}	Radius des haftenden Partikels	m
R_c	Kontaktradius	m
R_{Hertz}	Radius Indenterspitze	m
RMS	Root-mean-squared Rauheit	m
R_s	Radius des sphärischen Testkörpers	m
R_z	Gemittelte Rautiefe	m
S	Schubspannung	N/m ²
s	Gleitstrecke	m
S_K	Kontaktsteifigkeit	N/m
s_v	Verschleißweg	m
T	Temperatur des Cantilevers	K
v	Partikelgeschwindigkeit	m/s
W_D	Verschleißtiefe	m
w_s	Breite der Sphäre (reverse imaging)	m
W_v	Verschleißvolumen	m ³

y	Experimentell ermittelter Messwert	-
\bar{y}	Mittelwert der Verteilung	-
y	Wert auf gefitteter Kurve	-
y_{\max}	Maximale Peakhöhe	m
Z_{ave}	Durchschnittlicher Wert der Z-Werte	-
Z_i	Aktueller Z-Wert	-

Griechische Buchstaben

α	Faktor	-
β	Korrekturfaktor	-
γ_{12}	Oberflächenenergie	N/m
δ	Eindringtiefe (indentation depth)	m
ε	Geometriefaktor	-
λ	Breite der Rauheitsberge	m
λ_p	Plastizitätsanteil	-
μ	Reibkoeffizient	-
ν	Poissonzahl	-
ν_i	Poissonzahl des Indenters	-
π	Kreiszahl	-
τ	Scherkraft	N
τ_{\max}	Resultierende Schubfestigkeit	N/m ²
τ_s	Mittlere Grenzflächen-Scherfestigkeit	N/m ²

Abkürzungsverzeichnis

AFM	Rasterkraftmikroskop (atomic force microscope)
ASTM	American Society for Testing and Materials
DLC	Diamantähnlicher amorpher Kohlenstoff (diamand-like carbon)
DMA	Dynamisch-mechanische Analyse
DMT	Modell nach Derjaquin Muller Toporov
EBS	Elektronenrückstreuung (electron backscatter diffraction)
HEE	Hydrogen environment embrittlement
HiPIMS	Hochenergieimpulsmagnetronspütern (high power impulse magnetron sputtering)
JKR	Modell nach Johnson, Kendall und Roberts
OFHC	Oxygen-free high thermal conductivity
PE-CVD	Plasmaunterstützte chemische Gasphasenabscheidung (plasma-enhanced chemical vapour deposition)
PHYBAL _{CHT}	Physically based fatigue life calculation – cyclic hardness calculation
PVD	Physikalische Gasphasenabscheidung (physical vapour deposition)
REM	Rasterelektronenmikroskop
RMS	Quadratische Rauheit (root-mean-squared roughness)

1 Einleitung und Motivation

Die in Abbildung 1.1 dargestellte pilzartige Gesteinsformation in der weißen Wüste der ägyptischen Sahara ist eine der beeindruckendsten Erscheinungsformen der Erosion.



Abbildung 1.1: Sandgebilde in der ägyptischen Sahara (Eisenbichler 2017)

Entstanden ist dieses Naturschauspiel durch fliegende Sandpartikel, die diesen Fels zu der abgebildeten Form abgetragen haben. Da die Sandpartikel im unteren Bereich mit einer größeren Geschwindigkeit auftreffen, tragen sie dort mehr Gestein ab und so entstand die pilzartige Form. Dieses Bild zeigt die Schönheit beeindruckender „Naturschauspiele“, die durch Erosion entstehen, aber verdeutlicht auch welche gewaltigen Kräfte fliegende Sandpartikel besitzen, die auch unseren technischen Alltag beeinflussen können (Eisenbichler 2017).

So führt der Abtrag von Material in der Luft- und Raumfahrt, der durch die, in der Umgebungsluft befindlichen Sandpartikel verursacht wird, immer wieder zu Ausfällen, die aufgrund der Komplexität der Wechselwirkungen nur schwer quantitativ vorherzusagen sind. Neben der Luft- und Raumfahrt sind weitere technische Bereiche z.B. Gasleitungen, insbesondere in Wüstenregionen, Fahrzeuge und Windkraftträder von Erosion durch Sandpartikel betroffen und durch die entstehende Materialerosion kann es dann zu katastrophalen Ausfällen kommen.

Partikel können aber nicht nur Erosion durch z.B. Sandpartikel verursachen, sondern sie und entsprechende Wechselwirkungen spielen auch in vielen Bereichen des täglichen Lebens eine große Rolle. Bevor weitere Beispiele der Wirkung von Partikeln vorgestellt

werden, wird der Begriff Partikel, wie er in dieser Arbeit verstanden wird, eingeführt. Die ursprüngliche lateinische Übersetzung beschreibt, die in der Arbeit genutzte Bedeutung sehr treffend. Das Wort Partikel ist aus dem Lateinischen von „particula“ abgeleitet, was so viel bedeutet, wie Teilchen oder Stück. Laut der Norm DIN EN ISO 14644-1 ist ein Partikel „ein kleines Teil Materie mit physikalisch definierten Abgrenzungen“. So soll er auch in dieser Arbeit verstanden werden, also ein Teilchen deren Grenzen klar definiert sind (Norm DIN EN ISO 14644-1:2016-06).

Es finden sich in Kosmetikprodukten, wie z. B. Make-Up, oder auch in Hygieneartikeln, wie z. B. Zahnpasta Partikel, die beispielsweise die Haut pigmentieren oder die Zahnoberflächen durch Politur reinigen. Auch bei der Herstellung von Schokolade sind Partikel sehr entscheidend, denn hier bestimmen die Partikelgröße und deren exakte Dosierung den Geschmack. Je kleiner der Kakaopartikel desto intensiver der Schokoladengeschmack und bei deren exakten Dosierung kommt dann auch noch ein hoher Schokoladengenuss hinzu.

Mit diesem „Schokoladen“-Beispiel lässt sich die Aufgabenstellung und die sich daraus ergebende Herausforderung dieser Arbeit gut veranschaulichen. Die Aufgabe hohen Schokoladengenuss zu garantieren, indem z.B. kleinste Kakaopartikel mit Hilfe von technischen Transportsystemen exakt dosiert werden müssen, führt zu folgenden Fragestellungen:

- Was sind die richtigen Dosier- und Transportsysteme hinsichtlich Oberflächenbeschaffenheit, Formgebungen, etc.?
- Wie ändert sich die Oberfläche durch die Wechselwirkung mit den Kakaopartikeln?
- Welche Anschaffungs- und Betriebskosten entstehen?
- Wie hoch ist die Lebensdauer dieser Anlagen bei welchem Durchsatz?
- Gibt es Wechselwirkungen zwischen den technischen Einrichtungen und dem Kakaopulver?

Durch diese beispielhaften Fragestellungen bei der Schokoladenherstellung wird die Bedeutung des Verständnisses von Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Oberflächen zur Optimierung des Produktionsprozesses hervorgehoben.

Wegen dieser aus einer einzelnen Anwendung ableitbaren grundlegenden Bedeutung ist das Ziel dieser Arbeit, die Wechselwirkungen zwischen einem Partikelkollektiv und einer Oberfläche (Wand) zu beschreiben und somit ein grundlegendes Verständnis zu initiieren. Hierzu wird zunächst auf die Wechselwirkung zwischen dem Gesamtkollektiv und der Wand eingegangen und anschließend die Entstehung von Verschleißmechanismen durch Einzelpartikel untersucht.

Bei der Analyse der Wechselwirkungen zwischen Partikeln mit Partikeln und Partikeln mit einer Wand zeigt der Lehrstuhl für Oberflächentechnik der Universität Siegen eine große Expertise. Mehrere Veröffentlichungen beschreiben beispielsweise den Einfluss der Oberflächenrauheit auf die Adhäsion einzelner Partikel oder deren Reibverhalten. Auch im Rahmen meiner Masterarbeit wurde der Einfluss der Oberflächenrauheit auf das adhäsive Verhalten von Einzelpartikeln untersucht, wobei die bekannte „colloid probe“ Methode mit dem AFM genutzt und zusätzlich auf den Nanoindenter übertragen wurde, mit dem ein größerer Kraftbereich gemessen werden konnte.

In dieser Arbeit wird zunächst im Kapitel Erosion dargelegt, welche Verschleißbilder unterschiedliche Werkstoffoberflächen durch den Einfall von Partikeln ausbilden, hierbei werden der Einfallswinkel, die Einfallsgeschwindigkeit und die Dauer des Versuchs variiert.

In dem Folgekapitel wird untersucht, wie sich der Verschleiß der Partikel und die Rauheit der Probenoberfläche auf die Adhäsion von Partikeln auf der Oberfläche auswirken.

Im Anschluss wird anhand von Ritzversuchen mit dem Nanoindenter aufgezeigt, wie der Verschleißmechanismus Abrasion durch Einzelpartikel bewertet werden kann.

Abschließend wird eine mit der Nutzung der „reference method“ des Nanoindenters neue Methode vorgestellt, mit der das Ermüdungsverhalten eines Werkstoffs untersucht und die Oberflächenzerrüttung so genauer beschrieben werden kann.

2 Theoretischer Hintergrund

2.1 Theoretischer Hintergrund Erosion

In dieser Arbeit wird die Wechselwirkung zwischen einem einfallenden Partikelkollektiv und einer Oberfläche grundlegend beschrieben. Bevor jedoch näher auf diese konkrete Wechselwirkung eingegangen wird, ist es notwendig den allgemeinen Begriff des Verschleißes zu definieren und die Hauptmechanismen, die diesen hervorrufen, zu beschreiben.

Laut Czichos ist dieser wie folgt definiert:

„Verschleiß ist der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers (Grundkörper), hervorgerufen durch tribologische Beanspruchungen, d. h. Kontakt- und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers.“ (Czichos 2010)

Um diese Definition nutzen zu können, muss zunächst auf den Aufbau eines Tribosystems eingegangen werden. Ein Tribosystem besteht aus Eingangsgrößen, dem Beanspruchungskollektiv und der Systemstruktur, die zu Funktionsgrößen und Verlustgrößen führen. In Abbildung 2.1 ist ein Tribosystem mit den Eingangs- und Ausgangsgrößen dargestellt. In dem Beanspruchungskollektiv werden Kräfte, Temperatur, Bewegungen und Zeit beschrieben. Der in der Systemstruktur dargestellte Grundkörper ist immer der Körper, an dem die Reibung und der Verschleiß analysiert werden. Zu den Funktionsgrößen zählen Bewegungsfunktionen und Nutzenergie, wohingegen Reibung und Verschleiß zu den Verlustgrößen zählen (Czichos 2010; Tribology for Engineers 2011; Bhushan 2001).

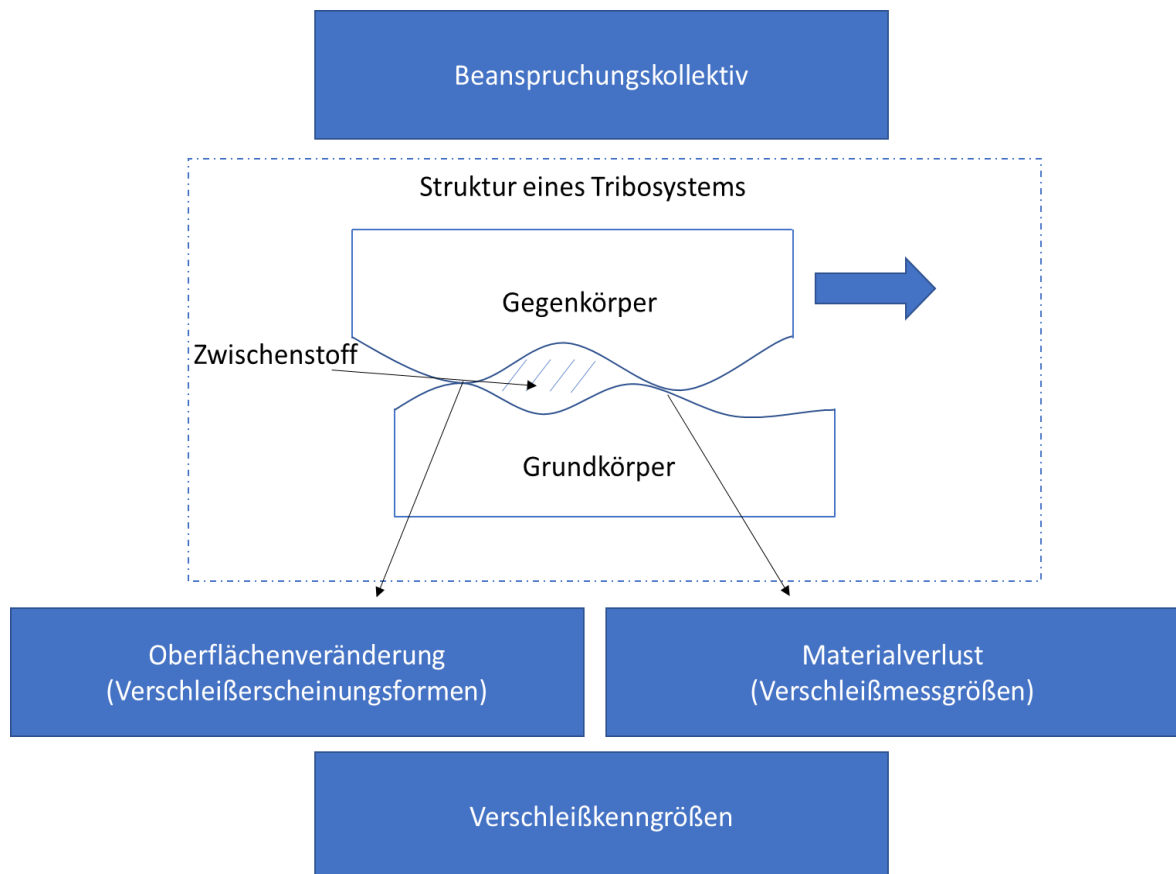
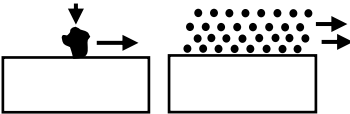
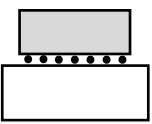
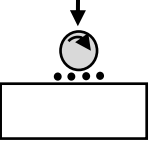
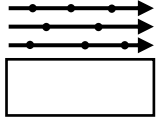
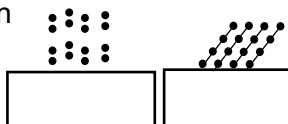


Abbildung 2.1: Aufbau eines Tribosystems (Norm DIN 50320:1979-12)

Zusätzlich beschreibt Czichos vier Verschleißmechanismen, die zu einer Stoff- und Formänderung der Kontaktpartner führen. Hierbei werden die Mechanismen in zwei Hauptkategorien aufgeteilt. Zum einen in die kraft-, spannungsmäßigen und energetischen Wechselwirkungen, wo es zu Rissvorgängen und Stoffabtrennung kommt, zu denen die Oberflächenzerrüttung und Abrasion zählen. Und zum anderen die atomaren und molekularen Wechselwirkungen, bei denen es durch chemische Bindungen im Kontaktbereich und Wirken eines Umgebungsmediums zum Materialverlust kommt. Zu diesen zählen die tribochemische Reaktion und die Adhäsion.

Da meistens mehrere Verschleißmechanismen gleichzeitig auftreten, und sich dieses Kapitel mit dem Einfall von Partikeln auf eine Oberfläche beschäftigt, wird in Tabelle 2.1 gezeigt, welche Verschleißmechanismen laut Czichos hierbei auftreten.

Tabelle 2.1: Wirksame Mechanismen bei tribologischer Beanspruchung (vgl. (Czichos 2015))

Elemente der Systemstruktur	Tribologische Beanspruchung	Verschleißart	Wirksame Mechanismen		
			Abrasion	Oberflächenzerüttung	Tribologische chemische Reaktionen
Festkörper (1) Festkörperpartikel (2)	Gleiten 	Furchungverschleiß, Erosion	X		X
Festkörper (1)	Gleiten 	Kornleitverschleiß, Dreikörperverschleiß	X	X	X
Festkörper (2) Festkörperpartikel (3)	Wälzen 	Kornwälzverschleiß	X	X	X
	Mahlen	Mahlverschleiß	X	X	X
Festkörper (1) Gas	Strömen 	Gleitstrahlverschleiß (Erosionsverschleiß)	X	X	X
mit Partikeln (2)	Prallen 	Prallstrahl-, Schrägstrahlverschleiß	X	X	X

Die zuvor genannten Verschleißmechanismen treten bei den unterschiedlichen Verschleißarten in verschiedenen Ausprägungen auf, zu den Verschleißarten zählen beispielsweise Gleitverschleiß, Rollverschleiß und Erosion. Da in dieser Arbeit die Wechselwirkung zwischen Partikeln und einer Wand von besonderer Bedeutung ist, wird im Folgenden insbesondere auf die Erosion eingegangen.

Die Erosion beschreibt die Verschleißart des kontinuierlichen Materialabtrages aus einer Oberfläche durch einfallende Partikel. Erosion tritt auf, wenn Feststoffe, Fluide, Gase oder deren Gemische auf eine Werkstoffoberfläche prallen und verursacht derzeit bei vielen technischen Anwendungen Schäden (Praveen et al. 2016; Parsi et al. 2014).

In der Literatur sind in diesem Zusammenhang häufig Untersuchungen zu folgenden technischen Anwendungen zu finden (Liu et al. 2015):

- Thermische Kraftwerke,
- Turbinenblätter von Flugzeugen, Gasleitungen, Rohrbögen, Ventilteller, Absperrschieber und
- Transportsysteme für partikuläres Material

In der Luftfahrt ist die Erosion eine besonders große Herausforderung, da das Flugzeug diesen Einflüssen dauerhaft durch Sand, Staub und Vulkanasche in der Luft ausgesetzt ist und darüber hinaus die eingesetzten Werkstoffe auch den Leichtbau- und mechanischen Anforderungen eines Flugzeuges genügen müssen.

Aus diesem Grund steht in der Literatur bei der Erforschung von erosivem Verschleiß, die Untersuchung von in der Luftfahrt eingesetzten Werkstoffen und verschleißresistenten Beschichtungen im Fokus (Hu und Zheng 2017; Avcu et al. 2014).

Neben der Luftfahrt gibt es weitere Bereiche in denen Erosion bei den technischen Anwendungen eine wichtige Rolle spielt. So können Sandpartikel, die nicht durch die angebrachten Filter aufgefangen werden, die Förderung in Öl- und Gasquellen beeinträchtigen. Da diese durch Sandpartikel verursachte Erosion den Ausfall von technischen Systemen begünstigt, können solche Ausfälle mit Hilfe genauerer Vorhersagen der Erosionsrate zeitlich bestimmt und damit mögliche daraus entstehende finanzielle und umwelttechnische Schäden vermieden werden (Parsi et al. 2014).

Auch Energiekraftwerke sind von Erosion durch Festkörper betroffen. Ein Viertel der Kesselrohrausfälle wird durch fliegende Aschepartikel verursacht und der Austausch dieser Rohre macht circa die Hälfte der Gesamtproduktionskosten aus (Praveen et al. 2016). Diese in den Beispielen aufgezeigten erhöhten technischen Ausfallrisiken verbunden mit den dadurch steigenden Kosten, ist Anlass den erosiven Verschleiß intensiver zu erforschen. Ziel ist es durch den Einsatz von geeigneten Beschichtungen und Werkstoffen verschleißresistentere Systeme zu entwickeln. Hierfür werden zum Beispiel Stellite, PVD-Beschichtungen oder thermische Spray-Beschichtungen vorgeschlagen (Yang et al. 2016; Nsoesie et al. 2014; Maurer und Schulz 2014; Wang et al. 2014).

Jedoch wird erosiver Verschleiß auch für ingenieurtechnische Anwendungen genutzt beispielsweise für das Sandstrahlen, abrasives Entgraten und Wasserschneiden (Liu et al. 2015; Finnie 1995).

In der vorliegenden Literatur werden folgende drei Methoden unterschieden mit denen der erosive Verschleiß wissenschaftlich untersucht wird (Parsi et al. 2014):

1. Empirisch
2. Mechanistisch und
3. durch Strömungssimulation

Da die Wirkzusammenhänge beim erosiven Verschleiß sehr komplex sind, wird für die Vorhersage der Verschleißrate meist eine Kombination aller drei Methoden verwendet.

Außerdem hängt die Schädigung der Oberfläche, die durch erosiven Verschleiß mittels einfallender Partikel verursacht wird, von verschiedenen Parametern ab, die in die folgenden Kategorien aufgeteilt werden können:

- Oberflächenbeschaffenheit
- Partikelbeschaffenheit
- Auftreffbedingungen der Partikel (Einfallswinkel, Geschwindigkeit)

2.1.1.1 Oberflächenbeschaffenheit und Materialeigenschaften

Bei anfänglichen Betrachtungen des Erosionsverhaltens wurde davon ausgegangen, dass eine höhere Härte der Oberfläche zu weniger Erosion führt (Finnie 1995). Dieses wurde widerlegt, da Werkstoffe mit einer hohen Duktilität plastische Verformungen erlauben und damit weniger durch erosiven Verschleiß angegriffen werden als Werkstoffe, die hart aber spröde sind. Von daher sollte vorzugsweise die Zähigkeit als Parameter genutzt werden (Parsi et al. 2014; Levy, A., Hickey, G 1982).

Ein weiterer zu betrachtender Faktor ist die Rauheit der Oberfläche. Denn bei geringerer Rauheit nimmt die effektive Kontaktfläche zwischen Partikel und Oberfläche ab und somit sinkt die Erosionsrate (Wang et al. 2014).

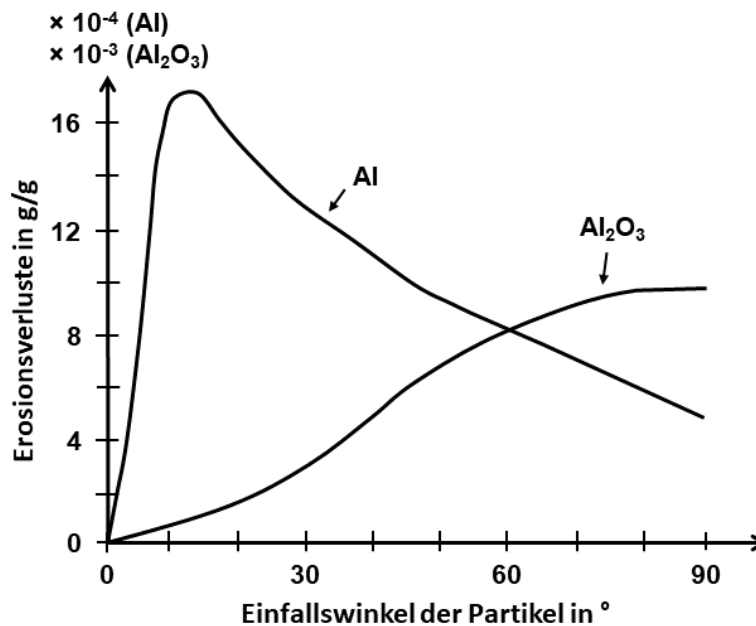


Abbildung 2.2: Winkelabhängigkeit Erosion für duktile und spröde Werkstoffe (vgl. (Finnie 1995))

Das Oberflächenmaterial wird nach zwei Hauptcharakteristiken unterschieden, zum einen duktile Materialien und zum anderen spröde Materialien (Parsi et al. 2014). In Abbildung 2.2 sind die unterschiedlichen Erosionsverhalten über Einfallswinkeln von 0° bis 90° aufgezeigt (Finnie 1995).

Erosionsversuche an duktilen Materialien haben gezeigt, dass der Verlauf des Gewichtsverlustes über den Einfallswinkel für verschiedene duktile Materialien gleich ist, auch wenn sie stark variierende thermische und physikalische Eigenschaften haben. Die plastische Deformation ist damit die Eigenschaft, die in diesem Fall die Höhe der Erosion bestimmt (Finnie 1995).

Laut Finnie's Mikro-Geometrie Models kommt es bei duktilen Materialien und geringen Einfallswinkeln der Partikel zu Mikroschneiden an der Oberfläche. Hierbei entstehen Krater, die durch das weitere Auftreffen von Partikeln dann noch vergrößert werden. An deren Rändern und am Ende der Verschleißmarken kommt es zu einem Aufwurf, der bei weiterem Partikelaufrall leicht entfernt werden kann (Parsi et al. 2014; Finnie 1995). Das Modell unterschätzt die Erosion bei höheren Einfallswinkeln stark. Bei Winkeln um 90° verhält sich die Oberfläche durch Kaltverfestigung, low-cycle Ermüdung und Extrusion, wie eine spröde Oberfläche, auf der sich Plättchen bilden, die durch folgendes Schneiden herausgetrennt werden. Trotz dieser Merkmale von spröden Verhalten bleibt laut Finnie plastische Deformation der dominante Mechanismus, da die Partikel bedingt durch

Rauheit in verschiedensten Winkeln auftreten. Bei härteren Stählen kann dieses Verhalten auch schon bei kleineren Winkeln unter 90° beobachtet werden (Finnie 1995).

In dem Mikro-Geometrie Model sollte sich die Erosion durch das dauerhafte Auftreffen der Partikel verringern, da sich der Werkstoff kaltverfestigt. Diese Annahme wurde jedoch durch Experimente widerlegt, die das Gegenteil zeigten, dass sich die Erosionsrate sogar erhöht. Eine Erklärung hierfür findet sich im makroskopischen Model von Belman und Levy (Bellman, R., Levy, A 1981). Durch das Auftreffen der Partikel werden flache Krater und plättchenartige Teile erzeugt und durch den folgenden Partikeleinfall können diese leicht aus der Oberfläche gelöst werden. Bei der Bildung dieser Plättchen kommt es zu einer adiabatischen Schererhitzung und Kaltverfestigung, wobei die weitere Bildung von Plättchen unterstützt wird und diese sich wieder leicht aus der Oberfläche lösen. Dieser Zusammenhang erklärt die erhöhte Erosionsrate trotz der Verfestigung (Parsi et al. 2014; Finnie 1995). Eine weitere Erklärung für die Fehlerhaftigkeit des Mikro-Models hat Finnie in der Annahme gefunden, dass es nur translatorische Bewegungen gibt. Jedoch hat die rotatorische Bewegung einen großen Einfluss auf das abgetragene Volumen. Werden nur translatorische Anteile angenommen, dann ist der Abtrag proportional zum Quadrat der Einfallsgeschwindigkeit unter Einbezug der Rotation steigt die Potenz auf 2,3–2,4. Dies entsteht durch den zusätzlichen Abtragsterm der rotatorische Bewegung, bei dem der Materialabtrag proportional zu der Geschwindigkeit mit Drei potenziert ist, jedoch dringen die Partikel bei einer Geschwindigkeitserhöhung tiefer in die Oberfläche ein und die Rotation nimmt ab, von daher werden die Abtragsterme von der translatorischen und rotatorischen Bewegung mit einem Exponenten von knapp über zwei kombiniert. Bei Winkeln, die höher als die der maximalen Erosion sind, kommt der Partikel während des Schneidens zum Stehen und es kommt zum Aufwurf um oder vor dem Partikel. Diese Bereiche sind wieder leichter zu entfernen und deswegen kommt die Erosion nicht zum Stillstand (Finnie 1995). Da das Verhalten für duktile Materialien noch nicht vollständig verstanden ist, lassen sich in der Literatur viele weitere Modellansätze finden (Parsi et al. 2014).

Entgegen des duktilen Erosionsverhaltens sind die Mechanismen des spröden Erosionsverhaltens besser verstanden.

Wenn ein Partikel auf eine spröde Oberfläche trifft, entstehen laterale und radiale Risse, die durch weitere Einschläge wachsen bis die Oberfläche von den Rissen in kleine Bereiche eingeteilt wird. Diese Bereiche werden durch weiteren Partikeleinschlag aus der Oberfläche herausgelöst (Parsi et al. 2014).

In den Versuchen von Wang et al. wurde eine aufgesprühte thermische Grenzschicht mit einer nochmal aufgeschmolzenen Schicht verglichen. Die nur aufgesprühte Schicht zeigte

einen erheblich größeren Masseverlust bei allen Winkeln. Aber nicht nur der höhere Masseverlust, sondern der Verlauf des Verlustes über dem Winkel bestätigt ein sprödes Werkstoffverhalten. Mit zunehmendem Winkel nimmt die Erosion zu und weist die typische Verschleißmorphologie auf, bei dem Abplatzen und Brüche dominant sind. In diesem speziellen Fall findet die Schädigung hauptsächlich an den Schmelzgrenzen („splat boundaries“) statt an denen eine geringere Bindungskraft herrscht. Während des Auftreffens der Partikel bilden sich zentrale und radiale Risse. Bei weiterem Einfall breiten sich laterale Risse bis zur Oberfläche aus und Teile der Beschichtung splintern ab. Diesem spröden Verhalten kann durch Aufschmelzen der Schicht entgegengewirkt werden (Wang et al. 2014).

Bei sehr harten Stählen wird häufig ein sprödes Werkstoffverhalten beobachtet (Finnie 1995).

2.1.1.2 Partikelabhängigkeit

Die Schädigung ist auch von der Form der Partikel abhängig. So können kantige Partikel mit einer im Vergleich zu sphärischen Partikeln vierfach höheren Erosionsrate deutlich höhere Schädigungen an der Oberfläche verursachen. Laut Parsi et al. ist die maximale Erosion eine Funktion der Partikelform und –winkligkeit (Parsi et al. 2014). Jedoch nicht nur die Form der Partikel spielt eine Rolle, sondern auch deren Größe. Bei Partikeln bis 100 µm Durchmesser kann bei steigender Größe durch höhere kinetische Energie eine Zunahme der Erosionsrate beobachtet werden. Ab 100 µm Partikelgröße bleibt die Erosionsrate auch dann unverändert, wenn die Partikelgröße weiter erhöht wird. In der Arbeit von Finnie wird hervorgehoben, dass 10 µm Partikel eine 75 % kleinere Erosionsrate haben als Partikel mit 100 µm Größe (Parsi et al. 2014; Finnie 1995).

Des Weiteren ist die Härte der genutzten Partikel maßgeblich für den Abtrag des Materials. Weiche Partikel führen zu einer geringeren Erosion als harte Partikel. Es wird aber auch gezeigt, dass nicht nur die Härte, sondern auch die Dichte einen Einfluss auf die Erosion hat, dieses wird im Folgenden beispielhaft verdeutlicht. Obwohl SiC eine viermal höhere Härte als SiO₂ besitzt, ist SiO₂ bei einer Stahlprobe genauso erosiv wie SiC. Das zeigt, die entscheidende Eigenschaft für das Erosionsverhalten ist in diesem Fall die Dichte der erodierenden Partikel. SiC, Al₂O₃ und SiO₂ haben alle ungefähr die gleiche Dichte und damit die gleichen Erosionsraten. Das bedeutet, wenn Partikel die gleiche Größe und Form haben, führt eine höhere Dichte zu einer gesteigerten Erosionsrate (Finnie 1995).

Obwohl kein direkter Zusammenhang zwischen Härte der Partikel und der Erosionsrate hergestellt werden kann, wird häufig folgende Faustformel mit dem Verhältnis der Partikelhärte H_p und der Substrathärte H_t zur Berechnung der Erosionsrate genutzt:

$$Erosionsrate \propto \left(\frac{H_t}{H_p} \right)^n \quad (2.1)$$

Wobei n eine empirisch ermittelte Konstante ist.

2.1.1.3 Winkelabhängigkeit

Laut Czichos kann der Strahlverschleiß in drei Winkelbereiche aufgeteilt werden.

- Gleitstrahlverschleiß 0°
- Prallstrahlverschleiß 90°
- Schrägstrahlverschleiß $0-90^\circ$

Bei dem erstgenannten Gleitstrahlverschleiß ist der Verschleißmechanismus Abrasion mit seinen Teilprozessen Mikroflügen, -spanen und -brechen dominant. Hingegen wird der Prallstrahlverschleiß durch das wiederholte Auftreffen der Teilchen bestimmt, was zur Oberflächenzerrüttung führt. Bei Winkeln zwischen 0 und 90° tritt Schrägstrahlverschleiß auf, der in die Einzelkomponenten des Gleit- und Prallstrahlverschleißes zerlegt werden kann und so deren jeweiligen Anteile berechnet werden können (Czichos 2015).

In den folgenden Abschnitten werden einige experimentelle Arbeiten vorgestellt, die den Einfluss des Winkels auf die Erosion untersucht haben.

Bei der Untersuchung einer NiCrSiB/WC-Co Beschichtung wurden die lateralen Abmessungen der Verschleißmarke mit steigendem Winkel kleiner. Mit Erhöhung des Winkels von 30° auf 90° wurde die Erosionsrate nahezu halbiert. Dieser Zusammenhang kann bei duktilen Materialien auf die effizientere Umformung der Oberfläche und die entstehenden Plättchen durch Oberflächenzerrüttung zurückgeführt werden.

Die Verschleißmarke bei 30° Einfallswinkel hat eine elliptische Form durch eine höhere Divergenz des Strahls. Bei 60° und 90° Auftreffwinkel ist die Verschleißmarke annähernd rund und kann in drei Bereiche aufgeteilt werden. In der Mitte tritt die hauptsächliche Erosion auf, weiter außen wird sie schwächer und in der dritten Zone ist der erosive Verschleiß vernachlässigbar klein. Sowohl bei 30° als auch bei 90° zeigt das REM plastische Scherverformung bedingt durch das Gleiten der erodierenden Partikel. Daneben sind Mikroschneiden und -pflügen die dominanten Verschleißmechanismen durch die zusätzliche Gleitbewegung der Partikel, die durch die Bildung von „Lippen“ und Rillen in schwachgebundenen Regionen und bei weiterem Partikeleinfall Ausgangspunkte für den Ausfall der Schicht bieten. Auf Grund der höheren Scherkraft bei geringeren

Einfallswinkeln ist der Anteil der Rillen und Pflügemarken ist bei 30° wesentlich höher als bei 60° . In Bereichen in denen der Carbidgehalt hoch ist, ist sogar sprödes Werkstoffverhalten mit Fragmentierung und Rausbrechen dieser Phasen zu beobachten. Fallen die Partikel mit einem Winkel von 90° ein, werden Eindrücke und Krater durch den Aufprall der Partikel erzeugt. Durch Spannungslokalisierung kommt es zu extrudierten „Lippen“ in der schwachgebundenen Matrix, wodurch auf duktilen Materialverhalten geschlossen werden kann. Bei höheren Winkeln sind Ermüdung und Extrusionsprozesse die dominanten Verschleißmechanismen, die zu geringeren Erosionsraten führen, als Mikroschneiden und – pflügen, die bei kleineren Winkeln auftreten. Bei 90° kann auch immer noch ein schneidender Verschleiß beobachtet werden, der dadurch hervorgerufen wird, dass nicht alle Partikel in einem 90° Winkel auf die Oberfläche prallen. Des Weiteren verfügen die meisten duktilen Materialien über eine höhere Druckfestigkeit als Zugfestigkeit, wodurch sie resistenter gegen eine Erosion bei 90° sind (Praveen et al. 2016; Liu et al. 2015; Laguna-Camacho et al. 2013; Finnie 1995).

In der Arbeit von Liu et al. werden die oben beschriebenen Zusammenhänge in die zwei Hauptmechanismen Schneiden und der wiederholten Deformation unterteilt, die zu einer Gesamterosion führen. Wie vorhergehend beschrieben, ist bei geringen Winkeln das Schneiden und bei höheren Winkeln die wiederholte Deformation dominant (siehe Abbildung 2.3) (Liu et al. 2015).

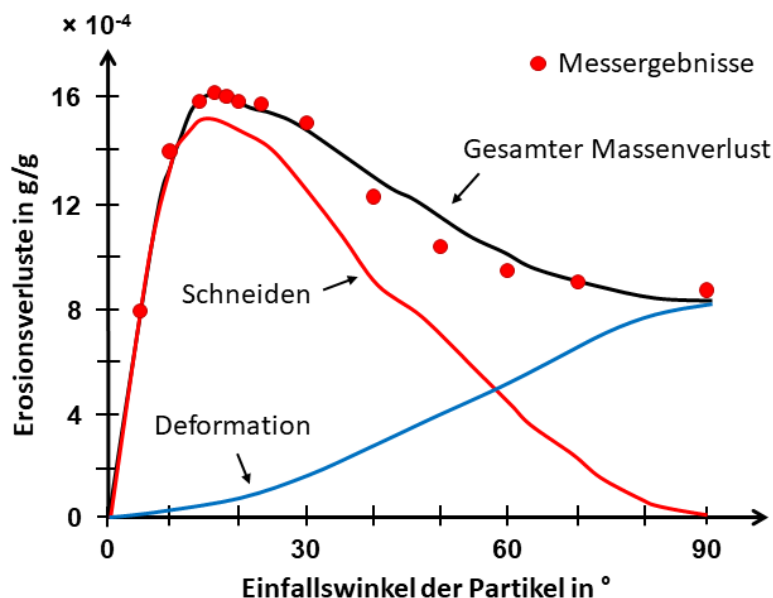


Abbildung 2.3: Einfluss des Einfallswinkels auf die Verschleißanteile (vgl. Liu)

Für den Widerstand gegen Erosion sind insbesondere die Werkstoffeigenschaften Härte und Duktilität von großer Bedeutung. So bildet die Härte den Widerstand gegen das

Schneiden und die elastische Deformation und die Duktilität verhindert Brüche des Oberflächenmaterials durch plastische Deformation. Bei einem Einfallswinkel von 90° können duktile Materialien die Erosion bis um ein Fünffaches vermindern (Maurer und Schulz 2014; Nsoesie et al. 2014; Liu et al. 2015).

Neben der Verschleißrate wird, wie durch Avcu beschrieben, auch die Rauheit durch den Einfallswinkel verändert. Dieses wird im Folgenden anhand einer Ti_6Al_4V Legierung mit verschiedenen Auftreffwinkeln der Partikel dargestellt. So erhöht sich die Rauheit mit steigendem Winkel bis 75° und danach fällt sie wieder ab. Dieser Zusammenhang ist darauf zurückzuführen, dass bei 45° das Abplatzen von Plättchen dominant ist. Der lokalisierte Fluss der abrasiven Partikel führt bei 90° zu plastischer Deformation. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sich bei 45° der Erosionskrater über das gesamte Bild erstreckt und zu einer rauerer Oberfläche führt. In dem Fall von einem 90° Auftreffwinkel ist der Krater flächenmäßig signifikant kleiner aber dafür wesentlich tiefer. Hingegen beschreiben Laguna-Camacho et al. das Verhalten, dass sich die Rauheit mit steigendem Einfallswinkel des Partikelstrahls bis zu einem Winkel von 90° stetig erhöht (Avcu et al. 2014; Laguna-Camacho et al. 2013).

2.1.1.4 Geschwindigkeit

In der Arbeit von Hu wurde der Einfluss des Einfallswinkels und der Geschwindigkeit der einfallenden Partikel auf eine im Flugzeugbau verwendeten Ti_6Al_4V Legierung untersucht. Zunächst ist die Erosionsrate zwischen 30° und 45° am höchsten, dies lässt auf ein semi-duktilen Verhalten der Legierung schließen. Erwartungsgemäß nimmt dann die Erosionsrate mit steigender Einfallsgeschwindigkeit zu, aber nicht nur die Rate der Erosion ändert sich, sondern auch die Oberflächenrauheit. Diese ändert sich sowohl durch die Geschwindigkeit als auch durch den Einfallswinkel und mit steigender Auftreffgeschwindigkeit steigt die Oberflächenrauheit an. Auf Grund der erhöhten Geschwindigkeit bilden sich mehr Plättchen, die dann abplatzen und zu einer erhöhten Oberflächenrauheit führen (Hu und Zheng 2017).

2.1.1.5 Theorie Experimenteller Aufbau

In ASTM (G76-02) ist der Aufbau eines Messtandes zur quantitativen Messung der Erosion beschrieben. Für die Versuchsdurchführung in der vorhandenen Literatur wurden teilweise kommerziell erhältliche Messstände, wie beispielsweise TR471 900; Ducom Inst., India, genutzt. Wie auch selbsterbaute Teststände, die aus Sandstrahlanlagen mit einem kippbaren Tisch für die Probe gebaut wurden.

Die Erosionsteststände erlauben die Änderung der folgenden Parameter:

- Partikelkollektiv
 - Häufig: Aluminiumoxid, Sand, Glaskugeln, Granat, SiC
- Geschwindigkeit der eintreffenden Partikel
 - 20 m/s – 100 m/s
- Auftreffwinkel
 - 0° – 90°
- Dauer des Versuchs
- Abstand von der Probe zur Düse

In dem vorangegangenen Kapitel werden mögliche Wechselwirkungen mit einem gesamten Partikelkollektiv beschrieben. Wie schon in der Motivation dieser Arbeit ausgeführt, wurden auf der Oberfläche verschiedene Phänomene beobachtet, die auf die Wechselwirkung mit Einzelpartikeln zurückzuführen sind. Auf den Ursprung dieser Wechselwirkungen wird im Folgenden näher eingegangen.

Je nach Kontaktsituation kann zunächst eine Haftung der Partikel auf der Oberfläche beobachtet werden. Hierzu wird in dieser Arbeit untersucht, wie sich zum einen die Rauheit der Probenoberfläche und zum anderen die Änderung des Partikels durch seinen Verschleiß auf die Haftung zwischen einer Probenoberfläche und einem definierten Partikel auswirken. Dabei wird in diesem Kapitel in Abschnitt 2.2 der Schwerpunkt auf die Darlegung des hierfür benötigten Grundlagenwissens gelegt.

Im Weiteren wird der Verschleißmechanismus Abrasion eingehender beleuchtet. Zum einen dient dieses dazu einen selbstgebauten Indenter einzuführen, mit dem Messungen des Verschleißes zwischen einem beliebigen Partikel und einer Oberfläche durchgeführt werden können und zum anderen soll herausgearbeitet werden, inwieweit der Reibungskoeffizient durch die Änderung der Oberfläche durch Einfall des Partikelkollektivs beeinflusst wird. Im darauffolgenden Kapitel wird die Ermüdung einer Oberfläche durch das zyklische Belasten mit einem Partikel behandelt, das den Verschleißmechanismus der Oberflächenzerrüttung simuliert. Dieses Verfahren kann nicht nur zur Simulation der Oberflächenzerrüttung durch den Einfall von Partikeln genutzt werden, sondern es bietet auch eine Möglichkeit das Ermüden einer Probe auf kleiner Skala, angelehnt an Indentierungsversuchen bei der Ermüdungsforschung, zu untersuchen. Darüber hinaus werden in der theoretischen Aufarbeitung dieses Teils der Arbeit auch grundlegende Fragestellungen und Versuche der Ermüdungsforschung behandelt.

2.2 Theoretischer Hintergrund Adhäsion

In diesem Kapitel wird die Adhäsion zwischen einer Wand und einem Partikel unter Berücksichtigung des Partikelverschleißes charakterisiert. Als Grundlage wird im folgenden Abschnitt zunächst der Begriff Adhäsion definiert und dann der Einfluss der Kontaktfläche auf die Adhäsion beschrieben.

2.2.1 Adhäsion

Der Begriff Adhäsion stammt aus dem Lateinischen (*adhere* = haften) und beschreibt die Stärke der Haftung von zwei Flächen aneinander.

In den Ingenieurwissenschaften wird dieser Begriff häufig im Zusammenhang mit Klebeverbindungen verwendet, hierbei wird die Bindung zwischen dem Kleber und der Oberfläche hauptsächlich durch mechanische Verklammerung der angerauten Oberfläche erreicht (Habenicht 2012).

Durch den Verschleißmechanismus der Adhäsion wird ein Materialübertrag von einem Kontaktpartner auf den anderen beschrieben, der aufgrund starker Hauptvalenzbindungen, wie metallischen-, kovalenten- oder Ionenverbindungen auftritt (Czichos 2015).

Da in dieser Arbeit Adhäsionskräfte untersucht werden, die zwischen einer Kugel und einer flachen Oberfläche aufgrund von kurzreichweiten zwischenmolekularen Wechselwirkungen auftreten, werden diese Wechselwirkungen im Folgenden mit dem Begriff der Adhäsion beschrieben.

Die Adhäsion wird durch Oberflächen- und Feldkräfte, die bei einem Kontakt auftreten, bestimmt. Diese können in folgende Bereiche unterteilt werden (Tomas 2007a):

- van-der-Waals-Kräfte,
- elektrostatische Kräfte,
- magnetische Kräfte und
- Materialbrücken.

Im Vordergrund dieser Arbeit stehen die „van-der-Waals-Kräfte“, da diese laut Tomas für die Beschreibung der Adhäsion dominant sind. Diese Fokussierung auf die „van-der-Waals-Kräfte“ ist auch deshalb zweckmäßig, da das Auftreten der übrigen Kräfte durch geeignete Materialpaarungen und entsprechende Umgebungsbedingungen auf die Adhäsion gering oder konstant gehalten werden können (Ramakrishna et al. 2013).

In der Literatur findet man zahlreiche Modelle, die den Kontakt zwischen zwei sphärischen Partikeln beschreiben, mit dem Ziel Modelle zu finden, mit denen die Adhäsion adäquat beschrieben werden kann.

Durch das erhöhte „Oberflächen zu Volumen Verhältnis“ bei makroskopischen Modellen können deren Ergebnisse nicht einfach übertragen werden, da die bei kleinen Kontakten relevante reale Kontaktfläche und ihre Abhängigkeit von der aufgetragenen Last nicht einbezogen wird (Ramakrishna et al. 2013).

Des Weiteren ist zu beachten, dass bei der Betrachtung von einem sphärischen Partikel und einer planaren Oberfläche einer der beiden Sphärenradien als unendlich festgesetzt werden.

Dieses vorausgeschickt wird im Folgenden näher auf solche Modelle und deren Annahmen eingegangen, die den Kontakt zwischen zwei Sphären beschreiben und auf den Erkenntnissen von Hertz basieren.

In der Hertz'schen Elastizitätstheorie wird der Kontakt zwischen einer Kugel und einer Oberfläche unter Anwendung eines nicht-linearen Gesetzes berechnet. Dabei werden weder Adhäsionskräfte noch langreichweite Kräfte einbezogen (Bhushan 2001; Popov 2015; Hertz 1881; Ueber die Berührung fester elastischer Körper 1882).

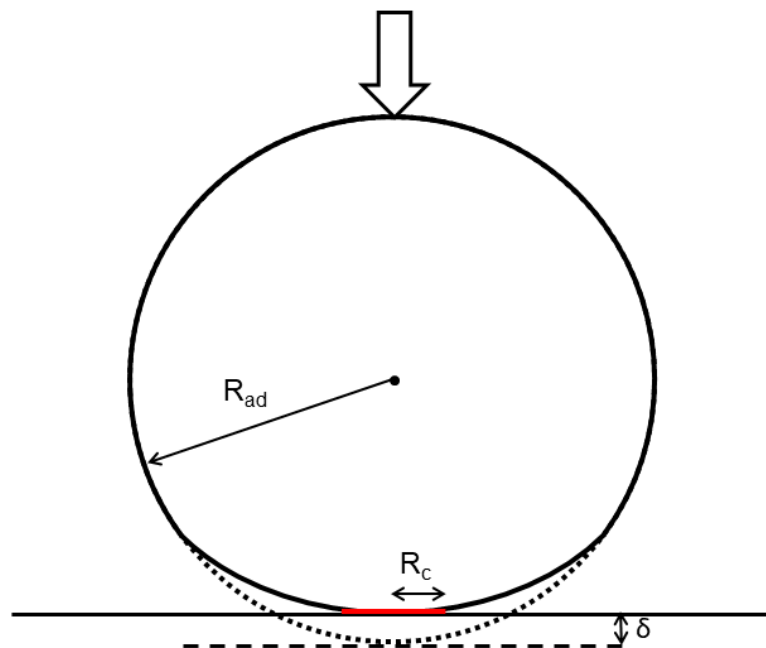


Abbildung 2.4: Hertz'sches Kontaktmodell

Mit der Hertz'schen Theorie können folgende Größen mit dem Wissen der Abmessungen, Kräfte und Materialkonstanten berechnet werden:

$$R_c^3 = DR_s F \quad (2.2)$$

$$D = \frac{2}{3} \frac{1-\nu^2}{E} \quad (2.3)$$

$$\delta^3 = \frac{D^2 F^2}{R_s} \quad (2.4)$$

Hierbei ist R_c der Kontaktradius, D eine Materialkonstante, R_s der Sphärenradius, F die aufgebrachte Kraft, ν die Querkontraktionszahl, E der E-Modul und δ die Eindringtiefe (siehe Abbildung 2.4).

Da die Hertz'sche Theorie keine Adhäsionskräfte einbezieht, wird die Kontaktfläche stark unterschätzt (Hertz 1881).

In dem durch Johnson, Kendall und Roberts (JKR) durch Einbeziehung der Adhäsionskräfte modifizierte Hertz'schen Theorie sind alle Verformungen elastisch und die Wechselwirkung findet ausschließlich in der Kontaktzone statt (Johnson et al. 1971; Bhushan 2001; Popov 2015; Tykhoniuk et al. 2007). Dies ist schematische in Abbildung 2.5 dargestellt. Darüber hinaus ist zu beachten, dass eine Gültigkeit nur dann gegeben ist, wenn einer der beiden Körper stark verformbar ist. Hieraus ergibt sich, dass dieser Körper eine hohe Oberflächenenergie besitzt und die kurzreichweiten Adhäsionskräfte in der Kontaktzone den Kontakt dominieren (Ramakrishna et al. 2013; Johnson et al. 1971).

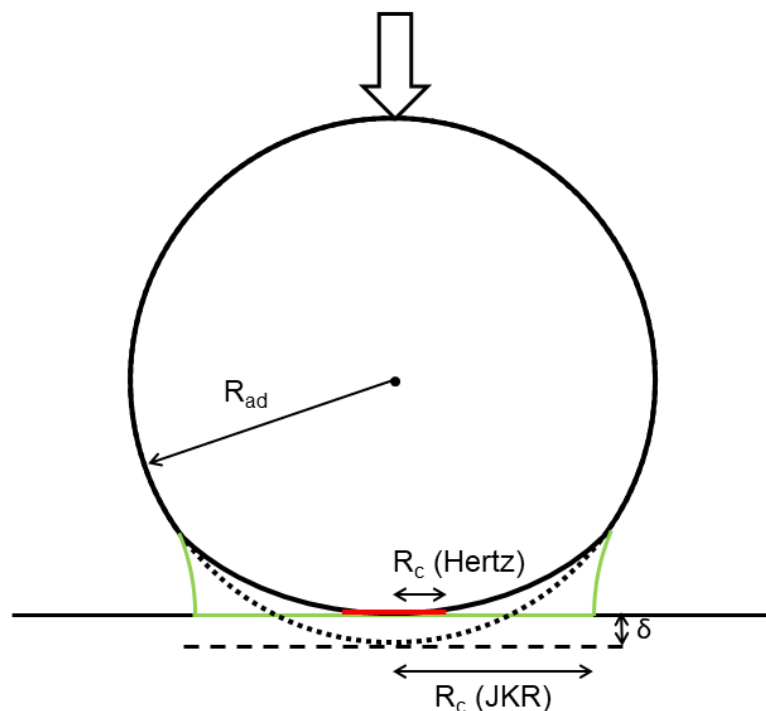


Abbildung 2.5: Kontaktmodell nach Johnson, Kendall und Roberts

In Formeln ausgedrückt ist die Abzugskraft F_0 mit der Oberflächenenergie γ_{12} :

$$F_0 = -\frac{3}{2}\pi R_s \gamma_{12} \quad (2.5)$$

Der Kontaktradius ergibt sich, ähnlich wie bei Hertz, zusätzlich wird noch die Adhäsionskraft mit einbezogen.

$$R_c^3 = DR_s \left(F + 2F_0 \left(1 \pm \sqrt{1 + \frac{F}{F_0}} \right) \right) \quad (2.6)$$

Entgegen des Modells von Johnson, Kendall und Roberts gilt das Modell von Derjaguin, Muller und Toporov (DMT) für steife und schwer verformbare Materialien, bei denen die Adhäsion durch langreichweite anziehende Kräfte bestimmt wird. Das Modell von DMT nutzt auch die Erkenntnisse von Hertz, bezieht jedoch nicht nur die Wechselwirkung an der Kontaktfläche mit ein, sondern auch die molekulare Anziehung in der ringförmigen „Nicht-Kontaktzone“ (Derjaguin et al. 1975; Bhushan 2001). Dies führt zu größeren effektiven Kontaktradien und Adhäsionskräften (Tykhoniuk et al. 2007). Des Weiteren wird in diesem Modell die Verformung der Kontaktfläche als Folge der aufgebrachten Normalkraft in das Modell integriert. Der Kontaktradius wird mit folgender Formel berechnet (Derjaguin et al. 1975):

$$R_c^3 = FDR_s + 2\pi\gamma_{12}R_s^2D \quad (2.7)$$

Die Eindringtiefe wird mit der Gleichung (2.4) von Hertz berechnet.

Sowohl JKR als auch DMT spiegeln Extremfälle der Materialpaarung wider, deswegen hat Maugis ein Modell entwickelt, das anhand eines Parameters entscheidet, welches der beiden Modelle geeigneter ist und zwischen ihnen interpoliert (Bhushan 2001; Maugis und Pollock 1984; Johnson und Greenwood 2008; Maugis 1995).

Keines der hier diskutierten oder vorgestellten Modelle berücksichtigt eine Last- und Zeitabhängigkeit der Adhäsionskraft, mit der Folge, dass die Modelle nur dann gelten, wenn keine plastische Verformung stattfindet (Tykhoniuk et al. 2007). Da in beiden Fällen die Adhäsion linear mit dem reduzierten Radius ansteigt, wird die Adhäsionskraft häufig in Abhängigkeit von dem Radius angegeben (Tykhoniuk et al. 2007; Derjaguin et al. 1975; Johnson et al. 1971; Stegemann et al. 2007; Zou et al. 2006).

Die Adhäsion nimmt jedoch durch eine vergrößerte Kontaktfläche zu und ist somit sowohl von der Kontaktzeit als auch von der aufgebrachten Normalkraft abhängig (Tykhoniuk et al. 2007). Insbesondere die inelastische Kontaktabflachung führt laut Tomas zu einer signifikanten Erhöhung der Adhäsionskraft in Abhängigkeit von der aufgebrachten Normalkraft (Tomas 2007a). Die Erhöhung der Adhäsion und die Verformung der Oberfläche stehen in direkter Wechselwirkung miteinander, weil zum einen die

Verformung von den wirkenden Kräften und zum anderem die wirkenden Kräfte von der Geometrie der Körper abhängig ist.

Um diese Abhängigkeit zu quantifizieren hat Tomas ein Modell entwickelt, das auf den Grundlagen der bereits vorgestellten Modelle basiert und zusätzlich die Aspekte des Fließens, der Normalkraft und der daraus resultierenden Verformung einbezieht. Die Partikel im Kontakt werden mit einer statischen Normalkraft F_N belastet. Sobald die Partikel getrennt werden, tritt eine Adhäsionskraft auf, die durch die van-der-Waals-Kräfte hervorgerufen wird und die dann zu einer Kontaktabflachung führen kann. Bei sehr kleinen Kräften kann die elastische Kontaktabflachung mit der Hertz'schen Kontakttheorie beschrieben werden. Steigt die Normalkraft, beginnt das Fließen an dem Punkt Y und ein linearer plastischer Verformungsbereich bildet sich heraus und anhand der Steigung des Bereiches kann die elastisch-plastische Kontaktsteife bestimmt werden. Bei hohen Steigungen ist eher ein steifes Verhalten und bei kleinen Steigungen eher ein weiches Verhalten zu erwarten. An dem Punkt U wird die maximale Normalkraft erreicht. Außerdem befindet sich oberhalb der Fließgrenze in dem elastischen Kontaktbereich ein ringförmiges plastisch verformtes Kontaktzentrum (vgl. Abbildung 2.6).

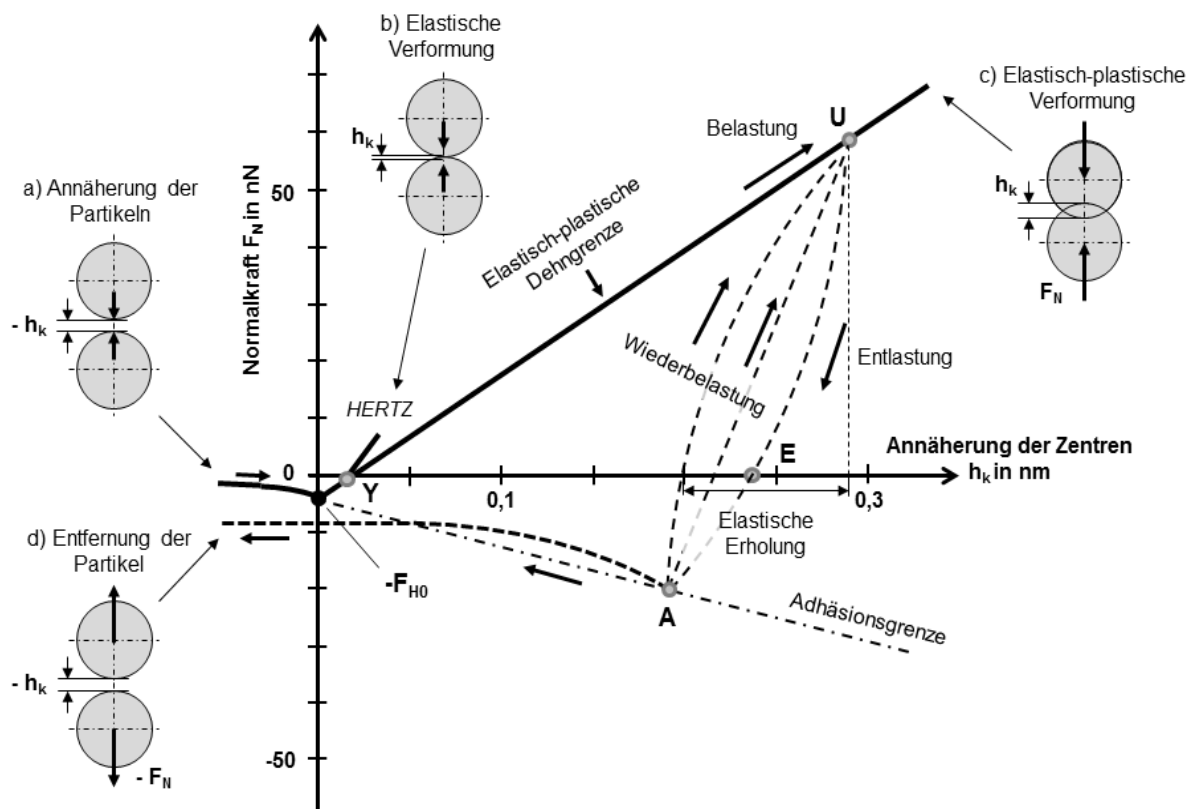


Abbildung 2.6: Charakteristisches Diagramm von Normalkraft gegenüber Verschiebung mit Kontaktabflachung (vgl. Tomas 2007a)

In diesem Modell wird auch eine mögliche Entlastung betrachtet, hierbei gibt es eine Erholung entlang der Hertzkurve bis an dem neutralen Punkt die Nullkraft erreicht wird, um weiter zu entlasten muss eine Zugkraft aufgebracht werden. Der Kontakt bricht ab, wenn die maximale Zugkraft im Punkt A erreicht ist. Außerdem geht das Modell auf ein wiederholtes Be- und Entlasten ein, wobei die Fläche zwischen der Be- und Entlastungskurve die Energiedissipation widerspiegelt (Tykhoniuk et al. 2007; Tomas 2007a, 2007b; Luding 2004, 2008).

Da dieses Modell sehr komplex und aus diesem Grund für den Aufbau einer Simulation nicht geeignet ist, hat Luding et al. ein vereinfachtes Modell entwickelt, das den Hertz Bereich am Anfang völlig vernachlässigt und direkt ein lineares Verhalten nutzt. Des Weiteren gibt es bei der Be- und Entlastung keine Hysterese, sondern ein lineares Verhalten (Luding 2004, 2008).

In jedem der hier vorgestellten Modelle wird plastisches Verhalten entweder vollkommen außer Acht gelassen oder nur durch die Normalkraft verursacht. In der Realität jedoch bewegen sich Sphären auch lateral über eine Oberfläche, so dass hierbei Wechselwirkungen zu beobachten sind. Auf dieses wird im Weiteren näher eingegangen um zu verdeutlichen, welchen Effekt das auf den Kontakt zwischen einer Oberfläche und einer Sphäre hat.

2.2.2 Weitere Einflüsse auf die Adhäsion

Neben den oben aufgeführten Einflüssen der Normalkraft und der Belastungsdauer auf die Adhäsion haben auch die Größe der verwendeten AFM-Spitze, die Luftfeuchtigkeit und die Rauheit der Oberfläche starken Einfluss auf die Adhäsion.

Die Adhäsion ist bei einer ideal glatten Spitze linear abhängig von dem Radius R der Spitze. Dieser lineare Zusammenhang gilt jedoch nicht, wenn die Oberfläche oder die Spitze eine Rauheit aufweisen (Stegemann et al. 2007; Yoon et al. 2003; Bhushan und Sundararajan 1998; Liu et al. 2007).

Die Adhäsion wird stark durch die Rauheit beeinflusst, da Rauheit eine Änderung der realen Kontaktfläche darstellt. Dies führt dazu, dass die berechnete van-der-Waals-Kraft immer größer, als die gemessene Adhäsionskraft ist, weil durch die Rauheit die Kontaktfläche der Spitze und der Oberfläche reduziert wird (Kappl und Butt 2002; Stegemann et al. 2007).

Bei einer nanoskaligen Rauheit wird der Abstand zwischen der Bulk-Oberfläche und der Spitze durch Rauheitsberge erhöht wodurch die van-der-Waals-Kraft zusätzlich sinkt. Im

Allgemeines gilt, bei steigender Rauheit sinkt die reale Kontaktfläche und somit wird die Adhäsion reduziert (Burton und Bhushan 2005). Laut Gao ist die Adhäsion an der Grenzfläche eine Funktion der Anzahl der molekularen Wechselwirkungen, die aus der realen Kontaktfläche abgeschätzt werden kann. Die reale Kontaktfläche ist proportional zu der Anzahl von Wechselwirkungsatomen (Ramakrishna et al. 2013; Gao et al. 2004). Diese Aussage wird von Hooton et al. gestützt, die bei einer Untersuchung von kohäsiven Pulvern herausfanden, dass die kurzreichweiten Van-der-Waals-Kräfte bei einer erhöhten Kontaktfläche stärker wirken können (Hooton et al. 2003).

Im Folgenden werden Modelle vorgestellt, die den Einfluss der Rauheit auf die Adhäsionskraft beschreiben, da die Modelle von JKR und DMT dieses nicht mit einbeziehen. Laut Kumar hat jede real genutzte Oberfläche eine finite Rauheit, durch diese kommt es zu einer uneinheitlichen Spannungsverteilung über der Oberfläche (Kumar et al. 2013).

Iida et al. hat ein Modell entwickelt, das die Wechselwirkung zwischen einem Partikel und einem Rauheitsberg beschreibt. Allerdings wird bei diesem Modell die Wechselwirkung zwischen dem Partikel und der darunterliegenden Oberfläche vollständig außer Acht gelassen und damit insbesondere bei geringen Rauheitswerten die Adhäsion unterschätzt (Iida et al. 1993; Rabinovich et al. 2000).

Hingegen wird in dem sogenannten Rumpf Modell bei der Beschreibung der Wechselwirkung zwischen einer Oberflächenunebenheit und einem sphärischen Partikel der Einfluss der anziehenden Kraft der umliegenden Oberfläche mit einbezogen. Bei diesem Rumpf Modell wird der Rauheitsberg auch als Sphäre beschrieben, wobei diese wesentlich kleiner als der sphärische Partikel sein muss (siehe Abbildung 2.7).

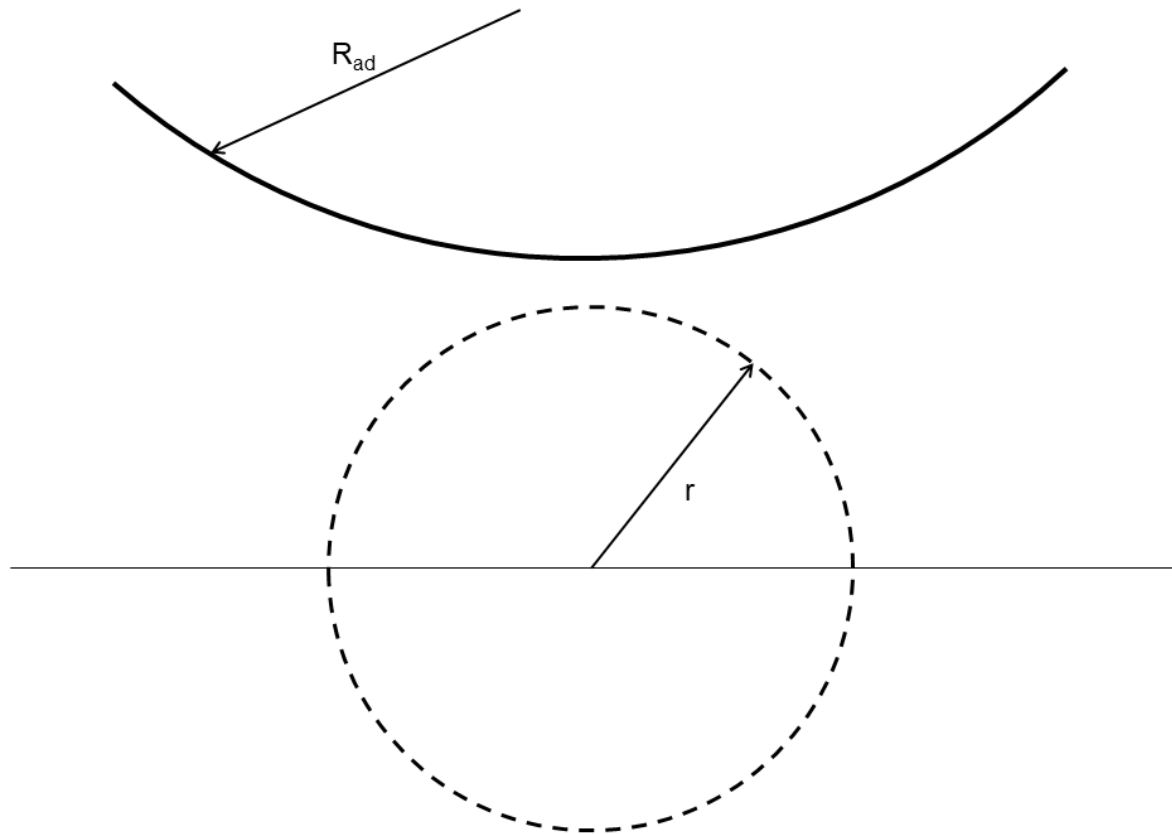


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung des Rumpf-Modells (vgl. (Rabinovich et al. 2000))

Die gesamte van-der-Waals-Wechselwirkung wird durch zwei Terme beschrieben, wobei der erste Term die Wechselwirkung zwischen dem Partikel und der Oberflächenunebenheit im Kontakt beschreibt. Der zweite Term beschreibt die „nicht-Kontakt“ Wechselwirkung zwischen dem Partikel und der flachen Oberfläche. Zur mathematischen Beschreibung der Adhäsionskraft F_{ad} wird das DMT-Modell genutzt:

$$F_{ad} = \frac{A_H}{6H_0^2} \left(\frac{rR_{ad}}{r + R_{ad}} + \frac{R_{ad}}{\left(1 + \frac{r}{H_0}\right)^2} \right) \quad (2.8)$$

wobei A_H die Hamaker-Konstante, H_0 der geringste Abstand zwischen den Flächen und R_{ad} der Radius des haftenden Partikels ist. Die fehlerhafte Annahme des Rumpf-Modells, dass die sphärischen Rauheitsberge ihren Mittelpunkt immer an der Oberfläche haben, führt zu Fehlern bei der Beschreibung der Rauheit insbesondere bei der Beschreibung von einem Platte/Platte Kontakt. Dieses ist sowohl bei einer sehr kleinen als auch bei einer sehr großen Rauheit der Fall (Rabinovich et al. 2000). Ein weiterer Nachteil dieses Modells ist, dass die Beschreibung der Rauheit nicht adäquat über den Radius des Rauheitsberges beschrieben werden kann (Kumar et al. 2013).

In der Arbeit von Rabinovich wurde das Modell von Rumpf durch Nutzung einer Korrelation zwischen dem root-mean-squared Rauheitswert (RMS) und des Radius des Rauheitsberges modifiziert mit dem Vorteil, dass zunächst der Radius eines einzelnen Rauheitsberges nicht bestimmt werden muss.

$$F_{ad} = \frac{A_H R_{ad}}{6H_0^2} \left(\frac{1}{1 + \frac{R_{ad}}{1,48RMS}} + \frac{1}{\left(1 + \frac{1,48RMS}{H_0}\right)^2} \right) \quad (2.9)$$

Auch bei diesem Modell liegt der Mittelpunkt des Rauheitsberges auf der Oberfläche. Insbesondere für den Grenzfall von $RMS = 0$, bei dem der Radius des Rauheitsberges unendlich betragen würde, ist dies unmöglich. Da der Mittelpunkt des Rauheitsberges unter der Oberfläche liegen muss, haben Rabinovich et al. das Modell mit dieser Anforderung erneut weiterentwickelt.

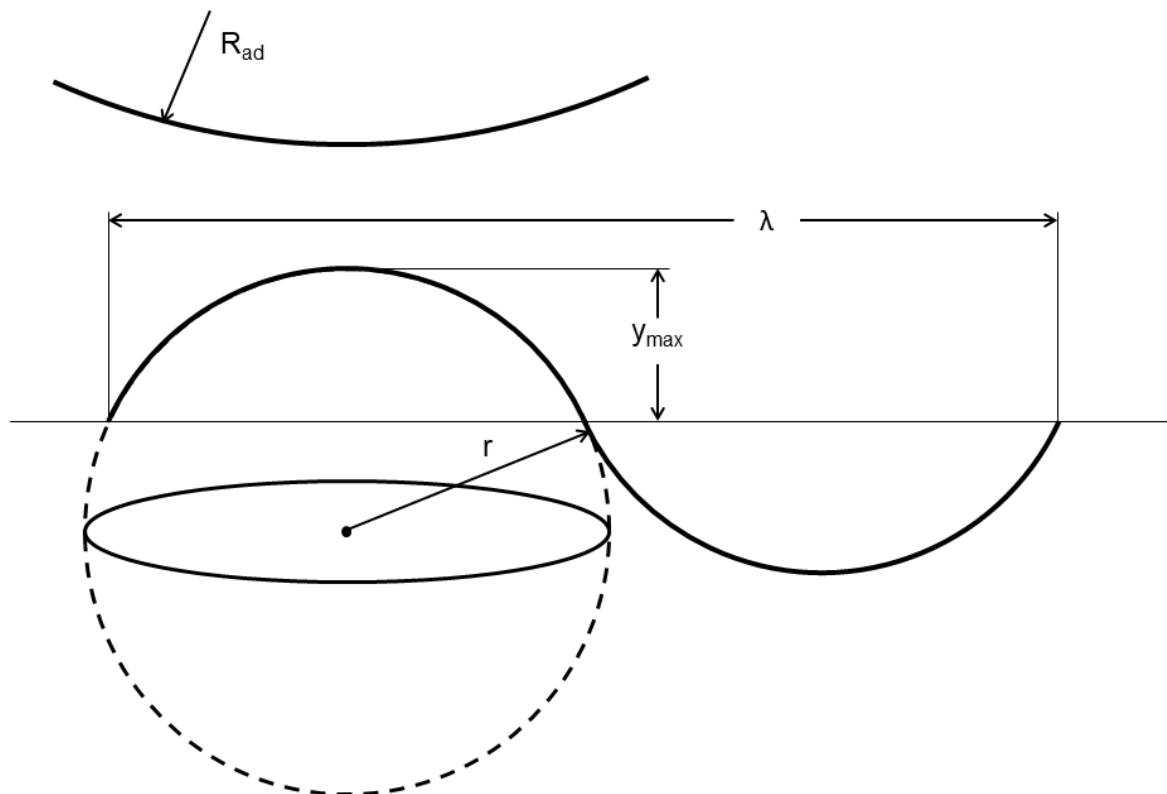


Abbildung 2.8: Modifiziertes Modell nach Rabinovich et al. (vgl. (Rabinovich et al. 2000))

In diesem modifizierten Modell (siehe Abbildung 2.8) wird als neuer Parameter die Breite des Rauheitsberges, als Abstand von Rauheitsberge zu Rauheitsberg λ einbezogen. Außerdem wird davon ausgegangen, dass die Oberfläche eine dichte Packung von Bergen und Tälern ist und zusätzlich wird die Konstante $k_1 = 1,817$ eingeführt, die das Verhältnis von y_{\max} zu RMS darstellt (Rabinovich et al. 2000; Kumar et al. 2013).

$$F_{ad} = \frac{A_H R_{ad}}{6H_0^2} \left(\frac{1}{1 + \frac{32Rk_1RMS}{\lambda^2}} + \frac{1}{\left(1 + \frac{k_1RMS}{H_0}\right)^2} \right) \quad (2.10)$$

Der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf die Adhäsion kann bei Werten von weniger als ca. 60 % Luftfeuchtigkeit vernachlässigt werden. Dieses bestätigte sich in mehreren Arbeiten, bei denen die Adhäsion bei verschiedener Luftfeuchtigkeit gemessen wurde. In der Arbeit von Butt et al. steigt die Adhäsion bis zu einer Luftfeuchtigkeit von 70 % nur sehr langsam. Bei der Änderung von 70 % auf 80 % springt sie jedoch von 50 mN/m auf 500 mN/m aufgrund von kapillarer Kondensation (Kappl und Butt 2002; Jones et al. 2002). Diese Annahme wird in der Arbeit von Mo et al. gestützt, hier ist die Adhäsion bei einer relativen Luftfeuchte von 65 % so hoch, dass sie nicht mehr messbar ist (Mo et al. 2009).

2.2.3 Reibung und Verschleiß

Da der durch Reibung verursachte Verschleiß in der Praxis immer wieder zu katastrophalen Ausfällen führt, wird in diesem Kapitel dieser durch Reibung entstehende Verschleiß der Sphären näher untersucht, mit dem Ziel den Einfluss des Verschleißes auf die Adhäsion zu bestimmen.

Laut Ramakrishna et al. hängen die Reibungseigenschaften stark von der Messskala ab (Ramakrishna et al. 2013; Mo et al. 2009). Die Reibung findet auf den drei Größenskalen Makro-, Mikro und Nanoreibung statt (Broitman 2014; Zou et al. 2006; R.W. Carpick, J. R. VanLangedon, E. H. Wilson, and K. Sridharan 2001).

Da gleichzeitig Reibung, Verschleiß und Verformungsmechanismen auf verschiedenen Skalen und in verschiedenen Arten auftreten, ist es sehr komplex den realen Reibkontakt abzubilden (Holmberg und Matthews 2014).

Sinkt die Größenskala, werden die Ausfälle drastischer, da das Oberfläche- zu- Volumenverhältnis steigt und folglich die Oberflächenkräfte wie Reibung und Adhäsion die mechanischen Eigenschaften des Systems dominieren (Stegemann et al. 2007; Zou et al. 2006).

Auf der makroskopischen Skala wird die Reibungskraft F_{fr} mit dem Ammont'schen Gesetz mit dem Reibungskoeffizienten μ und der Normalkraft N beschrieben (Broitman 2014).

$$F_{fr} = \mu N \quad (2.11)$$

Die Reibung führt zu plastischer und elastischer Verformung und kann sogar zum Bruch der Kontaktflächen führen. Der Verschleiß W_v , also der Masseverlust, wird auf dieser

Skala durch Archard's Gesetz mit dem reduziertem E-Modul K , der Gleitstrecke s , der aufgebrachten Last P und dem Fließdruck p_m des weicheren Materials beschrieben (Broitman 2014; Archard und Hirst 1956; Liu et al. 2010):

$$W_V = Ks \frac{P}{p_m} \quad (2.12)$$

wobei sowohl der Verschleiß, als auch die Reibung, unabhängig von der Kontaktfläche berechnet werden.

In der Mikrotribologie wird ein trockener Kontakt zwischen zwei Oberflächen betrachtet. Da die meisten Oberflächen auf der Mikroskala eine Rauheit aufweisen ist die reale Kontaktfläche kleiner und dadurch tritt nur eine Wechselwirkung zwischen den Rauheitsspitzen auf. Auf Grund dieser Erkenntnis haben Bowden und Tabor ein Modell entwickelt, bei dem die Reibung durch das Ineinandergreifen von Rauheitsspitzen hervorgerufen wird und damit die Reibkraft proportional zur realen Kontaktfläche $\sum A_{asp}$ ist, die sich aus der Summe der Kontaktflächen der einzelnen Oberflächenunebenheiten ergibt. Mit anderen Worten, die Reibkraft ist proportional zu der Anzahl von Atomen, die am Kontakt in einer chemischen Wechselwirkung stehen (Stegemann et al. 2007; Lantz et al. 1997; Mo et al. 2009).

$$F_{fr} = \tau \sum A_{asp} \quad (2.13)$$

Hierbei ist τ die Scherspannung.

Damit die Rauheit als Einfluss abgezogen werden kann, wurden viele Modelle über einzelne Rauheitsberge entwickelt (Mo et al. 2009). Der Kontakt entsteht an der Verbindungsstelle von zwei Rauheitsspitzen und wird durch den Kontaktdruck und die Adhäsion definiert. Wenn eine Normalkraft auf den Kontakt der zwei Rauheitsspitzen wirkt, wird durch elastische und/ oder plastische Deformation die Kontaktfläche erhöht. Die Beschreibung der Reibung erfolgt dann auf Basis des Hertz'schen Ansatzes, wobei die Reibkraft zu $N^{2/3}$ proportional ist (Broitman 2014; Lantz et al. 1997; Ueber die Berührung fester elastischer Körper 1882; Fuller und Tabor 1975; Hertz 1881).

$$F_{fr} = S\pi \left(\frac{RN}{K} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (2.14)$$

Neu eingeführt wird in Formel 2.14 die Schubspannung S .

Johnson und Greenwood haben das Modell von Fuller und Tabor erweitert, indem sie die gesamte Kontaktfläche, die Kontaktlast und die Abhängigkeit von der Adhäsion mit in ihr Modell einbezogen haben (Johnson und Greenwood 2008; Fuller und Tabor 1975; Greenwood und Williamson 1966). Dies ist sehr bedeutsam, weil laut Hu und Martini die Adhäsion einen großen Einfluss auf den Verschleiß von Nanokontakten hat. Dieser Zusammenhang begründet sich wie folgt: ist die Adhäsion oder die

Grenzflächenbindungen größer, können mehr Atome von der einen auf die andere Oberfläche übertragen werden mit der Konsequenz, dass Adhäsion und Verschleiß zusammen sinken und steigen. Dies gilt nur für eine ideal glatte Oberfläche, wird jedoch Rauheit mit einbezogen, verändert sich das Verschleißverhalten mit der Rauheit (Hu und Martini 2015).

Die Oberflächenrauheit beeinflusst sowohl das adhäsive als auch das abrasive Verschleißverhalten. Das adhäsive Verschleißverhalten verhält sich proportional zur aufgebrauchten Kraft und der Gleitstrecke und ist antiproportional zur Rauheit. Demgegenüber verhält sich die Abrasion zu allen drei Größen proportional. Aus diesen dargestellten Zusammenhängen folgt, dass es eine optimale Rauheit gibt, bei der der Verschleiß minimal ist (Hu und Martini 2015).

Zusätzlich zu den allgemeinen Ausführungen zu Reibung und Verschleiß auf unterschiedlichen Skalen, soll in dieser Arbeit insbesondere auf den durch ein AFM erzeugten Verschleiß näher eingegangen werden.

Die Arbeit von Bhushan beschreibt Reibversuche mit dem AFM auf Siliziumoberflächen, bei denen die Spurtiefe bei steigender Last zunimmt. Bis zu einer Last von 40 μN sind nur die Verschleißmarken sichtbar, bei höheren Lasten liegen Verschleißteilchen am Rand der Spur. Es werden sowohl schneidartige Verschleißpartikel, als auch bandartige Verschleißpartikel dokumentiert (Bhushan und Sundararajan 1998).

In dieser Arbeit wurde sowohl der Effekt der aufgebrauchten Last als auch der Effekt der Geschwindigkeit gemessen mit dem Ergebnis, dass die Geschwindigkeit bei Kratzversuchen mit dem AFM keinen Einfluss auf den Verschleiß hat. Neben diesen Versuchen auf reinem Silizium wurden auch DLC-Oberflächen untersucht. Diese zeigten eine gute Verschleißfestigkeit und versagten nur an Fehlstellen und zeigten somit ein ungleichmäßiges Verschleißverhalten (Bhushan und Sundararajan 1998). Besondere Bedeutung für diese Arbeit hat die Feststellung, dass es während einer AFM-Messung im Kontakt-Modus zu Verschleiß der Oberfläche, der Spitze oder sogar von beidem kommen kann (Hu und Martini 2015).

Sowohl auf der Nano- als auch auf der Mikroskala ist der Verschleiß einer DLC-Oberfläche am Anfang der Belastung größer, bis sich nach den ersten Kontakten eine Transferschicht bildet, die wie eine Schmierung wirkt (Riedo et al. 2001).

2.3 Theoretischer Hintergrund Abrasion

2.3.1 Verschleißmechanismus Abrasion

Laut Czichos ist Abrasion ein sehr bedeutender Schadensmechanismus, der zu vielen Ausfällen führt. Moore geht sogar einen Schritt weiter und sagt, dass Abrasion der meist verbreitete Grund für mechanische Schäden ist.

Moore teilt den Verschleiß durch Abrasion in drei verschiedene Arten ein:

- Durch Eingriff eines abrasiven Körpers in ein Bauteil
- Durch den Beschuss von abrasiven Partikeln
- Durch abrasive Fluide

Allgemein beschreibt Moore Abrasion als das Abtragen eines Materials durch eine einachsige Gleitbewegung von einem diskreten Abrasivpartikel auf einem anderen Material (Moore 1974).

Abrasion tritt auf, wenn der Gegenkörper härter und rauer als der Grundkörper ist und es zu einer Relativbewegung zwischen den beiden Beanspruchungspartnern kommt. Abrasion kann in vier verschiedene Detailprozesse aufgeteilt werden (Zum Gahr 1982):

1. Mikropflügen: Hierbei wird der Werkstoff stark plastisch verformt und an den Furchungsrändern aufgeworfen.
2. Mikroermüden: Ist eine lokale Werkstoffermüdung durch wiederholte mikropflügende Beanspruchung, die durch mehrere Teilchen hervorgerufen wird. Dieser Prozess kann auch der Oberflächenzerrüttung zugeordnet werden.
3. Mikrospanen: Bei diesem Prozess bildet sich vor dem abrasiv wirkenden Teilchen ein Mikrospan.
4. Mikrobrechen: Dieser tritt vor Allem bei spröden Grundkörpern auf, wenn eine kritische Spannung überschritten wird, kommt es zur Rissbildung und Ausbreitung.

In diesem Kapitel werden nur das Mikropflügen und –spanen betrachtet. Khrushchev und Babichev vertreten sogar die Auffassung, dass nur Mikropflügen und -spanen direkt der Abrasion zugeordnet werden können (Khrushchev, M. M and Babichev, M. A 1956).

Um den jeweiligen Anteil vom Mikrospanen und -pflügen auf den abrasiven Verschleiß ermitteln zu können, wird der sogenannte f_{ab} -Wert eingeführt. Wesentliche Voraussetzung für die Bestimmung dieses Wertes ist es, dass die Geometrie der Verschleißfurche bekannt ist um die, in Abbildung 2.9 dargestellten Anteile aufteilen zu können.

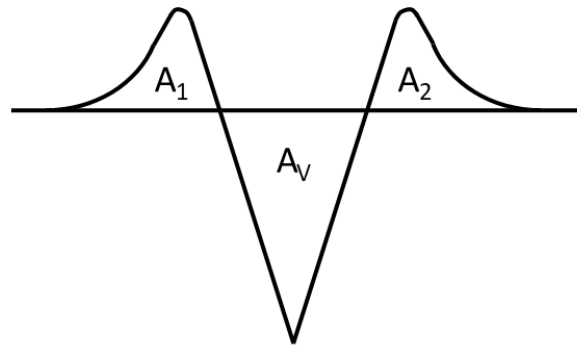


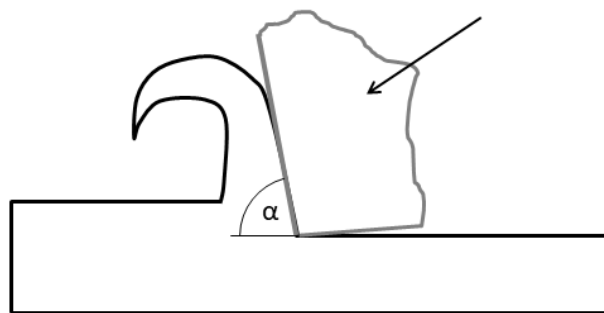
Abbildung 2.9: Geometrie der Verschleißfurche

Anschließend kann mit der folgenden Formel 2.15 der f_{ab} -Wert berechnet werden:

$$f_{ab} = \frac{A_v - (A_1 + A_2)}{A_v} \quad (2.15)$$

Nimmt f_{ab} den Wert 0 an, dann wirkt ausschließlich der Detailprozess Mikropflügen, bei $f_{ab} = 1$ ist Mikrospanen der alleinig wirkende Prozess. Wenn f_{ab} größer als 1 ist, dann tritt Mikrobrechen auf.

In welchem Verhältnis sich die Anteile der Prozesse zusammensetzen, hängt wesentlich von dem Neigungswinkel des abrasiven Kontaktpartners ab. Je steiler der abrasive Kontaktpartner auf dem Grundkörper steht, also je größer der Angriffswinkel α (siehe Abbildung 2.10) wird, umso höher ist der mikrospanende Anteil und der Verschleiß erhöht sich.

Abbildung 2.10: Angriffswinkel α

Laut Mulhearn und Samuels muss, damit Plättchen durch Mikrospanen entstehen können, ein kritischer Winkel überschritten werden, dieser hängt von dem verwendeten Grundmaterial und dem Reibkoeffizienten zwischen dem abrasiven Partikel und dem Grundmaterial ab (Mulhearn und Samuels 1962).

Nach Aussagen von Rabinowicz steigt das abrasive Verschleißvolumen bei reinem Mikrospanen linear mit der Normalkraft und dem Weg, den der abrasive Partikel über die

Oberfläche kratzt. Hierbei ist das Verschleißvolumen abhängig von dem Neigungswinkel des abrasiven Kontaktpartners und der Härte des Grundkörpers. In diesem Zusammenhang stellten Krushchov und Babivech heraus, dass die Härte des abrasiven Partikels, auch wenn dieser wesentlich härter als der Grundwerkstoff ist, keinen Einfluss auf die Abrasion hat (Rabinowicz 1965; Khrushchev, M. M and Babichev, M. A 1956).

Wenn das gesamte Verschleißvolumen W_v sowohl aus Mikrospanen als auch aus Mikropflügen berechnet werden soll, so ist die Geometrie der Verschleißfurche ebenfalls mit einzubeziehen und es ergibt sich mit dem Verschleißweg s_v :

$$W_v = f_{ab} A_v s_v \quad (2.16)$$

Die Härte des abrasiven Gegenkörpers, solange diese um ein Vielfaches höher ist als die des Grundkörpers, zeigt keinen Einfluss auf das abrasive Verschleißvolumen, wohingegen die Partikelform den Verschleiß stark verändert. Diese Feststellung wird gestützt durch die Aussage von Haworth, dass durch einen weichen kantigen Partikel mehr Verschleißvolumen erzeugt wird, als durch einen runden harten Partikel (J. T. Burwell 1957-58; Moore 1974; Haworth 1949).

Moore hebt hervor, dass die Form des Partikels vor allem den Anteil von Mikrospanen und -furchen bei der Messung beeinflusst. Mikrospanen nimmt zu, wenn die Flächenpressung durch eine kleinere Fläche des abrasiven Partikels steigt (Moore 1974).

Die Aussage von Krushchov und Babivech, die Verschleißbeständigkeit eines reinen Metalls ist linear abhängig von der Grundkörperhärte zeigt, dass die Härte des Grundkörpers einen entscheidenden Einfluss auf das abrasive Verschleißvolumen hat (Khruschov 1974; Khrushchev, M. M and Babichev, M. A 1956). Um dieses näher zu verdeutlichen wird das Verhältnis von der Bauteilhärte zur Härte des Verschleißkörpers gegenüber dem Verschleißvolumen aufgetragen (vgl. Abbildung 2.11). In dieser grafischen Darstellung wird zwischen einer Hoch- und Tieflage unterschieden, wobei bei der Hochlage das Verschleißvolumen groß ist. Die Verschleißhochlage ist im Bereich von $r < 0,6$ und die Tieflage beginnt bei $r > 1,2$.

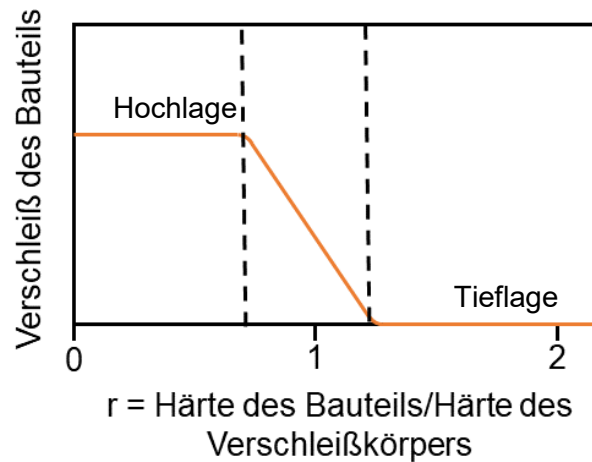


Abbildung 2.11: Verschleiß Hoch- und Tieflage

In dieser Arbeit wird die Abrasion zwischen Partikel und der Oberfläche durch einen Kratzversuch mit dem Nanoindenter nachgebildet. Im Verlauf des Versuches wird der Reibungskoeffizient zur Quantifizierung der Änderungen mittels der Formel 2.11 bestimmt. Um die Einflüsse auf den Reibungskoeffizienten bestimmen zu können, werden im Folgenden kurz die verschiedenen Reibungsmechanismen erläutert, wobei der Reibungskoeffizient sich aus der Summe der Einzelmechanismen zusammensetzt.

In der Literatur werden vier Reibungsmechanismen beschrieben:

- Adhäsion,
- Elastische Hysterese,
- Furchung,
- Plastische Deformation.

Der Energieverlust bei dem Reibmechanismus Adhäsion wird dadurch hervorgerufen, dass durch die Relativbewegung molekulare oder atomare Bindungen zwischen dem Grund- und Gegenkörper wieder aufgebrochen werden. Laut Woska und Tabor hängt die Stärke der Adhäsionskomponente der Reibung zum einen von Mikrokontaktflächen ab, was wiederum hauptsächlich durch das Formänderungsvermögen der Kontaktpartner bestimmt wird (Woska und Barbehön 1982; Tabor 1981). Und zum anderen davon, wie die Adhäsionsbindung gebildet wird, hierauf wirken die Elektronenstruktur, die Oberflächenschicht und auch die Zwischenschicht sowie das jeweilige Umgebungsmedium ein (Czichos 2015).

Im Gegensatz zu der Adhäsion wird bei den drei anderen Reibmechanismen Energie durch mechanische Wechselwirkung umgewandelt.

Bei der plastischen Deformation ergibt sich der Energieverlust durch Tangentialbewegungen, die durch Verformung der Rauheitshügel, der sich berührenden

Körper hervorgerufen werden. Der Anteil der plastischen Deformation des Reibkoeffizienten f_d wird durch Dreschers Fließliniendeformationsmodell beschrieben:

$$f_d = \frac{A_R}{N} \tau_{max} F\left(\frac{\tau_s}{\tau_{max}}\right) = \lambda_p \tan\left(\arcsin\left(\frac{\sqrt{2}(2+g)}{4(1+g)}\right)\right) \quad (2.17)$$

Dabei ist τ_{max} die resultierende Schubfestigkeit, τ_s , die mittlere Grenzflächenscherfestigkeit und λ_p der Plastizitätsanteil. Bei diesem mathematischen Zusammenhang ist ersichtlich, dass die plastische Deformation zum einen von der realen Kontaktfläche A_R abhängt und zum anderen durch den Plastizitätsanteil λ_p , eine Funktion der Härte und des E-Moduls, bestimmt wird.

Im Gegensatz zur plastischen Deformation wird bei der Oberflächenfurchung vorausgesetzt, dass die Härte des Kontaktpartners wesentlich höher als die des Grundkörpers ist. Unter Zugrundelegung dieser notwendigen Voraussetzung, kann der Anteil des Reibungskoeffizienten f_f durch folgende Formel mit c , einem empirischen Vorfaktor, K_{IC} , der Bruchzähigkeit und H , der Härte:

$$f_f = c \frac{K_{IC}^2}{E(HN)^{\frac{1}{2}}} \quad (2.18)$$

mathematisch beschrieben werden. Hierbei führt eine höhere Härte zu einem geringeren Reibungskoeffizienten (Zum Gahr 1982).

Die elastische Hysterese wird in dem Grundlagenwerk „Tribology for Engineers“ von Jimenez und Bermudez als die Zeit beschrieben, die ein Feststoff benötigt, um auf eine Veränderung von aufgebrachtten Kräften zu reagieren. Zusätzlich heben sie hervor, dass dieser Mechanismus vor Allem bei viskoelastischen Materialien, wie Polymeren, eine große Bedeutung hat (Jiménez und Bermúdez 2011).

2.4 Theoretischer Hintergrund Ermüdung

Auch Oberflächenzerrüttung tritt, wie in Tabelle 2.1 gezeigt, bei erosivem Verschleiß auf. Oberflächenzerrüttung beschreibt den Materialverlust durch eine periodische Beanspruchung der Oberfläche, durch die es zu einer Aufsummierung des Schadens kommt. Diese führt dann, bedingt durch wechselnde Zug- und Druckspannungen an und unter der Oberfläche zur Ermüdung der Probe. Insbesondere tritt dieses bei Belastungsfällen im Hertz'schen Kontakt auf, wie beispielsweise bei Zahnradpaarungen und Wälzlagern. Die Verschleißerscheinungen der Oberflächenzerrüttung ähneln stark denen der volumenbezogenen Ermüdung von Massivmaterial. So sind auch

Schwinglinien und Rastlinien vorhanden und wie in der Ermüdung wird auch die Oberflächenzerrüttung durch die Spannungsamplitude und die Anzahl der Zyklen beschrieben (Czichos 2015). Da in diesem Kapitel die Oberflächenzerrüttung im Zusammenhang mit der volumenbezogenen Ermüdung betrachtet wird, wird im Folgenden genauer auf das Thema der Ermüdung eingegangen.

Mit der nachstehenden Definition wird zunächst der Begriff „Ermüdung“ für die weitere Betrachtung verdeutlicht (Seidel 2007):

„Ermüdung ist die Werkstoffschädigung, hervorgerufen durch eine zyklische Beanspruchung. Sie ist immer mit einer lokal begrenzten plastischen Verformung verbunden und kann zum Bruch führen“

Während eines Ermüdungsprozesses wird eine Probe zyklisch belastet, hierbei werden Versetzungen im Werkstoff hin- und her bewegt. Diese Versetzungsbewegung findet hauptsächlich auf wenigen Gleitbändern statt und es kommt dann, bedingt durch die Wechselwirkung von diesen Versetzungen untereinander, zu einer dauerhaften Schädigung im Material (Seidel 2007).

2.4.1 Entwicklung der Ermüdungsforschung

In den folgenden Abschnitten wird auf die Entwicklung der Ermüdungsforschung näher eingegangen. Hierzu hat Schütz im Jahre 1996 einen sehr wertvollen Übersichtsartikel verfasst, in dem Meilensteine für die Ermüdungsforschung geordnet dargestellt wurden (Schütz 1996).

Die Anfänge der Ermüdungsforschung reichen fast 200 Jahre zurück. Im Jahr 1837 veröffentlichte Albert seine Versuchsergebnisse über die Ermüdung eiserner Kettenglieder im Bergbau, die er mit Hilfe eines von ihm erbauten Versuchsstandes analysierte (Albert 1837).

Allerdings wurde der Begriff Ermüdung in der Literatur erstmalig durch Braithwaite im Jahr 1854 für die Beschreibung des Versagens von Brauereiausrüstung, Wasserpumpen, Kardanwellen, Zugachsen und weiteren zyklisch belasteten Bauteilen verwendet (Braithwaite 1854).

Kurz darauf, im Jahre 1858 veröffentlichte Wöhler die Versuchsergebnisse zu der Ermüdung von Zugachsen, die er durch Verwendung einer Umlaufbiegeprüfmaschine erhielt (Wöhler 1858). Da diese Tests in der Zyklenzahl stark begrenzt waren, baute er eine neue Maschine, mit der axiale Biegetests ausgeführt werden konnten. Mit Hilfe dieser Maschine erhielt er Versuchsergebnisse, die die Grundlage für die bis zum

heutigen Tag bekannten Wöhlergesetze bilden. Paraphrasiert sagt das wohl von ihm Bekannteste aus: ein Material kann versagen, wenn ihm häufig wiederholt eine Spannung aufgelegt wird, auch wenn diese geringer ist als die statische Festigkeit. Wöhler hat in seiner weiteren Laufbahn viel Forschungsarbeit im Bereich der Ermüdung geleistet und beispielsweise „Faustregeln“ für die Auslegung von Eisenbahnachsen aufgestellt, die in der heutigen Zeit weiterhin noch Anwendung finden. Laut Schütz ist die Arbeit von Wöhler sehr umfassend, weil sie die Messung von Dienstlasten, die dazugehörigen Dienstspannungen, die Auslegung für eine finite Lebensdauer unter Einbeziehung von Statistik, der Beobachtung von Rissausbreitung und eine quantitative Aussage über den Kerbeffekt thematisiert (Schütz 1996).

Die „Wöhler-Kurven“ in der Form, in der sie heute aufgetragen werden, sind nur teilweise Wöhlers Verdienst. Hatte Wöhler die Messwerte bis dahin nur in Tabellenform dargestellt, überführte Spangenberg sie erstmals in die Form der SN-Kurven, in denen Spannungsamplitude gegenüber Lastspielzahl aufgetragen werden (Spangenberg 1875). Anschließend hat Basquin die doppelt-logarithmische Form etabliert, aus der der Spannungsexponent berechnet werden kann (Basquin 1910). Aufgrund der hohen Anzahl und Vielfalt vorliegender Arbeiten und Erkenntnisse, kann im Weiteren nur noch auf wesentliche Aspekte der Ermüdungsforschung eingegangen werden.

Hierbei ist sicherlich auf den im Jahre 1886 durch Bauschinger beschriebenen Effekt hinzuweisen, dass sich bei mehrmaliger zyklischer Spannung auch die elastische Grenze eines Werkstoffs ändert, der eine wichtige Basis für das Manson-Coffin Gesetz ist (Bauschinger 1886). Eine metallurgische Beschreibung durch Dokumentation von Gleitbändern auf der Oberfläche von ermüdeten Proben erfolgte dann durch Ewing und Humfrey im Jahre 1903 (Ewing, J. A., Humfrey, J. C. W. 1903). Daraufhin entstanden weitere Arbeiten über die metallurgischen Effekte der Ermüdung, allerdings wird an dieser Stelle auf diese nicht weiter eingegangen.

In den vergangenen Jahren bis in die heutige Zeit konnten in der Ermüdungsforschung wesentliche Fortschritte durch Einbeziehung verschiedener Einflüsse wie z. B. Rauheit, Korrosion, Oberflächenbehandlung und vieles mehr erzielt werden. Darüber hinaus wurde auch viel Aufwand in die Statistik von Versuchsdaten investiert und es wurden Verteilungen gefunden, die die Ermüdungsdaten gut beschreiben.

An dieser Stelle muss der Wissenschaftler Thum hervorgehoben werden, der eine umfassende Arbeit, mit in Summe 524 Veröffentlichungen in den Jahren 1922 bis 1950 zu fast allen Teilgebieten der Ermüdung geleistet hat (Thum, A., u. W. Buchmann 1932; Schütz 1996).

Ermüdung ist ein Phänomen, das uns auch in der heutigen Zeit, bei allem was zyklisch belastet wird, immer wieder begegnet. Angefangen bei dem Rad-Schiene System (Zug-Unglück-Enschede), Flugzeugen und Fahrradpedalen sowie bei der Stromerzeugung, Sportgeräten, Automobilen, Schiffen, Brücken und in vielen weiteren alltäglichen Anwendungen kann Ermüdung zum Versagen eines Bauteiles führen. Darüber hinaus kann aber auch eine wechselnde thermische Belastung, wie beispielsweise bei Gasturbinen, zur Ermüdung führen. Diese Aufzählung verdeutlicht, Ermüdung ist zwar ein alt bekanntes Phänomen, hat aber immer noch eine aktuelle und wichtige Bedeutung für viele technische und sicherheitsrelevante Anwendungen. Laut dem Grundlagenwerk Einführung in die Festigkeitslehre können 33 % aller bekannten Werkstoffschäden Ermüdungserscheinungen zugeordnet werden (Connolley, T, McHugh, P.E., Bruzzi, M. 2005; Pook 2007; Werkstoffermüdung und Schwingfestigkeit 2008).

2.4.2 Konventionelle Messmethoden für Ermüdung

Die folgenden Abschnitte beschäftigen sich zunächst kurz mit den konventionellen Methoden der Ermüdung und anschließend wird auf die Notwendigkeit eingegangen, warum neue Messmethoden zu entwickeln sind.

Laut Christ, sind gebräuchliche Versuchsaufbauten zur Bestimmung von Ermüdungseigenschaften folgende:

- Umlaufbiegeapparaturen,
- Wechselbiegeapparaturen,
- Wechseltorsionsspannungsapparaturen,
- Zug-Druck-Prüfsysteme.

Die letztgenannten besitzen aufgrund ihrer Vielzahl an Einsatzmöglichkeiten die größte Bedeutung. Es kann entweder die Kraft, der Weg oder die Dehnung bei einer solchen Maschine geregelt werden. Die kommerziell erhältlichen Prüfsysteme können Frequenzen in einem Bereich von 10 Hz – 130 Hz bei mechanischer Anregung, 130 Hz – 1000 Hz bei hydraulischer Anregung und Höchstfrequenzen von bis zu 20 kHz bei einer Anregung durch Ultraschall erreichen. Bei einer Anregung mit Ultraschall können 10^6 Zyklen in 50 Sekunden erreicht werden (Christ 2009).

Für die oben genannten Testmethoden sind die Probengeometrien durch die Einspannung in der Maschine fest vorgegeben. Durch die starke Streuung der Daten bei den Ermüdungsversuchen, was schon durch Wöhler angemerkt und durch die Weibullverteilung mathematisch behandelt wurde, ergibt sich, dass zur Bewertung des Ermüdungsverhaltens eines Metalls oder einer Legierung eine große Anzahl an Proben

benötigt wird. Kramer et al. sprechen von 20 Proben für einen konventionellen Ermüdungsversuch, bei dem eine Wöhler-Kurve aufgestellt wird (Li und Bhushan 2003; Virkler et al. 1979; Kramer et al. 2014).

2.4.3 Messmethoden für die Ermüdung kleiner Strukturen

Durch die Weiterentwicklung von Nanomaterialien, wie Nanodrähten, Nanofibers und Graphen haben sich laut Xu et al. die Anforderungen an Ermüdungsversuche in den letzten Jahrzehnten geändert, da es sich schwierig gestaltet, die geforderte Geometrie einer Zugprobe aus diesen Materialien herzustellen (Alsem et al. 2007; Li und Bhushan 2003; Xu et al. 2009). Aus diesem Grund ist es notwendig neue Methoden zur mechanischen Erforschung dieser Strukturen zu schaffen.

Doch nicht nur die genannten neuen Materialien stellen in der heutigen Zeit eine Herausforderung für die Ermüdungsforschung dar, sondern auch neue Bauteile, wie biomechanische Implantate, „MicroElectroMechanicalSystems“ (MEMS), Mikromaschinen und ähnliches. Die zu den MEMS Bauteilen gehörenden Beschleunigungsmesser, Drehratensensoren, medizinische Sensoren zur Druckmessung und auch Mikropumpen unterliegen einer Ermüdung und müssen dementsprechend ausgelegt werden. Ein weiteres neues Feld der mikromechanischen Bauteile wird durch Mikroturbinen und -motoren eröffnet, die in naher Zukunft marktreif sein werden und ebenso, wie makroskopische Motoren und Turbinen auch durch Ermüdung ausfallen können. Ein weiteres prägnantes Beispiel sind die in der Medizin zur Erweiterung der Venen eingesetzten Stents. Diese werden durch das regelmäßige Pumpen des Blutes durch die Gefäße ebenfalls zyklisch belastet, wodurch es dann auch hier zu Ermüdungserscheinungen kommen kann (Connolley, T, McHugh, P.E., Bruzzi, M. 2005).

Des Weiteren kann Ermüdung in Form von einer Oberflächenzerrüttung durch das Auftreffen eines Ensembles mikroskaliger Partikel hervorgerufen werden. Die bisher durchgeführten Versuche zeigen den gesamten Verschleiß einer Oberfläche durch Partikelerosion, wobei die Kombination von Oberflächenzerrüttung und weiteren Verschleißmechanismen, wie z. B. auch Abrasion, die nicht auf Ermüdung beruhen, auftreten. Wird der Einfall eines gesamten Partikelensembles auf eine Oberfläche betrachtet, werden automatisch verschiedene Einfallwinkel und -geschwindigkeiten beobachtet, die ihrerseits unterschiedliche Verschleißerscheinungen hervorrufen. Aus diesem Grund ist es kaum möglich, die einzelnen Einflussfaktoren auf einen Verschleißmechanismus zu separieren. Um dies zu ermöglichen muss eine Methode entwickelt werden, die den Einfall eines Partikels auf eine Oberfläche simuliert und dabei die folgenden Parameter eingestellt werden können:

- Einfallwinkel,
- Aufprallgeschwindigkeit,
- Anzahl der Aufpralle,
- Kraft beim Aufprall.

Auch wenn es nicht direkt ersichtlich ist, reiht sich Oberflächenzerrüttung in die vorher genannten Ermüdungsfälle auf kleiner Skala ein, da das Wechselwirkungsvolumen oberflächennah ist und bei geringen Partikelgeschwindigkeiten das Wechselwirkungsvolumen klein ist.

Die genannten neuen Werkstoffe und Bauteile sowie die damit verbundenen Fragestellungen stellen neue Herausforderungen an die Ermüdungsforschung.

Schon Wöhler hat einen Effekt der Bauteilgröße auf die Ermüdungseigenschaften erkannt und in seinen Richtlinien dünneren Achsen höher ertragbare Spannungen zugeordnet als dickeren Achsen (Wöhler 1858).

Die Veröffentlichung von Carpinteri beginnt mit der Aussage, dass es bekannt ist, dass Zugfestigkeit und Ermüdungsfestigkeit eines Materials mit zunehmender Probengröße abnehmen. Auch Connolley weist daraufhin, dass es Größeneffekte gibt und nicht einfach von Vollmaterialeigenschaften auf, die von kleinen Strukturen geschlossen werden kann (Carpinteri 2004; Carpinteri 1994; Connolley, T, McHugh, P.E., Bruzzi, M. 2005).

Hinzu kommt, dass in diesen Fällen bei makroskopischen Tests die Ermüdungsprobe in den meisten Fällen wesentlich größer als das Bauteil selbst ist. In Metallen beispielsweise ist die Korngröße häufig in der gleichen Größenordnung, wie die Bauteile selbst, was zu einer Änderung der mechanischen Eigenschaften führt. Metalle zeigen auch den gut erforschten „indentation size effect“, dieser besagt, dass Metalle zur Verformung geometrisch notwendige Versetzungen benötigen (Nix und Gao 1998).

In der Veröffentlichung von Schwaiger und Kraft wird zudem herausgestellt, dass die Untersuchung der Ermüdung dünner Schichten von großer Bedeutung ist, da sich deren mechanischen Eigenschaften von denen des Vollmaterials unterscheiden (Schwaiger und Kraft 2003).

Neben der Änderung mechanischer Eigenschaften bei Reduzierung der Längenskala, steigt bei diesen Größenordnungen die Bedeutung der Effekte, wie Oberflächenenergie, elektrostatische Kräfte und Oxidation, da diese sich auf der gleichen Größenskala, wie die untersuchten Strukturen bewegen.

In den folgenden Abschnitten werden Versuchsmethoden aufgezeigt, mit denen die Ermüdung auch bei einer kleinen Probengeometrie zu testen ist.

In einem Übersichtspaper von Connolley werden die Ermüdungsversuche für kleinskalige Strukturen in verschiedene Kategorien eingeteilt. Dabei handelt es sich um Ermüdungsversuche mit:

- Folien,
- Dünnen Schichten auf einem Substrat,
- Direkt an MEMS,
- Drähten.

Alle nachfolgend genannten Methoden benötigen eine vorgegebene Probengeometrie oder eine aufwändige Probenvorbereitung (Connolley, T, McHugh, P.E., Bruzzi, M. 2005).

Eine leicht umzusetzende Methode, bei der eine Probenoberfläche mit einem Indenter zyklisch belastet wird, wurde erstmals von Xu et al. präsentiert. Diese Art von Versuchen wird im Folgenden „Eindringtests“ genannt (Xu et al. 2009; Xu et al. 2007).

Obwohl kein Riss in die Probenoberfläche eingebracht wird, konnte anhand der Messergebnisse bei der Auftragung der Kraft-Weg-Kurve der phänomenologische Zusammenhang zwischen dem Einsinken des Indenters in die Probe unter zyklischer Belastung und dem „Paris Law“ zur Rissausbreitung hergestellt werden, weil ein Indent aufgrund der Sondengeometrie als Riss betrachtet werden kann. Wie bei dem „Paris Law“ gibt es auch bei dem „indentation fatigue depth propagation law“ eine transiente, bei der der Indenter schnell in das Material einsinkt und eine stationäre Phase, bei der die Tiefenänderungsrate konstant ist. Dies wird zusätzlich durch die Arbeit von Xu et al. aus dem Jahr 2007 gestützt, in der der Zusammenhang zwischen konventionellen Ermüdungstests und Eindringermüdungsversuchen untersucht wurde (Xu et al. 2007).

An dieser Stelle wird ein Überblick über die, in der Literatur gefundenen Arbeiten zu Eindringversuchen und die dazugehörigen Lastbereiche gegeben.

Li und Chu haben schon 1979 Eindringversuche auf β -Zinn-Kristallen durchgeführt. Sie kamen, wie auch Xu, zu dem Schluss, dass die Eindringtiefenentwicklung in den transienten und den stationären Bereich eingeteilt werden kann (Li und Chu 1979).

Auch Zhao et al haben Eindringversuche an Aluminiumlegierung durchgeführt, hierbei haben sie Lasten zwischen 800 N und 1400 N genutzt und bis zu 100 Zyklen durchgeführt. Auch in dieser Arbeit wird die Kraft-Weg-Kurve in einen transienten und einen stationären Bereich aufgeteilt (Zhao et al. 2010). Auch Chicot beobachtete diese zwei Bereiche bei seinen Versuchen mit einer SAC 405 Legierung bei einem Lastbereich von 1 N bis 20 N und 100 durchgeführten Zyklen (Chicot et al. 2013). Cavalarie hat die Kurven für Nickel und Cobalt mit 1000 Zyklen bei 5 mN bis 40 mN ermittelt und

schlussfolgerte, dass die Belastung auf der Nanoskala nah an der klassischen Ermüdung ist, da ebenfalls diese zwei Bereiche vorhanden sind und somit durch ein Potenzgesetz beschrieben werden kann, wie es bei der Rissausbreitung gilt (Cavaliere 2010).

Die Arbeit von Kaszynski untersucht einen 316L-rostoffreien Stahl bezüglich des Ratchetingverhaltens (Kaszynski et al. 1998). Ratcheting ist laut Vishnuvardhan ein Phänomen, das aufgrund eines Verlustes von Duktilität, durch die sich bei jedem Zyklus aufsummierende plastische Dehnung, zur Reduzierung der Ermüdungslebensdauer führt. Diese Dehnung kann wie durch einen Ratschen-Effekt immer weiter zunehmen, bis der Werkstoff zerrüttet ist oder das Bauteil versagt (Vishnuvardhan et al. 2010).

Dieses Phänomen konnte auch bei den Eindringversuchen mit Lasten zwischen -100 N und -600 N innerhalb von 15×10^5 Zyklen beobachtet werden, sowie dass der Indenter linear zu dem Logarithmus der Lastspielzahl einsinkt. Dass das Einsinken des Indenters hier nicht mit dem „Paris Law“ beschrieben werden kann, ergibt sich laut Li und Yang aus der Geometrie des genutzten Vickers Indenters und der sich damit ändernden Kontaktfläche (Kaszynski et al. 1998; Vishnuvardhan et al. 2010; Xu et al. 2018).

In den Arbeiten von Li und Schwaiger wurden jeweils Biegebalken mit einem Nanoindenter zyklisch mit bis zu $3,8 \times 10^6$ Zyklen belastet.

Dabei testete Li einen aus Silizium bestehenden Biegebalken mit einer Lastamplitude von 25 μN , wobei die Ermüdung über die Änderung der Steifigkeit quantifiziert wurde. Hierbei zeigte sich, dass diese kleinen Biegebalken später versagten und es konnte damit die vorherige Aussage bestätigt werden, dass kleinere Strukturen eine höhere Resistenz gegen Ermüdung aufweisen als größere (Li und Bhushan 2003).

Schwaiger nutzte Siliziumdioxid mit einer Silberschicht und führte ihre Versuche mit einer Amplitude zwischen 300 μN und 460 μN durch. Hierbei kam Schwaiger zu dem Ergebnis, dass die Ermüdung der Balken durch die Bildung von Leerstellen hervorgerufen wird und der Übergang von Vollmaterial-zu Dünnschichtverhalten bei einer Schichtdicke von 0,6 μm zu beobachten ist (Schwaiger und Kraft 2003).

Mit Hilfe eines Rasterkraftmikroskops hat Namazu et al. 912 Biegebalken aus Siliziumeinkristallen auf High-Cycle Ermüdung bei einer Frequenz von bis zu 450 Hz untersucht. Anhand der aufgenommenen Kraft-Weg-Kurven und anschließender Untersuchung mit dem Rasterelektronenmikroskop konnte in dieser Arbeit der Verlauf der Ermüdung bis zum Bruch der Biegebalken von Siliziumeinkristallen beschrieben und somit die Lebensdauer vorhergesagt werden (Namazu und Isono 2009).

Bei der Untersuchung zur Ermüdung von Wolframcarbiddkörnern in einem Wolframcarbidge-Kobalt-System nutzte Bl'anda einen Berkovichindenter im Nanoindenter mit dem er die

Körner 100-mal zyklisch belastete. Die Last lag hierbei zwischen 5 mN und 50 mN und die Amplitude zwischen 2,5 mN und 25 mN.

Durch Zuordnung von Gleitlinien zu den entsprechenden Gleitebenen nach der zyklischen Belastung konnten die Einflüsse der Kristallorientierung der Wolframcarbidkörner auf die Eindringversuche und die damit verbundenen unterschiedlichen Gleitmechanismen der Basal- und Prismatischen Ebenen untermauert werden (Bl'anda et al. 2014). Hingegen verfolgen Faisal et al. einen anderen Ansatz. Bei der Analyse des Verhaltens von TiN/TiNi-Schichten unter einer zyklischen Belastung mit 100 μ N bis 500 mN und 1000 Zyklen, wurde das Versagen der Schicht durch einen plötzlichen Abfall der Wegamplitude beschrieben (Faisal et al. 2017).

Die vorgestellten Eindringversuche bieten wesentliche Vorteile, so ist keine aufwändige Probenpräparation notwendig und die Methode ist schnell und einfach durchführbar. Je nach Indentergeometrie und aufgebrachter Kraft können entweder Tests auf kleinen Proben oder mehrere Messungen auf einer Probe ausgeführt werden (Cavaliere 2010).

Zur Aufbringung der Last wurden bei denen ab Bhushan zuletzt vorgestellten Eindringversuchen ein Nanoindenter genutzt, deren Versuchsdurchführungen in zwei Bereiche aufgeteilt werden:

1. Versuche mit bis zu 1000 Zyklen und
2. Versuche mit einer Zyklenzahl über 10^4 Zyklen auf einem Biegebalken

Bei den Versuchen mit bis zu 1000 Zyklen ist deren Anzahl zu gering, um die Belastung der oben beschriebenen Bauteilanwendungen darzustellen. Diese Einschränkung haben die Versuche auf einem Biegebalken mit über 10^4 Zyklen nicht, allerdings ist die Probenpräparation hier sehr aufwändig, wodurch der Hauptvorteil dieser Eindringversuche zum Teil wieder kompensiert wird.

Vor diesem Hintergrund wird an dieser Stelle ein Verfahren vorgestellt, dass die Vorteile der Indentierungsversuche mit dem Testen auf kleiner Skala und einer hohen Anzahl von Belastungszyklen verbindet.

Der Nanoindenterhersteller Hysitron bietet mit dem Nano-DMA III die Möglichkeit eine Probe mit einer statischen Last zu beanspruchen und diese zusätzlich mit einer dynamischen Lastamplitude zu überlagern. Zusätzlich bietet der „reference Modus“ die Möglichkeit eine Probe über längere Zeit dynamisch zu belasten, weil dieser Modus den Einfluss des Drifts eliminiert. Um den Einfluss des thermischen Drifts auf die Messergebnisse zu vermeiden, werden zu Beginn des Experiments, solange der thermische Drift noch vernachlässigbar ist, Elastizitätsmodul und Steifigkeit der Probe ermittelt. Anschließend können die Kontaktfläche und -tiefe mit diesen Informationen

kontinuierlich in-situ für Messungen aufgenommen werden, die mehr als eine Stunde andauern, wobei der Effekt des thermischen Drifts herausgerechnet wird (Bruker Corporation).

Diese Technik ermöglicht es in einer Stunde mehr als $8 \cdot 10^5$ Belastungszyklen bei einer Frequenz von 220 Hz durchzuführen. Da hierbei das Wechselwirkungsvolumen gering ist, ergibt sich mit dieser Technik die Möglichkeit Ermüdung auf sehr kleinen Skalen zu untersuchen. Außerdem liegt die oben genannte Frequenz im Bereich der hydraulischen Anregung, die heutzutage noch eine weite Anwendung findet.

Des Weiteren ermöglicht die „reference-method“ die Simulation des Einfallens eines Einzelpartikels auf eine Oberfläche. Im Gegensatz zu anderen Testverfahren für erosiven Verschleiß trifft somit nur ein Partikel senkrecht auf eine Oberfläche auf und dadurch ist der dominante Verschleißmechanismus die Oberflächenzerrüttung.

2.4.4 Bestimmung der elastisch-plastischen Materialverhaltens

Da für die Indentierungsversuche grundsätzlich nur eine Probe notwendig ist, wird viel Zeit gespart allerdings dauern die einzelnen Versuche aufgrund der hohen Zyklenzahl, die erreicht werden muss, relativ lang.

In mehreren Arbeiten wird aufgezeigt, dass zwischen der Ermüdungsresistenz und der Härte eines Werkstoffs eine hohe Korrelation besteht (Kramer et al. 2014; Roessle 2000; Murakami und Endo 1994; Starke und Eifler 2009; Casagrande et al. 2011). Laut Kramer et al. ist eine Einzelhärtemessung nicht aussagekräftig, um das Ermüdungsverhalten eines Werkstoffs zu beschreiben. Wird jedoch mit instrumentierten Härtemessverfahren mehrmalig die Härte auf derselben Stelle gemessen, kann anhand der entstandenen Kraft-Weg-Kurven das Verfestigungspotential des Werkstoffs bestimmt werden und dies lässt dann auch einen Rückschluss auf dessen Risszähigkeit zu.

In der Arbeit von Kramer et al. wird ein Verfahren vorgestellt, mit dem zunächst durch wiederholtes Messen der Martenshärte die Werkstoffverfestigung bestimmt wird und anhand derer auf die Ermüdungseigenschaften eines metallischen Werkstoffs geschlossen werden kann. Für die sogenannte „PHYBAL_{CHT} Methode“ (Physically based fatigue life calculation – cyclic hardness test) wird eine Kraft-Indentierungstiefen-Kurve mehrmals an derselben Stelle aufgenommen, und es entsteht dabei eine Hysterese zwischen der Be- und Entlastungskurve. Bei der Hälfte der aufgebrachten Last wird die Breite der Hysteresekurve gemessen und als „hap-Wert“ definiert. Dieser Wert stellt die plastische Indentierungstiefenamplitude dar und wird gegenüber der Zyklenzahl aufgetragen. Mit Hilfe dieser Kurve kann das elastisch-plastische Materialverhalten

verschiedener Materialzustände oder Werkstoffe bestimmt und gegenübergestellt werden. Ab dem fünften Zyklus kann die Kurve als einfaches Potenzgesetz aufgetragen werden und aus diesem Fit kann zum einen der Exponent e_{II} und der Achsenabschnitt a bestimmt werden.

In der hier beschriebenen Methode wurde von Kramer et al. mittels Vickersindenter eine Last von -1000 N aufgebracht und die Messungen wurden an 20 Stellen auf der Probe wiederholt (Kramer et al. 2014; Blinn et al. 2019)

3 Genutzte Partikel und Oberflächen

3.1 Partikelauswahl

Wie in der Einleitung skizziert, spielt Sand eine zentrale Rolle bei einer Vielzahl von Erosionsphänomenen. Aus diesem Grund werden bei den Versuchen mit dem Erosionstester Sand als partikuläres System im Kontakt genutzt, mit dem Ziel die einzelnen Verschleißmechanismen zu identifizieren. Für die Analyse dieser einzelnen Verschleißmechanismen wurden zusätzlich definierte Borosilikatsphären verwendet, weil ihre chemische Zusammensetzung vergleichbar zu der von Sand ist und deren Geometrie aber eindeutig definiert ist.

3.1.1 Glassphären

Für alle Versuche in dieser Arbeit bei denen einzelne Glassphären zum Einsatz kamen, wurden 17,3 µm-große Borosilikatsphären der Firma Duke Standard verwendet. Diese Sphären mit einer Härte von 6,4 GPa weisen eine Rauheit von 0,7 nm auf und sind in der Arbeit von Fuchs ausführlich beschrieben (Fuchs 2015).

3.1.2 Ausgewählte Sande

Für die Versuche wurden zwei verschiedene Sande als SiO₂ Partikelensemble in Betracht gezogen. Zum einen der kommerziell erhältliche Spielsand und zum anderen GEBA feuergetrocknet. Der GEBA feuergetrocknete Sand hat eine Kornverteilung zwischen 0,06 und 0,3 mm und einen SiO₂-Masseanteil von 99,2 %. Zusätzlich ist der Sand rundkörnig und weist einen geringen Anteil an Fremdmaterialien auf. Eingesetzt wird dieser Sand hauptsächlich für Estriche, Beton, Dachziegel, Putze und in der Bauchemie. Laut Hersteller hat der Sand die in Abbildung 3.1 dargestellte Korngrößenverteilung.

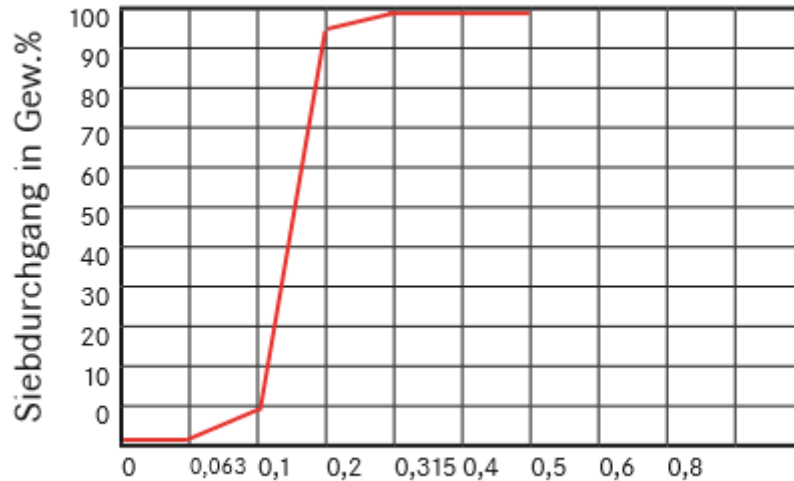


Abbildung 3.1: Korngrößenverteilung GEBA-Sand

3.2 Werkstoffauswahl der genutzten Oberflächen

Um den Einfluss des Aufpralls eines Partikelkollektivs auf eine Oberfläche zu charakterisieren, werden in dieser Arbeit unterschiedliche Werkstoffe für die Oberflächen genutzt:

- Edelstahl,
- Kupfer,
- DLC,
- Glas (Fused Quarz).

Warum die unterschiedlichen Oberflächen für die Versuche genutzt wurden, wird in den folgenden einzelnen Abschnitten dieses Kapitels konkret ausgeführt. Da die DLC-Oberfläche extra für diese Arbeit hergestellt wurde, wird in diesem Kapitel auf die besonderen Eigenschaften und die Art der Herstellung gesondert eingegangen. Des Weiteren wird in diesem Kapitel die, für alle weiteren Versuche gültige Probenpräparation der einzelnen Oberflächen erläutert.

3.2.1 Edelstahloberflächen

Edelstähle haben aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften sehr vielseitige Einsatzgebiete, wie beispielsweise die folgenden:

- Architektur und Bauwesen,

- Automobiltechnik und Transportwesen,
- Chemischer Anlagenbau,
- Offshore-Technik und Schiffsbau,
- Umwelttechnik und Wasserwirtschaft,
- Haushaltswaren und Konsumgüter,
- Lebensmittelverarbeitung,
- Medizin und Pharmatechnik.

Die Weltjahresproduktion von rostfreien Stählen ist zwischen den Jahren 2000 und 2017 von 18,4 Millionen Tonnen auf 48,1 Millionen Tonnen gestiegen und hat sich somit mehr als verdoppelt. Dieser hohe Bedarf an Edelstahl begründet sich aus den vielseitig benötigten Werkstoffeigenschaften, wie Korrosionsbeständigkeit sowie Schweiß- und Spanbarkeit. In der Lebensmittelverarbeitung sind Edelstahloberflächen sogar die meist genutzten hygienischen Oberflächen, weil diese chemisch inert, relativ hart und wenig anfällig für Verschleiß sind. Die chemische Inertheit der Edelstähle wird durch einen hohen Chromanteil im Stahl von über 12 % erzeugt, weil mit den nach außen diffundierten Chromatomen und dem Sauerstoff aus der Luft eine dünne und transparente Oxidschicht gebildet wird, die die Oberfläche passiviert. Selbst wenn diese Oxidschicht verletzt wird, ist sie unter Sauerstoffeinfluss selbstheilend. Darüber hinaus kann durch einen hohen Nickelanteil sogar eine gute Säurebeständigkeit gewährleistet werden (Lederer GmbH; Seidel 2007; Stahlfibel 2015; Baddoo 2008).

In dieser Arbeit werden vier verschiedene Edelstähle für die Durchführung der Versuche genutzt, drei Austenite und ein Martensit.

Für die grundlegenden Versuche mit dem Erosionstester wurde ein V2A Edelstahl genutzt. Dieser hat die Typbezeichnung 1.4301 und laut DIN 10088-3 die folgende Zusammensetzung (Norm DIN EN 10088-3:2014-12):

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung Edelstahl 1.4301 in Massen-%

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	N
Min.	-	-	-	-	-	17,5	8,0	-
Max.	0,07	1,0	2,0	0,045	0,3	19,5	10,5	0,1

Außerdem wurden zwei weitere austenitische Stähle untersucht, die einer Grundschmelze entstammen und wo nur der Mangan- und Nickelgehalt geändert wurde. Die genaue Legierungszusammensetzung ist in Tabelle 3.2 aufgeführt. Die Stähle werden im folgenden X-2-9 für den Stahl mit dem geringeren Nickelanteil und X-2-12, mit dem höheren Nickelgehalt und geringeren Mangangehalt beschrieben.

Zusätzlich wurden Teile der beiden Stähle in einer Wasserstoffumgebung gelagert, um beide Stähle durch Diffusion mit Wasserstoff zu beladen.

Tabelle 3.2: Legierung der Versuchsstähle X2-9 und X2-12

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Ti	N
X2-12	0,016	0,48	1,75	0,012	0,008	17,78	0,02	12,36	0,005	0,017
X2-9	0,014	0,53	21,71	0,010	0,009	18,05	0,02	9,07	0,005	0,016

Neben den drei austenitischen Stählen wird in dieser Arbeit auch noch ein martensitischer Stahl genutzt. Im Gegensatz zu den austenitischen Stählen ist martensitischer Stahl magnetisch und hat eine deutlich geringere Korrosionsbeständigkeit. Jedoch weist er auch eine höhere Festigkeit auf, die mit höherem Kohlenstoffgehalt weiter zunimmt.

Die martensitische Struktur entsteht durch schnelles Abkühlen einer Austenitstruktur und bei Temperaturen über circa 950–1050 °C wird der Martensit wieder austenitisch.

Auch dieser wird mit Wasserstoff beladen, muss anschließend jedoch bei sehr geringen Temperaturen gelagert werden, da der Wasserstoff sonst herausdiffundiert.

3.2.2 Kupferoberflächen

Kupfer ist in einer modernen Gesellschaft als Werkstoff weit verbreitet. Zum einen in den allgemein bekannten Anwendungen, wie z. B. Leitungsnetze für Haustechnik, sowie im Kommunikationswesen und zum anderen ist Kupfer auch als Verkabelung in vielen elektrischen Bauteilen, in Solarkollektoren und in integrierten Schaltkreisen verbaut. Bei diesen Anwendungen werden die herausragenden Eigenschaften der hohen elektrischen und thermischen Leitfähigkeit, die gute Verformbarkeit und die hohe Korrosionsbeständigkeit dieses Werkstoffes genutzt (Murphy 1981; Kunz und Collini 2012).

Aufgrund der hohen Verwendungshäufigkeit sind die mechanischen Eigenschaften von Kupfer sehr gut erforscht und bedingt durch den Einsatz in zyklisch beanspruchten Bereichen, sind auch die Ermüdungseigenschaften sehr gut dokumentiert und verstanden (Murphy 1981).

In dieser Arbeit wird ein OFHC Kupfer (GoodFellow) mit einer Reinheit von 99,99 % für die Versuche verwendet, das als Blech mit einer Stärke von 2 mm vorliegt und in kreisförmige Plättchen mit einem Durchmesser von 50 mm gestanzt wird.

Zusätzlich zu dem polykristallinen OFHC-Kupfer wird für bestimmte Messungen ein (110) orientierte Kupfereinkristall (MaTeck) mit einer Reinheit von 99,9999 % und einer Orientierungsgenauigkeit von unter 2° genutzt. Der Kristall hat einen Durchmesser von 10 mm und eine Dicke von 2 mm. Um Einflüsse der Oberflächenrauheit auf die Messergebnisse zu minimieren wurde er elektroliert und mit einer garantierten Rauheit unter 0,01 μm bestellt, wobei die Rauheit laut des Herstellers etwa 3 nm beträgt.

3.2.3 DLC-Oberflächen

Für die durchgeführten Versuche wurden aus nachfolgend beschriebenen Gründen DLC-Oberflächen genutzt.

Diese Beschichtung wird aus mehreren Gründen in der Industrie häufig genutzt. So werden Festplattenköpfe, wie in der Arbeit von Papakonstantinou dargestellt, zum Schutz gegen Verschleiß und Korrosion mit DLC-Oberflächen beschichtet. Auch wird diese Beschichtung bei z. B.: Schneidwerkzeugen, Prothesen und Komponenten im Fahrzeugbau eingesetzt, bei denen eine hohe Verschleißfestigkeit gefordert ist. Darüber hinaus verfügt die DLC-Oberfläche mit ihrer hohen Härte, der chemischen Inertheit und einem geringen Reibkoeffizienten über weitere sehr vorteilhafte Eigenschaften. Neben diesen positiven technischen Eigenschaften ist die Schicht optisch transparent und kann aufgrund der großen Bandlücke auch als Halbleiter genutzt werden. Damit vereinen DLC-Oberflächen Eigenschaften, wie Härte aber auch geringe Verschleißraten unter Gleitbedingungen, die sich sonst typischerweise ausschließen. Der Grund hierfür ist, dass eine DLC-Oberfläche aus sp^2 und sp^3 gebundenen Kohlenstoffatomen besteht. Hierbei bestimmt das jeweilige Verhältnis von den Bindungen maßgeblich, ob die Eigenschaften eher dem eines amorphen Kohlenstoffes oder dem eines Diamanten entsprechen (Wang et al. 2011; Nakao et al. 2013; Mounier et al. 1995; Robertson 2002; Papakonstantinou et al. 2002; Brand et al. 2002).

Bei dem sp^3 -Orbital bilden die vier Valenzkohlenstoffelektronen, wie bei Diamant, ein tetraedrisches Orbital mit einer starken σ -Bindung der benachbarten Atome. Seine extremen Eigenschaften, wie eine Bandlücke von 5,5 eV, den höchsten bekannten Elastizitätsmodul, die höchste Atomdichte und den kleinsten thermischen Ausdehnungskoeffizienten werden durch die stark gerichteten σ -Bindungen hervorgerufen.

Dem gegenüber sind bei den trigonal orientierten sp^2 -Orbitalen nur drei der vier Valenzelektronen σ -gebunden auf einer Ebene, das vierte Valenzelektron liegt in der $\text{p}-\pi$ -Ebene normal zur σ -Ebene und bildet eine schwächere π -Bindung mit einem oder

mehreren benachbarten Atomen, vergleichbar zum Graphit. Graphit zeichnet sich durch die starke σ -Bindung innerhalb einer Lage und durch die schwache van der Waals Bindung zwischen den einzelnen Schichten aus, wodurch einzelne Schichten einfach voneinander abscheren (Robertson 2002; Papakonstantinou et al. 2002).

Die Beschichtung mit einer DLC-Oberfläche hat jedoch nicht nur Vorteile. In der Arbeit von Ikeyama et al. werden hohe verbleibende Spannungen in der Schicht, geringe thermische Stabilität und eine schlechte Schichthftung als Nachteile von DLC-Oberflächen angeführt. Ein weiterer Nachteil insbesondere von a:cH Beschichtungen ist, dass der Reibkoeffizient stark von der Luftfeuchtigkeit abhängt (Ikeyama et al. 2005; Papakonstantinou et al. 2002).

Zur Herstellung der Schichten wird das High Power Impulse Magnetron Sputtern genutzt, dabei wird das Potential von den geladenen Partikeln für die Abscheidung genutzt. Die HiPIMS Beschichtung bietet folgende Vorteile eine hohe Haftung der Schicht, Anti-Korrosionseigenschaften, die Möglichkeit zur selektiven Abscheidung, eine uniforme Beschichtung und dichte Struktur mit flacher Oberfläche. Außerdem können die Schichtstruktur und Stöchiometrie kontrolliert werden. Durch die geladenen Teilchen wird eine hohe Abdeckung der Oberfläche durch die Schicht erreicht. Jedoch bringt das Verfahren nicht nur Vorteile, sondern auch Nachteile mit sich: die Abscheiderate ist geringer, als beim konventionellen Sputtern. Der Nachteil ergibt sich durch die hohe Ionisierungsrate der Plasmaspezies (Wang et al. 2011; Wan et al. 2006; Nakao et al. 2013; Mounier et al. 1995).

Bei der Messung von Adhäsion auf DLC-Oberflächen bieten sie den Vorteil, dass sie relativ unsensibel gegenüber Änderungen im Radius der Spitze und Luftfeuchtigkeit sind. Dies ändert sich jedoch, wenn die Oberflächen durch Ätzen aktiviert werden. Dann steigt die Adhäsion und Reibung mit Luftfeuchtigkeit und Radius der Spitze an (Bhushan 2001).

Ein weiterer Grund für die Auswahl von DLC-Oberflächen ist, dass durch gezielte Implantation von Fremdatomen die Oberfläche modifiziert werden kann, in dem Sinne, dass die Oberflächenenergie angepasst wird. Im Gegensatz zu modifiziertem Glas sind die implantierten Atome inhärent in der gesamten Schicht und nicht nur an der Oberfläche, wo sie bei Verschleiß abgerieben werden würden.

In der Arbeit von Wan haben mit PE-CVD hergestellte Schichten eine hohe mechanische und thermische Stabilität (Wan et al. 2006).

3.3 Herstellung der Oberflächen

3.3.1 Oberflächenpräparation Metallproben

Für die Versuchsdurchführung ist eine glatte und vor jedem Versuch immer gleich präparierte Probenoberfläche von großer Bedeutung.

Mit dieser Probenpräparation werden die Effekte der Oberflächenrauheit auf die Messungen minimiert und somit eine Vergleichbarkeit der Messungen gewährleistet.

Die Vorbereitung der Metallproben erfolgte immer in den gleichen drei Schritten:

- Zuschnitt der Proben auf die passende Geometrie,
- Schleifen und Polieren,
- Vibrationspolieren.

Die Metallproben lagen in unterschiedlichen Geometrien vor und wurden zum Polieren entweder eingebettet oder auf einen Halter aufgeklebt.

Nach dem Zuschnitt und Einbetten oder Aufkleben wurden die Proben auf einer Nassschleifmaschine geschliffen. Der erste Schleifschritt erfolgte mit einem Schleifpapier mit einer 800er Körnung. Die Oberfläche wurde so lange geschliffen, bis vorher vorhandene Walzspuren des Bleches nicht mehr erkennbar waren. Daraufhin wurde die Probe weiter mit immer feiner gekörntem Schleifpapier und Wasserkühlung geschliffen. Nachdem die Schleifschritte abgeschlossen waren, wurden die Proben auf einer Neopren Polierscheibe mit einer sogenannten OP-S Suspension poliert. Dabei handelte es sich um eine kolloidale Silizium-Suspension mit 0,04 µm-großen Schleifkörnern. Das abschließende Endpolieren erfolgte auf einem Vibrationspoliergerät Vibromet 2 der Firma Buehler erneut mit OP-S Suspension. Hierfür wurden die Proben in Halterungen gespannt und mit freien Gewichten beschwert. Sie wurden nun auf den mit Suspension getränkten Fließ gesetzt und auf dem Gerät für mindestens 12 h poliert. Durch das Vibrationspolieren wurde das Material von vorher eingebrachten Verformungen befreit. Nachdem Polieren müssen die Proben von den Suspensionsanhaftungen gereinigt werden. Zu diesem Zweck wurde ein Tensid genutzt, welches mit destilliertem Wasser abgewaschen wurde. Im letzten Schritt wurden die Proben mit Ethanol gereinigt und konnten so anschließend für die jeweiligen Versuche genutzt werden.

3.3.2 DLC-Oberflächen

3.3.2.1 Herstellung der DLC-Oberflächen

Die DLC-Oberflächen wurden auf einem Silizium Substrat mit einer Oberflächenrauheit von $0,47 \pm 0,16$ nm und einer $\langle 100 \rangle$ Orientierung abgeschieden. Anschließend wurde die DLC-Oberfläche mit einer kommerziellen Beschichtungsanlage des Typs: CC800®/9 HiPIMS, der CemeCon AG in der Weise aufgebracht, dass ein Graphit-Target mit einer Reinheit von 99,5 % durch das Inertgas Argon zerstäubt wurde. Die Prozessparameter sind in Tabelle 3.3 aufgeführt. Vor der drei Stunden dauernden Beschichtung wurde durch eine umgekehrte Polung von Substrat und Target die Substratoberfläche mit Argon geätzt um diese zu aktivieren und somit eine bessere Haftung zu erhalten.

Tabelle 3.3: Prozessparameter DLC-Beschichtung

Leistung HiPIMS [W]	HiPIMS Bias [V]	Argon-Druck [mbar]	Leistung Heizspirale [W]
2000	80	150	400

3.3.2.2 Reaktives Ionenätzen DLC-Oberflächen

Im folgenden Absatz wird das „Reaktive Ionenätzen“, eine Kombination aus „trockenchemischen Plasmaätzen“ und „Sputterätzen“ zur Herstellung der unterschiedlichen Rauheiten der DLC-Oberflächen etwas eingehender beschrieben.

Für das „Reaktive Ionenätzen“ sind in einer Ätzkammer, in der ein Vakuum vorliegt um die ungehinderte Bewegung der Elektronen und Ionen zu gewährleisten, zwei Kondensatorplatten aufgebaut, wo auf einer der Platten der zu ätzende Siliziumwafer liegt. In die Ätzkammer wird dann das für das Plasma zu ionisierende Gas zugeführt und durch Anlegen einer Spannung an die Kondensatorplatten wird das Plasma gezündet. Während eine der beiden Platten geerdet ist, liegt auf der Gegenüberliegenden eine Wechselspannung an. Solange die positive Spannung an der Kondensatorplatte anliegt, bewegen sich die leicht beweglichen Elektronen des Plasmas dorthin. Da die negative Aufladung der Wechselspannung nicht ausreichend hoch ist, um die Elektronen wieder abzustößen, bleibt die Ladung der Platte weiterhin negativ. Damit stellt sich auf der Platte, auf der die Probe aufgebracht ist eine statisch negative Aufladung ein, wodurch die positiven Ionen des Plasmas angezogen werden. Durch ihren Aufprall auf die Probe

tragen sie Probenmaterial ab und lösen eventuell chemische Reaktionen an der Oberfläche der Probe aus. Des Weiteren entstehen im Plasma ladungsfreie Radikale, die somit nicht von der Probenoberfläche angezogen werden, jedoch können chemische Reaktionen zwischen der Probenoberfläche und den sich an der Oberfläche befindlichen Radikalen stattfinden. Des Weiteren findet die Auflösung des abgetragenen Materials durch die Radikale im Plasma statt.

Gesteuert wird dieses Verfahren durch Veränderung folgender Parameter:

- Leistung,
- Druck und
- Zusammensetzung des Gasgemisches.

Die an der Probenoberfläche anliegende Spannung und die Probentemperatur haben ebenfalls einen direkten Einfluss auf die Oberflächenbeschaffenheit.

Ein Vorteil dieses Verfahrens ist, dass die Oberflächenparameter genau und reproduzierbar einstellbar sind (Jansen et al. 1996; Massi et al. 1999; Fischer 2000; Franz; Franz; Köhler 2005).

4 Versuchsablauf und Ergebnisse

4.1 Charakterisierungsmethoden

In diesem Abschnitt wird ein Überblick über die genutzten Untersuchungsverfahren für Oberflächen und Sonden gegeben, die in den nachfolgenden Kapiteln dieser Arbeit Anwendung finden. Aufgeteilt ist dieser Abschnitt zum einen in die Charakterisierung der genutzten Sonden sowie der eingesetzten Messverfahren, zu denen insbesondere die Rauheitsmessung mit dem AFM und die Härtemessung mit dem Nanoindenter zählen. Und zum anderen werden anschließend im zweiten Teil des Abschnittes die Messergebnisse der Charakterisierung der Oberflächen vorgestellt.

4.1.1 Untersuchungsverfahren

4.1.1.1 Messung von Rauheit

Für die Messung der Rauheit kann ein Rasterkraftmikroskop im „Kontaktmodus“ und im „Nicht-Kontakt-Modus“ verwendet werden, wobei in beiden Fällen die Oberfläche mit dem Rasterkraftmikroskop zeilenweise abgerastert wird.

Im „Kontaktmodus“ wird dabei die Kraft, die auf den Cantilever wirkt konstant gehalten. Über die Bewegung des reflektierten Laserstrahls auf der Photodiode wird beim Abrastern der Oberfläche, die auf den Cantilever wirkende Kraft bestimmt. Für diese Messung ist es notwendig die Federkonstante des Cantilevers zu kennen, um aus der Verschiebung des Lasers auf der Photodiode die Kraft zu berechnen. Um die Kraft auf den Cantilever konstant zu halten, wird die z-Höhe immer nachgeregelt. Diese Änderung wird aufgenommen und spiegelt die Topographie der Oberfläche wider.

Im „Nicht-Kontakt-Modus“ wird der Cantilever über einen an dem Cantilever befestigten Piezokristall zu einer Schwingung nahe der Resonanzschwingung angeregt. Anschließend wird der Cantilever über die Probe geführt und bedingt durch die auf der Oberfläche vorhandenen Rauheitsberge und -täler wird eine Änderung der Wechselwirkungskräfte zwischen Oberfläche und Spitze hervorgerufen, wodurch die Schwingfrequenz des Cantilevers sich ebenfalls ändert. Daraufhin wird mit den Piezoaktuatoren die Amplitude (setpoint) geregelt und deren Abfall konstant gehalten. Die Topographie der Oberfläche wird durch die Höhenänderung des Z-Scanners aufgenommen (Haugstad 2012b; Khulbe et al. 2008; Kaupp 2006).

In dieser Arbeit wird die Rauheit im „Nicht-Kontakt-Modus“ vermessen.

Für die Beschreibung der Rauheit existieren unterschiedliche Kennzahlen, von denen die mittlere Rauheit (R_a), die gemittelte Rautiefe (R_z) und die quadratische Rauheit (RMS) die häufigste Verwendung finden.

Da in allen vorliegenden Veröffentlichungen zur Beschreibung der Rauheit RMS als Rauheitswert genutzt wird, wird dieser auch im Folgenden für die Beschreibung der Rauheit verwendet.

RMS ist das in Gleichung (4.1) beschriebene quadratische Mittel der Rauheit und somit die Standardabweichung der Z-Werte bzw. der Höhenwerte innerhalb einer gegebenen Fläche.

$$RMS = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (Z_i - Z_{ave})^2}{N_z}} \quad (4.1)$$

Hierbei beschreibt:

- Z_{ave} den durchschnittlichen Wert der Z-Werte,
- Z_i den aktuellen Z-Wert und
- N_z die Anzahl der Punkte auf der Fläche.

Um eine Oberfläche mit diesen Rauheitsparametern bewerten zu können, ist es Voraussetzung, dass die Höhenverteilung der Oberfläche einer Gauss'schen Normalverteilung folgt.

Zur Beurteilung, ob eine Gauss'sche Normalverteilung vorliegt, wird das Bestimmtheitsmaß genutzt. Um dieses zu ermitteln, wird durch die gemessene Höhenverteilung ein Gaussfit gelegt und aus diesem das Bestimmtheitsmaß mit folgender Gleichung ermittelt.

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \quad (4.2)$$

In dieser Gleichung beschreibt:

- y den Wert auf der gefitteten Kurve,
- \bar{y} den Mittelwert der Verteilung und
- y_i den experimentell ermittelten Messwert.

Der Wert des Bestimmtheitsmaßes sollte so nah, wie möglich an eins liegen (Fahrmeir et al. 2016).

4.1.1.2 Härtemessung Nanoindenter

Der Nanoindenter wurde dazu entwickelt die mechanischen Eigenschaften von Schichten und kleinen Bauteilen zu bestimmen. Hierzu wird eine Spitze in den Prüfkörper gedrückt und währenddessen eine Kraft-Weg-Kurve aufgenommen, die die Be- und Entlastung der Kurve zeigt. Aus dieser Kurve können bei bekannter Prüfspitzengeometrie die mechanischen Eigenschaften der Probe abgeleitet werden.

Der in dieser Arbeit genutzte Nanoindenter von Hysitron, Inc. nutzt das gleiche Kondensatorsystem für die Kraft- und Wegmessung, die Positionierung, sowie die Kraftaufbringung.

Wie in der konventionellen Härtemessung, wird die Härte mit folgender Formel berechnet:

$$H = \frac{F_{\max}}{A_c} \quad (4.3)$$

Die maximale Last F_{\max} lässt sich leicht aus der Kraft-Weg-Kurve ablesen und die Kontaktfläche A_c wird mit der Oliver-Pharr-Methode ermittelt.

Zur Bestimmung der projizierten Kontaktfläche muss zunächst die Eindringtiefe ausgehend von der maximalen Eindringtiefe bestimmt werden. Dies ergibt sich aus dem Zusammenhang:

$$h_c = h_{\max} - h_{el} = h_{\max} - \varepsilon \left(\frac{F}{S_K} \right) \quad (4.4)$$

Hierbei ist h_c die Kontakttiefe, h_{\max} die maximale Eindringtiefe, h_{el} die elastische Rückfederung, ε der Geometriefaktor und S_K die Kontaktsteifigkeit.

Diese Kontakttiefe kann dann in die Flächenfunktion eingesetzt werden und damit die Härte berechnet werden.

Der reduzierte Elastizitätsmodul E_r wird mit der Sneddon Gleichung mithilfe der Kontaktsteifigkeit S_K berechnet.

$$S_K = \frac{\delta F}{\delta h} = 2\beta E_r \sqrt{\frac{A_c}{\pi}} \quad (4.5)$$

Die Spitzengeometrie wird durch Eindrücke bei unterschiedlichen Lasten in ein bekanntes Material bestimmt. Anhand der bekannten mechanischen Eigenschaften kann eine Flächenfunktion berechnet werden, die die Indentergeometrie widerspiegelt. Für einen idealen Berkovich Indenter ist die Flächenfunktion abhängig von der Eindringtiefe h :

$$F(h) = 24,5 h^2 \quad (4.6)$$

Allerdings sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, dass für reale Indentoren die Flächenfunktion auf Grund von Tipverrundungen abweicht.

Als Spitzengeometrie wird in den meisten Fällen ein Berkovich Indenter genutzt. Der Berkovich Indenter ist eine dreiseitige Pyramide, die sich selbstähnlich ist und die gleiche Flächenfunktion wie ein Vickersindenter hat. Aufgrund ihrer Dreiseitigkeit kann es zu keinen Dachkanten kommen, da sich die drei Seiten genau in einem Punkt treffen müssen.

Es gibt verschiedene Einflussfaktoren, die die Ergebnisse der Nanoindentierung stark beeinflussen können. Hierzu zählen:

- Die Rauheit führt zu einer Streuung der Messergebnisse
- Indentation-Size-Effekt, Zunahme der Härte bei geringen Eindringtiefen durch die Bildung von geometrisch notwendigen Versetzungen
- Fehler durch höhere Härte bei verformten Oberflächen oder durch Oxidschichten
- Aufwurf oder Einsinken des Materials um den Indent, was zu einer verfälschten Messung der Kontaktfläche führt

Wird die Härte einer Schicht gemessen, muss beachtet werden, dass bei einer Eindringtiefe, die größer als 10–25 % der Schichtdicke ist, Substrateinflüsse das Messergebnis verfälschen können. Deshalb gilt die Faustregel: „die Eindringtiefe sollte nie ein Zehntel der Schichtdicke überschreiten“. Diese Regel steht insbesondere bei rauen Schichten im Widerspruch zu der Regel, dass die Rauheit immer nur ein Zehntel der Eindringtiefe betragen darf (Oliver und Pharr 1992).

Bei den Metalloberflächen wurde die Messung wegkontrolliert mit einer Eindringtiefe von 500 nm durchgeführt, um den „Indentation-Size-Effect“ zu vermeiden. Die Probe wurde innerhalb von 10 s be- und entlastet und die Last für 10 s gehalten. Hingegen wurde die DLC-Oberfläche mit einer Eindringtiefe von 100 nm untersucht, um ein Zehntel der Schichtdicke nicht zu überschreiten. Je Probe wurden mindestens 25 Messungen durchgeführt.

4.1.1.3 Messung des Indenterradius

Laut Berla et al. ist es eine weitverbreitete Methode den Indenterradius mit Hilfe der Hertz'schen Kontakttheorie zu berechnen (Berla et al. 2010). Hierbei werden Indents in einem elastischen Lastbereich auf der Oberfläche durchgeführt. Laut Hertz gilt für einen elastischen Kontakt der Zusammenhang (Hertz 1881):

$$F_N = \frac{4}{3} E_r \sqrt{R_{\text{Hertz}} h^3} \quad (4.7)$$

Wobei

- F_N der Normalkraft,
- E_r dem reduzierten Elastizitätsmodul,
- R_{Herz} dem Radius der Indenterspitze und
- h der gesamten Eindringtiefe des Indenters und nicht der Kontakttiefe entspricht.

Zur Bestimmung des Indenterspitzenradius wird aus den gemessenen Kraft-Weg-Kurven, die Eindringtiefe des Indenters hoch $2/3$ gegenüber der Normalkraft aufgetragen. Dies ergibt im linearen Belastungsbereich eine Gerade, deren Steigung dem Radius entspricht.

Der reduzierte Elastizitätsmodul E_r ergibt sich aus folgendem Zusammenhang mit :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu^2}{E} \quad (4.8)$$

Hier ist ν die Querkontraktionszahl des Werkstoffs, ν_i die Querkontraktionszahl des Indenters, E der Elastizitätsmodul des Werkstoffs und E_i der Elastizitätsmodul des Indenters.

Zusätzlich zu dem Indenterspitzenradius kann mit der Hertz'schen Theorie die Kontaktdruck bestimmt werden.

Diese lautet wie folgt,

$$p_{mk} = \frac{2}{3} \left(\frac{6 F_N E_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (4.9)$$

Mit Hilfe dieses Zusammenhangs kann die Kontaktspannung berechnet werden, wenn der Indenterradius, die Normallast und die Werkstoffparameter bekannt sind (Hertz 1881; Enders 2000).

4.1.1.4 Untersuchungsmethoden Sand

Vor den Versuchen wurde das genutzte Partikelensemble nach unterschiedlichen Kriterien charakterisiert.

Zunächst wurde die Korngrößenverteilung mittels des in der DIN 66165-2 beschriebenen Siebverfahrens bestimmt, indem das Partikelensemble durch immer feinere Siebe, mit Feinheiten von $63 \mu\text{m}$, $125 \mu\text{m}$ und $250 \mu\text{m}$, gesiebt wurde.

Der Anteil des Ensembles mit einer Körnung, die größer als der Maschenabstand des jeweils genutzten Siebes ist, wird durch Abwiegen der Menge bestimmt, die durch das

Sieb gekommen ist, die dann von der vor dem Sieben gewogenen gesamten Sandmenge abgezogen wird.

Zusätzlich wurden die Sandensembles mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht, um die Morphologie der Sandkörner zu betrachten und die gemessene Größenverteilung des Siebversuchs zu bestätigen.

Vor der gesamten Versuchsreihe wurde auch untersucht, ob sich die Größenverteilung des genutzten Sandes während des Versuchs ändert. Hierzu wurde das Sandensemble über bis zu 30 h ohne Probe in dem Erosionstester rotieren gelassen. Die Größenverteilung des Sandes wurde dann nach 1 h, 3 h, 10 h und 30 h anhand mehrerer aus dem Kollektiv entnommener Proben im Rasterelektronenmikroskop auf einem Kohlepad analysiert. Mit der Bildverarbeitungssoftware „imageJ“ wird die Partikelgröße anhand mehrerer REM Aufnahmen bestimmt.

Zusätzlich zu diesen Untersuchungen wurde die Härte der Sandkörner bestimmt. Dazu wurde eine Härtemessung mit dem Nanoindenter auf eingebetteten und polierten Sandkörnern (siehe Abbildung 4.1) durchgeführt. Zur Bestimmung der Härte wurden auf vier unterschiedlichen Sandkörnern jeweils 20 Indents ausgeführt. Die Härtemessung wurde wegkontrolliert mit einer Eindringtiefe von 100 nm durchgeführt. Die Probe wurde innerhalb von 5 s be- und entlastet und die Prüftiefe für 10 s gehalten.

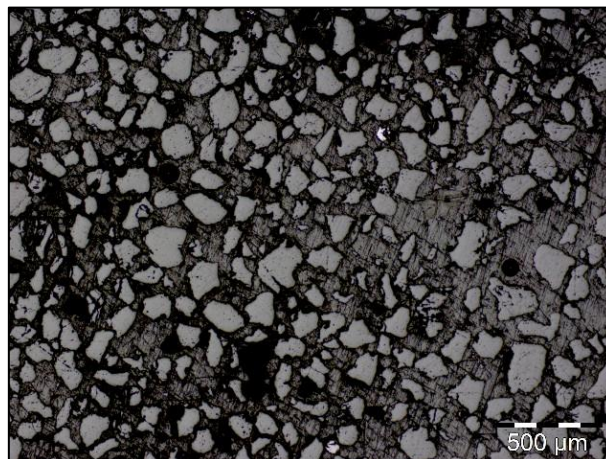


Abbildung 4.1: Polierte Sandkörner vor der Härtemessung

4.1.1.5 Reverse-imaging

Sind die Oberflächeneigenschaften bei einer AFM-Messung kleiner als die Spitze, wird statt der Oberfläche die Spitze abgebildet, wodurch es bei Messungen oft zu Störungen kommen kann. Allerdings kann es jedoch auch zur gewollten Abbildung der Spitze genutzt werden. Bei dieser als reverse-imagine bezeichneten Technik wird ein definiertes Nadelmuster auf einen Silizium Wafer aufgebracht und jede dieser Nadelspitzen bildet die

AFM-Spitze einmal ab. Anhand der Querschnittsdaten (h_s , Höhe der Sphäre und w_s Breite der Sphäre) kann der Kontaktradius R_c aus dieser Abbildung mit der folgenden Formel berechnet werden:

$$R_c = \frac{h_s^2 + \left(\frac{w_s}{2}\right)^2}{2h_s} \quad (4.10)$$

Das reverse-imaging bietet vor Allem den Vorteil, dass in-situ eine Änderung der Form oder ein Materialabtrag an der Spitze beobachtet werden können (Neto und Craig 2001).

In dieser Arbeit wurde das Silizium Testgitter TGT1, der Firma NT-MDT Spectrum Instruments zur Abbildung der Sphären genutzt. Während der Abbildung der Sphäre wurde die Kontaklast zwischen dieser und dem Test Gitter auf 10 nN gesetzt. Diese geringe Last wurde ausgewählt, um weder die Sphäre noch das Gitter zu schädigen. Die laterale Skala der Abbildung betrug $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ bei einer Auflösung von 256×256 Pixeln mit einer Abtastrate von 0.5 Hz.

Die Berechnung des Verschleißvolumens der Partikel erfolgt direkt mit den Ergebnissen des reverse-imaging. Anhand der reverse-imaging AFM Aufnahmen wird die abgetragene Fläche der Sphäre und der sich daraus ergebende Verschleiß bestimmt. Hierfür wird der Radius der abgetragenen Fläche R_c und der Radius der Sphäre R_s aus den Bildern abgeleitet und mit der Formel von Sutton et al. die Verschleißtiefe W_D und das Verschleißvolumen W_V berechnet (Sutton et al. 2014).

$$W_V = \frac{(\pi W_D)}{6} (3R_c^2 + W_D^2) \quad (4.11)$$

$$W_D = R_s - \sqrt{R_s^2 - R_c^2} \quad (4.12)$$

4.1.2 Auswertung der Untersuchungsmethoden

4.1.2.1 Versuchsergebnisse Sand

Zunächst wurde mittels des Siebverfahrens die Korngrößenverteilung eines handelsüblichen Spielsandes mit dem Ergebnis ermittelt, dass dieser Sand hauptsächlich aus Korngrößen besteht, die zwischen 125 und 250 μm liegen oder sogar teilweise größer sind. Da dieser Sand für die hier genutzte Anwendung eine zu große Streuung in der Partikelgröße und vor allem auch in der Form hat, wurde stattdessen der besser definierte GEBA-Sand ausgewählt, dessen Korngrößenverteilung in der Abbildung 4.2 dargestellt

ist. Neben seiner engen Korngrößenverteilung, ist der GEBA Sand auf Grund der geringen Menge von Fremdmaterialien und des mit 99,2 % hohen Masseanteiles von Siliziumoxid für diese Versuche deutlich besser geeignet. Dieses wird zusätzlich noch bestärkt, weil dieser Sand auf Grund seines Rundkornes nur wenige scharfe Kanten aufweist.



Abbildung 4.2: Größenverteilung Spielsand

Wie in dem Versuchsablauf bereits beschrieben, ist es für die Versuchsdurchführung wichtig, dass sich das Partikelkollektiv während der Versuche nicht ändert, damit die Ergebnisse der einzelnen Messungen vergleichbar und reproduzierbar sind.

Um dies zu gewährleisten wurden jeweils Proben nach den vorgegebenen Zeitabständen analysiert und deren Resultate sind in der Tabelle 4.1 aufgeführt. Zusätzlich wurde exemplarisch ein REM Bild und die anschließende Verarbeitung mit ImageJ gezeigt, wobei die Partikel gezählt und markiert wurden, um den Prozess der Größenbestimmung zu verdeutlichen. Dabei wurde die projizierte Fläche der einzelnen Partikel gemessen. Für eine anschließende Abschätzung des Partikeldurchmessers wurde angenommen, dass diese im Mittel kreisförmig sind und der Durchmesser daraus abgeleitet wird.

Es ist klar zu erkennen, dass sich die Partikel insbesondere in der ersten Stunde schnell verkleinern, aber nach 10 Stunden fast gar keine Änderung der Partikelgröße mehr stattfindet. Genau dieser Zusammenhang wird auch in der Arbeit von Skrzypczak et al. beschrieben, dass eben ab einer kritischen Partikelgröße und einer bestimmten Geschwindigkeit der Trommel die kinetische Energie der Partikel nicht mehr ausreicht, um diese zu verkleinern (Skrzypczak et al. 2009). In diesem Fall war diese kritische Größe schon nach 10 Stunden erreicht. Mit dem Ziel eine Änderung der Partikelform durch Abflachung oder ähnlichem auszuschließen zu können, wurden die Partikel vor den Erosionsversuchen 100 h ohne eine Probe in dem rotierenden Erosionstester vorkonditioniert.

Tabelle 4.1: Auswertung der Größenverteilung von Geba-Sand

Stunden im Erosionstester	Durchschnittliche Sandgröße in Pixel	Durchschnittliche Fläche in μm^2	Durchschnittlicher Durchmesser in μm
neu	2714	23477	172,9
1 h	1522	13166	129,6
3 h	1290	11159	119,2
10 h	1279	11064	118,7
30 h	1280	11072	118,7

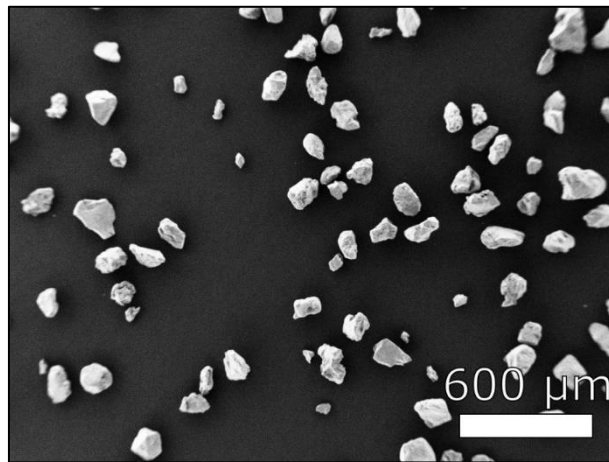


Abbildung 4.3: REM-Aufnahme des Geba Sands nach 30 h



Abbildung 4.4: Auswertung der REM Aufnahme aus Abbildung 5.3 mit ImageJ

Wie in Kapitel 4.1.1.4 beschrieben, wurde auch die Härte der Sandpartikel gemessen, diese beträgt $8,7 \pm 1,8$ GPa.

4.1.2.2 Eigenschaften von DLC-Oberflächen

Die hergestellten DLC-Oberflächen weisen eine Härte von $17,13 \pm 1,63$ GPa auf und deren Rauheit beträgt $4,21 \pm 0,85$ nm.

Die Rauheit der DLC-Oberfläche wurde mit dem in Abschnitt 3.3.2.2 beschriebenen "Reaktiven Ionenätzen" modifiziert. Hierzu wurden die Schichten jeweils für 10 Minuten bei einer Leistung von 600 Watt und Nutzung von Stickstoff als Prozessgas geätzt. Die raueste Oberfläche, die mit Stickstoff erzeugt werden konnte, zeigt eine Rauheit von $13,00 \pm 0,38$ nm bei einem Gasdruck von 0,1 mbar. In Abbildung 4.5 sind die einzelnen Rauheiten mit dem dazugehörigen Prozessgasdruck aufgetragen. Zusätzlich sind diese in Tabelle 4.2 aufgeführt.

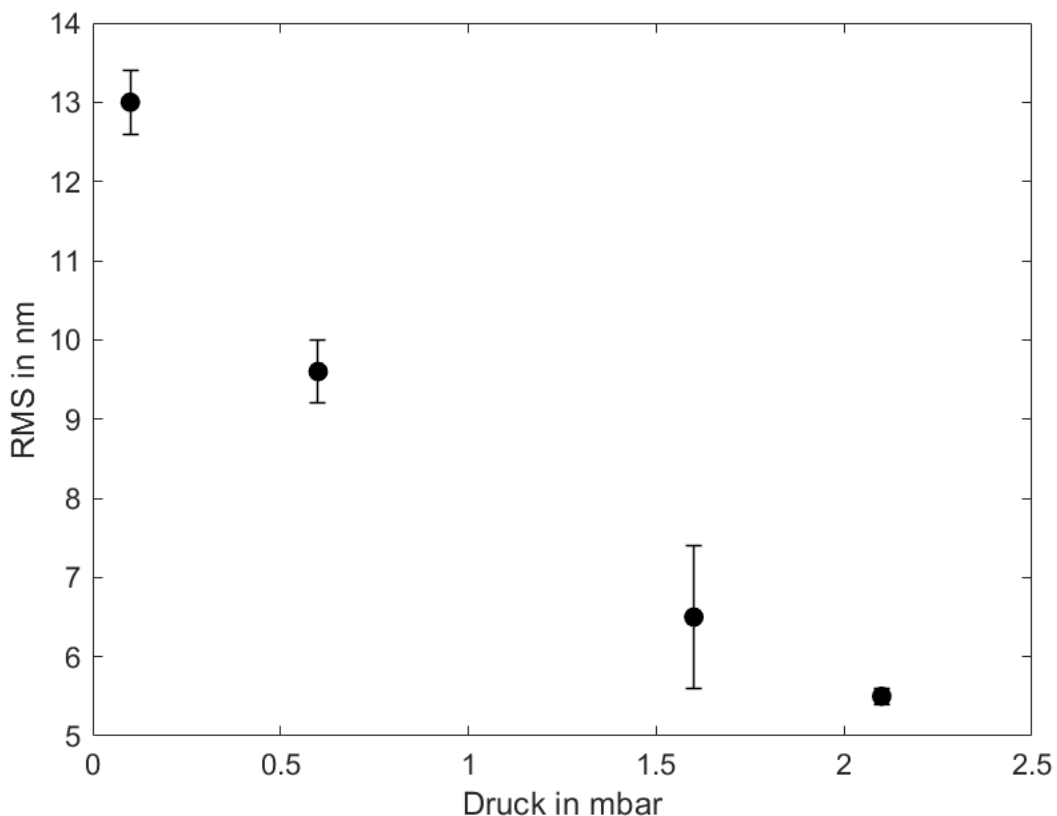


Abbildung 4.5: Rauheiten nach dem reaktiven Ionenätzen mit Stickstoff

Tabelle 4.2: Resultierende Rauheit aus Prozessdrücken

Druck in mbar	RMS in nm
0,1	$13,0 \pm 0,4$
0,6	$9,6 \pm 0,4$
1,6	$6,5 \pm 0,9$
2,1	$5,5 \pm 0,1$

4.1.2.3 Rauheit der Metalloberflächen

Die Rauheit nach dem Polieren der Kupfer- und Stahloberflächen ist in Tabelle 4.3 angegeben.

Tabelle 4.3: Rauheit nach Politur

Werkstoff	RMS in nm
Kupfer	1,25±0,45
Edelstahl	0,6±0,25

4.2 Erosionsversuche

4.2.1 Experimentelle Details

Anhand der hier durchgeführten Versuche soll eine Rohrwand nachgebildet werden, wie sie beispielsweise in Transportrohren zu finden ist, mit dem Ziel durch die Versuchsergebnisse:

- Ein grundlegendes Verständnis der Verschleißmechanismen an Rohrwänden zu erlangen und
- damit Grundlagen für Verbesserungsideen für die Beschaffenheit von Rohroberflächen zu schaffen

Zu diesem Zweck wurde ein Erosionstester entwickelt, der die Möglichkeit bietet, Proben in verschiedenen Winkeln von einem Partikelensemble umfließen zu lassen. Anschließend wurde diese Probe untersucht, um die Wechselwirkungen zwischen dem Ensemble und der Wand zu beschreiben und die sich daraus ergebenden Folgen zu analysieren.

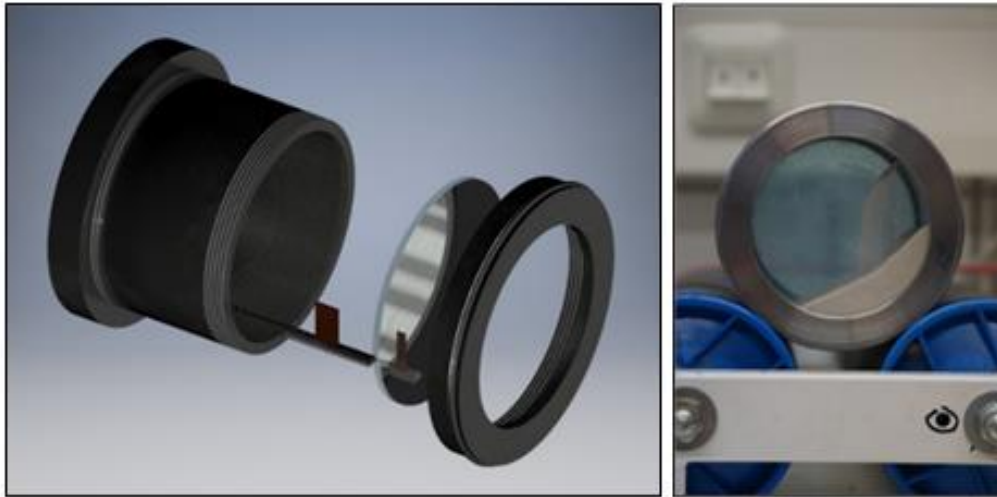


Abbildung 4.6: Erosionstester

In Abbildung 4.6 ist der Erosionstester schematisch dargestellt. Das Partikelensemble befindet sich in einer rotierenden Edelstahlkammer in der die Probe in Winkeln von 0° , 45° und 90° angebracht werden kann, um verschiedene Auftreffwinkel nachbilden zu können. Hierdurch wird eine sinnvolle Möglichkeit gegeben, dass auch Rohrkrümmungen abgebildet werden können, die häufig, die am meisten verschleißenden Stellen in einem Rohr sind.

Die Trommel rotiert mit einer Geschwindigkeit von 60 rpm und hat mit einem Durchmesser von 100 mm ein maximales Fassungsvermögen von 445 cm^3 . In den hier vorgestellten Untersuchungen war die Kammer zu 24 % gefüllt, was einer Sandmenge von 165 g entspricht. Die Geschwindigkeit der Trommel wurde mit einem Lasermesssystem der Firma UNI-T gemessen und während des Versuches regelmäßig kontrolliert.

Zum Vergleich von verschiedenen Rohrrinnenflächen wurden drei verschiedene Oberflächen untersucht:

- Stahl
- Kupfer,
- DLC-Oberfläche.

In den Versuchen sollte auch der Einfluss der Dauer auf die Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Probe untersucht werden. Zu diesem Zweck wurden Versuche mit einer Dauer von

- 60 min
- 300 min
- 6.000 min und

- 30.000 min

durchgeführt.

Neben der Dauer, sollte darüber hinaus auch der Einfluss der Auftreffgeschwindigkeit und der damit einhergehenden Änderung der kinetischen Energie untersucht werden. Zu diesem Zweck wurde nicht die Geschwindigkeit der Trommel geändert, sondern es wurden verschiedene Stellen auf der Probe betrachtet, die aufgrund ihrer unterschiedlichen Lage in der Probenkammer verschiedene Auftreffgeschwindigkeiten erfahren haben. In Abbildung 4.7 ist der Aufbau der Proben mit den dazugehörigen Markierungen dargestellt.

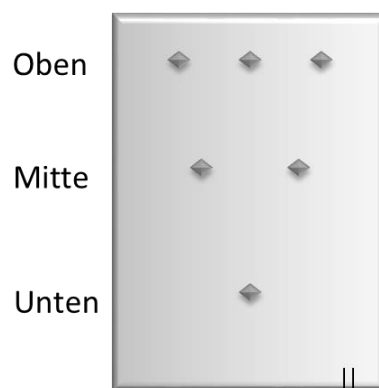


Abbildung 4.7: Probenmarkierung

Die unterschiedlichen Geschwindigkeiten der Probe können mit der Formel 4.13:

$$v = d * \pi * n \quad (4.13)$$

berechnet werden, sofern die Probe in einem 90 Grad Winkel eingebaut ist.

Der Gesamtdurchmesser der Trommel beträgt 100 mm und der Abstand der Markierung vom äußeren Punkt der Trommel beträgt:

- Unten: 5 mm
- Mitte: 15 mm
- Oben: 25 mm

Die Geschwindigkeit der Probe an den unterschiedlichen Messstellen ist in Tabelle 4.4 aufgeführt.

Tabelle 4.4: Geschwindigkeitsverlauf auf Erosionstesterproben

Position	Geschwindigkeit in m/s
Unten	0,28
Mitte	0,21
Oben	0,15

Die Proben bei den mit den Partikeln Wechselwirkungen auftreten, wurden vor der dem Versuch immer auf dieselbe Art vorbereitet. Die Metalloberflächen (Edelstahl und Kupfer) wurden zunächst auf eine Rauheit unter $RMS = 2 \text{ nm}$ poliert und anschließend vibrationspoliert, damit die Ausgangszustände vergleichbar waren. Die Versetzungsfreiheit ist insbesondere wegen Verfestigungsphänomenen in der Oberfläche durch die mechanische Bearbeitung (Schleifen und Polieren) wichtig, weil der beobachtete Verschleiß hauptsächlich in der Oberfläche stattfindet. Im Anschluss an diese Vorbereitung wurden drei Positionen mittels Vickers Indents markiert. Vor dem eigentlichen Versuch wurden die Proben an den drei Stellen im REM untersucht, wobei genau diese Stellen auch nach der Versuchsdurchführung gefunden werden konnten. Es wurden vor und nach jedem Versuch Aufnahmen mit einer Vergrößerung von 1.000-fach, 5.000-fach und 10.000-fach aufgenommen.

Zusätzlich zu den REM-Untersuchungen wurde die Topographie der Oberfläche auch mit dem Rasterkraftmikroskop bestimmt. Hierzu wurde die Ausgangsrauheit auf jeweils einer Kupfer-, Edelstahl- und DLC-Probe an drei Stellen auf der Probe mit je einer Fläche von $3 \times 3 \text{ }\mu\text{m}$ bestimmt. Nach jedem Versuch wurde die Rauheit dann wieder an drei Stellen im unteren Bereich der Probe bestimmt. Anhand dieser Messungen kann die Änderung der Oberfläche quantitativ in Rauheitswerten angegeben werden.

Zusätzlich zu den oben genannten Versuchen wurde für jeweils eine Probe aus jedem Material eine Untersuchung durchgeführt, bei der eine 50 Stunden andauernde Messung bei einem 90 Grad Probenwinkel in dem Erosionstester durchgeführt wurde. Vor diesem Test wurden die Proben gewogen und die Härte der Oberfläche wurde mit dem Nanoindenter bestimmt. Diese Härtemessung wurde an 25 Stellen kraftkontrolliert mit einer Last von $1000 \text{ }\mu\text{N}$ durchgeführt. Nach dem Erosionstest wurden zur Bestimmung des Materialverlustes die Proben wieder gewogen und es wurde auch die Härte erneut gemessen um den Einfluss des Partikeleinfalles auf die Härte zu quantifizieren.

4.2.2 Versuchsergebnisse Erosion

Für die Auswertung der durchgeführten Erosionsversuche war es zunächst notwendig, dass der Einfluss der Geschwindigkeit, des Winkels und die Dauer des Partikeleinfalles spezifisch für jedes eingesetzte Material untersucht wurde. Hierbei wurde vor allem auf die, durch individuellen Partikelkontakt erzeugten Verschleißmarken eingegangen.

Anschließend wurden die Proben allgemeiner betrachtet und es wurde auf deren Änderung der Härte und des Gewichts durch die Wechselwirkung mit dem gesamten Partikelensemble näher eingegangen.

Die Auswertung der Edelstahlproben hat gezeigt, dass die drei Parameter Geschwindigkeit, Einfallwinkel und Versuchsdauer einen großen Effekt auf die Verschleißerscheinungen der Oberfläche zeigen.

Zur Visualisierung des Einflusses der Geschwindigkeit auf den Verschleiß wurden die Aufnahmen aus dem Rasterelektronenmikroskop (REM) bei 30 Stunden und 90° gewählt, von denen die Stellen Oben, Mitte und Unten in Abbildung 4.8 dargestellt sind.

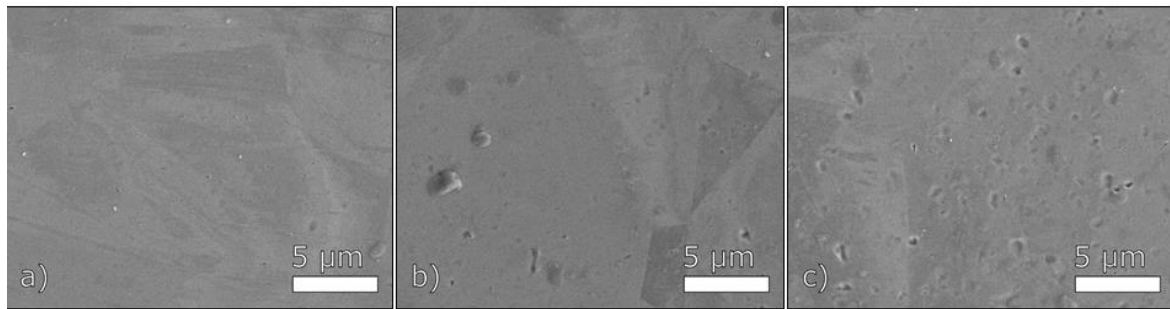


Abbildung 4.8: Stahloberfläche nach 30 h bei 90° an a) oberer Probenposition, b) mittlerer Probenposition, c) unterer Probenposition

Wie in Abbildung 4.8 c) zu sehen ist, zeigt sich im unteren Bereich der Probe hauptsächlich eine Oberflächenzerrüttung, die durch herausgeplatze Plättchen verursacht wird. Bei größerer Auflösung dieser Bereiche können auch, wie in der Theorie beschrieben wird, Schwingstreifen um diese Bereiche beobachtet werden. Zusätzlich tritt in diesem Bereich der Probe auch abrasiver Verschleiß in Form des Mikrospanens auf.

Mit abnehmender Geschwindigkeit nimmt die Häufigkeit der Verschleißmerkmale stark ab. In der Mitte der Probe bei einer Geschwindigkeit von 0,21 m/s sind nur noch vereinzelt Bereiche von herausgeplatzen Teilchen durch die Oberflächenzerrüttung zu erkennen, die dann auch weniger stark ausgeprägt sind als diejenigen bei höherer Geschwindigkeit. Allerdings haften in diesem Bereich vereinzelte Sandkörner auf der Oberfläche.

Wird eine geringere Geschwindigkeit von 0,15 m/s betrachtet, so sind noch weniger Verschleißstellen zu erkennen die dann auch noch wesentlich geringer ausgeprägt sind als die, bei den beiden höheren Geschwindigkeiten.

Bei geringeren Geschwindigkeiten ist die kinetische Energie der Partikel geringer und folglich auch die damit übertragene Energie auf die Oberfläche. Die kinetische Energie E_{kin} berechnet sich mit Hilfe der Masse m und der Geschwindigkeit v aus:

$$E_{kin} = \frac{1}{2}mv^2 \quad (4.14)$$

Das bedeutet, dass ein Partikel gleicher Masse bei halber Geschwindigkeit nur noch $\frac{1}{4}$ der kinetischen Energie bei voller Geschwindigkeit überträgt. Aus diesem Grund hat die Geschwindigkeit einen erheblichen Einfluss auf die Wechselwirkung zwischen einer Oberfläche und einem Partikel und es zeigen sich an den unterschiedlichen Stellen auf der Probe verschiedenste Verschleißerscheinungen und -ausprägungen.

An diese Betrachtung schließt sich die Beschreibung der Wirkung des Probenwinkels auf den Verschleiß der Oberfläche an. Zu diesem Zweck wurde bei den 45° und 90° Proben die untere Stelle (siehe Abb. 4.9) nach 30 Stunden verglichen, weil der Verschleiß dort am extremsten ist. Bei der 0° Probe wurde nur eine Stelle untersucht und folglich wurde diese auch für die Betrachtung ausgewählt.

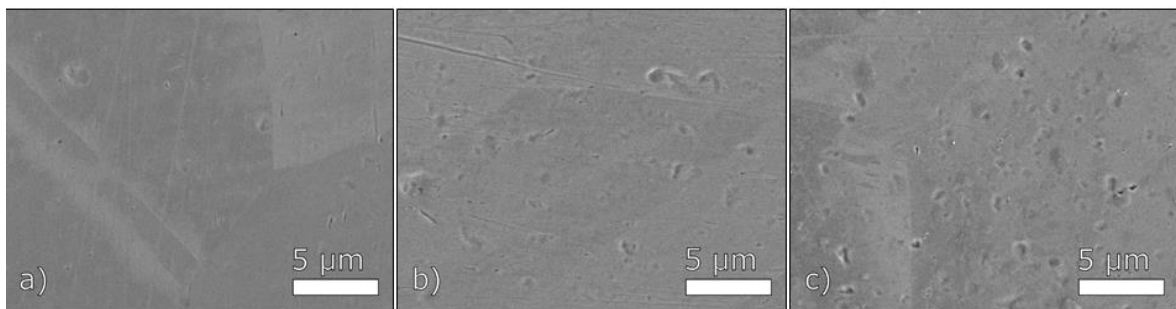


Abbildung 4.9: Stahloberfläche nach 30 h an unterer Probenposition bei a) 0° , b) 45° , c) 90°

Die Oberflächen zeigen nach den Versuchen abhängig von den Winkeln unterschiedliche Verschleißbilder.

Bei der 90° Probe ist, wie erwartet, die Oberflächenzerrüttung der dominante Mechanismus, der durch die senkrecht zyklisch auf die Oberfläche auftreffenden Partikel hervorgerufen wird. Diese herausgeplatzen Plättchen führen zu einer starken Erhöhung der Rauheit der Probenoberfläche von $0,6 \pm 0,26$ nm auf $5,74 \pm 2,57$ nm. Diese Rauheit steigt um einen Faktor von über neun durch die Entstehung der Krater.

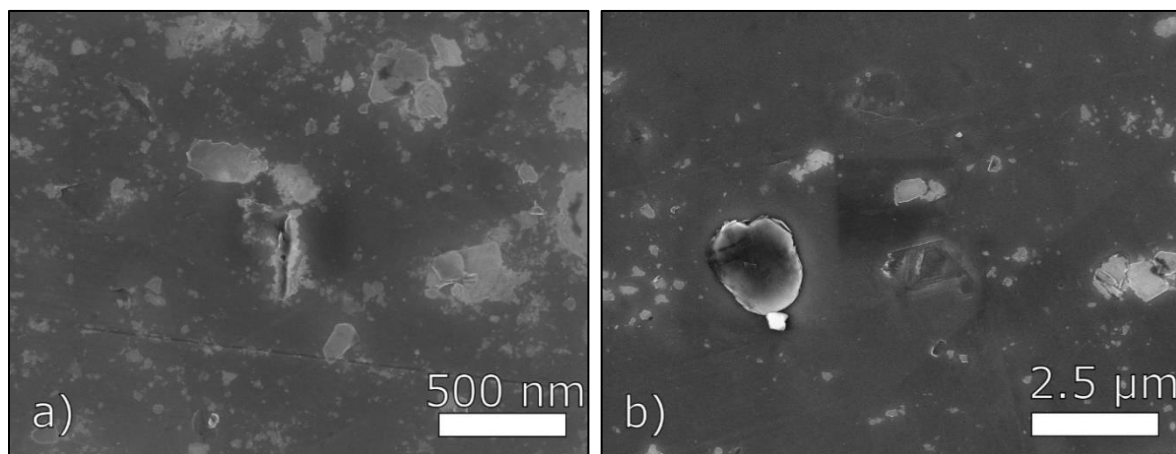


Abbildung 4.10: a) Abrasionsmarke b) Oberflächenzerrüttung

Zusätzlich zu der Oberflächenzerrüttung zeigt die Oberfläche auch abrasive Verschleißmarken, die beispielhaft in Abbildung 4.10 a) dargestellt sind. Diese entstehen allerdings nicht, weil alle Partikel im 90° Winkel auf die Oberfläche auftreffen, sondern, weil es eine Winkelverteilung im Partikelstrom gibt. Dieses Erscheinungsbild entspricht dem Erwarteten und wird ebenfalls so in der Literatur beschrieben. Abbildung 4.10 b) zeigt eine Stelle, an der eine Oberflächenzerrüttung stattgefunden hat.

Ebenfalls bei der 45° Probe sind die herausgelösten Plättchen durch Oberflächenzerrüttung zu erkennen, jedoch gibt es auch hier vermehrt und längere Verschleißmarken, die Abrasion zeigen. Diese Abrasion wird durch den zusätzlichen Gleitanteil der Partikel hervorgerufen und zeigt sich bei duktilen Werkstoffen hauptsächlich durch Mikroflügen und Mikrospanen. Auf der Rasterelektronenmikroskopaufnahme in Abbildung 4.9 b) ist ein Kratzer mit einer Länge von über 10 µm zu erkennen, der durch Mikrospanen der SiO₂ Partikel hervorgerufen wurde. In der Abbildung sind zusätzlich weitere kleinere Kratzer zu erkennen.

Die mit dem Rasterkraftmikroskop gemessene Rauheit von $2,59 \pm 1,25$ nm bestätigt, dass eine Änderung der Oberflächentopographie stattfindet, die in diesem Fall den ursprünglichen Wert der Probe um mehr als ein Vierfaches übersteigt.

Dieser Wert zeigt aber auch, dass die Oberflächenrauheit stärker durch die Krater erhöht wird, wie sie bei der 90° Probe vermehrt auftreten. Auch diese Erscheinungsform der Oberfläche war bei einem Einfallswinkel von 45° laut der vorhandenen Literatur zu erwarten.

Die Probe die mit einem Winkel von circa 0° in den Erosionstester eingebaut und 30 Stunden von dem Sand umspült wurde, zeigt einen deutlichen Gleitstrahlverschleiß. Der hauptsächliche Mechanismus hierbei ist die Abrasion und das Erscheinungsbild wird von Mikrofurchen und -kratzen dominiert. Bei diesem von Abrasion dominierten Verschleiß steigt die Rauheit auf einen Wert von $1,62 \pm 0,24$ nm. Dies ist der geringste Rauheitswert bei den 30 Stunden-Proben und zeigt, dass die Rauheit am wenigsten durch Abrasion beeinflusst wird.

Als weiterer Parameter wird der Einfluss der Versuchsdauer auf die Edelstahloberfläche beschrieben.

Hierfür wurden immer die REM Aufnahmen der Probenoberflächen im unteren Bereich verwendet, weil dort, wie oben beschrieben, der Verschleiß am stärksten ausgeprägt ist. Um einen größeren Ausschnitt der Probenoberfläche im Vergleich zu den vorhergehenden Aufnahmen zu zeigen, wurden diese mit 1000-facher Vergrößerung

aufgenommen.

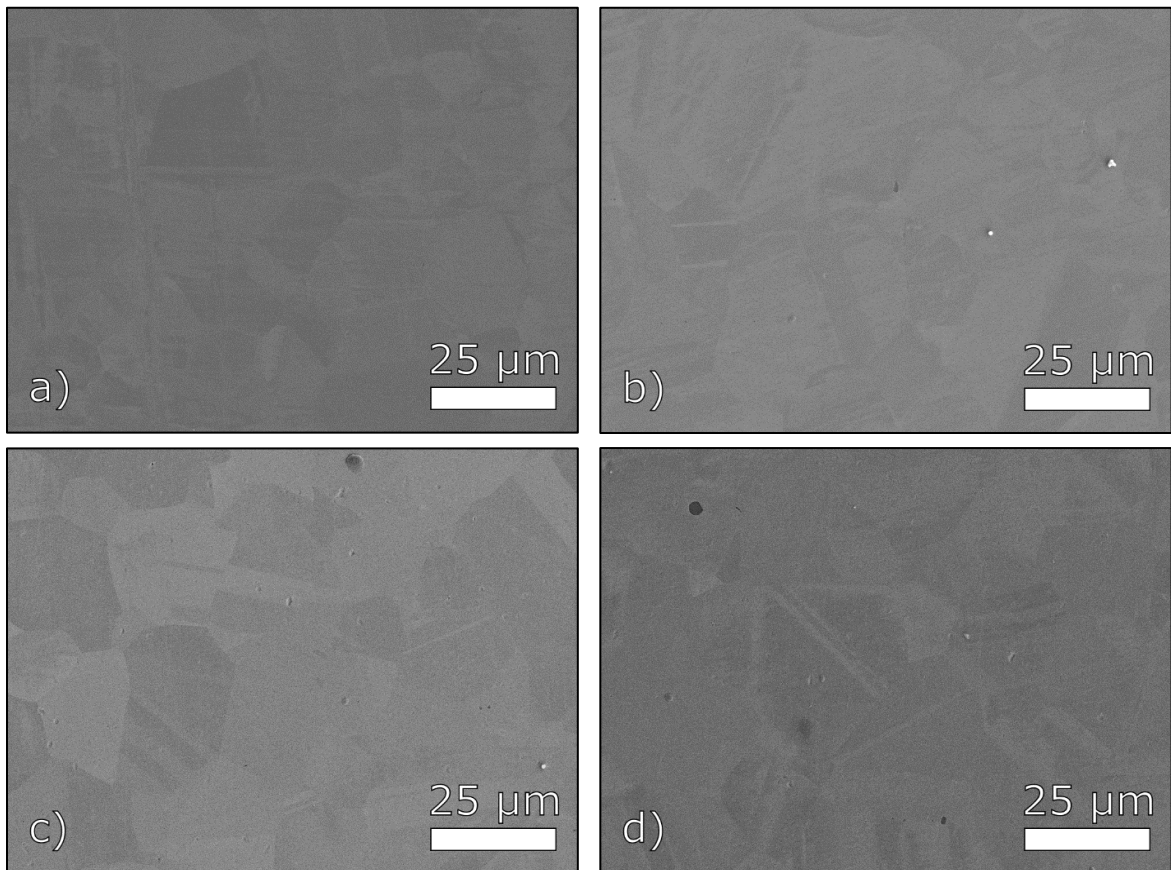


Abbildung 4.11: 0 °-Stahloberfläche nach a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer
c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer

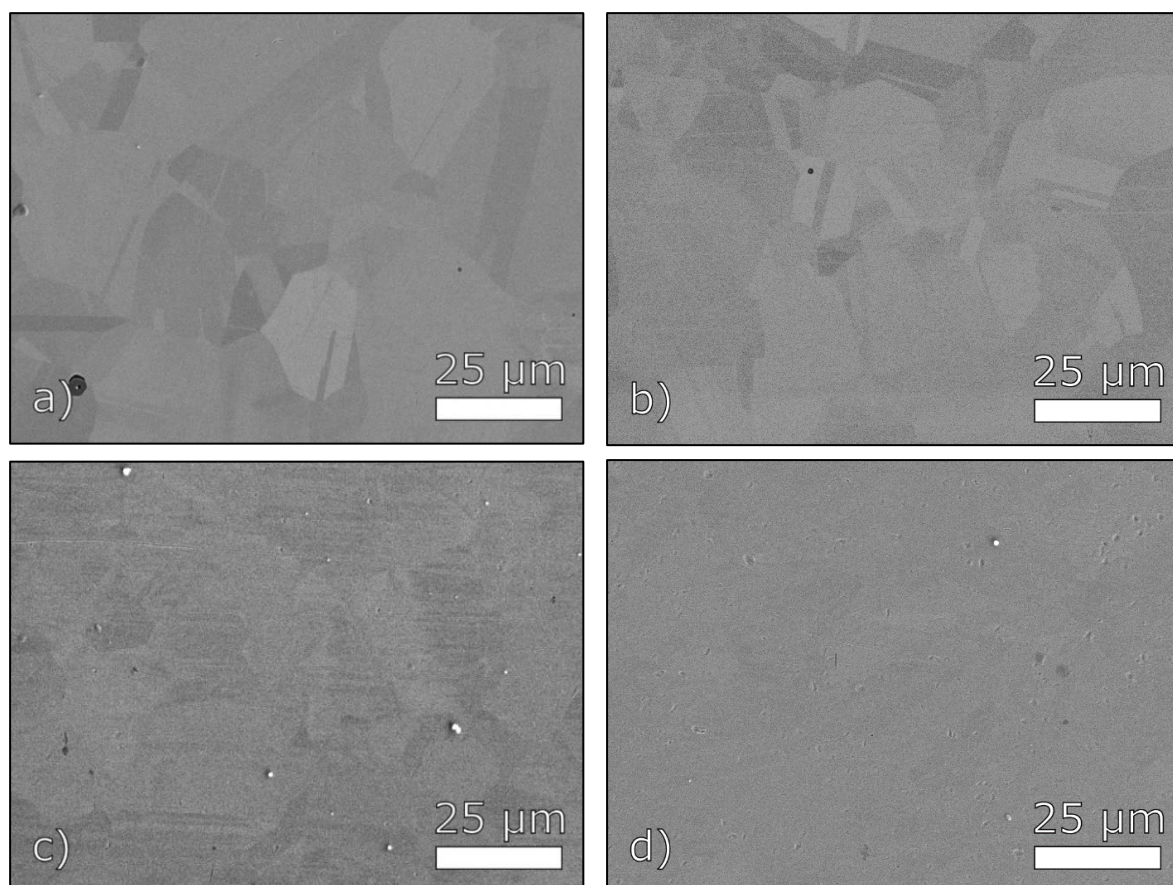


Abbildung 4.12: °-Stahloberfläche nach a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer
c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer 0 Grad 1, 3, 10, 30 h

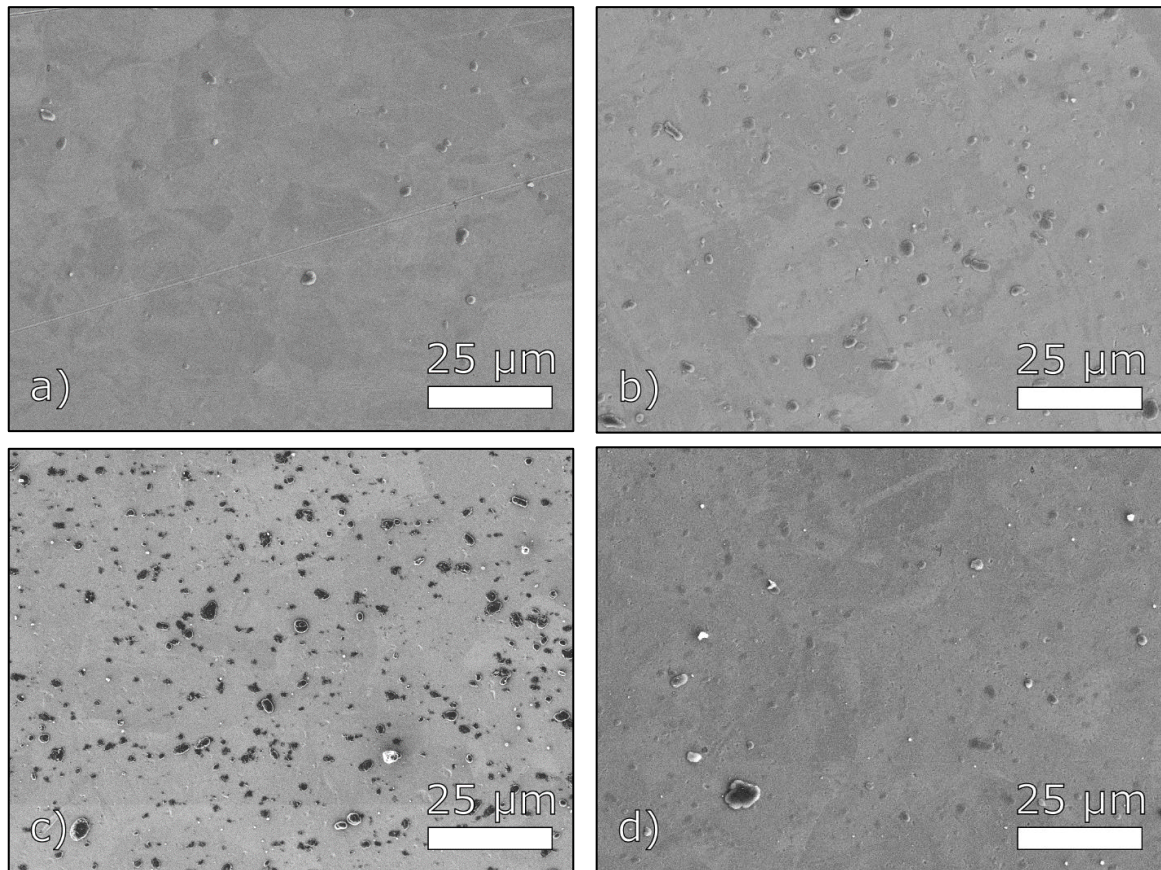


Abbildung 4.13: 90°-Stahloberfläche nach a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer

Bei allen Proben, unabhängig von dem Einfallswinkel des Partikelensembles, nimmt die Zerstörung der Oberfläche mit einer längeren Versuchsdauer zu. Bei der 90° Probe treten nach 1 h nur einzelne Verschleißmarken der Oberflächenzerrüttung auf und die Anzahl der herausgelösten Plättchen steigt mit der Versuchsdauer an. Auffallend ist, dass bei der 90° Probe bei einer Versuchsdauer von 3 h und 10 h Partikel an der Probenoberfläche haften, die bei der Aufnahme nach 30 h nicht mehr vorhanden sind. Diese Beobachtung deutet auf eine Änderung der Haftbedingungen der Partikel an der Oberfläche durch die Änderung der Oberflächentopographie hin. Obwohl die Rauheit der Oberfläche stark gestiegen und auch deutlicher Verschleiß sichtbar ist, ist die ursprüngliche Probenoberfläche noch gut unter dem Verschleiß zu erkennen.

Bei der 45° Probe wird der sichtbare Verschleiß mit zunehmender Versuchsdauer auch größer, jedoch zeigen sich schon nach 3 h starke Abrasionsmarken, deren Quantität dann aber nicht weiter zunimmt. Hingegen sind die Krater der Oberflächenzerrüttung erst ab 10 h vereinzelt sichtbar und nehmen dann mit der Versuchsdauer weiter zu. Dies wird dadurch hervorgerufen, dass für Oberflächenzerrüttung das zyklische Eintreffen von Partikeln notwendig ist und bei einem Winkel von 45° teilt sich die Trajektorie in einen Ermüdungsanteil senkrecht zur Oberfläche und einen horizontalen Anteil, der Abrasion verursacht.

Bei der 0° Probe ist zu erkennen, dass die Anzahl und auch die Ausprägung der Verschleißmarken mit dem zeitlichen Verlauf zunehmen. Hier sind vor allem Merkmale des Gleitverschleißes vorhanden, die durch abrasiven Verschleiß erzeugt werden, und hierdurch wird in der REM-Aufnahme 4.11 d) die Laufrichtung des Sandes sichtbar.

Auch wird durch die REM-Aufnahmen gezeigt, dass der Verschleiß der 0° Probe wesentlich geringer ausgeprägt ist, als bei den 45°- und 90°- Proben. Aber auch selbst bei der 0° Probe sind vereinzelt Oberflächenzerrüttungsanteile erkennbar, da auch hier Partikel aus dem Kollektiv in anderen Winkeln auf die Oberfläche prallen.

Unabhängig vom eingestellten Winkel nimmt die Rauheit aller Proben mit der Versuchszeit zu. Bei den Versuchen hat sich herausgestellt, wie die REM Bilder belegen, dass die Rauheit bei dem Prallverschleiß bei den 90° Proben am stärksten zunimmt. Die Versuche haben erwartungsgemäß gezeigt, dass der Rauheitswert der 45° Probe zwischen den beiden Extremfällen von 0° und 90° liegt. Daraus ergibt sich, dass bei der 0°-Probe hauptsächlich Gleitverschleiß, bei der 90°-Probe insbesondere Prallverschleiß und bei der 45°-Probe anteilig beide Verschleißarten zu beobachten sind.

Tabelle 4.5: Rauheit der Stahlproben nach Erosionstesterversuchen

	0°		45°		90°	
	RMS in nm	Stabw. RMS in nm	RMS in nm	Stabw. RMS in nm	RMS in nm	Stabw. RMS in nm
1 h	0,53	0,04	0,55	0,46	0,48	0,11
3 h	0,28	0,06	0,48	0,13	2,46	0,02
10 h	0,92	0,76	1,94	0,89	6,25	3,35
30 h	1,62	0,24	2,59	1,25	5,74	2,57

Nachdem vorausgehend der Einfluss von einfallenden Sandpartikeln auf eine Edelstahloberfläche beschrieben wurde, wird im Folgenden aufgezeigt, welche Effekte bei einer Kupferoberfläche auftreten. Auch hier wird zunächst der Einfluss der Geschwindigkeitsänderung über die Probe, danach der des Einfallswinkels und abschließend die zeitliche Änderung der Kupferoberfläche untersucht.

Für die Untersuchung der Geschwindigkeitsabhängigkeit wird die Probe nach einer Versuchsdauer von 30 Stunden und bei einem Winkel von 90° betrachtet. In Abbildung 4.14 sind REM-Aufnahmen von diesen drei Stellen gezeigt. Bei den Kupferproben werden die Aufnahmen, die vor dem Versuch aufgenommen wurden mit abgebildet, da diese

mehr Artefakte durch das Polieren aufweisen als die Edelstahloberflächen und diese nicht mit den Verschleißmarken verwechselt werden sollen.

Anhand der REM-Aufnahmen ist zu erkennen, dass auch bei den Kupferproben die Ausprägung des Verschleißes mit der Geschwindigkeit zunimmt. Jedoch sind die Unterschiede in der Ausprägung nicht so deutlich wie bei den Edelstahlproben, da sie auch schon bei der geringsten Geschwindigkeit stark ausgeprägt sind, wo hingegen bei den Edelstahlproben selbst bei 30 Stunden Versuchsdauer nur wenige Verschleißmarken sichtbar waren. Bei dem Kupfer sind auch die typischen Merkmale für Oberflächenzerrüttung, herausgelöste Plättchen, sichtbar, jedoch ist durch die hohe Duktilität des Kupfers die gesamte Oberfläche durch die aufschlagenden Partikel stark plastisch deformiert. Die Fläche und Anzahl der herausgelösten Plättchen nehmen mit steigender Geschwindigkeit zu. Dies folgt aus dem Zusammenhang, dass die Duktilität der Probenoberfläche durch das Einbringen von zusätzlichen Versetzungen durch den Aufprall von Partikeln mit höherer kinetischer Energie und der damit verbundenen Steigerung der Härte abnimmt und somit die Partikel eher herausgelöst werden.

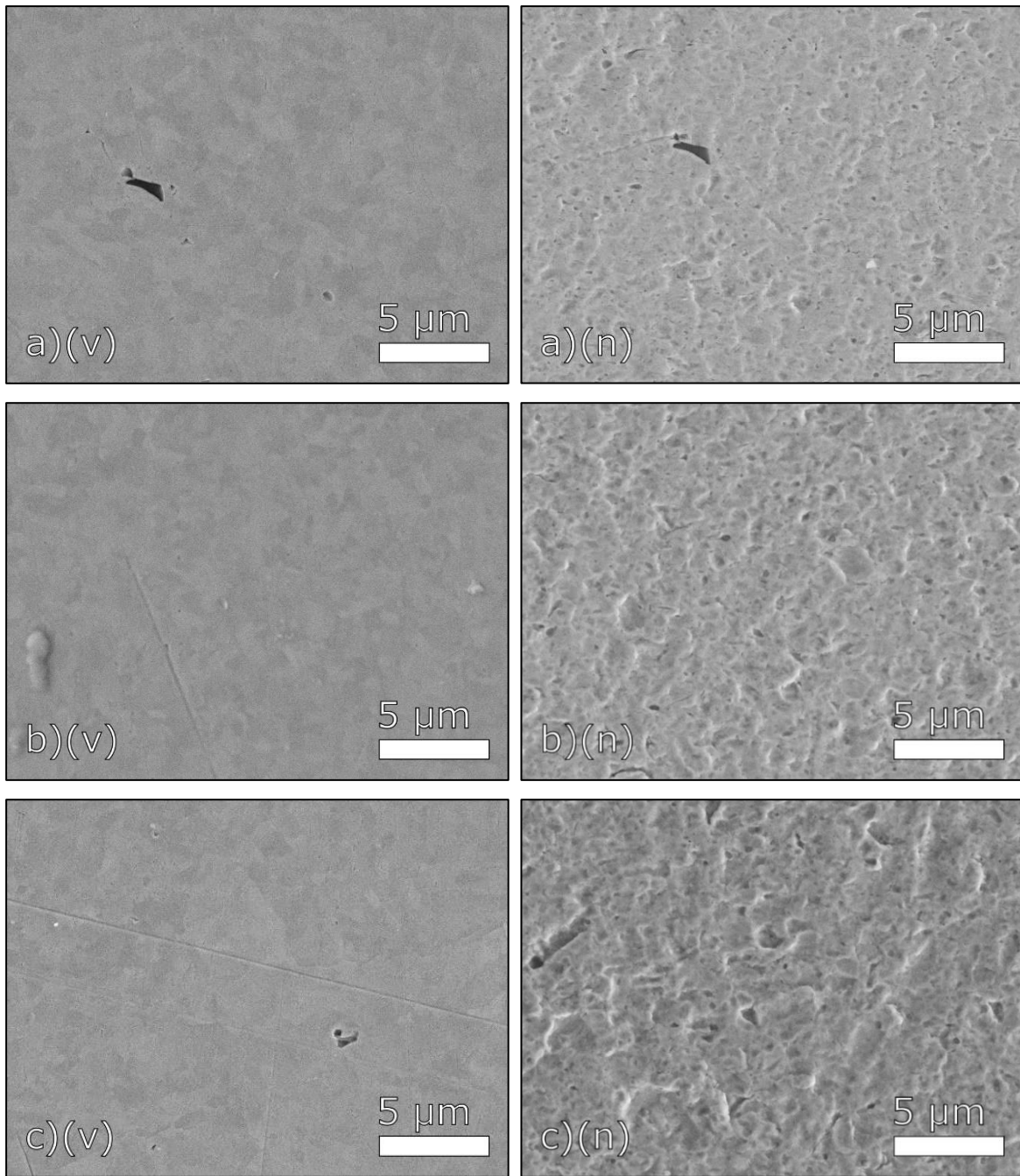


Abbildung 4.14: Einfluss der Geschwindigkeit auf den Erosionsverschleiß bei Kupfer
a) oben b) mitte c) unten bei 5000-facher Vergrößerung

In Abbildung 4.15 ist die Winkelabhängigkeit des Verschleißes der Kupferproben dargestellt. Auch hier wird immer die untere Stelle, an der die höchste kinetische Energie durch die Partikel eingebracht wird bei einer Versuchsdauer von 30 Stunden betrachtet.

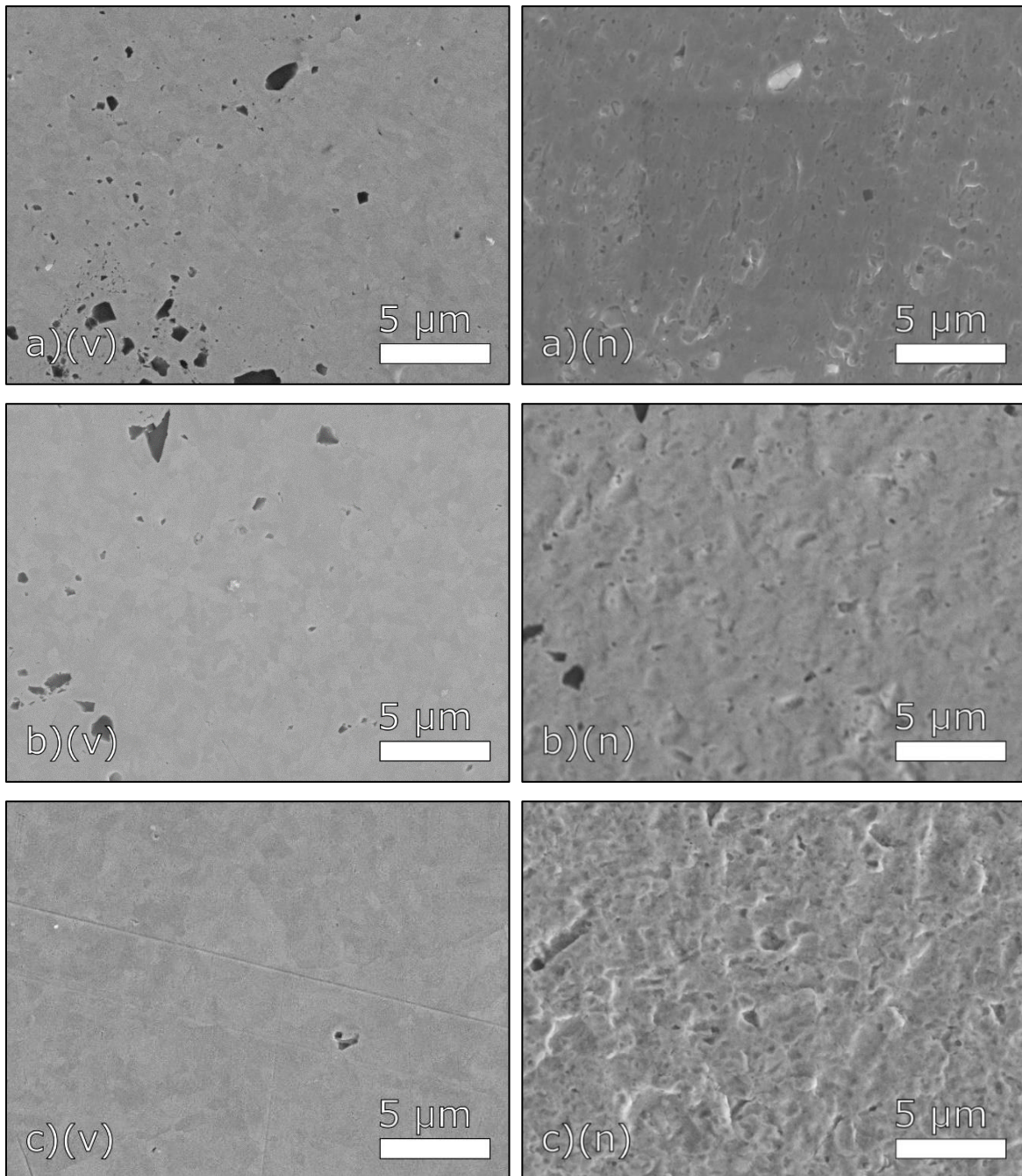


Abbildung 4.15: Einfluss des Winkels auf den Erosionsverschleiß bei Kupfer a) 0° b) 45°
c) 90° bei 5000-facher Vergrößerung

Die 90°-Probe zeigt eine starke plastische Verformung zusammen mit Verschleißmarken der Oberflächenzerrüttung. In Abbildung 4.16 ist eine hohe Vergrößerung von einem Beispiel für Oberflächenzerrüttung gezeigt, wobei sogar einzelne Schwinglinien zu erkennen sind. Wie bei den Edelstahlproben steigt die Rauheit bei der 90°-Probe auf den höchsten Wert. Bei der Kupferprobe wird sogar eine Rauheit von über $34,8 \pm 7,1$ nm erreicht, was dem 28-fachen Wert der Ausgangsrauheit entspricht. Dieser hohe Anstieg wird durch die Kombination der starken plastischen Verformung durch den Einfall der Partikel und die Oberflächenzerrüttung erzeugt.

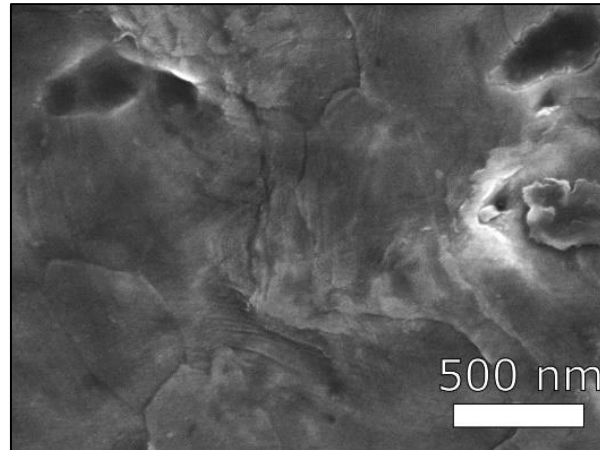


Abbildung 4.16: Oberflächenzerrüttung auf Kupferoberfläche

Im Gegensatz zu der 45°-Probe des Edelstahl zeigt die Kupferprobe bei 45° kaum abrasiven Verschleiß, sondern die Oberfläche wurde durch den Einfall der Partikel plastisch verformt und im Vergleich zu der 90° Kupferprobe gibt es weniger Stellen an denen Plättchen durch Oberflächenzerrüttung herausgelöst wurden. Die Rauheit der 45°-Probe erhöht sich auf 18,7 nm und dieser Wert ist um circa die Hälfte geringer als der bei der 90° Probe. Damit wird nachgewiesen, dass sowohl die plastische Verformung, als auch die Oberflächenzerrüttung bei 90° wesentlich stärker ausgeprägt sind.

Bei der 0° Probe sind sowohl Abrasions-, Oberflächenzerrüttungs- als auch plastische Verformungsanteile vorhanden. Bei der Kupferprobe kann es auch bei 0° und 30 Stunden Versuchsdauer zur Oberflächenzerrüttung kommen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass wegen der geringeren Härte der Probe weniger Energie notwendig ist um die Probe zu ermüden und somit auch Teilchen, die mit weniger Geschwindigkeit auf die Oberfläche prallen, Ermüdung hervorrufen. Darüber hinaus schlägt auf Grund der Verteilung der Aufprallwinkel auch bei der 0° Probe ein geringer Anteil der Partikel in größeren Winkeln auf, wobei diese mit einer relativ geringen Geschwindigkeit auf die Probe auftreffen. Da nur wenige Partikel mit großen Winkeln aufschlagen und diese auch eine relativ geringe kinetische Energie besitzen, sind die durch Oberflächenzerrüttung herausgeplatzen Plättchen klein und nur in geringer Anzahl vorhanden. Die Abrasionsmarken verlaufen entlang der Laufrichtung des Sandes. Auch bei der 0° Probe wird die Oberfläche durch die Partikel plastisch verformt, was jedoch wesentlich geringer ausgeprägt ist als bei den größeren Winkeln. Auch die Rauheit der Probe bei 0° steigt im Vergleich zu der Ausgangsprobe um 10 nm. Dieser Anstieg in der Rauheit ist jedoch geringer als der, bei den beiden zuvor beschriebenen Proben, was darauf zurückzuführen ist, dass die plastische Verformung und die Oberflächenzerrüttung wesentlich weniger stark ausgeprägt sind.

Nachdem der Einfluss der Geschwindigkeit der Probe und des Probenwinkels auf den Verschleiß der Probenoberfläche beschrieben wurde, wird nachfolgend der zeitliche Verlauf des Verschleißes bei den unterschiedlichen Winkeln beschrieben. Unabhängig davon in welchem Winkel die Proben in den Erosionstester eingebaut wurden, nahm der festgestellte Verschleiß bei allen Proben mit steigender Versuchsdauer zu.

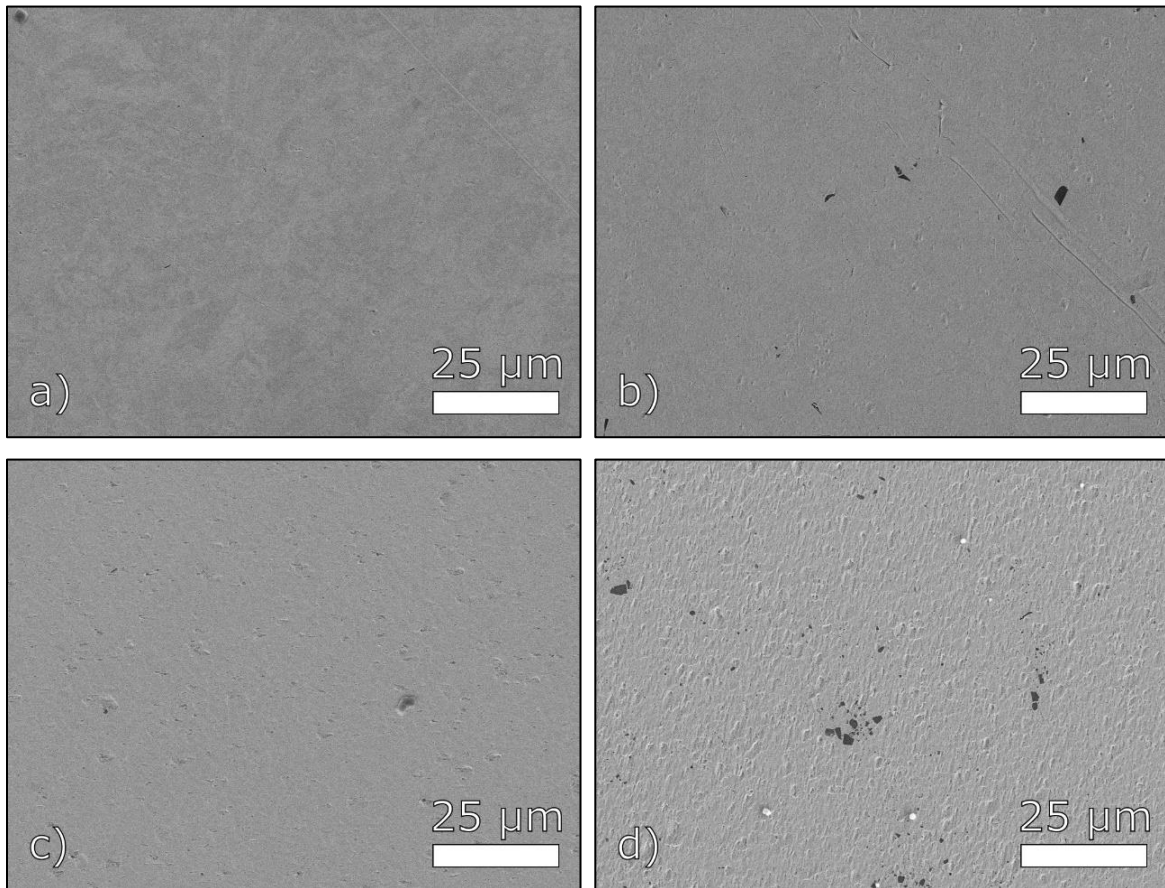


Abbildung 4.17 0°-Kupferoberfläche nach a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer

In Abbildung 4.17 ist die Änderung der Oberfläche, der bei 0° in den Erosionstester eingebauten Probe über die Zeit dargestellt. Nach einer Stunde hat sich die Oberfläche nur wenig verändert und es treten nur vereinzelt Abrasionsmarken auf. Im weiteren Verlauf nimmt die Häufigkeit und Ausprägung der Verschleißmarken zu, schon bei der drei Stunden Probe ist abrasiver Verschleiß, sowie Oberflächenzerrüttung feststellbar. Bei der zehn Stunden Probe nimmt neben den abrasiven Verschleißmerkmalen und der Oberflächenzerrüttung auch die plastische Deformation der Probe zu. Nach 30 Stunden ist die Laufrichtung der Probe durch die Ausrichtung der Abrasionsmerkmale deutlich zu erkennen und auch die Ausprägung und Häufigkeit der Oberflächenzerrüttung nimmt zu. Diese Zusammenhänge zeigen sich auch in der steigenden Rauheit der Probe mit der Versuchsdauer.

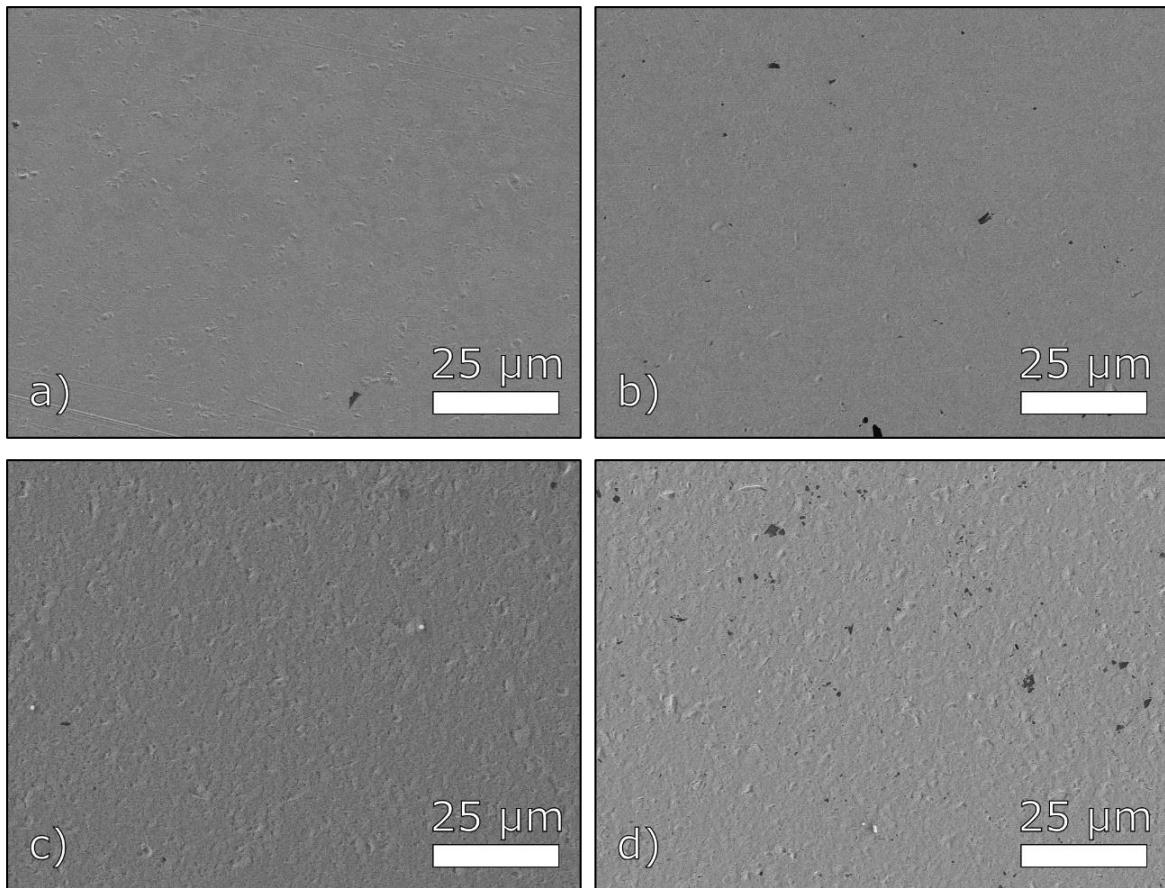


Abbildung 4.18: 45°-Kupferprobe mit a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer 1 bis 30 h

Die REM-Aufnahmen mit 1000-facher Vergrößerung der Versuche bei 45° werden in Abbildung 4.18 gezeigt. Nach einer Stunde sind durch abrasiven Verschleiß entstandene Kratzer, die sich über den gesamten Bildausschnitt erstrecken zu erkennen. Vereinzelt tritt auch Oberflächenzerrüttung auf, wobei die Verschleißmarken noch nicht stark ausgeprägt sind. Mit fortschreitender Versuchsdauer nimmt die Ausprägung der Oberflächenzerrüttung zu und der abrasive Verschleiß wird zunehmend durch die plastische Deformation von der Oberfläche überlagert. Zusätzlich wirkt eine Zunahme der Härte mit der Zeit durch das Einbringen von Versetzungen bei der plastischen Deformation der Abrasion entgegen. Diese Zunahme wird im Anschluss an die zeitliche Betrachtung des Verschleißes näher erläutert. Nach einer Versuchsdauer von 30 Stunden ist Oberflächenzerrüttung das dominante Verschleißbild, wobei zusätzlich eine plastische Deformation der Oberfläche auf den REM-Aufnahmen zu erkennen ist.

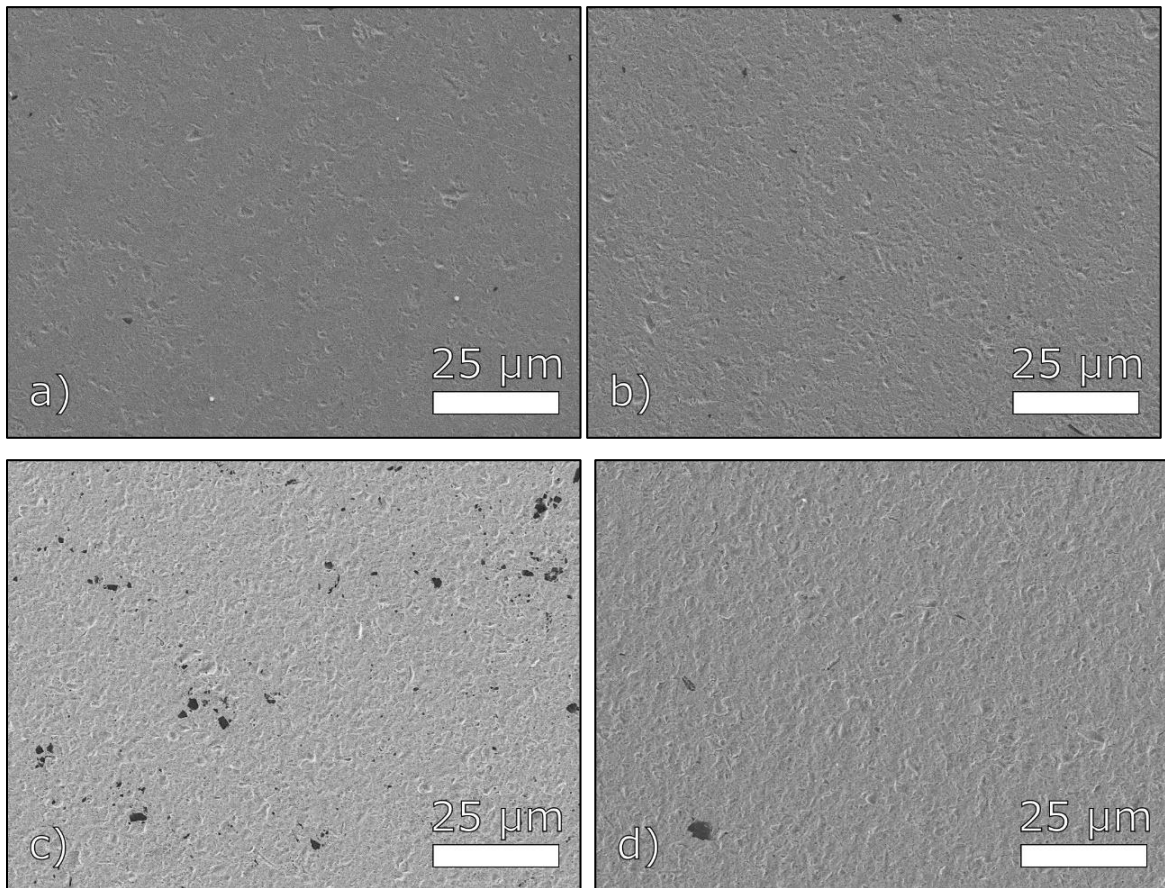


Abbildung 4.19: 90°-Kupferprobe mit a) 1 h Versuchsdauer b) 3 h Versuchsdauer c) 10 h Versuchsdauer und d) 30 h Versuchsdauer 1 bis 30 h

Die Änderung der Oberfläche über die Versuchsdauer der 90° Probe zeigt, dass schon bei einer Versuchsdauer von einer Stunde Oberflächenzerrüttung stattgefunden hat (Abbildung 4.19). Im Vergleich zu der Edelstahlprobe sind bei der Kupferprobe auf Grund seiner geringeren Oberflächenhärte jetzt schon so viele Verschleißmarken vorhanden, wie bei der Edelstahlprobe nach 30 Stunden. Im weiteren zeitlichen Verlauf nimmt neben der Oberflächenzerrüttung auch die plastische Deformation der Probe stark zu. Im Gegensatz zu der Edelstahlprobe ist am Ende der dreißig Stunden die Ausgangsoberfläche der Kupferprobe durch die plastische Deformation nicht mehr zu erkennen. Dies wird auch durch den drastischen Anstieg der Rauheit mit der Zeit bestätigt.

In Tabelle 4.6 ist die Rauheit der Probe in Abhängigkeit der Versuchsdauer aufgetragen. Die Werte zeigen, dass die Rauheit sowohl mit dem zeitlichen Verlauf, als auch mit der Zunahme des Winkels steigt. Dies entspricht dem Verlauf der bei den Edelstahlproben, wobei die Rauheit beim Kupfer wesentlich stärker ansteigt. Dies ist auf zwei Gründe zurückzuführen, zum einen ist Kupfer wesentlich weicher, als die Edelstahlproben, und zum anderen weist die Kupferprobe eine höhere Duktilität auf, wodurch die plastische Deformation der Probenoberfläche wesentlich stärker ausgeprägt ist.

Tabelle 4.6: Rauheit der Kupferproben nach Erosionstesterversuchen

0°		45°		90°	
RMS in nm	Stabw. RMS in nm	RMS in nm	Stabw. RMS in nm	RMS in nm	Stabw. RMS in nm
3,35	0,78	3,90	2,80	13,41	3,37
4,90	4,04	7,75	2,04	19,80	1,93
5,01	4,34	8,08	1,93	28,31	8,16
11,59	9,45	18,27	4,91	34,77	7,06

Auch die DLC-Proben wurden sowohl vor als auch nach den Versuchen in dem Erosionstester untersucht. Bei diesen Proben konnten keine großen Unterschiede durch den Versuch in dem Erosionstester bei den REM-Aufnahmen noch bei der Messung der Rauheit festgestellt werden. Es zeigte sich lediglich, dass die Rauheit bei einem Versuchswinkel von 90° und einer Versuchsdauer von 30 Stunden abnimmt. Diese Abnahme entsteht dadurch, dass die Rauheitsspitzen der Schicht durch den Sand geglättet werden. Schon in der Literatur werden DLC-Oberflächen als sehr verschleißfest beschrieben und es hat sich gezeigt, dass DLC-Oberflächen sogar durch den „dritten-Körper-Effekt“ eine Schmierung bilden können. Zudem weist die DLC-Oberfläche eine wesentlich höhere Härte, als die Sandpartikel auf, wodurch diese vor Allem keinen abrasiven Verschleiß auf der Oberfläche verursachen können. Außerdem zeigen diese Schichten eine geringe Neigung zur Adhäsion, was die REM und auch die AFM-Aufnahmen bestätigen konnten. Im Gegensatz zu den Kupfer- und Edelstahlproben hafteten wenige bis keine Partikel an der Oberfläche. Als Zwischenergebnis aus diesen Versuchen kann festgehalten werden, dass eine DLC-Oberflächen eine gute Alternative zu Vollmaterialien darstellt, weil sie keine oder nur geringfügige Änderungen durch den Erosionstest erfährt.

Für die im Erosionstester 50 Stunden lang rotierten Proben wurden die in Tabelle 4.7 dargestellten Gewichtsveränderungen gemessen.

Tabelle 4.7: Gewichtsänderung durch Erosionstesterversuche

	Gewicht vorher in g	Gewicht nachher in g	Differenz in g
Stahl	1,924	1,907	-0,017
Kupfer	1,439	1,440	0,001
DLC	0,229	0,229	0,000

Der bei der Stahlprobe festgestellte Gewichtsverlust von 17 mg wurde durch Oberflächenzerrüttung und die dabei herausgelösten Plättchen, sowie durch Mikrospanen

hervorgerufen. Beide Verschleißmechanismen sind in den REM Aufnahmen zahlreich und gut sichtbar.

Hingegen hat sich das Gewicht der Kupferprobe effektiv kaum messbar geändert. Dieser Zusammenhang erscheint zunächst unplausibel, bestätigt aber die REM-Aufnahmen, bei denen plastische Deformation bei Kupfer einen sehr hohen Anteil hat und bei dem kein Materialverlust stattfindet. Es werden zwar auch hier Plättchen durch Oberflächenzerrüttung herausgeschlagen, jedoch ist deren Anteil wesentlich geringer, als bei der Edelstahloberfläche.

Bei den DLC-Proben konnte keine messbare Gewichtänderung festgestellt werden, was sich sicherlich in erster Linie aus den herausragenden Verschleißseigenschaften der DLC-Oberfläche erklärt. Allerdings muss in diesem Zusammenhang auch auf die Begrenzung der Messgenauigkeit der genutzten Waage hingewiesen werden, da das Gesamtgewicht des Siliziumsubstrats mit der DLC-Oberfläche unter 230 mg lag.

Um den Einfluss der Erosionsversuche auf die Härte der Proben zu bestimmen, wurde vor und nach einem 50 Stunden dauernden Erosionsversuch die Härte gemessen. dargestellt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.8 dargestellt.

Da vergleichbar zu einer keramischen Schicht auch bei der DLC-Oberfläche keine Versetzungen eingebracht werden können und sich auch keine Oxidschicht bildet, ändert sich erwartungsgemäß die Härte der DLC-Oberfläche nicht.

Hingegen wird durch die Erosionsversuche bei den Stahl- und Kupferoberflächen eine starke Veränderung der Härte verursacht. So erhöhte sich die Härte des Kupfers nach dem Partikeleinfall um 50 % und die des Stahls um 42 %. Dass die Härte von metallischen Werkstoffen steigt, entspricht den Erwartungen, weil durch den Partikelbefall Versetzungen in den Werkstoff eingebracht werden und durch das Aufstauen der Versetzungen es schwieriger wird, den Werkstoff plastisch zu verformen. Das Kaltverfestigen eines Werkstoffes durch Verformung ist ein bekanntes Phänomen und wird mit diesem Versuch zusätzlich bestätigt.

Die Verfestigung des Kupfers wird darüber hinaus noch durch die Bildung einer Oxidschicht verstärkt und da die Härte sehr oberflächennah gemessen wird muss somit auch der Effekt der Oxidschicht, die härter ist als reines Kupfer, miteinbezogen werden. Jedoch ändert sich durch den Aufprall der Partikel nicht nur die Härte der Probe, sondern auch die Streuung der Messwerte, die durch die erhöhte Rauheit der Probenoberfläche hervorgerufen wird (Laurent-Brocq et al. 2015; Walter et al. 2007).

Tabelle 4.8: Einfluss der Erosion auf Werkstoffhärte

Versuchsdauer	Kupfer	Stahl
0 h	1,83±0,17	3,39±0,19
50 h	2,75±1,02	4,83±0,94

Die Versuche mit dem Erosionstester haben aufgezeigt, dass durch den Aufprall eines Partikelensembles auf eine Oberfläche verschiedene Verschleißmechanismen hervorgerufen werden. Dazu zählen vor Allem die Abrasion und die Oberflächenzerrüttung, wobei je nach Winkel der Probe entweder der eine oder der andere Mechanismus dominiert. Zusätzlich konnte gezeigt werden, dass durch den Partikeleinfall sowohl die Rauheit der Oberfläche geändert wird als auch bei den metallischen Oberflächen die Härte. Auch haben die Versuche gezeigt, dass sich durch die Änderung die Hafteigenschaften zwischen den Partikeln und der Oberfläche ändern. Die Untersuchung der Sandkörner ergab, dass diese sich in den ersten Stunden in dem Erosionstester ändern und kleiner werden und sich anschließend ein konstanter Zustand einstellt.

In den folgenden Kapiteln werden Methoden entwickelt, um die Mechanismen einzeln zu betrachten und somit eine Möglichkeit geben diese genauer zu verstehen, um diesen im Weiteren entgegenzuwirken. Zunächst wird der Einfluss des Partikelverschleißes auf die Haftung zwischen der Rohrwand und einem Partikel untersucht, hierbei wird die Rauheit der Rohrwand mit einbezogen. Darauf folgend wird eine Methode vorgestellt, die es erlaubt Abrasionsversuche mit einem Einzelpartikel mit Hilfe des Nanoindenters durchzuführen.

Anschließend wird der Nanoindenter dazu genutzt zum einen die Ermüdung einer Oberfläche durch die Indenterspitze zu untersuchen und zum anderen die Verfestigungseigenschaften des Werkstoffs mit dem Nanoindenter zu charakterisieren.

4.3 Adhäsion

4.3.1 Experimentelle Details

4.3.1.1 Kolloide Probentechnik

Bei der kolloidalen Probentechnik wird, um die Wechselwirkung zwischen einer Oberfläche und einer Sphäre messen zu können, die Sphäre mit der folgenden Technik an einen Cantilever angebracht. Diese Technik wurde beinahe zeitgleich sowohl von Butt als auch

von Ducker et al. entwickelt und vorgestellt. Die wesentlichen Vorteile der Methode liegen darin, dass ein und derselbe Partikel für mehrere Messungen genutzt und mit dem Rasterelektronenmikroskop und der reverse-imaging Methode untersucht werden kann (Kappl und Butt 2002; Ducker et al. 1991; Butt 1991).

Um die Messung am Rasterkraftmikroskop XE-100 von Park Systems durchführen zu können, werden „tipless“ Cantilever NSC35 von Mikromash, d.h. Cantilever ohne Spitze, verwendet. Von den für Messungen verwendeten Cantilevern sind immer drei an einem Chip angebracht, die unterschiedliche Längen haben.

In diesen Versuchen wird nur der kürzeste Cantilever verwendet, der eine Länge von $90 \pm 5 \mu\text{m}$ und eine Breite von $35 \pm 3 \mu\text{m}$ hat und $2 \pm 0,5 \mu\text{m}$ dick ist. Laut Herstellerangaben liegt die Federkonstante im Mittel bei 16 N/m mit einem Minimum in Höhe von $4,8 \text{ N/m}$ und einem Maximum von 44 N/m . In den Experimenten wird die Federkonstante jedes Cantilevers mit der thermischen Methode bestimmt. Die Resonanzfrequenz des Cantilevers wird mit einem Mittelwert von 300 kHz angegeben, wobei der Minimalwert bei 185 kHz und der Maximalwert bei 430 kHz liegt. Die Auswahl des kürzesten Cantilevers hat den Vorteil, dass er steifer ist und nur so das Messen einer Kraft bei dem Ablösen der Kugeln von der Oberfläche möglich ist, die aufgrund des großen Radius eine erhöhte Adhäsion aufweisen. Der Einsatz eines längeren Cantilevers würde zu einer zu großen Auslenkung des Lasers auf der Photodiode führen, die nicht gemessen werden kann. Des Weiteren bietet ein kurzer Cantilever die Vorteile, dass das Rauschen geringer ist und eine höhere Scangeschwindigkeit im Tapping-Mode erreicht werden kann. Allerdings muss durch die hohe Steifigkeit des Cantilever seine geringere Kraftauflösung bei der Messung in Kauf genommen werden (Kappl und Butt 2002; Walters et al. 1996).

An die Cantilever werden, die in Kapitel 3.1.1 beschriebenen, Borosilikatssphären unter Anwendung des folgenden Verfahrens angebracht.

Zur Anbringung der Sphären am Cantilever wird die Cantileverspitze zunächst mit dem Rasterkraftmikroskop in Kleber eingetaucht. Hierzu wird ein nur unter UV-Licht aushärtender Kleber genutzt, wodurch die Sphäre nicht in einer vorgegebenen Zeit angebracht werden muss. Die Klebermenge, die der Cantilever bei diesem Vorgang aufnimmt entspricht laut Butt et al. circa 10^{-18} m^3 (Kappl und Butt 2002).

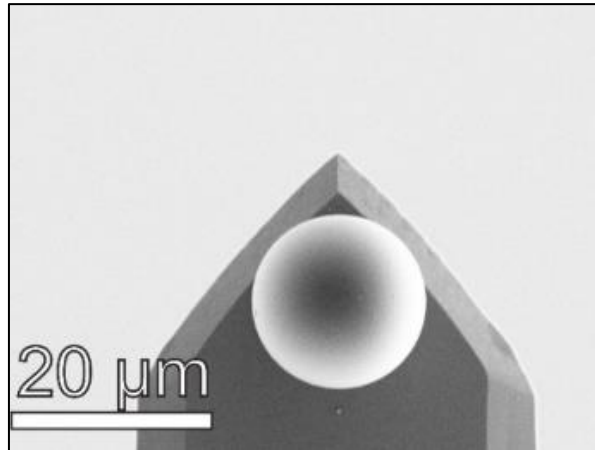


Abbildung 4.20: Auf Cantilever aufgeklebte Sphäre

Wenn der Kleber an der Cantileverspitze ist, werden Sphären auf einen Siliziumwafer aufgebracht. Dieser Wafer wird in das Rasterkraftmikroskop eingebaut und mit der Optik wird auf der Oberfläche des Siliziumwafers eine geeignete Sphäre gesucht. Die ausgewählte Sphäre wird mit der Cantileverspitze angefahren und diese mittig mit der Sphäre in Kontakt gebracht. Bedingt durch die Adhäsionswirkung des Klebers haftet die Sphäre an der Cantileverspitze und durch Aushärtung des Klebers mit UV-Licht wird die Sphäre fixiert.

Auch muss darauf geachtet werden, dass die Menge des Klebers so dosiert wird, dass:

- die Sphäre am Cantilever haften bleibt,
- die Sphäre nicht vom Kleber umschlossen wird und
- der Kleber keinen Einfluss auf die Messungen nimmt.

Bei Adhäsionsmessungen zwischen einer Oberfläche und einer Sphäre wird die Möglichkeit genutzt, mit einem Rasterkraftmikroskop Kraft-Weg-Kurven aufzeichnen zu können.

Hierbei wird der Weg den der Cantilever zurücklegt, anhand der Bewegung des Z-Scanners aufgezeichnet und die Kraft wird aus der Durchbiegung des Cantilevers errechnet. Diese wird über die Bewegung des Lasers auf der Photodiode aufgenommen und dann wird mit Kenntnis der Federkonstanten unter Anwendung des Hook'schen Gesetzes die Kraft errechnet (Haugstad 2012a).

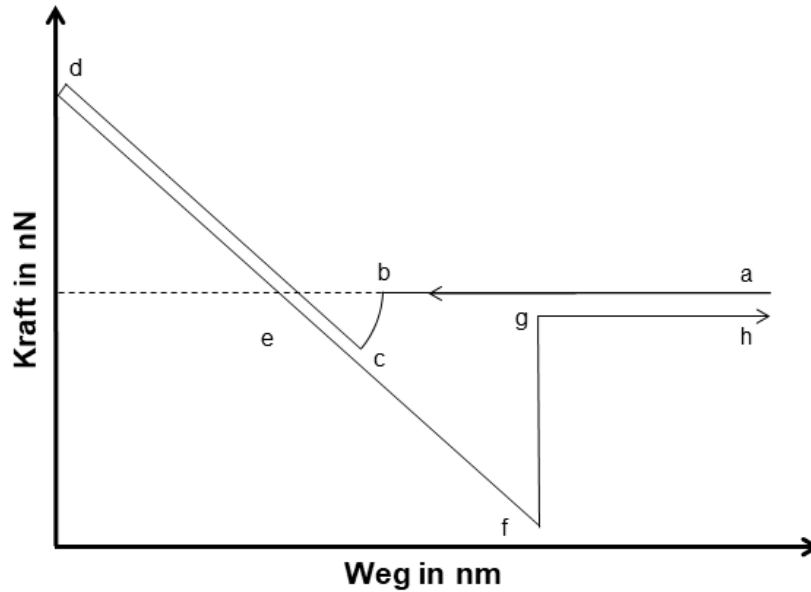


Abbildung 4.21: Kraft-Weg Kurve Adhäsionsmessung

In Abbildung 4.21 wird eine Kraft-Weg Kurve beispielhaft dargestellt und im Folgenden die einzelnen Abschnitte detailliert beschrieben. Der gesamte Abschnitt a-d beschreibt die Bewegung des Cantilevers in Richtung der Oberfläche und wird im Folgenden „Hinweg“ genannt.

Im Abschnitt a-b wird der Cantilever durch den Z-Scanner an die Oberfläche herangefahren. Bis zu dem Punkt b gibt es keine Wechselwirkung zwischen der Oberfläche und der Sphäre. Wird der Abstand am Punkt b erreicht, dann wirken die van-der-Waals-Kräfte zwischen der Sphäre und der Oberfläche schließlich stark genug und es kommt zu einer Berührung von Oberfläche und Sphäre, die als „jump-to-contact“ bezeichnet wird. An diesem Punkt biegt sich der Cantilever zum ersten Mal durch und es ändert sich die detektierte Kraft. Diese Änderung resultiert aus den anziehenden Kräften zwischen der Probenoberfläche und der Sphäre. Sobald die Sphäre in Kontakt mit der Oberfläche tritt, ist der Cantilever, aufgrund der auf ihn wirkenden Kraft, gebogen. Durch das weitere Voranschreiten des Z-Scanners biegt sich der Cantilever zunächst zurück in den ungebogenen Zustand und wird dann anschließend weiter in die entgegengesetzte Richtung gebogen je mehr die Sphäre in die Probe gedrückt wird. Ab dem Punkt c ändert sich die Richtung der Kräfte. Der Verlauf der Kurve zwischen c und d wird durch die abstoßenden Kräfte, der überlappenden Orbitale von den Atomen der Oberfläche und der Sphäre dominiert.

Bei Erreichen einer vorgegebenen Kraft oder eines vorgegebenen Weges wird der Z-Scanner wieder hochgefahren, in dem Graphen entspricht dies dem Punkt d.

Im Abschnitt d-f bewegt der Z-Scanner sich von der Oberfläche weg, dieser Abschnitt wird im Folgenden „Rückweg“ genannt.

In dem Abschnitt d-e überwiegen auf dem Rückweg die abstoßenden Kräfte. Falls es während des Hinweges eine plastische Verformung der Sphäre oder der Oberfläche gegeben hat, ist dieser Abschnitt nicht parallel zu dem Abschnitt c-d. Im Abschnitt d-f kehrt sich die Richtung der Kräfte wieder um. Es wirken attraktive Wechselwirkungskräfte, die zur Adhäsion der Sphäre an der Oberfläche führen. Bis es am Punkt f zum „jump-off“ kommt, wobei sich die Sphäre schnell von der Oberfläche löst, da die Adhäsionskraft durch die Wegbewegung des Z-Scanners von der Probe und der Federkraft überschritten wird. Im Abschnitt g-h begibt sich der Cantilever in seine ungebogene oder nicht-Kontakt-Position (Katainen et al. 2006; Leite et al. 2012; Haugstad 2012a).

Aus dieser Kurve kann die Adhäsionskraft abgelesen werden, die sich aus dem Rückweg vom tiefsten Punkt bis zum Erreichen der stabilen Nulllast darstellt. In der Abbildung ist dies als Strecke vom Punkt f bis g beschrieben. Die Fläche unter dem Graph von dem Punkt, an dem die Adhäsion unter die Nulllast fällt, bis zu dem Punkt, an dem die Nulllast wieder erreicht wird, entspricht der Adhäsionsarbeit (Haugstad 2012a; Leite et al. 2012).

Laut Tykhoniuk et al. streuen die einzelne gemessenen Adhäsionswerte stark, aber der Mittelwert gibt die wahre Adhäsionskraft wieder (Tykhoniuk et al. 2007).

4.3.1.2 Bestimmung der Federkonstante

Bei der Messung der Federkonstanten mit der thermischen Methode bei einem sich im thermischen Gleichgewicht befindlichen Cantilever, wird die Verschiebung des Laserstrahls auf der Photodiode bei durchlaufenden Frequenzen aufgenommen.

Diese Daten werden dann Fourier transformiert und in ein Energiespektrum umgewandelt (Thoreson et al. 2007).

Für das Energiespektrum wird die Quadratwurzel der Amplitude auf der Y-Achse und die Frequenz auf der X-Achse aufgetragen. Die Daten werden als Summe des $1/f$ -Rauschens, des weißen Rauschens und eines einfachen harmonischen Oszillators gefittet (Matei et al. 2006; Hutter und Bechhoefer 1993).

Befindet sich der Cantilever in einem thermischen Gleichgewicht mit seiner Umgebung, so oszilliert er durch thermische Energie. Da die Amplitude sehr klein ist, kann der Cantilever nahezu als ein harmonischer Oszillator betrachtet werden. Mit dem Gleichverteilungssatz ergeben sich die Gleichungen 4.15 und 4.16:

$$\frac{1}{2}k_c \langle q^2 \rangle = \frac{1}{2}k_b T \quad (4.15)$$

$$k_c = \frac{k_b T}{\langle q^2 \rangle} \quad (4.16)$$

Hierbei entspricht k_c , der Federkonstante des Cantilevers, k_b , ist die Boltzmann-Konstante, T , die Temperatur des Cantilevers und $\langle q^2 \rangle$, die Quadratwurzel der Amplitude.

Da es sich hierbei nur näherungsweise um einen harmonischen Oszillator handelt, wird ein Korrekturfaktor für die Quadratwurzel der Amplitude benötigt.

Besitzt der Cantilever eine einfache rechteckige Form und ist er wesentlich länger als breit, dann entspricht $\langle q^2 \rangle$ der thermischen Energie am Ende des Cantilevers mit einbezogenen Korrekturfaktor und der Formel 4.16 umgestellt nach $\langle q^2 \rangle$ Gleichung 4.17:

$$\langle q^2 \rangle = \frac{12k_b T}{k_c \alpha^4} \quad \text{mit } \alpha = 1,8751 \quad (4.17)$$

α ist eine reale Zahl, die aus dem Fundamentalzustand des Cantilevers durch mechanische und geometrische Berechnungen abgeleitet wird.

Für die herkömmliche Ermittlung des Rauschens müssen die Messungen zur Berechnung der Quadratwurzel der Amplitude über einen unendlichen Bereich erfolgen. Dieses ist praktisch unmöglich und deshalb werden aus Gründen der Vereinfachung für die Resonanzspitze und der kinetischen Resonanzfrequenz (phasenverschoben um 90°) zwei weitere Korrekturfaktoren benötigt.

Zur Kalibrierung des Cantilevers ist es notwendig die vom Hersteller mit gelieferten Geometriedaten und Resonanzfrequenzen in der Software des Rasterkraftmikroskops zu erfassen (siehe Tabelle 4.9). Mit dieser Dateneingabe ermittelt das System aus der linearen Steigung der Kraft-Weg-Kurve, die A-B Sensibilität. Des Weiteren wird ein Schwingungsspektrum des freihängenden Cantilevers aufgenommen aus dem die Software die dazugehörige Federkonstante ermittelt.

Tabelle 4.9: Daten des Cantilevers für Adhäsionsversuche

Minimale Resonanzfrequenz in kHz	185
Mittlere Resonanzfrequenz in kHz	300
Maximale Resonanzfrequenz in kHz	430
Minimale Federkonstante in N/m	4,8
Mittlere Federkonstante in N/m	16
Maximale Federkonstante in N/m	44
Länge in μm	90 ± 5

4.3.2 Versuchsablauf

4.3.2.1 Durchführung der Adhäsionsversuche

Im ersten Teil der Versuche wird der Einfluss der Normalkraft auf den Abrieb der Sphären bestimmt und anschließend wird untersucht, welchen Einfluss diese Änderung der Kontaktfläche auf das Adhäsionsverhalten zwischen Sphäre und Oberfläche hat.

Hierzu wird eine mit der colloid probe Technik befestigte Kugel über eine DLC-Oberfläche gerieben. Die Kugel wird mittels Bildtool des Rasterkraftmikroskops mit einer definierten Kraft über die Oberfläche geführt. Die Pixelgröße jedes Bildes entspricht 64×64 Pixel und die Länge der jeweils 64 Linien ist $10 \mu\text{m}$. Der Cantilever wird auf jeder der 64 Linien sowohl hin- als auch zurückbewegt, damit entspricht der zurückgelegte Weg $1,28 \text{ mm}$ pro Bild. Jedes dieser Bilder repräsentiert einen so genannten Abriebzyklus bei dem eine Strecke von $1,28 \text{ mm}$ zurückgelegt wird und der bei einer gesetzten Scanrate von 1 Hz 128 s dauert.

Bei den durchgeführten Versuchen wurde zunächst das Verschleißverhalten der Sphäre und die daraus resultierende Änderung der Adhäsion durch das Abreiben der Sphäre mit 300 nN und 600 nN Last ermittelt. Hierbei wurden je Versuch insgesamt bis zu 3000 Abriebzyklen mit einer Sphäre aufgenommen.

Vor jedem dieser Versuche und nach 1 , 3 , 10 , 30 und 100 Abriebzyklen wurden folgende Untersuchungen durchgeführt:

- Bestimmung der Federkonstante mit der „Thermal Method“
- Abbildung der Sphäre mit Reverse-imaging
- Messung der Adhäsionskraft

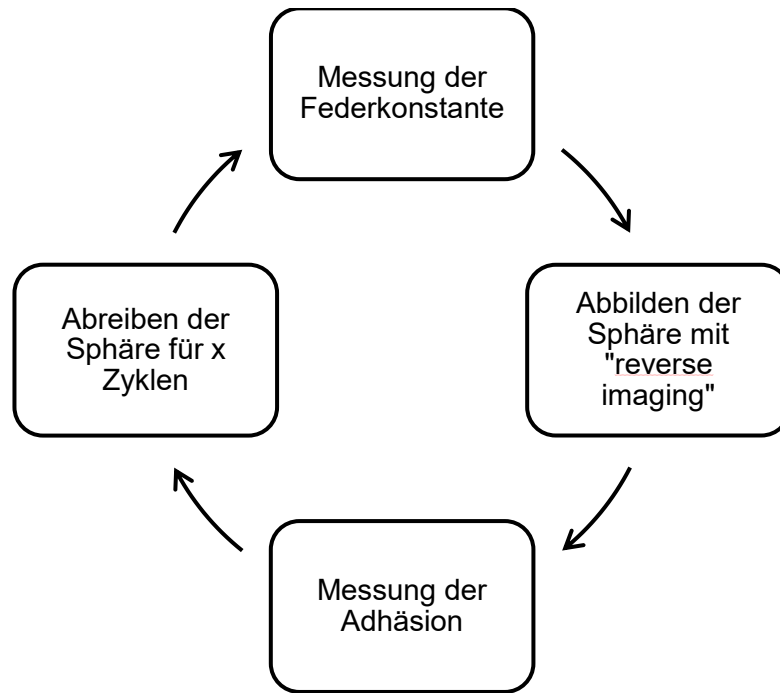


Abbildung 4.22: Versuchsablauf der Adhäsionsversuche

Mit dem Ziel valide Messdaten bei der Messung der Adhäsion zu erhalten, wurden die Kugeln bei der Messung der Adhäsion immer mit 600 nN abgerieben um eine möglichst große Änderung der Kontaktfläche zu erhalten.

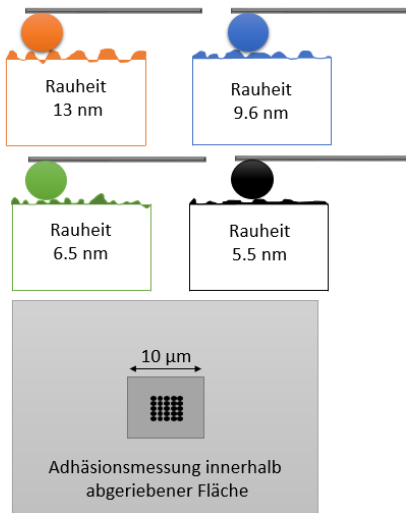
Unter dieser Maßgabe wurde die Messung der Adhäsion unter Anwendung der nachfolgend beschriebenen vier verschiedenen Messmethoden durchgeführt (s. Abbildung 4.22):

1. Messung der Adhäsion in dem Bereich, wo der Abrieb stattfindet, immer exakt an derselben Stelle mit der Kugel, die genau diese Oberfläche abgerieben hat.
2. Messung der Adhäsion nach jedem Abriebzyklus an zufälligen Stellen außerhalb des Bereiches, in dem die Sphäre abgerieben wurde. Auch hier wird für jeden Versuch dieselbe Sphäre genutzt.
3. Messung der Adhäsion mit einer einzigen Sphäre auf DLC-Oberflächen mit unterschiedlicher Rauheit an zufälligen Orten.
4. Messung der Adhäsion mit jeweils einer Sphäre pro Probe auf DLC-Proben mit einer unterschiedlichen Rauheit.

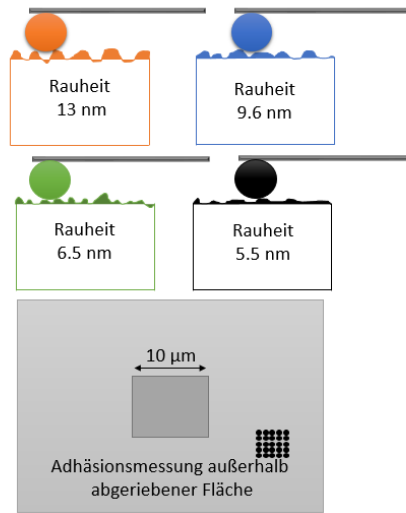
4 Versuchsablauf und Ergebnisse

Die vier beschriebenen Fälle werden zur Verdeutlichung in Abbildung 4.23 grafisch dargestellt.

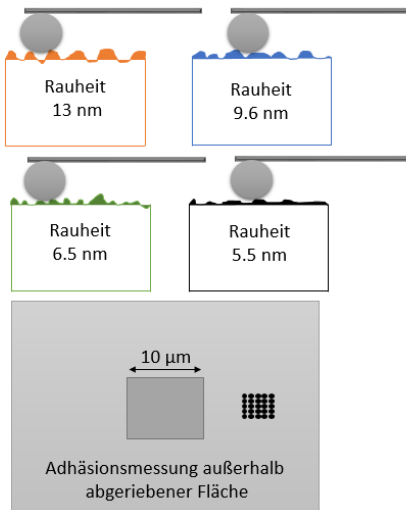
Fall 1 Verschiedene Sphären und innerhalb der abgeriebenen Fläche



Fall 2 Verschiedene Sphären und außerhalb der abgeriebenen Fläche



Fall 3 Eine Sphäre und außerhalb der abgeriebenen Fläche



Fall 4 Verschiedene Sphären und innerhalb der abgeriebenen Fläche

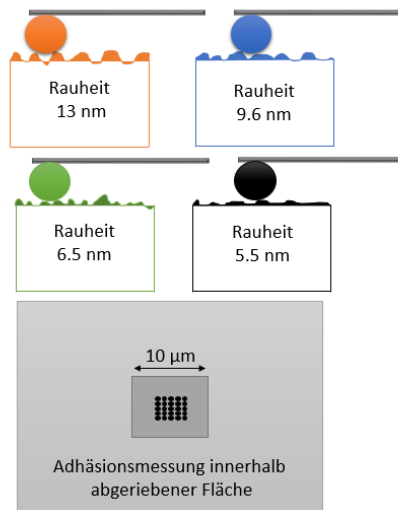


Abbildung 4.23: Versuchsanordnung Adhäsionsversuche

Die Messung der Adhäsion erfolgte nach jedem Abriebzyklus mindestens an 25 Stellen.

Um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu erzielen wurden die Messungen innerhalb eines markierten Bereichs auf der Probe durchgeführt. Die Fläche auf der die Versuche durchgeführt wurden betrug circa 1 mm². Die Markierung ist in Abbildung 4.24 dargestellt und wurde auf alle vier DLC-Oberflächen aufgebracht. Da Temperatur und Luftfeuchtigkeit laut Kappl einen starken Einfluss auf die Adhäsionsmessung haben, wurden die Messungen immer schnellstmöglich und bei nahezu gleichbleibenden Bedingungen durchgeführt um diese Einflüsse möglichst gering zu halten (Kappl und Butt 2002).

Die Maximallast bei den Adhäsionsmessungen betrug 1500 nN und die Last wurde mit einer Rate von 0,3 µN/s aufgebracht. Die Kurven besitzen kein Haltesegment.

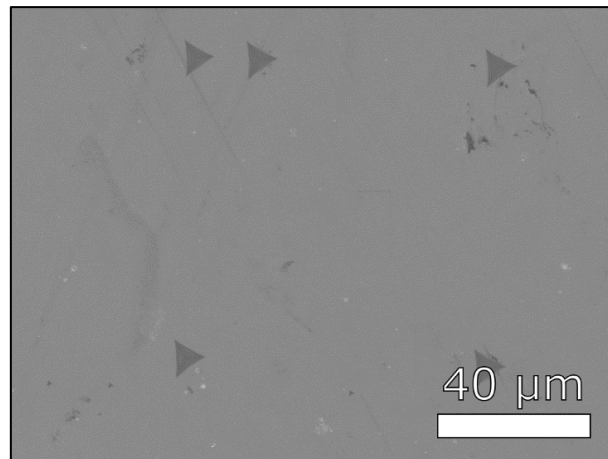


Abbildung 4.24: Markierter Versuchsbereich auf DLC-Oberfläche

Bei der Adhäsionsmessung wurde die Sphäre nur vor den Versuchen und anschließend mit reverse-imaging und dem REM abgebildet.

4.3.3 Versuchsergebnisse

4.3.3.1 Verschleißmessung

Wie in der experimentellen Durchführung beschrieben, wurden bei den Versuchen bis zu 300 Abriebzyklen durchgeführt. Die Sphären wurden nach 1, 3, 10, 30, 100 und 300 Abriebzyklen mit dem AFM abgebildet, um die Morphologie und den Durchmesser der Kontaktfläche abzubilden. Die daraus resultierenden Aufnahmen werden in Abbildung 4.25 und 4.26 gezeigt. Die ausgemessenen Radien der abgeflachten Fläche sind sowohl in der Tabelle 4.10 als auch in den Graphen 4.28 dargestellt.

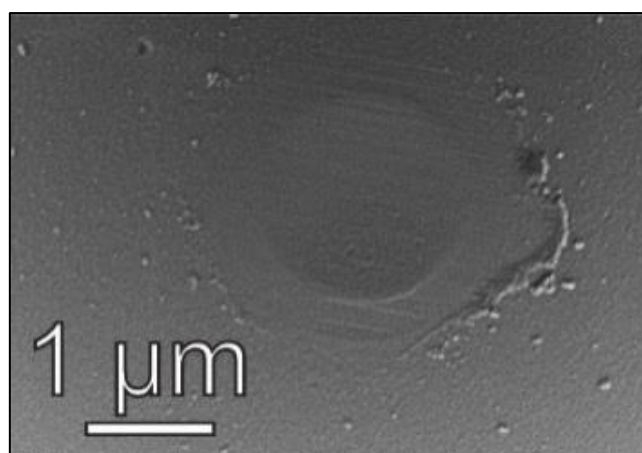


Abbildung 4.25: Abrieb auf einer Sphäre durch Kratzen auf einer DLC-Oberfläche

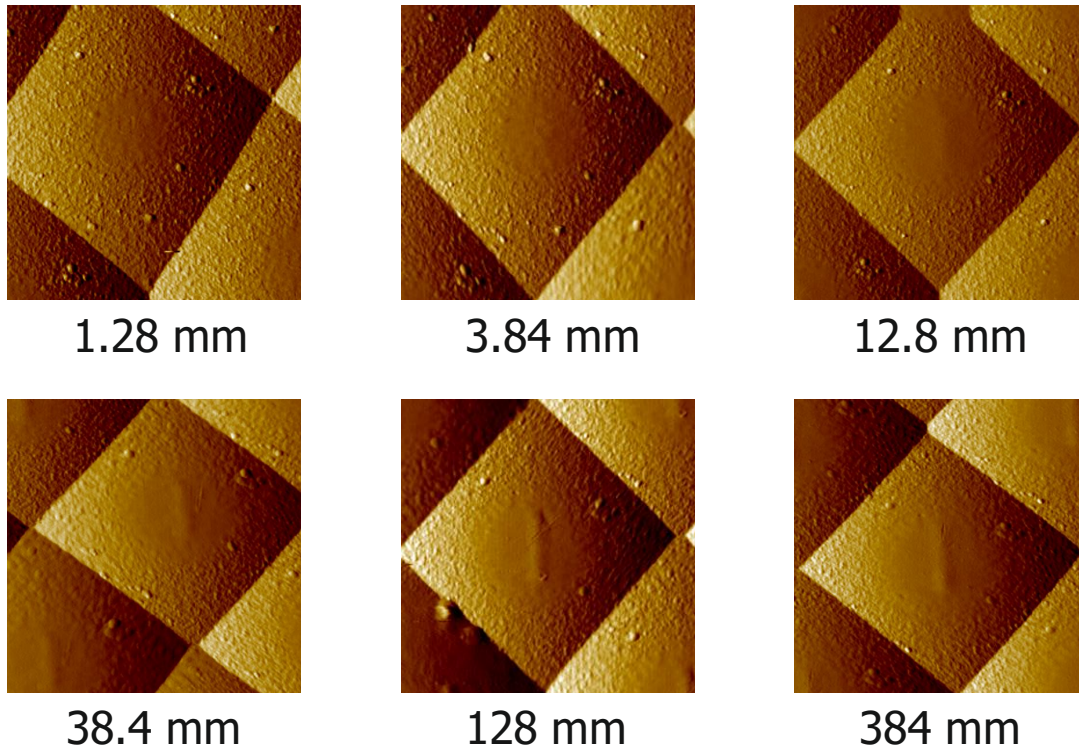


Abbildung 4.26: Veränderung der Sphäre durch Abrieb mit 300 nN Normallast aufgenommen mit "reverse imaging" (Bildgröße 3 x 3 μm^2)

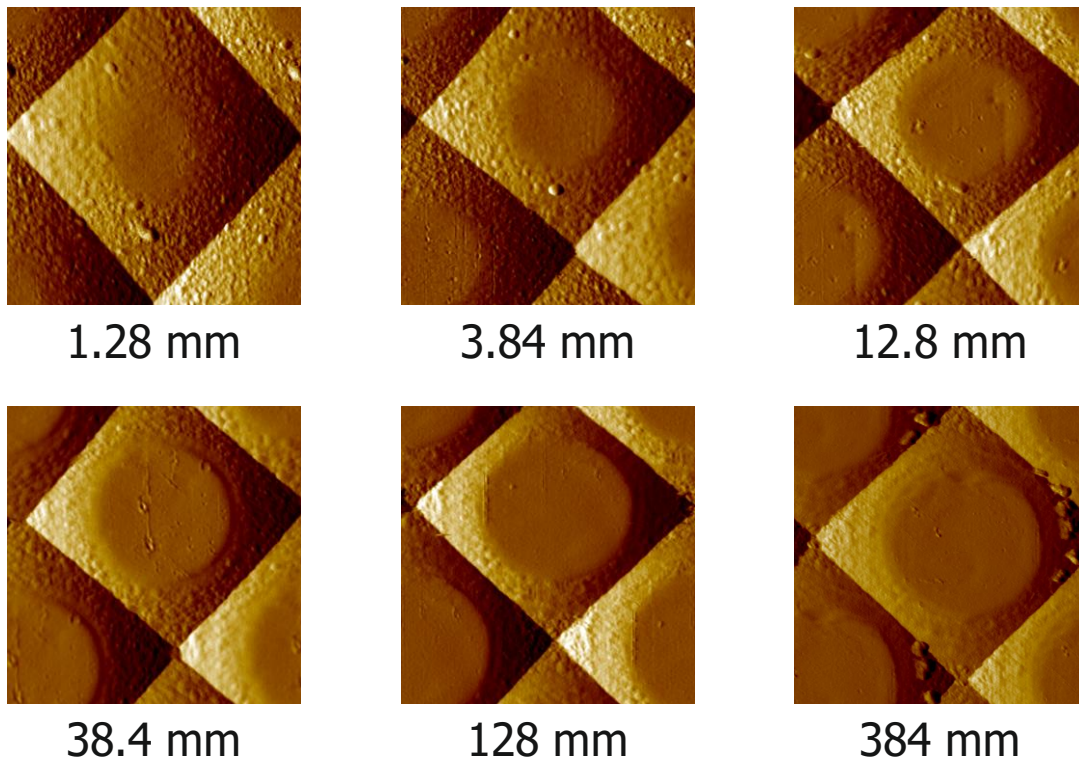


Abbildung 4.27: Veränderung der Sphäre durch Abrieb mit 600 nN Normallast aufgenommen mit "reverse imaging" (Bildgröße 3 x 3 μm^2)

Bei den Versuchen mit einer Normallast von 600 nN ist das Verschleißvolumen nach 300 Abriebzyklen um einen Faktor 2,7-fach größer als bei den Versuchen mit einer Normallast

von 300 nN. Grund ist die erhöhte Flächenpressung, die zu einem drastischeren Abtrag der Kugel führt.

Tabelle 4.10: Verschleiß der Sphäre bei 300 nN Normallast

Gleitweg in mm	Radius der abgeflachten Fläche in nm	Verschleißtiefe in nm	Verschleißvolumen in μm^2
1,28	360	8,1	1,7
3,84	477	14,2	5,1
12,80	512	16,4	6,8
38,40	530	17,6	7,8
128,00	560	19,6	9,7
384,00	595	22,1	12,3

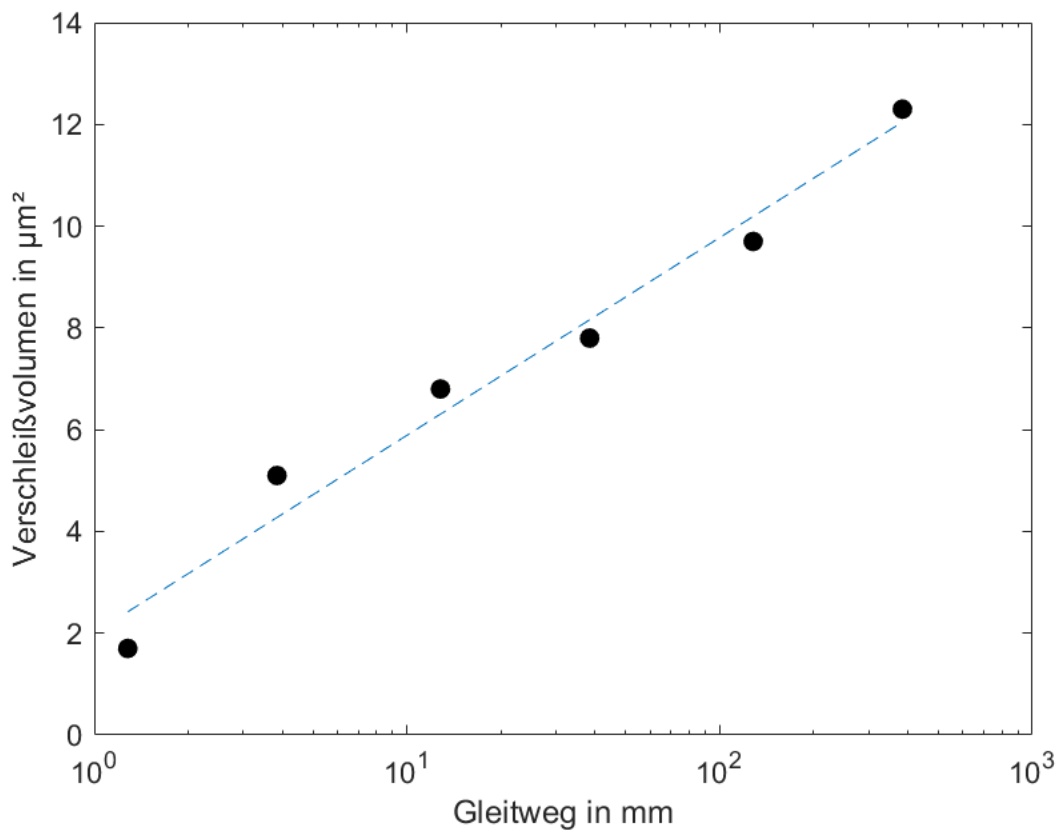


Abbildung 4.28: Verschleißvolumen bei 300 nN Normallast

Tabelle 4.11: Verschleiß der Sphäre bei 600 nN Normallast

Gleitweg in mm	Radius der abgeflachten Fläche in nm	Verschleißtiefe in nm	Verschleißvolumen in μm^2
1,28	445	11,9	3,7
3,84	505	15,3	6,1
12,80	715	30,7	24,6
38,40	725	31,7	26,1
128,00	765	35,1	32,3
384,00	770	35,6	33,2

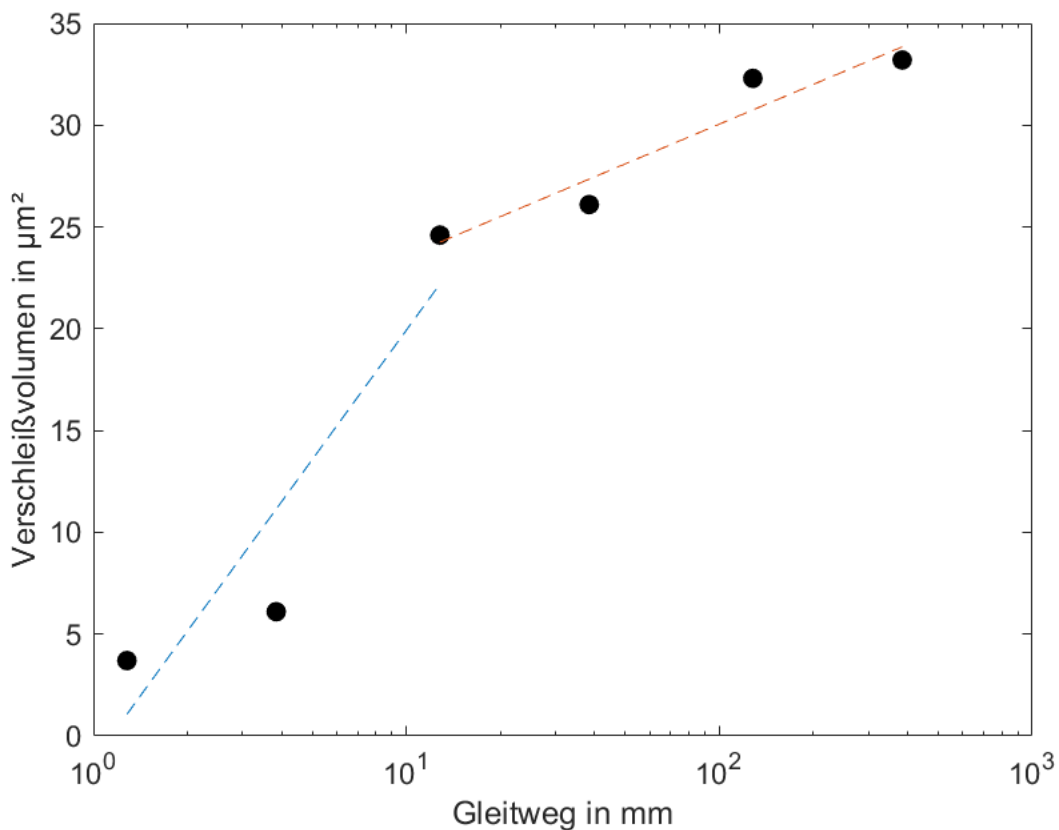


Abbildung 4.29; Verschleißvolumen bei 600 nN Normallast

Bei beiden Versuchsreihen nimmt das Verschleißvolumen mit jedem Abriebzyklus zu. Auch zeigen die Versuche, dass die Verschleißtiefe während der ersten Abriebzyklen am schnellsten zunimmt. Bei der Kontaktlast von 300 nN wurden innerhalb der ersten 10 Zyklen 74 % und bei 600 nN sogar 88 % der Verschleißtiefe erzeugt. Da das Verschleißvolumen und die Verschleißtiefe in einer direkten Abhängigkeit stehen, verhält sich das Verschleißvolumen innerhalb der ersten 10 Abriebzyklen entsprechend. So beträgt das Verschleißvolumen bei der Normallast von 300 nN 55 % und bei 600 nN 74 % des Gesamtvolumens.

Durch Sutton et al. wurde bereits beschrieben, dass sich der Verschleiß nicht-linear mit der Gleitstrecke entwickelt. Dieses Verhalten erklärt sich dadurch, dass die Normallast unverändert bleibt während die Kontaktfläche sich vergrößert und somit die Flächenpressung, die der Quotient aus Kraft und Fläche ist, sinkt. Bei der Versuchsreihe mit 600 nN tritt ab 100 Abriebzyklen eine Sättigung ein, ab der sich die Kontaktfläche kaum noch verändert. Ab diesem Punkt wird eine kritische Spannung erreicht, ab der keine Abrasion mehr stattfindet und an dem die Flächenpressung einem Wert von ca. 320 MPa ohne Einbeziehung der Adhäsion entspricht.

Durch die kleinere Kontaktlast zeigt sich für die Flächenpressung bei dem 300 nN Zyklus ein anders Verhalten und ist zu Beginn deutlich geringer. Das bedeutet am Anfang ist die Flächenpressung bei der 600 nN im Vergleich zu der 300 nN Kontaktlast annähernd doppelt so groß, jedoch nimmt die Kontaktfläche bei der 600 nN so viel schneller zu, so dass schon nach 30 Abriebzyklen die Flächenpressung mit 360 MPa sowohl bei 300 nN als auch bei 600 nN den gleichen Wert annimmt. Ab diesen Punkt ist die Flächenpressung bei dem Versuch mit einer Last von 300 nN größer als bei den Versuchen mit 600 nN. Dieses ergibt sich daraus, dass sich die Kontaktfläche zwischen dem 100-ten und 300-ten Abriebzyklus bei 300 nN nochmals um 10 % vergrößert, wohingegen sich hier die Kontaktfläche bei 600 nN nur um 1,5 % vergrößert.

Anhand der AFM-Aufnahmen kann das Verschleißverhalten der Partikel genauer analysiert werden:

- **300 nN:**
 - Zyklus 1-300 → Abrasion dominant
- **600 nN:**
 - Zyklus 1-10 → Abrasion dominant
 - Zyklus 30-300 → Abrasion weniger und Adhäsion zusätzlicher Mechanismus

Während der ersten Zyklen ist der Materialabtrag durch Abrasion bei 300 nN Normallast dominant und es kommt zu einem schnellen Materialverlust der Sphäre und einer schnellen Ausbildung des abgeflachten Bereiches. Die Rate des abrasiven Verschleißes nimmt mit Vergrößerung der abgeriebenen Fläche durch die Verminderung der Flächenpressung ab.

Dieser Zusammenhang wird bei 600 nN ebenfalls beobachtet, wo zunächst die Abrasion und der dadurch hervorgerufene Materialabtrag dominant ist. Wird die Flächenpressung geringer, wird der weiterhin vorliegende abrasive Verschleiß jedoch zusätzlich von adhäsivem Verschleiß begleitet. Dieses führt zu einer Änderung der Kontaktfläche und

somit zu lokalen Spannungsspitzen bei dem Kontakt zwischen DLC-Oberfläche und Sphäre. Durch diesen adhäsiven Verschleiß der Sphäre kommt es zu einer lokalen Änderung der Rauheit auf der Sphäre. Um diese Phänomene genauer zu untersuchen, wurden Versuche mit bis zu 3000 Abriebzyklen durchgeführt, wobei hauptsächlich die Änderung des Adhäsionsverhaltens untersucht wurde.

Durch die AFM Bilder wurde folgender weiterer Unterschied aufgezeigt, sammeln sich bei der 600 nN Kraft die Verschleißpartikel am Rand der abgeriebenen Fläche, so werden die Verschleißpartikel bei der 300 nN Kraft in der Mitte des Kontakts gesammelt. Dieses ist ebenfalls auf die erhöhte Flächenpressung zurückzuführen, die bei 600 nN Normallast ausreicht die Partikel nach außen zu schieben, bei 300 nN jedoch nicht.

Neben der Sphäre hat sich auch die DLC-Oberfläche verändert, wie in Abbildung 4.30 gut zu erkennen ist. Dabei verringert sich die Ausgangsrauheit von 13 nm auf $7,4 \pm 0,1$ nm. Da die DLC-Oberfläche um Faktor 3 härter ist als die Borosilikat Sphäre mit ihrer Härte von circa 6,4 GPa, war zunächst nicht zu erwarten, dass die DLC-Oberfläche auch verschleißt. Jedoch führt der Anteil von sp^2 Orbitalen im DLC dazu, dass sich diese wie Graphit abscheren und das in der Theorie beschriebene Third Body Phänomen auftritt, das sich wie eine Schmierung des Kontakts verhält und die Abnahme der Verschleißrate zusätzlich unterstützt.

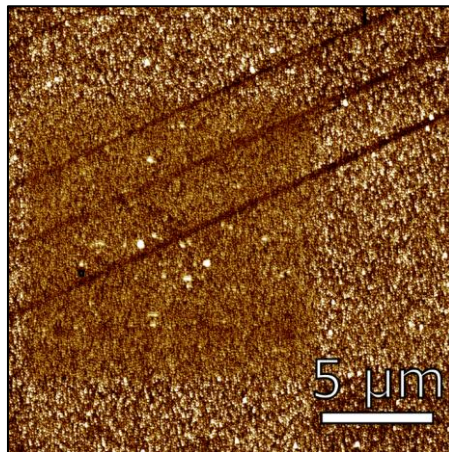


Abbildung 4.30: Glatter Bereich der Abriebsfläche auf der DLC-Oberfläche

4.3.3.2 Adhäsionsmessung

Für alle Messergebnisse der Adhäsionskraft ist die Streuung der Messwerte hoch und liegt zwischen 10 % und 50 %, diese Werte sind laut Tykhoniuk typisch (Tykhoniuk et al. 2007). Aus diesem Grunde wurden mindestens 25 Einzelmessungen für jeden aufgetragenen Punkt durchgeführt.

In den Teilen der Auswertung in denen die Adhäsionswerte normiert wurden, wurden die Adhäsionswerte immer durch den Wert geteilt, der nach dem letzten Abriebzyklus gemessen wurde.

Wie in dem experimentellen Teil beschrieben, kann die Adhäsionsmessung in vier Bereiche eingeteilt werden.

Zunächst werden die Ergebnisse vorgestellt bei der die Adhäsion innerhalb des Bereiches gemessen wurde, indem die Sphäre auch abgerieben wurde. Da jede Probe mit einer eigenen Sphäre vermessen wurde, die nicht exakt den gleichen Durchmesser hatte, wurden die Messwerte normiert.

Bei dieser Messung ging es darum zwei mögliche Einflüsse auf die Adhäsion in Kombination zu betrachten:

1. Die Abflachung der Sphäre, durch den Abrieb auf der DLC-Oberfläche und
2. Die mögliche Änderung der Topographie der Oberfläche innerhalb der Fläche auf der die Sphäre abgerieben wird

Diese Art der Messung wurde auf den DLC-Oberflächen mit unterschiedlicher Rauheit ausgeführt um zu untersuchen, ob die Rauheit einen Einfluss auf den qualitativen Verlauf der Adhäsion hat.

In der Abbildung 4.31 sind die normierten Messwerte der Adhäsion gegenüber dem Weg, den die Sphäre abgerieben wurde, aufgetragen.

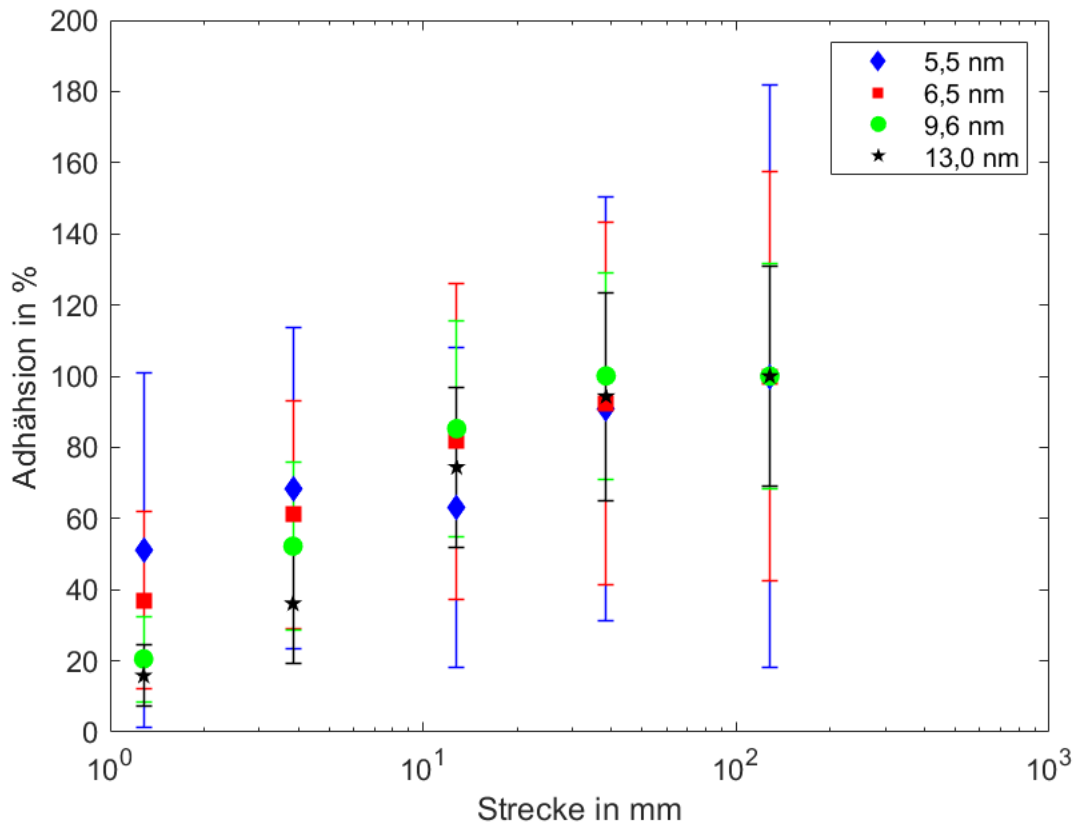


Abbildung 4.31: Fall 1 Messungen mit verschiedenen Sphären und innerhalb der abgeriebenen Fläche

Anhand dieser Abbildung wird gezeigt:

- die Adhäsion ist unabhängig von der Rauheit der DLC-Oberfläche und
- die Adhäsion hängt stark von der Änderung der abgeriebenen Fläche der Sphäre und der Topographie der abgeriebenen DLC-Oberfläche ab.

Die Ergebnisse zeigen erwartungsgemäß, dass die Adhäsion steigt, je länger die Sphäre über die DLC-Oberfläche gerieben wird. Dieser Zusammenhang wurde unabhängig von der Rauheit der DLC-Oberfläche bei allen durchgeführten Messungen dieser Art festgestellt. Der Verlauf der Adhäsionskraft gegenüber dem zurückgelegten Abriebweg ähnelt stark dem der abgeflachten Sphärenfläche, die in Abschnitt 4.3.3.1 beschrieben wird. Zunächst steigt die Adhäsion schnell mit der Vergrößerung der abgeflachten Fläche der Sphäre an, ab dem 30. Abriebzyklus nimmt die Geschwindigkeit mit der die Adhäsion steigt, ab. Zwischen dem 100. und 300. Abriebzyklus gibt es keine signifikante Steigerung der Adhäsion mehr, in einem Fall sinkt sie sogar. Das ist darauf zurückzuführen, dass sich an dieser Stelle die abgeflachte Kontaktfläche nicht mehr signifikant ändert, sondern nur durch adhäsiven Verschleiß die Morphologie der abgeflachten Sphäre geändert wird. Diese Änderung führt dann zu einer Verkleinerung der Kontaktfläche, da sich der adhäsive Verschleiß, wie „Löcher“ auf der Oberfläche darstellt. Wenn also die Abflachung der Kugel zu einer geringeren Vergrößerung der Kontaktfläche als die Verkleinerung der

Kontaktfläche durch den adhäsiven Verschleiß führt, dann kann die Adhäsion mit zunehmendem Abriebweg sogar wieder abnehmen.

Neben diesen Einflüssen auf die Adhäsion wurde in Abschnitt 4.3.3.1 auch gezeigt, dass die DLC-Oberfläche auf der die Sphäre abgerieben wird auch glatter wird, dies erhöht die Adhäsionskraft zusätzlich. In Abbildung 4.30 wird der abgeriebene Bereich mit der angrenzenden unabgeriebenen Fläche gezeigt.

Zusammenfassend ist folgendes festzuhalten,

- der Verlauf der Adhäsionskraft steht im direkten Zusammenhang mit der Änderung der Kontaktfläche durch den Abrieb der Sphäre und der Glättung der DLC-Oberfläche und
- die Adhäsion steigt mit zunehmender realer Kontaktfläche.

Der zweite Bereich der Adhäsionsmessung ist stark an die Versuchsdurchführung im ersten Bereich angelehnt, allerdings mit dem Unterschied, dass die Adhäsion hier an zufälligen Stellen, die auch nach jedem Abriebzyklus geändert wurden, innerhalb des 1 mm² Bereiches auf der Probe mit einer Oberflächenrauheit von RMS = 13 nm gemessen wurden. Auch wurden bei diesen Versuchen jeweils eine Sphäre pro DLC-Oberfläche genutzt und ebenfalls wurden hier durch die Normierung der Werte die Einflüsse der Oberflächenrauheit und des Sphärenradius eliminiert. Die Auftragung in Abbildung 4.32 zeigt, dass unter diesen Bedingungen kein Zusammenhang zwischen der Änderung der Größe der abgeflachten Sphärenfläche und der Adhäsion zu erkennbar ist.

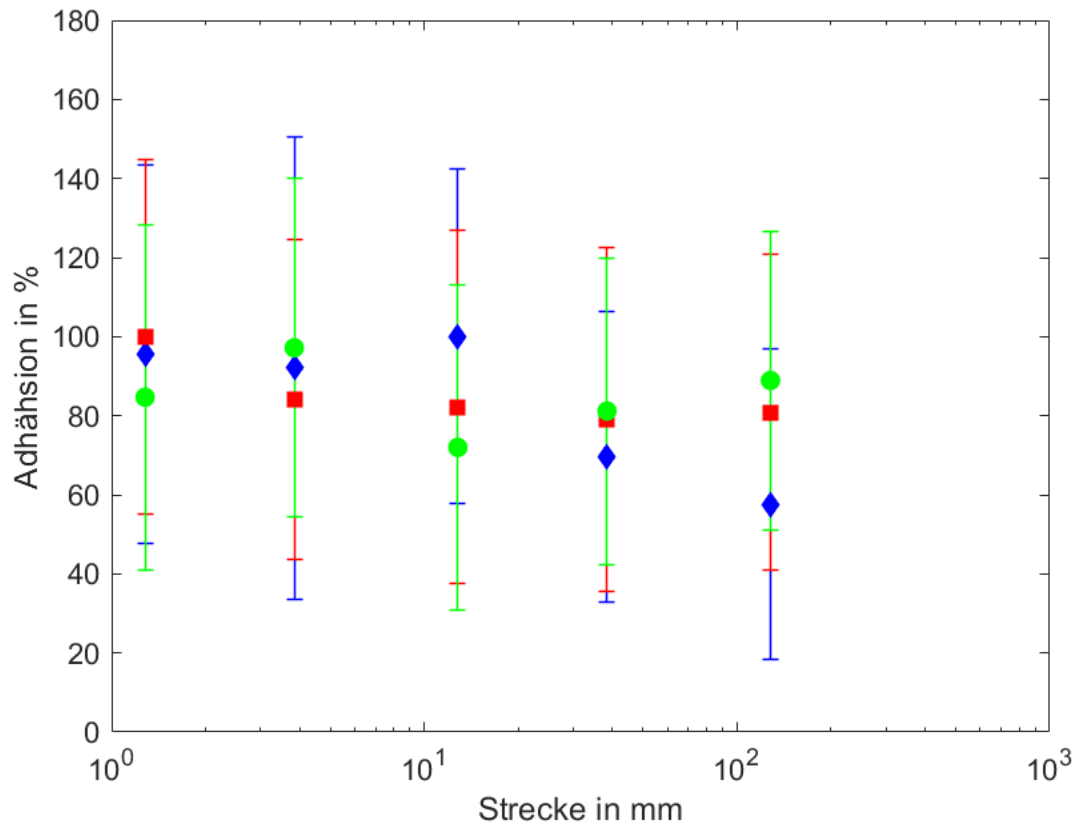


Abbildung 4.32: Fall 2 Messungen mit verschiedenen Sphären und außerhalb der abgeriebenen Fläche

Für diesen grundlegend unterschiedlichen Verlauf gibt es zwei Gründe:

- Die Topographie der DLC-Oberfläche ist maßgebend für die Höhe der Adhäsionskraft. Daraus ergibt sich die Problematik, zwei Werte mit einander zu vergleichen, die an unterschiedlichen Stellen auf der Oberfläche gemessen wurden. Die Kontaktsituation an den jeweiligen Messpunkten kann sich je nach Stelle auf der Oberfläche stark unterscheiden und die Streuung der Werte ist dadurch wesentlich höher.
- Die DLC-Oberfläche wird während des Abreibens der Sphäre geglättet, mit dem Effekt, die Kombination aus der abgeflachten Kugel und der geglätteten Oberfläche führt zu einer zusätzlichen Erhöhung der Adhäsion.

Als Schlussfolgerung für diesen Versuch ergibt sich folgendes:

- die einzelne Kontaktsituation hat einen sehr großen Einfluss auf die Adhäsion und
- die kleinsten Änderungen der Kontaktsituation können zu großen Änderungen der Adhäsionskraft führen.

Zusätzlich werden diese Erkenntnisse dadurch gestützt, dass selbst minimale Änderungen der Kontaktfläche durch adhäsiven Verschleiß eine Änderung der Adhäsionskraft hervorrufen können.

Des Weiteren zeigen die Messergebnisse, dass nicht nur ausschließlich die Sphärenabflachung einen Einfluss auf die Adhäsionskraft hat, sondern auch die Glättung der DLC-Oberfläche durch das Abreiben der Sphäre zu einer Erhöhung der Adhäsion führt. Aus den oben dargestellten Sachverhalten lässt sich ableiten, dass die an verschiedenen Stellen der Probe gemessenen Werte schwer vergleichbar sind.

Die Messungen des nächsten Bereichs erfolgten auf DLC-Oberflächen mit unterschiedlicher Rauheit und alle wurden mit ein und derselben Sphäre an unterschiedlichen Stellen innerhalb des markierten Bereiches von 1 mm² durchgeführt.

Auch hier entspricht der Verlauf nicht dem aus dem ersten Bereich der Messungen und damit kann nochmals der Einfluss der konkreten Kontaktsituation auf die Messung bestärkt werden. Obwohl alle Messungen in diesem Versuch mit derselben Sphäre und folglich auch immer mit identischer Abflachung ausgeführt wurden, ergibt sich ein abweichender qualitativer Verlauf der unterschiedlichen Kurven. Dieses verdeutlicht wiederholt, dass kleinste Änderungen in der Topographie der Oberfläche und daraus folgend der Kontaktsituation zwischen Sphäre und DLC-Oberfläche zu starken Änderungen der Adhäsion führen. Da bei den Messungen immer dieselbe Sphäre genutzt wurde, wird deutlich gezeigt, dass die DLC-Oberflächentopographie einen wesentlich größeren Einfluss auf die Adhäsion hat als die reine Abflachung der Sphäre. Dieses wird ergänzend dadurch belegt, dass die Verläufe der Messungen auf den glattesten Proben, qualitativ dem Verlauf der Kurven aus Bereich eins folgen. Bei diesen Proben ändert sich die Oberflächensituation von Messung zu Messung nur sehr wenig, weil die Rauheitsberge und -täler dort sehr gering ausgebildet sind.

Um den Einfluss der Abflachung der Sphäre auch bei glatten Oberflächen separieren zu können, sollte die Änderung der Adhäsion auch hier immer anhand einer speziellen Kontaktsituation zwischen Sphäre und DLC-Oberfläche betrachtet werden.

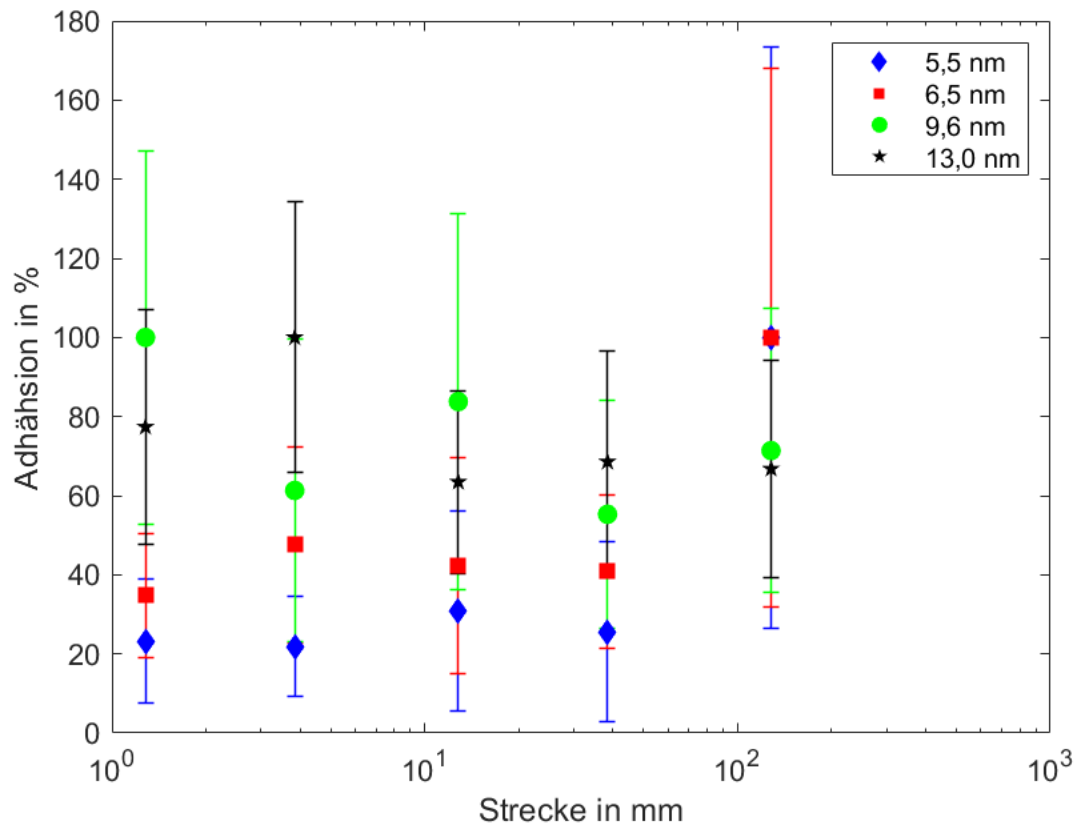


Abbildung 4.33: Fall 3 Messungen mit einer Sphäre und außerhalb der abgeriebenen Fläche

Auch diese Messungen führten zu einer weiteren Erkenntnis, dass die Rauheit der DLC-Oberfläche Einfluss auf die Messbarkeit der Änderung der Adhäsion durch die Abflachung der Sphäre hat. Je glatter die DLC-Oberfläche ist, desto geringer ist die Änderung der Kontaktsituation durch eine Verschiebung der Messstelle der Adhäsion. Dadurch ist es auf glatten Oberflächen möglich den Einfluss der Sphärenabflachung auf die Adhäsion auch unabhängig von der Glättung der DLC-Oberfläche durch das Abreiben zu bestimmen.

Im letzten Bereich der Adhäsionsmessung wurde im Gegensatz zu den anderen Versuchen der Einfluss der Rauheit auf die Messergebnisse betrachtet. Zu diesem Zweck wurde die Adhäsion jeweils mit einer Sphäre je Oberfläche vermessen und die Adhäsion im abgeriebenen Bereich der Probe gemessen. Damit die Adhäsionswerte vergleichbar sind, wurden sie durch den mit dem REM bestimmten Sphärenradius der jeweiligen Sphäre geteilt. In Tabelle 4.12 sind die Radien aufgeführt.

Tabelle 4.12: Sphärenradien für die Adhäsionsmessung Fall 4

Rauheit der Probe in nm	Sphärenradius in μm
5,5	9,41
6,5	9,09
9,6	9,13
13,0	8,68

Zunächst wurde die Adhäsionskraft der unbeschädigten Sphäre auf den unterschiedlich rauhen DLC-Oberflächen bestimmt. Die Ergebnisse dieser Messung sind in Abbildung 4.34 zu sehen. Der hier gemessene Verlauf entspricht den gängigen Modellen, laut denen es eine Rauheit gibt bei der die Adhäsion minimal ist. Diese liegt bei den hier genannten Kugeldurchmessern laut Liu et al. bei 2,2 bis 2,5 nm. In Abbildung 4.34 ist zu erkennen, dass die Adhäsion bei der geringsten Rauheit am niedrigsten ist und dann steigt. Bei der rauesten Oberfläche fängt die Adhäsion wieder an zu sinken, das kann darauf zurückgeführt werden, wenn die Rauheitsstrukturen immer größer werden, dass der Einzelkontakt wieder eher dem mit einer glatten Oberfläche gleicht.

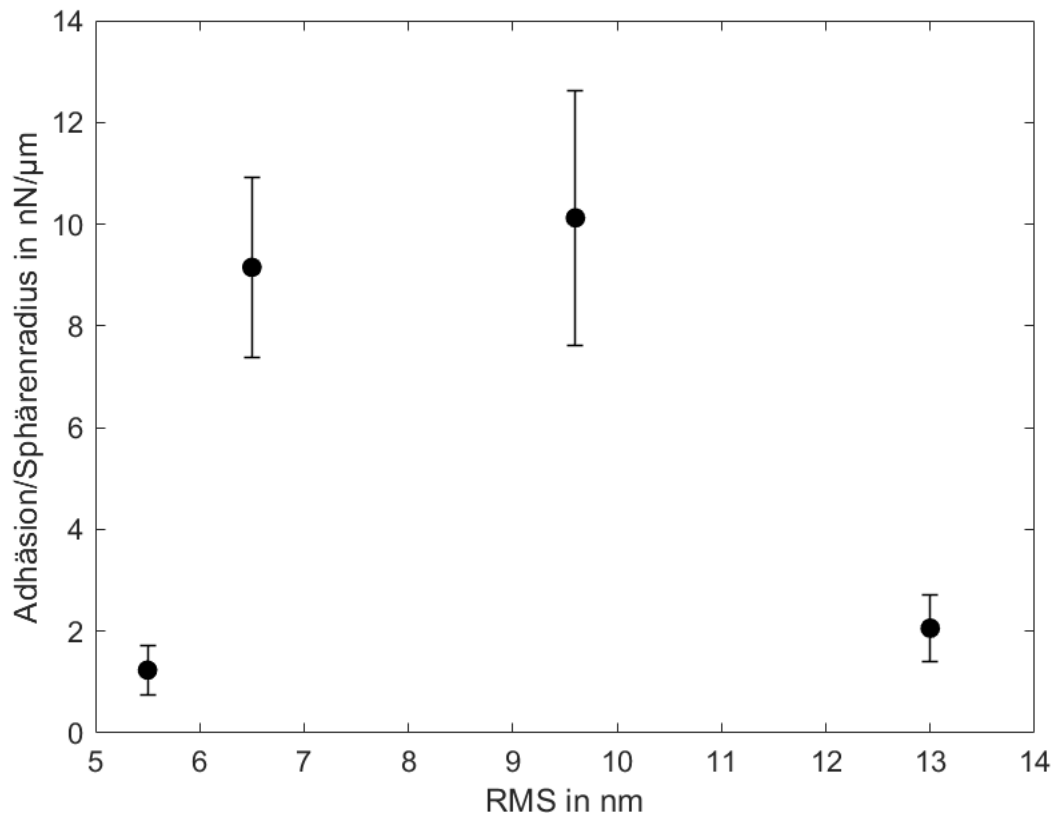


Abbildung 4.34: Rauheitseinfluss auf die Adhäsion

Nachdem validiert wurde, dass die Adhäsionskraft dem erwartenden Verlauf bei der Änderung der Rauheit der DLC-Oberflächen folgt, soll nun untersucht werden, ob sich dies auch auf die Werte der Adhäsion nach Abflachung der Sphäre auswirkt.

Zuerst ist klar zu erkennen, dass auch bei unterschiedlicher Rauheit die Adhäsion mit Zunahme des Weges auf dem die Sphäre abgerieben wird zunimmt. Aber anhand dieser Kurven wird nochmals gezeigt, dass die Adhäsion innerhalb der ersten Zyklen schnell zunimmt. Unabhängig von der Rauheit sind nach 10 Zyklen immer 60 % der nach 300 Zyklen gemessenen Adhäsion erreicht.

Aber es ist auch klar zu erkennen, dass die Rauheit nicht nur einen Einfluss auf die effektive Höhe der Adhäsion hat, sondern auch auf den Verlauf der Adhäsion. In Tabelle 4.13 ist aufgeführt wie hoch der prozentuale Anteil der Adhäsion an der höchsten Adhäsion nach 300 Zyklen nach einem Zyklus ist. Der Anteil der Adhäsion, die schon nach einem Abriebzyklus erreicht ist, fällt mit steigender Rauheit. Die Erklärung dieses Phänomens wurde schon bei den Ergebnissen des Bereiches zwei angerissen und wird an dieser Stelle nochmals bestätigt. Bei Oberflächen, die schon glatt sind, ändert sich die Kontaktsituation durch den Abrieb nicht so stark, da die Oberfläche nicht mehr viel geglättet werden kann, das heißt die Erhöhung der Adhäsion wird zum größten Teil durch die Änderung der abgeflachten Sphärenoberfläche hervorgerufen. Bei den raueren Oberflächen hingegen wird die Oberfläche noch stark geglättet, dadurch ändert sich die Adhäsion nach mehreren Abriebzyklen stärker durch eine Kombination aus der Glättung der raueren DLC-Oberfläche und der Abflachung der Sphäre. Nach 100 Zyklen ist bei allen Oberflächen die Adhäsionskraft von mindestens 90 % erreicht, an diesem Punkt ist die Kontaktpressung der Sphäre zu gering, um die Sphäre oder die Rauheitsstruktur der DLC-Oberfläche weiter abzureiben.

Tabelle 4.13: Adhäsion nach einem Zyklus normiert mit der Adhäsion nach 300 Zyklen

Rauheit der Probe in nm	Adhäsion in %
5,5	51
6,5	37
9,6	21
13,0	15

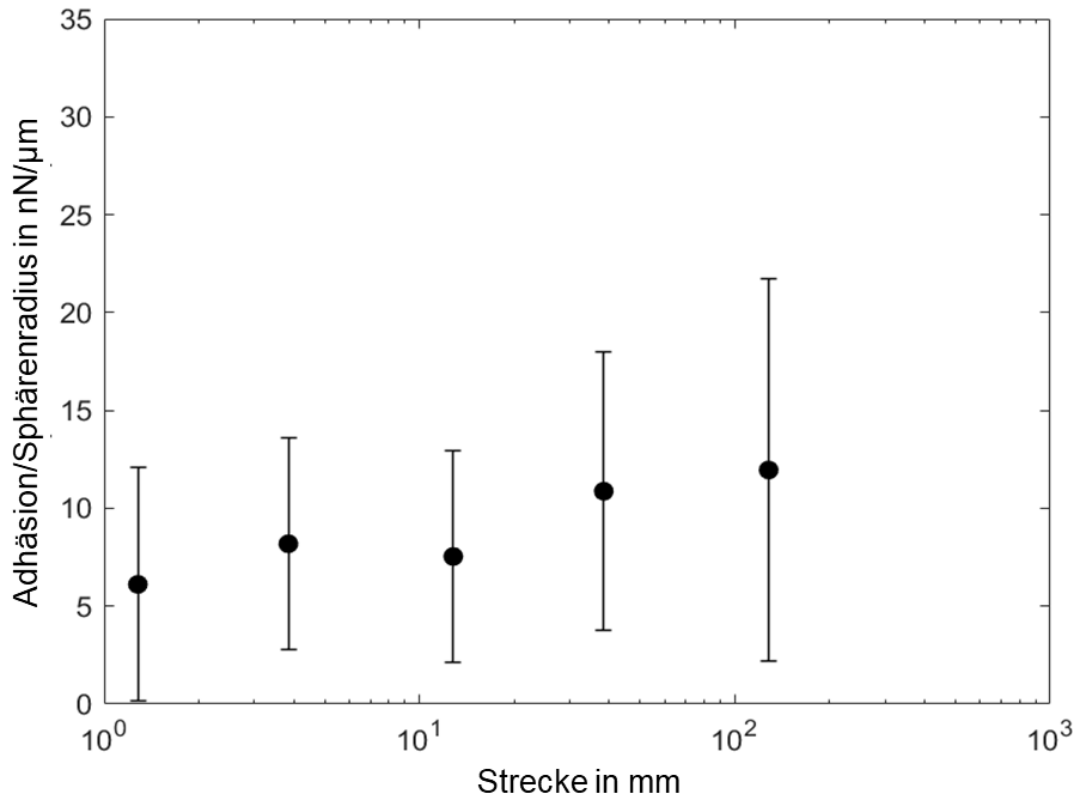


Abbildung 4.35: Adhäsion bei 5,5 nm Rauheit

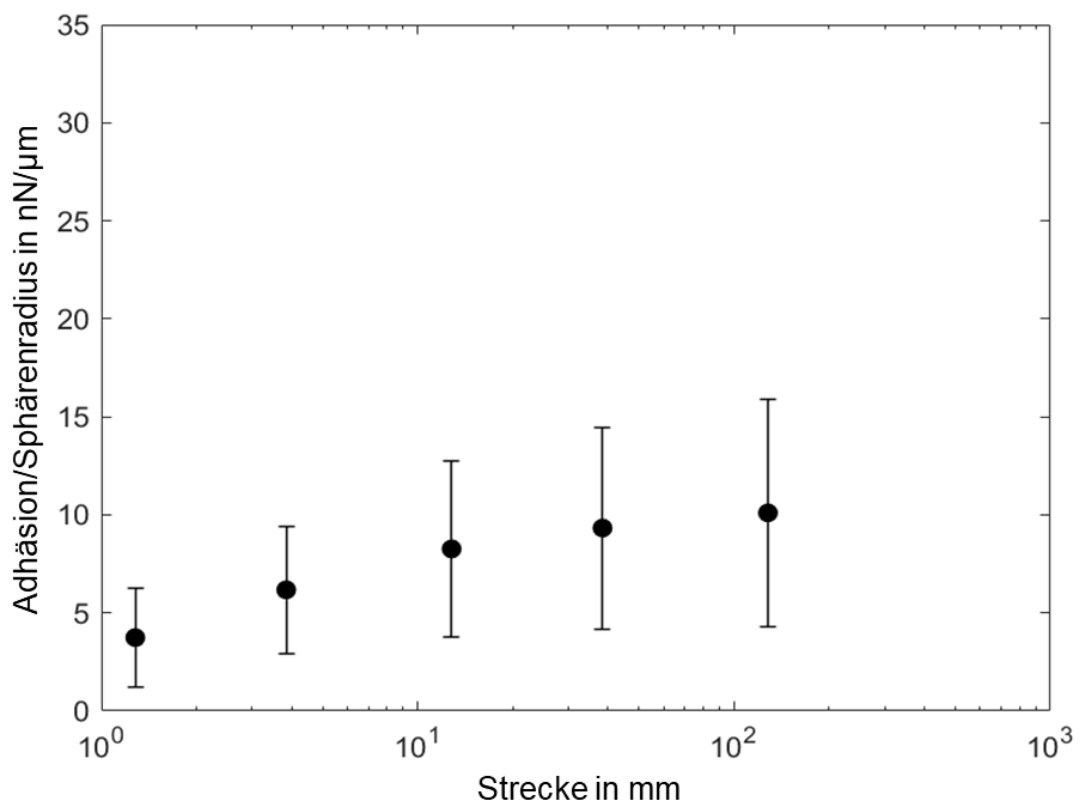


Abbildung 4.36: Adhäsion bei 6,5 nm Rauheit

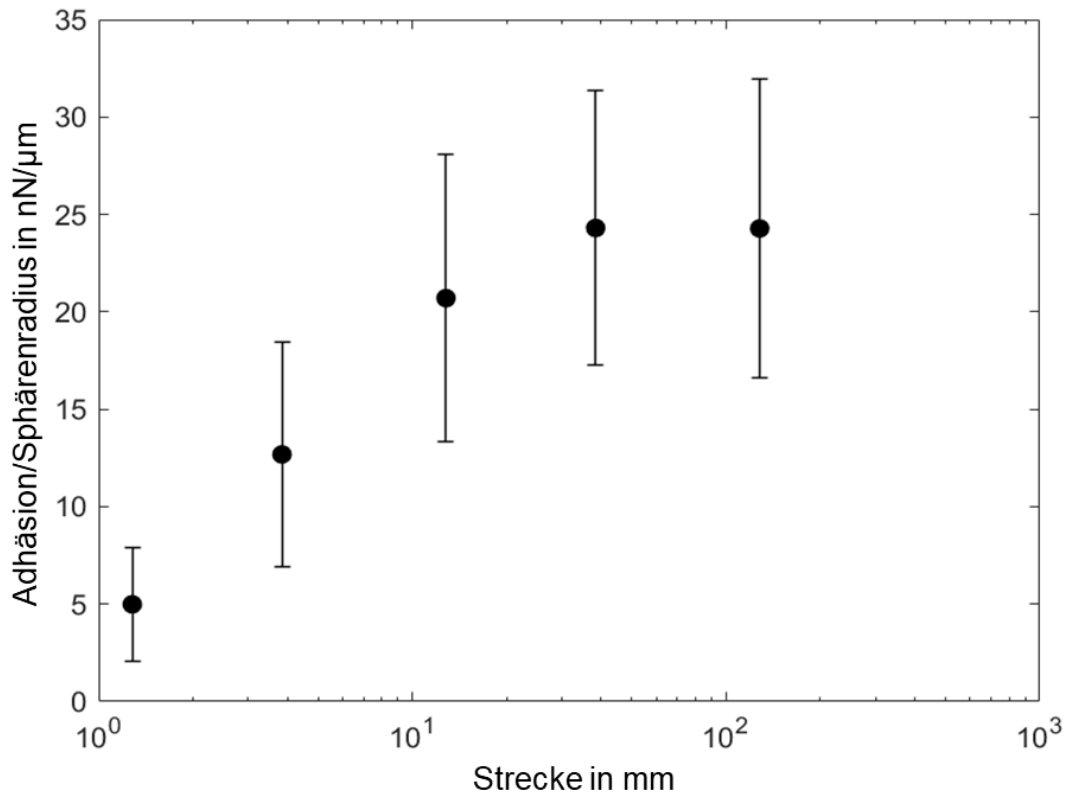


Abbildung 4.37: Adhäsion bei 9 nm Rauheit

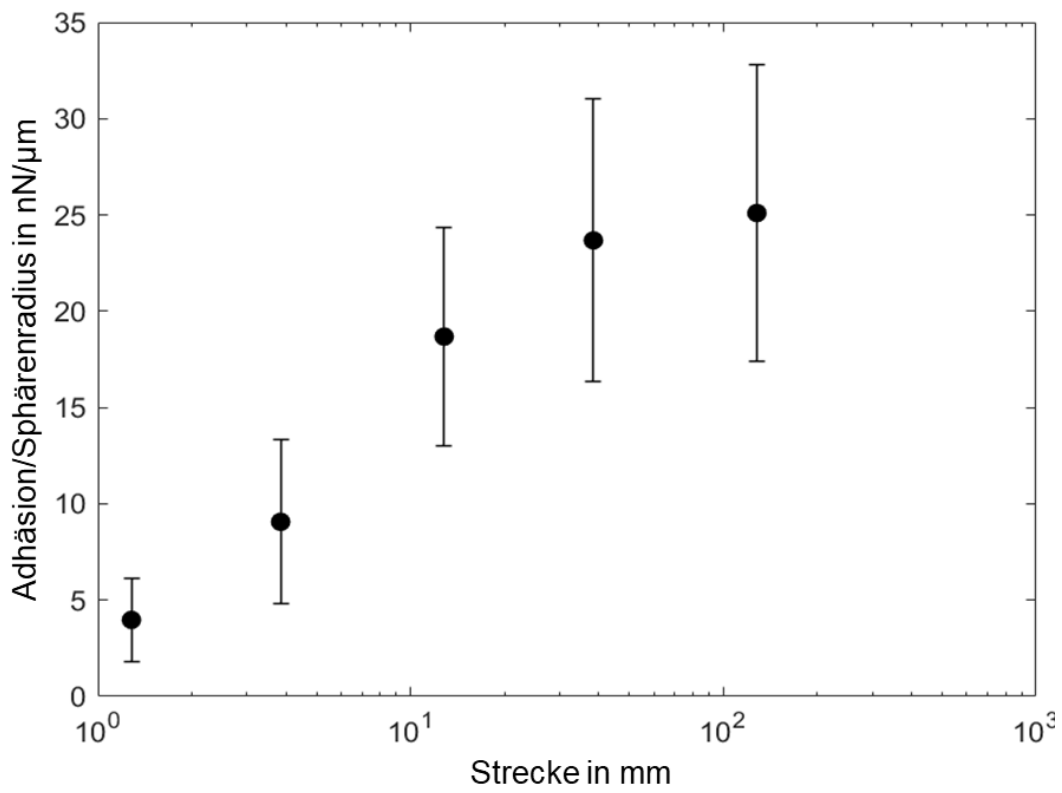


Abbildung 4.38: Adhäsion bei 13 nm Rauheit

Resümierend zu dieser Messung wird festgehalten, dass die qualitativen Verläufe sehr gut zu den abgeriebenen Flächen der Sphären passen und eine Zunahme der Adhäsionskraft mit steigender Abriebsfläche beobachtet werden kann. Zusätzlich zeigen die Messungen auf Oberflächen unterschiedlicher Rauheit, dass die Rauheit die Wachstumsrate der Adhäsion beeinflusst.

- Geringe Rauheit: Adhäsion steigt schnell innerhalb des ersten Zyklus, da keine oder nur eine geringe Abflachung der Oberfläche stattfindet.
- Höhere Rauheit: Die Adhäsion steigt auch nach einem Zyklus mit hoher Rate, da sowohl die Sphäre, als auch die DLC-Oberfläche abgeflacht werden.

4.4 Abrasion

In diesem Kapitel wird eine Methode vorgestellt bei der die Abrasion modellhaft nachgebildet wird. Hierbei wird die ein beliebiger Partikel auf einer Oberfläche unter gegebenen Kontaktbedingungen erzeugt und diese mit dem Reibungskoeffizienten korreliert.

Unter definierten Kontaktbedingungen wird in diesem Kapitel der Verschleißmechanismus Abrasion mit dem Nanoindenter erzeugt und dabei die Kontaktkräfte gemessen, aus denen sich der Reibungskoeffizient ergibt.

4.4.1 Versuchsablauf Abrasion

Da die Abrasion, wie in Kapitel 2.1 beschrieben, ein wichtiger Verschleißmechanismus bei der Erosion ist, ist es wichtig über Messmethoden zu verfügen, die die Abrasion der Oberfläche durch einen bestimmten Partikel unter definierten Versuchsbedingungen beschreiben.

Hierzu bietet der Nanoindenter ein Messgerät, das es erlaubt sowohl den lateralen Weg als auch die Normalkraft während einer Messung zu bestimmen. Mit dieser Messmethode ist es möglich, das Gleiten eines Partikels auf einer Oberfläche zu simulieren und dabei die Lateralkraft und die Verschiebung des Indenters in die Probe zu messen.

Im Weiteren werden zwei verschiedene Versuchsabläufe beschrieben:

1. Versuche mit einem kommerziell konischen Indenter und
2. Versuche, die es durch einen selbstgebauten Indenter erlauben das Abrasionsverhalten von unterschiedlichen Partikeln zu untersuchen.

Mit dem Nanoindenter können neben der Härtemessung auch Kratzversuche durchgeführt werden, wodurch mittels der tribologischen Eigenschaften der Reibkoeffizient zwischen der Diamantspitze und einer Oberfläche bestimmt werden kann. Zusätzlich kann durch Vermessen der Verschleißfurchengeometrie und anschließendem Einsetzen der ermittelten Daten in Formel 2.15 der Anteil von Mikrospänen und -spanen an dem Verschleißvolumen berechnet werden.

Um den Einfluss auf den abrasiven Verschleiß aufgrund der geänderten Werkstoffhärte durch den Einfall eines Partikelensembles zu messen, werden Kratztests sowohl auf Proben vor dem Erosionstest als auch auf Proben, die fünfzig Stunden in dem Erosionstester rotiert sind, durchgeführt. Wie in Kapitel 4.2.2 beschrieben hat die Härte von den metallischen Proben bedingt durch den Einfall von Partikeln zugenommen. Die Versuche auf diesen Proben wurden mit einem kommerziell erhältlichen konischen Diamantindenter mit einem Spitzenradius von 10 μm durchgeführt.

In Abbildung 4.39 sind der Normalkraft-Zeit-Verlauf und der Lateralweg-Zeit-Verlauf eines Kratztests dargestellt. Zu Beginn wird der Indenter mit einer geringen Last beaufschlagt und über die zu scratchende Fläche gefahren um diese abzubilden. Anschließend wird die Normalkraft auf einer Stelle auf die Prüfkraft erhöht und jeweils einmal in die eine und dann in die andere Richtung lateral entlang des Prüfweges verfahren. Danach wird die Kraft wieder auf eine Last von 2 μN vermindert und die Spitze wird nochmals über die Prüfstrecke gefahren um diese nach dem Versuch abzubilden. Dieser sogenannte „Friction Loop“ wird ausgeführt um Artefakte des Instruments und des Systems zu kompensieren und somit die Fehler der Messung zu reduzieren. In der Auswertung werden die gemessenen Werte an derselben lateralen Position gemittelt (Tocha et al. 2006).

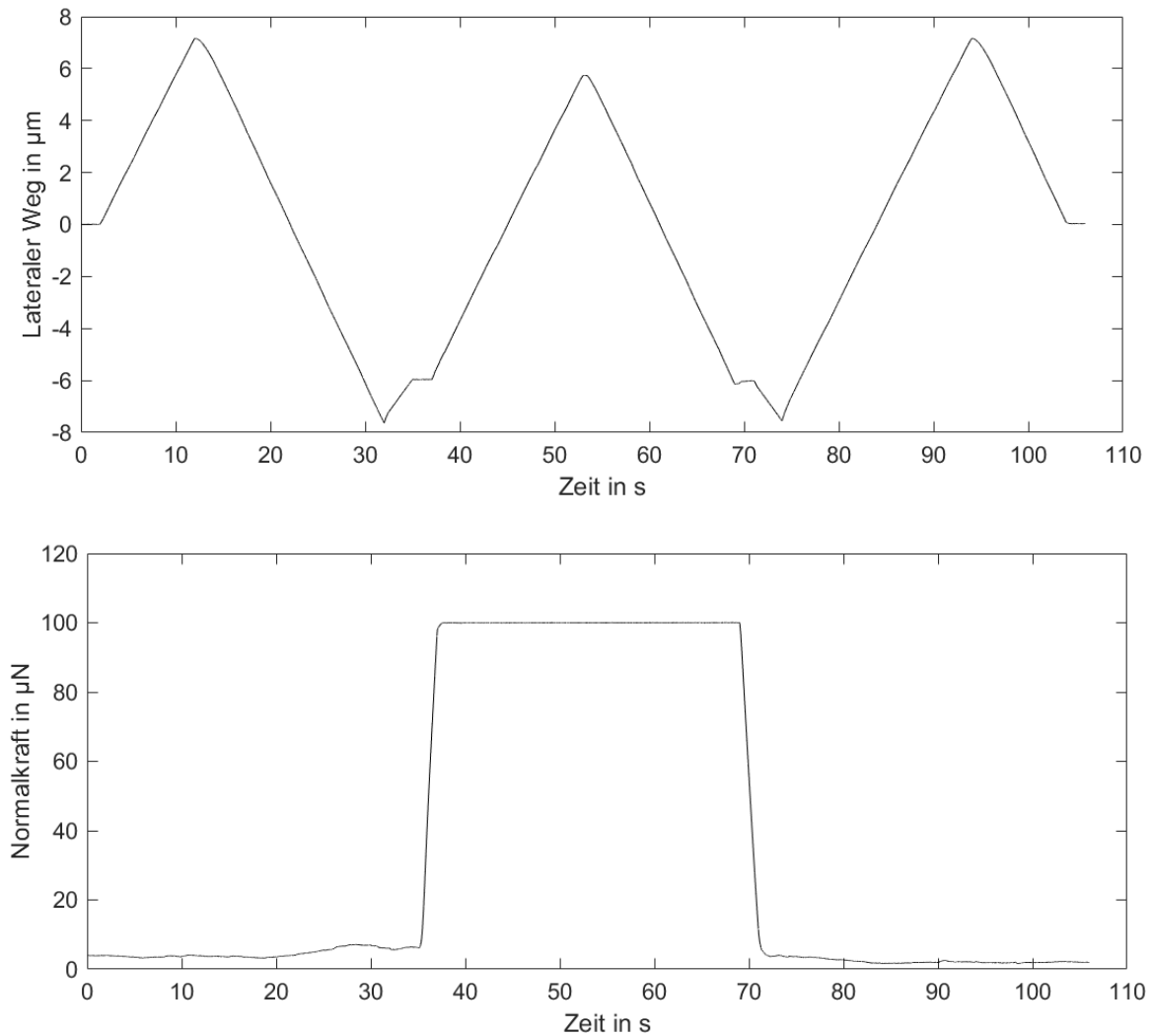


Abbildung 4.39: Zeitlicher Verlauf von lateralem Weg und der Normalkraft

Während der Versuchsdurchführung nimmt der Indenter zum einen die laterale Kraft und zum anderen die Verschiebung des Indenters in z-Richtung auf. Aus dem Quotienten der Lateralkraft und der Normalkraft kann der Reibkoeffizient unter Verwendung der Formel 2.11 bestimmt werden.

Die Strecke eines Kratzers betrug $7.5 \mu\text{m}$ und die Normalkraft wurde auf 10, 30, 100, 300 und $1000 \mu\text{N}$ festgelegt. Während der Versuche wurde die Spitze mit einer Geschwindigkeit von $3 \mu\text{m/s}$ bewegt.

Auf jeder Probe wurden für jede Last 10 Messungen in einem markierten Bereich durchgeführt, damit es möglich ist die Kratzer anschließend im Rasterelektronenmikroskop und Rasterkraftmikroskop zu untersuchen.

In der Arbeit von Meyer wird ein Verfahren beschrieben, wie ein konventioneller Indenter durch Nutzung eines Focused Ion Beam zu einer Halterung für eine Kugel geschnitten wird. Die Kugel wird anschließend mit dem AFM auf die Oberfläche aufgeklebt. Diese Methodik ist sehr zeit- und kostenintensiv und erlaubt nur eine bestimmte Partikelform an

der Spitze. Aus diesem Grund wird in dieser Arbeit ein selbstgebauter Indenter vorgestellt, der es ohne zusätzliches Equipment und in kurzer Zeit erlaubt einen beliebigen Partikel aufzubringen und mit diesem Messungen im Nanoindenter durchzuführen (Meyer et al. 2014).

Dieser selbstgebaute Indenter ist in Abbildung 4.40 abgebildet, die Höhe des Indenters entspricht 4,8 mm und er ist 2,8 mm breit. Der Partikel wird auf den in Abbildung 4.43 gezeigten 480 µm dicken Draht aufgebracht, der in den Indenter gesteckt und mit einer Madenschraube fixiert wird.

Bevor jedoch ein Partikel auf den Draht aufgebracht werden kann, wird dieser mit einer sehr feingekörnten Feile an der Spitze gedünnt und an deren Ende abgeflacht. Abschließend wird diese Abflachung mit einem normalerweise für die Messerschärfung genutzten Nasspolierstein mit einer Körnung von 8.000-10.000, geglättet. Die Ergebnisse dieser Bearbeitungsschritte sind in Abbildung 4.43 im Abschnitt 4.4.2 dargestellt.

Im nächsten Schritt wird der Draht mit der abgeflachten Spitze in einen Zwei-Komponenten Kleber getaucht und es wird mit der Spitze ein Partikel von einer Silizium-Wafer aufgenommen. Eine erste Prüfung des Ergebnisses erfolgt dann im Lichtmikroskop, sitzt der Partikel hierbei an der richtigen Stelle findet zur Absicherung eine weitere auch im Rasterelektronenmikroskop statt. Zur Sicherstellung, dass die angebrachte Kugel der tiefste Punkt ist, werden darüber hinaus mit dem aufgeklebten Partikel auch Indents auf der Oberfläche durchgeführt, deren Abdrücke anschließend im REM betrachtet werden. Außerdem wird der Sphärenradius durch Indents auf Quarzglas bestimmt.

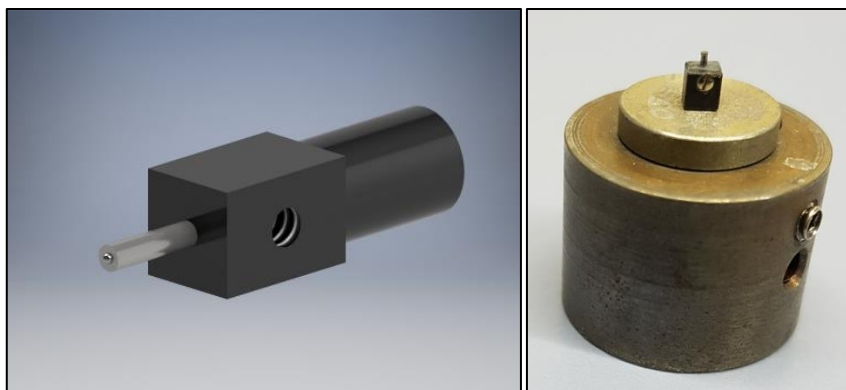


Abbildung 4.40: Selbstgebauter Indenter für Abriebversuche

Wird hierbei festgestellt, dass der Partikel nicht an der richtigen Stelle sitzt oder mehrere Partikel aufgenommen wurden oder der Kleber über den Partikel geflossen ist, ist es

möglich den Kleber und den Partikel einfach mit dem Schleifstein zu entfernen und einen neuen Partikel aufzukleben.

Da die abgeflachte Oberfläche einen Durchmesser von circa $150\ \mu\text{m}$ hat, ist das Aufkleben nur für Partikel nicht möglich, die wesentlich größer oder sehr scharfkantig sind.

Die Auswertung der aufgenommenen Daten erfolgte sowohl bei den Versuchen mit dem kommerziell erhältlichen Indenter als auch mit dem selbstgebauten Indenter mittels einer Auswertungsroutine in MatLab. Ziel dieser Auswertung ist es, die Reibkoeffizienten an derselben Stelle von Hin- und Rückweg zu addieren und anschließend den Mittelwert aus diesen Beträgen. Da die Messwerte von dem System in festgelegten Zeitintervallen aufgenommen werden, werden auf dem Hin- und Rückweg des Scratches nicht automatisch an exakt den gleichen lateralen Wegpunkten Daten aufgenommen. Aus diesem Grund ist es notwendig die Kurven des Hin- und Rückwegs so zu fitten, dass an jeder beliebigen Stelle die Summe der Beträge der beiden Reibkoeffizienten gebildet werden kann und so anschließend den Mittelwert zu berechnen. Auf der Basis dieser für die gesamte Strecke durchgeführten Berechnungen, kann aus allen ermittelten Reibkoeffizienten der Gesamtreibkoeffizient der Probe berechnet werden. Ein Beispiel für eine solche Berechnung ist in Abbildung 4.41 gezeigt.

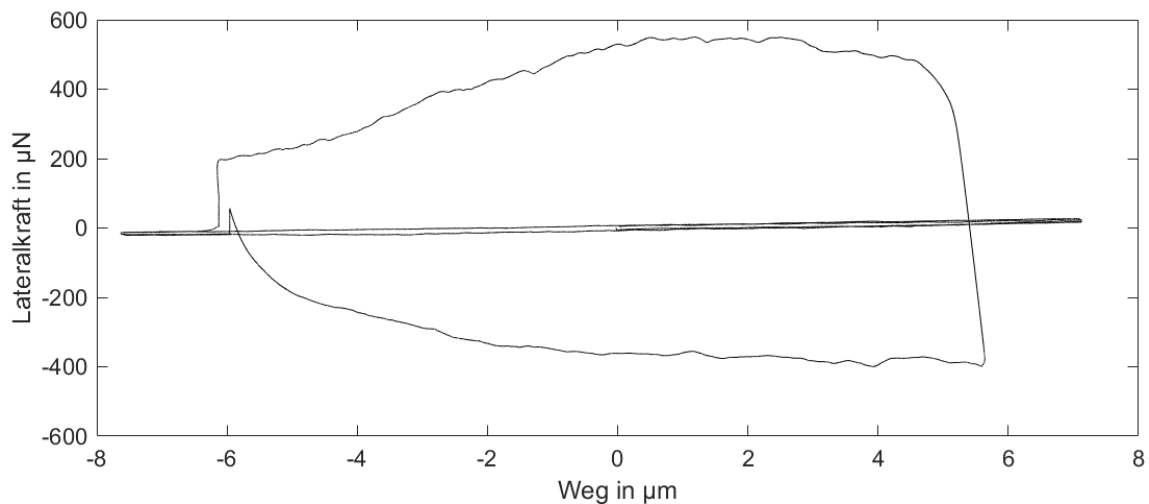


Abbildung 4.41: Verlauf der Lateralkraft über den Kratzweg

Neben den Reibkoeffizienten wurde auch die Verformung der Probe während der Messung ausgewertet. Hierfür wurde die Messung in 3 Bereiche aufgeteilt:

1. Abfahren der Strecke mit $2\ \mu\text{N}$ vor der eigentlichen Messung, um die Ausgangshöhe zu bestimmen
2. Die eigentliche Messung mit der Prüfkraft, die Gesamtverformung durch die Messung

3. Wiederholtes Abfahren der Strecke mit $2 \mu\text{N}$, um die Veränderung zu quantifizieren

Die Eindringtiefe dieser drei Bereiche wurde jeweils gemittelt und anschließend wurde von Bereich zwei und drei jeweils der Bereich eins subtrahiert. Der Wert des Bereiches 2 minus Bereich 1 spiegelt die gesamte Eindringtiefe wieder, die sich aus dem plastischen und elastischen Anteil zusammensetzt, der durch die Prüfkraft eingebracht wird. Der Wert des Bereichs drei minus Bereich 1 beschreibt die verbleibende plastische Verformung. Und es wurde anschließend zur Ermittlung des elastischen Anteils die Gesamtverformung abzüglich der plastischen Verformung gerechnet.

4.4.2 Versuchsergebnisse

4.4.2.1 Kommerzieller Indenter

In Tabelle 5.14 sind die Versuchsergebnisse dargestellt, die jeweils auf einer Kupfer- und einer Stahlprobe vor und nach 50 Stunden in dem Erosionstester aufgenommen wurden. Diese Versuche wurden bei zwei Lasten ausgeführt, zum einen bei $100 \mu\text{N}$ Normalkraft und zum anderen bei $300 \mu\text{N}$ Normalkraft.

Die gemittelten Reibkoeffizienten aus jeweils 10 Kurven auf jeder Probe ergaben, dass die Edelstahlprobe vor dem Versuch im Erosionstester einen höheren Reibkoeffizient bei der Paarung mit Diamant aufweist, als die Kupferproben. Dieses Messergebnis ist unabhängig von der aufgebrachten Normallast und zeigt sich sowohl bei $100 \mu\text{N}$ als auch bei $300 \mu\text{N}$.

Der Reibkoeffizient zwischen den Proben und der Diamantspitze war bei dem Edelstahl höher, als bei der Kupferprobe. Dies ist laut Luo auf die starke Anziehung zwischen den graphitischen Bindungen zu den 3-d Orbitalen des Eisens zurückzuführen, wodurch die adhäsive Reibkomponente erhöht wird. Diese Wechselwirkung führt auch bei der Nutzung eines Diamanten als Schneidewerkzeug für Stahl dazu, dass dieser an dem Diamanten haften bleibt (Luo et al. 2001).

Im Anschluss an diese Messungen wurden die Proben für 50 Stunden in den 90 Grad Halter in den Erosionstester bei einer Geschwindigkeit von 60 Umdrehungen pro Minute gegeben.

Danach wurden die Messungen des Reibkoeffezienten wiederholt und es kam zu folgendem Ergebnis. Unabhängig davon, ob die Kupfer- oder Edelstahlprobe betrachtet wird, der Reibkoeffizient sinkt durch die Wechselwirkung mit den Sandpartikeln. Dieser Zusammenhang begründet sich in dem Anstieg der Härte, der in Kapitel 4.2.2 bestätigt

wurde. Da durch die Wechselwirkung mit dem Sand eine Druckeigenspannung durch die Bildung von Versetzungen eingebracht wird, ist sowohl eine plastische als auch eine elastische Verformung der Oberfläche schwieriger, wodurch die Reibung reduziert wird und in der Folge auch den Reibungskoeffizienten sinken lässt. Dieser Zusammenhang erklärt auch die geringere Neigung zur Abrasion bei den Proben, die für eine lange Versuchsdauer in dem Erosionstester waren, da Abrasion und Reibung direkt miteinander korreliert sind. Dies wird dadurch gestützt, dass die Abrasion mit einer Zunahme der Härte abnimmt (Goddard und Wilman 1962).

Auch dass der Reibkoeffizient mit zunehmender Last geringer ist, wird durch vorherige Arbeiten bestätigt. Dadurch, dass sich die reale Kontaktfläche durch die Normallast erhöht, nimmt somit die Adhäsion zwischen der Diamantspitze und der Probe zu und der Reibungskoeffizient sinkt antiproportional zu $F_n^{1/3}$ (Maegawa et al. 2015; Schallamach 1958).

Zusätzlich zu der Untersuchung der Reibkoeffizienten nach 0 und 50 Stunden auf Edelstahl und Kupfer wurde der Verlauf des Reibkoeffizienten auf einer weiteren Edelstahlprobe untersucht. Hierbei lag ein besonderes Augenmerk auf der Abhängigkeit des Reibungskoeffizientens von der Versuchsdauer und es konnte anhand dieses Experimentes gezeigt werden, dass der Reibkoeffizient schon nach einer Stunde stark auf den Wert $0,15 \pm 0,03$ abgenommen hatte. Dieses Ergebnis zeigt, dass der größte Teil der plastischen Verformung und Härtung der Oberfläche schon während der ersten Stunde des Versuches im Erosionstester stattfindet.

Tabelle 4.14: Reibkoeffizienten vor und nach Versuchen im Erosionstester

Cu vorher	100 μ N	0,37 \pm 0,08	Stahl vorher	100 μ N	0,59 \pm 0,11
Cu nach 50h	100 μ N	0,20 \pm 0,02	Stahl nach 50h	100 μ N	0,16 \pm 0,03
Cu vorher	300 μ N	0,25 \pm 0,02	Stahl vorher	300 μ N	0,37 \pm 0,09
Cu nach 50h	300 μ N	0,15 \pm 0,01	Stahl nach 50h	300 μ N	0,14 \pm 0,02

Tabelle 4.15: Reibkoeffizient nach verschiedenen Zeitpunkten im Erosionstester gemessen mit 100 μ N Normalkraft auf Stahl

0 h	1 h	3 h	10 h	30 h
0,63 \pm 0,11	0,15 \pm 0,03	0,18 \pm 0,02	0,18 \pm 0,02	0,20 \pm 0,03

Im weiteren Verlauf dieser experimentellen Untersuchung stieg der Reibungskoeffizient nach dem oben dargestellten Abfall wieder an je länger die Probe im Erosionstester

verblieb. Grund hierfür ist der Anstieg der Rauheit, denn durch die Entstehung der Rauheitsberge können diese wieder leichter plastisch verformt werden als eine glatte Fläche. Meyer hat diesen Zusammenhang in seiner Arbeit auf Siliziumoberflächen vorgestellt und aufgezeigt, dass der Reibungskoeffizient mit der Rauheit ansteigt (Meyer et al. 2014).

Um die Kontaktsituation zwischen dem Indenter und der Oberfläche besser zu verstehen, wurde zunächst die Kontaktfläche der Sphäre mit der Hertz'schen Kontakttheorie abgeschätzt. Die in Tabelle 4.16 dargestellten Werte zeigen zum einen die Kontaktfläche A unter entweder 100 μN Last oder 300 μN Last, zum anderen die mit Hertz bestimmte Kontakttiefe a.

Tabelle 4.16: Berechnete Kontaktfläche und -tiefe mit Hertz'scher Kontakttheorie

	Kontaktfläche in μm^2	Kontakttiefe in nm
Stahl 100 μN	0,079	2,51
Stahl 500 μN	0,231	7,34
Kupfer 100 μN	0,104	3,32
Kupfer 500 μN	0,305	9,69

Mit diesen beiden Größen wurde die, in den AFM Aufnahmen der Oberfläche vor und nach 50 Stunden Versuchsdauer berechnete Fläche markiert und die Tiefe wurde mit dem durch das Hertz'sche Modell berechneten Wert abgemessen. Die so markierte Fläche ist dann die abgeschätzte Kontaktfläche, wie als Beispiel in Abbildung 4.42 dargestellt. Bei den glatten Ausgangsoberflächen war die gesamte Oberfläche immer mit dem Indenter in Kontakt und mit zunehmender Rauheit wurde die Kontaktfläche zwischen Indenter und Oberfläche stark reduziert. Diese Reduktion der Kontaktfläche bewirkt bei gleicher Kraftaufbringung höhere Kontaktspannungen, wodurch eine plastische Verformung der Rauheitshügel möglich ist, die dann dazu führen kann, dass der Anteil der plastischen Deformation an dem Reibungskoeffizienten wieder ansteigt. Mit dem Ziel die Kontaktsituation auf der gesamten Oberfläche bestimmen zu können, wurde diese Auswertung an mindestens fünf verschiedenen Stellen durchgeführt.

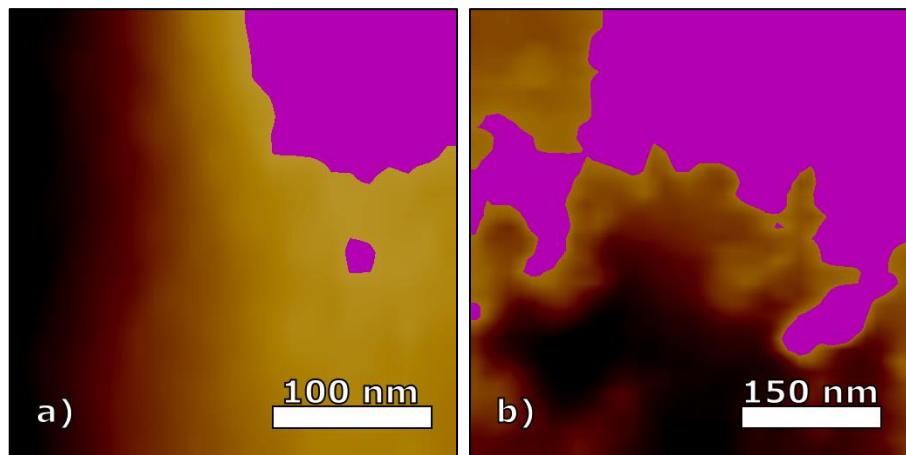


Abbildung 4.42: Kontaktfläche Stahl nach 30 Stunden mit 100 μN Normallast a) und 500 μN Normallast b)

An dieser Stelle muss darauf hingewiesen werden, dass der zeitliche Verlauf des Reibungskoeffizienten und der Einfluss der Kraft auf die Messung des Reibungskoeffizienten nicht auf derselben Probe durchgeführt wurde und deswegen die absoluten Zahlenwerte, wegen der leicht voneinander abweichenden Ausgangsrauheit, nicht direkt korreliert werden können.

Diese Ergebnisse zeigen, dass zwei wesentliche Einflüsse die Reibung zwischen dem konischen Diamantindenter und der Oberfläche beeinflussen.

- Zum einen wirkt die Kaltverfestigung der Oberfläche durch die einfallenden Partikel reibungsmindernd, weil dadurch weniger plastische Verformung stattfinden kann.
- Und zum anderen wirkt dieser Minderung die Erhöhung der Rauheit der Oberfläche durch die einfallenden Partikel entgegen, weil die Reibung auf Grund der resultierenden reduzierten Kontaktfläche wieder steigt. Jedoch wird der ursprüngliche Wert ohne plastische Deformation nicht mehr erreicht, sondern höchstens ein Drittel der Anfangsreibung.

Diese Erkenntnis findet sich auch in den gemessenen elastischen und plastischen Verformungen wieder. Mit Ausnahme der Messung der Kupferoberfläche nach 50 Stunden mit einer Kraft von 100 μN , ist bei allen anderen Messungen die plastische Verformung nach 50 Stunden Versuchsdauer am größten. Die Reduzierung des Reibungskoeffizienten gegenüber dem Startwert erscheint zunächst paradox, lässt sich allerdings wie folgt erklären. Am Anfang der Messung wird für die plastische Verformung der glatten Oberfläche mehr Energie benötigt, als für die Verformung einzelner Rauheitsberge, wodurch zu Beginn mehr Werkstoff verformt wird, was sich allerdings bei den Messwerten der reinen Eindringtiefe nicht widerspiegelt. Den Erwartungen entspricht auch, dass die plastische Verformung des Kupfers wesentlich höher ist als die bei dem

andern verwendeten Werkstoff Edelstahl. Zur Einordnung, der Wert verdoppelt sich im Vergleich zu Edelstahl.

Tabelle 4.17: Verformungsanteile bei Scratch Test Kupfer

	Elastische Verformung [nm]	Plastische Verformung [nm]
100 μN vorher	8,0	9,6
100 μN 50 h	7,9	7,5
300 μN vorher	12,6	12,7
300 μN 50 h	11,2	14,0

Tabelle 4.18: Verformungsanteile bei Scratch Test Stahl

	Elastische Verformung [nm]	Plastische Verformung [nm]
100 μN vorher	4,1	2,6
100 μN 50 h	8,5	3,8
300 μN vorher	4,6	3,6
300 μN 50 h	10,6	8,5

4.4.2.2 Selbstgebauter Indenter

In Abbildung 4.43 sind die, im REM aufgenommenen Schritte in denen eine Kugel auf den selbstgebauten Indenter aufgebracht wurde, dargestellt. Zunächst wurde der Draht mit einer handelsüblichen Glaspfeile auf einen Durchmesser von ca. 150 - 200 μ m zugespitzt. Da die Rauheit durch das Feilen im Bereich des Sphärenradius lag, wurde der Draht zusätzlich noch mit einem Polierstein geglättet. Nach dieser Vorbereitung wurde die Glaskugel, wie in Bild 4.43 dargestellt, mit dem Kleber aufgebracht.

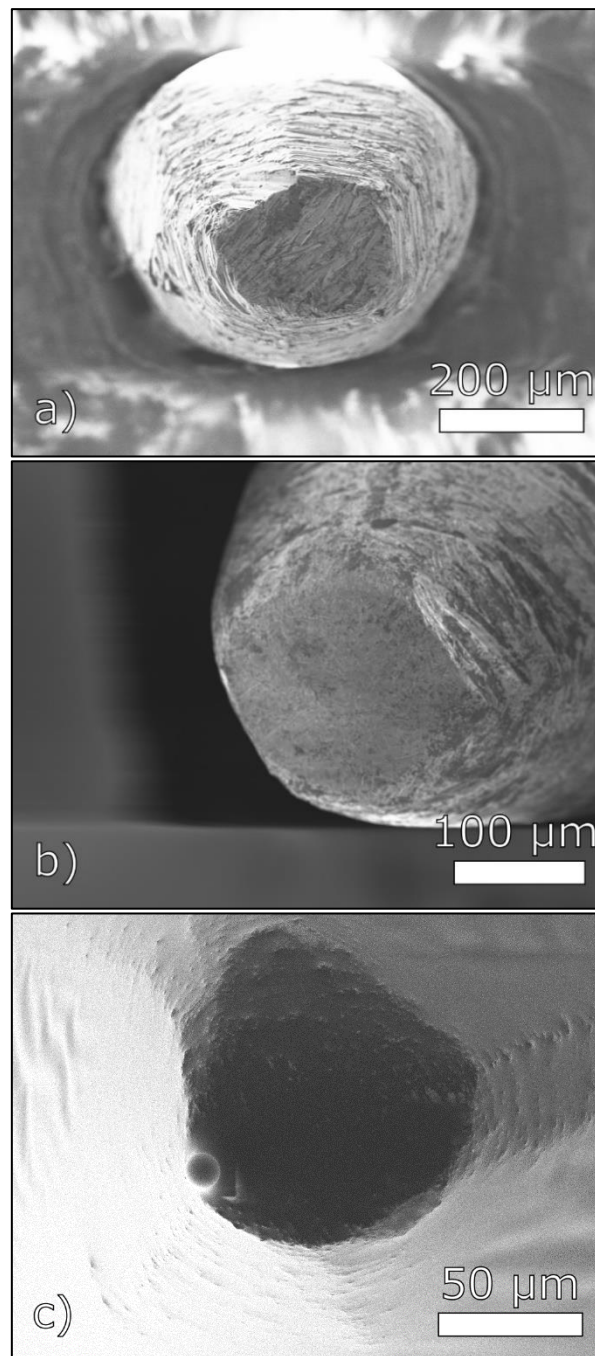


Abbildung 4.43: Prozessschritte für das Anbringen einer Sphäre an den selbstgebauten Indenter

In den mit dem selbstgebauten Indenter durchgeführten Versuchsreihen wurden sowohl Sphären mit einem Radius von $100\ \mu\text{m}$ als auch Sphären mit einem Radius von $17,8\ \mu\text{m}$ an den Draht geklebt.

In Abbildung 4.44 wird ein Eindruck, der durch einen Indent mit einer $17,8\ \mu\text{m}$ -Sphäre erzeugt wurde, abgebildet.

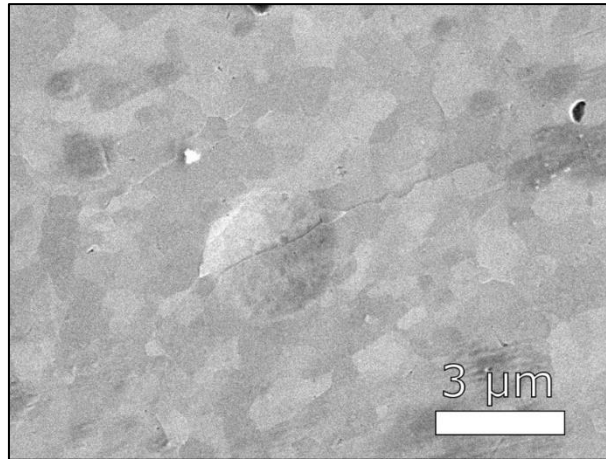


Abbildung 4.44: Eindruck mit selbstgebauten Indenter

Im Folgenden werden die Ergebnisse aus diesen Versuchsreihen vorgestellt, wobei die Verifizierung für die Verwendbarkeit des selbstgebauten Indenters hier im Mittelpunkt steht. Zu diesem Zweck wird der Reibkoeffizient zwischen der Borosilikatglaskugel und der Kupferoberfläche bei verschiedenen Normallasten gemessen, deren Ergebnisse in Tabelle 4.19 dargestellt sind. Die Werte zeigen eine gute Übereinstimmung mit denen, die mit dem kommerziellen Indenter gemessen wurden. Widersprüchlich ist jedoch, dass der Reibkoeffizient mit steigender Last zunimmt, obwohl die Versuche mit dem kommerziellen Indenter ein entgegengesetztes Verhalten zeigen. Der Grund liegt in der, durch die Länge des Titandrahtes verursachten wesentlich geringeren Steifigkeit des selbstgebauten Indenters, der sich bei steigender Last auch mehr lateral bewegt. Anhand dieser Ergebnisse lässt sich festhalten, der selbstgebaute Indenter ist für reine Normalkraftmessungen ohne laterale Bewegungen sehr gut geeignet und liefert bei Messungen mit lateraler Verschiebung zuverlässige Ergebnisse bis zu einer Normalkraft von 300 μN .

Tabelle 4.19: Reibkoeffizienten gemessen auf Kupfer mit dem selbstgebauten Indenter

	μ [-]
100 μN	0,29±0,03
300 μN	0,31±0,04
1000 μN	0,38±0,05

4.5 Ermüdung

Wie im Kapitel 2 dargestellt basiert der Verschleißmechanismus Oberflächenzerrüttung auf der Ermüdung der Probenoberfläche. In den Versuchsergebnissen im Kapitel 2 wird gezeigt, dass insbesondere auf der Edelstahl- sowie auf der Kupferoberfläche Oberflächenzerrüttung durch den Einfall von Partikeln beobachtet werden kann.

In diesem Kapitel wird eine neue Methode vorgestellt, die es erlaubt die Ermüdung von Oberflächen durch die Wechselwirkung mit einem Partikel zu untersuchen.

4.5.1 Versuchsablauf

Die hier beschriebenen Versuche können in zwei Kategorien aufgeteilt werden.

Im ersten Teil dieses Abschnittes wird ein neues Verfahren vorgestellt, bei dem die Technik der Indentierungsversuche, wie sie erstmals von Xu vorgestellt wurde, mit den technischen Möglichkeiten des Nanoindenters zusammengeführt werden. Auf diese Weise können, wie im vorherigen Kapitel beschrieben, sehr kleine Wechselwirkungsvolumina getestet werden.

Im zweiten Teil wird ein Verfahren beschrieben die PHYBAL_{CHT}-Methode mit dem Nanoindenter anzuwenden. Hierzu werden die PHYBAL_{CHT} Versuche von der Technischen Universität Kaiserslautern durchgeführt, so wie sie in der Veröffentlichung von Kramer et al. beschrieben sind (Kramer et al. 2014). Diese Versuche werden dann, allerdings mit wesentlich geringeren Lasten auf den gleichen Proben mit dem Nanoindenter durchgeführt. Die Ergebnisse beider Versuche werden anschließend miteinander verglichen um zu überprüfen, ob der Werkstoff bei beiden Methoden das gleiche Verhalten zeigt. Die Nanoindentierung bietet auch hier die Möglichkeit kleine Volumen zu testen und somit das plastisch-elastische Verhalten auch Körnern oder Phasen zuzuordnen.

4.5.1.1 Indentierungsermüdungsversuche

Für die Durchführung der Indentierungsermüdungsversuche wird der HysitronTriboindenter 850 genutzt. Dieser wurde zusätzlich mit dem Nano-DMA III Transducer ausgestattet, der mit der Reference Method die Möglichkeit bietet eine Probe über einen langen Zeitraum ohne den Einfluss von thermischer Drift auf die Messergebnisse zyklisch zu belasten. Dies wird dadurch ermöglicht, indem beim ersten Kontakt der Elastizitätsmodul ohne Einfluss der thermischen Drift bestimmt wird und basierend darauf, durch eine kontinuierliche Messung der Steifheit, sowohl die

Wegamplitude als auch die Kontaktfläche für bis zu über einer Stunde bestimmt werden können. Mit dieser Messmethode ist es hingegen nicht möglich, die absolute Eindringtiefe über die Versuchsdauer von über einer Stunde zu ermitteln.

Während der Belastung wird die Probe mit einer konstanten statischen Last beaufschlagt und diese wird mit einer Lastamplitude überlagert. Die Kraft-Zeit-Kurve einer solchen Messung ist in Abbildung 4.45 dargestellt. Die Frequenz der Schwingung beträgt bei der Versuchsdurchführung 220 Hz, diese wurde ausgewählt, da so in einer Stunde $8 \cdot 10^5$ Zyklen erreicht werden, was ähnlich zu den Frequenzen der „klassischen“ Ermüdungsversuche mit hydraulischer Anregung ist. Um die Grenzen des Versuchs zu erproben, wurden auch Messungen bis zu 10.000 s durchgeführt, also $2 \cdot 10^6$ Zyklen.

Zusätzlich wurden Versuche mit einer Frequenz von 70 Hz bei einer Amplitude von 70 μN durchgeführt, um den Einfluss der Frequenz auf die Messergebnisse zu untersuchen. In einer Veröffentlichung von Mayer und Laird wird gezeigt, dass in Frequenzbereichen zwischen 0,5 Hz und 20 kHz, das Verhalten von polykristallinem Kupfer stark von der Frequenz abhängt. Wohingegen es bei einkristallinem Kupfer vernachlässigt werden kann. Weil für die Untersuchung von polykristallinem Kupfer auch Techniken, wie EBSD nötig wären, wird hier nur untersucht, ob einkristallines Kupfer keine Abhängigkeit von der Frequenz zeigt. Zu diesem Zweck wird der Versuch bei 70 Hz für 10.000 s durchgeführt, damit die gleiche Anzahl an Zyklen erreicht werden kann (Mayer und Laird 1994).

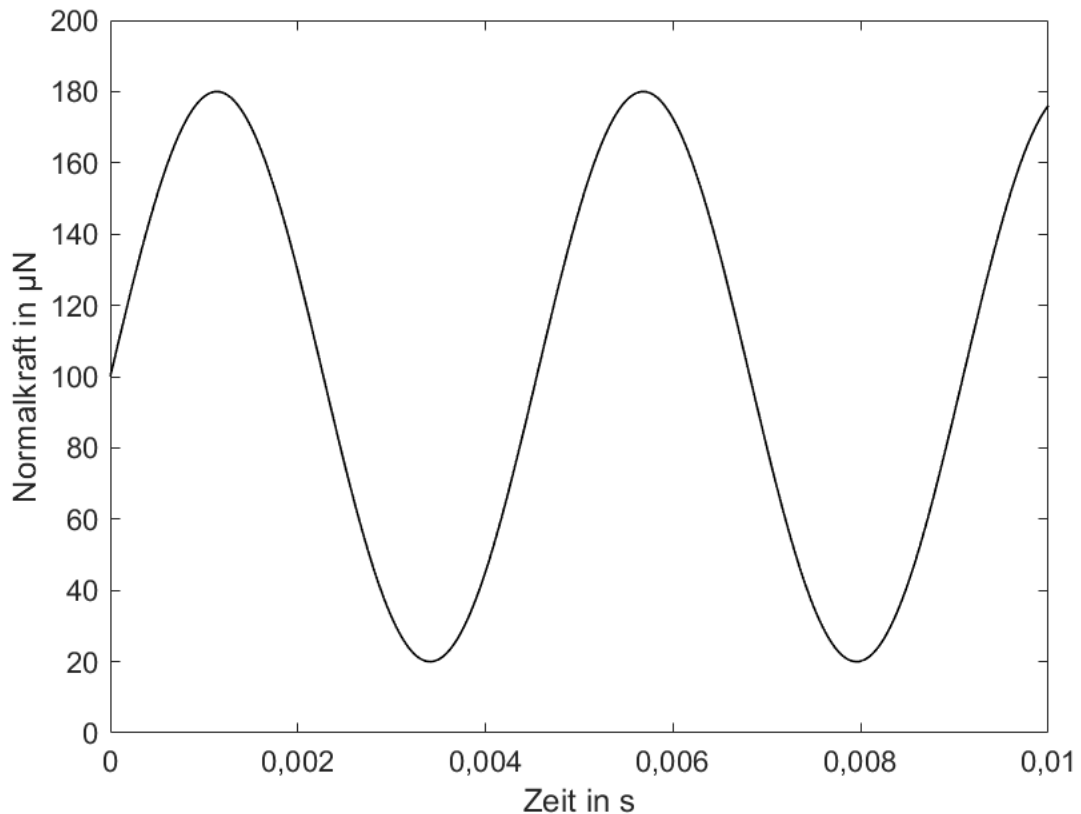


Abbildung 4.45: Zeitlicher Verlauf der Normalkraft

Für die Ermüdungsversuche wurde ein Berkovich-Indenter genutzt, bei dem die Spitze, aufgrund seiner geringen Eindringtiefen, als Sphäre betrachtet werden kann. Der Durchmesser dieser Spitze wurde auf zwei Arten bestimmt:

1. zum einen mit einer direkten Abbildung mittels des Rasterkraftmikroskops und
2. zum anderen wurden elastische Eindrücke auf Quarz-Glas mit definierten mechanischen Eigenschaften genutzt, um mittels der Hertz'schen Kontakttheorie den Spitzenradius zu bestimmen.

Bei der Berechnung des Spitzenradius mit der Hertz'schen Kontakttheorie wurde die Entlastungskurve mit der Gleichung 4.7 gefittet. Zur Berechnung des Radius wurden 10 Kurven aufgenommen und anschließend ausgewertet.

In Vorversuchen wurden unterschiedliche Lastregime mit dem Nanoindenter getestet, dabei wurde die mittlere Last zwischen 10 und 1000 µN variiert und die Lastamplitude zwischen 1 % und 90 % der mittleren Last gesetzt. Alle Versuche der ausgewählten Last wurden je mittlerer Last und Amplituden Variation an 10 verschiedenen Stellen ausgeführt.

Über Hertz wurden unter Berücksichtigung des Indenterradius, des Elastizitätsmoduls der Probe und der aufbrachten Kraft die Spannungsamplitude berechnet.

Nach Auswahl einer Last wurden die Ermüdungsversuche an den in Abbildung 4.46 dargestellten Versuchsstellen je Amplitude 10-mal wiederholt. Hierbei ist es wichtig, dass die Versuchsstellen so angeordnet sind, dass immer mindestens ein Abstand von 100 μm in alle Richtungen besteht, so dass eine gegenseitige Beeinflussung der Versuche vermieden werden.

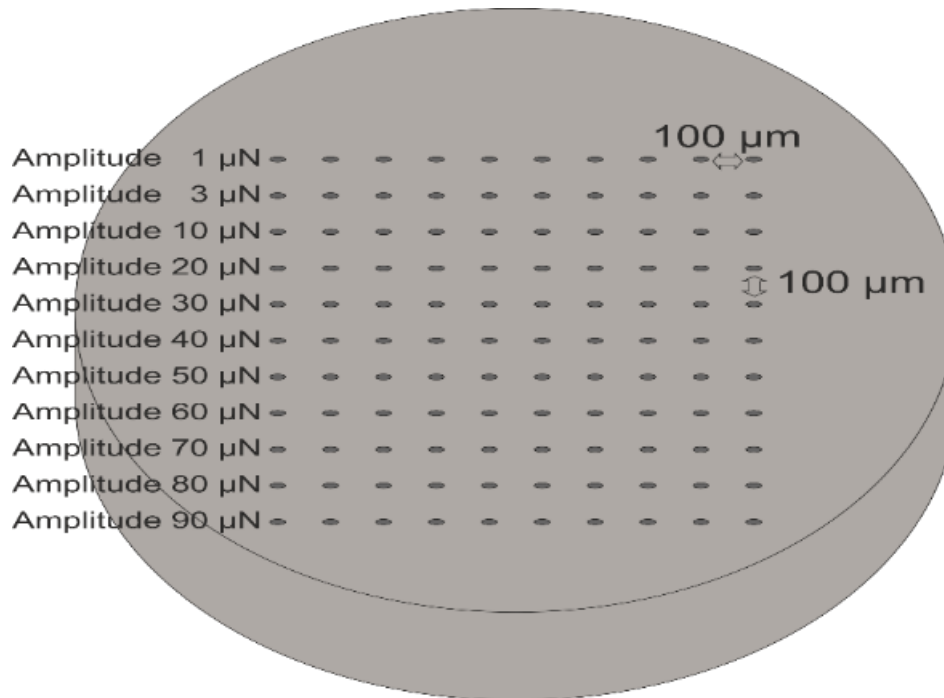


Abbildung 4.46: Anordnung der Messpositionen

Laut Faisal kann eine abrupte Änderung in der Wegamplitude direkt mit einem Werkstoffversagen auf Nano-Skala korreliert werden (Faisal et al. 2017). Aus diesem Grund wurde in dieser Arbeit die Verschiebungsamplitude gegenüber der Zyklenzahl ausgewertet und hierbei werden die Änderungen in der Amplitude als Event bezeichnet. Danach wurden die Messdaten mit MATLAB ausgewertet, wobei mit der Funktion `findchangepts()` eine abrupte Änderung in der durchschnittlichen Abweichung vom Mittelwert detektiert wurde.

Aus diesen Ergebnissen wurde folgendes bestimmt:

- der Zeitpunkt der abrupten ersten Änderung der Wegamplitude,
- der durchschnittliche Abstand zwischen Änderungen und
- die absolute Anzahl von Änderungen.

Für die Ermüdungsversuche wurden unterschiedliche Materialien ausgewählt:

- Quarz,
- Einkristallines Kupfer,
- OFHC Kupfer,
- Zwei Austenitische Stähle mit und ohne Wasserstoff.

Die Glasart Quarz wurde ausgewählt, weil diese über ein gänzlich anderes Ermüdungsverhalten als Metalle verfügen. Aufgrund seiner amorphen Struktur ermüdet Glas kaum und zeigt sofort ein sprödes Werkstoffverhalten.

Bei Glas wird in „normales“ und „nicht-normales“ Materialverhalten unterschieden. Wobei beispielsweise Soda Lime Glas ein „normales“ Materialverhalten besitzt, das heißt dieser Werkstoff fließt, vergleichbar wie ein kristallines Material. Es kann sogar zu Materialaufwürfen, dem sogenannten Pile Up, an den Rändern des Indents kommen. Demgegenüber verfügt Fused Quarz über ein „nicht-normales“ Materialverhalten, denn es verdichtet sich aufgrund der offeneren Struktur.

In der Literatur zur Ermüdung von Materialien findet Kupfer häufig Verwendung um das Ermüdungsverhalten kristallographisch zu erklären (Awatani et al. 1975). Darüber hinaus liegen sowohl Veröffentlichungen über das Ermüdungsverhalten von Einkristallen als auch das von polykristallinem Kupfer vor (Nine und Kuhlmann-Wilsdorf 1967; Kunz et al. 2006; Kunz und Collini 2012). In der Arbeit von Xu et al. in der die Technik der Eindringprüfung beschrieben wird, wird zusätzlich polykristallines Kupfer genutzt. Aus diesem Grund ist dieses Material gut geeignet, sowohl die Ergebnisse von konventionellen Ermüdungsversuchen als auch die von Eindringversuchen mit denen der Nanoindenter-Ermüdungsversuche zu vergleichen (Xu et al. 2007).

Hierbei wurden sowohl einkristalline als auch polykristalline Kupfermaterialien untersucht, da gezeigt werden sollte, ob und wenn ja, in welcher Weise sich die Ergebnisse voneinander unterscheiden.

Für die durchgeführten Ermüdungsversuche wurde eine Kristallorientierung von 110 ausgewählt, denn laut Potirniche et al. beeinflusst die Kristallorientierung die Konfiguration der Versetzungsstruktur, aber es hat keinen Einfluss auf den Zeitpunkt der Spannungsverfestigung durch plastische Verformungslokalisierung (stress hardening) (Potirniche et al. 2005). Bei einem 110 orientierten Kupferkristall ordnen sich die Versetzungen in Venenähnlichen Strukturen in parallelen Bändern entlang der -110 Richtung an. Alle primären Gleitsysteme liegen bei der 110 Orientierung auf Ebenen, die parallel zu der Probenachse liegen. Das heißt, dass der Burger Vektor der Primärsysteme

parallel zur Oberfläche liegt und sich Intrusionen und Extrusionen nur zeigen, wenn auch sekundäre Gleitsysteme aktiviert wurden (Nine und Kuhlmann-Wilsdorf 1967).

Als polykristalline Kupferprobe wurde das OFHC Kupfer verwendet, das, wie in Abschnitt 3.3.1 beschrieben, präpariert wurde.

Des Weiteren wurden die Versuche an zwei austenitischen Stählen X2-9 und X2-12 durchgeführt, die beide einer Grundschnmelze entstammen und sich lediglich durch ihren Mangan- und Nickelanteil unterscheiden. Wie im Abschnitt 3.2.1 beschrieben, wurden beide Proben mit Wasserstoff beladen, um den Einfluss von Wasserstoff auf die Ermüdungseigenschaften zu untersuchen.

Die Proben für diese Versuche in dieser Arbeit lagen für den X2-9 Stahl als Flachprobe und für den X2-12 als Rundzugprobe und somit in verschiedenen Geometrien vor.

Bei den Flachproben konnten die Ermüdungsversuche direkt auf der polierten Probenoberfläche durchgeführt werden. Da dies aufgrund der Probengeometrie bei den Rundzugproben unmöglich war, wurde ein Teil des Probenkopfes abgetrennt. Dieser wurde anschließend eingebettet und poliert, analog zur Präparation des Edelstahls, die in Kapitel 3.3.1 beschrieben ist. Die mit Wasserstoff beladenen Proben wurden bei den Rundproben randnah gemessen, weil der höchste Anteil an Wasserstoff oberflächennah ist. Bei den Flachproben wurde direkt die Oberfläche vermessen, dort ist folglich der höchste Wasserstoffanteil. Beide Stähle wurden sowohl mit als auch ohne Wasserstoffbeladung getestet.

4.5.1.2 PHYBAL_{CHT} Methode

Bei der PHYBAL_{CHT} Methode wurde die Probe zehnmal an derselben Stelle be- und entlastet, und es wurde daraus resultierend eine Kraft-Weg-Kurve aufgenommen. Die Messung wurde an mindestens 25 Stellen auf jeder Probe durchgeführt. Anhand dieser Kraft-Weg-Kurve wird das Verfestigungspotential der Probe gemessen, indem der Abstand zwischen den jeweiligen Be- und Entlastungskurve bei der halben aufgebrachten Last bestimmt wird. Bei der Anwendung der PHYBAL_{CHT} Methode mit dem Nanoindenter wurde eine Last von 5000 μN aufgebracht. Dies entspricht 0,5 % der Last, die bei der von Kramer vorgestellten Methode genutzt wird. Aus diesem Grund ist eine sehr gute Oberflächenqualität mit einer möglichst geringen Rauheit essentiell für die Messung, weil eine raue Oberfläche einen starken Einfluss auf die Messergebnisse haben kann. Ebenfalls sind planparallele Probenflächen notwendig um eine exakt senkrechte Kraftaufbringung des Indenters zu gewährleisten (Kramer et al. 2014).

Für diese Probe wurden drei unterschiedliche Stähle genutzt, zum einen die in dem vorherigen Abschnitt beschriebenen austenitischen Stähle und zusätzlich ein martensitischer Stahl. Alle drei Stähle wurden sowohl mit einer Wasserstoffbeladung, als auch ohne zusätzlichen Wasserstoff vermessen.

Im Anschluss an diese Versuche wurden dann die mit dem Nanoindenter aufgenommenen Messergebnisse mit den Werten der PHYBAL_{CHT} Methode für die gleichen Proben verglichen.

4.5.2 Ergebnisse

4.5.2.1 Indentierungsermüdungsversuche

Eine AFM Abbildung des Indenters ist in Abbildung 4.47 dargestellt, die Auswertung ergab einen Radius von $r = 198,5 \pm 19$ nm. Durch die zusätzlich durchgeführten Indents auf einer Quarzprobe wurde der Radius mit $r = 195 \pm 2,35$ nm berechnet. Da die beiden Werte sehr gut übereinstimmen, kann der berechnete Radius für weitere Berechnungen genutzt werden.

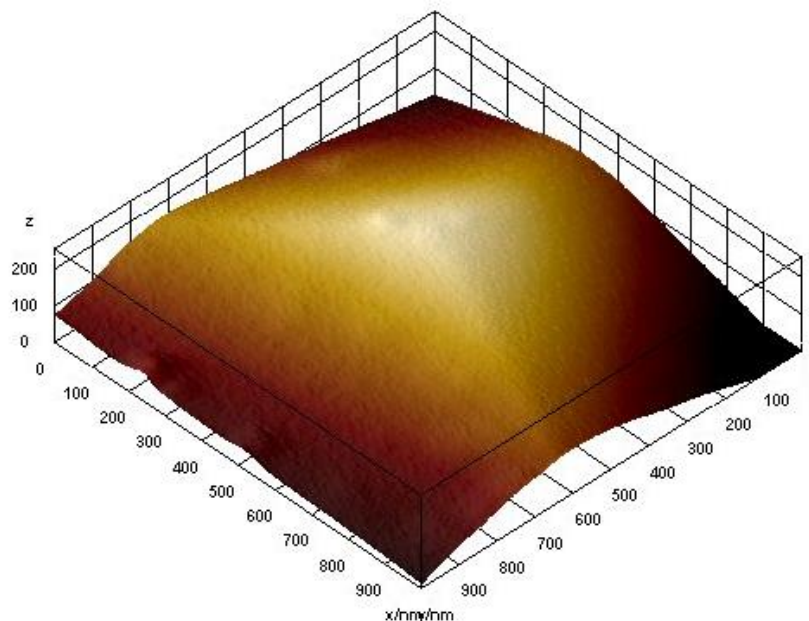


Abbildung 4.47: AFM Abbildung Indenter

Die Vorversuche haben verdeutlicht, dass bei Lasten unter $100 \mu\text{N}$ der Fehler der Messung größer ist als die Änderung in der Amplitude durch ein Event im Werkstoff und somit bei diesem Wert das Auflösungslimit des Systems erreicht wird. Die Amplitude bei einer quasi statischen Last von $10 \mu\text{N}$ und einer Amplitude von $9 \mu\text{N}$ liegt bei unter $0,8$ nm, womit diese dann nah an dem Auflösungslimit des Nanoindenters liegt.

Bei Lasten die wesentlich größer als $100\ \mu\text{N}$ sind, ist die Amplitude so groß, dass Änderungen durch ein Event im Werkstoff im Gesamtrauschen der Messung untergehen, weil der Einfluss der Events im Vergleich zu der Amplitude zu klein ist.

Damit der Kontakt zwischen Indenter und Probenoberfläche stabil bleibt, muss bei den Messungen auch beachtet werden, dass die Amplitude die quasi statische Last nicht überschreiten darf. Unter Einbeziehung dieser Erkenntnisse wurde als statische Last $100\ \mu\text{N}$ gewählt, weil hierbei die Events weder im Fehler der Messung im Gesamtrauschen untergehen noch im Vergleich zur Amplitude zu klein sind, sodass sie bei dieser Last gut zu erkennen sind.

Bevor auf Messungen von Materialien mit so genannten Ermüdungserscheinungen im „klassischen Sinne“ eingegangen wird, werden kurz die Ergebnisse der Messungen auf Glas erörtert. Hierzu ist in Abbildung 4.48 eine exemplarische Kurve für das Fused Quarz abgebildet, anhand derer erkennbar ist, dass auch bei einer Amplitude von $80\ \mu\text{N}$ über eine Stunde die Amplitude fast konstant bleibt. Dieses Verhalten war für eine Glasprobe zu erwarten, weil in einem spröden Material keine Ermüdung im „klassischen Sinne“ stattfindet. Die in Abbildung 4.48 erkennbaren Events sind auf eine Verdichtung des Materials zurückzuführen, die zu einer kurzzeitigen Erhöhung der Amplitude führt.

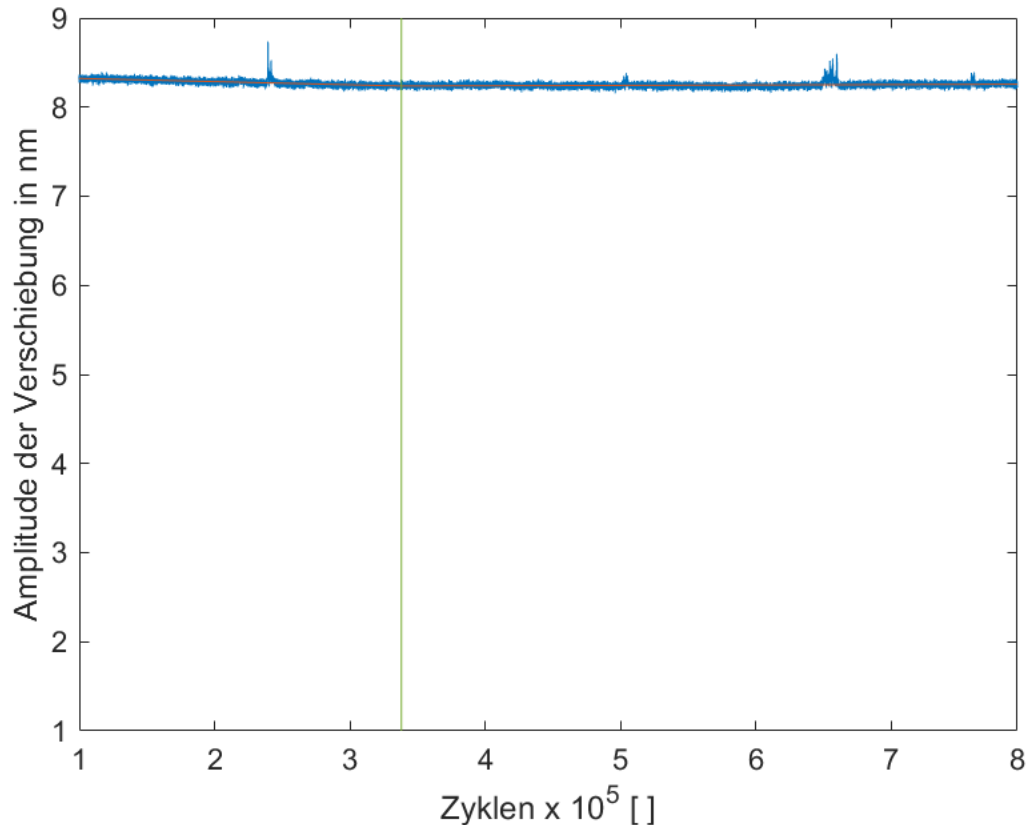


Abbildung 4.48: Verlauf der Verschiebungsamplitude auf einer Quarzglasprobe bei $80\ \mu\text{N}$ Kraftamplitude

Wie in Kapitel 4.5.1 beschrieben, wurde als ermüdende Material zunächst Kupfer, als Ein- und Polykristall untersucht, diese Ergebnisse werden im Folgenden vorgestellt und wurden in dem Journal Applied Physical Letters veröffentlicht (Diehl et al. 2019).

In Abbildung 4.49 sind exemplarisch die Wegamplituden über die Zeit für die Kraftamplitude von $70\ \mu\text{N}$ bei einer Versuchsdauer von $3600\ \text{s}$ auf einem Kupfereinkristall gezeigt.

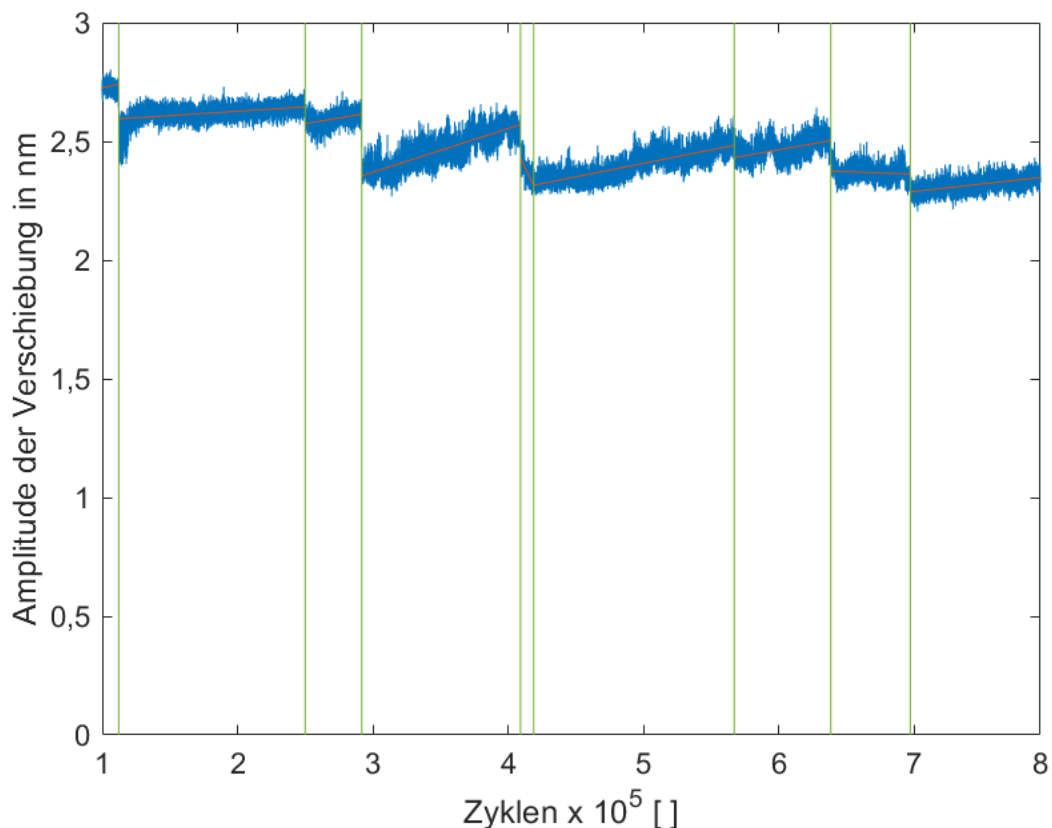


Abbildung 4.49: Verlauf einer beispielhaften Verschiebungsamplitude auf Kupfer bei $70\ \mu\text{N}$ Amplitude

Die in Abbildung 4.50 dargestellte REM-Aufnahme eines Kupfereinkristalls auf den eine Lastamplitude von $70\ \mu\text{N}$ über $8 \cdot 10^5$ Zyklen aufgebracht wurde, zeigt, dass die durch die zyklische Belastung entstandenen Gleitbänder gut zu sehen sind. Mit dieser REM-Aufnahme kann auch abgeschätzt werden, dass die Indents selbst bei den höheren Zyklen einen mittleren Radius von $250\ \text{nm}$ nicht überschreiten, wodurch mit diesem Verfahren auch sehr kleine Probenbereiche untersucht werden können.

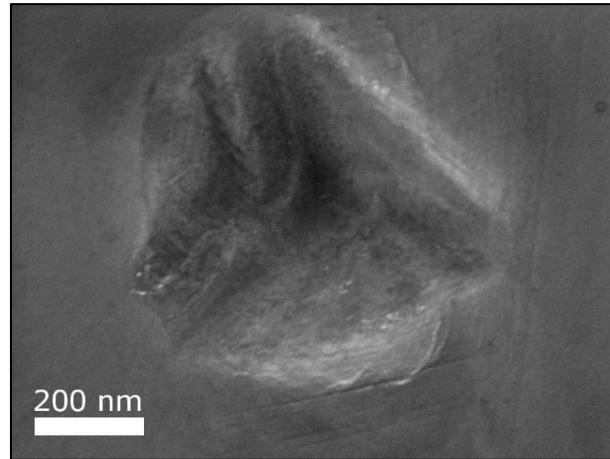


Abbildung 4.50: Indent bei einer Versuchsdauer von einer Stunde und einer Amplitude von 80 μN

Das bloße Betrachten der Kurven zeigt, dass die Eventhäufigkeit und folglich auch der Abstand zwischen den einzelnen Events mit steigender Amplitude zunehmen. Außerdem steigt die absolute Wegamplitude mit Erhöhung der Lastamplitude an.

Wie aus der Versuchsbeschreibung hervorgeht, wurden aus den aufgenommenen Kurven die Zyklenzahl der ersten Änderung, der durchschnittliche Abstand zwischen zwei Events und die Anzahl der Events während des Versuches bestimmt.

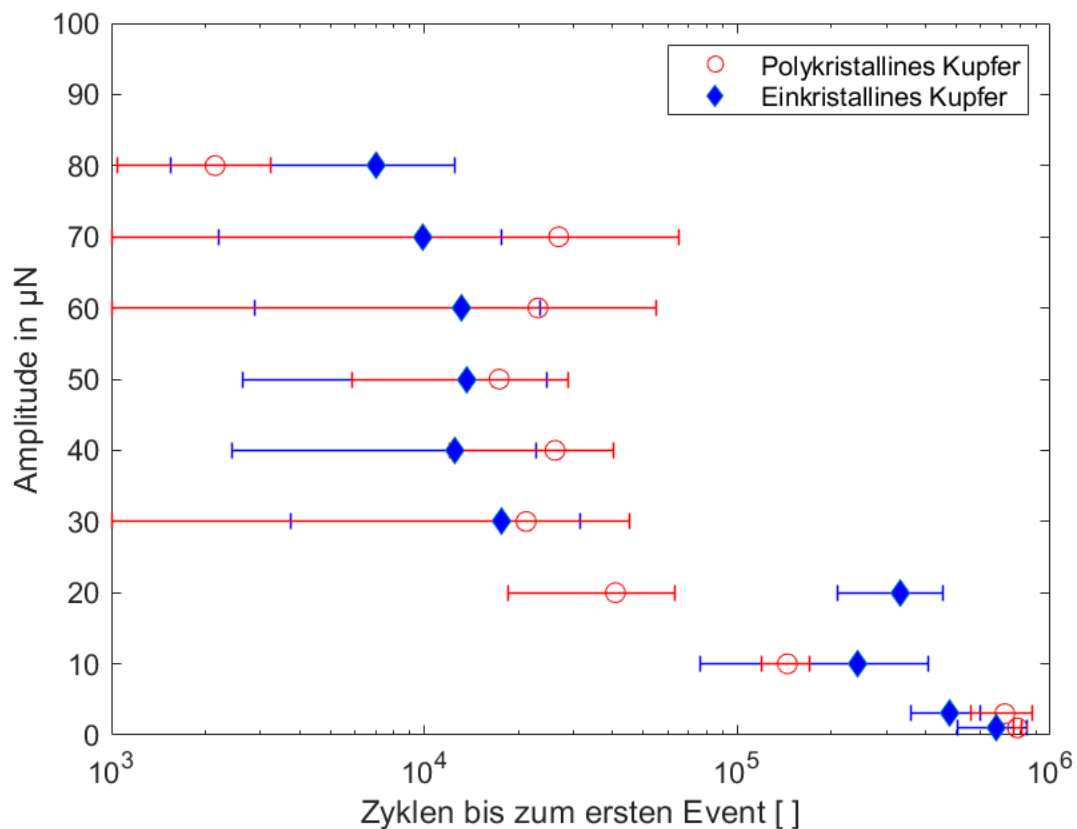


Abbildung 4.51: Erstes Ermüdungsevent gemessen in Zyklen

In Anlehnung an die bekannte und durch Wöhler etablierte Auswertung die die Zyklenzahl beim Versagen gegenüber der Spannungsamplitude aufträgt, wird hier im ersten Schritt die Zyklenzahl, bei der das erste Event stattfindet gegenüber der Lastamplitude aufgetragen. Dieser Auftragung, der in dieser Arbeit aufgenommenen Kurven, wird eine mit einer Zugprobe ermittelte Wöhlerkurve gegenübergestellt.

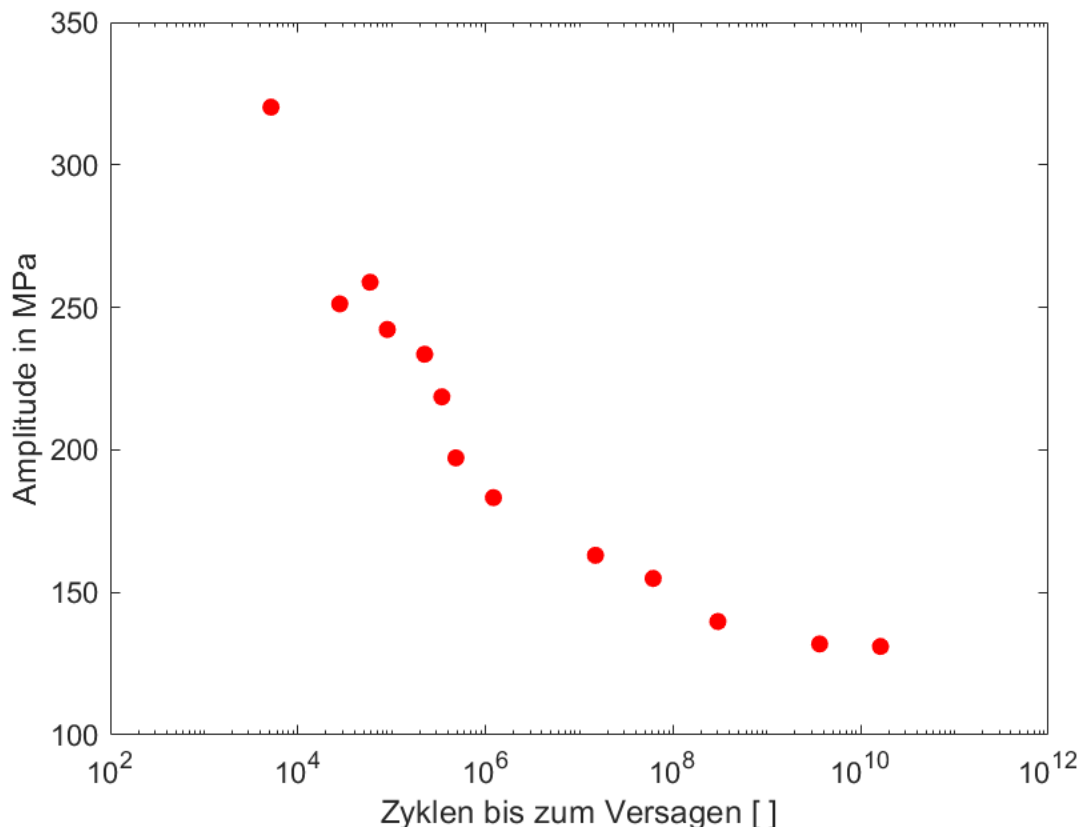


Abbildung 4.52: Typische Wöhlerkurve für Kupferwerkstoffe (vgl. Kunz und Collini 2012)

Die Auftragung für einkristallines und polykristallines Kupfer zeigt den erwarteten Verlauf, dass das erste Event mit steigender Lastamplitude bei sehr geringen Zyklenzahlen auftritt. Sinkt die Lastamplitude allerdings unter 10 μN , sind die Ergebnisse durch Messungen verfälscht, bei denen während der 3600 s keine abrupte Änderung der Wegamplitude zu detektieren war. Wurde keine Amplitudenänderung gemessen, wurde die erste Änderung auf $8 \cdot 10^5$ Zyklen gesetzt, was der maximalen Anzahl an Zyklen bei einer Versuchsdauer von 3600 s entspricht. Da jedoch das erste Event in Realität wesentlich später eintreten kann, muss für eine valide Information über das Verhalten bei Amplituden unter 10 μN eine längere Versuchsdauer gewählt werden.

Erreicht die Lastamplitude ihren höchsten Wert von 80 μN , wird das erste Event bei polykristallinem Kupfer schon nach 2.220 Zyklen erreicht und bei einkristallinen Kupfer nach 7.040 Zyklen. Damit erfahren die Proben schon nach 10 s bzw. nach 32 s ihre erste

Schädigung. Im Gegensatz zu den konventionellen Ermüdungsversuchen, bei denen der Gesamtausfall der Probe gegenüber der Spannungsamplitude aufgetragen wird, ermöglicht der hier vorgestellte Parameter die Beschreibung der ersten Schädigung auf mikroskopischer Skala. Da dieser Zusammenhang jedoch nicht das gesamte Ermüdungsverhalten einer Probe beschreibt werden aus diesem Grund zusätzlich der mittlere Abstand zwischen den einzelnen Events und die Anzahl der Events ermittelt.

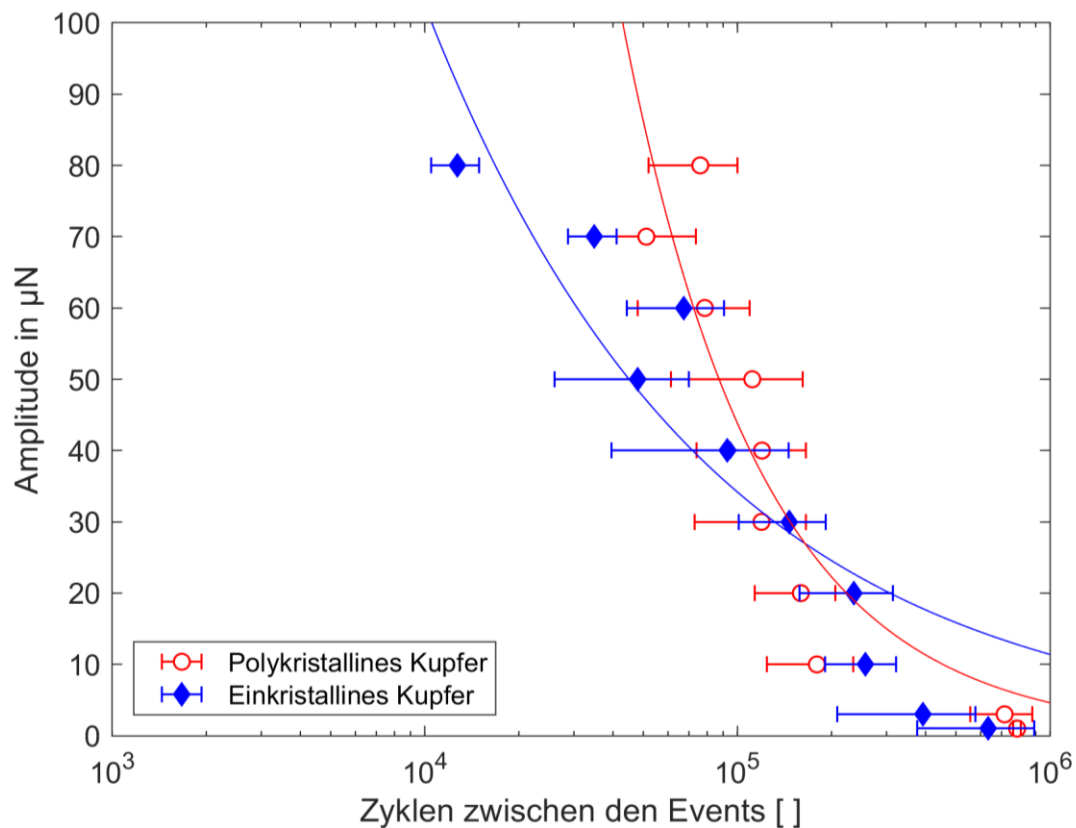


Abbildung 4.53: Abstand zwischen den einzelnen Events gemessen in Zyklen

In Abbildung 4.53 ist die mittlere Anzahl von Zyklen zwischen zwei Events aufgetragen. Auch für diese Abbildung gilt, dass die, bei einer Spannungsamplitude von unter $10 \mu\text{N}$ gemessenen Abstände durch diejenigen Messungen verfälscht sind, bei denen keine Events gemessen wurden und deshalb der Abstand auf 8×10^5 Zyklen festgelegt wurde. Aus dieser Abbildung ist erkennbar, dass die Punkte auch hier dem erwarteten Verlauf folgen und die Abstände zwischen den einzelnen Events mit steigender Lastamplitude abnehmen. Im Gegensatz zu den Werten der ersten Events entsprechen die Abstände zwischen den Events einer wesentlich höheren Zyklenzahl. Diese Beobachtung spricht dafür, dass die Schädigung des Werkstoffs nicht nur durch die Zyklenzahl beim ersten Event beschrieben werden kann, sondern die Geschwindigkeit mit der sie fortschreitet eine andere sein kann. Anhand dieses Graphens wird ersichtlich, dass bei Lastamplituden über $30 \mu\text{N}$ der Abstand zwischen den einzelnen Events bei polykristallinem Kupfer größer ist, was auf eine höhere Beständigkeit gegen Schädigung durch zyklisches

Belasten hinweist. Dies ist auch in der Literatur durch Lukas beschrieben, da sich Versetzungen an Korngrenzen aufstauen und diese die Versetzungsbewegung verhindern und damit eine weitere Schädigung hinauszögern (Lukáš et al. 1968; Kunz et al. 2006; Lukáš und Kunz 1987).

Die Abstände zwischen den einzelnen Events müssen immer im Zusammenhang mit der Gesamtanzahl von Events betrachtet werden. Da mehrere Events direkt nacheinander stattfinden können, wenn ein Versetzungsbündel losläuft und anschließend für eine hohe Zyklenzahl kein Event mehr stattfindet, weil sich diese Versetzungen an Korngrenzen oder Fehlern im Material aufgestaut haben. In solchen Fällen würden sich Fehler in der Betrachtung einstellen, wenn nur der mittlere Abstand zwischen zwei Events betrachtet wird.

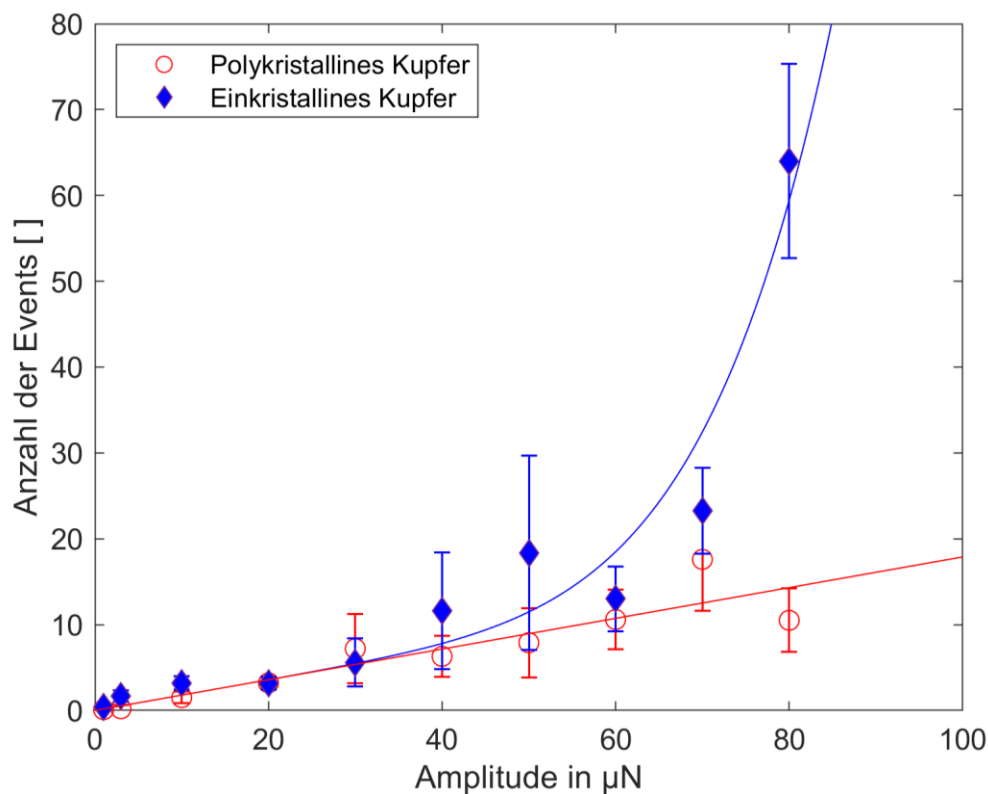


Abbildung 4.54: Anzahl der Ermüdungsevents in Abhängigkeit der Lastamplitude

Die Betrachtung der Anzahl der Events pro 3600 s verdeutlicht, dass bei dem einkristallinen Kupfer mehr Events bei gleicher Lastamplitude stattfinden, woraus auf eine höhere Schädigung dieses Werkstoffes bei zyklischer Belastung geschlossen werden kann. Die genaue Anzahl der Events ist in Tabelle 4.20 aufgeführt und zeigt, dass mit steigender Amplitude die Anzahl der Events zunimmt. Bei höheren Amplituden nimmt die Anzahl der Events bei einkristallinem Kupfer wesentlich drastischer zu als bei polykristallinem Kupfer, Grund hierfür ist, dass die Versetzungen sich nicht an Korngrenzen aufstauen und somit nicht an ihrer Bewegung gehindert werden können.

Dieses wird dadurch belegt, dass die maximal gemessene Anzahl bei einkristallinem Kupfer bei 64 Events liegt während diese bei polykristallinem Kupfer mit 20,8 Events, also bei einem Drittel des Wertes liegen. Schon bei den geringen Amplituden zeigt sich zwischen den Werkstoffen ein Unterschied, so zeigen sich bei einer Last von 1 μN bei dem polykristallinem Kupfer nur bei 10 % der gemessenen Stellen ein Event, wo hingegen dies bei dem einkristallinen Kupfer bei 40 % der Proben beobachtbar ist.

Tabelle 4.20: Durchschnittliche Anzahl der Events in 3600 s

Amplitude in μ	Einkristallines Kupfer	Polykristallines Kupfer
1	0,4 \pm 0,1	0,1 \pm 0,3
3	1,7 \pm 0,7	0,2 \pm 0,4
10	3,2 \pm 0,8	1,5 \pm 0,7
20	3,2 \pm 0,7	2,3 \pm 0,7
30	5,6 \pm 2,8	7,2 \pm 4,1
40	11,6 \pm 6,8	6,3 \pm 2,4
50	18,4 \pm 11,3	7,9 \pm 4,0
60	13,0 \pm 3,8	10,6 \pm 3,5
70	23,3 \pm 5,0	17,6 \pm 6,0
80	64,0 \pm 11,3	10,5 \pm 3,7

Abschließend ist festzuhalten, dass die Versuchsergebnisse zeigen, dass die Betrachtung des ersten Events ein Indikator für den Beginn einer Werkstoffschädigung sein kann, jedoch die Aussagekraft über das Ermüdungsverhalten der Probe noch sehr gering ist.

Soll dieses aber analysiert werden, ist es notwendig eine Kombination aus dem mittleren Abstand zwischen den Events und der Anzahl der Events über ein sinnvoll gewähltes Zeitintervall auszuwerten.

Bei den hier verwendeten Proben haben diese Betrachtungen gezeigt, dass die Beständigkeit gegen Schädigung durch zyklische Belastung bei polykristallinem Kupfer höher ist als bei einkristallinem Kupfer. Dieses, auf einem polykristallinem Kupfer mit einer mittleren Korngröße von 200–300 nm festgestellte, Materialverhalten entspricht jenem, welches mit konventionellen Ermüdungstests ermittelt wurde.

Die Versuche der unterschiedlichen Frequenzbereiche haben gezeigt, dass die durchschnittliche Anzahl der Events trotz unterschiedlicher Amplitude sehr gut übereinstimmen, wobei bei 220 Hz 23,3 \pm 5 und bei 70 Hz 26,5 \pm 8 Events detektiert werden. Diese Messung suggeriert, dass einkristallines Kupfer keine Frequenzabhängigkeit des Ermüdungsverhaltens zeigt, wie es auch in der Literatur beschrieben wird.

Nachdem anhand der Versuche auf Kupfer gezeigt werden konnte, dass die Änderung der Wegamplitude mit dem Ermüdungsverhalten korreliert werden kann, soll dies auf Stahlproben mit bekannten Ermüdungsverhalten übertragen werden.

Hierzu werden die im vorherigen Abschnitt beschriebenen Austenite genutzt und beide über 3600 s mit 220 Zyklen pro Sekunde bei 80 μN Lastamplitude belastet. Die Austenite werden zunächst ohne eine Wasserstoffbeladung und anschließend werden die gleichen Werkstoffe mit einer Beladung getestet. Da die Proben nicht in den gleichen Ausgangsgeometrien vorliegen ist es bei einem so sensitiven Verfahren schwer möglich die Werkstoffe untereinander zu vergleichen, so dass nur der Effekt der Wasserstoffbeladung auf die lokale Ermüdung getestet wird. Anschließend wird geprüft, ob makroskopische Ermüdungsversuche zu den gleichen Ergebnissen führen.

Bevor diese Ergebnisse der Untersuchung genauer beschrieben werden, wird auf den Einfluss und die Bedeutung von Wasserstoff eingegangen.

Bereits im Jahre 1870 erkannten Wissenschaftler den Zusammenhang, dass Wasserstoff in den Zwischenräumen des Gitters die Bewegung von Eisenmolekülen behindert und dieses zu einer Versprödung von Eisenwerkstoffen führt.

Hierbei diffundiert atomarer Wasserstoff in den Werkstoff, besetzt interstitielle Zwischengitterplätze und diffundiert zwischen diesen. Im Zwischengitter verbinden sich zwei Wasserstoffatome wieder zu einem Molekül, wodurch es zu einer Druckerhöhung und damit zu der Versprödung des Werkstoffes kommt. Darüber hinaus kann Wasserstoff auch an anderen Stellen im Werkstoff verbleiben, wie beispielsweise an gelösten Fremdatomen, freien Oberflächen, an Leerstellen oder Leerstellenclustern, an Versetzungskernen oder Spannungsfeldern, Korngrenzen, Löchern oder inneren Rissen und an der Grenze zwischen der Werkstoffmatrix und einem Einschluss.

Die Bedeutung von Wasserstoff als mögliche alternative Energiequelle zu den heutigen Verbrennungsmotoren wird in den kommenden Jahren steigen. Aus diesem Grund werden zukünftig immer mehr Anlagen für die Wasserstofferzeugung einschließlich der benötigten Transportsysteme bestehend aus Behältern und Rohre benötigt, die möglichst beständig gegen Wasserstoffversprödung sein müssen. Daneben wird Wasserstoff bei vielen Abgas- und Reaktionsprodukten in der Nuklear- und Chemie und auch anderen Industrien erzeugt. Ein weiteres prominentes Beispiel für das Auftreten von Wasserstoffversprödung ist die Luft und Raumfahrt. Auch beim Bearbeitungsprozess des Werkstoffs kann Wasserstoff beispielsweise bei galvanischer Abscheidung oder beim Schweißen eingebracht werden.

Bei der Wasserstoffbeladung durch eine Wasserstoffatmosphäre, also ein „Hydrogen environment embrittlement“ (HEE) dissoziiert und adsorbiert der Wasserstoff an Rissspitzen. Im Gegensatz zum kubischflächenzentrierten Gitter diffundiert Wasserstoff findet in einem kubischraumzentrierten Gitter mit einem 5-fach erhöhten Diffusionskoeffizienten. Da der Wasserstoff bei höherer Temperatur leichter und aus größerer Tiefe aus dem Werkstoff diffundieren kann, werden Stähle nach der Erzeugung „Gebacken“, um den Wasserstoffgehalt im Stahl zu senken (Seidel 2007; Lynch 2012).

Die Ergebnisse verdeutlichen, dass die austenitischen Stahlproben, die mit Wasserstoff beladen wurden, bei der gleichen Versuchsdauer mehr Ermüdungsevents zeigten. Durch die Beladung mit Wasserstoff der Probe des mit mehr Chrom legierten X-2-12 Stahls der, steigt die Anzahl der Events von 13,2 Events pro $8 \cdot 10^5$ Zyklen auf 27,8, die sich damit fast verdoppelt. Bei dem X-9 Stahl zeigt sich sogar ein noch stärkerer Einfluss des Wasserstoffs auf das Werkstoffverhalten unter zyklischer Belastung. Hier erhöht sich die Anzahl der Events pro $8 \cdot 10^5$ Zyklen von 19,4 bei der unbeladenen auf 50,2 bei der beladenen Probe. Diese Werte spiegeln sich auch in den Abständen zwischen den einzelnen Events wider, bei der X-12 Probe reduziert sich der Abstand von 264,8 s zwischen den einzelnen Events auf 165,8 s. Ebenso verhält es sich bei dem X-9 Stahl hier sinkt der Abstand zwischen zwei Events von 249,1 s auf 146,9 s.

Diese Korrelation steht im direkten Zusammenhang mit Beobachtungen, die im Transmissionselektronenmikroskop und bei konventionellen Ermüdungsversuchen, gemacht wurden.

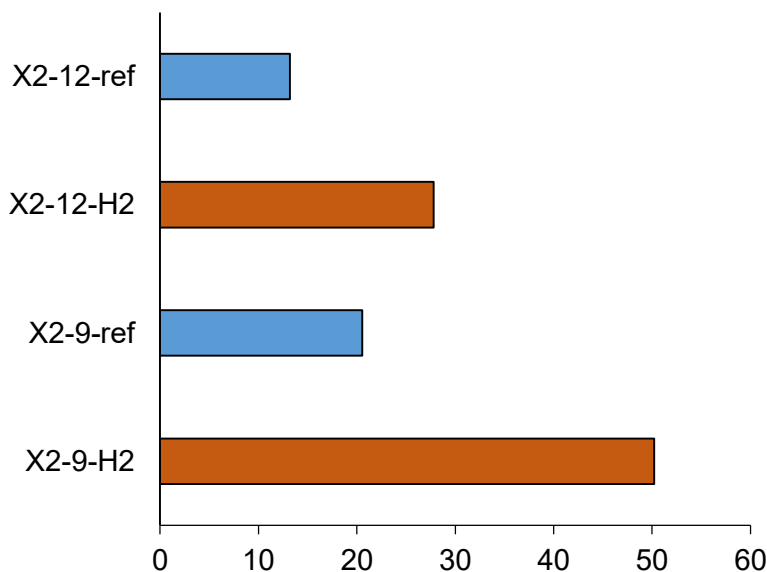


Abbildung 4.55: Anzahl der Events bei 80 μ N Amplitude

Bei beiden austenitischen Stählen wurden Versetzungen im Transmissionselektronenmikroskop mit einem hochenergetischen Elektronenstrahl stark fokussiert. Bei der mit Wasserstoff beladenen Probe reichte die Energie des Elektronenstrahls aus, um die Versetzungen zu bewegen. Hingegen reichte dieselbe Energie nicht aus, um Versetzungen in den Stählen, die nicht mit Wasserstoff beladen wurden, zu bewegen. Anhand dieser Versuche wird bestätigt, dass die Bindung zwischen Versetzungen durch interstitiell gelösten Wasserstoff geschwächt wird.

Auch die makroskopischen Ermüdungstests zeigen, dass durch die Einbringung von Wasserstoff in die Probe die Resistenz gegen Ermüdung gesenkt wird.

4.5.2.2 PHYBAL_{CHT} Methode

In Abbildung 4.56 ist eine exemplarische Kurve des Kraft-Weg-Verlaufs für den Stahl X2-9 mit Wasserstoffbeladung dargestellt, der an einer Stelle zehnmal be- und entlastet wurde. Anhand dieser Kurve ist ersichtlich, dass der Abstand zwischen der Be- und Entlastungskurve mit jedem Zyklus abnimmt. Daraus folgt, dass sich die Probe mit jedem Zyklus mehr verfestigt, weil die plastische Verformung in jedem Zyklus abnimmt. Die Abstände zwischen der Be- und Entlastungskurve gegenüber den Zyklen sind in der Abbildung 4.57 aufgetragen. Es zeigt sich, dass die Verfestigung in den ersten Zyklen am stärksten ist und schon nach circa 8 Zyklen in eine Sättigung läuft, wo dann keine weitere Verfestigung mehr stattfindet. Aus den Kurven der einzelnen Werkstoffe ist abzulesen, dass jeder der Werkstoffe ein unterschiedliches Verformungs- und Verfestigungspotential hat. Der Martensit verfügt über die geringste Verformbarkeit, die durch die Zugabe von Wasserstoff noch geringer wird. Außerdem ist das Verfestigungspotential des Stahles X2-9 mit seinem geringeren Nickelgehalt wesentlich höher, als das des X2-12 Stahls mit seinem höheren Nickelgehalte. Dieses erklärt sich durch die unterschiedliche Phasenstabilität, welche durch den Nickelgehalt beeinflusst wird. Der X2-9 neigt bereits bei Raumtemperatur zu einer ausgeprägten Phasenumwandlung in ein krz-Martensitgitter. Damit wirkt der bei jedem Zyklus eingebrachte Martensit verformungshemmend. Zusätzlich zeigt sich, dass sich bei allen drei Werkstoffen das Verfestigungspotential durch die Beladung mit Wasserstoff verringert.

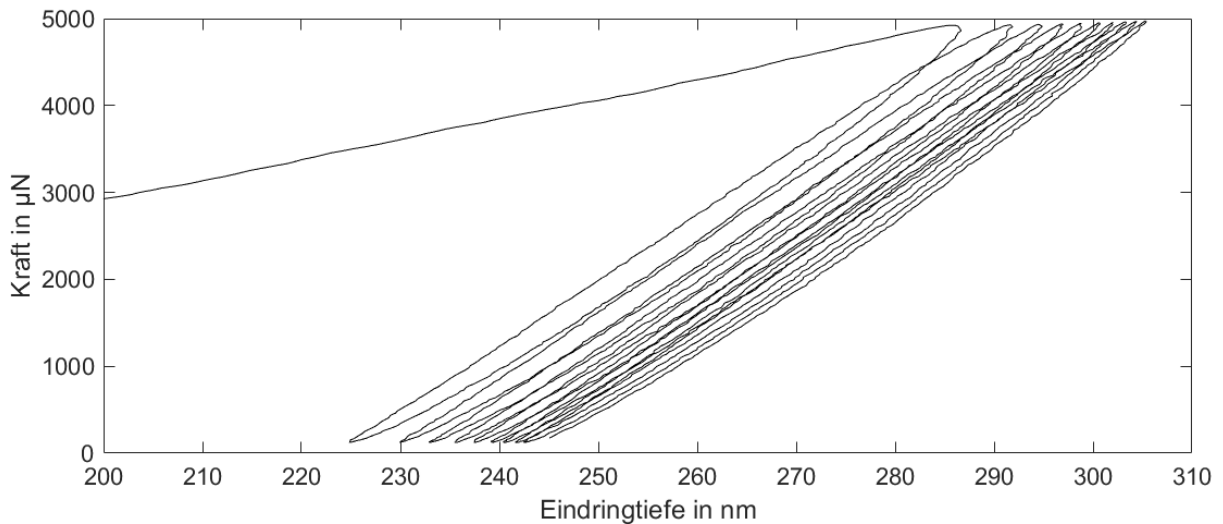


Abbildung 4.56: Beispielhafte Kraft-Weg-Kurve des X2-9 Stahls zur Bestimmung des Verfestigungsverhaltens

Zum Vergleich sind in Abbildung 4.57 a) und b) die Messergebnisse des PHYBAL_{CHT} Tests mit 1000 mN dargestellt. Zunächst fällt auf, dass die Abstände zwischen den Be- und Entlastungskurven nicht sehr stark voneinander abweichen und in einer ähnlichen Größenordnung liegen, obwohl die Kraft bei dem PHYBAL_{CHT} Test signifikant höher war. Die Begründung hierfür liegt in dem geringen Spitzenradius des Berkovichindenter im Vergleich zu der des Vickersindenter und der davon abhängigen Flächenpressung während des Versuchs.

Bis auf die Lage der Kurve der martensitischen Probe stimmen die Messergebnisse der beiden Messmethoden qualitativ überein. Vor allem belegen die Versuchsergebnisse für alle Proben, dass die Beladung mit Wasserstoff zu einem geringeren Verfestigungspotential führt.

Damit kann abgeleitet werden, dass die PHYBAL_{CHT}Methode auf den Nanoindenter übertragbar ist und die Möglichkeit eröffnet wird auch lokal in einzelnen Körnern das Verfestigungsverhalten zu charakterisieren und den Einfluss der Kornorientierung auf das Verfestigungspotential zu bestimmen.

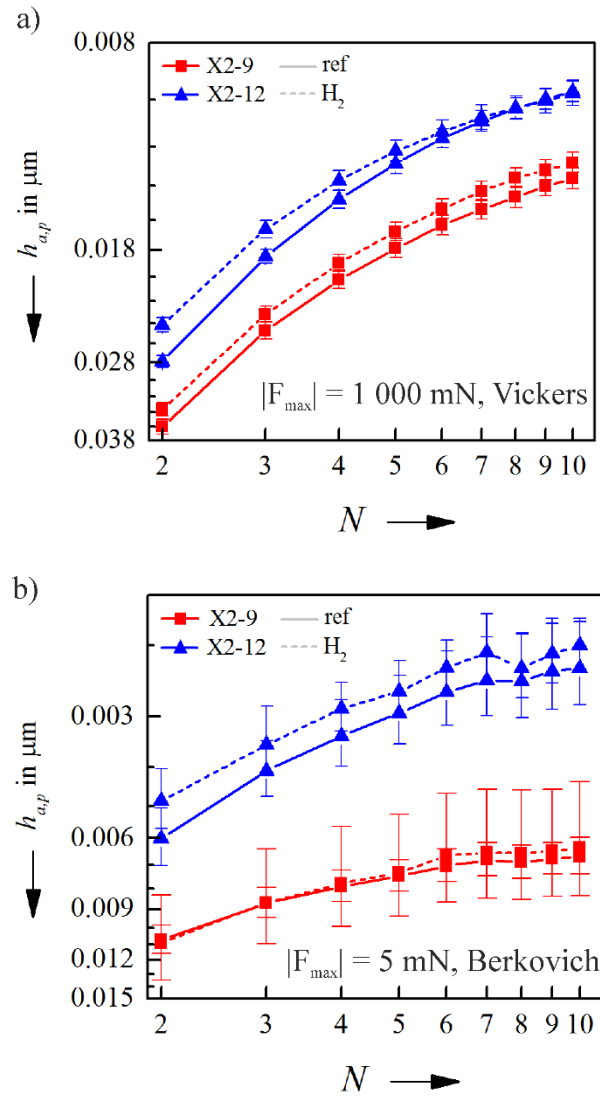


Abbildung 4.57: Ergebnisse des konventionellen PHYBAL_{CHT} Tests a) und mit dem Nanoindenter durchgeführten PHYBAL_{CHT} Tests b)

5 Fazit/Zusammenfassung

5.1 Fazit

Wie bereits einleitend ausgeführt wurde, ist ein wichtiges Ziel dieser Arbeit, das grundlegende Verständnis über die Wechselwirkungen zwischen einem einfallenden Partikelkollektiv und einer Oberfläche mit Hilfe experimenteller Untersuchungen zu verbessern. Zu diesem Zweck wurden zunächst Proben der Werkstoffe Edelstahl, Kupfer und DLC in einer mit Sand gefüllten Erosionstrommel rotiert, wobei die Geschwindigkeit der Probe, der Einfallswinkel der Partikel und die Versuchsdauer variiert wurden.

Im Rahmen der Auswertungen dieser Versuche ergaben sich große Unterschiede bei dem Verschleiß der einzelnen Oberflächen, der sowohl durch den Einfallswinkel der Partikel, als auch durch die Auftreffgeschwindigkeit beeinflusst wurde. Im Gegensatz zu den beiden Metallproben wurde auf Grund der hohen Härte und der mechanischen Stabilität der DLC-Probe keine Veränderung auf deren Oberfläche festgestellt. Demgegenüber nahm bei beiden Metalloberflächen der Verschleiß sowohl durch höhere Geschwindigkeit als auch durch Verlängerung der Versuchsdauer signifikant zu. Allerdings sind die einzelnen Verschleißbilder dieser Proben unterschiedlich, was hauptsächlich auf die unterschiedliche Duktilität dieser beiden Werkstoffe zurückzuführen ist. Auf der Edelstahloberfläche war vor allem bei der 90°-Probe die Oberflächenzerrüttung dominant, wohingegen bei der 45°-Probe eine Mischung aus Oberflächenzerrüttung und abrasiven Verschleiß zu beobachten war. Bei der 0°-Probe war dann der abrasive Verschleiß sehr ausgeprägt und es war kaum ein anderer Verschleißmechanismus zu beobachten.

Vergleichbar zu der Edelstahlprobe ist bei der Kupferprobe eine ähnliche Winkelabhängigkeit feststellbar, mit dem Unterschied, dass die einzelnen Verschleißmechanismen wesentlich geringer ausgeprägt sind und von einer großflächigen plastischen Deformation überlagert werden.

Bei der Analyse der Verschleißbilder, die im Rahmen der experimentellen Untersuchungen durch den Einfall von Partikeln in einer rotierenden Erosionstrommel entstanden sind, wurden drei Erscheinungsformen immer wieder beobachtet:

- Adhäsion der Partikel auf der Oberfläche
- Abrasiver Verschleiß
- Oberflächenzerrüttung

Diese wurden dann für die weitergehende Analyse ausgewählt, wobei immer der Zusammenhang der Wechselwirkungen mit einem Einzelpartikel in die Betrachtung einbezogen wurde.

Im Bereich der Adhäsion wurde untersucht welche Auswirkungen der Verschleiß eines Partikels auf die Adhäsion hat. Zu diesem Zweck wurden Sphären auf verschiedenen rauen DLC-Oberflächen abgerieben und die Adhäsion nach bestimmten Abriebswegen gemessen. Dabei zeigte sich, dass die in der vorliegenden Literatur dargestellte Zunahme der Adhäsion mit steigender Kontaktfläche jedoch nur dann beobachtbar ist, wenn die Adhäsion auf der abgeriebenen Fläche gemessen wird. Wird jedoch immer an zufälligen Stellen der Oberfläche gemessen, so ist erkennbar, dass die einzelne Kontaktsituation die Adhäsion mehr beeinflusst als der Abrieb des Partikels. Hieraus folgt, dass mit zunehmender Versuchsdauer die Oberfläche durch Abrieb glatter wird und ebenfalls der Partikel stärker verschleißt, wodurch eine größere effektive Kontaktfläche entsteht, die zu einer Erhöhung der Adhäsion führt.

Im Kapitel Abrasion wurden zwei Metallproben aus Kupfer und Edelstahl mit zwei Zielsetzungen getestet:

1. Die Änderung des Reibungskoeffizienten durch den Einfall der Partikel auf die Oberfläche und
2. Verifizierung der Nutzbarkeit eines selbstgebauten Indenters, auf den beliebige Partikel aufgeklebt werden können.

Folgende Ergebnisse lassen sich hierzu zusammenfassend festhalten:

1. Der Reibungskoeffizient sank durch den Einfall der Partikel über 50 Stunden sowohl für den Edelstahl als auch für das Kupfer. Diese Herabsenkung ist hauptsächlich auf die Erhöhung der Härte durch das Einbringen von Druckeigenstressungen durch den Partikeleinfall zu erklären.
2. Die mit dem selbstgebauten Indenter durchgeführten Versuche bis zu einer Normalkraft von 300 μN lieferten sehr gute und reproduzierbare Ergebnisse. Bei höheren Normallasten hat der Indenter eine zu geringe Steifigkeit, um verlässliche Ergebnisse zu liefern.

Abschließend wurde der Verschleißmechanismus der Oberflächenzerrüttung untersucht, der in einem sehr engen Zusammenhang mit der Werkstoffermüdung zu sehen ist. Im Rahmen der experimentellen Untersuchungen wurde hierfür die „reference methode“ des Nanoindenters genutzt, bei der sich der Indenter zyklisch auf den Oberflächen der, für diese Tests eingesetzten ein- und polykristallinen Kupferproben bewegt.

Wie in der Literatur beschrieben, zeigte polykristallines Kupfer ein besseres Ermüdungsverhalten im Vergleich zu einkristallinem Kupfer. Sowohl das erste Event tritt in den meisten Fällen bei polykristallinem Kupfer später ein, als auch der Abstand zwischen den einzelnen Events ist größer.

Ebenso wurde der Einfluss von Wasserstoff im Edelstahl auf die Ermüdung untersucht, indem derselbe Werkstoff mit und ohne Wasserstoffbeladung getestet wurde. Anhand der Versuchsergebnisse wird deutlich, dass die Werkstoffe durch die Beladung mit Wasserstoff schneller ermüden.

Die mit dieser Methode erzielten Ergebnisse zeigten sehr gute Übereinstimmungen mit der konventionellen Ermüdungsforschung und eröffnen somit eine neue Möglichkeit Ermüdung von Werkstoffen auf kleiner Skala zu untersuchen.

Zusätzlich wurde die PHYBAL_{CHT} Methode, die das Verfestigungsverhalten von metallischen Werkstoffen bestimmt, herunterskaliert und mit dem Nanoindenter durchgeführt. Auch hier konnte nachgewiesen werden, dass diese Methode auch mit dem Nanoindenter durchführbar ist und das Verfestigungsverhalten auf kleiner Struktur bestimmt werden kann.

Zusammenfassend bietet diese Arbeit mit der Durchführung von experimentellen Untersuchungen für die Partikelkollektive mit dem selbst entwickelten und gebauten Erosionstester sowie die Nutzung von Messmethoden für Einzelpartikel mit dem AFM und dem Nanoindenter Möglichkeiten, die komplexen Wechselwirkungsmechanismen zwischen Oberflächen und Partikeln mit verlässlichen Messdaten zu beschreiben.

Darüber hinaus gelang es in dieser Arbeit erstmalig mit der dynamischen Nanoindentierung, die Ermüdung von Werkstoffen unter erosivem Verschleiß mit vergleichbaren Zyklenzahlen zu charakterisieren, wie mit den bisher verwendeten konventionellen Testverfahren.

Diese in der Anwendung innovativen experimentellen Untersuchungen und die aus den Messdaten abgeleiteten Erkenntnisse, bilden weitere wichtige Grundlagen für die Weiterentwicklung von Modellen und Methoden um den erosiven Verschleiß und die Ermüdung von Werkstoffen besser beschreiben und damit analysieren zu können

5.2 Ausblick

Im Vordergrund dieser Arbeit stand die Betrachtung von Änderungen einer Oberfläche, die durch ein einfallendes Partikelkollektiv auf Grund der beschriebenen

Verschleißmechanismen verursacht werden können. Basierend auf diesen Ergebnissen und den daraus gewonnenen Erkenntnissen sollte bei zukünftigen wissenschaftlichen Arbeiten zu diesem Themenkomplex Folgendes einbezogen werden:

- Die in Kapitel 4.3 durchgeführten Adhäsionsmessungen haben gezeigt, dass es von großer Bedeutung sein kann, zusätzlich auch die Änderungen des Partikelkollektivs zu betrachten, dieses zu quantifizieren und zu bewerten.
- Außerdem sollte die Geschwindigkeit der Erosionstrommel bei der Durchführung weiterer Versuche erhöht werden, weil bei industriellen Anwendungen die Partikel mit höherer Geschwindigkeit auf die jeweilige Oberfläche treffen.
- In dieser Arbeit wurde nur ein Partikelkollektiv verwendet, es ist aber leicht möglich dieses für weitere Untersuchungen auszuweiten und somit den Einfluss weiterer Partikel auf den erosiven Verschleiß zu bestimmen.

Des Weiteren bieten die vorgestellten Methoden zur Untersuchung für die Abrasion mit dem selbstgebauten Indenter (Kapitel 4.4) und für die Ermüdung von Oberflächen auf kleiner Skala (Kapitel 4.5) vielfältige Möglichkeiten für zukünftige wissenschaftliche Forschungen auf diesen Gebieten.

So ermöglicht der selbstgebaute Indenter für die Abrasionsmessung die Untersuchung von Wechselwirkungen zwischen unterschiedlichen Einzelpartikeln (z. B. Sand) und einer Oberfläche (z. B. Edelstahl, Beschichtungen ...). Bei den durchgeführten Versuchen wurde festgestellt, dass bei Messungen mit höheren Kräften als 300 μN , der verwendete Titandraht zur Erreichung einer höheren Steifigkeit, entweder durch ein steiferes Material ersetzt oder stark verkürzt werden muss. Mit diesen Modifikationen an dem Versuchsaufbau, ist es möglich mit diesem Werkzeug eine Vielzahl von Versuchen auf unterschiedlichen Materialien zur Messung des Reibungskoeffizienten auf sehr kleiner Skala durchzuführen.

Auch die in dieser Arbeit zur Bestimmung des Ermüdungsverhaltens von Kupfer genutzte „reference method“ des Nanoindenters ist ein vielversprechendes Werkzeug für die Untersuchung der Ermüdung von Werkstoffen auf kleiner Skala. Mit dieser Methode ist es beispielsweise möglich die Ergebnisse durch EBSD Messungen mit der Kornorientierung zu korrelieren. Des Weiteren können hiermit auch Werkstoffe von denen nur sehr kleine Mengen vorhanden sind oder die schwer zu präparieren sind auf ihre Ermüdungseigenschaften hin untersucht werden.

Diese Ausführungen lassen erkennen, dass es auf dem Gebiet der Ermüdung von Werkstoffen, insbesondere auf kleiner Skala zukünftig noch Forschungsbedarf gibt. Hierzu wurden in dieser Arbeit mögliche Ansätze und Methoden (z. B. Einsatz des

Nanoindenters) aufgezeigt, auf deren Grundlage diese Forschungsbemühungen weiterentwickelt werden können.

Generell ist festzuhalten, dass mit dieser Arbeit durch die Charakterisierung von Wechselwirkungsmechanismen individueller Partikel eines Kollektivs wie auch deren Korrelation mit Phänomenen der Interaktion eines gesamten Partikelkollektivs mit einer entsprechenden Oberfläche eine Basis geschaffen wurde, auf der unter definierten Rahmenbedingungen in viele Richtungen weitergedacht werden kann.

Insbesondere die Tatsache, dass auf dem Gebiet der MEMS/NEMS-Forschung sowie der mechanischen Verfahrenstechnik noch ein großer Bedarf an gesicherten experimentellen Daten besteht und viele der hierbei gemachten Beobachtungen aktuell lediglich deskriptiv in entsprechende Modelle einfließen, zeigt das große Potenzial der in dieser Arbeit vorgestellten und angewendeten Methoden.

6 Danksagung

Diese Arbeit wäre ohne die Hilfe und Unterstützung zahlreicher Personen nicht möglich gewesen und ich möchte die nächsten Seiten nutzen, um Danke zu sagen.

Zuerst möchte ich Professor Jiang danken, dass er mir die Möglichkeit gegeben hat diese Arbeit an seinem Lehrstuhl durchzuführen. Vielen Dank für Ihren fachlichen Rat und ihre Unterstützung während der drei Jahre an Ihrem Lehrstuhl, ich habe mich immer gut aufgehoben und willkommen gefühlt, was meine Arbeit sehr angenehm gestaltet hat.

Für die Unterstützung von Herrn Prof. Antonyuk aus Kaiserslautern möchte ich auch danken, dass er sich bereit erklärt hat, als Zweitgutachter meine Arbeit zu betreuen und sie mit seiner konstruktiven Kritik verbessert hat.

An dieser Stelle möchte ich Herrn Prof. Christ nicht nur dafür danken, dass er Prüfer in meinem Promotionsverfahren ist, sondern auch dafür, dass er immer eine offene Tür für mich hatte, ob es um den MatWerk Studiengang ging oder fachliche Fragen!

Herzlichen Dank auch an Herrn Prof. Fritzen, dass Sie sich als Prüfer bereitstellen.

Meinem direkten Betreuer Dr. Thorsten Staedler danke ich für die Unterstützung während der gesamten Zeit und dafür, dass Du erkannt hast, dass eine Promotion das Richtige für mich ist. Während meiner gesamten Promotionszeit hattest Du immer ein offenes Ohr für mich, in vielen Diskussionen hat sich die Arbeit entwickelt und immer verbessert. Neben den rein fachlichen Fragestellungen hast Du nie einen Zweifel aufkommen lassen, dass die Arbeit abgeschlossen wird und mir so eine sehr angenehme Doktorandenzeit ermöglicht. Ich möchte Dir auch dafür danken, dass Du mir nicht nur bei der Arbeit geholfen hast, sondern auch durch Deine besonne Art mir manchmal den Stress genommen hast und ein sehr guter Mentor warst/bist, von dem ich viel gelernt habe!

In den nächsten Abschnitten möchte ich meinen Arbeitskollegen, von denen einige auf diesem Weg auch Freunde geworden sind, danken!

Steffen, Du hast mich zwei Jahre begleitet und mir immer mit Rat und Tat beiseite gestanden. Danke für die vielen Stunden am REM und den Beschichtungsanlagen, dass Du die Geduld hattest mit mir viele Sphären aufzukleben! Durch Dich habe ich meinen Spaß am Fotografieren entdeckt, viele neue Köstlichkeiten kennengelernt und einen Freund, auf den man sich verlassen kann, gefunden.

Meine studentische Hilfskraft Sascha habe ich Steffen erfolgreich abgeworben und es nicht bereut. Sascha, ich kann Dir gar nicht genug danken, dass Du mir mit Deinen technischen Fertigkeiten geholfen hast alle möglichen Ideen umzusetzen, immer eine Idee hattest, wie es doch gehen könnte und das Ganze auch bei kleinem Budget umsetzbar ist. Insbesondere im letzten Jahr hast Du mich auch als Freund und Stütze begleitet, danke, dass Du auch verstanden hast, wenn ich mal etwas gestresst war oder meine Ideen noch kurzfristig geändert habe. In den Jahren, die Du mit mir gearbeitet hast, ist auch eine Freundschaft entstanden, die ich nicht missen möchte. In Steffens und meinem Büro warst Du immer ein gern gesehener Gast, und nicht NUR wegen der vielen Leckereien, die Du uns mitgebracht hast. Dein Bananenbrot und die Reis-Ei-Bratlinge fehlen mir 😊

Liebe Petra, während der vielen, nein eher unzähligen, Stunden am REM mit Dir haben wir unsere gemeinsame Liebe zum Lesen, Hunden und bewussten Essen entdeckt, während noch gute Aufnahmen für meine Arbeit entstanden sind. Wie Du weißt, bist Du wesentlich mehr, als eine Arbeitskollegin für mich und ich bin froh, dass wir uns kennengelernt haben und freue mich auf viele weitere Brotbackstunden und Bücher, die wir beide lieben!

Auch mit Dir liebe Andrea hat sich eine Freundschaft entwickelt, danke für die vielen anregenden Gespräche bei Dir im Büro und dass Du immer ein offenes Ohr für meine „Problemchen“ hattest, mir viele schöne Orte in Siegen gezeigt hast und mir nochmal klar gemacht hast, dass eine Stadt immer so schön, wie Ihre Einwohner ist und Du ein Grund bist, warum ich immer gerne wieder zu Besuch komme 😊

Danke sagen möchte ich auch Yuning, die mir immer mit Rat und Tat zur Seite stand und meinen Arbeitskollegen Jing, Ze, Michael, Claudia, Thomas und Stewart, die mir geholfen haben und für mich sehr geschätzte Kollegen waren. Auch Dir Marc sage ich danke, schon im Studium haben wir für einige Prüfungen zusammen gelernt und als Kollegen eine schöne Zeit an der Uni verbracht.

Auch Kollegen von anderen Lehrstühlen dürfen an dieser Stelle nicht fehlen. Lieber Sven, zum Einen möchte ich Dir für den Anteil über Wasserstoffversprödung in dieser Arbeit danken, ohne Deine Proben und Ideen wäre das nicht möglich gewesen. Zum Anderen für die vielen Gespräche über die Arbeit, das Schreiben einer Dr-Arbeit und auch die Ehrlichkeit und Offenheit, was Bewerbungen angeht möchte ich Dir danken. Aber Du weißt auch, dass ich Deine Meinung nicht nur fachlich schätze, sondern sich über die Jahre auch eine Freundschaft entwickelt hat, wir den gleichen schwarzen Humor haben und eine Schwäche für Nerv-Guns und sonstige sehr erwachsenen Dinge! Ich bin froh,

dass unsere Freundschaft die Doktorandenzeit überdauert! Sonst würde mir was fehlen, der morgendliche gemeinsame Kaffee tut es jetzt schon!

Christopher und Jens, ihr habt mir immer schnell und unbürokratisch geholfen, danke, auch Euch für die Gespräche und Diskussionen und dass ich bei Euren Kuchen- und Waffelecken ein gern gesehener Gast war. Ich hoffe, dass wir in Kontakt bleiben!

Ein großes Danke geht an die Chemiewerkstatt vor allem an Bernd und Markus, Ihr habt mir sowohl bei den ganz kleinen Problemen geholfen und mir meinen Indenter gebaut, als auch bei den größeren alle möglichen Ideen umgesetzt, mir immer zugehört und wart eigentlich immer schneller als angekündigt! Ohne Euch wäre die Arbeit nicht so gut geworden und viele Versuche wären nicht umsetzbar gewesen! An dieser Stelle möchte ich auch Peter danken, der mir immer schnell und unbürokratisch geholfen hat und wenn es brannte - immer zur Stelle war!

Lieber Bodo und Wolf ohne Euch hätten sich viele Motoren nicht gedreht und viele Kabel wären am Arduino falsch angeschlossen gewesen! Danke für Eure Hilfe und die vielen anregenden Gespräche bei Euch im Büro, in dem ich mich immer willkommen gefühlt habe!

Während meiner Zeit an der Uni hatte ich das Glück viele weitere tolle Menschen kennenzulernen, die mal weniger oder mehr an meiner Dr-Arbeit beteiligt waren und denen ich ebenso ein paar Zeilen widmen möchte.

Zuerst Rainer, wie soll ich Dir danke sagen? Du hast auch nie daran gezweifelt, dass ich das schon rocken werde, Dein Büro war immer ein Zufluchtsort, wenn doch mal was schief gegangen ist und Du hattest immer eine Idee, wie es doch lösbar ist oder eine Antwort auf viele inhaltliche Fragen. Aber auch für persönliche Themen, ob positiv oder negativ hattest Du immer ein offenes Ohr und auch den einen oder anderen Ratschlag. Ich bin froh, dass ich Dich kennenlernen durfte und bin sicher, dass auch unsere Freundschaft die Zeit an der Uni überdauert!

Katharina, mit Dir habe ich immer eine starke Kollegin und auch Freundin an meiner Seite gehabt. Mir würde kein Thema einfallen bei dem wir nicht auf einer Wellenlänge waren, schon jetzt vermisse ich Deine fröhliche und offene Art sehr. Ich freue mich auf viele Treffen und Gespräche in der Zukunft mit Dir und bin sicher, dass uns der Gesprächsstoff nie ausgeht 😊 Außerdem kann ich unseren Einkauf bei LV kaum erwarten 😊

Auch Du Michael warst und bist ein Wegbegleiter für mich, auch wenn unsere Arbeiten sich fachlich kaum berühren, haben wir doch viel über die Art und Weise so eine Arbeit zu schreiben diskutiert. Außerdem möchte ich keinen der vielen Abende im Gartenhaus

missen und denke gerne an die schönen Kochabende zurück. Auch bei Dir bin ich sicher, dass die Freundschaft weiter hält und entschuldige mich jetzt schon für meine schlechten Antwortraten 😊

Ein großes Danke geht auch an die restlichen Kollegen und Kolleginnen vom Institut für Werkstofftechnik, die immer alle sehr hilfsbereit waren und für ein angenehmes Arbeitsklima gesorgt haben!

Doch nicht nur meine Kollegen an der Uni haben diese Arbeit ermöglicht, sondern auch mein privates Umfeld, dass immer Verständnis für mich hatte und nie auch nur eine Sekunde an mir gezweifelt hat.

Einige meiner Freunde möchte ich an dieser Stelle nennen, zunächst danke Anne, ich kann die Abende gar nicht zählen, die wir beide zusammen in Siegen verbracht haben. Ich habe in Dir immer eine gute ZuhörerIn gefunden, die aber auch mal gesagt hat, jetzt ist aber gut. Oft hast Du mich auf den Boden zurückgeholt, wir haben viele schöne Dinge zusammen unternommen und viel gemeinsam gelacht. Danke, dass es Dich gibt und Du immer für mich da bist. Aber Du weißt-umgekehrt funktioniert es auch. Auch ein dickes Danke für die vielen Gespräche und tollen Tage in Siegen an Ingrid, Astanda und Dimitri, Christian, Lukiiii und Dorines, Nadine, Aline und Christoffer ohne Euch wäre die Zeit nicht einmal halb so schön gewesen und ihr fehlt mir!

Doch auch von ferner wurde mir immer wieder Mut zugesprochen, Anna, danke für Deine unkomplizierte Art und dass ich weiß, dass Dir kein Weg zu weit wäre für mich da zu sein. Ich bin froh, eine Freundin, wie Dich zu haben, die immer Verständnis hatte, wenn ich spontan abgesagt habe oder statt Feiern nur Essen gehen wollte. Auch Maike und Katja möchte ich danken für Ihr Verständnis und ihre Freundschaft.

Nun zu den Menschen, die mir sehr nahestehen und wahrscheinlich am Meisten mitmachen mussten während meiner Doktorandenzeit.

Meinen Eltern möchte ich an dieser Stelle danke sagen, ihr habt nie an mir gezweifelt und mir immer alles ermöglicht. Ihr habt ertragen, wenn ich sauer auf mich selbst war und mich darüber zum Lachen gebracht, ihr habt mir immer ein sicheres Zuhause geboten, in das ich gerne gekommen bin und mir so viel Liebe gegeben, dass ich manchmal nicht weiß wohin damit. Danke, dass ich bei Euch immer Zuhause bin und wir, mit Matz, eine Einheit sind!

Lieber Papa, Du willst zwar an dieser Stelle nicht erwähnt werden, aber das lässt sich leider nicht vermeiden. Danke für die unzähligen Stunden des Korrekturlesens, in denen meine Arbeit gewachsen und besser geworden ist. Ich weiß, dass es Dir an manchen

Stellen auch schwergefallen ist, danke, dass Du trotzdem durchgehalten hast. Durch Dein ständiges Nachfragen habe ich auch für mich einige Dinge noch sortieren und bis in den Kern verstehen müssen.

Auch Dir Mama muss ich dafür danke sagen, zum Einen, dass Du so viel auf Papa verzichtet hast und zum anderen, dass Du uns beide ertragen hast und immer Verständnis hattest. Danke, dass auch Du immer für mich da warst, die vielen schönen Tagen, die wir beide zusammen verbracht haben, die mir immer bei der Erholung geholfen haben.

Matz, mein kleiner Bruder auch Du musstest, das ein oder andere Mal Gespräche über Adhäsion oder Ermüdung mit anhören, danke, dass Du immer für mich da bist und ich weiß, so unterschiedlich wir beide auch scheinen, dass wir uns doch ganz schön ähnlich sind. Ich habe Dich lieb und bin froh, dass es Dich gibt.

Ebenso möchte meinen Großeltern danken, die eigentlich schon mit meiner Geburt wussten, dass aus mir etwas Besonderes wird 😊

Zu guter Letzt möchte ich dir lieber Benedikt danken, Dir kann ich gar nicht genug danke sagen und schon gar nicht in Worten. Ich denke Du musstest sehr oft in dem letzten Jahr zurückstecken und meine Launen ertragen, danke, dass Du nicht weggelaufen bist und mir immer ein Fels in der Brandung warst! Ich bin dankbar, dass wir uns gefunden haben und freue mich auf unsere Zukunft!

7 Publikationsliste und Konferenzbeiträge

Journal-Publikationen

Katharina Diehl, Thorsten Staedler und Xin Jiang, „*Accessing fatigue information by means of dynamic nanoindentation*,“ in *Applied Physical Letters* 114 (2019): 213101

Jamal Aman, Jan Wied, Qasim Alhusaini, Stephanie Müller, **Katharina Diehl**, Thorsten Staedler, Holger Schönherr, Xin Jiang und Jörn Schmedt auf der Günne, „*Thermal Hardening and Defects in Anodic Aluminum Oxide Obtained in Oxalic Acid: Implications for the Template Synthesis of Low-Dimensional Nanostructures*,“ in *ACS Applied Nano Materials* 2 (2019): 1986-1994

Buchkapitel

Thorsten Staedler, **Katharina Diehl**, Regina Fuchs, Jan Meyer, Aditya Kumar und Xin Jiang, „*Nanoindentation Based Colloid Probe Technique: A Unique Opportunity to Study the Mechanical Contact of Individual Micron Sized Particles*,“ in *Particles in Contact* (2019): 437-455

Konferenzbeiträge

Katharina Diehl, Thorsten Staedler und Xin Jiang, „Particle wear and its effect on particle wall interaction,“ bei *Nanobrücken* (Manchester, Großbritannien: 04.-06. April 2017) – Poster

Katharina Diehl, Thorsten Staedler und Xin Jiang, „The influence of roughness on a particle wall interaction“ bei *Materials Science and Engineering Congress* (Darmstadt, Deutschland: 27.-29. September 2016) – Poster

8 Literaturverzeichnis

Albert, W.A.J. (1837): Über Treibseile am Harz. In: *Archiv für Mineralogie, Geognosie. Bergbau und Hüttenkunde* 10, S. 215–234.

Alsem, D. H.; Pierron, O. N.; Stach, E. A.; Muhlstein, C. L.; Ritchie, R. O. (2007): Mechanisms for Fatigue of Micron-Scale Silicon Structural Films. In: *Adv. Eng. Mater.* 9 (1-2), S. 15–30. DOI: 10.1002/adem.200600269.

Archard, J. F.; Hirst, W. (1956): The Wear of Metals under Unlubricated Conditions. In: *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 236 (1206), S. 397–410. DOI: 10.1098/rspa.1956.0144.

Avcu, E.; Yıldırım, Y.; Şahin, A. E.; Fidan, S.; Sınmazçelik, T. (2014): Influences of Particle Impingement Angle and Velocity on Surface Roughness, Erosion Rate, and 3D Surface Morphology of Solid Particle Eroded Ti6Al4V Alloy. In: *Acta Phys. Pol. A* 125 (2), S. 541–543. DOI: 10.12693/APhysPolA.125.541.

Awatani, J.; Katagiri, K.; Omura, A.; Shiraishi, T. (1975): A study of the fatigue limit of copper. In: *MTA* 6 (5), S. 1029–1034. DOI: 10.1007/BF02661356.

Baddoo, N. R. (2008): Stainless steel in construction: A review of research, applications, challenges and opportunities. In: *Journal of Constructional Steel Research* 64 (11), S. 1199–1206. DOI: 10.1016/j.jcsr.2008.07.011.

Basquin, O. H. (1910): The exponential law of endurance tests. In: *Proc. Annual Meeting, American Society for Testing Materials*, 1910 (Vol. 10), S. 625–630.

Bauschinger, J. (1886): Über die Veränderung der Elastizitätsgrenze und der Festigkeit des Eisens und Stahls durch Strecken und Quetschen, durch Erwärmen und Abkühlen und durch oftmals wiederholte Beanspruchung. In: *Mitt. Mech.-Tech. Lab, München* 1886 (13), S. 1–115.

Bellman, R., Levy, A (1981): Erosion mechanism in ductile metals. In: *Wear* (70).

Berla, Lucas A.; Allen, Aileen M.; Han, Seung Min; Nix, William D. (2010): A physically based model for indenter tip shape calibration for nanoindentation. In: *J. Mater. Res.* 25 (4), S. 735–745. DOI: 10.1557/JMR.2010.0098.

Bhushan, B.; Sundararajan, S. (1998): Micro/nanoscale friction and wear mechanisms of thin films using atomic force and friction force microscopy. In: *Acta Materialia* 46 (11), S. 3793–3804. DOI: 10.1016/S1359-6454(98)00062-7.

Bhushan, Bharat (Hg.) (2001): Modern tribology handbook. Measurement of Adhesion and Pull-Off Forces with the AFM. Boca Raton, Fla.: CRC Press (Mechanics and materials science series).

Bľanda, Marek; Duszová, Annamária; Csanádi, Tamás; Hvizdoš, Pavol; Lofaj, František; Dusza, Ján (2014): Indentation fatigue of WC grains in WC–Co composite. In: *Journal of the European Ceramic Society* 34 (14), S. 3407–3412. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.02.022.

Blinn, Bastian; Görzen, David; Klein, Marcus; Eifler, Dietmar; Beck, Tilmann (2019): PhyBaLCHT – Influence of indentation force on the results of cyclic hardness tests and investigations of comparability to uniaxial fatigue loading. In: *International Journal of Fatigue* 119, S. 78–88. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2018.09.025.

Braithwaite, F. (1854): On the fatigue and consequent fracture of metals. In: *Institution of Civil Engineers, Minutes of* (Vol. XII1), S. 463–474.

Brand, J.; Beckmann, C.; Blug, B.; Konrath, G.; Hollstein, T. (2002): Diamond-like carbon coatings – a new design element for tribological applications. In: *Ind Lubrication and Tribology* 54 (6), S. 291–295. DOI: 10.1108/00368790210697868.

Broitman, Esteban (2014): The nature of the frictional force at the macro-, micro-, and nano-scales. In: *Friction* 2 (1), S. 40–46. DOI: 10.1007/s40544-014-0037-3.

Bruker Corporation (Hg.): Brochure Nano DMA III. Online verfügbar unter <https://www.bruker.com/products/surface-and-dimensional-analysis/nanomechanical-test-instruments/nanomechanical-upgrade-options/nanodma-iii.html>, zuletzt geprüft am 30.01.2019.

Burton, Zachary; Bhushan, Bharat (2005): Hydrophobicity, adhesion, and friction properties of nanopatterned polymers and scale dependence for micro- and nanoelectromechanical systems. In: *Nano letters* 5 (8), S. 1607–1613. DOI: 10.1021/nl050861b.

Butt, Hans-Jürgen (1991): Measuring electrostatic, van der Waals, and hydration forces in electrolyte solutions with an atomic force microscope. In: *Biophysical Journal* 60 (6), S. 1438–1444. DOI: 10.1016/S0006-3495(91)82180-4.

Carpinteri, A. (2004): A fractal analysis of size effect on fatigue crack growth. In: *International Journal of Fatigue* 26 (2), S. 125–133. DOI: 10.1016/S0142-1123(03)00142-7.

- Carpinteri, Alberto (1994): Scaling laws and renormalization groups for strength and toughness of disordered materials. In: *International Journal of Solids and Structures* 31 (3), S. 291–302. DOI: 10.1016/0020-7683(94)90107-4.
- Casagrande, A.; Cammarota, G. P.; Micele, L. (2011): Relationship between fatigue limit and Vickers hardness in steels. In: *Materials Science and Engineering: A* 528 (9), S. 3468–3473. DOI: 10.1016/j.msea.2011.01.040.
- Cavaliere, P. (2010): Cyclic deformation of ultra-fine and nanocrystalline metals through nanoindentation. Similarities with crack propagation. In: *Procedia Engineering* 2 (1), S. 213–222. DOI: 10.1016/j.proeng.2010.03.023.
- Chicot, D.; Tilkin, K.; Jankowski, K.; Wymysłowski, A. (2013): Reliability analysis of solder joints due to creep and fatigue in microelectronic packaging using microindentation technique. In: *Microelectronics Reliability* 53 (5), S. 761–766. DOI: 10.1016/j.microrel.2013.01.008.
- Christ, H.-J (2009): Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe. 2. Aufl. Weinheim: Wiley-VCH.
- Connolley, T, McHugh, P.E., Bruzzi, M. (2005): A review of deformation and fatigue of metals at small size scales. In: *Fat Frac Eng Mat Struct* 28 (12), S. 1119–1152. DOI: 10.1111/j.1460-2695.2005.00951.x.
- Czichos, Horst (2010): Tribologie-Handbuch. Wiesbaden: Springer Fachmedien. Online verfügbar unter <http://gbv.ebib.com/patron/FullRecord.aspx?p=748135>.
- Czichos, Horst (Hg.) (2015): Tribologie-Handbuch. Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik. 4., vollst. überarb. und erw. Aufl. Wiesbaden: Springer Vieweg.
- Derjaguin, B.V; Muller, V.M; Toporov, Yu.P (1975): Effect of contact deformations on the adhesion of particles. In: *Journal of Colloid and Interface Science* 53 (2), S. 314–326. DOI: 10.1016/0021-9797(75)90018-1.
- Diehl, Katharina; Staedler, Thorsten; Jiang, Xin (2019): Accessing fatigue information by means of dynamic nanoindentation. In: *Applied Physics Letters* 114 (21), S. 213101. DOI: 10.1063/1.5093387.
- Ducker, William A.; Senden, Tim J.; Pashley, Richard M. (1991): Direct measurement of colloidal forces using an atomic force microscope. In: *Nature* 353 (6341), S. 239–241. DOI: 10.1038/353239a0.
- Eisenbichler, E. (2017): Wie Erosion die Wüste formt. Hg. v. ARD.de. Online verfügbar unter <https://www.br.de/themen/wissen/inhalt/umwelt/wueste-erosion-felsformationen-100.html>, zuletzt geprüft am 19.03.2019.

Enders, Susan (2000): Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften von spröden Schicht- und Kompaktssystemen durch Deformation kleiner Volumina. Dissertation. Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle/ Saale.

Ewing, J. A., Humfrey, J. C. W. (1903): The fracture of metals under repeated alternations of stress. In: *Phil. Trans. Royal Society, London* 1903 (Vol. CC), S. 241–250.

Fahrmeir, Ludwig; Heumann, Christian, Künstler, Rita; Pigeot, Iris; Tutz, Gerhard (Hg.) (2016): *Der Weg zur Datenanalyse*. Berlin Heidelberg: Springer Spektrum.

Faisal, N. H.; Prathuru, Anil K.; Goel, Saurav; Ahmed, R.; Droubi, M. G.; Beake, B. D.; Fu, Y. Q. (2017): Cyclic Nanoindentation and Nano-Impact Fatigue Mechanisms of Functionally Graded TiN/TiNi Film. In: *Shap. Mem. Superelasticity* 3 (2), S. 149–167. DOI: 10.1007/s40830-017-0099-y.

Finnie, Iain (1995): Some reflections on the past and future of erosion. In: *Wear* 186-187, S. 1–10. DOI: 10.1016/0043-1648(95)07188-1.

Fischer, Wolf-Joachim (Hg.) (2000): *Mikrosystemtechnik*. 1. Aufl. Würzburg: Vogel (Vogel-Fachbuch).

Franz, Gerhard: *Niederdruckplasmen und Mikrostrukturtechnik*: Springer.

Fuchs, Regina (2015): *Particles meet Nanoindentation: A Study on Particle Motion and Particle/Surface Interaction*. 1. Aufl. Herzogenrath: Shaker (Schriftenreihe der Arbeitsgruppe des Lehrstuhls für Oberflächen- und Werkstofftechnologie im Institut für Werkstofftechnik, Bd. 7).

Fuller, K. N. G.; Tabor, D. (1975): The Effect of Surface Roughness on the Adhesion of Elastic Solids. In: *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 345 (1642), S. 327–342. DOI: 10.1098/rspa.1975.0138.

Gao, Jianping; Luedtke, W. D.; Gourdon, D.; Ruths, M.; Israelachvili, J. N.; Landman, Uzi (2004): Frictional Forces and Amontons' Law. From the Molecular to the Macroscopic Scale. In: *J. Phys. Chem. B* 108 (11), S. 3410–3425. DOI: 10.1021/jp036362l.

Goddard, J.; Wilman, H. (1962): A theory of friction and wear during the abrasion of metals. In: *Wear* 5 (2), S. 114–135. DOI: 10.1016/0043-1648(62)90235-1.

Greenwood, J. A.; Williamson, J. B. P. (1966): Contact of Nominally Flat Surfaces. In: *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 295 (1442), S. 300–319. DOI: 10.1098/rspa.1966.0242.

Habenicht, Gerd (2012): *Kleben - erfolgreich und fehlerfrei*. Handwerk, Praktiker, Ausbildung, Industrie. 6., überarbeitete und ergänzte Auflage. Wiesbaden:

Vieweg+Teubner Verlag (Studium). Online verfügbar unter <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-8348-8316-2>.

Haugstad, Greg (2012a): Atomic force microscopy. Exploring basic modes and advanced applications. Hoboken, N.J: John Wiley & Sons. Online verfügbar unter <http://site.ebrary.com/lib/alltitles/docDetail.action?docID=10606048>.

Haugstad, Greg (Hg.) (2012b): Atomic Force Microscopy. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.

Haworth, R. D. (1949): Abrasive wear of metals. In: *Met. Prog* 1949.

Hertz, Heinrich (1881): Über die Berührung fester elastischer Körper. In: *Journal für reine und angewandte Mathematik* 1881 (92), S. 156–171.

Holmberg, Kenneth; Matthews, Allan (2014): Coatings Tribology. Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier Science (Tribology and Interface Engineering, v.56).

Hooton, Jennifer C.; German, Caroline S.; Allen, Stephanie; Davies, Martyn C.; Roberts, Clive J.; Tendler, Saul J. B.; Williams, Philip (2003): Characterization of particle-interactions by atomic force microscopy. Effect of contact area. In: *Pharmaceutical research* 20 (3), S. 508–514.

Hu, H. X.; Zheng, Y. G. (2017): The effect of sand particle concentrations on the vibratory cavitation erosion. In: *Wear* 384-385, S. 95–105. DOI: 10.1016/j.wear.2017.05.003.

Hu, Xiaoli; Martini, Ashlie (2015): Atomistic simulation of the effect of roughness on nanoscale wear. In: *Computational Materials Science* 102, S. 208–212. DOI: 10.1016/j.commatsci.2015.02.036.

Hutter, Jeffrey L.; Bechhoefer, John (1993): Calibration of atomic-force microscope tips. In: *Review of Scientific Instruments* 64 (7), S. 1868–1873. DOI: 10.1063/1.1143970.

Iida, Kotaro; Otsuka, Akinobu; Danjo, Kazumi; Sunada, Hisakazu (1993): Measurement of the Adhesive Force between Particles and a Substrate by Means of the Impact Separation Method. Effect of the Surface Roughness and Type of Material of the Substrate. In: *Chem. Pharm. Bull.* 41 (9), S. 1621–1625. DOI: 10.1248/cpb.41.1621.

Ikeyama, M.; Nakao, S.; Miyagawa, Y.; Miyagawa, S. (2005): Effects of Si content in DLC films on their friction and wear properties. In: *Surface and Coatings Technology* 191 (1), S. 38–42. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.08.075.

J. T. Burwell (1957-58): Survey of possible wear mechanisms. In: *Wear* 1957-58 (1), S. 119–141.

Jansen, Henri; Gardeniers, Han; Boer, Meint de; Elwenspoek, Miko; Fluitman, Jan (1996): A survey on the reactive ion etching of silicon in microtechnology. In: *J. Micromech. Microeng.* 6 (1), S. 14–28. DOI: 10.1088/0960-1317/6/1/002.

Jiménez, A.-E.; Bermúdez, M.-D. (2011): Friction and wear. In: *Tribology for Engineers*: Elsevier, S. 33–63.

Johnson, K. L.; Greenwood, J. A. (2008): A Maugis analysis of adhesive line contact. In: *J. Phys. D: Appl. Phys.* 41 (15), S. 155315. DOI: 10.1088/0022-3727/41/15/155315.

Johnson, K. L.; Kendall, K.; Roberts, A. D. (1971): Surface Energy and the Contact of Elastic Solids. In: *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 324 (1558), S. 301–313. DOI: 10.1098/rspa.1971.0141.

Jones, Robert; Pollock, Hubert M.; Cleaver, Jamie A. S.; Hodges, Christopher S. (2002): Adhesion Forces between Glass and Silicon Surfaces in Air Studied by AFM. Effects of Relative Humidity, Particle Size, Roughness, and Surface Treatment. In: *Langmuir* 18 (21), S. 8045–8055. DOI: 10.1021/la0259196.

Kappl, Michael; Butt, Hans-Jürgen (2002): The Colloidal Probe Technique and its Application to Adhesion Force Measurements. In: *Part. Part. Syst. Charact.* 19 (3), S. 129. DOI: 10.1002/1521-4117(200207)19:3<129::AID-PPSC129>3.0.CO;2-G.

Kaszynski, P.; Ghorbel, E.; Marquis, D. (1998): An Experimental Study of Ratchetting During Indentation of 316L Stainless Steel. In: *J. Eng. Mater. Technol.* 120 (3), S. 218. DOI: 10.1115/1.2812346.

Katainen, J.; Paajanen, M.; Ahtola, E.; Pore, V.; Lahtinen, J. (2006): Adhesion as an interplay between particle size and surface roughness. In: *Journal of Colloid and Interface Science* 304 (2), S. 524–529. DOI: 10.1016/j.jcis.2006.09.015.

Kaupp, Gerd (2006): Atomic force microscopy, scanning nearfield optical microscopy and nanoscratching. Application to rough and natural surfaces. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg (Nanoscience and technology). Online verfügbar unter <http://site.ebrary.com/lib/alltitles/docDetail.action?docID=10150878>.

Khrushchov, M. M. (1974): Principles of abrasive wear. In: *Wear* 28 (1), S. 69–88. DOI: 10.1016/0043-1648(74)90102-1.

Khrushchev, M. M and Babichev, M. A (1956): Investigation of the resistance of metals to abrasion as influenced by the hardness of the abrasive. In: *Friction und Wear in Machinery* 1956 (11), S. 19–26.

Khulbe, Kailash C.; Feng, C. Y.; Matsuura, Takeshi (2008): Synthetic polymeric membranes. Characterization by atomic force microscopy. Berlin, Heidelberg: Springer-

Verlag (Springer laboratory manuals in polymer science). Online verfügbar unter <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-73994-4>.

Köhler, Michael (2005): Ätzverfahren für die Mikrotechnik. Hoboken: Wiley-VCH [Imprint]; John Wiley & Sons, Incorporated.

Kramer, Hendrik S.; Starke, Peter; Klein, Marcus; Eifler, Dietmar (2014): Cyclic hardness test PHYBALCHT – Short-time procedure to evaluate fatigue properties of metallic materials. In: *International Journal of Fatigue* 63, S. 78–84. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2014.01.009.

Kumar, Aditya; Staedler, Thorsten; Jiang, Xin (2013): Role of relative size of asperities and adhering particles on the adhesion force. In: *Journal of Colloid and Interface Science* 409, S. 211–218. DOI: 10.1016/j.jcis.2013.07.039.

Kunz, L.; Lukáš, P.; Svoboda, M. (2006): Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper. In: *Materials Science and Engineering: A* 424 (1-2), S. 97–104. DOI: 10.1016/j.msea.2006.02.029.

Kunz, Ludvík; Collini, Luca (2012): Mechanical properties of copper processed by Equal Channel Angular Pressing – a review. In: *Frattura ed Integrità Strutturale* 6 (19). DOI: 10.3221/IGF-ESIS.19.06.

Laguna-Camacho, J. R.; Marquina-Chávez, A.; Méndez-Méndez, J. V.; Vite-Torres, M.; Gallardo-Hernández, E. A. (2013): Solid particle erosion of AISI 304, 316 and 420 stainless steels. In: *Wear* 301 (1-2), S. 398–405. DOI: 10.1016/j.wear.2012.12.047.

Lantz, M. A.; O'Shea, S. J.; Welland, M. E.; Johnson, K. L. (1997): Atomic-force-microscope study of contact area and friction on NbSe₂. In: *Phys. Rev. B* 55 (16), S. 10776–10785. DOI: 10.1103/PhysRevB.55.10776.

Laurent-Brocq, Mathilde; Béjanin, Estelle; Champion, Yannick (2015): Influence of roughness and tilt on nanoindentation measurements: A quantitative model. In: *Scanning* 37 (5), S. 350–360. DOI: 10.1002/sca.21220.

Lederer GmbH: Edelstahl im Überblick. Hg. v. Lederer GmbH. Online verfügbar unter <https://www.lederer-online.com/de/technik/werkstoffe/edelstahl-im-ueberblick/index.html>, zuletzt geprüft am 23.05.2019.

Leite, Fabio L.; Bueno, Carolina C.; Da Róz, Alessandra L.; Ziemath, Ervino C.; Oliveira, Osvaldo N. (2012): Theoretical models for surface forces and adhesion and their measurement using atomic force microscopy. In: *International journal of molecular sciences* 13 (10), S. 12773–12856. DOI: 10.3390/ijms131012773.

- Levy, A., Hickey, G (1982): Surface degradation of metals in simulated synthetic fuels plant environments. In: *NACE Corrosion/82, International Corrosion Forum 1982*, p.154.
- Li, J.C.M.; Chu, S.N.G. (1979): Impression fatigue. In: *Scripta Metallurgica* 13 (11), S. 1021–1026. DOI: 10.1016/0036-9748(79)90196-0.
- Li, Xiaodong; Bhushan, Bharat (2003): Fatigue studies of nanoscale structures for MEMS/NEMS applications using nanoindentation techniques. In: *Surface and Coatings Technology* 163-164, S. 521–526. DOI: 10.1016/S0257-8972(02)00662-X.
- Liu, D.-L.; Martin, J.; Burnham, N. A. (2007): Optimal roughness for minimal adhesion. In: *Appl. Phys. Lett.* 91 (4), S. 43107. DOI: 10.1063/1.2763981.
- Liu, Jingjing; Notbohm, Jacob K.; Carpick, Robert W.; Turner, Kevin T. (2010): Method for characterizing nanoscale wear of atomic force microscope tips. In: *ACS nano* 4 (7), S. 3763–3772. DOI: 10.1021/nn100246g.
- Liu, R.; Yao, J. H.; Zhang, Q. L.; Yao, M. X.; Collier, R. (2015): Sliding wear and solid-particle erosion resistance of a novel high-tungsten Stellite alloy. In: *Wear* 322-323, S. 41–50. DOI: 10.1016/j.wear.2014.10.012.
- Luding, Stefan (2004): Molecular Dynamics Simulations of Granular Materials. In: Haye Hinrichsen und Dietrich E. Wolf (Hg.): *The Physics of Granular Media*. Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, S. 297–324.
- Luding, Stefan (2008): Cohesive, frictional powders. Contact models for tension. In: *Granular Matter* 10 (4), S. 235–246. DOI: 10.1007/s10035-008-0099-x.
- Lukáš, P.; Klesnil, M.; Krejčí, J. (1968): Dislocations and Persistent Slip Bands in Copper Single Crystals Fatigued at Low Stress Amplitude. In: *Phys. Stat. Sol. (b)* 27 (2), S. 545–558. DOI: 10.1002/pssb.19680270212.
- Lukáš, P.; Kunz, L. (1987): Effect of grain size on the high cycle fatigue behaviour of polycrystalline copper. In: *Materials Science and Engineering* 85, S. 67–75. DOI: 10.1016/0025-5416(87)90468-X.
- Luo, Sheng Y.; Kuo, Jui-Kang; Yeh, Brian; Sung, James C.; Dai, Chuang-Wen; Tsai, Tsung J. (2001): The tribology of nano-crystalline diamond. In: *Materials Chemistry and Physics* 72 (2), S. 133–135. DOI: 10.1016/S0254-0584(01)00422-9.
- Lynch, Stan (2012): Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms. In: *Corrosion Reviews* 30 (3-4), S. 1107. DOI: 10.1515/corrrev-2012-0502.
- Maegawa, Satoru; Itoigawa, Fumihito; Nakamura, Takashi (2015): Effect of normal load on friction coefficient for sliding contact between rough rubber surface and rigid smooth plane. In: *Tribology International* 92, S. 335–343. DOI: 10.1016/j.triboint.2015.07.014.

- Massi, M.; Mansano, R. D.; Maciel, H. S.; Otani, C.; Verdonck, P.; Nishioka, L.N.B.M. (1999): Effects of plasma etching on DLC films. In: *Thin Solid Films* 343-344, S. 381–384. DOI: 10.1016/S0040-6090(98)01691-5.
- Matei, G. A.; Thoreson, E. J.; Pratt, J. R.; Newell, D. B.; Burnham, N. A. (2006): Precision and accuracy of thermal calibration of atomic force microscopy cantilevers. In: *Review of Scientific Instruments* 77 (8), S. 83703. DOI: 10.1063/1.2336115.
- Maugis, D. (1995): Extension of the Johnson-Kendall-Roberts Theory of the Elastic Contact of Spheres to Large Contact Radii. In: *Langmuir* 11 (2), S. 679–682. DOI: 10.1021/la00002a055.
- Maugis, D.; Pollock, H. M. (1984): Surface forces, deformation and adherence at metal microcontacts. In: *Acta Metallurgica* 32 (9), S. 1323–1334. DOI: 10.1016/0001-6160(84)90078-6.
- Maurer, C.; Schulz, U. (2014): Solid particle erosion of thick PVD coatings on CFRP. In: *Wear* 317 (1-2), S. 246–253. DOI: 10.1016/j.wear.2014.05.016.
- Mayer, Herwig; Laird, Campbell (1994): Influence of cyclic frequency on strain localization and cyclic deformation in fatigue. In: *Materials Science and Engineering: A* 187 (1), S. 23–35. DOI: 10.1016/0921-5093(94)90327-1.
- Meyer, Jan; Fuchs, Regina; Staedler, Thorsten; Jiang, Xin (2014): Effect of surface roughness on sliding friction of micron-sized glass beads. In: *Friction* 2 (3), S. 255–263. DOI: 10.1007/s40544-014-0045-3.
- Mo, Yifei; Turner, Kevin T.; Szlufarska, Izabela (2009): Friction laws at the nanoscale. In: *Nature* 457 (7233), S. 1116–1119. DOI: 10.1038/nature07748.
- Moore, M. A. (1974): A review of two-body abrasive wear. In: *Wear* 27 (1), S. 1–17. DOI: 10.1016/0043-1648(74)90080-5.
- Mounier, E.; Juliet, P.; Quesnel, E.; Pauleau, Y. (1995): Dependence of tribological properties on deposition parameters for non hydrogenated amorphous carbon films produced by magnetron sputtering. In: *Surface and Coatings Technology* 76-77, S. 548–552. DOI: 10.1016/0257-8972(95)02599-5.
- Mulhearn, T. O.; Samuels, L. E. (1962): The abrasion of metals: A model of the process. In: *Wear* 5 (6), S. 478–498. DOI: 10.1016/0043-1648(62)90064-9.
- Murakami, Yukitaka; Endo, Masahiro (1994): Effects of defects, inclusions and inhomogeneities on fatigue strength. In: *International Journal of Fatigue* 16 (3), S. 163–182. DOI: 10.1016/0142-1123(94)90001-9.

Murphy, M. (1981): The engineering fatigue properties of wrought copper. In: *Fat Frac Eng Mat Struct* 4 (3), S. 199–234. DOI: 10.1111/j.1460-2695.1981.tb01121.x.

Nakao, Setsuo; Yukimura, Ken; Nakano, Shizuka; Ogiso, Hisato (2013): DLC Coating by HiPIMS: The Influence of Substrate Bias Voltage. In: *IEEE Trans. Plasma Sci.* 41 (8), S. 1819–1829. DOI: 10.1109/TPS.2013.2256800.

Namazu, Takahiro; Isono, Yoshitada (2009): Fatigue Life Prediction Criterion for Micro–Nanoscale Single-Crystal Silicon Structures. In: *J. Microelectromech. Syst.* 18 (1), S. 129–137. DOI: 10.1109/JMEMS.2008.2008583.

Neto, Chiara; Craig, Vincent S. J. (2001): Colloid Probe Characterization. Radius and Roughness Determination. In: *Langmuir* 17 (7), S. 2097–2099. DOI: 10.1021/la001506y.

Norm DIN EN 10088-3:2014-12, 2014: Nichtrostende Stähle_- Teil_3: Technische Lieferbedingungen für Halbzeug, Stäbe, Walzdraht, gezogenen Draht, Profile und Blankstahlerzeugnisse aus korrosionsbeständigen Stählen für allgemeine Verwendung; Deutsche Fassung EN_10088-3:2014.

Nine, H. D.; Kuhlmann-Wilsdorf, D. (1967): Fatigue in Copper Single Crystals and a New Model of Fatigue in Face-Centered Cubic Metals. In: *Can. J. Phys.* 45 (2), S. 865–881. DOI: 10.1139/p67-065.

Nix, William D.; Gao, Huajian (1998): Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 46 (3), S. 411–425. DOI: 10.1016/S0022-5096(97)00086-0.

Nsoesie, S.; Liu, R.; Chen, K. Y.; Yao, M. X. (2014): Analytical modeling of solid-particle erosion of Stellite alloys in combination with experimental investigation. In: *Wear* 309 (1-2), S. 226–232. DOI: 10.1016/j.wear.2013.11.026.

Oliver, W. C.; Pharr, G. M. (1992): An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. In: *J. Mater. Res.* 7 (6), S. 1564–1583. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.

Papakonstantinou, P.; Zhao, J.F; Lemoine, P.; McAdams, E. T.; McLaughlin, J. A. (2002): The effects of Si incorporation on the electrochemical and nanomechanical properties of DLC thin films. In: *Diamond and Related Materials* 11 (3-6), S. 1074–1080. DOI: 10.1016/S0925-9635(01)00656-2.

Parsi, Mazdak; Najmi, Kamyar; Najafifard, Fardis; Hassani, Shokrollah; McLaury, Brenton S.; Shirazi, Siamack A. (2014): A comprehensive review of solid particle erosion modeling for oil and gas wells and pipelines applications. In: *Journal of Natural Gas Science and Engineering* 21, S. 850–873. DOI: 10.1016/j.jngse.2014.10.001.

- Pook, L. P. (2007): *Metal Fatigue*. [New York]: Springer (Solid Mechanics and Its Applications, 145).
- Popov, Valentin L. (2015): *Kontaktmechanik und Reibung*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- Potirniche, G. P.; Horstmeyer, M. F.; Jelinek, B. A.; Wagner, G. J. (2005): Fatigue damage in nickel and copper single crystals at nanoscale. In: *International Journal of Fatigue* 27 (10-12), S. 1179–1185. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2005.06.015.
- Praveen, Ayyappan Susila; Sarangan, J.; Suresh, S.; Channabasappa, B. H. (2016): Optimization and erosion wear response of NiCrSiB/WC–Co HVOF coating using Taguchi method. In: *Ceramics International* 42 (1), S. 1094–1104. DOI: 10.1016/j.ceramint.2015.09.036.
- R.W. Carpick, J. R. VanLangedon, E. H. Wilson, and K. Sridharan (2001): Nanocontacts: Fabrication, characterization, and nanotribology studies. In: *Proc. of the SEM VII International Congress and Exposition on Experimental and Applied Mechanics* (725).
- Rabinovich; Adler; Ata; Singh; Moudgil (2000): Adhesion between Nanoscale Rough Surfaces. In: *Journal of Colloid and Interface Science* 232 (1), S. 10–16. DOI: 10.1006/jcis.2000.7167.
- Rabinowicz, E. (1965): *Friction Wear of Materials*. Vol. 32. New York: John Wiley and Sons.
- Ramakrishna, Shivaprakash N.; Nalam, Prathima C.; Clasohm, Lucy Y.; Spencer, Nicholas D. (2013): Study of adhesion and friction properties on a nanoparticle gradient surface: transition from JKR to DMT contact mechanics. In: *Langmuir : the ACS journal of surfaces and colloids* 29 (1), S. 175–182. DOI: 10.1021/la304226v.
- Norm DIN EN ISO 14644-1:2016-06: Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche- Teil 1: Klassifizierung der Luftreinheit anhand der Partikelkonzentration.
- Riedo, E.; Chevrier, J.; Comin, F.; Brune, H. (2001): Nanotribology of carbon based thin films. The influence of film structure and surface morphology. In: *Surface Science* 477 (1), S. 25–34. DOI: 10.1016/S0039-6028(01)00701-4.
- Robertson, J. (2002): Diamond-like amorphous carbon. In: *Materials Science and Engineering: R: Reports* 37 (4-6), S. 129–281. DOI: 10.1016/S0927-796X(02)00005-0.
- Roessle, M. (2000): Strain-controlled fatigue properties of steels and some simple approximations. In: *International Journal of Fatigue* 22 (6), S. 495–511. DOI: 10.1016/S0142-1123(00)00026-8.

Schallamach, A. (1958): Friction and abrasion of rubber. In: *Wear* 1 (5), S. 384–417. DOI: 10.1016/0043-1648(58)90113-3.

Schütz, Walter (1996): A history of fatigue. In: *Engineering Fracture Mechanics* 54 (2), S. 263–300. DOI: 10.1016/0013-7944(95)00178-6.

Schwaiger, R.; Kraft, O. (2003): Size effects in the fatigue behavior of thin Ag films. In: *Acta Materialia* 51 (1), S. 195–206. DOI: 10.1016/S1359-6454(02)00391-9.

Seidel, Wolfgang (2007): Werkstofftechnik. Werkstoffe - Eigenschaften - Prüfung - Anwendung : mit zahlreichen Tabellen, Beispielen, Übungen und Testaufgaben. 7., aktualisierte Aufl. München: Hanser (Lernbücher der Technik).

Skrzypczak, M.; Guerret-Piecourt, C.; Bec, S.; Loubet, J.-L.; Guerret, O. (2009): Use of a nanoindentation fatigue test to characterize the ductile–brittle transition. In: *Journal of the European Ceramic Society* 29 (6), S. 1021–1028. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.07.066.

Spangenberg, L. (1875): Über das Verhalten der Metalle bei wiederholten Anstrengungen. 1875.

Stahlfibel (2015). Düsseldorf: Stahleisen.

Starke, Peter; Eifler, Dietmar (2009): Fatigue Assessment and Fatigue Life Calculation of Metals on the Basis of Mechanical Hysteresis, Temperature, and Resistance Data. In: *MP* 51 (5), S. 261–268. DOI: 10.3139/120.110034.

Stegemann, Bert; Backhaus, Henrik; Kloß, Heinz; Santner, Erich (2007): Spherical AFM probes for adhesion force measurements on metal single crystals. In: *Modern Research and Educational Topics in Microscopy, Series 3*, S. 820–827.

Sutton, D. C.; Limbert, G.; Stewart, D.; Wood, R. J. K. (2014): A Functional Form for Wear Depth of a Ball and a Flat Surface. In: *Tribol Lett* 53 (1), S. 173–179. DOI: 10.1007/s11249-013-0254-3.

Tabor, David (1981): Friction—The Present State of Our Understanding. In: *Journal of Tribology* 103 (2), S. 169. DOI: 10.1115/1.3251622.

G76-02, 2002: Test Method for Conducting Erosion Tests by Solid Particle Impingement Using Gas Jets. Online verfügbar unter www.astm.org.

Thoreson, Erik J.; Martin, J.; Burnham, N. A. (2007): Recommendations for the Use of an Atomic Force Microscope as an In-Fab Stiction Monitor. In: *J. Microelectromech. Syst.* 16 (3), S. 694–699. DOI: 10.1109/JMEMS.2006.879664.

- Thum, A., u. W. Buchmann (1932): Dauerfestigkeit und Konstruktion. Mitt. d. MPA a. d. TH Darmstadt. In: *VDI-Verlag, Berlin* 1932 (Heft 1).
- Tocha, Ewa; Schönherr, Holger; Vancso, G. Julius (2006): Quantitative nanotribology by AFM: a novel universal calibration platform. In: *Langmuir* 22 (5), S. 2340–2350. DOI: 10.1021/la052969c.
- Tomas, Jürgen (2007a): Adhesion of ultrafine particles—A micromechanical approach. In: *Chemical Engineering Science* 62 (7), S. 1997–2010. DOI: 10.1016/j.ces.2006.12.055.
- Tomas, Jürgen (2007b): Adhesion of ultrafine particles—Energy absorption at contact. In: *Chemical Engineering Science* 62 (21), S. 5925–5939. DOI: 10.1016/j.ces.2007.06.036.
- Tribology for Engineers (2011): Elsevier.
- Tykhoniuk, Rostyslav; Tomas, Jürgen; Luding, Stefan; Kappl, Michael; Heim, Lars; Butt, Hans-Jürgen (2007): Ultrafine cohesive powders. From interparticle contacts to continuum behaviour. In: *Chemical Engineering Science* 62 (11), S. 2843–2864. DOI: 10.1016/j.ces.2007.02.027.
- Ueber die Berührung fester elastischer Körper (1882). In: *Journal für die reine und angewandte Mathematik (Crelle's Journal)* 1882 (92).
- Virkler, D. A.; Hillberry, B. M.; Goel, P. K. (1979): The Statistical Nature of Fatigue Crack Propagation. In: *J. Eng. Mater. Technol.* 101 (2), S. 148. DOI: 10.1115/1.3443666.
- Vishnuvardhan, S.; Raghava, G.; Gandhi, P.; Saravanan, M.; Pukazhendhi, D. M.; Goyal, Sumit et al. (2010): Fatigue ratcheting studies on TP304 LN stainless steel straight pipes. In: *Procedia Engineering* 2 (1), S. 2209–2218. DOI: 10.1016/j.proeng.2010.03.237.
- Walter, C.; Antretter, T.; Daniel, R.; Mitterer, C. (2007): Finite element simulation of the effect of surface roughness on nanoindentation of thin films with spherical indenters. In: *Surface and Coatings Technology* 202 (4-7), S. 1103–1107. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2007.07.038.
- Walters, D. A.; Cleveland, J. P.; Thomson, N. H.; Hansma, P. K.; Wendman, M. A.; Gurley, G.; Elings, V. (1996): Short cantilevers for atomic force microscopy. In: *Review of Scientific Instruments* 67 (10), S. 3583–3590. DOI: 10.1063/1.1147177.
- Wan, G. J.; Yang, P.; Fu, Ricky K.Y.; Mei, Y. F.; Qiu, T.; Kwok, S.C.H. et al. (2006): Characteristics and surface energy of silicon-doped diamond-like carbon films fabricated by plasma immersion ion implantation and deposition. In: *Diamond and Related Materials* 15 (9), S. 1276–1281. DOI: 10.1016/j.diamond.2005.09.042.
- Wang, Dongsheng; Tian, Zongjun; Shen, Lida; Liu, Zhidong; Huang, Yinhui (2014): Effects of laser remelting on microstructure and solid particle erosion characteristics of

ZrO₂–7wt%Y₂O₃ thermal barrier coating prepared by plasma spraying. In: *Ceramics International* 40 (6), S. 8791–8799. DOI: 10.1016/j.ceramint.2014.01.101.

Wang, Yongxia; Ye, Yinping; Li, Hongxuan; Ji, Li; Chen, Jianmin; Zhou, Huidi (2011): A magnetron sputtering technique to prepare a-C:H films: Effect of substrate bias. In: *Applied Surface Science* 257 (6), S. 1990–1995. DOI: 10.1016/j.apsusc.2010.09.040.

Werkstoffermüdung und Schwingfestigkeit (2008). In: Einführung in die Festigkeitslehre. Wiesbaden: Vieweg+Teubner, S. 245–311.

Wöhler, A. (1858): Bericht über die Versuche, welche auf der königl. Niederschlesisch-märkischen Eisenbahn mit Apparaten zum Messen der Biegung und Verdehnung von Eisenbahnwagenachsen während der Fahrt angestellt wurden. In: *Zeitschrift für Bauwesen* 1858 (VIII), S. 641–652.

Woska, R.; Barbehön, J. (1982): Metallische Adhäsion unter trockener Reibung. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 13 (10), S. 348–355. DOI: 10.1002/mawe.19820131005.

Xu, B. X.; Yue, Z. F.; Wang, J. (2007): Indentation fatigue behaviour of polycrystalline copper. In: *Mechanics of Materials* 39 (12), S. 1066–1080. DOI: 10.1016/j.mechmat.2007.06.001.

Xu, Baoxing; Chen, Xi; Yue, Zhufeng (2018): Indentation Fatigue Mechanics. In: George Z. Voyiadjis (Hg.): *Handbook of Nonlocal Continuum Mechanics for Materials and Structures*, Bd. 16. Cham: Springer International Publishing, S. 1–31.

Xu, Baoxing; Yue, Zhufeng; Chen, Xi (2009): An indentation fatigue depth propagation law. In: *Scripta Materialia* 60 (10), S. 854–857. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2009.01.027.

Yang, Kai; Rong, Jian; Liu, Chenguang; Zhao, Huayu; Tao, Shunyan; Ding, Chuanxian (2016): Study on erosion–wear behavior and mechanism of plasma-sprayed alumina-based coatings by a novel slurry injection method. In: *Tribology International* 93, S. 29–35. DOI: 10.1016/j.triboint.2015.09.007.

Yoon, Eui-Sung; Yang, Seung Ho; Han, Hung-Gu; Kong, Hosung (2003): An experimental study on the adhesion at a nano-contact. In: *Wear* 254 (10), S. 974–980. DOI: 10.1016/S0043-1648(03)00302-8.

Zhao, Bin; Xu, Baoxing; Yue, Zhufeng (2010): Indentation creep-fatigue test on aluminum alloy 2A12. In: *Materials Science and Engineering: A* 527 (16-17), S. 4519–4522. DOI: 10.1016/j.msea.2010.03.013.

Zou, M.; Cai, L.; Wang, H. (2006): Adhesion and friction studies of a nano-textured surface produced by spin coating of colloidal silica nanoparticle solution. In: *Tribol Lett* 21 (1), S. 25–30. DOI: 10.1007/s11249-005-9004-5.

Zum Gahr, K.-H. (1982): Furchungverschleiß duktiler Metalle. In: *Z. Metallkde.* 1982 (73).