

FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR WERKSTOFFMECHANIK IWM

Fraunhofer IWM Forschungsberichte Band 4

Alexander Renz

Untersuchung des Verschleißverhaltens von keramischen Schneidstoffen im trockenen Gleitreibungskontakt mit Nickelbasislegierungen Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM

Fraunhofer IWM Forschungsberichte Band 4

Untersuchung des Verschleißverhaltens von keramischen Schneidstoffen im trockenen Gleitreibungskontakt mit Nickelbasislegierungen

Alexander Renz

FRAUNHOFER VERLAG

Kontaktadresse:

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM Wöhlerstraße 11 79108 Freiburg Telefon 0761 5142-0 info@iwm.fraunhofer.de www.iwm.fraunhofer.de

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.d-nb.de abrufbar. ISBN (Print): 978-3-8396-0844-9

D 90

Zugl.: Karlsruhe, KIT, Diss., 2014

Druck: Mediendienstleistungen des Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau IRB, Stuttgart

Für den Druck des Buches wurde chlor- und säurefreies Papier verwendet.

© by FRAUNHOFER VERLAG, 2015

Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau IRB Postfach 80 04 69, 70504 Stuttgart Nobelstraße 12, 70569 Stuttgart Telefon 07 11 9 70-25 00 Telefax 07 11 9 70-25 08 E-Mail verlag@fraunhofer.de URL http://verlag.fraunhofer.de

Alle Rechte vorbehalten

Dieses Werk ist einschließlich aller seiner Teile urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die über die engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes hinausgeht, ist ohne schriftliche Zustimmung des Verlages unzulässig und strafbar. Dies gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen sowie die Speicherung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von Warenbezeichnungen und Handelsnamen in diesem Buch berechtigt nicht zu der Annahme, dass solche Bezeichnungen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und deshalb von jedermann benutzt werden dürften. Soweit in diesem Werk direkt oder indirekt auf Gesetze, Vorschriften oder Richtlinien (z.B. DIN, VDI) Bezug genommen oder aus ihnen zitiert worden ist, kann der Verlag keine Gewähr für Richtigkeit, Vollständigkeit oder Aktualität übernehmen.

Untersuchung des Verschleißverhaltens von keramischen Schneidstoffen im trockenen Gleitreibungskontakt mit Nickelbasislegierungen

Zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften

der Fakultät für Maschinenbau Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

> vorgelegte Dissertation von

Alexander Johannes Renz

Tag der mündlichen Prüfung: 22. Oktober 2014

Hauptreferent: Prof. Dr. Peter Gumbsch

Korreferent: Prof. Dr. Michael Hoffmann

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig angefertigt habe und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Wörtlich oder inhaltlich übernommene Stellen sind als solche kenntlich gemacht und die Satzung der Universität Karlsruhe (TH) zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis wurden beim Anfertigen der Arbeit beachtet.

Datum, Ort

Alexander Renz

Danksagung

Diese Arbeit wurde während meiner Beschäftigung als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik in Freiburg im Breisgau angefertigt. Für die Möglichkeit, neben dem Tagesgeschäft die Infrastruktur und die technische Ausstattung des Instituts zu nutzen, und schließlich die Arbeit abschließen zu können, möchte ich mich hiermit bedanken.

Zuallererst möchte ich mich bei Herrn Professor Peter Gumbsch dafür bedanken, dass er die Betreuung meiner Arbeit übernommen und mich währenddessen stets mit hilfreichen und richtungsweisenden Ratschlägen unterstützt hat.

Herrn Professor Michael Hoffmann möchte ich dafür danken, dass er das Korreferat für diese Arbeit übernommen hat.

Besonders möchte ich mich bei meinem direkten Betreuer am Fraunhofer IWM, Dr. Andreas Kailer bedanken, der durch viele wertvolle Diskussionen und durch das gute Arbeitsklima in seiner Gruppe dafür gesorgt hat, dass ich niemals die Motivation verloren habe, die notwendig war, um diese Arbeit fertigzustellen.

Für weitere fruchtbare Diskussionen möchte ich insbesondere Dr. Christof Koplin und Dr. Iyas Khader danken, bei denen ich stets auf offene Ohren und reges Interesse gestoßen bin und viele positive Denkanstöße bekommen habe. Iyas Khader gebührt darüber hinaus noch zusätzlicher Dank für die FE-Simulation der Kontakttemperatur.

Allen Kollegen in der Gruppe "Verschleißschutz, technische Keramik" gilt mein Dank für die Zusammenarbeit und Hilfe, die an allen Ecken und Enden nötig war, und für die gute Stimmung, die hoffentlich weiterhin den Spaß an der Zusammenarbeit erhält. Bei dieser Gelegenheit möchte ich noch Patrick Bäuerle und Erhard Haas für die Konstruktion diverser Versuchsaufbauten und das Beseitigen technischer Schwierigkeiten danken. Ebenso danke ich Christian Rockosch für die vielen ausgezeichneten Schliffproben.

Außerhalb des wissenschaftlichen Umfelds möchte ich meinen Freunden danken, die, obwohl es lange dauerte, nie den Glauben aufgegeben haben, dass diese Arbeit fertig wird. Danke, ihr wisst eh, wer ihr seid.

Zu guter Letzt möchte ich von ganzem Herzen meiner Familie danken, meinen Eltern und Geschwistern, die mich stets motivierten und unterstützten – insbesondere meinem Vater Hermann Renz gebührt außerordentlicher Dank für den intensivsten Korrekturprozess einer Doktorarbeit, den ich mir wünschen konnte. DANKE!

Zusammenfassung

Die spanende Bearbeitung von Nickelbasislegierungen stellt auch heute noch eine große Herausforderung dar, da der Verschleiß der Schneidwerkzeuge sehr hoch ist. Es existieren unterschiedliche Strategien, um dieser Problematik zu begegnen und den Verschleiß zu reduzieren. Maschinenseitig lassen sich die Prozessparameter wie z.B. Eingriffstiefe, Vorschub und Schnittgeschwindigkeit variieren, um geringen Verschleiß der Werkzeuge bei gleichzeitig effizienter Bearbeitungsgeschwindigkeit zu erreichen. Zudem sind Änderungen der Kühlschmierstoffe möglich, ebenso wie deren Einbringung in den Kontaktbereich zwischen Werkzeug und Werkstück.

Werkzeugseitig ergeben sich ebenfalls mehrere Möglichkeiten der Anpassungen. Einerseits sind die Geometrien der Schneidwerkzeuge von großer Bedeutung, da die auftretenden Belastungen durch geometrische Modifikationen reduziert werden können. Andererseits ist eine geeignete Wahl der Werkzeugmaterialien ausschlaggebend für eine lange Standzeit. Diese Auswahl kann sich auf Beschichtungen von Werkzeugen, wie z.B. kubischem Bornitrid und Diamant, beziehen oder auf die Grundwerkstoffe. Im Vergleich zu Schnellarbeitsstählen und Hartmetallen sind keramische Schneidstoffe für die Zerspanung von Nickelbasislegierungen besonders gut geeignet, da sie verschleißbeständiger sind. Die gebräuchlichen Keramiken wurden hinsichtlich ihres Einsatzverhaltens für die Zerspanung entwickelt, zeigen jedoch noch immer starken Verschleiß. Der Entwicklungsschwerpunkt für diese Werkstoffe liegt auf den mechanischen Eigenschaften wie Härte und Bruchzähigkeit, während die chemische Stabilität meist als ausreichend angenommen wird. Allerdings finden sich in der Literatur und auch in Versuchen viele Hinweise darauf, dass der Werkzeugverschleiß teilweise auf tribochemischen Reaktionen basiert, die bei der Werkstoffentwicklung nicht immer vordergründig berücksichtigt werden.

Ziel dieser Dissertation ist es, das Verschleißverhalten von zwei verschiedenen Schneidkeramiken eingehend zu untersuchen, um die Verschleißmechanismen zu identifizieren und eine Grundlage für die Weiterentwicklung durch Werkstoffmodifikationen zu schaffen. Bei den beiden Schneidkeramiken handelt es sich um eine SiAION-Keramik und eine Kompositkeramik. SiAION-Keramiken basieren auf der Struktur von Siliziumnitrid, wobei Silizium und Stickstoff durch Aluminium und Sauerstoff teilsubstituiert werden. Die hier untersuchte Kompositkeramik besitzt eine Aluminiumoxidmatrix und einen Volumenanteil von 30% Siliziumcarbid-Whisker. Somit unterscheiden sich beide Schneidkeramiken hinsichtlich ihrer Zusammensetzung und Struktur sehr deutlich, besitzen jedoch sehr ähnliche mechanische Eigenschaften. Ein Vergleich dieser Keramiken stellt eine gute Möglichkeit dar, die Unterschiede und Gemeinsamkeiten ihres tribochemischen Verschleißverhaltens zu untersuchen. Hierfür wurden statische Wechselwirkungsversuche zwischen den Keramiken und Nickelbasislegierungen durchgeführt, um die Reaktivität und die Reaktionsprodukte zu identifizieren. Darüber hinaus wurden Stift-Scheibe-Versuche durchgeführt, die eine quantitative Beurteilung des Verschleißverhaltens erlauben. Im Anschluss wurden die Verschleißflächen der Keramikproben eingehend hinsichtlich mikrostruktureller und chemischer Veränderungen untersucht.

Auf Basis dieser Ergebnisse wurden die Verschleißmechanismen identifiziert, die für die beiden Keramiken jeweils charakteristisch sind. SiAlON tendiert zu starkem tribochemischem Verschleiß wenn die Reibleistung hoch genug ist, besitzt aber auch einen Einsatzbereich, in dem die tribochemischen Reaktionsprodukte den Verschleiß reduzieren. Die Kompositkeramik zeichnet sich durch eine chemisch sehr stabile Matrix aus, an der kein tribochemischer Angriff nachgewiesen werden konnte. Der Siliziumcarbidanteil der Kompositkeramik ist jedoch im Kontakt mit Nickelbasislegierungen chemisch nicht besonders stabil und es kommt zu Auflösungserscheinungen. Da sich darüberhinaus eine tribochemsiche Schicht bildet, die den Kontakt zwischen den SiC-Whiskern und der Nickelbasislegierung trennt, zeigt die Kompositkeramik bei hohen Gleitgeschwindigkeiten deutlich weniger Verschleiß als die SiAlON-Keramik.

Die tribochemischen Verschleißprodukte und das Verschleißverhalten der Keramiken können einerseits als Ansatzpunkte für die weitere Schneidstoffentwicklung verwendet werden, wie auch als Indikator für weitere Einsatzgebiete dieser Werkstoffe, bei denen ähnliche Beanspruchungen auftreten.

Abstract

Machining of nickel based alloys is nowadays still a challenging task since the cutting tools show excessive wear. Various strategies can be followed in order to face that problem and to reduce wear. Concerning machining, process parameters like depth of cut, feed and cutting speed can be adjusted to reach low tool wear and high efficiency. Additionally, changes in the coolant and coolant supply system can affect the cutting process positively.

Concerning tools, different options for adjustment and optimization can be realized as well. First, the geometry of the cutting tools is of high importance since the resulting loading on the tool can be reduced by geometrical modification. Furthermore, the suitable choice of tool material is crucial for tool life. Here, one can choose from wear protection coatings like cubic boron nitride or polycrystalline diamond, or a change of the basic tool material is possible. For the latter, high speed steel, carbides and ceramics are available. In comparison to other tool materials, ceramics are especially suitable for cutting of nickel based alloys because of their higher wear resistance. Typical cutting tool ceramic materials have been developed for this application but they still show strong wear. The focus of development is mainly on mechanical properties like hardness and fracture toughness whereas chemical stability is usually considered to be sufficient. Though, literature as well as experiments shows that tool wear is partially based on tribochemical reactions which are not always regarded to be very important during development.

The aim of this thesis is to thoroughly investigate the wear behavior of two different cutting ceramics in order to identify the wear mechanisms and establish a base for further development by modification of the materials. The ceramics are a SiAlON ceramic and a composite ceramic. SiAlON is based on the structure of silicon nitride whereas silicon and nitrogen are partially substituted by aluminum and oxygen. The investigated composite ceramic features an alumina matrix and a volume fraction of 30% silicon carbide whiskers. Thus, both ceramics are profoundly different concerning their composition and structure but they have similar mechanical properties. A comparison of both ceramics is a good option to investigate the differences and similarities of their tribochemical wear behavior.

Static interaction experiments of the ceramics and nickel based alloys have been carried out to identify their reactivity and the reaction products. Furthermore, pin-on-disc experiments have been carried out, which give access to the quantitative wear behavior of the material pairs. Subsequently, the microstructural and chemical changes of the worn surfaces of the ceramic specimens were investigated in detail.

On the base of these results, wear mechanisms were identified which are characteristic for the two ceramics. SiAION tends to show tribochemical wear when the frictional power is high enough. Though, SiAION ceramics are used in a range of applications in which tribochemical reaction products can reduce wear.

The alumina matrix of the composite ceramic is chemically extremely stable. No tribochemical wear attack could be detected here. Yet, the silicon carbide whiskers are not very stable when they come in contact with nickel base alloys because silicon carbide is dissolved in the nickel alloy. But in the sliding wear experiment, a tribochemical layer is formed that separates the ceramic and the nickel base alloy. Thus, the composite ceramic shows significantly lower wear than SiAlON at high sliding velocities.

The tribochemical reaction products and the wear behavior of the ceramic materials can be used as starting points for further materials development and can as well indicate new fields of application for these materials where they face similar conditions.

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name:	Alexander Johannes Renz
Geburtsdatum:	2.8.1982
Nationalität:	deutsch
Derzeitige Adresse:	Wöhlerstrasse 11, 79108 Freiburg
E-Mail:	alexander.renz@iwm.fraunhofer.de

Akademische Ausbildung

Juni 2002

Allgemeine Hochschulreife am Wernher-von-Braun-Gymnasium Friedberg (Bayern)

September 2002 – September 2005

Bachelor of Science (Materialwissenschaften)

Bachelorarbeit:

Röntgendiffraktionsuntersuchungen des Ausheilverhaltens von extrem verformtem Kupfer

Universität Augsburg

Oktober 2005 – März 2007

Master of Science (Advanced Materials Science)

Masterarbeit:

Synthesis and characterization of porous carbon components for PEM fuel cells with tailored physical properties

Universität Augsburg, Ludwig-Maximilians-Universität München, Technische Universität München

Oktober 2007 – jetzt

Doktorand und wissenschaftlicher Mitarbeiter

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, Freiburg

Inhaltsverzeichnis

1	E	Einle	eitung	g	1			
2	5	Stan von	d dei Nicke	r Technik: Verschleißverhalten von Schneidkeramiken bei der spanende Bearbeitung elbasislegierungen	. 5			
	2.1		Nick	elbasislegierungen	5			
	2.2	2.2 Spar		ende Bearbeitung von Nickelbasislegierungen				
	2.3		Werl	kzeugverschleiß bei der spanenden Bearbeitung	6			
	2	2.3.1	L	Auswirkung der Umgebungsbedingungen auf die Werkzeuglebensdauer	8			
	2	2.3.2	2	Schneidstoffabhängige Verschleißmechanismen	9			
	2.4		Schn	eidstoffe und deren charakteristisches Verschleißverhalten	10			
	2	2.4.1	L	Hartmetallwerkzeuge	11			
	2	2.4.2	2	Kubisches Bornitrid	13			
	2	2.4.3	3	Schneidkeramiken	14			
	2	2.4.4	1	Verschleißmechanismen von keramischen Schneidwerkzeugen	17			
	2.5		Schlu	ussfolgerung	24			
3	E	Ехре	erime	ntelles	27			
	3.1		Vorg	ehensweise	27			
	3.2		Metl	hoden	27			
	3	3.2.1	L	Versuche zur chemischen Wechselwirkung	27			
	3	3.2.2	2	Stift-Scheibe-Verschleißversuche	28			
	3	3.2.3	3	Mikrostrukturelle Untersuchung mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX)	33			
		3.2.4	1	Mikro-Raman-Spektroskopie (µRaman)	34			
	3.3		Mate	erialien	36			
	3	3.3.1	L	SIAION B	36			
		3.3.2	2	Komposit C	37			
		3.3.3	3	Nickelbasislegierungen	38			
4	E	Erge	bniss	;e	39			
	4.1		Unte	rsuchungen zum Verschleißverhalten an SiAlON B gegen Nickelbasislegierungen	39			
	2	4.1.1	L	Chemische Wechselwirkung zwischen SiAlON B und Nickelbasislegierungen	39			
	4	4.1.2	2	Quantitative Verschleißanalyse von SiAlON B im Stift-Scheibe-Versuch	14			
	4	4.1.3	3	REM- und EDX-Analyse der SiAlON B-Verschleißproben	19			
	4.1.4		1	Raman-Untersuchungen	53			

	4.	.2	Unte	ersuchungen zum Verschleißverhalten an Komposit C (Al ₂ O ₃ /SiC) gegen	
			Nick	elbasislegierungen	58
		4.2.	1	Chemische Wechselwirkung zwischen Komposit C und Inconel 718	58
4.2.2		2	Quantitative Verschleißanalyse von Komposit C im Stift-Scheibe-Versuch	61	
	4.2.3		3	REM- und EDX-Analyse der Komposit C-Verschleißproben	65
		4.2.	4	Raman-Untersuchungen	69
5		Disk	ussio	יח	73
	5.	.1	Qua	ntitative Verschleißuntersuchungen	74
		5.1.	1	SiAION B	74
		5.1.	2	Komposit C	77
	5.	.2	Cher legie	mische Wechselwirkungen zwischen den Schneidkeramiken und Nickelbasis- erungen mit und ohne Scherung	78
		5.2.	1	SiAION B	78
		5.2.	2	Komposit C	81
	5.	.3	Sche	matische Beschreibung des Verschleißverhaltens der Schneidkeramiken im	
			Kont	akt mit Nickelbasislegierungen	83
		5.3.	1	SiAION B	83
		5.3.	2	Komposit C	87
6		Ver	gleich	ende Schlussfolgerungen für das Verschleißverhalten der untersuchten	01
7		3011 7000	ieluk		91
/ 0		Zusa	200		101
0	0	AIIII 1			101
	о. о	5.1 ZUK		apitel 4 Ergebnisse	102
	о.	.∠ • • • •	2U No 1	Thermographicaufnahmen	102
		0.2.	ר ז	Mikroskon Bildor Vorschleißbilder SiAION Byg. Inconel 718	102
		0.2.	2	Ergebnisse der Westschleisblider Station Biss. Incoher / 18	104
		0.2.	5	Ergeblisse der Wechselwirkungspaarung SiAlON B und Nimonic 90	104
		0.2.	4 F	Verschleißflächensberekterisierung von SiAION B und Nimonie 00	100
		8.Z.	с С	Franknisse der Weskeelwirkungsnaarung Komposit C/Nimonic 90	100
		0.2.	0 7	Ergebnisse der Wechselwirkungspaarung Komposit C/Mimonic 90	109
		8.Z.	/ 0	Verschleißflächensbarekterisierung von Komposit C und Insenel 718	112
	0	ö.2.	o //	verschiensnachencharaktensierung von Komposit C und Inconel /18	114
	8. c	.J	zu Ka	apiter 5 – Diskussion	115
	8.	.4	⊦E-Si	imulation der Temperaturentwicklung im Reibkontakt	116
		8.4.	1	Simulation des Gleitens von SiAION B gegen Inconel 718	116

	8.4.2	Simulation des Gleitens von Komposit C gegen Inconel 718	117
	8.4.3	Einschränkungen des FE-Modells	118
	8.4.4	Eingangsdaten für die Simulation	119
9	Literatur	verzeichnis	123

1 Einleitung

Nickelbasislegierungen sind hochwarmfeste Legierungen, die sich durch ihre mechanische Festigkeit, ihre Korrosions- und Oxidationsbeständigkeit und ihre hohen Schmelzpunkte auszeichnen. Daher werden diese Werkstoffe insbesondere für Schaufelräder in Gastrubinen und Triebwerken der Luftund Raumfahrt sowie für Komponenten in der chemischen Industrie als Leitungen für korrosive, heiße Medien eingesetzt. Die Werkstoffeigenschaften der Nickelbasislegierungen, die sie für die genannten Anwendungen attraktiv machen, sind im Gegenzug jedoch bei der Bearbeitung ein Nachteil. Gerade die hohen Festigkeitswerte selbst bei hohen Temperaturen machen die Zerspanung von Nickelbasislegierungen zu einer Herausforderung. Nickelbasislegierungen gelten derzeit als die am schwersten zu zerspanenden Werkstoffe.

Mit dem stets gegenwärtigen Ziel, die Produktivität und Effizienz in Herstellungsprozessen zu steigern, um im Endeffekt wirtschaftlicher produzieren zu können, gibt es viele Bestrebungen, die Bearbeitung von schwer zerspanbaren Werkstoffen zu erleichtern. Die Präzision und Leistungsfähigkeit moderner Bearbeitungsmaschinen ist in dieser Hinsicht mehr als ausreichend, während der hohe Werkzeugverschleiß und die Stillstandzeiten für den Werkzeugwechsel den Bearbeitungsprozess bremsen und die Kosten erhöhen. Im Laufe der technischen Entwicklung wurden unterschiedliche Schneidstoffe untersucht, von Schnellarbeitsstahl (HSS) über Hartmetalle bis hin zu kubischem Bornitrid und diamantbeschichteten Werkzeugen. Zwischen den verhältnismäßig günstigen Varianten von HSS und Hartmetall und den teuren Werkstoffen Bornitrid und Diamant haben sich die keramischen Schneidstoffe als wirtschaftlich guter Kompromiss von Leistungsfähigkeit und Herstellungskosten herausgestellt.

Die Entwicklung von Schneidkeramiken verlief von den Reinkeramiken (Aluminiumoxid, Zirkonoxid, Siliziumnitrid) über die Kompositkeramiken (z.B. Aluminiumoxid mit Titancarbid- oder Siliziumcarbidpartikeln, Zirkonoxid-verstärktes Aluminiumoxid) hin zu komplexeren Verbindungen. Bei den komplexen Keramiken haben sich die sogenannten SiAION-Keramiken als Schneidstoffe mit hohem Potenzial profiliert. SiAION-Keramiken sind von Siliziumnitrid abgeleitet und besitzen einen Anteil von Aluminium und Sauerstoff anstelle von Silizium und Stickstoff in reinem Si₃N₄. Sie ermöglichen durch die breitere Variationsmöglichkeit der Zusammensetzung sowie durch das Hinzufügen unterschiedlicher Additive ein sehr breites Spektrum an einstellbaren Eigenschaften. Die Zusammenhänge von Verschleißeigenschaften und der chemischen Zusammensetzung sowie der herstellungsbedingten Mikrostruktur ist bisher nur rudimentär bekannt. Ein großer Teil der Materialentwicklung basierte zunächst auf Empirie und erst in den vergangenen 10 Jahren wurden Modelle entwickelt, die eine gezielte Einstellung der Materialeigenschaften ermöglichen.

Diese Entwicklungen hatten unter anderem das Ziel, die Verschleißbeständigkeit von Keramikwerkzeugen zu verbessern. Dabei wurde der Schwerpunkt auf Härte und Bruchzähigkeit gelegt, also mechanische Eigenschaften, die das Verschleißverhalten mitbestimmen, während die chemischen Eigenschaften der Werkstoffe eher zweitrangig betrachtet wurden. Heutzutage sind die mechanischen Eigenschaften der Keramiken aufgrund von gut kontrollierbaren Herstellungsprozessen und einstellbarem Gefüge soweit verbessert, dass mechanisches Versagen bei keramikgerechter Handhabung in Verschleißanwendungen in den Hintergrund rückt. Sowohl die Bruchzähigkeit, die Härte und auch die thermischen Eigenschaften der aktuellen Schneidkeramiken erreichen im Vergleich zu ihren Anfängen inzwischen ein Niveau, das das spröde Brechen der Keramikwerkzeuge bei richtiger Handhabung zu einer ähnlich seltenen Versagensursache macht, wie Thermoschock.

Trotzdem verschleißen Keramikwerkzeuge nach wie vor, was die Bedeutung des chemischen Aspekts unter tribologischer Belastung verdeutlicht. In dieser Hinsicht muss man sich auch vor Auge führen, dass die "Verschleißbeständigkeit" keine Eigenschaft eines Werkstoffs an sich ist, sondern ein Attribut eines Tribosystems, das aus einer Werkstoffpaarung, den Umgebungsbedingungen und den wirkenden Kräften besteht. Bei vielen Untersuchungen des Verschleißverhaltens wurden beobachtet, dass sich bei hohen Temperaturen das Verschleißverhalten ändert, was einerseits auf thermische Auswirkungen im Gefüge zurückgeführt wurde, ebenso wie auf chemische Prozesse zwischen Werkzeug und Werkstück. Einer näheren Untersuchung dieser Aspekte wurde jedoch meist nur zweitrangig Beachtung geschenkt, obwohl in der Reduzierung des kontinuierlichen Verschleißes noch großes Potenzial liegt, um Zerspanprozesse qualitativ und quantitativ effizienter zu machen.

Neben diesem allgemeinen Erkenntnisbedarf ist der konkrete Ausgangspunkt dieser Arbeit das BMBF-Projekt "TechVolk – Technologie zur Herstellung vollkeramischer Schaftwerkzeuge", welches in den Jahren 2008 bis 2011 von den Fraunhofer-Instituten IPK, IKTS und IWM zusammen mit einem Konsortium aus Industriepartnern durchgeführt wurde [1]. Im Rahmen dieses Projekts wurde deutlich, dass das Verschleißverhalten der Schaftfräser bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen stark von den eingesetzten Schneidkeramiken abhängt, wie die nachfolgenden Abbildungen zeigen.



Abbildung 1.1: Übersichtsaufnahme eines verschlissenen Keramikfräsers nach dem Einsatz



Abbildung 1.2: Abrasivverschleiß mit Ausbrüchen von der Schneidkante zur Freifläche (schwarzer Pfeil); Material: Kompositkeramik



Abbildung 1.3: Verschlissene Schneide mit neu gebildeter Phase an der Schneidkante (schwarzer Pfeil); Material: SiAION

Da dieses Verschleißverhalten von großem Interesse für Werkzeug- und Keramikhersteller bei ihrer Produktentwicklung ist, ergibt sich für diese Arbeit die Zielstellung, ein grundlegendes Verständnis für die Verschleißmechanismen zu schaffen, die durch den Gleitkontakt an der Span- und Freifläche von Schneidwerkzeugen auftreten. In diesem Zusammenhang werden die folgenden zwei Hypothesen überprüft:

- Das Verschleißverhalten von Keramikwerkzeugen wird bei höheren Geschwindigkeiten von tribochemischen Reaktionen bestimmt.
- Es bildet sich eine tribochemische Schicht zwischen Werkzeug und Werkstück, deren Entwicklung den Werkzeugverschleiß bestimmt.

Zur Bestätigung bzw. Widerlegung dieser Annahmen sind tribologische Untersuchungen notwendig. Da die beobachteten Schichten und Verschleißmerkmale an den Frei- und Spanflächen auftreten, die vorrangig einer Gleitreibungsbelastung ausgesetzt sind, werden in der vorliegenden Arbeit die tribochemischen Verschleißmechanismen von ausgewählten Schneidkeramiken im reinen Gleitkontakt mit Nickelbasislegierungen untersucht. Um die chemische Affinität der Werkstoffpaarungen zu untersuchen, werden neben den dynamischen tribologischen Versuchen auch statische Wechselwirkungsversuche durchgeführt. Die Reaktionsprodukte aus diesen Versuchen werden eingehend analytisch untersucht, wobei einerseits die chemische Zusammensetzung der Produkte bestimmt wird, und andererseits die Auswirkung dieser Produkte auf die Verschleißmechanismen, die im Gleitkontakt bei Geschwindigkeiten bis 25 m/s auftreten. Aufgrund dieser Untersuchungsergebnisse werden die Abtragmechanismen für unterschiedliche Belastungsregime zugeordnet und in schematischen Beschreibungen für die zwei Schneidkeramiktypen dargestellt.

Die Schlussfolgerungen werden zeigen, welche Relevanz der tribochemischen Verschleiß beim Einsatz von Schneidkeramiken hat und welche Aspekte bei deren Weiterentwicklung zu berücksichtigen sind, um sie an die steigenden Anforderungen bei der Zerspanung von Nickelbasislegierungen anzupassen und eine effizientere Bearbeitung zu ermöglichen.

2 Stand der Technik: Verschleißverhalten von Schneidkeramiken bei der spanenden Bearbeitung von Nickelbasislegierungen

Nickelbasislegierungen spielen eine extrem wichtige Rolle für die Konstruktion von zuverlässigen Gasturbinen, Strahltriebwerken, Heißgasleitungen in Kernreaktoren, U-Booten, Dampfkraftwerken; in Triebwerkskomponenten für die Raumfahrt und weiteren Anwendungsfeldern. Aufgrund ihrer mechanischen Eigenschaften, insbesondere ihrer Hochtemperaturfestigkeit, sind die Nickelbasislegierungen in diesen Einsatzgebieten nahezu konkurrenzlos. Allerdings sind es eben jene Eigenschaften, die zu großen Herausforderungen bei der Herstellung und Fertigung von Komponenten aus diesen Materialien führen, und Nickelbasislegierungen somit zu den am schwierigsten spanend zu bearbeitenden Werkstoffen machen [2, 3].

2.1 Nickelbasislegierungen

Die Entwicklung von Superlegierungen begann in den 1940er Jahren mit dem primären Ziel, durch ihren Einsatz die Leistungsfähigkeit von Flugzeugturbinen und Turboladern zu steigern. Im Zuge dieser Werkstoffentwicklung eröffneten sich noch viele weitere Anwendungsgebiete für diese Materialien, insbesondere in der Luft- und Raumfahrt sowie in der Reaktortechnologie. Hinsichtlich ihrer Temperaturbeständigkeit übertreffen keramische Werkstoffe Nickelbasislegierungen, sind jedoch für die genannten Hochtemperaturanwendungen aufgrund ihres spröden Bruchverhaltens und der vergleichsweise hohen Ausfallwahrscheinlichkeit ungeeignet. Daher existieren in vielen Bereichen praktisch keine Alternativen zu Nickelbasislegierungen.

Generell basieren Superlegierungen auf Nickel, Chrom, Kobalt und Eisen und ermöglichen einen zuverlässigen Einsatz bis 1150 °C, wobei sie ihre hohe Festigkeit bis ca. 85 % der Schmelztemperatur (etwa 1350 °C) beibehalten. Reines Nickel besitzt im Vergleich zu anderen Metallen eine relativ hohe mechanischer Festigkeit, Korrosionsbeständigkeit und Warmfestigkeit. Bis zum Schmelzpunkt bei 1453 °C bleibt die kubisch-flächenzentrierte Gitterstruktur erhalten. Durch das Hinzulegieren von Chrom und Aluminium lässt sich die Korrosionsbeständigkeit erhöhen, während weitere Legierungselemente die Steigerung der mechanischen Festigkeit ermöglichen [4, 5, 6, 7]. In Tabelle 2.1 sind die Zusammensetzungen der beiden häufig verwendeten Nickelbasislegierungen Nimonic 90 (Werkstoffnummer 2.4632) und Inconel 718 (Werkstoffnummer 2.4668) aufgeführt.

Tabelle 2.1: Zusammensetzung üblicher Nickelbasislegierungen in Gewichtsprozent (ohne Angabenzu Elementanteilen < 0,2 wt%) [8, 9]:</td>

Element	Ni	Cr	Со	Ti	Мо	AI	Mn	Si	Fe	Nb+Ta	Schmelzpunkt
Nimonic 90:	Rest (≤64)	18-21	15-21	2-3	-	1-2	max. 1	max. 1	max. 1,5	-	1370 °C
Inconel 718:	50-55	17-21	max. 1	0,7-1,2	2,8-3,3	0,2-0,8	0,4	0,4	Rest (≤23,7)	4,8-5,5	1336 °C

2.2 Spanende Bearbeitung von Nickelbasislegierungen

Die Bearbeitbarkeit eines Werkstoffs wird in erster Linie anhand der Werkzeugstandzeiten und der Oberflächenqualität der produzierten Teile beurteilt. Im Falle der Nickelbasislegierungen sind die Standzeiten grundsätzlich niedrig und die Oberflächenqualität aufgrund des starken Werkzeugverschleißes oft unzureichend [2, 3], was sowohl die Maßhaltigkeit wie auch die Oberflächenschädigung betrifft. Aufgrund der niedrigen Werkzeuglebensdauer fallen ungünstig gewählte Bearbeitungsparameter zudem viel stärker ins Gewicht als bei einfacher zerspanbaren Werkstoffen.

Die thermischen und mechanischen Eigenschaften der Nickelbasislegierungen gelten als Gründe dafür, dass diese Werkstoffe extrem schwer zu bearbeiten sind [10]. Sie besitzen eine austenitische Matrix¹ und neigen zu rascher Kaltverfestigung bei der Bearbeitung, ähnlich wie rostfreie Stähle. Zudem tendieren diese Legierungen dazu, bei den hohen Prozesstemperaturen an der Schneidkante mit den Werkzeugen zu verschweißen, wobei sich eine Aufbauschneide ausbildet, welche wiederum aufgrund ihrer stumpfen Geometrie die Leistungsaufnahme zur Materialtrennung erhöht [10]. Aufschweißungen und Adhäsion von Nickelbasislegierungen auf dem Schneidwerkzeug während der Bearbeitung führen außerdem zum Herausreißen von Material aus dem Werkzeug und verschlechtern somit die Oberflächenqualität [11]. Die Gegenwart von harten Carbidpartikeln in der Mikrostruktur der Legierungen erschwert die Bearbeitung zusätzlich, da diese zu abrasivem Werkzeugverschleiß führen. In der Kontaktzone können Temperaturen von über 1000 °C und Kontaktspannungen von über 3450 MPa auftreten, die somit extreme thermische und mechanische Belastungen für die Werkzeuge darstellen [12]. Die hohen Temperaturen an der Werkzeugspitze und die resultierenden steilen Temperaturgradienten im Werkzeug sind unter anderem auf die niedrigen Wärmeübergangskoeffizienten von Nickelbasislegierungen zurückzuführen, die folglich die entstehende Wärme schlecht ableiten. Bei den hohen Kontakttemperaturen steigt entsprechend die chemische Reaktivität zwischen Nickelbasislegierung und Werkzeugmaterialien, was zu starkem Diffusionsverschleiß führen kann [13, 14].

Ein Ansatz, um diesen Herausforderungen zu begegnen, ist die Verwendung von angepassten Schneidstoffen. Im nachfolgenden Abschnitt werden die möglichen Schneidstoffe und ihre grundlegenden Eigenschaften vorgestellt.

2.3 Werkzeugverschleiß bei der spanenden Bearbeitung

Die Materialtrennung beim Zerspanen erfolgt durch das lokale Überschreiten der Streckgrenze des Werkstücks durch den dynamischen Kontakt mit der härteren Werkzeugschneide, so dass das Werkstückmaterial definiert aufreißt und in Form eines Spans abgetragen wird, wie in Abbildung 2.1 dargestellt [15].

Selbst in einfachen Fällen ist die Belastungssituation an der Schneidkante von vielen Faktoren bestimmt, die zum Teil über die Prozessparameter eingestellt werden können (Schnittgeschwindigkeit, Vorschub, Schnitttiefe, etc.), sie kann aber auch von Werkstück- und Werkzeugmaterial und von den Eigenschaften der Bearbeitungsmaschine abhängen. Durch die mechanischen, thermischen und chemischen Belastungen während der Bearbeitung treten am Schneidwerkzeug unterschiedliche Verschleißformen auf, die in Abbildung 2.1 dargestellt sind und die zur kontinuierlichen Abnutzung des Werkzeugs führen. Bei diesen Verschleißformen handelt es sich um

- *Kolkverschleiß*, der eine Kuhle an der Spanfläche im direkten Kontakt mit dem abgleitenden Span bildet;
- *Freiflächenverschleiß*, durch Gleiten der neu erzeugten Werkstückoberfläche über die Werkzeugfreifläche;

ⁱ Austenit: kubisch-flächenzentrierte Eisen-Mischkristalle

• *Kerbverschleiß* auf Eingriffshöhe, da hier die schartige Kante des frisch abgetrennten Spans im direkten Kontakt mit dem Werkzeug steht.



Abbildung 2.1: Verschleißformen an einer Wendeschneidplatte bei der spanenden Bearbeitung. Links: räumliche Darstellung; rechts: Querschnitt beim Eingriff des Werkzeugs in ein Werkstück. Die schraffierten Bereiche veranschaulichen den auftretenden Verschleiß. (Darstellungen nach [15])

Die Bereiche der Span- und Freifläche, in denen Kolk- bzw. Freiflächenverschleiß auftreten, unterliegen hohen Scherbelastungen aufgrund des abgleitenden Spans bzw. der neu geschaffenen Werkstückoberfläche, die jeweils am Werkzeug reiben. An der Schneidkante zwischen den beiden Flächen kann es zur Bildung einer Aufbauschneide kommen, da hier die Anpresskräfte des Werkstückmaterials gegen das Werkzeug am höchsten sind. Abbildung 2.2 veranschaulicht die Druckspannungen an



Abbildung 2.2: Beispiel für die Verteilung der hydrostatischen Druckspannungen (in MPa) zwischen einem Hartmetallwerkzeug und einer Titanlegierung nach [16]. Die höchste Druckspannung an der Schneidkante liegt etwa bei 1500 MPa.

Werkzeug und Werkstück beim Eingriff eines Hartmetallwerkzeugs. Die Kontaktdruckspannungen an der Schneidkante erreichen in diesem Fall etwa 1500 MPa [16], können aber je nach Prozessbedingungen, Werkzeuggeometrie und verwendeten Materialien durchaus höher sein.

Die am häufigsten beschriebene Verschleißform bei der spanenden Bearbeitung ist der Kerbverschleiß [15]. Er tritt auf Eingriffshöhe des Werkzeugs auf, wo die neu erzeugte Kante des bearbeiteten Werkstücks eine langgezogene Verschleißmarke hinterlässt. Diese Kerbe ist meist der Ursprung für katastrophales Versagen durch Werkzeugbruch. Der Kerbverschleiß entsteht durch eine Kombination aus hoher Temperatur, hohen Drücken, hohen Schubspannungen sowie hoher Festigkeit, Kaltverfes-

tigung und abrasiven Sägezahnspänen oder Graten des Werkstückmaterials [17, 18, 19]. Das beschriebene Belastungskollektiv ist jedoch – von der Gratbildung abgesehen – auch für die meisten anderen Verschleißformen an Schneidwerkzeugen verantwortlich. Die charakteristische Form des Kerbverschleißes lässt sich somit auf den geometrischen Einfluss des Grates am Werkstück, d.h. auf die besonders hohe Kontaktbelastung zurückführen. Diese Gratbildung ist für Nickelbasislegierungen aufgrund ihrer mechanischen Eigenschaften typisch, da es zum zähen Abreißen des Spans kommt und sich an der Abrisskante scharfkantige Grate bilden. Zudem wird der Kerbverschleiß mit der kontinuierlichen Verschweißung der Spanabrisskante des Werkstücks im Kerbbereich erklärt, der beim Ablaufen zu hohen Scherspannungen in der Werkzeugrandschicht führt [17, 20, 21] und somit Material aus dem Gefüge herausbricht [22, 23].

2.3.1 Auswirkung der Umgebungsbedingungen auf die Werkzeuglebensdauer

Unter nicht-oxidierender Atmosphäre kommt es zu einer Verstärkung des Kerbverschleißes. Dieses Verhalten deutet darauf hin, dass die Bildung einer Oxidschicht auf einer neu erzeugten Verschleißfläche die Bildung von Aufschweißungen reduziert [20]. Die neu entstandenen Verschleißflächen am Werkzeug sind hochreaktiv und reagieren schnell mit den Umgebungsmedien.

Wenn an Luft bzw. in sauerstoffreicher Umgebung gearbeitet wird, führt der Sauerstoff zur Oxidation des Spans wie auch des Schneidstoffs. Dadurch wird die potentielle Bindung des Werkstückmaterials an die neue Oberfläche unterdrückt. Diese Trennung durch Oxidbildung führt dazu, dass die Bindungskräfte zwischen Werkzeug und Werkstück niedrig bleiben und somit eine geringere Wechselwirkung der Reibpartner besteht [20]. Eine Bearbeitung unter Argon- oder Stickstoffatmosphäre führt hingegen dazu, dass die neuen Oberflächen eher eine Möglichkeit haben, Verbindungen auszubilden und somit mehr Material aus dem Werkzeug herausgetrennt wird. Die Verlängerung der Werkzeugstandzeit in einer sauerstoffreichen Atmosphäre wurde für die Bearbeitung von Incoloy 901 und Inconel 718 mit SiAION sowie mit whiskerverstärktem Al₂O₃ beobachtet [18, 20].

Der Einsatz von Kühlschmierstoffen dient dazu, die Temperaturen im Kontaktbereich zu senken und die auftretenden Reibkräfte zu reduzieren [20, 24]. Somit lässt sich die Verlängerung der Werkzeuglebensdauer beispielsweise bei der Bearbeitung der Nickelbasislegierung Waspaloy mit SiAlON-Keramik unter Verwendung von Kühlschmierstoff erklären. Die Glasphase des SiAION-Werkzeugs erweicht ab 1000 °C. Der Einsatz eines Kühlschmierstoffs kann jedoch dazu führen, dass die Festigkeit dieser Phase erhalten bleibt und somit einzelne Körner nicht aus dem Gefüge herausgerissen werden. Darüber hinaus wird die Leistungssteigerung bei der Bearbeitung von Incoloy 901 und Inconel 718 mit SiC-whiskerverstärktem Aluminiumoxid auf die reduzierten Thermospannungen durch Kühlschmierstoffeinsatz zurückgeführt [20]. Trotz dieser Argrumente für die Verwendung von Kühlschmierstoff wurden auch ungünstige Auswirkungen beobachtet. So kann der Kühlschmierstoff beispielsweise im unterbrochenen Schnitt eine zu schnelle Abkühlung an der Freifläche oder Spanfläche hervorrufen, was abwechselnde Ausdehnung und Kontraktion des Materials mit sich bringt. Dieser Effekt kann auf Dauer zu Materialermüdung führen. Die Hochdruckzuführung von Kühlschmierstoff birgt außerdem das Risiko, dass durch den Mediendruck die Kontaktfläche zwischen Span und Werkzeug kleiner wird und somit die Druckspannungen direkt an der Schneidkante stark ansteigen. Bei der Bearbeitung von Incoloy 901 mit Hartmetallwerkzeugen führt dies zu einer Abnahme der Werkzeugstandzeit [25, 26]. Für Keramiken ist außerdem zu beachten, dass aufgrund der schlechteren Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zu Schnellarbeitsstahl und Hartmetall auch bei Verwendung von Kühlschmierstoffen lokal sehr hohe Temperaturen auftreten können, die die Korrosion in Mikrorissen fördern. Zudem führen sie zu einem verstärkten chemischen Verschleiß an den Kontaktflächen durch Reaktion mit dem Schmierstoff, wie [27] für Siliziumnitrid im Kontakt mit Stahl und wasserbasiertem Kühlschmierstoff beobachtet. Neben diesen technisch ungünstigen Effekten ist auch die Senkung bzw. vollständige Vermeidung des Kühlschmierstoffbedarfs von Seiten der Bearbeiter erwünscht, da somit die kostspielige Aufbereitung und Entsorgung entfallen.

2.3.2 Schneidstoffabhängige Verschleißmechanismen

Der chemische Verschleiß in Form von Diffusion und Lösung einzelner Bestandteile beeinträchtigt die Performance von Hartmetallwerkzeugen bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen stark [28]. Diese Beobachtung wird in verschiedenen anderen Arbeiten bestätigt [24, 29]. Auf die Bedeutung von Diffusionsvorgängen bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen mit Keramikwerkzeugen weisen [30] und [31] hin. Hierbei wird teilweise den Elementen Titan und Chrom eine stärkere Reaktivität zugeordnet als Nickel und Eisen. Demzufolge diffundieren diese Elemente in die Glasphase der Werkzeugmatrix und reduzieren deren Festigkeit. Werkzeugversagen aufgrund von Freiflächen- und Kolkverschleiß kann unter anderem diesem Diffusionsvorgang zugeordnet werden. Der Literatur zufolge führt Diffusionsverschleiß zu einer glatten Oberfläche der Verschleißmarken. Die Verschleißrate hängt sowohl von der chemischen Zusammensetzung von Werkstück und Werkzeug ab, als auch von den Kontakttemperaturen, die aus den Prozessbedingungen resultieren.

Abplatzungen bzw. Ausbrüche und Werkzeugbruch werden als dominante Versagensursachen für Hartmetallwerkzeuge beim Fräsen von Inconel 718 und Nimonic 75 angeführt [32], wobei Thermorissbildung bei hohen Temperaturen für den Werkzeugbruch verantwortlich gemacht wird. Abrasion als Abtrag von einzelnen Körnern oder Agglomeraten des Werkzeugmaterials durch das Werkstückmaterial führt zu einer rauen Oberfläche des Werkzeugs. Diese Verschleißart wurde auch in anderen Untersuchungen beobachtet [20, 33]. Das großflächige Herausbrechen von Partikeln bei der Bearbeitung von Nimonic 75 kann eindeutig als Abrasivverschleiß identifiziert werden [32]. Die herausgerissenen Partikel des Werkzeugsubstrats und die harten Carbideinschlüsse der Nickelbasislegierung sind hauptsächlich für den Abrasivverschleiß verantwortlich, der zusammen mit dem Diffusionsverschleiß den Freiflächen- und Kolkverschleiß beschleunigt.

Die typischen Werkzeugverschleißmechanismen bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen, gemäß [34], sind nachfolgend dargestellt:

- Unter Adhäsion wird das Kaltverschweißen von Werkzeug und Werkstückmaterial verstanden, durch das aufgrund von mechanischem Druck und den hohen Reibtemperaturen (≥ 1000 °C) eine chemische Bindung zwischen den Reibpartnern ausgebildet wird. Die Relativbewegung führt wiederum zum Aufreißen der Bindung sowie zum Versagen des darunterliegenden Werkzeug- bzw. Werkstückmaterials, welches dadurch abgetragen wird.
- Abrasivverschleiß tritt bei Keramik- und Hartmetallwerkzeugen in ähnlicher Form auf und beruht auf dem mechanischen Abtrag der Werkzeugoberfläche aufgrund der pflügenden Wirkung harter Partikel im Werkstückmaterial. Bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen existiert jedoch meist eine Ablagerung auf dem Werkzeug, so dass der Abrasivverschleiß zunächst auf dieser Schicht wirkt, wobei die harten Partikel diese Schicht auch durchdringen können.
- Signifikanter Diffusionsverschleiß wird durch die hohen Kontakttemperaturen aufgrund der Reibung zwischen Werkzeug und Werkstück hervorgerufen, so dass selbst bei geringer Kontaktlänge und hoher Relativgeschwindigkeit Diffusionsprozesse zwischen den beiden Reibpartnern stattfinden können. Allerdings ist auch hier zu berücksichtigen, dass Werkstückablagerungen auf dem Werkzeug deutlich länger verbleiben als der abgleitende Span im Kon-

takt bleibt. Es wird folglich angenommen, dass Diffusion aufgrund der längeren Verweildauer verstärkt zwischen den anhaftenden Ablagerungen des Werkstückmaterials (z.B. an der Oberfläche, in Rissen und Ausbrüchen) und dem Werkzeug auftritt als zwischen dem abgleitenden Span und dem Werkszeug.

 Aufgrund der hohen Temperaturen kann es auch zu Reaktionen des Umgebungssauerstoffs und dem Werkzeug kommen, so dass Oxidationsverschleiß vorliegt. Wie in 2.3.1 bereits erwähnt wurde, kann die Bildung von Oxiden auch eine verschleißreduzierende Wirkung haben [18, 20].

Die grundlegend unterschiedlichen Zusammensetzungen der verschiedenen Schneidstoffe und die damit einhergehenden charakteristischen Eigenschaften spiegeln sich im werkstoffabhängigen Verschleißverhalten wieder. Dabei sind die beanspruchten Bereiche bei gleicher Werkzeuggeometrie identisch, ebenso wie das einwirkende Belastungskollektiv, doch die Verschleißantwort ist von den Werkzeugmaterialien abhängig, wie in den folgenden Abschnitten gezeigt wird.

2.4 Schneidstoffe und deren charakteristisches Verschleißverhalten

Schneidwerkzeuge müssen im Einsatz hohen mechanischen und thermischen Belastungen gleichzeitig widerstehen. Die Temperaturen an der Kontaktfläche zwischen Span und Werkzeug erreichen Werte zwischen 700 °C und 1500 °C. Grundsätzlich gelten die folgenden Anforderungen an Schneidstoffe zur Bearbeitung von Nickelbasislegierungen [10, 35]:

- Chemische und mechanische Stabilität bei hohen Temperaturen
- Hohe Warmhärte des Materials muss auch im heißen Schneidenbereich erhalten bleiben
- Beständigkeit gegen abrasiven und adhäsiven Verschleiß
- Ausreichend hohe Bruchzähigkeit des Schneidstoffs, um Werkzeugbruch zu vermeiden

Häufig wird nur die Beständigkeit gegen Abrasivverschleiß zur Beurteilung von Werkstoffen herangezogen, die gemäß [36] der Kehrwert des Verschleißvolumens $\frac{1}{V}$ ist und von der Härte HV und Bruchzähigkeit KIC eines Werkstoffs abhängt:

$$\frac{1}{V} \propto K_{IC}^{3/4} \cdot H_V^{1/2}$$
 (2.1)

Dieser Ansatz liefert in erster Näherung einen Richtwert, um potenziell Schneidstoffe einzuschätzen. Bei näherer Betrachtung zeigt sich jedoch, dass die Exponenten, die empirisch ermittelt werden, stark variieren können, was die physikalische Bedeutung der Formulierung fragwürdig macht. Zudem wird die chemische Verschleißbeständigkeit allgemein seltener berücksichtigt, obwohl sie in derselben Arbeit [36] beschrieben wird. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass die chemische Beständigkeit stets für ein Tribosystem gilt, das beide Reibpartner, das Umgebungsmedium und die wirkenden Belastungen (Geschwindigkeit, Normalkraft, Kontakttemperatur) umfasst, und somit nicht als Werkstoffeigenschaft betrachtet werden kann.

Derzeit werden Nickelbasislegierungen meist noch mit Wolframcarbid-Kobalt-(WC-Co)-Hartmetallen bei Schnittgeschwindigkeiten von bis zu 0,83 m/s bearbeitet. Mit der Einführung von SiAlON-Materialien wurde es möglich, die Schnittgeschwindigkeit um den Faktor 5 zu steigern und mit neu entwickelten SiC-verstärkten Aluminiumoxidwerkzeugen konnten sogar bis zu 10-fach höhere Schnittgeschwindigkeiten erreicht werden als mit Hartmetallwerkzeugen [31, 37]. Keramikwerkzeuge eignen sich hinsichtlich der ersten drei geforderten Eigenschaften selbst bei hohen Schnittgeschwindigkeiten für die Bearbeitung von Nickelbasislegierungen (vgl. Abbildung 2.3 und Abbildung 2.4). Jedoch ist ihre Bruchzähigkeit sehr viel niedriger als die von Hartmetallen (vgl. Tabelle 2.2).



Abbildung 2.3: Härte und Bruchfestigkeit von verschiedenen Schneidstoffgruppen nach [37]





In Tabelle 2.2 sind gebräuchliche Schneidstoffe dargestellt, die sich im weitesten Sinne zu den keramischen Materialien zählen lassen. Innerhalb der Keramiken ist eine weitere Unterscheidung zwischen Oxid- und Nitridkeramiken sinnvoll, da sich die Zusammensetzungen auf bestimmte Eigenschaften der jeweiligen Keramiken sehr charakteristisch auswirken. Dies gilt grundsätzlich auch für die superharten Materialien Diamant und Bornitrid, welche im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht näher betrachtet werden. Die beschriebenen Schneidstoffe können grundsätzlich auch mit Verschleißschutzschichten versehen werden. Die sehr breite Palette erhältlicher Beschichtungen kann unter entsprechenden Bedingungen zu einer immensen Verbesserung des Verschleißverhaltens führen. Diese Thematik ist jedoch nicht Teil dieser Arbeit, weshalb an dieser Stelle auf die Referenzen [38, 39] verwiesen wird.

2.4.1 Hartmetallwerkzeuge

Hartmetallwerkzeuge sind seit etwa 70 Jahren im Einsatz und gehören somit neben den Schnellarbeitsstählen zu den älteren Schneidstoffen für die Zerspanung von Metall. Sie werden verwendet, um Nickelbasislegierungen im Geschwindigkeitsbereich von 0,17 bis 1 m/s zu bearbeiten [26]. Insbesondere Wolframcarbidwerkzeuge können mit hohen Zustellungen auch bei unterbrochenem Schnitt eingesetzt werden, da sie eine vergleichsweise hohe Bruchzähigkeit aufweisen. Aufgrund ihrer schlechten thermochemischen Stabilität sind sie jedoch nur für geringe Schnittgeschwindigkeiten geeignet. Dieser Schwäche versucht man mit Verschleißschutzschichten beizukommen [40], die Geschwindigkeit von bis zu 0,83 m/s ermöglichen, wobei das Hartmetallsubstrat bei den resultierenden Temperaturen an der Schneide nicht dauerhaft stabil ist und sich plastisch verformt [31].

					1
Schneidstoff	Wolframcarbid	Mischoxide	Whiskerverstärk- tes Alumini- umoxid	Siaion	Kubisches Borni- trid CBN
Eigenschaft					
Zusammensetzung	Hartstoffpartikel (WC, (Ta,Ti,V)C) in Bindermatrix (Co); z.B.: 94 wt% WC + 6 wt% Co	Al ₂ O ₃ + 30 wt% TiC/TiN +5-10 wt% ZrO ₂	75 wt% Al ₂ O ₃ + 25 wt% SiC	77 wt% Si ₃ N ₄ ; 13 wt% Al ₂ O ₃ ; 1 wt% Y ₂ O ₃	50-90 wt% CBN + 50-10 wt% TiN/TiC
Schnittgeschwindigkeiten	0,08-0,6 m/s; untersucht bis 3,3 m/s		3,3 bis 12,5 m/s		
Korngröße (µm)	1-2	1-2		1	1-3
Einsatztemperatur (°C)	1000		1200 °C, z.T. höher		1000
Dichte (g/cm³)	14,8	4,2-4,3	3,7	3,2	3,1
Härte (HV) bei 20 °C	1700	1900	2000	1600	3000-4500
Härte (HV) bei 1000 °C	400	800	900 ⁱⁱ	900	1800
Bruchzähigkeit (MPa·m ^{1/2})	10	2	8	6	10
E-Modul (GPa)	630	420	390	300	680
Wärmeleitfähigkeit (W/m K)	100	12-18	32	23	100
Wärmeausdehnungskoeffi- zient (10 ⁻⁶ /K)	5-6	8	8,5 ⁱⁱⁱ	3,2	5
Abrasivbeständigkeitskoeffi- zient K _{IC} ^{3/4} *Hv ^{1/2} bei 20 °C	232	73	213	153	344
Abrasivbeständigkeitskoeffi- zient K _{IC} ^{3/4} *H _V ^{1/2} bei 1000 °C	112	48	143	115	239
Vorteile	Höhere Einsatz- temperaturen als HSS; Beschich- tungssubstrat	Hohe Warmhärte, Verschleißfestigkeit und chemische Stabili- tät			Als Schichten einsetzbar
Nachteile	Kobaltbinder- phase ist ther- misch und che- misch anfällig	Sprödhartes Bruchv	Teuer, anfällig für Thermoschock		

Tabelle 2.2:	Eigenschaften	verschiedener	Schneidstoffe n	ach [17]
--------------	---------------	---------------	-----------------	----------

[41] beobachteten bei der Bearbeitung von Inconel 718 mit Hartmetallwerkzeugen eine anhaftende Schicht auf dem Werkzeug, was für die Anbindung des Werkstückmaterials aufgrund der hohen mechanischen Spannungen und chemischen Affinität zwischen Span und Werkzeug spricht. Mittels Mikrosondenanalyse konnte die Diffusion von Werkstückbestandteilen sowohl aus Stahl wie auch aus Nickelbasislegierungen in die kobalthaltige Binderphase des Werkzeugs nachgewiesen werden. Im Gegensatz dazu findet eine weitaus schwächere Reaktion zwischen den Wolframcarbidpartikeln und den Werkstückmaterialien statt, was mit der geringen Löslichkeit von Nickel und Eisen in Carbiden übereinstimmt [13]. Es wird darüber hinaus eine Reaktion der oberflächlichen Carbidpartikel im direkten Kontakt mit der Nickellegierung angenommen, was wiederum zur Zersetzung der Partikel führt, die daraufhin aus dem Hartmetallverbund herausbrechen (Abbildung 2.5). Der Verschleiß von Hartmetallwerkzeugen ist somit auf Diffusionsprozesse und mechanischen Abtrag zurückzuführen. Zudem erreichen die Werkzeuge bereits ab einer Schnittgeschwindigkeit von 0,5 m/s Temperaturen um 1200 °C, so dass die Kobaltbinderphase weich wird und die Schneidkante sich plastisch verformt [28]. Die empfohlenen Schnittgeschwindigkeiten für die Bearbeitung von Nickelbasislegierungen liegen für Hartmetallwerkzeuge zwischen 0,17 und 0,5 m/s [2]. Sie können nicht bei höheren Geschwindigkeiten eingesetzt werden, da sie den hohen Temperaturen und mechanischen Belastungen an der Schneidkante nicht standhalten [25, 26]. Neben dem Kolkverschleiß auf der Spanfläche tritt üblicherweise auch starker Freiflächenverschleiß auf. Durch den Einsatz neuer Beschichtungstechno-

[&]quot; geschätzter Wert

iii Messwert

logien und die Verwendung von Multischichtsystemen, wird versucht, die Schnittgeschwindigkeiten von Hartmetallwerkzeugen zu steigern, wobei abhängig vom Schichttyp die optimalen Schnittgeschwindigkeiten zwischen 0,5 und 1,7 m/s liegen [42, 43].



Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des Verschleißmechanismus von Hartmetallwerkzeugen bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen nach [41]: (1) Diffusion der Legierungselemente in die Kobalt-Binderphase, (2) partielle Zersetzung der Wolframcarbid-Partikel im Werkstückkontakt, (3) Herausbrechen der Hartstoffpartikel durch laterale mechanische Belastung.

2.4.2 Kubisches Bornitrid

Kubisches Bornitrid (CBN) ist eines der härtesten erhältlichen Materialien nach Diamant und kommt in der Natur nicht vor. Polykristallines CBN besteht aus 50-90 % reinem CBN und einer keramischen Binderphase (z.B. TiC oder TiN). Ein hoher CBN-Anteil verbessert die Werkzeugperformance beim Zerspanen von Superlegierungen, da die Härte mit dem CBN-Anteil fast linear ansteigt. Im Vergleich zu Keramiken besitzt CBN eine höhere Härte und Bruchzähigkeit, zeigt im Gegenzug jedoch eine geringere Stabilität gegenüber chemischem Verschleiß. Die Werkzeuge werden verwendet, um Nickelund Kobaltbasislegierungen mit einer Härte \geq 340 HV zu bearbeiten. Die Schnittgeschwindigkeiten liegen zwischen 2 bis 4 m/s [44, 45, 46, 47].

[48] stellten bei ihrer qualitativen Bewertung des CBN-Werkzeugverschleißes fest, dass bei einem Volumenanteil von 60 % keramisch gebundenem CBN hauptsächlich harte Einschlüsse (Carbide) im Werkstück für mechanischen Materialabtrag sorgen. Mit abnehmender Größe der CBN-Körner steigen die mechanische Festigkeit, die Härte und somit auch der mechanische Verschleißwiderstand des Schneidstoffs. [49] konnte in seinen Untersuchungen zeigen, dass ab Temperaturen von 740 °C auch Wechselwirkungsreaktionen zwischen CBN und Werkstücken auftreten. Bei der Trennung von Kontaktproben versagte hierbei stets das härtere Werkzeugmaterial. Es wird angenommen, dass ähnlich wie bei Hartmetallen, die Binderphase verstärkt chemisch angegriffen und geschwächt wird. Ein weiteres Problem ist hierbei, dass CBN in der Regel als Beschichtung auf Hartmetall eingesetzt wird und eine Verletzung dieser Schicht im Einsatz eine dramatische Verschlechterung des Verschleißverhaltens im Bereich der Schädigung mit sich bringt. Die Schnittgeschwindigkeiten, bei denen CBN-Werkzeuge verwendet werden, liegen zwischen 4,17 und 5 m/s. Bei diesen Schnittgeschwindigkeiten kommt es zu Ablagerungen des Werkstückmaterials auf der Span- und Freifläche, so dass wechselseitige Reaktionen zwischen Werkstück und Werkzeug ermöglicht werden. Die somit geschwächte Randschicht wird mechanisch abgetragen und legt eine neue Oberfläche frei, an der sich dieser Prozess wiederholen kann. [44] beschreiben dies als eine Abfolge von Adhäsion, Diffusion und Abrasion. [50] vermuten Adhäsion als dominanten Verschleißmechanismus, bei welchem das abgelagerte Werkstückmaterial insbesondere die CBN-Körner aus der Bindermatrix herausreißt, sofern kein ausreichender Kontakt mehr zu Binderphase besteht. Diese Schlussfolgerung beruht hauptsächlich auf den beobachteten Vertiefungen in Form von CBN-Körnern an der gereinigten Verschleißfläche. Eine sehr detaillierte mikrostrukturelle Untersuchung von [46] mittels TEM-Analyse widerlegt diese Annahme jedoch. Anstelle des Herausreißens werden deutliche Hinweise auf eine chemische Degradation der CBN-Körner gefunden, die zu konkaven Vertiefungen in der Werkzeugoberfläche führt. Dies wird mit der Reaktion zwischen Eisenoxid an der Werkstückoberfläche und Bornitridkörnern im Reibkontakt bei etwa 1000 °C erklärt. Entstehendes B₂O₃ wird abgetragen, elementares Eisen oxidiert erneut an Luft und Stickstoff wird gasförmig an die Umgebung abgegeben. Abbildung 2.6 basiert auf dem ursprünglichen Verschleißschema von [50] und wurde durch die tribochemische Beschreibung von [46] ergänzt.



Abbildung 2.6: Einfaches Verschleißschema des Adhäsivverschleißes von CBN aufgrund der Wechselwirkung mit einer metallischen Ablagerung, basierend auf [50] und modifiziert nach [46]

2.4.3 Schneidkeramiken

Technische Keramiken zeichnen sich im Vergleich zu anderen Schneidstoffen durch die höchste thermische Stabilität und durch die höchste Bandbreite an Materialvariationen aus. Ihre deutlichsten Vorteile gegenüber Werkzeugen aus Hartmetall sind ihre hohe Härte sowie die chemische und thermische Beständigkeit. Allerdings war ein erheblicher Entwicklungsaufwand notwendig, um die Eigenschaften keramischer Schneidstoffe über die letzten 25 Jahre kontinuierlich immer besser an die Anforderungen im Zerspanprozess anzupassen. Die Verbesserung der Keramiken beruht unter anderem darauf, dass die Prozesssicherheit bei der Herstellung erhöht und die Anzahl der Strukturdefekte minimiert wurden. Außerdem konnte durch Änderung der Zusammensetzung die mechanische Bruchzähigkeit und die Thermoschockbeständigkeit erhöht werden [51]. Schneidkeramiken sind grundsätzlich temperaturstabiler und besitzen höheren Widerstand gegen abrasiven und chemischen Verschleiß als HSS oder Hartmetalle. Allerdings sind die geringe Bruchzähigkeit sowie die zum Teil schlechte Thermoschockbeständigkeit Nachteile dieser Werkstoffe [52, 53].

Seit Ende der 1970er Jahre werden siliziumnitridbasierte Schneidkeramiken entwickelt und eingesetzt, die gegenüber reinem Aluminiumoxid eine deutlich höhere Bruchzähigkeit besitzen [54]. Insbesondere SiAlON-Keramiken, finden zunehmend Anwendung in der spanenden Bearbeitung von gehärteten Stählen und Graugussmaterialien, z.B. beim Schruppfräsen und Hartdrehen [55]. Sie weisen eine hohe Wärmeleitfähigkeit bei geringer Wärmeausdehnung auf, weshalb sie insgesamt gegenüber thermischen und mechanischen Wechselbelastungen robuster sind als reine Oxidkeramiken. SiAlON-Keramiken basieren auf Siliziumnitrid, in dessen Kristallstruktur Silizium und Stickstoff teilweise durch Aluminium und Sauerstoff ersetzt wurden, und sind als vielseitig einsetzbare Schneidstoffe verfügbar [33]. Die SiAlON-Keramiken setzen sich aus sphärischen α -Körnern, langgestreckten β -Körnern und einem Korngrenzphasenanteil von 2 bis 8 % zusammen. Neben diesen anpassbaren Parametern ist zudem noch die Korngröße ein entscheidender Faktor hinsichtlich der mechanischen Stabilität des Werkstoffs und somit mitentscheidend für die Verschleißeigenschaften [56, 57]. Feinkörnigeres Gefüge führt im Allgemeinen zu einer höheren Festigkeit, wobei langgestreckte Körner zu einer Erhöhung der Bruchzähigkeit führen können.

In den 1990er Jahren haben sich aluminiumoxidbasierte Kompositkeramiken (Al₂O₃-Komposite) [58] und Si₃N₄-Keramiken [59] als effiziente Schneidwerkstoffe herausgestellt. Bei Al₂O₃-Kompositen werden einerseits die Härte und chemische Beständigkeit des Grundmaterials und andererseits durch Zugabe von weiteren Stoffen die gesteigerte Bruchzähigkeit (K_{lc}) und die thermische Leitfähigkeit genutzt [60]. Aluminiumoxid enthält meist einen geringen Anteil an Zirkonoxid zur Erhöhung der Bruchzähigkeit. Aluminiumoxidbasierte Schneidkeramiken werden üblicherweise mit Titancarbid (TiC) oder Siliziumcarbid (SiC) verstärkt. Die Zugabe von Carbiden führt zu einer Steigerung der Wärmeleitfähigkeit [61] sowie zu einer Erhöhung der Bruchzähigkeit durch kurzfaserige SiC-Partikel, sogenannte Whisker.

Die Vermeidung bzw. Reduktion des Kühlschmierstoffverbrauchs ist aus ökologischer Sicht attraktiv, da keine Aufbereitung des verbrauchten Kühlschmierstoffs und keine Reinigung der entstehenden Späne notwendig sind. Wenn die Bearbeitungsqualität gleich bleibt, wird der Bearbeitungsprozess unter trockenen Bedingungen wirtschaftlicher. Bei keramischen Werkzeugen wurde festgestellt, dass ohne Kühlschmierstoffe das Werkzeug im Einsatz heiß bleibt und keine schädlichen Temperaturwechsel durch Kühlschmierstoffeinsatz auftreten [27]. Zudem können sich bei den hohen Temperaturen im Kontaktbereich sog. MAX-Phasen^{iv} bilden, die dort als Festschmierstoff wirken können [62].

Aufgrund ihrer Eigenschaften sind keramische Materialien für ungeschmierte Schneidanwendungen bei sehr hohen Schnittgeschwindigkeiten geeignet, wohingegen andere Schneidstoffe, wie z.B. kubisches Bornitrid oder Wolframcarbid unter trockenen Bedingungen schnell ihre Leistungsgrenzen erreichen [63].

2.4.3.1 Aluminiumoxidbasierte Schneidkeramiken

Aluminiumoxid besitzt eine hohe Härte und hohe Druckfestigkeit, jedoch auch eine niedrige Bruchzähigkeit und geringen Thermoschockwiderstand. Diese Oxidkeramik ist gegenüber den meisten Umgebungen inert und auch bei sehr hohen Temperaturen noch chemisch stabil gegenüber Nickel und Eisen [13, 28]Sie zeigt im Vergleich zu Wolframcarbid jedoch eine schlechtere Widerstandsfähigkeit

^{iv} MAX-Phasen sind hexagonale Schichtstrukturen mit der chemischen Zusammensetzung $M_{n-1}AX_n$ mit n = 1...3, M ein Übergangsmetall, A ein Element der III. oder IV. Hauptgruppe des Periodensystems und X entweder Kohlenstoff oder Stickstoff.

gegen thermische Schocks und mechanische Schlagbelastung, weshalb Werkzeuge aus Aluminiumoxid selbst unter Zugabe von Zirkondioxid nur bedingt für die Bearbeitung von Nickelbasislegierungen geeignet sind.

Ab den 1970er Jahren wurden aluminiumoxidbasierte Kompositwerkstoffe entwickelt, deren Eigenschaften durch Zugabe von beispielsweise Titancarbid oder Siliziumcarbid an die Anforderungen angepasst wurden [51, 64]. Kompositkeramiken, die auf Aluminiumoxid basieren und Titancarbid-Partikel enthalten, zeigen eine deutliche Leistungssteigerung beim Zerspanen von Nickelbasislegierungen [32]. Die ersten Kompositkeramiken konnten bei Schnittgeschwindigkeiten von 2 bis 4 m/s eingesetzt werden, was damals einer Steigerung um etwa den Faktor 10 im Vergleich zu Hartmetallwerkzeugen entsprach. Allerdings unterlagen die Schneidkeramiken einem starken Kerbverschleiß auf Eingriffshöhe [65]. Von [66] wurde beobachtet, dass der Kerbverschleiß ebenso wie die Adhäsionsneigung zwischen Werkzeug und Werkstück beim Drehen von Inconel 718 mit Al₂O₃/TiC mit steigender Schnittgeschwindigkeit (von 1,17 auf 8,33 m/s) abnehmen. Al₂O₃/TiC zeigt zudem eine hohe Beständigkeit gegen chemischen Verschleiß, wie [67] berichten. Die chemische Beständigkeit und die Abstufung derselben für unterschiedliche Schneidstoffe kann teilweise mit der Standardbildungsenthalpie der keramischen Verbindungen erklärt werden [30]. Unter diesen besitzen Oxidkeramiken die höchste Standardbildungsenthalpie und liegen somit hinsichtlich ihrer chemischen Stabilität vor den SiAlONen, gefolgt von Siliziumnitrid und schließlich Siliziumcarbid (Abbildung 2.11).

Al₂O₃/SiC_w-Kompositkeramiken beinhalten bis zu 25 vol% Siliziumcarbid-Whisker (SiC_w) zur mechanischen Verstärkung, anstelle eines Zusatzes von Zirkondioxid. Die Whisker haben typischerweise einen Durchmesser von ca. 0,6 µm und eine Länge zwischen 10 und 80 µm [68]. Das resultierende Kompositmaterial hat eine Bruchzähigkeit von 8 MPa·m⁴, die mittleren Werten von 2 MPa·m⁴ für Mischoxide und 6 MPa·m⁴ für SiAlON gegenübersteht (Tabelle 2.2). Die whiskerverstärkten Kompositkeramiken haben einen niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und ein hohe Temperaturbeständigkeit. SiC besitzt in Form der einkristallinen Whisker eine sehr hohe Zugfestigkeit, ist jedoch chemisch weniger stabil als Aluminiumoxid, wie sich anhand der geringeren freien Bildungsenthalpie ableiten lässt [69]. Daher weist die Kompositkeramik eine erhöhte mechanische Festigkeit auf, jedoch eine geringere chemische Beständigkeit. Die Bruchzähigkeit wird durch die Rissablenkung und Pull-out-Mechanismen stark erhöht [68]. Die hohe thermische Leitfähigkeit der Whisker (bis zu 100 W/m·K [70, 71]) steigert die Thermoschockbeständigkeit zusätzlich. Übliche Prozessparameter bei der Bearbeitung mit Al₂O₃/SiC_w liegen bei Schnittgeschwindigkeiten von 3,3 bis 12,5 m/s bei Vorschüben von 0,125 bis 0,375 mm/U und Schnitttiefen bis 2,55 mm [17, 20].

2.4.3.2 Siliziumnitridbasierte Schneidkeramiken (SiAlONe)

Heutzutage sind Si₃N₄-basierte Schneidkeramiken, die für die Bearbeitung von Nickelbasislegierungen (und weiteren Superlegierungen) eingesetzt werden, in der Regel SiAlON-Keramiken. Sie besitzen im Vergleich zu Oxidkeramiken eine gute thermische Leitfähigkeit, einen niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und eine relativ hohe Bruchzähigkeit [31]. Diese Eigenschaften sorgen dafür, dass SiAlON-Werkstoffe eine hohe Thermoschockbeständigkeit aufweisen. Durch die Modifikationen der Schneidkeramiken wurden die relevanten Eigenschaften von SiC-whiskerverstärktem Aluminiumoxid und gebräuchlichen SiAlON-Keramiken einander angenähert, wie Tabelle 2.2 zeigt [17].

Das Ausgangsmaterial der SiAlONe, reines Siliziumnitrid, liegt in unterschiedlichen Variationen vor, da es sich aus unterschiedlichen Anteilen der zwei kristallinen Phasen (α - und β -Phase) und der Glasphase zusammensetzt. α - und β -Phase sind reines Si₃N₄ und unterscheiden sich in ihrer Morphologie.

Die Glasphase enthält meist Aluminiumoxid in amorpher Form und kann noch weitere Elemente enthalten. Die Anteile der drei Phasen und der Herstellungsprozess können variiert werden. Siliziumnitrid ist eine der bruchzähesten Keramiken [51, 72].

Anfang 70er Jahre wurde entdeckt, dass Siliziumnitrid und Aluminiumoxid Silizium-Aluminium-Oxinitrid-Mischkristalle in unterschiedlicher Stöchiometrie bilden können, die je nach Stapelfolge als α - oder β -Phase auftreten können [73, 74]. Diese Verbindungen werden entsprechend ihrer Hauptbestandteile Silizium, Aluminium, Sauerstoff und Stickstoff als SiAlON-Keramiken bezeichnet. Der strukturelle Unterschied der beiden Phasen beruht auf der Anordnung der (Si,Al)(N,O)₄-Tetraeder. Während die β -Phase eine ABAB-Abfolge der Gitterebenen aufweist, besitzt die α -Phase eine ABCDABCD-Folge, bei der die CD-Ebenen zu den AB-Ebenen jeweils um 180° gedreht sind [75]. Auf den geschlossenen Zwischengitterplätzen der α -Phase können beim Sintern Seltenerden-Kationen wie Yttrium, Ytterbium oder Neodym eingebaut werden, so dass diese Phase stabilisiert wird und auch bei Raumtemperatur erhalten bleibt [76]. Der Bindungscharakter der SiAlON-Keramiken ist überwiegend kovalent, allerdings führt der Elektronegativitätsunterschied zwischen Aluminium und Sauerstoff tendenziell zu ionischen Verbindungen [77, 78]. Der hohe kovalente Bindungsanteil ist für die herausragenden mechanischen Eigenschaften der SiAlONe verantwortlich [79].

Die Bruchzähigkeit der SiAlON-Keramiken liegt meist im Mittel bei 6 MPa·m²⁴ und liegt damit über den Werten von SiC, Al₂O₃ und Al₂O₃/TiC, jedoch unterhalb von reinem Si₃N₄. SiAlONe sind in der Regel härter als reines Si₃N₄ oder teilstabilisiertes Zirkondioxid. Die Härte der Kristallite liegt zwischen 1600 HV₁₀ (β-SiAlON) und 2000 HV₁₀ (α-SiAlON) [75]. Die Korngrenzphase besitzt hingegen eine geringere Härte (900 bis 1000 HV₁₀) und führt somit zur Abnahme der Gesamthärte des Materials.

Generell zeichnen sich SiAlON-Werkstoffe durch eine hohe chemische Stabilität, gute Wärmeleitfähigkeit und Thermoschockbeständigkeit aus. Sie besitzen einen niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten, der mit $\lambda_{SiAION} \approx 3,2 \cdot 10^{-6}$ /K etwa halb so groß wie bei Hartmetallen ist. Aufgrund dieser Eigenschaftskombination sind SiAlON-Keramiken als Schneidstoffe für die Metallzerspanung hervorragend geeignet. Sie werden überwiegend für die grobe Bearbeitung von Nickelbasislegierungen, gehärteten Stählen und Gusseisenwerkstoffen eingesetzt [80, 81, 82]. [83] stellten für SiAlON-Keramiken fest, dass bei der Bearbeitung von Inconel 718 bei einer Schnittgeschwindigkeit von 4 m/s eine Änderung der dominierenden Verschleißart von Kerb- zu Freiflächenverschleiß auftritt. Bei diesen Schneidstoffen wurde von [66] der Verschleiß auf thermisch induzierte Diffusion von Silizium aus der Keramik in das Werkstückmaterial zurückgeführt. Diese Schlussfolgerung beruht auf dem Nachweis von Siliziumrückständen im Span, die allerdings auch andere Ursachen haben können.

2.4.4 Verschleißmechanismen von keramischen Schneidwerkzeugen

2.4.4.1 SiAlON-Keramiken

Nachdem [28] feststellte, dass die schlechte chemische Stabilität von Hartmetallwerkzeugen bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen primär für die den Verschleiß durch Kolkbildung verantwortlich ist, wurde bereits 1980 Keramiken im Allgemeinen und Oxidkeramiken im Speziellen ein großes Potenzial als Schneidstoffe eingeräumt. Daraufhin wurden Siliziumkarbid (SiC) und Siliziumnitrid (Si₃N₄) in einer späteren Veröffentlichung von [13] untersucht. [59] bestimmten die theoretischen Löslichkeiten unterschiedlich zusammengesetzter SiAION-Keramiken und verglichen diese den experimentellen Verschleißraten am Werkzeug. Somit konnten erstmals die Lösungsverschleißraten von Schneidstoffen aufgrund der thermodynamischen Eigenschaften vorhergesagt werden. [59] gehen

davon aus, dass bei der Bearbeitung von Stahl chemischer Verschleiß in Form von Zersetzung, Diffusion und Oxidation sowohl für den Kolk- wie auch für den Freiflächenverschleiß verantwortlich ist. Demnach soll die Dicke einer Reaktionsschicht zwischen einer Wechselwirkungspaarung aus metallischem Werkstückmaterial und keramischem Schneidstoff als Indikator für die chemische Verschleißbeständigkeit herangezogen werden. Den Untersuchungen von [84] zufolge ist nach anfänglicher Dissoziation der SiAION-Keramik die Lösungsrate von Stickstoff im Metall der geschwindigkeitsbestimmende Faktor. Dies wird damit begründet, dass die Dicke der Wechselwirkungszone zwischen unterschiedlichen Legierungen und einer SiAION-Keramik mit der Stickstofflöslichkeit in den Legierungen korreliert. In [59] wurden Freiflächen- und Kolkverschleiß von unterschiedlichen SiAION-Keramiken (mit einer mittleren Vickershärte von $HV_5 = 15,0\pm1,2$ GPa und einer Bruchzähigkeit von $K_{lc} = 2,0\pm0,7$ MPa·m²) mit der chemischen Reaktivität von statischen Wechselwirkungspaaren korreliert. Allerdings wurden dabei die Bearbeitungsparameter und Kontakttemperaturen nicht berücksichtigt. An den Verschleißmarken wurden die Legierungselemente Chrom, Mangan und Silizium sowie geringe Mengen Aluminium und Yttrium nachgewiesen - an der Freifläche zusätzlich noch Sauerstoff. Nach [31] beruht der Verschleiß von SiAlON Reaktionen von Ni, Fe, Cr und Nb mit der Korngrenzphase. An der Grenzfläche bilden sich eine Nitridschicht durch Reaktion von SiAION mit Titan und Niob, sowie eine weitere aluminiumoxidbasierte Schicht, die sowohl direkt aus Bestandteilen der SiAION-Keramik als auch von Aluminium aus dem Werkstückmaterial und Sauerstoff gebildet werden kann. Des Weiteren wurde von [59] nachgewiesen, dass der tribochemische Verschleiß insbesondere an der Freifläche dominiert und mechanischer Verschleiß zweitrangig ist, da die erwartete Korrelation zwischen Verschleiß V und den mechanischen Eigenschaften mit $V \propto (K_{lc}^{-3/4} \cdot H_V^{-1/2})$ nach [36] nicht auftritt (Abbildung 2.7). Im Gegensatz dazu ist allerdings eine Korrelation zwischen der Löslichkeit der Keramikbestandteile in Eisen und dem gemessenen Freiflächenverschleiß nachweisbar, wie in Abbildung 2.8 zu erkennen ist. Die Löslichkeit wurde dabei über die Dissoziationsenthalpie der Keramikbestandteile und deren freie molare Energie in Eisen berechnet, wie von [59] im Detail beschrieben wurde. Die Daten basieren auf eben dieser Veröffentlichung, wurden im Original jedoch nicht wie hier dargestellt. Aus Abbildung 2.7 lässt sich ein logarithmischer Zusammenhang der chemischen Beständigkeit und des Verschleißverhaltens von SiAION-Keramiken ableiten.

Ein direkter Zusammenhang zwischen dem Verschleißvolumen in tribologischen Versuchen und der Ausdehnung der Reaktionszone in statischen Wechselwirkungsversuchen konnte nicht gezeigt werden. Es lässt sich allerdings vermuten, dass mit zunehmender Löslichkeit die messbare Dicke der Reaktionsschicht abnimmt und dass eine vollständige Lösungsreaktion keine sichtbaren Reaktionsprodukte hinterlässt. Zudem muss bei der Betrachtung des Verschleißverhaltens auch der Abtragmechanismus der gelösten bzw. neu gebildeten Phasen berücksichtigt werden. Es ist anzunehmen, dass die mechanischen Eigenschaften der tribochemischen Phase unter Kontaktbedingungen (Temperatur, Druck- und Scherspannung) aussagekräftiger für das Verschleißverhalten sind, als die des Grundmaterials. Die reale Kontakttemperatur und der Einfluss der Spanbildung auf den Wärmetransport wurden hierbei nicht berücksichtigt, ebenso wenig wie die thermischen Eigenschaften der Keramiken, obwohl der chemische Verschleiß thermisch aktiviert ist. Es wird allerdings angemerkt, dass die gesamte Zusammensetzung des Werkstückmaterials berücksichtigt werden müsste [59].





Abbildung 2.7: Verschleißmarkenbreite gegen mechanische Verschleißbeständigkeit auf Basis von Bruchzähigkeit und Härte für verschiedene SiAlONe; nach [59]

Abbildung 2.8: Verschleißmarkenbreite gegen die molare Löslichkeit unterschiedlicher SiAlONe in Eisen, basierend auf Daten aus [59]

[85] untersuchten das Verschleißverhalten von reinem Si₃N₄ gegen Edelstahl in einem Stift-Scheibe-Versuch. Dabei stellte sich heraus, dass mit steigender Normalkraft nur der Verschleiß des Keramikstifts deutlich zunimmt, während sowohl der Reibkoeffizient wie auch der Verschleiß mit der Gleitgeschwindigkeit stark ansteigen. Allerdings wurde die Geschwindigkeit in einem relativ schmalen Band von 0,8 bis 3,2 m/s variiert. Die Untersuchung der Proben führte zur Schlussfolgerung, dass die Siliziumnitridkeramik zu Siliziumoxid oxidiert wird, eine flüssige Phase bildet und hauptsächlich das Silizium aus der Keramik in den Stahl diffundiert. Darüber hinaus wird der mechanische Verschleiß aufgrund von Adhäsion und Kornausbrüchen stark betont und auch auf den möglichen Einfluss der Temperatur hingewiesen. Eine weitere Untersuchung von [27] zeigte, dass eine Wasserschmierung zur Verstärkung des Keramikverschleißes führt, wobei auch unter diesen Bedingungen die Gleitgeschwindigkeit den deutlich stärkeren Einfluss auf das Verschleißverhalten hat als die Normalkraft. Auch hier wird ein starker mechanischer Verschleißbeitrag angenommen, der damit erklärt wird, dass durch Scherung des Stahlauftrags auf der Keramik Körner aus dem Gefüge gerissen werden. Der höhere Verschleiß durch den Einsatz von Wasser wird auf Spannungsrisskorrosion zurückgeführt. Von [27] wurde die in Tabelle 2.3 tribochemische Umsetzung durch Oxidation oder Reaktion mit Wasser vorgeschlagen. Folglich setzt sich die tribochemisch veränderte Oberfläche aus SiO₂ und FeSiO₃ oder Fe₂SiO₄ zusammen. Diese Produkte reduzieren den Reibkoeffizient und unterdrücken somit die Adhäsion der Kontaktflächen.

Tabelle 2.3: Mögliche tribochemische Reaktionen von Si₃N₄ im Kontakt mit Wasser und Eisen [27].

 $Si_{3}N_{4} + 6H_{2}O \rightarrow 3SiO_{2} + 4NH_{3}$ $SiO_{2} + 2H_{2}O \rightarrow Si(OH)_{4}$ $Si(OH)_{4} + FeO \rightarrow FeSiO_{3} + 2H_{2}O$

Si₃N₄ + 6H₂O + 3FeO → 4NH₃ + 3FeSiO₃ ebenfalls möglich: Si₃N₄ + 6H₂O + 6FeO → 4NH₃ + 3Fe₂SiO₄
Die Rolle der möglichen Reaktionsprodukte beim Werkzeugverschleiß wurde auch von [86] diskutiert. Hierbei wurde zunächst gezeigt, dass der Verschleißkoeffizient von Siliziumwerkstoffen in Eigenpaarung bei Raumtemperatur mit steigender Geschwindigkeit ansteigt und ab einer Temperatur von 400 °C bei steigender Geschwindigkeit wieder abnimmt. [86] geben auch theoretische Werte zu den Blitztemperaturen zwischen Siliziumnitridkeramiken im Geschwindigkeitsbereich von 0,03 bis 3 m/s an^v, die je nach Berechnungsmethoden zwischen 1320 und 3260 °C liegen. In diesem Temperaturbereich tritt vor allem die Oxidation von Si₃N₄ sowie die Erweichung der Glasphase auf, womit beide Mechanismen zu einer verschleißreduzierenden Wirkung führen können. Die so gebildete tribochemische Phase sollte idealerweise auch plastisch deformierbar sein, um mechanische Spannungen im Grundmaterial zu vermeiden [86]. Eine derartige tribochemische Phase konnte im BMBF-Projekt "TechVolk" an Wendeschneidplatten aus SiAlON-Keramik nach der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen beobachtet werden [1]. Abbildung 2.9 zeigt die Verschleißmarke an einer aufgetrennten Wendeschneidplatte. Auf der Freifläche sind deutlich die metallischen Ablagerungen zu erkennen. Ein Querschliff durch die Schneidkante und die tribochemische Phase (Abbildung 2.10) zeigt, dass sich die tribochemische Schicht zwischen der metallischen Ablagerung (hell) und dem Keramikgefüge bildet.





Abbildung 2.9: Ausschnitt einer benutzten Wendeschneidplatte aus SiAION nach der Bearbeitung einer Nickelbasislegierung

Abbildung 2.10: Präparierter und vergrößerter Ausschnitt der Markierung in Abbildung 2.9 mit Ablagerung (hell), Triboschicht (grau, homogen) und Keramikgrundmaterial (kristallines Gefüge)

Die Untersuchung unterschiedlicher Keramiken im statischen Kontakt mit einer Nickelbasislegierung durch [30] zeigt, dass sich zwischen SiAlON-Keramiken und Legierung eine ausgedehnte Flüssigphase an der Grenzfläche bildet, die im Kontakt mit reinem Siliziumnitrid nicht beobachtet wird. Die Reaktion zwischen SiAlON und Superlegierung tritt dabei ab einer Temperatur von 1200 °C auf. Silizium reagiert demnach mit Nickel zu amorphem Nickelsilizid. Des Weiteren wurde die Diffusion von Elementen der Legierung zur Reaktionsgrenzfläche beschrieben, was beispielsweise zur Bildung von Chromsilizid führt. Auch das komplexe Carbid $Cr_{5-x}Si_{2-y}C_{x+y}$ konnte in der Reaktionsschicht identifiziert werden.

^v Die Oberflächentemperatur im Gleitkontakt ist abhängig von der eingebrachten Reibleistung $P_{\rm R} = F_{\rm R} \cdot v = F_{\rm N} \cdot \mu \cdot v$.



.Zudem wird erwähnt, dass Chromnitride sich aufgrund ihrer niedrigeren freien Bildungsenthalpie nicht bilden, wenn eher TiN und AlN gebildet werden können (Abbildung 2.11). Ist diese Schicht im Bearbeitungsprozess stabil, so kann sie eine Schutzfunktion für das darunterliegende Grundmaterial übernehmen. In der vorliegenden Arbeit werden der Bildungsmechanismus und die Zusammensetzung derartiger Schichten eingehend untersucht.

Abbildung 2.11: Freie Bildungsenthalpie für einige keramische Werkstoffe – SiC nach [87], die restlichen nach [30]

2.4.4.2 Kompositkeramiken

Reine Oxidkeramikwerkzeuge (Al₂O₃+ZrO₂) sind trotz ihrer chemischen Stabilität bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen nicht sehr verschleißbeständig, da sie ein schlechtes Thermoschockverhalten und eine niedrige Bruchzähigkeit besitzen. Abhilfe konnte durch die Zugabe von Titancarbid oder Siliziumcarbid zu einer Aluminiumoxidmatrix erreicht werden [88]. Insbesondere Aluminiumoxid mit SiC-Whiskerverstärkung (Al₂O₃/SiC_w), welches [68] zufolge speziell für die Bearbeitung von Nickelbasislegierungen entwickelt wurde, erzielte in Versuchen von [17] auch bei der Bearbeitung von gehärteten Stählen und Gußeisenwerkstoffen gute Ergebnisse. Mit diesem Kompositmaterial konnten Schnittgeschwindigkeiten bis 12,5 m/s erreicht werden, was eine deutliche Leistungssteigerung gegenüber Hartmetall- und Mischoxidwerkzeugen darstellt [17, 20].

Während zwischen Siliziumnitrid bzw. SiAlONen eine hohe Affinität zu Eisen besteht, sind Oxidkeramiken gegen chemischen Verschleiß weitgehend resistent, unabhängig von der Zusammensetzung des Werkstückmaterials [14]. In Gegenwart von Luftsauerstoff wurde an den Verschleißflächen die Bildung von Spinellen^{vi} auf Basis der Oxidkeramiken beobachtet [14].

[66] beobachteten bei der Bearbeitung von Inconel 718, dass Al₂O₃/SiC- und Si₃N₄-Werkzeuge unter starkem Freiflächenverschleiß bei Schnittgeschwindigkeiten von 8,3 m/s leiden, wobei lediglich verstärkter Diffusionsverschleiß aufgrund des heißen Werkstückmaterials als Erklärung angeführt wurde. An Al₂O₃/SiC_w-Kompositkeramik nimmt der Freiflächenverschleiß mit der Schnittgeschwindigkeit zu, wobei hier vor allem die SiC-Whisker angegriffen werden [31]. Bei der niedrigsten Schnittgeschwindigkeit in diesen Untersuchungen (2,5 m/s) wurde der Verschleiß auf Ausbrüche zurückgeführt. Die SiC-Whisker in der Aluminiumoxidmatrix werden bei hohen Temperaturen aufgelöst und durch Nickel, Eisen und Chrom ersetzt. Der Kohlenstoff bildet mit Titan, Chrom und Niob eine Carbidschicht an der Werkzeugoberfläche, die eine weitere Auflösung durch Diffusion verhindert. Durch die Degradation der Whisker wird das Matrixmaterial strukturell so geschwächt, dass Aluminiumoxidpartikel unter mechanischer Beanspruchung ausbrechen können. Zudem unterscheiden sich die thermi-

^{vi} Spinelle sind eine Mineralgruppe, die auf der Kristallstruktur von Magnesiumaluminat MgAl₂O₄ basieren.

schen Ausdehnungskoeffizienten der Keramik und des infiltrierenden Legierungsmaterials deutlich, so dass es beim Abkühlen zu spannungsbedingter Schädigung kommen kann [31].

Bei den Untersuchungen von [30] an verschiedenen Keramiken im statischen Kontakt mit einer Nickelbasislegierung wurde gezeigt, dass zwischen Al_2O_3/SiC und der Legierung eine weitaus größere Reaktionszone auftritt (600 µm tief) als im Kontakt mit SiAlON (ca. 20 µm), die sich allerdings auf die Reaktion mit SiC-Whiskern im Matrixmaterial bezieht. SiC ist ab 1100 °C im Kontakt mit Ni-Cr-Legierungen instabil. In den Whiskerkanälen sind vorrangig Nickel, Chrom und Silizium zu finden. An der Grenzfläche zeigt sich zudem eine Erhöhung der Chrom- und Molybdänanteile, die wahrscheinlich Carbide bilden, da Silizium kaum registriert wird. Der Kohlenstoff aus den SiC-Whiskern diffundiert mit hoher Wahrscheinlichkeit schnell in das Metall und bildet stellenweise Carbide^{vii}. Ni-Si-Phasen bilden sich zwischen 1100 und 1130 °C. Auch für die Kompositkeramik wird die Bildung eines komplexen Carbids der Zusammensetzung Cr_{5-x}Si_{2-y}C_{x+y} angenommen [89, 90].

Bei der Bearbeitung von Eisenwerkstoffen gelten aluminiumoxid-basierte Schneidwerkzeuge grundsätzlich als chemisch inert aufgrund der vernachlässigbaren Löslichkeit von Aluminiumoxid in Eisen bei hohen Temperaturen (2,0·10⁻⁷ wt% in flüssigem Eisen bei 1600 °C) [91]. Jedoch wurden trotzdem chemische Reaktionen zwischen Aluminiumoxid und verschiedenen anderen Oxiden beobachtet, wobei die Reaktionsraten sehr viel niedriger sind als für siliziumnitridbasierte Keramiken. Auch der Kolkverschleiß fällt entsprechend geringer aus, was ein deutlicher Hinweis darauf ist, dass dem chemischen Verschleiß mehr Beachtung geschenkt werden muss. Bei näherer Untersuchung von [91] konnten unterschiedliche Spinell-Typen als tribochemische Reaktionsprodukte im Kolk nachgewiesen werden. Die Reaktionen zwischen Aluminiumoxid und anderen Metalloxiden führen zur Bildung von Spinellen und evtl. weiteren Produkten in oberflächlichen Rissen und durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten zum Abblättern der oberflächennahen Randschicht. Im Kontakt mit Eisenlegierungen können die typischerweise zur Verstärkung verwendeten Bestandteile der Aluminiumoxidkomposite wie Titannitrid oder Siliziumcarbid, vorrangig tribochemischem Verschleiß unterliegen, da beispielsweise Titan und Eisen Eutektika bilden während SiC eine sehr hohe Affinität zu Zersetzung und Diffusion im Kontakt mit Eisen besitzt. Zudem wird eine mechanische Extraktion der SiC-Whisker angenommen, womit das Gefüge geschwächt wird und sich die Wahrscheinlichkeit von Ausbrüchen erhöht. Allerdings sind die Annahmen zu diesem Pull-out-Mechanismus nicht gesichert.

^{vii} Diese Annahme wird durch die Beobachtungen in dieser Arbeit bestätigt.



Abbildung 2.12: Oberfläche eines Fräsers aus Al₂O₃/SiC_w mit deutlichen Verschleißspuren und aufgeschweißten Spänen

Abbildung 2.13: Querschliff durch die Freifläche eines gelaufenen Fräsers aus Al_2O_3/SiC_w . Die metallische Ablagerung (hell) dringt bis in die Bereiche der SiC-Whisker ein und führt somit zur Verzahnung mit der Al_2O_3 -Matrix (dunkel).

Im Falle der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen wurde im BMBF-Projekt "TechVolk – Technologie zur Herstellung vollkeramischer Schaftfräser" [1] in Einsatzversuchen beobachtet, dass es auf den Freiflächen von Al₂O₃/SiC_w-Werkzeugen zu Ablagerungen und Aufschweißungen des Werkstückmaterials kommt. Dies wird in Abbildung 2.12 deutlich, in welcher vollständig anhaftende Späne am Fräser zu erkennen sind. Ein Querschliff dieses verschlissenen Werkzeugs in Abbildung 2.13 zeigt, dass die Nickelbasislegierung in die Bereiche der SiC-Whisker eindringt und somit zu einer mechanischen Verzahnung der Ablagerungen führt. Darüber hinaus sind Risse in der Keramik zu erkennen, die auf ein bevorstehendes Herausbrechen der oberflächennahen Randschicht hindeuten. Die Untersuchung dieser Verschleißphänomene ist ein essentieller Bestandteil dieser Arbeit.

Aus den Untersuchungen von [92] lässt sich ableiten, dass die Löslichkeits-Verschleiß-Korrelation nicht schneidstoffübergreifend zutrifft. In Abbildung 2.14 und Abbildung 2.15 wurden die Verschleißdaten aus Untersuchungen von [92] für zwei unterschiedliche SiAlONe und eine Oxidkeramik gegen die mechanische Verschleißbeständigkeit bzw. gegen die chemische Löslichkeit der Keramikbestandteile in Eisen aufgetragen. Hier lässt sich keine Korrelation erkennen. Die Löslichkeiten und Ergebnisse der Verschleißversuche reichen hier nicht aus, um den Verschleiß vorherzusagen. Vielmehr ist eine werkstoffspezifische Beurteilung der Verschleißmechanismen notwendig.



Abbildung 2.14: Freiflächenverschleiß vs. Abrasionsbeständigkeit von Kompositkeramiken mit unterschiedlicher Basis (ZrO₂, SiAION X (nur X-Phase) und SiAION M (mehrphasig)). Nach [92]



Abbildung 2.15: Freiflächenverschleiß vs. Löslichkeit von Kompositkeramiken mit unterschiedlicher Basis (ZrO₂, SiAION X und SiA-ION M). Nach [92]

2.5 Schlussfolgerung

Die Zielsetzung der vorliegenden Arbeit ist es, neben einer jeweils detaillierte Beschreibung der Verschleißmechanismen von SiAlON- und Al_2O_3 /SiC-Schneidkeramiken im Gleitkontakt mit Nickelbasislegierungen, die Beobachtungen unter tribochemischen und kontaktmechanischen Gesichtspunkten zusammenzuführen, und damit das jeweilige Verschleißverhalten der Keramiken zu erklären.

Wie die Übersicht des Wissensstands in vorigen Abschnitt zeigt, sind trotz vieler richtungsweisender Arbeiten die Verschleißmechanismen von keramischen Schneidstoffen bei Weitem nicht vollständig verstanden. Bisher wurden stichprobenartig Analysen der tribochemischen Produkte durchgeführt und chemische Affinitäten zwischen den Schneidstoffen und Werkstückmaterialien beschrieben. Diese Reaktionen konnten bestimmten Temperaturbereichen zugeordnet werden und mögliche Verschleißmechanismen wurden am Rande angesprochen. Zusätzlich wurden zum Teil bei Zerspanversuchen die Geschwindigkeitsabhängigkeiten des Werkzeugverschleißes aufgezeigt. Eine Zusammenfassung dieser bisherigen Erkenntnisse ist in Tabelle 2.4 dargestellt. Die hier beschriebenen Erkenntnisse führen zu der Hypothese, dass der Verschleiß bei der Bearbeitung von Nickelbasislegierungen für die beiden Keramiken von der Bildung tribochemischer Produkte bestimmt wird. Es ist weiterhin anzunehmen, dass der Einfluss der tribochemischen Reaktionen durch zunehmende Geschwindigkeit ebenfalls zunimmt. Eine ungeklärte Frage ist hierbei, ob die Bildung tribochemischer Reaktionsprodukte den Verschleiß verstärkt oder reduziert und in welcher Form sich die Verschleißmechanismen manifestieren.

Die Arbeiten, die in diesem Kapitel zitiert wurden, ermöglichen es auch in ihrer Gesamtheit noch nicht, das Verschleißverhalten im Detail zu formulieren. Bisher existiert keine Beschreibung des Verschleißverhaltens in Bezug auf die tribologischen Belastungen, d.h. in Abhängigkeit von Reibleistungsregimen und die Aktivierung von unterschiedlichen Verschleißmechanismen. Ebenso fehlt im bisherigen Wissenstand eine Erklärung der Verschleißmechanismen, die belastungsabhängig unterschiedlich ausgeprägt sind.

Die Untersuchungen, die in der vorliegenden Arbeit gemacht wurden, sollen dazu dienen, diese Lücken zu füllen. Dies bedeutet, dass der quantitative Verschleiß hinsichtlich der Gleitgeschwindigkeit beschrieben wird und die Verschleißmechanismen für die jeweiligen Geschwindigkeits- bzw. Reibleistungsbereiche betrachtet werden. Auf dieser Basis erfolgt eine Beschreibung des Verschleißverhaltens anhand der schematischen Darstellung der Mechanismen bei bestimmten Reibleistungen. Diese Ergebnisse werden durch den Vergleich der beiden untersuchten Schneidstoffe SiAION und Al₂O₃/SiC_w ergänzt, da zu erwarten ist, dass das Verschleißverhalten charakteristisch für die jeweilige Keramiksorte ist.

SiAlON und Si ₃ N ₄	Komposit: Al ₂ O ₃ /SiC
 Bildung einer glasartigen tribochemischen Phase Mechanischer Verschleiß < tribochemischer Verschleiß hohe chemische Affinität zu Eisen und Chrom → erhöhter tribochemischer Verschleiß Auflösung der Glasphase durch Kontakt mit Eisen → Zerfall des Korngefüges Silizium aus SiAION reagiert mit Nickel aus den Nickelbasislegierungen ab einer Temperatur von 1200 °C zu Nickelsilizid weitere mögliche Reaktionsprodukte: Chromsilizid, komplexe Carbide Cr_{5-x}Si_{2-y}C_{x+y}, Nitride mit Titan und Niob sowie aluminiumoxidbasierte Verbindungen 	 Zunehmender Verschleiß mit steigender Schnittgeschwindigkeit Reaktion der SiC-Whisker mit Ni-Cr- Legierungen ab 1100 °C Bildung von Ni-Si-Phasen zwischen 1100 und 1130 °C Bildung einer Carbidschicht durch Koh- lenstoff aus den Whiskern und Titan, Chrom, Molybdän und Niob aus dem Werkstückmaterial, die eine weitere Auflösung behindert Reaktion der Whisker reduziert die Fes- tigkeit des Kompositmaterials → Alumi- niumoxidpartikel können unter mecha- nischer Beanspruchung aus der Matrix herausbrechen Oxidkeramiken sind gegen chemischen Verschleiß weitgehend resistent, unab- hängig von der Zusammensetzung des Werkstückmaterials Spinellbildung durch Reaktion von Alu- miniumoxid mit Metalloxiden der Werk- stückoberfläche → möglicherweise Bil- dung von verschleißredzierenden Tri- boschichten

Tabelle 2.4: Charakteristische Verschleißmerkmale für SiAlON- und Kompositkeramiken für die spanende Bearbeitung

3 Experimentelles

Wie aus Kapitel 2 hervorgeht, konnte aufgrund der Korrelation von theoretischer Löslichkeit und experimentell bestimmter Verschleißmarkenbreite nachgewiesen werden, dass für SiAlON-Keramiken der Werkzeugverschleiß von tribochemischen Mechanismen dominiert wird. Im Gegensatz dazu zeigten oxidbasierte Mischkeramiken keine derartige Korrelation, was die Vermutung nahelegt, dass für diese Schneidstoffe der tribochemische Verschleiß eine untergeordnete Rolle spielt und ein anderer Mechanismus dominant ist. Darüber hinaus fehlen bisher belastbare Daten für hohe Geschwindigkeiten, wie sie üblicherweise bei der Hochgeschwindigkeitsbearbeitung auftreten.

Im folgenden Kapitel werden die Vorgehensweise und die dabei eingesetzten Messmethoden beschrieben, mit denen die experimentellen Daten gewonnen wurden und wie die Daten ausgewertet wurden, so dass diese zu den Ergebnissen in Kapitel 4 führten.

3.1 Vorgehensweise

Die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurden auf das reine Gleitverschleißverhalten von Schneidkeramiken beschränkt, um zusätzliche geometrische Einflüsse (z.B. Belastungsspitzen an schartigen Spankanten, Grate auf Eingriffshöhe...) soweit wie möglich auszuschließen. Bei der tribologischen Charakterisierung mittels Stift-Scheibe-Versuchen wurde zudem auf die Verwendung von Kühlschmierstoffen verzichtet. Dies hat einerseits den Grund, dass in realen Anwendungen ein minimaler Kühlschmierstoffverbrauch angestrebt wird. Andererseits würde das tribologische System durch den zusätzlichen Einfluss von Kühlschmierstoffen so komplex, dass die Wechselwirkungen der Schneidstoffe und Werkstückmaterialien kaum von den weiteren Einflussgrößen separat betrachtet werden könnten.

Für die Versuche wurden zwei etablierte und handelsübliche Schneidkeramiken verwendet, die als repräsentative Schneidstoffe betrachtet werden können. Hierbei handelt es sich um eine SiAION-Keramik (im Folgenden SiAION B) und eine Kompositkeramik (Komposit C), die unter 3.3 näher beschrieben werden. Als Gegenkörper wurden Scheiben aus zwei ebenfalls handelsüblichen Nickelbasislegierungen (Inconel 718 und Nimonic 90) verwendet, die häufig im Turbinenbau zum Einsatz kommen und dort unter anderem mit den gewählten Keramiken bearbeitet werden.

Aus den tribologischen Versuchen gehen die Reibkoeffizienten direkt hervor, sowie der nach Versuchsende geometrisch messbare Verschleiß. An den tribologisch belasteten Keramikproben wurden nach den Verschleißversuchen die mikrostrukturellen Erscheinungsbilder der Verschleißfläche und der oberflächennahen Randschicht analysiert. Außerdem wurde die chemische Veränderung der Oberfläche und von Ablagerungen untersucht, um eine Bewertung von mechanischen und chemischen Einflüssen durchführen zu können. Da ein starker tribochemischer Effekt erwartet wurde, sollten statische Wechselwirkungsversuche bei hohen Temperaturen näheren Aufschluss über die Reaktivität und Reaktionsprodukte zwischen den Materialpaarungen liefern.

3.2 Methoden

3.2.1 Versuche zur chemischen Wechselwirkung

Um die Reaktionsaffinität zwischen den Schneidkeramiken und den Nickelbasislegierungen unabhängig von mechanischen Einflüssen zu untersuchen, wurden statische Wechselwirkungsversuche durchgeführt. Hierfür wurden Scheiben der Schneidstoffe und der Nickelbasislegierungen mit polierten Oberflächen hergestellt und entsprechend der Darstellung in Abbildung 3.1 angeordnet. Die Scheibenstapel wurden mit einer Vorspannkraft von 50 N zusammengepresst während der gesamte Aufbau unter normaler Luftatmosphäre aufgeheizt wurde. Nach jeweils einer halben Stunde bei Zieltemperatur wurde die Anpresskraft für die Haltezeit von einer Stunde auf 1 kN erhöht. Die statischen Reaktionsversuche wurden bei 700 °C, 1000 °C und 1200 °C an Luft durchgeführt. Zwischen den Nickelbasisscheiben und den Keramikscheiben ($\emptyset = 10$ mm bzw. A = 78,54 mm²) herrschte somit eine geringe Kontaktpressung von 12,7 MPa. Ein weiterer Scheibenstapel wurde über eine längere Haltezeit von 10 h einer Temperatur von 1200 °C ausgesetzt, um das Wachstum der Reaktionszonen mit denen bei 1 h Haltezeit zu vergleichen. Der Kraft- und Temperaturverlauf für die drei Temperaturen ist im Anhang (8.1) dargestellt.



Abbildung 3.1: Abfolge der Materialien in der Stapelanordnung



Abbildung 3.2: Typischer Querschliff durch die Kontaktfläche einer Wechselwirkungsprobe nach einem 10-stündigen Wechselwirkungsversuch bei 1200 °C

Experimentelle Untersuchungen an keramischen Fräsern wie auch theoretische Berechnungen [67, 93] haben gezeigt, dass bei der trockenen Hochgeschwindigkeitsbearbeitung im Schneidkontakt die Schmelztemperaturen von Nickelbasislegierungen (um 1300 °C) durchaus erreicht werden können. Um diese thermische Belastung im Kontakt zwischen Keramik und Nickelbasislegierung nachzubilden, wurden die beiden Nickelbasislegierungen jeweils auf einer der beiden Keramiken mit einer Hochleistungswiderstandsheizung zum Schmelzen gebracht. Die Zieltemperatur von 1500 °C wurde bei einer Heizleistung von 2 kW erreicht und für 200 Sekunden beibehalten. Damit wurde gewährleistet, dass die Stücke der Nickelbasislegierung vollständig schmelzen und mit der jeweils darunter liegenden Keramikscheibe einen flächigen Kontakt bilden. Das Aufschmelzen der Nickelbasislegierung im Keramikkontakt fand unter Argonatmosphäre statt. Die Untersuchung der Wechselwirkungspaarungen erfolgte an Querschliffen, die die Grenzflächen und Reaktionszonen zwischen Nickelbasislegierung und Keramik freilegen und für analytische Methoden (Abschnitt 3.3.3 und 3.3.4) zugänglich machen. Die Darstellung der Querschliffe im Ergebnisteil dieser Arbeit entspricht dem Schema, das in Abbildung 3.2 dargestellt ist.

3.2.2 Stift-Scheibe-Verschleißversuche

Die Stift-Scheibe-Versuche wurden auf einem Tribometer durchgeführt(Hersteller: Wazau Mess- + Prüfsysteme GmbH), mit dem Rotationsgeschwindigkeiten von 8000 U/min erreicht werden können. Als "Stift" wurden Keramikproben mit der in Abbildung 3.3 gezeigten Geometrie verwendet. Die Keramikkante wurde mit der Normalkraft F_N gegen eine rotierende Scheibe aus einer Nickelbasislegierung gepresst, wobei ein Linienkontakt in radialer Richtung entsteht (Abbildung 3.4). Aus der Rotationsgeschwindigkeit und dem mittleren Abstand *r* der 3 mm breiten Keramikprobe zur Rotationsachse ergibt sich die Gleitgeschwindigkeit. Je nach Rotationsgeschwindigkeit und Abstand zur Rotationsachse ergibt sich die in Abbildung 3.5 dargestellte Geschwindigkeitsverteilung entlang der Probenbreite. Diese wurde in den Versuchen, die auf einem Tribometer (Hersteller: Wazau Mess- + Prüfsysteme GmbH) bei maximal 8000 U/min erfolgten, von 1 m/s bis 25 m/s variiert.



Abbildung 3.3: Schemazeichnung der Keramikverschleißproben mit den Abmessungen L = 12,9 mm; $A_{I.C.}$ = 12,7 mm; T = 3,0 mm und R = 0,8 mm. Die Versuche wurden an jeder der abgerundeten Kanten durchgeführt, um ein Verkanten zu vermeiden.



Abbildung 3.4: Schema des Stift-Schiebe-Versuchs mit fixierter Keramikprobe und rotierender Scheibe aus Nickelbasislegierung

3.2.2.1 Probengeometrie und Kontaktbedingungen

Die Geometrie der Keramikproben wurde an Wendeschneidplatten angelehnt, die eine sog. CNGN-Geometrie besitzen, wobei die Buchstaben jeweils für die Form (C: rhombisch mit 80° Öffnungswinkel), den Freiwinkel (N: 0°), die Maßtoleranz (G) und den Typ (N: keine Bohrung, kein Spanbrecher) stehen. Die verwendeten Proben besitzen einen Kantenradius von 0,8 mm. Die Oberflächen der Nickelbasisscheiben wurden geschliffen und weisen eine durchschnittliche Rauheit von $R_a=1,06\pm0,13 \mu m$ auf.

Wie in Abschnitt 2.3 und Abbildung 2.5 bereits dargestellt wurde, liegen im Einsatz beim Zerspanen die Kontaktspannungen direkt an der Schneidkante typischerweise im Bereich von 1,4 bis 1,8 GPa. Aus diesem Grund wurden für die Untersuchungen 100 und 200 N als Normalkräfte gewählt, denn daraus ergeben sich für die unverschlissenen Proben unter Berücksichtigung der elastischen Verformung der Kontaktspannungen betragen $\pi/4$ der Maximalspannung beim Linienkontakt [94]. Durch den auftretenden Verschleiß verändern sich die Kontaktbedingungen während des Versuchs kontinuierlich, da die Kontaktfläche größer wird. Die resultierende Abnahme der Kontaktspannung mit steigender Verschleißtiefe ist in Abbildung 3.6 dargestellt. Hierbei zeigt sich ein starker Abfall über die ersten 50 µm Verschleißtiefe, da die Kontaktfläche stark anwächst. Die weitere Vergrößerung der Kontaktfläche ist bei steigender Verschleißtiefe weniger stark, weshalb auch die weitere Änderung der Kontaktspannung schwächer ausfällt.



Abbildung 3.5: Geschwindigkeit entlang des Linienkontakts der Probe bei unterschiedlichen Achsabständen r und Rotationsgeschwindigkeiten

Abbildung 3.6: Theoretischer Verlauf der Kontaktspannung für die verwendete Probengeometrie mit zunehmender Verschleißtiefe. Die Initialspannungen sind für die Paarung SiAION B/Inconel 718 angegeben

0,15

Verschleißtiefe [mm]

0,20

0,25

0,30

1860 MPa Initialspannung

1310 MPa Initialspannung

0,10

0,00

0,05

F_N= 100 N

F_N= 200 N

Gegen-	Normal-	Kontaktbreite	Kontaktfläche	Effektiver E- Modul	Mittlere Kontakt-	Maximale Kontaktspan-	
Kerdillik	körper	Kidit			would	spannung	nung
		Ν	Mm	mm²	GPa	GPa	GPa
Inconel718	Inconol719	100	0,02	0,06	202.2	1,08	1,38
	IIICOHEI/18	200	0,02	0,06	207,2	1,53	1,95
Komposit C	NimonicOO	100	0,01	0,03	308,8	1,12	1,43
	MINUTICE	200	0,02	0,06		1,59	2,02
Inconel718 SiAlON B Nimonic90	Inconol719	100	0,02	0,06	200.2	1,03	1,31
	IIICOHEI/18	200	0,02	0,06	200,2	1,46	1,86
	NimonicOO	100	0,02	0,06	277.0	1,07	1,36
	NIIIIOIIIC90	200	0,02	0,06	277,8	1,51	1,92

3.2.2.2 Bestimmung des Verschleißvolumens an den Keramikproben

Zur Ermittlung des Verschleißkoeffizienten der Keramiken wurde zunächst das Verschleißvolumen an den Proben nach den Versuchen anhand der geometrischen Größen Verschleißtiefe V_{τ} und Verschleißmarkenbreite V_{B} berechnet. Die Berechnung des Verschleißvolumens wurde wie nachfolgend beschrieben durchgeführt.

Das seitliche Probenprofil lässt sich als Funktion für zwei Bereich darstellen:

$$f(x) = \begin{cases} f_1(x) = -\sqrt{r^2 - x^2} + r; & x < x_{grenz} \\ f_2(x) = \tan\left(90^\circ - \frac{\theta}{2}\right) \cdot x + c; & x \ge x_{grenz} \end{cases}$$
(3.1)

wobei $f_1(x)$ bis zu einem Grenzwert x_{grenz} gilt, ab dem das Probenprofil von einer Kreislinie in eine Gerade übergeht. Ab x_{grenz} gilt die lineare Funktion $f_2(x)$. Aufgrund der Parallelogrammform der Probe, muss für die zwei auftretenden Kantenwinkel $\theta = 80^{\circ}$ bzw. 100°eine Unterscheidung gemacht werden, wie Abbildung 3.7 zu entnehmen ist. Deshalb wird der Grenzwert x_{grenz} um den Index θ erweitert und lässt sich wie folgt berechnen:

$$x_{grenz,\theta} = \sin\left(90^\circ - \frac{\theta}{2}\right) \cdot r \tag{3.2}$$

Für die Öffnungswinkel θ = 100° und θ = 80° ergeben sich somit die Grenzwerte $x_{grenz,100°}$ = 0,514 mm und $x_{grenz,80°}$ = 0,613 mm und entsprechend die Funktionswerte $f(x_{grenz,100°})$ = 0,192 mm und $f(x_{grenz,80°})$ = 0,294 mm.



Abbildung 3.7: Beschreibung der Probengeometrie und Bestimmung der geometrischen Verschleißgrößen

Abbildung 3.8: Geometrische Größen am Profil der Verschleißproben

Unter Berücksichtigung der geometrisch bedingten Grenzwerte lassen sich Verschleißmarkenbreite und Verschleißtiefe allgemein ineinander umrechnen:

1. Unterhalb der Grenzwerte, d.h. Verschleiß nur im gekrümmten Bereich der Probe:

$$V_B = 2 \cdot \sqrt{r^2 - (r - V_T)^2}$$
(3.3)

$$V_T = -\sqrt{r^2 - \left(\frac{V_B}{2}\right)^2 + r}$$
(3.4)

2. Oberhalb der Grenzwerte, d.h. im Bereich der geraden Kante:

$$V_B = 2 \cdot \frac{V_T - c}{\tan\left(90^\circ - \frac{\theta}{2}\right)} \tag{3.5}$$

$$V_T = \tan\left(90^\circ - \frac{\theta}{2}\right) \cdot \frac{V_B}{2} + c \tag{3.6}$$

r ist der Eckenradius und c_{θ} ist jeweils vom Kantenwinkel abhängig, in den vorliegenden Fällen mit den Werten: r = 0.8 mm; $c_{80^{\circ}} = -0.445$ mm; $c_{100^{\circ}} = -0.244$ mm.

Mit diesen Größen lassen sich die Seitenflächen des Verschleißvolumens und folglich auch die Verschleißvolumina selbst berechnen. Zunächst gilt für den Bereich des runden Profils folgendes Berechnungsschema zur Bestimmung der Kreissegmentfläche A_1 :

Für
$$V_T \le V_{T,grenz}$$
: $V_T = r - \sqrt{r^2 - \left(\frac{V_B}{2}\right)^2} = r - \frac{1}{2}\sqrt{4r^2 - {V_B}^2}$ (3.7)

Für
$$V_B \le V_{B,grenz}$$
: $V_B = 2\sqrt{r^2 - (r - V_T)^2} = 2\sqrt{2rV_T - V_T^2}$ (3.8)

$$A_{1} = r^{2} \cdot \cos\left(1 - \frac{V_{T}}{r}\right) - \sqrt{2rV_{T} - V_{T}^{2}} \cdot (r - V_{T})$$
(3.9)

Für den Fall, dass die Verschleißtiefe den Grenzwert $V_{T,grenz}$ übersteigt, muss zusätzlich noch die Trapezfläche A_2 bestimmt werden.

Für
$$V_T > V_{T,grenz}$$
: $V_T = V_{T,grenz} + \frac{1}{\tan\frac{\theta}{2}} \cdot \frac{V_B - V_{B,grenz}}{2}$ (3.10)

Für
$$V_B > V_{B,grenz}$$
: $V_B = 2 \left(V_T - V_{T,grenz} \right) \cdot \tan \frac{\theta}{2} + V_{B,grenz}$ (3.11)

$$A_2 = \frac{V_B + V_{B,grenz}}{2} \cdot \left(V_T - V_{T,grenz}\right)$$
(3.12)

Die gesamte Seitenfläche lässt sich mit der Probenbreite multiplizieren, um das Verschleißvolumen *W* der Keramikprobe zu berechnen:

$$W = A_{gesamt} \cdot b \tag{3.13}$$

Hierbei ist A_{gesamt} die Summe aus A_1 und A_2 , und b die Probenbreite. Dieses Volumen wurde mit der Entwicklung des Gesamtverschleißes verglichen. Der Gesamtverschleiß wurde kontinuierlich während der Versuche als axiale Wegänderung parallel zur Rotationsachse aufgezeichnet. Die Verschleißrate in Form der Verschleißtiefe pro Längeneinheit des Gleitwegs kann auf zwei Arten bestimmt werden. Einerseits als Steigung einer Regressionsgerade und andererseits als Mittelwert der Ableitung des Gesamtverschleißes. Prinzipiell unterscheiden sich die Methoden nur in der Reihenfolge der beiden Operationen Mittelwertbildung um einen linearen Fit und Bestimmung der Ableitung. Entsprechend gering fallen auch die Unterschiede in den Resultaten aus. Ein Beispiel ist in Abbildung 3.9 dargestellt. In dieser Arbeit wurde der Mittelwert der 1. Ableitung als Verschleißrate verwendet.

Der Verschleißkoeffizient K ergibt sich aus dem Quotienten aus Verschleißvolumen W der Keramikprobe und dem Produkt aus Normalkraft F_N und Gleitweg s:

$$K = \frac{W}{F_N \cdot s} \tag{3.14}$$



Abbildung 3.9: Bestimmung der Verschleißrate am Beispiel der Gesamtverschleißtiefe eines Stift-Scheibe-Versuchs mit SiAION auf Inconel 718

Wenn der Verschleißkoeffizient konstant ist, dann ist er geeignet, das Verschleißverhalten unabhängig von Normalkraft und Gleitweg wiederzugeben, wobei der Gleitweg für alle Versuche gleichermaßen 2000 Meter beträgt. Diese Streckenlänge wurde als Kompromiss gewählt, bei dem innerhalb angemessener Versuchsdauer stabile Reibkoeffizienten und messbare Verschleißwerte erreicht werden konnten. Das Verschleißvolumen der Keramik kann hier nicht kontinuierliche gemessen werden, und gibt daher den Mittelwert über die gewählte Streckenlänge wider.

Die Reibleistung *P* ist das Produkt aus der Gleitgeschwindigkeit *v* und der Reibkraft F_R , die aus dem Drehmoment *M* und dem Achsenabstand *r* bestimmt wird:

$$P = F_R \cdot v = \frac{M}{r} \cdot v = \mu \cdot F_N \cdot v \tag{3.15}$$

Die Reibleistung gibt Aufschluss über die Leistung, die im System in Form von Wärme, Umwandlungen, Aufbrechen von Bindungen und Schaffung neuer Oberflächen umgesetzt wird. Dabei ist für die Aktivierung tribochemischer Prozesse insbesondere die entstehende Wärme ein wichtiger Faktor, der die Reaktivität der Reibpartner maßgeblich beeinflusst.

3.2.2.3 Temperaturmessung

Die Messung der Kontakttemperatur ist ein sehr komplexes Problem, das selbst mit aufwändiger Instrumentierung nur schwierig zu lösen ist. Im Rahmen dieser Arbeit wurde daher die Messung auf die Temperatur der Seitenfläche der Keramikproben eingeschränkt. Diese kann als Indikator für die Temperaturentwicklung direkt im Reibkontakt herangezogen werden. Die Oberflächentemperaturen wurden mit einer Wärmebildkamera (InfraTec VarioCAM hr) als Bildsequenzen aufgenommen. Diese Aufnahmen ermöglichen es, die Temperaturverteilung an der Wendeschneidplatte zeit- und ortsaufgelöst nachzuvollziehen. Die Oberfläche der keramischen Materialien erleichtert die Durchführung der Experimente, da sie über einen breiten Spektralbereich einen hohen spezifischen Emissionskoeffizient nahe 1 besitzen. Die Oberflächen von metallischen Werkstoffen reflektieren stark und weisen sehr niedrige spezifische Emissionskoeffizienten auf, was in diesem Bereich zu starken Ungenauigkeiten der Messung führt. Die experimentellen Daten sind daher nur im Bereich der Keramikoberfläche verlässlich.

3.2.3 Mikrostrukturelle Untersuchung mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX)

Die Verschleißproben wie auch die Proben aus den Wechselwirkungsversuchen wurden einer mikrostrukturellen und chemischen Analyse unterzogen. Für diese Untersuchungen kam ein Rasterelektronenmikroskop (Zeiss SUPRA 40VP) mit EDX-Detektor (EDAX) zum Einsatz. Neben den bildgebenden Sekundärelektronen und Rückstreuelektronen wird an der Probenoberfläche auch charakteristische Röntgenstrahlung erzeugt, die durch Anregung von Elektronenübergängen in den inneren Schalen der Atome entsteht. Der entsprechende Detektor misst die Energie der absorbierten Röntgenphotonen, womit sie einzelnen Elementen zugeordnet werden können. Hier ist jedoch zu berücksichtigen, dass das Anregungsvolumen im Vergleich zur lateralen Auflösung des Rasterelektronenmikroskops ($Ø_{spot} \approx 10$ nm) deutlich größer ist (Eindringtiefe 0,2 bis 5 µm, abhängig von Beschleunigungsspannung, Element, Einfallswinkel...). Aus diesem Grund ist die chemische Zusammensetzung nicht exakt auf den vorgegebenen Messbereich begrenzt sondern bezieht zum Teil die Umgebung des Messpunkts mit ein. Allgemein liegt die Genauigkeit der quantitativen Messung bei ± 0,1 % für Elemente mit Ordnungszahlen über 10 (Xenon). In den Messungen sind allerdings insbesondere die Elemente Stickstoff (Z = 7) und Sauerstoff (Z = 8) wichtig, die mit größeren Fehlern behaftet sind. Noch leichtere Elemente, insbesondere Kohlenstoff (Z = 6), werden deshalb in den Messungen nicht berücksichtigt.

Die Untersuchungen erfolgten in Draufsicht (senkrecht) zur Verschleißfläche und vor allem an Querschliffen der Proben, welche in Abbildung 3.10 und Abbildung 3.11 dargestellt sind. Querschliffe bieten hierbei zwei grundsätzliche Vorteile: Einerseits konnte die Schädigung der Mikrostruktur und der Schichtaufbau von Ablagerungen und tribochemischen Produkten nachvollzogen werden, und andererseits wird die Problematik des tiefergehenden Anregungsvolumens entschärft, wenn angenommen werden kann, dass sich die beobachtete Struktur in einigen Mikrometern Tiefe ähnlich fortsetzt. Allerdings ist das Anregungsvolumen nicht nur in die Tiefe sondern auch lateral zu berücksichtigen. Dies führt bei kleinen heterogenen Strukturen dazu, dass auch aus benachbarten Bereichen Elementinformationen hinzukommen und das Ergebnis verfälschen können.



Abbildung 3.10: Schema der Querschnittpräparation an Keramikproben zur mikrostrukturellen Untersuchung



Abbildung 3.11: Beispiel eines Querschliffs an einer Keramikverschleißprobe

3.2.4 Mikro-Raman-Spektroskopie (µRaman)

Die Raman-Spektroskopie ermöglicht die Analyse chemischer Verbindungen, die ein charakteristisches Spektrum aufweisen. Der Raman-Effekt [95, 96] beruht auf der inelastischen Streuung von Licht an chemischen Bindungen. Bei der inelastischen Streuung werden Phononen von einer monochromatischen Lichtquelle (Laser) angeregt, die nach der Anregung unter Emission von Licht wieder in einen energetisch niedrigeren Zustand zurückfallen. Im Falle der elastischen Streuung, d.h. beim Zurückfallen auf das Ausgangsniveau, spricht man von Rayleigh-Streuung – das gestreute Photon besitzt dieselbe Wellenlänge wie das anregende Photon. Das energetische Niveau nach dem Zurückfallen aus dem angeregten Zustand kann vom Ausgangsniveau verschieden sein. Ist das Endniveau vom Ausgangsniveau verschieden, so spricht man von Stokes- bzw. Anti-Stokes-Streuung. Bei StokesStreuung bleibt ein Teil der Energie im bestrahlten Material gespeichert, das emittierte Photon hat eine längere Wellenlänge als das Anregungsphoton. Im umgekehrten Fall besitzt das emittierte Licht eine höhere Energie (kürzere Wellenlänge) als das eingestrahlte Licht. Dieser Vorgang wird als Anti-Stokes-Streuung bezeichnet. Die energetischen Übergänge sind in Abbildung 3.12 schematisch dargestellt.

Das emittierte Streulicht wird von über eine Mikroskop-Optik gebündelt und die Intensität von einem CCD-Detektor aufgezeichnet. Das Signal wird als Raman-Verschiebung relativ zur Anregungswellenlänge in Wellenzahlen mit der Einheit cm⁻¹ angegeben. Die Auftragung der Signalintensität gegen die Raman-Verschiebung ergibt das Raman-Spektrum, wie in Abbildung 3.13 als Beispiel für Siliziumnitrid dargestellt ist. Da die Anregungsübergänge für ein Material mit bestimmter Zusammensetzung und Bindungsstruktur charakteristisch sind, ist auch das Raman-Spektrum charakteristisch und kann als Vergleich zur Identifikation von bestimmten Materialien oder typischer Bindungen herangezogen werden.





Abbildung 3.13: Raman-Spektrum von Siliziumnitrid als Beispiel

Bei der Mikro-Raman-Spektroskopie (µRaman) wird der Anregungslaser durch einen Mikroskop-Aufbau auf die Probe fokussiert und ermöglicht somit eine hohe laterale Auflösung von etwa 1 µm. Diese Möglichkeit wird genutzt, um ein Raster von Messpunkten auf der Probenoberfläche zu erstellen. Somit lassen sich beispielsweise chemische Veränderungen an der Oberfläche detektieren. Um Interpretationsfehler bei der Untersuchung auszuschließen, wurden mit den zwei verwendeten Laserwellenlängen Referenzmessungen auf einem goldbedampften Siliziumwafer durchgeführt, die ein Spektrum zeigen, welches nur die Filtercharakteristik wiederspiegelt. Um Raman-aktiv zu sein, müssen in einem Material Phononen möglich sein, die zu einer Änderung der Polarisierbarkeit führen. Metallische Werkstoffe sind Raman-inaktiv.

Für die Untersuchung der tribochemischen Produkte war es notwendig, die Spektren der Ausgangsmaterialien mit denen der Verschleißflächen und der möglichen Reaktionsprodukte aus Datenbanken zu vergleichen. Zudem mussten Artefakte aufgrund der Anregungswellenlänge bei der Interpretation berücksichtigt werden. Aus diesem Grund wurden nachfolgend die Referenzspektren der Nickelbasislegierungen und der unbelasteten Keramiken für zwei unterschiedliche Laserwellenlängen (532 nm und 785 nm) aufgenommen. Die Messungen wurden mit einem inVia Raman-Mikroskop des Herstellers Renishaw durchgeführt.



Abbildung 3.14: Raman-Spektren von SiAlON B für die Wellenlängen 532 (rote Linie) und 785 nm (schwarze Linie)



Abbildung 3.15: Raman-Spektren von Komposit C für die Wellenlängen 532 (rote Linie) und 785 nm (schwarze Linie)

Die Spektren der Schneidkeramiken zeigen sehr ausgeprägte Unterschiede hinsichtlich ihrer Raman-Antwort. Die SiAION-Keramik (Abbildung 3.14) zeigt bei 532 nm nur Untergrundrauschen, während 785 nm zu einer Anregung der typischen Si₃N₄-Signale bis 2000 cm⁻¹ und zu starker Fluoreszenz um 2500 cm⁻¹ führt. Somit scheidet für die Analyse der SiAION-Keramik die Anregungswellenlänge von 532 nm aus. Für die Komposit-Keramik tritt bei 532 nm ein ansteigendes Untergrundrauschen zu höheren Wellenzahlen auf, bei 785 nm liegt ein ähnliches Rauschen bei niedrigen Wellenzahlen vor und nimmt zu höheren Wellenzahlen wieder ab. Die Siliziumkarbid-Signale sind für 785 nm stark ausgeprägt (etwa 800 und 950 cm⁻¹), während für 532 nm das Signal der Aluminiumoxidmatrix bei 417 cm⁻¹ und ein SiC-Signal bei 798 cm⁻¹ deutlich zu identifizieren sind. Somit ist der 532 nm-Laser für die Untersuchung der Komposit-Keramik besser geeignet.

Bei der μ Raman-Spektroskopie ist zu beachten, dass die Anregungstiefe, welche zwischen 1 und 15 μ m liegen kann, von mehreren Faktoren abhängig ist. Auf der instrumentellen Seite spielen die Brennweite und Vergrößerung des Objektivs sowie die Wellenlänge und Intensität des Lasers eine Rolle, andererseits ist die Eindringtiefe des Lasers vom Probenwerkstoff und dessen optischen Eigenschaften abhängig.

3.3 Materialien

Nachfolgend werden die zu charakterisierenden Schneidkeramiken SiAION B und Komposit C und die als Gegenkörper verwendeten Nickelbasislegierungen Inconel 718 und Nimonic 90 vorgestellt.

3.3.1 SIAION B

Die Keramik SiAlON B (kommerziell erhältlich als KY1540 bei Kennametal Inc.) besitzt eine mittlere Korngröße von 0,4 µm und einen Glasphasenanteil mit ca. 2,7 at% Ytterbium. Der Glasphasenanteil, der über das Flächenverhältnis in Abbildung 3.16 bestimmt werden kann, beträgt ca. 7 %. Die EDX-Analyse (Tabelle 3.2) verdeutlicht die Schwierigkeit einer exakten Bestimmung der Zusammensetzung, die in 3.2.3 beschrieben wurde. Insbesondere beim Glasphasenanteil sind untypisch hohe Anteile von Silizium und Stickstoff vorhanden, die aus darunterliegenden oder benachbarten SiAlON-Körnern stammen können. Darüber hinaus handelt es sich aufgrund der Gesamtzusammensetzung nicht um reines SiAlON, welches eine Stöchiometrie der Form M_xSi_(12-n-m)Al_(n+m)N_{16-n}O_n besitzen müsste. Bei SiAlON B ist der Siliziumnitridanteil deutlich erhöht. Die mechanischen Kennwerte der SiAlON- Keramik wurden vom Fraunhofer IKTS im Rahmen des BMBF-Projekts "TechVolk" ermittelt und sind zusammen mit den Werten für die Komposit C-Keramik in Tabelle 3.4 aufgeführt [1].

SiAlON B	at%	Si	AI	0	Ν	Yb
Gesamtzusammensetzung		41,9	7,1	4,9	45,0	1,1
Korngefüge		41,0	6,9	4,6	46,6	0,9
Glasphase		38,1	7,7	15,6	34,5	4,2

Tabelle 3.2: Elementare Zusammensetzung von SiAION B (EDX-Analyse)



Abbildung 3.16: Bild der Mikrostruktur SiAlON B; die dunklen Bereiche sind Körner mit α - und β -Struktur, dazwischen ist hell die Glasphase zu erkennen.



Abbildung 3.17: Bild der Mikrostruktur von Komposit C. Die langgestreckten bzw. runden Bestandteile sind SiC-Whisker (dunkel), die umgebende Matrix besteht aus Al₂O₃ (hell).

3.3.2 Komposit C

Die Mischkeramik Komposit C (kommerziell erhältlich als KY4300 bei Kennametal Inc.) besitzt etwas höhere mechanische Kennwerte als die zuvor behandelte SiAlON-Keramik und wird ebenfalls für die Zerspanung von schwer bearbeitbaren Legierungen eingesetzt. Die Keramik besteht aus einer Aluminiumoxidmatrix, in der Siliziumcarbid-Whisker eingebettet sind. Die SiC-Whisker in der Matrix führen zu einer Steigerung der Bruchzähigkeit im Vergleich zu reinem Aluminiumoxid, da sie wachsende Risse im Gefüge umlenken und Spannungsspitzen reduzieren können. Das Gefüge ist dicht gesintert und weist ebenso wie die SiAlON-Keramik keine Poren auf. Eine Glasphase ist in diesem Material nicht zu identifizieren.

Komposit C	at%	Al	0	Si	С
Gesamtzusammensetzung		34,7	43,4	14,4	7,5
Matrix		41,4	51,2	4,9	2,5
Whisker		23,1	24,5	29,7	22,6

Tabelle 3.3: Elementare Zusammensetzun	g von Kom	posit C in at	% (EDX-Analy	/se)

Die Stöchiometrien, die mittels EDX-Analyse ermittelt wurden sind für Al_2O_3 und SiC nicht exakt und eine Folge des relativ großen Anregungsvolumens, das stets Anteile von Whiskern und Matrix erfasst. Allerdings ist zu beachten, dass ein Verhältnis von etwa $Al_5O_6Si_2C$ vorliegt. Hieran lässt sich die bereits in 3.2.3 erwähnte fehlerbehaftete Bestimmung von Kohlenstoff mittels EDX erkennen, welcher in nachfolgenden Messungen nicht mehr berücksichtigt wird. Für die Zusammensetzung konnte daher nur eine Abschätzung gemacht werden. Der ermittelte SiC-Anteil liegt bei 32 at% und ist somit relativ nahe an den 30 %, die der Hersteller angibt. Die mechanischen Kennwerte wurden im Rahmen eines Forschungsprojektes vom Fraunhofer IKTS ermittelt. Sie sind zusammen mit den Werten der SiA-ION B-Keramik in Tabelle 3.4 aufgeführt.

Tabelle 3.4: Mechanische Kennwerte de	r untersuchten	Keramiken be	i Raumtemperatur
---------------------------------------	----------------	--------------	------------------

	Härte HV ₁₀	E-Modul	Bruchzähigkeit K _{IC} (Anstis)
SiAION B	1641±20 (16,1 GPa)	334 GPa	4,8 MPa∙m ^{1/2}
Komposit C	2080±44 (20,4 GPa)	400 GPa	4,9 MPa∙m ^{1/2}

3.3.3 Nickelbasislegierungen

Bei den verwendeten Nickelbasislegierungen handelt es sich um die Knetlegierungen Nimonic 90 (Werkstoffnummer 2.4632) und Inconel 718 (Werkstoffnummer 2.4668). Diese Legierungen sind vor allem für Turbinenanwendung der Luftfahrt und der Energieerzeugung im Einsatz. Der Werkzeugverschleiß bei der Bearbeitung dieser schwer zerspanbaren Werkstoffe ist ein immenser Kostenfaktor, woraus sich ein wirtschaftliches Interesse an der Untersuchung des Verschleißverhaltens von Schneidkeramiken im Kontakt mit eben diesen Werkstoffen ableiten lässt.

Die beiden Legierungen sind sich in ihren mechanischen und thermischen Eigenschaften sehr ähnlich und unterscheiden sich am deutlichsten in ihren Zusammensetzungen, d.h. in ihrem Kobalt- und Eisengehalt, sowie in den zusätzlichen Elementen Niob und Molybdän, die nur in Inconel 718 enthalten sind (Tabelle 3.5).

Tabelle 3.5: Zusammensetzung nach EDX-Messung

Element	Al	Si	Nb	Mo	Ti	Cr	Mn	Fe	Со	Ni
Inconel 718	1,8	0,2	2,9	1,7	1,2	20,7	0,0	19,3	0,4	51,8
Nimonic 90	3,6	0,4	-	-	2,9	20,9	0,1	0,5	14,5	57,1

4 Ergebnisse

Die Ergebnisse, die in diesem Kapitel dargestellt werden, zeigen systematisch die relevant erscheinenden Aspekte der chemischen Affinität von Schneidstoff und Werkstückmaterial, des quantitativen Verschleißverhaltens für einen breiten Geschwindigkeitsbereich sowie der Verschleißmechanismen auf mikrostruktureller Ebene. Hierzu wurden statische Wechselwirkungsversuche zwischen Schneidstoff und Werkstückmaterial sowie tribologische Stift-Scheibe-Versuche durchgeführt. Die Reaktionsproben wie auch die Verschleißproben wurden einer eingehenden mikrostrukturellen Analyse unterzogen, so dass auftretende Mechanismen im Detail untersucht werden konnten. Die ausführliche Interpretation der Ergebnisse erfolgt im Kapitel 5 dieser Arbeit.

4.1 Untersuchungen zum Verschleißverhalten an SiAION B gegen Nickelbasislegierungen

4.1.1 Chemische Wechselwirkung zwischen SiAION B und Nickelbasislegierungen

Die Vorgehensweise bei den statischen Wechselwirkungsversuchen wurde in Kapitel 3 beschrieben. Im Folgenden wird auf die chemischen Zusammensetzungen der Reaktionszonen eingegangen, ebenso wie auf die strukturellen Veränderungen, die an keramographischen Querschliffen beobachtet wurden.

4.1.1.1 Wechselwirkungspaarung SiAION B / Inconel 718

Die Wechselwirkung zwischen den beiden Materialien wurde zunächst an Scheiben untersucht, die bei 700, 1000 und 1200 °C mit einer Kraft von 1 kN für 10 Stunden aufeinander gepresst wurden. Die Übersicht der Oberflächen ist in Abbildung 4.1 zu sehen.



Abbildung 4.1: Oberflächen der Kontaktproben nach den Wechselwirkungsversuchen über zehn Stunden

Die oberflächliche Untersuchung zeigt bei 700 °C keine nennenswerte Veränderung der Proben. Bei 1000 °C kommt es einerseits zur Oxidation der Inconel-Oberfläche in Bereichen, in denen die Keramik keinen Kontakt mit der Scheibe hatte. Die Kontaktfläche zeigt auf beiden Probenkörpern eine sichtbare Veränderung, wobei keine starke Bindung ausgebildet wurde. Der Versuch bei 1200 °C zeigt hingegen eine starke Wechselwirkung der beiden Werkstoffe, in deren Folge beim Trennen der Proben großflächige Ausbrüche an der SiAlON-Keramik auftreten, die an der Inconel 718-Scheibe haften bleiben. Aufgrund dieser starken Reaktion werden im Folgenden die Querschliffe an Proben untersucht, die bei 1200 °C ausgelagert wurden.

In Abbildung 4.2 ist ein deutlicher Übergang des rein metallischen Werkstoffs Inconel 718 (homogener Bereich) im oberen Bilddrittel zur ca. 30 μ m dicken Reaktionszone zu erkennen. Die Reaktionszone setzt sich aus verschiedenen Phasen zusammen, wobei ein gradueller Übergang zur ursprünglichen SiAlON-Keramik sichtbar ist. Die zugehörige Elementaranalyse der gekennzeichneten Positionen ist in Tabelle 4.1^{viii} angegeben.



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6
Ν	11,8	25,3	32,0	5,3	30,8	40,1
0	11,8	19,1	7,9	12,5	14,4	5,4
Al	0,2	7,3	48,7	7,0	4,9	7,0
Si	12,8	4,6	2,0	8,3	4,6	45,1
Nb	4,4	3,8	0,2	0,3	4,0	0,2
Мо	4,7	1,1	0,2	0,0	0,2	0,0
Ti	0,1	3,6	0,1	0,0	0,1	0,1
Cr	26,1	26,2	2,9	4,3	30,5	0,2
Mn	0,1	0,0	0,1	0,2	0,0	0,1
Fe	2,6	0,7	1,0	19,4	1,4	0,1
Со	0,2	0,0	0,0	0,3	0,1	0,1
Yb	0,1	1,3	1,2	0,5	0,9	1,4
Ni	25,4	7,0	3,7	41,9	8,1	0,2

Abbildung 4.2: Querschliff der Grenzfläche SiAION B/Inconel 718 nach 10 Stunden bei 1200 °C an Luft. (Reaktionszonentiefe \approx 30 $\mu m)$

Tabelle 4.1: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der SiAION B/Inconel 718-Reaktionszone

Der homogen erscheinende Bereich an Position 1 weist in etwa gleiche Anteile von Nickel und Chrom aus der Legierung, sowie Stickstoff, Sauerstoff und Silizium auf, welche aus der Keramik stammen und durch Diffusion in die Legierung gelangt sind. An Position 2 ist die ursprüngliche Keramikoberfläche noch ansatzweise zu erkennen. Hier liegen hauptsächlich Chrom, Stickstoff und Sauerstoff vor. Mit 4 at% ist dies zudem der einzige Bereich, in welchem eine nennenswerte Titankonzentration auftritt. An Position 3 treten amorph erscheinende Aluminiumnitrid- und Aluminiumoxidausscheidungen auf. Im Bereich von Position 4, wenige Mikrometer unterhalb der früheren Keramikoberfläche treten überwiegend Nickel, Eisen und Sauerstoff in einer homogenen Phase auf. An Position 5 bildet sich eine teilkristalline Phase, die aufgrund der Chrom- und Stickstoffanteile von jeweils 31 at% als CrN-basiert betrachtet wird. An Position 6 liegt die SiAION-Keramik im Ausgangszustand vor.

^{viii} In dieser und allen weiteren Tabellen zu EDX-Messungen sind besonders auffällige Veränderungen in der elementaren Zusammensetzung durch eine graue Schattierung hervorgehoben.



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4
Ν	13,6	18,1	14,7	42,3
0	10,9	9,4	12,3	4,8
Al	0,9	27,8	12,3	7,4
Si	0,2	1,5	2,0	43,8
Nb	6,2	1,3	2,4	0,2
Мо	1,5	0,6	0,9	0,0
Ti	6,9	0,6	0,4	0,0
Cr	15,3	8,7	16,9	0,1
Mn	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	12,3	8,3	9,7	0,1
Со	0,2	0,0	0,2	0,1
Yb	0,2	1,0	0,9	1,2
Ni	32,0	22,8	27,4	0,2

Abbildung 4.3: Querschliff der Grenzfläche SiA-ION B/Inconel 718 nach 200 Sekunden bei 1500 °C. (Reaktionszonentiefe \approx 30 µm). Die rot umrandeten Bereiche sind in Abbildung 4.4. und 4.5. vergrößert dargestellt.

Tabelle 4.2: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der SiAION B/Inconel 718-Reaktionszone

Abbildung 4.3 zeigt die Reaktionszone nachdem SiAlON B für 200 Sekunden im Kontakt mit 1500 °C heißer Inconel 718-Schmelze war. Das Gefüge an Position 1 setzt sich hauptsächlich aus den Legierungselementen Nickel, Chrom und Eisen, sowie Stickstoff und Sauerstoff zusammen, wobei Sauerstoff und Stickstoff aus dem Keramikgefüge stammen, da das Aufschmelzen unter Argon-Atmosphäre erfolgte. Im Bereich von Position 2 ist das Gefüge heterogen und weist einen erhöhten Stickstoffgehalt von 18 at% auf. Aluminium und Nickel bilden die weiteren Hauptbestandteile dieser Phase. Die Bildung von Al₂O₃ und AlN ist wahrscheinlich, wobei zudem noch eine stabile Legierungsphase aus Aluminium und den weiteren vorliegenden Metallen möglich ist. An Position 3 liegen Stickstoff, Sauerstoff und Aluminium aus der Keramik vor, sowie Nickel, Chrom und Eisen aus der Legierung. Die Struktur in diesem Bereich deutet auf eine mehrphasige Zusammensetzung, bei der jedoch aufgrund der Elementverhältnisse von keiner der ursprünglichen Verbindungen ausgegangen werden kann. Silizium liegt bei einem geringen Anteil von 2 at%, was auf die Diffusion von Silizium in die Legierungsschmelze hindeutet. Darunter liegt an Position 4 die SiAlON-Keramik in ihrer Ausgangszusammensetzung vor.

Abbildung 4.4 zeigt einen Ausschnitt der Übergangszone von der Schmelze zur vormaligen Keramikoberfläche nach dem Versuch aus Abbildung 4.3. Im oberen Bilddrittel ist die aufgeschmolzene und wiedererstarrte Nickelbasislegierung zu sehen (Position 1 und 2). Darunter befindet sich eine ebenfalls metallische Phase, die sich durch größere annähernd homogene Bereiche (Position 4) auszeichnet, in denen etwas dunklere, kornartige Strukturen (Position 3) vorliegen. Die Positionen 1 und 4 unterscheiden sich nur geringfügig in der Zusammensetzung, die hauptsächlich auf Nickel, Eisen und Chrom basiert und Anteile von ca. 8 at% Sauerstoff und 6 at% Stickstoff aufweist. An Position 2 ist insbesondere der hohe Titananteil mit 12 at% auffällig, ebenso wie die erhöhten Stickstoff- und Sauerstoffanteile. Diese Anteile können in den Verbindungen TiN, TiO₂, CrN, und TiAlN/TiAlO vorliegen. Im Bereich um Position 3 fallen die hohen Anteile von Chrom und Sauerstoff auf, die für Chromoxidbasierte Verbindung sprechen.



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6
Ν	6,3	16,2	5,8	6,4	23,2	20,5
0	8,2	13,1	17,6	7,5	7,8	9,8
Al	1,3	2,6	0,2	1,1	36,2	31,9
Si	1,0	0,5	0,2	2,1	0,9	1,0
Nb	1,0	7,9	0,7	0,9	2,0	1,8
Mo	0,7	1,4	1,8	0,3	0,3	0,7
Ti	1,2	12,1	1,1	1,1	2,0	1,4
Cr	11,2	13,2	45,1	8,2	4,7	11,2
Mn	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0
Fe	17,0	9,0	12,4	17,3	5,5	6,0
Со	0,4	0,2	0,3	0,2	0,1	0,2
Yb	0,0	0,1	0,0	0,6	0,7	0,9
Ni	51.8	23.7	15.0	54 1	16 5	14 7

Abbildung 4.4: Detail des Übergangs von Legierung zur Reaktionszone für SiAION B/Inconel 718 nach 200 Sekunden bei 1500 °C (oberes rotes Rechteck in Abbildung 4.3)

Tabelle 4.3: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der SiAION B/Inconel 718-Reaktionszone

Die heterogene, feinkörnige Struktur im unteren Bilddrittel weist zwischen den Positionen 5 und 6 Variationen ca. 5 at% im Chrom- und Aluminiumgehalt auf, wobei an Position 5 4,3 at% mehr Aluminium und 6,5 at% weniger Chrom auftritt als an Position 6. Weitere Unterschiede bei Stickstoff und Sauerstoff sowie Eisen und Nickel sind nachweisbar, aber gering. Hier erscheinen die Anteile ebenfalls jeweils vertauscht zu sein. Die Anteile dieser Elementpaare ergeben jeweils annähernd dieselbe Summe, und somit etwa $(Al,Cr)_4$ (Fe,Ni)₂(N,O)₃.



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6	Pos7
Ν	9,9	16,5	16,6	26,9	25,8	24,7	41,6
0	15,1	18,1	10,9	9,2	8,2	12,6	4,1
Al	5,9	7,2	6,1	7,1	6,6	6,0	7,5
Si	2,5	2,3	7,8	16,6	23,1	10,2	43,4
Nb	1,8	3,4	2,1	1,2	1,1	3,1	0,4
Мо	1,2	1,3	0,4	0,6	0,9	0,9	0,0
Ti	0,2	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,0
Cr	27,6	32,4	14,0	16,9	20,1	24,6	1,3
Mn	0,1	0,0	0,0	0,0	0,2	0,0	0,0
Fe	9,5	4,9	9,9	5,4	3,9	4,4	0,2
Со	0,3	0,2	0,3	0,1	0,2	0,1	0,0
Yb	1,0	2,0	1,7	1,6	0,6	1,7	0,9
Ni	25,0	11,4	30,1	14,3	9,2	11,6	0,7

Abbildung 4.5: Übergang von der Reaktionszone zur Keramik; SiAION B/Inconel 718 nach 200 Sekunden bei 1500 °C (unteres rotes Rechteck in Abbildung 4.3)

Tabelle 4.4: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der SiAION B/Inconel 718-Reaktionszone

In Abbildung 4.5 ist der Übergang von der Reaktionszone zur Keramik im Detail abgebildet. Das Gefüge der Reaktionszone zeigt Helligkeitsunterschiede aufgrund unterschiedlicher Phasen. Darüber hinaus sind Partikel der Keramik zu erkennen, die bereits aus dem Gefüge gelöst sind und abgebaut werden.

An Position 1 liegen hauptsächlich Nickel, Chrom, Eisen sowie Sauerstoff und Stickstoff vor. Nahe an der Grenzfläche zur Keramik (Position 2) ist der Chromanteil in der Reaktionsphase deutlich erhöht, ebenso wie die Anteile von Stickstoff und Sauerstoff. Des Weiteren erreicht die Ytterbium-Konzentration mit 2 at% den höchsten Wert in diesem Bildausschnitt. Die Positionen 3 bis 6 stellen unterschiedliche Zersetzungsstadien der Keramik innerhalb der Reaktionszone dar. Der Stickstoffan-

teil ist im Vergleich zur ursprünglichen Keramik an diesen Positionen deutlich geringer, der Sauerstoffanteil liegt jedoch stets über der Ausgangskonzentration von 4 at%. Dies ist ein Hinweis darauf, dass die oxidische Glasphase stark mit den Legierungselementen reagiert und Stickstoff offenbar sowohl schnell über eine weitere Distanz diffundiert wie auch gasförmig entweicht. An Position 7 liegt die ursprüngliche SiAION-Keramik vor.

Folgerungen zur Wechselwirkung zwischen SiAlON B und Inconel 718:

Die Elemente Silizium, Stickstoff und Sauerstoff aus der Keramik diffundieren bei 1200 °C in die Nickelbasislegierung, in der je nach Konzentration und Temperatur die Bildung von Nickelsiliziden möglich ist [97]. An der ursprünglichen Grenzfläche von Legierung und Keramik reichern sich insbesondere Stickstoff und Sauerstoff sowie Titan und Chrom an. Es bilden sich in diesem Bereich glasartige Ausscheidungen, die auf AlN und Al₂O₃ basieren, da Aluminium an der Grenzfläche als nicht mobiler Anteil verbleibt. Unterhalb der ursprünglichen Grenzfläche liegt eine homogene Phase vor, die sich primär aus Nickel, Eisen und Sauerstoff zusammensetzt. Diese Phase ist nicht bis zum Keramikgefüge ausgedehnt (Abbildung 4.2). Dazwischen ändert sich die Zusammensetzung und eine Phase auf Chromnitrid-Basis mit weiteren Bestandteilen der Keramik bildet die zweite Reaktionszone, in der kristalline Strukturen erkennbar sind. Innerhalb der Reaktionszone ist die Bildung von komplexen Silikaten zu erwarten.

Im Kontakt mit der 1500 °C heißen Schmelze werden von der Keramik die Elemente Sauerstoff und Stickstoff freigesetzt. Sie diffundieren schneller als Silizium und Aluminium in die Legierungsschmelze. Im angrenzenden Bereich auf der Keramikseite bilden sich oxidische und nitridische Verbindungen mit Aluminium in Form einer glasartigen Phase, wie sie auch bei 1200 °C beobachtet wurde. Die Zone, die sich aufgrund des Auflösungsprozesses der Keramik durch die Schmelze bildet, beinhaltet sowohl Stickstoff und Sauerstoff, wie auch die Metalle Aluminium, Chrom, Eisen und Nickel. Auffällig ist hier der sehr geringe Siliziumanteil.

Nach dem Kontaktversuch treten im Bereich der ursprünglichen Grenzfläche zwei Phasen in der Schmelze auf. Einerseits eine metallische Matrix aus Nickel, Eisen und Chrom und andererseits Ausscheidungen, deren Zusammensetzungen auf die Verbindungen TiN, TiO₂, CrN und TiAlN/TiAlO schließen lassen. Darüber hinaus sind Chrom- oder Eisenoxide wahrscheinlich. Näher an der Keramik bildet sich eine heterogenen Struktur, die sich mit folgender Stöchiometrie beschreiben lässt: (Al,Cr)₄(Fe,Ni)₂(N,O)₃.

Im Übergangsbereich von der Reaktionszone zur Keramik treten einzelne SiAlON-Körner in metallischer Umgebung auf. Sie sind ein deutlicher Hinweis darauf, dass die oxidische Glasphase der Keramik zuerst mit der Schmelze reagiert, weshalb auch ein hoher Sauerstoffanteil in der Reaktionszone nahe am Übergang zur Keramik beobachtet wird. Darüber hinaus reagiert Chrom offensichtlich sehr stark mit der Keramik, da es nahe der Übergangszone in hohen Konzentrationen vorkommt und sogar in der Randschicht der Keramik nachweisbar ist.

4.1.1.2 Wechselwirkungspaarung SiAlON B / Nimonic 90

Analog zum Versuch mit Inconel 718 wurden Wechselwirkungspaarungen von SiAION B und Nimonic 90 bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht. Da sich die Ergebnisse nicht grundlegend von denen mit Inconel 718 unterscheiden, wird an dieser Stelle nur eine Zusammenfassung dargestellt. Die experimentellen Daten sind dem Anhang (8.2.3) zu entnehmen.

Bei 1200°C an Luft bildet sich an der ursprünglichen Grenzfläche zwischen Legierung und Keramik eine glasartige Phase, die auf Al₂O₃ basiert. Unterhalb davon liegt eine Schicht aus metallischer Legierung mit hohem Siliziumgehalt, an die sich die unmittelbare Reaktionszone anschließt. Diese wird von Verbindungen aus Chrom und Titan aus der Legierung mit Stickstoff und Sauerstoff aus der Keramik dominiert.

Beim Kontakt der SiAlON-Keramik mit der Nimonic 90-Schmelze (1500 °C) bilden sich große Poren, die auf eine heftige Gasentwicklung schließen lassen. Hierbei handelt es sich höchstwahrscheinlich sowohl um Stickstoff als auch um Sauerstoff. Nahe an der ursprünglichen Grenzfläche bilden sich Titan-Stickstoffverbindungen, die sich als Ausscheidungen deutlich von der Legierungsschmelze abheben. Diese treten auch zusammen mit Aluminium und Sauerstoff auf, was ein Hinweis auf Ti-Al-O-N-Verbindungen ist. Unterhalb der so entstandenen porösen Struktur befindet sich die Reaktionszone. Die Metallschmelze bildet eine fortschreitende Reaktionsfront, die nach und nach die SiAlON-Keramik auflöst. Hierbei wird deutlich, dass zuerst die Glasphase der Keramik in die Schmelze übergeht und anschließend die Körner, die nun nicht mehr in einem festen Korngefüge vorliegen, durch Diffusionsprozesse abgebaut werden.

4.1.2 Quantitative Verschleißanalyse von SiAION B im Stift-Scheibe-Versuch

In den Stift-Scheibe-Versuchen wurde das Verschleißverhalten der SiAlON-Keramik im Gleitkontakt mit den Nickelbasislegierungen Inconel 718 und Nimonic 90 untersucht. Dabei wurden die Reibkoeffizienten aus dem resultierenden Drehmoment sowie der geometrische Verschleiß der Keramikproben bestimmt. Die Werte für unterschiedliche Normalkräfte und unterschiedliche Gleitgeschwindigkeiten sind in den folgenden zwei Abschnitten dargestellt. Die Kontaktspannungen zu Versuchsbeginn sind im Kapitel 3 in Tabelle 3.1 für alle Materialkombinationen angegeben.

4.1.2.1 Verschleißverhalten der Paarung SiAlON B und Inconel 718

In Abbildung 4.6 und Abbildung 4.7 ist jeweils die axiale Wegänderung der Prüfmaschine während des Versuchs für die Paarung SiAION B (Stift) gegen Inconel 718 (Scheibe) dargestellt. Diese Änderung entspricht der verschleißbedingten Höhenabnahme zwischen beiden Reibpartnern, bzw. der Gesamtverschleißtiefe. Abbildung 4.6 zeigt die Gesamtverschleißtiefe jeweils für einen Gleitweg von 2000 m für unterschiedliche Gleitgeschwindigkeiten bei einer axialen Anpresskraft von 100 N. Dies entspricht einer anfänglichen mittleren Kontaktspannung bei Linienkontakt von $p_{m,100N} = 1,03$ GPa bzw. einer maximalen Kontaktspannung von $p_{max,100N} = 1,31$ GPa (jeweils nach Hertz). Für die Anpresskraft von 200 N (Abbildung 4.7) ergeben sich analog Kontaktspannungen von $p_{m,200N} = 1,46$ GPa und $p_{max,200N} = 1,86$ GPa. In beiden Fällen wird deutlich, dass der Verschleiß für die Geschwindigkeiten 1 m/s; 10 m/s und 25 m/s kontinuierlich mit dem Gleitweg zunimmt. Ein davon abweichendes Verschleißverhalten ist in beiden Fällen für die Geschwindigkeit 5 m/s zu beobachten.



Abbildung 4.6: Verlauf der Gesamtverschleißtiefe zwischen SiAION B und Inconel 718 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 100 N

Abbildung 4.7: Verlauf der Gesamtverschleißtiefe zwischen SiAION B und Inconel 718 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 200 N

Bei 5 m/s ist für 100 N praktisch keine Änderung, d.h. kein Verschleiß zu erkennen. Bei 200 N tritt während der ersten 1000 m ein ähnliches Verhalten auf, das dann durch die starke Ablagerungszunahme gestört wird. Hier baut sich zunächst eine knapp 200 μ m dicke Schicht auf, die dann abreißt und zur ersten Ausbildung einer Verschleißfläche auf der Keramik führt. Danach wiederholt sich dieser Aufbauprozess erneut (Höhe ca. 550 μ m) und führt anschließend zu einem unruhigem, aber kontinuierlich zunehmendem Verschleiß. Bei 25 m/s lassen sich sowohl für 100 N wie auch für 200 N ähnliche Phänomene beobachten, bei denen die Verschleißtiefe kurzzeitig abrupt absinkt und als Abreißen einer Ablagerung zu deuten ist. Allerdings ist dieses Verhalten nicht so ausgeprägt wie bei 5 m/s und 200 N.

Abbildung 4.8: Verschleißrate von SiAlON B gegen Inconel 718 bei 100 N Anpresskraft und das Verschleißvolumen am Keramikkörper

Abbildung 4.9: Verschleißrate von SiAlON B gegen Inconel 718 bei 200 N Anpresskraft und das Verschleißvolumen am Keramikkörper

Das geometrisch bestimmte Verschleißvolumen, das nach 2000 m Gleitweg an den Keramikproben für die unterschiedlichen Versuchsbedingungen entsprechend Gleichung 3.13 bestimmt wurde ist in Abbildung 4.8 und Abbildung 4.9 zusammen mit den Verschleißraten aufgetragen. Die Verschleißrate wurde als differentieller Wert der Gesamtverschleißtiefe ermittelt, womit auch die negative Verschleißrate für 5 m/s bei 100 N zu erklären ist. Die Verschleißvolumina sind an der rechten Ordinate angegeben und nicht negativ. Tendenziell ist eine gute Korrelation der Verschleißrate mit dem Verschleißvolumen der Keramikproben zu beobachten.

Abbildung 4.10: Verlauf der Reibkoeffizienten zwischen SiAION B und Inconel 718 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 100 N

Abbildung 4.11: Verlauf der Reibkoeffizienten zwischen SiAION B und Inconel 718 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 200 N

Der Verlauf der Reibkoeffizienten über den Gleitweg ist für beide Anpresskräfte in Abbildung 4.10 und Abbildung 4.11 dargestellt. Die Reibkoeffizienten nehmen nach einer Einlaufphase von maximal 500 m einen stabilen Wert an. In beiden Fällen nimmt der Reibkoeffizient mit zunehmender Geschwindigkeit ab. Der jeweils größte Sprung ist von 1 m/s auf 5 m/s zu beobachten. Bei 100 N Anpresskraft fällt hier der Reibkoeffizient μ von 0,6 auf 0,35. Für eine Anpresskraft von 200 N fällt μ von 0,45 auf 0,21 ab – die Differenz beträgt für beide Kräfte ca. 0,25. Die Reibkoeffizientenabnahme ist für noch höhere Geschwindigkeiten deutlich geringer. Sie erreichen bei 25 m/s die niedrigsten Werte im Rahmen der Messreihen, die für 100 N bei μ = 0,23 und für 200 N bei μ = 0,14 liegen (Abbildung 4.12).

Abbildung 4.12: Verlauf der Reibkoeffizienten bei steigender Geschwindigkeit für die Kombination SiAION B gegen Inconel 718

Die gemittelten Reibkoeffizienten aus den Kurvenverläufen sind in Abbildung 4.12 gegen die Gleitgeschwindigkeit aufgetragen. Hierbei zeigt sich ein kontinuierlicher Abfall des Reibkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit sowie der Unterschied zwischen niedriger und hoher Anpresskraft. Bei 200 N ist μ um ca. 0,15 niedriger als bei 100 N. Die geschwindigkeitsabhängige Abnahme verläuft zwischen 1 m/s und 10 m/s für beide Kräfte annähernd parallel. Von 10 auf 25 m/s nimmt der Reibkoeffizient für 100 N Anpresskraft weiter ab, während sich für 200 N hier keine deutliche Änderung mehr zeigt. Die Zahlenwerte, die aus den Messungen gezogen werden konnten, sind für die Kombi-

nation SiAlON B/Inconel 718 dem Anhang (Tabelle 8.5) zu entnehmen.

Die analogen Verschleißversuche mit der Paarung SiAION/Nimonic 90 zeigen nahezu gleiches Unterschiede und sind im Detail dem Anhang (8.2.4) zu entnehmen. In Abschnitt 4.1.2.3 sind die Ergebnisse beider Materialpaarungen berücksichtigt.

4.1.2.2 Temperaturentwicklung während der Stift-Scheibe-Versuche bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten

In Abbildung 4.13 ist die Temperaturverteilung an der Außenfläche einer Keramikprobe während eines Verschleißversuchs exemplarisch für 10 m/s dargestellt. Bilder für die untersuchten Geschwindigkeiten befinden sich im Anhang (8.2.1). Diese Bilder wurden jeweils dann aus kontinuierlichen Thermographiemessungen entnommen, wenn keine weitere Änderung der Temperatur über einen Zeitraum von einer Minute beobachtet wurde und ein stationärer thermischer Zustand angenommen werden konnte. Die gemessene Temperatur der Inconel 718-Scheibe ist aufgrund der hohen Reflektivität von metallischen Oberflächen weniger genau als an der Keramik, für die ein Emissionsfaktor von 1 angenommen werden kann. Trotz dieser Messungenauigkeit von mehreren 10 Kelvin an der Nickelbasisscheibe, können tendenzielle Aussagen bezüglich des Temperaturunterschieds zwischen Keramik und Scheibe gemacht werden. Die Scheibe ist aufgrund ihrer größeren thermischen Masse, ihrer höheren Wärmeleitfähigkeit und der ständigen Rotationsbewegung deutlich kälter als die fixierte Keramikprobe. Die Werte, die in Abbildung 4.14 dargestellt sind, entsprechen den Mittelwerten über einen Bereich von 250 μ m×250 μ m um die heißeste Stelle. Zudem wurde noch die Maximaltemperatur angegeben. Die Temperatur steigt annähernd linear mit 21 K/(m/s) an, wobei zu berücksichtigen ist, dass die Kontakttemperatur im Reibspalt noch deutlich höher liegt.

Abbildung 4.14: Geschwindigkeitsabhängiger Temperatur- und Reibkoeffizientenverlauf für SiAION B gegen Inconel 718. Der Mittelwert wurde aus dem schwarz umrandeten Rechteck in Abbildung 4.13 gebildet. Dort wurde auch der Maximalwert entnommen

4.1.2.3 Zusammenfassung des quantitativen Reibungs- und Verschleißverhaltens von SiAION B im Kontakt mit Nickelbasislegierungen

Im Gleitgeschwindigkeitsbereich zwischen 1 m/s und 25 m/s wurden sowohl die Scheibenmaterialien sowie die Anpresskräfte variiert, um ein erweitertes Parameterfeld abzudecken. Die Versuche zeigen übereinstimmend, dass bei einer Gleitgeschwindigkeit von 5 m/s die niedrigste Verschleißrate an der SiAION-Keramik auftritt. In Kombination mit Nimonic 90 ist dieses Verschleißminimum jedoch auch bei 10 m/s noch zu beobachten, während für Inconel 718 bereits bei 10 m/s wieder eine deutliche Verschleißzunahme auftritt (Abbildung 4.8 und Abbildung 4.9 bzw. Abbildung 8.11 und Abbildung 8.12). Bei der niedrigen Anpresskraft von 100 N zeigt die SiAION B/Nimonic 90-Kombination auch bei 25 m/s relativ geringen Verschleiß, der deutlich unter jenem aus dem niedrigen Geschwindigkeitsbe-

reich von 1 m/s liegt. Hier hebt sich das Verschleißverhalten deutlich von den anderen drei Parametersätzen ab, die sowohl bei 1 m/s wie auch bei 25 m/s die höchsten Verschleißvolumina aufweisen.

Hinsichtlich des Reibkoeffizienten zeigen alle Kombinationen eine starke Abnahme mit steigender Geschwindigkeit (Abbildung 4.12 und Abbildung 8.15). Für die Nimonic 90/SiAlON B-Kombination wird der Reibkoeffizient weniger stark von der Anpresskraft beeinflusst, während er für Inconel 718/SiAlON B bei einer Anpresskraft von 100 N höher ist als bei 200 N, obwohl hier von einer stärkeren Deformation der Scheibenoberfläche auszugehen ist. Es ist anzunehmen, dass die höhere Reibleistung bei höherer Anpresskraft auch zu höheren Temperaturen führt. Dies spricht wiederum für eine temperaturabhängige Reduktion des Reibungskoeffizienten. Da die Reibungswärme in Form von Reibleistung in das System eingebracht wird, sind in den nachfolgenden Darstellungen (Abbildung 4.15 und Abbildung 4.16) die Verschleißkoeffizienten und die Reibkoeffizienten in Abhängigkeit von der Reibleistung^{ix} aufgetragen. Hier zeichnet sich für den Verschleißkoeffizienten ein Minimum zwischen 150 und 250 N·m/s Reibleistung ab, während der Reibkoeffizient bis 500 N·m/s abnimmt. Für die Kombination SiAlON B/Inconel 718 zeigt sich ein leichter Anstieg des Reibkoeffizienten mit steigender Reibleistung.

Abbildung 4.15: Verschleißkoeffizient, aufgetragen gegen die Reibleistung für die SiAION B-Keramik im Kontakt mit den beiden Nickelbasislegierungen

Abbildung 4.16: Reibkoeffizient, aufgetragen gegen die Reibleistung für die SiAlON B-Keramik im Kontakt mit den beiden Nickelbasislegierungen

^{ix} Reibleistung $P_{\text{reib}} = F_{\text{R}} \cdot v = \mu \cdot F_{N} \cdot v$

4.1.3 REM- und EDX-Analyse der SiAlON B-Verschleißproben

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der mikrostrukturellen Untersuchungen an ausgewählten SiAION B-Verschleißproben dargestellt. Diese Untersuchungen umfassen die rasterelektronenmikroskopische (REM) Bewertung der Verschleißflächen in Kombination mit energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX). Eine µRaman-Analyse der tribochemischen Produkte erfolgt in Abschnitt 4.1.4.

4.1.3.1 SiAlON B und Inconel 718

In Abbildung 4.17 ist die Verschleißfläche einer SiAION B-Probe dargestellt, die mit einer Gleitgeschwindigkeit von 5 m/s und einer Anpresskraft mit 200 N gegen Inconel 718 gelaufen ist. An Position 1 liegen vor allem Chrom und Sauerstoff vor sowie geringere Anteile von Niob, Titan und Aluminium. Es handelt sich folglich um eine überwiegend oxidische Verbindung mit Legierungselementen der Nickelbasislegierung. Position 3 und 5 weisen eine ähnliche Zusammensetzung auf. In allen drei Fällen sind Risse in der Schicht sichtbar, was auf ein sprödes Verhalten und/oder hohe Spannungen in diesen Bereichen hindeutet. Position 4 liegt an der Bruchkante der Schicht und zeichnet sich durch besonders hohe Chrom- und Titananteile aus (54 at% bzw. 11 at%). An Position 2 ist eine glatte Oberfläche zu erkennen, an der das Keramikgefüge sichtbar ist. Die glatte Oberfläche an dieser Stelle ist bemerkenswert, da sie keinen Hinweis auf abrasiven Verschleiß bietet. Allerdings ist eine Oberflächendegradation festzustellen, da das Verhältnis der Keramikbestandteile nicht mit der Ausgangszusammensetzung übereinstimmt – insbesondere die Silizium- und Sauerstoffanteile sind mit 51 at% bzw. 8 at% höher als in der ursprünglichen SiAION-Keramik und deuten deshalb auf eine Bildung von Siliziumoxid an der Oberfläche hin. Die erhabenste Stelle der Verschleißfläche wird von Position 6 repräsentiert und entspricht einer metallische Ablagerung auf Ni-Cr-Fe-Basis, die 10 at% Sauerstoff und 3 at% Stickstoff aufweist.

	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6
Ν	4,3	25,3	3,6	2,0	4,2	3,0
0	37,9	8,3	38,3	3,1	40,7	10,0
Al	6,8	8,7	9,3	2,0	8,1	1,5
Si	4,5	50,8	0,1	9,5	0,1	0,3
Nb	6,4	0,3	3,7	3,9	4,1	2,2
Мо	0,4	0,1	0,3	0,9	0,3	0,9
Ti	6,5	0,3	8,8	10,8	8,0	2,7
Cr	30,1	1,3	34,9	53,7	31,8	23,2
Mn	0,3	0,3	0,4	1,9	0,3	0,3
Fe	0,7	0,8	0,1	2,2	0,7	13,4
Со	0,1	0,0	0,1	0,2	0,0	0,7
Yb	0,3	1,4	0,0	2,9	0,3	0,6
Ni	1,7	2,4	0,5	6,9	1,4	41,4

Abbildung 4.17: Ausschnitt der Verschleißfläche der SiAlON B-Probe nach dem Gleitversuch gegen Inconel 718 bei 5 m/s über 2000 m (F_N = 200 N)

Tabelle 4.5: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen. Die schraffierten Felder weisen auf auffällige Konzentrationswerte hin.

Ein Querschliff durch die Ablagerungen dieser Verschleißprobe zeigt in Abbildung 4.18 eine tribologisch erzeugte Schichtstruktur. An Position 1 dominieren die Bestandteile der Inconel 718-Legierung, wobei auch alle Bestandteile der Keramik (Si, Al, O, N und Yb) deutlich nachgewiesen werden können. Insbesondere der Ytterbiumanteil von 1,3 at% ist in diesem Bereich verhältnismäßig hoch und liegt nur im reinen Keramikgefüge (Position 4) in ähnlicher Höhe vor. Die Elementverteilung in der Schicht zwischen der metallischen Ablagerung und der Keramik variiert je nach Abstand zum nächsten Nachbarn (Position 2 und 3). An Position 2 ist insbesondere die Chromkonzentration mit 30 at% hoch und liegt sogar über dem Wert der metallischen Ablagerung. Titan und Niob sind in der Reaktionsschicht ebenfalls deutlich stärker vertreten als in der metallischen Ablagerung darüber. Die Zusammensetzung innerhalb dieser Schicht ändert sich von Position 2 zu 3 insbesondere im Silizium-, Stickstoff- und Chromgehalt. Aluminium, Sauerstoff und Titan bilden mit annähernd gleichbleibenden Anteilen an beiden Positionen die Grundzusammensetzung der Schicht. Im Vergleich zur Wechselwirkung zwischen SiAION B und Nimonic 90 kommt hier Niob aus der Inconel-Legierung als weiteres Element hinzu, das sich in der Reaktionsschicht anreichert. Molybdän und Eisen spielen eine untergeordnete Rolle bei der tribochemischen Reaktion unter diesen Bedingungen.

Abbildung 4.18: Querschliff an der SiAlON B-Verschleißprobe nach Kontakt mit Inconel 718 bei 5 m/s und F_N = 200 N,(Strecke: 2000 m)

	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4
Ν	1,3	5,3	10,3	29,3
0	8,4	21,9	25,2	10,5
Al	4,5	12,5	12,8	10,3
Si	4,6	11,6	22,5	39,3
Nb	2,5	5,9	4,2	1,4
Mo	0,8	0,4	0,3	0,1
Ti	2,3	7,5	6,2	1,6
Cr	20,1	30,3	16,4	4,4
Mn	0,1	0,1	0,1	0,2
Fe	12,5	1,3	0,4	0,4
Со	0,5	0,1	0,2	0,2
Yb	1,3	0,8	0,7	1,9
Ni	41,1	2,4	0,9	0,5

Tabelle 4.6: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen

Bei höherer Gleitgeschwindigkeit (25 m/s) bilden sich deutlich weniger Ablagerungen auf der Verschleißfläche (Abbildung 4.19). Bei dieser Ablagerung handelt es sich um eine metallische Schicht an den höchsten Stellen (Position 1 und 4), die einen relativ hohen Sauerstoffanteil besitzt. Jedoch lässt sich anders als bei den 5 m/s-Verschleißflächen keine klar differenzierte zweite Schicht darunter erkennen, sondern Partikel, die in der metallischen Ablagerung eingebettet sind (Position 2).

Pos1 Pos2 Pos3 Pos4 Ν 5,5 7,6 36,0 5,6 1,2 50,5 14,7 11,2 0 Al 0,3 4,0 6,6 0,6 Si 0,6 15,8 39,6 0,6 Nb 0,6 2,0 0,3 0,7 1,7 0,0 1,5 Mo 0,4 Ti 0,3 0,7 0,1 0,3 2,6 9,5 2,4 Cr 0,7 Mn 0,2 0,1 0,1 0,1 Fe 18,1 3,3 0,4 20,3 Со 0,5 0,2 0,1 0,5 Yb 0,5 0,7 0,8 0,0 Ni 56,1 5,3 0,6 56,2

Abbildung 4.19: Verschleißflächendetail einer SiAlON B-Probe nach dem Gleitversuch mit Inconel 718 bei 25 m/s nach 2000 m (F_N = 200 N)

Tabelle 4.7: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen

Diese eingebetteten Partikel weisen einen hohen Silizium- und Sauerstoffanteil auf (16 at% bzw. 51 at%). Außerdem treten Stickstoff, Chrom und Niob in nennenswerten Mengen auf. Der größte Teil der sehr glatten Verschleißfläche liegt frei, an der das Keramikgefüge zu erkennen ist (Position 3). Hier ist jedoch erneut der Sauerstoffanteil höher als in der ursprünglichen Keramik, was auf die Bildung einer Siliziumoxidschicht aufgrund hoher Temperaturen hindeutet.

	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6
Ν	2,4	2,8	4,7	4,1	3,2	4,2
0	5,8	13,1	46,0	47,4	43,9	38,3
Al	2,0	1,6	2,6	3,5	1,9	2,6
Si	4,0	3,9	18,2	19,0	23,1	6,6
Nb	1,1	1,7	1,4	1,8	0,9	1,5
Mo	0,9	1,3	0,4	0,3	0,3	0,6
Ti	0,9	0,4	0,8	0,9	0,7	1,0
Cr	13,9	13,4	12,7	9,6	9,5	18,7
Mn	0,3	0,0	0,1	0,2	0,2	0,1
Fe	17,2	15,1	4,8	7,2	5,9	6,9
Со	0,7	0,3	0,1	0,3	0,3	0,2
Yb	0,5	0,0	0,8	0,9	0,4	0,4
Ni	50,2	46,4	7,4	5,0	9,8	19,0

Abbildung 4.20: Querschliff der SiAION B-Probe nach demTabelle 4.8: EDX-Elementverteilung anGleitversuch mit Inconel 718 bei 25 m/s nach 2000 mausgewählten Positionen(F_N = 200 N)(F_N = 200 N)

Der Querschliff durch diese Ablagerung ist in Abbildung 4.20 dargestellt und bestätigt die Annahme, dass die zuvor beschriebenen Partikel in der metallischen Ablagerung eingeschlossen sind und in einer Schichtstruktur vorliegen. Der Titananteil, der bei den bisher beobachteten tribochemischen Phasen relativ hoch war, ist in diesem Fall gering bei maximal 1 at%. Im Gegensatz dazu ist in den abgetragenen Schichten der Bereiche 3 bis 5 der Silizium- und Sauerstoffanteil relativ hoch, was auf eine Silikat-basierte Phase schließen lässt. Der Übergang von der Ablagerung zur Keramik unterscheidet sich in diesem Fall auch deutlich von denen, die bei niedrigerer Gleitgeschwindigkeit beobachtet wurden. Hier ist eine sehr ebene Grenze zu erkennen, die auf eine flüssige Phase während des Verschleißversuchs hindeutet. Es ist anzunehmen, dass innerhalb dieser flüssigen Phase die stärksten Reaktionen ablaufen und durch die gleichförmige Scherbelastung ein gleichmäßiger Abtrag stattfindet, der diese ebene Grenzfläche erzeugt. Ein stark vergrößerter Ausschnitt dieser Zone ist in Abbildung 4.21 zu sehen.

Die Detailaufnahme (Abbildung 4.21) der Übergangszone zeigt zunächst den hohen Sauerstoffanteil an der Grenzfläche (1 und 2). Obwohl der helle Bereich der Nickelbasislegierung zugeordnet werden kann, liegt an Position 1 ein hoher Ytterbiumanteil vor, der an Position 3 hingegen nicht nachweisbar ist. In der dunklen Schicht (Position 2) dominieren Silizium und Sauerstoff mit 37 at% bzw 24 at%. Nickel lässt sich an allen drei Positionen nachweisen, selbst in der scheinbar ursprünglichen Keramik (Position 3). Dies ist insbesondere bemerkenswert, da Nickel in den vorangegangenen Untersuchungen kaum in den Reaktionsprodukten vertreten war. Allerdings ist es denkbar, dass mit steigender Temperatur auch eine Diffusion von Nickel in die Keramik auftritt.

	Pos1	Pos2	Pos3
N	9,1	7,8	23,8
0	26,8	23,6	11,2
Al	5,3	6,2	8,0
Si	25,6	37,2	42,3
Nb	0,8	0,6	0,3
Mo	0,6	0,3	0,3
Ti	0,4	0,4	0,2
Cr	6,4	4,0	2,3
Mn	0,1	0,1	0,0
Fe	6,0	5,2	2,8
Со	0,3	0,3	0,0
Yb	1,0	0,4	0,0
Ni	17.5	13.7	8.8

Abbildung 4.21: Detailaufnahme aus Abbildung 4.20 (grünes Rechteck) der Grenzfläche zwischen SiAION B und Inconel 718

Tabelle 4.9: EDX-Elementverteilung anausgewählten Positionen

4.1.3.2 Zusammenfassung der Beobachtungen für die Verschleißflächen von SiAlON B nach Stift-Scheibe-Versuchen mit Inconel 718 und Nimonic 90

Im Abschnitt 4.1.3.1 wurden zwei unterschiedlich tribologisch belastete Oberflächen von SiAlON B-Keramikproben mittels Elektronenmikroskopie und energiedispersiver Röntgenanalyse untersucht. Die Belastungsszenarien unterscheiden sich nur hinsichtlich der Gleitgeschwindigkeit (5 m/s und 25 m/s). Analoge Untersuchungen mit der Nickelbasislegierung Nimonic 90 sind im Anhang (8.2.5) beschrieben. Die Verschleißflächen wurden sowohl senkrecht auf die Oberfläche wie auch im Querschliff parallel zur Gleitrichtung betrachtet (Abbildung 4.22). Die wichtigsten Ergebnisse in Abhängigkeit von Geschwindigkeit und Gegenkörperwerkstoff sind in Abbildung 4.23 und Abbildung 4.24 als Schema des Querschliffs dargestellt und lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

- Ablagerungen der Legierungen treten verstärkt bei 5 m/s Gleitgeschwindigkeit auf; es wurden mehr Ablagerungen für Inconel 718 beobachtet als für Nimonic 90, jedoch wurde diese Beobachtung nicht quantifiziert.
- Die Ablagerungen weisen stets einen erhöhten Sauerstoffanteil auf, teilweise auch Stickstoff und Silizium. Dies deutet einerseits auf Oxidation durch die hohen Temperaturen im Reibkontakt hin, andererseits sind Stickstoff und Silizium Indikatoren für eine rasche Diffusion dieser Elemente von der SiAION-Keramik in die Ablagerung.
- Bei 5 m/s treten neben den Ablagerungen meist Ausbrüche der Oberflächen auf, teilweise aber auch freigelegte, glatte Keramikoberflächen. Im Gegensatz dazu werden bei 25 m/s keine Ausbrüche beobachtet, sondern nur sehr glatte, annähernd polierte Keramikflächen neben vereinzelten Ablagerungen. An diesen glatten Verschleißflächen lässt sich stets eine Veränderung der Zusammensetzung beobachten, die auf eine SiO_x-Schicht schließen lässt. Die Bildung derartiger Schichten an Si₃N₄-Oberflächen bei hohen Temperaturen ist bekannt [98, 99, 100].
- Diese tribochemischen Reaktionsschichten konnten unter allen Versuchsbedingungen beobachtet werden. Die Schichten zwischen der Keramikoberfläche und der metallischen Ablagerung werden im Lauf der Versuche aufgrund der Scherkräfte deformiert und lösen sich teilweise von der Keramikoberfläche, so dass die Schichtbruchstücke in den metallischen Ablagerungen eingeschlossen werden.
- Hinsichtlich der Zusammensetzung der tribochemischen Reaktionsprodukte zeigen sich Unterschiede aufgrund der Geschwindigkeit und der Gegenkörperzusammensetzung. Bei 5 m/s

wird eine Tendenz zur Bildung von Chromoxid-Verbindungen deutlich, während bei 25 m/s offensichtlich verstärkt Siliziumoxid gebildet wird.

Abbildung 4.22: Schema der unterschiedlichen Bereiche an der Verschleißprobe

Abbildung 4.23: Schematische Darstellung eines Verschleißflächenquerschnitts einer SiAION B /Inconel 718-Paarung bei 5 m/s (links) und 25 m/s (rechts) Abbildung 4.24: Schematische Darstellung eines Verschleißflächenquerschnitts einer SiAION B /Nimonic 90-Paarung bei 5 m/s (links) und 25 m/s (rechts)

4.1.4 Raman-Untersuchungen

Zur Charakterisierung der tribochemischen Verschleißprodukte mittels Raman-Spektroskopie wurden Stichproben ausgewählt, bei denen deutliche Signale erzielt werden konnten und die eine Zuordnung zu Referenzspektren ermöglichen. Die Unterschiede der Reaktionsprodukte im Kontakt mit Inconel 718 und Nimonic 90 sind nicht signifikant.

4.1.4.1 Referenzmessung und Kontaktprobe

Die Raman-Spektren in Abbildung 4.26 zeigen Messungen (schwarze Linie) an der Oberfläche einer polierten SiAlON B-Keramikprobe im Ausgangszustand und eine Messung der Reaktionszone (rote Linie), die am Querschliff nach den Wechselwirkungsversuchen zu sehen ist (Abbildung 4.25). Sowohl im Spektrum der unbelasteten Probe wie auch dem der Reaktionszone ist das Signal bei 2512 cm⁻¹ stark ausgeprägt, und entspricht bei einer Anregungswellenlänge von 785 nm einer Fluoreszenzwellenlänge von $\lambda = 977,8$ nm^x. Dieses Fluoreszenz-Signal von Yb³⁺ zeigt, dass in der Reaktionszone noch immer Ytterbium in seiner Ausgangsumgebung, d.h. noch immer von der SiAlON-Kristallstruktur umgeben vorliegt.

^x 1/(785 nm) - 2512 cm⁻¹=1/(977,8 nm). Dieses Signal wird, ähnlich wie die Cr³⁺-Fluoreszenz in Aluminiumoxid, auf die Fluoreszenz des dreiwertigen Ytterbium-Kations zurückgeführt. In der Literatur werden für Yb³⁺-dotierte Y₂SiO₅- und YAlO₃-Kristalle Fluoreszenzlinien bei 979 nm bzw. bei 978,5 nm angegeben, die nahe am hier beobachteten Signal liegen [150].

Abbildung 4.25: Der Kreis markiert die Position der Raman-Messung am Querschliff der Wechselwirkungspaarung SiAION B / Inconel 718 nach 10 h bei 1200 C.

Abbildung 4.26: Raman-Spektren einer unbelasteten SiAION B Keramikoberfläche und Raman-Spektrum der links dargestellten Reaktionszone

Der Bereich zwischen 150 und 2000 cm⁻¹ ist in den folgenden beiden Darstellungen nochmal in zwei weitere Abschnitte aufgeteilt dargestellt: Abbildung 4.27 zeigt den Bereich von 150 bis 300 cm⁻¹ und Abbildung 4.28 den Bereich von 300 bis 2000 cm⁻¹.

Abbildung 4.27: Ausschnitt der Raman-Spektren für die Referenzmessung und die Reaktionszone bei niedrigen Wellenzahlen

Abbildung 4.28: Ausschnitt der Raman-Spektren für die Referenzmessung und die Reaktionszone für höhere Wellenzahlen

Von 150 bis 300 cm⁻¹ sind im Referenzspektrum typische Siliziumnitrid-Signale bei 175, 191, 217 und 248 cm⁻¹ zu erkennen, die aufgrund der starken Ähnlichkeit von SiAlON und Si₃N₄ zu erwarten sind. Durch die Wechselwirkung im Kontaktversuch verbreitern sich diese Signale und überlappen. Dies ist ein starker Hinweis auf ein Zusammenbrechen der Fernordnung im Kristallgitter der Keramik und lässt auf eine beginnende Amorphisierung schließen. Darüber hinaus tritt ein neues, breites Signal zwischen 260 und 290 cm⁻¹ auf, das sein Zentrum bei 285 cm⁻¹ hat. Dies wird als Hinweis auf Titannitrid-basierte Verbindungen gewertet, wie sie in der Literatur beschrieben werden [101, 102, 103] In Abbildung 4.28 wird deutlich, dass die meisten Signale der ursprünglichen Keramik auch nach dem Kontaktversuch auftreten, aber auch neue Signale hinzukommen. Hierbei fällt vor allem das Signal um 576 cm⁻¹ auf, welches ebenfalls auf TiN schließen lässt, das jedoch auch als TiO₂ interpretiert

werden kann [104]. Daneben lassen sich schwach die charakteristischen Signale des Minerals Sinoit^{xi} identifizieren, das aufgrund seiner Zusammensetzung Si₂N₂O gebildet werden könnte. Die Signale treten jedoch nicht besonders ausgeprägt auf, was auf einen geringen Anteil dieser Phase oder einen amorph-kristallinen Metazustand hindeuten kann.

4.1.4.2 Raman-Untersuchungen an SiAION B-Verschleißproben

Abbildung 4.29 zeigt die Oberfläche einer Verschleißprobe, die über 2000 m mit einer Geschwindigkeit von 1 m/s und einer Anpresskraft von 100 N gegen Nimonic 90 gelaufen ist, und an der an drei Punkten Raman- und EDX-Messungen durchgeführt wurden, um die Zusammensetzung und die Raman-Signale zu korrelieren. Auf der Oberfläche der Probe sind großflächige metallische Ablagerungen des Werkstückmaterials zu sehen. In den Bereichen dazwischen liegt die abrasiv belastete Oberfläche der Keramikprobe frei vor. Die Raman-Untersuchungen dienen der Identifikation von Übergangsphasen und tribochemischen Veränderungen im Reibkontakt.

Abbildung 4.29: Detail der Verschleißfläche einer SiAlON B-Probe nach dem Gleitversuch mit Nimonic 90 (v = 1 m/s; s = 2000 m; F_N = 100 N)

Abbildung 4.30: Raman-Spektren an den Messpunkten der Verschleißprobe

In Abbildung 4.30 sind die Raman-Spektren der drei Messpunkte zu sehen. Besonders auffällig ist die Entwicklung des breiten Signals zwischen 1200 und 1600 cm⁻¹, welches mit metalloxidischen Verbindungen der Legierung in Verbindung gebracht werden kann. Entsprechend weist die Elementaranalyse für die Positionen 1 und 2 hohe Anteile von Nickel, Chrom, Kobalt und Sauerstoff auf. [105] identifizierten in diesem Bereich und zwischen 184 und 264 cm⁻¹ sowie zwischen 648 und 718 cm⁻¹ charakteristische Signale für AlCrN. Das Signal bei 1090 cm⁻¹ lässt sich durch den Vergleich mit den Element-konzentrationen einer Ytterbium-Verbindung zuordnen. Die freiliegende Oberfläche an Position 3 zeigt ein deutlich von der ursprünglichen Keramik unterscheidbares Spektrum, obwohl die Zusammensetzung an dieser Position nur unwesentlich verändert ist. Lediglich die Nickel- und Chromanteile sind hier auffällig gering. Jedoch muss berücksichtigt werden, dass bei der EDX-Analyse und der Raman-Spektroskopie jeweils ein anderes Probenvolumen angeregt wird. Ein Vergleich mit Referenzspektren zeigt, dass die Signale bei 460, 988, 1089 und 1145 cm⁻¹ an Position 3 mit einem stark verzerrtem SiO₂-Gitter in Verbindung gebracht werden können, wobei sie allerdings nicht die typischen Intensitätsverhältnisse zueinander aufweisen wie reiner Quarz und eine deutliche Signalverschiebung auftritt. Diese Beobachtung lässt sich auf die chemische Zusammensetzung zurückführen, die weitaus

^{xi} RRUFF ID: R130011 – <u>http://rruff.info/Sinoite</u> Si₂N₂O
mehr Elemente aufweist als reines SiO₂. In diesem Fall ist von einer oberflächlichen Oxidation der SiAION-Keramik auszugehen.





Abbildung 4.31: Positionen der Raman-Messung am Querschliff einer SiAlON B-Verschleißprobe nach dem Versuch mit Nimonic 90 bei 5 m/s $(F_N = 200 \text{ N})$

Abbildung 4.32: Raman-Spektren an den entsprechenden Positionen des Querschliffs

Der in Abbildung 4.31 dargestellte Querschnitt einer Verschleißprobe (2000 m bei 5 m/s gegen Nimonic 90) zeigt an Position 1 die metallische Ablagerung, an Position 2 die tribochemische Phase und an Position 3 die ursprüngliche SiAION-Keramik. Ein senkrechter Riss verläuft durch die tribochemische Phase, der sich nicht in der metallischen Ablagerung fortsetzt. In der Keramik wird dieser Riss abgelenkt und verläuft parallel zur Oberfläche durch die geschwächte Randzone. Dies ist ein Hinweis auf sprödes Verhalten, eine geringe Bruchzähigkeit und mechanischen Spannungen innerhalb der tribochemischen Phase.

Die Raman-Spektren, die in Abbildung 4.32 dargestellt sind, zeigen einen Übergang der Signale von Position 1 bis 3. Hierbei fällt auf, dass an Position 2 in der tribochemischen Schicht sowohl Signale der Ablagerung wie auch der Keramik in den Raman-Spektren auftreten. Der deutlichste Unterschied zwischen der tribochemischen Phase (2), der Ablagerung (1) und der Keramik (3) ist das breite Signal bei 654 cm⁻¹, welches auch bei 1 m/s schwach ausgeprägt auftritt (Abbildung 4.30). Dies kann als Hinweis auf AlN oder auf TiAlN betrachtet werden, selbst wenn der absolute Stickstoffanteil in diesem Bereich nur 7 bis 9 at% beträgt [101, 102]. Des Weiteren sind für die tribochemische Phase hier die Signale bei 140 und 280 cm⁻¹ charakteristisch, die ebenfalls mit TiAlN vergleichbar sind [101]. Die Raman-Spektren in Abbildung 4.32 sind teilweise mit Referenzspektren vergleichbar, lassen sich jedoch nicht eindeutig einer chemischen Zusammensetzung zuordnen, da die tribochemische Phase einerseits amorph erscheint und andererseits eine Zusammensetzung aufweisen könnte, die nicht zwingend in Referenzdatenbanken zu finden ist.

Vergleich der Raman-Spektren der SiAION B-Verschleißproben

Die Raman-spektroskopischen Untersuchungen an den Verschleißflächen der SiAION B-Keramik zeigen, dass abhängig von den Belastungssituationen unterschiedliche tribochemische Reaktionsprodukte nachgewiesen werden können. Nach dem statischen Kontaktversuch über 10 Stunden mit Nimonic 90 bei 1200 °C wurde in der Übergangszone eine Amorphisierung des ursprünglichen Keramikmaterials beobachtet (Abbildung 4.26). Auch bei etwa 1300 und 1800 cm⁻¹ lassen sich noch Signale des Ausgangsmaterials identifizieren. Darüber hinaus deuten Signale bei 280, 576 und 1345 cm⁻¹ auf die Bildung von Cr_2O_3 hin. Ein breites Signal bei 576 cm⁻¹ kann jedoch auch als Hinweis auf TiN betrachtet werden [103].

Nach dem Verschleißversuch bei 1 m/s (Abbildung 4.30) ist das breite Signal bei 1345 cm⁻¹ sehr dominant und kann einer AlCrN-Verbindung zugeordnet werden. Die Zusammensetzung zeigt zwar auch hohe Anteile von Chrom und Nickel, jedoch weist das Spektrum keine Übereinstimmung mit einer möglichen Raman-aktiven Nickelverbindung auf. Auch das charakteristische Signal für Cr₂O₃ bei 576 cm⁻¹ tritt hier nicht auf. Die Messungen an der Probe, die mit 5 m/s belastet wurde, zeigen am Querschliff hauptsächlich Signale, die auf eine veränderte Si₃N₄-Struktur hindeuten – insbesondere die verbreiterten Signale bei 845, 927 und 1036 cm⁻¹ deuten auf eine Amorphisierung der Keramik hin (Abbildung 4.32). Zudem treten in diesen Bereichen charakteristische Signale der Nickelverbindungen NiO^{xii}, Ni₂SiO₄^{xiii} und Nickelalumite^{xiv} auf, obwohl die EDX-Analyse überwiegend auf Chromoxid-Verbindungen schließen lässt. Hierbei ist zu beachten, dass stark Raman-aktive Substanzen auch in geringen Konzentrationen stärkere Signale erzeugen können als schwach Raman-aktive Verbindungen, die in höheren Konzentrationen vorliegen. Das breite Signal bei 654 cm⁻¹ ähnelt dem Mineral Népouit^{xv}, einem glimmerartigen Schichtsilikat, das Nickel enthält. Die Signale bei 280 und 654 cm⁻¹ deuten darüber hinaus auch auf TiAIN hin. Diese Verbindung ist auch anhand von EDX-Analysen durchaus zu erwarten. Eine eindeutigere Zuordnung der Spektren ist nicht möglich, da keine Referenzdaten für die komplex zusammengesetzte tribochemische Phase existieren.

^{xii} RRUFF ID: R080121 – <u>http://rruff.info/Bunsenite</u>

xiii RRUFF ID: R120062 – <u>http://rruff.info/chem=Ni,%20Si,%20O/display=default/R120062</u>

^{xiv} RRUFF ID: R060573 – <u>http://rruff.info/Nickelalumite</u> (Ni,Cu²⁺)Al₄(SO₄,NO₃)(OH)₁₂·3H₂O

^{xv} RRUFF ID: R120106 – <u>http://rruff.info/Nepouite</u> Ni₃Si₂O₅(OH)₄

4.2 Untersuchungen zum Verschleißverhalten an Komposit C (Al₂O₃/SiC) gegen Nickelbasislegierungen

Nachdem in Abschnitt 4.1 grundlegende Gesichtspunkte des tribochemischen Verschleißes einer kommerziellen SiAION-Keramik untersucht wurden, werden im Folgenden analoge Untersuchungen einer Kompositkeramik dargestellt, um einen Vergleich des jeweils charakteristischen Verschleißverhaltens zu ermöglichen. Es ist anzumerken, dass aufgrund der großen Ungenauigkeit der EDX-Analyse von Kohlenstoff, dieses Element in den Analysen nur teilweise für tendenzielle Beurteilungen berücksichtigt wurde. Die hier dargestellten Ergebnisse beziehen sich sowohl auf die Materialpaarungen Komposit C/Inconel 718 und Komposit C/Nimonic 90. Ergebnisse, die sich aufgrund der Unterschiedlichen Nickelbasislegierungen nicht signifikant unterschieden werden nur auszugsweise dargestellt und die restlichen Ergebnisse sind zur Vollständigkeit im Anhang (8.2.6 bis 8.2.8) aufgeführt.

4.2.1 Chemische Wechselwirkung zwischen Komposit C und Inconel 718

In den Versuchen zur chemischen Wechselwirkung wurden polierte Komposit C- und Inconel 718-Scheiben aufeinander gepresst und im Ofen für 10 Stunden ausgelagert. Eine Übersicht der Oberflächen nach den Auslagerungsversuchen bei 700 °C, 1000 °C und 1200 °C sind in Abbildung 4.33 dargestellt und zeigen die unterschiedlich starken Veränderungen der Kontaktfläche. Des Weiteren wurden Keramikscheiben im Kontakt mit den Nickelbasislegierungen unter Argon-Atmosphäre auf 1500 °C erhitzt und für 200 Sekunden bei dieser Temperatur gehalten, so dass eine Reaktion mit der Legierungsschmelze erfolgen konnte.

Wie Abbildung 4.33 zeigt, führt eine thermische Belastung von 700 °C lediglich zu einer leichten Verfärbung der Inconel 718-Scheibe aufgrund von oberflächlicher Oxidation. Bei 1000 °C findet eine schwache Wechselwirkung statt, die an der sichtbaren Oberflächenveränderung zu erkennen ist. Bei 1200 °C tritt eine starke Wechselwirkung auf, die zu einer Anhaftung der beiden Proben aneinander führt, die für diese Oberflächenbetrachtung jedoch gelöst werden konnte.



Abbildung 4.33: Oberflächen der Kontaktproben nach den Wechselwirkungsversuchen über zehn Stunden

Abbildung 4.34 zeigt den Übergang von der aufgeschmolzenen Inconel 718-Legierung (1) zur Komposit C-Keramik (3). Dazwischen ist die Übergangszone (2) deutlich zu erkennen.



Querschliff Grenzfläche Abbildung 4.34: der Komposit C/Inconel 718 nach 200 Sekunden bei 1500 °C, Eindringtiefe der Legierung ca. 70 μm

In der Schmelze (Position 1) wird ein erhöhter Sauerstoffanteil detektiert. Aufgrund der Argon-Atmosphäre in der Versuchsanordnung kann der Sauerstoff nur aus der Keramik stammen. Von Sauerstoff abgesehen, entspricht die Elementverteilung in etwa der ursprünglichen Inconel 718-Legierung. Position 2 repräsentiert den Bereich der Keramik, der durch die Metallschmelze "infiltriert" wurde. Es verbleibt überwiegend das Matrixmaterial Al₂O₃ sowie geringe Anteile des Siliziums der SiC-Whisker. Die Whisker reagieren mit Nickel, Eisen und

Chrom, so dass an der ursprünglichen Whisker-Position nun deutliche Signale dieser Legierungselemente auftreten. Ab einer Tiefe von ca. 70 µm (Position 3) liegt das unveränderte Kompositmaterial vor. Detailaufnahmen der Übergangsgrenzflächen, die durch die schwarzen Rahmen markiert sind, sind in Abbildung 4.35 und Abbildung 4.36 dargestellt.



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4
0	20,3	6,9	18,2	31,4
AI	0,5	2,2	10,6	31,2
Si	0,3	2,2	2,4	2,5
Nb	0,1	0,0	8,4	1,2
Mo	1,7	0,8	2,7	0,4
Ti	0,1	0,1	3,5	0,8
Cr	58,7	8,4	7,3	2,1
Mn	0,0	0,1	0,1	0,0
Fe	11,2	19,1	11,7	6,9
Со	0,1	0,3	0,2	0,0
Ni	7,0	59,9	34,9	23,6

Abbildung 4.35: Detail des Übergangs von Inconel 718 zur Tabelle 4.10: EDX-Elementverteilung an Übergangszone mit Komposit C nach 200 Sekunden bei 1500 °C

ausgewählten Positionen der Komposit C/Inconel 718-Reaktionszone

In der Detailaufnahme der Grenzfläche von Legierung zur Kompositkeramik (Abbildung 4.35) wird ersichtlich, dass Sauerstoff, Chrom, Eisen und Nickel die Ausscheidung in der Schmelze an Position 1 dominieren. Im hellen Bereich der Schmelze (Position 2) liegen hauptsächlich Nickel, Eisen, Chrom und Sauerstoff vor. Der Sauerstoff ist auf Diffusion zurückzuführen, nachdem er aus dem Al₂O₃ der Keramik herausgelöst wurde. An Position 3 überlagern sich Signale von Al₂O₃ und der Nickelbasislegierung. Allerdings ist eine helle Grenzschicht zu erkennen, in der ein deutlich erhöhter Titananteil von fast 4 at% vorliegt. Zusätzlich ist hier die Niob-Konzentration mit 8 at% bemerkenswert hoch. An Position 4 ist anhand der Helligkeit in der Darstellung mit einem hohen Anteil schwerer Elemente zu rechnen, allerdings ist die Aluminium- und Sauerstoffkonzentration hier unerwartet hoch. Die erwarteten schweren Elemente Nickel, Eisen, Chrom und Niob sind mit geringerem Anteil als erwartet vorhanden. Vermutlich führt das Aluminiumoxid in der näheren Umgebung und größeren Tiefe des Messbereichs zu einer Verfälschung des Signals.



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4
0	37,1	45,1	35,3	50,9
AI	38,5	46,1	41,5	44,7
Si	22,9	2,7	3,3	3,6
Nb	0,0	0,0	0,0	0,0
Mo	0,0	0,0	0,2	0,0
Ті	0,1	0,1	0,1	0,0
Cr	0,2	0,6	1,5	0,1
Mn	0,1	0,0	0,1	0,0
Fe	0,3	0,8	3,6	0,1
Co	0,1	0,1	0,2	0,1
Ni	0,8	4,5	14,2	0,4

Abbildung 4.36: Detail des Übergangs von der Übergangszone mit Inconel 718 zu Komposit C nach 200 Sekunden bei 1500°C

Tabelle 4.11: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der Komposit C/Inconel 718-Reaktionszone

Der zweite Detailausschnitt in Abbildung 4.36 zeigt den Bereich in der Kompositkeramik, in welchem noch SiC-Whisker (Position 1) vorliegen und bereits Legierungsschmelze eingedrungen ist (Positionen 2 und 3). Position 2 befindet sich an der Stelle eines SiC-Whiskers, der gerade mit eindringender Nickelbasislegierung reagiert. Der Anteil von Aluminium und Sauerstoff aus der umgebenden Matrix liegt bei je ca. 45 at%. An Position 3 ist Nickelbasislegierung nachzuweisen, wo zuvor ein SiC-Whisker in der Matrix lag – die Signale zeigen hauptsächlich Nickel, Eisen und Chrom. Position 4 liegt im reinen Al₂O₃-Matrixmaterial, wobei geringe Mengen von Silizium aus der Umgebung detektiert werden.

Allgemeine Beschreibung zur Wechselwirkung zwischen Komposit C und den Nickelbasislegierungen Inconel 718 und Nimonic 90:

SiC reagiert mit Nickel, Chrom und Eisen aus der Inconel-Legierung. Im Gegensatz zur Reaktion mit Inconel 718 reagiert SiC im Kontakt mit Nimonic 90 bei 1000 °C hauptsächlich mit Nickel und Kobalt. Die beiden leichten Elemente Silizium und Kohlenstoff können dabei in das Gitter der Nickelbasislegierung eingebaut werden und bilden neue Verbindungen, bzw. können in der Legierung diffundieren. Aufgrund der Zusammensetzung und auch nach einem Vergleich mit Referenzen in der Literatur ist die Bildung von Nickelsiliziden anzunehmen. [106] beobachtete hierbei ähnlich lamellare Strukturen bei der Reaktion von Nickel und Siliziumcarbid, die auch in den Untersuchungen dieser Arbeit auftraten (s. Anhang: Abbildung 8.21). Die Stöchiometrie der Hauptreaktionsprodukte kann hierbei zwischen Ni₃Si und NiSi variieren. Innerhalb der Legierung bilden sich oxidische Ausscheidungen, die auf Chrom basieren. Aufgrund des diffundierenden Kohlenstoffs sind auch Chromcarbide möglich. In den chromhaltigen Ausscheidungen zeigen sich nach dem Versuch Risse. Diese können einerseits auf die Unterschiede der Ausdehnungskoeffizienten im Vergleich zur Matrix zurückgeführt werden, andererseits zeigt sich hier auch eine Versprödung im Gegensatz zur ursprünglich risszähen Nickelbasislegierung. Außerdem lassen sich unter anderem auch Titanoxide und Nickel-Chrom-Silizium-Verbindungen mit geringem Sauerstoffanteil nachweisen. Direkt am Übergang zur Keramik ist die Konzentration von Titan deutlich erhöht. Dies legt nahe, dass Titan mit Aluminiumoxid reagiert, während Nickel, Chrom und Kobalt die SiC-Whisker angreifen. Chrom lässt sich allerdings auch neben Titan an der Grenzfläche zu Al₂O₃ verstärkt nachweisen. Innerhalb der Keramikmatrix sind keine Hinweise auf eine Reaktion zwischen Legierung und Oxidkeramik zu erkennen.

4.2.2 Quantitative Verschleißanalyse von Komposit C im Stift-Scheibe-Versuch

Das Verschleißverhalten der Kompositkeramik bei Gleitbeanspruchung wurde auf gleiche Weise im Stift-Scheibe-Versuch untersucht wie für die SiAlON-Keramik in Abschnitt 4.1.2. Entsprechend wurden auch für diese Untersuchungen fixierte Proben aus Komposit C mit konstanter Anpresskraft gegen rotierende Inconel 718- bzw. Nimonic 90-Scheiben gepresst, wobei im Folgenden nur die Ergebnisse aus den Versuchen mit Inconel 718 dargestellt sind. Die weiteren Ergebnisse mit Nimonic 90 sind im Anhang (8.2.7) zu finden. Alle Versuche wurden bei den Geschwindigkeiten 1, 5, 10 und 25 m/s durchgeführt, jeweils für Anpresskräfte von 100 und 200 N. Die daraus resultierenden Kontaktspannungen unterscheiden sich aufgrund der mechanischen Eigenschaften der Legierungen bei Versuchsbeginn, wie Tabelle 3.1 zeigt.

4.2.2.1 Stift-Scheibe-Versuch mit Komposit C gegen Inconel 718

Die Verläufe der Gesamtverschleißtiefe der Reibpaarung Komposit C/Inconel 718 bei unterschiedlichen Versuchsbedingungen über eine Gleitstrecke von 2000 m sind in Abbildung 4.37 und Abbildung 4.38 dargestellt. Es fällt auf, dass der Gesamtverschleiß bei 1 m/s für 200 N geringer ist als bei 100 N, während er bei 5 m/s für 200 N höher ist als bei 100 N. Für die höheren Geschwindigkeiten ist der Unterschied unwesentlich. In beiden Belastungsfällen zeigt sich, dass der Gesamtverschleiß, der hierbei repräsentativ für den Verschleiß der Keramikproben ist, für die niedrigste Geschwindigkeit von 1 m/s am stärksten ist und mit zunehmender Geschwindigkeit abnimmt. Die Verschleißunterschiede zwischen 5 bis 25 m/s sind sehr viel geringer als zwischen 1 m/s und 5 m/s.





Abbildung 4.38: Verlauf der Gesamtverschleißtiefe zwischen Komposit C und Inconel 718 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 200 N

Aus dem Verlauf des Gesamtverschleißes lässt sich die Verschleißrate als Ableitung ermitteln. Die Resultate für unterschiedliche Geschwindigkeiten und Normalkräfte sind in Abbildung 4.39 und Abbildung 4.40 zusammen mit dem geometrisch bestimmten Verschleißvolumen der Keramikprobe dargestellt. Der ähnliche Verlauf verdeutlicht, dass die Gesamtverschleißtiefe zwar nicht absolut, aber doch qualitativ den Verschleiß der Keramikprobe beschreibt.



Abbildung 4.39: Verschleißrate von Komposit C gegen Inconel 718 bei 100 N Anpresskraft und das Verschleißvolumen am Keramikkörper



Die Abnahme des Verschleißes und der Verschleißrate mit steigender Geschwindigkeit zeigt, dass ein Wechsel im dominanten Verschleißmechanismus auftritt. Die Reibkoeffizienten weisen auf ein ähnliches Verhalten hin (Abbildung 4.41 und Abbildung 4.42) – sie fallen mit steigender Geschwindigkeit, wobei der Sprung von 1 m/s auf 5 m/s von annähernd 0,26 sowohl bei 100 N wie auch bei 200 N beträgt. Das weitere Absinken des Reibkoeffizienten liegt im Bereich von 0,1 bis 0,05 je Geschwindigkeitsschritt. Somit gilt für die Werkstoffkombination Komposit C und Inconel 718 im untersuchten Bereich, dass mit steigender Geschwindigkeit sowohl der Reibkoeffizient als auch der Verschleiß abnehmen.



1.0 m/s 1 5 m/s 10 m/s 0,8 25 m/s Reibkoeffizient µ 0,6 0,4 0,2 0,0 0 500 1000 1500 2000 Gleitweg [m]

Abbildung 4.41: Verlauf der Reibkoeffizienten zwischen Komposit C und Inconel 718 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 100 N

Abbildung 4.42: Verlauf der Reibkoeffizienten zwischen Komposit C und Inconel 718 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 200 N



Der Verlauf der Reibkoeffizienten über der Geschwindigkeit ist in Abbildung 4.43 für beide Normalkräfte dargestellt. Für alle untersuchten Geschwindigkeiten sind die Reibkoeffizienten bei einer Anpresskraft von 200 N um 0,05 bis 0,1 niedriger als bei 100 N.

Abbildung 4.43: Mittlere Reibkoeffizienten zwischen Komposit C und Inconel 718 bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten und Anpresskräften

4.2.2.2 Temperaturentwicklung während der Stift-Scheibe-Versuche

Abbildung 4.44 zeigt die Temperaturverteilung einer Komposit C-Probe im Stift-Scheibe-Versuch bei 10 m/s. Analog zu den Untersuchungen an SiAlON B wurden die Temperaturen an der Probe bei stabilen Reibkoeffizienten während des Versuchs bestimmt (Abbildung 4.45). Die Temperaturbestimmung erfolgte im Kontakt mit einer Inconel 718-Scheibe bei einer Anpresskraft von 100 N. Die Temperatur am heißesten Bereich der Keramikprobe nimmt von 1 m/s auf 10 m/s von ca. 200 °C auf etwa 320 °C zu und fällt danach bis 20 m/s wieder ab. Selbst bei einer Geschwindigkeit von 25 m/s werden im Mittel nur knapp 300 °C erreicht. Der Reibkoeffizient hingegen fällt kontinuierlich von ca. 0,5 auf 0,12. Aus diesem Verhalten lässt sich schließen, dass die Reibleistung bei Geschwindigkeiten über 10 m/s zu einem geringeren Teil in Wärme umgesetzt wird als bei niedrigeren Geschwindigkeiten die Erzeugung von größeren, neuen Oberflächen übergehen. Auf diese Beobachtung wird in Abschnitt 5.1.2 der Diskussion näher eingegangen.



Abbildung 4.44: Beispiel eines Thermographiebildes der Kompositkeramik-probe bei einer Gleitgeschwindigkeit von 10 m/s und einer Anpresskraft von 100 N



Abbildung 4.45: Geschwindigkeitsabhängiger Temperatur- und Reibkoeffizientenverlauf für Komposit C gegen Inconel 718 bei einer Anfangs-kontaktpressung von ca. 1,1 GPa

4.2.2.3 Zusammenfassung des quantitativen Verschleißverhaltens von Komposit C im Kontakt mit Nickelbasislegierungen

In den Stift-Scheibe-Versuchen wurden für die zwei Scheibenmaterialien Inconel 718 und Nimonic 90 jeweils über die Versuchsdauer konstante Anpresskräfte von 100 und 200 N angelegt und die Versuche über einen Gleitweg von 2000 m mit den Geschwindigkeiten 1; 5; 10 und 25 m/s durchgeführt. Das Verschleißverhalten der Kompositkeramik zeigt hierbei keine deutliche Abhängigkeit von den Scheibenwerkstoffen, sowohl bezüglich des Verschleißvolumens wie auch hinsichtlich des Reibkoeffizienten. Das Verschleißvolumen fällt mit zunehmender Geschwindigkeit stark ab (Abbildung 4.39 und Abbildung 4.40 sowie Abbildung 8.27 und Abbildung 8.28). Da das maschinell mögliche Geschwindigkeitslimit der Modellversuche mit 25 m/s erreicht ist, konnte das Verhalten nicht für noch höhere Geschwindigkeitsbereiche untersucht werden. Allerdings deuten der Verlauf und ein schließlich leichter Anstieg des Verschleißvolumens bei den Versuchen mit Nimonic 90 und 200 N darauf hin, dass ein Verschleißminimum existieren könnte und bei entsprechend hoher Geschwindigkeit der Verschleiß auch wieder zunehmen könnte.

Die Reibkoeffizienten erreichen bei 25 m/s sehr niedrige Werte zwischen 0,10 und 0,16 (Abbildung 4.43 für Inconel 718 und Abbildung 8.31 im Anhang für Nimonic 90). Der Kurvenverlauf ist dem des Reibkoeffizienten von SiAION B in 4.1.2.4 sehr ähnlich. Da dieses Verhalten bei zwei sehr unterschiedlichen Keramiken auftritt, stellt sich die Frage, ob und inwiefern dieses Verhalten verallgemeinert werden kann. Auf diese Beobachtung wird im Rahmen der Diskussion in Abschnitt 5.1.2 näher eingegangen. Der Verschleißkoeffizient und der Reibkoeffizient können in Abhängigkeit von der Reibleistung betrachtet werden, so wie sie in Abbildung 4.46 und Abbildung 4.47 dargestellt sind. Die gestrichelten Trendlinien gelten, wenn keine Unterscheidung zwischen Nimonic 90 und Inconel 718 gemacht wird. Hier deutet sich für den Verschleißkoeffizienten ein exponentieller Abfall mit steigender Reibleistung an, während der Reibkoeffizient bis 600 N·m/s (Watt) annähernd linear abfällt.



Abbildung 4.46: Abhängigkeit des Verschleißkoeffizienten von der Reibleistung für Komposit C, der zunächst stark abnimmt und ab ca. 350 N·m/s stabil bleibt.



Abbildung 4.47 Abhängigkeit des Reibkoeffizienten von der Reibleistung für Komposit C, der eine stetige Abnahme mit steigender Reibleistung zeigt.

4.2.3 REM- und EDX-Analyse der Komposit C-Verschleißproben

Im folgenden Abschnitt wird die mikrostrukturelle Veränderung der Komposit C-Verschleißproben nach den Stift-Scheibe-Versuchen an ausgewählten Beispielen untersucht. Dabei wird die Gefügemorphologie der Proben mittels Rasterelektronenmikroskopie analysiert und die Zusammensetzung von tribochemischen Reaktionsprodukten mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie bestimmt. Im darauffolgenden Abschnitt 4.2.4 werden die Ergebnisse der µRaman-Analyse dieser Reaktionsprodukte dargestellt. Grundsätzlich unterscheiden sich die Ergebnisse der Versuche mit Inconel 718 und Nimonic 90 kaum. Da die Bilder der Keramikproben aus den Versuchen mit Nimonic 90 anschaulicher sind, werden diese im Folgenden dargestellt und beschrieben. Die weiteren Ergebnisse mit Inconel 718 sind dem Anhang (8.2.8) zu entnehmen.

4.2.3.1 Komposit C und Nimonic 90

Abbildung 4.48 zeigt einen dunklen (1) und einen hellen (2) Bereich auf der Verschleißfläche, die beide zunächst als Ablagerungen interpretiert werden könnten. Der dunkle Bereich liegt unter der hellen, metallischen Ablagerung, die erwartungsgemäß plastisch verformt ist und Spuren der Gleitbewegung des Gegenkörpers zeigt. Bei Bereich 1 handelt es sich um die tribochemische Schicht. Sie zeigt weder Hinweise auf eine plastische Deformation noch Abriebspuren. Stattdessen bildet sich eine glatte Oberfläche auf den amorph erscheinenden Bereichen zwischen Ablagerung und Keramik, in denen sich die Schicht bildet. Position 3 ist ebenfalls eine tribologisch gebildete Schicht, die glatt und glasartig erscheint. Da beide Bereiche der tribochemischen Phase (Position 1 und 3) frei an der Oberfläche liegen, wird angenommen, dass diese ebenfalls im Gleitkontakt waren.



Pos1 Pos2 Pos3 47,2 9,2 45,6 0 Al 29,6 3,5 14,5 0,4 0,3 Si 0,0 Ti 16,6 3,3 25,0 18,3 Cr 4,9 13,7 Mn 0,2 0,0 0,2 Fe 0,1 0,6 0,1 Со 0,5 13,6 0,2 Ni 1,0 51,2 0,5

Abbildung 4.48: Verschleißfläche von Komposit C nach dem Versuch mit Nimonic 90 bei 5 m/s über 2000 m $(F_N = 100 \text{ N})$

Tabelle 4.12: EDX-Elementverteilung anausgewählten Positionen in Abbildung4.48

Die EDX-Analyse der Positionen 1 und 3 zeigt, dass es sich bei der tribochemisch gebildeten Schicht um eine Verbindung aus Titan, Aluminium und Sauerstoff handelt. Zudem tritt noch Chrom auf. An Position 3 liegt eine Verbindung mit leicht veränderter Stöchiometrie vor. Der Aluminiumanteil ist deutlich niedriger, während Titan und Chrom in höherer Konzentration vorliegen. Der Sauerstoffgehalt ist mit 46 at% ähnlich hoch wie an Position 1. Die metallisch erscheinende Ablagerung an Position 2 weist eine Zusammensetzung auf, die annähernd der von Nimonic 90 entspricht, bis auf den Unterschied, dass der Sauerstoffanteil bei über 9 at% liegt. Die tribochemischen Phasen an den Positionen 1 und 3 bilden geschlossene Flächen, deren Kanten für glasartige Werkstoffe typische, scharfkantige Bruchflächen aufweisen.



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6
0	42,0	48,1	50,0	50,0	43,8	37,3
Al	17,0	31,4	32,9	28,9	39,2	36,2
Si	0,8	0,3	0,4	2,7	3,4	8,6
Ti	5,5	10,2	11,8	11,7	2,8	2,8
Cr	7,9	2,5	1,6	3,1	7,9	8,0
Mn	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1
Fe	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Со	5,5	1,6	0,8	0,8	0,7	1,4
Ni	20.9	5.8	2.2	2.6	2.2	5.6

Abbildung 4.49: Querschliff der Verschleißfläche aus Abbildung 4.48

Tabelle 4.13: EDX-Elementverteilung anausgewählten Positionen in Abbildung4.49

In Abbildung 4.49 ist ein Querschnitt durch die Verschleißfläche aus Abbildung 4.48 mit tribochemischer Phase dargestellt. An Position 1 sind anhand der 21 at % Nickel und 5 at % Kobalt deutliche Spuren der Nickelbasislegierung nachzuweisen. Nickel und Kobalt treten an allen weiteren Positionen dieses Querschnitts in deutlich geringerer Konzentration auf. Sauerstoff, Aluminium, Chrom und Titan sind an allen Positionen die dominanten Elemente, wobei Aluminium und Sauerstoff als Grundbestandteile der Kompositkeramik in hoher Konzentration zu erwarten sind. Der Titananteil liegt an den Positionen 2, 3 und 4 zwischen 10 und 12 at% und ist somit dort deutlich höher als der Chromanteil, der zwischen 1 und 3 at% schwankt. An den Positionen 5 und 6 kehrt sich diese Situation um, wenn auch nicht im gleichen Verhältnis. Jedoch liegt hier der Chromanteil bei etwa 8 at% und Titan bei knapp 3 at%. Die Positionen 5 und 6 repräsentieren die Grenzfläche zwischen tribochemischer Reaktionszone und ursprünglicher Keramik. Hier ist zudem die Sauerstoffkonzentration mit durchschnittlich 40 at% geringer als in der Reaktionszone (2 bis 4), wo etwa 50 at% detektiert werden. Für die Positionen 4, 5 und 6 ist anzumerken, dass der Siliziumanteil zur Keramik hin ansteigt, was ein Hinweis auf eine Diffusion dieses Elements ist.

Ein Ausschnitt der Verschleißfläche für die identische Werkstoffpaarung, die bei 25 m/s geprüft wurde, ist in Abbildung 4.50 dargestellt. Es lassen sich drei unterschiedliche Oberflächenbereiche identifizieren. Position 1 ähnelt stark der tribochemischen Phase, die auch bei niedrigerer Gleitgeschwindigkeit von 5 m/s beobachtet wurde. Die metallische Ablagerung auf dieser Reaktionsphase ist in Position 3 zu erkennen. Dazwischen zeigt Position 2 eine freigelegte Oberfläche der Keramik, an der scheinbar die tribochemisch Phase aus Position 1 herausgebrochen ist.

Position 1 basiert auf Sauerstoff, Chrom, Aluminium und Titan, wobei der Chromanteil von 28 at% bemerkenswert hoch ist. An Position 2 liegen vorrangig die Bestandteile der Keramik, Aluminium, Sauerstoff und Silizium vor. Darüber hinaus werden hier auch 1,6 at% Chrom registriert. Die metallische Ablagerung in Position 3 enthält vorrangig Nickel, Chrom und Kobalt und ist mit 6 at% Sauerstoff geringfügig oxidiert.



	Pos1	Pos2	Pos3
0	46,4	40,6	6,2
AI	13,8	43,8	2,0
Si	0,2	11,6	0,2
Ti	9,7	0,6	2,2
Cr	27,8	1,6	19,2
Mn	0,4	0,2	0,0
Fe	0,1	0,1	0,5
Со	0,3	0,4	15,1
Ni	1,3	1,2	54,6

Abbildung 4.50: Verschleißfläche von Komposit C nach dem Versuch mit Nimonic 90 bei 25 m/s über 2000 m $(F_N = 100 \text{ N})$

Tabelle 4.14: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen in Abbildung 4.50

Abbildung 4.51 zeigt einen Querschliff der Verschleißfläche, in welchem die metallische Ablagerung (1), die tribochemische Reaktionszone (2, 3, 4) und das keramische Grundmaterial klar voneinander zu unterscheiden sind. Bezüglich der Struktur ist auffällig, dass die ebene Grenzfläche hier im Gegensatz zur SiAION-Keramik zwischen dem tribochemischen Reaktionsprodukt und der metallischen Ablagerung verläuft und der Übergang von Reaktionszone zur Keramik uneben ist und eine Verzahnung mit der Kornstruktur zeigt.



Abbildung 4.51: Querschliff der Verschleißfläche aus Ab- Tabelle 4.15: EDX-Elementverteilung an bildung 4.50 ausgewählten Positionen in Abbildung

4.51

Die sichtbare Schichtstruktur in der oberen Hälfte der Reaktionszone deutet darauf hin, dass in diesem Abstand eine mechanische Scherung der Zone erfolgt, da diese Zone während des Versuchs höchstwahrscheinlich erweicht. Die Zusammensetzung an Position 1 unterscheidet sich nicht signifikant von der senkrecht zur Verschleißfläche (Position 3 in Abbildung 4.50) untersuchten metallischen Ablagerung. Innerhalb der Reaktionszone variieren die Anteile von Aluminium, Titan und Chrom geringfügig, wobei der Chromanteil in Bereich 4, also nahe am Übergang zur Keramik, mit 20 at% am höchsten ist. Bei idealer stöchiometrischer Zusammensetzung der Oxide von Aluminium, Chrom und Titan wäre ein Sauerstoffgehalt von ca. 70 at% an allen drei Positionen zu erwarten^{xvi}. Der niedrigere Sauerstoffanteil kann auf die zusätzliche Bildung von Verbindungen mit Kohlenstoff zurückgeführt werden, dessen Anteil hier nicht bestimmt wird, sowie auf die Bildung mehrphasiger, komplexer Oxide.

4.2.3.2 Zusammenfassung der Beobachtungen für die Verschleißflächen von Komposit C nach Stift-Scheibe-Versuchen mit Inconel 718 und Nimonic 90

In den Abschnitten 8.2.8 und 4.2.3.1 wurden vier unterschiedlich tribologisch belastete Oberflächen von Komposit C-Proben mittels REM und EDX untersucht. Die Belastungsszenarien unterscheiden sich hinsichtlich des Reibpartners (Inconel 718 und Nimonic 90) und der Gleitgeschwindigkeit (5 m/s und 25 m/s). Da die Verschleißflächen sowohl senkrecht zur Oberfläche wie auch im Querschliff parallel zur Gleitrichtung betrachtet wurden, ist in Abbildung 4.22 das Schema einer gelaufenen Verschleißprobe dargestellt. Die tribochemischen Veränderungen sind jeweils für den Kontakt mit Inconel 718 (Abbildung 4.52) und Nimonic 90 (Abbildung 4.53) dargestellt. Unter den darauffolgenden Punkten sind die Beobachtungen zusammengefasst.



Abbildung 4.52: Schematische Darstellung eines Verschleißflächenquerschnitts einer Komposit C/Inconel 718-Paarung bei 5 m/s (links) und 25 m/s (rechts) Abbildung 4.53: Schematische Darstellung eines Verschleißflächenquerschnitts einer Komposit C/Nimonic 90-Paarung bei 5 m/s (links) und 25 m/s (rechts)

- Das Auftreten von Metallablagerungen auf der Kompositkeramik im Stift-Scheibe-Versuch zeigt innerhalb des gewählten Parameterfeldes keine Abhängigkeit von der Geschwindigkeit oder den Gegenkörperwerkstoffen.
- Die Sauerstoffkonzentrationen innerhalb der Ablagerungen variieren zwischen 6 und 16 at%, wobei der höchste Wert bei 25 m/s in der Nimonic 90-Legierung festgestellt wurde. Sauerstoff, welcher höchstwahrscheinlich vorrangig aus der Umgebungsluft stammt, reagiert mit der heißen Kontaktfläche.
- Die tribochemischen Schichten weisen stets eine glatte Grenzfläche zu den metallischen Ablagerungen auf, wohingegen die Grenzfläche zur Keramik uneben und stark verzahnt ist. Generell erscheinen die tribochemischen Schichten amorph und sind von Rissen durchzogen. Ausbrüche legen scharfkantige Bruchflächen innerhalb der Schichten frei, während die Grenzfläche zur Keramik eine angeschmolzene oder von einem dünnen Film überzogene

Element	Position 2		Position 3		Position 4	
	Real [at%]	Ideal [at%]	Real [at%]	Ideal [at%]	Real [at%]	Ideal [at%]
Aluminium	18	27	20	30	17	25,5
Titan	11	22	12	24	6	12
Chrom	14	21	11	16,5	20	30
Sauerstoff	55,3	70	55,6	70,5	54,9	67,5

^{xvi}Maximal möglicher Sauerstoffanteil bei stöchiometrisch idealen Metalloxiden:

Oberfläche aufweist. Risse in der tribochemischen Phase verlaufen meist senkrecht zur Gleitebene und können auf thermische Spannungen zurückgeführt werden. Risse parallel zur Gleitrichtung treten wenige Mikrometer unterhalb der Grenzfläche in der Keramik auf und werden den Scherspannungen zugeschrieben, die durch die Gleitbewegung hervorgerufen werden.

- Die Schichtdicke variiert zwischen 4 und 11 µm wobei keine systematische Geschwindigkeitsabhängigkeit zu erkennen ist. Dies liegt auch daran, dass Ausbrüche und Ablagerungen an der Oberfläche lokal unterschiedlich stark ausgeprägt sind.
- Die tribochemischen Schichten sind glasartig und weisen alle einen hohen Anteil an Sauerstoff von 50 at% und höher auf. Unabhängig von den unterschiedlichen Zusammensetzungen der Nickelbasislegierungen treten in den tribochemischen Schichten stets Chrom, Titan und Aluminium auf. In Verbindung mit Inconel 718 ist in den Schichten zudem ein erhöhter Niobanteil nachweisbar (2-10 at%), welcher bei den Versuchen mit Nimonic 90 konsequenterweise nicht auftreten kann, da diese Legierung kein Niob enthält.

4.2.4 Raman-Untersuchungen

In den Untersuchungen zur chemischen Zusammensetzung der tribochemischen Schichten, die im Kontakt zwischen Komposit C und Nimonic 90 bzw. Inconel 718 entstehen, hat sich gezeigt, dass bis auf die Niobanteile bei Inconel 718 keine signifikanten Unterschiede für die beiden Nickelbasislegierungen auftreten. Aus diesem Grund werden in den folgenden Abschnitten nur die Untersuchungen an Reaktionsprodukten zwischen Komposit C und Nimonic 90 vorgestellt. Die Messungen wurden mit einer Laserwellenlänge von 532 nm aufgenommen.

4.2.4.1 Referenzmessung an einer Kontaktprobe

An einer Probe aus einem Wechselwirkungsversuch mit Nimonic 90 und Komposit C wurden Referenzmessungen für den Vergleich der chemischen Zusammensetzung und der entsprechenden Raman-Spektren an bestimmten Positionen herangezogen (Abbildung 4.54). Im Bereich der Grenzfläche bilden sich unterschiedliche Strukturen aus, die durch chemische Reaktionen der verfügbaren Elemente den jeweils günstigsten energetischen Zustand darstellen. Ähnliche Verbindungen sind an den Grenzflächen der Proben aus den Verschleißversuchen zu erwarten und werden mit denen aus den Wechselwirkungsversuchen verglichen.

An Position 1 in Abbildung 4.54 liegen tropfenförmige Ausscheidungen vor, die hauptsächlich auf Aluminium und Sauerstoff basieren. Sie enthalten zudem Titan und Nickel, welche auf die umgebende Nickelbasislegierung zurückgeführt werden können. Das Raman-Spektrum (Abbildung 4.55) deutet [107] zufolge auf eine Titanoxid-ähnliche Verbindung hin. Aluminiumtitanat (Al₂TiO₅) ist aufgrund der Zusammensetzung nach [108] ebenfalls möglich, wobei jedoch einige charakteristische Signale von Al₂TiO₅, die bei 250, 444 und 613 cm⁻¹ zu erwarten wären [104], nicht sichtbar sind. Die umgebende Nickelbasislegierung weist einen erhöhten Sauerstoff- und Siliziumanteil auf. Letzterer stammt aus der Reaktion der Legierung mit den Siliziumcarbid-Whiskern. Die etwas dunkleren Bereiche (Position 2) enthalten ebenso viel Silizium wie Sauerstoff (je 14 at%) sowie hohe Anteile an Nickel (25 at%) und Chrom (38 at%). Das entsprechende Raman-Spektrum an dieser Stelle ist vergleichbar mit dem Spektrum von Chromcarbid Cr₃C₂, welches mit Chrom aus der Legierung und Kohlenstoff aus den SiC-Whiskern gebildet wird. In der Legierungsmatrix bilden sich zudem Ausscheidungen, die einen hohen Titananteil von über 80 at% und einen Sauerstoffanteil von 9 at% besitzen (Positionen 3 und 4). Die Raman-Spektren deuten auf eine Überlagerung von Titancarbid und Titanoxid hin, wobei sich die Spektren der beiden Ausscheidungen unterschieden, obwohl sie scheinbar identische chemische Zusammensetzungen haben. Dies ist eine Folge der unterschiedlichen Anregungsvolumina von Raman-Spektroskopie und EDX-Analyse. Das Raman-Spektrum an Position 4 zeigt deutliche Hinweise auf Al_2TiO_5 anhand der breiten Signale bei 261, 422 und 613 cm⁻¹ (vgl. [104]). Position 5 innerhalb der ursprünglichen Keramikmatrix weist eine ähnliche Zusammensetzung wie Position 1 auf, mit dem Unterschied, dass der Nickelanteil deutlich geringer ist (1 at%) und dafür der Titananteil etwas höher liegt (6 at%). Das Raman-Signal bei 715 cm⁻¹ ist im Vergleich zu Position 1 zu höheren Wellenzahlen verschoben und deutlich asymmetrisch. Allerdings können geringe Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung und in der Kristallinität zu derartigen Veränderungen des Raman-Signals führen. Bei 417 cm⁻¹ tritt sehr schwach das Signal von Aluminiumoxid auf.





Abbildung 4.54: Übergang zwischen der Nimonic 90-Legierung (oben) und der Komposit C-Keramik (unten) nach 10 Stunden im Kontakt bei 1200 °C. Durch die Präparation hat sich ein Spalt entlang der Grenzfläche geöffnet.

Abbildung 4.55: Raman-Spektren an den entsprechenden Positionen der Kontaktprobe in Abbildung 4.54 und ein Referenzspektrum der ursprünglichen Komposit C-Keramik

4.2.4.2 Raman-Spektren an Querschliff einer Komposit C-Verschleißprobe

Für die Untersuchung der tribochemisch gebildeten Schicht wird eine Probe mit signifikanter Schichtdicke von bis zu 11 µm aus dem Versuch bei 25 m/s mit Nimonic 90 verwendet. Die Schichtzusammensetzung der Probe wurde bereits im Abschnitt 4.2.3.1 analysiert, so dass anhand der Raman-Spektren eine Zuordnung der chemischen Verbindung ermöglicht wird. Abbildung 4.56 zeigt einen Querschliff durch die Verschleißfläche. Im oberen Bereich des Bildes ist das Einbettmittel dunkel zu erkennen, weiter unten folgt die metallische Ablagerung (Position 1) aus dem Reibversuch gegen die Nimonic 90-Scheibe. Darunter ist deutlich getrennt von der Ablagerung die Reaktionszone zu erkennen (Positionen 2, 3 und 4), die sich zwischen der Ablagerung und der Keramik ausbildet.



Abbildung 4.56: Positionen der Raman-Messungen und des EDX-Linescans



Abbildung 4.57: Raman-Spektren, die an den markierten Positionen in Abbildung 4.56 gemessen wurden

Die Raman-Spektren in Abbildung 4.57 beziehen sich auf die entsprechenden Positionen in Abbildung 4.56. Das Spektrum von Position 1 zeigt zwei dominante Signale – ein scharfes bei 541 cm⁻¹ und ein sehr breites bei 717 cm⁻¹. Diese sind typisch für Fe₃O₄ (Magnetit), Fe₂SiO₄ (Fayalit) und NiFe₂O₄ (Trevorit). Die Zusammensetzung des Raman-aktiven Signals spiegelt sich nicht direkt in der EDX-Messung wieder, da nur die nicht-metallischen Verbindungen Raman-Signale erzeugen, metallische Legierung aber nicht. Eine hohe Ähnlichkeit des Raman-Spektrums mit Chromcarbid lässt sich durch Vergleich mit Messungen von [109] nachweisen.



Abbildung 4.58: EDX-Linescan entlang der Linie in Abbildung 4.56

Die Positionen 2 und 3 basieren der EDX-Messung (Abbildung 4.58) zufolge auf Aluminium (19 at%), Titan (11 at%) und Chrom (12 at%) in eindeutig oxidischer Verbindung (Sauerstoffanteil: 54 at%). Hier zeigen die Raman-Messungen an den entsprechenden Positionen sehr ähnliche Spektren, die auf FeCr₂O₄ (Chromit) oder FeTi₂O₆ (Aeschynit) hindeuten, die jedoch alle Eisen enthalten. Es lässt sich kein Titanoxid (TiO₂) nachweisen, jedoch könnte an Position 3 Ti₂O₃ [110] vorliegen, während das Spektrum an Position 2 charakteristisch für Antase (TiO₂) ist [107]. Zudem ist bei der Interpretation der Spektren zu beachten, dass in der

EDX-Analyse der Kohlenstoffanteil konsequent außer Acht gelassen wurde, da von diesem ein zu großer Messfehler erzeugt wird. Mögliche Carbidverbindungen, wie Cr₃C₂ oder TiC können erwartet werden. Allerdings zeigt die EDX-Linienmessung in Abbildung 4.58, in welcher das Kohlenstoffsignal berücksichtig wurde, nur den systematisch hohen, fehlerbehafteten Kohlenstoffanteil im Bereich der tribochemischen Schicht. Trotzdem lässt sich im Vergleich mit entsprechenden Referenzen den Raman-Signalen Chromcarbid und Titancarbid zuordnen, was auf eine partielle Bildung dieser Verbindungen schließen lässt [111, 112], wobei auch AlCrN aufgrund der Form des Spektrums möglich wäre [105]. Die geringe Reaktivität von freiem Stickstoff macht diese Verbindung allerdings unwahrscheinlich. Die Ähnlichkeiten der Raman-Spektren für die aufgeführten Referenzverbindungen deuten darauf hin, dass die strukturellen Unterschiede trotz chemisch unterschiedlicher Zusammensetzung

gering sind. Hinzu kommt, dass bei niedriger Fernordnung der kovalenten Bindungen, d.h. bei amorphem Gefüge, eine Verbreiterung der Raman-Signale auftritt. Dementsprechend lassen sich die tribochemischen Produkte mit den verwendeten Methoden nur eingrenzen, aber nicht eindeutig bestimmen.

Vergleich der Raman-Spektren von Komposit C im Kontakt mit Nickelbasislegierungen

Das Referenzspektrum in Abbildung 4.55 zeigt die typischen Siliziumcarbid-Signale bei 798 cm⁻¹ und 970 cm⁻¹, die von den SiC-Whiskern stammen, sowie deutlich schwächer das Aluminiumoxid-Signal der Matrix bei 417 cm⁻¹. Hierbei ist der Intensitätsunterschied nicht unmittelbar als Indikator für die jeweiligen Anteile zu interpretieren, er basiert primär auf der unterschiedlich starken Raman-Aktivität der Materialien. In der Übergangszone zwischen Keramik und Legierung nach dem 10-stündigen Kontaktversuch bei 1200 °C treten tropfenförmigen Ausscheidungen auf, die auf Aluminium, Sauerstoff, Titan und Nickel basieren und das Spektrum einer Titanoxid-Verbindung (Anatas, TiO₂) aufweisen. Außerdem zeigen die Raman-Untersuchungen die Signale von Chromcarbid (Cr₃C₂).

An den Verschleißproben wurde stets eine tribochemische Schicht beobachtet, die sich in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit unterschiedlich stark ausgeprägt hat, jedoch hinsichtlich Struktur und Zusammensetzung annähernd identisch ist. Das Raman-Signal der tribochemischen Schicht aus dem Versuch mit 25 m/s ist in Abbildung 4.57 dargestellt. Dieses Signal zeigt besonders starke Ähnlichkeit mit dem Cr₃C₂-Signal im Bereich von 500 bis 900 cm⁻¹ wie auch mit TiO₂ im unteren Wellenzahlbereich um 180 cm⁻¹, was sich auch in der chemischen Zusammensetzung wiederspiegelt: Titan (11 at%), Chrom (12 at%), Aluminium (19 at%), Sauerstoff (54 at%). Ein signifikant erhöhter Kohlenstoffanteil in der tribochemischen Schicht ist mittels EDX nicht nachweisbar. Aufgrund der Form des Raman-Signals und der Dissoziation von SiC, ist von der Bildung von Carbidverbindungen auszugehen. Wie zuvor erwähnt, können Verbindungen mit schwacher Raman-Aktivität von intensiveren Signalen überlagert werden. Die Beobachtungen aus der Mikrostrukturuntersuchung, bei der eine glasartige, spröde und deformierte (gescherte) tribochemische Schicht beobachtet wurde, erklären die auftretende Signalform, da eine amorphe, glasartige Struktur eine Verbreiterung der Raman-Signale zur Folge hat, und eine Deformation, die Eigenspannungen hervorruft, zu einer Signalverschiebung führt.

5 Diskussion

Aufgrund des Standes der Technik sowie der Ergebnisse in Kapitel 4, werden die beiden nachfolgenden Verschleißmechanismen für die jeweilige Keramik vorgeschlagen. In Abbildung 5.1 ist der Verschleißmechanismus der SiAION-Keramik dargestellt, in dem die Metalloxidschicht (MO_x) bei ausreichend hoher Temperatur katalytisch die Oxidation der SiAION-Oberfläche unterstützt, bei der Stickstoff frei wird. Diese Schichten lösen sich ab und führen zu hohem Verschleiß bei hoher Reibleistung.



Abbildung 5.1: Verschleiß der SiAlON-Keramik im Kontakt mit den Metalloxiden der Nickelbasislegierung. Ab einer kritischen Temperatur tritt eine starke Reaktion zwischen SiAlON und Metalloxiden unter Freisetzung von Stickstoff auf, bei der nicht verschleißbeständige Mischoxide gebildet werden.

Im Falle der Kompositkeramik (Abbildung 5.2) erfolgt die tribochemische Degradation nur an den Siliziumcarbid-Whiskern. Hier bildet die Metalloxidschicht eine diffusionshemmende Barriere, so dass nur ein sehr oberflächlicher Anteil der SiC-Whisker angegriffen wird. In dieser oberflächennahen Randschicht wird jedoch die mechanische Stabilität der Kompositmatrix geschwächt. Trotz der erhöhten Konzentrationen von Chrom und Titan an den Grenzflächen zu Al₂O₃ gibt es keine eindeutigen Hinweise auf eine chemische Reaktion der Aluminiumoxidmatrix. Diese chemische Resistenz und die Diffusionsbarriere aus Metalloxid sind dafür verantwortlich, dass der Verschleiß der Kompositkeramik gering bleibt. Durch eine erhöhte Gleitfähigkeit der Oxidschicht bei höheren Geschwindigkeiten sinkt die Reibleistung und es erfolgt keine Steigerung des Verschleißes innerhalb des untersuchten Geschwindigkeitsbereichs.



Abbildung 5.2: Verschleiß der Komposit-Keramik unter Reaktion der SiC-Whisker mit der Nickelbasislegierung. Bildung von Nickelsiliziden nahe der Kontaktzone und mechanische Schwächung der chemisch resistenten Al₂O₃-Matrix. Die Metalloxidschicht wirkt verschleißreduzierend.

Nachfolgend werden die Ergebnisse aus Kapitel 4 diskutiert, um zu prüfen, ob die postulierten Verschleißmechanismen bestätigt werden können. Ein abschließender Vergleich der Verschleißmechanismen erfolgt in Kapitel 6, um einzuschätzen, welche Rolle der tribochemische Verschleiß in der Zerspanung spielt.

5.1 Quantitative Verschleißuntersuchungen

5.1.1 SiAION B

In den Stift-Scheibe-Versuchen (4.1.2) treten unabhängig von der Anpresskraft und der beiden Nickelbasislegierungen bei einer Gleitgeschwindigkeit von 5 m/s stets der geringste Verschleiß und die niedrigste Verschleißrate für die SiAION-Keramik auf (Abbildungen 4.8, 4.9; 8.10 und 8.11). Nur bei der niedrigen Anpresskraft von 100 N zeigt die Nimonic 90/SiAION B-Kombination auch bei 25 m/s einen nahezu linearen und insgesamt relativ geringen Verschleiß, und ist somit untypisch. Bei den restlichen drei Parametersätzen treten sowohl bei 1 m/s wie auch bei 25 m/s die höchsten Verschleißvolumina auf. Dieses Verhalten ist in Abbildung 5.3 durch die Auftragung des Verschleißkoeffizienten gegen die Geschwindigkeit und Normalkraft dargestellt. Der Verlauf der Verschleißkoeffizienten deutet bereits darauf hin, dass geschwindigkeitsabhängig unterschiedliche Verschleißmechanismen auftreten. Eine mögliche Erklärung für diese Geschwindigkeitsabhängigkeit könnte in der Reibleistung liegen, die als Produkt der Geschwindigkeit und Reibkraft in das tribologische System eingebracht wird (Abbildung 5.4).





Abbildung 5.3: Verlauf des Verschleißkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit und Normalkraft für SiAION B gegen Inconel 718 und Nimonic 80 (zusammengefasst)

Abbildung 5.4: Resultierende Reibleistung aus Geschwindigkeit und Normalkraft für SiAION B gegen Inconel 718 und Nimonic 80 (zusammengefasst)



Abbildung 5.5: Verlauf des Reibkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit und Normalkraft für SiAION B gegen Inconel 718 und Nimonic 80 (zusammengefasst)

Bei 1 m/s ist die Reibleistung im Vergleich zu 25 m/s niedrig, obwohl der Reibkoeffizient bei niedriger Geschwindigkeit sehr hoch ist (Abbildung 5.5).

Entsprechend des gleichmäßigen Verlaufs der Reibleistung bietet es sich an, sowohl die Reibkoeffizienten als auch die Verschleißkoeffizienten als Funktion der Reibleistung darzustellen. Zwar streuen die Werte des Verschleißkoeffizienten, jedoch bilden sie ein Band, welches das allgemeine Verschleißminimum zwischen 150 und 250 Watt (N·m/s) Reibleistung darstellt (Abbildung 5.6). Dieses Verschleißminimum lässt sich anhand der Datenlage so erklären, dass hier ein Wechsel von abrasivem, also vorrangig mechanischem Verschleiß zu tribochemischem Verschleiß auftritt, der jeweils bei niedrigen bzw.

hohen Geschwindigkeiten besonders ausgeprägt ist. Zudem folgt daraus, dass die Reibleistung für die Aktivierung unterschiedlicher Mechanismen verantwortlich gemacht werden kann. Um die Verschleißmechanismen zu identifizieren wurden die Proben in Abschnitt 4.1.3 eingehend analysiert.



Abbildung 5.6: Darstellung der Verschleißkoeffizienten der unterschiedlichen Keramiken über die Reibleistung. Die Ergebnisse für Inconel 718 und Nimonic 90 sind zusammengefasst.



Abbildung 5.7: Darstellung der Reibkoeffizienten der unterschiedlichen Keramiken über die Reibleistung. Die Ergebnisse für Inconel 718 und Nimonic 90 sind zusammengefasst.

Der Reibkoeffizient nimmt bei allen Kombinationen mit steigender Geschwindigkeit ab, wohingegen die gemessene Temperatur der Keramikprobe ansteigt (Abbildung 4.14). Dies ist zunächst überraschend, da bei niedrigeren Reibkoeffizienten eine niedrigere Kontakttemperatur erwartet würde. Allerdings steigt die Reibleistung trotz des sinkenden Reibkoeffizienten an und korreliert für SiAlON B mit der Temperatur (Abbildung 5.8). Die erhöhte Temperatur aktiviert offensichtlich einen Mechanismus, der den Reibkoeffizienten sinken lässt.



Abbildung 5.8: Abhängigkeit der Probentemperatur von der Reibleistung

Es kann davon ausgegangen werden, dass es sich dabei um die Bildung von tribochemischen Reaktionsprodukten handelt, die bei den hohen Kontakttemperaturen als Schmierstoff wirken. Für die Nimonic 90/SiAION B-Kombination wird der Reibkoeffizient bei höheren Geschwindigkeiten kaum von der Anpresskraft beeinflusst, während für die Inconel 718/SiAION B-Kombination der Reibkoeffizient bei einer Anpresskraft von 100 N stets etwas höher ist als bei 200 N. Würde nur das elastische Verhalten betrachtet, so wäre eine stärkere Deformation der Scheibenoberfläche bei höherer Normalkraft zu erwarten, die das Gleiten erschweren

würde. Allerdings steigt mit der Normalkraft auch die Reibleistung an, was wiederum zu einer Verstärkung tribochemischer Reaktionen führen kann, in deren Folge der Reibkoeffizient sinkt. Demnach kommt es in dieser Versuchsform nicht zu einem Pflügen der Keramik auf der Metalloberfläche, sondern tendenziell zum Gleiten. Die kraftabhängige Entwicklung der Reibkoeffizienten im Kontakt mit Inconel 718 könnte auf Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung im Vergleich zu Nimonic 90 zurückzuführen sein, welches bereits bei geringerer Reibleistung stärker mit der Keramik reagiert.

Abbildung 5.7 zeigt die Abhängigkeit des Reibkoeffizienten μ von der Reibleistung P_F , wobei μ mit steigender Reibleistung abnimmt und dem Verlauf des Reibkoeffizienten gegen die Geschwindigkeit stark ähnelt (Abbildung 4.12). Dies verdeutlicht den Einfluss der Leistung, die in das System eingebracht wird. Hierbei ist zu beachten, dass in die Reibleistung P_F die Reibkraft F_R eingeht, die wiederrum vom Reibkoeffizienten abhängt:

$$P_F = F_R \cdot v = F_N \cdot \mu \cdot v = F_N \cdot \mu(v) \cdot v = F_N \cdot f(v).$$
(5.1)

Da bei steigender Geschwindigkeit der Reibkoeffizient μ abnimmt, wird weniger Leistung vom System in Form von Reibleistung aufgenommen und gleichzeitig wird durch einen steigenden Verschleißkoeffizienten überschüssige Leistung in Form von tribochemischen Reaktionen und Bildung von Verschleißpartikeln aus dem System abgeführt. Zudem wird ein weiterer Anteil der eingebrachten Gesamtleistung in die Vergrößerung der Kontaktfläche umgesetzt. Ein Limit für die Leistungsaufnahme ist jedoch zu erwarten, da in realen Anwendungen nur eine endliche Energiemenge in ein Tribosystem eingebracht werden kann, maximal bis zur vollständigen Zersetzung der beteiligten Reibpartner. Bei diesem Leistungswert wird dann der höchstmögliche Verschleißkoeffizient erwartet. Mit der Einschränkung, dass diese Schlussfolgerung nur für ungeschmierte Gleitbelastungen gilt, lässt sich die Beobachtung nicht direkt auf reale Zerspanprozesse übertragen. Allerdings begrenzen die resultierenden Kontakttemperaturen die Schnittgeschwindigkeit.

Der Verschleiß der Nickelbasislegierung in diesen Versuchen wurde als kombinierter Effekt von adhäsivem und tribochemischem Verschleiß identifiziert. Es ist davon auszugehen, dass die höhere Reibleistung bei höherer Anpresskraft auch zu höheren Temperaturen führt, die sich auch in den Anlauffarben der metallischen Scheiben wiederspiegeln (nur bei 10 und 25 m/s), was wiederum für eine temperaturabhängige Reduktion des Reibungskoeffizienten spricht. Diese Reduzierung lässt sich mit der thermisch induzierten Bildung einer tribochemischen Schicht erklären. Das Absinken des Reibkoeffizienten tritt bereits bei einer Gleitgeschwindigkeit von 5 m/s bzw. einer Probentemperatur von ca. 300 °C auf, wie Abbildung 4.14 zeigt. Unter diesen Bedingungen ist auch die tribochemische Schicht nachweisbar (Abbildung 4.18). Allerdings ist aufgrund der Ausbrüche bei niedrigen Geschwindigkeiten anzunehmen, dass höhere Temperaturen notwendig sind, um die tribochemische Schicht zu verflüssigen und als Schmierstoff wirksam zu machen. Die Kontakttemperaturen erreichen in den Simulationen in Abschnitt 8.4.1 innerhalb sehr kurzer Wegstrecken bereits Werte von fast 1300 °C bei 1 m/s und über 2900 °C bei 25 m/s. Diese Temperaturen aus der FE-Simulation sind allem Anschein nach deutlich zu hoch, da die Vergrößerung der Fläche durch fortschreitenden Verschleiß und die Umwandlung der thermischen Energie in tribochemische Reaktionsprodukte nicht berücksichtigt wurde. Trotz dieser Einschränkung zeigt die Simulation, dass grundsätzlich ein extremer Temperaturanstieg an der Kontaktfläche innerhalb kurzer Versuchsdauer möglich ist und Temperaturen ren anzunehmen sind, die zu starken Oxidationsreaktionen sowie zum Schmelzen führen können.



5.1.2 Komposit C

Abbildung 5.9: Verlauf des Verschleißkoeffizienten von Komposit C gegen die Nickelbasislegierungen (zusammengefasst) in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit und der Normalkraft In den Stift-Scheibe-Versuchen (4.2.2) zeigt die Kompositkeramik sowohl bezüglich des Verschleißvolumens als auch hinsichtlich des Reibkoeffizienten keine deutliche Abhängigkeit von den Zusammensetzungen der beiden Nickelbasislegierungen. Das Verschleißvolumen bzw. die Verschleißrate fällt mit zunehmender Geschwindigkeit bis 25 m/s stark ab (Abbildungen 4.39, 4.40, 8.26 und 8.27). Abbildung 5.9 fasst diese Ergebnisse zusammen und verdeutlicht die Abnahme des Verschleißkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit. Ein sehr schwacher Anstieg des Verschleißvolumens bei 25 m/s in Abbildung 8.28 deutet darauf hin, dass bei noch höherer Geschwindigkeit der Verschleiß wieder zunehmen könnte. Dies ist insbesondere aufgrund des weiteren Temperaturanstiegs zu erwarten, der

mit steigender Geschwindigkeit zwangsläufig eintreten wird. Hinweise auf eine Temperaturzunahme zeigen sowohl die Thermographiemessungen (Abschnitt 4.2.2.2) als auch die FE-Simulation (Abschnitt 8.4.2) für Komposit C. Bemerkenswert ist hierbei die Beobachtung, dass die Temperatur der Kompositkeramik im Reibleistungsbereich zwischen 200 und 300 Watt abnimmt (Abbildung 5.8), was einem Geschwindigkeitsbereich von 10 bis 20 m/s entspricht (Abbildung 4.45). Dieser Temperaturabfall lässt sich nur durch die Bildung einer Triboschicht erklären, die als thermische Barriere wirkt. Für die Kompositkeramik ist ein stärkerer Einfluss der Triboschicht auf die Wärmeübergänge zu erwarten als für die SiAION-Keramik, da die Wärmeleitung hauptsächlich über die SiC-Whisker erfolgt, die ca. 30 % des Gefüges ausmachen. Wird hier eine thermische Barriere gebildet, nimmt der Wärmefluss durch die Kompositkeramik deutlich ab. Für Materialien, die der Triboschicht ähnlich sind, wurden hierzu von [113] bereits Untersuchungen durchgeführt, die einen niedrigen Wärmeübergangskoeffi-

zienten beschreiben. Durch eine derartige Sperrschicht würde die Reibwärme vorrangig an die Metallscheibe abgegeben. Bei steigender Geschwindigkeit bzw. erhöhter Reibleistung wird ab 20 m/s ausreichend Reibungswärme erzeugt, um einen weiteren messbaren Temperaturanstieg an der Keramikprobe hervorzurufen. Neben ihrer Funktion als thermische Barriere unterdrückt die tribochemische Schicht offensichtlich auch die Reaktionen zwischen Nickelbasislegierung und Kompositkeramik, da kein direkter Kontakt mehr stattfindet. Somit bleibt die mechanische Stabilität der Keramik, insbesondere ihre Bruchzähigkeit, erhalten. Des Weiteren zeigen alle Kombinationen einen sehr ähnlichen Verlauf der Reibkoeffizienten, welche mit steigender Geschwindigkeit stark abnehmen (Abbildung 4.43 und Abbildung 8.31). Bei 25 m/s erreichen die Reibkoeffizienten sehr niedrige Werte zwischen 0,10 und 0,15 und weisen damit eine ähnliche Geschwindigkeitsabhängigkeit auf, wie sie auch schon für den Verlauf des Reibkoeffizienten von SiAION B beobachtet wurde (Abbildung 5.7). Dies führt zu der Frage, ob und inwiefern dieses Verhalten verallgemeinert werden kann, da es für zwei sehr unterschiedliche Keramiken auftritt. Dieses Verhalten könnte zunächst so interpretiert werden, dass der gemessene Reibkoeffizient unter den Versuchsbedingungen von der Keramik unabhängig ist und das Gleiten hauptsächlich zwischen den metallischen Ablagerungen auf der Keramik und dem Gegenkörper aus Nickelbasislegierung stattfindet. Allerdings zeigen Nickelbasislegierungen im Gleitreibungskontakt gegen Stahl und reines Si₃N₄ selbst bei erhöhten Temperaturen Reibkoeffizienten zwischen 0,6 und 0,9 [114, 115] und sind somit höher, als die Werte, die in der vorliegenden Arbeit beobachtet wurden. Daraus folgt, dass die Bildung und Zusammensetzung der tribochemischen Phase den entscheidenden Beitrag zum Verschleißverhalten leistet und dass die tribochemische Phase trotz chemischer Unterschiede für beide Keramiken zu einem ähnlichen Verschleißverhalten führt. Allerdings unterscheiden sich die Verläufe der Verschleißkurven für die beiden Keramiken so stark, dass die Gemeinsamkeit auf die schmierende Wirkung der tribochemischen Phase beschränkt ist. Für die Kompositkeramik bewirkt die tribochemische Schicht folglich eine Kombination aus Schmierung und Diffusionsbarriere, so dass bei höheren Geschwindigkeiten bzw. bei hoher Reibleistung das Verschleißverhalten im untersuchten Parameterfeld positiv beeinflusst wird. Eine weitere Steigerung der Beanspruchung wäre in zukünftigen Versuchen notwendig, um den Belastungsbereich zu identifizieren, in welchem der Verschleiß wieder zunimmt.

5.2 Chemische Wechselwirkungen zwischen den Schneidkeramiken und Nickelbasislegierungen mit und ohne Scherung

5.2.1 SiAION B

Aus den Ergebnissen der statischen Wechselwirkungsversuche in Abschnitt 4.1.1 zeigt sich, dass die Zersetzungsreaktion der SiAION-Keramik ab 1000 °C einsetzt und dazu führt, dass eine Reaktionsfront von der ursprünglichen Grenzfläche in die Keramik voranschreitet. Das Reaktionsprodukt ist keine homogene, feste Lösung, sondern ein heterogenes Gemisch mit neu gebildeten chemischen Verbindungen. Dabei diffundieren die Elemente Silizium, Stickstoff und Sauerstoff von der SiAION-Keramik in die Nickelbasislegierung, was zur Zersetzung der Keramik selbst führt. An der ursprünglichen Grenzfläche von Legierung und Keramik reichern sich insbesondere Stickstoff und Sauerstoff sowie Titan und Chrom an. Zudem bilden sich in diesem Bereich glasartige Ausscheidungen, die auf TiN, TiO₂, CrN, AIN, Al₂O₃ und TiAIN/TiAIO basieren. Bei ähnlichen Untersuchungen wurde von [30] die Bildung von TiN bzw. von [89] die Bildung von TiO₂ beobachtet. Die weiteren Produkte sind aufgrund der Elementzusammensetzung möglich, müssen aber nicht zwingend in Form der erwähnten Verbin-

dungen vorliegen. Die noch sichtbaren, nicht aufgelösten Kristallite der SiAlON-Keramik in der Legierung (Abbildung 4.5) lassen darauf schließen, dass die oxidische Glasphase zuerst mit der Legierung reagiert, welche wiederum Sauerstoff durch Diffusion aufnimmt. Die chemisch stabileren SiAION-Körner werden langsamer abgebaut. Zwischen der ursprünglichen Grenzfläche und dem unveränderten Keramikbereich liegt eine homogene Phase vor, die sich primär aus Nickel und Eisen sowie Silizium und Sauerstoff zusammensetzt. Eine Phase auf Chromnitrid-Basis mit weiteren Bestandteilen der Keramik bildet eine zweite Reaktionszone, in der kristalline Strukturen erkennbar sind, die sich mit folgender Stöchiometrie beschreiben lassen: (Al,Cr)₄(Fe,Ni)₂(N,O)₃. In dieser Hinsicht wurde bereits von [90] auf die potenzielle Bildung von Cr(Fe,Ni)(Si,N) bei der Wechselwirkung von Si₃N₄ mit Eisen-Nickel-Legierungen hingewiesen. [116] beschreibt darüber hinaus die Wahrscheinlichkeit der Bildung möglicher Produkte anhand ihrer freien Bildungsenthalpien. Demnach sind insbesondere SiO₂, Cr₂O₃, Cr₅Si₃ und ferner AlN, TiN und Ni₅Si₂ am wahrscheinlichsten. Dies zeigt bereits die Komplexität der Wechselwirkungen, die zwischen Nickelbasislegierungen und SiAION ablaufen können. Darüber hinaus reagiert Chrom offensichtlich sehr stark mit der Keramik, da es nahe der Übergangszone in hohen Konzentrationen auftritt und in der Randschicht der Keramik nachweisbar ist. Die möglichen Reaktionen zwischen Siliziumnitrid und Chrom wurden von [117] bewertet und führen zu der Schlussfolgerung, dass bei 1200 °C nur Cr₂N und CrSi₂ resultieren können. Von [118] wird jedoch erwähnt, dass in der Gegenwart von Aluminium (aus der SiAlON-Keramik) kein Chromnitrid gebildet wird, sondern eher Aluminiumnitrid AlN.

Basierend auf den Beobachtungen ist anzunehmen, dass die in Tabelle 5.1 aufgeführt Reaktionen auftreten. Trotz sehr einfacher Verbindungen, die als potenzielle Reaktionsprodukte angenommen werden, zeigt sich, dass sehr komplexe Wechselwirkungen und parallel ablaufende Reaktionen zu erwarten sind. Dies verdeutlicht auch, dass weitere grundlegende Untersuchungen mit einfacheren Systemen notwendig sind, um die tribologisch aktivierten Reaktionen eindeutig nachzuvollziehen.

Reaktionen	Referenzen			
$Si_3N_4 + 3O_2 \rightarrow 3SiO_2 + 2N_2$	(*)	[119]		
$Ti + SiO_2 \rightarrow TiO_2 + Si$	(*)	[89]		
$Si_3N_4 + 6H_2O \rightarrow 3SiO_2 + 4NH_3$	(*)	[120]		
$AI_2O_3 + 2NH_3 \rightarrow 2AIN + 3H_2O (T > 900 °C)$	(*)	[121]		
$2AI + N_2 \rightarrow 2AIN$	(*)	[118, 122]		
$AI_2O_3 + C + N_2 \rightarrow 2AION + CO$		[123, 124]		
$2Si_3N_4 + 19Cr \rightarrow 8Cr_2N + 3CrSi_2$		[117]		
$(Cr,N)+Si_3N_4 \rightarrow (Cr,Ni)(Si,N)$		[90]		

Tabelle 5.1: Potenzielle Reaktionen, die zu den beobachten tribochemischen Produkten führen. Die mit (*) markierten Reaktionen führen zu Produkten, die auch in den Versuchen mit Scherung beobachtet wurden.

Die tribologischen Versuche in Abschnitt 4.1.2 sind als Wechselwirkungsversuche mit gleichzeitiger Scherung zu betrachten. Die metallischen Ablagerungen an der Oberfläche der SiAlON-

Verschleißproben variieren hinsichtlich Ausdehnung und Häufigkeit bei allen Versuchen. Die Analyse der Oberflächen in Abschnitt 4.1.3 zeigt, dass die Ablagerungen stets Anteile von Sauerstoff aufweisen, zum Teil auch Stickstoff und Silizium. Sauerstoff ist auf die Oxidation mit der Umgebungsluft bei hohen Kontakttemperaturen zurückzuführen. Die Elemente Stickstoff und Silizium deuten auf eine rasche Diffusion dieser Elemente von der SiAlON-Keramik in die Ablagerung hin. In Abbildung 5.10 ist der Verlauf des Verschleißkoeffizienten für SiAION B in Abhängigkeit von der Reibleistung aufgetragen. In Bereich I sind außer leicht oxidierten metallischen Ablagerungen keine starken tribochemischen Veränderungen nachzuweisen, während in Bereich II (entspricht 5 m/s) Ausbrüche einer Triboschicht an der Keramikoberfläche und teilweise freigelegte, glatte Keramikflächen beobachtet wurden. Die tribochemische Schicht in diesem Bereich besteht überwiegend aus Chromoxid. Die Verschleißflächen in Bereich III (Geschwindigkeiten von 10 bis 25 m/s) zeigen keine Ausbrüche, sondern nur sehr glatte, annähernd polierte Keramikflächen mit vereinzelten metallischen Ablagerungen. An diesen glatten Verschleißflächen lässt sich auch eine deutliche Veränderung der Zusammensetzung beobachten, die auf eine siliziumoxidbasierte Schicht schließen lässt. Die Bildung dieser Schichten ist für Siliziumnitrid unter verschiedenen tribologischen Belastungsszenarien bekannt [99, 100, 125, 126] und wurde auch im Rahmen dieser Arbeit in allen Versuchen beobachtet.



Abbildung 5.10: Verschleißkoeffizienten von SiA-ION B im Gleitkontakt mit Nickelbasislegierungen bei unterschiedlichen Reibleistungen

Es muss berücksichtigt werden, dass in diesen Schichten auch deutliche Anteile einiger Legierungselemente auftreten. Dies lässt den Schluss zu, dass neben der Oxidationsreaktion an der Kontaktfläche noch mindestens ein weiterer Mechanismus auftreten muss. Dieser Schluss wird zudem durch die Beobachtung unterstützt, dass die ausgebildete Schicht deutlich dicker ist, als eine reine Oxidation der SiA-ION-Oberfläche erwarten ließe – insbesondere da ein kontinuierlicher Materialabtrag stattfindet. Folglich ist anzunehmen, dass von der Oberfläche der Nickelbasisscheibe Metalloxide auf der Keramikprobe abgestreift werden, die

sich mit der SiO_x-Schicht vermischen und zusätzlich die Auflösungsreaktion der Keramik beschleunigen. Diese Reaktionsprodukte befinden sich zwischen der Keramikoberfläche und der metallischen Ablagerung. In der tribochemischen Phase im Querschliff zeigt sich, dass unterschiedliche Verbindungen gleichzeitig auftreten, an denen auch die weiteren Legierungselemente, insbesondere Chrom und Titan, beteiligt sind (Abbildung 4.20 und Tabelle 4.8). Vor allem die Bildung von AlCrN, SiO₂, AlN, TiAlN, TiO₂ und TiN in der tribochemischen Phase konnte mit Hilfe der Raman-Spektroskopie bestätigt werden (Abschnitt 4.1.4). Die Übereinstimmungen dieser Produkte mit denen, die aufgrund der statischen Wechselwirkungsversuche zu erwarten waren sind in Tabelle 5.1 mit (*) markiert.

Aufgrund der Scherkräfte im Gleitkontakt werden die Schichten deformiert und lösen sich von der Keramikoberfläche. Es ist anzunehmen, dass die Ablösung bei einer kritischen Schichtdicke erfolgt, wobei wiederum die Wachstumsrate der Schicht von der Temperatur bzw. von der Gleitgeschwindigkeit abhängt [100]. Die verschiedenen Abtragmechanismen (Ausbrüche bzw. Schichtablösung) können auf die unterschiedlichen Temperaturen zurückgeführt werden. Während bei niedrigeren Geschwindigkeiten (Bereich II in Abbildung 5.10) die Verbindung zwischen Triboschicht und Keramik

spröde ist und zu Ausbrüchen tendiert, löst sich bei höheren Geschwindigkeiten und Temperaturen die weichere Schicht an der heißen Grenzfläche leichter ab (Bereich III). Amorphes SiO₂ besitzt einen Erweichungspunkt bei 1250 °C während der Schmelzpunkt von Cr_2O_3 bei 2250 °C liegt. Daher führt die Bildung einer SiO₂-Schicht bereits bei niedrigeren Temperaturen zu einer Schmierwirkung und zu einer glatten Oberfläche [127]. Durch zusätzliche Elemente in SiO₂ kann die Erweichungstemperatur sogar noch niedriger sein.

5.2.2 Komposit C

In den Kontaktversuchen mit Komposit C wird deutlich, dass die Siliziumkarbid-Whisker in der Aluminiumoxid-Matrix bereits bei 1000 °C vorrangig mit den Hauptbestandteilen der Legierung Nickel, Chrom, Kobalt und Eisen reagieren. Dabei verbleibt ein Teil des Siliziumkarbids (Dichte: $\rho_{\rm SiC}$ = 3,21 g/cm³), welches im Vergleich mit den Nickelbasislegierungen ($\rho_{\rm NBL} \approx 8,2$ g/cm³) eine geringere Dichte besitzt, an der ursprünglichen Position der Whisker, wird jedoch in das Gitter der eindringenden Nickelbasislegierung eingebaut. Aufgrund der Reaktion von Nickelbasislegierung mit SiC muss nicht zwingend ein Stofftransport von Silizium und Kohlenstoff aus dem Keramikgefüge heraus stattfinden, um ein Eindringen der Nickelbasislegierung von außen (Infiltration) in die Aluminiumoxidmatrix zu ermöglichen. Die Analyse der Zusammensetzung lässt auf die Bildung von Nickelsiliziden schließen. [106] beobachteten ähnlich lamellare Strukturen bei der Reaktion von Nickel und Siliziumcarbid, wie sie auch in Abbildung 8.21 dieser Arbeit in den Whiskerbereichen zu erkennen sind. Die Stöchiometrie der Hauptreaktionsprodukte variiert hierbei zwischen Ni₃Si und NiSi, wobei aufgrund der unterschiedlichen Bildungsenthalpien [97] zufolge Ni₃Si eher gebildet werden müsste als NiSi. Allerdings werden bei dieser Messung die Grenzen der Ortsauflösung der EDX-Methode erreicht und eine vollständig Reaktion der SiC-Whisker mit der Nickellegierung muss nicht zwingend erfolgen, da die weiteren Elemente der Legierung stabile Verbindungen mit Nickel eingehen. Darüber hinaus stehen Silizium und Kohlenstoff für Diffusionsprozesse in die Legierung zur Verfügung und können bei hohen Temperaturen über weite Bereiche in der Legierung verteilt werden. Da bei höheren Temperaturen die Reaktionsfront mit höherer Geschwindigkeit tiefer in die Keramik vordringt (Abbildung 4.34), handelt es sich um einen Diffusionsprozess, bei dem die Bildung der Nickelsilizide keine Reaktionsbarriere darstellt.

Durch den Einfluss von Luftsauerstoff bilden sich in der Nickelbasislegierung Titanoxide, Nickel-Chrom-Silizium-Verbindungen mit geringem Sauerstoffanteil sowie Chromoxidverbindungen. Sauerstoff kann teilweise auch aus der Aluminiumoxidkeramik stammen, wobei hier sehr hohe Temperaturen für die Zersetzung notwendig sind (Abbildung 4.35 und Tabelle 4.10). Direkt am Übergang zur Keramik treten erhöhte Konzentrationen von Titan, Molybdän und Niob (sofern in der Legierung enthalten) auf. An der fortschreitenden Infiltrationszone sind keine Hinweise auf eine Reaktion zwischen Legierung und Oxidkeramik zu erkennen. Die Zerstörung der Aluminiumoxidmatrix bei 1200 °C ist auf die Destabilisierung durch den Verlust der festen SiC-Whisker zurückzuführen. Gleichzeitig könnte die Bildung von Reaktionsprodukten in den Bereichen der Whisker durch Volumenzunahme die Matrix sprengen.

Diese Beobachtungen in Abschnitt 4.2.1 zeigen, dass die SiC-Whisker in der Kompositkeramik, die eine erhöhte Bruchzähigkeit gewährleisten, ab Temperaturen von etwa 1000 °C zur Reaktion mit Nickelbasiswerkstoffen neigen. Dies führt zu einer deutlichen Schwächung der Schneidkeramik in dem Bereich, in dem Diffusionsreaktionen auftreten. Im Fall einer dynamischen Scherung, wie an der Span- und Freifläche von Schneidwerkzeugen, würde dieser Bereich sehr schnell abgetragen. Die

Wechselwirkungsversuche mit Scherbelastung (Abschnitt 4.2.3) zeigen, dass innerhalb des gewählten Parameterfeldes Ablagerungen unabhängig von Geschwindigkeit und Gegenkörperwerkstoff tribochemische Phasen gebildet werden. Dies bedeutet, dass bereits ein geringer Reibleistungseintrag von etwa 100 Watt auf einer Fläche von ca. 3 mm² ausreicht, um die tribochemische Phase zu bilden. Die tribochemische Schicht unterdrückt eine Ausdehnung der Reaktionszone wie sie in den statischen Wechselwirkungsversuchen auftritt (Abbildung 4.34). Somit bleibt auch die mechanische Festigkeit der Kompositkeramik erhalten, was sich insbesondere im niedrigen Verschleißkoeffizienten bei hohen Geschwindigkeiten widerspiegelt (Abschnitt 4.2.2).

Die metallischen Ablagerungen auf der Verschleißfläche oxidieren, wobei der Sauerstoff vorrangig aus der Umgebungsluft stammt und mit den heißen Kontaktflächen reagiert. Bei höheren Geschwindigkeiten tritt eine höhere Sauerstoffkonzentration in der Ablagerung auf, was dadurch erklärt werden kann, dass die Kontakttemperatur mit der Gleitgeschwindigkeit zunimmt. In den metallischen Ablagerungen lässt sich Silizium nachweisen, welches nur durch Diffusion aus der Keramik in die Ablagerung gelangen kann. Somit wurde bestätigt, dass ein Diffusionsprozess auftritt, wie er auch in den statischen Wechselwirkungsversuchen beobachtet wurde.

Die tribochemischen Schichten weisen meist eine glatte Grenzfläche zu den metallischen Ablagerungen auf, wohingegen die Grenzfläche zur Keramik uneben und stark verzahnt ist (z.B. Abbildung 4.51 unten). Eine ständige Gleitbewegung der Ablagerungen auf der tribochemischen Phase könnte diese ebene Grenzfläche erklären. Die fixierte Keramikprobe heizt sich an der Kontaktfläche stark auf, und die vorübergleitende Metallprobe liefert stets neue Edukte für die tribochemische Reaktion. Es ist nicht auszuschließen, dass die Oberfläche der Metallscheibe bereits vor erneutem Kontakt oxidiert und somit Metalloxide in den Kontaktbereich mit einbringt. Die unebene Grenzfläche der Keramik kann mit einem mechanischen Abtrag erklärt werden, da im ersten Kontakt mit der Nickelbasislegierung die SiC-Whisker abgebaut werden und das Gefüge instabil wird. An der rauen Oberfläche bildet sich daraufhin eine tribochemische Schicht aufgrund des Zusammenwirkens von hohen Kontakttemperaturen, Luftsauerstoff und mechanischer Belastung. Die Schicht ist zwischen 4 und 11 µm dick, wobei keine systematische Geschwindigkeitsabhängigkeit der Schichtdicke zu erkennen ist. Dies liegt auch daran, dass die Ausbrüche und Ablagerungen an der Oberfläche lokal variieren. Die tribochemischen Schichten sind glasartige Oxide, die zu mindestens 50 at% aus Sauerstoff bestehen. Unabhängig von der Zusammensetzung der jeweiligen Nickelbasislegierung treten in den tribochemischen Schichten stets Chrom, Titan und Aluminium auf. [89] beschrieben, dass die SiO₂-Schicht auf Siliziumbasierten Keramiken durch Titan und Niob aus Inconel 718 reduziert werden kann und ab 950 °C Silizide gebildet werden. Die Raman-Spektren dieser Schichten zeigen eine besonders starke Ähnlichkeit mit dem Cr_3C_2 -Signal (500 bis 900 cm⁻¹) wie auch mit TiO₂ (um 180 cm⁻¹), welches auch mittels EDX-Analyse nachgewiesen wurde. Kohlenstoff, der in Chromkarbid gebunden wäre, ist mittels EDX zwar nicht nachweisbar, kann aber aufgrund des Raman-Signals und der Dissoziation von SiC in geringen Mengen erwartet werden. In den REM-Untersuchungen zeigen die tribochemischen Schichten keine kristallinen Strukturen oder Korngrenzen, und deuten somit auf eine amorphe, glasartige Struktur hin. Diese Vermutung wäre mittels TEM-Analyse eindeutig zu klären. Bei Proben, die mit niedrigen Geschwindigkeiten belastet wurden, treten Ausbrüche mit scharfkantigen Bruchflächen innerhalb der Schichten auf, die ebenfalls auf eine spröde, glasartige Struktur zurückzuführen sind. Im Gegensatz dazu zeigen sich bei 25 m/s keine Ausbrüche auf der Verschleißfläche, während die Grenzfläche zur Keramik einen dünnen Film aus anscheinend aufgeschmolzener und wieder erstarrter tribochemischer Reaktionsphase aufweist (Abbildung 4.50). Dies lässt sich durch die thermisch bedingte Verflüssigung der Phase bei höheren Kontakttemperaturen erklären: Anstatt spröd zu brechen, reißt die weich gewordene Schicht auf und wird somit abgetragen, wobei der beobachtete Film zurückbleibt. Das Vorhandensein der glasartigen und deformierten (gescherten) tribochemischen Schicht erklärt zudem die Form der Raman-Spektren im Vergleich zu Referenzmessungen, da eine amorphe, glasartige Struktur eine Verbreiterung der Raman-Signale zur Folge hat und eine Deformation, die Eigenspannungen hervorruft, zu einer Signalverschiebung führt.

Ein Vergleich der statischen und dynamischen Versuche zeigt, dass in beiden Fällen Ni-Cr-Si-Verbindungen, Titanoxid und Chromoxid auftreten. Zusätzliche Anteile von Aluminiumoxid in den tribologischen Versuchen können auf den mechanischen Verschleiß der Keramik und die Durchmischung von Verschleißpartikeln mit der tribochemischen Schicht zurückgeführt werden.

5.3 Schematische Beschreibung des Verschleißverhaltens der Schneidkeramiken im Kontakt mit Nickelbasislegierungen

5.3.1 SiAION B

Das Verschleißverhalten der SiAION B-Keramik im Stift-Scheibe-Versuch ist nur in geringem Maß von der Zusammensetzung der Nickelbasislegierungen (Inconel 718 und Nimonic 90) und den Anpresskräften (100 N und 200 N) abhängig. Dies bedeutet zunächst, dass die Unterschiede in den beiden Legierungen zu gering sind, um sich auf das chemische Verschleißverhalten auszuwirken. Diese Erkenntnis ist insofern von Bedeutung, dass sich die Ergebnisse ein Stück weit für andere Nickelbasislegierungen verallgemeinert betrachten lassen, deren Zusammensetzungen ähnlich denen von Inconel 718 und Nimonic 90 sind. Des Weiteren ist in diesem Belastungsbereich das quantitative Verschleißverhalten deutlich von der Gleitgeschwindigkeit und der daraus resultierenden Temperatur beeinflusst. Zwischen 5 und 10 m/s ist der Verschleiß der Keramik am geringsten. Die gemessenen Höchsttemperaturen an der Seitenfläche der fixierten Keramikprobe liegen in diesem Geschwindigkeitsbereich zwischen 350 und 500 °C (Abschnitt 4.1.2.3). Die Kontakttemperatur ist jedoch deutlich höher. Während also die Gleitgeschwindigkeit die Kontakttemperatur und somit die Reaktionskinetik steuert, ist das Verschleißverhalten von den Hauptbestandteilen der Legierung chemisch beeinflusst. Zusätzlich ist die mechanische Stabilität der tribochemischen Schicht unter Scherbelastung maßgeblich für den resultierenden Verschleiß. Der Reibkoeffizient nimmt mit zunehmender Geschwindigkeit stark ab, wobei eine asymptotische Annäherung an einen Grenzwert bei noch höheren Geschwindigkeiten anzunehmen ist.

Das Verschleißverhalten der SiAlON-Keramik ist in Abbildung 5.10 in drei Bereiche eingeteilt. Bereich I steht für den hohen Verschleiß bei niedriger Reibleistung, Bereich II entspricht dem Verschleißminimum und in Bereich III ist der Anstieg des Verschleißkoeffizienten für weiter steigende Reibleistungen ab 250 Watt (Nm/s) sichtbar. Zum besseren Verständnis sind für diese drei unterschiedlichen Reibleistungsregime in Abbildung 5.11 die angenommenen Verschleißmechanismen schematisch dargestellt. Die Abtragmechanismen wurden von den Ergebnissen in 4.1.3 und vom Erscheinungsbild der Verschleißflächen (Abbildung 5.11) gefolgert. Die Mechanismen sind demnach geschwindigkeitsabhängig und somit von der Temperatur bzw. eingebrachten Reibleistung. Bei niedriger Reibleistung (a) bildet sich zwischen metallischer Ablagerung und Keramik eine tribochemische Phase, die jedoch aufgrund der relativ niedrigen Temperaturen spröde versagt und durch den Abtrag von Bruchstücken zu hohem Verschleiß führt (Abbildung 4.17 und Abbildung 8.16). Steigt die Reibleistung an (b), so werden sowohl die Ablagerungen wie auch die tribochemische Schicht weicher, so dass die Scherspannungen nicht zum Bruch sondern zum Fließen der Schichten führen, weshalb Verschleiß und Reibkoeffizient abnehmen. Eine weitere Steigerung der Reibleistung (c) führt zu so hohen Temperaturen, dass die metallische Ablagerung lokal schmilzt und stark mit der Keramik reagiert (Abbildung 4.20). Die kontinuierlich gebildeten tribochemischen Schichten werden in die vorübergleitende Ablagerung aufgenommen und abgetragen, quasi "abgeschält". Durch diesen Prozess entsteht eine hohe Verschleißrate, während die Reibkoeffizienten jedoch sehr niedrig bleiben.



Abbildung 5.11: Verschleißschema der SiAION-Keramik in drei Stufen mit dazugehörigen Mikroskopbildern der Verschleißflächen:

a) bei niedriger Reibleistung bildet sich zwischen metallischer Ablagerung und Keramik eine tribochemische Phase,

b) bei steigender Reibleistung werden sowohl die Ablagerung wie auch die tribochemische Schicht weicher. Der Verschleiß und der Reibkoeffizient nehmen ab.

c) Hohe Reibleistung führt zu so hohen Temperaturen, dass die metallische Ablagerung stark mit der Keramik reagiert. Die kontinuierlich gebildeten tribochemischen Schichten werden abgetragen, die Verschleißrate ist somit hoch und die Reibkoeffizienten sind niedrig.

Der Verlauf der Verschleißrate wie auch der des Reibkoeffizienten lassen sich wie folgt erklären: Mit steigender Reibleistung werden die Kontakttemperaturen höher. Wie in den statischen Wechselwirkungsversuchen (Abschnitt 4.1.1) gezeigt wurde, tritt ein Sprung in der Reaktionsgeschwindigkeit zwischen 1200 °C und 1500 °C auf. Dieser Temperatursprung ist für den Übergang von 1 m/s zu 5 m/s zu erwarten. Die Temperaturen im Reibkontakt können an Asperiten deutlich über diesen Werten liegen, was zwangsläufig zum lokalen Schmelzen der Legierung führt. Allerdings spielt dieser Effekt der Rauheit eine untergeordnete Rolle, da eine Glättung der Verschleißfläche stattfindet. Die Bildung tribochemischer Reaktionsprodukte erfolgt somit auch bei größerer Kontaktfläche und gleichmäßigem Anpressdruck. Die hohe Verschleißrate unterhalb von 5 m/s lässt sich damit erklären, dass bereits im niedrigen Geschwindigkeitsbereich (1 m/s) tribochemische Reaktionen eintreten, die adhäsive Verbindungen zwischen der Legierung und der SiAlON-Keramik ausbilden. Infolge der starken Adhäsion und mechanischen Schwächung der Übergangszone treten Ausbrüche an der Oberfläche auf. Zudem ist die Temperatur bei niedrigen Geschwindigkeiten geringer, weshalb die glasartige tribochemische Phase weniger stark deformierbar ist und zu spröden Ausbrüchen neigt. Zudem reicht die eingebrachte Energiemenge nicht aus, um die tribochemische Phase und das vorübergleitende Metall soweit zu erwärmen, dass eine plastische Verformung stattfindet. Nach dem Verschleißversuch bei 1 m/s können mittels Raman-Spektroskopie zwei mögliche Verbindungen der tribochemischen Phase zugeordnet werden: eine AlCrN-Verbindung und eine Cr₂O₃-Verbindung. Die Zusammensetzung zeigt hohe Anteile von Chrom und Nickel, jedoch ist der Eisenanteil vernachlässigbar gering (0,5 at%). Da auch kein charakteristisches Signal für Cr₂O₃ auftritt, ist eine AlCrN-Verbindung als tribochemische Phase anzunehmen. Die Bildung derartiger Verbindungen ist in Hinblick auf die Verschleißbeständigkeit wünschenswert, da sich AlCrN als wirkungsvolles Basismaterial für Verschleißschutzschichten herausgestellt hat [128, 129]. Darüber hinaus weisen gezielt hergestellte AlCrN-Schichten im Querschliff eine ähnliche Morphologie auf, wie die hier beobachteten tribochemisch erzeugten Schichten [130].

Mit steigender Geschwindigkeit nimmt die Temperatur an der SiAlON-Keramik annähernd linear zu (Abschnitt 4.1.2.3). Bei 5 m/s ist somit eine plastische Deformation der weicher gewordenen Grenzflächenbereiche durch Fließen möglich. Dies erleichtert eine Abscherung der tribochemischen Schichten, wodurch der Reibkoeffizient sinkt. Es tritt ein geringer kontinuierlicher Abtrag auf, der sich mit der Neubildungsrate der tribochemischen Phase im Gleichgewicht befindet, so dass die Triboschicht als dynamische Verschleißschutzschicht zu niedrigem Verschleiß ohne Ausbrüche der Keramikoberfläche führt. Diese Annahme stützt sich einerseits auf das Auftreten einer tribochemischen Schicht im Bereich des Verschleißminimums(Abbildung 4.15) bei 5 m/s und einer Probentemperatur von ca. 300 °C (Abbildung 4.18 und Abbildung 4.14), und andererseits auf die abgelösten mehrfachen Schichten bei 25 m/s bzw. 700 °C Probentemperatur (Abbildung 4.20 und Abbildung 4.14). Hier zeigt sich das temperaturabhängige Schichtwachstum sowie der wachstumsabhängige Verschleißmechanismus durch Schichtabtrag. Für die Schichtbildungsrate \dot{D} kann im einfachsten Fall eine Arrhenius-Gesetzmäßigkeit der Form

$$\dot{D} = \frac{\partial}{\partial t} \left(A \cdot \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \right)$$
(5.2)

angenommen werden, die ein temperaturabhängiges Wachstum vorhersagt. Dabei ist t die Zeit, A der Wachstumsparameter der Schicht, E die Aktivierungsenergie zur Schichtbildung, R die Gaskonstante und T die Temperatur im Kontakt in Kelvin.

Diese Arrhenius-Beziehung (Gleichung 5.2) kann auch das Verschleißverhalten bei höheren Geschwindigkeiten und steigenden Temperaturen erklären. Bei einer Steigerung der Geschwindigkeit auf 25 m/s sind keine Ausbrüche mehr zu beobachten, da sich eine sehr glatte Oberfläche im Gleitkontakt ausbildet. Zudem treten deutlich weniger Ablagerungen der Legierungen auf der Verschleißfläche der Keramik auf als bei 5 m/s. Die Steigerung der Geschwindigkeit verlagert das Gleichgewicht zu einer stärkeren Bildung der tribochemischen Phase aufgrund der höheren Kontakttemperatur. Es wird angenommen, dass die Ablösung größerer, zusammenhängender Teile der tribochemischen Schicht von der Keramik beim Erreichen einer kritischen Schichtdicke auftritt. Dieser Prozess wurde für Metalle von [131] sowie von [100] für Si₃N₄-Keramik vorgeschlagen. Dabei wird von der Oxidation an der Kontaktfläche eines Reibpartners ausgegangen, so dass eine Oxidschicht wächst, bis diese eine kritische Schichtdicke erreicht, bei der sie vom Grundkörper gelöst wird. Weshalb eine bestimmte Schichtdicke kritisch ist und zur Delamination führt, wurde von [100] nicht näher beschrieben. Deshalb werden an dieser Stelle ein Erklärungsansatz vorgestellt, der in Abbildung 5.12 schematisch dargestellt ist:



Abbildung 5.12: Schematischer Verlauf der Temperatur und Viskosität der Reibpartner im Kontakt

Ausgehend von der Kontaktzone treten unterschiedlich starke Temperaturgradienten (rote Linie) in der Legierung, der Keramik und der tribochemischen Schicht auf. Die wachsende, glasartige Schicht auf der Keramik besitzt entsprechend der lokalen Temperatur auch einen Viskositätsgradienten (blaue Linie). Mit abnehmender Temperatur, d.h. mit größerem Abstand zur Gleitzone, steigt auch die Viskosität der Triboschicht. Die gestrichelte Extrapolation für die Temperatur und die Viskosität zeigt an, dass beim Erreichen der Transformationstemperatur T_G ein Sprung in der Viskosität der Schicht stattfinden würde, wenn sie die entsprechende Dicke erreicht, die hier mit $x_{kritisch}$ gekennzeichnet ist.

Neben diesem Zusammenhang von Temperatur, Viskosität und Schichtdicke ist anzunehmen, dass temperaturabhängige Eigenspannungen in der Schicht und an der Grenzfläche zur Keramik zu einer Delamination führen können. Im hier betrachteten Fall beträgt die kritische Schichtdicke ca. 2 µm (Abbildung 5.13). Ist diese Dicke erreicht, wird die abgelöste Schicht durch die kontinuierliche Gleitbewegung der Metallscheibe abgetragen, wobei die Schichtwachstumsgeschwindigkeit die Abtragrate und somit die Verschleißrate bestimmt. Das erleichterte Abtragen der weichen, tribochemischen Schicht resultiert in einem niedrigen Reibkoeffizienten.

In den Bereichen, an denen nur die glatte Keramikoberfläche ohne deutlich sichtbare Ablagerung oder Schicht vorliegt, zeigt die chemische Analyse einen graduellen Übergang von der SiAlON-Keramik zur Oberfläche mit einem hohen Anteil von Silizium und Sauerstoff (16-20% Si + 45-50% O \rightarrow SiO₂). Mikrostrukturell lässt sich ein Übergang der heterogenen Kornstruktur zu einer homogenen, amorphen Phase beobachten, die allerdings sehr dünn ist (0,2 – 1 µm). Dieser Bereich ist aufgrund der hohen Temperaturen und der mechanischen Scherwirkung beim Gleiten plastisch deformiert. Abbildung 5.13 zeigt den Querschnitt einer Verschleißfläche nach einer Belastung mit hoher Reibleistung, wobei Teile der tribochemischen Schicht in die metallische Ablagerung eingearbeitet werden (siehe auch Abbildung 5.11 c).



Abbildung 5.13: Übersichts- und Detailbild des Verschleißflächenquerschnitts einer SiAION B-Probe

Mit steigender Geschwindigkeit treten deutlich höhere Temperaturen auf, wie die thermographischen Aufnahmen bestätigen. Folglich wird bei höherer Geschwindigkeit mehr thermische Energie von der Keramik aufgenommen, die zur Zersetzung von SiAlON und zur Bildung von SiO_x führt. Siliziumoxid (SiO₂) hat einen niedrigeren Schmelzpunkt als Cr_2O_3 , das aufgrund des nachgewiesenen Chromanteils auch auftreten kann. SiO₂ kann bei einer Temperatur von ca. 1250 °C als Schmierfilm wirken, während Chromoxid bis 2250 °C fest vorliegt und spröde brechen kann. Außerdem wurde beobachtet, dass bei 5 m/s eher Chromoxidverbindungen gebildet werden (Abbildung 4.18 und Tabelle 4.6; Positionen 2 und 3), während bei 25 m/s mehr Siliziumoxid nachgewiesen wurde (Abbildung 4.20 und Tabelle 4.8; Positionen 3, 4 und 5). Auch diese Beobachtung lässt sich durch die Kontakttemperatur beschreiben, da eine Oxidation von Chrom aus der Legierung bei niedrigeren Temperaturen eher zu erwarten ist als die SiO₂-Bildung aus SiAION.

Die Bildung der tribochemischen Schicht führt zunächst zu einem relativ stabilen chemischen Zustand, wobei eine katalytische Wirkung der Metalloxide auf die Zersetzung der SiAlON-Keramik nicht ausgeschlossen werden kann. Da die tribochemische Schicht ein glasartiges Verhalten zeigt, sinkt ihre Viskosität mit steigender Temperatur und sie wirkt als Festschmierstoff. Dieses Verhalten erklärt den Abfall des Reibkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit bzw. Reibleistung. Eine ausgeprägte Wirkung als thermische Sperrschicht ist aufgrund der geringen Schichtdicke und der Dynamik im Tribosystem unwahrscheinlich. Allerding kann die Aufnahme der Reibleistung in Form von Deformationsarbeit und die Bildung neuer Reaktionsprodukte zu einer reduzierten Wärmeentwicklung führen.

5.3.2 Komposit C

In Abbildung 5.14 ist das Verschleißverhalten der Kompositkeramik im Kontakt mit Nickelbasislegierungen verallgemeinert abgebildet. Die schematische Darstellung basiert auf den Beobachtungen, die bei den experimentellen Untersuchungen gemacht wurden, und dient dem besseren Verständnis der nachfolgenden Zusammenfassung. Es wird angenommen, dass die drei beschriebenen Schritte (a), (b) und (c) bei allen untersuchten Geschwindigkeiten nacheinander auftreten, da keine geschwindigkeitsabhängigen Änderungen im Verschleißverhalten beobachtet wurden.

Bild (a) zeigt die Reaktion der oberflächennahen SiC-Whisker, die Kontakt zur metallischen Ablagerung haben. Dabei diffundiert vorrangig Nickel in das SiC-Gefüge und bildet dabei Metallsilizide, während die Bestandteile der SiC-Whisker, Silizium wie auch Kohlenstoff, in die metallische Ablagerung diffundieren. Die primäre Funktion der SiC-Whisker ist die Steigerung der Bruchzähigkeit der Kompositkeramik. Jedoch ist die chemischen Beständigkeit des Siliziumkarbidanteils kritisch für den Einsatz als Schneidstoff, da ab 1000 °C vorrangig eine Reaktion zwischen SiC und den Legierungselementen Nickel, Chrom, Kobalt und Eisen auftritt. Je höher die Temperaturen sind, desto stärker (hinsichtlich Geschwindigkeit und Ausbreitung) erfolgt die Reaktion der Nickelbasislegierung mit den SiC-Whiskern, wie in den statischen Wechselwirkungsversuchen gezeigt wurde (Abschnitt 4.2.1). Unterhalb des Schmelzpunktes der Nickelbasislegierung handelt es sich um eine Diffusionsreaktion, bei der Nickel die mobile Spezies ist, wie beispielsweise [132, 133, 134] gezeigt haben.



Abbildung 5.14: Verschleißmechanismus der Komposit-Keramik in drei Schritten:

a) Partielle Auflösungsreaktion der SiC-Whisker durch die metallische Ablagerung,

b) Bildung einer tribochemischen Reaktionsphase im Grenzbereich zwischen Keramik und Ablagerung,

c) Rissbildung in der tribochemischen Phase aufgrund von thermischen Spannungen bei Temperaturwechselbelastung.

Im nächsten Schritt (b) bildet sich im Grenzbereich der Keramik eine tribochemische Reaktionsphase, die aus Bestandteilen der Legierung, den Nickelsiliziden in der Keramik und Luftsauerstoff hervorgeht. Eine Reaktion der Al₂O₃-Matrix mit Metalloxiden der Legierung kann bei den hohen Temperaturen im Reibkontakt nicht ausgeschlossen werden. Des Weiteren ist die Reaktion von SiC mit Luftsauerstoff bei den hohen Kontakttemperaturen möglich. Bei dieser Oxidationsreaktion entsteht glasartiges SiO₂ und gasförmiges CO. Bei hohen Temperaturen verschiebt sich das Boudouard-Gleichgewicht aufgrund der endothermen CO-Bildungsreaktion zu Gunsten von CO^{xvii}. Es ist anzunehmen, dass die Reaktionen von SiC mit der Nickelbasislegierung und Luftsauerstoff parallel ablaufen können und somit sowohl Metallsilizide wie auch Siliziumoxide bzw. Silikate gebildet werden. Direkt am Übergang von der Legierung zur Aluminiumoxidkeramik steigt die Konzentration der Elemente Titan, Molybdän

^{xvii} Boudouard-Gleichgewicht: $CO_2 + C \leftrightarrows 2 CO; \Delta H = +172,45 \text{ kJ/mol} [151]$

und Niob (sofern in der Legierung enthalten) stark an. Dies wird darauf zurückgeführt, dass Nickel und Chrom von der Legierung in die SiC-Strukturen eindiffundieren und die übrigen Bestandteile zurückbleiben. Innerhalb der Legierung kommt es zur Bildung von Titanoxiden, Nickel-Chrom-Silizium-Verbindungen mit geringem Sauerstoffanteil sowie Chromoxidverbindungen (Abbildung 8.22). Die Raman-Untersuchungen an den Kontaktproben zeigen, dass tropfenförmige Ausscheidungen aus TiO₂ (Anatas) an der Grenzfläche zwischen Keramik und Legierung auftreten, ebenso wie Verbindungen mit Chromkarbid (Cr_3C_2). Die Ergebnisse aus EDX- und Raman-Analyse weisen somit eine Mischphase aus TiO₂, Cr_3C_2 und Al₂O₃ als tribochemisches Reaktionsprodukt nach.

Der dritte Schritt (c) zeigt die Rissbildung innerhalb der tribochemischen Phase und andererseits im Randbereich der Keramik. Sie entstehen beim Abkühlen der Probe und sind auf Thermospannungen zurückzuführen. Die Bruchzähigkeit der Kompositkeramik wird durch die Whiskerdegradation stark reduziert und hinterlässt die mechanisch destabilisierte Al₂O₃-Matrix. Diese ist sehr anfällig für Verschleiß durch Kornausbrüche und Partikelabtrag. Abbildung 5.15 zeigt den Querschnitt durch eine Verschleißfläche, in der alle beschriebenen Merkmale zu erkennen sind.

Der Reibkoeffizienten und die Verschleißrate in den Stift-Scheibe-Versuchen weisen keine deutlichen Abhängigkeit von den Zusammensetzungen der Legierungen auf. Die Verschleißrate und der Reibkoeffizient fallen jeweils mit steigender Reibleistung, wie in Abbildung 4.46 und Abbildung 4.47 ersichtlich ist. Es ist anzunehmen, dass eine weitere Steigerung der Geschwindigkeit und eine ausreichend hohe Reibleistung dazu führen werden, dass auch der Verschleiß wieder ansteigt – spätestens, wenn die Schmelztemperatur von Al₂O₃ erreicht wird, die bei etwa 2064 °C liegt [135].



Abbildung 5.15: Übersichts- und Detailbild des Verschleißflächenquerschnitts einer Komposit C-Probe

Der Verlauf des Reibkoeffizienten ist für die Kompositkeramik im Kontakt mit Nickelbasislegierungen geschwindigkeitsabhängig. Es fällt auf, dass sowohl für die Kompositkeramik wie auch für die SiAlON-Keramik trotz der relativ geringen Menge an experimentellen Daten eine starke Ähnlichkeit des Verlaufs des Reibkoeffizienten beobachtet werden konnte. [136] verwendeten zur Beschreibung des tribochemischen Verschleißes von Siliziumnitridkeramiken die geschwindigkeitsabhängige Wachstumsrate der tribochemischen Schicht. Dabei wurde sowohl das Verschleißvolumen V als auch die Schichtdicke ξ als Funktionen der Geschwindigkeit v mit einer v⁻ⁿ-Abhängigkeit dargestellt. Der Exponent *n* konnte von [136] nicht präziser als zwischen 0,25 und 0,5 liegend bestimmt werden. Somit ist der Reibkoeffizient von der Bildung der tribochemischen Schicht und deren Eigenschaften abhängig, die bei beiden untersuchten Keramiken ähnlich ist. Tatsächlich lassen sich die Verläufe der Reibkoeffizienten sowohl für die Kompositkeramik als auch für die SiAlON-Keramik mit $\mu \sim v^{-n}$ annähern, wobei *n* zwischen 0,4 und 0,5 liegen würde (gestrichelte Linien in Abbildung 4.16 und Abbildung 4.47). Es ist anzunehmen, dass es sich um ein Tribosystem mit mehreren Gleitebenen handelt, die sowohl zwischen der Nickelbasis-Scheibe und der metallischen Ablagerung, der Ablagerung und der tribo

chemischen Schicht und der Keramik als auch innerhalb der tribochemischen Schicht selbst Gleiten ermöglichen. Somit ist eine einfache Abhängigkeit des Reibkoeffizienten von der Schichtwachstumsrate nicht zu erwarten. Ein rein metallischer Gleitkontakt ist unwahrscheinlich, da die Reibkoeffizienten nach [114, 115] typischerweise höher wären ($\mu \approx 0, 6...0, 9$).

Hinsichtlich der Temperaturabhängigkeit ist zu beachten, dass bei kontinuierlicher Erhöhung der Geschwindigkeit zwischen 10 und 20 m/s eine unerwartete Abnahme der Temperatur an der Keramikprobe auftritt. Da die Geschwindigkeit innerhalb eines Versuchs erhöht wurde und dieselbe Probe stets im Kontakt war, lässt sich dieses vorübergehende "Abkühlen" der Keramik zum Teil darauf zurückführen, dass der Verschleiß nicht weiter zunimmt und die tribochemische Schicht als thermische Barriere zur Keramik wirkt. Durch die oberflächennahe Degradation der SiC-Whisker sinkt zudem die Wärmeleitfähigkeit der Randschicht. Außerdem ist es denkbar, dass ein Teil der thermischen Energie in tribochemischen Reaktionen umgesetzt wird, die ab einer bestimmten Kontakttemperatur beginnen, welche bei 10 m/s erreicht wird.

Trotz dieser Unstetigkeit in der Temperaturentwicklung (Abbildung 4.45) zeigen die Verschleißflächen bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten keine charakteristischen Unterschiede hinsichtlich Ausbrüche oder Ablagerungen, abgesehen von ihrer verschleißbedingten, unterschiedlich starken Ausdehnung. Die metallischen Ablagerungen oxidieren unter der tribologischen Belastung und weisen bis zu 16 at% Sauerstoff auf (4.2.3). Da Aluminiumoxid chemisch extrem stabil ist, stammt der größte Anteil des Sauerstoffs aus der Umgebungsluft. Diese Oxidationsreaktion muss nicht zwangsläufig im direkten Kontakt stattfinden, sondern ist insbesondere direkt nach Verlassen der Kontaktzone wahrscheinlich, wenn die heiße Metalloberfläche wieder freiliegt. Bei wiederholtem Kontakt, d.h. nach einer Umdrehung der Scheibe, kann sich die oxidierte Legierungsschicht auf der Keramik ablagern. Die Grenzfläche zwischen Ablagerung und der tribochemischen Schicht ist meist sehr glatt, was auf eine Gleitbewegung zwischen diesen Zonen hindeutet (Abbildung 4.51). In dieser Gleitzone findet die weitere Oxidation der metallischen Ablagerungen statt und führt zum Aufbau der Triboschicht. Diese Schicht ist mit der unebenen Keramikoberfläche stark verzahnt, so dass nahe an der Keramik nur dann ein Gleiten stattfinden kann, wenn die tribochemische Phase plastisch deformierbar ist. In Bereichen, in denen die Schicht von der Keramik abgelöst ist, lässt sich eine wiedererstarrten Schmelzphase nachweisen, die für den glasartigen Charakter und ein Überschreiten der Übergangstemperatur der Schicht spricht (Abbildung 4.50, Position 2).

6 Vergleichende Schlussfolgerungen für das Verschleißverhalten der untersuchten Schneidkeramiken

Der Vergleich des Verschleißverhaltens der Schneidkeramiken SiAlON B und Komposit C im Kontakt mit den Nickelbasislegierungen Inconel 718 und Nimonic 90 zeigt sowohl Gemeinsamkeiten wie auch Unterschiede, die sich in den quantitativen tribologischen Messungen und in der mikrostrukturellen Analyse widerspiegeln. Der quantitative Vergleich der Verschleißkoeffizienten und Reibkoeffizienten ist in Abbildung 5.6 bzw. in Abbildung 5.7 dargestellt. Die Abhängigkeit von der Reibleistung ist ein deutlicher Hinweis darauf, dass die Kinetik der tribochemischen Prozesse, die eben von der eingebrachten Reibleistung abhängt, das Verschleißverhalten der Schneidkeramiken bestimmt. Es muss berücksichtigt werden, dass die Keramiken im Allgemeinen als chemisch extrem stabil betrachtet werden, was sie im Vergleich zu den meisten anderen Werkstoffen auch sind. Allerdings sind die Belastungen im Reibkontakt und auch in der realen Zerspanung so extrem, dass die Reaktionskinetik für den Verschleiß der Keramiken dennoch entscheidend ist. Die Reibleistung ist daher eine geeigneter Kontrollparameter, um das Verschleißverhalten von Keramiken einzuordnen.

Die Reibkoeffizienten zeigen für beide Keramiken einen ähnlichen Verlauf und nehmen mit zunehmender Reibleistung ab. Auch hier lässt sich folgern, dass die Entstehung tribochemischer Produkte – insbesondere von Oxidschichten – aufgrund der steigenden Reibleistung einen Selbstschmierungseffekt hervorruft.

Die folgenden Punkte stellen die tribologisch bedingten Gemeinsamkeiten dar, die bei den analytischen Untersuchungen bei beiden Keramiken gefunden wurden.

- Die Bildung einer tribochemischen Phase aufgrund des Reibleistungseintrags:
 - Obwohl sich die Keramiken grundlegend in ihrer Zusammensetzung unterscheiden, bildet sich im Gleitkontakt mit den Nickelbasislegierungen sowohl für die SiAlON-Keramik wie auch für die Kompositkeramik nachweislich eine tribochemische Phase als dritter Körper, wenn der Reibleistungseintrag an der Kontaktfläche hoch genug ist. Dies ist nicht nur bei der Zerspanung mit kontinuierlichem Schnitt anwendungsrelevant. Obwohl bei mehrschneidigen Werkzeugen wie Fräsern aufgrund des unterbrochenen Werkstückkontakts eine deutlich veränderte Belastung auftritt, bedeutet dies jedoch nicht, dass in den Bereichen von Spanund Freifläche keine vergleichbaren Gleitverschleißprozesse auftreten würden. Vor allem zeigen Fräser und Wendeschneidplatten aus SiAION die Bildung einer tribochemischen Phase, die mit den hier beschriebenen Triboschichten vergleichbar ist [1]. Für die Kompositkeramik treten bei unterbrochenem Schnitt vermehrt Risse in der oberflächennahen Randschicht auf, so dass der Verschleißmechanismus in diesem Fall von mechanischem Partikelabtrag dominiert wird. Darüber hinaus konnte auch die Degradation der SiC-Whisker beobachtet werden. Die Bildung der tribochemischen Phase wäre in diesem Fall sogar erstrebenswert und gegebenenfalls durch Anpassung der Bearbeitungsparameter zu erzielen, da die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit zeigen, dass bei höheren Geschwindigkeiten der Gleitverschleiß und der Reibkoeffizient zwischen Kompositkeramik und Nickelbasislegierung abnimmt. Folglich wären höhere Schnittgeschwindigkeiten mit der Kompositkeramik möglich, sofern die mechanische Belastung, die zur tiefergehenden Zerrüttung des Gefüges und zur Rissbildung führt entschärft werden kann. Dies ist durch die Anpassung der Werkzeuggeometrie, insbesondere des Spanwinkels möglich. Bei vollkeramischen Fräsern wurde mit Erfolg
außer dem Spanwinkel auch die Schneidenanzahl variiert, um die Belastung auf mehrere Schneiden zu verteilen [1]. Mit Hilfe dieser Maßnahmen könnte die hohe Verschleißbeständigkeit der Kompositkeramik bei hohen Schnittgeschwindigkeiten ausgenutzt werden.

• Die Reduktion des Reibkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit:

Die Reibung beruht auf Mikroverzahnung und Adhäsion aufgrund von chemischer Bindung. In den hier durchgeführten Versuchen wurde eine Abnahme des Reibkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit beobachtet, die sich folgendermaßen erklären lässt: Die Oxidschicht auf der Metallscheibe lässt sich leicht abtragen und ist zudem glatter und weniger adhäsiv als Metall auf Keramik. Dies gilt für beide Keramiken. Aufgrund der metallischen Ablagerungen wäre es zunächst denkbar, dass ein Gleiten zwischen der metallischen Ablagerung und der Scheibe aus Nickelbasislegierung stattfindet. Dagegen sprechen jedoch die Reibkoeffizienten, die für Nickelbasislegierungen in Eigenpaarung auch bei hohen Temperaturen höher sind, als die hier beobachteten [1, 137]. Zudem treten die metallischen Ablagerungen nicht als geschlossene Schicht auf der Kontaktfläche auf, sondern bedecken diese nur teilweise, womit ein Metall-Metall-Kontakt nicht gewährleistet ist. Ein plausibler Grund für die niedrigen Reibkoeffizienten ist die Bildung einer Oxidschicht, die sowohl eine schmierende Wirkung hat als auch eine glatte Grenzfläche erzeugt. Dies führt zu einer deutlich niedrigeren Reibung bei zunehmender Geschwindigkeit, da die Temperatur ansteigt und die Oxidbildung verstärkt wird. Bei Komposit C ist ein Gleichgewicht zwischen 10 und 20 m/s anzunehmen, bei welchem die Reibung soweit reduziert wird, dass auch die Temperatur nicht weiter zunimmt. Mit höherer Geschwindigkeit steigt die Temperatur jedoch wieder an.

• Tribochemische Degradation:

Beide Keramiken zeigen nicht nur die deutliche Neigung zur tribochemischen Degradation, sie weisen auch beide die entsprechenden Auflösungserscheinungen der jeweils chemisch weniger resistenten Phase auf. Die Degradation der SiC-Whisker durch Bildung von Ni_xSi_y beruht auf der Korngrenzendiffusion von Nickel in Siliziumkarbid [134]. Allerdings wird in den Verschleißversuchen nur eine Eindringtiefe von 1-2 µm erreicht, wie die Abbildung 4.49 und Abbildung 8.33. Es ist jedoch nicht auszuschließen, dass bei hohen Kontakttemperaturen so-wohl Silizium wie auch Kohlenstoff in die tribochemische Schicht diffundieren. Der Auflösungsprozess der SiAlON-Keramik erfolgt unter Freisetzung von Stickstoff und gleichzeitiger Bildung von siliziumoxidbasierten, glasartigen Phasen, die wiederum mit der Metalloxid(MO_x)-Schicht reagieren. Dabei ist auch anzunehmen, dass im Fall der SiAlON-Keramik die Glasphase, die die siliziumnitridähnlichen Kristallite als Gefüge verbindet, als erstes angegriffen wird. Durch den Abbau der Glasphase verliert das Gefüge seine Stabilität und die einzelnen Körner können mechanisch abgetragen werden, unterliegen aber gleichzeitig dem weiteren chemischen Angriff der tribochemischen Phase. Dieser zweistufige Prozess wurde in ähnlicher Form von [138] bei Korrosionsversuchen mit Stahlschmelze beobachtet.

Diese Gemeinsamkeiten lassen zunächst darauf schließen, dass bei beiden Keramiken ein ähnlicher Mechanismus wirkt, der mit gemeinsamen Voraussetzungen erklärt werden könnte, wie in diesem Fall mit den identischen Reibpartnern. Beispielsweise ist es denkbar, dass nach dem Verlassen des Kontaktbereichs eine Oxidschicht auf der heißen Metalloberfläche gebildet wird, die nach einer Umdrehung der Metallscheibe dann auf der Keramik "abgestreift" und in einem sich widerholenden Prozess zu einer Ablagerungsschicht akkumuliert würde. Gegen diese Annahme spricht jedoch, dass die Bildung dieser Schichten an der Span- und Freifläche in realen Zerspanprozessen beobachtet (Abbildung 2.9, Abbildung 2.10 und [1]), bei denen die Werkzeuge so tief in das Werkstückmaterial schneiden, dass der Abtrag einer oberflächlichen Oxidschicht ausgeschlossen werden kann. Abbildung 6.1 zeigt aufeinanderfolgend die Schritte des Materialübertrags und der Schichtbildung, die im Stift-Scheibe-Versuch dieser Arbeit zu erwarten sind. Tatsächlich ist anzunehmen, dass die Teilschritte c) bis e) gleichzeitig auftreten. Nach dem Anfangskontakt wird Grundmaterial der Nickelbasislegierung abgelagert und geschert (Abbildung 6.1 b und c). Die beobachtete Schicht entsteht zwischen Ablagerung und Keramik durch reibleistungsinduzierte Reaktionen und ist somit tribochemischer Natur (Abbildung 6.1 d). Die kontinuierliche Bewegung eines Reibpartners (in diesem Fall der Legierung) führt zum Abscheren der Ablagerung und Triboschicht (Abbildung 6.1 e) sowie zur Durchmischung von beiden (Abbildung 6.1 f). Diese Durchmischung und Schichtablösung wurde jedoch nur für die SiAION-Keramik beobachtet. Bei steigender Temperatur ist zu erwarten, dass die Oxidschicht weich wird und die Funktion eines Schmierfilms zwischen Metall und Keramik übernimmt. Dieser Effekt, der überwiegend Gleiten zwischen Metall und Oxidschicht voraussetzt, erklärt die Abnahme des Reibkoeffizienten, die bei beiden Keramiken auftritt.



Abbildung 6.1: Verallgemeinertes Schema der Bildung einer tribochemischen Schicht im Gleitkontakt zwischen Keramik und Nickelbasislegierung

Die Unterschiede hinsichtlich des Verschleißkoeffizienten in Abhängigkeit von der Reibleistung müssen direkt auf die Unterschiede der Tribosysteme bei SiAION und Kompositkeramik zurückzuführen sein, d.h. die Verschleißkoeffizienten sind spezifisch für die Verschleißmechanismen der jeweiligen Keramik. Im Folgenden werden diese Unterschiede eingehend beschrieben.

Mit zunehmender Geschwindigkeit steigt die Temperatur der SiAlON-Keramikproben kontinuierlich an (Abschnitte 4.1.2.3 und 4.3.1). Die Temperatur der Kompositkeramik ist grundsätzlich niedriger und fällt bei einer Geschwindigkeit über 10 m/s sogar leicht ab (Abschnitt 4.2.2.3). Die geringere Gesamttemperatur lässt sich auf die höhere Wärmeleitfähigkeit der Kompositkeramik (Abbildung 8.45(b)) im Vergleich zur SiAlON-Keramik (Abbildung 8.44(b)) zurückführen, während der Abfall der Temperatur ab Geschwindigkeiten über 10 m/s auf ei-

ne Veränderung in der Dissipation der Reibleistung zurückzuführen ist (Abbildung 4.45). Dieses Verhalten kann damit erklärt werden, dass zunächst mechanischer Verschleiß überwiegt und die Kontaktfläche vergrößert wird. Durch diese Flächenvergrößerung kann die Reibungswärme besser einkoppeln, insbesondere an den stets neu freigelegten SiC-Whiskern, die eine hohe Wärmeleitfähigkeit haben. Wird eine Geschwindigkeit erreicht (hier 10 m/s), so bildet sich die stabile tribochemische Phase, die eine weitere Vergrößerung der Fläche und einen thermischen Kontakt zur Keramik blockiert. Darüber hinaus wird ein Teil der Reibleistung auch in die Bildung der Triboschicht überführt. Aufgrund eines schlechten thermischen Übergangs durch die Triboschicht wird mehr Reibungswärme an die deutlich größere thermische Masse der Nickelbasisscheibe abgeleitet werden. Eine thermisch isolierende Wirkung derartiger Oxidschichten wurde von [113] beschrieben. An der Kompositkeramik tritt bei höheren Geschwindigkeiten weniger Verschleiß auf (Abbildung 4.46), was darauf hindeutet, dass die verschleißmindernde Triboschicht stabil bleibt (Abbildung 4.51). Im Gegensatz dazu wird sie bei 10 und 25 m/s an der SiAlON-Keramik kontinuierlich abgetragen (Abbildung 4.20), was zu einer größeren Kontaktfläche zwischen Keramik und Nickelbasislegierung führt und somit eine stärkere Erwärmung die Keramik ermöglicht.

- Die quantitative Untersuchung des Verschleißverhaltens zeigt für die SiAlON-Keramik, dass ein Minimum der Verschleißrate bei Geschwindigkeiten zwischen 5 und 10 m/s existiert. Bei weiter steigenden Geschwindigkeiten nimmt die Verschleißrate wieder zu, während die Kompositkeramik bis zur höchsten Geschwindigkeit von 25 m/s eine stetige Abnahme der Verschleißrate zeigt. Auf der SiAION-Keramik bildet sich die tribochemische Schicht, die bei mittlerer Reibleistung bzw. Geschwindigkeit als Verschleißschutzschicht wirkt und weitere Reaktionen zwischen Keramik und Nickelbasislegierung unterbindet. Mit steigender Geschwindigkeit und Temperatur nimmt allerdings die Schichtwachstumsrate zu. Somit wächst die Schicht auf der Keramikoberfläche schnell bis zu einer Dicke, bei der sie sich ablöst und erneut Schichtwachstum erfolgen kann. Im Gegensatz dazu liegt an der Kompositkeramik ebenfalls eine tribochemische Schicht vor, welche allerdings mit der rauen Keramikoberfläche insbesondere in den Vertiefungen der SiC-Whisker verzahnt ist. Dies stabilisiert die Schicht auf der Verschleißfläche und schützt andererseits die SiC-Whisker in der Kompositkeramik vor weiterer Reaktion mit der Nickelbasislegierung. Somit verbleibt die tribochemische Phase als stabile Verschleißschutzschicht selbst bis zu einer Geschwindigkeit von 25 m/s erhalten. Bei höheren Geschwindigkeiten ist mit einer Schichtablösung ähnlich zur SiAION-Keramik zu rechnen.
- Bei der SiAlON-Keramik sind die Verschleißmechanismen deutlich von der Geschwindigkeit und somit von der eingebrachten Reibleistung abhängig. Die Bildung der tribochemischen Phase tritt bereits bei 1 m/s auf, wobei allerdings die Temperatur an der Kontaktfläche nicht ausreicht, um die glasartig-spröde tribochemische Phase in einen viskosen, reibungs- und verschleißmindernden Film umzuwandeln. Erst bei höheren Geschwindigkeiten und Temperaturen werden diese Schichten weicher und führen zu dem im vorangegangenen Punkt erwähnten Verschleißminimum. Bei Geschwindigkeiten, die über diesem optimalen Bereich liegen, nimmt der Verschleiß stark zu. Dies ist auf die verstärkte Oxidation der SiAlON-Keramik zurückzuführen. Von [139] konnte diesbezüglich gezeigt werden, dass die Oxidationsrate von β-SiAlON ab Temperaturen zwischen 927 und 1027 °C deutlich ansteigt und ab einer bestimmten Dicke der gebildeten Oxidschicht wieder abnimmt. Da unter tribologischer Belastung die entstehenden Oxidschichten abgetragen werden, nimmt diese Rate im Ver-

schleißversuch nicht ab, sondern mit steigender Kontakttemperatur zu. Darüber hinaus können Metalloxide die Oxidation von SiAlON katalysieren, so wie es für Siliziumnitrid in Gegenwart von Kupferoxid [99] oder Vanadiumoxid [140] beobachtet wurde. Die entstehende amorphe SiO_x -Schicht wächst schnell an und löst sich bei Erreichen der kritischen Dicke [100] flächig von der Keramik ab, was eine hohe Verschleißrate zur Folge hat (Abbildung 5.13).

 Die Kompositkeramik zeigt hingegen trotz der kontinuierlichen Abnahme des Verschleißkoeffizienten keine geschwindigkeitsabhängige Änderung der phänomenologischen Verschleißmechanismen. Die tribochemische Phase wird grundsätzlich gebildet und die Degradation der SiC-Whisker unmittelbar unterhalb der Kontaktfläche lässt sich bei allen Geschwindigkeiten beobachten. Ein Anstieg der Verschleißrate ist bis 25 m/s nicht zu beobachten, wird aber bei noch höheren Geschwindigkeiten und Reibleistungen erwartet. Dieses Verhalten zeigt, dass die Kompositkeramik für die Hochgeschwindigkeitszerspanung ohne Kühlschmierstoffeinsatz besser geeignet ist, als die SiAION-Keramik.

Selbst wenn eine detailliertere Parameterstudie und höher auflösende Analysemethoden noch weitere Details zum Verständnis der Bildung der tribochemischen Schichten erschließen können, so konnten grundsätzlich die in Abbildung 5.1 und Abbildung 5.2 vorgeschlagenen Verschleißmechanismen der beiden unterschiedlichen Keramiken bestätig werden.

7 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurden eine SiAlON- und eine Komposit-Schneidkeramik für die Zerspanung hinsichtlich ihres tribochemischen Verschleißverhaltens im Gleitkontakt mit Nickelbasislegierungen untersucht. Hierbei wurde in Anlehnung an frühere Arbeiten zunächst die chemische Wechselwirkung zwischen den Keramiken und den Nickelbasislegierungen bei hohen Temperaturen untersucht, um die möglichen Reaktionsprodukte zu identifizieren, die in den Verschleißversuchen ebenfalls auftreten können. Hier zeigt sich ein gravierender Unterschied zwischen den beiden Schneidkeramiken. An der Grenzfläche der SiAlON-Keramik bilden sich glasartige Ausscheidungen, die auf TiN, TiO₂, CrN, AlN, Al₂O₃ und TiAlN/TiAlO basieren. Offensichtlich reagiert die oxidische Glasphase zuerst mit der Legierung und die chemisch stabileren SiAlON-Körner werden langsamer abgebaut. An der Kompositkeramik lässt sich vorrangig die starke Reaktion der Nickelbasislegierung mit den Siliziumcarbid-Whiskern beobachten während die Aluminiumoxidmatrix unverändert bleibt.

Zur Untersuchung des Verschleißverhaltens wurden Stift-Scheibe-Versuche durchgeführt, bei denen jeweils eine fixierte Keramikprobe gegen eine rotierende Scheibe aus Nickelbasislegierung gepresst wurde. Die Versuche bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten und Anpresskräften zeigen, dass sowohl die Reibkoeffizienten wie auch die Verschleißkoeffizienten geschwindigkeitsabhängig sind. Dabei zeigt die SiAlON-Keramik ein Verschleißminimum bei einer Reibleistung von 150 bis 250 Watt, die bei den angelegten Normalkräften im Geschwindigkeitsbereich von 5 bis 10 m/s liegt. Bei höheren Reibleistungen steigt der Verschleiß wieder an. Für die Kompositkeramik fällt der Verschleißkoeffizient mit steigender Geschwindigkeit kontinuierlich. Bei beiden Keramiken wurde für steigende Reibleistungen eine deutliche Abnahme des Reibkoeffizienten beobachtet, der bis auf μ = 0,15 absinkt.

Die Analyse der verschlissenen Keramikproben nach den Versuchen führt zu schlüssigen Erklärungsansätzen für die Verläufe von Reib- und Verschleißkoeffizient. Zwischen der Nickelbasislegierung und der SiAION-Keramik bildet sich durch den mechanischen Kontakt und die eingebrachte Reibleistung grundsätzlich ein tribochemische Reaktionsschicht. Bei geringer Reibleistung und Temperatur ist diese Schicht jedoch spröde und es kommt zu Ausbrüchen, die mit hohen Verschleißkoeffizienten einhergehen. Bei einer weiteren Geschwindigkeitserhöhung wirkt die tribochemische Schicht, die auf Aluminium, Chrom, Sauerstoff und Stickstoff basiert, als Verschleißschutz und Feststoffschmierung, wodurch der Verschleißkoeffizient auf ein Minimum von etwa 0,0005 mm³/Nm fällt und Reibkoeffizienten um 0,2 erreicht werden. Stiegt die Geschwindigkeit weiterhin an, so wächst die Schicht aufgrund der höheren Reibleistung schneller an und erreicht eine kritische Dicke, bei der die Schicht sich ablöst. Dieses Ablösen und die weitere Erweichung der Schicht führen zu einem Anstieg des Verschleißkoeffizienten bei gleichzeitig niedrigeren Reibkoeffizienten.

Die Kompositkeramik zeigt bei niedrigen Reibleistungen ähnlich hohen Verschleiß wie die SiAlON-Keramik. Diese niedrigen Reibleistungen entsprechen niedrigen Gleitgeschwindigkeiten von 1 bis 5 m/s. Die mikroskopischen und spektroskopischen Analysen der Verschleißproben zeigen, dass auch die Kompositkeramik stets eine tribochemische Schicht aufweist, die bei niedrigen Geschwindigkeiten spröde bricht und zu hohem Verschleiß führt. Allerdings zeigt sich kein Verschleißminimum bei steigender Geschwindigkeit, sondern eine kontinuierliche Abnahme des Verschleißkoeffizienten bis zur höchsten Gleitgeschwindigkeit von 25 m/s. Hier ist noch immer eine intakte, bis zu 20 µm dicke Schicht vorhanden, die als Verschleißschutzschicht dient. Im Gegensatz zur Triboschicht im Kontakt mit der SiAlON-Keramik basiert die Schicht bei der Kompositkeramik auf (Cr,Ti)(C,O)-Verbindungen. Die Stabilität der Schicht bei höheren Temperaturen lässt sich einerseits auf die Zusammensetzung zurückführen, wie auch auf die mechanische Verzahnung mit der Aluminiumoxidmatrix. Zudem ist dieses Grundmaterial chemisch so stabil, dass auch bei höheren Reibleistungen keine extremes Schichtwachstum auftritt. Es ist zu erwarten, dass eine weitere Erhöhung der Geschwindigkeit zu einem Anstieg des Verschleißkoeffizienten führen wird.

Die Ergebnisse dieser Arbeit führen zu einer schematischen Vorstellung der Verschleißmechanismen, die jeweils für die untersuchten Schneidkeramiken auftreten (5.1.4 und 5.2.4). Die Erkenntnis, dass in beiden Fällen eine tribochemische Schicht als dritter Körper entsteht, bestätigt die erwartete Relevanz des tribochemischen Verschleißes. Darüber hinaus zeigt sich auch, dass die chemische Stabilität der Schneidkeramiken ausschlaggebend für den Einsatz bei steigenden Prozessbelastungen ist. Der hohe Anteil an Aluminiumoxid in der Kompositkeramik führt daher zu einer deutlich höheren Verschleißbeständigkeit gegenüber tribochemisch dominiertem Verschleiß als bei der SiAlON-Keramik, obwohl die SiC-Whisker in der Kompositkeramik eine sehr hohe Affinität zur Reaktion mit Nickelbasislegierungen bei hohen Temperaturen haben. Dies bedeutet für den Einsatz, dass SiAlON-Keramiken bei niedrigeren Geschwindigkeiten oder mit entsprechendem Kühlschmierstoffeinsatz verwendet werden müssen. Im Gegensatz dazu können Kompositkeramiken mit Oxidmatrix bei höheren Schnittgeschwindigkeiten und im Extremfall ohne Kühlschmierstoff verwendet werden.

Werkstoffoptimierungen sind für beide Schneidstoffsorten möglich, nachdem diese Arbeit die Schwachstellen hinsichtlich des tribochemischen Verschleißes verdeutlichen konnte:

- SiAION-Keramiken können von einem erhöhten Sauerstoffanteil und einem reduzierten Glasphasenanteil profitieren, da dadurch die Oxidation im Einsatz reduziert und eine höhere Temperaturstabilität gewährleistet wird. Wenn infolgedessen die Bildung glasartiger Oxidschichten erst bei höheren Temperaturen auftritt, ist eine Steigerung der Schnittgeschwindigkeit möglich.
- Die Kompsitkeramik zeigt bereits in der aktuellen Form deutliches Potential für den Einsatz bei höheren Schnittgeschwindigkeiten. Durch die Verwendung von chemisch stabileren Kurzfaseranteilen könnte sich die Leistungsfähigkeit dieser Schneidstoffsorte noch weiter steigern lassen. Hierbei ist eine Substitution der SiC-Whisker durch Glasfasern oder auch Aluminiumnitrid denkbar, da diese Materialien gegenüber heißen Metallen und Metallschmelzen eine höhere Stabilität aufweisen als SiC. Ein Bestandteil, der zudem durch Oxidation in einen Festschmierstoff umgewandelt werden kann, wäre eine Möglichkeit, einen Schneidstoff herzustellen, der gute Notlaufeigenschaften bei zu geringer Kühlung oder Mangelschmierung besitzt. Dazu wären wiederum SiAION-Fasern geeignet, wie man aus dem Verschleißverhalten der SiAION-Keramik ableiten kann.

Für weiterführende Untersuchungen erscheint es zunächst sinnvoll, tribologische Untersuchungen unter kontrollierter Gasatmosphäre durchzuführen, damit der Einfluss des Luftsauerstoffs auf die Bildung einer tribochemischen Phase verifiziert werden kann.

Ein weiteres Ziel zukünftiger Arbeiten sollte es sein, die Auswirkung der unterschiedlichen Metalloxide der Werkstückmaterialien auf die Schneidkeramiken zu untersuchen. Hierfür empfiehlt es sich, grundlegende Untersuchungen mit einfacheren Stoffsystemen durchzuführen, da die Untersuchungen dieser Arbeit gezeigt haben, dass die Bestandteile der komplexen Nickelbasislegierungen unterschiedlich stark mit den Keramiken reagieren. Konkret sind daher Versuche mit den reinen Werkstoffen Nickel, Chrom, Titan und Eisen bzw. mit deren Oxiden angebracht, um die unterschiedlichen Reaktionsneigungen mit den Schneidkeramiken separat zu betrachten.

Einige der identifizierten Verschleißprodukte wie TiAlO oder AlON wurden hinsichtlich optischer und mechanischer Eigenschaften bereits untersucht [141, 142, 143], ihre tribologischen Eigenschaften waren jedoch bisher nur selten Gegenstand der Forschung [144]. Studien mit diesen Werkstoffen, könnten weitere Details über das Verschleißverhalten der ursprünglichen Keramiken aufzeigen. Aufgrund der hier vorgelegten Ergebnisse kann erwartet werden, dass diese Verschleißprodukte auf einem inerten Substrat wie Aluminiumoxid eine deutliche verschleißreduzierende Wirkung haben und den Reibkoeffizienten im Kontakt mit Nickelbasislegierungen herabsetzen.

Die Aufklärung der chemischen Zusammensetzung und der Mikrostruktur wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht bis zu den technisch möglichen Grenzen durchgeführt. Dies ist jedoch notwendig, um die Wechselwirkungen zwischen der anhaftenden Metalloxidschicht und der darunterliegenden Schneidkeramik zu analysieren. Hierzu sind analog zur Vorgehensweise in dieser Arbeit statische Wechselwirkungsversuche geeignet, um eine Reaktion hervorzurufen. Anschließend können mittels fokussiertem Ionenstrahl Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) hergestellt werden. Mittels Röntgenbeugung an diesen TEM-Proben lässt sich die Kristallinität beurteilen und auch die chemische Zusammensetzung mit höherer Ortsauflösung bestimmen. Daneben bietet sich die oberflächenverstärkte Raman-Spektroskopie zur Analyse von Grenzflächen und Verschleißoberflächen an, um eine höhere Sensitivität und laterale Auflösung zu erreichen und zudem noch die Möglichkeit zu nutzen, die Probentopographie aufzuzeichnen. Für noch detailliertere Informationen über die Verschleißflächenchemie eignen sich beispielsweise die Auger-Spektroskopie oder TOF-SIMS, die gegenüber der EDX-Analyse ebenfalls eine höhere Ortsauflösung und eine höhere Präzision in der quantitativen Analyse bietet. Mit diesen Techniken können lokale tribochemische Phänomene gezielt untersucht werden, insbesondere nachdem die vorliegende Arbeit Anhaltspunkte für die relevanten Gesichtspunkte – Struktur und Zusammensetzung der tribochemischen Phase – liefert.

Für Nickelbasislegierungen liegt der Übergang zur Hochgeschwindigkeitszerspanung bei einer Schnittgeschwindigkeit von ca. 5 m/s [15]. Somit wurde mit den bisherigen Ergebnissen bereits der Bereich der Hochgeschwindigkeitszerspanung erreicht. Es erscheint jedoch sinnvoll, das Gleitverschleißverhalten von Kompositkeramiken über 5 m/s sowohl in engeren Abständen als auch bei noch höheren Geschwindigkeit zu untersuchen. Da die SiAlON-Keramik im Hochgeschwindigkeitsbereich der Nickelbasislegierungen (5 m/s – entspricht einer Reibleistung von ca. 200 Watt) einen sehr niedrigen Verschleiß zeigt, ist auch diese Keramik für die Hochgeschwindigkeitszerspanung geeignet. Für eine genauere Bestimmung dieses Optimums, ist eine umfassendere quantitative Verschleißanalyse mit einem feiner gesteckten Parameterfeld notwendig. Neben der Analyse des reinen Gleitverschleißverhaltens wäre ein Abgleich mit realen Zerspanprozessen mit ähnlicher Variation der Schnittgeschwindigkeit notwendig, um die Übertragbarkeit der vorliegenden Ergebnisse auf den Zerspanprozess nachzuweisen. Dann wäre es auch möglich, die Ergebnisse von Gleitverschleißversuchen dazu zu verwenden, Verschleißmodelle zu erstellen, die eine physikalisch schlüssige Beschreibung der Verschleißmechanismen mit einem thermomechanischen Werkstoffmodell verknüpfen, um Vorhersagen zum Werkzeugverschleiß zu machen.

8 Anhang

8.1 zu Kapitel 3 – Experimentelles

Temperatur- und Kraftverlauf bei Wechselwirkungsversuchen



Abbildung 8.1: Zeitliche Verläufe der Ofentemperatur (gestrichelte Linien) und der Anpresskraft (durchgezogene Linien) während der statischen Wechselwirkungsversuche

8.2 zu Kapitel 4 – Ergebnisse

8.2.1 Thermographieaufnahmen



Abbildung 8.2: Temperaturverteilung an den SiAION B-Verschleißproben im Kontakt mit Inconel 718 bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten und 100 N Normalkraft (stabiler Zustand)

Normalkraft: 100 N Normalkraft: 100 N Probe1Kante3 Frobe1Kante4 Frobe3Kante4 Frobe3Kante4 Frobe5Kante3 Probe5Kante3 Probe5Kante4 Frobe5Kante4 Frobe5Kante4

8.2.2 Mikroskop-Bilder Verschleißbilder SiAlON B vs. Inconel 718

Abbildung 8.3: Mikroskop-Bilder Verschleißbilder SiAION B vs. Inconel 718



8.2.3 Ergebnisse der Wechselwirkungspaarung SiAION/Nimonic 90

Abbildung 8.4: Oberflächen der Kontaktproben nach den Wechselwirkungsversuchen bei unterschiedlichen Temperaturen über 10 Stunden



Abbildung 8.5: Querschliff der Wechselwirkungspaarung SiAlON B/Nimonic 90 nach 10 Stunden bei 1200 °C. Die Reaktionszone weist eine Dicke von ca. 50 μ m auf.

Ν	0,9	25,1	4,5	39,4	11,9	41,8
0	46,9	33,1	8,0	14,7	16,4	6,0
Al	45,1	8,5	0,5	4,0	6,2	6,9
Si	0,4	1,1	11,3	0,5	11,1	43,0
Ti	1,0	16,2	0,1	21,9	0,2	0,1
Cr	2,5	11,8	12,2	18,1	31,5	0,2
Mn	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1
Fe	0,0	0,0	0,5	0,0	0,2	0,2
Со	0,2	0,5	14,5	0,1	3,4	0,1
Yb	1,6	0,0	0,0	0,8	1,1	1,3
Ni	1,4	3,7	48,3	0,5	18,2	0,3

Pos1 Pos2 Pos3 Pos4 Pos5 Pos6

Tabelle 8.1: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der SiAION B/Nimonic 90-Reaktionszone



Abbildung 8.6: Grenzflächenquerschliff der Wechselwirkungspaarung SiAION B/Nimonic 90 nach 200 Sekunden bei 1500 °C (Reaktionszonendicke \approx 25 µm)

No. Market			Poren/Hohlräume
	Į		Ne.
B.L	2	I	
	A	3	<u>2 μm</u>

Abbildung 8.7: Detail des Übergangs von Nimonic 90-Schmelze zur Reaktionszone nach 200 Sekunden bei 1500 °C im Kontakt mit SiAION B



Abbildung 8.8: Übergangszone von der Reaktionsschicht zum Keramikgrundmaterial für Nimonic 90 zu SiAION B nach 200 Sekunden bei 1500 °C

	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4
Ν	2,6	2,8	13,4	42,3
0	17,6	4,4	9,3	5,0
Al	0,2	3,7	20,2	7,0
Si	1,0	13,6	8,2	44,4
Ti	0,6	0,5	1,3	0,0
Cr	71,2	4,0	10,1	0,0
Mn	0,5	0,1	0,0	0,0
Fe	0,4	0,4	0,2	0,1
Со	2,0	14,0	7,4	0,1
Yb	0,2	1,0	2,0	1,0
Ni	3,6	55,5	27,8	0,3

Tabelle 8.2: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der SiAION B/Nimonic 90-Reaktionszone

	Pos1	Pos2	Pos3
Ν	23,2	22,6	15,8
0	6,4	12,7	20,2
Al	1,7	6,1	10,6
Si	5,4	6,6	4,2
Ti	23,0	19,0	25,7
Cr	5,8	6,9	4,8
Mn	0,2	0,0	0,1
Fe	0,3	0,2	0,2
Со	7,1	4,0	2,4
Yb	0,8	3,8	5,2
Ni	26,1	18,3	11,0

Tabelle 8.3: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der SiAION B/Nimonic 90-Reaktionszone

	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6	Pos7
Ν	4,1	8,6	26,2	19,6	14,4	31,5	23,7
0	10,1	12,4	10,5	7,1	6,7	8,3	8,8
Al	3,1	12,1	38,1	21,1	13,6	15,3	13,5
Si	8,9	8,8	5,1	13,9	22,8	25,7	21,1
Ti	0,3	0,6	2,4	1,4	0,6	1,4	1,5
Cr	18,4	24,4	3,5	2,2	1,4	2,0	3,2
Mn	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0
Fe	0,4	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2
Со	13,0	8,3	2,5	4,7	5,0	2,1	5,6
Yb	0,9	1,1	1,3	3,0	1,9	1,6	1,7
Ni	40,6	23,7	10,3	26,8	33,5	11,9	20,7

Tabelle 8.4: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen der SiAION B/Nimonic 90-Reaktionszone





Abbildung 8.9: Verlauf der Gesamtverschleißtiefe zwischen SiAION B und Nimonic 90 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 100 N



Abbildung 8.11: Verschleißrate von SiAlON B gegen Nimonic 90 bei 100 N Anpresskraft und das Verschleißvolumen am Keramikkörper



Abbildung 8.13: Verlauf der Reibkoeffizienten zwischen SiAION B und Nimonic 90 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 100 N



Abbildung 8.10: Verlauf der Gesamtverschleißtiefe zwischen SiAION B und Nimonic 90 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 200 N



Abbildung 8.12: Verschleißrate von SiAlON B gegen Nimonic 90 bei 200 N Anpresskraft und das Verschleißvolumen am Keramikkörper



Abbildung 8.14: Verlauf der Reibkoeffizienten zwischen SiAION B und Nimonic 90 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 200 N



Abbildung 8.15: Verlauf der Reibkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit für die Kombination SiAION B gegen Nimonic 90

Tabelle 8.5: Ermittelte Kennwerte aus den Verschleißversuchen zwis	chen SiAlON B und Inconel 718
--	-------------------------------

	Mittlerer Reibkoeffizient		Mittlere Verschleißrate [µm/m]				
	(Mittelwert)		(Ableitungsmittelwert)		(linearer Fit)		
	100 N	200 N	100 N	200 N	100 N	200 N	
1 m/s	0,60±0,02	0,45±0,04	0,13±0,84	0,14±0,35	0,13	0,12	
5 m/s	0,35±0,04	0,21±0,03	-0,05±3,01	0,06±11,65	0,02	0,01	
10 m/s	0,29±0,02	0,15±0,02	0,10±0,54	0,11±0,42	0,11	0,11	
25 m/s	0,23±0,02	0,14±0,02	0,16±1,39	0,21±1,34	0,15	0,20	

Tabelle 8.6: Ermittelte Kennwerte aus den Verschleißversuchen zwischen SiAION B und Nimonic 90

	Mittlerer Reibkoeffizient		Mittlere Verschleißrate [µm/m]			
	(Mittelwert)		(Ableitungsmittelwert)		(linearer Fit)	
	100 N	200 N	100 N	200 N	100 N	200 N
1 m/s	0,65±0,03	0,54±0,09	0,19±0,73	0,14±0,85	0,18	0,13
5 m/s	0,37±0,05	0,28±0,06	0,04±1,10	0,04±1,94	0,02	0,02
10 m/s	0,20±0,01	0,17±0,02	0,09±11,67	0,02±6,48	0,08	0,05
25 m/s	0,13±0,012	0,10±0,01	0,08±22,31	0,11±6,98	0,14	0,12

8.2.5 Verschleißflächencharakterisierung von SiAION B und Nimonic 90



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6
Ν	35,2	10,1	24,1	3,5	25,1	30,8
0	5,7	35,5	8,1	10,8	11,1	7,1
Al	9,0	8,3	9,6	1,9	9,2	8,9
Si	47,0	15,3	51,5	0,6	46,8	46,6
Ti	0,3	4,6	0,2	2,2	0,8	0,2
Cr	0,3	20,4	0,9	17,2	3,4	1,0
M n	0,2	0,0	0,1	0,1	0,3	0,0
Fe	0,2	0,2	0,2	0,4	0,4	0,1
Со	0,3	1,1	1,0	13,3	0,4	0,7
Yb	1,0	0,5	1,9	1,0	0,9	1,6
Ni	1,0	4,0	2,5	49,0	1,6	2,9

Abbildung 8.16: Verschleißflächendetail einer SiAlON B-Probe nach dem Gleitversuch mit Nimonic 90 bei 5 m/s nach 2000 m ($F_N = 100$ N) Tabelle 8.7: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4
Ν	5,9	6,7	7,5	8,7
0	17,1	60,3	56,5	55,6
Al	2,9	14,0	10,2	10,0
Si	0,7	0,1	0,7	3,0
Ti	1,8	7,4	8,2	6,8
Cr	15,7	11,1	15,9	14,9
Mn	0,0	0,0	0,1	0,0
Fe	0,3	0,1	0,1	0,1
Со	11,6	0,1	0,3	0,2
Yb	0,2	0,0	0,0	0,1
Ni	43,7	0,3	0,6	0,5

Abbildung 8.17: Querschliff der Verschleißfläche einer Tabelle 8.8: EDX-Elementverteilung an SiAlON B-Probe nach dem Gleitversuch mit Nimonic 90 ausgewählten Positionen bei 5 m/s nach 2000 m (F_N = 100 N)



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4
Ν	5,8	12,5	9,7	23,3
0	10,5	40,1	47,8	30,0
Al	0,6	5,3	5,8	6,8
Si	1,3	13,3	18,4	32,5
Ti	0,2	2,0	2,0	0,6
Cr	2,8	11,7	12,7	3,5
Mn	0,2	0,1	0,0	0,1
Fe	0,5	0,2	0,1	0,2
Со	15,7	3,1	0,7	0,8
Yb	0,0	1,0	0,6	0,8
Ni	62,5	10,9	2,2	1,6

Abbildung 8.18: Verschleißflächendetail einer SiAlON B- Tabelle 8.9: EDX-Elementverteilung an Probe nach dem Gleitversuch mit Nimonic 90 bei 25 m/s ausgewählten Positionen nach 2000 m ($F_N = 100$ N)



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5
N	46,0	49,3	52,8	51,0	11,8
0	23,6	18,6	9,9	9,6	40,3
AI	5,3	4,9	5,4	6,5	14,1
Si	23,6	26,6	31,0	32,1	23,5
Ti	0,1	0,0	0,0	0,0	0,3
Cr	0,5	0,1	0,1	0,0	2,2
Mn	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1
Со	0,2	0,0	0,1	0,0	1,4
Yb	0,4	0,4	0,5	0,7	0,7
Ni	0,2	0,2	0,1	0,2	5,8

Abbildung 8.19: Querschliff der SiAlON B-Probe nach dem Gleitversuch mit Nimonic 90 bei 25 m/s nach 2000 m (F_N = 100 N). Der dunkle Bereich im oberen Bildviertel ist Einbettmittel. In diesem Fall tritt keine Ablagerung oder Triboschicht auf.

Tabelle8.10:EDX-ElementverteilunganausgewähltenPositionen

8.2.6 Ergebnisse der Wechselwirkungspaarung Komposit C/Nimonic 90

	700 °C	1000 °C	1200 °C
Komposit C			Beide Flächen haften aneinander
Nimonic 90			Beide Flächen haften aneinander

Abbildung 8.20: Oberflächen der Kontaktproben nach den Wechselwirkungsversuchen über 10 Stunden



Abbildung 8.21: Detail der Reaktionszone, in der Nimonic 90 die SiC-Whisker aufgelöst hat und in der Al₂O₃-Matrix vorliegt (nach 1 Stunde bei 1000 °C).

	Pos1	Pos2
0	O 28,7 Al 32,4	
Al		
Si	17,1	4,9
Ti	0,1	0,1
Cr	0,2	0,1
Mn	0,1	0,1
Fe	0,1	0,1
Co	3,1	0,5
Ni	18,3	2,4

Tabelle 8.11: EDX-Elementverteilung in der Whisker-Reaktionszone und der Keramikmatrix



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5	Pos6
0	9,0	53,2	8,5	14,4	53,0	22,8
Al	0,4	38,9	2,5	0,7	42,6	1,1
Si	0,4	0,9	11,2	14,1	0,6	0,8
Ti	87,7	1,5	0,6	2,7	0,9	0,3
Cr	0,6	0,9	12,6	37,8	0,3	71,1
Mn	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1
Fe	0,0	0,1	0,7	0,2	0,2	0,0
Со	0,4	0,8	14,3	5,4	0,5	2,5
Ni	1,4	3,7	49,6	24,7	1,9	1,5

Abbildung 8.22: Reaktionszone von Komposit C und Nimonic 90 nach 10 Stunden bei 1200°C – schwarze Bereiche entsprechen der Al₂O₃-Matrix, die unter thermischer und mechanischer Belastung zerstört wurde und von der Legierung umgeben ist. Tabelle 8.12: EDX-Messungen an den gekennzeichneten Positionen in Abbildung 8.22



Abbildung 8.23: Reaktionszone zwischen Komposit C und Nimonic 90 nach 200 Sekunden bei 1500°C. Die Tiefe der Reaktionszone beträgte etwa 100 μm.

	Pos1	Pos2
0	10,2	40,7
AI	3,3	44,5
Si	1,2	0,3
Ti	1,7	1,7
Cr	19,3	3,1
Mn	0,1	0,0
Fe	0,4	0,0
Со	13,0	1,9
Ni	50,8	7,9

Tabelle 8.13: EDX-Elementverteilung der geschmolzenen Legierung (1) und in der Reaktionszone (2) in Abbildung 8.23



Abbildung 8.24: Detailaufnahme der Übergangszone von der Nimonic 90-Schmelze zur Komposit C-Keramik nach 200 Sekunden bei 1500 °C

	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5
0	20,1	41,8	17,5	45,9	10,4
AI	6,2	24,6	11,7	22,0	1,7
Si	0,5	0,2	0,6	0,2	1,4
Ti	54,5	20,5	48,8	23,0	2,2
Cr	9,8	4,3	8,2	4,1	23,4
Mn	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0
Fe	0,2	0,1	0,0	0,1	0,4
Со	2,0	1,8	2,8	1,0	14,0
Ni	6,7	6,6	10,5	3,7	46,6

Tabelle 8.14: Detail: EDX-Analyse der Bereiche in der Übergangszone von Komposit C und Nimonic 90 in Abbildung 8.24

8.2.7 Verschleißverhalten der Paarung Komposit C und Nimonic 90



Abbildung 8.25: Verlauf der Gesamtverschleißtiefe zwischen Komposit C und Nimonic 90 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 100 N



Abbildung 8.27: Verschleißrate von Komposit C gegen Nimonic 90 bei 100 N Anpresskraft und das Verschleißvolumen am Keramikkörper



Abbildung 8.29: Verlauf der Reibkoeffizienten zwischen Komposit C und Nimonic 90 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 100 N



Abbildung 8.26: Verlauf der Gesamtverschleißtiefe zwischen Komposit C und Nimonic 90 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 200 N



Abbildung 8.28: Verschleißrate von Komposit C gegen Nimonic 90 bei 200 N Anpresskraft und das Verschleißvolumen am Keramikkörper



Abbildung 8.30: Verlauf der Reibkoeffizienten zwischen Komposit C und Nimonic 90 für unterschiedliche Geschwindigkeiten bei einer Anpresskraft von 200 N



Abbildung 8.31: Mittlere Reibkoeffizienten zwischen Komposit C und Nimonic 90 bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten und Anpresskräften

Tabelle 8.15: Ermittelte Kennwerte aus den Verschleißversuchen zwischen Komposit C und In-
conel 718

	Mittlerer Reibkoeffizient		Mittlere Verschleißrate [µm/m]			
	(Mittelwert)		(Ableitungsmittelwert)		(linearer Fit)	
	100 N	200 N	100 N 200 N		100 N	200 N
1 m/s	0,61±0,03	0,50±0,03	0,25±1,57	0,22±0,33	0,25	0,20
5 m/s	0,33±0,02	0,25±0,02	0,05±0,33	0,08±0,72	0,06	0,09
10 m/s	0,24±0,01	0,18±0,01	0,04±0,51	0,02±0,17	0,04	0,03
25 m/s	0,17±0,02	0,11±0,01	0,03±0,03	0,01±0,21	0,01	0,02

Tabelle 8.16: Ermittelte Kennwerte aus den Verschleißversuchen zwischen Komposit C und Nimonic 90

	Mittlerer Reibkoeffizient		Mittlere Verschleißrate [µm/m]			
	(Mittelwert)		(Ableitungsmittelwert)		(linearer Fit)	
	100 N	200 N	100 N	200 N	100 N	200 N
1 m/s	0,64±0,03	0,54±0,18	0,31±1,84	0,35±0,82	0,28	0,38
5 m/s	0,45±0,05	0,32±0,05	0,15±0,77	0,09±3,25	0,13	0,09
10 m/s	0,26±0,02	0,23±0,03	0,04±0,66	0,02±0,37	0,04	0,01
25 m/s	0,15±0,01	0,12±0,01	0,02±1,50	0,08±0,49	0,02	0,09

8.2.8 Verschleißflächencharakterisierung von Komposit C und Inconel 718



	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4
0	38,6	47,4	46,6	7,2
Al	26,2	6,5	23,6	1,1
Si	6,3	0,4	0,0	0,2
Nb	1,6	6,8	2,0	2,1
Mo	0,6	0,5	0,2	1,4
Ti	1,6	10,3	16,4	1,6
Cr	9,1	22,1	9,8	19,3
Mn	0,3	0,5	0,1	0,0
Fe	3,7	1,3	0,4	16,5
Со	0,2	0,3	0,1	0,4
Ni	11,8	3,9	0,9	50,3

Abbildung 8.32: Draufsicht auf die Verschleißfläche von Komposit C nach dem Versuch mit Inconel 718 bei 5 m/s über 2000 m (F_N = 200 N)

Tabelle 8.17: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen in Abbildung 8.32



Abbildung 8.33: Querschliff der Verschleißfläche aus Abbildung 8.32

3

Relativbewegung der Nickelbasisscheibe

	Pos1	Pos2	Pos3	Pos4	Pos5
0	11,4	61,8	56,4	52,6	38,5
Al	1,6	13,4	19,5	15,9	25,4
Si	0,4	0,0	0,2	5,4	10,5
Nb	2,6	0,8	1,0	1,6	0,9
Мо	1,5	0,1	0,1	0,1	0,3
Ti	1,3	12,1	14,5	9,1	1,9
Cr	17,3	11,2	7,3	13,4	8,7
Mn	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0
Fe	15,5	0,2	0,3	0,5	2,9
Со	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1
Ni	48,3	0,3	0,5	1,3	10,8

Tabelle 8.18: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen in Abbildung 8.33

11- C		Pos1	Pos2	Pos3
N. Law	0	42,1	10,4	11,8
	Al	2,5	0,9	0,5
Contraction of	Si	0,1	0,3	0,2
ALC: NO	Nb	5,5	1,5	1,5
	Мо	0,5	1,2	1,0
1	Ti	2,9	0,8	0,6
Contraction of the	Cr	41,2	14,0	13,5
	Mn	0,0	0,3	0,2
1	Fe	1,8	17,5	16,8
	Со	0,3	0,6	0,6
and the second	Ni	3,2	52,4	53,5

2 Abbildung 8.34: Draufsicht auf die Verschleißfläche von Komposit C nach dem Versuch mit Inconel 718 bei 25 m/s über 2000 m (F_N = 200 N)

Tabelle 8.19: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen in Abbildung 8.34

100 µm



Abbildung 8.35: Querschliff der Verschleißfläche aus Abbildung 8.34

	Pos1	Pos2	Pos3
0	51,9	54,9	53,9
Al	3,0	2,7	15,7
Si	1,7	0,2	0,3
Nb	5,0	5,8	2,3
Мо	0,3	0,5	0,1
Ti	1,8	2,0	1,3
Cr	35,1	32,0	23,8
Mn	0,2	0,3	0,0
Fe	0,8	0,9	1,2
Со	0,1	0,1	0,2
Ni	03	07	1 1

Tabelle 8.20: EDX-Elementverteilung an ausgewählten Positionen in Abbildung 8.35







Abbildung 8.36: Verlauf des Reibkoeffizienten mit steigender Geschwindigkeit und Normalkraft für Komposit C gegen Inconel 718 und Nimonic 80 (zusammengefasst)

Abbildung 8.37: Resultierende Reibleistung aus Geschwindigkeit und Normalkraft für KompositC gegen Inconel 718 und Nimonic 80 (zusammengefasst)

8.4 FE-Simulation der Temperaturentwicklung im Reibkontakt

Mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode wurde der Gleitkontakt mit einem gekoppelten thermomechanischen 2D-Modell in ABAQUS/Standard simuliert, um die Temperaturentwicklung im Reibkontakt zwischen Keramik und Nickelbasislegierung nachzuvollziehen^{xviii}.

Der Linienkontakt in der Realität mit einer Kontaktlänge von 3 mm und einer Normalkraft von 100 N zwischen der Keramik und der Legierung erlaubt eine Vereinfachung der Simulation des ebenen Spannungszustands in Form eines 2D-Modells. Daraus ergibt sich ein Modell mit einem Punktkontakt an der Spitze der Keramikprobe mit einem 0,8 mm Radius, an der jeweils die Kontaktspannung herrscht, die im Linienkontakt einer Spannung von 33,3333 N/mm entspricht. Die Keramikprobe wird nach dem Initialkontakt auf der ebenen Legierungsprobe mit 1 m/s und 25 m/s bewegt. Es wurde dabei Coulombsche Reibung mit konstanten Reibkoeffizienten zwischen den beiden Reibpartnern angenommen. Die jeweiligen Reibkoeffizienten sind in Tabelle 8.21 angegeben.

 Tabelle 8.21: Reibkoeffizienten f

 ig weilig Materialpaarung und Geschwindigkeit basierend auf den experimentellen Ergebnissen

Materialpaarung	Gleitgeschwindigkeit [m/s]	Reibkoeffizient μ
SiAION B/Inconel 718	1	0,6
	25	0,15
Komposit C/Inconel 718	1	0,6
	25	0,18

Die temperaturabhängigen mechanischen Eigenschaften beider Keramiken wurden aus den entsprechenden Literaturstellen übernommen, wohingegen die thermophysikalischen Eigenschaften experimentell ermittelt wurden. Auf dieser Basis wurde ein temperaturabhängiges Materialmodell erstellt.

8.4.1 Simulation des Gleitens von SiAION B gegen Inconel 718

Aufgrund des mechanischen Kontakts tritt bei einer Normalkraft von 100 N eine maximale Kontaktspannung von etwa 1,35 GPa (numerisch, analytisch wurden 1,31 GPa bestimmt) an der Kontaktfläche auf. Im Gleitkontakt mit einer Geschwindigkeit von 1 m/s erreicht die Kontakttemperatur nach einer Gleitstrecke von 50 mm an der Keramik einen Wert ca. 1280 °C und auf der Legierungsseite 200 °C (Abbildung 8.38). Die Temperatur breitet sich in der Keramikprobe kreisförmig aus, wobei ein hoher Temperaturgradient auftritt. Der Bereich, in dem Temperaturen über 500 °C auftreten hat einen Radius von etwa 73 µm.

Wird die Simulation bei einer Geschwindigkeit von 25 m/s bei ansonsten gleichen Parametern durchgeführt, so ergibt sich nach der gleichen Gleitstrecke von 50 mm eine Höchsttemperatur von 2940 °C an der Keramik und 80 °C an der Inconelscheibe (Abbildung 8.39). Der Bereich, in dem die Temperatur innerhalb der Keramik 500 °C übersteigt, erstreckt sich über einen Radius von 70 μ m. Der Bereich ist kleiner als bei 1 m/s, da für die Wärmeausbreitung weniger Zeit zur Verfügung steht. Der Gradient ist zum Zeitpunkt des Simulationsendes aufgrund der höheren Maximaltemperatur deutlich größer als für 1 m/s.

^{xviii} Die Simulationen wurden von Dr.-Ing. Iyas Khader durchgeführt und für diese Arbeit zur Verfügung gestellt.



Abbildung 8.38: Darstellung der maximalen Kontakttemperatur aus der FE-Simulation für die Kombination SiAION B gegen Inconel 718 bei einer Gleitgeschwindigkeit von 1 m/s

Abbildung 8.39: Darstellung der maximalen Kontakttemperatur aus der FE-Simulation für die Kombination SiAION B gegen Inconel 718 bei einer Gleitgeschwindigkeit von 25 m/s

8.4.2 Simulation des Gleitens von Komposit C gegen Inconel 718

Da der E-Modul und die Poissonzahl der Komposit C-Keramik etwas höher sind als für die SiAlON C-Keramik, ergibt sich für 100 N Normalkraft eine etwas höhere Kontaktspannung von 1,39 GPa bei statischer Berührung. Am Ende der Simulation mit 1 m/s über 50 mm erreicht die Kompositkeramik im Kontakt eine Temperatur von 760 °C und die Inconelscheibe 210 °C (Abbildung 8.40). Der Bereich, der heißer als 500 °C ist, hat einen Radius von 16 μ m. Bei einer Gleitgeschwindigkeit von 25 m/s erreicht die Keramikprobe eine Spitzentemperatur von fast 2490 °C (Abbildung 8.41), wobei es zu erheblichen Störungen der Elemente kommt, die zur Abweichung der stabilen senkrechten Kontaktbedingungen der Oberflächen führt. Diese Unterbrechung des Kontakts führt zu einer Reduzierung der Kontakttemperatur. Aus diesem Grund wurde die Simulation nach etwa 12 mm Gleitweg abgebrochen. Die Inconelscheibe erreicht dabei eine maximale Temperatur von etwa 70 °C. Der Bereich der Keramik, der heißer als 500 °C ist, ersteckt sich kreisförmig von der Kontaktzone ins Material und besitzt einen Radius von etwa 23 μ m.



Abbildung 8.40: Darstellung der maximalen Kontakttemperatur aus der FE-Simulation für die Kombination Komposit C gegen Inconel 718 bei einer Gleitgeschwindigkeit von 1 m/s Abbildung 8.41: Darstellung der maximalen Kontakttemperatur aus der FE-Simulation für die Kombination Komposit C gegen Inconel 718 bei einer Gleitgeschwindigkeit von 25 m/s Bei einer Gleitgeschwindigkeit von 1 m/s kann sich die Reibwärme von der Kontaktstelle aus innerhalb des Materials über einen längeren Zeitraum verteilen als bei 25 m/s und erklärt die größere Ausdehnung der erwärmten Zone für SiAlON B bei 1 m/s im Vergleich zu 25 m/s (Abbildung 8.43). Da die Kompositkeramik eine höhere thermische Leitfähigkeit besitzt, ist hier die Wärmediffusionsgeschwindigkeit höher als in SiAlON B. Aufgrund der höheren Kontakttemperatur bei 25 m/s erwärmt sich trotz der kürzeren Simulationsdauer ein größerer Bereich auf über 500 °C als bei 1 m/s. Ab einer Maximaltemperatur von 2486,1 °C wird ein Rückgang der Oberflächentemperatur der Kompositkeramik bei einer Geschwindigkeit von 25 m/s beobachtet (Abbildung 8.42). Dieser ist auf die Instabilität der Kontaktsituation im Modell zurückzuführen, in deren Folge der Kontakt an dieser Stelle abbricht und somit keine weitere Erwärmung stattfindet.



Abbildung 8.42: Temperaturentwicklung der Kontaktfläche der Keramiken bei unterschiedlichen Gleitgeschwindigkeiten



50 mm Gleitweg (außer Komposit C bei 25 m/s – hier beträgt der Gleitweg nur 12 mm)

8.4.3 Einschränkungen des FE-Modells

Das Ziel der Simulation war es, qualitativ die lokalen Kontakttemperaturen zu zeigen. Die extrem lokalisierten Temperaturen an der Probenspitze erscheinen unrealistisch hoch. Aufgrund des komplexen Problems ergeben sich einige Einschränkungen, die in Folge der Vereinfachung des Modells in Kauf genommen werden mussten:

- Die Materialeigenschaften beider Keramiken liegen nur bis 1200 °C vor, mit Ausnahme des E-Moduls der SiAION B-Keramik, der bis 1450 °C bekannt ist.
- Das mechanische Verhalten beider Keramiken wurde als linear-elastisch angenommen. Chemische Wechselwirkungen wurden nicht berücksichtigt.
- Die Reibkoeffizienten wurden für die gewählten Geschwindigkeiten als konstant angenommen, entsprechend den Ergebnissen der Stift-Scheibe-Versuche aus 4.1.2 und 4.2.2.
- Der Emissionsgrad aller Materialien wurde als konstant und temperaturunabhängig angenommen.
- Das Problem wurde als zweidimensionales Modell simuliert. Mögliche Auswirkungen in dritter Dimension wurden vernachlässigt.
- Änderungen in der Geometrie aufgrund von Verschleiß und Materialverlust wurden nicht berücksichtigt.

8.4.4 Eingangsdaten für die Simulation

Tabelle 8.22: Querkontraktionszahlen und Wärmeausdehnungskoeffizienten der untersuchte	en
Keramiken	

Material	Querkontraktionszahl v	Wärmeausdehnungskoeffizient
		-
Komposit C	0,25	9*10-6/К bei 800°С
		9,5*10-6/K bei 1200°C
SiAION B	0,31	3,6*10-6/K bei 1000°C
		5,2*10-6/Kbei 1200°C



Abbildung 8.44: (a) Elastizitätsmodul von SiAION B als Funktion der Temperatur – Raumtemperaturwert wurde vom Fraunhofer IKTS ermittelt, die Werte für höhere Temperaturen basieren auf [145]; (b) und (c): thermophysikalische Eigenschaften von SiAION B als Funktion der Temperatur (experimentell ermittelt)



Abbildung 8.45: (a) Elastizitätsmodul von Al₂O₃/SiC-Kompositkeramik als Funktion der Temperatur (b) und (c): thermophysikalische Eigenschaften von Al₂O₃/SiC als Funktion der Temperatur (experimentell ermittelt)

Die mechanischen und thermophysikalischen Eigenschaften von Inconel 718 wurden [8] entnommen. Es wurde ein elastoplastisches Modell wurde angenommen, um die plastische Verformung aufgrund der Kontaktbelastung abzubilden. Als Vereinfachung wurde die Fließspannung als unabhängig von der Dehnrate angenommen.

Um die Temperaturfelder mit hoher Genauigkeit im Kontaktbereich abzubilden, wurde ein dichtes Netz in der Nähe der Kontaktfläche generiert. Die mittlere Elementgröße wurde hier auf 2 μ m in horizontaler Richtung und 6 μ m in vertikaler Richtung beschränkt. Für die Diskretisierung des Modells wurden CPE4T-Elemente verwendet, die vier Knotenpunkten erster Ordnung und Freiheitsgrade für Deformation und Temperatur besitzen.

Die Wärmeübergangsmodelle wurden implementiert, um die Erzeugung der Reibungswärme und entsprechende Wärmeleitung zwischen den Reibpartnern, die natürliche Konvektion zur Umgebungsluft und Abstrahlung zur Umgebung und zu den Kontaktflächen.

Die Erzeugung der Reibwärme wurde mittels Reibspannung und Schlupfrate wurde auf Basis der gesamten Reibenergieaufnahme berechnet:

$$P_f = \tau \dot{\gamma} \tag{8.1}$$

Hierbei ist τ die Reibspannung und $\dot{\gamma}$ die Schlupfrate.

Die Wärmeverteilung zwischen den Kontaktflächen wurde als identisch angenommen, wobei der Anteil der Reibenergie, der in Wärme umgewandelt wird (mechanisch \rightarrow thermisch), mit 90% bei 1 m/s und 40% bei 25 m/s angenommen wurde. Diese Werte sollen Wärmeübergangsverluste und Energiedissipation in chemischen Reaktionen berücksichtigen, welche bei hohen Gleitgeschwindigkeiten deutlich höher sein sollten.

Der Wärmübertragung durch Leitung wurde durch den Wärmewiderstand zwischen den beiden Kontaktflächen berücksichtigt. Die Grenzflächenleitfähigkeit wurde als druckabhängig angenommen und liegt zwischen h_{ic} =1500 W/m²·K und h_{ic} =8500 W/m²·K entsprechend [146].

Die Wärmeübertragung durch Konvektion an die Umgebungsluft wurde mit einem Konvektionskoeffizienten von \bar{h}_{nc} =15 W/m²·K und einer Umgebungstemperatur von T=20 °C berechnet.

Die Wärmestrahlung fließt in das thermische Modell mit einer Wärmesenke von T=293,15 K und Emissionskoeffizienten von 0,9 für beide Keramiken [147, 148] und 0,5 für Inconel 718 [148, 149]. Die Wärmestrahlung wurde auch zwischen den Reibpartnern berücksichtigt, wobei ein effektiver Abstrahlungsfaktor als Funktion der Spaltgröße verwendet wurde.

9 Literaturverzeichnis

- [1] Becker, Koplin, Hübert, Renz und Waczinski, "BMBF-Projekt TECHVOLK -Technologieentwicklung zur Herstellung vollkeramischer Schaftwerkzeuge," 2008-2011.
- [2] M. Field, "Machining Aerospace Alloys," Special Report, Nr. 94, pp. 151-160, 1968.
- [3] P. Warburton, "Problems of Machining Nickel-Based Alloys," Special Report, Nr. 94, pp. 151-160, 1967.
- [4] M. Donachie und S. Donachie, Superalloys A Technical Guide, Materials Park, OH: ASM International, 2002.
- [5] C. Sims und W. Hagel, The Superalloys, Hoboken: John Wiley & Sons, inc., 1972.
- [6] C. Sims, N. Stoloff und W. Hagel, Superalloys II, Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 1987.
- [7] R. Bürgel, Handbuch Hochtemperatur Werkstofftechnik Grundlagen, Werkstoffbeanspruchung, Hochtemperaturlegierungen, Braunschweig, Wiesbaden: Vieweg-Verlag, 1998.
- [8] Special Metals Corporation, Werkstoffdatenblatt INCONEL alloy 718, USA, 2013.
- [9] Special Metals Corporation, *Werkstoffdatenblatt NIMONIC alloy 90*, USA, 2013.
- [10] I. Choudhury und M. El-Baradie, "Machinability of nickel-base super alloys: a general review," Journal of Materials Processing Technology, Nr. 77, pp. 278-284, 1998.
- [11] E. Ezugwu, Z. Wang und A. Machado, "The machinability of nickel-based alloys: a review," Journal of Materials Processing Technology, Nr. 86, pp. 1-16, 1999.
- [12] C. Liu und Y. Guo, "Finite element analysis of the effect of sequential cuts and tool-chip friction on residual stresses in a machined layer," *International Journal of Mechanical Sciences*, Nr. 42, pp. 1069-1086, 2000.
- [13] B. Kramer und N. Suh, "Tool wear by solution: A Quantitative Understanding," *Journal of Engineering for Industry*, Nr. 102, pp. 303-309, 1980.
- [14] J. Yeomans und T. Page, "The chemical stability of ceramic cutting tool materials exposed to liquid metals," Wear, Nr. 131, pp. 163-175, 1989.
- [15] K. Tönshoff und B. Denkena, Spanen Grundlagen, 2. Hrsg., Berlin, Heidelberg, New York: Springer-Verlag, 2004.
- [16] H. Abdel-Aal, M. Nouari und M. El Mansori, "Tribo-energetic correlation of tool thermal

properties to wear of WC-Co inserts in high speed dry machining of aeronautical grade titanium alloys, "*Wear*, Nr. 266, pp. 432-443, 2009.

- [17] N. Richards und D. Aspinwall, "Use of ceramic tools for machining nickel based alloys," International Journal of Machine Tools and Manufacture, Bd. 29, Nr. 4, pp. 575-588, 1989.
- [18] S. Bhattacharyya, A. Jawaid, M. Lewis und J. Wallbank, "Wear Mechanisms of Syalon Ceramic Tools When Machining Nickel-based Materials," *Metals Technology*, Bd. 10, Nr. 12, pp. 482-489, 1983.
- [19] Z. Wang, Wear Analysis of Coated Carbide Tools Machining Inconel 718 Superalloy, Dissertation, London: South Bank University, 1997.
- [20] H. Khamsehzadeh, Behaviour of Ceramic Cutting Tools When Machining Superalloys, Dissertation, London: South Bank University, 1991.
- [21] M. Shaw, A. Thurman und H. Ahlgren, "A Plasticity Problem Improving Strain and Plain Stress Simultaneously: Groove Formation in the Machining of High Temperature Alloys," *Journal of Engineering Industry*, Bd. 4, Nr. 2, pp. 142-146, 1966.
- [22] C. Chow, Y. Liu, H. Miao und Z. Lo, "Investigation on the Cutting Performance of Silicon Nitride Ceramic Tools," in *International Conference on Manufacturing Engineering*, Melbourne, 1980.
- [23] K. Reckling, "New Cutting Tool Tames Tough Metals," *Tooling Production*, Bd. 47, Nr. 7, pp. 74-79, 1981.
- [24] E. Ezugwu, A. Machado, I. Pashby und J. Wallbank, "The effect of high-pressure coolant supply when machining a heat-resistant nickel-based superalloy," J. Soc. Tribologists Lub. Engs., Nr. 47(9), pp. 751-757, 1991.
- [25] E. Ezugwu und J. Bonney, "Effect of high-pressure coolant supply when machining nickel-base, Inconel 718, alloy with coated carbide tools," *Journal of Materials Processing Technology*, Nr. 153-154, pp. 1045-1050, 2004.
- [26] A. Machado, J. Wallbank, I. Pashby und E. Ezugwu, "Tool performance and chip control when machining Ti6A14V and Inconel 901 using high pressure coolant supply," *Machinig Science and Technology: An International Journal*, Bd. 2, Nr. 1, pp. 1-12, 1998.
- [27] Z. Xingzhong, L. Jiajun, Z. Baoliang, M. Hezhou und L. Zhenbi, "Wear behavior of Si3N4 ceramic cutting tool material against stainless steel in dry and water-lubricated conditions," *Ceramics International*, Nr. 25, pp. 309-315, 1999.
- [28] B. Kramer und P. Hartung, "Theroretical Consideration in the Machining of Nickel-Based Alloys," in *Cutting Tool Materials*, Metals Park, Ohio, 1981, pp. 57-74.
- [29] E. Ezugwu und Z. Wang, "Wear of Coated Carbide Tools When Machining Nickel (Inconel 718)

and Titanium Base (Ti-6Al-4V) Alloys," Tribology Transactions, Bd. 43, Nr. 2, pp. 263-268, 2000.

- [30] H. Addhoum und D. Broussaud, "Interaction of Ceramic Cutting Tools with Nickel-based Alloys," Materials Science and Engineering A, Nr. 109, pp. 379-387, 1989.
- [31] G. Brandt, A. Gerendas und M. Mikus, "Wear mechanisms of ceramic cutting tools when machining ferrous and non-ferrous alloys," *Journal of the European Ceramic Society*, Bd. 6, Nr. 5, pp. 273-290, 1990.
- [32] E. Ezugwu und I. Pashby, "High Speed Milling of Nickel-based Superalloys," *Journal of Materials Processing Technology*, Bd. 33, Nr. 4, pp. 429-437, 1992.
- [33] J. Acoute und S. Foster, "Performance of sialon cutting tools when machining nickel-base aerospace alloys," *Materials Science and Technology*, Bd. 2, pp. 700-708, 1986.
- [34] D. Zhu, X. Zhang und H. Ding, "Tool wear characteristics in machining of nickel-based superalloys," *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, Nr. 64, pp. 60-77, 2013.
- [35] K. Szeszulski, A. Thangaraj und K. Weinmann, "On the Cutting Performance of Whisker-Reinforced Ceramics Machining Inconel," in Winter Annual Meeting of ASME, Fundamental Issues in Machining ASME, Dallas, TX, USA, 1990.
- [36] S. Wayne und S. Buljan, "Microstructure and Wear Resistance of Silicon Nitride Composites," in *Friction and Wear of Ceramics*, S. Jahanmir, Hrsg., 1993, pp. 261-285.
- [37] G. Brandt, "Ceramic Cutting Tools," in *Ceramic Materials and Components for Engines*, J. G. Heinrich und F. Aldinger, Hrsg., Weinheim, Wiley-VCH Verlag GmbH, 2001, pp. 21-26.
- [38] C. Subramanian und K. Strafford, "Review of multicomponent and multilayer coatings for tribological applications," Wear, Bd. 165, Nr. 1, pp. 85-95, 1993.
- [39] S. PalDey und S. Deevi, "Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review," *Material Science and Engineering: A*, Bd. 342, Nr. 1-2, pp. 58-79, 2003.
- [40] S. Takatsu, "Recent development in hard cutting tool materials," High Temp. Mat. Proc., Bd. 9, Nr. 2-4, pp. 175-193, 1990.
- [41] Y. Liao und R. Shiue, "Carbide tool wear mechanism in turning of Inconel 718 superalloy," Wear, Nr. 193, pp. 16-24, 1996.
- [42] A. Bhatt, H. Attia, R. Vargas und V. Thomson, "Wear mechanisms of WC coated and uncoated tools in finish turning of Inconel 718," *Tribology International*, Nr. 43, pp. 1113-1121, 2010.
- [43] Z. Hao, D. Gao, Y. Fan und R. Han, "New observations on tool wear mechanism in dry machining Inconel718," *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, Nr. 51, pp. 973-979, 2011.

- [44] J. Costes, Y. Guillet, G. Poulachon und M. Dessoly, "Tool-life and wear mechanisms of CBN tools in machining of Inconel 718," *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, Nr. 47, pp. 1081-1087, 2007.
- [45] Y. Huang, Y. Chou und S. Liang, "CBN tool wear in hard turning: a survey on research progresses," *International Journal of Advanced Manufacture Technology*, Nr. 35, pp. 443-453, 2007.
- [46] J. Angseryd, E. Coronel, M. Elfwing, E. Olsson und H.-O. Andrén, "The microstructure of the affected zone of a worn PCBN cutting tool characterised with SEM and TEM," *Wear*, Nr. 267, pp. 1031-1040, 2009.
- [47] S. Klimenko, Y. Mukovoz und L. Polonsky, "Cutting tools of superhard materials," *Key Engineering Materials*, Bd. 114, pp. 1-66, 1996.
- [48] Y. Chou und C. Evans, "Tool wear mechanism in continuous cutting of hardened tool steels," Wear, Nr. 212, pp. 59-65, 1997.
- [49] F. Nabhani, "Wear mechanisms of ultra-hard cutting tools materials," *Journal of Materials Processing Technology*, Nr. 115, pp. 402-412, 2001.
- [50] Y. K. Chou, C. J. Evans und M. M. Barash, "Experimental investigation on CBN turning of hardened AISI 52100 steel," *Journal of Materials Processing Technology*, Nr. 124, pp. 274-283, 2002.
- [51] X. Li und I.-M. Low, "Ceramic Cutting Tools An Introduction," *Key Engineering Materials*, Nr. 96, pp. 1-18, 1994.
- [52] R. Arunachalam und M. Mannan, "Machinability of Nickel-based High Temperature Alloys," Machining Science and Technology, Bd. 4, Nr. 1, pp. 127-168, 2000.
- [53] D. Dudzinski, A. Devillez, A. Moufki, D. Larrouquère, V. Zerrouki und J. Vigneau, "A Review of Developments Towards Dry and High Speed Machining of Inconel 718," *International Journal of Machine Tool & Manufacture*, Bd. 44, Nr. 4, pp. 439-456, 2004.
- [54] G. Gnesin, I. Osipova, V. Yaroshenko und G. Rontal, "Optimization of the properties of a tool materials based on silicon nitride," *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Bd. 17, Nr. 2, pp. 124-127, Februar 1978.
- [55] CeramTec AG, "SPK HD-LINE Schneidstoffe, Werkzeugsysteme und Technologien für das Hartdrehen in der Getriebe-, Antriebs- und Lagerindustrie," 2012. [Online]. Available: http://www.ceramtec.de/files/wz_bearbeitung_gehaerteter_staehle.pdf.
- [56] H. Klemm und e. al., "High-Temperature Properties of Mixed alpha-/beta-SiAlON Materials," Journal of the American Ceramic Society, Bd. 81, pp. 1141-1148, 1998.

- [57] S. Holzer, Neodym- und ytterbiumhaltige SiAlON-Keramiken: Phasenbeziehungen, Gefügeausbildung und mechanisch-tribologische Eigenschaften, Universität Karlsruhe, 2005.
- [58] S. LoCasto, E. LoValvo, E. Lucchini, S. Maschio, M. Piacentini und V. Ruisi, "Ceramic materials wear mechanisms when cutting nickel-based alloys," Wear, Nr. 225-229, pp. 227-233, 1999.
- [59] J. Vleugels, P. Jacobs, J. Kruth, P. Vanherck, W. DuMong und O. Van der Biest, "Machining of steel with SiAION ceramics: influence of ceramic and workpiece composition on tool wear," *Wear*, Bd. 189, Nr. 1-2, pp. 32-44, 1995.
- [60] X. Zhao, J. Liu, B. Zhu, H. Miao und Z. Luo, "Tribological characteristics of Si3N4 ceramic sliding on stainless steel," Wear, Bd. 206, Nr. 1-2, pp. 76-82, 1997.
- [61] R. Barea, M. Belmonte, M. Osendi und P. Miranzo, "Thermal conductivity of Al2O3/SiC platelet composites," *Journal of the European Ceramic Society*, Nr. 23, pp. 1773-1778, 2003.
- [62] S. Gupta und M. Barsoum, "On the tribology of the MAX phases and their composites during dry sliding: A review," *Wear*, Nr. 271, pp. 1878-1894, 2011.
- [63] J. Briggs, "Engineering Ceramics in Europe and the USA," Enceram, Menith Wood, UK -Worcester, 2011.
- [64] J. Deng, L. Liu, J. Liu, J. Zhao und X. Yang, "Failure Mechanisms of TiB2 Particle and SiC Whisker Reinforced Al2O3 Ceramic Cutting Tools When Machining Nickel-based Alloys," *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, Bd. 45, Nr. 12-13, pp. 1393-1401, 2005.
- [65] N. Suh, "New Theories of Wear and Their Implications for Tool Materials," Wear, Bd. 62, Nr. 1, pp. 1-20, 1980.
- [66] N. Narutaki, Y. Yamane, K. Hayashi und T. Kitagawa, "High-Speed Machining of Inconel 718 with Ceramic Tools," *CIRP Annals*, Bd. 42, Nr. 1, pp. 103-106, 1993.
- [67] T. Kitagawa, A. Kubo und K. Maekawa, "Temperature and Wear of Cutting Tools in High Speed Machining of Inconel 718 and Ti-6Al-6V-2Sn," *Wear*, Bd. 202, Nr. 2, pp. 142-148, 1997.
- [68] G. Wei und P. Becher, "Development of SiC whisker-reinforced ceramics," American Ceramic Society Bulletin, Nr. 64, pp. 298-304, 1985.
- [69] E. Whitney, "Ceramic cutting tools," *Powder Metallurgy International*, Nr. 6 (2), pp. 73-76, 1974.
- [70] D.-M. Liu und B.-W. Lin, "Thermal Conductivity in Hot-Pressed Silicon Carbide," *Ceramics International*, Nr. 22, pp. 407-414, 1996.
- [71] Y. Zhou, K. Hiaro, K. Watari, Y. Yamauchi und S. Kanazaki, "Thermal conductivity of silicon carbide densified with rare-earth oxide additives," *Journal of the European Ceramic Society*, Nr. 24, pp. 265-270, 2004.
- [72] M. Lewis, A. Bhatti und R. N. B. Lumby, "Microstructure of sintered Si-Al-O-N ceramics," *Journal of Materials Science*, Bd. 15, Nr. 1, pp. 103-113, 1980.
- [73] K. Jack und W. Wilson, "Ceramics Based on the Si-Al-O-N and Related Systems," Nature Phys. Sci., Nr. 238, pp. 28-29, 1972.
- [74] Y. Oyama und O. Kamigaito, "Solid Solubility of Some Oxides in Si3N4," Japanese Journal of Applied Physics, Nr. 10, pp. 1637-1642, 1971.
- [75] T. Ekström und M. Nygren, "SiAlON Ceramics," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 75, Nr. 2, pp. 259-276, 1992.
- [76] Z. Shen und M. Nygren, "On the Extension of the alpha-Sialon Phase Area in Yttrium and Rare-Earth Doped Systems," *Journal of the European Ceramic Society*, Nr. 17, pp. 1639-1645, 1997.
- [77] D. Hardie und K. Jack, "Crystal Structures of Silicon Nitride," Nature, Nr. 180, pp. 332-333, 1957.
- [78] T. Nakayasu, T. Yamada, I. Tanaka, H. Adachi und S. Goto, "Electronic Structures of Ln3+ alpha-SiAlONs with Correlations to Solubility and Solution Effects," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 79, Nr. 10, pp. 2527-2532, 1996.
- [79] K. Jack, "Review: Sialons and related nitrogen ceramics," Journal of Materials Science, Nr. 11, pp. 1135-1158, 1976.
- [80] H. Miao, L. Qi und G. Cui, "Silicon Nitride Ceramic Cutting-Tools and Their Applications," Key Engineering Materials - Advanced Ceramic Tools for Machining Applications - II, Nr. 114, pp. 135-172, 1996.
- [81] E. Paucksch, Zerspantechnik, Braunschweig, Wiesbaden: Vieweg-Verlag, 1996.
- [82] H. Tönshoff und S. Bartsch, "Machining of Steel and Cast Iron Using Silicon Nitride Tools," Canadian Metallurgical Quarterly, Bd. 28, Nr. 4, pp. 353-359, 1989.
- [83] L. Li, N. He, M. Wang und Z. Wang, "High Speed Cutting of Inconel 718 with Coated Carbide and Ceramic Inserts," *Journal of Materials Processing Technology*, Bd. 129, Nr. 1-3, pp. 127-130, 2002.
- [84] J. Vleugels, L. Vandeperre und O. Van der Biest, "Influence of alloying elements on the chemical reactivity between Si-Al-O-N ceramics and iron-based alloys," *Journal of materials research*, Bd. 11, Nr. 5, pp. 1265-1276, 1996.
- [85] Z. Xingzhong, L. Jiajun, Z. Baoliang, M. Hezhou und L. Zhenbi, "Wear Simulation of Si3N4 Cutting Tool Material on a Pin-On-Disc Tester," *Ceramics International*, Nr. 23, pp. 483-488, 1997.
- [86] A. Skopp, M. Woydt und K.-H. Habig, "Tribological behavior of silicon nitride materials under

unlubricated sliding between 22 °C and 1000 °C," Wear, Nr. 181-183, pp. 571-580, 1995.

- [87] S. Niyomwas, "The effect of carbon mole ratio on the fabrication of silicon carbide from SiO2-C-Mg system via self-propagating high temperature synthesis," *Songklanakarin Journal of Science and Technology*, Bd. 30, Nr. 2, pp. 227-231, 2008.
- [88] E. Ezugwu und S. Tang, "Surface abuse when machining cast iron (G-17) and nickel-base superalloy (Inconel 718) with ceramic tools," *Journal of Materials Processing Technology*, Nr. 55, pp. 63-69, 1995.
- [89] R. Mehan und D. McKee, "Interaction of metals and alloys with silicon-based ceramics," *Journal of Materials Science*, Nr. 11, pp. 1009-1018, 1976.
- [90] M. Bennett und M. Houlton, "The interaction between silicon nitride and several iron, nickel and molybdenum-based alloys," *Journal of Materials Science*, Nr. 14, pp. 184-196, 1979.
- [91] G. W. Stachowiak und G. B. Stachowiak, "Wear Behaviour of Ceramic Cutting-Tools," *Key Engineering Materials,* Nr. 96, pp. 137-164, 1994.
- [92] J. Vleugels und O. van der Biest, "Chemical wear mechanisms of innovative ceramic cutting tools in the machining of steel," Wear, Nr. 225-229, pp. 285-294, 1999.
- [93] E. Usui, T. Kitagawa und T. Shirakashi, "Analytical Prediction of Three Dimensional Cutting Process - Part 3: Cutting Temperature and Crater Wear of Carbide Tool," *Journal of Engineering for Industry*, Bd. 100, Nr. 2, pp. 236-243, 1978.
- [94] H. Hertz, "Über die Berührung fester elastischer Körper," *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, Bd. 92, pp. 156-171, 1881.
- [95] C. Raman, "The Scattering of Light in Amorphous Solids," *Journal of the Optical Society of America and Review of Scientific Instruments*, Bd. 15, pp. 185-189, 1927.
- [96] C. Raman und K. Krishnan, "A new type of secondary radiation," *Nature*, Bd. 121, pp. 501-502, 1928.
- [97] P. Nash und A. Nash, "The Ni-Si (Nickel-Silicon) System," *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, Bd.
 8, Nr. 1, pp. 6-14, 1987.
- [98] K. Kato und K. Adachi, "Wear of advanced ceramics," Wear, Nr. 253, pp. 1097-1104, 2002.
- [99] I. Khader, A. Renz, A. Kailer und D. Haas, "Thermal and corrosion properties of silicon nitride for copper die casting components," *Journal of the European Ceramic Society*, Bd. 33, Nr. 3, pp. 593-602, 2013.
- [100] J. Xu und K. Kato, "Formation of tribochemical layer of ceramics sliding in water and its role for low friction," Wear, Nr. 245, pp. 61-75, 2000.

- [101] H. Barshilia und K. Rajam, "A Raman-scattering study on the interface structure of nanolayered TiAlN/TiN and TiN/NbN multilayer thin films grown by reactive dc magnetron sputtering," *Journal of Applied Physics*, Bd. 98, pp. 014311-1 - 014311-8, 2005.
- [102] M. Bernard, A. Deneuville, O. Thomas, P. Gergaud, P. Sandstrom und J. Birch, "Raman spectra of TiN/AIN superlattices," *Thin Solid Films*, Bd. 380, pp. 252-255, 2000.
- [103] C. Chen, N. Liang, W. Tse, I. Chen und J. Duh, "Raman Spectra of Titanium Nitride Thin Films," *Chinese Journal of Physics*, Bd. 32, Nr. 2, pp. 205-210, 1994.
- [104] R. Tomaszek, L. Pawlowski, J. Grimblot, J. Laurenys, D. Bougeard und J. Zdanowski, "Micro-Raman characterization of TiO2/Al2O3 plasma-sprayed coatings," in *ICORS*, Brisbane, Australia, 2004.
- [105] R. Kaindl, R. Franz, J. Soldan, P. Reiter, P. Polcik, C. Mitterer, B. Sartory, R. Tessadri und M. O'Sullivan, "Structural investigations of aluminum-chromium-nitride hard coatings by Raman micro-spectroscopy," *Thin solid films*, Bd. 515, pp. 2197-2202, 2006.
- [106] J. Gülpen, A. Kodentsov und F. van Loo, "Growth of Silicides in Ni-Si and Ni-SiC Bulk Diffusion Couples," *Zeitschrift für Metallkunde*, Bd. 86, Nr. 8, pp. 530-539, 1995.
- [107] G. Tompsett, G. Bowmaker, R. Cooney, J. Metson, K. Rodgers und J. Seakins, "The Raman Spectrum of Brookite, TiO2," *Journal of Raman Spectroscopy*, Bd. 26, pp. 57-62, 1995.
- [108] K. Das, P. Choudhury und S. Das, "The Al-O-Ti (Aluminum-Oxygen-Titanium) System," *Journal of Phase Equilibria*, Bd. 23, Nr. 6, pp. 525-536, 2002.
- [109] H.-T. Lin, P. K. Najak, S.-C. Wang, S.-Y. Chang und J.-L. Huang, "Electron-energy loss spectroscopy and Raman studies of nanosized chromium carbide synthesized during carbothermal reduction process from Precursor Cr(CO)6," *Journal of the European Ceramic Society*, Bd. 31, Nr. 14, pp. 2481-2487, November 2011.
- [110] S. V. Ovsyannikov, X. Wu, A. E. Karkin, V. V. Shchennikov und G. M. Manthilake, "Pressuretemperature phase diagram of Ti2O3 and physical properties in the golden Th2S3-type phase," *Physical Review B*, Bd. 86, Nr. 024106, pp. 1-14, 2012.
- [111] J. Sánchez-López, D. Martínez-Martínez, C. López-Cartes und A. Fernández, "Tribological behaviour of titanium carbide/amorphous carbon nanocomposite coatings: From macro to the micro-scale," Surface & Coatings Technology, Nr. 202, pp. 4011-1018, 2008.
- [112] L. Zhang und R. V. Koka, "A study on the oxidation and carbon diffusion of TiC in aluminatitanium carbide ceramics using XPS and Raman spectroscopy," *Materials Chemistry and Physics*, Nr. 57, pp. 23-32, 1998.
- [113] X. Xie, H. Guo, S. Gong und H. Xu, "Lanthanum-titanium-aluminium oxide: A novel thermal barrier coating material for applications at 1300 °C," *Journal of the European Ceramic Society,*

Nr. 31, pp. 1677-1683, 2011.

- [114] J. L. Li und D. S. Xiong, "Tribological properties of nickel-based self-lubricating composite at elevated temperature and counterface material selection," *Wear*, Nr. 265, pp. 533-539, 2008.
- [115] M. Kugler, "Masterarbeit: Tribologische Untersuchungen an hochtemperaturbeständigen CrVNund TiAIN-Ag-Schichten," Freiburg, Mannheim, 2012.
- [116] S. D. Peteves, M. Moulaert und M. G. Nicholas, "Interface Microchemistry of Silicon Nitride/Nickel-Chromium Alloy Joints," *Metallurgical Transactions A*, Bd. 23A, pp. 1773-1781, 1992.
- [117] M. Nakamura und S. D. Peteves, "Solid-State Bonding of Silicon Nitride Ceramics with Nickel-Chromium Alloy Interlayers," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 73, Nr. 5, pp. 1221-1227, 1990.
- [118] R. Mehan, M. Jackson, M. McConnell und N. Lewis, "The solid-state reaction of silicon nitride with an Ni-base alloy," *Journal of Materials Science*, Bd. 18, pp. 508-514, 1983.
- [119] S. Singhal, "Thermodynamics and kinetics of oxidation of hot-pressed silicon nitride," Journal of Materials Science, Bd. 11, pp. 500-509, 1976.
- [120] H. Tomizawa und T. Fischer, "Friction and Wear of silicon Nitride and Silicon Carbide in Water: Hydrodynamic Lubrication at Low Sliding Speed Obtained by Tribochemical Wear," ASLE Transactions, Bd. 30, Nr. 1, pp. 41-46, 1987.
- [121] W. Nakao, H. Fukuyama und K. Nagata, "Gibbs Energy Change of Carbothermal Nitridation Reaction of Al2O3 to Form AlN and Reassessment of Thermochemical Properties of AlN," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 85, Nr. 4, pp. 889-896, 2002.
- [122] P. Lefort und M. Billy, "Mechanism of AlN Formation through the Carbothermal Reduction of Al2O3 in a Flowing N2 Atmosphere," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 76, Nr. 9, pp. 2295-2295, 1993.
- [123] S. Bandyopadhyay, G. Rixecker, F. Aldinger, S. Pal, K. Mukherjee und H. S. Maiti, "Effect of Reaction Parameters on y-AlON Formation from Al2O3 and AlN," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 85, Nr. 4, pp. 1010-1012, 2002.
- [124] L. C. Pathak, A. K. Ray, S. S. C. Das und P. Ramachandrarao, "Carbothermal Synthesis of Nanocrystalline Aluminum Nitride Powders," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 82, Nr. 1, pp. 257-260, 1999.
- [125] S. Jahanmir und T. Fischer, "Friction and Wear of Silicon Nitride Lubricated by Humid Air, Water, Hexadecane and Hexadecane + 0.5 Percent Stearic Acid," *Tribology Transactions*, Bd. 31, Nr. 1, pp. 32-43, 1988.

- [126] H. Tomizawa und T. Fischer, "Friction and Wear of Silicon Nitride at 150°C to 800°C," ASLE Transactions, Bd. 29, Nr. 4, pp. 481-488, 1986.
- [127] R. Johnson und A. Muan, "Phase Diagrams for the Systems Si-O and Cr-O," Journal of the American Ceramic Society, Bd. 51, Nr. 8, pp. 430-433, 1968.
- [128] A. Alberdi, M. Marín, B. Díaz, O. Sánchez und R. Escobar Galindo, "Wear resistance of titaniumaluminium-chromium-nitride nanocomposite thin films," *Vacuum*, Nr. 81, pp. 1453-1456, 2007.
- [129] M. Uchida, N. Nihira, A. Mitsuo, K. Toyoda, K. Kubota und T. Aizawa, "Friction and wear properties of CrAIN and CrVN films deposited by cathodic arc ion plating method," *Surface and Coatings Technology*, Nr. 177-178, pp. 627-630, 2004.
- [130] J. L. Endrino und V. Derflinger, "The influence of alloying elements on the phase stability and mechanical properties of AlCrN coatings," *Surface and Coatings Technology*, Nr. 200, pp. 988-992, 2005.
- [131] H.-S. Hong, "The role of atmospheres and lubricants in the oxidational wear of metals," *Tribology international*, Nr. 35, pp. 725-729, 2002.
- [132] R. Mehan und R. Bolon, "Interaction between silicon carbide and a nickel-based superalloy at elevated temperatures," *Journal of Materials Science*, Nr. 14, pp. 2471-2481, 1979.
- [133] M. Jackson, R. Mehan, A. Davis und E. Hall, "Solid State SiC/Ni Alloy Reaction," Metallurgical Transactions A, Bd. 14A, pp. 355-364, 1983.
- [134] R. C. Schiepers, F. J. van Loo, d. With und Gijsbertus, "Reaction between a-Silicon Carbide Ceramic and Nickel or Iron," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 71, Nr. 6, pp. C-284-C-287, 1988.
- [135] H. Wriedt, "The Al-O (Aluminum-Oxygen) System," *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, Bd. 6, Nr. 6, pp. 548-553, 1985.
- [136] V. Muratov, T. Luangvaranunt und T. Fischer, "The tribochemistry of silicon nitride: effects of friction, temperature and sliding velocity," *Tribology International*, Bd. 31, Nr. 10, pp. 601-611, 1998.
- [137] F. Stott, "High-temperature sliding wear of metals," *Tribology International*, Bd. 35, pp. 489-495, 2002.
- [138] J. Křesťan, O. Pritula, Ľ. Smrčok, P. Šajgalík, Z. Lenčéš, A. Wannberg und F. Monteverde, "Corrosion of beta-sialon-based ceramics by molten steel," *Journal of the European Ceramic Society*, Nr. 27, pp. 2137-2143, 2007.
- [139] X.-M. Hou, K.-C. Chou und F.-S. Li, "Some new perspectives on oxidation kinetics of SiAlON materials," *Journal of the European Ceramic Society*, Nr. 28, pp. 1243-1249, 2008.

- [140] T. Sato, S. Terauchi, T. Endo und M. Shimada, "Corrosion of Si3N4 and sialons in V2O5 melts," Journal of Materials Science, Nr. 25, pp. 1231-1236, 1990.
- [141] Y. G. Gogotsi und F. Porz, "Mechanical Properties and Oxidation Behavior of Al2O3-AlN-TiN Composites," *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 75, Nr. 8, pp. 2251-2259, 1992.
- [142] J. W. McCauley, P. Patel, M. Chen, G. Gilde, E. Strassburger, B. Paliwal, K. Ramesh und D. P. Dandekar, "AION: A brief history of its emergence and evolution," *Journal of the European Ceramic Society*, Nr. 29, pp. 223-236, 2009.
- [143] W. Xidong, W. Fuming und L. Wenchao, "Sythesis, microstructures and properties of yaluminium oxynitride," *Materials Science and Engineering A*, Nr. 342, pp. 245-250, 2003.
- [144] S. Bodhak, V. K. Balla, S. Bose, A. Bandyopadhyay, U. Kashalikar, S. K. Jha und S. Sastri, "In vitro biological and tribological properties of transparent magnesium aluminate (Spinel) and aluminum oxynitride (ALON)," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, Nr. 22, pp. 1511-1519, 2011.
- [145] D. Faoite, D. Browne, F. Chang-Díaz und K. Stanton, "A review of the processing, composition, and temperature-dependent mechanical and thermal properties of dielectric technical ceramics," *Journal of Materials Science*, Bd. 47, Nr. 10, pp. 4211-4235, 2012.
- [146] M. Yovanovich, "Thermal Interface (Joint) Conductance and Resistance". ECE 309.
- [147] N. Ravindra, S. Abedrabbo, W. Chen, F. Tong, A. Nanda und A. Speranza, "Temperaturedependent emissivity of silicon-related materials and structures," *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing*, Bd. 11, Nr. 1, pp. 30-39, 1998.
- [148] OMEGA ENGINEERING, INC., Table of Emissivity Values, 1996.
- [149] A. Greenea, C. Finfrock und T. Irvine Jr., "Total hemispherical emissivity of oxidized Inconel 718 in the temperature range 300-1000°C," *Experimental Thermal and Fluid Science*, Bd. 22, Nr. 3-4, pp. 145-153, 2000.
- [150] L. A. DeLoach, S. A. Payne, L. Chase, L. K. Smith, W. L. Kway und W. F. Krupke, "Evaluation of Absorption and Emission Properties of Yb3+ Doped Crystals for Laser Applications," *Journal of Quantum Electronics*, Bd. 29, Nr. 4, pp. 1179-1191, April 1993.
- [151] A. F. Holleman, E. Wiberg und N. Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie, Berlin: de Gruyter, 2007.

Die Zerspanung von Nickelbasislegierungen stellt höchste Ansprüche an die Werkzeuge, die extremen tribologischen Belastungen ausgesetzt sind. Keramiken stellen in dieser Hinsicht die idealen Schneidstoffe für dieses Einsatzgebiet dar, obwohl auch sie zu deutlichem Verschleiß neigen.

In dieser Arbeit werden die Verschleißmechanismen von zwei unterschiedlichen Schneidkeramiken im Kontakt mit Nickelbasislegierungen im Detail analysiert und daraus ihr Verschleißverhalten abgeleitet.

