

Mikrotribologische Untersuchungen an fettgeschmierten Wälzlagern

Vom Fachbereich Maschinenbau
der Universität Hannover
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieurin

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Chem. Sonja B. Wiendl
geboren am 05.04.1970 in Hannover

2005

Prüfungsvorsitzender: Prof. Dr.-Ing. B. Denkena
1. Referent: Prof. Dr.-Ing. H. H. Gatzert
2. Referent: Prof. Dr.-Ing. G. Poll
Prüfungstermin: 15. Dezember 2004

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Mikrotechnologie (imt) der Universität Hannover.

Besonderer Dank gilt meiner Familie, die mich auf diesem Weg begleitet hat und mir uneingeschränkt zur Seite stand. Die vorliegende Arbeit möchte ich meinem Vater widmen, der zwei Tage nach meiner Promotionsprüfung verstorben ist. Er hat immer an mich geglaubt und mir diesen beruflichen Weg ermöglicht.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Gatzert, meinem Doktorvater und Leiter des imt, gilt mein besonderer Dank für die wohlwollende Unterstützung, die ich während meiner Tätigkeit am Institut erfahren habe.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Poll, dem Leiter des Institutes für Maschinenelemente, Konstruktionstechnik und Tribologie (IMKT), danke ich für die zahlreichen fachlichen Diskussionen, die Anregungen und Aufmunterungen sowie die stete Förderung und persönliche Unterstützung meiner Forschungsarbeit. Ferner möchte ich mich für die freundliche Übernahme des Korreferats bedanken.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Denkena, dem Leiter des Institutes für Werkzeugmaschinen (IFW), danke ich für die Übernahme des Vorsitzes der Prüfungskommission.

Ferner sei allen Mitarbeitern des imt für die gute Zusammenarbeit gedankt. Ganz besonders möchte ich mich bei meinen Kollegen Herrn Rüdiger Zabel, Herrn Christian Liedtke und Herrn Michael Beck für die fachlichen Diskussionen und Aufmunterungen während meiner Promotionszeit bedanken.

Weiterhin bedanke ich mich bei Herrn Dr. Holweger von der Technologischen Beratung und Herrn Dr. Gunst vom Physikalischen Institut (PI) der Universität Münster für die fruchtbare Zusammenarbeit im Rahmen des Forschungsvorhabens.

Abschließend danke ich der Deutschen Wissenschaftlichen Gesellschaft für Erdöl, Erdgas und Kohle e.V. (DGMK), die durch Ihre finanzielle Unterstützung dieses Forschungsvorhaben ermöglicht hat.

Sonja Wiendl

Für meinen Vater

Abstract

Mikrotribologische Untersuchungen an fettgeschmierten Wälzlagern

Die Lebensdauer von Maschinenelementen, z.B. von Lagern, wird mit der Gebrauchsdauer von Schmierfetten sowie deren Wirkmechanismen und Eigenschaften in Verbindung gebracht. Schmierfette können z.B. durch Zugabe von Antioxidantien, welche die Leistungsfähigkeit des Fettes erheblich steigern, an den Anwendungsfall angepasst werden. Um die Wirkungsweise von Schmierfetten und deren Komponenten zu charakterisieren, ist es notwendig, Reibungs- und Verschleißphänomene auf makro- und mikroskopischer Ebene zu analysieren. Nur so kann gezielt die Schmierfettgebrauchsdauer beeinflusst und ein Versagen von Bauteilen im Voraus vermieden werden. Bisher reicht das Wissen über die Wirkungsweise von additiven Schmierfetten und ihren Einfluss auf die Randschichteigenschaften insbesondere bei Maschinenelementen mit hohen Drehzahlkennwerten nicht aus. Diese Arbeit liefert einen Beitrag zur Bestimmung des Einflusses von Antioxidantien auf die tribologischen Randschichteigenschaften im Kontaktbereich von fettgeschmierten, schnelllaufenden Wälzlagern. Ausgehend von Prüfstandversuchen mit sechs Modellfetten unterschiedlicher Zusammensetzung, werden als zentrales Thema dieser Arbeit die Randschichteigenschaften an Lageroberflächen aus Kurz- und Dauerversuchen untersucht. Dabei weisen die Oberflächen aus den Kurzversuchen nach einer Laufzeit von 150 h ein intaktes, lauffähiges Schmierstoff-Randschicht-System auf, während die Dauerversuche bis zum Ausfall betrieben werden. Zur mikrotribologischen Charakterisierung der optischen, geometrischen und mechanischen Randschichteigenschaften im Kontaktbereich der Wälzlager kommen Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Rasterkraftmikroskopie (RKM) zum Einsatz. Mittels einer Kombination aus RKM und Nanoindentation werden Oberflächenkennwerte wie z.B. Nanohärte, Nanoelastizitätsmodul und Verschleißfestigkeit sowie in Ritzversuchen der elastisch/plastische Anteil der Verformung und der eindringtiefenabhängige Reibwert ermittelt. Die Ergebnisse der physikalischen Randschichtcharakterisierung werden in Korrelation mit den Ergebnissen der chemischen Analysen mittels Fouriertransformierter-Infrarotspektroskopie (FTIR-Spektroskopie) sowie Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektroskopie (TOF-SIMS) und den Prüfstandversuchen betrachtet und ausgewertet. Dadurch kann ein Zusammenhang zwischen den verwendeten Antioxidantien, den Schmierfetteigenschaften, der Schmierfettgebrauchsdauer sowie den resultierenden Randschichteigenschaften hergestellt werden. Die Erkenntnisse dieser Arbeit leisten einen Beitrag zum Verständnis der Schmierstoff-Randschicht-Wechselwirkungen auf mikrotribologischer Ebene und deren Auswirkungen auf das makroskopische Bauteilverhalten.

Schlagwörter: Mikrotribologie, Schmierfett, Wälzlager

Abstract (English)

Microtribological Characterization of Grease Lubricated High-Speed Ball Bearings

The life span of machine elements such as ball bearings is determined by lubricant service life as well as its resulting mechanisms and properties. Lubricants can be accustomed to their specific application for instance by addition of antioxidants, which improve their efficiency. It is necessary to analyze friction and wear phenomena from a macroscopic as well as from a microscopic perspective in order to characterize the effects of lubricants and their components. Thereby the lubricant service life can be successfully increased and thus a components failure prevented. Currently additivated lubricants and their effect on boundary layer properties especially for high-speed components have not been satisfyingly investigated. This thesis' contribution is to determine the influence of antioxidants on tribological boundary layer properties in the contact area of grease lubricated high-speed ball bearings.

Based on short and long term test rig experiments using six greases of different composition this work focuses on examining the bearing's boundary layer properties. Herein surfaces of the short term experiments show an intact lubricant-boundary layer-system after a running time of 150 hrs where as the long term experiments are ended by failure of the bearing. Scanning Electron Microscopy (SEM) as well as Atomic Force Microscopy (AFM) is used in order to characterize the optical, geometrical and mechanical boundary layer properties in the bearing's contact area. A combination of AFM and Nanoindentation enables to determine surface measures such as nanohardness, Young's modulus and wear resistance as well as the elastically and plastically parts of deformation and the friction coefficient from scratch tests. The results of the boundary layer's physical characterization are analyzed by taking into account the chemical analysis using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry (TOF-SIMS) in addition to results obtained in test rig experiments. Thereby a correlation between antioxidants used, lubricant properties, lubricant service life, and the resulting boundary layer properties can be established. The findings of this work allow fundamentally new insights in lubricant-boundary layer-interactions in a microtribological environment and their effects on the macroscopic behavior of machine components.

Keywords: Microtribology, lubricant, ball bearing

Inhaltsverzeichnis

Formelzeichen und Abkürzungen	IX
1 Einleitung	1
2 Stand der Technik	3
2.1 Tribotechnische Systeme.....	3
2.1.1 Definition der Tribologie.....	4
2.1.2 Zusammenhang zwischen Makro- und Mikrotribologie.....	6
2.2 Tribologie im Wälzkontakt.....	13
2.2.1 Aufbau von Wälzlagern	13
2.2.2 Kontaktverhältnisse	15
2.2.3 Reibung	16
2.2.4 Verschleiß	19
2.3 Wälzlagerschmierung	24
2.3.1 Schmierstoffe	24
2.3.2 Schmierzustände	29
2.3.3 Schmierfettgebrauchsdauer	30
2.3.4 Additive.....	31
2.3.5 Schmierfilmaufbau.....	38
2.4 Wälzlagerprüfung.....	41
3 Aufgabenstellung und Zielsetzung	44
4 Vorgehensweise	45
5 Ausgangssituation	48
5.1 Modellfette	48
5.1.1 Grundfett	48
5.1.2 Antioxidantien	50
5.2 Prüfstandversuche	52
5.2.1 Prüfstandaufbau	52
5.2.2 Prüfbedingungen	53
5.3 Ergebnisse der Prüfstandversuche.....	54
5.3.1 Schmierfettgebrauchsdauer	54
5.3.2 Temperatur und Reibmoment.....	56
6 Versuchstechnik	58
6.1 Techniken der Randschichtanalyse	58
6.1.1 Geometrische Oberflächeneigenschaften	58

6.1.2	Physikalische Oberflächeneigenschaften	61
6.2	Techniken der chemischen Oberflächenanalysen.....	70
6.2.1	Fouriertransformierte Infrarotspektroskopie (FTIR).....	71
6.2.2	Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie (TOF-SIMS)	76
7	Analyse der Randschichteigenschaften	79
7.1	Versuchsdurchführung	79
7.1.1	Probenvorbereitung	79
7.1.2	Messorte	79
7.1.3	Vorgehensweise bei der Härtemessung	80
7.1.4	Vorgehensweise beim Ritztest.....	81
7.2	Charakterisierung der geometrischen Oberflächeneigenschaften.....	82
7.2.1	Lichtmikroskopische Untersuchungen	82
7.2.2	Untersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie	85
7.2.3	Rasterkraftmikroskopische Untersuchungen	90
7.3	Charakterisierung der physikalischen Oberflächeneigenschaften.....	91
7.3.1	Mechanische Eigenschaften	91
7.3.2	Ritztests	98
8	Analyse der chemischen Eigenschaften.....	108
8.1	Fouriertransformierte Infrarotspektroskopie (FTIR)	108
8.2	Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektroskopie (TOF-SIMS)	116
9	Diskussion der Ergebnisse	123
10	Zusammenfassung und Ausblick	128
11	Literaturverzeichnis	131
12	Abbildungsverzeichnis	143
13	Tabellenverzeichnis	149

Formelzeichen und Abkürzungen

Abkürzung	Bezeichnung	Einheit
A	Fläche, Kontaktfläche	[m ²]
A_r	Reale Kontaktfläche	[m ²]
A_z	Querschnittsfläche	[m ²]
A_0	Nominelle Kontaktfläche	[m ²]
C_0	Koeffizient der Prüfkörpergeometrie	[-]
D	Geschwindigkeitsgefälle, Schergefälle	[1/s]
d_m	Mittlerer Lagerdurchmesser	[mm]
E	Elastizitätsmodul	[GPa]
E'	Reduziertes Elastizitätsmodul	[GPa]
E_r	Reduziertes Elastizitätsmodul	[GPa]
F	Schmierfettgebrauchsdauer	[h]
F_{10}	Schmierfettgebrauchsdauer (10 % Ausfallwahrscheinlichk.)	[h]
F_{50}	Schmierfettgebrauchsdauer (50 % Ausfallwahrscheinlichk.)	[h]
F_A	Adhäsionsbedingte Reibkraft	[N]
F_{ax}	Axial Kraft	[N]
F_{max}	Maximale Kraft	[N]
F_N	Normalkraft	[N]
F_R	Reibkraft	[N]
h	Filmdicke	[nm]
h_C	Schmierfilmdicke	[nm]
h_c	Kontakttiefe	[nm]
h_e	Elastische Eindringtiefe	[nm]
h_f	Zurückbleibende Eindringtiefe	[nm]
h_{max}	Maximale Eindringtiefe	[nm]
h_s	Elastischer Anteil der Eindringtiefe	[nm]
H	Härte	[GPa]
H_{Korn}	Härte eines Partikels	[GPa]
$H_{Oberfläche}$	Härte der Oberfläche	[GPa]
l	Bezugsstrecke	[m]
l_e	Profillänge	[m]
K	Konstante für Prüfkörpergeometrie	[-]
M	Reibmoment	[Nmm]
n	Drehzahl	[min ⁻¹]
p	Druck	[Pa]
r_{Ges}	Gesamtritztiefe	[nm]

r_{El}	Elastische Ritztiefe	[nm]
r_{Plas}	Plastische Ritztiefe	[nm]
R_a	Arithmetischer Mittenrauwert	[nm]
R_{max}	Maximale Profilhöhe	[nm]
R_s	Spitzenradius	[nm]
R_z	Gemittelte Kernrautiefe	[μm]
S_0	Schmierfettüberlebenswahrscheinlichkeit	[%]
S	Steifigkeit	[$\mu\text{N}/\text{nm}$]
S_{max}	Maximale Steifigkeit	[$\mu\text{N}/\text{nm}$]
T	Temperatur	[$^{\circ}\text{C}$]
t	Zeit	[h]
u	Molgewicht	[g/mol]
v	Geschwindigkeit	[m/s]
x	Eingangsgrößen	[-]
y	Ausgangsgrößen	[-]
Z	Ordnungszahl	[-]
z	Verlustgrößen	[-]
α	Druckwinkel	[$^{\circ}$]
α_0	Nenndruckwinkel	[$^{\circ}$]
β	Mittlerer Rauheitshügelradius	[nm]
ε	Geometrische Konstante	[-]
η	Viskosität	[Pa·s]
ϑ	Temperatur	[$^{\circ}\text{C}$]
λ	Wellenlänge	[nm]
μ	Reibungskoeffizient	[-]
ν	Wellenzahl	[cm^{-1}]
τ	Schubspannung	[N/mm ²]
τ_a	Scherfestigkeit	[-]
σ^*	Standartabweichung	[-]
Ψ	Plastizitätsindex	[-]

1 Einleitung

Reibung und Verschleiß in Maschinenelementen und technischen Anlagen verursachen in allen Bereichen der Industrie erhebliche volkswirtschaftliche Verluste. Durch Reibungs- und Verschleißphänomene verringern sich nicht nur die Lebensdauer und der Nutzungsgrad von Bauteilen, sondern sie verursachen auch beachtliche Instandhaltungs- und Ersatzteilkosten sowie Einbußen durch Ausfallzeiten. Den Volkswirtschaften der Industrieländer entstehen durch Reibung und Verschleiß jährliche Verluste in Höhe von etwa 5 Prozent des Bruttosozialproduktes [JOS81, RIC85]; dies bedeutet für Deutschland etwa 35 Milliarden Euro pro Jahr [CZI03]. Durch Umsetzen des bereits vorhandenen tribologischen Wissens lassen sich davon 5 Milliarden Euro pro Jahr einsparen. Weitere Forschung im Bereich der Tribologie kann dieses Sparpotential noch steigern und ermöglicht eine beträchtliche Reduzierung der Ausgaben bei Energie- und Materialeinsatz sowie Produktion und Instandhaltung. Einerseits werden Energie- und Rohstoffressourcen geschont, andererseits Umweltschäden vermieden sowie der Arbeitsschutz verbessert [CZI03].

Um Reibungs- und Verschleißthematiken mit einheitlicher Terminologie und Bearbeitungsmethodik behandeln zu können, wurde der Begriff Tribologie eingeführt. Tribologie umfasst die integrierte Bearbeitung von Reibungs- und Verschleißaufgaben unter Berücksichtigung des interdisziplinären Zusammenwirkens der Fachgebiete Physik, Chemie, Werkstoffwissenschaften sowie weiterer anwendungsbezogener Bereiche innerhalb des Maschinenbaus [ZGA85, FLE89]. Tribologie soll ganzheitlich und systematisch die mit Bewegungsvorgängen in mechanischen Systemen zusammenhängenden stofflichen und energetischen Prozesse betrachten und Grundlagen zur Optimierung technischer Anwendungen liefern. Die Entwicklung von neuartigen Mess- und Untersuchungstechniken im Bereich der Tribometrie und Rastersondenmikroskopie hat wesentlich zum Verständnis der Reibung beigetragen, so dass eine Erweiterung der Tribologie auf die Fachgebiete der Mikro- und Nanotechnologie erfolgte [SIN92, BHU97, BHU01a]. Es besteht ferner der Wunsch nach einem umfassenden Verständnis von Reibungs- und Verschleißphänomenen auf makro- und mikroskopischer Ebene, um so Vorhersagen der Lebensdauer treffen zu können und ein Versagen von Bauteilen zu vermeiden [GER00, SAN00].

Die Lebensdauer von Maschinenelementen, z.B. von Lagern, korreliert mit der Gebrauchsdauer von Schmierfetten und deren Wirkmechanismen und Eigenschaften. Dabei ist die Schmierfettgebrauchsdauer nicht nur von der mechanischen Beanspruchung und den Umgebungsbedingungen, sondern auch von der Zusammensetzung, der Struktur sowie den Eigenschaften des Fettes abhängig [BAR92, BER02, CAN96]. Im Rahmen der technischen Weiterentwicklung werden z.B. zur Steigerung der Leistungsdichte und Wirtschaftlichkeit von Werkzeugmaschinen und Motorspindeln Schmierfette benötigt, die bei höheren Drehzahlkennwerten $n \cdot d_m$ größer als $1,3 \cdot 10^6 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ eingesetzt werden können und dabei eine Gebrauchsdauer von mindestens viertausend Betriebsstunden erreichen [FRA99a, KAR02]. Die Entwick-

lung von Schmierfetten für diese Problemstellungen erfolgte herkömmlicherweise anhand von Erfahrungswerten und praktischen Anwendungen [GEH02]. Schmierfette können z.B. durch Zugabe von Oxidationsinhibitoren, welche die Leistungsfähigkeit des Fettes erheblich steigern, an den Anwendungsfall angepasst werden [BAR94, BAR00]. Bei hohen Drehzahlkennwerten wurden aber bisher weder die Wirkungsweise von Antioxidantien in Schmierfetten noch ihre Anwendungsmöglichkeiten und Anwendungsgrenzen, sowie ihr Einfluss auf die Randschichtbereiche im Wälzkontakt ausreichend untersucht. Um die Wirkungsweise von Schmierfetten und deren Komponenten zu charakterisieren und die Lebensdauer von Maschinenelementen zu erhöhen, ist es notwendig, die tribologische Beanspruchung und die tribologischen Prozesse im tribotechnischen System auf makro- und mikroskopischer Ebene interdisziplinär zu analysieren [BHU01b, DET03].

Diese Arbeit liefert einen Beitrag zum grundlegenden Verständnis des Einflusses von Antioxidantien auf die tribologischen Randschichteigenschaften im Kontaktbereich von fettgeschmierten, schnelllaufenden Wälzlagern. Ziel der Untersuchungen ist es, anhand der tribologischen Randschichteigenschaften mögliche physikalische und chemische Einflussgrößen auf das Betriebsverhalten von additivierten Schmierfetten zu erkennen und so die Lebensdauer der Maschinenelemente zu erhöhen. Die mikrotribologische Charakterisierung der beanspruchten Randschichten im Kontaktbereich der Wälzlager erfordert die Verwendung hochauflösender, moderner Analysegeräte zur optischen, geometrischen und mechanischen Oberflächenanalyse. Mit einer Kombination aus Rasterkraftmikroskop und Nanoindenter werden Oberflächenkennwerte wie Rauheit, Nanohärte sowie der elastische und plastische Anteil der Verformung ermittelt. An Lagerproben mit einer Versuchslaufzeit von 150 h (Kurzversuche) kann ein intaktes Schmierstoff-Randschicht-System analysiert werden, während der ausgefallene Zustand an Lageroberflächen aus Dauerversuchen bestimmt wird. Ein weiteres Ziel dieser Arbeit ist abschließend, die Ergebnisse der physikalischen Randschichtanalysen in Korrelation mit Prüfstandversuchen der Wälzlager am Institut für Maschinenelemente, Konstruktionstechnik und Tribologie der Universität Hannover (IMKT) zu betrachten und auszuwerten. In die Auswertung ferner werden die Ergebnisse der chemischen Randschichtanalysen mittels Fouriertransformierter-Infrarotspektroskopie (FTIR) bei der Technologischen Beratung Dr. Holweger und Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektroskopie (TOF-SIMS) am physikalischen Institut der Universität Münster (PI) einbezogen. Im Gesamtzusammenhang soll eine Verknüpfung zwischen Randschichteigenschaften, verwendeten Antioxidantien und Schmierfettgebrauchsdauern hergestellt werden, um so einen Beitrag zum Verständnis der Schmierstoff-Randschicht-Wechselwirkungen auf mikrotribologischer Ebene und deren Einfluss auf das makroskopische Bauteilverhalten zu liefern.

2 Stand der Technik

2.1 Tribotechnische Systeme

Nach *Czichos* und *Habig* ist die grundlegende Aufgabe der gesamten Technik die funktionsgerechte Optimierung technischer Bauteile und Konstruktionen. Dabei ist die Funktion technischer Systeme mit unterschiedlichen Energie-, Stoff- und Signalumsetzungen verbunden (siehe Abbildung 2.1) [CZI91].

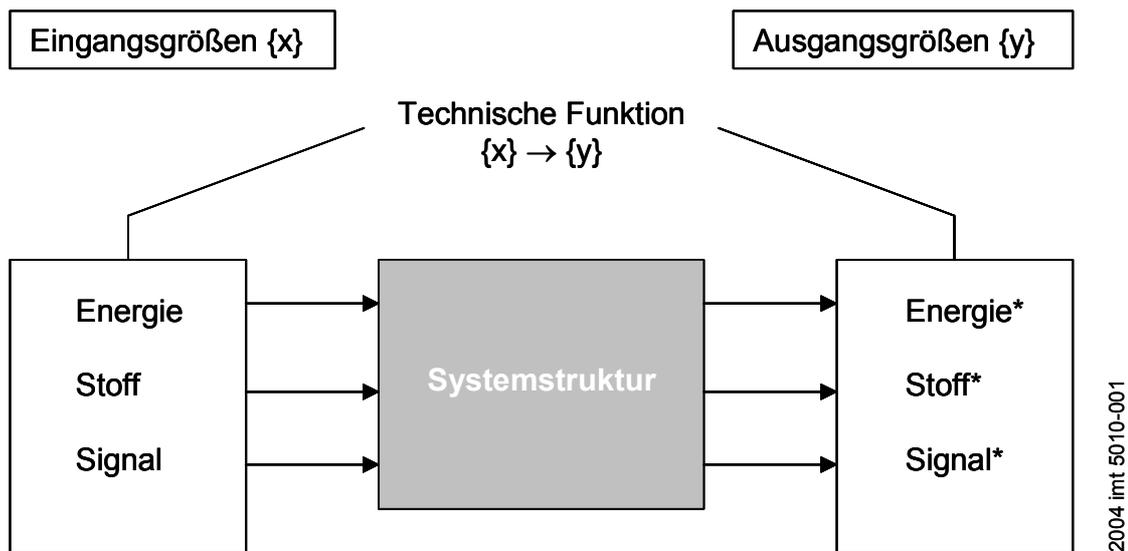


Abbildung 2.1: Allgemeine idealisierte systemtheoretische Darstellung technischer Systeme mit den Funktionen $\{x\} \rightarrow \{y\}$ [CZI03]

Bei tribotechnischen Systemen ist die technische Funktion mit Kontaktvorgängen und Relativbewegungen der beteiligten Elemente sowie ihren tribologisch relevanten Eigenschaften und Wechselwirkungen verknüpft.

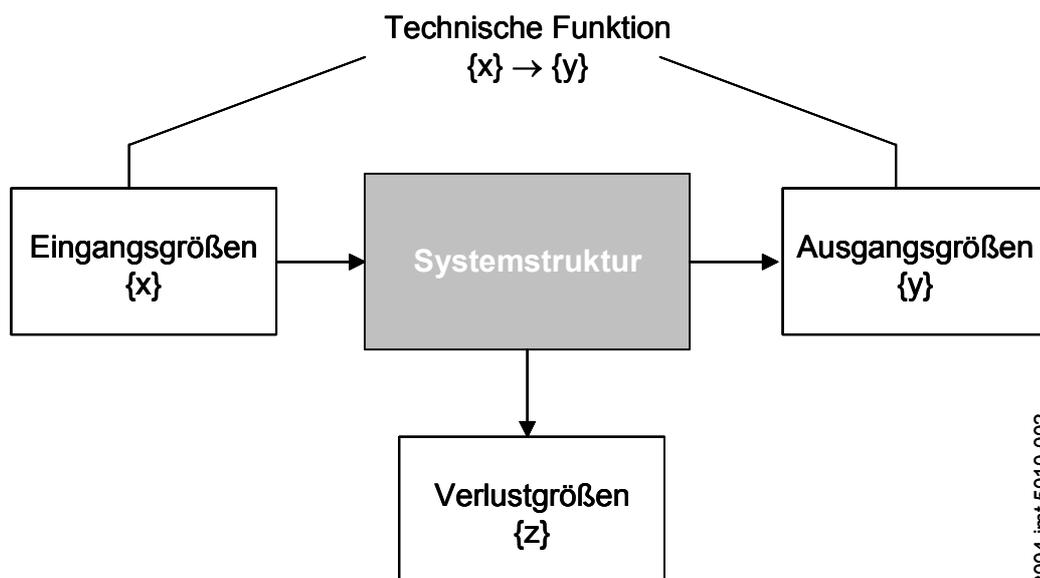


Abbildung 2.2: Tribotechnische Systeme (verallgemeinerte Darstellung) [CZI91]

Die charakteristischen Merkmale einer tribologischen Beanspruchung sind die Bewegungsform, der zeitliche Bewegungsablauf sowie die technisch-physikalischen Beanspruchungsparameter, die durch Größen wie z.B. Normalkraft, Relativgeschwindigkeit, Temperatur und Beanspruchungsdauer beschrieben werden. Bei tribotechnischen Systemen können aus Energie- und Stoffumsetzungen Bewegungswiderstände in Form von Reibung sowie stoffliche Veränderungen der bewegten Bauteile durch Verschleiß resultieren, die zu Verlustgrößen $\{z\}$ führen (siehe Abbildung 2.2).

Abbildung 2.3 stellt die Grundstruktur aller tribotechnischen Systeme dar. Sie besteht aus den vier Systemelementen Grundkörper, Gegenkörper, Zwischenstoff und Umgebungsmedium. Das Beanspruchungskollektiv beschreibt Verlauf und Dauer von Belastung, Geschwindigkeit und Temperatur sowie Bewegungsart und -form. Das Reibungs- und Verschleißverhalten beinhaltet Oberflächenveränderungen, Materialverlust und Energiedissipation.

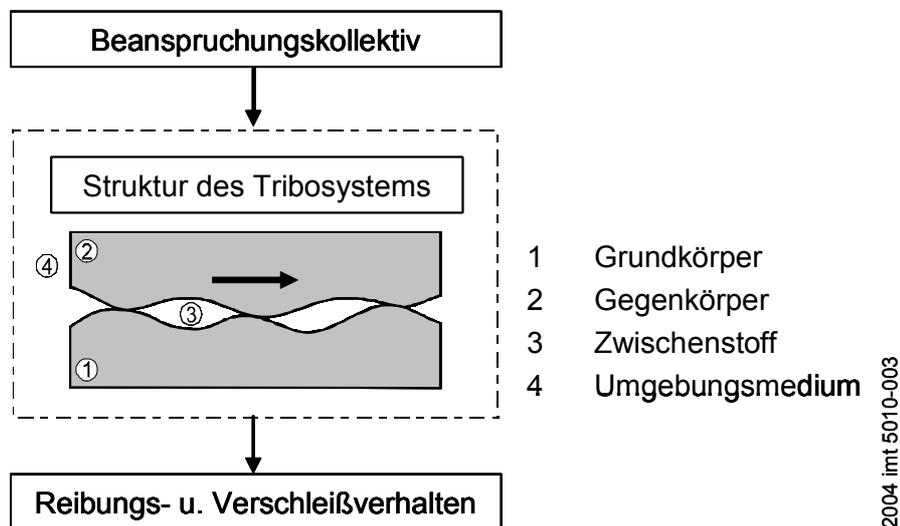


Abbildung 2.3: Grundstruktur tribotechnischer Systeme [CZI92]

Die Minimierung von reibungs- und verschleißbedingten Energie- und Stoffverlusten ist eine wesentliche Aufgabe der Technik, die durch das Fachgebiet Tribologie verwirklicht werden soll [SCH92].

2.1.1 Definition der Tribologie

Die Aufgabe der Tribologie (tribos = griech. Reiben, die „Reibungslehre“) wurde im Jahr 1966 von *Jost* als Oberbegriff für die bis dahin nur separat betrachteten Reibungs- und Verschleißprobleme technischer Systeme mit folgender Originaldefinition beschrieben [JOS66]:

„Tribology is the science and technology of interacting surfaces in relative motion and of related subjects and practices“

Unter dem Begriff Tribologie versteht man heute „Die Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung. Die Tribologie

umfasst das Gesamtgebiet von Reibung und Verschleiß, einschließlich Schmierung, und schließt entsprechende Grenzflächenwechselwirkungen sowohl zwischen Festkörpern als auch zwischen Festkörpern und Flüssigkeiten oder Gasen ein.“ [GFT02] (früher DIN 50323 (Teil 1)).

In Natur und Technik können zahlreiche funktionelle Aufgaben nur durch tribotechnische Systeme - also „aufeinander einwirkende Oberflächen“ - realisiert werden. Als Beispiel aus der Kinematik sind Bewegungserzeugung, -übertragung und -hemmung und aus der Dynamik die Kraftübertragung an Grenzflächen zu nennen. Die Erzeugung, Übertragung, Umwandlung mechanischer Energie (Arbeit und mechanische Energie), der Stofftransport fester, flüssiger oder gasförmiger Medien (Transportvorgänge) sowie die spanende und spanlose Fertigung als auch die Oberflächentechnik (Formgebung) beinhaltet tribotechnische Systeme.

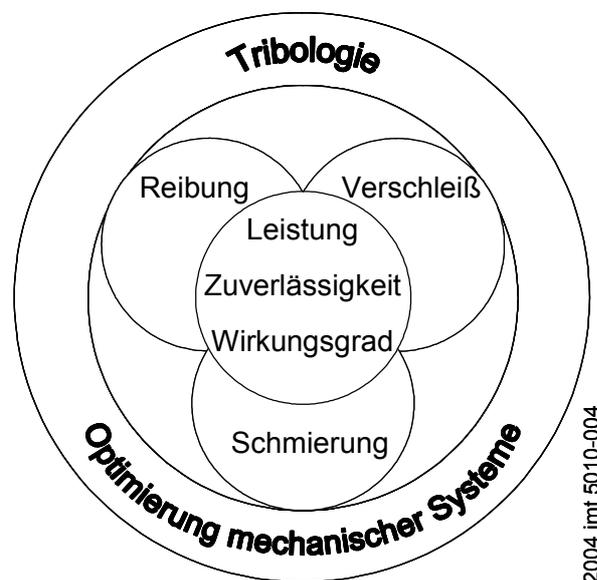


Abbildung 2.4: Bedeutung der Tribologie in der Praxis [GFT02]

In der Praxis dient die Tribologie der Verbesserung der Leistung, der Steigerung des Wirkungsgrades, der Erhöhung der Qualität, Zuverlässigkeit und Gebrauchsdauer, der Energie und Materialeinsparung, der Senkung von Wartungs- und Instandhaltungskosten sowie der Verminderung von Umweltbelastungen (Abbildung 2.4) [GFT02]. Tribologie soll ganzheitlich und systematisch Bewegungsvorgänge in mechanischen Systemen betrachten, stoffliche und energetische Prozesse zusammenhängend untersuchen und Grundlagen zur Optimierung technischer Anwendungen schaffen. Dabei können Reibungs- und Verschleißaufgaben nur integriert unter Berücksichtigung des interdisziplinären Zusammenwirkens der Fachgebiete Physik, Chemie, Werkstoffwissenschaften und anderer anwendungsbezogener Bereiche des Maschinenbaus bearbeitet werden [ZGA85, FLE89].

Der eigenständige Forschungsbereich der Mikrotechnologie ging aus dem anhaltenden Trend der zunehmenden Miniaturisierung von Bauteilen und Systemen hervor. Die Mikrotechnologie stellt erhöhte Ansprüche an die Auslegung von Bautei-

len auf Grund der Kontaktdimensionen und den damit verbundenen Belastungen des Mikrosystems bei gleichzeitig erhöhten Belastungsfrequenzen. Dem Bereich der Tribologie bzw. der Mikrotribologie wird dabei eine essentielle Bedeutung zugeordnet, da die tribologischen Größen Reibung und Verschleiß im Mikrosystem maßgeblich von der mikroskopischen Struktur der Oberflächen beider Kontaktpartner und deren mechanischen Eigenschaften beeinflusst werden [STA01]. Ferner hat die Entwicklung von neuartigen Mess- und Untersuchungstechniken im Bereich der Tribometrie und Rastersondenmikroskopie wesentlich zum Verständnis der Reibung auf mikro- und makroskopischer Ebene beigetragen, so dass eine Erweiterung der Tribologie auf die Fachgebiete der Mikro- und Nanotechnologie erfolgte [SCH92, BHU99, BHU01b]. Es besteht der Wunsch nach einem umfassenden Verständnis von Reibungs- und Verschleißphänomenen auf makro- und mikroskopischer Ebene, um so Vorhersagen über die Lebensdauer treffen zu können und ein Versagen von Bauteilen im Voraus vermeiden zu können [CZI02, GER00, SAN00, SAN02].

2.1.2 Zusammenhang zwischen Makro- und Mikrotribologie

Makrotribologischer Ansatz

Das makroskopische Reibungsverhalten spielt in vielen technischen Systemen eine so große Rolle, dass es seit Beginn der industriellen Revolution fortwährend der Gegenstand von Messungen und Untersuchungen ist. Die Forschung auf dem Gebiet der technischen Reibung bewegt sich traditionell auf zwei Ebenen: Einerseits erfolgen anwendungsorientierte, empirische Untersuchungen an realen technischen Systemen und phänomenologische Berechnungsverfahren für die Entwicklung, Auslegung und Konstruktion von Maschinen. Andererseits werden physikalische Grundlagenuntersuchungen zu Dissipationsmechanismen ausgehend von atomaren und molekularen Wechselwirkungen durchgeführt.

Einen einfachen Ansatz für die Gesetzmäßigkeiten der trockenen Gleitreibung lieferte *Amontons* (1699) [AMO99]. Dabei ist der Reibungswiderstand proportional zur Kontaktkraft und unabhängig von der Größe der Kontaktfläche. Zu ähnlichen Ergebnissen war früher schon *Leonardo da Vinci* gekommen [BAR88]. Die Unterschiede im Reibwert zwischen Bewegungsbeginn und kontinuierlicher Bewegung beschrieb erstmals *Coulomb* (1781) [DOW79]. Das nach ihm benannte *Coulomb'sche* Gesetz dient heute noch als Grundlage zur ingenieurmäßigen Beschreibung makroskopischer Reibvorgänge:

$$F_R = \mu \cdot F_N \quad (\text{Gl. 2-1})$$

Hierbei bezeichnet F_R die Reibkraft, F_N die Normalkraft und μ den Reibungskoeffizienten, der experimentell entwickelt werden muss. Diese empirisch ermittelte Gesetzmäßigkeit ist jedoch nicht allgemeingültig.

Die Reibungskraft auf mikroskopischer Ebene ist nicht, wie in der klassischen Mechanik beschrieben, proportional zur Auflagekraft und unabhängig von der scheinbaren (makroskopisch sichtbaren) Kontaktfläche. Da alle realen Oberflächen

eine endliche Rauheit aufweisen, berühren sie sich in Wirklichkeit nur an hervorstehenden Punkten. Somit entsteht eine reale Kontaktfläche, die kleiner ist, als die scheinbare. Die Oberflächen der beiden Körper berühren sich tatsächlich nur an ihren Rauheitsspitzen. In Abhängigkeit von der Normalkraft kommt es zur elastischen und/oder zur plastischen Verformung der Rauheitsspitzen bzw. der Gegenfläche. Basierend auf den Mikrokontaktverhältnissen entwickelten *Bowden* und *Tabor* eine mikrotribologische Modellvorstellung (Gl. 2-2; Abbildung 2.5).

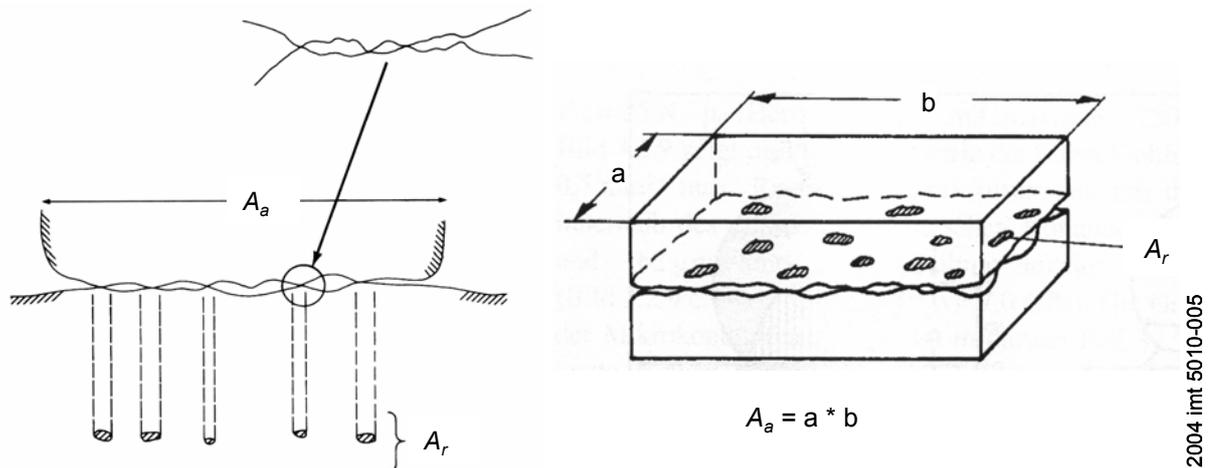


Abbildung 2.5: Darstellung der Kontaktverhältnisse nach *Bowden/Tabor* [BHU95]

Damit versuchten sie den Gegensatz zwischen dem makroskopischen Reibungsverhalten, das nach den empirisch begründeten *Coulomb-Morinschen* Gesetzen von der Größe der Kontaktfläche unabhängig ist, und der Theorie von der adhäsiven Natur der Reibung nach Tomlinson, bei der die Tangentialkräfte zur Größe der Kontaktfläche proportional sind, aufzulösen. Dies gelang theoretisch durch die Unterscheidung zwischen nominellen Kontaktflächen, die sich aus der Makrogeometrie der berührenden Körper ergeben, und realen Kontaktflächen, die aus der Mikrogeometrie resultieren [BOW39, BOW50, BOW59, BOW64].

$$F_A = A_r \cdot \tau_a \quad (\text{Gl. 2-2})$$

Die adhäsionsbedingte Reibkraft F_A ist proportional zur realen Kontaktfläche A_r , d.h. proportional zur Summe der mikroskopischen Kontaktpunkte. Die Proportionalitätskonstante τ_a bezeichnet die Scherfestigkeit der Mikroverbindungen. Grundlage dieser Ansätze ist der Adhäsionsanteil der Reibung.

Im ungeschmierten Kontakt setzen sich die Reibungskräfte aus zwei Anteilen zusammen: einem Deformationsanteil, der aus dem elastischen und plastischen Formänderungswiderstand der Oberflächenstrukturen resultiert, und aus einem Adhäsionsanteil zum Überwinden intermolekularer bzw. interatomarer Kräfte zwischen den Oberflächen (Abbildung 2.6).

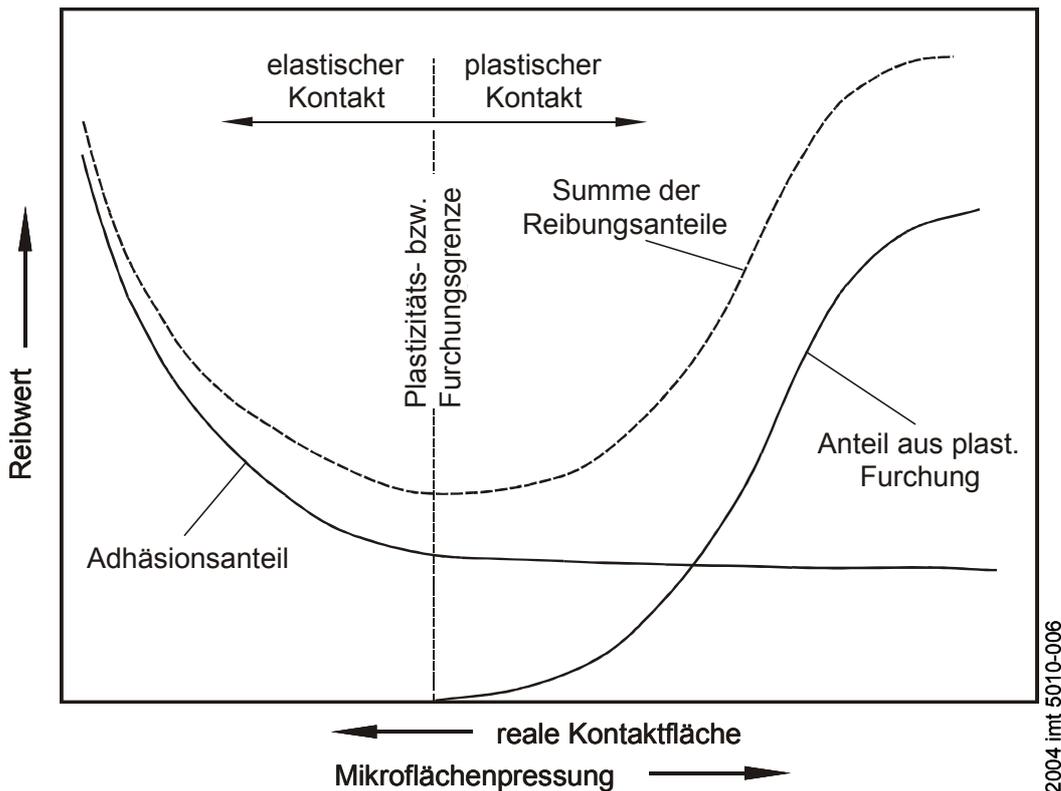


Abbildung 2.6: Adhäsions- und Deformationsanteil der Reibung

Zur Minimierung der Reibkraft durch Reduzierung der realen Kontaktfläche muss die Randbedingung eingehalten werden, dass die Verformung der Mikrorauheiten weitgehend im elastischen Bereich bleibt. Wiederholte plastische Verformung und „Furchung“ ist zu vermeiden, da es dabei zu einem steilen Anstieg der Reibung infolge des Verformungsanteils kommt.

Für die Minimierung des Mikroflächenkontaktes ist eine mikroskopische Oberflächencharakterisierung erforderlich. Einige Arbeiten lösen das Kontaktproblem entweder analytisch unter Annäherung der realen Oberflächenstruktur durch einfache geometrische Körper oder mit numerischen Methoden anhand der realen Oberflächentopographie. Die Berechnungen ermöglichen Aussagen über die Größe der realen Kontaktfläche und den Grad der Verformung.

Die Zufallsverteilung der Rauheitsspitzen und Täler auf der Oberfläche kann mit statistischen Methoden erfasst werden. Einen Lösungsansatz hierfür liefert das Kontaktmodell von *Greenwood* und *Williamson* (1966). Sie modellierten die Kontaktfläche mit stochastisch verteilten Rauheitserhebungen aus hemisphärischen Kugeln mit gleichem Kuppenradius aber unterschiedlicher Höhenlage (Abbildung 2.7). Die Höhenlage der Kuppen folgt statistisch der *Gauß'schen* Normalverteilung. Unter der Annahme eines *Hertz'schen* Kontaktes an den einzelnen Kuppen werden Angaben über die reale Kontaktfläche abgeleitet. Ein Plastizitätsindex ermöglicht Aussagen darüber, ob ein elastischer oder plastischer Kontakt vorliegt [GRE66, GRE71].

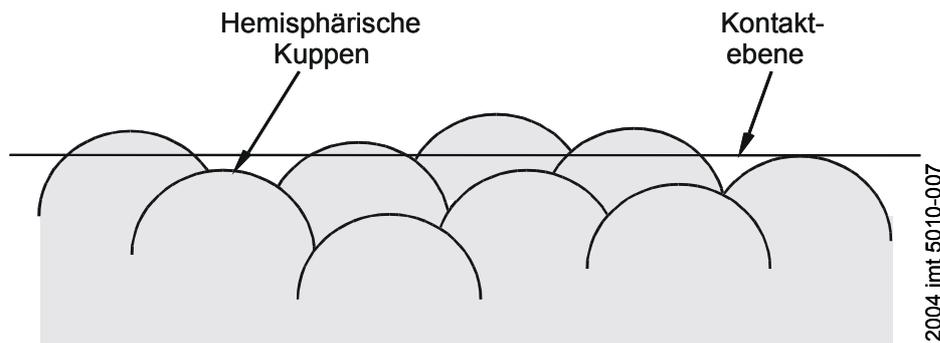


Abbildung 2.7: Modellierung der Oberfläche durch hemisphärische Kuppen [BHU02]

Dieses einfache Modell erzeugt durch seine Grundannahmen ein idealisiertes Abbild der Wirklichkeit. Ein Nachteil ist jedoch, dass für alle Kuppen der gleiche Radius angenommen wird. Die hier geforderte Oberfläche liegt in Wirklichkeit nur bei polykristallinen Werkstoffen mit enger Korngrößenverteilung vor.

Eine Alternative bildet das Fraktalmodell nach *MAJUMDAR-BHUSHAN* [MAJ90, MAJ91]. Bei einer fraktalen Oberfläche geht man davon aus, dass die Charakteristika der Oberfläche selbstähnlich, das heißt unabhängig vom Vergrößerungsmaßstab sind. Der Ansatz basiert auf dem Modell von *Greenwood/Williamson*, verlangt jedoch nicht die Gleichheit des Radius aller Kuppen. Bezüglich des Verfahrens wird von folgendem Postulat ausgegangen: Kleine Rauheitsspitzen neigen zu plastischer Verformung, größere Kuppen dagegen zu elastischer Verformung. Die Ursache der plastischen Verformungen ist in der hohen Spannungskonzentration auf Grund der geringen Krümmungsradien zu sehen. Bei steigender Belastung können dabei mehrere Rauheitsspitzen zu einem größeren Kontaktbereich verschmelzen.

Arbeiten über den Deformationsanteil bei elastisch-plastischem Kontakt stammen von *Bressan, Genin* und *Williams* [BRE98]. Sie beziehen den Einfluss elastischer Verformungen der Rauheitskuppen und eines druckabhängigen Scherwiderstandes der Oberflächenschichten in die Betrachtungen ein. Die früheren vereinfachten Ansätze mit unveränderlichem Flankenwinkel der Rauheit und konstanter Fließgrenze führen dazu, dass die makroskopische Reibungszahl unabhängig von der Normalkraft und der Fließgrenze wird, wodurch formal wieder das *Coulomb-Morinsche* Gesetz erfüllt wird. In der Realität jedoch bewirken geringe Belastungen, ein kleiner Elastizitätsmodul und eine hohe Fließgrenze verringerte Reibungsanteile aus der plastischen Deformation.

Alle Modellvorstellungen unterscheiden sich in der Form der geometrischen Körper, mit der die Oberflächenrauheit modelliert wird. Der Nachteil dieser Vorstellungen liegt darin, dass die reale Oberflächenrauheit je nach gewähltem geometrischem Körper mehr oder weniger gut angenähert wird. Alle Ansätze gehen bisher von idealisierten Geometrien der Rauheitserhebungen aus, so dass hier weiterer Forschungsbedarf besteht.

Forschungsschwerpunkt Mikrotribologie

Aktuelle Forschungsschwerpunkte der Mikrotribologie liegen bei Kontaktgeometrie und Adhäsion, dem Unterschied zwischen trockenem und feuchtem Kontakt, den Werkstoffpaarungen, Verschleiß, sowie Zusammenhängen zwischen mikro- und makrotribologischen Phänomenen. Dabei werden zum Messen von Reibungs- und Verschleißmechanismen auf mikroskopischer Ebene hauptsächlich rastersondenbasierte Verfahren eingesetzt [KAT00].

Im Bereich der Kontaktgeometrie beschäftigt sich *Bhushan* mit selbstähnlichen Oberflächen und dem Übergang von elastischer zu plastischer Verformung der Rauheitsspitzen [BHU99]. *Meine* und *Santner* führen Versuche zur Herstellung eines Zusammenhangs zwischen der Oberflächenrauheit und dem tribologischen Verhalten durch. Als Reibpartner dienen eine Kugel und eine ebene Fläche mit regelmäßiger Rauheitsstruktur [MEI00b]. *Santner* wendet Rasterkraftmikroskopie zur Untersuchung technisch trockener Reibkontakte an, und zeigt, dass Werkstoff- und Rauheitsunterschiede das tribologische Verhalten beherrschen [SAN99, SAN00b, SAN01]. Während *Meine et al.* feststellen, dass die Reibung zwischen zwei Körpern von Stufen in der Oberfläche und Verschleißpartikeln beeinflusst wird [MEI00a, MEI00b], untersuchen *Rozeanu* und *Kennedy* die Abhängigkeit von Form und Festigkeit der Rauheitserhebungen [ROZ98].

Greenwood und *Johnson* beschäftigen sich mit Adhäsion [GRE98a, GRE98b, JOH85]. Die *Hertz'schen* Kontaktflächen von Rauheitserhebungen und damit die reale Kontaktfläche als ihre Summe vergrößern die adhäsive Anziehungskräfte zwischen Oberflächen. Versuche von *Santner* [SAN00a] bestätigen, dass Adhäsionsprozesse trotz hoher Härte keramischer Werkstoffe zum Materialübertrag führen.

Einen weiteren Forschungsschwerpunkt stellt der Bereich trockener und feuchter Kontaktverhältnisse dar. Praktisch alle Untersuchungen bestätigen, dass die Luftfeuchtigkeit das tribologische Verhalten beeinflusst. *Santner* untersucht Reibungs- und Verschleißphänomene im Mikro- und Nanometerbereich, wobei er hauptsächlich RKM gestützte Analysemethoden anwendet [SAN00a, SAN00b, SAN01]. Er untersucht ferner die Annäherung von Einzelspitzen an Oberflächen. Reibversuche an einer reibmindernden Schicht zeigten die Abhängigkeit des Reibwertes von der Luftfeuchtigkeit. *Scherge* und *Schaefer* beobachten unterschiedliches tribologisches Verhalten auf mikroskopischer und makroskopischer Ebene bei trockenen bzw. mit Wasser geschmierten Kontakten und erkunden die Ursachen [SCH99a, SCH99b, SCH00, SCH01]. *Ahmed* kommt zum Schluss, dass die Bildung einer Grenzschicht durch Physisorption, Chemisorption und tribochemische Reaktionen die tribologischen Eigenschaften auch bei technisch trockenen Systemen und inerten Werkstoffen erheblich beeinflusst [AHM99]. *Zum Gahr et al.* stellen fest, dass bei Keramik-Keramik- und Metall-Keramik-Gleitpaarungen die Luftfeuchte die tribologischen Eigenschaften über die Bildung von Reaktions- oder Adsorptionsschichten wesentlich beeinflusst [VOG99]. *Hild* untersucht dagegen den Zusammenhang zwischen Benetzbarkeit und mikrohydrodynamischen Effekten [HIL02].

Ein weiteres interessantes Forschungsgebiet ist die Entstehung von Blitztemperaturen bei Reibung in hoch belasteten Reibungspaaren. *Popov et al.* zeigen, dass bei diesen die Freisetzung der in der „stick“-Phase gespeicherten elastischen Energie zu einer wesentlichen Erhöhung der Oberflächentemperatur führen kann. Die Temperaturerhöhungen in Kontaktbereichen werden für verschiedene Belastungen, Gleitgeschwindigkeiten und Reibungsbeiwerte berechnet. Analysiert wird auch der Einfluss der Größe von Kontaktbereichen auf die Amplitude der Temperaturveränderungen. Die Berechnungen wurden für Kupfer und Stahl durchgeführt [POP00]. Die Berechnungsergebnisse werden von Versuchsergebnissen von *Scherge* gestützt. Er entwickelte aus seinen Erkenntnissen eine neue Modellvorstellung zum Verschleißmechanismus von Metallen. Dabei ist der Kontaktdruck der tribologischen Wechselwirkung häufig so groß, dass im oberflächennahen Bereich die Mikrokontakte kurzfristig verflüssigt werden, was zu einer Veränderung in der Mikrotopographie führt [SCH02].

Ein weiterer wichtiger Bereich der Forschung betrifft den Einfluss der Werkstoffe auf das mikrotribologische Verhalten. *Bhushan* benutzt RKM- und Nanoindentationstechniken, um das tribologische Verhalten von Mikrosystemen auf Siliziumbasis im Mikro- und Nanobereich zu untersuchen. Die erforderlichen makroskopischen Reibungs- und Verschleißtests führte er mit einem Ball-on-Flat Tribometer durch. Dabei stellt er fest, dass zur Charakterisierung von aktiven Mikrosystemen Untersuchungen im Nano-, Mikro- und Makobereich erforderlich sind [BHU01c, BHU01d]. Nur so ist eine genau Aussage über das Reib- und Verschleißverhalten möglich.

Nach dem derzeitigen Stand der Forschung ist davon auszugehen, dass alle Mikroreibvorgänge auch zu Mikroverschleiß führen. Der Beitrag der Verschleißpartikel zur Reibkraft ist jedoch nicht absehbar. Betrachtungen zu den Wechselwirkungen in tribologischen Kontakten in Abhängigkeit von Form und Festigkeit einzelner Rauheitserhebungen wurden von *Rozeanu* und *Kennedy* [ROZ98] durchgeführt. Sie folgerten daraus, dass hinsichtlich geringen Verschleißes die Oberfläche des härteren Materials glatt, die Spitzenwinkel der Rauheitserhebungen am weicheren Gegenkörper möglichst groß und die Standardabweichung der Verteilung der Spitzenwinkel gering sein sollten. *Meine et al.* berichten, dass insbesondere bei starken Schwankungen der Reibkraft mit stärkerer Erzeugung von Verschleißpartikeln zu rechnen ist. Sie stellen ferner fest, dass die Reibung zwischen zwei Körpern von der Oberfläche abhängt. Eine genaue Beschreibung der Oberfläche und eine genaue Definition der Rauheit sind demnach von besonderer Wichtigkeit. Es gibt einige Theorien über den Zusammenhang zwischen realer Kontaktfläche und Reibung. Sie unterscheiden sich aber in der berücksichtigten Beeinflussung durch z.B. die Meniskuskraft, der Adhäsion oder der elastisch/plastischen Verformung. Um einen allgemeingültigen Zusammenhang zwischen Reibkraft und Rauheit zu beschreiben, ist es nötig, alle Einflussparameter genau zu kennen und zu berücksichtigen [MEI00a, MEI00b, MEI02a, MEI02b].

Ganzheitliches Verständnis

Nur wenige Wissenschaftler beschäftigen sich mit einem ganzheitlichen Verständnis der tribologischen Phänomene im Kontaktbereich zweier Oberflächen, wobei dem Übergang zwischen Nano- und Mikrotribologie und dem makroskopischen Bereich eine zentrale Bedeutung zukommt.

Gervé beschreibt die Herausforderungen beim Übergang von Mikro- und Nanotribologie in den makroskopischen Bereich folgendermaßen: In den meisten Betrachtungen wird dieser Übergang vernachlässigt. Eine Herausforderung der derzeitigen Versuche an Einzelspitzen ist die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf reale Körper. Untersuchungen mit Einzelspitzen in Kraftmikroskopen können nur bedingt zur Näherung benutzt werden. Zwar setzt sich eine reale Fläche aus Einzelspitzen zusammen, jedoch gibt es zwischen den Spitzen Wechselwirkungen z.B. durch Schwingungen, die bisher aber nicht erfasst werden. Schmierstoffe können sich unter ungünstigen Bedingungen wie Feststoffe in einem Reibsystem verhalten und so eine Bewegung blockieren. Stick-Slip Effekte können mit dem Übergang der Flüssigphase eines Schmierstoffes in die Festkörperphase erklärt werden. Tribomutation, die Veränderung der Schichten durch die Reibung, entsteht nicht durch Reaktionen in der obersten Schicht, sondern in Bereichen darunter. Das Phänomen tritt sowohl bei geschmierter als auch bei ungeschmierter Reibung auf. Ein geeignetes "Einlaufen" der Kontaktpaarung kann den Verschleiß über eine lange Zeit hinweg auf ein Minimum reduzieren [GER00].

Czichos beschreibt die Herausforderungen von tribologischen Untersuchungen in unterschiedlichen Anwendungsfällen. Aus nanoskopischer, mikroskopischer und makroskopischer Sicht ergeben sich jeweils verschiedene tribologische Gesichtspunkte bei der Untersuchung von Werkstoffen als Kontinuum bis zu diskreten atomistischen Phänomenen. Er stellt heraus, dass bei tribologischen Tests das zu untersuchende Reibsystem zuerst genau charakterisiert werden muss, bevor im Versuchsfeld übertragbare Ergebnisse erzielt werden können. Dabei ist die Festlegung der Rangfolge von möglichen Wechselwirkungen zwischen den Kontaktpartnern wie z.B. Lubrifizierung, Verschleiß- oder Kontaktphänomene einer der wichtigsten Punkte [CZI02, SAN02].

Die Arbeiten im Bereich der Mikrotribologie tragen zum Verständnis der Phänomene im Reibkontakt von Einzelspitzen und Mikrokontakten bei, wobei die Übertragung der gewonnenen Erkenntnisse auf makrotribologische Modellvorstellungen und die Wechselwirkungen technischer Reibpaarungen noch in den Kinderschuhen steckt. Die Mikro- und Nanotribologie kann zwar ihren Anteil zur Erklärung makrotribologischer Eigenschaften von Tribosystemen beitragen, die Tribologiegrundlagenforschung muss jedoch die Verbindung zur klassischen Makrotribologie schaffen [CZI02, GER00, SAN02].

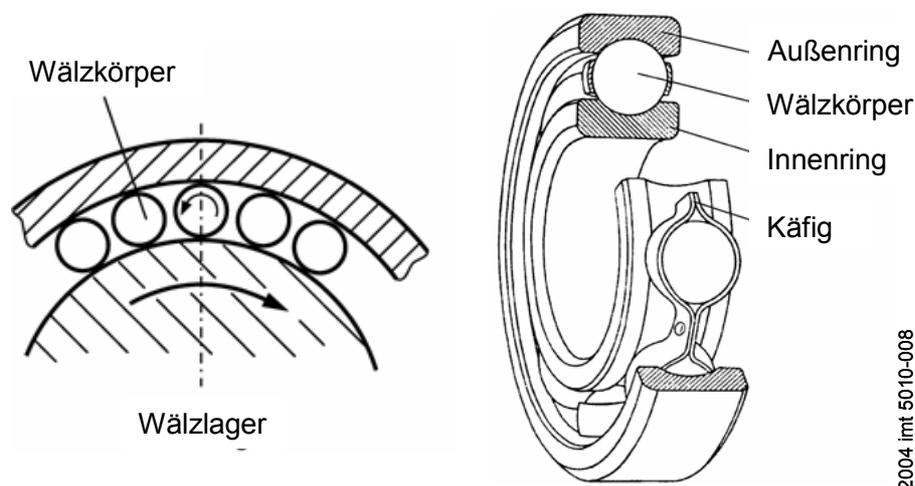
2.2 Tribologie im Wälzkontakt

Lager haben die technische Funktion, Kräfte aufzunehmen und Relativbewegungen - in der Regel Rotationen - zu ermöglichen. In der Praxis werden bei Getrieben zur Lagerung von Wellen und Zahnrädern nahezu ausschließlich Wälzlager verwendet. Vor allen in Verbrennungsmotoren und in Spezialanwendungen, wie z.B. Turbogetrieben, werden hydrodynamische Gleitlager eingesetzt. Für die dominierende Stellung der Wälzlager sprechen ihre hohe spezifische Belastbarkeit bei geringer Reibung, kein Einfluss von Last und Drehrichtung, ein niedriges Losbrechmoment im Anlauf und ein geringer Konstruktionsaufwand für den Anwender. Weitere Gründe für ihren verbreiteten Einsatz sind eine einfache Anordnung im Getriebe sowie kurze Baulängen und damit kurze biegesteife Wellen. Dabei ermöglichen enge radiale und axiale Führungsspiele einen optimalen Zahneingriff. Bezogen auf ihre Lebensdauer besitzen Wälzlager gute Möglichkeiten der Schmierung, günstige Notlaufeigenschaften und ihr Wartungsaufwand ist kostengünstig [SKF97].

Nachfolgende Betrachtungen beschränken sich auf Grund der Anwendung im Rahmen dieser Arbeit nur auf das tribotechnische System Wälzlager und dabei im Speziellen auf das Schrägkugellager.

2.2.1 Aufbau von Wälzlagern

Wälzlager werden in unterschiedlichen Bauformen hergestellt. Sie bestehen aus einem Außen- und einem Innenring, zwischen denen die Wälzkörper angeordnet sind (Abbildung 2.8).



2004.imt.5010-008

Abbildung 2.8: Wirkprinzip und schematischer Aufbau eines Wälzlagers [BEI01]

Als Wälzkörper werden Kugeln, Zylinderrollen, Nadelrollen, Kegelrollen oder Tonnenrollen verwendet. Entsprechend der Wälzkörpergeometrie unterscheidet man zwischen Kugel- und Rollenlagern (siehe Abbildung 2.9). Theoretisch ergibt sich im unbelasteten Zustand für die Rollenlager eine Linienberührung, während Kugellager eine Punktberührung aufweisen, da der Kugelradius kleiner als die Laufbahnkrümmung ist [BEI01].

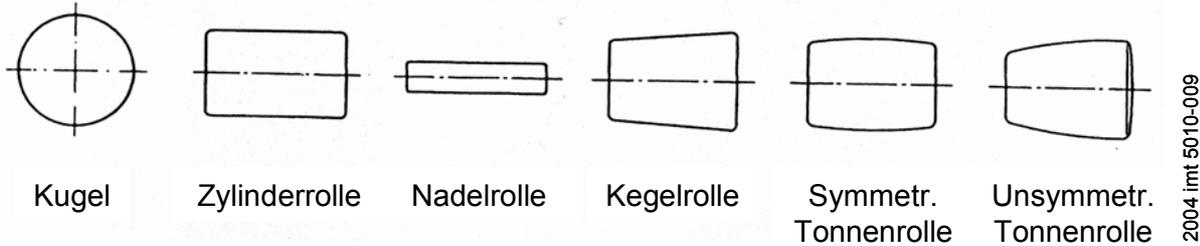


Abbildung 2.9: Wälzkörper für Wälzlager [BRÄ95]

Die Wälzkörper werden ihrerseits durch einen Käfig voneinander getrennt. Der Käfig hält die Wälzkörper in gleichmäßigem Abstand und verhindert ihre gegenseitige Berührung. Ferner hält er bei zerlegbaren Lagern den Rollkörperkranz zusammen. Die Wälzkörper sowie die Außen- und Innenringe werden Herkömmlicherweise aus Wälzlagerstählen gefertigt, die in DIN 17230 genormt sind. Die größte Bedeutung hat wegen seiner Härte und Zähigkeit durchhärtender Stahl 100Cr6 (Zusammensetzung siehe Tabelle 2-1).

Tabelle 2-1: Zusammensetzung von 100Cr6 nach ISO 683-17 [HEN02]

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Al	Cu	O	Ti	Ca
Gew. %	1,05	0,35	0,45	0,03	0,02	1,60	0,10	0,05	0,30	1,5 10 ⁻³	30 ppm	10 ppm

Für spezielle Anwendungen oder extreme Betriebsverhältnisse wie z.B. sehr hohe Drehzahlen, hohe Temperaturen oder aggressive Medien fertigt man die Lager verstärkt aus keramischen Werkstoffen wie Siliziumnitrid, Siliziumcarbid und Zirkoxid oder aus Kunststoff. Dabei können die Lager aus Keramikugeln und Stahllaufbahnen oder vollkeramisch hergestellt werden. Durch die Verwendung von Keramikugeln kann, infolge ihrer geringen Dichte, die Fliehkraft und damit die Werkstoffanforderungen reduziert werden, so dass die Lebensdauer der Lager erheblich verbessert werden kann [WOY97, EFF00, EFF02]. Zur Steigerung der Leistungsfähigkeit von wälzbeanspruchten Oberflächen werden Lager aus durchgehärtetem Chromstahl heute mit speziellen PVD (physical vapour deposition) - und CVD (chemical vapour deposition) - Beschichtungen versehen (siehe auch Kapitel 2.4).

Als Werkstoff für Blechkäfige kommt überwiegend Stahl, in manchen Fällen auch Messing zum Einsatz. Massivkäfige werden aus Kunststoff, Messing, Leichtmetall und Stahl, mitunter auch aus Sinterisen oder Kunstharz mit Gewebeeinlage gefertigt. Stark verbreitet sind durch Spritzgießen hergestellte Massivkäfige aus thermoplastischen Kunststoffen, vorwiegend aus glasfaserverstärktem Polyamid [CZI03].

Die zahlreichen Bauarten von Wälzlager werden nach ihren Merkmalen und ihrer Verwendung eingeteilt. Je nach Hauptbelastungsrichtung kann zwischen Radi-

allagern (Nenndruckwinkel $\alpha_0 \leq 45^\circ$) und Axiallagern (Nenndruckwinkel $\alpha_0 > 45^\circ$) unterschieden werden. Ein weiteres Unterscheidungskriterium ist die Art der Wellenführung, z.B. ob axiale Verschiebung möglich ist, ob die Welle in einer oder in beiden axialen Richtungen führen kann und ob sie winkelbeweglich sind, d.h. sie Schiefstellungen zulässt [BRÄ95].

Zur Lagerung von Spindeln in Werkzeugmaschinen, die spielfrei und genau laufen müssen, haben sich Schrägkugellager durchgesetzt. Spindellager sind einreihige Schrägkugellager, bei denen die Laufbahnen so angeordnet sind, dass die Kräfte unter einem bestimmten Druckwinkel, d.h. schräg zur Radialebene, von einer Laufbahn auf die andere übertragen werden. Es gibt Baureihen mit einem Nenndruckwinkel von $\alpha_0 = 15^\circ$ oder $\alpha_0 = 25^\circ$ in hochgenauer Ausführung. Die Ausführung mit 15° Druckwinkel wird besonders bei hohen Drehzahlen eingesetzt, während die Ausführung mit 25° mehr axiale Steifigkeit besitzt. Im Vergleich zu Rollenlagern eignen sich Spindellager besser zum Betrieb bei hohen Drehzahlen, da die Kontaktflächen kleiner (Punktkontakt versus Linienkontakt) und besser zu schmieren sind, die Reibleistung geringer und die kinematische Führung der punktsymmetrischen Wälzkörper weniger problematisch ist [WEC02].

2.2.2 Kontaktverhältnisse

Beim Kontakt zweier Bauteile tritt auf Grund der Mikrogeometrie technischer Oberflächen eine Berührung nur in diskreten Mikrokontakten auf, die sich unter Wirkung der Normalkraft F_N deformieren. Es muss deshalb zwischen der geometrischen oder nominellen Kontaktfläche A_0 und der realen Kontaktfläche A_r unterschieden werden (siehe auch Kapitel 2.1.2), an der primär die Reibungs- und Verschleißprozesse ablaufen. Im Folgenden wird für das tribotechnische System Wälzlager die Wirkung der Normalkraft auf die Kontaktgeometrie der Punktberührung und die damit verbundene Mechanik des elastisch/plastischen Kontaktes beschrieben, wobei von zwei kontaktierenden Festkörpern ausgegangen wird.

Hertz'scher Kontakt (Elastischer Kontakt)

Die elastische Deformation gekrümmter Körper kann durch die *Hertz'sche* Theorie beschrieben werden, wenn es sich um rein elastische Materialien mit ideal glatten Oberflächen handelt [HER82]. Das *Hertz'sche* Kontaktmodell wurde von *Archard* (1953) auf die elastische Kontaktdeformation makroskopisch gekrümmter Körper mit Oberflächenrauheit ausgedehnt [ARC53]. Eine erneute Erweiterung wurde von *Greenwood* und *Tripp* (1971) vorgenommen, wobei für den Fall elastischer, gekrümmter, rauer Körper mit einer Gaußverteilung der Oberflächenrauheitshügel gerechnet wurde [GRE71]. Weitere Zusammenhänge wurden bereits in Kapitel 2.1.2 erläutert. Bis heute wird mit numerischen Methoden versucht, einen *Hertz'schen* Kontakt mit rauer Oberfläche zu simulieren. Alle Ansätze gehen dabei bisher von idealisierten Geometrien der Rauheitserhebungen aus, so dass hier weiterer Forschungsbedarf besteht.

Plastischer Kontakt

Zur Bestimmung des Übergangs von elastischer zur plastischen Deformation ist von *Greenwood* und *Williamson* (1966) ein Plastizitätsindex entwickelt worden. Dieser wird folgendermaßen definiert:

$$\psi = \left(\frac{E'}{H} \right) \cdot \left(\frac{\sigma^*}{\beta} \right)^{1/2} \quad (\text{Gl. 2-3})$$

Hierbei sind E' der reduzierte Elastizitätsmodul der Kontaktpartner, H die Härte, σ^* die Standardabweichung der Rauheitshügelhöhenverteilung und β der mittlere Rauheitshügelradius. Nach diesem Kriterium liegen für $\psi < 0,6$ elastische und für $\psi > 1$ plastische Kontaktdeformationen vor [GRE66].

Druckwinkel

In einem Kugellager berühren die Kugeln die inneren und äußeren Laufbahnen im Allgemeinen in einem Punkt. Die Verbindungslinie der Berührungspunkte verläuft senkrecht zu den Laufbahnen und geht durch den Kugelmittelpunkt. In Richtung dieser Geraden wird die äußere Belastung von einem Lagerring auf den anderen übertragen. Man spricht daher von der Drucklinie des Lagers und bezeichnet den Winkel α , den die Drucklinie mit der Radialebene einschließt, als Druckwinkel. Da der Druckwinkel von der Belastung und der Verformung der Lagerteile abhängig ist, wird zwischen dem Nenndruckwinkel α_0 und dem Betriebsdruckwinkel α unterschieden. Der Nenndruckwinkel α_0 gilt für unbelastete Lager, bei denen die Rollkörper die Laufbahnen spannungsfrei berühren. Der Betriebsdruckwinkel α gilt für belastete Lager (siehe Abbildung 2.10).

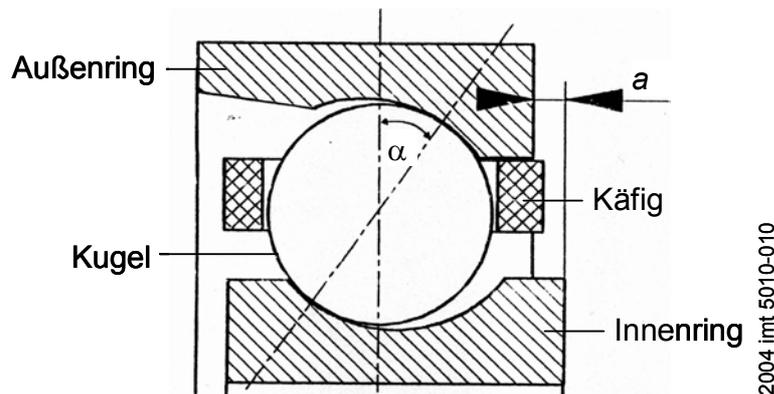


Abbildung 2.10: Drucklinie und Druckwinkel im Schrägkugellager [WEC02]

2.2.3 Reibung

Reibung ist der Widerstand eines Körpers gegen eine Relativbewegung seiner inneren Volumenbestandteile („innere Reibung“; Viskosität) oder gegen Deformation („äußere Reibung“). Die Reibung stellt definitionsgemäß einen Wechselwirkungsprozess kontaktierender Körper oder Stoffe dar. Mikroskopisch beruht die Reibung auf elementaren Wechselwirkungen in den Kontaktbereichen zweier Körper,

die bei Einleitung oder Aufrechterhaltung einer Relativbewegung ablaufen und zur Dissipation von kinetischer Energie führen. Je nach Kontaktzustand des tribotechnischen Systems (Grundkörper, Gegenkörper und Zwischenstoff) kann zwischen Festkörperreibung, Grenzreibung (Festkörperreibung, bei der die Oberflächen mit einem molekularen Film bedeckt sind), Flüssigkeitsreibung, Gasreibung und Mischreibung (Festkörper- und Flüssigkeitsreibung liegen nebeneinander vor) unterschieden werden [CZI03]. Die Kontaktmechanik der Reibung auf mikro- und makroskopischer Ebene ist bereits in Kapitel 2.1.2 beschrieben worden.

Reibungsmechanismen

Die im Kontaktbereich eines tribotechnischen Systems auftretenden bewegungshemmenden, energiedissipierenden (Umwandlung von mechanischer Energie in Wärme) Elementarprozesse der Reibung werden als Reibungsmechanismen bezeichnet und beinhalten die grundlegenden Komponenten Adhäsionsanteil und Scherung, plastische Deformation, Furchung sowie elastische Hysterese und Dämpfung (siehe Abbildung 2.11).

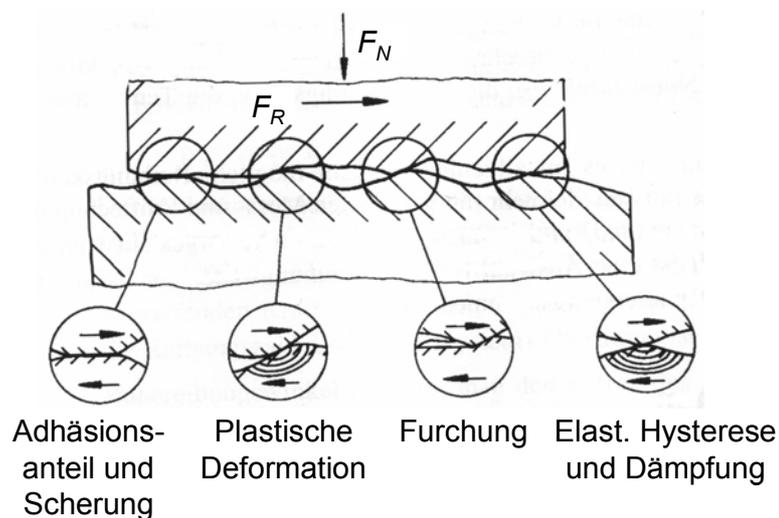


Abbildung 2.11: Grundlegende Reibungsmechanismen [CZI03]

Eine Korrelation zwischen den wirkenden Reibungsmechanismen und der makroskopisch bestimmten Reibkraft in tribotechnischen Systemen kann infolge der Komplexität des Reibungsvorgangs und einer Vielzahl von Einflussgrößen bis heute nicht theoretisch berechnet, sondern nur bezogen auf den jeweiligen Anwendungsfall experimentell bestimmt werden.

Nach der Anschauung von *Bowden/Tabor* und *Kragelskij* setzen sich die Reibungskräfte im ungeschmierten Kontakt aus zwei Anteilen zusammen: einem Deformationsanteil, der aus dem elastischen und plastischen Formänderungswiderstand der Oberflächenstrukturen resultiert, und aus einem Adhäsionsanteil zum Überwinden intermolekularer bzw. interatomarer Kräfte zwischen den Oberflächen [BOW50, BOW64, KRA57]. Die Umsetzung von mechanischer Energie in innere Energie der sich berührenden Körper, die schließlich überwiegend als Wärme an die Umgebung

abgegeben wird, erfolgt durch plastische oder elastische Verformungen, wobei die gespeicherte Energie beim Lösen der Kontakte nicht mehr vollständig zurück gewonnen werden kann [AHM99].

Reibungsarten

Je nach Art der Relativbewegung der Kontaktpartner werden drei Reibungsarten, Gleitreibung, Rollreibung und Bohrreibung, unterschieden. Gleiten ist die translatorische Relativbewegung zweier Körper, wobei Größe und Richtung der Einzelgeschwindigkeiten unterschiedlich sind. Gleitbewegung und Gleitreibung liegen im Gleitlager vor. Beim Rollen verläuft die Bewegungsrichtung eines Drehkörpers senkrecht zur Drehachse, wobei die Drehachse parallel zur Kontaktfläche angeordnet ist. Bei Rollvorgängen mit mikro- und makroskopischen Kontaktanteilen wird von Wälzen gesprochen. Eine Roll- bzw. Wälzbewegung ist mit Roll- bzw. Wälzreibung verbunden und tritt in Kugel- oder Rollenlagern auf. Die Rotation des Drehkörpers senkrecht zur Kontaktfläche, während makroskopisch ein Beharrungszustand der Berührungsf lächen in der Bezugsebene vorliegt, wird als Bohren oder Bohrreibung bezeichnet. In technischen Anwendungen tritt Bohrreibung vor allen Dingen in schnelllaufenden Spindellagern auf [WEC02].

Neben diesen drei kinetisch definierten Reibungsarten sind in technischen Anwendungen Überlagerungen möglich, die graphisch in Abbildung 2.12 in Form eines „Reibungsdreieckes“ dargestellt sind.

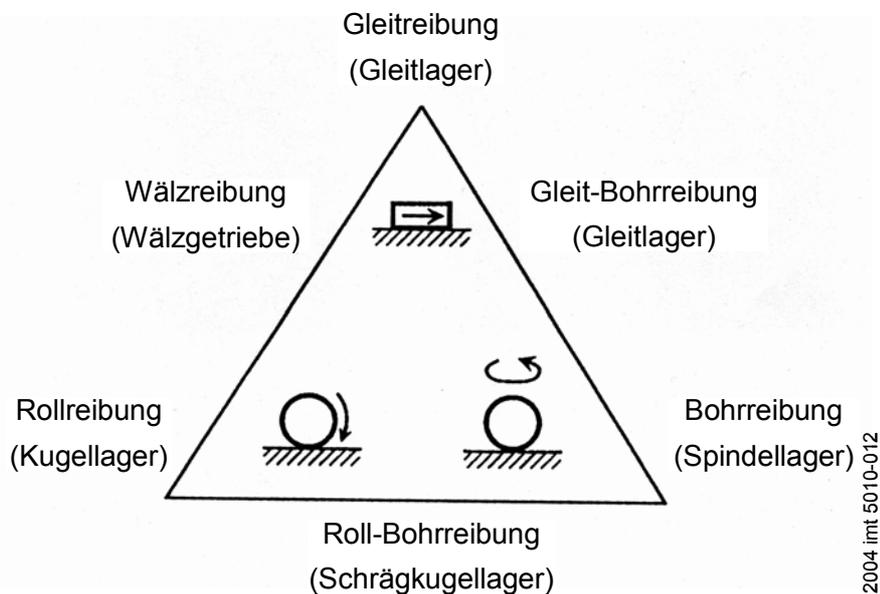


Abbildung 2.12: Reibungsdreieck: Einteilung der Reibungsarten nach der Kinematik unter Angabe eines typischen Maschinenelements [HOL82]

Die Größe der Reibung wird durch den Reibungskoeffizienten μ gekennzeichnet und ist vom Kontaktzustand des tribotechnischen Systems und der Reibungsart abhängig. In Tabelle 2-2 werden Größenordnungen des Reibungskoeffizienten für verschiedenen Reibungsarten und -zustände dargestellt. Da in schnelllaufenden Schräggugellagern Rollreibung vorherrscht, wird nur diese im Folgenden näher erläu-

tert. Die Rollreibung setzt sich aus physikalischer Sicht aus Überlagerung mehrerer Reibungsmechanismen - der Mikroschlupf-, der Adhäsions- und der Deformationskomponente - zusammen. Liegt an den Rollkörpern *Hertz'scher* Kontakt mit beginnender Tangentialbewegung vor, resultiert eine Aufteilung des Kontaktbereiches in Haft- und Mikroschlupfzonen. Durch den Mikroschlupf im äußeren Kontaktbereich treten Oberflächenschädigungen in Form von Reibkorrosion, auch „fetting“ genannt, auf. Die Adhäsionskomponente der Rollreibung beschreibt die Trennung adhäsiver Kontaktbrücken an der Rückseite eines Rollkontaktes, was zur Energiedissipation und zum Rollwiderstand beiträgt. Die Deformationskomponente der Rollreibung kann durch ein plastisches Scheren parallel zur Oberfläche in Rollrichtung beschrieben werden. Unterhalb der Oberfläche werden Materialbereiche verschoben, die zum Rollwiderstand beitragen.

Tabelle 2-2: Übersicht über die Größenordnungen des Reibungskoeffizienten für verschieden Reibungsarten und -zustände

Reibungsart	Reibungszustand	Reibungskoeffizient μ
Gleitreibung	Festkörperreibung	0,1 bis >1
	Grenzreibung	0,01 bis 0,2
	Mischreibung	0,001 bis 0,1
	Flüssigkeitsreibung	0,001 bis 0,01
	Gasreibung	0,0001
Rollreibung	Mischreibung	0,001 bis 0,005

2.2.4 Verschleiß

Verschleiß ist der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers (Grundkörpers) hervorgerufen durch mechanische Ursachen, d.h. Kontakt- und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers (früher DIN 50320) [GFT02]. Einflussgrößen auf den Verschleiß sind sowohl Werkstoff, Form und Oberfläche des Grundkörpers als auch Art, Teilchengröße und Eigenschaften des Zwischenmediums. Des Weiteren spielen Werkstoff, Form und Oberfläche des Gegenkörpers sowie Größe und zeitlicher Ablauf der Belastung eine Rolle. Wichtig sind ebenfalls die Art der Bewegung (Gleiten, Rollen, Stoßen), Höhe und zeitlicher Verlauf der Temperatur sowie die Art des Umgebungsmediums (Luft, Schutzgas) (siehe Abbildung 2.13).

Verschleiß tritt z.B. an Lagern und Führungen auf und ist einer der Hauptgründe für Bauteilschädigungen und dem damit verbundenen Ausfall von Maschinen. Nach Czichos und Habig wird je nach Kontaktzustand von Grund- und Gegenkörper zwischen Festkörperverschleiß (Festkörper/Festkörper-Kontakt) und Verschleiß bei Misch- und Grenzreibung (Festkörper/Schmierstoff/Festkörper-Kontakt) unterschieden. Ferner wird nach Verschleißmechanismen und Verschleißarten differenziert [CZI03].

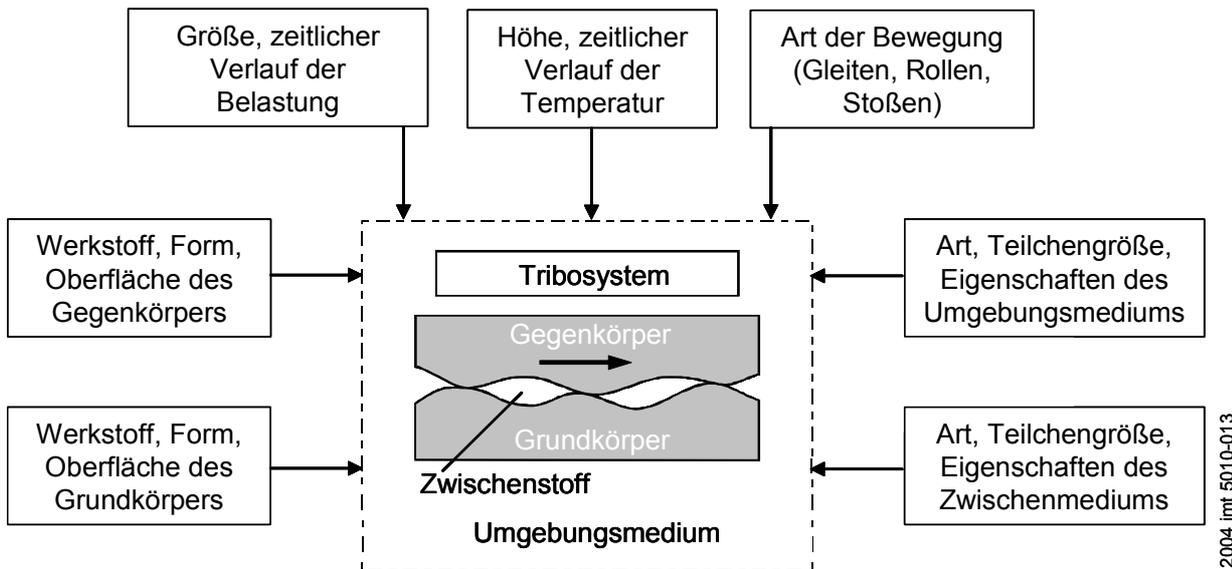


Abbildung 2.13: Einflussgrößen auf den Verschleiß in Tribosystemen

Verschleißmechanismen

Verschleißmechanismen sind die bei einem Verschleißvorgang infolge der mechanischen, energetischen und stofflichen Wechselwirkungen zwischen den Kontaktpartnern ablaufenden physikalischen und chemischen Prozesse. Diese lösen Elementarprozesse aus und führen schließlich zur Stoff- und Formänderung der Kontaktpartner [CZI80, HAB80]. Dabei wird der Verschleiß hauptsächlich durch vier unterschiedliche Verschleißmechanismen (Oberflächenzerrüttung, abrasiver Verschleiß, adhäsiver Verschleiß und tribochemische Reaktionen) bestimmt (Abbildung 2.14).

Oberflächenzerrüttung ist ein Verschleißmechanismus, der aus ständiger stoßartiger Beanspruchung resultiert. Es entstehen z.B. in Wälzlagern durch das ständige Überrollen an der Bauteiloberfläche Risse und Grübchen. Als abrasiver Verschleiß oder Furchverschleiß wird eine Zerspanung im Mikrobereich bezeichnet. Wenn harte Teilchen oder Spitzen eines Reibpartners in die Randschicht eindringen entstehen Kratzer, Furchen und Mulden.

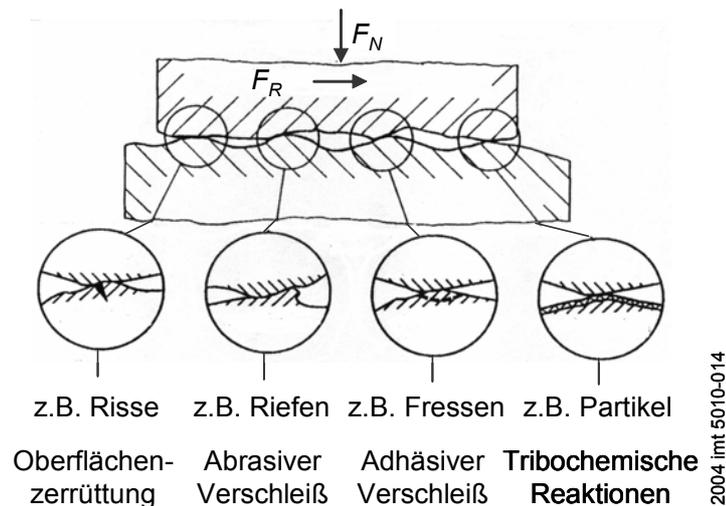


Abbildung 2.14: Grundlegende Verschleißmechanismen [CZI02]

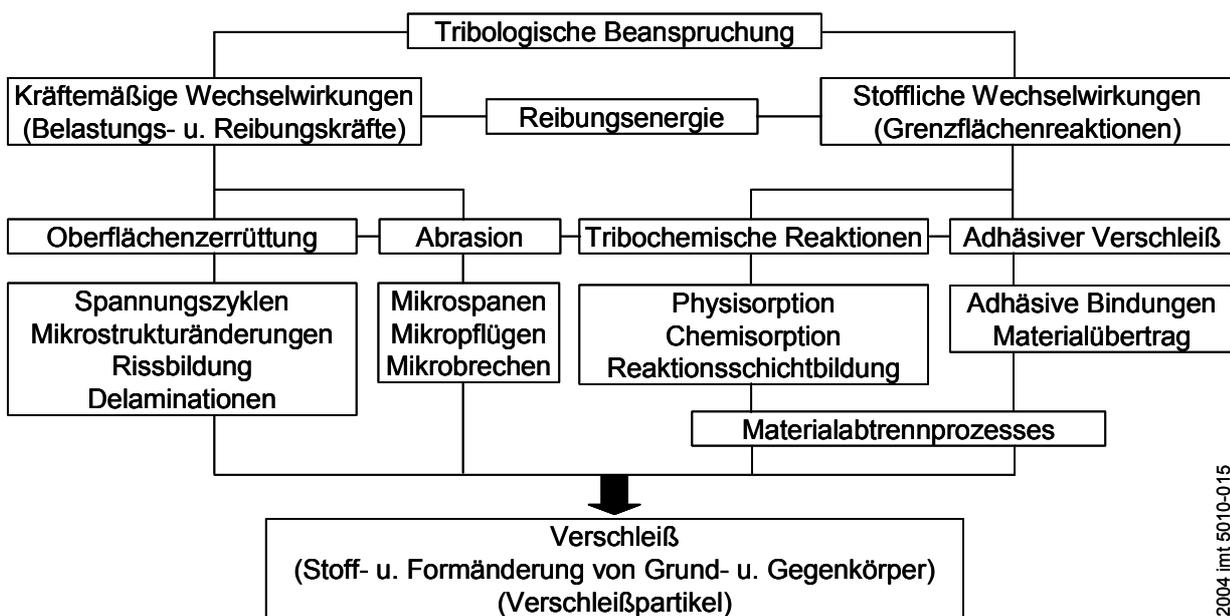
Vorraussetzung für abrasiven Verschleiß ist, dass einer der Kontaktpartner durch den anderen geschädigt wird. Dabei muss das Material des eindringenden Kontaktpartners um das 1,2 fache härter sein als das andere Material. Überschlüssig gilt folgender Zusammenhang:

$$H_{Korn} \geq 1,2 \cdot H_{Oberfläche} \quad (\text{Gl. 2-4})$$

Dabei ist H_{Korn} die Härte des Partikels und $H_{Oberfläche}$ die Härte der Oberfläche auf die das Korn wirkt. Kommt es zusätzlich zu einer Relativbewegung zwischen den beiden Kontaktpartnern, setzen verschiedene Materialabtragsprozesse ein. Nach *zum Gahr* können zwischen einem abrasiven Teilchen und der verschleißenden Werkstoffoberfläche Materialabtragsprozesse wie z.B. Mikropflügen, Mikroermüden, Mikrospanen oder Mikrobrechen beschrieben werden [ZGA87]. Bei adhäsivem Verschleiß entstehen infolge hoher lokaler Pressungen lokale Grenzflächenbindungen, die im Falle metallischer Kontaktpartner als „Kaltverschweißungen“ bezeichnet werden. Diese können eine höhere Festigkeit besitzen als das Ausgangsmaterial. Bei beginnender Relativbewegung setzt Scherung ein und es entstehen Löcher und schuppenartige Materialteilchen, die an der Gleitfläche des härteren Partners haften. Dieser adhäsive Materialübertrag wird auch „lokales Fressen“ genannt. Adhäsiver Verschleiß tritt vor allem bei mangelnder Schmierung auf.

Tribochemische Reaktionen sind chemische Reaktionen von Grund- und Gegenkörper eines tribotechnischen Systems, mit Bestandteilen des Zwischenstoffs oder des Umgebungsmediums infolge von mechanischer Beanspruchung. Tribochemischer Verschleiß tritt fast immer in Kombination mit adhäsivem Verschleiß auf. Durch die tribochemischen Reaktionen verändern sich vor allem die Eigenschaften der äußeren Grenzschicht der Kontaktpartner. Infolge thermischer und mechanischer Aktivierung besitzen die an die Mikrokontaktstellen angrenzenden Oberflächenbereiche eine erhöhte chemische Reaktionsbereitschaft, so dass z.B. bei Metallen in diesen Bereichen Oxidinseln aufwachsen.

Diese können mechanische Spannungen nur begrenzt durch plastische Deformation abbauen und neigen beim Erreichen einer kritischen Dicke zum spröden Ausbrechen und damit zum Entstehen von Verschleißpartikeln [CZI02]. Für die Beschleunigung des Reaktionsablaufes bei tribochemischen Reaktionen können als Prozesse z.B. eine Entfernung der reaktionshemmenden Deckschicht, eine Vergrößerung der reaktiven Oberfläche, Temperaturerhöhung infolge der Reibungswärme und Entstehung von Oberflächenatomen mit freien Valenzen infolge von Gitterstörungen und plastischen Deformationsprozessen verantwortlich sein. Abbildung 2.15 liefert eine Übersicht über die Stoff- und Formänderungsprozesse unter tribologischer Beanspruchung.



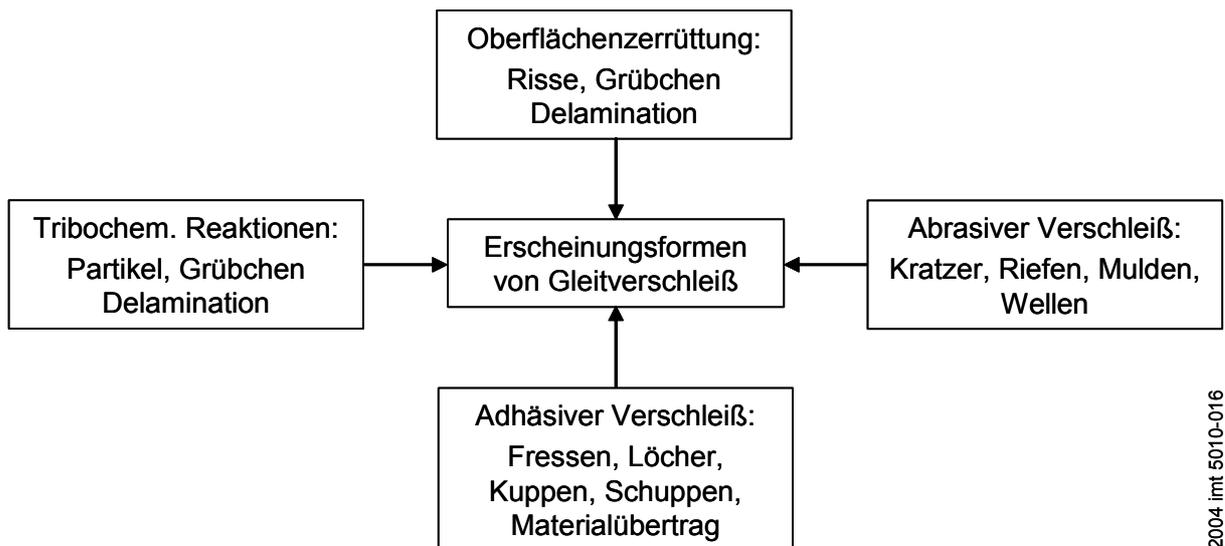
2004 Imt 5010-015

Abbildung 2.15: Verschleißmechanismen bei tribologischer Beanspruchung [CZI02]

Verschleißarten

In einem primär geschlossenen tribotechnischen System können je nach Art der dominierenden Kinematik folgende Verschleißarten unterteilt werden: Gleitverschleiß, Wälzverschleiß, Stoßverschleiß, Schwingungverschleiß und Furchungverschleiß. Ein Kennzeichen aller Verschleißarten ist, dass an ihnen alle grundlegenden Verschleißmechanismen gemeinsam mit unterschiedlichen Anteilen beteiligt sind. Hierbei können sich im Kontaktbereich einzelne Verschleißmechanismen örtlich und zeitlich überlagern oder auch einander ablösen. Da in der vorliegenden Arbeit nur das tribotechnische System Wälzlager näher beschrieben werden soll, wird im Folgenden ausschließlich der für den Wälzkontakt charakteristische Gleit- und Wälzverschleiß erläutert.

Gleitverschleiß ist mit Gleitreibung und den damit verbundenen thermischen Prozessen und Temperaturveränderungen verbunden. In Abbildung 2.16 sind typische Erscheinungsformen von Gleitverschleiß gezeigt. Anhand der Art und Form der auftretenden Verschleißpartikel kann auf das Wirken der einzelnen Verschleißmechanismen geschlossen werden.



2004_int 5010-016

Abbildung 2.16: Typische Erscheinungsformen von Gleitverschleiß

Wälzverschleiß fasst die beim Rollen oder Wälzen auftretenden Verschleißarten zusammen. Der dominierende Verschleißmechanismus ist dabei die Oberflächenzerrüttung. In den Kontaktpartnern von Kugellagern ergeben sich infolge der Kontaktgeometrie *Hertz'sche* Flächenpressungen, wobei das Spannungsfeld aus der Überlagerung von Normalspannungen durch die wirkenden Belastungskräfte und Tangentialspannungen durch die wirkenden Reibungskräfte resultiert. In den Oberflächenbereichen der Kontaktpartner treten durch Mehrfachüberrollungen mit wechselnder mechanischer Beanspruchung Gefügeveränderungen, Rissbildungs- und Risswachstumsvorgänge auf. Durch Abtrennung von Verschleißpartikeln bleiben an der Kontaktfläche häufig so genannte „Grübchen“ oder „Pittings“ zurück. Die Grübchenbildung stellt eine der Hauptursachen des Ausfalls von Wälzlagern dar [BRO82].

Infolge der hohen Druckspannungen im Wälzkontakt treten lokale plastische Verformungen auf, die zunächst zur Verfestigung und dann auf Grund der Aufstauung von Versetzungen zur Rissbildung führen können. Versetzungen sammeln sich z.B. vor harten oxidischen Einschlüssen in Wälzlagereisen an, was durch eine Erhöhung der Reinheit des Stahls verhindert werden kann. Dem Einfluss der hohen Druckspannungen können nur Materialien mit einer hohen Festigkeit und damit auch einer hohen Härte entgegenwirken. Dabei beeinflusst eine hohe Härte des Werkstoffs die Gebrauchsdauer des tribotechnischen Systems nicht immer positiv. Mit steigender Härte nimmt zwar einerseits die plastische Verformung und somit die Verfestigung ab, aber der Beginn der Rissbildung wird verzögert. Andererseits kann ein harter Werkstoff, wenn ein Riss entstanden ist, die Spannungskonzentration an der Risspitze nicht durch plastische Verformung abbauen, wodurch das Risswachstum begünstigt wird. Für ein günstiges Verschleißverhalten muss also die Werkstoffhärte von Wälzkörpern für den Anwendungsfall optimiert werden [CZI03].

2.3 Wälzlagerschmierung

Durch die Anwendung von Schmierstoffen in Wälzlagern soll Reibung und Verschleiß in tribotechnischen Systemen vermindert werden, da der unmittelbare Kontakt von Grund- und Gegenkörper durch einen hydrodynamischen Schmierfilm oder eine schützende Reaktionsschicht unterbrochen wird. Einerseits wird der Verschleiß an Kontaktstellen mit gleitenden Bewegungsanteilen vermindert bzw. verhindert. Andererseits erfolgt der Abbau von Spannungsspitzen und zusätzlichen Reibungsschubspannungen an der Oberfläche der Wälzkontakte, die zu vorzeitiger Ermüdung führen können. Schmierstoffe dienen ferner dem Korrosionsschutz und der Kühlung, indem sie die Abfuhr der Verlustleistung aus dem Lager unterstützen (nur mit Ölen bei ausreichender Durchströmung möglich) [BEI01].

2.3.1 Schmierstoffe

Schmierstoffe liegen in unterschiedlichen Aggregatzuständen vor und kommen als Schmieröle, Schmierfette oder Festschmierstoffe zum Einsatz. Gelegentlich werden auch Wasser, flüssige Metalle oder Gase als Schmierstoffe verwendet, wobei die Betriebsbedingungen die Bildung eines die Kontaktpartner trennenden, hydrodynamisch bzw. aerodynamisch erzeugten Schmierfilmes zulassen. Abbildung 2.17 stellt die Einsatzbereiche unterschiedlicher Schmierstoffe dar, wobei Pulver, Gleitlacke und Pasten Festschmierstoffe sind [ZEC02].

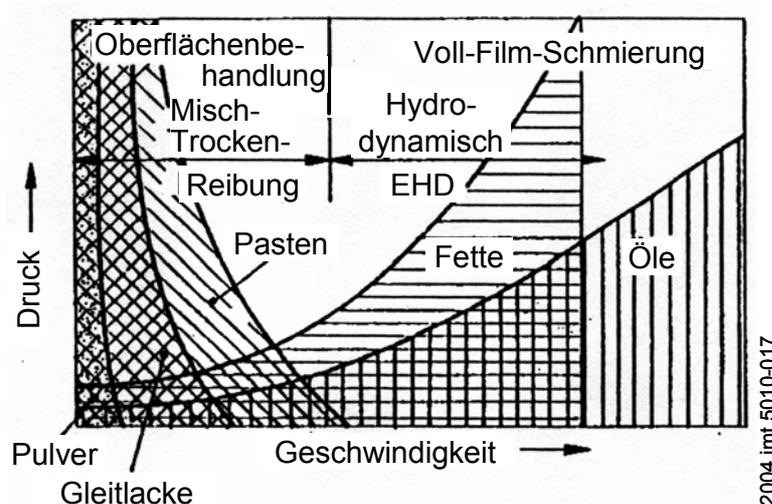


Abbildung 2.17: Einsatzbereich von Schmierstoffen [ZEC02]

Ausführliche Beschreibungen der Eigenschaften und des Betriebsverhaltens von Schmierstoffen werden von *Mang* und *Dressel* gegeben [MAN01]. Nachfolgend wird nur auf die wichtigsten, für tribologische Anwendungen im Wälzlager relevanten Eigenschaften von Schmierölen, Schmierfetten und Festschmierstoffen eingegangen.

Schmieröle (Grundöle)

Schmieröle, oder auch Grundöle genannt, werden je nach Herkunft in Mineralöle, tierische und pflanzliche Öle sowie synthetische Öle unterteilt. Mineralöle be-

sitzen mit einem Anteil von 95 Prozent der weltweiten Schmiermittelproduktion die größte Bedeutung, da sie über einen großen Einsatz- und Betriebsbereich adäquate Schmiereigenschaften bei geringen Herstellungskosten bieten [BAR00]. Mineralöle werden aus Erdöl oder Kohle gewonnenen und sind komplizierte Gemische aus Kohlenwasserstoffen und heterozyklischen Verbindungen unterschiedlicher chemischer Struktur. Daneben enthalten sie in geringen Mengen Sauerstoff-, Stickstoff-, Schwefel- und in Spuren metallorganische Verbindungen. Die Zuordnung von Strukturinkrementen wie z.B. Paraffin, Naphthen oder Aromat ist verantwortlich für die Bezeichnung der verschiedenen Mineralöle (siehe Abbildung 2.18 und Tabelle 2-3).

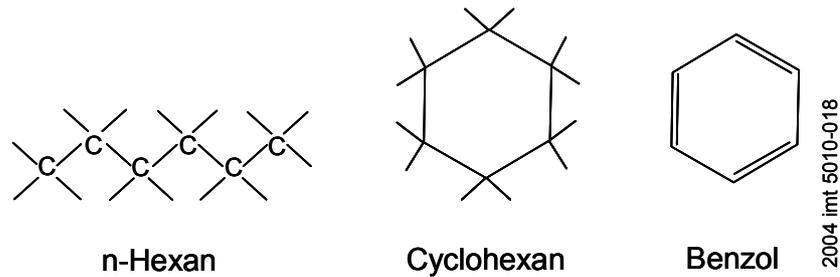


Abbildung 2.18: Grundbausteine der Kohlenwasserstoffe aus Mineralölen

Paraffinbasierte Mineralöle bestehen zu 75 Prozent aus langen, kettenförmigen, gesättigten Kohlenwasserstoffen und sind reaktionsträge. Paraffine mit freier Rotation um die C-C Bindung sind sperrig und haben einen großen Platzbedarf. Naphthenbasierte Öle bestehen zu mindestens 70 Prozent aus ringförmigen, gesättigten Kohlenwasserstoffen und sind ebenfalls reaktionsträge. Die Bauform naphthenischer und aromatischer Moleküle ist kugelig und von geringem Platzbedarf.

Tabelle 2-3: Strukturabhängige Eigenschaften von Grundbausteinen der Kohlenwasserstoffe aus Mineralölen [BAR94]

Kohlenwasserstoff	Paraffin	Naphthen	Aromat
Bezeichnung	n-Hexan	Cyclohexan	Benzol
Summenformel	C_6H_{14}	C_6H_{12}	C_6H_6
Molekulargewicht	86 g/mol	84 g/mol	78 g/mol
Dichte (20 °C)	0,664 g/ml	0,779 g/ml	0,879 g/ml
Viskosität (20 °C)	0,326 cP	0,977 cP	0,652 cP
Siedetemperatur	69 °C	81 °C	80 °C
Schmelztemperatur	-95 °C	6,5 °C	5,5 °C

Die Bauform der Moleküle und somit deren zwischenmolekulare Wechselwirkungen beeinflussen wesentlich die strukturabhängigen Eigenschaften wie Dichte, Viskosität, Siede- und Schmelzpunkt (siehe Tabelle 2-3). Zwischen den Paraffinmolekülen, die sehr eng aneinander gelagert werden können, herrschen die größten Anziehungskräfte. Diese wirken sich in hohen Siedetemperaturen, Schmelzpunkten und geringerer Abhängigkeit der Viskosität von der Temperatur aus.

Tierische und pflanzliche Öle (z. B. Rizinusöl, Olivenöl, Fischöl) werden nur für spezielle Anwendungen verwendet. Synthetische Öle wie z.B. Polyalphaolefine (PAO), Esteröle und Silikonöle kommen bei hohen Temperaturen und zur Reibungsminderung von Verbrennungsmotoren zum Einsatz.

Polyalphaolefine sind synthetisch hergestellte parafinähnliche Substanzen, die nur aus Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen bestehen. Sie werden durch Polymerisation und Hydrierung von Olefinen hergestellt und unterscheiden sich untereinander in der Kettenlänge, dem Verzweigungsgrad sowie der Position der Verzweigung. Esteröle werden durch die Reaktion eines Alkohols mit einer organischen Säure gewonnen und sind deshalb sauerstoffhaltige Verbindungen. Synthetische Öle eignen sich besonders für den Einsatz unter extremen Bedingungen, wie hohe oder tiefe Temperaturen, niedrige oder hohe Drehzahlen und aggressive Umwelteinflüsse [WUN90, MAN01]. Zu den wesentlichen Vorteilen synthetischer Öle gegenüber Mineralölen zählen eine verbesserte thermische und oxidative Beständigkeit sowie ein verbessertes Viskositäts-Temperaturverhalten. Nachteile synthetischer Öle gegenüber Mineralölen sind ein oftmals schlechterer Korrosionsschutz, eine häufig schlechtere Verträglichkeit mit anderen Werkstoffen, ein vielfach toxisches Verhalten, eine meist schlechtere Löslichkeit für Additive und höhere Herstellungskosten.

Da eine wesentliche Aufgabe von Schmierölen die Reibungsverminderung ist, stellt die Viskosität eine kennzeichnende Eigenschaft des Schmieröles dar. Der Begriff Viskosität wurde bereits 1687 von *Newton* als innere Reibung zwischen den Molekülen eines strömenden Mediums definiert. Eine Fläche A wird mit der Geschwindigkeit v im Abstand h parallel zu einer anderen Fläche verschoben. Im Spalt zwischen den beiden Flächen befindet sich ein viskoses Medium. Die Flüssigkeit setzt der Scherung infolge der inneren Reibung einen Widerstand entgegen, der als dynamische Viskosität η bezeichnet wird:

$$\eta = \frac{\tau}{D} \quad (\text{Gl. 2-5})$$

Die Schubspannung $\tau = F/A$ und das Scher- bzw. Geschwindigkeitsgefälle $D = v/h$. Die Viskosität η hängt vom Druck p , von der Temperatur T und vom Schergefälle D ab. Die Viskosität von Schmierölen nimmt mit steigender Temperatur ab, so dass bei jeder Viskositätsmessung die Temperatur angegeben werden muss. Besteht keine Abhängigkeit der Viskosität vom Schergefälle D , so spricht man von newtonschen Schmierölen, während bei einer Anhängigkeit der Viskosität vom Schergefälle Schmieröle als nicht-newtonsche Flüssigkeiten bezeichnet werden. Nimmt die Viskosität mit steigendem Schergefälle ab, so handelt es sich um strukturviskose

Öle. Der Zusatz von Additiven zu newtonschen Grundölen kann Strukturviskosität hervorrufen, z.B. führt der Zusatz von Polymeren zu Motorenölen zur Verbesserung des Viskositätsindex.

Schmierfette

Im Bereich der Wälzlagerschmierung werden 90 Prozent aller Wälzlager mit Schmierfett betrieben [BEI01]. In vielen Einsatzbereichen besitzen Schmierfette auf Grund ihrer Konsistenz erhebliche Vorteile gegenüber Ölschmierung. Fette haben die Eigenschaft, in der Schmierstelle zu verbleiben und als Abdichtung gegen Verunreinigungen zu wirken. Sie werden im Gegensatz zu Schmierölen in der Regel nur einmal in die Schmierstelle eingebracht (Lebensdauerschmierung) oder in entsprechend langen Intervallen ergänzt bzw. erneuert [BER02, KAR02].

Nach DIN 51825 sind Schmierfette konsistente Schmierstoffe, die aus Mineralöl und/oder Syntheseöl und einem Dickungsmittel (meist einer Seife) bestehen. Sie können ferner Additivkomponenten enthalten. Physikalisch betrachtet gehören Schmierfette zu den kolloidalen Suspensionen von Festkörpern in Flüssigkeiten. Obwohl Schmierfette rein äußerlich als homogene Stoffe erscheinen, können ihre Bestandteile in drei Komponentengruppen zusammengefasst werden:

- Grundöle (Mengenanteil von 65 bis 97 Prozent)
- Verdicker (Mengenanteil von 3 bis 35 Prozent)
- Additive (Mengenanteil von 0 bis 10 Prozent)

Die Eigenschaften der Schmierfette werden im Wesentlichen durch Art und Viskosität des Grundöls beeinflusst. Die eingesetzten Grundöle müssen chemisch neutral und reaktionsträge sein, damit sie nicht mit den anderen Systemkomponenten (Schmierfettbestandteilen, Lager- und Dichtungswerkstoffe) reagieren. Eine steigende Viskosität verringert die Verdampfungsverluste, verbessert das Haftungsvermögen, die Korrosionsschutzeigenschaften und die Resistenz gegen Wasser. Andererseits werden das Kälteverhalten, die Förderbarkeit und das Nachfließen verschlechtert. Die Oxidationsbeständigkeit und die Zersetzungstemperatur bestimmen die obere Grenze der Anwendungstemperatur und die Schmierfettgebrauchsdauer [GFT93, GFT03, MAN01].

Je nach Art des Verdickers unterscheidet man zwischen Natriumfetten, Lithiumfetten, Calciumfetten, Aluminiumfetten, Bariumfetten und Komplexfetten. Als Verdicker werden einfache Metallseifen oder Komplekseifen eingesetzt. Einfache Metallseifen sind die neutralen Salze der natürlich vorkommenden, langkettigen Fettsäuren und deren hydrierte Formen mit den jeweiligen Metallen. Entsprechend ihrer Art und der Abkühlung während des Herstellungsprozesses bilden Metallseifen so genannte Fibrillen unterschiedlicher Form und Größe aus, die das mechanisch-dynamische Verhalten bestimmen. In diesem faserförmigen Gerüst wird das Grundöl festgehalten. Bei der Wälzlagerschmierung soll das Schmierfett durch langsame Abgabe des Grundöls (Ölabscheidung) über einen längeren Zeitraum hinweg ausrei-

chend Schmierstoff zur dauerhaften Minderung von Reibungs- und Verschleißvorgängen zur Verfügung stellen. Weiterhin müssen die Schmierfette mechanisch stabil sein, gegen Wasser und Fremdpartikel abdichten, ein gutes Haftvermögen besitzen sowie gegen Korrosion schützen [KLA82, BAR96, BAR00].

Eine Unterteilung der Schmierfette erfolgt in Tabellenwerken nach Art des Verdickers und der wichtigsten Fetteigenschaften, wie z.B. Temperatureinsatzbereich, Tropfpunkt, Korrosionsschutzwirkung, Wasserbeständigkeit, Walkbeständigkeit, etc.. Das Fließverhalten von Schmierfetten wird durch Konsistenzklassen charakterisiert. Die Konsistenz ist die Eigenschaft eines Schmierfettes, der Verformung durch von außen einwirkende Kräfte einen Widerstand entgegenzusetzen. Die Konsistenz wird durch die Art und Viskosität des Grundöls, die Art und Menge des Verdickers sowie den Herstellungsprozess bestimmt. Die Einteilung erfolgt in Konsistenzklassen 0 bis 6, die vom National Lubricating Grease Institute (NLGI) in den USA festgelegt wurden. Für die Wälzlagerschmierung werden hauptsächlich Fette der NLGI-Klassen 1 bis 4 verwendet [FRA99, CZI03].

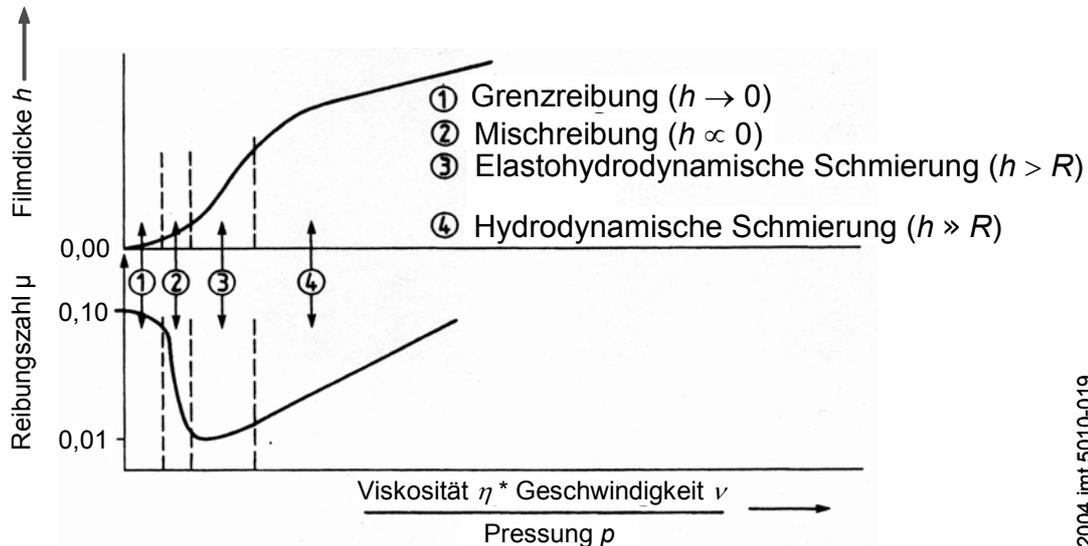
Festschmierstoffe

Festschmierstoffe haben große technische Bedeutung, da sie Schmierung unter extremen Bedingungen wie z.B. Vakuum, sehr hohen oder tiefen Temperaturen, hohen Flächenpressungen, Vibrationen, kleine Geschwindigkeiten, in aggressiven Medien, etc. ermöglichen. Während ein viskoser oder konsistenter Schmierstoff durch die hydrodynamisch wirksame Geschwindigkeit seine „oberflächentrennende Wirkung“ aufbauen muss, sind Festschmierstoffe auch bis zum Stillstand wirksam. Unter Betriebsbedingungen, bei denen normalerweise Mischreibung vorliegt, sorgt ein Festschmierstoff für vollständige Oberflächentrennung und somit für Verschleißschutz. Durch den Einsatz von Festschmierstoffen entfallen während der Bauteillebensdauer ferner auch die Nachteile der Schmierstoffoxidation, das Cracken, das Auslaufen aus der Schmierstelle sowie die reaktiven Veränderungen der Bauteiloberflächen. Außerdem können Festschmierstoffe bis zu einem Temperaturbereich von + 550 °C eingesetzt werden. Nach *Wäsche* und *Habig* können Festschmierstoffe in folgende Gruppen unterteilt werden [WÄS89]: Verbindungen mit Schichtstruktur (Graphit, Molybdänsulfid), oxidische und fluoridische Verbindungen der Übergangs- und Erdalkalimetalle (Titandioxid, Calciumfluorid), weiche Metalle (Blei, Indium, Silber, Zinn) und Polymere (PTFE, Polyimid).

Da Festschmierstoffe (bis auf Polymere) stabile anorganische Verbindungen sind, greifen sie Metalloberflächen nicht an und reagieren nicht mit organischen Materialien (wie z.B. Kunststoffe oder Schmierstoffbestandteile). Festschmierstoffe können ebenfalls, wie Additive, als Zusatz von Schmierstoffen verwendet werden. Dabei unterscheidet sich ihr Wirkmechanismus grundsätzlich von dem der chemischen Additive und wird ausgiebig von *Czichos* und *Woydt* erläutert [CZI03, WOY03]. Ausführliche Darstellungen zum Einsatzbereich und tribologischen Verhalten von Polymeren geben *Uetz* und *Wiedemeyer* sowie *Friedrich* und *Santer* [UET85, FRI86, SAN89].

2.3.2 Schmierzustände

Im geschmierten tribotechnischen System werden in Abhängigkeit von der geometrischen Gestaltung und Anordnung der Kontaktpartner, ihrer Oberflächenrauheit, der Schmierstoffviskosität, der Geschwindigkeit und der Belastung unterschiedliche Reibungs- und Schmierzustände durchlaufen. Diese können anhand der *Stribeck-Kurve* erläutert werden [STR02] (siehe Abbildung 2.19).



2004 imt 5010-019

Abbildung 2.19: *Stribeck-Kurve* (schematische Darstellung) [BEI01]

Die *Stribeck-Kurve* gibt die Reibungszahl μ als Funktion einer Parameterkombination aus Ölviskosität η , Geschwindigkeit v und Pressung p wieder. Voraussetzung ist, dass die Anordnung der Kontaktpartner in Strömungsrichtung des Öles die Bildung eines sich verengenden Spaltes zulässt. Mit steigender Schmierfilmdicke h , die mit wachsenden Werten der Parameterkombination zunimmt, werden nachfolgend beschriebene Reibungs- bzw. Schmierzustände durchlaufen:

Die Grenzreibung ist ein Sonderfall der Festkörperreibung, bei der die tribologisch beanspruchten Oberflächen mit einer Adsorptionsschicht aus Schmierstoffmolekülen bedeckt sind. Die Belastung erfolgt vollständig an den kontaktierenden Rauheitsspitzen der Tribopartner, während die Scherung an den adsorbierten Schmierstoffmolekülen eintritt.

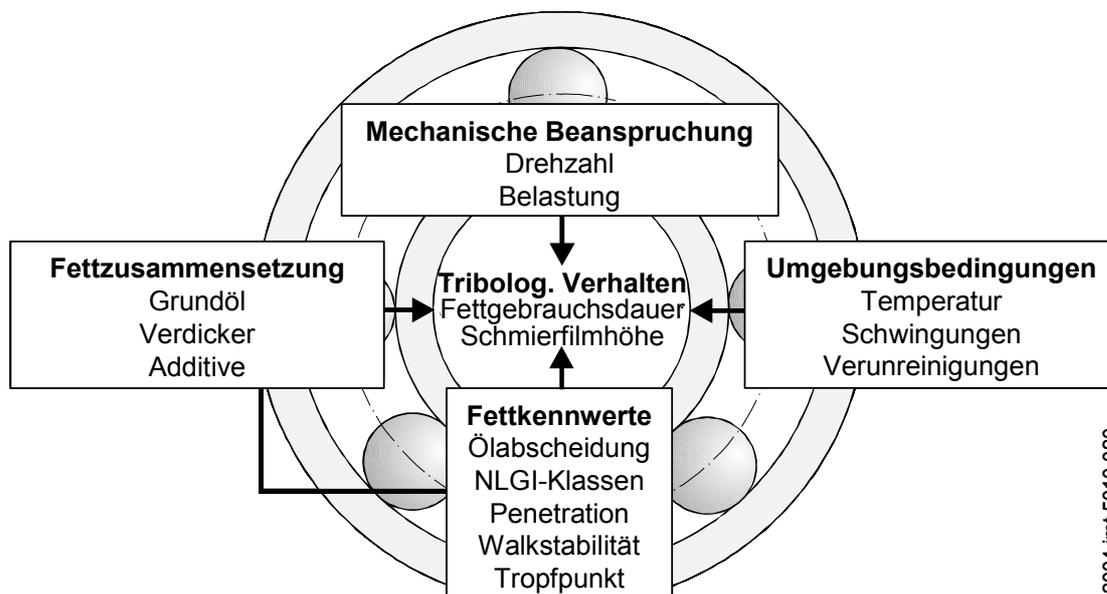
Bei der Mischreibung erfolgt ein Teil der Belastungsaufnahme durch den elastohydrodynamischen oder hydrodynamischen Schmierfilm. Der andere Teil der Belastung wird von den kontaktierenden Rauheitsspitzen aufgenommen.

Die elastohydrodynamische Schmierung resultiert aus der elastischen Deformation der Kontaktpartner, die zu einer Veränderung der Schmier-spaltgeometrie führt, und der Änderung der Schmierstoffkennwerte (Zunahme von Ölviskosität und Dichte) mit steigendem Druck. Die Schmierfilmdicke ist in der Regel gering.

Bei der hydrodynamischen Schmierung sind Grund- und Gegenkörper durch einen tragfähigen Schmierfilm voneinander getrennt, der mit den äußeren Lasten im Gleichgewicht steht.

2.3.3 Schmierfettgebrauchsdauer

Seit Jahrzehnten befassen sich Lager- und Schmierstoffhersteller mit der Schmierfettgebrauchsdauer, da diese einen entscheidenden Einfluss auf die Leistungsfähigkeit des Lagers hat. Die übergeordnete Zielsetzung ist dabei immer noch die Lebensdauerschmierung eines Wälzlagers [BER02]. Die Lebensdauer von Schmierfetten wird durch die mechanische Beanspruchung, die oxidative Fettalterung und Umwelteinflüsse begrenzt (siehe Abbildung 2.20). Die Gebrauchsdauer eines Schmierfettes umfasst definitionsgemäß den Zeitraum vom Anlauf bis zum Ausfall eines Lagers infolge eines Versagens der Schmierung. Ist die Gebrauchsdauer eines Schmierfettes gleich oder größer als die Ermüdungslebensdauer des Lagers, so wird das Lager als wartungsfrei bezeichnet und es liegt Dauerschmierung vor. Die Schmierfettgebrauchsdauer hängt im Wesentlichen von der Fettmenge, der Fettzusammensetzung (Grundölviskosität, -art, Verdickerart, -anteil, Additive), von der Konstruktion (Lagerbauart, -größe, Fettzuführung, -austritt, Wellenanordnung, Wärmeabfuhr, etc.) sowie von den Betriebsbedingungen (Drehzahl, Temperatur, Belastung, Umwelteinflüssen, etc.) ab [FRA99b, GFT93, GFT03].



2004 imt 5010-020

Abbildung 2.20: Einflussfaktoren auf die Schmierfettgebrauchsdauer in fettgeschmierten Wälzlagern [FRA99b]

Die Schmierfettgebrauchsdauer wird in der Regel nur empirisch durch Laborversuche mit genormten Prüfständen ermittelt. Diese Versuche werden rein statistisch ausgewertet, wobei trotz gleicher Versuchsbedingungen mit einer Streuung der Fettlaufzeiten bis zu einem Faktor von zehn zu rechnen ist. Fettgebrauchsdauern lassen sich deshalb nur für eine gewisse Ausfallsteilheit angeben [KÜH04]. *Gafitanu et al.* entwickelten eine Formel zur Berechnung der Schmierfettüberlebenswahrscheinlichkeit.

scheinlichkeit S_0 , welche bei einem laufenden Versuchsansatz eine indirekte Abschätzung der verbleibenden Fettgebrauchsdauer ermöglicht. Ferner ist eine vereinfachte Abschätzung der Fettgebrauchsdauer t in Abhängigkeit vom verwendeten Grundölyp (mineralisch oder synthetisch), der Lagerdrehzahl und der Betriebstemperatur möglich [FAR98, GAF98].

Für die Auswertungen der Schmierfettgebrauchsdauern kam im vorliegenden Fall das am Institut für Maschinenelemente, Konstruktionstechnik und Tribologie (IMKT) entwickelte Programme MaLiKon zum Einsatz. Dieses Programm berechnet Schmierfettgebrauchsdauern F für eine frei wählbare Ausfallwahrscheinlichkeit. Im Rahmen der Untersuchungen wurden die Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} und F_{50} für Ausfallwahrscheinlichkeiten von 10 Prozent und 50 Prozent und die Ausfallsteilheiten β für einen Vertrauensbereich von 90 Prozent berechnet. Die Fettgebrauchsdauer F_{10} besagt dabei, dass 90 Prozent aller Lager noch funktionsfähig sind, während bei einer Fettgebrauchsdauer F_{50} 50 Prozent aller Lager betriebsbereit vorliegen [KÜH04]. Mit Hilfe der *Maximum-Likelihood-Methode*, einem statistischen Verfahren zur Abschätzung der Verteilung von Messdaten, können bei dem Berechnungsprogramm MaLiKon auch kleine Stichprobenanzahlen berücksichtigt werden, da die Gültigkeit des zentralen Grenzwertsatzes (Stichprobenumfang $>30 \dots 100$) für den Vertrauensbereich bei diesem Verfahren nicht vorausgesetzt wird. Zusätzlich können die Entnahmezeiten der Prüflager berücksichtigt werden, die bis zur Abschaltung des Prüfstands nicht ausgefallen sind [ZAB04b].

2.3.4 Additive

Die Entwicklung moderner Schmierstoffe, deren richtige Anwendung und deren optimale Anpassung an die Anwendung sind von erheblicher wirtschaftlicher Bedeutung. Um die Betriebseigenschaften von Schmierstoffen zu verbessern, werden Schmierstoffen Additive zugesetzt. Additive sind per Definition nach *Bartz* synthetische Wirkstoffe, die dem Grundöl zugemischt werden, um diesem Eigenschaften zu verleihen, diese zu verstärken oder zu unterdrücken, die es ohne Zusätze nicht oder nur mangelhaft gehabt hätte [BAR84]. Es handelt sich hierbei um Chemikalien, die meist öllöslich sind und Mineral- oder Syntheseölen zugegeben werden. Die Wirkung dieser Chemikalien ist nur so lange gewährleistet, wie sich das Additiv im Schmierstoff befindet. Da die Additive über die Zeit verbraucht werden, lässt sich demnach nur eine Verzögerung des Schmierstoffzerfalls, nicht aber ein vollständiger Schutz erzielen. Für den Endanwender ist von Bedeutung, wann die additivierende Wirkung nachlässt, damit rechtzeitig ein Austausch des Schmierstoffes stattfinden kann. Bei Schmierfetten handelt es sich um eine Suspension aus einer festen und einer flüssigen Phase. Die feste Phase ist der Verdicker, der je nach geforderter Penetrationsklasse bis zu 30 Prozent betragen kann. Die flüssige Phase, das Grundöl, ist bis zu 90 Prozent im Schmierfett enthalten. Den geringsten Anteil stellen die Additive mit bis zu 10 Prozent dar. Die Additive, die in der Schmierstofftechnik verwendet werden, können in eine Vielzahl von Gruppen unterteilt werden [CZI03]. Wesentliche Additive sind:

- Antioxidantien (Oxidationsinhibitoren)
- Schauminhibitoren
- Viskositätsindex-Verbesserer
- Korrosionsinhibitoren
- Metalldesaktivatoren
- Verschleißschutzwerkstoffe
- Fressschutzwerkstoffe (EP-Zusätze)
- Reibungsveränderer (Friction Modifier)
- Haftverbesserer

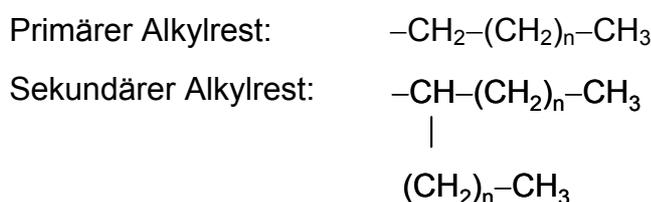
Durch gezielte Kombination von Additiven können Schmierfette in einem hohen Maß an einen gewünschten Anwendungsfall angepasst werden. Ohne diese Additive erbringen heutige Schmierstoffe nur einen deutlich geringeren Teil ihrer Leistungsfähigkeit. Eine detaillierte Übersicht über Additive, deren Einsatzgebiete und Wirkungsweise liefert *Bartz* [BAR00]. Dabei kann zwischen zwei Arten von Additiven unterschieden werden:

Einerseits gibt es Additive, die das Grundöl gegen Oxidation, Alterung und Schaumbildung schützen sowie sein Viskositäts-Temperatur-Verhalten verbessern (z.B. Antioxidantien, Antischaumzusätze, Viskositätsindex-Verbesserer). Andererseits existieren Additive, die ihre Wirksamkeit auf die Metalloberflächen im Tribosystem konzentrieren, gegen Verschleiß und Korrosion schützen sowie die Reibung verändern (z.B. Korrosionsinhibitoren, Metalldesaktivatoren, Verschleißschutzwerkstoffe, Fressschutzwerkstoffe, Reibungsveränderer).

Bei der Herstellung von Schmierstoffen werden meist Additive kombiniert, da die angestrebten Schmierstoffeigenschaften nur selten durch den Einsatz eines einzelnen Additivs erreicht werden. Die Komponenten solcher Additivkombinationen können sich in ihrer Wirkung gegenseitig unterstützen und Synergieeffekte zeigen oder durch gegenseitige Störung antagonistische Effekte hervorrufen [BAR00].

Einfluss der Alkylgruppe auf die Additiveigenschaften

Um optimale Gebrauchseigenschaften von Additiven zu erzielen, muss nicht nur deren funktionelle Gruppe, sondern auch deren angelagerter Kohlenwasserstoffrest sorgfältig ausgewählt werden. Dieser Rest ist in den meisten Fällen eine Alkylgruppe, die die Löslichkeit im Grundöl sicherstellt. Dabei ist nicht nur das Molekulargewicht, sondern auch die Struktur der Alkylgruppe von großer Bedeutung.



Bei phenolischen Antioxidantien kann die Elektronendichte und die sterische Hinderung am phenolischen Sauerstoff durch geeignete Substituentenauswahl beeinflusst werden [MUE79]. Handelsübliche phenolische Antioxidantien besitzen in Orthoposition zwei tertiäre Butylgruppen und sind auf Grund dieser sterischen Hinderung in der Lage, die bei der Oxidation des Schmierstoffes gebildeten Peroxidradikale durch Wasserstoffübertragung abzufangen und über energieärmere Inhibitorradikale zu inerten Verbindungen weiter zu reagieren (siehe Abbildung 2.21). Stehen die Substituenten in Paraposition, werden Elektronendichte und die Flüchtigkeit beeinflusst.

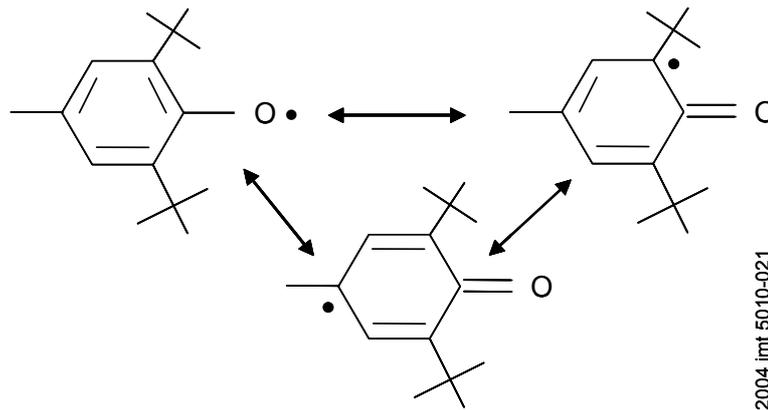


Abbildung 2.21: Mesomeriestabilisierung der π -Elektronen eines phenolischen Antioxidans bei der Radikalbildung

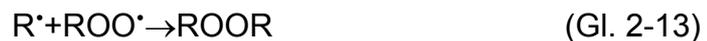
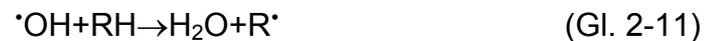
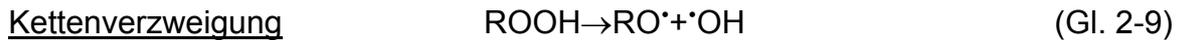
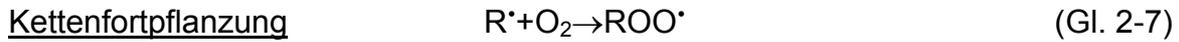
Autoxidation

Im geschmierten Tribosystem bzw. in Schmierstoffkreisläufen kann die Anwesenheit von Sauerstoff und Wasser nicht ausgeschlossen werden, was Öloxidation und Korrosion von Metalloberflächen zur Folge hat. Korrosion führt zur Bildung von Metalloxiden und Materialverlust. Bei der Oxidation einer oder aller Bestandteile des Schmierfettes (Grundöl, Additiv und Verdicker) werden Säuren gebildet, die bei fortschreitender Alterung zur Bildung von ö unlöslichen Kondensaten und Polymerisaten führen. Da bei fettgeschmierten Wälzlagern in der Regel ein Luftstrom durch die Lagerung nicht verhindert werden kann und viele Lagertypen und Dichtungsarten eine Pumpwirkung besitzen, wird die Oxidation noch unterstützt. Die Oxidation von Schmierstoffen wird auch als Alterung bezeichnet.

Unbehandelte Grundöle enthalten eine geringe Menge an natürlichen Oxidationsinhibitoren, wie Schwefel- und Stickstoffverbindungen, sowie polyzyklische Aromaten. Diese werden aber bei der Raffination der Grundöle zu einem hohen Prozentsatz entfernt [BAR84]. Die ursprünglichen Eigenschaften können durch gezielte Zugabe von Additiven wieder hergestellt und deutlich verbessert werden.

Bolland und *Gee* schlugen bereits 1946, basierend auf Untersuchungen mit niedermolekularen gesättigten Kohlenwasserstoffverbindungen in flüssiger Phase, nachfolgend beschriebenen Reaktionsmechanismus des Oxidationsprozesses von Schmierstoffen vor. Die grundlegende Vorstellung über den bei der Autoxidation (sich

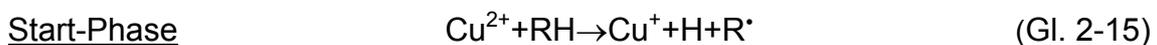
selbst beschleunigende Oxidation) von Schmierfetten ablaufenden, komplexen Radikalkettenmechanismus lässt sich durch folgende Phasen und Reaktionsgleichungen veranschaulichen [BOL46]. Dabei kennzeichnet das Symbol R Alkylreste bzw. organische Molekülreste und das Symbol \cdot beschreibt den radikalischen Zustand.

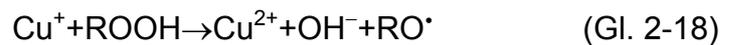


Der exakte Mechanismus der Startreaktion ist bisher noch nicht eindeutig geklärt und wird heute kontrovers diskutiert. Es wird angenommen, dass das primäre Alkylradikal $\text{R} \cdot$ durch Aufnahme von Energie oder durch katalytische Wirkung an Metallionen (Eisen- oder Kupferionen) gebildet wird. Diese erste Phase der Autoxidation, die Oxidation von Alkylradikalen, läuft im Allgemeinen sehr langsam ab (Induktionsperiode). Es können nur geringfügige Veränderungen im Schmierstoff analysiert werden. Durch ausreichende Zugabe von Antioxidantien (Oxidationsinhibitoren) kann die Dauer der Induktionsperiode um Größenordnungen verlängert werden.

Da die Lebensdauer des Alkylradikals $\text{R} \cdot$ sehr kurz ist, sind die Peroxidradikale $\text{ROO} \cdot$ verantwortlich für die Kettenfortpflanzung. Am stabilsten sind die Peroxidradikale tertiärer Kohlenstoffe, so dass bei ausreichend hoher Sauerstoffkonzentration im Öl und Konzentration von Peroxidradikalen die Reaktion Gl. 2-8 schneller als die Reaktion Gl. 2-7 abläuft.

Die Schlüsselreaktion Gl. 2-9 der Kettenverzweigung ist der monomolekulare Zerfall von Hydroperoxiden ROOH . Diese Reaktion benötigt eine hohe Aktivierungsenergie und läuft erst bei Temperaturen über 150°C ab. Bei Anwesenheit von katalytisch wirkenden Schwermetallionen (z.B. $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$, $\text{Cu}^+/\text{Cu}^{2+}$, $\text{Mn}^{2+}/\text{Mn}^{3+}$ Redoxsysteme) wird die Aktivierungsenergie herabgesetzt und bereits bei sehr viel niedrigeren Temperaturen die Reaktionskette der Oxidation ausgelöst (Gl. 2-15 bis Gl. 2-18).

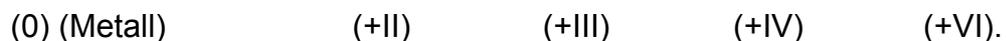




Die bei der Autoxidation gebildeten Radikale RO^\bullet und $^\bullet\text{OH}$ sind genau wie die Peroxidradikale zur Reaktion mit RH fähig (Gl. 2-10 und Gl. 2-11) und können neue Reaktionsketten initiieren. Die Oxidationsgeschwindigkeit erhöht sich dadurch erheblich, was zur Bildung saurer Oxidationsprodukte und bei fortschreitender Alterung zur Bildung von ö unlöslichen Kondensaten und den Polymerisaten führt. Das Auftreten eines freien $^\bullet\text{OH}$ Radikals ist heute umstritten, so dass auch der Reaktionsmechanismus der Kettenverzweigung in dieser Form in Frage gestellt wird, bisher aber kein alternativer Reaktionsmechanismus beschrieben werden kann.

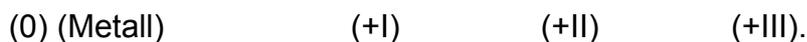
Kettenabbruch erfolgt durch Rekombination von Radikalen (Gl. 2-12, Gl. 2-13 und Gl. 2-14). Allerdings können die in Gleichung 2-13 und 2-14 gebildeten Peroxide wieder zerfallen und neue Radikalketten starten.

Holweger beschreibt, dass die Startprozesse der Autoxidation vor allem durch Reaktionen der Übergangsmetalle (wie z.B. Kupfer und Eisen) mit den Kohlenwasserstoffen der Schmierstoffe beschleunigt werden. Die genauen Reaktionsabläufe sind allerdings bis heute noch nicht erforscht. Wichtig für die Radikalbildung ist die Fähigkeit der Übergangsmetalle, in mehreren Oxidationsstufen vorzukommen. Eisen existiert in folgenden Oxidationsstufen:



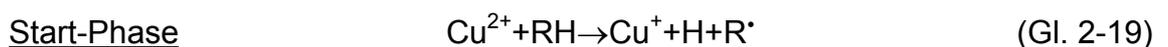
Während die Oxidationsstufen (0), (+II), (+III) und (+VI) stabil sind, ist vierwertiges Eisen ein transients Zustand und wird derzeit als maßgeblicher Faktor für den Startmechanismus der Autoxidationsreaktion angegeben.

Kupfer existiert dagegen in den Oxidationsstufen



Die Oxidationsstufen 0, (+I), (+II) sind stabil und dreiwertiges Kupfer tritt als transiente Spezies auf.

Der einleitende Schritt der Kohlenwasserstoff-Fragmentierung (siehe Gl. 2-19) besteht darin, dass an der Metalloberfläche an oxidischen Defekten eine Abspaltung des Wasserstoffatoms erfolgt. Das freiwerdende Elektron wird zur Reduktion des Übergangsmetalls verwendet.



Ähnliche Prozesse laufen an Eisen und Manganoberflächen ab. Antioxidantien beeinflussen die beschriebenen Prozesse auf mehrere Arten [HOL97].

Wirkungsweise von Antioxidantien

Die Wirksamkeit der Antioxidantien beruht darauf, dass sie die Induktionsperiode verlängern oder den Radikalkettenmechanismus unterbrechen. Bei den Antioxidantien unterscheidet man zwischen zwei Gruppen, den primären und den sekundären Antioxidantien.

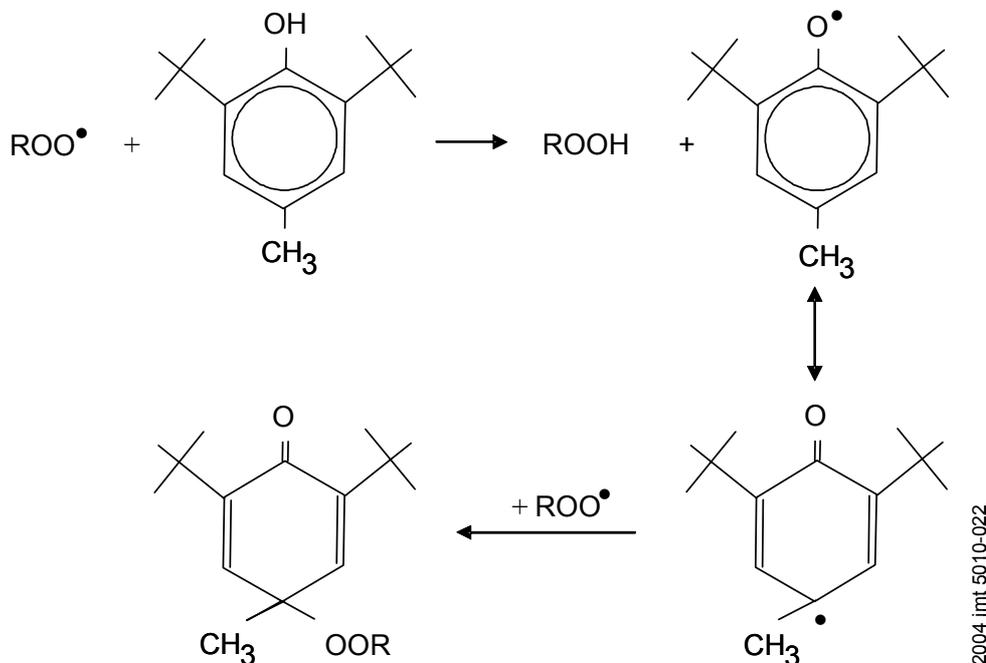


Abbildung 2.22: Wirkmechanismus von sterisch gehinderten Phenolen [BAR00]

Primäre Antioxidantien sind Radikalfänger und Hydroperoxidzersetzer und reagieren rasch mit den Alkylradikalen R• oder den Peroxidradikalen ROO•, so dass die Kettenfortpflanzung verhindert wird. Zu den primären Antioxidantien zählen sterisch gehinderte Phenole und sekundäre, aromatische Amine. Abbildung 2.22 zeigt den Wirkmechanismus von sterisch gehinderten Phenolen am Beispiel eines 2,6-Di-tert.butyl-4-Methylphenols. Durch Wasserstoffübertragung werden zunächst die Peroxidradikale ROO• abgefangen. Die dabei gebildeten Radikale des phenolischen Antioxidans sind relativ energiearm und reagieren nach Resonanzstabilisierung entweder durch Dimerisierung oder Anlagerung eines weiteren Peroxidradikals zu einer inerten Verbindung.

Der Wirkmechanismus von sekundären aromatischen Aminen ist in Abbildung 2.23 am Beispiel des N-Phenyl-1-Naphthylamins dargestellt. Nach der Wasserstoffübertragung auf das Peroxidradikal kann es zur Polymerisation und Bildung hochmolekularer Reaktionsprodukte kommen, wie hier am Beispiel der Dimerisation demonstriert. Diese hochmolekularen Reaktionsprodukte können zu unerwünschten Schlammausscheidungen führen.

Sekundäre Antioxidantien sind schwefel- und/oder phosphororganische Verbindungen, die das Heteroatom in niedrigen Wertigkeitsstufen enthalten. Das Heteroatom hat dabei die Fähigkeit, mit Hydroperoxiden unter Oxidation des eigenen Moleküls zu reagieren. Da sekundäre Antioxidantien im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht wurden, wird auf eine Beschreibung ihrer Wirkmechanismen verzichtet. Diese können bei *Bartz* nachgelesen werden [BAR00].

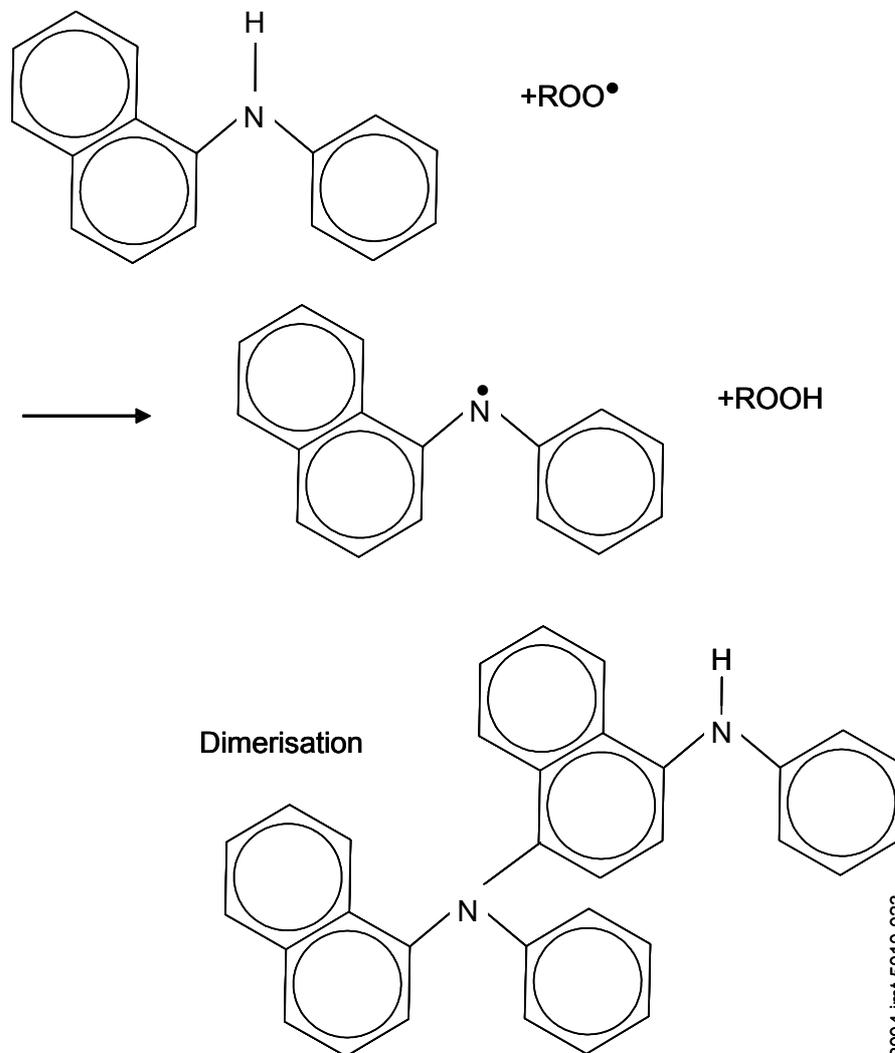


Abbildung 2.23: Wirkmechanismus von aromatischen Aminen [BAR00]

Nach *Geheeb* verändern Additive bzw. Antioxidantien, die in Schmierstoffen zur Reduzierung von Reibung und Verschleiß vor allem im Misch- und Grenzreibungsgebiet eingesetzt werden, die Werkstoffoberflächen und die oberflächennahen Bereiche durch Bildung von Reaktionsschichten. Die Reaktionsschichtbildung ist u.a. vom verwendeten Additiv und der Betriebstemperatur abhängig. Die Wirkung der Reaktionsschichten auf die Lebensdauer der Maschinenelemente muss für den jeweiligen Anwendungsfall in Versuchen ermittelt werden und kann bisher nicht in Tabellenwerken oder einschlägiger Fachliteratur nachgelesen werden [GEH02].

Nach *Holweger* beeinflussen die Antioxidantien die Autoxidation entweder durch Eingriff in die Reaktionskette durch Abfangen der auftretenden Radikale und Bildung stabiler Zwischenstufen oder durch Belegung der Metalloberfläche mit Passivatoren, welche die Übergangsmetallreduktion verhindern [HOL00].

2.3.5 Schmierfilmaufbau

Bei der Fettschmierung von Wälzlagern nimmt in der Regel nur sehr wenig Schmierstoff aktiv am Schmiervorgang in den verschiedenen Kontaktzonen teil. Das Schmierfett wird zum größten Teil aus dem Lager verdrängt und lagert sich als Fettkragen seitlich am Lagerrand ab. Dabei ist die Ausbildung des Schmierfilms im Wälzkontakt wesentlich von der Lagerbauart, der Kontaktgeometrie der Wälzpartner, der Drehzahl, der Belastung, der Temperatur, der Schmierstoffzusammensetzung und der zur Verfügung stehenden Schmierstoffmenge abhängig. Dabei bilden sich im Wälzkontakt drei unterschiedliche Schmierzustände aus (Abbildung 2.24).



Abbildung 2.24: Schmierzustände im Wälzkontakt [FRA99b]

Bei der Vollschmierung oder hydrodynamischen Schmierung werden die Oberflächen durch einen tragenden Schmierfilm getrennt. Teilschmierung bzw. Mischreibung liegt vor, wenn sich auf Grund der Betriebsbedingungen nur ein sehr dünner Schmierfilm ausbildet. Je nach Größe und Oberflächenrauheit der Kontaktflächen stellen sich örtliche Durchbrüche des Schmierfilms mit kontaktierenden Rauheitsspitzen ein. Kommt es zu einem unmittelbaren Kontakt der Oberflächen, wobei diese durch eine Grenzschicht bedeckt sind, handelt es sich um Grenzschnierung.

Alle technischen Oberflächen bilden in Wechselwirkung mit den umgebenden Stoffen eine Grenzschicht, welche die tribologischen Eigenschaften erheblich beeinflussen kann. Für die Bildung der Grenzschicht sind im Wesentlichen Prozesse wie Physisorption, Chemisorption und tribochemische Reaktionen (siehe auch Kapitel 2.2.4) verantwortlich. Grenzschichten entstehen z.B. auch aus Schmierstoffzusätzen (Additiven) bei hohen Temperaturen und Drücken in den Festkörperkontakten. Diese haften auf den metallischen Oberflächen. Der Schichtaufbau am Beispiel metallischer Oberflächen wurde schematisch erstmals von *Schmaltz* 1936 wiedergegeben und hat bis heute Gültigkeit (Abbildung 2.25).

Der Grenzschichtaufbau kann von innen nach außen in die drei Bereiche Grundwerkstoff, innere Grenzschicht und äußere Grenzschicht unterteilt werden. Die innere Grenzschicht setzt sich aus einer an den Grundwerkstoff anschließenden ver-

formten Zone zusammen, deren Eigenschaften vom Fertigungsverfahren abhängig sind.

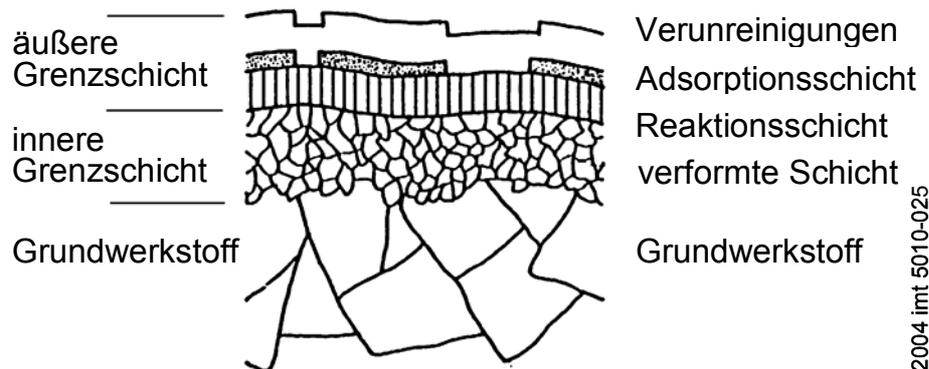


Abbildung 2.25: Grenzschichtaufbau technischer Oberflächen: Schematische Darstellung des Querschnittes einer Metalloberfläche [SCH36]

Die äußere Grenzschicht besteht aus Oxidschichten, Adsorptionsschichten und Verunreinigungen und besitzt meist eine andere chemische Zusammensetzung und andere physikalische Eigenschaften als der Grundwerkstoff. Zum Beispiel weisen Grenzschichten oftmals einen niedrigeren Reibungskoeffizienten als reine Festkörperkontakte auf [CZI03].

Schmierfette besitzen entweder ein nichtnewtonsches oder ein viskoelastisches Fließverhalten. Dabei ist die scheinbare Viskosität von Schmierfetten nicht nur vom Druck und der Temperatur, sondern auch vom Schergefälle, der Scherzeit und der Vorgeschichte abhängig, da bei Schmierungsvorgängen das Seifengerüst Zerschierungs-, Orientierungs- und Neuordnungsvorgängen unterworfen ist. Da die Strukturen der Verdicker in Formationen vorliegen und diese die gleichen Größenordnungen wie die Schmierfilmhöhen im Wälzkontakt (bis $\approx \mu\text{m}$ -Bereich) erreichen können, haben sie einen bedeutenden Einfluss auf die Schmierfilmbildung. Gelangen Faserformationen in den Wälzkontakt, können zeitabhängige und örtliche Störungen des Schmierfilmaufbaus auftreten [KAR02].

Cann und Williamson stellten schematisch das Fettverhalten im Wälzkontakt in einem Diagramm dar (siehe Abbildung 2.26). Der Schmierstoff wird durch die Relativbewegung der Kontaktflächen in die Eintrittszone des Wälzkontaktes befördert und verlässt den Kontakt durch die Austrittszone [CAN92, WIL94]. Durch Flächenpressung zwischen den Kontaktpartnern wird ein Teil des Fettes ebenfalls an den Seiten herausgedrückt und wird dem Wälzkontakt durch molekulare Anziehungskräfte, mechanisch hervorgerufene Fließbewegungen durch Spinbewegungen der Kugeln und Oberflächenspannungseffekten wieder zugeführt [ÅST93]. Wenn das Fett die Eintrittszone erreicht, beginnt das Aufbrechen der großvolumigen Fettstruktur und des verbundenen Grundöls in kleinere Gruppen verwickelter Fasern. Mit zunehmender Scherrate brechen die kleineren Einheiten auf, bis schließlich nur noch einzelne Fasern vorliegen. Diese können sich frei beweglich im Scherfeld ausrichten.

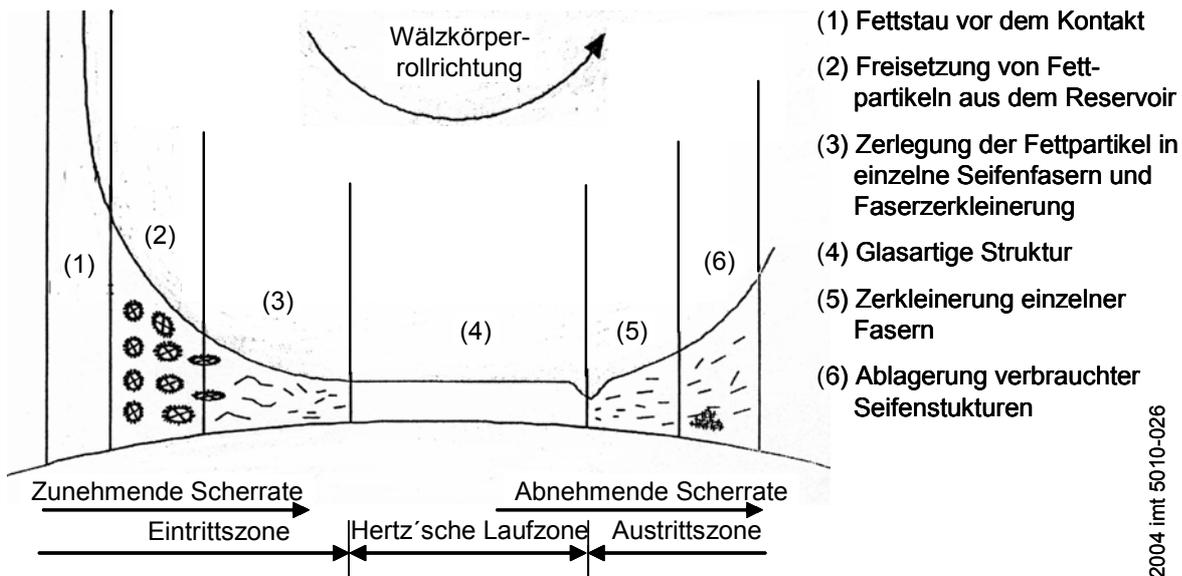


Abbildung 2.26: Fettverhalten im Wälzkontakt (Schematische Darstellung) [KAR02]

In der *Hertz'schen* Kontaktzone liegt dann eine glasartige Fettstruktur vor. Aus diesen Vorgängen resultiert die Verringerung der scheinbaren Viskosität des Schmierfettes und die rheologischen Eigenschaften des Fettes nähern sich denjenigen einzelner Teilchen an, die im Grundöl dispergiert sind. Besitzt das Fett durch kleine Freiräume in der netzartigen Struktur eine hohe Stabilität gegen Scherung, so kann die Verdickerstruktur bis in die Kontaktzone erhalten bleiben und damit zur einer Erhöhung der Schmierfilmhöhe führen. Bei Fetten mit einer niedrigen Scherstabilität kann durch eine vorzeitige und schnelle Zerstörung der Struktur ein Teil der Seifenfasern seitlich durch den Wälzkontakt abfließen und damit zu einer Verringerung der Schmierfilmhöhe führen [CAN92, WIL94, KAR02].

Diese Modellvorstellung besitzt für Vollschmierung Gültigkeit, die aber nur anfangs bei Frischbefettung vorliegt. Dabei werden thermische Einflüsse in der Eintrittszone und die ungleichmäßige Fettverteilung im Wälzkontakt vernachlässigt. In der Eintrittszone und in der Mitte des Strömungsfeldes können auf Grund ungleichmäßig ausgebildeter kinematischer Verhältnisse Schmierungszonen entstehen, die keiner Scherung und damit keiner Zerstörung der Struktur unterliegen. Daraus resultieren ungleiche Verteilungen der Fetteigenschaften im Wälzkontakt [FRA99b].

Auf Grund der oben beschriebenen Abläufe spielen zeitliche Vorgänge bei fettgeschmierten Wälzkontakten in der Praxis eine große Rolle. Aus vielen Versuchen ergibt sich, dass im Ausgangszustand bei Frischbefettung Vollschmierung vorherrscht und die Schmierfilmhöhe des Fettes ungefähr das 1,5 bis 2-fache der Filmhöhe des Grundöls beträgt. Mit zunehmender Laufzeit verringert sich die Schmierfilmhöhe durch abnehmenden Schmierstoffeintrag in die Kontaktzone und pendelt sich im Gleichgewichtszustand beim 0,5 bis 1,2-fachen der Grundölfilmhöhe ein (Abbildung 2.27) [KAR02].

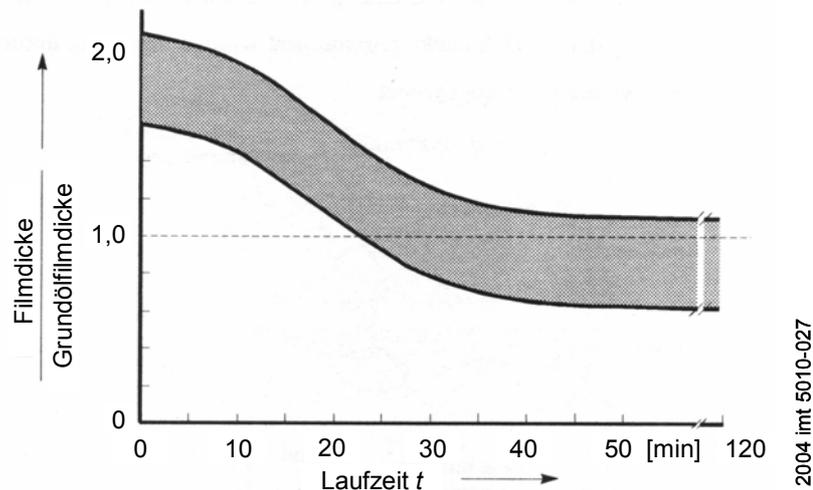


Abbildung 2.27: Verhältnis von Fettfilmdicke zu Grundölfilmdicke in Abhängigkeit von der Laufzeit [KAR02]

Gründe für den Schmierstoffmangel nach einer bestimmten Betriebszeit bzw. den vollständigen Zusammenbruch des Schmierfilms in der Kontaktzone sind Änderungen der Schmierstoffeigenschaften durch mechanische Zerstörung des Seifengerüsts, eine veränderte Ölabscheidung sowie durch thermische Beanspruchung eingeleitete Oxidations-, Verdampfungs- und Zersetzungsprozesse. Die Schmierwirkdauer des Fettes bzw. die Schmierfettgebrauchsdauer des Fettes ist dann erreicht.

2.4 Wälzlagerprüfung

Nach *Deters* wird das tribologische Verhalten geschmierter Systeme in der Regel vom Schmierstoff bestimmt. Auf der einen Seite ist es anhand der hydrodynamischen Schmierungstheorie unter Berücksichtigung von Oberflächendehformationen und sich einstellenden Schmierfilmttemperaturen möglich, die minimale Schmierfilmdicke h_{min} schon bei der Konstruktion des tribologischen Systems zu ermitteln. Auf der anderen Seite gibt es eine Vielzahl von Schmierstoffen mit anwendungsbezogenen Additivpaketen auf dem Markt, so dass zufrieden stellende Laufzeiten erzielt werden können. Bei guter Schmierung ist die Reibung meist klein, da diese als innere Reibung im Schmierstoff stattfindet, und bei ausreichender Schmierfilmdicke kein Verschleiß auftritt. Problemstellungen mit geschmierten Kontakten sind deshalb oft nur mit Unterstützung des Schmierstoffherstellers lösbar [DET03].

Bei ungeschmierten tribologischen Kontakten, bzw. bereits im Bereich der Grenz- und Mischreibung, spielen neben dem Belastungskollektiv der Grund- und Gegenkörper, das Eingriffsverhältnis, die realen Kontaktflächen, die realen Flächenpressungen und die sich einstellenden Reibungs- und Verschleißmechanismen eine Rolle [GFT03]. Reibung und Verschleiß in ungeschmierten tribologischen Systemen werden also von vielen Größen beeinflusst und sind in der Regel nicht von einem auf das andere System übertragbar. Nach *Deters* ist eine exakte Beschreibung und Berechnung der Festkörperreibung im ungeschmierten Kontakt bisher nicht möglich, da praktisch nutzbare Aussagen zur Festkörperreibung häufig nur experimentell gefun-

den werden und viele physikalisch-chemische Kontaktprobleme noch nicht gelöst sind. Es liegen keine allgemeingültigen Aussagen, sondern lediglich eine Vielzahl von Arbeiten bezogen auf spezielle Anwendungsfälle vor [DET03].

An jeder technischen Oberfläche liegen Randschichteigenschaften vor, die von den Eigenschaften des ursprünglichen Grundwerkstoffs abweichen. Obwohl es sich hier um Mikroeigenschaften handelt, haben sie auch für den Makrobereich große Bedeutung. Durch Wechselwirkung mit der umgebenden Atmosphäre und Zwischenmedien bilden sich Adsorptionsschichten (durch Physisorption) und Reaktionsschichten (durch tribochemische Reaktionen und Chemisorption) [CZI03], letztere selbst bei technisch trockenen Systemen und inerten Werkstoffen.

Woydt et al. stellten fest, dass das Reibungs- und Verschleißverhalten beim Festkörpergleiten von Keramik/Kohlepaarungen bei Temperaturen bis zu 450 °C durch unterschiedliche Umgebungsbedingungen beeinflusst wird. Bei der umgebenden Atmosphäre ist nicht nur die chemische Zusammensetzung, sondern auch der Wasserdampfgehalt von wesentlicher Bedeutung [WOY03]. Unterschiede im Reibungsverhalten auf mikroskopischer und makroskopischer Ebene am Beispiel von trockenen bzw. mit Wasser geschmierten Kontakten zeigten zuletzt *Scherge* und *Schaefer* [SCH99b, SCH00, SCH01, OPI03] auf. Die Betrachtungen beschränkten sich auf die Abhängigkeit des Reibwertes von der Gleitgeschwindigkeit, die im Mikroskopischen und Makroskopischen sowie bei trockenen und geschmierten Systemen gleichermaßen auftritt. Der Einfluss von Feuchtigkeit bei fett- und ölgeschmierten Wälzlagern wird von *van de Sandt et al.* dargestellt. Durch die Anwesenheit von Wasser und die resultierenden, veränderten Schmierstoffeigenschaften treten Schmierstoffzusammenbrüche im *Hertz'schen* Kontakt, Korrosion, erhöhter Verschleiß, Riffelbildung und Ermüdungsschäden auf, die die Lagerlebensdauer erheblich reduzieren [VDS01, VDS02].

Deters et al. beschreiben die Wirkung von Fetten bei langsam oszillierenden Gleit- und Wälzbewegungen. Es wurden Fette unterschiedlicher Zusammensetzung bei verschiedenen Betriebsbedingungen in Ihrer Wirkung auf das Reibungs- und Verschleißverhalten der Lager sowie in Bezug auf physikalisch-chemische Grenzflächenprozesse und Bildung von Reaktionsschichten bewertet. Eine zufrieden stellende Lebensdauer unter Misch- und Grenzreibungsbedingungen konnte nur erzielt werden, wenn auf Grund grenzflächenaktiver und chemisch reaktiver Bestandteile im Schmierstoff (Additive) reibungs- und verschleißmindernde Reaktionsschichten an den Werkstoffoberflächen gebildet werden konnten [DET02].

Gegenstand der aktuellen Forschung ist ebenfalls die Steigerung der Leistungsfähigkeit von wälzbeanspruchten Oberflächen durch den Einsatz von CVD- (chemical vapour deposition) oder PVD- (physical vapour deposition) Verschleißschutzbeschichtungen. Vor allem diamantähnliche Kohlenstoffschichten (diamond like carbon, DLC) eignen sich als verschleißfeste und Reibungsarme Beschichtung von hochbelasteten Wälzlagern [BRA02, BRA03, SJÖ02]. Um den Einsatz von schnelldrehenden Spindellagern mit umweltverträglichen Schmierölen zu realisieren, werden PVD-Schichten entwickelt, welche die Funktion herkömmlicher, biologisch

schwer abbaubarer, Additive übernehmen. Neben der Schichtcharakterisierung und der Untersuchung der Wechselwirkung zwischen Schichtwerkstoff und Schmierstoff werden die beschichteten Lager am Wälzlagerprüfstand getestet. Dabei kann die Drehzahl rechnergesteuert stufenlos im Bereich von 0 bis 30.000 min^{-1} eingestellt werden. Die entwickelten CrAlN-Schichten weisen ein amorphes Gefüge auf, wodurch die Schicht duktiler als herkömmliche CrN-Schichten und somit für Wälzbeanspruchung besser geeignet ist. Die Wälzlager tests zeigen ein sehr gutes Laufverhalten der CrAlN-PVD-beschichteten Spindellager, bei gleichzeitig gesteigertem Verschleißschutz und verbesserten Notlaufeigenschaften [LOS01, LUG02]. Neu entwickelte PVD-Beschichtungen wie ZrC, TiAlN, CrAlN und W-C:H werden ebenfalls auf ihre Eignung und Leistungsfähigkeit als umweltverträglicher Ersatz für Hochdruck (EP)- und Verschleißschutz (AW)-Additive untersucht. Bei langsam laufenden Wälzlagern kann der Lagerverschleiß signifikant reduziert werden [KUH02, KUH03]. Für trockenlaufende Maschinenelemente werden neuartige PVD-Kugelbeschichtungen aus cokesputtertem MoS_2 und Graphit mit einer Zwischenschicht und Dotierung aus Titandiborid (TiB_2) bzw. Wolframcarbid (WC) untersucht. Dabei zeigen MoS_2 :C:Me-Schichten im Vergleich zu den Eigenschaften der einzelnen Komponenten ein günstigeres Verschleißverhalten. WC und TiB_2 -haltige DLC-Schichten weisen zwar eine hohe Härte, jedoch trotz des Metallgehaltes eine relativ hohe Sprödigkeit und Eigenspannungen auf. Im Gegensatz zu DLC-Schichten, die durch Abplatzen abrupt verschleifen, kann die Lebensdauer durch kontinuierlich verschleißende MoS_2 :C:Me-Schichten deutlich gesteigert werden [MEE02].

Zur Leistungseinschätzung von Spezienschmierstoffen für langzeit- oder lebensdauer geschmierte Wälzlager hat *Berger* eine Methode zur Ermittlung der theoretischen Fettgebrauchsdauer entwickelt. Dabei ist die theoretische Fettgebrauchsdauer die Umrechnung der Schmierfettgebrauchsdauer F_{10} bei maximaler Gebrauchstemperatur auf den individuellen Anwendungsfall. Bei der Umrechnung werden die Parameter Lagertemperatur, Drehzahlkennwert, Lagerbauart, Staub und Feuchtigkeit, Belastung, Luftstrom, Zentrifugalkräfte und Einbaulage der Welle berücksichtigt. Da ein Vergleich mit in Prüfstandversuchen ermittelten Fettgebrauchsdauern sehr gute Übereinstimmung zeigte, können mit der beschriebenen Methode für individuelle Fette für spezielle Anwendungen theoretische Fettgebrauchsdauern berechnet werden. Für hohe Drehzahlwerte sind zusätzliche Tests erforderlich [BER02].

Für hohe Drehzahlen mit Drehzahlkennwerten $n*d_m$ größer als $1,6*10^6 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ist ein neues Hochleistungsfett auf Harnstoffbasis und einem vollsynthetischen Grundöl (PAO/Ester) entwickelt worden, wobei Drehzahlkennwerte $n*d_m$ von $2,5*10^6 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ermöglicht werden. Das temperaturstabile Grundöl sichert in Kombination mit dem Verdicker (Polyurea) einen Temperaturbereich von $-50 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $+80 \text{ }^\circ\text{C}$ ab. Die obere Einsatztemperatur nach DIN 51825 liegt bei $120 \text{ }^\circ\text{C}$. Die standardisierten Prüfverfahren wurden in den FAG Schmierstofflaboratorien durchgeführt. Nach *Karbacher* wird mit dem neuen Fett ein Meilenstein im Hinblick auf Hochdrehzahleignung und Erweiterung des Temperatureinsatzbereiches gesetzt [KAR02].

3 Aufgabenstellung und Zielsetzung

Das Reibungs- und Verschleißverhalten von schnelllaufenden Wälzlagern wird wesentlich durch den Schmierstoff beeinflusst. Bei Lagerdrehzahlen n von 24.000 min^{-1} kann im Dauerbetrieb keine sichere Trennung der einzelnen Lagerelemente durch einen elastohydrodynamischen Schmierfilm gewährleistet werden. Die Schmierung wird bei diesen Geschwindigkeiten von einem sehr dünnen Schmierfilm oder von Oberflächenschichten übernommen, welche Wälzkörper und Laufflächen überziehen. Diese Randschichten werden durch Beanspruchung der Oberfläche gebildet und weisen andere Eigenschaften als der ursprüngliche Grundwerkstoff auf. Obwohl es sich hier um Mikroeigenschaften handelt, haben sie einen deutlichen Einfluss auf das makrotribologische Verhalten der Bauteile. Die Schmierstoff-Grenzflächen-Wechselwirkungen und die daraus resultierenden physikalisch-chemischen Kontaktprobleme sind zwar von zentraler Bedeutung, wurden aber bisher noch nicht ausreichend untersucht.

Die übergeordnete Zielsetzung der Arbeit ist die mikrotribologische Charakterisierung des Einflusses von Antioxidantien auf die Schmierfettgebrauchsdauer in schnelllaufenden Wälzlagern. Dabei stehen die physikalischen und chemischen Einflussgrößen auf die tribologischen Randschichteigenschaften und deren Auswirkungen auf das Betriebsverhalten von additivierten Schmierfetten im Vordergrund. Aufbauend auf den Ergebnissen der Prüfstandversuche der Wälzlager am Institut für Maschinenelemente, Konstruktionstechnik und Tribologie der Universität Hannover (IMKT) erfolgt die Charakterisierung der physikalischen Randschichteigenschaften im Kontaktbereich der fettgeschmierten Wälzlager mit Hilfe moderner, hochauflösender Verfahren zur Analyse der optischen, geometrischen und mechanischen Oberflächeneigenschaften. Mit einer Kombination aus Rasterkraftmikroskop und Nanoindenter werden Oberflächenkennwerte wie Nanohärte, -elastizitätsmodul sowie der elastisch/plastische Anteil der Verformung und die eindringtiefenabhängigen Reibwerte der tribologisch beanspruchten Randschichten ermittelt. An Lagerproben mit einer Versuchslaufzeit von 150 h (Kurzversuche) kann ein intaktes Schmierstoff-Randschicht-System analysiert werden, während der ausgefallene Zustand an Lageroberflächen aus Dauerversuchen bestimmt wird. Hauptziel dieser Arbeit ist es, einen Zusammenhang zwischen physikalischen und chemischen Grenzschichteigenschaften und den verwendeten Antioxidantien herzustellen. Dazu werden die Ergebnisse der physikalischen Randschichtanalysen einerseits in Korrelation mit den chemischen Analysen mittels Fouriertransformierter-Infrarotspektroskopie (FTIR) bei der Technologischen Beratung Dr. Holweger und Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektroskopie (TOF-SIMS) am Physikalischen Institut der Universität Münster (PI) betrachtet und ausgewertet. Andererseits wird ein Zusammenhang zwischen den physikalischen und chemischen Oberflächenanalysen und den Ergebnissen der Prüfstandversuche am (IMKT) hergestellt. Abschließend soll ein Beitrag zum Verständnis der Schmierstoff-Randschicht-Wechselwirkungen auf mikro- und makrotribologischer Ebene sowie bezogen auf die verschiedenen Antioxidantien eine Vorhersage der Lebensdauer von fettgeschmierten Wälzlagern geleistet werden.

4 Vorgehensweise

Die übergeordnete Zielsetzung der Arbeit ist die mikrotribologische Charakterisierung des Einflusses von Antioxidantien auf die Schmierfettgebrauchsdauer in schnelllaufenden Wälzlagern. Zur Übersicht zeigt Abbildung 4.1 schematisch die bei der Vorgehensweise zu berücksichtigenden Einflussgrößen auf die mikrotribologischen Eigenschaften im tribotechnischen System Wälzlager.

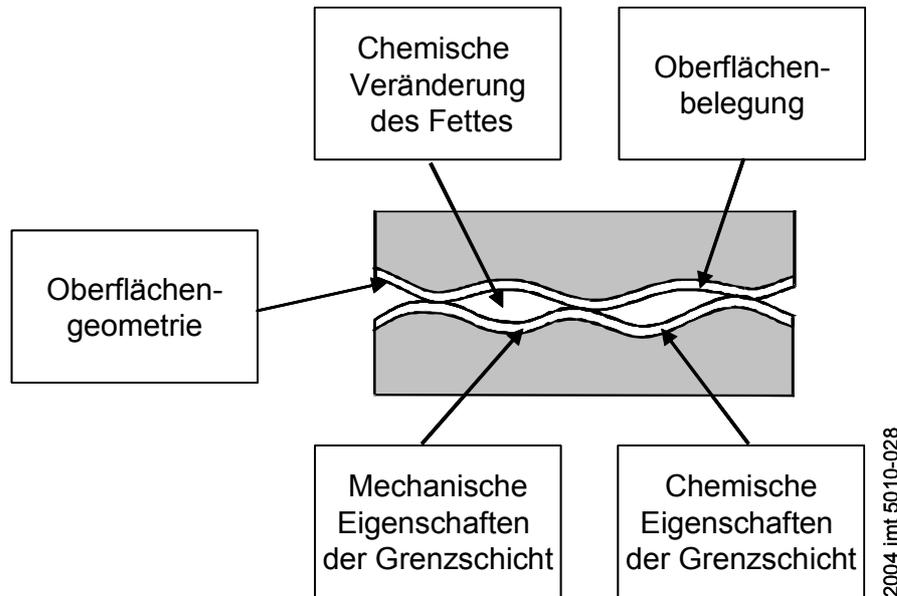
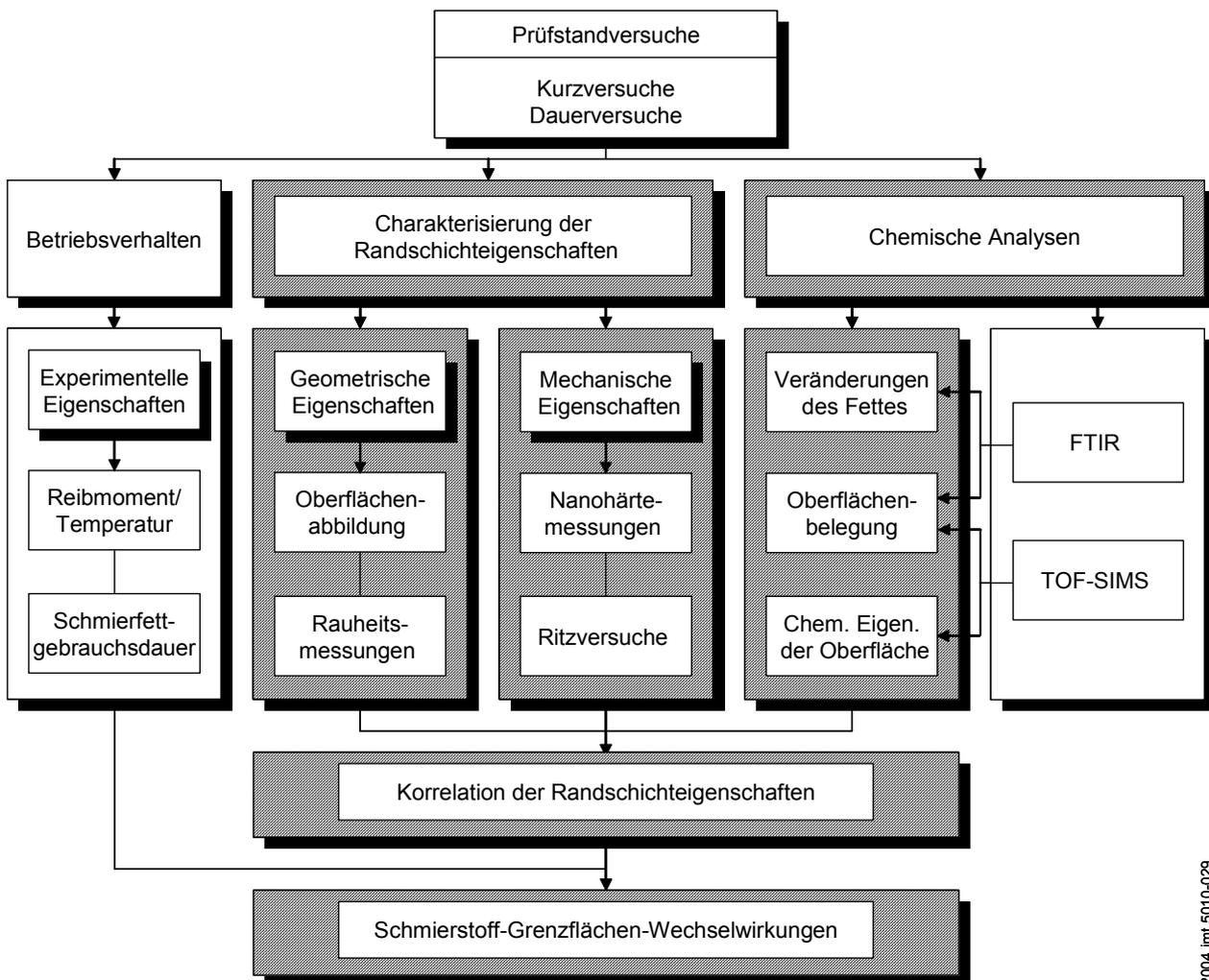


Abbildung 4.1: Einflussgrößen auf die mikrotribologischen Eigenschaften im tribotechnischen System Wälzlager

Die aus der Aufgabenstellung und Zielsetzung abgeleitete Vorgehensweise ist in Abbildung 4.2 dargestellt. Der Schwerpunkt dieser Arbeit, die Charakterisierung der geometrischen und mechanischen Randschichteigenschaften sowie deren Korrelation mit den chemischen Randschichtanalysen, ist im Flussdiagramm schraffiert hinterlegt. Als Voraussetzung für diese Arbeit werden am IMKT experimentelle Prüfstandversuche mit sechs Modellfetten unterschiedlicher Zusammensetzung durchgeführt, das Betriebsverhalten der schnelllaufenden Wälzlager analysiert und die Schmierfettgebrauchsdauer ermittelt. Um die übergeordnete Zielsetzung dieser Arbeit zu verfolgen, ist die Wirkungsweise von Antioxidantien auf die mikrotribologischen Randschichteigenschaften im Kontaktbereich der fettgeschmierten Wälzlager von zentraler Bedeutung. Aufbauend auf den Ergebnissen der Prüfstandversuche erfolgt deshalb als Schwerpunkt dieser Arbeit die Charakterisierung der physikalischen Randschichteigenschaften im Kontaktbereich der fettgeschmierten Wälzlager mit Hilfe moderner, hochauflösender Verfahren zur Analyse der optischen, geometrischen und mechanischen Oberflächeneigenschaften. Dazu werden die Lager aus den Dauer- und Kurzversuchen zerteilt, entfettet und im Ultraschallbad gereinigt. Nach der Reinigungsprozedur wird die Oberflächenbeschaffenheit der Proben mittels optischer Mikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie (REM) untersucht, um Veränderungen der Lagersoberflächen nachzuweisen. Mit Hilfe von Rasterkraftmikrosko-

pie (RKM) wird ferner die Veränderung der geometrischen Oberflächenbeschaffenheit, bzw. der Oberflächentopographie, ermittelt.

Vor der Bestimmung der mechanischen Oberflächeneigenschaften erfolgt anhand der theoretisch berechneten Druckellipse der Kugel am Lagerinnen- und Lageraußenring die Festlegung von vier charakteristischen Messstellen. Diese umfassen sowohl den Kontaktbereich der Kugel als auch Referenzbereiche außerhalb der Laufbahn. Mit einer Kombination aus RKM und Nanoindentierung werden mechanische Oberflächeneigenschaften wie z.B. Nanohärte, -elastizitätsmodul sowie der elastisch/ plastische Anteil der Verformung und der eindringtiefenabhängige Reibwert im Ritztest erfasst. Dabei kann an Lagerproben mit einer Versuchslaufzeit von 150 h (Kurzversuche) ein intaktes Schmierstoff-Randschicht-System analysiert werden, während der ausgefallene Zustand an Lageroberflächen aus Dauerversuchen charakterisiert wird. Da aus makroskopischen Untersuchungen bekannt ist, dass das Verhältnis aus Härte und Elastizitätsmodul H/E mit der Verschleißfestigkeit eines Materials korreliert [TAB70] [TAU91], wird diese Beziehung auf die mikrotribologischen Untersuchungen übertragen.



2004 imt 5010-029

Abbildung 4.2: Schematische Darstellung der Vorgehensweise

Im Anschluss wird eine Verbindung zwischen optischer und geometrischer Oberflächenbeschaffenheit sowie deren mechanischen Eigenschaften hergestellt.

Die chemische Charakterisierung der Modellfette und der Randschichten erfolgt sowohl mittels Fouriertransformierter Infrarotspektroskopie (FTIR) bei der Technologischen Beratung Dr. Holweger als auch durch Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie (TOF-SIMS) am Physikalischen Institut der Universität Münster (PI). Dabei werden die FTIR-Spektren und -Chemiegramme im Rahmen der Arbeit eigenständig ausgewertet und gedeutet, während das PI die Ergebnisse der TOF-SIMS Untersuchungen zur Verfügung stellt.

Abschließend werden die Ergebnisse der physikalischen/chemischen Randschichtanalysen in Verbindung mit den Ergebnissen der Prüfstandversuche betrachtet und ausgewertet. Es soll eine Korrelation zwischen den verwendeten Antioxidantien, den resultierenden Randschichteigenschaften und der in den Prüfstandversuchen erzielten Schmierfettgebrauchsdauern hergestellt werden.

5 Ausgangssituation

Die vorliegende Arbeit ist im Rahmen des AIF-Forschungsvorhaben 12585 N/1 „Einfluss von Antioxidantien auf die Schmierfettgebrauchsdauer in schnelllaufenden Wälzlagern“ entstanden, mit dessen Durchführung die Deutsche Wissenschaftliche Gesellschaft für Erdöl, Erdgas und Kohle e.V. (DGMK) das Institut für Maschinenelemente, Konstruktionstechnik und Tribologie (IMKT) der Universität Hannover beauftragt hat. Das Versuchsprogramm des Forschungsvorhabens gliedert sich in zwei Bereiche, die experimentellen Prüfstandversuche der Modellfette an schnelllaufenden Wälzlagern am IMKT und den begleitenden physikalischen und chemischen Untersuchungen der Randschicht- und Schmierfetteigenschaften.

Die physikalischen Oberflächenuntersuchungen sind Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit und werden ausführlich in Kapitel 7 behandelt. Im folgenden Kapitel werden zunächst projektbezogene Grundlagen wie z.B. die verwendeten Modellfette und deren Eigenschaften, die Prüfstandversuche am IMKT sowie deren Ergebnisse erläutert, um die Rahmenbedingungen der vorliegenden Arbeit zu definieren und die Ergebnisse der physikalischen und chemischen Oberflächenuntersuchungen abschließend im Gesamtzusammenhang betrachten zu können (Kapitel 9).

5.1 Modellfette

5.1.1 Grundfett

Bei den Prüfstandversuchen am IMKT kommen sechs speziell für das Vorhaben hergestellte Modellfette zum Einsatz, die auf dem freien Markt nicht zu erwerben sind. Die Zusammensetzung der Modellfette wurde von der projektbegleitenden Arbeitsgruppe festgelegt und ist in Tabelle 5-1 dargestellt.

Tabelle 5-1: Zusammensetzung der Modellfette

Fett	Verdicker		Grundöl	Gehalt		Antioxidans
	Typ	Gehalt		PAO	Ester	
Fett A	Li-12-OH	23 %	PAO + Ester	85 %	15 %	-
Fett B	Li-12-OH	23 %	PAO + Ester	85 %	15 %	aminisch fest
Fett C	Li-12-OH	23 %	PAO + Ester	85 %	15 %	aminisch flüssig
Fett D	Li-12-OH	23 %	PAO + Ester	85 %	15 %	phenolisch
Fett E	Li-12-OH	23 %	PAO + Ester	85 %	15 %	aminisch fest (TMQ)
Fett F	Li-12-OH	23 %	PAO + Ester	85 %	15 %	70 % B + 30 % D

Die Modellfette gliedern sich in ein Grundfett (Fett A) und fünf mit unterschiedlichen Antioxidantien versetzte Modellfette (Fett B-F). Zur Herstellung der vier additiven Modellfette (Fett B-E) wird dem Grundfett je ein Gewichtsprozent von einem Antioxidans beigefügt. Für die Modellfette B, C und E werden aminische Antioxidantien und für Modellfett D ein phenolisches Antioxidans verwendet. Zur Charakterisierung der Hochtemperatureignung von Antioxidantien, wird Fett E mit einem temperaturstabilen, polymeren 2,2,4-Trimethyl-Hydrochinolin (TMQ) versetzt. Um den Einfluss von synergetischen und antagonistischen Effekten der Additive untersuchen zu können, wird einem fünften Modellfett F eine Mischung aus Antioxidans B und D zugefügt, wobei die Konzentration des Antioxidans von einem Gewichtsprozent beibehalten wird und diese sich aus 70 Prozent Antioxidans B und 30 Prozent Antioxidans D zusammensetzt.

Das Grundfett (Fett A) besteht aus einer synthetischen Grundölmischung und einem Lithium-12-Hydroxystearat Verdicker mit einem Anteil von 23 Prozent. Die synthetische Grundölmischung setzt sich ihrerseits aus 85 Gewichtsprozent Polyalphaolefin (PAO) und 15 Gewichtsprozent Ester zusammen. Diese Grundfettzusammensetzung wurde in Anlehnung an DGMK-Forschungsvorhaben 379-01 ausgewählt. Dort führte ein hoher Verdickeranteil und die Verwendung eines synthetischen Grundöls zu einer deutlichen Verlängerung der Schmierfettgebrauchsdauern [FRA99b].

Die Lithium-12-Hydroxystearatfette der 12-Hydroxystearinsäure sind unter den einfachen Metallseifen der am häufigsten eingesetzte Verdickertyp. Lithiumseifen können bei einem Tropfpunkt von 180 °C bis 200 °C in einem erweiterten Temperatureinsatzbereich von -40 °C bis 120 °C verwendet werden. Der Tropfpunkt ist die Temperatur, bei der eine Probe beim Erwärmen unter genormten Bedingungen durch die Öffnung eines Nippels fließt. Das Schmierfett verliert seine Konsistenz, da sich der Verdicker im Grundöl löst. Lithiumseifen weisen weiterhin sehr gute dynamisch-mechanische Eigenschaften wie Walk- und Scherstabilität auf, sind wasserbeständig und haben eine gute Korrosionsschutzwirkung. Sie besitzen eine stabile Struktur, die durch Zugabe von Additiven nicht zerstört wird, so dass sie sich auf Grund dieses breiten Spektrums an positiven Gebrauchseigenschaften für alle Wälzlagertypen eignen [FRA99a].

Der Verdicker ist Träger der Struktur des Schmierfetts. Die Verdickermoleküle besitzen polare Gruppen, die mit benachbarten Molekülen in Wechselwirkung treten (*Van der Waals'sche* Bindungen) und auf diese Weise eine dreidimensional vernetzte Molekülstruktur bilden. Diese Verdickeraggregate erzeugen im Schmierfett ein mehr oder weniger regelmäßiges Netzwerk und fixieren die Grundölmoleküle ebenfalls durch *van der Waals'sche* Bindungen, Kapillarkräfte und mechanischen Einschluss in den Freiräumen der netzartigen Struktur. *Van der Waals'sche* Bindungen halten 20 bis 25 Gewichtsprozent des Öls, welches nur durch Lösungsmittel extrahiert werden kann. Kapillarkräfte fixieren ca. 75 Gewichtsprozent des Öls in der dispergierten Phase, wobei 1/3 durch Eigengewicht und 2/3 durch erhöhten Druck

herausgelöst werden kann. Da die Seifen ebenfalls leicht öllöslich sind, befindet sich ferner eine kleine Menge aufgelöster Seifenstruktur in den Freiräumen der Faserstruktur. Die Verdickeraggregate sind als Fibrillen oder Kristallite mit einem Durchmesser im kolloiddispersen Bereich von 10^{-16} bis 10^{-9} mm in rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen sichtbar [CZA89, HOL97].

Typische Fasern der Lithium-12-Hydroxystearatseife weisen die Gestalt langer, flacher Bänder auf und haben einen Durchmesser von ca. $0,2 \mu\text{m}$ und eine Länge zwischen 2 und $20 \mu\text{m}$ (siehe Abbildung 5.1).

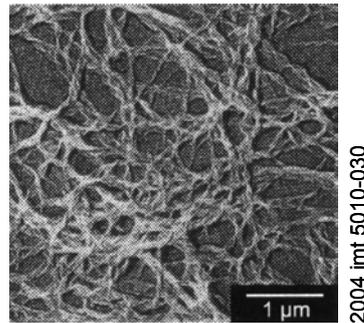


Abbildung 5.1: Verdickerstruktur einer Lithiumseife (Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme) [SCH88]

Die Verdickerfasern bilden ein stark ineinander verflochtenes, dreidimensionales Netzwerk, in dem keine freien Faserenden vorliegen. Bei Scherbeanspruchung tritt eine Zerkleinerung der lang gestreckten Lithiumseifenfasern zu kurzen, körnigen Bruchstücken auf. Durch Schubspannungen reißen die *van der Waals*'sche Bindungen an den Kreuzungspunkten der einzelnen Fibrillen auf, wodurch Fließen ermöglicht wird. Beim Nachlassen der Schubspannungen findet eine Neubildung der Bindungen statt [CZA90, DOR91].

5.1.2 Antioxidantien

Bei den verwendeten Antioxidantien handelt es sich um auf dem Markt erhältliche Produkte. Die Auswahl der Antioxidantien fand statt nach Art und Struktur (aminisch, phenolisch, Substitution), Aggregatzustand im Ausgangszustand (fest, flüssig), Temperatureinsatzbereich mindestens zwischen 50 und $100 \text{ }^\circ\text{C}$ und unter Berücksichtigung synergetischer und antagonistischer Effekte von Additivkombinationen. Anhand der ersten drei Kriterien sind nachfolgend beschriebene Antioxidantien ausgewählt worden.

Aminisch festes Antioxidans (Fett B)

Das aminisch feste Antioxidans B ist ein temperaturbeständiges N-Phenyl-1-Naphthylamin (PANA), das als Reinform in kristallinen, hellbraunen bis hellvioletten Pellets vorliegt. Es handelt sich hierbei um ein primäres Antioxidans mit der Struktur eines sekundären, aromatischen Amins (siehe Abbildung 5.2). Es beinhaltet ca. 6 Gewichtsprozent Stickstoff und weist einen Reinheitsgrad von größer als 99 Prozent

auf. Der Wirkmechanismus von Antioxidans B wurde bereits in Kapitel 2.3.4 beschrieben.

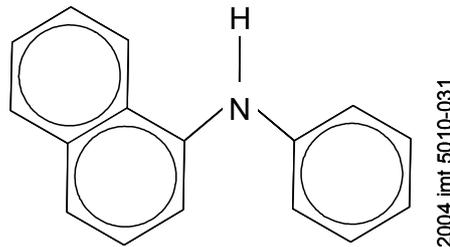


Abbildung 5.2: Strukturformel von Antioxidans B: N-Phenyl-1-Naphthylamin (PANA), $C_{16}H_{13}N$, Molekulargewicht $u = 219,10$ g/mol

Aminisch flüssiges Antioxidans (Fett C)

Mit dem flüssigen Antioxidans C konnte *Franke* eine deutliche Laufzeitsteigerung erzielen [FRA99b]. Es handelt sich hierbei um ein octyliertes Diphenylamin mit einem Stickstoffanteil von 4,5 Gewichtsprozent und einem Reinheitsgrad von größer als 99 Prozent (siehe Abbildung 5.3). Auch dieses Antioxidans besitzt die Struktur eines sekundären, aromatischen Amins und zählt damit zur Gruppe der primären Antioxidantien.

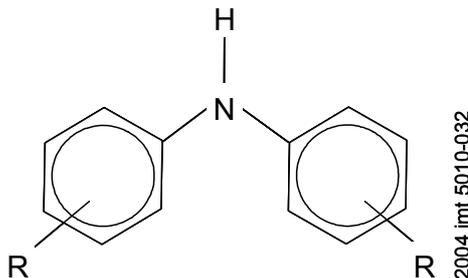


Abbildung 5.3: Strukturformel von Antioxidans C: $C_{28}H_{43}N$, $u = 393,34$ g/mol

Phenolisches Antioxidans (Fett D)

Das Antioxidans D ist ein zweikerniges, sterisch gehindertes Phenol, das in reiner Form als farbloses Pulver vorliegt (siehe Abbildung 5.4).

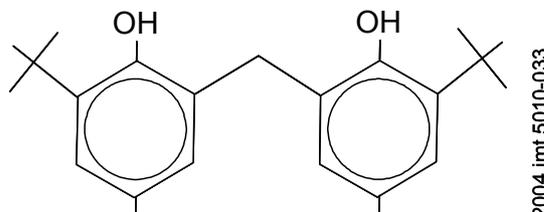


Abbildung 5.4: Strukturformel von Antioxidans D: 6,6-Di-tert.-Butyl-2,2-Methylen-di-p-Kresol (BPH), $C_{23}H_{32}O_2$, $u = 340,24$ g/mol

Neben der Eigenschaft, als Radikalfänger zu fungieren, wirkt dieses Antioxidans auch deaktivierend auf gelöste, katalytisch aktive Metallionen, da es zur Chela-

tisierung neigt. Der Wirkmechanismus von Antioxidans D wurde bereits in Kapitel 2.3.4 beschrieben.

Aminisches Antioxidans (Fett E)

Bei dem aminisch festen Antioxidans E handelt es sich um ein polymeres 2,2,4-Trimethyl-Hydrochinolin (TMQ), das bei Hochtemperatureinsätzen Anwendung findet (Abbildung 5.5). Auf Grund seines hohen Molekulargewichts entsteht die hohe Temperaturstabilität, die aber wiederum zur Folge hat, dass die Löslichkeit in unpolaren Grundölen eingeschränkt sein kann. Weiterhin weist dieses Antioxidans mit 8 Gewichtsprozenten den höchsten Stickstoffanteil auf.

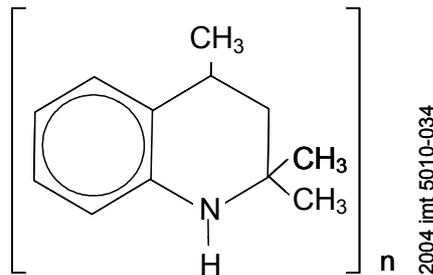


Abbildung 5.5: Strukturformel von Antioxidans E: polymeres 2,2,4-Trimethyl-Hydrochinolin, $(C_{12}H_{15}N)_n$, $u = 173,12 \text{ g/mol}$ (für $n = 1$)

Mischung (Fett F)

Um das letzte Kriterium, die synergetischen und antagonistischen Effekte der Kombination von Antioxidantien zu berücksichtigen, kommt in Modellfett F eine Mischung von zwei Modellfetten zum Einsatz. Modellfett F setzt sich zu 70 Prozent aus Modellfett B und zu 30 Prozent aus Modellfett D zusammen.

5.2 Prüfstandversuche

5.2.1 Prüfstandaufbau

Die experimentellen Untersuchungen der Schmierfette finden an Spindellagerprüfständen des IMKT statt. Eine detaillierte Beschreibung der verwendeten Prüf- und Messtechnik geben *Franke et al.* [FRA97a]. Abbildung 5.6 zeigt den Aufbau eines Spindellagerprüfstands am IMKT. Die Prüfung der Spindellager erfolgt bei einer Nenndrehzahl n von 24.000 min^{-1} , was bei den verwendeten Lagern der Durchmesserreihe 08 einem Drehzahlenkennwert $n \cdot d_m$ von $1,3 \cdot 10^6 \text{ mm min}^{-1}$ entspricht. Die Prüflager sind in einem Prüfkopf, der die Prüfspindel beinhaltet, gelagert.

Der Prüfkopf ist in zwei Rillenkugellagern drehgelenkig im Maschinenbett abgestützt, so dass über einen Biegebalken und das Prüfkopfgehäuse die Lagerreibmomente der beiden Schrägkugellager gemessen werden können. Ein geregelter Drehstromasynchronmotor treibt über einen Flachriemen das der Prüfspindel vorgegeschaltete Vorgelege an. Dieses Vorgelege entkoppelt die Prüfspindel weitgehend von Antriebseinflüssen und überträgt über eine Lamellenkupplung das Antriebsmoment

auf die Prüfspindel. Im Prüfkopf werden die Prüflager mit Hilfe einer einstellbaren Druckfeder rein axial mit einer Kraft F_{ax} von 160 N belastet.

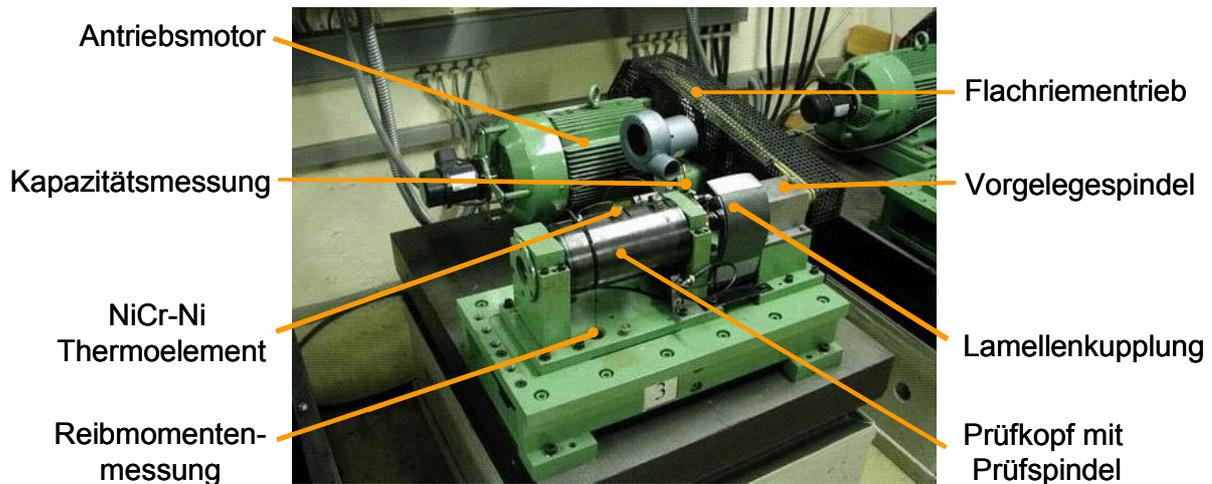


Abbildung 5.6: Spindellagerprüfstand am IMKT zur Ermittlung der Schmierfettgebrauchsdauer

Während der Versuche werden die Betriebsparameter Temperatur, Reibmoment, Drehzahl und Kapazität der Wälzkontakte (diskontinuierlich) ermittelt. Für die Temperatur und das Reibmoment bestehen Grenzwerte, bei deren Überschreitung der Prüfstand automatisch abgeschaltet wird.

5.2.2 Prüfbedingungen

Als Versuchslager kommen pro Versuchsansatz zwei Schrägkugellager vom Typ B7008C.T.P4S.UL der Firma FAG zum Einsatz. Sie werden in Kurz- und Dauerversuchen geprüft.

Die Kurzversuche haben eine festgelegte, einheitliche Laufzeit von 150 h. Diese Laufzeit ist so gewählt worden, dass sie deutlich kleiner als die Fettgebrauchsdauer des unadditivierten Modellfetts A ist. Diese Versuche erreichen die Abbruchbedingungen nicht. Für jedes Modellfett werden zwei Lager mit identischen Betriebsbedingungen getestet. Die Kurzversuche dienen zur Untersuchung der physikalisch-chemischen Änderungen im Schmierfett und an den Lageroberflächen nach einer definierten Laufzeit, wobei von einem intakten Wälzlager/Schmierstoff-System ausgegangen wird.

Je Modellfett werden ebenfalls vier Lagerpaare im Dauerversuch getestet, um die Schmierfettgebrauchsdauern der Modellfette nach statistischen Methoden zu ermitteln. Das Ende eines Dauerversuchs resultiert aus dem Erreichen von Abbruchkriterien, welche als Grenzwerte von Temperatur, Reibmoment oder Versuchslaufzeit definiert sind. Bei Erreichen der Abbruchkriterien erfolgt automatisch die Abschaltung des Prüfstands (Tabelle 5-2).

Tabelle 5-2: Abbruchkriterien der Dauerversuche

Parameter	Wert
Lagerreibmoment	$M > 400 \text{ Nmm}$
Lagertemperatur	$\vartheta > 100 \text{ °C}$
Versuchszeit	$t_{\max} > 4.000 \text{ h}$

Alle Prüflager werden vor den Versuchen einer Reinigung unterzogen, um Konservierungsmittel zu entfernen und den Einfluss von Flüssigkeiten aus dem Herstellungsprozess zu minimieren. Nach dem Reinigungsprozess werden die Lager montiert und 30 Prozent des freien Lagervolumens mit Modelfett befüllt. Nach Abschluss der Montage findet eine Einlaufprozedur statt, bei der die Prüfdrehzahl n schrittweise auf 24.000 min^{-1} gesteigert wird. Um reale Betriebsbedingungen zu simulieren und die erwarteten hohen Versuchslaufzeiten durch den Einsatz von Antioxidantien zu reduzieren, wird auf eine Zwangskühlung verzichtet, so dass sich an den Lageraußenringen im Betrieb Beharrungstemperaturen von $60\text{-}80 \text{ °C}$ einstellen.

5.3 Ergebnisse der Prüfstandversuche

5.3.1 Schmierfettgebrauchsdauer

Die Auswertung der Dauerversuche und die Berechnung der Schmierfettgebrauchsdauern erfolgt am IMKT mit dem Programm MaLiKon (siehe Kapitel 2.3.3). Im Rahmen der Untersuchungen werden die Schmierfettgebrauchsdauern bei den Ausfallwahrscheinlichkeiten 10 Prozent und 50 Prozent sowie die Ausfallsteilheit β für einen Vertrauensbereich von 90 Prozent bestimmt. Das Programm ermöglicht die Berücksichtigung der Entnahmezeiten bei unvollständiger Stichprobenanzahl, so dass auch Laufzeiten nicht ausgefallener Lager berücksichtigt werden können [FRA97b].

Tabelle 5-3: Ergebnisse der Dauerversuche der Modelfette A-F [ZAB04b]

	$T_{\text{mittel, ges.}}$ [°C]	$M_{\text{mittel, ges.}}$ [Nmm]	F_{10} [h]	F_{50} [h]	β_{\max} [-]	Vergleichs- faktor für F_{10}	Vergleichs- faktor für F_{50}
Modellfett A	69,7	37,0	297	360	9,8	1,0	1,0
Modellfett B	70,4	32,2	974	3.760	1,4	3,3	10,4
Modellfett C	67,7	33,1	605	2.313	1,4	2,0	6,4
Modellfett D	67,1	29,0	1.749	5.318	1,7	5,9	14,8
Modellfett E	75,6	32,8	1.291	5.142	1,4	4,3	14,3
Modellfett F	75,3	35,0	2.613	4.935	3,0	8,8	13,7

Tabelle 5-3 beinhaltet die berechneten Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} und F_{50} sowie die arithmetischen Mittelwerte für das Reibmoment von zwei Lagern, die Betriebstemperatur und die Ausfallsteilheit β_{\max} der einzelnen Modellfette. Außerdem werden die auf Modellfett A normierten Vergleichsfaktoren für die Schmierfettgebrauchsdauern vorgestellt. Zu berücksichtigen ist, dass bei Modellfett D ein Versuchsansatz auf Grund seiner hohen Laufzeiten von 5.591 h ohne Ausfall abgeschaltet wurde, so dass für die Ermittlung der Schmierfettgebrauchsdauer von Modellfett D nur 3 Stichproben und 5 Entnahmen vorliegen.

Abbildung 5.7 stellt die pro Modellfett erzielten Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} und F_{50} in einem Balkendiagramm gegenüber. Es wird deutlich, dass die Schmierfettgebrauchsdauern durch die Verwendung von Antioxidantien deutlich gesteigert werden. Die kürzesten Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} und F_{50} stellen sich erwartungsgemäß für nicht additiviertes Modellfett A mit 297 h bzw. 360 h ein.

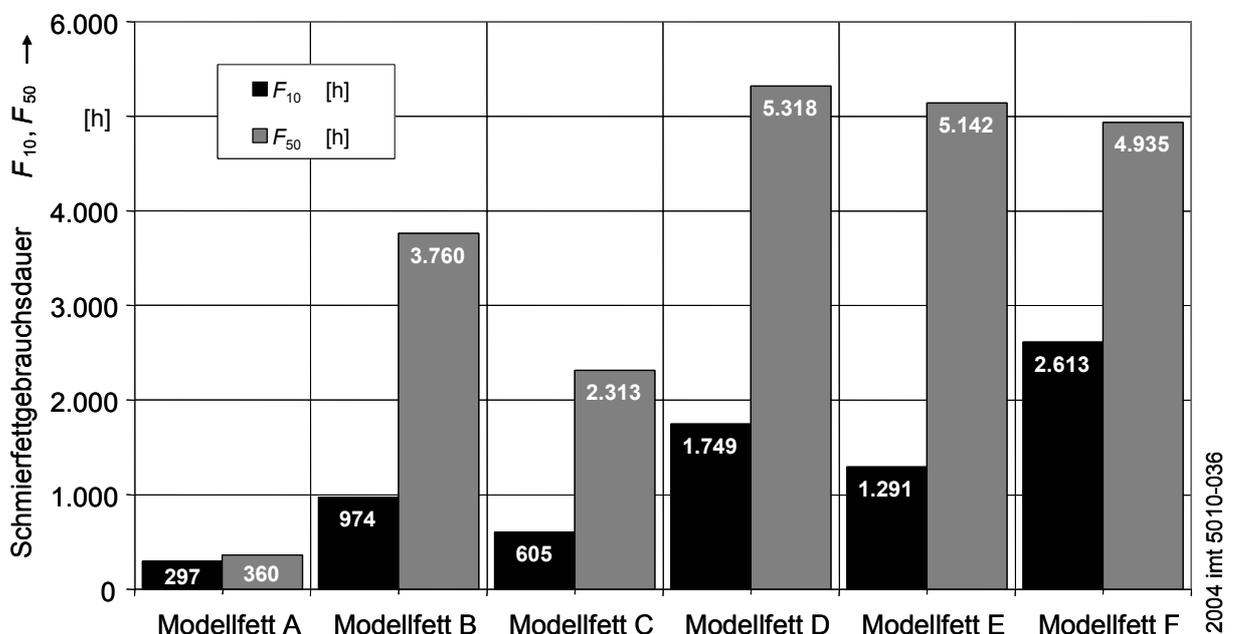


Abbildung 5.7: Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} und F_{50} der Modellfette im Vergleich [ZAB04a]

Bezieht man die *Weibull*-Verteilungen in die Überlegungen ein, zeigt sich, dass die additivierten Modellfette B-F deutlich geringere Ausfallsteilheiten und damit größere Streuungen in den Einzelversuchslaufzeiten im Vergleich zu Basisfett A aufweisen. Für die Modellfette, die teilweise (Modellfett F) oder vollständig (Modellfett D) mit dem phenolischen Antioxidans additiviert sind, ergeben sich die längsten Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} mit 2.613 h und 1.749 h bei gleichzeitiger geringer Streuungen (höchste Ausfallsteilheit β_{\max}) zwischen den Einzelversuchslaufzeiten. Modellfett E mit dem hochtemperaturgeeigneten, aminischen Antioxidans weist im Vergleich zu Modellfett D und F eine geringere Gebrauchsdauer F_{10} von 1.291 h auf. Diese liegt aber deutlich über den Werten von Modellfett B und C mit 974 bzw. 605 h.

5.3.2 Temperatur und Reibmoment

Die in Tabelle 5-3 zusammengefassten arithmetischen Mittelwerte für das Reibmoment von zwei Lagern und die Betriebstemperatur der Dauerversuche werden in Abbildung 5.8 in einem Balkendiagramm den Mittelwerten der Reibmomente und der Betriebstemperaturen aus den Kurzversuchen gegenübergestellt.

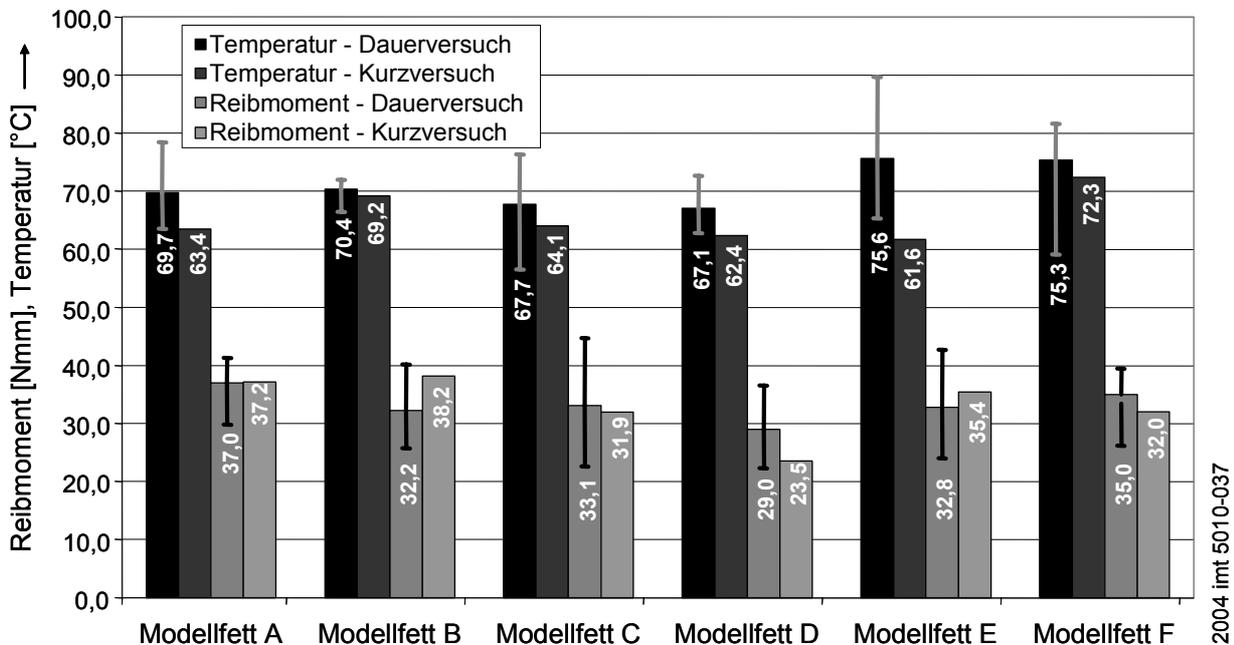


Abbildung 5.8: Über alle Versuchsansätze und die gesamte Versuchslaufzeit gemittelte Temperaturen und Reibmomente der Kurz- und Dauerversuche [ZAB04a]

Bei der Betrachtung der gemittelten Betriebstemperaturen wird deutlich, dass die Antioxidantien keinen generellen, temperatursenkenden Einfluss haben, so dass eine Temperaturabsenkung durch den Einsatz von Antioxidantien nicht der Mechanismus der Laufzeitverlängerung sein kann. Bei den Modellfetten C und D führt der Zusatz von Antioxidantien zu einer leichten Verringerung der mittleren Gesamtbehandlungstemperaturen und Betriebsreibmomente der Dauerversuche im Vergleich zum unadditivierten Modellfett A. Bei den Modellfetten B, E und F zeigt sich hingegen kein einheitliches Bild. Für Modellfett B stellt sich ein zu Modellfett A gleichwertiges Temperaturniveau bei einer leichten Absenkung des Reibmoments ein. Die Modellfette E und F weisen bei einer Erhöhung der Beharrungstemperatur ein leicht verringertes Betriebsreibmoment auf.

Für die Kurzversuche mit einer Laufzeit von 150 h ordnen sich die mittleren Temperaturen und Reibmomente größtenteils in den Streubereich der Werte aus den Dauerversuchen ein. Nur bei den Kurzversuchen mit Modellfett E stellt sich eine deutlich niedrigere Betriebstemperatur ein. Das höhere Temperaturniveau während der Dauerversuche ist auf einen Temperaturanstieg im Zeitraum jenseits von 150 h zurückzuführen. Zusätzlich zeigen die Modellfette E und F im Gegensatz zu den an-

deren Modellfetten einen instabilen Verlauf des Reibmoments und der Temperatur sowie einen Temperaturanstieg zu Beginn der Versuche bis zu einem Zeitraum von 700 h.

Aus den Ergebnissen der Prüfstandversuche geht hervor, dass die Reibmomente der additivierten Modellfette im Dauerversuch gegenüber dem unadditivierten Modellfett A insgesamt leicht abnehmen, während die Temperaturverläufe kein einheitliches Bild darstellen. Die Wirksamkeit der Antioxidantien zeigt sich darin, dass teilweise, trotz erhöhter Betriebstemperatur, deutlich verlängerte Schmierfettgebrauchsdauern erzielt werden. Es wird ferner deutlich, dass eine Vorhersage der Schmierfettgebrauchsdauer eines Modellfettes auf Grund des Betriebsverhaltens der Reibmoment- und Temperaturverläufe von Kurz- und Dauerversuchen nicht möglich ist. Um das Betriebsverhalten von additivierten Schmierfetten zu erklären, ist eine Charakterisierung der physikalischen und chemischen Einflussgrößen auf die tribologischen Randschichteigenschaften dringend erforderlich. Denn nur durch das Verständnis der Schmierstoff-Randschicht-Wechselwirkungen kann die Lebensdauer von Maschinenelementen wirksam erhöht werden.

6 Versuchstechnik

6.1 Techniken der Randschichtanalyse

6.1.1 Geometrische Oberflächeneigenschaften

Ein wichtiges Merkmal technischer Oberflächen ist neben ihrer physikalisch-chemischen Natur die mikrogeometrische Gestalt der Oberfläche. Die Mikrostruktur tribologisch beanspruchter Werkstoffbereiche kann durch Methoden der Oberflächenrauheitsmesstechnik und durch Oberflächenanalytik charakterisiert werden. Zur Untersuchung der Mikrogeometrie von Oberflächen werden Verfahren zur bildmäßigen Darstellung der Oberfläche (Lichtmikroskopische Verfahren, Rasterelektronenmikroskopie) und Verfahren zur numerischen Kennzeichnung der Mikrogeometrie durch Oberflächenrauheitskenndaten (Oberflächenrauheitsmesstechnik) unterschieden [FRA89].

Abbildung von Oberflächen

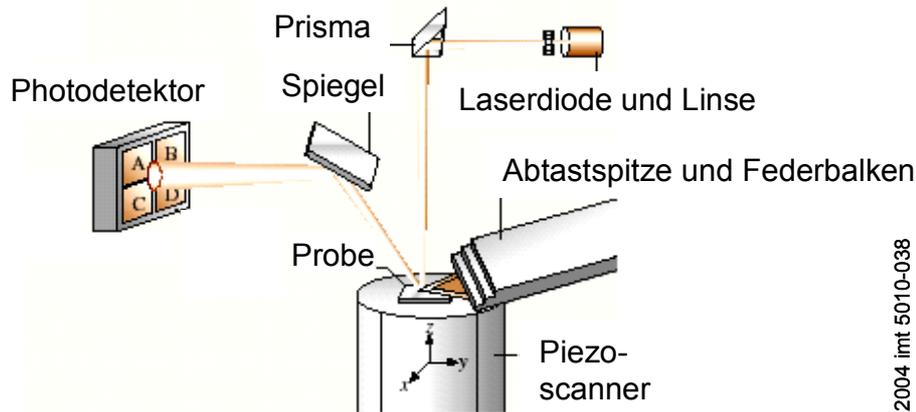
Lichtmikroskopische Verfahren zur Oberflächenabbildung arbeiten mit Hell- oder Dunkelfeldbeleuchtung. Bei der optischen Mikroskopie (OM) liegt die laterale Auflösung in der Objektebene bei einer maximalen 1.000fachen Vergrößerung bei ungefähr $0,5 \mu\text{m}$. Die Topographie der Oberfläche wird dabei rein qualitativ ermittelt [WEI89].

Eine bessere Vergrößerung und höhere Tiefenschärfe ermöglicht die Rasterelektronenmikroskopie (REM). Dabei wird der Elektronenstrahl vom Kondensatorsystem auf der Probe zu einem möglichst kleinen Fleck fokussiert und zeilenweise über den zu untersuchenden Probenbereich geführt. Es können verschiedene Signale detektiert und anhand des Detektionszeitpunkts einem Punkt auf der Probenoberfläche zugeordnet werden. Zu diesen Signalen zählen insbesondere die Rückstreuung sowie Sekundärelektronen, welche die Probe auf derselben Seite verlassen, von der der primäre Elektronenstrahl mit einer Beschleunigungsspannung von 30 kV eingetreten ist. Sekundärelektronen sind Elektronen, die im Laufe des Anregungsprozesses durch die primären Elektronen von einem schwach gebundenen Zustand gelöst werden und eine zumeist geringe Bewegungsenergie ($< 50 \text{ eV}$) erhalten. Sie können die Probe nur verlassen, wenn sie nahe der Probenoberfläche erzeugt wurden, denn langsame Elektronen werden im Material stark absorbiert. Je flacher der primäre Elektronenstrahl auf die Oberfläche fällt, desto mehr Sekundärelektronen werden erzeugt. Der bei einer unebenen Oberfläche entstehende Kontrast erzeugt beim Beobachter einen plastischen Eindruck, der ähnlich wirkt wie der Kontrast einer durch Licht beleuchteten Oberfläche. Die Tiefenschärfe ist dabei aber viel größer als bei der Lichtmikroskopie. Das verwendete REM der Fa. Jeol mit Feldemissionskathode ermöglicht probenabhängig eine laterale Auflösung im Bereich von wenigen nm bei einer maximalen Vergrößerung von 1:20.000 [RUD04].

In Kombination mit dem REM kann zur Materialanalyse energiedispersive Röntgenspektrometrie (EDX) durchgeführt werden. Beim Beschuss einer Probe mit Elektronen entsteht als eines der möglichen Wechselwirkungsprodukte für das getroffene Material charakteristische Röntgenstrahlung. Detektion und Auswertung der entstandenen Strahlung geben Aufschluss über die chemische Zusammensetzung der Probe. Das EDX benötigt zur Elementaranalyse von Elementen mit der Ordnungszahl Z größer als 5 ein minimales Untersuchungsvolumen von 100 nm^3 und ist damit auch zur Analyse relativ dünner Schichten geeignet [RUD04].

Oberflächenrauheitsmesstechnik

Die Aufgabe der Oberflächenrauheitsmesstechnik ist die Erfassung der Mikrogeometrie technischer Oberflächen durch numerische Kennzeichnung (Anwendung mathematischer, statistischer Methoden). Die Oberflächentopographie bzw. die Oberflächenrauheit wird einerseits im Ausgangszustand durch das Fertigungsverfahren und andererseits im Betrieb durch die tribologische Belastung geprägt. Dabei beschreibt die Oberflächenrauheit die dreidimensionale stochastische Verteilung von „Rauheitshügeln“ und „Rauheitstälern“. Die Bestimmung von Rauheitskennwerten technischer Oberflächen erfolgt nach ISO 13565-1 bis -3 (ehemals DIN 4776) anhand von verschiedenen Profil-, Tangential oder Äquidistanzschnitten. Das wichtigste genormte Verfahren zur Untersuchung der Oberflächentopographie auf makroskopischer Ebene ist das Tastschnittverfahren. In der Mikrotechnologie ist die Rasterkraftmikroskopie (RKM), eine Modifikation der Raster-Tunnel-Mikroskopie, die modernste tribologische Messtechnik zur Bestimmung von Oberflächenkenngrößen. Es handelt sich hierbei bis heute um ein nicht genormtes Messverfahren, da bisher keine Raunormale zur Normung vorliegen. Das Messprinzip eines Rasterkraftmikroskops wird in Abbildung 6.1 dargestellt. Bei der Messung mit dem RKM wird eine feine Spitze an einem Federbalken mit einem Stellpiezo mit definierter Kraft auf die Probenoberfläche gedrückt. Die Messungen erfolgen also im Kontakt-Modus, d.h. zwischen Abtastspitze und Probenoberfläche liegt während des Rasterns Festkörperkontakt vor. Pro Messung können bei einer lateralen Auflösung von $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ 500×500 Einzelpunkte aufgenommen werden. Die vertikale Auflösung des Gerätes liegt bei 12 nm . Für kleine Rasterbereiche ist die Ortsauflösung sogar sub-atomar. Die Messspitzen bestehen aus Silizium haben die Geometrie einer dreiseitigen Pyramide mit einer Länge von $10\text{-}15 \mu\text{m}$ und einem Spitzenradius R_s von kleiner als 15 nm . Zur Aufnahme der Proben-topographie wird ein Laserstrahl von der Rückseite des Federbalkens reflektiert und von einer 4-Quadranten-Photodiode detektiert. Wird nun die Probe abgerastert und dabei die Kontaktkraft durch Nachregelung des Piezos konstant gehalten, so ist die resultierende Piezospannung direkt proportional zur Proben-topographie [NAN97, BHU04].

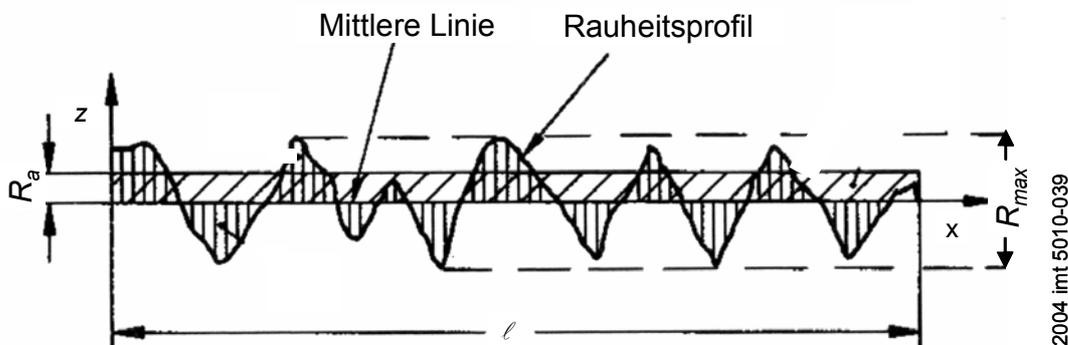


2004 imt 5010-038

Abbildung 6.1: Messprinzip eines RKM [BHU04]

Oberflächenrauheitskenngrößen

In der Mikrotechnologie bzw. in mikrotribologischen Anwendungen wird die Rauheit einer Oberfläche im Allgemeinen durch zwei Mittelwertparameter, dem arithmetischen Mittenrauwert R_a und/oder der gemittelten Kernrautiefe R_z beschrieben, da der Verschleiß bzw. die Reibung durch die Höhe der höchsten Rauheitsspitzen der beiden Kontaktflächen beeinflusst wird. Abbildung 6.2 zeigt den arithmetischen Mittenrauwert R_a anhand des Rauheitsprofils einer technischen Oberfläche [BHU99].



2004 imt 5010-039

Abbildung 6.2: Kennzeichnung des Mittenrauwertes R_a im Oberflächenprofil

Der Mittenrauwert R_a beschreibt definitionsgemäß das arithmetische Mittel der absoluten Beträge der Profilabweichungen innerhalb einer Bezugsstrecke l . R_a entspricht der Höhe eines Rechtecks mit der Bezugsstrecke l als Seitenlänge, das flächengleich mit der Summe der vom Profil und der Mittellinie eingeschlossen Flächen ist.

Abbildung 6.3 stellt die gemittelte Kernrautiefe R_z anhand des Rauheitsprofils einer technischen Oberfläche dar. Die gemittelte Kernrautiefe R_z ist das arithmetische Mittel der absoluten Beträge der jeweils 5 größten Profilhöhen und Profiltiefen innerhalb der Rauheitsbezugsstrecke l .

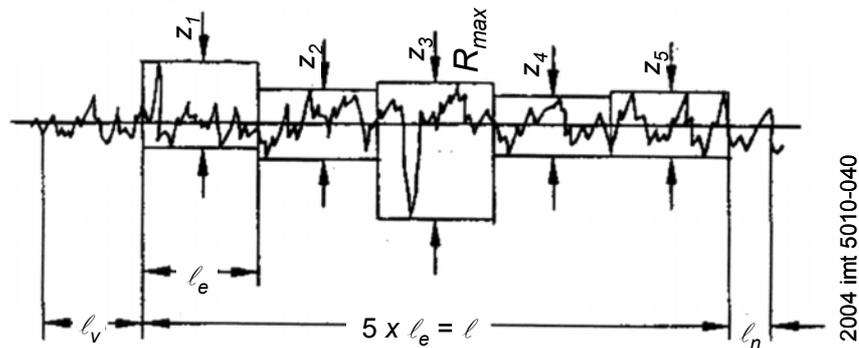


Abbildung 6.3: Kennzeichnung der gemittelten Kernrautiefe R_z im Oberflächenprofil

6.1.2 Physikalische Oberflächeneigenschaften

Grundlagen der Härteprüfung

Als Härte wird der Widerstand bezeichnet, den ein Stoff dem Eindringen eines härteren Körpers entgegensetzt. Diese Definition von *Martens* aus dem Jahr 1898 besitzt heute noch Gültigkeit. Nach DIN V ENV 843 ist die Härte definiert als „...der Widerstand, den ein Material aufbringt gegenüber dem Eindringen eines harten Indenters mit definierter Geometrie und Kraft in die Prüfoberfläche in vorgegebener Weise“. Bei konventionellen Härtemessverfahren wird ein Prüfkörper definierter Geometrie mit vorgegebener Last in die Probe gedrückt und die nach der Entlastung verbleibende plastische Deformation optisch vermessen. Eines der verbreitetsten Verfahren ist hierbei die *Vickers-Härteprüfung* nach DIN EN ISO 6507-1 (früher DIN 50133).

Im Bereich der Mikro- und Nanohärtemessung, z.B. von dünnen Schichten oder beanspruchten Oberflächen, liefern konventionelle Verfahren eine zu hohe Härte, da bei der Entlastung häufig eine elastische Erholung des Werkstoffes eintritt und die wirkliche Kontaktfläche beim Indent größer als der zurückbleibende Eindruck ist. Aus diesem Grunde wurden insitu registrierende Härteprüfgeräte entwickelt. Bei diesen Verfahren wird parallel und kontinuierlich die auf den Indenter aufgebrachte Last und die daraus resultierende Eindringtiefe aufgezeichnet und nach der Messung in einer Kraft-Eindringtiefen-Kurve ($F-h$ -Kurve) dargestellt. Dadurch werden der gesamte Eindring- und auch der Entlastungsvorgang beobachtbar [KOC94]. *Taube* liefert eine gute Übersicht über die Grundlagen und Anfänge der Mikro- und Ultrahärtemessungen [TAU97]. Aus makroskopischen Untersuchungen ist weiterhin bekannt, dass Härte und Elastizitätsmodul bzw. deren Verhältnis H/E mit der Verschleißfestigkeit eines Materials korrelieren. Nach *Tabor* und *Taube* ist daher die Bestimmung dieser mechanischen Kenngrößen für die tribologische Beurteilung eines Materials von großer Bedeutung [TAB70, TAU91].

Härtemessung nach dem Modell von Oliver und Pharr

Bei der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Kombination aus RKM und Nanoindentierung erfolgt die Messung von Härte und E-Modul nach dem Modell von *Oliver* und *Pharr*, dessen Grundlagen im Folgenden erläutert werden [OLI92, PHA92]. Während des Eindrucks eines Prüfkörpers in einen elastisch-plastischen Halbraum kommt es zur Ausbildung einer plastisch verformten Zone unter dem Prüfkörper, die von einem Bereich mit elastischen Deformationen umgeben ist [WEP96]. In Abbildung 6.4 ist die Kontaktgeometrie eines Eindrucks mit einem spitzen Prüfkörper dargestellt.

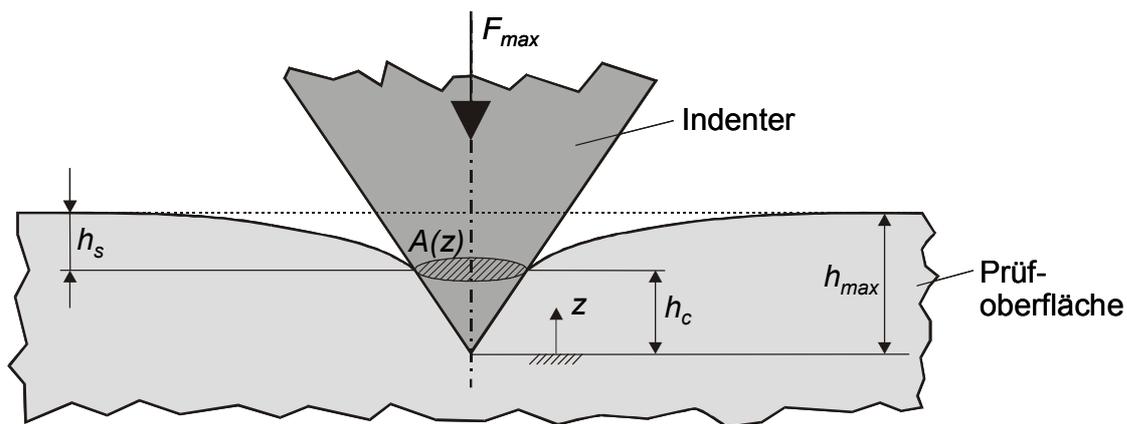


Abbildung 6.4: Kontaktgeometrie eines Eindrucks mit einem spitzen Prüfkörper in einen elastisch-plastischen Halbraum (Prinzipiskizze) [WEP96]

Der Prüfkörper (Indenter) wird mit der Last F_{max} beaufschlagt, so dass sich die maximale Eindringtiefe h_{max} , die Kontakttiefe h_c sowie die Verschiebung der Oberfläche am Kontaktrand h_s ergeben. Bei bekannter Geometrie des Prüfkörpers kann die projizierte Kontaktfläche A aus der Kontakttiefe h_c mittels Gl. 6-1 berechnet werden.

$$A = K \cdot h_c^2 \quad (\text{Gl. 6-1})$$

Hierbei ist die Konstante K von der Geometrie des Prüfkörpers abhängig. Für einen *Vickersindenter* gilt:

$$A = 4 \cdot h^2 \frac{\sin \theta}{\cos^2 \theta} = 24,53 \cdot h^2 \quad (\text{Gl. 6-2})$$

Da ein Berkovich-Indenter (dreiseitige Pyramide) dieselbe Funktion der Querschnittsfläche $A(z)$ aufweist wie ein *Vickers*-Prüfkörper, gilt für beide Prüfkörpergeometrien ein K von 24,53.

Von *Dörner* und *Nix* [DOE86] sowie von *Oliver* und *Pharr* [OLI92, PHA92] wurde unter Berücksichtigung dieses Ansatzes ein Verfahren zur Bestimmung der Kontakttiefe h_c aus einer gemessenen Kraft-Eindringtiefe-Kurve entwickelt. Sie führten Serien von Härtemessungen an Werkstoffen mit homogenen und isotropen Eigenschaften, deren Materialkenndaten bekannt sind, durch und werteten diese über

eine große Spanne von Eindringtiefen aus. Es konnte gezeigt werden, dass sich die gemessenen Entlastungskurven sehr gut mit dem in Gleichung Gl. 6-11 beschriebenen Potenzgesetz bestimmen lassen.

Die prinzipielle Vorgehensweise dabei wird in Abbildung 6.5 anhand einer schematisch dargestellten Kraft-Eindringtiefe-Kurve verdeutlicht.

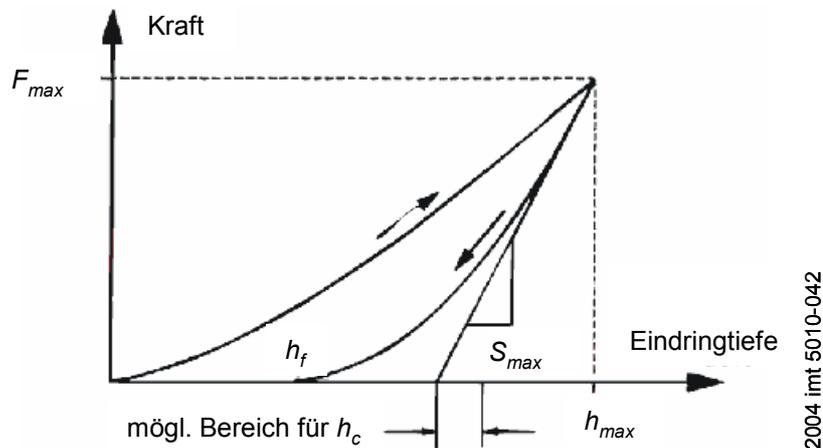


Abbildung 6.5: Kraft-Eindringtiefen-Kurve eines Härteeindrucks [OLI92]

Die grundlegenden Annahmen hierbei sind, dass zu Beginn der Entlastung des Eindrucks nur elastische Verformungen auftreten und die Kontaktfläche am Beginn der Entlastung gleich groß bleibt, was einen linearen Verlauf der Entlastungskurve in ihrem oberen Bereich voraussetzt. Diese Annahmen scheinen sich zumindest bei metallischen Werkstoffen zu bestätigen, deren Entlastungskurven einen nahezu linearen Verlauf in ihrem oberen Drittel aufweisen. Somit lässt sich der Beginn der Entlastung mit der von *Sneddon* [SNE65] aufgestellten Lösung für den Kontakt der Stirnseite eines unendlich steifen Zylinders mit einem elastischen Halbraum beschreiben.

Der E-Modul ergibt sich aus der Steigung, der so genannten Steifigkeit S , zu Beginn der Entlastung des Indenters nach Erreichen der Maximalkraft F_{\max} .

$$S_{\max} = \frac{dF_{\max}}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \sqrt{A} \cdot \frac{E}{(1-\nu^2)} \quad (\text{Gl. 6-3})$$

Während die maximale Kraft F_{\max} direkt aus der Kurve ablesbar ist, besteht die Schwierigkeit der Auswertung dieser Kurve darin, die richtige Kontakttiefe h_c zu bestimmen. Die Eindringtiefe nach dem Entlasten wird als h_f bezeichnet (Gl. 6-3). Die Eindringtiefe h , die während des Eindrucks gemessen wird, schließt die Verformung bzw. Absenkung der Umgebung des Eindrucks mit ein. Sie wird zusätzlich zur Kontakteindringtiefe gemessen. Die Absenkung der Umgebung des Eindrucks h_s wird durch elastische Verformung verursacht und muss von den Messdaten subtrahiert werden, um die Kontakttiefe h_c zu erhalten. Von der Kontakttiefe h_c kann auf die projizierte Kontaktfläche $A(h_c)$ und somit auf die Härte geschlossen werden, wenn die

Form des Indenters bekannt ist. Nach *Oliver* und *Pharr* ist die tatsächliche Eindringtiefe, die Kontakttiefe h_c , definiert als:

$$h_c = h_{\max} - h_s \quad (\text{Gl. 6-4})$$

Der elastische Anteil der Eindringtiefe h_s ist nach *Sneddon* definiert als:

$$h_s = \varepsilon \cdot \frac{F_{\max}}{S} \quad (\text{Gl. 6-5})$$

Durch Einsetzen von Gl. 6-5 in Gl. 6-4 ergibt für h_c :

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \cdot \frac{F_{\max}}{S} \quad (\text{Gl. 6-6})$$

Die geometrische Konstante ε ist dabei abhängig von der Form des Indenters. *Oliver* und *Pharr* haben gezeigt, dass diese Gleichungen nicht nur für den konischen Prüfkörper, sondern auch für andere Prüfkörpergeometrien gültig sind. Hierbei ist $\varepsilon = 0,75$ für ein rotationssymmetrisches Paraboloid sowie $\varepsilon = 1$ für einen zylindrischen Prüfkörper zu verwenden.

Entscheidend bei diesem Verfahren ist die Prozedur zur Bestimmung der Steigung S der gemessenen Entlastungskurve bei der maximalen Last F_{\max} . Die von *Sneddon* hergeleiteten Lösungen für das elastische Kontaktproblem zeigen, dass sich eine einfache Beziehung zwischen der aufgebrachten Last F und der sich ergebenden elastischen Eindringtiefe h_e für verschiedene Prüfkörpergeometrien formulieren lässt. Diese Beziehung lautet:

$$F = b \cdot h_e^n \quad (\text{Gl. 6-7})$$

Dabei sind die Größen b und n Konstanten. Werte für den Exponenten n sind: $n = 1$ für den Zylinder, $n = 2$ für konische Prüfkörper sowie $n = 1,5$ für kugelförmige Prüfkörper und für Körper, die sich als Rotationsparaboloid beschreiben lassen. Für die elastische Eindringtiefe gilt:

$$h_e = h_{\max} - h_f \quad (\text{Gl. 6-8})$$

Da der Anstieg der Tangente an die Entlastungskurve auf Grund der Nichtlinearität des Entlastungsverhaltens von der Anzahl der verwendeten Messpunkte abhängt, schlagen *Oliver* und *Pharr* eine Kurvenanpassung mit Hilfe einer Potenzfunktion (basierend auf *Sneddons* Lösung) der folgenden Form vor:

$$F = k(h - h_f)^m \quad (\text{Gl. 6-9})$$

Hierbei bedeuten: h_f die zurückbleibende Eindringtiefe nach dem Entlasten; k , m : Kurvenanpassungsparameter. Die Härte H der Probe ergibt sich aus dem gemittelten Druck unter dem *Prüfkörper*, der sich aus der aufgebrachten Last F_{\max} und der projizierten Kontaktfläche $A(h_c)$ gemäß folgender Gleichung berechnet:

$$H = \frac{F_{\max}}{A(h_c)} \quad (\text{Gl. 6-10})$$

Soll mit Hilfe dieser Gleichung eine quantitative Bestimmung der Härte erfolgen, ist die genaue *Kenntnis* der projizierten Kontaktfläche $A(h_c)$ des Indenters erforderlich.

Bestimmung der Flächenfunktion $A(h_c)$ des Indenters

Die Flächenfunktion $A(h_c)$ des Indenters, welche die projizierte Kontaktfläche A als Funktion der Kontakttiefe h_c darstellt, wird standardmäßig über eine statistische Anzahl von Einzelmessungen mit verschiedenen Lasten in Quarzglas als Referenzmaterial (Kalibrierstandard mit idealen Materialeigenschaften wie z.B. Materialkonstanz, keine Oxidschichtbildung, geringe Rauheit) bestimmt. Anhand der Messergebnisse der Kontaktsteifigkeit einer Lastvariation bzw. der sich daraus ergebenden Kontaktiefenvariation kann die Flächenfunktion $A(h_c)$ berechnet werden. Dabei wird angenommen, dass der E-Modul des als Referenzmaterial verwendeten Quarzglases nicht von der Eindringtiefe abhängt. Für Kalibrierungszwecke im Kontakt von Indenter und Quarzglas kann deshalb ein reduzierter E-Modul E_r von 69,6 GPa angenommen werden. Für einen *Berkovich*-Indenter ergibt sich die projizierte Kontaktfläche nach *Oliver* und *Pharr* (wie in Gl. 6-2 hergeleitet) folgendermaßen:

$$A = 24,4 \cdot h_c^2 \quad (\text{Gl. 6-11})$$

Die anfängliche Kontaktsteifigkeit bei Beginn der Entlastung $S = (dF/dh)$ - die der Steigung zu Beginn der *Entlastungskurve* entspricht - ergibt sich durch:

$$S = \frac{dF}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (\text{Gl. 6-12})$$

Durch Umstellen obiger Gleichung erhält man:

$$A = \frac{\pi}{4} \cdot \left(\frac{S}{E_r} \right)^2 \quad (\text{Gl. 6-13})$$

Die Anpassung der Flächenfunktion $A(h_c)$ erfolgt nun entweder durch eine lineare Methode oder nach einem Potenz-Gesetz. Für Materialien wie Quarzglas, bei denen eine elastische Erholung in der Entlastungskurve beobachtet werden kann, ist nach *Oliver* und *Pharr* die Anpassung über ein Potenzgesetz genauer.

Die Bestimmung der Flächenfunktion $A(h_c)$ eines *Berkovich*-Indenters erfolgt mit Hilfe eines Polynoms fünften Grades.

$$A(h_c) = C_0 h_c^2 + C_1 h_c^{1/2} + C_2 h_c^{1/4} + C_3 h_c^{1/8} + C_4 h_c^{1/16} \quad (\text{Gl. 6-14})$$

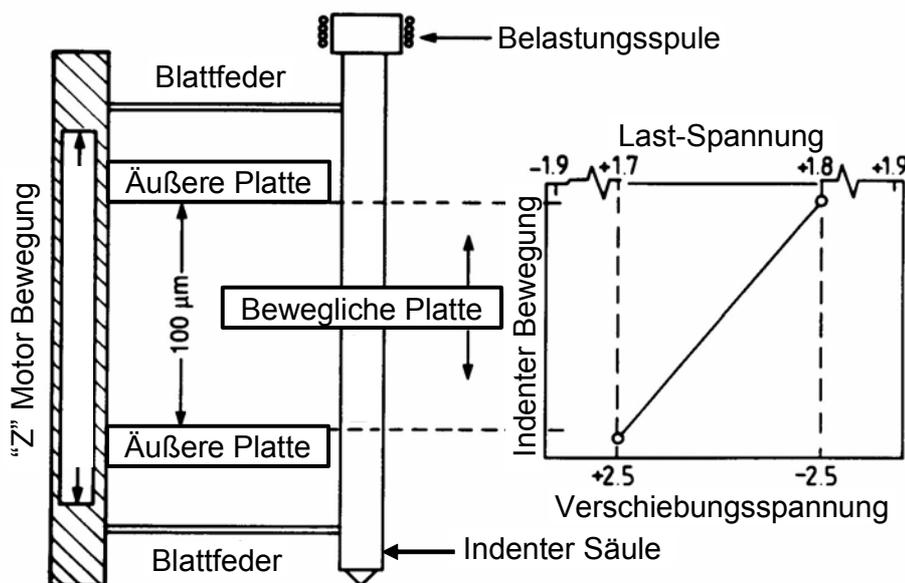
Unter Berücksichtigung von Gl. 6-2 nimmt der Koeffizienten C_0 für einen *Berkovich*-Indenter den theoretischen Wert von 24,5 an. Die Koeffizienten C_1 und C_2 werden üblicherweise nur für den experimentell relevanten Kontaktiefenbereich aus-

gewählt, während die verbleibenden Koeffizienten Null gesetzt werden. Da die Flächenfunktion für kleine Lasten bzw. geringe Eindringtiefen ($h_c < 50$ nm) auf Grund der Spitzenverrundung deutlich von der theoretischen Form einer idealen Pyramide abweicht, ist es notwendig, verschiedene Flächenfunktionen für unterschiedlich Kontakttiefen aufzunehmen. Die Güte der ermittelten Flächenfunktion kann abschließend durch Messung der Härte des Referenzmaterials überprüft werden. Die Materialhärte H von Quarzglas ist bei Eindringtiefen über 15 nm unabhängig von der Eindringtiefe und liegt bei $9,6 \pm 0,5$ GPa.

Mit Hilfe dieser Kalibrierfunktionen werden über die Steigung einer an die Entlastungskurve angepassten Geraden die Kontakt-Härte und die Steifigkeit der Probe berechnet. Die Steigung dieser Tangente ändert sich abhängig von den zur Kurvenanpassung benutzten Datenpunkten. Auf diese Problematik gehen *Oliver* und *Pharr* in ihrer Referenzveröffentlichung näher ein. Im Allgemeinen wird die Region der Entlastungskurve, in der sich zwischen 95 Prozent und 40 Prozent der Messpunkte befinden, ausgewählt, um die Steigung zu Beginn der Entlastungskurve und somit Härte und E-Modul zu berechnen.

Aufbau der Kombination aus RKM und Nanoindenter

Die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften wie Härte und Elastizitätsmodul (E-Modul) sowie das elastisch und plastische Verformungsverhalten und der eindringtiefenabhängige Reibwert erfolgt mittels einer Kombination aus Rasterkraftmikroskop (RKM) und Nanoindenter mit einer Messauflösung im Subnanometerbereich. Das Modellsystem gehört zu einer Generation mechanischer Testverfahren, die bisher hauptsächlich in der Mikrotechnik zum Einsatz kommen und bis heute keiner nationalen oder internationalen Normung unterliegen [MAT99].



2004 imt 5010-043

Abbildung 6.6: Schematische Darstellung des Nanoindenters [STA01]

Das Testsystem besteht aus zwei senkrecht zueinander angeordneten Drei-Platten-Kondensator-Systemen und ist in Abbildung 6.6 schematisch dargestellt. Der Indenter ist auf der mittleren Platte des z-Systems fixiert, welches durch Anlegen einer Spannung an die äußeren Plattenpaare definiert in vertikaler Richtung bewegt werden kann. Es erfolgt eine Kraftübertragung im Kontakt zwischen Indenter und Probe. Durch Bestimmung der aktuellen Kapazität zwischen der Mittelplatte und einer äußeren Platte kann die tatsächliche Position der Indenter ermittelt werden. Parallel hierzu wird eine laterale Bewegung des Indenters möglich, indem nach dem gleichen Prinzip die Mittelplatte des x-Systems bewegt wird, an deren Mittelpunkt das gesamte z-System fixiert ist. Das Anfahren einer neuen Position auf der Probe bzw. die topographische Abbildung der Oberfläche wird durch den Piezo-Scanner des Rasterkraftmikroskops ermöglicht.

Zur Charakterisierung von Härte und E-Modul wird als Indenter ein *Berkovich* Diamant (dreiseitige Pyramide) verwendet. Die Normalkraft ist dabei im Bereich von 1 μN bis 10 mN wählbar. Während der Messung wird kapazitiv sowohl der Eindring- als auch der Entlastungsvorgang registriert und insitu mit einer vertikalen Auflösung von 0,1 nm die Kraft-Eindring-Kurve ermittelt. Die mechanischen Eigenschaften werden anschließend mit Hilfe der Methode von *Oliver* und *Pharr* aus dem Entlastungssegment bestimmt. Beim Ritztest wird ein konischer Indenter mit definierter Andruckkraft und konstanter Geschwindigkeit über eine Probe geführt und eine Kratzspur erzeugt. Die Normalkraft ist im Bereich von 1 μN und 10 mN einstellbar, wobei mit konstantem oder ansteigendem Kraftverlauf gemessen werden kann. Das System detektiert kapazitiv die Eindring-Kurve und ermittelt gleichzeitig den Reibungskoeffizienten μ . Das Messgerät besitzt die Fähigkeit, mit der Indenterspitze neben der reinen mechanischen und tribologischen Charakterisierung auch insitu durch flächenhafte Abrasterung die Topographie der Probe abbilden zu können. Die Auflösung wird dabei durch das als Trägereinheit dienende RKM (Scannbereich 100 μm x 100 μm) bestimmt und liegt im Subnanometerbereich (Abbildung 6.7). Somit ist eine gezielte Untersuchung einzelner Bereiche oder prägnanter Oberflächenstrukturen möglich. Ferner können Abbildungen der Oberfläche vor und nach der Belastung Aufschluss über Verformungsmechanismen wie Materialabsenkung, Materialaufwürfe oder Verschleißpartikel geben.

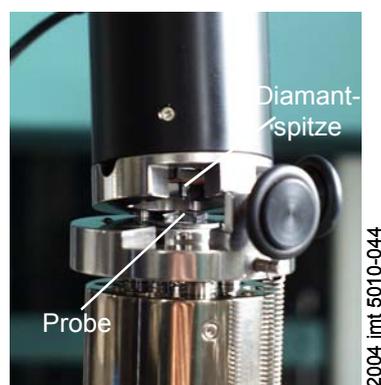


Abbildung 6.7: Kombination aus Rasterkraftmikroskop (RKM) und Nanoindenter

Berkovich-Indenter

Zur Charakterisierung von Härte und E-Modul einer Probenoberfläche wird als Indenter eine *Berkovich* Diamantspitze (dreiseitige Pyramide) verwendet, der mit einer Normalkraft im Bereich von 1 μN bis 10 mN beaufschlagt wird. Die Spitze weist das gleiche Höhe-zu-Oberfläche-Verhältnis wie ein *Vickers*indenter (vierseitige Pyramide) auf. Die *Berkovich*-Spitze ist eine dreiseitige Pyramide mit einem eingeschlossenen Winkel von $142,3^\circ$ und einen Halbwinkel von $65,3^\circ$. Der Spitzenradius R_S ist kleiner als 100 nm. Bei sehr kleinen Eindrücken erscheint die Spitze des Diamanten nicht mehr scharf und dreieckig, sondern sphärisch (Abbildung 6.8).

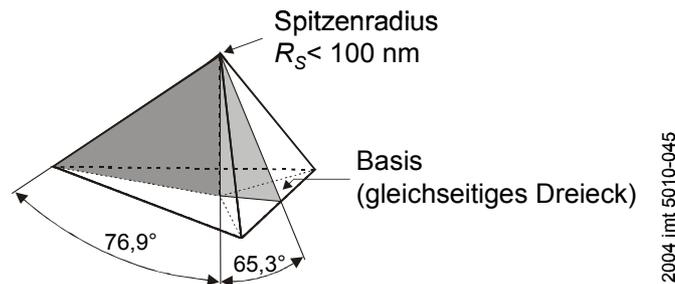


Abbildung 6.8: Geometrie eines *Berkovich*-Indenters [BHU04]

Die Anforderungen an einen Indenter sind ein hoher E-Modul, damit eine plastische Verformung ausgeschlossen wird, und ein geringer Reibwert. Aus diesen Gründen wird in der Regel Diamant als Indenter-Werkstoff verwendet [BHU04]. Eine RKM-Aufnahme der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten *Berkovich*-Spitze ist in Abbildung 6.9 dargestellt. In dieser Darstellung sind die dreieckige Pyramidenform (links) der *Berkovich*-Spitze und ihr Radius (rechts) zu erkennen. Der Radius R_S der Spitze beträgt etwa 80 nm.

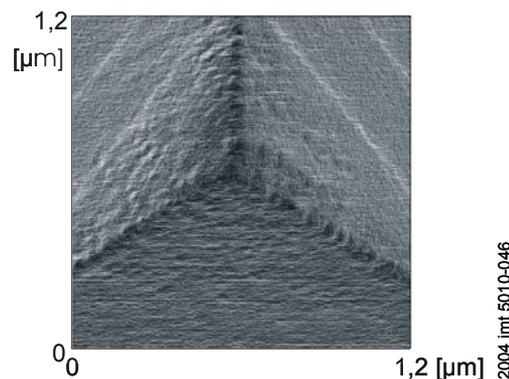


Abbildung 6.9: RKM-Aufnahme einer *Berkovich*-Spitze

Die Form des Abdrucks ist von den elastisch-plastischen Eigenschaften des untersuchten Materials abhängig. Bei sehr elastischen Materialien sind die Seitenkanten auf Grund der Rückverformung in Richtung des Mittelpunkts gebogen. Bei Eindrücken mit kleinen Kräften und damit kleinen Eindringtiefen ist die Eindruckgeometrie eher sphärisch.

Konischer Indenter

Beim Ritztest wird ein konischer Indenter (Abbildung 6.10) mit definierter Andruckkraft und wählbarer konstanter Geschwindigkeit über eine Probe geführt und eine Kratzspur erzeugt. Anhand der Messwerte kann das elastische und plastische Verformungsverhalten und der eindringtiefenabhängige Reibwert ermittelt werden. Die Normalkraft kann dabei in einem Bereich von 1 μN und 10 mN eingestellt werden, wobei üblicherweise mit ansteigendem Kraftverlauf gemessen wird. Das System detektiert kapazitiv die Tangentialkraft zur vorgegebenen Normalkraft und die Eindring-Kurve. Gleichzeitig wird der eindringtiefenabhängige Reibwert μ anhand der gegebenen und gemessenen Kräfte berechnet.

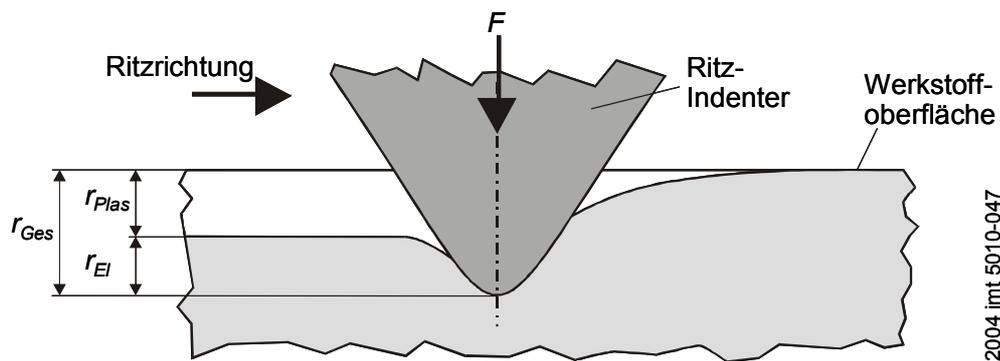


Abbildung 6.10: Ritzvorgang mit einem konischen Indenter (Schematisch)

Das Messgerät kann neben der rein mechanischen Charakterisierung auch in-situ durch flächenhafte Abrasterung die Topographie der Probe abbilden (Abbildung 6.11). Die Auflösung wird dabei durch das als Trägereinheit dienende RKM (Scannbereich 100 μm x 100 μm) und den Radius der konischen Diamantspitze bestimmt. Somit ist eine gezielte Untersuchung einzelner Bereiche oder prägnanter Oberflächenstrukturen möglich. Ferner können Abbildungen der Oberfläche vor und nach der Belastung Aufschluss über Verformungsmechanismen wie Materialabsenkung, Materialaufwürfe oder Verschleißpartikel geben.

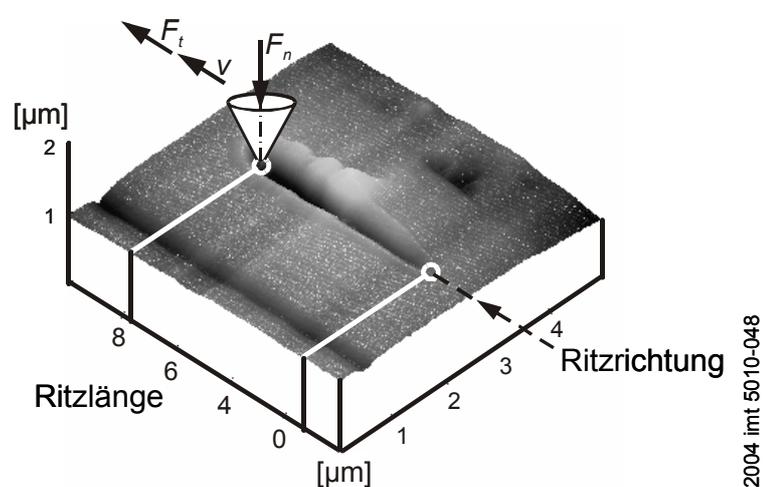


Abbildung 6.11: Topographie eines Ritzversuchs [POL00]

Der Vorteil dieses RKM basierten Verfahrens ist die definierte Kontaktfläche der konischen Diamantspitze, eine hohe laterale und vertikale Auflösung, sowie die exakte dreidimensionale Bestimmung der Verschleißvolumina. Die Mikro-Ritztests unterscheiden sich von konventionellen Ritztests (wie z.B. DIN V ENV 1071-1) im Wesentlichen nur durch kleinere aufgebrachte Normalkräfte (im μN -Bereich) und damit geringere mögliche Eindringtiefen, die im nm-Bereich liegen. Die Ritztiefe r_{Ges} eines Werkstoffes während eines Ritzversuches setzt sich aus der elastischen Ritztiefe r_{EL} und der plastischen (verbleibenden) Ritztiefe r_{PLAS} zusammen (Abbildung 6.10).

Die Ritztests werden üblicherweise mit einem konischen Indenter aus Diamant durchgeführt, der an seiner Spitze eine sphärische Form aufweist. Abbildung 6.12 zeigt eine RKM-Aufnahme der kegelförmigen Diamantspitze. Im linken Teil der Abbildung ist die sphärische Form der Spitze und im rechten Teil der Radius des Indenters zuerkennen. Er hat einen Öffnungswinkel von 90° und einen Radius von etwa 700 nm. Im Gegensatz zum *Berkovich*-Indenter besitzt er keine Vorzugsrichtung und wird er in der Regel zum Ritzen harter Materialien verwendet, bei denen plastische Deformationen erwünscht sind. Der konische Indenter kann auch zur Bestimmung von Härte und E-Modul an Materialien benutzt werden, die für den *Berkovich*-Indenter zu weich sind, wie z.B. Polymere.

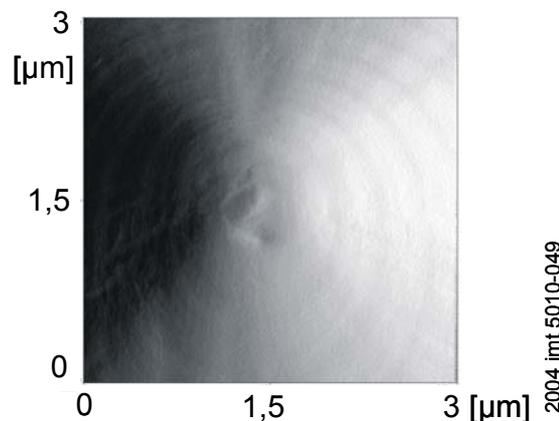


Abbildung 6.12: RKM-Aufnahme einer konischen Diamantspitze

6.2 Techniken der chemischen Oberflächenanalysen

Die Analyse der Oberflächenzusammensetzung beanspruchter Bauteile ist ein wichtiges Hilfsmittel bei tribologischen Prüfungen zur Charakterisierung von Reibungs- und Verschleißmechanismen. Durch Untersuchung der chemischen Eigenschaften, der atomaren Zusammensetzung sowie der chemischen Bindungszustände und ihrer chemischen Schichtstruktur, wird es möglich, auf wirkende Verschleißmechanismen, insbesondere tribochemische Reaktionen und Adhäsion, zu schließen [BHU99]. Im Bereich der Oberflächenanalytik kommen ausschließlich physikalische Verfahren zum Einsatz, bei denen die zu untersuchende Oberfläche mit Photonen, Elektronen, Ionen oder Neutralteilchen beschossen wird. Durch Anlegen hoher elektrischer Feldstärken oder durch Erwärmung werden dabei Photonen, Elektronen, Ionen

nen oder Neutralteilchen emittiert, die Informationen über die Oberfläche enthalten und zur Analyse dienen. Eine Übersicht über die Verfahren der Oberflächen- und Schichtanalytik liefert *Unger* [UNG00].

Bei der Technologischen Beratung Dr. Holweger wurden die anhaftenden Schmierfette und die gereinigten Lageroberflächen mittels Fouriertransformierter Infrarotspektroskopie (FTIR) analysiert. Am Physikalischen Institut (PI) der Universität Münster kam ein Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometer (TOF-SIMS) für die Untersuchung der anhaftenden Schmierfette, der Oberflächen und der Randschichten zum Einsatz. Beide Verfahren geben Aufschluss über die chemische Zusammensetzung, die chemischen Veränderung der Schmierstoffe und der Lageroberflächen. Nachfolgend werden die theoretischen Grundlagen der Untersuchungsverfahren und die verwendeten Messgeräte beschrieben.

6.2.1 Fouriertransformierte Infrarotspektroskopie (FTIR)

Die Fouriertransformierte Infrarotspektroskopie (FTIR) ist eine besondere Variante der IR-Spektroskopie. Mit Hilfe einer Fouriertransformation werden aus den mit einem Interferometer gemessenen Interferogrammen IR-Spektren berechnet. Die FTIR-Spektroskopie zeichnet sich verglichen mit herkömmlicher dispersiver Spektroskopie durch wesentlich kürzere Messzeiten und ein damit verbundenes höheres Signal-Rausch-Verhältnis aus. Sie hat daher praktisch in allen Bereichen Vorteile gegenüber dispersiven Verfahren. Alle neueren IR-Spektrometer sind daher FTIR-Spektrometer.

Grundlagen

In der Spektroskopie wird die Wechselwirkung elektromagnetischer Strahlung mit Materie gemessen. Dabei wird die Intensitätsänderung der elektromagnetischen Strahlung in Abhängigkeit von der Wellenlänge, der Teilchenmasse oder anderer charakteristischer Größen bestimmt. In der Infrarotspektroskopie erfolgt die Anregung von organischen Molekülen durch elektromagnetische Strahlen mit einer Wellenlänge im infraroten Bereich von 2,5 μm bis 25 μm . Der Wellenzahlbereich der elektromagnetischen Strahlung liegt zwischen 400-4.000 cm^{-1} . Die elektromagnetische Strahlung im infraroten Bereich löst in organischen Molekülen sowohl Schwingungs- als auch Rotationsvorgänge im niederenergetischen Bereich aus. Schwingungsübergänge sind aber nur dann infrarotaktiv, wenn sich während der Anregung die gleichmäßige Ladungsverteilung im Molekül ändert (Anregung von Dipolen, Induktion von Dipolen) [GÖP94]. Die Energie, die zur Anregung einer Schwingung benötigt wird, hängt von der Masse und der Bindungsstärke der schwingenden Atome ab. Durch die Schwingungsanregung wird die Intensität der Strahlung geschwächt. Bei der Aufnahme eines Infrarotspektrums werden verschiedene Frequenzen eingestrahlt und die auftretende Absorption gemessen. Das IR-Spektrum stellt daher das Absorptionsverhalten verschiedener, in einem Molekül verbundener, funktioneller Gruppen dar. Die Lage einer Absorptionsbande im IR-Spektrum kann auf der Abszisse durch die Wellenlänge λ oder die Wellenzahl ν , die als reziproker Wert der Wel-

lenlänge definiert ist, beschrieben werden. Im IR-Spektrum gibt die Ordinate die Absorption bzw. die Durchlässigkeit (Transmission) der Strahlung in Prozent (%) an. Die Zuordnung der charakteristischen Absorptionsbanden der funktionellen Gruppen erfolgt anhand von Tabellenwerken und Datenbanken (siehe auch Tabelle 6-1). Infrarotspektroskopie dient der chemischen Analyse organischer Verbindungen und insbesondere zur Strukturaufklärung, da sie direkte Aussagen über das Vorhandensein bestimmter funktioneller Gruppen ermöglicht [GÜN03].

Funktionelle Gruppen zur Charakterisierung von Schmierstoffen

Schmierstoffe setzen sich aus organischen Molekülen zusammen, deren Hauptbestandteile Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoffatome sind. Sie können daher gut anhand ihrer funktionellen Gruppen IR-spektroskopisch charakterisiert werden. In Tabelle 6-1 werden Wellenzahlbereiche der Absorptionsbanden für charakteristische funktionelle Gruppen von Schmierstoffen im IR-Spektrum zusammengefasst. Die Zuordnung von Schwingungen bei Wellenzahlbereichen unterhalb von 1.650 cm^{-1} ist nicht mehr eindeutig und kann nur unter Berücksichtigung von Datenbanken, anderer spektroskopischer Ergebnisse und Plausibilitätsbetrachtungen erfolgen.

Tabelle 6-1: Zuordnung von Wellenzahlbereichen zu funktionellen Gruppen

Wellenzahlbereich	Funkt. Gruppe	Schwingungsart
$3.800\text{-}3.200\text{ cm}^{-1}$	-O-H	Sauerstoff-Wasserstoff-Valenzschwingung
$3.300\text{-}3.200\text{ cm}^{-1}$	-N-H	Stickstoff-Wasserstoff-Valenzschwingung
$3.000\text{-}2.800\text{ cm}^{-1}$	-C-H	Kohlenstoff-Wasserstoff-Valenzschwingung
$2.700\text{-}2.500\text{ cm}^{-1}$	-X-H	X- Wasserstoff-Valenzschw. (X = O, P, S)
$1.800\text{-}1.650\text{ cm}^{-1}$	-C=O	Kohlenstoff-Sauerstoff-Valenzschwingung
$1.460\text{-}1.380\text{ cm}^{-1}$	-C-H	Kohlenstoff-Wasserstoff-Deformationsschwing.
$1.300\text{-}1.100\text{ cm}^{-1}$	-S=O	Schwefel-Sauerstoff-Valenzschwingung
$1.200\text{-}1.000\text{ cm}^{-1}$	-C-O-C	Kohlenstoff-Sauerstoff-Kohlenstoff-Schwing.

Nachfolgend werden anhand der schematischen Darstellung in Abbildung 6.13 die wichtigsten Schwingungsarten der charakteristischen funktionellen Gruppen sowie der Wellenzahlbereich der Absorptionsbanden im IR-Spektrum bezogen auf das verwendete Modellfett näher erläutert.

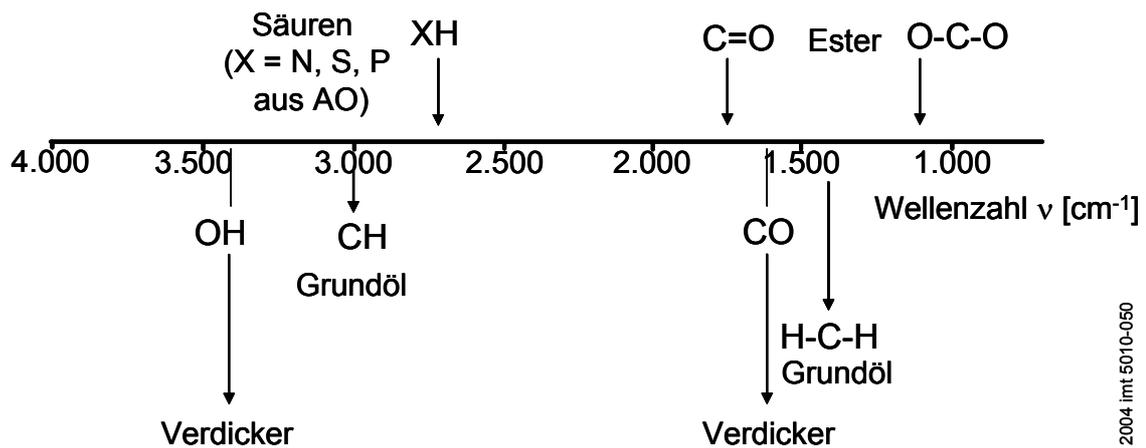


Abbildung 6.13: Absorptionsbereiche charakteristischer funktioneller Gruppen der Modellfette im IR-Spektrum

Kohlenstoff-Wasserstoff-Schwingung (-C-H)

Die Kohlenstoff-Wasserstoff-Schwingungen werden im IR-Spektrum im Bereich von $3.000\text{--}2.800\text{ cm}^{-1}$ sowie $1.460\text{--}1.380\text{ cm}^{-1}$ beobachtet. Sie bilden das hauptsächlichste Muster vieler IR-Spektren von Schmierstoffen.

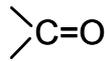
Sauerstoff-Wasserstoff-Schwingungen (-O-H)

Sauerstoff-Wasserstoff-Bindungen kommen in Schmierstoffen in Verdickern, Additiven und gelegentlich auch im Basisölen (Polyglykolen) vor. Die charakteristische Sauerstoff-Wasserstoff-Schwingung tritt im IR-Spektrum im Bereich von $3.800\text{--}3.200\text{ cm}^{-1}$ auf. Da Sauerstoff-Wasserstoff-Bindungen je nach Umgebung starke gegenseitige Anziehung ausüben, hängt ihre genaue Lage sehr stark von der jeweiligen Umgebung ab. Die Absorptionsbanden treten häufig stark verbreitert in Erscheinung. Je stärker die gegenseitige Anziehung (Wasserstoffbrückenbindung) ausfällt, desto breiter ist die OH-Linie. Gleichzeitig erfolgt eine Verschiebung zu niedrigeren Anregungsenergien. Bei Schmierfetten mit hohen Verdickeranteilen resultiert die OH-Absorption hauptsächlich aus dem Vorhandensein der Seifenmoleküle. In den verwendeten Modellfetten wird als Verdicker Lithium-12-Hydroxistearat, das Neutralisationsprodukt aus Lithiumhydroxid und 12-Hydroxistearinsäure (hydrierter Rizinolsäure), eingesetzt. Die Valenzschwingungen dieser OH-Gruppe sind im IR-Spektrum im Bereich von $3.500\text{--}3.200\text{ cm}^{-1}$, meistens als breite Linie, zu beobachten. OH-Valenzschwingungen können aber auch infolge von Basisöloxidationsreaktionen auftreten und die Zersetzung des Schmierstoffs anzeigen.

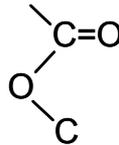
Kohlenstoff-Sauerstoff-Schwingungen (-C=O)

Kohlenstoff-Sauerstoff-Valenzschwingungen in Schmierfetten resultieren aus Esterzusätzen, Karbonsäuren und Seifen, wobei verschiedene strukturelle Anordnungen existieren.

Die Absorptionsbande der Carbonylgruppe liegt im IR-Spektrum im Wellenzahlbereich von $1.800-1.650\text{ cm}^{-1}$.

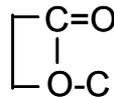


Ester sind Kohlenstoff-Sauerstoff-Verbindungen, bei denen innerhalb einer Kohlenstoffkette das gezeigte Strukturelement eingebaut wird. Die Kohlenstoff-Sauerstoff-Schwingung (-C=O) der Estergruppe absorbiert im Bereich von $1.750-1.720\text{ cm}^{-1}$.

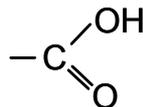


Korrespondierend dazu wird die Schwingung der -C-O-C -Gruppe im Bereich von $1.200-1.100\text{ cm}^{-1}$ beobachtet. Wenn ein Ester vorliegt, müssen beide Schwingungsabsorptionen auftreten.

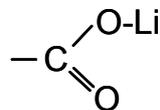
Schwingungen von ringförmigen Estern (Lactonen) werden im Bereich von $1.820-1.760\text{ cm}^{-1}$ beobachtet. Sie können als Folge von thermischer Beanspruchung des Grundöls auftreten.



Carbonylgruppen von Karbonsäuren absorbieren im Bereich von $1.710-1.690\text{ cm}^{-1}$.



Carbonylgruppen von Seifen absorbieren im Bereich von $1.700-1.650\text{ cm}^{-1}$.



Die Lage der Carbonylbanden im IR-Spektrum liefert wichtige Informationen über den strukturellen Zustand des Schmierfettes.

Aufbau eines FTIR-Spektrometers

Der klassische Vertreter eines FTIR-Spektrometers ist das Michelson-Interferometer. Ein dispersiver Spektralapparat (Strahlteiler) zerlegt polychromatisches Licht durch Monochromatoren räumlich in einzelne Wellenlängen (Energiebereiche). Interferenz-Spektral-Apparate modulieren das polychromatische Licht. Hierzu wird das Licht der IR-Strahlenquelle auf einen halbdurchlässigen Strahlteiler geleitet (Abbildung 6.14).

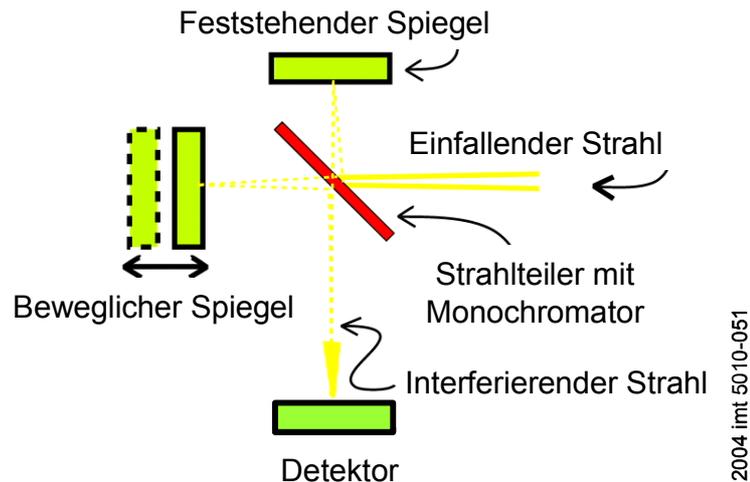


Abbildung 6.14: Schematische Darstellung eines Michelson-Interferometers [WAC95]

Ein Teil des Strahls wird auf einen feststehenden Spiegel reflektiert. Der andere Teil trifft auf einen beweglichen Spiegel. Beide Teilstrahlen interferieren bei der Rückreflektion. Das Interferenzbild hängt von der Position des beweglichen Spiegels ab (Wegdifferenz zwischen Strahlteiler und Spiegel). Ist der optische Weg zwischen Strahlteiler und feststehendem Spiegel gleich dem Weg zwischen Strahlteiler und beweglichem Spiegel, so tritt eine konstruktive Interferenz ein. Die Intensität ist maximal. Durch Veränderung der Position des beweglichen Spiegels sind sowohl konstruktive als auch destruktive Interferenzen einstellbar. Die Signalintensität ist abhängig von der Wegposition des beweglichen Spiegels ist das Interferogramm. Das Interferogramm enthält jeweils alle Informationen über den gesamten Spektralbereich und liegt zunächst als Funktion der Signalintensität über der Zeit vor (Amplituden-Zeit-Spektrum). Durch eine Fourier-Transformation (FT) wird das Amplituden-Zeit-Signal in die für die Auswertung notwendige Frequenzdomäne (Frequenz-Absorptions-Spektrum) überführt. Die Auflösung ist im Gegensatz zum dispersiven Spektralapparat über alle Wellenzahlen gleich [WAC95].

FTIR-Mapping-Verfahren

Mit Hilfe von FTIR-Mikroskopie ist es möglich, charakteristische Bereiche der Lagenoberfläche und die Konzentrationsverteilungen von spezifischen funktionellen Gruppen im so genannten FTIR-Mapping-Verfahren darzustellen (Abbildung 6.15). Hierzu wird die Probenoberfläche im Lichtmikroskop mit 100facher Vergrößerung in Reflexion abgebildet. Durch Abrastern der Probe im x,y-Betrieb können charakteristische Bereiche IR-spektroskopisch abgebildet werden (IR-Total Image). Mittels einer speziellen Software werden anschließend die FTIR-Spektren der gerasterten Oberfläche ausgewertet. Durch Auswahl von Absorptionsbereichen kann der Ortspunkt als so genannte FTIR-Map bzw. Chemiemap abgebildet werden. Beispielsweise erfolgt die Darstellung der gerasterten Oberfläche als Funktion einer OH-Schwingung. Dazu wird die charakteristische Wellenzahl der OH-Schwingung von 3.500 -

3.200 cm^{-1} ausgewählt. Das Topogramm (Chemie-Map) gibt dann anhand einer Farbskala Ortspunkte mit hoher oder niedriger Konzentration der OH-Gruppe wieder.

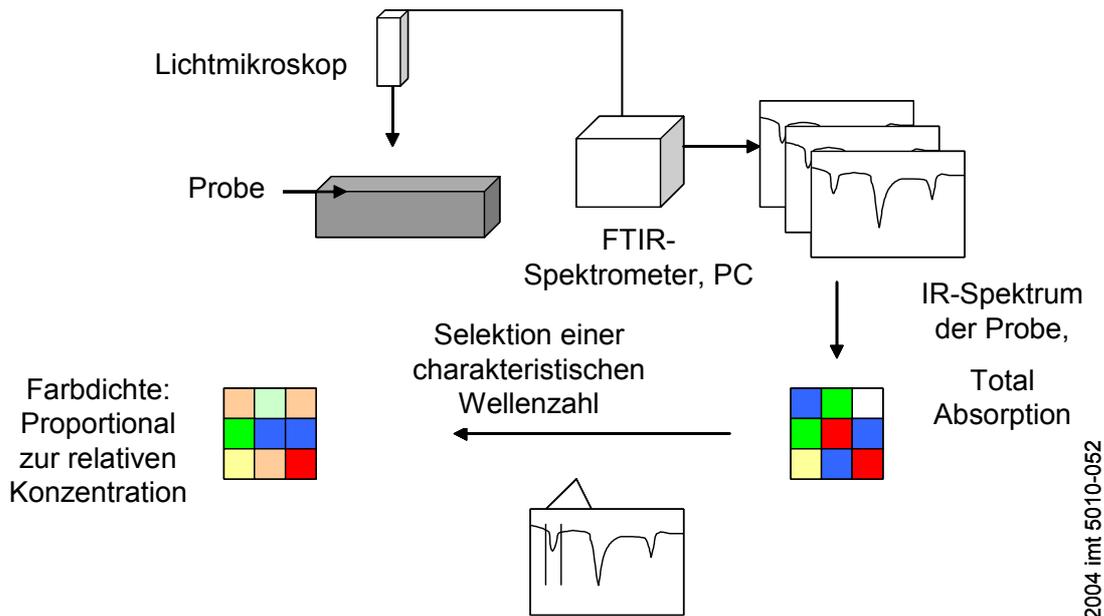


Abbildung 6.15: Schematische Darstellung des FTIR-Mapping-Verfahrens

6.2.2 Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie (TOF-SIMS)

Grundlagen

Die Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie (Time of Flight Secondary Ion Mass Spectrometry, TOF-SIMS) ist eine spezielle Variante der Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS). Bei der SIMS wird der zu analysierende Oberflächenbereich mit energiereichen Primärionen beschossen, was u.a. zum Zerstäuben des Festkörpers führt. Dabei werden Sekundärteilchen aus überwiegend neutralen Atomen oder auch Molekülen emittiert. Ein geringerer Anteil ist jedoch positiv oder negativ geladen. Diese Sekundärionen können auf Grund ihrer elektrischen Ladung mit einem Massenspektrometer analysiert werden, indem sie beschleunigt, entsprechend ihres Masse/Ladungsverhältnisses getrennt und anschließend mit einem Detektor nachgewiesen werden. SIMS zeichnet sich vor allem durch seine hohe Nachweis- und Oberflächenempfindlichkeit aus. Anwendungsschwerpunkte sind die Messung von Elementverteilungen auf Oberflächen und/oder Tiefenprofilen sowie die Spurenanalyse. Schwieriger gestaltet sich dagegen die Quantifizierung. Die Zerstäubung und die Ionisation der Sekundärionen sind durch den Emissionsprozess miteinander gekoppelt, so dass die erhaltenen Sekundärionensignale stark von der jeweils vorliegenden Umgebung an der Festkörperoberfläche abhängen (Matrixeffekt). Dieser Umstand erfordert die Messung eines Probenstandards zur Quantifizierung.

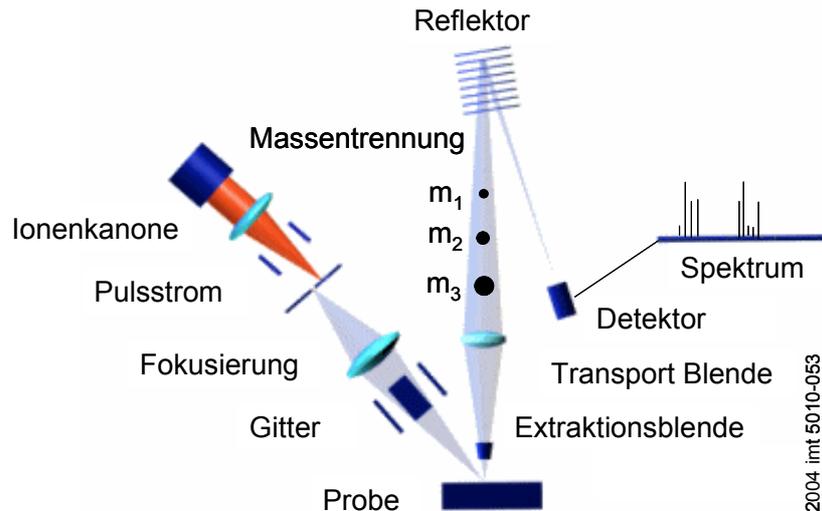


Abbildung 6.16: Schematischer Aufbau eines Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometers [GUN02]

Im Gegensatz zur SIMS wird bei TOF-SIMS ein gepulster Primärionenstrahl mit einer so geringen Stromdichte eingesetzt, dass während der Oberflächenanalyse nur ein Bruchteil einer Monolage an Molekülen abgetragen wird (Abbildung 6.16). Die abgesputterten Sekundärionen werden beschleunigt, durchlaufen massenabhängig mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten eine Driftstrecke und werden mit hoher Zeitauflösung durch ein Detektorsystem nachgewiesen. Anhand der jeweiligen Flugzeit wird dann die zugehörige Masse des detektierten Sekundärions bestimmt [ARL02].

Anwendungsgebiete und Analyseverfahren

Die Anwendungsgebiete der TOF-SIMS sind der Nachweis von organischen Kontaminationen, die Abbildung von organischen und anorganischen lateralen Strukturen mit Auflösungen bis unter $1\ \mu\text{m}$ und Informationen über Elementtiefenverteilungen in lateral lokalisierten Probenbereichen. Mit dieser quasi zerstörungsfreien („statischen“) Analyse können auch große Moleküle und charakteristische Fragmente von organischen sowie anorganischen Materialien nachgewiesen werden. Neben Informationen zur elementaren Zusammensetzung wird mit Hilfe von Referenzspektren auch die Identifizierung von Verbindungen (z.B. langkettige organischen Materialien, Polymere, usw.) ermöglicht. Die Attraktivität des TOF-SIMS-Verfahrens liegt vor allem in seiner hohen Nachweisempfindlichkeit und dem großen zugänglichen Massenbereich, durch den auch organische Moleküle mit Massenzahlen von über $10.000\ \text{g/mol}$ erfasst werden können [VIC01].

Das Ziel einer statischen TOF-SIMS Untersuchung ist die Analyse der ursprünglichen, nicht veränderten Oberflächenzusammensetzung. In der Praxis wird

diese quasi zerstörungsfreie Oberflächenanalyse durch die Verwendung sehr geringer Primärionendosisdichten erzielt [ARL02, VIC01].

Mittels TOF-SIMS Imaging können orts aufgelöste Element- und Molekülverteilungsbilder (chemical maps) von Oberflächen durch eine pixelweise Erfassung von Massenspektren erstellt werden. Dabei werden simultan Massennachweis und die massenaufgelösten Sekundärionen-Lateralverteilungen aufgenommen [ARL02, VIC01]. Die an Außenringbruchstücken durchgeführten Abbildungsuntersuchungen wurden mit 128 x 128 Pixel auf einer Fläche von 750 µm x 750 µm realisiert, d.h. es wurde jeweils die analytische Information ausgewählter Massen (SI-Intensität) rechnergestützt farbcodiert, dargestellt und ausgewertet.

Bei der TOF-SIMS Tiefenprofilierung ist ein sequentieller Abtrag der Oberfläche mittels Zerstäubung (Sputter-Prozess) erforderlich. Da der Abtrag durch den zur Analyse verwendeten gepulsten Primärionenstrahl nur gering ist, muss ein zweiter, gepulster Primärionenstrahl mit hoher Primärionendosisdichte verwendet werden. Analysen- und Sputter-Primärionen-Strahl sind in der Analysenebene zueinander zentriert und treffen zeitlich versetzt (TOF-SIMS timing sequence) auf die Probe auf. Bei dieser so genannten Dual-Beam-Methode wird die erzielbare Tiefenauflösung im Wesentlichen durch den Sputter-Primärionen-Strahl bestimmt [ARL02, VIC01].

Zur Orientierung wird für den Nanoindenter der Übergang von der flachen Schulter in den Laufbahnbereich als Nullpunkt festgelegt. Die vier Messstellen liegen, durch die Stellschraube des Nanoindenters bedingt (1 Schraubenumdrehung beträgt $300\ \mu\text{m}$), $600\ \mu\text{m}$, $900\ \mu\text{m}$, $1.200\ \mu\text{m}$ und $1.500\ \mu\text{m}$ weit von dieser Nulllage weg. Die theoretisch berechnete Druckellipse der Kugel ist $800\ \mu\text{m}$ breit und befindet sich in einem Bereich von $800\ \mu\text{m}$ bis $1.600\ \mu\text{m}$ von der flachen Schulter entfernt und ist somit im Messbereich eingeschlossen. Ein größerer Messbereich kann auf Grund der Krümmung des Außenringes und der damit verbundenen Winkelfehler bei der Indentierung/den Ritztests nicht realisiert werden.

An den vier Messstellen werden je Probe zur statistischen Absicherung der Ergebnisse jeweils fünf Härtemessungen (Mehrfachindents) und fünf Ritztest durchgeführt. Ein neuer Messpunkt wird bei dieser Vorgehensweise durch verschieben des Nanoindenters in Umfangsrichtung angesteuert.

7.1.3 Vorgehensweise bei der Härtemessung

Um einerseits durch zeitlich kurze Experimente und vergleichsweise wenig Messungen Informationen über die Eindringtiefeabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften Härte und E-Modul zu erhalten und andererseits im Vergleich zu einem einzelnen Indent den Einfluss der nicht linearen Driftraten des Gerätes auf die Messungen zu reduzieren, wurden Mehrfacheindrücke mit 5 Eindringtiefen durchgeführt. Während der Messung wurde die Normalkraft stufenweise von $250\ \mu\text{N}$ auf $1.500\ \mu\text{N}$ erhöht. Die zeitliche Belastung der Lageroberfläche ist schematisch in Abbildung 7.2 dargestellt.

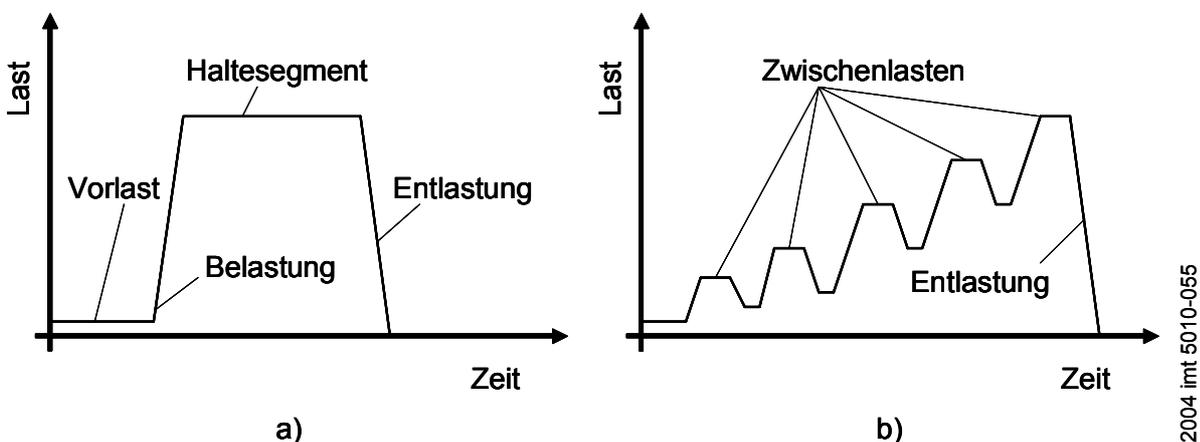


Abbildung 7.2: Schematische Darstellung der zeitlichen Belastung der Lageroberfläche bei a) einem Einzelindent und b) einem Mehrfacheindruck

Jeder der Belastungszyklen läuft nach dem gleichen Schema ab und kann folgendermaßen beschrieben werden: Zunächst wird in einem Haltesegment unter geringer Vorlast ($0,5\ \mu\text{N}$) die Driftrate bestimmt. Im Anschluss wird die linear steigende Last aufgebracht, die bei Erreichen der ersten Zwischenlast 5 sec. gehalten wird. Anhand dieses Haltesegments kann beurteilt werden, ob das Material ein viskoelastisches Verhalten aufweist. Anschließend folgt die lineare Entlastung auf 50 Prozent

der Zwischenlast. Nach einem kurzen Haltesegment von 2 Sekunden wird linear auf die nächstgrößere Zwischenlast belastet. Diese Vorgänge werden wiederholt, bis die Endlast erreicht wird. Nun folgt eine lineare Entlastung bis auf die Nulllast und die Messung ist beendet.

Zur Berechnung von Härte und Elastizitätsmodul wird nun jedes Segment (jede Zwischenlast) einzeln angewählt und ausgewertet. Dabei ermittelt die Software, unter Berücksichtigung der für den entsprechenden Kraftbereich bestimmten Flächenfunktion $A(h_c)$ des Indenters, nach der Methode von *Oliver* und *Pharr* am Entlastungssegment der Kraft-Eindringtiefen-Kurve Härte und E-Modul der Probe (siehe 6.1.2.). Die statistische Auswertung der Einzelmessungen im Gesamtzusammenhang erfolgt anschließend in einem Tabellenkalkulationsprogramm.

7.1.4 Vorgehensweise beim Ritztest

Um den elastischen und den plastischen Anteil der Ritztiefe ermitteln zu können, ist es erforderlich, die Topographie der Werkstoffoberfläche mit Hilfe des Indenters vor dem Ritztest durch einen so genannten Prescan darzustellen. Der Indenter rastert dabei die Probenoberfläche mit einer geringen Vorlast von $10 \mu\text{N}$ ab. Anschließend wird der Ritztest, in diesem Fall mit einer kontinuierlich von 0 bis auf $5.000 \mu\text{N}$ ansteigenden Last über eine Ritzlänge von $8 \mu\text{m}$ durchgeführt. Zur Bestimmung der nach dem Ritztest verbleibenden Ritztiefe r_{PLAS} erfolgt ein so genannter Postscan.

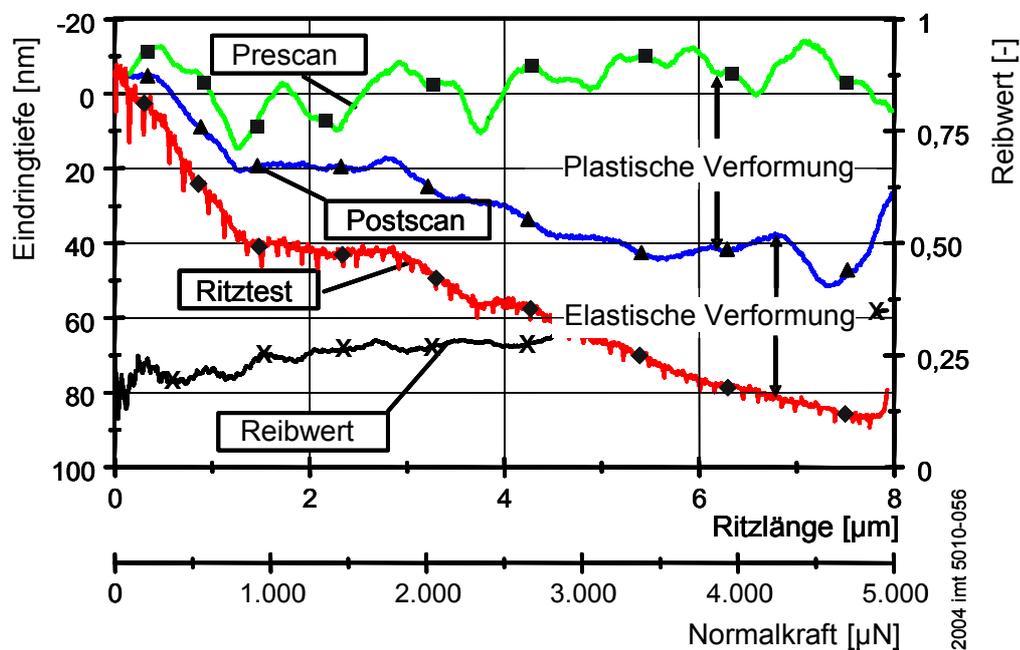


Abbildung 7.3: Schematische Darstellung der Eindringtiefenkurve eines Prescans, eines Ritzes und eines Postscans

In Abbildung 7.3 sind schematisch die Eindringtiefenkurven eines Prescans, Ritztests und Postscans dargestellt. Aus der Differenz von Prescan und Postscan

wird der plastische Anteil der Verformung bestimmt. Der elastische Anteil entspricht der Differenz der Eindringtiefe des Ritzes und des Postscans. Zu berücksichtigen ist ferner, dass der gemessene Reibwert eindringtiefenabhängig ist.

Da die Topographie der Probe und die Lage der Probe zum Indenter einen großen Einfluss auf die Messergebnisse hat, führt die Auswertesoftware des Indenters nach der Messung zunächst eine Korrekturberechnung über den gesamten Ritztest durch. Dabei wird eine Verfälschung der Messergebnisse durch die Verkipfung der Probe eliminiert.

7.2 Charakterisierung der geometrischen Oberflächeneigenschaften

Im Folgenden werden die Ergebnisse der geometrischen Oberflächencharakterisierung der im Kurz- und Dauerversuch gelaufenen, gereinigten Lageroberflächen und eines Referenzlagers im gereinigten, unbenutzten Zustand gegenübergestellt. Für die einzelnen Modellfette werden jeweils nur kennzeichnende Oberflächenabbildungen dargestellt. Zur Bestimmung der Mikrogeometrie der Oberflächen kommen Verfahren zur bildmäßigen Darstellung der Oberfläche (Lichtmikroskop (LM) und Rasterelektronenmikroskop (REM)) und Verfahren zur numerischen Kennzeichnung der Mikrogeometrie durch Oberflächenrauheitskenndaten (Oberflächenrauheitsmesstechnik) zum Einsatz.

7.2.1 Lichtmikroskopische Untersuchungen

Ergebnisse der LM-Untersuchungen am Referenzlager

Zur Untersuchung der Mikrogeometrie eines unbeanspruchten Referenzlagers wird dieses im Ultraschallbad mit n-Hexan gereinigt, um an der Oberfläche haftende Konservierungsmittel zu entfernen. Mit dem bloßen Auge erscheint der gereinigte Wälzlagerstahl im Laufbahnbereich der Kugel metallisch glänzend.

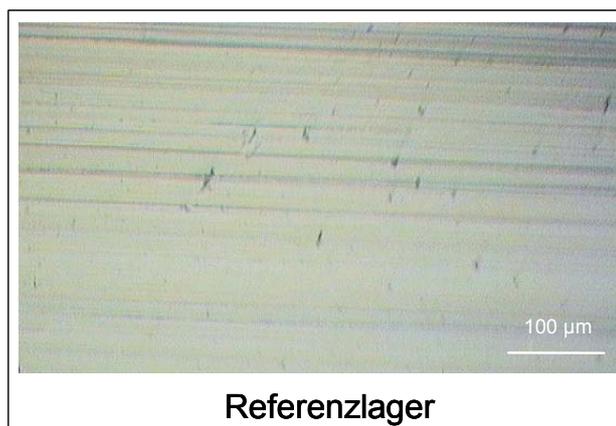


Abbildung 7.4: LM-Aufnahme eines Referenzlagers (Lageraußenring, Laufspur)

In Abbildung 7.4 ist die mikroskopische Aufnahme der Referenzlageroberfläche eines Lageraußenringes im Laufbahnbereich dargestellt. In Umfangsrichtung sind deutlich die beim Honen entstandenen Bearbeitungsspuren sichtbar, wobei auch

im unbeanspruchten Zustand bei einer 100fachen Vergrößerung kleine Fehlstellen im Referenzstahl zu erkennen sind (siehe auch Abbildung 7.9).

Ergebnisse der LM-Untersuchungen an Oberflächen aus den Kurzversuchen

An den mit n-Hexan gereinigten Lagerproben aus den Kurzversuchen sind bereits nach einer Laufzeit von 150 h mit dem bloßen Auge leichte Verfärbungen im Bereich der Laufspur von weißer bis hellgrauer Farbe sichtbar. Dabei erscheint der Wälzlagerstahl im direkten Kontakt zwischen Kugel und Lagerring nicht mehr glänzend, sondern mattiert. Die Breite der in Umfangsrichtung sichtbaren Verfärbung beträgt ca. 1 mm und ist wesentlich schmaler ausgeprägt als nach den Dauerversuchen. In Abbildung 7.5 sind lichtmikroskopische Aufnahmen der Oberflächen von Proben aus dem Kurzversuch von Modellfett A und Modellfett D gegenübergestellt.

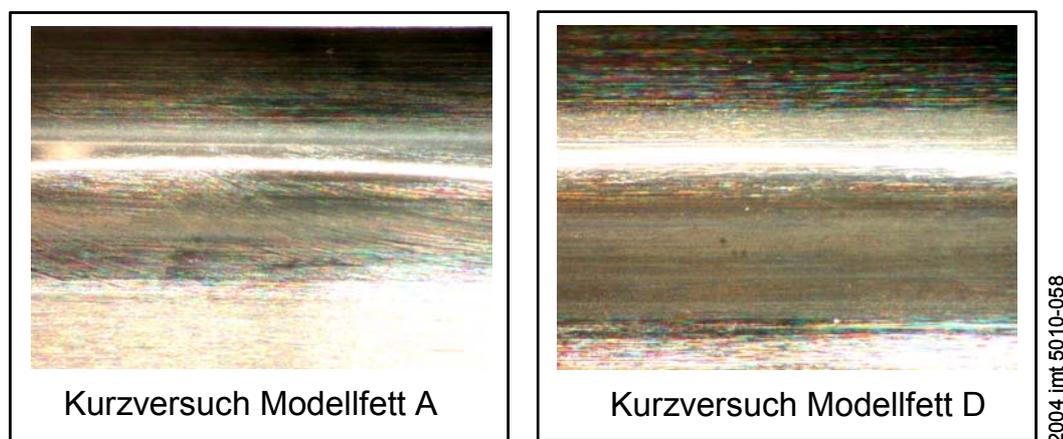


Abbildung 7.5: Oberflächenverfärbung von zwei Proben (Kurzversuch) der Modellfette A und D im Laufbahnbereich (LM-Aufnahme)

Außerhalb des Kontaktbereichs der Kugel sind in Umfangsrichtung, wie beim Referenzlager, deutlich die beim Honen entstandenen Bearbeitungsspuren erkennbar. Im Kontaktbereich der Kugel ist die Oberfläche geglättet und erscheint in weißer bis hellgrauer Farbe. Anhand der an den Lagerproben nach den Kurzversuchen auftretenden Verfärbungen kann nicht zwischen den einzelnen Modellfetten unterschieden werden. Auch die Lagerproben von Modellfett A, welches unadditiviert ist, sind im Kontaktbereich nur leicht verfärbt.

Ergebnisse der LM-Untersuchungen an Oberoberflächen aus den Dauerversuchen

Nach der Reinigung der Lagerproben mit n-Hexan werden an allen Proben mit dem bloßen Auge Verfärbungen über den gesamten Bereich der Laufbahn von hellbraun bis schwarz und im direkten Kontakt zwischen Kugel und Lagerring von silbrig glänzender bis blauer Farbe sichtbar. Besonders stark gefärbt ist dabei der Laufbahnbereich der Lagerproben mit Modellfett A. Abbildung 7.6 stellt auf der linken Seite eine lichtmikroskopische Aufnahme der Oberflächenverfärbung einer mit Modellfett A im Dauerversuch getesteten Lagerprobe im Kontaktbereich dar. Dieser Oberflä-

chenbereich kann in zwei Regionen unterschiedlicher Verfärbung aufgeteilt werden. In der Kontaktzone zwischen Kugel und Lagerring treten dunkelbläuliche bis silbrig glänzende Bereiche auf. Die Oberflächenstruktur erscheint im Vergleich zum Referenzzustand stark geglättet. Am äußeren Kontaktbereich (am Außenring in Richtung der hohen Schulter) werden in Umfangsrichtung dunkelbraune bis schwarze Verfärbungen sowie schwarze Ablagerungen registriert, die sich nicht von der Oberfläche entfernen lassen und auf verkohlte Fettbestandteile bzw. Polymerisationsprodukte hinweisen.

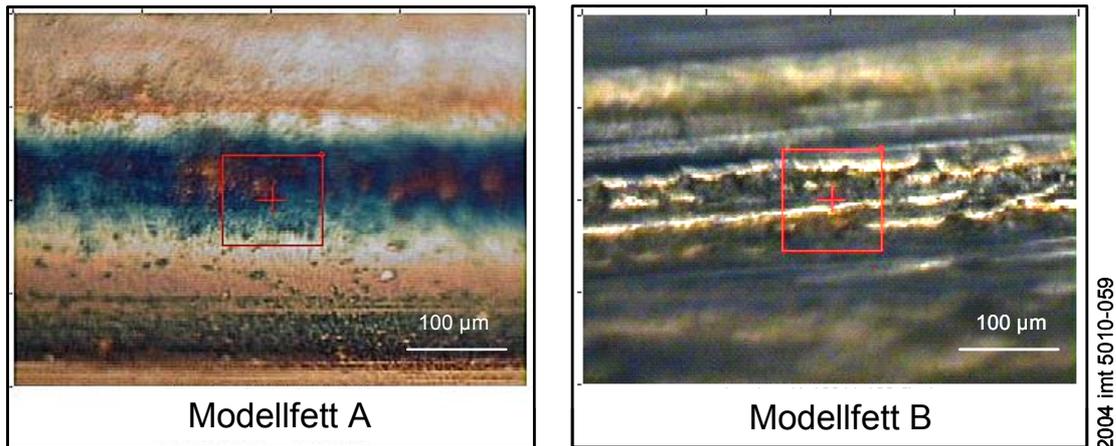


Abbildung 7.6: Oberflächenverfärbung von zwei Proben (Dauerversuch) der Modellfette A und B im Laufbahnbereich (LM-Aufnahme)

Im rechten Teil der Abbildung 7.6 ist eine für Dauerversuche mit Modellfett B charakteristische Oberfläche gezeigt. Besonders auffällig erscheinen die Bearbeitungsspuren in Umfangsrichtung mit einer sichtbaren Aufrauung der Oberflächenstruktur in der Kontaktzone. Außerdem sind, wie bei Modellfett A, braune, blaue sowie silbrig glänzende Farbtöne an der Lageroberfläche erkennbar.

Die im linken Teil der Abbildung 7.7 gezeigte Oberfläche aus einem Dauerversuch mit Modellfett C ähnelt stark den mit Modellfett A gelaufenen Lagern.

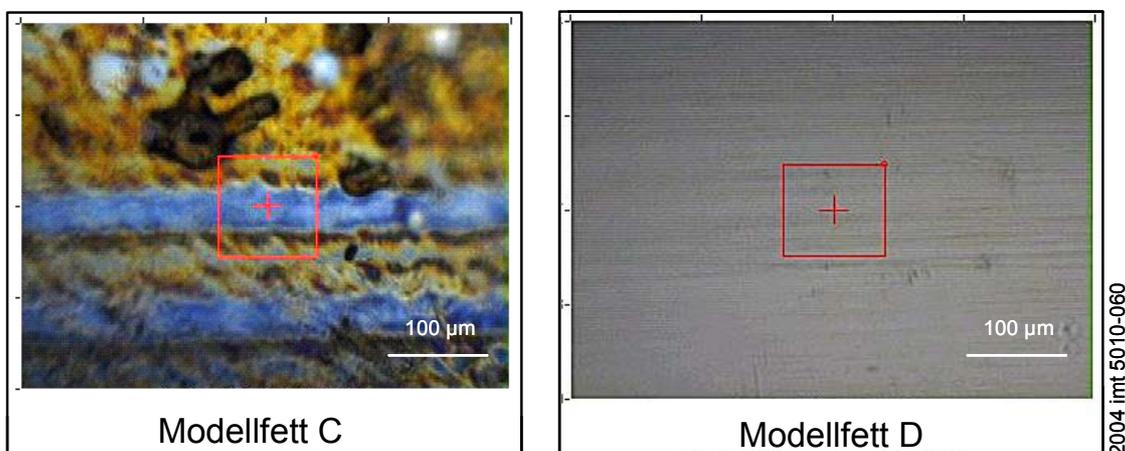


Abbildung 7.7: Oberflächenverfärbung von zwei Proben (Dauerversuch) der Modellfette C und D im Laufbahnbereich (LM-Aufnahme)

In Umfangsrichtung treten Bereiche mit blauer bis silbrig glänzender Farbe sowie Zonen mit braunen Verfärbungen und schwarzen Ablagerungen auf. Dabei korrelieren stark gefärbte Oberflächenbereiche mit kurzen Laufzeiten bzw. Schmierfettgebrauchsdauern. Die geringsten Verfärbungen an der Lageroberfläche weisen die Proben aus den Dauerversuchen mit Modellfett D auf (Abbildung 7.7, rechts). Bei diesen Proben sind, genau wie bei Lageroberflächen aus den Kurzversuchen, Verfärbungen nur bei entsprechender Beleuchtung sichtbar und haben eine weiß-graue bis silbrig glänzende Farbe. Die lichtmikroskopische Oberflächenaufnahme weist trotz hoher Prüflaufzeiten im Kontaktbereich noch deutlich Bearbeitungsspuren in Umfangsrichtung auf.

Abbildung 7.8 stellt LM-Aufnahmen repräsentativer Oberflächen im Kontaktbereich aus den Dauerversuchen mit Modellfett E (links) und Modellfett F (rechts) dar.

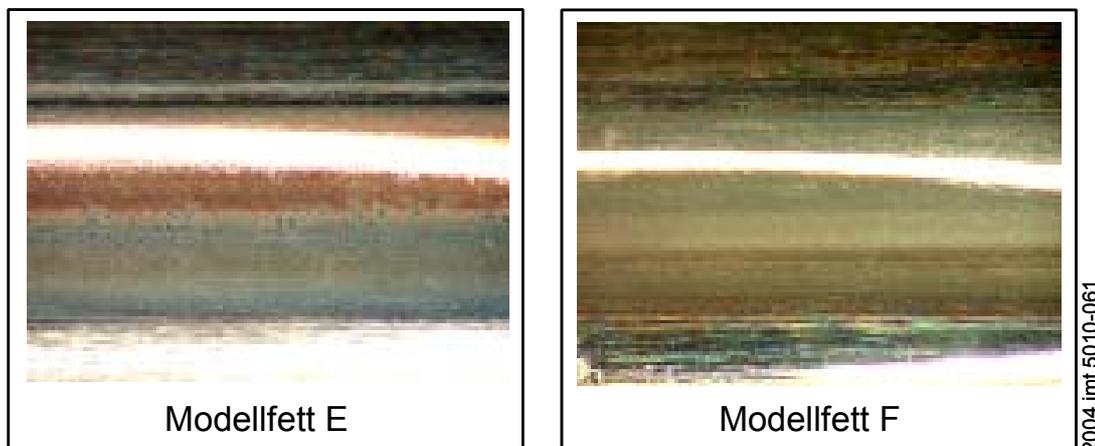


Abbildung 7.8: Oberflächenverfärbung von zwei Proben (Dauerversuch) der Modellfette E und F im Laufbahnbereich (LM-Aufnahme)

An beiden Oberflächen treten im Vergleich zu den Modellfetten A, B und C lediglich geringe Verfärbungen von brauner bis silbrig glänzender Farbe auf. An einigen Stellen können außerdem noch Bearbeitungsspuren detektiert werden. Im Unterschied zu Modellfett F, zeigen Lageroberflächen von Modellfett E im Randbereich der Kontaktzone teilweise bräunliche Ablagerungen, die trotz hoher Temperaturstabilität des Antioxidans E aus Polymerisationsprodukten bzw. verkohlten Fettbestandteilen resultieren.

7.2.2 Untersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie

Das REM ermöglicht ein Oberflächenabbild mit besserer Vergrößerung und höherer Tiefenschärfe. Hierbei wird die Topographie der Oberfläche, genau wie bei den lichtmikroskopischen Aufnahmen aus Kapitel 7.2.1, allerdings nur rein qualitativ ermittelt.

Ergebnisse der REM-Untersuchungen am Referenzlager

Abbildung 7.9 zeigt REM-Aufnahmen der Laufflächen am Außenring eines Referenzlagers bei 250facher (links) und 1.500facher (rechts) Vergrößerung.

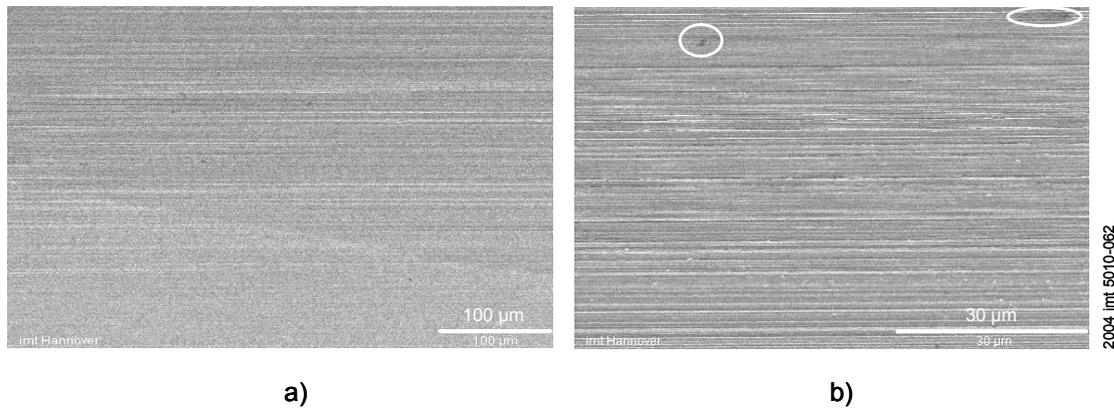


Abbildung 7.9: REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Referenzlagers: a) 250fache Vergrößerung, b) 1.500fache Vergrößerung

Genau wie bei der lichtmikroskopischen Aufnahme (Abbildung 7.4) sind in beiden REM-Aufnahmen in Umfangsrichtung deutlich Bearbeitungsspuren erkennbar, die aus dem Fertigungsprozess des Lagers resultieren. In Abbildung 7.9 b) sind im oberen Bildteil Fehlstellen sichtbar, die vereinzelt am unbeanspruchten Referenzstahl nachgewiesen werden.

Ergebnisse der REM-Untersuchungen an Oberflächen aus den Kurzversuchen

Wie die lichtmikroskopischen Aufnahmen gezeigt haben, können die Lagerproben aller Modellfette nach den Kurzversuchen nicht anhand der auftretenden Verfärbungen unterschieden werden. Deshalb sind in Abbildung 7.10 exemplarisch für alle Lager aus den Kurzversuchen REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Kurzversuch mit Modellfett A bei 500facher und 5.000facher Vergrößerung dargestellt.

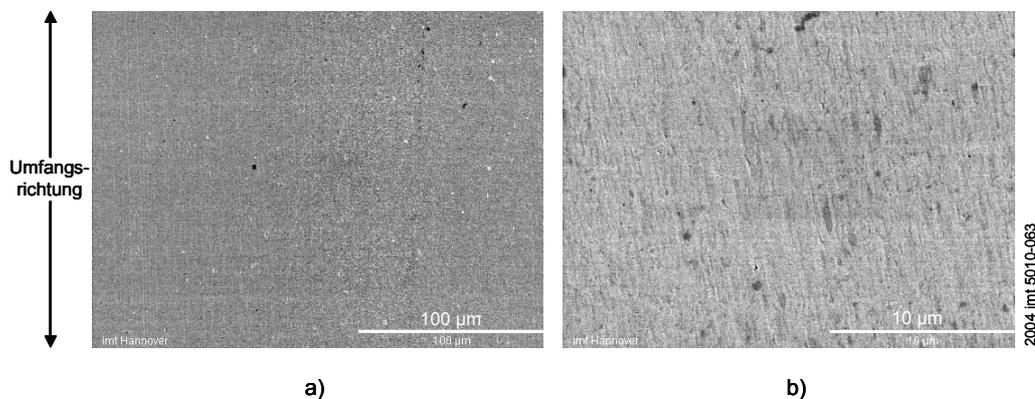
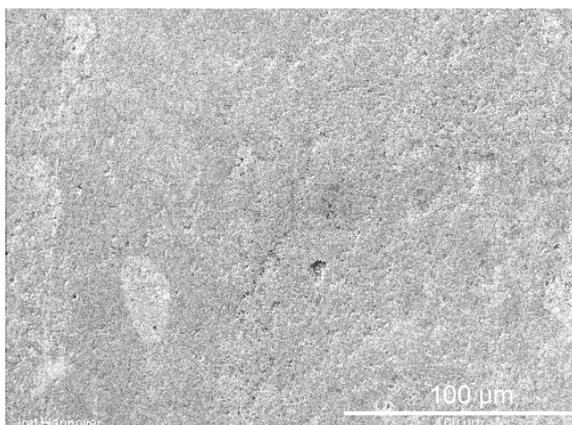


Abbildung 7.10: REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Kurzversuch mit Modellfett A a) 500fache Vergrößerung, b) 5.000fache Vergrößerung

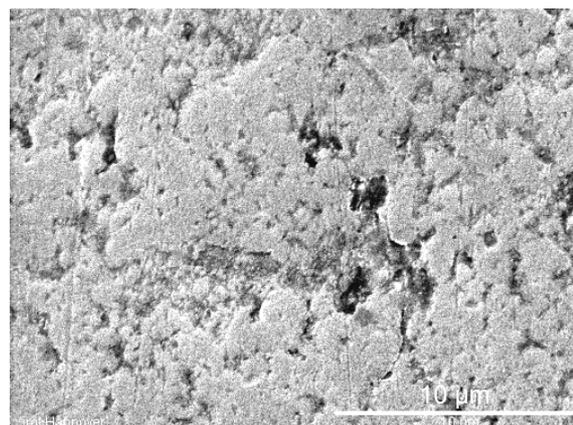
Beachtet werden muss bei dieser und allen folgenden REM-Aufnahmen, dass die Umfangsrichtung des Lagers nicht, wie bei den lichtmikroskopischen Aufnahmen, von rechts nach links, sondern von oben nach unten (bzw. unten nach oben) verläuft. Auf der linken Seite von Bild a) sind, wie im Ausgangszustand, deutlich Bearbeitungsspuren in Umfangsrichtung zu erkennen. Der rechte Bildteil von Aufnahme a) entspricht dem im Kurzversuch mattierten, weiß bis hellgrau gefärbten Kontaktbereich der Kugel. Wie aus der Detailaufnahme b) deutlich hervorgeht, liegen hier keine Bearbeitungsspuren mehr vor, sondern es bilden sich bereits nach einer Laufzeit von 150 h regelmäßige Oberflächenstrukturen aus Rauheitshügeln und Tälern aus.

Ergebnisse der REM-Untersuchungen an Oberflächen aus den Dauerversuchen

Bei den REM-Untersuchungen der Lageroberflächen aus den Dauerversuchen können keine signifikanten Unterschiede in der Oberflächenmikrogeometrie zwischen Lagerinnen- und Lageraußenring festgestellt werden. Deshalb werden im Folgenden nur REM-Aufnahmen der Lageroberflächen an Außenringen dargestellt. Bei den Lagerproben aus den Dauerversuchen mit den Modellfetten A bis C zeigt sich sowohl am Lagerinnen- als auch am Lageraußenring im Bereich der Kugellaufbahn eine starke Einglättung der Lageroberfläche. Die im Ausgangszustand des Lagers vorhandenen Bearbeitungsspuren in Umfangsrichtung sind nach den Versuchsläufen im REM selbst bei 10.000facher Vergrößerung im Laufbahnbereich nicht mehr sichtbar. REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett A bei 500 und bei 5.000facher Vergrößerung zeigt Abbildung 7.11. Im linken Bild ist deutlich die bereits im Kurzversuch beschriebene veränderte Oberflächenstruktur im Bereich der Kugellaufbahn im Vergleich zum Referenzzustand zu erkennen. Unter Belastung kommt es im Kontaktbereich zur Ausbildung von regelmäßigen Oberflächenstrukturen bestehend aus Rauheitshügeln und Tälern (siehe rechtes Bild).



a)



b)

2004 imt 5010-064

Abbildung 7.11: REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett A a) 500fache und b) 5.000fache Vergrößerung

Im Unterschied zum Kurzversuch ist der Bereich der Kontaktzone im Dauerversuch bei allen Lagern stärker ausgeprägt. Zu beachten sind ferner unterschiedliche Verfärbungen der Oberfläche im linken Bild, die auf unterschiedliche Kontakttemperaturen an der Oberfläche hinweisen, da bei stärkerer Vergrößerung und EDX-Analysen keine Anhaltspunkte für Ablagerungen von Fettbestandteilen im direkten Kontaktbereich der Kugel ermittelt werden.

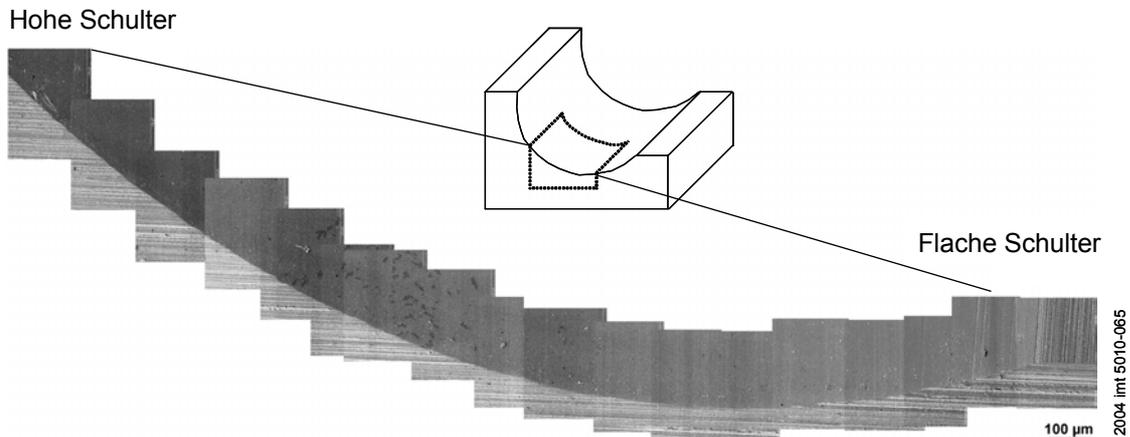


Abbildung 7.12: Querschliff eines Außenrings aus dem Dauerversuch mit Modellfett C (Zusammengesetzte REM-Aufnahme)

Abbildung 7.12 zeigt beispielhaft für die Modellfette A bis C, einen aus achtzehn Einzelaufnahmen zusammengesetzten Querschliff eines im Dauerversuch mit Modellfett C gelaufenen Lageraußenrings. Der Querschliff kann dabei von links nach rechts in vier unterschiedliche Kontaktzonen aufgeteilt werden. Der erste Bereich umfasst die ersten vier Bilder unterhalb der hohen Schulter des Außenrings. Er liegt außerhalb des Kontaktbereichs. Es sind eindeutig Bearbeitungsspuren in Umfangsrichtung sichtbar. Im zweiten Bereich (Aufnahme 5 bis 9) sind im äußeren Laufbahnbereich für Modellfett A bis C charakteristische schwarze Ablagerungen von Fettbestandteilen zu sehen. Detailaufnahmen dieses Kontaktbereichs zeigt Abbildung 7.13.

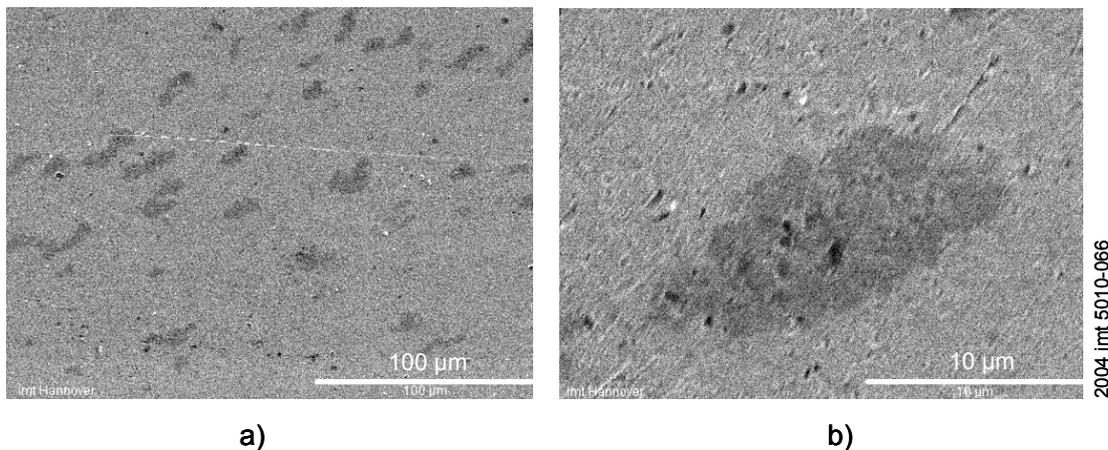


Abbildung 7.13: REM-Aufnahmen des äußeren Kontaktflächenrandes im Bereich der hohen Lagerschulter eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett C a) 500fache und b) 5.000fache Vergrößerung

Der direkte Kontaktbereich zwischen Kugel und Außenring wird in Bild 10 bis 14 des Querschliffes dargestellt und bildet die dritte Kontaktzone. Eine Detailansicht dieses Bereichs liefert Abbildung 7.14.

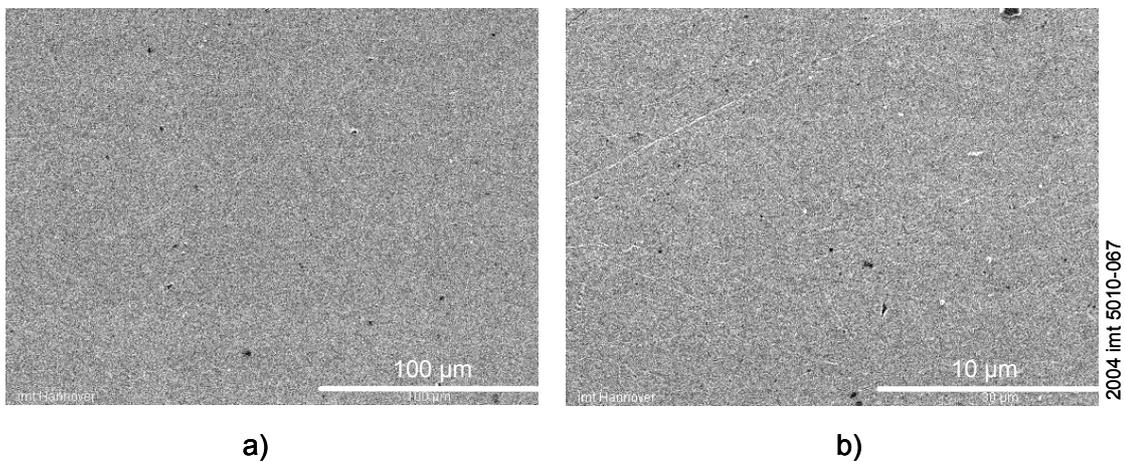


Abbildung 7.14: Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett C a) 500fache und b) 1.500fache Vergrößerung

Im Vergleich zu den Aufnahmen aus dem Kontaktbereich des Lagers aus dem Dauerversuch mit dem unadditivierten Modellfett A (Abbildung 7.11) sind die Lageroberflächen feinkörniger strukturiert und von gleichmäßiger Färbung, was geringere Kontakttemperaturen und daraus folgend ein anderes Verschleißverhalten als bei Modellfett A, welches durch Antioxidantien beeinflusst wird, darlegt.

Markante Unterschiede werden bei den REM-Untersuchungen der Lagerproben der Dauerversuche mit Modellfett D und F sichtbar. Es treten einerseits die schwächsten Verfärbungen auf und andererseits sind im Laufbahnbereich auch nach den Dauerversuchen noch Bearbeitungsspuren sichtbar. Abbildung 7.15 und Abbildung 7.16 zeigen typische Oberflächenstrukturen der Laufflächen der Lager aus den Dauerversuchen der Fette D und F in 500 und 5.000facher Vergrößerung.

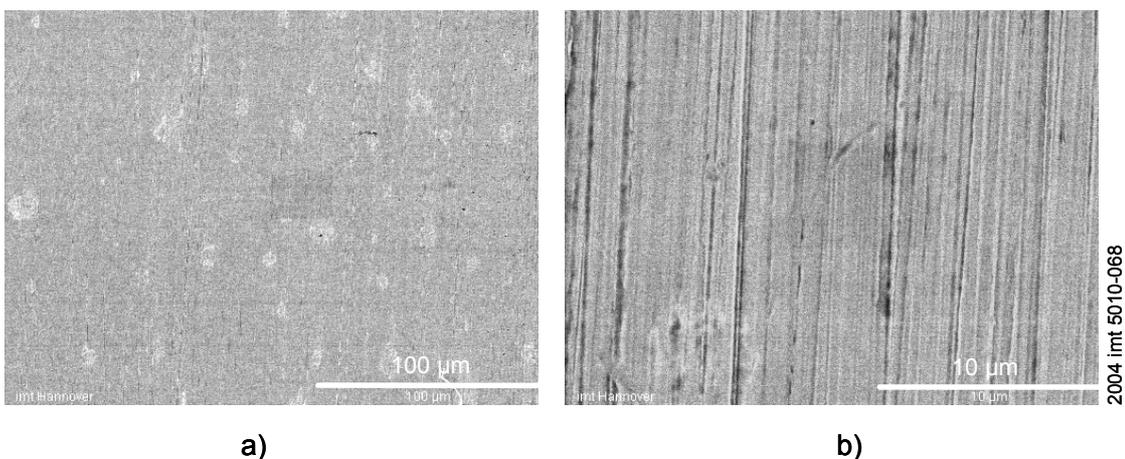


Abbildung 7.15: REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett D a) 500fache und b) 5.000fache Vergrößerung

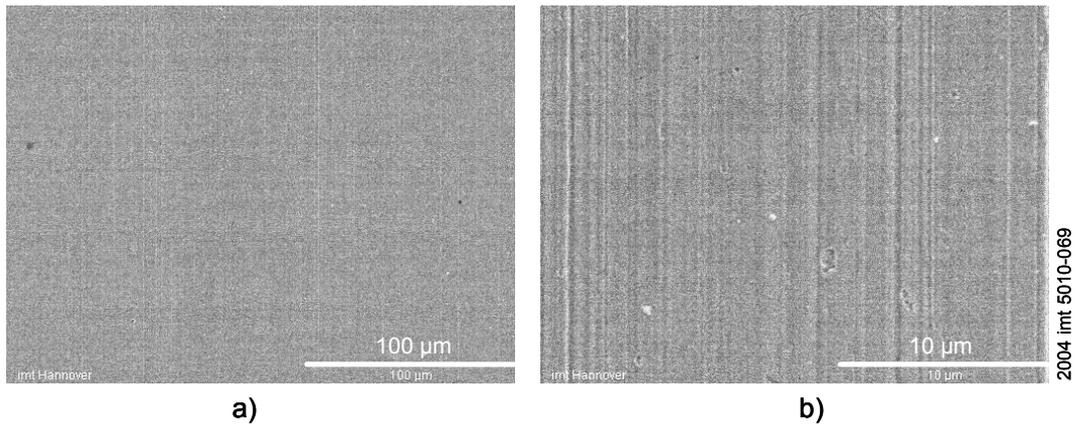


Abbildung 7.16: REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett F a) 500fache und b) 5.000fache Vergrößerung

Insbesondere mit Modellfette F im Dauerversuch gelaufene Lageroberflächen weisen den geringsten optisch sichtbaren Verschleiß auf. Ferner können im äußeren Kontaktbereich keine Ablagerungen von Fettbestandteilen nachgewiesen werden.

7.2.3 Rasterkraftmikroskopische Untersuchungen

In Tabelle 7-1 werden die mit dem RKM ermittelten arithmetischen Mittenrauwerte R_a im Kontaktbereich der Kugel vom Referenzlager und ausgewählten Proben der Kurz- und Dauerversuche gegenübergestellt.

Tabelle 7-1: Vergleich der arithmetischen Mittenrauwerte R_a im Bereich des Druckmittelpunkts von Referenzlager, Kurz- und Dauerversuchen

Bezeichnung	arithmetischer Mittenrauwert R_a
Referenzlager	30,5 nm
Kurzversuch Modellfett A	9,3 nm
Kurzversuch Modellfett D	12,6 nm
Kurzversuch Modellfett F	10,7 nm
Dauerversuch Modellfett A	21,5 nm
Dauerversuch Modellfett D	10,4 nm
Dauerversuch Modellfett F	6,3 nm

RKM-Untersuchungen am Referenzlager an unterschiedlichen Messorten der Größe 100 µm x 100 µm im Kontaktbereich der Kugel ergeben einen arithmetischen Mittenrauwert R_a von 30,5 nm. Im Laufbahnbereich der Lagerproben aus den Kurzversuchen wird im Durchschnitt ein Mittenrauwert R_a von 10,6 nm ermittelt. Dabei können mit dem RKM keine signifikanten Rauheitsunterschiede an den Lageroberfläche bezogen auf die unterschiedlich additivierten Modellfette und die verschieden

gefärbten Laufbahnbereiche beobachtet werden. Bei den RKM-Untersuchungen an den Lagern aus den Dauerversuchen mit Modellfett A kann, im Vergleich zum Kurzversuch, ein deutlicher Anstieg des Mittenrauwertes R_a auf einen Wert von 21,5 nm ermittelt werden. Die Ursache für diesen Rauheitsanstieg ist eine durch Belastung und Temperatur veränderte Oberflächenstruktur (vergleiche REM-Aufnahmen in Abbildung 7.11).

Ähnliche Aufrauungen der Oberflächenmikrostruktur werden bei Lagern der Modellfette B und E gemessen. Ein anderes Verhalten zeigen Lagerproben aus den Dauerversuchen mit den Modellfetten D und F. Bei diesen Proben wird innerhalb der Laufspur, bezogen auf die Kurzversuche, eine weitere Glättung der Oberflächenmikrostruktur bestimmt. Der arithmetische Mittenrauwert R_a dieser Proben liegt durchschnittlich bei 8,7 nm. Vergleicht man diese Ergebnisse mit den arithmetischen Mittenrauwerten des Referenzlagers, so ist es bei den Lagern der Modellfette D und F zu einer Glättung der Oberflächenstrukturen unter Beibehaltung ihrer Geometrie gekommen, da bei den optischen Aufnahmen der Oberflächentopographie noch Bearbeitungsspuren sichtbar sind (vergleiche Abbildung 7.15 und Abbildung 7.16).

Wie die Rauheitsmessungen mittels RKM gezeigt haben, lässt sich an allen Proben der Kurzversuche eine Glättung der Lageroberfläche im Laufbahnbereich nachweisen. Weiterhin kann im Kurzversuch anhand des Oberflächenkennwertes R_a kein Einfluss der Antioxidantien ermittelt werden. Bei den Dauerversuchen werden bei den Modellfetten A, B, C und E stärkere Aufrauungen der Oberfläche im Laufbahnbereich festgestellt als bei den Modellfetten D und F. Die Lager, die den Ausfall des Dauerversuchs durch Überschreitung von Betriebtemperatur oder Reibmoment auslösten, weisen im Vergleich zum nicht ausgefallenen Lager eine rauere Oberfläche auf. Die mit dem RKM ermittelten Ergebnisse korrelieren unter Berücksichtigung der Tastspitzengeometrie mit dem am IMKT mit einem Tastschnittgerät nach ISO 13565 gemessenen Rauheitskennwerten [ZAB04b].

7.3 Charakterisierung der physikalischen Oberflächeneigenschaften

7.3.1 Mechanische Eigenschaften

Da es sich bei der Bestimmung von Nanohärte und Nanoelastizitätsmodul mit einer Kombination aus RKM und Nanoindenter um ein nicht genormtes Prüfverfahren handelt, liegen in Datenbanken oder der Literatur bisher keine Referenzhärten gängiger Materialien vor. Es ist auch nicht möglich, Mikrohärtewerte, die nach der Methode von Vickers bestimmt wurden, als Vergleich heranzuziehen, da sich diese Werte auf das Volumenmaterial beziehen, während bei der Nanoindentierung nur die Härte der obersten Schichten eines Materials gemessen wird [BHU01a].

Um den Ausgangszustand vor den Prüfstandversuchen zu analysieren, wurden deshalb zunächst die mechanischen Eigenschaften (Nanohärte und Nanoelastizitätsmodul) eines mit n-Hexan gereinigten unbeanspruchten Referenzlagers gemessen.

sen. Die Vorgehensweise bei der Härtemessung ist bereits in Kapitel 7.1.3 beschrieben worden.

Mechanische Eigenschaften des Referenzlagers

In Abbildung 7.17 sind RKM-Aufnahmen der Messungen von Härte und Elastizitätsmodul im Kontaktbereich eines Referenzlageraußenringes an fünf charakteristischen Punkten dargestellt. Es handelt sich hierbei um insitu Aufnahmen der Lagersoberfläche mit der Berkovich-Messspitze des Nanoindenters im RKM-Modus.

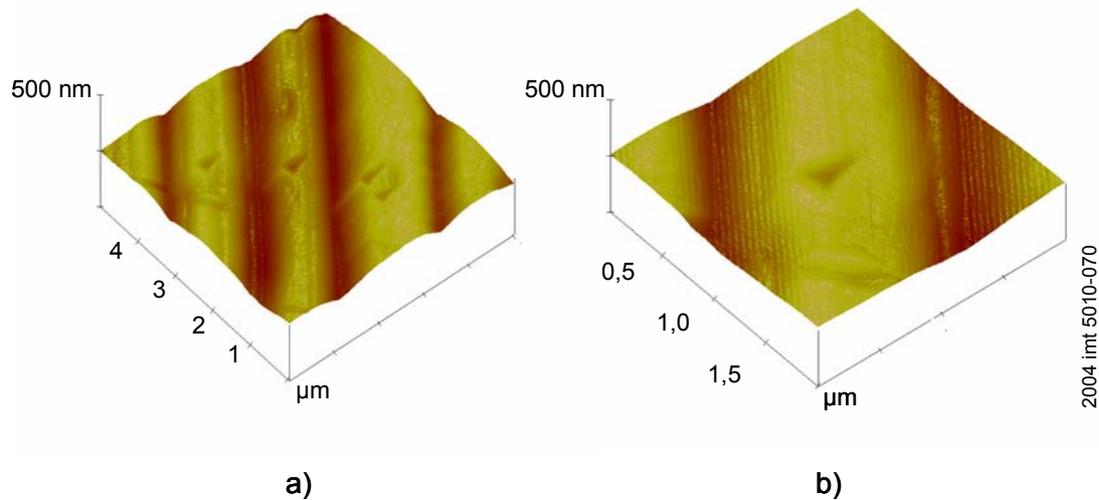


Abbildung 7.17: RKM-Darstellung der Messpunkte von Härtemessungen am Referenzlager (fünf charakteristische Punkte); a) Übersicht der Messstellen, b) Lager einer Einzelmessung

Im rechten Bild von Abbildung 7.17 ist die Oberflächentopographie eines einzelnen Indents im Bereich der Kontaktfläche gezeigt. Die Härteeindrücke erfolgen immer auf den Plateaus der Bearbeitungsspuren, die am Referenzlager in Umfangsrichtung durch Honen entstanden sind.

In Tabelle 7-2 werden die Ergebnisse der Messungen von Härte und E-Modul bei einer Normalkraft von 1.500 µN zusammengefasst.

Tabelle 7-2: Zusammenfassung der Ergebnisse der Messungen von Härte und E-Modul am Referenzlager bei einer Normalkraft $F_N = 1.500 \mu\text{N}$ (Mittelwerte der vier Messstellen)

Bezeichnung	Härte H [GPa]	E-Modul E [GPa]	max. Eindringtiefe h_{max} [nm]
Referenzlager	10,9	214,5	62

Bei den Messungen am Referenzlager kann im verwendeten Normalkraftbereich keine Abhängigkeit von Härte und E-Modul von der Eindringtiefe des Indenters ermittelt werden.

Mechanische Eigenschaften der Oberflächen aus den Kurzversuchen

Bei den Messungen von Härte und Elastizitätsmodul an den Lagerproben aus den Kurzversuchen mit den Modellfetten A-F treten keine Härteunterschiede zwischen Innen- und Außenring auf. In Abbildung 7.18 ist deshalb exemplarisch die Härteverteilung der Kurzzeitläufer über die Konturbreite der Lageraußenringe dargestellt.

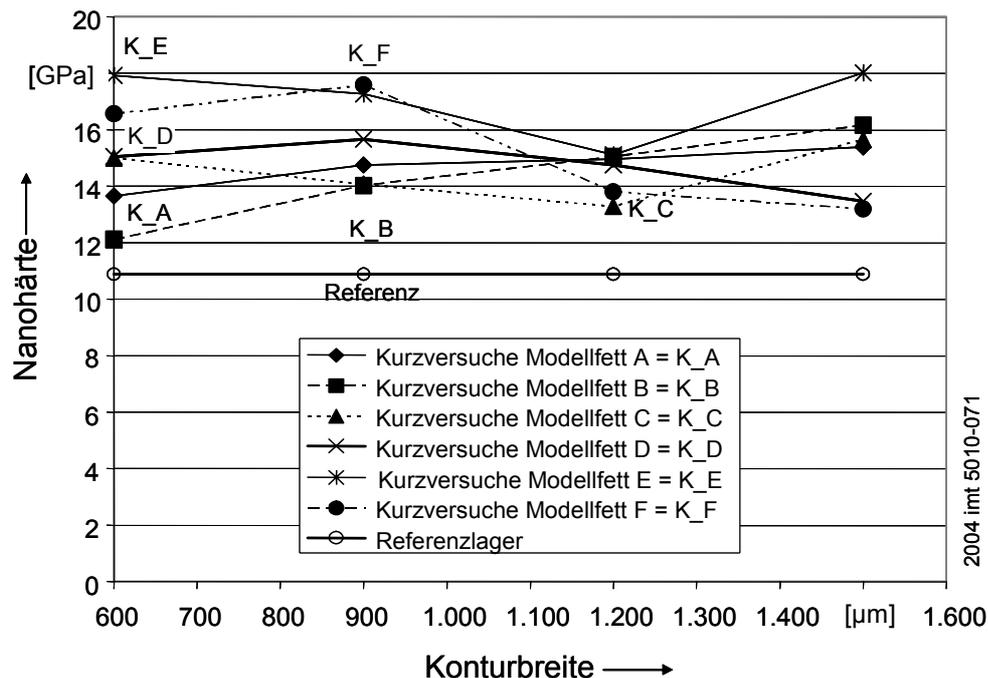
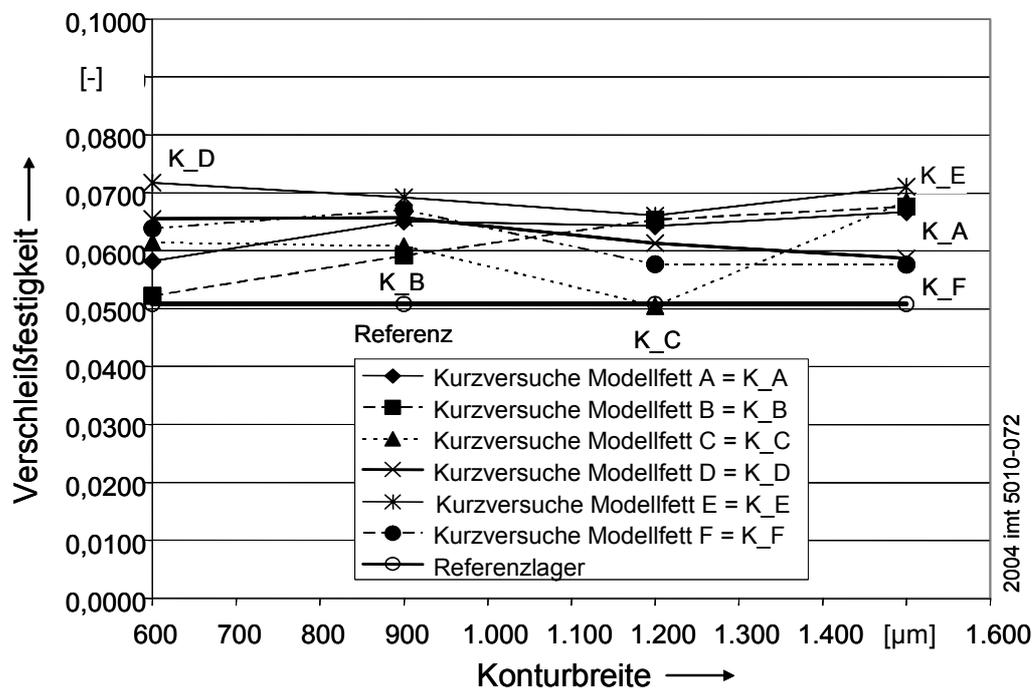


Abbildung 7.18: Härteverteilung der Kurzzeitläufer über die Kontur des Außenrings

Anhand der Graphik wird deutlich, dass sich nach den Kurzversuchen keine Korrelation zwischen verwendeten Antioxidantien und Härteunterschieden an der Lagersoberfläche ergibt. Im Vergleich zum Referenzlager mit einer Härte H von 10,9 GPa ist bei allen Lagern nach einer Laufzeit von 150 h über den gesamten Kontaktbereich eine Aufhärtung der Oberfläche auf eine Härte H von 12,1 bis 18,0 GPa nachzuweisen. Die maximale Härte stellt sich bei der mit Modellfett E gelaufenen Lagersoberfläche ein. Anhand der Mehrfachindents kann nur bei Proben aus den Kurzversuchen mit Modellfett F ein Härteprofil mit einem Härtemaximum bei einer Prüfkraft von 1.000 μN und einer Eindringtiefe bei dieser Last von ca. 30 nm bestimmt werden. Dieses Härtemaximum wird sowohl bei den Kurzversuchen als auch bei den Messungen an Lagern aus den Dauerversuchen durch Mehrfachmessungen bestätigt. Ursache hierfür ist bereits nach 150 h eine Belegung oder eine Materialveränderung an der Oberfläche durch Sauerstoff- oder Stickstoffeintrag (siehe Kapitel 8.2).

Wie aus makroskopischen Untersuchungen bekannt ist, korreliert die Verschleißfestigkeit eines Materials häufig mit dem Verhältnis von Härte und Elastizitätsmodul H/E [TAB70] [TAU91]. Abbildung 7.19 zeigt die Verschleißfestigkeit der Proben aus den Kurzversuchen über die Konturbreite des Lageraußenrings. Während das Referenzmaterial eine Verschleißfestigkeit von 0,05 aufweist, besitzen die Lagerproben aus den Kurzversuchen eine höhere durchschnittliche Verschleißfestigkeit von 0,06 bis 0,07. Die höchste Verschleißfestigkeit wird bei mit Modellfett E gelaufenen Lageroberflächen gemessen, welche die größte durchschnittliche Härte H von 17,0 GPa und ein E-Modul E von 245,3 GPa besitzen. Ähnlich wie bei den Ergebnissen der Härtmessungen kann kein Zusammenhang zwischen verwendeten Antioxidantien und der Verschleißfestigkeit der Lageroberfläche hergestellt werden.



2004 imt 5010-072

Abbildung 7.19: Verschleißfestigkeit der Kurzläufer über die Kontur des Außenrings

In Tabelle 7-3 werden die Ergebnisse der mechanischen Charakterisierung der Lagerproben aus den Kurzversuchen im Vergleich mit dem Referenzlager dargestellt.

Tabelle 7-3: Mechanische Eigenschaften der Kurzversuche (Mittelwerte über alle Messstellen und die Konturbreite)

Bezeichnung	Härte H [GPa]	E-Modul E [GPa]	Verschleiß H/E [-]
Referenzlager	10,9	214,5	0,0508
Kurzversuche Fett A	14,7	231,6	0,0635
Kurzversuche Fett B	14,3	234,5	0,0611
Kurzversuche Fett C	14,5	241,7	0,0600
Kurzversuche Fett D	14,7	234,6	0,0628
Kurzversuche Fett E	17,0	245,3	0,0696
Kurzversuche Fett F	15,3	247,6	0,0617

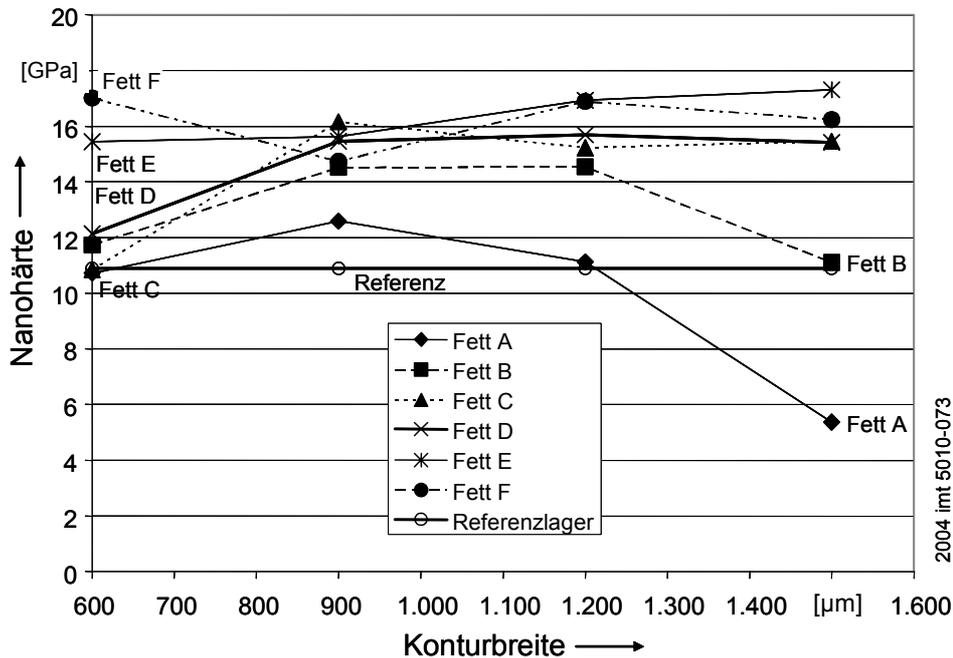
Anhand der ermittelten Ergebnisse kann für die Kurzversuche mit einer Laufzeit von 150 h keine Korrelation zwischen den mechanischen Eigenschaften und verwendeten Antioxidantien aufgestellt werden.

Mechanische Eigenschaften der Oberflächen aus den Dauerversuchen

Im Gegensatz zu den Kurzversuchen korreliert bei den Dauerversuchen eine Härteverteilung im Laufbahnbereich mit den eingesetzten Modellfetten. Abbildung 7.20 zeigt die Härteverteilung der Proben aus den Dauerversuchen über die Konturbreite des Außenrings. Während das Referenzmaterial eine durchschnittliche Härte H von 10,9 GPa besitzt, liegen die Härten H der mit den Modellfetten gelaufenen Lager zwischen 5 und 17,3 GPa. Bei Modellfett A tritt zwischen den unterschiedlich gefärbten Laufbahnbereichen ein Härteunterschied von 7,2 GPa auf. Im äußeren Laufbahnbereich (am Außenring in Richtung der hohen Schulter) kommt es bei mit Modellfett A gelaufenen Lagerproben zu einer deutlichen Erweichung des Oberflächenbereichs und damit zu einer Reduzierung der Härte H auf 5,4 GPa, die sich auch im Randbereich der Innenringlaufspur nachweisen lässt. Dieser Härteverlust der Oberfläche wird auf Säureangriff oder Korrosion verbundenen mit Sauerstoffeintrag zurückgeführt (siehe 8.2 Ergebnisse der TOF-SIMS Analysen). Bei den Dauerversuchen mit Modellfett B kann im Laufbahnbereich ebenfalls ein Härteunterschied ermittelt werden, der allerdings im Vergleich zu den Dauerläufern von Modellfett A eine geringere Varianz aufweist. Bei Modellfett B variiert die Härte H im Laufbahnbereich von 11,1 bis 14,5 GPa.

Die Härtemessungen an den Dauerläufern des Modellfetts D ergeben im Laufbahnbereich eine Aufhärtung der Oberfläche ausgehend von einer Härte H von 10,9 GPa im Referenzmaterial auf Härtewerte H zwischen 12,1 und 15,7 GPa. Dabei

wird kein Härteunterschied im Laufbahnbereich (Konturbreite 900-1.500 μm), sondern eine gleichmäßige Aufhärtung der Oberfläche nachgewiesen.



2004 imt 5010-073

Abbildung 7.20: Härteverteilung der Proben aus den Dauerversuchen über die Konturbreite des Außenrings

Die Härtemessungen an Lagern mit Modellfett E ergeben eine Verhärtung der Lageroberfläche im Laufbahnbereich zwischen 15,5 und 17,3 GPa. Da das Antioxidans E auf Grund seines hohen Molekulargewichts sehr temperaturstabil ist, aber dadurch gleichzeitig seine Löslichkeit eingeschränkt sein kann, weist die gleichmäßige Härteverteilung der Lageroberfläche von Modellfett E auf eine gleichmäßige Oberflächenbelegung hin. Unterstützt wird diese Aussage durch ein Härtetiefenprofil der Mehrfachindents, das im Gegensatz zu allen anderen Modellfetten bei einer Prüfkraft von 1.000 μN und einer Eindringtiefe von ca. 30 nm ein Härtemaximum aufweist. Bei der Charakterisierung der mit Modellfett F gelaufenen Lageroberflächen ergibt sich im Laufbahnbereich ein Aufhärtung der Oberfläche ausgehend von einer Härte H von 10,9 GPa im Referenzmaterial auf Härtewerte H von 14,8 bis 17,0 GPa, was auf Synergieeffekte der Additivkombinationen B (aminisch flüssig) und D (phenolisch) zurückzuführen ist.

Abbildung 7.21 stellt die Verschleißfestigkeit der Proben aus den Dauerversuchen über die Konturbreite des Außenrings dar, welche sich aus dem Verhältnis von Nanohärte und Nanoelastizitätsmodul H/E berechnet. Während das Referenzmaterial eine Verschleißfestigkeit von 0,05 aufweist, besitzen die Lagerproben aus den Dauerversuchen im Durchschnitt eine höhere Verschleißfestigkeit von 0,06 bis 0,07.

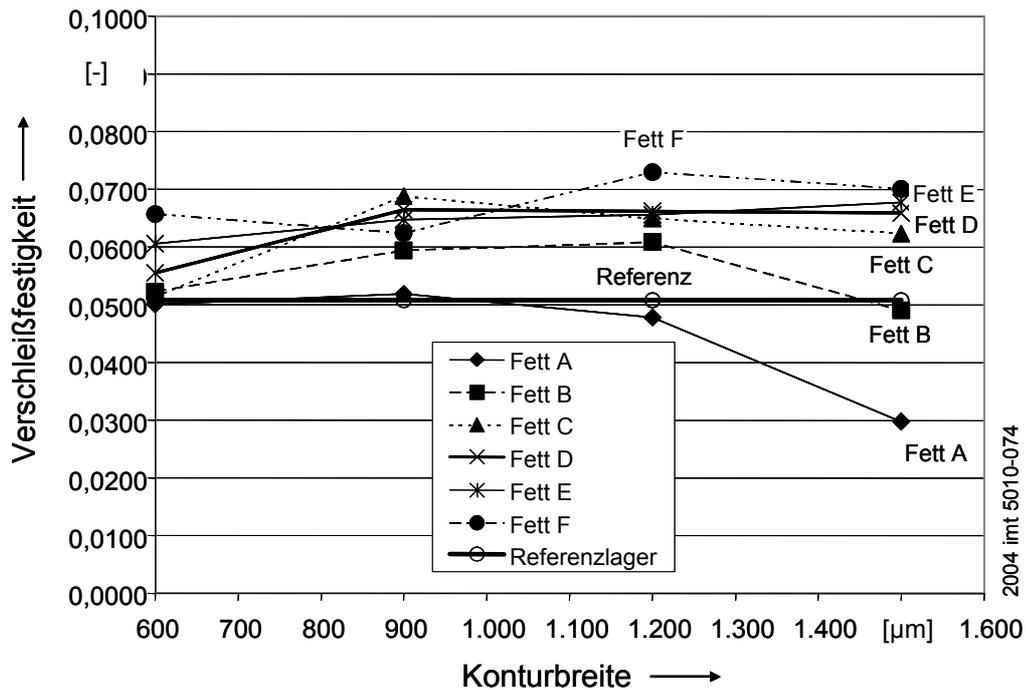


Abbildung 7.21: Verschleißfestigkeit der Proben aus den Dauerversuchen über die Konturbreite des Außenrings

Eine Ausnahme stellen Lageroberflächen nach den Dauerversuchen mit Modellfett A dar, die im direkten Kontaktbereich der Kugel (Konturbreite 900-1.500 µm) im Vergleich zum Referenzlager eine bis auf 0,03 deutlich reduzierte Verschleißfestigkeit zeigen. Im Gegensatz dazu kann die höchste Verschleißfestigkeit von 0,07 bei mit Modellfett F gelaufenen Lageroberflächen nachgewiesen werden.

Tabelle 7-4 zeigt die Ergebnisse der mechanischen Charakterisierung der Lagerproben aus den Dauerversuchen im Vergleich zum Referenzlager.

Tabelle 7-4: Mechanische Eigenschaften der Dauerversuche (Mittelwerte über alle Messstellen und die Konturbreite)

Bezeichnung	Härte H [GPa]	E-Modul E [GPa]	Verschleiß H/E [-]
Referenzlager	10,9	214,5	0,0508
Dauerversuche Fett A	9,9	217,4	0,0449
Dauerversuche Fett B	13,0	233,5	0,0554
Dauerversuche Fett C	14,2	232,1	0,0612
Dauerversuche Fett D	15,2	230,7	0,0659
Dauerversuche Fett E	16,3	252,5	0,0642
Dauerversuche Fett F	16,2	239,6	0,0676

Die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften der Lageroberflächen aus den Dauerversuchen ergibt, dass eine Korrelation zwischen verwendeten Antioxidantien, Härteunterschieden und der Verschleißfestigkeit der Lageroberfläche hergestellt werden kann. Dabei lassen sich die Modellfette A bis F in zwei Gruppen aufteilen. Die erste Gruppe umfasst die Modellfette A bis C. Innerhalb dieser Gruppe korrelieren deutliche Härteunterschiede über der Konturbreite des Außenrings mit geringere bzw. gleichwertige Verschleißfestigkeit im Vergleich zum Referenzzustand mit kurzen Schmierfettgebrauchsdauern (siehe 5.3.1 Schmierfettgebrauchsdauer).

Die zweite Gruppe wird aus den Modellfetten D bis F gebildet. Hier kann eine gleichmäßige Verhärtung der Lageroberfläche im Laufbahnbereich mit hoher Verschleißfestigkeit in Verbindung gebracht werden. Als Beispiel seien mit Modellfett F gelaufene Lageroberflächen genannt, die keine Härtevarianz an der Oberfläche aufweisen, die höchste Verschleißfestigkeit besitzen und die längste Schmierfettgebrauchsdauer F_{10} erzielen (siehe 5.3.1 Schmierfettgebrauchsdauer). Ähnlich gute mechanische Eigenschaften haben mit Modellfett D gelaufene Lageroberflächen, da sie eine gleichmäßige Härteverteilung und die zweitbeste Verschleißfestigkeit aufweisen.

7.3.2 Ritztests

In Ritzversuchen werden der elastische und plastische Anteil der Verformung sowie der eindringtiefenabhängige Reibwert μ der Lageroberflächen ermittelt. Dazu wird die Lageroberfläche am selben Ort vor (Prescan), während (Ritztest) und nach (Postscan) der Belastung mit Hilfe des Indenters abgetastet. Der Ritztest erfolgt über eine Ritzstrecke von 8 μm mit einer kontinuierlich von 0 auf 5.000 μN ansteigenden Last. Anschließend wird aus der Differenz zwischen Prescan und Postscan der plastische Anteil der Verformung und aus der Differenz zwischen Ritztest und Postscan die elastische Eindringtiefe berechnet. Anhand der während des Ritzversuchs gemessenen Tangentialkraft wird der eindringtiefenabhängige Reibwert μ bestimmt.

Ergebnisse der Ritzversuche am Referenzmaterial

Abbildung 7.22 stellt einen Ritzversuch an einer Referenzprobe dar. Zu Beginn des Ritzversuchs wird an der Lageroberfläche ein Reibwert μ von 0,35 bestimmt, der ab einer Eindringtiefe des Indenters von 20 nm auf einen Reibwert μ von 0,20 abfällt. Bis zum Ende des Ritzversuchs, nach einer Taststrecke von 8 μm , bleibt der Reibwert unverändert. Bei einer maximalen Belastung von 5.000 μN ergibt sich für die Referenzprobe eine plastische Verformung von 2 nm und eine elastische Verformung von 56 nm. Damit beträgt die Gesamteindringtiefe des Ritzversuchs 58 nm.

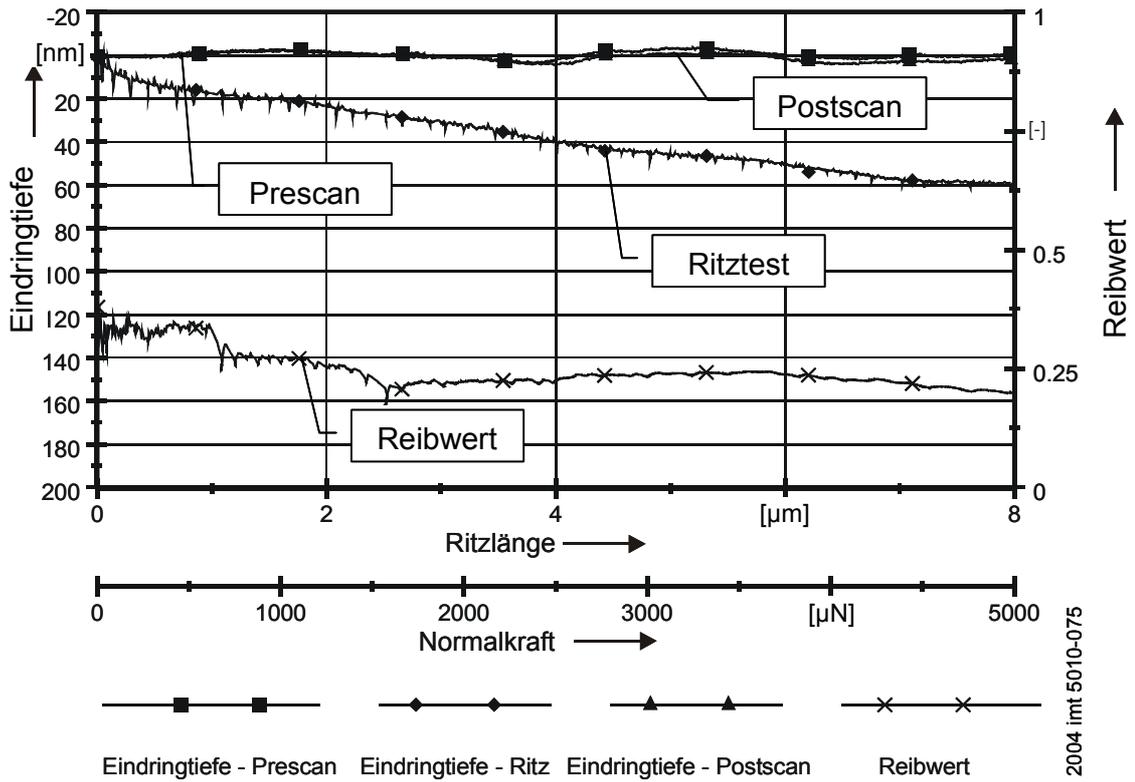


Abbildung 7.22: Ritzversuch an einem Referenzlager

Anzumerken ist, dass während des gesamten Ritzvorgangs der Anteil der plastischen Verformung vernachlässigbar klein ist, während der Anteil der elastischen Verformung kontinuierlich mit steigender Normalkraft zunimmt.

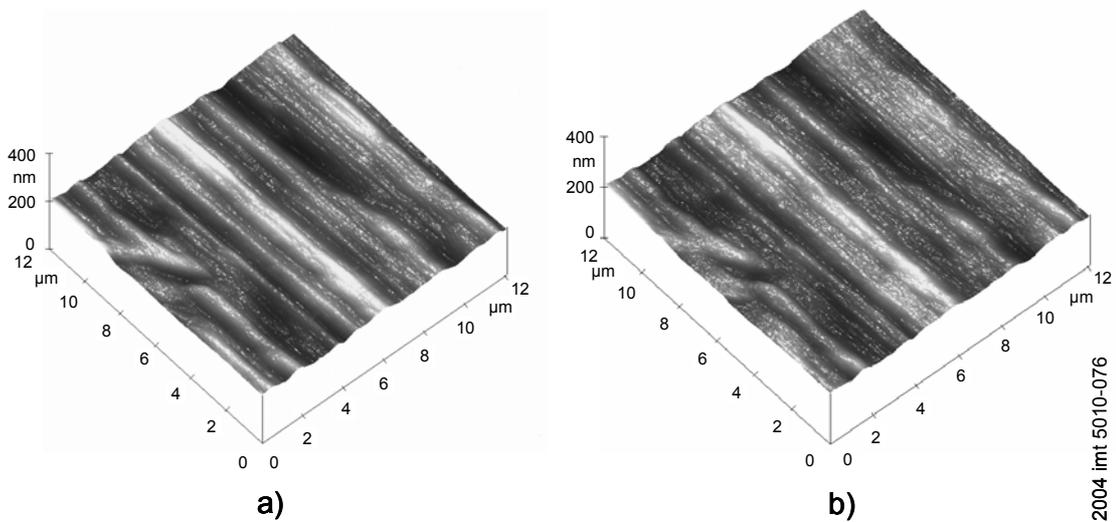


Abbildung 7.23: Insitu RKM-Aufnahmen der Ritzspur an einem Referenzlager, a) Oberflächenaufnahme vor dem Versuch, b) nach dem Versuch

Dieses Verhalten wird durch Mehrfachmessung verifiziert und ist deutlich in Abbildung 7.23, der insitu RKM-Aufnahme der Ritzspur an einem Referenzlager, zu erkennen. Bild a) zeigt die Oberflächen vor dem Versuch und Bild b) die Oberflächen nach dem Versuch, wobei nach dem Ritztest keine Ritzspur auf der Lageroberfläche sichtbar ist.

Ergebnisse der Ritzversuche an Lageroberflächen aus den Kurzversuchen

Die Ergebnisse der Ritztests an den Lagerproben aus den Kurzversuchen sind Tabelle 7-5 zu entnehmen.

Tabelle 7-5: Kennwerte aus den Ritzversuchen der Lageroberflächen aus den Kurzversuchen

Lager / Fett	Eindringtiefe gesamt [nm]	Eindringtiefe plastisch [nm]	Eindringtiefe elastisch [nm]	Reibwert μ Anfang [-]	Reibwert μ Ende [-]
Referenzlager	58	2	56	0,35	0,20
Modellfett A	49	20	29	0,15	0,30
Modellfett B	49	16	33	0,15	0,30
Modellfett C	41	14	27	0,15	0,30
Modellfett D	49	21	28	0,15	0,30
Modellfett E	48	16	32	0,15	0,30
Modellfett F	36	11	25	0,15	0,20

Dabei weisen alle Lageroberflächen aus den Kurzversuchen unabhängig vom verwendeten Modellfett ein nahezu identisches tribologisches Verhalten im Ritzversuch auf. Sie besitzen zu Beginn des Versuchs an der Lageroberfläche einen Reibwert μ von 0,15, der im Verlauf des Ritztests kontinuierlich 0,3 ansteigt. Die plastische Verformbarkeit der Oberfläche vergrößert sich im Vergleich zum Referenzlager nach einer Laufzeit von 150 h auf durchschnittlich 16 nm bei einer maximalen Belastung von 5.000 μN . Der elastische Anteil der Verformung ist bei dieser Belastung im Mittel mit 29 nm nur etwa halb so groß wie beim Referenzlager mit 56 nm. Die Gesamteindringtiefe beim Ritzversuch liegt mit durchschnittlich 45 nm deutlich unter der Gesamteindringtiefe des Ritztests am Referenzlager.

Zur Bestätigung dieser Aussagen stellt Abbildung 7.24 insitu RKM-Aufnahmen des Ritzversuchs an Lageroberflächen aus dem Kurzversuch mit Modellfett A dar. Das linke Bild zeigt eine Oberflächenaufnahme vor dem Ritzversuch und im rechten Bild ist auf der Lageroberfläche deutlich eine Ritzspur zu erkennen. Interessanter Weise sind an den Rändern der Ritzspur keine Aufwerfungen sichtbar, so dass bei diesem Ritzversuch nicht von Verschleiß durch plastisches Furchen ausgegangen wird.

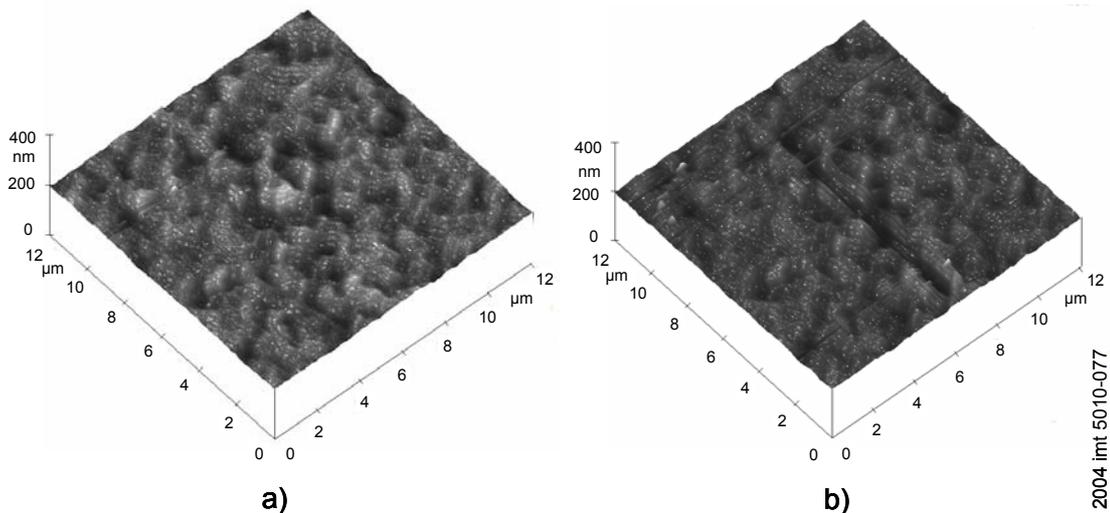


Abbildung 7.24: Insitu RKM-Aufnahmen der Ritzspur an einer Lageroberfläche aus dem Kurzversuch mit Fett A, a) vor und, b) nach dem Versuch

Diese Aussage bestätigt die insitu RKM-Aufnahme des Ritzversuchs an einer Lageroberfläche aus dem Kurzversuch mit Modellfett D (Abbildung 7.25). Der Vergleich beider Abbildungen ergibt, dass bezogen auf Oberflächenstruktur und Geometrie der Ritzspur nach einer Laufzeit von 150 h noch keine signifikanten Unterschiede zwischen den Lageroberflächen der einzelnen Modellfette vorliegen.

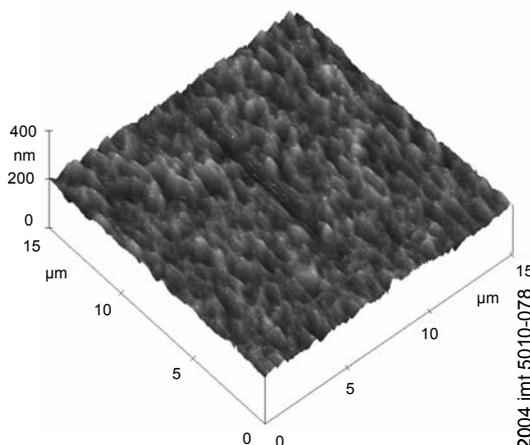


Abbildung 7.25: Insitu RKM-Aufnahme der Ritzspur an einer Lageroberfläche aus dem Kurzversuch mit Modellfett D

Die Ergebnisse der Ritzversuche an Lageroberflächen aus den Kurzversuchen zeigen auf Grund des im Vergleich zum Referenzlager veränderten elastisch/plastischen Verhaltens eine Grenzschichtbildung an der Lageroberfläche in der Einlaufphase auf. Es kann aber keine Differenzierung zwischen den unterschiedlich additivierten Modellfetten vorgenommen werden. Dieses Verhalten korreliert mit den Ergebnissen der Härtemessungen, die nach einer Laufzeit von 150 h bei allen Lagerproben über den gesamten Kontaktbereich eine Aufhärtung der Oberfläche ergeben.

Ergebnisse der Ritzversuche an Lageroberflächen aus den Dauerversuchen

Abbildung 7.26 bis 7.30 stellen charakteristische insitu RKM-Aufnahmen und Graphiken der Ritzversuche an Proben aus den Dauerversuchen mit Modellfett A, D und F dar. Abbildung 7.26 zeigt die insitu RKM-Aufnahme des Ritzversuchs an einer Lageroberfläche aus dem Dauerversuch mit Modellfett A.

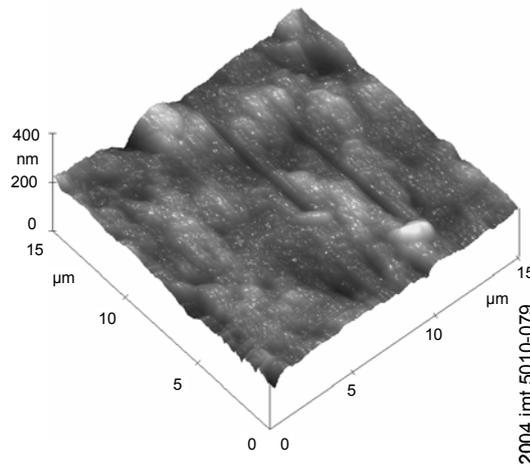


Abbildung 7.26: Insitu RKM-Aufnahme der Ritzspur an einer Lageroberfläche aus dem Dauerversuch mit Modellfett A

Kennzeichnend für Ritzversuche an den mit Modellfett A gelaufenen Lagern ist die unregelmäßige, stark aufgeraute Oberflächenstruktur und der nach einer Ritzstrecke von 7 µm deutlich sichtbare Aufwurf neben sowie am Ende der Ritzspur, der starke plastische Verformung und furchenden Verschleiß kennzeichnet. Dieses Verhalten zeigt sich bei den Modellfetten D und F in dieser Größenordnung nicht.

Abbildung 7.27 zeigt Eindringtiefenkurven und den eindringtiefenabhängigen Reibwert des Ritzversuchs an einem mit Modellfett A gelaufenen Lageraußenring. Bei maximaler Belastung hat die nach dem Ritzversuch verbleibende Ritzspur eine Tiefe von 90 nm (plastische Verformung). Der elastische Anteil der Verformung beträgt bei dieser Belastung 80 nm, woraus eine Gesamteindringtiefe des Ritzversuchs von 170 nm resultiert. Im Gegensatz zu den Messungen am Referenzlager steigt der eindringtiefenabhängige Reibwert während des Belastungsvorgangs von 0,15 auf 0,4 an und fällt durch stick/slip-Effekte verursacht durch den Aufwurf am Ende des Ritzversuchs ab. Das im Vergleich zum Referenzlager deutlich veränderte elastisch/plastische Verhalten des mit Modellfett A gelaufenen Lagers sowie die veränderte Oberflächentopographie und der Aufwurf am Rand bzw. am Ende der Ritzspur kennzeichnet eine oxidierte Grenzschicht auf der Lageroberfläche, deren Struktur durch chemische Oberflächenanalyse charakterisiert wird (siehe Kapitel 8).

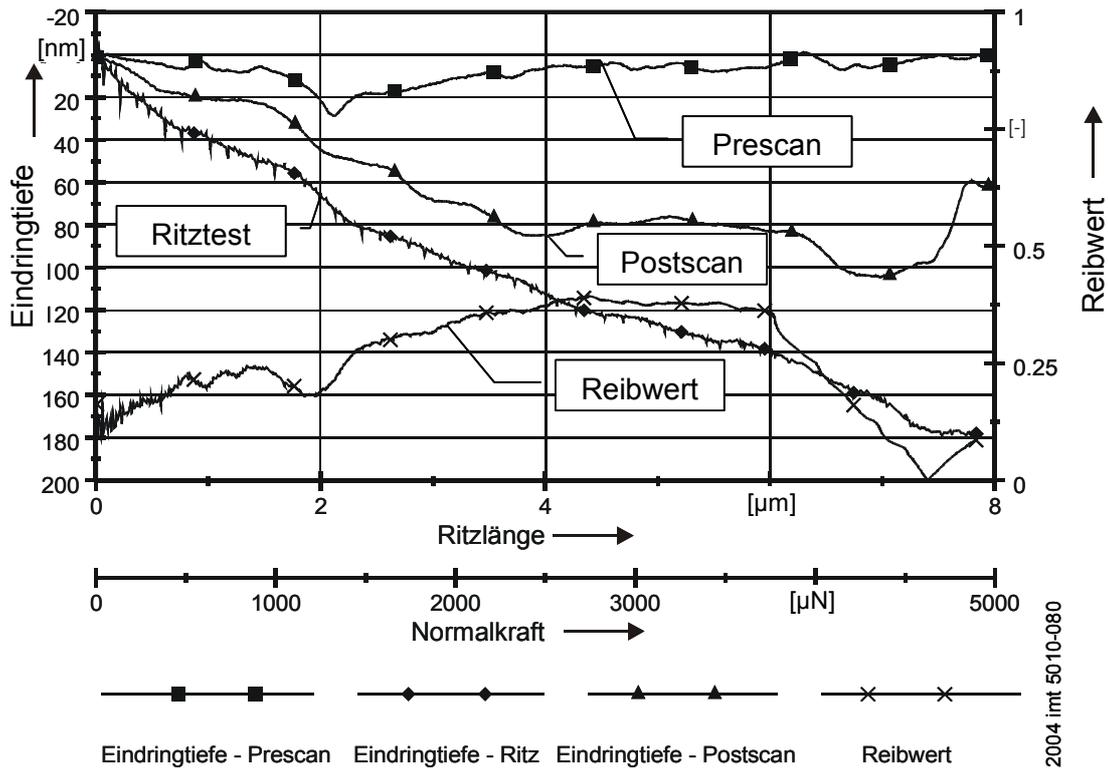


Abbildung 7.27: Ritzversuch an einem mit Modellfett A gelaufenen Lageraußenring: Eindringtiefenkurve und eindringtiefenabhängiger Reibwert

Die Ergebnisse der Ritzversuche an Oberflächen, die mit Modellfett D gelaufen sind, stellen Abbildung 7.28 und Abbildung 7.29 vor. Die insitu RKM-Aufnahmen der Lageroberfläche vor und nach dem Ritzversuch verdeutlichen im Vergleich zum Kurzversuch eine weitere Glättung der Oberfläche (Höhe der z-Achse: 200 nm) bei nahezu unveränderter Oberflächenstruktur sowie ein äquivalentes elastisch/plastisches Verhalten (Abbildung 7.28).

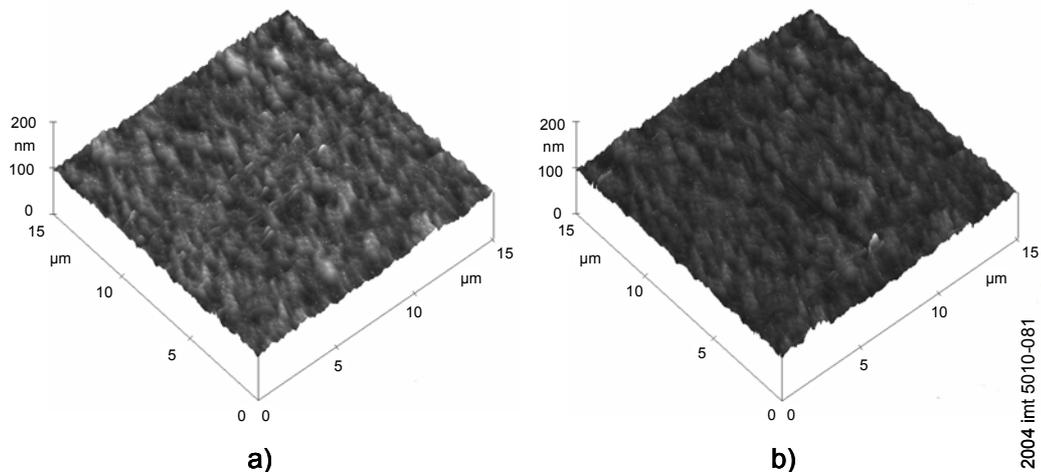


Abbildung 7.28: Insitu RKM-Aufnahmen der Ritzspur an einer Lageroberfläche aus dem Dauerversuch mit Modellfett D, a) vor, b) nach dem Versuch

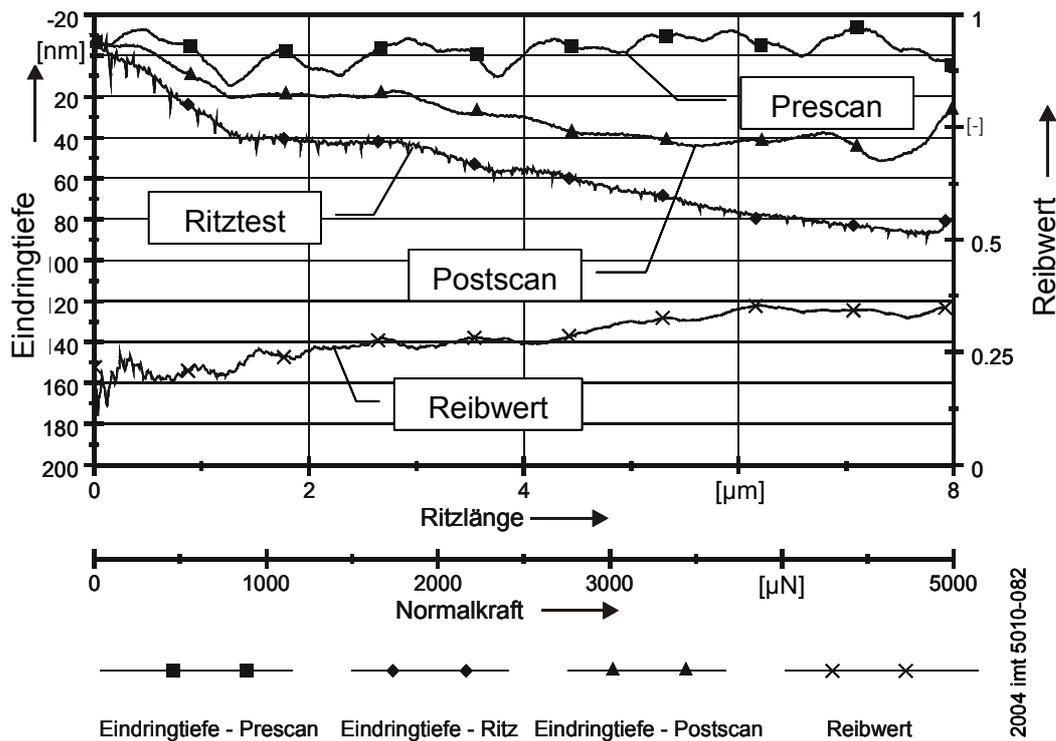


Abbildung 7.29: Ritzversuch an einem mit Modellfett D gelaufenen Lageraußenring: Eindringtiefenkurve und eindringtiefenabhängiger Reibwert

Gemäß der Eindringtiefenkurve in Abbildung 7.29 beträgt die Gesamteindringtiefe bei diesem Ritzversuch an einem Lageraußenring von Modellfett D bei maximaler Prüflast 90 nm und setzt sich aus einem plastischen Anteil der Verformung von 50 nm und einem elastischen Anteil der Eindringtiefe von 40 nm zusammen. Am Ende des Ritztests ist im Postscan, im Vergleich zu Modellfett A, nur ein geringer Aufwurf zu erkennen. Anzumerken ist ferner, dass der elastische und plastische Anteil der Verformung über den gesamten Ritzversuch kontinuierlich mit geringer Steigung zunehmen. Der Reibwert μ steigt während des Belastungsvorgangs mit zunehmender Eindringtiefe, genau wie bei Ritzversuchen an Lagerproben von Modellfett A, kontinuierlich von 0,15 auf 0,4 an.

Abbildung 7.30 zeigt die Eindringtiefenkurven aus dem Ritzversuch am Außenring eines mit Fett F gelaufenen Lagers.

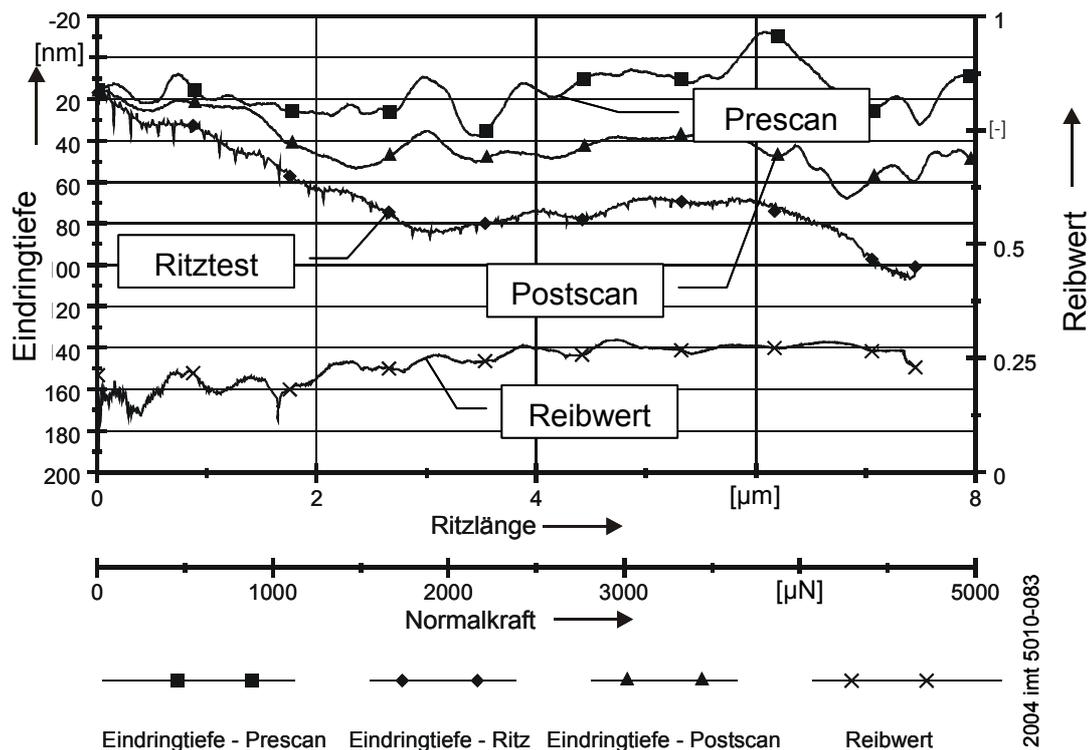


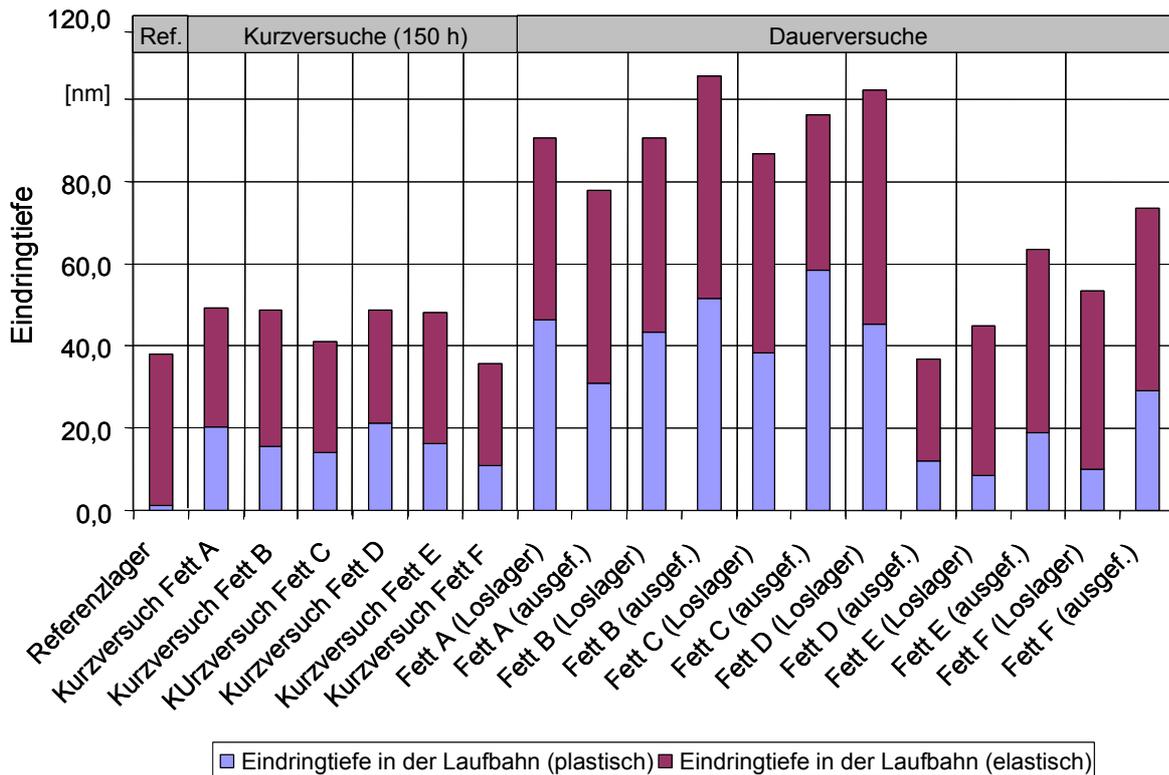
Abbildung 7.30: Ritzversuch an einem mit Modellfett F gelaufenen Lageraußenring: Eindringtiefenkurve und eindringtiefenabhängiger Reibwert

Die nach dem Ritzversuch verbleibende plastische Eindringtiefe beträgt 40 nm. Der elastische Anteil der Verformung wird bei maximaler Belastung von 5.000 μN mit 40 nm ermittelt, so dass eine Gesamteindringtiefe von 80 nm resultiert. Wie bei Modellfett D steigt der elastische und plastische Anteil der Verformung über den Ritzversuch mit geringer Steigung an. Während des Belastungsvorgangs wächst der eindringtiefenabhängige Reibwert μ , ähnlich wie bei Ritzversuchen an Lagerproben von D, kontinuierlich von 0,15 auf 0,3 an.

Bei allen anderen bisher nicht dargestellten Lagerproben steigt der eindringtiefenabhängige Reibwert μ im Gegensatz zum Referenzlager während des Belastungsvorgangs von 0,15 auf 0,3-0,4 an. Die höchsten Reibwerte treten bei den mit Modellfett C gelaufenen Lageroberflächen auf. Diese Ergebnisse korrelieren mit denen der Rauheitsmessungen am RKM, die eine deutliche Oberflächenaufrauung an Proben aus den Dauerversuchen mit Modellfett C nachweisen.

Gegenüberstellung der Ergebnisse aus den Ritzversuchen

Die Ergebnisse aller Ritzversuche der Lagerproben aus den Kurz-, den Dauerversuchen und dem Referenzlager sind zusammenfassend in Abbildung 7.31 dargestellt.



2004 imt 5010-084

Abbildung 7.31: Gemittelte Werte der elastischen und plastischen Eindringtiefen im Ritzversuch der Lagerproben aus den Kurz-, den Dauerversuchen und dem Referenzlager

Im Diagramm werden die für die jeweilige Versuchsart und das zugehörige Modellfett über alle Messstellen gemittelten Werte der elastischen und plastischen Eindringtiefen am Lageraußenring gegenübergestellt, wobei sich die Ergebnisse auf eine Normalkraft von 2.500 μN beziehen. Dies entspricht einer Ritzstrecke von 4 μm . Mit dieser Vorgehensweise wird ein Vergleich der Messergebnisse ohne Einfluss von Aufwürfen am Ende des Ritzversuchs möglich. Bei den Dauerversuchen werden außerdem die Ergebnisse der in den Prüfstandversuchen ausgefallenen und der intakten (Los-) Lager gegenübergestellt.

Im Vergleich zum Referenzlager kann bereits nach einer Laufzeit von 150 h eine deutliche Steigerung des plastischen Anteils der Eindringtiefe bei gleich bleibender elastischer Eindringtiefe detektiert werden. Das in Verbindung zum Referenzzustand veränderte elastisch/plastische Verhalten weist auf eine Grenzschichtbildung an der Lagersoberfläche in der Einlaufphase hin. Es ist dabei jedoch kein signifikanter Unterschied zwischen den unterschiedlich additivierten Modellfetten erkennbar.

Im Gegensatz dazu ist anhand der elastischen und plastischen Eindringtiefen in den Ritzversuchen der Dauerläufer eine Differenzierung zwischen den einzelnen Modellfetten möglich. Es kann eine Korrelation zwischen verwendeten Antioxidantien und dem elastisch/plastischen Verhalten im Ritzversuch hergestellt werden. Dabei lassen sich die Modellfette A bis F in zwei Gruppen aufteilen. Die erste Gruppe umfasst die Modellfette A bis C. Für diese Lagersoberflächen wird im Vergleich zu den

Ergebnissen der Kurzversuche ein weiteres Anwachsen der plastisch deformierbaren Schicht nachgewiesen. Die Lageroberflächen dieser Modellfette besitzen außerdem den größten elastisch deformierbaren Anteil der Verformung. Bei der zweiten Gruppe, den Modellfetten D bis F, wachsen die über das Ausfall- und das intakte Lager gemittelten plastisch deformierbaren Anteile der Eindringtiefe im Ritzversuch nicht weiter an und verhalten sich wie die Lageroberflächen aus den Kurzversuchen. Ferner weisen die ausgefallenen Lager eine höhere Eindringtiefe im Vergleich zu den intakten (Los-) Lagern auf. Der Grund für dieses Verhalten ist der Temperaturanstieg während des Ausfallvorgangs, der zu einer strukturellen und chemischen Änderung des Materials im oberflächennahen Bereich führt.

8 Analyse der chemischen Eigenschaften

Die chemische Charakterisierung der Modellfette und der Randschichten erfolgt einerseits mittels Fouriertransformierter Infrarotspektroskopie (FTIR) bei der Technologischen Beratung Dr. Holweger. Dabei ermöglicht das FTIR sowohl die Messung dünner Oberflächenfilme nach der Reinigung der Lageroberfläche als auch die direkte Analyse von Schmierfetten ohne aufwendige Präparationstechniken. Die mit dem FTIR ermittelten Spektren und Chemiegramme werden im Rahmen der Arbeit eigenständig ausgewertet und gedeutet. Andererseits werden in diesem Kapitel Ergebnisse der Analyse der chemischen Eigenschaften der Modellfette und Randschichten mit Hilfe von Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie (TOF-SIMS) am Physikalischen Institut der Universität Münster (PI) dargestellt, um in Kapitel 9 den Gesamtkontext diskutieren zu können.

8.1 Fouriertransformierte Infrarotspektroskopie (FTIR)

Um chemische Veränderungen im Modellfett nachweisen zu können und die dafür notwendige Datenbank zu erstellen, werden zunächst für alle Modellfette und die Antioxidantien im Reinzustand FTIR-Referenzspektren aufgenommen. Bei dem Basisfett handelt es sich um eine PAO-Ester Grundölkombination in Kombination mit einem Lithium-12-Hydroxistearat Verdicker. Abbildung 8.1 stellt beispielhaft für alle Modellfette das FTIR-Spektrum von Modellfett A mit Zuordnung der charakteristischen funktionellen Gruppen zum Fettbestandteil dar.

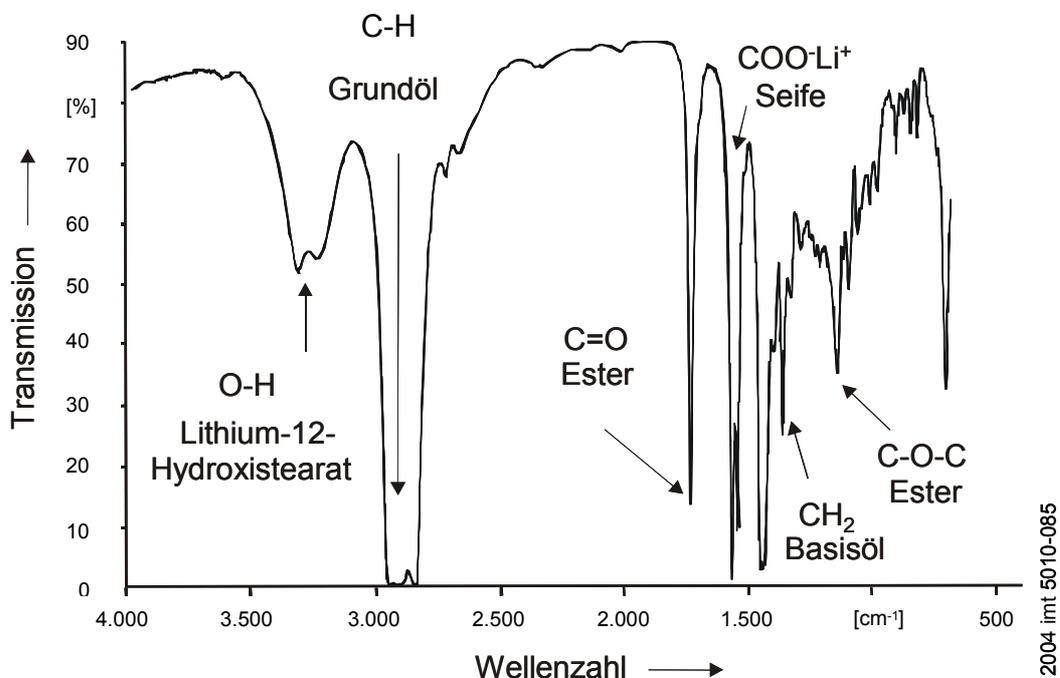


Abbildung 8.1: FTIR-Referenzspektrum - Modellfett A

Die charakteristischen Absorptionsbanden aller Modellfette werden in Tabelle 8-1 zusammengefasst.

Tabelle 8-1: Charakteristische FTIR-Absorptionsbanden des Basisfetts

Wellenzahl [cm ⁻¹]	Bestandteil	Funktionelle Gruppe (Schwingungsart)
3.400-3.200	Lithium-12-hydroxistearat	Sauerstoff-Wasserstoff (O-H) (Valenzschwingung)
3.000-2.800	Grundöl	Kohlenstoff-Wasserstoff (C-H) (Valenzschwing.)
1.740	Ester	Kohlenstoff-Sauerstoff (C=O) (Valenzschwing.)
1.650-1.500	Seife	Kohlenstoff-Sauerstoff (C-O) (Valenzschwingung)
1.480-1.350	Grundöl	Kohlenstoff-Wasserstoff (H-C-H) (Deformations-schwingung)
1.200-1.100	Ester	Kohlenstoff-Sauerstoff-Kohlenstoff (C-O-C)

Ergebnisse der FTIR Untersuchungen aus den Kurzversuchen

An den Proben aus den Kurzversuchen mit einer Prüflaufzeit von 150 h werden sowohl der anhaftende Schmierfilm als auch die durch Wischpräparation gereinigte Oberfläche des Lagers im Kontaktbereich mittels FTIR-Spektroskopie analysiert. Bei der Untersuchung der anhaftenden Modellfette kann im Fettvolumen nach einer Laufzeit von 150 h jedoch keine deutliche Veränderung des Ausgangszustands der Modellfette ermittelt werden.

Für die gereinigten Lagerproben werden FTIR-Mapping Aufnahmen nach dem in 6.2.1 beschriebenen Verfahren für Innenring, Außenring und Kugel erstellt. Die untersuchte Fläche wird so gewählt, dass eine vollständige Erfassung der Laufspur der Wälzkörper möglich ist. Bereiche neben der Laufspur werden zum Vergleich mit registriert. Als Kugellaufbahn ist jeweils der optisch sichtbare Bereich mit Druckpolierung identifiziert worden. Die Proben werden zunächst auf dem Mikroskopisch so justiert, dass eine scharfe Abbildung der Kugellaufbahn möglich ist. Der x,y-Tisch wird während der Messung soweit verfahren, bis sich auf Grund der Laufbahnkrümmung ein Schatten bildet und eine optische Darstellung nicht mehr möglich ist. Die gescannten Laufbahnbereiche werden als Chemiegramme dargestellt, die unterschiedliche chemische Alterungsprozesse der Fettkomponenten an der Grenzfläche kennzeichnen.

In Tabelle 8-2 sind typische Prozesse der Fettalterung wie z.B. Oxidations- und Korrosionsprozesse, eine Belegung der Oberfläche mit Ölresten und die Bildung von aggressiven Säuren im Zusammenhang mit ihren charakteristischen funktionellen Gruppen und ihrer Wellenzahl im FTIR-Spektrum zusammengestellt. Im Chemiegramm wird das Auftreten dieser Alterungsprozesse durch erhöhte -OH-, -CH- und/oder -XH-Konzentrationen bzw. das Vorhandensein von Konzentrationsprofilen nachgewiesen.

Tabelle 8-2: Alterungsprozesse der Fettkomponenten und kennzeichnende funktionelle Gruppen

Wellenzahl [cm ⁻¹]	Funktionelle Gruppe	Alterungsprozesse
3.400-3.200 cm ⁻¹	-O-H	Oxidations- und Korrosionsprozesse
3.000-2.800 cm ⁻¹	-C-H	Belegung durch Ölreste
2.700-2.500 cm ⁻¹	-X-H	Bildung aggressiv. Säuren

Für die Modellfette A, B und C unterscheiden sich die Chemiegramme nur wenig voneinander. Bereits nach der kurzen Laufzeit von 150 h kann aber anhand des Konzentrationsprofils im Vergleich zum Referenzlager das Einsetzen von Oxidations- und Korrosionsprozessen durch eine erhöhte OH-Verteilung und eine reduzierte CH-Verteilung im Wälzkontakt nachgewiesen werden. Die Bildung von aggressiven Säuren, die infolge einer erhöhten XH-Verteilung sichtbar wird, wird zu diesem Zeitpunkt noch nicht detektiert (Abbildung 8.2).

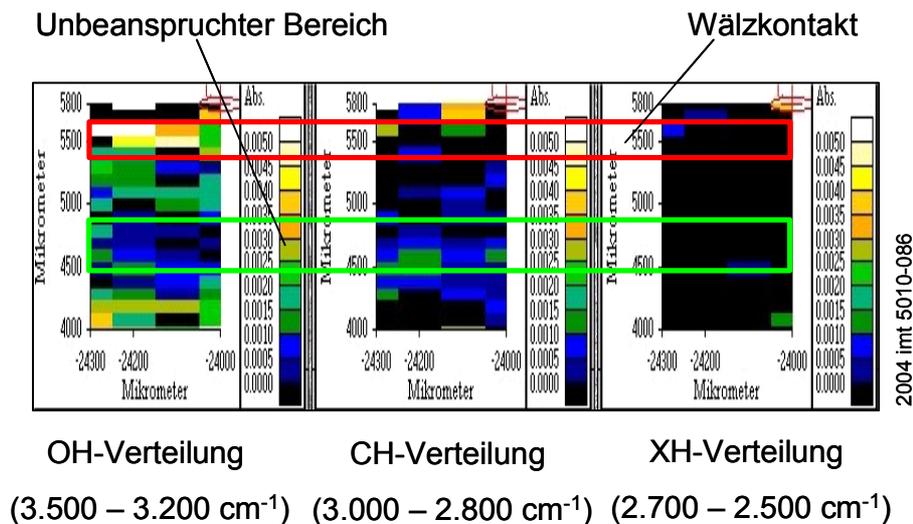


Abbildung 8.2: Chemiegramm Modellfett A, Kurzversuch, Außenring, gereinigt

Die Lagerproben aus den Kurzversuchen mit Modellfett D zeigten ein abweichendes Verhalten. Auf der Werkstoffoberfläche im gesamten Bereich der Laufbahn ist nach dem Kurzversuch eine Belegung erkennbar, die dem phenolischen Antioxidans zugeordnet wird (Abbildung 8.3 u. Abbildung 8.4). Im Chemiegramm in Abbildung 8.3 kann die Belegung der Kontaktfläche mit phenolischem Antioxidans durch eine erhöhte OH-Verteilung im Wälzkontakt im Vergleich zur unbeanspruchten Zone nachgewiesen werden.

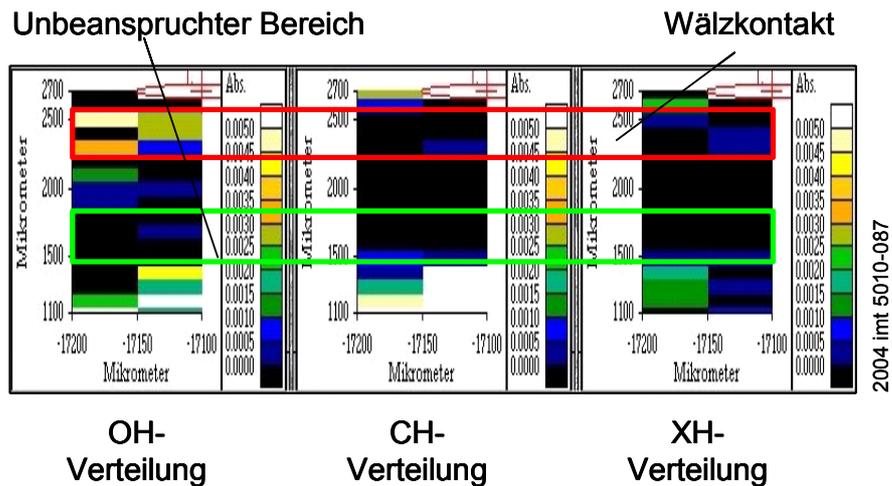


Abbildung 8.3: Chemigramm Modellfett D, Kurzversuch, Außenring, gereinigt

Abbildung 8.4 stellt das FTIR-Spektrum von Modellfett D nach der Kurzprüfung zusammen mit dem Referenzspektrum des phenolischen Antioxidans aus Modellfett D dar. Sowohl im Referenzspektrum des Antioxidans D als auch auf der Lagersoberfläche nach dem Kurzversuch können deutlich CH-Valenzschwingungen des aromatischen Kerns (Wellenzahl $3.300-2.900\text{ cm}^{-1}$) des Antioxidans detektiert werden.

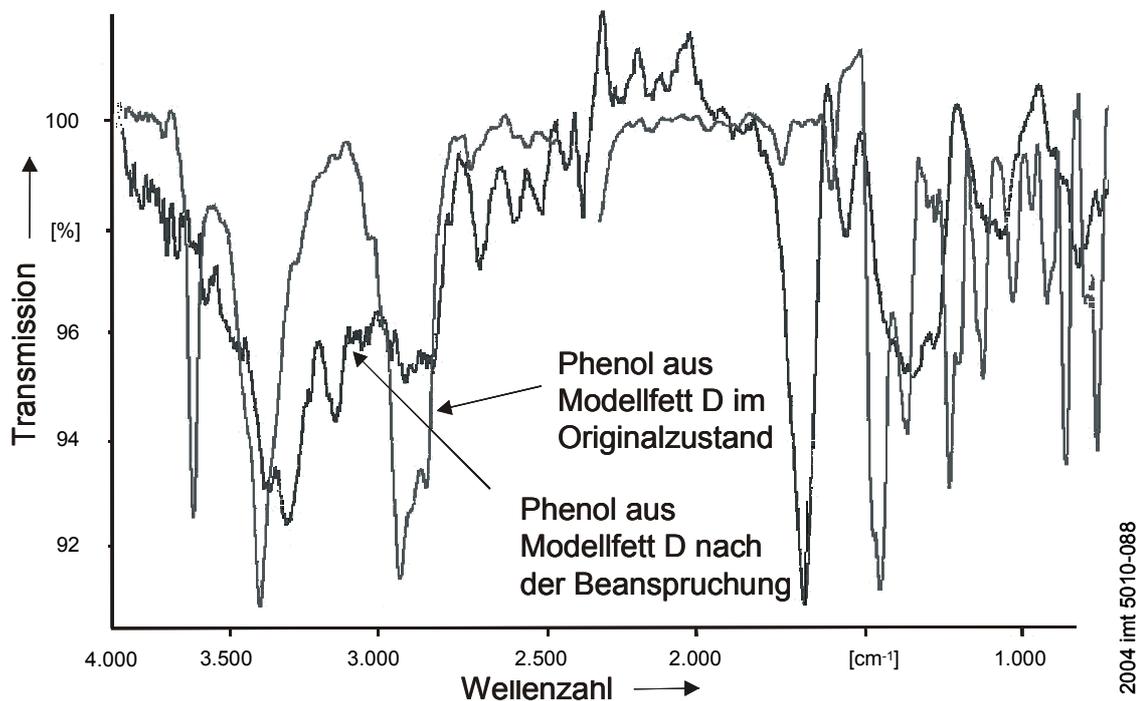


Abbildung 8.4: Überlagerung der FTIR-Spektren von Modellfett D vor und nach einem Kurzversuch

Ähnliche Belegungen werden an einzelnen Lagerteilen ermittelt, die im Kurzversuch mit Modellfett F geprüft wurden. Da die Rückstände auf der Lagersoberfläche sich nicht durch eine Reinigung mit n-Hexan entfernen lassen, handelt es sich um

polare, chemisorptiv gebundene Produkte, die fest an der Werkstoffoberfläche haften. Die Untersuchung der Lagerproben des Modellfettes E aus den Kurzversuchen ergibt keine deutlichen Veränderungen durch einsetzende Alterungsprozesse.

Ergebnisse der FTIR Untersuchungen aus den Dauerversuchen

An den Bauteilproben aus den Dauerversuchen werden, wie bei den Kurzversuchen, am Außenring, Innenring und den Kugeln einerseits der anhaftende Schmierfilm und andererseits die durch Wischpräparation gereinigte Oberfläche des Lagers im Kontaktbereich untersucht. Zu beachten ist dabei, dass die Fettproben an den Lagerkomponenten teilweise farbliche Unterschiede und Abweichungen in der Konsistenz im Vergleich zum Frischfettzustand aufweisen. Nach den Dauerversuchen treten insbesondere bei Modellfett B rötlich braune Verfärbungen des Fettes und bei Modellfett A schwarze, nicht mehr zu entfernende Rückstände auf, die auf verkohlte Fettbestandteile oder Polymerisationsprodukte hinweisen. Die im Folgenden dargestellten Spektren und Chemiegramme repräsentieren die Zustände vor und nach der tribologischen Belastung. Eine Normierung auf einen Standard war auf Grund der unterschiedlichen ortsabhängigen Verteilung der charakteristischen funktionellen Gruppen nicht möglich.

Bei der Charakterisierung des anhaftenden Schmierfilms werden einerseits Bereiche mit unverändertem Modellfett detektiert und andererseits können an allen Lagerproben Alterungsprodukte der Fette analysiert werden. Dabei handelt es sich hauptsächlich um Oxidationsprodukte, die durch zusätzliche Carbonylschwingungen (C=O) im Wellenzahlbereich von $1.800\text{-}1.700\text{ cm}^{-1}$ nachgewiesen werden. Eine Abnahme der Carbonylschwingung des Esters bei 1.740 cm^{-1} weist auf der einen Seite auf eine hydrolytische Zersetzung des Esters in Gegenwart von Wasser zum entsprechenden Alkohol und einer Carbonsäure hin. Die Absorptionsbande wird dadurch deutlich verbreitert. Auf der anderen Seite kann ein Abweichen der Carbonylschwingung (C=O) durch oxidative Zersetzung des Verdickers ausgelöst werden. Die verdickertypische Absorptionsbande bei $1.650\text{-}1.500\text{ cm}^{-1}$ (COO^-Li^+) verschiebt sich durch Bildung freier Säuren (COOH) in den Wellenzahlbereich von 1.700 cm^{-1} . Außerdem kommt es zu einer fast vollständigen Auflösung der Sauerstoff-Wasserstoff-Valenzschwingungsbande (O-H) im Wellenzahlbereich von $3.400\text{-}3.200\text{ cm}^{-1}$ durch die Zersetzung des Verdickers. Diese Oxidationsreaktion des Verdickers wird katalytisch durch freies Eisen beeinflusst und kann im Chemiegramm durch das Auftreten einer erhöhten XH-Konzentration im Wälzkontakt bestätigt werden (siehe Abbildung 8.5). Sowohl die Hydrolyse des Esters als auch die Zersetzung des Verdickers tragen erheblich zu einer Veränderung und damit zur Alterung der Modellfette bei.

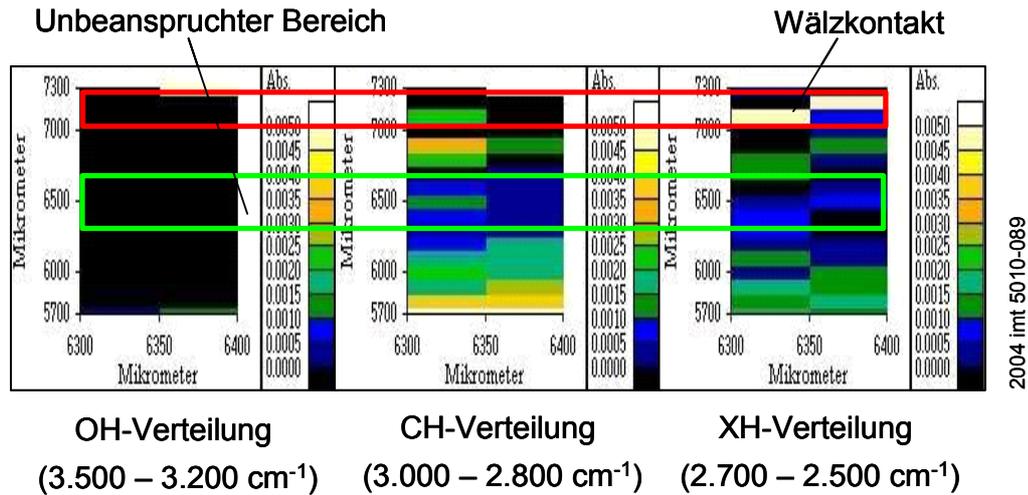


Abbildung 8.5: Chemiegramm Modellfett A, Dauerversuch, Außenring, gereinigt

Abbildung 8.6 stellt ein charakteristisches Überlagerungsspektrum mit Zersetzungsprodukten von Ester- und Verdickermolekülen einer Fettprobe aus dem Laufbahnbereich des Innenrings nach einem Dauerversuch mit Modellfett A im Vergleich zum Referenzspektrum des unbeanspruchten Modellfetts dar.

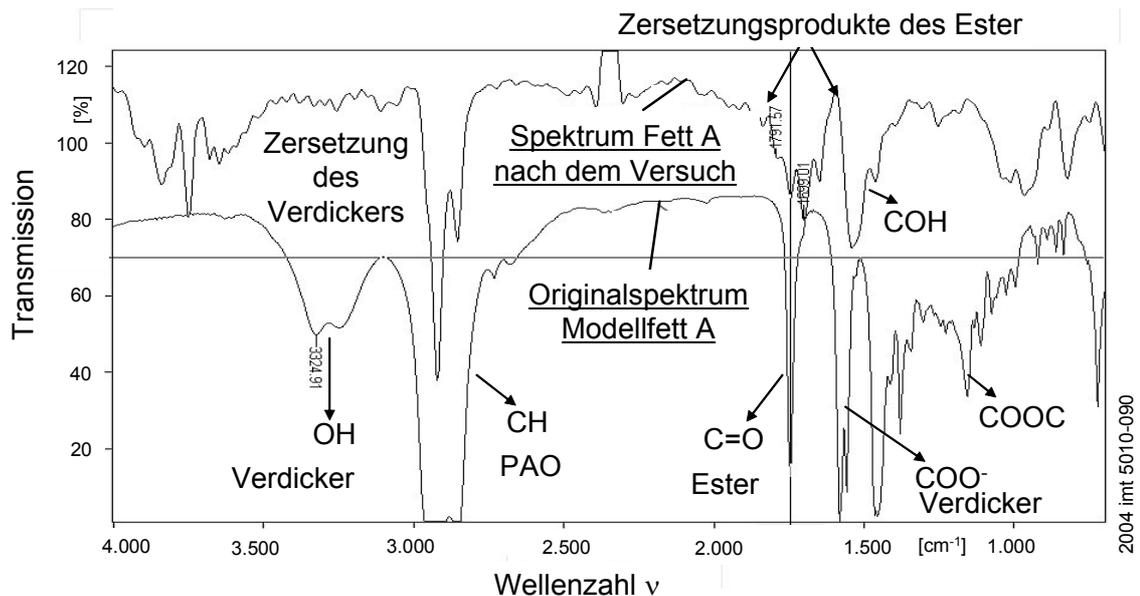


Abbildung 8.6: FTIR-Spektren von Modellfett A vor und nach dem Dauerversuch

Zwischen beiden Spektren sind deutliche Unterschiede zu erkennen. Das beanspruchte Modellfett auf der Laufbahn zeigt im Verhältnis zu der Absorption des Grundöls (ausgeprägte CH-Schwingung im Wellenzahlbereich von 3.000-2.800 cm⁻¹) eine stark verbreiterte und zerklüftete Kohlenstoff-Sauerstoff-Schwingung im Bereich von 1.800-1.500 cm⁻¹ und im Wellenzahlbereich von 3.000-2.800 cm⁻¹ eine CH-Schwingung von deutlich geringerer Intensität. Das organische Gerüst des Basisfetts ist demnach zersetzt.

Anhand einer Ausschnittsvergrößerung aus Abbildung 8.6 in Abbildung 8.7 soll die Hydrolyse der Esterkomponente näher erläutert werden.

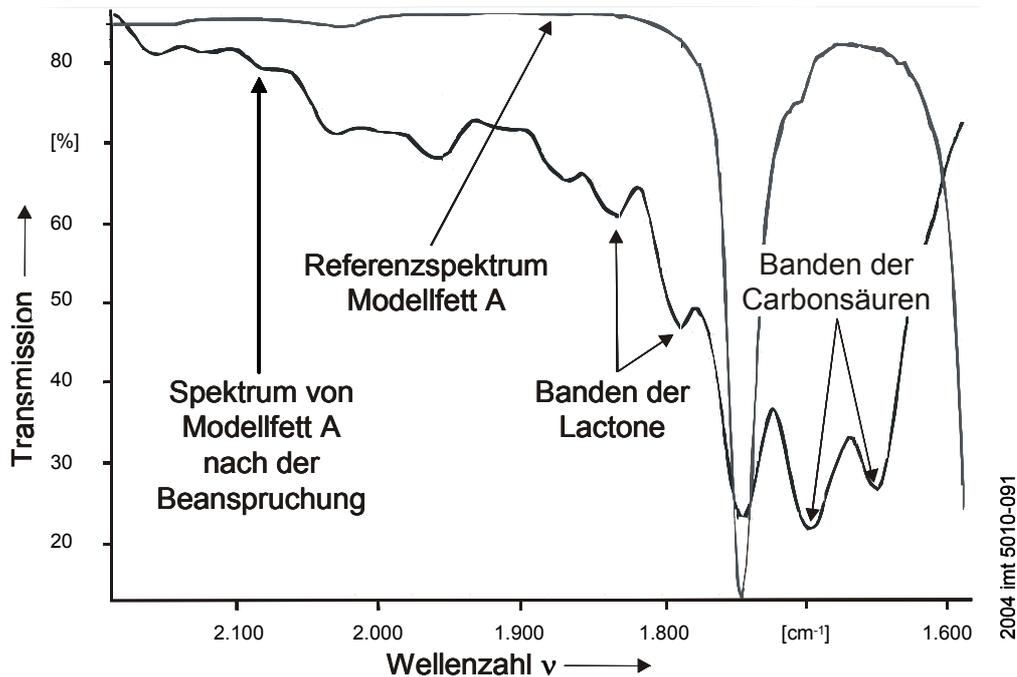


Abbildung 8.7: Ausschnittvergrößerung aus Abbildung 8.6 - Zersetzung der Esterkomponente

Das Originalspektrum des Esters weist bei einer Wellenzahl von 1.740 cm^{-1} eine Absorptionsbande auf, die nach der Beanspruchung des Modellfetts in mehrere Absorptionsbanden rechts- und linksseitig aufgespalten wird. Die rechtsseitig auftretenden Absorptionsbanden im Wellenzahlbereich von $1.720\text{-}1.690\text{ cm}^{-1}$ können den Carbonsäuren zugeordnet werden. Die linksseitig auftretenden Absorptionsbanden im Wellenzahlbereich von $1.900\text{-}1.760\text{ cm}^{-1}$ sind charakteristisch für Lactone. Lactone sind intramolekulare, cyclische Esterverbindungen aus fünf- oder sechsgliedrigen Ringen, die auf Grund der benötigten hohen Aktivierungsenergie bei der Reaktion infolge lokaler Überhitzung entstanden sind.

Die Modellfette D und F mit dem phenolischen Antioxidans nehmen, wie bereits im Kurzversuch beschrieben, auch bei den FTIR-Untersuchungen der Lagerproben aus den Dauerversuchen eine Sonderstellung ein. Bei einigen Proben aus den Dauerversuchen kann im FTIR-Spektrum ebenfalls eine Oberflächenbelegung festgestellt werden, die dem phenolischen Antioxidans zugeordnet wird. Auf Grund der Ähnlichkeit der Spektren mit den Spektren der Kurzversuche in Abbildung 8.4, wird an dieser Stelle auf eine erneute Veranschaulichung des Sachverhaltes verzichtet. Abbildung 8.8 zeigt das Chemiegramm eines Außenringes aus einem Dauerversuch mit Modellfett D. Die Oberflächenbelegung mit phenolischem Antioxidans im Wälzkontakt wird durch eine erhöhte OH-Verteilung im Vergleich zur unbeanspruchten Zone nachgewiesen. Ferner ist im Wälzkontakt eine vergrößerte CH-Verteilung sichtbar, die ebenfalls auf einen vermehrten organischen Anteil, z.B. aus dem aromatischen Kern des Phenols, hinweist.

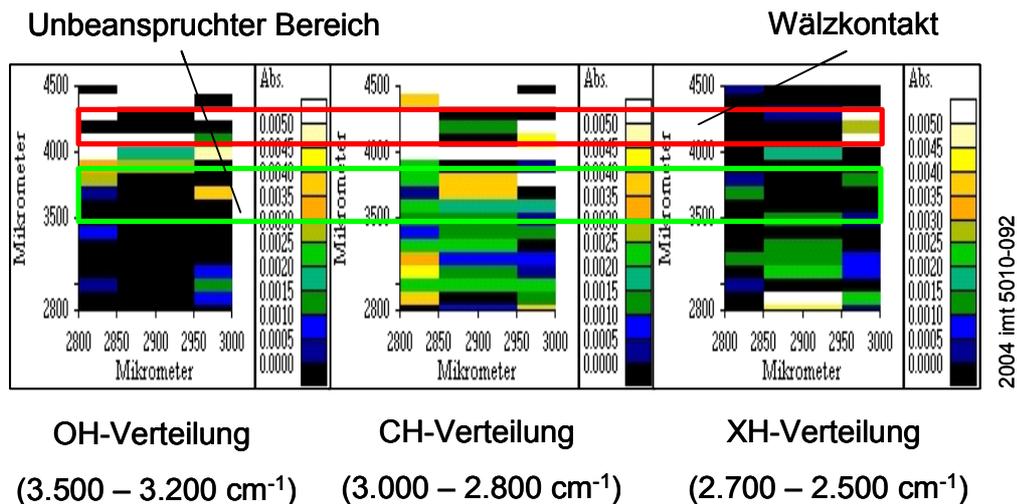


Abbildung 8.8: Chemiegramm Modellfett D, Dauerversuch, Außenring, gereinigt

Eine katalytische Zersetzung der Esterkomponente bzw. eine Oxidationsreaktion des Verdickers kann an der gereinigten Lagerprobe nicht ermittelt werden, da im Chemiegramm keine Veränderung der XH-Verteilung zwischen beanspruchtem und unbeanspruchtem Bereich vorliegt.

Wie die Ergebnisse der FTIR-Untersuchungen an den Proben aus den Kurz- und Dauerversuchen gezeigt haben, werden bei den Modellfetten A, B, C und E bereits im Kurzversuch Oxidationsreaktionen des Basisöls durch den Einbau von Sauerstoff sowie Zersetzungsreaktionen des Esters nachgewiesen. Als Endprodukte der Zersetzung des Esters bilden sich Carbonsäuren (Wellenzahlbereich $1.720\text{--}1.690\text{ cm}^{-1}$) sowie in einzelnen Fällen Lactone (Wellenzahlbereich $1.900\text{--}1.760\text{ cm}^{-1}$). Die Ursache für deren Entstehung ist lokale Überhitzung. Neben den Prozessen der Esterzersetzung können anhand der Spektren auch Oxidationsreaktionen abgeleitet werden. Es ist plausibel, dass die Oxidationsreaktionen, die ansonsten nur im hohen Temperaturbereich stattfinden, hier bereits bei Temperaturen unter 100 °C unter katalytischem Einfluss des Lagerwerkstoffes ablaufen.

Die mit dem phenolischen Antioxidans additvierten Modellfette D und F nehmen sowohl im Kurzversuch als auch in den Dauerversuchen eine Sonderstellung ein. Es kann insbesondere im Kurzversuch die Belegung der Werkstoffoberfläche mit der phenolischen Komponente von Modellfett D nachgewiesen werden (CH-Valenzschwingungen des aromatischen Kerns im Wellenzahlbereich von $3.100\text{--}2.900\text{ cm}^{-1}$). Wie aus der Literatur bekannt ist, bilden Phenole mit Eisen Sandwichkomplexe. Durch die Bindung des Eisens an den aromatischen Kern reagiert die Hydroxigruppe des Phenols sauer und kann eine chemische Bindung mit der Werkstoffoberfläche eingehen. Es kommt zur Entwicklung einer Reaktionsschicht, die auf Grund ihrer Schwerlöslichkeit nicht ohne weiteres von der Werkstoffoberfläche zu entfernen ist. An Proben aus den Dauerversuchen der Modellfette D und F mit Laufzeiten über 4.000 Betriebsstunden kann außerdem eine Belegung der Oberfläche mit Käfigbestandteilen nachgewiesen werden.

8.2 Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektroskopie (TOF-SIMS)

Mittels Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektroskopie (TOF-SIMS) wird die chemische Beschaffenheit der anhaftenden Schmierfette, der gereinigten Oberflächen und der Randschichten der Lagerproben aus den Kurz- und Dauerversuchen analysiert. Dabei erfolgt die Untersuchung der elementaren Oberflächenzusammensetzung und, mit Hilfe von Referenzspektren, auch die Identifizierung von Verbindungen mit statischer TOF-SIMS. Ortsaufgelöste Element- und Molekülverteilungsbilder (chemical maps) der gereinigten Oberflächen können durch TOF-SIMS Imaging ermittelt werden. Die Charakterisierung der tribologischen Randschichten erfolgt mittels Tiefenprofilierung. Dabei werden insbesondere die in die Randschicht eingebrachten Schmierstoffbestandteile bzw. der Sauerstoffanteil im Tiefenverlauf bestimmt. Bei diesen unterschiedlichen Analysemethoden sind eine Vielzahl von Einzelergebnissen ermittelt worden, die in dieser Arbeit nicht alle im Detail dargelegt werden, sondern bei *Zabel et al.* [ZAB04b] nachzulesen sind.

Untersuchung der anhaftenden Modellfette

Bei den TOF-SIMS Untersuchungen der anhaftenden Fette wird nachgewiesen, dass außerhalb des Laufbahnbereichs keine qualitativen Änderungen der Sekundärionensignale (SI) von Verdicker und Grundöl vorliegen. Innerhalb der Laufbahn werden lateral unterschiedliche Verteilungen für Lithium und Kohlenwasserstoffe gefunden, was TOF-SIMS Imaging bestätigt. Die charakteristischen Ionenarten für die verwendeten Additive können bei den benutzten Fetten in der gleichen Weise detektiert werden wie bei den Referenzfetten. Für das Additiv B lassen sich Tri- und Tetramerisationsprodukte nachweisen, die gemäß dem in Abbildung 2.23 beschriebenen Wirkmechanismus von aromatischen Aminen entstanden sind. Im Modellfett F kann ein Reaktionsprodukt der Antioxidantien B und D als Dimer-B-Monomer-D ermittelt werden. Außerdem ist im Kontaktbereich ein erhöhter Anteil an Lagermetall, insbesondere $^{56}\text{Fe}^+$, im belasteten Modellfett analysiert worden. Dabei kann das SI-Intensitätsverhältnis $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ in Bezug zur Laufzeit und der Art der Additivierung gesetzt werden.

Nach *Bartz* [BAR94] [BAR00] ist der Lager-Metallgehalt in einem Schmierstoff ein Maß für den Verschleiß im Wälzlager, wobei der Verschleiß die Gesamtnutzungsdauer des Systems beeinflusst. Metalle im Schmierstoff haben eine katalytische Wirkung auf die Oxidation von Schmierstoffbestandteilen (siehe 2.3.4). Ein höherer Metallgehalt fördert die Degradation des Schmierstoffs. Als Verschleißprodukte (mechanischer Verschleiß, tribochemische Reaktionen) können Metalle in einem Schmierstoff z.B. in Form von Nano- und Mikropartikeln, metallorganischen Verbindungen sowie Kationen vorliegen. Auf Grund der hohen Massenauflösung eines Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometers können das $^{56}\text{Fe}^+$ -Signal und das C_4H_8^+ -Signal sehr gut voneinander getrennt werden. Abbildung 8.9 stellt die Mittelwerte des SI-Intensitäts-Verhältnisses $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ für Außen- und Innenringe der Kurzversuche dar.

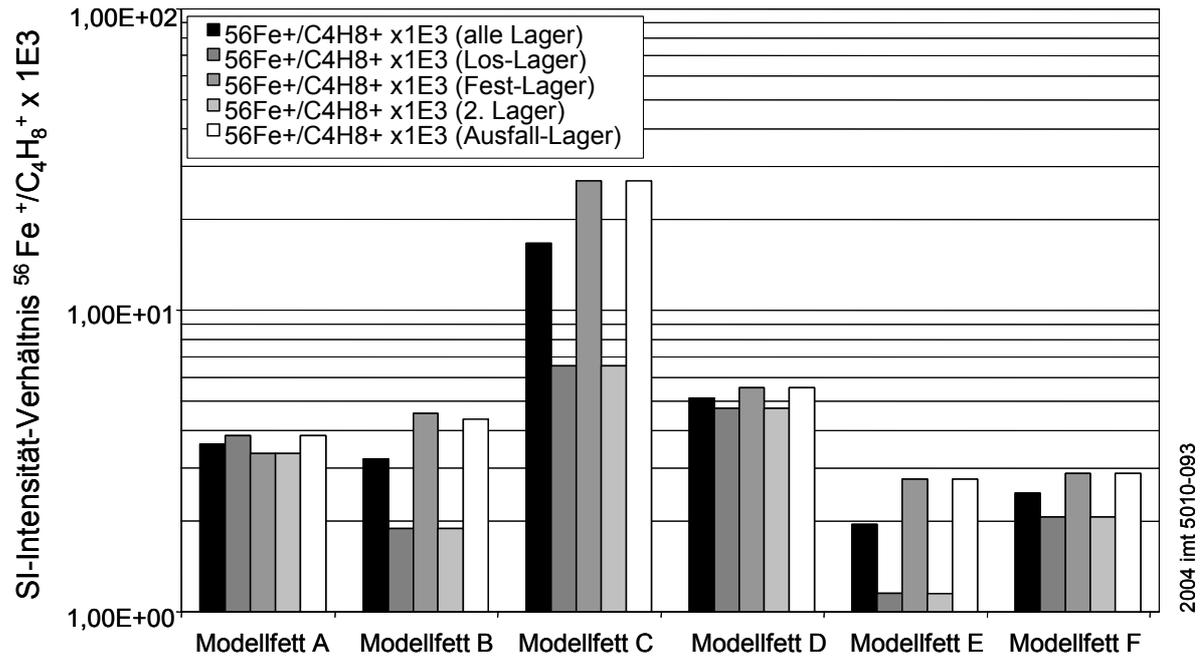


Abbildung 8.9: Mittelwerte des SI-Intensitäts-Verhältnisses $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ bestimmt über alle Außen- und Innenringe der Kurzversuche [ZAB04a]

Abbildung 8.10 gibt im Vergleich dazu die laufzeitbezogenen Mittelwerte der SI-Intensitäts-Verhältnisse für Außenringe der Dauerversuche wieder.

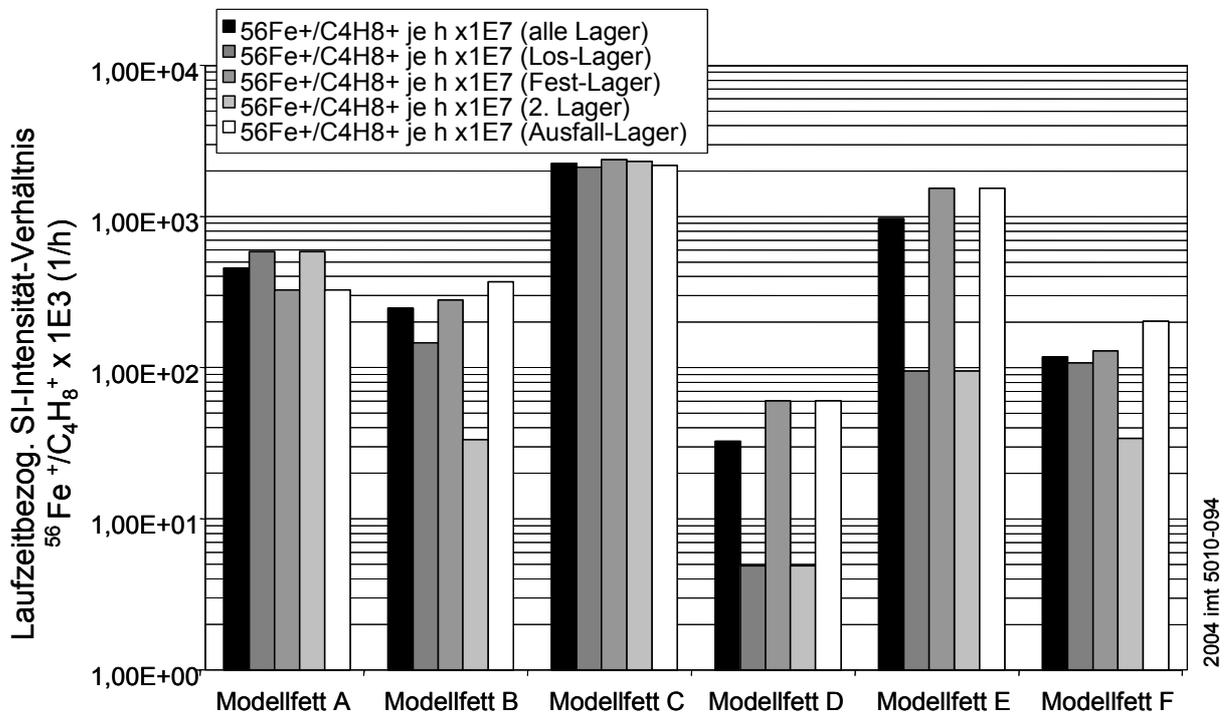


Abbildung 8.10: Mittelwerte des laufzeitbezogenen SI-Intensitäts-Verhältnisses $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ für Außenringe der Dauerversuche [ZAB04a]

Es werden nur die Ergebnisse der Außenringe abgebildet, da die TOF-SIMS-Untersuchungen im Kontaktbereich der Außen- und Innenringlaufbahnen der Proben aus den Dauerversuchen qualitativ gleiche Ergebnisse ergeben. Anhand der Graphiken wird deutlich, dass die SI-Intensitäts-Verhältnisse von der Schmierfettzusammensetzung (der Additivierung) abhängen.

Für die Modellfette A, C, und E wurden höhere Werte für das laufzeitbezogene $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -Verhältnis und für die Modellfette B, D und F niedrigere Werte ermittelt. Dabei korrelieren die Mittelwerte des SI-Intensitäts-Verhältnisses im Kontaktbereich von Außen- und Innenring mit den im Dauerversuch am Prüfstand erfassten Schmierfettgebrauchsdauern. Das Ausfalllager (definiert über das Erreichen der Abbruchtemperatur) hat gegenüber dem zweiten Lager des Versuchs das höhere SI-Intensitäts-Verhältnis. Ferner zeigt das Fest-Lager (konstruktive Festlegung) im Vergleich zum Los-Lager meistens das höhere Verhältnis. Dieses Lager ist mit höherer Wahrscheinlichkeit das Ausfalllager.

Ergebnisse der Tiefenprofilierung

Um den Aufbau der tribologischen Randschicht im Kontaktbereich der Wälzlager zu bestimmen, werden an Kugeloberflächen der Kurz- und Dauerversuche Tiefenprofile erstellt. Die Messungen erfolgen mit der Dual-Beam-Methode (siehe 6.2.2). Zur Umrechnung von Sputterzeit in Sputtertiefe werden auf einer polierten 100Cr6 Wälzlagerstahl-Oberfläche unter gleichen Sputterbedingungen Krater erzeugt und mit einem RKM vermessen. Eine Vermessung der Sputterkrater an den untersuchten Lagerbauteilen ist auf Grund der Krümmung der Bezugsflächen nicht möglich. Deshalb muss auch über den Grenzschichtbereich eine konstante Sputterrate des polierten 100Cr6 Wälzlagerstahls angenommen werden, um eine Tiefenzuordnung zu ermöglichen.

Bei der Tiefenprofilierung können unabhängig vom Additivzusatz innerhalb und außerhalb der Laufspur Randschichten aus Lithium- und Oxidverbindungen sowie Resten von organischen Molekülen ($^{12}\text{C}_2\text{H}^-$ -Verlauf) nachgewiesen werden (siehe Abbildung 8.11). Dabei werden abhängig vom Additivzusatz im Modellfett unterschiedliche Tiefenintegralwerte für Li-, C- und O-haltige SI-Signale bestimmt. Die Randschichten sind im Bereich der Laufspur dicker (Sauerstoffeinbau) als im unbelasteten Bereich. Ferner lassen sich im Bereich der tribologischen Belastung zusätzliche Eisenoxid-Signale wie zum Beispiel $^{56}\text{Fe}_3^{16}\text{O}_3^+$ nachweisen. Ein Vergleich von Tiefenprofilen an ausgefallenen Lagern der Modellfette A-F und einer unbenutzten 100Cr6-Oberfläche ergibt, dass die Dicke der Randschichten mit der Laufzeit zunimmt und sich ihre Zusammensetzung ebenfalls mit der Laufzeit ändert [ZAB04a].

Bei den mit Modellfett D getesteten Lagern kann außerdem ein $^{12}\text{C}^{14}\text{N}^-$ -Signal in den Randschichten nachgewiesen werden. Da auf Grund der Schmierstoffzusammensetzung von Modellfett D (phenolisches Antioxidans) kein Signal mit Stickstoffgehalt zu erwarten wäre, können als Stickstoffquelle nur Luftstickstoff und/oder die Stickstoffbestandteile des Käfigmaterials in Frage kommen. Für Tiefenprofile mit po-

sitiver Sekundärionen (SI)-Polarität wird außerdem ein entsprechender $^{14}\text{N}^+$ -Verlauf im Bereich der Randschicht ermittelt.

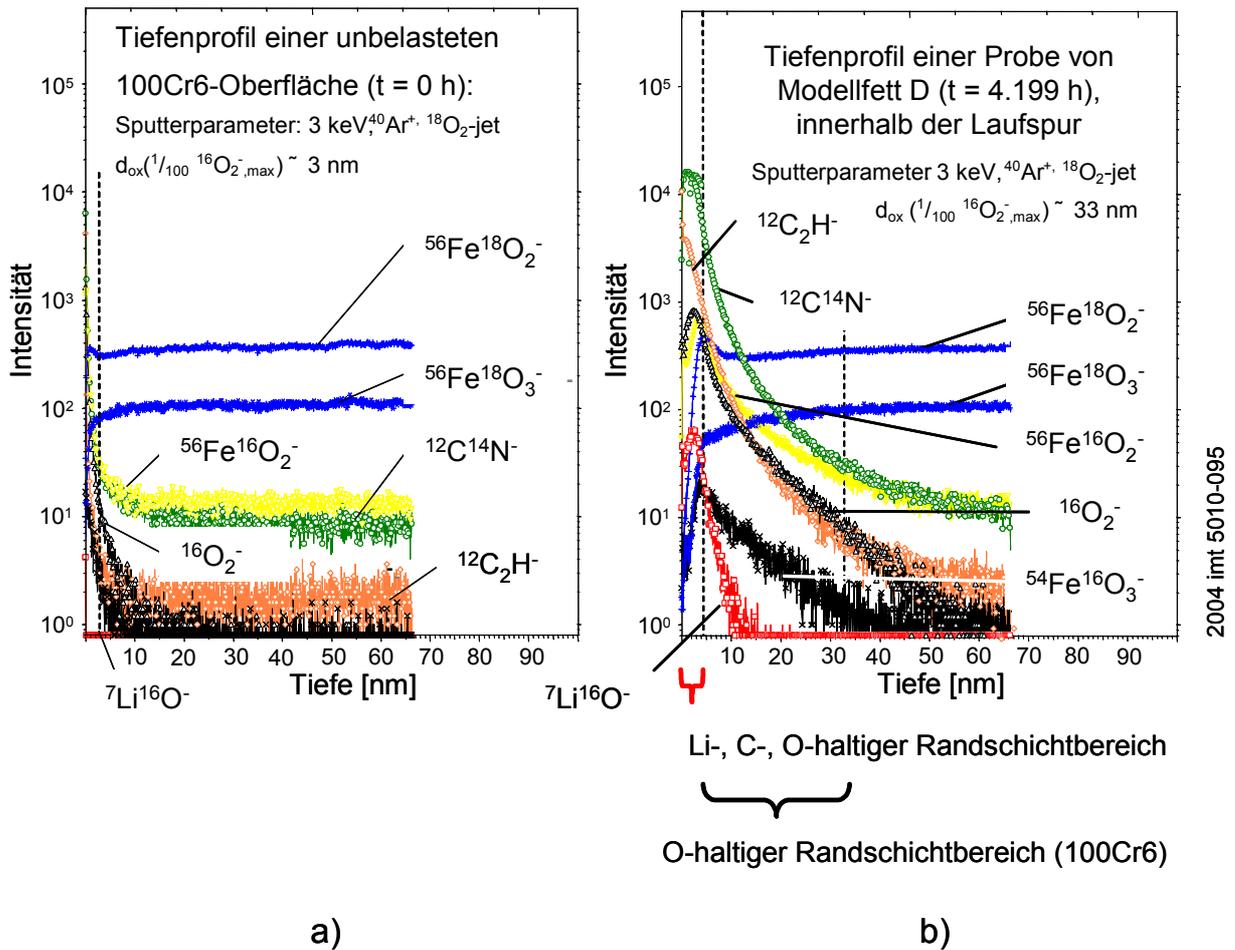


Abbildung 8.11: Tiefenprofile einer unbelasteten Referenzprobe a) und einer beanspruchten Probe von einem Dauerversuch mit Modellfett D b) [ZAB04a]

Unter Annahme konstanter Sekundärionen-Ausbeute und Sputterrate bei der Tiefenprofilierung werden für identische Analyseparameter Integralwerte von definierten Sekundärionen-Signalen berechnet. Diese SI-Tiefenintegralwerte sind ein Maß für den in die tribologische Schicht eingebrachten Anteil an Schmierstoffbestandteilen bzw. Sauerstoff. Ein derart bewertetes SI-Tiefenintegral muss für die tribologische Schicht signifikant sein und der Signalbeitrag aus dem Wälzlagerstahlvolumen soll vernachlässigbar oder um Größenordnungen geringer sein. Die Tiefenprofile an den Kugeloberflächen von Kurz- und Dauerversuchen weisen für die Modellfette A-F unterschiedliche Tiefenintegralwerte für Li-, C- und O-haltige SI-Signale, insbesondere für Li_2^+ , LiC^+ , LiO^+ , C_2^+ , Li_2O^+ , $^{16}\text{O}_2^+$, $^{56}\text{Fe}^{7}\text{Li}^+$, auf. Abbildung 8.12 stellt exemplarisch ausgewählte SI-Tiefenintegralwerte (pos. SI) aus Tiefenprofilen an Randschichten der Dauerversuche für die Modellfette A-F dar. Die aufgeführten SI-Signale sind aus dem Durchschnitt der Tiefenintegrale aus jeweils zwei Profiluntersuchungen berechnet worden. Im Balkendiagramm wird deutlich, dass die Modellfette in zwei Gruppen unterteilt werden können. Zur ersten Gruppe gehören die Modellfette A und C und

zur zweiten Gruppe die Modellfette B, D, E und F. Die Tiefenintegralwerte für die erste Gruppe (A, C) zeigen höhere Werte für $^{16}\text{O}_2^+$ und kleinere Werte für Li_2^+ , LiC^+ , LiO^+ , C_2^+ , Li_2O^+ , $^{56}\text{Fe}^{7}\text{Li}^+$. Die Tiefenintegralwerte für die zweite Gruppe (B, D, E, F) weisen kleinere Werte für $^{16}\text{O}_2^+$ und höhere Werte für Li_2^+ , LiC^+ , LiO^+ , C_2^+ , Li_2O^+ , $^{56}\text{Fe}^{7}\text{Li}^+$ auf.

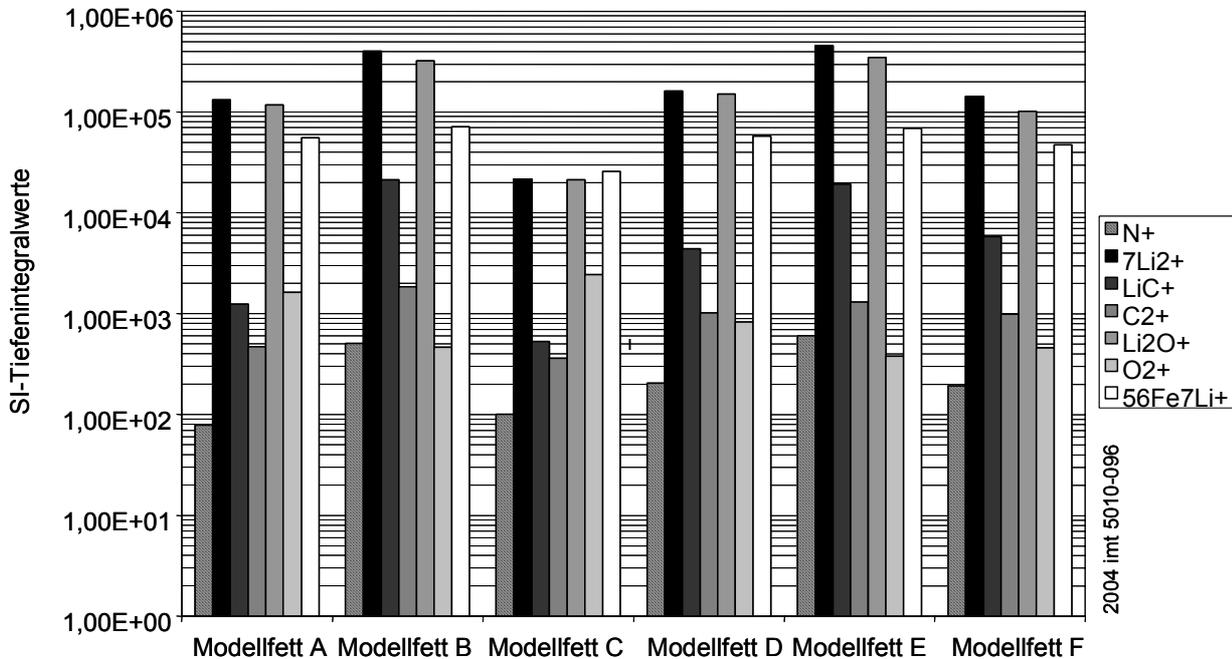


Abbildung 8.12: Ausgewählte pos. SI-Tiefenintegralwerte bestimmt aus Tiefenprofilen an Randschichten der Dauerversuche für die Modellfette A-F

Ein Vergleich der Tiefenintegrale von Kurz- und Dauerversuchen zeigt die gleiche qualitative Abhängigkeit von den verwendeten Modellfetten. Diese Abhängigkeit der Tiefenintegralwerte der Li- und C-haltigen Signale für die Kurz- und Dauerversuche weist auf einen tribologischen Schichtaufbaumechanismus hin, der von der Additivierung des Schmierstoffs abhängig und an dem das Lithium-12-Hydroxystearat (Verdicker) beteiligt ist. Die Tiefenintegralwerte für das $^{16}\text{O}_2^+$ -Signal weisen für die Modellfette A und C einen erhöhten Oxidanteil in der tribologischen Grenzschicht auf.

Abbildung 8.13 und Abbildung 8.14 stellen SI-Tiefenintegralwerte (pos. SI) dar, die auf das nicht additivierte Modellfett A normiert sind. In den Balkendiagrammen werden die oben beschriebenen Unterschiede der beiden Gruppen ebenfalls deutlich, insbesondere sind Ungleichheiten bezüglich des $^{16}\text{O}_2^+$ -Sekundärionen-Tiefenintegrals ersichtlich. Diese Abhängigkeit korreliert mit den höheren Werten für das laufzeitbezogene SI-Intensitäts- $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -Verhältnis im Laufbahnbereich von Innen- und Außenring (vergleiche Abbildung 8.10).

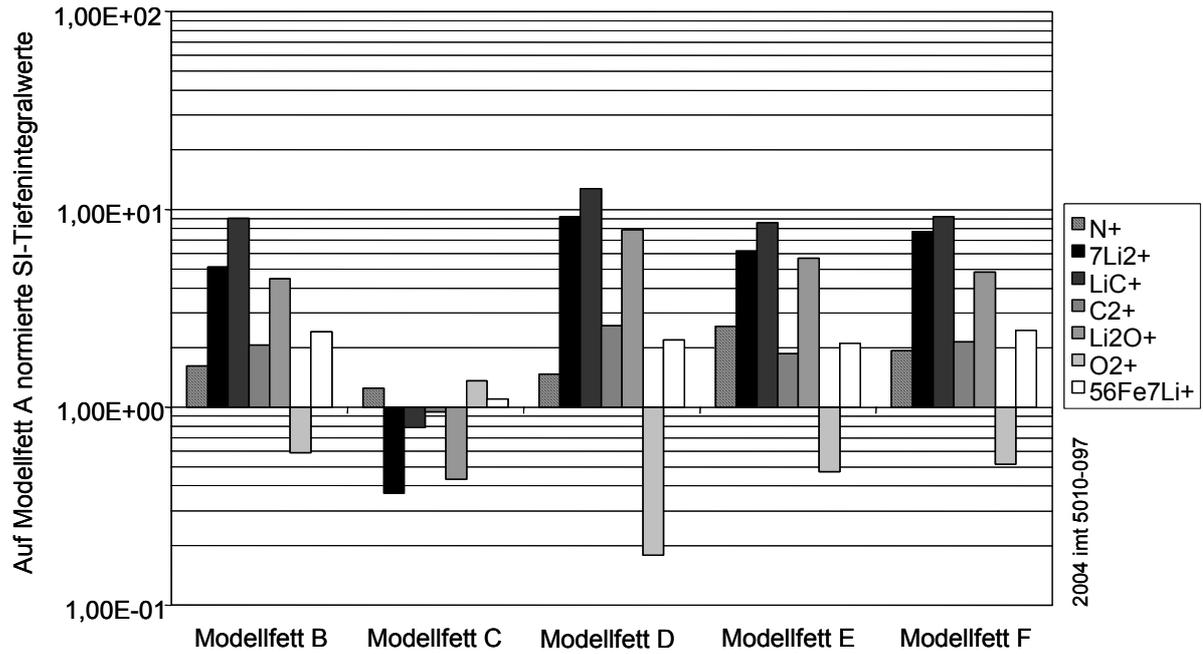


Abbildung 8.13: Auf Modellfett A normierte SI-Tiefenintegralwerte bestimmt aus Tiefenprofilen an Randschichten der Kurzversuche für die Modellfette B-F [ZAB04a]

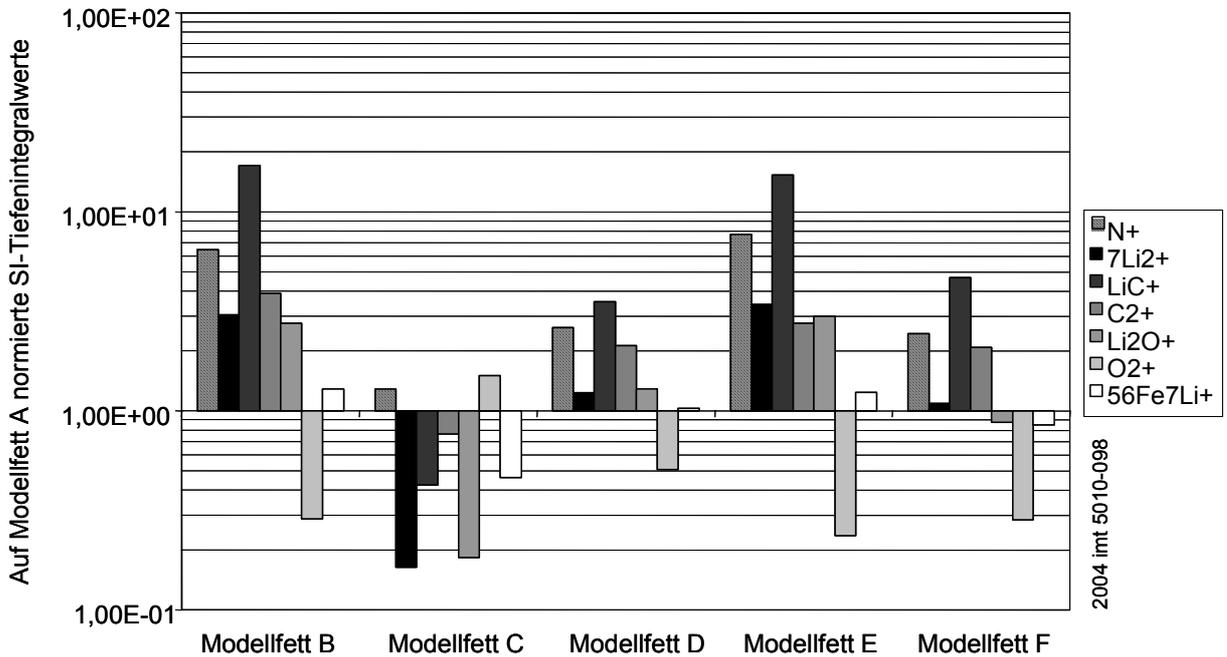


Abbildung 8.14: Auf Modellfett A normierte SI-Tiefenintegralwerte bestimmt aus Tiefenprofilen an Randschichten der Dauerversuche für die Modellfette B-F [ZAB04a]

Die Ergebnisse der TOF-SIMS Untersuchungen haben gezeigt, dass im Kontaktbereich von fettgeschmierten Wälzlagern zunehmender Verschleiß des tribologischen Systems und die damit verbundene Degradation des Schmierstoffs mit dem

Lager-Metallgehalt im Schmierstoff korreliert. Anhand der verschiedenen Verhältnissgrößen (Mittelwerte und laufzeitbezogene Mittelwerte für Außen- und Innenring) des $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ SI-Intensitäts-Verhältnisses der anhaftenden Fettschicht im Kontaktbereich der Lager kann ein Zusammenhang zwischen der Additivierung des Schmierstoffs und seiner Laufzeit im Prüfstandversuch ermittelt werden. Für die Modellfette A und C wird ein erhöhtes $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -Verhältnis im anhaftenden Fett und bei der Tiefenprofilierung ein höherer Oxidanteil in der tribologischen Grenzschicht festgestellt. Für die Versuchsläufe der Fette D und F korrelieren niedrigere, laufzeitbezogene, mittlere $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -SI-Intensitäts-Verhältnisse mit einem geringeren Sauerstofftiefenintegralwert im Tiefenprofil der Randschicht und guten Schmierfettgebrauchsdauern. Ferner weist der Vergleich der Tiefenprofile einer unbelasteten Referenzprobe und im Kurz- bzw. Dauerversuch beanspruchter Proben auf einen tribologischen Randschichtaufbaumechanismus hin, der von der Additivierung des Schmierstoffs abhängig und an dem der Verdicker (Lithium-12-Hydroxystearat) beteiligt ist. Qualitativ kann dieser Randschichtaufbau bereits im Kurzversuch durch unterschiedliche Tiefenintegralwerte für Li-, C- und O-haltige SI-Signale, insbesondere für Li_2^+ , LiC^+ , LiO^+ , C_2^+ , Li_2O^+ , $^{16}\text{O}_2^+$, $^{56}\text{Fe}^7\text{Li}^+$, nachgewiesen werden.

9 Diskussion der Ergebnisse

Im folgenden Abschnitt werden alle Ergebnisse dieser Arbeit, die sich sowohl auf die geometrischen, physikalischen und chemischen Randschichtanalysen als auch auf die chemischen Analysen der Modellfette und die Resultate der Prüfstandversuche am IMKT beziehen, im Zusammenhang dargestellt, diskutiert und korreliert. Dabei wird als Ausgangssituation die Wirkung der Antioxidantien auf die Schmierfettgebrauchsdauer und das Betriebsverhalten im Prüfstandversuch am IMKT betrachtet. Im Anschluss erfolgt die Deutung des Einflusses von Antioxidantien auf das Schmierstoff-Randschicht-System anhand der physikalischen und chemischen Randschichteigenschaften und der chemischen Veränderung der Modellfette unter Belastung.

Betriebsverhalten

Ausgehend von den Ergebnissen der Prüfstandversuche am IMKT wird deutlich, dass der Einsatz von Antioxidantien die Schmierfettgebrauchsdauer erheblich verlängert. Gemäß Abbildung 5.7 und Tabelle 5-3 erzielt das unadditivierte Modellfett A bei Betriebstemperaturen von $T_{\text{mittel}} > 60 \text{ }^\circ\text{C}$ die geringsten Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} und F_{50} von unter 400 h. Die Modellfette B und C, additiviert mit aminisch festem und aminisch flüssigem Antioxidans, erreichen Schmierfettgebrauchsdauern F_{50} zwischen 2.000 h und 3.800 h. Die mit dem phenolischen Antioxidans additivierten Modellfetten D und F erlangen die längsten Schmierfettgebrauchsdauern F_{50} von über 4.900 h, wobei im Vergleich zu den anderen additivierten Modellfetten ebenfalls die geringste Streuung der Einzelaufzeiten bis zu Ausfall auftritt. Die Schmierfettgebrauchsdauer F_{50} von Modellfett E, welches mit einem hochtemperaturgeeigneten, aminischen Antioxidans versetzt ist, liegt mit 5.100 h zwischen den Modellfetten D und F. Die längste Schmierfettgebrauchsdauer F_{10} von 2.613 h wird mit Modellfett F, additiviert mit der Mischung aus phenolischem und aminischem Antioxidans, erzielt.

Ferner wirkt sich der Einsatz von Antioxidantien nicht einheitlich auf das Betriebsverhalten der Modellfette in den Prüfstandversuchen aus (siehe Tabelle 5-3). Im Vergleich zum unadditivierten Modellfett A werden die Beharrungstemperaturen durch die Antioxidantien in Modellfett B, C und D nur geringfügig geändert. Bei den Modellfetten E und F steigt das Beharrungstemperaturniveau an, wobei im zeitlichen Temperaturverlauf größere Schwankungen auftreten. Da sich trotz diesem uneinheitlichen Beharrungstemperaturniveau durch den Einsatz von Antioxidantien längere Schmierfettgebrauchsdauern einstellen, wirken die Antioxidantien dem schädigenden Einfluss der Temperatur auf die Alterung der Schmierfette durch Autoxidation entgegen. Die gemittelten Reibmomente zeigen ein ähnliches, uneinheitliches Verhalten, so dass eine Vorhersage der Schmierfettgebrauchsdauer eines Modellfettes auf Grund des Betriebsverhaltens (Reibmoment- und Beharrungstemperaturverläufe) nicht möglich ist. Um das Betriebsverhalten von additivierten Schmierfetten zu erklären, ist deshalb eine Charakterisierung der physikalischen und chemischen Einflussgrößen auf die mikrotribologischen Randschichteigenschaften erforderlich.

Randschichtaufbau

Anhand der geometrischen, physikalischen und chemischen Oberflächenanalyse kann der Randschichtaufbau, der durch den Einsatz von Antioxidantien beeinflusst wird, folgendermaßen charakterisiert werden: Bereits nach einer Laufzeit von 150 h kann an den gereinigten Lagerproben aus den Kurzversuchen der Aufbau einer Grenzschicht durch Härtemessungen, Ritzversuche, FTIR-Untersuchungen sowie TOF-SIMS nachgewiesen werden. Nach dem Kurzversuch wird bei allen Modellfetten eine Aufhärtung der Lageroberfläche im Kontaktbereich ausgehend von einer Härte H von 10,9 GPa im Referenzmaterial auf eine durchschnittliche Härte H von 15,1 GPa ermittelt (Abbildung 7.18). Ferner steigt die Verschleißfestigkeit, der Quotient aus Härte und Elastizitätsmodul H/E , der Lageroberflächen von 0,05 im Referenzzustand auf durchschnittlich 0,07 an (Abbildung 7.19). Bei den Ritzversuchen wird im Vergleich zum Referenzmaterial nach einer Laufzeit von 150 h eine deutliche Steigerung des plastischen Anteils der Eindringtiefe von 2 nm auf durchschnittlich 16 nm bei gleich bleibender elastischer Eindringtiefe detektiert. Das im Vergleich zum Referenzzustand veränderte mechanische und elastisch/plastische Verhalten weist auf eine Grenzschichtbildung an der Lageroberfläche in der Einlaufphase hin, wobei jedoch kein signifikanter Unterschied zwischen den unterschiedlich additivierten Modellfetten erkennbar ist. Ähnliche Ergebnisse liefern die chemischen Analysen der gereinigten Lageroberflächen nach dem Kurzversuch.

Die FTIR-Untersuchungen der gereinigten Lageroberflächen aus den Kurzversuchen ergeben an Lageroberflächen, die mit den Modellfetten D und F gelaufen sind, eine Belegung mit phenolischem Antioxidans, die sich im Chemiegramm durch eine erhöhte OH-Verteilung sowie im FTIR-Spektrum durch CH-Valenzschwingungen des aromatischen Kerns (Wellenzahl $\nu = 3.100\text{-}2.900\text{ cm}^{-1}$) nachweisen lässt. Mittels TOF-SIMS kann diese Oberflächenbelegung mit phenolischem Antioxidans bestätigt werden. Außerdem werden Fragmente der Antioxidantien B und E im Kontaktbereich analysiert.

Bei der TOF-SIMS Tiefenprofilierung können an den Lageroberflächen der Kurzversuche unabhängig vom Additivzusatz innerhalb und außerhalb der Laufspur Randschichten aus Lithium- und Oxidverbindungen sowie Resten von organischen Molekülen ($^{12}\text{C}_2\text{H}^-$ -Verlauf) nachgewiesen werden. Dabei werden in Abhängigkeit vom Additivzusatz im Modellfett unterschiedliche Tiefenintegralwerte für Li-, C- und O-haltige Sekundärionen-Signale bestimmt, die den Aufbau einer tribologisch beanspruchten Randschicht unter Einfluss von Antioxidantien bestätigen (Abbildung 8.13).

An den Lageroberflächen aus den Dauerversuchen mit Modellfett A bis C bestätigen unterschiedliche Verfärbungen der Oberfläche im Kontaktbereich in Korrelation mit einer starken Aufrauung der Oberfläche sowie Härteunterschieden über die Konturbreite einen tribologischen Schichtaufbau. Eine geringere/gleichwertige Verschleißfestigkeit der Lageroberfläche im Vergleich zum Referenzlager sowie ein weiterer erheblicher Anstieg der plastischen Verformbarkeit in den Ritzversuchen im Laufbahnbereich zeigen ebenfalls einen Randschichtaufbau auf, der mit kurzen Schmierfettgebrauchsdauern korreliert (Abbildung 7.31). Im Gegensatz dazu fallen

bei Proben aus Dauerversuchen der Modellfette D bis F schwache Verfärbungen der Lagersoberfläche, ähnliche Oberflächenstrukturen wie im Referenzzustand, eine gleichmäßige Härteverteilung im Laufbahnbereich, die höchste Verschleißfestigkeit der Lagersoberfläche und eine geringe plastische Eindringtiefe, die den Kurzversuchen entspricht, mit langen Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} und F_{50} zusammen.

Durch FTIR-Untersuchungen sind an gereinigten Lagersoberflächen aus den Dauerversuchen der Modellfette A, B, C und E Oxidationsreaktionen des Basisöls und Zersetzungsprodukte des Esters sowohl im FTIR-Spektrum als auch im Chemiegramm nachzuweisen. Als Endprodukte der Esterzersetzung bilden sich Carbonsäuren (Wellenzahlbereich $1.720\text{-}1.690\text{ cm}^{-1}$) sowie insbesondere auf Lagersoberflächen Modellfett A Lactone (Wellenzahlbereich $1.900\text{-}1.760\text{ cm}^{-1}$), die infolge von lokaler Überhitzung entstanden sind (Abbildung 8.5 bis Abbildung 8.7). Anhand der FTIR-Spektren wird deutlich, dass Oxidationsreaktionen der Fettalterung, die ansonsten nur in hohen Temperaturbereichen stattfinden, hier bereits bei Temperaturen unter 100 °C unter katalytischem Einfluss des Lagerwerkstoffs ablaufen. Die mit dem phenolischen Antioxidans additivierten Modellfette D und F nehmen sowohl im Kurzversuch als auch in den Dauerversuchen eine Sonderstellung ein. Auch im Dauerversuch kann eine Belegung der Werkstoffoberfläche mit der phenolischen Komponente aus Modellfett D nachgewiesen werden (CH-Valenzschwingungen des aromatischen Kerns im Wellenzahlbereich von $3.100\text{-}2.900\text{ cm}^{-1}$ und erhöhte OH-Verteilung im Chemiegramm) (Abbildung 8.8). Wie aus der Literatur bekannt ist, bilden Phenole mit Eisen Sandwichkomplexe. Durch die Bindung des Eisens an den aromatischen Kern reagiert die Hydroxigruppe des Phenols sauer und geht eine chemische Bindung mit der Werkstoffoberfläche ein. Es kommt zur Entwicklung einer Reaktionsschicht, die auf Grund ihrer Schwerlöslichkeit nicht ohne weiteres von der Werkstoffoberfläche zu entfernen ist.

Bei der Tiefenprofilierung mittels TOF-SIMS werden an den Lagersoberflächen der Dauerversuche, wie bei den Kurzversuchen, in Abhängigkeit vom Additivzusatz im Modellfett unterschiedliche Tiefenintegralwerte für Li-, C- und O-haltige SI-Signale bestimmt. Diese Ergebnisse bekräftigen einen tribologischen Schichtaufbaumechanismus, der von der Additivierung des Schmierstoffs abhängig ist und an dem das Lithium-12-Hydroxystearat (Verdicker) beteiligt ist. Dabei sind die Randschichten im Bereich der Laufspur dicker (Sauerstoffeinbau) als im unbelasteten Bereich. Im Kontaktbereich lassen sich außerdem zusätzliche Eisenoxid-Signale wie zum Beispiel $^{56}\text{Fe}_3^{16}\text{O}_3^+$ nachweisen. Ein Vergleich von Tiefenprofilen an ausgefallenen Lagern der Modellfette A-F und einer unbenutzten 100Cr6-Oberfläche ergibt, dass die Dicke der Randschichten mit der Laufzeit zunimmt und sich ihre Zusammensetzung laufzeitabhängig ändert. Die Tiefenintegralwerte für das $^{16}\text{O}_2^+$ -Signal zeigen für die Modellfette A und C einen erhöhten Oxidanteil in der tribologischen Grenzschicht (Abbildung 8.14). Ferner wird bei diesen Modellfetten ein höheres $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ Verhältnis (Metallgehalt) im Fett analysiert (Abbildung 8.10), was ein Zeichen für Verschleiß ist und mit kurzen Schmierfettgebrauchsdauern korreliert. Dazu passt auch, dass RKM-Messungen eine deutliche Aufrauung der Oberfläche im Kontaktbereich von mit Mo-

dellfett C gelaufenen Lageroberflächen nachweisen. An den mit Modellfett C gelaufenen Lageroberflächen tritt außerdem im Ritzversuch der höchste eindringtiefenabhängige Reibwert μ von 0,4 auf.

Modellfette

Bei den FTIR-Untersuchungen der anhaftenden Modellfette unterscheiden sich die Fette A, B und C nach einer kurzen Laufzeit von 150 h nur wenig voneinander. Anhand des Konzentrationsprofils im Chemiegramm wird im Vergleich zum Referenzfett das Einsetzen von Oxidations- und Korrosionsprozessen durch erhöhte OH- und reduzierte CH-Verteilungen im Wälzkontakt ermittelt. Die Bildung von aggressiven Säuren, die durch eine erhöhte XH-Verteilung sichtbar wird, wird im Kurzversuch nicht detektiert. Nach den Dauerversuchen weisen die Fettreste an den Lagerkomponenten teilweise farbliche Unterschiede und Abweichungen in der Konsistenz im Vergleich zum Frischfettzustand auf. Insbesondere bei Modellfett B treten nach den Dauerversuchen rötlich-braune Verfärbungen des Fettes und bei Modellfett A schwarze, nicht mehr zu entfernende Rückstände auf, die auf Polymerisationsprodukte oder verkohlte Fettbestandteile mit starker Oberflächenbindung hinweisen. Die Charakterisierung des anhaftenden Schmierfilms ergibt bei allen Lagerproben Umwandlungsprodukte der Fette. Eine Abnahme der Carbonylschwingung des Esters bei 1.740 cm^{-1} kennzeichnet auf der einen Seite die hydrolytische Zersetzung des Esters in Gegenwart von Luftfeuchtigkeit zum entsprechenden Alkohol und einer Carbonsäure. Die Absorptionsbande erscheint dadurch deutlich verbreitert. Andererseits kann ein Abweichen der Carbonylschwingung (C=O) durch oxidative Zersetzung des Verdickers ausgelöst werden. Die verdickertypische Absorptionsbande bei $1.650\text{-}1.500\text{ cm}^{-1}$ (COO^-Li^+) verschiebt sich durch Bildung freier Säuren (COOH) in den Wellenzahlbereich von 1.700 cm^{-1} . Parallel dazu kommt es zu einer fast vollständigen Auflösung der Sauerstoff-Wasserstoff-Valenzschwingungsbande (O-H) im Wellenzahlbereich von $3.400\text{-}3.200\text{ cm}^{-1}$. Diese Oxidationsreaktion des Verdickers wird katalytisch durch freies Eisen aus dem Lagerwerkstoff beeinflusst und wird im Chemiegramm durch das Auftreten einer erhöhten XH-Konzentration im Wälzkontakt bestätigt.

Nach *Bartz* [BAR94] [BAR00] wird der Metallgehalt im Schmierstoff als ein Maß für den Verschleiß im Wälzlager herangezogen, wobei der Verschleiß die Gesamtnutzungsdauer des Systems beeinflusst. Für die Modellfette A, C, und E werden im Dauerversuch anhand von TOF-SIMS Analysen höhere Werte für das laufzeitbezogene $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -Verhältnis im anhaftenden Schmierstoff ermittelt, während die Modellfette B, D und F niedrigere Werte aufweisen. Dabei stehen niedrige $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -Verhältnisse im Kontaktbereich von Außen- und Innenringen mit langen Schmierfettgebrauchsdauern im Zusammenhang. Das Modellfett D, welches mit phenolischem Antioxidans additiviert ist, weist nach Belastung das geringste, auf die Laufzeit bezogene, $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -Verhältnis auf (Abbildung 8.10).

Im Gesamtzusammenhang ermöglichen die Ergebnisse der physikalischen und chemischen Oberflächencharakterisierung sowie der Prüfstandversuche aus den

Dauerversuchen eine Korrelation zwischen verwendeten Antioxidantien, mechanischen Eigenschaften, Verschleißfestigkeit der Lagersoberfläche und dem Randschichtaufbau. Hinsichtlich der Wirkung von Antioxidantien auf das Betriebsverhalten ist kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Reibmoment, Temperatur und Schmierfettgebrauchsdauer nachzuweisen. Anhand der Ergebnisse lassen sich die Modellfette A bis F in zwei Gruppen aufteilen. Die erste Gruppe umfasst die Modellfette A bis C. Bei den anhaftenden Modellfetten wird mittels TOF-SIMS der Eisen- ($^{56}\text{Fe}^+$) und Schmierstoffanteil (C_4H_8^+) ermittelt und ins Verhältnis gesetzt, was einen Indikator für den Verschleißzustand darstellt. Bei den Modellfetten A und C korreliert ein hohes $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -SI-Verhältnis im Schmierfilm mit kurzen Schmierfettgebrauchsdauern. Die Randschichten im Kontaktbereich weisen bei Lagerproben dieser Modellfette eine stark aufgeraute Oberflächenstruktur, Härteunterschiede über die Konturbreite und, im Vergleich zum Referenzlager, eine geringere Verschleißfestigkeit sowie einen deutlichen Anstieg der plastischen Eindringtiefen in den Ritzversuchen auf. Mittels FTIR-Untersuchungen werden an gereinigten Lagersoberflächen dieser Modellfette Oxidationsreaktionen des Basisöls und Zersetzungsprodukte des Esters analysiert. Bei der Tiefenprofilierung mittels TOF-SIMS werden abhängig vom Additivzusatz im Modellfett unterschiedliche Tiefenintegralwerte für Li-, C- und O-haltige SI-Signale bestimmt. Alle diese Ergebnisse weisen auf einen tribologischen Schichtaufbaumechanismus hin, der von der Additivierung des Schmierstoffs abhängig ist und an dem das Lithium-12-Hydroxystearat (Verdicker) beteiligt ist.

Für die zweite Gruppe, die Modellfette D bis F, zeigt sich, dass die verwendeten Antioxidantien nicht nur die Oxidation des Schmierstoffs verzögern, sondern auch oberflächenaktiv sind und die Bildung von Grenzschichten fördern. Weiterhin ist das phenolische Antioxidans auf Grund seiner chemischen Struktur (zweikernig, sterisch gehindert) in der Lage, den Eintrag von Lagermetallen in den Schmierstoff zu verringern. Durch Bindung von gelösten freien Metallionen im Sandwichkomplex durch Chelatisierung wird deren katalytische Wirkung auf die Startreaktion des Autoxidationsprozesses herabgesetzt. Bei den Modellfetten dieser zweiten Gruppe korrelieren gleichmäßige Härteverteilung im Laufbahnbereich, hohe Verschleißfestigkeit, eine geringe plastische Eindringtiefe im Ritzversuch und ein geringes $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -Verhältnis im Schmierfilm mit langen Schmierfettgebrauchsdauern.

10 Zusammenfassung und Ausblick

Die übergeordnete Zielsetzung dieser Arbeit ist die mikrotribologische Charakterisierung des Einflusses von Antioxidantien auf die Lebensdauer von Schmierfetten in schnelllaufenden Wälzlagern. Dabei stehen die Entwicklung der physikalischen und chemischen Eigenschaften der Randschichten und deren Charakterisierung in Bezug auf das Betriebsverhalten von additivierten Schmierfetten im Vordergrund.

Ausgehend von Prüfstandversuchen an schnelllaufenden Wälzlagern mit sechs Modellfetten unterschiedlicher Zusammensetzung werden am Institut für Maschinenelemente, Konstruktionstechnik und Tribologie der Universität Hannover (IMKT) das Betriebsverhalten der Fette analysiert und anhand der Versuchslaufzeiten die Schmierfettgebrauchsdauern ermittelt. Die Modellfette gliedern sich dabei in ein Basisfett (Modellfett A), dem verschiedene phenolische und aminische Antioxidantien mit einem Prozent Massenanteil (Modellfette B-E) hinzugefügt werden. Um den Einfluss von Additivkombinationen zu berücksichtigen, werden in einem sechsten Modellfett (F) zwei dieser Antioxidantien (B und D) gemischt. Aufbauend auf den Ergebnissen der Prüfstandversuche erfolgt als Schwerpunkt dieser Arbeit die Bestimmung der physikalischen Randschichteigenschaften im Kontaktbereich der fettgeschmierten Wälzlager mit Hilfe moderner, hochauflösender Verfahren zur Analyse der optischen, geometrischen und mechanischen Oberflächeneigenschaften. Mit einer Kombination aus Rasterkraftmikroskop und Nanoindenter werden Oberflächenkennwerte wie Nanohärte, Nanoelastizitätsmodul sowie der elastisch/ plastische Anteil der Verformung und der eindringtiefenabhängige Reibwert der tribologisch beanspruchten Randschichten ermittelt. An Lagerproben mit einer Versuchslaufzeit von 150 h (Kurzversuche) kann ein intaktes Schmierstoff-Randschicht-System analysiert werden, während der ausgefallene Zustand an Lageroberflächen aus Dauerversuchen bestimmt wird. Um die chemischen Veränderungen der Schmierfette und der Materialoberflächen durch die tribologische Belastung zu ermitteln, werden die anhaftenden Schmierstoffe und die Randschichten der gereinigten Probenoberflächen mittels Fouriertransformierter Infrarotspektroskopie (FTIR) bei der Technologischen Beratung Dr. Holweger und Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektroskopie (TOF-SIMS) am Physikalischen Institut der Universität Münster (PI) analysiert. Abschließend werden die Ergebnisse der physikalischen Randschichtanalysen einerseits in Korrelation mit den chemischen Analysen und andererseits mit den Ergebnissen der Prüfstandversuche ausgewertet.

Durch die Verwendung von Antioxidantien kann die Schmierfettgebrauchsdauer in schnelllaufenden Wälzlagerungen deutlich verlängert werden. Modellfett F, das aus einer Mischung eines aminischen und phenolischen Antioxidans besteht, erreicht die längste Gebrauchsdauer F_{10} , gefolgt von Modellfett D, das nur mit dem phenolischen Antioxidans versetzt ist. Hinsichtlich der Wirkungsweise von Antioxidantien auf das Betriebsverhalten ist kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Reibmoment, Temperatur und Schmierungszustand nachzuweisen. Jedoch verringern die Antioxidantien den Temperatureinfluss auf die Schmierfettgebrauchsdauer

deutlich, so dass bei Beharrungstemperaturen von 70-80 °C im Vergleich zu Modellfett A mit den additivierten Modellfetten Gebrauchsdauern von mehreren 1.000 h erzielt werden können.

Bei der Charakterisierung der physikalischen Randschichteigenschaften werden nach den Kurzversuchen mit einer Laufzeit von 150 h ein Anstieg der Nanohärte und eine Vergrößerung des plastisch deformierbaren Anteils der Randschicht im Kontaktbereich festgestellt. Eine Differenzierung des Einflusses der einzelnen Antioxidantien ist aber anhand dieser Ergebnisse nicht möglich. Bei den Proben aus den Dauerversuchen können hingegen Härteunterschiede quer zur Laufrichtung der Wälzkörper und bei Proben von Modellfett A, B und C ein Anstieg des plastischen Anteils der Endringtiefe nachgewiesen werden. Diese Eigenschaften korrelieren mit den relativ kurzen Schmierfettgebrauchsdauern dieser Modellfette. Bei den Modellfetten D, E und F hängen geringe Härteunterschiede über die Konturbreite der Laufbahn mit hoher Verschleißfestigkeit und einer geringen plastischen Verformung im Ritzversuch mit langen Schmierfettgebrauchsdauern zusammen.

An den mit n-Hexan gereinigten Probenoberflächen werden mittels statischer TOF-SIMS Fragmente der verwendeten Antioxidantien aus den Modellfetten B, D, E und F nachgewiesen. Eine Belegung der Oberfläche mit dem phenolischen Antioxidans aus Modellfett D kann mit FTIR-Spektroskopie bestätigt werden. Die chemische Zusammensetzung der Randschicht wird mittels TOF-SIMS- Tiefenprofilierung untersucht. Dabei können unterschiedliche Tiefenintegralwerte für Li-, C- und O-haltige Sekundärionen-Signale analysiert werden, was auf einen tribologischen Schichtaufbaumechanismus hinweist, der von der Additivierung des Schmierstoffs abhängig ist und an dem das Lithium-12-Hydroxystearat (Verdicker) beteiligt ist.

Die chemischen Änderungen der anhaftenden Modellfette werden mit FTIR-Spektroskopie und TOF-SIMS bestimmt. Bereits nach einer Laufzeit von 150 h kann mittels FTIR-Spektroskopie die Hydrolyse der Esterbestandteile im anhaftenden Fett nachgewiesen werden, die bei den Proben der Dauerversuche zu einer weiteren Degradation der Esterbestandteile des Grundöls führt. Die TOF-SIMS-Analysen der anhaftenden Modellfette ergeben ein Verhältnis aus Eisenanteil ($^{56}\text{Fe}^+$) und Schmierstoffanteil (C_4H_8^+), was einen Indikator für den Verschleißzustand darstellt. Bei den Modellfetten A und C korreliert ein hohes $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ -Verhältnis mit kurzen und ein kleines Verhältnis bei den Modellfetten D und F mit langen Schmierfettgebrauchsdauern. Bei den Modellfetten B und E ist keine eindeutige Zuordnung möglich.

Die Forschungsergebnisse lassen Zusammenhänge zwischen den Randschichteigenschaften, den chemischen Vorgängen im Schmierstoff und der Gebrauchsdauer von Schmierfetten erkennen. Die Antioxidantien verhindern nicht nur die Oxidation des Schmierstoffs durch Bindung von freien Metallionen, sondern sind teilweise oberflächenaktiv und beeinflussen bzw. fördern die Bildung von Randschichten. Weiterhin kann über das Verschleißverhältnis $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ festgestellt werden, dass das phenolische Antioxidans in den Modellfetten D und F den Eintrag von

Lagermetallen in den Schmierstoff verringert. Diese Ergebnisse werden durch die physikalische Oberflächencharakterisierung bekräftigt.

Die im Rahmen der Arbeit gewonnen Erkenntnisse des Randschichtaufbaus, der Randschichtzusammensetzung und der Randschichteigenschaften liefern einen Beitrag zum Verständnis der Schmierstoff-Grenzflächen-Wechselwirkungen auf mikrotribologischer Ebene. Es können erste Zusammenhänge zwischen den verwendeten Antioxidantien, der Schmierfettgebrauchsdauer und den resultierenden Randschichteigenschaften hergestellt werden. Um die Wirkungsweise von Antioxidantien und ihren Einfluss auf den tribologischen Randschichtaufbau umfassend zu charakterisieren, besteht weiterer Forschungsbedarf. Es ist auf der einen Seite eine genaue Temperaturbestimmung im Wälz- bzw. besser im Mikrokontakt erforderlich, um z.B. im Bereich der chemischen Reaktionskinetik des Fettalterungsprozesses oder der Wirkungsweise von Antioxidantien Fortschritte zu erzielen. Auf der anderen Seite ermöglicht eine umfangreiche Werkstoffanalyse gepaart mit chemischer Strukturaufklärung sowie einer in die Tiefe hochauflösenden Tiefenprofilierung die Erweiterung bzw. Modifikation bestehender Grenzschichtmodelle. Ziel der Forschung auf diesem Gebiet muss in Zukunft ein umfassendes Verständnis der tribologischen Prozesse auf mikro- und makroskopischer Ebene sein, um eine Vorhersage der Lebensdauer fettgeschmierter Maschinenelemente leisten zu können und ein frühzeitiges Versagen der Bauteile zu vermeiden.

11 Literaturverzeichnis

- [AHM99] Ahmed, S. I.; Scherge, M.; Li, X.; Schaefer, J.A.: Microtribological properties of self assembled monolayers. GfT, Tribologie-Fachtagung, I, p. 9/1-9/8, Göttingen, 1999
- [AMO99] Amontons, G. : De la résistance causée dans les machines, tant par les frottements des parties qui les composent, que par la roideur des cordes qu'on y employe, et de la manière de calculer l'n et l'autre. Mémoires de l'Academe Royale, 1699
- [ARC57] Archard, J. F.: Contact and rubbing of flat surfaces. J. Appl. Phys., 24, 981, 1957
- [ARL02] Arlinghaus H. F.; Bubert H.; Jenett H.: Static Secondary Ion Mass Spectrometry (SSIMS) in: „Surface and Thin Film Analysis“, Wiley-VCH, 2002
- [ÅST93] Åström, H ; Östensen, J.O. ; Höglund, E. : Lubricating Grease Replenishment in an Elastohydrodynamic Point Contact. Journal of Tribology, Volume 115, 3, P. 501-506, 1993
- [BAR88] Bartz, W. J.: Handbuch der Tribologie und Schmierungstechnik. Band 1. expert Verlag, Renningen, 1988
- [BAR92] Barz, M.; Paland, E.-G.: Ermittlung von Schmierfettkennwerten zum Reibungsverhalten und zur Schmierwirkungsdauer in schnelllaufenden Wälzlagern, DGMK-Projekt 379 Abschlußbericht, Institut für Maschinenelemente, Konstruktionstechnik und Sicherheitstechnik, Universität Hannover, 1992
- [BAR94] Bartz, W. J.: Additive für Schmierstoffe, Expert Verlag, Renningen-Malmsheim, 1994
- [BAR96] Barz, M.: Die Schmierfilmbildung in fettgeschmierten schnelllaufenden Spindellagern, Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen, Universität Hannover (1996)
- [BAR99] Barrena, E.; Kopta, S.; Ogletree, D. F.; Charych, D. H.; Salmeron, M.: Physical review letters, 82 (14), p. 2880–2883, 1999
- [BAR00] Bartz, W. J.: Schmierfette – Zusammensetzung, Eigenschaften, Prüfung und Anwendung, Expert Verlag, Renningen-Malmsheim, 2000
- [BEI01] Beitz, W.; Grote, K.-H.: Dubbel-Taschenbuch für Maschinenbau. 20. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, 2001
- [BER02] Berger, TH.: Ermittlung der theoretischen Fettgebrauchsdauer. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 185-206, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002

- [BHU95] Bhushan, B.: Handbook of micro/nanotribology. CRC Press Inc., Boca Raton, 1995
- [BHU97] Bhushan, B.: Micro/Nanotribology and Its Applications. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1997
- [BHU99] Bhushan, B.: Principles and applications of Tribology. John Wiley & Sons, New York, 1999
- [BHU01a] Bhushan, B.: Modern Tribology Handbook. Vol. 1: Principles of Tribology, CRC Press, Boca Raton, 2001
- [BHU01b] Bhushan, B.: Fundamentals of Tribology and bridging the gap between the macro- and micro/nano-scales. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2001
- [BHU01c] Bhushan, B.: Tribology on the macroscale to nanoscale of microelectromechanical system materials: a review. Journal of Engineering Tribology, Mech. Eng. Publications, 215 , J1, p.1-18, 2001
- [BHU01d] Bhushan, B.: Nano- to microscale wear and mechanical characterization using scanning probe microscopy. Wear 251,p.1105-1123, 2001
- [BHU02] Bhushan, B.: Introduction to Tribology, John Wiley & Sons, New York, 2002
- [BHU04] Bhushan, B.: Springer Handbook of Nanotechnology. Springer-Verlag Berlin, 2004
- [BOL46] Bolland, J.L. und Gee G., Kinetic Studies in the Chemistry of Rubber and Related Materials, Trans. Faraday Soc. 42, 236 und 244, 1946
- [BOW39] Bowden, F. P.; Tabor, D.: Die Kontaktfläche zwischen stationären und sich bewegendenden Oberflächen. Proceedings of Royal Society 196, S. 391-413,1939
- [BOW50] Bowden, F. P.; Tabor, D.: Friction and lubrication of solids, part I. Clarendon Press, Oxford, 1950
- [BOW59] Bowden, F. P., Tabor, D.: Reibung und Schmierung fester Körper. Springer-Verlag, 1959
- [BOW64] Bowden, F. P.; Tabor, D.: Friction and lubrication of solids, part II. Clarendon Press, Oxford, 1964
- [BRA02] Brand, J.; Beckmann, C.; Gäbler, J.: Die Vielfalt der Kohlenstoffschichten, 43. Tribologie-Fachtagung, Band I, S. 22/1-22/13, Göttingen, 2002
- [BRA03] Brand, J.; Brand, C.; Wittorf, R.; Weck, M.; Schlattmeier, H.; Bugiel, C.: Steigerung der Leistungsfähigkeit von wälzbeanspruchten Oberflächen durch den Einsatz von DLC-Schichten. 44. Tribologie-Fachtagung, Band I, S. 22/1-22/13, Göttingen, 2003

- [BRÄ95] Brändlein, J.; Eschmann; Hasbargen; Weigand: Die Wälzlagerpraxis. Vereinigte Fachverlage GmbH, Mainz, 1995
- [BRE98] Bressan, J. D.; Genin, G.; Williams, J.A.: The influence of pressure, boundary film shear strength and elasticity on the friction between a hard asperity and a deforming softer surface. Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Lyon, 1998
- [BROS82] Broszeit, E.: Verschleiß durch Oberflächenzerrüttung an wälzbeanspruchten Bauteilen. Reibung und Verschleiß von Werkstoffen, Bauteilen und Konstruktionen, Expert-Verlag, Grafenau, 1982
- [BUS00] Busquet, M.: An asperity deformation model for the sliding cylinder problem: theoretical and experimental investigations. Diss. Department of Mechanical Engineering, Trinity College, Dublin, 2000
- [CAN92] Cann, P. M.; Williamson, B. P.; Coy, R. C.; Spikes, H. A.: The Behaviour of Greases in Elastohydrodynamic Contacts. Journal of Physics D: Applied Physics, Band 25, Heft 1A, p. 124-132, 1992
- [CAN96] Cann, P. M.: Starvation and Reflow in a Grease-Lubricated Elastohydrodynamic Contact, Tribology Transactions, Volume 39, 3, pp. 698-704, 1996
- [CZI80] Czichos, H.: Systematische Analyse und Beschreibung von Verschleißvorgängen. Z. Metallkunde, 71, Heft 421, 1980
- [CZI91] Czichos, H.: Grundlagen der Ingenieurwissenschaften. Springer Verlag, Berlin, Deutschland, 1991
- [CZI92] Czichos, H.; Habig, K.-H.: Tribologie: Handbuch, Reibung und Verschleiß. Vieweg Verlag, Braunschweig / Wiesbaden, Deutschland 1992
- [CZI02] Czichos, H.: Tribology and Its Many Facts: From macroscopic to Microscopic and Nano-scale Phenomena. Meccanica 36, p. 605-615, 2002
- [CZI03] Czichos, H.; Habig, K.-H.: Tribologie-Handbuch: Reibung und Verschleiß. Vieweg Verlag, Wiesbaden, Deutschland, 2003
- [CZA89] Czarny, R.: Einfluss der Thixotropie auf die rheologischen Eigenschaften der Schmierfette. Tribologie & Schmierungstechnik, Band 36, S. 134-140, 1989
- [CZA90] Czarny, R.: Temperaturabhängigkeit einiger rheologischer Parameter von Schmierfetten. Tribologie & Schmierungstechnik, Band 21, S. 10-12, 1990

- [DET00] Deters, L.; Engel, S.; Proksch, M.: Reibung und Verschleiß am geschmierten und ungeschmierten Wälzkontakt. Internationales Kolloquium Tribologie 2000+, 2, Esslingen a. N., S. 1323-1332, 2000
- [DET02] Deters, L.; Thiede, K-U.; Bosse, H.: Wirkung von Fetten bei langsam oszillierenden Gleit- und Wälzbewegungen. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 405-424, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [DET03] Deters, L.: Ist der Verschleiß des ungeschmierten Kontaktes hinreichend erforscht und stehen die Ergebnisse für eine Anwendung in der Industrie und für die Instandhaltung in verständlicher Form zur Verfügung. 44. Tribologie-Fachtagung, Band I, S. 4.4/1-4.4/4, Göttingen, 2003
- [DOE86] Doerner, M.F. and Nix, W. D.: a Method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, J. Mater. Res. Vol.1, No. 4, p. 601-609, 1986
- [DOR91] Dornhöfer, G.: Hochleistungsschmierstoffe für Bosch-Erzeugnisse. Bosch Technische Berichte, Heft 53, S. 12-21, 1991
- [DOW79] Dowson, D.: History of Tribology. Longman, London 1979
- [EFF00] Effner, U.; Woydt, M.: Siliziumcarbid-Werkstoffe für die Wälzbelastung. Tribologie&Schmierungstechnik, 47. Jahrgang, Heft 4, S. 5-12, 2000
- [EFF02] Effner, U.; Woydt, M.: Wälzverschleiß und Endbearbeitung von Ingenieurkeramiken. BAM-Forschungsbericht Nr. 259, Berlin, 2002
- [FAR98] Fracas, F.; Gafitanu, M. D.; Hagi, G. D.: Temperature Influence on Bearing Greases Service Life. 11th International Colloquium on Tribology, Volume 1, p. 693-700, Ostfildern, 1998
- [FLE89] Fleischer, G.: Tribologie und Schlüsseltechnologien. Schmierungstechnik 20, S. 4, 1989
- [FRA97a] Franke, E.; Paland, E.-G.; Poll, G.: Ermittlung von Schmierfettkennwerten zum Reibungsverhalten und zur Schmierwirkungsdauer in schnelllaufenden Wälzlagern. DGMK-Projekt 379-1 Abschlußbericht, Institut für Maschinenelemente, Konstruktionstechnik und Tribologie, 1997
- [FRA97b] Franke, E.: Die Ermittlung von Schmierfettkennwerten zum Reibungsverhalten und zur Schmierwirkungsdauer in schnelllaufenden Wälzlagern, GfT-Tribologie Fachtagung, Band I, S. 20/1-20/17, Göttingen, 1997
- [FRA99a] Franke, E.; Poll, G.: Service Life and Lubrication Conditions of Different Grease Types in High-Speed Rolling Bearings, Lubrication at the Frontier, Tribology Series 36, ed. Dowson, D., Elsevier Science, Amsterdam, Vol. 36, pp. 601-610, 1999

- [FRA99b] Franke, E.: Der Einfluss der Schmierfettzusammensetzung auf das tribologische Verhalten schnelllaufender Wälzlager, Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen, Universität Hannover, 1999
- [FRI86] Friedrich, K.: Friction and Wear of polymer composites. Amsterdam, Elsevier-Verlag, 1986
- [GAF98] Gafitanu, M. D.; Ianus, G. M.; Farcas, F.; Olaru, D. N.: Grease Reliability in Ball Bearing Applications. 11th International Colloquium on Tribology, Volume 1, p. 587-591, Ostfildern, 1998
- [GEH02] Geheeb, N; Bödeker, M.: Einfluss von Additiven auf die Lebensdauer. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 97-102, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [GER00] Gerve, A.: Mikro- und Nanotribologie, eine neue Sicht der Tribologie. Tribology 2000-Plus, 12th international Colloquium on Tribology, Volume 2, p. 1035-1038, Ostfildern, 2000
- [GFT93] Gesellschaft für Tribologie (GfT): Arbeitsblatt 3: Wälzlagerschmierung. Mai 1993
- [GFT02] Gesellschaft für Tribologie (GfT): Arbeitsblatt 7: Tribologie: Definitionen, Begriffe, Prüfung. August 2002
- [GFT03] Gesellschaft für Tribologie (GfT): Arbeitsblatt 3: Wälzlagerschmierung. Dezember 2003
- [GÖP94] Göpel, W.; Ziegler Ch.: Struktur der Materie, Grundlagen, Mikroskopie und Spektroskopie, Seite 402, B.G. Teubner Verlagsgesellschaft Stuttgart, Leipzig, 1994
- [GRE66] Greenwood, J. A.; Williamson, J. B. P.: Contact of nominally flat surfaces. Proc. Royal Society London, 1966
- [GRE71] Greenwood, J. A.; Tripp, J. H.: The contact of two nominally flat rough surfaces. Proceedings of Inst. Mechanical Engineers, 1971
- [GRE98a] Greenwood, J. A.: Adhesion at single point contacts. 26th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Lyon, 1998
- [GRE98b] Greenwood, J. A.; Johnson, K. L.: An alternative to the Maugis theory of adhesion between elastic spheres. J Phys D: Appl. Phys., 1998
- [GÜN03] Günzler H.; Gremlich H.-U.: IR-Spektroskopie: Eine Einführung, 4. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, 2003
- [GUN02] Gunst, U.; Wiendl, S. B.; Zabel, W.-R.; Arlinghaus, H.F.; Gatzel, H. H.; Poll, G.: "Characterization of High-Speed Rolling Element Bearing, Greases and Additives with TOF-SIMS", Proc. SIMS Europe, p. 32, Münster, Germany, 2002

- [HAB80] Habig, K.-H.: Verschleiß und Härte von Werkstoffen. Hanser-Verlag, München, 1980
- [HEN02] Hengerer, F.: Hundert Jahre Wälzlagerstahl 100Cr6 - Der Klassiker unter den Edelbaustählen, VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 13-34, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [HER82] Hertz, H.: Über die Berührung fester elastischer Körper, J. reine angewandte Mathematik 92, 156-171, 1882
- [HIL02] Hild, W.: Mikrohydrodynamik an oberflächenmodifizierten Reibpaarungen. GfT-Tagung, 1, 4/1, Göttingen, Germany, 2002
- [HOL82] Holland, J.: Die Grundlagen der Reibung und ihrer Bedeutung für die Funktionsfähigkeit von Maschinenelementen. Reibung und Verschleiß von Werkstoffen, Bauteilen und Konstruktionen, Expert-Verlag, Grafenau, 1882
- [HOL97] Holweger, W.; Schach, D., Kleffner, N.: Schmierfette: Struktur und Dynamik. Tribologie und Schmierungstechnik, Jahrgang 44, S. 24-36, 1997
- [INN00] Innacker, O.; Beckmann, P.; Oster, P.: Triboschutzschichtcharakterisierung, FVA Forschungsvorhaben 289/I+II, Heft 595, 2000
- [JOH85] Johnson, K. L.: Contact mechanics. Cambridge University Press, 1985
- [JOS66] Jost, H. P.: Lubrication (Tribology) Education and Research - A Report on the present position and industry's needs. Her Majesty's Stationery Office, London, England, 1966
- [JOS81] Jost, H. P.; Schofield, J.: Energy Saving Through Tribology. A technological Study, James Clayton Lecture, Proc. Instn. Mech. Engrs., Vol. 195, 1981
- [KAR02] Karbacher, R.: Entwicklung und Prüfung eines neuen Hochleistungsfettes für hohe Drehzahlen. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 309-324, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [KAT00] Kato, K.: Wear in relation to friction- a review. Wear 241, S. 151-154, 2000
- [KLA82] Klamann, D.: Schmierstoffe und verwandte Produkte; Herstellung – Eigenschaften - Anwendung. Weinheim: Verlag Chemie, 1982
- [KOC94] Koch, T.: Bestimmungen mechanischer Eigenschaften von Bauteilen der Mikrosystemtechnik mittels Eindruckprüfungen, Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik, 1994
- [KUH02] Kuhn, M.; Kacsich, T.; Gold, P. W.; Loss, J.; Aßmann, Ch.: Verschleißmechanismen bei PVD-beschichteten Wälzlagern. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 35-56, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002

- [KUH03] Kuhn, M.; Gold, P. W.; Loos, J.: Wear protection and low friction in roller bearings by different PVD-coating systems. 30th Leeds – Lyon Symposium on Tribology, Lyon, 2003
- [KÜH04] Kühl, R.: Langzeitschmierung von Wälzlagern durch Auswahl geeigneter Schmierfette. 14th international Colloquium on Tribology, Volume 1, p. 1355-1360, Stuttgart/Ostfildern, 2004
- [LOS01] Loos, J.: Leistungsfähige Wälzlager für umweltverträgliche Schmierstoffe durch PVD-Verschleißschutzschichten. Dissertation, RWTH Aachen, 2001
- [LUG02] Lugschneider, E.; Bobzin, K.; Colmenares, C.; Weck, M.; Krell, M.; Boutemy, F.: Untersuchung von PVD-beschichteten Wälzlagern für umweltverträgliche schnelldrehende Werkzeugspindeln. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 77-90, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [MAJ90] Majumdar, A., Bhushan, B.: Role of Fractal Geometry in Roughness Characterization and Contact Mechanics of Surfaces. ASME J. Tribol., Vol. 248, p. 205-216, 1990
- [MAJ91] Majumdar, A., Bhushan, B.: Fractal Model of Elastic-Plastic Contact between Rough Surfaces. ASME J. Tribol., Vol. 113, p. 1-11, 1991
- [MAN01] Mang, T.; Dressel, W.: Lubricants and Lubrication. Wiley-VCH GmbH, Weinheim, 2001
- [MAT99] Matthaei-Schulz, E.; Vettters, H.; Saunders, S.: Die Kraft-Eindring-Methode. Materialprüfung/Materials Testing, Vol. 41, Nr.4, S.144-150, 1999
- [MEE02] Meerkamm, H.; Schaufler, Ch.; Steinmann, M.: Neuartige PVD-Kugelbeschichtungen für trockenlaufende Maschinenelemente. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 57-76, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [MEI00a] Meine, K.; Santner, E.: Reibung auf regelmässigen Rauheitsstrukturen. Tribologie Fachtagung, Band 1, S. 32/1-32/10, Göttingen, Germany, 2000
- [MEI00b] Meine, K.; Schneider, T.; Spaltmann, D.; Santner, E.: Correlation of friction and roughness, 10 Int. Colloquium on Surfaces, S. 402-409, Chemnitz, Germany, 2000
- [MEI02a] Meine, K.; Schneider, T.; Spaltmann, D.; Santner, E.: The influence of roughness on friction Part I: The influence of a single step, Wear 253, p. 725-732, 2002

- [MEI02b] Meine, K.; Schneider, T.; Spaltmann, D.; Santner, E.: The influence of roughness on friction Part II: The influence of multiple steps, *Wear* 253, p. 733-738, 2002
- [MUE79] Müller, H.: Antioxidantien, Taschenbuch der Kunststoffadditive, Hersg. R. Gächter und H. Müller, S. 1-68, 1979
- [NAN97] Nanosensors – The World leader in Scanning Probes. Product Guide, Juli 1997
- [OLI92] Oliver, W. C.; Pharr, G. M.: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.*, Vol. 7, No. 6, p. 1564 – 1583, 1992
- [OPI03] Opitz, A.: Nanotribologische Untersuchungen von ultradünnen Wasserfilmen auf hydrophoben und hydrophilen Siliziumoberflächen. 44. Tribologie-Fachtagung, Band 1, S.2/1-2/6, Göttingen, 2003
- [PHA92] Pharr, G. M.; Oliver, W. C.; Brotzen, F. R.: On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area and elastic modulus during indentation, *J. Mater. Res.*, Vol. 7, No. 3, p. 613-617, 1992
- [POL00] Poll, G.; Gatzen H. H.; Wiendl, S. B.; Gronitzki, M.; Spreckels, M.: Korrelation mikrotribologischer Eigenschaften mit dem makroskopischen Reibungsverhalten am Beispiel von Synchronisierungen. 12. Internationales Kolloquium on Tribology, Volume 2, p. 1043-1050, Stuttgart / Ostfildern, 2000
- [POP00] Popov V.L.; Rubzov V.E.; Kolubaev A.V.: Blitztemperaturen bei Reibung in hoch belasteten Reibungspaaren. *Tribologie und Schmierungstechnik*, 47, S. 35-38, 2001
- [RIC85] Richter, K.; Wiedemeyer, J.: Verluste durch Reibung und Verschleiß – nichtgeschmierter Bauteile (1. Fortschreibung der Tribologie Studie). DFVLR Institut für Werkstoffforschung, BMBF, Köln, S. 37, 1985
- [ROZ98] Rozeanu, L.; Kennedy, F.E.: Surface and near-surface interactions affecting friction and wear. *Proc. Leeds-Lyon Symposium on Tribology*, p. 665-672, Lyon, 1998
- [RUD04] Rudolph, J.; Büddefeld, J.: Aufbau des Kompetenzzentrums Raster-elektronen-Mikroskopie an der Hochschule Niederrhein in Krefeld. <http://www.-esn.kr.fh-niederreihn.de/rem-labor/remlabor.html>, 2004
- [RYM99] Rymuza, Z.: Control tribological and mechanical properties of MEMS surfaces (Part1+2). *Mikrosys. Techn.* 5, pp. 173, 1999
- [SAN89] Santner, E.; Czichos, H.: Tribology of Polymers. *Tribology International* 22, pp. 104, 1989

- [SAN99] Santner, E.: Reibkraftschwankungen- Quellen, Informationsquelle, Probleme, GfT Tribologie–Fachtagung, Band 1, S. 3/1- 3/11, Göttingen, Germany, 1999
- [SAN00a] Santner, E.: Reibkraftschwankungen- Quellen, Informationsquelle, Probleme, Tribologie + Schmierungstechnik, 47, 4/2000
- [SAN00b] Santner, E.: Friction and Wear: Effects on a Micro-/Nano-Scale. Tribology 2000-Plus, 12th international Colloquium on Tribology, Volume 2, p. 1057-1061, Ostfildern, 2000
- [SAN01] Santner, E.: Friction and Wear Effects on a Micro-/ Nano-scale. Tribotest journal, 8[8-1] ,p. 45-55, 2001
- [SAN02] Santner, E.: 50 Jahre Forschung an komplexen Systemen haben nicht zum Erfolg geführt. Nur durch die Betrachtung einfacher Systeme auf der Mikro- und Nanoskala kann das Phänomen Reibung verstanden werden. GfT Tribologie-Fachtagung, Band 1, 5/5/1, Göttingen, Deutschland, 2002
- [SCH36] Schmaltz, G.: Technische Oberflächenkunde. Springer-Verlag, Berlin, 1936
- [SCH88] Schrader, R.: Zur Schmierfilmbildung von Schmierölen und Schmierfetten in elastohydrodynamischen Wälzkontakten. Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen, Universität Hannover, 1988
- [SCH92] Schneider, T., Santner, E.: Mikrotribologie: Stand der Forschung und Anwendungsmöglichkeiten, Forschungsbericht 187, Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung, Berlin, 1992
- [SCH99a] Scherge, M.; Mollenhauer, O.; Spiller, F.: Micromechanical thin-film characterization. Mat Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 569, p.. 139, 1999
- [SCH99b] Scherge, M.; Schaefer, J.A.: Mikro- und Makrotribologie – Ähnliche Erscheinungen unterschiedliche Ursachen, GfT Tribologie–Fachtagung, Band 1, S. 8/1-7, Göttingen, 1999
- [SCH00] Scherge, M; Schaefer. J. A.: Macro- and microtribology – Similar results, different origins? Internationales Kolloquium Tribologie 2000+, Proceedings, Band 2, Esslingen a. N., p. 1051-1056, 2000
- [SCH01] Scherge, M.; Schaefer, J. A: Macro- and microtribology – similar results, different origins? Tribotest Journal 7[7-2], p. 245-253, 2001
- [SCH02] Scherge, M.; Chakhvorostov, D.; Pöhlmann, K.: Neuste Ergebnisse zu grundlegenden Verschleißmechanismen von Metallen. GfT, Tribologie-Fachtagung, 1, S. 27/1-27/9, Göttingen, Germany, 2002

- [SIN92] Singer, I. L.; Pollock, H. M.: Fundamentals of Friction: Macroscopic and Microscopic Processes. NATO ASI Series, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1992
- [SJÖ02] Sjöström, H.; Wikström, V.: Diamond-Like Carbon Coatings in Rolling contacts. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 675-692, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [SKF97] SKF: Wälzlager in Industriegetrieben. Druckschrift 4560 G, Scanprint, Dänemark 1997
- [SNE65] Sneddon, I.N.: The Relation between Load and Penetration in the Axisymmetric Boussinesq Problem for a Punch of Arbitrary Profile. International Journal of Engineering Science, Vol.3, 47, 1965
- [STA01] Staedler, T.: Mechanische Charakterisierung dünner Schichten mit Hilfe rastersondenbasierter Verfahren. Berichte aus Forschung und Entwicklung Nr. 12, FhG-IST, Fraunhofer IRB Verlag, Stuttgart, 2001
- [STR02] Stribeck, R.: Die wesentlichen Eigenschaften der Gleit- und Rollenlager. VDI-Z 46, S. 1341, 1432, 1463, 1902
- [TAB70] Tabor, D.: The Hardness of Solids. Rev. Phys. Technol. 1, S. 145, 1970
- [TAU91] Taube, K.: Messung mechanischer Eigenschaften dünner Schichten mit einer Ultramikro-Eindruckmethode. Jahrbuch für Optik und Feinwerktechnik, Herausg. H. Zarm, Fachverlag Schiede und Schön, s. 269, 1991
- [TAU97] Taube, K.: Beschichtungen zur Verminderung der Umweltbelastung bei Umformprozessen, Fraunhofer Institut für Schicht- und Oberflächentechnik, BMBF, Abschlussbericht, 1997
- [UET85] Uetz, H.; Wiedemeyer, J.: Tribologie der Polymere. München, Wien, Hanser Verlag, 1985
- [UNG00] Unger, W.: Oberflächen und Schichtanalytik. Bewertung und Charakterisierung technischer Oberflächen für die verarbeitende Industrie, Tagungsband, FDS e.V. und NEMA e. V., S. 200-228, Bergisch Gladbach und Chemnitz, 2000
- [VDS01] Van de Sandt, N.; Gold, P. W.; Aßmann, Ch.: Feuchtigkeitseinfluss bei fettgeschmierten Wälzlageren. Antriebstechnische Kolloquium 2001, Institut für Maschinenelemente und Maschinengestaltung der RWTH Aachen, Aachen, 2001
- [VDS02] Van de Sandt, N.; Gold, P. W.; Loos, J.; Aßmann, Ch.: Feuchtigkeitseinfluss bei fett- und ölgeschmierten Wälzlageren. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 227-248, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002

- [VIC01] Vickerman J. C.; Briggs D.: TOF-SIMS: Surface Analysis by Mass Spectrometry, IM Publications, 2001
- [VOG99] Vogt, O.; Zum Gahr, K.-H.: Tribologisches Verhalten von Al₂O₃- und Si₃N₄-Keramik in Paarung mit metallischen Gegenkörpern unter Einfluß von Luftfeuchte und destilliertem Wasser. GfT, Tribologie-Fachtagung, 1, S. 16/1-16/9, Göttingen, Germany, 1999
- [WAC95] Wachter, G.: Das Infrarotspektrometer, Aufbau und Funktion, Heft 26, Perkin Elmer Technische Schule, 1995
- [WÄS89] Wäsche, R.; Habig, K.-H.: Physikalisch-chemische Grundlagen der Feststoffschmierung – Literaturübersicht. Forschungsbericht 158, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin, 1989
- [WEC02] Weck, M; Butz, F.: Schrägkugellager - Maschinenelement zur Lagerung schnelldrehender Spindeln. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 277-308, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [WEI89] von Weingraber, H.: Handbuch Technischer Oberflächen. Vieweg Verlag, Braunschweig, 1989
- [WEP86] Weppelmann, E.: Experimentelle Untersuchungen zum Verhalten von Randschichten keramischer Werkstoffe und Schichtsystemen unter mechanischer Beanspruchung durch Eindruckversuche, Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik, 1996
- [WIL96] Williamson, B. P.: An Optical Study of Grease Rheology in an Elastohydrodynamic Point Contact under Fully Flooded and Starvation Conditions. Proc. Instn. Mech. Engrs., Vol. 209, Part J: Journal of Engineering Tribology, p. 63-74, 1994
- [WOY97] Woydt, M.; Effner, U.: Zirkondioxid: Ein neuer Werkstoff für Wälzkontakte?, Tribologie & Schmierungstechnik, 44. Jahrgang, Heft 3, S. 124-127, 1997
- [WOY03] Woydt, M.; Kleemann, J.: Reibungs- und verschleißarmes Festkörpergleiten von Keramik/Kohlepaarungen bis 450°C, Tribologie & Schmierungstechnik, 50. Jg., p. 34-41, 1/2003
- [WUN90] Wunsch, F.: Leistungsfähigkeit von Schmierfetten auf Syntheseölbasis. Tribologie und Schmierungstechnik 37, S. 66- 70, 1990
- [ZAB04a] Zabel, W.-R.; Gunst, U.; Wiendl, S. B.; Arlinghaus, H. F.; Gatzert, H. H.; Poll, G.: Einfluss von chemischen und physikalischen Grenzschichteigenschaften auf die Schmierfettgebrauchsdauer in schnelllaufenden Wälzlagern. 14th International Colloquium on Tribology, Tribology and Lubrication Engineering, Volume III, p. 1385- 1393, Stuttgart/Ostfildern, Germany, 2004

- [ZAB04b] Zabel, W.-R.; Poll, G.: Einfluss von Antioxidantien auf die Schmierfettgebrauchsdauer in schnelllaufenden Wälzlagern. DGMK-Forschungsbericht 569, Deutsche Wissenschaftliche Gesellschaft für Erdöl, Erdgas und Kohle e.V., Hamburg, 2004
- [ZEC02] Zechel, R.: Vorteile und Möglichkeiten der Trockenschmierung von Wälzlagern. VDI-Berichte 1706, Gleit- und Wälzlagerungen, S. 103-110, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002
- [ZGA87] Zum Gahr, K.-H.: Microstructure and wear of materials. Elsevier, Amsterdam, p. 96-98, 1987

Normen

- DIN 50323 Teil 1: Tribologie, Begriffe November 1988 (zurückgezogen)
- DIN50320 Verschleiß (zurückgezogen)
- DIN 17230 Wälzlagerstähle; Technische Lieferbedingungen. Beuth-Verlag, Berlin 1980
- DIN 51825 Schmierstoffe; Schmierfette K; Einteilungen und Anforderungen
- DIN EN ISO 6507-1 Härteprüfung nach Vickers, 1998 (DIN 50133 alte Norm)
- DIN V ENV 1071-1 Bestimmung der Schichtdicke mit einem Kontaktprofilometer, 1993
- DIN V ENV 843 Monolithische Keramik-Mechanische Eigenschaften bei Raumtemperatur. Teil 2: Bestimmung des E-Moduls, Teil 4: Härteprüfung nach Vickers, Knoop und Rockwell. 1994
- ISO 683-17 ISO-Analysevorschrift für 100Cr6, 1999
- ISO 13565-1 Geometrical Product Specifications (GPS) Surface texture: Profile method; Surfaces having stratified functional properties - Part 1: Filtering and general measurement conditions, 1996
- ISO 13565-2 Geometrical Product Specifications (GPS) Surface texture: Profile method; Surfaces having stratified functional properties - Part 2: Height characterization using the linear material ratio curve, 1996
- ISO 13565-3 Geometrical Product Specifications (GPS) Surface texture: Profile method; Surfaces having stratified functional properties - Part 3: Height characterization using the material probability curve, 1998

12 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1:	Allgemeine idealisierte systemtheoretische Darstellung technischer Systeme mit den Funktionen $\{x\} \rightarrow \{y\}$ [CZI03]	3
Abbildung 2.2:	Tribotechnische Systeme (verallgemeinerte Darstellung) [CZI91]	3
Abbildung 2.3:	Grundstruktur tribotechnischer Systeme [CZI92]	4
Abbildung 2.4:	Bedeutung der Tribologie in der Praxis [GFT02]	5
Abbildung 2.5:	Darstellung der Kontaktverhältnisse nach <i>Bowden/Tabor</i> [BHU95]	7
Abbildung 2.6:	Adhäsions- und Deformationsanteil der Reibung	8
Abbildung 2.7:	Modellierung der Oberfläche durch hemisphärische Kuppen [BHU02]	9
Abbildung 2.8:	Wirkprinzip und schematischer Aufbau eines Wälzlagers [BEI01]	13
Abbildung 2.9:	Wälzkörper für Wälzlager [BRÄ95]	14
Abbildung 2.10:	Drucklinie und Druckwinkel im Schrägkugellager [WEC02]	16
Abbildung 2.11:	Grundlegende Reibungsmechanismen [CZI03]	17
Abbildung 2.12:	Reibungsdreieck: Einteilung der Reibungsarten nach der Kinematik unter Angabe eines typischen Maschinenelements [HOL82]	18
Abbildung 2.13:	Einflussgrößen auf den Verschleiß in Tribosystemen	20
Abbildung 2.14:	Grundlegende Verschleißmechanismen [CZI02]	21
Abbildung 2.15:	Verschleißmechanismen bei tribologischer Beanspruchung [CZI02]	22
Abbildung 2.16:	Typische Erscheinungsformen von Gleitverschleiß	23
Abbildung 2.17:	Einsatzbereich von Schmierstoffen [ZEC02]	24
Abbildung 2.18:	Grundbausteine der Kohlenwasserstoffe aus Mineralölen	25
Abbildung 2.19:	<i>Stribeck</i> -Kurve (schematische Darstellung) [BEI01]	29
Abbildung 2.20:	Einflussfaktoren auf die Schmierfettgebrauchsdauer in fettgeschmierten Wälzlager [FRA99b]	30
Abbildung 2.21:	Mesomeriestabilisierung der π -Elektronen eines phenolischen Antioxidans bei der Radikalbildung	33
Abbildung 2.22:	Wirkmechanismus von sterisch gehinderten Phenolen [BAR00]	36

Abbildung 2.23:	Wirkmechanismus von aromatischen Aminen [BAR00]	37
Abbildung 2.24:	Schmierzustände im Wälzkontakt [FRA99b]	38
Abbildung 2.25:	Grenzschichtaufbau technischer Oberflächen: Schematische Darstellung des Querschnittes einer Metalloberfläche [SCH36]	39
Abbildung 2.26:	Fettverhalten im Wälzkontakt (Schematische Darstellung) [KAR02]	40
Abbildung 2.27:	Verhältnis von Fettfilmdicke zu Grundölfilmdicke in Abhängigkeit von der Laufzeit [KAR02]	41
Abbildung 4.1:	Einflussgrößen auf die mikrotribologischen Eigenschaften im tribotechnischen System Wälzlager	45
Abbildung 4.2:	Schematische Darstellung der Vorgehensweise	46
Abbildung 5.1:	Verdickerstruktur einer Lithiumseife (Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme) [SCH88]	50
Abbildung 5.2:	Strukturformel von Antioxidans B: N-Phenyl-1-Naphthylamin (PANA), $C_{16}H_{13}N$, Molekulargewicht $u = 219,10$ g/mol	51
Abbildung 5.3:	Strukturformel von Antioxidans C: $C_{28}H_{43}N$, $u = 393,34$ g/mol	51
Abbildung 5.4:	Strukturformel von Antioxidans D: 6,6-Di-tert.-Butyl-2,2-Methylen-di-p-Kresol (BPH), $C_{23}H_{32}O_2$, $u = 340,24$ g/mol	51
Abbildung 5.5:	Strukturformel von Antioxidans E: polymeres 2,2,4-Trimethyl-Hydrochinolin, $(C_{12}H_{15}N)_n$, $u = 173,12$ g/mol (für $n = 1$)	52
Abbildung 5.6:	Spindellagerprüfstand am IMKT zur Ermittlung der Schmierfettgebrauchsdauer	53
Abbildung 5.7:	Schmierfettgebrauchsdauern F_{10} und F_{50} der Modellfette im Vergleich [ZAB04a]	55
Abbildung 5.8:	Über alle Versuchsansätze und die gesamte Versuchslaufzeit gemittelte Temperaturen und Reibmomente der Kurz- und Dauerversuche [ZAB04a]	56
Abbildung 6.1:	Messprinzip eines RKM [BHU04]	60
Abbildung 6.2:	Kennzeichnung des Mittenrauwertes R_a im Oberflächenprofil	60
Abbildung 6.3:	Kennzeichnung der gemittelten Kernrautiefe R_z im Oberflächenprofil	61
Abbildung 6.4:	Kontaktgeometrie eines Eindrucks mit einem spitzen Prüfkörper in einen elastisch-plastischen Halbraum (Prinzipskizze) [WEP96]	62
Abbildung 6.5:	Kraft-Eindringtiefen-Kurve eines Härteeindrucks [OLI92]	63
Abbildung 6.6:	Schematische Darstellung des Nanoindenters [STA01]	66

Abbildung 6.7:	Kombination aus Rasterkraftmikroskop (RKM) und Nanoindenter	67
Abbildung 6.8:	Geometrie eines Berkovich-Indenters [BHU04]	68
Abbildung 6.9:	RKM-Aufnahme einer Berkovich-Spitze	68
Abbildung 6.10:	Ritzvorgang mit einem konischen Indenter (Schematisch)	69
Abbildung 6.11:	Topographie eines Ritzversuchs [POL00]	69
Abbildung 6.12:	RKM-Aufnahme einer konischen Diamantspitze	70
Abbildung 6.13:	Absorptionsbereiche charakteristischer funktioneller Gruppen der Modellfette im IR-Spektrum	73
Abbildung 6.14:	Schematische Darstellung eines Michelson-Interferometers [WAC95]	75
Abbildung 6.15:	Schematische Darstellung des FTIR-Mapping-Verfahrens	76
Abbildung 6.16:	Schematischer Aufbau eines Flugzeit-Sekundärionen-Massen-spektrometers [GUN02]	77
Abbildung 7.1:	Schematische Darstellung der Kontur eines Außenringes mit vier Messstellen	79
Abbildung 7.2:	Schematische Darstellung der zeitlichen Belastung der Lagersoberfläche bei a) einem Einzelindent und b) einem Mehrfacheindruck	80
Abbildung 7.3:	Schematische Darstellung der Eindringtiefenkurve eines Prescans, eines Ritzes und eines Postscans	81
Abbildung 7.4:	LM-Aufnahme eines Referenzlagers (Lageraußenring, Laufspur)	82
Abbildung 7.5:	Oberflächenverfärbung von zwei Proben (Kurzversuch) der Modellfette A und D im Laufbahnbereich (LM-Aufnahme)	83
Abbildung 7.6:	Oberflächenverfärbung von zwei Proben (Dauerversuch) der Modellfette A und B im Laufbahnbereich (LM-Aufnahme)	84
Abbildung 7.7:	Oberflächenverfärbung von zwei Proben (Dauerversuch) der Modellfette C und D im Laufbahnbereich (LM-Aufnahme)	84
Abbildung 7.8:	Oberflächenverfärbung von zwei Proben (Dauerversuch) der Modellfette E und F im Laufbahnbereich (LM-Aufnahme)	85
Abbildung 7.9:	REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Referenzlagers: a) 250fache Vergrößerung, b) 1.500fache Vergrößerung	86
Abbildung 7.10:	REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Kurzversuch mit Modellfett A a) 500fache Vergrößerung, b) 5.000fache Vergrößerung	86

Abbildung 7.11:	REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett A a) 500fache und b) 5.000fache Vergrößerung	87
Abbildung 7.12:	Querschliff eines Außenrings aus dem Dauerversuch mit Modellfett C (Zusammengesetzte REM-Aufnahme)	88
Abbildung 7.13:	REM-Aufnahmen des äußeren Kontaktflächenrandes im Bereich der hohen Lagerschulter eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett C a) 500fache und b) 5.000fache Vergrößerung	88
Abbildung 7.14:	Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett C a) 500fache und b) 1.500fache Vergrößerung	89
Abbildung 7.15:	REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett D a) 500fache und b) 5.000fache Vergrößerung	89
Abbildung 7.16:	REM-Aufnahmen der Lauffläche eines Lagers aus dem Dauerversuch mit Modellfett F a) 500fache und b) 5.000fache Vergrößerung	90
Abbildung 7.17:	RKM-Darstellung der Messpunkte von Härtemessungen am Referenzlager (fünf charakteristische Punkte); a) Übersicht der Messstellen, b) Lager einer Einzelmessung	92
Abbildung 7.18:	Härteverteilung der Kurzzeitläufer über die Kontur des Außenrings	93
Abbildung 7.19:	Verschleißfestigkeit der Kurzläufer über die Kontur des Außenrings	94
Abbildung 7.20:	Härteverteilung der Proben aus den Dauerversuchen über die Kontur des Außenrings	96
Abbildung 7.21:	Verschleißfestigkeit der Proben aus den Dauerversuchen über die Konturbreite des Außenrings	97
Abbildung 7.22:	Ritzversuch an einem Referenzlager	99
Abbildung 7.23:	Insitu RKM-Aufnahmen der Ritzspur an einem Referenzlager, a) Oberflächenaufnahme vor dem Versuch, b) nach dem Versuch	99
Abbildung 7.24:	Insitu RKM-Aufnahmen der Ritzspur an einer Lageroberfläche aus dem Kurzversuch mit Fett A, a) vor und, b) nach dem Versuch	101
Abbildung 7.25:	Insitu RKM-Aufnahme der Ritzspur an einer Lageroberfläche aus dem Kurzversuch mit Modellfett D	101

Abbildungsverzeichnis	147
Abbildung 7.26: Insitu RKM-Aufnahme der Ritzspur an einer Lageroberfläche aus dem Dauerversuch mit Modellfett A	102
Abbildung 7.27: Ritzversuch an einem mit Modellfett A gelaufenen Lageraußenring: Eindringtiefenkurve und eindringtiefenabhängiger Reibwert	103
Abbildung 7.28: Insitu RKM-Aufnahmen der Ritzspur an einer Lageroberfläche aus dem Dauerversuch mit Modellfett D, a) vor, b) nach dem Versuch	103
Abbildung 7.29: Ritzversuch an einem mit Modellfett D gelaufenen Lageraußenring: Eindringtiefenkurve und eindringtiefenabhängiger Reibwert	104
Abbildung 7.30: Ritzversuch an einem mit Modellfett F gelaufenen Lageraußenring: Eindringtiefenkurve und eindringtiefenabhängiger Reibwert	105
Abbildung 7.31: Gemittelte Werte der elastischen und plastischen Eindringtiefen im Ritzversuch der Lagerproben aus den Kurz-, den Dauerversuchen und dem Referenzlager	106
Abbildung 8.1: FTIR-Referenzspektrum - Modellfett A	108
Abbildung 8.2: Chemiegramm Modellfett A, Kurzversuch, Außenring, gereinigt	110
Abbildung 8.3: Chemiegramm Modellfett D, Kurzversuch, Außenring, gereinigt	111
Abbildung 8.4: Überlagerung der FTIR-Spektren von Modellfett D vor und nach einem Kurzversuch	111
Abbildung 8.5: Chemiegramm Modellfett A, Dauerversuch, Außenring, gereinigt	113
Abbildung 8.6: FTIR-Spektren von Modellfett A vor und nach dem Dauerversuch	113
Abbildung 8.7: Ausschnittvergrößerung aus Abbildung 8.6 - Zersetzung der Esterkomponente	114
Abbildung 8.8: Chemiegramm Modellfett D, Dauerversuch, Außenring, gereinigt	115
Abbildung 8.9: Mittelwerte des SI-Intensitäts-Verhältnisses $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ bestimmt über alle Außen- und Innenringe der Kurzversuche [ZAB04a]	117
Abbildung 8.10: Mittelwerte des laufzeitbezogenen SI-Intensitäts-Verhältnisses $^{56}\text{Fe}^+/\text{C}_4\text{H}_8^+$ für Außenringe der Dauerversuche [ZAB04a]	117

Abbildung 8.11:	Tiefenprofile einer unbelasteten Referenzprobe a) und einer beanspruchten Probe von einem Dauerversuch mit Modellfett D b) [ZAB04a]	119
Abbildung 8.12:	Ausgewählte pos. SI-Tiefenintegralwerte bestimmt aus Tiefenprofilen an Randschichten der Dauerversuche für die Modellfette A-F	120
Abbildung 8.13:	Auf Modellfett A normierte SI-Tiefenintegralwerte bestimmt aus Tiefenprofilen an Randschichten der Kurzversuche für die Modellfette B-F [ZAB04a]	121
Abbildung 8.14:	Auf Modellfett A normierte SI-Tiefenintegralwerte bestimmt aus Tiefenprofilen an Randschichten der Dauerversuche für die Modellfette B-F [ZAB04a]	121

13 Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1:	Zusammensetzung von 100Cr6 nach ISO 683-17 [HEN02]	14
Tabelle 2-2:	Übersicht über die Größenordnungen des Reibungskoeffizienten für verschieden Reibungsarten und -zustände	19
Tabelle 2-3:	Strukturabhängige Eigenschaften von Grundbausteinen der Kohlenwasserstoffe aus Mineralölen [BAR94]	25
Tabelle 5-1:	Zusammensetzung der Modellfette	48
Tabelle 5-2:	Abbruchkriterien der Dauerversuche	54
Tabelle 5-3:	Ergebnisse der Dauerversuche der Modellfette A-F [ZAB04b]	54
Tabelle 6-1:	Zuordnung von Wellenzahlbereichen zu funktionellen Gruppen	72
Tabelle 7-1:	Vergleich der arithmetischen Mittenrauwerte R_a im Bereich des Druckmittelpunkts von Referenzlager, Kurz- und Dauerversuche.....	90
Tabelle 7-2:	Zusammenfassung der Ergebnisse der Messungen von Härte und E-Modul am Referenzlager bei einer Normalkraft $F_N = 1.500 \mu\text{N}$ (Mittelwerte der vier Messstellen).....	92
Tabelle 7-3:	Mechanische Eigenschaften der Kurzversuche (Mittelwerte über alle Messstellen und die Konturbreite).....	95
Tabelle 7-4:	Mechanische Eigenschaften der Dauerversuche (Mittelwerte über alle Messstellen und die Konturbreite).....	97
Tabelle 7-5:	Kennwerte aus den Ritzversuchen der Lageroberflächen aus den Kurzversuchen	100
Tabelle 8-1:	Charakteristische FTIR-Absorptionsbanden des Basisfetts	109
Tabelle 8-2:	Alterungsprozesse der Fettkomponenten und kennzeichnende funktionelle Gruppen.....	110

Lebenslauf

Persönliche Daten:

Name: Sonja Beate Wiendl
Geburtsname: Ibscher
Geburtsdatum: 05.04.1970
Geburtsort: Hannover
Familienstand: verheiratet
Kinder: Sohn Maximilian, geb. 19.12.00

Schulbildung:

1976 - 1980 Grundschole: Peter-Petersen-Schule, Hannover
1980 - 1982 Orientierungsstufe: Peter-Petersen-Schule, Hannover
1982 - 1989 Gymnasium: Elsa-Brändström-Schule, Hannover
1989, Mai Abitur

Berufsausbildung:

1989 - 1992 Chemielaborantin: Solvay Deutschland GmbH, Hannover
1992, Mai Chemielaborantin

Studium:

1992 - 1998 Chemie: Universität Hannover
1998, Jan. Diplom in Chemie

Beruflicher Werdegang:

1992, Jun. - Sept. Chemielaborantin: Solvay Catalysts GmbH, Hannover
1992 - 1997 Wissenschaftliche Hilfskraft am Institut für Siedlungswasserwirtschaft und Abfalltechnik der Universität Hannover
1998, Feb. - Aug. Wissenschaftliche Hilfskraft mit Abschluss am Institut für Siedlungswasserwirtschaft und Abfalltechnik der Universität Hannover
1998 - 2004 Wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Mikrotechnologie der Universität Hannover

Gehrden, im Dezember 2004