

Abschlussbericht

BMBF Forschungsvorhaben, Förderkennzeichen 03X3536D

Laufzeit des Vorhabens: 01.10.2009-30.06.2013

Verbundforschungsvorhaben auf dem Gebiet
„Hochleistungswerkstoffe für mehr Energieeffizienz und CO₂-Einsparung“
Im Rahmen des BMBF-Rahmenprogramms
„Werkstoffinnovationen für Industrie und Gesellschaft – WING“

Vorhaben „Motorblöcke für Hochlastanwendungen – Nano-Ferro“

Teilvorhaben: Tribologische Charakterisierung und Simulation

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik

Projektleiter und Autor: Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Scherge

Projektwissenschaftler und Autor: Dipl.-Ing. Angelika Brink

Verbundpartner

Gramm Technik GmbH (Federführer)

IAVF GmbH

Universität Karlsruhe, Institut für Kolbenmaschinen

AUDI AG

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

Das diesem Bericht zugrunde liegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministerium für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen EMHW 03259407 gefördert.

Inhaltsverzeichnis

1.	Aufgabenstellung.....	4
2.	Voraussetzungen des Vorhabens	4
3.	Planung und Ablauf des Vorhabens	5
4.	Wissenschaftlicher und technischer Stand	7
5.	Zusammenarbeit	9
6.	Ergebnisse	9
6.1	Schichtentwicklung	9
6.2	Tribologische Untersuchung.....	11
6.3	Analytik an gelaufenen Zylinderbuchsen aus dem Tribometer und aus dem Einzylindermotorenbetrieb.	14
6.3.1	Tribometerversuche.....	14
6.3.2	Einzylindermotorenbetrieb.....	18
7.	Nutzen, Verwertbarkeit der Ergebnisse im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans	22
8.	Fortschritte auf dem Gebiet des Vorhabens von anderen Stellen	22
9.	Erfolge und geplante Veröffentlichungen des Forschungsvorhabens	22
10.	Literatur.....	22

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Fe-Schicht nach Optimierung – rissfrei.	9
Abbildung 2:	EBSD-Aufnahme des ungehonten Schichtgefüges.	10
Abbildung 3:	REM-Aufnahme der Randzone nach dem Honen eines Ionenschnitts, V2.	10
Abbildung 4:	REM-Aufnahme der Randzone nach dem Honen eines Ionenschnitts, V3.	11
Abbildung 5:	Schematisches Abbild des Kolbenring-Zylinder-Simulators	12
Abbildung 6:	Reibwertvergleich von AlSi17 und Ferrosil bei 120 N	13
Abbildung 7:	Reibwert und Verschleiß bei 120 N Presskraft.....	13
Abbildung 8:	Reibwert der Variante V2 bei 120 N Presskraft	14
Abbildung 9:	Illustration.....	14
Abbildung 10:	Reibspur nach 280 h Tribometerlauf der Variante V1. Schwarze Pfeile markieren die Laufspur: (a) Topographiedarstellung, (b) Profilschnitt.	15
Abbildung 11:	TEM-Aufnahme einer FIB-Lamelle.	16
Abbildung 12:	EDX Linescan der abgebildeten Linie aus Abbildung 10.	16
Abbildung 13:	Reibspur nach 260 h Tribometerlauf der Variante V2. Schwarze Pfeile markieren die Laufspur: (a) Topographiedarstellung, (b) Profilschnitt.	17
Abbildung 14:	V2-Schnittrichtung 1- gehonter Ausgangszustand	18
Abbildung 15:	V2-Schnittrichtung 2- gehonter Ausgangszustand	18
Abbildung 16:	V2-Schnittrichtung 3- nach 260 h Tribometerbetrieb.	18
Abbildung 17:	V2-Schnittrichtung 4- nach 260 h Tribometerbetrieb.	18
Abbildung 18:	V0-Schnittrichtung 1- gehont	19
Abbildung 19:	V0-Schnittrichtung 2- gehont	19
Abbildung 20:	V0-Schnittrichtung 1- gelaufen	19
Abbildung 21:	V0-Schnittrichtung 2- gelaufen.....	19
Abbildung 22:	V1-Schnittrichtung 1 - gehont.	19
Abbildung 23:	V1-Schnittrichtung 1- gelaufen.....	20
Abbildung 24:	V1-Schnittrichtung 2- gelaufen.....	20
Abbildung 25:	XPS Tiefenprofil von V1-gelaufen.....	20

Abbildung 26: V2-Schnittrichtung 1 - gehont.....	21
Abbildung 27: V2-Schnittrichtung 1- gelaufen.....	21
Abbildung 28: V2-Schnittrichtung 2- gelaufen.....	21
Abbildung 29: XPS Tiefenprofil von V1-gelaufen.....	21

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Elementzusammensetzung in 250 nm Sputtertiefe.....	10
Tabelle 2: Übersicht über Härte und Zusammensetzung der verwendeten Schichten.....	11
Tabelle 3: Rauheitswerte der Schichtvariante V1 vor und nach Beanspruchung im Kolbenring- Zylinder-Simulator.....	15
Tabelle 4: Rauheitswerte der Schichtvariante V2 vor und nach Beanspruchung im Kolbenring- Zylinder-Simulator.....	17

1. Aufgabenstellung

Im Prozess des Downsizings und der Gewichtsreduktion werden für Motorblöcke zunehmend übereutektische Aluminiumlegierungen AlSi17 eingesetzt. Während des Einlaufs durchlebt die Randzone eine drastische Veränderung, bei der die mikrometergroßen Si-Ausscheidungen, sowie die Aluminiummatrix in nanokristalline Körner zerteilt werden. Die oberflächennahen ersten 500 nm sind mechanisch, wie chemisch zum Grundwerkstoff stark verändert; der so genannte dritte Körper ist entstanden. Die Entstehung dieser oberflächlichen nanokristallinen Struktur ist die Voraussetzung für niedrige Reibungs- und Verschleißwerte.

Immer häufiger erzeugen neuentwickelte Motoren im tribologischen System Kolbenring-Zylinder so hohe Reibleistungen, dass eine weitere Steigerung der spezifischen Leistung bei übereutektischen AlSi17 Laufbahnen nicht mehr möglich ist. Dieser Trend wird noch durch die Direkteinspritzung und die Erhöhung der Verbrennungsdrücke verschärft. Als Lösung wurden Legierungen variiert, Fertigungsverfahren adaptiert und mit angepasster Öladditivierung gearbeitet. In Anwendungen, bei denen dies nicht möglich war, werden Laufbuchsen aus Grauguss eingezogen. Dies hat vor allem bei Hochleistungsmotoren den Nachteil in der Kühlung der Lauffläche, da Grauguss eine schlechte Wärmeleitfähigkeit besitzt. Im Dauereinsatz führt dies zur Spaltbildung und zum Ablösen der Buchse vom Aluminiumblock.

Auf Basis einer galvanischen Eisenschicht, soll eine Beschichtung für Motorlaufbahnen entwickelt werden, welche die Vorzüge eines Motorengehäuses aus Aluminium in Bezug auf Gewichtsreduktion, mit den Vorzügen einer Eisenlaufbahn in Bezug auf die bekannten, sehr guten tribologischen Eigenschaften vereint. Dabei soll die Beschichtung, aufgrund ihrer Dimension im Bereich von hundert Mikrometern die thermodynamischen Eigenschaften nicht oder kaum ändern. Ein weiterer Vorteil einer eisenbasierten Laufbahn sind die auf Eisenwerkstoffe optimierten Motorenöle. Die Schicht soll so ausgelegt werden, dass auch unter unbekanntem Belastungsszenarien durch den Kunden ein Einlauf stattfindet und ein stabiler und unempfindlicher Betrieb, bei gleichzeitig niedriger Reibung und geringem Verschleiß gewährleistet ist.

Gewichtsreduktion einhergehend mit Reibungsreduktion führt in Summe zu einem erhöhtem Wirkungsgrad, verringertem Kraftstoff- und Ölverbrauch und als Folge zur Emissionsreduktion. Das zu entwickelnde Material kann auch an anderen Bauteilen, wie Kolbenbolzen, Pleuel, Gleitlager, Nockenwellen eingesetzt werden.

2. Voraussetzungen des Vorhabens

Die für eine erfolgreiche Projektdurchführung notwendigen Kompetenzen sind mit den drei Kernkompetenzen des IWM »Grenzflächen- und Oberflächentechnologie«, »Werkstoffmodellierung und Simulation« und »Werkstoff- und Bauteilcharakterisierung« identisch. So beschäftigt sich das Institut z.B. mit Fragestellungen aus den Bereichen Kontaktmechanik, Tribologie, Verschleißschutz, Oberflächenbehandlung und Beschichtung. Randschichten werden durch röntgenografische Beugungsanalysen, Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS), fokussierten Ionenstrahl, sowie durch gezielte Verschleißuntersuchungen und Praxistests charakterisiert und bewertet. Im Vordergrund stehen Entwicklung und Anwendung von Technologien, mit denen Oberflächen und Randschichten leistungsfähiger gemacht oder mit völlig neuen Funktionen ausgestattet werden können. Dazu gehören die Tragfähigkeitssteigerung von Bauteilen und die Entwicklung serientauglicher Beschichtungsprozesse zur Abscheidung reib- und verschleißmindernder Schichten.

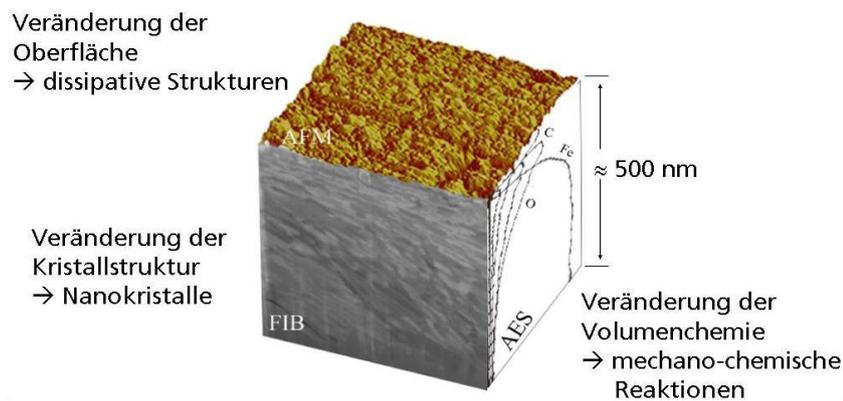


Bild 3: Analytik am dritten Körper.

Mittels Rasterkraftmikroskop und Weißlichtinterferometer wird die Topographie analysiert. Die Veränderungen der oberflächennahen Chemie werden mit Augerelektronenspektroskopie detektiert. Kristallstrukturveränderungen sind mit Transmissionselektronenmikroskopie sowie Analyse mit fokussierten Ionenstrahlen nachweisbar. Der Leistungsbereich »Mikro- und Nanotribologie« im IWM-Geschäftsfeld »Hochleistungswerkstoffe, Tribosysteme« widmet sich der Erforschung des dritten Körpers für Anwendungen des Maschinenbaus. Durch moderne Ausrüstung, die Echtzeitreibungs- und Verschleißmessungen sowie umfangreiche begleitende Analytik ermöglicht, können die tribologischen Effekte ganzheitlich erfasst werden. Die Grundlagenforschung der Gruppe wurde durch ein Emmy-Noether Stipendium der Deutschen Forschungsgemeinschaft großzügig gefördert. Durch das Wechselspiel von Grundlagen- und Auftragsforschung werden neuartige Lösungen in Richtung neuer Hochleistungsmaterialien, neuartiger Schmierstoffe sowie tribologisch optimierter Bearbeitungsverfahren erarbeitet. Die Grundlagenarbeiten zum dritten Körper werden zudem durch den Leistungsbereich »Physikalische Werkstoffmodellierung« unterstützt. Durch Verfahren wie Molekulardynamik (MD), Computer Fluid Dynamik (CFD) sowie Finite Elementmethoden (FEM) lassen sich tribologische Vorgänge skalenübergreifend beschreiben.

3. Planung und Ablauf des Vorhabens

Tribologische Charakterisierung und Simulation

(1) Topographie

Die durch Fa. Gramm auf den Laufbuchsen abgeschiedene nanokristalline Schicht wird zunächst im Neuzustand grundlegend werkstoffwissenschaftlich charakterisiert. Dazu dient vor allem die Topographiemessung mittels Weißlichtinterferometer (WLI), Rasterkraft- (AFM) und Konfokalmikroskop. Hierfür werden Proben aus den beschichteten Buchsen herausgetrennt und entsprechend präpariert. Die Messungen werden in ähnlicher Weise im weiteren Verlauf des Projektes auch an den Laufbahnoberflächen der Einzylinder- und Vollmotoren durchgeführt. Die hierdurch gewonnenen quantitativen Ergebnisse hinsichtlich Rauheit und Struktur der Oberfläche können unmittelbar mit den jeweiligen Messergebnissen an gelaufenen Teilen nach Abschluss der Tribometer- oder Motorprüfläufe verglichen werden. Hierdurch lassen sich Rückschlüsse auf das Verschleißverhalten der Schicht ableiten und die in AP 4 mittels hochauflösender Online-Verschleißmessung (RNT) gewonnenen Ergebnisse verifizieren.

(2) Chemie

Ebenfalls vor und nach den Tribometer- oder Motorprüfläufen (AP 5 bis 7) wird die chemische Zusammensetzung der Oberfläche sowie des oberflächennahen Materials charakterisiert. Hierfür werden mittels Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) oder Photoelektronenspektroskopie (XPS) elementspezifische Tiefenprofile ermittelt. Dringen beispielsweise Öladditivbestandteile in die nanokristalline Schicht ein oder finden sich im Neuzustand oberflächennahe Elemente nach den Versuchen in größeren Tiefen wieder, lässt sich damit der Grad der mechano-chemischen und der tribochemischen Reaktionen bestimmen.

(3) Mikrostruktur

Parallel zu den oben genannten Untersuchungen erfolgt eine Mikrostrukturaufklärung mittels Analyse mit fokussierten Ionen (FIB) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM). Hierdurch lassen sich tribologisch bedingte Veränderungen der oberflächennahen Randzone auf den ersten 1000 nm charakterisieren.

(4) Atomistische Simulation (15)

Die atomistische Simulation wurde aufgrund von Schichtadaptionen aus dem reinen Eisensystem in Form von Legierungselementen wie Nickel, Zink nicht durchgeführt. Unter Abstimmung der Projektpartner und dem Projektträger, wurde eine Weiterentwicklung der Schicht hinsichtlich Korrosionsverbesserung als entscheidender angesehen, als die Simulation eines reinen Eisentribokontaktes. Aufgrund der Maßnahmen zur Korrosionsverbesserung wurden mehr Schichtsysteme getestet und analysiert als vorgesehen.

AP 4 Reibleistungs- und Verschleißmessungen (10)

AP 4.1 Tribometer (Ringsegment-Zylinderbuchse) (6)

Die tribologische Analyse erfolgt auf einem Ringsegment-Zylinderbuchse Tribometer. Hier führen zwei Kolbenringe eine reversierende Bewegung auf zwei Zylinderbuchsen-Segmenten aus. Damit wird der besonders verschleißempfindliche Bereich um den oberen Totpunkt, der sogenannte Zylinderzwickel eines Motors, simuliert. Dabei werden mit dem Tribometer für den Motorbetrieb relevante Betriebspunkte in einem Drehzahl-Lastkennfeld gefahren und hierbei die Reibung und Verschleißgeschwindigkeit (s. AP 4.2) gemessen.

AP 4.2 Tribometer mit Radionuklidtechnik (RNT) (4)

Mit Radionuklidtechnik (RNT) zur kontinuierlichen Reibungs- und Verschleißmessung, können Verschleißraten sowohl im Tribometer als auch im realen Motor von wenigen Nanometern und sogar von Bruchteilen von Nanometern pro Stunde erfasst werden. Damit kann festgestellt werden, ob und wie ein tribologisches System einläuft. Zur Messung werden die zu untersuchenden Oberflächen leicht radioaktiv markiert. Die Verschleißpartikel gelangen über den Schmierölkreislauf zu Detektoren, wo deren charakteristische Gammastrahlung empfindlich gemessen wird. Aus der Änderung der Aktivitätskonzentration im Schmierölkreislauf über der Versuchszeit lässt sich nach entsprechender Kalibrierung die Verschleißgeschwindigkeit ableiten. Die aus dem Drehzahl-Last-Kennfeld (AP 4.1) mit dieser Messtechnik gewonnenen Ergebnisse ermöglichen somit eine vollständige tribologische Charakterisierung des Reibsystems und legen das Potential für eine Optimierung offen. Nach Bestimmung des Stribeck-Diagramms für die Reibungskräfte in AP 4.1 werden die RNT-Messungen dann bei den relevanten Betriebspunkten durchgeführt. Aus den Ergebnissen dieser Untersuchungen werden Hinweise für die Belastungsgrenzen und die Verbesserungsmöglichkeiten hinsichtlich Mikrostruktur und Endbearbeitung abgeleitet. Aus den Beanspruchungen und den

Werkstoffeigenschaften kann das Verhalten unter verschiedenen Einsatzbedingungen (bis hin zum Versagen) abgeschätzt werden. Die quantitativen Ergebnisse hinsichtlich des Verschleißes nach Versuche lassen sich unmittelbar mit den in AP 3.1 ermittelten Werten vergleichen.

Vernetzung der Partner

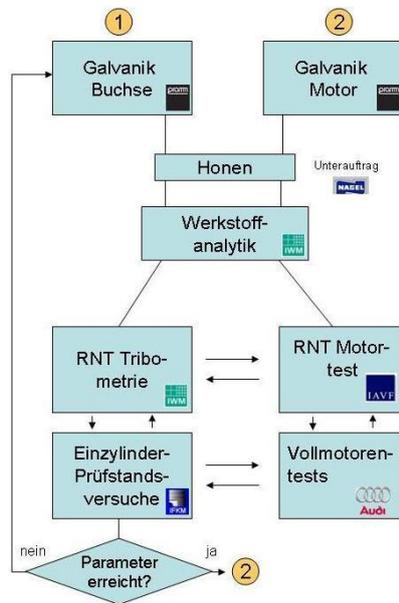


Bild 11: Vernetzung im Projektfluss.

Im Projekt existieren 2 Iterationsschleifen. Schleife 1 umfasst die Modellversuche, Schleife 2 die Versuche am Vollmotor.

4. Wissenschaftlicher und technischer Stand

Die werkstofftechnischen Grenzen der AlSi-Legierungen werden deutlich, wenn man den Prozess der Herstellung näher betrachtet. Um eine kaltfress- und verschleißbeständige Lauffläche zu erhalten, hat sich in der Praxis ein zweistufiges Honverfahren, gefolgt von einem Freilegungsschritt bewährt [4, 5]. Nach der Freilegung der in der α -Aluminiummatrix ausgeschiedenen Siliziumprimärpartikel ragen die Siliziumkristalle einige hundert Nanometer aus der Aluminiummatrix heraus. Diese Anfangstopographie hat zu dem Vorstellungsbild geführt, dass der Kolbenring von den hervorstehenden Si-Kristallen getragen wird [6,7].

Dieses einfache Modell ist jedoch durch Messungen des Zylinderverschleißes mit Hilfe der Radionuklidtechnik (RNT [8,9]) fraglich geworden. Mit dieser Methode, mit der Verschleißpartikel im Motoröl online detektiert werden können [10], zeigt sich, dass bei Prüfstandsversuchen mit AlSi-Motorblöcken schon während des Einlaufs aluminiumhaltige Verschleißpartikel in den Ölkreislauf gelangen. Insofern muss entweder der Kolbenring mit der Aluminiummatrix in Berührung kommen oder es müssen über den Schmierfilm Kräfte übertragen werden, so dass auch aus der tiefer liegenden Aluminiummatrix Verschleißpartikel generiert werden.

Neuere Erkenntnisse zu tribologischen Mechanismen in der Lauffläche von monolithischen Zylinderkurbelgehäusen mit Hilfe von oberflächenanalytischen Methoden sind in [1] beschrieben worden. Die Topographie eines auf dem Motorenprüfstand gelaufenen Zylinderkurbelgehäuses wurde mit dem Rasterkraftmikroskop (RKM) untersucht. Die

Siliziumprimärkristalle ragen nicht mehr aus der Aluminiummatrix heraus, sondern die Aluminiumoberfläche hat eine neue „feinkörnige Struktur“ ausgebildet, die im Neuzustand nicht vorhanden ist und aus einer Vielzahl von Bereichen unterschiedlicher Größe und Chemie besteht.

Die Mikrostruktur des oberflächennahen Volumens wurde mit der fokussierten Ionenstrahlanalyse (FIB) untersucht. Auch hier sind in die Oberfläche eingebettete Partikel zu erkennen. Diese Partikel sind zum großen Teil Siliziumpartikel in der Größenordnung von einigen zehn Nanometern bis einigen Mikrometern.

Die Elementzusammensetzung des oberflächennahen Volumens (die ersten ca. 0,01 bis maximal rund 7 Mikrometer unterhalb der Oberfläche) wurde mit Augerelektronenspektroskopie (AES) ermittelt. Zusammen mit dem Abtrag von Material mittels Ionenkanone wurde ein Elementtiefenprofil erzeugt. Die Veränderungen an der Oberfläche umfassen deutliche Veränderungen der Zusammensetzung der Elemente auf den ersten Mikrometern in die Tiefe der Laufbahn. Während im Neuzustand nur in einer Zone von rund 100 nm fertigungsbedingte Einträge von Fremdelementen nachgewiesen werden konnten, findet man in den aluminiumhaltigen Bereichen der gelaufenen Laufbahnoberflächen Sauerstoff und Kohlenstoff sowie die „Fingerabdrücke“ von Öladditiven (z.B. Kalzium) bis in Tiefen von mehr als 6 Mikrometern. Tiefenprofilmessungen auf den Siliziumprimärpartikeln zeigen vergleichsweise nur geringe Änderungen in der Elementzusammensetzung, hauptsächlich Oxidation. Die wesentlichen Veränderungen der Zusammensetzung spielen sich in den aluminiumhaltigen Bereichen der Oberfläche ab.

Während des Einlaufs wird die Aluminiummatrix durch das Einbetten von zumeist Siliziumpartikeln und plastische Durchmischung mit Ölbestandteilen (Sauerstoff, Kalzium und Kohlenstoff) stark verändert. Dadurch erfolgt eine Steigerung der Verschleißbeständigkeit der Aluminiummatrix. Dieser Vorgang wird als Bildung des 3. Körpers bezeichnet [11, 12].

Die Freilegung der Siliziumprimärkristalle ist notwendig, um diese Prozesse während des Einlaufs einzuleiten. Im eingelaufenen Zustand ist eine Freilegung der Si-Kristalle nicht mehr essentiell.

Die primäre Wirkung von Öladditiven findet im oberflächennahen Bereich der Al-Matrix statt.

Die tribologisch erzeugte oberflächennahe Legierung (der dritte Körper) – eine Kombination aus Metallmatrix und Si-Nanokristallen und Einträgen aus dem Öl – soll während des Einlaufs optimale Schereigenschaften entwickeln und durch permanente Neubildung von Nanokristallen das Gleichgewicht erhalten. Wird das System aber durch zu hohe Energieeinträge an seine Gleichgewichtsgrenzen gebracht, kann der Selbstschutz- / Selbstreorganisationsmechanismus nicht aufrechterhalten werden. Das System erzeugt drastisch hohen Verschleiß und fällt aus [5].

Lösungsansatz: Aus den oben erwähnten Grundlagen und Modellvorstellungen leitet sich folgender zweistufiger Lösungsansatz ab:

1. Da optimale, robuste tribologische Eigenschaften von AlSi Legierungen zunehmend schwieriger zu erreichen sind, soll die Oberfläche mit einer eisenbasierte nanokristalline Schicht optimiert werden. Der Grundvorteil von Aluminium, seine Gewicht bei hoher Materialfestigkeit, welche im Falle von konventionellen AlSi Legierungen durch mikrometergroße Si-Ausscheidungen erreicht wird, bleibt bei diesem Ansatz erhalten, da die aufgebrachte Schicht weniger als 100 µm dick ist.

2. Mit Hilfe eines durch das Projektkonsortium spezifizierten Honverfahrens soll ein weiterer Teil des Einlaufs vorweg genommen werden. In diesem Honverfahren soll mittels definierter Reibanteile mehr Energie im oberflächennahen Bereich deponiert werden, um das Gefüge hinsichtlich der Mikrostruktur optimal vorzukonditionieren.

5. Zusammenarbeit

Die Arbeitsaufteilung untergliedert sich entsprechend der Kompetenzen der Partner in 5 Arbeitspakete.

Arbeitspaket	1. Hj.	2. Hj.	3. Hj.	4. Hj.	5. Hj.	6. Hj.
Beschichtung	■			■		
Honen	■			■		
Analytik		■		■		
Tribometrie			■		■	
Simulation			■			
Reibleistung		■				
Funtionstests					■	
Dokumentation			■		■	■

6. Ergebnisse

6.1 Schichtentwicklung

Begleitend zur Prozessentwicklung der galvanischen Schicht bei der Firma Gramm wurde die Schicht analysiert und kontrolliert. Neben der Nanokristallinität der Randzone zur Einlaufvorwegnahme, wurden von der Firma Audi als Anwender, zwei Grundqualitätsmerkmale, absolute Rissfreiheit und fehlerfrei Schichthaftung am Substrat, definiert. Nach einer Optimierungsphase der Schicht und der Zylinderlaufbuchsenrohlinge standen erste rissfreie, reine Eisenschichten mit optimaler Schichthaftung zur Verfügung, siehe Abbildung 1. Diese wurden in einem Kolbenring-Zylinder Tribometer tribologisch untersucht, Beschreibung siehe Seite 14.

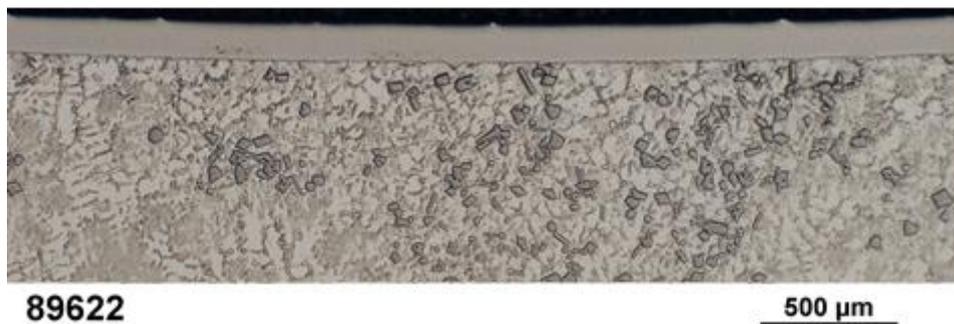


Abbildung 1: Fe-Schicht nach Optimierung – rissfrei.

Die Korngrößen nach dem galvanischen Abscheidungsprozess liegen bereits im Bereich von 400 nm, siehe Abbildung 2, Bereich 3. Durch den Honprozess wird der Randzonenbereich der ersten 200 nm mit Korngrößen kleiner 100 nm nanokristallin, siehe Bereich 1. Der Bereich 2 ist durch plastische Deformation geprägt. Die Körner sind durch den Honprozess ausgerichtet.

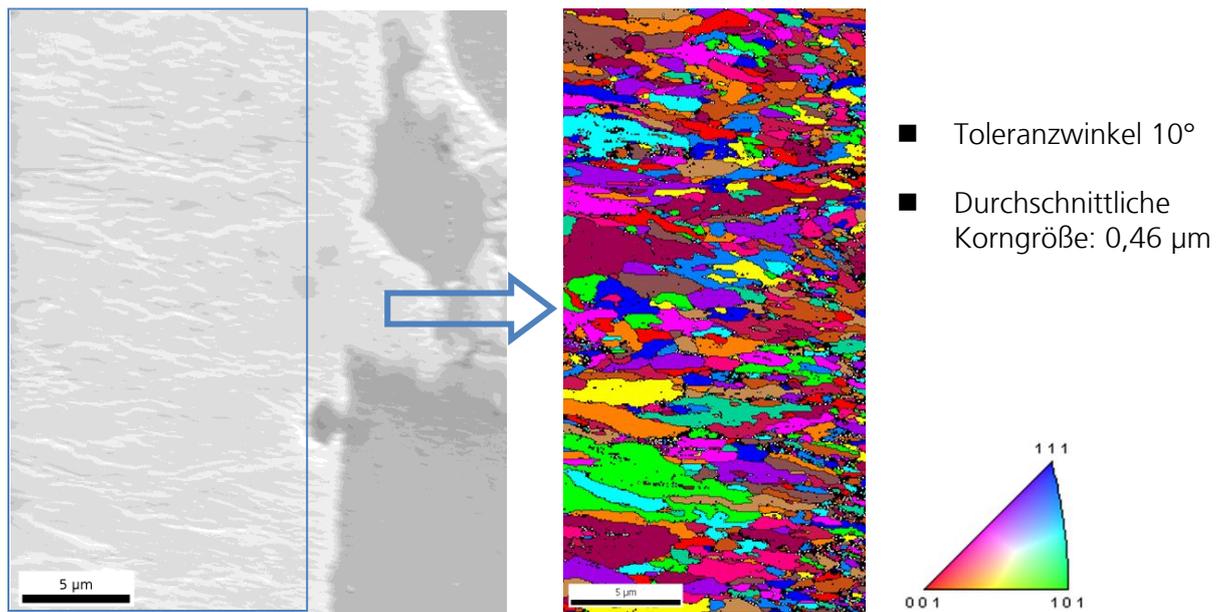


Abbildung 2: EBSD-Aufnahme des ungehonten Schichtgefüges.

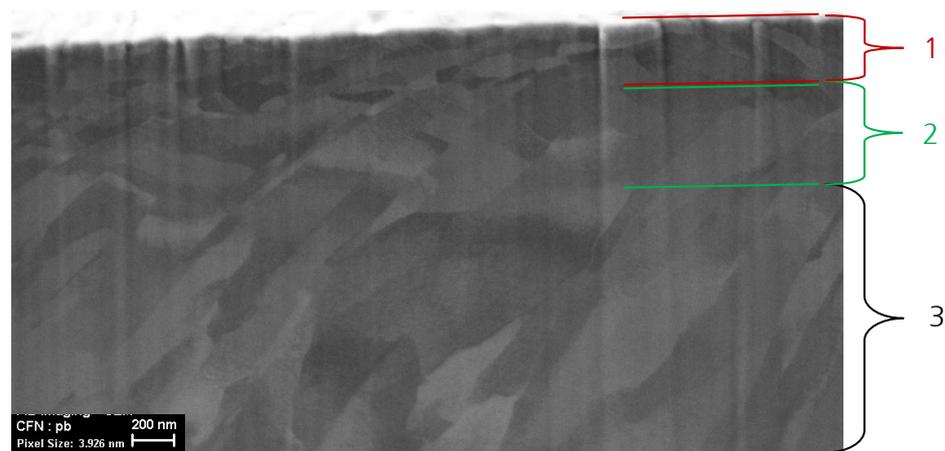


Abbildung 3: REM-Aufnahme der Randzone nach dem Honen eines Ionenschnitts, Variante V2.

Der Honprozess wurde mit Hilfe der Röntgenphotoelektronenspektroskopie charakterisiert und zeigt sich als optimal. Der oberflächliche Bereich des galvanischen Prozesses, circa 30-40 µm, verunreinigt mit organisch gebundenem Sauerstoff und Kohlenstoff, ist durch den Honprozess entfernt. Der Honprozess selbst hinterlässt kaum einen Eintrag von Kohlenstoff und Sauerstoff. Das Spektrum wurde in je 250 nm Tiefe geschrieben. Die Werte sind für die Schichtvariante V2 in Tabelle 1 dargestellt.

Atomprozent [%]				
	C	O	Fe	Zn
nach Galvanik	21,78	11,94	64,30	1,99
gehont	0,70	0,89	96,12	2,29

Tabelle 1: Prozentuale Materialzusammensetzung in 250 nm Sputtertiefe. Im Verlauf des Projektes kam es zur weiteren Optimierung der Schicht hinsichtlich des korrosiven Verhaltens. In Dauerlaufversuchen am Vollmotor hatte sich ein korrosives

Verhalten der Eisenschicht gezeigt und wurde von den Projektpartnern als weitere Optimierungsmöglichkeit der galvanischen Schicht definiert. Im Folgenden wurde der Versuch gestartet, durch gezielte Legierungselemente, wie Zink, Phosphor, Nickel, Mangan, etc. eine erhöhte Korrosionsstabilität zu erzielen.

Nach umfangreichem Korrosionstest durch die Firma Audi, wurden außer der Variante V1 noch folgende Schichtvarianten tribologisch betrachtet.

- (V0) Referenz aus AlSi 17 strukturgehont bzw. freilegungsgehont
- (V1) Reine Eisenschicht
- (V2) Eisenschicht mit 4 g/mol Zink in galvanischer Lösung
- (V3) Eisenschicht mit 3 g/mol Zink und 15 g/mol Nickel in galvanischer Lösung

Weiter wurden Härtevariationen innerhalb der Schicht durch gepulsten und ungepulsten Betrieb der galvanischen Anlage erreicht und somit Sandwichschichten produziert, welche optimale Substrathaftung und Zielhärte in der Laufbahn vereinen, sich chemisch und damit im korrosiven Verhalten nicht unterscheiden. In Abbildung 4 ist die Randzone der Schichtvariante V3 dargestellt. Der oberflächennahe Bereich ist, wie bei den anderen Varianten durch den Honprozess nanokristallin.

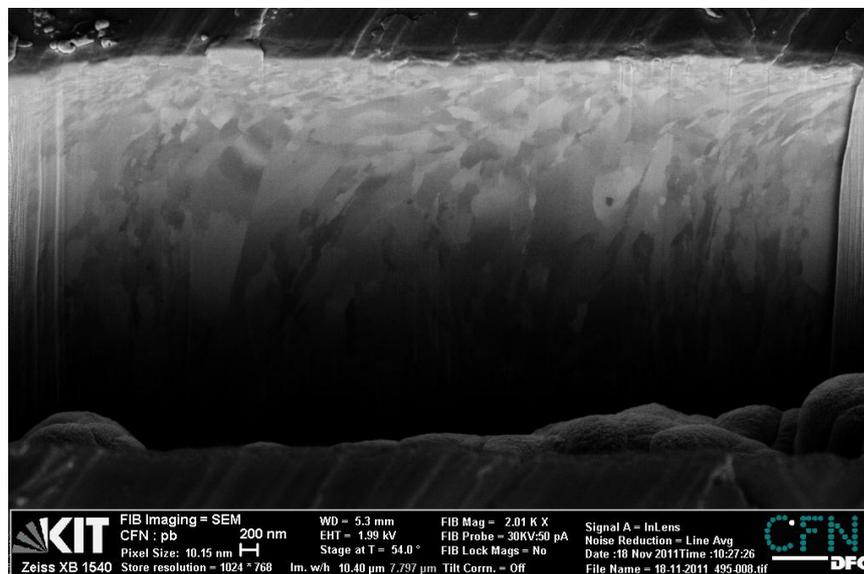


Abbildung 4: REM-Aufnahme der Randzone nach dem Honen eines Ionenschnitts, V3.

In Tabelle 2 sind die Härtewerte der Schichtvarianten, gemessen im Querschliff, und die chemische Zusammensetzung der Schichten aufgeführt. Dabei ist zu beachten, dass die prozentuale Elementzusammensetzung nicht 100 % ergibt. Der Rest ist Kohlenstoff und Sauerstoff.

	Härte HV	Elemente [atom%]		
		Eisen	Zink	Nickel
V1	368	97-99	-	-
V2	278	94-96	2-3	-
V3	362	90-93	4,5-5,5	0,3-1,0

Tabelle 2: Übersicht über Härte und Zusammensetzung der verwendeten Schichten.

6.2 Tribologische Untersuchung

Die gehonten Schichtvarianten V1 und V2 wurden tribologisch in einem Kolbenring-Zylinder-Tribometer getestet. Das Tribometer, siehe Abbildung 5, ist als Simulator für die

Reibungs- und Verschleißbestimmung am oberen Totpunkt ausgelegt. Die Kolbenringe bewegen sich reversierend mit einem Hub von 5 mm im Frequenzbereich von 1 bis 12 Hz. Das Aufbringen der Normalkraft im Bereich von 50-140 N erfolgt über die Einspannung der Linersegmente. Die Kontaktlinie zwischen Kolbenring und Linersegment liegt im Bereich von 10 mm, so dass mit dem vorgegebenen Normalkraftbereich realistische Spitzendrücke aus dem Motorbereich von bis zu 200 bar, simuliert werden können.

Über ein System von Dehnmessstreifen werden die Reibkräfte und Normalkräfte direkt bestimmt. Weiter kann im Versuch mit Hilfe einer Radionuklidpumpe der Verschleiß von Reibkörpern in-situ bestimmt werden. Die Probe wird hierzu radioaktiv markiert und die radioaktiven Verschleißpartikel kontinuierlich über den Ölfluss in der Pumpe umgewälzt. In dieser Pumpe wird kontinuierlich die Aktivität des Öles gemessen und es kann zeitaufgelöst das Verschleißverhalten beobachtet werden und somit das Einlaufverhalten von Materialpaarungen charakterisiert werden. In Abbildung 4 sind die Reibwerte der Ferrosilschicht gegen einen nitrierten Stahlkolbenring, Serientopring der Firma Audi, dargestellt. Die Versuche wurden mit Castrol Edge 5W30 bei einer Öltemperatur von 80 °C durchgeführt. Als Referenz dient eine übereutektische, strukturgehonte AlSi17Cu4Mg - Legierung.

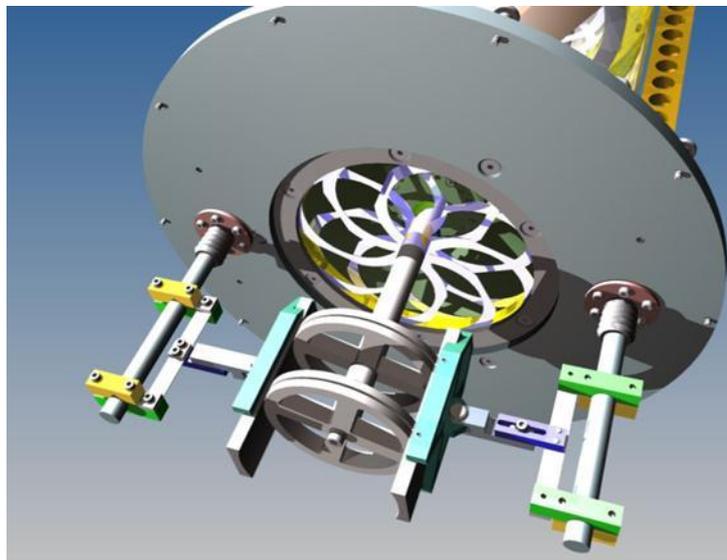


Abbildung 5: Schematisches Abbild des Kolbenring-Zylinder-Simulators

In Abbildung 6 sind die Reibwerte der Schichtvariante V1 im Einlauf und der Referenz bei 120 N Normalkraft und 12 Hz im Kolbenring-Zylinder-Simulator zu sehen. Die Variante V1 zeigt im Vergleich zur Referenz einen um 0,01 niedrigeren Endreibwert. Mit Hilfe der Radionuklid-Technik wurde auch die Verschleißentwicklung der Ferrosilschicht während des Einlaufprozesses über der Zeit bestimmt. In Abbildung 7 ist der Verschleiß in Milligramm über der Zeit aufgetragen. Der Versuch wurde auch bei 120 N Normalkraft und 12 Hz bei einem Hubweg von 5 mm durchgeführt. Es zeigt sich, dass das System V1 gegen nitrierten Stahlkolbenring nach circa 40 Stunden mit einer konstanten Verschleißrate im Bereich von 16 nm/h einläuft. Die Flächenpressung kann bei 120 N nach nachträglicher Vermessung der Reibspur auf 30 MPa abgeschätzt werden. Ein optimaler Einlaufpunkt ist nach Shakhvorostov et al. [13], für Ferrosil bei höherer Flächenpressung zu erwarten.

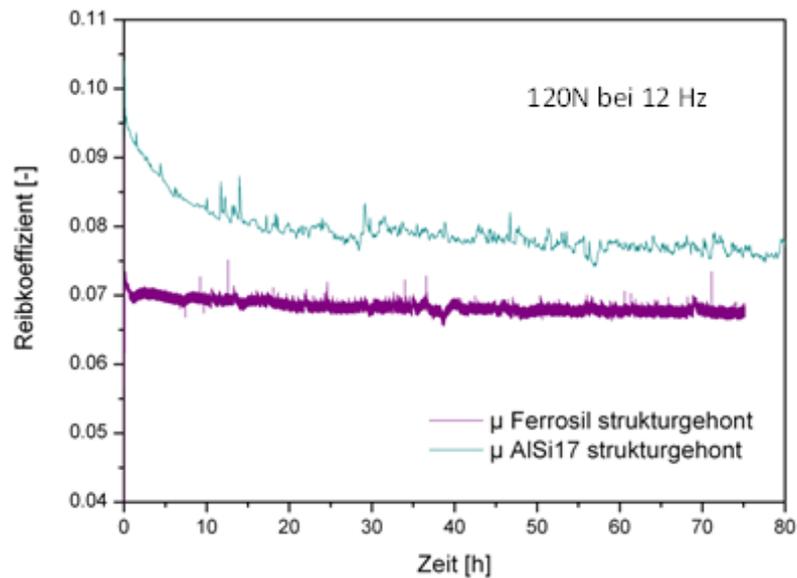


Abbildung 6: Reibwertvergleich von AlSi17 und Ferrosil bei 120 N und 12 Hz im Tribometer

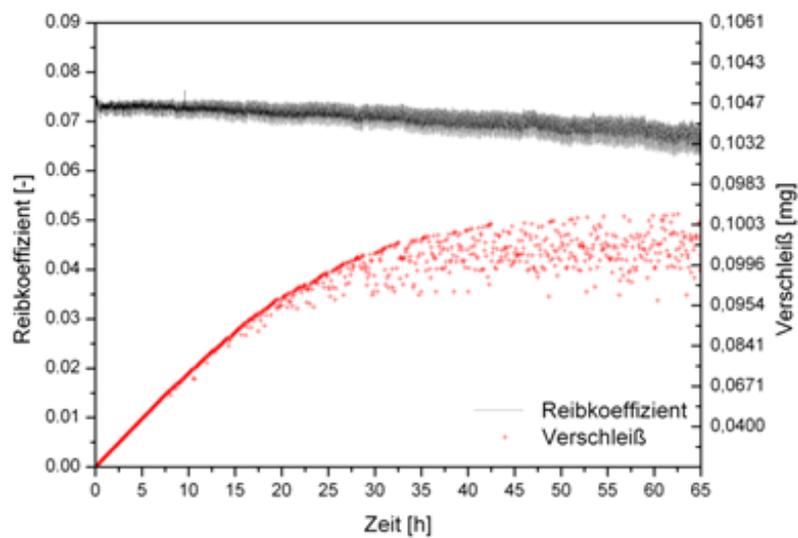


Abbildung 7: Reibwert und Verschleiß bei 120 N Presskraft zwischen Ring und Liner.

Des Weiteren wurde die Schichtvariante V2, Eisen mit 4 g/mol Zink in galvanischer Lösung im Kolbenring-Zylinder Tribometer tribologisch getestet. Eine Elementbestimmung hat gezeigt, dass Zink sich in der Schicht mit 2 Atomprozent abscheidet und die Härte deutlich unter der von reinem Eisen liegt, siehe Tabelle 2.

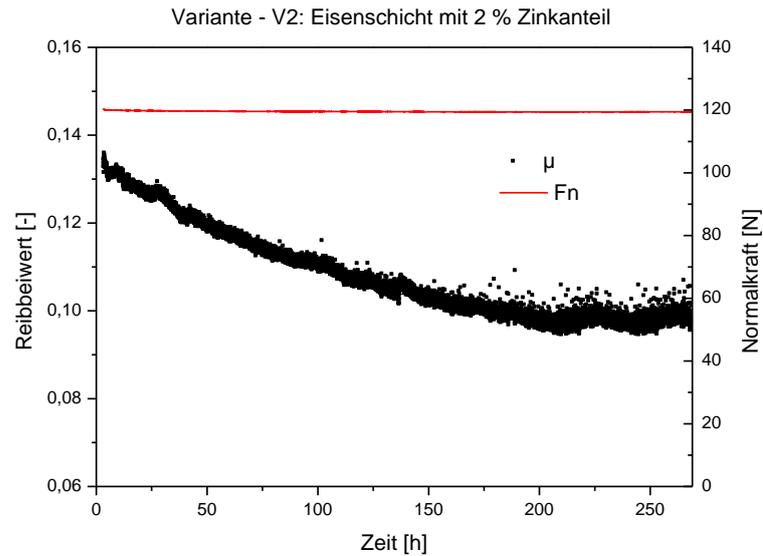


Abbildung 8: Reibwert der Variante V2 bei 120 N Presskraft zwischen Ring und Liner.

Der Reibwert von Variante V2 liegt mit 0,1 oberhalb der Variante V1, siehe Abbildung 8. Weiter zeigt sich im Vergleich zur reinen Eisenvariante V1 bereits ein deutlicher Abfall des Reibwertes. Es kann angenommen werden, dass Variante V2 bei niedrigeren Flächenpressungen einläuft als Variante V1.

Die Variante V3 wurde nur im Einzylindermotor getestet.

6.3 Analytik an gelaufenen Zylinderbuchsen aus dem Tribometer und aus dem Einzylindermotorenbetrieb.

Um den Prozess des Einlaufs und der dritten Körperbildung zu charakterisieren, wurden gelaufene Proben aus Tribometerversuchen und aus dem Einzylindermotorenbetrieb des Projektpartners, des Insituts für Kolbenmaschinen untersucht.

6.3.1 Tribometerversuche

Untersuchungen der Proben wurden je im ungelaufenen, sowie im gelaufenen Zustand durchgeführt. Randzonencharakterisierungen mit Hilfe des fokussierten Ionenstrahls wurden je in zwei Richtungen, längs und quer zu Lauf-, bzw. Honrichtung durchgeführt, siehe Illustration in Abbildung 9.

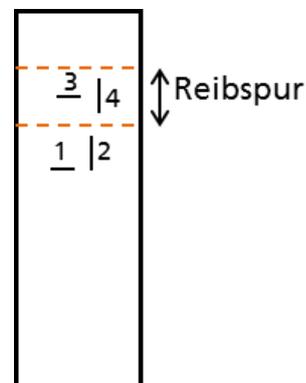


Abbildung 9: Illustration

- Variante V1

In Abbildung 10 ist die Topographie der Variante V1 nach 280 h im Kolbenringzylindersimulator dargestellt.

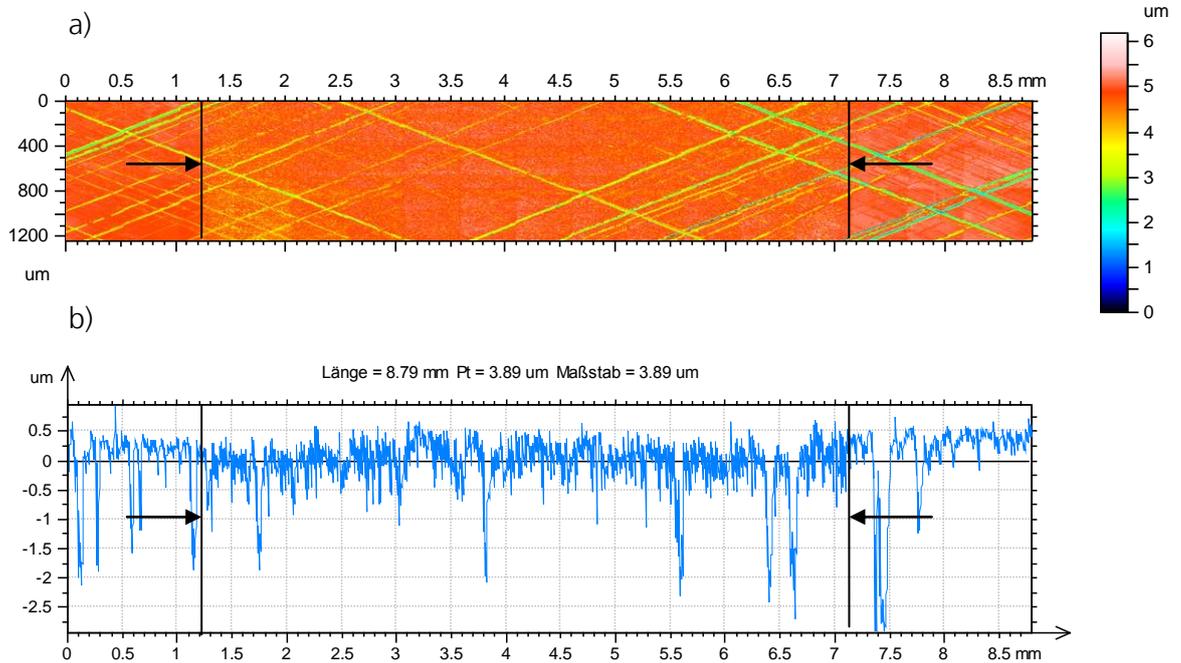


Abbildung 10: Reibspur nach 280 h Tribometerlauf der Variante V1. Schwarze Pfeile markieren die Laufspur: (a) Topographiedarstellung, (b) Profilschnitt.

Es ist zu sehen, dass der Totalverschleiß sehr gering ist, und es zu einer Rauigkeitserhöhung im Bereich der Laufspur gekommen ist. Die Rauheitswerte sind in Tabelle 3 dargestellt.

Richtungen		R_a [μm]	R_{Dk} [μm]	R_k [μm]	R_{Vk} [μm]
1	gehont	0,14-0,2	0,10-0,17	0,12-0,15	0,3-0,4
	gelaufen	0,28-0,34	0,18-0,19	0,24-0,36	0,43-0,52
2	gehont	0,06-0,1	0,03-0,08	0,04-0,06	0,8-0,15
	gelaufen	0,32-0,36	0,12-0,15	0,24-0,3	0,29-0,31

Tabelle 3: Rauheitswerte der Schichtvariante V1 vor und nach Beanspruchung im Kolbenring-Zylinder Tribometer.

Des Weiteren wurde die Randzone mit Hilfe eines Transmissionselektronenmikroskops charakterisiert und mit Hilfe von energiedispersiver Röntgenspektroskopie ein chemisches Tiefenprofil an der TEM-Lamelle geschrieben, siehe Abbildung 11 und Abbildung 12.

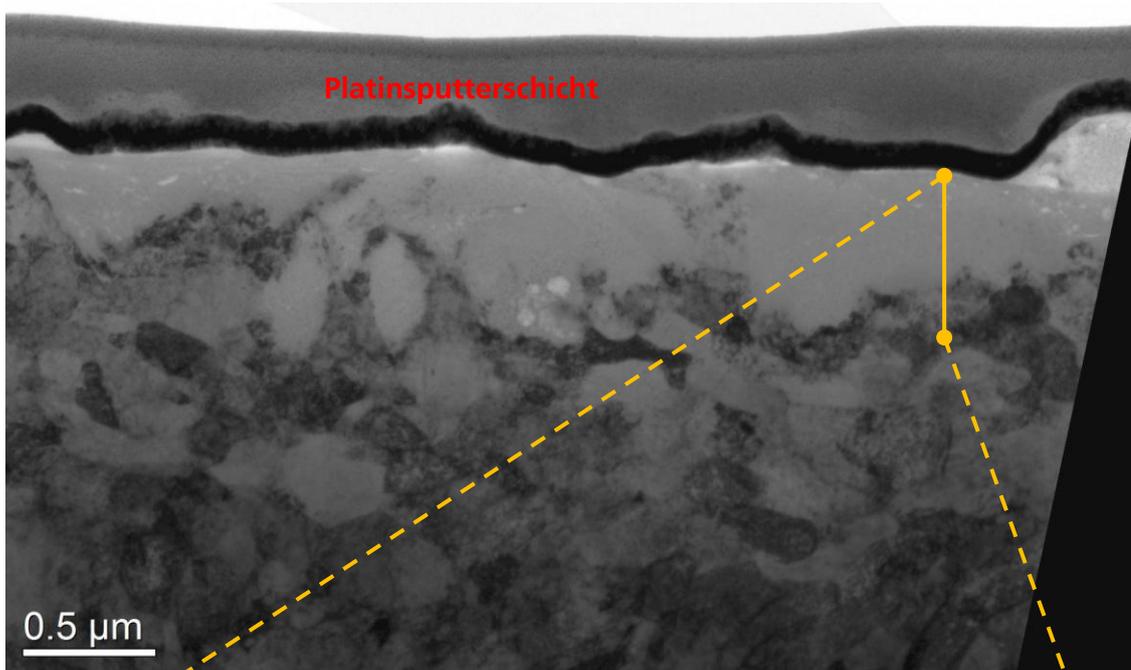


Abbildung 11: TEM-Aufnahme einer FIB-Lamelle.

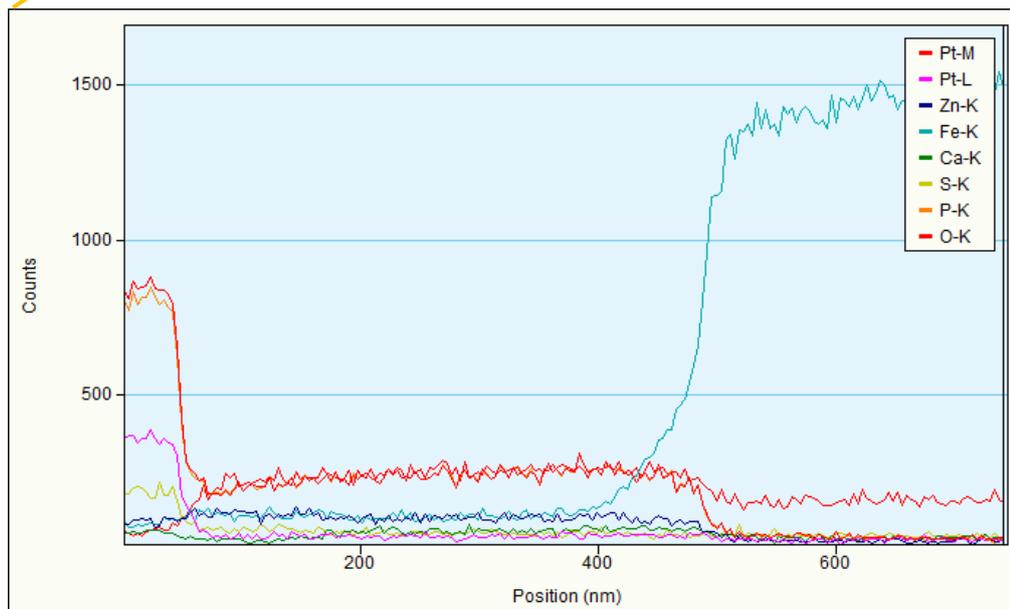


Abbildung 12: EDX Linescan der abgebildeten Linie aus Abbildung 10.

Der EDX-Linescan ergab, dass es zur Bildung einer Calcium-, Phosphor- und Zinkschicht auf den ersten 50 nm kommt. Schwefel ist in den ersten 50 nm zu finden. Die Korngrößen unterhalb der Öladitivschicht liegen im Bereich von 100 nm. Die Orientierung der Körner durch den Honprozess, siehe Abbildung 3 ist nicht mehr zu erkennen.

- Variante V2

In Abbildung 13 ist die Topographie der Variante V2 nach 260 h im Kolbenring-Zylinder Tribometer dargestellt.

Es ist eine deutliche Verschleißspur zu erkennen. Der Gesamtverschleiß nach 260 h liegt an den Umkehrpunkten bei circa $2 \mu\text{m}$. Dies entspricht unter der Annahme eines konstanten Verschleißverhaltens über der Laufzeit einem ungefähren Verschleiß von 8 nm/h . Im Motorenbetrieb ist aufgrund von höheren Pressungen von einem größeren Verschleiß auszugehen. Desweiteren wurden die Randzonen, je im ungelautenen und im gelaufenen Zustand, siehe Abbildung 14 bis Abbildung 16 charakterisiert. Die Schnittbezeichnungen sind der Abbildung 9 zu entnehmen.

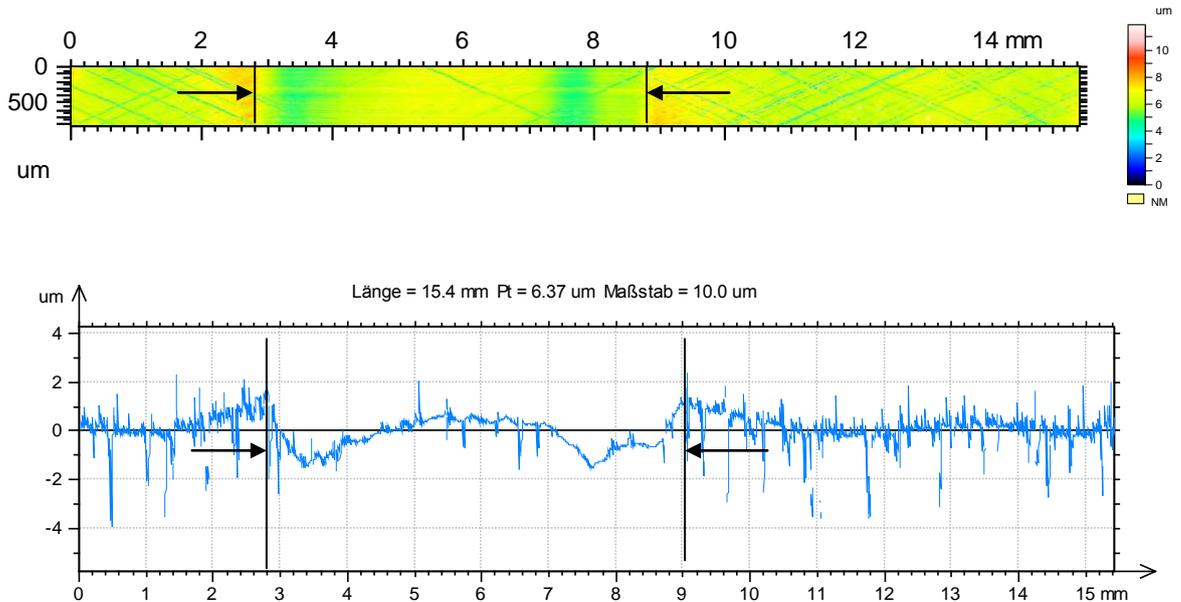


Abbildung 13: Reibspur nach 260 h Tribometerlauf der Variante V2. Schwarze Pfeile markieren die Laufspur: (a) Topographiedarstellung, (b) Profilschnitt.

Richtungen		R_a [μm]	R_{pk} [μm]	R_k [μm]	R_{vk} [μm]
1	gehont	0,2-0,3	0,31-0,35	0,3-0,4	0,4-0,8
	gelaufen	0,15-0,17	0,16-0,17	0,2-0,3	0,3-0,4
2	gehont	0,3-0,4	0,2-0,3	0,13-0,2	0,33-0,4
	gelaufen	0,1-0,13	0,05-0,08	0,03-0,04	0,07-0,14

Tabelle 4: Rauheitswerte der Schichtvariante V2 vor und nach Beanspruchung im Kolbenring-Zylinder Tribometer.

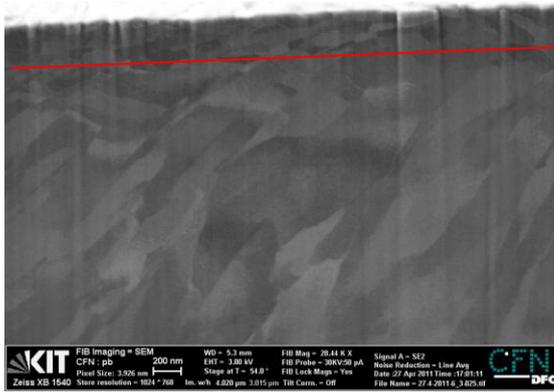


Abbildung 14: V2-Schnittrichtung 1-gehonger Ausgangszustand.

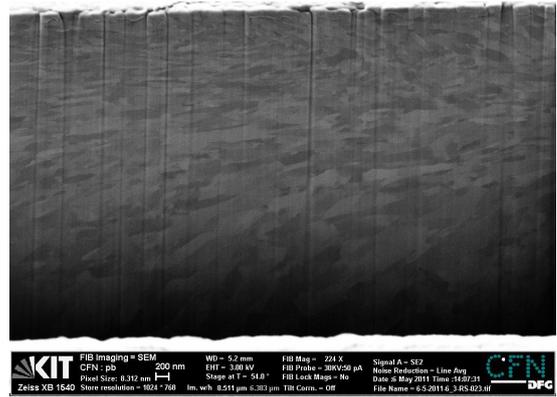


Abbildung 15: V2-Schnittrichtung 2-gehonger Ausgangszustand.

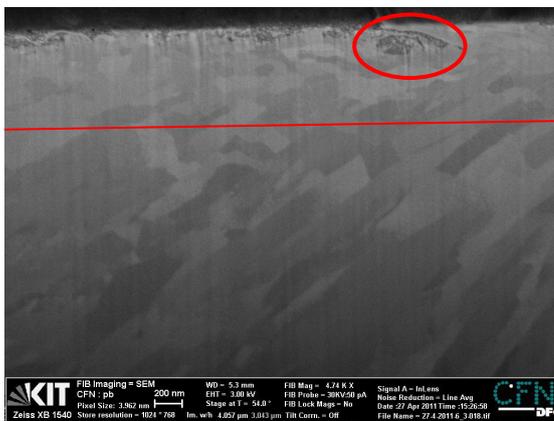


Abbildung 16: V2-Schnittrichtung 3-nach 260 h Tribometerbetrieb.

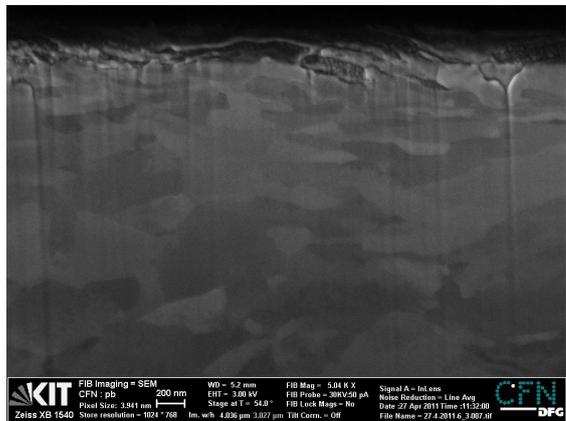


Abbildung 17: V2-Schnittrichtung 4-nach 260 h Tribometerbetrieb.

Trotz des Verschleißbildes im Profilschnitt, Abbildung 13, ist in der REM-Aufnahme der Randzone, Abbildung 16 noch die ursprüngliche Ausrichtung der Körner in Honrichtung zu erkennen. Weiter sind oberflächennah in den ersten 200 nm Regionen ohne erkennbare kristalline Kornstruktur zu sehen, siehe roter Kreis. Es könnte sich um amorphisierte Bereiche, oder um Additiveinschlüsse handeln, welche durch die tribologische Belastung entstanden sind. Der Vergleich von Schnittrichtung 1 und 3 zeigt, dass die Tiefe der Kornfeinung oberhalb des rein deformierten Bereiches von circa 200 nm auf 400-500 nm ansteigt.

6.3.2 Einzylindermotorenbetrieb

Es wurden die Varianten V0, V1, V2 nach 80 h im Einzylindermotorenbetrieb am Institut für Kolbenmaschinen getestet. Im Folgenden sind Aufnahmen des ungelautenen und gelaufenen Zustandes zu sehen. Geschnitten wurde jeweils am oberen Kolbenumkehrpunkt der Druckseite. Die Schnittrichtungen sind in Abbildung 9 dargestellt.

Auf die Darstellung der Topographieanalysen wurde an dieser Stelle verzichtet. Im Weißlichtinterferometer konnte für alle Varianten nach 80 h Betrieb keine Topographieänderungen gemessen werden.

Die Ergebnisse der Reibungsmessungen der Schichtvarianten entsprachen den Ergebnissen aus dem Kolbenringzylinderbetrieb. Die Schichtvariante V1 zeigte die besten Reibwerte.

- Variante V0

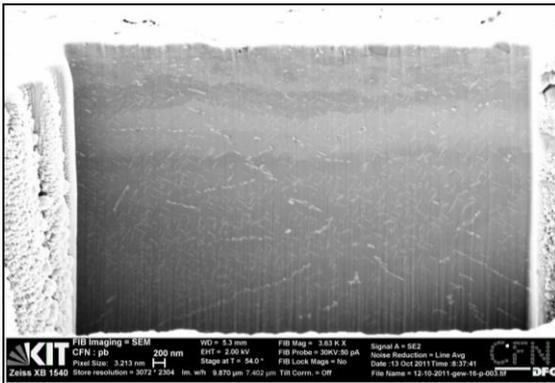


Abbildung 18: V0-Schnitttrichtung 1-gehont.

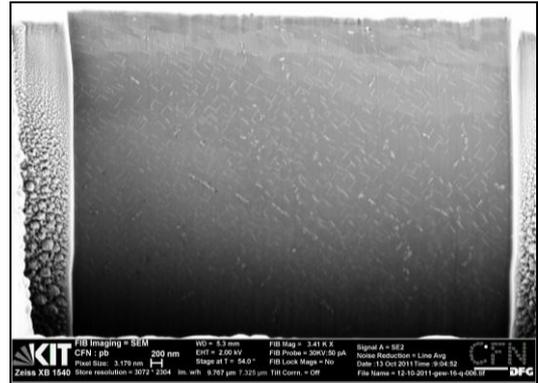


Abbildung 19: V0-Schnitttrichtung 2-gehont.

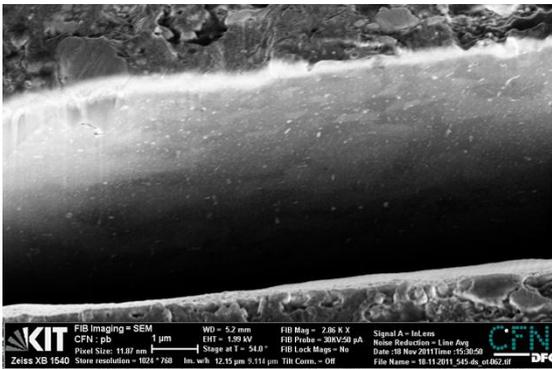


Abbildung 20: V0-Schnitttrichtung 1-gelaufen.

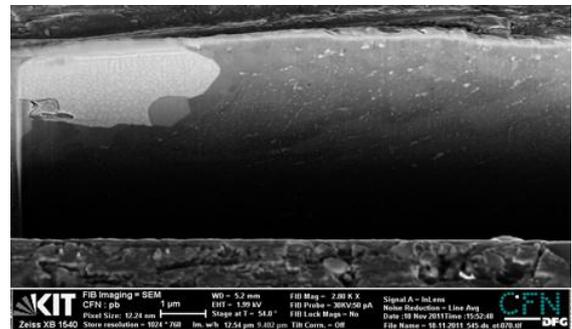


Abbildung 21: V0-Schnitttrichtung 2-gelaufen.

In Abbildung 18 und Abbildung 19 ist die oberflächennahe Änderung der Randzone aufgrund des Honprozesses in den ersten 400 nm zu sehen. Die Orientierung der Ausscheidungen senkrecht zueinander ist in dieser Zone gestört und in Honrichtung verformt. Nach der Beanspruchung im Motorenbetrieb, siehe Abbildung 20 und Abbildung 21 ist vor allem, an den nicht mehr orientierten Ausscheidungen, zu erkennen, dass die Deformation bis in 2 µm Tiefe reicht. In den ersten 400 nm Randzone ist eine Kornfeinung zu erkennen.

- Variante V1

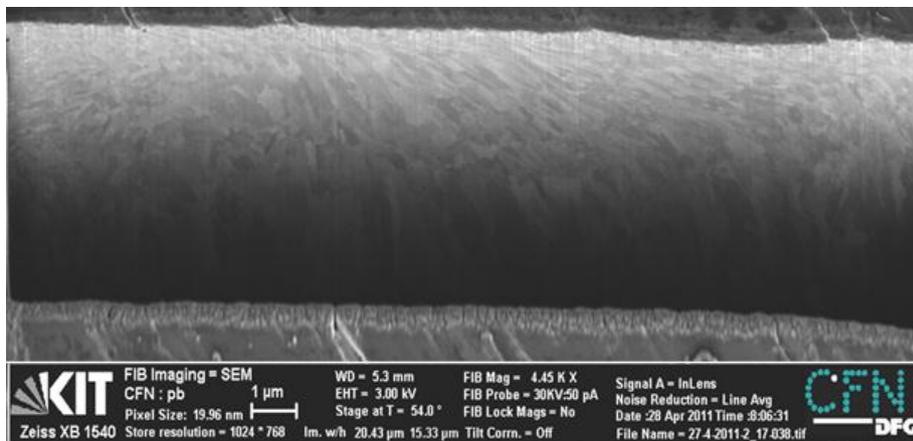


Abbildung 22: V1-Schnitttrichtung 1-gehont.

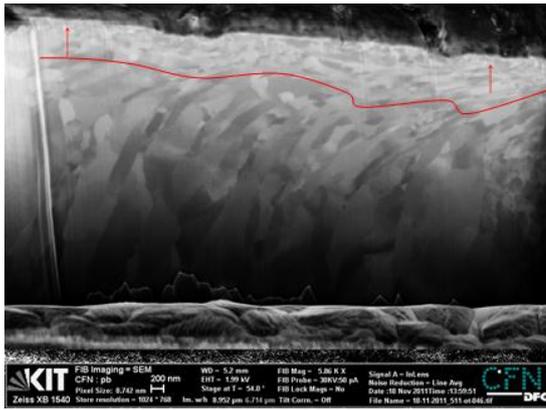


Abbildung 23: V1-Schnitttrichtung 1-gelaufen.

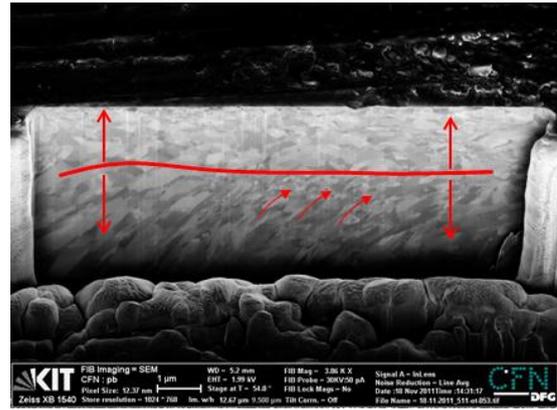


Abbildung 24: V1-Schnitttrichtung 2-gelaufen.

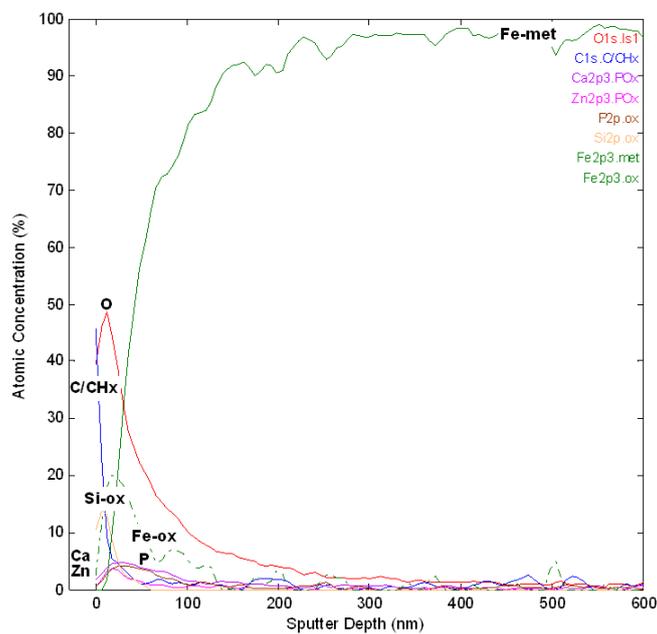


Abbildung 25: XPS Tiefenprofil von V1-gelaufen.

Im Vergleich zur Variante V0, kommt es für die reine Eisenschicht V1 zu einer deutlich geringeren Deformation und eindeutigen Randschichtausprägung durch den Motorenbetrieb, siehe Abbildung 22 bis 24. Die Randzone ist wieder zweigeteilt, in den oberen nanokristallinen Bereich, siehe rote Pfeile in Abbildung 23 und den darunterliegenden deformierten Bereich. Die zu erkennende oberste Zone im REM-Bild, Korngrößen kleiner 100 nm, korreliert mit den gefundenen chemischen Änderungen in den ersten 150 nm. In den obersten 150 nm finden sich Phosphor, Zink und Calcium aus den Öladditiven wieder. Auf den ersten 200 nm liegt Eisen oxidisch vor. Im Motorenbetrieb, kommt es somit unter höherer Belastung als im Tribometer zur Vermischung des oberflächennahen Randbereiches. Es wurde gezeigt, dass das System Eisen gegen nitrierten Kolbenring unter Bildung eines dritten Körpers stabil einläuft und somit im Betrieb zu kleinen Reibungs- und Verschleißwerten führt.

- Variante V2

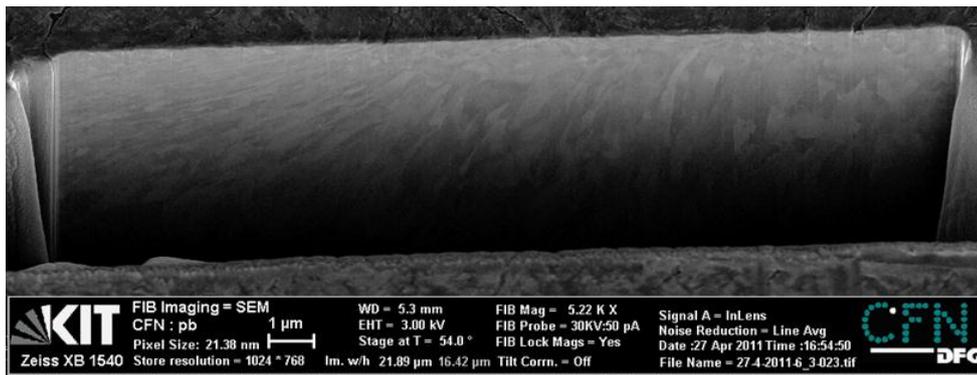


Abbildung 26: V2-Schnittrichtung 1 - gehont.

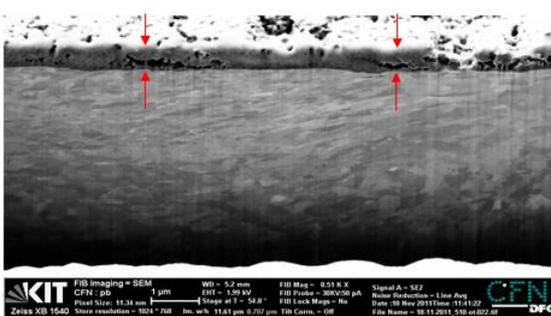


Abbildung 27: V2-Schnittrichtung 1-gelaufen.

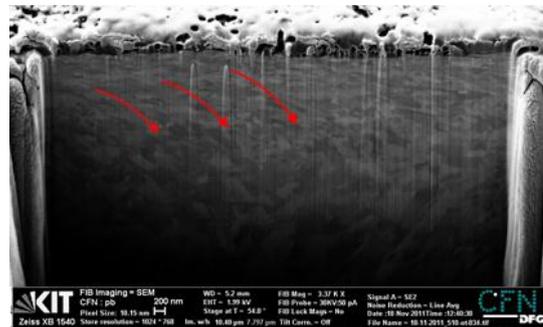


Abbildung 28: V2-Schnittrichtung 2-gelaufen.

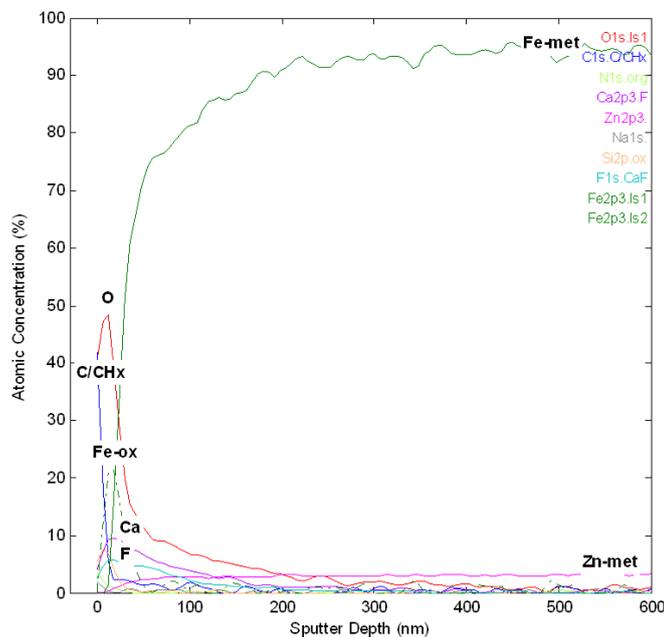


Abbildung 29: XPS Tiefenprofil von V1-gelaufen.

Für die Variante V2 zeigt sich ein deutlicher Unterschied im Vergleich zur reinen Eisenschicht der Variante V1. In der REM-Aufnahme des FIB-Schnittes, wie des Tiefenprofils zeigt sich eine Schicht aus Calcium und Fluor. Die Tiefe des Fluorpeaks, bis 200 nm im Tiefenprofil entspricht der Dicke der im REM-Bild zu sehenden Schicht, Abbildung 28. Das darunterliegende Material zeigt sich eher komprimiert und die Körner länglich und parallel zur Oberfläche ausgerichtet als mechanisch vermischt. Dennoch zeigte sich nach dem

Motorenlauf keine zu detektierende Verschleißspur oder Topographieänderung im Weißlichtinterferometer. Wieso es in diesem Motorenlauf zur Bildung einer Schicht aus Fluor und Calcium gekommen ist, ist ungeklärt. Fluor ist nach Herstellerangaben nicht als Additiv im Motorenöl beigemischt. Ob die Schicht als Konsequenz zu erhöhten Reibwerten geführt hat und eine mechanische Vermischung verhindert hat, oder die Schicht aufgrund eines mangelnden Einlaufs erst entstanden ist, ist nicht geklärt. Die Tendenz der Reibwerte, aus dem Motorenbetrieb, stimmt jedoch mit der Tendenz der Reibwerte aus den Tribometerversuchen überein. Dort lag die Variante V2 mit einer Differenz im Reibkoeffizienten von 0,1-0,2 leicht oberhalb von V1.

7. Nutzen, Verwertbarkeit der Ergebnisse im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

Die Ergebnisse dieses Projektes dienen dem weiteren Ausbau der Wissensbasis und als Ausgangspunkt für weitere Projekte.

Die Ergebnisse sollen darüber hinaus für zukünftige Forschung auf dem Gebiet der Korrosion bzw. des Korrosionsschutzes genutzt werden. Zudem erfolgt eine Prüfung der erweiterten Nutzung nanokristalliner Fe-Schichten, z.B. als Sensorschichten oder für Magnetanwendungen in Kombination mit den IWM-eigenen DLC-Schichtsystemen. Es entsteht ein breites Grundlagenwissen zu nanokristallinen Systemen, insbesondere im Hinblick auf die mechanochemischen Eigenschaften. Im Zusammenhang mit einer Vertiefung der Reibleistungsmessung entsteht damit FhG Kompetenz auf dem Gebiet der Motorenprüfung und Entwicklung sowie der Reibleistungsminimierung. Das Projekt soll weiterhin als Einstieg in die Problematik „Thermodynamik und Tribologie“ dienen. Damit wird und wurde auch die Basis für Diplomarbeiten, Promotionen und DFG-Anträge geschaffen.

8. Fortschritte auf dem Gebiet des Vorhabens von anderen Stellen

FE-Ergebnisse dritter Seite bezüglich des Forschungsvorhabens sind nicht bekannt geworden.

9. Erfolgte und geplante Veröffentlichungen des Forschungsvorhabens

Möndel, P. Dollinger, G. Ziegler, A. Brink, M. Scherge, G. Gramm, M. Kleindienst, H. Kubach, P. Berlet: Untersuchungen an Zylinderlaufbahnen mit galvanisch aufgebrachtener Eisenbeschichtung. VDI Wissensforum, 19./20. Juni 2012, Baden-Baden.

10. Literatur

[1] M. Dienwiebel, M. Scherge, Neue Erkenntnisse zur Tribologie von übereutektischen AlSi-Zylinderlaufbahnen, MTZ 68(2007)3.

[2] R. van Basshuysen, F. Schäfer, Motorlexikon, <http://motorlexikon.de>.

[3] Leitfaden zu Kraftstoffverbrauch und CO₂-Emissionen 2007, VDA - Verband der Automobilindustrie e. V. und VDIK - Verband der Internationalen Kraftfahrzeughersteller e. V.

[4] U.-P. Weigmann, Spiralgleithonen macht das Laserstrukturieren überflüssig, Betrieb und Meister, 04(2006)9.

[5] J. Schmid, Moderne Leichtmetallwerkstoffe für den Motorenbau und deren Endbearbeitung durch Honen. In: MTZ 59 (1998) 248.

[6] P. Stocker, F. Rückert, K. Hummert, Die neue Aluminium-Silizium Zylinderlaufbahn Technologie für Kurbelgehäuse aus Aluminiumdruckguß, MTZ 58 (1997) 502.

[7] A. Sach, F.-J. Feikus, Laufflächenbildung in Aluminium-Motorblöcken, MTZ Sonderausgabe Werkstoffe (1998/1999) 72.

[8] M. Scherge, K. Pöhlmann and A. Gervé, Wear measurement using radionuclide-technique (RNT), Wear, 254(2003)9, 801-817.

[9] F. Ditrói, S. Takács, F. Tárkányi, M. Reichel, M. Scherge and A. Gervé, Thin layer activation of large areas for wear study, Wear, 261(2006)11-12, 1397-1400.

[10] M. Scherge, J.M. Martin and K. Pöhlmann, Characterization of wear debris of systems operated under low wear-rate conditions, Wear, 260(2006)4-5, 458-461.

[11] M. Godet, Third-bodies in tribology, Wear, 136(1990)1, 29-45.

[12] D. Shakhvorostov, K. Pöhlmann and M. Scherge, Structure and mechanical properties of tribologically induced nanolayers, Wear, 260(2006)4-5, 433-437.

[13] D. Shakhvorostov, K. Pöhlmann, M. Scherge; „Zum Einlauf geschmierter metallischer Kontakte“; GfT Jahrestagung 2003.