

IVW - Schriftenreihe Band 54

Institut für Verbundwerkstoffe GmbH - Kaiserslautern

Patrick Klein

Tribologisches Eigenschaftsprofil
kurzfaserverstärkter Polytetrafluorethylen/
Polyetheretherketon-Verbundwerkstoffe

Bibliografische Information der Deutschen Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Bibliographic information published by Die Deutsche Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data is available in the internet at <http://dnb.ddb.de>.

Herausgeber: Institut für Verbundwerkstoffe GmbH
Prof. Dr.-Ing. Alois K. Schlarb
Erwin-Schrödinger-Straße
TU Kaiserslautern, Gebäude 58
67663 Kaiserslautern
<http://www.ivw.uni-kl.de>

Verlag: Institut für Verbundwerkstoffe GmbH

Druck: Technische Universität Kaiserslautern
ZBT - Abteilung Foto-Repro-Druck

D 386

© Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern 2005

Alle Rechte vorbehalten, auch das des auszugsweisen Nachdrucks, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe (Photographie, Mikroskopie), der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und das der Übersetzung.

Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany.

ISSN 1615-021X
ISBN 3-934930-50-6

Tribologisches Eigenschaftsprofil kurzfaserverstärkter Polytetrafluorethylen/ Polyetheretherketon-Verbundwerkstoffe

Vom Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik
der Technischen Universität Kaiserslautern
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Ing. Patrick Klein

aus Mannheim

Tag der mündlichen Prüfung 25. Mai 2005

Prüfungsvorsitzender: Prof. Dr.-Ing. R. Renz
1. Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. K. Friedrich
2. Berichterstatter: Prof. Dr. rer. nat. E. Santner

D 386

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand in der Zeit von Mai 2000 bis Oktober 2003 neben meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH (IVW) der Universität Kaiserslautern.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. K. Friedrich für die wissenschaftliche Betreuung dieser Arbeit und die Arbeitsbedingungen in der Abteilung Werkstoffwissenschaft am Institut für Verbundwerkstoffe.

Ich danke den Herren der Prüfungskommission, Herrn Prof. Dr.-Ing. R. Renz und Herrn Prof. Dr. rer. nat. E. Santner für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes und für die Berichterstattung.

Allen Mitarbeitern des IVW, insbesondere der Abteilung Werkstoffwissenschaft, danke ich herzlich für die Unterstützung und die gute Zusammenarbeit. Für die langjährige Zusammenarbeit, bereits als Student und wissenschaftliche Hilfskraft am IVW, danke ich Herrn Dr.-Ing. F. Hauptert. Herrn Prof. Zhong Zhang danke ich für seine Diskussionsbereitschaft und die angenehme Gesellschaft als Bürokollege.

Weiterer Dank gilt der Stiftung Industrieforschung, Köln für die Finanzierung meines Forschungspraktikums sowie der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Bonn für die Förderung des Forschungsvorhabens DFG FR675/31-1/2.

Besonders danke ich meiner Frau Isabel für ihre Unterstützung und Motivation.

Inhalt

Kurzfassung	viii
Abstract	x
Abkürzungen und Formelzeichen	xii
1 Einleitung	1
2 Grundlagen und Stand der Technik	3
2.1 Grundlagen zu Reibung und Verschleiß	3
2.1.1 Das tribologische System	4
2.1.2 Gleitreibung	5
2.1.3 Gleitverschleiß	8
2.1.4 Reibung und Verschleiß polymerer Faserverbundwerkstoffe . . .	10
2.1.5 Kryotribologie	11
2.2 Tribologisch relevante Kunststoffe	12
2.2.1 PTFE-PEEK-Verbundwerkstoffe	14
2.2.2 Tieftemperaturverhalten von PTFE und PEEK	18
2.3 Beispielhafte Anwendungen	19
2.3.1 Gleitlager und Gleitelemente	19
2.3.2 Dichtungen	20
2.3.3 Sonstige Anwendungen	22
3 Ziele der Arbeit	23
4 Experimentelles	25
4.1 Untersuchte Werkstoffe	25
4.1.1 Ausgangspunkt der Werkstoffauswahl	25
4.1.2 Zusammensetzung und Herstellung der PTFE-Compounds . . .	26
4.1.3 Zusammensetzung und Herstellung der PEEK-Compounds . . .	29
4.1.4 Die verwendeten Komponenten der Verbundwerkstoffe	30
4.1.5 Verarbeitung von PTFE-Compounds	32
4.2 Experimentelle Methoden	35
4.2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Lichtmikroskopie . . .	35
4.2.2 Mechanische Eigenschaften	35
4.2.3 Thermische Eigenschaften	37
4.2.4 Tribologische Prüfung	39

5	Ergebnisse	43
5.1	Mikroskopie und Gefügeanalyse	43
5.1.1	Herstellungsbedingte Faserorientierung bei PTFE-Compounds	46
5.2	Mechanische Eigenschaften	47
5.2.1	Dichtemessung	47
5.2.2	Härtemessungen	49
5.2.3	Zug/Druck-Verformungsverhalten	51
5.3	Thermische Eigenschaften	60
5.3.1	DMTA-Ergebnisse	60
5.3.2	TMA - thermische Ausdehnung	65
5.3.3	Weitere thermische Eigenschaften	67
5.4	Verschleißuntersuchungen	68
5.4.1	Reibungs- und Verschleißverhalten der PTFE/PAR/CF-Compounds	68
5.4.2	Reibungs- und Verschleißverhalten der PTFE/PEEK/CF-Compounds	72
5.4.3	Reibungs- und Verschleißverhalten der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds	73
5.4.4	Reibungs- und Verschleißverhalten unverstärkter PTFE-Compounds	77
5.4.5	Verschleißverhalten der PEEK/PTFE/CF-Verbundwerkstoffe	79
5.4.6	Reibungs- und Verschleißmessungen in kryogenen Medien	80
6	Diskussion der Ergebnisse	81
6.1	Korrelation von Komposition und mechanischen sowie thermischen Eigenschaften	81
6.2	Korrelation von Komposition und tribologischen Eigenschaften	91
6.2.1	Verschleißverhalten der untersuchten PTFE-Compounds	91
6.2.2	Reibungsverhalten und Transferfilmbildung	94
6.3	Verschleißverhalten in kryogenen Medien	100
6.4	Betrachtungen zum Reibungsverhalten der PTFE-Verbundwerkstoffe	107
6.5	Abschätzung der Kontaktflächentemperaturen im Stift-Scheibe-Versuch	109
7	Zusammenfassung	115
	Literatur	119

A Anhang	129
A.1 Herstellung der PEEK/PTFE/CF-Compounds	130
A.2 Verarbeitung der PEEK/PTFE/CF-Compounds	131
A.3 Berechnung von Kontakttemperaturen (siehe Kapitel 6)	132
Betreute Studien- und Diplomarbeiten	138
Liste der Veröffentlichungen	140
Lebenslauf	144

Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit dem Reibungs- und Verschleißverhalten Polytetrafluorethylen-basierender Verbundwerkstoffe (PTFE) bezogen auf eine Anwendung als tribologisch beanspruchte Maschinenelemente im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und Temperaturen in kryogenen Medien. Dieser Temperaturbereich ist relevant für eine Reihe neuer, innovativer Technologien, allen voran die Wasserstofftechnologie als Alternative zu fossilen Energieträgern.

Der Ausgangspunkt dieser Arbeit ist eine auf bekannten Erfahrungen und entsprechenden Publikationen aufbauende Werkstoffauswahl. Daher wurde PTFE als Matrixwerkstoff ausgewählt, da es sich bereits in Tieftemperaturanwendungen bewährt hat. Zur Verstärkung der PTFE-Matrix wurden ein polymerer Füllstoff, Polyetheretherketon (PEEK) beziehungsweise ein aromatisches Polyester, und kurze Kohlenstofffasern ausgewählt. Diese Werkstoffkomponenten wurden zu einer Reihe von Verbundwerkstoffen mit systematisch variierendem Faser- und Füllstoffgehalt zusammengesetzt.

Der experimentelle Teil beschäftigt sich schwerpunktmäßig mit tribologischen Untersuchungen bei Raumtemperatur mit Hilfe einer Eigenbau-Stift-Scheibe-Prüfapparatur. Als Gegenkörper kommen geschliffene Laufringe aus 100 Cr6 Stahl zum Einsatz. Alle Verbundwerkstoffe wurden bei Standard-Testbedingungen von 1 m/s, 1 MPa sowie Raumtemperatur getestet. Einer der verschleißbeständigsten Verbundwerkstoffe wurde auch bei verschiedenen Geschwindigkeiten und Belastungen geprüft. Das Reibungsverhalten dieser Werkstoffe zeigte sich anders als erwartet, weshalb zusätzliche Versuche erforderlich waren, um den Transferfilmbildungsprozess beobachten zu können. Zur Einordnung der tribologischen Ergebnisse werden auch reines PTFE und einige lediglich partikelgefüllte PTFE-Compounds hinsichtlich Reibung und Verschleiß getestet. Weiterhin werden die für tribologische Anwendungen wichtigen mechanischen und thermischen Werkstoffeigenschaften untersucht.

Im Diskussionsteil werden die Einflüsse der Füllstoffe und Fasern auf die resultierenden mechanischen, thermischen und tribologischen Werkstoffeigenschaften bewertet. Die im Rahmen dieser Arbeit beschafften bzw. hergestellten Werkstoffe wurden parallel an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, BAM, Berlin, tribologischen Beanspruchungen in verschiedenen kryogenen Medien, insbesondere auch in flüssigem Wasserstoff, unterworfen. Auf die dort erarbeiteten Ergebnisse wird ebenfalls kurz eingegangen.

Abstract

The thesis at hand deals with the friction and wear properties of polytetrafluoroethylene based composites relating to an application of tribologically loaded machine parts in the temperature range between room temperature and temperatures in cryogenic media. This temperature range is of growing interest especially because of new technologies such as hydrogen power as an alternative to fossile energy sources.

The initial point of this work is the material selection based on state of the art publications and present experiences. Therefore PTFE was selected as the matrix because it has already proven to work well in low temperature applications. Further more a polymeric filler, either polyetheretherketone (PEEK) or an aromatic polyester plus short carbon fibers were selected for reinforcement. These components were combined to create a set of PTFE-compounds with systematic varying fiber and filler content.

The experimental part focuses on the tribological testing of these compounds at room temperature using a self made pin-on-disc wear test apparatus. The counterparts used were ground 100 Cr6 steel discs. All compounds were tested at standard test conditions of 1 m/s, 1 MPa at room temperature. One of the best performing composites was also tested at different speeds and different loads. The frictional behavior appeared different than expected and thus seperate experiments at different testing times were done to observe the bild up process of the transfer film layer on the counter part. For general classification of the tribological results also pure PTFE and a few only particle reinforced PTFE-compounds were tested. Further, relevant mechanical and thermal properties of these compounds were determined.

Within the discussion the effects of fillers and fibers on the mechanical, thermal and tribological properties are evaluated. The materials composed in this work were simultaneously tested in different cryogenic media at the Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM), Berlin. The results obtained there are also mentioned briefly.

Abkürzungen und Formelzeichen

Abkürzungen

100 Cr6	Stahlbezeichnung
ABS	Acrylnitrilbutadienstyrol
ap	antiparallele Orientierung
BAM	Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
CF	Kohlenstofffasern
CF ₂	Fluorkohlenstoffgruppe
DMTA	Dynamisch-Mechanische Thermoanalyse
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie
DUH	Dynamische Ultramikrohärte
FEP	Tetrafluorethylen/Hexafluorpropylencopolymer
GF	Glasfasern
IR	Infrarot
IVW	Institut für Verbundwerkstoffe
HDPE	Polyethylen hoher Dichte
LCP	Liquid crystal polymer - Flüssigkristalline Polymere
LDPE	Polyethylen niedriger Dichte
LH ₂	Flüssigwasserstoff
LHe	Flüssighelium
LN ₂	Flüssigstickstoff
MoS ₂	Molybdändisulfid
n	normale Orientierung
p	parallele Orientierung
PA	Polyamid
PAI	Polyamidimid
PAN	Polyacrylnitril
PAR	Polyarylat
PBI	Polybenzimidazol
PBT	Polybutylenterephthalat
PC	Polycarbonat
PCTFE	Polychlortrifluorethylen
Pd/Pt	Palladium/Platin
PEEK	Polyetheretherketon
PEI	Polyetherimid
PES	Polyethersulfon

PET	Polyethylenterephthalat
PI	Polyimid
POM	Polyoxymethylen
PP	Polypropylen
PPA	Polyphthalamid
PPS	Polyphenylensulfid
PPSO ₂	Polyphenylensulfon
PS	Polystyrol
PSU	Polysulfon
PTFE	Polytetrafluorethylen
PVC	Polyvinylchlorid
PVDF	Polyvinylidenfluorid
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
SAN	Styrol/Acrylnitril
Shore D	Härtemessverfahren
T _S	Siedetemperatur
TFL	Transfer film layer - Transferfilm
TMA	Thermomechanische Analyse
UHMW-PE	Ultrahochmolekulares Polyethylen
UPM	Universalprüfmaschine

Formelzeichen

a	halbe Kantenlänge der quadratischen Kontaktfläche [m]
A_{c1}	Kontaktfläche zur Wärmesenke (Probenhalter) [m^2]
A_{nom}	nominelle Kontaktfläche [mm^2]
A_G	Gegenkörperfläche [mm^2]
A_P	Probenfläche [mm^2]
A_{real}	reale Kontaktfläche [mm^2]
$A(H)$	Eindringfläche [mm^2]
c_p	spezifische Wärmekapazität [$J/kg K$]
E'	Speichermodul [N/mm^2]
E^*	komplexer Elastizitätsmodul [N/mm^2]
f	Reibungskoeffizient [1]
F	Kraft [N]
F_N	Normalkraft [N]
F_R	Reibungskraft [N]
$F_{R,adh}$	adhäsive Komponente der Reibungskraft [N]
$F_{R,def}$	deformative Komponente der Reibungskraft [N]

Δh	Höhenänderung [mm]
h	Probenhöhe [mm]
h_{c1}	Wärmeübergangskoeffizient für den Kontakt zwischen Probe und Probenhalter [W/m^2K]
h_v	Verdampfungswärme von LN_2 [kJ/kg]
HU	Ultramikrohärte [N/mm^2]
K_{IC}	krit. Spannungsintensitätsfaktor [$N/mm^2 \cdot m^{1/2}$]
Δl	Längenänderung [mm]
l	Länge [mm]
l_0	Ausgangslänge [mm]
l_1, l_2	Längen zwischen Kontaktfläche und Wärmesenke [m]
l_{1b}	äquivalente Länge zwischen Kontaktfläche und Probenhalter [m]
l_{2b}	äquivalente Länge für die Wärmeleitung in die Gegenkörperscheibe [m]
Δm	Massenänderung [g]
ΔT	Temperaturdifferenz [K]
ΔT_{nom}	nominelle Temperaturerhöhung [K]
n	Exponent [1]
p	Flächenpressung/Druck [MPa]
q	Wärmestromdichte [W/m^2]
q_r	Wärmestromdichte durch Reibungswärme [W/m^2]
q_v	Verdampfungsenergie-dichte [W/m^2]
\dot{Q}	Wärmestrom [W]
r	Radius der kreisförmigen Gleitbewegung [m]
R_a	arithmetischer Mittenrauwert [μm]
R_z	gemittelte Rautiefe [μm]
R_{max}	maximale Rautiefe [μm]
s	Weg [m]
t	Zeit [s]
T_B	Ausgangstemperatur [K]
T_C	maximale Kontakttemperatur [K]
T_{flash}	Blitztemperaturerhöhung [K]
v	Geschwindigkeit [m/s]
ΔV	Volumenänderung [mm^3]
W_{ab}	Adhäsionsarbeit [Nm]
$W_{def,el.}$	elastische Deformationsarbeit [mm]
W_s	spezifische Verschleißrate [$mm^3/N \cdot m$]
\dot{W}_t	lineare Verschleißrate [$\mu m/h$]

griechische Formelzeichen

α_{th}	thermischer Ausdehnungskoeffizient [$1/K$]
$\tan \delta$	mechanischer Verlustfaktor [1]
ε	Dehnung [1]
γ_a	Oberflächenenergie des Körpers a [mN/m]
γ_b	Oberflächenenergie des Körpers b [mN/m]
γ_{ab}	Grenzflächenenergie zw. den Körpern a und b [mN/m]
κ	Temperaturleitfähigkeit [m^2/s]
κ_1	Temperaturleitfähigkeit der Verbundwerkstoffprobe [m^2/s]
κ_2	Temperaturleitfähigkeit von Stahl [m^2/s]
λ	Wärmeleitfähigkeit [$W/m K$]
λ_1	Wärmeleitfähigkeit der Verbundwerkstoffprobe [$W/m K$]
λ_2	Wärmeleitfähigkeit von Stahl [$W/m K$]
μ	Reibungskoeffizient/Reibungszahl [1]
ω	Winkelgeschwindigkeit [$1/s$]
ρ	Dichte [kg/m^3]
ρ_b	berechnete Dichte [kg/m^3]
ρ_m	gemessene Dichte [kg/m^3]
ρ_C	Dichte des Verbundwerkstoffs [kg/m^3]
ρ_M	Dichte der Matrix [kg/m^3]
ρ_F	Dichte der Fasern [kg/m^3]
ρ_P	Dichte des polymeren Füllstoffs [kg/m^3]
σ	mechanische Spannung [N/mm^2]
σ_{DF}	Fließspannung [N/mm^2]
τ_{ab}	Scherfestigkeit der adhäsiven Kontakte [N/mm^2]
τ_s	Scherfestigkeit [N/mm^2]
φ_P	Porengehalt [%]
ϕ_M	Volumenanteil der Matrix [1]
ϕ_F	Faservolumengehalt [1]
ϕ_P	Volumenanteil des polymeren Füllstoffs [1]

1 Einleitung

Der Einsatz polymerer Verbundwerkstoffe als tribologisch beanspruchte Maschinenelemente gehört in vielen Bereichen zum Stand der Technik. Aufgrund ihrer Vielseitigkeit lassen sich diese Werkstoffe den Anforderungen einer Anwendung anpassen. Dies geschieht einerseits durch die Auswahl geeigneter, oft thermoplastischer Matrices, und andererseits durch das Einbringen entsprechender Füllstoffe, Verstärkungsfasern und Festschmierstoffe. Synergistische Effekte helfen, die Eigenschaften weit über die Wirkung der einzelnen Füllstoffe hinaus zu verbessern [1]. Die Vorteile polymerer Verbundwerkstoffe liegen unter anderem darin, dass sie z.B. als trockenlaufende Gleitlager ohne zusätzliche Schmierung eingesetzt werden können oder als geschmierte Gleitlager gute Notlaufeigenschaften aufweisen. Dadurch erschließen sich diesen Werkstoffen tribologische Anwendungen, in denen eine zusätzliche Schmierung nicht möglich oder unerwünscht ist [2].

Mit der fortschreitenden technischen Entwicklung werden immer leistungsfähigere und effizientere Systeme entwickelt. Damit ändern sich jedoch in aller Regel auch die Anforderungen an die verwendeten Werkstoffe, denn höhere Leistungsdichten in modernen Maschinen bringen meist auch eine Erhöhung der Belastungen der Werkstoffe und häufig der Betriebstemperaturen mit sich. Der Trend geht daher zu höher temperaturbeständigen technischen Thermoplasten und Hochleistungs-Thermoplasten sowie deren Verbundwerkstoffen. Bei sehr hohen oder sehr tiefen Temperaturen, z.B. in kryogenen Medien, im Vakuum oder in Luft können zur zuverlässigen Reduzierung der Reibung lediglich Festschmierstoffe verwendet werden [3]. Selbstschmierende polymere Verbundwerkstoffe erweitern hier die schmale Palette der Möglichkeiten. Solche extremen Umgebungsbedingungen herrschen heute hauptsächlich in der Raumfahrttechnik, jedoch gewinnt der Tieftemperaturbereich für Anwendungen mit dem Hintergrund alternativer Antriebe und Energiegewinnung (Wasserstofftechnologie) an Bedeutung [4, 5].

In extremen Umgebungsbedingungen und bei gleichzeitiger tribologischer Beanspruchung haben sich einige Hochleistungspolymere, wie z.B. Polyetheretherketon (PEEK) für Hochtemperaturanwendungen, und insbesondere Polytetrafluorethylen (PTFE) für Tieftemperaturanwendungen bewährt. Zum Beispiel wurden in Kryopumpen für Raketenantriebe erfolgreich PTFE-Verbundwerkstoffe als Lagerkäfige eingesetzt [3, 6–8]. Dichtungen für Tieftemperaturanwendungen bestehen heute meist aus virginalem PTFE oder modifiziertem PTFE. Daneben wird auch das im Vergleich zu PTFE weitaus hochpreisigere PCTFE (Polychlortrifluorethylen) z.B. als Ventilsitz verwendet [9].

Trotz der Erfahrungen mit verschiedenen Werkstoffen wurden in der Vergangenheit kaum Studien zum tribologischen Verhalten von Werkstoffen in extremen Umgebungsbedingungen, wie z.B. in kryogenen Medien, durchgeführt. Die wenigen veröffentlichten Studien stammen fast ausschließlich aus dem direkten Umfeld der Luft- und Raumfahrttechnik. Eine Studie [4] zum tribologischen Verhalten von ausgewählten Polymeren in flüssigem Stickstoff bestätigt den naheliegenden Effekt, dass durch die bei tiefen Temperaturen zunehmende Härte der Polymere, niedrigere Reibungskoeffizienten und geringerer Verschleiß festgestellt werden, was sich mit einer reduzierten realen Kontaktfläche erklären lässt. Die o.g. Studie bestätigt die bekannt guten Erfahrungen mit PTFE, zeigt aber auch, dass in kryogenen Medien manche Polymere durch ihre stark erhöhten Festigkeiten abrasiven Verschleiß an Metalloberflächen erzeugen können [4]. Dies verdeutlicht die Notwendigkeit systematischer Untersuchungen an Polymeren und polymeren Verbundwerkstoffen in kryogenen Medien. Für den sicheren Einsatz von neuen Werkstoffen in extremen Umgebungen muss das Eigenschaftsprofil über einen breiten Temperaturbereich bekannt sein, da während des Betriebs zum Teil mehrere Temperaturbereiche durchlaufen werden oder an eng aneinander grenzenden Orten stark differierende Bedingungen bezüglich Temperatur, umgebendes Medium oder mechanischer Beanspruchung herrschen.

Der angesprochene technologische Trend lässt sich anhand von Statistiken zum Kunststoffverbrauch [10] nicht belegen, da diese Werkstoffe aufgrund ihres geringen Volumens meist in der Rubrik "Sonstige Kunststoffe" inbegriffen sind. Detaillierte Marktinformationen zu einzelnen Kunststoffen, z.B. PTFE, in den spezifischen Anwendungsgebieten sind nur den Herstellern selbst zugänglich. Der Fluorpolymermarkt wuchs nach einer Studie [11–15] im Jahr 2001 um weniger als 3 %, und für die darauf folgenden drei Jahre wurde ein Wachstum um je bis zu ca. 5 % geschätzt. Da Fluorpolymere auch in anderen Branchen (Bauindustrie, Textilien) verstärkt zum Einsatz kommen, können zu den hier betrachteten Einsatzfeldern mit relativ geringem Volumen, wie z.B. Gleitlager oder Dichtungen, keine Aussagen abgeleitet werden.

In dieser Arbeit werden neue, systematisch variierte Werkstoffmischungen, basierend auf PTFE, verstärkt mit kurzen Kohlenstofffasern sowie einer zweiten, härteren Polymerkomponente, hinsichtlich ihrer tribologischen Eigenschaften bei Raumtemperatur experimentell untersucht. Parallel hierzu wurden die in dieser Arbeit zusammengestellten Werkstoffmischungen an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) ebenfalls hinsichtlich ihrer tribologischen Eigenschaften untersucht, jedoch in verschiedenen kryogenen Medien, darunter auch in flüssigem Wasserstoff. Für tribologische Anwendungen wichtige Werkstoffeigenschaften werden ebenfalls betrachtet.

2 Grundlagen und Stand der Technik

2.1 Grundlagen zu Reibung und Verschleiß

Reibung und Verschleiß beeinflussen das Zusammenspiel von im Kontakt befindlichen Oberflächen von Werkstoffpaarungen, die gegebenenfalls durch Zwischenschichten, z.B. durch Schmierstoffe, getrennt sind und relativ zueinander bewegt werden. In der Kontaktfläche wirkt eine Reibkraft, die der Bewegung entgegen wirkt. Zusätzlich bewirkt die Reibung einen Materialverlust der sich berührenden Körper, der als Verschleiß bezeichnet wird. Die Wissenschaft und Technik, die solche Wechselwirkungen zwischen Oberflächen und ggf. Zwischenschichten betrachtet, wird als Tribologie bezeichnet. Sie umfasst das Gesamtgebiet von Reibung und Verschleiß, einschließlich Schmierung, und schließt entsprechende Wechselwirkungen sowohl zwischen Festkörpern als auch zwischen Festkörpern und Flüssigkeiten oder Gasen mit ein [16].

Die technische Funktion von Maschinenelementen mit tribologischer Belastung, wie z.B. Gleitlager, besteht vorwiegend in der Übertragung von Kräften bei gleichzeitiger Relativbewegung gegenüber anderen Maschinenteilen. Das Ziel technischer Entwicklungen ist meist eine geringe Reibung der Anordnung und ein geringer Verschleiß der Maschinenelemente, woraus ein geringer Energieverlust und eine lange Bauteillebensdauer resultieren soll. Für die Entwicklung neuer Werkstoffe werden meist zuerst Modellversuche an einfachen Probengeometrien durchgeführt, wobei die Bedingungen der spezifischen Anwendung soweit wie möglich nachempfunden werden. Erst wenn durch Modellversuche aus einer Reihe von Werkstoffen wenige erfolgversprechende Kandidaten extrahiert wurden, werden Bauteilversuche oder Feldversuche durchgeführt. Der Grund hierfür liegt in dem wesentlich geringeren Aufwand, Kosten und Zeit.

Die Beschreibung von Reibungs- und Verschleißmechanismen in Modellen hat zum Ziel, den experimentellen Aufwand für eine Werkstoffauswahl oder für eine Bestimmung der Lebensdauer zu reduzieren. Reibungs- und Verschleißvorgänge können jedoch bis heute nicht befriedigend simuliert bzw. vorausberechnet werden, da eine vollständige mathematische Erfassung aller Einflussgrößen und aller physikalischen und chemischen Wechselwirkungen nicht möglich ist. Verschiedene empirische Berechnungsmodelle basieren auf zahlreichen Messungen und sind nur eingeschränkt gültig. Neue Ansätze in der Werkstoffentwicklung bedienen sich der künstlichen Neuronalen Netze und darauf basierender Software, um die Ausgangsgrößen der Tribofunktion vorherzusagen [17–20]. Als Eingangsgrößen werden hierzu möglichst viele relevante Werkstoffkennwerte der beteiligten Werkstoffe und eine möglichst gute Beschreibung der Belastungen anhand der Versuchsparameter verwendet.

2.1.1 Das tribologische System

Aufgrund der Vielzahl von Einflüssen, sind Reibung und Verschleiß keine Werkstoffeigenschaften, sondern vielmehr systembezogene Größen. Sie beziehen sich demnach immer auf ein bestimmtes tribologisches System, welches sich aus dem Beanspruchungskollektiv (Belastung, Bewegung, etc.) und der Struktur des Tribosystems (Grundkörper, Gegenkörper, Zwischenstoffe, Umgebungsmedium) zusammensetzt. Ausgangspunkt von tribologischen Untersuchungen ist daher immer zuerst eine Analyse des tribologischen Systems. Bild 2.1 veranschaulicht die allgemeine Beschreibung eines tribologischen Systems.

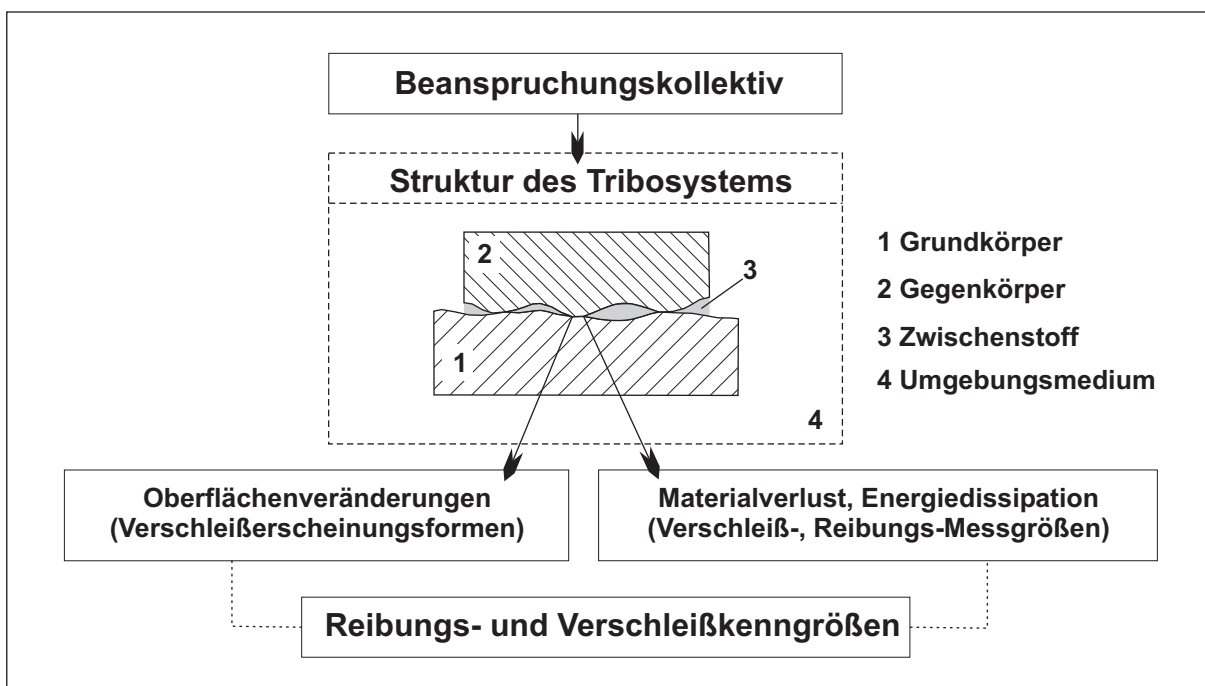


Bild 2.1: Schematische Darstellung eines tribologischen Systems [16]

Durch ihren Systemcharakter können Reibungs- und Verschleißmessgrößen streng genommen nicht auf andere Tribosysteme übertragen werden. Vergleiche zwischen Kenngrößen können daher in der Regel nur dann gezogen werden, wenn das gleiche oder ein möglichst ähnliches Tribosystem zugrunde liegt. In der Übertragbarkeit von Reibungs- und Verschleißkennwerten liegt daher eine der größten Schwierigkeiten bei Verschleißuntersuchungen. Eine ausführlichere Darstellung eines Tribosystems findet sich in der Fachliteratur [16, 21, 22].

2.1.2 Gleitreibung

Gleitreibung ist ein Prozess der Energiedissipation, der beim Gleiten von Festkörpern auftritt. Makroskopisch betrachtet lassen sich die Phänomene der ungeschmierten Gleitreibung durch die klassischen Reibungsgesetze nach Amontons und Coulomb beschreiben [23]. Aus diesen Gesetzen folgt u.a. eine dimensionslose Kennzahl, der Reibungskoeffizient f (auch Reibungszahl μ genannt), welche üblicherweise zur Charakterisierung der Reibung eines tribologischen Systems angegeben wird (Gl. 2.1) [16]. Der Reibungskoeffizient berechnet sich aus dem Quotienten von Reibungskraft F_R und Normalkraft F_N .

$$\mu = \frac{F_R}{F_N} \quad (2.1)$$

Die eigentlichen Mechanismen der Gleitreibung finden auf mikroskopischer bzw. auf molekularer und atomarer Ebene statt. Wesentlicher Bestandteil von neueren Reibungstheorien ist daher die Einbeziehung der Oberflächentopographie der beteiligten Oberflächen und damit verbunden die Unterscheidung von nomineller und wahrer Kontaktfläche [24]. Die nominelle bzw. scheinbare Kontaktfläche A_{nom} ist durch die äußerlichen Abmessungen der Reibpartner gegeben. Ein wirklicher Kontakt der Oberflächen ist jedoch nur in sehr viel kleineren Bereichen gegeben, und zwar dort, wo sich einzelne Rauigkeitsspitzen berühren. Die Anzahl und Größe dieser Mikrokontakte ist von der herrschenden Flächenpressung abhängig. Die Summe der Flächen in den Mikrokontakten wird reale Kontaktfläche A_{real} genannt. A_{real} ist daher proportional zum Verhältnis der Normalkraft zur Fließspannung unter Druckbelastung σ_{DF} (Gl. 2.2). Mit der realen Kontaktfläche lässt sich die spezifische Reibkraft je Flächeneinheit (Scherspannung σ) definieren (Gl. 2.3).

$$A_{real} \propto \left(\frac{F_N}{\sigma_{DF}}\right)^n \quad (2.2)$$

$$\sigma = \frac{F_R}{A_{real}} \quad (2.3)$$

Die für die Reibung zwischen den Partnern tribologischer Systeme verantwortlichen Wechselwirkungen sind hauptsächlich Adhäsion und Deformation [21]. Dabei werden oberflächennahe Werkstoffsegmente ausgelenkt. Durch das viskoelastische und plastische Deformationsverhalten kommt es durch die innere Reibung bzw. Dämpfung der Werkstoffe selbst (Hysterese) zu einer Umwandlung der mechanischen Arbeit in Wärme. Ferner können zu einem geringen Anteil auch Bruchvorgänge (innere Reibung und die Bildung von neuen Oberflächen), Schallemission und die mechanische Aktivierung von chemischen Reaktionen zur Energiedissipation beitragen.

Entsprechend verschiedener theoretischer Betrachtungen [21, 22, 25, 26] wird die Reibung zwischen Festkörpern vereinfachend als Summe einer adhäsiven Komponente $F_{R,adh}$ und einer deformativen Komponente $F_{R,def}$ betrachtet (Gl. 2.4). In den folgenden Abschnitten wird auf diese beiden Terme näher eingegangen.

$$F_R = F_{R,adh} + F_{R,def} \quad (2.4)$$

2.1.2.1 Adhäsion

Die adhäsive Komponente der Reibung resultiert aus molekularen Wechselwirkungen (Dispersionskräfte, Dipol-Orientierungskräfte, Induktionskräfte und Wasserstoffbrückenbildung) in den Bereichen der realen Kontaktfläche, in denen sich die berührenden Oberflächen hinreichend weit annähern. Diese Anziehungskräfte hängen hauptsächlich von der Molekularstruktur der beteiligten Werkstoffe ab. Da sie nur in der realen Kontaktfläche wirken, haben jedoch auch die mechanischen Eigenschaften (E-Modul, Härte und Fließspannung) indirekt einen Einfluss auf die adhäsive Reibung (Gl. 2.2).

Die Adhäsionskräfte selbst hängen von der Art der wirkenden Anziehungskräfte und deren Bindungsenergien ab. Verunreinigungen, Ablagerungen und Schmierstoffe beeinflussen die Adhäsion, indem sie die Oberflächen durch eine Zwischenschicht voneinander trennen. Aus den spezifischen Oberflächenenergien γ_a und γ_b der Oberflächen (a, b) und der Grenzflächenenergie γ_{ab} lässt sich über eine Energiebilanz die Adhäsionsarbeit W_{ab} berechnen (Gl. 2.5). Sie entspricht der Energie, die zum Trennen adhäsiver Kontakte erforderlich ist und dabei in Reibungswärme umgewandelt wird.

$$W_{ab} = \gamma_a + \gamma_b - \gamma_{ab} \quad (2.5)$$

Mit Hilfe der Adhäsionsarbeit lässt sich die adhäsive Reibungskomponente wie folgt darstellen. Die adhäsive Reibkraft $F_{R,adh}$ ist proportional zur realen Kontaktfläche A_{real} und der Scherfestigkeit τ_{ab} der adhäsiven Kontakte (Gl. 2.6).

$$F_{R,adh} = \frac{dW_{ab}}{dx} A_{real} = \tau_{ab} \cdot A_{real} \quad (2.6)$$

Weiterhin ist hier auch die Scherfestigkeit τ_s der beiden beteiligten Gleitpartner von Bedeutung. Ist die Scherfestigkeit eines der beiden Gleitpartner geringer als die des adhäsiven Kontaktes τ_{ab} , so verlagert sich der Gleitvorgang in den weniger festen Werkstoff und es tritt sog. adhäsiver Verschleiß auf. Mit der adhäsiven Reibungskomponente sind jedoch auch deformative Anteile verbunden, denn die Scherspannungen induzieren ebenfalls eine Deformation der in Kontakt befindlichen Oberflächen.

Einen weiteren Einfluss auf die adhäsive Reibungskomponente hat die für die Ausbildung eines Materialkontaktes zur Verfügung stehende Zeit. Steht dem Materialkontakt mehr Zeit zur Verfügung, so kann sich die reale Kontaktfläche aufgrund der Adhäsionskräfte und aufgrund des viskoelastischen Materialverhaltens vergrößern [21].

2.1.2.2 Deformation

Die deformative Komponente der Reibung beruht auf elastischen und plastischen Deformationen oberflächennaher Werkstoffbereiche, die in den Mikrokontakten und deren unmittelbarer Umgebung stattfinden. Hierzu wurde eine Reihe von Theorien entwickelt, die die elastisch/plastische Auslenkung von Rauigkeitsspitzen modellhaft beschreiben. Zugrunde gelegt werden hierfür verschiedene Kontaktmodelle wie z.B. der Kugel/Platte-, Ebene/Kegel- oder Kugel/Kugel-Kontakt, sowie teilweise rein elastische oder rein plastische Verformungen.

Beim Gleitkontakt von Polymer/Metall-Paarungen [26] müssen insbesondere die viskoelastischen Eigenschaften des Polymers berücksichtigt werden. Die wesentlich festeren Rauigkeitserhebungen des Stahlreibpartners bewirken eine periodische Auslenkung von Polymersegmenten, werden jedoch selbst kaum verformt. Sowohl bei elastischer als auch bei plastischer Deformation wird ein großer Teil der Reibungsarbeit durch den mechanischen Verlustfaktor $\tan\delta$ (bei linear visko-elastischen Werkstoffverhalten) des Polymers bestimmt. Der Reibungskoeffizient ist demnach proportional zur eingebrachten mechanischen Arbeit und zum mechanischen Verlustfaktor. Bei Moore [27] (Gl. 2.7) ist die Reibung proportional zum Verhältnis der Belastung p zum E-Modul des polymeren Werkstoffs und zum mechanischen Verlustfaktor $\tan\delta$. Das Verhältnis von Belastung zu Steifigkeit entspricht dabei einem der realen Kontaktfläche proportionalen Faktor. Im Modell von Briscoe und Tabor [28] (Gl. 2.8) ist der Reibungskoeffizient proportional zum dissipierten Anteil der elastischen Deformationsarbeit.

$$\mu \propto \tan \delta \cdot \frac{p}{E} \quad (2.7)$$

$$\mu \propto \tan \delta \cdot W_{def,el.} \quad (2.8)$$

In anderen detaillierteren Reibungstheorien wird die deformative Reibungskomponente weiter aufgeteilt in die Anteile von elastischer Deformation, plastischer Deformation und Materialtrennung, z.B. durch Furchung oder Mikropflügen. In Modellen von Zum Gahr und Hornbogen [29, 30] wird die Abhängigkeit des Reibungskoeffizienten von Bruchvorgängen in spröden Werkstoffen mit Hilfe der Bruchzähigkeit K_{Ic} beschrieben.

2.1.3 Gleitverschleiß

Nach einer allgemeinen Definition ist Verschleiß der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers, hervorgerufen durch mechanische Ursachen, d.h. Kontakt und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers [16]. Beim Gleitverschleiß findet der Materialverlust an den aneinander abgleitenden Oberflächen zweier Festkörper statt. Hierbei sind verschiedene physikalische und ggf. chemische Prozesse beteiligt, die sich auf mikroskopischer Ebene abspielen.

Um die Verschleißigenschaften von tribologischen Systemen zu quantifizieren, werden Verschleißprüfungen durchgeführt. Der Verschleiß wird anhand von sog. Verschleißmessgrößen erfasst, die die Gestalt oder das Gewicht eines Körpers verändern. Verschleißmessgrößen sind direkt aus einem Verschleißexperiment messbare Größen und sind dem Verschleiß proportional, wie z.B. die Höhenänderung Δh oder der Massenverlust Δm einer Probe. Verschleißmessgrößen können direkt als Kenngrößen zum Vergleich herangezogen werden. Die sog. Verschleißraten sind Größen, die auf eine bestimmte Bezugsgröße, wie z.B. der Zeit oder den Gleitweg, bezogen sind (Gl. 2.9, 2.10). Sie haben eine größere Bedeutung für die Praxis, da sich mit ihnen die Standzeiten von Bauteilen sehr einfach näherungsweise berechnen lassen.

$$\dot{W}_t = \frac{\Delta h}{t} \quad (2.9)$$

$$W_s = \frac{\Delta V}{F_N \cdot s} = \frac{\dot{W}_t}{p \cdot v} \quad (2.10)$$

\dot{W}_t	lineare Verschleißrate [$\mu\text{m}/\text{h}$]
W_s	spezifische Verschleißrate [$\text{mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$]
Δh	Höhenänderung der Verschleißprobe [μm]
t	Versuchsdauer [h]
ΔV	Volumenänderung durch Verschleiß [mm^3]
F_N	Normalkraft [N]
s	Verschleißweg [m]
$p \cdot v$	”pv-Produkt”: Flächenpressung [MPa] x Gleitgeschwindigkeit [m/s]

Für den Vergleich von Verschleißuntersuchungen ist neben den Belastungs- und Umgebungsparametern auch das Überdeckungsverhältnis von nominaler Probenfläche zur überstrichenen Gegenkörperfläche von Bedeutung. Dieses Verhältnis bestimmt die Dauer der Einlaufphase. Weiterhin bestimmt es auch die Temperatur in der Kontaktfläche, denn durch eine größere Gegenkörperfläche wird die Reibungswärme bei ansonsten gleichen Bedingungen und Werkstoffen besser abgeleitet.

2.1.3.1 Verschleißmechanismen

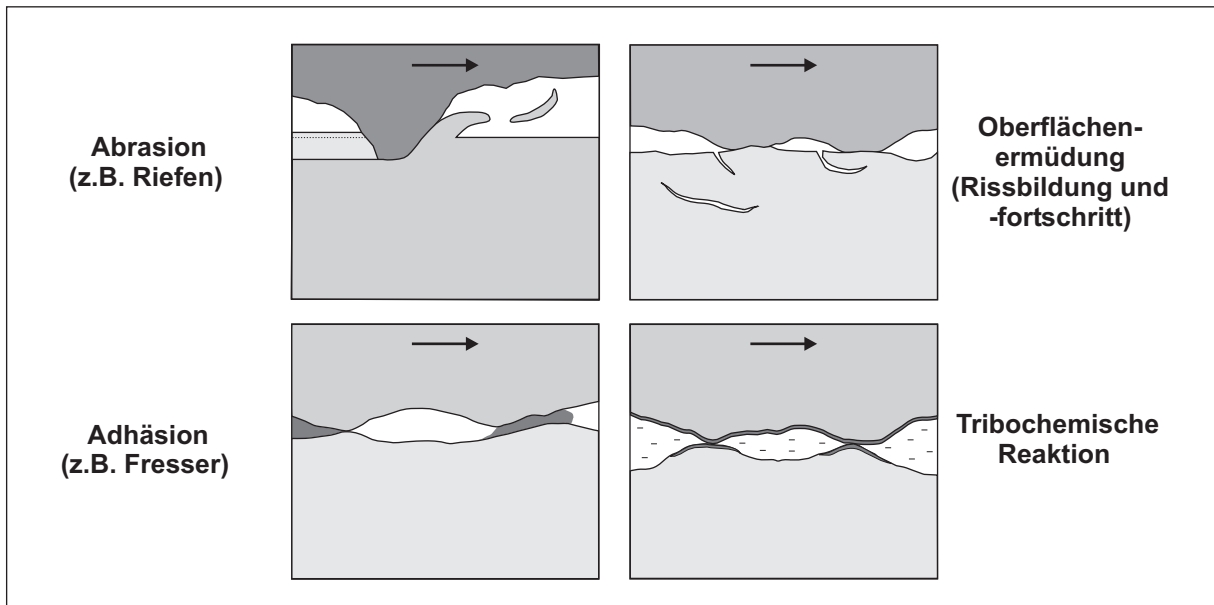


Bild 2.2: Allgemeine schematische Darstellung der vier Hauptverschleißmechanismen [22, 31]

Verschleiß wird, mikroskopisch betrachtet, durch verschiedene, teilweise gleichzeitig ablaufende physikalische und chemische Mechanismen verursacht. Diese werden in vier Hauptverschleißmechanismen (Bild 2.2) unterteilt und im Folgenden erläutert:

Adhäsiver Verschleiß ist eine Verschleißerscheinungsform, bei der starke Adhäsionskräfte eine Trennung von Grenzflächenhaftverbindungen auf atomarer Ebene bewirken. Bei reinen Polymeren tritt bei ausreichend glatten Gegenkörpern hauptsächlich adhäsiver Verschleiß auf. Mit steigender Rauigkeit des Gegenkörpers nimmt der adhäsive Verschleiß ab und es kommt verstärkt zu abrasivem Verschleiß.

Abrasiver Verschleiß tritt auf, wenn durch Rauigkeitsspitzen, z.B. einer rauen Gegenkörperoberfläche, der Grundkörper lokal so stark verformt wird, dass sich Mikrospäne und Riefen bilden können. Diese Art des Verschleißes tritt auch auf, wenn sich harte und ggf. scharfkantige, sprich abrasive, Partikel in der Kontaktzone befinden.

Ermüdungverschleiß ist eine durch wiederholte mechanische Beanspruchung entstehende Verschleißform. Die wiederholte Deformation einer Kontaktzone führt dabei zur Bildung von oberflächennahen Rissen und Brüchen im Werkstoff. Erreichen diese Risse nach einer gewissen Zeit eine kritische Größe, so werden die entstehenden Partikel durch die Gleitbewegung aus der Werkstoffoberfläche herausgerissen. Diese Verschleißform tritt bei Polymeren und polymeren Verbundwerkstoffen häufig auf.

Tribochemischer Verschleiß liegt dann vor, wenn durch eine thermisch oder mechanisch hervorgerufene Aktivierung einer Werkstoffoberfläche eine chemische Reaktion zwischen den Festkörpern oder zwischen einem der Festkörper und einem Zwischenmedium stattfinden kann. Je nachdem welche Eigenschaften die neu gebildete Grenzschicht aufweist, kann dadurch eine Steigerung oder Minderung der Verschleißbeständigkeit des Tribosystems die Folge sein [32–34].

2.1.4 Reibung und Verschleiß polymerer Faserverbundwerkstoffe

Eine gängige Methode zur Verbesserung von Reibungs- und Verschleißigenschaften von meist technischen Thermoplasten oder Hochleistungsthermoplasten ist die Modifizierung mit entsprechenden Füll- und Verstärkungsstoffen und auch Festschmierstoffen [17]. Schon die Reibungs- und Verschleißmechanismen von reinen Polymeren sind sehr komplexe Wechselwirkungen, die fast immer nur teilweise erfasst werden können. In Verbundwerkstoffen ergeben sich angesichts der Anwesenheit mehrerer Komponenten viele weitere Wechselwirkungsmöglichkeiten. Einige dieser Mechanismen, mechanisch/geometrisch bedingter Art, können anhand von mikroskopischen Aufnahmen von verschlissenen Werkstoffoberflächen erkannt werden. Bild 2.3 zeigt eine schematische Darstellung von Verschleißmechanismen in unidirektional verstärkten Faserverbundwerkstoffen für zwei der drei Haupt-Faserorientierungen [35–37].

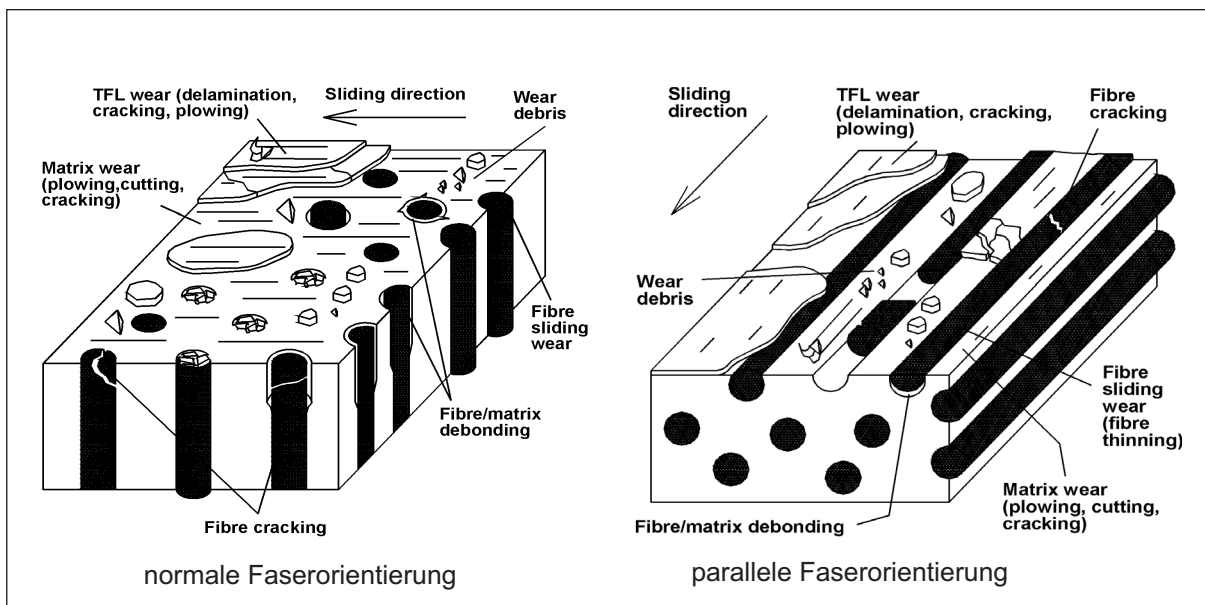


Bild 2.3: Darstellung von Verschleißmechanismen in Verbundwerkstoffen in Abhängigkeit der Faserorientierung [35–37]

Die Faserorientierung hat großen Einfluss auf den Verschleiß von Faserverbundwerkstoffen. Dieser Einfluss wurde in experimentellen Arbeiten [35, 38] untersucht. In dieser Studie wurden unidirektional verstärkte PEEK/CF-Verbundwerkstoffe in den drei Hauptachsen (n- (normal), p- (parallel) und ap-Orientierung (antiparallel)) hinsichtlich Reibung und Verschleiß sowie Verschleißmechanismen beim Gleitverschleiß gegen Stahlgegenkörper untersucht. In diesem Beispiel ist der Verschleiß und die Reibung bei paralleler Faserorientierung am geringsten und bei normaler Faserorientierung am höchsten. Bei paralleler und antiparalleler Faserorientierung findet vorwiegend sog. Faserdünnung statt. Sobald dabei die Faserdicke ein kritisches Maß unterschreitet, brechen die Fasern und Bruchstücke können durch den Gegenkörper herausgerissen werden. Bei p-Orientierung sind kaum Querkräfte vorhanden, die die Fasern oder deren Bruchstücke aus dem Faserbett reißen könnten. Aus diesem Grund ist der Verschleiß bei p-Orientierung etwas geringer als bei antiparalleler Faserorientierung. Bei n-Orientierung hat die Belastung der Probe Einfluss auf den Verschleiß der Fasern. Bei sehr hohen Flächenpressungen werden z.B. mehr Faserenden brechen als bei geringen Flächenpressungen. Die Faserbruchstücke verursachen wiederum erhöhten abrasiven Verschleiß der Matrix.

In kurzfaserverstärkten Verbundwerkstoffen ist idealerweise keine Vorzugsrichtung der Faserorientierung vorhanden. Die gleichen Mechanismen treten an den einzelnen, jeweils unterschiedlich orientierten Fasern, gleichzeitig auf. Je nach Faserlänge, Faser/Matrix-Haftung und Matrixeigenschaften können hier verschiedene Faserorientierungen von Vorteil für die Verschleißbeständigkeit oder die Reibung sein.

Wie für die Fasern beschrieben, treten ähnliche Mechanismen auch bei Partikelverstärkungen auf. Neben den mechanischen Eigenschaften der Partikel (insb. Härte, E-Modul, Festigkeiten und Oberflächenenergie) ist insbesondere auch deren Größe ausschlaggebend für die auftretenden Verschleißmechanismen. Das Verhältnis von Rauigkeit der Gegenkörperoberfläche zur Partikelgröße muss ausschließen, dass ganze Partikel aus dem Verbund herausgerissen werden können.

2.1.5 Kryotribologie

Bei tribologischen Prozessen in kryogenen Medien sind die thermischen Wärmeübergangsverhältnisse im Reibkontakt von Bedeutung. Die Reibleistung in der Kontaktfläche und der Wärmeübergang von der Gegenkörperscheibe auf das Kühlmedium sowie die thermische Leitfähigkeit der Probe bestimmen die in der Kontaktfläche auftretenden Temperaturen, die trotz der umgebenden kalten Medien sogar einige 100 K über der umgebenden Flüssigkeit liegen können [39]. Je nach Reibleistung kommt es

in der Kontaktfläche zum Blasensieden oder Filmsieden. Beim Filmsieden bildet sich ein zusammenhängender Dampffilm innerhalb der Kontaktfläche, wobei beim Wärmeübergang an das Gas die Verdampfungswärme nicht mehr zur Kühlung ausgenutzt wird. Bei solchen thermischen Verhältnissen in der Kontaktzone können Kontakttemperaturen über Raumtemperatur entstehen. Für tribologische Experimente in kryogenen Medien stellt daher der Beginn des Filmsiedens die Grenze für eine sinnvolle Wahl der Versuchsparameter dar [39]. Bei noch höheren Reibleistungen können sogar Verhältnisse vergleichbar zu denen bei Raumtemperatur auftreten.

Einige wichtige Eigenschaften kryogener Medien sind in der folgenden Tabelle (Tab. 2.1) aufgelistet. Der Vergleich der Werte zeigt, dass LN_2 und LH_2 (flüssiger Stickstoff bzw. flüssiger Wasserstoff) im Vergleich zu LHe (flüssiges Helium) eine bessere Kühlwirkung besitzen. Sowohl die Verdampfungswärme als auch die Wärmeleitfähigkeit liegen deutlich höher als bei LHe . In Verschleißexperimenten in LHe treten Blasensieden und Filmsieden bereits bei niedrigeren Reibleistungen auf als in LN_2 oder LH_2 . Die Viskosität dieser Kühlmedien ist sehr gering und nach [9] nicht ausreichend, um eine ausgebildete hydrodynamische Schmierung zu erreichen. Die Wirkung der Kühlmedien ist daher weitestgehend auf die Abfuhr der Reibungswärme und auf den erleichterten Abtransport von Verschleißpartikeln beschränkt, ohne hierbei jedoch mögliche chemische Wechselwirkungen in Betracht zu ziehen.

Tabelle 2.1: Eigenschaften von kryogenen Medien [40]

Eigenschaft	LN_2	LH_2	LHe
Siedetemperatur $T_S [K]$	77,3	20,4	4,2
Dichte bei $T_S [kg/m^3]$	804,2	70,8	124,8
Verdampfungswärme bei $T_S [kJ/kg]$	199,1	446,5	20,9
Wärmeleitfähigkeit der Flüssigkeit bei $T_S [10^{-3} W/mK]$	139,8	119	27,2
Viskosität der Flüssigkeit bei $T_S [^\circ C]$	1650	133	35
Chemische Aktivität	inert	reduzierend	inert

2.2 Tribologisch relevante Kunststoffe

Für tribologische Anwendungen werden meist Technische Thermoplaste oder Hochtemperatur-Thermoplaste eingesetzt, da durch die Reibungswärme in der Regel in der Kontaktfläche hohe Temperaturen herrschen. Ein Großteil der Reibungswärme wird über den meist metallischen Gegenkörper abgeführt. Zusätzliche Wärme entsteht durch Vibrationen und die viskoelastischen Werkstoffeigenschaften von Polymeren.

Bild 2.4 zeigt eine verbreitete Darstellung der am häufigsten verwendeten Thermoplaste und deren Einordnung nach ihrer Dauergebrauchstemperatur in "Standard-", "Technische-" und "Hochtemperatur-Thermoplaste". Polyamid (PA) und Polyoxymethylen (POM) sind die am häufigsten eingesetzten Werkstoffe für tribologische Anwendungen im Temperaturbereich bis ca. 120°C. Sie werden als reine Kunststoffe verwendet und für höhere Belastungen mit Verstärkungsfasern (meist Glasfasern) und ggf. Schmierstoffen (PTFE, MoS₂) modifiziert. Für trockenlaufende Gleitlager oder Gleitelemente haben sich insbesondere POM, PA und PEEK bewährt.

Flüssigkristalline Polymere (LCP) werden für filigrane Präzisionsbauteile verwendet. In der Schmelze besitzen LCP's eine geringe Viskosität und eignen sich daher für den Präzisionsspritzguss. Bauteile aus LCP bieten eine sehr hohe Steifigkeit und Formstabilität [41, 42]. Ihre Dauergebrauchstemperatur liegt bei 240°C.

PEEK, Polyimid (PI) und Polybenzimidazol (PBI) gehören zu den teuersten Polymeren und werden nur dort eingesetzt, wo die technische Funktion mit anderen Kunststoffen nicht erreicht werden kann oder die Kostenfrage im Hintergrund steht. PEEK wird nahezu universell eingesetzt, da es neben hervorragenden mechanischen und tribologischen Eigenschaften auch über eine sehr gute chemische Beständigkeit verfügt.

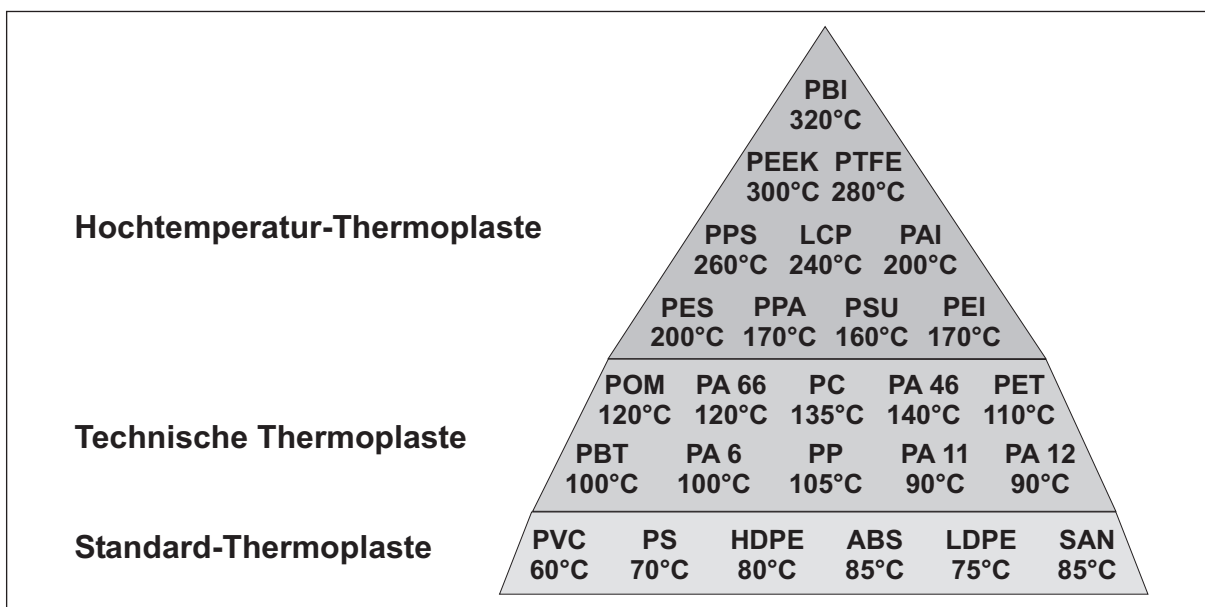


Bild 2.4: Dauergebrauchstemperaturen von Kunststoffen

Seltener wird die Eignung von Kunststoffen in der anderen Richtung, für den Einsatz bei tiefen Temperaturen, betrachtet. Bild 2.5 gibt eine Übersicht über Werkstoffe, die in der Dichtungstechnik unter extremen Umgebungsbedingungen eingesetzt werden. Die Temperatureinsatzgrenze hin zu hohen Temperaturen wird bei Dichtungswerk-

stoffen meist durch hohe Verformungen unter Last bzw. die Wärmeformbeständigkeit beschränkt. Bei tiefen Temperaturen hingegen beschränkt die zunehmende Sprödigkeit und mangelnde Flexibilität der meisten Werkstoffe deren Einsatz. Wie aus der Werkstoffpalette in Bild 2.5 zu entnehmen ist, werden für die Anwendung bei tiefen Temperaturen neben UHMW-PE ausschließlich Fluorpolymere und deren Verbundwerkstoffe verwendet [43].

Beim Vergleich der Aussagen von Dichtungsherstellern fällt auf, dass in den Produktbeschreibungen unterschiedliche Angaben zur Einsatzgrenze bei Tieftemperaturanwendungen gemacht werden. Dies liegt wahrscheinlich einerseits an einem unvollständigen Erfahrungsschatz und andererseits an vorsichtigen Zusagen den Kunden gegenüber. Daraus lässt sich aber auch schließen, dass in diesem Bereich noch Bedarf an experimentellen Untersuchungen vorhanden ist.

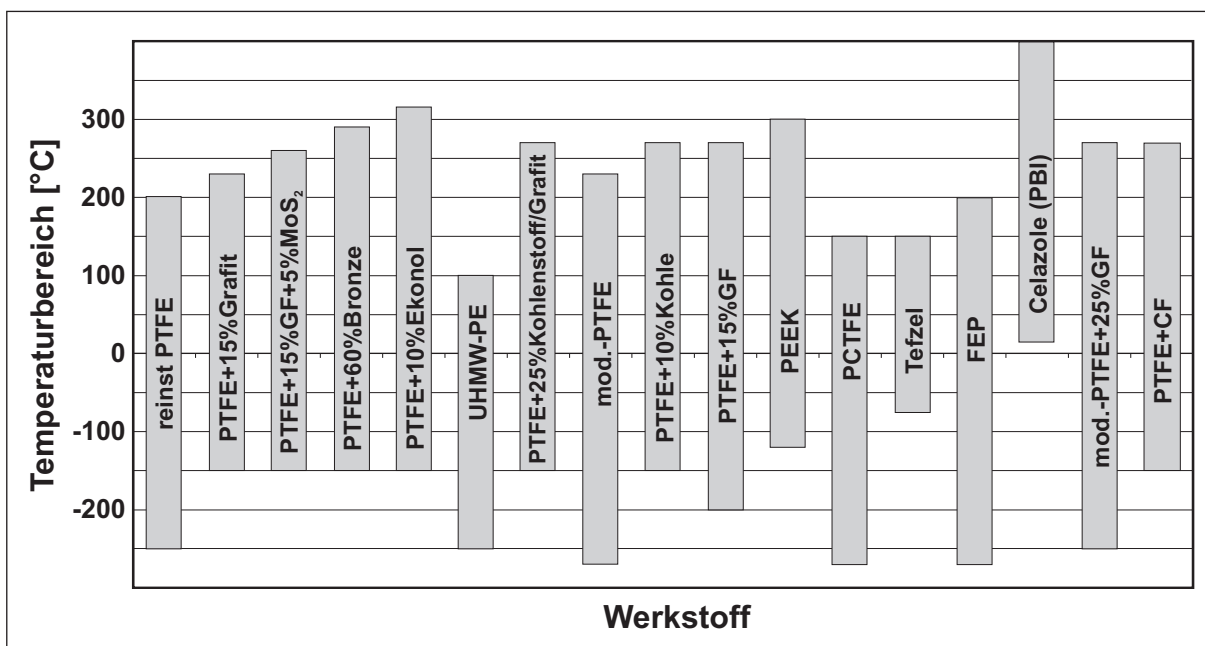


Bild 2.5: Temperatureinsatzgrenzen von Werkstoffen in der Dichtungstechnik [43]

2.2.1 PTFE-PEEK-Verbundwerkstoffe

PTFE- und PEEK-basierende Verbundwerkstoffe wurden bereits in der Vergangenheit untersucht. Immer wieder wurden neue Füllstoffe und Füllstoffkombinationen gefunden, welche die tribologischen Eigenschaften der reinen Polymere verbessern. Die in dieser Arbeit verwendeten sehr ähnlichen Werkstoffe, PTFE/PEEK-Compounds ohne Faserverstärkung sowie PTFE/CF-Compounds, wurden bereits von Lu et al. und Briscoe bzw. Bahadur, Bijwe und einigen anderen Wissenschaftlern untersucht [44–46].

Generell lässt sich festhalten, dass beide Füllstoffe, PEEK und CF, die Verschleißbeständigkeit von PTFE um ein Vielfaches verbessern. Eine Faserverstärkung mit CF bewirkt in der Regel jedoch auch eine Erhöhung des Reibungskoeffizienten.

Der Einfluss des PTFE-Anteils auf das Reibungs- und Verschleißverhalten von PEEK/PTFE-Werkstoffen wurde in der o.g. Studie von Lu [44] betrachtet. Die Experimente erfolgten bei Standardparametern von 1 m/s, 1 MPa und Raumtemperatur. Die Ergebnisse sind in Bild 2.6 dargestellt. Im Diagramm ist zu sehen, dass reines PEEK (0 % PTFE) im Gleitkontakt mit einem Stahlgegenkörper einen vergleichsweise hohen Reibungskoeffizienten von ca. 0,42 aufweist. Mit steigendem PTFE-Gehalt fällt der Reibungskoeffizient zunächst auf ein Minimum von ca. 0,25 bei einem PTFE-Gehalt von 15 Vol.% ab. Der geringste Reibungskoeffizient stellt sich jedoch bei reinem PTFE (100 % PTFE) ein und beträgt ca. 0,2. Die spezifische Verschleißrate von PEEK beträgt bei diesen Versuchsparametern $1,2 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$. Bereits kleine Mengen an PTFE verbessern die Verschleißbeständigkeit deutlich. Reines PTFE zeigt die bekannt schlechte Verschleißrate von ca. $6 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$. Wie aus dem Diagramm hervorgeht, liegt das optimale Mischungsverhältnis bei 10 bis 20 Vol.% PTFE.

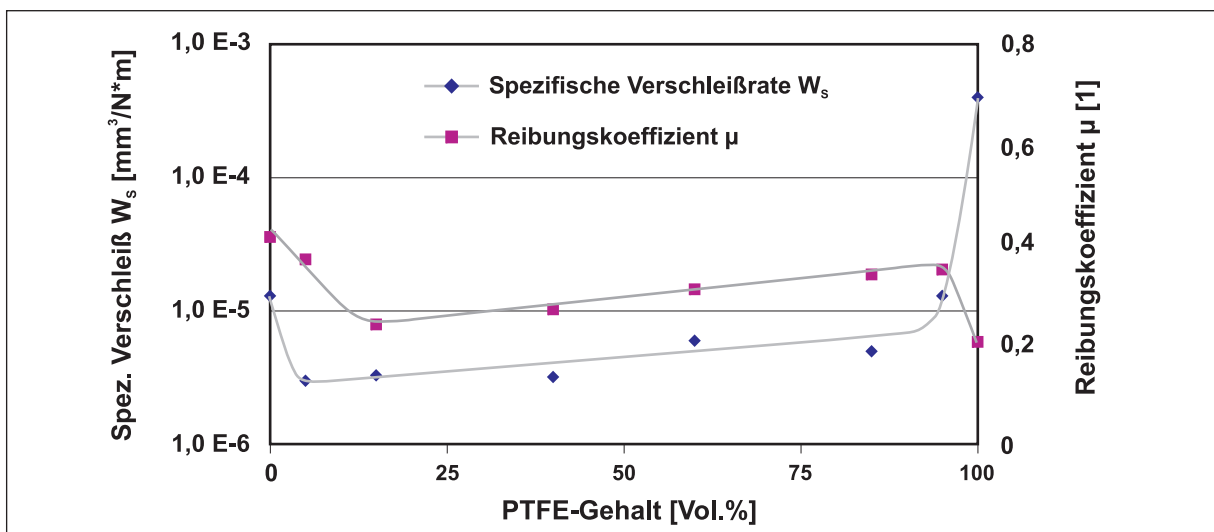


Bild 2.6: Spezifische Verschleißrate und Reibungskoeffizient als Funktion des PTFE-Gehaltes (1 MPa, 1 m/s, RT) [44]

Liegen PTFE-Partikel in der PEEK Matrix vor (Bild 2.7), so werden die PTFE-Partikel in der Kontaktfläche durch Scherung stark verformt und auf den Gegenkörper als Transferfilm übertragen. Dieser Transferfilm hat dämpfende und reibungsmindernde Eigenschaften und bewirkt eine signifikante Verringerung der spezifischen Verschleißrate. Liegt dagegen der PEEK-Anteil als Partikel in der PTFE-Matrix vor, so tritt abrasiver

Verschleiß der Matrix auf. Die relativ harten PEEK-Partikel in der Kontaktfläche hinterlassen dabei in der weichen PTFE-Matrix tiefe Furchen. Gemäß dieser Modellvorstellung bilden sich in beiden Fällen verschieden dicke Transferfilme aus, die entscheidenden Einfluss auf das Reibungs- und Verschleißverhalten dieses Materialsystems haben.

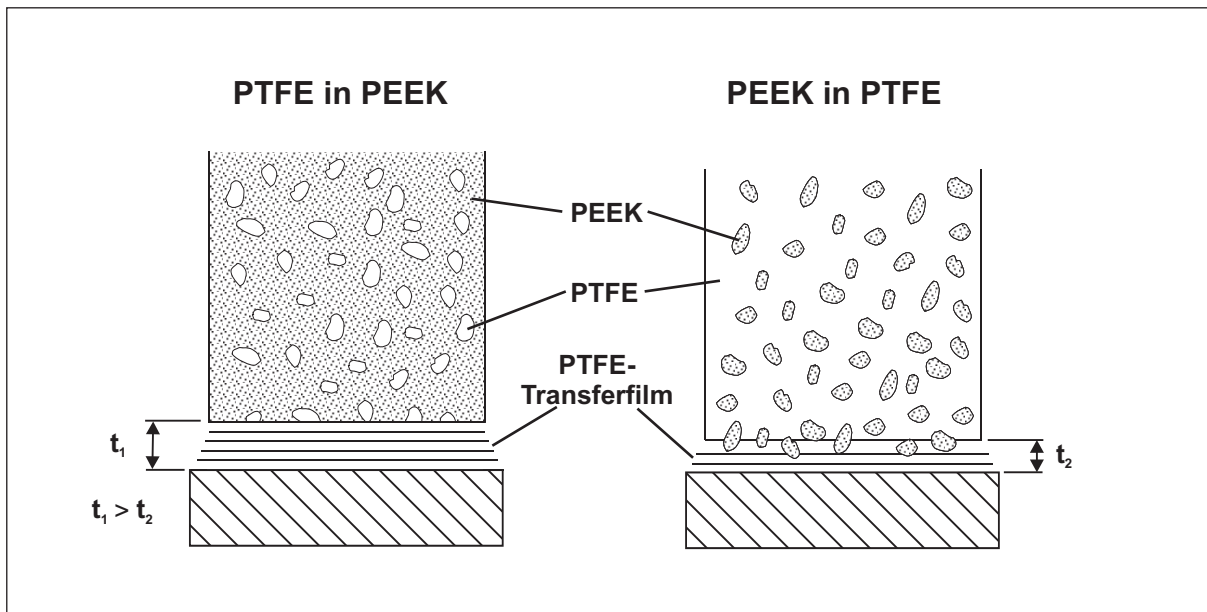


Bild 2.7: Dicke des Transferfilms bei PTFE/PEEK-Compounds mit gegensätzlichen Mischungsverhältnissen [47]

2.2.1.1 Transferfilmbildung bei PTFE und PTFE-Compounds

In vielen Fällen bildet sich auf dem härteren der beiden Reibpartner ein sogenannter Transferfilm aus. Dieser besteht meist vorwiegend aus dem weicheren Reibpartner, wobei aber auch Abrieb des Gegenkörpers und im Falle von Verbundwerkstoffen auch Teile der Füll- und Verstärkungsstoffe darin gebunden sind. Ein klassisches Beispiel ist insbesondere die Transferfilmbildung beim Gleitverschleiß von reinem PTFE [45, 48–51].

Die Bilder 2.8 und 2.9 stellen den kristallinen Aufbau von PTFE und die Transferfilmbildung auf einer glatten Oberfläche schematisch dar [52]. Die Bildung des Transferfilms von reinem PTFE wird im Allgemeinen so erklärt, dass durch den kristallinen und molekularen Aufbau des PTFE einzelne Lamellen sehr leicht voneinander abgleiten können und sich aufgrund von Adhäsionskräften auf metallischen Oberflächen festsetzen [47, 53, 54]. Daraus ergibt sich einerseits der geringe Reibungskoeffizient und andererseits die geringe Verschleißbeständigkeit von reinem PTFE.

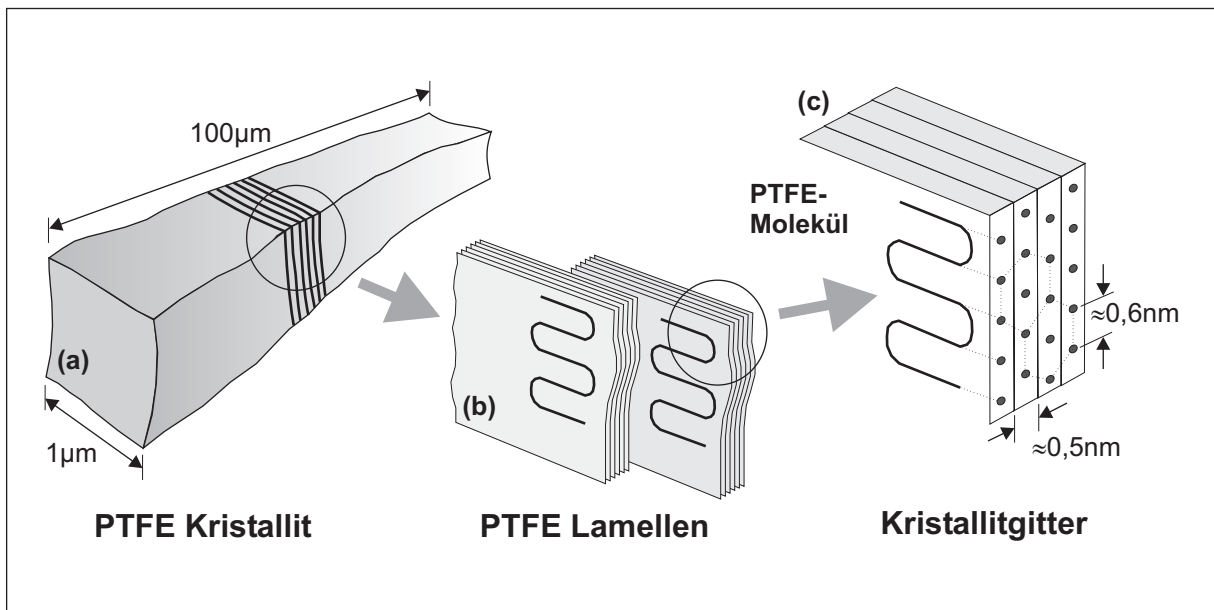


Bild 2.8: Schematische Darstellung der kristallinen Struktur von PTFE [52]

Metallische Füllstoffe, insbesondere Bronze, bewirken eine starke Verbesserung der Verschleißbeständigkeit, wobei ein geringer Reibungskoeffizient beibehalten wird. Die Gründe für diesen Effekt sind komplex und sicherlich teilweise bedingt durch die verbesserte Wärmeleitung dieser Werkstoffe. Nach einem Modell von Gong tragen die Metallpartikel jedoch auch zu einer verbesserten Haftung der PTFE-Lamellen auf dem Substrat bei und bilden somit einen stabileren Transferfilm (Bild 2.9) [48]. Tanaka ermittelte die Dicke des Transferfilms von reinem PTFE im Gleitkontakt mit einer polierten Stahloberfläche bei $0,1\text{ m/s}$ und $1,4\text{ MPa}$ bzw. $7,1\text{ MPa}$ [49]. Der gemessene Transferfilm erreichte hier bereits nach 100 Umdrehungen eine stationäre Dicke zwischen 250 und 300 nm . Die Messung der Transferfilmdicke erfolgte bei Tanaka mit einem kapazitivem Sensor.

PTFE/PEEK-Verbundwerkstoffe wurden von Lu et al. sowie Briscoe untersucht [45, 47]. In beiden Arbeiten wird eine Verbesserung der Verschleißbeständigkeit durch Mischen beider Werkstoffe erreicht. Als optimales Mischungsverhältnis wird der Bereich zwischen 10 bis $20\text{ Vol.}\%$ PTFE angegeben, in dem minimale Verschleißraten und auch geringe Reibungskoeffizienten erreicht werden [44]. Reibungskoeffizienten werden hier anhand eines Modells zur Transferfilmbildung einerseits für den Fall eines PEEK-Werkstoffes mit inkorporierten PTFE-Partikeln und andererseits für den umgekehrten Fall erklärt. Im ersten Fall kann sich ein dickerer und effektiverer Film aus PTFE bilden, im zweiten Fall bilden die PEEK-Partikel den Kontakt zu dem mit einem dünnen Transferfilm überzogenen Gegenkörper [44].

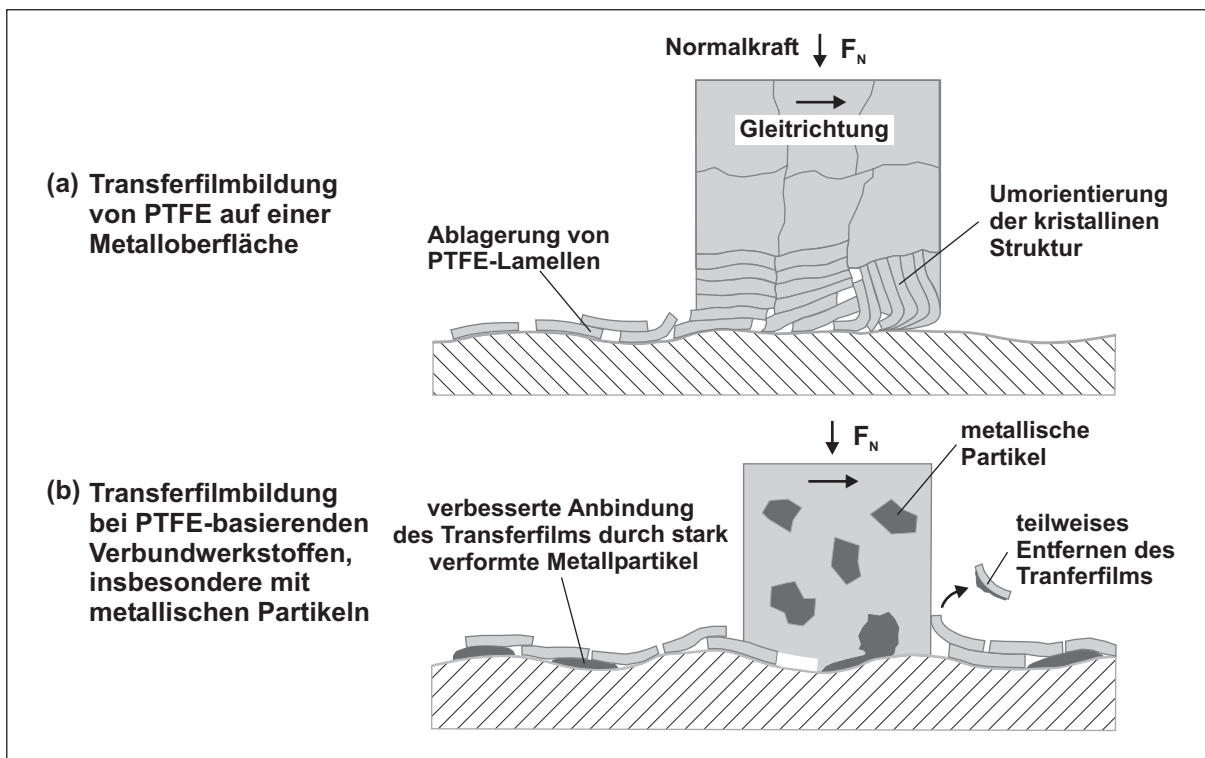


Bild 2.9: Schematische Darstellung der Bildung von Transferfilmen (a) bei PTFE und (b) bei gefüllten, insbesondere mit Bronze gefüllten PTFE-Compounds [48,52]

PTFE/CF-Verbundwerkstoffe werden ebenfalls in der Literatur behandelt [46, 55, 56]. Tevrüz berichtet ebenfalls von einem Transferfilm beim Gleitverschleiß von PTFE/35%CF gegen eine Stahlwelle. Eine Aussage zum zeitlichen Verlauf des Reibungskoeffizienten erfolgt hier nicht. Generell wird bei vielen tribologischen Untersuchungen an PTFE und PTFE-Verbundwerkstoffen der gebildete Transferfilm erwähnt, jedoch weniger detailliert betrachtet.

2.2.2 Tieftemperaturverhalten von PTFE und PEEK

PTFE hat gegenüber den meisten anderen technischen Kunststoffen den Vorteil, dass es selbst bei extrem tiefen Temperaturen in kryogenen Medien nicht versprödet. Es ist daher ein bewährter Werkstoff für Dichtungen und Gleitelemente für die Anwendung bei tiefen Temperaturen [3, 6–8, 43].

Die mechanischen Eigenschaften Steifigkeit, Härte und Zugfestigkeit sind stark temperaturabhängig und nehmen zu tiefen Temperaturen hin zu. Im folgenden Diagramm (Bild 2.10) sind DMTA-Ergebnisse von PTFE und PEEK bis zu 4,2 K dargestellt. Daraus geht hervor, dass PTFE und PEEK ab ca. -125°C (bzw. 175 K) nahezu den gleichen E-Modul (ca. 6 GPa) besitzen.

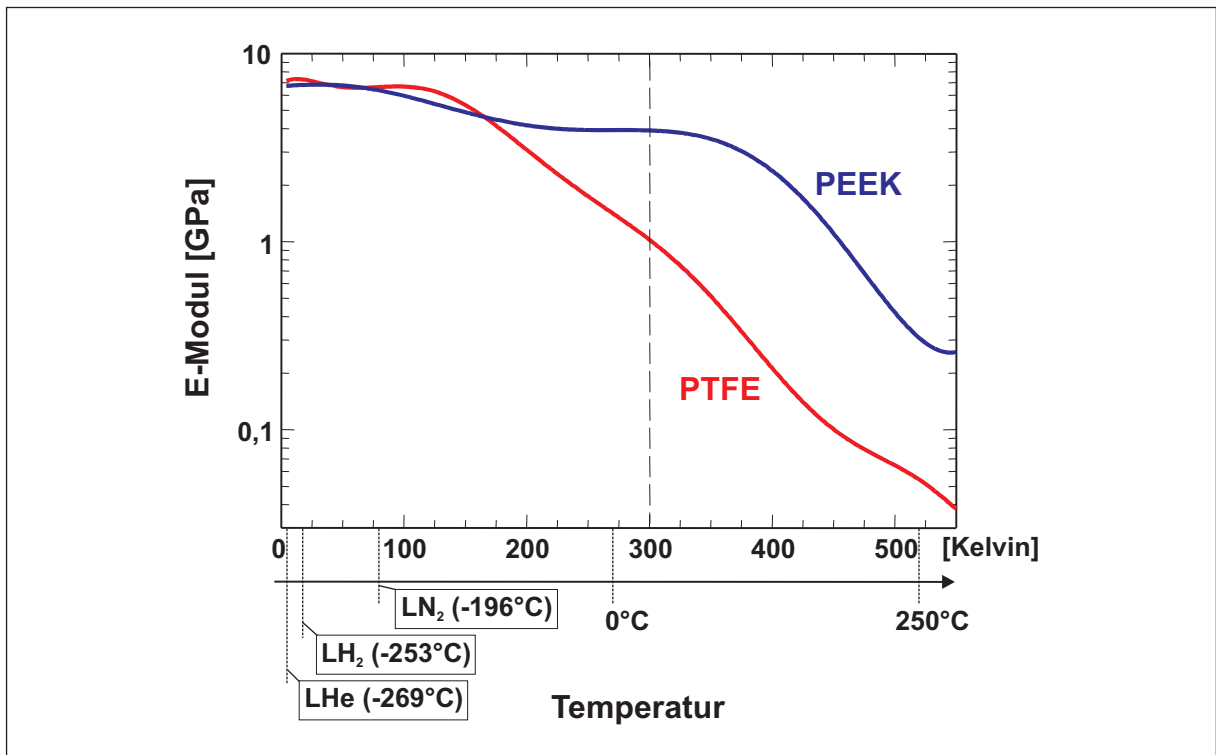


Bild 2.10: Dynamisch-Mechanische Thermoanalyse (DMTA) von PEEK und PTFE im Temperaturbereich zwischen -269°C (LHe) und 260°C [57]

Die thermischen Eigenschaften von Polymeren sind hin zu tiefen Temperaturen ebenso stark temperaturabhängig. Von Bedeutung für tribologische Anwendungen sind insbesondere die Wärmeleitfähigkeit. Diese, die spezifische Wärmekapazität und die thermische Ausdehnung nehmen aufgrund der nach und nach einfrierenden Molekularbewegungen zu tiefen Temperaturen hin ab [57, 58].

2.3 Beispielhafte Anwendungen

2.3.1 Gleitlager und Gleitelemente

Polymere Verbundwerkstoffe werden sehr erfolgreich in trockenlaufenden Gleitlagern eingesetzt [59–62]. Sie verbinden dabei die Vorteile sehr guter Reibungs- und Verschleißigenschaften mit weitgehender Wartungsfreiheit. Je nachdem welche Anforderungen gestellt werden, werden Gleitlager aus ungefüllten Basiskunststoffen oder gefüllten/verstärkten Kunststoffen verwendet. Neben spritzgegossenen Gleitlagern werden auch kontinuierlich faserverstärkte Gleitlager und Verbundlager gefertigt [63, 64].

Die Funktionen eines Gleitlagers oder Gleitelementes liegen in erster Linie im Tragen einer bestimmten statischen oder dynamischen Last bei gleichzeitiger Relativbewegung. Damit ein Lager oder Gleitelement diese Funktion auch bei höheren Lasten und Gleitgeschwindigkeiten erfüllen kann, muss der Lagerwerkstoff aufgrund der Reibungswärme auch bei höheren Temperaturen eine ausreichende Steifigkeit und Formbeständigkeit besitzen. Oder aber der Lagerwerkstoff muss eine schnelle Ableitung der Reibungswärme aus der Kontaktfläche ermöglichen. Polymere und polymere Verbundwerkstoffe zeigen ein stark temperaturabhängiges mechanisches Eigenschaftsprofil. Daher müssen gerade hier die thermischen Verhältnisse der spezifischen Anwendung berücksichtigt werden.

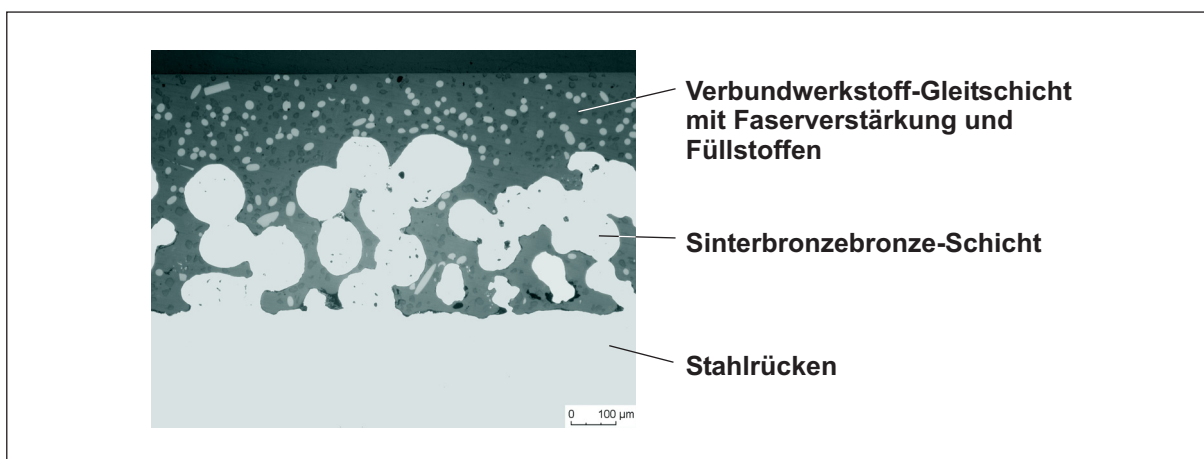


Bild 2.11: Querschnitt durch einen Verbundgleitlagerwerkstoff bestehend aus einem Stahlstützkörper, einer porösen Zwischenschicht und einer Gleitschicht

Verbundlager (Bild 2.11) bestehen aus einer Gleitschicht aus Verbundwerkstoff und einem Metallstützkörper [55, 60, 64, 65]. Eine Zwischenschicht aus poröser Sinterbronze bewirkt eine formschlüssige Verankerung der polymeren Gleitschicht. Durch die dünne Gleitschicht und die Sinterbronzeschicht kann die Reibungswärme effektiv an das Gehäuse abgeleitet werden. Verbundlager werden häufig mit einer auf PTFE- oder PVDF-basierenden Gleitschicht ausgestattet.

2.3.2 Dichtungen

PTFE und PTFE-Verbundwerkstoffe werden in vielen Bereichen als Dichtungen verwendet [43, 66–70]. Aufgrund der mechanischen Eigenschaften (Kaltfluss) des PTFE erfordern die meisten PTFE-Dichtungen Vorspannelemente (Elastomerteile oder Metallfedern), mit deren Hilfe die für die Dichtwirkung nötige Vorpressung aufgebracht wird. Für Temperaturbereiche, in denen eine Verwendung von Elastomeren nicht mög-

lich ist (Versagen aufgrund mangelnder Elastizität bzw. Versprödung), werden Dichtungen mit Metallfedern (V- oder spiralförmig) eingesetzt (Bild 2.12).

Die tribologischen Vorgänge erfolgen bei dynamisch eingesetzten Dichtungen an der Dichtkante/-fläche, die durch den Druck des abzudichtenden Mediums und die Anpresskraft des Vorspannelementes z.B. gegen eine Welle oder Stange eines Hydraulikzylinders gepresst wird. Damit entsteht im Dichtspalt eine Flächenpressung, die jeweils um den Betrag der Vorpressung höher ist als der Systemdruck des abzudichtenden Mediums [71]. Je nach Viskosität des abzudichtenden Fluids ergeben sich im Dichtspalt unterschiedliche Reibungsbedingungen.

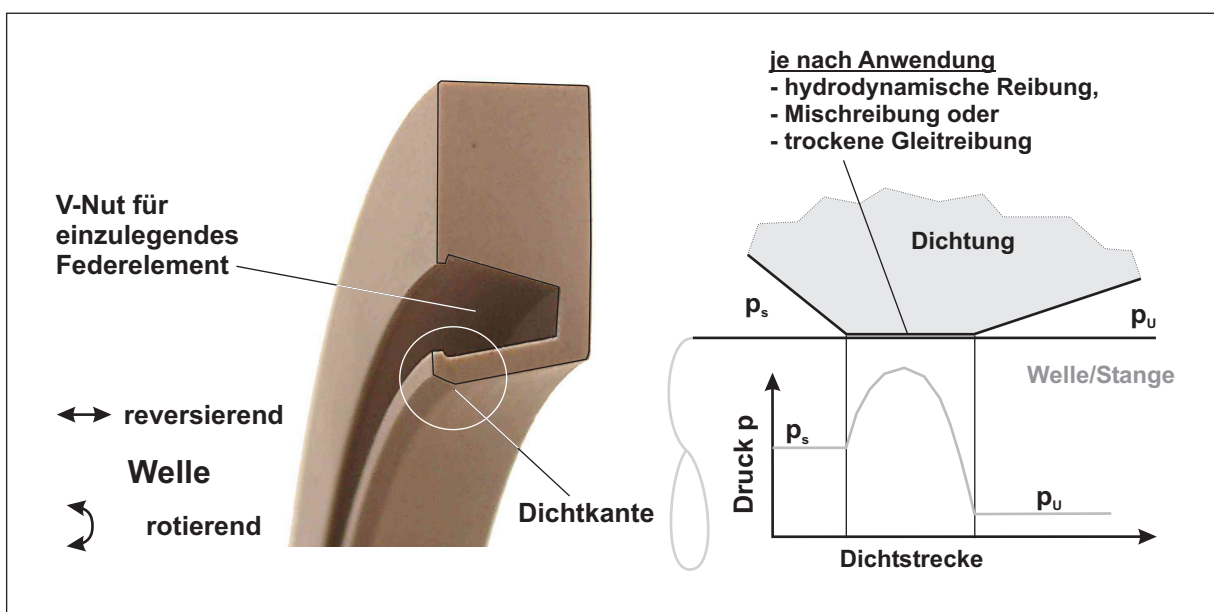


Bild 2.12: Tribologisch beanspruchtes Maschinenelement Dichtung und dessen tribologisch beanspruchte Funktionsflächen am Beispiel einer federvorgespannten Dichtung für dynamischen Einsatz

PTFE-Dichtungen sind in den verschiedensten Bauarten für reversierende, oszillierende, rotierende und kombinierte Bewegungen für verschiedene Drücke und Geschwindigkeiten erhältlich. Manschettendichtungen sind Dichtungen, die für Rotationseinsatz bei geringen Drücken geeignet sind. Diese Dichtungen besitzen eine Dichtlippe aus PTFE-Verbundwerkstoff und einen Stahlstützkörper. Ein Beispiel für deren Anwendung ist die Abdichtung der Kurbelwelle eines Verbrennungsmotors. Die Dichtlippe wird oft mit einer Oberflächenstruktur versehen, die einen Rückfördereffekt bewirkt. Diese Dichtungen werden häufig dort eingesetzt, wo elastomere Radialwellendichtringe an ihre thermischen Grenzen stoßen oder keine ausreichende chemische Beständigkeit bieten [66, 67]. Teilweise nutzen Manschettendichtungen den sog. Memoryeffekt [72] aus, um eine stete Vorspannung der Dichtlippe zu erreichen. Um diesen Effekt zu er-

zielen, wird die Dichtlippe umgeformt und dann eingespannt, erhitzt und wieder abgekühlt. Bei erneutem Erhitzen bewirkt der Memoryeffekt eine Rückstellung in die Ausgangslage. Treten im Betrieb der Dichtung erhöhte Temperaturen auf, so werden die thermische Ausdehnung und ggf. Verschleiß sowie die plastische Verformung durch den Memoryeffekt teilweise ausgeglichen. Zur Abstützung von Kolben in Hydraulikzylindern werden außer Dichtungen auch Führungsbänder eingesetzt. Diese haben die Aufgabe, Kolben und Kolbenstange zu führen und etwaige Querkräfte aufzunehmen. Die Führungsbänder verhindern außerdem einen Metall/Metall-Kontakt und Riefenbildung. Führungsbänder sind in verschiedenen Werkstoffen erhältlich, die Werkstoffpalette reicht von gewebeverstärkten Duromeren bis zu speziellen PTFE-Compounds. Bewährt haben sich insbesondere bronzgefüllte PTFE-Compounds.

2.3.3 Sonstige Anwendungen

Für die Lagerung von Wellen in Kryopumpen in der Luft- und Raumfahrttechnik werden zur Schmierung Lagerkäfige aus PTFE-Verbundwerkstoffen eingesetzt, da bei den dort herrschenden Bedingungen keine klassischen Schmiermittel eingesetzt werden können [6–8]. Die Schmierung der Lager erfolgt durch den Materialübertrag vom Wälzkörperkäfig auf die Wälzkörper sowie den Innen- und Außenring des Lagers. Die Wälzkörper gleiten durch die Rotationsbewegung an dem aus PTFE-Verbundwerkstoff bestehenden Käfig. PTFE-Partikel haften dabei auf der Oberfläche der Wälzkörper an und übertragen sich damit auch auf die Laufbahnen (Bild 2.13). In Untersuchungen der NASA wurden verschiedene Polymere und polymere Verbundwerkstoffe für diesen Einsatzzweck untersucht [7].

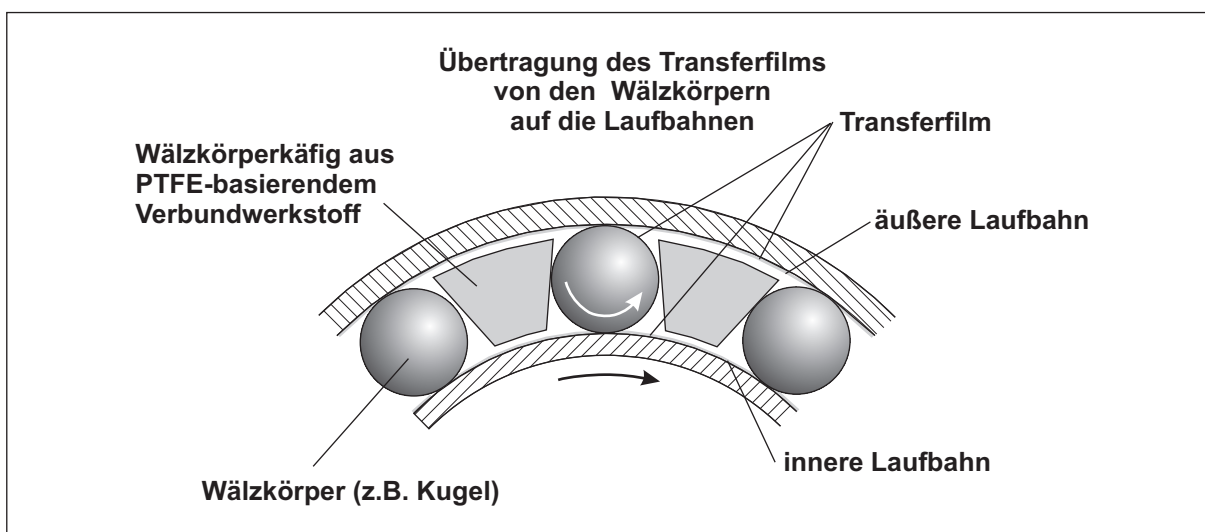


Bild 2.13: Tribologisch beanspruchtes Maschinenlement Wälzlagerkäfig, Prinzip der Schmierung durch Materialübertrag [7]

3 Ziele der Arbeit

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, geeignete Verbundwerkstoffe für den Einsatz als tribologisch beanspruchte Maschinenelemente zwischen Raumtemperatur und Temperaturen in kryogenen Medien auszuwählen und nach deren Herstellung und Verarbeitung zu charakterisieren und zu beurteilen. Diese neuen Werkstoffe sollen in erster Linie gute tribologische Eigenschaften aufweisen, ohne jedoch die mechanische Belastbarkeit außer Acht zu lassen. Ausgehend von vorhandenen Erfahrungen aus Projektarbeiten am Institut für Verbundwerkstoffe sowie anhand von Literaturangaben werden neue, erfolgversprechende Werkstoffkombinationen zusammengestellt werden. Eine geeignete Auswahl von Füllstoffen und Verstärkungsfasern soll die Eigenschaften der Basispolymere hinsichtlich Verschleißbeständigkeit verbessern. Eine Optimierung der Werkstoffsysteme wird durch die systematische Variation der Volumenanteile angestrebt.

Nach der Beschaffung bzw. Herstellung der Werkstoffe werden diese hinsichtlich ihrer tribologischen und relevanten mechanischen und thermischen Eigenschaften untersucht. Das tribologische Verhalten ist hierbei sowohl bei Raumtemperatur als auch bei tiefen Temperaturen, d.h. in kryogenen Medien, von Interesse. Hierzu werden Reibungs- und Verschleißmessungen bei Raumtemperatur am Institut für Verbundwerkstoffe durchgeführt. Experimente zur Charakterisierung des Werkstoffverhaltens in kryogenen Medien erfolgen an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, BAM, Berlin, in flüssigem Stickstoff und flüssigem Wasserstoff.

Anhand der Ergebnisse aus den Reibungs- und Verschleißexperimenten und der mechanischen Charakterisierung sollen die Abhängigkeiten zwischen der Werkstoffzusammensetzung und den daraus resultierenden Eigenschaften mit dem Ziel der Werkstoffoptimierung aufgezeigt werden. Eine abschließende Diskussion soll das Potenzial dieser Werkstoffe für den angedachten Einsatzbereich beurteilen.

In Bild 3.1 ist der strukturelle Aufbau dieser Arbeit dargestellt. Nach Einleitung und Stand der Technik werden in Kapitel 4 zunächst die ausgewählten Werkstoffkomponenten und die daraus zusammengestellten Verbundwerkstoffe vorgestellt. Im zweiten Teil dieses Kapitels folgt die Erläuterung der angewandten experimentellen Methoden. Kapitel 5 geht auf die Ergebnisse der einzelnen experimentellen Untersuchungen ein. In Kapitel 6 werden die Zusammenhänge zwischen Werkstoffeigenschaften und Werkstoffkomposition aufgezeigt. Abschließend wird das Anwendungspotenzial der hier betrachteten Werkstoffe diskutiert.

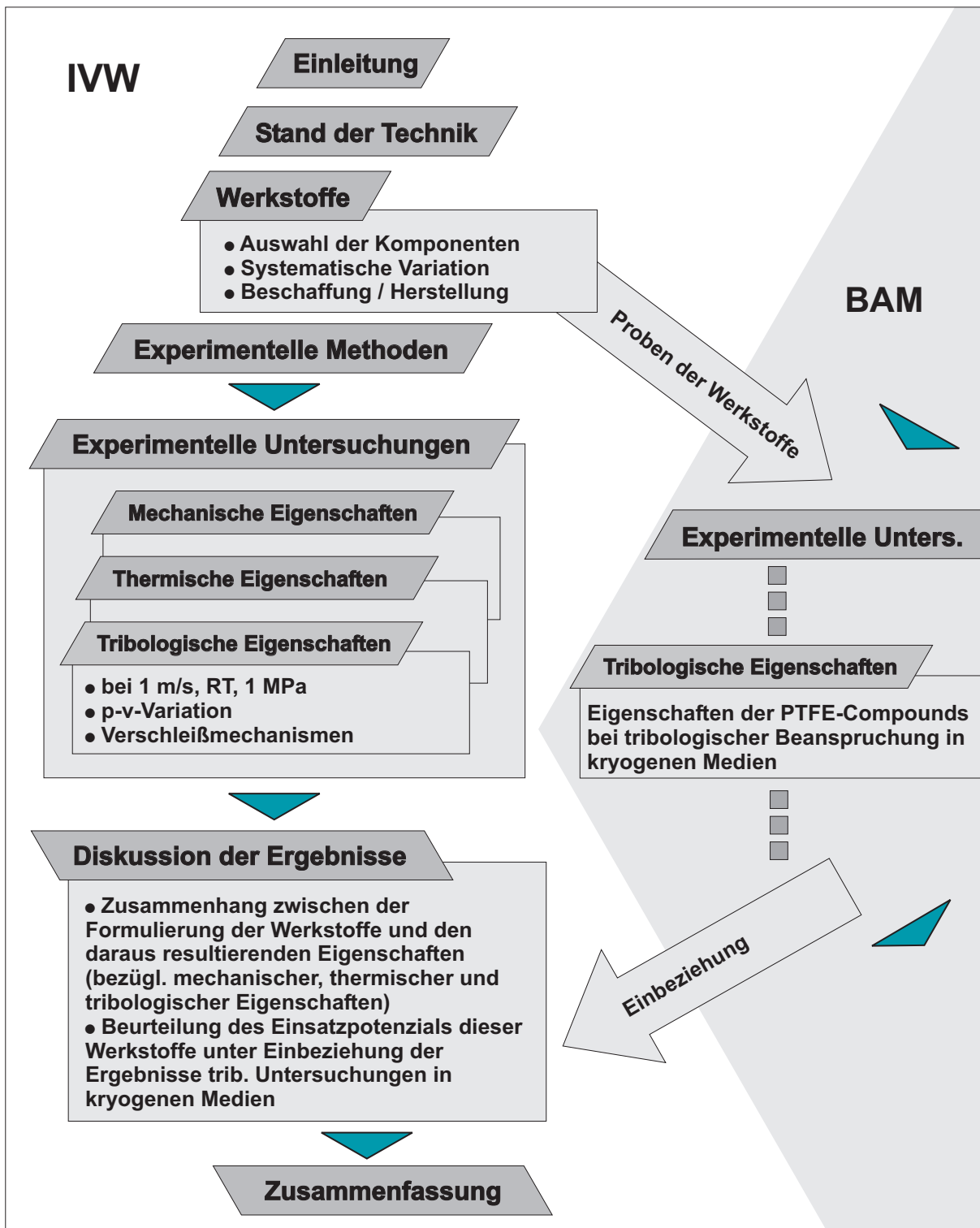


Bild 3.1: Struktur der vorliegenden Arbeit

4 Experimentelles

4.1 Untersuchte Werkstoffe

4.1.1 Ausgangspunkt der Werkstoffauswahl

Auf Polytetrafluorethylen (PTFE) basierende Verbundwerkstoffe sind in sehr verschiedenen Versionen am Markt erhältlich und werden durch eine entsprechende Modifikation ihren Anwendungen angepasst. Bild 4.1 schematisiert die Komposition PTFE-basierender Verbundwerkstoffe für tribologische Anwendungen. Meist werden der PTFE-Matrix eine Verstärkungs Komponente, ein reibungsminderndes Additiv und ggf. weitere Füllstoffe zugegeben, um die geforderten Eigenschaften zu erzielen.

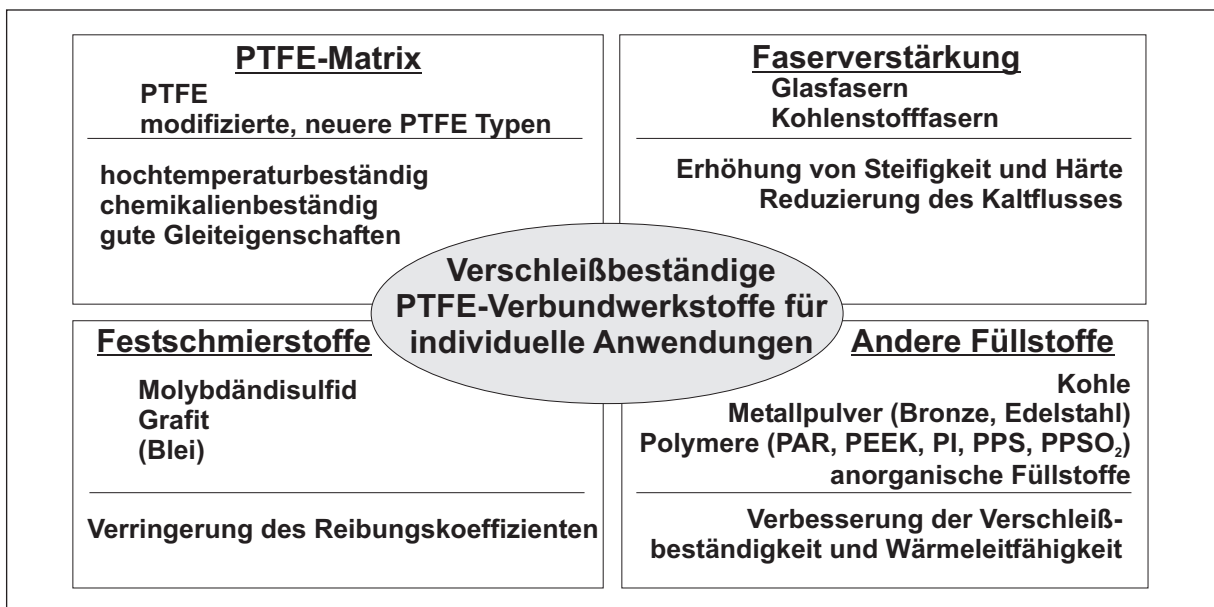


Bild 4.1: Komposition von verschleißbeständigen PTFE-Compounds

Als Ausgangspunkt der Werkstoffauswahl in dieser Arbeit dienten die bekannt guten Erfahrungen, die für PTFE und PTFE-Verbundwerkstoffe über einen weiten Temperaturbereich vorhanden sind. Hinzu kommt, dass PTFE auch bei sehr tiefen Temperaturen noch eine gewisse Elastizität aufweist bzw. nicht versprödet und sich u.a. daher in der Luft- und Raumfahrttechnik in Verbindung mit kryogenen Medien bewährt hat [3, 6–8]. Eine Studie zum tribologischen Verhalten von Polymeren bei tiefen Temperaturen hat ebenso gute Ergebnisse für PTFE ergeben [4, 5]. Gründe, die PTFE als eine gute Wahl für die Matrix neuer Verbundwerkstoffe für die angedachten Anwendungen gelten lassen. Eine Verstärkung mit kurzen Glas- oder Kohlenstofffasern verbessert in der Regel die Verschleißbeständigkeit um ein oder zwei Größenordnungen. Koh-

lenstofffasern wird dabei meist der Vorzug gegeben, da diese die Gegenauflflächen weniger abrasiv angreifen und noch bessere Verschleißbeständigkeiten ermöglichen. Aus diesem Grund wurden auch die hier untersuchten Werkstoffe mit kurzen Kohlenstofffasern verstärkt. Zur Verbesserung der Verschleißbeständigkeit der Compounds wurden außerdem zwei polymere Füllstoffe, PAR und PEEK vorgesehen. PAR hat sich seit einigen Jahren als ein Standardfüllstoff für PTFE-Compounds etabliert und ist auf dem Markt verbreitet. PEEK dagegen wird seltener in PTFE-Compounds eingesetzt, ist aber als kundenspezifisches Compound zu beziehen. Ein Grund hierfür ist sicherlich der hohe Preis des PEEK. Aus den ausgewählten Komponenten wurden durch systematische Variation der Füllstoffanteile neue Compounds zusammengestellt, auf die in den folgenden Abschnitten näher eingegangen wird.

4.1.2 Zusammensetzung und Herstellung der PTFE-Compounds

In den folgenden Tabellen sind die Zusammensetzungen der untersuchten Werkstoffe aufgelistet. Die Tabellen enthalten die Anteile der Füllstoffe in Gewichtsanteilen und in Volumenanteilen. Die angegebene Dichte wurde mit der linearen Mischungsregel berechnet (Gl. 4.1).

$$\rho_C = \rho_M(1 - \phi_F - \phi_P) + \rho_F \phi_F + \rho_P \phi_P \quad (4.1)$$

ρ_C	Dichte des Verbundwerkstoffs [g/cm^3]
ρ_M, ρ_F, ρ_P	Dichte der Matrix, der Fasern, der polymeren Komponente [g/cm^3]
ϕ_F, ϕ_P	Faservolumenanteil, Volumenanteil der polym. Komp. [1]

In Tabelle 4.1.2 auf der nächsten Seite sind die Zusammensetzungen von PTFE/PAR-/CF-Compounds aufgelistet. Ausgehend von PTFE/20Gew.%PAR/15Gew.%CF wurde die Zusammensetzung in 5 %-Schritten sowohl in Richtung des Kohlenstoffasergehaltes, als auch in Richtung des PAR-Gehaltes variiert. Bei diesen Werkstoffen wurden Kohlenstofffasern auf PAN-Basis verwendet.

Tabelle 4.1: Zusammensetzung der PTFE/PAR/CF-Compounds

Nr.	Bez.	PTFE ^a		PAR ^b		CF ^c		Dichte [g/cm ³]
		Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	
1	E22	0,75	0,690	0,10	0,138	0,15	0,171	1,99
2	E23	0,70	0,630	0,15	0,202	0,15	0,168	1,94
3	E24	0,65	0,572	0,20	0,264	0,15	0,164	1,90
4	E25	0,60	0,517	0,25	0,323	0,15	0,160	1,86
5	E30	0,75	0,674	0,20	0,270	0,05	0,056	1,94
6	E31	0,70	0,623	0,20	0,267	0,10	0,110	1,92
7	E32	0,60	0,523	0,20	0,261	0,20	0,216	1,88

^a PTFE, $\rho = 2,16$ [g/cm³]

^b PAR, $\rho = 1,44$ [g/cm³]

^c CF-PAN, $\rho = 1,74$ [g/cm³]

Tabelle 4.2 zeigt die Zusammensetzung von PTFE-Compounds mit PEEK-Partikel- und Kohlenstofffaserverstärkung. Hier wurden zwei Füllgehalte von Kohlenstofffasern, ca. 15 Gew.% und 21 Gew.%, und vier PEEK-Gehalte realisiert.

Tabelle 4.2: Zusammensetzung der PTFE/PEEK/CF-Compounds

Nr.	Bez.	PTFE ^a		PEEK ^b		CF ^c		Dichte [g/cm ³]
		Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	
8	PDR04	0,76	0,683	0,09	0,135	0,15	0,182	1,94
9	PDR05	0,70	0,617	0,09	0,133	0,21	0,250	1,90
10	PDR08	0,71	0,619	0,14	0,204	0,15	0,177	1,88
11	PDR09	0,65	0,557	0,14	0,201	0,21	0,243	1,85
12	PDR12	0,66	0,559	0,19	0,269	0,15	0,172	1,83
13	PDR13	0,60	0,499	0,19	0,265	0,21	0,236	1,80
14	PDR16	0,60	0,491	0,25	0,343	0,15	0,166	1,77
15	PDR17	0,54	0,435	0,25	0,337	0,21	0,228	1,74
16	PDR18	0,81	0,718	0,19	0,282	0,00	0,000	1,91

^a PTFE, $\rho = 2,17$ [g/cm³]

^b PEEK, $\rho = 1,30$ [g/cm³]

^c CF-Pitch, $\rho = 1,6$ [g/cm³]

Im Verlauf der Arbeit erschien es sinnvoll, neben der normalen PTFE-Matrix auch neuere Entwicklungen der Fluorpolymerentwicklung zu berücksichtigen. Aus diesem Grund wurde eine weitere Serie von Werkstoffen mit einer modifizierten PTFE-Matrix (im Weiteren als mod.-PTFE bezeichnet) definiert (siehe Tabelle 4.3). Die Vorteile dieses neueren PTFE-Typs liegen in verbesserten mechanischen Eigenschaften sowie in

einer besseren Verarbeitbarkeit, bedingt durch eine geringere Schmelzviskosität des Polymers. Die ausgezeichnete Chemikalienbeständigkeit des normalen PTFE bleibt bei diesem neueren PTFE-Typ weitgehend erhalten. Bei diesen Compounds wurden die gleichen PEEK-Partikel und Kohlenstofffasern wie zuvor verwendet (Tabelle 4.2). Um einen größeren Bereich der Füllstoffvariation abzudecken, wurde hier jedoch die Variation der PEEK- und CF-Anteile ausgeweitet.

Tabelle 4.3: Zusammensetzung der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds

Nr.	Bez.	PTFE ^a		PEEK ^b		CF ^c		Dichte [g/cm ³]
		Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	
17	PDR19	0,86	0,798	0,09	0,140	0,05	0,063	2,00
18	PDR20	0,81	0,739	0,09	0,138	0,10	0,123	1,97
19	PDR21	0,76	0,683	0,09	0,135	0,15	0,182	1,94
20	PDR22	0,7	0,617	0,09	0,133	0,21	0,250	1,90
21	PDR23	0,81	0,728	0,14	0,211	0,05	0,061	1,94
22	PDR24	0,76	0,673	0,14	0,208	0,1	0,120	1,91
23	PDR25	0,71	0,619	0,14	0,204	0,15	0,177	1,88
24	PDR26	0,65	0,557	0,14	0,201	0,21	0,243	1,85
25	PDR27	0,76	0,663	0,19	0,278	0,05	0,059	1,89
26	PDR28	0,71	0,610	0,19	0,274	0,1	0,116	1,86
27	PDR29	0,66	0,559	0,19	0,269	0,15	0,172	1,83
28	PDR30	0,6	0,499	0,19	0,265	0,21	0,236	1,80

^a PTFE, $\rho = 2,17$ [g/cm³]

^b PEEK, $\rho = 1,30$ [g/cm³]

^c CF-Pitch, $\rho = 1,6$ [g/cm³]

Parallel zu den ersten Versuchen wurde auch ein von der ursprünglichen Strategie abweichendes Compound untersucht, da PTFE/Bronze-Compounds teilweise noch breitere Anwendung in der Praxis finden als PTFE/PAR-Compounds. Das hier untersuchte Compound ist zusätzlich auch mit Pech-basierenden Kohlenstofffasern verstärkt.

Tabelle 4.4: Zusammensetzung des PTFE/Bronze/CF-Compounds

Nr.	Bez.	PTFE ^a		Bronze ^b		CF ^c		Dichte [g/cm ³]
		Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	
0	B21	0,6	0,751	0,3	0,092	0,1	0,167	2,67

^a PTFE, $\rho = 2,17$ [g/cm³]

^b Bronze, $\rho = 8,70$ [g/cm³]

^c CF-Pitch, $\rho = 1,6$ [g/cm³]

Die Herstellung der hier untersuchten PTFE-Compounds sowie deren Verarbeitung zu zylinderförmigen Halbzeugen mit einem Durchmesser von ca. 80 bzw. ca. 110 *mm* erfolgte bei entsprechend spezialisierten Firmen. Zum Vergleich bzw. für eine bessere Einordnung in marktgängige Werkstoffe wurden ergänzend noch einige PTFE-Compounds ohne Kohlenstoffaserverstärkung sowie reines PTFE für Reibungs- und Verschleißmessungen bei Standardbedingungen hinzugezogen.

4.1.3 Zusammensetzung und Herstellung der PEEK-Compounds

Als zweiter Schritt der systematischen Werkstoffauswahl wurden PEEK-Compounds mittels Extrusion hergestellt und im Spritzgussverfahren verarbeitet. Die Compounds sind in Tabelle 4.5 aufgelistet. Die Compoundierung der PEEK-Matrix-Werkstoffe erfolgte am IVW mit Hilfe eines Doppelschneckenextruders (Berstorff, Typ ZE25Ax44D). Vor der Verarbeitung wurde das PEEK-Granulat (PEEK 450G) bei 150°C über eine Dauer von 36 Stunden in einer Trockenkammer (Fa. Simar, KT102S) getrocknet. Die Kohlenstoffasern wurden zusammen mit dem PEEK-Granulat in den Haupteinlass des Extruders dosiert. Über einen Seitendosierer wurde das PTFE-Pulver zugegeben. Die Compoundierung wurde bei einem Gesamtdurchsatz von 5 - 7 *kg/h* gefahren. Die Schmelzetemperatur betrug 399°C. Die Schneckenengeometrie war auf die Verarbeitung von PEEK abgestimmt. Die auf diese Weise hergestellten PEEK-Compounds wurden später durch Spritzgießen (Fa. Arburg, Typ Allrounder) weiterverarbeitet. Tabellen mit den Extrusions- und Spritzgussparametern befinden sich im Anhang dieser Arbeit (A.1).

Tabelle 4.5: Zusammensetzung der PEEK/PTFE/CF-Compounds

Nr.	Bez.	PEEK ^a		PTFE ^b		CF ^c		Dichte [<i>g/cm</i> ³]
		Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	Gew.-Ant.	Vol.-Ant.	
1	P1	0,75	0,81	0,10	0,06	0,15	0,13	1,41
2	P2	0,7	0,77	0,15	0,10	0,15	0,133	1,44
3	P3	0,65	0,73	0,20	0,14	0,15	0,136	1,47
4	P4	0,65	0,72	0,15	0,10	0,2	0,18	1,46
5	P5	0,55	0,62	0,15	0,10	0,3	0,27	1,48

^a PEEK, $\rho = 1,30$ [*g/cm*³]

^b PTFE, $\rho = 2,17$ [*g/cm*³]

^c CF-Pitch, $\rho = 1,6$ [*g/cm*³]

4.1.4 Die verwendeten Komponenten der Verbundwerkstoffe

PTFE ist ein lineares, teilkristallines Polymer mit einem Molekulargewicht von 1 bis 5×10^6 g/mol. Dieses hohe Molekulargewicht ist der Grund für seine extrem hohe Schmelzviskosität und für die Tatsache, dass PTFE nicht mit thermoplastischen Verfahren wie z.B. Spritzguss verarbeitet werden kann [73]. Die einzigartigen Eigenschaften des PTFE resultieren aus der sehr starken Bindung zwischen den Fluor- und den Kohlenstoffatomen (Bindungsenergie 460 kJ/mol). Die Fluoratome umgeben die Kohlenstoffkette wie eine schützende Hülle. Daraus resultieren die hohe Chemikalienbeständigkeit, die hohe physikalische und chemische Beständigkeit in der Wärme und die niedrige Oberflächenenergie. Die niedrige Oberflächenenergie führt zu den guten Gleiteigenschaften und Antihafteigenschaften. Die PTFE-Polymerkette ist aufgrund der großen Fluoratome in sich gedreht, wobei 13 CF_2 Gruppen einen Winkel von 180° bilden. Bei $19^\circ C$ findet eine Kristallitumwandlung statt, bei der sich der Drehwinkel der Helix ändert. Die Kristallform wechselt dabei von triklin unterhalb $19^\circ C$ auf hexagonal über $19^\circ C$. Die Helix wird dabei gestreckt und erfährt eine sprunghafte Volumenzunahme, die ggf. bei Präzisionsbauteilen berücksichtigt werden muss. Die PTFE-Kette selbst ist sehr steif. Zwischen den PTFE-Ketten herrschen jedoch nur geringe Kohäsionskräfte, die es erlauben, dass die Polymerketten aneinander abgleiten. Dies ist der Grund für die signifikante Verformung unter Last, auch Kaltfluss genannt. Virginales PTFE weist eine Kristallinität von 98 % auf, gesintertes PTFE von ungefähr 65 %. Bei neueren, modifizierten PTFE-Typen wird versucht, die Kristallinität durch Störkomponenten (Co-Monomere) zu verringern. Durch eine Verringerung des Molekulargewichts wird eine niedrigere Schmelzviskosität erreicht, die zu einer besseren Verarbeitbarkeit führt.

PEEK gehört zur Gruppe der Polyaryletherketone und besteht aus linear angeordneten Ringstrukturen und deren Verknüpfung durch Sauerstoffatome. Auf diese Weise entstehen hoch schmelzende Polymere mit steifen Molekülsegmenten [74]. Das Verhältnis von Ether- zu Keton-Gruppen bestimmt dabei die thermischen Eigenschaften des Polymers. Ein höherer Anteil an Keton-Gruppen erhöht den Schmelzpunkt und die Glasübergangstemperatur [75, 76]. PEEK ist ein teilkristalliner Thermoplast mit einem Glasübergang bei $143^\circ C$ und einer Schmelztemperatur von $343^\circ C$. Daraus resultieren die hohe Dauergebrauchstemperatur von $250^\circ C$ und die gute Wärmeformbeständigkeit. PEEK besitzt eine hohe Zug- und Biegefestigkeit, eine hohe Schlagzähigkeit und ist gegen die meisten Chemikalien beständig.

Kohlenstofffasern werden großtechnisch vor allem nach zwei Verfahren hergestellt. Die dabei hergestellten Fasern und die Verfahren werden nach den jeweils verwend-

ten Ausgangsmaterialien Polyacrylnitril (PAN) oder Pech (engl. Pitch) benannt. Beide Verfahren haben gemeinsam, dass aus deren Ausgangsstoffen Fasern hergestellt werden, die zunächst verstreckt bzw. gesponnen werden, und danach durch mehrere thermische Verfahrensstufen ihre charakteristischen Eigenschaften erhalten. Der bei diesen Verfahren erreichte Orientierungsgrad der Grafitkristallebenen bestimmt die Festigkeit, die Bruchdehnung und den E-Modul der Fasern. Durch die Ausrichtung der Kristallebenen sind die meisten Kohlenstofffasertypen stark anisotrop in ihren Eigenschaften.

PAN-Kohlenstofffasern besitzen aufgrund ihrer höheren molekularen Ausrichtung der Kohlenstoffketten eine entsprechend höhere Steifigkeit und Festigkeit. Sie sind relativ teuer und werden zur Verstärkung von Strukturbauteilen verwendet. Der Durchmesser dieser Fasern beträgt ca. 6 - 10 μm . Pech-basierende Kohlenstofffasern haben eine weniger perfekte Ausrichtung der Kohlenstoffkristallebenen und damit verbunden eine geringere Festigkeit und Steifigkeit der Fasern. Sie sind deutlich kostengünstiger in der Herstellung und werden daher häufig zur Herstellung kurzfaserverstärkter Thermoplaste eingesetzt. Pech-basierende Fasern sind durch den deutlich größeren Faser-Durchmesser von ca. 14 μm zu erkennen. Letzterer Fasertyp wurde auch für die Compoundierung der PTFE/PEEK/CF- und der PEEK/PTFE/CF-Werkstoffe eingesetzt (Bild 4.2). Zum Einfluss des Fasertyps von PAN- und Pitch-Kohlenstofffasern auf das Verschleißverhalten von verstärkten Polymeren kann keine generelle Aussage getroffen werden.

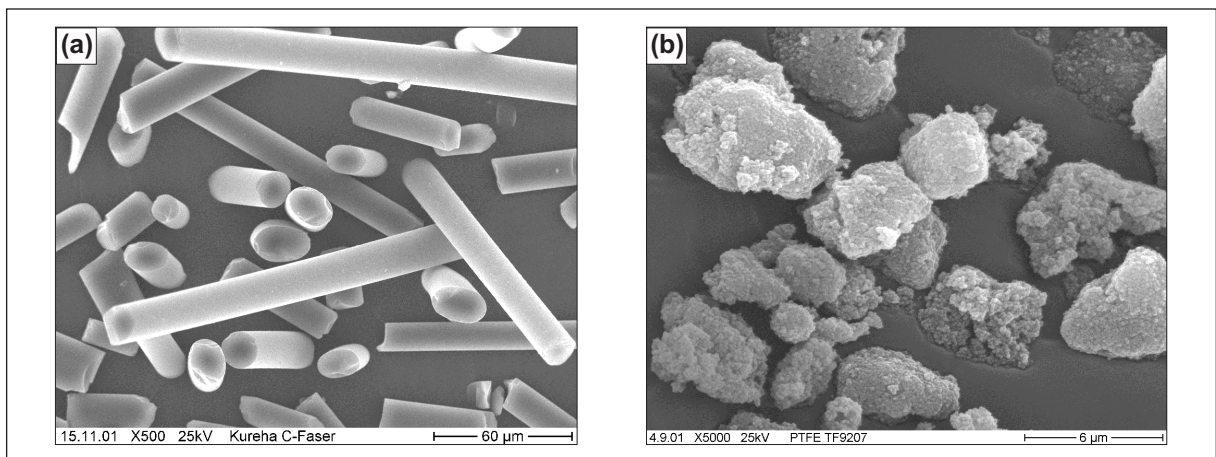


Bild 4.2: REM-Aufnahmen von (a) Pitch-Kohlenstofffasern (\varnothing 14 μm , mittlere Länge 130 μm) und (b) PTFE-Mikropulver

Der zweite neben PEEK verwendete polymere Füllstoff ist ein aromatischer Polyester und gehört damit zur Gruppe der Polyarylate (**PAR**) (z.B. Handelsname Ekonol).

Es ist ein lineares Polymer basierend auf P-oxybenzol-Einheiten. Es ist hochkristallin und hat keinen Schmelzpunkt unterhalb der Zersetzungstemperatur von 530°C . Es ist ein teilkristallines Polymer mit sehr hoher thermischer und chemischer Beständigkeit. Unterhalb von 400°C zeigt es nahezu keine Erweichung. Die Dichte beträgt $1,44\text{ g/cm}^3$. Dieses Polymer wird vorwiegend zur Partikelverstärkung von Polymeren eingesetzt und hat sich insbesondere als Füllstoff zur Verbesserung der Verschleißbeständigkeit von PTFE-Compounds bewährt. Weiterhin wird es für Plasma-Spray-Verfahren zur Beschichtung von Bauteilen eingesetzt. Bild 4.3 zeigt zwei Typen mit unterschiedlichen Partikelgrößen.

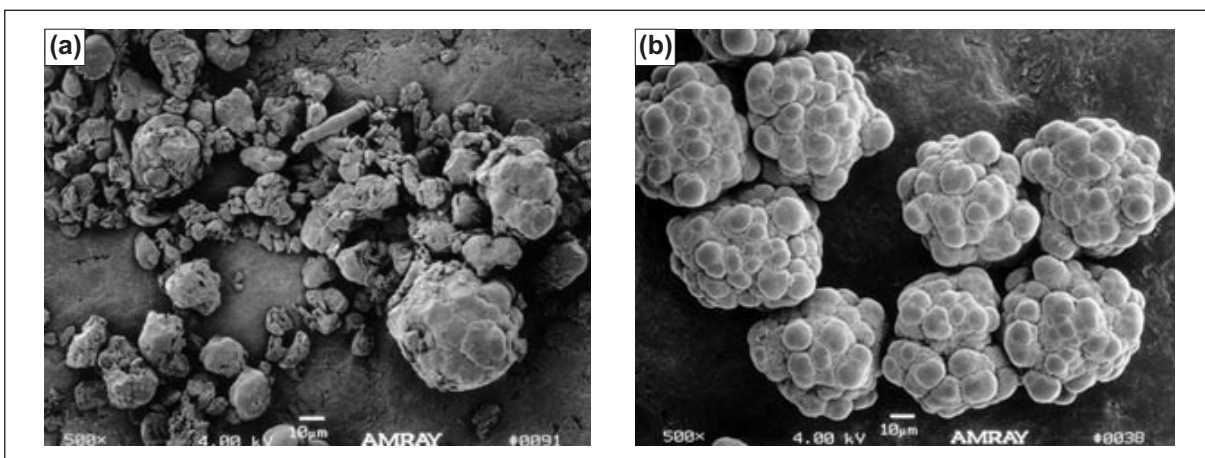


Bild 4.3: REM-Aufnahmen zweier Ekonol-Typen: (a) mittlere Partikelgröße ca. $25\ \mu\text{m}$, (b) mittlere Partikelgröße ca. $70\ \mu\text{m}$ [77]

4.1.5 Verarbeitung von PTFE-Compounds

Die Verarbeitung von PTFE-Pressmassen erfolgt in verschiedenen Prozessen. Da PTFE nicht thermoplastisch verarbeitbar ist, werden PTFE-Compounds in unterschiedlichen Verfahren durch Pressen und nachfolgendes Sintern verarbeitet. Beim Verpressen und Sintern ist das Pulver unterschiedlichen mechanischen und thermischen Belastungen ausgesetzt.

Während des Formens wird das Pulver je nach Füllstoffgehalt bei Drücken zwischen 50 und 100 MPa komprimiert, wobei Kohäsionskräfte zwischen den PTFE-Partikeln zum Tragen kommen. Der Pressdruck hat Einfluss auf den Formschrumpf und die mechanischen Eigenschaften und ist entsprechend der Compoundzusammensetzung zu wählen. Beim Entlasten des Pressdrucks ergibt sich eine elastische und eine zeitlich verzögerte Rückstellung des Formteils. Um ein Entweichen eingeschlossener Luft zu ermöglichen, müssen die Formteile für mehrere Stunden, abhängig von der Wanddi-

cke, ruhen (Entgasung). Der anschließende Sintervorgang erfolgt in einem Ofen nach einem dem Compound und dem Formteil angepassten Sinterzyklus [78].

Das Formteil wird beim Aufheizen auf Sintertemperaturen je nach Compound zwischen 350 und 380°C erwärmt, ohne dass Risse aufgrund der thermischen und mechanischen Spannungen entstehen dürfen. Während der Aufheizphase dehnt sich das PTFE aus, und ein Teil der Hohlräume wird geschlossen. Die Haltezeit bei Sintertemperatur ist abhängig von der Wandstärke des Formteils und beträgt z.B. für einen PTFE-Zylinder von 100 mm Durchmesser und 100 mm Höhe ca. 5,5 Stunden. Der gesamte Sinterzyklus für dieses Beispiel dauert ca. 25 Stunden [79]. Bei der Sintertemperatur findet ein Spannungsausgleich im Formteil statt, da die PTFE-Partikel miteinander verschmelzen und ein gewisses Verfließen erfolgen kann. Dabei werden weitere Hohlräume im Verbund geschlossen.

Die Abkühlphase bestimmt in starkem Maße die physikalischen Eigenschaften des Formteils. Bis zur Rekristallisationstemperatur von ca. 305 bis 315°C muss langsam mit ca. 8 bis 15°C/h abgekühlt werden, um die gewünschte Kristallinität und die damit verbundenen Eigenschaften zu erhalten. Im folgenden Schema (Bild 4.4) sind die Verarbeitungsschritte zur Herstellung der hier untersuchten Werkstoffe dargestellt.

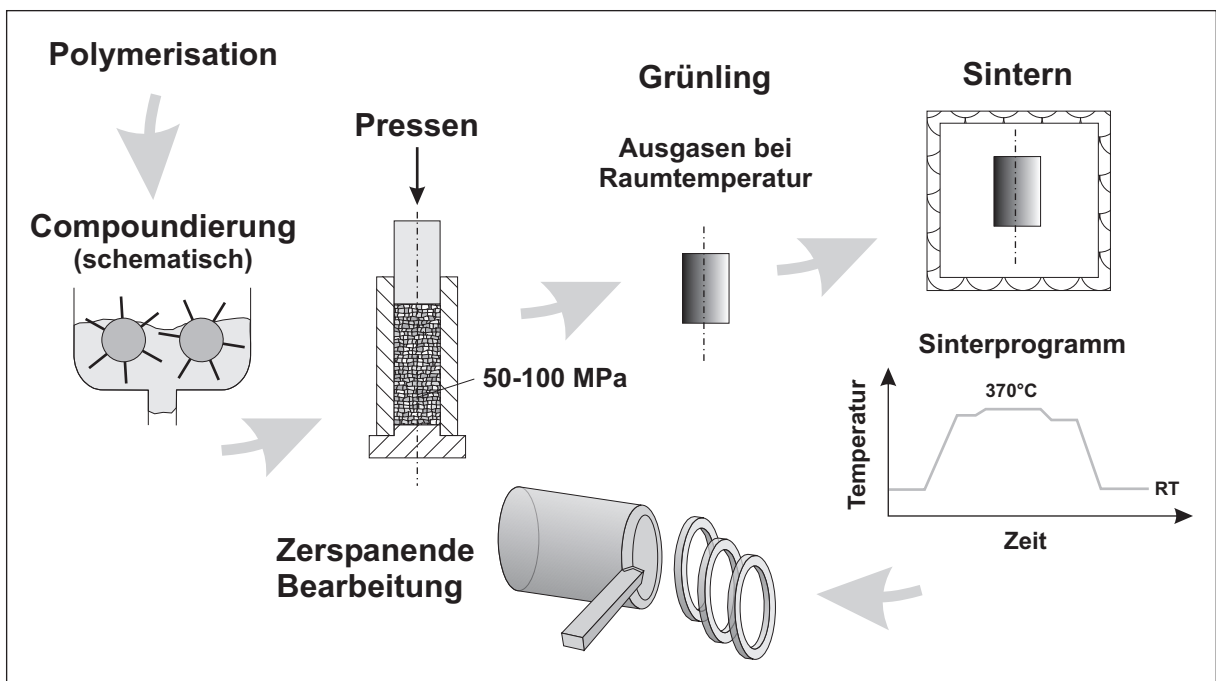


Bild 4.4: Verarbeitung von PTFE und PTFE-Compounds

Neben Verfahren mit getrenntem Press- und Sintervorgang gibt es auch sog. Druck-sinterverfahren, bei denen das Halbzeug oder das Formteil in einem speziellen Ofen

unter Druck gesintert wird. Beim Inertgassintern erfolgt der Sinterprozess in einer Inertgasatmosphäre, wodurch die Oxidation verhindert wird [78, 80]. Ein automatisierbares, kontinuierlich arbeitendes und deshalb kostengünstiges Verfahren zur Produktion von zylindrischen Halbzeugen ist die Ramextrusion [81]. Die auf diese Weise hergestellten Halbzeuge besitzen jedoch geringere Festigkeiten und ein ausgeprägteres anisotropes Verhalten. Um ein weitgehend isotropes Werkstoffverhalten zu erreichen wird das isostatische Pressen eingesetzt. Dabei wird PTFE-Pulver in alle Richtungen gleichmäßig komprimiert. Realisiert wird dies durch elastische Formen und eine hydrostatische Druckaufbringung [73].

4.2 Experimentelle Methoden

4.2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Lichtmikroskopie

Für die Analyse des Werkstoffgefüges der betrachteten Verbundwerkstoffe wurden Schriffe angefertigt und mit Hilfe eines Auflichtmikroskops der Fa. Leitz (max. 500fache Vergrößerung) betrachtet. Auf diese Weise lassen sich die Faser- und Partikelverteilungen in den Halbzeugen analysieren.

Die in den Verschleißversuchen verwendeten Proben wurden hinsichtlich der wirkenden Verschleißmechanismen untersucht. Hierzu wurden die verschlissenen Oberflächen, sowohl von der Verbundwerkstoffprobe als auch von der Gegenkörperoberfläche, mit einem Auflichtmikroskop und einem Rasterelektronenmikroskop betrachtet. Die Betrachtung von Bruchflächen kryogen gebrochener Proben erfolgte aufgrund der größeren Tiefenschärfe ebenfalls mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops.

Die REM Untersuchungen wurden mit einem Gerät der Fa. Jeol, Tokio (Japan), (Modelle JSM 5400, JSM 6300), durchgeführt, wobei die Beschleunigungsspannung mit 20 kV betrieben wurde. Die Proben wurden zuvor mit einem Sputtergerät der Fa. Balzers, SCD 050, Balzers (Liechtenstein) mit einer Pd/Pt-Legierung und einer Sputterzeit von 140 Sekunden besputtert. Aufgrund mangelnder Kontraste war es zum Teil erforderlich die Proben mit einem Verkipfungswinkel von bis zu 55° zu betrachten.

4.2.2 Mechanische Eigenschaften

4.2.2.1 Härtemessung

Die Härteprüfung wurde nach zwei verschiedenen Verfahren durchgeführt. Um die makroskopische Härte der Verbundwerkstoffe zu ermitteln, wurde die Härte nach DIN 53505 Shore D [82] mit einem Handmessgerät und entsprechendem Stativ bestimmt. Die Härteskala wurde nach 3, 15 und 30 Sekunden abgelesen.

Die Bestimmung der Härte der einzelnen Komponenten im Verbundwerkstoff erfolgte mit einem Ultra-Mikrohärte-Prüfgerät (DUH 202, Shimadzu Corporation, Japan) und einem Vickersdiamanten. Die Ultramikrohärte berechnet sich nach Gleichung 4.2 aus der Eindringtiefe h des Vickersdiamanten und der dafür nötigen Kraft F . Der Proportionalitätsfaktor ist eine von der Geometrie des Eindringkörpers abhängige Größe.

$$HU = \frac{F}{A(H)} = \frac{F}{26,43 \cdot h^2} \quad (4.2)$$

4.2.2.2 Druckversuche

Gleitlager und tribologisch beanspruchte Maschinenelemente werden im Betrieb an den Stellen der tribologischen Beanspruchung vorwiegend auf Druck beansprucht, wobei die Druckbeanspruchung normalerweise über einen langen Zeitraum aufrecht erhalten wird. Das Lagerspiel vergrößert sich durch den fortschreitenden Verschleiß von Lager und ggf. Welle sowie durch elastisch-plastische Verformung. Die durch statische Belastung eines Gleitlagers resultierende Verschiebung der Wellenachse darf, je nach Anwendung, nur in gewissen Grenzen zugelassen werden.

In Anlehnung an DIN ISO 604 [83] wurden Druckversuche an den PTFE-Compounds durchgeführt. Hierzu wurden zwei parallele Platten in eine Universalprüfmaschine (UPM) eingebaut. Der Abstand der Platten wurde zusätzlich zu der in der UPM integrierten Wegmessung mit einem induktiven Wegaufnehmer gemessen. Die Proben mit den Abmessungen 10 x 10 x 4 mm wurden über eine der Stirnseiten belastet und mit einer Geschwindigkeit von 1 mm/min komprimiert. Aufgezeichnet wurden das Kraftsignal und das Weg-Signal des induktiven Wegsensors bis zu einer maximalen Verformung von 30 %. Die Anfangs-Drucksteifigkeit wurde durch manuelles Auswerten der X-Y-Schriebe ermittelt.

4.2.2.3 Zugversuche

In Anlehnung an DIN EN ISO 527-2 [84] wurden Zugprüfungen an den PTFE-Compounds durchgeführt. Aufgrund der Abmessungen der Halbzeuge konnten anstelle der Standardprüfkörper lediglich die kleineren Probekörper vom Typ 1BA hergestellt werden. Hierzu wurden von abgedrehten Scheiben zunächst Streifen gesägt, die dann durch Fräsen die Kontur der Prüfkörper erhielten. Die Probendicke betrug 3,5 mm. Die Berechnung des E-Moduls erfolgte in den Dehnungsgrenzen zwischen 0,05 und 0,25 %. Da die PTFE-Compounds teilweise eine sehr große Bruchdehnung aufweisen, wurden die Zugversuche bis zum Erreichen der Streckgrenze mit 1 mm/min und danach mit 10 mm/min durchgeführt. Auf diese Weise wird der E-Modul entsprechend der o.g. Norm ausgewertet und die ohnehin nicht praxisrelevanten Bruchdehnungen von mehreren 100 % können dennoch im zeitlichen Rahmen erreicht werden. Die Bruchdehnungen, die bei dieser höheren Geschwindigkeit erreicht werden, liegen etwas niedriger als die Werte die bei 1 mm/min gemessen werden.

4.2.2.4 Kriecheigenschaften

Die Kriecheigenschaften von PTFE und PTFE-Compounds sind oft der limitierende Faktor, der den Einsatzbereich dieser Werkstoffe einschränkt. Aufgrund der geringen

Kohäsion zwischen den Molekülketten, können diese bei entsprechender Spannung aneinander abgleiten. Das Fließen der PTFE-Matrix beginnt daher bereits bei sehr geringen Spannungen.

Da in Gleitlagern, Gleitelementen oder Dichtungen diese Werkstoffe vorwiegend einer Druckbeanspruchung unterliegen, wurden hier Zeitstand-Druckversuche durchgeführt. Für diese Untersuchungen wurde ein vorhandener Zeitstand-Prüfstand für Zugbeanspruchung entsprechend umgebaut und mit zwei Druckplatten versehen. Mit dieser Prüfeinrichtung wurde eine konstante Druckkraft durch Gewichte aufgebracht. Über der Versuchsdauer von 100 h wurde die Verformung mit Hilfe eines induktiven Wegsensors gemessen. Um Fehler aufgrund von Stick-Slip-Effekten in der Führung zu vermeiden, wurde zur Kontrolle auch die Druckkraft aufgezeichnet. Als Probekörper dienten Würfel der PTFE-Compounds mit einer Kantenlänge von 5 mm. Diese Versuche wurden bei Raumtemperatur und bei einer Druckspannung von 10 MPa durchgeführt.

4.2.3 Thermische Eigenschaften

4.2.3.1 Dynamisch-Mechanische Thermoanalyse (DMTA)

Mit Hilfe von DMTA-Messungen kann der Verlauf der mechanischen Eigenschaften, insbesondere der Steifigkeit und der Dämpfung, als Funktion der Temperatur, Zeit und/oder Frequenz bestimmt werden. Dabei wird eine Probe mit einer sinusförmigen Belastung (z.B. Zug, Druck oder Biegung) beaufschlagt und die Ausgangswerte Dehnung und Dämpfung (Phasenverschiebung) gemessen. Man erhält den komplexen E-Modul E^* sowie den mechanischen Verlustfaktor $\tan \delta$ als Funktion der Temperatur. Die hier betrachteten Werkstoffe wurden mit einer DMTA-Prüfmaschine (Gabo Qualimeter Testanlagen, Typ Eplexor 25N) untersucht. Hierbei wurden Proben mit einem Querschnitt von ca. 2,5 mm x 4 mm und einer Länge von 45 mm verwendet. In einer Probenhalterung für Zugbeanspruchung eingespannt, wurden die Proben mit einer Schwellbelastung bei einer Frequenz von 10 Hz belastet. Die Probenkammer wurde dabei mit einer Heizrate von 1 K/min von -140°C bis 150°C aufgeheizt.

4.2.3.2 Thermomechanische Analyse (TMA)

Die Kenntnis des thermischen Ausdehnungsverhaltens ist für die konstruktive Auslegung von Maschinenelementen von Bedeutung. Dies gilt insbesondere dann, wenn im Betrieb von Maschinen größere Temperaturschwankungen auftreten und verschiedene Werkstoffe mit stark unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten (z.B. Stahl und Polymere) eingesetzt werden. So muss zum Beispiel bei Gleitlageranwendungen das Lagerspiel in bestimmten Grenzen liegen. Ein zu großes Lagerspiel kann ebenso ungünstig sein wie ein zu geringes Lagerspiel. Im letzteren Fall entsteht durch die erhöhte

Flächenpressung im Lager ein erhöhter Verschleiß und zusätzliche Reibungswärme. Dies kann zu einem verfrühten Ausfall des Lagers führen. Bei Dichtungen kann die thermische Ausdehnung durch eine verringerte Vorpressung zum Verlust der Dichtwirkung führen [71].

Mit Hilfe der Thermomechanischen Analyse kann der thermische Längenausdehnungskoeffizient α von Festkörpern in Abhängigkeit von der Temperatur ermittelt werden [85]. Hierzu wird in einer temperierten Kammer eine Probe zwischen einem Auflagetisch und einem Messfühler positioniert. Der Messfühler presst hierbei mit einer definierten, sehr geringen Kraft auf die Probe. Die Längenänderung der Probe wird über einen induktiven Wegaufnehmer erfasst. Die auf die Ausgangslänge bezogene Längenänderung ergibt die relative Längenänderung (Gl. 4.3).

Der thermische Längenausdehnungskoeffizient der PTFE-Compounds wurde mit einem TMA-Gerät (Fa. Mettler Toledo, Typ TMA 40) im Temperaturbereich zwischen -70°C und 150°C bestimmt. Hierbei wurden quaderförmige Proben mit einer Kantenlänge von 5 mm und einer Breite von ca. 3 mm verwendet. Diese wurden aus der Mitte der Halbzeuge entnommen und sowohl in Richtung der Halbzeuglängsachse (entspricht der Pressrichtung), als auch in radialer Richtung untersucht. Um eine genaue Messung zu erreichen, wurde eine geringe Auflast von $0,01\text{ N}$ und ein relativ großer Messfühler mit einem Durchmesser von 3 mm gewählt. Der thermische Ausdehnungskoeffizient α berechnet sich als Ableitung der relativen Längenänderung nach der Temperatur (Gl. 4.4).

$$\underline{l} = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (4.3)$$

$$\alpha = \frac{d\underline{l}}{dT} \quad (4.4)$$

4.2.3.3 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Die thermische Analyse mittels DSC (engl. Differential Scanning Calorimetry) erlaubt durch die Messung von Wärmeströmen Rückschlüsse auf physikalische und chemische Stoffumwandlungen. Bei thermoplastischen Polymeren, wie PTFE und PEEK, wird diese Methode vorwiegend zur Bestimmung von Glasübergängen, Kristallisation, Schmelztemperaturen und Zersetzungstemperaturbereichen eingesetzt. Mit Hilfe von Vergleichsmessungen mit Stoffen bekannter Wärmekapazität lässt sich auch die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck (c_p) von Stoffen bestimmen.

Für diese Untersuchungen wurde eine DSC-Apparatur (*DSC821^e*) der Fa. Mettler-Toledo, Schwerzenbach (Schweiz) verwendet. Für die Bestimmung der spezifischen

Wärmekapazität sind jeweils drei Messungen notwendig. Eine Blindmessung, eine Kalibrierungsmessung mit einem Stoff bekannter spezifischer Wärmekapazität, hier eine Saphirscheibe, und die Messung der eigentlichen Stoffprobe. Aus diesen drei Messungen kann dann die spezifische Wärmekapazität der Probe über dem gemessenen Temperaturbereich bestimmt werden, wobei im betrachteten Temperaturbereich keine physikalische oder chemische Stoffumwandlung stattfinden darf. Für die Messungen wurden Aluminiumtiegel verwendet. Der Stickstoff-Spülgasstrom wurde auf 30 ml/min eingestellt. Die Proben hatten eine Einwaage von ca. 10 mg . Aufgrund des großen Temperaturbereiches wurde ein Temperaturprogramm aufgestellt, welches durch Isothermen unterbrochen ist und bei dem die einzelnen Aufheizsegmente nicht größer als 100 K sind. Die Auswertung erfolgte mit der Software Mettler-Toledo *STAR^e* SW 7.00.

4.2.3.4 Temperaturleitfähigkeit

Die Temperaturleitfähigkeit wurde mit Hilfe eines Wärmepulsgerätes ermittelt (CompoTherm, XP 20 IR). Die Proben werden innerhalb eines Vakuumofens in den Strahlengang einer Infrarotquelle positioniert. Die Bestrahlung der Probe erfolgt über eine bestimmte Zeit, wobei auf der abgewandten Seite die Temperatur der Probe mit einem Pyrometer berührungslos gemessen wird. Aus dem zeitlichen Verlauf der Bestrahlung und der resultierenden Temperaturänderung an der Rückseite der Probe kann die Temperaturleitfähigkeit κ bestimmt werden.

Dieses Messverfahren erfordert planparallele Proben geeigneter Dicke (hier 4 mm) mit einer gleichmäßig absorbierenden Oberfläche. IR-transparente Proben müssen deshalb mit einer Absorptionsschicht versehen werden, um ein Durchscheinen der Wärmequelle zu vermeiden. Aus der Temperaturleitfähigkeit, der Dichte und der spezifischen Wärmekapazität lässt sich die Wärmeleitfähigkeit λ berechnen (Gl. 4.5).

$$\lambda = \kappa \cdot c_p \cdot \rho \quad (4.5)$$

4.2.4 Tribologische Prüfung

Die Gleitverschleißprüfungen erfolgten vorwiegend mittels eines an der IVW GmbH konzipierten Stift-Scheibe-Prüfstandes, dessen Aufbau zum Teil im Rahmen dieser Arbeit erfolgte. In Bild 4.5 ist dessen Funktionsprinzip dargestellt.

Bei dieser Prüfmaschine wird die feststehende Probe von unten gegen eine rotierende Gegenkörperscheibe gepresst, wobei die Anpresskraft und die Gleitgeschwindigkeit mit Hilfe einer Software (LabView, Fa. National Instruments) geregelt werden. Die Gegenkörperscheibe kann durch eine im Rotor integrierte Heizung temperiert werden.

Während der Verschleißexperimente werden die Reibkraft und die Höhenänderung der Probe kontinuierlich aufgezeichnet. Die Reibkraftmessung erfolgt durch eine Kraftmessdose (Fa. HBM), welche die Reibkraft gegenüber dem Maschinengestell abstützt. Die Höhenmessung erfolgt mit einem induktiven Wegsensor (Fa. HBM, Typ W5K).

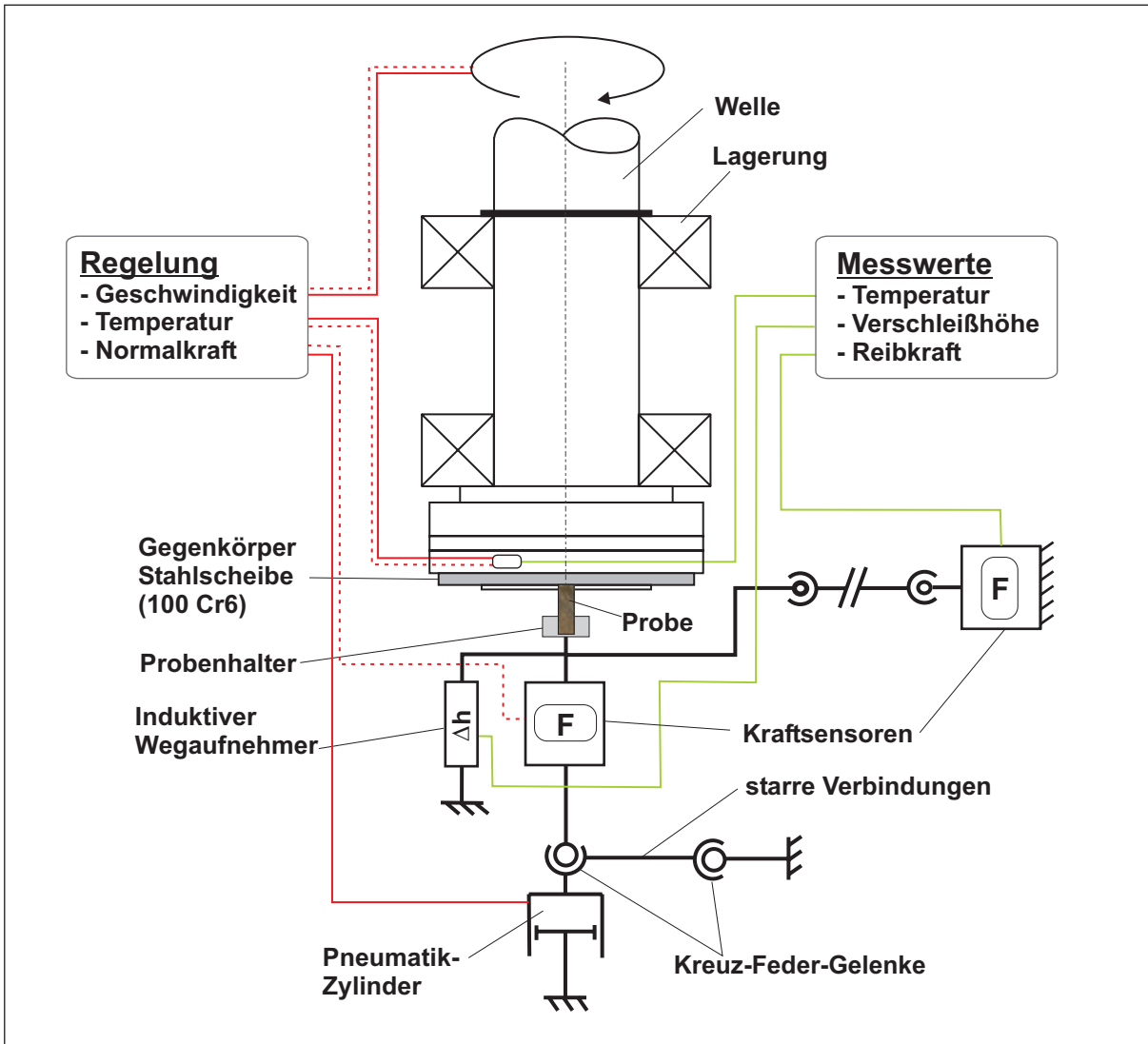


Bild 4.5: Schematischer Aufbau der Stift-Scheibe-Apparatur

Die Proben der PTFE-Compounds wurden aus den Halbzeugzylindern präpariert. Dazu wurden zunächst Scheiben mit einer Dicke von ca. $4,2 \text{ mm}$ mit Hilfe einer Drehmaschine von den Halbzeugzylindern abgestochen. Von den erhaltenen Scheiben wurden Proben auf die Maße $4 \times 4 \times 12 \text{ mm}^3$ zugesägt. Vor den Versuchen wurden die Proben in der Prüfmaschine eingespannt und mit einem auf eine Gegenkörperscheibe aufgeklebten Schleifpapier (1000er Körnung) abgeschliffen. Damit wurde erreicht, dass bereits zu Beginn der Verschleißversuche die Proben eine bestmögliche Parallelität zur Oberfläche der Gegenkörperscheibe haben.

Für die Reibungs- und Verschleißversuche mit Hilfe der in Bild 4.5 auf der vorherigen Seite dargestellten Prüfmaschine wurden Gegenkörperscheiben (LS 80105, Fa. INA-Scheffler KG) aus 100 Cr6 Stahl mit den Abmessungen $\varnothing_a = 80 \text{ mm}$ und $\varnothing_i = 105 \text{ mm}$ und einer Dicke von 6 mm verwendet. Die Laufscheiben stammen aus der Axiallagerproduktion und weisen eine gleichbleibende Oberflächenqualität der beiden geschliffenen Flächen auf. Bild 4.6 (a) zeigt die geschliffene Oberfläche mit geradlinigen Riefen. Die Rauigkeit dieser Gegenkörper wurde mit Hilfe eines Tastschnittgerätes gemessen und betrug $R_a = 0,32 \text{ }\mu\text{m}$ bzw. $R_z = 2,0 \text{ }\mu\text{m}$. Damit die Messergebnisse nicht durch an der Gegenkörperscheibe anhaftende Korrosionsschutzmittel oder Öl- und Fettreste verfälscht werden, erfolgte direkt vor den Versuchen jeweils eine Reinigung in einem Ultraschallbad mit Isopropanol. Die Auswertung erfolgte anhand der Proben durch Bestimmen des Massenverlustes und die Berechnung der spezifischen bzw. der linearen Verschleißrate (Gl. 2.9, 2.10).

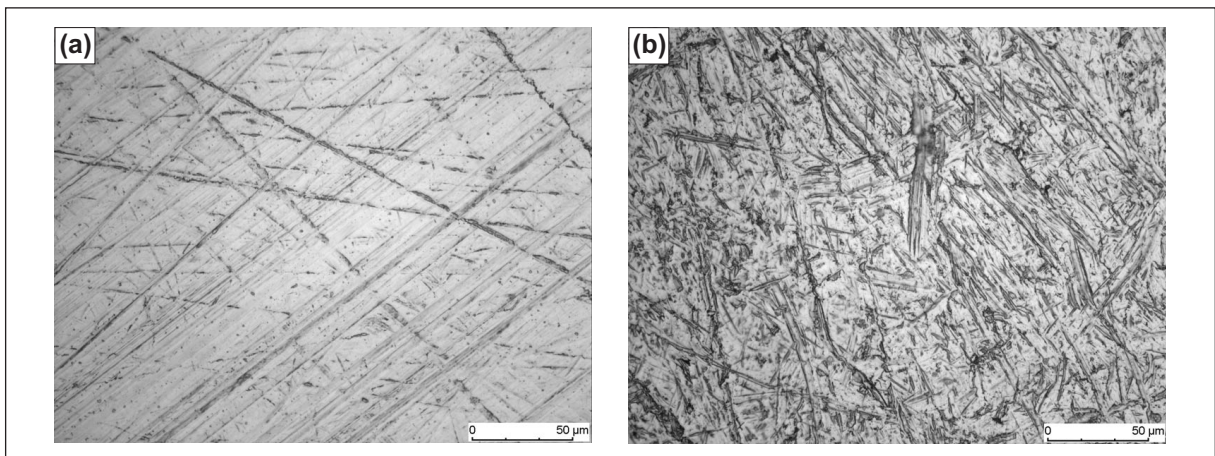


Bild 4.6: Lichtmikroskopische Aufnahmen der verwendeten Gegenkörperscheiben:
(a) Laufscheibe LS80105 und (b) Laufscheibe LS2542 (Fa. INA-Scheffler KG)

Mit Hilfe einer Thermokamera (Fa. Hughes) konnte die Temperaturverteilung der Stift-Scheibe-Versuchsanordnung untersucht werden. Bild 4.7 zeigt den Rotor und die Probe bzw. die Probeneinspannung als (a) normales Foto und (b) als Temperaturbild während eines Versuchs. Im linken Bild ist der Rotor sowie die Probe darunter zu erkennen. Die Probe ist hier mit dünnen Thermoelementen präpariert, mit denen es möglich ist, die Temperatur im Inneren der Probe zu messen.

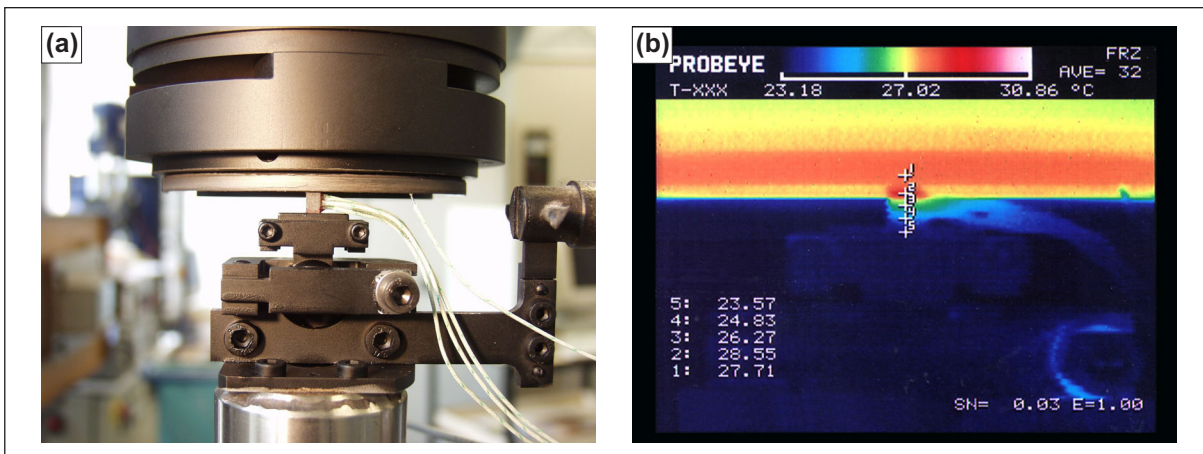


Bild 4.7: (a) Aufnahme des Rotors und einer darunter befindlichen mit Thermoelementen bestückten Probe; (b) Thermografieaufnahme derselben Anordnung

Für Untersuchungen zum Transferfilmbildungsverhalten wurde eine weitere Verschleißprüfmaschine (Bild 4.8) verwendet, bei der wesentlich kleinere Gegenkörperscheiben (LS 2542, Fa. INA-Scheffler KG) verwendet werden. Diese Scheiben können unzersägt mit dem REM betrachtet werden. Die Oberflächen dieser Scheiben sind ebenfalls von gleichbleibender Qualität, jedoch werden diese Teile in einem Trommelverfahren geschliffen, was die unregelmäßige Oberflächenbeschaffenheit der in Bild 4.6 (b) gezeigten Oberflächen erklärt. Die gemessenen Rauigkeiten liegen bei $R_a = 0,23 \mu\text{m}$, $R_z = 2,1 \mu\text{m}$ und $R_{max} = 2,6 \mu\text{m}$.

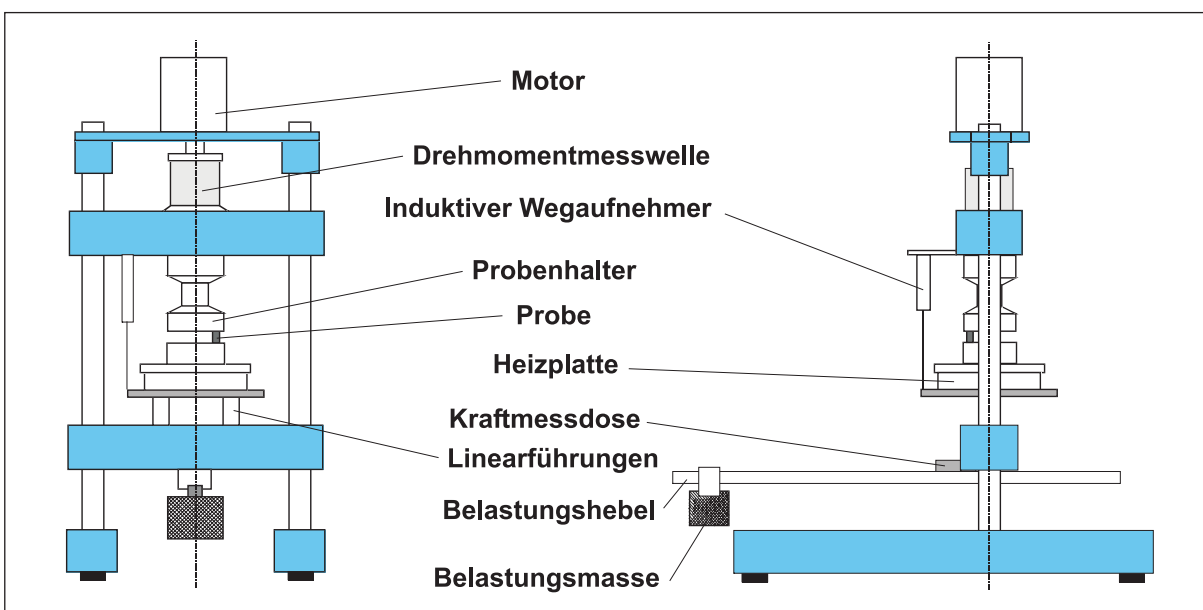


Bild 4.8: Schematischer Aufbau des zweiten Stift-Scheibe-Tribometers (Fa. Wazau, Berlin)

5 Ergebnisse

5.1 Mikroskopie und Gefügeanalyse

In Bild 5.1 sind lichtmikroskopische Aufnahmen von PTFE/PAR/CF-Compounds mit unterschiedlichem PAR- bzw. CF-Gehalt abgebildet. In den Aufnahmen sind die Kohlenstofffasern auf PAN-Basis mit einem Faserdurchmesser von ca. 6 bis 7 μm als helle Stäbchen oder Ellipsen zu erkennen. Die PAR-Partikel liegen als helle Partikel unterschiedlicher Größe vor und sind durch die leicht transparente Matrix auch etwas unterhalb der Oberfläche zu sehen. Die Größe der PAR-Partikel ist stark unterschiedlich. Es sind sowohl sehr kleine von 20 - 30 μm als auch relativ große Partikel von 50 μm und größer vorhanden. In Bild 5.1 (d), dem Compound mit dem höchsten Faservolumengehalt, sind viele Faserbruchstücke vorhanden. Die anderen abgebildeten Werkstoffe weisen weniger Bruchstücke auf.

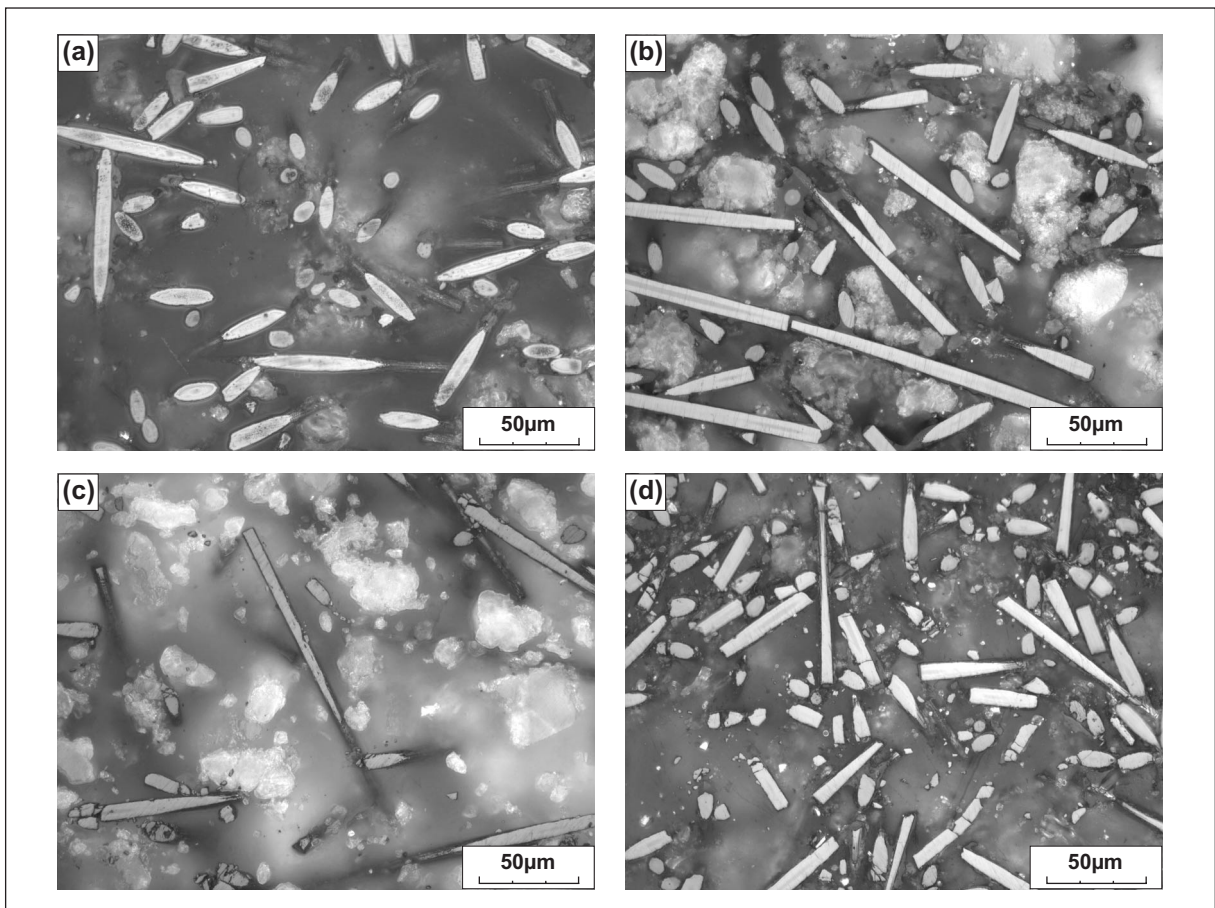


Bild 5.1: Lichtmikroskopische Aufnahmen von PTFE/PAR/CF-Compounds:
(a) 13,8Vol.%PAR/17Vol.%CF, (b) 32Vol.%PAR/16Vol.%CF,
(c) 27Vol.%PAR/5,6Vol.%CF und (d) 26Vol.%PAR/21,6Vol.%CF

In Bild 5.2 sind Schlifffbilder von PTFE/PEEK/CF-Compounds unterschiedlicher Mischungsverhältnisse zu sehen. Darin sind die PEEK-Partikel als hellere, wolkenförmige und gleichmäßig verteilte Bereiche zu erkennen. Durch ihre Form erlauben die PEEK-Partikel auch eine gewisse formschlüssige Verbindung zur PTFE-Matrix. Mit einem Durchmesser von 15 - 25 μm sind hier die deutlich dickeren Pitch-CF-Fasern zu sehen. Diese Kohlenstofffasern sind weniger gleichmäßig in ihrer Gestalt als PAN-Fasern, weshalb auch vereinzelt unförmige, nicht unbedingt faserförmige CF-Partikel vorliegen können.

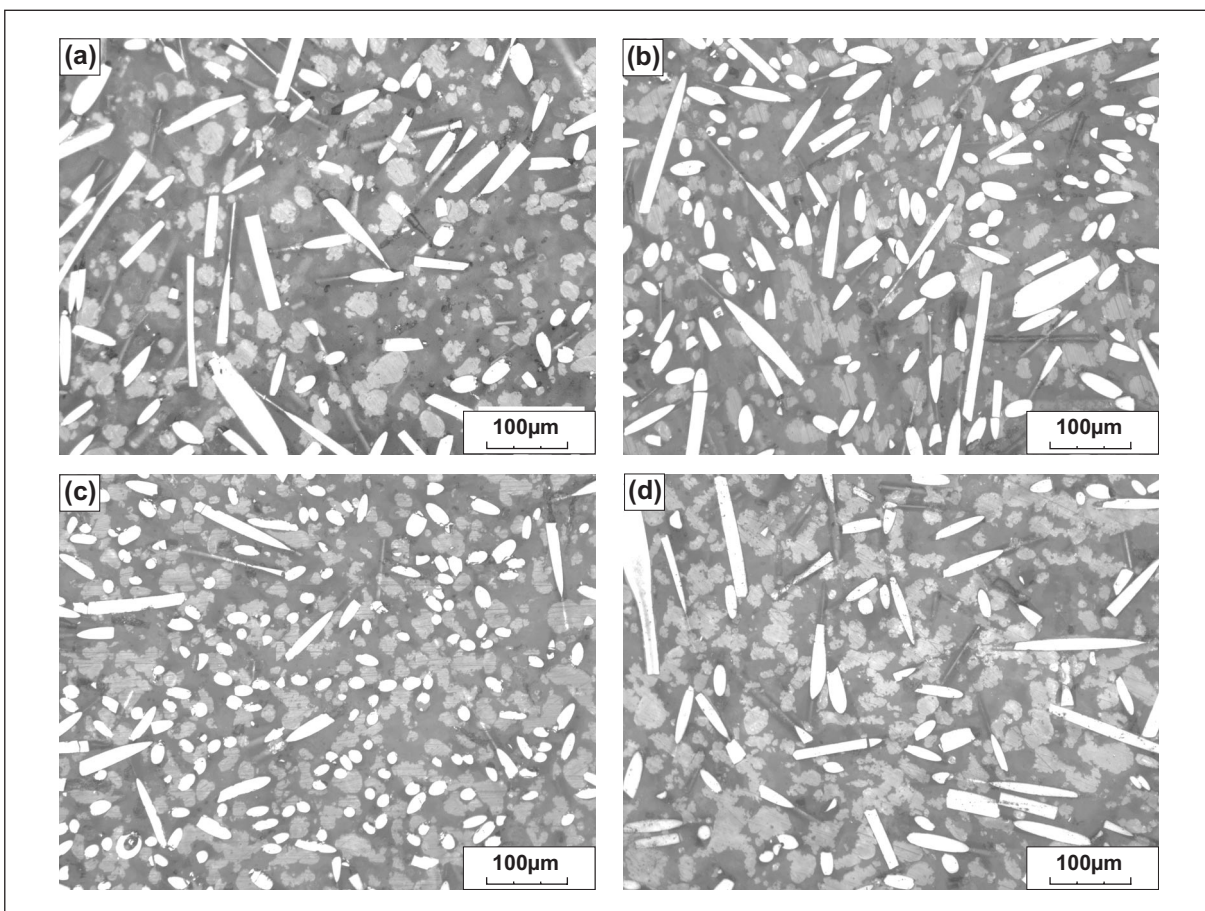


Bild 5.2: Lichtmikroskopische Aufnahmen von PTFE/PEEK/CF-Compounds:
 (a) 13,5Vol.%PEEK/18Vol.%CF, (b) 20,1Vol.%PEEK/24,3Vol.%CF,
 (c) 26,5Vol.%PEEK/23,6Vol.%CF und (d) 34,3Vol.%PEEK/16,6Vol.%CF

Bild 5.3 zeigt vier der insgesamt acht mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds in jeweils 200facher und 500facher Vergrößerung. Diese vier Compounds stellen die Eckpunkte der Variationsmatrix dar. Die Bilder (a-1) und (a-2) zeigen das Compound mit niedrigstem PEEK- und CF-Anteil, die Bilder (d-1) und (d-2) jeweils den höchsten PEEK- und CF-Anteil. Die Compounds sind nicht von den PTFE/PEEK/CF-Compounds in Bild 5.2 zu unterscheiden, und auch die bessere Fließfähigkeit der mod.-PTFE-Matrix ist anhand der Schlifffbilder nicht zu erkennen.

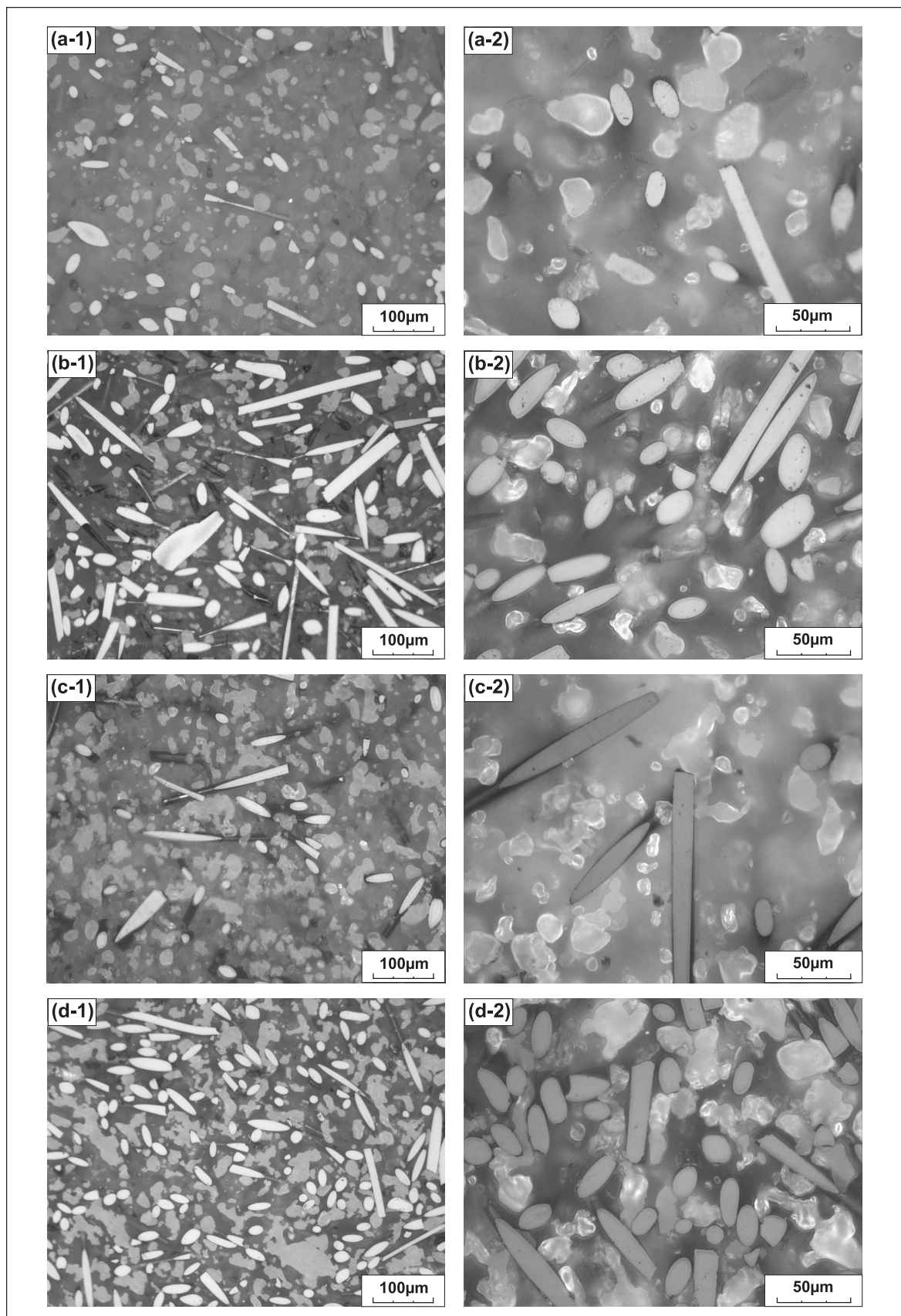


Bild 5.3: Lichtmikroskopische Aufnahmen von mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds:
(a) 14Vol.%PEEK/6,3Vol.%CF, (b) 13,3Vol.%PEEK/25Vol.%CF,
(c) 27,8Vol.%PEEK/5,9Vol.%CF und (d) 26,5Vol.%PEEK/23,6Vol.%CF

Für alle PTFE-Compounds gilt, dass die Partikel- und Faserverteilung gleichmäßig ist. In lokal begrenzten Bereichen sind Faserorientierungen bzw. Faser- oder Partikelanhäufungen zu beobachten. In den Randbereichen der zylindrischen Halbzeuge konnten bei manchen Werkstoffen Entmischungserscheinungen beobachtet werden. Insbesondere wurden PAR-reiche Zonen in der Nähe der Außenhaut beobachtet. Die Außenhaut und wenige mm darunter zeigt bräunliche Verfärbungen aufgrund von Oxidation beim Sintern. Daraus resultiert eine höhere Härte und geringere Bruchdehnung in den Randbereichen. Die Randbereiche der Halbzeuge wurden daher für die experimentellen Untersuchungen nicht verwendet.

5.1.1 Herstellungsbedingte Faserorientierung bei PTFE-Compounds

Bei PTFE-Compounds mit Füllstoffen, deren Länge/Dicke-Verhältnis größer als 1 ist, kann es beim Verpressen zu einer Füllstofforientierung kommen. Dies trifft insbesondere für Fasern zu. Ähnlich wie beim Spritzgießen oder Extrudieren richten sich die Fasern auch beim Pressen durch unterschiedliche, an den Füllstoffen angreifende Geschwindigkeiten aus. Dieser Effekt ist beim Pressen weniger effektiv, da die von den Füllstoffen zurückgelegten relevanten Wege kürzer sind und das umgebende Pulver sich viskoser verhält als eine Polymerschmelze. Auch die in dieser Arbeit untersuchten Compounds weisen eine gewisse Faserorientierung auf. Dies ist anhand der beiden mikroskopischen Aufnahmen in Bild 5.4 zu erkennen. In Bild (a) ist eine Schnittfläche parallel zur Pressrichtung zu sehen. Hier sind die Kohlenstofffasern vorwiegend waagrecht bzw. senkrecht zur Pressrichtung angeordnet. In Bild 5.4 (b) dagegen liegen die Fasern vorwiegend parallel zur Bildebene, d.h. senkrecht zur Pressrichtung, vor.

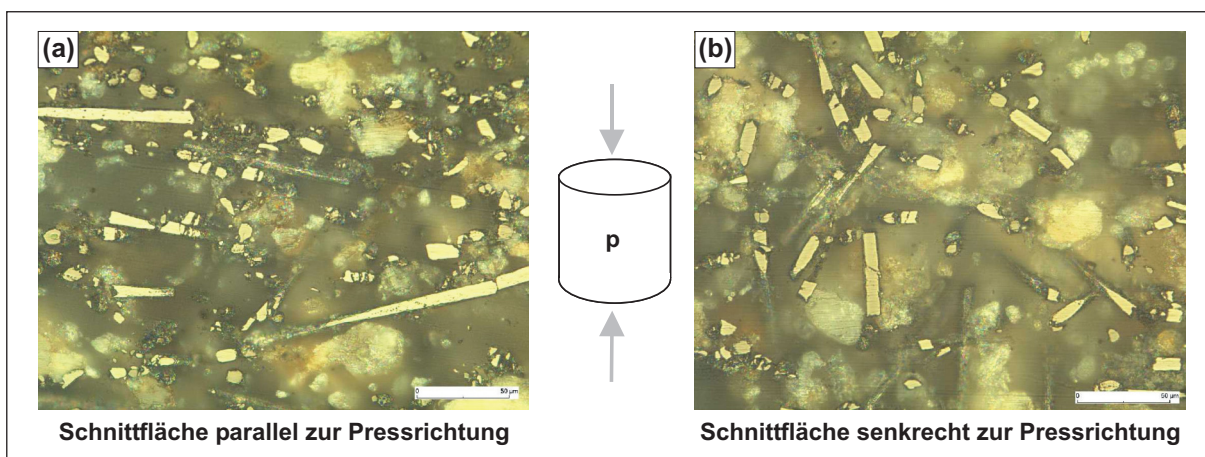


Bild 5.4: Durch Pressen bedingte Faserorientierung in zylindrischen PTFE-Halbzeugen am Beispiel von PTFE/26Vol.%PAR/16Vol.%CF

Die Faserorientierung wurde in dieser Arbeit nicht quantitativ erfasst. Um eine Verfälschung von Ergebnissen durch unterschiedliche Faserorientierungen auszuschließen, wurden für die im Folgenden betrachteten Untersuchungen die Proben jeweils in gleicher Weise präpariert. Wie auch in Produktbeschreibungen über kommerziell erhältliche PTFE-Compounds, wird im Weiteren, sofern notwendig, zwischen "Pressrichtung" und "senkrecht zur Pressrichtung" unterschieden [78, 86, 87].

5.2 Mechanische Eigenschaften

5.2.1 Dichtemessung

Bild 5.5 zeigt die Ergebnisse der Dichtemessung der PAR/PTFE/CF-Compounds. Entsprechend der Füllstoffvariation ist die Dichte in Diagramm (a) über dem PAR-Volumengehalt (bei konstantem CF-Gehalt) und in Diagramm (b) über dem Kohlenstofffaservolumengehalt (bei konstantem PAR-Gehalt) aufgetragen. Sowohl eine Zunahme des PAR-Gehaltes als auch eine Zunahme des CF-Gehaltes reduziert die Dichte, da beide Füllstoffe eine geringere Dichte als die polymere Matrix aufweisen.

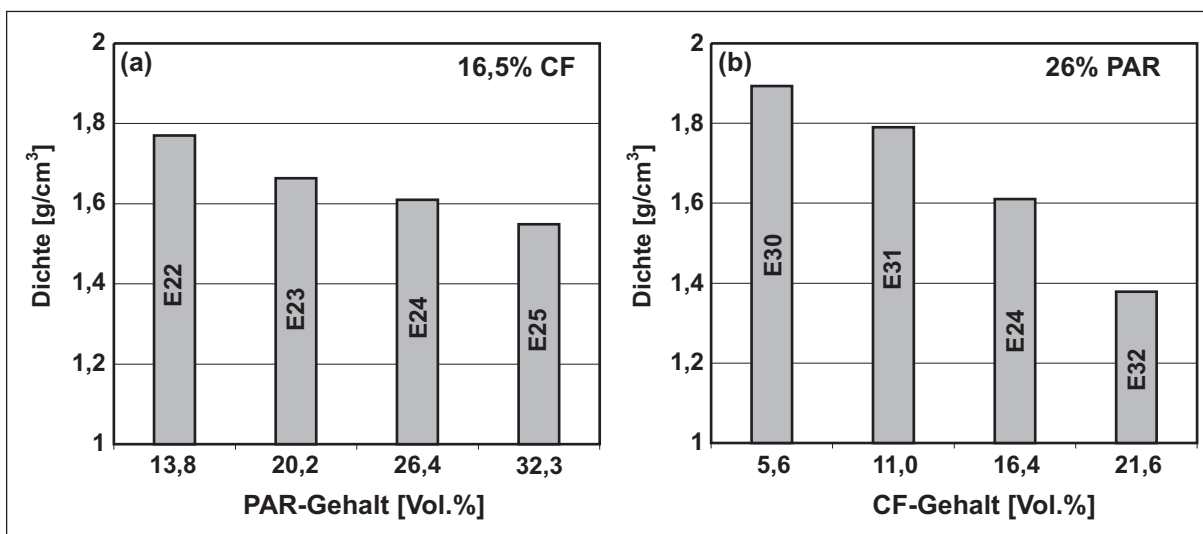


Bild 5.5: Dichte der PTFE/PAR/CF-Compounds (a) als Funktion des PAR-Gehaltes und (b) als Funktion des CF-Gehaltes

Vergleicht man die gemessenen Werte mit der anhand der linearen Mischungsregel berechneten Dichte, so sind relativ große Abweichungen zu verzeichnen. Diese sind darauf zurückzuführen, dass die Füllstoffe die Elimination von Hohlräumen während dem Pressen und Sintern beeinträchtigen. Dem kann zwar in gewissen Grenzen durch höhere Pressdrücke entgegengewirkt werden, jedoch kann die Zunahme des Porengehaltes bei hohen Füllstoffgehalten nicht verhindert werden. Neben dem Füllstoffgehalt haben auch verschiedene Füllstoffgeometrien einen unterschiedlich großen Einfluss

hierauf. Füllstoffe, wie z.B. Fasern mit einem Länge zu Breite-Verhältnis $\gg 1$, behindern das Fließen der Matrix bzw. die Hohlräumelimination effektiver als z.B. runde Partikel. Dies gilt auch für die PTFE/PEEK/CF- (Bild 5.6) und die mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds (Bild 5.7).

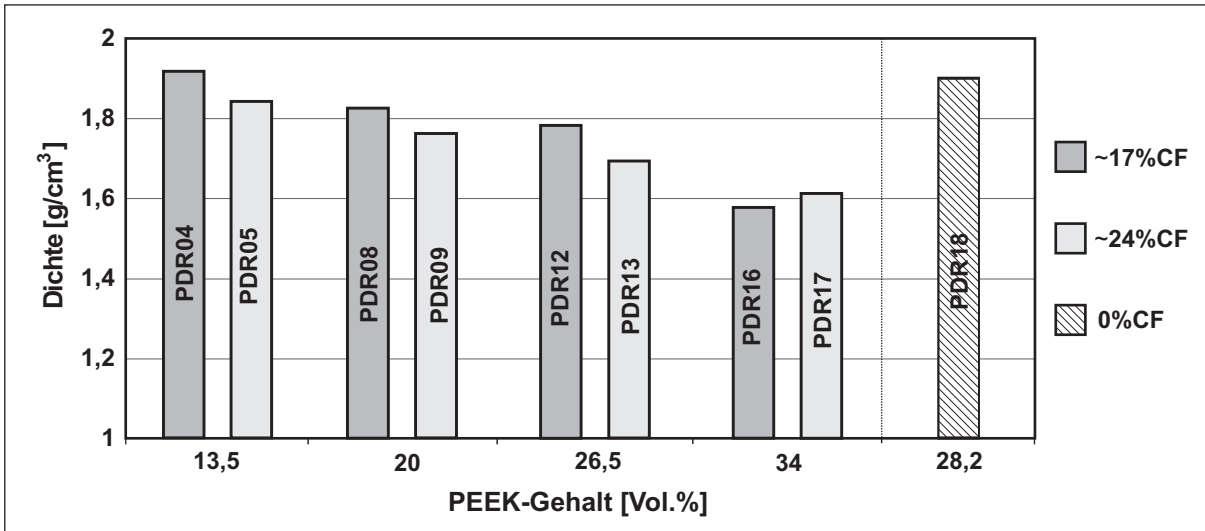


Bild 5.6: Dichte der PTFE/PEEK/CF-Compounds in Abhängigkeit des PEEK-Gehaltes für 17 Vol.% und 24 Vol.% CF

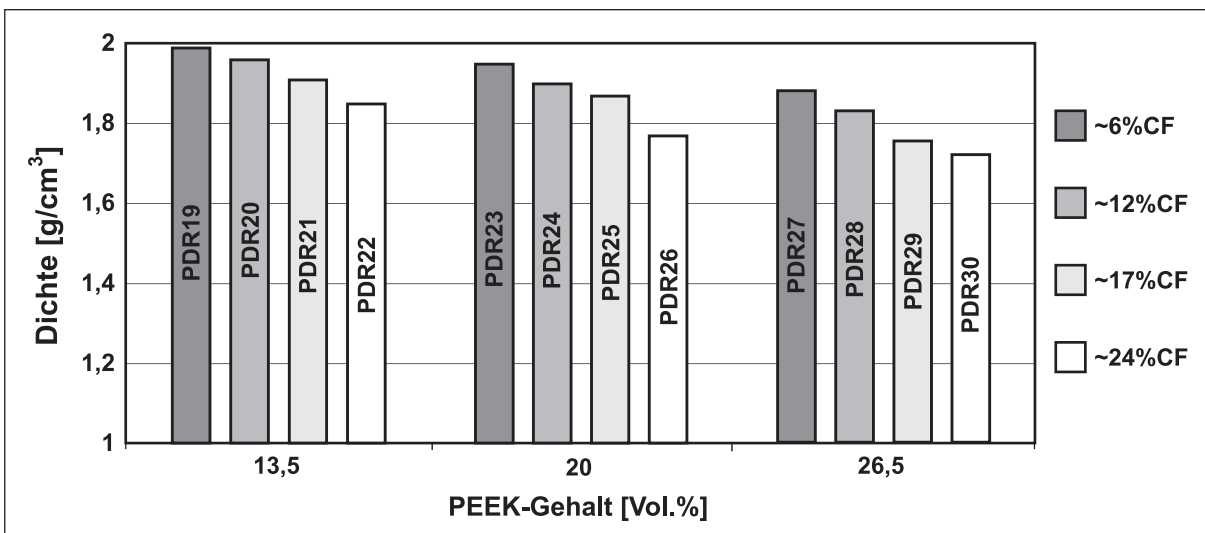


Bild 5.7: Dichte der mod.-PTFE-Compounds in Abhängigkeit des PEEK-Gehaltes für verschiedene Faservolumenanteile

5.2.2 Härtemessungen

Die Härte der PTFE-Compounds wurde nach Shore D (DIN 53505) bestimmt. Die Ergebnisse der Messungen sind in den folgenden Diagrammen dargestellt, wobei jeder dargestellte Messpunkt einem Mittelwert aus fünf Messungen entspricht, und die Werte nach jeweils 3, 15 und 30 Sekunden abgelesen wurden. Die Schwankungen der Messwerte sind sehr gering, da nach der o.g. DIN nur ganzzahlige Härtewerte abgelesen werden.

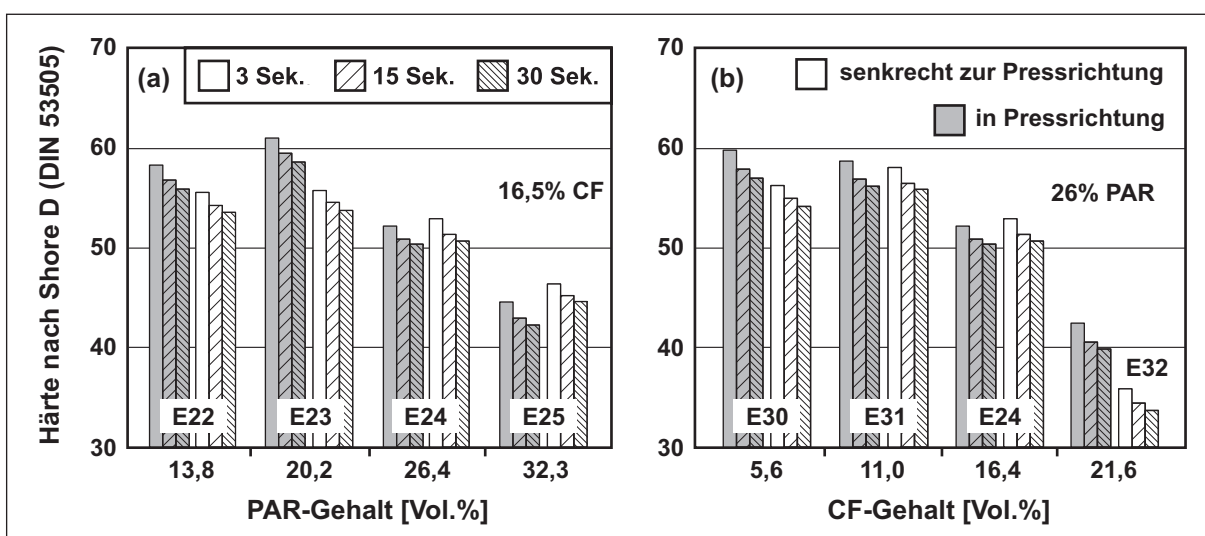


Bild 5.8: Härte nach Shore D der PTFE/PAR/CF-Compounds (a) als Funktion des PAR-Gehaltes und (b) als Funktion des CF-Gehaltes

Bild 5.8 zeigt die Härtewerte der PTFE/PAR/CF-Compounds (a) in Abhängigkeit des PAR-Gehaltes und (b) in Abhängigkeit des Kohlenstoffaser-Gehaltes. Die Messungen erfolgten sowohl an Schnittflächen senkrecht zur Pressrichtung als auch parallel zur Pressrichtung. Aus den Diagrammen geht hervor, dass höhere Füllstoffgehalte nicht zwangsläufig zu einer höheren Härte führen müssen. Insbesondere die sehr hoch gefüllten Compounds mit einem Gesamtfüllstoffgehalt von etwa 48 Vol.% haben eine reduzierte Härte von lediglich 44 bzw. 42 Shore D. Für fast alle Compounds gilt, dass die Härte in Pressrichtung geringfügig höher ist als senkrecht zur Pressrichtung.

Die Shore D Härte der PTFE/PEEK/CF-Compounds und mod.-PTFE-Compounds zeigt dagegen eine mit dem Füllstoffanteil ansteigende Härte (Bilder 5.9 und 5.10). Die Unterschiede sind gering, die niedrigsten Werte liegen bei 61 und die höchsten Werte bei 65 Shore D (gemessen nach 3 Sekunden).

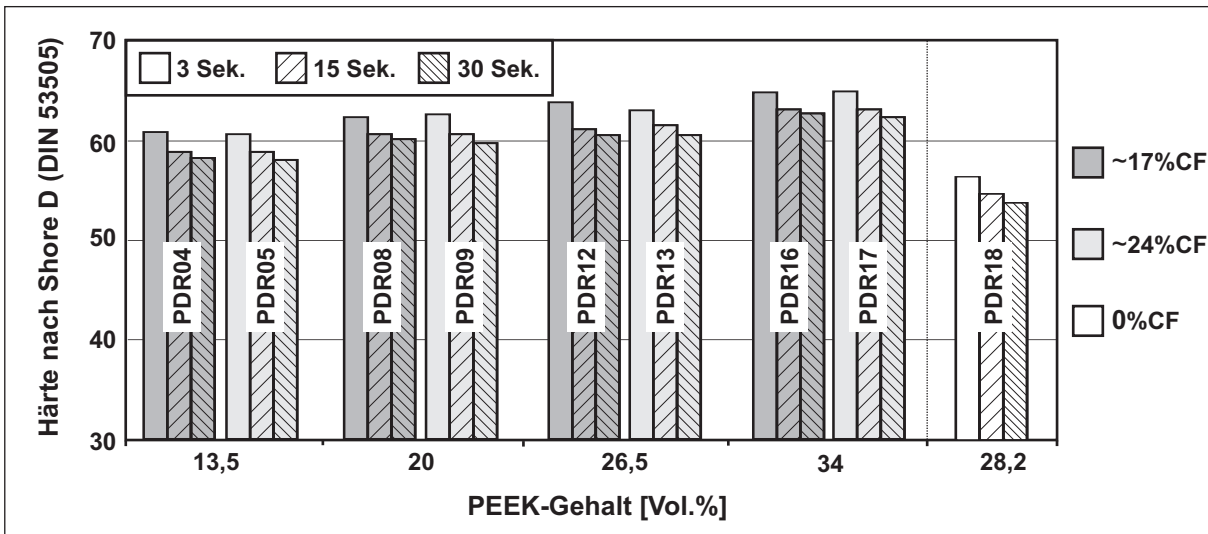


Bild 5.9: Härte nach Shore D der PTFE/PEEK/CF-Compounds in Abhängigkeit des PEEK-Gehaltes für 17 Vol.% und 24 Vol.% CF

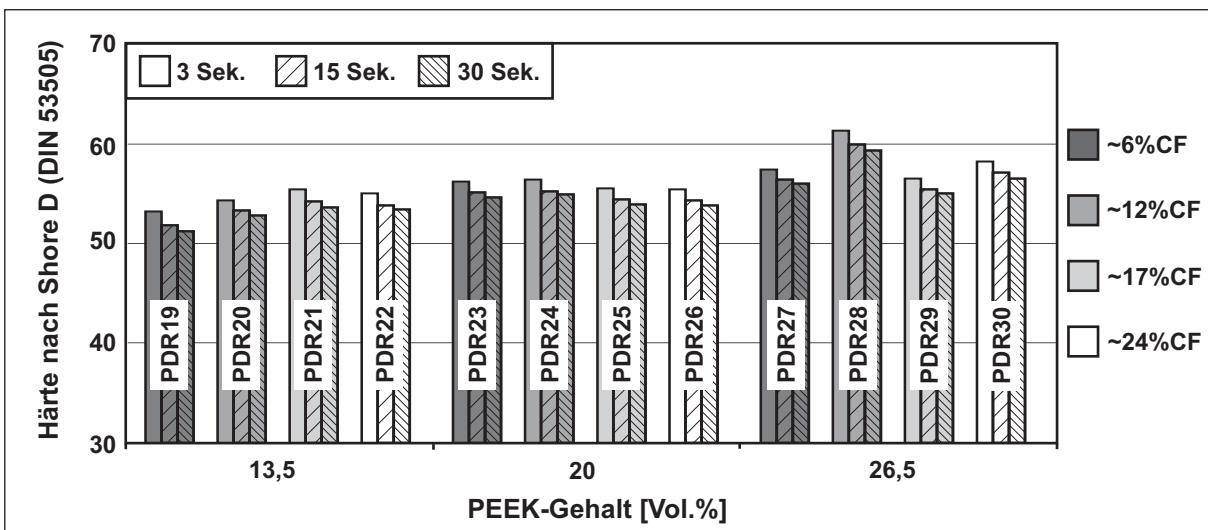


Bild 5.10: Härte nach Shore D der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds in Abhängigkeit des PEEK-Gehaltes für verschiedene Faservolumenanteile

Neben der makroskopischen Härte wurden die Werkstoffe auch hinsichtlich der Mikrohärtigkeit der einzelnen Compound-Bestandteile untersucht. In Tabelle 5.1 sind die Ergebnisse der Ultramikrohärte-Messungen der PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe aufgelistet. Für diese Messungen wurde jeweils ein Compound der drei Werkstoffsysteme (PTFE/PAR/CF, PTFE/PEEK/CF und mod.-PTFE/PEEK/CF) mit mittlerem Füllstoff- und Fasergehalt ausgewählt.

Die Ergebnisse der Messungen zeigen die generell hohe Härte der Kohlenstofffasern, die sich jedoch aufgrund der verschiedenen Verbundwerkstoffe mit unterschiedlichen

Fasertypen und Matrixmaterialien unterscheiden. Die große Bandbreite der Messwerte spiegelt den Einfluss der unterschiedlich orientierten Fasern wider. Die kleineren PAN-Fasern in PTFE/PAR/CF können durch die Matrix weniger gut abgestützt werden als die im Durchmesser fast doppelt so großen Pitch-Fasern in den anderen Werkstoffsystemen und erreichen daher weniger hohe Härtewerte. Die in der PEEK-Matrix vorliegenden Fasern erreichen aufgrund der hohen Steifigkeit des PEEK deutlich höhere Werte als in einer PTFE-Matrix vorliegende Fasern.

Tabelle 5.1: Ultra-Mikrohärte von PTFE- und PEEK-Verbundwerkstoffen

Mikrohärte (DUH) [N/mm^2]			
Verbundwerkstoff	Matrix (min.-max.)	Partikel (min.-max.)	Faser (Bereich)
PTFE/PAR/CF	43,1	37	28,3 - 281
PTFE/PEEK/CF	41,5 +/-4,5	124 +/-12	200 - 860
mod.-PTFE/PEEK/CF	43,1 +/-4,5	112	147 - 517
PTFE/Bronze/CF	50,6 +/- 10	1397 +/-300	76 - 753
PEEK/PTFE/CF	220,8	42	1000 - 2200

5.2.3 Zug/Druck-Verformungsverhalten

5.2.3.1 Zugversuche

Die untersuchten Compounds zeigen bei Zugbeanspruchung ein vom Füllgrad abhängiges Verhalten. Der Einfluss des Füllgrades ist in Bild 5.11 beispielhaft anhand der Kraft-Dehnungskurven der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds mit konstantem PEEK-Gehalt von ca. 20 Vol.% und variierendem CF-Gehalt dargestellt. Der Bruch der Proben ist jeweils durch die kurzen parallelen Linien angedeutet. Die darauf folgenden Diagramme geben zusammenfassend die Auswertung der einzelnen Spannungs-Dehnungs-Kurven hinsichtlich E-Modul, Zugfestigkeit und Bruchdehnung wieder.

Der Einfluss der unterschiedlichen Füllstoffanteile macht sich bei den hier untersuchten Werkstoffen im Wesentlichen bei der Zugfestigkeit und der Bruchdehnung bemerkbar. Die Bruchdehnung erreicht z.B. bei mod.-PTFE/20Vol.%PEEK/6Vol.%CF bis zu 300 %, bei den am höchsten gefüllten Compounds dagegen weniger als 5 %. Die Spannungs-Dehnungskurven besitzen bei allen Compounds eine ausgeprägte Streckgrenze, die je nach Füllstoffgehalt zwischen 10 und 12 MPa beträgt. Bei geringeren Füllstoffgehalten beginnt sich die Probe beim Erreichen der Streckspannung einzuschnüren. Diese Einschnürung pflanzt sich dann über die gesamte Probenlänge fort bis die Probe endgültig versagt. Bei höheren Füllstoffgehalten versagt die Probe direkt am Ort der ersten Einschnürung.

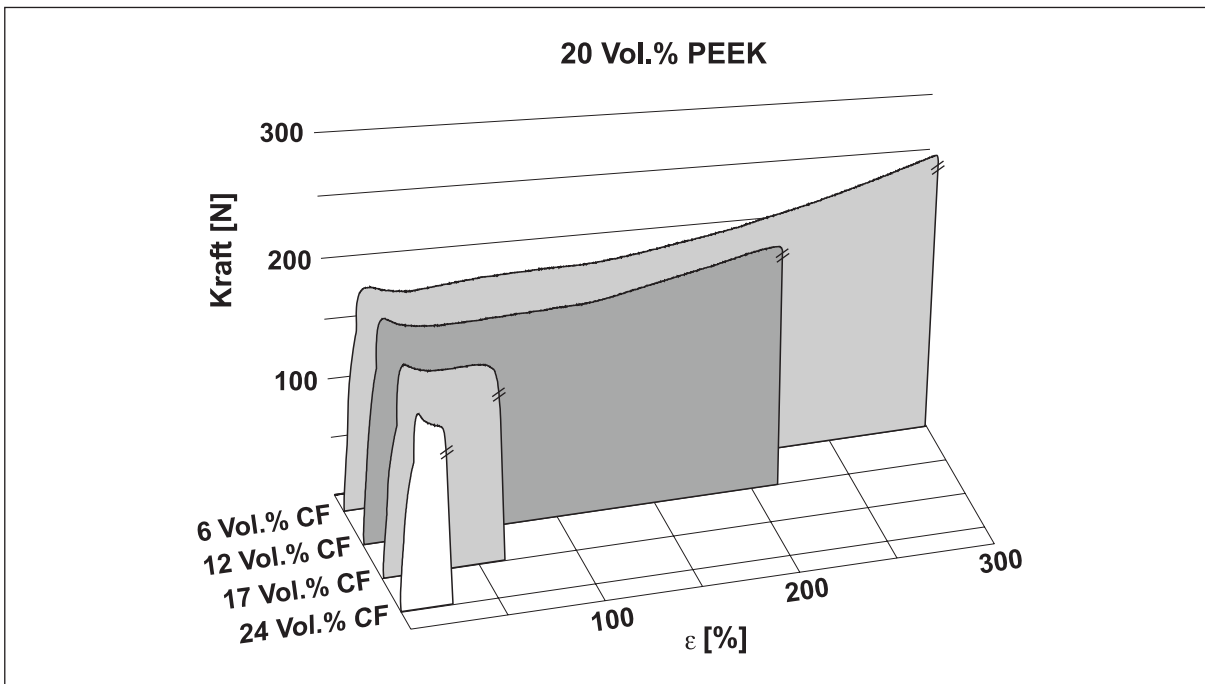


Bild 5.11: Kraft-Dehnungskurven von Zugversuchen der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds mit 20 Vol.% PEEK und verschiedenen Faservolumengehalten

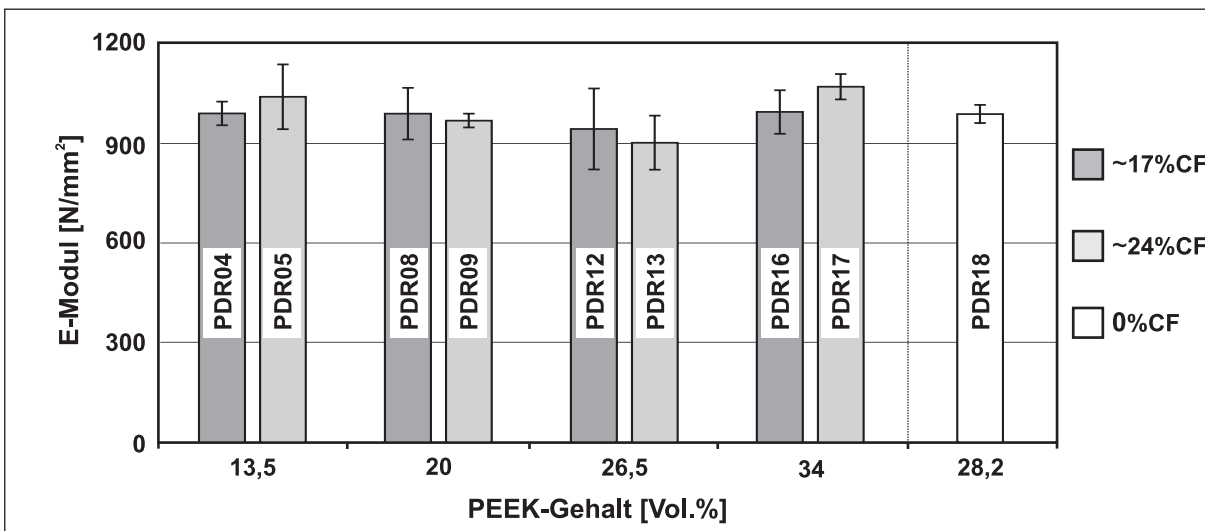


Bild 5.12: E-Modul von PTFE/PEEK/CF

In den Bildern 5.12 und 5.13 sind die E-Moduln der Werkstoffe über deren PEEK-Gehalt aufgetragen. Bei den PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffen lässt sich keine eindeutige Aussage zum Einfluss der Füllstoffe auf den gemessenen E-Modul ableiten (Bild 5.12). Die E-Moduln dieser Werkstoffe liegen zwischen 0,9 und 1,1 *GPa*. Die Kohlenstofffasern bewirken trotz der recht hohen Füllgrade keine Verstärkung. Dies zeigt sich im direkten Vergleich mit einem Compound ohne Faserverstärkung

(PTFE/28Vol.%PEEK). Bei den mod.-PTFE/PEEK/CF-Werkstoffen ist eine Aussage zum Einfluss der Füllstoffe ebenfalls schwer. Die gemessenen E-Moduln liegen durchschnittlich bei ca. 0,9 MPa und sind damit etwas niedriger als in Bild 5.12. Bei niedrigen Füllgraden (13,5 Vol.% PEEK) ist eine leichte Zunahme des E-Moduls mit steigendem CF-Anteil zu erkennen. Bei höheren PEEK-Anteilen (20 Vol.% und 26,5 Vol.%) kehrt sich diese Tendenz jedoch um. Höhere CF-Anteile bewirken eine leichte Verringerung des E-Moduls.

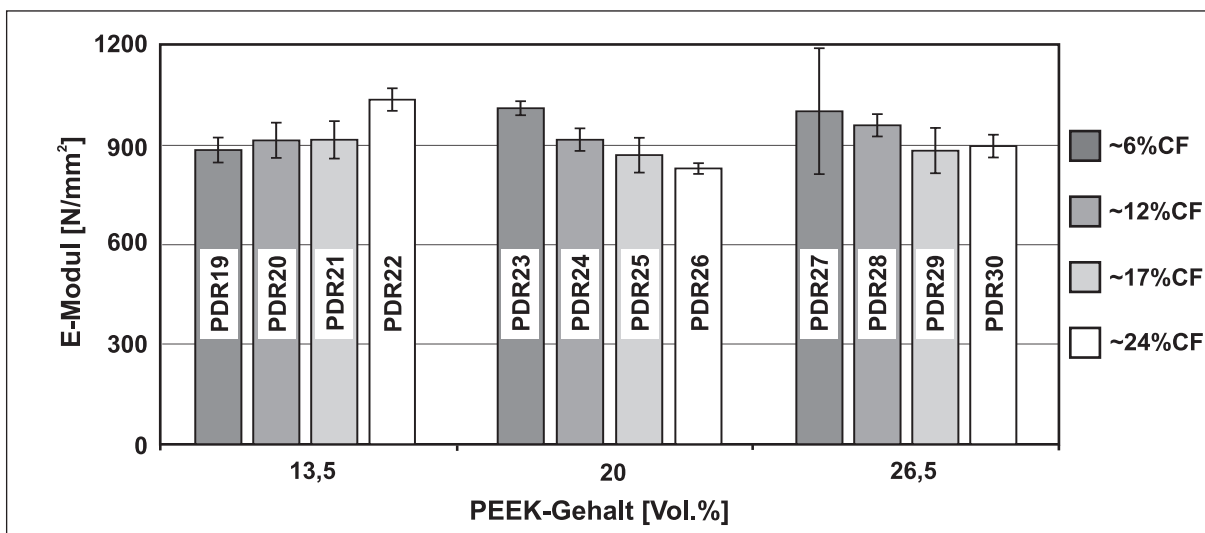


Bild 5.13: E-Modul von mod.-PTFE/PEEK/CF

In Bild 5.14 sind die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung der PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe über dem PEEK-Gehalt aufgetragen. Die Zugfestigkeit beträgt bei einem geringen Füllgrad von 13,5 % PEEK und 17 % CF ca. 14 MPa. Aus dem Diagramm geht hervor, dass hohe Füllgrade die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung herabsetzen. Welcher der beiden Füllstoffe einen stärkeren Einfluss ausübt, kann hier nicht gesagt werden, da nur zwei relativ nah aneinander liegende CF-Gehalte (17 und 24 % CF) bei dieser Füllstoff-Variation realisiert wurden. Dies hängt davon ab, welcher der Füllstoffe eine bessere Haftung zur PTFE-Matrix aufbauen kann. Generell ist die Haftung zu PTFE in beiden Fällen gering, aber die PEEK-Partikel verfügen über eine zerklüftete Struktur und können dadurch ggf. durch Formschluss eher Kräfte übertragen.

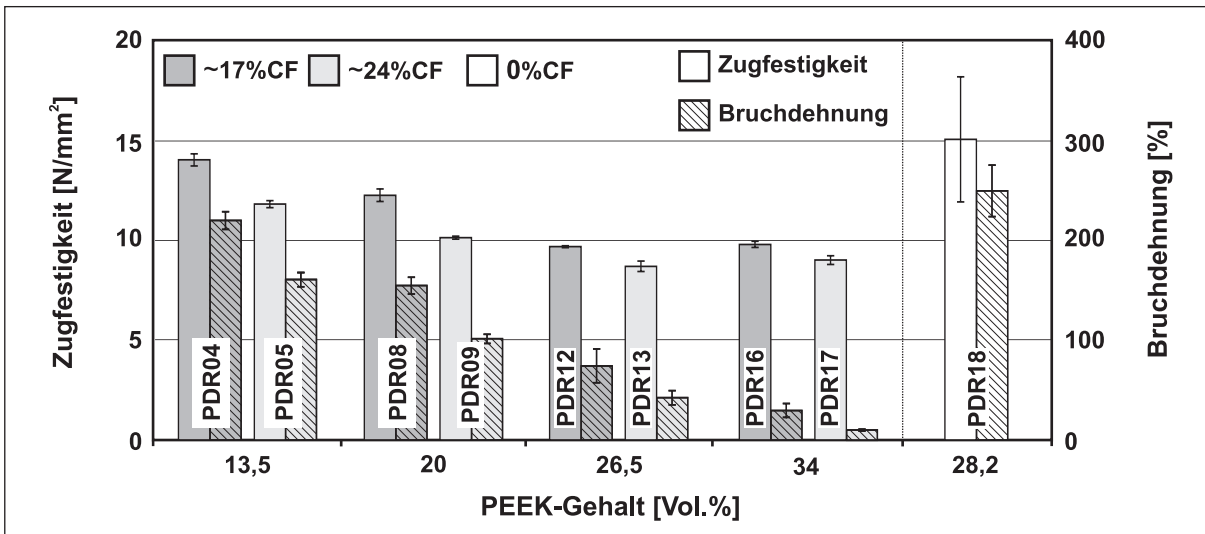


Bild 5.14: Zugfestigkeit und Bruchdehnung von PTFE/PEEK/CF

Für die Compounds mit modifizierter PTFE-Matrix (Bild 5.15) sind die Ergebnisse sehr ähnlich. Bei geringen Füllgraden liegen die Zugfestigkeiten bei ca. 14 MPa und die Bruchdehnung zwischen 200 und 300 %. Bei diesen Compounds folgt auf das Erreichen der Streckspannung eine Verstreckung bei annähernd konstanter Kraft. Die Verstreckung erfolgt dabei am Übergang zwischen verstreckten und unverstreckten Bereichen. Ist der gesamte Zugstab verstreckt, so steigt die Kraft fast linear weiter an, bis die Probe schließlich reißt. Compounds mit mittlerem und hohem Füllgrad erreichen dagegen ihre Zugfestigkeit bereits gleichzeitig mit dem Erreichen der Streckgrenze.

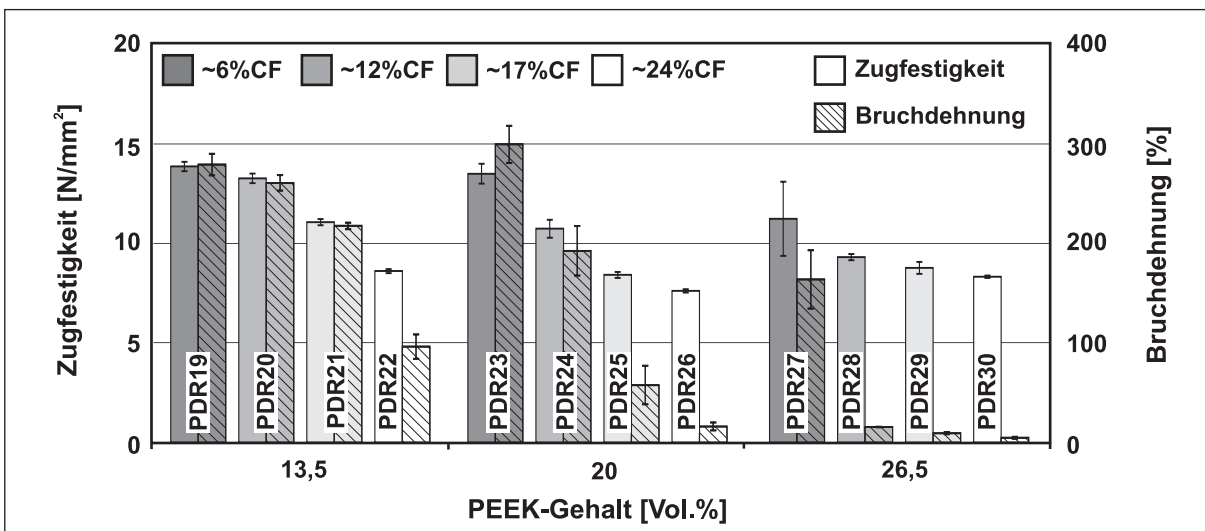


Bild 5.15: Zugfestigkeit und Bruchdehnung von mod.-PTFE/PEEK/CF

Aufgrund der geringen bzw. kaum vorhandenen Faser/Matrix-Haftung ergeben sich für Compounds mit hohem Füllgrad prinzipiell geringere E-Moduln, da die Spannungen

von den Fasern und Füllstoffen nicht übertragen werden können. Die Fasern wirken daher als Fehlstellen im Gefüge und verringern die Bruchdehnung und die Zugfestigkeit. Zugversuche wurden lediglich an PTFE/PEEK/CF- und an mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds durchgeführt, da die Halbzeuge der PTFE/PAR/CF-Compounds in nicht ausreichender Größe vorhanden waren, um entsprechende Zugstäbe herausarbeiten zu können.

5.2.3.2 Druckversuche

PTFE und PTFE-Verbundwerkstoffe beginnen bereits bei geringen Druckspannungen zu fließen. Der rein elastische Bereich der Spannungs-Dehnungskurve ist daher fast nicht existent. Bild 5.16 zeigt beispielhaft den Einfluss eines steigenden PEEK-Anteils auf den Kraftverlauf während der Druckversuche. Die abgebildeten Kurven stellen jeweils den Mittelwert aus fünf einzelnen Messungen dar. Für die Auswertung des Druck-E-Moduls (Bilder 5.17 und 5.18) wurde eine Tangente an die beginnende Spannungs-Dehnungskurve angelegt. Weitere aus den Versuchen entnommene Messwerte sind die 10%- , 20%- und 30%-Dehnspannungen, die in den folgenden Diagrammen (Bild 5.19 und Bild 5.20) dargestellt sind. Der Druckmodul der PTFE/PEEK/CF-Werkstoffe (Bild 5.17) liegt zwischen 0,7 und 0,9 GPa . Die Werkstoffe mit einem Fasergehalt von 17 % erreichen einen Druck-E-Modul von 0,9 GPa trotz unterschiedlicher PEEK-Anteile. Die Werkstoffe mit dem leicht höherem Fasergehalt von ca. 24 Vol.% liegen mit 0,8 GPa etwas darunter. Der Werkstoff mit 28 Vol.% PEEK, jedoch ohne CF-Verstärkung, liegt bei 0,7 GPa.

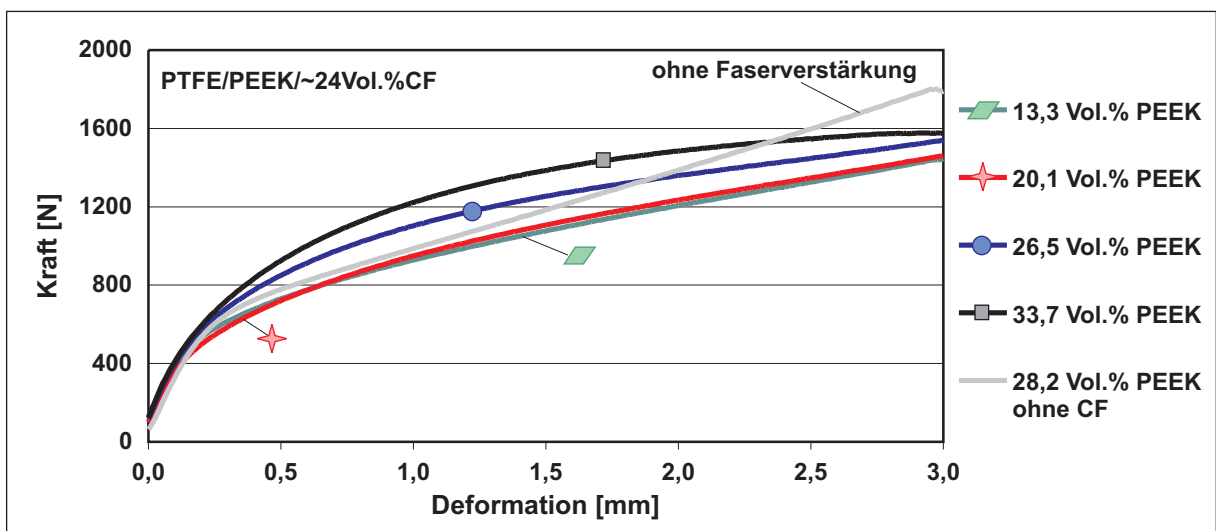


Bild 5.16: Kraftverläufe im Druckversuch an PTFE/PEEK/24Vol.%CF

Wie auch bei Zugversuchen ist der Druck-Modul der Compounds mit modifizierter PTFE-Matrix etwas geringer. Die meisten dieser Werkstoffe erreichen einen Wert um

0,7 GPa. Zwei Compounds liegen deutlich darüber. Aus den hier vorliegenden Ergebnissen ist eine Aussage zum Einfluss der Füll- und Verstärkungsstoffe auf die Druckeigenschaften nicht möglich. Bei den PTFE-basierenden Werkstoffen liegt jedoch die Vermutung nahe, dass Kohlenstofffasern bei mäßigen Anteilen die Drucksteifigkeit erhöhen, bei hohen Faseranteilen jedoch die Matrix eher schwächen und damit die Steifigkeit reduzieren.

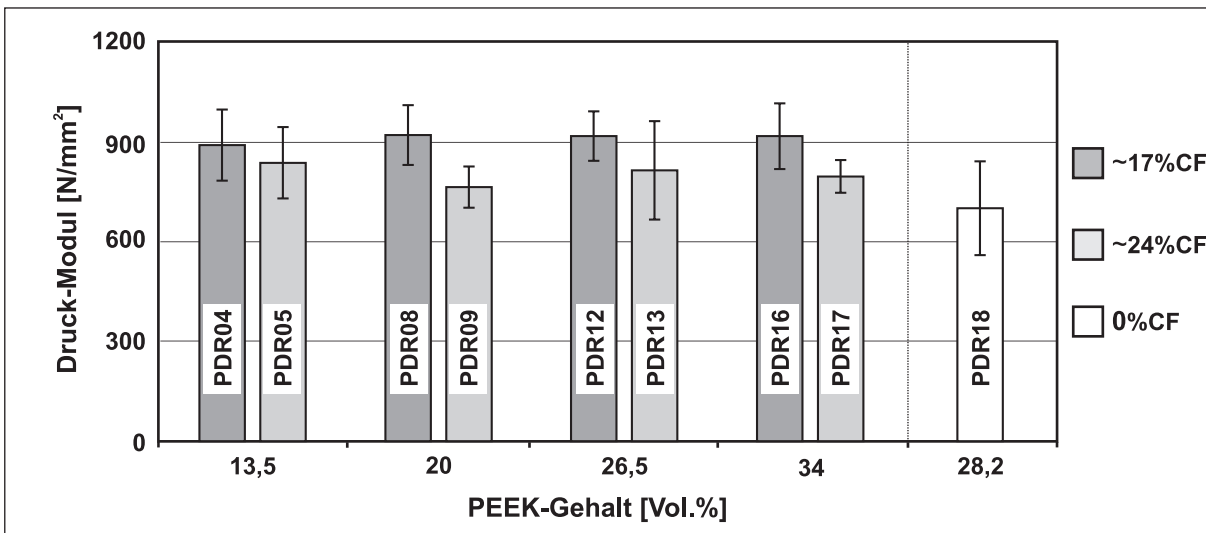


Bild 5.17: Druck-E-Modul der PTFE/PEEK/CF-Compounds in Abhängigkeit des PEEK-Gehaltes und für 17 Vol.% und 24 Vol.% CF

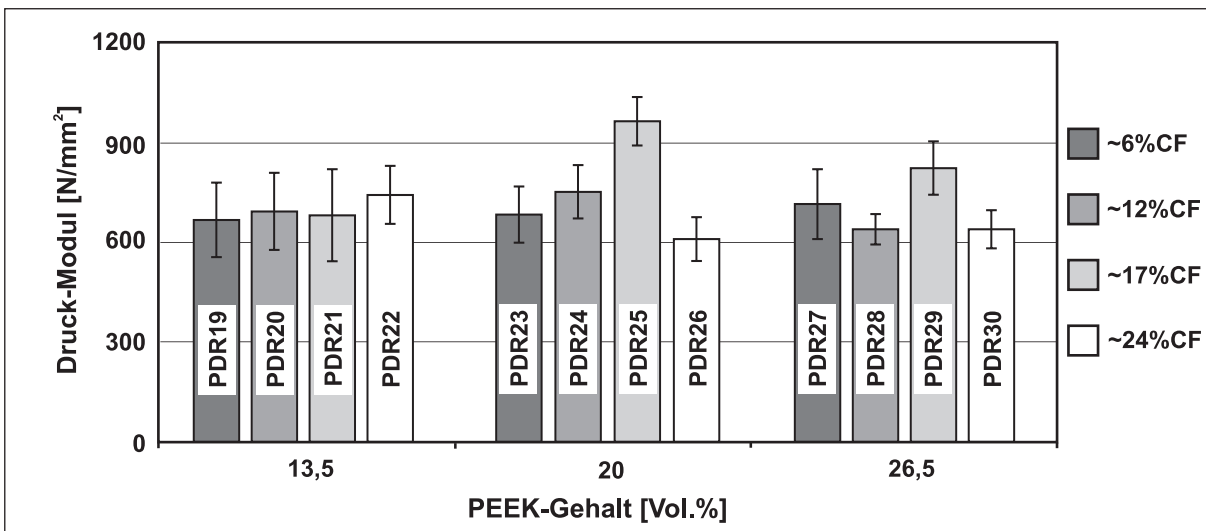


Bild 5.18: Druck-E-Modul der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds in Abhängigkeit des PEEK-Gehaltes und für verschiedene Faservolumenanteile

Generell unterliegen diese Ergebnisse der Druck-E-Moduln durch die manuelle Auswertung größeren Fehlern als die Bestimmung der Zug-E-Moduln mit Hilfe eines Extensometers. Wesentlich geringere Messwertschwankungen ergeben sich für die

Druck-Dehnspannung (nominelle Zug- oder Druckspannung bei $x\%$ Dehnung oder Stauchung bezogen auf den Ausgangsquerschnitt der Probe, $F_{\varepsilon=x\%}/A_0$) bei größeren Dehnungen.

Die Bilder 5.19 und 5.20 enthalten die 5%- , 10%- und 20%-Dehnspannung im Druckversuch als Funktion des Kohlenstoffasergehaltes bzw. als Funktion des PEEK-Gehaltes. Zur übersichtlichen Darstellung der Abhängigkeiten sind nur ein Teil der Werkstoffe in den Diagrammen enthalten. In Bild 5.19 sind die Dehnspannungen der PTFE/PEEK/CF-Werkstoffe über dem PEEK-Gehalt aufgetragen. Die Unterschiede zwischen 17 Vol.% CF und 24 Vol.% CF sind gering, jedoch sind die Dehnspannungen beim höheren Fasergehalt meist etwas niedriger. Der Einfluss des PEEK-Gehaltes bewirkt eine Erhöhung der Dehnspannung. Die Dehnspannung steigt um ca. 25 bis 30 %, vergleicht man die Compounds mit 13,5 Vol.% PEEK und 34 Vol.% PEEK.

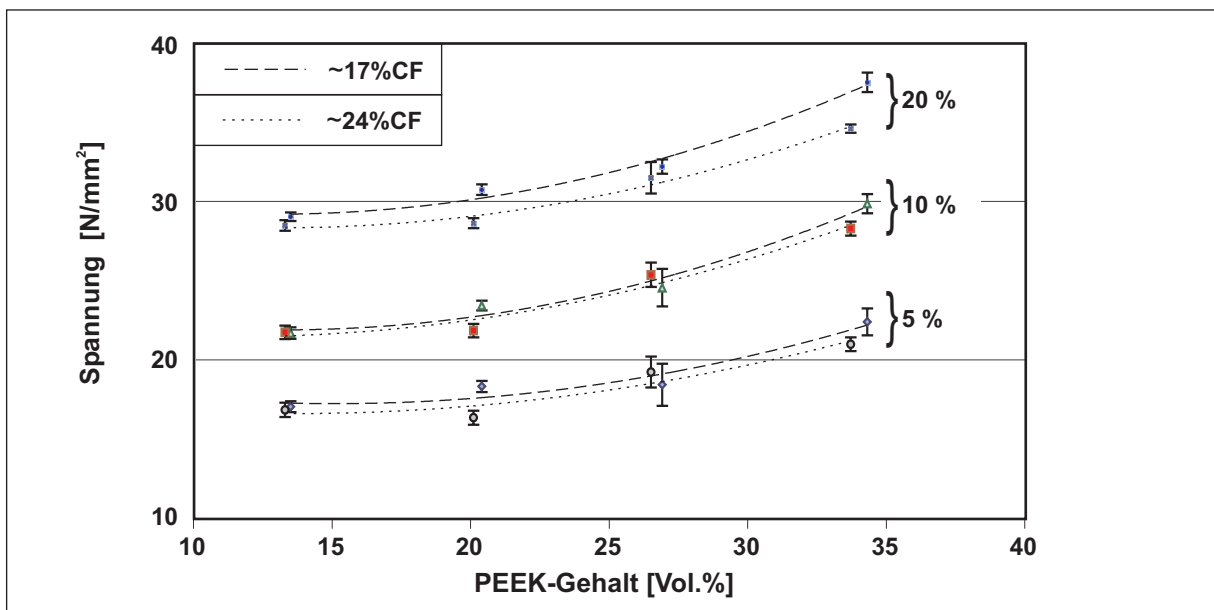


Bild 5.19: Einfluss des PEEK-Gehaltes auf die 5%- , 10%- und 20%-Druck-Dehnspannung von PTFE/PEEK/CF-Compounds

Der Einfluss des Kohlenstoffasergehaltes auf die Dehnspannung ist anhand der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds mit einem konstanten PEEK-Gehalt von ca. 13,5 Vol.% dargestellt (Bild 5.20). Die Druck-Dehnspannungen ändern sich mit steigendem CF-Anteil praktisch nicht.

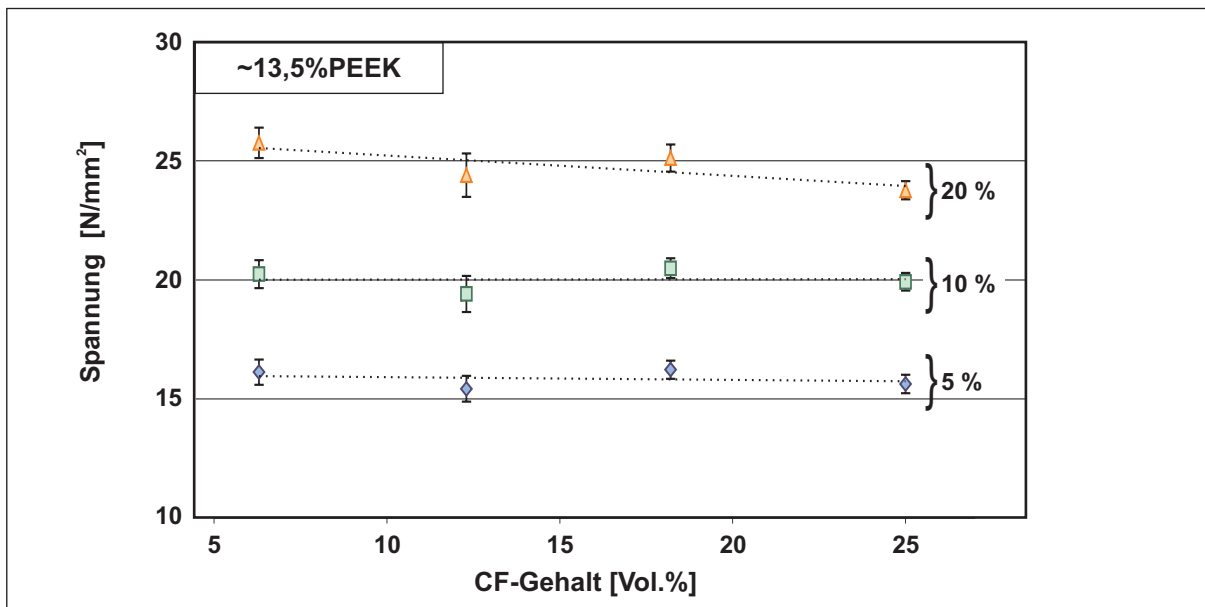


Bild 5.20: Einfluss des CF-Gehaltes auf die 5%-, 10%- und 20%-Druck-Dehnspannungen von mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds mit einem PEEK-Gehalt von 13,5 %

5.2.3.3 Kriech Eigenschaften der PTFE-Compounds

In einem Zeitstand-Druckversuch wurden Kriechverhalten der PTFE/PAR/CF-Compounds untersucht. Dazu wurden würfelförmige Proben mit einer Kantenlänge von 5 mm zwischen zwei ebenen Platten mit einer konstanten Druckspannung von 10 MPa beaufschlagt. Gemessen wurde die Ausgangslänge sowie die Länge der entlasteten Proben nach der Versuchszeit von 100 h.

Bild 5.21 zeigt die Ergebnisse der PTFE/PAR/CF-Compounds, die sowohl in Pressrichtung als auch senkrecht zur Pressrichtung gemessen wurden. Insbesondere die hoch gefüllten Werkstoffe zeigen keine gute Kriechfestigkeit. Möglicherweise ist ein zu großer Porengehalt für dieses Verhalten verantwortlich. Bei den PTFE/PEEK/CF-Compounds dagegen besitzen die höher gefüllten Verbundwerkstoffe eine höhere Kriechfestigkeit. Bild 5.22 zeigt die plastische Gesamtverformung von PTFE/PEEK-Compounds mit einem Faservolumenanteil von 17 %. Die höher gefüllten Compounds weisen eine deutlich geringere Gesamtverformung zwischen 2 % und 4 % auf.

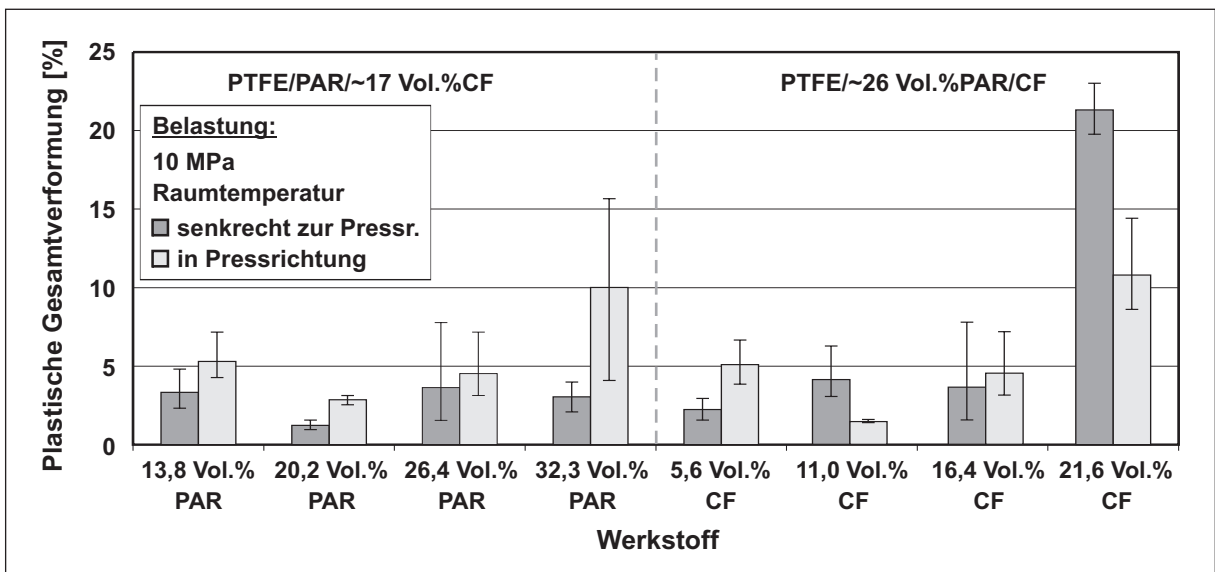


Bild 5.21: Plastische Gesamtverformung der PTFE/PAR/CF-Compounds bei einer Druckbeanspruchung von 10 MPa, 100 h, RT

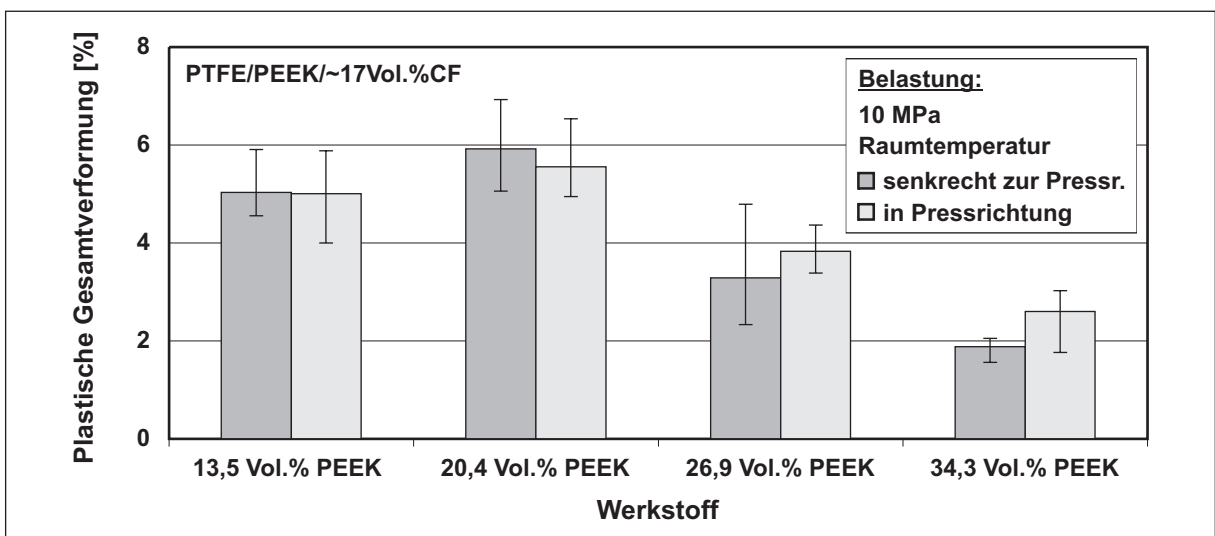


Bild 5.22: Plastische Gesamtverformung der PTFE/PEEK/CF-Compounds mit ca. 17 Vol.% CF bei einer Druckbeanspruchung von 10 MPa, 100 h, RT

5.3 Thermische Eigenschaften

5.3.1 DMTA-Ergebnisse

Die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls ist in Bild 5.23 für die PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe mit etwa (a) 17 Vol.% und (b) 24 Vol.% CF dargestellt. Der Speichermodul dieser kurzfaserverstärkten Verbundwerkstoffe ist stark temperaturabhängig und nimmt im Temperaturbereich zwischen -140°C und 150°C um den Faktor 10 ab und wird durch die Eigenschaften der Matrix bestimmt.

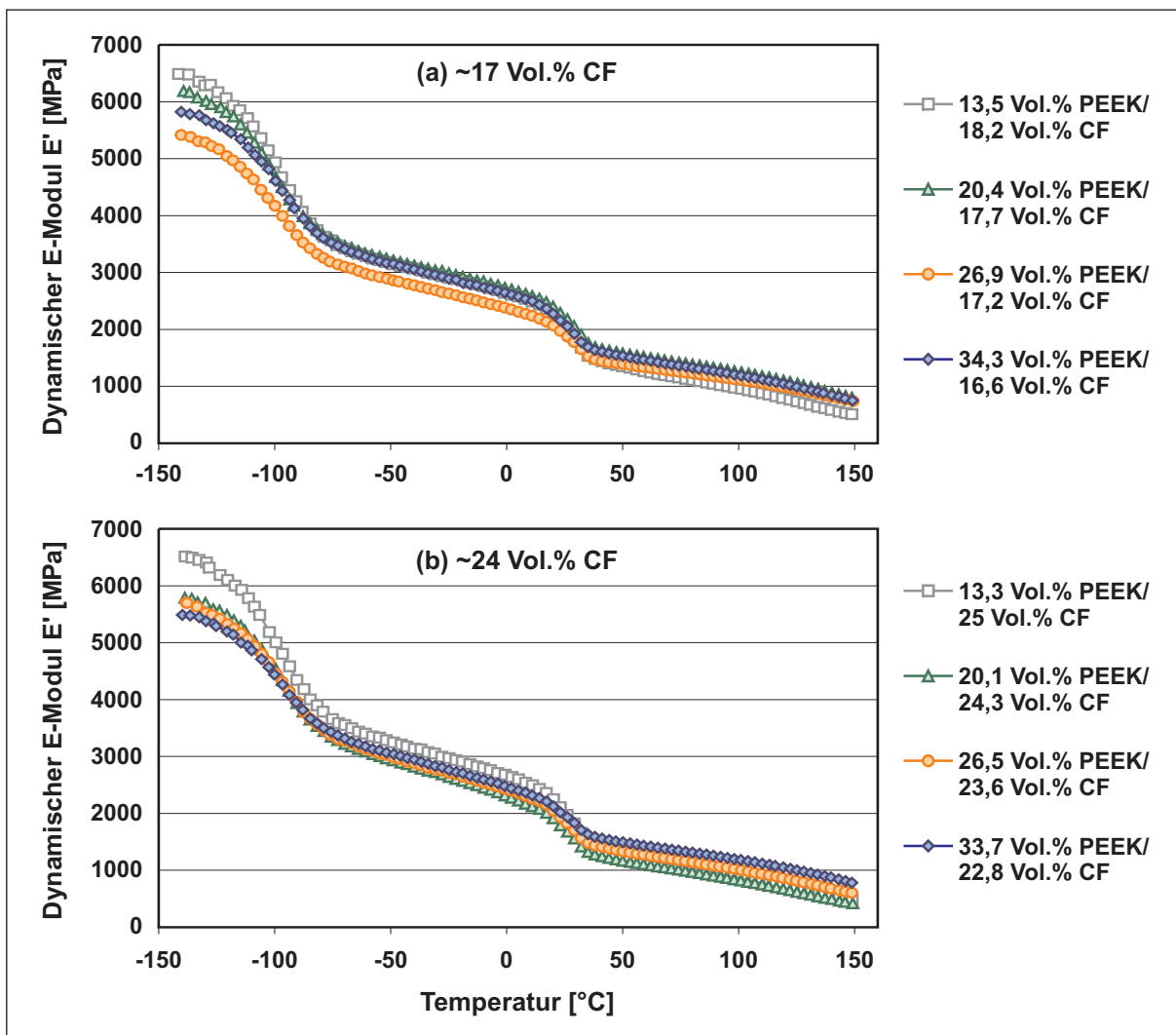


Bild 5.23: Temperaturabhängigkeit des E-Moduls (E') von PTFE/PEEK kurzfaserverstärkt mit (a) ca. 17 Vol.% und (b) ca. 24 Vol.% CF

In den Diagrammen ist zu sehen, dass der PEEK-Gehalt einen gegensätzlichen Effekt bei niedrigen bzw. bei hohen Temperaturen bewirkt. Die deutlichen Steifigkeitsabfälle bei ca. -88°C und 35°C stehen im Zusammenhang mit den Glasübergangstemperaturen der PTFE-Matrix.

Bei hohen Temperaturen trägt ein höherer PEEK-Gehalt zu einer erhöhten dynamischen Steifigkeit bei. Bei niedrigen Temperaturen dagegen hat der PEEK-Gehalt wenig Einfluss auf den E-Modul der Verbundwerkstoffe. Zwischen -150°C und ca. -100°C führen höhere PEEK-Anteile sogar zu einem reduzierten E-Modul. Diese Ergebnisse von DMTA-Messungen im Zug-Modus wurden in ähnlicher Weise auch bei DMTA-Messungen bei 3-Punkt-Biegung an denselben Verbundwerkstoffen beobachtet [88].

Die Temperaturabhängigkeit des dynamischen Dämpfungsfaktors $\tan \delta$ ist in Bild 5.24 dargestellt. Die beiden Dämpfungsmaxima bei -88°C und 35°C sind bei allen Compounds zu beobachten und resultieren aus dem primären und sekundären Glasübergang des PTFE [57]. Kurze Kohlenstofffasern, eingebettet in eine relativ weiche Polymermatrix, können als ideal starre Körper betrachtet werden und tragen daher nicht durch innere Reibung zur Dämpfung bei. Aufgrund der schlechten Faser/Matrix-Haftung ist eine rein mechanische Dämpfung, hervorgerufen durch Reibung an den Grenzflächen zwischen Matrix und Fasern, wahrscheinlich.

Aus dem Vergleich der Verläufe von $\tan \delta$ ist zu erkennen, dass höhere PEEK-Anteile zu niedrigeren Dämpfungswerten führen. Von -140°C bis zum zweiten Glasübergang liegen die Dämpfungseigenschaften dieser Compounds sehr nahe beieinander. Bei höheren Temperaturen weitet sich der Bereich der Messergebnisse insbesondere bei den Compounds mit 24 Vol.% CF auf.

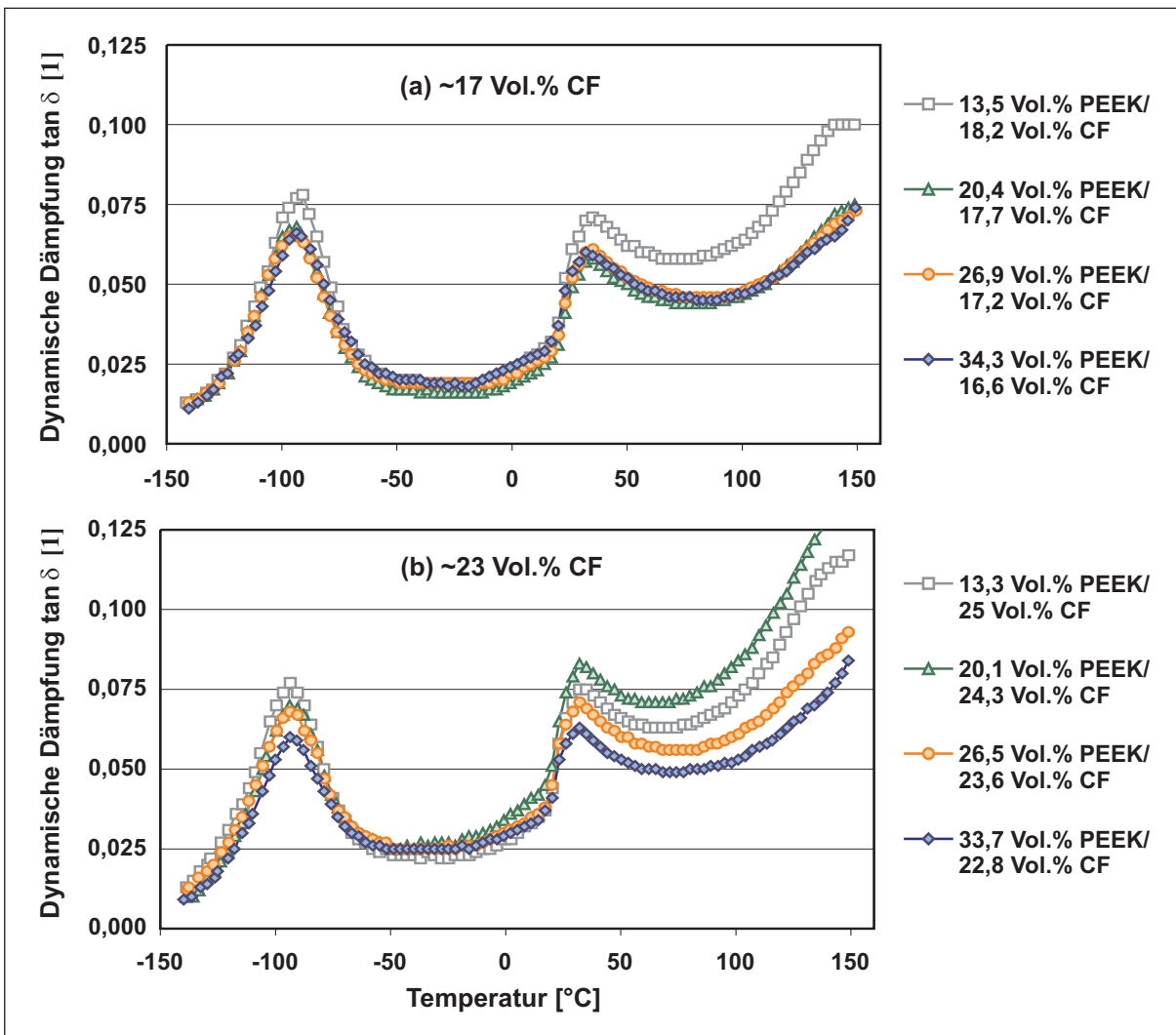


Bild 5.24: Temperaturabhängigkeit des dynamischen Dämpfungsfaktors ($\tan \delta$) von PTFE/PEEK kurzfaserverstärkt mit (a) ca. 17 Vol.% und (b) ca. 23 Vol.% CF

Für die mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds ergeben sich ähnliche Verläufe für E-Modul und Dämpfung. Die Steifigkeit dieser Compounds ist über dem gesamten Temperaturbereich dieser Messungen etwas niedriger als die der PTFE basierenden Compounds. Einflüsse der Füllstoffe lassen sich hier nur schwer ableiten bzw. stehen im Widerspruch zu den Ergebnissen der PTFE-basierenden Compounds. In diesen Versuchen bewirken höhere CF-Anteile eine sehr geringe Zunahme des dyn. E-Moduls. Der E-Modul des am höchsten gefüllten Compounds fällt wahrscheinlich aufgrund erhöhten Porengehaltes ab.

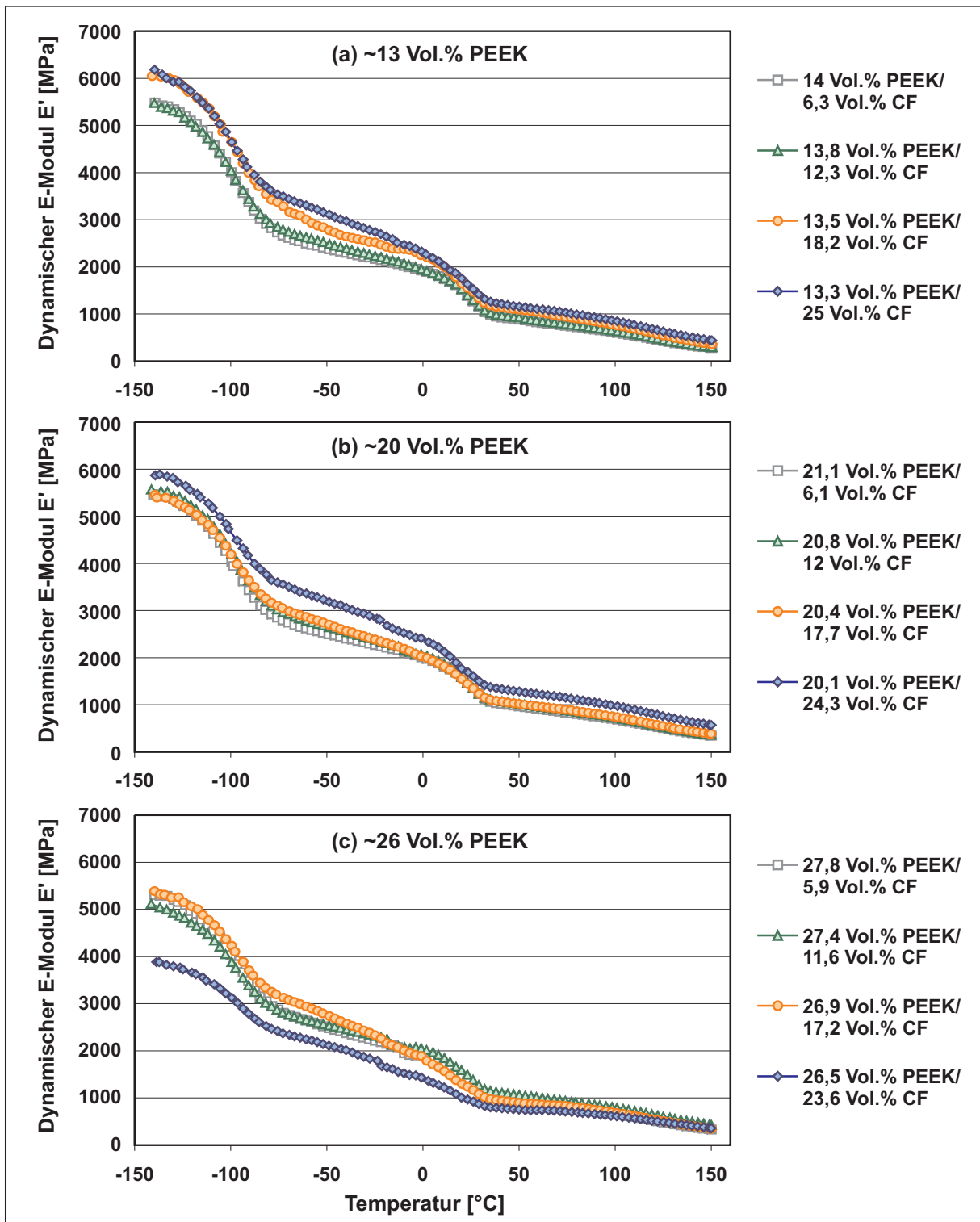


Bild 5.25: Temperaturabhängigkeit des E-Moduls (E') von mod.-PTFE/PEEK mit (a) ~13 Vol.% PEEK, (b) ~20 Vol.% PEEK und (c) ~27 Vol.% PEEK und jeweils variierendem CF-Gehalt

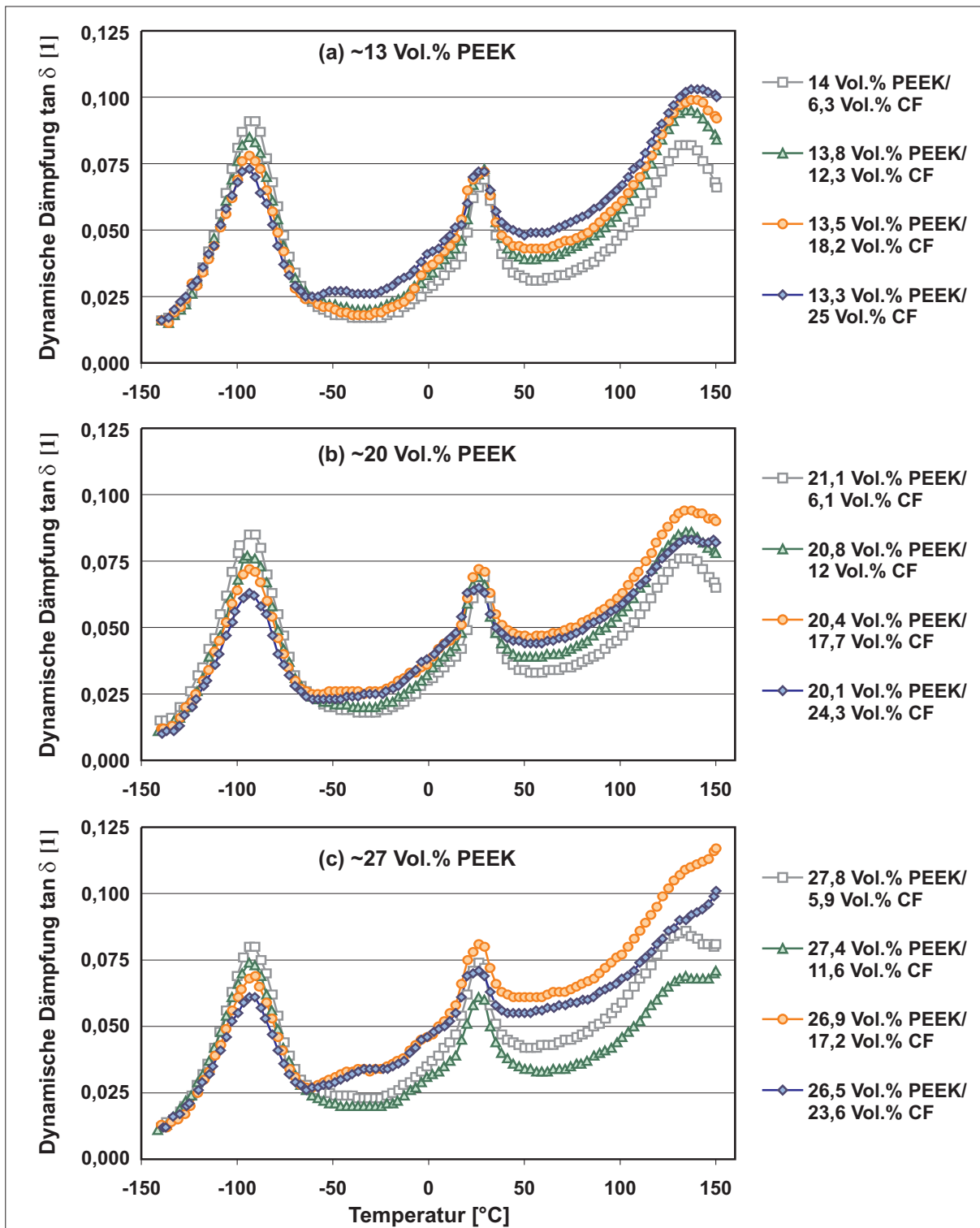


Bild 5.26: Temperaturabhängigkeit des dynamischen Dämpfungsfaktors ($\tan \delta$) von mod.-PTFE/PEEK/CF mit (a) ~ 13 Vol.% PEEK, (b) ~ 20 Vol.% PEEK und (c) ~ 27 Vol.% PEEK

Die Temperaturabhängigkeit der Dämpfungseigenschaften der mod.-PTFE-Compounds ist in Bild 5.26 für einen konstanten PEEK-Gehalt von (a) ca. 13 Vol.%, (b) ca. 20 Vol.% und (c) ca. 27 Vol.% sowie einen variierenden CF-Gehalt dargestellt. Der Dämpfungsfaktor ist aufgrund der geringen molekularen Unterschiede zur PTFE-Matrix sehr ähnlich und zeigt die gleichen Glasübergangstemperaturen. Die Unterschiede liegen darin, dass bei diesen Compounds eine Umkehrung des Einflusses der CF zu beobachten ist. Im unteren Temperaturbereich bis -60°C bewirken höhere CF-Gehalte eine geringere Dämpfung, über -60°C dagegen führen höhere CF-Gehalte zu einer höheren Dämpfung. Desweiteren ist bei dieser Matrix der zweite Glasübergang diskreter und der Einfluss der Glasübergangstemperatur des PEEK-Anteils deutlicher ausgebildet.

5.3.2 TMA - thermische Ausdehnung

Die thermische Ausdehnung von Polymeren lässt sich durch die Zugabe von Füllstoffen beeinflussen. Auch die hier betrachteten PTFE-Compounds zeigen eine Abhängigkeit sowohl vom Faservolumengehalt als auch vom PEEK-Gehalt. Zusätzlich bewirkt das Verarbeitungsverfahren eine Anisotropie durch die uniaxiale Verdichtung beim Pressen. Diese Einflüsse lassen sich mit der Thermisch-Mechanischen-Analyse (TMA) bestimmen.

In Bild 5.27 ist die relative thermische Längenausdehnung vier verschiedener Verbundwerkstoffe mit konstantem Faservolumengehalt (ca. 23 Vol.%) und unterschiedlichen PEEK-Anteilen dargestellt. Das Diagramm enthält sowohl Messungen in Pressrichtung, als auch Messungen in radialer Richtung bezogen auf die Halbzeuglängsachse. Zu sehen ist, dass ein steigender PEEK-Gehalt zu einer Verminderung der thermischen Ausdehnung führt. Bei 19°C , einer Phasenübergangstemperatur von PTFE, ist ein Sprung der Ausdehnungskurve zu sehen. Bei dieser Temperatur ändert sich die molekulare Struktur des PTFE, indem sich die Polymerkette durch eine Änderung des Helix-Winkels streckt. In radialer Richtung ist die thermische Ausdehnung deutlich niedriger als parallel zur Pressrichtung. Zum Teil ist die Behinderung der Ausdehnung der Matrix durch die Faserorientierung hierfür verantwortlich. Diese Abhängigkeiten zeigten sich bei allen hier gemessenen PTFE-Compounds.

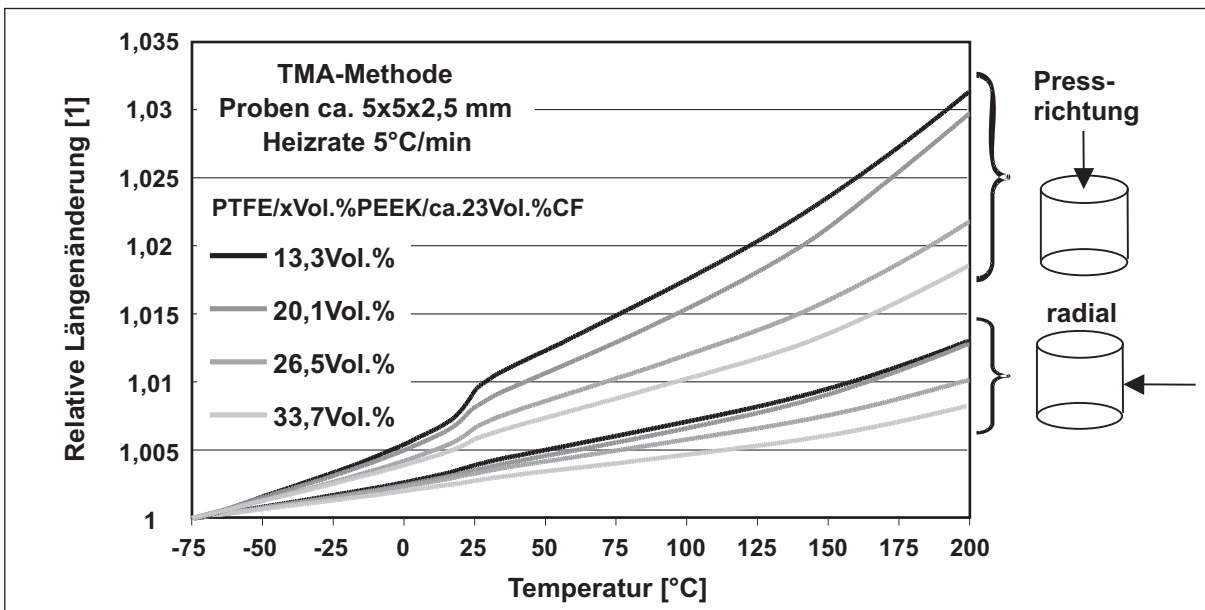


Bild 5.27: Thermische Ausdehnung von PTFE/PEEK/CF-Compounds

Bild 5.28 enthält die Messung der thermischen Ausdehnung zweier PTFE/PAR/CF-Verbundwerkstoffe mit unterschiedlichem CF-Gehalt (ca. 6 % bzw. 21,6 %). Aus der relativen Längenänderung wurde der thermische Ausdehnungskoeffizient berechnet. Die beiden eng nebeneinander liegenden Maxima sind charakteristisch für die PTFE-Matrix.

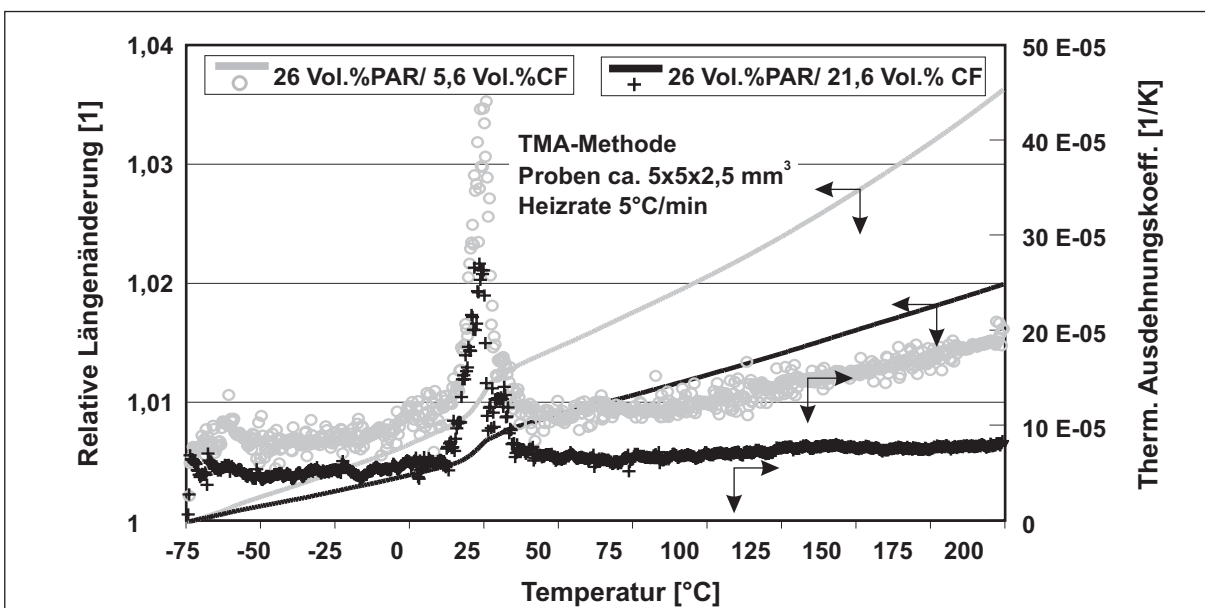


Bild 5.28: Thermische Ausdehnung zweier PTFE/PAR/CF-Compounds mit verschiedenem CF-Gehalt

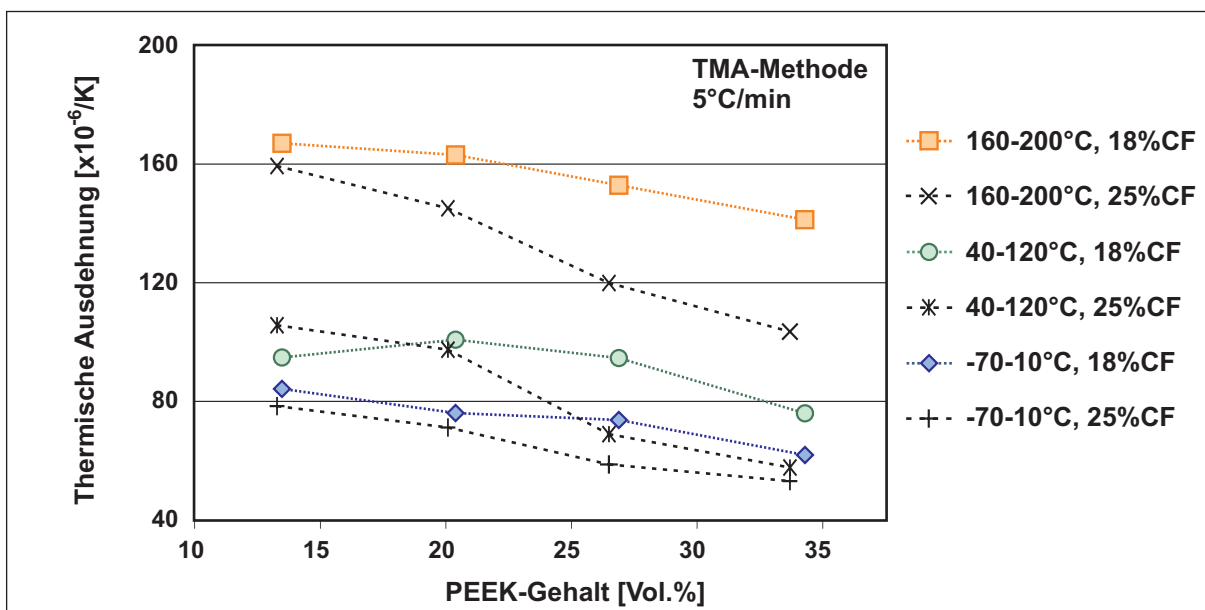


Bild 5.29: Thermische Ausdehnung von mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds in den Temperaturintervallen -70 - 10°C, 40 - 120°C und 160 - 200°C

In Bild 5.29 sind die Ergebnisse der TMA-Messungen an mod.-PTFE-Compounds mit zwei verschiedenen CF-Gehalten (18 % und 25 %) über deren PEEK-Gehalt aufgetragen. Die einzelnen Messungen wurden nach drei Temperaturbereichen ausgewertet (-70 bis +10°C, 40 bis 120°C und 160 bis 200°C). Aus dem Diagramm geht hervor, dass sowohl CF als auch PEEK die thermische Ausdehnung von PTFE reduzieren.

5.3.3 Weitere thermische Eigenschaften

An den PTFE/PAR/CF-Verbundwerkstoffen wurden DSC-Messungen durchgeführt, um die spezifische Wärmekapazität c_p zu bestimmen. Um die spezifische Wärmeleitfähigkeit bestimmen zu können, wurde die Temperaturleitfähigkeit (TLF) mit Hilfe eines Infrarot-Wärmepuls-Gerätes ermittelt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5.2 aufgelistet. Das mit Bronze gefüllte Compound weist eine ca. doppelt so hohe spezifische Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zu den mit PAR-Partikeln und Kohlenstofffasern verstärkten PTFE-Compounds auf. Anhand der weiteren Ergebnisse lassen sich keine eindeutigen Zusammenhänge zwischen der Werkstoffzusammensetzung und der Wärmeleitfähigkeit erkennen. Zu erwarten wäre hier eine deutliche Zunahme der Wärmeleitfähigkeit insbesondere für hohe Faservolumenanteile.

Tabelle 5.2: Spezifische Wärmeleitfähigkeit der PTFE/PAR/CF-Compounds

Verbundwerkstoff	$\kappa[\text{cm}^2/\text{s}]$	$c_p(\text{RT}) [J/g \cdot K]$	$\lambda[\text{W/m} \cdot K]$
PTFE/15 Vol.% Bronze/15 Vol.%CF	0,00232	0,77	0,46
PTFE/13,8 Vol.% PAR/17,1 Vol.%CF	0,00162	0,94	0,27
PTFE/20,2 Vol.% PAR/16,8 Vol.%CF	0,00163	0,80	0,22
PTFE/26,4 Vol.% PAR/16,4 Vol.%CF	0,00172	0,60	0,17
PTFE/32,3 Vol.% PAR/16 Vol.%CF	0,00167	0,74	0,19
PTFE/27 Vol.% PAR/5,6 Vol.%CF	0,00155	0,53	0,16
PTFE/26,7 Vol.% PAR/11 Vol.%CF	0,00161	0,67	0,19
PTFE/26,1 Vol.% PAR/21,6 Vol.%CF	0,00211	0,62	0,18

5.4 Verschleißuntersuchungen

5.4.1 Reibungs- und Verschleißverhalten der PTFE/PAR/CF-Compounds

Bild 5.30 zeigt die Ergebnisse der Verschleißmessungen an den PTFE/PAR/CF-Compounds bei zwei verschiedenen Parametereinstellungen. Die Messwerte sind dabei einmal über dem PAR-Gehalt (bei konstantem CF-Gehalt von ~ 15 Vol.%) und einmal über dem CF-Gehalt (bei konstantem PAR-Gehalt von ~ 26 Vol.%) aufgetragen. Zusätzlich enthält dieses Diagramm die Ergebnisse des PTFE/Bronze/CF-Compounds (siehe Tabelle 4.4). Die Versuchsdauer betrug 20 Stunden. Verwendet wurden die in Kapitel 4 beschriebenen Gegenkörper (Bild 4.6 a). Die angegebenen Werte repräsentieren jeweils den Mittelwert aus mindestens drei Messungen, der Fehlerbalken gibt den zugehörigen maximalen und minimalen Messwert an.

Bei 1 m/s erreichen die Werkstoffe mit 15 Vol.% CF spezifische Verschleißraten (W_s) von 1 bis $1,2 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/N \cdot m$. Aus dem Verlauf ist keine eindeutige Abhängigkeit der spezifischen Verschleißrate vom PAR-Gehalt zu erkennen. Bei den Werkstoffen mit konstantem PAR-Gehalt von 26 Vol.% ist dagegen eine Zunahme der spezifischen Verschleißrate mit steigendem CF-Gehalt zu verzeichnen.

Eine Reduzierung der Gleitgeschwindigkeit auf 0,5 m/s halbiert hier die Verschleißraten. Bei dieser geringeren Gleitgeschwindigkeit ist bei konstantem CF-Gehalt eine leichte Abhängigkeit vom PAR-Gehalt der Werkstoffe zu beobachten. Eine Erhöhung des PAR-Gehaltes bewirkt eine sehr leichte Verbesserung der spezifischen Verschleißrate. Die Tendenzen bei steigendem CF-Gehalt bleiben erhalten und spiegeln die Er-

gebnisse bei 1 m/s wider, jedoch auf niedrigerem Niveau. Um die Vergleichbarkeit nicht zu beeinträchtigen wurde für diese Versuche die Versuchsdauer verdoppelt. Auf diese Weise beträgt die zurückgelegte Gleitstrecke jeweils 72 km. Auch in Block-auf-Ring-Versuchen zeigten sich für diese Werkstoffe die gleichen Tendenzen, jedoch lagen die gemessenen spezifischen Verschleißraten systembedingt etwas höher [89].

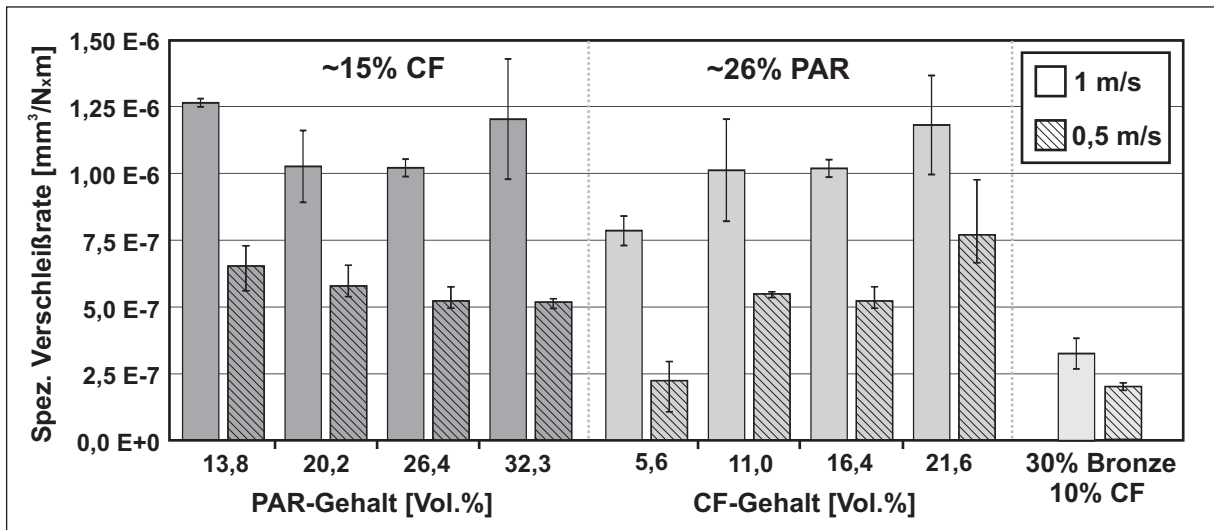


Bild 5.30: Spezifische Verschleißrate der PTFE/PAR/CF-Compounds in Abhängigkeit des PAR- bzw. CF-Gehaltes, bei 1 m/s und 0,5 m/s sowie 1 MPa, RT, Gegenkörper 100 Cr6, Ra= 0,32µm

Bei der Betrachtung der während der Versuche aufgezeichneten Reibungskoeffizienten fällt zunächst auf, dass sich bei allen Versuchen (Bilder 5.31 und 5.32) kein konstanter Reibungskoeffizient einstellt. Die Reibwertverläufe beginnen bei Versuchsstart bei einem für reines PTFE typischen Wert von 0,2 und sogar darunter, steigen dann aber im Laufe des Versuches unterschiedlich schnell und auf unterschiedliche Niveaus an. Dabei zeigt sich insbesondere ein Einfluss des CF-Gehaltes. Niedrige CF-Gehalte führen zu einem langsameren Anstieg, hohe CF-Gehalte dagegen zu einem schnellen Anstieg des Reibwertes (Bild 5.31). Bei hohen CF-Gehalten, z.B. bei PTFE/25Vol.%PAR/21Vol.%CF, steigt der Reibungskoeffizient auf Werte um 0,5 an. Im Vergleich dazu erreicht ein Compound mit lediglich 5,6 Vol.% CF nach 20 Stunden Versuchsdauer nur einen Reibwert von ca. 0,31.

Tendenziell, jedoch weniger deutlich, führt auch ein steigender PAR-Gehalt zu höheren Reibungskoeffizienten. Für die in Bild 5.32 gezeigten Messungen trifft dies zwar zu, jedoch können andere Ergebnisse auch das Gegenteil aufzeigen. Bildet man aber den Mittelwert der Reibungskoeffizienten über die gesamte Versuchsdauer von allen Versuchen, so bestätigen sich die beobachteten Tendenzen [89]. Zu diesen Reibwertverläufen muss angemerkt werden, dass die Schwankungen dieser Ergebnisse relativ

groß sind, jedoch konnten sehr ähnliche Abhängigkeiten auch bei den anderen PTFE-Verbundwerkstoffen beobachtet werden.

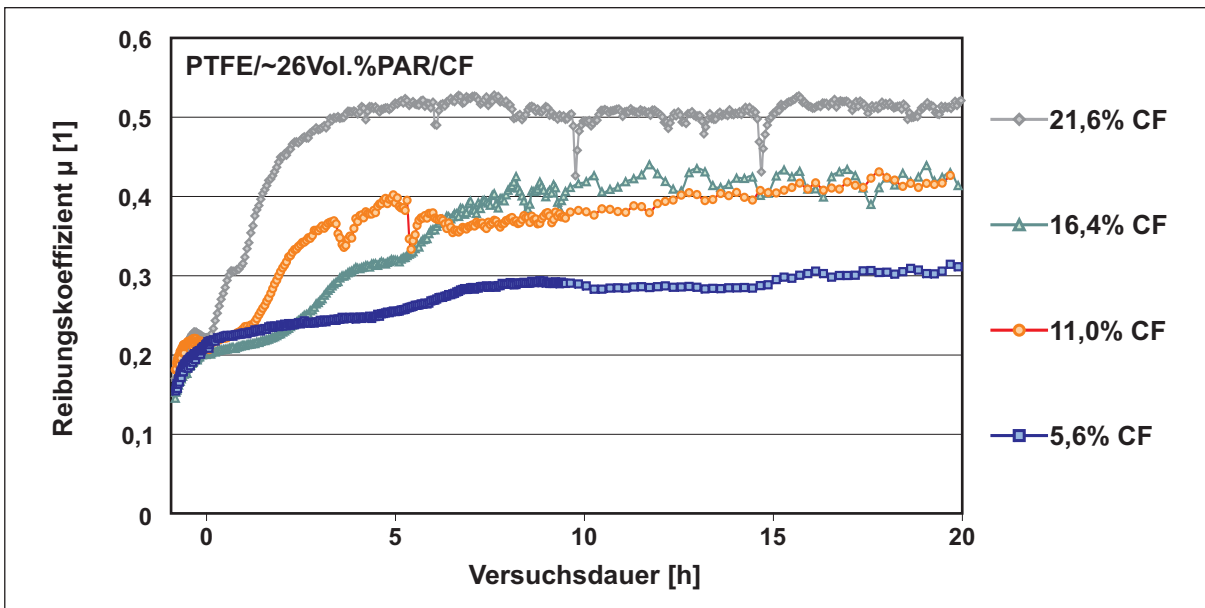


Bild 5.31: Verlauf des Reibungskoeffizienten, Vergleich der PTFE/PAR/CF-Compounds in Abhängigkeit des Fasergehaltes

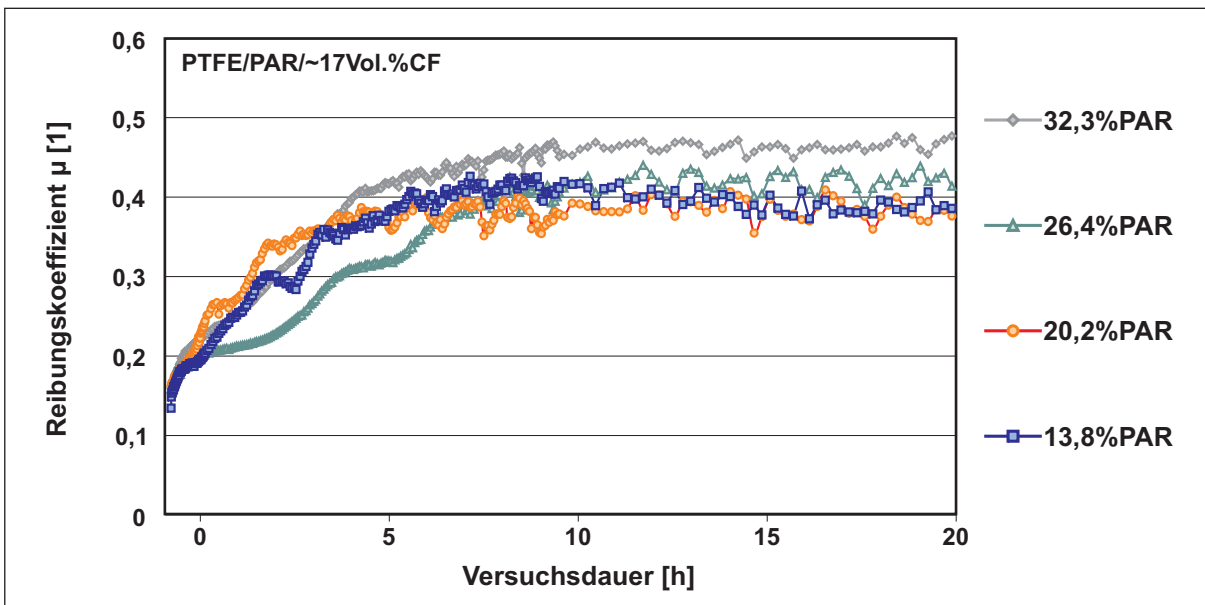


Bild 5.32: Verlauf des Reibungskoeffizienten, Vergleich der PTFE/PAR/CF-Compounds in Abhängigkeit des PAR-Gehaltes

Zur Abschätzung der Kontaktflächentemperatur und zur Beobachtung der Temperaturentwicklung im Stift-Scheibe-Versuch, wurden Verschleißversuche mit stufenweiser Erhöhung der Flächenpressung von 0,2 MPa bis 5 MPa und der Gleitgeschwindigkeit

von 0,2 bis 1 m/s durchgeführt. Die Temperaturentwicklung wurde dabei mit Hilfe einer Thermokamera festgehalten. In den Bildern 5.33 und 5.34 sind der Reibungskoeffizient sowie die Temperaturen dreier Punkte auf der Verbundwerkstoffprobe über der Versuchsdauer aufgetragen. Die einstündigen Einlauf- und Abkühlphasen vor Versuchsbeginn sind in dieser Darstellung nicht gezeigt. Die Temperaturmesspunkte in den Bildern 5.33 und 5.34 entsprechen den Messpunkten 2 - 4 (in Abständen von jeweils 1,5 mm) auf der Probe in Bild 4.7 (b). Punkt 1 beschreibt die Temperatur des Gegenkörpers, Punkt 2 den wärmsten Punkt der Probe von der Seite aus betrachtet.

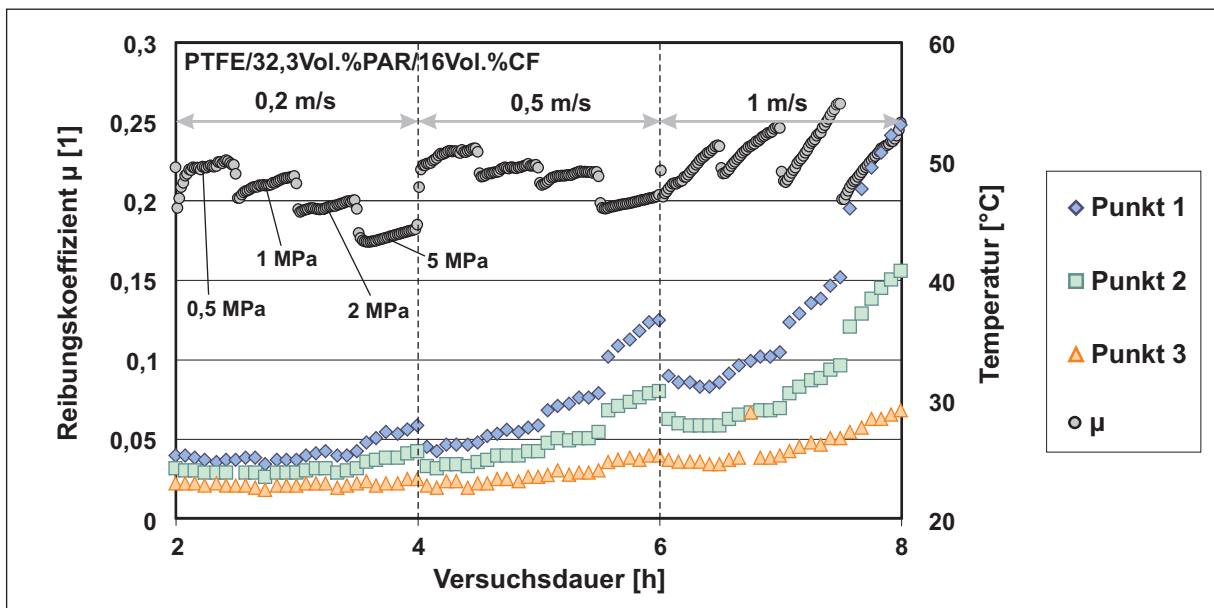


Bild 5.33: Temperaturentwicklung bei stufenweiser Belastungserhöhung (0,5 bis 5 MPa) und verschiedenen Geschwindigkeiten (0,2 bis 1 m/s) an PTFE/32,3Vol.%PAR/16Vol.%CF

Die Diagramme (Bilder 5.33, 5.34) zeigen die Ergebnisse zweier PTFE-Compounds mit einem geringen CF-Gehalt von 5,6 Vol.% bzw. einem mittleren CF-Gehalt von 16 Vol.%. Zu sehen ist, dass die Temperaturgradienten aufgrund der unterschiedlichen Verläufe der Reibungskoeffizienten voneinander abweichen. Der geringere CF-Gehalt resultiert in einem niedrigeren und einem weniger druckabhängigen Reibungskoeffizienten. Auch bei höheren pv -Werten entspricht die Tendenz des Reibungskoeffizienten den Ergebnissen in Bild 5.31. Weiterhin wird aus diesen Versuchen deutlich, dass die Temperaturverläufe die Erwärmung der Prüfapparatur durch die aufgebrachte Reibungsarbeit beschreiben, denn innerhalb der halbstündigen Intervalle kann sich aufgrund der relativ großen Wärmekapazität der Prüfmaschine kein Temperaturgleichgewicht ausbilden. Anhand der Diagramme ist auch eine Druckabhängigkeit des Reibungskoeffizienten der PTFE/PAR/CF-Compounds zu beobachten. Höhere Flächenpressungen führen dabei zu niedrigeren Reibungskoeffizienten.

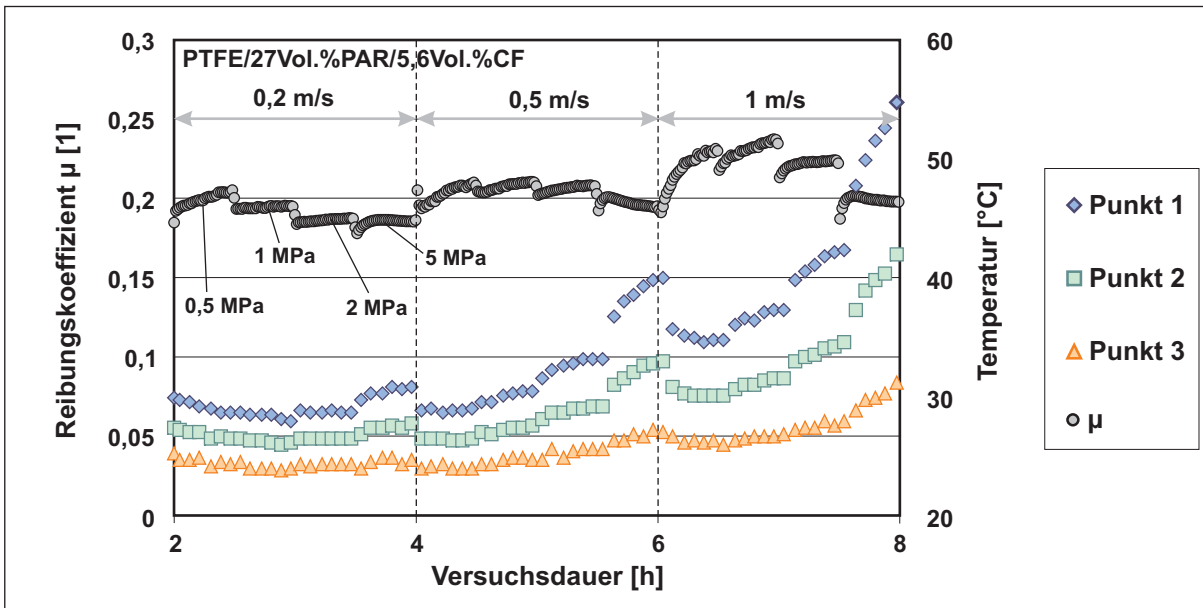


Bild 5.34: Temperaturentwicklung bei stufenweiser Belastungserhöhung (0,5 bis 5 MPa) und verschiedenen Geschwindigkeiten (0,2 bis 1 m/s) an PTFE/27Vol.%PAR/5,6Vol.%CF

5.4.2 Reibungs- und Verschleißverhalten der PTFE/PEEK/CF-Compounds

In Bild 5.35 sind die bei Standardbedingungen (1 m/s, 1 MPa, RT) gemessenen spezifischen Verschleißraten der PTFE/PEEK/CF-Compounds wiedergegeben. Die Werte liegen nahe bei $8 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ (was im Übrigen einen exzellenten Kennwert darstellt), wobei manche Compounds noch geringfügig darunter liegen. Aus den hier erzielten Ergebnissen können keine eindeutigen Einflüsse der Füllstoffanteile auf die Verschleißbeständigkeit abgeleitet werden. Alle diese Werkstoffe besitzen eine sehr gute Verschleißbeständigkeit. Geringe Unterschiede aufzuzeigen ist insbesondere bei Verschleißexperimenten mit einer begrenzten Zahl von Versuchen recht schwierig.

Das Reibungsverhalten der PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe im Stift-Scheibe-Versuch ist ähnlich der zuvor betrachteten Werkstoffe. Bei Versuchsbeginn stellt sich ein sehr geringer Reibungskoeffizient von weniger als 0,2 ein. Daraufhin steigt der Reibungskoeffizient innerhalb weniger Stunden auf 0,4 bis 0,55 an, je nach Zusammensetzung. Tendenziell liegen die Werkstoffe mit geringerem CF- und PEEK-Anteil etwas niedriger und steigen langsamer auf das Plateau an, jedoch ist hier wie auch bei den Verschleißraten (Bild 5.35) keine einheitliche Regel zu erkennen. Die Gründe hierfür sind sicher der relativ geringe Unterschied im Faservolumengehalt dieser Werkstoffe von 17 Vol.% bzw. 23 Vol.% und der relativ geringe Einfluss der PEEK-Komponente

auf die Reibung (vgl. Bild 2.6).

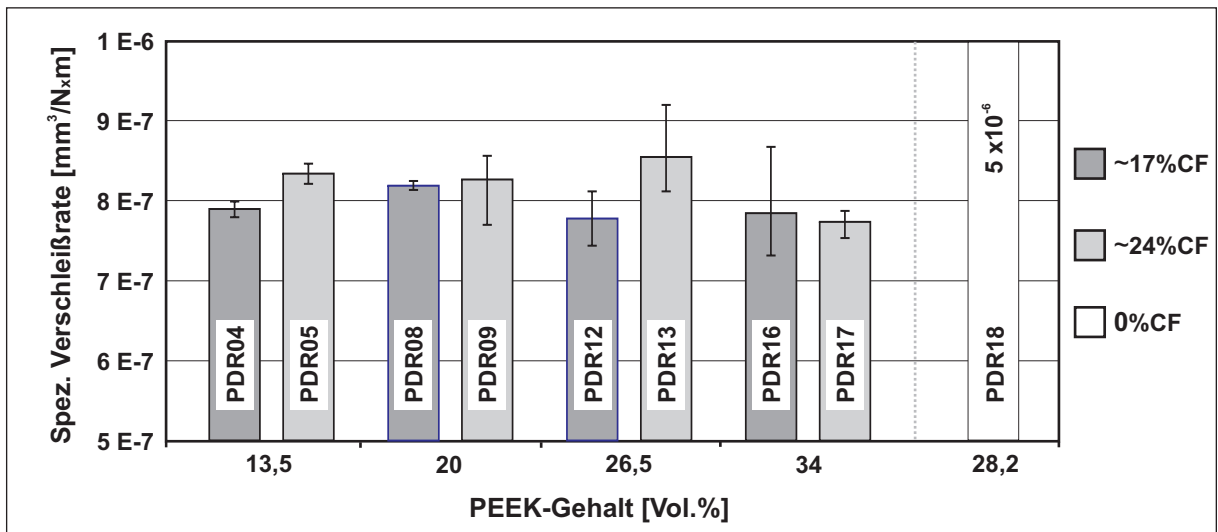


Bild 5.35: Spezifische Verschleißrate der PTFE/PEEK/CF-Compounds bei 1 m/s, 1 MPa, RT

5.4.3 Reibungs- und Verschleißverhalten der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds

Die Verschleißergebnisse der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds sind in Bild 5.36 über dem PEEK-Gehalt für verschiedene CF-Gehalte aufgetragen. Die Versuche wurden unter Standardversuchsbedingungen (1 m/s, 1 MPa, RT) durchgeführt. Als Gegenkörper dienten die geschliffenen Laufscheiben aus 100 Cr6 Stahl mit einer Rauigkeit von $R_a = 0,32 \mu\text{m}$ (Bild 4.6 (a)).

Da die Füllstoffvariation auch 6 und 12 Vol.% CF mit einschließt, ist der betrachtete Raum der Füllstoffvariation weiter gefasst als bei den PTFE/PEEK/CF-Compounds. Deshalb lassen sich hier Tendenzen erkennen, die sich beim Blick auf die CF-Gehalte von 17 % und 24 % nicht aufzeigen. Wie auch in Bild 5.35 lassen sich anhand der Ergebnisse bei höheren Faservolumenanteilen keine eindeutigen Einflüsse der Füllstoffe ableiten. Die spezifischen Verschleißraten liegen hier um $7,5 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$. Bei lediglich 6 Vol.% und 12 Vol.% Kohlenstofffasern ist jedoch eine Verbesserung der spezifischen Verschleißrate mit steigendem CF-Gehalt und etwas weniger ausgeprägt auch mit steigendem PEEK-Anteil zu sehen.

Bei diesen Versuchen konnte die Empfindlichkeit der Verschleißbestimmung verbessert werden, indem drei Messungen an derselben Probe durchgeführt wurden. Vor und nach jedem Versuch wurde die Probe ausgebaut und gewogen. Durch diese Vor-

gehensweise wird der Fehler, der durch nicht parallele Oberflächen zu Beginn der einzelnen Messungen verursacht wird, verringert. Aus diesem Grund reduziert sich die Schwankungsbreite der Messergebnisse, welche durch die Fehlerbalken dargestellt ist, im Vergleich zu Bild 5.35.

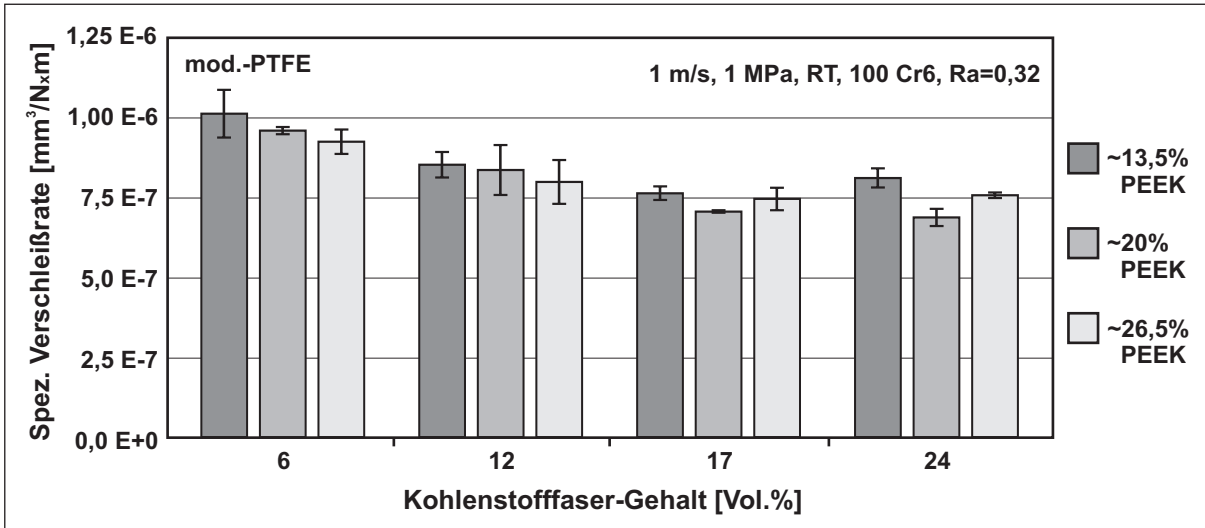


Bild 5.36: Verschleiß der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds bei 1 m/s, 1 MPa, RT

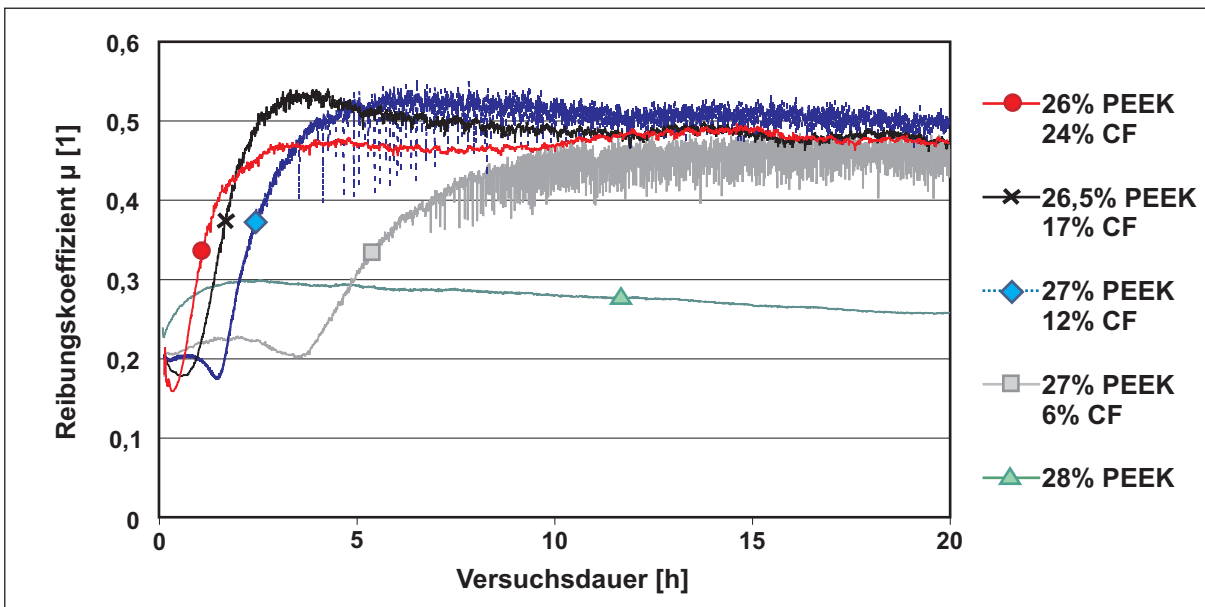


Bild 5.37: Reibwertverläufe verschiedener mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds

Die Verläufe der Reibungskoeffizienten zeigen bei diesen Versuchen ähnliche Verläufe und Abhängigkeiten wie bereits bei den PTFE/PAR/CF- und PTFE/PEEK/CF-Compounds beschrieben. Auch hier (Bild 5.37) beginnen die Reibwertverläufe um 0,2 und steigen daraufhin innerhalb unterschiedlicher Zeiten auf ein konstantes Niveau

zwischen 0,45 und 0,5 an. Höhere Faservolumenanteile führen zu einem schnelleren Anstieg und einem etwas höheren Reibungsniveau nach der Einlaufphase. Zum Vergleich enthält dieses Diagramm den Reibwertverlauf eines nicht faserverstärkten Compounds mit 28 Vol.% PEEK-Anteil. Die relativ große Schwankungsbreite der Reibungskoeffizienten der kohlenstofffaserverstärkten Compounds bei Versuchszeiten größer 5 Stunden ist mit dem zyklischen Aufbau eines Transferfilms zu erklären, insbesondere da während der Versuche keine nennenswerten Vibrationen zu verzeichnen waren. Aus den Reihen der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds wurde mod.-PTFE/20Vol.% PEEK/18Vol.%CF für Verschleißversuche bei höheren Belastungen und Geschwindigkeiten ausgewählt. In diesen Experimenten wurden p-v-Werte zwischen 0,5 und 8 realisiert. Die Flächenpressung wurde dabei zwischen 1 und 4 MPa, die Geschwindigkeit zwischen 0,5 und 2 m/s variiert. Bei allen Versuchen wurde eine Gleitstrecke von 72 km eingehalten. Bei den genannten Geschwindigkeiten ergeben sich daher Versuchszeiten von 10, 20 und 40 Stunden.

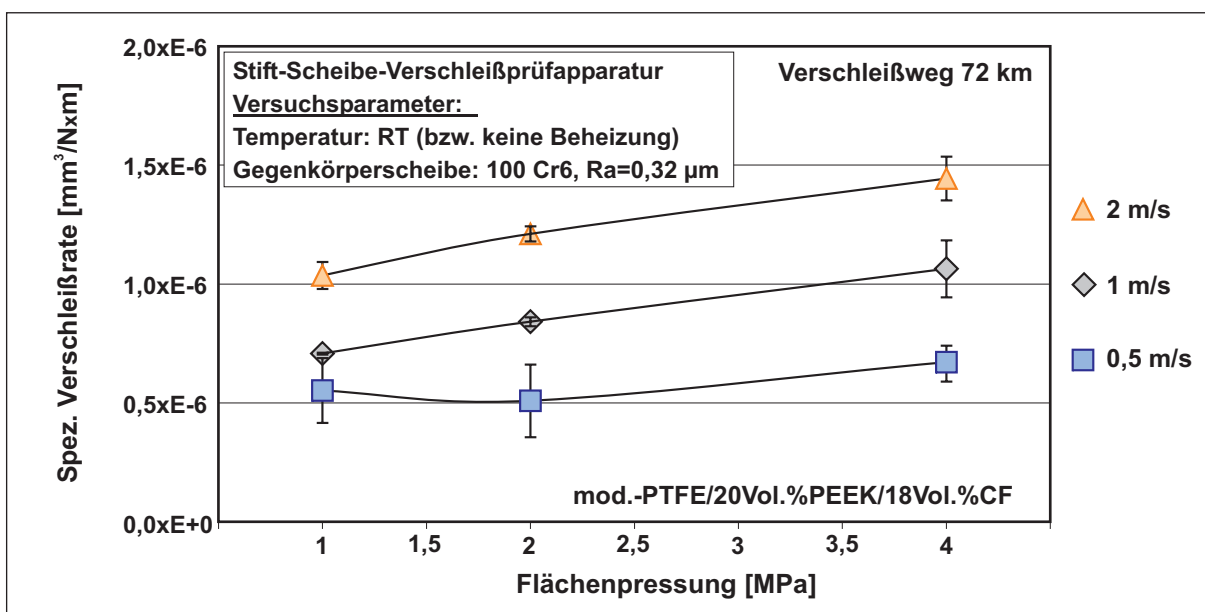


Bild 5.38: Verschleiß der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds bei verschiedenen p-v-Werten

Berechnet man statt der spezifischen Verschleißrate (Gl.2.10) die lineare Verschleißrate (Gl.2.9) und trägt diese über dem Produkt aus Flächenpressung p und Gleitgeschwindigkeit v auf, so ergibt sich eine Gerade auf der die Messpunkte liegen (Bild 5.39). Diese Darstellung wird in der Praxis häufig verwendet, um z.B. die Grenzen der Belastbarkeit von Lagerwerkstoffen aufzuzeigen. Dafür bestimmt man den p-v-Wert, ab dessen Überschreitung die Messpunkte nicht mehr auf der Geraden liegen, sondern deutlich darüber. Dieser p-v-Wert wird in der Literatur in Produktbeschreibungen häufig als Grenz-p-v-Wert bezeichnet. Aus Bild 5.39 geht hervor, dass eine höhere Gleitge-

schwindigkeit bei gleichem p-v-Produkt zu etwas höheren Verschleißraten führt. Trotz der hohen p-v-Werte liegen die Ergebnisse der linearen Verschleißrate idealisiert auf einer Geraden. Demnach ist bei den hier realisierten Versuchsbedingungen der Grenz-p-v-Wert noch nicht erreicht. Der Werkstoff besitzt bei $p \cdot v = 8 \text{ MPa} \cdot \text{m/s}$ immerhin noch eine gute spezifische Verschleißrate von $1,5 \cdot 10^{-6} [\text{mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}]$.

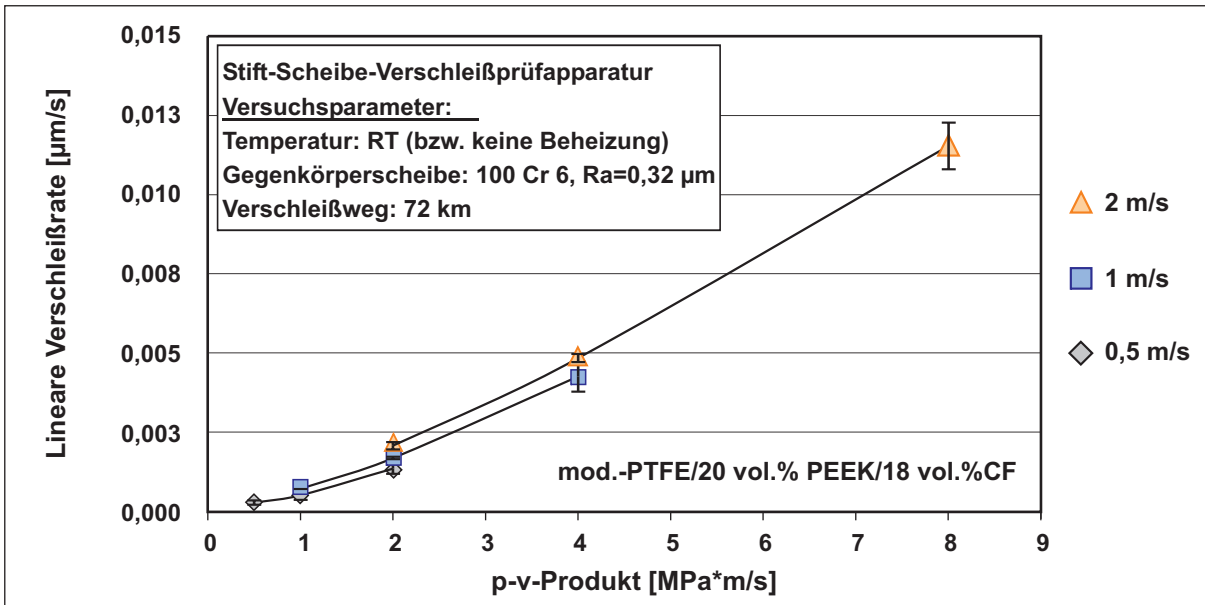


Bild 5.39: Lineare Verschleißrate von mod.-PTFE/20Vol.%PEEK/18Vol.%CF bei p-v-Werten zwischen 0,5 und 8 $\text{MPa} \cdot \text{m/s}$

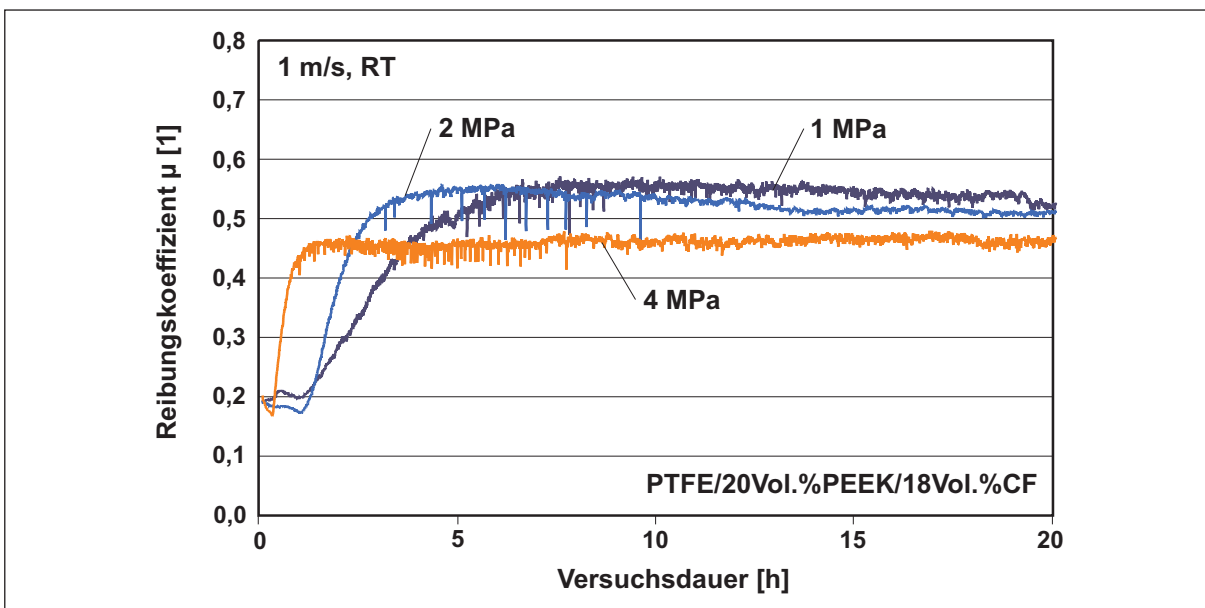


Bild 5.40: Verlauf des Reibungskoeffizienten bei verschiedenen Flächenpressungen und einer Gleitgeschwindigkeit von 1 m/s

Das Reibungsverhalten von mod.-PTFE/20Vol.%PEEK/18Vol.%CF bei verschiedenen Geschwindigkeiten und Flächenpressungen ist in den Bildern 5.40 und 5.41 anhand der Ergebnisse bei 1 m/s und 2 m/s dargestellt. Zu sehen ist, dass der charakteristische Anstieg des Reibungskoeffizienten bei höheren Flächenpressungen innerhalb kürzerer Zeit erfolgt. Höhere Flächenpressungen führen hier außerdem zu einem niedrigeren Reibungskoeffizienten.

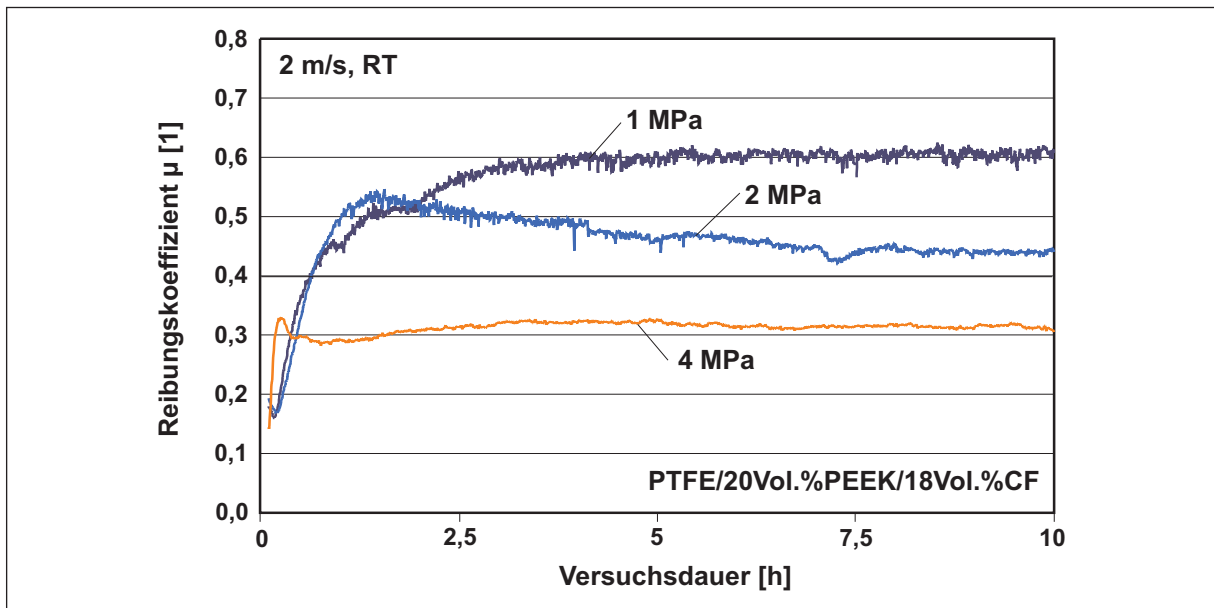


Bild 5.41: Verlauf des Reibungskoeffizienten bei verschiedenen Flächenpressungen und einer Gleitgeschwindigkeit von 1 m/s

5.4.4 Reibungs- und Verschleißverhalten unverstärkter PTFE-Compounds

Zum Vergleich mit unverstärkten PTFE-Compounds wurden reines PTFE, zwei Compounds mit Polymer-Partikel-Verstärkung und zwei mit Kohle bzw. Grafit modifizierte Compounds im Stift-Scheibe-Versuch bei Standardparametern (1 m/s, 1 MPa, RT) getestet. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in den Bildern 5.42 und 5.43 dargestellt. Die Versuchsdauer bei reinem PTFE war durch die zur Verfügung stehende Probenlänge begrenzt.

Der Verlauf der Reibungskoeffizienten (Bild 5.42) unterscheidet sich deutlich von dem Verlauf der mit Kohlenstoffasern verstärkten Verbundwerkstoffe. Die Werte liegen nach dem Einlauf zwischen 0,18 und 0,28, wobei PTFE/15Gew.%Kohle bei diesen Parametern den geringsten Reibungskoeffizienten aufweist. Reines PTFE (siehe Ausschnitt) erreicht innerhalb der Versuchsdauer von 1,23 h keinen konstanten Reibungs-

koeffizienten. Die mit Kohle bzw. Grafit gefüllten Compounds weisen eine sehr kurze Einlaufphase von 1 h auf. Der anschließende Verlauf des Reibungskoeffizienten ist sehr gleichmäßig und leicht abfallend. Am Ende der 20-stündigen Versuchsdauer erreicht PTFE/Kohle einen Reibungskoeffizient von ca. 0,18 und PTFE/Grafit von ca. 0,23.

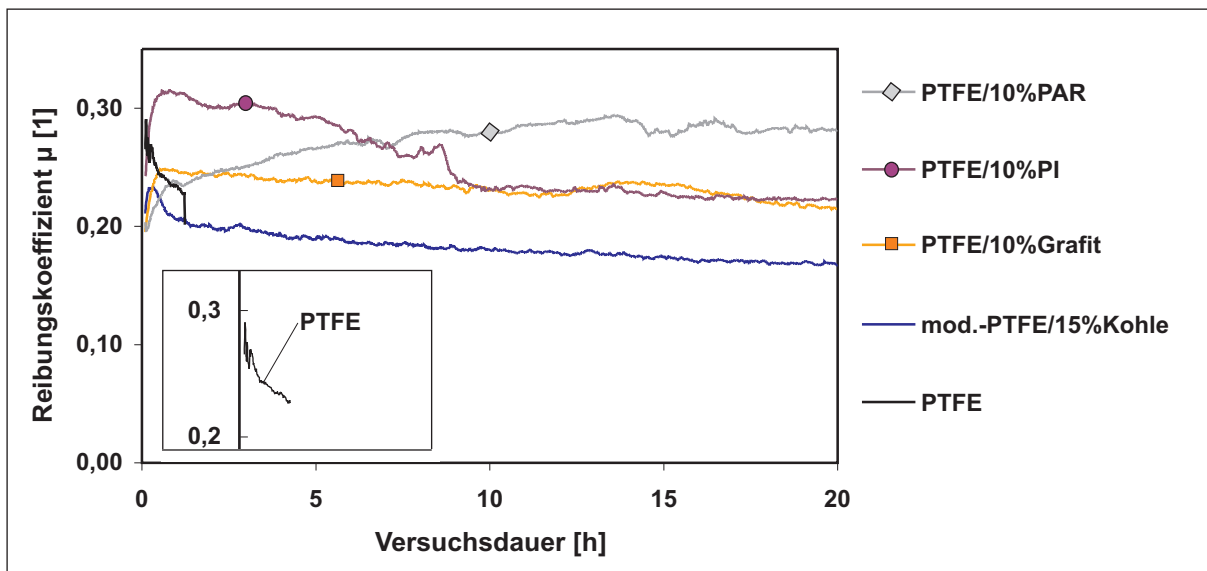


Bild 5.42: Verlauf des Reibungskoeffizienten einiger PTFE-Compounds ohne Faser-
verstärkung bei Standardparametern (1 m/s, 1 MPa, RT, Gegenkörper 100
Cr6)

Die Höhenabnahme der Proben während der Verschleißversuche ist in Bild 5.43 ge-
zeigt. Darin ist zunächst die geringe Verschleißbeständigkeit des reinen PTFE zu
sehen. Innerhalb von 75 min wurde die Probe durch Verschleiß um 3 mm kürzer. In
Tabelle 5.3 sind die aus dem Verlauf der Probenhöhe berechneten spezifischen Ver-
schleißraten dieser unverstärkten PTFE-Compounds aufgelistet. Darunter erreichen
die beiden Polymer-gefüllten Werkstoffe mit $7,0 \cdot 10^{-6}$ und $1,0 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ die
niedrigsten Verschleißraten.

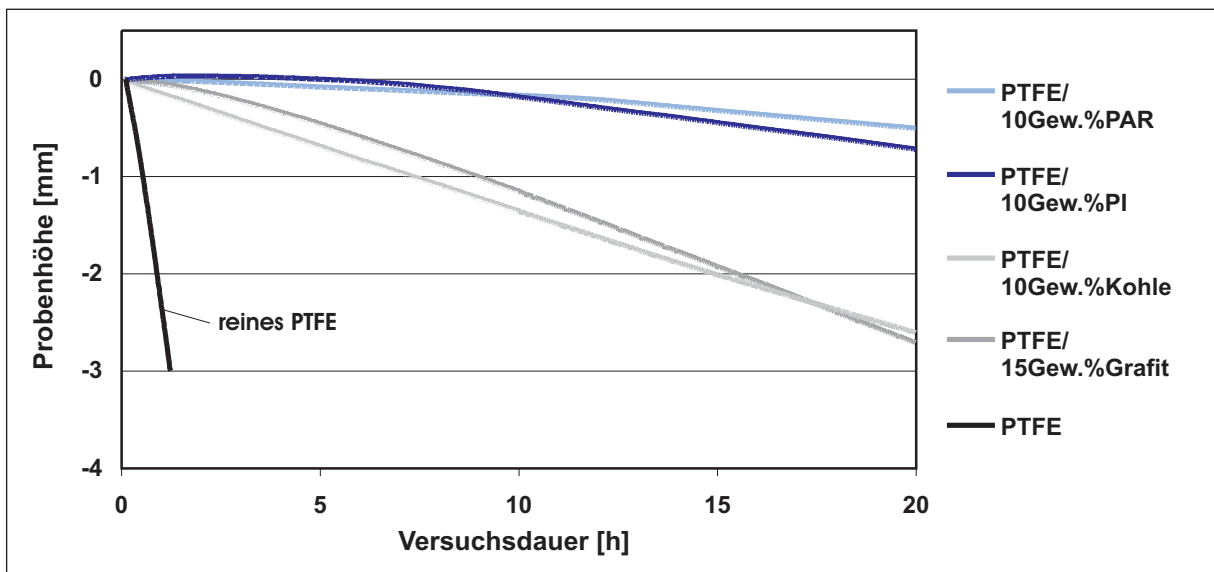


Bild 5.43: Abnahme der Probenhöhe einiger PTFE-Compounds ohne Faserverstärkung während der Verschleißversuche (1 m/s, 1 MPa, RT, Gegenkörper 100 Cr6)

Tabelle 5.3: Verschleißrate einiger PTFE-Compounds ohne Faserverstärkung

Verbundwerkstoff	Versuchsdauer [h]	Δh [mm]	W_S [mm ³ /N · m]
PTFE	1,23	3,0	$6,77 \times 10^{-4}$
PTFE/15%Grafit	20	2,7	$3,75 \times 10^{-5}$
mod.-PTFE/10%Kohle	20	2,6	$3,61 \times 10^{-5}$
PTFE/10%PAR	20	0,504	$7,0 \times 10^{-6}$
PTFE/10%PI	20	0,719	$1,0 \times 10^{-5}$

5.4.5 Verschleißverhalten der PEEK/PTFE/CF-Verbundwerkstoffe

Die in dieser Arbeit compoundingierten PEEK-Verbundwerkstoffe wurden ebenfalls bei Standardparametern hinsichtlich Verschleiß untersucht. Die Ergebnisse der Stift-Scheibe-Experimente sind in Tabelle 5.4 aufgelistet. Die PEEK-Verbundwerkstoffe erreichen spezifische Verschleißraten um $7 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$. Das Reibungs- und Verschleißverhalten dieser Werkstoffe wurde ebenfalls in kryogenen Medien bestimmt. Die Versuchsergebnisse hierzu sind in [90] enthalten.

Tabelle 5.4: Spezifische Verschleißraten der PEEK-Compounds

Nr.	PTFE [Vol.%]	CF [Vol.%]	\dot{W}_t [$\mu\text{m}/\text{h}$]	W_S [$\text{mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$]
P1	6	13	$7,77 \times 10^{-4}$	$7,03 \times 10^{-7}$
P2	10	13,3	$7,61 \times 10^{-4}$	$9,95 \times 10^{-7}$
P3	14	13,6	$6,16 \times 10^{-4}$	$6,29 \times 10^{-7}$
P4	10	18	$7,90 \times 10^{-4}$	$7,53 \times 10^{-7}$
P5	10	27	$7,03 \times 10^{-4}$	$7,01 \times 10^{-7}$

5.4.6 Reibungs- und Verschleißmessungen in kryogenen Medien

Die in dieser Arbeit zusammengestellten Werkstoffe wurden, wie in Kapitel 3 erwähnt, zum Zweck der tribologischen Untersuchung in kryogenen Medien an die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin, (Laboratorium VIII.12: Schwingungsverschleiß; Mikrotribologie; Kryotribologie) weitergegeben. Die dort gewonnenen Ergebnisse werden deshalb nicht im experimentellen Teil dieser Arbeit behandelt. Da diese Versuche von Beginn dieser Arbeit an mitgeplant wurden und deren Ergebnisse wichtig für die Beschreibung eines Eigenschaftsprofils dieser Werkstoffe sind, wird auf einen Teil dieser Ergebnisse in der Diskussion eingegangen. In kryogenen Medien wurden PTFE/PAR/CF-, PTFE/PEEK/CF-Werkstoffe und das PTFE/Bronze/CF-Compound untersucht. Die hohen Kosten der Kühlmedien und der zusätzliche Zeitaufwand ließen keine Experimente an den mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds zu.

6 Diskussion der Ergebnisse

6.1 Korrelation von Komposition und mechanischen sowie thermischen Eigenschaften

Die Compoundierung der Werkstoffkomponenten und die Verarbeitung der PTFE-Compounds hat einen Einfluss auf das Werkstoffgefüge, dessen Porengehalt und dessen Eigenspannungen. Wie in Kapitel 4 beschrieben, können diese Charakteristika durch die Prozessführung beim Pressen und beim Sintern beeinflusst werden. Insbesondere die Compoundierung, die Rezepturen, aber auch die Verarbeitung, sind meist gut gehütete Geheimnisse der Hersteller von PTFE-Erzeugnissen und ein Grund dafür, weshalb für die in dieser Arbeit untersuchten PTFE-Compounds lediglich die Zusammensetzung festgelegt werden, nicht aber auf deren Verarbeitung Einfluss genommen werden konnte.

In den mikroskopischen Aufnahmen in Kapitel 5 (Bilder 5.1, 5.2 und 5.3) zeigen die betrachteten Verbundwerkstoffe ein homogenes Werkstoffgefüge. Die Verteilung der PEEK-Partikel und der Kohlenstofffasern ist abgesehen von Randbereichen der Halbzeuge ebenfalls homogen. Lokal begrenzt, in der Größenordnung von ca. 100 μm , sind vereinzelt Faserorientierungen zu beobachten. Poren sind bei hochgefüllten Compounds zu erkennen. Mit hohen Faservolumengehalten gefüllte Compounds enthalten mehr Faserbruchstücke. Eine Betrachtung der Werkstoffgefüge und der PTFE-Kristallstruktur anhand von Dünnschnitten war mit der vorhandenen Dünnschnitttechnik aufgrund der stark unterschiedlichen Bestandteile nicht realisierbar.

Als ein wesentliches Qualitätsmerkmal wurde die Dichte der PTFE-Compounds bestimmt. Die Bilder 6.1 und 6.2 zeigen einen Vergleich zwischen der berechneten bzw. optimalen Dichte und der tatsächlichen bzw. gemessenen Dichte der PTFE-Compounds. Die Berechnung der Dichte erfolgte anhand der linearen Mischungsregel. Die Differenz aus berechneter Dichte und gemessener Dichte stellt eine Größe für den theoretischen Porengehalt der Werkstoffe dar. In den o.g. Diagrammen sind beide Dichte-Werte und der nach Gleichung 6.1 berechnete Porengehalt enthalten.

$$\varphi_P = \left(1 - \frac{\rho_m}{\rho_b}\right) \quad (6.1)$$

Aus den folgenden Diagrammen geht hervor, dass die Kohlenstofffasern und die polymeren Füllstoffe eine Zunahme des theoretischen Porengehaltes bewirken, wobei die Kohlenstofffasern einen stärkeren Einfluss zeigen.

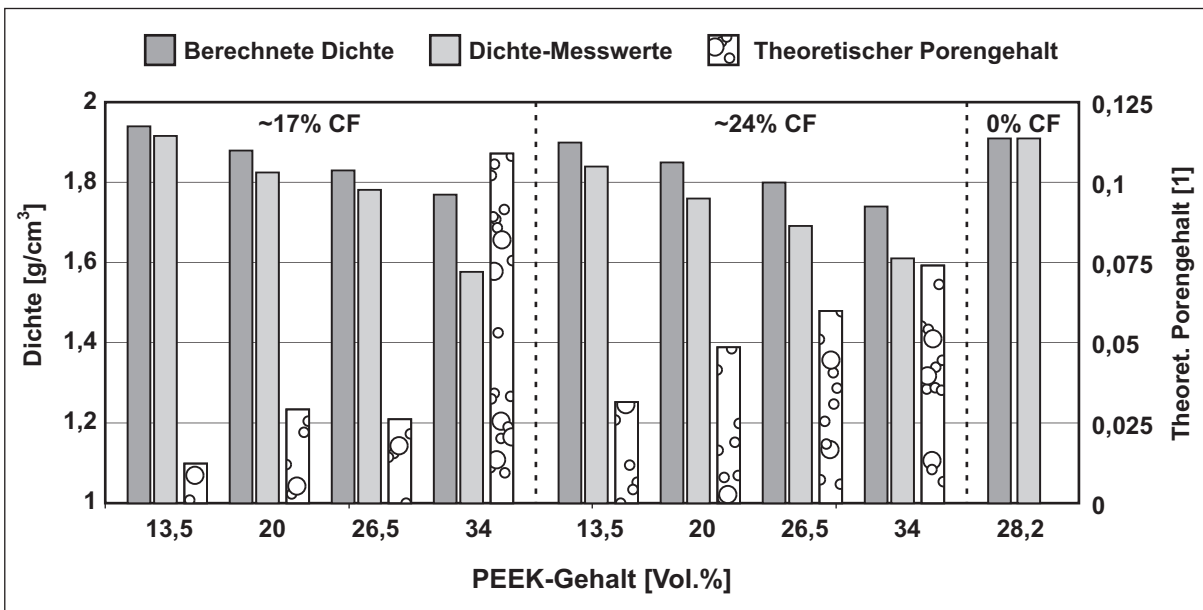


Bild 6.1: Vergleich zwischen der berechneten und der gemessenen Dichte der PTFE/PEEK/CF-Compounds

In Bild 6.1 sind die gemessene Dichte und die berechnete Dichte der PTFE/PEEK/CF-Compounds zusammen mit dem daraus abgeleiteten Porengehalt dargestellt. Der maximale Porengehalt liegt bei diesen Werkstoffen bei ca. 10 %. Verantwortlich dafür ist der hohe Füllstoffanteil von über 50 %. PTFE-Compounds mit einem so hohen Füllstoffgehalt sind schwierig zu verarbeiten und daher in der industriellen Praxis selten. In Bild 6.1 sind auch die berechnete und die gemessene Dichte des PTFE/PEEK-Compounds ohne Faserverstärkung aufgetragen. Diese beiden Werte stimmen gut miteinander überein. Dies deutet auf einen sehr geringen Porengehalt hin und verdeutlicht, dass Kohlenstofffasern im Vergleich zu PEEK-Partikeln stärker zur Porenbildung im Verbund beitragen. Ein wesentlicher Grund hierfür ist, dass sich die PEEK-Partikel während des Sintervorgangs bei Temperaturen im Bereich von 360°C bis 400°C in der Schmelze befinden und daher Kavitäten schließen können. Dadurch können z.B. Hohlräume zwischen den Fasern ausgefüllt werden, die durch die PTFE-Matrix mit ihrer extrem hohen Schmelzviskosität nicht geschlossen werden können.

Die mod.-PTFE-Matrix besitzt aufgrund der Co-Monomere eine geringere Schmelzviskosität als PTFE. Dies ist ein möglicher Grund für die geringeren Porengehalte der mod.-PTFE basierenden Compounds (Bild 6.2). Der Porengehalt liegt bei diesen Compounds unter 5 %. Die gering gefüllten Compounds besitzen einen sehr niedrigen Porengehalt von weniger als 1 %. Der stärkere Einfluss der Kohlenstofffasern auf den Porengehalt ist bei diesen Werkstoffen ebenso zu beobachten.

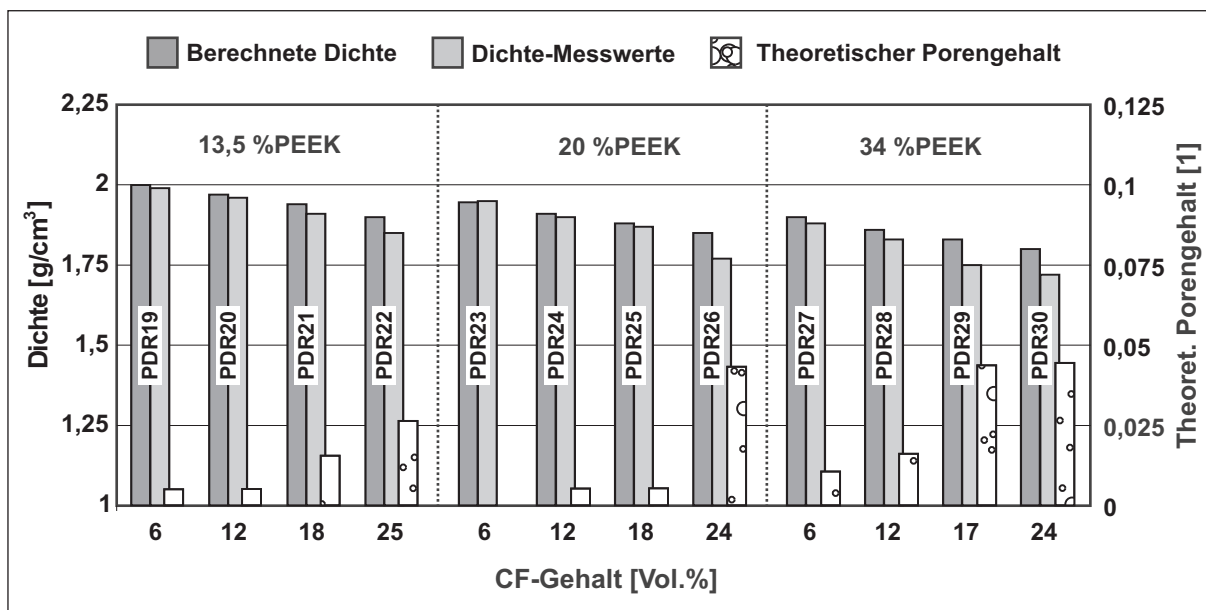


Bild 6.2: Vergleich zwischen der berechneten und der gemessenen Dichte der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds

Die PTFE/PAR/CF-Compounds weisen zum Teil einen deutlich höheren Porengehalt auf. Als Grund dafür kann der in diesem Fall für PTFE-Compounds sehr hohe Füllgrad von bis zu 47,6 Vol.% angesehen werden. Die relativ dünnen Kohlenstofffasern behindern zudem das Zusammensintern der PTFE-Matrix. Als weiterer Grund kommt eine nicht optimale Prozessführung bei der Halbzeugherstellung in Frage.

Härte und Mikrohärt

Die Härte der PTFE/PEEK/CF-Compounds (Bild 5.9) nimmt mit steigendem Füllgrad leicht zu. Das am niedrigsten gefüllte Compound mit 13,5 Vol.% PEEK und 18,2 Vol.% CF besitzt eine Shore D Härte von 61 (nach 3 Sekunden). Das am höchsten gefüllte Compound liegt bei 65 Shore D. Die unterschiedlichen Faservolumenanteile von ca. 17 bzw. ca. 24 Vol.% haben hierbei fast keinen Einfluss auf die Härte. Im Vergleich zu PTFE/28Vol.%PEEK ohne Faserverstärkung zeigt sich jedoch, dass Kohlenstofffasern die Härte deutlich erhöhen. Die Shore D Härte der mod.-PTFE-Compounds liegt ca. 10 % unter der Härte der PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe. Die vier niedrig gefüllten mod.-PTFE-Compounds zeigen mit ansteigendem Faservolumenanteil eine leicht zunehmende Härte. Die Härte der PTFE/PAR/CF-Compounds spiegelt die Ergebnisse der Dichtemessung wider (Bild 5.8). Ein hoher Porengehalt verhindert die Härtezunahme der Verbundwerkstoffe trotz hoher Füllgrade.

Die Dynamische-Ultra-Mikrohärte (DUH) ist weitgehend unabhängig von der Zusammensetzung bzw. der Füllgrade, da hier idealerweise die Härte der einzelnen Komponenten im Verbund gemessen wird. Der Eindringkörper dieses Messverfahrens ist sehr klein, dennoch wird die Mikrohärte neben den Werkstoffeigenschaften der einzelnen Partikel oder Fasern auch durch die umgebende Matrix und deren Eigenschaften beeinflusst.

Die Ultramikrohärte gibt wichtige Informationen zur Interpretation von Verschleißergebnissen und Verschleißmechanismen. Anhand der Messergebnisse kann abgeschätzt werden, ob und welche Füllstoffe eines Verbundes z.B. abrasiven Verschleiß an einem Reibpartner verursachen können. Die Kohlenstofffasern der hier untersuchten Verbundwerkstoffe erreichen die höchsten Mikrohärte-Werte der Verbunde (Tabelle 5.1). Diese liegen zwischen 28 und 860 N/mm^2 in der PTFE-Matrix. Die hohe Schwankungsbreite der Messergebnisse ergibt sich aus unterschiedlichen Faserorientierungen und Faserlängen. Die PAN-Fasern der PTFE/PAR/CF-Verbunde besitzen eine geringere Mikrohärte, da die durch die Vickerspyramide eingeleitete Kraft durch die weiche Matrix nur ungenügend abgestützt werden kann. Die größeren Pitch-Fasern können dagegen die Last auf eine größere Fläche verteilen. Der Effekt der Matrixunterstützung wird besonders im Vergleich mit der Mikrohärte von in PEEK eingebetteten Fasern deutlich. Die Fasern erreichen hier Mikrohärten von bis zu 2200 N/mm^2 . In der Literatur finden sich Angaben über deutlich höhere Mikrohärtewerte für kontinuierlich langfaserverstärkte PEEK/CF-Verbundwerkstoffe [38]. Geringere Matrixeinflüsse ergeben sich für die Mikrohärte der PEEK, PAR- und Bronze-Partikel. Aufgrund ihrer Größe ist die Bestimmung der Mikrohärte einfacher und mittig an einem Partikel möglich. Zudem können größere Partikel die Prüflast besser verteilen. Daraus ergeben sich geringere Messwertschwankungen im Bereich von +/- 10 bis 20 %. Die Ultramikrohärte konnte mit der verwendeten Apparatur nur bei Raumtemperatur bestimmt werden. Da insbesondere die Matrixeigenschaften E-Modul und Härte stark von der Temperatur abhängen, ist davon auszugehen, dass die Mikrohärte der Füll- und Verstärkungsstoffe hin zu tiefen Temperaturen ebenfalls deutlich zunehmen wird.

Zug-/Druckverformungsverhalten

Das Verhalten der Verbundwerkstoffe im Zugversuch ist in starkem Maße von deren Zusammensetzung abhängig. Während sich der Zug-E-Modul relativ unbeeinflusst von PEEK-Partikel- und Fasergehalt zeigt (Bilder 5.12, 5.13), wird der Einfluss bei der Bruchdehnung und der Zugfestigkeit umso deutlicher (Bilder 5.14, 5.15).

Der E-Modul der PTFE-basierenden Compounds liegt zwischen 0,9 und 1,1 GPa. Auch das unverstärkte, lediglich mit PEEK gefüllte Compound hat einen ebenso hohen E-Modul. Die mod.-PTFE-basierenden Compounds liegen mit 0,85 bis 1,0 GPa geringfügig darunter, wobei auch hier keine deutliche Abhängigkeit vom Fasergehalt oder PEEK-Gehalt abgeleitet werden kann. In der Literatur wird ebenso davon berichtet, dass PTFE-Compounds generell ungünstigere Zugeigenschaften aufweisen als reines PTFE [78]. Selbst Kohlenstofffasern können hier ihre normalerweise verstärkende Wirkung nicht einbringen. Der Grund hierfür liegt in der allgemein schlechten Haftung von Partikeln oder Fasern zur PTFE-Matrix.

Die geringe Faser/Matrix-Haftung lässt sich anhand mikroskopischer Aufnahmen belegen. Bild 6.3 zeigt die Bruchfläche einer bei -150°C gebrochenen Probe. Darin sind die PEEK-Partikel, die Kohlenstofffasern und die gebrochene Matrix zu erkennen. Ein Hinweis auf eine schlechte Faser- bzw. Partikel/Matrix-Haftung ist, dass an den Füllstoffen keinerlei Matrix-Bruchstücke haften bleiben. Weiterhin ist zu erkennen, dass sich zwischen den Füllstoffen und der Matrix Hohlräume befinden [88].

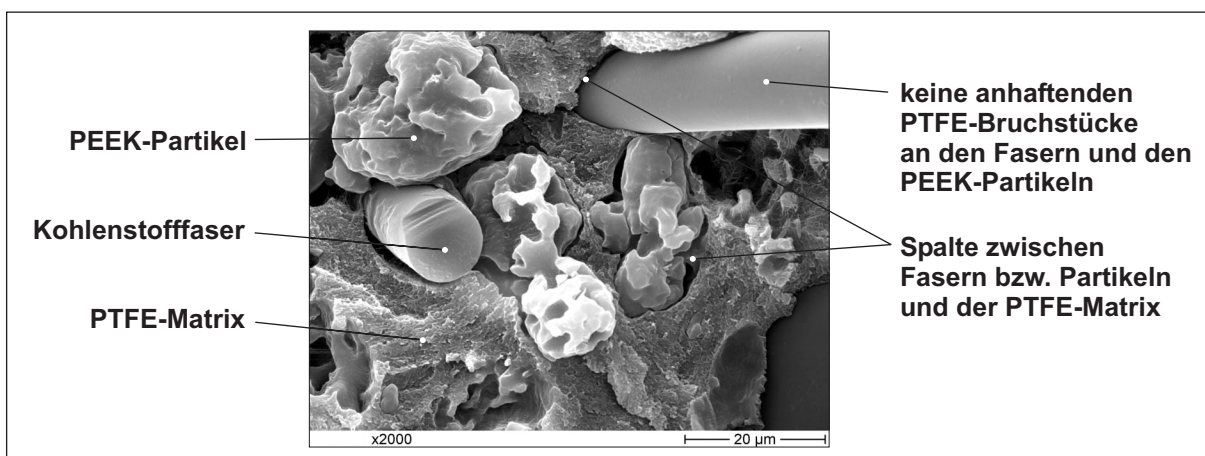


Bild 6.3: Bruchfläche einer bei -150°C gebrochenen Probe

In Bild 5.11 ist anhand von Kraft-Dehnungskurven dargestellt, wie der Faservolumengehalt (bei konstantem PEEK-Gehalt) die Zugeigenschaften beeinflusst. Sowohl ein steigender PEEK-Gehalt als auch ein steigender Faservolumengehalt verringert die Bruchdehnung deutlich. In Bild 6.4 sind die Ergebnisse der Zugversuche zusammengefasst, wobei hier die Bruchdehnungen über dem Füllgrad (Summe aus PEEK- und Faservolumengehalt) aufgetragen sind. Zu sehen ist, dass die Bruchdehnung des reinen PTFE von 300 bis 400 % [75, 78] mit zunehmendem Füllgrad abnimmt. Bei Füllgraden um 50 % werden nur noch ca. 50 % Dehnung erreicht. Wie aus dem Diagramm ebenfalls hervorgeht liegen die Bruchdehnungen der PTFE/PEEK/CF-Compounds bei gleichem Füllgrad höher als die der mod.-PTFE-Compounds.

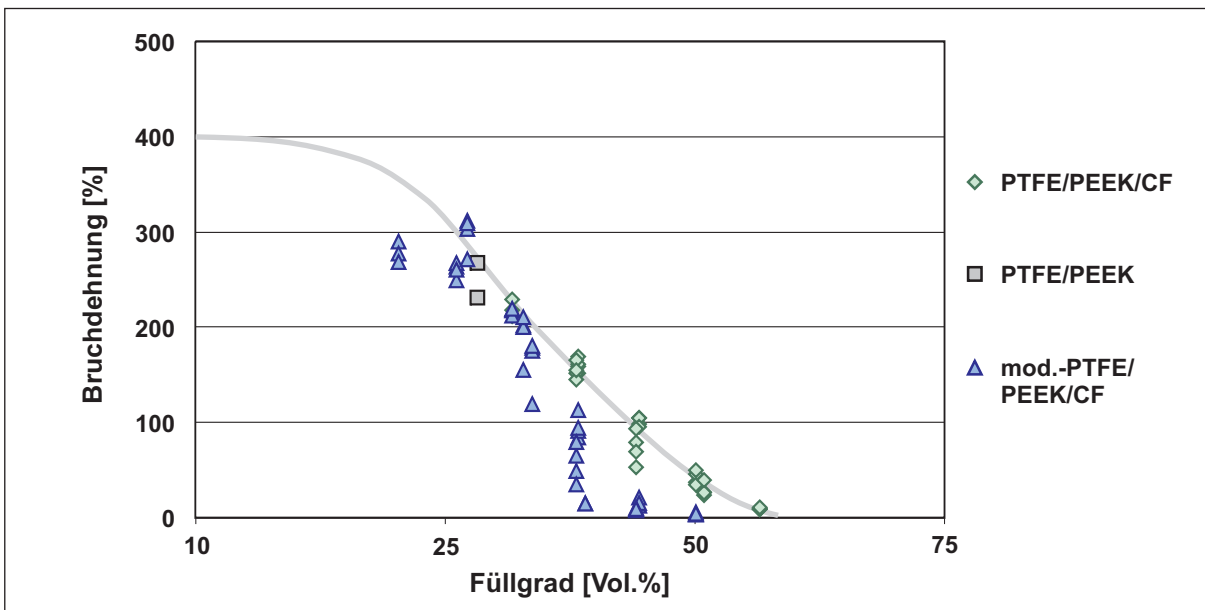


Bild 6.4: Bruchdehnung als Funktion des Füllgrades der hier untersuchten PTFE/PEEK/CF-, PTFE/PEEK- und mod.-PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe

In den Bildern 6.5 und 6.6 sind die Bruchflächen der Zugproben von mod.-PTFE/13Vol.%PEEK/6Vol.%CF bzw. mod.-PTFE/26,5Vol.%PEEK/23,6Vol.%CF abgebildet. Diese Bruchflächen sind charakteristisch für relativ niedrig gefüllte und hochgefüllte PTFE-Compounds. Das niedrig gefüllte Compound zeigt eine wesentlich stärkere Fibrillierung der Matrix als dies bei den relativ dicht gepackten Fasern und Partikeln im hochgefüllten Compound möglich ist.

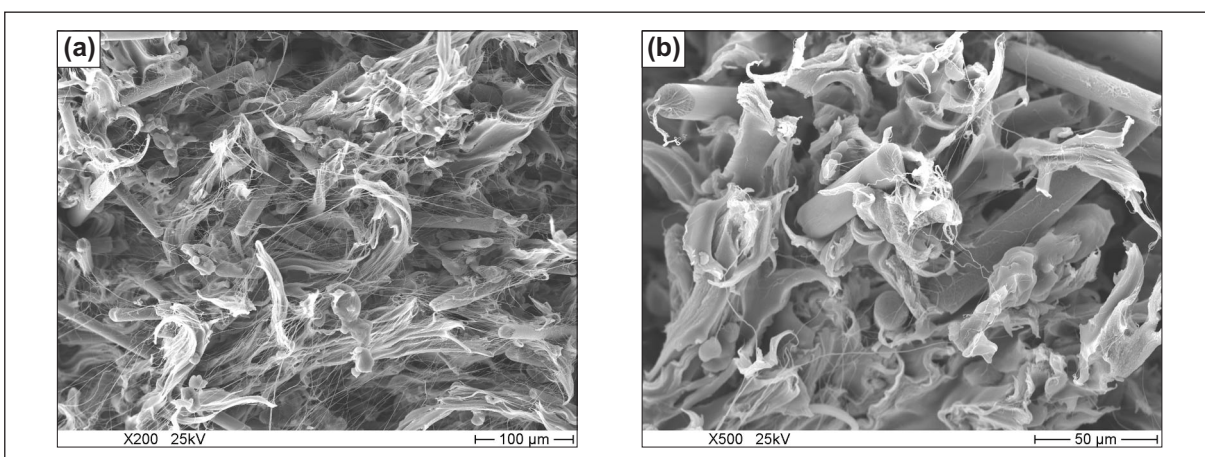


Bild 6.5: Bruchfläche einer im Zugversuch versagten Probe mit niedrigem Faservolumengehalt bei (a) 200facher und (b) 500facher Vergrößerung

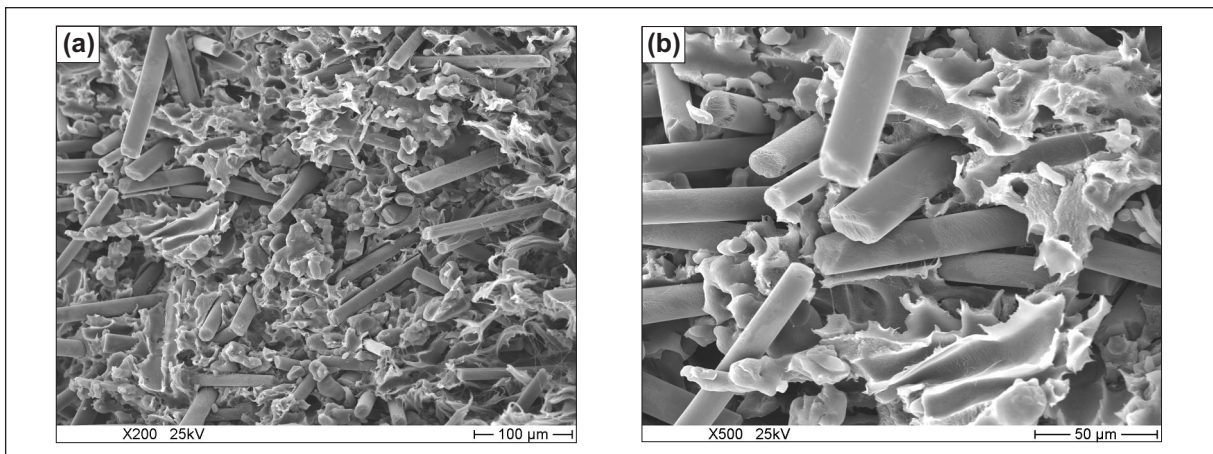


Bild 6.6: Bruchfläche einer im Zugversuch versagten Probe mit hohem Faservolumen-gehalt bei (a) 200facher und (b) 500facher Vergrößerung

Bei Druckbeanspruchung hingegen können Faser- und Partikelverstärkungen eine Verbesserung des Werkstoffverhaltens bewirken. Der Druck-E-Modul (Bild 5.17) der PTFE/PEEK/CF-Compounds wurde von zwei relativ nahe beieinander liegenden Faservolumengehalten (17 und 24 %) bestimmt. Der Druck-E-Modul der Compounds mit 17 % CF erreicht ca. 900 N/mm^2 . Die Moduln der Compounds mit 24 % CF liegen jeweils etwa 10 % niedriger. Nochmals deutlich geringer, ca. 25 %, liegt der Modul des Compounds ohne Faserverstärkung. Vergleicht man die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Druckversuche, z.B. der PTFE/PEEK/CF-Compounds, so zeigen die höher gefüllten Werkstoffe im Bereich niedriger, praxisrelevanter Stauchung höhere Druckspannungen. Das Compound ohne Faserverstärkung verhält sich ab einer Stauchung von 3 % linear. Aufgrund der eher sphärischen Form der PEEK-Partikel ist ein Fließen der PTFE-Matrix einfacher möglich als bei Fasern. Der lineare Zusammenhang kommt dadurch zustande, dass die Proben ihre Kontaktfläche zu den Druckplatten mit zunehmendem Druck vergrößern. Die Proben der fasergefüllten Compounds dagegen versagen bei noch größeren Drücken in der Mitte der Probe durch Scherbruch.

Die Druck-Moduln der mod.-PTFE-basierenden Compounds zeigen keinen einheitlichen Zusammenhang mit der Werkstoffzusammensetzung. Die Moduln der Werkstoffe mit 13,5 % PEEK-Anteil liegen um 700 N/mm^2 und steigen mit dem Faservolumen-gehalt geringfügig an. Ein Compound mit 20 % PEEK und 17 % CF liegt mit fast 970 N/mm^2 höher als die Moduln der Compounds mit herkömmlicher PTFE-Matrix. Dieses Niveau entspricht jedoch eher den Erwartungen an die mod.-PTFE-basierenden Werkstoffe, da die mod.-PTFE-Matrix theoretisch, aufgrund eines dichteren Gefüges und aufgrund der veränderten Molekülstruktur, zu einer etwas höheren Steifigkeit führen sollte.

Praxisrelevanter sind die im Druckversuch erreichten Spannungen bei einer bestimmten Stauchung der Probe. Für 10, 20 und 30 % Stauchung sind die dabei entstehenden Druckspannungen in Bild 5.19 für die PTFE/PEEK/CF-Compounds dargestellt. Mit steigendem PEEK-Gehalt ist ein Anstieg der Druckspannung festzustellen. In diesem Fall liegen die Spannungen der Werkstoffe mit dem leicht höheren Fasergehalt von 24 Vol.% stets geringfügig niedriger.

Die Druck-Zeitstandversuche am Beispiel der PTFE/PEEK/CF-Werkstoffe zeigen eine Verringerung der plastischen Gesamtdeformation mit steigendem PEEK-Gehalt. Die Ergebnisse der PTFE/PAR/CF-Compounds sind wegen der zum Teil sehr hohen Porengehalte für einen solchen Vergleich ungeeignet.

Bezüglich der mechanischen Eigenschaften kann zusammenfassend festgehalten werden, dass durch die Verwendung von PEEK-Partikeln und Kohlenstofffasern hinsichtlich der Druckeigenschaften und der Härte Verbesserungen im Werkstoffverhalten erreicht werden können. Dies gilt jedoch nur bei optimaler Verarbeitung und entsprechend niedrigen Porengehalten. Zu hohe Füllgrade führen durch die damit verbundene Zunahme des Porengehaltes zu einem Abfall der Härte.

Die Zug- und die Drucksteifigkeiten zeigen sich bei den hier vorgestellten Ergebnissen weitgehend unabhängig vom Füllstoffgehalt der Verbundwerkstoffe. Dagegen werden insbesondere durch einen zunehmenden Fasergehalt die Zugdehnung und die Zugfestigkeit reduziert. Dies ist darauf zurückzuführen, dass das plastische Fließen und die Verstreckung der PTFE-Matrix durch die Füllstoffe behindert wird.

Der Kaltfluss von PTFE lässt sich, wie auch in der Literatur beschrieben, durch die Zugabe insbesondere von Fasern und Bronze verbessern. Die hier durchgeführten Druckzeitstandversuche zeigen für die PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe eine Verringerung der Gesamtdeformation, jedoch können anhand dieser Versuche keine quantitativen Aussagen zur Reduzierung des Kaltflusses gemacht werden.

Bei der Auswahl von Compounds ist daher je nach Anwendungsfall zu entscheiden, ob einerseits eine geringe Bruchdehnung mit dem Vorteil des geringeren Kaltflusses oder andererseits eine hohe Schadenstoleranz bezüglich Deformationen, jedoch mit verringerter Kriechbeständigkeit vorzuziehen ist.

Die Druckbelastbarkeit von PTFE-Compounds lässt sich auch durch konstruktive Maßnahmen verbessern. Gekammerte Bauteile, bei denen der Kaltfluss durch begrenzte Wandungen behindert wird, können wesentlich höhere Lasten aufnehmen. In Verbundlagern wird die hohe Tragfähigkeit der Gleitschicht durch die sehr geringe Dicke der polymeren Laufschrift verbunden mit der formschlüssigen Verankerung durch die poröse Sinterbronzeschicht erreicht (Bild 2.11). Die Verwendung von Haftvermittlern bei PTFE/Bronze-Compounds ist eine Möglichkeit, deren Kaltfluss zu reduzie-

ren [91]. Dabei kommen zwei verschiedene Bronzetypen zum Einsatz, sphärische und sog. spratzige Bronzepartikel. Durch ihre unregelmäßige Partikelform erreichen Compounds mit spratziger Bronze bessere Kaltflusseigenschaften. Eine Modifizierung der PTFE-Matrix durch Plasma- oder Strahlenbehandlung kann ebenfalls die Anbindung zu Füllstoffen verbessern.

Thermische Eigenschaften

Die in DMTA-Versuchen gemessene Steifigkeit und Dämpfung dieser PTFE-Verbundwerkstoffe werden von den temperaturabhängigen Eigenschaften der PTFE-Matrix dominiert. Diese bestimmen die charakteristischen Verläufe durch die Glasübergangstemperaturen des PTFE. Durch unterschiedliche Partikel- und Faservolumenanteile werden die Ergebnisse jedoch in gewissen Grenzen beeinflusst.

Bei den PTFE/PEEK/CF-Compounds ist ein Einfluss des PEEK-Gehaltes zu erkennen. Wie in Kapitel 4 beschrieben, bewirkt ein höherer PEEK-Gehalt bei niedrigen Temperaturen eine Verminderung und bei hohen Temperaturen eine Erhöhung der dyn. Steifigkeit. Ähnliche Ergebnisse ergaben DMTA-Versuche (3-Punkt-Biegung) an PTFE/PAR/CF [88]. Für die mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds konnte beobachtet werden, dass ein höherer CF-Gehalt eine geringe Zunahme des E-Moduls bewirkt.

Ein Effekt, der sowohl die dynamische Steifigkeit als auch die Dämpfung beeinflussen kann, ist das Auftreten von Eigenspannungen aufgrund von stark unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der einzelnen Komponenten. Dies betrifft besonders die Grenzflächen zwischen der PTFE-Matrix und den Kohlenstofffasern. Bei tiefen Temperaturen zieht sich die Matrix zusammen, die Kohlenstofffaser dagegen verändern ihren Durchmesser relativ wenig. Eine so zustande kommende kraftschlüssige Kraftübertragung erhöht die Steifigkeit des Verbundes. Bei hohen Temperaturen dagegen dehnt sich die Matrix relativ stark aus, der Kraftschluss zwischen Matrix und Fasern lässt nach und die Steifigkeit sinkt. Durch Reibung zwischen Matrix und Fasern kann dann die Dämpfung des Verbundes beeinflusst werden.

Aufgrund der bei den drei Werkstoffsystemen identischen Matrix und den ähnlichen Füll- und Verstärkungsstoffen liegt die Vermutung nahe, dass die Ergebnisse in allen drei Fällen gleiche Tendenzen aufweisen sollten. Die Ergebnisse zeigen jedoch keine durchgängigen Zusammenhänge, sowohl für die dynamische Steifigkeit als auch für die Dämpfung. Als Grund hierfür kann die Verarbeitung der Compounds in Verbindung mit dem daraus resultierenden Porengehalt in Betracht gezogen werden. Der Einfluss der Partikel und Fasern hängt, besonders bei der Zug-Anordnung, in starkem Maße

von der Anbindung zur PTFE-Matrix ab. Daher können relativ geringe Unterschiede z.B. im Porengehalt oder Eigenspannungen zu den gemessenen Unterschieden führen.

Die Werkstoffeigenschaften "thermische Ausdehnung" und "Wärmeleitfähigkeit" sind wichtige Größen für die Auslegung von tribologisch beanspruchten Maschinenelementen. Treten große Temperaturdifferenzen während des Betriebs oder auch zwischen der Montage und dem Betrieb auf, so müssen die Ausdehnung bzw. der Schrumpf sowohl des Maschinenelements als auch des Einbauraums (Gehäuse) bei der Auslegung berücksichtigt werden. Im Fall von Dichtungen kann z.B. eine durch Schrumpf verminderte Vorpressung der Dichtung zu einem Verlust der Dichtfunktion führen [92]. Ebenso ist die thermische Leitfähigkeit für tribologisch beanspruchte Bauteile von Bedeutung für die Ableitung der Reibungswärme und der daraus resultierenden Bauteiltemperatur.

Die Zugabe von Füllstoffen mit geringerer thermischer Ausdehnung und höherer Wärmeleitfähigkeit als PTFE bzw. allgemein Polymere bewirkt eine entsprechende Veränderung der Eigenschaften und kann mit Hilfe der linearen Mischungsregel abgeschätzt werden. Die Änderung der Eigenschaften ist im Detail jedoch auch von der Geometrie und Orientierung der Füllstoffe, dem Füllgrad und dem Wärmeübergang zwischen Matrix und den Füllstoffen abhängig. Die beiden Füllstoffe PAR und PEEK sind Polymere und damit, wie auch die PTFE-Matrix, relativ schlechte Wärmeleiter. Ihr Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit ist daher eher gering.

Der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient von PTFE beträgt zwischen 10 und $12 \cdot 10^{-5} K^{-1}$ [75, 93, 94]. In Bild 5.28 ist zu sehen, dass ein höherer Faservolumengehalt in den PTFE/PAR/CF-Verbundwerkstoffen die thermische Ausdehnung reduziert. Bei lediglich 5 Vol.% ist der therm. Ausdehnungskoeffizient vergleichbar mit dem des reinen PTFE. Bei 20 Vol.% ist die thermische Ausdehnung deutlich reduziert.

Die Wärmeleitfähigkeit wurde lediglich von den PTFE/PAR/CF-Compounds bestimmt. Dafür war es zunächst erforderlich die spezifische Wärmekapazität zu bestimmen. Für reines PTFE wird in der Literatur ein Wert von $0,25 W/m \cdot K$ [78, 94, 95] angegeben. Wie aus Tabelle 5.2 hervorgeht, lässt sich die Wärmeleitfähigkeit durch metallische Füllstoffe, in diesem Fall Bronzepartikel, verbessern. Bei noch höher gefüllten Compounds, mit 60 Gew.% Bronze, werden Werte um $0,72 W/m \cdot K$ erreicht [96]. Da bei der Wärmeleitfähigkeit Poren im Werkstoffgefüge eine Verringerung der Leitfähigkeit bewirken, und die untersuchten Werkstoffe zum Teil einen hohen Porengehalt aufweisen, zeigen die Ergebnisse der vermessenen Werkstoffe keine eindeutigen Abhängigkeiten zwischen der Werkstoffzusammensetzung und den ermittelten Wärmeleitfähigkeiten.

6.2 Korrelation von Komposition und tribologischen Eigenschaften

6.2.1 Verschleißverhalten der untersuchten PTFE-Compounds

Die beim Verschleiß der PTFE-Verbundwerkstoffe wirkenden Verschleißmechanismen wurden anhand von mikroskopischen Aufnahmen der verschlissenen Verbundwerkstoffproben und Stahlgegenkörper untersucht. In Bild 6.7 sind verschiedene Aufnahmen der verschlissenen PTFE/PAR/CF-Proben sowie die PTFE/Bronze/CF-Probe dargestellt. In den Aufnahmen (a) und (b) sieht man typische Verschleißbilder der PTFE-Verbundwerkstoffe mit mittlerem und hohem CF-Gehalt (hier PAN-CF). Werkstoffe mit sehr geringem CF-Gehalt oder auch Regionen mit geringerem Faser- aber hohem PAR-Partikel-Gehalt, zeigen eine weniger zerfurchte Oberfläche, wie beispielhaft in Bild (c) zu sehen ist. Bild (d) zeigt die sehr glatte Oberfläche des mit Bronze und Pitch-Kohlenstofffasern gefüllten Compounds.

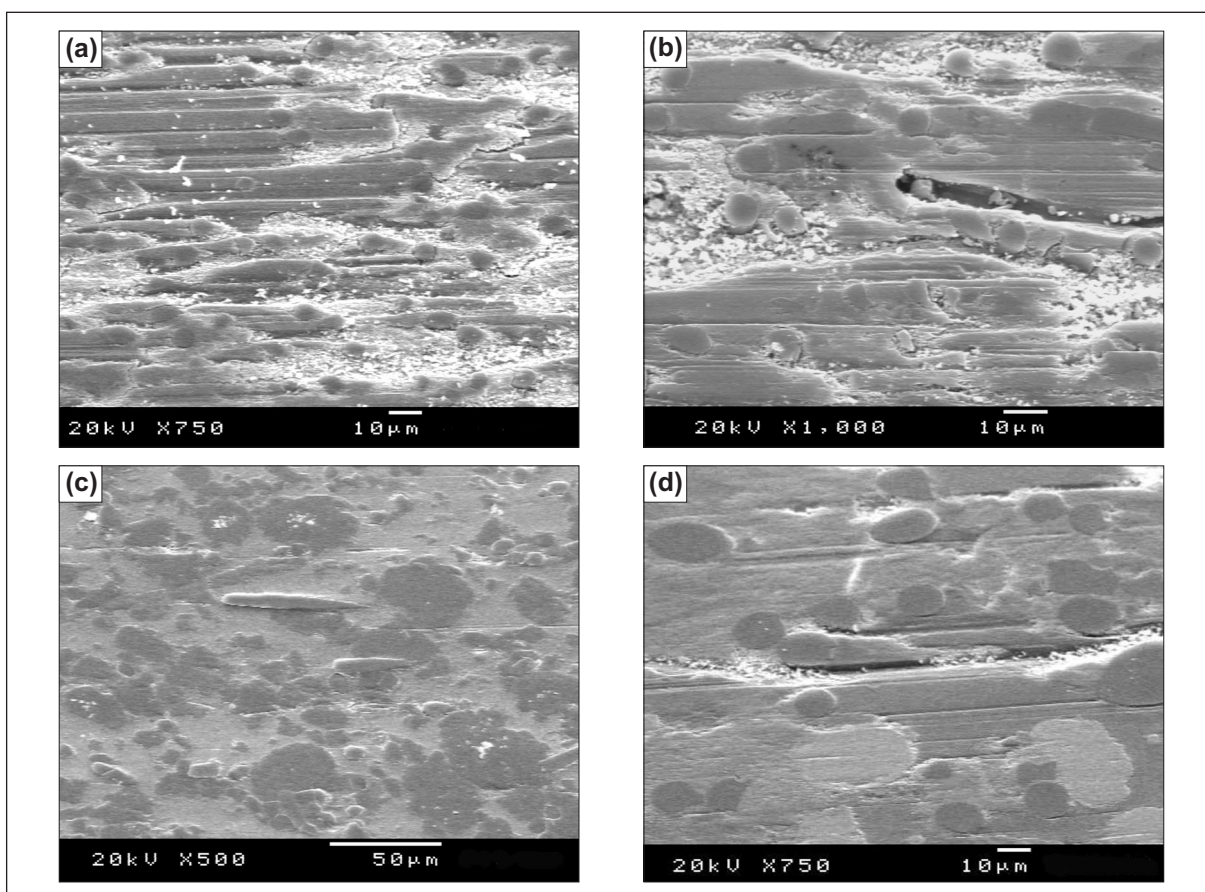


Bild 6.7: Verschlossene Probenoberflächen von (a) PTFE/PAR/CF (750fach), (b) PTFE/PAR/CF (1000fach), (c) PTFE/PAR/CF (500fach), (d) PTFE/Bronze/CF (750fach)

In Bild 6.8 ist eine weitere verschlissene Oberfläche eines PTFE/PAR/CF-Compounds dargestellt. In der Aufnahme (a) ist zu erkennen, dass verschiedene charakteristische Regionen nebeneinander vorhanden sein können. Ähnlich wie in Bild 6.7 (c) sind oben und unten im Bild keine tiefen Furchen in Gleitrichtung zu sehen. In der Mitte dagegen befindet sich eine stark zerfurchte Oberfläche, die in der Aufnahme 6.8 (b) vergrößert dargestellt ist. Eine Erklärung dafür ist, dass nur jeweils die mit Riefen durchzogenen Bereiche in Kontakt mit dem Gegenkörper sind, während ein Teil der Oberfläche nicht im Eingriff ist. Durch den Verschleiß ändern sich die Kontaktverhältnisse jedoch ständig.

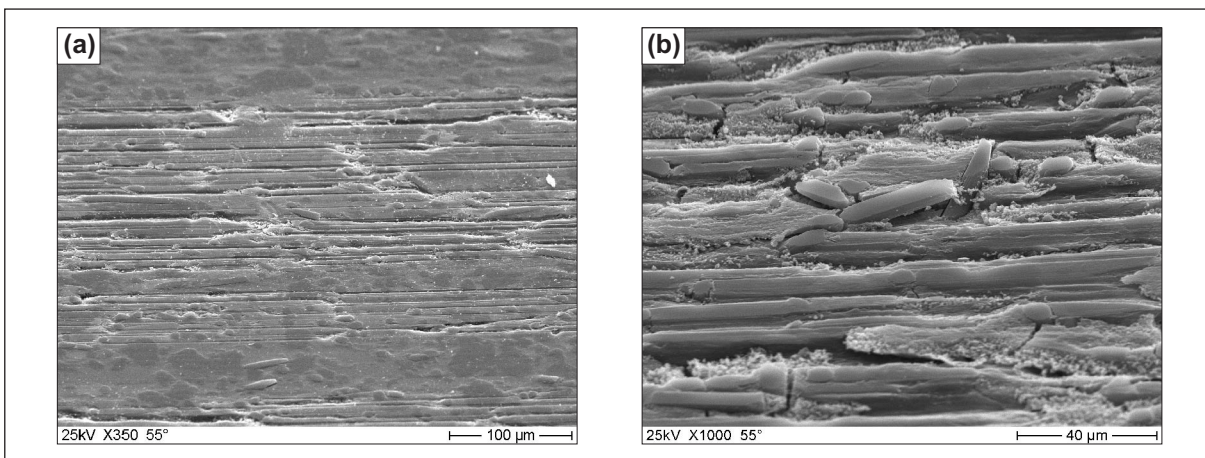


Bild 6.8: Aufnahmen einer verschlissenen Oberfläche einer PTFE/PAR/CF-Probe in verschiedenen Vergrößerungen ((a) 350fach, (b) 1000fach)

Sehr ähnlich verhalten sich auch die PTFE/PEEK/CF- und die mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds bei den gleichen Versuchsparmetern. Ein Beispiel einer verschlissenen Probenoberfläche ist in Bild 6.9 dargestellt. In Bild (a) ist eine Übersicht über einen größeren Bereich der Probenoberfläche zu sehen, in Bild (b) eine Detailaufnahme mit einigen Kohlenstofffaserenden, einem PEEK-Partikel und der PTFE-Matrix, die mit Riefen durchzogen ist.

Diese Stiftoberflächen sind charakteristisch für einen Verbundwerkstoff mit weicher Matrix und relativ harten Füllstoffen, wie hier PAR- bzw. PEEK-Partikel und Kohlenstofffasern. Die tiefen Furchen in der Oberfläche entstehen durch den Abtransport von größeren und harten Verschleißpartikeln im Kontaktpalt, gebildet mit der weitaus härteren Stahloberfläche. Durch diesen Materialtransport ergeben sich zum Teil regelrechte Transportwege, die z.B. durch stabil eingebettete Fasern oder PAR/PEEK-Partikel umgelenkt werden können. Dies ist beispielhaft anhand der mikroskopischen Aufnahmen in Bild 6.7 (a, b) und Bild 6.8 zu sehen.

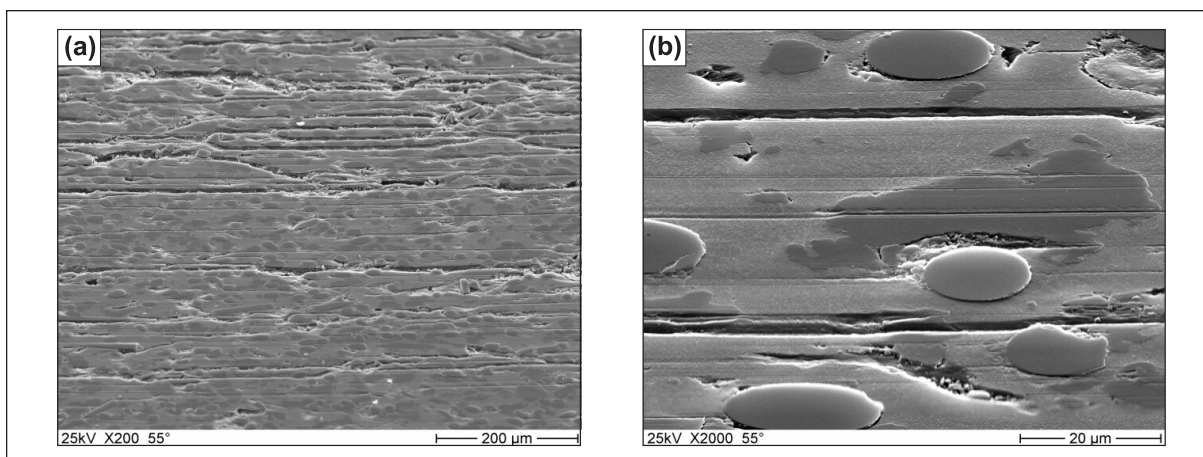


Bild 6.9: Aufnahmen einer verschlissenen Oberfläche einer mod.-PTFE/PEEK/CF-Probe in verschiedenen Vergrößerungen ((a) 200fach, (b) 2000fach)

Die wirkenden Verschleißmechanismen dieser Verbundwerkstoffe im Gleitverschleiß gegen Stahlgegenkörper sind demnach größtenteils Abrasion, verursacht durch abrasive Partikel, also Verschleißpartikel des Verbundwerkstoffs selbst. Die PTFE-Matrix und die PEEK-Partikel verschleifen neben der abrasiven Komponente auch durch Adhäsion mit der Gegenkörperoberfläche bzw. mit dem gebildeten Transferfilm. Als eine gewisse Oberflächenermüdung kann man die Bildung der Verschleißpartikel, wie z.B. Faserbruchstücke oder das Herauslösen von kleineren Partikeln aus der Oberfläche, betrachten.

Die untersuchten PTFE-Verbundwerkstoffe erreichen bei der verwendeten Versuchskonfiguration und den Standardparametern (1 m/s, 1 MPa, RT) gute bis sehr gute Verschleißbeständigkeiten bzw. spezifische Verschleißraten zwischen $1,25 \cdot 10^{-6}$ und $3 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$. Für das Werkstoffsystem PTFE/PAR/CF ergeben sich bei Standardparametern keine eindeutigen Abhängigkeiten zwischen der spezifischen Verschleißrate und dem PAR-Gehalt. Ein steigender CF-Gehalt führt dagegen zu einem Anstieg der spez. Verschleißrate. Bei niedrigeren Gleitgeschwindigkeiten ergeben sich für diese Werkstoffe bei 0,5 m/s deutlich geringere Verschleißraten. Prinzipiell ist eine Abnahme der spezifischen Verschleißrate durch höhere Faservolumenanteile zu erwarten. Bei den hier untersuchten Werkstoffen ist jedoch der hohe Porengehalt (siehe Bild ??) zu berücksichtigen und kann eine Erklärung dafür sein, dass insbesondere die Verschleißraten der hochgefüllten Compounds dennoch zunehmen. Die PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe waren nur in zwei Faservolumenanteilen von ~ 17 und ~ 24 Vol.% vorhanden. Die spez. Verschleißraten dieser Compounds liegen bei ca. $8 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$. Tendenziell liegen die höher gefüllten Compounds etwas niedriger. Eine eindeutige Abhängigkeit zwischen den Verschleißergebnissen und der Zusam-

mensetzung ist jedoch auch hier nicht zu sehen. Eine Erklärung dafür ist, dass die Schwankungsbreite der Ergebnisse bei tribologischen Experimenten meist relativ groß ist, und es daher nicht möglich ist, feine Unterschiede aufzuzeigen, zumal die Werkstoffe bereits sehr gute Verschleißraten aufweisen. Bei den zuletzt durchgeführten Versuchen an mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds konnte die Versuchsdurchführung optimiert werden. Die Ergebnisse zeigen eine bessere Verschleißbeständigkeit bei höheren Füllgraden, sowohl für den PEEK-Gehalt als auch für den CF-Gehalt.

Ein Vergleich der Verschleißergebnisse mit reinem PTFE und weiteren, lediglich partikelverstärkten PTFE-Compounds, verdeutlicht die effektive Verschleißminderung durch die Kohlenstofffasern. Im folgenden Schema sind die Ergebnisse der in dieser Arbeit bei Standardparametern untersuchten Werkstoffe zusammengefasst (Bild 6.10).

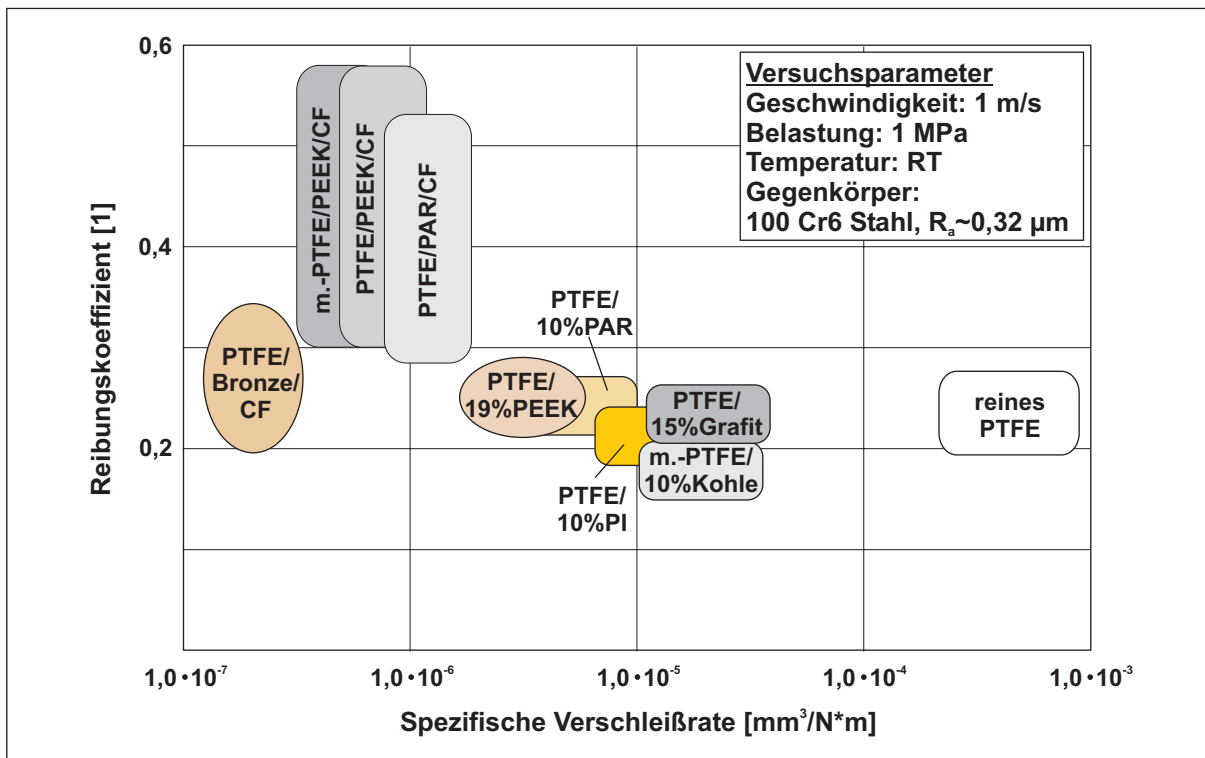


Bild 6.10: Übersicht der Reibungs- und Verschleißergebnisse der untersuchten PTFE-Verbundwerkstoffe bei 1 m/s, 1 MPa, RT, Gegenkörper 100 Cr6 Stahl

6.2.2 Reibungsverhalten und Transferfilmbildung

Die im Ergebnisteil gezeigten Reibungsverläufe der kohlenstofffaserverstärkten PTFE-Verbundwerkstoffe zeigten nur zu Beginn der Versuche den für PTFE typischen niedrigen Reibungskoeffizienten. Der beobachtete Verlauf ist schematisch in Bild 6.11 dar-

gestellt. Nur zu Beginn der Versuche wurde der für PTFE-basierende sehr geringe Reibungskoeffizient um 0,2 gemessen. Daraufhin folgt eine Phase in der der Reibungskoeffizient stetig ansteigt, um schließlich nach einer gewissen Zeit einen konstanten Wert zu erreichen.

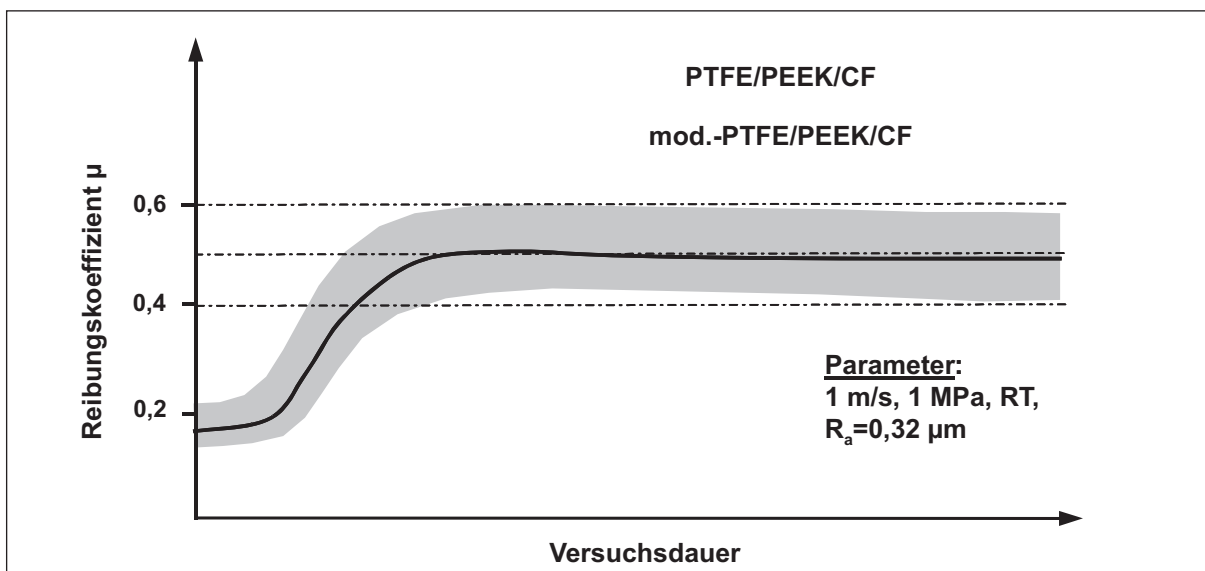


Bild 6.11: Qualitativer Verlauf des Reibungskoeffizienten bei trockener Gleitreibung gegen 100 Cr6 Stahl

Die Dauer der Einlaufphase und das Niveau der nach dem Einlauf herrschenden Reibungskoeffizienten sind abhängig von der Zusammensetzung der Werkstoffe. Insbesondere der Kohlenstoffasergehalt beschleunigt den Einlauf und erhöht das Reibungsniveau. Tendenziell ist auch eine Erhöhung der Reibung durch den PAR- oder PEEK-Gehalt zu beobachten. Dieser Einfluss ist weniger ausgeprägt, wird aber beim Vergleich der über der gesamten Versuchsdauer gebildeten durchschnittlichen Reibungskoeffizienten deutlich [89]. In der Literatur wird ein solcher Reibungsverlauf von Landheer für verschieden gefüllte PTFE-Verbundwerkstoffe berichtet [97]. Für ein PTFE/10Gew.%CF wird dort ebenfalls ein Reibungskoeffizient von 0,49 und eine vergleichbare Verschleißrate von $0,9 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ angegeben. In anderen Literaturquellen wird der Verlauf des Reibungskoeffizienten nicht näher betrachtet, und es werden meist die niedrigen Anfangsreibwerte angegeben.

Um die Veränderungen im Gleitkontakt sichtbar zu machen und Hinweise auf die Gründe des oben beschriebenen Reibverlaufes zu erhalten, wurden Verschleißexperimente mit unterschiedlicher Dauer, von wenigen Minuten bis zu 100 Stunden, mit der in Bild 4.8 skizzierten Prüfapparatur und den in Bild 4.6 (b) gezeigten Gegenkörpern durchgeführt. Nach den Versuchen wurden die Gegenkörperscheiben im Rasterelektronenmikroskop untersucht.

In Bild 6.12 sind der Reibungskoeffizient und die Höhenabnahme der Probe über der Versuchsdauer aufgetragen und zusammen mit mikroskopischen Aufnahmen des zugehörigen Gegenkörpers in verschiedenen Vergrößerungen dargestellt. Im Diagramm ist der geringe Anfangsreibungskoeffizient zu sehen. Die Probenhöhe ist konstant, da sich die thermische Ausdehnung und der Verschleiß der Probe überlagern. In Bild (a) erkennt man, dass die Riefen der ursprünglichen Stahloberfläche noch vorhanden bzw. noch nicht mit dem Transfermaterial ausgefüllt sind. Betrachtet man die Bilder (b) und (c) bei höherer Vergrößerung, so ist zu sehen, dass bereits ein beträchtlicher Anteil der Oberfläche mit Transfermaterial bedeckt ist. Besonders Bild (c) zeigt, wie tiefere Riefen nach und nach gefüllt und Rauigkeitsspitzen relativ schnell mit dem Transferfilm bedeckt werden. Der helle Pfeil in den Bildern gibt die Bewegungsrichtung des Stiftes an.

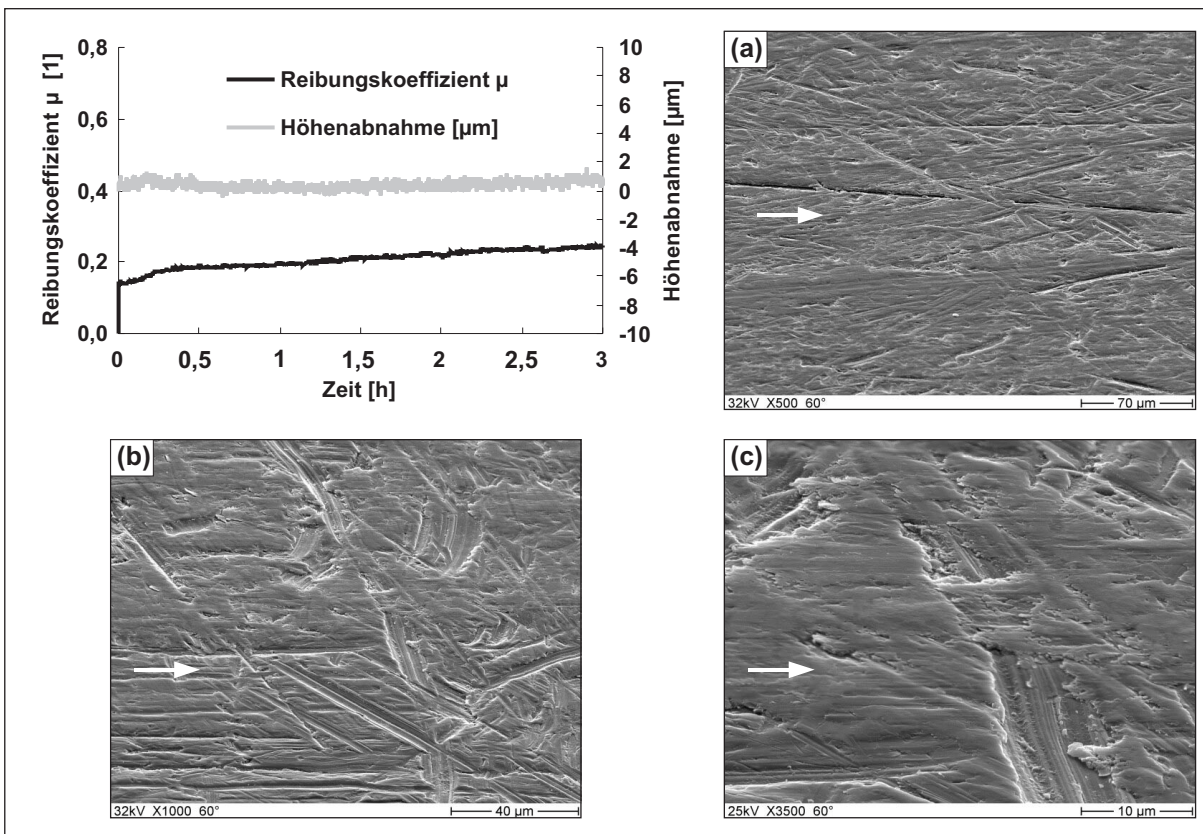


Bild 6.12: Reibwertverlauf in einem 3 Stunden Versuch, REM-Bilder der zugehörigen Gegenkörperoberfläche nach dem Versuch bei (a) 500facher, (b) 1000facher und (c) 3500facher Vergrößerung

Das Diagramm und die REM-Aufnahmen in Bild 6.13 zeigen die Situation nach 20 Stunden Versuchsdauer. Im Verlauf des Reibungskoeffizienten sind die ersten drei Stunden aus Bild 6.12 wiederzuerkennen. Danach steigt der Reibungskoeffizient weiter stetig an und erreicht nach 20 Stunden ca. 0,48. Hierbei vergrößert sich außerdem die Schwankungsbreite des Reibungskoeffizienten auf ca. 0,03. Ein stationärer Ver-

schleiß ist ab einer Versuchsdauer von 10 Stunden zu erkennen.

Vergleicht man die REM-Aufnahmen nach 3 Stunden bzw. 20 Stunden Versuchsdauer, so ist eine allgemein glattere Oberfläche in Bild 6.13 zu sehen. Die ursprüngliche Stahloberfläche ist fast nicht mehr zu erkennen. Einige ursprünglich tiefe Riefen sind noch nicht vollständig mit dem Transfermaterial ausgefüllt (Bild 6.13 (c)). An anderen Stellen lassen sich Risse und Schädigungen im Transferfilm ausmachen. Ausgehend von den bisherigen Bildern kann man vermuten, dass nach 20 Stunden ein relativ dicker Transferfilm auf der Stahlscheibe vorhanden ist, der an einigen Stellen zerstört und wiedergebildet wird.

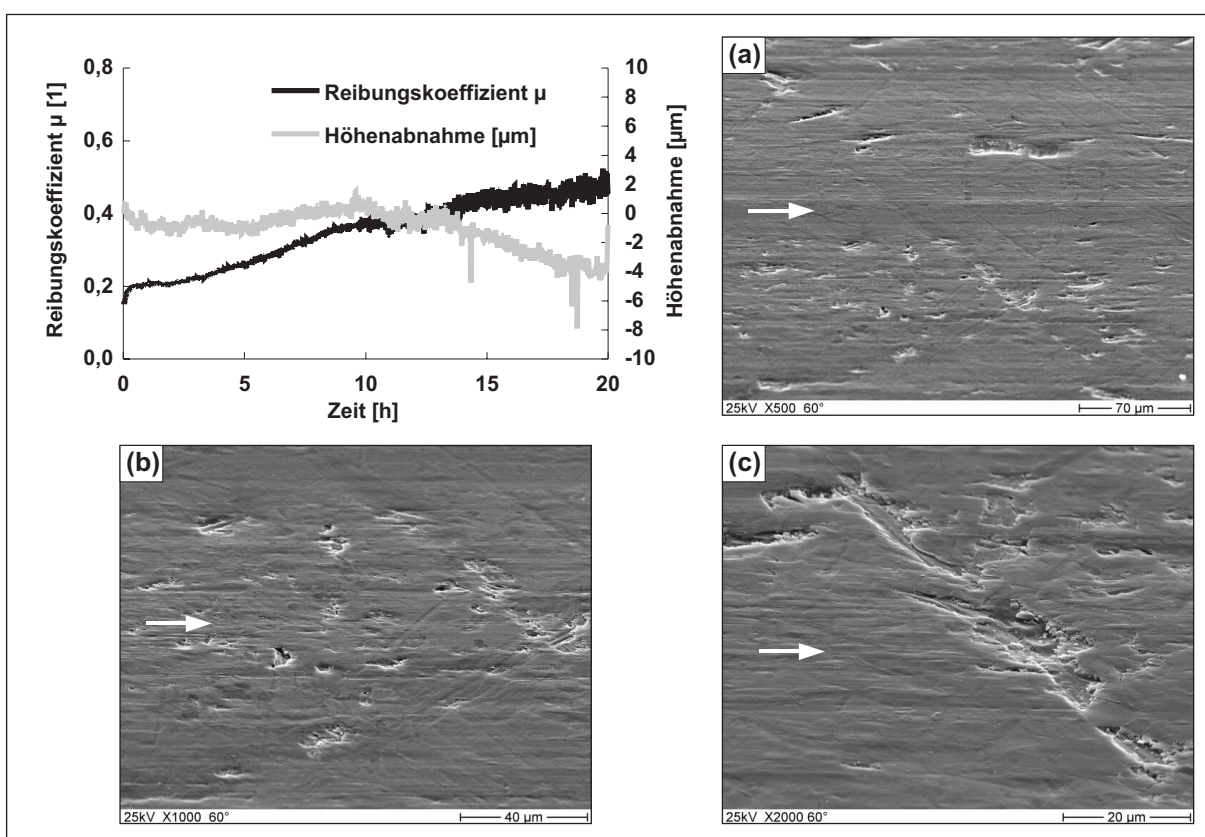


Bild 6.13: Reibwertverlauf in einem 20 Stunden Versuch, REM-Bilder der zugehörigen Gegenkörperoberfläche nach dem Versuch bei (a) 500facher, (b) 1000facher und (c) 2000facher Vergrößerung

Im 100 Stunden Versuch (Bild 6.14) erreicht der Reibwertverlauf ab ca. 20 Stunden einen stationären Zustand, der von einer relativ großen Schwankungsbreite gekennzeichnet ist. Ab etwa 30 Stunden treten wiederholt kürzere Phasen auf, in denen der Reibungskoeffizient auf Werte um 0,2 bis 0,25 abfällt. Ab einer Versuchsdauer von ca. 5 bis 10 Stunden stellt sich ein stationärer Verschleiß des Stiftes von $0,8 \mu\text{m}/\text{h}$ ein. Nach 100 Stunden Versuchsdauer ergibt sich eine außerordentlich glatte Oberfläche

der Stahlscheibe (Bilder 6.14 (a) bis (c)). In Bild 6.14 (a) ist über der Verschleißspur auch ein Teil der unberührten Stahloberfläche zu erkennen. Der Transferfilm nach 100 Stunden Versuchsdauer ist im Vergleich zu den kürzeren Versuchszeiten sehr eben und dünn.

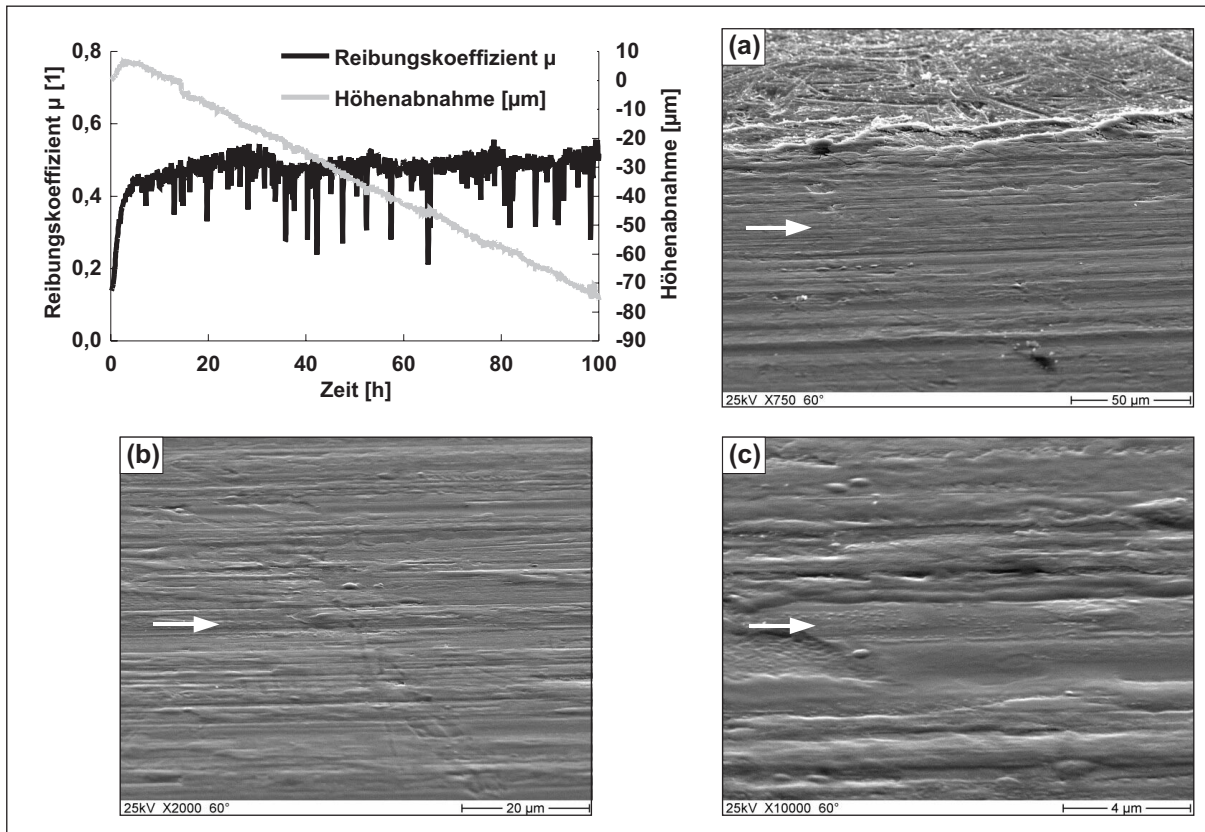


Bild 6.14: Reibwertverlauf in einem 100 Stunden Versuch, REM-Bilder der zugehörigen Gegenkörperoberfläche nach dem Versuch bei (a) 750facher, (b) 2000facher und (c) 10000facher Vergrößerung

Das Höhenprofil in Bild 6.15 (a) zeigt im Bereich der Verschleißspur keine veränderte Rauigkeit. Im Reflexionsbild ist jedoch der mit dem Transferfilm bedeckte Bereich deutlich zu sehen. Der Transferfilm zeigt dunkle Bereiche mit geringer Reflexion als auch hellere Stellen mit hoher Reflexion. Der Transferfilm ist demnach nicht geschlossen, sondern eher lückenhaft. Dies korreliert mit den Beobachtungen anhand der REM-Bilder. Das Höhenprofil in Bild 6.15 (b) zeigt im Bereich der Verschleißspur bereits eine etwas geringere Rauigkeit. Nach einer Versuchsdauer von 100 Stunden (Bild 6.15 (c)) ist dann eine deutlich verringerte Rauigkeit zu erkennen. In den Reflexionsbildern erscheint der Transferfilm nach 20 Stunden weitgehend geschlossen. Anhand des Reflexionsbildes nach 100 Stunden (Bild 6.15 (c)) lässt sich vermuten, wie auch anhand der REM-Aufnahmen, dass der Transferfilm nach 100 Stunden sehr dünn und eben ist.

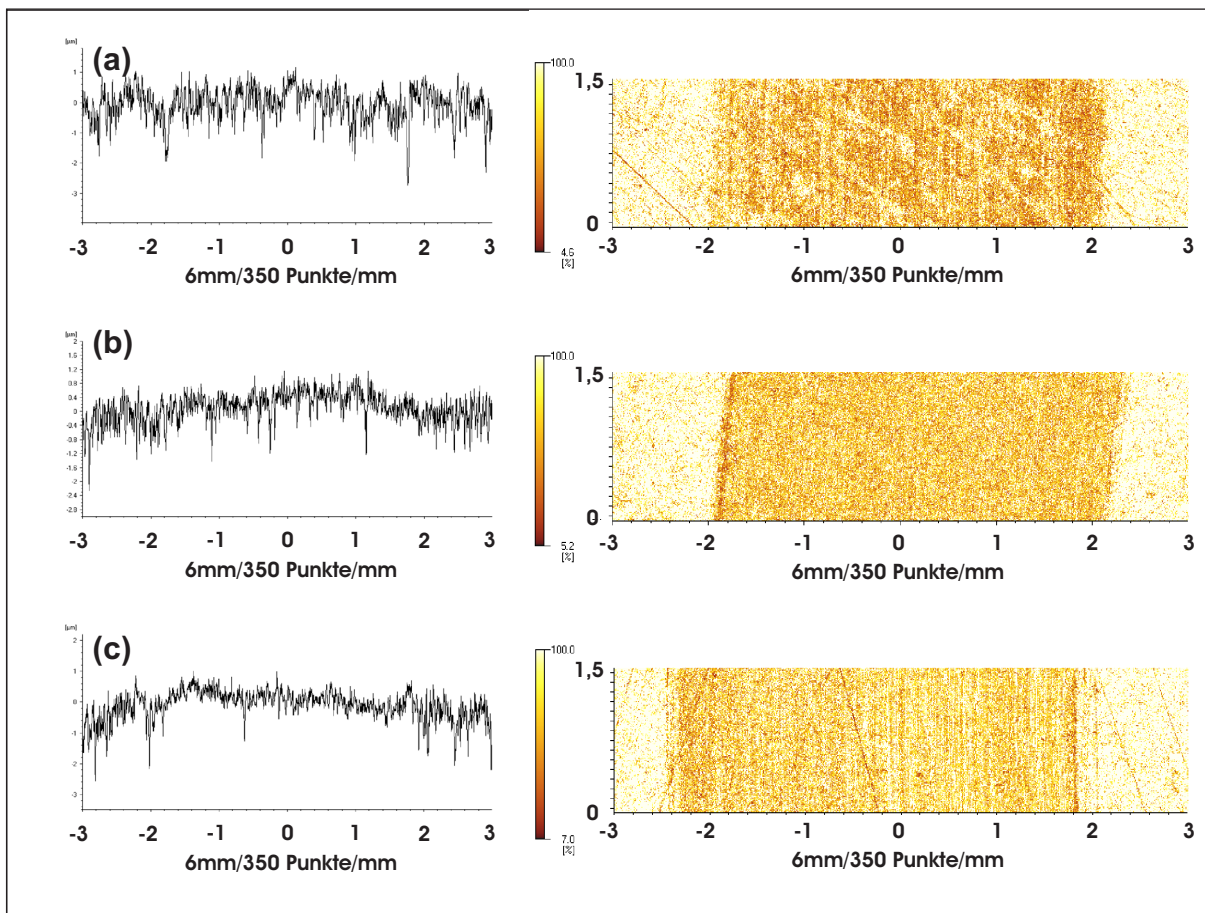


Bild 6.15: Höhenprofile und Reflexionsbilder der Gegenkörperoberfläche nach 3, 20 und 100 Stunden Versuchsdauer (1 m/s, 1MPa, RT, 100 Cr6 Stahl)

Auch anhand der Laserprofilometrie kann die Dicke des Transferfilms nicht quantitativ bestimmt werden, da die Rauigkeiten der Stahlscheibe keine genaue Abgrenzung zwischen aufgetragenem Material und der Stahloberfläche zulassen. Anhand der Profile der Verschleißspuren können jedoch die Aussagen basierend auf den REM-Bildern bestätigt werden. Die geringere Reflexion der mit dem Transferfilm bedeckten Stahloberfläche lässt es zu, die Verteilung des Transferfilms darzustellen.

6.3 Verschleißverhalten in kryogenen Medien

Die Ergebnisse der Verschleißexperimente an PTFE/Bronze/CF, an den PTFE/PAR/CF- und den PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffen in kryogenen Medien an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung werden im Folgenden zusammengefasst. Die verwendeten Tribometer sind in [5, 98, 99] erläutert.

Die besonderen Umstände bei diesen Versuchen erforderten angepasste Versuchsbedingungen. Die bei Raumtemperatur standardmäßig verwendeten Parameter von 1 m/s und 1 MPa führten bei tiefen Temperaturen zu keinen auswertbaren Ergebnissen. Der geringe Verschleiß machte eine Erhöhung der Normalkraft auf 50 N (3,12 MPa) und die Verwendung von polierten Gegenkörpern erforderlich, um einen auswertbaren Verschleiß der Proben und Transferfilme auf den Gegenkörpern erzeugen zu können. Aufgrund der aufwändigen Versuchsvorbereitung und teuren Kühlmedien konnten nur relativ kurze Versuche durchgeführt werden. Als Verschleißweg wurden jeweils 2000 m realisiert.

Bei tiefen Temperaturen nehmen die Härte von Polymeren, deren E-Modul und Festigkeit zu. Dies hat Auswirkungen auf die tribologischen Eigenschaften, da sowohl die adhäsive Reibungskomponente durch die Verringerung der realen Kontaktfläche als auch die deformative Reibungskomponente durch die bei tiefen Temperaturen erhöhte Steifigkeit reduziert werden. Die thermodynamischen Verhältnisse sind für tribologische Experimente in kryogenen Medien außerordentlich wichtig, denn sie bestimmen die im Reibkontakt auftretenden Temperaturen [39].

Anhand der Ergebnisse von Reibungsmessungen an PTFE/Bronze/CF und PTFE/13,8Vol.%PAR/17,1Vol.%CF werden die Einflüsse verschiedener Temperaturen und verschiedener Kühlmedien deutlich (Bild 6.16). Bei der Betrachtung der Ergebnisse bei 1 m/s Gleitgeschwindigkeit wird der geringste Reibwert in LN₂ bei 77 K mit 0,12 erreicht. In gasförmigem Helium bei der gleichen Temperatur liegt der Reibwert mit 0,2 jedoch etwas höher. Der Grund hierfür ist die geringe Kühlwirkung des gasförmigen Heliums. Diese reicht nicht aus, um die Kontaktfläche ebenso effektiv wie in LN₂ zu kühlen. Auch in LHe ist der Reibungskoeffizient höher als in LN₂. Hier zeigt sich der Einfluss der unterschiedlichen kalorimetrischen und thermischen Eigenschaften der Kühlmedien. Trotz der niedrigeren Temperatur des flüssigen Heliums reicht auch dessen Kühlwirkung nicht aus, die Reibleistung abzuführen. Es kommt daher zum Filmsieden in der Kontaktfläche. Der Dampffilm verschlechtert den Wärmeübergang und so können in der Kontaktfläche weitaus höhere Temperaturen als die des Kühlmediums entstehen [39]. Dies kann zu ähnlichen Temperaturen wie bei gasförmigem Helium bei

77 K in der Kontaktfläche und ähnlichen Reibwerten führen. Bei der niedrigeren Gleitgeschwindigkeit von $0,2 \text{ m/s}$ ist dagegen die Reibleistung geringer. Die Kühlwirkung von LHe erlaubt niedrigere Temperaturen im Gleitkontakt.

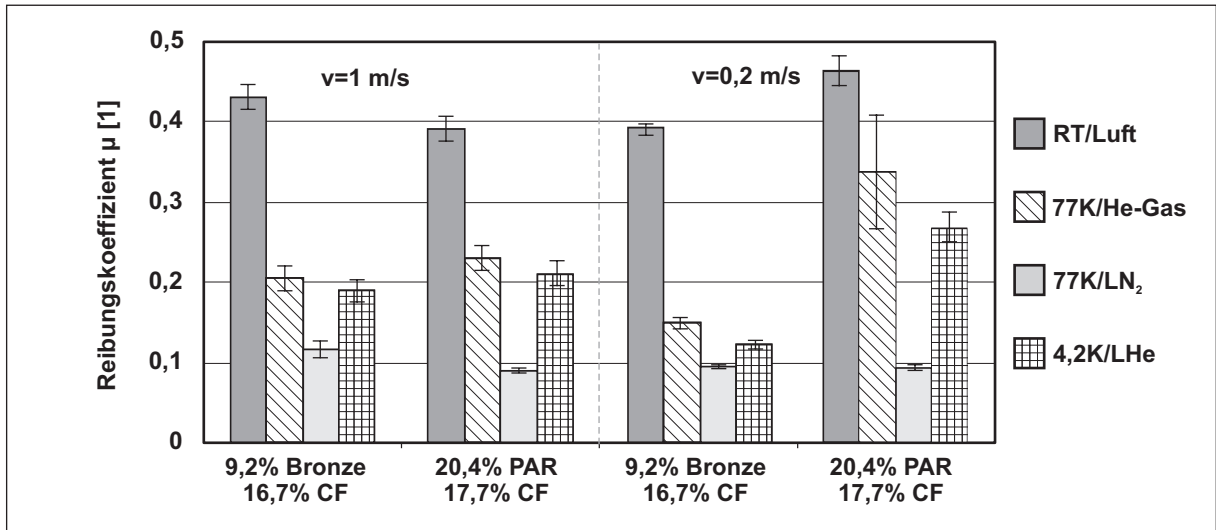


Bild 6.16: Reibungskoeffizienten von PTFE/Bronze/CF und PTFE/13,8Vol.%PAR/17,1Vol.%CF bei RT in Luft, in He-Gas bei 77 K, in LN₂ bei 77 K und in LHe bei 4,2 K jeweils bei 0,2 und 1 m/s [100]

In Bild 6.17 sind die Ergebnisse von Reibungsmessungen der PTFE/PAR/CF- und des Bronze/CF-gefüllten Compounds bei 1 m/s und 3,12 MPa in Luft bei Raumtemperatur und in flüssigem Stickstoff dargestellt. Die Reibungskoeffizienten sind in LN₂ im Vergleich zu Umgebungsbedingungen um ca. 70 bis 80 % niedriger. Es ist zu erkennen, dass die Werkstoffzusammensetzung in LN₂ nahezu keinen Einfluss auf das Reibungsverhalten hat, obwohl bei Raumtemperatur je nach Werkstoffzusammensetzung verschiedene Reibungskoeffizienten herrschen. Die Reibungskoeffizienten liegen hier um 0,1. Ganz ähnliche Ergebnisse zeigen die PTFE/PEEK/CF-Compounds bei den gleichen Versuchsparametern in Bild 6.18. Die Reibungskoeffizienten liegen in LN₂ ebenfalls bei ca. 0,1. Aus diesen Ergebnissen lässt sich schließen, dass die Matrixeigenschaften das Reibungsverhalten dominieren, die unterschiedlichen Faser- und Partikelgehalte haben nur einen sehr geringen Einfluss auf die Reibung der PTFE-Verbundwerkstoffe in LN₂.

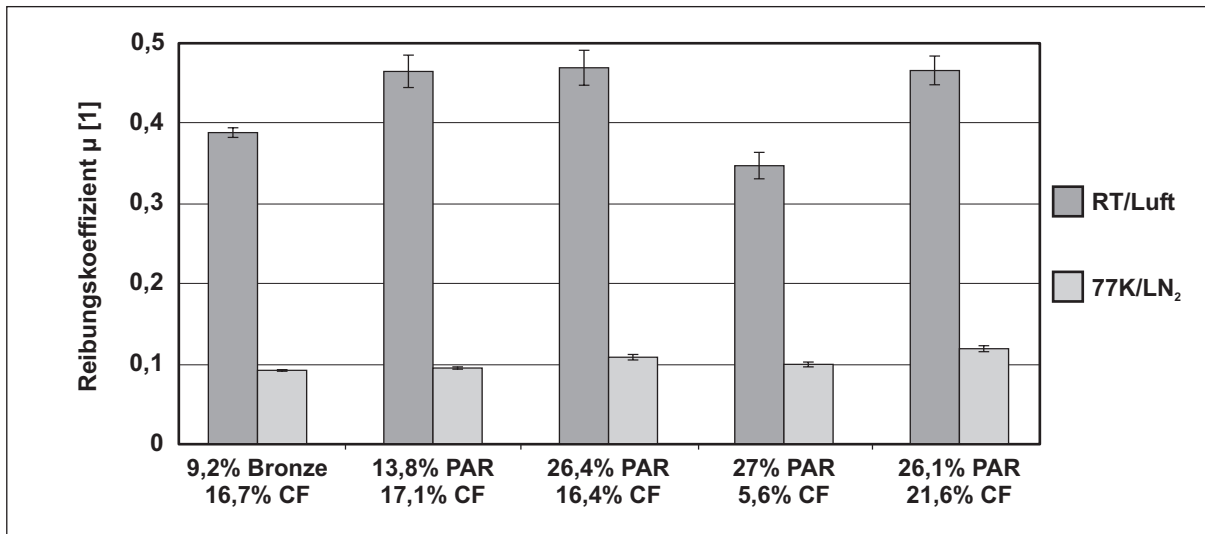


Bild 6.17: Reibungskoeffizienten von PTFE/PAR/CF in Luft bei RT sowie in LN₂ (0,2 m/s, 3,12 MPa, 2000 m) [100]

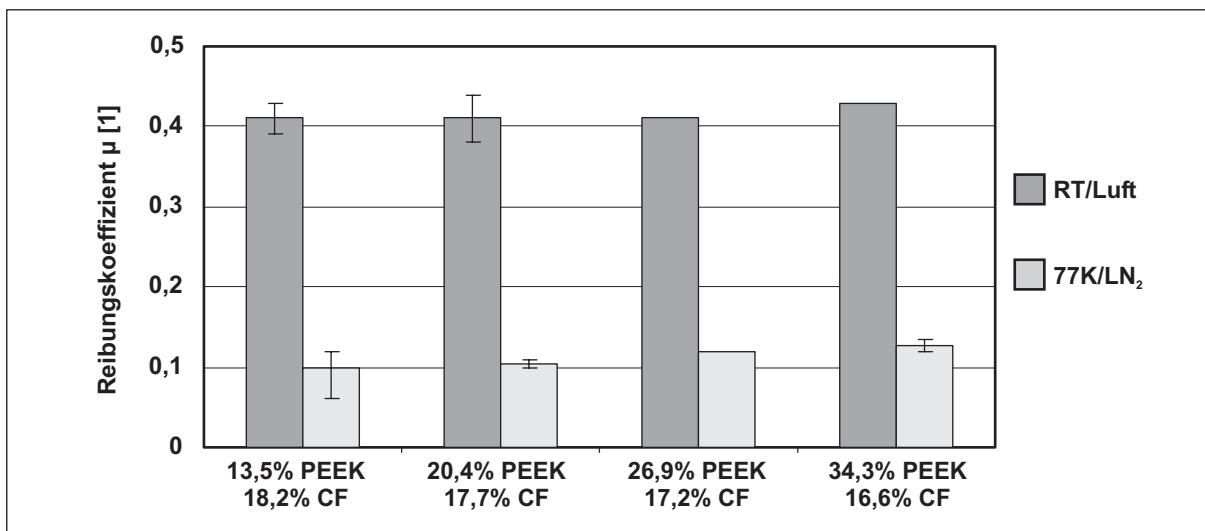


Bild 6.18: Reibungskoeffizienten von PTFE/PEEK/CF in Luft bei RT sowie in LN₂ (0,2 m/s, 3,12 MPa, 2000 m) [40]

Die Verschleißergebnisse von PTFE/Bronze/CF und PTFE/PAR/CF sind in Bild 6.19 dargestellt. Zu sehen ist, dass die lineare Verschleißrate in flüssigem Stickstoff wesentlich geringer ist als bei Raumtemperatur. Dies lässt sich ebenfalls durch die bei tiefen Temperaturen höhere Festigkeit und Härte der PTFE-Matrix und des PAR erklären. Die hier gezeigten Ergebnisse sind nicht direkt vergleichbar mit den im experimentellen Teil dieser Arbeit beschriebenen Experimenten bei Raumtemperatur, da verschiedene Tribometer, polierte bzw. unpolierte Gegenkörper und andere Versuchsparameter verwendet werden. Die Ergebnisse zeigen jedoch die gleichen Tendenzen

der Verschleißraten der PTFE/PAR/CF-Compounds.

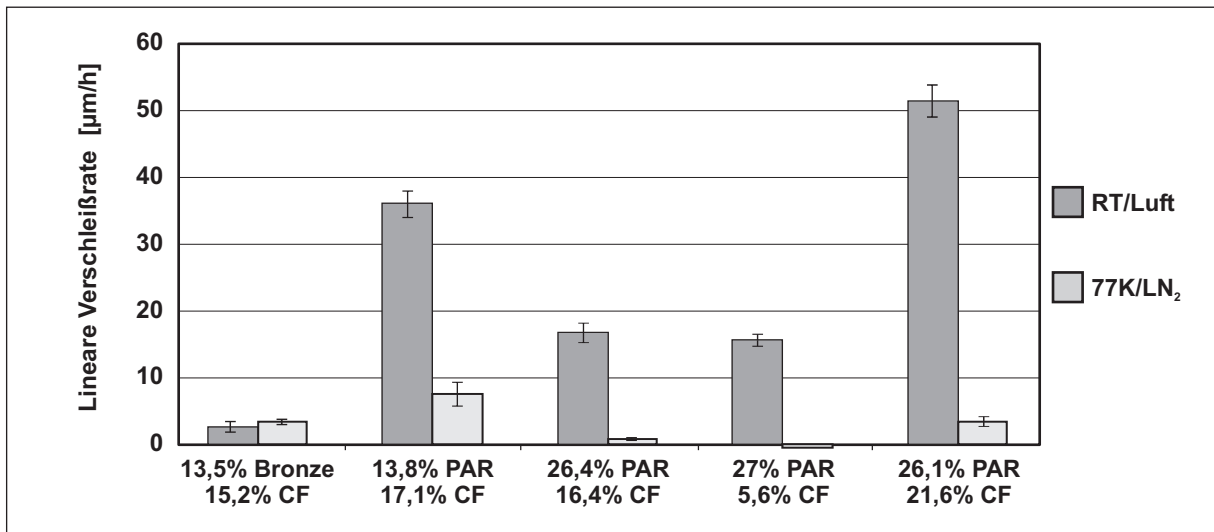


Bild 6.19: Verschleiß von PTFE/Bronze/CF und PTFE/PAR/CF in Luft bei RT sowie in LN₂ (0,2 m/s, 3,12 MPa, 2000 m) [100]

Die in den Verschleißexperimenten verwendeten Proben und Gegenkörper wurden mit Hilfe von XPS-Analysen hinsichtlich tribochemischer Veränderungen untersucht. Dabei wurde z.B. die Bildung von Eisen-Fluor-Verbindungen nachgewiesen. In der vorliegenden Arbeit wird nicht näher auf die Oberflächenanalytik eingegangen. Eine detaillierte Beschreibung der Oberflächenanalysen sowie der tribologischen Experimente in kryogenen Medien ist in einer parallel verlaufenden Arbeit an der BAM [101] gegeben.

Neben PTFE-basierenden Verbundwerkstoffen wurden auch Verbundwerkstoffe auf der Basis von PEEK, PA 6.6, PEI und Epoxydharz hinsichtlich ihrer tribologischen Eigenschaften in verschiedenen kryogenen Medien untersucht [102]. Die Versuchsparameter wurden zum Zweck der Vergleichbarkeit wie zuvor beschrieben gewählt. Diese ausgewählten Verbundwerkstoffe sind das Ergebnis von Werkstoffoptimierungen hinsichtlich der tribologischen Eigenschaften bei Raumtemperatur und erhöhten Temperaturen [103, 104]. Sie beinhalten neben Kohlenstofffasern und PTFE zum Teil auch Grafit und TiO₂-Nanopartikel (300 nm). Von besonderem Interesse war hier der Vergleich zwischen amorphen und teilkristallinen Matrices und der Unterschied zwischen dem Verhalten in flüssigem Stickstoff LN₂ und dem Verhalten in flüssigem Wasserstoff LH₂. Wie auch bei den PTFE-Verbundwerkstoffen führen die niedrigen Temperaturen zu einer Zunahme von Steifigkeit und Härte, insbesondere der polymeren Matrices, und reduzieren dadurch auch für diese Verbundwerkstoffe die Reibung erheblich (Bild 6.20).

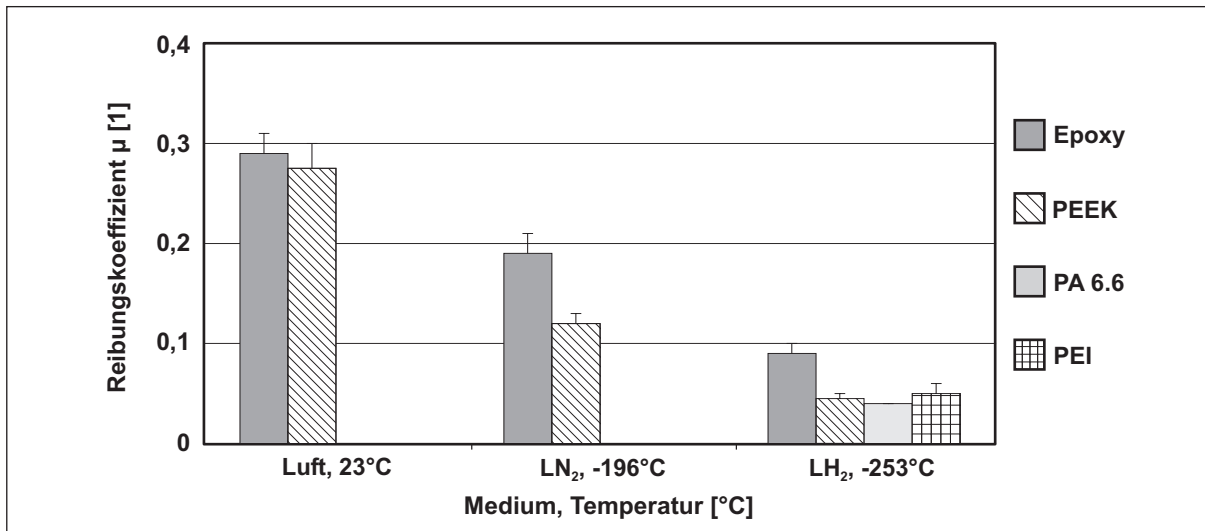


Bild 6.20: Reibungskoeffizienten verschiedener polymerer Verbundwerkstoffe in Luft, LN₂ und LH₂ (0,2 m/s, 3,12 MPa, Gegenkörper 100 Cr6 poliert R_a = 50 nm) [102]

In Bild 6.21 sind die zeitlichen Verläufe des Reibungskoeffizienten dieser Verbundwerkstoffe in LH₂ dargestellt. Der PEI-Verbundwerkstoff zeigt einen konstanten Reibungskoeffizienten zwischen 0,06 und 0,08, wobei die Schwankungsbreite relativ groß ist. Der Reibungskoeffizient des Epoxidharz-basierenden Verbundwerkstoffs weist ebenso eine große Schwankungsbreite auf und steigt nach 500 m Gleitweg auf einen dann konstanten Wert von 0,1 an. Die beiden auf den Thermoplasten PA 6.6 und PEEK basierenden Werkstoffe erreichen deutlich niedrigere und konstante Reibungskoeffizienten um 0,04 bis 0,05.

Der Vergleich der Reibwertverläufe zeigt die wesentlich geringere Reibung bei den thermoplastischen Matrices. Ein Grund hierfür ist sicher die bei diesen Temperaturen höhere Zähigkeit der Thermoplaste. Die vorwiegenden Verschleißmechanismen konnten anhand von mikroskopischen Aufnahmen beobachtet werden [102]. Diese sind die bei kohlenstoffaserverstärkten Polymeren häufig vorkommende Faserdünnung sowie Bruchvorgänge in der oberflächennahen Matrix. Die kurzen Versuchszeiten und die hohe Verschleißbeständigkeit der Werkstoffe ließen keine Ermittlung von Verschleißkenngrößen zu, weshalb eine vergleichende Beurteilung der Verschleißigenschaften anhand der mikroskopischen Aufnahmen der verschlissenen Probenoberflächen erfolgte. Aus den Ergebnissen geht hervor, dass die tribologischen Eigenschaften dieser Verbundwerkstoffe in flüssigem Wasserstoff durch die Matrixeigenschaften dominiert werden, wobei thermoplastische Matrices bessere Eigenschaften aufweisen. Die geringste Reibung wurde bei dem PA 6.6-Verbundwerkstoff beobachtet, dessen Verschleißoberflächen jedoch durch erhöhte Rauigkeit und vermehrte Rissbildung auf eine

geringere Verschleißbeständigkeit als die der PEEK- oder PEI-basierenden Werkstoffe schließen lassen.

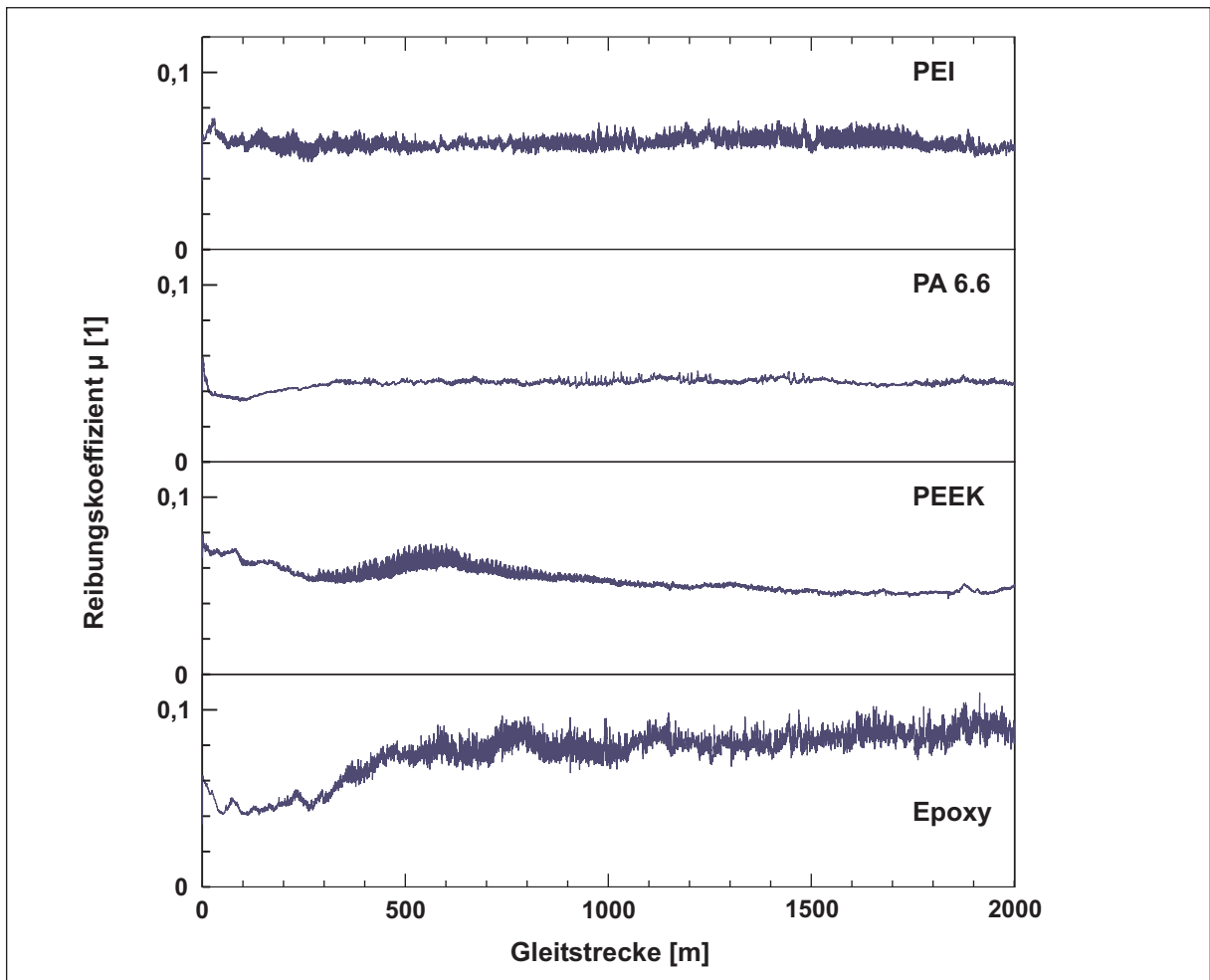


Bild 6.21: Verläufe der Reibungskoeffizienten [102]

Tiefemperaturbehandlung

Einer Veröffentlichung von Indumathi und Bijwe [105] folgend, wurden Verschleißversuche an "kryo-behandelten" PTFE-Verbundwerkstoffen durchgeführt. In der o.g. Veröffentlichung ließen sich durch eine bestimmte Tiefemperaturbehandlung die Verschleißbeständigkeiten verschiedener Polymere verbessern. Am effektivsten, um 27 %, wurde dabei der Verschleiß von PTFE vermindert. Die Tiefemperaturbehandlung umfasst eine langsame Abkühlung (0,4 K/min), eine Haltezeit von 24 h bei 77 K und eine langsame Aufwärmung (0,4 K/min) zurück zu RT im Vakuum. Am Institut für Physik der Chinesischen Akademie der Wissenschaften, Beijing, konnten Proben der hier verwendeten PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffe in gleicher Weise behandelt werden. Die anschließenden Verschleißversuche am IVW zeigten im Vergleich zu un-

behandelten Proben ebenfalls leichte Verbesserungen der Verschleißbeständigkeit. Dabei ist der verschleißmindernde Effekt effektiver bei gering gefüllten Compounds.

Die Bilder 6.22 und 6.23 zeigen die Ergebnisse im Vergleich zu den unbehandelten Proben. Zu sehen ist, dass sich ebenfalls eine Verbesserung der spezifischen Verschleißrate einstellt. Die beiden Messreihen wurden zur übersichtlicheren Darstellung um jeweils 0,5 % verschoben. Die Reibungskoeffizienten dagegen erfuhren keine signifikante Änderung. Weshalb dieser Effekt eintritt konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden. Vermutungen gehen in die Richtung von sog. Polymer-Healing-Effekten. Zum Beispiel wurde in Arbeiten von Boiko gezeigt, dass selbst bei tiefen Temperaturen Selbstheilungseffekte in Polymeren stattfinden können [106]. Durch den thermischen Schrumpf des PTFE können ggf. kleine Poren und Defekte in der Matrix geschlossen werden.

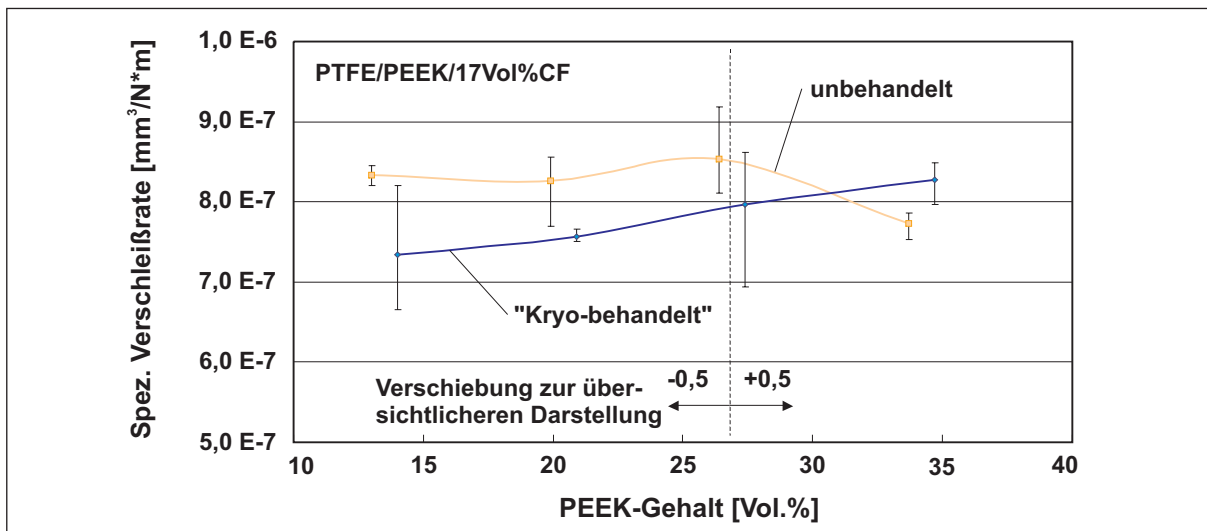


Bild 6.22: Vergleich der Verschleißraten von unbehandelten und "Kryo-behandelten" PTFE/PEEK/CF-Proben mit 17 Vol.% CF-Gehalt

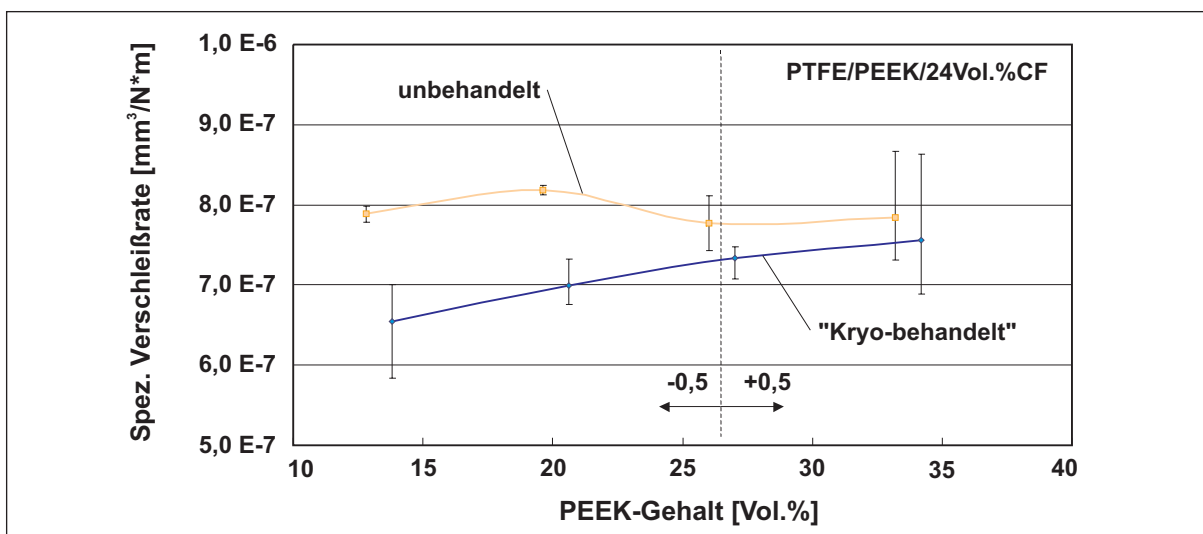


Bild 6.23: Vergleich der Verschleißraten von unbehandelten und "Kryo-behandelten" PTFE/PEEK/CF-Proben mit 24 Vol.% CF-Gehalt

6.4 Betrachtungen zum Reibungsverhalten der PTFE-Verbundwerkstoffe

Das Reibungsverhalten der hier untersuchten PTFE-Verbundwerkstoffe zeigt einen von der Flächenpressung und von der Versuchsdauer abhängigen Verlauf. Dies ist durch die sich mit der Zeit verändernden Kontaktverhältnisse zu erklären. In Bild 6.9 ist zu sehen, dass die Oberfläche frei von flächendeckenden Ablagerungen ist. Daher kann davon ausgegangen werden, dass jeweils die einzelnen Komponenten - Matrix, Fasern und Polymerpartikel - mit der Gegenauflfläche in Reibkontakt gelangen und deren individuellen Reibungskoeffizienten daher eine Rolle spielen. Die unterschiedliche Verschleißbeständigkeit der einzelnen Komponenten muss zu einer ungleichmäßigen Verteilung der Last in der Kontaktfläche und zu einer ungleichmäßigen Gewichtung der individuellen Reibungskoeffizienten führen. Die geringe Adhäsion von PTFE zu Fasern und Füllstoffen sowie der hohe Kaltfluss von PTFE begünstigen dies. In Bild 6.24 ist die zeitliche Veränderung der lokalen Flächenpressung in der Kontaktfläche anhand eines faser- und partikelverstärkten Verbundwerkstoffs schematisch dargestellt.

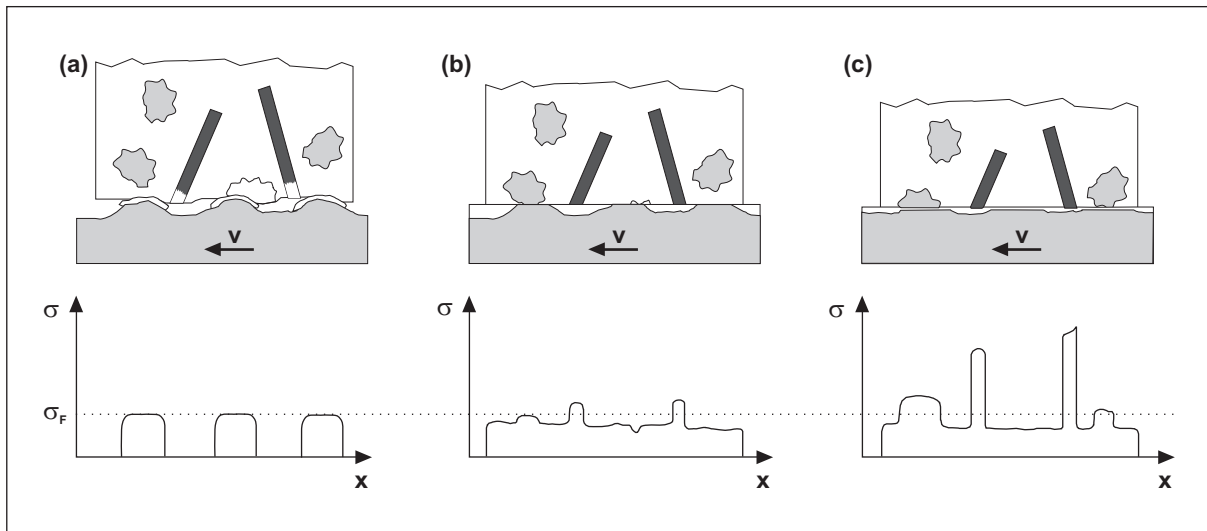


Bild 6.24: Veränderung der lokalen Flächenpressungen in der Einlaufphase

Die anfängliche Oberfläche der PTFE-Proben ist gekennzeichnet durch große Rauigkeit und durch von der Oberfläche zurückversetzte Fasern und Partikel aufgrund der mechanischen Bearbeitung. Zu Beginn ist daher davon auszugehen, dass vorwiegend die PTFE-Matrix im Reibkontakt steht. Dies erklärt den bei allen Versuchen vorgefundenen und für PTFE typischen niedrigen Anfangsreibungswert um 0,2. Zu Beginn ist die reale Kontaktfläche klein, weshalb die PTFE-Matrix an den Rauigkeitserhebungen des Gegenkörpers plastisch verformt wird (Bild 6.24 a). In der realen Kontaktfläche liegt die Flächenpressung daher im Bereich der Fließspannung von PTFE. Teile der plastisch verformten PTFE-Matrix lagern sich auf der Oberfläche als Transferfilm ab (Bild 6.12c). Durch den Verschleiß der PTFE-Matrix kommen nach kurzer Zeit die PEEK-Partikel und die Kohlenstofffasern in Berührung mit der Gegenkörperoberfläche. Der Reibungskoeffizient sollte sich daher ändern. Die unterschiedliche Verschleißbeständigkeit der einzelnen Komponenten führt mit fortschreitendem Verschleiß zu einer ungleichmäßigen Verteilung der Last, so dass die Kohlenstofffasern und die PEEK-Partikel mit höherer Flächenpressung auf der Kontaktfläche aufliegen als die Matrix. Auf diese Weise entstehen höhere Flächenpressungen unter den Fasern (Bild 6.24 b, c). Dies kann eine Erklärung für die mit der Versuchsdauer abnehmende Rauigkeit liefern. Die mit höherer Flächenpressung aufliegenden Fasern sind aufgrund ihrer hohen Härte in der Lage, Rauigkeitsspitzen der Stahloberfläche zu glätten oder abzutragen, und bilden somit die Grundlage für den beobachteten, sehr ebenen und dünnen Transferfilm nach langen Versuchszeiten (Bild 6.14).

Die Druckabhängigkeit von PTFE wird in der Literatur beschrieben [22]. Die relativ geringen Flächenpressungen in den hier durchgeführten Versuchen führen nur zu relativ

geringen Änderungen des Reibungskoeffizienten. Sehr niedrige Reibungskoeffizienten von weniger als 0,1 werden bei PTFE bei sehr hohen Drücken und sehr kleinen Gleitgeschwindigkeiten (wenige cm/min) erreicht. Die Druckabhängigkeit des Reibungskoeffizienten wird im Fall von PTFE-Verbundwerkstoffen auch durch die Fasern und Füllstoffe beeinflusst. Höhere Flächenpressungen bewirken dabei, dass schmierendes PTFE zwischen den Füllstoffen an die Kontaktfläche herangeführt wird. Aus diesem Grund sollte bei niedrig gefüllten PTFE-Compounds die Druckabhängigkeit weniger stark ausgeprägt sein. Berger beschreibt diesen Effekt für PTFE-basierende Verbundgleitlagerwerkstoffe [60].

Die in LN_2 oder LH_2 ermittelten Reibungskoeffizienten der PTFE-Compounds liegen mit ca. 0,1 deutlich niedriger als bei den Versuchen bei Raumtemperatur. Die Gründe hierfür liegen in den veränderten Werkstoffeigenschaften der polymeren Komponenten. Wie in Bild 2.10 ist die Steifigkeit der PTFE-Matrix bereits in LN_2 eine Größenordnung höher als bei Raumtemperatur. Ebenso erhöhen sich zu tiefen Temperaturen hin auch die Festigkeit und die Härte der Polymere. Der adhäsive Anteil der Reibung verringert sich bei tiefen Temperaturen aufgrund der zunehmenden Härte und der daraus resultierenden Verringerung der realen Kontaktfläche. Der zuvor beschriebene Mechanismus, durch den ungleichmäßige Flächenpressungen zwischen der Gegenkörperoberfläche und den einzelnen Komponenten des Verbundwerkstoffs entstehen können, wird bei tiefen Temperaturen weniger stark ausgeprägt sein. Denn die PTFE-Matrix und die PEEK-Partikel haben nun aneinander angeglichenen Werkstoffeigenschaften und die Fasern und PEEK-Partikel werden durch die nun festere und steifere Matrix besser in der Matrix verankert.

6.5 Abschätzung der Kontaktflächentemperaturen im Stift-Scheibe-Versuch

Aufgrund der unterschiedlichen Reibung bei Raumtemperatur und in kryogenen Medien ist es von Interesse, die Kontakttemperaturen im Gleitkontakt zu kennen. Die Berechnung von Kontakttemperaturen bei der Gleitreibung von Festkörpern geht auf Blok (1937) und Jäger (1942) zurück. Deren Ansätze dienen als Grundlage für weitere Modelle (z.B. [107–111]). Andere Modelle zur Berechnung von Kontakttemperaturen betrachten reale Geometrien, wie z.B. die Komponenten einer Stift-Scheibe-Konfiguration [112–115]. Für die Interpretation von Reibungs- und Verschleißergebnissen kann die Vorausberechnung von Kontakttemperaturen helfen, das Versagen von tribologisch beanspruchten Maschinenelementen zu vermeiden. Die Kenntnis von Kontakttemperaturen kann ebenso für die Interpretation von Reibungs- und Verschleißmessungen hilfreich sein.

Die Fouriersche Differentialgleichung der Wärmeleitung (Gl. 6.2) beschreibt die instationäre Wärmeleitung in einem isotropen Festkörper. Zur Lösung dieser Gleichung wurden sowohl analytische Ansätze als auch numerische Verfahren angewendet. Im Folgenden werden die maximalen Kontakttemperaturen anhand von analytischen Lösungen näherungsweise berechnet.

$$\lambda \nabla^2 T + \dot{Q} = \rho c \left(\frac{\partial T}{\partial t} + v \nabla T \right) \quad (6.2)$$

Die in der Kontaktfläche durch die Umgebungsbedingungen und die Reibungswärme herrschende Temperatur bestimmt die Materialeigenschaften der Reibungspartner und damit, insbesondere bei Polymeren, deren tribologische Eigenschaften. Die Reibungswärme entsteht dabei nicht gleichmäßig über die nominelle Kontaktfläche verteilt, sondern jeweils in der realen Kontaktfläche, in der schnelle Deformationsvorgänge die Temperaturen lokal und kurzzeitig anheben. Bei der Betrachtung von Kontakttemperaturen werden daher die durchschnittliche Kontakttemperatur und sog. Blitztemperaturen unterschieden. In Bild 6.25 ist die Erwärmung eines Körpers als Folge einer periodischen Temperaturerhöhung dargestellt.

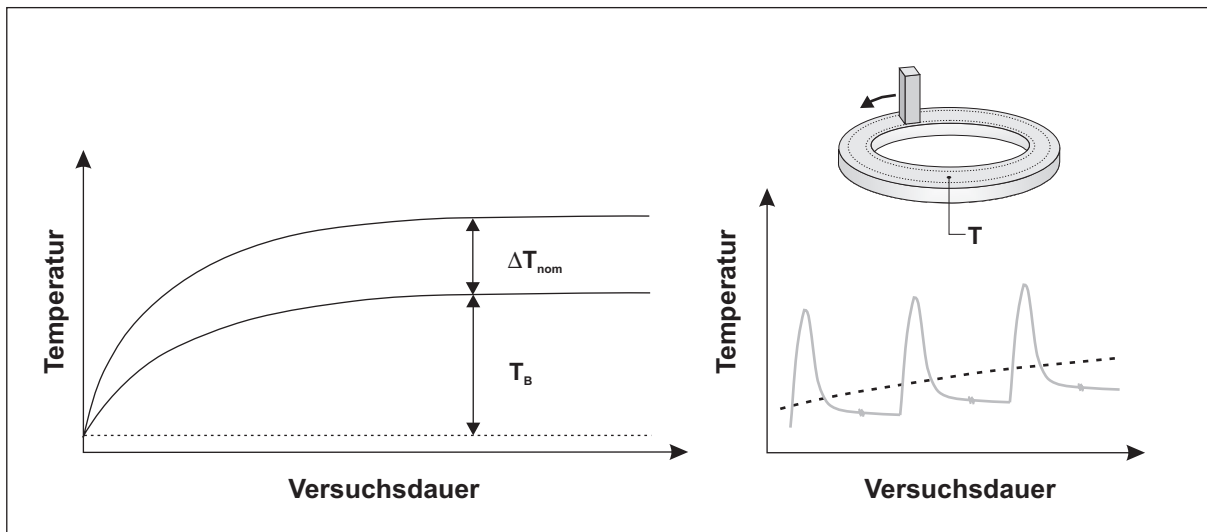


Bild 6.25: Qualitativer Temperaturverlauf an einer Stelle des Gegenkörpers als Funktion der Zeit

Die in der realen Kontaktfläche herrschende Kontakttemperatur T_C setzt sich somit aus der Ausgangstemperatur des Festkörpers T_B , der durchschnittlichen Temperaturerhöhung ΔT_{nom} und der sog. Blitztemperatur ΔT_{flash} zusammen (Gl.6.3).

$$T_C = T_B + \Delta T_{nom} + \Delta T_{flash} \quad (6.3)$$

Die für eine Temperaturerhöhung zur Verfügung stehende Wärme \dot{Q} entspricht der Reibungsarbeit W_r und berechnet sich nach Gleichung 6.4. Bezieht man diese auf die Kontaktfläche A_N , so erhält man die Wärmestromdichte q_r (Gl. 6.5). Bei Standardparametern (1 m/s, 1 MPa, Probe 4x4 mm²) und einem angenommenem Reibungskoeffizienten von $\mu = 0,5$ ergibt sich z.B. eine Wärmestromdichte von 500 kW/m². Zur modellhaften Beschreibung wird eine gleichförmige Wärmequelle der Wärmestromdichte q_r in der nominellen Kontaktfläche A_N angenommen.

$$\dot{Q} = W_r = \mu F_N v = \mu F_N r \omega \quad (6.4)$$

$$q_r = \frac{\dot{Q}}{A_N} \quad (6.5)$$

Den angesprochenen Modellen, z.B. nach Blok und Jaeger, ist der Kontakt von Halbräumen zugrundegelegt. Dabei sind lediglich die Wärmeleitungseigenschaften der beiden Kontaktpartner, die Gleitgeschwindigkeit und die eingebrachte Reibungswärme relevant, denn die Kontaktfläche ist im Vergleich zu den sich berührenden Körpern sehr klein. Näher an der realen Stift-Scheibe-Konfiguration ist z.B. das thermische Modell nach Ashby, welches anhand der in Bild 6.26 dargestellten Größen zunächst für den Fall der Standard-Versuchsparameter (1 m/s, 1 MPa) angewendet werden soll. Eine detaillierte Darstellung dieser Abschätzung befindet sich im Anhang dieser Arbeit (s. Anhang A.3). Bei diesen Versuchsparametern lag der Reibungskoeffizient für viele der hier untersuchten Werkstoffe nahe 0,5, weshalb dieser Reibungskoeffizient für die Abschätzung verwendet wird. Die Wärmestromdichte in der Kontaktfläche beträgt in diesem Fall 50 W/cm².

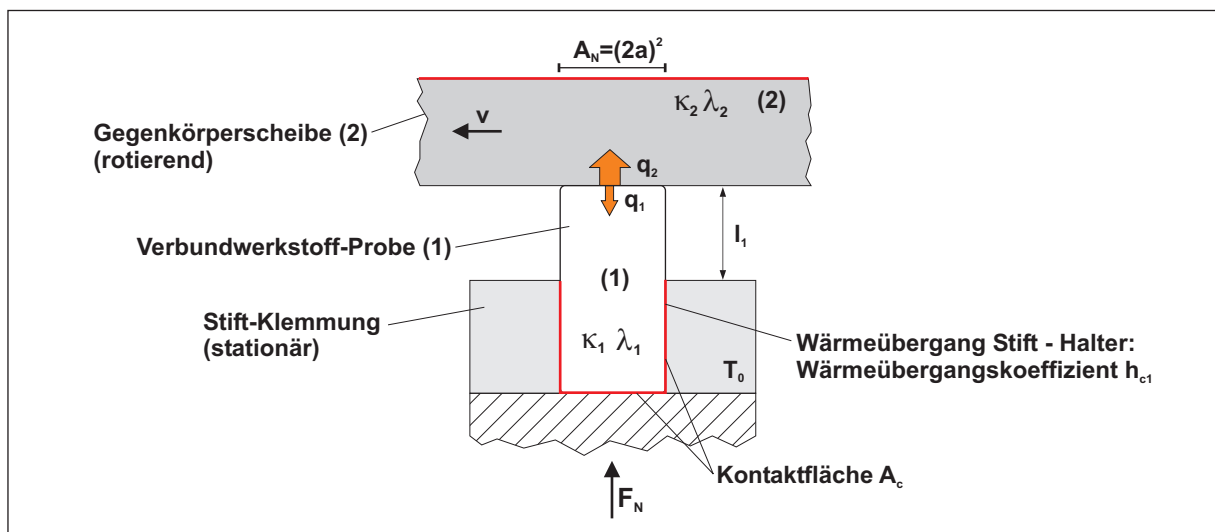


Bild 6.26: Stift-Scheibe-Anordnung mit Größen zur Berechnung der Kontaktflächentemperatur

Die durchschnittliche Kontakttemperaturerhöhung kann für diesen Fall nach [112] mit Gleichung 6.6 berechnet werden. Hierbei wird von einer eindimensionalen Wärmeleitung in die Probe und in den Gegenkörper ausgegangen. Die Wärmeverluste durch Konvektion werden vernachlässigt. Die äquivalenten Längen l_{1b} und l_{2b} beschreiben hierbei die Randbedingungen, wie die Wärmeleitung durch die Probe, den Wärmeübergang in den Probenhalter und dessen Temperatur (s. Anhang A.3).

$$\Delta T = \frac{\mu F v}{A_N} \left[\frac{1}{\frac{\lambda_1}{l_{1b}} + \frac{\lambda_2}{l_{2b}}} \right] \quad (6.6)$$

mit

$$l_{1b} = l_1 + \frac{A_N \lambda_1}{A_{C1} h_{c1}}$$

$$l_{2b} = \frac{a}{\sqrt{\pi}} \arctan \left[\frac{2\pi \kappa_2}{av} \right]^{1/2}$$

Mit der Wärmeleitfähigkeit von PTFE ($0,25 \text{ W/mK}$) und Stahl (46 W/mK) ergibt sich für die genannten Parameter eine nominelle Kontakttemperaturerhöhung von $2,42 \text{ K}$. Bei Raumtemperatur $T_0 = 21^\circ\text{C}$ ergibt sich somit eine anfängliche Kontakttemperatur von ca. $23,42^\circ\text{C}$. Nach einer Versuchsdauer von 20 Stunden erreicht die Gegenkörperscheibe eine Temperatur um 70°C . Die nominelle Kontakttemperatur beträgt dann rund $72,42^\circ\text{C}$.

Für den Fall der Stift-Scheibe-Versuche in kryogenen Flüssigkeiten ergeben sich andere Randbedingungen. Der wesentliche Unterschied hierbei ist, dass der Wärmeübergang durch Konvektion von Probe bzw. Gegenkörperscheibe auf die Flüssigkeit nicht vernachlässigt werden darf. Der Grund dafür liegt in dem wesentlich höheren Wärmeübergangskoeffizienten bei Flüssigkeiten im Vergleich zu Gasen. Sofern kein Filmsieden auftritt, kann davon ausgegangen werden, dass die Temperatur der Gegenkörperscheibe nur wenig ansteigt. Die Temperatur der Gegenkörperscheibe wird konstant bleiben, solange die eingebrachte Reibungswärme während einer Umdrehung vollständig abgeleitet werden kann. Dies erfolgt einerseits durch die Wärmeleitung in der Gegenkörperscheibe und andererseits durch die Kühlung der Flüssigkeit.

Die Wärmeleitfähigkeit von Polymeren nimmt zu niedrigen Temperaturen hin ab. Für PTFE werden für 77 K (LN_2) $0,4$ bzw. $0,25$ und für 20 K (LH_2) $0,13$ bzw. $0,20 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ angegeben [57, 116]. Die Versuchsparameter der Experimente in LN_2 und LH_2 liegen bei $0,2 \text{ m/s}$ und $3,125 \text{ MPa}$. Bei den Versuchen in LN_2 ergaben sich meist Reibungskoeffizienten um $0,1$ (Bilder 6.16 bis 6.19). Aus den Versuchsparametern und diesem Reibungskoeffizienten ergibt sich eine Wärmestromdichte in der Kontaktfläche von $6,25 \text{ W/cm}^2$. Die Kühlung der Kontaktfläche durch einen dünnen Flüssigkeitsfilm kann in der

Berechnung durch die Reduzierung der Reibungswärme um die Verdampfungswärme eines dünnen, z.B. mit $0,5 \mu m$ Dicke angenommenen, Flüssigkeitsfilms berücksichtigt werden (Gleichung 6.7). Am Ende der Kontaktfläche wird davon ausgegangen, dass der gesamte Flüssigkeitsfilm verdampft ist.

$$\Delta T = (q_r - q_v) \left[\frac{1}{\frac{\lambda_1}{l_{1b}} + \frac{\lambda_2}{l_{2b}}} \right] \quad (6.7)$$

mit

$$q_v = \frac{\dot{V} \rho h_v}{A_N}$$

Bei einer Gleitgeschwindigkeit von $0,2 \text{ m/s}$, einer Dichte des flüssigen Stickstoffs von 830 kg/m^3 und einer Verdampfungswärme von 200 kJ/kg ergibt sich eine Verdampfungsleistung von $0,066 \text{ W}$, bzw. bezogen auf die Fläche von 1 cm^2 eine Verdampfungsenergiedichte q_v von $0,415 \text{ W/cm}^2$. Mit Gleichung 6.7 erhält man mit der um die Verdampfungswärme reduzierten Reibungswärme eine nominelle Kontakttemperaturerhöhung von $0,6 \text{ K}$. Ohne die Berücksichtigung eines LN_2 -Films liegt die Temperaturerhöhung bei $0,645 \text{ K}$.

Die beiden oben genannten Beispiele gelten für einen Werkstoff mit einer Wärmeleitfähigkeit von $0,25 \text{ W/mK}$. Für Verbundwerkstoffe kann die nominelle Kontakttemperaturerhöhung berechnet werden, indem die entsprechende Wärmeleitfähigkeit für die Berechnung zugrunde gelegt wird. Für kohlenstofffaserverstärkte Verbundwerkstoffe werden bei hohen CF-Anteilen (30 Vol.%) Wärmeleitfähigkeiten bis ca. 1 W/mK erreicht. Dies trifft aber nicht für die gemessenen Wärmeleitfähigkeiten der in dieser Arbeit betrachteten PTFE/PAR/CF-Compounds zu (Tabelle 5.2). Anhand der o.g. Gleichungen wird jedoch deutlich, dass aufgrund der stark unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeiten von z.B. PTFE-Verbundwerkstoff und Stahl, der Verbundwerkstoff einen relativ geringen Einfluss auf die Kontakttemperaturerhöhung hat.

Geht man davon aus, dass die thermischen Bedingungen der Versuche in LN_2 stets eine vollständige Ableitung der Reibungswärme ermöglichen, so liegt die mittlere Kontakttemperatur nur geringfügig über der Siedetemperatur von LN_2 . Die Reibungswärme bezogen auf die überstrichene Gleitfläche (mittlerer \varnothing der Gleitspur $33,5 \text{ mm}$, Breite der Probe 4 mm) ergibt hier eine Wärmestromdichte von $0,23 \text{ W/cm}^2$. Anhand der Siedekennlinie von flüssigem Stickstoff [117] kann die Temperaturdifferenz zwischen der Heizfläche, hier die Gleitspur der Probe bzw. der Gegenkörperscheibe, und dem Flüssigkeitsbad abgeschätzt werden. Bei einer Wärmestromdichte von $0,23 \text{ W/cm}^2$ beträgt die Temperaturdifferenz ca. $1,2 \text{ K}$. Die mittlere Kontaktflächentemperatur beträgt dann ca. $1,8 \text{ K}$ über Siedetemperatur des LN_2 .

Aus diesen Betrachtungen geht hervor, dass die Kontakttemperatur während der Verschleißversuche für die hier angenommenen Versuchsparameter nur wenige K über der Temperatur des Gegenkörpers liegt. Für die Versuche bei "Raumtemperatur" bedeutet dies, dass die Kontaktflächentemperatur etwas höher als die einfach zu bestimmende Temperatur der Gegenkörperscheibe ist. Diese beträgt z.B. in einem 20-stündigen Versuch bei einem Reibungskoeffizienten von 0,5 auf der verwendeten Prüfmaschine ca. 70°C . Die tatsächliche für den Probenwerkstoff relevante Temperatur liegt in diesem Fall daher bei etwas über 70°C .

Für die Verschleißexperimente in LN_2 bei 3,12 MPa und 1 m/s kann man davon ausgehen, dass kein Filmsieden auftritt und somit sinnvolle Versuchsparameter verwendet werden. Die Kontakttemperatur und das damit verbundene Werkstoffverhalten entspricht daher tatsächlich dem Verhalten bei Temperaturen in LN_2 . Wesentlich höhere Kontakttemperaturen entstehen erst bei höheren Reibleistungen, bei denen es zum Filmsieden kommt.

Zusammen mit Ergebnissen von DMTA-Untersuchungen lässt sich beurteilen, ob durch eine Temperaturerhöhung aufgrund der Reibung in der Kontaktfläche wesentlich andere Werkstoffeigenschaften vorherrschen. Liegt z.B. in der Nähe der berechneten Kontakttemperatur ein Glasübergang oder eine Phasenumwandlung vor, so muss mit einem veränderten Verschleißverhalten gerechnet werden.

7 Zusammenfassung

Ausgehend von der Idee, für die aktuellen technischen Trends, z.B. die Wasserstofftechnologie, neue Werkstoffe für tribologische Anwendungen in kryogenen Umgebungen zu schaffen, wurden in dieser Arbeit neue Verbundwerkstoffe auf der Basis von PTFE zusammengestellt und untersucht. Bei der Auswahl der Komponenten wurden die Ergebnisse von tribologischen Untersuchungen an Polymeren aus der Literatur sowie von erprobten Anwendungen aus der Luft- und Raumfahrttechnik berücksichtigt. Für die Verbundwerkstoffe wurden PTFE als Matrix, eine zweite härtere polymere Komponente PEEK bzw. PAR sowie kurze Kohlenstofffasern ausgewählt. Die Polymerpartikel- und Faservolumenanteile wurden systematisch variiert, um Zusammenhänge zwischen den Werkstoffeigenschaften und der Werkstoffzusammensetzung erkennen zu können.

Anhand von mikroskopischen Aufnahmen konnte das Gefüge der PTFE-Compounds beurteilt werden. Die Fasern und PEEK-Partikel liegen homogen verteilt in der Matrix vor. Lokal begrenzt sind gewisse Faserorientierungen oder Partikelanhäufungen zu erkennen, die jedoch aufgrund ihrer geringen Ausmaße keinen Einfluss auf die Werkstoffeigenschaften haben. Die Dichte der PTFE-Compounds wird während der Verarbeitung durch die Füllstoffe beeinflusst, da insbesondere Fasern einem porenfreien Gefüge entgegenwirken. Sie behindern das Schließen von Kavitäten zwischen den Fasern und Partikeln, da die hochviskose PTFE-Matrix eine eingeschränkte Fließfähigkeit in der Schmelze besitzt. Auf diese Weise lässt sich der mit steigendem Füllstoffgehalt, insbesondere mit zunehmendem Fasergehalt, zunehmende theoretische Porengehalt der Compounds erklären. Extreme Differenzen zwischen berechneter und gemessener Dichte ergaben sich für hochgefüllte PTFE/PAR/CF-Compounds, was mit großer Wahrscheinlichkeit eine Folge nicht optimaler Verarbeitungsparameter ist. Der Porengehalt hat wiederum Einfluss auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften der PTFE-Compounds.

Die Härte nach Shore D der PTFE-Compounds nimmt mit steigendem Füllstoffgehalt zu. Sowohl PEEK-Partikel als auch Kohlenstofffasern erhöhen die Härte der Verbundwerkstoffe. Bei hoch gefüllten Compounds ist die Härte jedoch wiederum niedriger, da die Zunahme des Porengehaltes eine weitere Härtesteigerung verhindert. Aufgrund der sehr geringen Haftung von Kohlenstofffasern und Polymerpartikeln zu der umgebenden PTFE-Matrix werden die Zugeigenschaften der hier betrachteten Verbundwerkstoffe mit steigendem Füllgrad mehr und mehr geschwächt. Die Spannungs-Dehnungskurven der PTFE/PEEK/CF und der mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds weisen eine ausgeprägte Streckgrenze bei 4 bis 5 MPa auf. Daraufhin folgt eine plastische

Dehnung von bis zu 300 % im Falle der niedrig gefüllten Compounds. Hoch gefüllte Compounds versagen bereits bei einer Dehnung von 5 bis 10 %. Der Zug-E-Modul ist weitgehend unabhängig von der Zusammensetzung der Compounds. Die eingesetzten Kohlenstofffasern können in diesem Fall keine Erhöhung des E-Moduls und der Zugfestigkeit bewirken. Höhere Fasergehalte und höhere PEEK-Partikel-Gehalte führen zu einer erheblichen Verminderung der Bruchdehnung und reduzieren die Zugfestigkeit. Im Druckversuch hingegen bewirken die Kohlenstofffasern und PEEK-Partikel eine Erhöhung der Kräfte im Bereich niedriger Stauchungen bis 10 %. Der Grund dafür, weshalb die wesentlich festeren und steiferen Füllstoffe PEEK und Kohlenstofffasern die mechanischen Eigenschaften lediglich hinsichtlich der Druckeigenschaften positiv beeinflussen können, ist mit der geringen Haftung zwischen Matrix und Fasern bzw. PEEK-Partikeln zu erklären. Dies ist anhand von mikroskopischen Aufnahmen zu sehen.

Die tribologischen Eigenschaften der hier untersuchten PTFE-Verbundwerkstoffe wurden anhand von Stift-Scheibe-Versuchen untersucht. Die breite Variation von Füllstoffanteilen, die Partikelverstärkung mit PAR- bzw. PEEK-Partikeln, die Faserverstärkung mit Pech- und PAN-basierten Kohlenstofffasern, die Verwendung von PTFE und modifiziertem PTFE als Matrix sowie die Untersuchung einiger PTFE-Compounds ohne Faserverstärkung ergeben einen gewissen Überblick über den Einfluss der Füllstoffe auf das tribologische Verhalten von PTFE-Compounds. Die ermittelten Verschleißbeständigkeiten der drei PTFE-basierenden Werkstoffsysteme liegen bei Standardbedingungen (1 m/s, 1MPa) bei Raumtemperatur in einem guten bis sehr guten Bereich zwischen $1,3 \cdot 10^{-6}$ und $7,5 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3 / \text{N} \cdot \text{m}$. Die niedrigsten spezifischen Verschleißraten von $7,5 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3 / \text{N} \cdot \text{m}$ erreichten bestimmte mod.-PTFE/PEEK/CF-Compounds. Etwas höhere spezifische Verschleißraten erzielten die untersuchten PTFE/PEEK/CF- und PTFE/PAR/CF-Compounds. Ein ausgewähltes mod.-PTFE/PEEK/CF-Compound wurde auch unter anderen Versuchsparametern mit p-v-Werten zwischen 0,5 und 8 bei Drücken zwischen 1 und 4 MPa und Gleitgeschwindigkeiten zwischen 0,5 und 2 m/s untersucht.

Das Reibungsniveau der mit Kohlenstofffasern gefüllten Compounds zeigte sich anders als sich prinzipiell durch die Verwendung der PTFE-Matrix erwarten lässt. Nach einem Einlaufverhalten steigt deren Reibungskoeffizient auf ein konstantes Niveau zwischen 0,4 und 0,6. Das Einlaufverhalten wird durch höhere Drücke und höhere Geschwindigkeiten sowie höhere Kohlenstofffasergehalte beschleunigt. Compounds mit sehr geringem Kohlenstofffasergehalt zeigen diesen Anstieg des Reibungskoeffizienten weniger ausgeprägt. Niedrigere Kohlenstofffasergehalte führen auch zu einem etwas niedrigeren Reibungsniveau. Der Vergleich mit einem unverstärkten

PTFE/PEEK-Compound, dessen Reibungskoeffizient deutlich niedriger bei ca. 0,3 liegt, zeigt den Einfluss der Kohlenstofffaserverstärkung. Um die mit dem Reibungsverhalten einhergehenden Veränderungen im Gleitkontakt sichtbar zu machen, wurden Verschleißexperimente unterschiedlicher Dauer, zwischen wenigen Minuten und 100 Stunden, durchgeführt. Die Gegenkörperoberflächen wurden nach den Versuchen jeweils mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie betrachtet. Dabei konnte die Bildung eines Transferfilms und dessen zeitliche Veränderung beobachtet werden.

Zusätzliche PTFE-Compounds, zum Teil ohne Faserverstärkung, sowie die in dieser Arbeit compoundingierten PEEK/PTFE/CF-Werkstoffe, wurden zum Vergleich in das Versuchsprogramm aufgenommen und unter Standardbedingungen untersucht. Ein mit Bronze und Kohlenstofffasern gefülltes PTFE-Compound zeigt bei diesen Experimenten die geringste spezifische Verschleißrate von ca. $3 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$ bei einem gleichzeitig sehr niedrigen Reibungskoeffizienten um 0,25.

Parallel zu den Verschleißexperimenten bei Raumtemperatur erfolgten an den hier zusammengestellten Werkstoffen auch tribologische Untersuchungen in kryogenen Medien an der Bundesanstalt für Materialforschung- und Prüfung (BAM) in Berlin. Die Ergebnisse verdeutlichen einerseits den Einfluss der erhöhten mechanischen Werkstoffkennwerte bei tiefen Temperaturen auf die Reibung. Durch die höhere Härte und Steifigkeit der polymeren Matrix wird die reale Kontaktfläche und damit die Reibung reduziert. Andererseits ist anhand der Ergebnisse ersichtlich, dass bei tribologischen Untersuchungen in kryogenen Medien die Versuchsparameter und das umgebende Medium die thermischen Verhältnisse in der Kontaktfläche bestimmen. Aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit von Polymeren, die hin zu niedrigen Temperaturen weiter abnimmt, können im Gleitkontakt wesentlich höhere Temperaturen als die des Kühlmediums entstehen. Die Folge sind dann ggf. ähnliche Versuchsergebnisse wie bei Raumtemperatur. Sinnvolle Versuchsparameter liegen daher in einem Bereich, in dem kein Filmsieden auftritt bzw. eine optimale Kühlwirkung des Mediums gewährleistet ist. Aufgrund der relativ kurzen Versuchszeit und dem niedrigen Verschleiß der PTFE-Compounds, mussten die Versuchsparameter entsprechend geändert werden, um einen beobachtbaren Verschleiß an den Proben zu erzeugen. Es wurde daher eine höhere Flächenpressung von 3,12 MPa, jedoch eine geringere Gleitgeschwindigkeit von 0,2 m/s gewählt, um Filmsieden zu verhindern. Dies konnte auch durch eine Abschätzung der Kontaktflächentemperatur bestätigt werden. Demnach liegt die nominelle Kontaktflächentemperatur bei Verschleißversuchen in LN₂ bei den zuvor genannten Versuchsparametern (0,2 m/s, 3,12 MPa) nur wenige *K* über der Siedetemperatur des Stickstoffs. Die Betrachtung des Materialübertrags erforderte zudem die Verwendung von polierten Gegenkörperoberflächen.

In LN_2 liegt der Reibungskoeffizient der PTFE-Compounds bei Werten zwischen 0,08 und 0,12, und damit wesentlich niedriger als bei Raumtemperatur. Die Unterschiede zwischen den verschiedenen Compounds sind sehr gering und lassen den Schluss zu, dass die Matrix das Reibungsverhalten bei niedrigen Temperaturen dominiert. Der Vergleich von Verschleißmessungen bei RT und in LN_2 zeigt für die PTFE/PAR/CF-Compounds einen deutlich reduzierten Verschleiß in LN_2 . Der Vergleich anderer ausgewählter polymerer Verbundwerkstoffe auf der Basis von Epoxydharz, PEEK, PEI und PA 6.6 ergab bei gleichen Versuchsparemtern geringere Reibungskoeffizienten für die teilkristallinen thermoplastischen Matrices.

Aus den Untersuchungen kann der Schluss gezogen werden, dass sich die guten tribologischen Eigenschaften der untersuchten Werkstoffe hin zu tiefen Temperaturen weiter verbessern. Das Reibungsverhalten der Werkstoffe wird bei Raumtemperatur von den einzelnen Komponenten, insbesondere durch den Kohlenstofffasergehalt, beeinflusst, während bei tiefen Temperaturen die Matrixeigenschaften dominieren. Für die Auswahl von Compounds für eine bestimmte Anwendung müssen die mechanischen Eigenschaften berücksichtigt werden. Der Vorteil einer sehr guten Verschleißbeständigkeit durch hohe Fasergehalte ist für die tribologische Beanspruchung prinzipiell von Vorteil. Andererseits ist z.B für die Montage von Dichtungen eine gewisse Flexibilität erforderlich, die durch zu hohe Füllstoffgehalte eingeschränkt wird. Die Auslegung von Maschinenelementen, die über große Temperaturdifferenzen eingesetzt werden sollen, erfordert die Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung. Maschinenelemente, die hohen p-v-Werten ausgesetzt sind, erfordern eine gute Wärmeleitfähigkeit. Es müssen daher für die spezifische Anwendung die Prioritäten für die zu erfüllenden Werkstoffeigenschaften festgelegt werden. Erst dann kann die bestmögliche Anpassung der Werkstoffzusammensetzung erfolgen.

Literatur

- [1] Friedrich, K.: Wear Models for multiphase materials and synergistic effects in polymeric hybrid composites. In: Friedrich, K. (Hrsg.): Advances in Composite Tribology. Amsterdam: Elsevier, 1993, S. 209-273
- [2] Junghans, R.; Marx, S.; Friedrich, K.; Häger, A.: HT-Thermoplast-Gleitlager. Forschungskuratorium Maschinenbau e.V., Lyoner Straße 18, 60528 Frankfurt, 1995 - Forschungsbericht
- [3] Gardos, M. N.: Self lubricating composites for extreme environmental conditions. In: Friedrich, K. (Hrsg.): Advances in Composite Tribology. Amsterdam: Elsevier 1993, S. 397-447
- [4] Hübner, W.; Gradt, T.; Börner, H.; Döring, R.: Tieftemperatur-Reibverhalten von Polymer-Werkstoffen. Tribologie und Schmierungstechnik, Bd. 42 (1995), Nr. 5, S. 244-251
- [5] Gradt, T.; Hübner, W.; Schneider, T.: Kryotribologie: Reibung und Verschleiß bei Temperaturen unter 100 K messen. International Journal on Hydrogen Energy, 23 (1998), Nr. 5, S. 397-403
- [6] Jett, T. R.; Thom, R. L.: Database for the tribological Properties of Self-Lubricating Materials. Marshall Space Flight Center, Alabama. NASA Center for Aerospace Information, Linthicum Heights, (Nasa/TM-1998-207195), Februar 1998
- [7] Fusaro, R. L.: Tribology Needs for Future Space and Aeronautic Systems. Lewis Research Center, Cleveland Ohio. NASA Center for Aerospace Information, Linthicum Heights, (Nasa/TM-104525), Dezember 1991
- [8] Fusaro, R. L.: Self-Lubricating Polymer composites and Polymer Transfer film Lubrication for Space Applications. Lewis Research Center, Cleveland, Ohio. Nasa Center for Aerospace Information, Linthicum Heights, (Nasa/TM-1002492), Februar 1990
- [9] Bozet, J. L.: Type of wear for the pair Ti6AL4V/PCTFE in ambient air and in liquid nitrogen. Wear, 162-164 (1993), S. 1025-1028
- [10] Verband der Kunststoffherzeugenden Industrie: Verbrauch von Kunststoffen in der Automobilindustrie in Westeuropa 1998. Frankfurt: VKE, <http://www.vke.de> (12/1999)
- [11] European Fluoropolymers Flow. Chemical Week. New York, 165 (2003) Nr. 4, S. 32
- [12] Korinek, P. M.: Fluorkunststoffe. Kunststoffe, 80 (1990), Nr. 10, S. 1137-1141

- [13] Korinek, P. M.: Fluorkunststoffe. *Kunststoffe*, 83 (1993), Nr. 10, S. 782-784
- [14] Nieratschker, J.: Fluorkunststoffe. *Kunststoffe*, 85 (1995), Nr. 10, S. 1590-1600
- [15] Nieratschker, J.: Fluorkunststoffe. *Kunststoffe*, 83 (1999), Nr. 10, S. 130-134
- [16] Gesellschaft für Tribologie: Arbeitsblatt 7 : Tribologie: Verschleiß, Reibung, Definitionen, Begriffe, Prüfung. Moers: Gesellschaft für Tribologie (GFT), 2002
- [17] Reinicke, R.: Eigenschaftsprofil neuer Verbundwerkstoffe für tribologische Anwendungen im Automobilbereich. Kaiserslautern: Institut für Verbundwerkstoffe, 2001. ISBN 3-934930-11-5
- [18] Friedrich, K.; Klein, P.; Zhang, Z.; Oster, F.; Varadi, K.: Traditionelle und neue Ansätze zur Entwicklung von polymeren Verbundwerkstoffen mit optimierten tribologischen Eigenschaften. In: 8. Nationales Symposium SAMPE Deutschland: Faserkunststoffverbunde: Von der Idee zur Fertigung, Kaiserslautern, 7. - 8. März 2002
- [19] Zhang, Z.; Friedrich, K.; Velten, K.: Prediction on tribological properties of short fibre composites using artificial neural networks. *Wear*, 252 (2002), S. 668-675
- [20] Velten, K.; Reinicke, R.; Friedrich, K.: Wear volume prediction with artificial neural networks. *Tribology International*, 33 (2000), S. 731-736
- [21] Uetz, H.; Wiedemeyer, J.: Tribologie der Polymere. München; Wien: Hanser, 1984
- [22] Czichos, H.; Habig, K.-H.: Tribologie Handbuch: Reibung und Verschleiß. 2. Aufl. Wiesbaden: Vieweg, 2003
- [23] Dowson, D.: History of Tribology. 2. Aufl. London: Professional Engineering Publishing, 1998
- [24] Bowden, F. P.; Tabor, D.: The Friction and Lubrication of Solids. Oxford: Clarendon, 1954
- [25] Bartenev, G. M.; Lavrentev, V. V.: Friction and Wear of Polymers. Amsterdam; Oxford; New York: Elsevier, 1994
- [26] Erhard, G.: Zum Reibungs- und Verschleißverhalten von Polymerwerkstoffen. Universität Karlsruhe, Dissertation, 1980
- [27] Moore, D. F.: Principles and Applications of Tribology. Oxford: Pergamon Press, 1975
- [28] Briscoe, B. J.; Tabor, D.: Friction and Wear of Polymers, Polymer surfaces. New York: Wiley and Sons, 1978

- [29] Zum Gahr, K. H.: Abrasiver Verschleiß metallische Werkstoffe. Düsseldorf: VDI-Verlag, 1981
- [30] Hornbogen, E.; Schäfer, K.: Reibung und Verschleiß thermoplastischer Kunststoffe. In: Zum Gahr, K. H. (Hrsg.): Reibung und Verschleiß: Mechanismen, Prüftechnik, Werkstoffeigenschaften. Oberursel: DGM-Verlag, 1983
- [31] Balinit Beschichtungen. Produktbeschreibung, Liechtenstein: Balzers AG, Iramali18, FL-9496 Balzers, 2000 - Firmenschrift
- [32] Heinicke, G.: Tribochemistry. Berlin: Akademie-Verlag, 1984
- [33] Gao, J.: Tribochemical effects in formation of polymer transfer film. *Wear*, 245 (2000), S. 100-106
- [34] Gao, J.; Mao, S.; Liu, J.; Feng, D.: Tribochemical effects of some polymers/stainless steel. *Wear*, 212 (1997), S. 238-243
- [35] Goda, T.; Váradi, K.; Flöck, J.; Friedrich, K.: FE-Micro-Models to study contact states, stresses and failure mechanisms in a polymer composite subjected to a sliding steel asperity. In: Friedrich, K.; Hübner, W. (Hrsg.): Gleitverschleiß polymerer Verbundwerkstoffe zwischen Raumtemperatur und 4,2 K. BAM Tagungsbericht, BAM Sonderheft 3-2001, Berlin: BAM, 2001, S. 39-43
- [36] Friedrich, K.; Goda, T.; Váradi, K.; Wetzel, B.: Finite Element Simulation of the Fiber-Matrix Debonding in Polymer Composites Produced by a Sliding Indentor: Part I – Normally Oriented Fibers. *Journal of Composite Materials*, 38 (2004), S. 1583-1606
- [37] Goda, T.; Váradi, K.; Wetzel, B.; Friedrich, K.: Finite Element Simulation of the Fiber-Matrix Debonding in Polymer Composites Produced by a Sliding Indentor: Part II – Parallel and Anti Parallel Fiber Orientation. *Journal of Composite Materials*, 38 (2004), S. 1607-1618
- [38] Flöck, J.: Beitrag zur experimentellen und modellhaften Beschreibung der Gleitverschleißmechanismen kohlenstoffaserverstärkter Polyetheretherketon (PEEK) Verbunde. Kaiserslautern: Institut für Verbundwerkstoffe, 2002. ISBN 3-934930-19-0
- [39] Gradt, T.; Börner, H.: Einführung in die Tieftemperaturtribologie. In: Friedrich, K.; Hübner, W. (Hrsg.): Gleitverschleiß polymerer Verbundwerkstoffe zwischen Raumtemperatur und 4,2 K. BAM Tagungsbericht, BAM Sonderheft 3-2001, Berlin: BAM, 2001, S. 7-12
- [40] Theiler, G.; Hübner, W.; Klein, P.; Friedrich, K.: Oberflächencharakterisierung von Paarungen PTFE-Komposit/Stahl nach tribologischer Beanspruchung in LN₂, LH₂ und LHe. In: Friedrich, K. ; Hübner, W. (Hrsg.): Gleitverschleiß

- polymerer Verbundwerkstoffe zwischen Raumtemperatur und 4,2 K. BAM Tagungsbericht, BAM Sonderheft 3-2001, Berlin: BAM, 2001, S. 17-23
- [41] Schledjewski, R.: Optimierung füllstoffmodifizierter LCP-Systeme für Präzisionsgleitlager. Aachen: Shaker, 1996. zugl. Kaiserslautern Universität, Dissertation, 1995
- [42] Stehr, W.: Das Reibungs- und Verschleißverhalten von Liquid Crystal Polymers. In: 8. Internationales Kolloquium Tribologie 2000. Technische Akademie Esslingen: 2000, S. 25.2
- [43] Dichtungen für extreme Bedingungen: Konstruktionshandbuch. North Haven, USA: Advanced Products Company 2000 - Produktbeschreibung
- [44] Lu, Z.: Geschmierte Hochtemperatur-Verbundwerkstoffe für Anwendungen als Gleitelemente. Egelsbach: Hänsel-Hohenhausen, 1994. zugl. Kaiserslautern Universität, Dissertation, 1994
- [45] Briscoe, B. J.; Yao, Lin H.; Stolarski, T. A.: The friction and wear of Poly(tetrafluoroethylene)-Poly(etheretherketone) composites: an initial appraisal of the optimum composition. *Wear*, 108 (1986), S. 357-374
- [46] Bijwe, J.; Neje, S.; Indumathi, J.; Fahim, M.: Friction and Wear Performance Evaluation of Carbon Fibre Reinforced PTFE Composite. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 21 (2002), Nr. 13, S. 1221-1240
- [47] Lu, Z.P.; Friedrich, K.: On sliding friction and wear of PEEK and its composites. *Wear*, 181-183 (1995), S. 624-631
- [48] Gong, D.; Xue, Q.; Wang, H.: Physical models of adhesive wear of polytetrafluoroethylene and its composites. *Wear*, 147 (1991), S. 9-24
- [49] Tanaka, K.: Transfer of semicrystalline polymers sliding against a smooth steel surface. *Wear*, 75 (1982), S. 183-199
- [50] Yang, E.: Studies on the transfer and adhesion of polytetrafluoroethylene (PTFE) and PTFE-based composites during dry contact. The Finnish Society of Sciences and Letters, Helsinki: 140/1992. zugl. Helsinki Universität, Dissertation, 1992
- [51] Bahadur, S.: The development of transfer layers and their role in polymer tribology. *Wear*, 245 (2000), S. 92-99
- [52] Stachowiack, G. W.; Batchelor, A. W.: *Engineering Tribology*. 2. Aufl., Boston; Oxford [a.o.]: Butterworth-Heinemann, 2001
- [53] Tanaka, K.: Effects of various fillers on the friction and wear of PTFE based composite In: Friedrich, K. (Hrsg.): *Friction and Wear of Polymer Composites*. Amsterdam: Elsevier, 1986, S. 137-174

- [54] Markinson, K. R.; Tabor, D.: The Friction and Transfer of Polytetrafluoroethylene. Proc. Roy. Soc. London, Serie A, 281 (1964), S. 49-61
- [55] Feinle, P.: Tribologisches Verhalten von gefüllten Kunststoffen und Verbundwerkstoffen. Zeitschrift für Werkstofftechnik, 14 (1983), S. 342-350
- [56] Tevrütz, T.: Tribological behaviours of carbon filled polytetrafluoroethylene (PTFE) dry journal bearings. Wear, 221 (1998), S. 61-68
- [57] Hartwig, G.: Polymer Properties at Room and Cryogenic Temperatures. New York; London: Plenum Press, 1994
- [58] Perepecko, I.: Low-Temperature Properties of Polymers. Moskau: Mir Publishings, 1980
- [59] Marx, S.: Trockenlaufende Gleitlager aus hochtemperaturbeständigen Kunststoffen. Aachen: Shaker Verlag, 1997. zugl. Chemnitz-Zwickau, Technische Universität, Dissertation, 1997
- [60] Berger, M.: Untersuchungen an wartungsfreien trockenlaufenden Verbundgleitlagern. Aachen: Shaker Verlag, 2000. zugl. Magdeburg, Otto von Guericke Universität, Dissertation, 2000
- [61] Oster, F.; Hauptert, F.; Friedrich, K.: New Composite Materials for Slide Bearing Applications. In: Japan International SAMPE Technical Seminar, Kyoto Japan, Juli 15.-16., 2002, S. 1-43
- [62] Oster, F.; Hauptert, F.; Friedrich, K.: Advanced Slide Bearings. SAMPE Journal (2003), Nr. 2, S. 54-63
- [63] Iglidur Polymer Bearings Automotive. Köln: Igus GmbH, 2003 - Produktbeschreibung
- [64] Produktprogramm Gleitlager. SKF Gleitlager: Druckschrift 4714 G. 1999
- [65] DU/DU-B wartungsfrei: Technisches Handbuch., Heilbronn: Glacier IHG Gleitlager, 2000 - Produktbeschreibung
- [66] Guth, W.: Eine leistungsfähige Alternative: Die Kurbelwellendichtung aus PTFE. System Partners, 147 (1998), S. 28-32
- [67] Hoffmann, C.; Müller, K. H.: PTFE-Wellendichtringe. MTZ Motortechnische Zeitschrift, 56 (1995), Nr. 11, S. 244-251
- [68] Cattivelli, C.; Hoogenboom, R.: PTFE Compounds: definig the most suitable filler-mix compromise. In: 12th ISC Internationale Dichtungstagung: Dichtsysteme für fluidtechnische Anwendungen. Stuttgart September 10.-11., 2002. Frankfurt: Fachverband Fluidtechnik im VDMA, 2002, S. 332-339

- [69] Schlipf, M.; Peters, E.: Compounds based on PTFE and modified PTFE for sealing applications. In: 12th ISC Internationale Dichtungstagung: Dichtsysteme für fluidtechnische Anwendungen, Stuttgart September 10.-11., 2002. Frankfurt: Fachverband Fluidtechnik im VDMA, 2002, S. 340-350
- [70] Schuster, M.: Kunststoffkönig PTFE: Hochleistungs-Werkstoff ermöglicht Dichtungs-Innovationen für alle Branchen. KEM (2004), Nr. 8, S. 26-27
- [71] Müller, H. K.; Nau, H.: Fachwissen-Dichtungstechnik, <http://www.fachwissen-dichtungstechnik.de> (2004)
- [72] Kletschkowski, T.; Schomburg, U.; Bertram, A.: Was können Stoffgesetze für PTFE-Werkstoffe heute leisten? In: V. Hamburger Dichtungstechnisches Kolloquium: Dynamische Dichtungen. TU Hamburg-Harburg, Juni 2004, S. 18/1-18/19
- [73] Drobny, J.G.: Technology of Fluoropolymers. Boca Raton, Florida, USA: CRC Press LLC, 2001, ISBN 0-8493-0246-3
- [74] Saechtling, H.: Kunststoff Taschenbuch. 26. Auflage. München : Hanser Verlag, 1995
- [75] Domininghaus, H.: Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften. 5. Auflage. Berlin, Heidelberg, New York : Springer, 1998
- [76] Victrex PEEK: Eigenschaften. Victrex Europa GmbH, Hauptstraße 11, D-65719 Hofheim, Nr. PROPGER/04/01 - Firmenschrift
- [77] Saint Gobain Grains and Powders. Online-Produktbeschreibung, <http://www.ekonol.com> (2004)
- [78] Teflon PTFE Compounds. Du Pont de Nemours Deutschland GmbH. Mai 1989. - Druckschrift E96215-2
- [79] Fluon: The moulding of PTFE granular powders. Asahi Glass Fluoropolymers, Technical Service Note F1, Oktober 2002 - Firmenschrift
- [80] Fluon: The processing of Fluon filled PTFE powders. Asahi Glass Fluoropolymers, Technical Service Note F8, September 2002 - Firmenschrift
- [81] Fluon: The extrusion of PTFE granular powders. Asahi Glass Fluoropolymers, Technical Service Note F2, September 2002 - Firmenschrift
- [82] DIN 53505, Ausgabe 2000/08 Prüfung von Kautschuk und Elastomeren - Härteprüfung nach Shore A und Shore D.
- [83] DIN EN ISO 604, Ausgabe 2003-12 Kunststoffe - Bestimmung von Druckeigenschaften (ISO 604:2002); Deutsche Fassung EN ISO 604:2003

- [84] DIN EN ISO 527-2 Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen (ISO 527-2:1993 einschließlich Corr. 1-1994); Deutsche Fassung EN ISO 527-2:1996
- [85] Ehrenstein, G.W.; Riedel, G.; Trawiel, P.: Praxis der Thermischen Analyse von Kunststoffen. München; Wien : Hanser, 1998
- [86] Dyneon Polytetrafluorethylen Produktübersicht. Kelsterbach: Dyneon GmbH, Werk Kelsterbach, September 1998 - Firmenschrift
- [87] Dixon Resine Valflon F: Hochleistungs Compounds auf PTFE-Basis, Produktbeschreibung, Mörfelden: Dixon Resine, 1996 - Firmenschrift
- [88] Zhang, Z.; Klein, P.; Friedrich, K.: Dynamic mechanical properties of PTFE based short fiber reinforced composites: experiment and artificial network prediction. Composites Science and Technology, 62 (2002), S. 1001-1009
- [89] Klein, P.; Friedrich, K.; Theiler, G.; Hübner, W.: Tribologische Untersuchungen an neuen PTFE-Verbundwerkstoffen für den Einsatz in kryogenen Medien. In: Tribologie Fachtagung 2000, Göttingen, September 25.-27., 2000. Moers: Gesellschaft für Tribologie, 2000, Band I, S. 9/1-9/10
- [90] Theiler, G.; Hübner, W.; Gradt, T.; Klein, P.; Friedrich, K.: Tribologisches Verhalten der Werkstoffpaarung Polymerverbundwerkstoff/Stahl bei tiefen Temperaturen. Tribologie und Schmierungstechnik, (2004) Nr. 4, S. 1-2
- [91] Rasterelektronenmikroskopie: Werkstoffverbesserungen und PTFE-Produkt-Schadensanalysen. Verfahrenstechnik, 85 (1995) Nr. 12, S. 62-63
- [92] Vanswijghenhoven, E; Kenis, K.: Sealing in a cryogenic environment - FEA study. Advanced Products Company, Belgien: Advanced Products nv, 2000 - Firmenschrift
- [93] Dyneon TFM PTFE die zweite PTFE-Generation: Für höchste Anforderungen und ganz neue Märkte. Produktinformation, Kelsterbach: Dyneon GmbH, Werk Kelsterbach, September 1998 - Firmenschrift
- [94] Kerbow, D. L.; Sperati, C. A.: Physical Constants of Fluoropolymers. In: Brandrup, J.; Immergut, E. H.; Grulke, E. A.. (Hrsg.): Polymer Handbook: 4th Ed. New York : Wiley & Sons, 1995, S. V31-V58
- [95] Carlson, D. P.; Schmiegel, W.: Fluoropolymers, Organic. In: Gerhartz, W. (Hrsg.): Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry. Weinheim [a.o.]: VCH Verlags Gesellschaft, 1994, Bd. A 11, S. 393-427
- [96] Füllstoff-Einfluss auf Abrieb, Reibung und Abrasion., Radevormwald: Heute+Comp, 1989 - Firmenschrift

- [97] Landheer, D.; Meesters, C.J.M.: Reibung und Verschleiß von PTFE-Compounds. *Kunststoffe*, 83 (1993) Nr. 12, S. 996-1001
- [98] Gradt, T.; Schneider, T.; Hübner, W.; Börner, H.: Friction and wear at low temperatures. *International Journal on Hydrogen Energy*, 23 (1998) Nr. 5, S. 397-403
- [99] Hübner, W.; Gradt, T.; Schneider, T.; Börner, H.: Tribological behaviour of materials at cryogenic temperatures. *Wear*, 216 (1998), S. 150-159
- [100] Theiler, G.; Hübner, W.; Gradt, T.; Klein, P.; Friedrich, K.: Friction and wear of PTFE-composites at cryogenic temperatures. *Tribology International*, 35 (2002), S. 449-458
- [101] Theiler, G.: PTFE- and PEEK-Matrix Composites for Tribological Applications at Cryogenic Temperatures and in Hydrogen. Berlin, Technische Universität Dissertation, (in Druck) 2005
- [102] Zhang, Z.; Klein, P.; Theiler, G.; Hübner, W.: Sliding performance of polymer composites in liquid hydrogen and liquid nitrogen. *Journal of Material Science*, 39 (2004), S. 1-7
- [103] Zhang, Z.; Breidt, C.; Chang, L.; Friedrich, K.: Wear of PEEK composites related to their mechanical performances. *Tribology International*, 37 (2004), S. 271-277
- [104] Zhang, Z.; Breidt, C.; Chang, L.; Hauptert, F.; Friedrich, K.: Enhancement of the wear resistance of epoxy: short carbon fibre, graphite, PTFE and nano-TiO₂. *Composites, Part A* 35, (2004), S. 1385-1392
- [105] Indumathi, J.; Bijwe, J.; Gosh, A. K.; Fahim, M.; Krishnaraj, N.: Wear of cryo-treated engineering polymers and composites. *Wear*, 225-229 (1999), S. 343-353
- [106] Boiko, Y. M.; Prud'homme, R. E.: Morphology of Fractured Polymer Surfaces Self-Bonded Below the Glass Transition Temperature. *Mechanics of Composite Materials*, 34 (1998) Nr. 5, 665-672
- [107] Tian, X.; Kennedy, F. E.: Contact Surface Temperature Models for Finite Bodies in Dry Sliding and Boundary Lubricated Sliding. *Journal of Tribology*, 115 (1993), S. 411-418
- [108] Tian, X.; Kennedy, F. E.: Maximum and Average Flash Temperatures in Sliding Contacts. *Journal of Tribology*, 115 (1993), S. 1-9
- [109] Kuhlmann-Wilsdorf, D.: Demystifying Flash Temperatures: I. Analytical Expressions Based on a Simple Model. *Materials Science and Engineering*, (1987), Nr. 93, S. 107-117

- [110] Kuhlmann-Wilsdorf, D.: Demystifying Flash Temperatures: II. First-order Approximation for Plastic Contact Spots. *Materials Science and Engineering*, (1987) Nr. 93, S. 119-133
- [111] Varadi, K.; Neder, Z.; Friedrich, K.; Flöck, J.: Numerical and finite element contact temperature analysis of real composite-steel surfaces in sliding contact. *Tribology International*, 31 (1998), Nr. 11, S. 669-686
- [112] Ashby, M. F.; Abulawi, J.; Kong, H. S.: Temperature Maps for Frictional Heating in Dry Sliding. *Tribology Transactions*, 34 (1991), Nr. 4, S. 577-587
- [113] Wang, Y.; Rodkiewicz, C. M.: Temperature maps for pin-on-disc configuration in dry sliding. *Tribology International*, 27 (1994), Nr. 4, S. 259-266
- [114] So, H.: Characteristics of wear results tested by pin-on-disc at moderate to high speeds. *Tribology International*, 29 (1996), Nr. 5, S. 415-423
- [115] Konya, L.; Varadi, K.; Friedrich, K.; Flöck, J.: Finite Element Heat Transfer Analysis of a PEEK-Steel Sliding Pair in a Pin-on-Disk Configuration. *Tribotest Journal*, 8 (2001), Nr. 1, S. 3-26
- [116] Medvedev, V. A.; Sviridenko, V. I.; Rybkin, N. P.; Gorbunova, V. G.: The Thermal Conductivity of F-4 PTFE at 5-310 K. *Measurement Techniques* (übersetzt aus *Izmeritel'naya Tekhnika*), 30 (1987), Nr. 5, S. 459-460
- [117] Brentari, E. G.; Smith, R. V.: Boiling Heat Transfer for Oxygen, Nitrogen, Hydrogen and Helium. *Advances in Cryogenic Engineering*, 10 (1965), S. 325-340

A Anhang

A.1 Herstellung der PEEK/PTFE/CF-Compounds

Trocknung

Die Trocknung des PEEK Granulates (Victrex 450 G) erfolgte bei 150°C über eine Dauer von 36 Stunden in einer Trockenkammer der Fa. Simar vom Typ KT 102 S. Auf eine Trocknung des PTFE (Dyneon TF 9207) und der Kohlenstofffasern (Kureha Kreca Chop M-2007S) wurde verzichtet.

Extrusion

Tabelle A.1: Extrusionsparameter der PEEK-Compounds

Compound		P1	P2	P3	P4	P5
Temperierparameter						
Temperierzone 1	[°C]	60	60	61	61	60
Temperierzone 2	[°C]	342	379	345	345	340
Temperierzone 3	[°C]	381	380	380	381	381
Temperierzone 4	[°C]	381	380	380	380	380
Temperierzone 5	[°C]	380	380	380	380	380
Temperierzone 6	[°C]	380	380	380	380	386
Temperierzone 7	[°C]	389	390	390	390	390
Temperierzone 8	[°C]	390	390	390	390	390
Temperierzone 9	[°C]	390	390	390	390	390
Zylinderkopftemperatur	[°C]	390	390	390	390	390
Schmelze	[°C]	399	399	399	399	399
Dosierung						
PEEK-Matrix (Victrex 450 G)	[kg/h]	4,5	3,5	3,5	4,5	3,3
PTFE (Dyneon TF 9207)	[kg/h]	0,6	0,75	1,1	0,9	0,9
CF (Kureha Kreca Chop M-2007S)	[kg/h]	0,9	0,75	0,81	0,6	1,8
Extruder						
Schneckendrehzahl	[U/min]	60	60	60	60	60
Abzug	[m/s]	10,8	10,8	10,8	9,3	9,3
Drehmoment	[%]	49	44	45	45	49
Massedruck am Zylinderkopf	[MPa]	35	34	30	34	38
Leistung	[kW]	0,6	0,6	0,6	0,7	0,8
Werkzeug	[-]	1 Strang				
Schnecken Aufbau	[-]	abgestimmt auf PEEK Verarbeitung				
Art der Kühlung	[-]	Wasserbad und Bandabzug				

A.2 Verarbeitung der PEEK/PTFE/CF-Compounds

Trocknung

Die Trocknung erfolgte in o.g. Trockenkammer bei 150°C über eine Dauer von 12 Stunden.

Spritzgussverarbeitung

Tabelle A.2: Spritzgussparameter der PEEK-Compounds

Temperierparameter		
Einfülltrichter	[°C]	45
Temperierzone 1	[°C]	360
Temperierzone 2	[°C]	370
Temperierzone 3	[°C]	385
Temperierzone 4	[°C]	390
Düsenheizung	[°C]	390
Werkzeug		
Werkzeugtemperatur	[°C]	170
Werkzeugform	[mm]	80 x 80 x 4
Schneckeneinstellungen		
Schneckendrehzahl	[U/min]	12
Dosiereinstellung	[cm ³]	77
Restmassepolster	[cm ³]	5
Drücke		
Einspritzdruck	[bar]	1300
Nachdruck	[bar]	600
Zeiten		
Einspritzzeit	[s]	0,5
Nachdruckzeit	[s]	11,3
Kühlzeit	[s]	30,0

A.3 Berechnung von Kontakttemperaturen (siehe Kapitel 6)

Die Berechnung der Kontakttemperatur kann als Problem der eindimensionalen Wärmeleitung betrachtet werden. Wärmeverluste durch Konvektion werden in dieser Betrachtung nicht berücksichtigt. Die dafür zugrunde liegende Gleichung ist:

$$q = \lambda \cdot \frac{\Delta T}{l} \quad (\text{A.1})$$

Diese Gleichung gilt sowohl für die Wärmeleitung von der Kontaktfläche in die Verbundwerkstoffprobe als auch für die Wärmeleitung in den Gegenkörper. Dabei wird davon ausgegangen, dass die nominelle Kontakttemperatur in der Kontaktfläche für beide Partner gleich ist. Die für die Erwärmung der Kontaktpartner zur Verfügung stehende Wärmestromdichte q_r berechnet sich aus dem Quotienten von Reibleistung zu nomineller Kontaktfläche.

$$\dot{Q} = W_r = \mu F_N v = \mu F_N r \omega \quad (\text{A.2})$$

$$q_r = \frac{\dot{Q}}{A_N} \quad (\text{A.3})$$

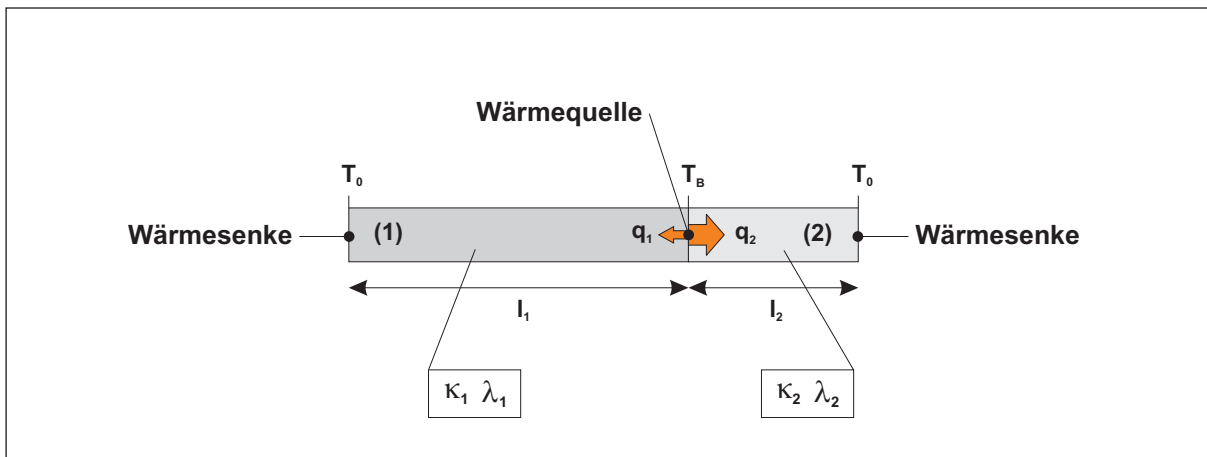


Bild A.1: Lineare Wärmeleitung in zwei Körpern mit der Kontakttemperatur T_B und Wärmesenken der Temperatur T_0

Für eine eindimensionale Wärmeleitung in zwei Körpern unterschiedlicher Wärmeleitfähigkeit, unterschiedlicher Länge, aber gleicher Umgebungs- und Kontakttemperatur (s. Bild A.1) erhält man folgende Gleichung:

$$q_r = \frac{\mu F_N v}{A_N} = \lambda_1 \frac{\Delta T}{l_1} + \lambda_2 \frac{\Delta T}{l_2} \quad (\text{A.4})$$

Aufgelöst nach der Temperaturdifferenz ΔT gilt:

$$\Delta T = \frac{\mu F_N v}{A_N} \cdot \left[\frac{1}{\frac{\lambda_1}{l_1} + \frac{\lambda_2}{l_2}} \right] \quad (\text{A.5})$$

Um diese relativ einfache Gleichung für die Beschreibung der Stift-Scheibe-Anordnung heranziehen zu können, müssen die von dem idealen Fall der eindimensionalen Wärmeleitung abweichende Geometrie und Randbedingungen integriert werden. Die Komplexität des Problems Stift-Scheibe-Anordnung kann durch äquivalente Längen l_{1b} und l_{2b} ausgedrückt werden. Sie beinhalten die Geometrie der Probe, die Kontaktfläche zum Probenhalter und die Wärmeleitfähigkeit von Probe und Probenhalter.

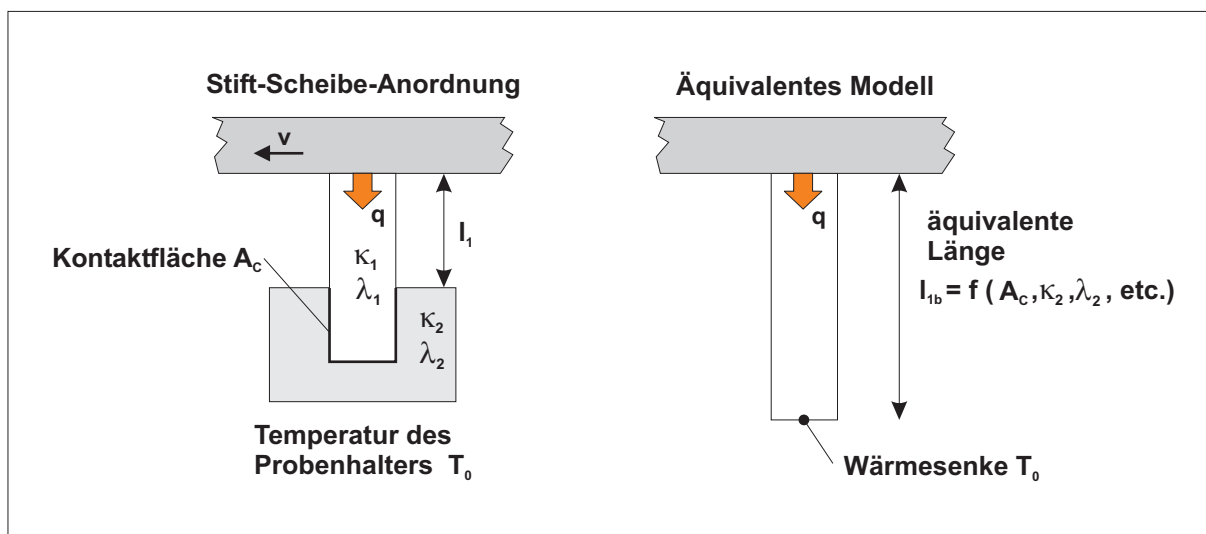


Bild A.2: Veranschaulichung der äquivalenten Längen

Für die Stift-Scheibe-Anordnung wurden von Ashby [112] die folgenden beiden Gleichungen A.6 und A.7 für die Berechnung der äquivalenten Längen aufgestellt. l_{1b} beschreibt den Fall für die Wärmeleitung durch die Probe in den Probenhalter, l_{2b} beschreibt die Wärmeleitung in die Gegenkörperscheibe.

$$l_{1b} = l_1 + \frac{A_N \lambda_1}{A_{C1} h_{C1}} \quad (\text{A.6})$$

$$l_{2b} = \frac{a}{\sqrt{\pi}} \arctan \left[\frac{2\pi \kappa_2}{a v} \right]^{1/2} \quad (\text{A.7})$$

Eingesetzt in Gleichung A.5 ergibt sich folgende Gleichung A.8. Die eingesetzten Größen sind auf der folgenden Seite aufgelistet.

$$\Delta T = \frac{\mu F_N v}{A_N} \cdot \left[\frac{1}{\frac{\lambda_1}{l_{1b}} + \frac{\lambda_2}{l_{2b}}} \right] \quad (\text{A.8})$$

Beschreibung der Formelzeichen

a	halbe Kantenlänge der quadratischen Kontaktfläche [m]
A_{c1}	Kontaktfläche zur Wärmesenke (Probenhalter) [m^2]
A_N	nominelle Kontaktfläche, quadratisch, Kantenlänge $2a$, $A_N = (2a)^2$ [m^2]
F_N	Normalkraft [N]
h_{c1}	Wärmeübergangskoeffizient, Kontakt Probe - Probenhalter [$W/m^2 K$]
h_v	Verdampfungswärme von LN_2 [kJ/kg]
l_1, l_2	Längen zwischen Kontaktfläche und Wärmesenke [m]
l_{1b}	äquivalente Länge zwischen Kontaktfläche und Probenhalter [m]
l_{2b}	äquivalente Länge für die Wärmeleitung in die Gegenkörperscheibe [m]
μ	Reibungskoeffizient [1]
q	Wärmestromdichte [W/m^2]
q_r	Wärmestromdichte durch Reibungswärme [W/m^2]
q_v	Verdampfungsenergiedichte [W/m^2]
\dot{Q}	Wärmestrom [W]
r	Radius der kreisförmigen Gleitbewegung [m]
T_B	Ausgangstemperatur [K]
T_C	maximale Kontakttemperatur [K]
ΔT	Temperaturdifferenz [K]
ΔT_{nom}	nominelle Temperaturerhöhung [K]
v	Gleitgeschwindigkeit [m/s]
\dot{V}	Volumenstrom [m^3/s]
W_r	Reibungsarbeit [W]
κ_1	Temperaturleitfähigkeit der Verbundwerkstoffprobe [m^2/s]
κ_2	Temperaturleitfähigkeit von Stahl [m^2/s]
λ_1	Wärmeleitfähigkeit der Verbundwerkstoffprobe [$W/m K$]
λ_2	Wärmeleitfähigkeit von Stahl [$W/m K$]
ω	Winkelgeschwindigkeit [$1/s$]
ρ	Dichte [kg/m^3]

Berechnung der Kontakttemperatur bei Versuchen bei Raumtemperatur

l_1 beschreibt die freie Länge der im Probenhalter eingespannten Probe. Bei den meisten Versuchen lag diese Länge bei ca. 4 mm. λ_1 ist die Wärmeleitfähigkeit der Probe. Hier wurde die Wärmeleitfähigkeit von PTFE verwendet. A_{C1} ist die Kontaktfläche der Probe zum Probenhalter. Die Probe wird von zwei Seiten geklemmt. Die Kontaktfläche beträgt 77 mm^2 . h_{C1} ist der Wärmeübergangskoeffizient für den Kontakt zwischen Probe und Probenhalter. Für diesen Wert muss eine Annahme gemacht werden. $10 \text{ [W/m}^2 \text{ K]}$ sind sicher niedriger als der tatsächliche Wert. Für diese Abschätzung bedeutet dies, dass die Kontakttemperatur tatsächlich eher niedriger ist als hier berechnet. Die Länge l_{1b} hat jedoch aufgrund der stark unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeiten von Stahl und PTFE einen sehr geringen Einfluss auf die Kontakttemperaturerhöhung. Die Länge l_{2b} beschreibt die Wärmeleitung in die Gegenkörperscheibe. In diese Berechnung gehen die Gleitgeschwindigkeit, die Temperaturleitfähigkeit des Stahls und die Größe der Probe ein.

$$\begin{aligned}
 l_{1b} &= l_1 + \frac{A_N \lambda_1}{A_{C1} h_{C1}} \\
 &= 4 \cdot 10^{-3} \text{ [m]} + \frac{16 \cdot 10^{-6} \text{ [m}^2\text{]} \cdot 0,25 \text{ [W/m K]}}{77 \cdot 10^{-6} \text{ [m}^2\text{]} \cdot 10 \text{ [W/m}^2 \text{ K]}} \\
 &= 9,195 \cdot 10^{-3} \text{ [m]} \\
 \\
 l_{2b} &= \frac{a}{\sqrt{\pi}} \arctan \left[\frac{2\pi \kappa_2}{av} \right]^{1/2} \\
 &= \frac{2 \cdot 10^{-3} \text{ [m]}}{\sqrt{\pi}} \arctan \left[\frac{2\pi \cdot 12,78 \cdot 10^{-6} \text{ [m}^2\text{/s]}}{2 \cdot 10^{-3} \text{ [m]} \cdot 1 \text{ [m/s]}} \right]^{1/2} \\
 &= 2,231 \cdot 10^{-4} \text{ [m]}
 \end{aligned}$$

Mit den obigen Gleichungen und den Standardversuchsparametern (1 m/s , 1 MPa bzw. 16 N) berechnet sich die nominelle Kontakttemperaturerhöhung wie folgt:

$$\begin{aligned}
 \Delta T_{nom} &= \frac{\mu F_N v}{A_N} \cdot \left[\frac{1}{\frac{\lambda_1}{l_{1b}} + \frac{\lambda_2}{l_{2b}}} \right] \\
 &= \frac{0,5 \cdot 16 \text{ [N]} \cdot 1 \text{ [m/s]}}{16 \cdot 10^{-6} \text{ [m}^2\text{]}} \cdot \left[\frac{1}{\frac{0,24 \text{ [W/m K]}}{9,19 \cdot 10^{-3} \text{ [m]}} + \frac{46 \text{ [W/m K]}}{2,231 \cdot 10^{-4} \text{ [m]}}} \right] \\
 &= 2,42 \text{ [K]}
 \end{aligned}$$

Berechnung der Kontakttemperatur in flüssigem Stickstoff LN₂

$$\Delta T_{nom} = (q_r - q_v) \left[\frac{1}{\frac{\lambda_1}{l_{1b}} + \frac{\lambda_2}{l_{2b}}} \right]$$

Berechnung der Verdampfungswärme eines dünnen Flüssigkeitsfilms:

Der Volumenstrom \dot{V} berechnet sich aus der Breite der Probe (4 mm), der Höhe des Flüssigkeitsfilms ($0,5 \mu\text{m}$) und aus der Gleitgeschwindigkeit v ($0,2 \text{ m/s}$). Die Verdampfungswärme von LN₂ beträgt $\sim 200 \text{ kJ/kg}$, die Dichte beträgt 830 kg/m^3 . Die Kontaktfläche ist 16 mm^2 . Aus diesen Größen berechnet sich die Verdampfungswärme q_v , die zur Kühlung der Kontaktfläche zur Verfügung steht. Die Wärmestromdichte aufgrund der Reibung q_r berechnet sich aus den Versuchsparametern ($0,2 \text{ m/s}$, $3,12 \text{ MPa}$) und dem Reibungskoeffizienten. Dieser beträgt bei den hier betrachteten Versuchen in LN₂ ca. $0,1$.

$$\begin{aligned} q_v &= \frac{\dot{V} \rho h_v}{A_N} \\ &= \frac{4 \cdot 10^{-10} [\text{m}^3/\text{s}] \cdot 830 [\text{kg}/\text{m}^3] \cdot 200 [\text{kJ}/\text{kg}]}{16 \cdot 10^{-6} [\text{m}^2]} \\ &= 4150 [\text{W}/\text{m}^2] \\ \\ q_r &= \frac{\mu F_N v}{A_N} \\ &= \frac{0,1 \cdot 50 [\text{N}] \cdot 0,2 [\text{m}/\text{s}]}{16 \cdot 10^{-6} [\text{m}^2]} \\ &= 62500 [\text{W}/\text{m}^2] \end{aligned}$$

Die freie Länge der eingespannten Probe beträgt 4 mm . Die Probe ist von 4 Seiten mit flüssigem Stickstoff umgeben. Der Wärmeübergang von Probe zu Flüssigkeit durch Konvektion kann hier nicht vernachlässigt werden. Die äquivalente Länge der Wärmeleitung muss daher wesentlich kürzer sein als 4 mm . Die äquivalente Länge der Wärmeleitung durch die Probe wird daher mit der halben Kantenlänge der Kontaktfläche abgeschätzt: Annahme $l_{1b} = 2 \text{ mm}$.

$$l_{1b} = 2 \cdot 10^{-3} [m]$$

$$\begin{aligned} l_{2b} &= \frac{a}{\sqrt{\pi}} \arctan \left[\frac{2\pi \kappa_2}{av} \right]^{1/2} \\ &= \frac{2 \cdot 10^{-3} [m]}{\sqrt{\pi}} \arctan \left[\frac{2\pi \cdot 12,78 \cdot 10^{-6} [m^2/s]}{2 \cdot 10^{-3} [m] \cdot 0,2 [m/s]} \right]^{1/2} \\ &= 4,753 \cdot 10^{-4} [m] \end{aligned}$$

Mit den obigen Gleichungen und den Versuchsparametern ($0,2 m/s$, $3,12 MPa$ bzw. $50 N$) berechnet sich die nominelle Kontakttemperaturerhöhung wie folgt:

$$\begin{aligned} \Delta T &= (q_r - q_v) \left[\frac{1}{\frac{\lambda_1}{l_{1b}} + \frac{\lambda_2}{l_{2b}}} \right] \\ &= (62500 [W/m^2] - 4150 [W/m^2]) \left[\frac{1}{\frac{0,24 [W/mK]}{2 \cdot 10^{-3} [m]} + \frac{46 [W/mK]}{4,75 \cdot 10^{-4} [m]}} \right] \\ &= 0,60 [K] \end{aligned}$$

Ohne Berücksichtigung eines Flüssigkeitsfilms ergibt sich eine geringfügig höhere Kontakttemperaturerhöhung:

$$\begin{aligned} \Delta T_{nom} &= \frac{\mu F_N v}{A_N} \cdot \left[\frac{1}{\frac{\lambda_1}{l_{1b}} + \frac{\lambda_2}{l_{2b}}} \right] \\ &= \frac{0,1 \cdot 50 [N] \cdot 0,2 [m/s]}{16 \cdot 10^{-6} [m^2]} \left[\frac{1}{\frac{0,24 [W/mK]}{2 \cdot 10^{-3} [m]} + \frac{46 [W/mK]}{4,75 \cdot 10^{-4} [m]}} \right] \\ &= 0,64 [K] \end{aligned}$$

Betreute Studien- und Diplomarbeiten

1. Herrgen, M.: Untersuchung der tribologischen Eigenschaften von Gleitelementwerkstoffen auf PTFE-Basis. Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, IVW-Bericht 00-011 (2000)
2. Zamel, M.: Optimierung des Reibungs- und Verschleißverhaltens von Polyetheretherketon durch Zugabe von PPSO₂, PTFE und Kohlenstofffasern. Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, IVW-Bericht 00-012 (2000)
3. Souvatzis, A.: Fretting wear of different fluoropolymer coatings on aluminium substrates. Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, IVW-Bericht 28-07-03 (2003)

Liste der Veröffentlichungen

1. Hübner, W.; Mulet, G.; Gradt, T.; Klein, P.; Friedrich, K.: Untersuchungen zum Einfluss kryogener Medien auf den Materialtransfer im Tribosystem Polymer-Komposit/Stahl. Tribologie u. Schmierungstechnik 48 (2001) 6, S. 8-12
2. Zhang, Z.; Klein, P.; Friedrich, K.: Dynamic mechanical properties of PTFE based short carbon fibre reinforced composites: experiment and artificial neural network prediction. Composites Science and Technology 62 (2002), S. 1001-1009
3. Theiler, G.; Hübner, W.; Gradt, T.; Klein, P.; Friedrich, K.: Friction and Wear of PTFE Composites at Cryogenic Temperatures. Tribology Intern. 35 (2002) 7, S. 449-458
4. Klein, P.; Friedrich, K.; Zhang, Z.; Theiler, G.; Hübner, W.: Zur Bildung von Transferfilmen bei ausgewählten PTFE-Compounds. Tribologie und Schmierungstechnik 4 (2003), S. 32-36
5. Zhang, Z.; Klein, P.; Theiler, G.; Hübner, W.: Sliding performance of polymer composites in liquid hydrogen and liquid nitrogen, Journal of Materials Science 39 (2004), S. 2989-2995
6. Hübner, W.; Mulet, G.; Friedrich, K.; Klein, P.: Untersuchungen zum Einfluss kryogener Medien auf den Materialtransfer im Tribosystem Polymer-Komposit/Stahl. Tribologie-Fachtagung 2000 "Reibung, Schmierung und Verschleiß", Göttingen 25.-27.09.2000. Tagungsbände. Band I, S. 12/1-12/10
7. Klein, P.; Friedrich, K.; Mulet, G.; Hübner, W.: Tribologische Untersuchungen an neuen PTFE-Verbundwerkstoffen für den Einsatz in kryogenen Medien. Tribologie-Fachtagung 2000 "Reibung, Schmierung und Verschleiß", Göttingen 25.-27.09.2000. Tagungsbände. Band I, S. 9/1-9/10
8. Mulet, G.; Hübner, W.; Klein, P.; Friedrich, K.: Tribologische Eigenschaften ausgewählter PTFE-Werkstoffe bei tiefen Temperaturen. Gleitverschleiß polymerer Verbundwerkstoffe zwischen Raumtemperatur und 4,2 K. BAM Tagungsbericht. BAM-Sonderheft 3-2001. Berlin: BAM 2001, S. 19-26
9. Klein, P.; Friedrich, K.; Mulet, G.; Hübner, W.: Untersuchungen zum Verschleißverhalten ausgewählter PTFE-Werkstoffe bei Raumtemperatur. Gleitverschleiß polymerer Verbundwerkstoffe zwischen Raumtemperatur und 4,2 K. BAM Tagungsbericht. BAM-Sonderheft 3-2001. Berlin: BAM 2001, S. 13-18

10. Mulet, G.; Hübner, W.; Klein, P.; Friedrich, K.: Tribological Behaviour of PTFE-Composite against Steel at Cryogenic Temperatures. 2nd World Tribology Congress. Wien 2001. Abstracts, S. 608
11. Klein, P.; Zhang, Z.; Friedrich, K.; Mulet, G.; Hübner, W.: Temperatureentwicklung beim Gleitverschleiß und mechanische Eigenschaften von PTFE/PAR/CF-Compounds. Tribologie-Fachtagung 2001 "Reibung, Schmierung und Verschleiß", Göttingen 24.-26.09.2001. Tagungsbände. Band I, S. 19/1-19/10
12. Klein, P.; Friedrich, K.; Mulet, G.; Hübner, W.: Tribological Investigations on PTFE/PAR/CF-Compounds for the Use at Low Temperatures. (Poster) Wear of Materials 2001, Vancouver, 23-27 April 2001
13. Klein, P.; Zhang, Z.; Friedrich, K.; Theiler, G.; Hübner, W.: Influence of Cryogenic Treatment on the Wear Resistance of Short Carbon Fiber Reinforced PTFE-Composites. IUPAC World Polymer Congress 2002, 39th International Symposium on Macromolecules (MACRO 2002), July 1-12, 2002 Beijing, China. Preprints (Part 2), 9e-4P-39
14. Theiler, G.; Hübner, W.; Gradt, T.; Klein, P.; Friedrich, K.: Influence of low temperatures and environmental media on the frictional characteristics of PTFE composites. Proc. 19th Intern. Cryogenic Engineering Conf., ICEC 19, Grenoble, Frankreich, 22-26 July 2002, S. 717-720
15. Theiler, G.; Meine, K.; Hübner, W.; Klein, P.; Friedrich, K.: Thermal shock cycle experiments between room and cryogenic temperatures on polymer composites. ICEC 19, Grenoble, Frankreich, 22-26 July 2002, S. 729-732
16. Klein, P.; Zhang, Z.; Friedrich, K.; Theiler, G.; Hübner, W.: Zur Bildung von Transferfilmen bei ausgewählten PTFE-Compounds. Tribologie-Fachtagung 2002 "Reibung, Schmierung und Verschleiß", Göttingen 23.-25.09.2002, Band I, S. 8/1-8/11
17. Theiler, G.; Hübner, W.; Klein, P.; Friedrich, K.: Oberflächencharakterisierung von Paarungen PTFE-Komposit/Stahl nach tribologischer Beanspruchung in LN₂, LH₂ und LHe - Rolle der Kältemittel -. BAM Tagungsbericht. BAM-Sonderheft 2003. Berlin: BAM 2003, S. 17-23
18. Klein, P.; Friedrich, K.; Theiler, G.; Hübner, W.: Mechanische und tribologische Eigenschaften von PTFE/PEEK/CF-Verbundwerkstoffen. BAM Tagungsbericht. BAM-Sonderheft 2003. Berlin: BAM 2003, S. 11-17
19. Klein, P.; Mulet, G.; Hübner, W.; Friedrich, K.: Tribological Properties of PTFE/PEEK/CF Composites. International Workshop on Polymers and Composites at IVW Kaiserslautern: Invited Humboldt-Fellows and Distinguished Scientists, May 22-24, 2003 University of Kaiserslautern (Poster)

20. Theiler, G.; Hübner, W.; Klein, P.; Friedrich, K.: Tribologisches Verhalten der Werkstoffpaarung Verbundwerkstoff/Stahl bei tiefen Temperaturen. Tribologie--Fachtagung 2003, Göttingen, 22.-24.09.2003, Band I, S. 8/1-8/12
21. Theiler, G.; Hübner, W.; Gradt, T.; Klein, P.; Friedrich, K.: Reibung und Verschleiß von kohlenstofffaser-gefüllten Polymeren bei Raumtemperatur und tiefen Temperaturen. DGM-Tagung "Reibung und Verschleiß", Fürth, 10.-12. März 2004
22. Klein, P.; Friedrich, K.; Mulet, G.; Hübner, W.: Verschleißfeste Polymer-Verbundwerkstoffe für den Einsatz unter kryogenen Bedingungen. IVW-Kolloquium/Institut für Verbundwerkstoffe GmbH - 2000, 11.-12. Oktober 2000, Kaiserslautern; IVW-Schriftenreihe (Hrsg.: Prof. Dr.-Ing. M. Neitzel), Band 4, S. 211-214 (ISBN 3-934930-04-2)
23. Friedrich, K.; Zhang, Z.; Klein, P.: Wear of Polymer Composites. In: Wear - Materials, Mechanisms and Practice, edited by Stachowiak G.W., The Institution of Mechanical Engineers, Professional Engineering Publishing Ltd., (in Vorbereitung)
24. Klein, P.; Friedrich, K.; Mulet, G.; Hübner, W.: Reibungs- und Verschleißverhalten von PTFE/PAR/CF-Compounds bei Raumtemperatur. (Vortrag) Sitzung des AK "Werkstoffkundliche Aspekte des Verschleißes und der Zerspanung" der DGM, Dresden, 20.09.2001