

**Technische Universität Wien**  
**Diplomarbeit**  
**Tribologische Bewertung von neuartigen**  
**Übergangsmetallcarbochalkogeniden**  
**(TMCCs) als Festschmierstoffe**



**TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
WIEN**  
Vienna | Austria

verfasst von

**Frederik Albin Brezlan**

(Matr.-Nr. 01425152, Stud.-KHz. 066 482)

im Rahmen der Lehrveranstaltung

Diplomarbeit

Masterstudium Wirtschaftsingenieurwesen - Maschinenbau

Studienjahr 2024/2025

unter Anleitung von

Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Carsten Gachot

Forschungsbereich Tribologie (E307-02-3)

Institut für Konstruktionswissenschaften und Produktentwicklung (E307)

Technische Universität Wien

Wien, 20. Februar 2025

## Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht. Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein.

Wien, März, 2025



Unterschrift

# Abstract

Tribologische Systeme sind essenziell für eine Vielzahl technischer Anwendungen, bei denen Reibung und Verschleiß reduziert werden müssen. Insbesondere in Hochleistungsanwendungen, in denen konventionelle Schmierstoffe an ihre physikalischen Grenzen stoßen, gewinnen Festschmierstoffe zunehmend an Bedeutung. Eine vielversprechende neue Materialklasse in diesem Bereich sind die sogenannten Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs), zweidimensionale (2D) Schichtmaterialien mit potenziell herausragenden tribologischen Eigenschaften. Diese Arbeit untersucht systematisch die Reibungs- und Verschleißmechanismen von TMCCs, sowohl in Pulverform als auch als Beschichtung, unter Verwendung verschiedener Gegenkörpermaterialien.

Zunächst werden die theoretischen Grundlagen von Festschmierstoffen erläutert, mit besonderem Fokus auf schichtstrukturierte Schmierstoffe und ihre Mechanismen der Reibungsreduktion. Dabei werden die strukturellen und chemischen Eigenschaften der TMCCs analysiert und mit etablierten Festschmierstoffen wie  $\text{MoS}_2$  oder  $\text{WS}_2$  verglichen. Anschließend erfolgt die Darstellung der Synthesemethoden von TMCCs und deren potenzielle Anwendungen in tribologischen Systemen.

Im experimentellen Teil der Arbeit wurden TMCCs zunächst als Pulver auf Stahlproben getestet, um deren tribologische Eigenschaften zu evaluieren. Die Reibungsmessungen erfolgten mittels Tribometerversuchen (ball-on-disk), bei denen unterschiedliche Gegenkörpermaterialien ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC, 100Cr6, PTFE) eingesetzt wurden. Anschließend wurden die Pulver in Beschichtungen überführt, die mithilfe einer Airbrush-Technik aufgetragen wurden. Die erzielten Reibungskoeffizienten wurden mit denen der Pulverexperimente verglichen.

Die Charakterisierung der TMCCs erfolgte mittels einer umfassenden Topographieanalyse, durchgeführt mit einem Laserkonfokalmikroskop, um Verschleißmuster und Oberflächenveränderungen nach den Triboversuchen zu identifizieren. Ergänzend wurden Raman-Spektroskopie-Messungen durchgeführt, um Veränderungen in der chemischen Zusammensetzung nach mechanischer

Beanspruchung zu analysieren. Insbesondere wurden die Spektren der Gleitbahnen, der Randbereiche mit angesammelten Partikeln sowie der reinen Pulver verglichen. Dabei wurden typische Oxidationsprodukte sowie Strukturveränderungen identifiziert, die Rückschlüsse auf die tribochemischen Mechanismen erlauben. Zusätzlich wurde eine Augerelektronenspektroskopie (AES) durchgeführt, um die chemischen Zusammensetzungen der tribologisch beanspruchten Oberflächen präzise zu bestimmen. Um die morphologische, strukturelle und chemische Beschaffenheit der TMCC-Partikel sowie der gebildeten Tribofilme detailliert zu untersuchen, wurden Rasterelektronenmikroskopie (REM) in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS) sowie Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) eingesetzt.

Die Ergebnisse zeigen, dass die TMCCs als Festschmierstoffe deutliche Unterschiede in der Reibungsperformance aufweisen, abhängig von der jeweiligen chemischen Zusammensetzung sowie dem verwendeten Gegenkörpermaterial. Während einige TMCCs unter bestimmten Bedingungen niedrige Reibungskoeffizienten zeigten, traten bei anderen stärkere Verschleißmechanismen auf. Die Kombination von Raman- und AES-Messungen sowie detaillierter REM/EDS- und TEM-Analysen ermöglicht eine umfassende Charakterisierung der tribologisch induzierten Oberflächenreaktionen und morphologischen Veränderungen. Besonders bemerkenswert ist, dass einige TMCCs tribochemische Umwandlungen durchliefen, die zur Bildung reibungsmindernder oder -erhöhender Phasen führten.

Die Arbeit liefert wertvolle Erkenntnisse für die Entwicklung neuer, leistungsfähiger Festschmierstoffe auf Basis von TMCCs. Die gewonnenen Ergebnisse zeigen, dass durch gezielte Materialauswahl und Modifikation der Oberflächenstruktur die tribologischen Eigenschaften optimiert werden können. Zukünftige Studien sollten sich darauf konzentrieren, die Langzeitstabilität der Beschichtungen zu verbessern und die tribochemischen Prozesse gezielt zu steuern, um die Effizienz von TMCCs als Festschmierstoffe weiter zu erhöhen.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b> .....	<b>8</b>
1.1 Ausgangslage.....	8
1.2. Zielsetzung der Arbeit und Gang der Argumentation.....	10
<b>2. Theoretische Grundlagen</b> .....	<b>13</b>
2.1. Festschmierstoffe.....	13
2.2.1. Festschmierstoffe - Allgemeine Informationen:.....	13
2.2.1.2 Klassifizierung von Festschmierstoffen.....	15
2.2.1.3. Physikalische und chemische Eigenschaften von Festschmierstoffen.....	20
2.2.1.4 Anwendungsbereiche von Festschmierstoffen.....	21
2.2.1.5. Mechanismen der Schmierwirkung von Festschmierstoffen.....	22
2.2.1.6. Thermische Stabilität und chemische Reaktivität.....	25
2.2.2. Festschmierstoffe als Beschichtungen.....	27
2.2.2.1. Klassifikation von Beschichtungen.....	27
2.2.2.3. Mechanismen der Schmierwirkung in Beschichtungen.....	32
2.2.2.4. Eigenschaften von Beschichtungen mit Festschmierstoffen.....	36
2.2.2.5. Fortschritte in der Forschung.....	38
2.2.2.7. Schlussfolgerung.....	40
2.3. Transition Metal Carbo Chalcogenides (TMCCs) – Eine neue Klasse von 2D-Materialien.....	42
2.3.1. Einleitung.....	42
2.3.2. Synthesemethoden von TMCCs.....	45
2.3.3. Strukturelle und chemische Eigenschaften.....	46
2.3.4. Mechanische und tribologische Eigenschaften.....	48
2.3.5. Anwendungen von TMCCs.....	51
2.3.6. Fazit und Ausblick.....	52
<b>3. Methodik</b> .....	<b>54</b>
3.1. Tribometrie.....	54
3.1.1. Ausgangslage & Spezifikationen.....	54
3.1.2. Tribometrieversuche: ball-on-disk am RTEC Tribometer.....	56
3.1.2.1. Ergebnisse der Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C Tribometerversuche (Pulver auf Substrat).....	56
3.1.2.2. Ergebnisse der Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C Tribometerversuche (Pulver auf Substrat).....	69
3.1.2.3. Ergebnisse der Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C Tribometerversuche mit Counterbody-Variation	75
3.1.2.4. Ergebnisse der TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C Tribometerversuche mit Counterbody-Variation..	78
3.1.2.5. Ergebnisse der Powder-Variation mit SiC Gegenkörper.....	81
3.1.2.6. Schlussfolgerung.....	83
3.1.3. Tribometrieversuche: Beschichtungen.....	84
3.1.3.1. Durchführung.....	84
3.1.3.2. Ergebnisse Powder Variation mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Counterbody.....	86
3.1.3.3. Ergebnisse Powder Variation mit SiC Counterbody.....	88

<b>4. Charakterisierungen &amp; Interpretation.....</b>	<b>90</b>
4.1. Topographieanalyse der TMCC Beschichtungen.....	90
4.1.1. Analyse der Laserkonfokalmikroskopie der Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	91
4.1.2. Analyse der Laserkonfokalmikroskopie der Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gegenkörper.....	94
4.1.3. Analyse der Laserkonfokalmikroskopie der TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gegenkörper.....	97
4.1.4. Analyse der Laserkonfokalmikroskopie der Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	101
4.2. Ramanspektroskopie.....	104
4.2.1. Analyse des Raman-Spektrums von Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper.....	106
4.2.2. Analyse des Raman-Spektrums von Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C auf dem Tribofilm mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gegenkörper.....	108
4.2.3. Analyse des Raman-Spektrums von Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper.....	111
4.2.4. Analyse des Raman-Spektrums von TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper.....	113
4.3. Augerelektrospektroskopie.....	116
4.3.1. AMES-Analyse der TMCC-Pulver (Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C und Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C).....	116
4.4. Rasterelektronenmikroskopie / Energiedispersive Röntgenspektroskopie.....	118
4.5. Transmissionselektronenmikroskopie.....	122
<b>Schlussfolgerung.....</b>	<b>126</b>
<b>Quellen.....</b>	<b>129</b>
<b>Anhang.....</b>	<b>131</b>

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung der Schichtstruktur typischer Festschmierstoffe.....	13
Abbildung 2: Atomare Struktur von Molybdändisulfid (MoS <sub>2</sub> ).....	16
Abbildung 3: Schematische Darstellung der hexagonalen Bornitrid (h-BN)-Struktur.....	17
Abbildung 4: Schematische Darstellung der verschiedenen Kohlenstoffstrukturen.....	19
Abbildung 5: Schematische Darstellung des Adhäsionsmechanismus.....	23
Abbildung 6: Schematische Darstellung des physikalischen Gasphasenabscheidungsprozesses.....	30
Abbildung 7: Schematische Darstellung des chemischen Gasphasenabscheidungsprozesses.....	31
Abbildung 8: Schematische Darstellung der Reaktionsschichtbildung.....	34
Abbildung 9: Schematische Darstellung einer tribochemischen Reaktion.....	35
Abbildung 10: Mehrschichtige TMCC-Pulver.....	42
Abbildung 11: CoF-Ergebnisse Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit Counterbody-Variation.....	61
Abbildung 12: CoF-Ergebnisse Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit SiC Counterbody.....	63
Abbildung 13: CoF-Ergebnisse Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> und Load-Variation.....	66
Abbildung 14: CoF-Ergebnisse Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit Counterbody-Variation.....	70
Abbildung 15: CoF-Ergebnisse Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit Counterbody-Variation.....	75
Abbildung 16: CoF-Ergebnisse TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit Counterbody-Variation.....	78
Abbildung 17: CoF-Ergebnisse der Powder-Variation mit SiC Gegenkörper.....	81
Abbildung 18: CoF-Ergebnisse Powder Variation mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Counterbody.....	87
Abbildung 19: CoF-Ergebnisse Powder Variation mit SiC Counterbody.....	89
Abbildung 20: Laser-optische Aufnahme des Laserkonfokalmikroskops der Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	92
Abbildung 21: Topographie und Materialverteilung der Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	93
Abbildung 22: Triboschichtbildung/Materialtransfer der Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	94
Abbildung 23: Laser-optische Aufnahme des Laserkonfokalmikroskops der Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	95
Abbildung 24: Topographie und Materialverteilung der Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	96
Abbildung 25: Triboschichtbildung/Materialtransfer der Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	97
Abbildung 26: Laser-optische Aufnahme des Laserkonfokalmikroskops der TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	98
Abbildung 27: Topographie und Materialverteilung der TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	99
Abbildung 28: Triboschichtbildung/Materialtransfer der TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	100
Abbildung 29: Laser-optische Aufnahme des Laserkonfokalmikroskops der Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	102
Abbildung 30: Topographie/Materialverteilung der Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	103
Abbildung 31: Triboschichtbildung und Materialtransfer der Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Beschichtung mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Gegenkörper.....	104
Abbildung 32: Raman-Spektrum von Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C auf dem Tribofilm mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gegenkörper.....	107
Abbildung 33: Raman-Spektrum von Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C auf dem Tribofilm mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Gegenkörper.....	109
Abbildung 34: Raman-Spektrum von Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper.....	112
Abbildung 35: Raman-Spektrum von TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper.....	114
Abbildung 36: AMES-Karten und Rot-Grün-Blau (RGB)-Kartenüberlagerungen der Tribofilme.....	117
Abbildung 37: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C- und Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Partikeln sowie EDS-Elementverteilungsbilder für Nb/Ta, S, C und Fe.....	120
Abbildung 38: EDS/REM-Elementverteilungsbilder.....	122
Abbildung 39: TEM-Ergebnisse für Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Pulver nach dem Reibtest.....	124
Abbildung 40: TEM-Ergebnisse für Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C-Pulver nach dem Reibtest.....	127
Abbildung 41: CoF-Ergebnisse von Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit 1 N Normalkraft und jeweils 1 mm/s und 5 mm/s.....	133
Abbildung 42: CoF-Ergebnisse von Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit unterschiedlicher Normalkraft (250mN, 500mN, 1 N) und jeweils 1 mm/s und 5 mm/s Relativgeschwindigkeit, sowie mit dem Gegenkörpern 100Cr6.....	135
Abbildung 43: CoF-Ergebnisse von Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit einer Normalkraft von 250mN und jeweils 1 mm/s und 5 mm/s Relativgeschwindigkeit, sowie mit unterschiedlichen Gegenkörpern Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , PTFE und 100Cr6.....	135

Abbildung 44: CoF-Ergebnisse von Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit einer Normalkraft von 500mN und jeweils 1 mm/s und 5 mm/s Relativgeschwindigkeit, sowie mit unterschiedlichen Gegenkörpern Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , PTFE und 100Cr6...	136
Abbildung 45: Raman-Spektrum von TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit verschiedenen Messpunkten (Pulver auf Substrat, keine Beschichtung).....	137
Abbildung 46: Raman-Spektrum von Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit verschiedenen Messpunkten (Pulver auf Substrat, keine Beschichtung).....	138
Abbildung 47: Raman-Spektrum von Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit verschiedenen Messpunkten (Pulver auf Substrat, keine Beschichtung).....	139
Abbildung 48: Raman-Spektrum von Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit verschiedenen Messpunkten (Pulver auf Substrat, keine Beschichtung).....	140
Abbildung 49: Laserkonfokalmikroskopie von Ta <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit SiC Gegenkörper (TMCC Beschichtung).....	141
Abbildung 50: Laserkonfokalmikroskopie von Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit SiC Gegenkörper (TMCC Beschichtung).....	141
Abbildung 51: Laserkonfokalmikroskopie von TaNb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit SiC Gegenkörper (TMCC Beschichtung)...	141
Abbildung 52: Laserkonfokalmikroskopie von Fe-Nb <sub>2</sub> S <sub>2</sub> C mit SiC Gegenkörper (TMCC Beschichtung)..	141

# 1. Einleitung

## 1.1 Ausgangslage

### Hintergrund und Motivation

Die Reduktion von Reibung und Verschleiß ist eine zentrale Herausforderung in vielen technischen Anwendungen, insbesondere in Bereichen wie Maschinenbau, Automobilindustrie, Luft- und Raumfahrt sowie Mikroelektronik. Konventionelle Schmierstoffe, insbesondere flüssige Schmierstoffe auf Basis von Ölen und Fetten, haben in zahlreichen Anwendungen ihre Grenzen. Dies gilt insbesondere für Hochtemperatur- und Vakuumanwendungen, bei denen herkömmliche Schmierstoffe aufgrund von Verdampfung oder chemischer Zersetzung versagen (Holmberg & Erdemir, 2019). In diesen Fällen kommen Festschmierstoffe zum Einsatz, die eine Alternative oder Ergänzung zu flüssigen Schmiermitteln bieten.

Zu den bekanntesten Festschmierstoffen gehören Graphit, Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) und Wolframdisulfid ( $\text{WS}_2$ ), die aufgrund ihrer schichtartigen Kristallstruktur niedrige Reibungskoeffizienten aufweisen (Donnet & Erdemir, 2007). Diese Materialien basieren auf Van-der-Waals-Wechselwirkungen zwischen den Schichten, wodurch ein Schichtgleiten unter mechanischer Beanspruchung ermöglicht wird. Die Forschung der letzten Jahre konzentrierte sich zunehmend auf die Entwicklung neuer zweidimensionaler (2D)-Materialien, die eine optimierte Kombination aus niedriger Reibung, hoher thermischer Stabilität und chemischer Beständigkeit bieten (Bhushan, 2013).

Eine neuartige Materialklasse, die großes Potenzial als Festschmierstoff aufweist, sind die sogenannten **Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs)**. Diese Materialien kombinieren Übergangsmetalle, Kohlenstoff und Chalkogene in einer einzigartigen 2D-Struktur, wodurch sie sich von herkömmlichen Festschmierstoffen wie  $\text{MoS}_2$  oder  $\text{WS}_2$  unterscheiden. Erste Studien zeigen, dass TMCCs vielversprechende tribologische Eigenschaften aufweisen, darunter geringe Reibungskoeffizienten, hohe

Temperaturbeständigkeit und oxidationsstabile Schichteigenschaften (Majed et al., 2022).

## Stand der Forschung

Die Forschung zu 2D-Materialien ist seit der Entdeckung von Graphen im Jahr 2004 erheblich gewachsen. Während Graphen aufgrund seiner außergewöhnlichen mechanischen und elektronischen Eigenschaften intensiv erforscht wurde, stellte sich heraus, dass es in tribologischen Anwendungen aufgrund seiner geringen chemischen Stabilität und der fehlenden triboreaktiven Mechanismen limitiert ist (Novoselov et al., 2004). Dies führte zu einem verstärkten Interesse an alternativen 2D-Materialien, insbesondere an Übergangsmetall-Dichalkogeniden (TMDs) wie MoS<sub>2</sub>, WS<sub>2</sub> und HfS<sub>2</sub> (Erdemir et al., 2017).

TMCCs stellen eine Erweiterung der TMD-Materialklasse dar, da sie zusätzlich Kohlenstoff enthalten, was ihre chemische Stabilität, Härte und tribologische Leistung beeinflusst. Erste Studien zeigen, dass TMCCs eine verbesserte Verschleißfestigkeit und thermische Stabilität aufweisen könnten, da die zusätzliche Kohlenstoffkomponente die strukturelle Integrität erhöht (Persson et al., 2024). Dennoch gibt es bislang nur begrenzte experimentelle Untersuchungen zu den Reibungs- und Verschleißigenschaften dieser Materialien unter realen Belastungsbedingungen.

Ein weiteres Forschungsdefizit besteht in der Anwendung von TMCCs als Beschichtungen, da bisherige Studien hauptsächlich Pulveruntersuchungen durchgeführt haben. Während pulverförmige Festschmierstoffe in einigen Anwendungen von Vorteil sind, sind sie für industrielle Anwendungen nur begrenzt einsetzbar. Die Verarbeitung zu Beschichtungen erfordert geeignete Dispersionsmethoden, Haftvermittler und Beschichtungsverfahren, um stabile und leistungsfähige Schichten zu erzeugen (Bhushan, 2013). Diese Aspekte wurden in bisherigen Arbeiten nicht ausführlich untersucht, was eine entscheidende Forschungslücke darstellt.

## **Wissenschaftliche Relevanz**

Die Untersuchung von TMCCs als Festschmierstoff und Beschichtung leistet einen wichtigen Beitrag zur Erforschung neuer Materialien mit optimierten tribologischen Eigenschaften. Die Erkenntnisse dieser Arbeit können dazu beitragen, leistungsfähigere und langlebige Schmierstoffe für industrielle Anwendungen zu entwickeln. Durch die Kombination verschiedener experimenteller Methoden bietet diese Studie eine detaillierte Analyse der Mechanismen, die für die Reibungs- und Verschleißreduktion verantwortlich sind.

## **Zusammenfassung der Ausgangslage**

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass TMCCs eine vielversprechende Materialklasse darstellen, deren tribologische Eigenschaften jedoch noch unzureichend erforscht sind. Besonders die Verarbeitung zu Beschichtungen und die chemischen Veränderungen unter mechanischer Belastung sind bislang kaum untersucht worden. Die in dieser Arbeit geplanten Untersuchungen sollen diese Lücke schließen und zu einem besseren Verständnis der Reibungsmechanismen von TMCCs beitragen.

## **1.2. Zielsetzung der Arbeit und Gang der Argumentation**

Die vorliegende Arbeit untersucht die tribologischen Eigenschaften von Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs), einer neuen Klasse zweidimensionaler Festschmierstoffe. Ziel ist es, das Reibungs- und Verschleißverhalten dieser Materialien sowohl in Pulverform als auch in Form von Beschichtungen zu analysieren. Dabei steht die Hypothese im Fokus, dass TMCCs aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung und besonderen Kristallstruktur über vorteilhafte tribologische Eigenschaften verfügen, die sie potenziell von etablierten Festschmierstoffen wie  $\text{MoS}_2$  oder  $\text{WS}_2$  abheben.

Im Rahmen dieser Untersuchung sollen verschiedene Fragestellungen beantwortet werden. Zunächst wird das tribologische Verhalten der TMCC-Pulver analysiert, indem unterschiedliche Normallasten, Relativgeschwindigkeiten und Gegenkörpermaterialien variiert werden. Ziel ist es, Unterschiede zwischen den getesteten TMCCs wie  $\text{Ta}_2\text{S}_2\text{C}$ ,

$\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ ,  $\text{Fe-Nb}_2\text{S}_2\text{C}$  und  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$  herauszuarbeiten. Ein weiterer zentraler Aspekt der Arbeit ist die Herstellung von TMCC-Beschichtungen. Dazu wird ein Solvent-Screening durchgeführt, um ein geeignetes Lösungsmittel für die Herstellung homogener TMCC-Dispersionen zu identifizieren.

Nach der Beschichtung werden die tribologischen Eigenschaften der TMCC-Schichten analysiert und mit denen der Pulver verglichen. Hierbei liegt ein besonderes Augenmerk auf der Wechselwirkung der TMCCs mit verschiedenen Gegenkörpermaterialien und den daraus resultierenden Reibungs- und Verschleißmechanismen. Ergänzend dazu werden tribochemische Prozesse auf der Gleitfläche untersucht, um die chemischen Veränderungen der TMCCs unter mechanischer Beanspruchung zu identifizieren. Dies geschieht unter anderem durch den Einsatz von Raman-Spektroskopie und Augerelektronenspektroskopie (AES), die eine genauere Charakterisierung der Materialveränderungen ermöglichen. Darüber hinaus werden detaillierte Rasterelektronenmikroskopie (REM) in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS) sowie Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) Analysen durchgeführt, um die morphologische, strukturelle und chemische Beschaffenheit der TMCC-Partikel und der gebildeten Tribofilme exakt zu untersuchen.

Zur systematischen Bearbeitung dieser Fragestellungen ist die Arbeit in mehrere aufeinander aufbauende Kapitel gegliedert. Zunächst werden die theoretischen Grundlagen erörtert, um die Relevanz der Festschmierstoffe im tribologischen Kontext zu verdeutlichen. Dabei wird auf die spezifischen Materialeigenschaften von TMCCs und ihre potenziellen Vorteile gegenüber etablierten Schmierstoffen eingegangen. Zudem werden aktuelle Forschungslücken herausgearbeitet, um die wissenschaftliche Relevanz der Untersuchung zu unterstreichen.

Im Anschluss daran werden die experimentellen Methoden detailliert beschrieben. Dabei wird zunächst die Auswahl der getesteten TMCC-Materialien erläutert, gefolgt von der Beschreibung des Versuchsaufbaus der Tribometerversuche. Es werden die Prüfbedingungen sowie die eingesetzten Gegenkörpermaterialien und Messverfahren dargestellt. Ebenso wird das durchgeführte Solvent-Screening für die Herstellung der

Beschichtungen erläutert, bevor auf die angewandten Beschichtungsverfahren und Analysetechniken wie Laserkonfokalmikroskopie, Raman-Spektroskopie, AES sowie die erwähnten REM/EDS- und TEM-Verfahren eingegangen wird.

Die gewonnenen experimentellen Daten werden anschließend systematisch ausgewertet. Zunächst werden die Ergebnisse der Pulver-auf-Probe-Versuche präsentiert, wobei die Reibungskoeffizienten unter verschiedenen Prüfbedingungen analysiert und miteinander verglichen werden. Im weiteren Verlauf wird die Oberflächenmorphologie der TMCC-Proben nach den Tribotests untersucht, um mögliche Materialveränderungen und Verschleißmechanismen zu identifizieren. Danach werden die Ergebnisse der Beschichtungstests diskutiert und hinsichtlich ihrer tribologischen Leistungsfähigkeit bewertet. Besondere Aufmerksamkeit gilt dabei der mechanischen und chemischen Stabilität der TMCC-Schichten.

Abschließend werden die zentralen Erkenntnisse zusammengefasst und mögliche Optimierungspotenziale für zukünftige Anwendungen von TMCCs als Festschmierstoffe aufgezeigt. Zudem werden zukünftige Forschungsansätze skizziert, insbesondere im Hinblick auf die industrielle Skalierbarkeit der Beschichtungsverfahren und die weitere Verbesserung der Materialeigenschaften. Die vorliegende Arbeit folgt somit einer klaren Argumentationsstruktur, die von den theoretischen Grundlagen über die experimentellen Untersuchungen bis hin zur Interpretation der Ergebnisse reicht. Dadurch wird ein fundierter Beitrag zur Charakterisierung von TMCCs als vielversprechende Festschmierstoffklasse geleistet.

## 2. Theoretische Grundlagen

### 2.1. Festschmierstoffe

#### 2.2.1. Festschmierstoffe - Allgemeine Informationen:

Festschmierstoffe sind feste Materialien, die zur Reduzierung von Reibung und Verschleiß zwischen festen Kontaktflächen eingesetzt werden. Im Gegensatz zu flüssigen oder gasförmigen Schmierstoffen bleiben Festschmierstoffe in ihrem festen Zustand und wirken durch die Bildung eines haftenden Films oder einer Schutzschicht. Diese Stoffe spielen eine Schlüsselrolle in Anwendungen, bei denen extreme Bedingungen wie hohe Temperaturen, Vakuum oder hohe mechanische Belastungen auftreten, die den Einsatz herkömmlicher Schmierstoffe unmöglich machen (Bhushan, 2013; Stachowiak & Batchelor, 2013). Die Geschichte der Festschmierstoffe reicht weit zurück, mit der ersten dokumentierten Nutzung von Graphit zur Erleichterung von Bewegungen in der Antike (Bowden & Tabor, 2001). Moderne Entwicklungen haben zu fortschrittlichen Materialien geführt, die sich für spezialisierte technische Anwendungen eignen, einschließlich nanostrukturierter und adaptiver Schmierstoffe (Holmberg & Matthews, 2009).

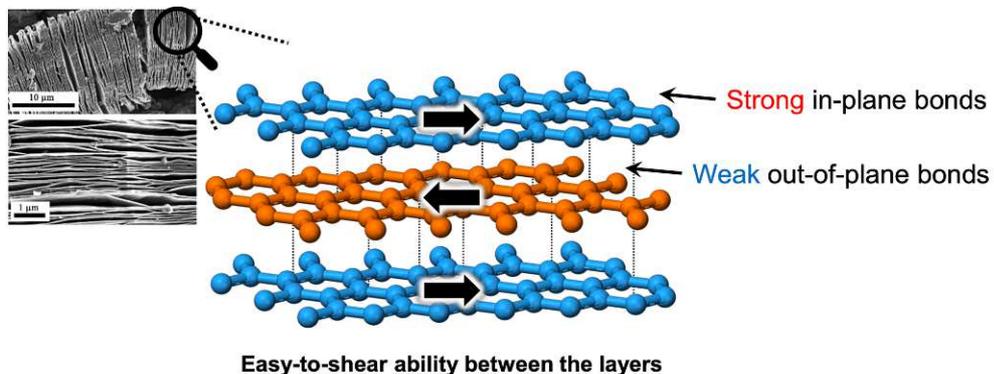


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Schichtstruktur typischer Festschmierstoffe: Starke Bindungen innerhalb der Ebenen (in-plane) und schwache Bindungen zwischen den Ebenen (out-of-plane) ermöglichen ein leichtes Abscheren und erklären die hervorragenden tribologischen Eigenschaften. Ergänzend zeigen REM-Aufnahmen die charakteristische lamellare Morphologie. (LVA Festschmierstoffe Vorlesungsfolien, Gachot 2023)

Festschmierstoffe zeichnen sich durch eine Vielzahl physikalischer und chemischer Eigenschaften aus, die sie für spezifische Anwendungen prädestinieren. Eine ihrer wichtigsten Eigenschaften ist die hohe Temperaturbeständigkeit. Graphit, eines der bekanntesten Materialien, bleibt in inerten Umgebungen bis zu 3000 °C stabil, während Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) bei etwa 400 °C seine Schmierfähigkeit verliert, wenn Sauerstoff vorhanden ist (Lancaster, 1990). Eine weitere entscheidende Eigenschaft ist der geringe Reibungskoeffizient. Schichtstrukturierte Materialien wie Graphit oder  $\text{MoS}_2$  erreichen Werte von 0,01 bis 0,1, was ihre Effizienz bei der Reibungsreduktion erklärt (Holmberg & Matthews, 2009). Chemische Stabilität ist ebenfalls ein wesentlicher Faktor, der ihren Einsatz in korrosiven Umgebungen ermöglicht. Polymere wie Polytetrafluorethylen (PTFE, auch als Teflon bekannt) bieten eine ausgezeichnete Beständigkeit gegenüber chemischen Angriffen, was sie in der Lebensmittel- und Medizintechnik beliebt macht (Kimura & Sasaki, 2005). Zusätzlich verfügen schichtstrukturierte Materialien wie Graphit und  $\text{MoS}_2$  über lamellare Strukturen, die ein einfaches Gleiten atomarer Schichten ermöglichen und so die Scherfestigkeit reduzieren (Singer & Pollock, 1992).

Die Klassifikation von Festschmierstoffen basiert auf ihrer chemischen Struktur und ihrem Einsatzbereich. Schichtstrukturierte Schmierstoffe wie Graphit und Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) sind besonders geeignet für Anwendungen unter hohen Drücken und bei niedrigen Geschwindigkeiten (Stachowiak & Batchelor, 2013). Hexagonales Bornitrid (h-BN) zeichnet sich durch seine hervorragenden Schmiereigenschaften aus und wird insbesondere in Hochtemperaturanwendungen eingesetzt. Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) hingegen ist kein Festschmierstoff, sondern wird aufgrund seiner hohen Härte und Verschleißbeständigkeit in tribologischen Anwendungen verwendet, bei denen mechanische Stabilität und Widerstandsfähigkeit gegenüber abrasivem Verschleiß im Vordergrund stehen (Hirayama & Yasuda, 2000). Polymere wie PTFE finden häufig Anwendung in Bereichen, die chemische Beständigkeit und geringe Reibung erfordern (Kimura & Sasaki, 2005). Eine der neuesten Entwicklungen im Bereich der Festschmierstoffe sind nanostrukturierte Materialien wie Graphen und Kohlenstoffnanoröhren. Diese Materialien bieten

außergewöhnliche tribologische Eigenschaften und haben die Leistung moderner Festschmierstoffe erheblich verbessert (Gogotsi & Halim, 2019).

Die Anwendungsbereiche von Festschmierstoffen sind vielfältig und reichen von der Luft- und Raumfahrt über die Automobilindustrie bis hin zur Medizintechnik. In der Luft- und Raumfahrt wird MoS<sub>2</sub> in Gleitlagern und Ventilen verwendet, die in Vakuumumgebungen operieren, wo flüssige Schmierstoffe verdampfen würden (Miyoshi, 2007). In der Automobilindustrie findet Graphit Verwendung in Bremsbelägen, während PTFE als Dichtungsmaterial eingesetzt wird, um Verschleiß zu minimieren und die Lebensdauer der Komponenten zu verlängern (Stachowiak & Batchelor, 2013). In der Medizintechnik wird Polyetheretherketon (PEEK) aufgrund seiner Biokompatibilität und chemischen Inertheit in Implantaten verwendet (Kurtz & Devine, 2007).

Zusammenfassend sind Festschmierstoffe aufgrund ihrer einzigartigen Eigenschaften und ihrer Fähigkeit, unter extremen Bedingungen zu funktionieren, unverzichtbar für zahlreiche technische Anwendungen. Fortschritte in der Materialwissenschaft und insbesondere in der Nanotechnologie haben die Möglichkeiten und die Effizienz moderner Festschmierstoffe erheblich erweitert, was sie zu einem zentralen Bestandteil der modernen Tribologie macht (Bhushan, 2013; Holmberg & Matthews, 2009).

### **2.2.1.2 Klassifizierung von Festschmierstoffen**

Festschmierstoffe können anhand ihrer chemischen Zusammensetzung, ihrer physikalischen Eigenschaften und ihres Anwendungsbereichs klassifiziert werden. Diese Klassifikationen bieten eine Grundlage, um die Eignung bestimmter Schmierstoffe für spezifische Anwendungen zu bestimmen. In der Praxis werden Festschmierstoffe in folgende Hauptkategorien unterteilt: schichtstrukturierte Schmierstoffe, keramische Schmierstoffe, metallbasierte Schmierstoffe, polymere Schmierstoffe und nanostrukturierte Schmierstoffe (Stachowiak & Batchelor, 2013; Zhou & Wang, 2015).

## Schichtstrukturierte Festschmierstoffe

Die bekanntesten schichtstrukturierten Festschmierstoffe sind Graphit, Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) und Wolframdisulfid ( $\text{WS}_2$ ). Diese Stoffe bestehen aus kristallinen Schichten, die durch schwache Van-der-Waals-Kräfte zusammengehalten werden. Diese Struktur ermöglicht ein leichtes Gleiten der Schichten gegeneinander, was zu einem niedrigen Reibungskoeffizienten führt. Graphit hat eine hexagonale Kristallstruktur, die in feuchten Umgebungen besonders effektiv ist, da Wassermoleküle zwischen die Schichten eindringen und die Schmierwirkung erhöhen (Rapoport & Tenne, 2002).  $\text{MoS}_2$  hingegen ist besonders in Vakuumumgebungen stabil und wird häufig in der Luft- und Raumfahrt eingesetzt (Hirayama & Yasuda, 2000).

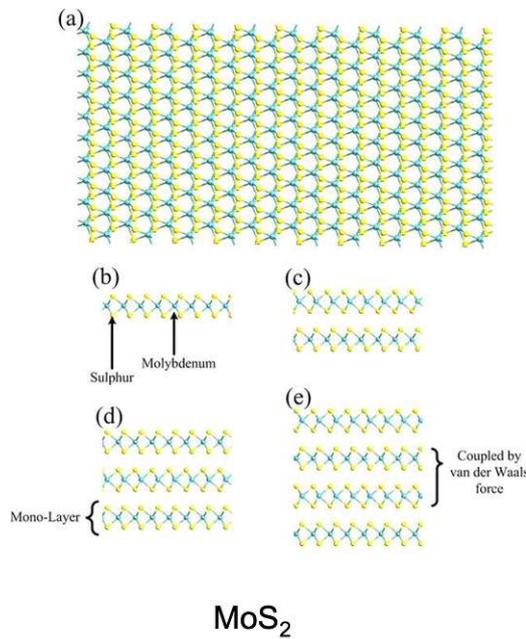


Abbildung 2: Atomare Struktur von Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ): (a) Ansicht von oben und (b–e) Seitenansichten, welche den Aufbau einzelner Monolagen verdeutlichen (LVA Festschmierstoffe Vorlesungsfolien, Gachot 2023)

## Keramische Festschmierstoffe

Keramische Materialien wie Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), hexagonales Bornitrid (h-BN) und Zirkonoxid ( $\text{ZrO}_2$ ) zeichnen sich durch hohe Härte und thermische Stabilität aus. Hexagonales Bornitrid hat eine Struktur, die der von Graphit ähnelt, wird jedoch aufgrund seiner chemischen Inertheit und hohen Temperaturbeständigkeit in extremen Umgebungen eingesetzt (Nikolai & Antonov, 2018). Aluminiumoxid wird in abrasiven Umgebungen verwendet, wo hohe Verschleißfestigkeit erforderlich ist (Szcześniak & Witek, 2013).

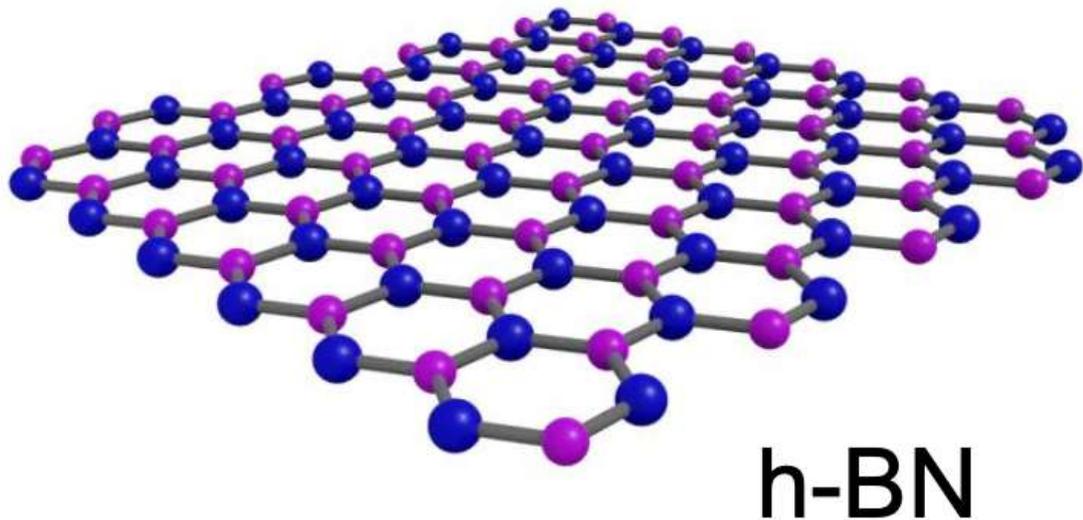


Abbildung 3: Schematische Darstellung der hexagonalen Bornitrid (h-BN)-Struktur. Hexagonales Bornitrid weist eine graphitähnliche Schichtstruktur auf, bei der Bor- (violett) und Stickstoffatome (blau) in einem hexagonalen Netzwerk angeordnet sind. Die Schichten sind durch schwache van-der-Waals-Kräfte miteinander verbunden. (LVA Festschmierstoffe Vorlesungsfolien, Gachot 2023)

## **Metallbasierte und polymerbasierte Festschmierstoffe**

Metallbasierte Schmierstoffe wie Silber, Zinn und Kupfer werden aufgrund ihrer thermischen Leitfähigkeit und Duktilität in Hochtemperaturanwendungen genutzt. Sie eignen sich besonders gut für Lager und Kontaktstellen, die starken mechanischen Belastungen ausgesetzt sind (Hirayama & Yasuda, 2000). Polymere wie Polytetrafluorethylen (PTFE) und Polyetheretherketon (PEEK) zeichnen sich durch chemische Inertheit und niedrige Reibung aus. PTFE hat eine amorphe Struktur und ist besonders in der Lebensmittel- und Medizintechnik gefragt, während PEEK aufgrund seiner Stabilität bei hohen Temperaturen in anspruchsvollen technischen Anwendungen eingesetzt wird (Kurtz & Devine, 2007).

## **Nanostrukturierte Schmierstoffe**

Nanomaterialien wie Graphen, Kohlenstoffnanoröhren und Fullerene haben die tribologischen Eigenschaften von Festschmierstoffen revolutioniert. Graphen, eine zweidimensionale Form von Kohlenstoff, hat eine außergewöhnliche thermische Stabilität und eine extrem niedrige Reibung. Diese Eigenschaften machen es ideal für Anwendungen in der Mikroelektronik und der Luftfahrt (Shinoda & Okamoto, 2014). Fullerene-ähnliche Nanopartikel aus  $WS_2$  und  $MoS_2$  bilden unter mechanischer Belastung stabile Schmierfilme, die in Hochleistungsmaschinen eingesetzt werden (Rapoport & Tenne, 2002).

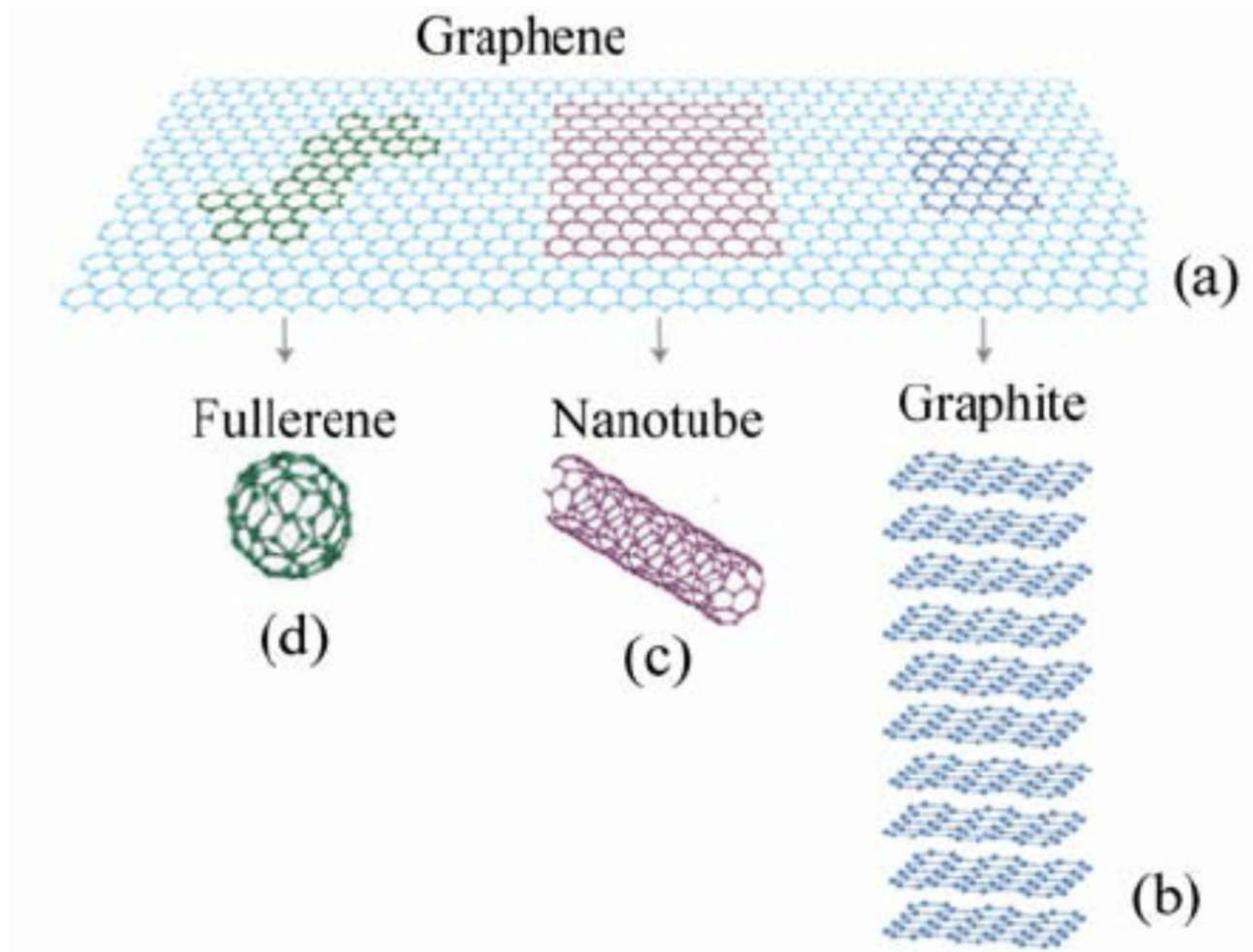


Abbildung 4: Schematische Darstellung der verschiedenen Kohlenstoffstrukturen basierend auf Graphen. graphene (a), graphite (b), carbon nanotube (c) and fullerene (d) (Giannazzo et.al. 2011)

### Kombinationen und hybride Materialien

Moderne Entwicklungen in der Materialforschung haben hybride Festschmierstoffe hervorgebracht, die Eigenschaften verschiedener Kategorien kombinieren. Zum Beispiel werden Polymer-Graphit-Komposite verwendet, um die Flexibilität und chemische Stabilität von Polymeren mit den hervorragenden Gleiteigenschaften von Graphit zu kombinieren. Nanokomposite, die metallische und keramische Komponenten integrieren, bieten eine überlegene Leistung in Anwendungen, die extreme Bedingungen erfordern (Voevodin & Zabinski, 2005).

Die Klassifikation von Festschmierstoffen ermöglicht eine präzise Auswahl für spezifische Anwendungen, basierend auf den tribologischen Anforderungen und den Umgebungsbedingungen. Fortschritte in der Materialwissenschaft, insbesondere bei nanostrukturierten und hybriden Materialien, haben die Möglichkeiten und die Leistungsfähigkeit von Festschmierstoffen erheblich erweitert, wodurch sie in einem breiten Spektrum industrieller und technischer Anwendungen eingesetzt werden können (Bhushan, 2013).

### **2.2.1.3. Physikalische und chemische Eigenschaften von Festschmierstoffen**

Festschmierstoffe sind eine einzigartige Klasse von Schmierstoffen, die durch ihre speziellen physikalischen und chemischen Eigenschaften in einer Vielzahl von technischen Anwendungen unersetzlich sind. Diese Eigenschaften ermöglichen es ihnen, unter extremen Bedingungen wie hohen Temperaturen, Vakuum und starken mechanischen Belastungen eine effektive Schmierung zu gewährleisten (Bhushan, 2013). Zu den wichtigsten physikalischen Merkmalen gehören die Schichtstruktur, der geringe Reibungskoeffizient und die Wärmeleitfähigkeit. Chemisch zeichnen sich Festschmierstoffe durch ihre Stabilität, ihre Reaktivität mit Oberflächen und ihre Anpassungsfähigkeit an unterschiedliche Umgebungen aus (Stachowiak & Batchelor, 2013).

Die Wärmeleitfähigkeit ist eine weitere entscheidende physikalische Eigenschaft, da sie die durch Reibung entstehende Wärme von der Kontaktstelle ableitet und somit thermische Schäden verhindert. Graphit hat eine besonders hohe Wärmeleitfähigkeit, die zur Stabilisierung der Temperatur in der Kontaktzone beiträgt (Bowden & Tabor, 2001). Polymere wie PTFE hingegen weisen eine geringe Wärmeleitfähigkeit auf, was ihre Anwendung in Hochtemperaturumgebungen einschränken kann (Stachowiak & Batchelor, 2013). Diese Eigenschaft macht die Auswahl des richtigen Festschmierstoffs abhängig von den spezifischen Betriebsbedingungen.

Ein weiteres physikalisches Merkmal ist die Härte der Festschmierstoffe, die für ihre Fähigkeit, unter abrasiven Bedingungen zu funktionieren, entscheidend ist. Metalloxide wie Aluminiumoxid und Bornitrid zeichnen sich durch hohe Härte und

Verschleißfestigkeit aus, was sie ideal für Anwendungen in abrasiven Umgebungen macht (Hirayama & Yasuda, 2000). Gleichzeitig bieten diese Materialien eine gute chemische Beständigkeit und eine lange Lebensdauer, was ihre industrielle Bedeutung unterstreicht.

#### **2.2.1.4 Anwendungsbereiche von Festschmierstoffen**

Festschmierstoffe sind vielseitige Materialien, die in einer Vielzahl von technischen und industriellen Anwendungen eingesetzt werden. Ihre besonderen Eigenschaften, wie geringe Reibung, chemische Stabilität und Temperaturbeständigkeit, machen sie zu einer unverzichtbaren Lösung in anspruchsvollen Umgebungen. Diese Eigenschaften ermöglichen ihren Einsatz in Bereichen wie Luft- und Raumfahrt, Automobilindustrie, Schwerindustrie, Medizintechnik und Umwelttechnologien (Bhushan, 2013; Stachowiak & Batchelor, 2013).

Ein besonders wichtiger Anwendungsbereich für Festschmierstoffe ist die Luft- und Raumfahrt, wo extreme Bedingungen wie Vakuum, hohe Temperaturen und starke mechanische Belastungen auftreten. Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) und hexagonales Bornitrid (h-BN) sind gängige Schmierstoffe in Satelliten- und Raumsondenkomponenten, da sie selbst unter Vakuumbedingungen ihre Schmierfähigkeit beibehalten. Diese Materialien verhindern Reibung in Gleitlagern, Ventilen und Aktuatoren, was entscheidend für die Funktion und Langlebigkeit dieser Systeme ist (Miyoshi, 2007; Holmberg & Matthews, 2009). Darüber hinaus kommen Festschmierstoffe auch in Strahltriebwerken zum Einsatz, um hohe Temperaturen und Belastungen zu bewältigen (Szcześniak & Witek, 2013).

Auch die Automobilindustrie profitiert in erheblichem Maße von Festschmierstoffen. Graphit wird in Bremsbelägen verwendet, da es eine gleichmäßige Bremswirkung ermöglicht und Verschleiß minimiert (Stachowiak & Batchelor, 2013). Polymere wie Polytetrafluorethylen (PTFE) dienen als Dichtungsmaterial in Kraftstoffsystemen, da sie chemisch inert sind und hohen Temperaturen standhalten. Zusätzlich werden moderne selbstschmierende Verbundwerkstoffe in Automobilkomponenten wie Gleitlagern und

Antriebswellen eingesetzt, um die Effizienz zu erhöhen und Wartungsintervalle zu verlängern (Furlan & Souza, 2011).

In der Schwerindustrie spielen Festschmierstoffe eine zentrale Rolle, insbesondere in Maschinen und Anlagen, die hohen Belastungen und abrasiven Bedingungen ausgesetzt sind. Aluminiumoxid und Boronitrid werden in der Stahlherstellung und im Bergbau verwendet, da sie eine hohe Härte und Temperaturbeständigkeit aufweisen (Hirayama & Yasuda, 2000). Diese Materialien sind in Gleitlagern und Förderbändern integriert, um den Verschleiß zu minimieren und die Betriebszeiten zu maximieren (Ginzburg & Gutman, 1995).

Ein weiterer bedeutender Bereich ist die Medizintechnik, in der biokompatible Festschmierstoffe wie Polyetheretherketon (PEEK) verwendet werden. PEEK wird in Implantaten eingesetzt, da es verschleißfest, chemisch stabil und biokompatibel ist (Kurtz & Devine, 2007). Diese Eigenschaften sind entscheidend für Anwendungen wie künstliche Hüft- und Kniegelenke, wo eine langfristige Stabilität und geringe Reibung gefordert sind.

Auch in der Umwelttechnologie finden Festschmierstoffe Anwendung, insbesondere in Technologien zur Energieeinsparung und Emissionsreduktion. Nanostrukturierte Materialien wie Graphen werden in Windkraftanlagen verwendet, um die Effizienz von Getrieben zu erhöhen und den Wartungsbedarf zu reduzieren (Gogotsi & Halim, 2019). Zudem werden Festschmierstoffe in Solarenergieanlagen eingesetzt, um bewegliche Komponenten wie Nachführsysteme reibungsarm zu halten (Nosonovsky & Bhushan, 2007).

#### **2.2.1.5. Mechanismen der Schmierwirkung von Festschmierstoffen**

Die Schmierwirkung von Festschmierstoffen basiert auf einer Vielzahl physikalischer und chemischer Mechanismen, die den Reibungskoeffizienten minimieren und den Verschleiß reduzieren. Diese Mechanismen sind von den Materialeigenschaften der Schmierstoffe, der Oberflächenbeschaffenheit sowie den Umgebungsbedingungen abhängig. Zu den Hauptmechanismen zählen Adhäsion, Schichtgleiten, plastische

Verformung, tribochemische Reaktionen und der sogenannte „Drittkörper“-Effekt (Kato, 2002; Rabinowicz, 1995).

Ein zentraler Mechanismus ist die Adhäsion, bei der Festschmierstoffe durch physikalische oder chemische Bindungen eine dünne Schutzschicht auf der Oberfläche bilden. Diese Schicht minimiert den direkten Kontakt zwischen den Oberflächen und reduziert die Reibung. Polymere wie Polytetrafluorethylen (PTFE) und Polyetheretherketon (PEEK) zeichnen sich durch hohe Adhäsionskräfte aus, wodurch sie effektiv Unebenheiten ausgleichen und eine gleichmäßige Verteilung der Last ermöglichen (Kurtz & Devine, 2007; Kimura & Sasaki, 2005).

## Adhäsion

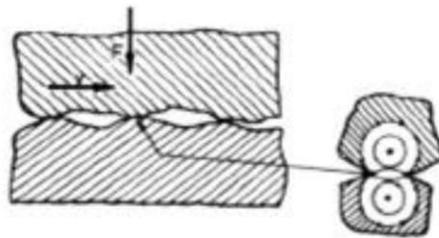


Abbildung 5: Schematische Darstellung des Adhäsionsmechanismus in tribologischen Systemen. Hierbei bildet sich durch physikalische oder chemische Bindungen eine haftende Schutzschicht zwischen den Kontaktflächen, die zur Reduktion von Reibung und Verschleiß beiträgt. (LVA Festschmierstoffe Vorlesungsfolien, Gachot 2023)

Das Schichtgleiten ist ein weiterer bedeutender Mechanismus, der insbesondere bei lamellaren Materialien wie Graphit,  $\text{MoS}_2$  und  $\text{WS}_2$  auftritt. Diese Stoffe bestehen aus atomaren Schichten, die durch schwache Van-der-Waals-Kräfte zusammengehalten werden. Diese Struktur erlaubt ein leichtes Gleiten der Schichten gegeneinander, was zu extrem niedrigen Reibungskoeffizienten führt.  $\text{MoS}_2$  ist in Vakuumumgebungen besonders effektiv, während Graphit durch Feuchtigkeitsadsorption seine Schmierfähigkeit verbessert (Rapoport & Tenne, 2002; Lancaster, 1990).

Die plastische Verformung spielt ebenfalls eine wichtige Rolle, insbesondere bei Anwendungen mit hohen mechanischen Belastungen. Festschmierstoffe wie polymerbasierte Materialien oder selbstschmierende Verbundwerkstoffe können sich an die Mikrostruktur der Oberflächen anpassen und Rauheiten ausgleichen. Diese Verformung führt zu einer Reduktion der Kontaktspannungen und erhöht die Stabilität des Systems (Furlan & Souza, 2011). Aluminiumoxid und andere keramische Schmierstoffe zeigen hingegen eine begrenzte plastische Verformung, kompensieren dies jedoch durch ihre hohe Härte und Abriebfestigkeit (Hirayama & Yasuda, 2000).

Ein weiterer wichtiger Mechanismus sind tribochemische Reaktionen, die durch mechanische Belastungen oder Temperaturerhöhung ausgelöst werden. Diese Reaktionen können die Bildung reibungsarmer Oxidschichten oder andere chemische Umwandlungen beinhalten. Ein bekanntes Beispiel ist die Oxidation von  $\text{MoS}_2$  zu  $\text{MoO}_3$ , das eine zusätzliche Schutzschicht bildet. Dieser Mechanismus ist insbesondere in der Schwerindustrie und in Hochtemperaturanwendungen von Bedeutung (Hsu & Shen, 2005; Ginzburg & Gutman, 1995).

Der Drittkörper-Effekt, ein Konzept, das von Godet (1984) eingeführt wurde, beschreibt die Rolle von verschleißbedingten Partikeln, die zwischen den Oberflächen verbleiben und als Schmiermittel wirken. Diese Partikel verringern die Kontaktkräfte und erhöhen die Stabilität des Systems, indem sie den Verschleiß durch Abrasion minimieren (Godet, 1984). Dieser Effekt ist bei keramischen Schmierstoffen und Verbundwerkstoffen besonders ausgeprägt.

Zusätzlich zu diesen Mechanismen ist die Wärmeleitfähigkeit von Festschmierstoffen ein entscheidender Faktor. Materialien wie Graphit leiten die durch Reibung erzeugte Wärme effektiv ab, wodurch thermische Schäden an den Oberflächen verhindert werden. Polymere wie PTFE haben hingegen eine geringe Wärmeleitfähigkeit, was ihre Anwendung bei hohen Temperaturen einschränken kann (Rowe, 2012; Stachowiak, 2005).

Moderne Fortschritte in der Materialwissenschaft haben diese Mechanismen weiter optimiert. Die Integration von nanostrukturierten Materialien wie Graphen und

Kohlenstoffnanoröhren hat die tribologischen Eigenschaften von Festschmierstoffen erheblich verbessert. Diese Materialien bieten eine noch geringere Reibung und eine höhere thermische Stabilität, wodurch sie für anspruchsvolle Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt sowie in der Automobilindustrie prädestiniert sind (Voevodin & Zabinski, 2005; Shinoda & Okamoto, 2014).

#### **2.2.1.6. Thermische Stabilität und chemische Reaktivität**

Festschmierstoffe zeichnen sich durch eine außergewöhnliche thermische Stabilität und eine kontrollierbare chemische Reaktivität aus, die sie für Anwendungen unter extremen Bedingungen unverzichtbar machen. Diese Eigenschaften sind eng mit ihrer chemischen Zusammensetzung, Kristallstruktur und den Betriebsbedingungen verknüpft (Hirayama & Yasuda, 2000; Nikolai & Antonov, 2018).

Keramische Materialien wie hexagonales Bornitrid (h-BN) und Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) zeichnen sich durch ihre hohe thermische Stabilität aus. Während hexagonales Bornitrid aufgrund seiner schichtstrukturierten Struktur als wirksamer Festschmierstoff fungiert und in der Luft- und Raumfahrtindustrie zur Schmierung in Turbinen und Strahltriebwerken bei extremen Temperaturen über  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  eingesetzt wird (Szcześniak & Witek, 2013), übernimmt Aluminiumoxid hingegen keine klassische Schmierfunktion. Vielmehr wird  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufgrund seiner hohen Härte und Verschleißbeständigkeit als schützende Keramikbeschichtung verwendet, die Oberflächen vor abrasivem Verschleiß schützt (Nikolai & Antonov, 2018). Polymerbasierte Schmierstoffe wie Polytetrafluorethylen (PTFE) und Polyetheretherketon (PEEK) haben eine geringere thermische Stabilität, eignen sich jedoch hervorragend für Anwendungen bei mittleren Temperaturen bis zu  $300\text{ }^\circ\text{C}$ . PTFE zeichnet sich zudem durch eine geringe Wärmeleitfähigkeit aus, was seine Anwendung in thermisch isolierten Systemen ermöglicht (Kurtz & Devine, 2007). Um die thermische Stabilität von Polymeren zu verbessern, werden oft Füllstoffe wie Kohlenstoffnanoröhren oder Graphen hinzugefügt, die ihre Einsatztemperaturen erweitern und ihre Wärmeleitfähigkeit erhöhen (Shinoda & Okamoto, 2014).

Die chemische Reaktivität von Festschmierstoffen spielt eine entscheidende Rolle für ihre tribologischen Eigenschaften. Tribochemische Reaktionen können sowohl vorteilhaft als auch nachteilig sein, abhängig von der Umgebung und den Anforderungen der Anwendung. Ein Beispiel ist die kontrollierte Oxidation von  $\text{MoS}_2$ , die eine schützende Oxidschicht bildet und gleichzeitig die Reibung reduziert (Hirayama & Yasuda, 2000). Ähnliche Reaktionen treten bei anderen Übergangsmetallverbindungen wie Wolframdisulfid ( $\text{WS}_2$ ) und Titancarbid (TiC) auf, die unter hoher Belastung stabile Schmierfilme bilden können (Zhou & Wang, 2015).

Graphit zeigt eine geringere chemische Reaktivität, was seine Anwendung in korrosiven Umgebungen begünstigt. Seine Inertheit gegenüber den meisten Chemikalien macht ihn zu einem bevorzugten Schmierstoff in chemischen Anlagen und Hochvakuumanwendungen (Rapoport & Tenne, 2002). Im Gegensatz dazu sind keramische Materialien wie Aluminiumoxid aufgrund ihrer chemischen Stabilität unter aggressiven Bedingungen wie starken Säuren und Laugen unverzichtbar. Dies macht sie zu einer bevorzugten Wahl in der chemischen Prozessindustrie (Ginzburg & Gutman, 1995).

Nanostrukturierte Schmierstoffe wie Graphen und Fullerene bieten zusätzliche Vorteile durch ihre chemische Anpassungsfähigkeit. Graphen kann beispielsweise durch funktionelle Gruppen modifiziert werden, um seine Haftung an spezifische Oberflächen zu verbessern und seine tribologischen Eigenschaften zu optimieren (Shinoda & Okamoto, 2014). Ähnliche Anpassungen sind bei Fullerene-ähnlichen Nanopartikeln möglich, die durch tribochemische Reaktionen selbstheilende Schmierfilme erzeugen können (Rapoport & Tenne, 2002).

## 2.2.2. Festschmierstoffe als Beschichtungen

### 2.2.2.1. Klassifikation von Beschichtungen

#### Dünnschichtbeschichtungen

Dünnschichtbeschichtungen sind eine weitverbreitete Technologie zur Optimierung von Oberflächen, die in vielen Industriebereichen Anwendung finden. Sie zeichnen sich durch eine Schichtdicke von wenigen Nanometern bis zu einigen Mikrometern aus, was sie besonders vielseitig macht. Diese Beschichtungen werden verwendet, um spezifische Eigenschaften wie Verschleißfestigkeit, Korrosionsschutz, Reibungsreduzierung und optische Funktionalitäten zu verbessern (Bhushan, 2013; Holmberg & Matthews, 2009).

Ein zentrales Merkmal von Dünnschichtbeschichtungen ist ihre geringe Dicke, die es ermöglicht, die mechanischen Eigenschaften des Substrats weitgehend zu erhalten. Dadurch eignen sie sich besonders für Präzisionsbauteile, bei denen eine Beeinträchtigung der geometrischen Toleranzen vermieden werden muss. Typische Materialien für Dünnschichten umfassen Metalle wie Titan und Aluminium, Keramiken wie Aluminiumoxid sowie Verbundmaterialien (Stachowiak & Batchelor, 2013; Erdemir & Donnet, 2006).

Die Herstellung von Dünnschichtbeschichtungen erfolgt überwiegend durch physikalische (PVD) oder chemische Gasphasenabscheidung (CVD). Beide Verfahren bieten eine hohe Kontrolle über die Schichtzusammensetzung und -dicke. PVD wird häufig verwendet, um harte und verschleißfeste Schichten wie Titannitrid (TiN) aufzutragen, während CVD komplexere chemische Reaktionen ermöglicht, die für die Herstellung von Siliziumkarbid- oder Diamantschichten erforderlich sind (Holmberg & Matthews, 2009). Ein bedeutender Vorteil von Dünnschichtbeschichtungen ist ihre Fähigkeit, die tribologischen Eigenschaften von Oberflächen zu verbessern. Beispielsweise können Beschichtungen auf Basis von diamantähnlichem Kohlenstoff (DLC) den Reibungskoeffizienten signifikant senken und die Verschleißbeständigkeit erhöhen. Diese Eigenschaften machen DLC-Beschichtungen zu einer beliebten Wahl in der Automobil- und Werkzeugindustrie (Erdemir & Donnet, 2006; Hutchings & Shipway, 2017).

## Dickschichtbeschichtungen

Dickschichtbeschichtungen zeichnen sich durch eine Schichtdicke von mehreren Mikrometern bis hin zu Millimetern aus. Sie bieten im Vergleich zu Dünnschichtbeschichtungen eine höhere mechanische Belastbarkeit und werden in Anwendungen eingesetzt, bei denen Verschleiß-, Korrosions- und Temperaturbeständigkeit entscheidend sind. Typische Materialien für Dickschichtbeschichtungen sind Metalle, Keramiken und Polymere, die auf Oberflächen aufgebracht werden, um deren Funktionalität zu verbessern (Stachowiak & Batchelor, 2013; Holmberg & Matthews, 2009).

Die Herstellung von Dickschichten erfolgt häufig durch thermisches Spritzen, wie zum Beispiel Hochgeschwindigkeitsflamspritzen (HVOF) oder Plasmaspritzen. Diese Verfahren ermöglichen die Erzeugung dichter, hochbelastbarer Schichten. So werden Materialien wie Chromkarbid ( $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ) und Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) in Anwendungen eingesetzt, die eine hohe Verschleiß- und Temperaturbeständigkeit erfordern, etwa in Turbinen und Motoren (Hutchings & Shipway, 2017; Erdemir & Donnet, 2006).

Ein Hauptvorteil von Dickschichten ist ihre Fähigkeit, starke mechanische Belastungen aufzunehmen. Neben den mechanischen Vorteilen bieten Dickschichten auch thermische Isolierungseigenschaften, insbesondere in Hochtemperaturanwendungen. Keramische Beschichtungen wie Zirkonoxid ( $\text{ZrO}_2$ ) werden häufig als Wärmedämmschichten in Gasturbinen verwendet, um die Oberflächentemperatur zu senken und die Lebensdauer der Bauteile zu verlängern (Holmberg & Matthews, 2009). Diese Wärmedämmschichten können Temperaturen von über 1000 °C standhalten und tragen so zur Effizienzsteigerung moderner Energiesysteme bei (Hutchings & Shipway, 2017).

## Nano- und Mikrostrukturbeschichtungen

Nano- und Mikrostrukturbeschichtungen sind innovative Technologien, die Oberflächen mit außergewöhnlichen Eigenschaften versehen. Sie basieren auf Strukturen im Mikro- und Nanometerbereich, die den Beschichtungen spezielle tribologische, optische oder chemische Eigenschaften verleihen. Diese Beschichtungen finden Anwendungen in der

Elektronik, der Medizintechnik, der Automobilindustrie und anderen Hightech-Bereichen (Bhushan, 2013; Holmberg & Erdemir, 2009).

Nano- und Mikrostrukturbeschichtungen zeichnen sich durch extrem geringe Schichtdicken und eine präzise Steuerung der Materialzusammensetzung aus. Diese Technologien nutzen Materialstrukturen, deren Dimensionen unterhalb von 100 Nanometern liegen, um einzigartige Eigenschaften zu erzielen, etwa eine hohe Härte, chemische Stabilität und geringe Reibung (Erdemir & Donnet, 2006). Mikrostrukturbeschichtungen hingegen bieten Vorteile durch ihre kontrollierten topographischen Eigenschaften, die die Adhäsion und Verschleißbeständigkeit verbessern (Hutchings & Shipway, 2017).

Die Herstellung solcher Beschichtungen erfolgt über hochpräzise Verfahren wie physikalische Gasphasenabscheidung (PVD), chemische Gasphasenabscheidung (CVD) oder Sputtern. Nano-Schichten werden häufig durch atomare Abscheidungsprozesse erzeugt, die eine homogene Verteilung der Materialien gewährleisten. Mikrostrukturbeschichtungen können durch Lithografiertechniken oder Laserbearbeitung realisiert werden, um maßgeschneiderte Oberflächenstrukturen zu schaffen (Holmberg & Matthews, 2009).

Nano- und Mikrostrukturbeschichtungen verbessern die tribologischen Eigenschaften von Oberflächen signifikant. Beispielsweise reduzieren Nanostrukturen den Reibungskoeffizienten durch eine minimierte Kontaktfläche, während Mikrostrukturen die Schmierstoffverteilung optimieren können (Erdemir & Donnet, 2006). Zudem bieten sie eine herausragende Verschleißbeständigkeit und Korrosionsschutz, insbesondere in aggressiven Umgebungen wie der Chemieindustrie (Stachowiak & Batchelor, 2013). Eine weitere wichtige Eigenschaft ist die Verbesserung der optischen und elektrischen Eigenschaften. Nano-Beschichtungen auf Basis von Indiumzinnoxid (ITO) werden beispielsweise in Touchscreens und Solarzellen verwendet, um eine hohe Transparenz und Leitfähigkeit zu gewährleisten. Mikrostrukturbeschichtungen, wie sie in Antireflexsystemen eingesetzt werden, verbessern die Effizienz optischer Geräte erheblich (Bhushan, 2013).

## 2.2.2.2. Herstellungsmethoden

### Physikalische Gasphasenabscheidung (PVD)

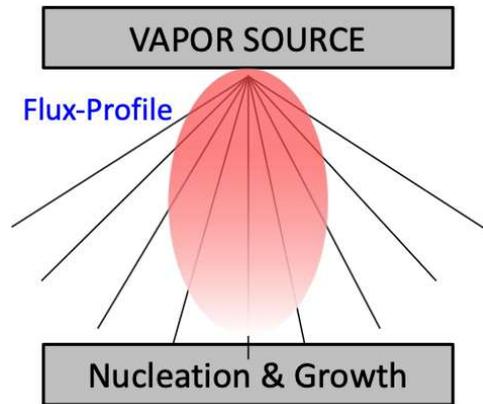


Abbildung 6: Schematische Darstellung des physikalischen Gasphasenabscheidungsprozesses (PVD, Physical Vapor Deposition). Die Abbildung zeigt die Verdampfung aus einer Dampferzeugungsquelle (Vapor Source) sowie das resultierende Flussprofil (Flux-Profile), das zur Keimbildung (Nucleation) und Schichtwachstum (Growth) auf der Substratoberfläche führt. (Mayrhofer et.al. 2022)

Die Physikalische Gasphasenabscheidung (Physical Vapor Deposition, PVD) ist ein hochpräzises Beschichtungsverfahren, das auf physikalischen Prozessen zur Abscheidung dünner Schichten basiert. Es wird verwendet, um Oberflächen mit spezifischen mechanischen, chemischen und optischen Eigenschaften auszustatten. Die Anwendungsgebiete reichen von der Mikroelektronik über die Medizintechnik bis hin zur Luft- und Raumfahrt (Bhushan, 2013; Holmberg & Matthews, 2009).

PVD beruht auf der Verdampfung oder Abtragung eines Ausgangsmaterials, das in Form von gasförmigen Atomen oder Molekülen transportiert und auf einem Substrat abgelagert wird. Das Verfahren findet in einer Vakuumkammer statt, um eine hohe Reinheit und Kontrolle der Schichtbildung zu gewährleisten. Die zugrunde liegenden Prozesse umfassen die Verdampfung des Materials, den Transport der Teilchen durch die Gasphase und deren Kondensation auf der Substratoberfläche. Entscheidend für die Eigenschaften der Schicht sind die Prozessparameter wie Temperatur, Druck und

die Zusammensetzung der Gasatmosphäre (Stachowiak & Batchelor, 2013; Hutchings & Shipway, 2017).

### Chemische Gasphasenabscheidung (CVD)

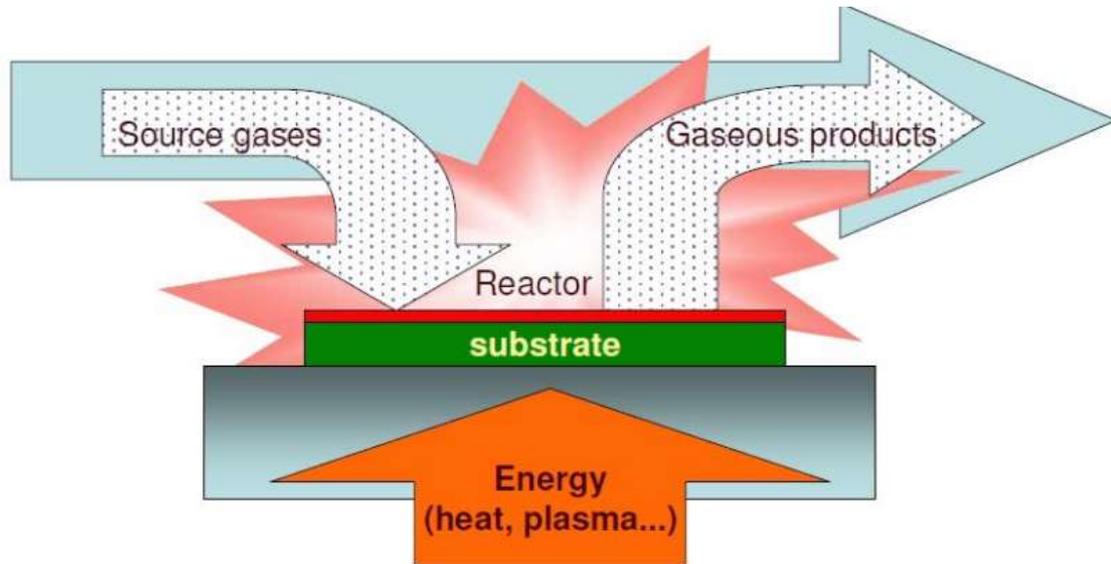


Abbildung 7: Schematische Darstellung des chemischen Gasphasenabscheidungsprozesses (CVD, Chemical Vapor Deposition). Dabei strömen gasförmige Ausgangsstoffe (Source gases) in einen Reaktor, in dem durch Energiezufuhr (z.B. Wärme oder Plasma) eine chemische Reaktion stattfindet. Diese führt zur Abscheidung einer dünnen Schicht auf dem Substrat, während gasförmige Nebenprodukte abgeführt werden. (Mayrhofer et.al. 2022)

Die Chemische Gasphasenabscheidung (Chemical Vapor Deposition, CVD) ist ein hochentwickeltes Beschichtungsverfahren, das auf chemischen Reaktionen in der Gasphase basiert. Es wird verwendet, um dünne, homogene und dichte Schichten auf Substraten abzuscheiden. Diese Technologie ist besonders vielseitig und findet Anwendung in der Mikroelektronik, der Luft- und Raumfahrt, der Medizintechnik sowie der Tribologie (Bhushan, 2013; Erdemir & Donnet, 2006).

Das CVD-Verfahren beruht auf der chemischen Reaktion gasförmiger Vorläuferstoffe (sogenannter Precursors) in der Nähe oder auf der Oberfläche des Substrats. Während des Prozesses werden die Vorläufer in die Reaktionskammer eingeführt, wo sie unter

Einwirkung von Temperatur, Druck oder Plasma chemisch zersetzt werden. Die Reaktionsprodukte lagern sich als feste Schicht auf dem Substrat ab, während die gasförmigen Nebenprodukte abgeführt werden (Stachowiak & Batchelor, 2013).

Die Bedingungen im CVD-Prozess – insbesondere Temperatur, Gaszusammensetzung und Druck – können präzise gesteuert werden, um die Schichteigenschaften, wie Dicke, Härte und chemische Zusammensetzung, zu optimieren (Holmberg & Matthews, 2009).

### **2.2.2.3. Mechanismen der Schmierwirkung in Beschichtungen**

#### **Schichtgleiten**

Schichtgleiten ist ein zentraler Mechanismus in der Tribologie, der insbesondere bei schichtstrukturierten Materialien wie Graphit, Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) und Wolframdisulfid ( $\text{WS}_2$ ) auftritt. Es beschreibt die gleitende Bewegung einzelner Schichten eines Materials gegeneinander, ermöglicht durch die spezifische Kristallstruktur, bei der starke Bindungen innerhalb der Schichten und schwache Van-der-Waals-Kräfte zwischen den Schichten vorliegen. Diese Eigenschaft macht Materialien mit schichtartiger Struktur zu effizienten Festschmierstoffen, die in einer Vielzahl von technischen Anwendungen eingesetzt werden (Fraunhofer IWM, 2022; KIT, 2022).

Ein zentrales Beispiel für Schichtgleiten ist Graphit. Unter mechanischer Belastung gleiten die hexagonal angeordneten Kohlenstoffschichten gegeneinander, wodurch der Reibungskoeffizient erheblich reduziert wird. Dieser Mechanismus wird durch Feuchtigkeitsmoleküle unterstützt, die zwischen die Schichten eindringen und die Gleiteigenschaften zusätzlich verbessern. Die tribologischen Eigenschaften von Graphit sind daher stark abhängig von Umgebungsbedingungen wie Feuchtigkeit und Temperatur (Fraunhofer IWM, 2022; Universität Rostock, 2017).

Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) und Wolframdisulfid ( $\text{WS}_2$ ) zeigen ähnliche Schmiereigenschaften, jedoch unabhängig von der Umgebungsfeuchtigkeit. Dies liegt daran, dass ihre chemische Struktur eine intrinsische Gleitebene bietet, die selbst unter Hochvakuumbedingungen oder extrem hohen Drücken erhalten bleibt.  $\text{MoS}_2$  ist daher ein bevorzugter Schmierstoff in der Raumfahrt, wo extreme Bedingungen wie Vakuum

und hohe Temperaturwechsel herrschen. Das Material bildet durch mechanischen Kontakt tribochemisch stabile Schichten, die die Reibung weiter reduzieren und den Verschleiß minimieren (KIT, 2022; GfT, 2017).

Ein weiteres Phänomen, das mit dem Schichtgleiten verbunden ist, ist die Bildung von Tribofilmen. Diese entstehen, wenn sich Materialschichten unter Belastung reorganisieren und eine Schutzschicht auf der Oberfläche bilden. Diese Schicht ist oft selbstschmierend und trägt dazu bei, die Lebensdauer von Bauteilen erheblich zu verlängern (RWTH Aachen, 2001).

### **Bildung von Tribofilmen**

Tribofilme sind dünne Schichten, die sich auf Oberflächen unter tribologischer Beanspruchung bilden und maßgeblich zur Reduzierung von Reibung und Verschleiß beitragen. Ihre Entstehung ist das Resultat komplexer chemischer und physikalischer Prozesse, die während des Kontakts zwischen bewegten Oberflächen ablaufen.

Die Bildung von Tribofilmen erfolgt hauptsächlich durch tribochemische Reaktionen, bei denen Schmierstoffadditive unter Einfluss mechanischer Belastung und Temperatur mit der Oberfläche reagieren. Ein klassisches Beispiel ist die Zersetzung von Zinkdialkyldithiophosphat (ZDDP), einem weit verbreiteten Verschleißschutzadditiv. Unter tribologischer Belastung zerfällt ZDDP und bildet auf der Oberfläche einen schützenden Film aus Zink- und Phosphorverbindungen, der die direkte Metall-zu-Metall-Kontaktierung verhindert und somit Verschleiß reduziert (Bancroft et al., 1997).

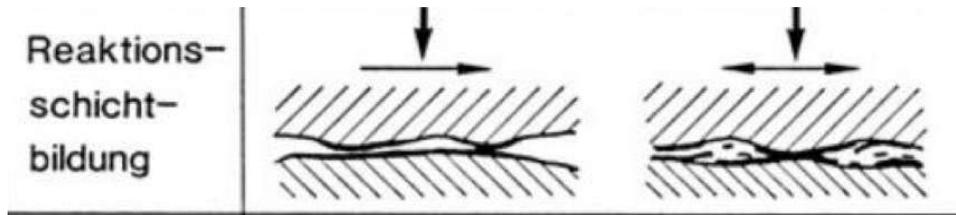


Abbildung 8: Schematische Darstellung der Reaktionsschichtbildung in tribologischen Systemen. Während des Gleitvorgangs führt die mechanische Belastung zur Bildung einer schützenden Reaktionsschicht zwischen den Kontaktflächen. Diese Schicht kann sich unter Einfluss von Reibungswärme und chemischen Reaktionen regenerieren und trägt zur Reduktion von Reibung und Verschleiß bei. (LVA Festschmierstoffe Vorlesungsfolien, Gachot 2023)

Ein weiterer Ansatz zur Tribofilm-Bildung ist die Verwendung tribokatalytischer Schichtsysteme. Hierbei werden spezielle Beschichtungen, wie nanostrukturierte PVD-Schichten aus Molybdän-Stickstoff-Verbindungen (Mo-X-N), auf die Oberfläche aufgebracht. Diese Schichten interagieren mit den Schmierstoffadditiven und fördern die Bildung schützender Tribofilme während des Betriebs. Solche Systeme zeigen eine signifikante Reduzierung von Reibung und Verschleiß, insbesondere in hochbelasteten Motorenkomponenten (Brugnara et al., 2020).

Die Wirksamkeit von Tribofilmen hängt von verschiedenen Faktoren ab, darunter die chemische Zusammensetzung des Schmierstoffs, die Art der Additive, die Oberflächenbeschaffenheit sowie die Betriebsbedingungen wie Temperatur und Druck. Die physikochemischen Eigenschaften der Additive spielen eine entscheidende Rolle bei der Adsorption an der Oberfläche und den anschließenden Reaktionen im Schmierpalt (Fraunhofer IWM, 2022).

In der industriellen Anwendung sind Tribofilme essenziell für die Langlebigkeit und Effizienz von Maschinenkomponenten. Sie bieten Schutz vor Verschleiß und Korrosion und tragen zur Energieeinsparung bei, indem sie die Reibung minimieren. Ein tiefgehendes Verständnis der Mechanismen der Tribofilm-Bildung ermöglicht die gezielte Entwicklung von Schmierstoffen und Beschichtungen, die optimal auf spezifische Anwendungen abgestimmt sind (Oerlikon Balzers, 2022).

## Tribochemische Reaktionen

Tribochemische Reaktionen sind chemische Prozesse, die durch mechanische Einwirkung an Grenzflächen zwischen Festkörpern ausgelöst werden. Diese Reaktionen spielen eine wesentliche Rolle in der Tribologie, da sie die Reibungs- und Verschleißigenschaften von Materialien maßgeblich beeinflussen.

Unter mechanischer Beanspruchung, wie Reibung oder Verschleiß, können an den Oberflächen von Festkörpern chemische Reaktionen initiiert werden. Diese tribochemischen Prozesse führen zur Bildung neuer Verbindungen oder Phasen, die die tribologischen Eigenschaften des Systems verändern. Beispielsweise können durch die mechanische Aktivierung von Feststoffen Reaktionen stattfinden, die ohne diese Aktivierung nicht oder nur unter extremen Bedingungen möglich wären (Möbius, 1975). Ein klassisches Beispiel ist die mechanochemische Synthese, bei der durch Mahlprozesse chemische Reaktionen zwischen den Ausgangsstoffen induziert werden. Hierbei werden die Reaktanten in einer Kugelmühle mechanisch aktiviert, was zur Bildung neuer chemischer Verbindungen führt (Borchardt & Grätz, 2018).



Abbildung 9: Schematische Darstellung einer tribochemischen Reaktion in tribologischen Systemen. Durch mechanische Belastung und die dabei entstehende Reibungswärme kommt es zu chemischen Reaktionen an der Kontaktoberfläche. Diese Reaktionen führen zur Bildung einer schützenden Reaktionsschicht, die Reibung und Verschleiß reduziert und zur Selbstheilung der Oberfläche beiträgt. (LVA Festschmierstoffe Vorlesungsfolien, Gachot 2023)

Die Geschwindigkeit und der Verlauf tribochemischer Reaktionen werden von verschiedenen Faktoren beeinflusst:

- **Art der mechanischen Beanspruchung:** Unterschiedliche mechanische Einwirkungen wie Druck, Scherung oder Stoß können verschiedene Reaktionen hervorrufen.
- **Materialeigenschaften:** Die chemische Zusammensetzung und die Kristallstruktur der beteiligten Festkörper beeinflussen die Reaktivität unter mechanischer Belastung.
- **Umgebungsbedingungen:** Temperatur, Feuchtigkeit und das Vorhandensein von Gasen oder Flüssigkeiten können die tribochemischen Prozesse modifizieren (Möbius, 1975).

#### 2.2.2.4. Eigenschaften von Beschichtungen mit Festschmierstoffen

##### Reibungseigenschaften von Beschichtungen mit Festschmierstoffen

Die Reibungseigenschaften von Beschichtungen mit Festschmierstoffen werden von verschiedenen Faktoren beeinflusst:

1. **Oberflächenrauigkeit:** Eine geringere Rauigkeit führt in der Regel zu einer besseren Haftung der Schmierstoffschichten und einer gleichmäßigeren Lastverteilung, wodurch die Reibung weiter reduziert wird (Stachowiak & Batchelor, 2013).
2. **Betriebsbedingungen:** Temperatur, Feuchtigkeit und Druck beeinflussen die Stabilität und Leistungsfähigkeit der Festschmierstoffe. Beispielsweise zeigt MoS<sub>2</sub> eine optimale Schmierwirkung unter trockenen Bedingungen, während Graphit feuchtigkeitsabhängig ist (Erdemir & Donnet, 2006).
3. **Zusammensetzung der Beschichtung:** Die Kombination von Festschmierstoffen mit Matrixmaterialien wie Metallen, Keramiken oder Polymeren beeinflusst die tribologischen Eigenschaften. Mischungen ermöglichen die Anpassung der Beschichtung an spezifische Anforderungen, wie

beispielsweise hohe Temperaturbeständigkeit oder chemische Inertheit (Bhushan, 2013).

## **Verschleissfestigkeit**

Die Verschleißfestigkeit von Beschichtungen mit Festschmierstoffen ist ein zentraler Aspekt moderner tribologischer Systeme. Festschmierstoffe wie Graphit, MoS<sub>2</sub> und PTFE werden häufig in Beschichtungen integriert, um sowohl die Reibung zu reduzieren als auch den Verschleißwiderstand zu erhöhen. Ihre einzigartigen Eigenschaften, wie geringe Scherfestigkeit und hohe chemische Stabilität, machen sie besonders geeignet für anspruchsvolle Anwendungen, bei denen konventionelle Schmierstoffe an ihre Grenzen stoßen (Holmberg & Matthews, 2009).

Die Verbesserung der Verschleißfestigkeit durch Festschmierstoffe beruht auf mehreren Mechanismen. Ein wesentlicher Beitrag ist das Schichtgleiten, das bei Materialien wie Graphit und MoS<sub>2</sub> durch ihre schichtartige Kristallstruktur ermöglicht wird. Diese Struktur erlaubt es den atomaren Ebenen, mühelos übereinander zu gleiten, wodurch der Abrieb minimiert wird (Erdemir & Donnet, 2006). Ein weiterer Mechanismus ist die Bildung stabiler Schutzschichten auf den Oberflächen, die als Barriere gegen direkten Kontakt wirken und somit den Verschleiß reduzieren (Hutchings & Shipway, 2017). Einige Festschmierstoffe zeigen zudem selbstheilende Eigenschaften, indem sie unter mechanischer Belastung Mikrorisse ausgleichen und so die Schutzwirkung der Beschichtung langfristig aufrechterhalten (Stachowiak & Batchelor, 2013).

Die Wirksamkeit von Beschichtungen mit Festschmierstoffen hinsichtlich ihrer Verschleißfestigkeit wird von verschiedenen Faktoren beeinflusst. Die Partikelgröße und Verteilung der Festschmierstoffe innerhalb der Beschichtung spielen eine entscheidende Rolle für die Homogenität und Effektivität der Schutzwirkung. Darüber hinaus beeinflussen die Wahl des Bindemittels und der Matrixmaterialien die Haftung der Schmierstoffpartikel und die Gesamtstabilität der Beschichtung. Betriebsbedingungen wie Temperatur, Feuchtigkeit und mechanische Belastungen wirken sich ebenfalls auf die Leistung der Beschichtung aus. Beispielsweise zeigt MoS<sub>2</sub> eine hervorragende Verschleißfestigkeit bei trockenen Bedingungen, während Graphit

feuchtigkeitsabhängig ist und seine Schmierwirkung unter bestimmten Umgebungen verbessert (Bhushan, 2013).

### **2.2.2.5. Fortschritte in der Forschung**

Die Entwicklung hybrider Beschichtungen hat in der Tribologie zunehmend an Bedeutung gewonnen. Hybride Beschichtungen kombinieren verschiedene Materialklassen wie Metalle, Keramiken und Festschmierstoffe, um die mechanischen und tribologischen Eigenschaften zu optimieren (Bhushan, 2013). Besonders die Kombination von Keramiken mit Festschmierstoffen wie MoS<sub>2</sub> oder Graphit zeigt vielversprechende Ergebnisse, da Keramiken hohe Härte bieten, während Festschmierstoffe die Reibung reduzieren (Hutchings & Shipway, 2017).

Ein wichtiger Fortschritt in der Forschung ist der Einsatz nanostrukturierter Materialien. Nanopartikel wie Graphen oder fullereneähnliche MoS<sub>2</sub>-Partikel verbessern nicht nur die tribologischen, sondern auch die mechanischen und thermischen Eigenschaften der Beschichtung. Die Größe und Verteilung dieser Partikel beeinflussen die Leistungsfähigkeit maßgeblich (Rapoport & Tenne, 2002).

Hybride Beschichtungen bieten zahlreiche Vorteile wie erhöhte Verschleißfestigkeit und reduzierte Reibung. Besonders hervorzuheben ist die Möglichkeit der Selbstschmierung, wodurch der Bedarf an externen Schmierstoffen sinkt. Dies ist vorteilhaft in Bereichen wie der Raumfahrt oder der Lebensmittelindustrie, wo herkömmliche Schmierung problematisch ist (Donnet & Erdemir, 2007).

Fortschritte in Herstellungsverfahren wie Magnetron-Sputtern, thermischem Spritzen und chemischer Gasphasenabscheidung (CVD) ermöglichen die präzise Herstellung hybrider Beschichtungen mit kontrollierter Mikrostruktur (Holmberg & Erdemir, 2009). Besonders Graphen und andere 2D-Materialien haben das Potenzial, die tribologischen Eigenschaften signifikant zu verbessern.

Trotz dieser Fortschritte bestehen Herausforderungen. Die Herstellung hybrider Beschichtungen ist oft kostenintensiv und technisch komplex. Zudem ist die gleichmäßige Verteilung von Festschmierstoffpartikeln in der Matrix entscheidend, da ungleichmäßige Verteilungen die tribologischen Eigenschaften negativ beeinflussen können (Erdemir & Donnet, 2006).

Die Integration von Nanopartikeln wie Graphen und Nanodiamanten ermöglicht es, die Reibung signifikant zu reduzieren und die Verschleißfestigkeit zu erhöhen (Zmitrowicz, 2006). Besonders Mehrschichtsysteme, bei denen abwechselnd harte und weiche Schichten aufgetragen werden, kombinieren Härte mit reibungsmindernden Eigenschaften und sind daher für Hochleistungsanwendungen geeignet (Rabinowicz, 1995).

Ein weiterer Forschungsschwerpunkt ist die Entwicklung selbstheilender Beschichtungen, die Schäden autonom reparieren und damit die Lebensdauer von Bauteilen verlängern. Physikalische Mechanismen nutzen dabei thermoplastische Materialien, während chemische Mechanismen auf reaktive Komponenten setzen, die bei Rissbildung aktiviert werden (White et al., 2001).

Polymere und hybride Materialien haben sich als besonders vielversprechend erwiesen, da sie sowohl mechanische Stabilität als auch selbstheilende Eigenschaften bieten. Insbesondere die Integration von Nanopartikeln wie Siliziumdioxid oder Graphen verbessert die mechanische Stabilität und Heilungsprozesse zusätzlich (Wang et al., 2019).

Obwohl selbstheilende Beschichtungen erhebliche Vorteile bieten, bestehen Herausforderungen hinsichtlich der langfristigen Stabilität und der Begrenzung auf eine begrenzte Anzahl an Heilungszyklen. Die Forschung konzentriert sich daher auf kosteneffiziente Herstellungsverfahren und umweltfreundliche Materialien zur weiteren Optimierung (Zheludkevich et al., 2005).

### 2.2.2.7. Schlussfolgerung

Das Kapitel zu 2D-Materialien hat eindrucksvoll gezeigt, dass diese Materialien ein enormes Potenzial für die Anwendung in Beschichtungen mit Festschmierstoffen bieten. Ihre einzigartige Struktur, bestehend aus atomar dünnen Schichten, ermöglicht eine hervorragende Kombination aus mechanischer Festigkeit, chemischer Stabilität und tribologischen Eigenschaften. Aufbauend auf den vorgestellten Ergebnissen dieses Kapitels werden in diesem Abschnitt die zentralen Erkenntnisse zusammengefasst und mögliche zukunftsweisende Entwicklungen diskutiert.

2D-Materialien wie Graphen, hexagonales Bornitrid (h-BN) und dichalkogenide von Übergangsmetallen (z. B. MoS<sub>2</sub>, WS<sub>2</sub>) haben sich als vielversprechende Kandidaten für die tribologische Optimierung erwiesen. Diese Materialien zeichnen sich durch extrem niedrige Reibungskoeffizienten und hohe Verschleißfestigkeit aus, wie in mehreren experimentellen und theoretischen Studien hervorgehoben wurde (Zhang et al., 2022; Liu et al., 2021). Ihre Fähigkeit, tribochemische Reaktionen zu unterdrücken und stabile Tribofilme zu bilden, ist ein zentraler Vorteil, insbesondere in Hochtemperatur- und Hochdruckanwendungen.

Zudem wurde im Kapitel detailliert auf die Herausforderungen eingegangen, die mit der Integration von 2D-Materialien in Beschichtungen verbunden sind. Hierzu gehören die Skalierbarkeit der Synthese, die Adhäsion zwischen den Schichten und die Stabilität unter extremen Betriebsbedingungen. Trotz dieser Herausforderungen zeigen neuartige Herstellungsverfahren wie die chemische Gasphasenabscheidung (CVD) und exfoliative Methoden vielversprechende Fortschritte (Chen et al., 2021).

Die Zukunft der Forschung an 2D-Materialien für tribologische Anwendungen wird von mehreren entscheidenden Trends bestimmt:

1. **Funktionalisierung und Hybridmaterialien:** Die chemische Funktionalisierung von 2D-Materialien, um spezifische Eigenschaften wie Hydrophobie oder erhöhte chemische Reaktivität zu erzielen, ist ein aktives Forschungsfeld. Hybridsysteme, die 2D-Materialien mit Nanopartikeln oder Polymeren kombinieren, könnten die Leistungsfähigkeit weiter steigern (Smith et al., 2021).

2. **Nachhaltigkeit:** Die Verwendung umweltfreundlicher Synthesemethoden und die Integration von recycelbaren Materialien werden in Zukunft eine noch größere Rolle spielen. Dies ist besonders relevant für Industrien mit hohen Umweltauflagen wie die Automobil- und Luftfahrtindustrie (Wang et al., 2022).
3. **Anpassung an spezifische Anwendungen:** Zukünftige Beschichtungssysteme müssen spezifischen Anforderungen gerecht werden, beispielsweise durch die Entwicklung von Schichtsystemen mit abgestimmter Dicke und Komposition für extreme Umgebungen wie Offshore-Windkraftanlagen oder Raumfahrtanwendungen (Zhao et al., 2022).

Die Ergebnisse des Kapitels verdeutlichen die immense Bedeutung von 2D-Materialien sowohl für die Wissenschaft als auch für die Industrie. Ihre einzigartigen Eigenschaften könnten dazu beitragen, die Effizienz und Nachhaltigkeit moderner Fertigungstechnologien erheblich zu verbessern. Unternehmen investieren zunehmend in die Entwicklung von Technologien zur Massenproduktion dieser Materialien, um deren Einsatz in großem industriellen Umfang zu ermöglichen (Zhang et al., 2022).

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass 2D-Materialien die Zukunft der tribologischen Forschung und Anwendungen maßgeblich beeinflussen werden. Fortschritte in der Materialentwicklung, der Synthese und der Integration in Beschichtungen bieten große Chancen für die Verbesserung von Bauteilleistungen und die Reduktion von Umweltauswirkungen. Eine enge Zusammenarbeit zwischen Forschungseinrichtungen und Industrie wird entscheidend sein, um diese Potenziale voll auszuschöpfen.

## 2.3. Transition Metal Carbo Chalcogenides (TMCCs) – Eine neue Klasse von 2D-Materialien

### 2.3.1. Einleitung

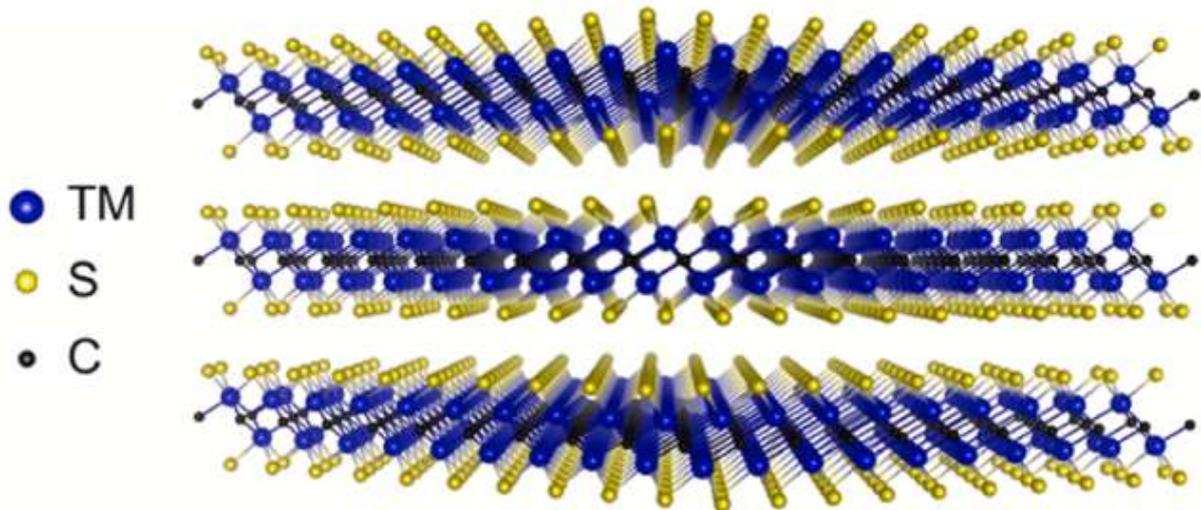


Abbildung 10: Mehrschichtige TMCC-Pulver: Schematische Darstellung der typischen atomaren Struktur von TMCC, welche die geschichtete Morphologie zeigt.

#### 2.3.1.1. Definition und historische Entwicklung

Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) sind eine neuartige Klasse von zweidimensionalen (2D) Materialien, die sich durch ihre einzigartige Kombination von Übergangsmetallen, Kohlenstoff und Chalcogeniden auszeichnen. Diese Materialien weisen eine geschichtete Kristallstruktur auf, die durch van-der-Waals-Kräfte zusammengehalten wird, was eine einfache mechanische Exfoliation ermöglicht (Majed et al., 2022). TMCCs kombinieren die vorteilhaften Eigenschaften von Übergangsmetallcarbiden (MXene) und -chalkogeniden, wie hohe elektrische Leitfähigkeit, chemische Stabilität und hervorragende mechanische Eigenschaften, was sie zu vielversprechenden Materialien für tribologische Anwendungen macht (Grützmaier et al., 2024).

Die Erforschung von TMCCs begann mit der Suche nach alternativen 2D-Materialien, die über die Eigenschaften von Graphen hinausgehen. Während Graphen aufgrund

seiner hohen Festigkeit und elektrischen Leitfähigkeit revolutionäre Anwendungen in der Elektronik fand, wurde schnell erkannt, dass seine tribologischen Eigenschaften begrenzt sind. Dies führte zur Entwicklung von TMCCs, die erstmals systematisch von Majed et al. (2022) beschrieben wurden. Ihre Struktur ähnelt der von MXenen, jedoch bieten TMCCs aufgrund der einzigartigen Kombination von Kohlenstoff und Chalkogenid-Elementen verbesserte chemische und mechanische Stabilität (Ibrahim et al., 2024).

Die historischen Meilensteine der TMCC-Entwicklung lassen sich in mehrere Schlüsselphasen unterteilen. Erste Untersuchungen zu Übergangsmetallchalkogeniden (TMCs) im tribologischen Kontext lassen sich bereits auf die 1990er Jahre zurückführen, in denen erste Veröffentlichungen zu deren tribologischen Eigenschaften erschienen. In diesen frühen Studien wurden die vielversprechenden Eigenschaften dieser Materialien, insbesondere ihre chemische Stabilität und ihre potenzielle Eignung als Festschmierstoffe, erstmals dokumentiert. In den folgenden Jahren wurde das Verständnis der Struktur-Eigenschafts-Beziehungen von TMCs weiter vertieft, was den Grundstein für die spätere Entwicklung der Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) legte.

In einer bahnbrechenden Arbeit von Majed et al. (2022) wurde schließlich das Syntheseverfahren zur Herstellung von TMCCs mit kontrollierter Dicke und Struktur weiterentwickelt, was neue Anwendungsbereiche in der Mikroelektronik und Energiespeicherung eröffnete. Diese Entwicklungen führten dazu, dass TMCCs zunehmend als leistungsfähige Festschmierstoffe in anspruchsvollen technischen Anwendungen in Betracht gezogen wurden.

Heute stehen TMCCs im Mittelpunkt zahlreicher Forschungsinitiativen, die darauf abzielen, ihre Eigenschaften weiter zu verbessern und ihre Anwendungen auf Bereiche wie die Luft- und Raumfahrt, Automobiltechnik und biomedizinische Implantate auszudehnen. Die aktuelle Forschung konzentriert sich insbesondere auf die Entwicklung von hybriden TMCC-Schichtsystemen, die durch Dotierung mit anderen Elementen maßgeschneiderte Eigenschaften erhalten (Majed et al., 2022).

### 2.3.1.2. Vergleich mit anderen 2D-Materialien

Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) stellen eine neue Familie von zweidimensionalen (2D) Materialien dar, die in Bezug auf strukturelle, mechanische und tribologische Eigenschaften mit etablierten 2D-Materialien wie Graphen, Transition Metal Dichalcogenides (TMDs) und MXenen verglichen werden können. Während Graphen für seine außergewöhnliche elektrische Leitfähigkeit bekannt ist, bieten TMCCs eine Kombination aus hoher chemischer Stabilität, thermischer Beständigkeit und tribologischer Leistungsfähigkeit, die für industrielle Anwendungen besonders vorteilhaft ist (Majed et al., 2022).

Im Vergleich zu MXenen, einer bekannten Familie von 2D-Materialien, die durch ihre metallischen Eigenschaften und Hydrophilie gekennzeichnet sind, weisen TMCCs eine höhere chemische Stabilität in oxidativen Umgebungen auf. Dies liegt an der einzigartigen Kombination aus Kohlenstoff und Chalkogeniden, die eine bessere Oxidationsbeständigkeit bietet und gleichzeitig hervorragende Schmierfähigkeiten in Hochtemperaturanwendungen ermöglicht (Ibrahim et al., 2024). Darüber hinaus zeigen TMCCs eine überlegene mechanische Festigkeit im Vergleich zu TMDs wie MoS<sub>2</sub> oder WS<sub>2</sub>, die bekanntermaßen unter hoher Last zur Delamination neigen (Persson et al., 2024).

Ein entscheidender Vorteil von TMCCs gegenüber anderen 2D-Materialien ist ihre vielseitige chemische Zusammensetzung, die eine gezielte Anpassung der Eigenschaften ermöglicht. Während TMDs für ihre hohe Anisotropie und moderate tribologische Leistung bekannt sind, können TMCCs durch gezielte Dotierung mit unterschiedlichen Übergangsmetallen in ihrer elektrischen Leitfähigkeit, mechanischen Stabilität und thermischen Beständigkeit verbessert werden (Majed et al., 2022). Diese Eigenschaft macht sie besonders attraktiv für Anwendungen in der Mikroelektronik, wo eine gleichzeitige Optimierung verschiedener Materialeigenschaften erforderlich ist.

Ein weiterer Vergleichspunkt zwischen TMCCs und Graphen besteht in der tribologischen Leistung. Graphen bietet zwar eine extrem geringe Reibung, weist jedoch in Hochtemperaturumgebungen eine eingeschränkte chemische Beständigkeit auf. TMCCs hingegen behalten ihre Schmierfähigkeit über einen breiteren

Temperaturbereich hinweg bei und bieten eine bessere Resistenz gegen Oxidation und Verschleiß. (Ibrahim et al., 2024).

## 2.3.2. Synthesemethoden von TMCCs

### 2.3.2.1. Solide-state Syntheseprozesse

Die Festkörpersynthese, auch als "solid-state synthesis" bezeichnet, ist eine der etablierten Methoden zur Herstellung von Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs). Dieses Verfahren zeichnet sich durch die direkte Reaktion von Feststoffreagenzien unter hohen Temperaturen aus, wodurch hochkristalline Materialien mit definierter chemischer Zusammensetzung und Struktur entstehen (Persson et al., 2022). Die Attraktivität dieses Ansatzes liegt in seiner Fähigkeit, großflächige TMCC-Schichten mit hoher struktureller Homogenität und kontrollierbarer Morphologie herzustellen.

Im Allgemeinen umfasst der Festkörpersyntheseprozess mehrere Schritte: Zunächst werden die Ausgangsmaterialien, typischerweise Übergangsmetalloxide oder -sulfide sowie Kohlenstoffquellen, in stöchiometrischen Mengen gemischt und homogenisiert. Anschließend erfolgt eine thermische Behandlung in einer inerten oder reduzierenden Atmosphäre, um die gewünschten TMCC-Phasen zu erzeugen (Majed et al., 2022). Die Temperaturbedingungen spielen hierbei eine entscheidende Rolle, da sie sowohl die Diffusionsprozesse als auch die Phasenbildung beeinflussen.

Ein wesentlicher Vorteil der Festkörpersynthese liegt in ihrer Einfachheit und Skalierbarkeit. Im Vergleich zu anderen Syntheseverfahren, wie der chemischen Gasphasenabscheidung (CVD), erfordert die Festkörpersynthese keine aufwendige Prozesskontrolle oder teure Ausgangsmaterialien, was sie zu einer kosteneffizienten Option für industrielle Anwendungen macht (Ibrahim et al., 2024). Zudem ermöglicht dieser Ansatz die Herstellung von TMCCs mit hoher thermischer Stabilität und ausgezeichneter mechanischer Festigkeit.

Allerdings gibt es auch Herausforderungen bei der Festkörpersynthese von TMCCs. Die Notwendigkeit hoher Temperaturen kann zu Kornwachstum und Defektbildung führen,

was die Materialeigenschaften negativ beeinflussen kann. Darüber hinaus sind Nachbearbeitungsschritte wie mechanische Exfoliation oder chemische Behandlung erforderlich, um dünne Schichten mit nanometergenauer Kontrolle zu erhalten (Persson et al., 2022). Eine mögliche Lösung besteht in der Optimierung der Temperatur-Zeit-Profile sowie in der Verwendung von Vorläufermaterialien mit höherer Reaktivität.

Vergleichende Studien zeigen, dass die Festkörpersynthese im Vergleich zu nasschemischen Verfahren eine bessere Phasenkontrolle und höhere Reinheit der Endprodukte bietet, jedoch eine geringere Kontrolle über die endgültige Morphologie und Schichtdicke aufweist (Majed et al., 2022). Infolgedessen wird zunehmend an hybriden Ansätzen gearbeitet, die die Vorteile der Festkörpersynthese mit anderen Verfahren kombinieren, um maßgeschneiderte TMCC-Materialien herzustellen.

### **2.3.3. Strukturelle und chemische Eigenschaften**

#### **2.3.3.1. Kristallstruktur und Phasenstabilität**

Die Kristallstruktur von Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) zeichnet sich durch eine einzigartige Anordnung von Übergangsmetallen, Kohlenstoff- und Chalkogenid-Atomen aus, die in Schichten organisiert sind. Diese Schichten werden durch van-der-Waals-Kräfte zusammengehalten, was eine flexible Modifikation der Materialeigenschaften ermöglicht. Aufgrund dieser Struktur bieten TMCCs eine hohe strukturelle Integrität und außergewöhnliche tribologische Eigenschaften, die sie für Anwendungen unter extremen Bedingungen prädestinieren (Persson et al., 2024). Die regelmäßige Schichtanordnung in Kombination mit einer geringen interlamellaren Bindungsenergie erleichtert die mechanische Exfoliation und macht TMCCs zu idealen Kandidaten für ultradünne Beschichtungen und tribologische Anwendungen.

Die Kristallstruktur von TMCCs ist eng verwandt mit den gut untersuchten Transition Metal Dichalcogenides (TMDs), wobei die Einlagerung von Kohlenstoffatomen in das Kristallgitter zu einer erheblichen Modifikation der elektronischen und mechanischen Eigenschaften führt. Studien zeigen, dass die Struktur von TMCCs häufig eine hexagonale oder orthorhombische Symmetrie aufweist, wobei die Schichten durch

schwache intermolekulare Kräfte getrennt sind, was eine leichte Exfoliation ermöglicht (Majed et al., 2022). Durch gezielte Dotierung mit verschiedenen Übergangsmetallen kann die Kristallstruktur angepasst werden, um spezifische funktionale Eigenschaften wie elektrische Leitfähigkeit oder Härte zu optimieren.

Die Phasenstabilität von TMCCs ist ein kritischer Faktor für ihre industrielle Anwendung, insbesondere in Hochtemperatur- und Hochdruckumgebungen. Untersuchungen haben gezeigt, dass TMCCs thermisch stabiler sind als viele herkömmliche 2D-Materialien wie MoS<sub>2</sub> oder WS<sub>2</sub>, da die interatomaren Bindungen in der Kohlenstoff-Chalkogenid-Matrix eine höhere thermische Beständigkeit gewährleisten (Persson et al., 2024). Insbesondere in tribologischen Anwendungen hat sich die hohe Stabilität gegenüber Oxidation und chemischer Degradation als vorteilhaft erwiesen.

Einflussfaktoren auf die Phasenstabilität sind unter anderem die Synthesebedingungen, die Partikelgröße und die chemische Zusammensetzung der Ausgangsmaterialien. Forschungen zeigen, dass TMCCs in bestimmten Temperaturbereichen stabile Phasen aufrechterhalten können, während bei höheren Temperaturen Phasenumwandlungen auftreten, die zur Bildung von sekundären Verbindungen führen können (Ibrahim et al., 2024). Dies kann durch optimierte Syntheseparameter, wie die Anpassung der Heizrate und der Reaktionsatmosphäre, kontrolliert werden.

Ein Vergleich mit anderen 2D-Materialien zeigt, dass TMCCs eine einzigartige Kombination aus hoher mechanischer Festigkeit und thermodynamischer Stabilität bieten. Während TMDs unter hohen Temperaturen zur Delamination neigen, bleiben TMCCs aufgrund ihrer verstärkten Kohlenstoffbindung stabil (Majed et al., 2022). Diese Eigenschaft macht sie besonders geeignet für Anwendungen in anspruchsvollen Umgebungen wie der Luft- und Raumfahrt oder der Schwerindustrie.

### **2.3.3.2. Chemische Zusammensetzung und Bandstruktur**

Die Bandstruktur von TMCCs ist stark von der chemischen Zusammensetzung abhängig. Theoretische Berechnungen und experimentelle Studien zeigen, dass TMCCs je nach Konfiguration metallische, halbleitende oder halbleitähnliche Eigenschaften aufweisen können. Im Vergleich zu klassischen 2D-Materialien wie Graphen oder MoS<sub>2</sub> weisen TMCCs eine Bandlückenanpassung auf, die durch gezielte

Dotierung oder Schichtmanipulation beeinflusst werden kann (Persson et al., 2024). Aufgrund ihrer speziellen elektronischen Struktur sind sie besonders für Anwendungen in der Nanoelektronik und Optoelektronik geeignet.

Eine bemerkenswerte Eigenschaft von TMCCs ist ihre starke elektronische Hybridisierung, die durch die Wechselwirkung zwischen Übergangsmetallen und Kohlenstoffatomen entsteht. Diese Wechselwirkung führt zu einer erhöhten Ladungsträgerbeweglichkeit und verbessert die tribologischen Eigenschaften der Materialien (Majed et al., 2022). Darüber hinaus ermöglichen moderne Synthesemethoden eine präzise Kontrolle der chemischen Zusammensetzung, was zur Optimierung der elektronischen Eigenschaften beiträgt.

## **2.3.4. Mechanische und tribologische Eigenschaften**

### **2.3.4.1. Härte, Elastizität und thermische Stabilität**

Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) zeichnen sich durch bemerkenswerte mechanische Eigenschaften aus, die sie von anderen 2D-Materialien unterscheiden. Ihre Härte und Elastizität resultieren aus der einzigartigen Kombination von Übergangsmetallen, Kohlenstoff und Chalkogeniden, die eine geschichtete Kristallstruktur mit starken kovalenten Bindungen innerhalb der Schichten und schwachen van-der-Waals-Kräften zwischen den Schichten aufweisen (Ibrahim et al., 2024). Diese Struktur ermöglicht eine hohe mechanische Festigkeit bei gleichzeitiger Flexibilität, wodurch TMCCs in einer Vielzahl von industriellen Anwendungen, insbesondere in Hochleistungsbeschichtungen, eingesetzt werden können.

Die Härte von TMCCs wurde durch verschiedene experimentelle Methoden, einschließlich Nanoindentation und Mikrohärtmessungen, charakterisiert. Studien zeigen, dass diese Materialien eine vergleichbare Härte zu herkömmlichen tribologischen Beschichtungsmaterialien wie Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) aufweisen, jedoch mit einer verbesserten Bruchzähigkeit (Majed et al., 2022). Diese Kombination aus Härte und Elastizität ist besonders vorteilhaft für Anwendungen, bei denen hohe mechanische Belastungen auftreten, beispielsweise in der Luft- und Raumfahrt oder der Automobilindustrie.

Die Elastizität von TMCCs ist ein weiterer entscheidender Vorteil, da sie die Fähigkeit besitzen, sich unter mechanischer Beanspruchung zu verformen und dabei ihre strukturelle Integrität zu bewahren. Aufgrund der geringen interlamellaren Bindungskräfte können TMCCs als Schmierstoffe in Anwendungen mit hohen Verformungsraten verwendet werden, ohne dass es zu strukturellen Schäden kommt (Persson et al., 2024). Die Elastizitätsmoduli variieren je nach spezifischer chemischer Zusammensetzung und Synthesemethode, was eine maßgeschneiderte Anpassung an verschiedene Anwendungen ermöglicht.

In Bezug auf die thermische Stabilität bieten TMCCs erhebliche Vorteile gegenüber anderen 2D-Materialien. Ihre außergewöhnliche Beständigkeit gegenüber hohen Temperaturen wurde durch thermogravimetrische Analysen (TGA) und Differentialscanningkalorimetrie (DSC) nachgewiesen, wobei gezeigt wurde, dass TMCCs Temperaturen von bis zu 1000 °C widerstehen können, ohne signifikante strukturelle oder chemische Veränderungen zu erfahren (Majed et al., 2022) (Majed et al., 2024). Diese Eigenschaft macht sie ideal für Anwendungen in Hochtemperaturumgebungen wie Turbinensystemen und industriellen Ofenanlagen.

Ein Schlüsselfaktor für die thermische Stabilität von TMCCs ist ihre elektronische Struktur, die eine effiziente Wärmeleitung innerhalb der Schichten ermöglicht und so lokale Wärmestaus vermeidet. Darüber hinaus bieten chemische Modifikationen, wie die Dotierung mit Stickstoff oder Sauerstoff, zusätzliche Stabilität gegen thermische Degradation (Ibrahim et al., 2024). Solche Anpassungen ermöglichen den Einsatz von TMCCs in extremen Umgebungen, in denen herkömmliche Materialien schnell versagen würden.

#### **2.3.4.2. Reibungs- und Verschleißmechanismen**

Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) zeigen vielversprechende Reibungs- und Verschleißmechanismen, die sie für zahlreiche tribologische Anwendungen prädestinieren. Aufgrund ihrer geschichteten Struktur mit starken kovalenten Bindungen innerhalb der Schichten und schwachen van-der-Waals-Wechselwirkungen zwischen den Schichten bieten TMCCs hervorragende Gleiteigenschaften und geringe

Reibungskoeffizienten unter verschiedenen Belastungsbedingungen (Persson et al., 2024). Diese Eigenschaften machen sie zu einem idealen Kandidaten für Anwendungen, bei denen geringe Reibung und hoher Verschleißschutz gefordert sind.

Die geringe Reibung von TMCCs beruht hauptsächlich auf dem interlamellaren Gleiten der Schichten, welches durch externe Belastungen ausgelöst wird. Dieser Mechanismus ist vergleichbar mit anderen geschichteten 2D-Materialien wie Molybdändisulfid ( $\text{MoS}_2$ ) und Graphit, jedoch mit einer höheren chemischen Stabilität und Oxidationsbeständigkeit (Majed et al., 2022). Untersuchungen zeigen, dass sich die Reibungskoeffizienten in trockenen und feuchten Umgebungen signifikant unterscheiden. Während unter trockenen Bedingungen ein stabil niedriger Reibungskoeffizient beobachtet wird, kann die Adsorption von Wassermolekülen an der Oberfläche unter feuchten Bedingungen die Reibung leicht erhöhen, indem sie die interlamellaren Wechselwirkungen beeinflussen (Ibrahim et al., 2024).

Zusätzlich zur interlamellaren Reibung tragen tribochemische Reaktionen zur Reduzierung der Reibung bei. Unter hohen mechanischen Belastungen können sich Schutzschichten durch Reaktionen mit Umgebungsmedien bilden, die als tribologischer Film wirken und das Material vor weiterem Verschleiß schützen (Persson et al., 2024).

Die Verschleißmechanismen von TMCCs sind stark abhängig von den Betriebsbedingungen, einschließlich Last, Temperatur und Umgebungsatmosphäre. Unter niedrigen Lasten zeigen TMCCs ein abrasives Verschleißverhalten, bei dem sich einzelne Schichten langsam ablösen, ohne signifikante Schäden an der gesamten Materialstruktur zu verursachen (Majed et al., 2022). Dieser Mechanismus ist typisch für geschichtete Materialien und ermöglicht eine kontinuierliche Erneuerung der Schmierwirkung.

Bei hohen Belastungen oder erhöhten Temperaturen kann jedoch ein adhesiver Verschleiß auftreten, bei dem Material von der Oberfläche übertragen wird und sich an Gegenkörpern ablagert. Dieser Effekt kann durch eine gezielte Anpassung der chemischen Zusammensetzung von TMCCs, wie etwa durch Dotierung mit anderen Elementen, minimiert werden (Ibrahim et al., 2024). Moderne

Charakterisierungsmethoden wie Rasterelektronenmikroskopie (SEM) und Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) haben gezeigt, dass die tribologischen Eigenschaften von TMCCs stark von der Mikrostruktur und der Oberflächenmorphologie beeinflusst werden.

Zur Optimierung der Reibungs- und Verschleißigenschaften von TMCCs konzentrieren sich aktuelle Forschungsansätze auf die Nanostrukturierung der Schichten sowie die gezielte Funktionalisierung der Oberfläche, um die tribologischen Leistungsmerkmale weiter zu verbessern. Die Kombination von TMCCs mit anderen 2D-Materialien könnte ebenfalls synergistische Effekte erzeugen, die zu noch besseren Schmier- und Verschleißigenschaften führen (Ibrahim et al., 2024).

## **2.3.5. Anwendungen von TMCCs**

### **2.3.5.1. Energiespeicherung und Batterietechnologie**

Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) sind vielversprechende Materialien für die Energiespeicherung aufgrund ihrer hohen spezifischen Oberfläche und strukturellen Stabilität. In Lithium-Ionen-Batterien (LIBs) zeigen TMCCs eine hohe Zyklusstabilität und Kapazitätsretention, was sie zu potenziellen Anodenmaterialien macht (Majed et al., 2022). Darüber hinaus bieten sie Vorteile für alternative Speichertechnologien wie Natrium-Ionen-Batterien, wo sie aufgrund ihrer einzigartigen chemischen Zusammensetzung eine schnelle Ionenmobilität ermöglichen (Persson et al., 2024). Dank ihrer hohen thermischen Stabilität eignen sich TMCCs auch für den Einsatz in Hochleistungsbatterien mit anspruchsvollen Betriebsbedingungen (Ibrahim et al., 2024).

### **2.3.5.2. Schmierstofftechnologie und Beschichtungen**

Die tribologischen Eigenschaften von TMCCs machen sie zu idealen Kandidaten für Schmierstoffanwendungen und Schutzbeschichtungen. Ihre geschichtete Struktur ermöglicht eine reibungsarme Gleitbewegung, während ihre hohe Verschleißfestigkeit zu einer verlängerten Lebensdauer mechanischer Komponenten beiträgt (Majed et al., 2022). TMCCs werden zunehmend in Hochtemperatur- und Hochdruckanwendungen eingesetzt, insbesondere in der Luft- und Raumfahrt sowie in der Automobilindustrie.

Studien zeigen, dass TMCC-basierte Beschichtungen herkömmliche Festschmierstoffe wie MoS<sub>2</sub> und Graphit übertreffen, indem sie eine bessere thermische und chemische Beständigkeit bieten (Persson et al., 2024).

### **2.3.5.3. Optische und elektronische Sensorik**

TMCCs besitzen vielversprechende elektronische und optische Eigenschaften, die sie für die Sensorik prädestinieren. Ihre hohe Empfindlichkeit gegenüber Umwelteinflüssen wie Gasen und Feuchtigkeit ermöglicht den Einsatz in hochempfindlichen chemischen Sensoren (Ibrahim et al., 2024). Insbesondere ihre Fähigkeit zur selektiven Adsorption von Gasen macht sie ideal für Anwendungen in der Umweltüberwachung. Darüber hinaus sind TMCCs aufgrund ihrer einzigartigen Bandstruktur für optoelektronische Anwendungen geeignet, z. B. in Photodetektoren und flexiblen Elektronikbauteilen (Majed et al., 2022).

### **2.3.5.4. Biomedizinische Anwendungen**

Die chemische Stabilität und Biokompatibilität von TMCCs ermöglichen deren Anwendung in der Biomedizin, insbesondere in der Medikamentenverabreichung und Diagnostik. Ihre große spezifische Oberfläche und einfache Funktionalisierung ermöglichen den gezielten Transport von Wirkstoffen an spezifische Zelltypen, wodurch Nebenwirkungen minimiert werden können (Persson et al., 2024). Zudem werden TMCCs in Biosensoren zur Früherkennung von Krankheiten verwendet, da sie eine hohe Empfindlichkeit und Spezifität gegenüber biologischen Markern aufweisen (Ibrahim et al., 2024).

## **2.3.6. Fazit und Ausblick**

### **2.3.6.1. Zusammenfassung der wichtigsten Erkenntnisse**

Die Erforschung von Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) hat in den letzten Jahren erhebliche Fortschritte gemacht und ein tiefes Verständnis ihrer einzigartigen strukturellen, chemischen und tribologischen Eigenschaften ermöglicht. TMCCs zeichnen sich durch ihre geschichtete Kristallstruktur aus, die es ermöglicht, einzelne

Schichten mechanisch zu exfolieren, wodurch sie außergewöhnliche mechanische und tribologische Eigenschaften aufweisen (Majed et al., 2022). Ihre bemerkenswerte thermische Stabilität und chemische Beständigkeit machen sie zu idealen Kandidaten für Hochtemperaturanwendungen und aggressive Umgebungen.

Die Synthesemethoden für TMCCs, einschließlich der Festphasen- und Gasphasenverfahren, haben sich in den letzten Jahren weiterentwickelt und ermöglichen nun die kontrollierte Herstellung von dünnen Schichten mit maßgeschneiderten Eigenschaften (Persson et al., 2024). Durch die gezielte Dotierung und chemische Modifikation lassen sich ihre elektrischen, tribologischen und mechanischen Eigenschaften optimieren, wodurch sie eine hohe Anpassungsfähigkeit an verschiedene industrielle Anforderungen bieten.

Tribologische Untersuchungen zeigen, dass TMCCs aufgrund ihrer interlamellaren Gleiteigenschaften eine geringe Reibung und hohe Verschleißbeständigkeit aufweisen, was sie zu attraktiven Materialien für Beschichtungen und Schmierstoffe in anspruchsvollen Umgebungen macht (Ibrahim et al., 2024). Ihre Anwendbarkeit erstreckt sich von Energiespeicherung über elektronische Sensorik bis hin zu biomedizinischen Anwendungen, was die Vielseitigkeit dieser neuen Materialklasse unterstreicht.

Trotz dieser Fortschritte gibt es weiterhin Herausforderungen hinsichtlich der großtechnischen Herstellung, Kostenreduktion und Integration in bestehende industrielle Prozesse. Die anhaltenden Forschungsanstrengungen zielen darauf ab, diese Herausforderungen zu bewältigen und TMCCs für kommerzielle Anwendungen weiter zu optimieren.

## 3. Methodik

### 3.1. Tribometrie

#### 3.1.1. Ausgangslage & Spezifikationen

##### 1. Tribologische Untersuchung von TMCC-Pulvern

Ziel der Untersuchung war es, die tribologischen Eigenschaften verschiedener Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) zu charakterisieren, darunter  $Ta_2S_2C$ ,  $Nb_2S_2C$ ,  $Fe-Nb_2S_2C$  und  $TaNb_2S_2C$ . Die tribologischen Messungen wurden mit einem RTEC-Tribometer durchgeführt, wobei für alle getesteten TMCCs eine einheitliche Vorgehensweise angewandt wurde.

Zunächst wurde das jeweilige TMCC-Pulver homogen auf die Oberfläche einer Edelstahlprobe aufgebracht. Anschließend wurde die Probe in das Tribometer eingespannt, und der Gegenkörper wurde in Kontakt mit dem Pulver gebracht, bevor der Reibtest gestartet wurde (**ball-on-disk**). Diese Experimente wurden unter definierten Prüfbedingungen durchgeführt, wobei sowohl die aufgebrachte Normalbelastung als auch die Relativgeschwindigkeit variiert wurden. Die Untersuchungen umfassten verschiedene Gegenkörpermaterialien, darunter *100Cr*, *Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*, *SiC* und *PTFE*. Zusätzlich wurde eine Referenzmessung durchgeführt, bei der der Reibkontakt ohne Pulver, lediglich zwischen den Gegenkörpern und der Edelstahlprobe, stattfand.

Der Fokus der tribometrischen Untersuchungen lag zunächst auf  $Ta_2S_2C$ , für das eine vollständige Versuchsreihe mit sämtlichen Gegenkörpermaterialien und Lastbedingungen durchgeführt wurde. Aufgrund der bereits in frühen Versuchen erkennbar hohen Reibungskoeffizienten bei höherer Last und Relativgeschwindigkeit wurde für  $Nb_2S_2C$  eine reduzierte Versuchsreihe festgelegt. Hierbei erfolgten Messungen ausschließlich bei einer Normalbelastung von 250 mN und einer Relativgeschwindigkeit von 1 mm/s. Eine weitere reduzierte Versuchsreihe wurde für  $TaNb_2S_2C$  und  $Fe-Nb_2S_2C$  durchgeführt. Diese Untersuchungen umfassten ebenfalls

eine Belastung von 250 mN und eine Relativgeschwindigkeit von 1 mm/s, wobei ausschließlich die Gegenkörper  $Al_2O_3$  und SiC verwendet wurden.

Während aller Messungen war das Edelstahlplättchen fest mit dem Grundkörper verspannt, sodass ausschließlich der Gegenkörper eine oszillierende, reziproke Bewegung ausführte.

## **2. Herstellung und Untersuchung von TMCC-Beschichtungen**

Nach der initialen Charakterisierung der Pulver erfolgte die Herstellung von TMCC-Beschichtungen, um deren tribologisches Verhalten in aufgetragenem Zustand zu analysieren. Im ersten Schritt wurde ein Lösungsmittelscreening durchgeführt, um die Eignung verschiedener Lösungsmittel für eine homogene Dispersion der TMCC-Pulver zu bewerten. Die Sprühfähigkeit der Dispersionen wurde anschließend durch gezielte Spraytests untersucht.

Die eigentliche Beschichtung erfolgte mittels einer Spraygun, mit der die vorbereiteten Dispersionen gleichmäßig auf Edelstahlsubstrate aufgetragen wurden. Nach der Trocknung wurden die beschichteten Proben erneut tribologisch getestet, um den Reibungskoeffizienten der TMCC-Schichten zu ermitteln.

## **3. Charakterisierung der Verschleißspuren und chemischen Zusammensetzung**

Sowohl für die Pulverproben als auch für die Beschichtungen wurde der durch die Tribometermessungen verursachte Verschleiß systematisch analysiert. Die Bestimmung des Reibungskoeffizienten sowie der Verschleißrate erfolgte auf Basis der mit dem Tribometer erfassten Messwerte.

Zur detaillierten Untersuchung der Verschleißmechanismen wurden die Verschleißspuren mittels Laserkonfokalmikroskopie analysiert, um eine präzise Bestimmung der Oberflächenstruktur nach dem tribologischen Test zu ermöglichen. Darüber hinaus erfolgte eine weiterführende chemische Charakterisierung der Proben:

- **Ramanspektroskopie** wurde für Pulver-auf-Probe-Messungen eingesetzt, um mögliche strukturelle oder chemische Veränderungen der TMCCs während des Reibprozesses zu identifizieren.
- **Augerelektronenspektroskopie (AES)** wurde zur Analyse der chemischen Zusammensetzung der Beschichtungen herangezogen, insbesondere zur Untersuchung von Elementverteilungen in den oberen Schichten der getesteten Proben.

Durch die Kombination dieser tribologischen und analytischen Methoden konnte eine umfassende Bewertung der Reibungs- und Verschleißigenschaften der TMCCs sowohl in Pulverform als auch als aufgetragene Beschichtung durchgeführt werden.

### **3.1.2. Tribometrieversuche: ball-on-disk am RTEC Tribometer**

#### **3.1.2.1. Ergebnisse der Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C Tribometerversuche (Pulver auf Substrat)**

Im Rahmen der tribologischen Untersuchung von Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) wurde eine detaillierte Analyse der Reibungs- und Verschleißigenschaften von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C durchgeführt. Ziel dieser Versuchsreihe war es, die tribologische Performance dieses Materials in Pulverform unter definierten Prüfbedingungen zu bewerten und die Einflüsse von Normallast, Relativgeschwindigkeit und Gegenkörpermaterial auf den Reibungskoeffizienten systematisch zu untersuchen.

Für die Experimente wurde das Pulver von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C auf eine Edelstahlprobe aufgetragen und im Tribometer fixiert. Anschließend wurde ein Gegenkörper in direktem Kontakt mit dem Pulver in einem linearen, reziproken Bewegungsmodus belastet. Dabei wurden folgende Versuchsparameter variiert:

### 1. Unterschiedliche Normallasten:

- 250 mN
- 500 mN
- 1 N

### 2. Unterschiedliche Relativgeschwindigkeiten:

- 1 mm/s
- 5 mm/s

### 3. Unterschiedliche Gegenkörpermaterialien:

- PTFE (Polytetrafluorethylen)
- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Aluminiumoxid)
- 100Cr (Chromstahl)
- SiC (Siliziumkarbid)

## Hertz'sche Pressung: PTFE-Kugel gegen Edelstahlplatte

### Materialeigenschaften:

PTFE besitzt ein sehr niedriges Elastizitätsmodul (ca. 0,5 GPa) und eine hohe Poissonzahl (0,46). Es handelt sich dabei um ein sehr weiches und elastisch nachgiebiges Polymer.

### Interpretation der Ergebnisse:

- **250 mN:** Der Kontaktflächenradius beträgt rund 114 µm. Dies ist ein großer Radius, was zeigt, dass PTFE aufgrund seiner Elastizität stark nachgibt. Die maximale Kontaktpressung ist mit etwa 9,18 MPa vergleichsweise gering, da die Last großflächig verteilt wird.
- **500 mN:** Mit steigender Last wächst die Kontaktfläche auf rund 144 µm an, während die Kontaktpressung moderat auf 11,57 MPa steigt. Die Zunahme der Kontaktfläche verhindert eine stärkere Zunahme der Kontaktpressung.
- **1 N:** Bei der höchsten untersuchten Last wächst der Kontaktflächenradius weiter auf etwa 181 µm an. Die maximale Kontaktpressung steigt leicht auf ca. 14,57 MPa. Trotz einer Verdopplung der Last erhöht sich die Pressung relativ wenig, da PTFE sich stark verformt.

## Hertz'sche Pressung: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Kugel gegen Edelstahlplatte

### Materialeigenschaften:

Aluminiumoxid ist eine sehr harte und steife Keramik ( $E \approx 380$  GPa, Poissonzahl 0,22). Aufgrund der hohen Steifigkeit deformiert sich Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kaum elastisch.

### Interpretation der Ergebnisse:

- **250 mN:** Der Kontaktflächenradius beträgt nur etwa 18,8  $\mu\text{m}$ , was sehr klein ist. Dies führt zu einer extrem hohen Kontaktpressung von ca. 338,8 MPa, da sich die Last auf eine sehr kleine Fläche konzentriert.
- **500 mN:** Der Radius wächst nur minimal auf ca. 23,6  $\mu\text{m}$  an. Die Kontaktpressung steigt dadurch weiter auf rund 426,9 MPa. Dies verdeutlicht die geringe elastische Nachgiebigkeit der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Kugel.
- **1 N:** Der Kontaktflächenradius beträgt etwa 29,80  $\mu\text{m}$ . Aufgrund der sehr hohen Steifigkeit von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (380 GPa) entsteht eine sehr kleine Kontaktfläche. Die maximale Kontaktpressung erreicht einen extrem hohen Wert von 537,8 MPa. Dies bestätigt nochmals, dass Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Kugeln äußerst hohe lokale Belastungen erzeugen.

## Hertz'sche Pressung: 100Cr-Stahl-Kugel gegen Edelstahlplatte

### Materialeigenschaften:

100Cr-Stahl (Chromstahl) besitzt ein Elastizitätsmodul von 210 GPa und eine Poissonzahl von 0,30. Es handelt sich um ein typisches Stahlmaterial, hart und elastisch steif.

- **250 mN:** Der Kontaktflächenradius beträgt exakt 20,27  $\mu\text{m}$ , wodurch eine hohe maximale Kontaktpressung von 290,52 MPa entsteht.
- **500 mN:** Der Kontaktflächenradius wächst auf 25,54  $\mu\text{m}$  an, und die maximale Kontaktpressung erhöht sich auf 366,04 MPa.
- **1 N:** Der Kontaktflächenradius erreicht 32,18  $\mu\text{m}$ , mit einer maximalen Kontaktpressung von 461,18 MPa.

## Hertz'sche Pressung: SiC-Kugel gegen Edelstahlplatte

### Materialeigenschaften:

Siliziumkarbid (SiC) besitzt ein sehr hohes Elastizitätsmodul von 410 GPa und eine Poissonzahl von 0,14. Es zeichnet sich durch extreme Härte und hohe Steifigkeit aus.

- **250 mN:** Der Kontaktflächenradius beträgt exakt 18,67  $\mu\text{m}$ , was eine äußerst hohe maximale Kontaktpressung von 342,46 MPa zur Folge hat.
- **500 mN:** Der Kontaktflächenradius wächst auf 23,52  $\mu\text{m}$  an, dabei steigt die maximale Kontaktpressung auf 431,47 MPa.
- **1 N:** Der Kontaktflächenradius beträgt 29,64  $\mu\text{m}$ , wobei die maximale Kontaktpressung mit 543,62 MPa extrem hoch ist.

Die gewählten Parameter für die tribologischen Untersuchungen sind gezielt darauf ausgerichtet, die Leistungsfähigkeit der TMCCs unter verschiedenen praxisrelevanten Einsatzbedingungen zu analysieren. Die Kombination aus unterschiedlichen Normlasten, Relativgeschwindigkeiten und Gegenkörpermaterialien ermöglicht dabei die Abbildung eines breiten Spektrums tribologischer Szenarien. Durch die Variation der Lasten wird insbesondere die mechanische Stabilität und das Abriebverhalten der TMCCs geprüft, während unterschiedliche Relativgeschwindigkeiten Rückschlüsse auf die Stabilität der Schmierfilm-Bildung zulassen. Die Wahl verschiedener Gegenkörper erlaubt zudem die Untersuchung der Anpassungsfähigkeit der TMCCs an unterschiedliche Kontaktpartner sowie deren Verhalten unter abrasiven Bedingungen. Diese gezielte Kombination von Prüfbedingungen gewährleistet eine umfassende Charakterisierung der TMCCs hinsichtlich ihrer tribologischen Wirksamkeit und Stabilität und ermöglicht so belastbare Aussagen über ihr Verhalten in technischen Anwendungen.

Nach jeder Messung wurden Reibkurven aufgenommen und die resultierenden Reibungskoeffizienten miteinander verglichen. Zur strukturierten Auswertung wurden drei Vergleichssätze durchgeführt:

- Variation der Normallast (*250 mN, 500 mN, 1 N*) bei einer konstanten Relativgeschwindigkeit von 1 mm/s mit allen Gegenkörpern.
- Variation des Gegenkörpermaterials (*PTFE, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 100Cr, SiC*) bei einer konstanten Relativgeschwindigkeit von 1 mm/s und einer Normallast von 500 mN.
- Wiederholung dieser beiden Vergleichssätze mit einer erhöhten Relativgeschwindigkeit von 5 mm/s, um den Einfluss der Geschwindigkeit auf das tribologische Verhalten zu untersuchen.

Die Verschleißspuren wurden mittels **Laserkonfokalmikroskopie** analysiert, um die Materialverluste quantitativ zu bestimmen und topografische Veränderungen der Oberflächen zu visualisieren. Die gewonnenen Daten liefern wertvolle Informationen über das tribologische Verhalten von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und ermöglichen eine fundierte Einschätzung der Eignung dieses Materials als Festschmierstoff für technische Anwendungen.

In der folgenden Darstellung der Ergebnisse für Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C werden lediglich ausgewählte Versuchsausschnitte detailliert erläutert, da eine umfassende Analyse aller durchgeführten Experimente den Rahmen dieser Masterarbeit überschreiten würde. Um eine klare und vergleichbare Darstellung zu gewährleisten, werden für die weitere Auswertung ausschließlich folgende Diagramme verwendet:

- **250 mN, 1 mm/s, Counterbody-Variation gesamt + nur Vergleich SiC mit Referenz**
- **250 mN, 1 mm/s, Load-Variation mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als Gegenkörper**

Diese Auswahl basiert darauf, dass identische Spezifikationen auch bei den Versuchen mit den anderen TMCCs angewendet wurden. Dadurch wird eine direkte Vergleichbarkeit der Reibungs- und Verschleißverhalten zwischen den verschiedenen Materialien ermöglicht.

## Ergebnisse Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Counterbody-Variation

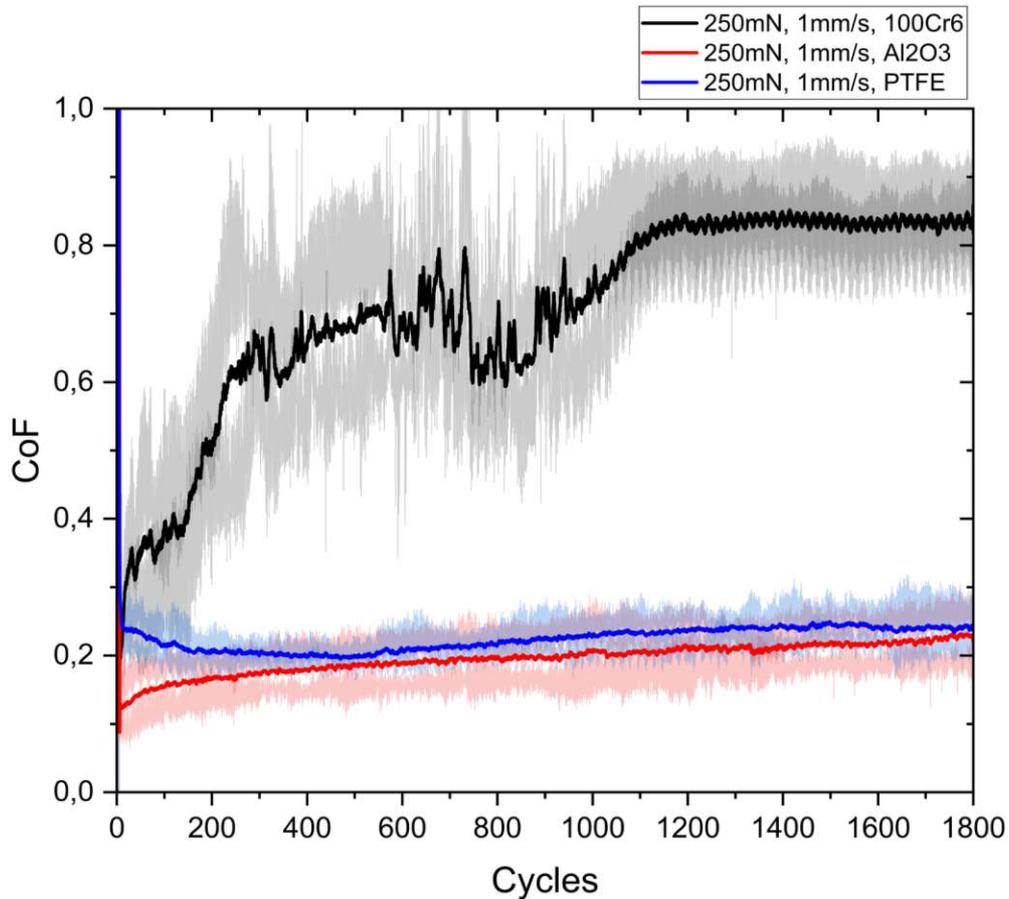


Abbildung 11: CoF-Ergebnisse Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Counterbody-Variation

Das Diagramm zeigt den Verlauf des Reibungskoeffizienten (*Coefficient of Friction*, CoF) über die Anzahl der Zyklen für Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C unter einer Normallast von **250 mN** und einer Relativgeschwindigkeit von **1 mm/s** mit den Gegenkörpern **100Cr6**, **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** und **PTFE**.

### Vergleich der Reibungsverläufe

#### 1. 100Cr6 (Schwarze Kurve)

- Zu Beginn weist der Reibungskoeffizient einen Anstieg auf und stabilisiert sich nach etwa 800 Zyklen auf einem hohen Niveau von ca. **0,65 - 0,7**.

- Die hohe Schwankungsbreite der Kurve deutet auf einen instabilen Kontakt und möglicherweise ausgeprägten Abrieb hin.
- Der kontinuierliche Anstieg des CoF zeigt, dass keine effektive Schmierwirkung von  $Ta_2S_2C$  mit 100Cr6 eintritt und sich wahrscheinlich adhäsive oder abrasive Verschleißmechanismen ausbilden.

## 2. $Al_2O_3$ (Rote Kurve)

- Die Reibung startet auf einem niedrigen Niveau von ca. **0,2** und bleibt über den gesamten Messverlauf relativ konstant.
- Die geringe Streuung zeigt eine gleichmäßige Gleitbewegung mit einer stabilen Schmierwirkung.
- $Ta_2S_2C$  scheint mit  $Al_2O_3$  eine gute tribologische Interaktion zu ermöglichen, möglicherweise durch die Ausbildung von Schutzschichten oder geringen Adhäsionskräften.

## 3. PTFE (Blaue Kurve)

- Die niedrigste Reibung tritt mit PTFE auf, mit einem stabilen CoF von **ca. 0,15 - 0,2**.
- Dies deutet auf eine sehr geringe Adhäsion und eine effektive Schmierwirkung hin.
- PTFE ist bekannt für seine niedrige Oberflächenenergie, wodurch  $Ta_2S_2C$  möglicherweise kaum mechanisch interagiert und eine sehr geringe Scherbeanspruchung auftritt.

## Interpretation der Ergebnisse

- $Ta_2S_2C$  zeigt die besten tribologischen Eigenschaften mit  $Al_2O_3$  und PTFE, während **100Cr6** zu einem signifikant höheren Reibungskoeffizienten führt.
- Die hohe Reibung mit 100Cr6 könnte auf metallischen Abrieb und eine unzureichende Schmierwirkung zurückzuführen sein.
- $Al_2O_3$  scheint eine gewisse Schutzschicht oder eine glatte Kontaktfläche zu begünstigen, was zu einer niedrigen und stabilen Reibung führt.

- PTFE bleibt erwartungsgemäß der beste Gegenkörper für niedrige Reibung, da es selbst als Festschmierstoff agiert und das tribologische System von einer geringen Scherbeanspruchung profitiert.

### Ergebnisse Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC Counterbody

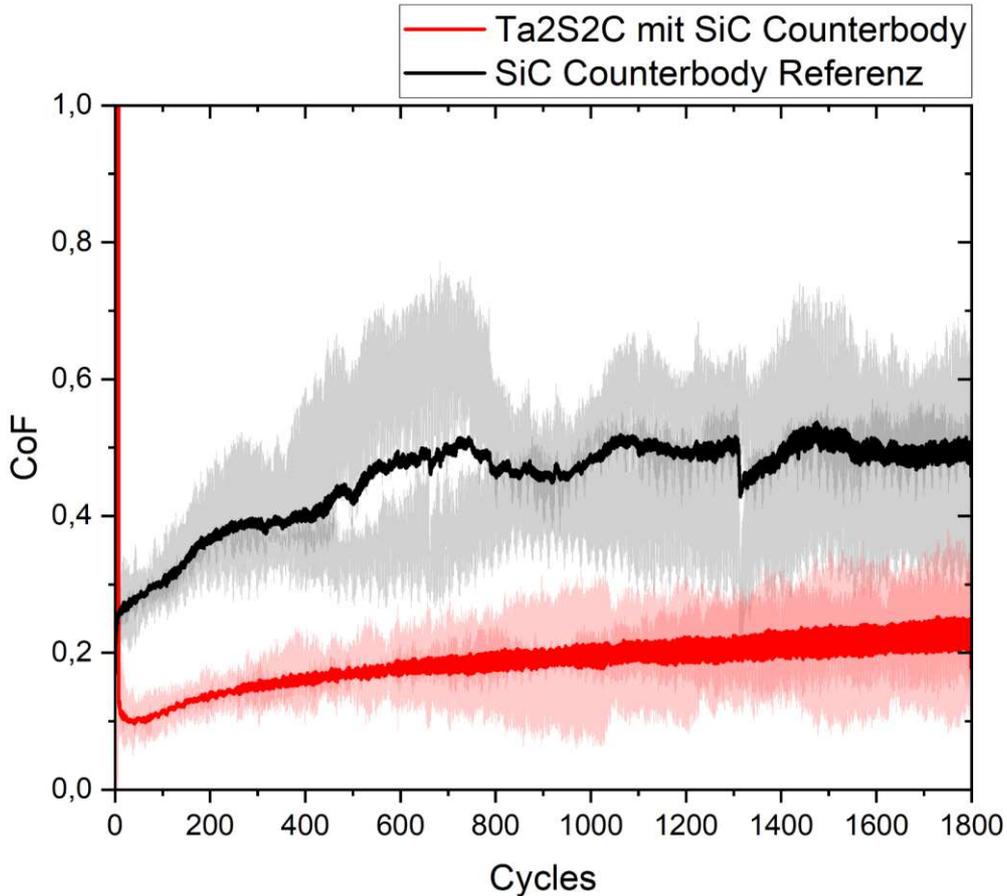


Abbildung 12: CoF-Ergebnisse Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC Counterbody

Das Diagramm stellt die Entwicklung des Reibungskoeffizienten über die Anzahl der Zyklen dar. Die Versuche wurden mit einer Normallast von **250 mN** und einer Relativgeschwindigkeit von **1 mm/s** durchgeführt. Hierbei wird **Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** mit **SiC als Gegenkörper** (rote Kurve) mit einer **Referenzmessung mit SiC ohne TMCC-Pulver** (schwarze Kurve) verglichen.

## Vergleich der Reibungsverläufe

### 1. Referenzmessung SiC ohne Schmierstoff (*Schwarze Kurve*)

- Die Reibung beginnt bei ca. **0,3** und steigt kontinuierlich auf Werte um **0,6 - 0,7** nach etwa 1000 Zyklen.
- Der hohe Endwert und die relativ starke Schwankungsbreite deuten auf einen deutlichen Verschleißmechanismus hin, vermutlich durch abrasiven und adhäsiven Verschleiß.
- Der Anstieg des CoF zeigt, dass SiC ohne Schmierstoff keine effektive Reibungsminderung bietet, sondern eher zu einer verstärkten Materialübertragung führt.

### 2. $Ta_2S_2C$ mit SiC-Gegenkörper (*Rote Kurve*)

- Der initiale CoF ist mit ca. **0,1 - 0,15** sehr niedrig und steigt nur leicht auf **0,2 - 0,25** an.
- Über den gesamten Versuchsverlauf bleibt der Reibungskoeffizient stabil und weist nur geringe Schwankungen auf.
- Die durchgängig niedrige Reibung deutet darauf hin, dass  $Ta_2S_2C$  als effektiver Festschmierstoff wirkt, indem es einen Schutzfilm auf der Oberfläche bildet, der die direkte Interaktion zwischen SiC und Edelstahl reduziert.

## Interpretation der Ergebnisse

- $Ta_2S_2C$  zeigt in Kombination mit SiC eine signifikante **reibungsmindernde Wirkung** im Vergleich zur Referenzmessung.
- Während die Referenzkurve eine starke Reibungszunahme mit hoher Variabilität aufweist, bleibt der CoF bei  $Ta_2S_2C$  stabil und deutlich niedriger.
- Dies deutet darauf hin, dass  $Ta_2S_2C$  eine schützende Schicht bildet, die tribochemische Reaktionen oder mechanischen Abrieb reduziert.
- Die geringe CoF-Schwankung zeigt, dass der Schmiermechanismus über den gesamten Testzeitraum aktiv bleibt und sich keine plötzlichen Oberflächenveränderungen oder Ausfälle ergeben.

## Vergleich mit anderen Gegenkörpern

- Die niedrigen Reibungswerte mit SiC ähneln denen, die bereits für **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** und **PTFE** festgestellt wurden.
- Die deutliche Überlegenheit gegenüber der **100Cr6-Referenz** zeigt, dass keramische Gegenkörper wie SiC und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> generell bessere tribologische Eigenschaften in Kombination mit Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C aufweisen.

### 3.1.2.4. Ergebnisse $Ta_2S_2C$ mit $Al_2O_3$ und Load-Variation

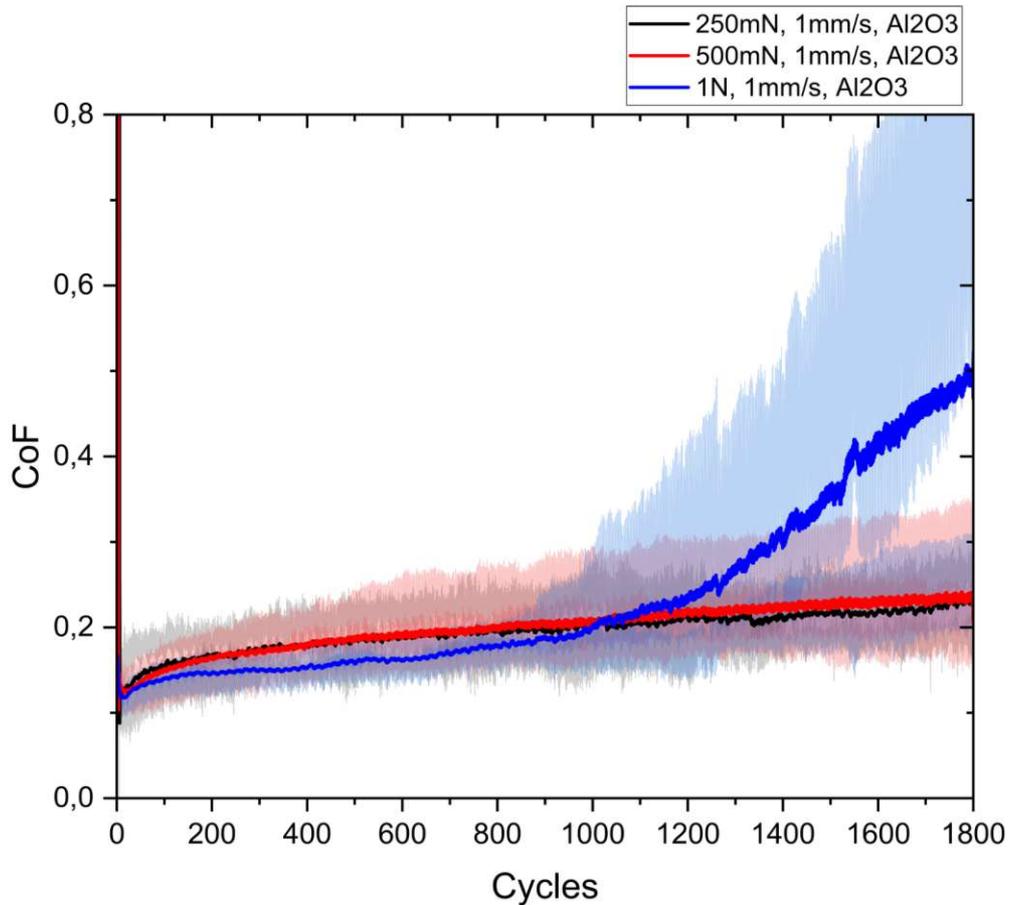


Abbildung 13: CoF-Ergebnisse  $Ta_2S_2C$  mit  $Al_2O_3$  und Load-Variation

Das dargestellte Diagramm zeigt die Entwicklung des Reibungskoeffizienten über die Anzahl der Zyklen für  $Ta_2S_2C$  in Kombination mit  $Al_2O_3$  als Gegenkörper. Untersucht wurden drei verschiedene Normallasten:

- 250 mN (schwarz)
- 500 mN (rot)
- 1 N (blau)

Die Versuche wurden bei einer konstanten Relativgeschwindigkeit von 1 mm/s durchgeführt.

## Vergleich der Reibungsverläufe bei unterschiedlicher Last

### 1. 250 mN (Schwarze Kurve)

- Der CoF beginnt bei etwa **0,1** und steigt im Verlauf der Messung langsam auf **ca. 0,2** an.
- Über den gesamten Messzeitraum bleibt die Reibung relativ konstant mit geringen Schwankungen.
- Der niedrige CoF zeigt, dass bei dieser Last eine stabile Schmierwirkung von  $Ta_2S_2C$  gegeben ist und sich keine signifikante mechanische Abnutzung durchsetzt.

### 2. 500 mN (Rote Kurve)

- Die Anfangsreibung liegt leicht über der 250-mN-Kurve und steigt im Verlauf auf **etwa 0,22 - 0,25** an.
- Die Schwankungen sind weiterhin gering, was darauf hindeutet, dass die Schmierwirkung von  $Ta_2S_2C$  auch bei dieser Last aufrechterhalten wird.
- Dies zeigt, dass eine moderate Erhöhung der Normallast keine drastische Veränderung der tribologischen Eigenschaften bewirkt.

### 3. 1 N (Blaue Kurve)

- Die Anfangsreibung liegt im gleichen Bereich wie die anderen beiden Laststufen, jedoch steigt der CoF nach **ca. 800 Zyklen** stärker an.
- Ab etwa 1200 Zyklen kommt es zu einer deutlich ausgeprägten Zunahme der Reibung auf Werte über **0,4** mit steigender Streuung.
- Am Ende der Messung steigt der CoF sogar auf über **0,6**, was auf einen **Ausfall der Schmierwirkung** und möglicherweise erhöhte Verschleißerscheinungen hindeutet.

## Interpretation der Ergebnisse

- Bei **250 mN** und **500 mN** bleibt der Reibungskoeffizient auf einem niedrigen und stabilen Niveau. Dies zeigt, dass  $Ta_2S_2C$  unter diesen Bedingungen eine effektive Schmierung bietet, indem es eine tribologische Schutzschicht bildet.

- Bei **1 N Last** wird jedoch ein deutlicher Anstieg des CoF beobachtet. Dies kann durch eine verstärkte **Materialverformung**, einen **Zusammenbruch der schützenden Schmierfilme** oder **verstärkten abrasiven Verschleiß** erklärt werden.
- Besonders auffällig ist die Zunahme der Streuung bei 1 N, die auf eine instabile Reibungscharakteristik hindeutet, möglicherweise durch partielle **Oberflächenermüdung oder chemische Umwandlungen** im Kontaktbereich.

**Anmerkung:** Bei den Reibungskurven der Ergebnisse von  $Ta_2S_2C$  mit  $Al_2O_3$  und Load-Variation weist die blaue Kurve einen Grafikfehler bei der Standardabweichung auf. Dieses Diagramm wurde bereits mehrfach neu erstellt, jedoch bleibt der Fehler weiterhin bestehen. Mögliche Ursachen hierfür könnten ein Softwarefehler oder fehlerhafte Messdaten sein, die vom RTEC-Tribometer erfasst wurden.

### Schlussfolgerung

- $Ta_2S_2C$  zeigt unter niedrigen bis moderaten Lasten (250 mN, 500 mN) eine sehr gute tribologische Leistung mit niedrigen CoF-Werten.
- Bei einer Last von **1 N** tritt jedoch ein deutlicher Anstieg der Reibung auf, was darauf hindeutet, dass  $Ta_2S_2C$  bei höheren mechanischen Belastungen an seine tribologische Grenze kommt oder ein verstärkter Verschleißmechanismus eintritt.
- Diese Erkenntnisse sind entscheidend für zukünftige Anwendungen, da sie zeigen, dass die Wahl der Lastbedingungen eine kritische Rolle für die langfristige Performance dieses Festschmierstoffs spielt.

### 3.1.2.2. Ergebnisse der Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C Tribometerversuche (Pulver auf Substrat)

Im Rahmen der tribologischen Untersuchung von **Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs)** wurde auch das tribologische Verhalten von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C in Pulverform analysiert. Aufgrund der bereits in vorangegangenen Untersuchungen beobachteten hohen Reibungskoeffizienten bei höherer Last und höherer Geschwindigkeit wurde die Versuchsdurchführung auf eine reduzierte Versuchsreihe beschränkt. Ziel war es, grundlegende Erkenntnisse über das Reibungs- und Verschleißverhalten dieses Materials unter definierten Prüfbedingungen zu gewinnen.

Für die Experimente wurde das Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Pulver auf eine Edelstahlprobe aufgetragen und im Tribometer fixiert. Der Gegenkörper wurde anschließend in direktem Kontakt mit dem Pulver gesetzt und oszillierend in reziproker Bewegung betrieben. Die tribologischen Tests wurden unter folgenden reduzierten Versuchsbedingungen durchgeführt:

1. **Normallast:**
  - 250 mN
2. **Relativgeschwindigkeit:**
  - 1 mm/s
3. **Gegenkörpermaterialien:**
  - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Aluminiumoxid)
  - SiC (Siliziumkarbid)
  - 100Cr (Chromstahl)
  - PTFE (Polytetrafluorethylen)

Die Untersuchungen umfassten die Aufzeichnung von Reibkurven sowie die Bestimmung der resultierenden Reibungskoeffizienten. Der Fokus lag darauf, die Unterschiede im tribologischen Verhalten in Abhängigkeit des verwendeten Gegenkörpermaterials zu analysieren.

## Ergebnisse Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Counterbody-Variation

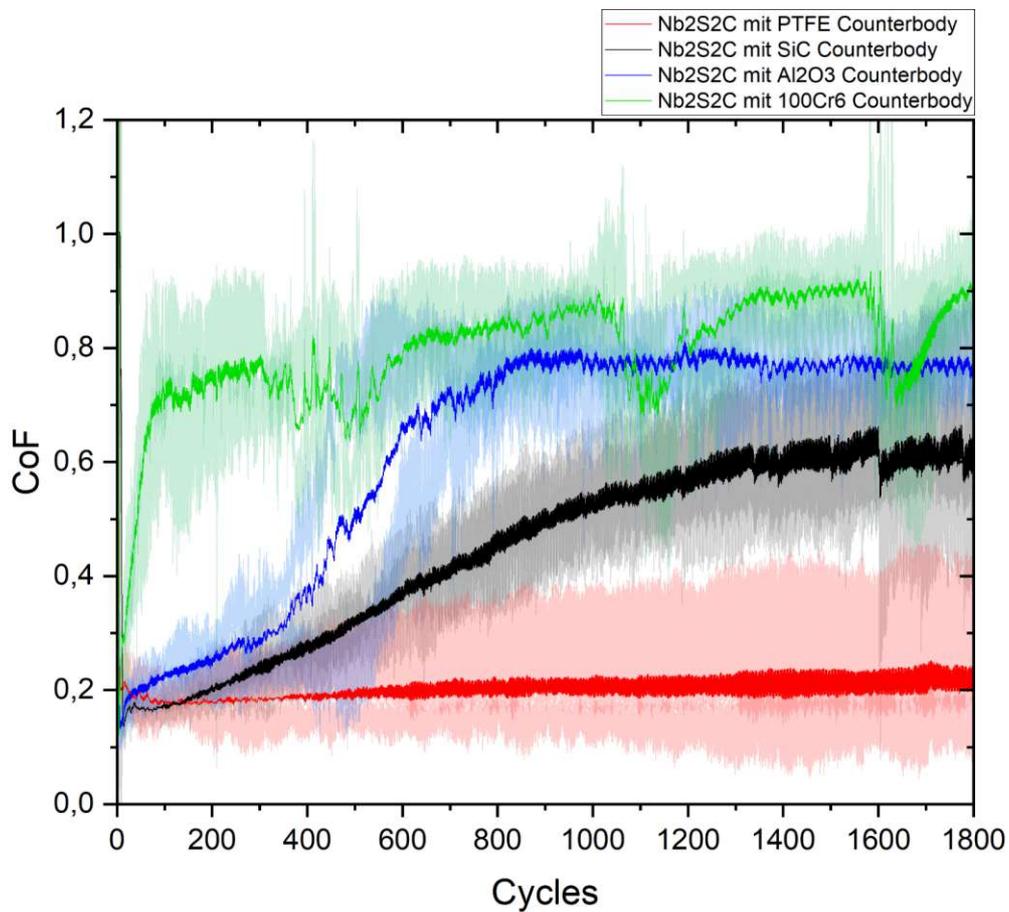


Abbildung 14: CoF-Ergebnisse Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Counterbody-Variation

Das gezeigte Diagramm stellt die Reibungskoeffizienten von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C in Abhängigkeit von der Anzahl der Zyklen dar. Es wurden vier verschiedene Gegenkörper untersucht: PTFE (rot), SiC (schwarz), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (blau) und 100Cr6 (grün). Die folgenden Aspekte sind dabei besonders relevant:

## 1. Allgemeine Trends der Reibungskurven

- **PTFE (Rot)** zeigt mit Abstand den niedrigsten und stabilsten Reibungskoeffizienten ( $\sim 0,2$ ) über die gesamte Messzeit.
- **SiC (Schwarz)** beginnt mit einem niedrigen Reibungskoeffizienten ( $\sim 0,2$ ) und steigt über die Zyklen hinweg stetig auf ca. 0,5 bis 0,6 an.
- **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Blau)** zeigt eine ähnliche Entwicklung wie SiC, jedoch mit höheren anfänglichen Schwankungen und einem Plateau bei ca. 0,7.
- **100Cr6 (Grün)** weist den höchsten Reibungskoeffizienten auf und erreicht nach ca. 500 Zyklen Werte von über 0,8 bis 1,0. Zudem treten starke Schwankungen auf, die auf eine instabile Reibung hindeuten.

## 2. Interpretation der Ergebnisse nach Gegenkörpern

### a) PTFE – Niedrigster Reibungskoeffizient ( $\sim 0,2$ )

- Geringe Härte & Selbstschmierung: PTFE ist ein Polymer mit sehr niedriger Härte und intrinsischen Schmierfähigkeiten, wodurch der Reibungskoeffizient niedrig bleibt.
- Kaum Abrasionswirkung: PTFE verursacht kaum abrasiven Verschleiß am Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Pulver, sodass keine signifikanten Verschleißpartikel entstehen, die die Reibung erhöhen könnten.
- Konstante Reibung: Die geringe Härte und der niedrige E-Modul des Polymers verhindern starke mechanische Interaktionen mit der Oberfläche, wodurch keine signifikanten Veränderungen über die Zyklen auftreten.

### b) SiC – Moderater Anstieg der Reibung ( $\sim 0,5 - 0,6$ )

- Harte Keramik mit hoher Beständigkeit: SiC besitzt eine hohe Härte und chemische Stabilität, weshalb der initiale Reibungskoeffizient relativ niedrig beginnt ( $\sim 0,2$ ).
- Abrieb von Partikeln: Mit zunehmenden Zyklen kommt es wahrscheinlich zur Interaktion zwischen SiC-Partikeln und Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C, was zu abrasivem Verschleiß führt und den CoF steigen lässt.

- Stabilisierung nach etwa 1000 Zyklen: Nachdem sich ein Gleichgewicht zwischen Partikelbildung und Materialabtrag eingestellt hat, bleibt der Reibungskoeffizient weitgehend konstant.

### c) $\text{Al}_2\text{O}_3$ – Starker Anstieg & höhere Reibung (~0,7)

- Härtere Keramik als SiC: Aluminiumoxid ist ebenfalls eine harte Keramik, jedoch weniger duktil als SiC. Die höhere Sprödigkeit kann zu verstärkter Mikrofraktur an der Kontaktstelle führen.
- Starke Partikelbildung & Tribooxidation: Aufgrund der erhöhten Materialübertragung können sich Verschleißpartikel bilden, die sich zwischen den Kontaktflächen ansammeln. Dadurch erhöht sich die Reibung, da diese Partikel als abrasive Drittkörper wirken.
- Höhere Schwankungen: Im Vergleich zu SiC zeigt  $\text{Al}_2\text{O}_3$  stärkere Schwankungen, was auf eine instabile Triboschicht hinweist.

### d) 100Cr6 – Höchster Reibungskoeffizient (~1,0)

- Härtester Kontaktpartner & starker Verschleiß: 100Cr6 ist ein gehärteter Wälzlagerstahl mit hoher Verschleißfestigkeit, weshalb die Kontaktkräfte höher sind als bei den Keramiken.
- Starke tribomechanische Interaktion: Die hohe Härte und mechanische Festigkeit führen dazu, dass  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$  keine schützende Triboschicht aufbauen kann. Dadurch kommt es zu einem starken Anstieg des Reibungskoeffizienten.
- Ausgeprägte Schwankungen: Diese deuten darauf hin, dass sich lokale Adhäsionen oder Materialtransfers bilden, die intermittierend abbrechen.

### 3. Vergleich der Gesamtperformance & Optimierungsmöglichkeiten

Gegenkörper	Anfangs-CoF	End-CoF	Verhalten	Eignung für tribologische Anwendungen
<b>PTFE</b> (Polymer)	0,2	0,2	Sehr stabil, keine Abrasion	<b>Sehr gut</b> (niedrigste Reibung)
<b>SiC</b> (Keramik)	0,2	0,5 – 0,6	Moderater Anstieg, stabilisiert sich	<b>Gut</b> (mäßige Abrasion, langfristige Stabilität)
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> (Keramik)	0,3	0,7	Starke Schwankungen , Abrasionsprobleme	<b>Mäßig</b> (instabile Triboschicht)
<b>100Cr6</b> (Stahl)	0,2	0,8 – 1,0	Hohe Schwankungen , kein Triboschichtaufbau	<b>Schlecht</b> (starker Verschleiß, hohe Reibung)

### 4. Fazit

Die Reibkurven verdeutlichen, dass die Wahl des Gegenkörpers maßgeblich die tribologischen Eigenschaften von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C beeinflusst. PTFE zeigt dabei die stabilste und zugleich niedrigste Reibung, da es aufgrund seiner geringen Härte und hohen Elastizität einen ausgezeichneten, gleichmäßigen Kontakt ermöglicht. Im Gegensatz dazu erzeugt

der harte Stahlgegenkörper (100Cr6) instabile und deutlich höhere Reibwerte, da hier kaum ein wirksamer Übertrag des TMCC-Pulvers stattfindet und somit die Reibung hauptsächlich durch abrasive und adhäsive Effekte zwischen Stahl und  $Nb_2S_2C$  bestimmt wird.

Die keramischen Werkstoffe SiC und  $Al_2O_3$  bieten hinsichtlich der Reibwerte einen Kompromiss zwischen PTFE und Stahl. Dabei ist insbesondere das Thema Adhäsion von entscheidender Bedeutung: Aufgrund der guten Haftungseigenschaften von TMCC auf Keramiken wird hier ein stabilerer und homogener Festschmierstoffübertrag erzielt. Diese effektive Materialübertragung bewirkt bei Keramiken im Vergleich zu Stahl einen gleichmäßigeren Verschleißschutz und sorgt langfristig für günstigere Reibungs- und Verschleißverhältnisse. Dennoch zeigen SiC und  $Al_2O_3$  unterschiedliche Stabilitätsprofile, die auf ihre jeweiligen Materialeigenschaften, wie Härte und Elastizität, sowie auf die spezifische Qualität und Dauerhaftigkeit des TMCC-Schmierfilms zurückzuführen sind.

### 3.1.2.3. Ergebnisse der Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C Tribometerversuche mit Counterbody-Variation

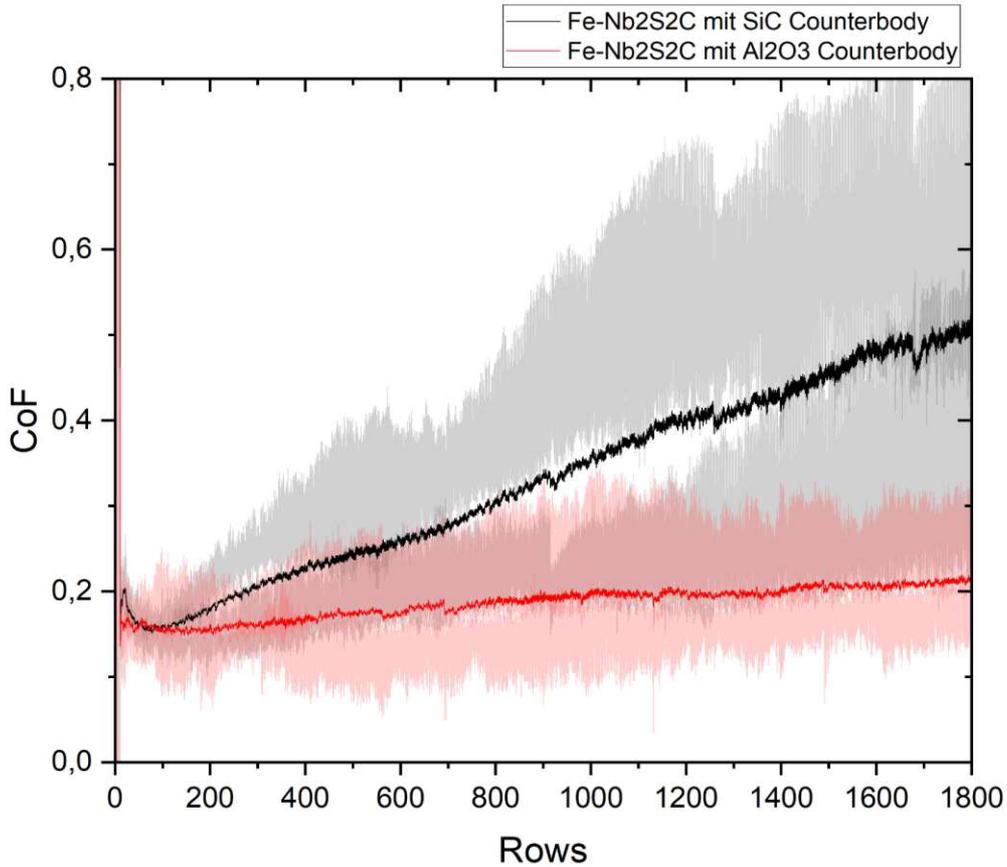


Abbildung 15: CoF-Ergebnisse Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Counterbody-Variation

Das dargestellte Diagramm zeigt die Entwicklung des Reibungskoeffizienten über die Anzahl der Zyklen für **Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** in Kombination mit zwei unterschiedlichen Gegenkörpern:

- **SiC (schwarze Kurve)**
- **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (rote Kurve)**

Die Versuche wurden unter einer konstanten Normallast von **250 mN** und einer Relativgeschwindigkeit von **1 mm/s** durchgeführt.

## Vergleich der Reibungsverläufe mit verschiedenen Gegenkörpern

### 1. Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Rote Kurve)

- Der CoF startet bei ca. 0,1 - 0,15 und bleibt über den gesamten Messzeitraum sehr stabil.
- Am Ende des Versuchs erreicht der CoF lediglich ca. 0,2, mit nur geringen Schwankungen.
- Die geringe Reibung und die Stabilität des Messverlaufs deuten darauf hin, dass eine effiziente Schmierwirkung von Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vorliegt, die kaum tribologischen Abbau zeigt.

### 2. Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC (Schwarze Kurve)

- Die Reibung beginnt ebenfalls im Bereich von 0,15, steigt aber kontinuierlich an und erreicht gegen Ende der Messung Werte von ca. 0,5 – 0,6.
- Die Schwankungsbreite der Reibung nimmt im Verlauf der Messung zu, was auf eine zunehmende Instabilität der Schmierwirkung und höhere Materialabtragung hindeutet.
- Der stetige Anstieg deutet darauf hin, dass es zu einem verstärkten abrasiven oder adhäsiven Verschleißmechanismus kommt, der die Schmierleistung reduziert.

## Interpretation der Ergebnisse

- Der niedrige CoF von Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zeigt eine überlegene tribologische Leistung, die auf eine bessere Interaktion zwischen Material und Gegenkörper hinweist.
- Der hohe Anstieg des CoF mit SiC deutet darauf hin, dass das Material in dieser Kombination mechanisch stärker beansprucht wird und die Schmierwirkung mit zunehmender Zyklusanzahl nachlässt.
- Mögliche Ursachen für den erhöhten CoF mit SiC:
  - Stärkere Materialabnutzung und Abrasion des Schmierfilms
  - Höhere chemische Reaktivität zwischen Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und SiC

- Unterschiede in der Härte und Oberflächenstruktur zwischen den Gegenkörpern

### Schlussfolgerung

- Die Ergebnisse zeigen, dass Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eine stabile Schmierwirkung besitzt und sich für Anwendungen mit geringem Verschleiß eignet.
- Bei Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC steigt der Reibungskoeffizient kontinuierlich an, was auf eine verstärkte Degradation des Schmierfilms und möglicherweise auf höhere tribochemische Reaktionen hindeutet.

### 3.1.2.4. Ergebnisse der TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C Tribometerversuche mit Counterbody-Variation

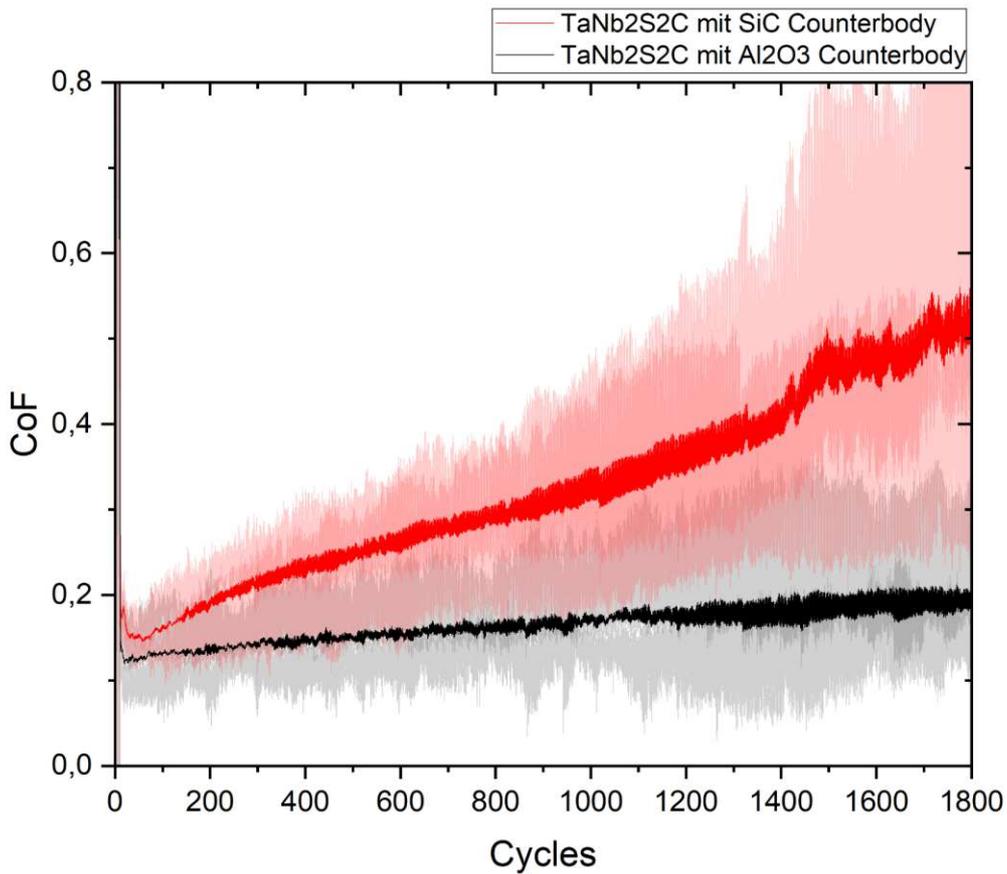


Abbildung 16: CoF-Ergebnisse TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Counterbody-Variation

Das Diagramm zeigt die Entwicklung des Reibungskoeffizienten über die Anzahl der Zyklen für TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C in Kombination mit zwei verschiedenen Gegenkörpern:

- SiC (rote Kurve)
- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (schwarze Kurve)

Die Experimente wurden unter einer konstanten Normallast von **250 mN** und einer Relativgeschwindigkeit von **1 mm/s** durchgeführt.

## Vergleich der Reibungsverläufe mit verschiedenen Gegenkörpern

### 1. TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Schwarze Kurve)

- Der CoF beginnt bei etwa **0,1 - 0,15** und bleibt über den gesamten Messverlauf **sehr stabil**.
- Selbst nach 1800 Zyklen zeigt sich nur eine geringe Steigerung auf **ca. 0,2**, was auf eine beständige Schmierwirkung und geringe Materialabnutzung hinweist.
- Diese stabile Performance spricht für eine gute Adhäsion der Schmierfilmschicht und eine geringe Interaktion zwischen den Tribopartnern.

### 2. TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC (Rote Kurve)

- Der Reibungskoeffizient beginnt ebenfalls im Bereich von 0,15 - 0,2, steigt jedoch kontinuierlich im Verlauf der Messung an.
- Gegen Ende des Versuchs erreicht der CoF Werte von 0,45 – 0,5, was eine deutlich höhere Reibung und möglicherweise stärkere Materialabtragung anzeigt.
- Die zunehmenden Schwankungen in der Reibkurve deuten auf eine reduzierte Schmierwirkung und fortschreitenden Oberflächenverschleiß hin.

## Interpretation der Ergebnisse

- Der niedrige und stabile CoF von TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zeigt eine überlegene tribologische Performance.
- Der ansteigende CoF mit SiC weist auf eine stärkere mechanische Beanspruchung hin, die möglicherweise durch abrasiven Verschleiß oder eine chemische Inkompatibilität zwischen den Materialien verursacht wird.

- **Mögliche Ursachen für den erhöhten CoF mit SiC:**
  - Stärkere Abrasion der Schmierfilmschicht
  - Erhöhte chemische Reaktivität zwischen TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und SiC
  - Unterschiede in der Härte und Mikrostruktur der Gegenkörper

## Schlussfolgerung

- Die Ergebnisse belegen, dass TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eine exzellente tribologische Stabilität besitzt.
- Die Kombination mit SiC zeigt hingegen eine deutliche Verschlechterung der Schmierwirkung, was auf eine eingeschränkte Langzeitstabilität unter diesen Bedingungen hinweist.

### 3.1.2.5. Ergebnisse der Powder-Variation mit SiC Gegenkörper

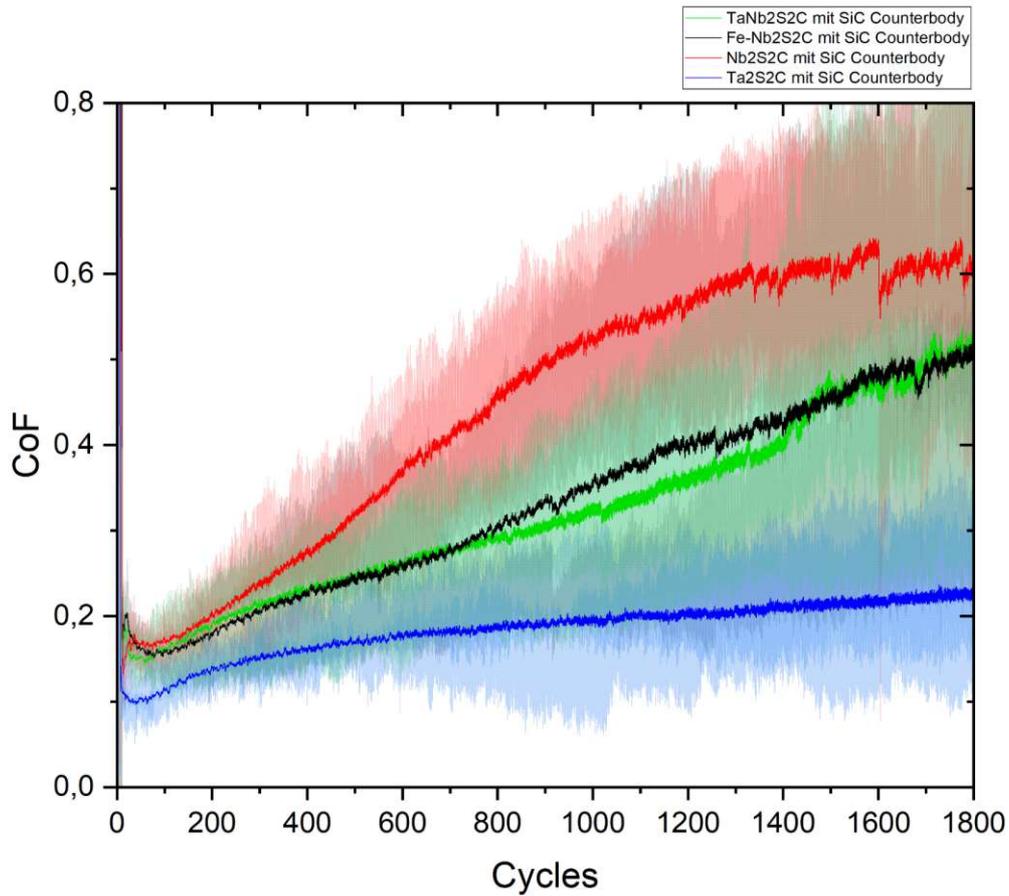


Abbildung 17: CoF-Ergebnisse der Powder-Variation mit SiC Gegenkörper

Das Diagramm zeigt die Entwicklung des Reibungskoeffizienten über die Anzahl der Zyklen für vier verschiedene **Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs)** mit **SiC als Gegenkörper**. Die betrachteten TMCCs sind:

- Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (blaue Kurve)
- Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (rote Kurve)
- Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (schwarze Kurve)
- TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (grüne Kurve)

Die Versuche wurden unter einer konstanten **Normallast von 250 mN** und einer **Relativgeschwindigkeit von 1 mm/s** durchgeführt.

## Vergleich der Reibungsverläufe

### 1. Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC (blaue Kurve)

- Der niedrigste Reibungskoeffizient im gesamten Testverlauf.
- Der CoF bleibt relativ stabil bei 0,15 - 0,2, mit nur minimalen Schwankungen.
- Dies weist darauf hin, dass Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C eine hervorragende Schmierwirkung mit SiC bietet, was möglicherweise auf eine günstige Schichtbildung oder geringe chemische Reaktivität mit dem Gegenkörper zurückzuführen ist.

### 2. Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC (schwarze Kurve)

- Der CoF beginnt im Bereich von **0,2** und zeigt eine moderate Steigerung über den Zyklusverlauf.
- Am Ende erreicht der Wert etwa **0,4**, was auf eine zunehmende Reibung durch Materialverschleiß oder chemische Veränderungen hinweisen könnte.
- Dennoch bleibt die Kurve relativ stabil und weist keine extremen Fluktuationen auf.

### 3. TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC (grüne Kurve)

- Der CoF beginnt ebenfalls niedrig, steigt jedoch kontinuierlich an und erreicht gegen Ende **0,5 - 0,55**.
- Diese Erhöhung weist darauf hin, dass sich möglicherweise der Schmierfilm schneller abbaut als bei anderen Materialien.
- Dies könnte mit einer geringeren Selbstschmierungseigenschaft oder einer stärkeren Wechselwirkung mit SiC zusammenhängen.

### 4. Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC (rote Kurve)

- Der höchste CoF im Vergleich zu den anderen Materialien.
- Die Kurve steigt schnell auf **0,6 - 0,65**, was auf eine hohe Reibung und möglicherweise abrasiven Verschleiß hinweist.

- Dies deutet darauf hin, dass Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C im Vergleich zu den anderen TMCCs weniger effektive tribologische Eigenschaften mit SiC aufweist.

### Interpretation der Ergebnisse

- Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C zeigt die besten tribologischen Eigenschaften mit SiC, mit dem niedrigsten und stabilsten CoF. Dies deutet auf eine sehr gute Selbstschmierung oder eine günstige Interaktion mit SiC hin.
- Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C liegt im mittleren Bereich, mit einer langsam steigenden Reibung, bleibt jedoch im akzeptablen Bereich für mögliche Anwendungen.
- TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C zeigt eine kontinuierliche Erhöhung des CoF, was auf eine schwächere Schmierwirkung und höheren Verschleiß schließen lässt.
- Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C weist die schlechtesten tribologischen Eigenschaften auf, mit einem hohen und ansteigenden Reibungskoeffizienten.

### 3.1.2.6. Schlussfolgerung

- Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C ist der beste Kandidat für Anwendungen mit SiC als Gegenkörper, da es die niedrigste Reibung zeigt und damit zu geringerem Verschleiß und längerer Lebensdauer beiträgt.
- Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C sollte für tribologische Anwendungen mit SiC vermieden oder modifiziert werden.
- Zukünftige Forschungen könnten sich auf die Oberflächenanalyse konzentrieren, um herauszufinden, warum Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C so gut funktioniert und welche Mechanismen für die schlechtere Performance von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C verantwortlich sind.

**Anmerkung:** Die verbleibenden CoF-Graphen, die eine detaillierte Darstellung des Reibungsverhaltens der getesteten TMCC-Pulver in Kombination mit verschiedenen Gegenkörpern liefern, sind im Anhang des Dokuments ersichtlich.

### 3.1.3. Tribometrieversuche: Beschichtungen

#### 3.1.3.1. Durchführung

##### Solvent-Screening für die TMCC-Dispersionen

Um eine geeignete Methode zur Herstellung von TMCC-Beschichtungen zu entwickeln, wurde ein umfassendes Solvent-Screening durchgeführt. Ziel war es, das optimale Lösungsmittel für die Dispersion der TMCC-Pulver zu bestimmen, um eine möglichst homogene und gut haftende Beschichtung auf dem Edelstahlsubstrat zu erzielen. Das Screening wurde für die Materialien  $Ta_2S_2C$ ,  $Nb_2S_2C$ ,  $Fe-Nb_2S_2C$  und  $TaNb_2S_2C$  durchgeführt. Dabei wurden verschiedene Lösungsmittel getestet, darunter Isopropanol (IPA), 2-Acetylbutyrolacton (ABL), Dimethylformamid (DMF) mit 4-Mercaptobenzoessäure (4-MBA) sowie Dimethylsulfoxid (DMSO) mit N,N-Diisopropylethylamin (DIPEA) (Chen, Hofer, Baumgartner, & Bayer, 2023).

Die Ergebnisse des Screenings zeigten, dass kein Lösungsmittel eine perfekte Dispergierung der TMCCs ermöglichte. Allerdings wurde ABL als das am besten geeignete Lösungsmittel identifiziert, da es eine vergleichsweise gleichmäßige Verteilung der Partikel sowie eine moderate Stabilität der Dispersion bot. Daher wurde ABL für die weiteren Beschichtungsversuche verwendet.

##### Herstellung der TMCC-Dispersionen

Nach Auswahl des Lösungsmittels wurde die TMCC-Dispersion für alle Materialien nach dem gleichen Protokoll hergestellt:

- **Lösungsmittel:** 2-Acetylbutyrolacton (ABL)
- **Konzentration:** 20 mg TMCC-Pulver in 20 mL ABL
- **Dispergierungsmethode:** Ultraschallbad
- **Dauer der Ultraschallbehandlung:** ca. 8 Stunden

Die Ultraschallbehandlung wurde durchgeführt, um eine möglichst feine und homogene Verteilung der TMCC-Partikel in der Lösung zu gewährleisten. Dabei wurde durch die

Kavitationswirkung des Ultraschalls eine effektive Zerteilung von Agglomeraten erreicht, was entscheidend für die Qualität der späteren Beschichtung war.

### **Auftragen der Beschichtungen**

Die hergestellten Dispersionen wurden mittels Sprühbeschichtung (Airbrush-Verfahren) auf Edelstahlsubstrate aufgetragen. Hierbei wurden ca. 20 mL der Dispersion auf das Substrat aufgesprüht, was in zwei bis drei Durchgängen erfolgte, um eine gleichmäßige Schichtdicke zu gewährleisten. Während des Sprühvorgangs wurde das Substrat auf einer Heizplatte bei 30–50 °C gehalten, um eine schnellere Verdunstung des Lösungsmittels zu ermöglichen und eine ungleichmäßige Filmbildung zu vermeiden.

Diese Methode wurde für alle TMCCs angewandt, um eine vergleichbare Struktur der Beschichtungen zu gewährleisten. Aufgrund der mäßigen Stabilität der Dispersionen war es notwendig, die Suspension regelmäßig zu homogenisieren, um Sedimentationseffekte zu vermeiden.

### **Fazit**

Die durchgeführten Beschichtungsversuche zeigten, dass die Wahl des Lösungsmittels einen entscheidenden Einfluss auf die Qualität der TMCC-Beschichtungen hat. Während ABL eine relativ gute Verteilung der Partikel ermöglichte, wurde festgestellt, dass zusätzliche Maßnahmen zur Verbesserung der Adhäsion und Homogenität der Schichten erforderlich sind. Potenzielle Optimierungsansätze umfassen die Modifikation der Partikeloberfläche durch funktionelle Gruppen, die Veränderung der Dispergierparameter oder die Verwendung alternativer Beschichtungsverfahren wie die Elektrophorese oder Spin-Coating.

Die Ergebnisse der Beschichtungsversuche bilden die Grundlage für die nachfolgenden tribologischen Untersuchungen, bei denen die Reibungs- und Verschleißigenschaften der hergestellten TMCC-Schichten analysiert wurden.

### 3.1.3.2. Ergebnisse Powder Variation mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Counterbody

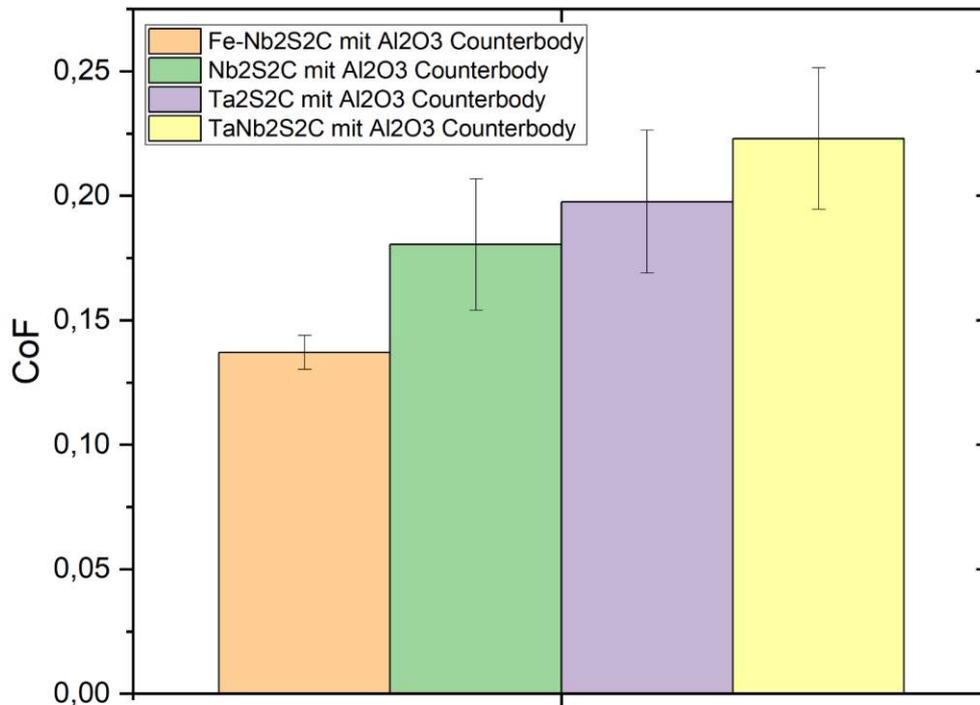


Abbildung 18: CoF-Ergebnisse Powder Variation mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Counterbody

Das Balkendiagramm stellt die mittleren Reibungskoeffizienten (CoF) der verschiedenen TMCC-Beschichtungen (Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C, Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C, Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C) in Kombination mit einem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper dar. Die Fehlerbalken zeigen die Streuung der Messwerte, was eine Aussage über die Stabilität der Reibungswerte ermöglicht.

#### Vergleich der Reibungskoeffizienten:

1. **Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (orange)** zeigt den niedrigsten Reibungskoeffizienten (~0,13). Dies deutet darauf hin, dass diese Beschichtung besonders günstige tribologische

Eigenschaften aufweist. Die geringe Streuung der Messwerte weist auf eine stabile Reibung während des Experiments hin.

2. **Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (grün)** weist einen etwas höheren CoF (~0,18) auf. Dies könnte auf eine geringere Schmierfähigkeit oder eine andere Oberflächenmorphologie im Vergleich zu Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C zurückzuführen sein.
3. **Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (lila)** besitzt einen nochmals höheren Reibungskoeffizienten (~0,20). Die relativ hohe Streuung deutet darauf hin, dass das tribologische Verhalten dieser Beschichtung weniger stabil ist.
4. **TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (gelb)** weist den höchsten gemessenen CoF (~0,22–0,23) auf. Dies zeigt, dass diese Beschichtung unter den getesteten TMCCs die höchste Reibung mit einem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper aufweist.

#### Interpretation der Ergebnisse:

- Der niedrige Reibungskoeffizient von **Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** deutet auf eine verbesserte tribologische Leistung hin, möglicherweise aufgrund einer besseren Interaktion mit dem Gegenkörper oder einer glatteren Oberfläche.
- Die steigenden CoF-Werte für Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C, Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C könnten mit strukturellen Faktoren, Oberflächenrauheit oder der Adhäsion der Gegenkörper-Partikel zusammenhängen.
- Die höhere Streuung für **Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** könnte auf Inhomogenitäten in der Beschichtung oder ungleichmäßigen Materialtransfer während des Tests hindeuten.

Insgesamt zeigt sich, dass Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C in dieser Versuchsreihe die beste tribologische Performance liefert, während TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C die höchsten Reibungswerte aufweist.

### 3.1.3.3. Ergebnisse Powder Variation mit SiC Counterbody

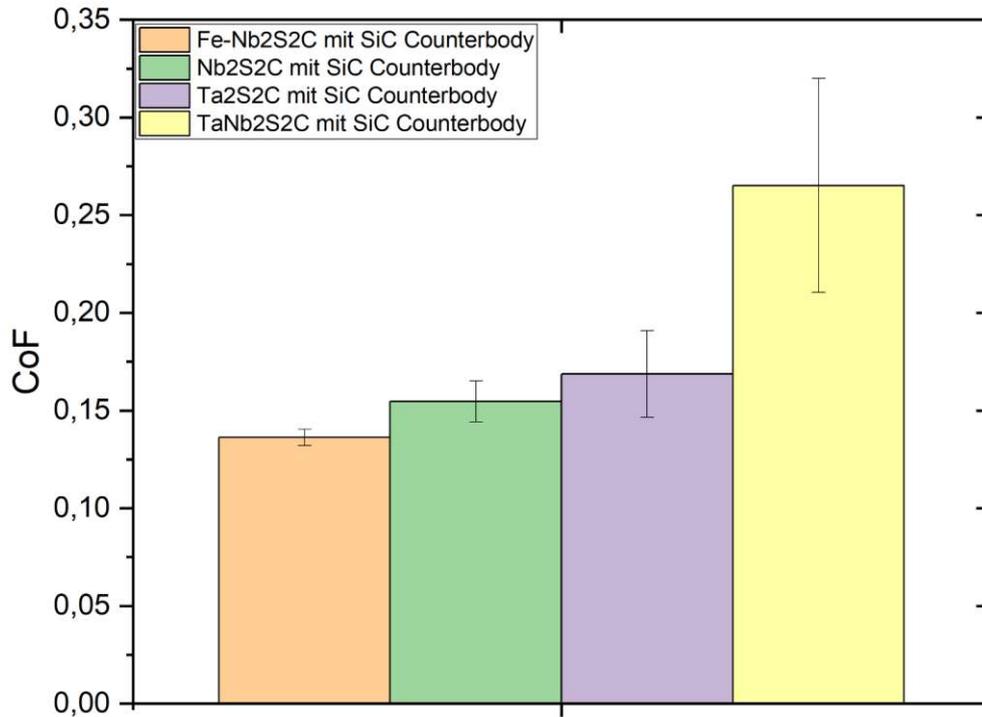


Abbildung 19: CoF-Ergebnisse Powder Variation mit SiC Counterbody

Das Balkendiagramm zeigt die mittleren Reibungskoeffizienten (CoF) für die verschiedenen TMCC-Beschichtungen (Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C, Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C, Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C) in Kombination mit einem Siliziumkarbid (SiC)-Gegenkörper. Die Fehlerbalken geben die Variabilität der Messwerte an und ermöglichen eine Einschätzung der Stabilität der Reibungseigenschaften.

## Vergleich der Reibungskoeffizienten:

1. **Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (orange)** weist den niedrigsten Reibungskoeffizienten (~0,13) auf. Dies deutet auf eine gute tribologische Performance hin, möglicherweise aufgrund einer geringen Adhäsion zwischen der Beschichtung und dem SiC-Gegenkörper.
2. **Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (grün)** zeigt einen leicht erhöhten CoF (~0,16), was auf eine etwas stärkere Wechselwirkung mit dem SiC-Gegenkörper hindeutet.
3. **Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (lila)** hat einen vergleichbaren Reibungskoeffizienten (~0,18), wobei die Streuung der Messwerte hier etwas höher ist. Dies könnte darauf hindeuten, dass das tribologische Verhalten weniger stabil ist oder dass es zu einer verstärkten Abrasion kommt.
4. **TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (gelb)** besitzt den höchsten CoF (~0,28–0,30) mit der größten Streuung der Messwerte. Dies weist auf eine erhöhte Reibung sowie eine instabilere Reibcharakteristik hin, möglicherweise durch verstärkten Materialtransfer oder Abrasion.

## Interpretation der Ergebnisse:

- Der niedrigste Reibungskoeffizient von **Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** bestätigt seine gute tribologische Performance im Vergleich zu den anderen getesteten TMCCs.
- **Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** und **TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** weisen höhere Reibungswerte auf, was auf eine stärkere Wechselwirkung mit dem SiC-Gegenkörper hinweisen könnte, möglicherweise durch eine ungünstigere Schichtstruktur oder eine weniger effektive Grenzflächenbildung.
- **Die höhere Streuung bei TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** deutet darauf hin, dass diese Beschichtung unter Belastung einer stärkeren Variabilität unterliegt, was auf eine ungleichmäßige Schichtbildung oder eine stärkere abrasive Wechselwirkung mit dem SiC-Gegenkörper zurückzuführen sein könnte.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass **Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C** mit dem SiC-Gegenkörper die beste tribologische Leistung zeigt, während TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C die höchsten Reibungswerte

aufweist und somit für Anwendungen mit niedrigen Reibungsanforderungen weniger geeignet erscheint.

Die verbleibenden CoF-Graphen, die eine detaillierte Darstellung des Reibungsverhaltens der getesteten TMCC-Pulver in Kombination mit verschiedenen Gegenkörpern liefern, sind im Anhang des Dokuments ersichtlich.

## 4. Charakterisierungen & Interpretation

### 4.1. Topographieanalyse der TMCC Beschichtungen

Die Analyse der Oberflächentopographie spielt eine entscheidende Rolle bei der Bewertung des tribologischen Verhaltens von Transition Metal Carbo-Chalcogenide (TMCC)-Beschichtungen. Durch den Einsatz von Laserkonfokalmikroskopie können verschleißbedingte Veränderungen der Oberflächenstruktur nach mechanischer Belastung detailliert untersucht werden. Diese Methode ermöglicht eine hochpräzise Erfassung der Höhenprofile, wodurch sowohl Materialabtrag als auch Partikelverlagerungen innerhalb und außerhalb der Gleitbahn sichtbar werden.

Die Untersuchung umfasst drei zentrale Analyseformen:

1. Laser-Optische Aufnahme: Diese Bildgebung erlaubt eine makroskopische Beurteilung der Gleitbahn und gibt Hinweise auf Abrasion, Materialübertrag oder Oberflächenveränderungen durch tribochemische Reaktionen.
2. Höhenprofilanalyse (Topographiekarte): Die farbkodierte Darstellung der Höhenverteilung der Oberfläche ermöglicht die Identifikation von Bereichen mit erhöhtem Materialverlust oder Partikelansammlungen.
3. 3D-Oberflächenmodell: Durch die dreidimensionale Rekonstruktion der Oberfläche lassen sich Höhenvariationen und Rauheitsverteilungen quantitativ erfassen, was Rückschlüsse auf die Verschleißmechanismen und die tribologische Stabilität der Beschichtung ermöglicht.

Diese detaillierte Topographieanalyse ist essenziell, um die Interaktion zwischen den TMCC-Beschichtungen und verschiedenen Gegenkörpern zu verstehen und ermöglicht eine präzise Bewertung der tribologischen Eigenschaften, Materialstabilität und Partikelfreisetzung. Sie dient als Grundlage für die Optimierung von Beschichtungsprozessen und die Entwicklung verschleißfester Materialsysteme für Hochleistungsanwendungen.

#### 4.1.1. Analyse der Laserkonfokalmikroskopie der Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

##### Makroskopische Oberflächenanalyse: Laser-Optische Aufnahme

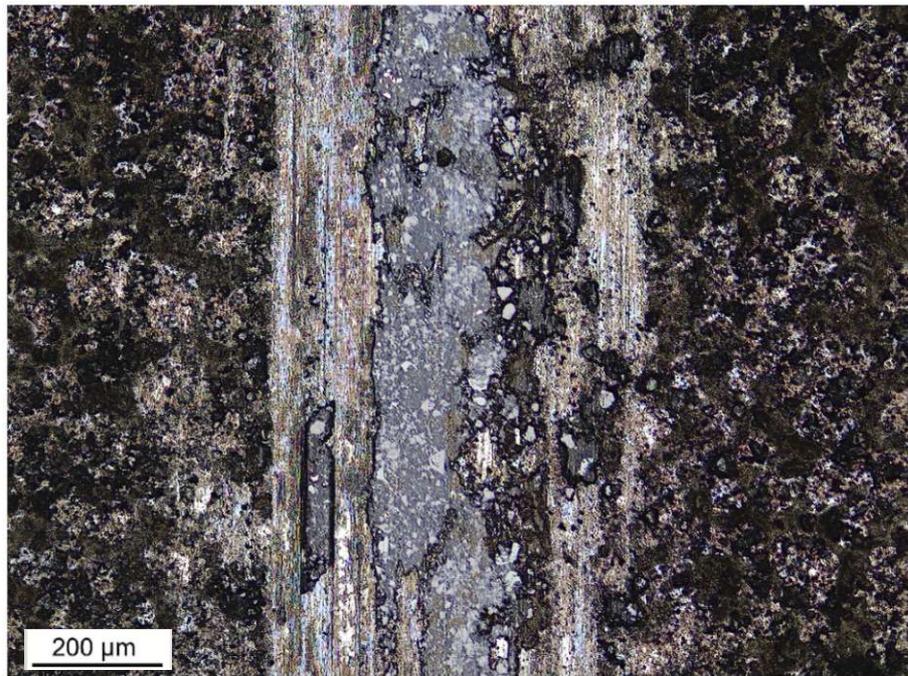


Abbildung 20: Laser-optische Aufnahme des Laserkonfokalmikroskops der Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

Die laser-optische Aufnahme zeigt eine klar abgegrenzte Gleitspur, die sich farblich und strukturell von der umgebenden Oberfläche unterscheidet. In der zentralen Zone ist eine homogene Triboschicht erkennbar, die auf eine reibungsinduzierte chemische Reaktion hindeutet. Die fehlenden tiefen Kratzer oder plastischen Deformationen

deuten darauf hin, dass kein abrasiver Verschleiß dominiert. Stattdessen scheint die mechanische Interaktion durch eine schützende Triboschicht reguliert zu werden, die eine stabile Schmierung gewährleistet.

### Höhenprofilanalyse: Topographie und Materialverteilung

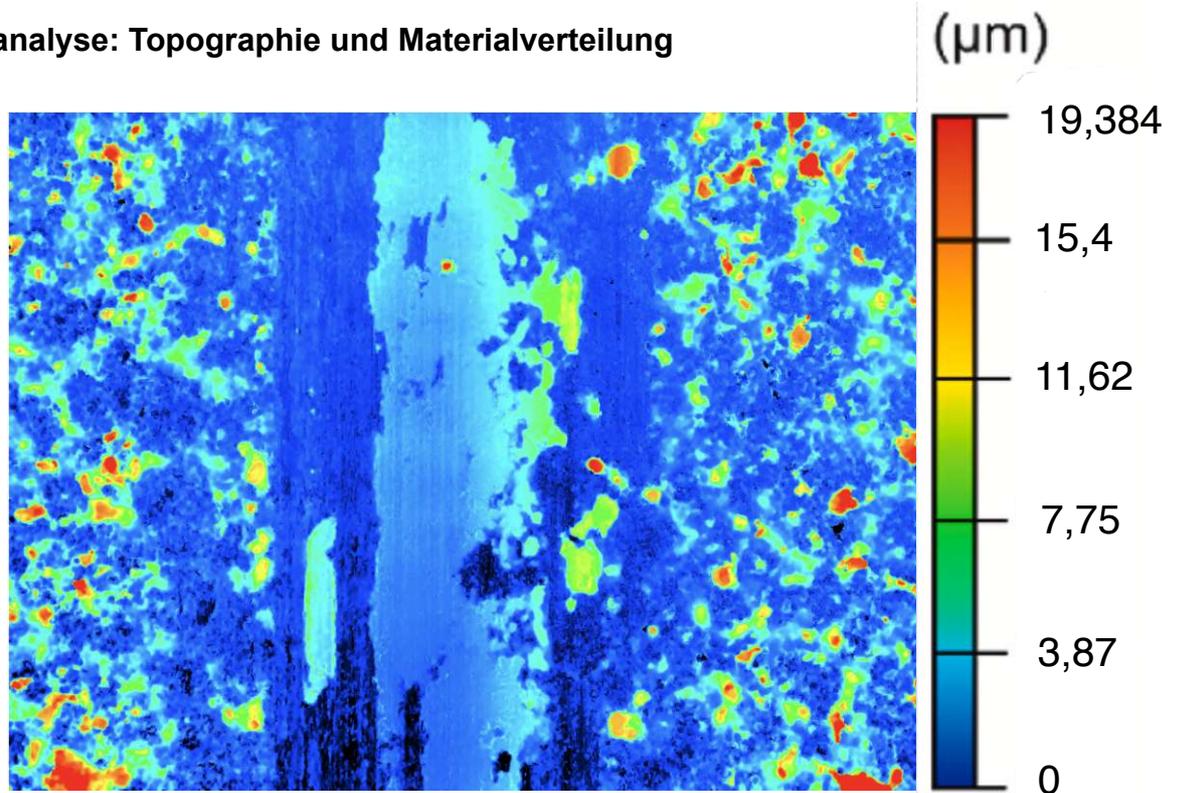


Abbildung 21: Topographie und Materialverteilung der  $Ta_2S_2C$ -Beschichtung mit  $Al_2O_3$  Gegenkörper

Die Höhenprofilanalyse zeigt eine weitgehend konstante Oberflächenstruktur innerhalb der Gleitspur, was auf eine gleichmäßige Schichtbildung hindeutet. Die zentrale Zone weist nur minimale Variationen in der Höhenverteilung auf, was die Stabilität der Triboschicht unterstreicht. An den Rändern der Spur sind lokale Erhebungen sichtbar, die jedoch nicht auf Materialverdrängung oder plastische Verformung zurückzuführen sind. Vielmehr handelt es sich um Akkumulationen von abgetragenen Schmierstoffpartikeln, die sich entlang der Spurgrenzen ablagern. Dies bestätigt eine aktive Selbstorganisation des Schmierstoffs, ohne dass substanzieller Materialverlust auftritt.

## Dreidimensionale Oberflächenrekonstruktion: Triboschichtbildung und Materialtransfer

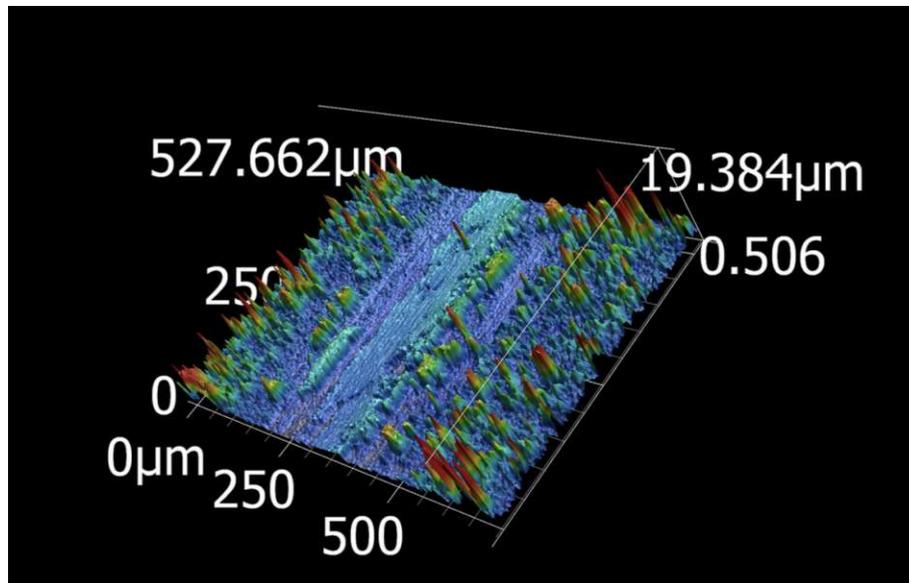


Abbildung 22: Triboschichtbildung und Materialtransfer der  $Ta_2S_2C$ -Beschichtung mit  $Al_2O_3$  Gegenkörper

Die dreidimensionale Rekonstruktion zeigt eine homogene Schmierstoffverteilung, die den direkten Kontakt zwischen Beschichtung und Gegenkörper minimiert. Die beobachteten Höherhebungen an den Spurgrenzen sind das Ergebnis reibungsinduzierter Partikelablagerungen und nicht plastischer Verformung oder abrasiven Materialverlusts. Die Triboschicht fungiert als stabile Schutzbarriere, die den Verschleißmechanismus reguliert und eine gleichmäßige Reibungsreduzierung ermöglicht.

### Interpretation der Ergebnisse

Die Untersuchungen belegen, dass die  $Ta_2S_2C$ -Beschichtung eine effektive tribologische Schutzwirkung entfaltet. Anstelle tiefgehender mechanischer Modifikationen erfolgt der Verschleißschutz durch die Ausbildung einer chemisch stabilen Triboschicht, die eine konstante Schmierung gewährleistet. Die erkannten Pulverakkumulationen sind ein

Indikator für eine reibungsinduzierte Materialmigration, ohne dass substanzieller Substratverschleiß auftritt.

#### 4.1.2. Analyse der Laserkonfokalmikroskopie der Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper:

##### 1. Makroskopische Oberflächenanalyse: Laser-Optische Aufnahme

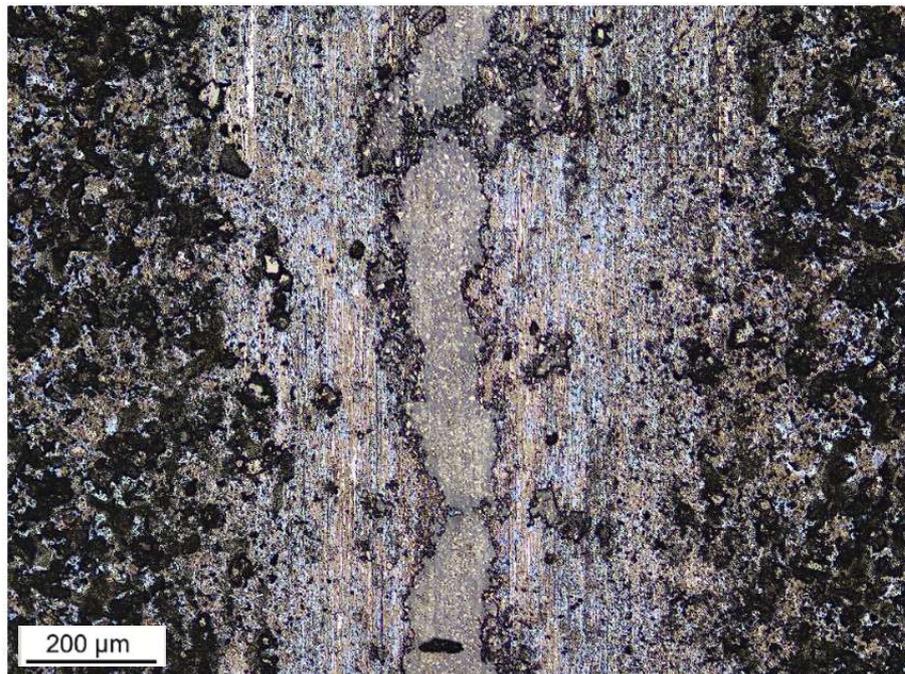


Abbildung 23: Laser-optische Aufnahme des Laserkonfokalmikroskops der Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

Die optische Aufnahme zeigt eine klar definierte Gleitspur, die sich deutlich von der umliegenden Oberfläche abgrenzt. Innerhalb dieser Spur ist eine homogene Triboschicht erkennbar, die auf einen stabilen reibungsgestützten Schmiermechanismus hindeutet. Tiefe Einschnitte oder mechanische Beschädigungen der Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung sind nicht nachweisbar.

An den Spurgrenzen lassen sich lokale Partikelablagerungen identifizieren, die sich während des Reibvorgangs aus der Schmierstoffmatrix herausgelöst haben. Diese

Akkumulationen sind typisch für selbstschmierende Feststoffsysteme, bei denen freigesetztes Material durch den Reibprozess umverteilt wird. Die Beschichtung zeigt zudem keine sichtbaren Risse oder Brüche, was auf eine hohe strukturelle Stabilität von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C unter Belastung hinweist.

## 2. Höhenprofilanalyse: Topographie und Materialverlagerung

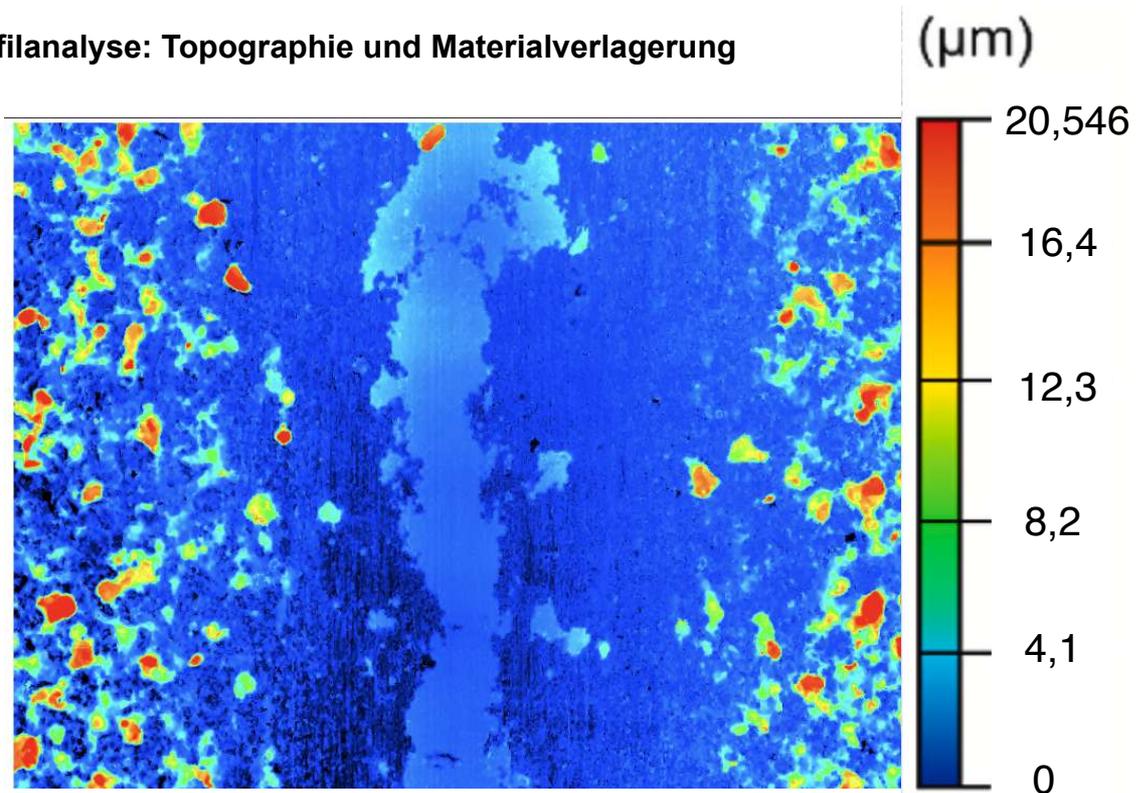


Abbildung 24: Topographie und Materialverteilung der Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

Die Höhenprofilanalyse zeigt eine weitgehend gleichmäßige Oberflächenstruktur innerhalb der Gleitspur, was für eine kontrollierte Abtragung und eine stabile Schmierfilmschicht spricht. In der zentralen Zone sind keine signifikanten Höhenunterschiede erkennbar, was auf eine konstante Schmierwirkung und die fehlende plastische Deformation hinweist.

An den Spurgrenzen treten deutlich sichtbare Akkumulationen auf, die in Gelb- bis Rottönen dargestellt sind. Diese Partikel sind nicht als Materialverschleiß zu interpretieren, sondern als umverteilte Schmierstoffpartikel, die sich durch den

Gleitprozess anlagern. Dies weist auf eine reibungsinduzierte Selbstorganisation des Schmierstoffs hin, wodurch das System zusätzlich stabilisiert wird.

### 3. Dreidimensionale Oberflächenrekonstruktion: Triboschichtbildung und Materialtransfer

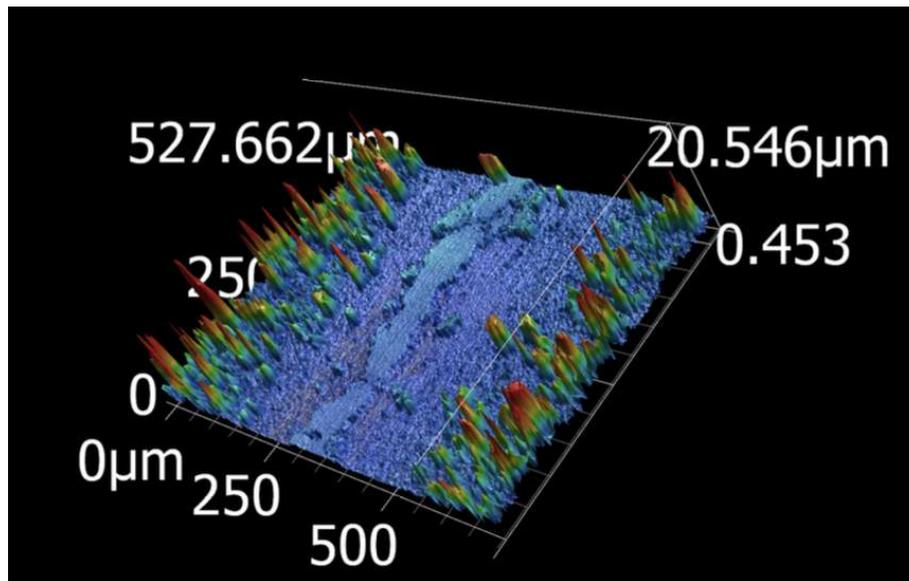


Abbildung 25: Triboschichtbildung und Materialtransfer der  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Beschichtung mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Gegenkörper

Die dreidimensionale Rekonstruktion bestätigt eine homogene Schmierstoffverteilung innerhalb der Gleitspur. Die gleichmäßige Struktur deutet darauf hin, dass sich eine stabile Triboschicht gebildet hat, die den direkten Materialkontakt minimiert und den Reibwiderstand reduziert.

Die gemessene Höhendifferenz von 20,55 μm ist nicht als Verschleißtiefe zu interpretieren, sondern als Partikelakkumulation infolge des Reibprozesses. Diese Materialtransferschicht trägt zur weiteren Stabilisierung der Schmierwirkung bei und verhindert direkten Kontakt zwischen den Reibpartnern. Die Höhenverteilung innerhalb der Spur zeigt keine tiefen Einbrüche, wodurch die mechanische Integrität der  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Beschichtung bestätigt wird.

#### 4. Interpretation der Ergebnisse

Die Untersuchung zeigt, dass sich eine reibungsinduzierte Schutzschicht bildet, die als stabiler Festschmierstoff fungiert und den Materialverschleiß minimiert. Die fehlenden plastischen Verformungen belegen, dass das Material keine mechanische Überlastung erfährt.

Die Partikelakkumulation an den Spurgrenzen weist auf eine effektive Materialumverteilung hin, die zur langfristigen Stabilität der Beschichtung beiträgt.

#### 4.1.3. Analyse der Laserkonfokalmikroskopie der TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper

##### 1. Makroskopische Oberflächenanalyse: Laser-Optische Aufnahme

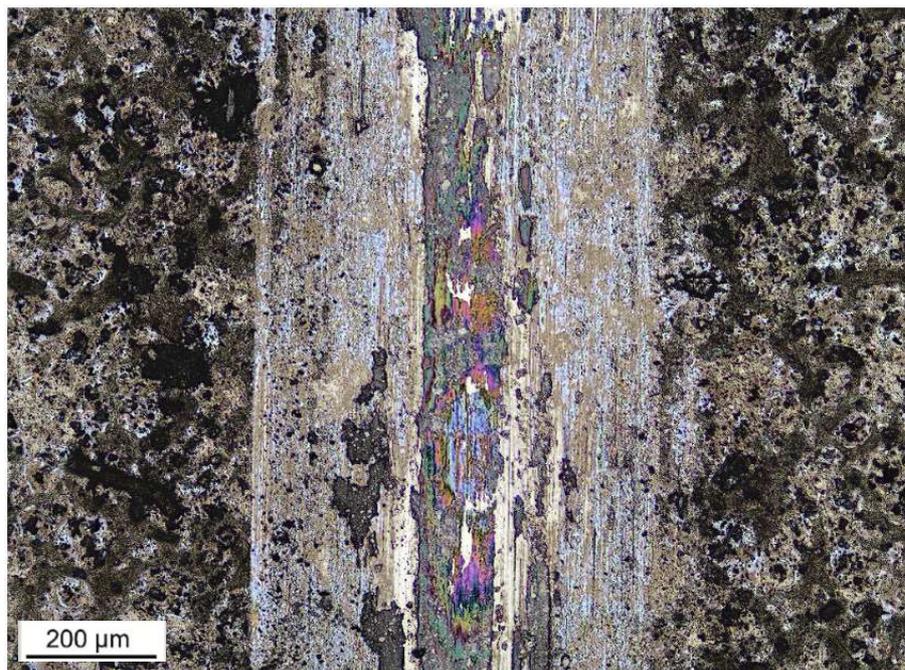


Abbildung 26: Laser-optische Aufnahme des Laserkonfokalmikroskops der TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

Die laser-optische Aufnahme zeigt eine klar definierte Gleitspur, die sich durch eine homogene Triboschichtbildung von der angrenzenden Oberfläche abhebt. Die dunklere Färbung innerhalb der Spur deutet auf die Ausbildung eines stabilen Reibfilms hin, der den direkten Materialkontakt mit dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gegenkörper reduziert.

Entlang der Spurgrenzen sind lokale Schmierstoffakkumulationen sichtbar, die durch den tribologischen Prozess freigesetzt und umverteilt wurden. Diese Partikelansammlungen sind ein Hinweis auf die reibungsinduzierte Selbstorganisation des Festschmierstoffs.

## 2. Höhenprofilanalyse: Topografie und Materialverdrängung

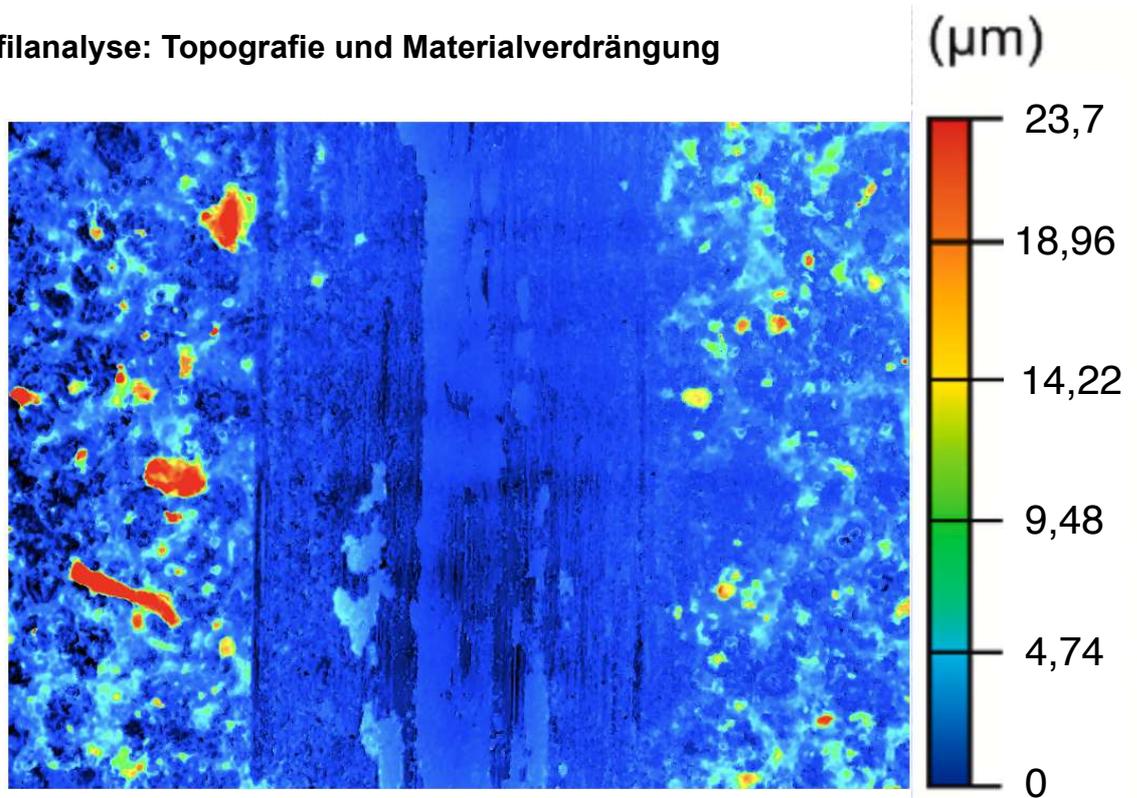


Abbildung 27: Topographie und Materialverteilung der  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Beschichtung mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Gegenkörper

Die Höhenprofilanalyse zeigt eine weitgehend gleichmäßige Topografie innerhalb der Gleitspur, ohne tiefere Einschnitte oder Materialeinbrüche. Die maximale Höhendifferenz von  $23,7 \mu\text{m}$  resultiert nicht aus direktem Materialverlust, sondern ist

eine Folge der Akkumulation abgeschiedener Schmierstoffpartikel entlang der Spurgrenzen.

Die Höhenverteilung innerhalb der Spur bleibt relativ konstant, was darauf hindeutet, dass kein signifikanter Materialabtrag durch abrasiven Verschleiß auftritt. Die beobachteten Partikelansammlungen deuten darauf hin, dass sich  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$  während der Reibung kontinuierlich in einer schützenden Schmierstoffschicht reorganisiert, wodurch eine effektive Reibungsminderung gewährleistet wird.

### 3. Dreidimensionale Oberflächenrekonstruktion: Materialtransfer und Verschleißmechanismus

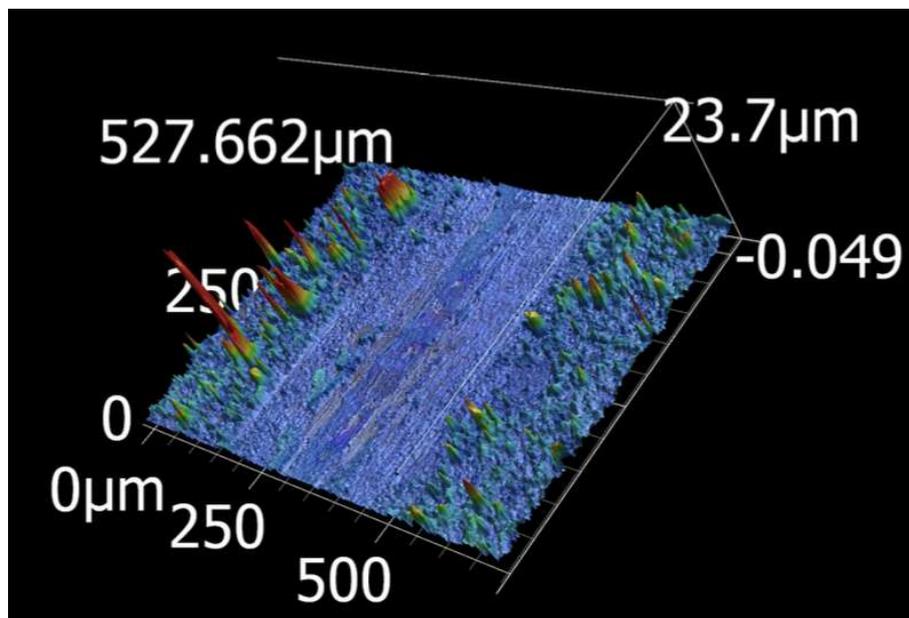


Abbildung 28: Triboschichtbildung und Materialtransfer der  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Beschichtung mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Gegenkörper

Die dreidimensionale Rekonstruktion der Gleitspur zeigt eine homogene Struktur, die auf eine stabile Triboschichtbildung hinweist. Innerhalb der Spur sind keine tiefen Abrasionsspuren oder plastischen Verformungen erkennbar, was bestätigt, dass sich die  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Beschichtung durch einen nicht-abrasiven Verschleißmechanismus regeneriert.

Die wenigen erhöhten Strukturen innerhalb der Spur lassen sich als lokale Schmierstoffanreicherungen interpretieren, die weiterhin zur Reduzierung der Reibung beitragen. Der Mechanismus der Materialumverteilung zeigt, dass der Schmierstoff nicht nur eine passive Schutzwirkung entfaltet, sondern aktiv zur Bildung einer reibungsstabilen Schicht beiträgt.

#### **4. Interpretation der Ergebnisse**

Die Ergebnisse der Untersuchung belegen, dass die TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung in Kombination mit einem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper eine stabile Triboschicht ausbildet, die eine wirksame Schutzfunktion gegen mechanischen Verschleiß übernimmt.

Die geringe Materialverdrängung und die homogene Höhenverteilung innerhalb der Spur deuten darauf hin, dass das Material unter tribologischer Belastung keine plastische Deformation erfährt. Vielmehr zeigen die Messungen, dass sich TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C in einer reibungsinduzierten Selbstorganisation neu anordnet, wodurch der Verschleiß reduziert wird und eine kontinuierliche Schmierwirkung sichergestellt ist.

#### 4.1.4. Analyse der Laserkonfokalmikroskopie der Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

##### 1. Makroskopische Oberflächenanalyse: Laser-Optische Aufnahme

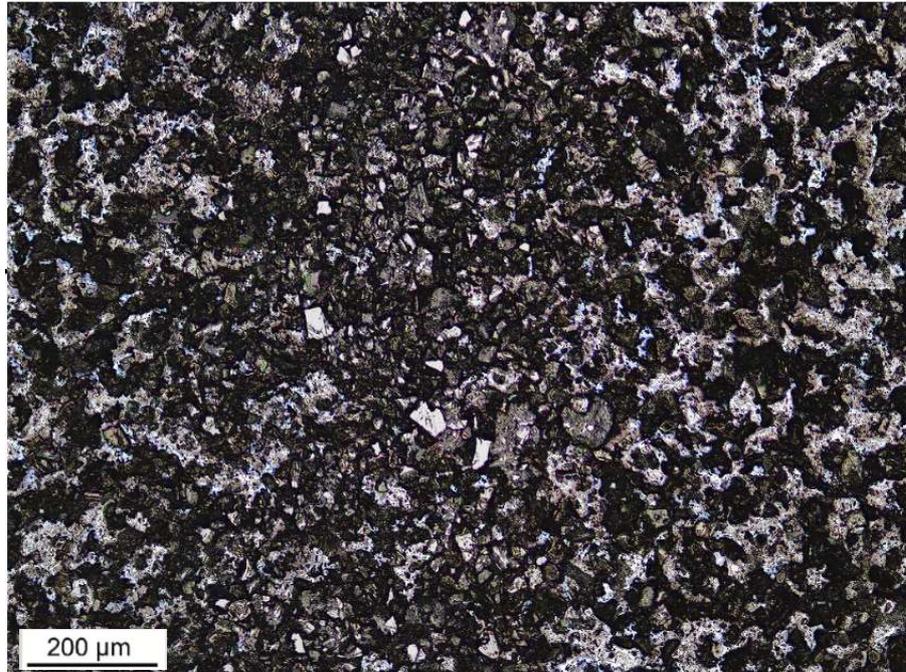


Abbildung 29: Laser-optische Aufnahme des Laserkonfokalmikroskops der Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

Die laser-optische Aufnahme zeigt eine weitgehend homogene Bedeckung der Oberfläche mit Schmierstoffpartikeln, wodurch sich keine klar definierte Gleitspur identifizieren lässt. Diese gleichmäßige Verteilung deutet darauf hin, dass der Schmierstoff aktiv über die Kontaktfläche verteilt wird, was einen effektiven Schutz vor direktem Materialkontakt zwischen Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und dem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper ermöglicht.

Ein weiteres bemerkenswertes Merkmal ist das Fehlen signifikanter plastischer Verformungen oder abrasiver Kratzer innerhalb der Kontaktzone. Dies weist darauf hin, dass die Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung ihre Struktur auch unter Belastung beibehält und

dass keine mechanischen Deformationen auftreten, die auf aggressiven Abrasionsverschleiß hinweisen würden.

## 2. Höhenprofilanalyse: Topographie und Materialverdrängung

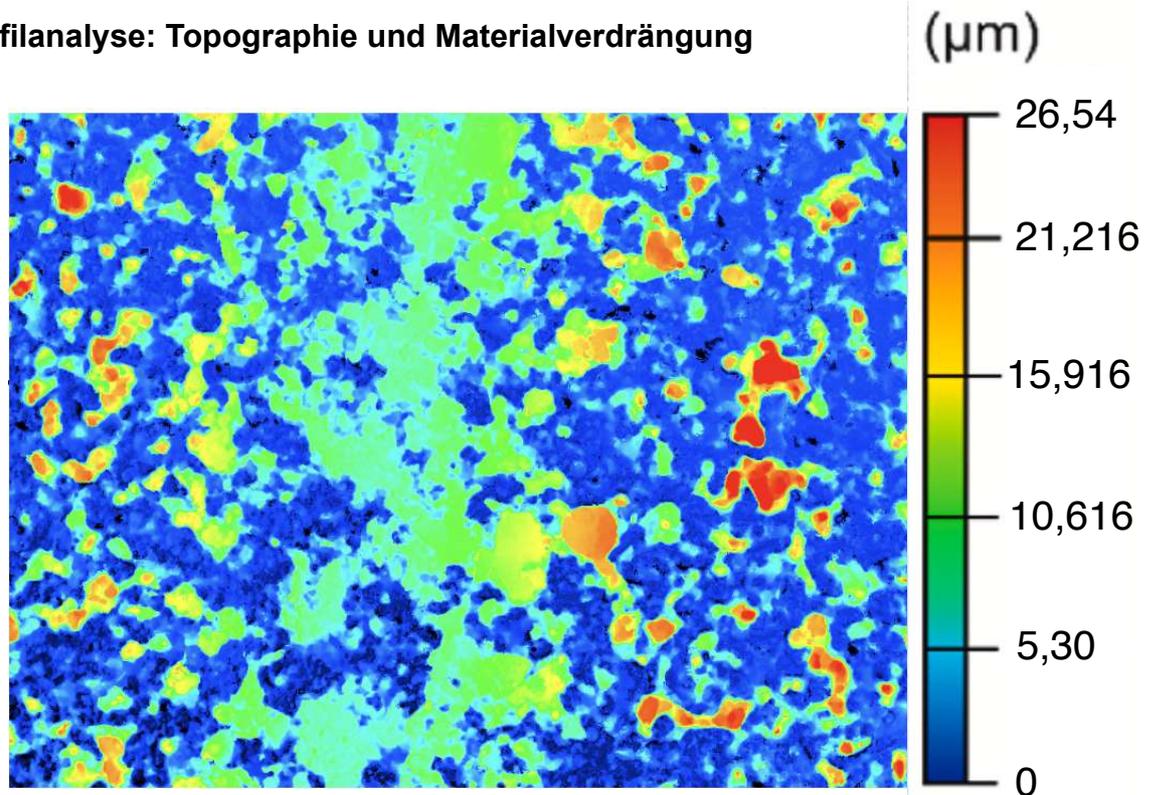


Abbildung 30: Topographie und Materialverteilung der Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

Die Höhenprofilanalyse zeigt eine relativ gleichmäßige Oberflächenstruktur, die durch kleinere Erhebungen und Senken gekennzeichnet ist. Die höchste gemessene Erhebung beträgt 26,54 µm, resultiert jedoch nicht aus Materialverlust oder plastischer Verformung, sondern aus der Akkumulation von Schmierstoffpartikeln innerhalb der Reibzone.

Diese Partikelakkumulationen deuten auf eine aktive Schmierstoffmigration innerhalb des tribologischen Systems hin. Der Schmierstoff wird durch den Reibkontakt kontinuierlich transportiert und umverteilt, was die Schutzwirkung der Beschichtung aufrechterhält und Reibung reduziert.

Die geringe Materialverdrängung innerhalb der Hauptkontaktzone bestätigt, dass die Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung unter tribologischer Belastung ihre strukturelle Integrität bewahrt. Es gibt keine Hinweise auf tiefere Materialverluste oder plastische Deformationen, was auf eine hohe Verschleißbeständigkeit der Beschichtung hindeutet.

### 3. Dreidimensionale Oberflächenrekonstruktion: Materialtransfer und Verschleißmechanismus

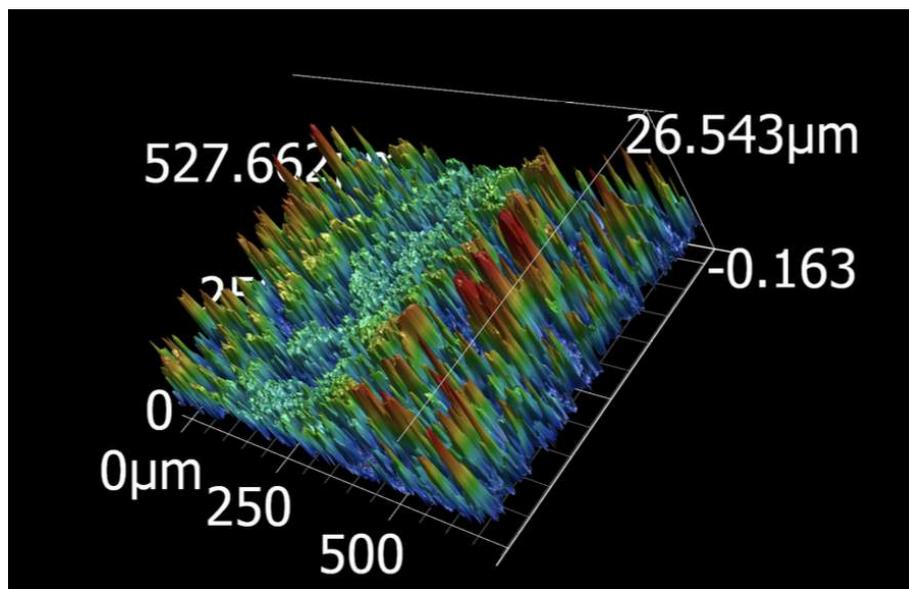


Abbildung 31: Triboschichtbildung und Materialtransfer der Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gegenkörper

Die dreidimensionale Rekonstruktion der Reibzone bestätigt die Ergebnisse der Höhenprofilanalyse und zeigt, dass die Oberfläche durch eine relativ dichte Schmierstoffschicht geschützt ist.

Besonders auffällig ist, dass die Spitzenstrukturen an den Rändern nicht auf Materialverschleiß zurückzuführen sind, sondern auf lokale Schmierstoffakkumulationen, die durch die tribologischen Prozesse transportiert und umverteilt wurden. Dies ist ein Indikator für eine reibungsinduzierte Selbstorganisation des Schmierstoffs, wodurch die Schutzwirkung kontinuierlich erneuert wird.

Die gleichmäßige Schmierstoffverteilung innerhalb der Kontaktzone minimiert den direkten Kontakt zwischen der Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung und dem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper, was eine effektive Reibungsreduzierung zur Folge hat.

#### **4. Interpretation der Ergebnisse**

Die Analyse der Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Beschichtung mit einem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper zeigt, dass das Material eine sehr stabile Schmierstoffverteilung gewährleistet. Besonders bemerkenswert ist das Fehlen signifikanter plastischer Deformationen oder tiefgreifender Materialverluste, was auf eine hohe Widerstandsfähigkeit gegenüber tribologischem Verschleiß hindeutet.

Anmerkung: Die restlichen Bilder zur Laserkonfokalmikroskopie bzw. Topographie mit SiC-Gegenkörper sind im Anhang ersichtlich.

#### **4.2. Ramanspektroskopie**

Die Raman-Spektroskopie ist ein leistungsfähiges Werkzeug zur Untersuchung der chemischen Zusammensetzung und strukturellen Veränderungen von Materialien nach mechanischer Beanspruchung. In den durchgeführten Tribometrie-Versuchen mit TMCC-Pulvern wurden verschiedene Stellen analysiert, um mögliche tribochemische Reaktionen, Phasenänderungen oder Materialübertragungen zu identifizieren.

Die Raman-Spektroskopie wurde mit einer Anregungswellenlänge von 532 nm durchgeführt. Aufgrund des Alters des verwendeten Spektrometers konnte die genaue Laserleistung nicht bestimmt werden. Der gemessene Raman-Shift erstreckt sich über einen Bereich von 0 bis 2000 cm<sup>-1</sup>, sodass die relevanten Schwingungsmoden der untersuchten Materialien erfasst wurden. Analysiert wurden ausschließlich Pulver-auf-Substrat-Proben, bei denen reines TMCC-Pulver auf ein Substrat aufgebracht wurde. Beschichtungen mit TMCCs wurden nicht untersucht, was zwangsläufig zu Oxidationsvorgängen führt, da keine schützende Beschichtung auf dem Substrat vorhanden ist.

Untersucht wurden die folgenden vier TMCC-Pulver:

- $Ta_2S_2C$
- $Nb_2S_2C$
- $Fe-Nb_2S_2C$
- $TaNb_2S_2C$

Für diese Untersuchung wurden **drei verschiedene Messbereiche** gewählt:

1. Die Gleitfläche (Tribofläche) – der Bereich, der während des Reibtests direkt mit dem Gegenkörper in Kontakt war. Hier können signifikante strukturelle Veränderungen auftreten, etwa durch mechanische Aktivierung, Oxidation oder Degradation des Materials.
2. Der Randbereich (Pulver auf Probe) – der Bereich neben der Hauptgleitfläche, in dem sich möglicherweise abgetragene Partikel aus der Reibzone ansammeln. Diese Partikel können strukturell verändert sein oder sich in ihrer chemischen Zusammensetzung von der Ausgangssubstanz unterscheiden.
3. Das reine Pulver (Referenz) – dient als Vergleich, um Veränderungen zwischen dem unveränderten Ausgangsmaterial und den tribologisch beanspruchten Bereichen bewerten zu können.

Die Untersuchungen wurden für verschiedene Gegenkörper ( $Al_2O_3$ , SiC und teilweise 100Cr6) durchgeführt, um Unterschiede im tribochemischen Verhalten der TMCCs unter verschiedenen mechanischen Belastungsbedingungen zu identifizieren. Durch den Vergleich der Raman-Spektren aus diesen Bereichen können Reaktionsmechanismen, Oxidationsprozesse oder strukturelle Modifikationen der TMCCs analysiert werden.

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Raman-Analysen systematisch dargestellt und hinsichtlich ihrer tribologischen Relevanz diskutiert.

## Interpretation ausgewählter Raman-Plots:

### 4.2.1. Analyse des Raman-Spektrums von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper

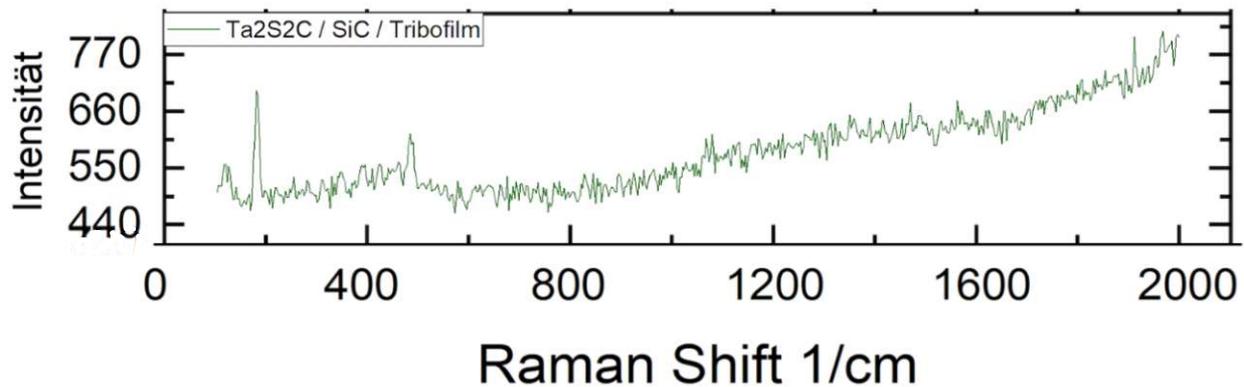


Abbildung 32: Raman-Spektrum von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C auf dem Tribofilm mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gegenkörper

#### Allgemeine Beobachtung

Das vorliegende Raman-Spektrum von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper zeigt eine relativ schwache, aber dennoch differenzierbare spektrale Signatur. Die Signalintensität ist vergleichsweise niedrig, was auf eine reduzierte Raman-Aktivität oder eine mögliche Oberflächenveränderung der Probe nach dem tribologischen Test hinweisen könnte. Der Hintergrund steigt leicht mit höheren Werten des Raman-Shifts an, was möglicherweise durch Fluoreszenz oder thermische Effekte während der Messung beeinflusst wurde.

#### Interpretation der Peaks

1. Niedrigfrequente Peaks (bis 500 cm<sup>-1</sup>):
  - Es sind mehrere schwache, aber signifikante Peaks erkennbar: Einmal bei 190 cm<sup>-1</sup> und einmal bei 500 cm<sup>-1</sup> erkennbar.

- Diese können potenziell der Ta-S- oder S-C-Schwingung zugeordnet werden, da sie sich mit den Referenzspektren von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C überschneiden.
  - Die schwächere Intensität dieser Peaks deutet darauf hin, dass möglicherweise eine teilweise Umwandlung oder Abbau der ursprünglichen Struktur stattgefunden hat.
2. Mittelfrequenzbereich (~600–800 cm<sup>-1</sup>):
- Ein Peak um 670 cm<sup>-1</sup> könnte auf das Vorhandensein von SiC hinweisen, da dies ein charakteristischer Bereich für die C-Si-Schwingung ist.
  - Die Überlagerung dieses Peaks mit denen von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C deutet darauf hin, dass sich während der Reibung möglicherweise eine Mischphase oder ein tribologischer Film gebildet hat.
3. Höhere Frequenzen (800–1200 cm<sup>-1</sup>):
- In diesem Bereich sind keine besonders ausgeprägten Peaks vorhanden, sondern eine leichte Grundliniensteigerung, was auf strukturelle Änderungen oder Oxidation hinweisen könnte.
4. Langwellige Region (>1500 cm<sup>-1</sup>):
- Der ansteigende Hintergrund bei höheren Werten des Raman-Shifts könnte mit Fluoreszenzeffekten oder Kohlenstoffhaltigen Rückständen zusammenhängen, die während des Reibprozesses entstehen können.

### **Mögliche tribochemische Reaktionen und Materialveränderungen**

- Das Spektrum zeigt kein reines Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Signal, was darauf hindeutet, dass die ursprüngliche Struktur durch den tribologischen Kontakt verändert wurde.
- Die Überlagerung mit SiC-Signalen legt nahe, dass es zu einem Materialtransfer oder chemischer Reaktion zwischen der Probe und dem SiC-Gegenkörper kam.
- Die geringe Intensität der Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Peaks könnte auf Degradation oder eine Oxidation durch den mechanischen Kontakt hinweisen.

## Schlussfolgerung

Das Raman-Spektrum von  $Ta_2S_2C$  auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper zeigt eine deutliche Veränderung im Vergleich zu reinen  $Ta_2S_2C$ -Referenzspektren. Der tribologische Kontakt hat wahrscheinlich zu einer teilweisen Umstrukturierung der Probe, möglichen Oxidationsprozessen und Materialübertrag geführt. Die beobachteten Peaks deuten auf eine Mischphase hin, in der Spuren von  $Ta_2S_2C$  noch erkennbar sind, jedoch mit SiC- und möglicherweise oxidischen Komponenten überlagert wurden.

### 4.2.2. Analyse des Raman-Spektrums von $Nb_2S_2C$ auf dem Tribofilm mit $Al_2O_3$ -Gegenkörper

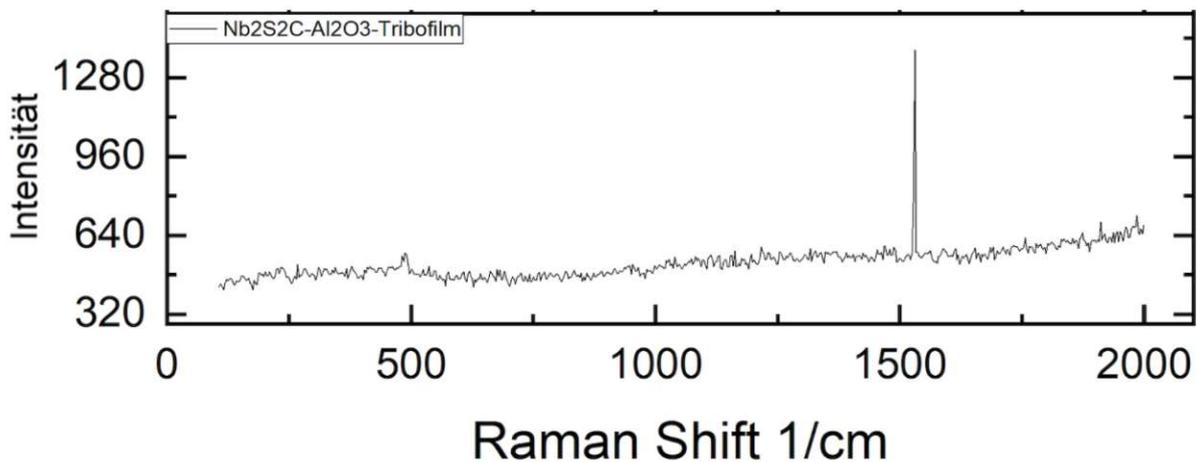


Abbildung 33: Raman-Spektrum von  $Nb_2S_2C$  auf dem Tribofilm mit  $Al_2O_3$ -Gegenkörper

### Allgemeine Beobachtung

Das vorliegende Raman-Spektrum von  $Nb_2S_2C$  auf dem Tribofilm mit  $Al_2O_3$ -Gegenkörper zeigt eine relativ schwache Signalintensität mit einem dominanten, scharf ausgeprägten Peak bei etwa  $1500\text{ cm}^{-1}$ . Im Vergleich zu den Referenzspektren von  $Nb_2S_2C$  ist eine deutliche Veränderung der spektralen Signatur zu erkennen, was

auf mögliche tribochemische Reaktionen, Materialumwandlungen oder eine Oxidation während des Tribokontakts hinweisen könnte.

## Interpretation der Peaks

### 1. Niedrigfrequente Peaks (0–500 $\text{cm}^{-1}$ ):

- In diesem Bereich sind nur schwach ausgeprägte Signale erkennbar, die mit den typischen Nb-S-Schwingungen von  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$  in Verbindung stehen könnten.
- Die geringe Intensität deutet darauf hin, dass die ursprüngliche Struktur des  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$  möglicherweise durch tribologische Einwirkungen verändert oder reduziert wurde.

### 2. Mittelfrequenzbereich (~500–1000 $\text{cm}^{-1}$ ):

- Die Intensität bleibt über diesen Bereich relativ niedrig, mit nur geringen strukturierten Signalen.
- Im Vergleich zum Referenzspektrum von  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$  zeigt sich, dass viele der charakteristischen Peaks in diesem Bereich entweder abgeschwächt oder nicht mehr nachweisbar sind, was eine strukturelle Veränderung des Materials nahelegt.

### 3. Signifikante Peakbildung bei ~1550 $\text{cm}^{-1}$ :

- Der auffällige scharfe Peak um  $1550 \text{ cm}^{-1}$  könnte ein Hinweis auf eine oxidierte Phase oder einen tribochemischen Reaktionsprozess sein.
- Eine mögliche Erklärung wäre die Bildung von Nioboxid ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) oder anderen Oxidphasen infolge des mechanischen Kontakts mit dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gegenkörper.
- Ein ähnlicher Bereich wird in der Literatur oft mit Kohlenstoff- oder Sauerstoffmodifikationen assoziiert, sodass auch tribologisch induzierte Veränderungen der chemischen Bindungen in Betracht gezogen werden müssen.

#### 4. Langwellige Region ( $>1500\text{ cm}^{-1}$ ):

- Die zunehmende Intensität im hochfrequenten Bereich kann mit Fluoreszenzeffekten oder thermischen Degradationsprozessen zusammenhängen.

#### Mögliche tribochemische Reaktionen und Materialveränderungen

- Die deutliche Reduktion der charakteristischen  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Peaks deutet darauf hin, dass das Material durch den Kontakt mit dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gegenkörper modifiziert oder teilweise abgebaut wurde.
- Die Bildung eines dominanten Peaks um  $1500\text{ cm}^{-1}$  könnte mit Oxidationsprozessen in Verbindung stehen, was insbesondere bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als Gegenkörper durch mechanochemische Effekte möglich ist.
- Ein Materialübertrag vom Gegenkörper auf die Probe oder eine Mischphasenbildung mit Aluminiumoxid könnte ebenfalls ein Erklärungsansatz sein.

#### Schlussfolgerung

Das Raman-Spektrum von  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$  auf dem Tribofilm mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gegenkörper zeigt eine signifikante Veränderung im Vergleich zum reinen  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Referenzspektrum. Die geringe Intensität der charakteristischen  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Peaks und das Auftreten eines dominanten Peaks um  $1500\text{ cm}^{-1}$  deuten auf strukturelle Umwandlungen, Oxidation oder tribochemische Reaktionen hin. Die Interaktion mit dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gegenkörper scheint eine chemische Modifikation der Oberfläche verursacht zu haben.

### 4.2.3. Analyse des Raman-Spektrums von Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper

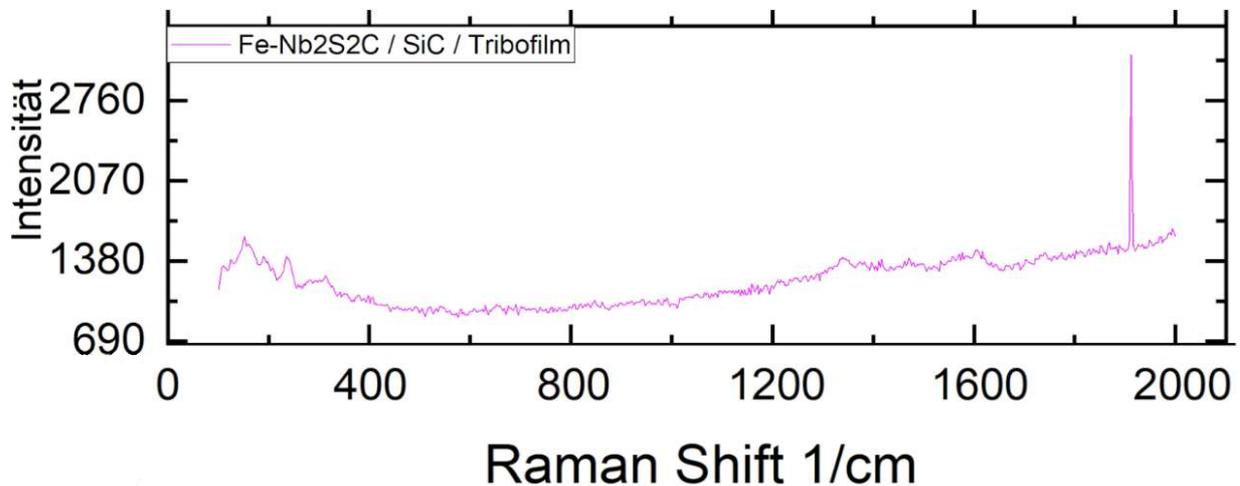


Abbildung 34: Raman-Spektrum von Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper

#### Allgemeine Beobachtung

Das vorliegende Raman-Spektrum zeigt eine weitgehend gleichmäßige Hintergrundintensität mit einem auffälligen und schmalen Peak bei ca. 1900 cm<sup>-1</sup> sowie schwächeren Peaks im niedrigen Wellenzahlbereich (ca. 200–800 cm<sup>-1</sup>). Die allgemeine Form des Spektrums deutet darauf hin, dass sich eine Triboschicht gebildet hat, die strukturelle und chemische Modifikationen durch tribologische Einflüsse erfahren hat.

#### Interpretation der Peaks

- **Schwache Peaks im Bereich von ca. 200–800 cm<sup>-1</sup>:**
  - Peaks bei 180 cm<sup>-1</sup> und 220 cm<sup>-1</sup>
  - Diese Peaks sind charakteristisch für Metall-Sulfid-Schwingungen und können auf Reststrukturen der ursprünglichen Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Phase hinweisen.

- Sie könnten sich durch veränderte Nb–S, Fe–S oder Fe–C-Bindungen während des tribologischen Kontakts mit dem SiC-Gegenkörper ergeben haben.
- Alternativ könnten sie auf eine teilweise kristalline Phase innerhalb der Triboschicht hindeuten, die sich während der Reibung erhalten hat.
- **Markanter Peak bei ca. 1900 cm<sup>-1</sup>:**
  - Die hohe Wellenzahl dieses Peaks ist ungewöhnlich und deutet auf C≡C- oder C≡N-Bindungen hin, die in tribologischen Systemen oft mit strukturellen Reorganisationsprozessen in Verbindung stehen.
  - Es ist denkbar, dass durch den Reibprozess eine Graphitierung oder eine Umstrukturierung der Kohlenstoffmatrix stattgefunden hat, wodurch eine resonante Raman-Anregung in diesem Bereich erzeugt wurde.
  - Eine weitere mögliche Erklärung ist die Bildung einer neuen Oberflächenphase, die eine tribochemische Reaktion zwischen den Bestandteilen des Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Materials und dem SiC-Gegenkörper widerspiegelt.

### Mögliche tribochemische Mechanismen

- Modifikation von Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C unter mechanischer Belastung: Die schwachen Peaks im unteren Bereich könnten auf Restphasen der ursprünglichen Materialstruktur hinweisen, während der hohe Peak bei 1900 cm<sup>-1</sup> eine chemische Umwandlung oder Rekonfiguration innerhalb des Tribofilms repräsentiert.
- Bildung einer tribologischen Schutzschicht: Die Kombination aus schwacher Grundintensität und der ausgeprägten Signatur bei 1900 cm<sup>-1</sup> legt nahe, dass sich eine stabile Schmierfilmstruktur ausgebildet hat, die möglicherweise durch Oxidationsprozesse oder Wechselwirkungen mit dem Gegenkörper verändert wurde.
- Einfluss des SiC-Gegenkörpers: Die Wechselwirkung mit SiC könnte zur Entstehung neuer kohlenstoffhaltiger Verbindungen oder zur Passivierung der Oberfläche durch reibungsinduzierte chemische Reaktionen geführt haben.

## Schlussfolgerung

Das Spektrum zeigt, dass sich während des tribologischen Kontakts eine modifizierte Triboschicht ausgebildet hat. Die schwachen Peaks im niedrigen Wellenzahlbereich deuten darauf hin, dass strukturelle Bestandteile des ursprünglichen Materials erhalten geblieben sind, während der hohe Peak bei  $1900\text{ cm}^{-1}$  auf eine neue, tribochemisch veränderte Phase hindeutet. Diese Beobachtungen legen nahe, dass Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C in Kombination mit einem SiC-Gegenkörper eine tribologische Schutzschicht bildet

### 4.2.4. Analyse des Raman-Spektrums von TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper

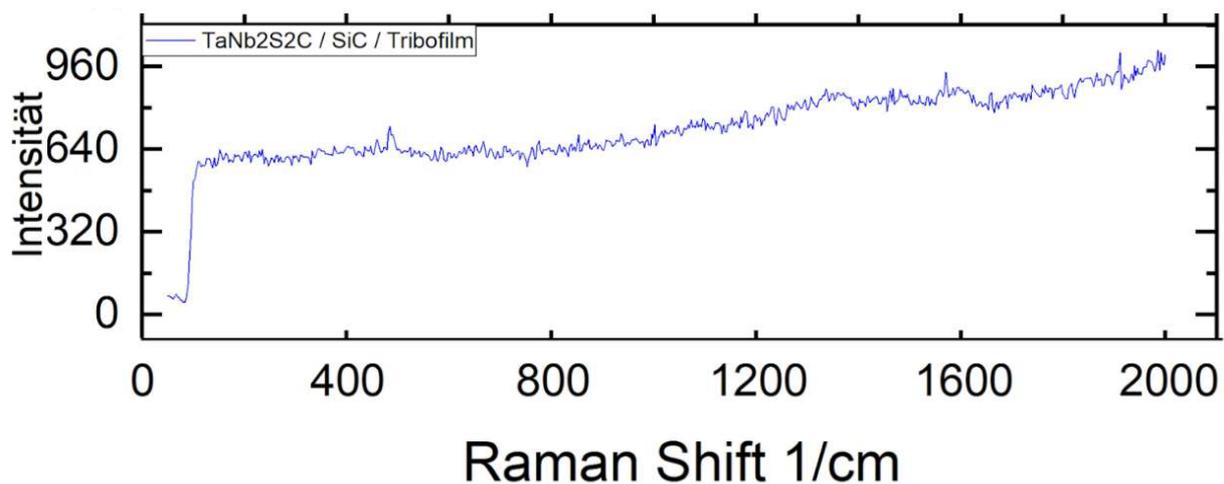


Abbildung 35: Raman-Spektrum von TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C auf dem Tribofilm mit SiC-Gegenkörper

### Allgemeine Beobachtung

Das vorliegende Raman-Spektrum von TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC als Gegenkörper zeigt eine geringe Intensität über den gesamten Raman-Shift-Bereich. Auffällig ist das Fehlen klar definierter Peaks, was auf eine erhebliche Veränderung der chemischen Zusammensetzung durch tribologische Prozesse hindeuten könnte. Das Signal zeigt

insgesamt eine leicht ansteigende Basislinie, was auf eine hohe Hintergrundstreuung oder amorphe Anteile in der analysierten Probe hinweist.

### Interpretation der Peaks:

#### 1. Niedrigfrequenzbereich (0–500 $\text{cm}^{-1}$ ):

- Peak bei 500  $\text{cm}^{-1}$ : Dieser könnte potenziell der Ta-S- oder S-C-Schwingung zugeordnet werden, da sie sich mit den Referenzspektren von  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$  überschneiden.
- Keine klaren Peaks oder definierten Moden, die für  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$  typisch wären.
- Dies deutet darauf hin, dass die ursprünglichen Kristallstrukturen des  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$  in der Gleitbahn entweder zerstört oder stark modifiziert wurden.
- Eventuell hat sich eine amorphe oder oxidierte Phase gebildet.

#### 2. Mittelfrequenzbereich (~500–1200 $\text{cm}^{-1}$ ):

- In diesem Bereich könnte man Peaks erwarten, die für oxidierte Niob- oder Tantalverbindungen ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ) typisch sind.
- Allerdings sind keine klaren Peaks zu erkennen, was darauf hindeutet, dass keine signifikanten oxidischen Phasen in hoher Konzentration vorhanden sind oder dass die Raman-Intensität durch hohe Absorption reduziert wurde.

#### 3. Langwellige Region (>1200 $\text{cm}^{-1}$ ):

- Der kontinuierliche Anstieg der Basislinie in diesem Bereich könnte auf eine Laser-induzierte Erwärmung oder Kohlenstoffablagerungen hinweisen.
- Alternativ könnte es sich um eine fluoreszierende Komponente handeln, die durch die Wechselwirkung mit dem SiC-Gegenkörper entstanden ist.

## Mögliche tribochemische Mechanismen

- Mechanische Degradation des Materials: Das Fehlen von deutlichen Raman-Peaks deutet darauf hin, dass sich die chemische Struktur von  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$  in der Gleitbahn erheblich verändert hat.
- Amorphe Umwandlung: Der hohe Hintergrund und die niedrige Intensität sprechen für eine Destrukturierung des Materials, möglicherweise durch Reibungshitze oder extreme mechanische Belastung.
- Oxidation oder tribochemische Reaktionen: Es ist möglich, dass Oxide von Niob und Tantal gebildet wurden, aber in so geringen Mengen, dass sie im Raman-Spektrum nicht deutlich sichtbar sind.
- Einfluss von SiC: Da SiC eine extrem harte Keramik ist, könnte der mechanische Abrieb zu einer stärkeren Deformation und Zerstörung der ursprünglichen Kristallstruktur geführt haben.

## Schlussfolgerung

Das Raman-Spektrum von  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$  mit SiC-Gegenkörper zeigt keine signifikanten Peaks, was darauf hinweist, dass die ursprüngliche Struktur durch tribologische Prozesse stark modifiziert oder zerstört wurde. Die mögliche amorphe Umwandlung oder Oxidation deutet darauf hin, dass SiC eine sehr aggressive Wechselwirkung mit  $\text{TaNb}_2\text{S}_2\text{C}$  hat, was möglicherweise zu einer höheren Abnutzung und einer starken Veränderung der Materialeigenschaften führt.

Die restlichen Raman-Spektren, welche die weiteren Messungen für die verschiedenen Materialkombinationen und Gegenkörper umfassen, sind im Anhang ersichtlich und bieten eine detaillierte Übersicht über die spektralen Veränderungen, die während der tribologischen Versuche aufgetreten sind.

### 4.3. Augerelektronenspektroskopie

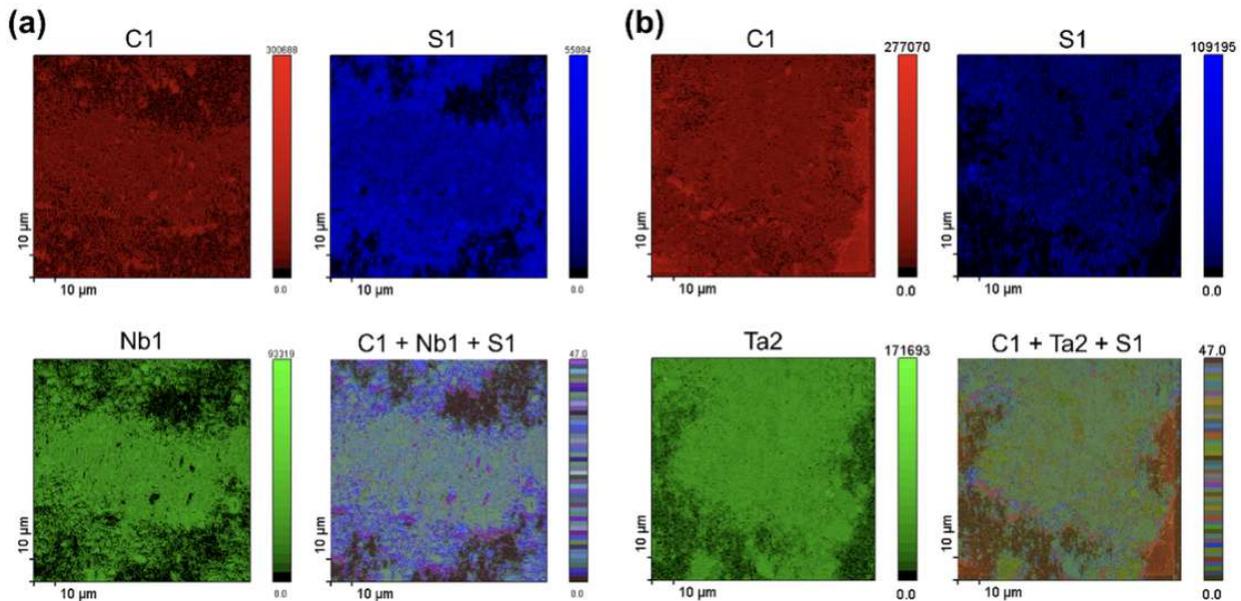


Abbildung 36: AMES-Karten und Rot-Grün-Blau (RGB)-Kartenüberlagerungen der Tribofilme von (a)  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$  und (b)  $\text{Ta}_2\text{S}_2\text{C}$ . Die Intensitätsskalen sind auf das maximale Signal für jedes der Elemente normalisiert. (Grützmaier et al. 2024)

#### 4.3.1. AMES-Analyse der TMCC-Pulver ( $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ und $\text{Ta}_2\text{S}_2\text{C}$ )

##### Allgemeine Beobachtung

Die Auger-Meitner-Elektronenspektroskopie (AMES) wurde gezielt eingesetzt, um die chemische Zusammensetzung der tribologisch belasteten Oberflächen zu untersuchen. Diese Methode ermöglicht eine detaillierte Tiefenprofilanalyse und ist besonders sensitiv für leichte Elemente wie Kohlenstoff (C) und Schwefel (S), die für die untersuchten Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) eine entscheidende Rolle spielen. Ziel der Untersuchung war es, die Stabilität der TMCCs innerhalb der tribologischen Kontaktzonen zu bewerten und mögliche Materialumverteilungen oder chemische Veränderungen infolge der Reibung zu identifizieren (Grützmaier et al., 2024).

## Elementarverteilung in den Tribofilmen

Die AMES-Analyse der Verschleißspuren bestätigt eine gleichmäßige Verteilung der Hauptelemente (C, S, Nb, Ta, Fe), was darauf hindeutet, dass sich die TMCC-Struktur auch nach mechanischer Belastung stabil verhält. Besonders hervorzuheben ist die geringe Sauerstoffanreicherung, was zeigt, dass die untersuchten Materialien unter den gegebenen Testbedingungen keine ausgeprägte Oxidation erfahren haben. Dies ist ein bedeutender Vorteil gegenüber konventionellen Festschmierstoffen, die unter ähnlichen Bedingungen zur Oxidbildung neigen (Grützmaker et al., 2024).

## Vergleich der TMCC-Zusammensetzungen

- $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ -basierte Tribofilme: Eine konstante Intensität der Nb-S-Signale wurde beobachtet, was darauf hindeutet, dass Niob und Schwefel stabil in der Verschleißspur verbleiben und nicht selektiv abgetragen werden.
- $\text{Ta}_2\text{S}_2\text{C}$ -basierte Tribofilme: Hier zeigt sich eine homogene Verteilung von Ta, S und C, jedoch mit leichten lokalen Anreicherungen von Tantal, was auf einen selektiven Materialtransfer hindeuten könnte. (Grützmaker et al., 2024).

## Tribochemische Mechanismen

Die AMES-Daten liefern Hinweise auf **tribochemische Reaktionen** innerhalb der Reibzone. Besonders hervorzuheben sind:

### 1. Bildung einer kohlenstoffreichen Schutzschicht

- Die Kohlenstoffsignale zeigen, dass sich innerhalb der Verschleißspuren eine selbstorganisierte Schmierstoffschicht aus Kohlenstoff bildet. Diese kann dazu beitragen, die Reibung zu reduzieren und die Lebensdauer der Beschichtung zu verlängern (Grützmaker et al., 2024).

### 2. Erhalt der Schwefelstruktur

- Schwefel (S) bleibt nachweislich in der Gleitspur erhalten, was bestätigt, dass Schwefelhaltige Spezies weiterhin zur Schmierung beitragen und nicht bevorzugt abgetragen oder umgewandelt werden (Grützmaker et al., 2024).

### 3. Keine tiefe Oxidation der TMCCs

- AMES zeigt keine signifikanten Sauerstoffsignale in den tieferen Schichten der Tribofilme, was belegt, dass sich die getesteten TMCCs unter den experimentellen Bedingungen nicht stark oxidieren und somit für langlebige Anwendungen unter tribologischer Belastung geeignet sind (Grützmaker et al., 2024).

### Schlussfolgerung

Die AMES-Analyse zeigt, dass die getesteten TMCCs nach tribologischer Belastung ihre chemische Integrität beibehalten und dass sich innerhalb der Reibzone eine schützende Schmierstoffschicht bildet.

- Die Hauptbestandteile der TMCCs (C, S, Nb, Ta, Fe) bleiben stabil erhalten und tragen zur Schutzwirkung bei.
- Die kohlenstoffreiche Phase innerhalb der Gleitspur deutet auf selbstorganisierte Schmierprozesse hin.
- Die geringe Sauerstoffanreicherung zeigt, dass die getesteten Materialien wenig zur Oxidation neigen, was sie für Hochlastanwendungen prädestiniert.

Diese Ergebnisse bestätigen, dass TMCCs als Festschmierstoffe mit ausgezeichneter chemischer Stabilität und niedriger Oxidationsanfälligkeit vielversprechend sind (Grützmaker et al., 2024).

## 4.4. Rasterelektronenmikroskopie / Energiedispersive Röntgenspektroskopie

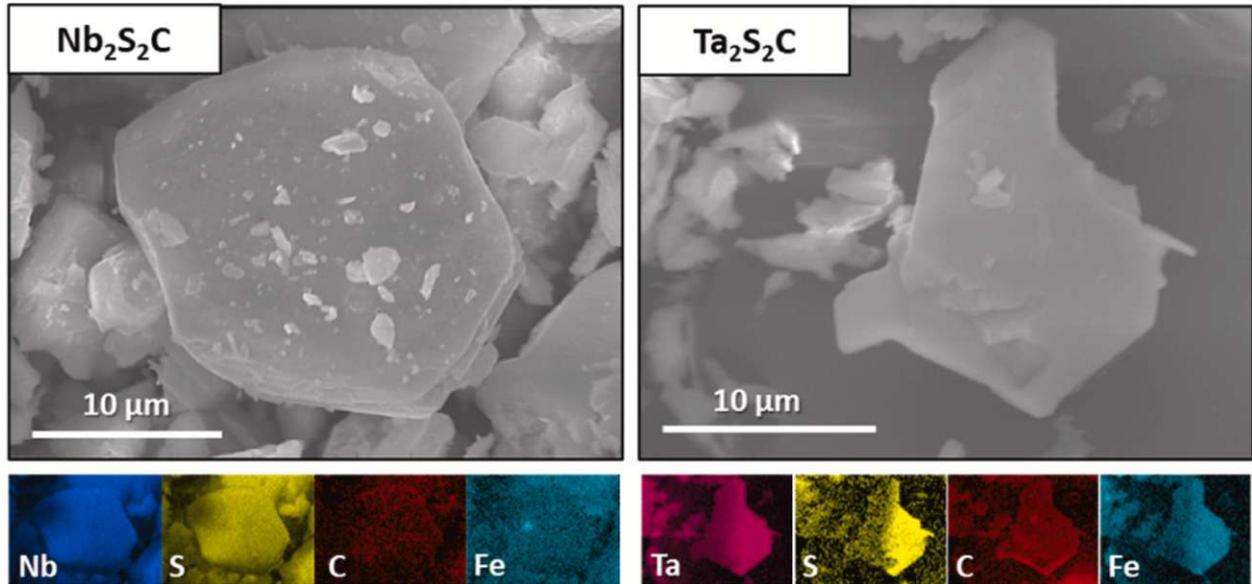


Abbildung 37: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C- und Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Partikeln sowie EDS-Elementverteilungsbilder für Nb/Ta, S, C und Fe. (Grützmaier et al. 2024)

Die REM-Aufnahmen (Rasterelektronenmikroskopie) der untersuchten Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C- und Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Pulver zeigen, dass beide Materialien als klar definierte, geschichtete (multilayer) Partikel vorliegen. Diese Multilayer-Struktur ist charakteristisch für die zweidimensionalen Übergangsmetall-Carbo-Chalkogenide (TMCCs). Die Partikel weisen deutliche, voneinander abgegrenzte Schichtstrukturen auf, welche in den Aufnahmen als feine Lamellen sichtbar sind. Die Partikelgrößenanalyse mittels SEM ergab für Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C eine durchschnittliche Partikelgröße von  $16,7 \pm 3,06 \mu\text{m}$ , während für Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C kleinere Partikel mit einer durchschnittlichen Größe von  $11,0 \pm 4,57 \mu\text{m}$  bestimmt wurden (Grützmaier et al., 2024, S. 3).

Zusätzlich wurde mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS) die chemische Zusammensetzung und Elementverteilung innerhalb der Partikel analysiert.

Die EDS-Elementverteilungsbilder (Elemental Mapping) bestätigen eine gleichmäßige Verteilung der Hauptbestandteile Nb beziehungsweise Ta, Schwefel (S) und Kohlenstoff (C) in den TMCC-Partikeln. Diese homogene Elementverteilung deutet auf eine hohe strukturelle Integrität und Reinheit der synthetisierten Multilayer-Materialien hin (Grützmaker et al., 2024, S. 3).

Jedoch zeigten die EDS-Analysen ebenfalls ein signifikantes Vorhandensein von Eisen (Fe), welches als unerwünschte Verunreinigung aus dem Syntheseprozess verbleibt. Trotz verschiedener Ätzverfahren zur Reduzierung des Eisengehalts, insbesondere durch den Einsatz von Salzsäure (HCl), konnte das Eisen nicht vollständig entfernt werden. Quantitative EDS-Auswertungen ergaben ein Nb:Fe-Verhältnis von  $2,00:0,14 \pm 0,06$  und ein Ta:Fe-Verhältnis von  $2,00:0,31 \pm 0,01$ . Diese Ergebnisse bestätigen, dass eine vollständige Entfernung des Eisens aus TMCC-Materialien mittels HCl-Ätzung bislang noch nicht dokumentiert wurde (Grützmaker et al., 2024, S. 3).

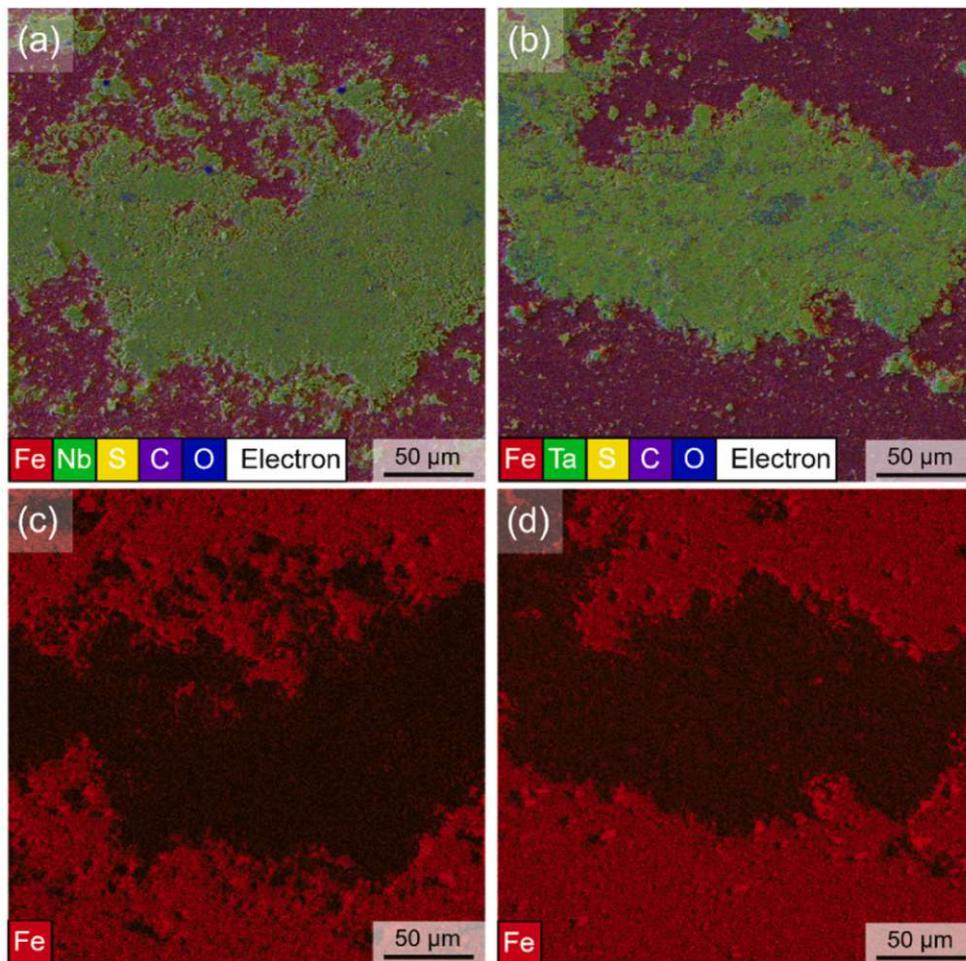


Abbildung 38: EDS/REM-Elementverteilungsbilder (Überlagerungen von Fe, Nb/Ta, S, O, C) der Tribofilme aus Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (a) und Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (b). Elementverteilungsbilder von Fe zur Darstellung der Bedeckung des Tribofilms auf Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (c) und Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (d). (Grützmaier et.al. 2024)

Die SEM/EDS-Analyse der Tribofilme, die nach den tribologischen Experimenten entstanden sind, zeigt deutlich eine inhomogene, sogenannte "patchy" Struktur. Diese Tribofilme bestehen hauptsächlich aus kompaktierten, flockenartigen TMCC-Partikeln, die in Form und Größe den ursprünglich verwendeten Pulvern ähnlich sind. Die Elementverteilungsbilder (EDS/SEM elemental map overlays) der Tribofilme aus Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C zeigen, dass die kompaktierten Schichten überwiegend aus Nb bzw. Ta sowie Schwefel (S) bestehen, während Kohlenstoff (C) und Sauerstoff (O) nur in geringeren Mengen vorkommen. Dies bestätigt, dass die ursprüngliche chemische

Zusammensetzung der Pulver in den Tribofilmen weitgehend erhalten bleibt (Grützmaier et al., 2024, S. 6).

Ein besonders relevanter Befund der EDS-Analyse betrifft das Element Eisen (Fe): Während in den ursprünglichen Pulvern noch ein deutlicher Eisengehalt nachweisbar war, wird Eisen in den Tribofilmen nicht mehr innerhalb der kompaktierten Bereiche detektiert, sondern ausschließlich außerhalb der Tribofilmflächen. Dies deutet darauf hin, dass die TMCC-Partikel während der Reibvorgänge effektiv eine schützende Schicht bilden, die das Substrat (Edelstahl) vor Verschleiß schützt und dabei das Eisen der darunterliegenden Schicht vollständig überdeckt (Grützmaier et al., 2024, S. 6).

Diese Beobachtung ist besonders aussagekräftig, da sie zeigt, dass trotz der Schwierigkeiten bei der vollständigen Entfernung des Eisens aus den TMCC-Partikeln, während des Reibprozesses dennoch eine effektive Trennung zwischen Substrat und Tribofilm erzielt werden kann. Die Bildung eines dichten und eisenfreien Tribofilms ist ein starker Indikator für die Stabilität und Schutzwirkung der TMCC-Materialien unter tribologischer Belastung (Grützmaier et al., 2024, S. 6).

## 4.5. Transmissionselektronenmikroskopie

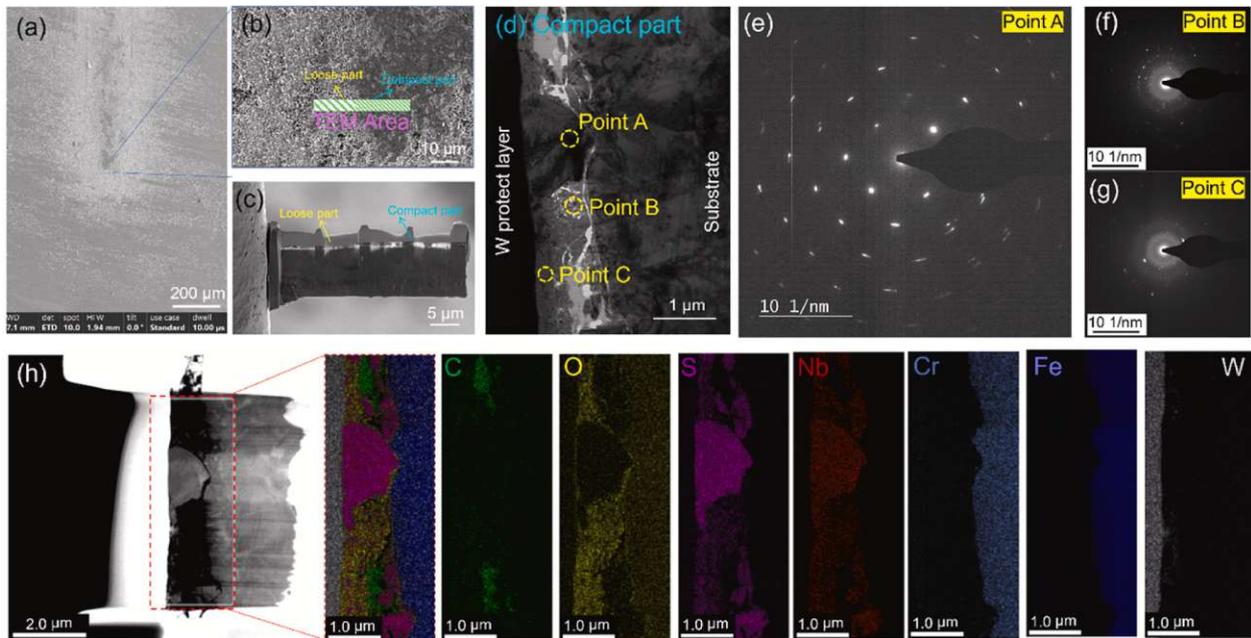


Abbildung 39: TEM-Ergebnisse für  $\text{Nb}_2\text{S}_2\text{C}$ -Pulver nach dem Reibtest: (a–c) Präparation der TEM-Lamelle mittels fokussiertem Ionenstrahl (FIB), (d) Querschnittsmorphologie des kompaktierten Bereichs des Tribofilms innerhalb der Verschleißspur, (e–g) zugehörige Elektronenbeugungsmuster (SAED) an verschiedenen Positionen und (h) Ergebnisse der EDS-Elementverteilungsanalyse. (Grützmaker et.al. 2024)

Zur tiefergehenden strukturellen Charakterisierung der entstandenen Tribofilme nach tribologischer Belastung wurden TEM-Untersuchungen durchgeführt. Dabei wurde speziell ein Querschnitt mittels fokussiertem Ionenstrahl (FIB) angefertigt, der sowohl kompakte als auch lose Bereiche des Tribofilms einschließt (Grützmaker et al., 2024, S. 7).

Die TEM-Aufnahmen des kompaktierten Tribofilm-Bereichs zeigen eine dichte und homogene Schicht mit einer mittleren Schichtdicke von etwa  $1\ \mu\text{m}$ . Diese kompakte Schicht besteht hauptsächlich aus TMCC-Partikeln unterschiedlicher Größen: größere Partikel im Mikrometerbereich sowie kleinere Partikel, die während des Reibprozesses

stark verkleinert wurden und teilweise nanoskalige Abmessungen aufweisen. Die in den TEM-Aufnahmen sichtbaren Hohlräume wurden vor allem durch die Präparation des TEM-Lamellenpräparats mittels FIB verursacht und repräsentieren nicht die ursprüngliche Dichte des Films (Grützmaker et al., 2024, S. 7).

Mittels Elektronenbeugung (Selected Area Electron Diffraction, SAED) wurden weitere wichtige Informationen zur Kristallstruktur der Partikel im Tribofilm gewonnen:

- Größere TMCC-Partikel zeigen deutliche kristalline Strukturen, was bestätigt, dass diese auch nach mechanischer Belastung weitgehend intakt bleiben.
- Kleinere Partikel hingegen weisen meist nanokristalline bis amorphe Strukturen auf, was auf die tribologisch induzierte starke mechanische Beanspruchung zurückzuführen ist (Grützmaker et al., 2024, S. 7).

Die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDS) im TEM-Modus belegt zusätzlich eindeutig die chemische Zusammensetzung der Partikel. Es wurden Nb, S und C detektiert, mit zusätzlichen geringen Mengen Sauerstoff (O). Die räumliche Verteilung zeigt, dass die größeren TMCC-Partikel weitgehend unverändert bleiben und kaum Sauerstoff enthalten, während insbesondere an den Oberflächen kleinerer Partikel eine verstärkte Sauerstoffanreicherung zu beobachten ist. Diese Oxidation wird als Folge tribochemischer Reaktionen interpretiert, die durch die Belastung während des tribologischen Tests verursacht wurden (Grützmaker et al., 2024, S. 7).

Hochauflösende TEM-Aufnahmen (HR-TEM) ermöglichen eine noch detailliertere Betrachtung der mikrostrukturellen Eigenschaften:

- Die TMCC-Partikel zeigen eindeutig die typische 2D-Schichtstruktur mit einer bevorzugten Orientierung parallel zur Oberfläche des Tribofilms. Dabei wurden charakteristische Ebenenabstände von etwa 0,88 nm gemessen, was exakt der interlamellaren Distanz (Ebene {001}) von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C entspricht. Diese parallel zur Oberfläche orientierten 2D-Schichten erklären die außergewöhnlich guten Gleiteigenschaften der TMCC-Partikel unter tribologischer Beanspruchung (Grützmaker et al., 2024, S. 8).

- Kleinere Partikel, eingebettet in eine amorphe oxidische Matrix, weisen ebenfalls kristalline Kernstrukturen auf. Hier konnten die Ebenen {001} und {012} von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C eindeutig identifiziert werden. Die gemessenen Interplanarabstände stimmen hervorragend mit den theoretischen, mittels Dichtefunktionaltheorie (DFT) simulierten Werten überein (Grützmacher et al., 2024, S. 8).

Zusammenfassend liefert die TEM-Analyse folgende entscheidende Erkenntnisse:

1. Der gebildete Tribofilm besteht aus einer Mischung größerer, kristalliner TMCC-Partikel und kleinerer, teilweise oxidierter nanokristalliner Partikel.
2. Die tribologisch aktive Gleitebene ist eindeutig die {001}-Ebene mit schwachen interlamellaren Bindungen, welche die hervorragenden Schmiereigenschaften ermöglicht.
3. Tribochemische Reaktionen führen zu einer oberflächlichen Oxidbildung auf kleineren Partikeln, wobei die Oxidation jedoch auf oberflächennahe Schichten begrenzt bleibt und größere Partikel weitgehend unoxidiert bleiben (Grützmacher et al., 2024, S. 8).

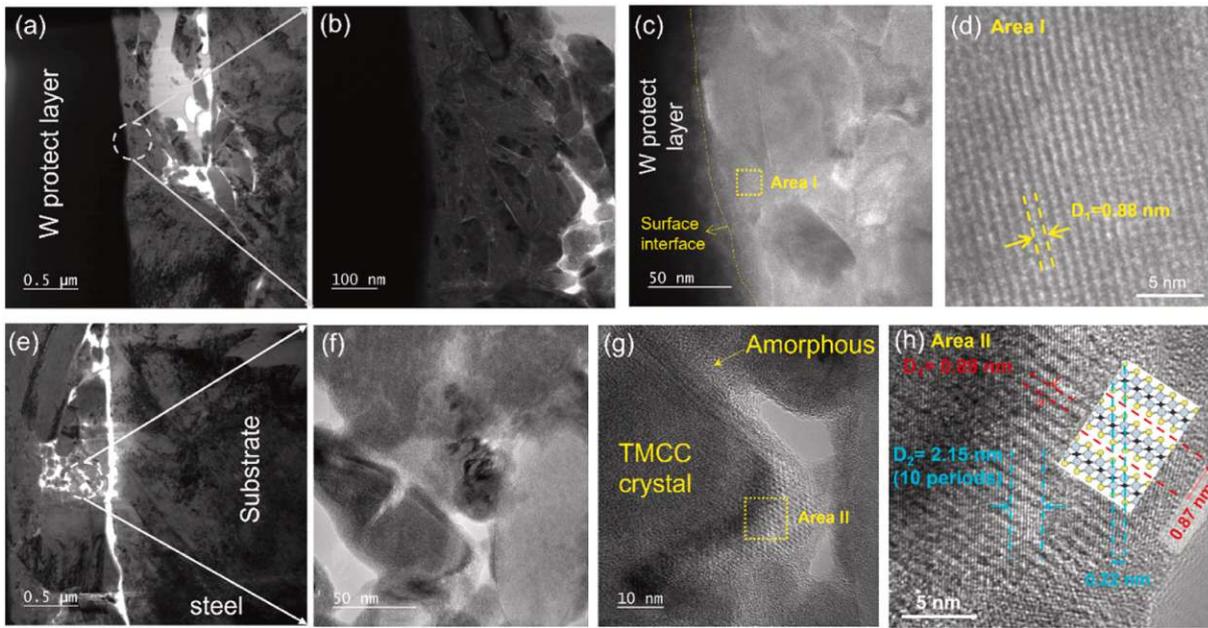


Abbildung 40: TEM-Ergebnisse für Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Pulver nach dem Reibtest:  
 (a–b) TEM-Aufnahmen der oberflächennahen Region der Verschleißspur sowie (c–d) zugehörige hochauflösende TEM-Aufnahmen (HR-TEM) eines TMCC-Partikels nahe der Oberfläche. (e–f) TEM-Aufnahmen der substratnahen Region und (g–h) zugehörige hochauflösende TEM-Aufnahmen kleiner TMCC-Partikel. Der Einschub in Bild (h) zeigt die in dieser Arbeit simulierte Kristallstruktur von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C sowie die gemessenen interplanaren Abstände. (Grützmaier et.al. 2024)

Diese TEM-Ergebnisse unterstützen die These, dass die außergewöhnlich guten tribologischen Eigenschaften von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C-Tribofilmen direkt auf ihre stabile, gut ausgerichtete 2D-Struktur und die mechanische Robustheit zurückzuführen sind.

# Schlussfolgerung

Die vorliegende Arbeit liefert eine umfassende Untersuchung der tribologischen Eigenschaften von Transition Metal Carbo-Chalcogenides (TMCCs) und deren Verhalten unter mechanischer Belastung. Durch eine Kombination aus tribometrischen Tests, Laserkonfokalmikroskopie, Raman-Spektroskopie, Auger-Meitner-Elektronenspektroskopie (AMES) sowie Rasterelektronenmikroskopie mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (REM/EDS) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) konnten detaillierte Erkenntnisse über die Verschleißmechanismen, die Schmierwirkung sowie die chemische und strukturelle Stabilität der untersuchten TMCCs gewonnen werden.

Die tribometrischen Untersuchungen zeigten, dass die untersuchten TMCCs das Potenzial besitzen, den Reibungskoeffizienten signifikant zu reduzieren. Besonders hervorzuheben ist die hohe Schmierwirkung von Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C und Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (Beschichtungen mit TMCCs), während TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C (Beschichtungen mit TMCC) im Vergleich zu den anderen getesteten Materialien eine erhöhte Reibung aufwies. Zudem konnte festgestellt werden, dass die Wahl des Gegenkörpers einen erheblichen Einfluss auf das Verschleißverhalten hat.

Die Laserkonfokalmikroskopie ermöglichte eine präzise Untersuchung der Topographie der Gleitspuren und bestätigte die Bildung einer tribochemischen Schutzschicht, die eine effektive Schmierung gewährleistet. Die Höhenprofilanalyse zeigte, dass sich an den Spurgrenzen Partikelakkumulationen bildeten, die nicht als direkter Materialverlust interpretiert werden können, sondern vielmehr als selbstorganisierte Reibstoffverteilung. Diese Ergebnisse belegen, dass TMCCs nicht nur reibungsmindernde Eigenschaften besitzen, sondern auch Mechanismen zur Selbstheilung der Schmierstoffschicht aufweisen.

Die Raman-Spektroskopie bestätigte die strukturelle Integrität der TMCCs innerhalb der Gleitspur und lieferte Hinweise auf tribochemische Reaktionen, insbesondere die Bildung kohlenstoffreicher Schutzschichten, die zur Reibungsminderung beitragen. Ergänzend zeigte die AMES-Analyse, dass sich die chemische Zusammensetzung

innerhalb der Verschleißspuren weitgehend stabil verhält. Besonders relevant ist die geringe Sauerstoffanreicherung, was darauf hindeutet, dass die getesteten Materialien unter tribologischer Belastung eine geringe Neigung zur Oxidation aufweisen (Beschichtungen mit TMCC).

Die durchgeführten REM/EDS-Untersuchungen ergaben, dass die gebildeten Tribofilme hauptsächlich aus kompaktierten, flockenartigen TMCC-Partikeln bestehen. Dabei wurde festgestellt, dass innerhalb der Tribofilme nahezu kein Eisen nachweisbar war, obwohl im Ausgangsmaterial deutliche Mengen vorhanden waren. Dies belegt, dass die TMCC-Partikel während der mechanischen Belastung eine effektive Schutzschicht bilden, die das darunterliegende Substrat vor Abrieb schützt. Zusätzlich zeigte sich eine homogene Verteilung der charakteristischen Elemente (Nb, Ta, S und C), was auf eine gute strukturelle Integrität und Stabilität der Tribofilme hinweist.

Die ergänzenden TEM-Analysen bestätigten, dass die TMCC-Partikel ihre charakteristische geschichtete 2D-Struktur beibehalten und parallel zur Gleitoberfläche ausgerichtet sind. Hochauflösende TEM-Aufnahmen identifizierten klar definierte kristalline Strukturen, insbesondere entlang der {001}-Kristallebene, was deren hervorragende Gleiteigenschaften und damit ihre außergewöhnlichen tribologischen Eigenschaften erklärt. Darüber hinaus konnten oberflächliche Oxidationen auf kleineren Partikeln nachgewiesen werden, während größere Partikel kristallin und nahezu oxidfrei blieben, was auf eine insgesamt hohe chemische Stabilität der TMCC-Partikel unter tribologischer Belastung hindeutet.

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen somit, dass TMCCs eine vielversprechende Alternative zu konventionellen Festschmierstoffen darstellen, insbesondere für mechanisch stark belastete Systeme. Ihre hohe thermische Stabilität, chemische Beständigkeit sowie strukturelle Integrität ermöglichen potenzielle Anwendungen in anspruchsvollen tribologischen Umgebungen. Dennoch wurden Unterschiede zwischen den einzelnen TMCCs festgestellt, die weiter untersucht werden sollten, um gezielte Materialanpassungen für spezifische Anwendungsbereiche vorzunehmen.

Insgesamt konnte gezeigt werden, dass TMCCs durch die Kombination aus selbstorganisierender Triboschichtbildung, chemischer und struktureller Stabilität sowie reibungsmindernder Wirkung ein hohes Potenzial für den Einsatz in tribologischen Systemen besitzen. Zukünftige Forschungsarbeiten sollten sich darauf konzentrieren, die Langzeitstabilität der Beschichtungen unter realen Einsatzbedingungen zu analysieren und gezielt Materialmodifikationen vorzunehmen, um die tribologischen Eigenschaften weiter zu optimieren.

# Quellen

1. Bhushan, B. (2013). *Introduction to Tribology* (2nd ed.). John Wiley & Sons.
2. Bowden, F. P., & Tabor, D. (2001). *The Friction and Lubrication of Solids*. Oxford University Press.
3. Gogotsi, Y., & Halim, J. (2019). Transition Metal Carbides and Nitrides as Emerging Solid Lubricants. *ACS Nano*, 13(6), 5809–5813.
4. Holmberg, K., & Matthews, A. (2009). *Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering* (2nd ed.). Elsevier.
5. Kimura, T., & Sasaki, S. (2005). Wear Behavior of Polymer-Based Solid Lubricants. *Tribology International*, 38(2), 161–167.
6. Kurtz, S. M., & Devine, J. N. (2007). PEEK Biomaterials in Tribology and Biomedical Applications. *Biomaterials*, 28(3), 484–489.
7. Lancaster, J. K. (1990). A Review of the Influence of Environmental Humidity and Water on Friction, Lubrication and Wear. *Tribology International*, 23(6), 371–389.
8. Miyoshi, K. (2007). Solid Lubricants and Coatings for Extreme Environments. *Tribology International*, 40(2), 167–178.
9. Stachowiak, G. W., & Batchelor, A. W. (2013). *Engineering Tribology* (4th ed.). Butterworth-Heinemann.
10. Furlan, K. P., & Souza, R. M. (2011). Tribological Behavior of Self-Lubricating Composites: A Review. *Tribology International*, 44(3), 1–13.
11. Ginzburg, V. B., & Gutman, A. S. (1995). The Lubricating Properties of Solid Lubricants. *Journal of Tribology*, 117(2), 356–362.
12. Godet, M. (1984). The Third-Body Approach: A Mechanical View of Wear. *Wear*, 100(1–3), 437–452.
13. Hirayama, T., & Yasuda, Y. (2000). Mechanisms of Wear Reduction in Metal-Oxide-Based Solid Lubricants. *Wear*, 243(1–2), 60–68.
14. Hsu, S. M., & Shen, M. C. (2005). Ceramic Tribology: A Review. *Tribology International*, 35(2), 81–89.
15. Rapoport, L., & Tenne, R. (2002). Fullerene-Like Nanoparticles of WS<sub>2</sub> and MoS<sub>2</sub> as Solid Lubricants. *Nature Materials*, 1(4), 247–252.
16. Rowe, W. (2012). *Principles of Modern Grinding Technology*. William Andrew.
17. Shinoda, T., & Okamoto, H. (2014). Multi-Layer Graphene as a Lubricant. *Carbon*, 68, 737–745.
18. Voevodin, A. A., & Zabinski, J. S. (2005). Nanocomposite and Adaptive Solid Lubricants. *Journal of Materials Science*, 40(21), 5951–5957.
19. Donnet, C., & Erdemir, A. (Eds.). (2007). *Tribology of Diamond-Like Carbon Films: Fundamentals and Applications*. Springer.
20. Erdemir, A., & Donnet, C. (2006). Tribology of Diamond-Like Carbon Films: Recent Progress and Future Prospects. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 39(18), R311.
21. Nikolai, S., & Antonov, A. (2018). Advances in Ceramic-Based Solid Lubricants. *Wear*, 406–407, 129–137.
22. Szcześniak, Z., & Witek, A. (2013). Ceramic Solid Lubricants for Aerospace Applications. *Journal of Tribology*, 135(4), 041601.

23. Zhou, Y., & Wang, M. (2015). Friction and Wear Behavior of Transition Metal Carbides. *Tribology International*, 82, 233–244.
24. Rabinowicz, E. (1995). *Friction and Wear of Materials* (2nd ed.). John Wiley & Sons.
25. Nosonovsky, M., & Bhushan, B. (2007). Green Tribology: Principles and Applications. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 365(1861), 2081–2096.
26. Kato, K. (2002). Classification of Wear Mechanisms/Models. *Journal of Engineering Tribology*, 216(6), 349–355.
27. Wang, Y., Li, L., Zhao, Y., & Huang, Y. (2019). Advances in Self-Healing Composite Materials. *Progress in Materials Science*, 103, 596–626.
28. White, S. R., Sottos, N. R., Geubelle, P. H., Moore, J. S., Kessler, M. R., & Brown, E. N. (2001). Autonomic Healing of Polymer Composites. *Nature*, 409(6822), 794–797.
29. Wang, X., Liu, Y., & Zhao, J. (2021). High-Temperature Coatings for Aerospace Applications: Recent Advances and Future Prospects. *Surface and Coatings Technology*, 412, 127019.
30. Zhang, Y., Liu, H., & Sun, X. (2022). Adaptive Coating Systems for Variable Operating Conditions. *Advanced Materials Interfaces*, 9(6), 2101634.
31. Kumar, A., Sharma, R., & Verma, P. (2021). Advances in Nanostructured Coatings for High-Performance Applications. *Materials Today*, 45(3), 1123–1135.
32. Ibrahim, K. B., Shifa, T. A., Zorzi, S., Sendeku, M. G., Moretti, E., & Vomiero, A. (2024). Emerging 2D Materials Beyond MXenes and TMDs: Transition Metal Carbo-Chalcogenides. *Progress in Materials Science*, 144, 101287. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2024.101287>
33. Majed, A., Kothakonda, M., Wang, F., Tseng, E. N., Prenger, K., Zhang, X., Persson, P. O. Å., Wei, J., Sun, J., & Naguib, M. (2022). Transition Metal Carbo-Chalcogenide “TMCC”: A New Family of 2D Materials. *Advanced Materials*, 34(2200574). <https://doi.org/10.1002/adma.202200574>
34. Persson, P. O. Å., Tao, Q., & Dahlqvist, M. (2024). Transition Metal Carbo-Chalcogenides: Emerging 2D Materials with Unique Properties. *Carbon*, 182, 104–116. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2024.04.007>
35. Grützmacher, P. G., Majed, A., Marquis, E., Sui, X., Righi, M. C., Sauer, M., Foelske, A., Naguib, M., & Gachot, C. (2024). Transition Metal Carbo-Chalcogenides: A Novel Family of 2D Solid Lubricants. *Carbon*, 231, 119695.
36. Gachot, C., & Grützmacher, P. (2023). *Festschmierstoffe: LVA 307.515 – Einführung Kapitel 1* [Vorlesungsfolien]. Tribology Research Unit E307-05, Technische Universität Wien.
37. Giannazzo, F., Sonde, S., & Raineri, V. (2011). Electronic Properties of Graphene Probed at the Nanoscale. In *Graphene Nanoelectronics* (pp. 1–28).
38. Moser, B., Mayrhofer, P. H., Székely, L., Sáfrán, G., & Barna, P. B. (2008). High Power Impulse Magnetron Sputtering and its Effect on Thin Film Growth. *Surface & Coatings Technology*, 202(12), 290–298.

# Anhang

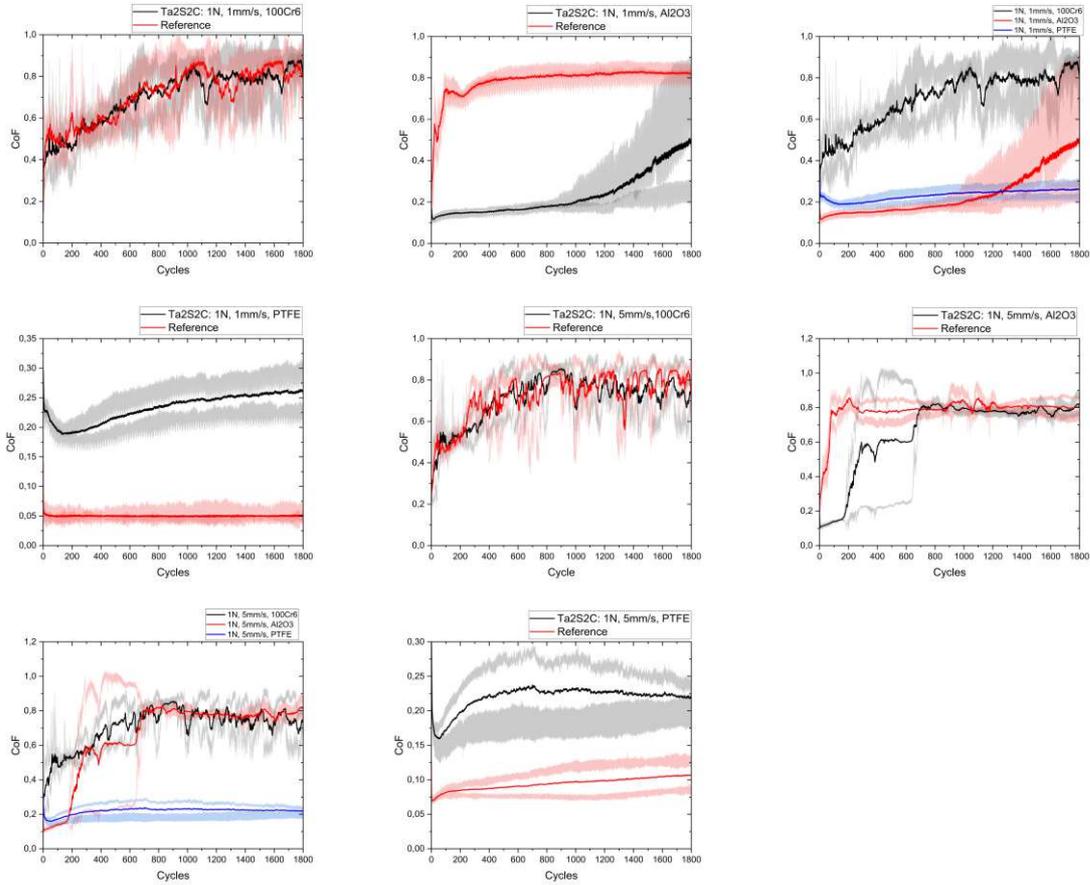


Abbildung 41: CoF-Ergebnisse von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit 1 N Normalkraft und jeweils 1 mm/s und 5 mm/s Relativgeschwindigkeit, sowie mit verschiedenen Gegenkörpern wie Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, PTFE, 100Cr<sub>6</sub> sowie Referenzmessungen ohne TMCC-Pulver auf dem Substrat

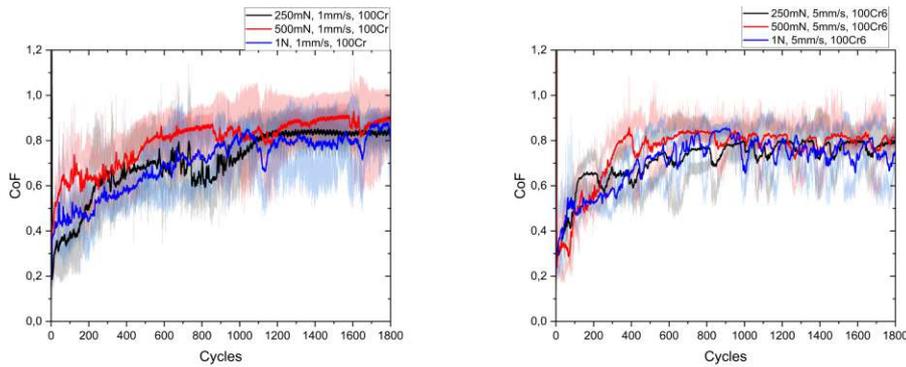


Abbildung 42: CoF-Ergebnisse von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit unterschiedlicher Normalkraft (250mN, 500mN, 1 N) und jeweils 1 mm/s und 5 mm/s Relativgeschwindigkeit, sowie mit dem Gegenkörpern 100Cr6.

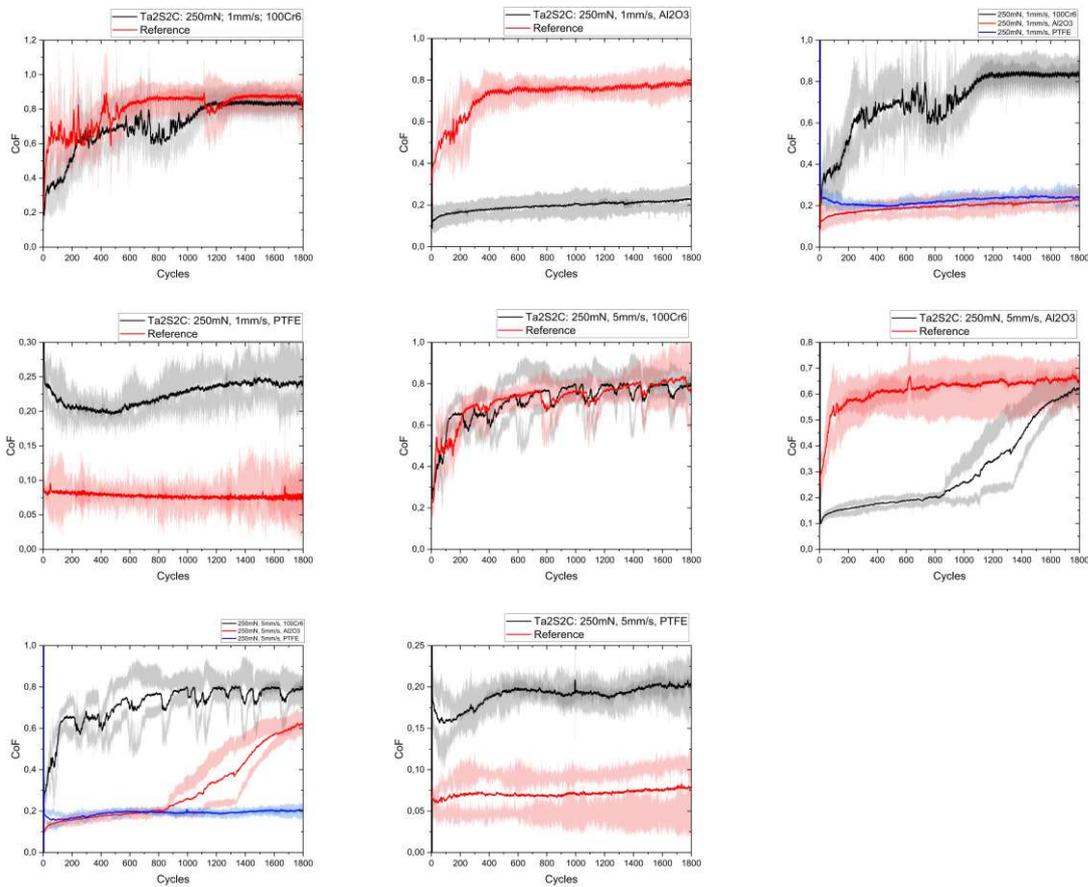
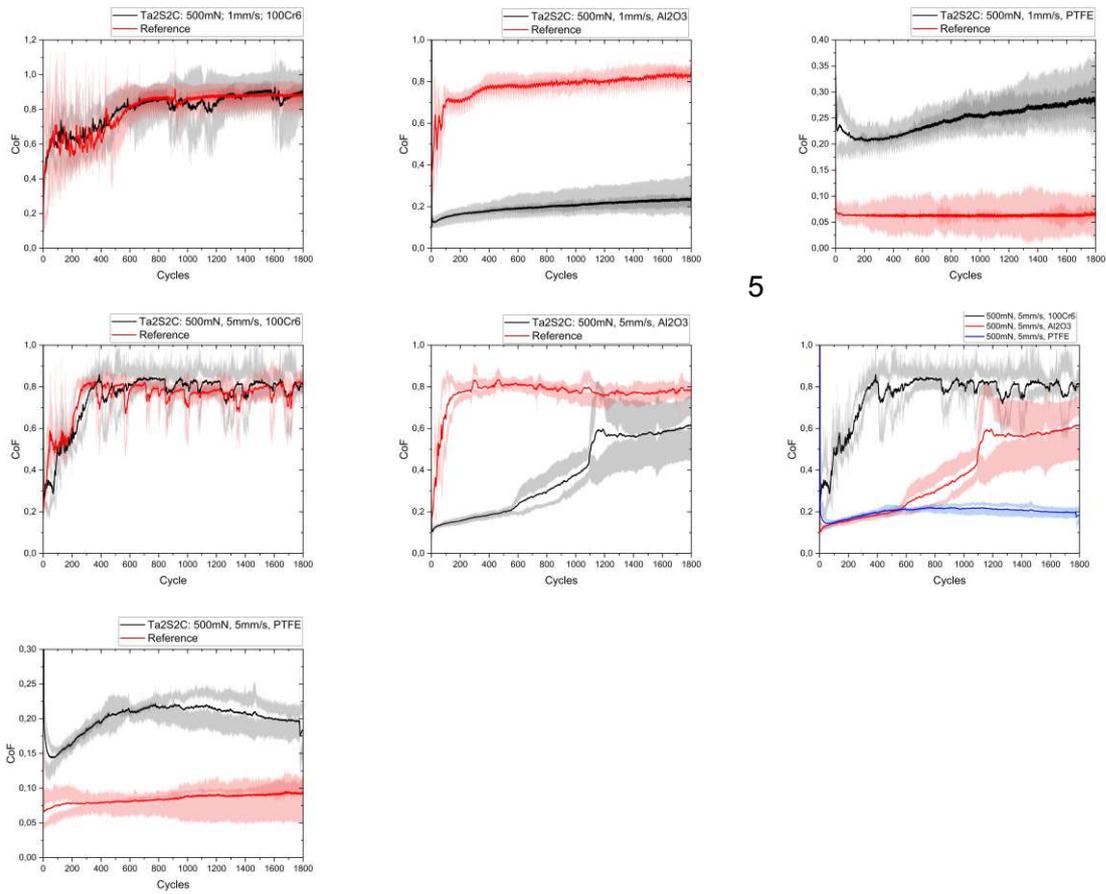


Abbildung 43: CoF-Ergebnisse von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit einer Normalkraft von 250mN und jeweils 1 mm/s und 5 mm/s Relativgeschwindigkeit, sowie mit unterschiedlichen Gegenkörpern Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, PTFE und 100Cr6.



5

Abbildung 44: CoF-Ergebnisse von  $Ta_2S_2C$  mit einer Normalkraft von 500mN und jeweils 1 mm/s und 5 mm/s Relativgeschwindigkeit, sowie mit unterschiedlichen Gegenkörpern  $Al_2O_3$ , PTFE und 100Cr6.

### TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C Raman

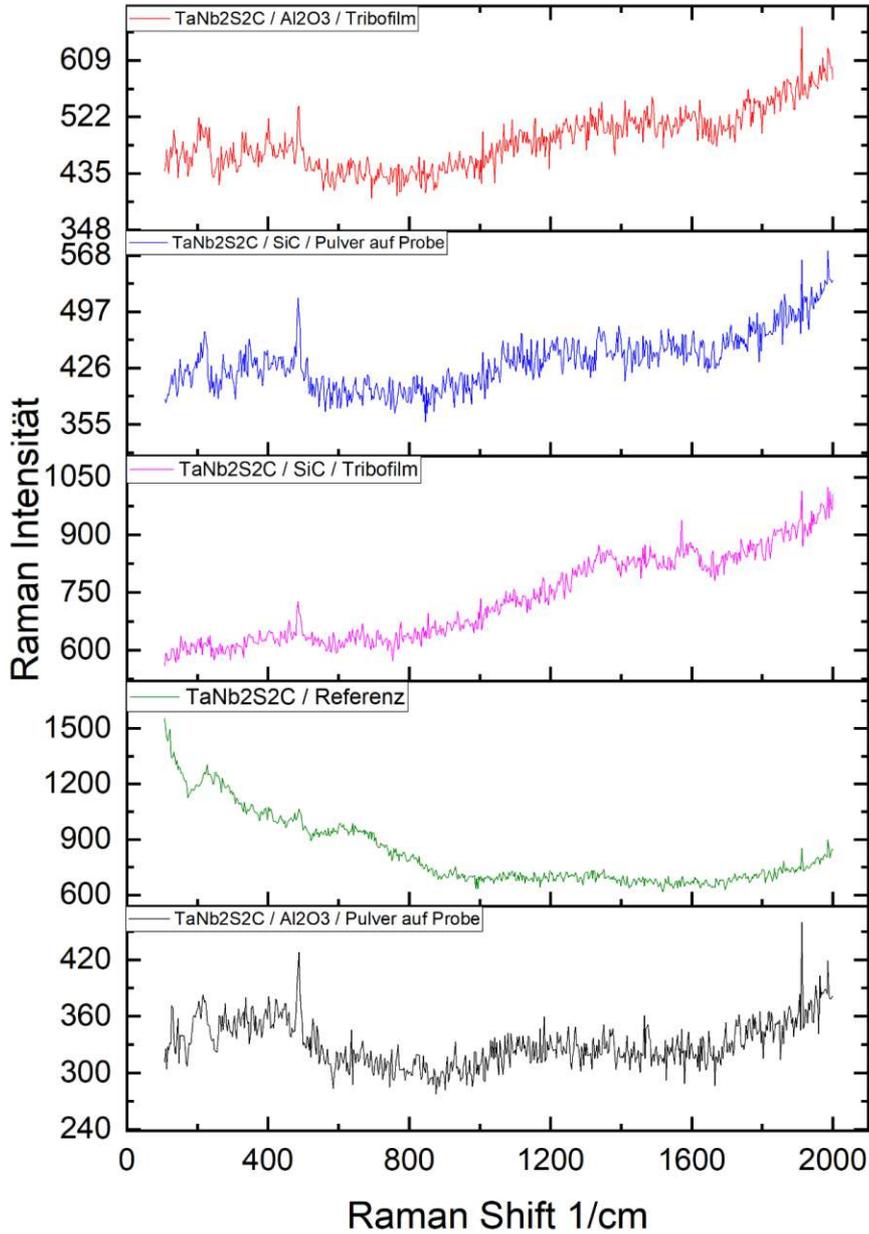


Abbildung 45: Raman-Spektrum von TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit verschiedenen Messpunkten (Pulver auf Substrat, keine Beschichtung)

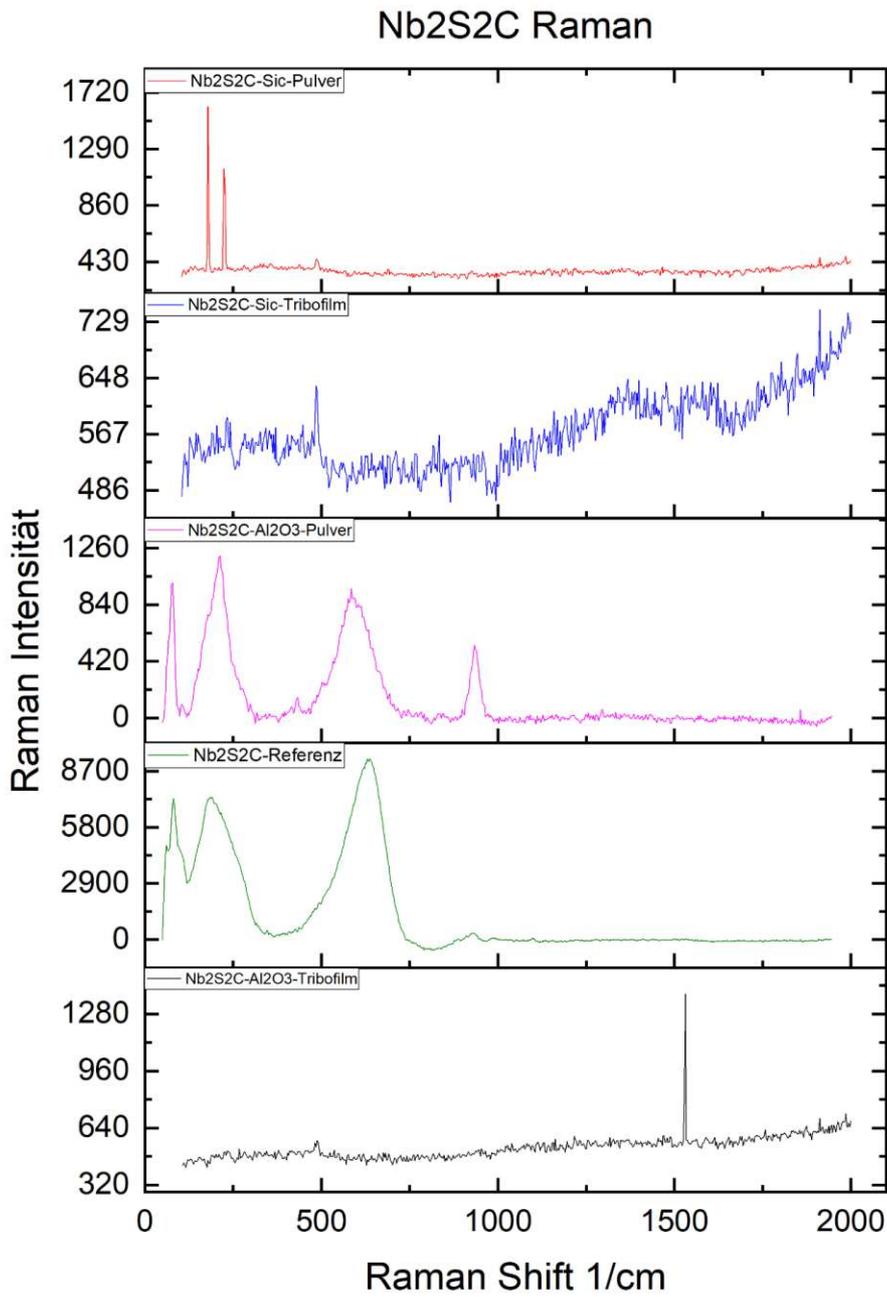


Abbildung 46: Raman-Spektrum von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit verschiedenen Messpunkten (Pulver auf Substrat, keine Beschichtung)

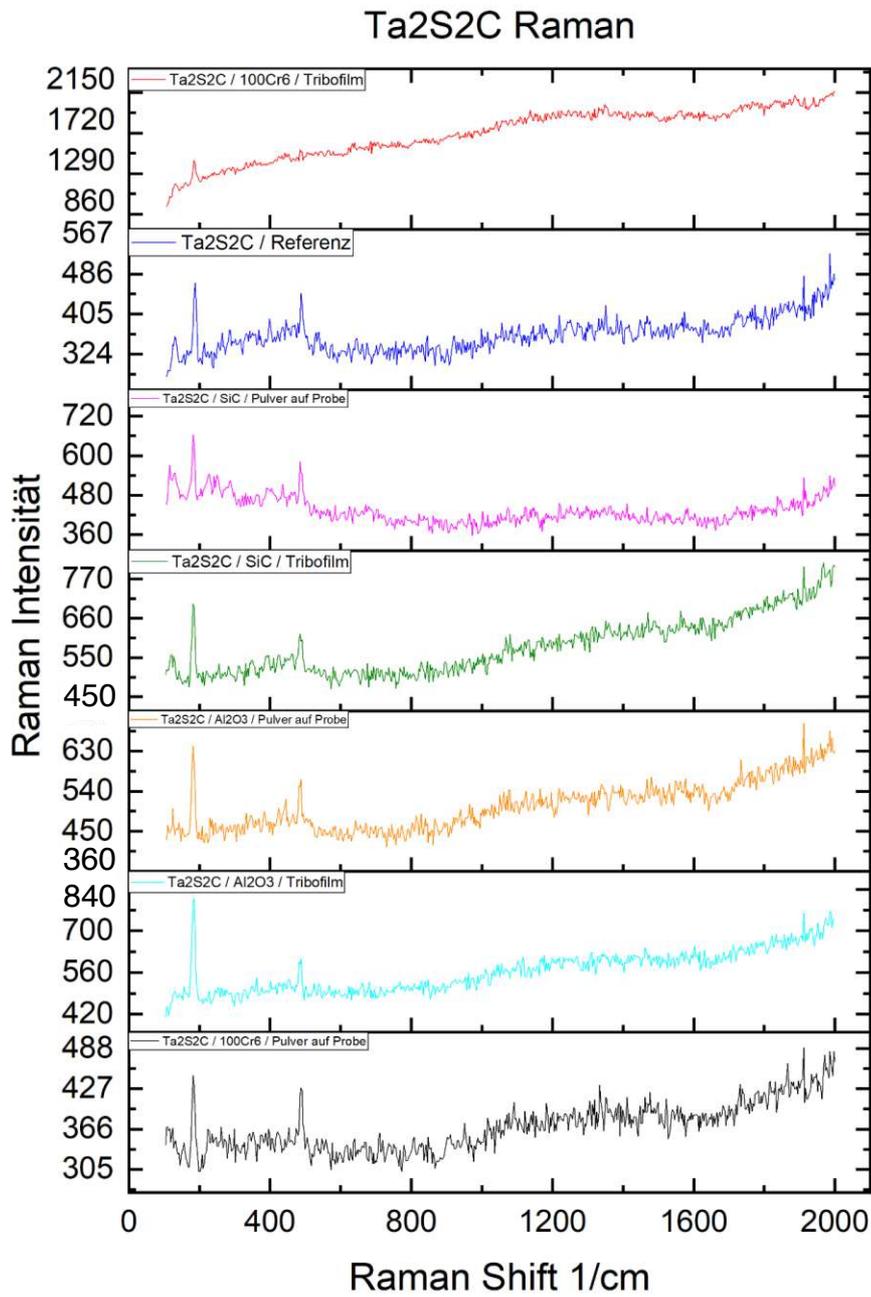


Abbildung 47: Raman-Spektrum von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit verschiedenen Messpunkten (Pulver auf Substrat, keine Beschichtung)

### Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C Raman

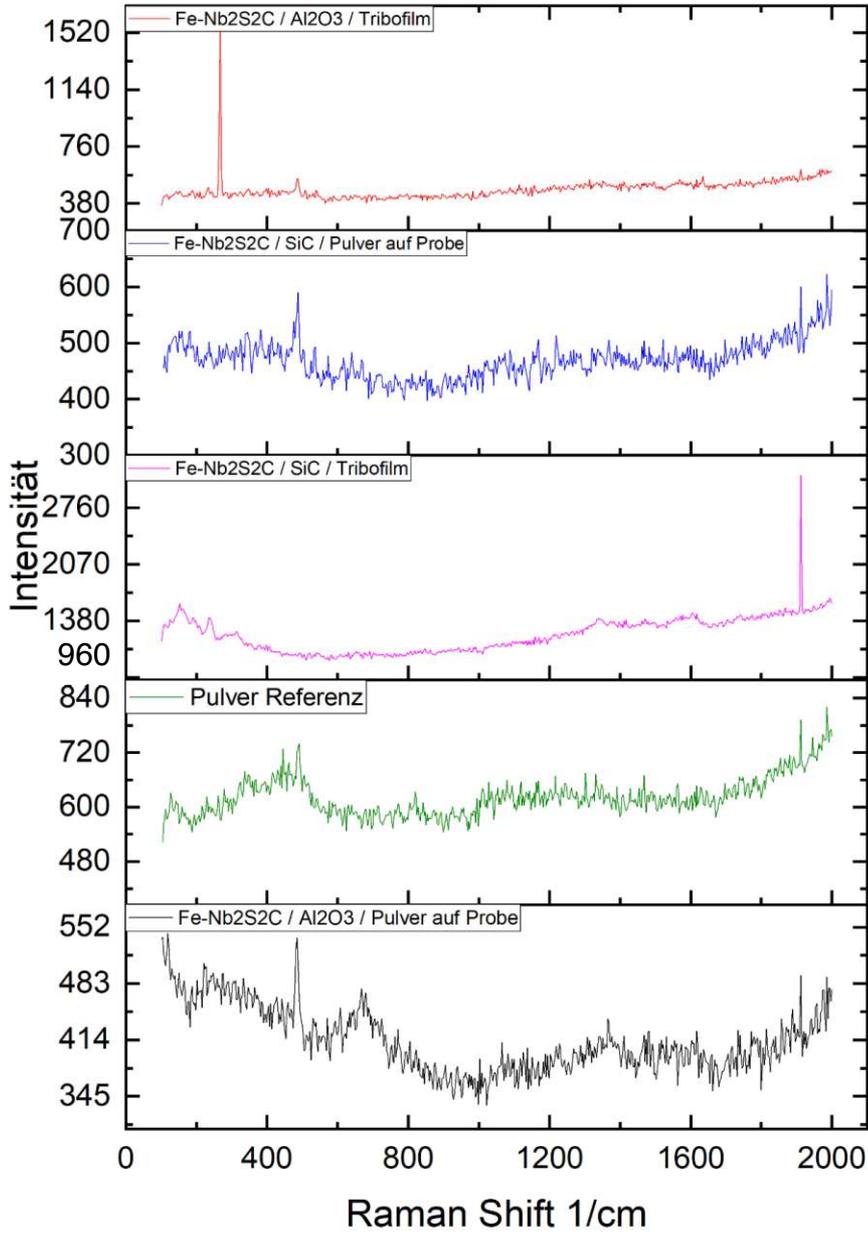


Abbildung 48: Raman-Spektrum von Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit verschiedenen Messpunkten (Pulver auf Substrat, keine Beschichtung)

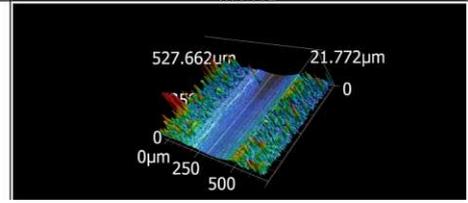
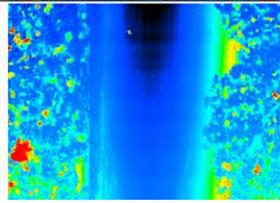
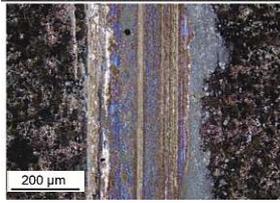


Abbildung 49: Laserkonfokalmikroskopie von Ta<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC Gegenkörper (TMCC Beschichtung) links: Laser-Optische Aufnahme; mitte: Höhenprofilanalyse; rechts: 3D-Oberflächenmodell

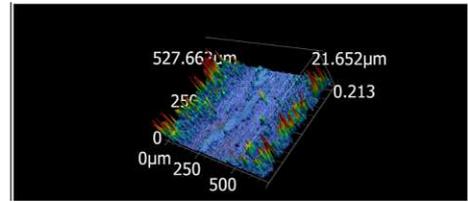
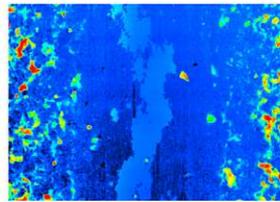
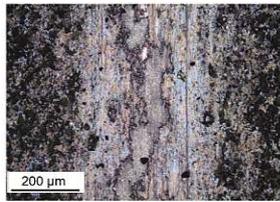


Abbildung 50: Laserkonfokalmikroskopie von Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC Gegenkörper (TMCC Beschichtung) links: Laser-Optische Aufnahme; mitte: Höhenprofilanalyse; rechts: 3D-Oberflächenmodell

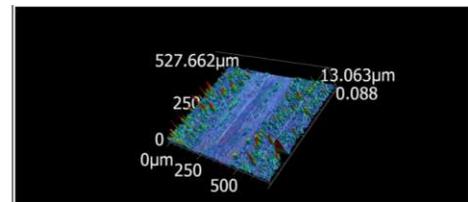
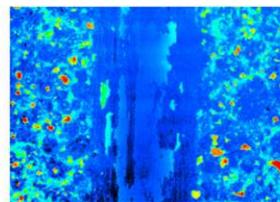
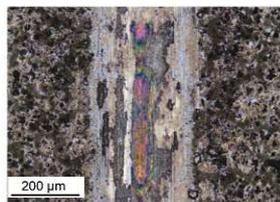


Abbildung 51: Laserkonfokalmikroskopie von TaNb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC Gegenkörper (TMCC Beschichtung) links: Laser-Optische Aufnahme; mitte: Höhenprofilanalyse; rechts: 3D-Oberflächenmodell

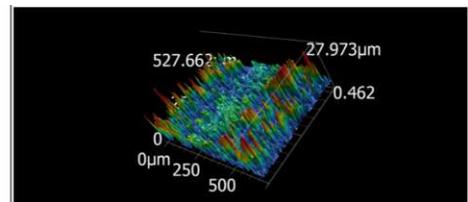
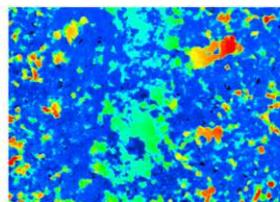
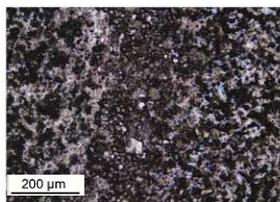


Abbildung 52: Laserkonfokalmikroskopie von Fe-Nb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>C mit SiC Gegenkörper (TMCC Beschichtung) links: Laser-Optische Aufnahme; mitte: Höhenprofilanalyse; rechts: 3D-Oberflächenmodell